

МЕТОД АВТОМАТИЗИРОВАННОГО РАСЧЕТА СТРУКТУРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ПО ДАННЫМ РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО АНАЛИЗА

В статье представлен метод программного управления гониометром рентгеновского дифрактомера и автоматизированной обработки экспериментальных данных: вычисление центра тяжести дифракционного максимума, коэффициентов Фурье, расчет величины микронапряжений и областей когерентного рассеяния. Показана функциональная схема связи ЭВМ с дифрактомером.

Внедрение ЭВМ в лабораторную практику приводит к возможности автоматизации имеющегося оборудования [1]. Использование персональных компьютеров с высокой производительностью и практически неограниченной внешней памятью позволяет значительно повысить качество и скорость обработки данных дифракции рентгеновского излучения с привлечением широкого спектра методик вычислений и использованием современных компьютерных технологий.

Целью работы является разработка методов автоматизации рентгеновского дифрактометра ДРОН-УМ1, которые предназначены для программного управления гониометром прибора и расчета экспериментальных данных дифракционного отражения методом гармонического анализа.

Функциональная схема связи ЭВМ с дифрактометром показана на рисунке 1. В качестве управляющей и обрабатывающей ЭВМ используется IBM PC с тактовой частотой 900 МГц и объемом оперативной памяти 4 Гб.

Управление двигателями переменного и постоянного тока гониометра (Дв1 и Дв2) и заслонкой осуществляется через стандартный LPT-порт при помощи специально разработанного блока управления двигателями (БУД), вынесенного в отдельную конструкцию. Конструктивно БУД состоит из двух частей: источника питания и электронной схемы, обеспечивающей выдачу управляющих напряжений и их гальваническую развязку.

Сигналы с детектора рентгеновского излучения поступают на вход блока регистрации излучения (БРИ) типа БР-1. Модуль счета угла и интенсивности (МСУИ) разработан на базе программируемого микроконтроллера и обрабатывает сигналы, поступающие с БР-1 и от датчиков углового положения (ДУП). Конструктивно МСУИ выполнен в виде отдельной платы стандарта IBM и устанавливается в слоты расширения системной платы ЭВМ.

Программное обеспечение аппаратного комплекса работает в среде WINDOWS 2000 и разрабатывалось в интегральной среде программирования Delphi 7, что обеспечивает удобный пользовательский интерфейс. Условно программное обеспечение можно разделить на две части: управляющую и обрабатывающую. В состав управляющих программ входят подпрограммы автоматической настройки гониометра и подпрограммы, тестирующие состояние дифрактометра при его работе.

В обрабатывающей части программного обеспечения или программе расчета можно выделить следующие основные модули (подпрограммы): вычисление центра тяжести рентгеновского максимума; расчет коэффициентов Фурье; синтез дифракционного отражения; расчет величины микронапряжений и областей когерентного рассеяния.

Исходными данными для расчета по каждой линии являются: n_1 – число точек фона слева от линии; n_2 – число точек фона справа от линии; n_m – число точек рентгеновского максимума без фона; t – время экспозиции; $2Q_n$ – начальный угол интервала; h – шаг сканирования.

В результате прохождения интервала сканирования от угла $2Q_n$ до угла $2Q_k$ с шагом h получается набор значений числа рентгеновских импульсов для каждого скана L в точках $2Q_i$: $N_{iL} = N_L(2Q_i)$, где $i = 1, 2, \dots, n_t$; $L = 1, 2, \dots, n_{ск}$. Шаг сканирования задается программой управления гониометром дифрактометра и определяется формулой:

$$h = \frac{2Q_e - 2Q_i}{n_{\partial} - 1}, \quad (1)$$

при скорости счета импульсов:

$$I_{iL} = \frac{N_{iL}}{t}. \quad (2)$$

Проводится усреднение скоростей счета по сканам в каждой точке:

$$\bar{I}_i = \sum_{L=1}^{n_{\partial}} \frac{I_{iL}}{n_{\partial}}, \quad i = 1, 2, \dots, n_t \quad (3)$$

