

WUXIANG

YANSHE

FENXI

杨传铨 谢达材 陈葵尊 编著

物相衍射 分析

冶金工业出版社

54.6476
684

物相衍射分析

杨传铮 谢达材
陈癸尊 钟福民 编著

Z1K4PP/11
(Z1K499/28)

冶金工业出版社

内 容 简 介

《物相衍射分析》是介绍用X射线、电子和中子衍射方法进行物相分析的专著。第1章介绍用于物相分析的三种衍射技术的实验原理、装置和方法，对X射线衍射的聚焦照相法和衍射仪法作了较详细的介绍；定性分析按多晶衍射花样和单晶电子衍射花样在第2、3章加以介绍；定量分析在4、5两章叙述；第6章论述物相结构测定。各章都着重于实用技术和分析技巧的阐述，并综述各有关方面的新进展。

本书可供工矿企业、科研单位和高等院校的X射线衍射、电子显微镜和中子衍射专业的科技人员、教师、高年级学生和研究生参考，也可供从事金属、无机和高分子材料研制、化工、地质等非衍射专业方面的科技人员参考。

物 相 衍 射 分 析

杨传铮 谢达材 编著
陈癸尊 钟福民

责任编辑 王华宗

冶金工业出版社出版发行
(北京北河沿大街嵩祝院北巷39号)
新华书店总店科技发行所经销
山西新华印刷厂排版
河北省阜城县印刷厂印刷

787×1092 1/16 印张20 $\frac{1}{2}$ 插页4 字数514千字

1989年9月第一版 1989年9月第一次印刷

印数00,001~1,300册

ISBN 7-5024-0190-3

TQ·7 定价13.25元

绪 言

物相,简称相,它是具有某种晶体结构并能用某化学式表征其化学成分(或有一定的成分范围)的固体物质。比如,同样是铁,它能以体心立方结构的 α -Fe、面心立方结构的 γ -Fe和体心立方结构的高温 δ -Fe三种物相形式存在。碳能溶解于这三种相中形成固溶体。碳在 α -Fe中的固溶体称为铁素体,碳在 γ -Fe中的固溶体称为奥氏体。铁和碳还能形成化合物 Fe_3C ,称为渗碳体,其晶体结构相当复杂。而碳钢中的莱氏体则是奥氏体和渗碳体的共晶混合物,珠光体是铁素体和渗碳体的共析混合物,显然,这两种混合物都分别包括两种物相。又如,矿物中同样是 SiO_2 ,它能以菱形结构的 α -石英、两种不同四方结构的方英石和超石英、以及两种不同单斜结构的鳞石英和柯石英等形式存在。 Al_2O_3 的同分异构体就更多了。随着近代材料科学的迅猛发展,物相的含义有所扩大。高分子材料和其它凝聚态固体在热处理后,其结构常常包括结晶相、过渡相、亚稳相和非结晶部分,现在人们常把这种材料中的非晶部分统称为非晶相。

同样一种物相,可以单独存在,也可存在于含有其他一种或多种物相的混合体中。当它单独存在时,可以不同的形状和大小出现,当它存在于某种材料中时,能呈不同的形态和不同的分布,且随材料的状态而变化,同时保持晶体结构和化学成分不变。因此,可把物相分析的内容和所使用的实验方法列举如下:

分 析 目 的		应 用 方 法
形态学分析	{	光学显微镜术(如金相、岩相)
		透射电子显微镜术
		扫描电子显微镜术
		投影式或接触式X射线显微镜术
		显微自射线照相术
相 分 分 析	{	各种常量化学分析
		微区光谱
		X射线光谱和能谱术
		各种电子能谱分析
结 构 分 析	{	X射线衍射
		电子衍射
		中子衍射
		红外光谱
		穆斯堡尔谱等

就上述物相分析的方法而言,总的可分为化学物相分析和物理物相分析两大类,前者是用化学分析的手段(包括某些物理仪器的微区元素分析)测定物相的元素组成和含量,以求得物相的化学式,因此它仅与物相的元素组成相关,而与物相的晶体结构无关;物理物相分析包括形态分析和晶体结构分析两个方面。结构分析又有多种方法,但以各种衍射分析最为重要,由于它们以晶体衍射现象为基础,所以衍射相分析既可获得物相的晶体结构,又能获得物相的化学式,因此衍射分析是最直接、应用最广的物理物相分析方法。

衍射分析方法包括X射线衍射、电子衍射和中子衍射三种,其中X射线衍射方法使用最广,也是一种比较经典、古老的技术。但在近20年中,由于高功率、高精度、高稳定度和高灵敏度X射线衍射仪的出现,多重聚焦照相机的广泛应用以及电子计算机在X射线分析中的推广应用,特别是计算机应用于衍射仪的控制和数据处理以后,在X射线衍射相分析方面有了许多新的进展,如定性分析中的电子计算机检索、无卡相分析,定量分析中的泽温(Zevin)法等新方法,物相结构分析中多晶衍射花样指标化的计算机方法、多晶衍射数据全结构分析的里特韦尔德(Rietveld)方法等等。由于电子衍射仪和透射电子显微镜结合使用,特别是选区衍射技术的广泛应用,电子衍射物相分析也出现新的局面,特别是单晶电子衍射花样的物相定性分析有很大发展。中子衍射虽然只能在少数单位进行实验,但对于结构分析中确定轻元素原子的坐标位置,对于磁结构的测定和某些固溶体的研究具有特殊意义,因此应用也逐渐增多。

物相衍射分析与冶金、机械、化工、硅酸盐、地质、土壤等工农业经济部门的生产和科研,与物理、化学、防腐蚀、材料科学等研究领域关系都十分密切,因而生产部门、科研及教育系统的衍射实验室,特别是X射线实验室都广泛应用物相分析技术直接为科研和生产服务。到目前为止,国内出版的有关教科书或专著,虽然对各种衍射物相分析技术都分别有些介绍,但或似嫌简单或涉及新进展较少。因此编写《物相衍射分析》一书的目的在于:

1)使从事X射线衍射、电子显微镜和中子衍射分析的专业人员对这门技术的原理、实验方法和分析技巧及有关新的进展有一个较系统的了解。

2)向非衍射专业,特别是从事材料研制、化工、地质等工作的工程技术和科研人员介绍这门技术,使他们不仅能针对自己工作中的问题选择较合适的方法,而且能对实验数据独立地进行分析,作出结论,进而改进自己的工作。

