



昆明理工大学分析测试研究中心
Research Center for Analysis and Measurement
Kunming University of Science and Technology



云南省分析测试中心
Analytic & Testing Research Center of Yunnan

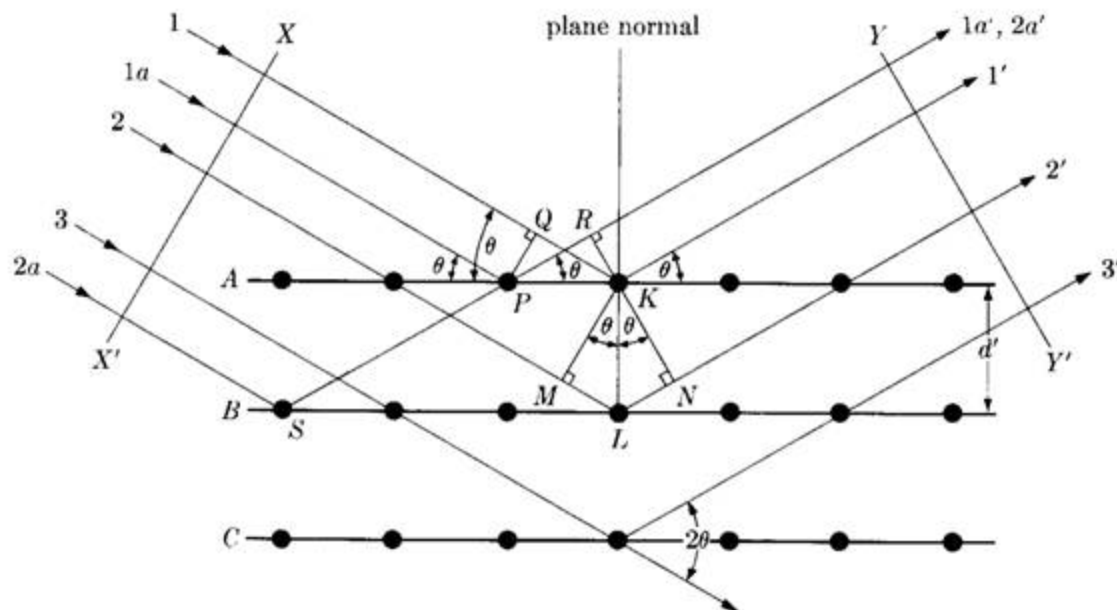
X射线粉末衍射技术 的测量（一）

昆明理工大学分析测试研究中心
云南省分析测试中心

王春建
2017年11月

科学 公正 准确 高效



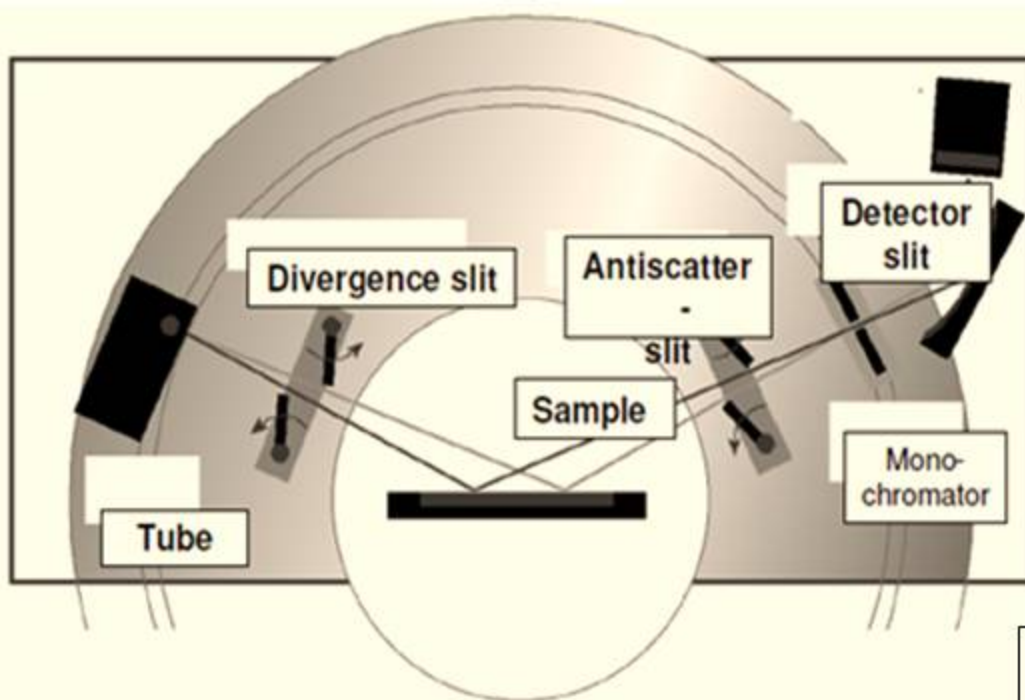


布拉格定律 (Bragg's Law) :

