

# X射线衍射实验技术-4

## 数据采集

王通 博士

XRD应用工程师

Email: [tong.wang@bruker.com](mailto:tong.wang@bruker.com)

布鲁克（北京）科技有限公司

# 主要内容



- 数据采集步骤
- 数据采集参数选择
- 不同应用对数据的要求

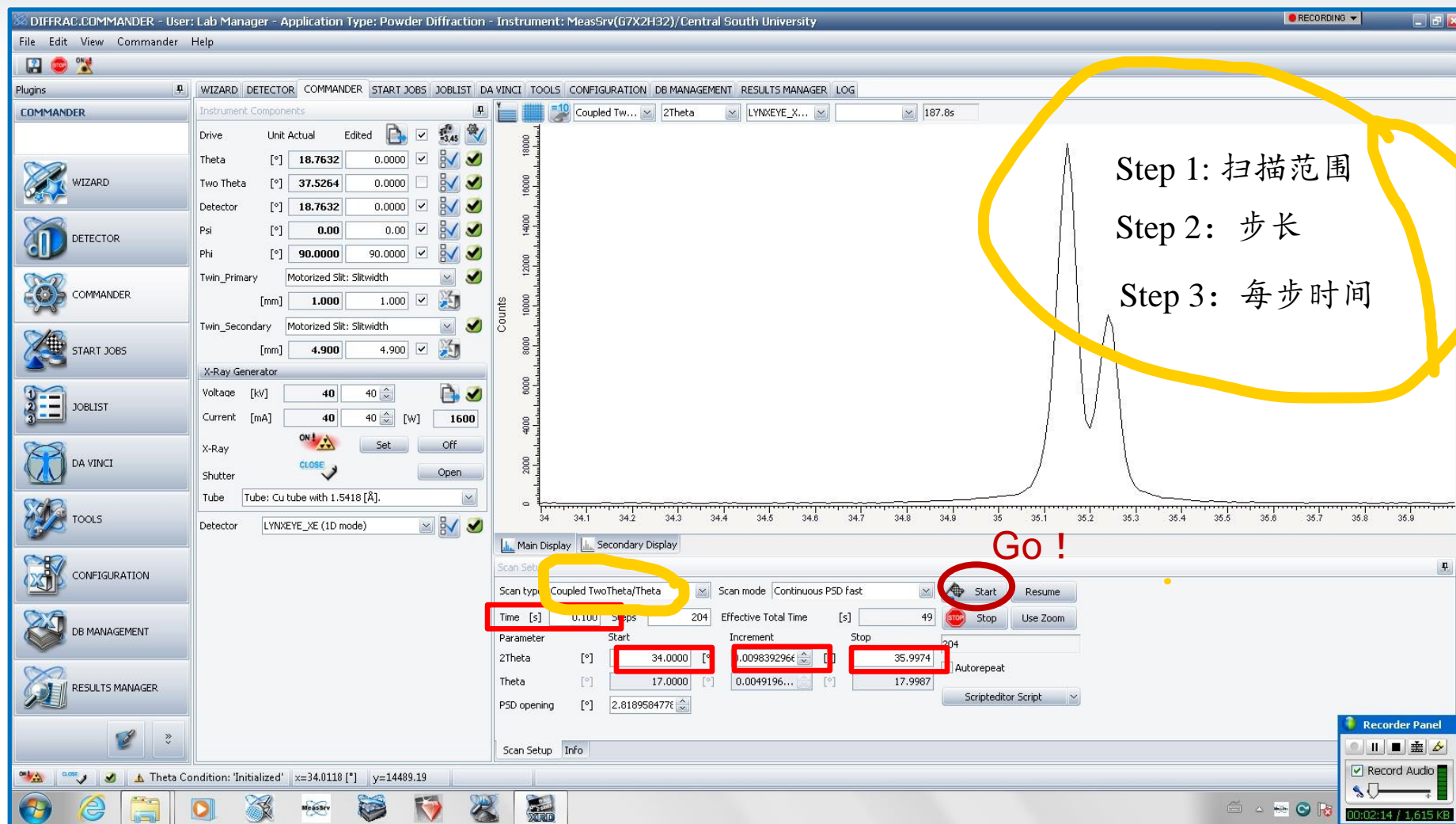
## 开机步骤：

- 1、开水冷
  - 2、开衍射仪
  - 3、打开测量软件
  - 4、初始化马达
- Demo实验室演示

