

# X射线衍射实验技术-2

## D8 Advance 和D2 Phaser衍射仪

王通 博士

XRD应用工程师

Email: [tong.wang@bruker.com](mailto:tong.wang@bruker.com)

布鲁克（北京）科技有限公司

- 应用-您的目的
- 衍射仪-了解您的工具
- 样品及样品制备-对象
- 仪器配置优化-使用您的工具
- 数据采集-测量软件及测试参数的选择
- 测量软件: Measurement, Wizard etc.

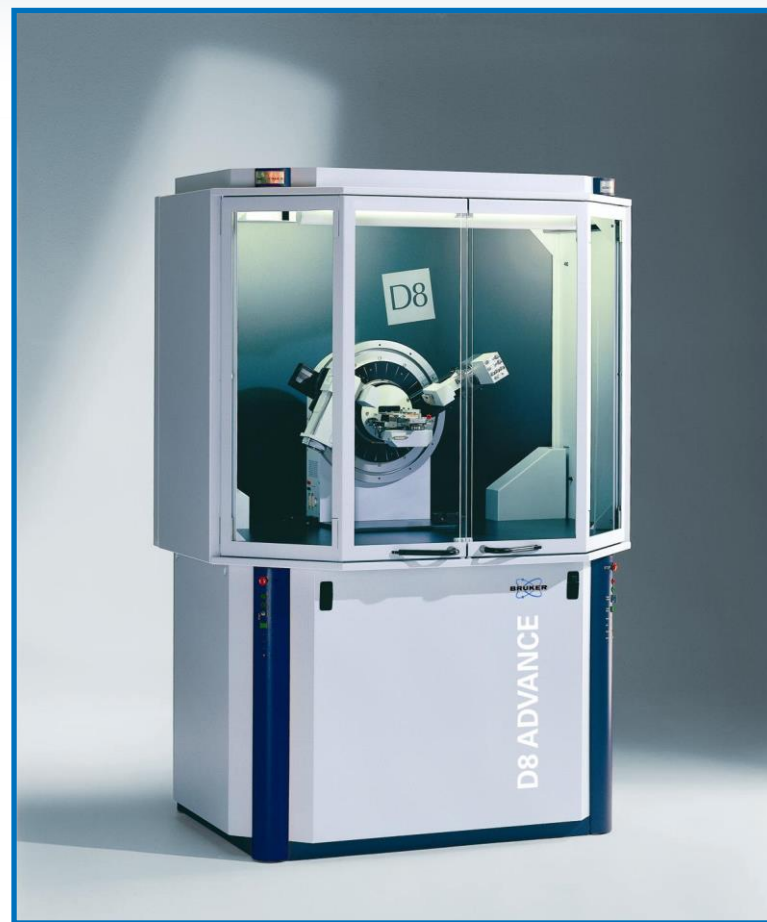
# Bruker AXS 产品-您的工具



## D8 ADVANCE 多功能衍射仪



D8 ADVANCE with Davinci Design

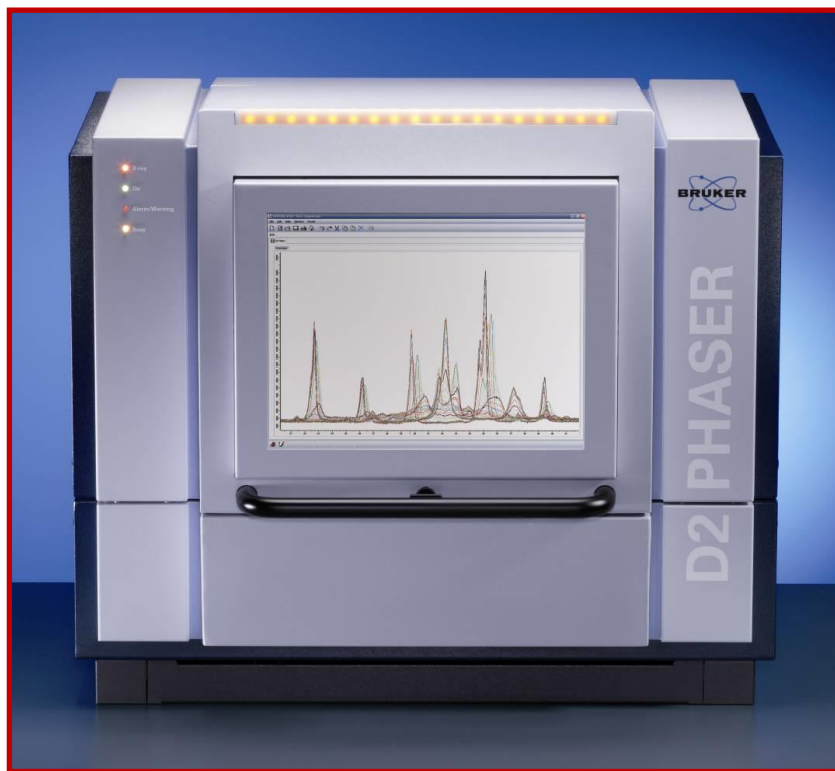


D8 ADVANCE&FOCUS

# Bruker AXS 产品-您的工具



D2 PHASER 桌面衍射仪、D8 ENDEAVOR 高通量衍射仪



D2 PHASER

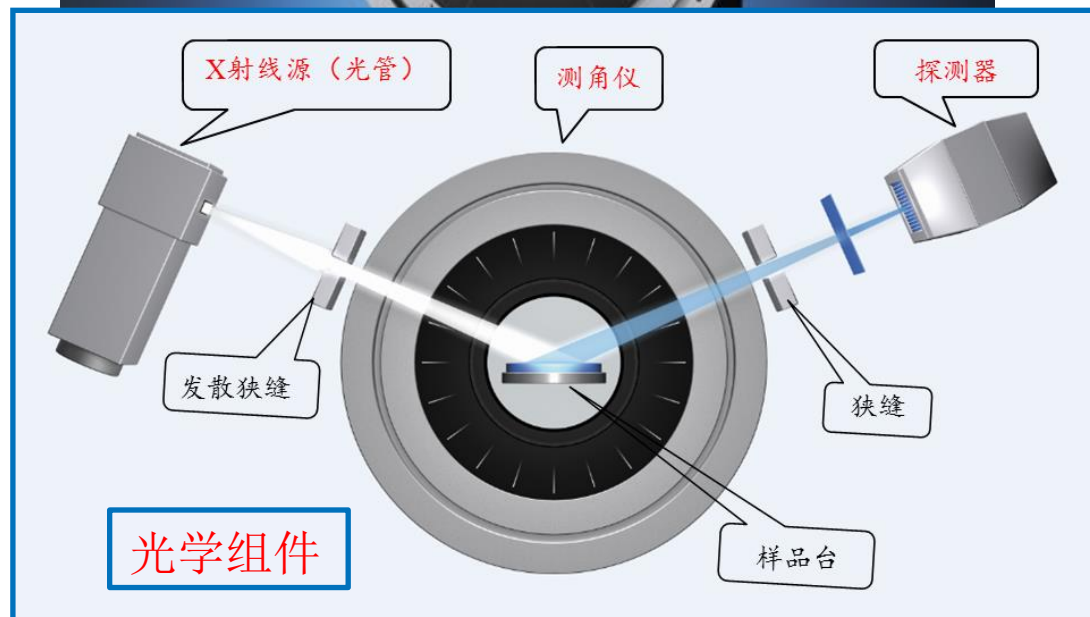
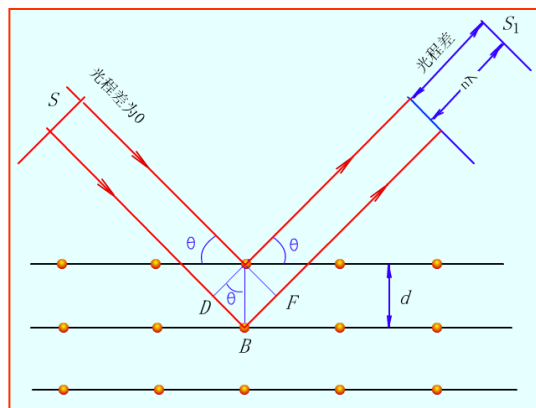


