



中华人民共和国国家标准

GB/T 37665—2019

古陶瓷化学组成无损检测 PIXE 分析技术规范

Non-destructive testing for chemical compositions of ancient ceramics—
PIXE analysis technique standards

2019-06-04 发布

2019-06-04 实施

国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

订单号: 0125250303150574 防伪编号: 2025-0303-1115-5636-1021 购买单位: 中国文化遗产研究院

中国文化遗产研究院 专用

目 次

前言 III

1 范围 1

2 原理 1

3 设备 1

4 样品处理 1

5 测量及分析 2

6 测试报告 3

附录 A（资料性附录） 古陶瓷化学组成无损检测 PIXE 分析测试报告 4

中国文化遗产研究院 专用

订单号：0125250303150574 防伪编号：2025-0303-1115-5636-1021 购买单位：中国文化遗产研究院

订单号: 0125250303150574 防伪编号: 2025-0303-1115-5636-1021 购买单位: 中国文化遗产研究院

中国文化遗产研究院 专用

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家文物局提出。

本标准由全国文物保护标准化技术委员会(SAC/TC 289)归口。

本标准起草单位:复旦大学。

本标准主要起草人:承焕生、张斌。

中国文化遗产研究院 专用

订单号: 0125250303150574 防伪编号: 2025-0303-1115-5636-1021 购买单位: 中国文化遗产研究院

订单号: 0125250303150574 防伪编号: 2025-0303-1115-5636-1021 购买单位: 中国文化遗产研究院

中国文化遗产研究院 专用

古陶瓷化学组成无损检测 PIXE 分析技术规范

1 范围

本标准规定了古陶瓷化学元素组成无损检测实验过程中质子激发 X 射线荧光(PIXE)分析技术的要求。

本标准适用于古陶瓷化学元素组成的无损检测。

2 原理

用经加速器加速后的质子束轰击样品,使待测物质中原子受激、电离,当所形成的内壳层空穴为外层电子填充时,发射特征 X 射线,通过探测特征 X 射线的能量与强度,来确定样品中元素的种类和含量。

3 设备

3.1 加速器

能提供 1.5 MeV~4.0 MeV 准直质子束的加速器,例如:单级静电加速器或串列加速器。

3.2 样品台

应设置一个样品的“定位”装置——样品台。样品台可分为以下两种方式:

——封闭式:采用一定体积的真空靶室,待检测样品置于靶室内,样品大小受靶室几何尺寸限制;

——开放式:采用外束测试,待测样品置于质子束的引出端。例如:经加速器获得的准直质子束穿越 7.5 μm 的 Kapton 膜引入大气,继续穿越空气层而到达待测样品。该方式的优点是待测样品的几何尺寸可不受限制,更换样品比较方便。

3.3 X 射线测量系统

在 PIXE 测量系统中,探测器对 Mn 的 5.894 keV 的 $K\alpha$ 射线,能量分辨率应小于 150 eV,以保证探测精确度。探测器的铍窗厚度应选择 7.5 μm ~12 μm ,以保证探测器对 Na 的能量为 1.041 keV 的 $K\alpha$ 射线有足够的探测效率。

采用封闭式靶室时,应抽真空进行测试,真空度应在 10^{-4} Pa 以下。

采用外束 PIXE 方法时,应在样品靶点与探测器窗之间充以氦气,以减少空气对样品发射的低能 X 射线的吸收,否则测试系统对元素 Na 和 Mg 探测将不灵敏或测量误差过大。

4 样品处理

4.1 试剂与材料

4.1.1 无水乙醇:用于样品表面清洁。

4.1.2 脱脂棉:配合无水乙醇使用。

4.1.3 砂纸:打磨古陶瓷露胎部位,可选择不同颗粒度的砂纸。

4.2 处理方法

PIXE 无损检测时,应尽量保持样品原状。应选择样品表面干净和平坦的部位进行检测,以避免样品表面污染和弯曲度带来的测量误差。在情况允许下,用无水乙醇润湿过的脱脂棉将测试部位擦拭去污。对于露胎部位的检测,在情况允许下,用砂纸轻擦、无水乙醇冲洗,再用无水乙醇润湿过的脱脂棉擦拭干净,以去除污染物或胎面覆盖物,注意不能对样品整体外观造成明显的影响。对于小于质子束斑的露胎部位的检测,应用有机膜作为掩膜,以克服胎质以外部位对测量结果的影响。

5 测量及分析

5.1 测定范围

可以测量元素周期表上原子序数 $Z \geq 11$ 的所有元素。在加 He 气流的条件下,可以提高探测 Na 和 Mg 的灵敏度。

5.2 条件选择

5.2.1 应根据实际需求采用毫米束或微米束。

5.2.2 应合理选择束流大小,使测量系统的死时间小于 10%,以避免脉冲堆积效应过于严重,甚至恶化测量系统的能量分辨率。

5.2.3 应确保元素含量测量的准确性,测量时间应在 5 min~10 min,使能谱上相应元素的计数面积(或峰值面积)不小于 $3\sqrt{N_b}$ (N_b 为本底计数),以满足统计误差小于 3%。

