



普通高等教育“十二五”规划教材

PUTONG GAODENG JIAOYU "12·5" GUIHUA JIAOCAI

多晶材料 X 射线衍射

——实验原理、方法与应用

黄继武 李 周 编著
潘清林 徐国富 主审



冶金工业出版社
Metallurgical Industry Press



普通高等教育“十二五”规划教材

多晶材料 X 射线衍射

——实验原理、方法与应用

黄继武 李 周 编著
潘清林 徐国富 主审

冶金工业出版社

2012

内 容 提 要

本书内容分为4部分:(1)数据测量方法:介绍粉末X射线衍射实验设备、样品制备方法及技巧;(2)数据处理软件操作:讲解X射线衍射实验数据处理软件Jade的基本操作方法;(3)X射线衍射传统分析方法:物相定性分析、定量分析、结晶度、点阵常数精确测量、晶粒尺寸与微观应变、残余应力计算;(4)Rietveld全谱拟合精修方法:通过Jade的精修功能模块和Maud软件对Rietveld方法的原理、实验方法、数据处理方法及实验技巧进行详细讲解。实用性、可操作性和技巧性是本书的特点。实验原理根据实用原则进行简单讲述,实验操作步骤具体,注意事项全面,对于不具备X射线衍射实验技术知识的读者,可作为入门教材;对于有一定基础的读者及仪器操作人员,通过阅读本书将对实验技术水平的提高很有帮助。全书内容全面,用词浅显易懂,各章安排有序而又独立,作为参考书可根据需要选读相应章节内容。

本书可作为本科生、硕士生和博士生的实验教学用书,也可作为专业技术人员 and 仪器操作人员的工具书。

图书在版编目(CIP)数据

多晶材料X射线衍射:实验原理、方法与应用/黄继武,李周编著.
—北京:冶金工业出版社,2012.9

普通高等教育“十二五”规划教材

ISBN 978-7-5024-6027-3

I. ①多… II. ①黄… ②李… III. ①多晶—X射线衍射—研究
IV. ①O721

中国版本图书馆CIP数据核字(2012)第194964号

出版人 曹胜利

地 址 北京北河沿大街嵩祝院北巷39号,邮编100009

电 话 (010)64027926 电子信箱 yjchs@cnmip.com.cn

责任编辑 张 晶 李 臻 美术编辑 李 新 版式设计 孙跃红

责任校对 王贺兰 责任印制 李玉山

ISBN 978-7-5024-6027-3

北京百善印刷厂印刷;冶金工业出版社出版发行;各地新华书店经销

2012年9月第1版,2012年9月第1次印刷

787mm×1092mm 1/16;18.5印张;446千字;283页

38.00元

冶金工业出版社投稿电话:(010)64027932 投稿邮箱:tougao@cnmip.com.cn

冶金工业出版社发行部 电话:(010)64044283 传真:(010)64027893

冶金书店 地址:北京东四西大街46号(100010) 电话:(010)65289081(兼传真)

(本书如有印装质量问题,本社发行部负责退换)

前 言

X 射线衍射技术是研究晶体结构及其变化规律的主要手段，是材料科学工作者必须掌握的实验技术。作为一种物质晶体结构的表征手段，其应用遍及地质、矿产、冶金、材料、物理、化学、医药、农林等各个与物质晶体结构或非晶结构相关的领域。

本书共分 11 章，侧重于讲述衍射技术的实验方法和应用。

第 1 章介绍了粉末 X 射线衍射原理、方法、仪器及操作方法。样品的准备通常是实验成败的关键，因此，这一章中特别详细讲述了样品制备的方法以及存在的一些问题，以保证测量数据的可靠性和可信度。

第 2 章和第 3 章分别介绍了通用 X 射线衍射数据处理软件 MDI Jade 6 的基本操作和高级操作。Jade 6 作为通用 X 射线衍射数据处理软件受到广大学者、研究生的欢迎，初学者特别希望有一本入门教材。因此，在第 2 章介绍其必要的基本操作以后，第 3 章以专题方式介绍几种常用的高级操作。

第 4~第 9 章讲述了 X 射线衍射传统分析方法。这些方法包括物相鉴定（第 4 章）、传统定量（第 5 章）、结晶度测量（第 6 章）、晶格常数精确计算（第 7 章）、晶粒尺寸与微观应变计算（第 8 章）、宏观应力测量（第 9 章）。每一种应用都从实用的角度出发讲解了实验原理、数据测量方法及参数设置，特别强调数据处理的具体步骤和技巧。

在传承传统实验方法的基础上，第 10 章和第 11 章对 Rietveld 全谱拟合精修的原理、方法和具体操作进行了详细和具体的讲解。对于精确定量、晶胞精修、晶体微结构精修都作了详细而全面的讲解。通过这两章的学习，可以深入理解 Rietveld 方法的意义和操作方法。

