

DAUGAVPILS UNIVERSITĀTE  
DABASZINĀTŅU UN MATEMĀTIKAS FAKULTĀTE  
FIZIKAS KATEDRA

**Edmunds Tamanis**

**Darbs ar rentgendifraktometru  
DRON-3M.**

Metodiskais materiāls studentiem

2003

# Saturs

<b>Pirms uzsākt darbu</b>	<b>3</b>
<b>1. Rentgendifraktometrs DRON-3M</b>	<b>4</b>
1.1. Rentgenstruktūranalīzes metodika . . . . .	4
1.2. Darbs ar DRON-3M . . . . .	6
<b>2. Difraktometrisko datu apstrādes programma</b>	<b>8</b>
2.1. Difraktometrisko datu apstrādes teorija . . . . .	8
2.2. Darbs ar programmu Xray . . . . .	12
<b>Nobeigums</b>	<b>16</b>
<b>Literatūras saraksts</b>	<b>17</b>

# Pirms uzsākt darbu

Mūsu laboratorijā rentgenstruktūranalīzes veikšanai tiek izmantots rentgen-difraktometrs DRON - 3M. Lai varētu sākt strādāt ar šo iekārtu, jāievēro virkne noteikumu.

Pirmkārt, Jums ir jābūt interesei par rentgendifrakciju un vismaz kaut kādām zināšanām par šo zinātnes jomu.

Otrkārt, Jums ir jāatrod cilvēks, kurš varētu Jūs iesvētīt šajās slepenajās mākslās.

Treškārt, vienīgais punktā "otrkārt" minētais cilvēks DU ir šī darba autors.

Ceturtkārt, saskaņā ar MK noteikumiem Nr. 149 "Par aizsardzību pret jonizējošo starojumu", Jums:

- ir jāapmeklē radiācijas drošības kursi, protams, iegūstot atbilstošu sertifikātu, jo, patiesībā ir vajadzīgs tikai šis papīrs;
- jāapdrošina sevi pret iespējamiem nejaušiem vai jaušiem apstarojumiem;
- jāiziet medicīniskā apskate, kura konstatēs, vai Jūs esat pieskaitāms vai arī tikai pieskatāms;
- jāsaņem personīgais dozimetrs RDC;
- jāatrod, kas par to visu samaksās.

Piektkārt, pēc tā visa parādaties darbu vadītājam, kurš pārlicināsies, vai Jūs joprojām esat pieskaitāms.

Sestkārt, jānoklausās darbu vadītāja instrukcija par darba drošību un jāapliecina tas ar parakstu.

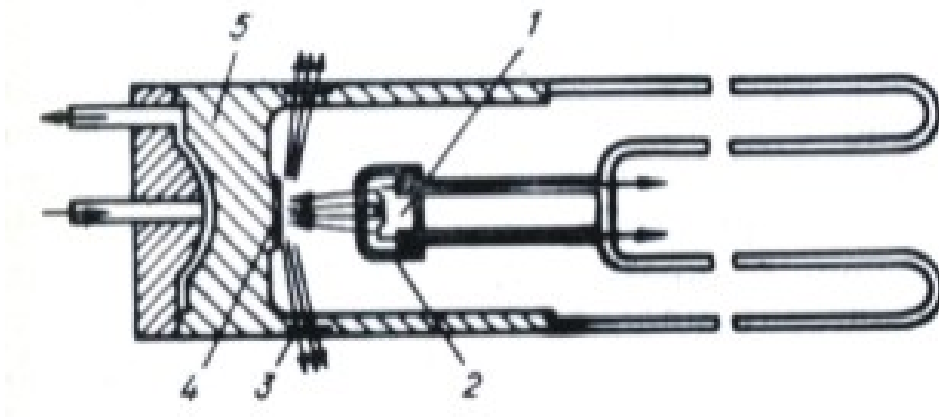
Nu un protams, vēl jāizlasa tā literatūra, ko ir iedevis darbu vadītājs, ir jāiemācās strādāt ar iekārtu, kas nemaz nav tik vienkārši, jāiemācās sagatavot paraugi u.t.t. un t.j.pr.

Vai Jūs vēl joprojām gribat strādāt zinātnē?

# 1. Rentgendifraktometrs DRON-3M

## 1.1. Rentgenstruktūranalīzes metodika

Rentgendifraktometra DRON - 3M pamatsastāvdaļa ir rentgenlampa 2BSV28Cu - aizlodēta elektronlampa (1.1.1. zīm.).



1.1.1. zīmējums.

Rentgenlampas 2BSV28Cu uzbūve.

- 1 - katods, 2 - fokusējoša uzdeva, 3 - rentgenstarojuma izlaidšanas logi,  
4 - anods, 5 - aizsargcilindrs.

