

## Metody Charakteryzacji Materiałów – XRD – Laboratorium, Sem. zimowy 2011

1. Wstępna analiza dyfraktogramu (program Highscore) wybranego dla danej grupy studentów
  - a. przedstawienie dyfraktogramu na wykresie
  - b. identyfikacja faz poprzez porównanie z danymi w bazie PDF (czy próbka jest monofazowa ?)
  - c. zebranie i przedstawienie wstępnych informacji o strukturze (rodzaj sieci krystalicznej, grupa przestrzenna, wstępny rozmiar komórki elementarnej, indeksacja pików)
    - i. oszacować stałe sieci na podstawie pozycji pików
    - ii. wyszukanie informacji np. z internetu o możliwych pozycjach atomów w komórce elementarnej
  - d. konwersja danych od programy GSAS
2. Dopasowanie modelu struktury do badanego dyfraktogramu w programie GSAS
  - można wykonać dopasowanie zgodnie z procedurą opisaną w załączniku [http://www.dur.ac.uk/john.evans/topas\\_workshop/gsas\\_y2o3riet.htm](http://www.dur.ac.uk/john.evans/topas_workshop/gsas_y2o3riet.htm)
  - można dopasowanie przeprowadzić także w programie PowderCell – robiliśmy to na zajęciach.
  - a. Wprowadzenie danych o strukturze (w programie EXPGUI)
  - b. Dopasowanie parametrów komórki elementarnej
  - c. Dopasowanie modelu struktury

Z praktyki : najpierw dopasowujemy tylko „background” następnie parametry komórki elementarnej, potem staramy się dopasować tylko Uiso dla poszczególnych atomów, następnie możemy dopasować położenie atomów. Na końcu dopasowujemy profil pików starając się dopasowywać każdy parametr oddzielnie. Po dopasowaniu kształtu pików można spróbować powtórzyć procedurę od początku – zwykle uzyskujemy lepszy wynik.

  - d. Export danych w formacie CIF
  - e. Wizualizacja struktury w programie VESTA, lub PowderCell

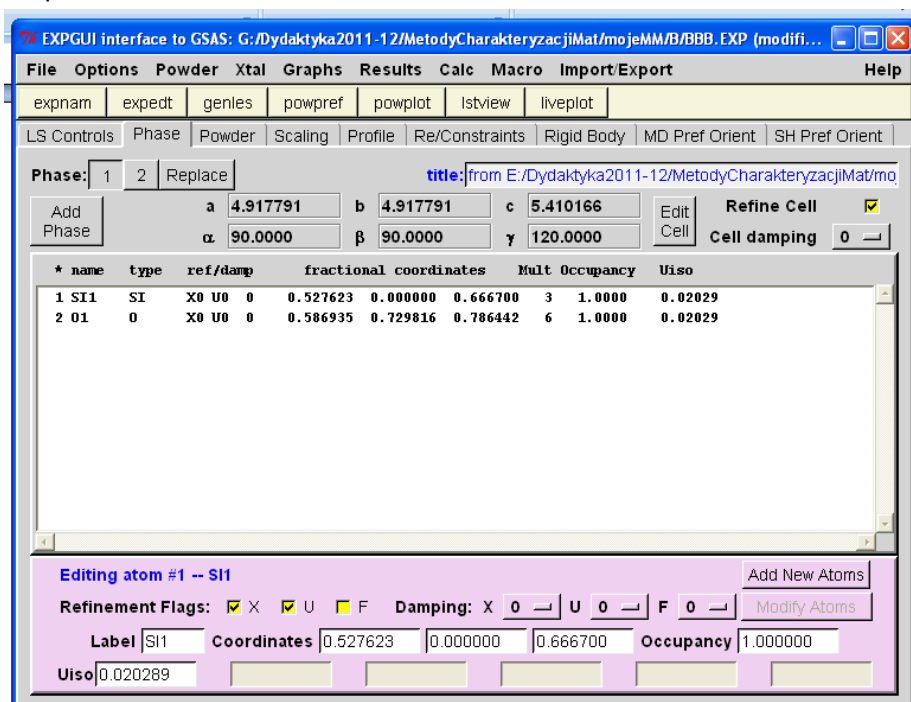
**Min. zaliczeniowe (max. ocena 4.0) : raport z punktów od 1 do 2.**