本书从实际应用广泛性考虑，安排了普通读者希望用到的所有实验方法。每一种实验方法都进行了大量举例，实例涉及各个专业领域。为减少本书的篇幅，对于一些不常用的和特别专业的实验如单晶衍射、薄膜衍射、小角散射实验和织构未作安排。

本书以2004年在网络上发表的《衍射实验培训教材——MDI Jade 操作指南》为基础编写。该教材曾受到各专业学生的广泛好评。本书秉承其书写风格，从实用出发、从实践出发，所有实例都来自作者亲自测试的数据。对每一个数据的处理都进行了详细的讲解和评价。虽然X射线衍射实验技术涉及晶体学、物理学和X射线学等多学科，难以避免很多专业术语，但是，用词浅显易懂是本书的一大特色，即使从来没有接触过X射线衍射的读者也能很容易理解所讲述的内容并能实际运用到科学研究工作中。根据现代X射线衍射技术的发展需要，特别详细地介绍了Rietveld方法的实际应用。

本书的目标读者之一是硕士研究生和博士生，可作为研究生教学和实验用书；第二类目标读者是科研工作者和X射线衍射实验工作者，可作为其参考工具书；另外，本书内容涵盖本科教学内容，也可作为本科教学的实验教材。为方便教学和读者练习，书中举例和一些作者自编的数据处理小程序可向作者免费索取。

本书由黄继武（编写第2~第10章）和李周（编写第1章和第11章）共同编写，由潘清林教授和徐国富教授审阅。在编写过程中得到尹志民教授的鼓励和指导，在此表示感谢！书中的一些具体实验方法引用于一些已经发表的专著和文献，列于参考文献，在此向原作者表示感谢！

本书从2004年开始编写，做过多次修改，但是，由于作者水平有限，书中存在的缺点和错误请广大读者批评指正。

作 者
2012年2月

目 录

1 X 射线衍射仪的操作与数据测量	1
1.1 多晶 X 射线衍射仪的基本原理与构造	1
1.1.1 X 射线发生器	1
1.1.2 测角仪	3
1.1.3 X 射线强度测量记录系统	6
1.2 X 射线辐射防护	8
1.3 X 射线衍射仪使用的注意事项	8
1.4 多晶衍射样品的制备方法	9
1.4.1 块体样品的制备	9
1.4.2 粉末样品的制备	9
1.4.3 平板试样制备的其他问题	11
1.5 测量方式和实验参数的选择	13
1.5.1 X 射线波长的选择	13
1.5.2 X 射线的单色方法选择	13
1.5.3 管压管流选择	14
1.5.4 狭缝的选择	14
1.5.5 扫描参数选择	15
1.6 Rigaku D/max 2500 型 X 射线衍射仪操作实例	17
2 Jade 的基本操作	19
2.1 Jade 的功能	19
2.2 Jade 的用户界面和基本功能操作	19
2.2.1 窗口功能	19
2.2.2 菜单功能	20
2.2.3 主工具栏和编辑工具栏	21
2.2.4 弹出菜单	25
2.2.5 基本显示操作按钮	26
2.2.6 状态栏	27
2.3 程序设置	27
2.3.1 显示设置 (Display)	27
2.3.2 仪器参数 (Instrument)	28
2.3.3 报告内容设置 (Report)	29

IV		
2.3.4	个性化设置 (Misc)	29
2.4	数据文件格式与读入文件	30
2.4.1	读入衍射数据文件	30
2.4.2	读入文件的参数设置	32
2.5	建立 PDF 数据库检索文件	36
2.5.1	建立 PDF 卡片索引的方法	36
2.5.2	建立 ICSD 数据库索引	37
2.6	寻峰	39
2.6.1	寻峰方法	39
2.6.2	寻峰报告	40
2.7	图谱拟合	41
2.7.1	拟合参数设置	41
2.7.2	手动拟合方式	43
2.7.3	拟合函数和误差	43
2.7.4	全谱拟合	44
2.7.5	单峰拟合	45
2.7.6	分段拟合	45
2.7.7	拟合报告	47
2.7.8	拟合输出	48
2.8	打印预览	50
2.8.1	安装打印机	50
2.8.2	打印预览窗口	51
2.8.3	布局设置	53
3	Jade 的高级操作	56
3.1	多谱操作	56
3.1.1	多谱读入	56
3.1.2	多谱操作	57
3.1.3	多谱比较	59
3.1.4	多谱显示与打印	60
3.1.5	多谱合并	61
3.1.6	多谱拟合	62
3.1.7	多谱拟合计算结晶度	62
3.2	根据 d 值计算衍射面指数	65
3.3	检索 PDF 光盘	66
3.4	根据晶体结构计算 XRD 谱图	69
4	物相定性分析	71
4.1	物相的含义	71