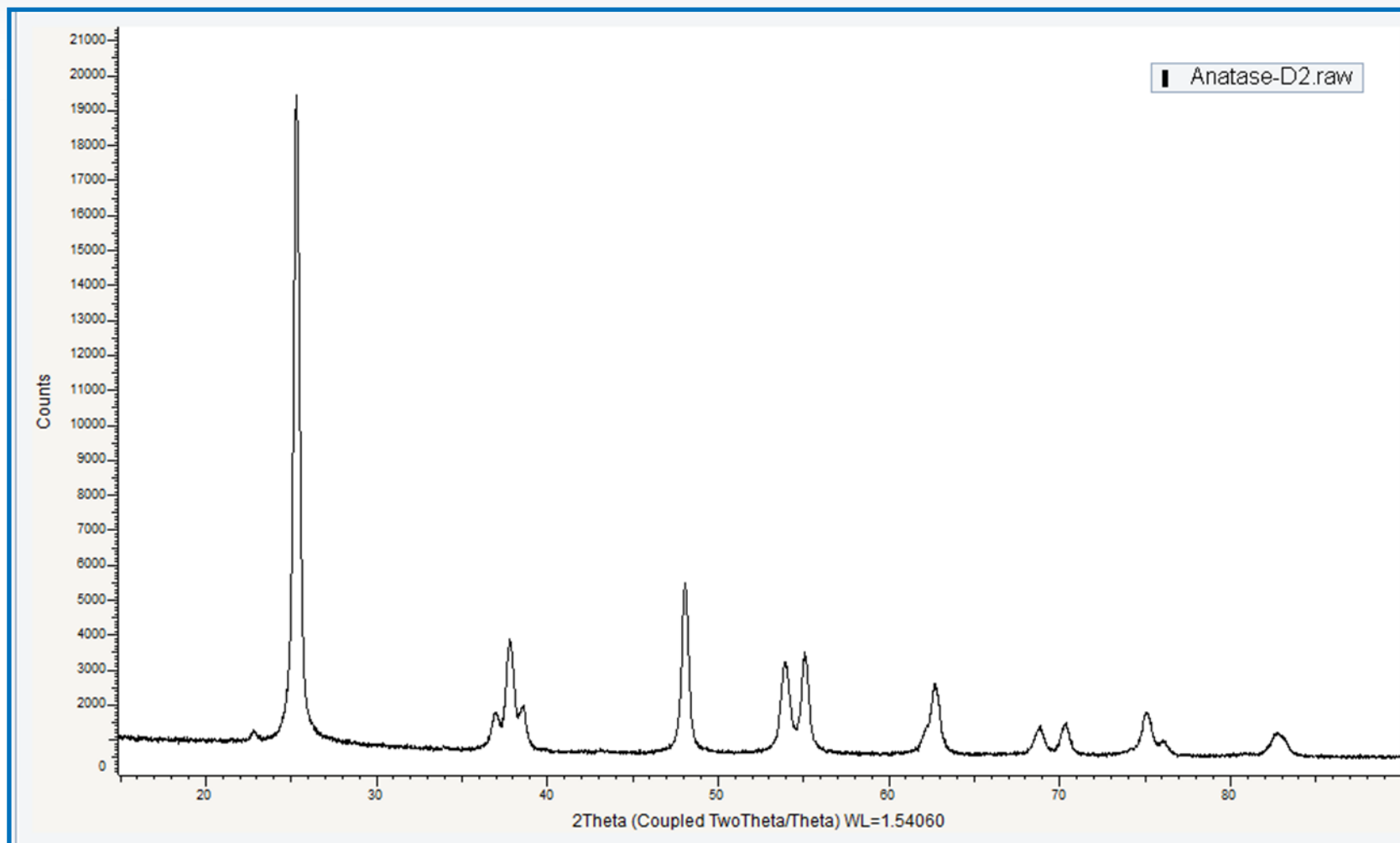


安装维修工程师现场详细指导！

# 数据采集软件-DIFFRAC.Measurement Commander



XRD数据。。。  
上手非常简单！



# 数据采集参数选择

## 测量范围

- 起始角要小于第一个衍射峰（对指标化和粉末解结构尤为重要）
- 结束角度取决于样品和应用
  - 若高角没有峰，就没必要测量
  - 有机物与无机物（一般有机物的衍射峰多集中在低于50度范围）
  - 物相检索和定量分析—最高角度80-90°
  - 粉末解结构、精修—角度尽可能高

