

一种适用于原位变温 X 射线衍射测试的无边框样品台设计

毛晶¹, 马晓晖¹, 张磊²

(1.天津大学材料科学与工程学院, 天津 300350; 2.天津大学资产与实验室管理处, 天津 300350)

摘要: 目前常用的原位变温 X 射线衍射测试的环境式加热样品台, 其用来放置试样的凹槽尺寸固定, 一方面对测试样品厚度及直径均有严苛的要求, 另一方面现有的样品支架凹槽边缘在测试中会导致干扰物相的出现。本案例设计的无边框、零背景、高度可调节的样品台。其样品支架本体主要包含一个带有外螺纹的可升降载台, 测试时将块状样品放置在载台上, 可以根据试样的厚度相应调节螺柱, 满足不同样品的变温衍射测试需求。载台直径小于底座直径, 可以保证在测试过程 x 射线只作用到样品上, 避免载台基底的干扰衍射峰出现。设计简单有效, 更适用于原位变温 X 射线测试需求。

关键词: 原位变温 X 射线衍射; 样品台设计; 背底干扰;

中图分类号: (TH744)

文献标识码:

A sample stage design suitable for in situ variable temperature X-ray diffraction testing

Mao Jing¹, Ma Xiaohui¹, Zhang Lei²

(1.School of Material Science and engineering, Tianjin University, TianJin 300350; China ;2. State owned assets and Laboratory Management Office, Tianjin University, Tianjin 300350)

Abstract: There are some Limiting factors in the commonly used ambient heating sample stage for in-situ variable temperature X-ray diffraction test. On the one hand, the groove size is fixed, so there are strict requirements for the thickness and diameter of the test sample, and on the other hand, the edge of the groove of the existing sample holder can lead to the appearance of interfering phase in the test. In this case, a bezel-less, zero-background, height-adjustable sample stage is designed. The sample holder body mainly contains a liftable stage with an external thread, and the block sample is placed on the stage during the test, and the stud can be adjusted accordingly according to the thickness of the sample to meet the needs of variable temperature diffraction testing of different samples. The diameter of the stage is smaller than the diameter of

the base, which can ensure that the X-rays only act on the sample during the test process, and avoid the interference diffraction peak of the stage substrate. The design is simple and effective, and it is more suitable for in-situ variable temperature X-ray testing needs.

Keywords: in-situ variable temperature X-ray diffraction; design of sample stage; interference of diffraction peaks from substrate;

1 常用的原位变温 X 射线衍射样品台存在问题

原位变温 X 射线衍射分析通过实时监测材料在不同热处理条件下的结构变化特点,广泛应用于材料的相转变研究、再结晶过程、脱氢过程等。

据了解,全国高校配备原位高温加热台的衍射仪不在少数,但是大多数没有得到充分的利用。高温衍射仪测试过程中影响因素很多,例如样品台可能会导致干扰峰的出现,另外易损耗件也较多,需要一定的测试经验积累。

高温衍射测试在 XRD 衍射仪中引入高温样品台,实现实时的变温状态物相测试与监控。常用的环境加热样品台其加热示意图及样品放置坩埚如图 1a 及 1b 所示。放置样品的样品槽为直径为 1cm,深度仅为 0.2mm 的圆形凹槽,由于衍射图谱测试准确性的需求,块状样品需要严格按照此尺寸进行准备,由于有些样品的不可加工性,极大限制了能够进行高温衍射测试的块状样品。

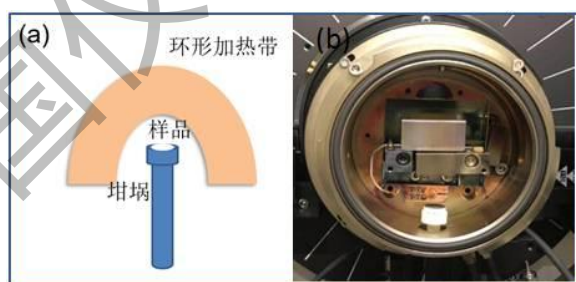


图 1 (a) 环境加热样品台示意图; (b) 实际高温样品台及放样坩埚;

另一方面,由于样品台为凹槽式设计,高温衍射测试过程中,坩埚边缘可能会造成测试结果中的干扰峰。图 2 为坩埚基底的衍射峰,在测试结果中,要仔细的分析,扣除基底的衍射峰干扰。