Tā sastāv no stikla balona, kurā ievietoti divi elektrodi: katods - volframa spirāle un anods - masīva vara caurule. Stikla balonā ir augsts vakuums, kas nodrošina brīvu elektronu kustību no anoda uz katodu, katoda siltuma un ķīmisko izolāciju, kā arī neļauj notikt izlādei starp elektrodiem. Katoda izstarotie elektroni paātrinās lampas polu elektriskajā laukā, ietriecas anodā, kur tiek strauji bremsēti, kā rezultātā apmēram 1% to kinētiskās enerģijas tiek pārvērsts rentgenstaros. Izstarotais starojums iedalās “mīkstajā” starojumā ar nepārtrauktu spektru un “cietajā” jeb raksturīgajā starojumā ar dažām spektra līnijām. Mīksta starojums labi absorbējas stiklā, tāpēc rentgenstaru izlaidšanai tiek izmantoti vieglo metālu (berilijs, litijs, bors) sakausējumu vai metāliska berilija logi. Cietā starojuma katrai līnijai atbilst noteikts viļņa garums, kas atkarīgs no anoda materiāla. Šīs līnijas sadalās grupās, kuras sauc par sērijām un apzīmē:  $K, L, M$  u.t.t. Vislielākā intensitāte ir  $K$  sērijai, tā satur tikai trīs līnijas ar ievērojamu intensitāti un mazu viļņa garumu. No tām divas visspēcīgākās veido dupletu  $K_{\alpha_1}$  un  $K_{\alpha_2}$ , kas ir salīdzināmi pēc intensitātes:  $K_{\alpha_1} \approx 2K_{\alpha_2}$ . Bieži difrakcijas ainā

dupletu nevar izšķirt, tad par viļņa garumu pieņem:

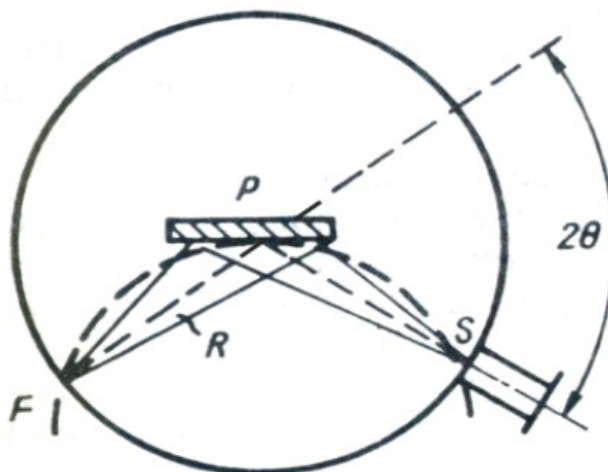
$$\frac{2\lambda_{K_{\alpha_1}} + \lambda_{K_{\alpha_2}}}{3}, \quad (1)$$

kur  $\lambda_{K_{\alpha_1}}$  - līnijas  $K_{\alpha_1}$  viļņa garums,  $\lambda_{K_{\alpha_2}}$  - līnijas  $K_{\alpha_2}$  viļņa garums.

Trešā līnija šajā sērijā tiek saukta par  $K_{\beta}$ , tās viļņa garums ir mazāks par 10%, bet intensitāte ir 1/7 no  $K_{\alpha_1}$  intensitātes.

Par rentgenlampas barošanas avotu izmanto barošanas ierīci, kas vienlaicīgi ir arī difraktometra operatīvais galds. Uz šī galda ir novietots mehānisms, kas saista rentgenlampu ar goniometru un aizsargapvalku. Lampas spraugas tuvumā ir iebūvēts rentgenstarojuma izejas aizbīdnis. Lampai tiek pievadīts spriegums 30 kV un strāva 25 mA.

Lai iegūtu difrakcijas ainu jeb difraktogrammu - difragētā stara intensitātes maksimumu atkarību no difrakcijas leņķa, mūsu iekārtā tiek izmantota kvazifokusējošā Brega - Brentano (1.1.2. zīm.) shēma.



1.1.2. zīmējums.

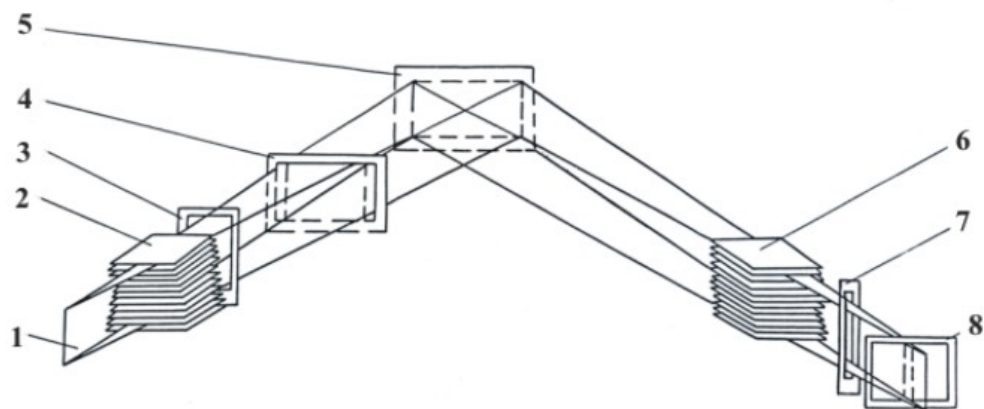
Kvazifokusējošā Brega - Brentano shēma.

$F$  - rentgenlampas fokuss,  $P$  - paraugs,  $S$  - detektora sprauga,  $R$  - goniometra rādiuss.

Tā pamatojas uz ievilkto leņķu, kuri balstās uz vienu un to pašu loku, vienādību: rentgenlampas fokusam  $F$ , reģistrējošā detektora spraugai  $S$  un plakanam paraugam  $P$  jāatrodas uz vienas riņķa līnijas. Pagriežot paraugu par leņķi  $\Theta$ , ir nepieciešama detektora spraugas pārvietošanās pa goniometra riņķa līniju par leņķi  $2\Theta$ , tas nozīmē, ka parauga leņķiskās kustības ātrumam ir jābūt divas reizes mazākam nekā detektoram.