5.3 测量条件的检验

对古陶瓷无损检测前,需测量标准样品,确保实验的重复性与再现性,确定对 Mn 的 5.894 keV 的 $K\alpha$ 射线,能量分辨率小于 150 eV,以及各种元素特征 X 射线峰位置。应保证所测样品平面法线与入射质子束夹角、样品与探测器之间距离及夹角等参数在每次检测时都能保持稳定。

5.4 PIXE 能谱处理及标准样品

PIXE 测量得到的 X 射线能谱,用谱线峰值的能量确定元素的种类,用元素的特征峰面积,计算元素的含量,可采用 GUPIX 程序来解谱。GUPIX 程序中有关的输入参数,如质子能量、靶点与探测器的距离、质子束与样品法向夹角、探测器中心线与样品法向夹角、探测器的仪器参数(Be 窗、金层以及硅死层厚度、探测器效率等)等都为固定值。

应保证无损检测时的测量精度,需用化学元素组分已知的标准样品来检验测量系统的准确性。应使用有证标准物质作为标准样品。

5.5 探测灵敏度

测量的某一特征峰计数的最小值应满足: $N_{j,\min} \geq 3\sqrt{N_b}$, 其中 N_b 是特征峰下的本底计数。应用半高宽(FWHM:峰值位置计数一半处的能量全宽度)法来确定 N_b , 与 $3\sqrt{N_b}$ 相应的待测元素含量即为探测灵敏度。

5.6 PIXE 方法测量陶瓷的探测深度

PIXE 方法的探测深度与激发源的能量正相关,可采用 1.5 MeV~4.0 MeV 的质子测试高温釉。

表 1 列出 PIXE 测量中常用的能量为 1.5 MeV~4.0 MeV 质子在瓷器白釉中的射程。该白釉的化学组成为 Si33%, Al8%, K4%, Ca5% 和 O50%。

表 1 不同能量的质子在白釉中的射程

质子能量/ MeV	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0
射程/ μm	35	76	106	150	201	256

表 2 给出不同能量质子入射下各种元素特征 X 射线 97% 产额的发生深度。

表 2 不同能量质子束入射条件下样品中不同元素 97% 产额的发生深度

能量/ MeV	发生深度/ μm						
	Al	Si	K	Ca	Mn	Fe	Zn
1.5	6.3	6.7	7.6	7.7	7.9	7.9	7.8
2.0	8.3	9.7	15.2	16.0	17.6	17.7	17.8
2.5	8.5	10.3	19.1	20.7	24.7	25.0	25.4
3.0	8.7	10.6	22.6	25.6	34.6	35.3	36.5
3.5	8.7	10.7	24.5	28.8	44.7	46.3	48.8
4.0	8.7	10.7	25.5	30.5	54.5	57.4	62.2

6 测试报告

6.1 样品档案信息的记录

测试报告应记录样品的各种档案信息,包括样品来源、送样单位(个人)、名称、时代、品种、数量、尺寸、形貌特征及外观照片等。

6.2 样品数据信息的表征

测试报告的数据表征应包括测试单位、测试时间、测试方法、仪器信息、测量条件及测试数据结果等。

6.3 相关部门及人员的签章

测试报告应有检测单位测试分析人员及其相关部门的签章。测试报告格式可参见附录 A。

订购号: 0125250303150574 防伪编号: 2025-0303-1115-5636-1021 购买单位: 中国文化遗产研究院

附录 A
(资料性附录)

古陶瓷化学组成无损检测 PIXE 分析测试报告

古陶瓷化学组成无损检测 PIXE 分析测试报告见图 A.1。

报告编号: _____

样品来源		样品名称	
送样单位		送检人	
样品时代		样品品种	
样品数量		样品尺寸	
测试单位		测试时间	
测试方法		测试仪器	
测量条件			
样品照片 注：应至少包括两个拍摄角度的照片，能够反映样品基本的外貌特征（如：器型、底足等），照片需较高清晰度，应保证分辨率在 300 DPI 以上。			
测试结果 测试人：(签字) 审核人：(签字) 测试部门专用章 ××××年×月×日			

图 A.1 古陶瓷化学组成无损检测 PIXE 分析测试报告

中国文化遗产研究院 专用

 版权声明

中国标准在线服务网(www.spc.org.cn)是中国标准出版社委托北京标科网络技术有限公司负责运营销售正版标准资源的网络服务平台,本网站所有标准资源均已获得国内外相关版权方的合法授权。未经授权,严禁任何单位、组织及个人对标准文本进行复制、发行、销售、传播和翻译出版等违法行为。版权所有,违者必究!



购买者: 中国文化遗产研究院
时 间: 2025-03-03
定 价: 29元



GB/T 37665-2019

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

古陶瓷化学组成无损检测

PIXE 分析技术规范

GB/T 37665—2019

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2019年6月第一版

*

书号: 155066 • 1-62841

版权专有 侵权必究