

 <p>POLITECHNIKA LUBELSKA WYDZIAŁ MECHANICZNY KATEDRA INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ</p>	<p style="text-align: center;">Instrukcja obsługi bazy danych krystalograficznych PDF4+</p>
<p style="text-align: center;">Opracował dr inż. Krzysztof Pałka</p>	

I. Instrukcja bhp przy pracy na stanowisku komputerowym

UWAGI OGÓLNE

Do wykonywania ćwiczeń na stanowisku komputerowym może być dopuszczony student w stanie trzeźwości, zachowując schludny i estetyczny wygląd. Należy używać okulary korygujące wzrok, zgodnie z zaleceniem lekarza, jeżeli wyniki badań okulistycznych wskazują na potrzebę ich stosowania podczas pracy przy obsłudze monitora ekranowego. Należy zapewnić bezpieczne warunki pracy przy obsłudze komputera przez:

- dostateczną wentylację pomieszczenia i urządzeń (wilgotność względna powietrza w pomieszczeniach przeznaczonych do pracy z monitorami ekranowymi nie powinna być mniejsza niż 40%)
- odległość oczu pracownika od ekranu monitora powinna wynosić 400÷750 mm

PODSTAWOWE CZYNNOŚCI PRZED ROZPOCZĘCIEM PRACY

- zaplanować kolejność wykonywania poszczególnych czynności, przygotować dokumentację
- sprawdzić stan techniczny urządzeń i oświetlenia stanowiska, a w szczególności stan instalacji elektrycznej
- dostosować biurko, krzesło, podnózek do wymiarów swego ciała,
- przygotować stanowisko robocze przez podłączenie do sieci zasilającej
- ustawić ekran monitora względem źródeł światła tak, aby ograniczyć olśnienie i odbicia światła
- zauważone usterki i uchybienia zgłosić natychmiast Prowadzącemu.

ZASADNICZE CZYNNOŚCI PODCZAS PRACY

- podczas wykonywania pracy zwracać uwagę tylko na wykonywane czynności
- zachowywać prawidłową pozycję ciała przy wykonywaniu pracy
- zapewnić przed klawiaturą wystarczającą przestrzeń dla podparcia rąk i dłoni

CZYNNOŚCI ZABRONIONE

- spożywanie posiłków podczas pracy przy komputerze
- palenie tytoniu w pomieszczeniach pracy z komputerem
- samowolne naprawianie urządzeń komputerowych, sprzętu i wyposażenia zasilanego energią elektryczną
- przechowywania na stanowisku przedmiotów posiadających pole magnetyczne
- czyszczenia urządzeń wilgotnymi szmatkami bez odłączenia sprzętu od zasilania
- czyszczenia ekranu środkami nie przeznaczonymi do tego celu
- dopuszczenie do użytkowania komputera osób nieupoważnionych
- używanie pamięci przenośnych bez uprzedniego sprawdzenia ich na obecność wirusów komputerowych,
- instalowanie jakiegokolwiek oprogramowania bez uzgodnienia z administratorem.

PODSTAWOWE CZYNNOŚCI PO ZAKOŃCZENIU PRACY

- zapisać dane na dysku i sporządzić kopie zapasowe,
- zamknąć programy i zamknąć system operacyjny

- wyłączyć zasilanie sprzętu (listwa zasilająca)
- uporządkować i sprzątnąć stanowisko pracy

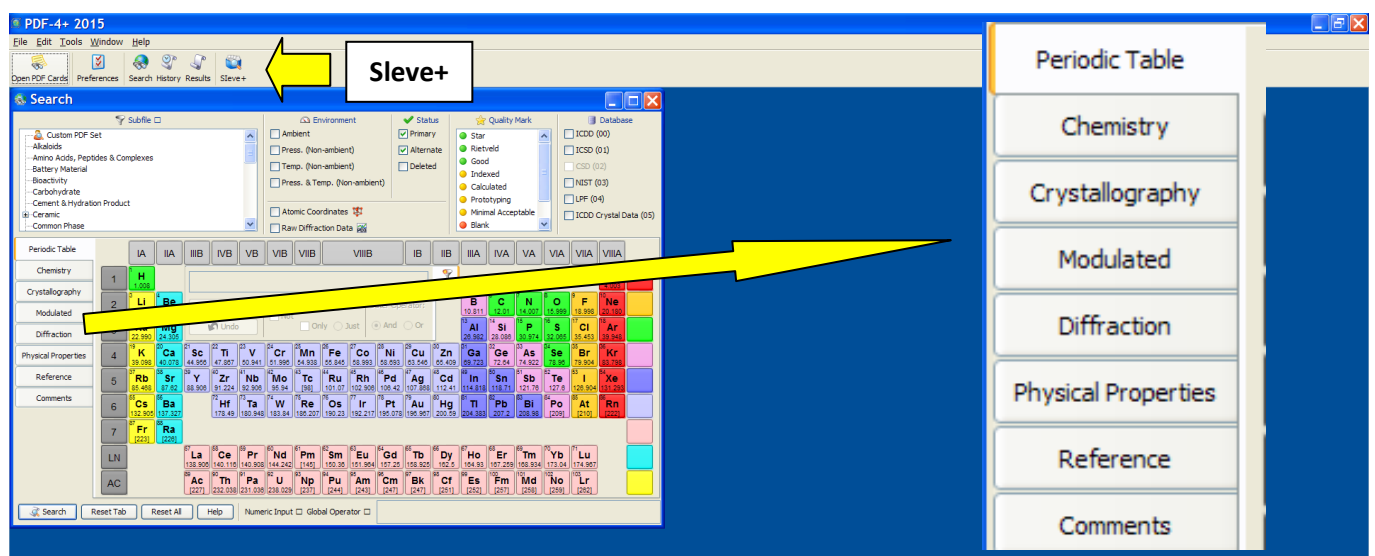
UWAGI KOŃCOWE

- gniazdka zasilające podlegają badaniom na skuteczność zerowania,
- przy stałej pracy przy komputerze należy łączyć przemienne pracę związaną z obsługą monitora ekranowego z innymi rodzajami prac nie obciążającymi narządu wzroku i wykonywanymi w innych pozycjach ciała - przy nie przekraczaniu 1 godziny nieprzerwanej pracy przy obsłudze monitora ekranowego lub co najmniej 5-minutową przerwę po każdej godzinie pracy przy komputerze,
- kobiety w ciąży mogą pracować bezpośrednio przy monitorze tylko za zgodą lekarza i zgodnie z jego zaleceniami.

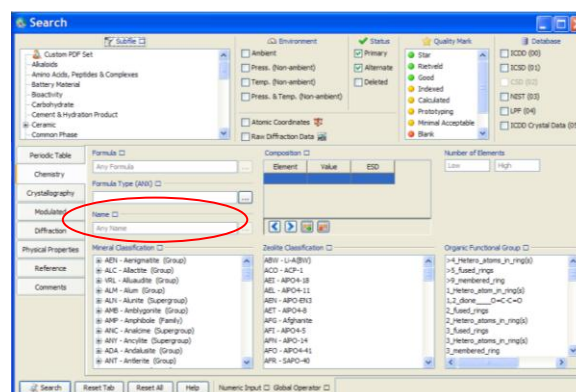
II. Podstawowe funkcje oprogramowania PDF4+

Baza danych krystalograficznych PDF4+ umożliwia przeglądanie kart ICDD, zawierających dane krystalograficzne 340 653 substancji. Umożliwia również analizowanie dyfraktogramów pod kątem obecności faz i ocenę ilościową tych faz.

