

## 系统化教学下的 X 射线衍射实验：本科生实验设计与结果评估

刘崇<sup>1,2</sup> 赵张龙<sup>1</sup> 张静<sup>1\*</sup>

1. 西北工业大学 凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072

2. 上海理工大学 分析测试中心, 上海 200093

**[摘要]** 文中旨在探讨和优化本科生 X 射线衍射 (XRD) 实验的设计流程及其结果的评估方法。通过系统化的实验教学, 培养学生独立操作 XRD 测试仪和分析数据的能力。文中介绍了 XRD 实验的基本原理, 详细阐述了实验操作步骤、数据处理方法。此外, 文中还探讨了实验教学模式的优化, 以及实验报告的撰写和评分标准, 以期提高学生的自主学习能力、实践能力和创新能力。

**[关键词]** X 射线衍射; 实验教学; 结果评估; 学术报告; 教学模式

DOI: 10.33142/fme.v6i2.15408

中图分类号: G642

文献标识码: A

### X-ray Diffraction Experiment under Systematic Teaching: Experimental Design and Result Evaluation for Undergraduate Students

LIU Chong<sup>1,2</sup>, ZHAO Zhanglong<sup>1</sup>, ZHANG Jing<sup>1\*</sup>

1. State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an, Shaanxi, 710072, China

2. Center for Instrumental Analysis, University of Shanghai for Science and Technology, Shanghai, 200093, China

**Abstract:** This article aims to explore and optimize the design process of undergraduate X-ray diffraction (XRD) experiments and the evaluation method of their results. Through systematic experimental teaching, cultivate students' ability to independently operate XRD testers and analyze data. The basic principle of XRD experiment is introduced in the article, and the experimental operation steps and data processing methods are elaborated in detail. In addition, the article also explores the optimization of experimental teaching mode, as well as the writing and grading standards of experimental reports, in order to improve students' self-learning ability, practical ability, and innovation ability.

**Keywords:** X-ray diffraction; experimental teaching; result evaluation; academic report; teaching model

#### 引言

X 射线衍射 (XRD) 技术自 19 世纪末首次被科学家发现以来, 已成为多个科学领域内不可或缺的分析工具<sup>[1-3]</sup>。它的发展历程标志着科学探索的一次次飞跃, 从最初的晶体结构分析到今天的多功能应用, XRD 技术不断推动着材料科学的进步。特别是在教育领域, XRD 不仅作为教学内容的一部分, 更以其实验操作和数据分析过程, 为本科生提供了一个实践科学探究方法的平台<sup>[4,5]</sup>。

XRD 技术在本科生教育中的重要性不言而喻。它不仅帮助学生理解材料的微观结构, 而且通过实际操作, 培养学生的实验技能和科学思维。在当今教育模式下, 强调学生的主动学习和创新能力的培养, XRD 实验教学显得尤为重要。通过这一技术的学习和应用, 学生能够更直观地观察和分析材料的晶体特性, 从而激发他们对材料科学深层次理解的兴趣。

本文旨在进一步探讨和优化 XRD 技术在本科生教育中的应用, 包括实验设计、操作流程、数据处理和结果分析等方面。通过对 XRD 实验教学的深入研究, 本文提出了一系列创新的教学方法和评估标准, 以期提高学生的实验操作能力、数据分析技巧和学术报告撰写水平。

最终, 本文通过案例分析和教学实践, 展示了 XRD 实验教学在培养学生科学探究能力和批判性思维方面的

有效性。通过这些研究和实践, 我们期望为材料科学教育领域提供新的视角, 促进学生综合素质的提升, 并为未来的科研工作奠定坚实的基础。

#### 1 XRD 实验原理

布拉格定律 (Bragg's Law) 是 X 射线衍射分析中的一个基本定律, 由父子科学家父子威廉·亨利·布拉格和威廉·劳伦斯·布拉格在 1913 年提出<sup>[6]</sup>。这个定律描述了 X 射线或任何其他类型的电磁波与晶体相互作用时产生的衍射现象。

