

# X射线衍射实验技术-5

## 硬件选择及优化

王通 博士

XRD应用工程师

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

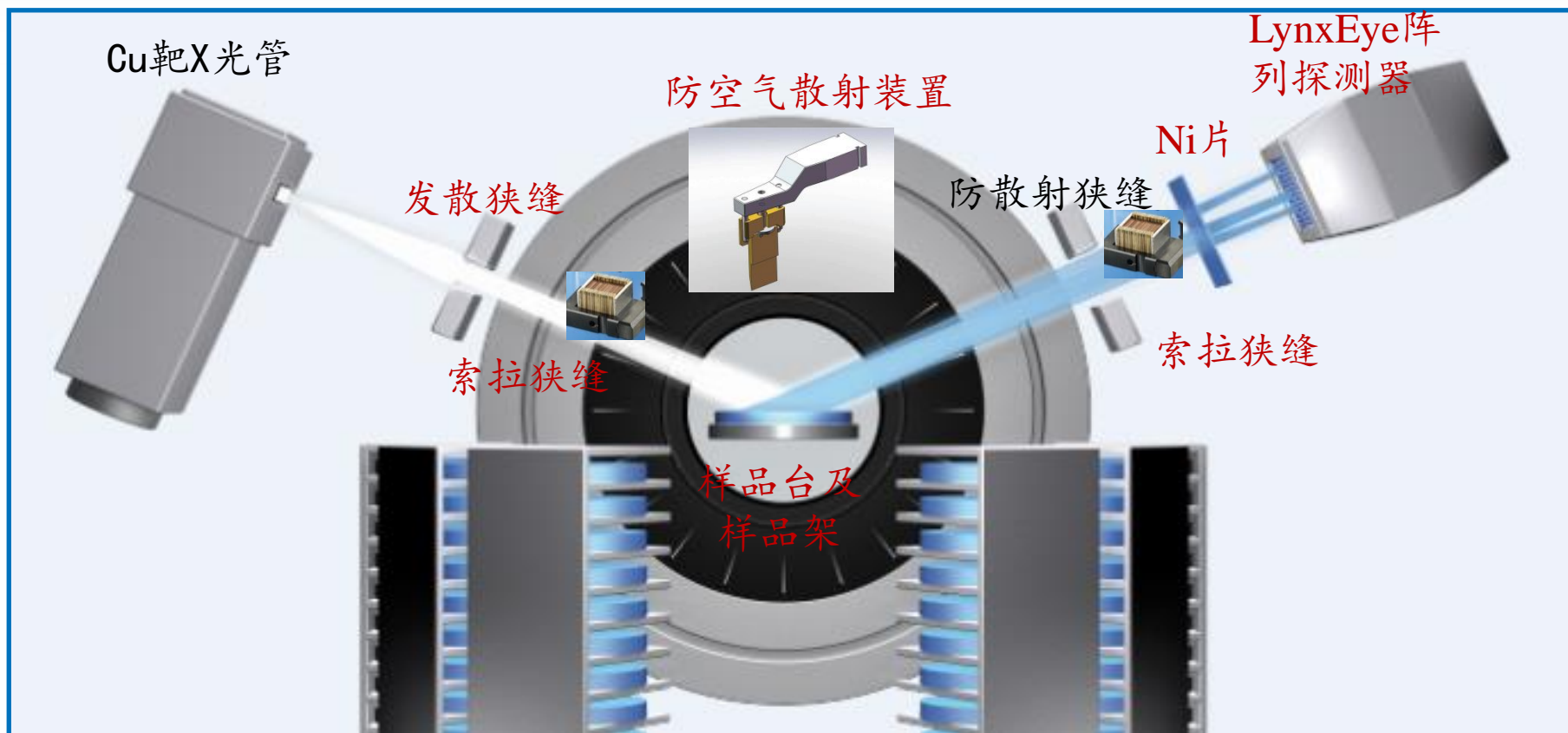
布鲁克（北京）科技有限公司

- 定性分析
- 定量分析
- 结晶度测量
- 晶粒大小及微观应力分析
- 结构精修及粉末衍射解结构
- 等等...

A light blue starburst graphic with multiple points, containing the text "数据质量!".

**数据质量!**

# 粉末衍射主流配置

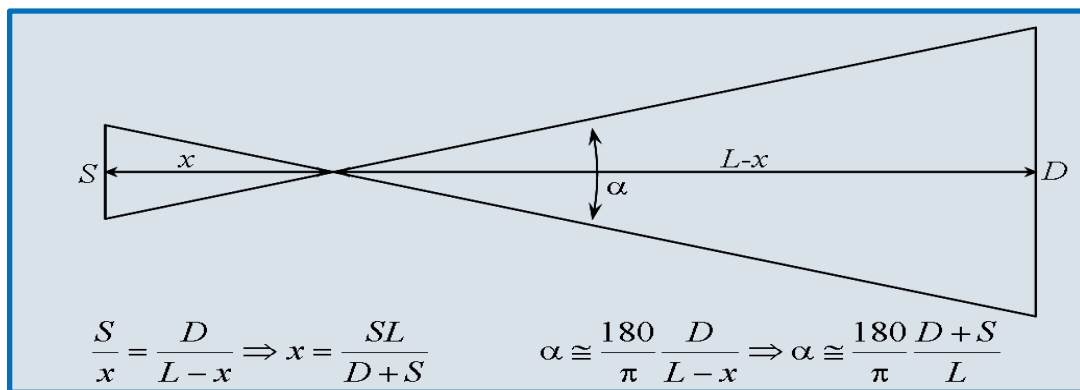
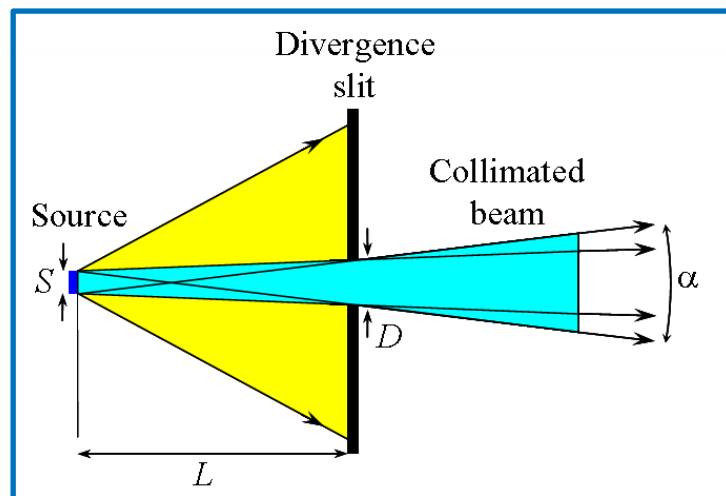


❖ 红色硬件代表可优化

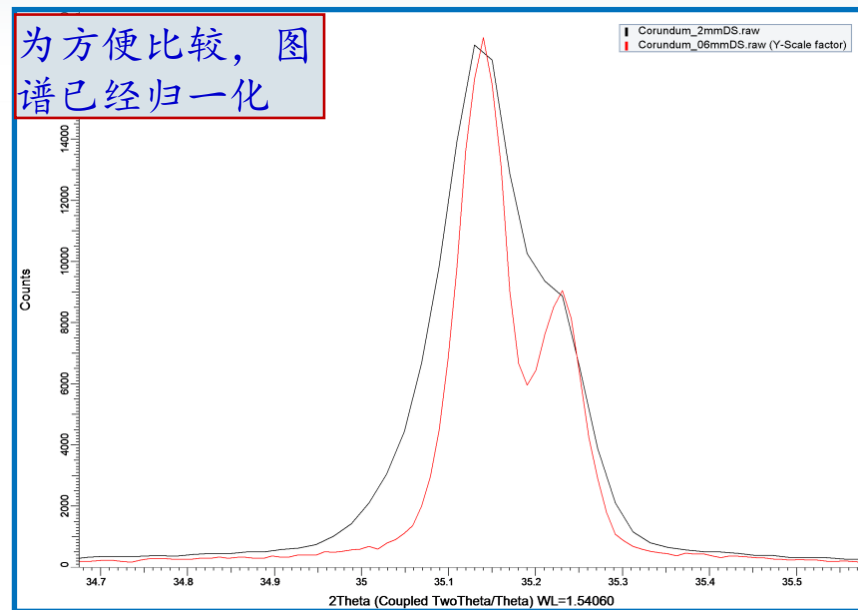
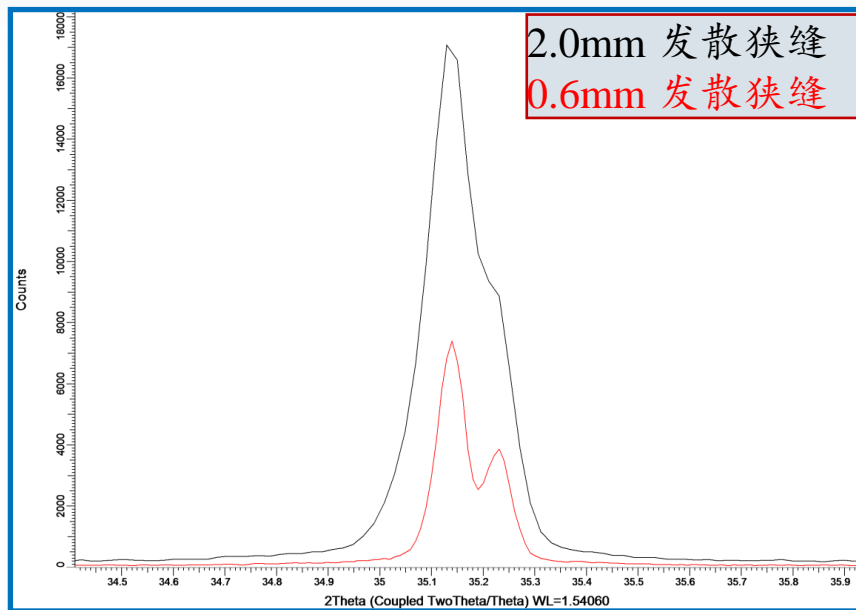
# 发散狭缝 (DS)