D8 ENDEAVOR

# 衍射仪-了解您的工具



$$2d_{hkl} \sin\theta = n\lambda$$





# X射线源-光管（大多数用户）



3kW封闭陶瓷光管：Cu(最常用)、Co、Cr、Mo、Fe等



3kW封闭陶瓷光管

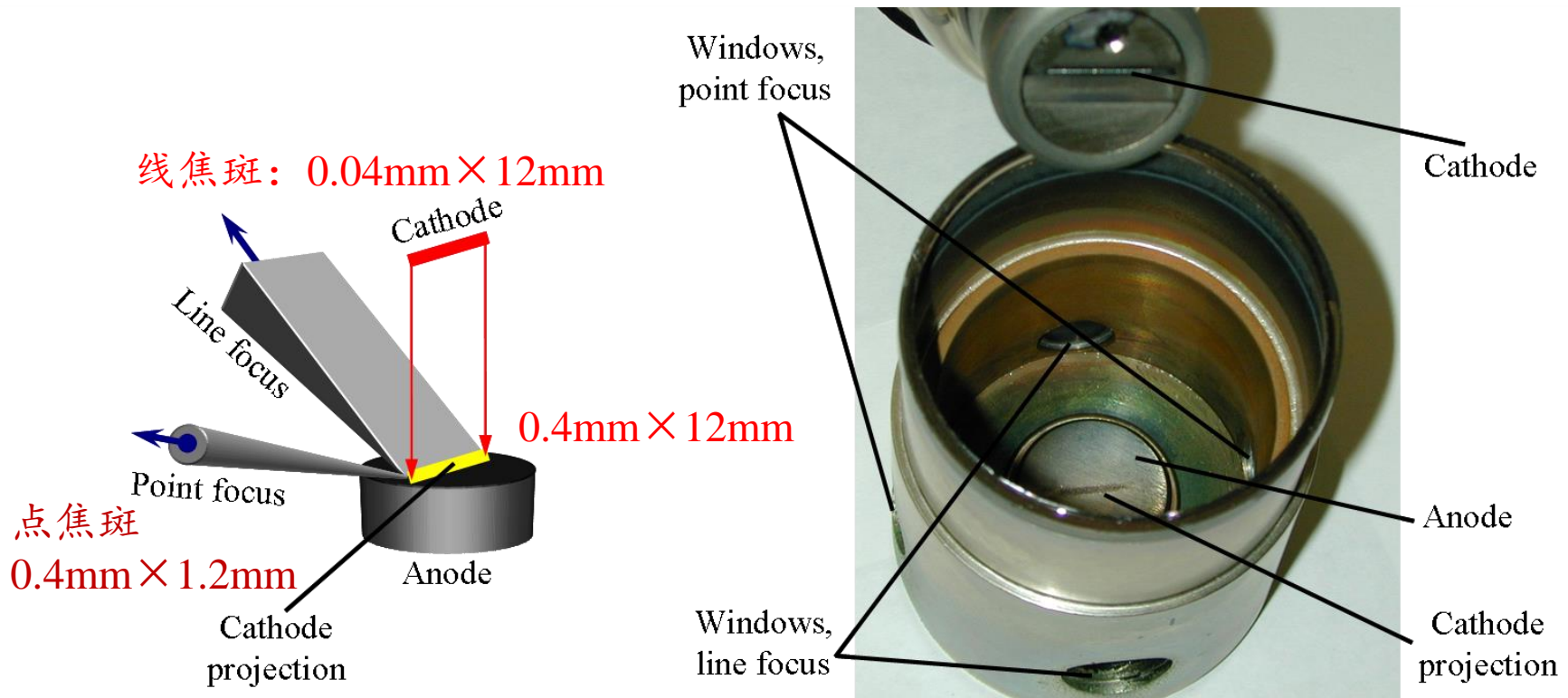


- 3KW 陶瓷X光管，寿命长，焦斑位置稳定；
- 长细焦斑  $0.04\text{mm} \times 12\text{mm}$ ，具有比功率高和分辨率好的优点；
- 转变为点焦斑： $0.4\text{mm} \times 1.2\text{mm}$ ；
- 冷却水耗：3.5升/分 流量
- 新一代的陶瓷光管技术(1000小时强度衰减1%)

# X射线管中的焦斑：线焦斑和点焦斑



- 焦斑小，比功率大，线形失真小



# X射线光管

其它光管（特殊用户）



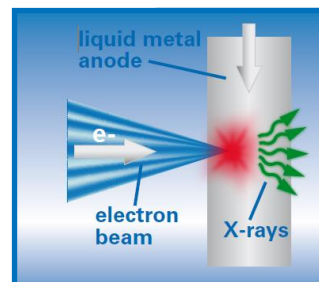
*Leadership in Technical Innovation!*



I $\mu$ S微焦斑光源



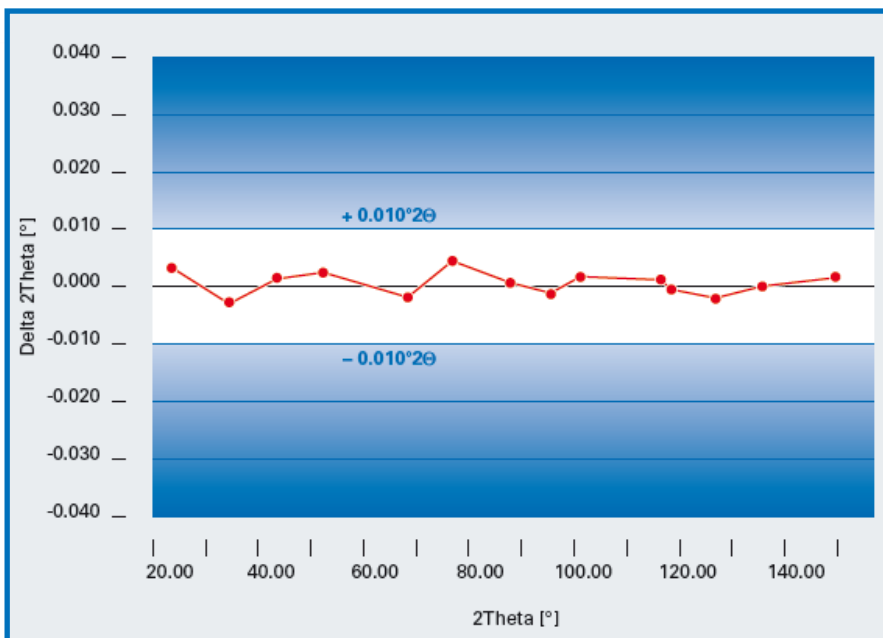
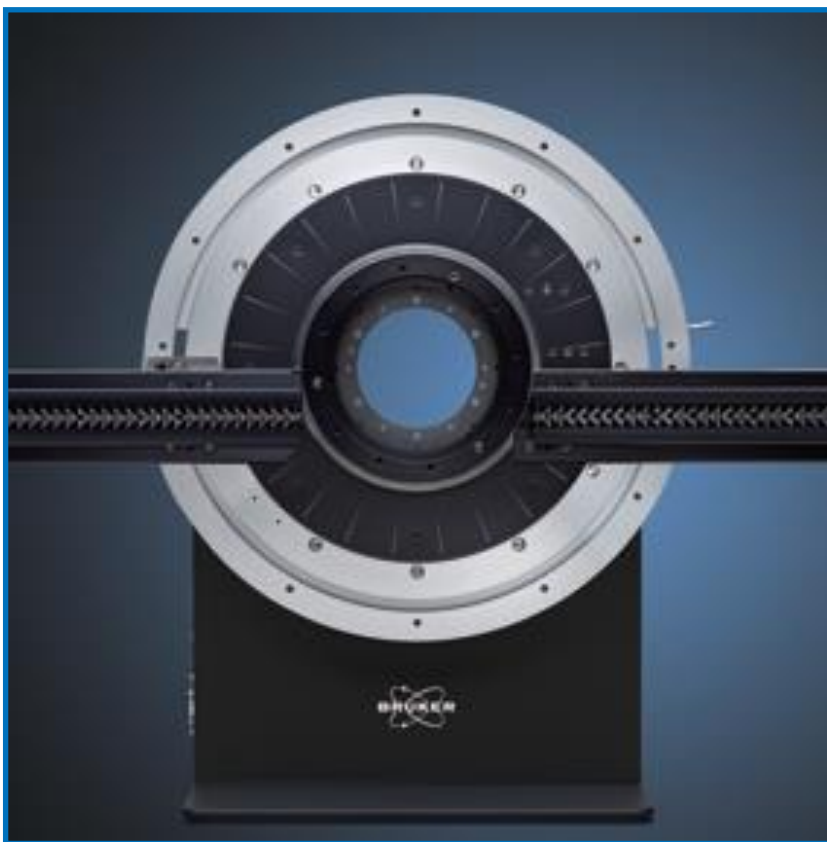
Turbo转靶光源



METALJET 液态靶光源



# 高精度测角仪



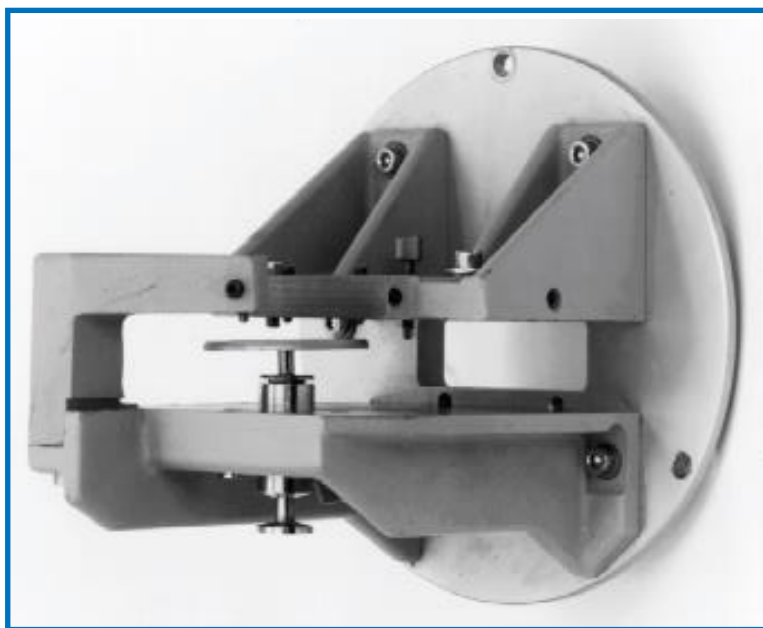
角度保证（整体性能）：  
刚玉标样全谱范围角度误差  
不超过0.01度！

# 样品台

这里只介绍常用样品台

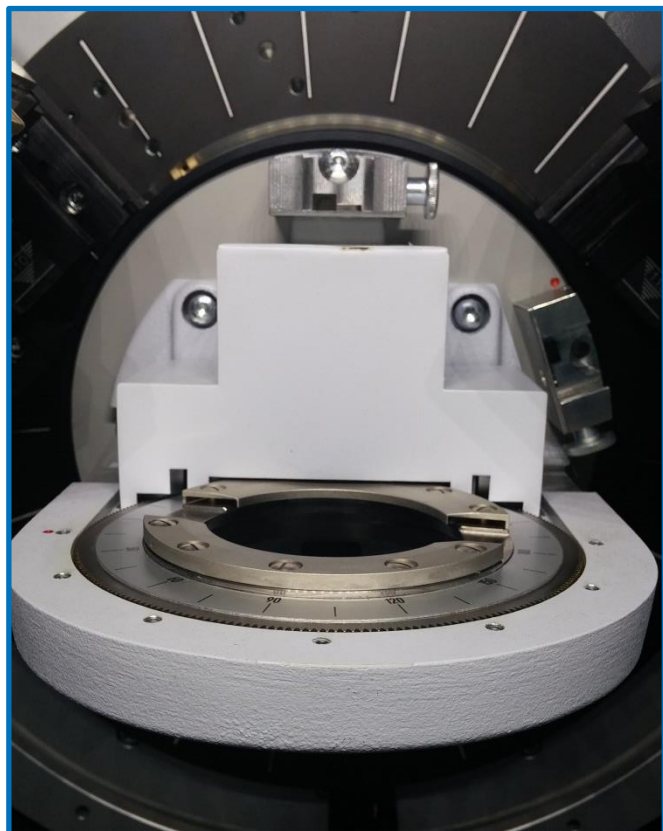


- 标准样品台



- 适用粉末、块体定性定量等常规分析
  - 角度准确，可用于确定衍射仪中心
  - 只能用于反射测量模式
- 
- 无自由度，对样品大小有限制
  - 不能用于透射测量模式