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

$n=1, 2, 3, \dots$ 称为衍射级数, θ 为衍射角

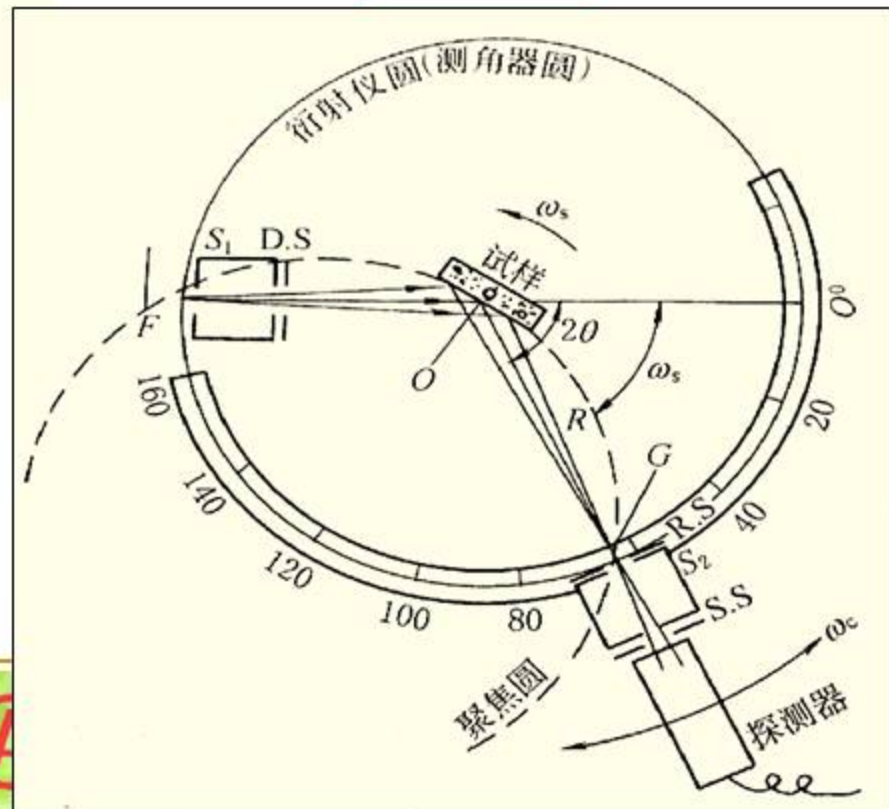




θ/θ 型

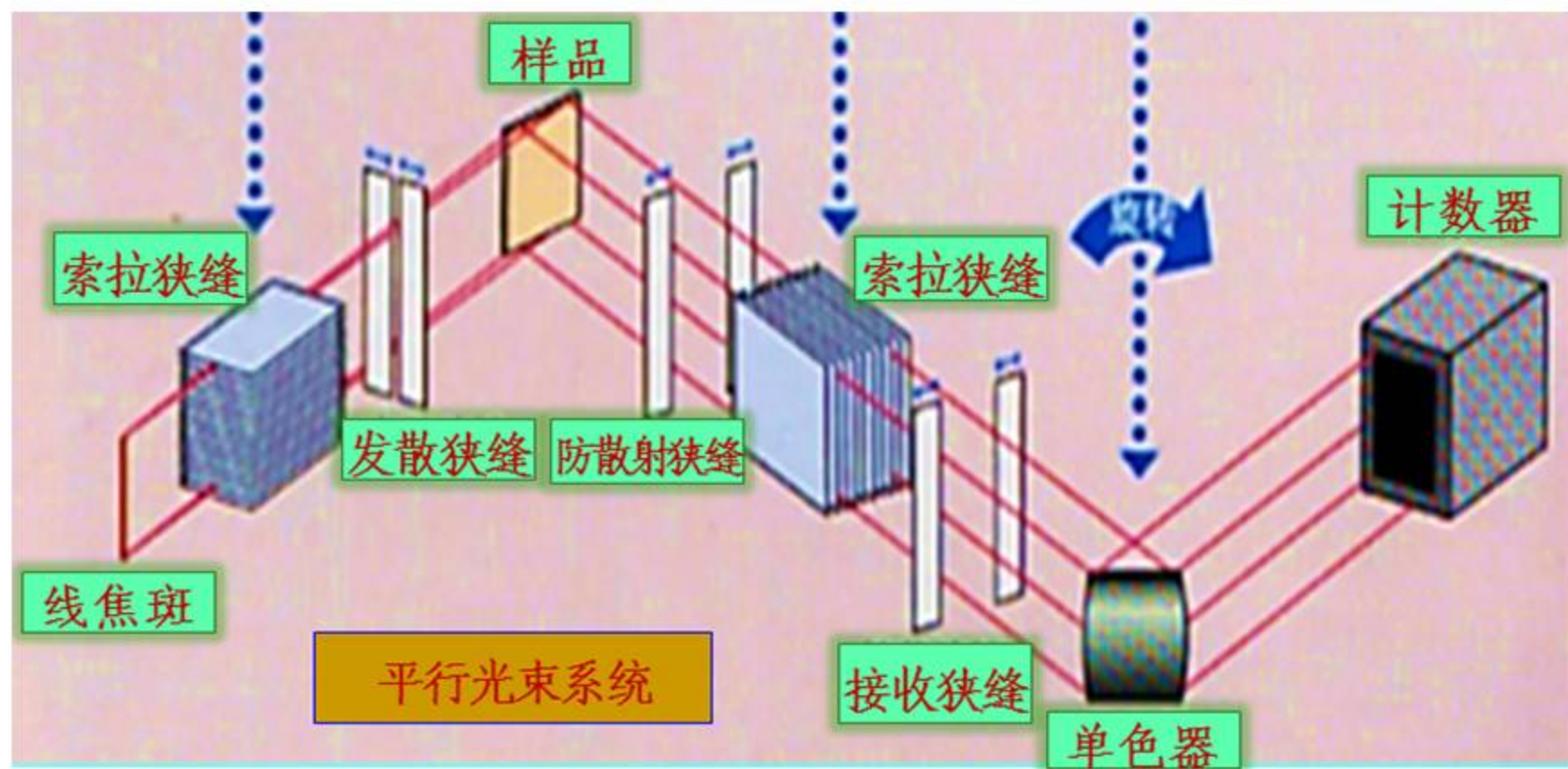
衍射仪
常用类型

$\theta/2\theta$ 型



科学 公正 准确 高效



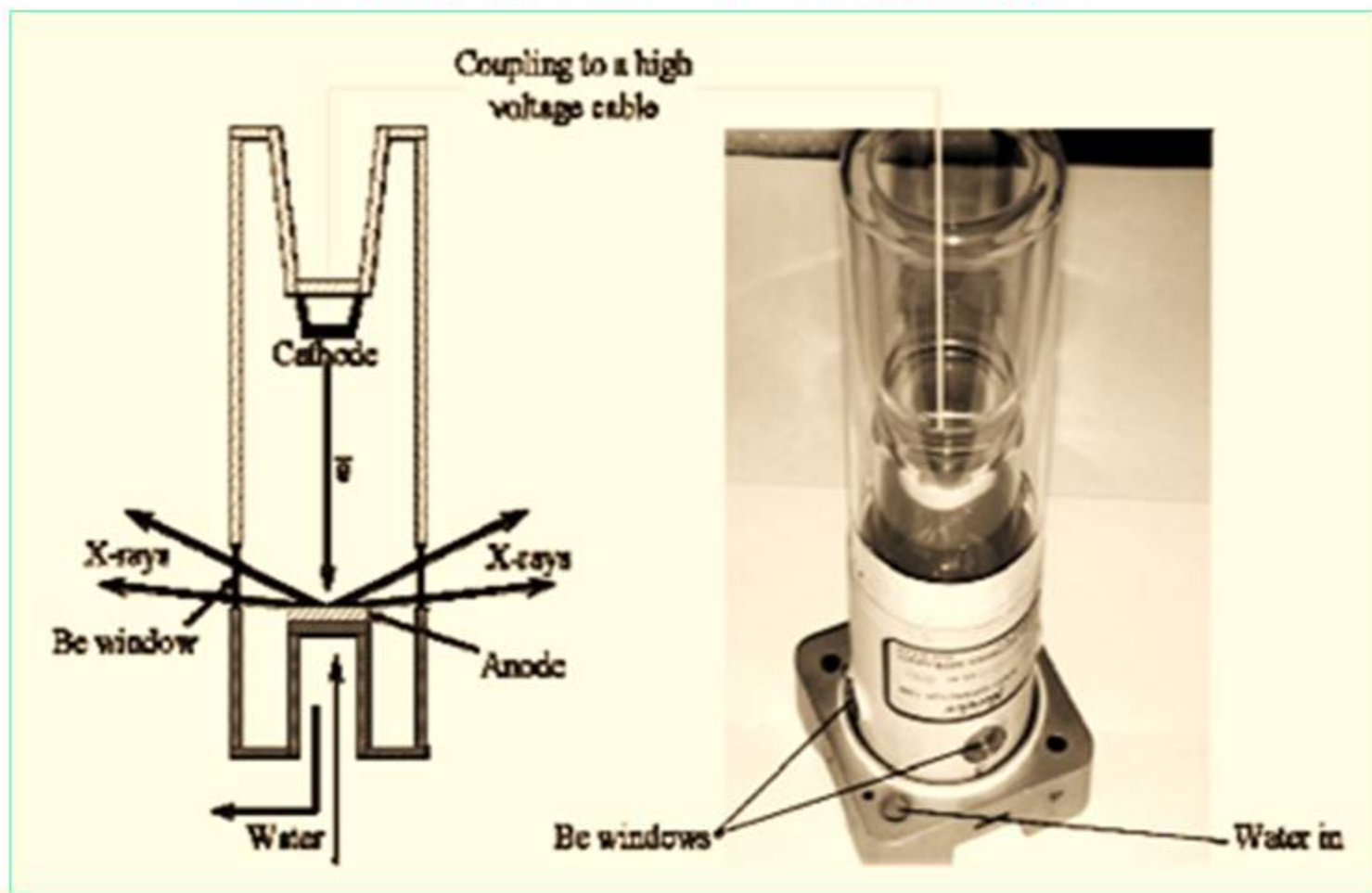