布拉格定律的表达式为:

$$n\lambda = 2d\sin(\theta) \quad (1)$$

其中,  $n$  是衍射级数, 通常是整数 (1, 2, 3, ...), 表示衍射峰的阶数;  $\lambda$  是入射 X 射线的波长;  $d$  是晶体中相邻晶面之间的距离, 也就是晶面间距;  $\theta$  是入射 X 射线与晶面的夹角, 称为衍射角。如图 1 所示。

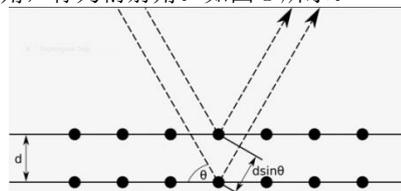


图 1 X 射线衍射原理示意图<sup>[7]</sup>

布拉格定律的应用非常广泛,在本科实验教学中它主要用来测试晶体材料的晶体结构并计算晶面间距。晶面间距计算公式如下所示:

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (2)$$

米勒指数是晶体学中用于表示晶面取向的一组整数,通常记为(hkl)<sup>[8,9]</sup>。选择规则是指在 X 射线衍射实验中,哪些特定的晶面会被衍射的条件。这些规则与晶体的对称性和晶面之间的相互作用有关,它们决定了哪些米勒指数的组合会在衍射图谱中出现<sup>[10]</sup>。选择规则如表 1 所示。

表 1 X 射线衍射的选择规则

布拉维格子类型	测试材料示例	允许的反射	禁止的反射
简单立方	Po	任何 h, k, l	无
体心立方	Fe, W, Ta, Cr	h+k+l 为偶数	h+k+l 为奇数
面心立方	Cu, Al, Ni, NaCl, LiH	h, k, l 全为奇数 或全为偶数	h, k, l 中奇偶混合
金刚石面心立方	Si, Ge	h, k, l 全为偶数, 或全为奇数 h+k+l=4n	h, k, l 中奇偶混合, 或全为偶数 且 h+ k+l≠4n
三角格子	Ti, Zr, Cd, Be	l 为偶数, h+2k ≠3n 的倍数	l 为奇数, 且 h+ 2k=3n

其中, n 为整数。

## 2 实验操作与数据处理

X 射线衍射 (XRD) 实验是材料科学教育中的一个关键环节,它不仅要求学生理解 XRD 的基本原理,还要求他们能够熟练地进行实验操作和数据处理。以下是 XRD 实验操作的基本步骤和数据处理的-般方法:

### 2.1 实验操作步骤

**样品准备:**选择合适的晶体样品,包括但不限于石英、钢、NaCl、Cu、Al、石墨等,根据实验要求进行适当的样品处理,如研磨、抛光、粉末压平等,以确保样品表面平整。

**仪器设置:**根据实验目的和样品特性,设置 XRD 仪器的参数,包括但不限于 X 射线源的波长(X 光机的靶材料是 Cu 靶,首选的波长为 1.54Å)、扫描范围(一般本科实验选择  $\theta$  在 0-60°, 即  $2\theta$  在 0-120° 范围)、步长和计数时间。其中步长和计数时间根据样品和实验目的进行不同的选择。

**数据采集:**启动 XRD 仪器,进行数据采集。在此过程中,保持环境稳定,避免样品和仪器受到震动或温度变化的影响。

**实验监控:**在数据采集过程中,实时监控仪器状态和数据质量,确保实验顺利进行。实际操作过程中由于客观因素的影响,可能会产生测试数据出现异常的情况,这时候需要关闭机器,重新调整样品,再次进行测量。

### 2.2 数据处理方法:

**数据导入:**将采集到的 XRD 数据导入到数据处理软件中,如 Jade、Highscore<sup>[11,12]</sup>或 Origin<sup>[13]</sup>等。数据处理包

含以下内容:

(1) 背景扣除:对原始数据进行背景扣除,以去除由于仪器和样品非晶态部分引起的背景信号。

(2) 峰型拟合:对衍射峰进行拟合,以确定峰的位置、形状和面积。这通常涉及到高斯或洛伦兹函数的拟合。

(3) 物相鉴定:根据衍射峰的位置和强度,对照标准衍射数据库(如 ICSD, CSD, NIST, LPF 晶体结构数据库 PDF 标准卡片)进行物相鉴定。

(4) 结果输出:将处理后的数据和分析结果整理成图表和报告,以便于展示和进一步分析。

通过这些步骤,学生不仅能够获得关于样品晶体结构的重要信息,还能够培养他们的实验操作技能和数据分析能力。此外,实验过程中的任何问题解决和优化尝试都是对学生科研能力的极好锻炼。

## 3 撰写高质量的 XRD 实验报告:学术写作与批判性思维的培养

本研究致力于引导学生撰写符合学术标准的 XRD 实验报告,旨在提升学生的学术写作技巧和培养其批判性思维。基于作者在英国留学期间担任实验助教的经验,本文建议实验报告应遵循期刊论文的格式要求,以确保其专业性和规范性。

实验报告的结构与内容可以按照下面顺序进行撰写:

(1) 引言:报告应以题目、摘要和关键词开篇,为读者提供研究的概览和关键信息。

(2) XRD 技术发展:在报告的第一部分,深入介绍 XRD 技术的发展历程,通过广泛阅读和引用文献,增进对 XRD 技术演进的理解。

(3) XRD 原理阐释:第二部分专注于 XRD 的理论基础,鼓励学生通过研读专业文献和教材,深化对 XRD 测试技术科学原理的认识。

(4) 实验方法与数据分析:第三部分详细描述实验步骤,记录实验数据,并进行深入的数据分析和总结,以展现实验的逻辑性和严谨性。

(5) 结论:在报告的结论部分,明确列出实验结果,如物质的晶体结构、晶格常数等,并确定物质的种类。同时,反思 XRD 实验教学的价值,基础实验实践过程提出基于实验过程的改进建议,以促进学生对 XRD 技术的深入掌握和应用,培养学生的创新能力。

XRD 实验报告的评分分为两个部分:

(1) 面试评估:通过面试环节,对学生的回答进行评估,考察其对实验相关问题的理解广度和深度。

(2) 书面报告评分:依据一套详细的评分标准(如表 2 所示),对实验报告的内容、结构、数据分析和学术表达进行量化评分。

通过这种综合评估方法,不仅能够确保学生实验报告的质量,还能够激励他们在学术探索中追求卓越,为其未来的科研工作奠定坚实的基础。

表2 本科实验报告的评分标准

清晰与流畅	A	B	C	D	E
连贯性					
简洁					
解释					
论据					
科学内容	A	B	C	D	E
摘要					
背景与理论					
仪器与方法					
数据分析					
误差分析					
讨论与结论					
引用					
格式与呈现	A	B	C	D	E
格式					
布局					
语言					
拼写与语法					
公式					
图表					
引用格式					
深度与评价	A	B	C	D	E
方法批判					
结果评估					
创造力					
原创性					
分析深度					

其中, A=优秀 (≥90 分), B=好 (≥80 分), C=满意 (≥70 分), D=差 (≥60 分), E=不及格 (<60 分)

这样可以在学生读研究生之前就对学术论文的格式进行了解, 并对本科生的学术思维进行初步培养, 为学生以后工作和科研生活打下坚实的基础。确保论文内容准确、条理清晰, 并且尽量使用图表和实例来辅助说明, 在此过程中, 学生能够更容易清晰地观察和理解物质的微观结构, 熟悉 XRD 技术的应用和分析过程, 以提高学生的学习兴趣和实践能力。

