

X 射线衍射仪阴极灯丝的更换及阳极转靶的日常维护

高彤彤¹, 邹少兰¹, 解新建², 田娜娜¹, 方舟¹, 何清¹, 刘娜¹, 靳凤民^{1,*}

(1.天津大学大学化工学院, 天津 300354; 2.河北工业大学材料科学与工程学院, 天津 300401)

摘要: X 射线衍射 (XRD) 是一种无损检测材料晶体结构的技术, 主要用于物相鉴定、定量分析、结晶度测定、晶体结构鉴定和精修等。X 射线发生器是 X 射线衍射仪的核心部分, 特别是日本理学 Smartlab 9 kW 机型采用高功率转靶, 其一旦出现故障, 维修费用昂贵。为确保仪器高质量运行, 对仪器 X 射线发生器进行系统的维护非常重要。本文将理学 Smartlab 9 kW 机型为例, 对于 X 射线源灯丝更换以及转靶维护进行探讨。

关键词: X 射线衍射仪; 阴极灯丝; 阳极转靶; 仪器维护

中图分类号: TH89

文献标识码:

The Replacement of Cathode Filament and the Routine Maintenance of Anode Rotating Target of X-ray Diffractometer

Gao Tongtong¹, Zou Shaolan¹, Xie xinjian², Tian nana¹, Fang Hui¹, He Qing¹, Liu Na¹, Jin Fengmin^{1,*}

(1.School of School of Chemical Engineering and Technology, Tianjin University, Tianjin 100084, China; 2. School of Materials Science and Engineering, Hebei University of Technology, Tianjin 300401, China)

Abstract: X-ray diffraction (XRD) is a powerful nondestructive technique for characterizing crystalline materials. It was used for phase identification, phase quantitative analysis, crystallinity determination, crystal structure identification and refinement, etc.. X-ray generator is the core part of the X-ray diffraction instrument, especially the Rigaku Smartlab 9 kW uses high power target, which is expensive to maintain once it fails. It is very important to maintain the X-ray generator system to ensure the high quality of the instrument operation. In this work, the replacement of X-ray source filament and the maintenance of rotating target of Rigaku Smartlab 9 kW was discussed.

Keywords: X-ray diffraction instrument; Cathode filament; Anode turning target; Instrument maintenance

X 射线衍射仪是表征物质结构的精密仪器之一，主要用于物质的物相鉴定、物相定量分析、结晶度测定、晶体结构鉴定与精修等，广泛应用于催化、材料和制药等领域。粉末衍射仪主要由 X 射线发生器、测角仪系统和控制及数据处理系统三部分组成。X 射线发生器是衍射仪测量系统的核心部分，由 X 射线管和高压发生器组成，其主要的作用是产生 X 射线。目前实验室使用较多的 X 射线管有封闭式 X 射线管和旋转阳极 X 射线管两种类型。通常，X 射线发生器通过高速电子流轰击金属靶的方式来产生 X 射线，普通的封闭式 X 射线管因阳极发热量巨大，由于冷却水冷却效果受限，其功率一般不超过 3 kW。与之相比，日本理学 Smartlab 9 kW 机型采用高功率旋转阳极 X 射线管，实验中其受电子束轰击的焦点不断改变位置，进而具有充足的散热时间。因此，旋转阳极 X 射线管具有聚焦效果好、强度高的优势。但是，转靶长时间高功率运行后，转靶表面会被灯丝升华出的钨包裹，导致在测试中出现钨的特征 X 射线峰，影响测试结果。此外，转靶发热量大，需要采用循环水冷却系统对其冷却，水冷机的定期维护是保证转靶正常运行的关键，否则会造成转靶水路堵塞，导致启动 X 射线发生器时水流量不足，开启失败。因此，需要定期对阳极转靶进行清洁和维护。除此，相较于阳极转靶，阴极灯丝会随着使用时间增加而烧断，这要求管理人员要定期更换阴极丝。

