

基于全谱精修用途的 X 射线衍射数据校准方法

饶群力

(上海交通大学分析测试中心, 上海 200240)

摘要: (X 射线衍射仪 (XRD) 是材料表征的重要手段, 不同品牌型号的衍射仪在不同测试条件下的测量数据存在精确度和准确度的差异。如何评判这种仪器之间的差异对测量数据造成的影响, 目前没有一套简便易行的可操作的方法。为此, 本案例开发的一种 XRD 数据校准方法, 用 Pearson VII 峰形函数模型拟合全谱衍射峰获得校准曲线, 用以修正 XRD 测角误差等, 进一步提高全谱精修质量水平。案例以台式和立式两种 XRD 为例, 对它们采集 LaB₆ (NIST660b) 的数据进行了比较分析。)

关键词: X 射线衍射; 衍射仪校准; 峰形函数; 测角误差; FWHM

1 引言

XRD 是一种高精度的光学仪器, 作为重要的材料结构表征分析仪器, 在使用过程中对其测试精度和准确性有着极高的要求, 特别是随着现代数据分析方法能力的提高, 比如全谱精修处理, 对测试数据的精确度和准确度提出了近为苛刻的要求。然而设备存在固有仪器误差, 使用一段时间后, 测试性能也难免有所下降, 故而需要对其工作状态进行经常性地检验和校准。

在各项性能中, 角度准确度的优劣是其整机性能好坏的最重要指标之一, 目前有多种 XRD 的角度检测方法^[1-7], 如崔建军等加装用光电自准直仪和小角度激光干涉硬件的方式实现校准^[2]。这些校准方法中较精确的是参照 JJG62-2014《多晶 X 射线衍射仪检定规程》^[3]。然而由于该规程编制时间较早, 已不能完全适应目前广泛使用的 Rietveld 精修等数据处理方法。

本案例开发的 XRD 数据校准方法可以在实验室现有硬件设备条件下, 通过对标准参考物质 (SRM)^[6]的测定分析, 判定和比较仪器工作状态, 数据分析结果可以得到 2 θ 偏移校准曲线, 其可进一步用于相应设备的后续 Rietveld 等全谱数据精修处理。该方法适用于任何类型的 XRD 在某一特定测量条件下所采集数据的校准。

2 测试方法

分别使用一种台式和立式 XRD 进行数据采集, 测试对象为 SRM 660b(NIST LaB₆ 标样)^[8]。

台式 XRD 的测角仪半径为 145mm，立式 XRD 的测角仪半径为 217mm；测试采用 θ - θ 扫描模式，台式 XRD 加 $1/16^\circ$ 防散射狭缝，立式 XRD 加 2.5° 主、次索拉狭缝，扫描范围起始角两台设备都自 20° 起，终止角为每台设备允许的最大终止角，台式 135° ，分别是立式： 150° 。测试数据由 Topas 5 软件处理，峰形函数采用 Pearson VII 型分裂函数，对全部衍射峰进行峰形拟合。

3 结果讨论

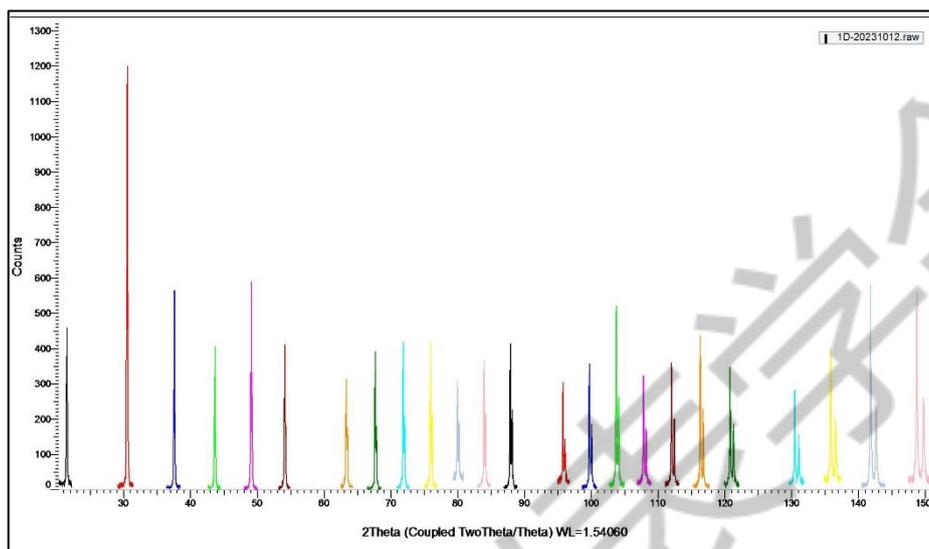


图 1 立式 XRD 测试原始数据

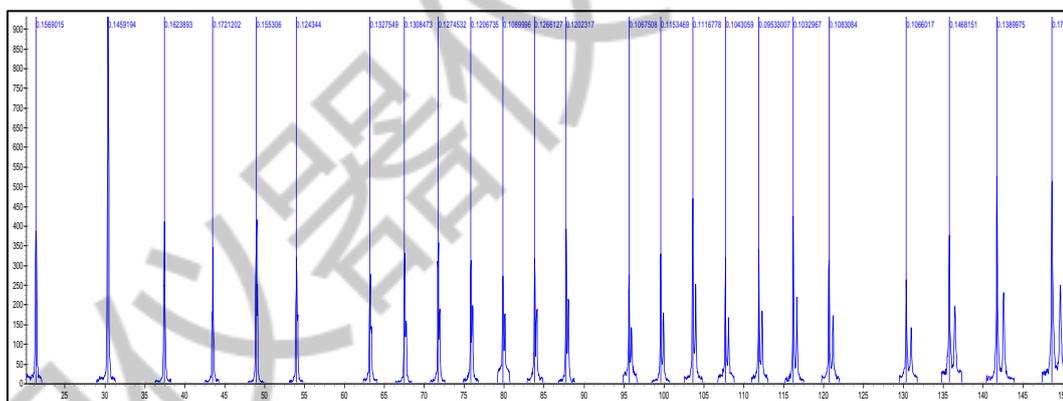


图 2 由 Topas5 软件对图 1 数据用 Pearson VII 峰形函数模型拟合的结果

现代衍射仪为了提高衍射强度，大多采用准聚焦的 B-B 衍射几何，同时衍射仪的探测器为了接收更多的衍射信号，相比传统的单点探测器演变为多点探测器（线探测器），此时窗口扩大为一定的弧段，这样可以增大接收角度，提高接收效率。这种衍射几何配置尽管有明显的增强信号强度优势，但是也带来一些不利因素。最显著的问题是衍射峰形的对称性变差，这样衍射峰的峰位确定不像传统单点探测器按峰顶确定那样简单易行。因此，通过某些