80-90

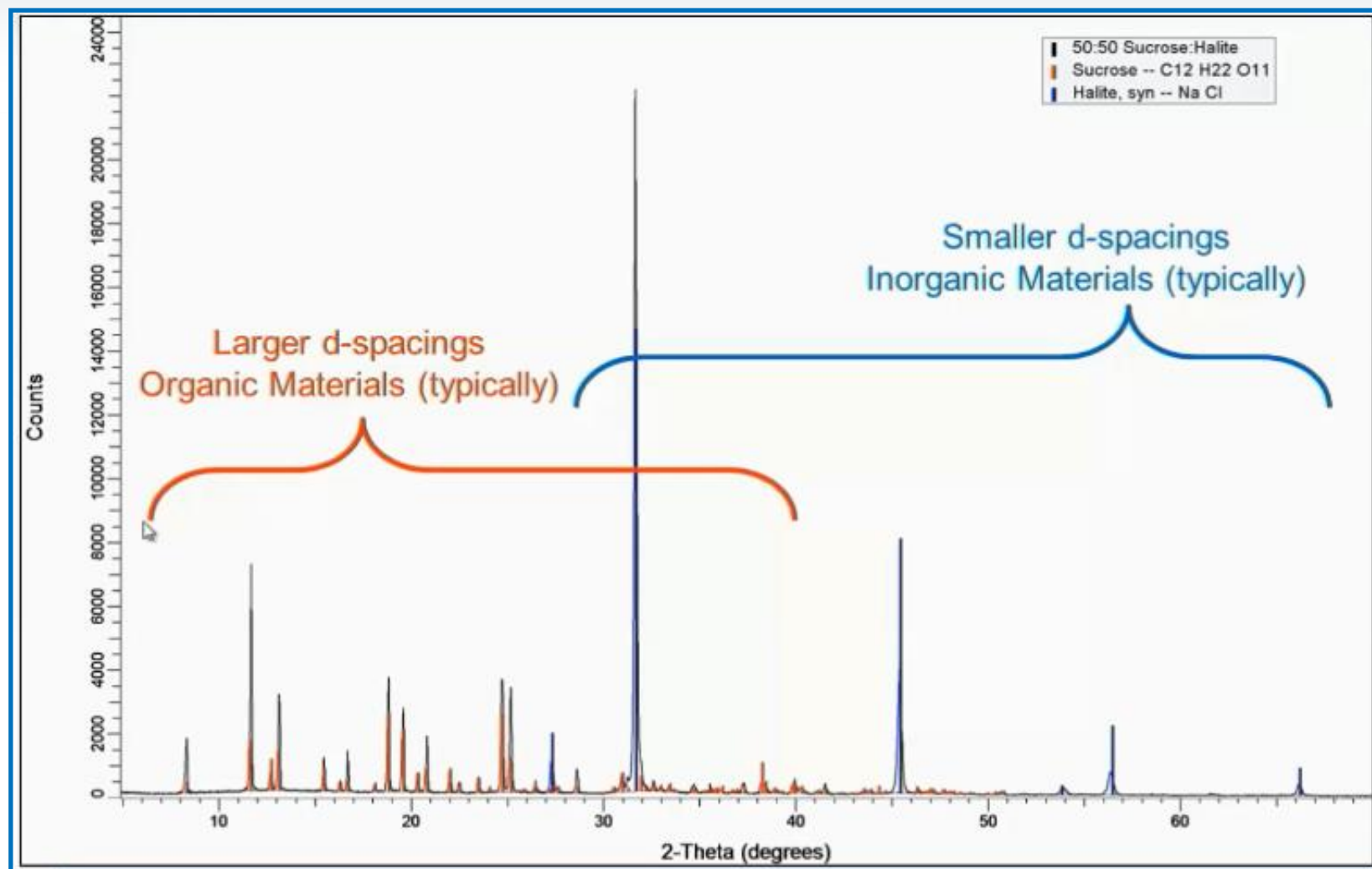
40

100

110

120

# 数据采集参数 扫描范围



# 数据采集参数选择

## 测量步长



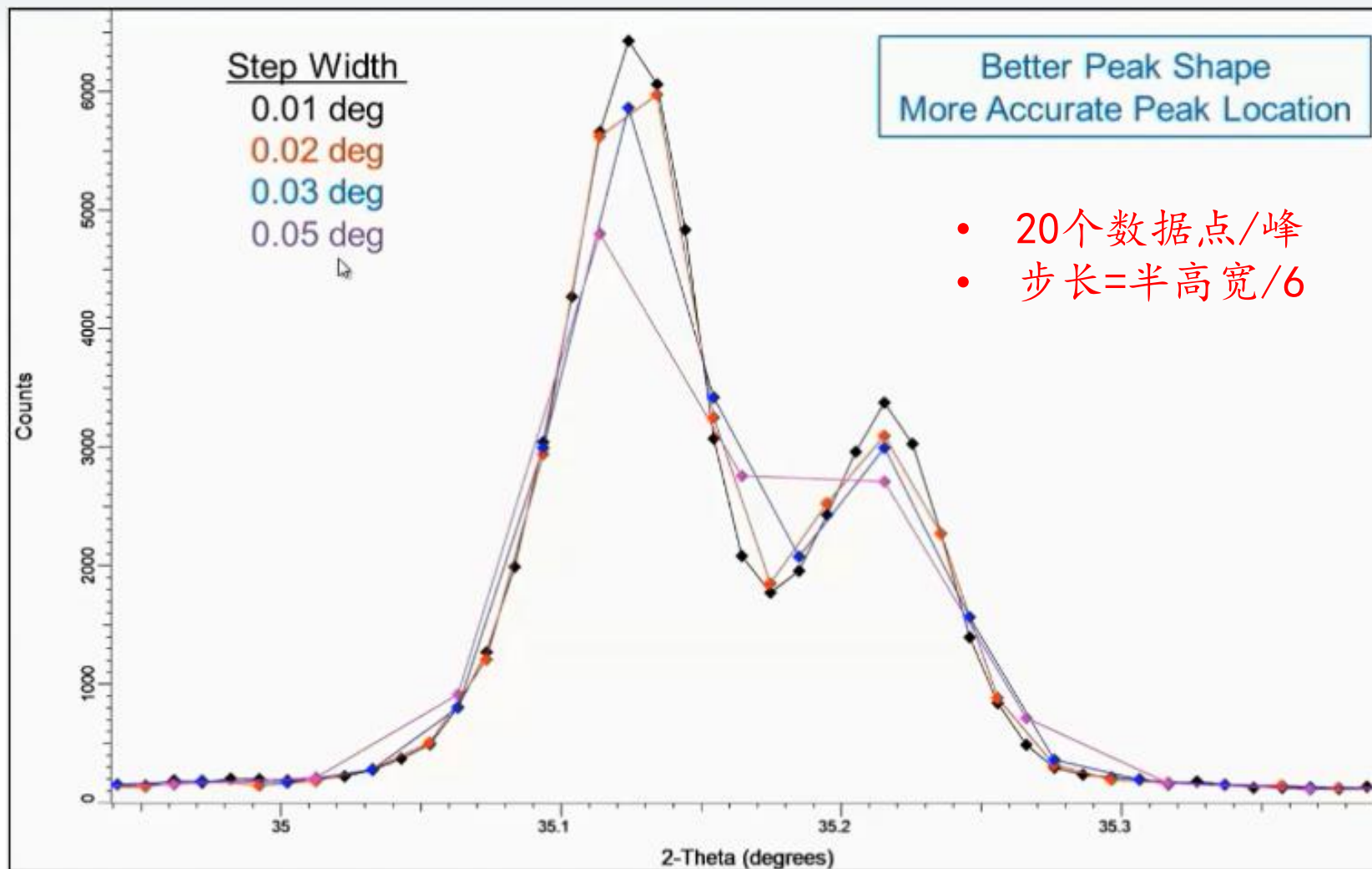
- 最小的半峰宽  $\text{FWHM}/6$
- 尖锐的峰 (结晶性好): 步长 =  $0.01 - 0.015^\circ$
- 中等宽度: 步长 =  $0.02 - 0.04^\circ$
- 很宽的峰 (纳米晶粒): 步长  $\geq 0.06^\circ$