- 旋转透射样品台



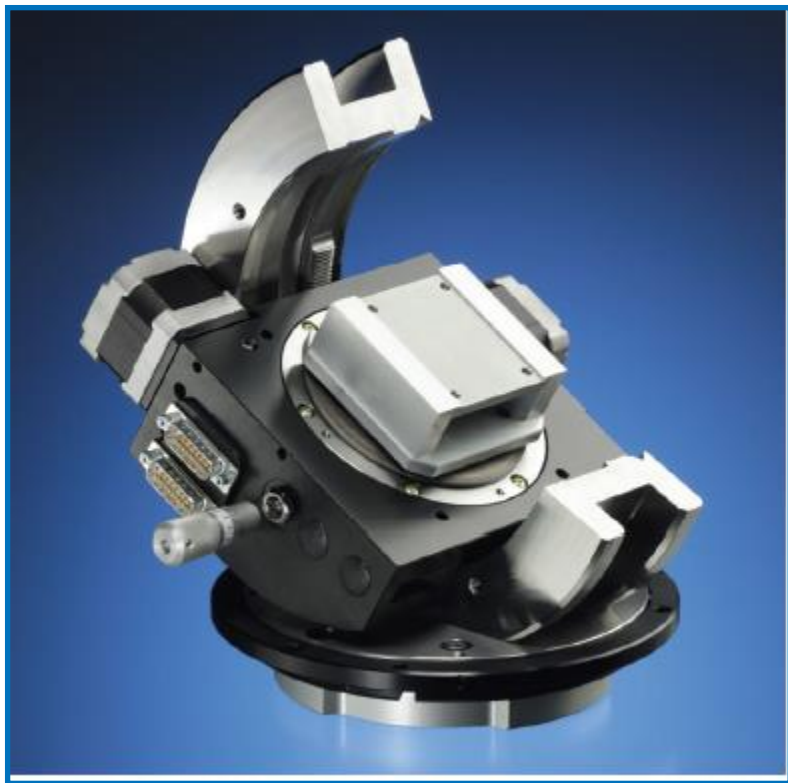
- 适用粉末、块体定性定量等常规分析
- 可沿样品表面法线旋转，增加样品统计性
- 反射、透射测量模式均可

- XYZ样品台



- 具有XYZ三个自由度
- 适用粉末、块体定性定量等常规分析
- 特别适合薄膜分析
- 反射测量模式

- 紧凑尤拉环

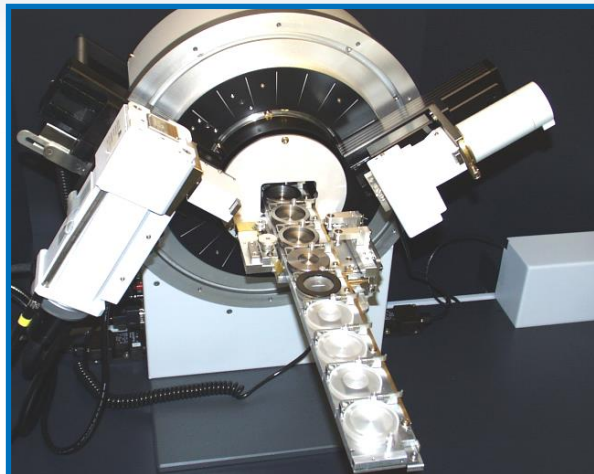


- 具有Chi、Phi、Z三个自动自由度
- 适用粉末、块体定性定量等常规分析
- 可用于薄膜分析
- 主要用于应力和织构分析
- 反射测量模式



# 样品台

## 多位进样器



### ➤ 9位进样器：Filp-Stick

- 9-90个样品
- 样品台可旋转
- 反射和透射模式



### ➤ 90位进样器：Auto-Changer

- 毛细管样品台

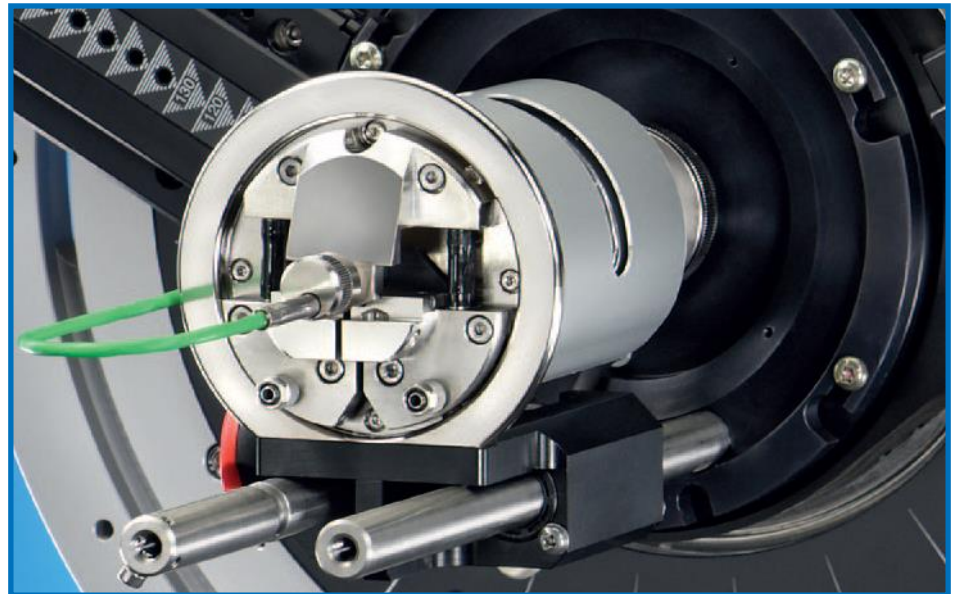


- 具有Phi自由度
- 适用于低吸收系数的粉末样品
- 透射测量模式

# 样品台



- 原位样品台



# X射线探测器（1D和0D）



VANTEC-1 1-D detector



LYNXEYE 1-D detector



SOL-XE energy-dispersive  
detector



Scintillation counter



一维探测器



零维（点）探测器

高强度，速度快！

# LynxEye一维阵列探测器



- 复合Si探测器：192个微型探测器
- 布鲁克全球保证无任何缺陷通道
- 有效面积：14.4mm × 16mm
- 空间分辨率：75μm（每个通道大小）
- 最大技术率：大于10<sup>8</sup>cps
- 探测效率：大于98%（Cu靶）
- 适合Cr、Co、Cu、Mo、Ag靶
- 适合于常规多晶衍射和小角衍射、小角散射、织构、应力、薄膜反射等非常规测试
- 完全免维护，室温实验室条件使用（无需电制冷、气氛）