Šajā fokusēšanas shēmā fokusēšana notiek tikai vienā - horizontālā plaknē.

Vertikālā plaknē (perpendikulārai 1.1.2. zīmējuma shēmai) fokusēšanās nenotiek, tāpēc kūļa izkliede šajā virzienā ir jāierobežo, lai samazinātu tā ietekmi uz difrakcijas maksimuma profilu un atrašanās vietu. Ierobežošanu var veikt ar Sollera spraugām (paralēli novietotu plāksniņu sistēma) un ar horizontālu spraugu palīdzību, kuras ierobežo kūlīša augstumu (1.1.3. zīm.).



**1.1.3. zīmējums.**

Difraktometra DRON - 3M rentgenoptiskā shēma.

1 - rentgenlampas fokuss; 3,7 - horizontāli ierobežojošas spraugas; 2,6 - Sollera spraugas; 4,8 - vertikāli ierobežojošas spraugas; 5 - paraugs.

Difragētais starojums iziet caur sekundāro Sollera spraugu sistēmu un analītisko spraugu un nokļūst detektorā.






Kā detektors tiek izmantots scintilāciju skaitītājs, signāls no kura nonāk blokā KUD-1, kur tiek pastiprināts, tiek veikta amplitūdu selekcija dažādu blakusparādību novēršanai un tālāk tiek izmantots kā informācijas signāls impulsu skaitīšanas ātruma noteikšanai. Signāls tālāk tiek novadīts uz datoru, kur informācija tiek saglabāta failos un veikta turpmāka datu apstrāde.

## 1.2. Darbs ar DRON-3M

Tad, kad ir veikti visi priekšdarbi, var uzsākt darbu ar iekārtu. Dariet to tikai darbu vadītāja uzraudzībā, izņemot gadījumu, kad esat pilnībā iekarojis viņa uzticību, un viņš ir viszēlīgi atļāvis strādāt Jums vienam.


Ar ko sākt? Ieslēdziet iekārtu. Tas skan stipri vienkāršāk, nekā ir izdarāms. Stingri sekojiet šai ieslēgšanas instrukcijai:

1. ieslēdziet КУД un pārliecinieties, vai darbojas drošības aizvars - poga “БКЛ ЗАСЛОНКИ”

2. pārlicinieties, vai poga “Ручное управление” –  nav iespiesta;
3. atgrieziet ūdens padeves krānu. Ja ūdens nav, nekādā gadījumā neslēdziet iekārtu (kaut arī viņa (tieši viņa, jo viņa tā arī uzvedas - kā dzīva) tā vai tā nedarbosies);
4. nospiediet pogu  $\sim I$ ;
5. nospiediet pogu **1** – nekādā gadījumā nespiediet pogu **2!**;
6. pārbaudiet, vai **kV** un **mA** logos ir vērtības 10;
7. nospiediet pogu  $\zeta$ ;
8. nogaidiet, kamēr iestādas spriegums un strāva;
9. nospiediet pogu ;
10. nospiediet pogu **kV/mA** - ierīce uzturēs doto spriegumu un strāvu, kamēr spaidīsiet citas pogas;
11. logos **kV** un **mA** iestādiat ieslēgšanās laiku minūtēs – 3;
12. nospiediet pogu **min**;
13. logos **kV** un **mA** iestādiat sprieguma un strāvas vērtības – parasti 30 kV un 25 mA;
14. nospiediet pogu  ;
15. gaidiet, kamēr iestādās spriegums un strāva, un tikai tad, kad ir nodzisis sarkanais indikators, atspiediet pogu .

Tagad rentgenlampai ir pievadīts spriegums un strāva, bet lai uzsāktu mērījumus, lampai ir jāiesilst vismaz 1 stundu.

Ierīces izslēgšana ir nedaudz vienkāršāka:

1. pārlicinieties, vai poga “Ручное управление” –  nav iespiesta;
2. logos **kV** un **mA** pakāpeniski samaziniet sprieguma un strāvas vērtības līdz 10 kV un 10 mA;
3. nospiediet pogu  $\zeta O$ ;
4. aizgrieziet ūdens padeves krānu – atskan brīdinājuma signāls;

5. izslēdziet ierīci.

Ņemiet vērā, ka izlasot augstākminēto, gudrāks Jūs neesat kļuvis ne par matu. Tas viss ir jāizmēģina praksē neskaitāmas reizes, un šis raksts kalpos Jums kā instrukcija, kurā vienmēr jāieskatās.

Nu, tālāk ir jāapgūst prasme rīkoties ar goniometru, ievietot paraugu, veikt mērījumus un iekārtas justēšanu (aukstākā pilotāža!), u.t.t. Aprakstīt visas šīs darbības es neriskēšu, jo tas prasītu lielāko daļu no man atlikušās dzīves. Bet daži ir to izdarījuši (skat. DRON - 3M ražotāja ierīces aprakstu un lietošanas instrukciju). Bez tam Jums būs jāapgūst šīs iekārtas “sajūgšana” ar datoru, datu saglabāšana noteiktā formā un to apstrāde ar programmu Xray (autors - E. Tamanis). Kaut ko no tā visa var izlasīt šajā darbā, kaut ko var izlasīt nekur. Kā jau pierasts – lasīšana nepalīdzēs, šīs lietas jāapgūst praksē darbu vadītāja visstingrākajā uzraudzībā <sup>1</sup>.

