

X 射线衍射装置的研制

余和五 黄涛 高建军

(南京师范大学物理系, 南京 210024)

在 X 射线衍射仪上安装高温装置或低温装置, 可研究材料在不同温度下的各种物理性质。但有些材料的物理性质不仅与温度有关, 还与周围气体的性质和压力关系密切。例如目前研究较多的课题贮氢材料, 其吸放氢特性不仅与温度有关, 而且与材料周围的氢压有关。人们用排气法测定贮氢材料的吸放氢等温曲线, 近年来国外有人用 X 射线研究贮氢材料的释氢过程^[1]。用 X 射线研究贮氢材料的上述过程, 必须在 X 射线衍射仪上安装可控制样品温度和样品周围氢气压力的 X 射线衍射装置。国内目前还没有这种产品。我们自行设计制作了一套衍射装置, 安装在国产 Y-2A 型 X 射线衍射仪上, 并利用该装置, 对贮氢材料 LaNi_5 的贮氢性能进行了动态研究, 取得较满意的结果。

一、低温可控温调压 X 射线衍射装置

该装置由温度控制系统、压力调节系统和 X 射线衍射装置三部分组成。

1. 温度控制系统

该系统控温主要由精密温度自动控制仪 DWT-702 完成。该系统控温范围可从液氮温度至 100°C , 控温精度为 0.1°C 。

2. 压力调节系统

该系统主要包括真空系统和氢气供给装置。真空系统可使 X 射线衍射装置中的绝热室和样品衍射室的真空度达 10^{-3}Torr 。高纯氢气供给装置可提供所需压力的高纯氢气。

3. X 射线衍射装置

衍射装置是低温可控温调压 X 射线衍射装置中最关键的部件, 其结构见图 1。

该装置由三部分组成:

(1) 调节平台

调节平台由两部分构成。下部支架固定在

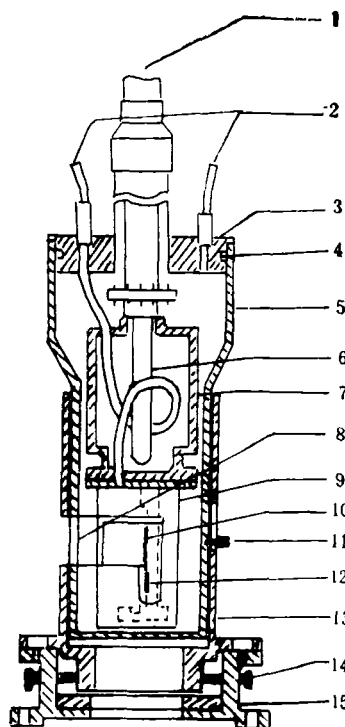


图 1 X 射线衍射装置结构图

1.液氮入口; 2.气体导管; 3.密封盖; 4.密封环; 5.绝热筒; 6.液氮管; 7.控温体; 8.X 光窗口; 9.衍射室罩; 10.样品架; 11.定位销; 12.双刀口狭缝; 13.支架上套筒; 14.调整螺钉; 15.调节平台支架

X 射线衍射仪的测角仪上, 上部套筒可以平移和旋转。通过调节支架中部的调整螺钉, 可使套筒沿直线平移, 加上旋转套筒, 能方便地将样品表面调整至 X 光衍射平面内。

(2) 恒温器绝热筒

该绝热筒可起绝热作用(绝热筒内可抽成真空, 减少空气热传导作用), 保证样品表面处于 X 光衍射平面内。绝热筒外壁与调节平台的套筒内壁滑动配合, 并装有定位销, 使绝热筒只能沿竖直轴上下移动, 不可旋转。由于调整样品表面至 X 光衍射平面内不能象普通衍射仪那