3. Analiza nieznanymi próbek dwufazowych A lub B (program Highscore, XPert Viewer, PowderCell lub GSAS)
  - a. Porównaj dyfraktogramy próbek A i B. Czy dyfraktogramy są podobne?
  - b. Na podstawie innych dyfraktogramów (zmierzonych w laboratorium) dokonaj analizy jakie tlenki mogą wchodzić w skład próbek A i B.
  - c. Spróbuj dopasować dyfraktogram do znalezionych struktur (za pomocą programu GSAS albo PowderCell) i ocenić zawartość faz dla wybranej próbki A lub B. (z praktyki ćwiczeń laboratoryjnych łatwiej było zrobić to dla próbki B)

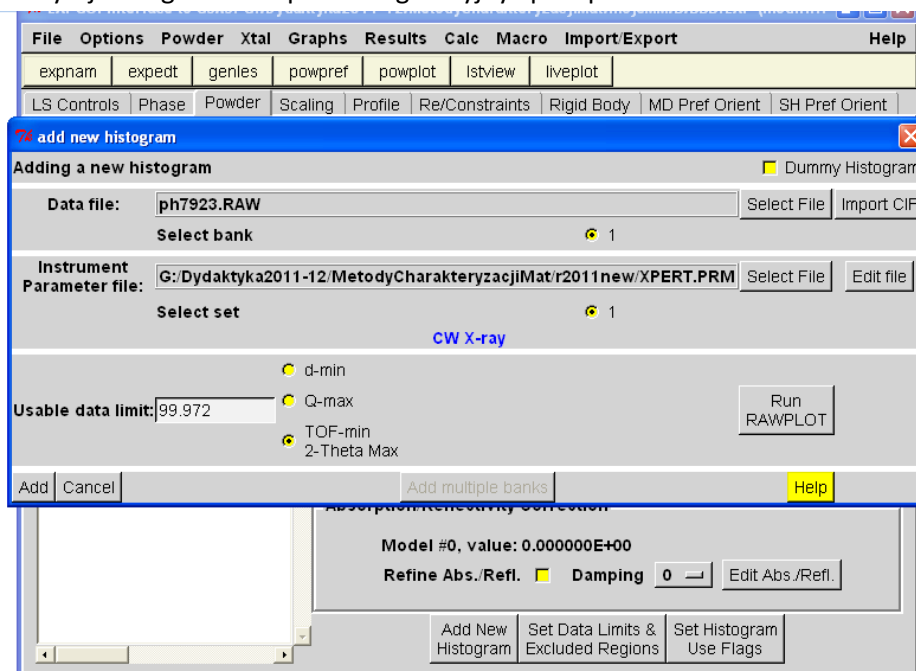
**Dodatkowa analiza próbek A lub B podnosi ocenę do 5.0**