全书共分六章,第1章介绍物相衍射分析中所用的各种实验方法和设备的原理、调试及使用的有关技术;三种衍射分析中依据多晶衍射数据作物相定性内容列入第2章;第3章专门介绍单晶电子衍射花样的物相定性分析;多相混合样品中各相的百分含量测定的定量分析纳入第4章;第5章专门介绍固溶体和聚合物中的定量分析;最后一章讨论基于多晶粉末衍射花样的物相结构测定。书末汇集了一些物相衍射分析常用数据、图表,供读者查用。各章的写法除突出适用技术外,还特别注意用实例来说明原理和实验分析方法的应用。

本书初稿于1984年11月在上海主办的《全国中级X射线衍射学习班》上讲授时,得到与会学员的鼓励和帮助,并提出一些宝贵意见。在此基础上,编著者作了若干调整、修改和补充。中国科学院上海冶金研究所许顺生教授最后审阅了全稿,借此一并表示真诚的谢意。由于编著者理论知识和实际经验之不足,书中缺点和错误之处在所难免,深切期望读者批评指正。

编 著 者

1986年10月

目 录

第 1 章 物相衍射分析的实验方法	(1)
1.1 X射线衍射德拜-谢乐照相法	(1)
1.2 X射线衍射聚焦照相法	(4)
1.3 多晶X射线衍射仪法	(13)
1.4 X射线衍射照相法与衍射仪法的比较	(35)
1.5 电子衍射法	(36)
1.6 中子衍射法	(43)
1.7 X射线、电子和中子衍射方法的比较	(46)
第 2 章 多晶衍射花样的物相定性分析	(50)
2.1 基本原理	(50)
2.2 JCPDS的粉末衍射卡组(PDF)	(50)
2.3 索引及其结构	(52)
2.4 定性分析的步骤和有关技术	(55)
2.5 单相分析	(58)
2.6 复相分析	(60)
2.7 电子计算机检索	(72)
2.8 人工检索与计算机检索的比较	(75)
2.9 无卡相分析	(77)
第 3 章 单晶电子衍射花样的物相定性分析	(86)
3.1 单晶电子衍射花样的特征	(86)
3.2 一个晶带的衍射花样分析	(88)
3.3 试样倾斜附件的使用	(95)
3.4 包含多于一个晶带的衍射花样分析	(97)
3.5 高级劳厄区及其指标化	(100)
3.6 多重衍射效应	(107)
3.7 孪晶的电子衍射花样及其分析	(109)
3.8 晶体类型唯一性确定	(121)
3.9 从两相合成电子衍射花样测定取向关系	(124)
第 4 章 物相的定量分析	(126)
4.1 基本原理	(126)
4.2 采用标样的定量相分析方法	(134)
4.3 无标样的定量相分析方法	(153)
4.4 粉末样品定量相分析的有关问题	(164)
4.5 大块样品定量相分析方法	(168)
第 5 章 固溶体和聚合物的定量分析	(175)
5.1 固溶体组分的测定	(175)
5.2 有序相中长程有序度测定的一般原理	(179)
5.3 以面心立方为基的有序相中长程有序度测定	(180)
5.4 以体心结构为基的有序相中长程有序度测定	(180)
5.5 A-15 型结构中长程有序度的测定	(182)

5.6	聚合物结晶度测定的一般原理	(184)
5.7	能获得晶态和非晶态参考样的方法	(185)
5.8	联立方程法	(186)
5.9	无标样情况的方法	(188)
5.10	计算机分峰法	(190)
5.11	关于结晶度测定的讨论	(193)
第6章	多晶粉末试样物相结构的测定	(195)
6.1	物相结构测定的一般步骤	(195)
6.2	物相所属晶系的确定	(196)
6.3	立方晶系衍射花样的指标化	(197)
6.4	六方和四方晶系衍射花样的指标化	(200)
6.5	正交晶系衍射花样的指标化	(210)
6.6	单斜晶系衍射花样的指标化	(213)
6.7	通用指标化方法	(214)
6.8	点阵参数的精确测定	(218)
6.9	固体密度的精确测定	(232)
6.10	晶胞中原子数目的测定	(234)
6.11	晶胞中原子位置的测定	(234)
6.12	相结构测定举例	(235)
参考文献		(242)
附录一	X射线的原子散射因数	(247)
附录二	元素对X射线的质量吸收系数	(250)
附录三	洛伦兹—偏振因数 $\left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right)$ 数值表	(254)
附录四	七个晶系的晶面间距、单胞体积、晶面间夹角、晶向间夹角的计算公式	(256)
附录五	七个晶系的点阵参数与倒易点阵参数的关系	(258)
附录六	德拜—瓦洛温度因子数值表	(259)
附录七	立方晶系晶面 $(h_1 k_1 l_1)$ 与 $(h_2 k_2 l_2)$ 之间的夹角	(260)
附录八	密勒指数的二次型	(261)
附录九	圆柱状粉末试样吸收因数 A_{ϕ} 数值表	(263)
附录十	立方晶系低指数晶带的单晶电子衍射标准花样	(267)
附录十一	面心立方晶体零级和一级劳厄区重叠的电子衍射花样	(268)
附录十二	体心立方晶体零级和一级劳厄区重叠的电子衍射花样	(269)
附录十三	六方晶系零级和一级劳厄区重叠的电子衍射花样	(270)
附录十四	立方晶系标准极射赤面投影	(插页)
附录十五	有关的空间群和系统消光规则	(271)
附录十六	X射线定性相分析用 2θ - d 换算表	(278)
附录十七	特征X射线波长和能级表	(310)
内容索引		(315)

第1章 物相衍射分析的实验方法

物相分析中的衍射方法包括X射线衍射、电子衍射和中子衍射三种。其中X射线衍射方法使用最广、最经常，它包括德拜-谢乐 (Debye-Scherrer) 照相法、聚焦照相法和衍射仪法等。本章重点介绍X射线衍射的三种方法。对电子衍射和中子衍射法也作了介绍，并在1.7节中对三种衍射方法作了较详细的比较。

1.1 X射线衍射德拜-谢乐照相法

德拜-谢乐照相法是借助于德拜-谢乐照相机进行物相衍射分析的方法，它是一种利用特征X射线照射处圆柱体轴心的多晶试样，并用紧贴在圆柱体内壁的底片记录试样X射线衍射花样的一种方法，其照相机结构示意图如图1-1。由点光源射出的X射线经 β 滤片 F 过滤（在用德拜-谢乐法作点阵参数测定时一般不用 β 滤片）获得 K_α 辐射，再经准直光阑 C 打到试样上而被试样衍射，透射的主光束经出射光阑 E 打到与铅玻璃紧贴的荧光屏上，并被吸收。这种照相机的关键是相机的半径要非常准确、相机内壁要加工得非常光滑，试样轴与相机轴严格重合，并附有能使底片紧贴内壁的装置。

