

X 射线衍射仪的管理与维护

吕天明¹, 徐强¹, 蔡蕊¹, 张环月^{*1}

(大连理工大学分析测试中心, 辽宁大连 116024)

摘要: X 射线衍射仪 (XRD) 是材料表征的重要设备, 正确的使用和良好的维护不仅能够保证设备始终保持良好的运行状态, 还能提高设备使用效率和寿命, 减低设备运行成本。本文作者结合设备管理经验, 从测试和维护等方面介绍了设备管理和维护经验, 对一些日常需要注意的关键问题进行了探讨。

关键词: X 射线衍射仪; 维护; 管理; 测试

Maintenance and Management of X-ray Diffraction

Tianming Lv¹, Qiang Xu¹, Rui Cai¹, Huanyue Zhang^{*1}

(Instrument Analysis Center, Dalian University of Technology, Dalian, 116024, China)

Abstract: X-ray diffraction (XRD) is a crucial tool in characterization of materials. The correct usage and well maintenance can not only ensure the equipment always under good operating condition, but also improve the test efficiency, extend equipment life and decrease the cost. In this article, the experience about maintenance and management of XRD, based on the laboratory experiences of the author were described. And some key points in routine work were discussed.

Keyword: X-ray diffraction, Maintenance, Management, Test.

1 引言

X 射线衍射仪 (X-ray diffraction, XRD) 在材料合成和分析方面起着非常重要的作用, 具有无损、快捷、样品可回收再利用等特点, 主要用于物相的定性或者定量分析、晶体结构分析、材料应力测定、织构分析、结晶度测定等方面, 其中应用最为广泛的还是材料物相定性分析。X 射线衍射仪的工作原理主要基于布拉格方程:

$$2d\sin\theta = n\lambda$$

式中, λ 是 X 射线的波长, θ 是衍射角, d 是晶面间隔, n 是反射级数。

当一束单色的 X 射线照射晶体表面时, 由于物质内原子间和分子间的距离正好在 X 射线的波长范围内, 会在晶体内部发生散射, 散射后的 X 光线相互干涉, 因此 X 射线在某些

特殊方向上被加强或被减弱，于是会形成各式各样的衍射花样，衍射线在空间分布的方位和强度，与晶体结构密切相关[1-4]。

而 X 射线衍射仪的日常维护对仪器的使用是十分重要的，这不仅可以降低仪器故障率，也能更好地保证测试结果的准确性和稳定性，作者所在的分析测试中心拥有一台布鲁克 D8 Advance 型 XRD，目前全年使用机时超过 3000 小时，支撑着校内化工学院、机械学院、材料学院等学院的教学科研工作，由于用户多，设备也对师生开放使用，所以保证设备的良好运行是非常关键的[5-6]。本文将从 X 射线衍射仪的测试和维护等方面进行探讨。

2 设备的使用管理

2.1 样品制备

样品制备对于 XRD 来说是非常重要的，粉末衍射对试样的基本要求如下：a. 试样中所含小晶粒的数量足够多，粉末样品要求细腻（200 目）；b. 小晶粒的取向是完全混乱的或者随机的，尽量减少或避免择优取向；c. 试样表面应该平整紧密，粉末样品压平压实，块状样品表面光滑平整。在样品制备过程中要求待测样品表面准确位于聚焦圆上，准确与测角仪轴相切，因此就要求块状样品或者压实的粉末样品上表面与样品槽外沿高度平齐，否则将导致衍射峰位置偏移，若高出样品架外沿，导致衍射峰向高角度偏移，反之向低角度偏移。对于样品量很少或者透明薄膜类样品可以使用零背景样品架来测试，可以降低择优取向并消除样品的透明性效应。不同样品架的图片如图 1，粉末样品和块状样品制样展示如图 2。