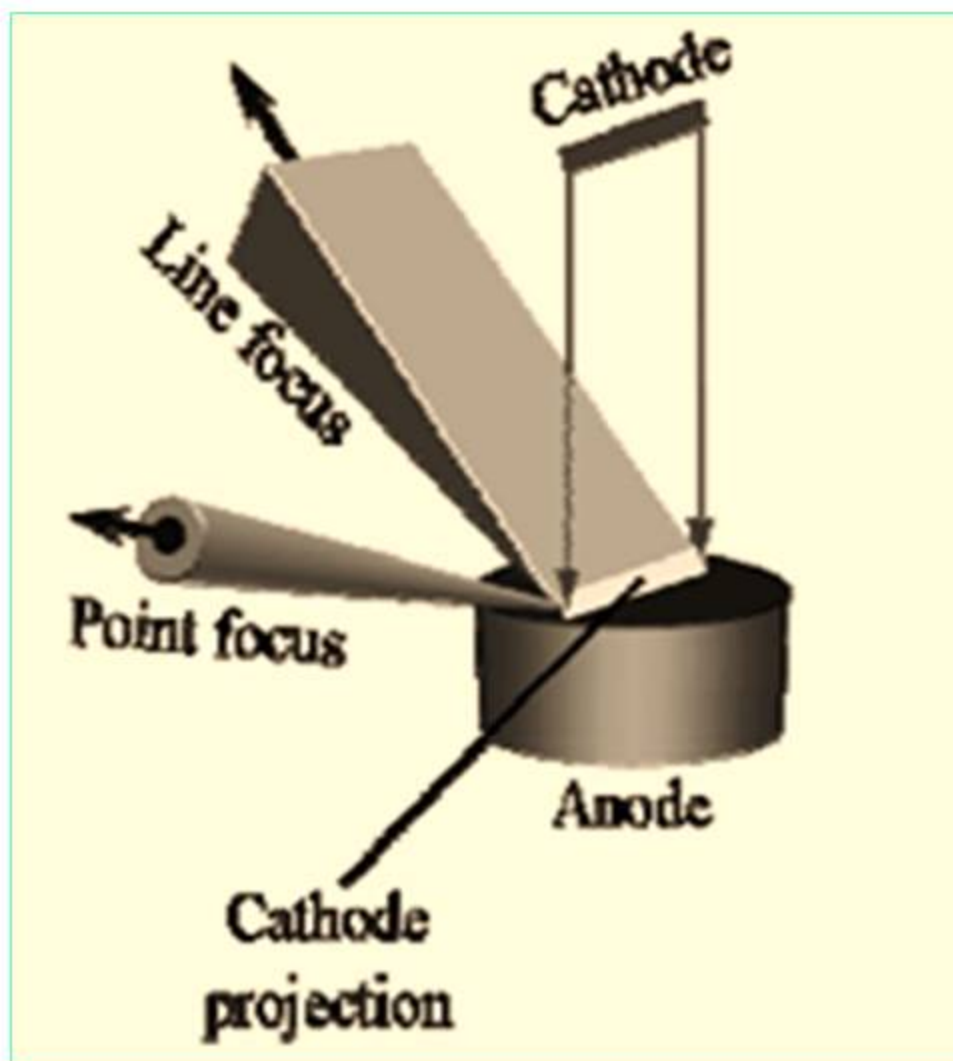
衍射仪常用光路系统





重要部件之一：X射线管





科学 公正 准确 高效





重要部件之二：探测器



- * NAI晶体闪烁计数器：低背底、高线性范围
- * SI (LI) 固体探测器：具有极佳的能量分辨率，可选择特定能量的光子进行响应
- * LYNXEYE阵列探测器：适合测试速度有特别要求的样品，如快速、原位等

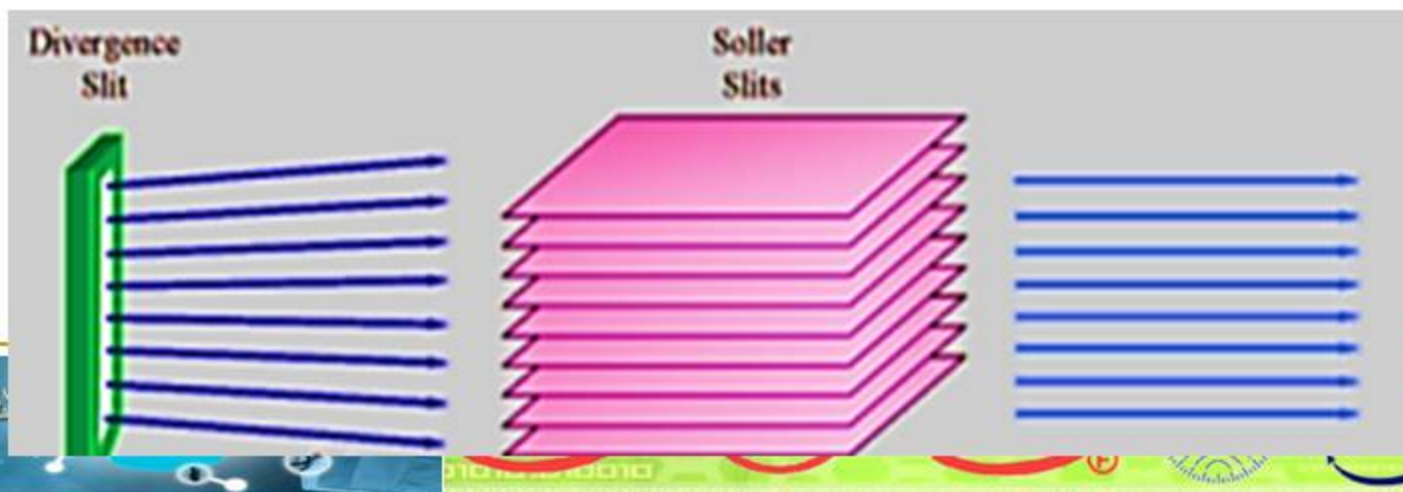




重要部件之三：测角仪



重要部件之四：索拉狭缝





昆明理工大学分析测试研究中心
Research Center for Analysis and Measurement
Kunming University of Science and Technology



云南省分析测试中心
Analytic & Testing Research Center of Yunnan



科学 公正 准确 高效





衍射仪基本组成

1. 光管
 2. 高压发生器
 3. 测角仪
 3. 样品台
 4. 光路准直、单色系统
 5. 探测器
 6. 硬件控制系统
 7. 电子计算机控制系统
 8. 冷却循环水系统
-