如果是粉末多晶样品，需用很细的轻质玻璃纤维（如硼酸锂铍玻璃）或玻璃毛涂以粘胶（如用苯稀释的加拿大树胶、凡士林等），然后在粉末中滚动并搓制成粗细均匀的圆柱试

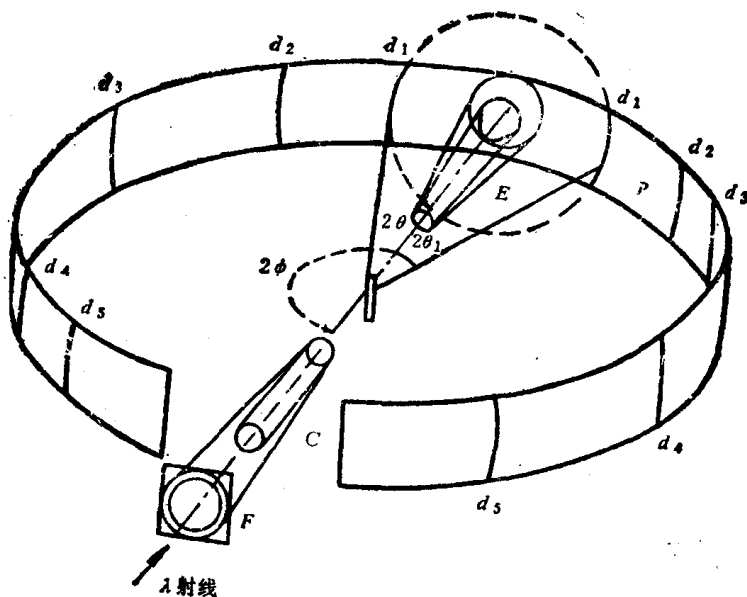


图1-1 德拜-谢乐照相机构造示意图

样，也可把粉末填入上述玻璃的毛细管中。如果进行高温照相，特别是温度较高时，则需用非晶石英毛细管。如果照相过程中试样旋转，晶粒大小必须小于 $45\mu\text{m}$ ；若不旋转，最大晶粒必须为 $10\mu\text{m}$ ；金属丝可直接用作试样，但必须粗细合适，一般为直径 0.3mm 左右，太粗可用腐蚀法减细，太细可几根丝并用；如果是块状试样，则采用如图1-2所示的掠射照相法，它仅在 Ad_1B 一段底片上记录衍射花样，并在 A 、 B 处存在明显的阴影，可作测量时参考，有些相机还有供读出掠射角的角标。在物相分析中，底片可对称正装（见图1-1）或不对称

安装，但多用不对称装片法，特别是点阵参数精确测定时。

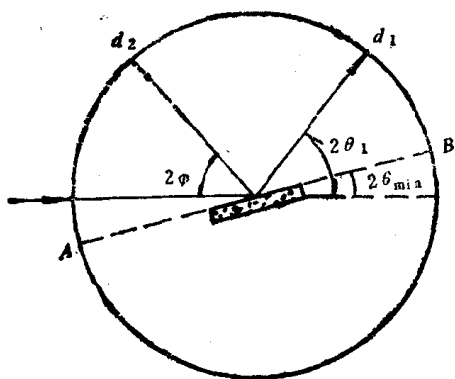


图1-2 用德拜-谢乐相机作掠射照相的示意图

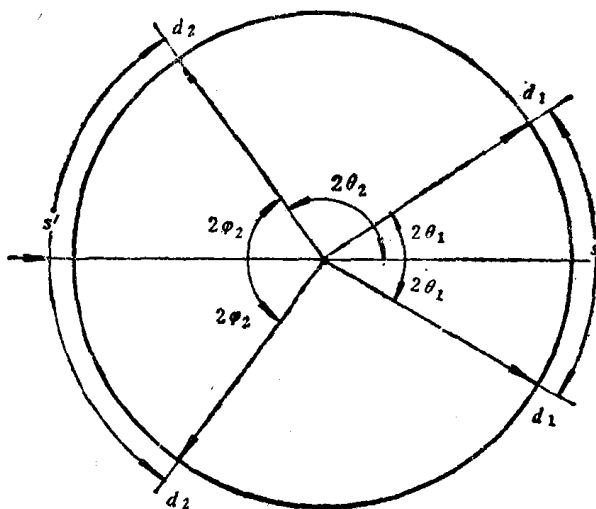
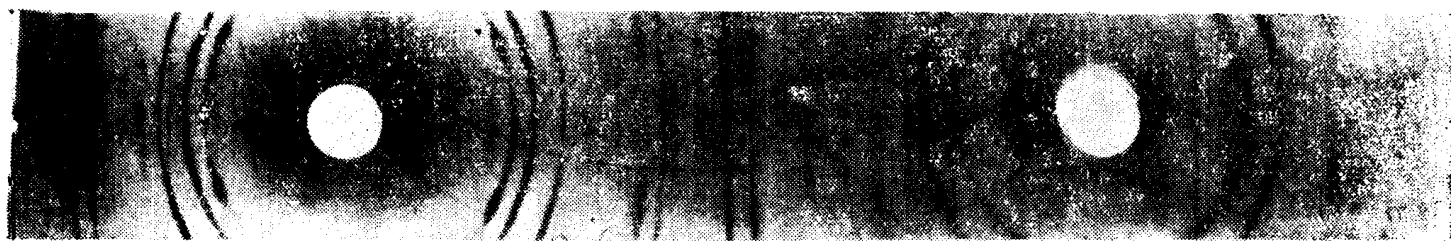