0.008

0.02 - 0.04

0.05

# 数据采集参数 步长与峰形



# 数据采集参数选择

## 每步测量时间



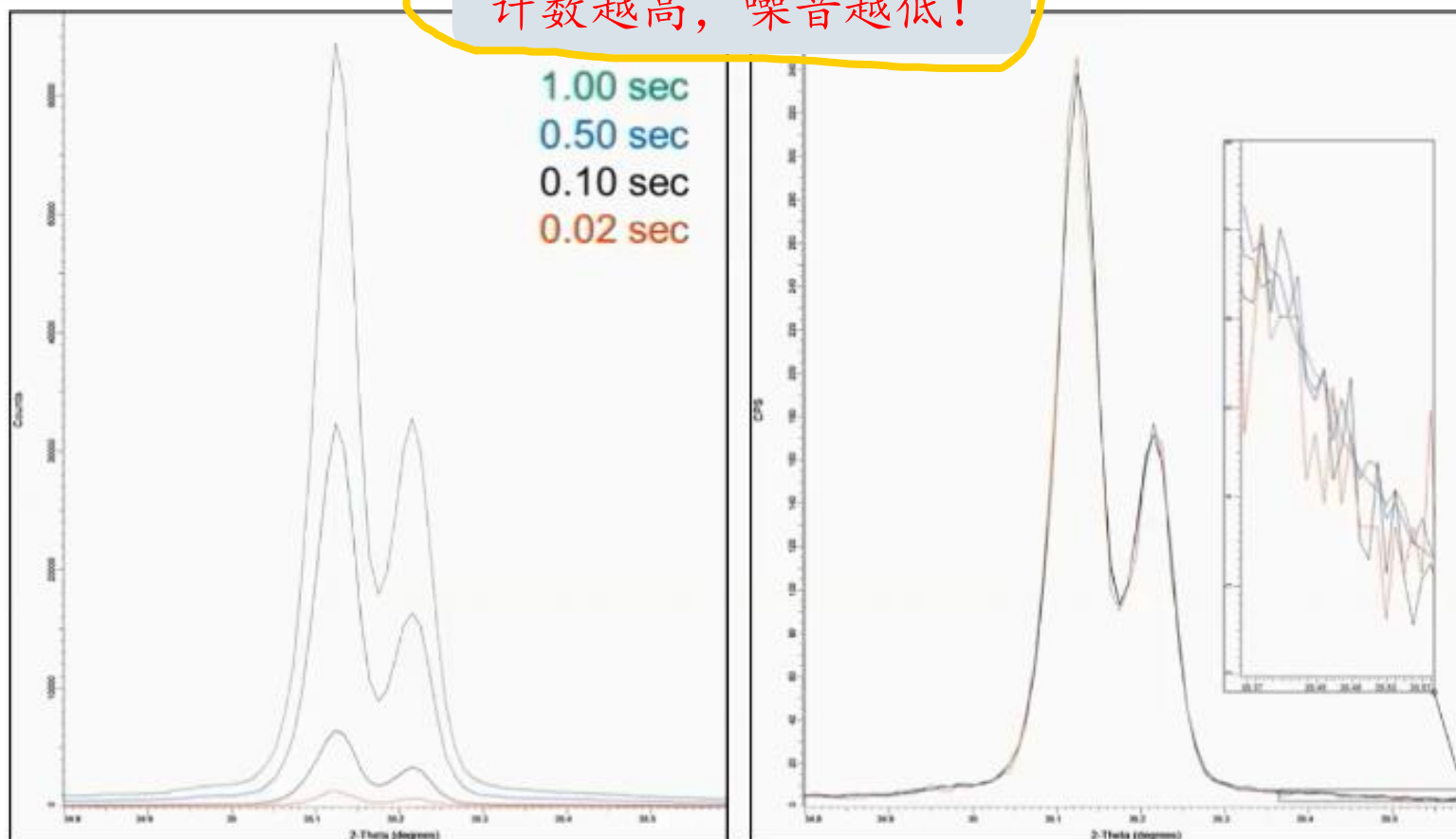
- 测量时间
  - 增加统计性及信噪比
  - 微量相的探测 (LLOD) ?
- 测量时间 (线性探测器) \*:
  - 定性相分析: 5 – 30 min (微量相)
  - 定量相分析: 5 – 120 min , 最高峰10000计数左右)
  - 粉末衍射解结构: 小时计
  - VCT (变时测量)

