

Rapport Résolution du PLANET



Introduction

Le **PLANET** est le diffractomètre de rayons X portable haute résolution de xploreX. Par «haute résolution», nous entendons que la résolution pouvant être atteinte avec le **PLANET** est comparable à un système de laboratoire standard et est donc de loin la meilleure résolution obtenue jusqu'à présent avec un système portable.

Dans cette note, nous démontrons la résolution possible atteignable avec le **PLANET** sur une mesure de LaB₆ (Hexa-borure de lanthane) disponible commercialement.

Expérimentation

Environ 1 g de la poudre telle que reçue a été pressée dans le porte-échantillon (à chargement frontal). L'échantillon préparé a été monté dans le diffractomètre et mesuré. Étant donné que le **PLANET** utilise une géométrie de réflexion, la préparation des échantillons n'est pas critique, même pour les absorbeurs lourds tels que LaB₆. Les paramètres de mesure sont résumés dans le tableau 1.

Paramètre	Valeur
Plage	
Angle début ($^{\circ}2\theta$)	19.3
Angle fin ($^{\circ}2\theta$)	101.3
Taille de pas	Variable; Le PLANET utilise des tailles de pas prédéfinies
Angle d'incidence ($^{\circ}$)	14.47
Temps d'Intégration	120s/point de donnée (La mesure comprend 17fois 640points)
Temps total de Mesure	32 minutes
Réglages Diffractomètre	
Haute Tension	30 kV
Courant émission	0.65 mA
Anode du Tube X	Cu
Taille focale	40 μ m diamètre
Angle ($^{\circ}$)	8
Divergence faisceau ($^{\circ}$)	1.25
Dimensions Echantillon	7mm diamètre; 2mm épaisseur
Fréquence de Rotation	0.5 Hz
Optique	Seemann – Bohlin
Rayon Cercle focale	160mm
Détecteur	Détecteur linéaire solide Dectris' Mythen 1D
Logiciel d'Identification	Match! de Crystal Impact
Base de Données	Crystallographic Open Database

Table 1 Paramètres de mesure pour l'échantillon LaB₆

Les réglages du diffractomètre sont constants pour le **PLANET**. L'opérateur peut choisir la plage de mesure et le temps d'intégration pour des résultats optimaux et une utilisation aisée.

Résultats

La figure 1 montre le diagramme de diffraction complet que nous avons enregistré à partir du spécimen LaB₆ reçu.

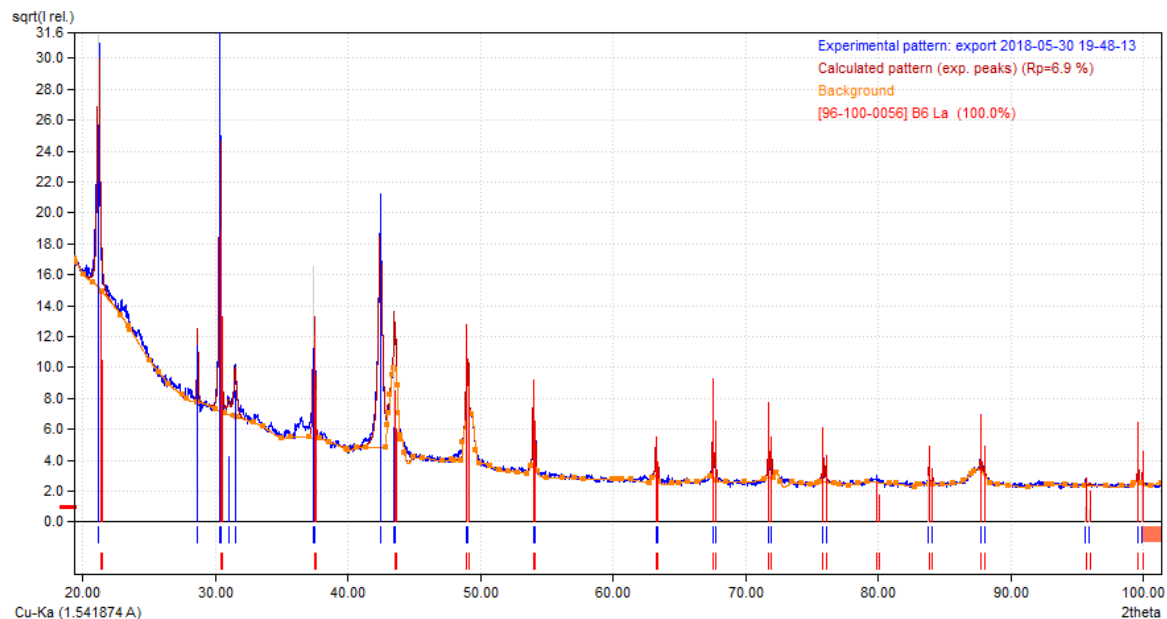


Figure 1 Diagramme de Diffraction du LaB₆ disponible commercialement

Pour évaluer la résolution atteignable du PLANET, nous avons soigneusement ajusté le profil à chaque réflexion observée de LaB₆ et nous avons rapporté la FWHM (Full Width at Half Maximum / Largeur à Mi-Hauteur). Les résultats de cet exercice sont présentés dans le tableau 2.