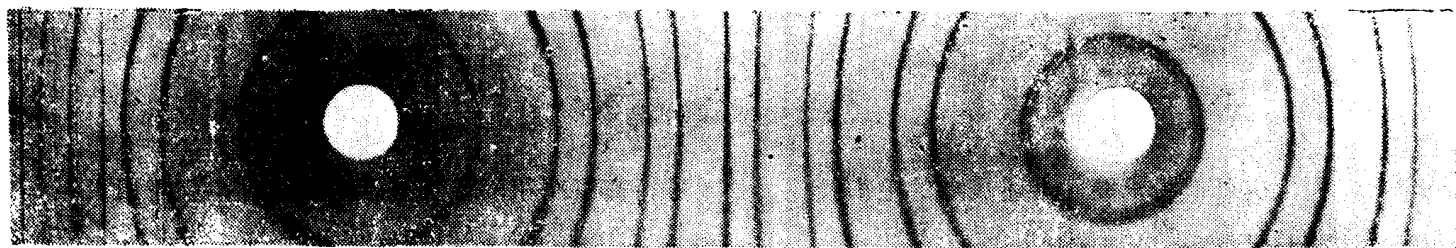
图1-3 德拜-谢乐相机的几何关系

德拜-谢乐法的衍射几何示意于图1-3中，照相机半径为 r ，试样到底片的距离 $D = r$ ， s 是透射区 ($2\theta < 90^\circ$) 一对衍射线间的距离， s' 为背射区 ($2\theta > 90^\circ$) 一对衍射线的距离。由简单的几何关系得

$$\left. \begin{aligned} s &= r \cdot 4\theta & (\theta \text{ 用弧度表示}) \\ &= \frac{4r\theta}{57.3} & (\theta \text{ 用度表示}) \\ s' &= \frac{4r\phi}{57.3} & (\phi \text{ 用度表示}) \\ \phi &= 90^\circ - \theta \end{aligned} \right\} \quad (1-1)$$



(a)



(b)

图1-4 两张典型的多晶德拜-谢乐照相的衍射花样

(a)用金属丝作试样；(b)硅粉末的衍射花样

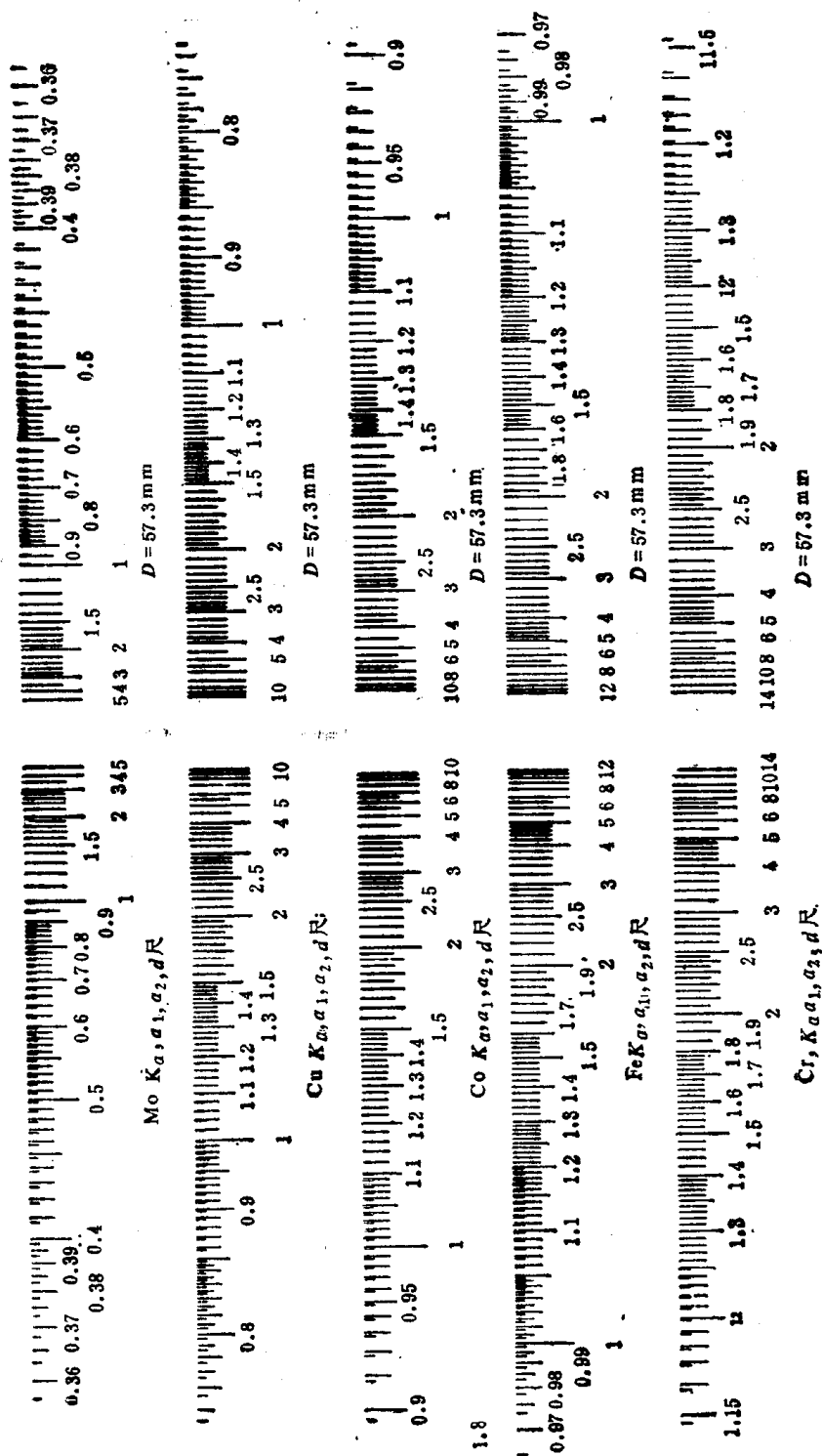


图1-5 直径为57.3mm的德拜-谢乐照片测量用的 d 尺
(若无放大或缩小, 所示之 d 尺可供测量时直接使用)

当 $2r = 57.3\text{mm}$ 时

$$s = 2\theta \quad (s \text{ 以 mm 表示, } \theta \text{ 以度表示})$$

当 $2r = 114.6\text{mm}$ 时

$$s = 4\theta \quad (s \text{ 以 mm 表示, } \theta \text{ 以度表示})$$

(1-2)

也就是说,使用直径为 57.3mm 的照相机时,底片上 1mm 相当于 2° 圆周角;使用直径为 114.6mm 的相机,底片上 1mm 相当于 1° 圆周角。这样,我们便制得可供直接测量晶面间距的 d 尺。图1-4示出两张不对称装片的德拜照片,其中 a 是金属丝作试样,显示了强烈的织构效应; b 为硅粉的衍射花样。图1-5为直径是 57.3mm 的德拜相机的 d 尺,使用这种 d 尺进行测量,虽然精度不高,但作为定性相分析是足够了,所示之 d 尺,如不放大或缩小,可供实际测量时使用。