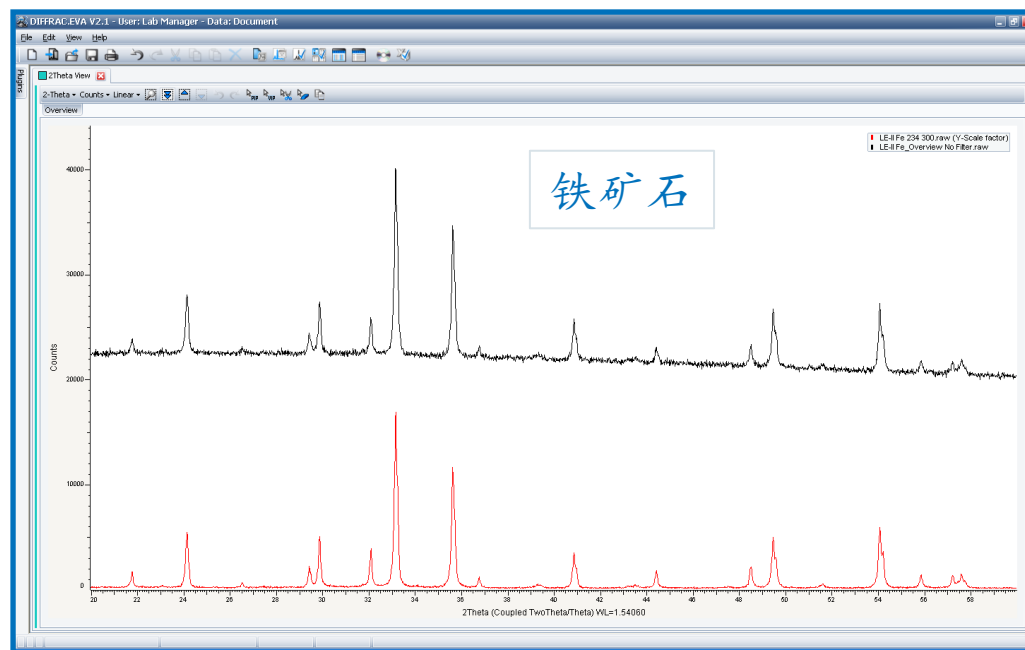
# LynxEye XE

## 新一代能量色散型一维阵列探测器



超高强度以及优异的能量分辨  
完美结合！

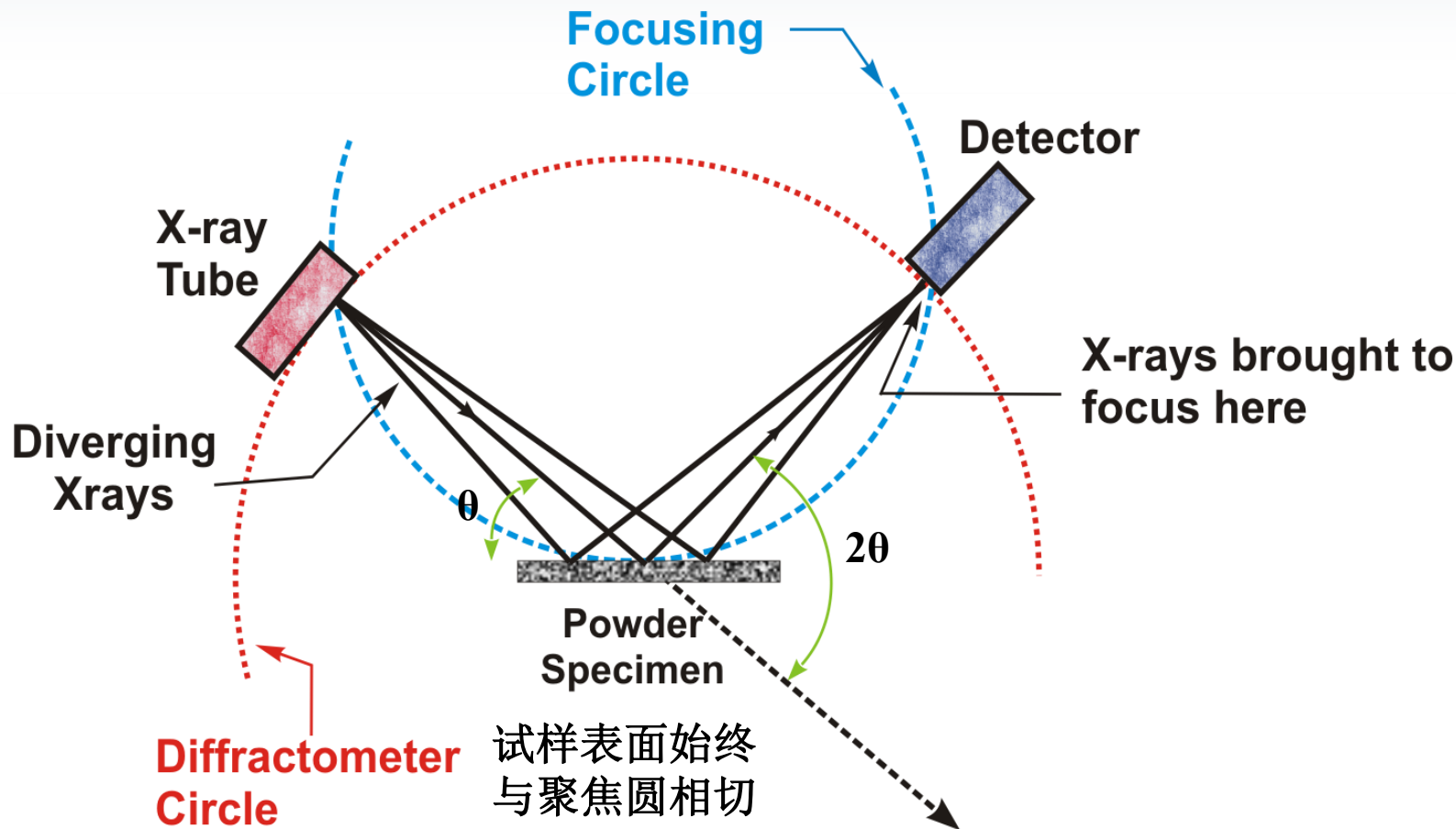
- 去除荧光背底
- 强度损失小于5%



*Leadership in Technical Innovation!*

# 粉末衍射几何

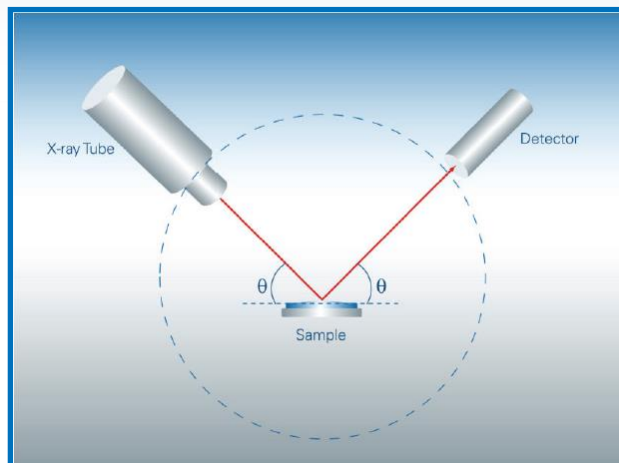
## Bragg-Brentano (BB) 衍射几何



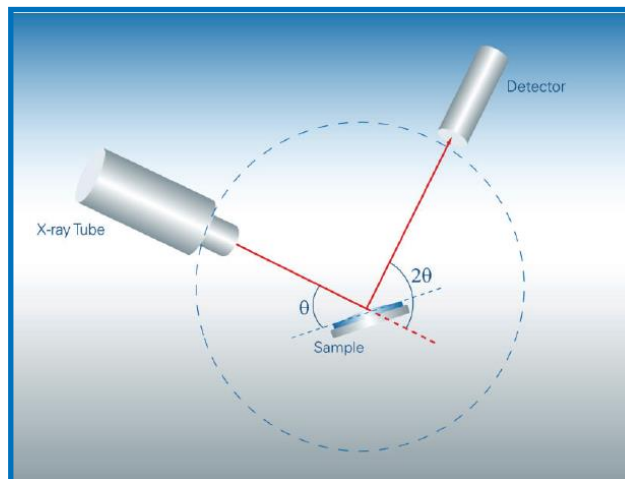
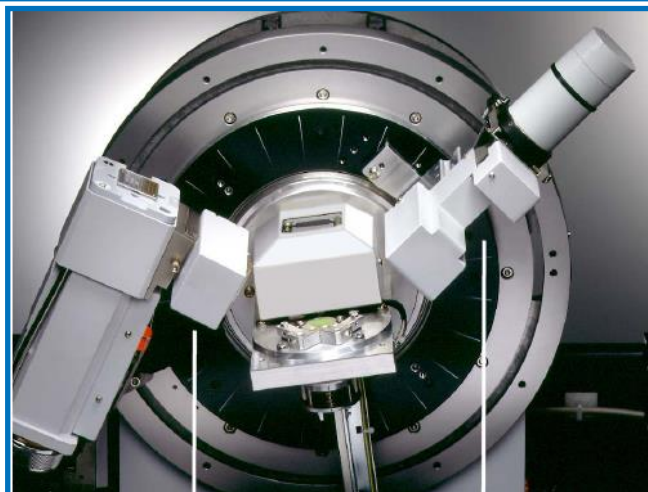
线焦斑：发散聚焦光

强度高分辨率高！

# BB几何两种扫描方式 测角仪运动模式

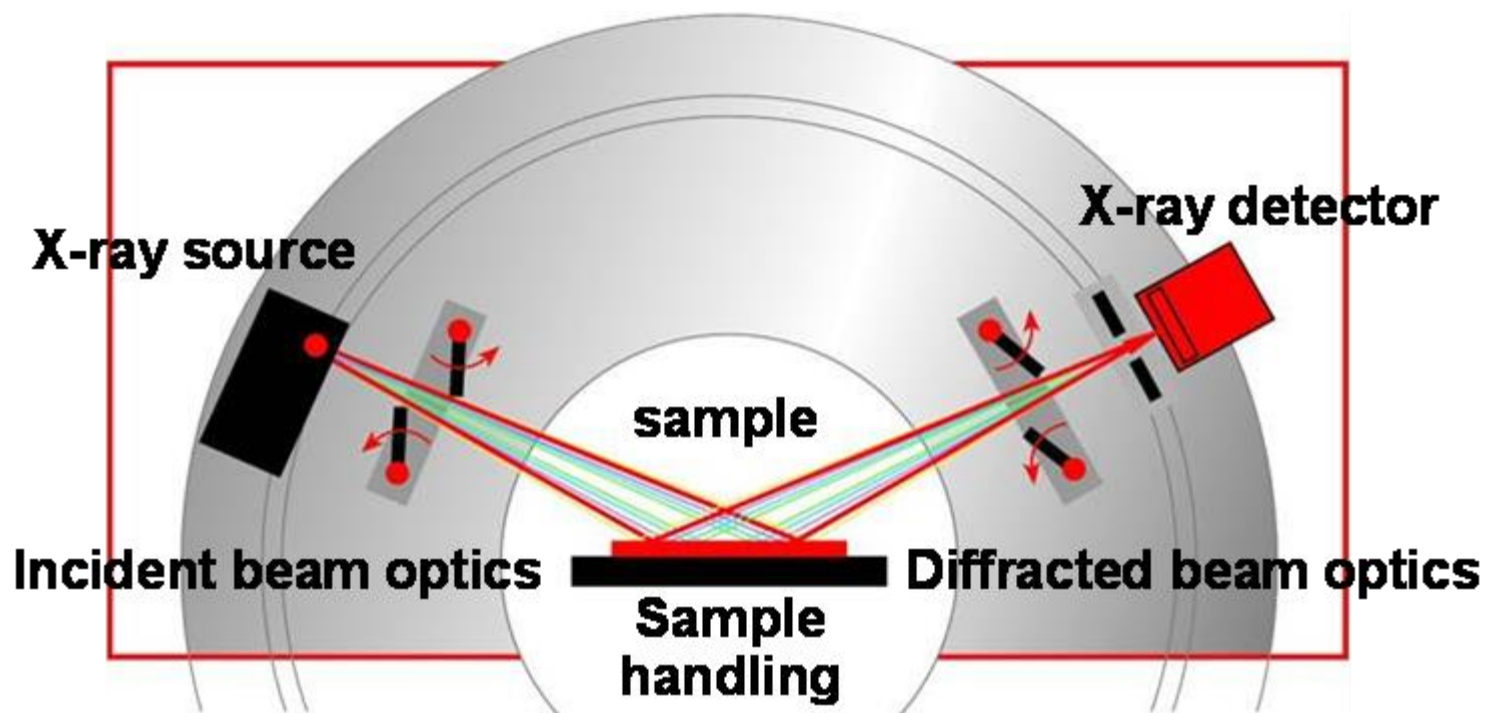


Theta/Theta  
普遍采用!



