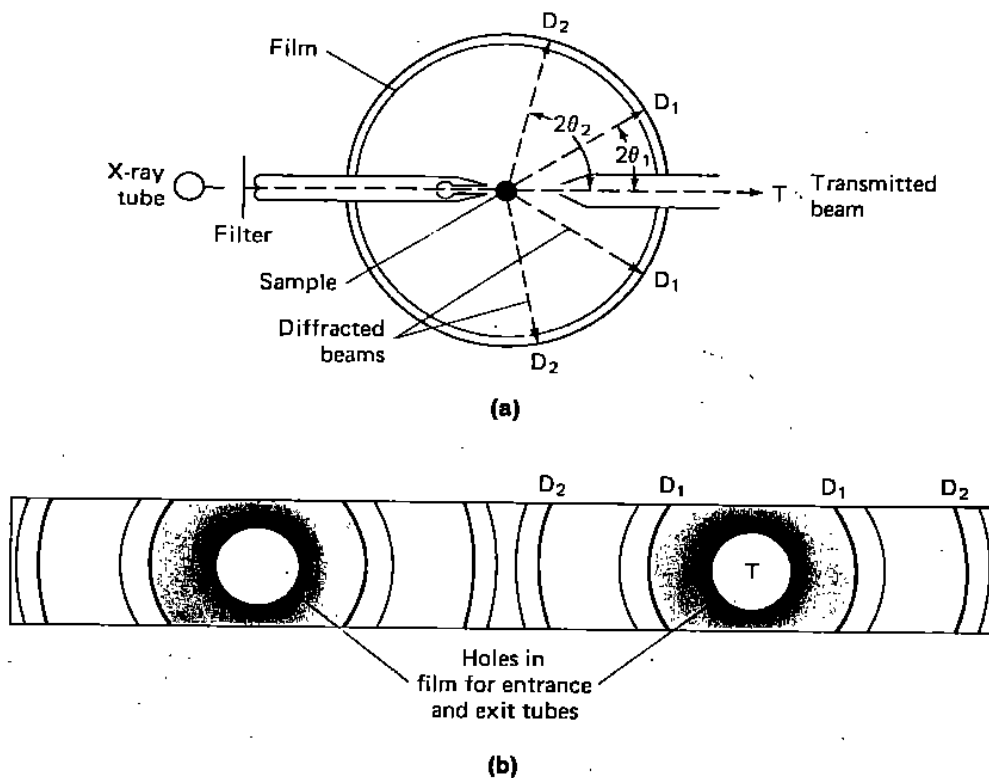


Metode rtg difrakcije

RTG difrakcija prahov

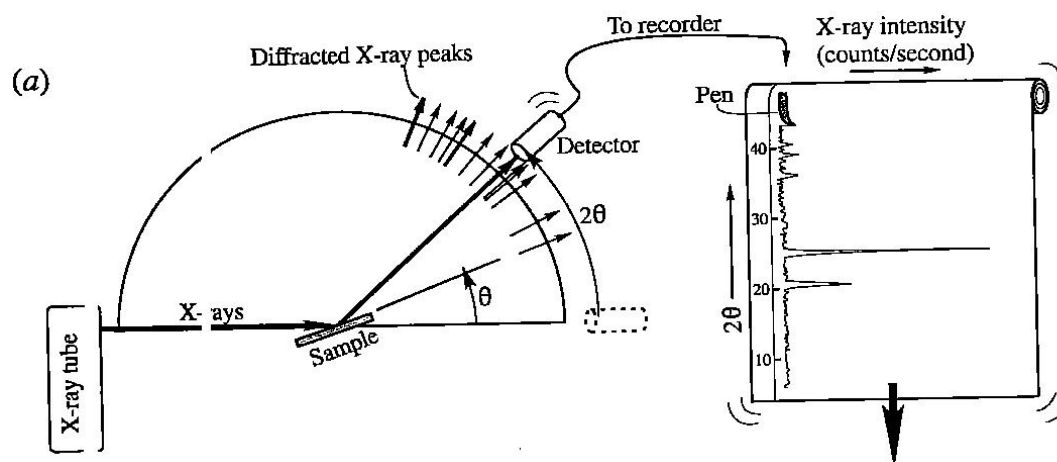
- splošna orientacija,
 - <2 mg vzorca,
 - detekcija uklonjenih rtg žarkov na filmu, s števci
- **Filmska metoda**
- valjasto oblikovan vzorec (prašnat, $d < 53 \mu\text{m}$), okrog je film
 - razdalje med črtami v mm $\Rightarrow 2\theta$ v stopinjah
 - ocena intenzitete: vizuelno, z denzitometrom (vs, s, ms, ... 1-10, 10-100)