- 测试样品：粉粒块片条带等
- 光管电压、光管电流
- 靶材：Cu、Mo、Ni、Fe、Ag等
- $\theta/2\theta$ 型、 θ/θ 型测角仪
- 探测器：点探、线探、面探
- 单色器、滤光片
- 发散狭缝（DS）、防散射狭缝（SS）、接收狭缝（RS）
- 扫描范围
-



科学 公正 准确 高效





关机步骤

1. 降高压、高电流
2. 关光管
3. 等待**15min**，再关冷却水。
4. 关控制电路、高压发生器
5. 关闭总控电源
6. 取出样品
7. 关电脑
8. 清洗样品架
9. 登记记录

严格按顺序操作





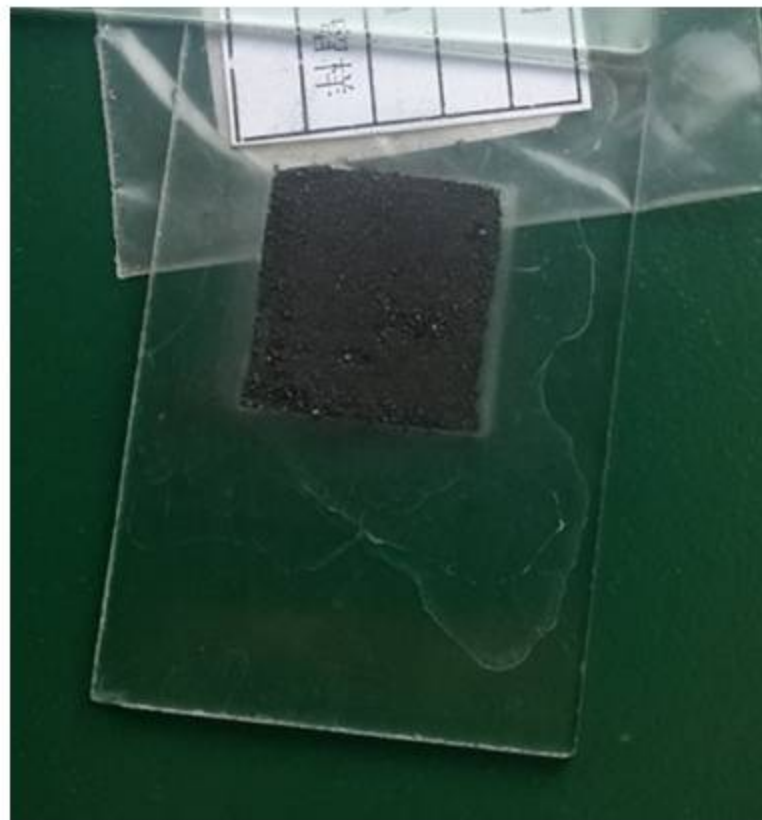
制样常用工具





粉末样品制备

将适量的粉末装入空槽中，用盖玻片轻轻压平，使其上表面平整，高度与样品架平齐。





块状样品制备



- * 取适量的橡皮泥置于标准样品台的底部，将样品轻轻放置于橡皮泥上面，然后用盖玻片将样品压至与样品架齐平。
- * 或将样品架基准面朝下放置于桌面，再将样品待测面朝下放入样品架测量位置，橡皮泥从样品背部按压，将样品、样品架、橡皮泥粘在一起。