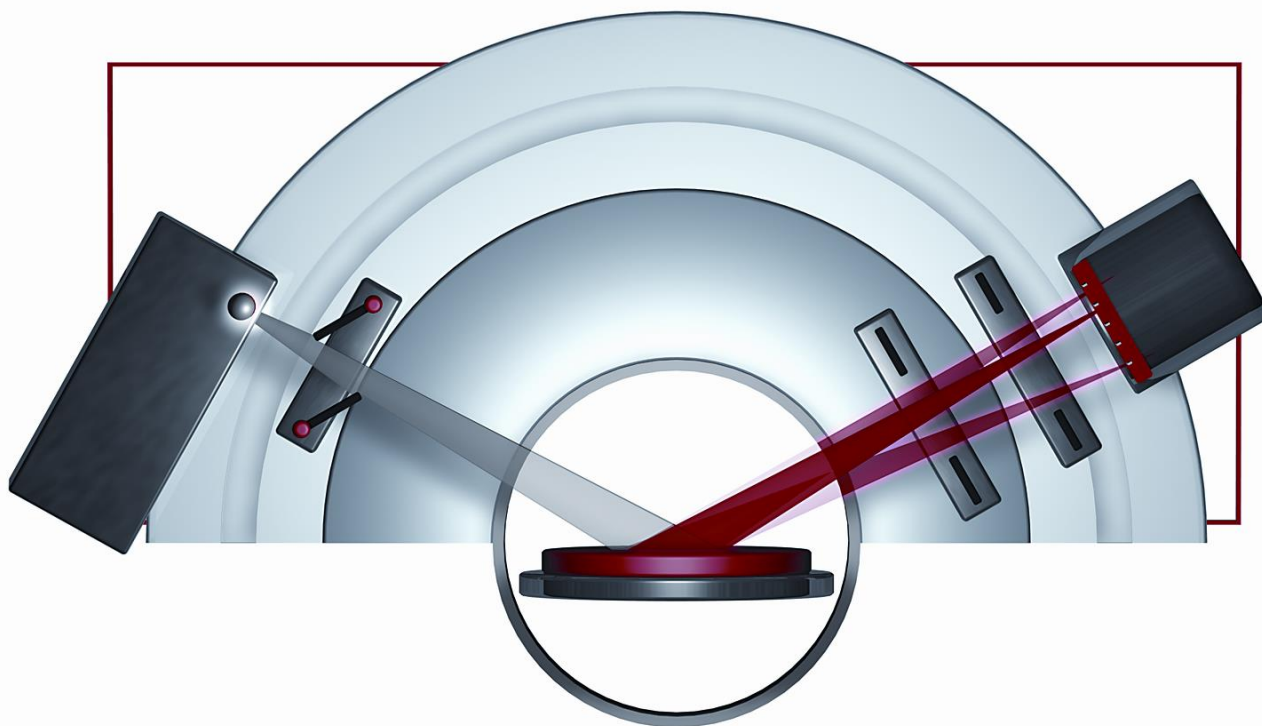
Theta/2Theta

# 常规的X射线衍射 BB 几何 较老配置



点探测器衍射光路

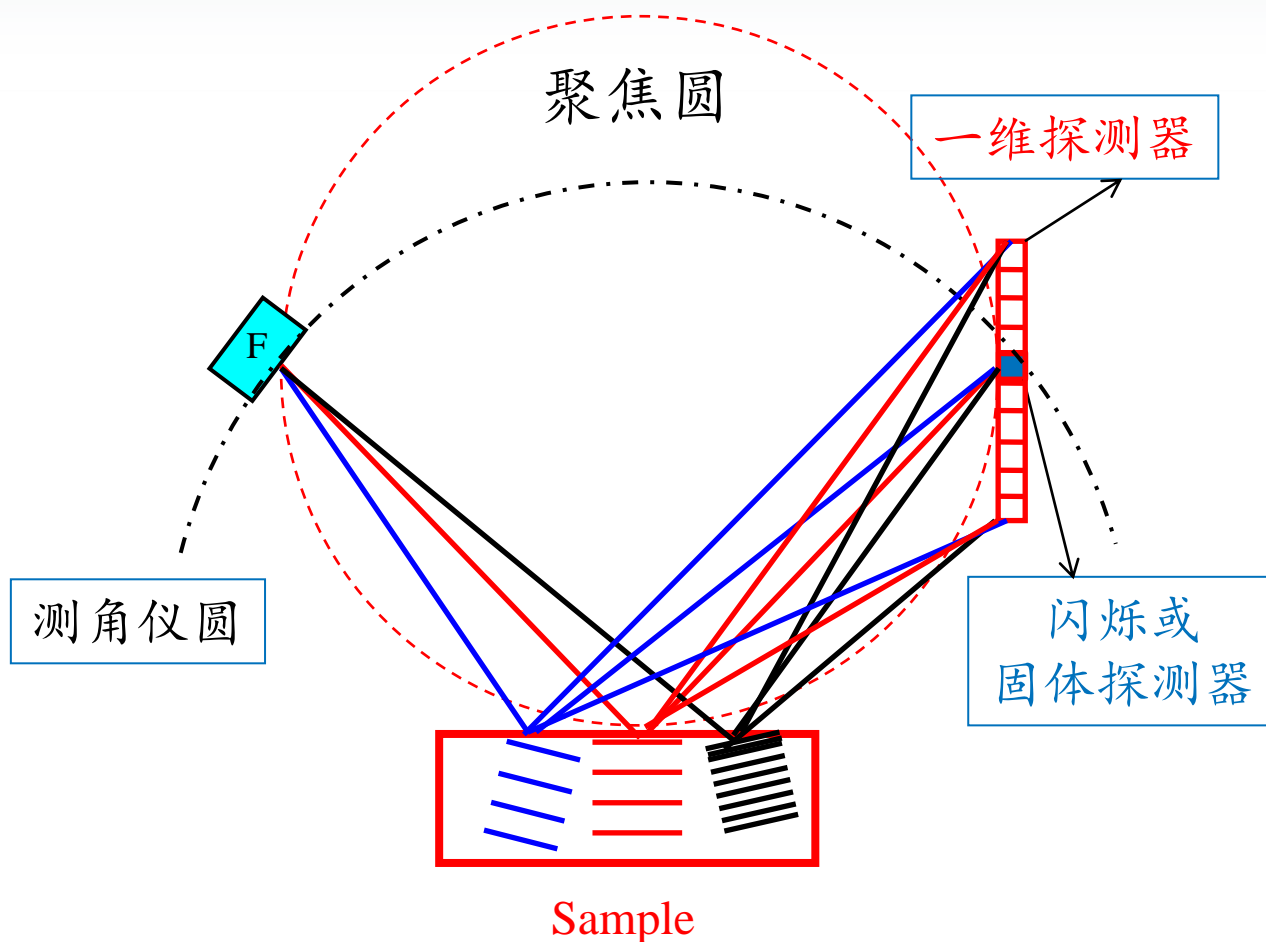
# 常规的X射线衍射 BB 几何 主流配置：90% 用户



一维探测器的衍射光路



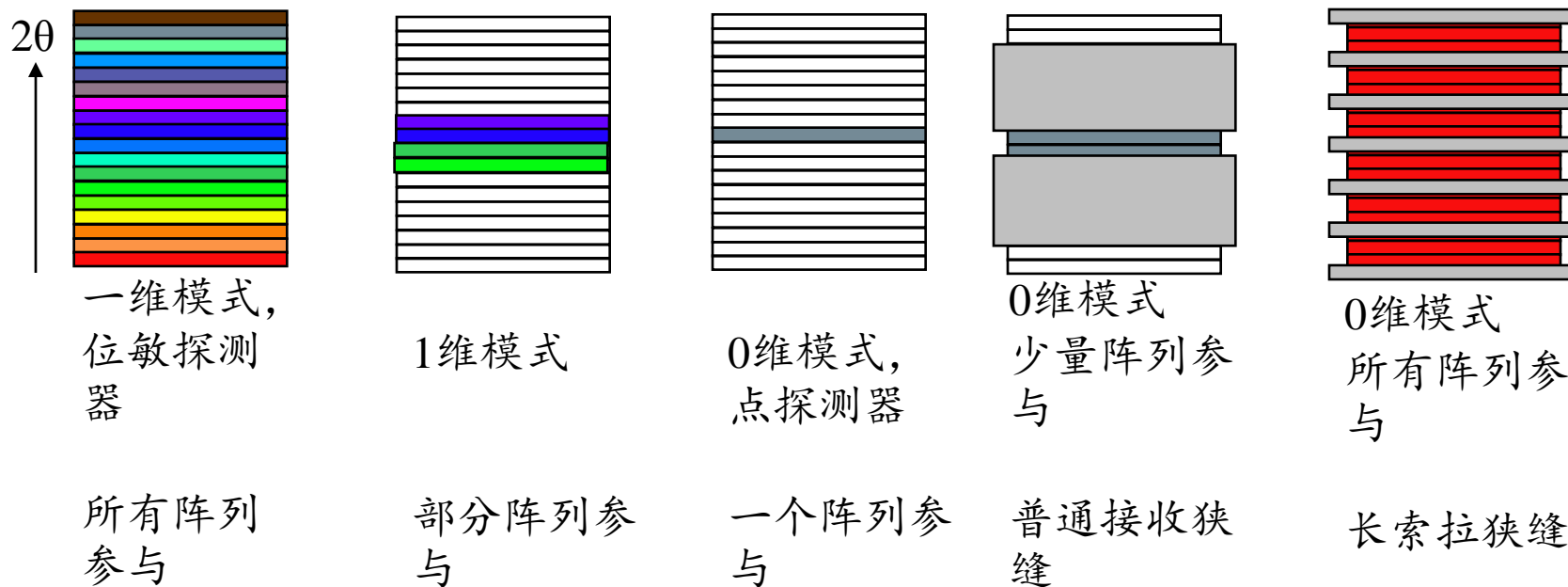
# 一维阵列探测器与点探测器 如何提高效率



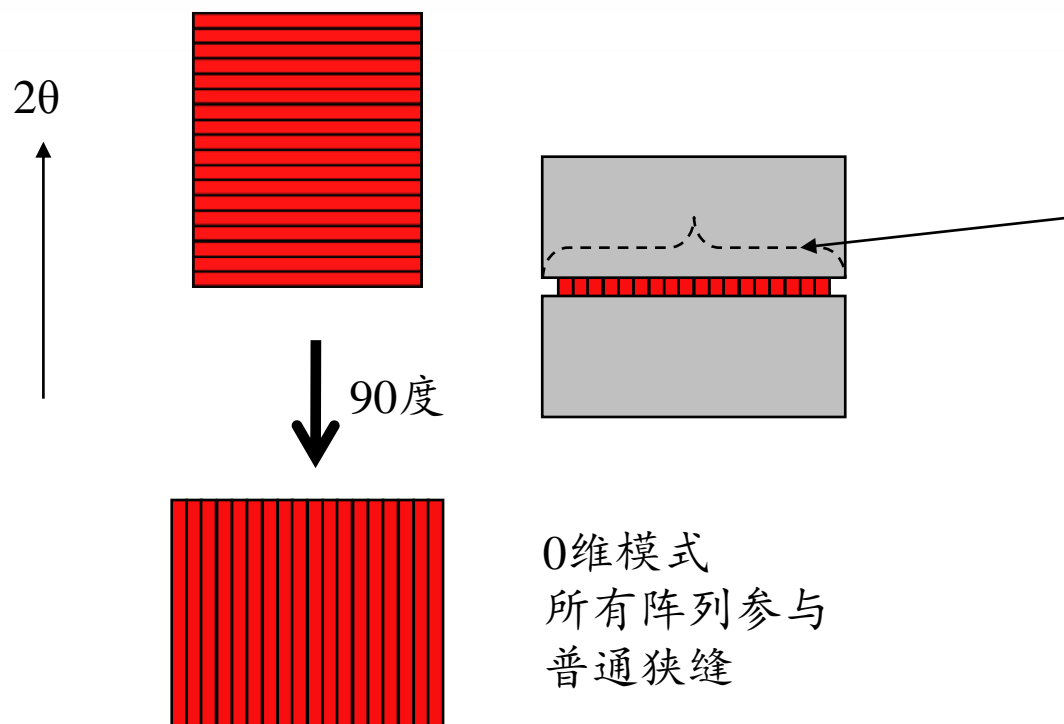
LynxEye 1D:

- 192道: 强度
- 75微米/strip: 分辨率
- 散焦: 分辨率

# LynxEye 探测器的几种测量模式



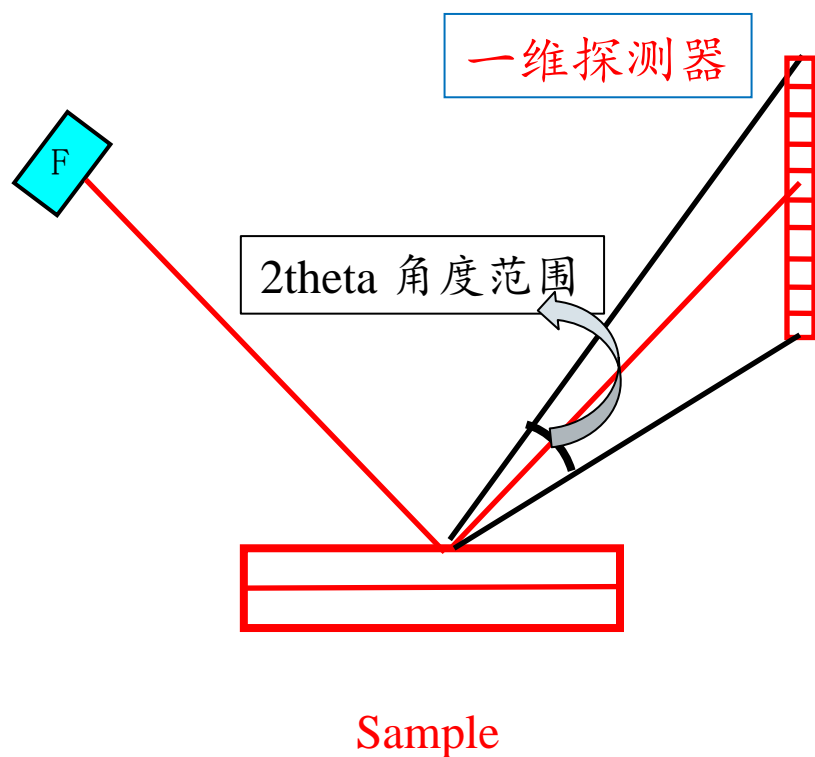
# LynxEye™ – 90 度旋转模式 应用于薄膜反射率 (XRR) 测量



- 衍射强度平均分配在所有的阵列上，从而获得极高的计数线形范围
- Maximum global count rate: >100,000,000 cps



# LynxEye 探测器的常用配置



- Active Area: 14.4 x 16 mm
- 常用测角圆及2theta 角度范围
  - 401 mm 4.1°
  - 435 mm 3.8°
  - 500 mm 3.3°
  - 560 mm 2.9°



# 优化X射线光路 提高数据质量



三要素：

## 1. 峰位

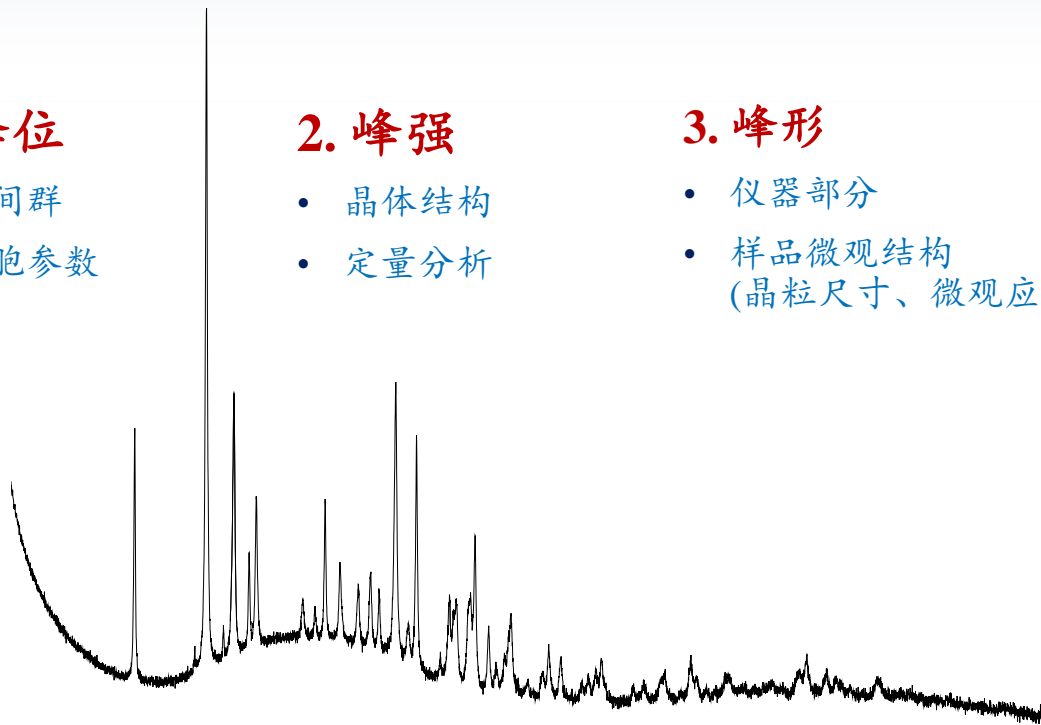
- 空间群
- 晶胞参数

## 2. 峰强

- 晶体结构
- 定量分析

## 3. 峰形

- 仪器部分
- 样品微观结构  
(晶粒尺寸、微观应变、缺陷)

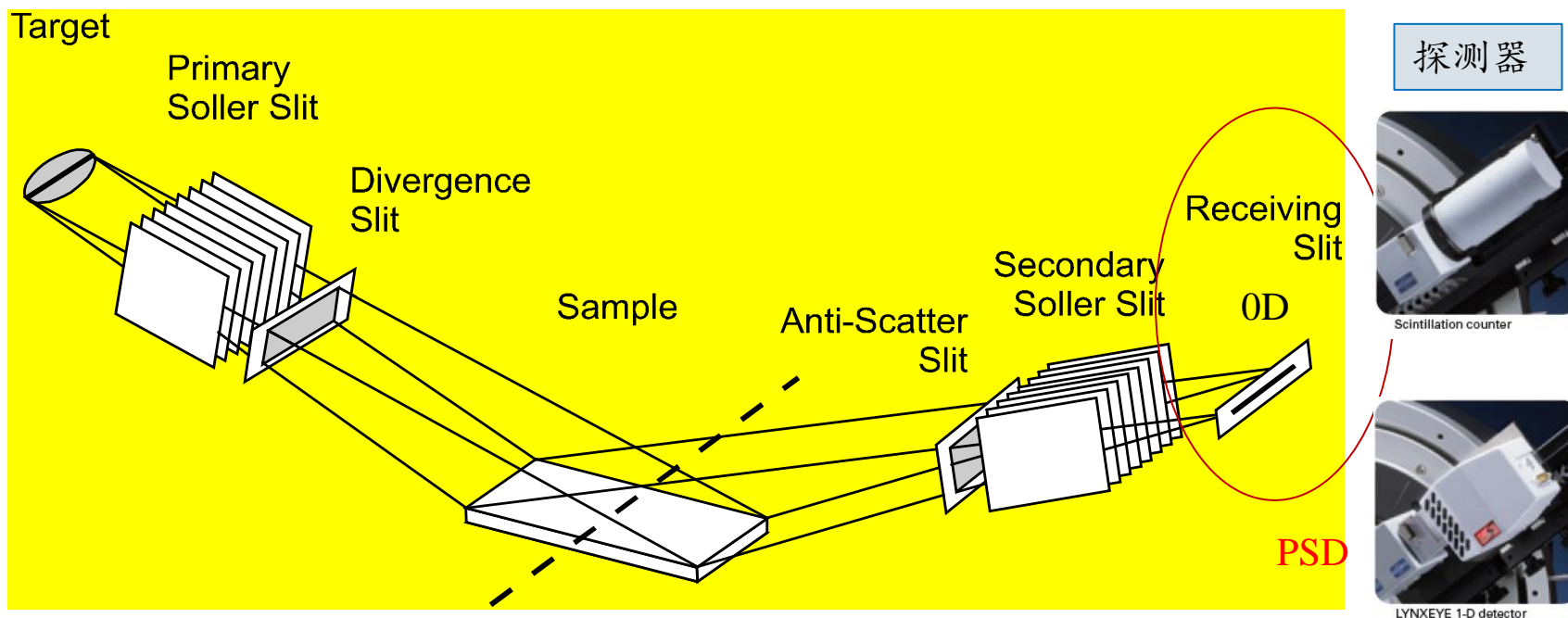


## □ 背底

- 空气散射
- 非相干散射
- 非晶漫散峰, “结晶度”