- 作用是控制入射线的强度和发散度，限定入射线在试样上的照射面积



# 发散狭缝 (DS或FDS) 对衍射峰的影响



- 发散狭缝越大, 衍射峰强度越高。
- 发散狭缝越大, 峰形宽化越明显。
- 发散狭缝越大, 平板样品误差越明显。

常用固定狭缝

- 1.0 mm ~ 0.5°
- 0.6 mm ~ 0.3°

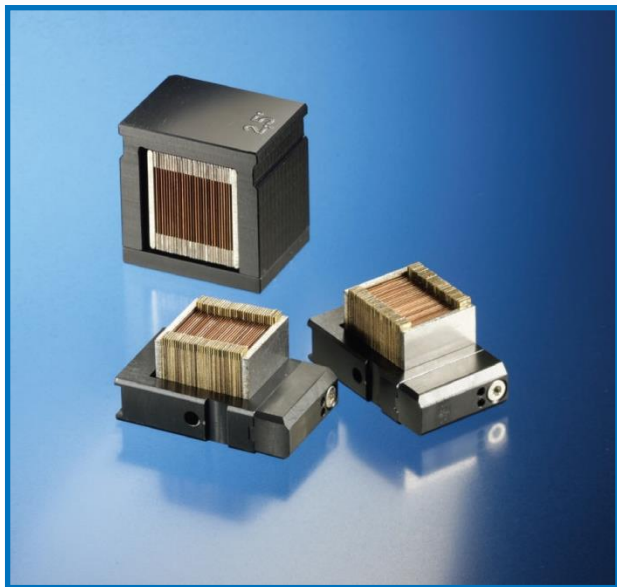
# 狭缝系统 (DS)



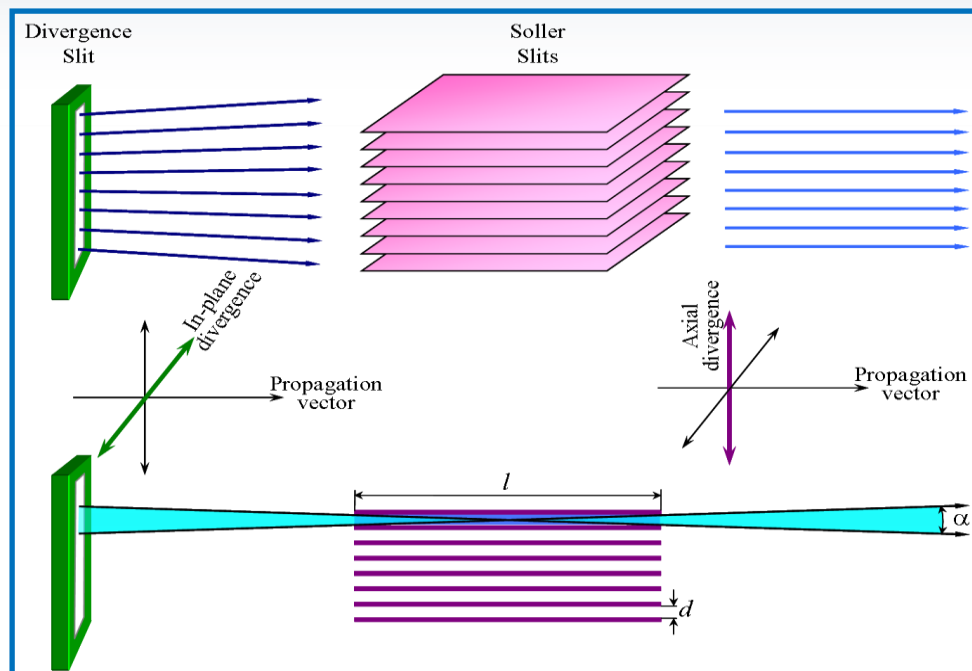
- 马达驱动
- 集成于测试软件
- 点击鼠标，轻松切换
- 固定狭缝
- 手动更换不同尺寸的狭缝
- 经济实惠



# 索拉狭缝 (Soller)

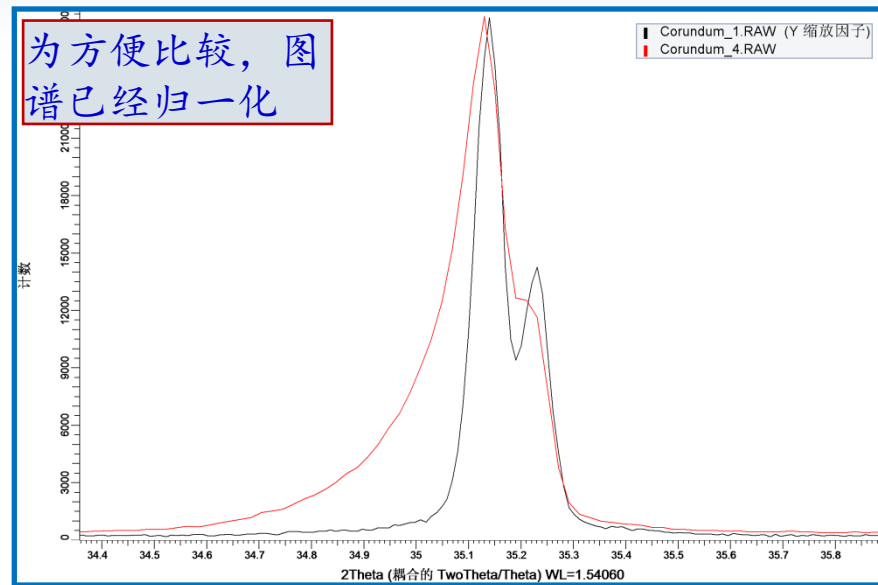
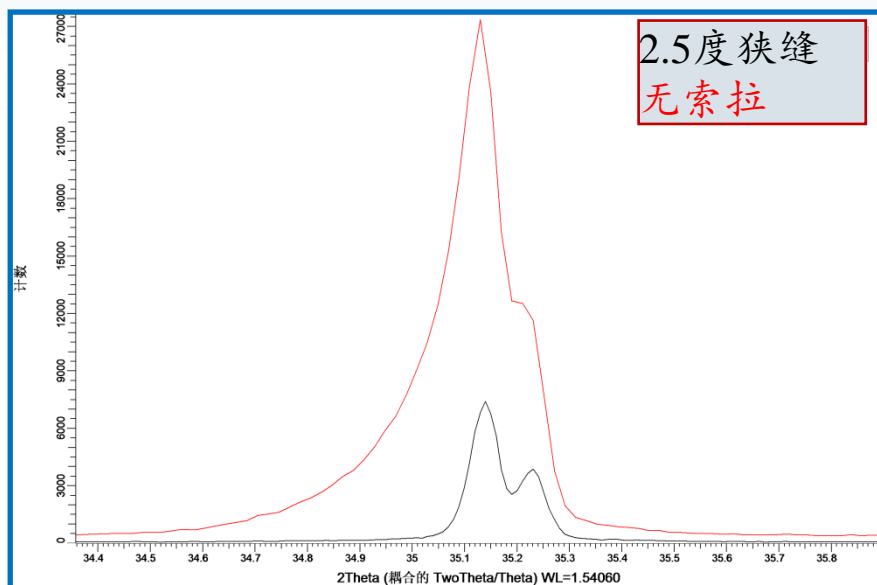


- 一组互相平行、间隔很密的金属箔片
- 2.5、1.5、4、5.1度



- 控制轴向（垂直方向）发散度

# 索拉狭缝对衍射峰的影响



- X射线的轴向发散引起衍射峰低角宽化
- 索拉狭缝明显的改善了入射和衍射线的轴向发散度，使峰型对称。
- 索拉狭缝越大，衍射强度越大，但峰型的展宽和不对称性越明显。