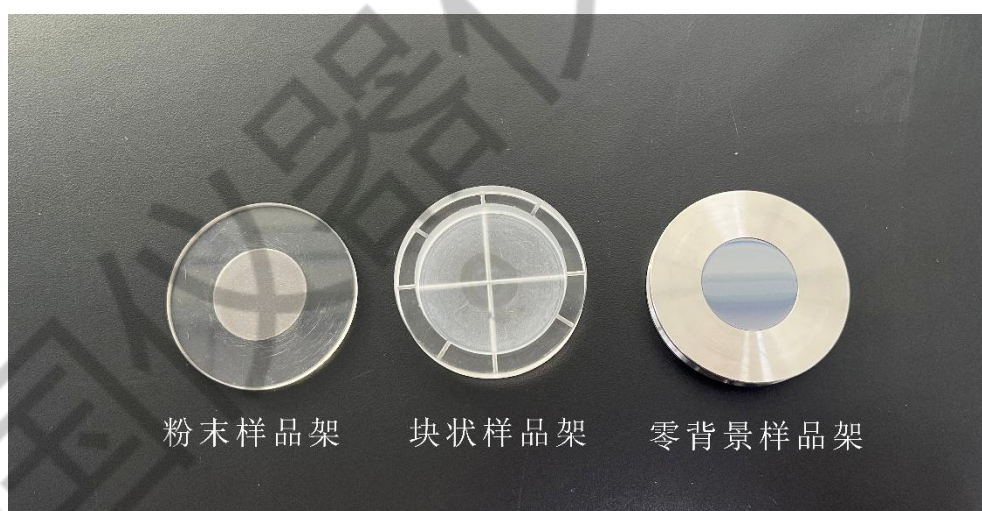


图 1 不同样品架展示

（1）粉末样品的制备

用药匙取适量粉末样品置于粉末样品架中间槽内，用干净的载玻片将粉末样品压平压紧，若样品高出样品架外沿，则刮掉多余粉末，若样品量不足以填充整个样品槽，则增加样品，

直到样品上表面与样品架外沿平齐。

（2）块状样品的制备

根据样品高度选择不同高度的石英中空样品架，取适量橡皮泥，将样品放在橡皮泥之上，用压平器将样品上表面压至与样品架外沿齐平即可，橡皮泥直径应小于样品直径，避免出现橡皮泥的衍射峰。

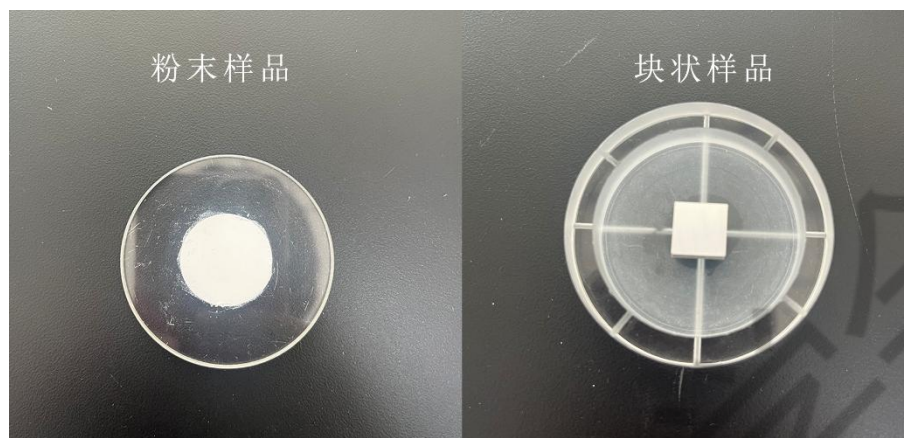


图2 粉末和块状样品制样

2.2 测试条件选择

因为本中心的 XRD 配置了掠入射、应力测定、织构测试、微区测定等不同功能，每种测试条件的不同在硬件和程序的设置上都会有所差别，所以针对不同功能的测试，应更换相应的硬件与对应程序，以获得准确的数据。在这里将介绍几种常用的设置方法。

（1）物相测定

常规物相测试采用聚焦光模式，硬件上配合使用 4° 大索拉和 2.5° 小索拉狭缝，此外，在入射端插入 Ni 滤片滤掉 Cu 的 $K\beta$ 线。程序中初级光路和次级光路选择狭缝，探测器使用 1D 模式，采用 Coupled $2\theta/0$ 模式扫描。

（2）掠入射薄膜物相测定

掠入射测试需要使用平行光模式，硬件上在入射端采用 0.2、0.4、0.6 或者 1.0 mm 狭缝，不采用索拉狭缝组合。软件中初级光路采用 Gobel Mirror，探测器使用 0D 模式，采用 2θ 模式扫描，注意需要在测试之前设定好入射角大小，并且因为掠入射测试信号较弱，所以一定要用慢速扫描，如每步时间设定为 1s。

（3）微区物相测试

本中心的 XRD 还配置了微区功能，需要采用点光源的方式进行测试，首先需要关闭设备，将 X 射线光管手动转 90° ，变成点光源，随后在入射端加装 UBC 座和不同直径大小的

准直管（0.3、0.5、1 或者 2 mm）（如图 3），准直管的选择与测试面积有关，但是由于 X 射线光从准直管射出后会发散，一般情况下照射到样品上的面积会扩大 2~3 倍。程序中初级光路使用 Gobel Mirror，探测器使用 1D 模式，采用 Coupled 2 θ / θ 模式扫描方式。需要注意的是准直管直径越小，信号量越少，需要的每步时间越长。