1.2 X射线衍射聚焦照相法

为获得粉末(多晶)的X射线衍射照片,除用德拜-谢乐照相法外,主要是用聚焦照相法,过去前者使用最广泛、最经常,但由于它拍摄的衍射线宽、分辨率低,加之单色化聚焦相机的发展,它具有能同时拍摄多个试样、衍射线细、分辨率高、背景低、盲区小、制样方便等优点,在定性相分析中聚焦照相有逐渐取代德拜-谢乐照相法的趋势。这一节就介绍聚焦照相机的原理、结构、调整和使用。

1.2.1 聚焦照相机

聚焦照相机分带晶体单色器和不带晶体单色器两种,后者一般称聚焦粉末照相机,前者称单色化聚焦粉末照相机,简称几尼叶(Guinier)相机。图1-6示意西曼-波林(Seeman-Bohlin)聚焦照相机的原理。 S 是狭缝光阑, MM' 是试样薄片,其表面与半径为 R 的照相机圆周相吻合,则衍射线将聚焦在圆周上。若入射

线与 MN 的夹角为 $(\frac{\pi}{2} - \theta)$,则与 MN 垂直的一

组点阵平面满足衍射条件而产生衍射。发散的入射线经过 S 射到试样 MM' 上,在试样的每一点处所产生的同一 $\{hkl\}$ 反射线与相应的入射线都形成 $180^\circ - 2\theta$ 的圆周角,因为各个圆周角都相等,与它们对应的圆周上的弧段也相等。也就是说,同一组 $\{hkl\}$ 衍射线都应该聚焦在圆周上的同一点处。

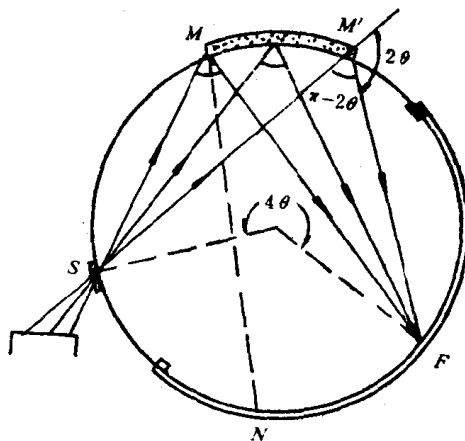


图1-6 西曼-波林聚焦照相机

1.2.2 晶体单色器的聚焦几何

1.2.2.1 约翰逊(Johansson)对称全聚焦单色器

图1-7a表示一块石英晶片,它是从平行于 $(10\bar{1}1)$ 点阵平面切下的,先将其表面磨成一个半径为 $2R$ 的圆柱面,然后施加外力使其产生弹性弯曲,使半径为 $2R$ 的圆柱面变成半径为 R 的圆柱面(见图1-7b), $(10\bar{1}1)$ 点阵平面弯曲半径为 $2R$ 。如果X射线在聚焦圆 S 处入射到晶体的 ABC 处(见图1-7c),如果满足衍射条件,则衍射X射线会聚焦于 F 处。

1.2.2.2 约翰逊不对称单色器

为了扩大照相机的直径而又不增加总的光程,几尼叶^[14]设计了约翰逊不对称单色器。它的石英晶片表面与 $(10\bar{1}1)$ 点阵平面成 $\delta(=3^\circ \text{ 或 } 4.5^\circ)$ 角度,然后同样磨成半径为 $2R$ 的圆柱

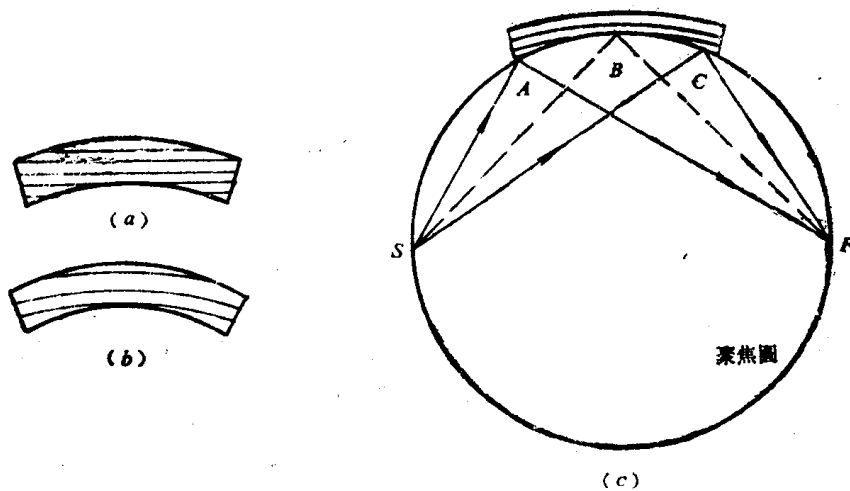


图1-7 约翰逊对称全聚焦单色器的制作及聚焦几何

面，再施加外力使之弹性变形为半径 R 的圆柱面，其聚焦几何示于图1-8中。 BQ 为聚焦圆直径 $2R$ ， BD 为通过 B 点的切线，其与 $(10\bar{1}1)$ 点阵平面成 δ 角。如果使用 $\text{CuK}\alpha$ 辐射， $d = 3.343 \text{ \AA}$ ，则 $\theta = 13^\circ 33'$ 。因为 $\angle SBD = \angle SQB$ ，所以

$$SB = 2R \sin(\theta - \delta) = L_1$$

$$BF = 2R \sin(\theta + \delta) = L_2$$

$$\left. \begin{aligned} R &= \frac{\sqrt{L_1^2 + L_2^2 + 2L_1L_2\cos 2\theta}}{2\sin 2\theta} \\ L_2 &= L_1 \cdot \frac{\sin(\theta + \delta)}{\sin(\theta - \delta)} \approx 2L_1 \end{aligned} \right\} \quad (1-3)$$

可见，单色器中点到聚焦点 F 的距离约为光源 S 到单色器中点距离的两倍，这样反射线的光程增大，总的光程却没有增加，因此照相机的有效直径也能增大。

1.2.2.3 对数螺线单色器和不对称螺线单色器

德·沃尔夫(De Wolff)^[15]利用对数螺线原理设计了一种单色器。一块平板状石英晶片，当施加不对称力矩时能产生弹性弯曲呈近似对数螺线形，如图1-9所示。对数螺线的特点