4.2	物相检索原理	71
4.3	ICDD-PDF 卡片	72
4.4	PDF 卡片的检索与匹配	76
4.4.1	物相检索的步骤	76
4.4.2	判断物相是否存在的条件	76
4.5	物相定性分析的实验方法	77
4.5.1	图谱扫描	77
4.5.2	Jade 物相检索的条件设置	78
4.5.3	Search/Match Display 窗口	80
4.5.4	确定物相	82
4.5.5	根据强峰检索物相	82
4.5.6	物相检索结果的输出	83
4.6	物相定性分析实例	85
4.6.1	Al-Zn-Mg 合金的物相分析	85
4.6.2	RuO ₂ 的物相检索	88
4.6.3	某黏土矿物物相检索	90
4.7	X 射线衍射物相检索的特点和局限性	93
4.7.1	粉末法 X 射线衍射物相检索的特点	93
4.7.2	粉末法 X 射线衍射物相分析的局限性	94
5	传统物相定量方法	95
5.1	质量分数与衍射强度的关系	95
5.2	K 值法定量	96
5.2.1	K 值法原理	96
5.2.2	K 值法定量的实验方法	97
5.3	绝热法定量	97
5.3.1	绝热法定量的原理	97
5.3.2	绝热法定量的实验方法	98
5.4	定量分析实例	99
5.4.1	氧化铁的质量分数计算 (绝热法)	99
5.4.2	Al-Zn-Mg 合金中析出相 MgZn ₂ 的质量分数计算 (绝热法)	104
5.4.3	未知物相的 <i>RIR</i> 值测量和定量分析	109
5.4.4	K 值法定量分析实例	112
5.4.5	含非晶相和未知相的物相定量实例	113
5.5	传统定量分析的优缺点	116
5.5.1	传统定量分析的优点	116
5.5.2	传统定量分析的缺点	116
6	结晶度计算	118
6.1	结晶度的概念	118

6.2	结晶度的测量方法	119
6.2.1	绝对结晶度的测量	119
6.2.2	相对结晶度的测量	120
6.3	结晶度计算实例	120
6.3.1	用纯样法计算陶瓷析晶过程中的结晶度	120
6.3.2	差异法求绝对结晶度	123
6.3.3	大米淀粉相对结晶度计算	124
6.3.4	陶瓷材料相对结晶度计算	127
6.4	其他结晶度计算方法	128
6.4.1	石英的结晶度指数	129
6.4.2	石墨化度测量	132
7	点阵常数的精密化计算	137
7.1	点阵常数精确计算的原理与误差来源	137
7.1.1	衍射仪法测量点阵常数的原理	137
7.1.2	衍射仪测量点阵常数的误差来源	138
7.2	内标法校正仪器误差	140
7.2.1	实验方法	140
7.2.2	内标法的使用方法及优缺点	142
7.2.3	内标法的应用实例	142
7.3	外标法校正仪器误差	145
7.3.1	外标法原理	145
7.3.2	实验方法	145
7.3.3	外标法校正和点阵常数精确计算实例	147
7.4	精确计算点阵常数的注意事项	148
7.5	实例分析	149
7.5.1	ZrB ₂ -ZrB 双相的点阵常数精确计算	149
7.5.2	未知物相的点阵常数精确计算	153
8	晶粒大小及微观应变的计算	156
8.1	材料微结构与衍射峰形的关系	156
8.2	测量仪器半高宽的方法	161
8.3	计算微晶尺寸与微观应变的方法	163
8.4	实例分析	164
8.4.1	CoAl ₂ O ₄ 尖晶石微晶尺寸和比表面积的计算	164
8.4.2	热处理对 CoAl ₂ O ₄ 尖晶石微晶尺寸与微观应变的影响	167
8.5	峰形分析的注意事项	168
9	残余应力测量	172
9.1	残余应力	172

