

实验一 X 射线衍射分析

一、实验目的要求

1. 初步了解多晶体(粉末)X 射线衍射分析仪器的构造及工作原理;
2. 熟悉和掌握标准粉末衍射(PDF)卡片、索引及使用方法

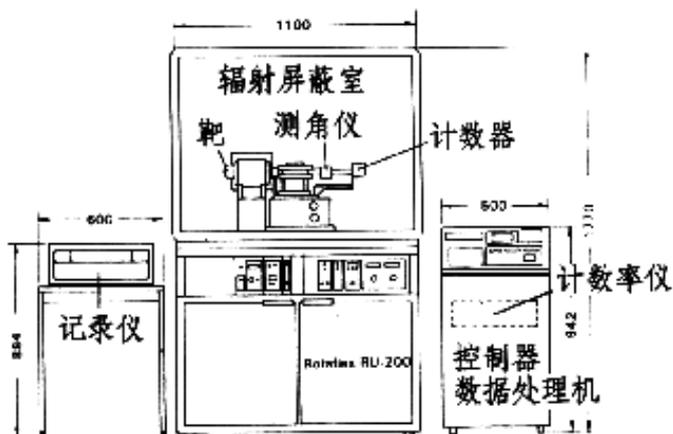
二、实验原理

多晶体(粉末)X 射线衍射分析仪是用单色 X 射线照射多晶体(粉末)样品,在满足布拉格公式($2d\sin\theta = n\lambda$)条件时产生衍射,把衍射图谱记录下来用以分析晶体结构的仪器,主要用于以下几个方面:

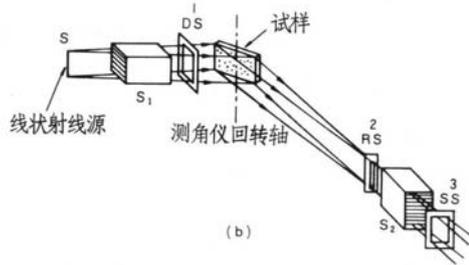
1. X 射线物相分析,就是根据样品的衍射线的位置、数目及相对强度等确定样品中包含有那些结晶物质。
2. 进行 X 射线定量物相分析以及根据晶格常数随固溶度的变化来测定相图或固溶度等
3. 根据 X 射线衍射线的线形及宽化程度等来测定多晶试样中晶粒大小、应力和应变情况等。

三、实验仪器设备

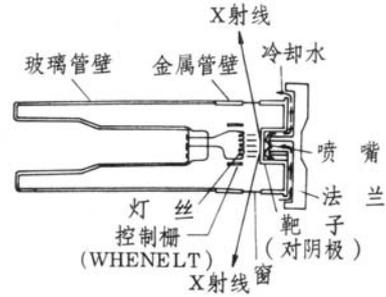
该仪器为日本理学公司生产的 Dmax/rB 型多晶体(粉末)X 射线衍射分析仪,由 X 射线发生器、测角仪、计数记录仪和控制运算部分构成。



