

# 一个方便实用的粉末衍射数据处理和结构分析程序\*

董 成

(中国科学院物理研究所 国家超导实验室 北京 100080)

**摘 要** 重点介绍了最近开发的粉末 X 射线衍射数据处理和结构分析软件“PowderX”。PowderX 在 Windows95/98 平台下工作,有使用方便的图形界面和联机帮助,具有数据平滑、扣除背景、扣除  $\alpha_2$ 、寻峰、指标化、晶格参数精修等多种功能,可以输入多种格式的衍射数据,可以方便地进行数据格式转换,非常适合多晶结构分析和精修的需要。程序中包含有独特的衍射仪零点、样品偏心等系统误差校正功能和精确 Cu  $K\alpha_2$  扣除功能。目前国内外已有 200 多个研究组和实验室使用 PowderX 软件。

**关键词** X 射线,粉末衍射,数据处理,计算机程序

## A USEFUL SOFTWARE FOR POWDER X RAY DIFFRACTION DATA PROCESSING

DONG Cheng

(National Laboratory for Superconductivity, Institute of Physics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100080)

**Abstract** A win95-based program (PowderX) has been written for powder X ray data processing and analysis. It can be used for plotting X ray patterns, data smoothing, background subtraction,  $\alpha_2$  elimination, peak search, indexing, cell parameter refinement and zero-angle error correction. PowderX can also be used for data format conversion to prepare the input data for Rietveld refinement and structure determination programs such as DBWS, FULLPROF, GSAS, SIMPRO and EXPO. PowderX now has more than 200 users in the world.

**Key words** X ray, powder diffraction, data analysis, computer program

X 射线粉末衍射是广泛应用于物理、化学、材料科学等领域的常规实验分析手段。近年来,利用粉末衍射进行晶体结构测定的方法发展很快,现已可用粉末法解出不对称单位有几十个原子的结构。近年来作者发现原有的数据处理软件用于结构分析时存在不少问题,比如大多数生产厂家提供的软件都只能用于特定衍射仪采集的数据,通用性很差,且不能进行数据格式转换,从而需要用户自编格式转换程序才能得到结构测定和精修程序所用格式的数据,造成时间浪费。另外,还有些数据处理方法上的难题也没有解决。例如,大多数衍射仪一般都使用铜靶,而铜靶特征射线有两条,  $K\alpha_1$  和  $K\alpha_2$ 。以往的算法扣除  $K\alpha_2$  后在衍射峰高角度一侧出现强度振荡,经常严重影响寻峰计算。此外,在进行结构分析时必须首先对衍射图指标化,从而确定晶系和晶格参数,而指标化需要系统误差很小的数据,一旦衍射数据中有

较大的系统误差,就难以指标化等。因此特别需要在指标化前对系统误差作出合理估计和校正的方法。为了解决这些问题,作者开发出可在 Windows95/98 环境下运行的粉末衍射数据处理和结构分析程序 PowderX<sup>[1]</sup>,基本解决了以上问题。本文简要介绍一下 PowderX 程序的特点和主要功能。

PowderX 通用性很强,可以输入共 13 种格式的衍射数据,包括 Mac Science、理学、西门子、飞利浦等国际著名厂家和北京大学(BD90)生产的 X 射线衍射仪的数据。另外也可以读取双列表格的衍射数据等。PowderX 还具有方便的数据格式转化功能,也使从事粉末法晶体结构测定和精修的同行避免编写数据格式转换程序的麻烦,可以节省宝贵的时间和精力。可以方便地把实验数据存为 10 种不同的格

\* 国家攀登计划和国家“八六三”高技术计划资助项目  
1999 - 12 - 30 收到初稿,2000 - 01 - 25 修回

式,为峰形拟合、结构分析和 Rietveld 结构精修程序使用.如常用的 FullProf, GSAS, Rietan, DBWS 和 EXPO 等程序所用数据格式都能用 PowderX 得到.

程序中包含了独特的衍射仪零点等系统误差校正功能.零点漂移是经常发生和影响最大的系统误差.1973年,S.Popovic 提出一种利用线对法精确测定点阵常数的方法,其基本原理是根据线对之间的角度差值基本上与  $2\theta$  角度的零点误差无关,而其他角度产生的象差也在近邻双线以相同方式偏移,从而线对间的角度差值的误差要小于每条单线的角度误差.以往的线对法主要目的是精修晶格参数,必须事先知道衍射指标,在衍射图未指标化前不能使用.由于仪器磨损和齿轮间隙等机械问题,以及零点调整失误,零点漂移有时出现  $0.1^\circ$  甚至更大的误差.而在衍射图指标化时一般要求  $2\theta$  角度最大误差在  $0.05^\circ$  以内,所以有必要在指标化前就能对零点漂移有所校正.为了这一目的,我们发展了只依赖于晶面间距比值的线对法<sup>[2]</sup>.因为即使在指标化前,在大多数情况下都能比较容易地找到与  $d$  值成一定比例的线对.利用零点漂移的线对法计算公式,不但可以校正已知晶体结构衍射图的零点漂移,而且也能在未知晶体结构时对零点漂移进行校正.可以证明,利用此法得出的零点误差的最大绝对误差与测角读数误差相近.