# 数据采集参数

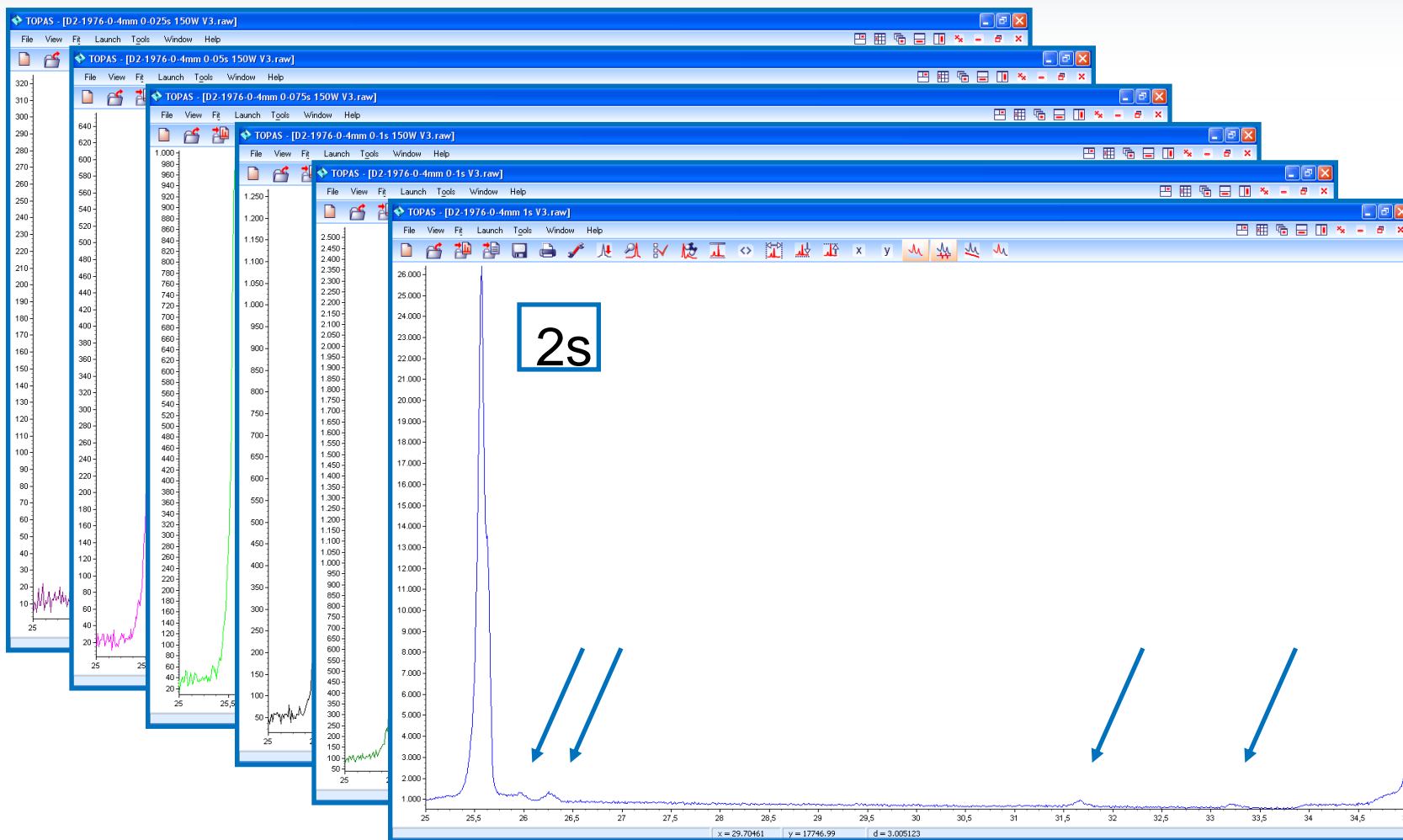
## 计数率（采集时间）与信噪比



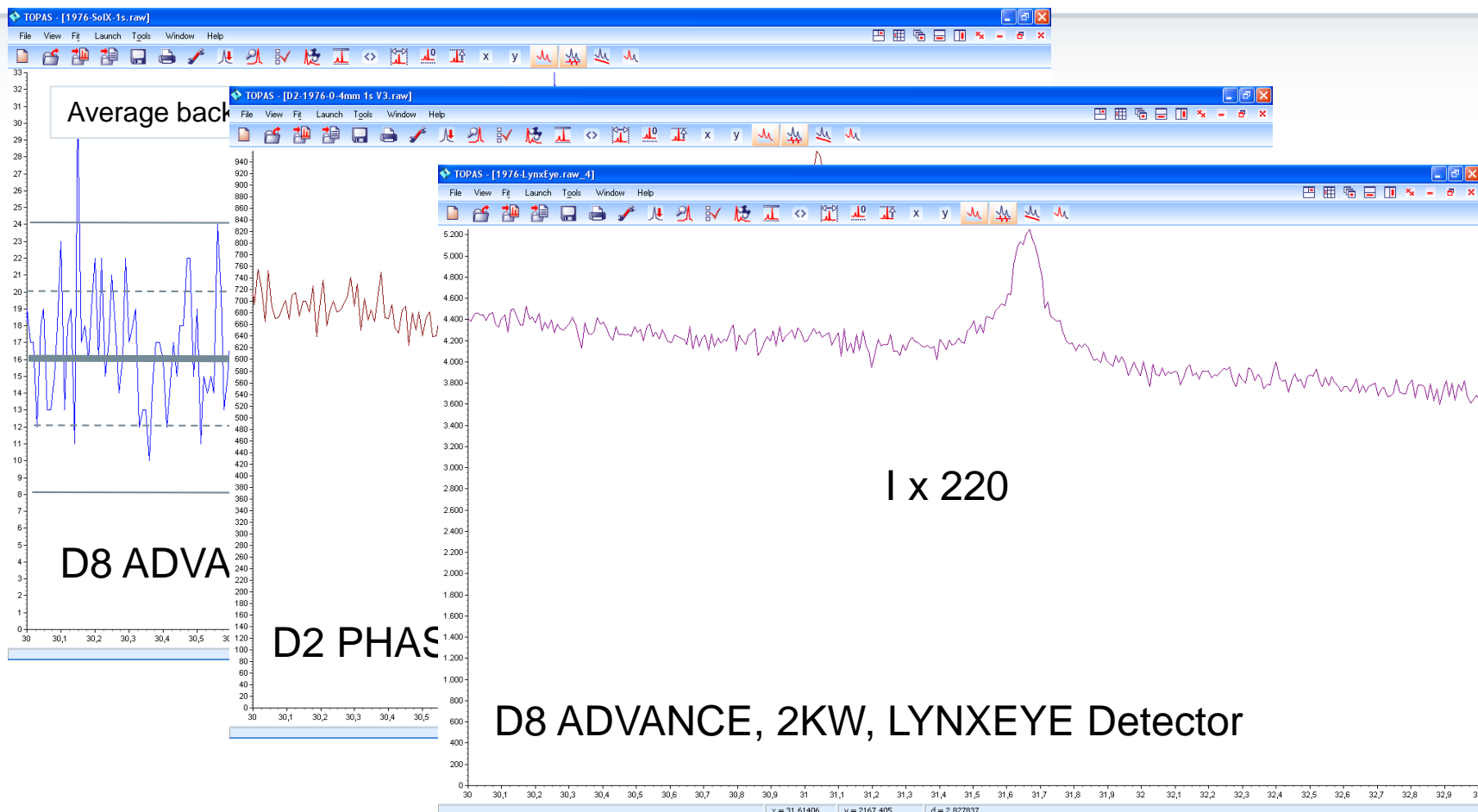
峰背比相同 (CPS)  
计数越高，噪音越低！



# 测量时间影响



# 光源/ 探测器影响



测量时间: 1s/step

# 不同应用对数据的要求



	2 $\theta$	强度	分辨率
定性分析			
定量分析		✓	✓
指标化	✓		✓
结构精修及解析	✓	✓	✓

- 对峰位和峰强的误差有较大容忍度
- 确认足够多衍射峰来进行物相鉴定
- 使用Cu靶，一般 $2\theta=2-90^\circ$ ，大部分PDF卡片的数据都不会超过此范围；
- 角度比强度重要；
- 低角度的线比高角度的线重要；
- 由于样品择优取向某些线的强度会发生变化；
- 测量时间取决于检测内容：主相、少量相还是微量相；
- 软件检索结果为可能的结果列表，最终结果的选择要由使用者来判断；
- 最好的匹配结果，不一定是正确的物相。

