**江苏科技大学**

**大型仪器设备申购论证报告**

设备名称：X射线衍射仪

申购部门：

负 责 人：

日 期：2021年10月21日

**X射线衍射仪论证报告**

**一、设备购置的背景**

X射线衍射仪（X-ray Diffractometer，简写XRD），作为一种材料结构分析检测设备，广泛应用于晶体结构分析、物相定性定量分析、晶粒大小分析、结晶度分析、宏观和微观应力分析和择优取向分析。该设备是材料研究过程中的必备测试手段，适用于单晶、多晶、非晶和纳米等各类材料。

近年来，新材料、新物质的制备和表征、器件制造等相关领域是学校科研和学科发展的重要方向，涉及材料加工、新能源、光电、光学、环境探测、催化等多学科领域，包括一维、二维、三维的金属、碳材料、氧化物、氮化物、氢化物、半导体等各种材料。通常，以上述材料为基础的新材料、新物质的制备、性能表征及应用领域的科学研究，应用X射线衍射仪开展物相检测是材料研究的基础。通过对校内大型仪器共享使用情况的调研统计，结合学校大型仪器共享服务平台的数据分析，目前，学校分析测试类大型仪器共享的突出问题是XRD（以及场发射SEM）的测试服务提供量无法满足校内师生的测试需求。因此，在新校区购置一台新型多功能高精度的XRD是材料、环化、理学院、能动等相关学院的共同需求。

**二、设备购置的意义和必要性**

**1. 粉末X射线检测是金属、碳材料、氧化物、氮化物、氢化物、半导体等各种材料研究的基础，涉及学校新材料、新能源、新物质以及材料加工、光电、光学、环境、催化等多学科领域。**学校理学院、材料学院、环化学院、能动学院以及海装院的相关学科发展，是以新材料、新物质的制备和表征、器件制造为基础，涉及研究方向包括一维、二维、三维的金属、碳材料、氧化物、氮化物、氢化物、半导体等各种材料在材料加工、新能源、光电、光学、环境探测、催化等多学科领域，这些学院的学科方向虽然侧重点不同，但都涉及到一个共同的问题，即材料、物质或器件的物相检测。通常，完成实验项目的过程中，制备新材料实现器件的应用和性能检测时，首要检测是确定材料物相，即普通粉末x射线检测。因此，**XRD测试样品数量和测试及时性两方面，均有较大需求。**

**2. 学校XRD仪器共享测试服务提供量无法满足校内师生的测试需求**。

学校现有两台x射线衍射仪，放置在材料学院管理，一台为2004年购置的日本岛津xrd-6000衍射仪，另一台是2014年购置的布鲁克公司的D8 Advance A25 X射线粉末多晶衍射仪。岛津XRD-6000面向校内单位全机时自主上机共享开放，使用单位包括材料学院、环化学院、理学院、能动学院等。布鲁克D8衍射仪共享方式为送样检测，2021年以来一直处于维修或内部调试使用。以2021年本科毕业设计期间XRD仪器预约使用情况统计为例，详见表1。材料、环化、理学院、能动等校内师生通过学院和大型仪器共享服务平台途径反馈，XRD和场发射SEM预约不到、无法及时使用、完成不了毕业论文等问题。

**表1 XRD仪器共享2021.05.12-06.10预约情况统计**



**3. 新校区XRD仪器共享需求广泛，粉末样品测试量多。**

**（1）环化学院相关老师和项目需求**

环化学院目前所承担的科研项目中涉及物相表征的中高级研究人员有30余名（详见表2）。而且，每年招收的材料科学与工程博士，化学工程与技术、化学、材料与化工硕士研究生已达到100余人，其中很多研究生课题涉及材料设计与制备。

**表2 环化学院承担的科研项目中涉及物相表征的主要科技人员**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 姓 名 | 学位 | 职称 | 相关研究内容 |
| 袁爱华 | 博士 | 教授 | 纳米材料化学 |
| 陈立庄 | 博士 | 教授 | 分子基铁电-介电材料 |
| 张俊豪 | 博士 | 教授 | 能源转换和存储纳米材料 |
| 陈传祥 | 博士 | 教授 | 电催化、电分析材料 |
| 杨宏训 | 博士 | 教授 | 能源转换和存储纳米材料 |
| 沈薇 | 博士 | 教授 | 纳米材料的合成及应用 |
| 唐盛 | 博士 | 副教授 | 新型吸附剂材料 |
| 丹媛媛 | 博士 | 副教授 | 电化学超级电容器电极材料 |
| …… | …… | …… | …… |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