Значение фона в каждой точке при сканировании определяется уравнением:

$$\bar{I}_{\delta 1} = \bar{I}_1 + \frac{\bar{I}_{n\delta} - \bar{I}_1}{n_T - 1} (i - 1), \quad i = 1, 2, \dots, n_T \quad (4)$$

Интегральная скорость счета по заданному интервалу сканирования рассчитывается по уравнению:

$$I_{\delta i\delta} = \sum_{i=2}^{n_T-1} \bar{I}_i \quad (5)$$

В качестве иллюстрации пользовательского интерфейса программного обеспечения аппаратного комплекса на рисунке 2 показана форма, появляющаяся при выполнении подпрограммы вычисления центра тяжести. Экспериментальные данные и параметры расчета могут вводиться как вручную, так и автоматически в зависимости от выбранного режима работы.

Алгоритм расчета центра тяжести включает расчет по методу центраоида, при котором выбираются значения скорости счета рентгеновских импульсов, удовлетворяющих условию:

$$I_{\delta\delta} \geq \frac{I_{\delta i}}{100}, \quad (6)$$

где $I_{\delta k}$ – скорость счета импульсов в к-й точке без учета фона; $I_{\delta m}$ – максимальная скорость счета импульсов.

Проводится расчет центра тяжести K_c и ошибки ΔK_c :

$$K_c = \frac{\sum_{\hat{E}=\hat{E}_{\hat{a}+}}^{K_{\hat{E}i}} K \bar{I}_{\hat{E}e}}{\sum_{\hat{E}=\hat{E}_{\hat{a}+}} I_{\hat{E}e}}; \quad \Delta K_c = \sqrt{\frac{\sum_{\hat{E}=\hat{E}_{\hat{a}+}}^{\hat{E}_{\hat{E}i}} (\hat{E} - \hat{E}_{\hat{n}})^2 I_{\hat{E}e}}{\sum_{\hat{E}=\hat{E}_{\hat{a}+}} I_{\hat{E}e}}} \quad (7)$$

Дифракционный угол центра тяжести рентгеновского максимума $2Q_c$ и ошибка расчета $\Delta 2Q_c$ рассчитываются по формулам:

$$2Q_c = 2Q_n + (n_1 + K_c)h; \quad \Delta 2Q_c = \Delta K_c h \quad (8)$$

Для значений центра тяжести вычисляются ошибки, которые определяются только физическими абберациями $\Delta_{\lambda P}$, $\Delta_{\lambda D}$, существенно искажающие угловое положение центра тяжести рентгеновского максимума в области углов $2Q > 100^\circ$, где ошибки, вызванные геометрическими факторами, незначительны. Для учета физических аббераций вводятся исходные данные: $\lambda_1, \lambda_2, \lambda_c$ – значение длины волны рентгеновского характеристического излучения и значение центраоида максимума; W_1, W_2 – значение полуширины регистрируемых максимумов. Расчет

физических аббераций проводится по формулам:

$$\sigma_{\lambda i} = 1,43 W_i^2, \quad \text{где } i = 1, 2;$$

$$\Delta_{\lambda P} = \text{tg}^2 Q_c \left[\text{tg} Q_c + \frac{8 \text{ctg} 2Q_c}{1 + \cos^2 2Q_c} \right] \cdot \left[\frac{2\sigma_{\lambda 1}}{3\lambda_c^2} + \frac{\sigma_{\lambda 2}}{3\lambda_c^2} + \frac{2}{9} \left(\frac{\gamma}{\lambda_c} \right)^2 \right] \quad (9)$$

$$\Delta_{\lambda} = \frac{1}{2} \text{tg}^3 Q_c \left[\frac{2\sigma_{\lambda 1}}{3\lambda_c^2} + \frac{\sigma_{\lambda 2}}{3\lambda_c^2} + \frac{2}{9} \left(\frac{\gamma}{\lambda_c} \right)^2 \right],$$

где $\gamma = \lambda_2 - \lambda_1$.