9.2 残余应力的测量原理	173
9.3 实验方法	175
9.3.1 样品准备	175
9.3.2 仪器与数据测量	175
9.3.3 沿深度方向的应力梯度测量	175
9.3.4 测量图谱	175
9.3.5 数据处理	176
9.4 计算实例	177
9.4.1 测量铝合金抛丸处理后表面的残余应力	177
9.4.2 测量 WC-Co 硬质合金深冷处理后的表面应力	182
9.4.3 轴承钢沿深度方向的残余应力分布	184
10 Rietveld 全谱拟合精修——Jade	187
10.1 Rietveld 结构精修方法	187
10.2 全谱拟合精修过程	189
10.3 物相的读入	193
10.3.1 结构相与非结构相	193
10.3.2 物相的添加	193
10.4 全局变量精修	196
10.4.1 背景精修	196
10.4.2 无定形峰精修	197
10.4.3 样品和仪器校正	199
10.5 物相参数精修	199
10.5.1 峰形函数和峰形参数精修	199
10.5.2 半高宽精修	199
10.5.3 其他非原子参数精修	200
10.6 物相原子参数精修	201
10.7 精修控制	201
10.7.1 全局精修控制	201
10.7.2 物相精修控制	202
10.8 精修显示与结果输出	204
10.8.1 精修指标	204
10.8.2 精修报告	205
10.8.3 打印精修报告	207
10.9 全谱拟合精修应用实例	208
10.9.1 多相混合物的定量分析	208
10.9.2 舍择尤取向多相精修	215
10.9.3 舍非晶相的多相精修	222
10.9.4 加内标的物相精修定量	227

10.9.5 晶格常数精修	228
11 Rietveld 全谱拟合精修——Maud	238
11.1 Maud 的功能与安装	238
11.1.1 Maud 的功能	238
11.1.2 软件下载与安装	238
11.2 软件自带的例子	241
11.3 简单精修	248
11.4 调整精修参数	258
11.5 含非晶相的样品处理	263
11.6 含织构样品的定量分析	267
参考文献	283

1 X 射线衍射仪的操作与数据测量

1.1 多晶 X 射线衍射仪的基本原理与构造

X 射线衍射仪分为单晶衍射仪和多晶衍射仪两种。单晶衍射仪的被测对象为单晶体试样，主要用于确定未知晶体材料的晶体结构。多晶 X 射线衍射仪（图 1-1）也称为粉末衍射仪，被测对象通常为粉末、多晶体金属或高聚物等块体材料。多晶衍射仪主要由以下 4 部分构成：

- (1) X 射线发生器——产生 X 射线的装置；
- (2) 测角仪——测量角度 2θ 的装置；
- (3) X 射线探测器——测量 X 射线强度的计数装置；
- (4) X 射线系统控制装置——数据采集系统和各种电气系统、保护系统。

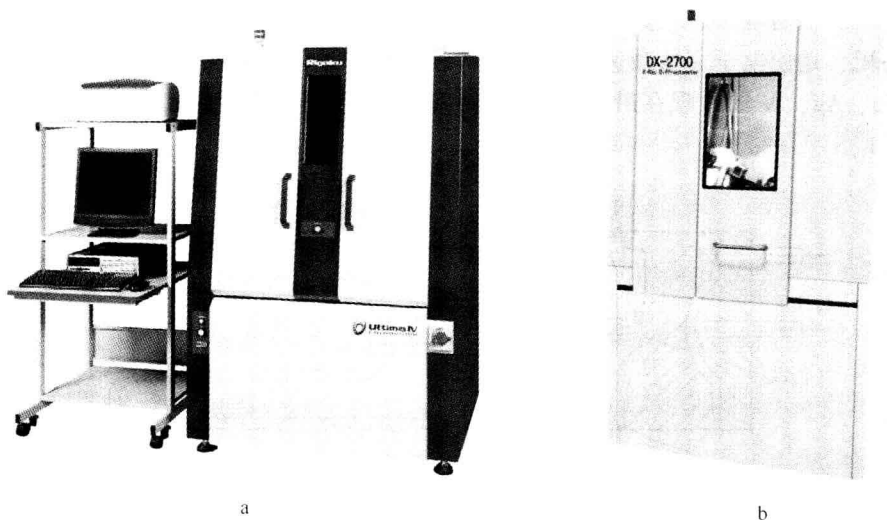


图 1-1 X 射线衍射仪外观图

a—日本理学 Ultima IV 型 X 射线衍射仪；b—中国丹东浩元仪器有限公司 DX-2700 型 X 射线衍射仪

1.1.1 X 射线发生器

X 射线多晶衍射仪的 X 射线发生器由 X 射线管、高压发生器、管压和管流稳定电路以及各种保护电路等部分组成。

现代衍射用的 X 射线管（图 1-2）都属于热电子二极管，有密封式和转靶式两种。前

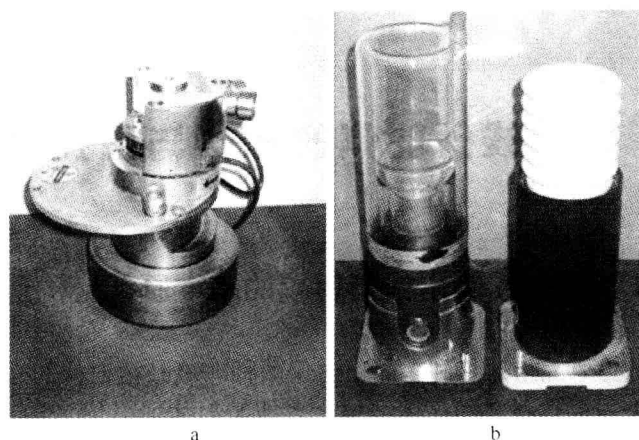


图 1-2 X 射线管实物图

a—12kW 旋转阳极管；b—玻璃密封管和陶瓷密封管

者最大功率在 2.5kW 以内，视靶材料的不同而异；后者是为获得高强度 X 射线而设计的，一般功率在 10kW 以上，目前常用的有 9kW、12kW 和 18kW 几种。

