

X 射线衍射 Qualitative Analysis 分析程序

南京工业大学现代分析中心

1. 目的要求:

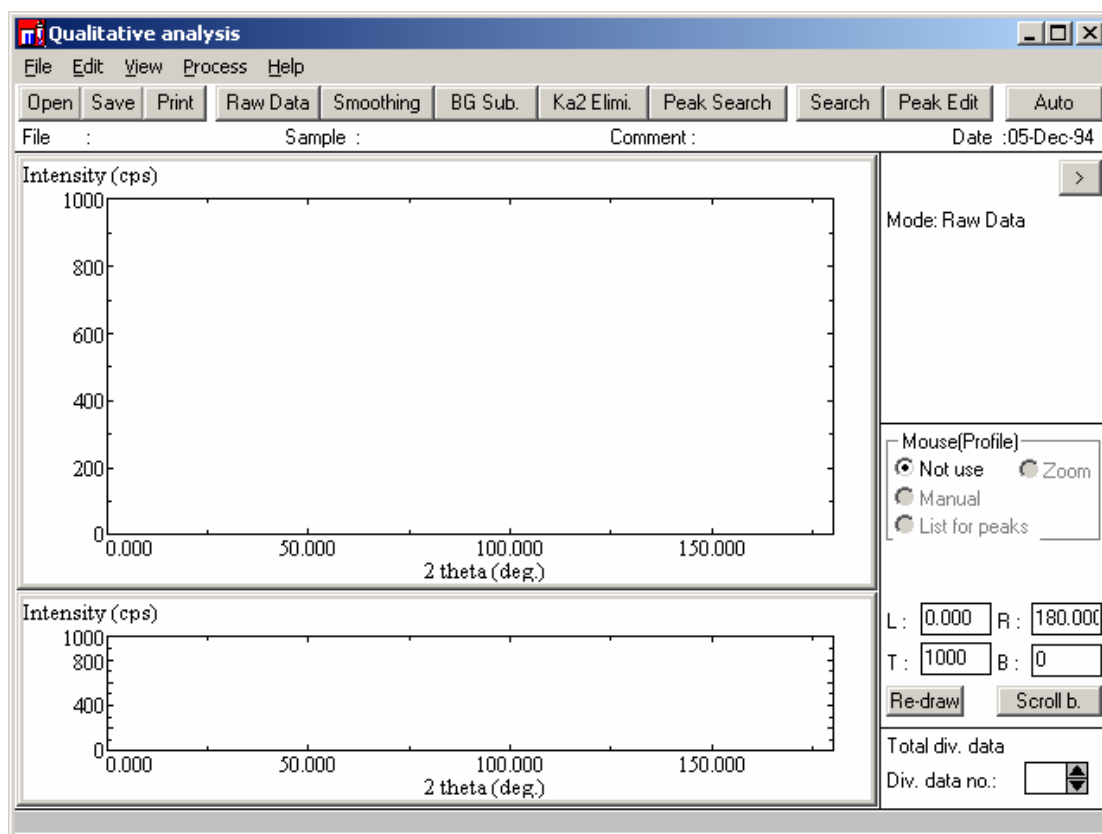
1. 初步了解多晶体（粉末）X 射线衍射数据的分析原理
2. 熟悉和掌握定性分析程序的使用方法和步骤

2. 实验原理:

多晶体（粉末）X 射线衍射数据的分析就是用实验得到的 X 射线衍射数据用计算机程序进行处理和运算，分析样品中包含有那些结晶物质及其含量，并可根据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。

3. 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，其 Qualitative Analysis 程序界面如下:

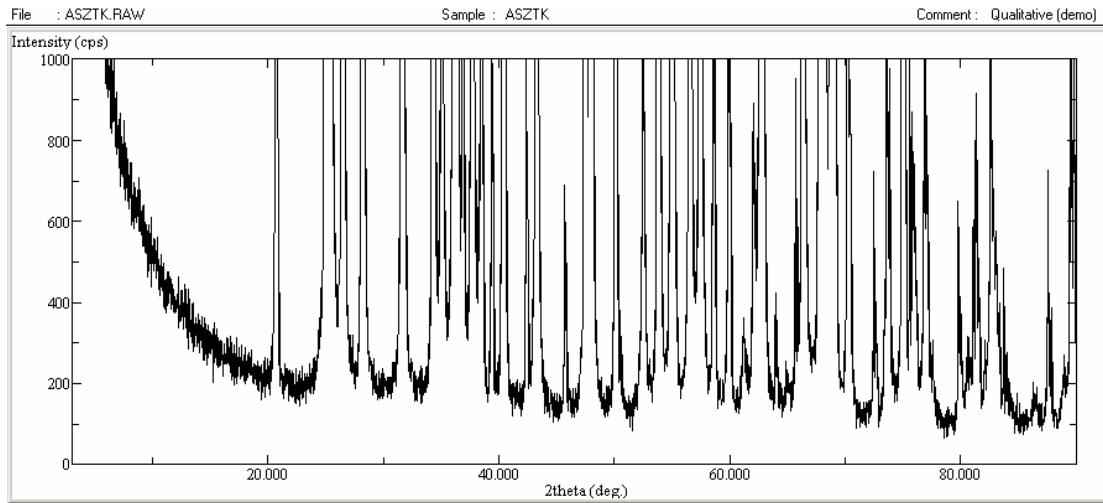


4. 操作步骤:

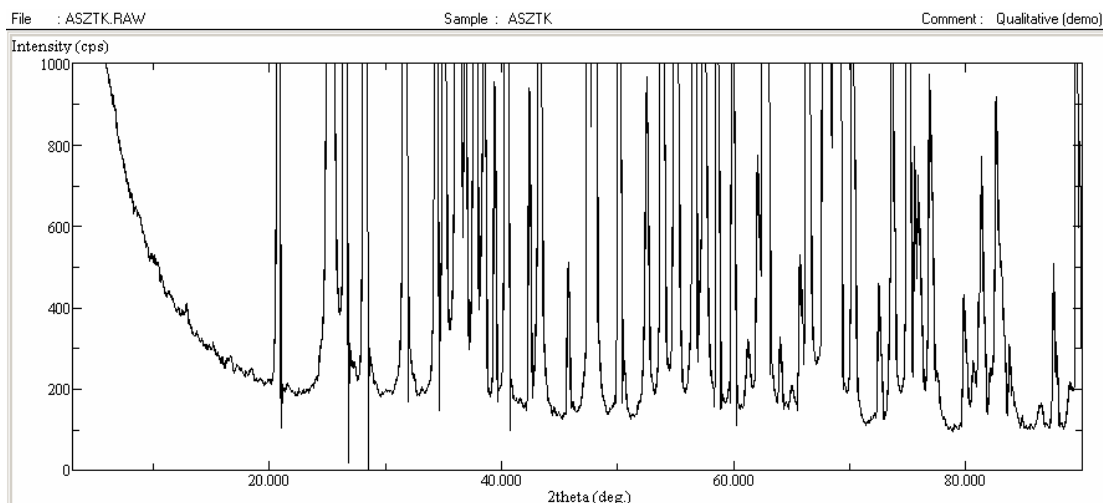
1. 打开 Qualitative Analysis 程序, 用得到的样品衍射数据进行平滑、去背底、检峰等处理和计算, 得到各个衍射峰的角度、d 值、半高宽、绝对强度、相对强度的数据。
2. 根据得到的衍射峰数据和其他样品的信息用不同的索引进行检索, 找到样品里所含各种结晶物质及对应的 PDF 卡片
3. 根据测试目的, 用得到的衍射峰数据和 PDF 卡片数据进行计算, 得到所需要的结果。

5. 程序分析过程及结果:

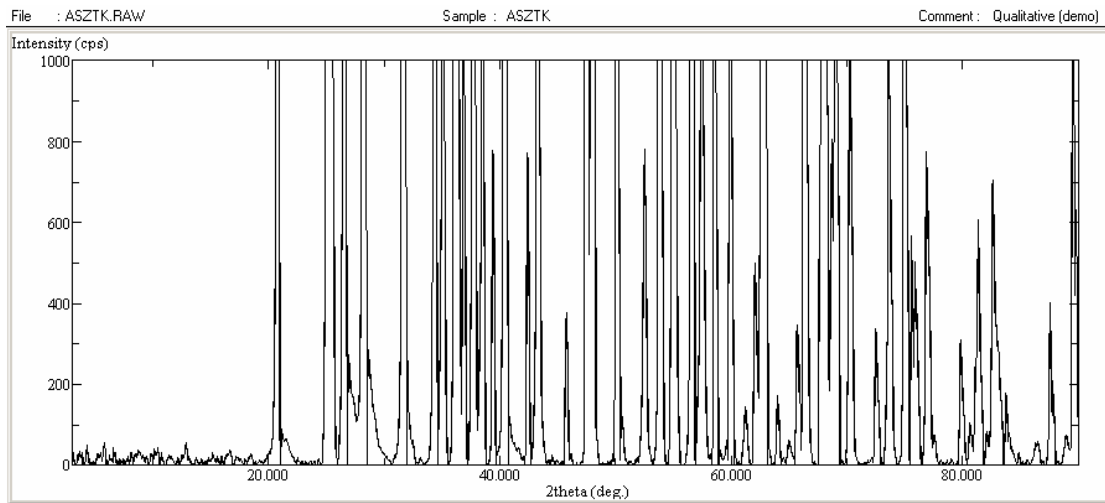
原始数据:



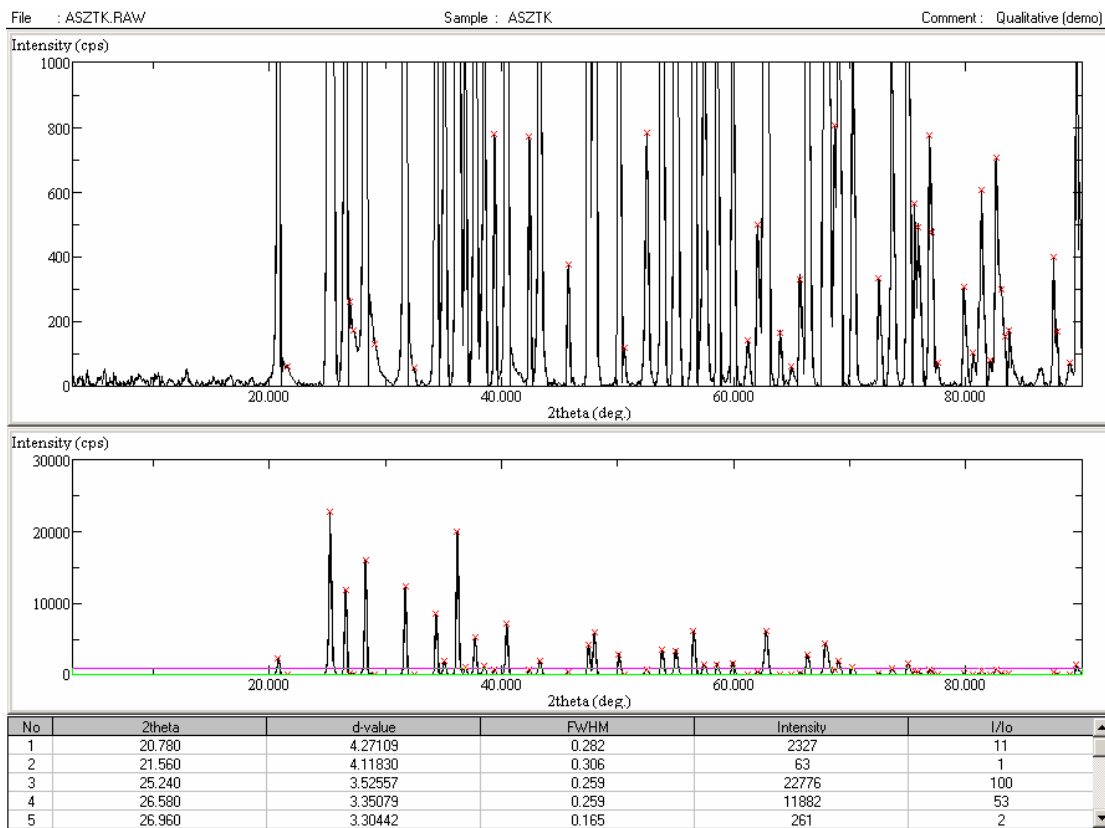
smoothing 后的结果:



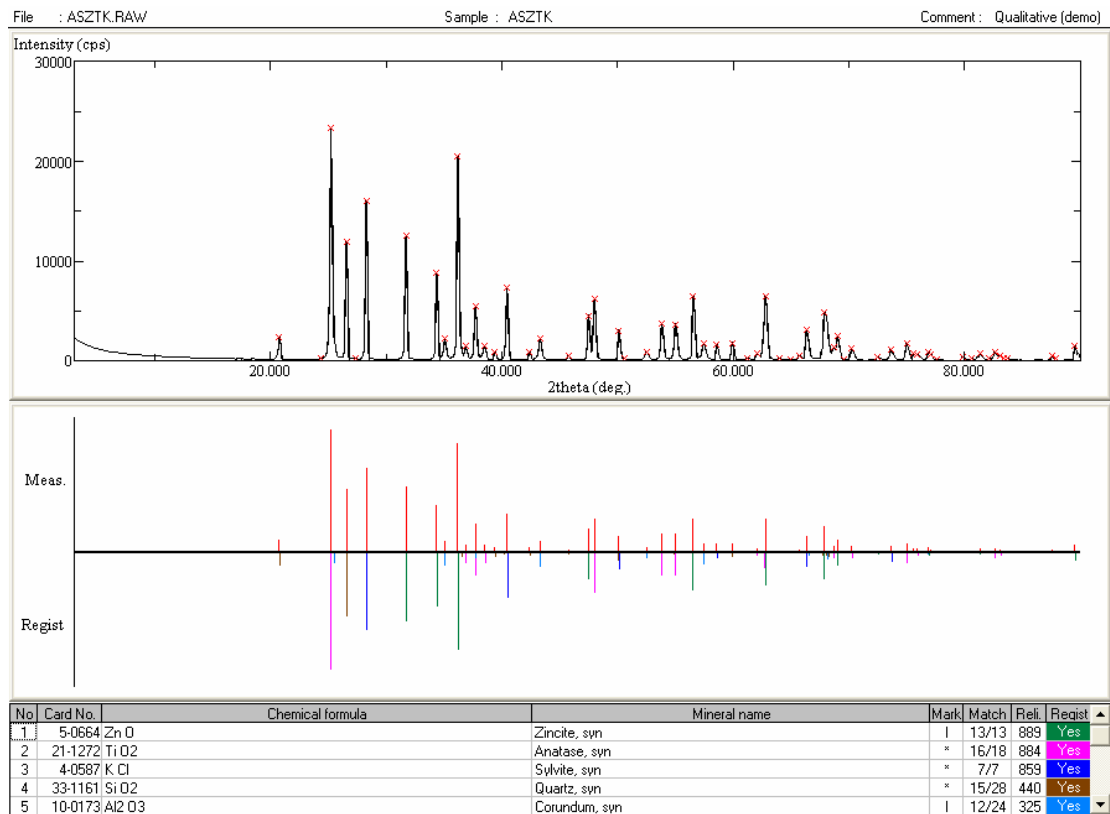
BG Sub 后的结果:



Peak Search 后的结果:



Search 后的结果:



6. 问题分析:

1. Qualitative Analysis 程序分析过程中各项常用参数如何设定?
2. Qualitative Analysis 程序如何校准所得到的衍射数据?

(执笔人: 钱同生)

7. 答案：（手写）

一、Qualitative Analysis 程序分析过程中各项常用参数如何设定？

答：常用参数选择：

1. Smoothing(圆滑化):

其中 Smoothing 项 选择 Savitzey-Golay'S
parameter 项 选择 Manual
Points 项 选择 19

2. BG subtraction(背底剪除): 不选择

3. Ka2 emilmination(Ka2 滤除): 不选择

4. Peak Search(峰搜索):

其中 parameter 项 选择 Manual
Max.width 项 选择 0.30
Min.height 项 选择 60-200(根据分析的要求和峰的数目选择)

二、Qualitative Analysis 程序如何校准所得到的衍射数据？

答：用掺有标准物质的样品（如石英）进行衍射试验，用标准分析方法进行平滑、去背底、检峰等处理并调出标准石英的卡片（33-1161），然后再点击 Peak Edit 按钮，在下拉菜单中选择 Correction(Int)，就可对该数据进行全测量范围内的校准，并按校验后的数据进行检索标准卡片。