## Dla ambitniejszych - dodatkowe uwagi do dopasowań dwufazowych w programie EXPGUI :

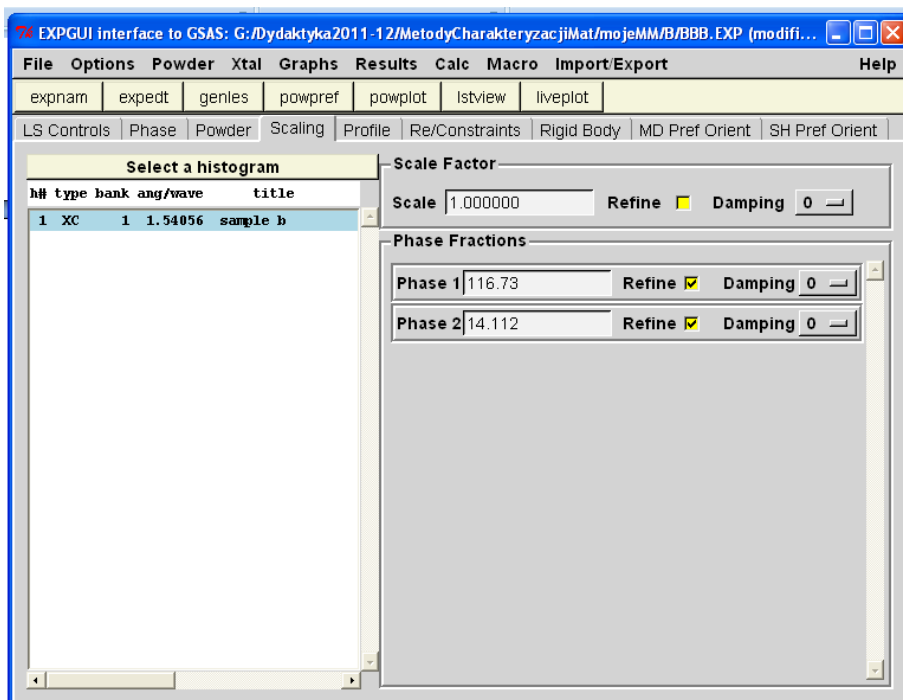
- wprowadź modele faz 1 i 2



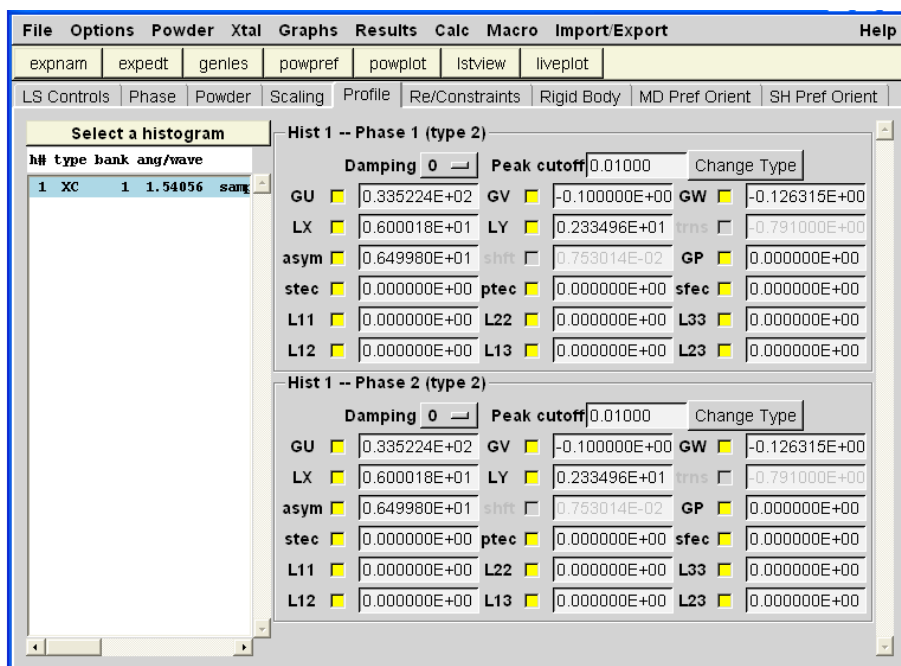
- wczytaj histogram oraz plik konfiguracyjny xpert.prm



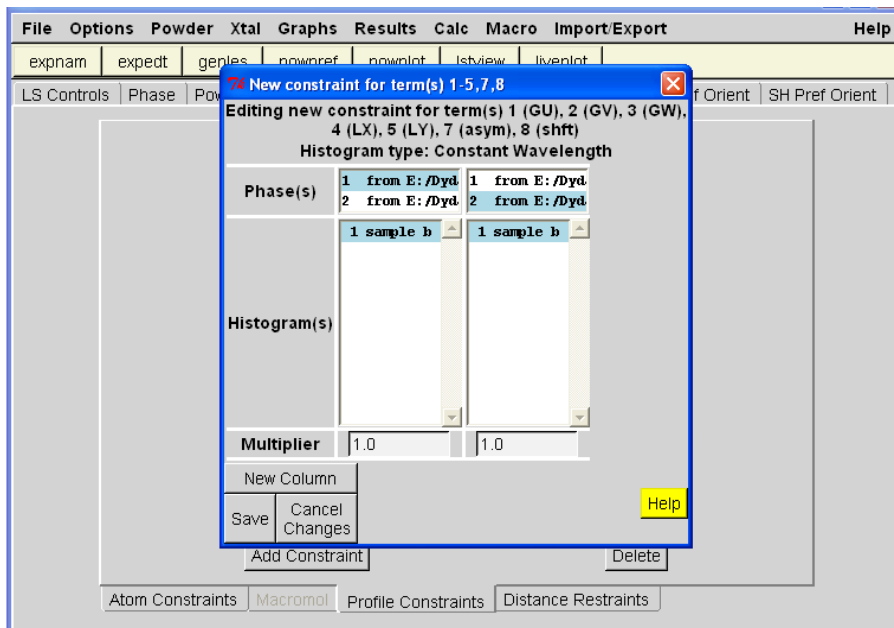
- w zakładce „Scaling” należy **odznaczyć** opcję Refine w sekcji Scale Factor, a następnie **zaznaczyć** opcję Refine w sekcji Phase 1, Phase 2



