

# X 射线衍射仪的管理与维护

吕天明<sup>1</sup>, 徐强<sup>1</sup>, 蔡蕊<sup>1</sup>, 张环月\*<sup>1</sup>

(大连理工大学分析测试中心, 辽宁大连 116024)

**摘要:** X 射线衍射仪 (XRD) 是材料表征的重要设备, 正确的使用和良好的维护不仅能够保证设备始终保持良好的运行状态, 还能提高设备使用效率和寿命, 减低设备运行成本。本文作者结合设备管理经验, 从测试和维护等方面介绍了设备管理和维护经验, 对一些日常需要注意的关键问题进行了探讨。

**关键词:** X 射线衍射仪; 维护; 管理; 测试

## Maintenance and Management of X-ray Diffraction

Tianming Lv<sup>1</sup>, Qiang Xu<sup>1</sup>, Rui Cai<sup>1</sup>, Huanyue Zhang\*<sup>1</sup>

(Instrument Analysis Center, Dalian University of Technology, Dalian, 116024, China)

**Abstract:** X-ray diffraction (XRD) is a crucial tool in characterization of materials. The correct usage and well maintenance can not only ensure the equipment always under good operating condition, but also improve the test efficiency, extend equipment life and decrease the cost. In this article, the experience about maintenance and management of XRD, based on the laboratory experiences of the author were described. And some key points in routine work were discussed.

**Keyword:** X-ray diffraction, Maintenance, Management, Test.

## 1 引言

X 射线衍射仪 (X-ray diffraction, XRD) 在材料合成和分析方面起着非常重要的作用, 具有无损、快捷、样品可回收再利用等特点, 主要用于物相的定性或者定量分析、晶体结构分析、材料应力测定、织构分析、结晶度测定等方面, 其中应用最为广泛的还是材料物相定性分析。X 射线衍射仪的工作原理主要基于布拉格方程:

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

式中,  $\lambda$  是 X 射线的波长,  $\theta$  是衍射角,  $d$  是晶面间隔,  $n$  是反射级数。

当一束单色的 X 射线照射晶体表面时, 由于物质内原子间和分子间的距离正好在 X 射线的波长范围内, 会在晶体内部发生散射, 散射后的 X 光线相互干涉, 因此 X 射线在某些

特殊方向上被加强或被减弱，于是会形成各式各样的衍射花样，衍射线在空间分布的方位和强度，与晶体结构密切相关[1-4]。

而X射线衍射仪的日常维护对仪器的使用是十分重要的，这不仅可以降低仪器故障率，也能更好地保证测试结果的准确性和稳定性，作者所在的分析测试中心拥有一台布鲁克 D8 Advance 型 XRD，目前全年使用机时超过 3000 小时，支撑着校内化工学院、机械学院、材料学院等学院的教学科研工作，由于用户多，设备也对师生开放使用，所以保证设备的良好运行是非常关键的[5-6]。本文将从 X 射线衍射仪的测试和维护等方面进行探讨。

## 2 设备的使用管理

### 2.1 样品制备

样品制备对于 XRD 来说是非常重要的，粉末衍射对试样的基本要求如下：a. 试样中所含小晶粒的数量足够多，粉末样品要求细腻（200 目）；b. 小晶粒的取向是完全混乱的或者随机的，尽量减少或避免择优取向；c. 试样表面应该平整紧密，粉末样品压平压实，块状样品表面光滑平整。在样品制备过程中要求待测样品表面准确位于聚焦圆上，准确与测角仪轴相切，因此就要求块状样品或者压实的粉末样品上表面与样品槽外沿高度平齐，否则将导致衍射峰位置偏移，若高出样品架外沿，导致衍射峰向高角度偏移，反之向低角度偏移。对于样品量很少或者透明薄膜类样品可以使用零背景样品架来测试，可以降低择优取向并消除样品的透明性效应。不同样品架的图片如图 1，粉末样品和块状样品制样展示如图 2。

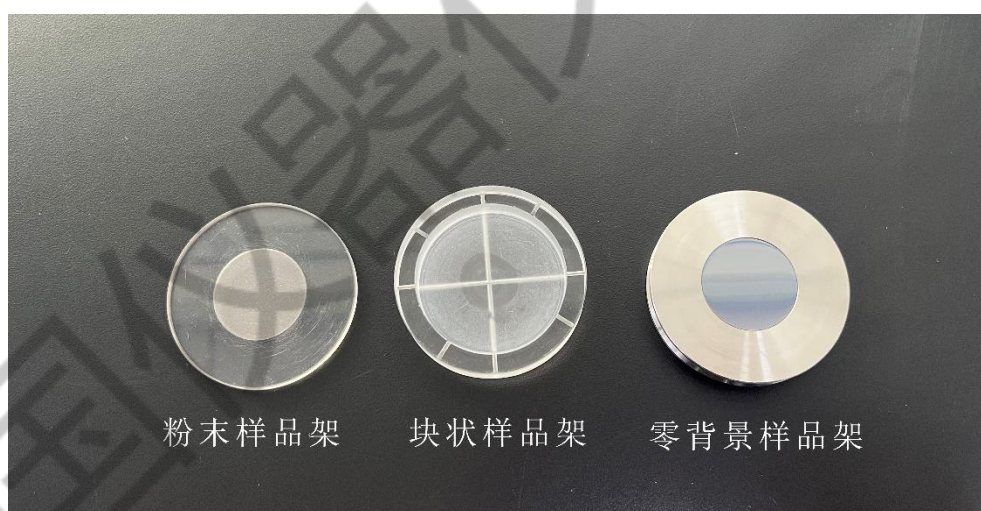


图 1 不同样品架展示

#### (1) 粉末样品的制备

用药匙取适量粉末样品置于粉末样品架中间槽内，用干净的载玻片将粉末样品压平压紧，若样品高出样品架外沿，则刮掉多余粉末，若样品量不足以填充整个样品槽，则增加样品，