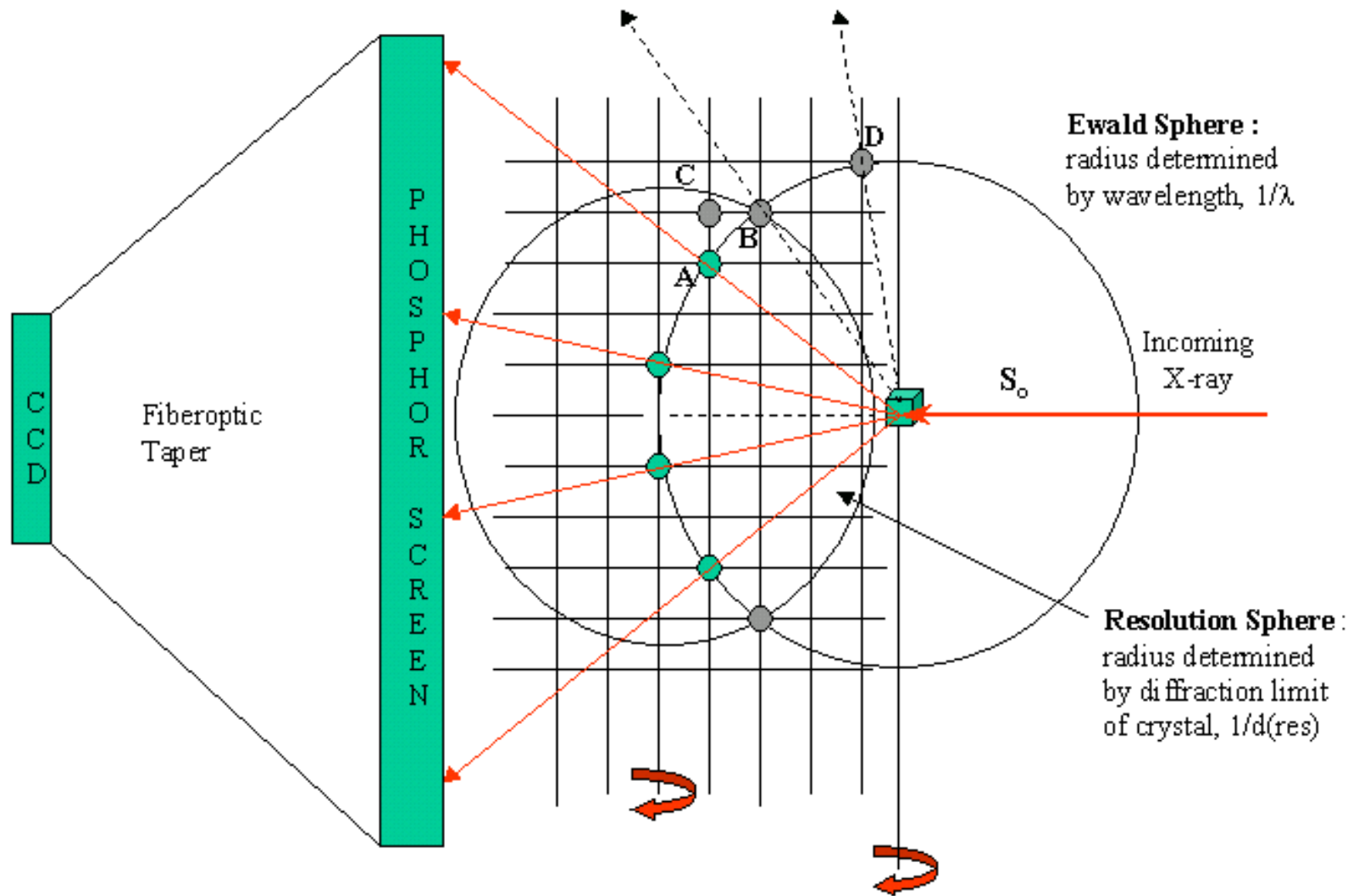


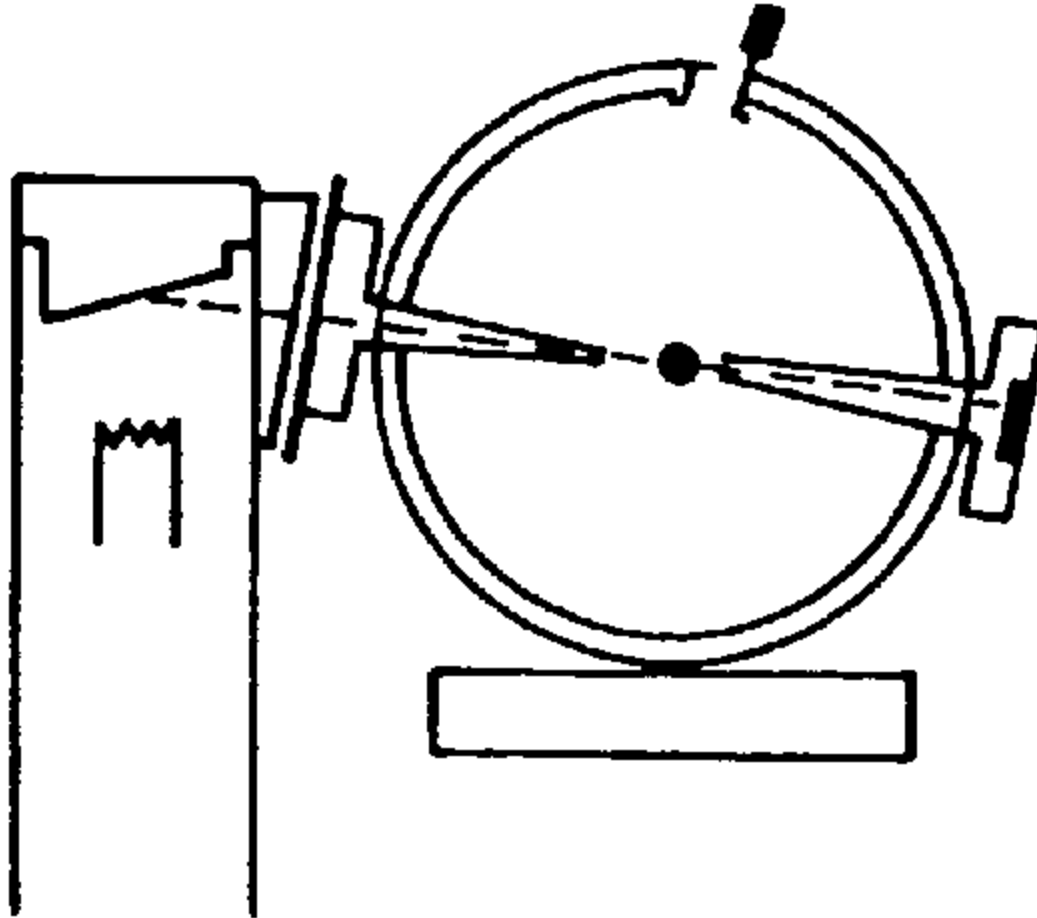
X射线衍射实验方法

——各种扫描模式与应用

5.1 Ewald球与实验方法



5.2 Debye照相法



现已很少用

5.3 X射线仪的基本组成

- 1.X射线发生器；
- 2.衍射测角仪；
- 3.辐射探测器；