- 如不用索拉狭缝，将导致衍射峰的位移与不对称性！！

# 粉末（或块体）材料一般测量配置 （LynxEye or LynxEye XE阵列探测器）

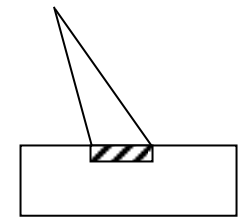
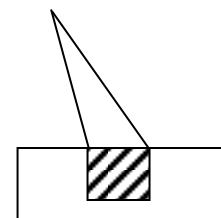
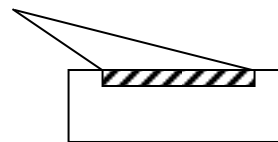
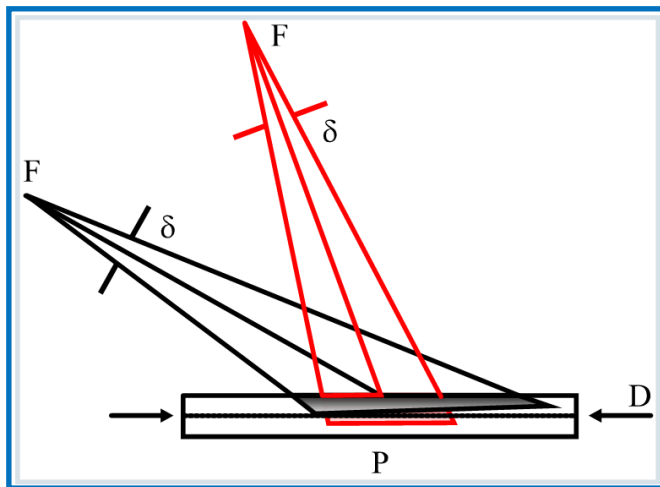


速度及数据质量	发散狭缝（mm）	索拉狭缝
慢速，高质量，高分辨率	0.6（或0.2）	2.5°
中速，中等分辨	1.0	2.5°
快速，高强度，低分辨	1.0（或2.0）	4°（或5°）

# 光斑尺寸（X射线在试样上的大小）



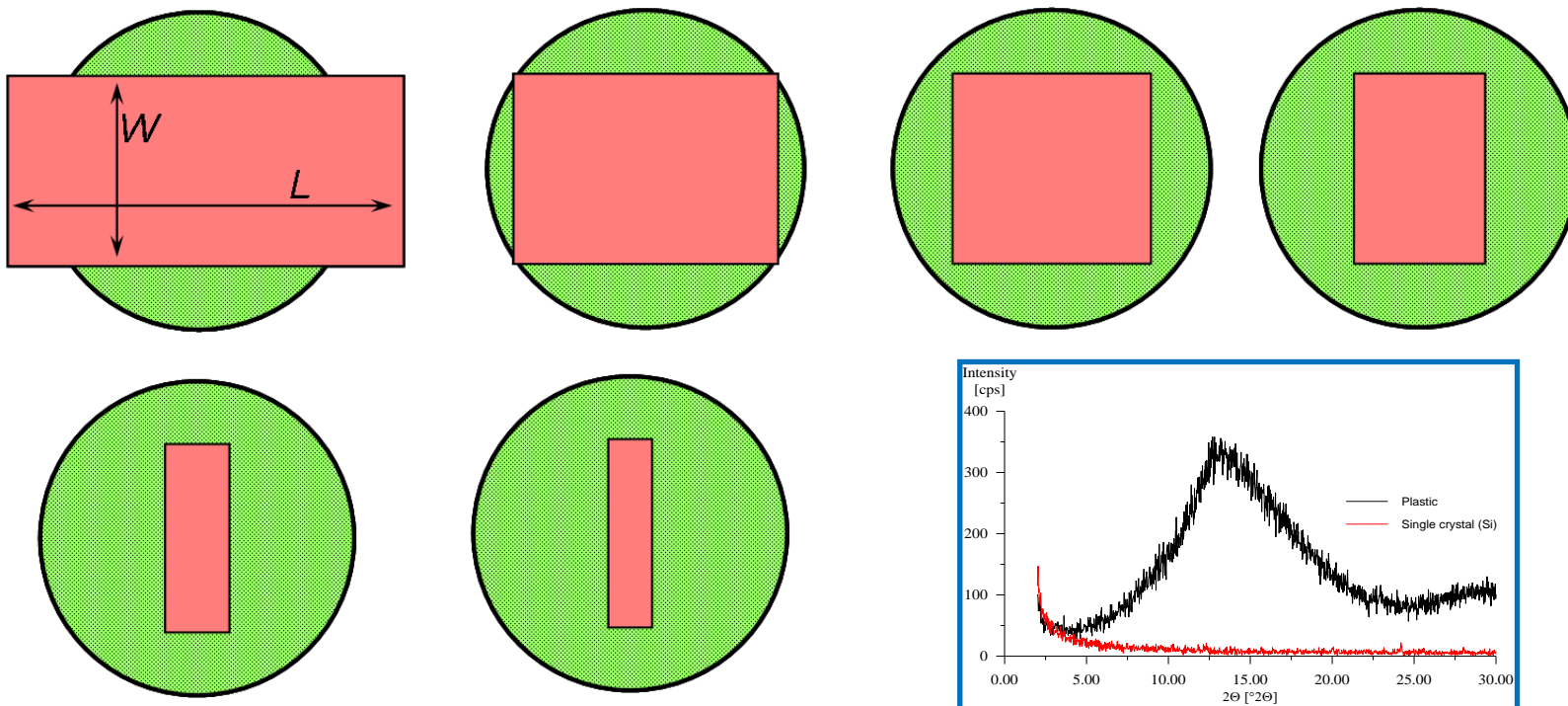
- X射线光斑在样品上不是固定不变的：
- 随角度增减而减小
- 与发散狭缝有关