科学 公正 准确 高效



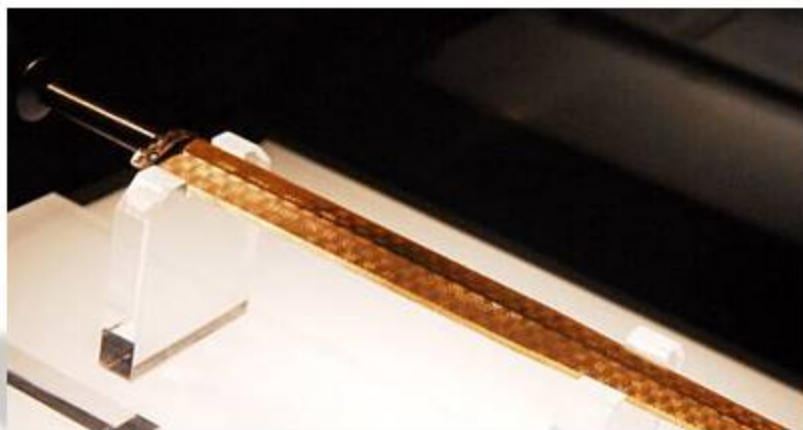


特殊样品制备



- ☐ 极少量粉末
- ☐ 丝状、条带
- ☐ 球体
- ☐ 液体样品
- ☐ 金属丝或纤维丝
- ☐ 极易潮解或氧化物物质
- ☐





□ 黄金剑柄？





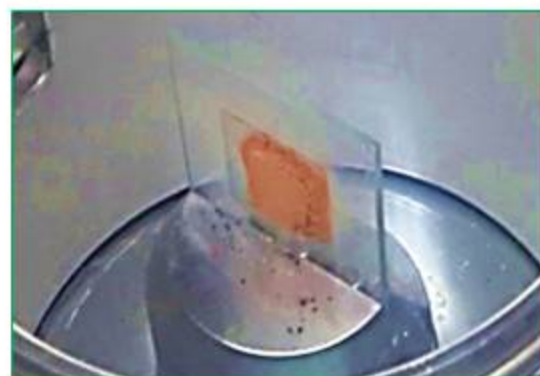
医院证明书

❑ 珠子是钢、铅？





□ 纳米锡粉？





样品制备引入误差

一、粉末样品制备时，压样会导致样品表面出现择优取向，表面应力应变等，直接影响检测结果；

二、样品粒度过大、过小会导致散焦现象严重，过大时，参与衍射的晶面数量少，衍射峰强度低，过小时，衍射峰会宽化，衍射强度也会降低；

三、块状样品时，压样法对表面造成污染或破坏，应力应变同样会受到影响（有机物），此外可能存在应力、应变、织构等情况。



科学 公正 准确 高效





* 当进行精确定量分析、晶胞参数精密分析、晶体微结构分析等测量时，除了粉末粒度要求合适之外，普通压样会引起明显误差，应尽可能避免。

背压法、侧装法、上装法、溶液弥散法.....



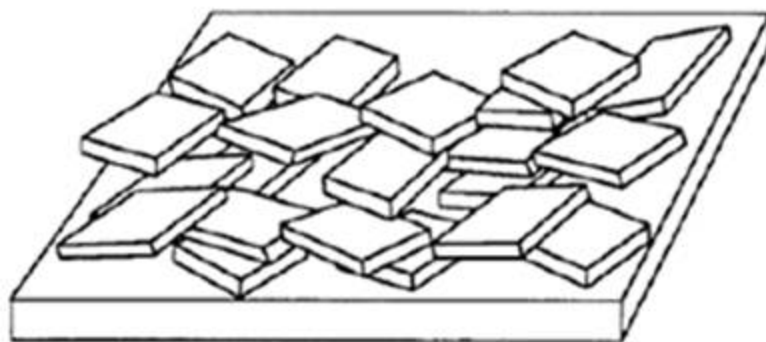
科学 公正 准确 高效



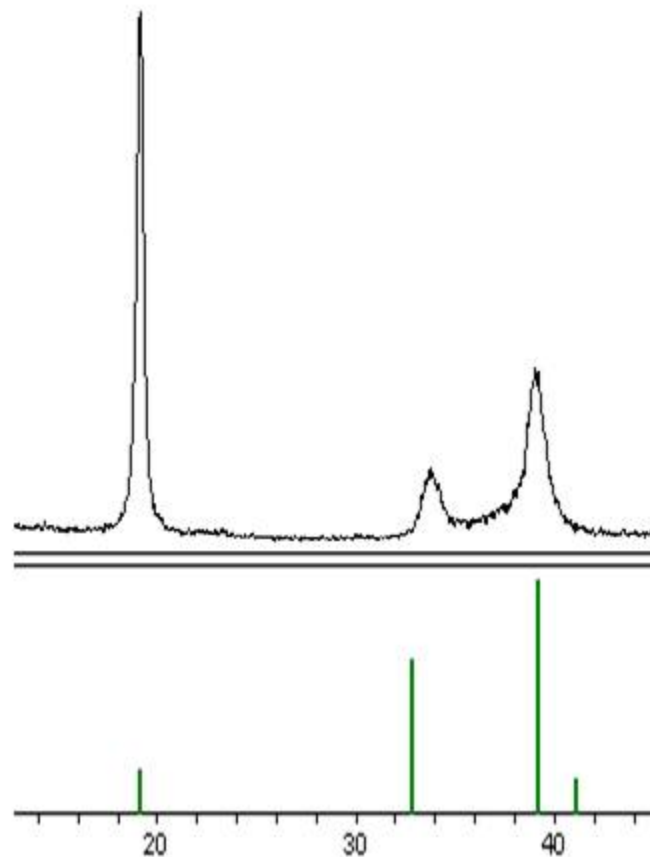
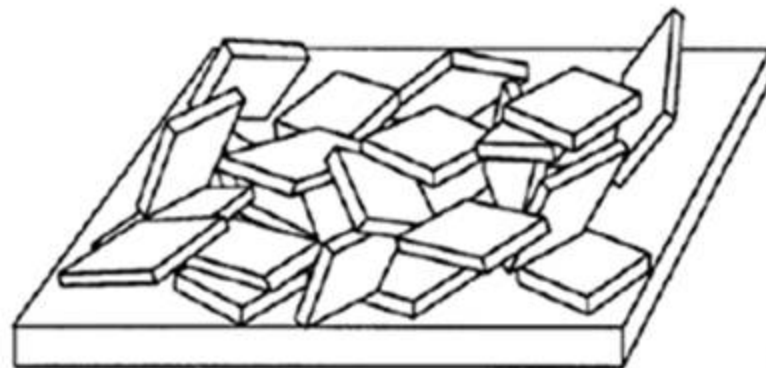