综上所述，为确保 X 射线衍射仪正常运行，充分发挥仪器的测试功能和实现资源共享，需要正确规范的更换阴极灯丝以及对阳极转靶的定期维护。

1 阴极灯丝的更换

1.1 灯丝更换前的准备工作

在实验过程中，X 射线衍射仪（Smartlab 9 kW）突然出现以下报警信息（图 1）时，可按照提示点击 OK，尝试重新开启 X 射线源，如果开启失败，则可基本断定灯丝烧断，需要更换阴极灯丝。更换灯丝前首先需要对仪器进行关机操作并等待 1 小时，待 X 射线发生器真空室冷却至室温后再开始更换灯丝。更换灯丝所要用的主要工具为 2.5 mm 和 3 mm 内六角扳手，辅助工具包括无尘纸、乙醇、砂纸和乳胶手套等。

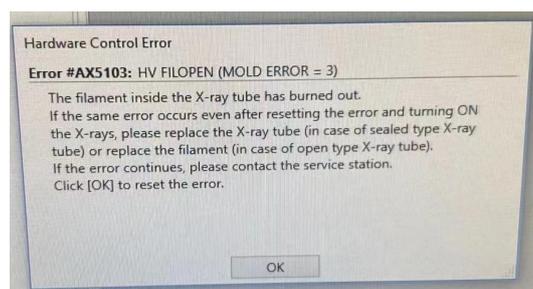


图 1 仪器报警信息图

1.2 更换新灯丝具体步骤

1) 取出灯丝

首先拧松图 2a 中方框处的旋钮，将设备 X 射线源下面的真空管路断开，释放 Cu 靶室的真空（注意：缓慢拧松旋钮，听到放气声后，先顺时针关一次，然后再缓慢打开放气）。然后用 3 mm 的内六角扳手对角拆除图 2b 所标注的 Cu 靶室顶盖上的 6 个螺丝，打开 Cu 靶室的上机盖，这一过程可能需要用一字螺丝刀沿缝轻撬一下，解除上盖与密封胶圈的粘连（技巧：拆螺丝前用记号笔在每个螺丝上做记号，最后安装时，每个螺丝与原记号重合，这样可以最接近原厂的安装力矩）。

打开顶盖后可看到已经发蓝的灯丝保护隔热保护罩，如图 2c 所示。用 2.5 mm 的内六角扳手将中间沉孔中的螺丝完全拧松，然后把灯丝保护隔热罩向水平向外侧（向维修人员方向）推移，即可向上取出隔热保护罩，其中沉孔位置如图 2c 中箭头所示。

拆除保护罩后可以看到灯丝，如图 2d 所示。用 2.5 mm 的六角扳手拆除灯丝电极固定螺丝（图 2d 所标记位置）以及灯丝固定座固定螺丝（图 2e 所标记位置）后，可取出灯丝固定座，随后用铝箔包裹 Cu 靶室，防止异物掉入其中。图 2f 为取出的灯丝固定座图，用 2.5 mm 的六角扳手拆除灯丝陶瓷座沉孔中的螺丝（图 2f 箭头所指位置），拆下旧灯丝。图 2g 为拆除旧灯丝后的灯丝固定座，可观察到其下方椭圆形孔中有很多沉积的污染物，需要对其以及其他组件进行清洁。图 2h 为新的备用灯丝，之后详述。