X 射线管实质上是一个真空二极管，其原理见图 1-3。给阴极加上一定的电流被加热时，便能放出热辐射电子。在数万伏特高压电场的的作用下，这些电子被加速并轰击阳极。阳极又称为靶，是使电子突然减速和发射 X 射线的地方。常用的阳极材料有 Cr、Fe、Co、Ni、Cu、Mo、Ag、W 等，现在最常用的是 Cu 靶。常用靶材的标识 X 射线的波长和工作电压见表 1-1。

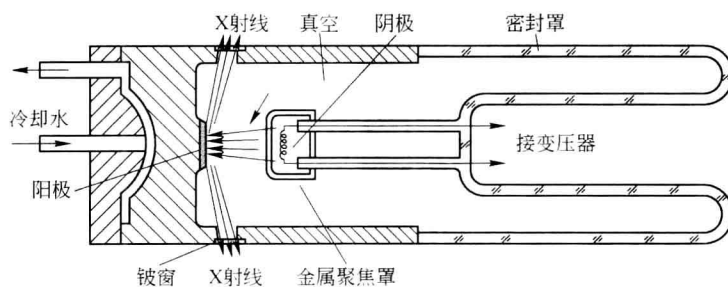


图 1-3 X 射线管原理图

表 1-1 常用靶材的标识 X 射线的波长和工作电压

靶材金属	原子序数	$K_{\alpha 1}$					V_k/kV	工作电压/kV
		2.28962	2.29351	2.909	2.08480	2.0701		
Cr	24	2.28962	2.29351	2.909	2.08480	2.0701	5.98	20 ~ 25
Fe	26	1.93597	1.93991	1.9373	1.75653	1.7433	7.10	25 ~ 30
Co	27	1.78892	1.79278	1.7902	1.62075	1.6081	7.71	30
Ni	28	1.65784	1.66169	1.6591	1.50010	1.4880	8.29	30 ~ 35
Cu	29	1.54051	1.54433	1.5418	1.39217	1.3804	8.86	35 ~ 40
Mo	42	0.70926	0.71354	0.7107	0.63225	0.6198	20.0	50 ~ 55
Ag	47	0.55941	0.56381	0.5609	0.49701	0.4855	25.5	55 ~ 60

阳极靶面上受电子束轰击的焦点呈细长的矩形状（称线焦点或线焦斑），从射线出射窗中心射出的 X 射线与靶面的掠射角为 $3^\circ \sim 6^\circ$ 。因此，从出射方向相互垂直的两个出射窗观察靶面的焦斑，看到的焦斑形状是不一样的。从出射方向垂直焦斑长边的两个出射窗口观察，焦斑呈线状称为线光源；从另外两个出射窗口观察，焦斑如点状称为点光源。残余应力和织构测量一般要求点光源，而其他应用一般要求使用线光源，因此，在衍射仪每次安装管子的时候，必须辨别所使用的 X 射线出射窗是否为线焦点方向（管子上有标记）。此外，还要求测角仪相对于靶面平面要有适当的倾斜角。

X 射线管的额定功率因靶材的种类及厂家而异。长时间连续运行时，使用功率建议在额定值的 80% 以下，有利于延长管子的寿命。

X 射线管消耗的功率只有很小部分转化为 X 射线的功率，99% 以上都转化为热量而消耗掉，因此 X 射线管工作时必须用水流从靶面后面冷却，以免靶面熔化毁坏。为提高靶面与水的换热效率，冷却水流是用喷嘴喷射在电子焦点的背面上的，流量要求大于 3.5 L/min。X 射线发生器的停水报警保护电路必须可靠。

普通 X 射线管的最大功率不超过 3kW。有时由于 X 射线源的强度不够，致使某些精细结构不能显现。因此，设法提高 X 射线源的强度是 X 射线结构分析工作中的重要问题之一。提高 X 射线强度的主要途径是提高 X 射线管的功率。然而，提高功率的主要障碍是电子束轰击阳极时所产生的热量不能及时散发出去。解决这个问题的有效办法是采用旋转阳极。让阳极以很高的转速（2000 ~ 10000r/min）转动，这样，受电子束轰击的焦点不断地改变自己的位置，使其有充分的时间散发热量。采用旋转阳极提高功率的效果是相当可观的。