Dmax/rB 型多晶体(粉末)X 射线衍射分析仪外形图



X 射线衍射分析仪光路图



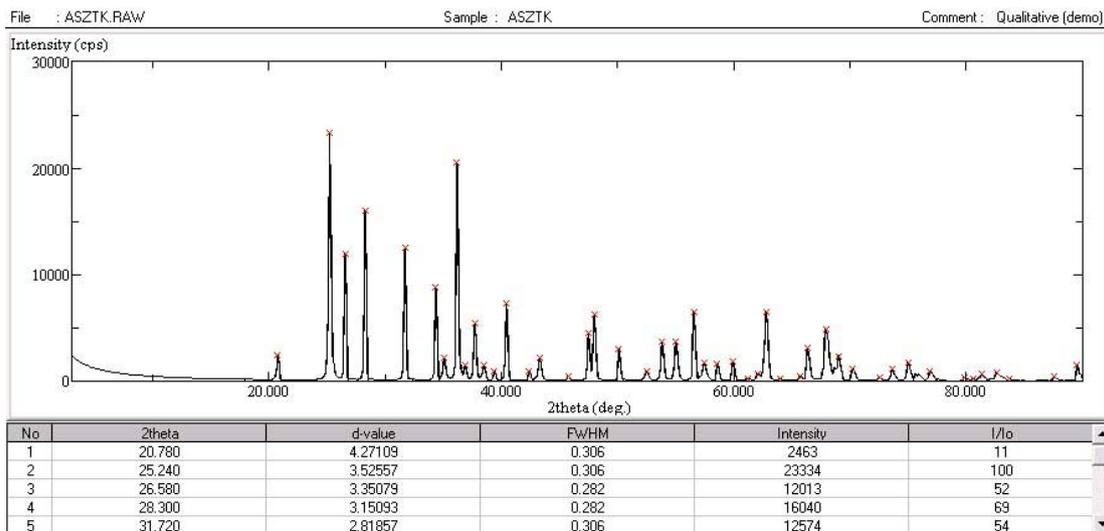
封闭式 X 射线管结构图

四、操作步骤

4. 按仪器说明书规定顺序打开电源、冷却水和衍射仪。
5. 按仪器说明书中规定步骤和时间逐步将 X 射线管的电压、电流升到所需数值。
6. 将粉末样品压入样品板里，去掉多余样品，将样品板插入样品台。
7. 根据样品和测试要求设定扫描条件。
8. 按“开始”键开始样品测试。
9. 在样品测试结束后，按仪器说明书中规定步骤和时间逐步降低电压、电流，关闭仪器，关闭冷却水，关闭电源。

五、数据处理

1. 用得到的样品衍射图谱进行平滑、去背底、检峰等处理和计算，得到各个衍射峰的角度、 d 值、半高宽、绝对强度、相对强度的数据。
2. 根据得到的衍射峰数据和其他样品的信息用不同的索引进行检索，找到样品里所含各种结晶物质及对应的 PDF 卡片
3. 根据测试目的，用得到的衍射峰数据和 PDF 卡片数据进行计算，得到所需要的结果。



X 射线衍射图谱和数据

5-0632

| d | 2.77 | 3.52 | 1.88 | 3.52 | As | | | | |
|--|---|-----------------------|------|--------|------------------|----------|--------|------------------|--------|
| I/I ₁ | 100 | 26 | 26 | 26 | ARSENIC | | | | |
| Rad. Cu | λ 1.5405 | Filter | | d Å | I/I ₁ | hkl | d Å | I/I ₁ | hkl |
| Dia. | Cut off | Coll. | | 3.52 | 26 | 003 | 1.0374 | 2 | 303 |
| I/I ₁ | | d corr. abs.? | | 3.112 | 6 | 011 | 0.9948 | 2 | 119 |
| Ref. SWANSON AND FUYAT, NBS CIRCULAR 539, Vol. III, (1953) | | | | 2.771 | 100 | 102 | .9531 | 2 | 127 |
| | | | | 2.050 | 24 | 014 | .9397 | 1 | 220 |
| Sys. HEXAGONAL | S.G. D _{3d} ⁵ - R3m | | | 1.879 | 26 | 110 | .9198 | 3 | 1.0.11 |
| a ₀ 3.760 | b ₀ | c ₀ 10.548 | A | 1.768 | 10 | 105 | .8995 | 1 | 218 |
| α | β | γ | Z 6 | 1.757 | 7 | 006 | .8903 | 2 | 132 |
| Ref. I.B.I.D. | | | | 1.658 | 6 | 113 | | | |
| | | | | 1.556 | 11 | 022 | | | |
| ε α | n ω β | ξ γ | Sign | 1.386 | 6 | 204 | | | |
| 2V | D _x 5.778 mp | Color | | 1.367 | 4 | 017 | | | |
| Ref. | | | | 1.289 | 5 | 025 | | | |
| | | | | 1.284 | 5 | 116 | | | |
| SAMPLE FROM BAKER CHEM. CO. SPECT. ANAL.: | | | | 1.222 | 1 | 121, 108 | | | |
| <0.1% Bi, Sb; <0.01% Fe, Si; <0.001% Ag, Al, Ca, Mg, Pb. | | | | 1.1987 | 7 | 212 | | | |
| X-RAY PATTERN AT 26°C. | | | | 1.1722 | 1 | 009 | | | |
| | | | | 1.1158 | 4 | 124 | | | |
| | | | | 1.1062 | 2 | 207 | | | |
| | | | | 1.0857 | 3 | 300 | | | |
| | | | | 1.0631 | 3 | 215 | | | |
| REPLACES 1-0760, 1-1019, 2-0872, 3-0749, 3-0754, 3-0757 | | | | | | | | | |

标准粉末衍射(PDF)卡片

六、问题分析

1. 布拉格公式($2d\sin\theta=n\lambda$)中的 d 、 θ 、 λ 各代表什么意思?
2. 索引分为几种? 怎样使用?
3. 卡片分成几个区域? 和衍射图谱检索有关的主要有那些区域的数据?

(执笔人: 钱同生)