**（2）能动学院相关老师和项目需求**

能动学院新能源科学与工程专业教师团队现有教师13人，研究生70余人，涉及研究的方向：太阳能电池、锂离子电池、燃料电池、生物质转化、光催化制氢、电催化制氢、固态金属储氢都需要粉末x射线检测所制备材料的物相结构，以助于后续的作用机理分析，年均粉末XRD检测的需求量将达到400次以上。

**（3）理学院相关老师和项目需求**

初步统计理学院物理专业多名老师，因无法在校内预约XRD，只能选择丹阳、扬大、南京周边测试机构进行XRD样品测试。

**（4）材料学院老师和项目需求**

XRD设备是材料科学与工程学科及专业教学、科研的基本设备，其广泛应用于晶体结构分析、物相定性定量分析、晶粒大小分析、结晶度分析、宏观和微观应力分析和择优取向分析等，该设备是开展材料相关学科科研的基础资源，是支撑国家自然科学基金等各类科研项目申报的条件保障。目前，材料学院部分搬迁至长山校区，学院及数位老师均反映，希望在长山校区增加XRD和SEM分析测试仪器。

**4. 相对周边高校我校XRD仪器配备数量有待新增**。

经初步调研统计，南京大学共有23台x射线衍射仪，扬州大学分析测试中心有2台x射线衍射仪全机时共享，从教师科研需求、学科发展、专业建设等方面考虑，迫切需要购置一台x射线衍射仪，以满足全校教师的科研需求，缩短因仪器紧张而耽误的检测时间，及时为产出更多科研成果提供保障。

另外，由于x光管在高压下使用需要水冷装置，不宜长时间超负荷使用，因此，从使用寿命看材料学院的两台X射线衍射仪已经远不够全校教师需要，继续添置一台新设备。

**三、设备购置与共享运行的可行性分析**

**1. 硬件保障**

学校分析测试中心2011年成立，主要依托材料学院建设，业务管理挂靠国资处。2020年下半年，学校搬迁启用长山校区，分析测试中心完成了两层1512.13平米实验室基本条件建设。

XPS和NMR两台新购仪器放置中心实验室，全机时开放共享运行，开启了新校区分析测试“中心+分中心”的运行管理模式。

目前，11台设备全机时共享收费运行，专兼职管理人员10人。

**1. 软件平台保障**

2021年正式升级建立学校统一的大型仪器共享服务平台（万欣3.0），校内用户统一身份认证登录，实现仪器共享业务全流程线上管理：仪器信息查询、预约、送样检测/自主上机、费用结算、机时统计、质量监督管理等。目前上线设备100余台，后续持续推进大型科研仪器的共享上线。

截止2021.06.30，平台半年收入18.12万元（近三年平均年收入12.5万，2021全年目标20万）。11台套仪器全机时共享运行，总样品数2777，完成测试6.66万元，其中，NMR 2.42万，钨灯丝SEM1.16万，XPS 0.91万，场发射SEM 0.81万，XRD 0.24万。

