

5-1 X 射线多晶衍射仪

(一) 实验目的

1. 了解 X 射线的基本性质，理解 X 射线衍射的原理，晶体对 X 射线的衍射；
2. 学习和了解衍射谱的峰位与晶面的关系、衍射强度与晶体参数和状态的关系；
3. 掌握衍射仪的原理和实验技术；

(二) 教学内容：

1. 根据学生对 X 射线的原理及晶体对 X 射线的衍射理论的掌握情况，讲解、纠正、加深学生对基础理论的正确理解。
2. X 射线的防护知识。
3. 讲解 X 射线多晶衍射仪的原理、构造，以及使用方法。要求学生在指导下可以达到独立操作衍射仪的程度。
4. 对提供的 3 个不同样品进行测量。要求完整完成从样品安装、到数据采集、到数据处理的这个过程。
5. 利用 X 射线多晶衍射仪器进行物相分析。
6. 讨论实验结果，重点讨论样品 1 的样品 2 的区别。
7. 有余力的同学可以进行选作部分。

(三) 实验过程中的具体问题：

检查预习情况：

1. 为什么实验中要首先开启冷却水？
2. 根据学生的回答情况，判断其对 X 射线的产生及其性质、X 射线与物质的相互作用等知识的掌握程度。
3. X 射线的效率。
4. X 射线在晶体上产生衍射的条件是什么？
5. X 射线粉末衍射仪由哪些部分组成？各部分的作用及相关理论知识。
6. 实验中使用的样品的颗粒度有无要求？为什么？（强调：对于粉末衍射仪，适宜的晶粒大小应在 $0.1\sim 10\mu\text{m}$ 的数量级）

实验关键步骤的提示：

1. 制成单页悬挂于仪器上，以方便学生随时查阅。

实验过程中的引导：

1. 讲解中要求学生以下几个方面充分了解：X 射线光源条件、对样品粉末颗粒度的要求、测角仪校直质量的检查、X 射线强度测量系统的调整、具体实验条件的选定、数字记录时采样条件的选择、原始数据的初步处理
2. 实验中为什么要注意开启和关闭 X 射线源的高压和管流的顺序？

3. X 射线多晶衍射仪的测量精度与哪些部分有关？如何进行调整？
4. 数据处理过程中，如扣除背景、曲线平滑的处理的参数选择对结果的影响，
5. PDF 卡片比对时， 2θ 的误差和相对强度的误差，哪个更重要？

实验报告中必须完成的思考题：

1. X 射线衍射仪的实验误差来源主要是哪些？如何减少实验误差？
2. X 射线衍射仪能否用于对物相的定量测量？如果可以，如何进行测量？

（四）难点：

1. 学生对衍射仪的转角机构可能理解不够准确，可在不开启 X 射线的情况下，给予讲解和演示。
2. 实验中得到的衍射谱和样品的厚度是否有关系？

（五）可进一步探索的问题：

1. 对提供的金刚石样品 3, 4, 5, 进行 X 射线衍射谱的测量（选区测量）并进行数据处理，从而得到衍射峰的宽度和样品颗粒度之间的关系，验证谢乐公式