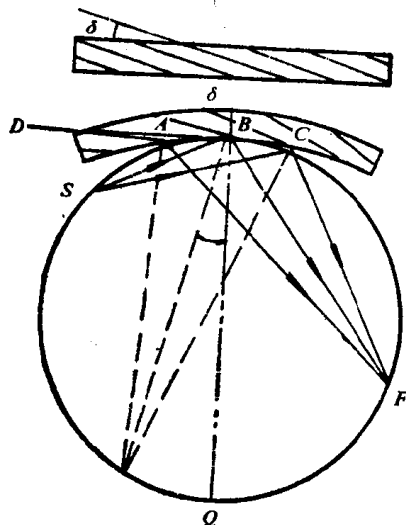


图1-8 约翰逊不对称单色器的聚焦几何

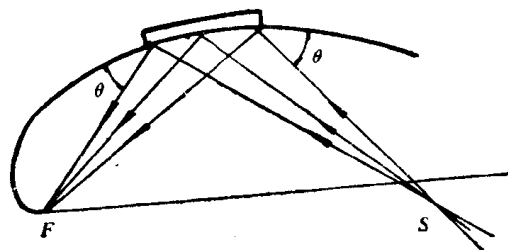


图1-9 对数螺线单色器几何

是从原点发出的矢径 r 与螺线的交角都等于一定值 α ，而且 $\ln r = \text{ctg} \alpha$ ，即 $\alpha = \text{arcctg}(\ln r)$ 。对数螺线上每一点的曲率半径 r_0 。

$$r_0 = \sqrt{1 + r^2} \cdot e^{r \cdot \delta} \quad (1-4)$$

如果将晶片表面与 $(10\bar{1}1)$ 成 δ 角度，则可制成不对称螺线单色器

$$L_1 = L_2 \cdot \frac{\sin\left(\theta - \delta - \frac{\omega}{2}\right)}{\sin\left(\theta + \delta - \frac{\omega}{2}\right)} \quad (1-5)$$

其中 ω 为入射线束的发散角。设入射线照射单色器晶体的长度为38mm，计算得有关参数列入表1-1中。可见，对不同的靶辐射，用石英晶体的 $(10\bar{1}1)$ 不对称螺线单色器，尽管 ω 、