**3. 制度与措施保障**

建立分析测试中心安全生产管理网络、分析测试类仪器共享管理办法、仪器室管理制度、仪器共享运行制度等，保障仪器正常运行，全机时开放共享。

分析测试中心仪器共享运行制度保障，主要保障措施如下：

（1）“上线” ：纳入学校统一大型仪器共享服务平台，仪器照片、放置地点、联系人及服务内容等信息公示。

（2）“排班”：双向选择机制，聘任学院教师为兼职机组管理员和机组人员（3名），每学期按周排班值班制，专职管理仪器，保障全机时共享运行。

（3）“例会”： 中心通过每周例会制度，对仪器机组进行组织和协调管理，确保仪器设备基本状况良好和共享运行，推进开展仪器应用培训，引入CMA提升仪器检测能力。

（4）“门禁”：操作仪器人员能力和权限实施动态管理，避免“垄断”。

（5）“分级”： 仪器共享水平建设实施A-5A分级，收费补偿成本，推进仪器运行良性循环。

（6）“提升”：共享方式逐步从“送样检测-机组人员轮换-自主上机” 开放提升，充分发挥大型仪器使用价值。

**4. 人员队伍保障**

XRD仪器共享运行人员小组成员如下表所示，主要由9人组成，未来将确定3名左右机组人员作每周值班，负责送样检测仪器共享。

**表3 XRD仪器共享运行人员队伍及分工情况**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **姓名** | **岗位** | **承担的工作** |
| 张志生 | 测试中心主任 | 牵头做好XRD仪器共享运行工作 |
| 张亚梅 | 机组管理员兼机组人员 | 负责XRD设备使用管理，保证正常运行 |
| 陈立庄 | 协调共享运行 | 协调管理仪器共享运行 |
| 吴富英 | 共享平台维护 | XRD仪器共享服务平台维护 |
| 刘延鹏 | 机组人员 | 仪器共享运行机组人员 |
| 张刘挺 | 机组人员 | 仪器共享运行机组人员 |
| 卞婷 | 机组人员 | 仪器共享运行机组人员 |
| 向军 | 机组人员 | 仪器共享运行机组人员 |
| 韩汝取 | 机组人员 | 仪器共享运行机组人员 |

**5. XX设备的共享性分析**

**四、设备性能参数和选型调研总结**

**（一）设备技术规格及功能要求**

1. 测试通用性好：面向校内普遍需求，满足80%校内用户需求，粉末样品常规XRD检测。

2. 测试样品量大、及时性好：自动进样器。

3. 测试检出限指标水平高：高灵敏度、高功率、高分辨。

4. 测试结果谱图检索智能化水平高：谱图解析软件。

5. 仪器运行光源稳定度好、可靠性高：光源使用寿命15年以上，X光管或灯丝作为备品备件。

6. 仪器售后服务好：质保期、维修及时性。

7. 兼顾仪器功能扩展：薄膜、高温、电池等多功能样品台、智能化。

**（二）设备组成及性能参数**

目前，新型多功能X射线衍射仪（XRD）已广泛应用于物相定性及定量分析、结晶度测量、晶粒大小及微观应力分析、介孔材料的小角衍射仪分析、原位实时分析（in-situ XRD）、多晶纳米级薄膜样品的定性分析（GID）、薄膜的反射率测量，密度、厚度、粗糙度（XRR）、微区分析（µ-XRD）、残余应力分析（Stress）、织构及极图分析（Texture）等。

**1. 技术概要**

XRD仪器采用世界领先技术，利用X射线对多晶和薄膜样品进行物相定性定量分析、微观应力及晶粒大小分析、微区分析，微量样品分析。仪器配置包括长寿命高功率的x射线光管、x射线发生器、自动调整光路系统、自动狭缝系统等及数据测试和分析软件等、高精密测角仪、高精度样品台、自动样品交换器、适合低角度的信号检测的高灵敏度探测器、计算机控制系统、数据处理软件和相关应用软件，循环水冷却水装置。

