

# 用于同步辐射光源的成像板粉末衍射系统\*

陈中军 吴忠华 孙明华 陈兴 蔡泉 杨世顺

(中国科学院高能物理研究所 北京 100049)

**摘要** 报道了我们研制的一套成像板粉末衍射装置,对其误差来源进行了详细的分析讨论,并与衍射仪进行了比较.该装置的半径为 143.3mm,最大测量角度范围为  $160^\circ$ ,最大角度( $2\theta$ )偏差小于  $0.03^\circ$ ,这些性能指标已被实验所验证,完全可应用于粉末衍射全谱的测量.

**关键词** 同步辐射 X 射线粉末衍射 成像板

## 1 引言

X 射线衍射站<sup>[1]</sup>是北京同步辐射装置(BSRF)上的重要实验站之一.X 射线衍射站和小角 X 射线散射站共用 4B9A 束线,分时使用.在 X 射线衍射站上装备有 Huber 公司生产的六圆衍射仪,NaI 闪烁体探测器.可以进行各种衍射实验.对于常规的 X 射线粉末衍射,采用样品( $\theta$ ):探测器( $2\theta$ ) = 1:2 的步进扫描方式采谱.通常一个粉末衍射全谱,其  $2\theta$  角要测到  $120^\circ$  以上.扫描角度范围不低于  $100^\circ$ ,扫描步长  $0.02^\circ$  或更小.因此,每个衍射全谱需要 5000 个左右的实验点.以每个实验点记数 1s 计算,净采谱时间约 1.5h,加上机械转动时间,每条衍射谱需要 4—5h.这对于日益严重短缺的衍射站机时来说,是极为不利的.发展一种高效、快速测量粉末衍射全谱的方法就显得十分必要,并可以大大缓解同步光机时供求的矛盾.在这种情况下,在北京同步辐射装置已有的成像板<sup>[2]</sup>系统的基础上,研制了一套利用成像板技术测量粉末衍射谱的装置,并对这种装置的误差来源和数据预处理进行了探讨.

## 2 实验装置

设计加工的这套弧形成像板粉末衍射装置如图

1 所示.该装置主要由圆弧形机构、调节机构及狭缝组件 3 部分组成.

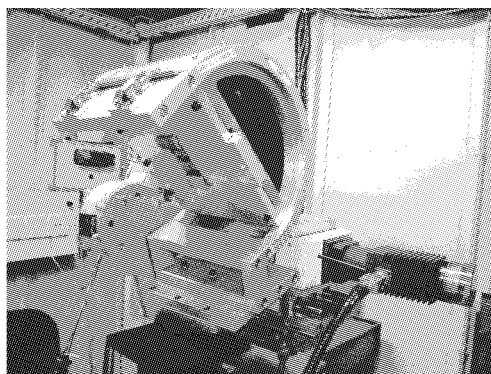


图 1 弧形成像板粉末衍射装置

圆弧形支架是由日本 Rigaku 公司生产的,用来放置成像板.该支架的标定半径为 143.3mm,有效角度范围为  $160^\circ$ ,弧形面的有效长度为 412mm,有效宽度为 214mm,可夹放一张成像板.实验时,将弧形面从顶端打开,把成像板置于弧面上,再合上弧形面,曝光后再取下成像板,整个过程非常方便快捷.

调节机构主要由 3 部电控电机组成,即水平滑台、垂直滑台和旋转台,其行程分别为 150mm, 20mm 和  $360^\circ$ .圆弧形支架通过转接板连接到调节机构上.3 部电机可分别手动或计算机控制,用于调整成像板的水平位置、垂直位置和倾角.

2004-06-29 收稿,2004-10-09 收修改稿

\* 国家自然科学基金(10374087)资助

狭缝组件安装在弧形支架的中央,是该装置的核心部分,由狭缝支架和狭缝装置组成,用来放置样品和准直光路.狭缝装置是一套独立的机构,它由两个单狭缝通过机械装置组装在一起,分为前狭缝和后狭缝,两个单狭缝以插拔的方式来更换.设计上保证后狭缝的狭缝口恰好过圆弧形支架的圆心.狭缝口加工成一定角度的斜切口,以保证足够大的采谱角度范围.

### 3 装置准直

实验时,为了保证实验精度和工作效率,要对该装置进行准直.首先将该装置固定于光路方向的导轨上.将狭缝支架装入圆弧形支架的中心.打开成像板夹板,并置一探测器于狭缝支架后方,通过手动控制,驱动水平和垂直电机使该系统狭缝支架中心通过光路.其次,将前后狭缝插入狭缝支架中,通过计算机控制扫描,交替调节水平、垂直和转动电机使双狭缝的中心严格经过光路中心.然后通过曝光的方法确定成像板的光斑位置,并置一小铅片做成束流阻挡器(Beamstop),以保护成像板不受直通光辐射的损伤,此时该装置已准直好.接下来的实验中,不需要再对该系统作任何的机械驱动.实验采谱时,将样品安放于前后狭缝之间,紧贴后狭缝处,根据实验的不同要求,也可以取出前后狭缝之一.在该装置中装入成像板后就可以开始实验了.

