

X 射线衍射 (XRD) 实验报告

一、实验器材及试剂

1、实验器材

名称	厂家	型号
X 射线衍射仪	日本理学	Rigaku SmartLab SE
镊子	/	/
刮刀	/	/
研钵/研磨器	/	/
筛网	/	80 目

二、实验目的

通过粉末 X 射线衍射 (XRD) 对 (样品: 如淀粉/晶体/粉末材料) 进行物相与晶型分析, 获取样品的特征衍射峰信息。判断样品的晶型类型 (如淀粉 A 型/B 型/V 型等) 及结晶性变化趋势, 为样品结构表征与性能解释提供依据。必要时计算相对结晶度 (RC) 或比较不同处理组 (如加热、回生、改性、复合等) 对晶体结构的影响。

三、实验原理

X 射线衍射 (XRD) 利用晶体材料内部原子/晶面周期性排列对入射 X 射线产生衍射增强的特性, 对样品的晶体结构与结晶特征进行表征。当入射 X 射线照射到晶体样品时, 不同晶面会对 X 射线发生散射; 当相邻晶面散射波满足相位相干叠加条件时, 会在特定衍射角 (2θ) 处出现强衍射峰。衍射峰的位置 (2θ) 与晶面间距 (d) 对应, 可用于物相/晶型鉴定; 衍射峰的宽化程度与晶粒尺寸相关, 可用于估算晶粒 (微晶) 尺度。

(1) 布拉格衍射方程 (Bragg's Law)

晶体衍射峰位置满足布拉格方程:

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

参数说明:

n : 衍射级数, 通常取整数值, 默认取 1。

λ : X 射线波长(单位: nm, 常用 Cu-K α , 波长为 0.154060 nm)。



d : 晶面间距, 单位为纳米 (nm), 表示晶体中相邻晶面之间的距离。

θ : 衍射角, 单位为弧度 (rad) 或度数 ($^{\circ}$), 是入射光线与晶面法线之间的夹角。

通过测得各衍射峰的 2θ 值, 可计算相应 d 值, 并与标准卡片/文献数据库比对, 从而完成样品的晶型或物相鉴定。

(2) 谢乐公式 (Scherrer Equation) 估算晶粒尺寸

在样品晶粒尺寸较小或存在微晶结构时, 衍射峰会出现一定程度的“峰宽化”。利用峰的半高宽 (FWHM) 可估算微晶尺寸 (晶粒尺寸):

$$D = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta}$$

D : 微晶尺寸(单位: nm)。

K : 形状因子, 取 0.90。

λ : X 射线波长(单位: nm, 常用 Cu-K α , 波长为 0.154060 nm)。

β : 衍射峰的半高宽(FWHM, 单位: 弧度)。

θ : 衍射角(单位: 弧度)

因此, XRD 图谱中“峰位”主要用于结构/晶型判定, “峰宽”可用于估算晶粒 (微晶) 尺寸; 结合峰强与峰形变化, 可综合评估样品结晶性及结构变化。

四、实验步骤

1. 样品前处理

(1) 干燥/水分控制

将样品置于 40–45 $^{\circ}\text{C}$ 干燥箱或真空干燥箱中干燥 12–24 h (或按项目要求固定时间), 以减少水分差异对衍射峰的影响。

若需提高组间可比性, 可将样品在固定湿度 (如 75% RH) 干燥器中平衡 24–48 h 后再检测 (可选)。

(2) 研磨与过筛

取适量干燥样品于研钵中轻轻研磨, 使其成为均匀粉末;

过筛至 80–120 目 (或粒径 <100–150 μm), 以降低颗粒取向效应并提升峰形质量。

将处理好的样品密封保存, 避免吸湿。

2. 样品装载 (粉末样品台)

(1) 装样



将粉末样品均匀填入样品槽(样品厚度建议 ≥ 1 mm, 或覆盖样品槽底部且略高于边缘)。

采用刮刀/玻璃片 轻压刮平 表面, 使样品表面平整, 避免明显凹凸。

(2) 避免取向(关键点)

不要用力“抹拉式”涂抹样品, 防止晶粒定向排列导致个别衍射峰异常增高。

若仪器支持样品旋转, 建议开启旋转模式以降低取向影响。

3. 仪器启动与参数设置

(1) 仪器检查与预热

开机后按仪器规范进行预热与自检, 确认防护门、联锁装置正常; 选择 X 射线源: 常用 $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda \approx 1.5406 \text{ \AA}$)。

(2) 校准/对照(推荐)

使用硅粉/刚玉标准样扫描一次, 确认峰位无明显偏移; 若出现整体峰位偏移, 检查样品高度(Z 高度)与校准状态。

(3) 扫描参数(常用推荐设置, 可按项目微调)

扫描范围(2θ): 5° – 40° (淀粉/常规粉末最常用)

步长(step): 0.02°

扫描速度: 1 – $5^\circ/\text{min}$ (或每步 0.5 – 2 s/step)

管电压/电流: 如 $40 \text{ kV} / 30 \text{ mA}$ (以仪器允许为准)

样品旋转: 开启

(4) 开始测试与数据保存

将装样后的样品盘固定到样品台, 确认样品表面水平; 关闭防护门并确认联锁正常后启动扫描; 扫描结束后保存原始数据文件(如.raw/.xrdml/.uxd), 并导出通用格式(.xy/.csv)用于后续处理与作图。

仅供科研用途, 不可用于临床诊断!