程序中利用作者开发的精确扣除  $\text{CuK}\alpha_2$  的算法<sup>[3]</sup>,实现  $\text{CuK}\alpha_2$  扣除功能.以往的扣除  $\alpha_2$  方法,绝大多数都假定  $\alpha_2$  和  $\alpha_1$  的线形相同,只有 Ladell 的方法是利用实测的线形,但利用实测线形也有仪器依赖的缺点.对不同的仪器必须重新计算.由于实际上  $\alpha_2$  和  $\alpha_1$  的线形并不完全相同,所以在利用以上方法进行  $\alpha_2$  扣除以后,往往在衍射峰的高角度一侧出现衍射强度振荡,甚至在衍射高峰的高角侧出现虚假峰,影响数据分析结果.更为重要的是, M. Deutsch 等人利用带槽整块(channeled monochromator)双晶衍射仪测出  $\text{CuK}\alpha_2$  和  $\text{K}\alpha_1$  都分别具有双线结构.另外还有一条弥散的相对强度为 1.6% 的卫星线.所以可以说  $\text{CuK}\alpha$  一共由 5 条衍射线组成.虽然理论上每条单线也不对称,但已经证明,用 Lorentz 峰形可以相当好地描述每一单线.我们就根据以上结果发展出扣除  $\alpha_2$  双线的新算法.这一方法适用于  $\text{Cu}$  靶的  $\text{K}\alpha_2$  扣除.特点是根据以上精确的本征  $\text{CuK}\alpha_2$  线形,所以不依赖于仪器,对大多数使用  $\text{Cu}$  靶的实验数据进行处理的结果均优于 Rachinger 方法和 Ladell

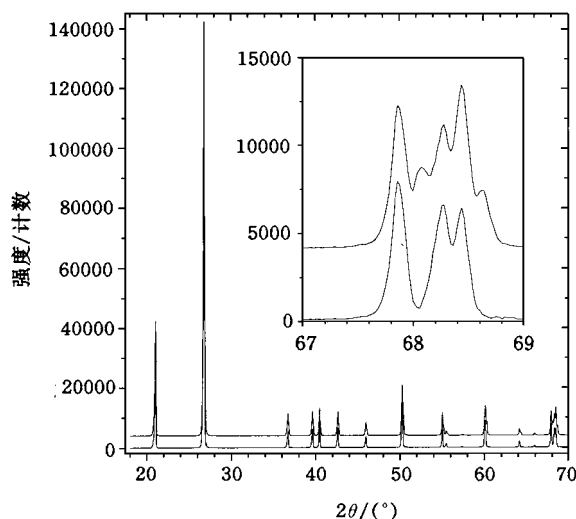


图1  $\text{SiO}_2$  的粉末衍射图的  $\alpha_2$  扣除结果  
(图中上下两条曲线分别为扣除  $\alpha_2$  前后的衍射图;右上方的插图为  $67^\circ - 69^\circ$  范围内局部放大的结果)

方法.图1示出对  $\text{SiO}_2$  的粉末衍射图的  $\alpha_2$  扣除结果.另外, PowderX 还具有如下主要功能和特点:

(1) Windows95 平台下工作,有使用方便的图形界面和联机帮助.对常规数据处理的工作,只要运用鼠标点击即可完成.

(2) 具有数据平滑、扣除背景、扣除  $\alpha_2$ 、寻峰、指标化等多种功能.且数据平滑、扣除  $\alpha_2$ 、寻峰都有 4 种以上不同方式,能适应不同数据处理的需要.

(3) 可以自动生成 TREOR90 指标化文件并进行指标化;程序中还集成模拟计算衍射图的功能,并可进行晶格参数精修.

(4) 可以方便地实行衍射图的局部放大显示,并在图形放大窗口中进行手动寻峰和手动扣除背景.

(5) 可以保存衍射图为图像文件和打印高质量的衍射图形.

本程序可供在物理、化学、地质和材料研究等各领域从事 X 射线粉末衍射晶体结构分析的专业研究人员、技术人员、大学生和研究生使用.这一程序现在已经在国际网 CCPL4 站点 (<http://www.ccpl4.ac.uk>) 上介绍,并免费提供学术机构使用,受到广泛好评.目前国内外已有 200 多个用户.对本程序感兴趣的同志可以和作者直接联系.

## 参 考 文 献

- [ 1 ] Dong C, Wu F, Chen H. J. Appl. Cryst., 1999, 32: 838
- [ 2 ] Dong C. J. Appl. Cryst., 1999, 32: 850
- [ 3 ] Dong C, Chen H, Wu F. J. Appl. Cryst., 1999, 32: 168