### 4 误差分析

系统误差的存在会使实际测定的衍射线偏离其真正位置,从而造成对衍射角测量的不准确.对半径测量的不准确会引起半径误差,样品点偏离圆心会引起偏心误差,误差的大小取决于机械加工的精度,下面分别对半径误差和偏心误差进行分析.

#### 4.1 半径误差

半径误差主要来源于标定的弧形支架半径与实验时成像板的半径不同造成的,也可以是弧形支架成像板各处不严格成圆弧状造成.设  $R$  为圆弧的半径, $l$  为一段弧长,则对应的角度为

$$2\theta = \frac{l}{R}. \quad (1)$$

假设半径偏差为  $\delta_1$ ,则由半径偏差产生的衍射角偏差为

$$\Delta 2\theta = -\frac{l}{R^2}\delta_1 = -\frac{2\theta}{R}\delta_1. \quad (2)$$

(2)式即为半径误差公式.可见衍射角  $2\theta$  越大,其角度偏差也越大,半径偏差越大,其角度偏差也越大.相对标定半径的偏差有正有负,半径变大衍射角偏差值为负,反之为正.将该装置的标定半径  $143.3\text{mm}$  及有效弧度范围  $160^\circ$  代入(2)式,可得到半径偏差与最大衍射角偏差的关系,如图 2 所示.在实际的机械加工中,将有效半径的精度限制在  $20\mu\text{m}$  以内,则衍射角的最大偏差就限制在  $0.022^\circ$  以内,能够满足实验的要求.

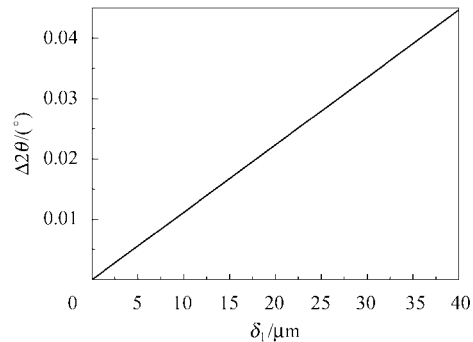


图 2 半径误差与最大衍射角偏差的关系

#### 4.2 垂直于入射 X 射线方向的偏心误差

该偏差主要来源于狭缝组件的加工误差或安装误差,如图 3 所示. $O$  为圆弧的中心点, $\delta_2$  为垂直于入射 X 射线方向的偏心量, $C$  为偏心点, $R$  为圆弧的半径.在  $\triangle OAC$  中,

$$\frac{\sin\theta_1}{\delta_2} = \frac{\sin(2\theta + 90^\circ)}{R}, \quad (3)$$

在  $\triangle OBC$  中,

$$\sin\theta_2 = \frac{\delta_2}{R}, \quad (4)$$

由(3),(4)式可得,

$$2\theta - 2\theta' = \theta_2 - \theta_1 = \arcsin\left(\frac{\delta_2}{R}\right) - \arcsin\left(\frac{\delta_2 \cos 2\theta}{R}\right), \quad (5)$$

(5)式即为垂直于入射 X 射线方向的偏心误差公式.可见衍射角  $2\theta$  越大,其角度偏差越大;垂直偏心越大,其角度偏差也越大.垂直偏心量所产生的衍射角偏差值可正可负,取决于  $\delta_2$  值,当偏心点在圆弧中心点上方时, $\delta_2$  为正值角度偏差为正值,反之为负.图 4 为偏心量分别为  $10\mu\text{m}$ ,  $20\mu\text{m}$ ,  $30\mu\text{m}$ ,  $40\mu\text{m}$  时的衍射角偏差曲线.根据图 4,选择机械加工精度为  $20\mu\text{m}$ ,对应衍射角的最大偏差值在  $2\theta = 160^\circ$  时为  $0.016^\circ$ ,这样能够有效保证衍射角位置的精确性.