择优取向的产生

Preferred orientation



Random orientation



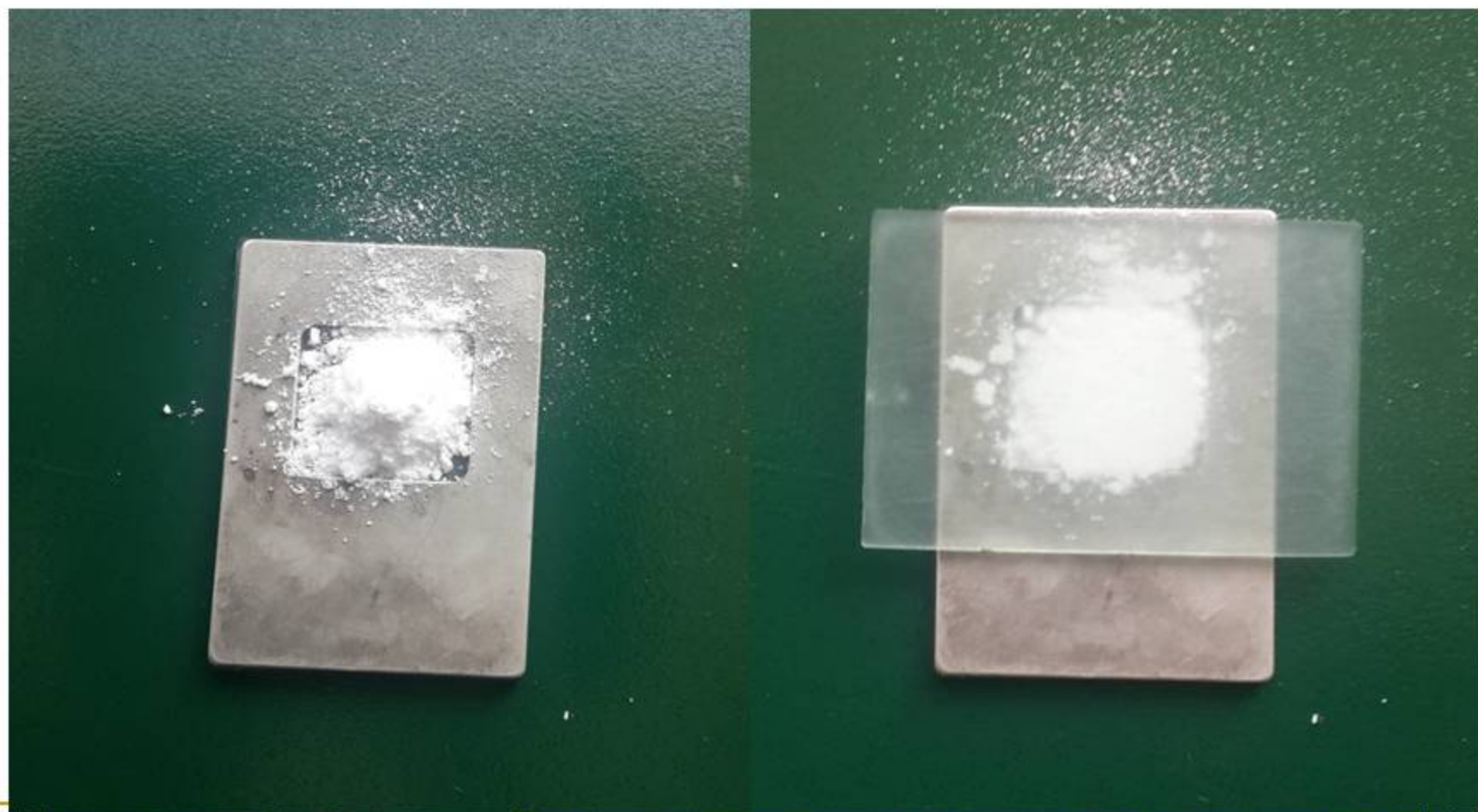


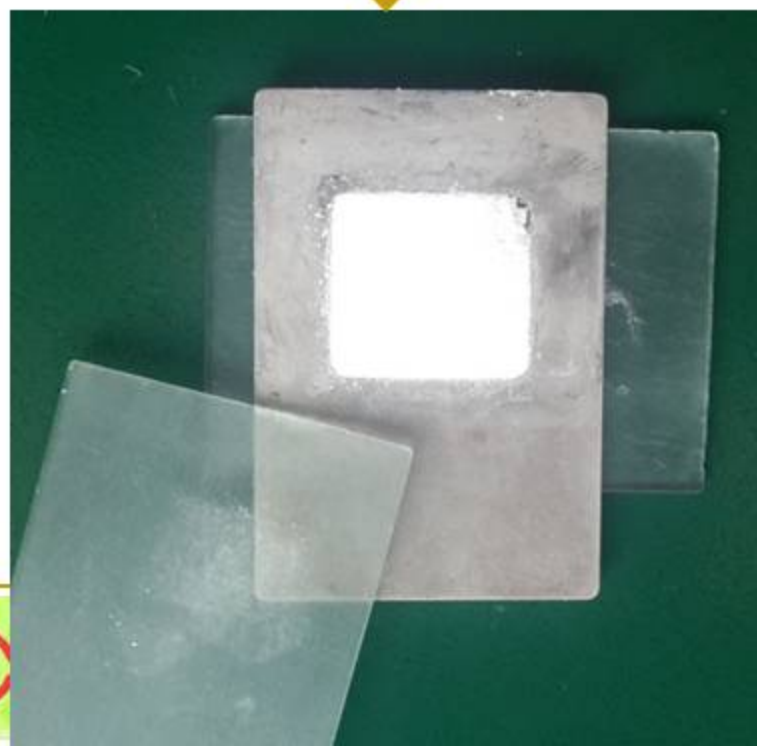
背压法示意图（一）





背压法示意图（二）





背压法示意图（三）





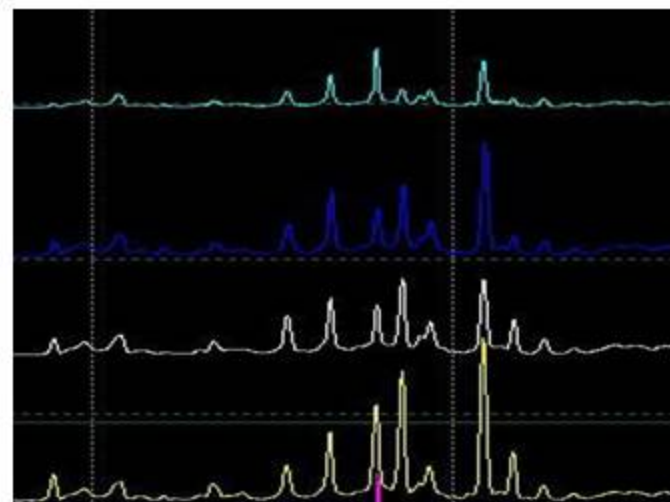
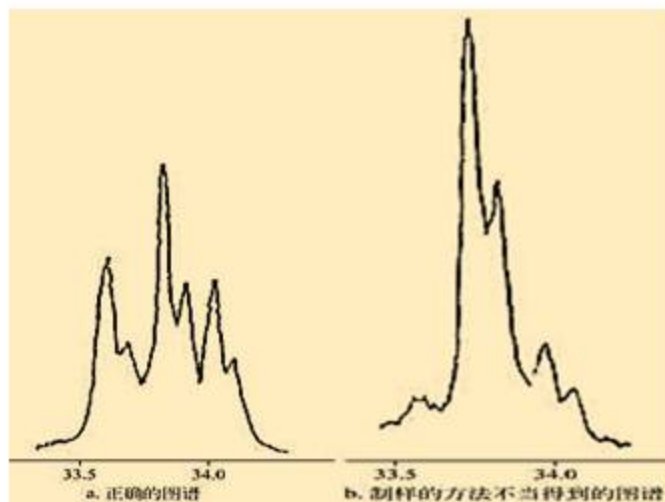
背压法示意图（四）





样品制备切勿急促、慌乱

- * 样品的制备，必须引起充分的重视。
- * 常由于认为制样简单，又或者急于看到衍射图，舍不得花必要的时间细心的准备样品，结果带入显著误差，甚至无法解释，造成混乱。





样品粒度的一般要求

1. 对粉末粒度的要求

粉末衍射要求粉末颗粒足够细小，使试样在照射时能有足够多数目的晶粒参与衍射。只有这样，才能满足获得充分正确粉末衍射图谱数据的条件：**试样受光照体积中晶粒的取向完全随机。**

2. 很多样品通常较粗糙或是较大的集结块，因此实验时一般需要将其加工成可用的细小粉末，再来制样。大多数固体颗粒都是易碎的，所以最常用的方法是研磨和过筛。

3. **一般情况下，当样品手摸无颗粒感时，即认为晶粒的大小已符合要求。（10-50 μm 左右）**

使用前，样品架用酒精擦拭干净！



昆明理工大学分析测试研究中心
Research Center for Analysis and Measurement