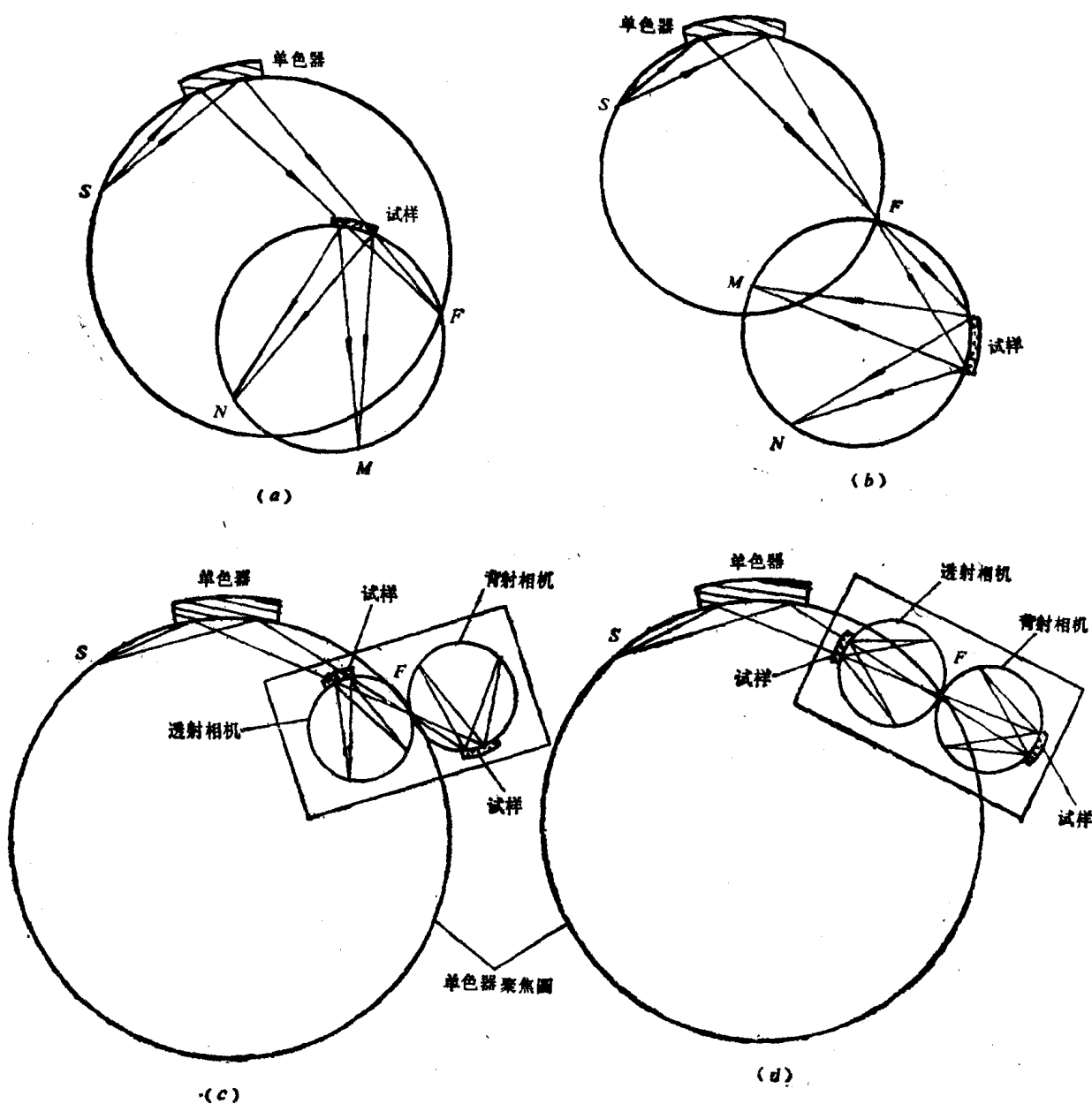


图1-10 几尼叶聚焦照相机几种形式的衍射几何
(a) 透射式；(b) 背射式；(c、d) 双筒式

L_1 和 R 均变化, 而 L_2 则几乎相等, 这使得它能与照相机相配合。

表1-1 不对称螺线单色器的有关数据〔12〕

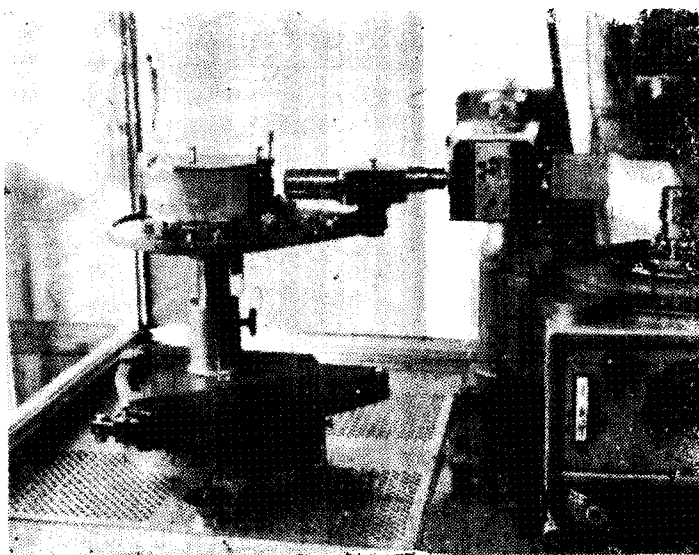
δ (度)	辐射	θ (度)	ω (度)	L_1 (mm)	L_2 (mm)	R (mm)
4.5	CuK_α	13.33	3.0	99.8	219.9	348.0
	CoK_α	15.53	3.4	113.5	220.0	312.8
	FeK_α	16.84	3.6	120.4	220.1	295.0
	CrK_α	20.04	4.1	134.2	220.1	259.5
2.0	MoK_α	6.10	1.4	101.5	220.4	758.0

2.3 几尼叶聚焦照相机

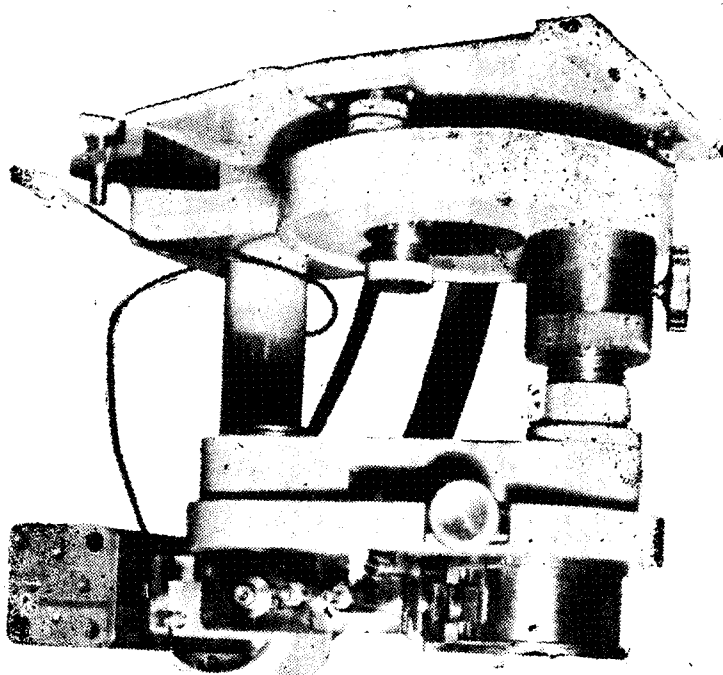
几尼叶聚焦相机是晶体单色器和各种粉末照相机联用的装置, 它分透射式、背射式和双筒式三种, 最后一种又有两种形式, 分别示于图1-10a、b、c、d中。表1-2给出一些型号的几尼叶照相机的有关数据。不过广泛用于相分析的还是透射式几尼叶聚焦相机, 特别是经过改进后的多重聚焦照相机。下面介绍四重聚焦照相机的结构, 其实物照片见图1-11。四重聚焦照相机的结构示意图如图1-12中, 它主要包括晶体单色器、照相机、试样架和底座四部分, 兹分述如下。

表1-2 一些型号几尼叶照相机的有关数据

国 别	型 号 或 名 称	晶 体	聚 焦 原 理	相机直径 (mm)	试样数	衍射方式
荷 兰	Nonius I型	石 英	近似对数螺线	114.6	4	透 射
	Nonius II型	石 英	同 上	114.6	4	透 射
	Nonius 552型	石 英	约 翰 逊	114.6	3	透 射
	Nonius 553型					透、背射
	Nonius 高温聚焦相机	石 英	近似对数螺线	114.6	1	透 射
	Philips XDC-700型	石英Ge	约 翰 逊	100	1	透 射
西 德	Selfert 双筒式相机	石 英	约 翰 逊	114.6	3	透、背射
	Selfert 几尼叶系统 600	石 英	约 翰 逊	114.6	5	透、背射
日 本	理学电机	石 英	约 翰 逊	114.6		透、背射
中 国	501型四重聚焦相机	石 英	近似不对称螺线	114.6	4	透 射
	XDSJ-821型	石 英	约翰逊不对称型	114.6	4	透 射



(a)



(b)

