

Aplikovaná RTG difraktometrie

RTG práškový difrakční záznam:
získání, vyhodnocení, význam

Aplikovaná RTG prášková difraktometrie

Cíl předmětu:

- pochopit možnosti práškové difrakce
- ukázat příklady využití difrakčního záznamu
- prezentovat možnosti metody pro identifikaci minerálů
- podtrhnout význam strukturních dat pro klasifikaci minerálních skupin

Hlavní témata předmětu:
(jsou rozdělena do osmi dvouhodinových bloků)

Difrakční záznam, jeho vyhodnocení a využití k identifikaci minerálů a minerálních skupin

Využití práškového difrakčního záznamu pro získávání různých strukturních závislostí u konkrétních minerálů

Klasifikace fylosilikátů s ohledem na jejich specifické struktury a možnosti jejich rozlišení práškovou difraktometrií

Strukturní klasifikace chloritů a živců jako typické ukázky významu RTG práškových difrakčních metod

Cíle dnešní přednášky

1. Objasnit základní princip RTG práškové difraktometrie

2. Definovat, co v sobě skrývá práškový difrakční záznam

3. Jak snadno získat difrakční záznam (difraktogram)

4. Možnosti zpracování a vyhodnocení difraktogramu

Rentgenová prášková difraktometrie

K čemu je dobrá RTG prášková difraktometrie v mineralogii?

Jaká je fyzikální podstata RTG práškové difraktometrie?

Metoda rentgenové práškové difraktometrie

Velmi univerzální metoda vycházející z vlastností struktury krystalických látek

Široká využitelnost v mineralogii, petrologii, materiálovém inženýrství, farmacii, chemii, fyzice a řadě dalších oborů.

Aplikace v mineralogii:

- identifikace minerálů na základě struktury
- výpočet mřížkových parametrů
- klasifikace minerálních skupin
- zpřesňování strukturních pozic
- stanovení substitucí v minerálech



Aplikace v jiných oborech?!

Základní princip práškové difraktometrie

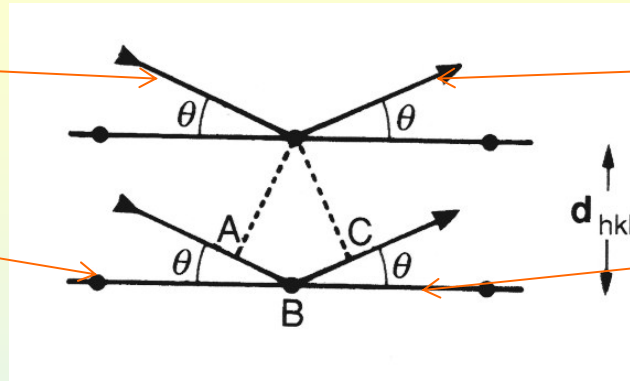
Fyzikální princip: ohyb rentgenového záření ve struktuře minerálů

dopadající RTG svazek

difraktovaný svazek

uzlový bod

perioda identity

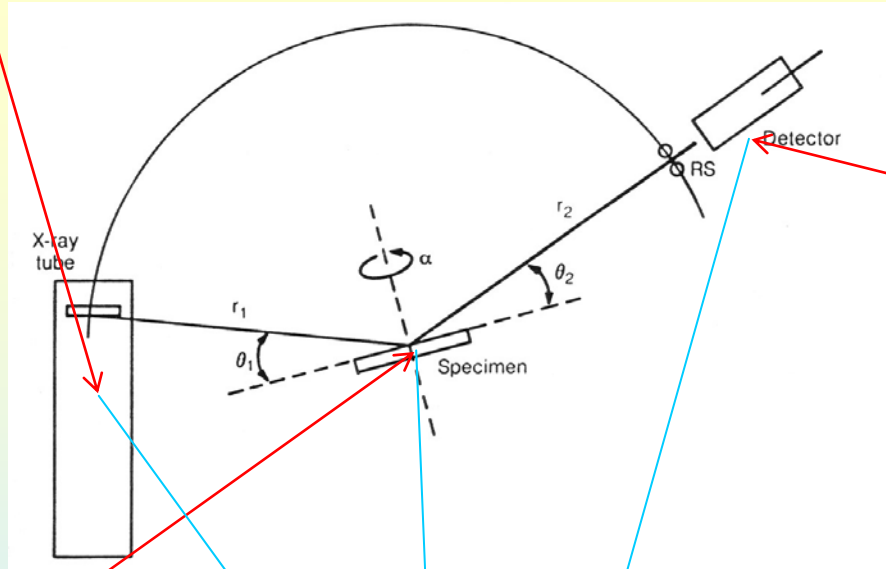


Vyjádření Braggovým zákonem

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

Jak to probíhá v praxi?