## 2. Difraktometrisko datu apstrādes programma

### 2.1. Difraktometrisko datu apstrādes teorija

Difraktometrisko datu apstrādei tika izveidota programma “Xray”, ar kuras palīdzību var tikt veikta iegūto difrakcijas smaīļu apstrāde: dupleta sadalīšana, starpplakņu attāluma noteikšana, integrālā platuma noteikšana, polikristālisko bloku izmēru un mikrodeformāciju noteikšana.

Iegūstot difrakcijas ainu, rodas problēma par dupleta  $K_{\alpha_1}$  un  $K_{\alpha_2}$  līniju pārkļāšanos, kas apgrūtina precīzu difrakcijas maksimuma leņķa noteikšanu. Viena no šo līniju atdalīšanas metodēm ir Rečingera [1] metode, kas balstās uz sekojošiem pieņēmumiem:

1. eksperimentālās līknes intensitātes sadalījums ir līkņu  $I_{\alpha_1}$  un  $I_{\alpha_2}$  summēšanās (2.1.1. zīm.);
2. divu dupleta komponentu intensitātes attiecas kā 2/1 un savstarpēji nobīdītas par leņķi  $\delta(2\Theta)$ , kuru var atrast:

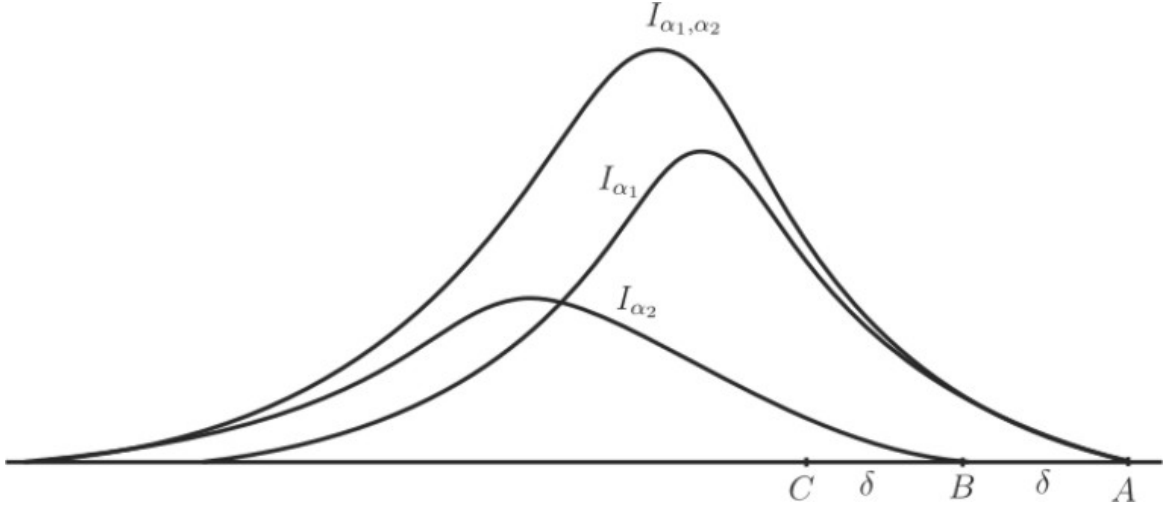
---

<sup>1</sup>Visticamāk, ka viņš Jums neļaus darīt neko, bet darīs visu pats, jo tā ir vienkāršāk.



$$\delta(2\Theta) = 2(\lambda_{\alpha_2} - \lambda_{\alpha_1}) \frac{\tan \Theta_{max}}{\lambda_{\alpha_1}}, \quad (2)$$

kur  $\lambda_{\alpha_1}$  - līnijas  $K_{\alpha_1}$  viļņa garums,  $\lambda_{\alpha_2}$  - līnijas  $K_{\alpha_2}$  viļņa garums,  $\Theta_{max}$  - leņķis, kurš atbilst eksperimentālās līknes difrakcijas maksimumam.



### 2.1.1. zīmējums.

Difrakcijas līniju sadalīšana.

Interferences līnija  $I_{\alpha_2}$  ir precīzs līnijas  $I_{\alpha_1}$  atveidojums, tikai ar divreiz samazinātām ordinātām un tā ir nobīdīta attiecībā pret līniju  $I_{\alpha_1}$  par leņķi  $\delta(2\Theta)$ . Ja  $(2\Theta)$  ir funkcija, kas nosaka intensitātes sadalījumu līknē, tad funkcijai, kura noteiks intensitātes sadalījumu pārklātās līknēs  $I_{\alpha_1}$  un  $I_{\alpha_2}$ , ir sekojošs izskats:

$$I(2\Theta) = i(2\Theta) + \frac{1}{2}i(2\Theta - \delta). \quad (3)$$

Dupleta dalīšanu sāk no abscisas  $2\Theta_1$  (2.1.1. zīm.), kura atrodas interferences līknes krustošanās punktā ar fona līniju A. Šajā punktā var pieņemt, ka  $I(2\Theta - \delta) = 0$ , līdz ar to  $I(2\Theta) = i(2\Theta_1)$ . Šis pieņēmums ir spēkā, līdz sasniedzam leņķi  $2\Theta_1 + \sigma$ . Eksperimentālo līkni šajā apgabalā nosaka tikai līnijas  $I_{\alpha_1}$  intensitātes sadalījums. Pamatojoties uz to, var konstruēt līkni  $\frac{1}{2}i(2\Theta - \delta)$ . Sadalīsim abscisu zem eksperimentālās līknes vienādās daļās. Šāda sadalījuma gadījumā katram punktam, kas atrodas virs nogriežņa AB, nosaka ordinātas  $i(2\Theta)$ , dala tās uz pusēm un atliek šos lielumus attālumā  $\delta(2\Theta)$ . Šo operāciju turpina līdz punktam B. Pēc šī punkta summārā līkne  $I(2\Theta)$  ir divu līkņu  $i(2\Theta)$  un  $\frac{1}{2}i(2\Theta - \delta)$  pārklājums. Tad intervālā BC atņem no eksperimentālās līknes ordinātām jau konstruētās (intervālā AB) ordinātas  $\frac{1}{2}i(2\Theta - \delta)$  un konstruē līkni  $I_{\alpha_1}$  līdz galam.

Šīs līknes ordinātas daļa uz pusēm un atliek attālumā  $\delta(2\Theta)$  konstruējot līkni  $I_{\alpha_2}$ . Šādā veidā notiek pilnīga dupleta atdalīšana. Izmantojot Brega vienādojumu:

$$2d_{HKL} \sin \Theta = \lambda, \quad (4)$$

kur  $d_{HKL}$  - starpplakņu attālums,  $\lambda$ - rentgenstara viļņa garums,  $\Theta$  - difrakcijas leņķis, var noteikt starpplakņu attālumu, ņemot atdalīto līkņu maksimumu leņķus un atbilstošos viļņa garumus. Indeksi  $HKL$  ir interferences indeksi, kuri ir vienādi ar plakņu kopas indeksu  $hkl$ , atstarojums no kurām rada doto līniju rentgenogrammā, reizinājumu ar atstarojuma kārtu  $n$ :  $H = nh$ ;  $K = nk$ ;  $L = nl$ . Zinot dotās līnijas indeksus  $HKL$ , var noteikt, no kādām plaknēm un kuras kārtas atstarojums tas ir.

Starpplakņu attālumu var noteikt arī izmantojot eksperimentālās līknes smaguma centru [2]. Leņķi, kurš atbilst šim centram, atrod:

$$2\Theta = \frac{\sum_{i=1}^N I(i)T(i)}{\sum_{i=1}^N I(i)} + 2\Theta_1, \quad (5)$$

kur  $I(i)$  -  $i$ -tā līknes punkta intensitāte,  $T(i)$  -  $i$ -tā punkta leņķis,  $2\Theta_1$  - leņķis, kurā difrakcijas profils pārklājas ar fonu.

Šo leņķi ievieto formulā (4), par viļņa garumu ņemot vērtību, ko atrod pēc formulas (1).

Difrakcijas līnijas platums ir svarīgs lielums, kurš ir atkarīgs gan no polikristālisko bloku izmēriem, gan mikrodeformācijām, gan citiem lielumiem. Tā kā līknes platuma noteikšana ir apgrūtināta līknes saplūšanas ar fonu dēļ, tiek ieviests jēdziens *integrālais platums* [3]. To var atrast pēc formulas (6):

$$\beta(2\Theta) = \frac{\int_{2(\Theta_m - \varepsilon)}^{2(\Theta_m + \varepsilon)} I(2(\Theta_m \pm \varepsilon))d(2\varepsilon)}{I_{max}(2\Theta_m)}, \quad (6)$$

kur  $\beta(2\Theta)$  - līknes integrālais platums,  $I_{max}(2\Theta_m)$  - līnijas maksimuma intensitāte,  $2\Theta_m$  - maksimālās intensitātes leņķis,  $I(2(\Theta_m \pm \varepsilon))$  - funkcija, kas apraksta intensitātes sadalījumu pa leņķiem  $2\Theta$ .

Lielums  $\int_{2(\Theta_m - \varepsilon)}^{2(\Theta_m + \varepsilon)} I(2(\Theta_m \pm \varepsilon))d(2\varepsilon)$  ir difrakcijas līknes laukums. Šo laukumu tuvināti var atrast kā daudzu trapeču summu. Ja līknes punktu skaits ir liels, tad šī metode ir pietiekoši precīza.

Ja paraugs ir bez mikrodeformācijām (mikrodeformācijas -  $\frac{\Delta d}{d}$ , kur  $d$  - starpplakņu attālums), un līnijas instrumentālais platums (līnijas platums, ko nosaka virkne citu faktoru - sākotnējā kūļa izkliede, rentgenstaru iespiešanās paraugā dziļums, kūļa dabiskais platums u.c.) ir salīdzinoši mazs, tad parauga bloku lielumu var noteikt pēc Seļakova formulas:

$$\beta(2\Theta) = \frac{\lambda}{D \cos \Theta_m}, \quad (7)$$

kur  $D$  - parauga bloku lielums.

