

使用 WAXD 研究橡胶/黏土纳米复合材料插层结构时

应注意的一个问题

卢咏来

最近研究橡胶/黏土纳米复合材料微观结构在硫化过程中的演变时，我们发现了一个使用 WAXD 研究纳米复合材料插层结构时一个必须要重视的问题。否则可能会使我们得出的结论与事实有很大偏差。因此，撰写了这篇小文章，提醒我中心目前还在进行相关研究的同学注意。

当我们使用 WAXD 研究这类纳米复合材料的插层结构时，一般以是否在 2θ 小于 7 度的范围内是否有衍射峰来判断是否有插层结构存在。但有时我们也会观察到有衍射峰，但峰强较小。这时一般可以判断，这种插层结构的量较少，可能还存在较多量的剥离结构，或者说这中插层结构的有序程度可能较低。

但是，我们在最近研究中发现，在较小的衍射角度范围内的衍射峰强度强烈地受到样品摆放几何位置的影响。将同一个样品装入用于 WAXD 测试的金属框架后，用橡皮泥固定，尽量保证样品表面与框架表面在同一平面上。进行 WAXD 测试。测试结束后，从框架中取下样品，重新安装，再进行测试。试验重复了三次。图 1 比较了这三次测试的结果。从中我们可以看出：（1）衍射峰的位置基本没有改变；但是（2）衍射峰的强度差别很大。根据 T20 和 T20-3 的衍射曲线进行分析，将会得到完全不同的结论

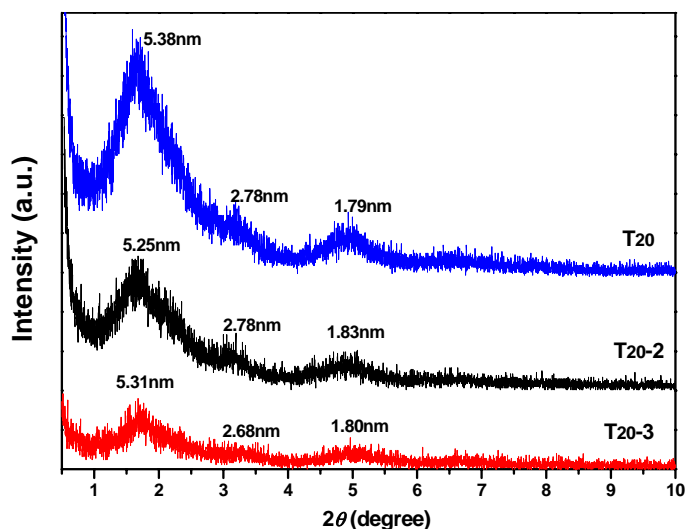


图 1. EPDM/OMC(100/10)的 WAXD 谱图，重复三次试验的对比。
(对称反射模式、扫描速度为 1 度/分钟)

我们就这一现象与我校分析中心 X 光衍射试验室的李志林教授进行了探讨。据他介绍：我校进行 WAXD 测试时使用的是对称反射模式，而在小角区 X 射线衍射峰的强度受到样品摆放的几何位置影响而发生剧烈波动，是这种测试模式的一个特有弊病。原理如图 2 所示。

当 X 射线的入射角度的 θ 很大时（图 2a），入射 X 射线都可以作用于样品平面，发生反射后被计数器接收，此时样品平面是否与样品架平面高度保持在一个平面内对试验结果的影响就会很小。

但是当我们考察较小 2θ 范围内的衍射时(例如：我校仪器最小做到 0.5 度，我们试验一般从 0.5~10 度)，X 射线束是几乎与样品架平行着入射。此时样品摆放的几何位置就会对结果产生很大的影响。当样品平面高于试验架平面时（如图 2b），部分 X 射线就会照射在样品侧面，由于 X 射线穿透能力的限制，就会使部分入射线在发生衍射后，不会被计数器接收到，造成衍射峰偏低。当样品平面低于试样架平面时（如图 2c），就可能造成入射 X 射线完全不能照射到样品的情况，就会出现

测试曲线上没有任何信号（一条平线）。只有样品平面与试样架平面在一个平面上，才可能保证所有入射 X 射线发生衍射后全部被计数器接收，得到最佳的试验结构（最真实的结果）。

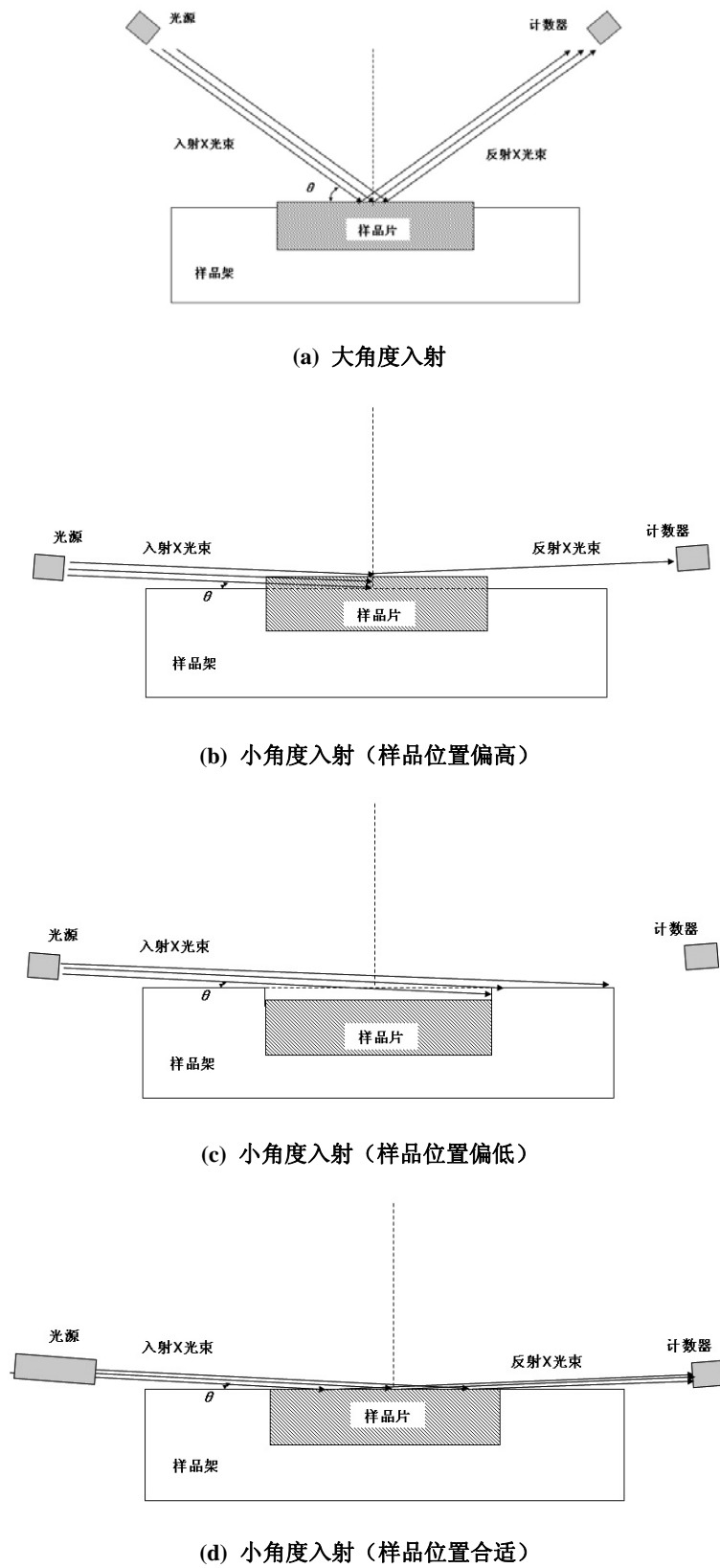


图 2. 几何位置对 X 射线入射和反射的影响

我们目前正在考虑解决这个问题的方法，也欢迎进行相关研究的同学集思广益。最后感谢李志林教授提供的宝贵指导。