Zdroj RTG záření:
vlnovou délku známe



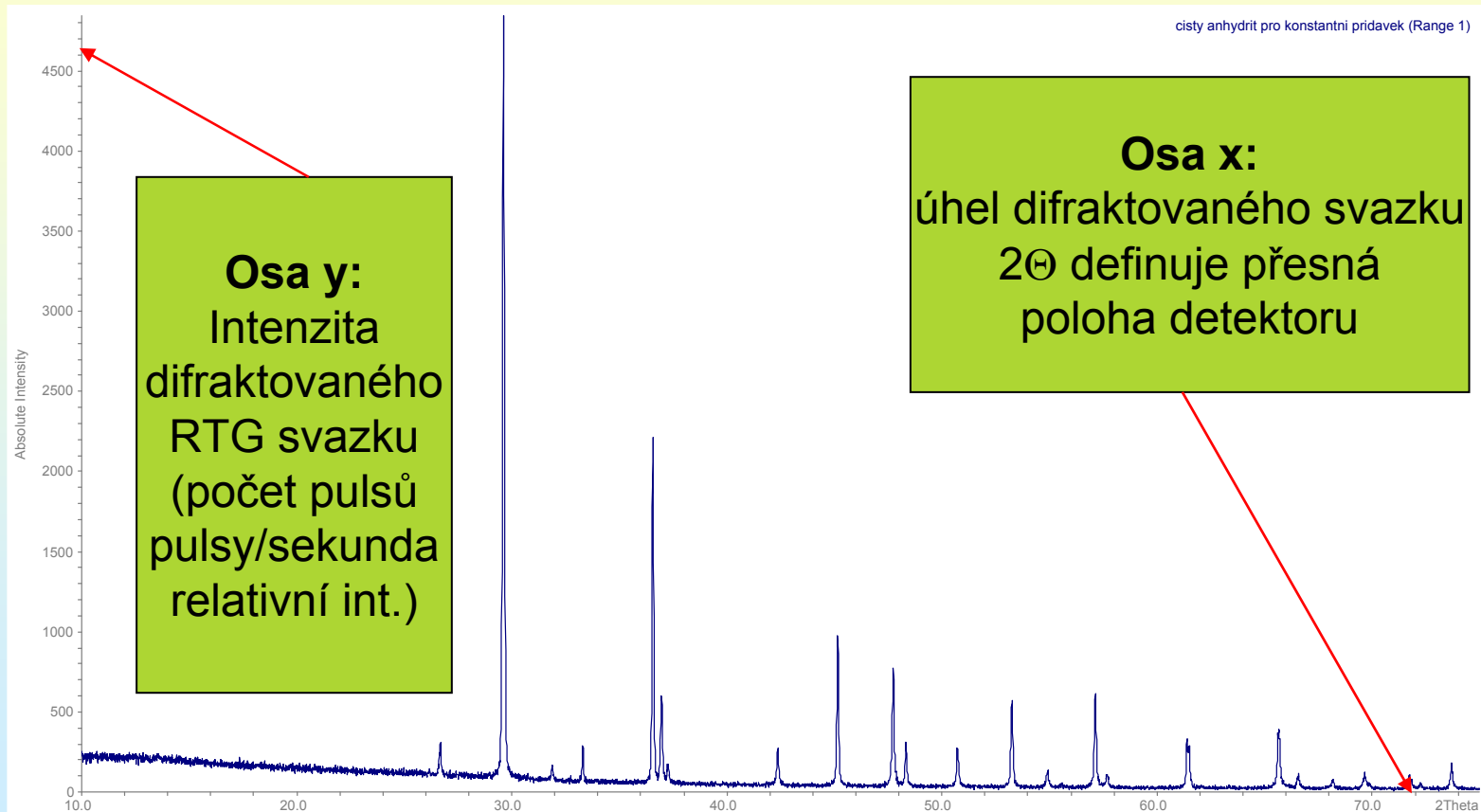
Detektor provádí:
1. záznam intenzity
difraktovaného záření
2. Polohu definovanou
úhlem 2Θ

Vzorek s reálnou
strukturou se skládá
ze souborů stejně
vzdálených rovin

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

Difrakční záznam

Difrakční záznam vyjadřuje závislost difraktované intenzity RTG záření na úhlu dopadajícího, resp. difraktovaného svazku.