Okno główne programu zawiera filtr bazy danych, który można konfigurować wg typu danych (ICDD, ICSD, itp.), temperatury badania, typu substancji (ceramiczne, nieorganiczne, metale i stopy, itp.); ponadto wg pierwiastków występujących w substancji, wg nazw substancji, oraz wg struktury.



Ustawianie filtra wyszukiwania substancji wskazane jest wykonać wg nazwy substancji:




Po wpisaniu nazwy kliknąć klawisz Search. Wynik pojawi się po chwili i wygląda następująco:

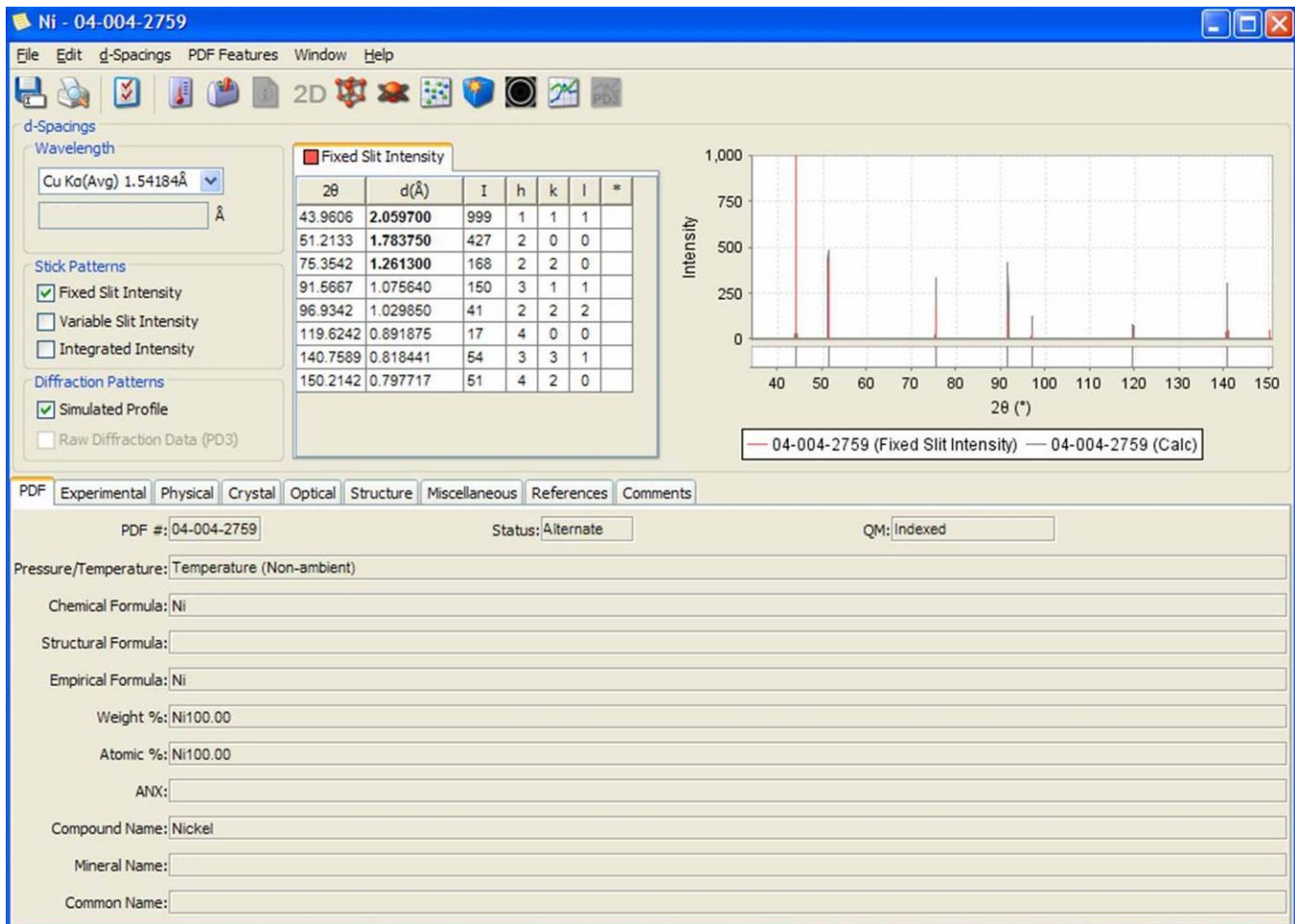
Temp (°C)	PDF #	QM	Compound Name	Common Name	Empirical Formula	D1 (Å)	D2 (Å)	D3 (Å)	RedCell Vol (Å³)	RedCell a (Å)	RedCell b (Å)	RedCell c (Å)	SYS	I/C	Prototype Structure	Dens (g/cm³)
24.850	01-088-1267	S	Aluminum Carbide Boride	aluminum carbide dicarborate	Al3B C3	2.900300	1.703100	2.989300	478.98	5.900	5.900	16.990	H	3.3		2.658
24.850	01-074-1139	I	Aluminum Carbide Nitride	Pentaaluminum tricarbonitride nitride	Al5 C3 N	2.822200	1.643600	2.976640	202.01	3.287	3.287	21.590	H	0.9	Al5 C3 N	3.04
24.850	01-060-3929	H	Aluminum Chromium Silicon Carbide	Silicon carbide	Al0.031 C Cr0.031 Si0.938	2.650160	1.661650	1.331780	21.64	3.123	3.123	3.123	C	3.64	Zn S	3.146
24.850	01-072-3583	I	Aluminum Oxide Carbide	Aluminum oxide carbide	Al2 C O	2.771280	1.600000	2.650000	45.23	3.200	3.200	5.100	H	1.43		3.01
24.850	01-072-3584	I	Aluminum Oxide Carbide	Aluminum oxide carbide	Al2 C O	2.684860	2.965990	2.600000	41.61	3.100	3.100	5.000	H	1.4		3.271
24.850	01-076-6672	H	Aluminum Tantalum Carbide	Aluminum Tantalum carbide	Al C3 Ta4	2.253910	12.133700	2.369100	206.47	3.134	3.134	24.267	H	6.89		12.666
24.850	01-076-6673	H	Aluminum Tantalum Carbide	Tantalum Aluminum carbide, B-Ta4 A	Al C3 Ta4	2.360870	12.481900	2.679050	206.89	3.093	3.093	24.964	H	15.4		12.63
24.850	01-078-9911	P	Aluminum Zirconium Carbide	Zirconium aluminum carbide	Al3 C Zr6	2.431600	2.336460	2.690630	332.37	6.680	6.220	6.220	H	5.02	Ti6 Ga4	5.486
24.850	01-077-5830	B	Beryllium Boron Carbide	Beryllium diboride dicarbide	B2 Be C2	3.067120	2.192400	1.641840	166.08	4.693	6.422	6.134	O	0.8		3.226
24.850	04-003-8243	I	Beryllium Carbide	beryllium carbide	Be2 C	2.505700	1.534420	0.886599	20.44	3.069	3.069	3.069	C	0.95	Ca F2	2.44
24.850	01-073-0703	B	Bis(triphenylphosphine)15-c	bis(triphenylphosphine)15-c	C52 H301 N O16 Os6 P2	15.778660	6.403760	9.621430	6629.94	10.042	16.362	34.337	M	0.42		2.461
24.850	01-078-1541	I	Boron Carbide	Tetrahoro carbide	B11.15 C2.85	2.663870	2.379030	4.503220	109.60	5.165	5.165	6.166	R	0.4	Be P	2.347
24.850	01-078-6016	I	Boron Dysprosium Carbide Silicide	Dysprosium boride silicide carbide	B36 C Dy2.2 Si8	2.280890	2.963910	3.840960	477.41	7.970	7.970	7.970	R	1.21		3.518
24.850	01-078-6018	S	Boron Erbium Carbide Silicide	Erbium boride silicide carbide	B36 C Er2 Si8	2.274340	2.970650	3.629160	472.30	7.937	7.937	7.937	R	1.16		3.476
24.850	01-078-6034	I	Boron Erbium Carbide Silicide	Erbium boride silicide carbide	B36 C1.1 Er2 O1 Si8.9	2.274340	2.970650	3.629160	472.30	7.937	7.937	7.937	R	1.16		3.476
24.850	01-078-6014	S	Boron Gadolinium Carbide Silicide	Gadolinium boride silicide carbide	B36 C1.2 Gd1.9 Si8.9	2.292770	2.999740	3.603550	484.10	8.003	8.003	8.003	R	1.02		3.267
24.850	01-078-6031	B	Boron Gadolinium Carbide Silicide	Gadolinium boride silicide carbide	B36 C1.19 Gd1.88 Si8.81	2.282770	2.995740	3.603550	484.10	8.003	8.003	8.003	R	0.99		3.247
24.850	01-078-6017	I	Boron Holmium Carbide Silicide	Holmium boride silicide carbide	B36 C Ho2 Si8	2.275360	2.971020	3.630710	472.73	7.938	7.938	7.938	R	1.0		3.466
24.850	01-078-6033	I	Boron Holmium Carbide Silicide	Holmium boride silicide carbide	B36 C1.07 Ho1.95 Si8.93	2.275360	2.971020	3.630710	472.73	7.938	7.938	7.938	R	0.99		3.423
24.850	01-078-6021	S	Boron Lutetium Carbide Silicide	Lutetium boride silicide carbide	B36 C Lu2 Si8	2.269360	3.620140	2.960350	488.41	7.911	7.911	7.911	R	1.36		3.621
24.850	01-078-6036	I	Boron Lutetium Carbide Silicide	Lutetium boride silicide carbide	B36 C0.96 Lu2.07 Si9.02	2.269360	3.620140	2.960350	488.41	7.911	7.911	7.911	R	1.38		3.603
19.850	01-078-6560	S	Boron Neodymium Carbide	Neodymium boride carbide	B4 Ca 9 Nd5	3.037930	3.160230	2.740230	1697.66	8.313	8.354	24.301	O	2.66		6.471
19.850	01-078-8581	S	Boron Praseodymium Carbide	Praseodymium boride carbide	B4 Ca 7 Pr5	3.074000	3.228980	2.780660	1766.93	8.456	8.492	24.692	O	2.84		6.05
19.850	01-078-5903	S	Boron Terbium Carbide	Terbium boride carbide	B7 C10 Tb10	2.917150	3.104480	2.906890	1488.11	7.966	7.966	23.583	M	2.62		7.967
19.850	01-078-8406	S	Boron Terbium Carbide	Terbium boride carbide	B9 C10 Tb10	2.973250	3.031490	2.406370	1523.81	7.937	8.074	23.786	M	2.74	Gd Sn3	7.875
24.850	01-078-6016	S	Boron Terbium Carbide Silicide	Terbium boride silicide carbide	B36 C0.9 Si9 Tb1.9	2.278140	2.976660	3.636760	474.94	7.963	7.963	7.963	R	1.06		3.338
24.850	01-078-6032	B	Boron Terbium Carbide Silicide	Terbium boride silicide carbide	B36 C0.93 Si9.01 Tb0.65	7.671520	3.046020	5.95710	474.94	7.963	7.963	7.963	R	1.36		2.651
24.850	01-078-6019	S	Boron Thulium Carbide Silicide	Thulium boride silicide carbide	B36 C Si8 Tm2	2.273960	2.969340	3.626360	471.89	7.934	7.934	7.934	R	1.24		3.49
24.850	01-078-6020	S	Boron Ytterbium Carbide Silicide	Ytterbium boride silicide carbide	B36 C Si8 Yb2.2	2.287030	3.650130	2.984870	479.76	7.976	7.976	7.976	R	1.46		3.581
24.850	01-078-6035	I	Boron Ytterbium Carbide Silicide	Ytterbium boride silicide carbide	B36 C0.97 Si9.03 Yb2.2	2.287030	3.650130	2.984870	479.76	7.976	7.976	7.976	R	1.44		3.583
24.850	01-078-6013	S	Boron Yttrium Carbide Silicide	Yttrium boride silicide carbide	B36 C0.9 Si9.1 Y1.9	2.278740	2.976990	2.608600	476.17	7.963	7.963	7.963	R	0.71		2.881
19.850	01-078-5552	S	Calcium Boron Carbide	Calcium boride carbide	B2 C4 Ca8.92	3.946820	2.939440	2.224560	79.26	4.402	4.650	4.650	H	1.46		2.232