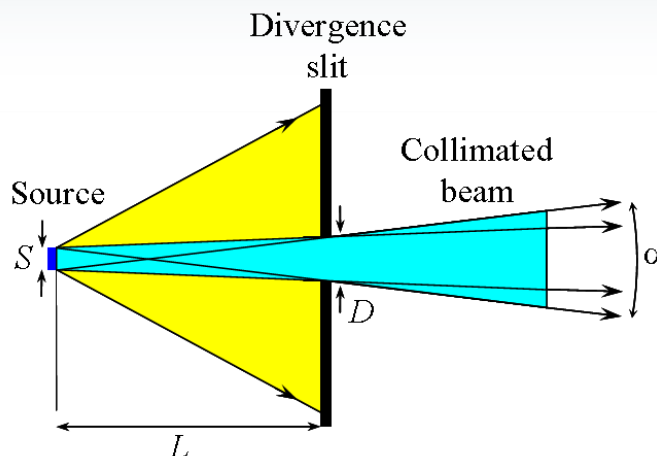


# 光学系统及光学元件

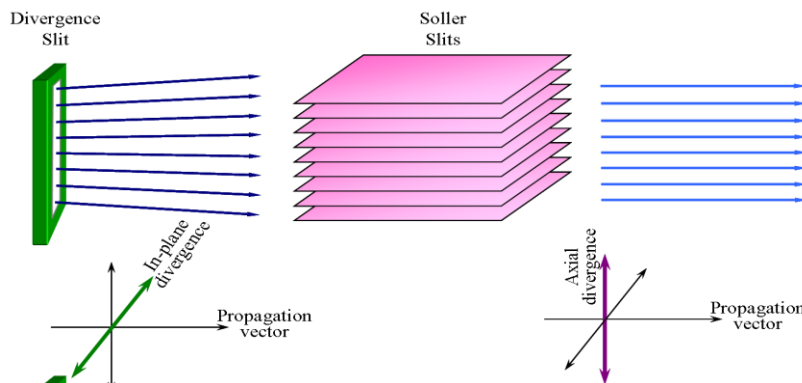
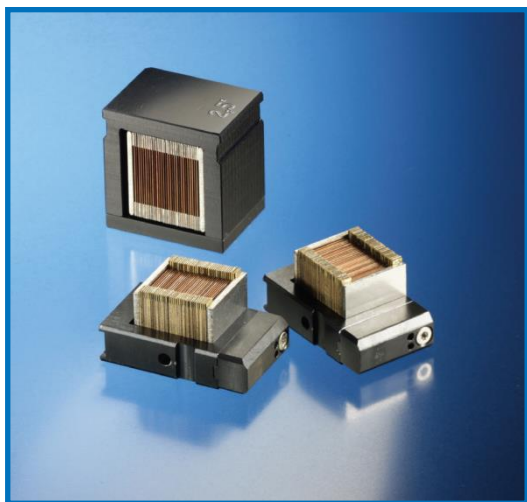


目前，配备PSD阵列探测器的设备，无此处狭缝系统

# 发散狭缝(DS)和索拉狭缝(Soller)

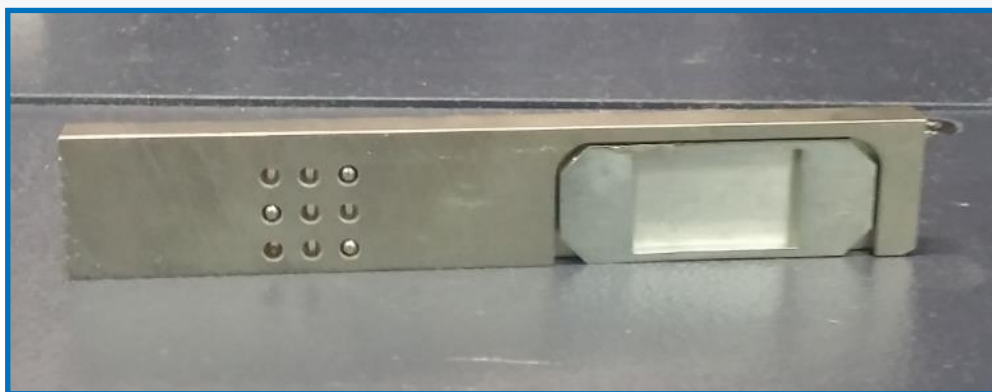


- DS: 作用是控制入射线的能量和发散度

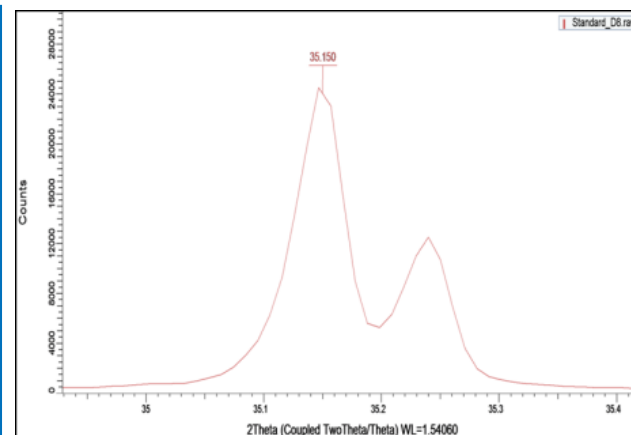
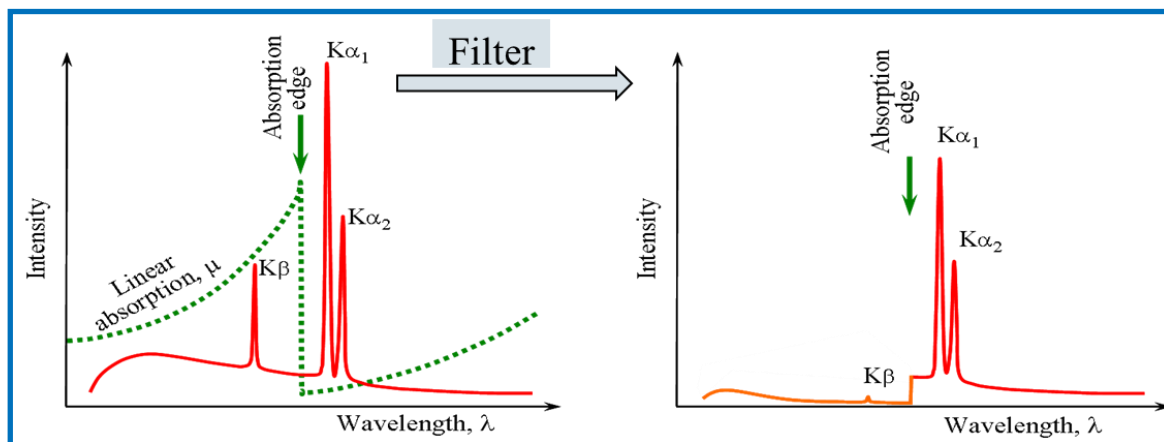


