

RTG fázová analýza

P.Gallus(G. Nad Alejí, Praha), P. Solný(Mendelovo G., Opava),
V. Hubka(G.Podbořany), R. Benk(SPŠE Mohelnice)

Pod záštitou FJFI- katedry pevných látek ČVUT
petd@post.cz, hubka.vit@seznam.cz, benk.r@seznam.cz

Abstrakt

RTG fázovou analýzou bylo určeno složení neznámého práškového vzorku. K získání difrakčního obrazu se použil θ - 2θ difraktometr s kobaltovou anodou. Výsledky se vyhodnotily s pomocí PDF (powder diffraction files) databáze.

Úvod

Dostalo se nám možnosti zkoumat neznámý vzorek, nejspíše vzniklý spálením povrchu oceli. Vytýčili jsme si tyto cíle: zjistit složení vzorku a pokud to bude možné tak i zastoupení jednotlivých složek.

Použitá technika

Použili jsme vybavení laboratoře KIPL FJFI, konkrétně difraktometru θ - 2θ značky Siemens se zářením rentgenky s kobaltovou anodou. Pro zpracování změřených dat jsme použili program BedeZDS Search/Match ve spojení s PDF (powder diffraction files) databází.

Metoda měření

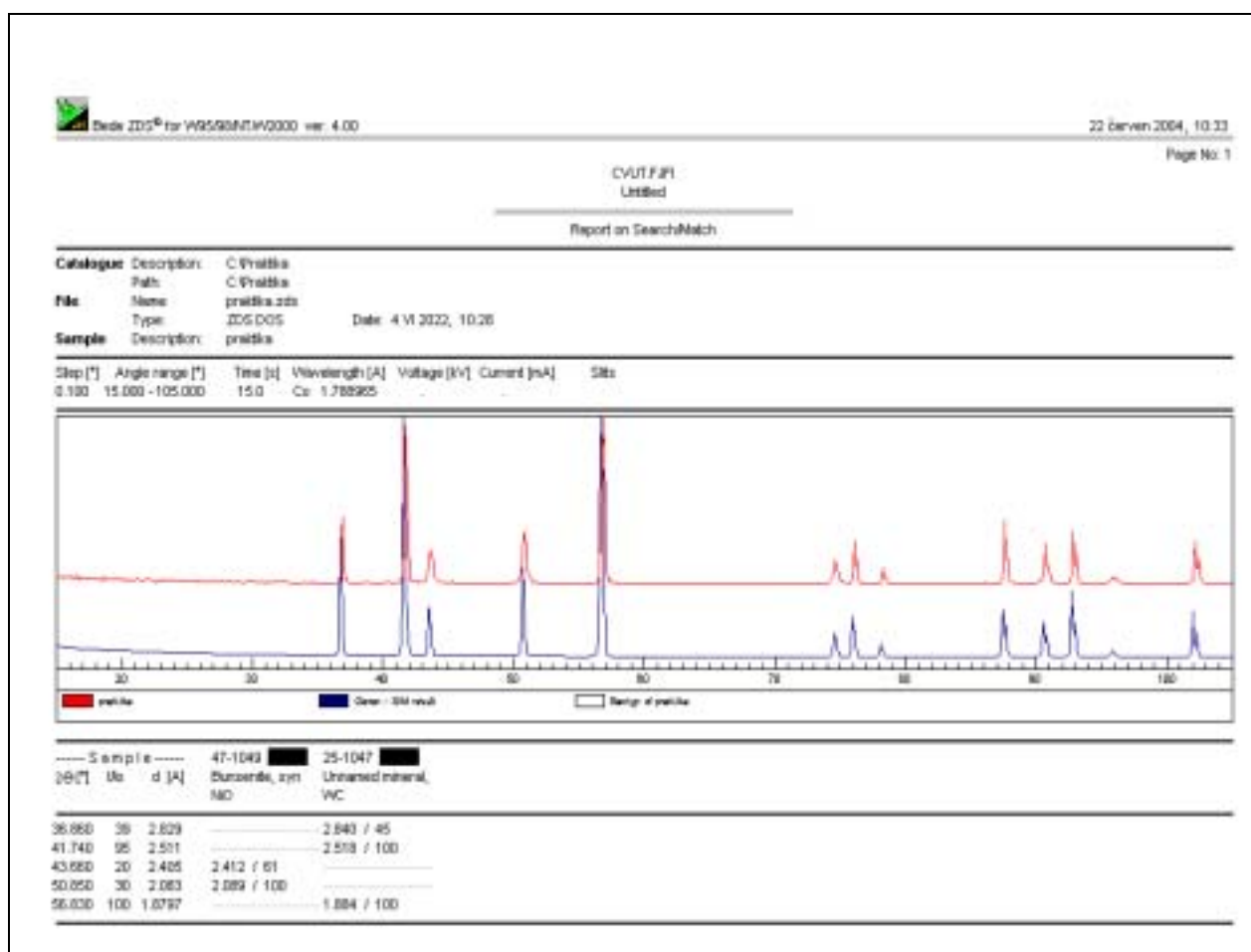
Použili jsme RTG fázová analýzu. Tato metoda je založena na rozptylu rtg. záření na polykrystalických látkách a prášcích. V našem případě bylo užito charakteristického záření kobaltu. Rtg. záření je rozptylováno na krystalech, přičemž vzniká charakteristický difrakční obraz jednoznačně odpovídající dané fázi (struktuře krystalu).