- 4.测量电路；
- 5.控制操作和运行软件的电子计算机系统。

X-ray tubes



C-Tech XRD tube



Highpower ceramic XRD tube



理学 / 自动 X 射线衍射仪

Rigaku/Automatic X-ray Diffractometer D/max 2000 Series

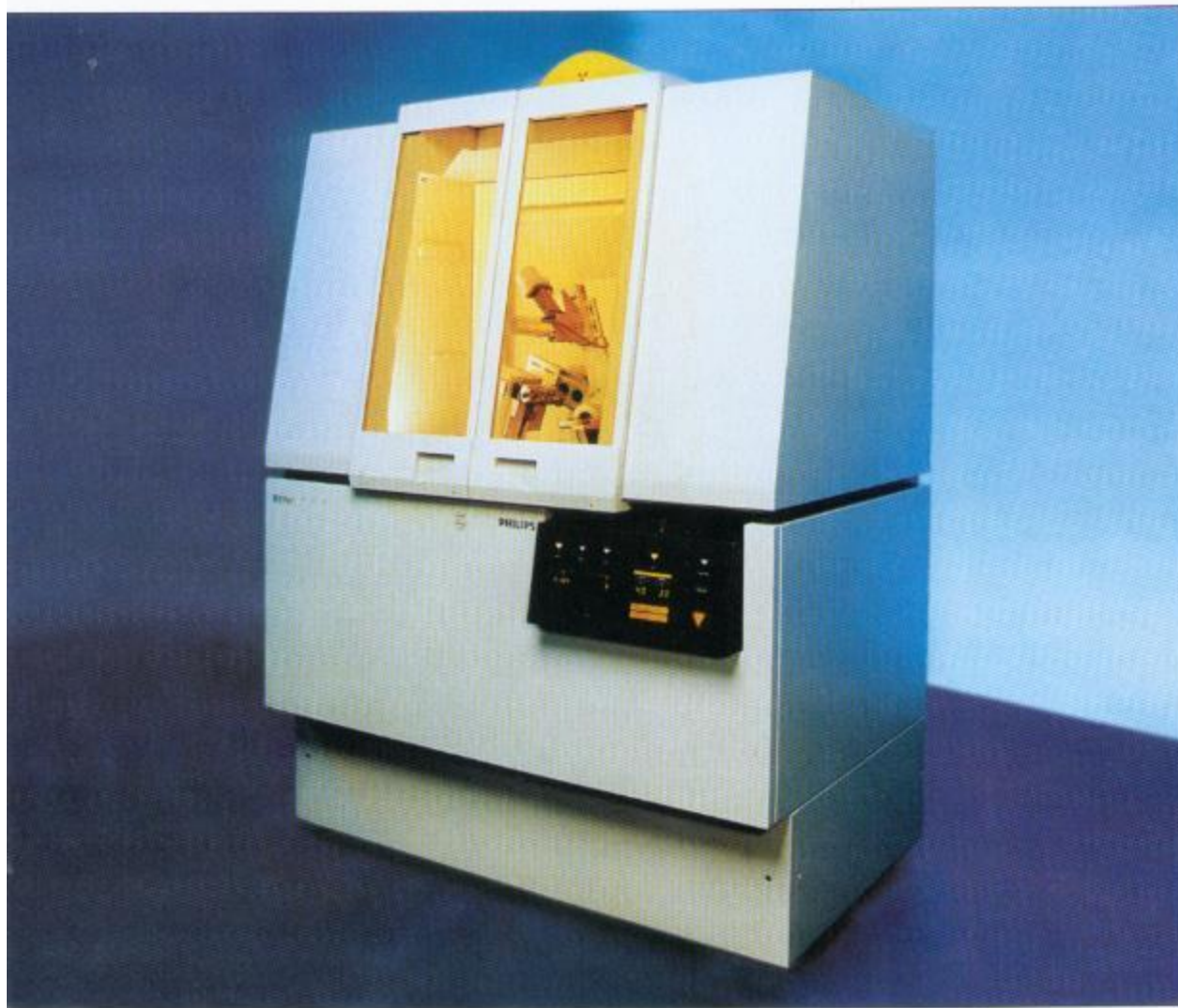