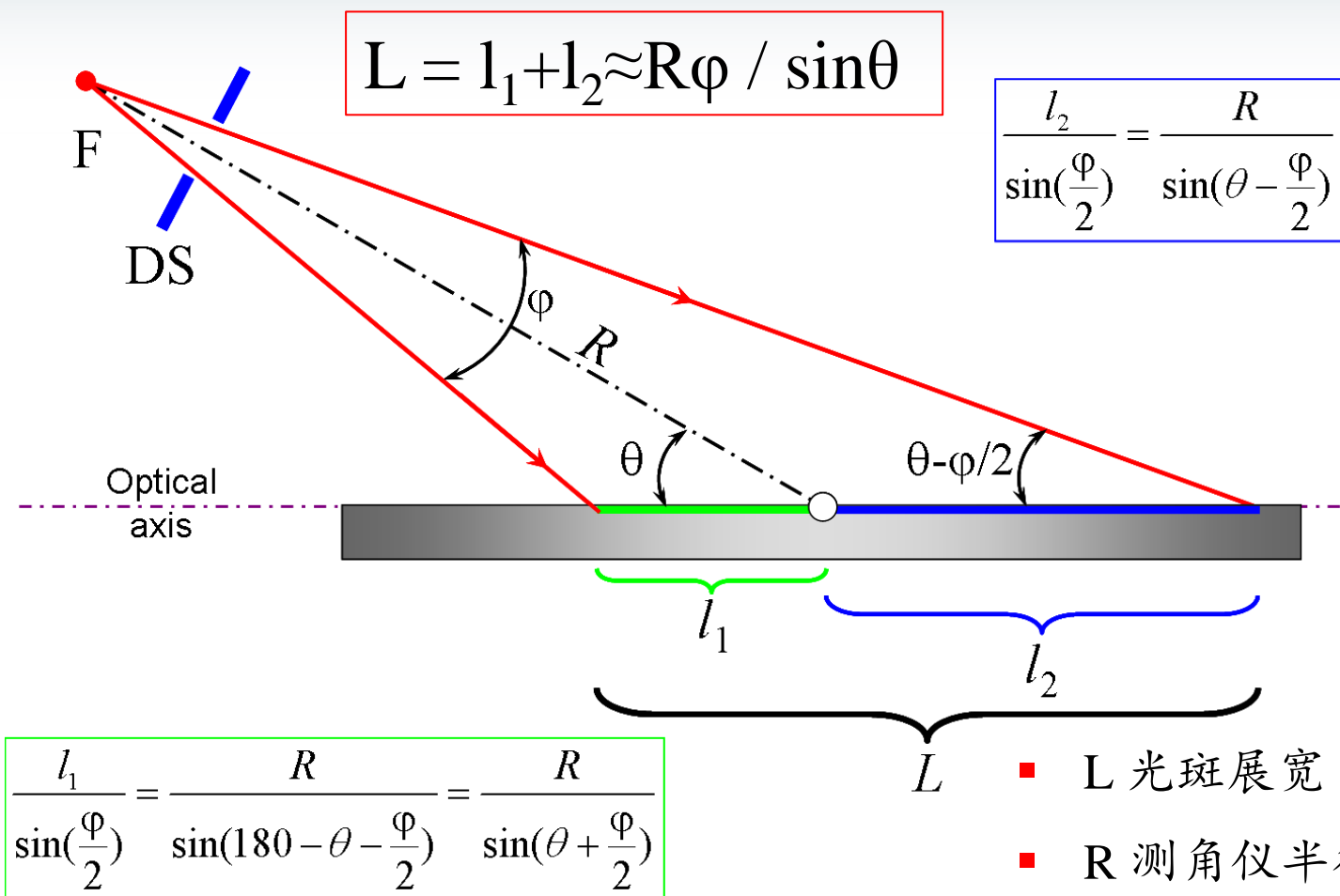
# 光斑大带来的问题



- 低角度时，X射线可能照射到样品外
  - 低角度相对强度不准确（定量、结构精修）
  - 样品架信号

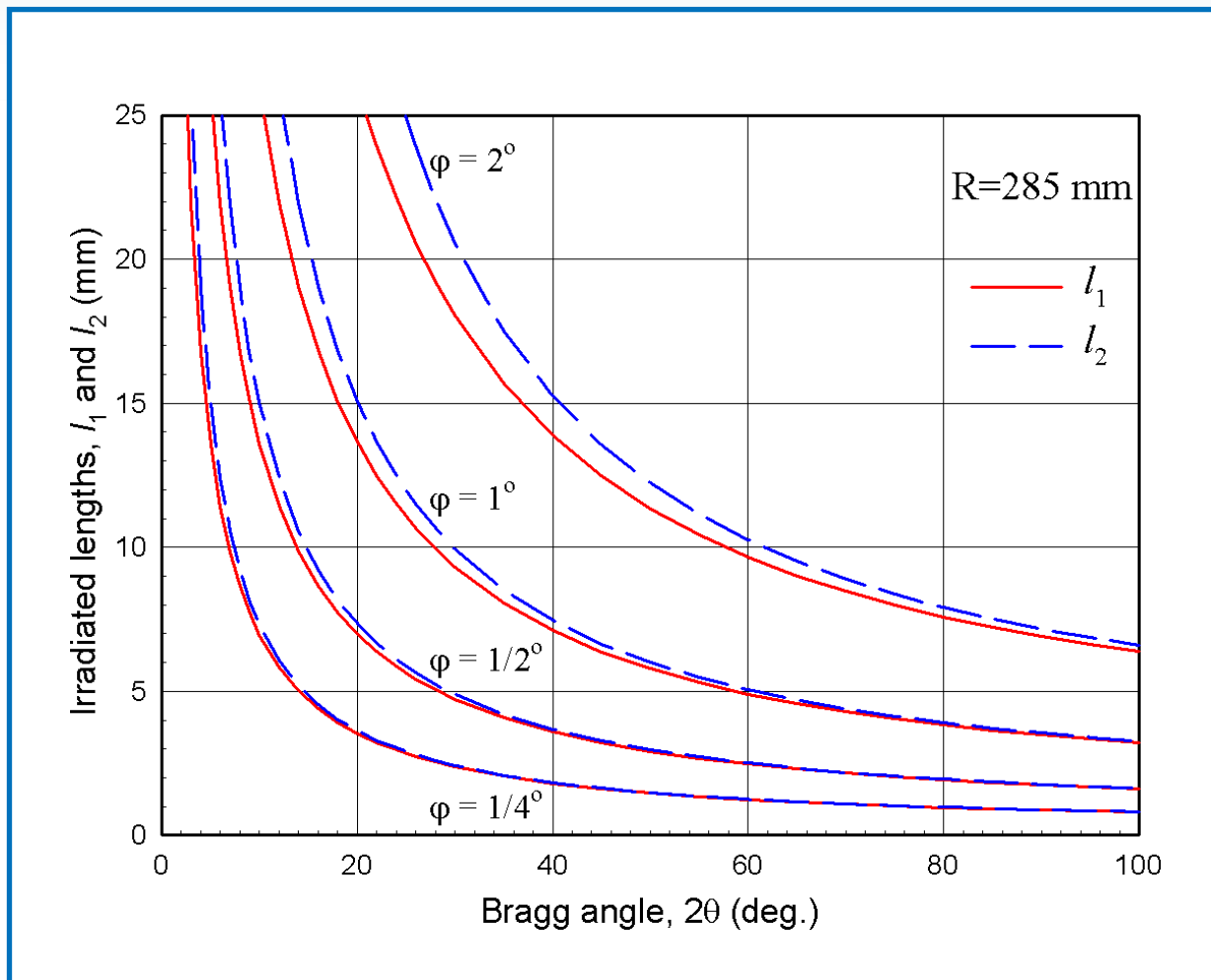


# 光斑在样品上的展宽 vs 固定发散狭缝



- $L$  光斑展宽
- $R$  测角仪半径
- $\varphi$  固定发散角

# 不同发散狭缝, 光斑在样品上大小



# 衍射几何计算



- 如果测量的起始角度比较低或者样品的面积比较小的时候，需要检查发散狭缝的设置以保证低角度数据强度的准确。
- <http://www.ccp14.ac.uk/ccp/web-mirrors/krumm/html/xray/vcc.html>

## 计算最小样尺寸

Lowest angle	Divergence slit [°]	Gon. radius [cm]	Action!
<input type="text" value="10"/>	<input type="text" value="1"/>	<input type="text" value="20"/>	<input type="button" value="Calculate!"/>
<input type="text"/>			

Calculate the minimum sample length needed for correct intensities:

## 计算最小起始角度

Sample length [cm]	Divergence slit [°]	Gon. radius [cm]	Action!
<input type="text" value="4"/>	<input type="text" value="1"/>	<input type="text" value="20"/>	<input type="button" value="Calculate!"/>
<input type="text"/>			

Calculate the lowest angle possible for the given setting:

## 计算发散狭缝设置

Sample length [cm]	Lowest angle	Gon. radius [cm]	Action!
<input type="text" value="2.5"/>	<input type="text" value="5"/>	<input type="text" value="21.75"/>	<input type="button" value="Calculate!"/>
<input type="text" value="For the above setting you should use a 0.29° divergence slit"/>			

Calculate the correct divergence slit setting:

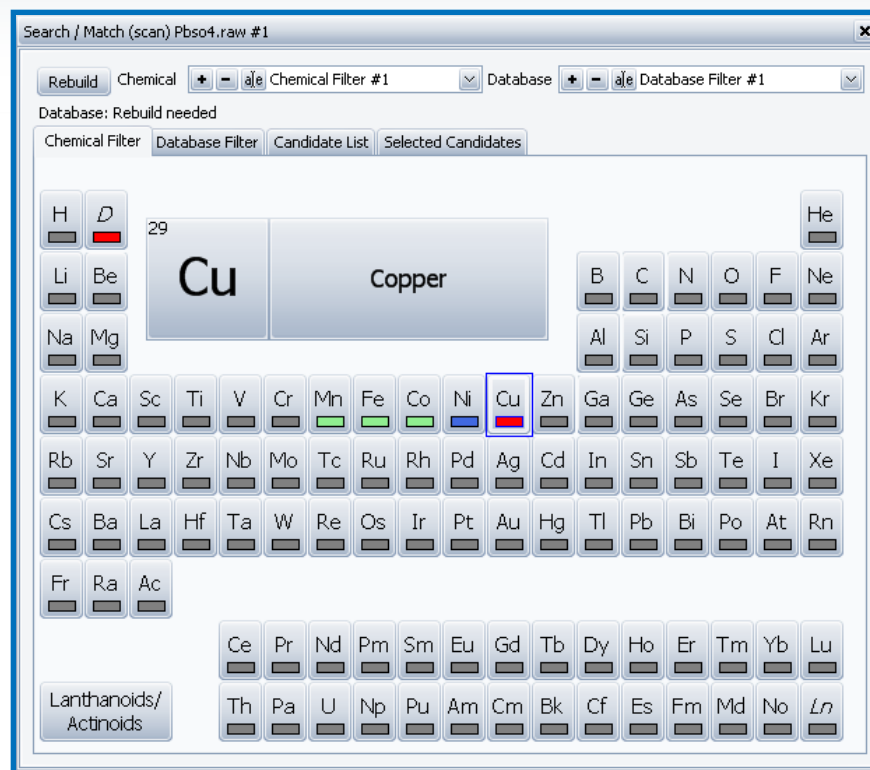
Interested in some background about slit settings? [Here is more!](#)

## 背底产生原因:

- 光管辐射特征X射线外的连续波
- 非相干散射
- 热漫散射
- 空气散射
- 样品荧光
- 不正确的光路设置, 特别是低角度(仪器校准)
- 光斑过大, 超出样品 (发散狭缝控制)