Kliknięcie w górną listwę tabeli sortuje wyniki wg danej wartości. W przypadku powyżej wykonano sortowanie alfabetycznie wg nazwy substancji. Wyniki można zapisać w formacie *.pdf korzystając z menu.

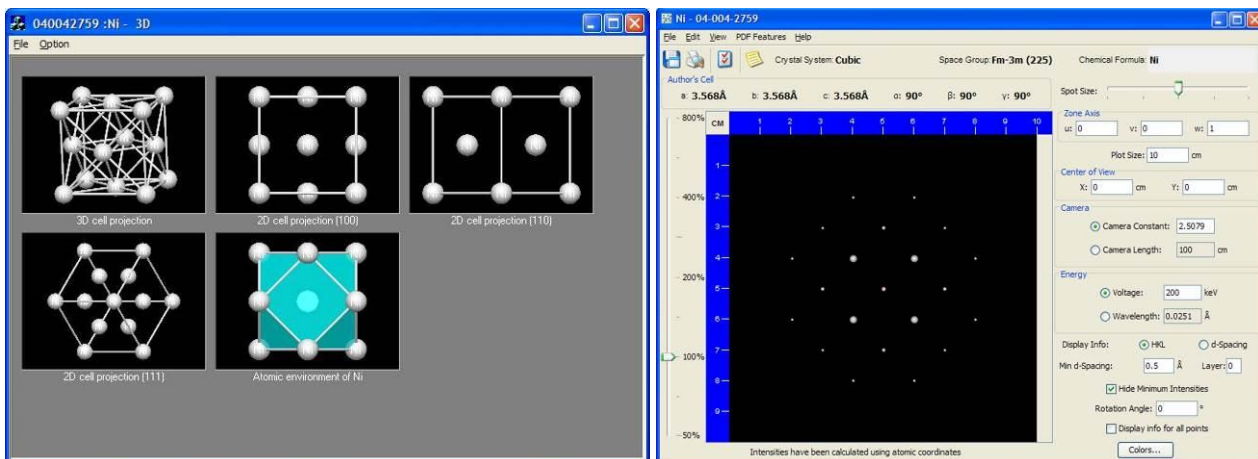
Przeglądanie konkretnej karty ICDD substancji: z Menu wybrać *Open PDF Card* lub z paska narzędzi