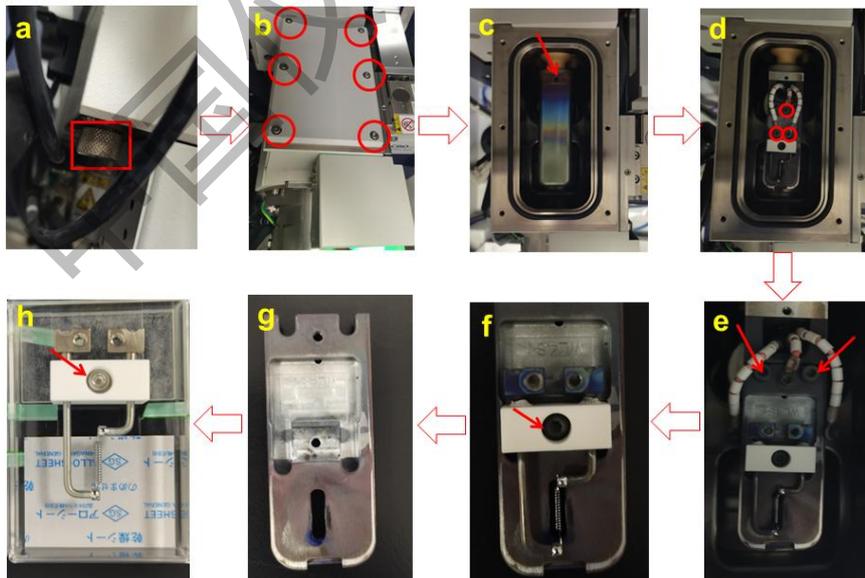


图 2 灯丝更换流程图

2) 清洁灯丝组件

如图 3 所示，经长期使用后，灯丝保护罩内部以及固定座会出现沉积的污染物，尤其在

正对灯丝的上方位置，可以看到沉积物痕迹，需要对其进行清洁。首先使用砂纸（P800）将灯丝保护罩内部以及固定座打磨干净，使其出现原有金属色，随后使用经乙醇润湿的超净布将其擦拭干净，此过程需重复多次，直到观察不到黑色沉积物。清洁期间可更换乳胶手套，以防止洁净的保护罩和固定座被二次污染。除此，也需对 Cu 靶室及相关密封面进行清洁，即使用经乙醇润湿的超净布擦拭 Cu 靶室，尤其注意清洁存放灯丝的长方形通孔周围位置。最后需要清洁靶室和上盖的密封面，如果密封胶圈失去弹性则需进行更换。

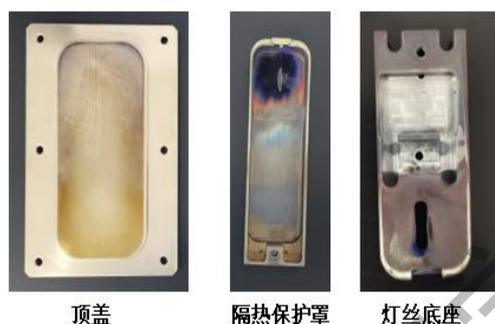


图 3 灯丝组件图

3) 安装新灯丝

图 2h 为备用新灯丝，用 2.5 mm 的六角扳手将陶瓷沉孔中的固定螺丝拧松（图 2h 箭头所指），然后用镊子夹取并放置于清洁干净的灯丝固定座上，这一过程中需注意保护灯丝不被触碰，将新灯丝用旧螺丝固定好。同时应注意螺丝不要拧死，拧紧螺丝时阻力稍微增大即可，以防在使用过程中高温引起变形损坏配件。由于旧螺丝为专用螺丝，材质与普通螺丝不同，因此在更换灯丝过程中所有螺丝均需使用旧螺丝。安装好新灯丝的情况如图 4 所示，固定好灯丝之后，安装灯丝底座以及隔热保护罩。使用 3 mm 的内六角扳手安装保护罩，安装时按拆除过程中的要求拧紧 6 个固定螺丝，紧到原记号位置即可。注意在固定螺丝时不要拧死，以防在使用过程中高温引起变形损坏配件。