由工作站 (E.W.S) 所控制的各种 X 射线发生器、测角仪以及附件构筑了一个丰富多彩的系统。可



图 1-1-1 某厂生产的控制柜

X-射线衍射技术的革命



X'Pert-MPD


多功能 X-射线衍射仪

高分辨衍射仪

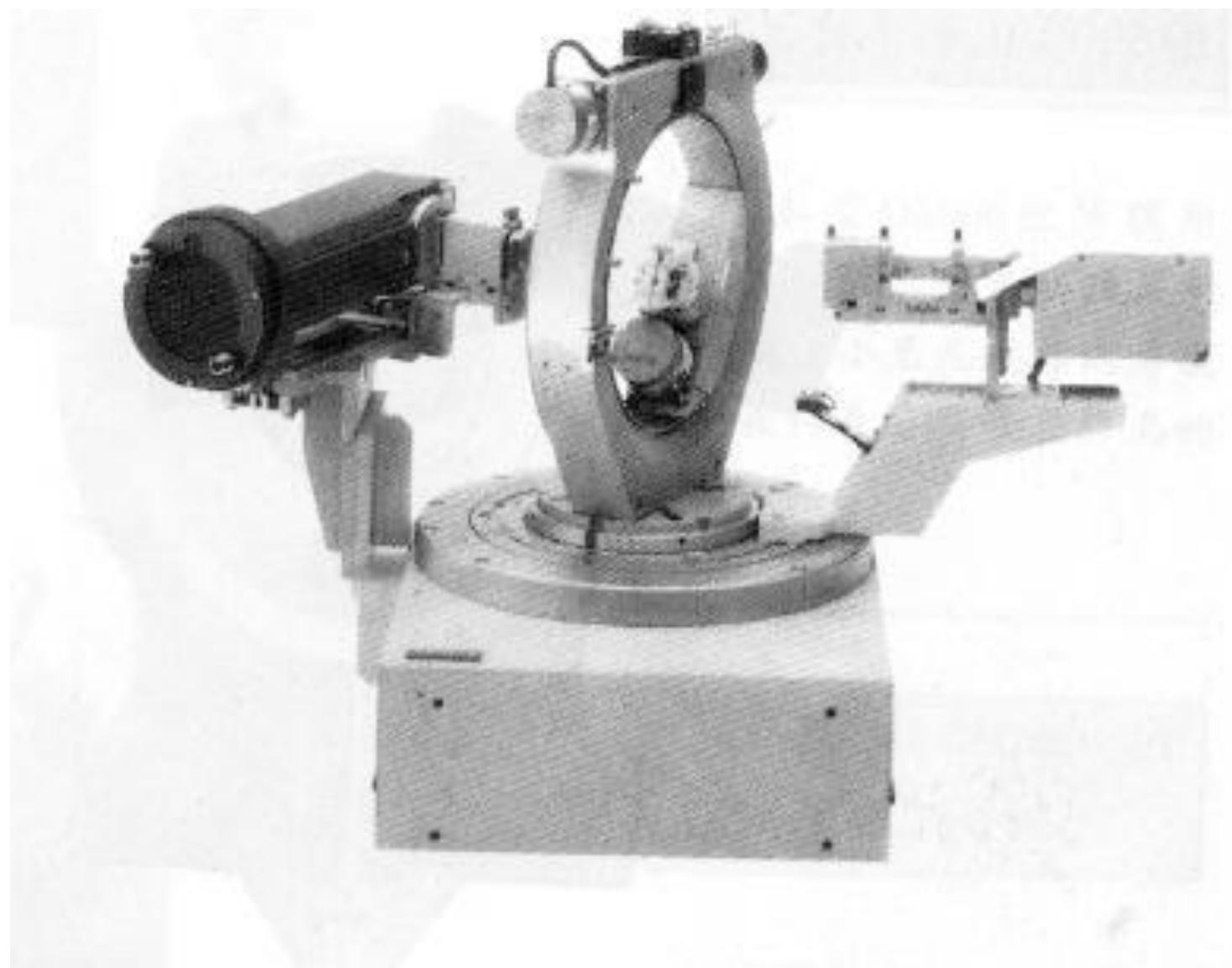
(D8-Discover型, Bruker公司1999年产品)