Для i-й линии угловое значение центраоида с учетом поправок:

$$Q_{c_i}' = Q_{c_i} + \Delta_{\lambda_i} + \Delta_{\lambda P_i} \quad (10)$$

Межплоскостные расстояния изучаемого материала с учетом поправок рассчитываются по формуле:

$$d_i = \frac{\lambda_c}{2 \sin Q_{c_i}'} \quad (11)$$

где $i = 1, 2, \dots, n$, n – число зарегистрированных рентгеновских максимумов.

Учет систематических поправок проводится методом внутреннего или внешнего стандарта (эталоны), который должен удовлетворять условию:

$$|2Q_{m\delta j} - Q_{mi}| < 0,2^\circ \quad (12)$$

где $i = 1, 2, \dots, n$, n – число зарегистрированных рентгеновских максимумов;

$j = 1, 2, \dots, l$, l – число линий стандарта.

Для максимумов стандарта находятся значения:

$$\Delta 2Q_{mj} = |2Q_{m\delta j} - 2Q_{mj}| \quad (13)$$

$\Delta 2Q_{mj}$ рассчитывается для всех линий с использованием полинома второй степени:

$$\Delta 2Q_{mj} = A + B \cdot 2Q_{mj} + C \cdot (2Q_{mj})^2 \quad (14)$$

По известным значениям $\Delta 2Q_{mj}$ и $2Q_{mj}$ методом наименьших квадратов рассчитываются значения A, B, C . По формуле 14 находятся значения $2Q_{mi}$ для дифракционных отражений изучаемого образца:

$$2Q_{mi} = 2Q_{mi} + \Delta 2Q_{mi} \quad (15)$$

Основой расчета является представление экспериментальной дифракционной кривой $h(x)$ в виде интеграла:

$$h(x) = \int_{-a}^a f(x)g(x-y)dx \quad (16)$$

где $f(x)$ – распределение интенсивности, которое определяется только физическим фактором – величиной микронапряжений и дисперсностью кристаллических блоков [2-3]. Интервал ($a, -a$) определяется формой рентгеновского максимума.

Программа расчета предусматривает синтез дифракционного отражения в заданном интервале углов, расчет углового положения максимума по его центру тяжести, расчет межплоскостного расстояния и физического фактора уширения с введением поправок на междуплоскостное расстояние и геометрического фактора при разложении экспериментальной дифракционной кривой в ряд Фурье. Количество членов ряда принималось от 20 до 40 в зависимости от формы рентгеновского максимума.

Программа предусматривает расчет статистических ошибок при определении структурных параметров. Расчет среднеквадратичных значений блоков когерентного рассеяния и величины микронапряжений проводился по формулам:

$$\sqrt{\langle D^2 \rangle} = \frac{d_{H_1K_1L_1}}{\sqrt{2\pi}} \sqrt{\ln A^{b_{lm}}};$$

$$\sqrt{\langle \varepsilon^2 \rangle} = \frac{d_{H_1K_1L_1}}{\sqrt{2\pi}} \sqrt{\ln A^{мик}} \quad (17)$$

При расчете микронапряжений использовались: большеугловые отражения при определении величины кристаллических блоков; малоугловые, которые соответственно оказывают влияние на величину микронапряжений и блоков когерентного рассеяния.

Оценка предельных значений микрордеформаций и дисперсности кристаллических блоков ОКР, которые могут определяться по уширению рентгеновских отражений [3], ограничивается спектральной шириной рентгеновского характеристического излучения и рассчитывается по формуле

$$\Delta(2Q) = \frac{tgQ\Delta\lambda}{\lambda_c} tgQ \cdot 10^{-3}, \quad (18)$$

где λ_c – средневзвешенная длина волны рентгеновского характеристического излучения.