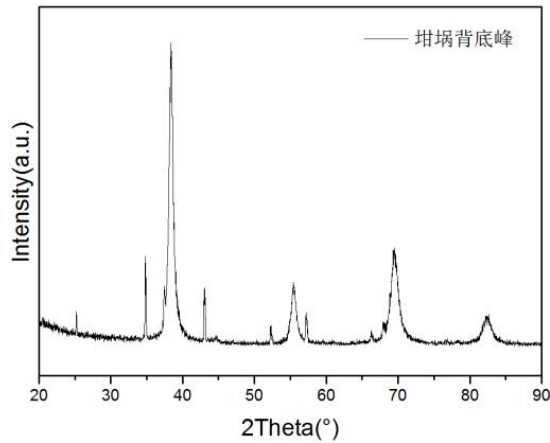


图 2 坩埚背底衍射峰

2 一种无边框适用于原位变温 X 射线衍射测试的样品台设计

自行设计的无边框高温样品台坩埚如图 3 所示，主要是加入了带有螺柱设计，放置样品时，根据样品的实际高度通过螺柱进行高度调节。极大提高了高温样品测试的方便性及可操作性。另外无凹槽的设计使得高温样品在测试过程中可以避免 X 射线照射到坩埚边缘上引起的基底衍射峰，可以获得纯测试样品的衍射结果，降低了分析中的干扰。

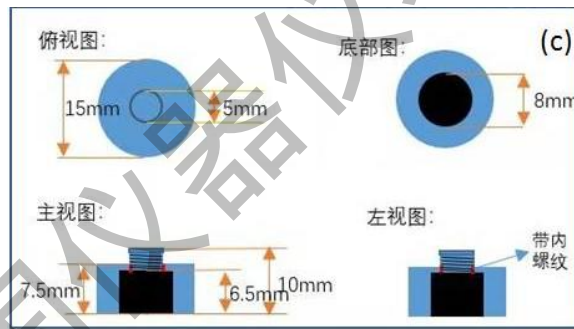


图 3 无边框可调节高度的高温样品台设计图

3 无边框高温样品台在原位变温 X 射线衍射测试中的应用

将此设计应用在铝铜粉末冶金材料的变温相变过程分析中，设定加热速度为 50 °C/h，从 480 °C 开始，每隔 10 °C 测试一个高温衍射谱，直到 550 °C。cong 变温衍射测试过程中样品制备过程简单，测试结果（图 4）无常规坩埚样品台背底干扰。无边框高温样品台具有很好的普适性,已或授权实用新型专利。

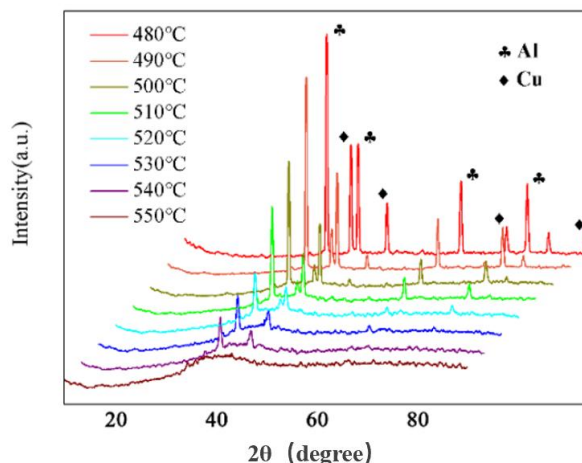


图4 Al-Cu 样品的原位变温衍射测试结果

4 结论

原位变温 X 射线衍射试验是研究材料在加热或冷却过程中材料相变过程的有效手段。变温 X 射线衍射测试过程中样品的尺寸问题，样品收缩问题、背底衍射峰干扰等都是影响测试结果的因素。通过设计一种用于 X 射线衍射仪的样品台，包括可调节高度支撑杆和用于放置样品的载台，能够减少 X 射线照射在样品槽导致出现干扰衍射峰的情况，有利于提高试验结果的准确性，并且基本不需要对固体的样品进一步加工，可操作性较好。

参考文献：

- [1]孟凡斌, 崔春翔, 申玉田, 等. X 射线衍射仪变温样品室的改进与应用[J]. 现代仪器, 2002, 8(2):14-16.
- [2]汪大海, 高远鹏, 罗欢. D8X 射线衍射仪简易变温加热台的研制[J]. 分析测试技术与仪器, 2013, 19(2):65-70.
- [3]路大勇, 程巍, 刘巧丽, 等. 国产 X 射线衍射仪对金属变温测试的温度准确性验证[J]. 分析仪器, 2014(3):13-16.
- [4]李丹, 林丽萍, 胡准. X 射线衍射仪中样品架对物相分析的影响[J]. 实验技术与管理, 2021, 38(1):36-39.