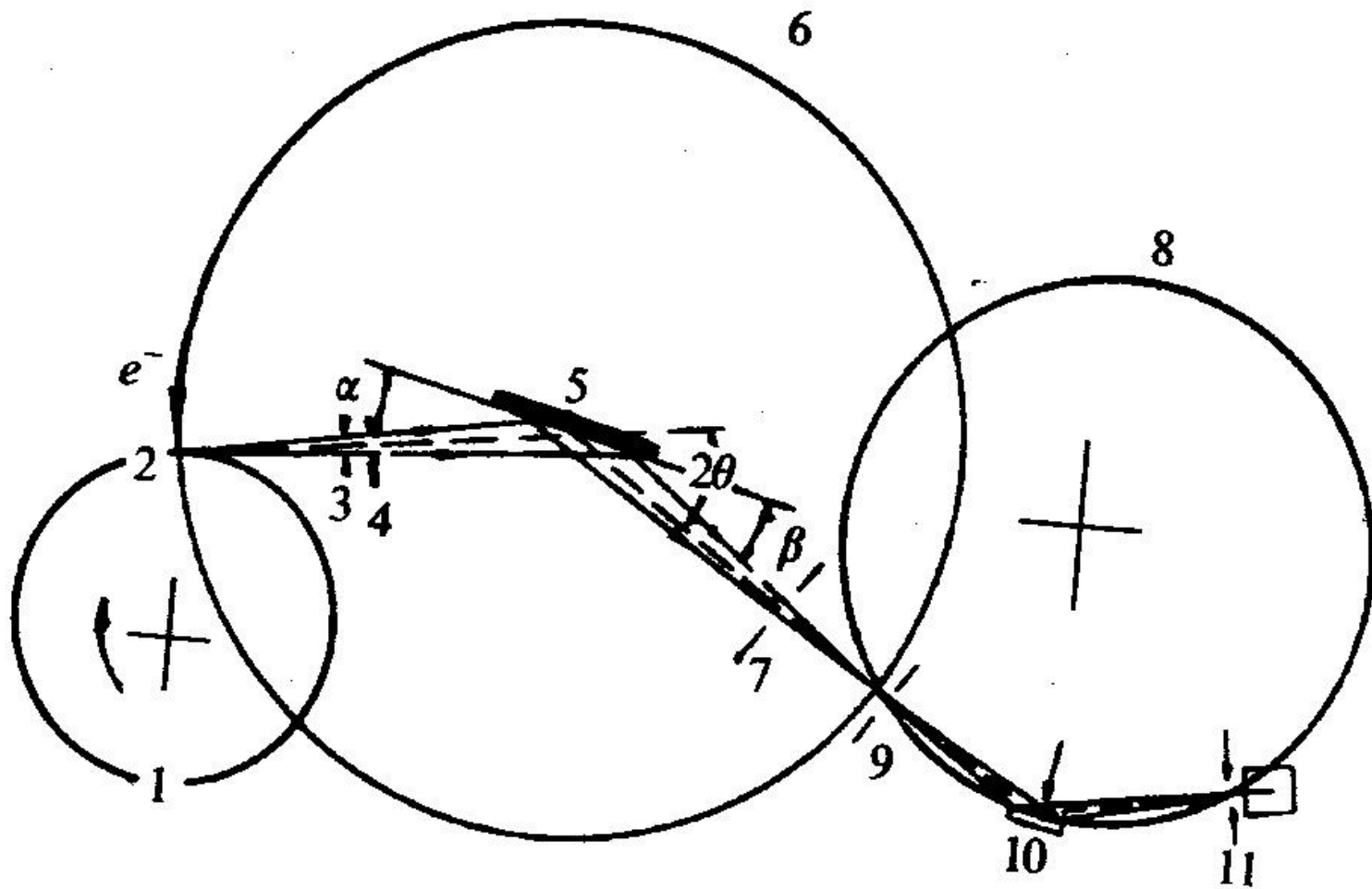
测角仪简介

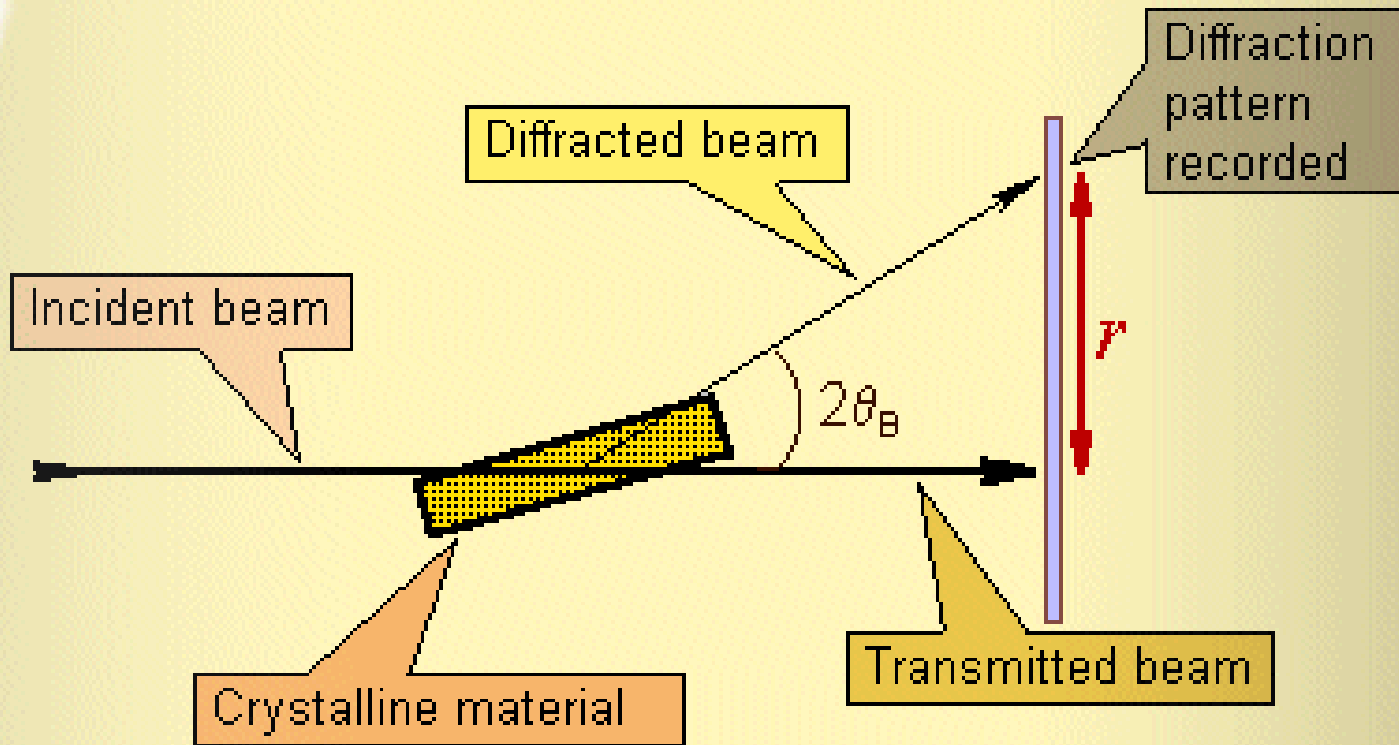
- 测角仪是X射线的核心组成部分 
- 试样台位于测角仪中心，试样台的中心轴ON与测角仪的中心轴(垂直图面)O垂直。
- 试样台既可以绕测角仪中心轴转动，又可以绕自身中心轴转动。