Минимальная спектральная ширина будет при $tgQ = 1$, тогда предельные значения микронапряжений и величина кристаллических блоков с использованием внешнего или внутреннего эталона оцениваются по выражениям:

$$D = \frac{\lambda}{\sin Q} \cdot 10^{-3} \approx 200nm;$$

$$\varepsilon = \frac{ctg(\Delta Q)}{4} \approx 2 \cdot 10^{-4} \quad (19)$$

Рассчитанные предельные уширения дифракционных отражений показывают границу применимости гармонического анализа. Результаты расчета характеристик тонкой структуры со статистической вероятностью 0,05, что составляет 2-3% от определяемых параметров структуры, при использовании метода гармонического анализа уширения дифракционных отражений должны быть в 1,5-2 раза больше спектральной ширины рентгеновских максимумов от используемых эталонов.

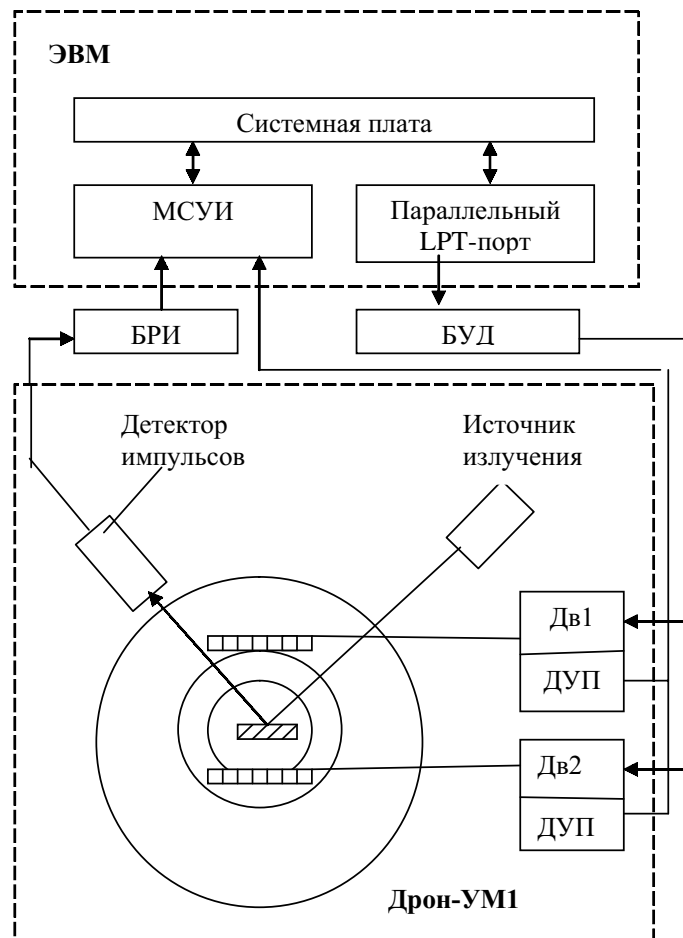