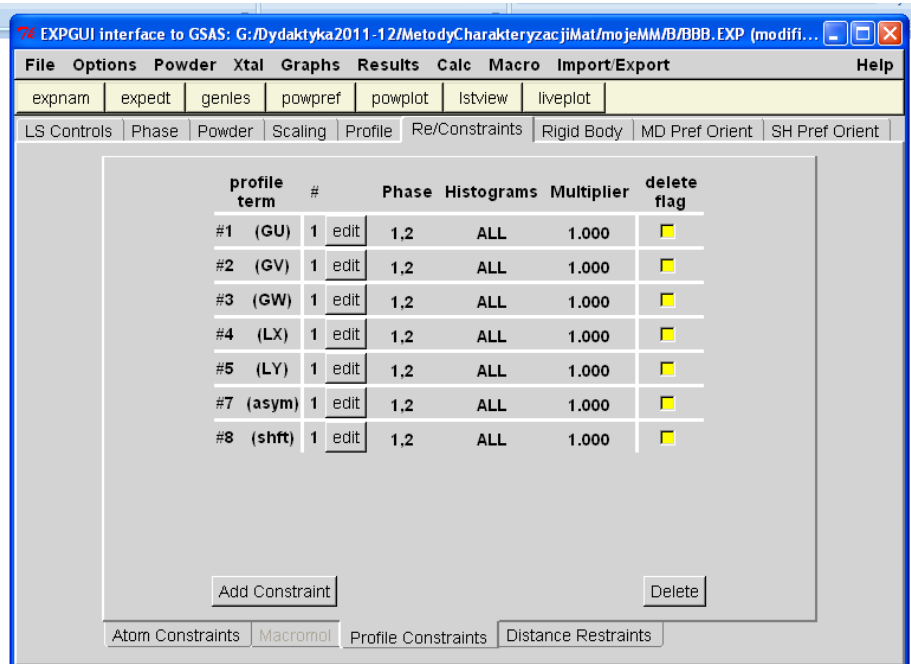
- wybrać **type 2** kształtu pików dla obu faz (zakładka „Profile”)



- połączyć dopasowanie parametrów kształtu pików faz 1 i 2 (tzw „constraints”- więzy):
  - w zakładce „Re/Constraints” wybrać zakładkę „Profile Constraints”
  - nacisnąć „Add Constraints”
  - zaznaczyć parametry (GU,GV,GW, LX,LY,asym,shft) i nacisnąć „Continue”
  - nacisnąć „New Column”
  - w tabeli w linii „Phase(s)” w kolumnie pierwszej zaznaczyć „1...”, w kolumnie drugiej zaznaczyć „2...”, jak na rysunku:



- nacisnąć „Save”, po wprowadzeniu danych powinno być coś takiego :



- w dalszej kolejności postępujemy jak w przypadku dopasowania jednej fazy.

Przydatne linki:

<http://nanocrystallography.research.pdx.edu/search.py/search?database=wcd>

<http://rruff.geo.arizona.edu/AMS/amcsd.php>

<http://phycomp.technion.ac.il/~ira/types.html>

<http://cst-www.nrl.navy.mil/lattice/index.html>

[http://en.wikipedia.org/wiki/Crystallographic\\_database](http://en.wikipedia.org/wiki/Crystallographic_database)

[http://www.dur.ac.uk/john.evans/topas\\_workshop/gsas\\_y2o3riet.htm](http://www.dur.ac.uk/john.evans/topas_workshop/gsas_y2o3riet.htm)

Programy:

<http://www.ccp14.ac.uk/solution/gsas/>

[http://www.ccp14.ac.uk/ccp/web-mirrors/powdcell/a\\_v/v\\_1/powder/e\\_cell.html](http://www.ccp14.ac.uk/ccp/web-mirrors/powdcell/a_v/v_1/powder/e_cell.html)

[http://www.geocities.jp/kmo\\_mma/crystal/en/vesta.html](http://www.geocities.jp/kmo_mma/crystal/en/vesta.html)