1.1.2 测角仪

测角仪是衍射仪中最精密的机械部件，是 X 射线衍射仪测量中最核心的部分，用来精确测量衍射角，其原理见图 1-4。

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，又可以绕自身的中心轴转动。在试样台上装好试样后，要求试样表面严格地与测角仪中心轴重合。入射线从 X 射线管焦点 F 发出，经入射光阑系统 S_1 、 H 投射到试样表面产生衍射，衍射线经接收光阑系统 M 、 S_2 、 G 进入计数器 D 。射线管焦点 F 和接收光阑 G 位于同一圆周上，把

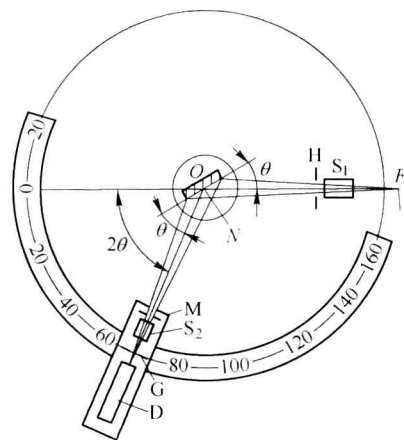


图 1-4 测角仪原理图

这个圆周称为测角仪（或衍射仪）圆，把该圆所在的平面称为测角仪平面。试样台和计数器分别固定在两个同轴的圆盘上，由两个步进马达驱动。在衍射测量时，试样绕测角仪中心轴转动，不断地改变入射线与试样表面的夹角 θ ，计数器沿测角仪圆运动，接收各衍射角 2θ 所对应的衍射强度。根据需要， θ 角和 2θ 角可以单独驱动，也可以自动匹配，使 θ 和 2θ 角以 1 : 2 的角速度联合驱动。测角仪的扫描范围：正向可达 165° ；负向可达 -100° （受设计限制，不同厂家的仪器测角范围稍有不同，使用时必须参考使用手册），角测量的

绝对精度可达 0.01° ，重复精度可达 0.001° 。

测角仪的衍射几何是按着 Bragg-Brentano 聚焦原理设计的。如图 1-5 所示，X 射线管的焦点 F 、计数器的接收狭缝 G 和试样表面位于同一个聚焦圆上，因此可以使由 F 点射出的发散束经试样衍射后的衍射束在 G 点聚焦。除 X 射线管焦点 F 之外，聚焦圆与测角仪圆只能有一点相交。这也就是说，无论衍射条件如何改变，在一定条件下，只能有一条衍射线在测角仪圆上聚焦。因此，沿测角仪圆移动的计数器只能逐个地对衍射线进行测量。

按聚焦条件的要求，试样表面应永远保持与聚焦圆有相同的曲面。但由于聚焦圆曲率半径在测量过程中不断变化，而试样表面却无法实现这一点，因此只能作近似处理，采用平板试样，使试样表面始终保持与聚焦圆相切，即聚焦圆圆心永远位于试样表面的法线上。为了使计数器永远处于试样表面（即与试样表面平行的 hkl 衍射面）的衍射方向，必须让试样表面与计数器同时绕测角仪中心轴向同一方向转动，并保持 1:2 的角速度关系，即当试样表面与入射线成 θ 角时，计数器正好处在 2θ 角的方位。由此可见，粉末多晶体衍射仪所探测的始终是与试样表面平行的那些衍射面。

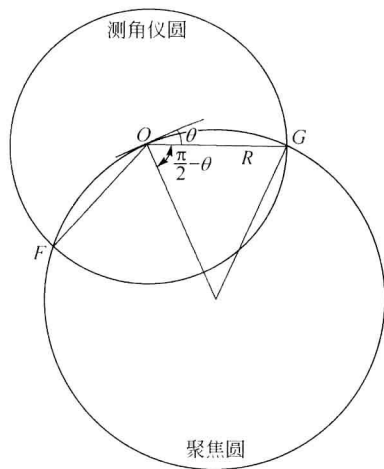


图 1-5 测角仪的衍射几何

1.1.2.1 狭缝系统

测角仪光路上配有一套狭缝系统。如果只采用通常的狭缝光阑便无法控制沿狭缝长边方向的发散度，从而会造成衍射环宽度的不均匀性。为了排除这种现象，在测角仪光路中采用由狭缝光阑和梭拉（Soller）光阑组成的联合光阑系统，见图 1-6。