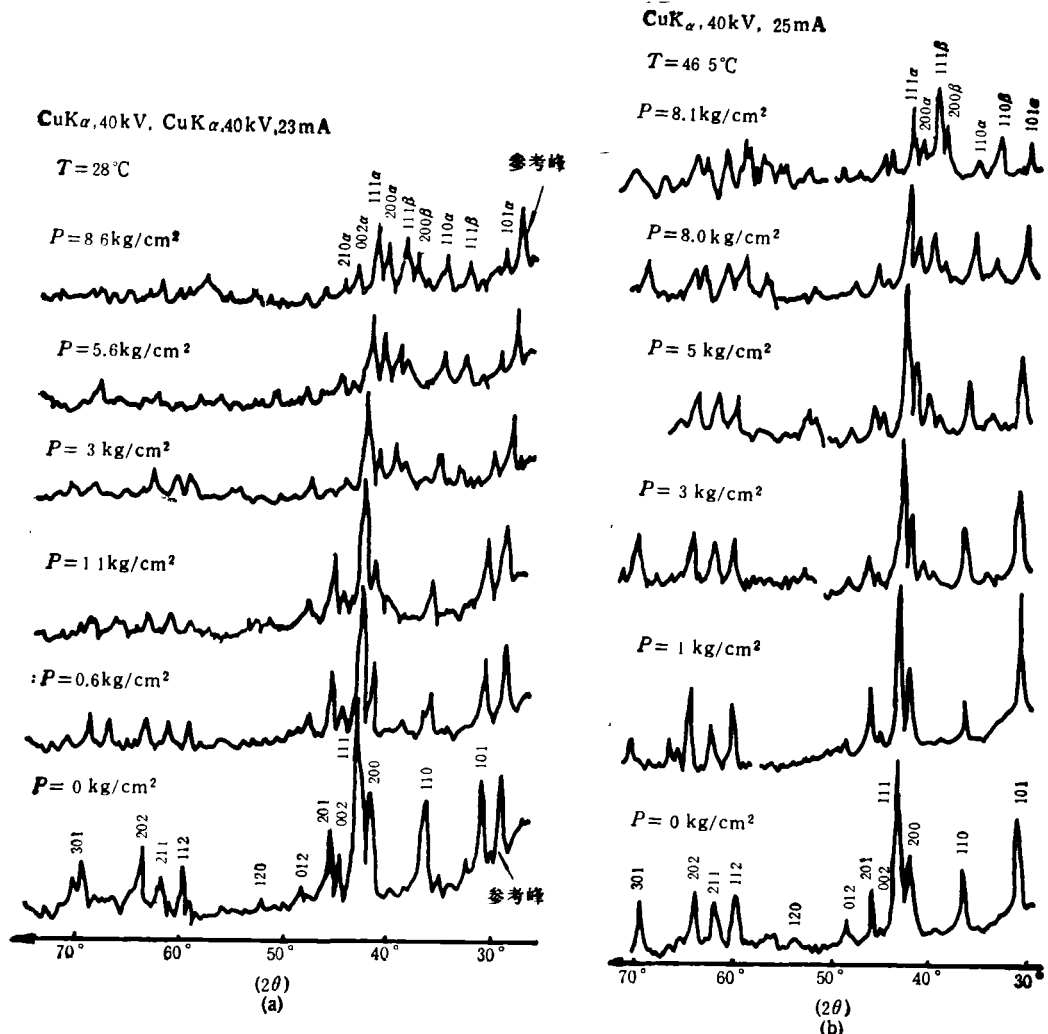


图2 LaNi₅H_n 晶格气体相变X射线衍射图
(a) T = 28°C; (b) T = 46.5°C

样,先通过双刀口狭缝调好位置再装样品,该装置采用下述的方法:在恒温器总成最下部装有双刀口狭缝,狭缝平面与上部的样品衍射表面重合,当调节支架中部的调整螺钉,使X光通过恒温器总成最下部的双刀口狭缝后,放下绝热筒,也就是使恒温器总成下降,可使双刀口狭缝上部的样品表面正好处于X光衍射平面内。

绝热筒上还开有X光衍射窗口,贴有聚脂薄膜,可使X光无衰减地通过,同时又保证密封性。

(3) 恒温器总成

恒温器总成包括三部分:

(a) 样品衍射室: 样品衍射室由样品架,双刀口狭缝,测温、控温传感元件和密封罩组成。样品架可安装粉末样品或块状样品;双刀口狭缝起确定样品表面处于X光衍射平面的作用;测温、控温传感元件为低温铂电阻和热电偶;密封罩上开有X光衍射窗口,并贴有聚脂薄膜,聚脂薄膜的强度可保证衍射室内的气体压力承受范围为 10^{-2} Torr~10 kg/cm²。

(b) 控温体: 衍射室上部为控温体。控温体外部下方绕有加热线圈,内部为空心,可使液氮或液氮蒸气通过,并留有液氮蒸气排泄口。通过调节控温体外部加热线圈的功率,可使控温