图 3 UBC 座和准直管

2.3 学生培训

因为本设备是面向全校各专业 24 小时开放，所以会面向师生培训，但是因为常规物相测试的需求量最大，所以目前我们只培训常规物相，不需要同学们更换硬件，而其他功能的测试还采用送样方式进行。培训前我们首先会让学生征得导师同意，提交培训申请表，在申请表中还会有实验室安全管理的注意事项等，这都需要学生提前阅读。我们录制了培训视频供学生提前学习。培训当天，学生需要携带附有导师签字的培训申请表来现场，同时每个学生可以带一个样品来实验室进行现场实操，我们还会再次强调安全事宜与注意事项，避免学生自主测试时出现安全问题。此外，我们要求培训通过的同学在第一次测试时选择工作时间来，方便设备管理教师在旁辅助，确保测试过程无误。

2.4 设备维护

（1）设备稳定性和准确性维护

为确保设备的稳定性和准确性，需要定期对设备进行维护。因为此设备参加 CMA 认证，所以需要定期进行内部校准，确保设备的良好运行。此外，我们还会在每周一早上使用刚玉

标样进行测定，确保测试的角度准确性，并与之前的数据相对比，以确保设备的稳定性，还可以及时了解 X 射线光管的强度变化。

此外现在的设备集成度很高，对电脑的要求也相对较高，因此我们会每日关闭软件一次，避免软件长时间使用产生卡顿；每周重新启动一次设备控制电脑，避免电脑长时间工作出现问题。上传数据利用校内的大型仪器共享平台，为避免电脑中毒，不允许使用 U 盘。数据的定期备份也十分关键，以防电脑突然损坏后数据的丢失。

(2) 环境维护

为保证 XRD 在一个良好的工作环境中工作，要求环境无尘、恒温、恒湿、防震、防腐蚀等，从而减少故障的发生。

因为我们使用的是五轴尤拉环样品台，因此粉末样品掉落不及时清理，就会进入各个轴内导致轴的磨损，所以要及时用吸尘器吸出掉落的粉末，并且也要保证环境无尘，从而保护设备。另外灰尘会造成各种电子元器件接触不良等，务必保持设备房间的干净无尘，并且也要定期对设备做除尘处理。温湿度也会严重影响设备的正常运转，温度高会影响设备散热，湿度高会导致电子器件产生故障的几率增加。因此湿度太大的季节我们会在房间内加装除湿机降低湿度，使设备在一个合适的环境中工作，保证设备的良性运转。

(3) 辅助设备的维护

XRD 的辅助设备包括水冷机和 UPS 电源。UPS 电源可以有效保证突然断电带来的危害。为保证它的正常运行，UPS 电源需要定期查看工作状态，并 2~3 年左右更换一次蓄电池组。

水冷机对 XRD 中光管的降温是十分重要的，水冷机温度设定在 22 °C，需要定期查看水冷机运行状态，包括水量、室外风机是否有异常响动、过滤芯状态等，定期清洗室外机，每三个月更换一次冷却水，冷却水要求是纯净水，半年更换滤芯 1 次，从而来保证冷水机的运行稳定。

2.5 故障诊断

若设备发生故障，应先查看问题现象，并及时保存状态文件，再利用控制软件中的 Tools 模块进行诊断，根据故障提示信息确定故障的范围，针对故障的问题寻求解决方案。例如轴出现的问题可以进行初始化尝试等，当出现无法解决的情况时，寻求工程师的帮助，这时状态文件就可以有效帮助他们进行问题诊断。

3 结论

我校分析测试中心的 XRD 自 2021 年启用以来，共使用 9112 小时，高效完成了大量样

品的测试,支撑了大量科研工作。我们实行设备专人管理维护制度,并制作了培训视频和安全操作规程,所以在大量使用的过程中,设备的故障率仍然较低。在学生自主测试的过程中,既缓解了教师的科研压力,同时还锻炼了学生的动手操作能力。作为一名设备管理教师,紧跟学科最前沿,开发设备新功能新方法,同时管理好设备,才能更好地服务教学和科研。

参考文献:

- [1]马礼敦. 近代 X 射线多晶体衍射[M]. 北京:化学工业出版社, 2004: 8-10.
- [2]薛青松. D8 ADVANCE X 射线衍射仪的常见故障及排除技巧[J]. 光谱实验室, 2012, 29(2): 1037-1041.
- [3]邓亚, 张宇民, 周玉锋. X 射线衍射法测量碳化硅单晶的残余应力[J]. 力学学报, 2022, 54(1): 147-153.
- [4]蒋艳玲, 韩徐, 金艳营, 等. X 射线衍射仪在薄膜结构分析中的测试方法研究[J]. 装备制造技术, 2022, 55: 13-16.
- [5]何小蝶,彭明发,吴海华. X 射线粉末衍射仪的使用及维护[J]. 实验科学与技术, 2015, 13(5): 257-259.
- [6]梁向晖, 钟伟强, 毛秋平. X 射线衍射法的维护和使用[J]. 分析仪器, 2015, 5: 89-91.