图 4 组装好的新灯丝图

4) 测试真空以及开启 X 射线

设备开机，启动真空机组，将 Cu 靶室恢复真空，观察软件界面真空值，待真空度小于 110 mV 时（这一过程可能需要较长时间）。（注意：如果超过 1 小时还抽不到 150 mV 以下，可能存在漏气，需检查上盖密封性）待真空度达到要求后，开启 X 射线，此时会发现 Cu 靶室内的真空度升高，如果上升非常快并长时间超过 200 mV，需要关闭 X 射线，待真空度降至 120 mV 时，重新开启 X 射线，直到开启 X 射线后真空度能稳定在 200 mV 以内且真空度不断降低。等待大约 1 小时，期间应关注靶室的真空度，等到真空度降到 120 mV 以内，然后按照表 1 程序进行老化灯丝，这一过程主要是升高靶的功率，老化过程中如果发现真空度超过 200 mV，可以暂停程序，待真空度降至 120 mV，继续老化。

表 1 老化灯丝参数

电压 (kV)	电流 (mA)	保持时间 (min)
---------	---------	------------

20	10	2
25	10	2
30	10	2
35	10	2
40	10	2
40	30	2
40	50	2
40	70	2
40	75	2
40	80	5
40	85	5
40	90	5
40	95	5
40	100	5
40	105	5
40	110	5
40	115	5
40	120	5
40	125	5
40	130	5
40	135	5
40	140	5
40	145	5
40	150	5

2 转靶维护与保养

2.1 转靶日常维护

开启 X 射线失败，出现图 5 所示的报警错误 AX6102 信息时，应尝试重新开启 X 射线，在开启过程中，同时观察软件水流量的显示值，如果低于仪器开启 X 射线水流量设置范围，首先确认水冷机运行是否正常，如果水冷机运行正常，基本可断定转靶冷却水管堵塞，这是

由于转靶内的冷却水管道非常细，经长时间使用后，管道内会结垢，使得循环冷却水流量减小，出现这种情况，需对转靶进行清洗，此操作需要联系理学代理。为了保持转靶正常运行，首先需要保证水冷机的循环水保持较高纯度，最好选用蒸馏水。此外，需要对水冷机进行定期维护。对水冷机的维护主要涉及以下几个方面：1) 水冷机需要用蒸馏水，且每半年至少更换一次；2) 日本理学配备的水冷机有滤芯和树脂罐，滤芯建议半年更换一次，树脂罐建议每年更换一次；3) 水冷机的风机长期放置在室外，散热片之间容易沉积灰尘形成结垢，会造成水冷机室外机过热保护程序启动，导致水冷机停止工作，应根据实际情况对其定期清洗。

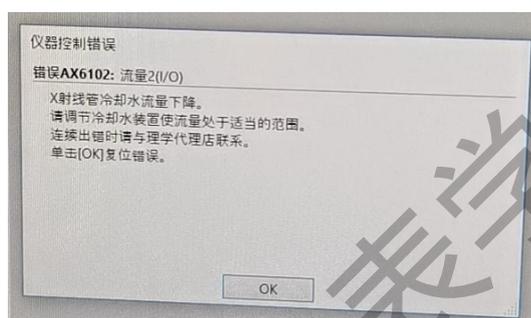


图 5 仪器报警信息图

2.2 转靶表面清洁

Smartlab 9 kW 经长时间高功率运行后，其转靶的表面会被灯丝升华出的钨包覆，导致测试过程中出现钨的特征衍射峰，干扰测试结果。表面污染的铜转靶如图 6 所示，此时，需要对铜转靶进行清洁（一般两年清理一次）。

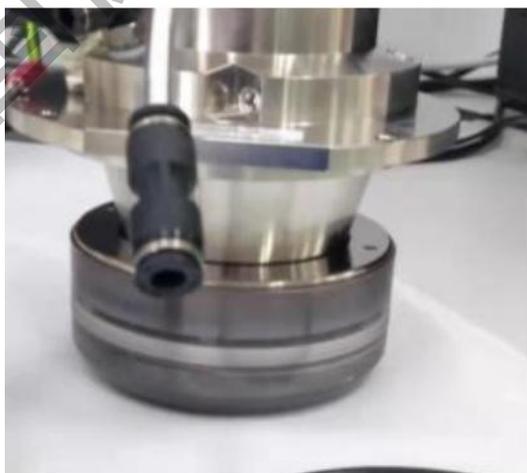


图 6 表面污染的铜转靶图

清洁转靶需要用到的主要工具有：十字螺丝刀和 3 mm 内六角扳手。辅助工具有：纸巾、超净布、无水乙醇、尖头镊子、乳胶手套、记号笔和砂纸（P2000）等。清洁转靶的步骤如