Difrakční odraz se charakterizuje polohou a integrální intenzitou difrakčních linií. K jejich získání otáčíme detektorem a snímáme intenzitu rozptýleného rentgenového záření postupně pro jednotlivé difrakční úhly. Získaný difrakční obraz porovnáváme se záznamy v databázi (PDF-databáze), přičemž je nejprve třeba přepočítat hodnoty difrakčních úhlů na hodnoty mezirovinných vzdáleností pomocí tzv. Braggovy rovnice:

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta$$

Vlastní měření

Naměřený difrakční profil je znázorněn na obr.1. Difrakční profil znázorňuje intenzitu rozptýleného záření v závislosti na úhlu 2θ . Jednotlivé látky jsou charakterizovány polohou a integrální intenzitou difrakčních linií, jež slouží k jejich jednoznačné identifikaci. Na obr. 1 je zachyceno předpokládané složení neznámé směsy vyhledané programem BedeZDS Search/Match. Spolu s experimentálně určeným profilem (horním) je zachycen profil vypočtený z dat z databáze.



Obr. 1 Difrakční profily neznámé směsy, experimentálně určený (horní) a vypočtený z databáze (dolní).

Diskuse nálezu

Z obr.1 je patrné, že se analýzou podařilo identifikovat všechny difrakční linie neznámého vzorku. Vzorek je tvořen dvěma fázemi – hexagonálním WC a kubickým NiO. Na obr.2 a 3 jsou zachyceny karty z PDF databáze odpovídající těmto fázím.

ICDD Card No.	25-1047	Pattern Quality:	E	
WC				
Tungsten Carbide				
Mineral:	Unnamed mineral, syn [NR]		Group:	
Rad:	CuK α 1	Lambda: 1.54056	Filter: Mono. d-sp:	
Cutoff:	Intensity from:		Diffract. I/I(corundum): 0.00	
Bind, McCarthy, G., Penn State Univ, University Park, PA, USA., ICDD Grant-in-Aid (1973)				
System:	Hexagonal	Space Group:	P-6m2 (187)	
a:	2.9062	b:	c: 2.8378 A:	
a:	b:	g:	Z: 1	
Dx:	15.664	Dm:	SS/FOM: F14 = 29(0.035,14) Volume: 20.76	
Optic Indexes.:	w:	e:	Sign: 2V:	
Color:	Mol. Weight: 195.86			
Sample obtained from General Electric, type KB, lot no. 131412. Described as a mineral from Mengyin, Shadong and Danba, Sichuan, China. Zianhong, Z., Guojie, Y., Zhaohni, L., Acta Mineral. Sinica, 6 344-349 (1986)., To replace 5-728.				
d [Å]	I/I ₀	H	K	L
2.84	45	0	0	1
2.518	100	1	0	0
1.884	100	1	0	1
1.454	20	1	1	0
1.42	6	0	0	2
1.294	25	1	1	1
1.259	14	2	0	0
1.236	30	1	0	2
1.151	20	2	0	1
1.015	14	1	1	2
0.951	10	2	1	0
0.946	1	0	0	3
0.942	10	2	0	2
0.902	20	2	1	1

Obr.2 Karta č. 25-1047 z PDF databáze odpovídající hexagonálnímu WC.

ICDD Card No.	47-1049	Pattern Quality:	*	
NiO				
Nickel Oxide				
Mineral:	Bunsenite, syn		Group: thite 0 CHC	
Rad:	CuK α 1	Lambda: 1.54060	Filter: Mono. d-sp: Diffract.	
Cutoff:	Intensity from:		Diffract. I/I(corundum): 6.15	
Martin, K., McCarthy, G., North Dakota State Univ., Fargo, ND, USA., ICDD Grant-in-Aid (1991)				
System:	Cubic	Space Group:	Fm3m (225)	
a:	4.1771(8)	b:	c: A:	
a:	b:	g:	Z: 4	
Dx:	6.807	Dm:	SS/FOM: F8 = 259(0.0039,8) Volume: 72.88	
Optic Indexes.:	h:	2.270	Sign: 2V:	
Color:	Green Mol. Weight: 74.7			
Winchell, Winchell., Elements of Optical Mineralogy 58 (1964)				
Sample annealed for 72 hours at 1100 C., Sample obtained from J.T. Baker Chemical Corporation., Average relative standard deviation in intensity of the 5, strongest reflections for 3 specimen mounts = 1.1%., Validated by calculated pattern., To replace 4-835.				
d [Å]	I/I ₀	H	K	L
2.412	61	1	1	1
2.089	100	2	0	0
1.4768	35	2	2	0
1.2594	13	3	1	1
1.2058	8	2	2	2
1.0443	4	4	0	0
0.9583	3	3	3	1
0.934	7	4	2	0

Obr.3 Karta č. 47-1049 z PDF databáze odpovídající kubickému NiO.

Závěr

Podařilo s nám zjistit složení neznámého práškového vzorku. Vzorek je směsí dvou fází – WC a NiO. Kvantitativní zastoupení jednotlivých fází však vyžaduje náročnější analýzu a nebylo určeno.

Poděkování

KIPL FJFI ČVUT za poskytnutí prostoru a přístrojů
Ing. Jiřímu Markovi za uvedení do problematiky RTG
Ing. Kamilu Kolaříkovi za asistenci a konzultace
Supervisorovi Ing. Petru Sedlákovvi za vše co pro nás udělal a za dobré vedení
Organizátorům FT 2004 za zajištění této možnosti

Reference:

- [1] www.sci.muni.cz/sulovsky/vyuka/lab_metody
- [2] KRAUS, I.: *Úvod do strukturní rentgenografie*, Academica 1985.
- [3] KRAUS, I.– GANEV, N.: *Difrakční analýza mechanických napětí*, Vydavatelství ČVUT, 1995.