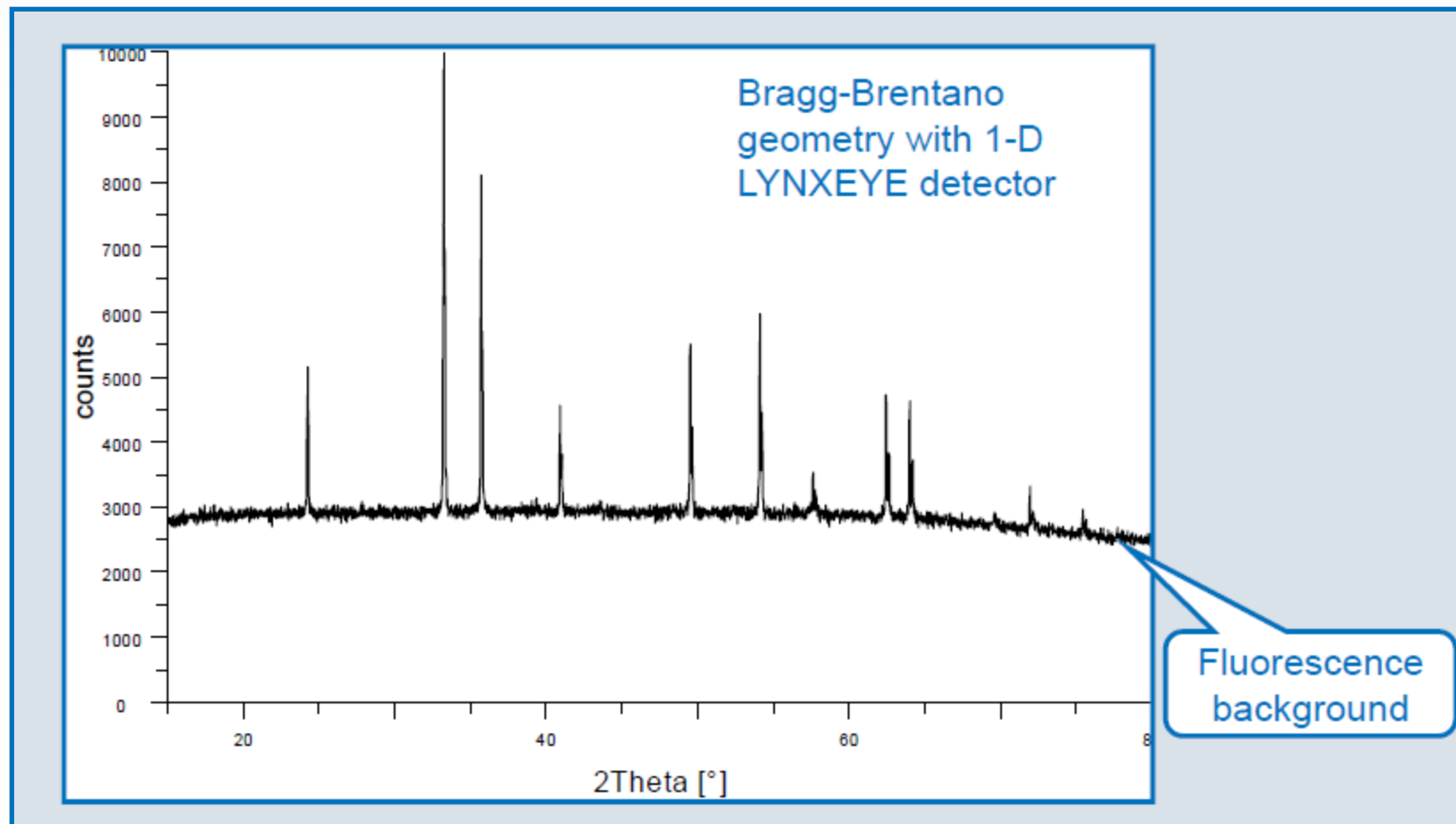
➤ 低角度空气散射及荧光背底往往为高背底的主要来源

# 荧光背底：荧光样品 常用Cu靶

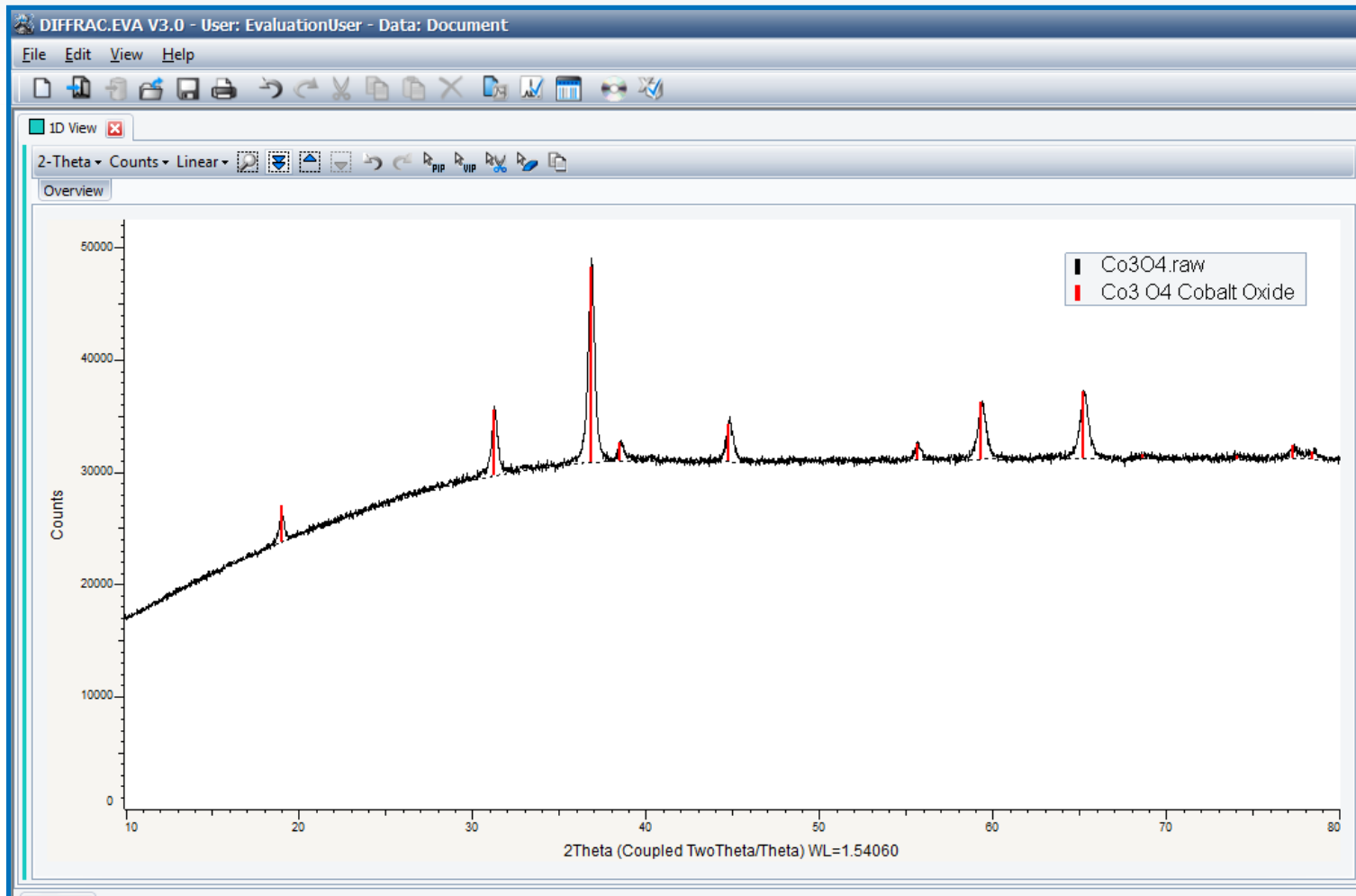


- Cu靶: Z (Cu)
- 滤波片: Z-1 (Ni)
- 荧光元素: Z-1 ... ~Z-4 (Mn, Fe, Co, Ni)

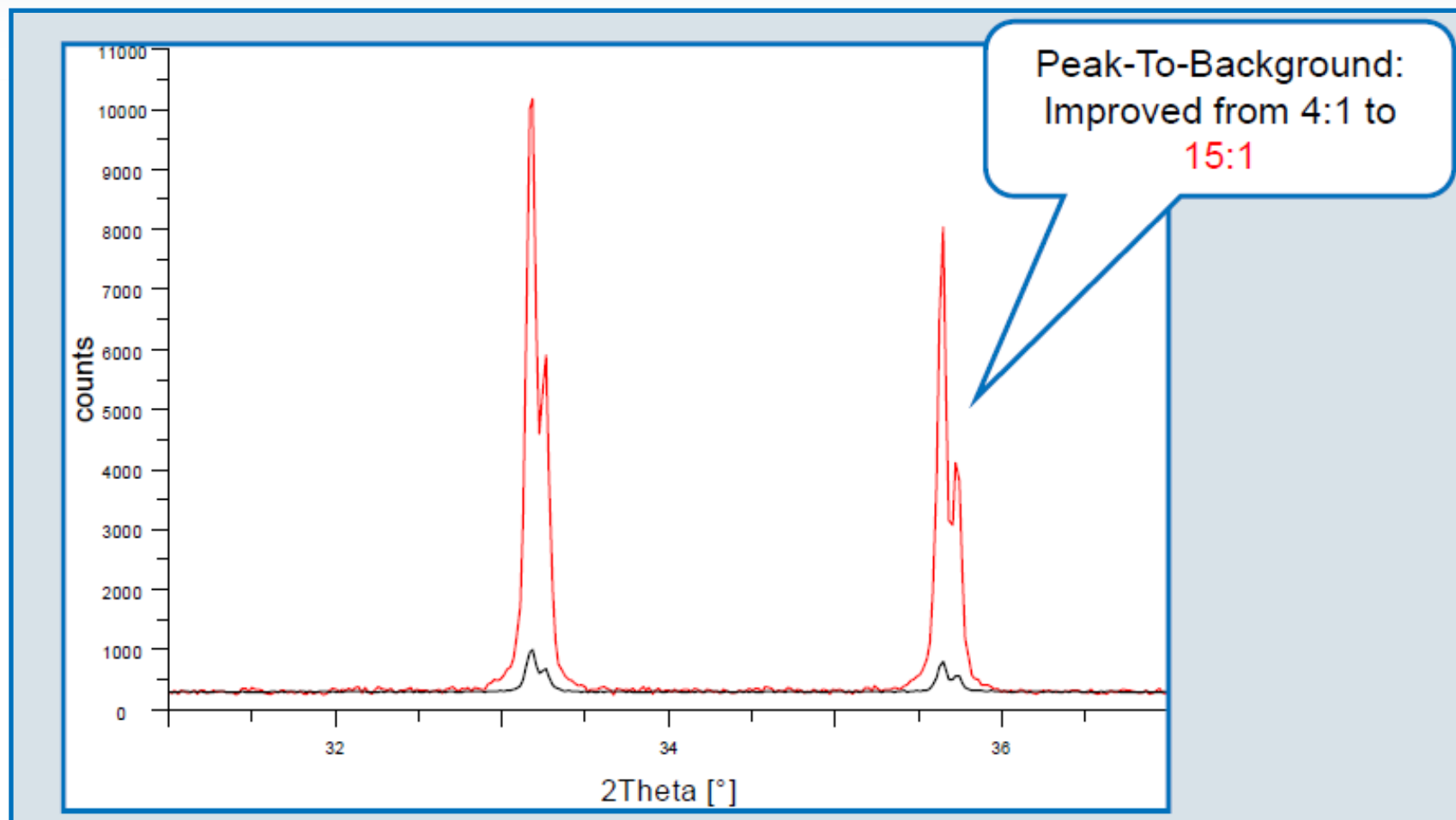
# 峰背比-含铁样品: $\text{Fe}_2\text{O}_3$



# 含钴样品: $\text{Co}_3\text{O}_4$

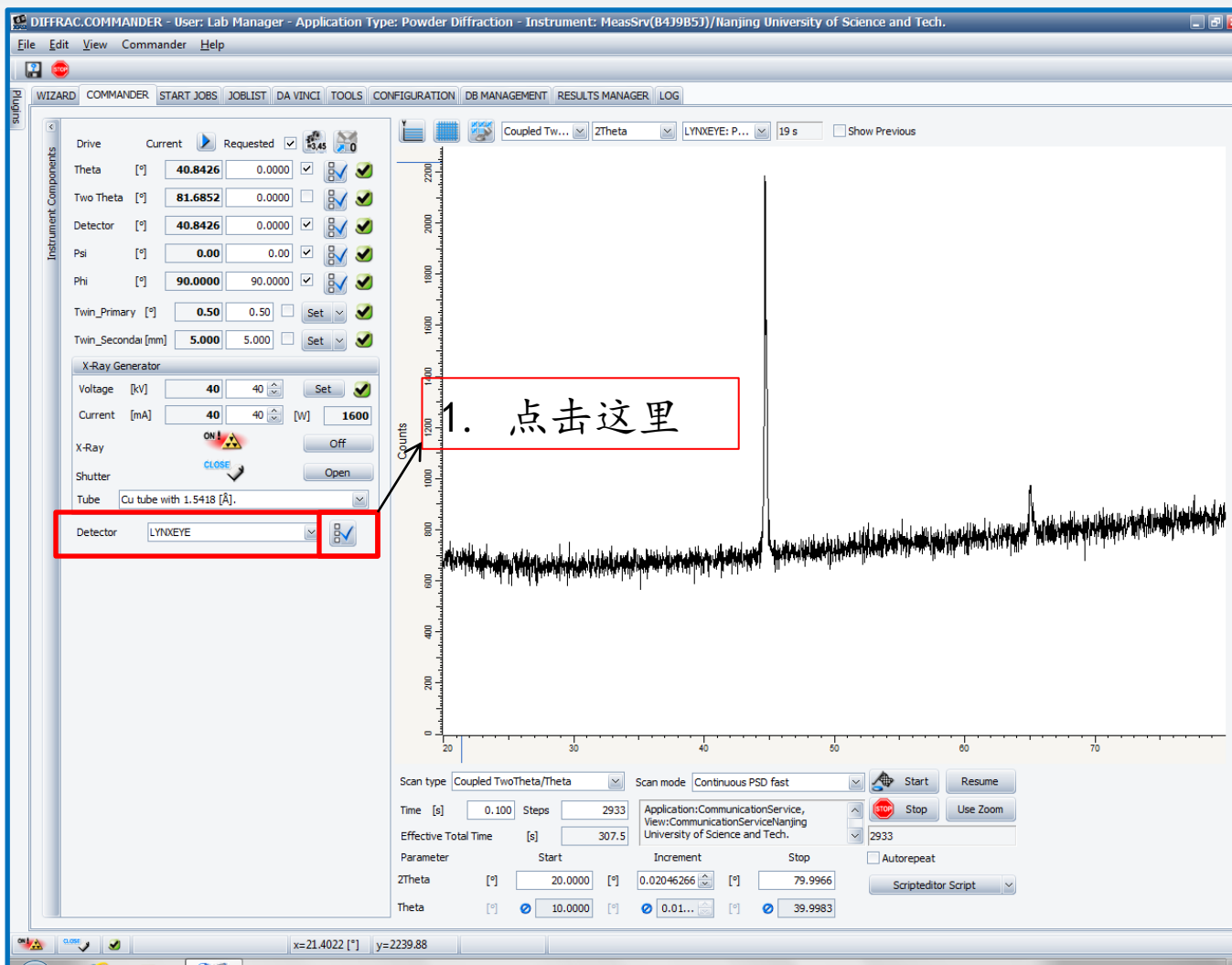


峰背比-含铁样品:  $\text{Fe}_2\text{O}_3$   
LynxEye探测器去荧光模式



# D8 & D2 去荧光设置

## LynxEye 探测器 (XE不用设置)



# D8 & D2 去荧光设置

## LynxEye 探测器 (XE不用设置)



默认设置：常规样品

LynxEye configuration window for standard samples. The settings are: Angular opening [°] 2.91593, Lower Discrimina [V] 0.110, Upper Discrimina [V] 0.250, and Opening [ch] 190. Buttons: Ok, Cancel, Apply, Update Config.

LynxEye configuration window for Fe element sample. The settings are: Angular opening [°] 2.91593, Lower Discrimina [V] 0.180, Upper Discrimina [V] 0.250, and Opening [ch] 190. Buttons: Ok, Cancel, Apply, Update Config.