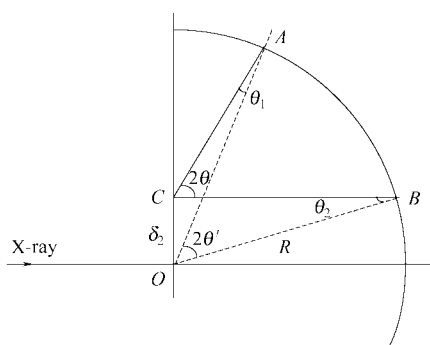


图 3 垂直于入射 X 射线方向的偏心误差示意图

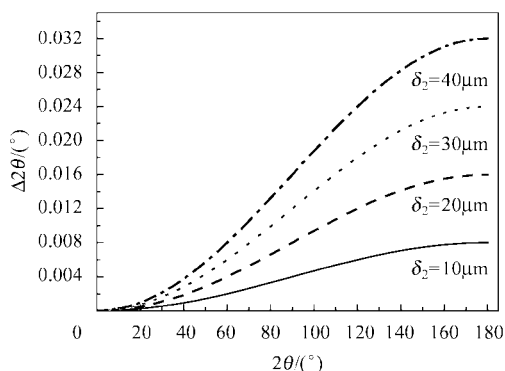


图 4 垂直偏心量与衍射角偏差值的关系

### 4.3 平行于入射 X 射线方向的偏心误差

该误差主要来源于样品偏离中心平面或狭缝组件的安装误差,如图 5 所示.  $O$  为圆弧的中心点,  $\delta_3$  为平行于入射 X 射线方向的偏心量,  $C$  为偏心点,  $R$  为圆弧的半径,根据简单的几何关系,

$$2\theta' - 2\theta = \theta_1, \quad (6)$$

$$\frac{\delta_3}{\sin\theta_1} = \frac{R}{\sin 2\theta}, \quad (7)$$

可得,

$$2\theta - 2\theta' = -\arcsin\left(\frac{\delta_3}{R} \sin 2\theta\right), \quad (8)$$

(8)式即为平行于入射 X 射线方向的偏心误差公式. 可见,当衍射角  $2\theta$  为  $90^\circ$  时,其角度偏差值最大;水平偏心越大,其角度偏差越大. 平行偏心量所产生的衍射角偏差值也可正可负,取决于  $\delta_3$  值. 当偏心点在成像板一侧时,  $\delta_3$  为负值角度偏差为正值,反之亦然. 图 6 为偏心量分别为  $10\mu\text{m}$ ,  $20\mu\text{m}$ ,  $30\mu\text{m}$ ,  $40\mu\text{m}$  时的衍射角偏差曲线. 根据图 6,选择机械加工精度在  $20\mu\text{m}$ , 对应衍射角的最大偏差值在  $2\theta = 90^\circ$  时为  $0.008^\circ$ , 这样能够有效保证衍射角位置的精确性.

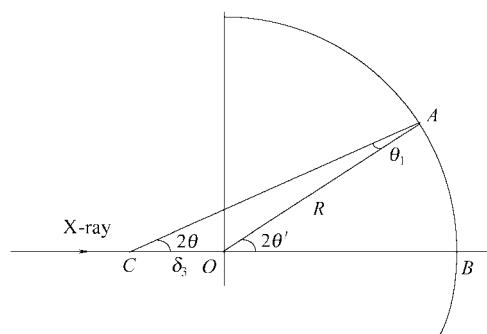


图 5 平行于入射 X 射线方向的偏心误差示意图

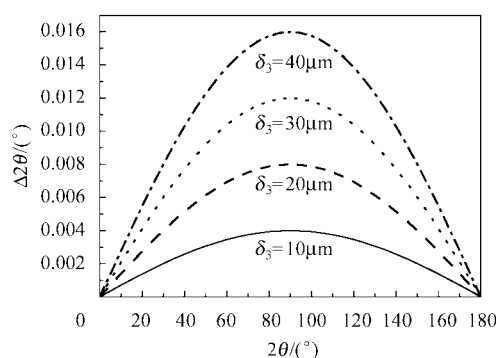


图 6 平行偏心量与衍射角偏差值的关系

最后,该成像板粉末衍射系统总的角度误差可以表示为

$$\Delta 2\theta = \left\{ \left( \frac{2\theta}{R} \delta_1 \right)^2 + \left[ \arcsin\left(\frac{\delta_2}{R}\right) - \arcsin\left(\frac{\delta_2 \cos 2\theta}{R}\right) \right]^2 + \left[ \arcsin\left(\frac{\delta_3}{R} \sin 2\theta\right) \right]^2 \right\}^{1/2}, \quad (9)$$

由(9)式可见,该系统的误差与 3 个偏离量  $\delta_1$ ,  $\delta_2$ ,  $\delta_3$  以及衍射角  $2\theta$  有关. 一般来说,随着衍射角  $2\theta$  的增大,其角度偏差增大. 在各种偏差都为最大值的情况下,该系统的最大角度( $2\theta$ )偏差也小于  $0.027^\circ$ . 成像板本身的点阵分辨率为  $50\mu\text{m}$ ,可分辨的最小角度( $2\theta$ )为  $0.02^\circ$ ,这与该系统的机械加工偏差相当.