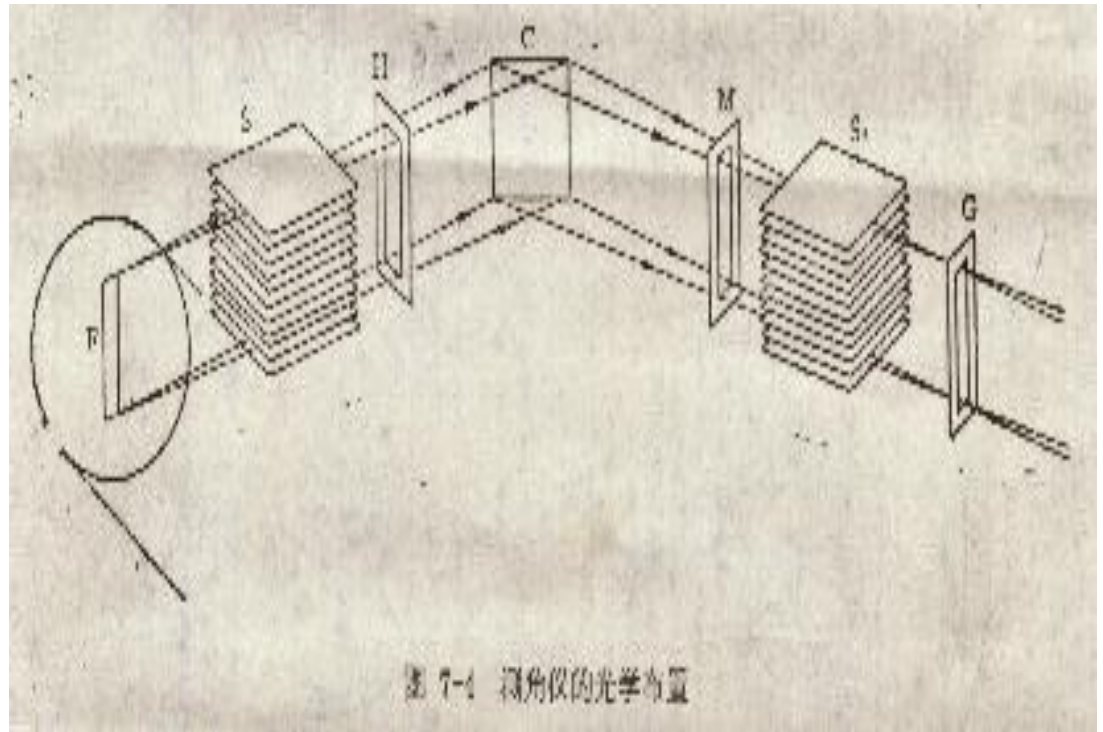


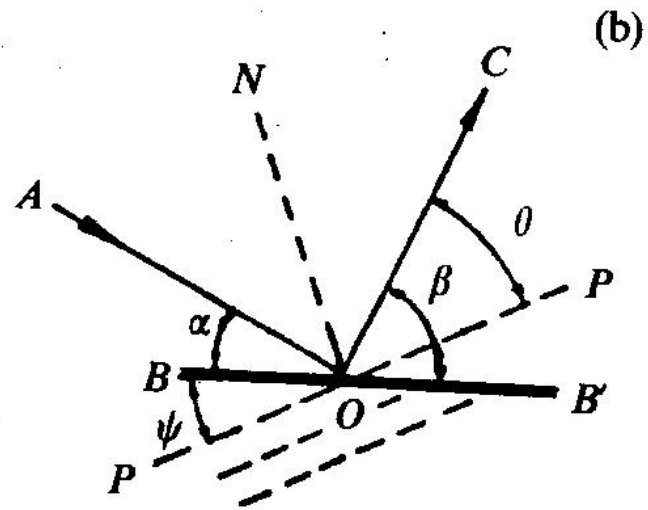
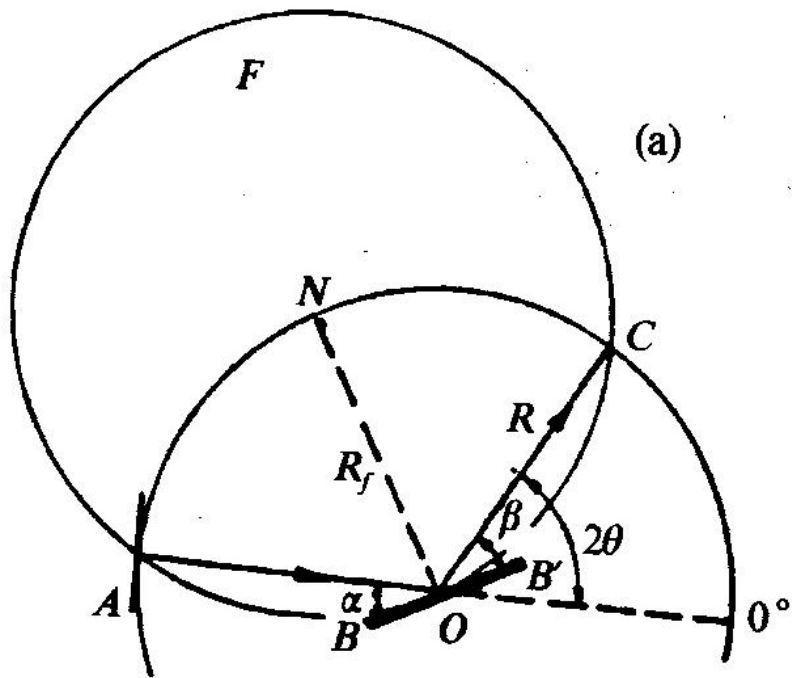