#### 4 结论

本文通过深入探讨 X 射线衍射 (XRD) 实验在本科生教育中的应用, 提出了一套系统的实验设计和结果评估方法, 为本科生提供了一套完整的实验教学方案。

在实验操作方面, 本文强调了样品准备的重要性, 仪器设置的精确性, 数据采集的稳定性, 以及实验监控的实时性。通过这些步骤, 学生能够掌握 XRD 实验的基本技能, 并在实际操作中加深对 XRD 原理的理解。数据处理方面, 本文介绍了数据处理软件、数据库以及数据处理的具体步骤和关键技术。这些方法不仅提高了学生对 XRD 数据的分析能力, 而且培养了他们解决实际问题的能力。

此外, 本文提出了一套实验报告的撰写和评分标准, 旨在提升学生的学术写作技巧和批判性思维。帮助学生更加系统地整理实验过程和结果, 形成科研思路。

这些研究成果不仅为材料科学教育领域提供了新的视角, 而且为学生的综合素质提升和未来的科研工作奠定了坚实的基础。通过本文提出的方法和标准, 我们期望能够激发学生的学习兴趣, 提高他们的实践能力和创新能力, 为培养新一代科学研究者作出贡献。

#### [参考文献]

[1]刘建科. 基于光栅衍射的晶体 X 射线衍射缺级的理论基础和实验研究 [J]. 光谱学与光谱分析杂志, 2006 (10): 1948-1950.

[2]张欢欢, 尹馨, 李锐, 等. XRD 技术在大气颗粒物研究中的应用 [J]. 地球化学, 2020 (49): 241-251.

[3]林心月, 刘锐. X 射线衍射晶体学对 DNA 结构模型构建的影响 [J]. 新兴科学与技术趋势, 2023 (2): 9-18.

[4]张鹏, 吴抒遥, 关宏宇. 等. XRD 的实验教学改革与研究 [J]. 科教导刊, 2022 (27): 1674-6813.

[5]刘敏, 夏艳芳, 丁晓彤, 等. 关于 XRD 的开放性实验教学的探讨 [J]. 广东化工, 2020 (47): 1007-1865.

[6]Z. Ajoyan, C. Copeman, H. A. Bicalho, J. -L. Do, T. Te, J. Romero, A. J. Howarth. A Simple Method for Teaching Bragg's Law in an Undergraduate Teaching Laboratory with the Use of Metal - Organic Frameworks [J]. J. Chem. Educ. , 2023 (100): 1990-1996.

[7]P. E. J. Flewitt, R. K. Wild. Physical methods for materials characterization [M]. Boca Raton, London, New York: CRC Press, Taylor & Francis Group, 2017.

[8]D. B. Williams, C. B. Carter. Transmission electron microscopy: a textbook for materials science [M]. Springer: Second Edition ed. , 2009.

[9]K. W. Andrews, D. J. Dyson, S. R. Keown. interpretation of electron diffraction patterns [M]. London: Adam Hilger, 1971.

[10]李树棠. 晶体 X 射线衍射学基础 [M]. 北京: 冶金工业出版社, 1990.

[11]冉敬, 郭创锋, 杜谷, 等. X 射线衍射全谱拟合法分析蓝晶石的矿物含量 [J]. 岩矿测试, 2019 (38): 660-667.

[12]李建欣, 宋党育, 张军营, 等. X 射线衍射数据分析系统评价 [J]. 岩矿测试, 2008 (27): 189-192.

[13]柳妍妍, 任兆刚. OriginPro9.0 在锂离子电池正极材料 XRD 图谱处理中的应用 [J]. 广东化工, 2016 (43): 20-22.

作者简介: 刘崇 (1984—), 女, 上海理工大学工程师, 主要从事大型仪器在光电材料、金属材料方面的应用研究; 张静 (1982—), 女, 西北工业大学副教授, 主要从事材料的多尺度缺陷组织及其模拟研究。