- 控制轴（垂直方向）发散度

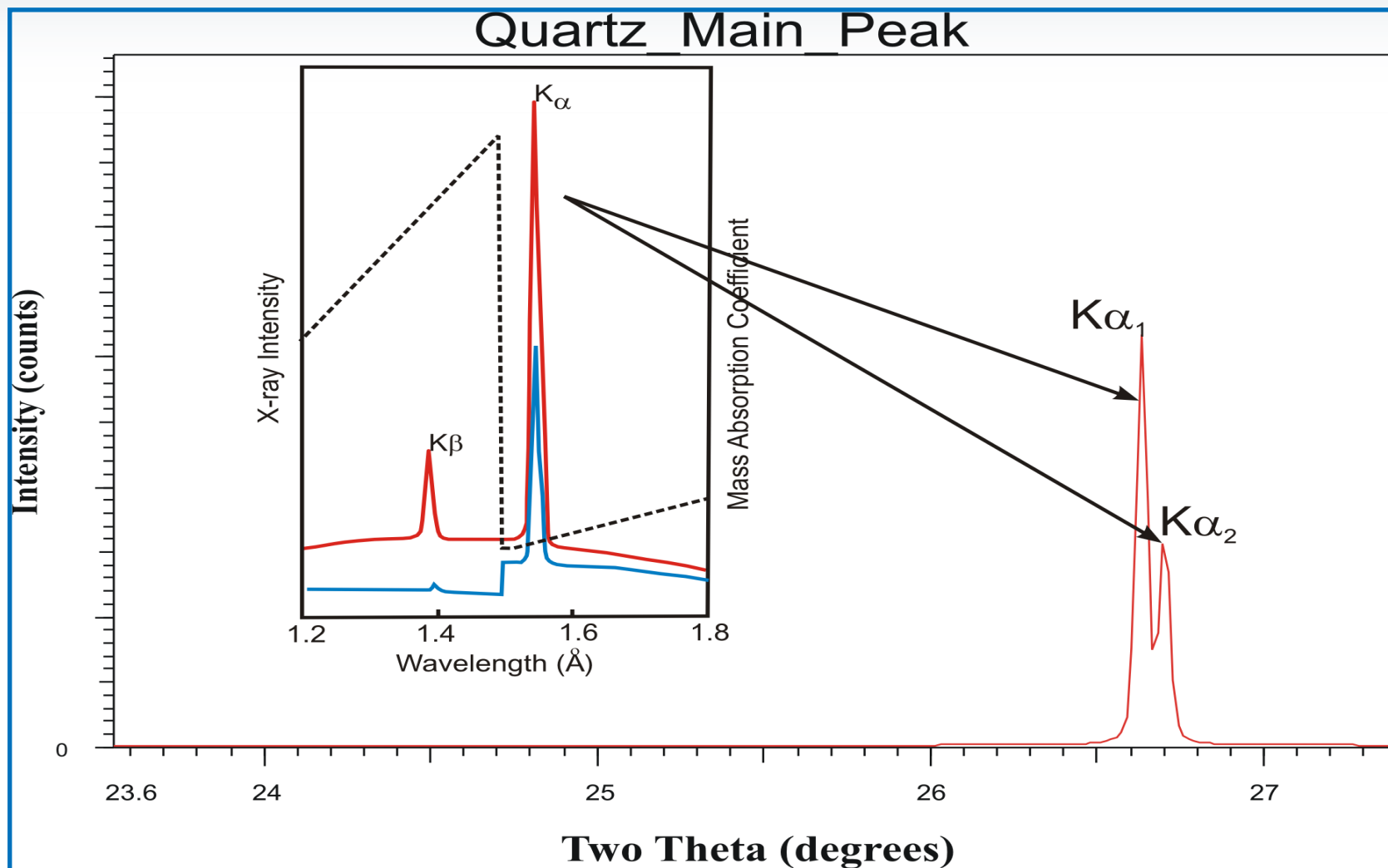
# 滤波片



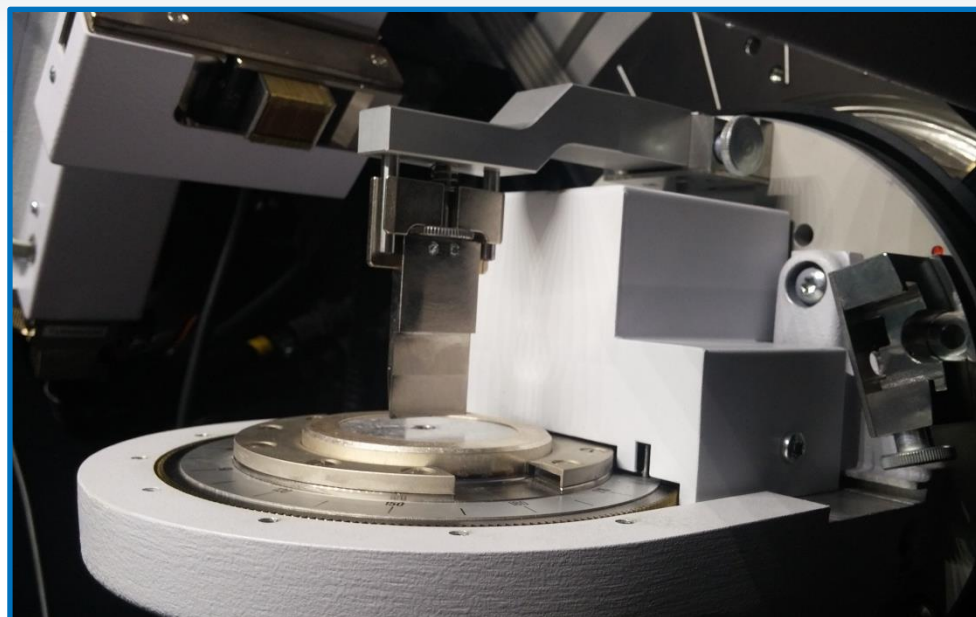
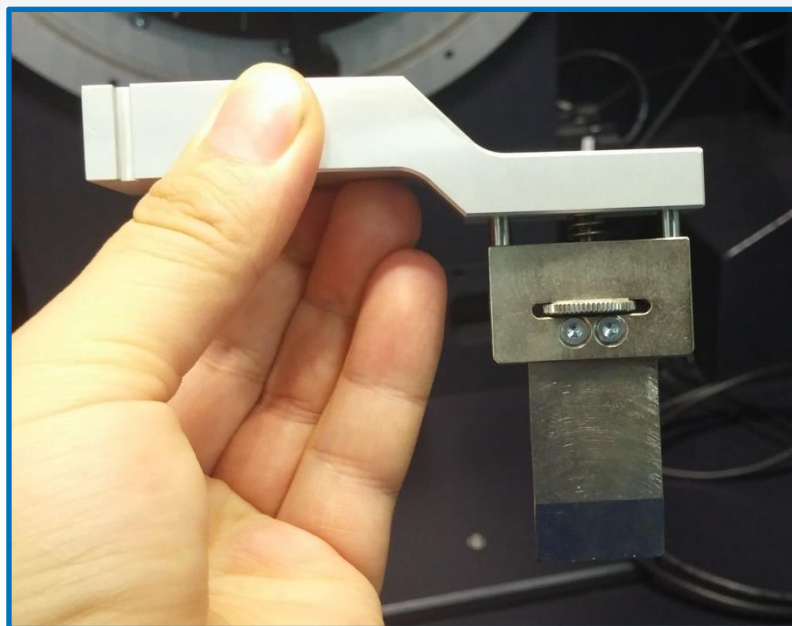
K $\alpha$ 1和K $\alpha$ 2双峰



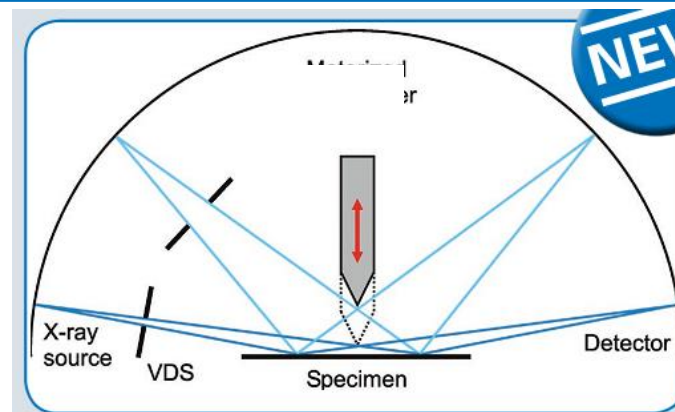
# 滤波片



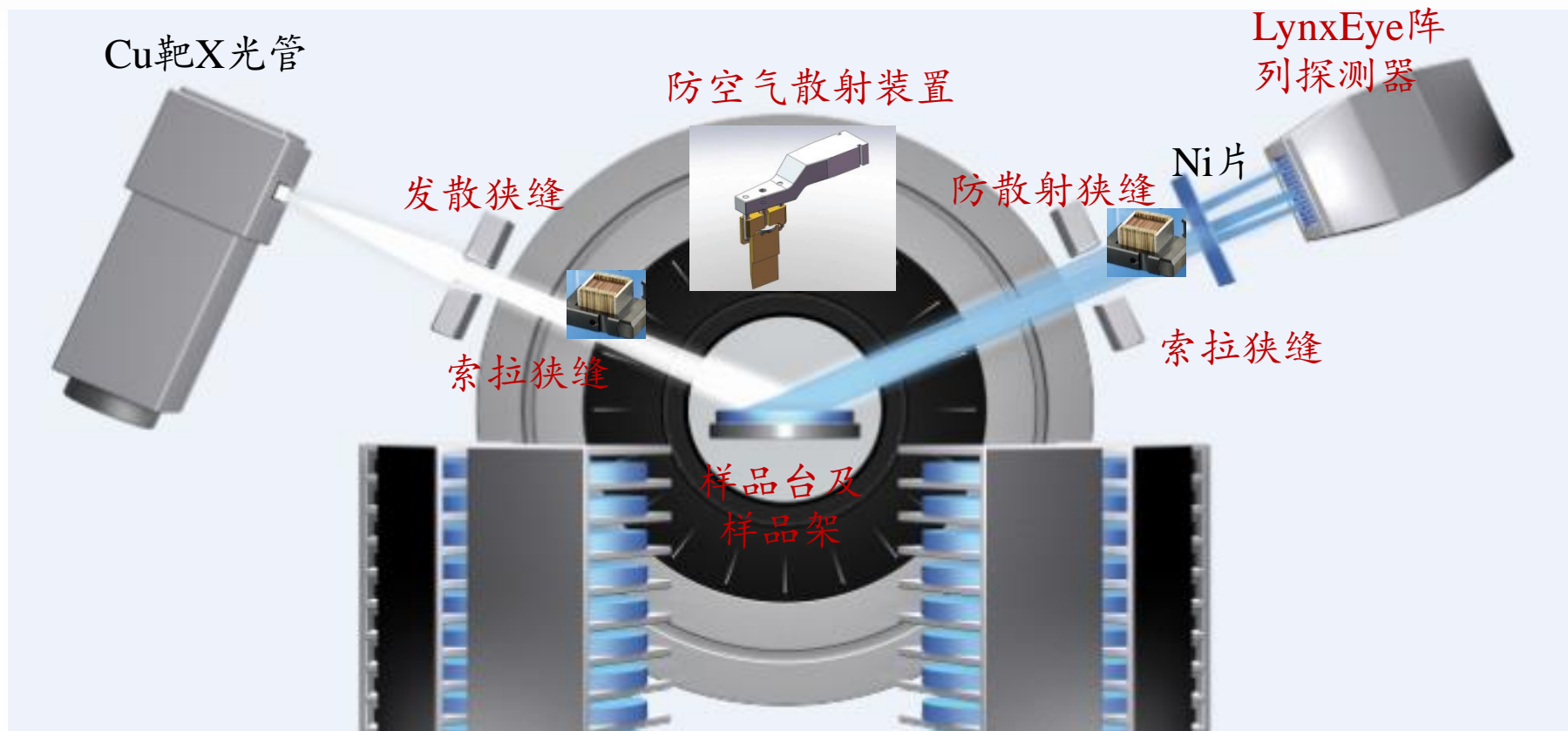
# 防空气散射装置 一维探测器



- 一般距离样品表面1到2毫米
- 去除空气散射背底但不能降低高角衍射线的强度

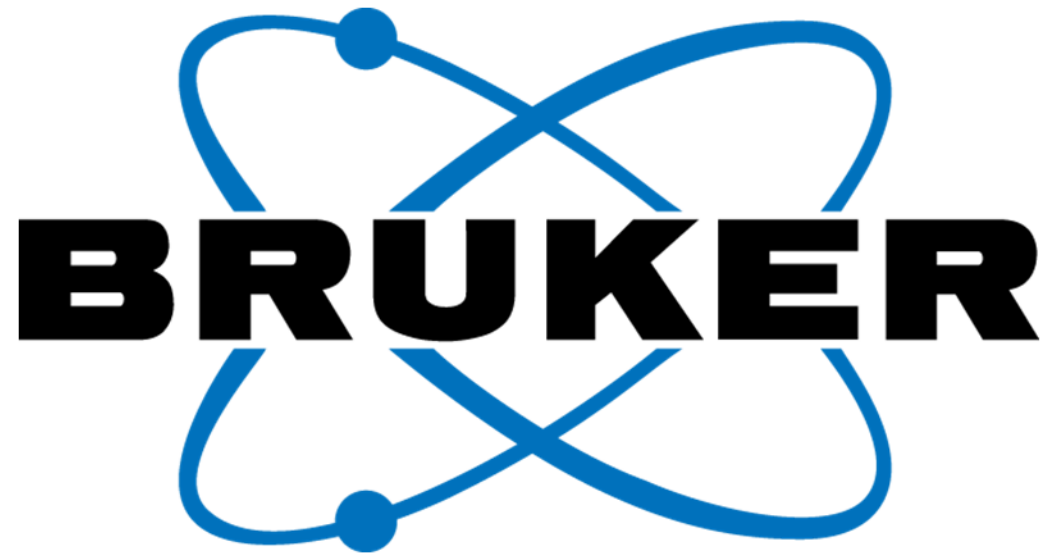


# 粉末衍射主流配置



❖ 红色硬件代表可优化





[www.bruker.com](http://www.bruker.com)