测角仪的光路布置

- 测角仪要求与X射线管的线焦斑联接使用，线焦斑的长边与测角仪中心轴平行。
- 采用狭缝光阑和梭拉光阑组成的联合光阑。

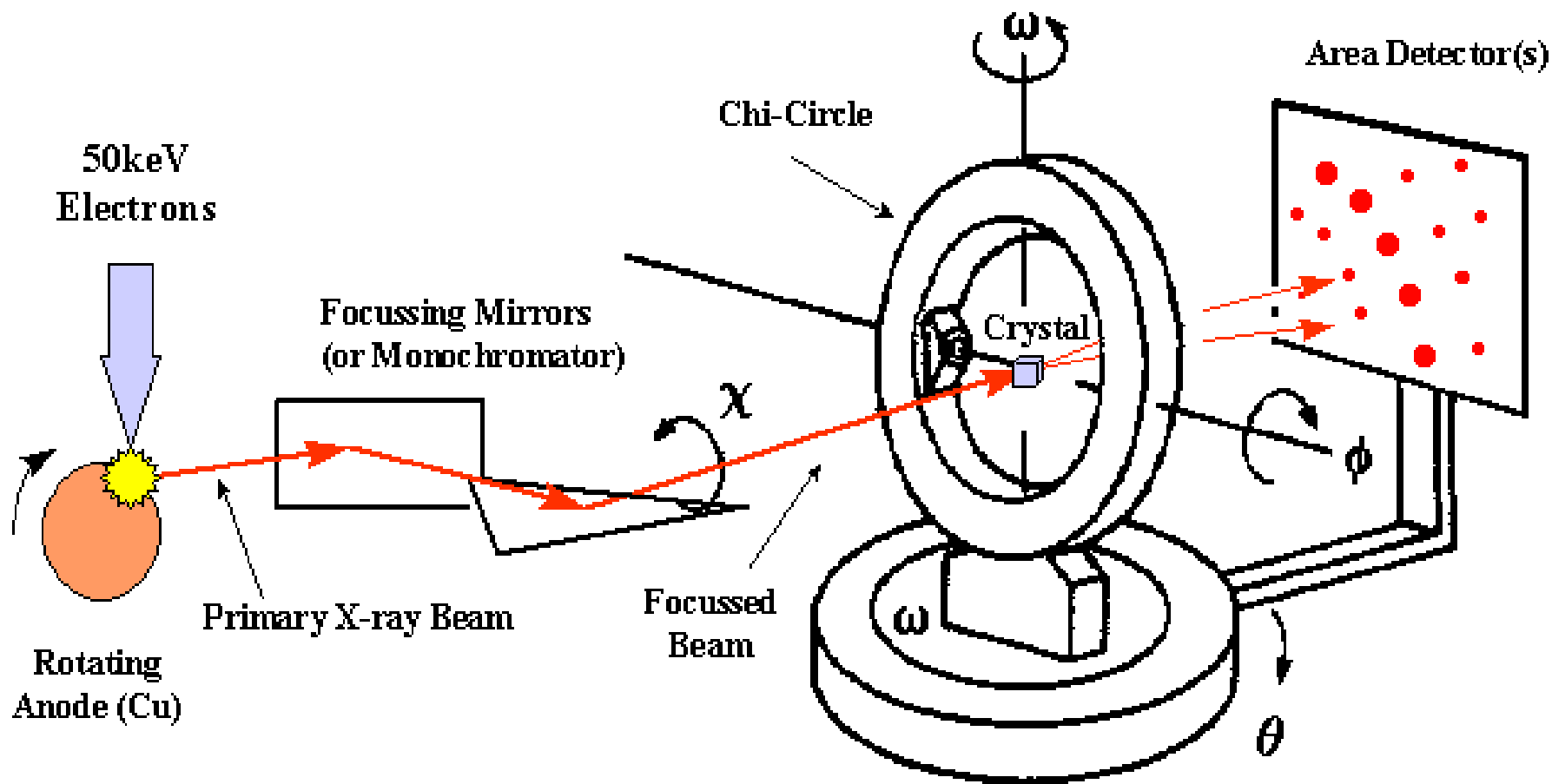




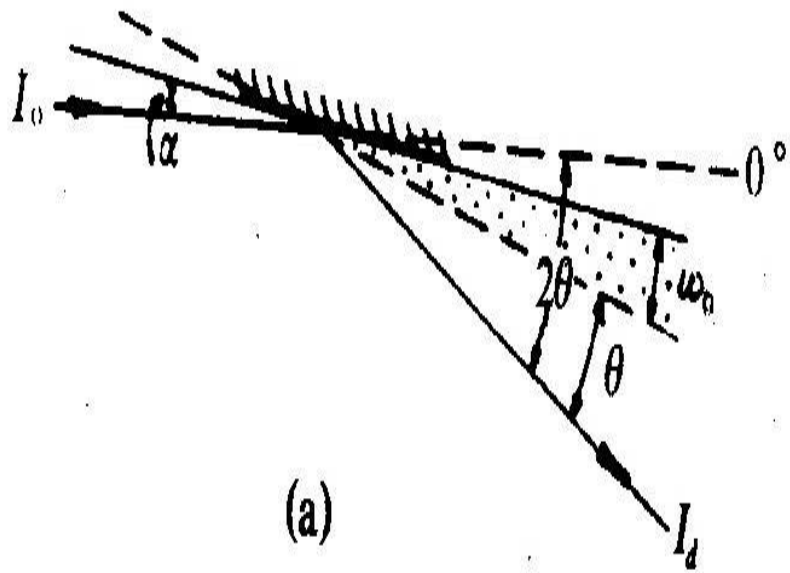
被测晶平面与试样表面的夹角 $\Psi = \theta - \alpha$

- a 对称Bragg反射 ($\beta = \alpha = \theta; \theta(\theta)/2\theta$)
- b 不对称Bragg反射准聚焦几何 ($\beta \neq \alpha$)