图1-11 四重几尼叶聚焦照相机的实物照片

(a) 辽宁本溪射线仪器厂生产简易型；

(b) 上海雷磁仪器厂生产的四重相机

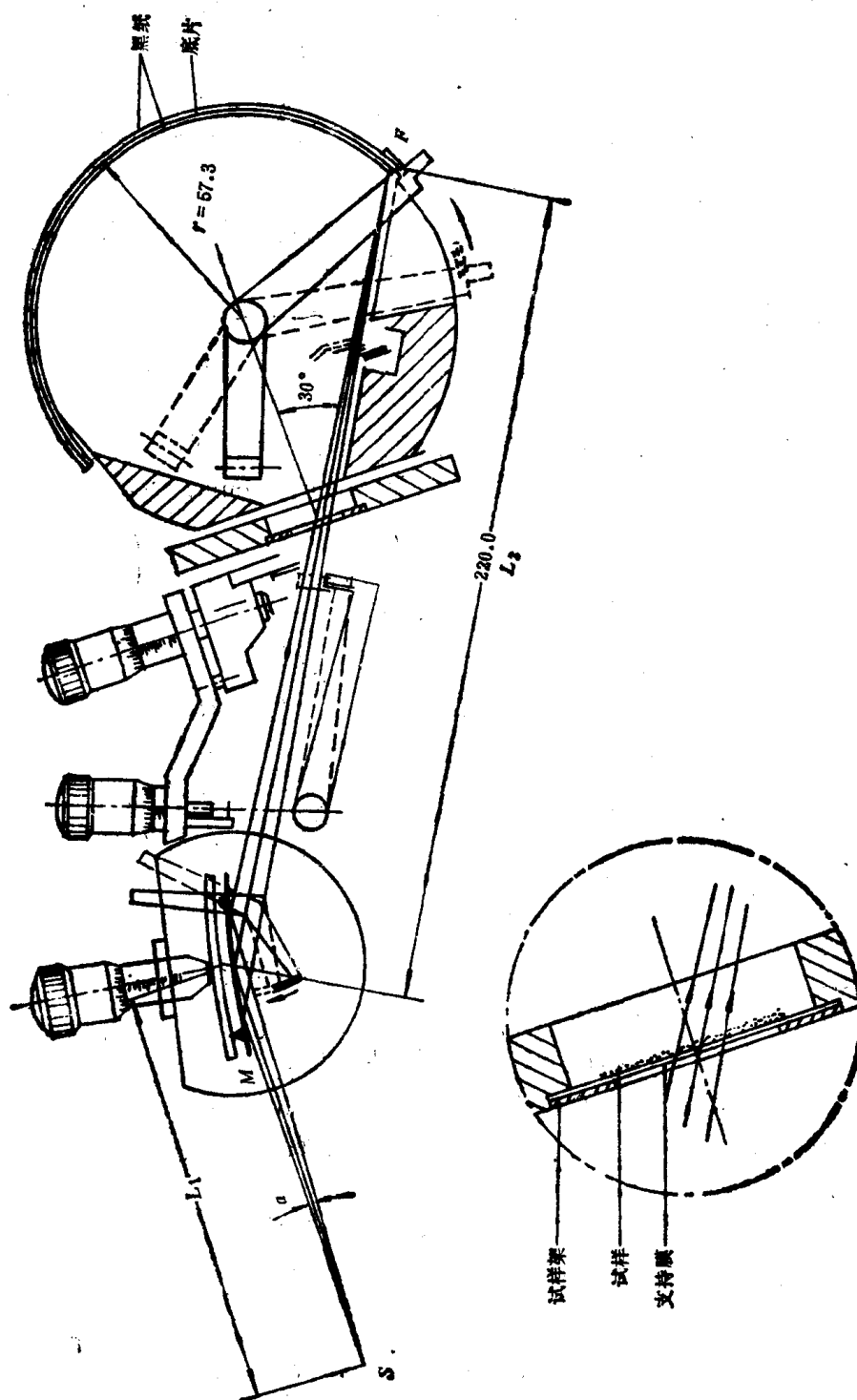


图1-12 几尼叶聚焦相机的结构

1.2.3.1 晶体单色器

四重聚焦照相机的单色器多采用约翰逊不对称晶体单色器或不对称螺线单色器。石英晶片切割使表面偏离(1011)点阵平面 4.5° 和 2° 两种,厚度约0.3mm。由于石英晶片具有良好的弹性,可用一弹性金属片压在晶片两端的支点上,且用一螺丝调节,以改变晶片的曲率半径 $2R$,满足不同靶时的聚焦条件。此外,还需使整个单色器盒能绕单色器晶体的中心轴旋转,以改变晶片表面中心处的切线与入射线束的夹角 $\gamma = (\theta - \delta)$ 。由于不对称单色器是准聚焦的,故在 F 和 S 处都有散焦现象,形成一个交叉区,长度和宽度随辐射的波长、晶片的利用宽度、 δ 角而不同,一般在0.1~0.3mm范围。

石英晶体可用人工水晶,经定向切割、角度修正、研磨,且保留一定程度的表面机械损伤,以提高衍射强度。值得注意的是衍射面与表面夹角应向着光源方向。

1.2.3.2 照相机构

经单色器衍射的X射线仍包括 $K_{\alpha 1}$ 、 $K_{\alpha 2}$ 辐射,其在 F 处的分离距离

$$\Delta l = L_2 \cdot \Delta \Theta_{\alpha} / \cos \beta \quad (1-6)$$

β 为单色器衍射线与试样表面法线的夹角; $\Delta \Theta_{\alpha}$ 为单色器对 $K_{\alpha 1}$ 、 $K_{\alpha 2}$ 辐射的半衍射角差,对于 $\text{Cu}K_{\alpha}$ 辐射, $\Delta \Theta_{\alpha} = 0.034^\circ$,若 $\beta = 30^\circ$,则 $\Delta l = 0.149\text{mm}$,这就是零标线的分离距离。在试样处 K_{α} 双线的分离距离

$$\Delta a = (L_2 - 2r \cos \beta) \cdot \Delta \Theta_{\alpha} / \cos \beta \quad (1-7)$$

r 为照相机半径,一般为114.6mm。在试样处衍射线的分离距离

$$\Delta b = 4r \Delta \theta_{\alpha} - 2r \Delta \Theta_{\alpha} \quad (1-8)$$

其中 $\Delta \theta_{\alpha}$ 为试样该衍射线的 K_{α} 双线半衍射角差,因此在底片上 K_{α} 双线的分离距离

$$\begin{aligned} \Delta w_{\alpha} &= \Delta a - \Delta b \\ &= r \cdot \frac{\Delta \lambda_{\alpha}}{\lambda_{\alpha}} \left[\frac{L_2 \tan \Theta_{\alpha}}{r \cdot \cos \beta} - 4 \tan \theta_{\alpha} \right] \end{aligned} \quad (1-9)$$

设某半衍射角 θ_0 处双线完全重合,即 $\Delta a = \Delta b$,这时求得

$$\tan \theta_0 = L_2 \tan \Theta_{\alpha} / (4r \cos \beta) \quad (1-10)$$

据沃尔夫所作的统计,最强线出现频度最高是 $\theta \approx 15^\circ$ (对于 Cu 靶),最密线在 $\theta = 15^\circ \sim 20^\circ$,可选 $\theta_0 = 15^\circ$,求得 $\beta = 30^\circ$ 。

在使用线焦源时,为了同时拍摄四个试样而衍射线又互不干扰,需要三块隔板,其中中间一块为平的,而上、下两块是特殊的曲面状,这是因为试样座处高度为4mm,而底片上每个试样的衍射花样高为8mm,故衍射线上下扩展。为使底片上每个衍射图成一个规则的矩形长条,必须使隔板周边平行。

底片盒一般应为可卸式。把切好的底片用平整的黑纸包好,插入底片架,然后用弹簧片压紧,使底片与照相机圆周紧密接触,以保证衍射线位置的准确度。

1.2.3.3 试样座和试样架

根据西曼一波林聚焦照相机原理,试样应恰与相机盒圆相切。四重聚焦照相机的试样板是有四个矩形孔的金属板,一面贴上迈拉(Mylar)薄膜后可均匀撒入一薄层粉末样品,使X射线吸收掉 e^{-1} 。应使入射线透过薄膜后再射到试样上,以减少试样支持薄膜的影响。

用鸡心轮的旋转和弹簧的作用,使试样沿燕尾槽往返平移,以增加晶粒取向不同的粉末试样参与衍射。

1.2.3.4 底座