# 数据采集

## 晶粒-应变分析（微观应变）



- 尽可能增大测量范围，区别晶粒大小与微观应变对图谱的影响

- 优化XRD配置提高图谱峰形
- BB几何，衍射图谱峰形最好

⇒ 采用基本仪器参数法

- 常规求晶粒方法：谢乐公式

- 单峰（最强峰）
- 多峰求平均

# 数据采集 定量分析

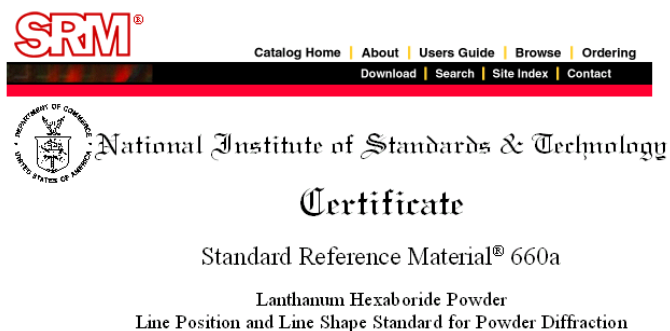


- 高质量的样品及精细样品制备，尽可能减小样品相关效应：
  - 择优取向，颗粒效应，吸收
  - 无机材料：反射或透射模式；透射优选Mo靶
  - 有机材料：透射模式(Mo靶加毛细管样品台)
  - 优化XRD尽可能得到高强度，且相对强度准确
- 高角度数据非常重要：尽可能增大测量范围

# 数据采集 指标化 (Indexing)



- 采集数据范围内，要求有20-40个衍射峰
- 对低吸收样品（比如有机物），使用薄的样品会得到更准确的峰位
- 指标化需要的是准确的峰位，而不是强度
- 采用基本仪器参数法可得到最准确的峰位



Peak positions were determined via the *Fundamental Parameters Approach* as implemented in TOPAS [6]. The refined parameters that were allowed to vary with the individual profiles included peak position, intensity, parameters of a linear background function, and the FWHM of a Lorentzian profile used to describe the extent of

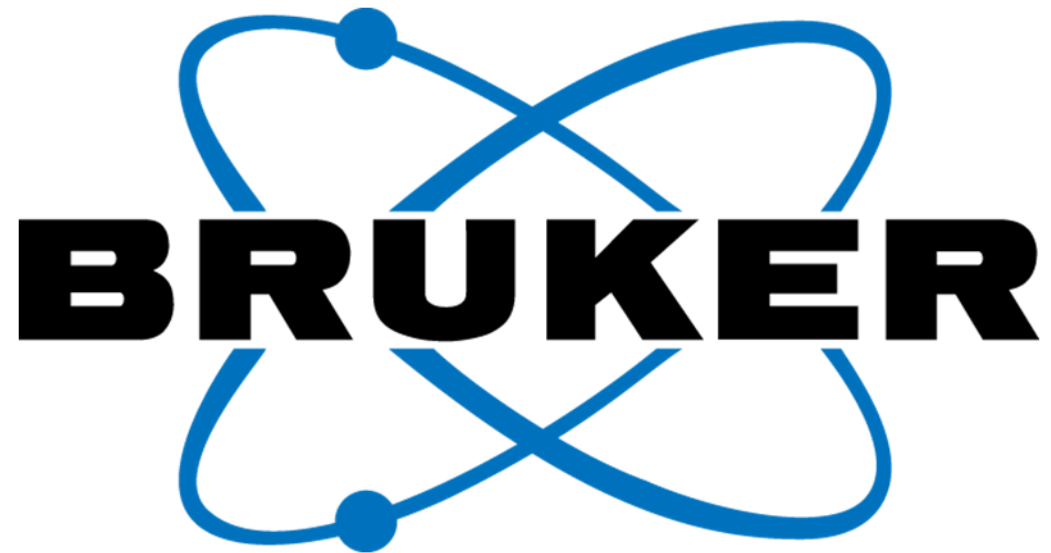
- 优化XRD配置，达到最大分辨率
- 单色 $K\alpha_1$ 入射光为理想选择，衍射峰不会被 $K\alpha_2$ 影响。

# 数据采集

## 结构精修及结构解析



- 高质量的样品及精细样品制备，尽可能减小样品相关效应：
  - 择优取向，颗粒效应，吸收
  - 无机材料：反射或透射模式；透射优选Mo靶
  - 有机材料：透射模式（Mo靶加毛细管样品台）
  - 优化XRD尽可能得到最高强度且相对强度准确
- 高角度数据非常重要： 尽可能增大测量范围



[www.bruker.com](http://www.bruker.com)