Kunming University of Science and Technology



云南省分析测试中心
Analytic & Testing Research Center of Yunnan

欢迎批评指正，谢谢！

王春建

QQ: 290296149

E-mail: wangchunjian2013@126.com

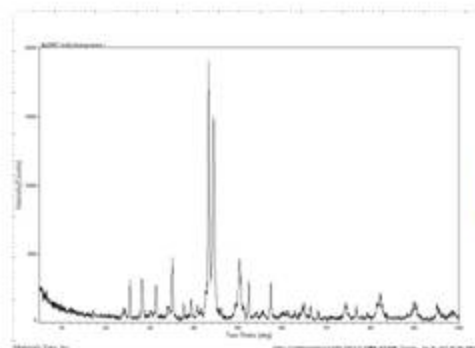
- 昆明理工大学分析测试研究中心
- 云南省分析测试中心

科学 公正 准确 高效

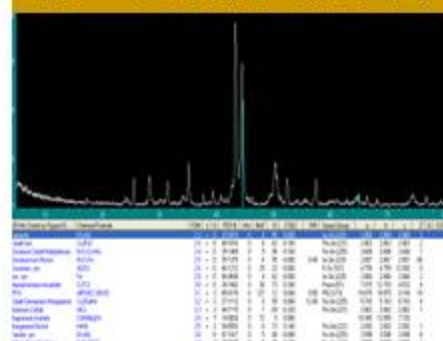




定性分析举例:



盲检：暂时确定Fe系含量高



思考：耐磨钢中添加 Al_2O_3 目的？推断 Al_2O_3 应在表面

由于5%左右 Cr_7C_3 存在，基本确认是耐磨钢或铸铁

盲检： Al_2O_3 指纹峰多，且匹配良好，且含量不如Fe

继续：盲检得到剩余衍射峰中有30多条与 HfO_2 匹配

单峰盲检：奥氏体匹配良好，与Fe合金、 Cr_7C_3 印证

思考：Fe与 Al_2O_3 有关？无关？.....继续

思考：Hf与Zr是相邻元素，但却稀有，故推断应是 ZrO_2

思考：Fe、 Al_2O_3 、 Cr_7C_3 有关？猜测Fe基合金

盲检： Cr_7C_3 指纹峰细密集中，且匹配良好

分子式法确认 ZrO_2 指纹峰匹配情况与 HfO_2 近似

结论：Fe-Cr耐磨铸铁，Cr含量在10%以内，表面复合 Al_2O_3 与 ZrO_2 ， Al_2O_3 与 ZrO_2 的比例为n/m