下：

1) 释放真空

首先需要进行仪器关机处理，等待 1 个小时后，拧松图 2a 所标注的旋钮，将设备 X 射线源下面的真空管路断开，释放 Cu 靶室的真空。（注意：缓慢拧旋钮，听到放气声，先顺时针关一次，然后再缓慢打开继续放气。）

2) 拆除冷凝水管

依次拆下图 7a 所示的主冷却水管（白色管为进水管，黑色管为出水管）和图 7b 所示的副冷却水管。冷却水管均为快拆结构，按照通用方法即可将其拆除。拆除时注意管路中存水外溢，可在下面铺吸水布，并用小杯子接水。

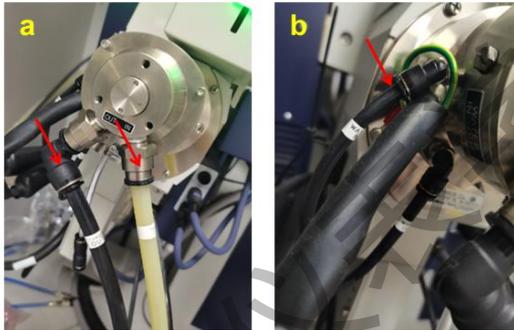


图 7 转靶冷凝水管图

3) 卸除转靶连接器

拔掉图 8 中箭头所指的两根转靶连接器。该连接器采用了航空插头，插头两端都有对应文字，且电缆芯数目不同，可以防止插头插错。



图 8 转靶通讯电缆图

4) 取出转靶

拆下转靶固定螺丝，先拉出大约 5 mm，然后向下滑动偏心距 16 mm，缓慢从 X 射线管部拉出，以免对靶筒施加负荷并避免划伤。取出时一定要防止磕碰，注意保护转靶表面！

5) 清洁转靶

转靶朝下竖直放到桌面后，用砂纸（P2000）均匀打磨转靶表面，直至露出铜的金属色。之后用经乙醇润湿的超净布反复擦拭打磨后的转靶表面，擦拭过程中可更换超净布，并用经乙醇润湿的超净布擦拭其它组件，并清洁密封胶圈和其它密封面。

6) 安装转靶

确认 O 型圈无损伤也无附着污染物，操作时注意保护 X 射线管和靶筒之间的间隙和偏心距，以防损伤靶筒，按照拆除流程逆向安装转靶、电缆和水路。

7) 测试真空及开启 X 射线

具体流程参照灯丝更换流程中的测试真空及开启 X 射线的操作。

参考文献：

- [1]黄继武,李周. X 射线衍射理论与实践[M]. 6 版. 北京: 化学工业出版社, 2021.
- [2]车东. TD-5000 国产 X 射线单晶衍射仪的使用及维护[J]. 中国仪器仪表, 2018, 10: 21-24.
- [3]何小蝶,彭明发,吴海华,等. X 射线粉末衍射仪的使用及维护[J]. 实验科学与技术, 2015, 13(5): 257-259.
- [4]梁向晖,钟伟强,毛秋平,等. X 射线粉末衍射仪的使用及维护[J]. 分析仪器, 2015, 5: 89-91.
- [5]徐凌云,严丽娟,等. 详解 EVO-18 型扫描电镜钨灯丝的更换及其日常维护[J]. 分析仪器, 2018, 24(5): 115-119.