Slika: konstrukcija filmskega difraktometra in rtg spekter na filmu



- **Metoda z Debye-Scherrerjevo kamero**
 - uporabna, vendar ima dubliranje črt pri velikih kotih 2θ ,
 - pri nizkih kotih 2θ slaba ločljivost.
- **Guiniejeva metoda**
- ima za fokusiranje ukrivljen kristal – monokromator

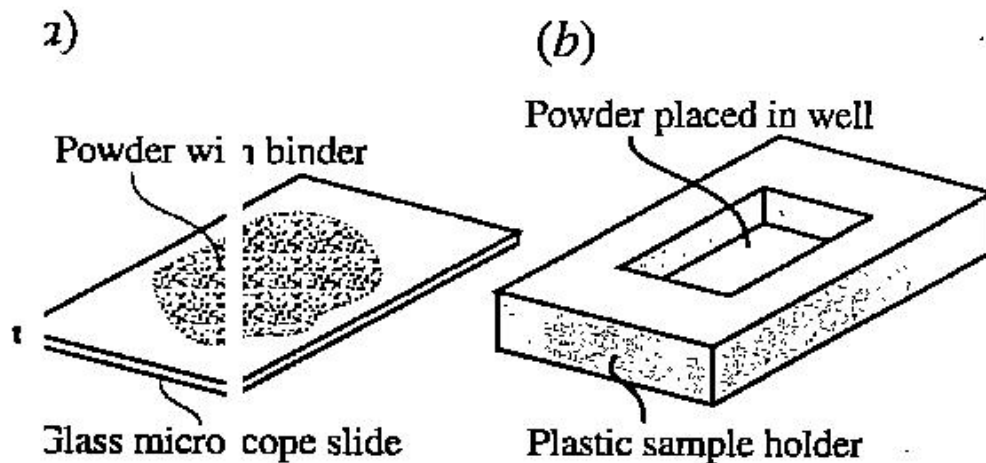
- **Elektronska števna difrakcija**
- detekcija uklonjenih žarkov s števeci (GM števec)
- uporaba računalnika
- velika hitrost snemanja \Rightarrow majhna občutljivost \Rightarrow piki so nižji
- majhna hitrost snemanja \Rightarrow piki se razklenejo, se ne prekrivajo



- **Visokotemperaturna kamera**
- $1200 - 2250^\circ \text{C}$ z vakuumom

Priprava vzorca

- zmlet ($<45 \mu\text{m}$),
- stisnjen ali namazan na steklo.



Zapis

- 2θ ,
- hitrost snemanja,
- območje snemanja $2\theta = 5 - 70^\circ$
- umerjanje: zunanji standard

Napake

- slučajne: ponavljanje meritve
- sistematske:
 - kristalne napake v vzorcu,
 - absorpcija v vzorcu: se manjša z naraščanjem kota. Zaradi te napake intenzitete pikov med sabo niso primerljive (piki pri velikih in malih kotih). Absorpcija in divergenca rtg žarka: zaradi tega je vrednost za θ večja kot bi morala biti
 - neenakomerno gibanje papirja,
 - usmerjena orientacija,
 - napaka naprave: napaka, ko n.pr. os kamere in rotacijska os vzorca ne sovpadata

Slika

Interpretacija podatkov (s prašnato rtg difrakcijo)