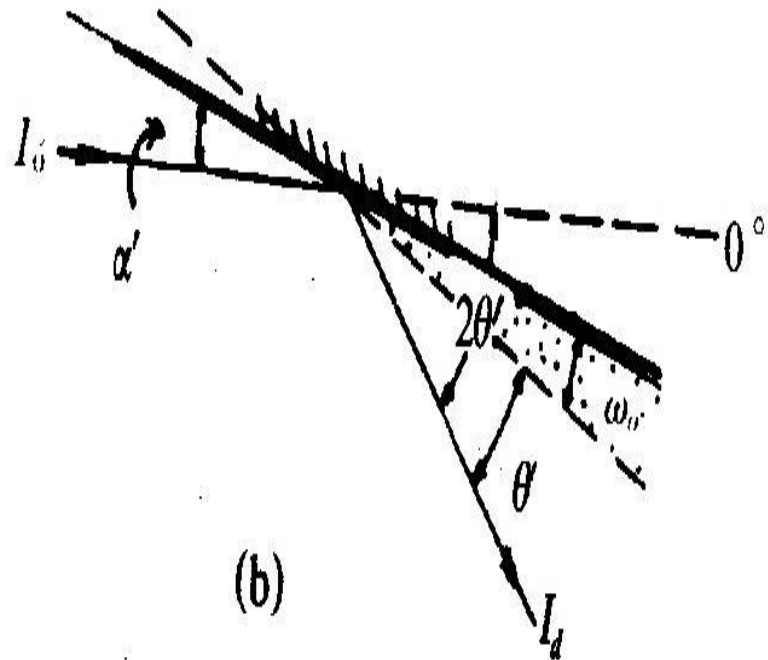




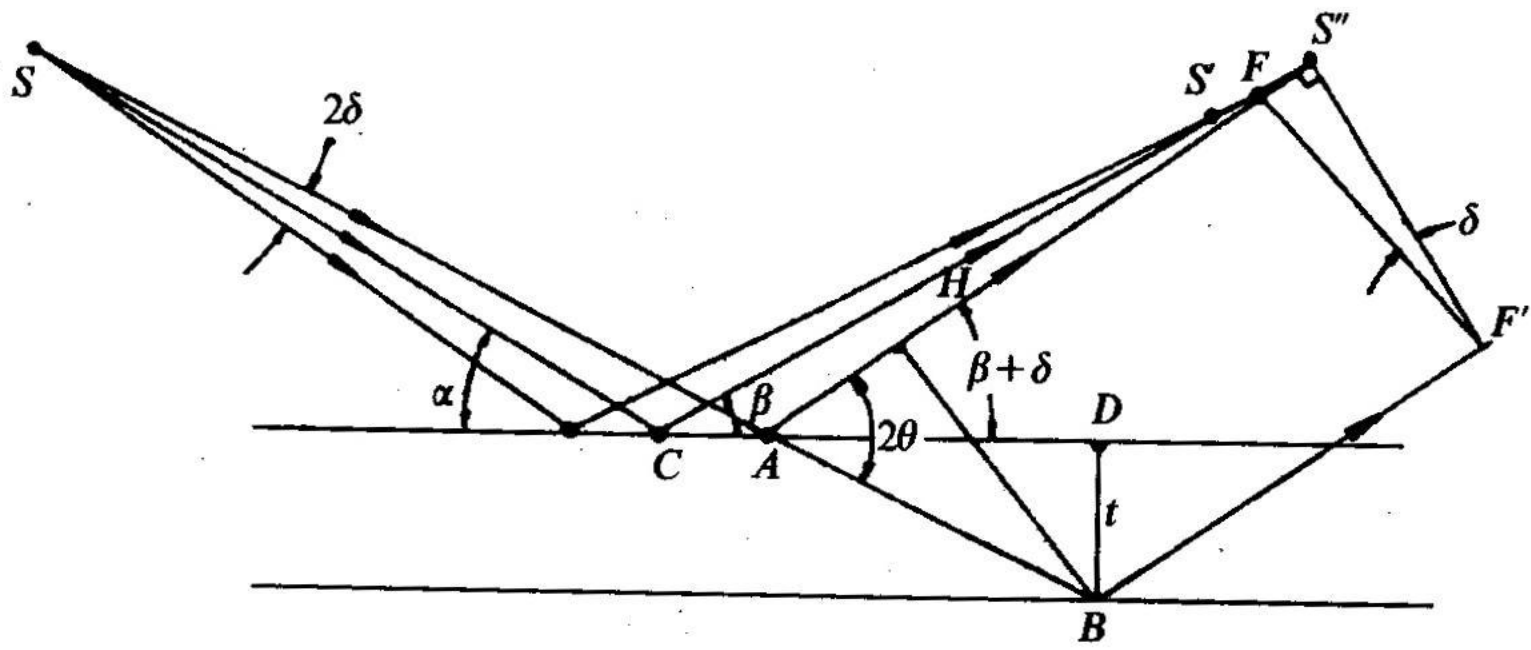
4-Circle Goniometer (Eulerian or Kappa Geometry)



(a)



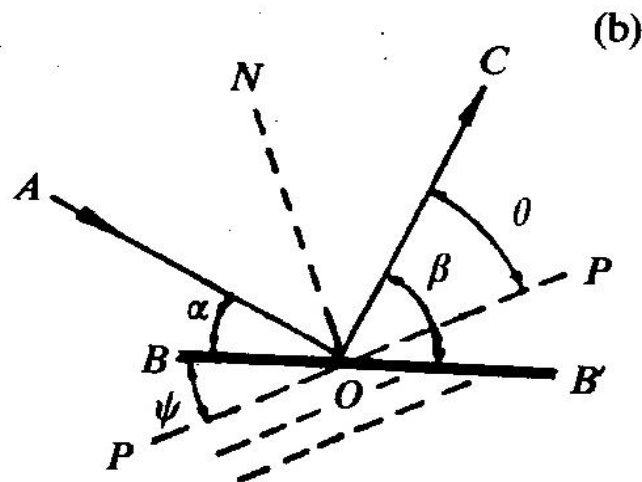
(b)