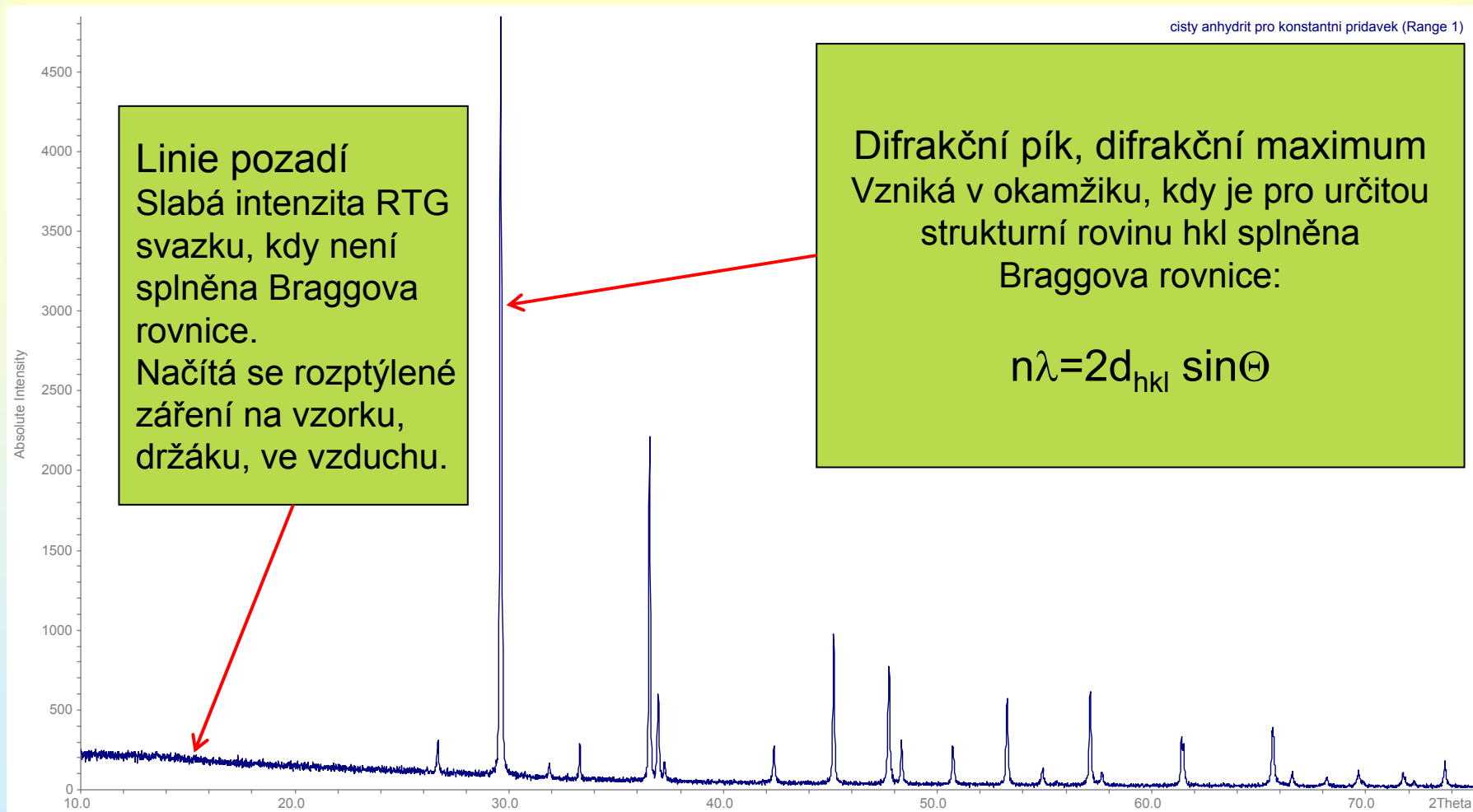
Princip RTG difraktometrie

Význam difrakčního záznamu

Získání difrakčního záznamu

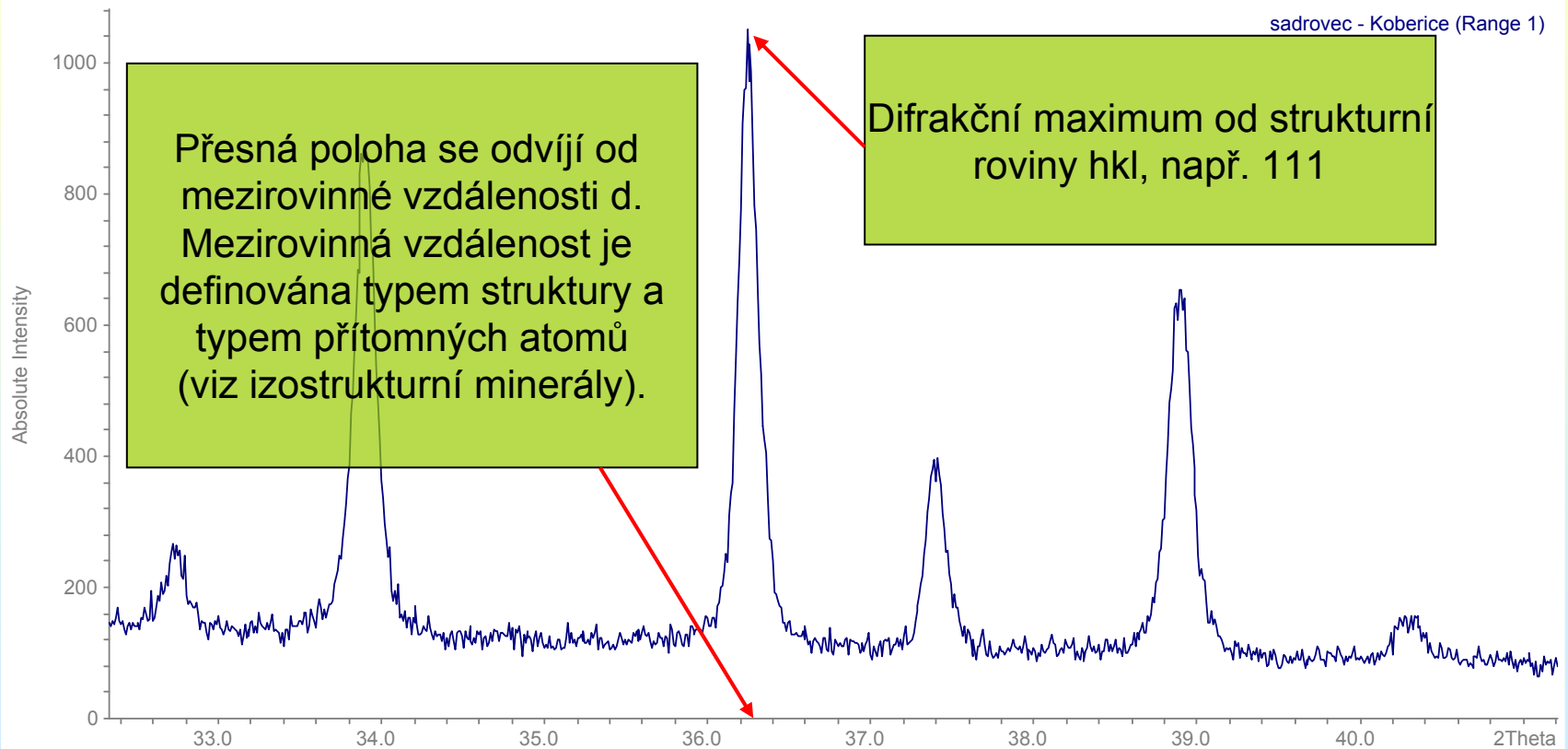
Úprava difrakčního záznamu

Difrakční záznam – význam křivek



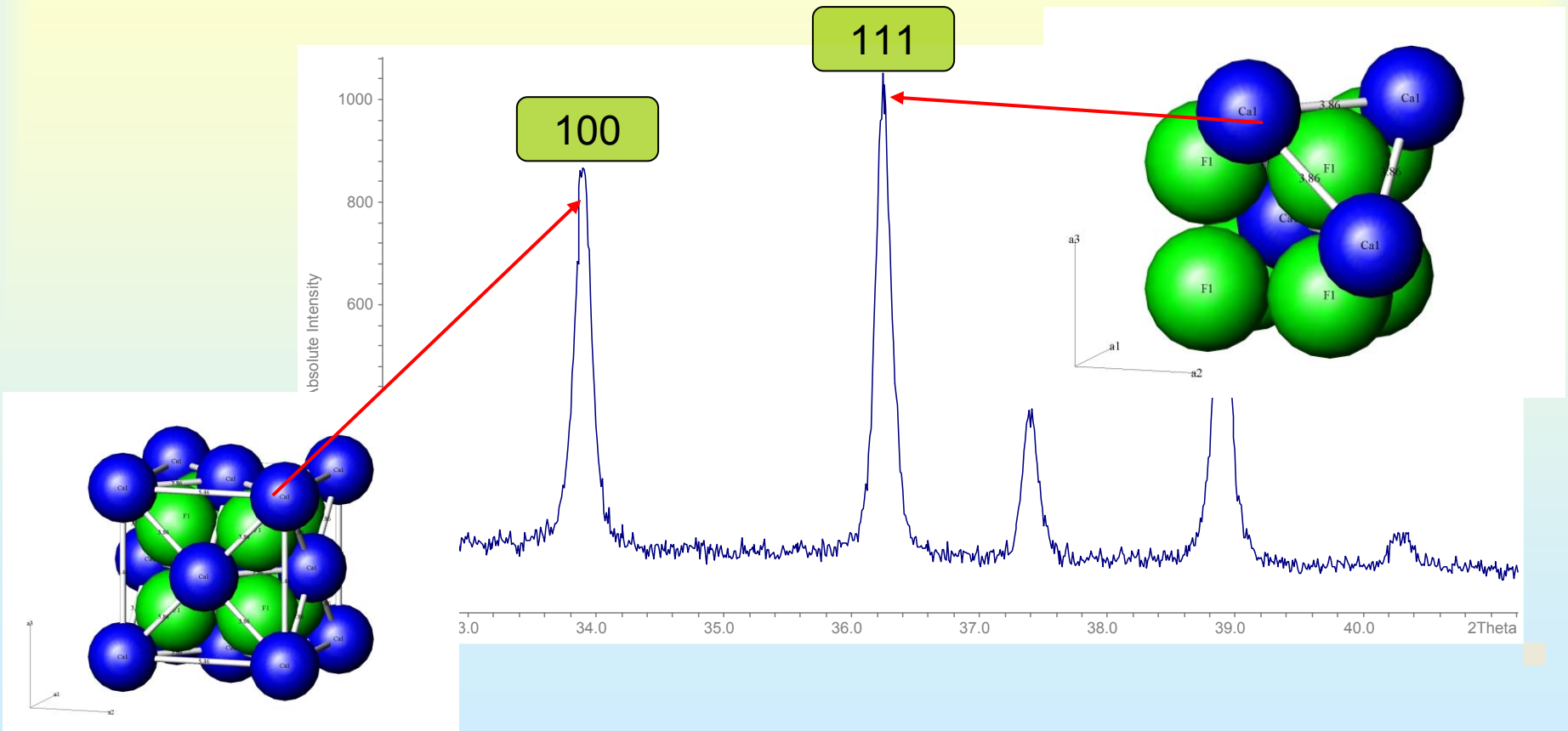
Difrakční záznam – poloha difrakce

Poloha difrakčního maxima je definována mezivinnou vzdáleností d difraktující strukturní roviny hkl .



Difrakční záznam – intenzita difrakce

Výška (intenzita) difrakčního píku závisí na typu a uspořádání jednotlivých atomů v difraktující strukturní rovině hkl.