体达到预定的温度。

(c) 密封盖: 密封盖上装有引线接出端和气体导管, 密封盖外壁装有 O 型密封圈和定位螺钉。整个恒温器总成装入绝热筒后, 可保证衍射室的样品架处于恒温绝热筒的中心轴上并使绝热筒密封。

二、实测结果

1. 精度对比测量

为确定该衍射装置的测量精度, 我们对贮氢材料 $\text{Pd}_{0.75}\text{Ag}_{0.25}$ 合金的晶格常数随温度的变化关系进行了测量, 并与装有低温衍射装置的日本理学 DMAX/C 型旋转阳极 X 射线衍射仪的测量结果进行对照。该衍射装置的测量结果为

$$a(T) = 3.9442 + 1.3 \times 10^{-4}(T - 20)(\text{\AA}),$$

日本理学 DMAX/C 型 X 射线衍射仪测量结果为

$$a(T) = 3.9441 + 9.8 \times 10^{-5}(T - 21)(\text{\AA}),$$

a 为晶格常数, T 为摄氏温度。

对比以上两式, 可见在常温下, 晶格常数的测量结果完全一致, 有效位数可达小数点后第四位。晶格常数随温度的变化率, 其数量级也

完全相同。上述结果表明, 该装置精度达到使用的要求, 特别是对相变等物理性质的测量研究。

2. 控温调压测量

我们利用该装置, 对贮氢材料 LaNi_5H_n 在不同温度和不同氢压下的吸放氢过程中的晶格气体相变的动态过程进行了测量, 测量结果见图 2。

在图 2(a) 中, 氢压在 1.1 kg/cm^2 时出现了 β 相, 随着氢压的增加, β 相的成分增多, α 相的成分减少; 在图 2(b) 中, 氢压在 3 kg/cm^2 时出现 β 相, 同样随着氢压的增加, β 相的衍射强度增强, α 相的衍射强度降低。利用该装置, 可方便地测出在不同的温度和压力下的晶格气体相变, 并可确定新相的结构和相变的动态过程。图 2 中的新相 β 相仍同 α 相一样为六方结构, $T = 28^\circ\text{C}$ 时, 晶格常数 $a_\alpha = 5.006 \text{ \AA}$, $c_\alpha = 3.957 \text{ \AA}$, $a_\beta = 5.280 \text{ \AA}$, $c_\beta = 4.181 \text{ \AA}$; $T = 46.5^\circ\text{C}$ 时, $a_\alpha = 5.031 \text{ \AA}$, $c_\alpha = 4.003 \text{ \AA}$, $a_\beta = 5.369 \text{ \AA}$, $c_\beta = 4.232 \text{ \AA}$ 。有关相变更详细的研究, 请见参考文献 [2]。

[1] F.D. Manchester, *J. Phys. F.*, 8-1(1978), 15.

[2] H. Tao and Y. H. Wu, *Journal of the Less-Common Metals*, 153(1989), 253.

全国第八次原子、原子核物理研讨会暨全国近代物理研究会第一届年会在西安召开

全国第八次原子、原子核物理研讨会暨全国近代物理研究会第一届年会, 由全国近代物理研究会等单位发起, 经国家教育委员会批准, 于 1990 年 10 月 10—15 日在西安召开, 出席会议的代表有 120 人。会议由西北大学和陕西省物理学会承办。

会议特邀了中国科学院学部委员、中国科学院高能物理研究所研究员、全国近代物理研究会名誉理事长朱洪元先生报告《高能物理的发展和展望》(书面稿), 中国物理学会教学委员会课程研究组负责人、北京师范大学教授喀兴林先生报告《电子云和分子结构》, 陕西省天文台高级工程师刘海峰先生报告《关于原子频标和原子钟的发展》, 高等物理教育研究会负责人、北京师范大学教授李平先生报告《如何用教育理论指导教材建设》, 襄樊市发明家协会副理事长、全国五一劳

动奖章和全国优秀科技工作者称号获得者高级工程师曲孝先先生报告《发明创造技法及其应用》。以上报告受到与会代表极大的欢迎。

大会收到有关教学、科研论文 84 篇。经评审委员会认真审阅、研究, 评选出优秀论文 19 篇。所有论文分别以大会、小会或其它形式进行了交流。会议期间还安排了近期出版的有关原子物理和近代物理等教材的展览和交流, 收到了积极的效果。

会议期间, 全国近代物理研究会全体到会理事召开了会议, 讨论、修改了该研究会章程, 增补了理事, 并研究了今后的工作。全国近代物理研究会章程经全体与会代表通过。

(甄熙策)