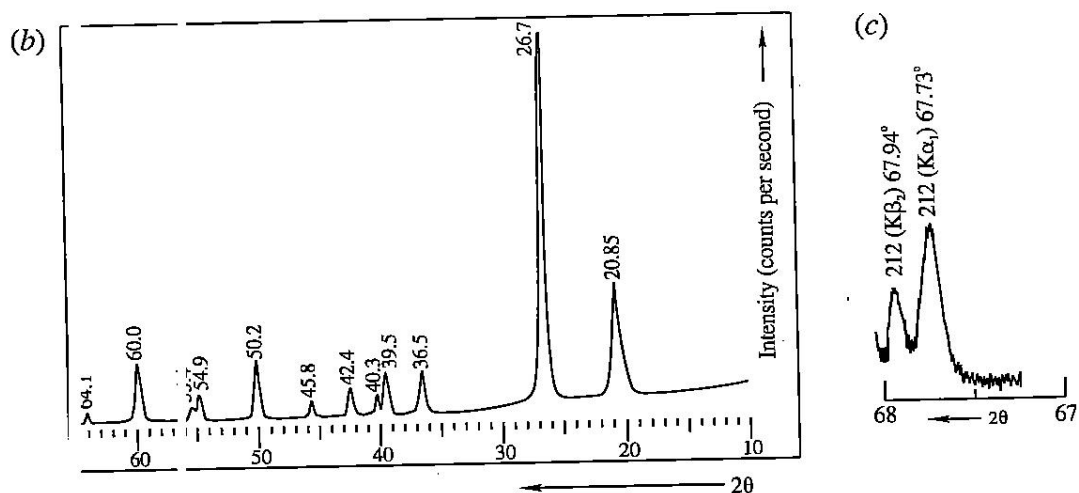
- velikost pika \Rightarrow količina danega minerala
- ASTM (American Standards for Testing Materials) od leta 1945

Slika: ASTM kartica kremenca

d	3.34	.26	1.82	4.26	SiO ₂	★				
I/I ₁	100	35	17	35	SILICON OXIDE					QUARTZ, LOW
Rad. I	Kα ₁	λ 1.404	Filter Ni		d Å	I/I ₁	hkl	d Å	I/I ₁	hkl
Dia.		Cut off	Coll		4.26	35	100	1.228	2	220
I/I ₁ G	DEBYE-SCHERRER METHOD				3.343	100	101	1.1997	5	213
Ref. 5	JANSON AND FLETCHER, NBS CIRCULAR 539, VOL. III (1953)				2.458	12	110	1.1973	2	221
					2.282	12	102	1.1838	4	114
Sys. I	TRIGONAL				2.237	6	111	1.1802	4	310
a, 4.5	b, 3	c, 5.405	A	C 1.10	2.128	9	200	1.1530	2	311
α	β	γ	Z 3		1.980	6	201	1.1408	<1	204
Ref. I	D.				1.817	17	112	1.1144	<1	303
					1.801	<1	003	1.0816	4	312
nα		nβ 1.5448	nγ 1.533	Sign +	1.672	7	202	1.0636	1	400
2V	D, 2.647	nδ	Color		1.659	3	103	1.0477	2	105
Ref. I	D.				1.608	<1	210	1.0437	2	401
					1.541	15	211	1.0346	2	214
Samp.	from Lake Toxaway, N.C. Spect. Anal.:				1.453	3	113	1.0149	2	223
<0.01	Al; <0.001% C	, Cu, Fe, Mg.			1.418	<1	300	0.9896	2	402, 115
X-ray	pattern at 25°C				1.382	7	212	.9872	2	313
					1.375	11	203	.9781	<1	304
					1.372	9	301	.9762	1	320
REPL	ES 1-0649, 2-0418, 2-0459, 2-0471, 3-0419				1.288	3	104	.9607	2	321
					1.256	4	302	.9285	<1	410

- JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards):
Hannawaltovi in Finkovi indeksi
- dubliranje pikov zaradi disperzije K_{α1} in K_{α2}. Uporabimo sredino:
 $2\theta_{\alpha1} + 1/3 \cdot (2\theta_{\alpha2} - 2\theta_{\alpha1}) \Rightarrow (2K_{\alpha1} + K_{\alpha2})/3$

Slika:



Slika: rentgenski posnetek kremena