**2. 仪器组成**

2.1 X射线光源；

2.2样品水平θ/θ测角仪；

2.3全自动光学狭缝系统；

2.4自动样品交换器；

2.5半导体探测器系统；

2.6系统控制及应用分析软件；

2.7聚焦/平行光自由切换系统CBO(选配)；

2.8多功能样品测试系统 (薄膜、织构、应力测试)(选配)；

**3. 技术规格**

3.1 X射线发生器：

3.11.5水的温度：可调

**（三）国内外供货商产品比较分析**

**1．国内外供应商产品概况**

目前XRD设备的国外制造商有日本理学、德国布鲁克、荷兰帕纳科，国内制造商有丹东浩元、北京普析通用等。

……

**2．产品性能参数比较分析**

下面就三家公司的重要性能参数对比。

**表4 三家供应商XRD仪器性能参数对比**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **比较项目** | **1** | **2** | **3** |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
| 方式 |  |  |  |
| 测角仪角度精度重现性 |  |  |  |
| 测角仪最小步进 |  |  |  |
| 测角仪驱动方式 |  |  |  |
| 定位技术 |  |  |  |
| 测角仪  工作方式 |  |  |  |
| 光学系统调试 |  |  |  |
| 狭缝 |  |  |  |
| 光学系统自动识别 |  |  |  |
| **半导体探测器** |  |  |  |
| 探测器活性面积 |  |  |  |
| 点线光源切换（微区、应力、织构） |  |  |  |
| 高压发生器稳定性 |  |  |  |
| 光学器件更换（薄膜功能需要） |  |  |  |
| **分析软件** |  |  |  |
| **市场情况** |  |  |  |
| **价格** |  |  |  |

**3．XRD用户调研反馈汇总**

联系周边高校和机构，通过通讯和现场调研，汇总返回意见，如下表所示。

**表6** **XRD用户调研反馈汇总**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 机构 | 仪器型号/调研方式 | 反馈意见汇总 |
| 日本理学 | 销售代表现场交流 | 现场介绍仪器销售和使用情况 |
| 德国布鲁克 | 销售代表现场交流 | 现场介绍仪器销售和使用情况 |
| 常州大学 | 日本理学9KW  日本理学固定靶 | 建议日本理学9KW XRD |
| 材料学院 | 布鲁克D8 ADVANCE | 仪器运行不稳定、故障多、服务有待改进 |
| 张家港校区 | 日本理学 | 售后正常、使用正常 |
| 江苏大学 | 日本理学9KW | 建议日本理学9KW XRD |
| 东南大学 | 日本理学(5.4kW) | 功率高、稳定、故障少、服务好 |
| 南京大学 | 日本理学(12kW) | 功率高、稳定、故障少、服务好 |
| 南京大学 | 布鲁克D8 ADVANCE | 光管衰减快、故障多、服务差 |
| 上海硅酸盐研究所 | 布鲁克 D8 ADVANCE | 光管衰减快、服务好 |
| 上海育仪测试中心 | 日本理学(9KW) | 功率高、稳定、故障少、服务好 |
| 合肥工业大学 | 日本理学9KW转靶/  固定靶 | 运行正常 |
| 南师大化工学院 | 日本理学9KW转靶 | 测试速度和检出限好，优于学校测试中心同类产品，仪器运行维护比较稳定 |
| 扬州大学 | 布鲁克D8 ADVANCE |  |

**5．小结及建议**

综上，通过与厂家销售工程师、用户代表的现场及通讯交流，结合仪器性能参数对比和产品售后服务情况，得出：XXX产品性价比更高，售后服务相对较好，更满足本项目需求，XXX和XXXX产品，也基本满足常规样品测试的科研需求。

**五、资金筹措与配套条件**

1. 资金筹措

2021年中央共建遴选项目：粉末X射线衍射检测仪器共享公共服务平台，200万。

2. 配套条件

按当初新校区建设规划放置新校区分析测试中心一楼149房间，房间面积32平米，水、电等实验室基础条件满足。

工作条件：

电源220V&380V(±10%)，50Hz

环境温度20±5℃

相对湿度<80%

配套设备包括稳压电源、微型计算机、空调、实验台等，经费预计3.0万元，由该项目经费一并支出。

3. 对环保、安全的要求、影响及预防措施：无。



**图1 分析测试中心一楼149房间**

**六、分期建设情况**

**七、预期效益分析**

x射线衍射仪的购置将为我校基于材料和器件的相关学院（理学院、环化学院、能动学院、材料学院）提供互帮互助的共享平台服务，采用专业团队管理和维修，采用收费机制解决仪器的维护保养经费。预期取得如下收益：

**1. 利用****该设备开展常规材料物相的定性、定量分析和研究，为相关专业基础性研究提供更为精确、科学的物相检测数据。**解决全校大型仪器共享突出问题：XRD和场发射SEM需求充分满足。

X射线衍射仪可以为稀土材料及其复合材料、金属材料、半导体器件、陶瓷材料、功能材料纳米材料等提供高精度的结构晶型分析、晶胞参数、结晶度、晶格常数、晶格畸变等功能分析，确保所研发材料的性能的精确控制。在新校区购置一台新型多功能高精度XRD，搭建粉末XRD仪器共享服务平台，旨在满足学校材料、环化、能动、理学院等多学院学科老师对XRD测试样品需求。

**2. 满足学校多学院学科老师对材料物相检测的科研需求，缩短教师科研延误时间，提高科研成果产出效率等。**初步估计相关学院的科研成果预计整体达到1.5倍量，环化学院涉及物相表征的在研项目如表2所示；能动学院新能源方向预期每年将发表30-40篇ESI论文，新增1-2个国家级科研项目，1-2项省部级科研项目。

**表8 环化学院近3年涉及物相表征的在研项目**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 项目来源 | 项目名称 | 项目负责人 | 立项时间 |
| 国家自然基金 | 3d过渡金属催 |  | 2020-1 |
| 国家自然基金 | 针对精准分析前列腺癌分期指示因子的超灵敏双极电极-多色电致化学发光法研究 |  | 2020-1 |
| 国家自然基金 | 介孔分子筛孔内近邻耦合双究 |  | 2020-1 |
| 国家自然基金 | 农村固体燃料燃烧排关系 |  | 2020-1 |
| 国家自然基金 | …… | …… | 2020-1 |
| 国家自然基金 |  |  | 2020-1 |
| 江苏省自然科学基金 |  |  | 2018-9 |
| 江苏省自然科学基金 |  |  | 2018-9 |
| 江苏省自然科学基金 |  |  | 2018-9 |
| 江苏省自然科学基金 |  |  | 2018-9 |
|  | …… | …… |  |

**3. 提高大型仪器共享服务的经济效益，促进全校大型仪器开放共享水平提升。**

XRD分析技术广泛应用于新型材料、生物医药、半导体、光伏、金属矿藏、无机非金属、电池能源、化学化工等各行业。该仪器纳入学校大型仪器共享服务平台，在满足校内材料、环化、理学院、能动等单位师生需求的基础上，对外开展测试服务，提升大型仪器开放共享水平，提高大型仪器使用效益。

全校按照200名教师用户计算，平均每位教师带2个研究生，每课题组年样品量50个，年样品量约200\*50=10000个，每个样品测试10分钟，机时数可达1600小时。参考周边多所高校定价（见下表），初步校内定价：样品20-30元；机时100元/小时，预估XRD年测试收入可达10-20万元。

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **测试单位** | **样品价格**  **校内/校外** | **机时价格**  **校内/校外** | **备注** |
| 合肥工大 |  | 160/- | 固定靶 |
| 合肥工大 | 35/150 |  | 转靶 |
| 材料学院 |  | 40/160 | 岛津 |
| 材料学院 | 40/160 | 160/640 | 布鲁克 |
| 江苏大学 |  |  | 只对校内 |
| 上海交大 | 50/100 |  |  |
| 常州大学 | 15/150 | 50 |  |

**4. 提升校分析测试中心建设水平**

（1）设备高端，高灵敏度、高功率、高分辨，设备选型注重测试检出限指标水平，提升分析测试整体水平。

（2）设备选型注重测试通用性、及时性，满足测试样品量大的需求。

（3）测试结果谱图检索智能化水平高：谱图解析软件。

（4）设备选型兼顾仪器功能扩展：多功能样品台、智能化。

**5. 培养大型贵重仪器维修保养和技术支持的专业化队伍。**

双方选择机制下，通过聘任学院教师为兼职机组管理员和机组人员（2-3名），每学期按周排班值班制，按质量管理体系要求，专职管理仪器，一方面，保障仪器共享运行，另一方面，提高机组人员仪器使用的能力水平和服务意识，未来将在大型贵重仪器维修保养和技术支持方面，总结经验和教训，培养一批专业化的大型贵重仪器管理队伍。

**七、结论**

综上，分析测试中心计划购置的X射线衍射仪，使用需求迫切，资金来源有保障，所需的用房等配套条件以及管理人员已得到落实，调研比较充分，预期使用效益良好，建议尽快购置。