Table 2 Pleine largeur à mi-hauteur pour les réflexions LaB₆

Angle de diffusion ($^{\circ}2\theta$)	FWHM ($^{\circ}2\theta$)
21.357	0.198
30.384	0.109
37.441	0.092
43.506	0.084
48.956	0.070
53.987	0.079
63.217	0.083
67.546	0.084
71.744	0.091
75.842	0.089
83.843	0.102
87.789	0.087
99.639	0.083

Comme on peut le constater, la FWHM est inférieure à $0,11^{\circ}$ pour toutes les réflexions sauf la première ($0,20^{\circ}$), où le trajet du faisceau est nettement plus court. La longueur de trajet du faisceau et les dimensions du foyer déterminent les résolutions possible pour toute réflexion.

Cela confirme que la résolution réalisable pour toutes les réflexions est la meilleure de sa catégorie, de tous les XRD portables existant sur le marché.

Comparaison avec un système de laboratoire :

Etant donné que nous avons utilisé du LaB6 commercial, nous avons dû valider que ce matériau convient aux mesures de résolution. À cette fin, nous avons mesuré à la fois notre échantillon commercial et un matériau standard (NIST 660a) sur un système de laboratoire. Ces mesures sont données par les courbes rouge (commerciale) et noire (standard) de la figure 2.

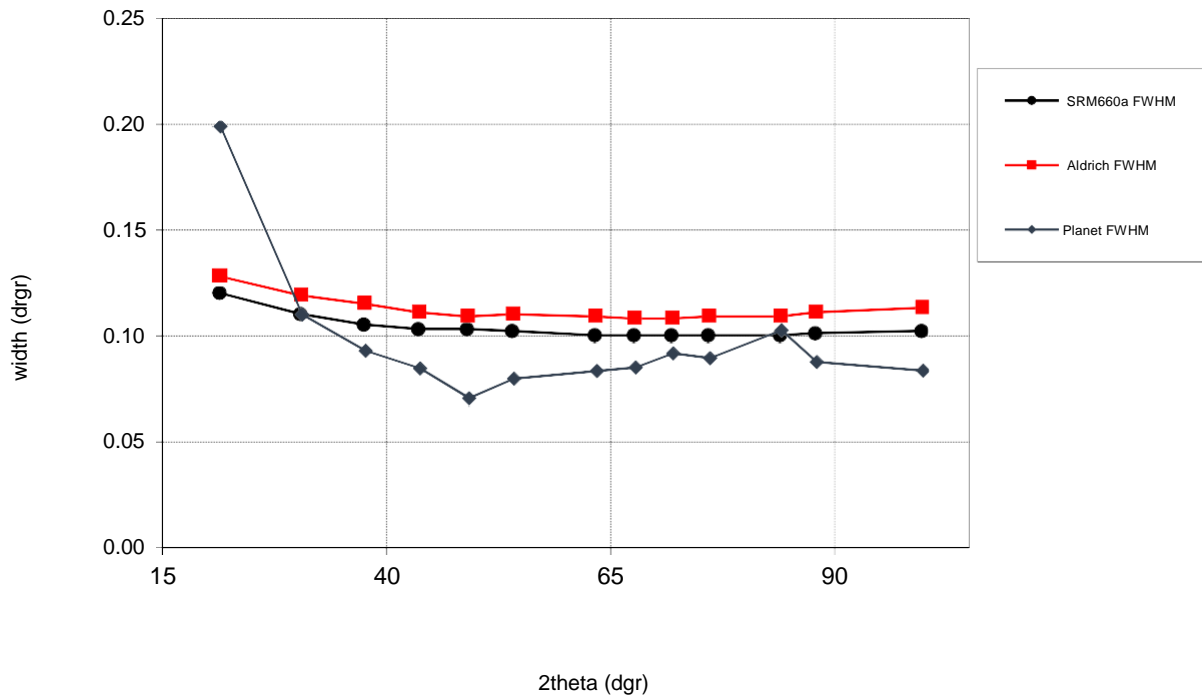


Figure 2 Mesures FWHM avec un XRD de laboratoire et le PLANET

Dans le même graphique, nous avons tracé les valeurs de FWHM que nous avons mesurées sur le PLANET (courbe bleue). Nous avons déterminé le FWHM en ajustant le profil dans «Match!» de Crystal Impact. Veuillez noter que, bien que nous ayons mesuré l'échantillon commercial avec le PLANET, les valeurs de FWHM de toutes les réflexions sauf les premières sont inférieures à celles mesurées sur l'échantillon standard avec un diffractomètre de laboratoire normal ! De plus, nous voyons la meilleure résolution entre 40 et 65 ° 2, là où cela compte le plus, car la densité de pic est généralement la plus élevée dans cette plage.

Conclusion

La résolution atteignable du PLANET se compare bien à la résolution atteignable d'un instrument standard de laboratoire. La résolution possible du PLANET est la meilleure de sa catégorie parmi les diffractomètres portables à rayons X actuellement disponibles.