Рисунок 1. Функциональная схема связи ЭВМ с дифрактометром

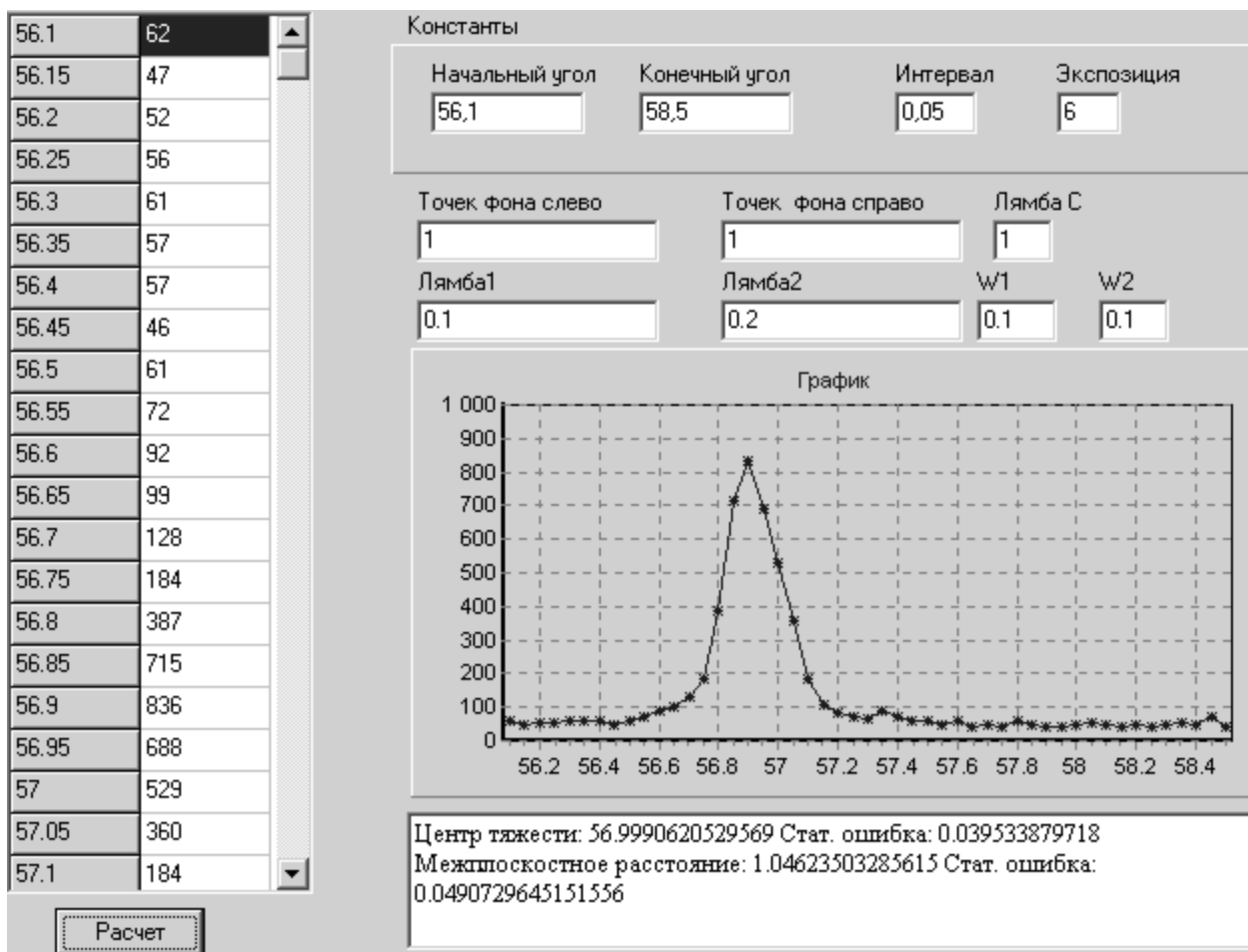


Рисунок 2. Подпрограммы вычисления центра тяжести

Разработанная автоматизированная система управления рентгеновским дифрактометром ДРОН-УМ1 совместно с программой расчета структурных характеристик материалов позволяет значительно сократить время получения

результатов эксперимента, что дает возможность более углубленного исследования влияния различных внутренних и внешних воздействий на структуру металлов и сплавов, которая определяет физико-механические свойства материалов.

Список использованной литературы:

1. Богман В.А., Рязанкин Г.А., Дорохова Н.А. и др. // Заводская лаборатория. 1989. № 8. - С.67 - 71.
2. Васильев Д.М. Дифракционные методы исследования структур. - М.: Металлургия, 1987. - 248 с.
3. Миркин Л.Н. Рентгеноструктурный анализ. - М.: Наука, 1976. - 326 с.