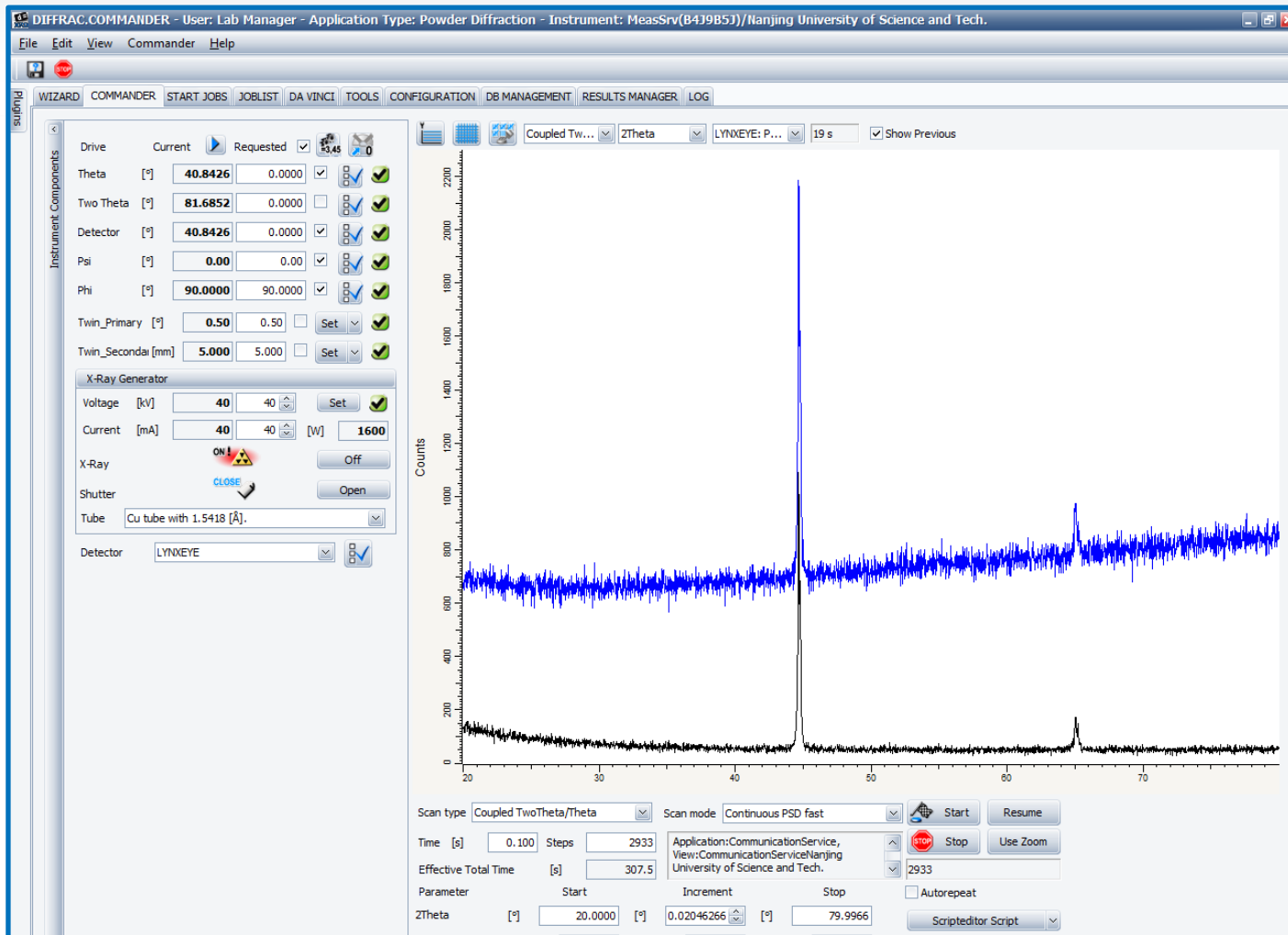
含Fe元素样品

LynxEye configuration window for Co element sample. The settings are: Angular opening [°] 2.91593, Lower Discrimina [V] 0.190, Upper Discrimina [V] 0.250, and Opening [ch] 190. Buttons: Ok, Cancel, Apply, Update Config.

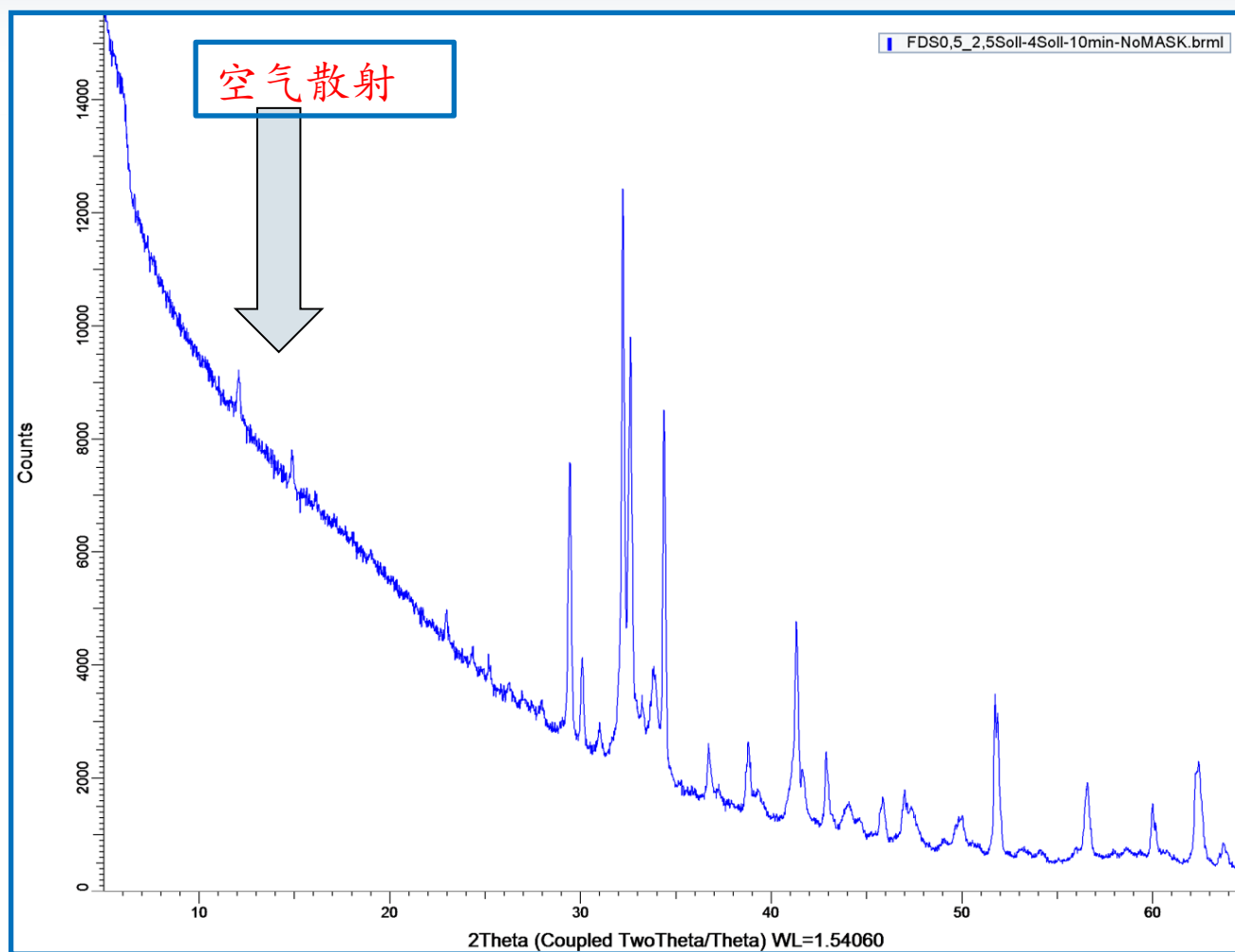
含Co元素样品

# D8 & D2 去荧光设置

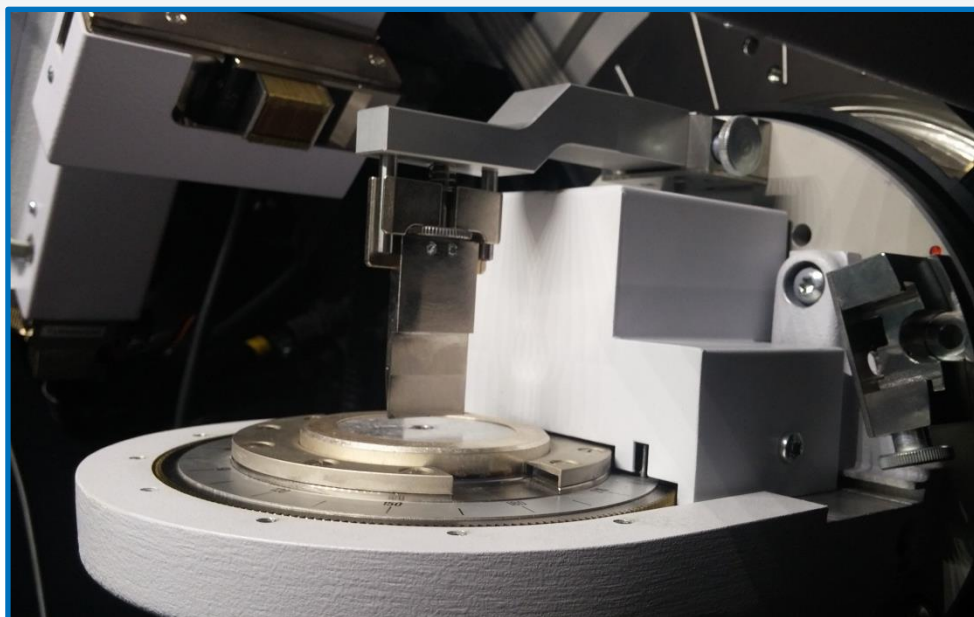
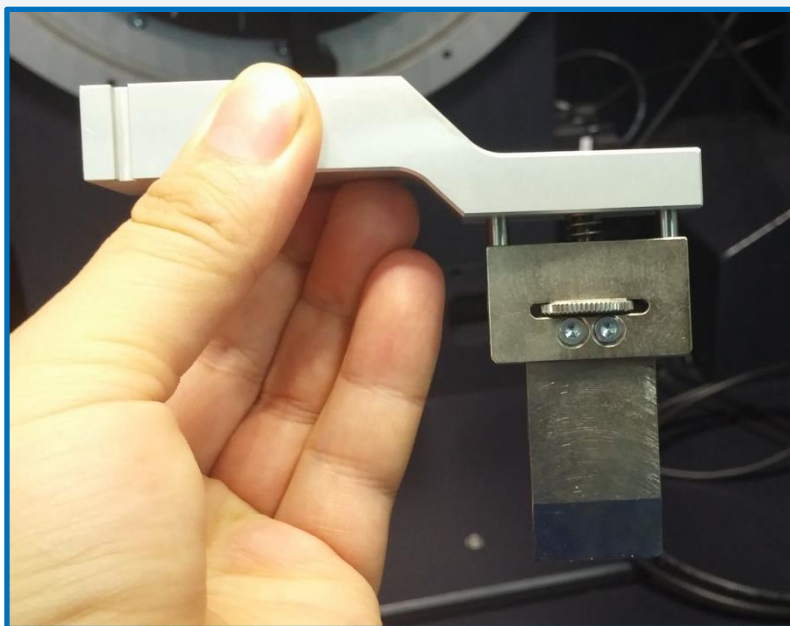
## LynxEye 探测器 (XE不用设置)



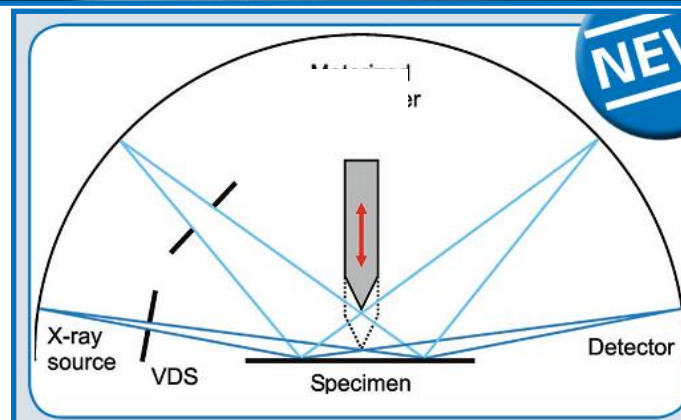
# 低角度空气散射



# 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



# 马达驱动放空气散射装置

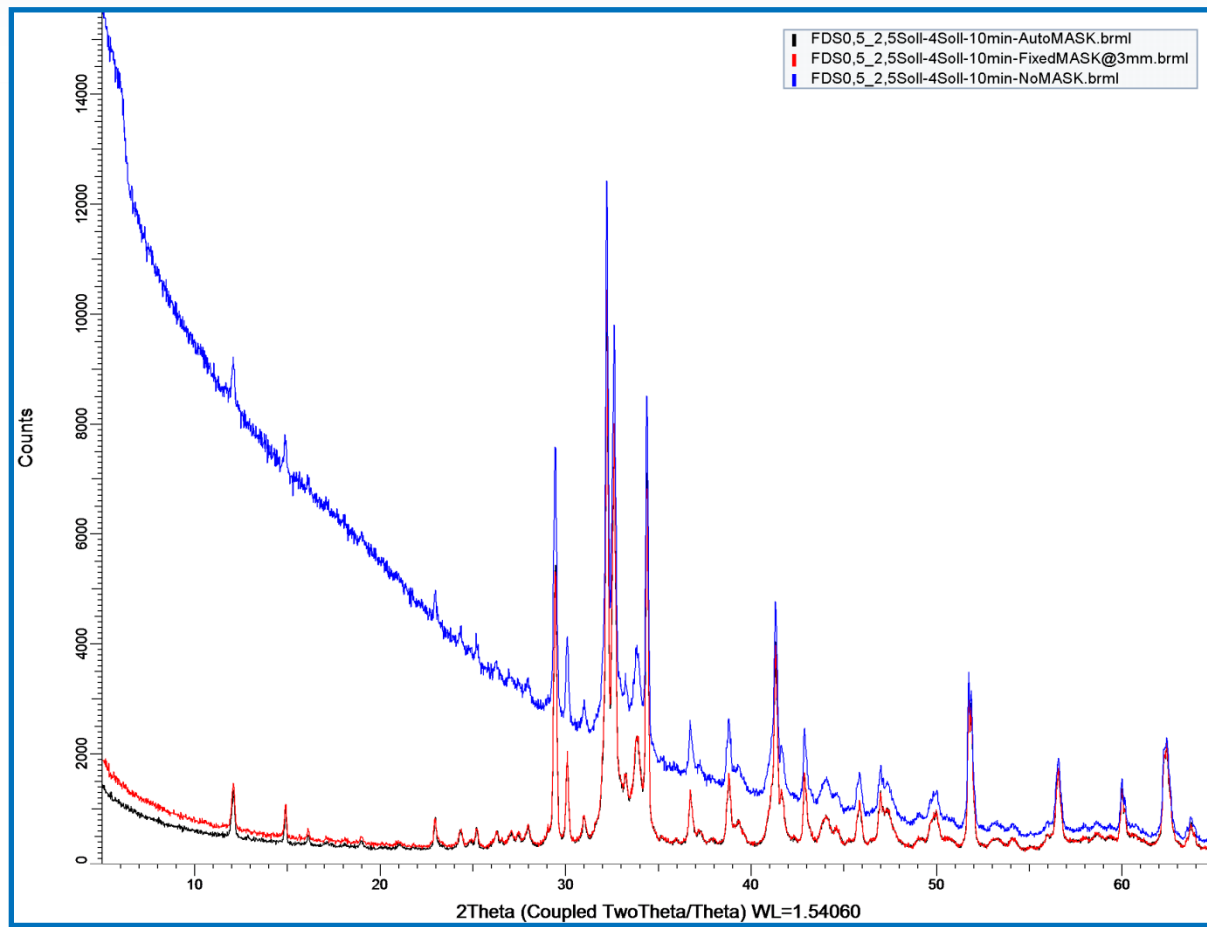


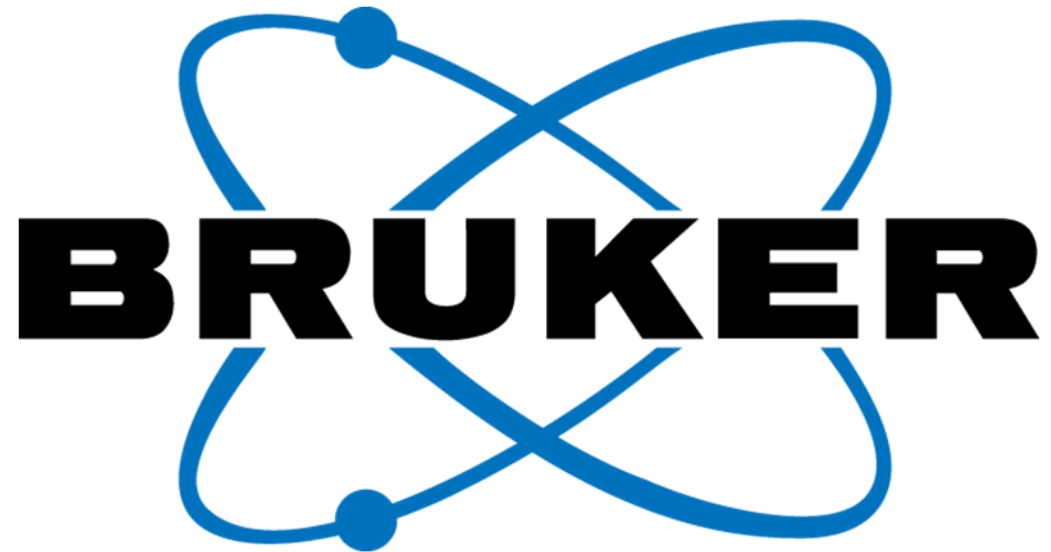
- 刀口高度  
随角度增  
减而增加
- 无需调整,  
自动变化

# 低角度空气散射 防空气散射装置



- 无防空气散射装置
- 防空气散射装置  
高度固定
- 自动放空气散射  
装置，随角度变化





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