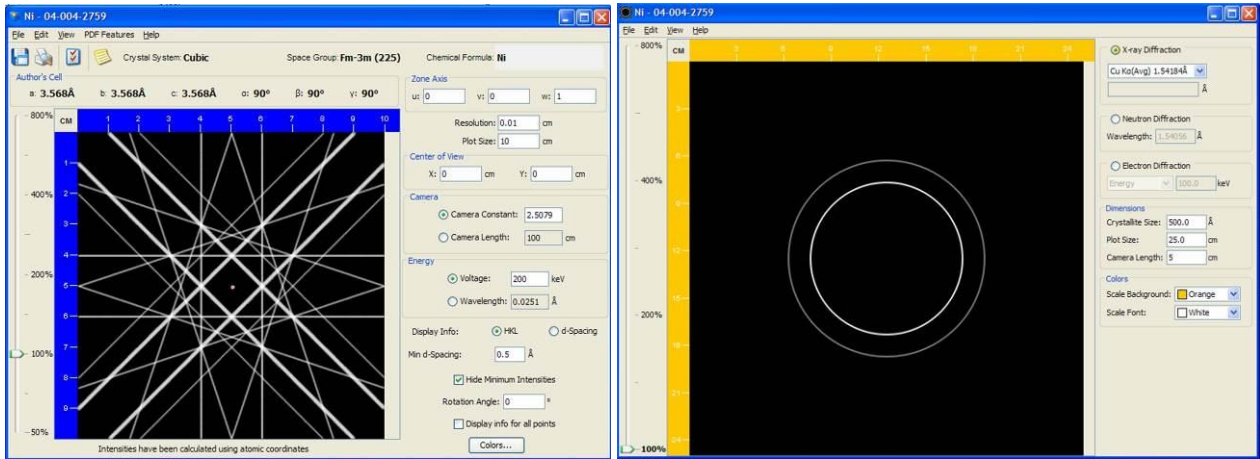
kliknąć ikonę , pojawi się okno do wpisania nr karty ICDD:

Karta substancji wygląda następująco:



Wykorzystując pasek narzędzi możliwe jest obejrzenie struktury 3D substancji, struktury elektronowej, struktury elektronów wstecznie rozproszonych oraz diagramy kołowe.





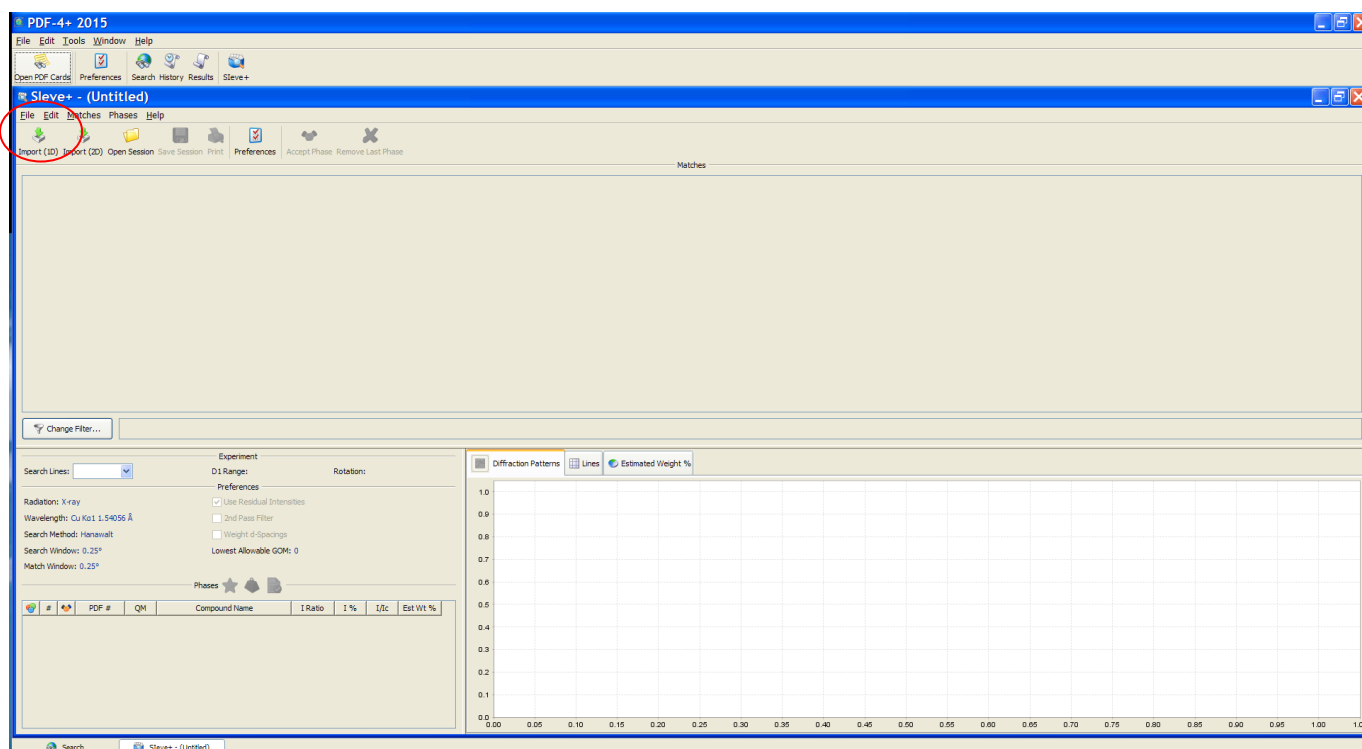
III. Przebieg identyfikacji fazowej substancji przy wykorzystaniu oprogramowania Sleve+

Sleve+ wczytuje bezpośrednio dane zapisane przez program Ximage, który zapisuje dane w pliku *.rs2 w postaci:

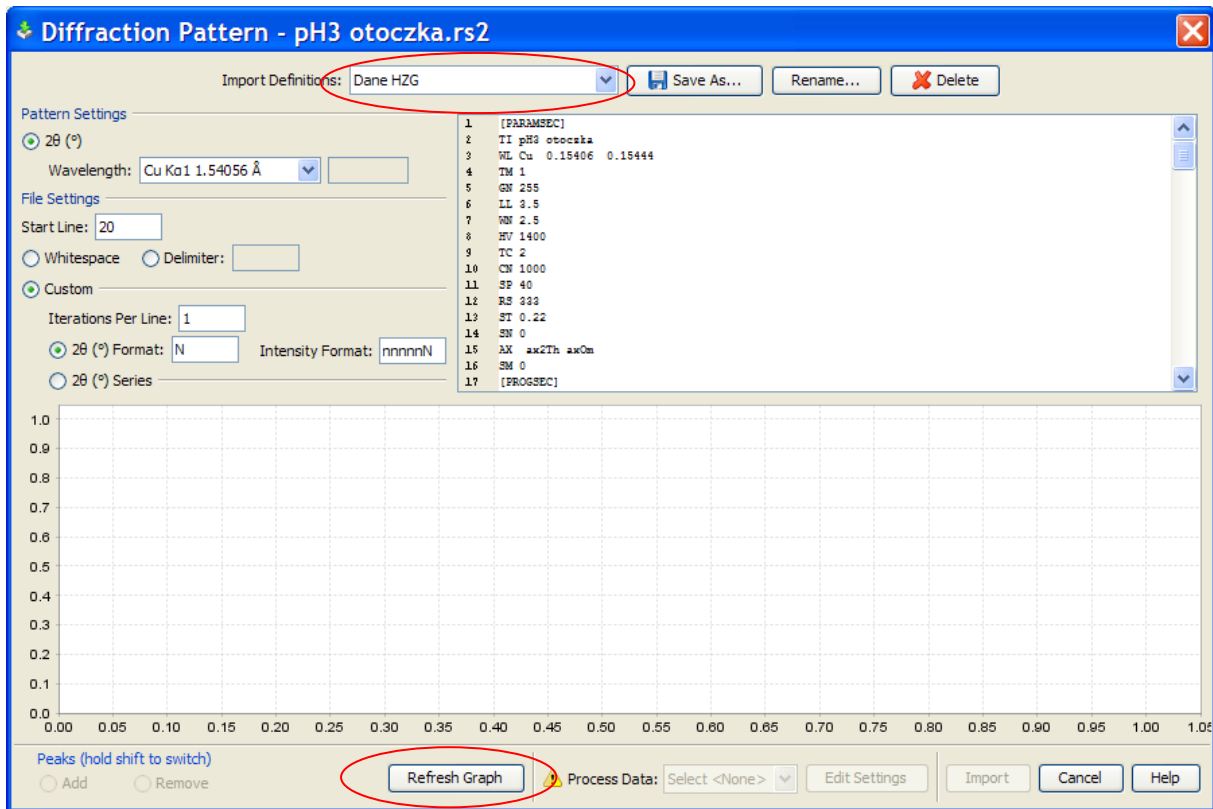
```
[PARAMSEC] – sekcja parametrów
TI pr2
WL Cu 0.15406 0.15444
(...)
[PROGSEC] – program pomiarowy
rt21ThOmt 20.000 0.010 83.000 0.000 0.000 0.000 2.0
[DATASEC] – dane pomiarowe
 20.000 10.000 0.000 0.000 0.000 267.0
 20.010 10.005 0.000 0.000 0.000 285.5
 20.020 10.010 0.000 0.000 0.000 260.5
 20.030 10.015 0.000 0.000 0.000 282.0
 20.040 10.020 0.000 0.000 0.000 293.0
 20.050 10.025 0.000 0.000 0.000 271.0
 20.060 10.030 0.000 0.000 0.000 275.5
 20.070 10.035 0.000 0.000 0.000 246.0
 20.080 10.040 0.000 0.000 0.000 284.5
(...)
```

W sekcji *Dane pomiarowe* dane zapisywane są w kolumnach, gdzie pierwsza kolumna jest kątem 2Θ , druga – kąt ω ; 3, 4 i 5 kolumna służą do zapisu danych w innych geometriach, w ostatniej kolumnie zapisywana jest intensywność promieniowania.

W celu identyfikacji badanej substancji należy wczytać dane pomiarowe do programu Sleve+ korzystając z opcji Import 1D:

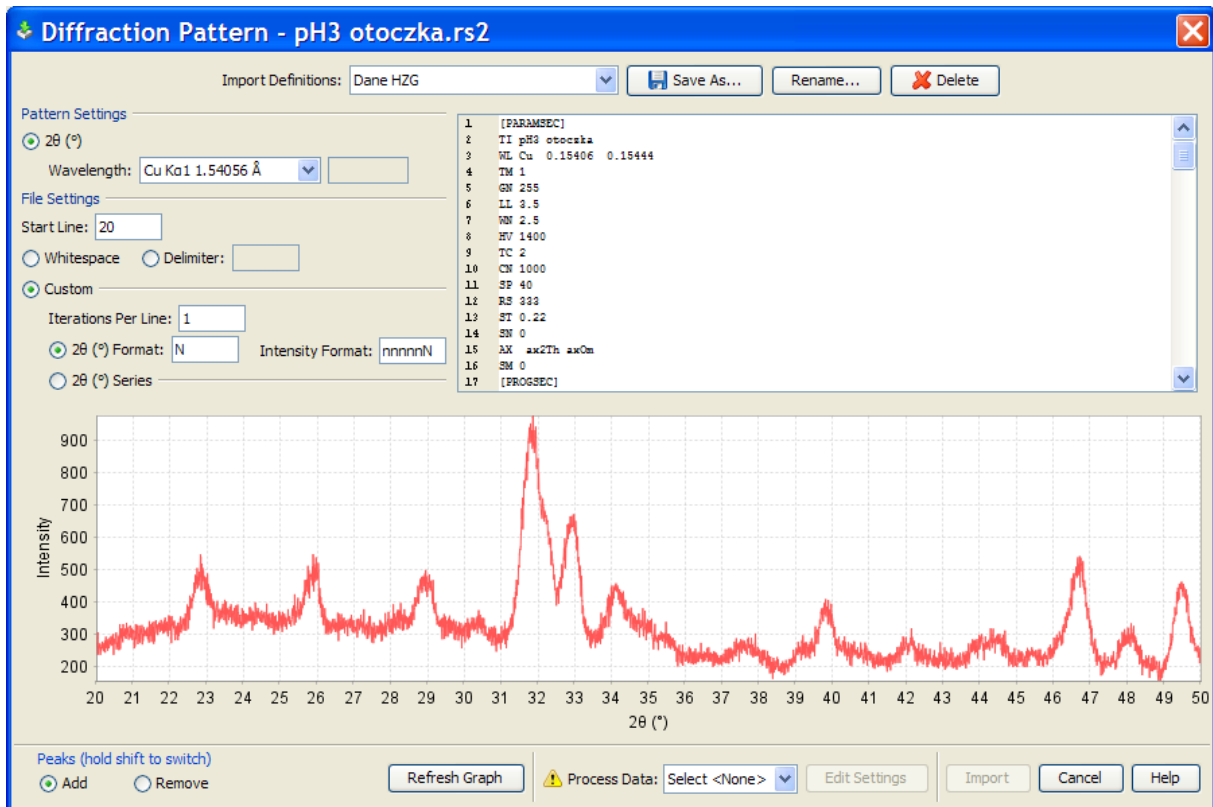


Import danych z programu Ximage wymaga wykorzystania definicji format importu danych, zapisanej w programie pod nazwą *Dane HZG*:

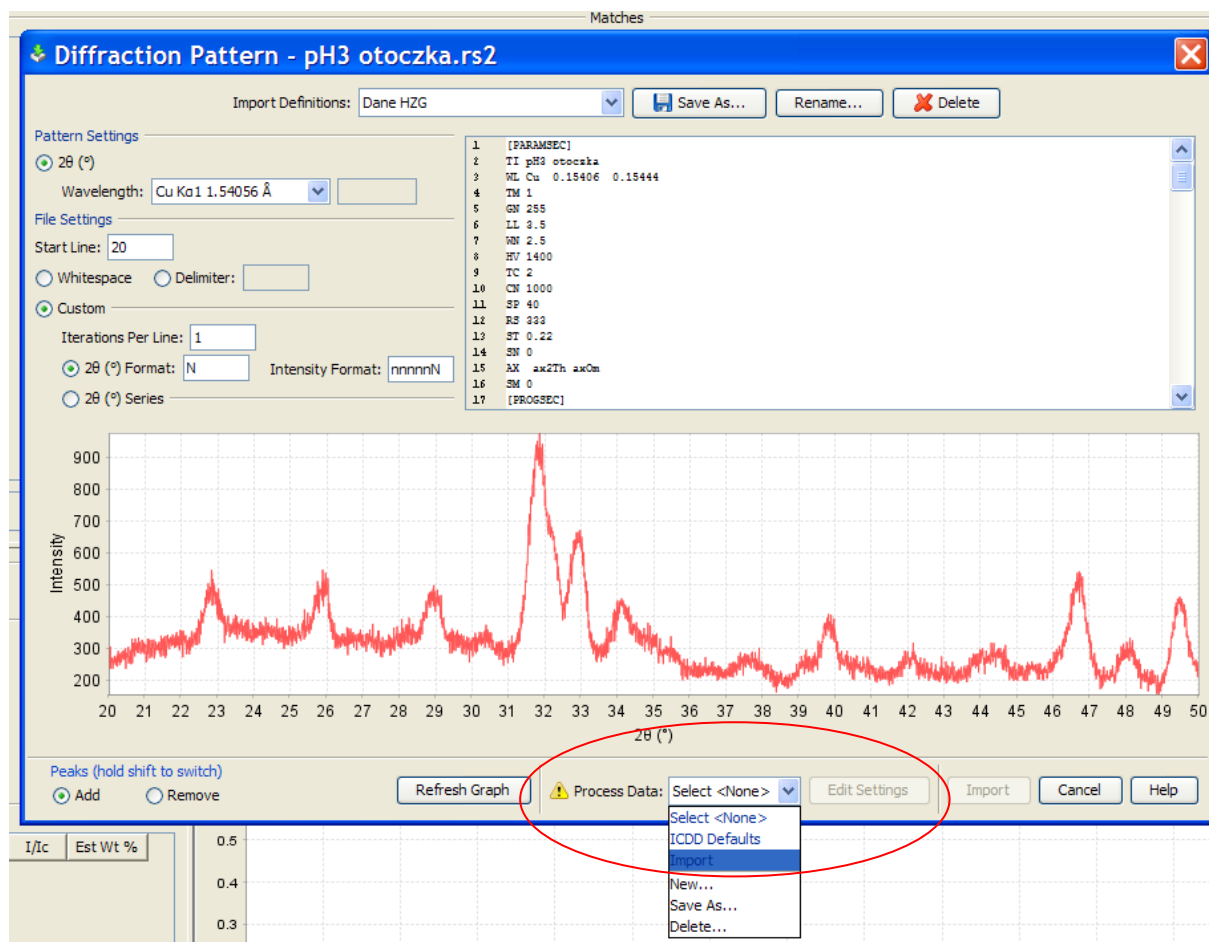


Opcja importu pomija sekcję parametrów akwizycji danych oraz ustawia odczyt kąta 2θ z pierwszej kolumny, a intensywność z szóstej kolumny.

Teraz należy nacisnąć Refresh Graph. Pojawia się surowy wykres, który należy przygotować do dalszej analizy:

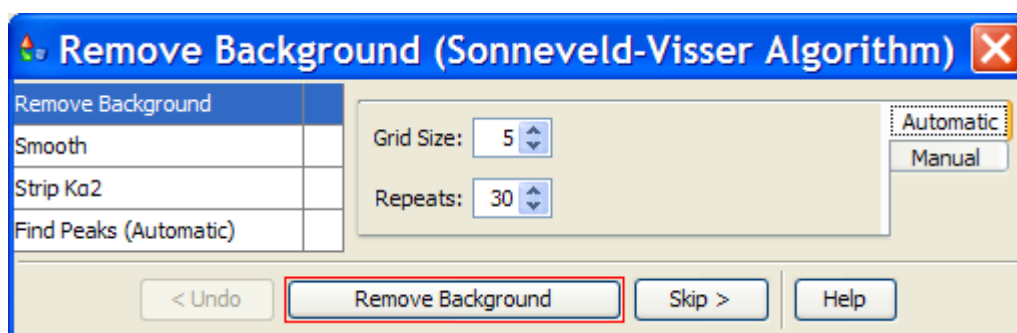


W dalszej kolejności należy przeprowadzić obróbkę danych, poprzez wybranie opcji *Import* z okna *Process Data*, a następnie użyć opcji *Edit Settings*:

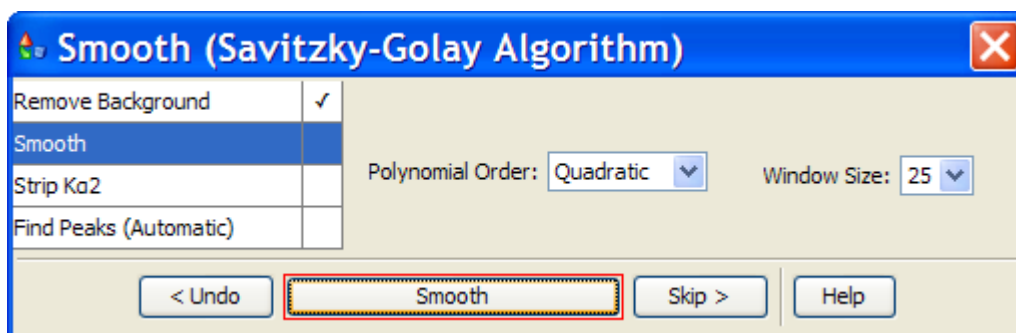


Opisanie niżej operacje mają na celu usunięcie tła pomiarowego oraz automatyczne wykrycie pików, które potem pozwolą na identyfikację substancji oraz oznaczenie jej ilości.

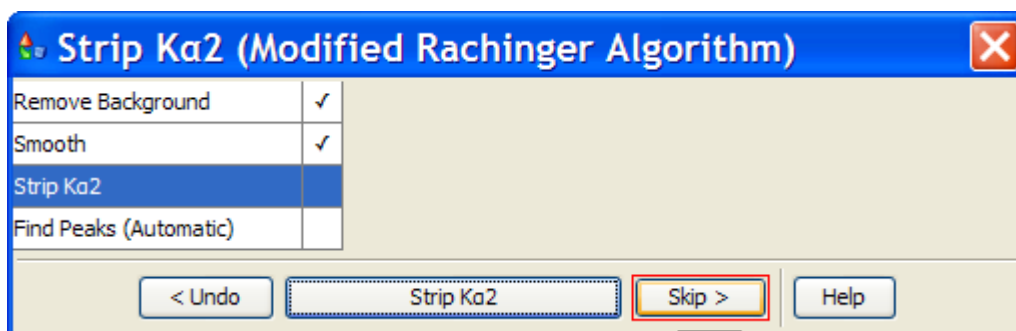
W pierwszej kolejności usuwamy/wyrównujemy poziom tła (*Background*). Siłę działania opcji można zmienić ustawiając wartości opcji *Grid Size* oraz *Repeats*. Po dokonaniu najlepszych ustawień klikamy przycisk *Remove Background*.