## 5 实验验证

实验在北京同步辐射装置 4B9A 束线衍射实验站上进行. 测量参数为: 储存环电子能量为  $2.2\text{GeV}$ , 束流强度值为  $70\text{mA}$ , 选择 X 射线波长为  $0.154\text{nm}$ , 试样为  $\text{TiO}_2$  粉末样品.

图 7 是经弧形成像板系统曝光后得到的原始实验谱线,在低角区有一个明显的散射背底. 图 8 中比较了经背底扣除后得到的实验谱线与用衍射仪经步

进扫描方式得到的实验谱线. 两种采谱方式的  $2\theta$  角步长都为  $0.02^\circ$ , 步进扫描方式的采谱时间为 4.5h, 而成像板方式的采谱时间仅为 10min. 从图 8 中看到, 两种方式得到的实验曲线的峰位、峰形、峰强都具有很好的对应性. 在同等制备样前提下, 还将实验谱线数据同 Sugiyama. K<sup>[3]</sup> 等人的工作(参见 data-33838-ICSD)做了定量对比, 主峰峰位  $2\theta$  偏差值为  $0.002^\circ$ , 峰位的最大偏差值小于  $0.03^\circ$ .

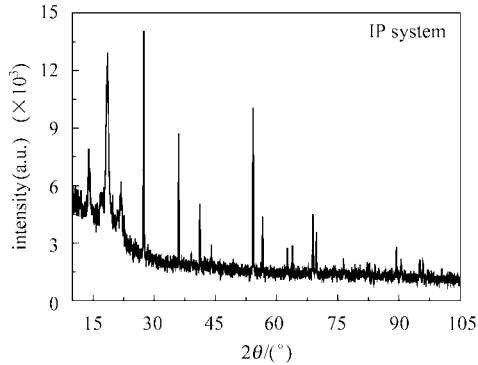


图 7 由成像板曝光后得到的原始实验谱线

以上都说明该成像板装置已经达到了实验的要求, 完全可以替代衍射仪的步进扫描方式进行粉末衍射实验, 在同样的实验情况下, 大大节约了采谱时间.

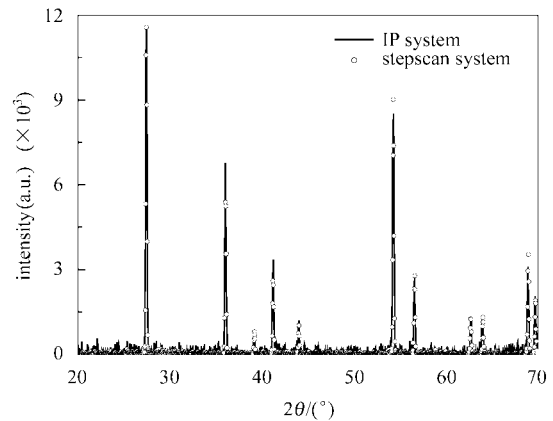


图 8 成像板系统与步进扫描系统的对比谱线

## 6 结论

我们自行设计加工的这套弧形成像板粉末衍射装置, 在进行粉末衍射实验时, 与六圆衍射仪的精度大致相当, 完全可以用于粉末衍射全谱的测量, 大大地提高了实验效率, 节约了机时. 同时, 为进一步开展其他实验提供了更好的机会.

作者感谢日本光子工厂张晓威博士和中国科学院高能物理研究所冼鼎昌院士的大力支持和鼓励.

## 参考文献 (References)

- 1 WANG De-Wu et al. HEP & NP, 1995, **19**:473(in Chinese)  
(王德武等. 高能物理与核物理, 1995, **19**:473)
- 2 Eikenberry E F, Tate M W. IEEE Transaction on Nuclear Science, 1991, **38**: 110
- 3 Sugiyama K, Takeuchi Y. Zeitschrift Fuer Kristallographie, 1991, **194**: 305

## Imaging Plate Powder Diffraction System for Synchrotron Radiation\*

CHEN Zhong-Jun WU Zhong-Hua SUN Ming-Hua CHEN Xing CAI Quan YANG Shi-Shun

(Institute of High Energy Physics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

**Abstract** In this paper, a set of imaging plate powder diffraction equipment for synchrotron radiation is reported. The curved image plate has a radius of 143.3mm with maximum detection angle ( $2\theta$ ) of  $160^\circ$ . The error sources in the measurement with the equipment are discussed in detail. The maximum error of  $2\theta$  is less than  $0.03^\circ$ . The results demonstrate that this equipment satisfies the experimental requirements and can be used in the powder diffraction experiments.

**Key words** synchrotron radiation, X-ray powder diffraction, imaging plate

Received 29 June 2004, Revised 9 October 2004

\* Supported by NSFC(10374087)