Základní kroky získání difrakčního záznamu

Kvalitní difrakční záznam = první předpoklad získání kvalitních výsledků

Preciznost měření se odvíjí od požadavků na výsledek (identifikace, mříž. parametry)

1. Krok: Příprava vzorku

- Vyhovující zrnitost
- Správné množství
- Korektní homogenizace
- Dostatečná stabilita

Chyba v přípravě vzorku je neopravitelná a často se špatně identifikuje.

Správně připravený vzorek umožňuje přesné měření.

Základní kroky získání difrakčního záznamu

2. krok: Nastavení parametrů měření

Špatně zvolený způsob měření může výrazně zkomplikovat získání potřebných dat

- výběr vhodné geometrie (reflexe, transmise)
- vhodná vlnová délka RTG lampy
- vhodná geometrie svazku
- vhodný detektor
- dostatečně detailní načtení

Úprava difrakčního záznamu

Vyhodnocení záznamu se provádí pomocí vhodného softwaru.
Výběr programů je poměrně bohatý.

Základní kroky vyhodnocování difrakčního záznamu:

- přesný popis vzorku
- odečtení pozadí
- vyhledání difrakcí, stanovení polohy a intenzity
- vypřesnění polohy a intenzity difrakcí
- kvalitativní příp. kvantitativní fázová analýza
- výpočet mřížkových parametrů
- zpřesnění struktury
- jiné výpočty a aplikace