各种扫描模式及其特性一览表

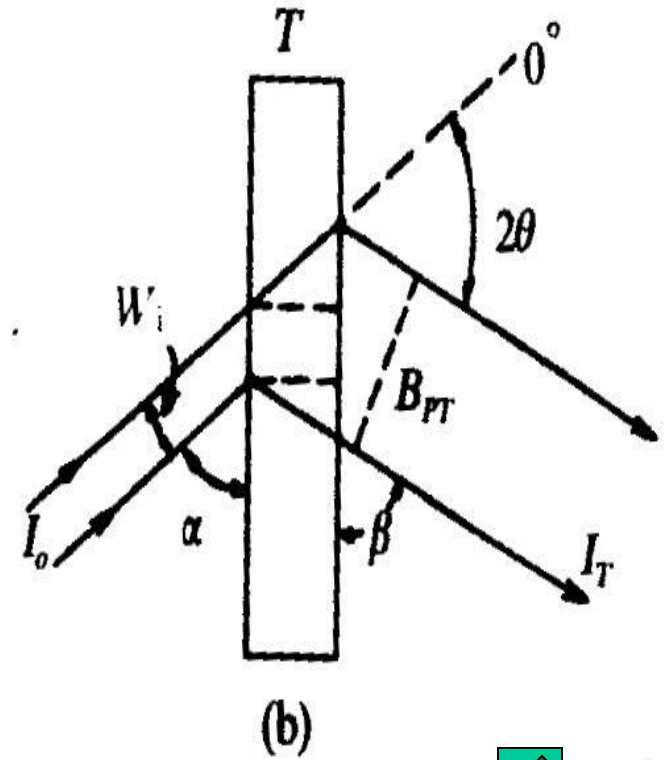
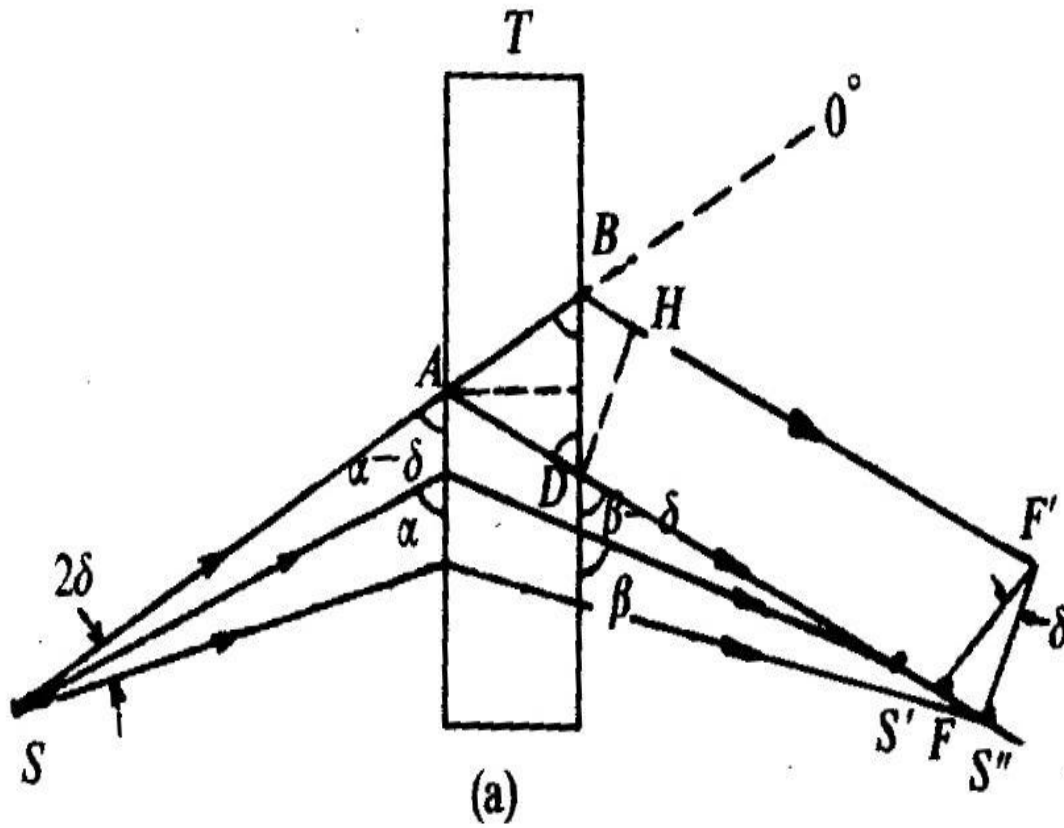
类型	名称	扫描模式符号	特性	
I	对称偶合 非对称	CBD	$\beta=\alpha=\theta; \theta(\theta)/2\theta$	1
		MCBD, TMCBD	$\beta\neq\alpha\neq\theta; \theta(\theta\pm\omega_0)/2\theta$	2
		STD, TSTD	$\beta\neq\alpha\neq\theta; \theta(\alpha_0)/2\theta$	2
		ADA, TADA	$\beta\neq\alpha\neq\theta; \theta_k(\alpha)/2\theta_k$	2
II	非对称偶合 非对称非偶	MCBD, TMCDD	$\theta(\theta\pm\omega_0)/2\theta$	2
		STD, TSTD	$\beta\neq\alpha\neq\theta; \theta(\alpha_0)/2\theta$	2
		ADA, TADA	$\beta\neq\alpha\neq\theta; \theta_k(\alpha)/2\theta_k$	2
III	表面反射 <u>透过反射</u>	CBD, MCBD, STD, ADA TMCBD, TSTD, TADA	$0^\circ < \alpha < 2\theta$ $2\theta < \alpha < 180^\circ - \theta$	

Common Bragg Diffraction,
Match, Transmission
Sample Tilting Diffraction,
Angular Dispersion Analysis,



偶合扫描模式有对称和非对称之分，这里对称与否是指入射线和反射线相对于试样表面而言的，而对晶面来说都是对称的。这是布拉格定律所规定的。

有七种不同的扫描模式，它们之间有共性也有特性。从表中看出，对称模式只有一种“CBD”，该模式同时具有对称、偶合及表面反射三者的特征，因而它出现在I及III中，其它六种都是非对称偶合或非对称非偶合扫描模式。



STD模式覆盖了现有的许多非偶合衍射设备，如薄膜分析用：

1、GAD (glancing angle X-ray diffractometry):这是一种掠角入射技术，其入射角 α 处于 $0.6\sim 1^\circ$ 之间，所以穿透深度很浅： $t=0.13\alpha/\mu$

2、TFD (thin film diffractometry):这是一种平行光入射技术，其入射角 α 处于 $1\sim 10^\circ$ 之间，当 α 小时，X射线穿透深度也浅

3、S-B(Seemann-Bohlin diffractometry),早期的非偶合薄膜分析设备， $3\sim 6^\circ$ ，胶片记录。

影响衍射线强度的各种因素

$$I_k \propto \frac{1}{R} \frac{\rho}{\mu} \rho_k F_k I A V_k K_t$$

因素	可调节的各因子以提高强度
1、仪器特性	I A R
2、试样性质	ρ_k F_k μ
3、制样及实验条件	I, A, ρ
4、衍射几何因子	V, K

小结

- Bragg 方程
- 方位角方程
- 强度方程
- 扫描模式