Savukārt, ja parauga bloku izmēri ir lieli un līnijas platumu ietekmē tikai mikrodeformācijas, tad tās var atrast no formulas (8):

$$\beta(2\Theta) = 4 \frac{\Delta d}{d} \tan \Theta_m. \quad (8)$$

Reālos gadījumos integrālais platums ir platums  $B$ , kas ir atkarīgs gan no difrakcijas platuma  $\beta$ , gan no instrumentālā platuma  $b$ . Un difrakcijas platums  $\beta$ , savukārt, ir atkarīgs gan no bloku izmēra, gan mikrodeformācijām. Šādā gadījumā, vispirms ir jāiegūst instrumentālais platums  $b$ . Šim nolūkam izgatavo etalonparaugu, kura bloku izmēri ir lieli (virs  $1 \mu\text{m}$ ) un tajā nav mikrodeformāciju. Šādu paraugu var iegūt, izgatavojot to no tā paša materiāla, kā pētāmais paraugs, un labi atlaidinot to. Šī etalonparauga integrālais platums arī būs platums  $b$ . Pieņemsim, ka eksperimentālo līkni apraksta funkcija  $h(x)$ , instrumentālo līkni -  $g(x)$ , bet funkcija  $f(x)$  apraksta difrakcijas līkni, jeb līkni, kuru iegūtu bez instrumentālā līknes paplašinājuma ietekmes. Šeit  $x = \Delta(2\Theta)$  - attālums no līknes maksimuma līdz apskatāmajam punktam. Tad saikni starp  $B$ ,  $b$  un  $\beta$  var izteikt:

$$\frac{\beta}{B} = \frac{\int f(x)g(x)dx}{\int g(x)dx}, \quad (9)$$

$$\frac{b}{B} = \frac{\int f(x)g(x)dx}{\int f(x)dx}. \quad (10)$$

Ja ir zināmas funkcijas  $g(x)$  un  $f(x)$ , tad var atrast  $\beta/B$  un  $b/B$ . Bet eksperimentāli var noteikt tikai  $g(x)$  un  $h(x)$ , un  $f(x)$  ir atkarīga gan no bloku izmēra, gan mikrodeformācijām. Tāpēc dažādu faktoru ietekmes sadalīšanai izmanto vai nu aproksimāciju metodi, vai harmonisko analīzi [3].

Aproksimāciju metode balstās uz funkciju  $g(x)$  un  $f(x)$  izvēli. Sākotnēji ir nepieciešams atrast līknes  $f(x)$  integrālo platumu.

Parasti difrakcijas līnijām atbilst sekojoša veida funkcijas:  $e^{-\alpha x^2}$ ;  $\frac{1}{1+\alpha x^2}$  vai  $\frac{1}{(1+\alpha x^2)^2}$ . Var pieņemt, ka funkcijas  $g(x)$  un  $f(x)$  ir Gausa funkcijas:  $g(x) = e^{-k^2 x^2}$

un  $f(x) = e^{-k_1^2 x^2}$ , tad no (9) un (10) seko:

$$b = \int g(x) dx = \frac{\sqrt{\pi}}{k_2}, \quad \beta = \int f(x) dx = \frac{\sqrt{\pi}}{k_1},$$

$$\frac{\beta}{B} = \frac{k_2}{\sqrt{k_1^2 + k_2^2}}, \quad \frac{b}{B} = \frac{k_1}{\sqrt{k_1^2 + k_2^2}},$$

no šejienes

$$b^2 + \beta^2 = B^2. \quad (11)$$

Atbilstošās formulas, ja tiek izvēlētas citas funkcijas, dotas tabulā 2.1.1.

$g(x)$	$f(x)$	Sakarība starp $b$ , $B$ un $\beta$
$e^{-k_2^2 x^2}$	$e^{-k_1^2 x^2}$	$\beta/B = \sqrt{1 - b^2/B^2}$
$\frac{1}{(1+k_2 x^2)^2}$	$\frac{1}{1+k_1 x^2}$	$\beta/B = \frac{1}{2} \left( 1 - \frac{4b}{B} + \sqrt{3\frac{b}{B} + 1} \right)$
$\frac{1}{1+k_2 x^2}$	$\frac{1}{(1+k_1 x^2)^2}$	$\beta/B = \frac{1}{2} \left( 1 - \frac{b}{B} + \sqrt{1 - \frac{b}{B}} \right)$
$\frac{1}{1+k_2 x^2}$	$\frac{1}{1+k_1 x^2}$	$\beta/B = 1 - b/B$
$\frac{1}{(1+k_2 x^2)^2}$	$\frac{1}{(1+k_1 x^2)^2}$	$B = \frac{(b+B)^2}{(b+B)^3 + bB}$

2.1.1. tabula.

Formulas lielumu  $b$ ,  $B$  un  $\beta$  atrašanai.

Eksperimentāli nosakot  $B$  un  $b$  ir jāveic  $K_\alpha$  dupleta sadalīšana, jo līnijas  $K_\alpha$  nemonohromatisma dēļ tās forma mainās.