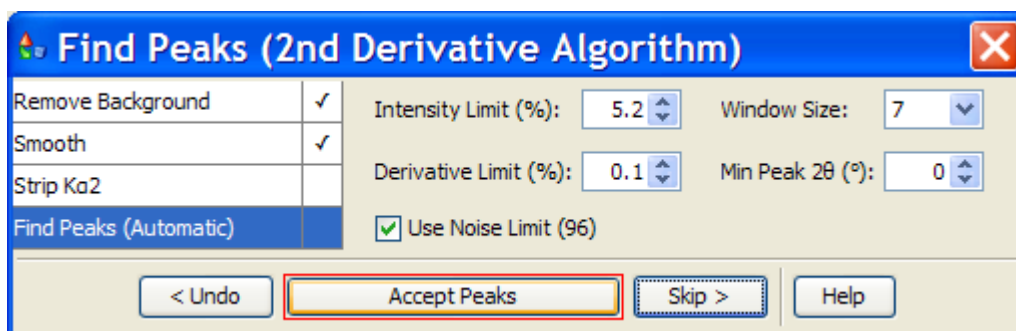
Kolejnym krokiem przygotowania dyfraktogramu jest jego wygładzanie (*Smooth*). Również w tym przypadku można dopasować siłę działania opcji poprzez ustawienie odpowiednich wartości.



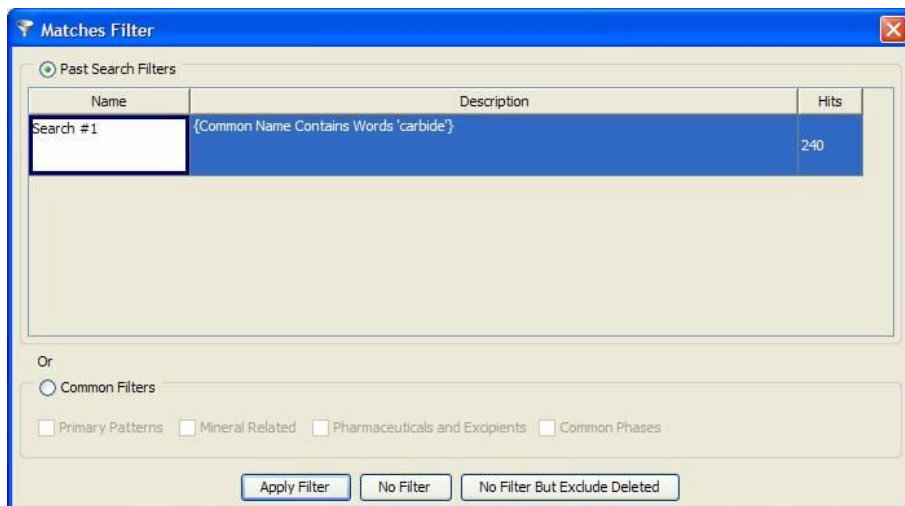
Kolejny krok – usuwanie pików pochodzących od promieniowania $K\alpha_2$ możemy pominąć (*Skip*):



Ostatnim krokiem jest wyszukiwanie pików (*Find Peaks*). Jeśli badana substancja zawiera dużą ilość faz, to należy tak zmienić wartości opcji, aby uzyskać dużą ilość pików (prostokąt pod wykresem, pionowe linie oznaczają wykryte piki). W przypadku pojedynczych substancji należy ograniczyć się do wykrycia kilku najwyższych pików. Po zakończeniu klikamy przycisk *Accept Peaks*.




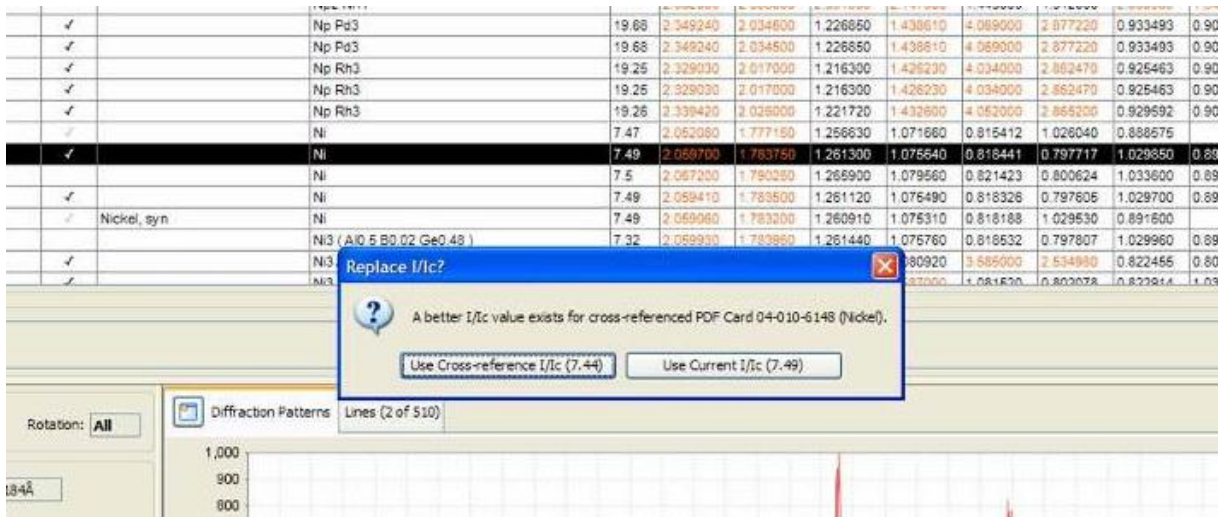
Jeśli w początkowej fazie (w oknie programu PDF4+) wybrane były filtry substancji (np. nazwy) to pojawi się teraz okno akceptacji tych filtrów (*Apply Filter*). Można je pominąć prowadząc poszukiwania w całej bazie (*No Filter*).




Program Sleve+ wyświetli teraz listę substancji wg najlepszego dopasowania (wartości GOM = *Goodness of Match*). Najczęściej dopasowanie to nie spełnia oczekiwań, dlatego należy wcześniej przygotować listę substancji, które mogą wystąpić w badanym materiale. Substancji tych należy szukać po wykonaniu sortowania tabeli alfabetycznie wg nazw.