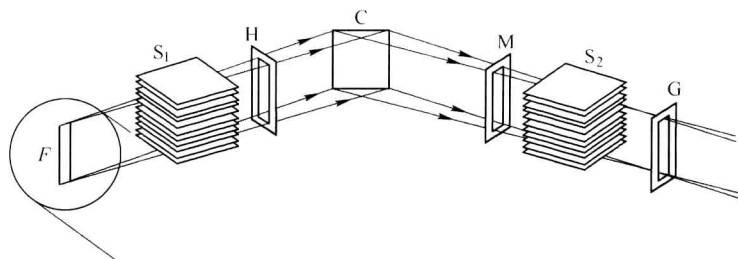


图 1-6 测角仪的光阑狭缝

Soller 光阑 S_1 、 S_2 ：梭拉光阑由一组互相平行、间隔很重的重金属（Ta 或 Mo）薄片组成，用来限制 X 射线在测角仪轴向的发散，使 X 射线束可以近似地看做仅在扫描圆平面上发散的发散束。分别设在射线源与样品和样品与检测器之间。安装时要使薄片与测角仪平面平行，这样可将垂直测角仪平面方向的 X 射线发散度控制在 2° 左右。衍射仪的 Soller 狭缝的全发射角（ $2 \times$ 薄片间距/薄片长度）为 3.50° 左右，因此，轴向发散引起的衍射角测量误差较小，峰形畸变也较小，可以获得较佳的峰形，有较佳的衍射角分辨率。

发散狭缝光阑 H 的作用是控制入射线的能量和发散度，因此也限定了入射线在试样上的照射面积。例如，对热斑尺寸为 $1\text{mm} \times 10\text{mm}$ 、有效投射焦斑为 $0.1\text{mm} \times 10\text{mm}$ 的 X 射线管，当采用 1° 的发散狭缝光阑， $2\theta = 18^\circ$ 时，试样被照射的宽度为 20mm ，被照射面积为 200mm^2 ($20\text{mm} \times 10\text{mm}$)。随着 2θ 角增大，被照射的宽度（或面积）减小。如果只测量高衍射角的衍射线时，可选用较大的发散狭缝光阑，以便得到较大的人射线能量。

防散射狭缝光阑 M 的作用是挡住衍射线以外的寄生散射（如各狭缝光阑边缘的散射，光路上其他金属附件的散射）进入检测器，有助于降低背景。它的宽度应稍大于衍射线束的宽度。

接收狭缝光阑 G 是用来控制衍射线进入计数器的能量的。它的大小可根据实验测量的具体要求选定。

光阑和狭缝都有多种宽度可供选择，狭缝越小，接受强度越低，但越精确。有些厂家的光阑和狭缝通过插件方式来选择，有些厂家的设备则通过程序调控。

1.1.2.2 滤波系统

X 射线管发射出来的光是多种波长混合的复杂光源，主要包括连续谱、 K_α 和 K_β 特征谱。当这些波长的射线都参与衍射时，会得到非常复杂的衍射信息。

另外，当一种波长的 X 射线照射到样品上时，有可能激发样品本身的特征射线（X 射线荧光）。为了获得单一波长的衍射信息，通常采用插入滤波片或者加装单色器的方法来去除掉 K_β 辐射和荧光辐射。滤波片和单色器一般设置在样品与接收狭缝之间。

在 X 射线衍射实验中，可以利用物质对 X 射线吸收过程存在吸收限的特性来合理地选用滤波片材料和辐射波长，以便获得优质的衍射花样。多晶体 X 射线衍射实验是利用 K 系标识 X 射线作辐射源的。但在许多情况下，不希望衍射花样中出现 K_β 辐射所对应的衍射花样，因为它使衍射花样复杂化，妨碍对谱图的分析。解决这个问题的办法是在 X 射线源与试样之间加放滤波片将 K_β 辐射吸收掉。对滤波片材料的选择就要利用 K 吸收限的特性。如果我们选择这样一种物质作滤波片，它的 K 吸收限刚好位于辐射源的 K_α 辐射和 K_β 辐射之间，并注意要尽量靠近 K_α 辐射，这时滤波片对 K_β 的吸收很强烈，而对 K_α 的吸收却很小。经过滤波后的 X 射线几乎只剩下单一的 K_α 辐射（图 1-7）。

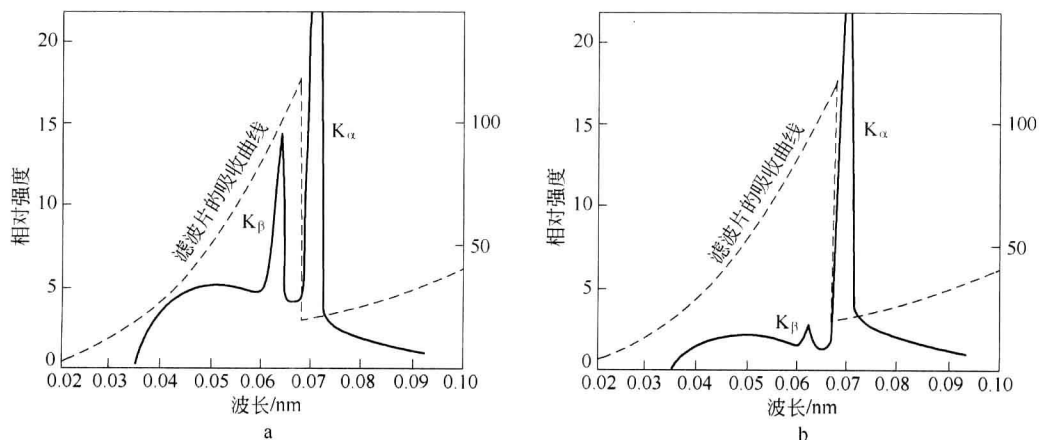


图 1-7 滤波片的作用

a—滤波前；b—滤波后

为了消除衍射花样的背底，最有效的办法是利用晶体单色器（图 1-8）。通常的做法是在衍射线光路上安装弯曲晶体单色器。由试样衍射产生的衍射线（一次衍射线）经光阑系统投射到单色器中的单晶体上，调整单晶体的方位使它的某个高反射本领晶面（高原子密度晶面）与一次衍射线的夹角刚好等于该晶面对 K_{α} 辐射的布拉格角。这样，由单晶体衍射后发出的二次衍射线就是纯净的与试样衍射线对应的 K_{α} 衍射线。晶体单色器既能消除 K_{β} 辐射，又能消除由连续 X 射线和荧光 X 射线产生的背底。但是，通常使用的衍射束石墨弯曲晶体单色器却不能消除 $K_{\alpha 2}$ 辐射，所以经弯曲晶体单色器聚焦的二次衍射线，由计数器检测后给出的是 $K_{\alpha 1}$ 和 $K_{\alpha 2}$ 双线衍射峰。

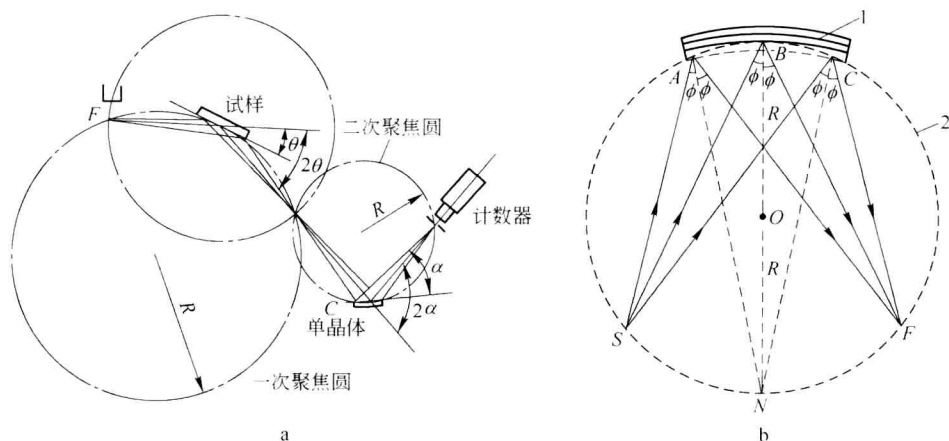


图 1-8 单色器的作用

a—加入晶体单色器后的光路图；b—弯曲晶体单色器的反射几何
1—弯曲晶体；2—聚焦圆

石墨晶体单色器选用 0002 反射面。使用石墨弯曲晶体单色器，对 K_{α} 辐射而言，其衍射强度与不用单色器时相比大约降低 38%，这相当于使用滤波片时，衍射强度降低的程度。在 CuK_{α} 辐射上使用石墨单色器测试铁基试样，可使背底降到 10cps（每秒计数），得到满意的结果。但是，对于 X 射线管靶元素相同的试样，使用单色器的效果不大。这是因为由连续 X 射线激发试样而产生的荧光 X 射线与 X 射线管发射的标识 X 射线具有同样的波长（图 1-9）。

从图 1-9 可以看到，采用 Cu 靶辐射测量含铜元素的样品时，在低角度会出现背底由低到高的反常现象。

1.1.3 X 射线强度测量记录系统

计数器的主要功能是将 X 射线光子的能量转换成电脉冲信号。通常用于 X 射线衍射仪的辐射探测器有正比计数器、闪烁计数器和位敏正比探测器。

闪烁计数管是各种晶体 X 射线衍射工作中通用性最好的检测器。它的主要优点是：对于晶体 X 射线衍射工作使用的各种 X 射线波长，均具有很高的以至 100% 的量子效率；稳定性好，使用寿命长；此外，它具有很短的分辩时间（ 10^{-7} s 级），因而实际上不必考虑