Ja ir atrasts  $\beta$ , tad var atrast bloku izmērus pēc formulas (7) vai mikrodeformācijas pēc formulas (8), ja difrakcijas paplašinājums notiek tikai bloku izmēru vai mikrodeformāciju dēļ atbilstoši. Ja līnijas paplašināšanās notiek abu faktoru dēļ, tad jāveic šo efektu atdalīšana. Šeit var izmantot 2.1.1. tabulā dotās formulas, tikai  $B$  vietā ir jāievieto  $\beta$ ,  $b$  vietā -  $m$  (integrālais platums, ko rada bloku izmēri) un  $\beta$  vietā -  $n$  (integrālais platums, ko rada mikrodeformācijas). Šoreiz ir zināms tikai lielums  $\beta$ , bet ir divi nezināmie -  $m$  un  $n$ . Tādēļ ir jāiegūst atbilstošo plakņu pirmās un otrās kārtas atstarojumu integrālie platumi  $\beta_1$  un  $\beta_2$ , tad, rēķinot divu vienādojumu sistēmu, var atrast nepieciešamos lielumus [3].

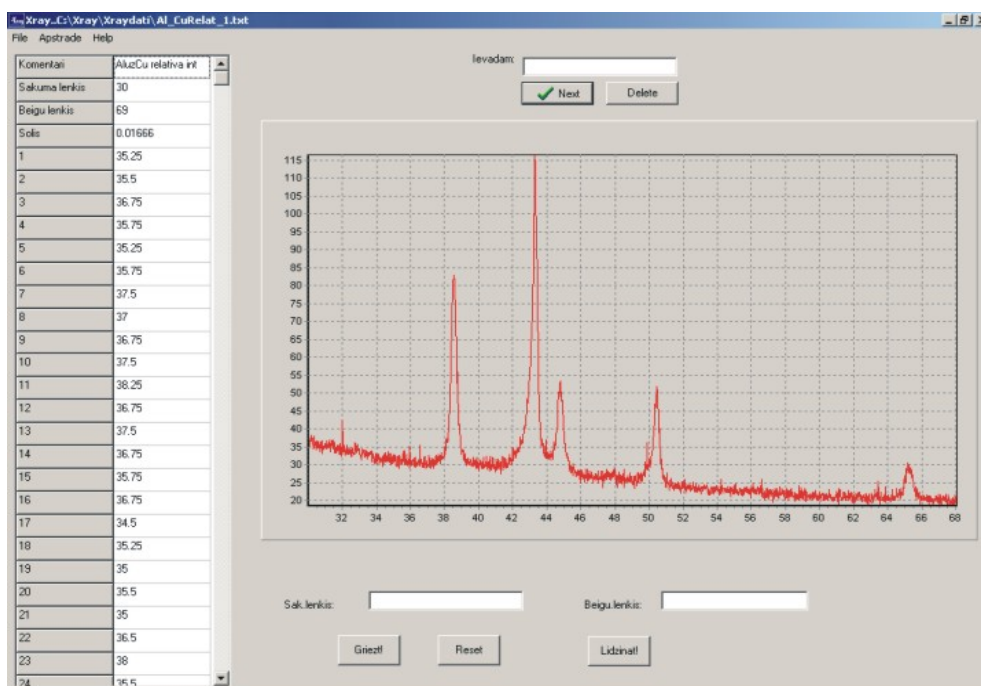
## 2.2. Darbs ar programmu Xray

Strādājot ar šo programmu, jāņem vērā, ka tā atpazīst tikai noteikta veida failus. Šis ievada fails ir teksta (ASCII) fails ar noteiktu struktūru:

Komentāri  
 Sākuma leņķis  
 Beigu leņķis  
 Solis  
 Dati  
 .  
 .  
 .  
 u.t.t.

Komentāros ir brīva informācija par doto difraktogrammu, sākuma leņķis ir difraktogrammas pirmā punkta leņķis  $2\theta$ , beigu leņķis ir pēdējā punkta leņķis  $2\theta$ , solis ir attālums starp difraktogrammas punktiem grādos. Sākuma un beigu leņķiem drīkst būt viens cipars aiz komata, solis jebkurš. Visiem datiem jābūt izkārtotiem kolonnā.

Ar pareizi ievadītu difraktogrammu var veikt dažādas darbības: izgriezt atsevišķu posmu, izlīdzināt to, atrast starpplakņu attālumu un integrālo platumu un graudu lielumu pēc Šeļakova formulas kā arī ar aproksimāciju metodi.

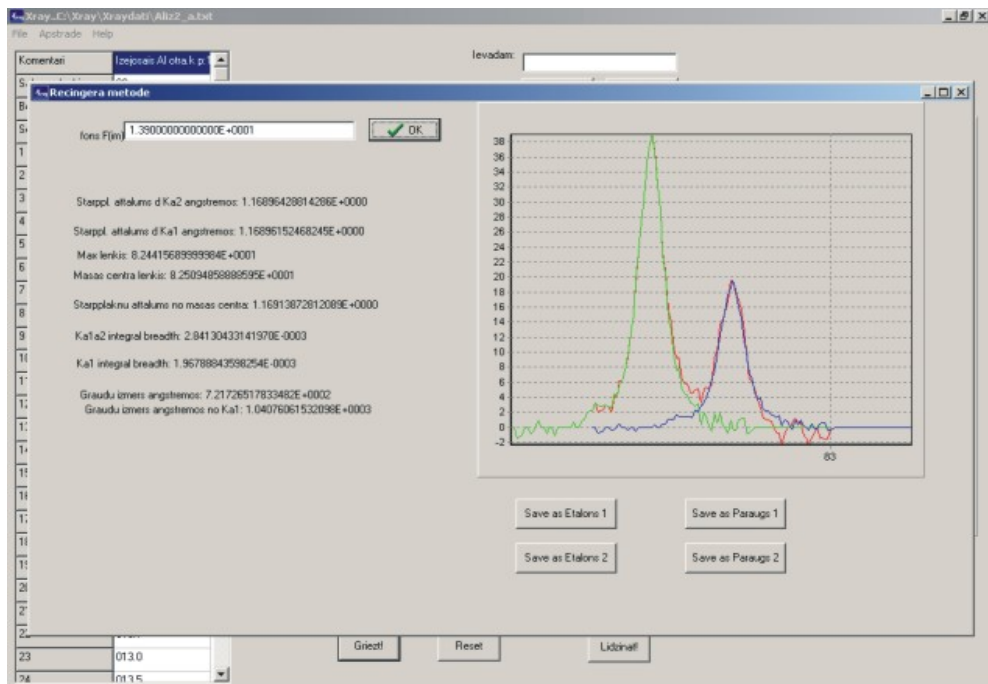


### 2.2.1. zīmējums.

Pareizi ievadīta rentgendifraktogramma programmā "Xray".

Posma izgriešana: ievadiet izgriežamā posma sākuma un beigu leņķus ( $2\theta$ , viens cipars aiz komata) atbilstošajās ailītēs zem diagrammas un nospiediet taus-

tiņu “Griezt!”! Ar izgrieztu smaili var veikt apstrādi pēc Rečingera metodes: izvēlieties izvēlnē “Apstrade” ailīti “Rečingera metode”. Parādīsies jauns logs, kura ailītē fons  $F(\text{im})$  - parādās fona līmeņa augstums, kuru var arī mainīt. Nospiežot OK parādās aprēķinātie dati un diagramma ar sākotnējo difraktogrammu, no kuras atņemts fons un pirmā un otrā dubleta viļņa garumiem atbilstošās difraktogrammas (2.2.2. zīm.).



### 2.2.2. zīmējums.

Rečingera metodes logs.

Rečingera metodes logā ir pogas Save as Etalons1, Etalons2, Paraugs1 un Paraugs2. Šeit jūs varat saglabāt nepieciešamos datus par atbilstošajām smailēm aproksimāciju metodei. Ja saglabāšana netiks veikta, aproksimāciju metodes aprēķinos tiks izmantoti iepriekš saglabātie dati.

Ja ir veikta pareiza datu saglabāšana Rečingera metodes logā, ir iespējams aprēķināt parauga bloku lielumus un mikrodeformācijas ar aproksimāciju metodi: izvēlnē “Apstrade” ailīte “Aproksimāciju metode”. Parādās logs “Aproksimāciju metode”, kurā nospiežot pogu “Sākt!” notiek lielumu aprēķins. Rezultāts Negat. norāda par negatīvu zemsaknes skaitli (2.2.3. zīm.).

Aproksimāciju metode			
Etp1: 0.00273817602407958 Max: 43.3577990000006		Etp2: 0.00280121388903166 Max: 95.1830459999947	
Pap1: 0.0057797697846975 Max: 43.3078010000005		Pap2: 0.00651089962113377 Max: 95.133047999995	
Ekspimentālais int. plātums beta, pima karta	Ekspimentālais int. plātums beta, otra karta	Graudu lielums, angstromos	Mikrosriegumi
0.00509001119665042	0.00567749960511953	290.323619461688	-0.000518193444800367
		310.621489273234	Negat.
		312.258612601091	Negat.
0.00191031201258211	0.00258016725433823	851.122798801546	-2.33928967300211E-5
		862.15763173847	Negat.
		862.225165210559	Negat.
0.0036172126011543	0.00431214684573122	403.901544328622	-0.000306407868028012
		490.860900705431	Negat.
		441.824558939828	0.000984253242970401
0.00304160095439418	0.00370968473310211	488.950459528949	-0.000219374966812503
		526.338930214027	Negat.
		527.768418327726	Negat.
-0.0024298954717632	-0.0024496892142982	-537.86680430191	-0.00162702896734611
		634.77024689182	Negat.
		-643.499431432186	Negat.

### 2.2.3. zīmējums.

Aproksimāciju metodes logs.

Nākotnē tiks pabeigta (es ceru) sadaļa “Harmoniskā analīze”. Pagaidām šī izvēltnē nedarbojās.

# Nobeigums

Šis ir ļoti piemērots nosaukums pēdējai šī episkā darba nodaļai, jo, izlasot visu, kas te ir sarakstīts un iedomājoties darāmā darba apjomu, tas var arī iestāties, nemaz nesācies.

Bet tomēr es ceru <sup>2</sup>, ka tas nenobiedēs Jūs līdz nāvei un Jūs atļausieties riskēt ar savu veselību un veselo saprātu, lai dotu savu ieguldījumu rentgendifrakcijas un līdz ar to arī zinātnes attīstībai mūsu universitātē un valstī.

---

<sup>2</sup>Cerība ir – nu Jūs paši zināt, kas.



## Literatūras saraksts

- [1] Д.М. Васильев. *К методике разделения  $K_\alpha$  дублета рентгеновских линий*. ЖТФ, Том XXV, вып. 11, 1955.
- [2] С.С. Горелик, Ю.А. Скаков, Л.Н. Расторгуев. *Рентгенографический и электронно-оптический анализ*. МИСИС, Москва, 1994.
- [3] В. И. Иверонова, Г. П. Ревкевич. *Теория рассеяния рентгеновских лучей*. МГУ, Москва, 1978.