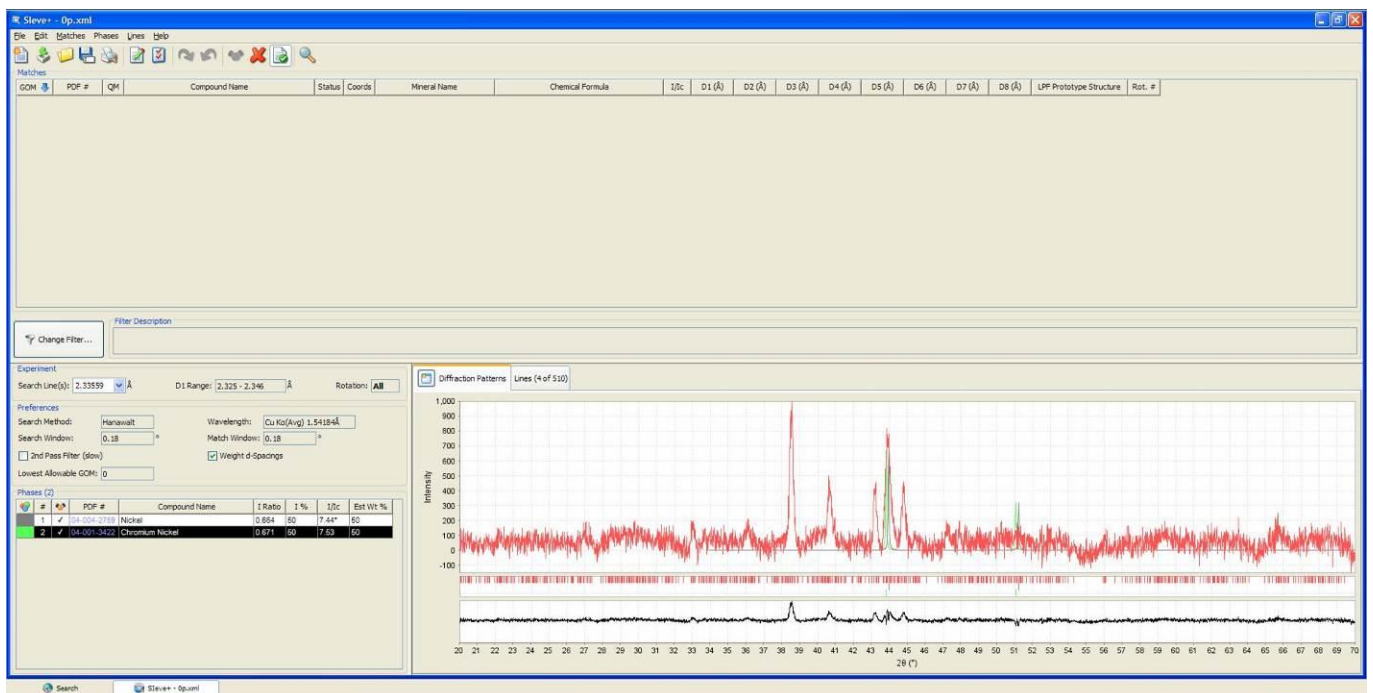
GOM	PDF #	QM	Compound Name	Status	Coords	Mineral Name	Chemical Formula	I/c	D1 (Å)	D2 (Å)	D3 (Å)	D4 (Å)	D5 (Å)	D6 (Å)	D7 (Å)	D8 (Å)	LPP Prototype Structure	Rot. #
7880	04-007-2012	S	Copper Lanthanum	A	✓		Cu ₂ La	2.32	2.349880	2.339180	2.444200	1.996680	2.162300	2.579200	2.002600	2.144860	Cu ₂ Ce ₂ Pb ₂ O ₂	2
7900	04-001-4269	P	Germanium Osmium Thulium	P	✓		Tm Os Ge ₂	3.78	2.332210	2.448860	2.219180	2.323680	2.354200	1.135000	2.097600	2.536200	Zr ₂ Cr ₂ Si ₂ Ge ₂ Sb ₂	1
7900	00-058-1289	I	Nickel Tin	P	✓		Ni Sn	2.667000	2.991000	2.886000	2.843000	2.184000	2.100000	2.047000	2.860000	2.860000	Ni ₂ Sn ₂ As ₂ Sb ₂	4
7282	00-051-1342	S	Aluminum Cerium Silver	P	✓		Ag ₂ As ₂ Cu ₂	0.63	2.931880	2.715480	2.350360	2.610760	1.891780	1.426700	2.936880	2.039000		1
7268	04-001-2786	P	Magnesium Nickel	A	✓		Mg Ni ₂	2.38	2.061130	2.011340	4.022880	2.221880	1.934180	1.870760	3.941580	3.678480	Mg ₂ Ni ₂ P ₂ As ₂	5
7268	04-003-6384	P	Praseodymium Iron Phosphide	P	✓		Pi ₂ Fe ₂ P ₂	6.31	2.332120	1.843800	1.739370	1.898110	2.300970	3.348940	2.856940	3.012680	Zr ₂ Fe ₂ P ₂ As ₂	1
7231	04-008-1475	P	Cobalt Gallium Lanthanum	P	✓		La Co ₂ Ga	4.4	2.349880	2.893100	2.877020	2.188010	2.036500	2.848000	2.338000	2.061120	Pt ₂ Co ₂ Ge ₂ As ₂	2
7218	04-002-8088	P	Erbium Arsenic Sulfide	P	✓		ErAs ₂ S	2.64	2.932630	1.658400	3.447370	2.859330	2.282070	2.831300	2.930440	1.600000	CaAs ₂ S ₂ P ₂ Si ₂	3
7209	04-003-2938	P	Tantalum Silicon	P	✓		Ta ₂ Si ₃	10.24	2.347080	2.831240	2.081490	2.194320	3.486170	1.958890	1.488210	3.640580	Cr ₂ S ₂ Si ₂ As ₂	2
7187	01-077-1410	I	Potassium Lithium-Aluminum Fluoride	P	✓		K ₂ LiAlF ₆	1.21	2.071270	2.227010	2.810000	2.301670	3.068000	1.405000	3.978180	1.989070		4
7187	04-010-2943	I	Potassium Lithium-Aluminum Fluoride	A	✓		K ₂ LiAlF ₆	1.21	2.071270	2.227010	2.810000	2.301670	3.068000	1.405000	3.978180	1.989070	Ba ₂ Ni ₂ Te ₂ Os ₂ Hf ₂ O ₂	4
7183	00-042-1088	O	Aluminum Potassium	P	✓		AlK ₂ F ₆	1	2.339000	2.047000	2.086000	3.070000	1.431600	1.898000	1.930000	2.050000		1
7182	04-008-2921	I	Dysprosium Selenium	P	✓		Dy ₂ Se ₂ As ₂	3.91	2.338830	2.270420	3.637200	2.868380	3.608000	2.006000	2.793870	1.551380	UAs ₂ Ir ₂ As ₂	1
7165	04-010-4362	I	Antimony Copper-Titanium	P	✓		Cu ₂ As ₂ Ti ₂ Sb ₂	4.5	2.342210	2.288870	3.491470	1.798360	3.312200	1.823320	2.488770	2.541380	W ₂ Si ₂ As ₂ As ₂	1
7176	04-001-4381	P	Europium Gallium Sulfide	P	✓		Eu Ga ₂ S ₄	4.05	2.338470	1.986320	3.678100	5.244260	2.878430	2.890000	2.888000	1.663070	SnAs ₂ Sb ₂ As ₂ Sb ₂	1
7176	04-006-2090	P	Europium Gallium Sulfide	A	✓		Eu Ga ₂ S ₄	4.05	2.338470	1.986320	3.678100	5.244260	2.878430	2.890000	2.888000	1.663070	SnAs ₂ Sb ₂ As ₂ Sb ₂	1
7174	00-011-2008	I	Chromium Sulfide	P	✓	Brezinaite, syn	Cr ₃ S ₄	2.668000	2.840000	2.032000	2.806000	1.718000	3.972000	2.021000	1.713000	Cr ₃ S ₄ As ₂ As ₂	4	
7168	01-038-4258	I	Mercurium Silicium	A	✓		Hg ₂ Si ₂	7.38	1.933900	1.562510	1.628800	3.416000	1.348800	1.388800	1.388800	1.628800	Hg ₂ Cr ₂ As ₂ As ₂	4

Po dopasowaniu substancji (każda substancja ma zwykle kilka kart ICDD) należy kliknąć ikonę  z paska narzędzi. Jest to akceptacja wybranej substancji. Podobnie postępując zaznaczymy i akceptujemy wszystkie pozostałe substancje, wybierając te, których dopasowanie jest najlepsze do wykresu oraz te, dla których wartość I/I_c jest najwyższa. Program Sleve+ może zadać również pytanie, których danych użyć do analizy, jeśli baza zawiera dane o lepszej wartości I/I_c.



Wprowadzenie wartości I/I_c jest bardzo ważne, jeśli chcemy znaleźć % udziały faz w badanym materiale.

Jeśli wszystkie fazy zostały znalezione i zaakceptowane, klikamy ikonę  z paska zadań. Kończy to analizę.



Teraz można skopiować dane np. do edytora tekstu i/lub zapisać sesję:

