DIFFRAC<sup>plus</sup> Evaluation Package Release 2008 — EVA V14

i

### Оглавление

1	Введение	5
1.1	Вычислительный пакет DIFFRAC <sup>plus</sup> , выпуск 2008	5
1.2	Представление EVA	6
1.3	Помощь	11
1.3.1	Разделы помощи	11
1.3.2	Просмотр помощи во время работы	12
1.4	Обозначения в документе	14
2	Установки EVA	17
2.1	Вкладка "Базы Данных"	17
2.2	Вкладка XRF	
2.3	Вкладка "Рисунки"	24
2.4	Вкладка "Размеры"	
2.5	Вкладка "Цвета"	27
2.6	Автоматическая печать	29
2.7	Сечения и минимумы	
2.8	Вкладка "Десятичные разряды"	35
2.9	Вкладка "Программные значения по умолчанию"	
2.10	Вкладка "Разное"	
2.10.1	1 Установки печати	
2.10.2	2 Оптимизация EVA	40
2.10.3	3 Возможности базы данных	41
2.11	Вкладка FPM (соответствие полной рентгенограммы)	45
3	Окна EVA	49
3.1	Основное окно	
3.1.1	Линейка названия	
3.1.2	Линейка меню	51
3.1.3	Панель инструментов	56
3.2 O	кно документа	60
3.3. C	Окно трехмерного изображения (3D)	61
3.4	Работа с документами EVA	62
3.4.1	Создание документов EVA	62
3.4.2	Сохранение документов EVA	65
3.4.3	Открывание документов EVA	66
3.4.4	Суммирование дифрактограмм при импортировании	67
3.4.5	Размножение документов EVA	69
3.5	Описание документов EVA	70
3.6	Увеличение в документе EVA	72
3.7	Работа с сегментами	74
3.8	Изменение единиц измерения и шкал	77
3.8.1	Изменение единиц измерения Х и Ү	77
3.8.2	Изменения шкалы Ү	79
3.9	Отмена действия	80
3.10	Восстановление позиций панели инструментов	81
4	Главный набор инструментов: обзор	83
4.1	Схема главного набора инструментов	83
4.2	Текущий объект	84
4.3	Использование панели управления данными	85
4.4	Изменение цвета текущего объекта	87
4.5	Использование набора инструментов "Режим пролистывания списка"	
4.6	Использование панелей управления инструментами обработки данных	90

4.7 4.8 4.9 4.10	Проверка результатов с помощью фантома Копирование объектов в буфер Выбор столбцов, показываемых в главном наборе инструментов Сортировка объектов главного набора инструментов по порядку	
4.11	Столбец пользовательских значений	97
5	Работа с дифрактограммами	101
5.1	Информация, доступная для дифрактограмм в наборе инструментов	101
5.2	Дифрактограммы, изображенные с помощью точек	103
5.3	Изменение свойств дифрактограммы	104
5.4	Список операций на дифрактограмме	106
5.5	Вычитание фона	
5.5.1	Градиционный DIFFRAC метод	
5.5.Z	усовершенствованный метод	
5.5.3 5.5.4	МЕТОД БЕЗБЕ Вышистение фона	
555	Вычисление фона	
5.6	Выполнение поиска пиков	
57	Улапение Ка, пасчет	119
5.7.1	метод удаления в EVA	
5.7.2	Улаление Каз: расчет	
5.8	Сглаживание дифрактограмм	
5.9	Сглаживание и разложение в ряд Фурье	124
5.10	Коррекция смещения по Х	126
5.11	Коррекция ошибки сдвига образца	127
5.12	Масштабирование текущей дифрактограммы	128
5.13	Нормирование дифрактограмм	129
5.14	Подавление аберрантных точек	131
5.15	Суммирование и вычитание дифрактограмм	132
5.16	Совмещение дифрактограмм	133
6	Работа с рентгенограммами	135
61		135
6.2	Попожение пиков рентгенограммы	
6.3	Замена шелей использованных для представления рентгенограмм	138
6.4	Изменение свойств рентгенограммы	
6.5	Показ листа данных рентгенограммы	
6.6	Просмотр индексов <i>hkl</i> соответствующей линии	143
6.7	Масштабирование текущей рентгенограммы	146
6.8	Полуколичественный фазовый анализ	148
6.8.1	Проведение полуколичественного анализа	148
6.8.2	Обучение	149
6.8.3	Как оценить точность	150
6.8.4	Химический баланс: сравнение с химическим анализом	
6.9	Проведение операции d x By ( <i>d</i> умножить на) на текущеи рентгенограмме	
6.10	Показ текущей рентгенограммы с другой длиной волны	
0.11	Анизотропное искажение ренттенограммы с использованием операции типе сел (на ячейки)	астроика 162
6.12	Генератор <i>hkl</i>	165
6.13	Совместимость полной рентгенограммы	167
6.13.1	1 Симулирование дифрактограмм	168
6.13.2	2 Алгоритм уточнения	170
6.13.3	3 Определение размеров кристаллитов с помощью формулы Шеррера	171
6.13.4	4 Моделирование формы пика (модель FPM)	172
6.13.5	5 Определение неизвестного (определение FPM)	
6.14	Создание пиков из рентгенограммы	
0.15	Экспортирование рентгенограммы как DIF фаил	
0.10	подготовка остаточной дифрактограммы	

7	Работа с пиками	.189
71	Информация, доступная для пиков в главной панели инструментов	189
72	Изменение свойств пика	190
7.3	Редактирование текущего пика	
7.4	Создание DIF рентгенограммы из списка пиков	
7.5	Изменение масштаба лифрактограмм. чтобы они разлепяли общий пик	195
7.6	Копирование результатов пиков	196
8	Работа с участками	.199
•		
8.1	Общие сведения	199
8.2	Расчет в участках	201
8.3	Работа с несколькими дифрактограммами	202
•		202
9	Работа с метками	.203
9.1	Информация, доступная для меток в главном наборе инструментов	203
9.2	Изменение свойств метки	204
9.3	Редактирование меток	205
10	Выполнение операций поиска	.207
10.1	Поиск образца по названию или номеру	207
10.1.1	Задание названия или номера образца	207
10.1.2	2 Выбор основной базы данных	209
10.1.3	3 Задание максимального количества результатов	209
10.1.4	Выбор автоматической вставки результатов поиска в текущий документ	210
10.2	Операция поиск/соответствие	211
10.2.1	Описание	211
10.2.2	2 Выбор основного параметра поиска/соответствия: критерия	212
10.2.3	В Сортировка параметров, применяемых к образцам до алгоритма поиска/соответствия.	214
10.2.4	Химический фильтр	217
10.2.5	5 Окно 2θ, смещение 2θ, сдвиг и d x by	219
10.2.6	6 Кнопки Read (читать) и Save (сохранить)	220
10.2.7	7 Старт процедуры поиска	221
10.3	Окно результатов поиска	223
10.4	Масштабирование рентгенограммы при импорте	226
11	Печать в EVA	.227
11.1	Печать содержимого главного набора инструментов и результатов поиска	227
11.2	Предварительный просмотр	228
11.2.1	Запуск предварительного просмотра	228
11.2.2	2 Работа с окном «Стандартный стиль»	230
11.2.3	В Стиль презентации	231
11.2.4	Заголовок печатаемого документа	232
11.2.5	5 Настройка графического фона	233
11.2.6		
	б Форматирование сетки	235
11.2.7	<ul> <li>Форматирование сетки</li> <li>Имитация трехмерного изображения дифрактограмм</li> </ul>	235 236
11.2.7 11.2.8	<ul> <li>Форматирование сетки</li> <li>Имитация трехмерного изображения дифрактограмм</li></ul>	235 236 237
11.2.7 11.2.8 11.2.9	<ul> <li>Форматирование сетки</li> <li>Имитация трехмерного изображения дифрактограмм</li></ul>	235 236 237 238
11.2.7 11.2.8 11.2.9 11.2.1	<ul> <li>Форматирование сетки</li> <li>Имитация трехмерного изображения дифрактограмм</li> <li>Формат условных обозначений</li></ul>	235 236 237 238 240
11.2.7 11.2.8 11.2.9 11.2.1 11.3	<ul> <li>Форматирование сетки</li> <li>Имитация трехмерного изображения дифрактограмм</li></ul>	235 236 237 238 240 241
11.2.7 11.2.8 11.2.9 11.2.1 11.3 11.3.1	<ul> <li>Форматирование сетки</li> <li>Имитация трехмерного изображения дифрактограмм</li> <li>Формат условных обозначений</li></ul>	235 236 237 238 240 241 241
11.2.7 11.2.8 11.2.9 11.2.1 11.3 11.3.1 11.3.2	<ul> <li>Форматирование сетки</li> <li>Имитация трехмерного изображения дифрактограмм</li> <li>Формат условных обозначений</li></ul>	235 236 237 238 240 241 241 242
11.2.7 11.2.8 11.2.9 11.2.1 11.3 11.3.1 11.3.2 11.4	<ul> <li>Форматирование сетки</li> <li>Имитация трехмерного изображения дифрактограмм</li> <li>Формат условных обозначений</li></ul>	235 236 237 238 240 241 241 241 242 243
11.2.7 11.2.8 11.2.9 11.2.1 11.3 11.3.1 11.3.2 11.4 11.4.1	<ul> <li>Форматирование сетки</li> <li>Имитация трехмерного изображения дифрактограмм</li> <li>Формат условных обозначений</li></ul>	235 236 237 238 240 241 241 241 242 243 243

12 Трехи	иерное изображение данных (режимы 3D и сечения)	247
12.1 Введен	ие	
12.2 Режим	3D (трехмерный вид)	
12.2.1 Введ	ение	
12.2.2 Цвета	а, используемые в презентации (экран)	250
12.2.3 Пере	движения и пропорции	253
12.2.4 Пере	иещение по поверхности (диапазон дисплея)	257
12.2.5 Пред	зарительный просмотр печати	259
12.2.6 Файл	ы примеров	
12.3 Сечен	או או איז	
12.3.1 Рабо	а с сечениями	
12.3.2 Выбо	р оси Z для отображения сечений	
12.3.3 Испо	ъзование автоматических уровней для генерации сечений	
12.3.4 Инфо	рмация, доступная для сечений в главной панели	265
12.3.5 Авто	латическое нахождение максимумов	
12.3.6 Инфо	рмация, доступная для максимумов в основной панели	
12.3.7 Созд	ание сечений и максимумов вручную	
12.3.8 Изме	чение свойств сечений и максимумов	
Приложен	ия	273
A EVA V	4 и уровни лицензии	273
В Химич	еский баланс	275
С Форма	пика при совместимости полной рентгенограммы (FPM)	279

## 1 Введение

### 1.1 Вычислительный пакет DIFFRAC<sup>*plus*</sup>, выпуск 2008

Прим.: Программы DIFFRAC<sup>*plus*</sup> Evaluation Package Release 2008 (вычислительного пакета DIFFRAC<sup>*plus*</sup>, выпуск 2008) не могут выполняться в операционной системе Windows NT Version 3.х.

DIFFRAC<sup>*plus*</sup> Evaluation package Release 2008 не ограничено пользователями, которые или приобрели эту версию, или сделали дополнение к предыдущей версии: все пользователи DIFFRAC<sup>*plus*</sup> Evaluation Package могут ее выполнять, но некоторые опции отключены, если лицензия не обновлена.

Эта стратегия позволяет всем пользователям получать преимущество от многих улучшений и исправлений недостатков без необходимости приобретения новой версии. Только две программы DIFFRAC<sup>*plus*</sup> Evaluation Package имеют лицензионнолимитированные опции: EVA и PDFMAINT.

Возможные отключенные опции ясно указаны в этом руководстве и суммированы в приложении.

### 1.2 Представление EVA

EVA помогает решать дифракционные проблемы и затем создавать высококачественные печатные документы, чтобы поделиться Вашими результатами с другими.

Документ EVA (файл с расширением .EVA) содержит *копию* оригинальных данных; эта копия данных может быть скорректирована по желанию (вычет фона, сглаживание, угловой сдвиг...), но исходные .RAW файлы не изменяются. Документ EVA включает в себя другие объекты, такие как эталонные рентгенограммы или обозначения.

Работая с EVA, Вы имеете дело с 5 различными типами данных (называемых *объектами EVA*): "Scans" ("Дифрактограммы"), "Patterns" ("Peнtrenorpammы"), "Peaks" ("Пики"), "Areas" ("Участки"), "Labels" ("Метки"), "Levels & Maximum" ("Сечения & Максимумы").

Для каждого из объектов есть набор доступных инструментов (например, "background subtraction" ("вычет фона") и "smoothing" ("сглаживание") для дифрактограмм, "automatic definition" ("автоматическое определение") для сечений). Все эти объекты и их инструменты описаны в разделах 5-9, за исключением раздела "сечения & максимумы", который описан в секции 12.3.

#### Дифрактограммы

"Scan" – это дифрактограмма, т.е. измеренный набор данных, представляющий собой результат сбора интенсивностей на порошковом дифрактометре; он сохранен в файле с расширением .RAW. Заметьте, что EVA **импортирует** данные, т.е. она работает с копией данных, исходный RAW-файл никогда не изменяется, так что Вы всегда можете вернуться к началу.

Файлы, измеренные при помощи DIFFRAC-AT или DIFFRAC<sup>*plus*</sup>, полностью совместимы с EVA (Вы можете импортировать их сразу в документ EVA). Набор данных другого происхождения должен быть конвертирован до импортирования. Это преобразование может быть осуществлена при помощи FILE EXCHANGE (ОБМЕН ФАЙЛАМИ) или XCH, два стандартных компонента DIFFRAC<sup>*plus*</sup>.

EVA модифицирует измеренный набор данных (например, сглаживая их или вычитая непрерывный фон). EVA также может экспортировать измененные RAW файлы для других задач.



RAW файлы и документы EVA различимы по этой иконке.



Рис. 1-1 EVA показывает дифрактограмму как непрерывную линию

#### Рентгенограммы

Рентгенограмма – это набор пиков, который может рассматриваться как характеристика данной кристаллической фазы; иногда он называется *d*-*I* набор, потому что это просто список межплоскостных расстояний *d* и относительной интенсивности *I* соответствующего пика.

Эталонные рентгенограммы сохранены в базе данных порошковой дифракции в формате DIFFRAC-AT или DIFFRAC<sup>plus</sup> и показываются EVA как штриховые диаграммы. Файл порошковой дифракции (PDF) – это научная база данных для порошковой дифракции, которая является интеллектуальной собственностью Международного Центра по Дифракционным Данным (International Centre for Diffraction Data (ICDD))<sup>1</sup>. Эта организация предоставляет базу данных PDF при наличии лицензионных соглашений. Программы DIFFRAC<sup>plus</sup> (а именно, EVA, DQUANT и PDFMAINT) используют базу данных, которая скомпонована из базы данных PDF; эта компилированная база данных называется DIFFRAC<sup>plus</sup> Reference Database (База Данных Стандартов DIFFRAC<sup>plus</sup>) или DPRD.

Базы данных могут быть поставлены уже скомпонованными в формате DPRD (в случае, если пользователь приобрел базу данных PDF-1), или пользователь должен компилировать базу данных на месте из оригинальной базы данных PDF, используя программу PDFMAINT (в случае, если пользователь приобрел базу данных PDF-2 или PDF-4). PDFMAINT является другим компонентом DIFFRAC<sup>plus</sup>

Программа PDFMAINT может также быть использована для поиска в базе данных. вывода и показа нужной информации. Она создает пользовательские диаграммы. т.е. новые карточки стандартов (например, для собственных новых материалов). EVA может воспроизводить цифровые данные (например, карточки PDF) таким же образом, как и PDFMAINT.

EVA может найти стандартную рентгенограмму по ее имени или по номеру, или с помощью процесса поиска/сопоставление (search/match), который пытается идентифицировать неизвестную дифрактограмму, используя набор стандартных рентгенограмм. Поиск, основанный на методе распознавания рентгенограмм, происходит автоматически в течение нескольких секунд и предлагает список лучших результатов. На пользователе лежит ответственность проверить рентгенограммы из списка и решить, подходит она к дифрактограмме или нет (в общем, есть ли химическая фаза в образце или нет).

Подбор является интерактивным процессом: Вы принимаете или отвергаете каждый предложенный эталон на основе графической схожести между неизвестной дифрактограммой и картинкой эталона, учитывая знания об образце (происхождение, химия, приготовление и т.д.).

Из-за того, что это не представляет интерес для всех пользователей, опция Search/Match (поиск/сопоставление) поставляется по желанию покупателя (если не куплена, то эта опция отключена).

Набор пиков, найденный EVA, также может стать дифракционной картиной (называется DIF рентгенограмма), и она показывается подобно любым другим эталонным дифрактограммам.

Три кнопки панели инструментов посвящены операциям поиска в EVA: Search by Name or Number (поиск по названию или номеру), Search/Match (поиск/сопоставление) и Search Results (результаты поиска).



Puc. 1-2 EVA показывает рентгенограммы как штрих диаграммы

ICDD ® и PDF ® - зарегистрированные торговые марки JCPDS – International Centre for Diffraction Data (Интернационального Центра Дифракционных Данных)

#### Пики

Пики являются результатом процедуры автоматического поиска пиков на дифрактограмме (поиск минимума второй производной с фильтром по ширине и высоте), но Вы можете включить или удалить пик напрямую. Автоматический поиск пиков является инструментом объекта "Дифрактограмма" (задача, выполняемая на дифрактограмме), а ручное включение или удаление – это инструмент объекта "Пики".

Как только список пиков создан, Вы можете конвертировать его в диаграмму (называемую DIF для *d-I* файла) и использовать этот DIF файл в другом документе EVA или в другой программе (например, WINMETRIC, программе уточнения параметров ячейки Bruker AXS).

Вы можете выводить информацию, касающуюся каждого пика на дифрактограмму, включая *d*, 20 и интенсивность.

#### Участки

EVA может рассчитывать суммарную интенсивность, полную ширину на половине высоты (FWHM) и много других значимых параметров выделенного участка. Этот набор результатов называется Участок (Area). Следует отметить, что эти расчеты являются интегральными и статистическими, но не уточнения профиля.

Расчеты могут быть произведены во всех интересующих регионах, и результаты сохраняются в списке Участков. Два других компонента DIFFRAC<sup>*plus*</sup> выполняют похожие операции: DIFFRAC<sup>*plus*</sup> DQUANT (количественный анализ с использованием заданных угловых регионов) и DIFFRAC<sup>*plus*</sup> TOPAS (является программой профильного уточнения, способная разложить неразделенные кластеры пиков в одиночные линии).

Если Вы имеете несколько дифрактограмм в одном документе EVA, Вы можете рассчитать параметры для всех дифрактограмм и затем сравнить их.

#### Метки

Вы можете вставить метки в любом месте документа для персональной закладки и лучшей коммуникации с другими. Метки показываются в виде стрелок, указывающих на дифрактограмму, с Вашей собственной надписью.

#### Сечения & Максимумы

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 1997/09

Эта опция полезна при работе с мульти-диапазоном, т.е. несколькими похожими дифрактограммами, измеренными последовательно, когда один из параметров изменяется (например, 2 $\theta$ -сканы при увеличении температуры или кривая качания (rocking curves) с увеличением 2 $\theta$ ). При рассмотрении поверхности  $I = f(2\theta, n)$  — или  $I = f(\theta, n)$  для кривых качания, где n - это номер кривой, можно определить уровень изо-интенсивности.

Вы можете отобразить сечение, т.е. изображение изо-интенсивных кривых в плоскости (20, *n*) — соответственно, в плоскости (0, *n*) — это отвечает виду сверху на поверхность, при этом кривые являются пересечением поверхности с *I* = постоянными плоскостями. Это напоминает топографические контурные линии. Более того, возможно использование цветной шкалы для изображения интенсивности на том же самом сечении.

В Сечении хорошо заметно, когда контур изо-интенсивных линий формирует концентрические круги вокруг точки, потому что это соответствует локальному максимуму поверхности ("холм"). Такие локальные максимумы называются просто "максимумы" и могут быть обнаружены автоматически с помощью EVA. Для

простоты максимумы и уровни вместе перечислены в Level (сечение) в главном наборе инструментов (Main Toolbox), но представлены различными иконками.

#### Трехмерный (3D) мульти-диапазоный графический интерфейс

Во время печати или экспортирования мульти-диапазонных данных можно сдвигать дифрактограммы для наглядности; это выглядит как вид с перспективой и поэтому называется "псевдо-3D". Но Вы можете визуализировать поверхность *I* = *f*(20, *n*) в реальном трехмерном виде для улучшения качества изображения.

→ 20



Рис. 1-3 Сравнение между псевдо-3D (слева) и реальным 3D (справаt)

### 1.3 Помощь

EVA, как и другие DIFFRAC<sup>*plus*</sup> приложения, включает в себя широкий спектр онлайн помощи.

#### 1.3.1 Разделы помощи

Щелкните **Help Topics (разделы помощи)** в меню **Help (помощь)**, чтобы увидеть окно Помощи, содержащее общие сведения о EVA. В окне Помощи доступно три раздела:

#### Contents (содержание)

Contents Index Find

Эта страница отображает список задач в данной категории. Каждая категория представлена символом:

Символ	Описание
$\diamond$	Значок книги обозначает категорию задач, т.е. раздел представленного документа; они организованы подобно директориям (или папкам) в Windows Explorer
þ	Когда пользователь нажимает двойным щелчком на значок книги, он открывается и показывает дополнительные книги и страницы
<b>~~</b>	Страница представляет собой индивидуальную тему, т.е. подраздел представленного документа. Достаточно кликнуть двойным щелчком на необходимую страницу, и информация по теме появится в отдельном окне.

#### Index (каталог)

Contents Index Find

Эта страница распределяет задачи по ключевым словам, значимым для данного приложения.

#### Find (найти)



Эта страница предоставляет полный поиск по тексту, позволяющий искать любое слово или фразу в файле Помощи. Для этого требуется полно-индексный файл, который Вы создаете при использовании страницы **Find (найти)** в первый раз.

### 1.3.2 Просмотр помощи во время работы

Для просмотра контекстно обусловленной помощи установите курсор на позицию в вопросе и нажмите F1 или SHIFT+F1. В диалоговых окнах Вы можете использовать кнопку ? в области заголовка для входа в контекстно обусловленную помощь по объектам в диалоговых окнах.

Некоторые позиции доступны только при нажатии F1 либо SHIFT+F1.



Вместо использования **SHIFT+F1** Вы можете нажать кнопку **Help**, затем кликнуть на позицию в вопросе для просмотра контекстно обусловленной помощи.

Нажатие F1 не приведет к получению помощи о стрелке



Нажмите SHIFT+F1 и увидите окно, содержащее контекстно обусловленную помощь относительно данной задачи.



Контекстно обусловленная помощь доступна для следующих позиций:

• текстовые поля



раскрывающиеся меню



• кнопки

_		Search		
	Run Search			
	Click the Search button to run the Search operation. The results appear in the Search Results box and, if the corresponding option has been selected, in the Eva document.			

#### • окно метки

Insert in Current Document 🔽	
Insert in Current Document	
Select this check box to have the inserted into the document.	e reference Patterns directly

#### • статическое текстовое поле

Scan : 💼 Calcite, Aragonite, Brucite (E:\EVA\Raw Files\M1.raw)		
Pattern :	Current Scan	
	Displays the color, sample name and file name in brackets of	
	the current scart.	

### 1.4 Обозначения в документе

Мы используем следующие обозначения для контроля названий и диалоговых окон.

Меню и контроль (кнопки, текстовые поля, флажки, слайдеры (ползунки)...) напечатаны жирным шрифтом.

Названия диалогового окна начинаются с заглавных букв.

Например, существует меню File (файл) и окно Search/Match (поиск/совпадение).

DIFFRAC<sup>plus</sup> EVA

(страница намеренно оставлена пустой)

# 2 Установки EVA



Например, Вы можете определить, какую базу данных использовать, как должны выглядеть различные объекты и т.д. Установки доступны через меню View | Settings...(Вид | Установки), или с помощью ярлыков.

### 2.1 Вкладка "Базы Данных"

Databases		
	Title:	File:
Master Database	MASTER	C:\PDF-comp\Jcp2.2ca
User Database	user	C:\PDF-comp\USER.UCA
Specialized Database (1)	Mineral	C:\PDF-comp\MINERAL2.2CA
Specialized Database (2)		
Specialized Database (3)		
Specialized Database (4)		
PDF-2 Database	Last Volume = 53	C:\PDF22003
Semi-Quantitative analysis (S-Q) by pattern scaling	RIR File	C:\DiffPlus\Eva.RIR

Puc. 2-1 Вкладка Databases (базы данных)

#### Общая информация о базах данных PDF

Обычная база данных файлов порошковой дифракции (PDF-2 и PDF-4/Full File) содержит более чем 163,000 стандартных рентгенограмм, которые используются для распознавания химической фазы в измеренной 20-дифрактограмме. База данных поставляется на CD-ROM или на DVD-ROM, продаваемых ICDD, в форматах PDF-2 или PDF-4. Каждая запись, также называемая карточкой или рентгенограммой, содержит

- данные, которые делают возможной фазовую идентификацию, список характеристических пиков, являющихся "отпечатками пальцев" фазы, с соответствующими индексами Миллера (если имеются в наличии);
- значения І/І<sub>cor</sub> для полуколичественной оценки, если имеются в наличии;
- отдельные данные для реферирования, такие как название фазы, химический состав и параметры ячейки.

EVA использует сжатую версию базы данных (для ускоренного автоматического поиска) в формате DPRD.

Но EVA может поддерживать два дополнительных формата, которые использовались ранее:

- формат DIFFRAC-AT PDF-1;
- PDF-1 формат для DIFFRAC<sup>*plus*</sup>: этот формат был получен компиляцией базы данных PDF-2 с ранними версиями PDFMAINT, т.е. версия 7 (выпуск 2001) или более ранними. В этом случае рекомендуется перекомпилировать PDF-2 в новый DPRD формат, используя PDFMAINT, версия 9 (выпуск 2003) или более поздний, чтобы использовать преимущества от сделанных улучшений (работает только с PDF-2, тома 1–39 (выпуск 1989) (для дальнейших деталей см. руководство PDFMAINT).

Предыдущий формат DIFFRAC<sup>*plus*</sup> также имел формат пользовательской базы данных. Он может использоваться так, как есть; нет необходимости изменять пользовательскую базу данных, рентгенограммы могут считываться и добавляться без проблем.

#### Как заявить базу данных DPRD в EVA

База данных стандартов DPRD доступна через файл каталога с расширением .2CA или 4CA в случае компиляции PDF-2 или PDF-4, UCA – в случае пользовательской базы данных, САТ – в случае базы данных старого формата.

В этом разделе установок. Вы связываете файл с расширением .2СА. .4СА или .CAT с "common name" ("обычное имя") или названием. обычно MASTER (Главная) для полной базы данных ICDD (JCP2.2CA или FF200x.4CA, где 200х – год выпуска), MINERAL для подбазы минералов (MINERAL2), но можно дать любое имя. Для процедуры автоматического поиска отсылка к базе данных будет по ее названию.

Для каждой базы и подбазы данных (т.е. каждой линии в диалоговом окне):

- наберите ее общее название в поле **Title** (название); 1.
- наберите путь и имя соответствующего .2СА, .4СА или САТ файла или лучше 2 используйте кнопку Browse (обзор).

кнопка Browse

Прим.: Во время инсталляции определите только существующие базы данных и удалите примеры названий, если соответствующая база данных не существует.

У Вас может быть собственный набор стандартных рентгенограмм, полученных из Ваших данных; Вы можете создать, таким образом, Вашу собственную базу данных, называемую "User Database" ("База данных пользователя") (для дальнейшей информации см. руководство PDFMAINT, раздел "Создание пользовательских рентгенограмм"). Таким образом, можно производить поиск в компилированной базе данных плюс вашей "User Database" (но поиск только в пользовательской базе данных невозможен). EVA предполагает, что:

- Master database + User database содержит все доступные образцы, т.е. присутствует только одна пользовательская база данных, которая вряд ли превышает несколько сотен образцов пользователя;
- пользовательская база данных должна содержать все образцы стандартов. созданных в Вашей лаборатории. Если Вы создали вашу базу с помошью DIFFRAC-AT, Вы импортировали эту базу в новую базу данных DIFFRAC<sup>plus</sup> используя PDFMAINT (см. руководство PDFMAINT, раздел 7.4.3, "Импорт базы данных в базу данных пользователя"); Это необязательно для баз данных, созданных с помощью DIFFRAC<sup>plus</sup>.
- другие базы данных (специализированные) должны быть подгруппой Master и/или пользовательской базы (это обеспечивает наиболее эффективный поиск).

Прим.: Новый DPRD формат содержит все данные PDF-2 и почти все PDF-4, то есть является самодостаточным. Но если Вы используете базу данных. которая была скомпилирована из PDF-2 в предыдущий DIFFRAC<sup>plus</sup> формат, она содержит только малую часть данных. Тогда Вы должны иметь онлайн доступ к PDF-2, чтобы иметь возможность получить отсутствующие данные (PDF-2 никогда не вызывается напрямую, стандарт PDF-2 вызывается через сокращенный стандарт DIFFRAC<sup>plus</sup>).



#### Как заявить базу данных PDF-2 в EVA

Эта опция была важной для базы данных PDF-2, компилированной программой PDFMAINT, версия 7 (выпуск 2001) или более старой. Теперь это не имеет смысла: база данных DPRD содержит все данные PDF-2. Если у Вас старая версия PDF-2, лучше компилировать ее в новую базу данных DPRD.

Но если по каким-то причинам у Вас имеется база данных в предыдущем формате DIFFRAC<sup>*plus*</sup>, тогда можно использовать следующие возможности EVA, когда адрес базы данных PDF-2 определен (в базе DPRD эти возможности доступны без PDF-2):

- прямой доступ к полной информации об образце в EVA (см. раздел 6.5 "Показ данных образца");
- автоматическое индексирование пиков, если индексы Миллера указаны в карточке PDF-2 (см. раздел 6.6 "Просмотр индексов *hkl* соответствующей линии");
- полуколичественный анализ, если значения *I*/*I<sub>cor</sub>* указаны в карточке PDF-2 (см. раздел 6.8 "Полуколичественный фазовый анализ").

Заявление PDF-2 осуществляется программой PDFMAINT во время компиляции базы данных. После этого ничего особенного делать не надо, за исключением проверки того, что адрес базы PDF-2 не изменился после компиляции.

Если PDF-2 не найдена, диалоговое окно предложит выбрать новый адрес, когда EVA попытается связаться с ней в первый раз. Если это не было сделано в тот момент, это может быть всегда сделано позднее программой PDFMAINT (см. руководство PDFMAINT, раздел 2.1 "Процедура компиляции PDF-2, Выпуск 2004 или более старой версии").

Прим.: Очень старые версии PDF-2 не могут быть скомпилированы (уровни 37 и 38). Если у Вас находится одна из этих версий, они не могут быть заявлены или быть доступны программой DIFFRAC<sup>*plus*</sup>, но можно использовать PDF-1 того же уровня (см. раздел, касающийся другой коммерческой базы данных ниже) или обновить Вашу базу данных до новой PDF-2 или PDF-4. База данных, выпущенная позднее, чем программное обеспечение DIFFRAC<sup>*plus*</sup>, не может быть скомпилировано до тех пор, пока не будет модернизирован DIFFRAC<sup>*plus*</sup>. EVA, подобно PDFMAINT, не может получить доступ к PDF-2, если соответствующая база PDF-1 в формате DIFFRAC<sup>*plus*</sup> недоступна.

#### Вы приобрели коммерческую базу данных PDF-1

Если у Вас имеется коммерческая база данных в DIFFRAC-AT формата PDF-1 (например, JCP.CAT и/или MINERAL.CAT), выберите вашу наиболее полную базу данных как Master Database (главная база данных).

Прим.:	коммерческая база данных PDF-1, поставленная пользователям
	DIFFRAC <sup><i>ииз,</i></sup> присутствует в формате DIFFRAC-AT, потому что
	DIFFRAC <sup>рииз</sup> является менее компактным, и единственное улучшение в
	формате DIFFRAC <sup>plus</sup> (ссылка на базу данных PDF-2) бессмысленна.
	При этом, пользовательская база данных не может быть в формате
	DIFFRAC-AT, но должна быть импортирована в новую
	пользовательскую базу данных DPRD (UCA файл, см. руководство
	PDFMAINT, раздел 7.4.3, "Импортирование базы данных в базу данных
	пользователя ").

#### У Вас нет коммерческой базы данных

Не заявляйте никакой Master Database (главной базы данных) (Вы можете создать или иметь базу данных пользователя).

#### Специализированные базы данных

Для широкого применения мы рекомендуем компиляцию следующих баз данных:

- Полная база данных (JCP2, компилированная из PDF-2, FF200х или ORG200х, компилированные из PDF-4, где 200х год выпуска)
- Минералы (MINERAL2)

Компиляция баз данных без образцов ICSD (JCP2\_NM и MINERAL2\_NM) уже не возможна, т.к. они бесполезны: в EVA и в PDFMAINT существует новый фильтр: можно выбрать, хотите ли Вы включить или исключить структурные данные или экспериментальные дифрактограммы ICDD.

#### Установки для полуколичественного анализа



Рис. 2-2 Установки для полуколичественного анализа

Полуколичественный анализ в EVA выполняется на основе относительной высоты рефлексов на рентгенограмме и значений *I*/*I*<sub>cor</sub> для образцов. Последние указываются при импорте дифрактограмм при условии, что значение доступно из PDF (т.е. не для старых данных). Пользователь может ввести его/ее собственные значения *I*/*I*<sub>cor</sub> в EVA, даже несмотря на существующие данные; данные пользователя сохранены в файле RIR (*reference intensity ratio* – *стандартизированное отношение интенсивностей*), так что они нуждаются во вводе только раз, а затем становятся доступными для всех пользователей. Имя RIR файла выбрано в этой части Установок. Можно использовать кнопку **Browse** (обзор), чтобы найти его расположение на вашем жестком диске.

Окно метки, находящееся под текстовым полем **RIR File**, позволяет пользователю установить неизвестные значения *I*/*I<sub>cor</sub>* равными 1. Эти значения показаны синим в Главном Наборе Инструментов (Main Toolbox), чтобы привлечь внимание пользователя к тому факту, что результаты полуколичественного анализа, указанные в столбце **S-Q** Главного Набора Инструментов (Main Toolbox), вероятно являются очень плохими. Однако, качественный анализ может вызвать интерес, особенно в комбинации с результатами химического анализа (например, рентгенофлуоресцентного анализа (XRF)).

Чтобы	Читать
Узнать больше о полуколичественном методе	Раздел 6.8

### 2.2 Вкладка XRF

XRF	
Use for XRF results	
SpectraPlus database	C:\SPECplus\Databases\Measure.mdb
O user selected ASCII file	Restore SpectraPlus original database path
O user selected .dat file	
C current Temp_c.dat folder	C:\SPECplus\
Z threshold for XRF and	alysis 6 The Filter button will handle elements from this value and up to Z=95
Lowest XRF concentrati consider an element as pre	on to 100 ppm
Write Delta (= XRF - SQD) ii	n red 🔽 when either XRF or SQD is missing
Display Delta (= XRF - SQD) in	blue 🔽 when it is larger than 30 🏾 %

Рис. 2-3 Вкладка ХКГ

Эта вкладка содержит опции, которые применяются, когда внесен результат химического анализа с целью сравнения с полуколичественным анализом, сделанном из дифракционных измерений (SQD), см. раздел 6.8.4, глава"Химический баланс: сравнение с химическим анализом".

#### Источник химического анализа

Функции области Use for XRF Results (Использование результатов XRF) определяют, где EVA будет искать результат химического анализа:

- current temp\_c.dat file (текущий файл temp\_c.dat): элементный анализ производился с помощью спектрометра Bruker AXS XRF, работающим под SPECTRA-AT или SPECTRA 3000; EVA может напрямую читать рабочий файл Temp\_C.DAT для получения концентраций; используйте кнопку Browse (обзор) для локализации этого файла;
- user selected .dat file (выбранный пользователем .dat файл): файл Тетр\_С.DAT является рабочим, который заменяется после каждого нового вычисления (особенно каждого нового XRF измерения); возможно переименовать этот файл (с помощью Windows Explorer), чтобы избежать его замены, в этом случае используйте данную опцию;
- user selected ASCII file (выбранный пользователем ASCII файл): в общем случае, если элементный анализ не производился с помощью спектрометра Bruker AXS XRF; необходимо создать текстовый (ASCII) файл, содержащий результат; формат этого ASCII файла описан в Приложении B1, глава Формат ASCII файлов";
- SpectraPlus Database (база данных SpectraPlus): прибором является рентгеновский флуоресцентный спектрометр Bruker AXS X-ray, работающий под SPECTRA<sup>plus</sup>, и база данных результатов (Measure.MDB) может быть доступна через локальную сеть;

Если результатами элементного анализа является база данных SPECTRA<sup>plus</sup>, убедитесь, что выполнены следующие пункты:

• пользователь EVA должен иметь права Read (читать), Write (писать), Create (создавать) и Delete (удалять) в директории, где находится Measure.MDB (обычно C:\SPECPlus\Databases\ на компьютере, связанном со спектрометром); это обязательно, т.к. используемый процессор Microsoft Jet database создает временный .LDB файл; сама по себе база данных может быть только для чтения пользователем EVA;





кнопка Browse

заявите в EVA базу данных Результатов: используйте кнопку **Browse** для локализации базы данных, находящейся, возможно, на удаленном компьютере, через локальную сеть (LAN).

В случае если для XRF и XRD измерений используется один и тот же компьютер, EVA автоматически извлекает положение базы данных Результатов из регистра; если путь изменен, можно его восстановить нажатием кнопки **Restore SpectraPlus** original database path (восстановить путь к оригинальной базе данных SpectraPlus).

#### Другие опции

- Z threshold for XRF analysis (предел по Z (номер элемента) при XRF анализе): в XRF легкие (с малым-Z) элементы не могут быть измерены; по этой причине при выставлении фильтра для Search/Match (Поиск/Соответствие) (кнопка Filter (Фильтр)), эти легкие элементы не должны отбрасываться. В текстовом поле наберите самый легкий Z, принимаемый химическим фильтром (6 по умолчанию); присутствие или отсутствие элемента в результате химического анализа не будет приниматься во внимание, если его номер меньше этого значения Z.
- Lowest XRF concentration to consider an element as present (наименьшая концентрация, чтобы рассматривать элемент присутствующим): когда концентрация элемента ниже этого значения в результате химического анализа, элемент будет обозначен красным цветом как отброшенный (discard) нажатием кнопки Filter.
- Write Delta (=XRF-SQD) in red when either XRF or SQD is missing (записать разность красным цветом, когда что-то из XRF или SQD отсутствует): если элемент присутствует только в одном анализе (полуколичественный XRD анализ или химический анализ), тогда значение разности (Delta) показывается красным цветом, если выбрана эта опция.
- Display Delta (=XRF-SQD) in blue when it is larger than... (показать разность синим цветом, когда она больше, чем...): когда выбрана эта опция, большие расхождения между полуколичественным XRD анализом и химическим анализом высвечиваются: значение разницы (Delta) показано синим цветом, когда она больше (по абсолютной величине), чем указанный предел.

### 2.3 Вкладка "Рисунки"

Например, Вы можете определить, какую базу данных использовать, как должны выглядеть различные объекты и т.д. Установки доступны через меню View | Settings...(Вид | Установки), или с помощью ярлыков



Рис. 2-4 вкладка Draw (рисунки)

. Эти установки контролируют, как объекты представлены на экране. Рисунки на каждой кнопке меняются в соответствии с состоянием кнопки, показывая текущую установку. Вероятные преимущества выделения включают:

#### Scan Settings (установки дифрактограммы)

Current Bold (текущая кривая выделена жирным)

.Установите этот режим при работе с несколькими дифрактограммами, чтобы определить текущий. Не рекомендуется для ежедневной работы (когда работают с одной дифрактограммой).

#### Fill Current (заполнить текущую кривую)

Эта установка является предметом предпочтений пользователя.

Show Cancel (показать отмену)

Когда эта кнопка нажата, в побочном (фантомном) цвете показаны (и напечатаны) части, ранее отмененные при подготовке остаточной дифрактограммы для поиска/соответствия (побочный (фантомный) цвет – это цвет, использованный для предварительного просмотра изменений).

#### Pattern Settings (установки рентгенограммы)

Current Bold (текущая кривая выделена жирным)

Рекомендуется при работе со многими рентгенограммами в одно и то же время

With Marker (с маркером)

На экране маркер на вершине каждого пика позволяет видеть, когда пик замещает другой (принадлежащий другой рентгенограмме). На черно-белой распечатке это позволяет видеть, какой пик принадлежит данной рентгенограмме. На цветной распечатке эти символы помогают различить между практически идентичными цветами.

#### Print & View Settings (Установки печати и просмотра)

Show Unchecked (показать неотмеченные)

Если эта опция не выбрана, неотмеченные объекты не показаны (если только они не выделены и не включены в прокручивающийся список). Включите эту опцию, чтобы выделенные (но неотмеченные) дифрактограммы или рентгенограммы были показаны пунктирной линией.

Print Gray Shades (печатать оттенки серого цвета)

Включите эту опцию для черно-белой печати (цвета заменены оттенками серого цвета). Это может быть полезно, если предназначено для черно-белой репродукции (фотокопия, статья), но может потребовать использования цветного принтера, т.к. большинство черно-белых принтеров игнорируют эту установку.

#### Zoom Settings (установки увеличения)

Base Always Zero (уровень всегда нулевой)

В этой опции низ рабочей области всегда соответствует *I* = 0. Эта установка рекомендуется, потому что многие пользователи хотят включить базовую линию в области увеличения. Это может быть изменено, к примеру, во время работы с дифрактограммами с очень высоким фоном.

Always Fit Top (всегда соответствовать верху)

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 1999/09

В этой опции верх установлен, чтобы соответствовать наивысшей измеренной точке, доступной в области. При использовании в комбинации с опцией **Base Always Zero (уровень всегда нулевой)**, Вы только должны определить ширину увеличения, и EVA автоматически установит высоту.

Этот режим может быть выбран по умолчанию с помощью кнопки Always Fit Top (всегда соответствовать верху). Даже если этот режим неактивен, Вы все равно можете его использовать: просто удерживайте нажатой клавишу CTRL во время увеличения. Такая же процедура используется для отмены этого режима, когда он активна. Также возможно установить Y равной наивысшей измеренной доступной точке плюс заданное процентное отношение. Это процентное отношение определено в текстовом поле Add to Top (добавить к верху) в Settings | Draw (Установки | Рисунки).

### 2.4 Вкладка "Размеры"



Рис. 2-5 вкладка Sizes (размеры)

Используйте эту страницу для настройки:

- ширины линии, используемой на экране (в пикселях) и при печати (в мм)
- отметки угла для пика и отметки объектов
- названия по умолчанию и размерной стрелки, используемых для новых пиков или обозначений

Можно изменить подпись пика, используя специальные параметры, указанные в этой таблице:

Показывать	печатать
Угол X или 1/ <i>d</i>	%1
Значение $d$ (доступно только для сканирования по 2 $ heta$ )	%2
Интенсивность в выбранных единицах (Counts (импульсы) или Cps (импульсы в секунду))	%3
Отношение интенсивностей в % (по отношению к максимальному проверенному пику, указанному в главном наборе инструментов (Main Toolbox))	%4
индексы <i>hkl</i> (в случае, если пик берется из рентгенограммы, или индексы <i>hkl</i> напрямую вводятся в свойства пика (Peak properties))	%5

Прим.: Размеры указаны дважды для пика и обозначения объектов: один раз – в пикселях (размер на экране), другой - в мм (размер на бумаге). Два размера, данных для одного объекта, определяет фиксированное отношение, которое сохраняется при изменении размера на уровне документа. К примеру, если подпись к пику имеет 12 пикселей на экране и 3 мм на бумаге (согласно Вашим установкам), и Вы увеличиваете данное обозначение до 4 мм на бумаге, то он автоматически изменяется до 16 пикселей на экране.

### 2.5 Вкладка "Цвета"



Puc. 2-6 вкладка Colors (цвета)

Используйте эту вкладку для установки цветов всех объектов EVA.

Нажмите любую квадратную кнопку для выбора ее цвета из диалогового окна Windows Common Color Palette (общая цветовая палитра Windows) (выбор должен быть подтвержден нажатием **ОК**).

#### Ghost Line (фантомная линия)

Фантомная линия показывает результаты, которые еще не являются частью документа. Как правило, цвет фантомной линии не должен быть снова использован в любой цветовой гамме (это помогает отличить фантом от других объектов).

#### Ghost Fill (фантомное наполнение)

Это цвет для наполнения фантомной кривой, если кнопка Fill Current Scan (заполнить текущую дифрактограмму) вкладки Draw (рисунок) нажата. Это также используется для точек контроля кривых Безье (Bézier curves) (см. раздел 5.5.4 "Вычисление фона").

# Legend Text, Title Text, Axis Lines, and Grid Lines (текст условного обозначения, текст названия, оси и линии сетки)

Используйте эти четыре кнопки для печати этих объектов в цвете, отличных от черного.

#### 16 color palettes (16-ти цветовая палитра)

Цветовая палитра состоит из 16-ти красок и используется для раскраски объектов данного рода.

Из-за того, что количество объектов неограниченно, EVA повторяет цвета, если есть более чем 16 объектов такого рода.

Используйте 16 цветных кнопок для каждой палитры точно так же, как и другие цветные кнопки. Также Вы можете отменить любую краску с помощью окна метки (check box) (можно использовать эту опцию, если Вы хотите меньше, чем 16 цветов). Например, цветовая палитра, которую видно сразу после инсталляции или после нажатия **Reset All Colors (восстановить все цвета)**, содержит 12 цветов.

Иногда непросто выбрать 16 цветов, которые позволяют различить линии или символы по их цвету (на экране или на бумаге).

>>> кнопка Сору

Если Вы находите первую цветовую палитру удовлетворительной (например, для дифрактограмм), можно ее скопировать для использования в качестве двух других палитр. Для этого выберите источник и цель из списка, затем нажмите кнопку **Сору** (копировать).

#### Reset All Colors (восстановить все цвета)

Восстановить все цвета на те, которые Вы видите сразу после инсталляции.

#### Write to Doc (записать в документ)

При нажатии на эту кнопку цвета, установленные в текущем документе, меняются на цвета, определенные по умолчанию в палитре.

#### Read from Doc (прочитать из документа)

При нажатии на эту кнопку EVA воспринимает установленные Вами в документе цвета как цвета по умолчанию (и, таким образом, изменяет палитру).

### 2.6 Автоматическая печать

			Automatic Plot
Current Plot Model: Print Style Name (.STY)		Rea Clear Paper Orientati	d Save Default
Screen 1 Segment Scale Limits X min. 0 X max. 0 Y max. 0	X-unit 2th. C 1/d C d Y-unit Counts Y-scale Linear	Pattern Activate Number Scale (%) 100	Peak Search Activate Width (degree) 0.3 Threshold 1 Create DIF

Рис. 2-7 вкладка Automatic Plot (автоматическая печать)

Автоматическая печать позволяет печатать графические документы EVA без открывания самой программы EVA (используя командный файл или щелкая правой кнопкой мыши на RAW файл, см. раздел 11.4 "Автоматическая печать"). Это может быть полезно, потому что форматирование данных и печать часто являются трудоемкими процессами, и для многих пользователей предпочтительно запустить распечатку многих документов одновременно и затем уйти.

Но для этого программе EVA необходимы параметры по умолчанию, которые устанавливаются в этом разделе.

В существующем документе EVA вся информация, содержащаяся в .EVA файле, достаточна, чтобы создать графическое изображение. С другой стороны, если Вы обрабатываете .RAW или .DIF файлы напрямую, требуются много дополнительной информации для того, чтобы создать интересующий документ. Эта информация извлекается из страницы **Automatic Plot (автоматическая печать)** в установках EVA или из (.PLM) файла модельной графики (Plot Model). Эти PLM файлы могут быть подготовлены только во вкладке **Automatic Plot (автоматическая печать)** установок (Settings).

настройка	описание	
Current Plot Model (текущая модель печати)	Показывает имя текущего графического модельного (.PLM) файла. PLM файл не нужен Вам, если Вы хотите использовать одни и те же установки для всех автоматических графических изображений.	
Read (читать)	Показывает диалоговое окно Open Plot Model Files (открыть печатные модельные файлы) для выбора существующего файла PLM. Его имя затем показывается как текущее до тех пор, пока Вы не измените какие-либо установки.	
Save (сохранить)	Сохраняет текущие установки автоматической печати (Automatic Plot) с помощью диалогового окна Save Plot Model Files (сохранить печатные модельные файлы).	
Default (по умолчанию)	Восстанавливает все установки на дефолтные.	
Print Style Name (.STY) (имя стиля печати)	Показывает имя выбранного файла типа печати (Print Style) (см. раздел 11.2.3 "Стиль презентации").	
Clear (очистить)	Очищает выборку файла Print Style (стиль печати). Без этого файла создается автоматическое графическое изображение с типом EVA по умолчанию (находится нажатием кнопки <b>New (новый)</b> в наборе	

#### Общий контроль (обработка RAW и DIF файлов)

	инструментов Custom Style (пользовательский стиль)).	
Paper Orientation (положение бумаги)	Позволяет выбрать ориентацию бумаги ( <b>Portrait (портрет)</b> или Landscape (ландшафт)) или Default (по умолчанию) для использования ориентации, заданной в текущих установках принтера.	
Screen (экран)	Область печати может быть разделена не менее чем на 4 сегмента. Используйте раскрывающееся меню для определения количества сегментов, которое Вы хотите применить (см. раздел 3.7 "Работа с сегментами").	
Scale Limits (пределы шкалы)	Если одно из этих окон метки очищено, соответствующее установочное значение задается автоматически согласно .RAW или .DIF файлам. Выберете его для изменения значения.	

настройка	описание
X-Unit (единица измерения X)	Единица измерения по оси X фиксирована согласно текущим RAW или DIF файлам сканирования. В случае сканирования по 20 можно использовать 1/ <i>d</i> или <i>d</i> -шкалу; в другом случае состояние окна не рассматривается.
Y-Unit (единица измерения Y)	Используйте это меню для выбора единиц измерения (Импульсы или Импульсы в секунду (Counts или Cps)) по координатной оси Y.
Y-Scale (шкала Y)	Используйте это меню для выбора шкалы (линейная, корень квадратный или логарифм) для Y-координат.



Кнопка **Browse (обзор)** позволяет выбрать другой файл стиля печати (Print Style) из списка существующих (.STY) файлов стилей печати. Файлы стиля EVA должны быть сохранены в той же самой директории, как и программа EVA (EVA.EXE), в противном случае они не учитываются. Следовательно, искать DIFFRAC<sup>*plus*</sup> файлы в другой директории или перемещать существующие файлы бесполезно.

### Специальные настройки для RAW файлов

настройка	описание
Pattern (рентгено- грамма)	Выбирая окно метки Activate (активировать), можно добавить эталонный образец к текущему RAW файлу. Номер и шкала эталона (100% линия эталона соответствует пику с максимальной интенсивностью текущего .RAW файла) вводится в текстовом поле Number (номер) и Scale (шкала) (%).
Peak Search (поиск пиков)	Выбирая окошко метки Activate (активировать), можно выполнить поиск пиков в текущем RAW файле. Введите ширину пика (приблизительно равную 2-м ширинам на полувысоте в градусах) и предел обнаружения в соответствующие текстовые поля. Вы можете сохранить результаты поиска пиков в .DIF файле, который имеет то же самое имя файла, как и текущий .RAW файл, и находится в той же директории (см. раздел 5.6 "Выполнение Поиска Пиков").

Прим.: См. раздел 11.4 "Автоматическое выведение на печать" для более подробной информации об автоматической печати.

### 2.7 Сечения и минимумы



Рис. 2-8 вкладка Levels & Maximums (сечения и максимумы)

#### Intensity Grid (сетка интенсивности)

Просматривая данные мульти-диапазонов в виде сечений, можно представить диапазон интенсивности в цвете (*Intensity grid (сетка интенсивности)* — см. раздел 12.3 "Сечения").

Каждая из 20 окон метки соответствует диапазону интенсивности 5% (т.к. есть 20 окон от 0 до 100%). Когда окно выбрано, уровень относительной интенсивности ассоциирован с цветом (щелкните соответствующую кнопку **Color (цвет)** для показа типичной цветовой палитры Windows Color (цвета Windows), в которой можно выбрать цвет). Между определенными уровнями цвета интерполированы (градация).

# Кнопка Reset All Colors (восстановить все цвета) возвращает назад оригинальные установки.

Заметьте, что два крайних уровня (0% и 100%) не могут быть отключены, но соответствующие цвета могут быть изменены согласно Вашим предпочтениям.

Прим.:	Сетка интенсивности требует, по крайней мере, 16-битный цветной
	монитор для получения приемлемого изображения на экране
	(используйте Windows Control Panel (панель управления Windows) для
	настройки Вашего дисплея). Если Ваша видеокарта не может
	использовать более 256 цветов без ухудшения разрешения, можно
	рассмотреть возможность модернизации видеопамяти или даже замены
	видеокарты. В любом случае, неважные результаты на экране не
	влияют на качество печати.

#### Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 2001/09

Параметры цветовой палитры и затенения в Levels & Maximums (сечения и максимумы) (меню Settings (установки)) находятся в документах EVA. Они рассматриваются как параметры по умолчанию, которые не применяются немедленно, если это не требуется.

Щелкните Write to Doc. (записать в документ), когда Вы хотите внести изменения в текущий документ; и, используйте Cancel (отмена) при закрытии документа, если Вы не хотите менять установки по умолчанию. Щелкните **Read from Doc. (читать из документа)**, чтобы импортировать текущие установки из Вашего текущего документа.

Закрывайте документ с помощью **ОК**, чтобы записать изменения по умолчанию для новых документов.

При уровне лицензии до 2001/09, изменения в этом окне имеют немедленный эффект на документ при нажатии **OK**.

#### Названия по умолчанию

Точно так же, как и для пиков, сечения и максимумы могут получить автоматическое обозначение. Соглашение следующее:

Для показа …	печатать
угла Х	%1
значение <i>d</i> (при сканировании, отличном от 20, EVA показывает "недоступно ")	%2
Интенсивность в выбранных единицах (Counts (импульсы) или Cps (импульсы в секунду))	%3
Отношение интенсивностей в % (текущий уровень интенсивности, деленный на максимальный отмеченный уровень или максимум текущего списка, умноженный на 100)	%4
Значение Z	%5

Другие свойства по умолчанию уровней и максимумов выделены во вкладке Sizes (размеры) установок (пункт Peak (пик)).

#### Общее число цветов

– Shading	g Parameters —	
Total	number of Colors	32
Grid Siz	e Use Gray L	evels 🗖
10	pix.	Lin 💽
5	mm	Sqrt 📿
12		Log 🔾

EVA не налагает ограничения на уровень интенсивности, связанный с цветами, можно использовать промежуточные цвета между ними (оттенки). Выберите здесь общее число цветов, которое Вы хотите, и программное обеспечение создаст промежуточные цвета для Вас.

#### Использование оттенков серого цвета

Когда это окно отмечено, цвета сетки интенсивности замещаются на уровни серого цвета. Очистите это окно для возврата к первоначальным цветам.

Заметьте, что это <u>не эквивалентно</u> кнопке **Print Gray Shades (печатать оттенки серого цвета)** вкладки **Draw (рисунки)**: последняя связана с тем, как принтер будет воспринимать цвета. Для печати черно-белого документа на принтере, который способен печатать оттенки серого цвета, не обязательно выбирать окно метки **Use Gray Levels (использование оттенков серого цвета)**, Вы должны нажать кнопку **Print Gray Shades (печатать оттенки серого цвета)** (см. раздел 2.3 "Установки EVA — Вкладка Рисунки").

#### Размер сетки

Введите размер сетки в пикселях для экрана и в мм для принтера. Время показа увеличивается квадратично с размером сетки. Размер метафайла (и размер

памяти, которая необходима принтеру для обработки рисунка), если он работает в векторной моде, увеличивается в такой же степени.

Рекомендации:

- Увеличьте размер сетки, если либо скорость обработки, либо размер метафайлов становятся критичными.
- Используйте укрупненный размер сетки в пикселях для быстрого обновления показа и уменьшенный размер сетки в мм для качественной распечатки.
- Настройте Ваш принтер для работы в растровой моде (bitmap mode) вместо векторной моды, если он не может распечатывать картинки с заданной сеткой: откройте панель управления (Windows Control Panel) принтеров.

#### Шкала

Можно выбрать либо линейную шкалу (щелкните на Lin (линейная)), либо шкалу квадратного корня (щелкните на Sqrt (квадратный корень)), либо логарифмическую шкалу (щелкните на Log (логарифм)) для штриховки сетки. Шкала оттенков серого цвета должна совпадать со шкалой Y, чтобы иметь наиболее точную информацию.
# 2.8 Вкладка "Десятичные разряды"



Рис. 2-9 Вкладка Decimal Places (десятичные разряды)

Используйте эту вкладку для уточнения чисел после запятой для различных объектов, используемых в EVA.

Выберите окно метки **Pad with Zeros (панель с нулями)** для демонстрации дополнительных нулей.

Пример: 12.1 с 2-мя десятичными разрядами и отмеченным окном Pad with Zeros (панель с нулями) становится 12.10.

Нажмите Reset to Default Values (восстановить значения по умолчанию) для использования установок по умолчанию, которые соответствуют значениям, приведенным на рисунке 2-9.

# 2.9 Вкладка "Программные значения по умолчанию"



Рис. 2-10 Вкладка Program Defaults (программные значения по умолчанию)

Используйте вкладку **Program Defaults (программные значения по умолчанию)** для настройки установок документов по умолчанию. Эти установки применимы, когда в документ введен первая дифрактограмма (при импорте или с использованием операции copy-and-paste).

Нажмите Reset to Default Values (восстановить значения по умолчанию) для использования установок по умолчанию, которые соответствуют значениям, приведенным на рисунке 2-10.

Установка	Описание
Left (слева)	Левая граничная позиция области увеличения по умолчанию
Right (справа)	Правая граничная позиция области увеличения по умолчанию
Тор (верх)	Верхняя граничная позиция области увеличения по умолчанию
Room temperature (°C) (комнатная температура (°C))	Во время измерения при других температурах первое измерение обычно проводится при комнатной температуре, т.е. без контроля температуры; в этом случае измерительная программа пишет "комнатная" в RAW файле данных. Т.к. возможно сортировать дифрактограммы в главном наборе инструментов (Main Toolbox), "комнатная" должны быть заменена на соответствующую температуру.
	Введите в окне Room Temperature (°C) (комнатная температура (°C))
Threshold (Backgnd sub) (предел вычета фона)	Значение предельной величины для вычисления фона.
Peak width for Peak Search (ширина пика при поиске пиков)	Ширина пика по умолчанию при выполнении поиска пиков
Smooth Factor (фактор сглаживания)	Фактор по умолчанию при выполнении сглаживания
Pattern Size (0% to 100%) (размер рентгенограммы от 0% до 100%)	Размер рентгенограммы по умолчанию во время внесения новых дифрактограмм в документ. Можно напечатать величину в % или выбрать значение в раскрывающемся окне ( <b>50</b> или <b>100</b> %, или <b>Auto (автоматически)</b> при наличии требуемого уровня лицензии, см. ниже)

#### Черты, доступные при любом лицензионном уровне

Для правой и левой границы увеличения 0 % соответствует наименьшему значению Х первой дифрактограммы, включенной в новый документ, а 100 % соответствует наибольшему значению Х первой дифрактограммы, включенной в новый документ.

Для нижней и верхней границы увеличения и для размера дифрактограммы 0 % соответствует 0 импульсов или импульсов в секунду, а 100 % соответствует наибольшему значению X первой дифрактограммы, включенной в новый документ.

Следующие параметры могут быть изменены только при лицензионном уровне 1998/09 и более позднем

Установка	Описание
Open Zoom pane (открыть окно увеличения)	Выберите это окно метки для показа окна Zoom (увеличение).
Screen (экран)	Число сегментов по умолчанию для рабочего окна.
	Рабочее окно может быть разделено на максимум 4 отдельных сегмента (см. раздел 3.7 "Работа с сегментами").
X-unit (единицы	(Доступно только для дифрактограмм, измеренных в 20)
измерения Х)	Единицы измерения X по умолчанию: 20, 1/d или d.
Y-unit (единицы измерения Y)	Единицы измерения Y по умолчанию: Counts (импульсы) или Срѕ (импульсы в секунду).
Y-Scale (шкала Y)	Шкала Y по умолчанию: линейная, корень квадратичная или логарифмическая.
Slits (Pat.) (щели)	Эталонные образцы ICDD хранятся с интенсивностями, соответствующими сканам, измеренным с фиксированными щелями; можно представить все эталонные рентгенограммы с интенсивностями, соответствующими сканам, измеренным с переменными щелями (рефлексы на малых углах тогда меньше).
Group Tool	(Применяется к текущему документу)
/Match/Result (групповые инструменты /подбор/результат)	Выберите это окно метки при использовании ноутбука или монитора с малым разрешением: три следующих набора инструментов будут сменять друг друга автоматически при вызове одного из них: главный набор инструментов (Main Toolbox), набор инструментов поиска (Search toolbox) и набор инструментов результатов (Result toolbox). Для этих окон ярлыками являются <b>F2</b> , <b>F3 и F4</b> , соответственно.

Следующие параметры могут быть изменены только при лицензионном уровне 2004/09 и более позднем

Установка	Описание
Pattern Size (0% to 100%) (размер рентгенограммы (0% до 100%))	Размер дифрактограммы может быть установлен как <b>Auto</b> (автоматический)

# 2.10 Вкладка "Разное"

	Miscellaneous
Print Settings	Undo
Default Style	Maximum count 3
Path for Styles	(0 means no Undo available)
Paper Font Name	Include Zooming in buffer
Force To Landscape 💌 Arial	Compress Undo
	(slower, use less memory)
Document Size	Database
Use Document Compression	🔽 Use new PDF numbering scheme
Put Metatfile Background in Doc. Embedded Style	🔽 Import add. data (hkl, etc.)
Optimisation (need a quick graphic card)	Replace rounded d-values by
Remove Flickering from the View	computed d(hkl) values at import

Рис. 2-11 вкладка Miscellaneous (разное)

## 2.10.1 Установки печати

Параметры, определенные в этом диалоговом окне, являются параметрами по умолчанию для предварительного просмотра печати (Print Preview).

См. раздел 11.2 "Предварительный просмотр печати" для большей информации.

## Style Name (название стиля)

Стиль презентации предварительного просмотра печати (сохраненный в STY файле) будет использоваться по умолчанию при открытии предварительного просмотра печати (Print Preview). Эта установка будет применяться следующий раз при создании нового документа или при запуске новой сессии EVA.

Для выбора стиля презентации:

- Щелкните кнопку Browse (обзор) для вывода диалогового окна Open Style files (открыть файлы стиля).
- Найдите папку, содержащую интересующий STY файл, выберите его и затем нажмите Open (открыть).

Нажмите кнопку Clear (очистить) для очищения поля Name (STY) (имя (STY)), чтобы не иметь особенного стиля презентации, использованного по умолчанию во время первого открытия предварительного просмотра печати (Print Preview), для следующего нового документа.

Поле Path for Styles (путь для стилей) позволяет выбрать путь для стиля печатных файлов (.STY). Когда это поле пусто (по умолчанию), путь указывает в директорию (или папку), где находится сама программа EVA.EXE (обычно c:\Diffplus\). Если программа EVA.EXE находится на сетевом драйве и доступна многим пользователям, это поле позволяет каждому пользователю иметь собственный стиль.

Чтобы	Смотри
Узнать больше о стилях презентации	Раздел 11.2.3, "Стили Презентации"



нопка Clear

#### Положение бумаги

Выберите ориентацию бумаги для распечатки:

- Для печати документа, чтобы короткий край бумаги был горизонтальным, нажмите **Portrait (портрет)**.
- Для печати документа, чтобы длинный край бумаги был горизонтальным, нажмите Landscape (ландшафт).
- Для использования ориентации бумаги, применяемой в данный момент, нажмите **Default (по умолчанию)**.

#### Название шрифта

Введите название шрифта Windows, который Вы хотите использовать в распечатке, или лучше найдите его при помощи профильной кнопки. Этот шрифт используется для надписей и всех условных обозначений при печати картинок EVA, за исключением обозначений осей.

Во время просмотра доступных шрифтов показывается обычное диалоговое окно Windows Font (шрифт Windows) (которое появляется на языке Вашей версии Windows). Хотя возможно выбрать стиль и размер, EVA не использует этого: размер выбирается в мм для каждого объекта, и используется только обычный стиль.

## 2.10.2 Оптимизация EVA

Приведенные ниже параметры меняют поведение EVA. Пользователь может выбрать наилучшие параметры согласно конфигурации компьютера (свободная память RAM, графическая карта, процессор, свободное место на диске...)

#### Размер Документа

Выберите окно метки Use Document Compression (использовать сжатие документа) для сжатия документа EVA. Это создает место на диске, но замедляет открытие документа.

Для проверки эффективности сжатия Вы должны сохранит новый документ под другим именем, без этого Window может не освободить место, занятое предыдущим документом.

При выборе окна метки **Put Metafile Background in Document Embedded Style** (поместить фон метафайла во встроенный стиль документа) EVA сохраняет страницу фона вместе с документом. Будьте внимательными, это может приводить к очень большим по размеру документам.

#### Оптимизация

Выберите окно метки для удаления мигания изображения. Это окно метки доступно только в ОС Windows NT4.0 или последующих. Она требует быстрой графической карты, т.к. мерцание замедляет показ.

#### Установки отмены

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 1998/09

Установка **Undo Maximum count (максимальное число отмен)** определяет, сколько последовательных действий можно отменить и переделать. Установка по умолчанию равна трем, но можно ввести любое число. Доступное число уровней отмены ограничено только доступными ресурсами системы.

Т.к. операции отмены затрачивают много ресурсов памяти, можно запретить отмену увеличения. Для этого следует отменить выбор в окне **Include Zooming in buffer** (включить увеличение в буфер).

Выберите окно метки **Compress Undo (сжатие отмены)** для уменьшения количества памяти, посвященной операциям отмены. Однако операции отмены становятся медленнее, и эта опция полезна только для быстрых компьютеров.

Чтобы	Смотри
Узнать больше об Отмене	Раздел 3.9, "Отмена Действия"

## 2.10.3 Возможности базы данных

### Новая схема нумерации PDF

В выпуске 2003 г. ICDD ввела новую схему нумерации образцов. Она основана на 9значной записи, которая заменяет предыдущую 6-значную схему.

Новая схема нумерации требовалась из-за возрастающего числа PDF файлов; сотрудничество ICDD с другими организациями, владеющими базами данных, привело к резкому возрастанию числа записей (163,835 образцов в PDF-2 Выпуске 2003/PDF-4 Full File 2003).

На настоящий момент неопределенности нет, и старая схема нумерации все еще может быть использована людьми, которые к ней привыкли: очистите окно Use new **PDF numbering scheme (используйте новую схему нумерации)**.

В других случаях мы рекомендуем использовать новую схему и отметить это окно, т.к. EVA и PDFMAINT применяют эту схему в любом случае (только показ упрощен при использовании старой схемы).

Прим.: при открытии документа EVA, который был создан версией EVA старше, чем V9 (выпуск 2003), номер образца конвертируется в новый формат. Если Вы его сохраните, Вы не сможете открыть этот документ старой версией EVA.

Чтобы	Смотри
Узнать больше о новой схеме	Руководство PDFMAINT, раздел 1.3.2,
нумерации	"Новая схема нумерации PDF"

#### Дополнительные данные (индексы Миллера hkl, параметры ячейки...)

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 1998/09

Оригинальная база данных содержит больше информации, чем используется при поиске/соответствии. Можно вывести эти дополнительные данные.

Поведение EVA зависит от базы данных, которая заявлена как основная база данных (Master Database). Если это база данных DPRD (2CA или 4CA файл), тогда окно Import add. data (hkl etc.) (импортировать дополнительные данные (hkl etc.)) принудительно отмечено галочкой. Если это база данных PDF-1 (CAT файл), пользователь свободен в выборе, отметить или очистить окно.

Причина следующая: база данных PDF-1 не содержит дополнительных данных, и их введение из оригинальной базы данных PDF-2 требует времени. Выключение этой опции приводит к существенному выигрышу времени.

С другой стороны, база данных DPRD уже содержит дополнительную информацию, и здесь нет видимой разницы во времени отклика.

Если основная база данных (Master Database) - DPRD (2CA или 4CA файл)

— или если основная база данных в предыдущем формате DIFFRAC<sup>*plus*</sup> (CAT **Рорир hkl** кнопка файл), если отмечено окно метки **Import add. data (hkl, etc.) (импортировать дополнительные данные (hkl etc.))**, и PDF-2 находится в онлайн доступе—

тогда EVA считывает индексы *hkl* каждый раз, когда стандарт импортирован в документ (т.е. как результат процедуры поиска/соответствия). Индексы *hkl* могут затем быть показаны автоматически в режиме всплывающего окна и/или напечатаны, используя кнопку **Рорир hkl (всплывающие hkl)**. Если эта опция не нужна, и Вы используйте PDF-1, тогда можно щелкнуть для очистки этого окна метки, чтобы сохранить время при импорте стандарта.

Чтобы узнать больше о	смотри
Форматы базы данных (PDF-1 или DPRD)	раздел 2.1 "вкладка База Данных"
Черты всплывающего окна hkl	раздел 6.6 "Просмотр Индексов <i>hkl</i> Соответствующих Линии"



#### Точность значений d штриховых диаграмм, показанных в графическом виде

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 1999/09

В базе данных, используемой для поиска/соответствия, значения *d* сохранены как целые числа, близкие к 4096/*d*. Этот формат был оптимизирован для алгоритма поиска. Но положение линий может немного отличаться от оригинальных значений *d* из PDF.

Когда выбрана опция Import add. data (hkl, etc.) (импортировать дополнительные данные (hkl etc.)), доступна и другая опция: Replace rounded dvalues by computed d(hkl)-values at import (заменить округленные значения d, вычисляя значения d(hkl) при импорте).



При помощи этой опции EVA пересчитывает значения *d*, используя симметрию, параметры ячейки и индексы Миллера, что является более аккуратной процедурой, чем использование при поиске/соответствии округленных величин.

Небольшое расхождение между оригинальными значениями *d* (указанными в оригинальном PDF-2 или 4 файле) и округленными значениями *d* едва ли заметно, за исключением случая увеличения заданного пика. Для решения этой проблемы был сделан выбор в пользу пересчета значений *d* и отказа от использования оригинальных данных, т.к. это более точная процедура (параметры ячейки определяются по всему массиву данных, а значение *d* относится к единичному пику). Рассмотрим пример, чтобы проиллюстрировать, почему это так:

Образец LaB<sub>6</sub>, # 00-034-0427, часто используется в качестве стандарта. Критерий качества (Figure of Merit (FOM)), указанный ICDD для этого образца составляет  $F_{24}$ =179(0.0056,24), где 0.0056 ° показывает среднее абсолютное отклонение между измеренными и рассчитанными значениями 20<sup>1</sup>. Такая разница не является незначительной, особенно для стандарта (0.005 ° является типичным значением для образцов, отмеченных \* по качеству). Пересчет обеспечит наилучшую возможную точность на базе данных PDF, является, таким образом, более содержательной процедурой, нежели импорт измеренных величины.

Когда ошибка значительно меньше, например, 0.002 ° для стандарта кварца # 00-046-1045 (FOM *F*<sub>30</sub>=539(0.0018,31)), разница между исходными и рассчитанными величинами уже более не значима, по сравнению с обычным разрешением компьютерной графики. Предположим, что мы увеличиваем маленькую часть скана на большое окно, например, 2 ° показано на окне шириной 1000 пикселей, в этом случае вышеупомянутая ошибка равна одному пикселю.

Однако при показе карточки PDF значения *d* в списке пиков всегда являются оригинальными, это не связано с выбором, сделанным в этой вкладке.

Величины *d* рассчитываются *во время* импорта, это означает, что Вы должны выбрать установки до введения данных. Такой модифицированный образец показывается с измененной иконкой: синий квадрат добавлен к марке качества (эта операция похожа на настройку ячейки (tune cell) без изменения параметров, но марка качества все еще присутствует, потому что, это не меняет параметров ячейки, в отличие от настройки ячейки).

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> see Smith, G.S. and Snyder, R.J., J. Appl. Cryst., **1979**, 12, 60

В некоторых образцах ряд пиков не проиндексирован (например, запись 00-010-0100); в этом случае, значения *d* для непроиндексированных пиков не меняются (округленные величины сохраняются) — в любом случае, достоверность непроиндексированных пиков сомнительна. В таком случае Вы можете обнаружить разницу между пересчитанным и непроиндексированным пиком при помощи всплывающего окна **Popup Information (информация всплывающего окна)** (говорящий шарик окна показывает "hkl not read" ("hkl не прочитаны")).

Если образец не проиндексирован (*hkl* не приведены в оригинальной базе данных), все величины *d* являются округленными, и иконка не меняется.

## 2.11 Вкладка FPM (соответствие полной рентгенограммы)

эта опция недоступна для лицензионного уровня до 2005/09		
		FPM
Maximum step counts	20	Current Model
Maximum failure counts	11	C:\Diffplus\NaY-model-1.EVA
Initial FWHM(30)	0.15	Creation date: 12/08/2005 08:46:12
Minimum FWHM(30)	0.05	Description:
Maximum FWHM(30)	1	
Randomization factor (0-100%)	100	Select PDF-4 databases for structure factors
Scherrer constant	0.89	IVIPDF-4+ 2005 RDB
Instrumental FWHM(30)	0	
Displacement correction	Apply to the Apply	he original scan Reset to Default Values

- - - - - - -

Рис. 2-12 вкладка **FPM** 

Эта вкладка содержит параметры, касающиеся Full pattern matching (соответствие полной рентгенограммы), FPM (см. раздел 6.13).

Процедура соответствия полной рентгенограммы состоит из симулирования рентгенограммы с использованием факторов ширины и профиля пика из эмпирической модели, а позиций и высоты пиков из дифрактограммы. Симулированная рентгенограмма затем сравнивается с измеренной, и параметры образца и модели профиля пика подгоняются, чтобы симулированная рентгенограмма приближалась к измеренной. Процесс подгонки является интерактивным с уточнением методом наименьших квадратов.

Установка	Описание
Maximum step count (максимальное число шагов)	Максимальное число итераций; Модель FPM и уточнение FPM Eval останавливаются после этого числа шагов, даже если подгонка не сошлась; Значение по умолчанию - 20
Maximum failure count (максимальное число ошибок)	Когда взвешенный фактор недостоверности <i>R<sub>WP</sub></i> не улучшается после этого числа итераций, подгонка завершается (сходимость достигнута); Значение по умолчанию - 11
Initial FWHM (30) (начальная ширина на полувысоте (30))	В используемой эмпирической модели профиля пика полная ширина на половине высоты варьируется в зависимости от 20 для данного образца; Это величина является стартовой для модели, рассматривается фиктивный пик на 20=30° Значение по умолчанию - 0.15°
Minimum FWHM (30) (минимальная ширина на полувысоте (30))	Нижний предел полной ширины на половине высоты фиктивный пика на 30° для модели профиля пика; Значение по умолчанию - 0.05°
Maximum FWHM (30) (максимальная ширина на полувысоте (30))	Верхний предел полной ширины на половине высоты фиктивного пика на 30° для модели профиля пика; Значение по умолчанию - 1°
Randomization	Вероятность принятия временного решения с большим

factor (0-100%) (фактор рандомизации (0-100%))	взвешенным фактором недостоверности <i>R<sub>WP</sub></i> ,чем на предыдущем шаге (алгоритм Метрополиса (Metropolis algorithm)); эта функция используется, чтобы постараться избежать сходимости в локальном минимуме <i>R<sub>WP</sub></i> , который не является наилучшим решением; Установите значение 0 для отключения алгоритма Метрополиса;
	Значение по умолчанию - 100

Установка	Описание
Scherrer constant (константа Шеррера)	<ul> <li><i>k</i>, для расчета размера кристаллитов при помощи формулы</li> <li>Шеррера (см. раздел 6.13.3), обычно принимается 1 или 0.89</li> <li>Значение по умолчанию - 0.89</li> </ul>
Instrumental FWHM (30) (инструменталь- ная ширина на половине высоты (30)))	s, FWHM модельного пика на 30° для материалов, не имеющих уширения пиков из-за природы образца (т.е. размер кристаллитов > 1µm и без микронапряжений), используется для расчета размера кристаллитов с помощью формулы Шеррера (см. раздел 6.13.3) Значение по умолчанию - 0
Displacement correction (коррекция смещения)	<ul> <li>Коррекция смещения уточняется при каждом вычислении;</li> <li>Аррly to the original scan (применить к исходной дифрактограмме): когда окно метки отмечено, рассчитанное смещение применяется к измеренной дифрактограмме, если результат утвержден;</li> <li>Аррly to the simulated scan (применить к симулированной дифрактограмме): когда окно метки отмечено, рассчитанное смещение применяется к симулированной дифрактограмме): когда окно метки отмечено, рассчитанное смещение применяется к симулированной дифрактограмме, если результат утвержден;</li> <li>Обе опции разрешены по умолчанию</li> </ul>
Reset to default values (восстановить значения по умолчанию)	Удаляет текущую модель и восстанавливает параметры к их начальным значениям
Current model (текущая модель)	Текущая модель - EVA файл, который был обработан по специальной программе (см. раздел 6.13.4, глава " Моделирование формы пика (FPM Model)"), и которая описывает исходные значения для эмпирической модели, используемой для аппроксимации формы пика; Используйте кнопку <b>Browse (обзор)</b> для выбора EVA файла, который содержит модель FPM; текущая модель также может быть установлена после задания модели, при помощи кнопки <b>Save As</b> <b>Current FPM Model (сохранить как текущую FPM модель)</b> меню <b>File (файл)</b> Если названия всех моделей начинаются с заданной строки, например, "Model", напечатайте "Model*" в текстовом поле <b>File</b> <b>пате (имя файла)</b> и нажмите на <b>Ореп (открыть)</b> для сортировки интересующих файлов; если модель не выбрана, EVA использует модель по умолчанию, которая позволяет вычисление FPM, но с ограниченной точностью, т.к. не оптимизирована под установки Вашего дифрактометра
Select PDF-4 databases for structure factors (выбрать базу данных PDF-4 для структурных факторов)	Это окно дает список установленных баз данных, которые содержат структурные факторы; Отметьте одно из окон, чтобы использовать структурные факторы из базы данных для симулирования высоты пика; если ни одна база данных не доступна, или ни одно из окон не отмечено, вместо этого FPM использует относительные интенсивности

(страница намеренно оставлена пустой)

# 3 Окна EVA

Экран EVA состоит из этих элементов:

Основное окно EVA	описано в разделе 3.1
Окно документа	описано в разделе 3.2
Трехмерное (3D) окно	описано в разделе 3.3
Окно инструментов Разное	описано в разделе 3.1.3

# 3.1 Основное окно



- 1 Панель названия
- 2 Панель меню

- 3 Панель инструментов
- 4 Панель статуса

Рис. 3-1 основное окно EVA

Основное окно EVA состоит из:

Панель названия	Описано в разделе 3.1.1
Панель меню	Описано в разделе 3.1.2
Панель инструментов	Описано в разделе 3.1.3
Панель статуса	Описано в разделе 3.5

## 3.1.1 Линейка названия

Наверху окна находится линейка названия, которая содержит имя текущего документа. Если открыт более чем один документ, меню названия показывает имя активного документа (например, 2 документа одновременно показывается в окнах каскадного стиля).

## 3.1.2 Линейка меню

Линейка меню отображается вверху экрана, непосредственно под линейкой названия и включает наименования различных команд. Каждое наименование предоставляет доступ к разворачивающемуся меню, состоящему из подборки элементов меню.

Команда	Быстрая ссылка	Действие
Новый (New)	CTRL+N	Создает EVA документ
Открыть ( <u>O</u> pen)	CTRL+O	Открывает существующий EVA документ
Клонировать (Clone)		Открывает существующий EVA документ и заменяет сохраненную дифрактограмму другой, указанной пользователем. Все объекты исходного документа сохраняются и приписываются новой дифрактограмме.
Сохранить (Save)	CTRL+S	Сохраняет открытый EVA документ с тем же названием. Если это первое сохранение нового EVA документа, название, предложенное по умолчанию, это название файла первой импортированной дифрактограммы.
Сохранить как(Save <u>A</u> s…)		Сохраняет открытый EVA документ с определенным названием; название по умолчанию – текущее название.
Импортировать файл дифрактограммы (Import Scan File)		Импортирует RAW файл
Импортировать файл DIF рентгенограммы (Import DIF Pattern File)		Импортирует DIF файл
Импортировать добавочные дифрактограммы (Import Add Scans)		Импортирует один или несколько RAW файлов и суммирует интенсивности всех диапазонов вместе
Импортировать кривые Безье (Import Bézier curves)		Импортирует кривую Безье, сохраненную как BZR файл; Эта функция активна, когда окно функции Bézier в инструментах Scan   Backgnd Основного набора инструментов отмечено и нажата кнопка Edit (редактирование)
Экспортировать текущую дифрактограмму (весь диапазон данных) (Export Current Scan (whole data range))		Экспортирует текущую дифрактограмму в RAW файл
Экспортировать текущую дифрактограмму (только рабочий участок)(Export Current Scan (working area only))		Экспортирует часть текущей дифрактограммы, показанной в подокне «Working pane» (рабочая панель), в .RAW файл
Экспортировать текущую DIF рентгенограмму (Export Current DIF Pattern)		Экспортирует текущую DIF рентгенограмму в .DIF файл
Экспортировать предварительный		(только в режиме Предварительного Просмотра Печати)

## Меню файла

просмотр изображения как метафайл (Export Preview Picture as MetaFile)		Используйте эту команду, чтобы экспортировать предварительный просмотр печати в метафайл Windows (WMF или EMF).
Экспортировать кривые Безье (Export Bézier curves)		Экспортирует текущую кривую Безье в BZR файл; Эта функция активна, когда окно функции <b>Bézier</b> в инструментах <b>Scan   Backgnd</b> Основного набора инструментов отмечено и нажата кнопка <b>Edit</b>
Закрыть (Close)		Закрывает текущий рабочий EVA документ
Печатать (Print)	CTRL+P	Печатает рабочую панель
Предварительный Просмотр печати (меню Файл) (Print Pre <u>v</u> iew)		Показывает предварительный просмотр печати
Установки страницы и принтера (меню Файл) (Page & Printer Setup)		Меняет установки принтера и страницы
Печатать все документы (меню файл) (Print All Documents)		Печатает все открытые EVA документы
Выход (меню файл) (Exit)		Выходит из редактора EVA

## Меню редактуры

<u>Команда</u>	Быстрая ссылка	Действие
XE «меню редактуры» Отменить командуUndo	CTRL+Z	Обращает определенные команды или последние напечатанные символы
ПеределатьRedo	CTRL+Y	Обращает действие команды <b>Undo</b> (Отменить)

## Меню «Вид» (View Menu)

Команда	Быстрая ссылка	Действие
Установки (Settings)		Показывает диалоговое окно Settings (Установки)
Набор инструментов (Toolbox)	F2	Показывает/прячет Main Toolbox (главный набор инструментов)
Поиск/соответствие (Search/match)	F3	Показывает/прячет окно Search/Match (поиск/соответствие)
Результаты поиска (Search results)	F4	Показывает/прячет окно Search Results (результаты поиска)
Поиск по имени или № (Search by name or #)	F5	Показывает/прячет окно Search by Name or Number (поиск по имени или номеру)
Координаты курсора (Cursor coordinates)	F6	Показывает/прячет окно Cursor Coordinate (координаты курсора)
Набор инструментов «Увеличение»(Zoom toolbox)	F7	Показывает/прячет набор инструментов Zoom (увеличение)
3D Установки (3D Settings)	F8	Показывает/прячет 3D Settings (установки) (только в 3D виде)
Режим остаточной дифрактограммы (Residual Scan mode)	F9	Отсекает уже описанную часть дифрактограммы для дальнейшего проведения поиска/соответствия
Крест пересечения (Cross hair)	F10	Включить/выключить крест пересечения
Панель инструментов (Toolbar)	F11	Показывает/прячет панель инструментов
Панель «Статус» Status Bar	F12	Показывает/прячет панель статуса
Сечение (Level View)		Предоставляет X-Z виды 3D-данных.
Сетка Интенсивности (Intensity Grid)		При использовании этой команды X-Z вид разделяется на квадраты равного размера, где каждый квадрат окрашен в цвет, связанный с данным уровнем интенсивности.
Всплывающая информация (Рорир information)		Показывает для каждого пика образца соответствующий <i>hkl-</i> индекс, сохраненный в базе данных (начиная с уровня лицензии 1997/09).
Пунктирный исходный (Dotted Raw)		Показывает дифрактограмму в виде отдельных точек, а не гладкой линии. Центрированные символы, использованные для точек данных, затем могут быть изменены в списке свойств дифрактограммы.

Обычный стиль (Custom style)	Показывает/прячет набор инструментов Custom Style (пользовательский стиль) (доступен только в режиме Print Preview (предварительный
	просмотра печати)

## Меню окна

Команда	Описание
Рабочая тетрадь (Workbook)	Создает на экране каждому EVA документу страничку с именем вкладки (нажмите вкладку, чтобы открыть документ) Когда эта функция не работает, используйте <b>CTRL+F6,</b>
	чтобы переходить от одного документа к другому
Explorer 3	Вопрос совместимости с Windows:
	Если колонки Основного набора инструментов нечетко выражены, как они должны быть, включите эту функцию, чтобы решить эту проблему
Старое диалоговое окно	Другой вопрос совместимости с Windows:
для нахождения PDF-2 (Old dialog box for PDF-2 location)	Если у Вас наблюдается проблема с диалоговым окном для определения местонахождения PDF-2, включите эту функцию и попробуйте еще раз с другим диалоговым окном
Новое окно (New Window)	Открывает новое окно с тем же содержанием, что и у действующего окна (удобно для различных видов одних и тех же данных)
Новое 3 Д окно (New Window 3D)	Создает новое окно содержащее 3 Д -вид частей дифрактограммы на Рабочей панели
Каскад (Cascade)	Разворачивает окна одно поверх другого
Расположить горизонтально (Tile Horizontally)	Располагает окна открытых документов равного размера горизонтально, так чтобы они не выходили за пределы окна EVA. EVA располагает уменьшенные окна документов внизу основного окна.
Расположить вертикально (Tile Vertically)	Располагает окна открытых документов равного размера вертикально, так чтобы они не выходили за пределы окна EVA. EVA располагает уменьшенные окна документов внизу основного окна.
Организовать иконки (Arrange Icons)	Помещает равномерно уменьшенные окна документов
Перезагрузить позиции панели инструментов (Reset Toolbar Positions)	Перезагружает позиции панели инструментов до их позиций по умолчанию
Окно 1, 2 (Window 1, 2,)	Переходит к указанному окну.

Прим.: Создавая новые окна, Вы можете отражать разные виды одних и тех же данных одновременно. Например, если Вы добавляете новый объект в одном окне, он становится доступным во всех окнах. Подобным образом, если Вы меняете Х-или Y-шкалу в одном окне, изменение влияет на все. Вы также можете выбирать разные рабочие области и различную разбивку на сегменты для каждого окна. Чтобы отменить автоматическое взаимодействие между окнами, создайте новый документ, а не новое окно.

#### Меню помощи

Команда	Описание
Пункты меню помощи (Help Topics)	Общие указания по использованию функции помощи (Help)
O EVA (About EVA)	Показывает панель «О EVA» (номер версии, операционная система)

# 3.1.3 Панель инструментов

Панель инструментов появляется внизу непосредственно под панелью меню, и предлагает быстрый доступ к обычно используемым деталям EVA. Она содержит следующие инструменты Windows:

Символ	Описание	Команда	Быстрая ссылка
D	Создает новый EVA документ	Файл/ Новый (File   New)	CTRL+N
۲ <mark>ه</mark>	Открывает существующий EVA документ в новом окне	Файл/Открыть (File   Open)	CTRL+O
	Сохраняет текущий EVA документ под его именем и в текущей директории	Файл/ Сохранить (File   Save)	CTRL+S
9	Открывает диалоговую панель Печати для печати содержимого Рабочей панели	Файл/Печатать (File   Print)	CTRL+P
4	Заменяет основное окно на окно Предварительного Просмотра Печати (Рабочая панель показана в формате печати)	Файл/ Предварительный Просмотр Печати (File   Print Preview)	
$\Omega$	Отменяет последнюю команду или последний введенный символ (отменить)	Правка/Отменить (Edit   Undo)	CTRL+Z
Ċ	Отменяет действие команды <b>Undo</b> (отменить)	Правка/ Переделать (Edit   Redo)	CTRL+Y
	Открывает новое окно с тем же содержимым, что и активное окно	Окно/Новое окно (Window   New Window)	
	Открывает новое 3D окно, показывающее части дифрактограммы, выбранные по Рабочей панели	Окно/Новое ЗД окно (Window   New 3D window)	
•	Разворачивает окна друг поверх друга	Окно/ Каскад (Window   Cascade)	
	Разворачивает новые окна документов равных размеров горизонтально, чтобы они не выходили за пределы окна EVA	Окно/Расположить горизонтально (Window   Tile Horizontally)	
	Располагает открытые окна документов равных размеров вертикально, чтобы они не выходили за пределы окна EVA	Окно/Расположить вертикально (Window   Tile Vertically)	
N?	Кнопка <b>Неір (помощь)</b>	Помощь/ Что это? (Help   What's This?)	
i	Показывает номер версии, копии, юридическое и лицензионное извещение, имя	Помощь/ О EVA (Help   About EVA)	

пользователя и организации,	
номер серии и информацию о Вашем компьютере и операционной системе	
операционной системе.	

Символ	Описание	Команда	Быстрая ссылка
4	Импортирует существующий RAW файл в текущий документ EVA	Файл/Импортировать файл дифрактограммы (File   Import Scan File)	CTRL+I
2	Показывает панель инструментов пользовательского стиля (доступен только в режиме Предварительного Просмотра Печати)	Вид/Обычный стиль (View   Custom style)	
77	Показывает Основной набор инструментов	Вид/ Набор инструментов (View   Toolbox)	F2
	Показывает панель Поиск/Соответствие	Вид/ Поиск- Соответствие (View   Search-Match)	F3
≣ <b>a</b> ta	Показывает панель Результаты поиска	Вид/Результаты поиска (View   Search Results)	F4
¥	Показывает панель Поиска по имени или номеру	Вид/ Поиск по имени или № (View   Search By Name or #)	F5
	Показывает панель координат курсора	Вид/ Координаты курсора (View   Cursor Coordinates)	F6
	Показывает набор инструментов « Увеличение»	Вид/ Набор инструментов увеличения (View   Zoom Toolbox)	F7
69	Показывает набор инструментов 3 Д установок	Вид/ ЗД Вид (View   3D View)	F8
*	Подготавливает остаточную дифрактограмму для поиска/соответствия	Вид/Режим остаточной дифрактограммы(View   Residual Scan Mode)	F9
42	Меняет курсор на крест	Вид/Крест (View   Crosshair)	F10
٢	Предоставляет X-Z вид 3 Д данных	Вид/ Вид уровня (View/Level View)	
82	(Доступно только из меню Уровень) При нажатии на эту команду X-Z вид разделяется на квадраты одинаковой величины, где каждый квадрат окрашен в цвет, связанный с уровнем данной интенсивности.	Вид/ Решетка Интенсивности (View   Intensity Grid)	
ER	Показывает для каждой полосы образца соответствующий <i>hkl</i> - индекс и относительную интенсивность, прописанный в базе ланных DPRD	Вид/Всплывающий hkl (View   Popup hkl)	

Панель инструментов также содержит специфические инструменты EVA:

	(минимальный уровень лицензии 1997/09).		
.2083	Показывает дифрактограмму в виде отдельных точек, а не непрерывной линии. Центрированные символы, использованные для точек данных, затем могут быть изменены в листе свойств дифрактограммы.	Вид/ Пунктирный исходный набор данных (View   Dotted RAW)	
₽ <mark>8</mark> 2	Показывает диалоговое окно Установок	Вид/ Установки (View   Settings)	

#### Окно инструмента « Разное»

Наборы инструментов представляют собой окна с комплексом свойств, сгруппированные по темам. Так как они открываются поверх значительной части основного окна, Вы можете открывать или сворачивать их по желанию.

Выбирая только необходимые наборы инструментов, Вы можете организовать Вашу рабочую обстановку более эффективно. Вы также можете сконцентрироваться только на Ваших данных, удаляя все или большинство наборов инструментов. Нажимайте следующие кнопки, чтобы открыть или свернуть наборы инструментов.

Набор инструментов	Символ	Команда	Быстрая ссылка	Ссылка
Основной набор инструментов	$\overline{\mathbf{a}}$	Вид/Набор инструментов (View   Toolbox)	F2	Глава 4
Набор Поиск/соответ- ствие		Вид/Поиск- Соответствие (View   Search-Match)	F3	Раздел 10.2
Набор Результаты поиска	<b>≣</b> ata	Вид/Результа ты поиска (View   Search Results)	F4	Раздел 10.3
Набор поиск по имени или номеру	Ħ	Вид/Поиск по имени или № (View   Search By Name or #)	F5	Раздел 10.1
Набор Координаты курсора	<mark>ئۇن</mark>	Вид/Координа ты курсора (View   Cursor Coordinates)	F6	Раздел 3.5
Набор инструментов «Увеличение»	¥ ↓↓××	Вид/Набор инструментов увеличения (View   Zoom Toolbox)	F7	Раздел 3.6

# 3.2 Окно документа



Рис. 3-2 окно документа EVA

Окно документа обычно разделяется на три разные панели:

- Одна панель содержит всю диаграмму или выбранную часть (называется Working pane (рабочая панель)); необходимо отметить, что процедура автоматического поиска принимает во внимание только это окно
- Другая, называемая Overview pane (панель обзора), показывает всю диаграмму. Внутри этой панели прямоугольник позволяет Вам определить местонахождение Вашей рабочей области на диаграмме. Прямоугольник снабжен ручками, что позволяет Вам изменять рабочую область. Это - один из инструментов увеличения, Вы также можете выбрать область в рабочей панели.
- Третья, называемая Zoom pane (панель увеличения), показывает область вокруг курсора. Полезно поместить курсор в хорошо определенное положение (вершина пика, точные координаты, и т.д.)

Прим.:	Чтобы перезагрузить рабочую панель до состояния по умолчанию (без
	увеличения), используйте набор инструментов увеличения (нажмите
	кнопку <b>Мах</b> (Максимум)) или дважды нажмите на панель обзора.

# 3.3. Окно трехмерного изображения (3D)



Нажмите кнопку **New Window 3D (новое 3D окно)** в панели инструментов, чтобы увидеть дополнительное окно, показывающее трехмерный вид всех дифрактограмм, проверенных в главном наборе инструментов. 3D вид обычно бывает показан в виде "сеточного ящика", где показаны три оси (X, Y, Z),чтобы дать Вам точную ссылку. Все дифрактограммы, которые Вы показываете вместе в 3D виде, должны покрывать один и тот же интервал, и быть измерены с одинаковой величиной шага.





Рис. 3-3 3D окно

кнопку Import

# 3.4 Работа с документами EVA

## 3.4.1 Создание документов EVA

Чтобы создать новый документ EVA, нажмите **New (новый)** в меню **File (файл)**. Документ EVA пуст, и показан главный набор инструментов (Main Toolbox).

Чтобы импортировать дифрактограмму:



**2.** Найдите .RAW файл с данными, который Вы хотите импортировать в директорию, содержащую RAW файлы.

### 3. Нажмите Open (открыть).

Выбранная дифрактограмма показана в графическом окне и перечислена в главном наборе инструментов. Если RAW файл является мультидиапазонным, каждый диапазон отвечает одной дифрактограмме, и все дифрактограммы показываются в графических окнах, а также в главном наборе инструментов.

Import Scan files			? ×
Look in: 🔄	Diffdat	- E C	* 🔳
Austenite	🕵 Asnosoll. RAW	🕵 Dd.raw	🕵 m2.RAW
📄 Bc	🕵 Assoller.RAW	🕵 Et20_a.RAW	🕵 m3.RAW
🚞 Stressdata	🕵 Bb.RAW	🥵 ЕТ20_Ь.RAW	🕵 Nh4no3.ra
🚞 Texdata	🕵 Bchips.RAW	🕵 Et20ABC.raw	🕵 Niore. RAV
🕵 Aa.RAW	🕵 Cc.RAW	🕵 Frank.RAW	🕵 Pbznox.R4
🕵 Alrefit.RAW	🕵 Csand.RAW	🕵 m1.BAW	🕵 Pchips.RA
•			Þ
File <u>n</u> ame:			<u>O</u> pen
Files of type: So	an Files (*.raw)	•	Cancel

Рис. 3-4 Диалоговое окно импорта файлов дифрактограмм

#### Импортирование нескольких дифрактограмм одновременно

Чтобы импортировать несколько дифрактограмм одновременно:



- 4. В панели инструментов, нажмите на кнопку Import (импортировать)
- 5. Щелкните на первую дифрактограмму для импортирования.
- 6. Держите CTRL, нажимая на другие файлы отдельно
- 7. Нажмите Open (открыть).

Импортированные дифрактограммы показаны в графических окнах и перечислены в главном наборе инструментов.

После импортирования дифрактограмм в документ они становятся индивидуальными объектами, и Вы можете работать с одним или другим отдельно.

Import Scan fil	es		? ×
Look jn: 🥂	🔁 Diffdat	- 🗈 (	* 🔳
Chiraw Chiraw	Max m2.BAW Max m3.BAW Max m3.BAW Max m3.BAW Max m3.BAW Max m3.BAW Max m3.BAW Max m3.BAW Max m3.BAW	Pegmin.RAW Rigment.raw Quartz.raw R Tb3.RAW Wn1.RAW	🕵 Znox2.RA
File name:     I       Files of type:     I	"Frank.RAW" "Niore.RAW" Scan Files (*.raw)	"'Quartz.raw"	▶ <u>O</u> pen Cancel

Рис. 3-5 Диалоговое окно Импортирования Дифрактограмм при выборе нескольких файлов

Прим.: При импортировании нескольких сканов, которые были измерены при разной длине волны, EVA навязывает *d* моду, и Вы видите следующее предупреждающее сообщение (осью X является межплоскостное расстояние). Текущая длина волны соответствует длине волны первой дифрактограммы в списке главного набора инструментов (Main Toolbox).



## Импортирование файлов, содержащих смешанные диапазоны сканирования

RAW файлы со смешанными диапазонами сканирования (единичный RAW файл, содержащий смешанный набор 20 сканов, кривую качания...) были допустимы в DIFFRAC-AT, но не в DIFFRAC<sup>*plus*</sup> вплоть до выпуска 2000. Т.к. смешанный диапазон сканирования не может быть показан одновременно, необходимо выбрать диапазон, который Вы хотите импортировать в документ; таким образом, EVA будет показывать это диалоговое окно при выборе типа сканирования:

Selection of drive for Im 💌				
This file contains mixed-drive ranges which cannot be displayed simultaneously. Please select a drive from the list for display of the compatible ranges.				
Theta 1 measurement				
2-Theta 2 measurements				
Phi 1 measurement				
Cancel Import				

Если документ содержит, по крайней мере, один диапазон, тип сканирования должен быть тот же; вот, почему несовместимые типы показываются красным цветом (подробное сообщение об ошибке появится при любой попытке его импортировать). Заметьте, что число доступных диапазонов (измерений) показано для каждого типа сканирования.

Импорт DIF файлов со смешанным типом будет работать так же (хотя известных программ, которые создавали бы такие файлы, не существует, гипотеза была рассмотрена).

#### Импортирование файлов, содержащих тип скана, который не поддерживается

Некоторые RAW файлы могут содержать сканы с неразрешенным кодом типа скана. Это может случиться при работе с RAW файлами, произведенными различными процедурами конвертации файлов (не XCH или FILE EXCHANGE). Такое случается с "HV plot" и "PHA plot", данными, собранными с помощью XRD COMMANDER.

При импортировании RAW файлов, которые содержат, по крайней мере, один скан с неразрешенным кодом типа скана, EVA позволяет выбрать между 2 типами сканов: **2Theta** или **Aux3**. Выберите **2Theta** (нажмите **Yes**), если Вы уверены, что значения *d*, рассчитанные из сканов имеют смысл, и **Aux3** (щелкните **No**) в обратном случае.

Eva	×
<u>.</u>	1 ranges of unknown type have been detected in your Raw file. Click Yes to display these ranges as 2-Theta ranges. Click No to display these ranges as Aux3 ranges. Click Cancel to abort.
	Yes <u>N</u> o Cancel

Рис. 3-6 Диалоговое окно при импортировании RAW файла с неразрешенным типом скана

Save As		? ×
Savejn:	🔄 Diffdat	🖬 🗈 🔳
Austenite Bc Stressdata Texdata Strefht.EV4	역, Et20.EVA 역, m1.EVA A	
File <u>n</u> ame:	Aa.EVA	Save
Save as <u>type</u> :	Eva Files (*.eva)	Cancel

3.4.2 Сохранение документов EVA

Рис. 3-7 Диалоговое окно Save As (сохранить как...)

Чтобы сохранить Ваш document EVA:

- 3. В меню File (файл), нажмите Save As (сохранить как).
- Диалоговое окно Save As показывает доступные папки и файлы. Чтобы увидеть иерархию на жестком диске вне текущей папки, нажмите на выпадающем списке Save in (сохранить в). Чтобы увидеть содержимое папки, нажмите на нее.
- Укажите имя активного EVA документа в поле File Name (имя файла). Имя файла, предложенное по умолчанию – это имя первой импортированной дифрактограммы.



6. Нажмите Save (сохранить).

После этой операции, каждый раз, когда Вы сохраняете Ваш документ, нажимая на **Save** в меню Файл, предварительно сохраненный файл переписывается в усовершенствованную версию. Вы также можете использовать **CTRL+S** или кнопку **Save**.

Когда Вы изменяете документ EVA, на панели названий появляется звездочка и остается там до сохранения документа.

## 3.4.3 Открывание документов EVA

Существует несколько способов открывания EVA документов:

- Из диалогового окна Open (открыть)
- Из списка недавних файлов (в меню File (файл))
- V3 Windows Explorer
- Используя операцию «переместить-опустить»

Open				? ×
Look jn:	🔄 Diffdat	•	<b>E</b> 💣	
Austenite Bc Stressdata Texdata Alrefht.EVA	፼ Et20.EVA ፼ m1.EVA			
File <u>n</u> ame:				<u>O</u> pen
Files of <u>t</u> ype:	Eva Files (*.eva)		•	Cancel

Рис. 3-8 Диалоговое окно Open (открыть)

## Открывание документа EVA из диалогового окна Open

на панели инструментов, нажмите кнопку Open.

**1.** В меню **File**, нажмите **Open** — или—

**1** 

кнопка Open



Level

- 2. Диалоговое окно File Open показывает доступные папки и файлы. Чтобы посмотреть, как текущая папка вписывается в Вашу компьютерную иерархию, нажмите на список Look in (посмотреть в). Чтобы просмотреть содержимое папки, щелкните на нее. Вы также можете щелкнуть на папку или файл дважды, чтобы открыть его. Чтобы открыть папку одним уровнем выше, нажмите кнопку Up One Level (на один уровень выше).
- **3.** Нажмите **Open**.

## Открывание документа EVA из Windows Explorer



Если расширение файла связано с EVA, Вы можете открыть файл двойным нажатием кнопки мыши. Ассоциированные типы файлов используют иконку документов EVA. Когда Вы дважды нажимаете на файл, EVA открывает документ в новом окне. Дважды нажмите на RAW файл, чтобы создать новый документ, содержащий RAW файл.

### Открывание документа EVA с использованием операции «Переместитьопустить»

Вы можете открыть документы EVA , перемещая их из My Computer или Windows Explorer в:

- Основное окно
- Исполняющий файл EVA.EXE
- Ярлык исполняющего файла EVA

Перетаскивая RAW файл в один из них, Вы создаете новый документ, содержащий RAW файл.

Чтобы перетащить файлы в Основное окно (по сути то же самое для файлов EVA.EXE или быстрая ссылка на выполняющий файл):

- 1. Расположите окно My Computer (мой компьютер) или окно Windows Explorer и Main Window (основное окно) EVA таким образом, чтобы Вы видели оба окна. Окно My Computer или окно Windows Explorer должны быть вверху (используйте его для того, чтобы взять файл). Нужно видеть только небольшую часть основного окна EVA.
- 2. Найдите требуемый файл в My Computer или Windows Explorer.
- 3. Укажите на файл стрелкой мыши. Нажмите и удерживайте левую кнопку мыши.
- 4. Перетащите файл в основное окно EVA с помощью мыши.
- Оставьте файл, отпуская кнопку мыши. Основное окно EVA перемещается на передний план, и EVA открывает документ (если программа распознает формат файла).

## 3.4.4 Суммирование дифрактограмм при импортировании

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 1999/09

В EVA возможно импортировать несколько дифрактограмм и просуммировать их вместе (т.е. сложить их интенсивности). Дифрактограмма, полученная на экране, тогда соответствует сумме дифрактограмм. Выбранные RAW файлы могут состоять из одиночной или нескольких (мультидиапазонных) дифрактограмм; в последнем случае все дифрактограммы одиночного RAW файла суммируются вместе. Однако все выделенные дифрактограммы должны удовлетворять следующим требованиям:

- Одинаковый начальный угол
- Одинаковый конечный угол
- Одинаковый размер шага

Прим.: Если хотя бы одно из этих условий не соблюдено, EVA импортирует выделенные дифрактограммы в исходном виде и не производит суммирования.

Именем образца итоговой дифрактограммы становится имя первого диапазона последней выделенной дифрактограммы. Полученное в результате пошаговое время накопления соответствует сумме времен накопления всех дифрактограмм.

Итоговая дифрактограмма соответствует той, которая получилась бы при единичном измерении с пошаговым временем накопления равным сумме времен накопления всех дифрактограмм, подразумевая, что все измерения проходили при одинаковых условиях. Последнее требование обычно необходимо, чтобы операция Add Scans (суммировать дифрактограммы) имела смысл. Однако программа проверяет только 3 вышеупомянутых параметра, оставляя остальные под ответственность пользователя. Тем не менее, имеет смысл изменить заданный параметр и перемерить каждую дифрактограмму, чтобы просуммировать их всех. Пример: измерьте 20-скан некоторого образца 11 раз от 5 до 60° (20) при одинаковых условиях, за исключением их стартовых значений  $\theta$ , которые принимаются равными 1.5, 1.7, ..., 3.5° (unlocked coupled mode (разблокированная спаренная мода)). Итоговая дифрактограмма аналогична измеренной с осцилляцией  $\theta$  с частотой +/- 1°, что достаточно быстро, чтобы произвести несколько осцилляций во время каждого шага по 2 $\theta$ . Как правило, достаточно быстрые осцилляции или достаточно быстрые смещения трудно достижимы, тогда как они легко могут быть симулированы при помощи подобной стратегии.

#### Как просуммировать дифрактограммы

- 7. В меню File (файл) укажите на Import (импортировать) и затем щелкните на Add Scans (суммировать дифрактограммы): появится диалоговое окно Import & Add Scans (импортировать и суммировать дифрактограммы).
- Выберите RAW файл (файлы), соответствующие дифрактограммам, которые Вы хотите добавить. В случае нескольких RAW файлов, нажмите сначала на один, держите клавишу CTRL и затем щелкните на каждый дополнительный RAW файл.
- 9. Нажмите **Open (открыть)**: EVA суммирует отмеченные дифрактограммы и показывает итоговую дифрактограмму на экране.

Import & Add 9	Scans (use multi-selecti	on)	? ×
Look jn:	🔄 Diffdat	- 1	
🕵 Asnosoll.RA	\W 💁 Dd.raw	🕵 m2.BAW	🥵 Pegmin.R/
😼 Assoller.RA	W 🥵 Et20_a.RAW	🕵 m3.RAW	🥵 Pigment.ra
🕵 Bb.RAW	🕵 ET20_b.RAW	🕵 Nh4no3.raw	🕵 Quartz.raw
😼 Bchips.RAV	🗸 🙀 Et20ABC.raw	🕵 Niore.RAW	🥵 Tb3.RAW
🕵 Cc.RAW	🕵 Frank.RAW	🕵 Pbznox.RAW	🕵 Vm1.BAW
🧧 🕵 Csand. RAV	/ 🕵 m1.BAW	🕵 Pchips.RAW	🕵 Znox1.RA
•			Þ
File <u>n</u> ame:	"m3.BAW" "m2.BAW" "m1	.RAW''	<u>O</u> pen
Files of <u>type</u> :	Scan Files (*.raw)	<b>•</b>	Cancel

Рис. 3-9 Несколько отмеченных дифрактограмм в диалоговом окне Import & Add Scans (импортировать и суммировать дифрактограммы)

## 3.4.5 Размножение документов EVA

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 1999/09

Когда документ EVA размножается, дифрактограмма размноженного документа заменяется той, которую укажет пользователь. Все другие объекты исходного документа сохраняются после следующих исправлений, которые делают размножение более удобным:

- Участки диапазонов отбрасываются на новой дифрактограмме; интенсивность фона, зафиксированная в исходной дифрактограмме, отпущена в новой.
- Аналогично, позиции и высоты пиков, которые были зафиксированы, отпущены на новой дифрактограмме.

Чтобы размножить документ, используйте команду **Clone (размножать)** в меню **File** (файл): эта команда сначала попросит открыть документ, который необходимо размножить, а затем импортировать интересующую дифрактограмму.

Во время размножения производятся следующие тесты:

1. В размножаемом документе должна быть только одна дифрактограмма, иначе появляется сообщение об ошибке.

**2.** Обе дифрактограммы, как исходного, так и размноженного документа, должны иметь одинаковые единицы измерения по оси X (например, 20).

**3.** Допустимо размножение документа, измеренного при другой длине волны. Если единицей измерения по X является 20, новый документ устанавливает X=d, потому что это обеспечивает правильную конвертацию значений 20. Если необходимо, X=20 может быть выбрано вручную.

Рекомендуется использовать **Y Scale=Cps (Y-шкала=имп/c)**, потому что это позволяет размножить документ, не принимая во внимание время измерения, но это остается на усмотрение пользователя.

Размножение документа может быть использовано для различных целей, в частности, для сравнения результатов поиска на другой дифрактограмме или выполнения вычислений на другой рентгенограмме.

# 3.5 Описание документов EVA

## Перемещение Различных Окон Документа EVA

Окно документа EVA состоит из трех панелей (Zoom, Overview и Working (увеличение, обзор и рабочая)). EVA позволяет изменить размер окон с помощью разделительных линеек и указателей.



Рис. 3-10 Использование разделительных указателей для изменения размера панели

Чтобы разделить панель:

- 1. Щелкните на Split bar (разделительную линейку).
- Удерживая левой кнопкой мыши, переместите разделительную линейку в требуемое место.
- 3. Отпустите разделительную линейку.



Слайдер **Zoom (увеличение)** регулирует область, занимаемую панелью увеличения.
#### Позиция курсора на графических панелях

[ 2-theta : 55.316, d : 1.6594 ] - [ counts : 879 ]	NUM	
---	-----	--

Рис. 3-11 строка состояния

Строка состояния, находящаяся внизу основного окна, предоставляет информацию о позиции курсора (X,Y) в текущем окне. Координата X задана в зависимости от типа сканирования первой дифрактограммы, включенной в документ (сравнение дифрактограмм, полученных разным типом сканирования, невозможно), и от выбранной единицы измерения X:

Тип сканирования	Единица измерения Х	Строка состояния показывает
20	20(°)	$2\theta + d$
(заблокированная	1/d (Å <sup>-1</sup> )	1/d + d
спаренная, разблокированная спаренная или сканирование детектора) (locked coupled, unlock coupled or detector scan)	d (Å)	1/d + d
Другие (кривая качания, χ-скан) (rocking curves, Chi scan)		Единицу измерения Х



Можно также открыть окно Cursor Coordinates (координаты курсора) (нажатием на кнопку **Cursor Coordinates (координаты курсора)** панели инструментов) для показа координат курсора. В этом случае строка состояния прекращает показывать координаты курсора.

Cursor Coord.	×
2-Theta	30.212
d	2.95577
Counts	9296
Υ%	99.85

Рис. 3-12 Окно координаты курсора

Окно координаты курсора содержит следующую информацию:

- Величина X и ее конвертация в d (Å) для 2 $\theta$  сканов (т.е. когда X = 2 $\theta$ , 1/d или d).
- Y в импульсах или имп/сек (cps) согласно текущим установкам;
- Y в %, 100% отвечает максимальному значению интенсивности всех дифрактограмм — отмеченных или нет — указанных в главном наборе инструментов

# 3.6 Увеличение в документе EVA

Рабочая панель представлена прямоугольником увеличения в панели Overview (обзор). Существует 3 возможности для увеличения в EVA.

#### Метод # 1: Определите прямоугольник увеличения или в рабочей панели или в панели обзора

Переместите курсор к концу намеченной области увеличения, нажмите и держите левую кнопку мыши, передвигая мышь до тех пор, пока курсор не достигнет противоположного конца, затем отпустите кнопку



Метод # 2: Изменение размера прямоугольника увеличения

Рис. 3-13 Панель обзора

Передвиньте одну из ручек прямоугольника (т.е. черные квадраты на углах и в середине стороны), чтобы изменить его размер, или откорректируйте размер области, показываемой в данный момент, панорамированием.

#### Автоматическая установка Y во время увеличения при использовании метода 1 и 2

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 1999/09



При увеличении по методу 1 или 2 можно автоматически установить Y, чтобы описать максимальную измеренную доступную точку. Этот режим может быть выбран по умолчанию с помощью кнопки always Fit Top (всегда подгонять под верх), находящейся в Settings | Draw (Установки | Рисунки). Даже если этот режим неактивен, Вы все равно можете его использовать: просто удерживайте клавишу CTRL во время увеличения. Такая же процедура используется для отмены этого режима, когда он активен. Также можно установить Y равным максимальной измеренной точке плюс заданное процентное содержание. Это процентное содержание указывается в текстовом поле Add to Top (добавить к верху) в меню Settings | Draw (Установки | Рисунки).

#### Метод # 3: Использование набора инструментов увеличения



Для показа набора инструментов увеличения, нажмите на кнопку **Zoom Toolbox** (набор инструментов увеличения) в панели инструментов.

Ζ	oom Coord.		×
5	Zoom	Limit 🗌 💭	)
	9310	guing C	)
	0		segment
	1- 1		<b>200m</b>
	23.99	46.99	9310

Рис. 3-14 набор инструментов увеличения

Текстовые поля показывают минимальные и максимальные значения Вашей рабочей панели. Вы можете редактировать эти значения для задания увеличения. С помощью этой опции Вы можете точно воспроизвести увеличенную область (например, создать графики для сравнения). Слайдер определяет максимальное значение Y (Ymax), что аналогично передвижению верхнего края прямоугольника в панели Overview (обзор).

Нажатием на кнопку **Zoom Limit (предел увеличения)** пределы рабочей панели становятся пределами обзорной панели. Используйте ее для увеличения соотношения увеличения между обзорной и рабочей панелями за пределами наблюдаемых границ, отпустите кнопку для доступа к полной дифрактограмме.

Прим. Когда предел увеличения является активным, некоторые опции изменения масштаба отключены. Это является постоянным ограничением действующей версии программного обеспечения.



Чтобы заново определить предел увеличения, когда он уже установлен, используйте кнопку +. Эта кнопка появляется только тогда, когда нажата кнопка Zoom Limit (предел увеличения). Другим способом заново определить этот предел является нажатие и удерживание клавиши CTRL во время щелканья кнопки Zoom Limit (предел увеличения) (уже отжатой).

Прим.: Коэффициент увеличения ограничен из-за того, что необходимо нарисовать прямоугольник, соответствующий рабочей панели, в панели обзора. Если панель обзора составляет 200 пикселей в высоту, высота прямоугольника должна быть, по крайней мере, 2 пикселя (коэффициент =100). Это обычный предел, но он недостаточен в некоторых случаях. Для фокусировки на остаточных линиях, которые представляют собой около 1/1000<sup>th</sup> от наиболее интенсивной линии, сделайте увеличение в Y с коэффициентом около 30, нажмите кнопку **Zoom Limit (предел увеличения)**, а затем увеличьте снова приблизительно с тем же коэффициентом. Результатом будет коэффициент увеличения, составляющий примерно 900 по оси Y.

Кнопка **Мах** восстанавливает рабочую панель в границах обзорной панели. Вы можете также щелкнуть два раза в панели обзора.

#### Прим.: Автоматическое увеличение объектов EVA



Специально предназначенный инструмент для увеличения активного объекта доступен теперь в наборе инструментов. Он работает со следующими объектами: дифрактограммы, рентгенограммы, пики, участки и обозначения, но поведение зависит от типа объекта. Например, когда выбрана дифрактограмма, увеличение видоизменяет край оси Х, чтобы соответствовать концу дифрактограммы, и ось Ү для совпадения с высотой дифрактограммы. Ось Ү дополнительно может быть увеличена с заданным процентным соотношением (см. Settings | Draw) (Установки | Рисунки).

# 3.7 Работа с сегментами

#### Сегментация рабочей панели

1 Segment 💌	Рабочая панель может быть сегментирована на максимум 4 отдельных области
1 Segment	(сегмента). Это увеличивает горизонтальное разрешение за счет вертикального,
2 Segments	что обычно приемлемо для порошковых рентгеновских данных. Число сегментов
3 Segments	выбирается в списке Screen (экран).
4 Segments	Сегменты всегда прилегают друг к другу (область, покрытая одним сегментом,
Extended	заканчивается там, где начинается следующая область).



Рис. 3-15 Увеличение в сегментах

Например, рабочая панель поделена на 2 сегмента, и область увеличения определена в панели обзора. Первый сегмент представляет левую половину увеличенной области; второй сегмент представляет правую половину.

Если Вы пытаетесь определить область увеличения в одном сегменте рабочей панели, эта область разделяется на два сегмента (эта область увеличения переносится в панель обзора).



Для увеличения в сегментах Вы можете также использовать набор инструментов увеличения. Для их вывода, нажмите кнопку **Zoom Toolbox (набор инструментов увеличения)** в панели инструментов.



• Кнопка радио

Правая сторона окна используется, если рабочая панель имеет более, чем 1 сегмент, и позволяет Вам выбрать специальные установки для оси Y для каждого сегмента.

Прямоугольник панели обзора показывает не значение Y каждого сегмента, а максимально большое значение Y для всех сегментов (Y<sub>max</sub>). Прямоугольник обзора не может быть использован для специальных настроек в каждом сегменте (поэтому используйте набор инструментов увеличения).

Каждый слайдер соответствует сегменту и позволяет регулировать значения между  $Y_{max}$  и  $Y_{max}/100$ . Слайдеры, соответствующие неиспользуемым сегментам, показаны серым цветом.

Кнопка радио рядом с используемым слайдером выбирается автоматически. Для введения численного значения для  $Y_{max}$  или любых других сегментов в текстовом поле, выберите соответствующую кнопку радио и напечатайте значение в текстовом поле. Дозволенные значения для любого сегмента находятся между  $Y_{max}$  и  $Y_{max}/100$ .



Рис. 3-16 Эффект увеличения на выбранном сегменте

#### Расширенный режим показа

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 1999/09

В расширенном режиме показа, дисплей разделен на две панели, показывающие тот же самый диапазон Х. Нижняя панель (называется "расширенный вид") в основном посвящена показу разностных кривых (для сглаживания, вычета фона...). Используемыми цветами являются цвета Ghost Line (фантомной линии) и Ghost Fill (фантомного наполнения), определенные в Settings | Colors (Установки | Цвета).

Отрицательные величины не могут быть показаны в рабочей панели, т.к. базовая линия находится на 0 импульсах или имп/сек (за исключением логарифмической шкалы, где базовая линия составляет 1 импульс или имп/сек). В расширенном виде нулевая линия находится посередине. Когда этот режим активен, разностные кривые автоматически показываются в панели расширенного вида.

Для показа дифрактограммы, совмещенной с разностной кривой, в расширенном виде: отметьте окно метки Show also in extended view (показывать также в расширенном виде) в списке свойств дифрактограммы.

Прим.: Это единственный способ показа и печати обеих кривых с отрицательными величинами.

Scan Properties	? ×
Sample Name:	NE OH Gestrature server OH
Calcite 50 portlandite 50 10	aME UID file structure - convertUI
File Name: Calc50Port50.raw	Current User Value
Goniometer Radius: 200.5 mm	Show also in Extended view, ▼ Force Slits As Variable
,	Reset XRF Concentrations
Line Markers 🛨	Cancel OK

Рис. 3-17 Список свойств дифрактограммы, показывающий окно метки Show also in Extended view (показывать также в расширенном виде)

Чтобы проверить этот режим, Вы можете вывести на экран предварительный просмотр вычета фона, или Вы можете сравнить разницу между исходной и сглаженной дифрактограммой. Для сглаживания применяют Scan | Smooth (Скан | Сглаживание) и Scan | Fourier (Скан | Фурье), когда используется х4.

Расширенный вид может также оказаться полезным при использовании Pattern | Tune Cell (Образец | Настройка ячейки) или Pattern | d x By (Образец | d x By): расширенный вид показывает, какие рефлексы сдвигаются, и насколько далеко они сдвигаются.



Рис. 3-18 Разностная кривая в расширенном виде (панель дифрактограммы, инструмент добавить/ вычесть **B-A**)

## 3.8 Изменение единиц измерения и шкал



Рис. 3-19 Как изменить единицы измерения и шкалы в EVA

### 3.8.1 Изменение единиц измерения Х и Ү



Единица измерения X зафиксирована согласно типу сканирования первой дифрактограммы в документе (сравнивать дифрактограммы, полученные различными типами сканирования невозможно).

- Измеренные в 20 дифрактограммы, могут быть показаны в 20, *d* или 1/*d*
- Кривая качания (θ скан)
- χ скан

•

- ф скан
- Х скан
- Y скан
- Z скан

Шкала 1/*d* позволяет сравнивать 20 дифрактограммы, измеренные с различной длиной волны, т.к. дифрактограммы выглядят практически идентичными, как в обычной 20 шкале.

Шкала *d* линейна в 1/*d*, но обозначена *d* для удобства (шкала, линейная в *d* не очень практична).

Если Вы пытаетесь импортировать дифрактограмму, измеренную с другой длиной волны, чем текущая, EVA принудительно использует *d* моду, и Вы видите следующее предупреждение. Заметьте, что текущая длина волны отвечает длине волны первой дифрактограммы, перечисленного в главном наборе инструментов.



Рис. 3-20 Предупреждение, появляющееся, когда дифрактограммы измерены с разной длиной волны

Y-unit		
Counts	•	
Counts		
Cps		

Две единицы измерения Y имеются в наличии в списке: Counts (импульсы) и Cps (импульсы в секунду). Выбор координат X и Y влияет на распечатку графика, но не на результаты вычислений в области (они выражены и в единицах 20, и в *d*, и всегда в Cps (имп/сек)).

### 3.8.2 Изменения шкалы Ү

<u>Y-scale</u>	
Linear	
Linear	
Sqrt	
Log	

Можно выбрать линейную, корень квадратичную или логарифмическую шкалу Ү в списке.

При использовании сетки интенсивности при виде уровня не забудьте изменить шкалу штриховки в Settings (установках), вкладка Levels and Maximums (сечения и максимумы) (см. раздел 2.7, вкладка уровни и максимумы).

Ограничение: если Вы собираетесь использовать функцию Copy picture to clipboard (скопировать картинку в буфер) предварительного просмотра печати с логарифмической шкалой, низ рабочей панели должен соответствовать низу панели обзора (т.е. используйте опцию установок Base always zero (базовая линия всегда нулевая)). Это не является ограничением при печати.

# 3.9 Отмена действия

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 1998/09

Команда **Undo (отмена)**, находящаяся в меню **Edit (редактирование)**, отменяет действия, предпринятые в ходе текущей сессии. Используйте **Undo** после сделанного исправления, которое Вы не хотите вносить. Сразу после того, как Вы нажмете **Undo** в меню **Edit**, становится доступной команда **Redo (возврат)** (находится под командой **Undo**), позволяя Вам восстановить то, что Вы сейчас отменили.

Команда **Undo** изменяется в зависимости от последнего предпринятого действия — к примеру, **Undo Append Bkg 1.000 1.000 (отмена добавления фона 1.000 1.000)**, если последним действием было добавление фона к скану, или **Undo Zooming (отмена увеличения)**, если последним действием была операция увеличения. Если последнее действие нельзя отменить, или нет операций для отмены, команда **Undo** недоступна.

- Undo
Maximum count 3
(0 means no Undo available)
Include Zooming in buffer 🛛 🔽
Compress Undo 🗖
(slower, use less memory)

Рис. 3-21 Установка числа уровней отмены в меню установки

Установку Undo Maximum count (максимальное число отмен) во вкладке Miscellaneous (разное) меню Settings (установки) определяет, сколько последовательных действий Вы можете отменить и возвратить. Установка по умолчанию - 3, но Вы можете ввести любое число. Однако доступные системные ресурсы ограничивают число доступных уровней возврата.

В добавление, отмена операций увеличения затрачивает много ресурсов памяти. Поэтому можно заблокировать операции увеличения в списке действий, на которые не распространяется отмена.

Для установки числа уровней отмены, см. раздел 2.10, вкладка "Разное".

Прим.:	Вы можете уменьшить количество памяти на действия Отмены, отметив
	окно метки Compress Undo (сжать отмену) во вкладке Miscellaneous
	(разное) Установок. Однако действия отмены становятся медленнее,
	так что эта опция полезна только для быстрых компьютеров. Для
	большей информации, см. раздел 2.10, вкладка"Разное".

# 3.10 Восстановление позиций панели инструментов

Вы можете поместить панель инструментов в любом месте экрана. При перемещении панели инструментов Вы можете поместить ее за пределы экрана, или при изменении экранного разрешения панель инструментов больше не будет видна на дисплее.

Для восстановления позиции панели инструментов к исходным нажмите **Reset** Toolbar Positions (восстановить позиции панели инструментов) в меню Window (окно). (страница намеренно оставлена пустой)

# 4 Главный набор инструментов: обзор

	ToolBox			
1	Scan P	attern P	eak Area	Label Level
2	- 📜 👗 🖻		1 R 7 🛃	1 I I I I I I I I I I I I I I I I I I I
	↑ <b>Г</b>	SS-NNNN	Compound Name	Formula Y-Scale
	i 🖉 👱 •	76-0571	Calcium Hydrox	Ca(OH)2 94.92 %
		44-1481	Portlandite, syn	Ca(OH)2 50.00 %
	▲ ⊻ ♀ •	72-1937	Calcite	CaCO3 88.14%
	▋═┫└╝┥	05-0586	Calcite, syn	CaCO3 50.00 %
۰ <u> </u>	*			
3	57			
	<u> </u>			
	- 💫 -			
	2			
	<u> </u>			▶
	🔲 Gray All Exc	ept Current	Items Selected: 1	$\mathfrak{O} \bigtriangleup$
4	- Y-Scale	d x By	Wavelength Tun	e Cell 🛛 Make Peaks
	<b>Г</b>   ← 10	)0	Max % Fine Tunin	ig Set To 100%
5 ——		)	Actual %	Set To 50
	 		Min %	
			1111170	

# 4.1 Схема главного набора инструментов

- 1 Панель объекта
- 2 Панель управления данными
- 3 Список элементов
- Рис. 4-1 Главный набор инструментов
- 4 Панель обработки данных
- 5 Панель управления текущего инструмента

Главный набор инструментов обеспечивает управление данными и их обработку для пяти типов объектов EVA.

# 4.2 Текущий объект

Обработка воздействует только на один объект за один раз. Таким образом, всегда существует один текущий объект для каждого типа объектов (до тех пор, пока этот список элементов не становится пустым). EVA определяет текущий объект несколькими способами:

В списке главного набора инструментов объект выделен, однако он может и не оказаться в отображаемой части списка, либо несколько объектов могут быть выделенными (множественный выбор)

Названия и цвета текущей дифрактограммы и стандарта отображаются на общей панели команд (Global Controls bar).

Current WL:	Scan:	18P100 (m2.RAW)
1.5406 Cu	Pattern :	00-041-1475 Aragonite (CaCO3

Рис. 4-2 Информация о текущей дифрактограмме и стандарте на общей панели команд (Global Controls bar)

- Текущий пик или метку можно сделать видимой с помощью горизонтальной побочной (фантомной) линии, текущий участок – двумя побочными линиями (в неотображаемом состоянии выберете нужный объект и включите опцию нажатием на кнопку Ghost (фантом)).
  - Если объект отображен на рабочей панели, вы можете легко его опознать, используя опцию Current Bold (текущий выделен жирным шрифтом) (диалоговое окно Settings (установки), вкладка Draw (рисунок)) либо опцию Gray except current (серый, за исключением текущего) (окно метки главного набора инструментов).

Чтобы сделать объект текущим, кликните его в списке объектов либо на графических панелях. В случае множественного выбора текущий объект становится последним выделенным. При выделении всех объектов с помощью **CTRL+A** текущий объект не изменится. Если несколько дифрактограмм импортированы вместе (мультидиапазон или множественный выбор в диалоговом окне Import (Импорт)), текущая дифрактограмма становится последней в списке.

Для изменения типа объекта из 6 представленных в EVA кликните на соответствующую кнопку панели объектов главного набора инструментов либо двойным щелчком выделите необходимый объект.

Если действие применимо для нескольких типов объектов, изменение текущего объекта в списке не повлияет на другие объекты. Например, в случае изменения текущей рентгенограммы текущая дифрактограмма не изменяется.



84

# 4.3 Использование панели управления данными

Панель управления данными дает возможность удобного доступа к следующим инструментам:

Кнопка	Описание	Клавиша быстрого доступа
R.	Открывает диалоговое окно Column Selection (выбор столбца)	
A	Отображает диалоговое окно Font (шрифт), где можно изменить шрифт, используемый для отображения объектов в главном наборе инструментов	
Ж	Вырезает выбранные объекты (удаляет из документа и копирует в буфер обмена)	CTRL+X
	Копирует выбранные объекты в буфер обмена, не удаляя их из документа	CTRL+C
Ê	Вставляет содержимое буфера обмена в текущий документ (доступно только в случае, если содержимое буфера обмена такого же типа, что и текущий объект)	CTRL+V
$\times$	Удаляет выбранные объекты (нет способа восстановить удаленное)	DEL
<b>e</b>	Делает дубликат выделенных объектов	CTRL+W
<b>T</b> _	Вставляет содержимое буфера обмена в столбец User Values (пользовательские величины)	
7	Редактирует свойства столбца User Values (пользовательские величины)	
ŧ	Инвертирует выбор	CTRL+Q
	Разблокирует выделенные объекты	SPACEBAR
	Блокирует выделенные объекты	SPACEBAR

Кнопка	Описание
<b>    </b>	Включить – выключить режим прокручивания списка (выделенные объекты переходят в режим «прокрутка»)
+	Листать вверх (только в режиме прокручивания списка)
÷	Листать вниз (только в режиме прокручивания списка)
<b>←</b>	Передвигает элемент наверх в списке объектов главного набора инструментов
٤	Передвигает элемент вниз в списке объектов главного набора инструментов
법	Отображает свойства текущего объекта (действует только для единичного выделения дифрактограмм и стандартов)
	Отрывает панель управления цветом для текущих объектов
lle I	Отображает информацию для выделенных стандартов (действует только для единичного стандарта)
Q	Увеличивает активный объект (зона увеличения автоматически изменяется таким образом, чтобы текущий объект полностью отображался на рабочей панели)

## 4.4 Изменение цвета текущего объекта



Рис. 4-3 панель управления цветом

Нажатием кнопки **Color (цвет)** открывается панель управления, которая позволяет Вам использовать один из цветов, определенных в настройках.

Нажмите на Gray Sel. (выбор серого), чтобы установить цвет объекта серым с возможностью быстро восстановить предыдущий цвет (нужен, чтобы сделать цвет объекта менее видимым на некоторое время). Альтернативные варианты - спрятать объект (щелчком очистить его ячейку в главном наборе инструментов) или установить серый цвет всех объектов, за исключением текущего (щелчком Gray All Except Current (серый цвет для всех объектов, кроме текущего), в наборе инструментов).

Нажмите **Color Sel. (выбор цвета)** (та же кнопка, но с измененным названием) для использования цвета, отображаемого перед изменением его на серый.

# 4.5 Использование набора инструментов "Режим пролистывания списка"

В режиме "нормальный список" показываются объекты, которые отмечены, а неотмеченные объекты являются скрытыми.

В режиме "пролистывание списка" текущий объект показывается, даже если он не отмечен; это дает возможность осуществлять быстрый обзор объектов (показ является понятным, т.к. отображается только несколько объектов) с возможностью удалить все неотмеченные объекты.

Этот режим "Пролистывание списка" выбран автоматически, когда список образцов включен в документ после процедуры поиска (автоматически или перетащен из окна Search Results (Результаты Поиска)).

Щелкните на кнопку Change Mode (изменить моду) для переключения между двумя модами выбора объектов.

Для введения режима "Пролистывание Списка":

- 1. Удерживая клавишу CTRL, нажмите каждый предмет из списка, который Вы хотите выбрать
- 2. Если некоторые из позиций выбраны и отмечены, Вы должны снять выделение с них до введения режима "Пролистывание списка": для этого нажмите кнопку Clear (очистить).
- 3. Нажмите кнопку Change Mode (изменить режим) и затем щелкните на первую позицию, которую Вы хотите выбрать.
- 4. Нажмите клавишу "Стрелка вниз" (или щелкните кнопкой Scrolling Down (пролистывание вниз)), чтобы заменить объект на экране следующим. Все операции обработки могут быть взяты из панели обработки, и Вы можете увидеть результаты как фантомные, чтобы осуществить финальную корректировку в режиме реального времени.
- 5. После проверки всех включенных в список пролистывания объектов, нажмите кнопку Change Mode (изменить режим), чтобы выключить этот режим. Вы увидите предложение удалить отключенные позиции (обычно, Ваш ответ Yes).

Вы можете также использовать этот режим для проверки большого количества дифрактограмм (например, целую папку). Произведите следующие действия:

- 10. Создайте новый документ EVA.
- **11.** Сделайте выбор, используя диалог Import Scan files (импортировать файлы дифрактограмм).
- 12. Отключите все позиции.
- **13.** Введите режим пролистывание списка и листайте дифрактограммы одну за другой.

Вы также можете использовать режим пролистывания списка, чтобы просматривать список пиков, одновременно их тестируя.

**Прим.:** Для пользователей DIFFRAC-AT режим пролистывания списка представляет обобщение тестового списка потенциальных кандидатов, предложенных процедурой поиска/совпадение, но со значительными улучшениями:

- Корректировка шкалы Y доступна сразу (нет необходимости сначала выбирать нового кандидата, чтобы настраивать его высоту).
- Высота тонко настраивается с помощью регулятора для проверки линий в режиме реального времени (высота более не настраивается одной линией).





• Та же логика применяется ко всем типам данных и всем процедурам их обработки.

# 4.6 Использование панелей управления инструментами обработки данных

Несколько наборов инструментов доступно для каждого типа объектов, особенно для дифрактограмм. Каждый набор имеет специализированную панель управления, и, обычно, содержит те же самые средства управления.



Рис. 4-4 Организация инструментов в Наборе Инструментов EVA

#### Панель Объекта

	Scan	Pattern	Peak	Area	Label	Level
ľ						

Рис. 4-5 Панель объекта



Для доступа к панели обработки данных, отдельной для каждого типа объектов, нажмите на кнопку объекта. Чтобы увидеть панель, нажмите на кнопку **Tools Visible** (инструменты видны) (эта кнопка указывает вниз, когда инструменты видны, и вверх, когда скрыты).

colBox 💌	l oold ox
Scan Pattern Peak Area Label Level	Scan Pattern Peak Area Label Level
SS-NNNN Compound Name Formula Y-Scale	SS-NNNN Compound Name Formula Y-Scale
: 🗹 😉 = 76-0571 Calcium Hydrox Ca(OH)2 94.92 %	🗹 🥥 = 76-0571 Calcium Hydrox Ca(OH)2 94.92 %
🎽 🗆 🖲 🔺 44-1481 🛛 Portlandite, syn 🛛 Ca(OH)2 50.00 %	🍟 🗌 획 🔺 44-1481 🛛 Portlandite, syn 🛛 Ca(OH)2 50.00 %
🔺 🗹 😳 • 72-1937 Calcite CaCO3 88.14 %	🔥 🗹 😳 • 72-1937 Calcite CaCO3 88.14 %
📇 🗆 🍤 🔶 05-0586 🛛 Calcite, syn 🔹 CaCO3 🛛 50.00 % 🔤	💻 🗆 🔹 05-0586 🛛 Calcite, syn 🔹 CaCO3 50.00 %
•	¥
S	8
2	-9
픵	
Grav All Except Current Litems Selected: 1	Constitution Constitution Colorisation 1 (1)
	I Gray All Except Current I tems Selected: I D -
	V.Coole du Du Datavate et L. Tone Cell Mate Deated
	T-Scale 0 X by Wavelength Tune Cell Make Peaks
	← 189.84 Max % Fine Tuning Set To 100%
	4 D 94 92 Actual % Set To 50
	I ← U Min %

Рис. 4-6 Показ или скрывание панели инструментов обработки данных

#### Панель обработки данных для дифрактограмм

Backgnd.	PeakSearch	Strip KA2	Fourier	Smooth
X-Offset	Displacem.	Y-Scale	Aberrant	Add./Subt.

Рис. 4-7 Панель инструментов обработки данных

Для проведения операции на текущем объекте, нажмите соответствующую кнопку в панели обработки данных. Панель управления, содержащая специализированные для данной операции инструменты, появляется в линейке инструментов обработки данных.

Чтобы узнать больше об операциях Набора Инструментов, которые могут быть произведены с:	Смотри
дифрактограммами	раздел 5.4
образцами	глава 6
пиками	глава 7
областями	глава 8
обозначениями	глава 9
сечениями и максимумами	раздел 12.3



Для получения дополнительной информации о средствах управления, используйте кнопку **Help (помощь)**. Она показывает экранную подсказку о выбранном объекте (нажмите кнопку **Help** на панели инструментов EVA, затем щелкните на предмет для краткого объяснения).

#### Ползунок



Slider

Рис. 4-8 Использование ползунка (правый рисунок показывает случай, когда слайдер исчезает)

В большинстве операций Вы регулируете уровень обработки с помощью слайдера (полосы, определяющей диапазон регулировки). Индикатор на полосе показывает текущее значение и может быть передвинут мышью, чтобы установить новое значение. Позиция индикатора часто ассоциируется с численным значением, показанным в текстовом поле. Это значение может помочь задокументировать процесс обработки и обеспечивает воспроизводимость в ходе презентации.

Когда обработка длится слишком долго, чтобы обеспечить регулировку в режиме реального времени при помощи слайдера, он исчезает (задержка между регулировкой и показом новых результатов допустима после численного ввода, но не в случае передвижения слайдера). Слайдер может исчезнуть, если Вы превысите определенный предел регулируемого значения. Это случается, например, при поиске пиков на очень большой дифрактограмме (тысячи точек) и большой ширине пика.

# 4.7 Проверка результатов с помощью фантома

Фантом показывает предварительные результаты уточнения; он меняется в режиме реального времени после изменения параметров. Он называется фантомом, потому что он еще не является частью документа. Фантомы распознаются по цвету (выбранных во вкладке **Colors (цвета)** настроек). Для Вашего удобства не давайте этот цвет любому другому объекту и не используйте слишком яркий цвет. EVA автоматически показывает фантом, когда это наиболее удобно для Вас.



Для подавления автоматического показа (вынудить прятать или показывать фантом) нажмите кнопку **Ghost (Фантом)**, чтобы переключить его состояние.

# 4.8 Копирование объектов в буфер



кнопки Cut, Copy и Paste Стандартные кнопки Windows для удаления, копирования и вставки могут быть использованы для любого набора объектов главного набора инструментов. Вы можете скопировать набор объектов из одного документа EVA, затем вставить его в другой документ, или вставить его в тот же самый документ для дублирования объектов, или вставить его в другое приложение Windows (в этом случае, копируются только данные, показанные в столбцах, а не целый объект).

Вы можете, к примеру, вставить любой список объектов в текстовый документ (например, Microsoft WordPad, являющийся частью Windows или Microsoft Word) или в электронные таблицы (например, Microsoft Excel).

Вы должны правильно установить знаки табуляции, если Вы вставляете данные EVA в текстовые приложения. Данные обычные хорошо отображаются без дополнительных настроек большинством приложений в виде электронных таблиц.

Используйте **Сору (копировать)** для копирования выбранного объекта в буфер. Используйте **Cut (вырезать)** для удаления выбранных объектов из текущего документа и копирования их в буфер (их можно восстановить с помощью кнопки **Paste (вставить)**). Используйте **Paste** для вставки содержимого буфера в текущий список объектов.



Кнопка Duplicate (дублировать) является простым способом Copy (копировать) и Paste (вставить) в том же документе.

В других приложениях Windows используйте кнопку Paste (вставить) для вставки содержимого буфера.

Например, чтобы провести дополнительные вычисления в области или в результатах поиска пиков:

- 1. Выберите интересующие линии.
- 2. Скопируйте список объектов.
- 3. Вставьте его в Вашу электронную таблицу.

#### 4.9 Выбор столбцов, наборе показываемых В главном инструментов



Рис. 4-9 Диалоговое окно Column Selection (выбор столбцов) для дифрактограмм

Списки объектов в EVA содержат много столбцов, чтобы отразить все параметры, связанные с объектом. EVA позволяет Вам выбрать столбцы, показываемые для каждого типа объектов, чтобы иметь ясный список: это ограничивает передвижения линейки прокрутки, чтобы найти параметр, и избегает обрезания списка параметров при печати (см. раздел 11.2.8 "Форматирование Условных Обозначений"). Произведите следующие действия:

- кнопка Columns Settinas
- 1. Нажмите кнопку Columns Settings (установки столбцов).
- 2. Используйте списки Available Columns (доступные столбцы) и Show the following columns (показать следующие столбцы), чтобы добавить или удалить столбцы. Столбцы, относящиеся ко второму списку, показаны слева направо в списке объектов.
- Распределите порядок столбцов, используя кнопки Move Up (подвинуть вверх) и Move Down (подвинуть вниз).
- 4. Если необходимо, измените ширину выделенных столбцов.

Прим.: Вы можете изменить ширину столбца непосредственно в главном наборе инструментов, перемещая мышью правый край в желаемую позицию. Вы можете автоматически регулировать столбец двойным щелчком мыши по правому краю.

Используя это диалоговое окно, Вы можете выбрать столбцы, показываемые по умолчанию (щелкните Save to Default (сохранить по умолчанию)). Мы рекомендуем, чтобы Вы установили Ваши собственные установки по умолчанию для каждого вида объектов и сохранили их, таким образом, при создании новых документов Вы имеете собственные установки.

- Нажмите кнопку Restore to Default (восстановить к исходным установкам) • для возвращения к Вашим установкам по умолчанию после изменений.
- Нажмите Reset (сброс) для выбора всех доступных столбцов.

#### Сортировка объектов главного набора инструментов по 4.10 порядку

В главном наборе инструментов нажмите на заголовок столбца для сортировки объектов в сторону увеличения (алфавитный или числовой порядок, в зависимости от данных). Нажмите снова на заголовок столбца для сортировки объектов в сторону уменьшения. Столбцы остаются отсортированными в том виде, который Вы выбрали, до тех пор, пока Вы не измените порядок снова. Стрелка в заглавии показывает порядок сортировки.

Time per Step	Temperature	$\nabla$	Time Started
5. s	117 °C		34788 s
5. s	120 °C		35339 s

Рис. 4-10 Объекты, отсортированные по порядку параметра

Дифрактограммы, принадлежащие к тому же самому мультидиапазонному файлу, имеют их номер диапазона, добавленный к их имени файла (по определению, тому же самому для всех дифрактограмм мультидиапазона). Это позволяет сортировать по порядку диапазона (нажмите на столбец File Name (имя файла)).

Тип дифрактограммы особенно важен для трехмерного вида и сечений.

Например, чтобы вставить список пиков в электронную таблицу (Excel) с 3 столбцами: d. 20 и I (%) в порядке возрастания 20. произведите следующие действия:

- В Main Toolbox (главном наборе инструментов), нажмите кнопку Column 1 Settings (установки столбца) для вывода диалогового окна Column Selection (Выбор Столбца) (см. рис. 4-11).
- 2. Удерживая клавишу CTRL, нажмите объекты Caption, Legend и Intensity (заголовок, обозначения и интенсивность) в списке Show the following columns (показать следующие столбцы).
- Нажмите Remove (удалить) для перемещения выделенных объектов из списка Show the following columns (показать следующие столбцы) в список Available Columns (доступные столбцы).
- 4. Нажмите OK для выхода из диалогового окна Column Selection (Выбор Столбца): только столбцы Angle, d value и Intensity (%) (угол, значение d и интенсивность (%)) показываются в главном наборе инструментов.
- 5. В главном наборе инструментов нажмите на заголовок столбца Angle (угол), чтобы упорядочить пики.
- 6. Удерживая клавишу CTRL, щелкните на каждый пик, который Вы хотите выбрать.



- 7. Нажмите кнопку Сору (копировать) для копирования выделенных пиков в буфер.
- 8. Вставьте их в электронную таблицу.





Column Selection	? ×
Available Columns: Legend Add -> <- Remove	Show the following columns Caption Angle d value Intensity Intensity % hkl U Default
	Columns are displayed from the left to right
Save As Default Restore Default	Reset Cancel OK

Рис. 4-11 Диалоговое окно Column Selection (выбор столбца) для пиков

## 4.11 Столбец пользовательских значений

Этот столбец позволяет пользователю задать параметр для каждой дифрактограммы. Этим параметром может быть символьная строка или номер. Он может быть использован, например, для:

- Корректировки параметра измерения, если сохраненное значение не точно;
- Задания нового параметра (например, продолжительность или интенсивность обработки образца).

Параметр может быть отредактирован вручную (от дифрактограммы к дифрактограмме) или скопирован и вставлен из другого приложения Windows, такого как электронная таблица (например, Excel).

Чтобы использовать эту функцию:

1. Откройте диалоговое окно User Values Properties (столбец пользовательских значений) соответствующей кнопкой.



User Values Column Properties 🛛 🗙
Legend: Unit: Oxidation temperature  °C
Numerical Values 🔽
Decimal Places 2 Pad with Zeroes 🔽
Current User Value:
Cancel OK

Рис. 4-12 Диалоговое окно User Values Column Properties (Столбец пользовательских значений)

- 2. Впечатайте значения в текстовые поля:
  - Legend (условное обозначение): название параметра; оно не отображается в заголовке столбца, но используется при предварительном просмотре печати и распечатке (режимы 2D, 3D и сечения), также как и в окне 3D Scan Range (3D диапазон сканирования);
  - Unit (единица): заполняется автоматически после значения параметра;
  - Numerical value (численное значение): отметьте это окошко, если параметр является числом, очистите его, если параметр – символьная строка;
  - Decimal Places (десятичные разряды): определяет количество отображаемых десятичных разрядов (только для числовых значений);
  - Pad with zeroes (панель с нулями): когда отмечено это окно, к отображаемому числу прибавляются нули в конце, когда число содержит меньше десятичных разрядов, чем указано в поле Decimal Places;
  - Current User Value (текущее пользовательское значение): впечатайте пользовательское значение для текущей дифрактограммы; это поле активно, когда выбрана строго одна дифрактограмма в списке дифрактограмм.



кнопка Paste User Values

3. Можно копировать столбец из электронной таблицы, затем вставить его с помощью кнопки Paste User Values (вставить значения пользователя). Количество значений в оригинальной таблице должно совпадать с количеством дифрактограмм в документе EVA. В процессе вставки существующие значения пользовательского столбца заменяются на новые.

(страница намеренно оставлена пустой)

# 5 Работа с дифрактограммами

# 5.1 Информация, доступная для дифрактограмм в наборе инструментов

Элемент	Описание
Название Образца (Sample Name)	Название образца
Имя файла (File Name)	Имя .RAW файла (без пути)
Старт (Start)	Начальная точка в единицах измерения
Конец (End)	Конечная точка в единицах измерения
Размер Шага (Step Size)	Размер шага, в единицах измерения
Время накопления (Step Time)	Время накопления в секундах
Температура (Temperature)	Температура в °C (или "Room" (комнатная), когда температура не контролируется)
Время Начала (Time Started)	Истекшее время в секундах с момента старта измерения образца
2Theta	Угол 2Theta во время начала сканирования в градусах (то же самое, что и старт для 20 дифрактограмм)
Theta	Угол Theta во время начала сканирования в градусах (то же самое, что и старт для кривых качания (rocking curves/θ))
Chi	Угол Chi во время начала сканирования в градусах
Phi	Угол Phi во время начала сканирования в градусах
Х	Позиция Х во время начала сканирования в мм
Y	Позиция У во время начала сканирования в мм
Z	Позиция Z во время начала сканирования в мм
Aux1	Положение вспомогательного драйва 1 во время начала сканирования (единицы измерения не уточняются, т.к. вспомогательные драйвы – нестандартные единицы оборудования)
Aux2	Положение вспомогательного драйва 2 во время начала сканирования (единицы измерения не уточняются)
Aux3	Положение вспомогательного драйва 3 во время начала сканирования (единицы измерения не уточняются)
Плоскость Показа (Display Plane)	Не используется, запасная для показа сложных трехмерных мультисканов (различные дифрактограммы, относящиеся к той же самой плоскости показа, представлены в той же самой трехмерной плоскости)
Анод (Anode)	Материал анода рентгеновской трубки
Длина Волны 1 (Wavelength 1)	Обычно, значение Кα1 используемого излучения, прочитано в заголовке дифрактограммы (значения <i>d</i> всегда рассчитываются из этого значения)
Длина Волны 2 (Wavelength 2)	Обычно, значение K $lpha$ 2 используемого излучения, прочитано в заголовке дифрактограммы (используется для удаления K $lpha$ 2)
Соотношение kAlpha2 (kAlpha2 Ratio)	Соотношение интенсивностей между Кα2 и Кα1 линиями, записано в заголовке дифрактограммы (используется по умолчанию для удаления Кα2)

Генератор кВ (Generator kV)	Высокое напряжение рентгеновского генератора, используемого для измерения (не для RAW файлов V1)
Генератор мА (Generator mA)	Сила тока рентгеновской трубки, использованной для измерения (не для RAW файлов V1)
Щель расхождения (Divergence slit)	Открытие щели расхождения в ° (не для RAW файлов, версия 1 и 2) Vn - изменяемая щель, n ширина в мм
Анти-рассеива- ющая щель (Antiscatter slit)	Открытие анти-рассеивающей щели в ° (не для RAW файлов, версия 1 и 2) Vn - изменяемая щель, n ширина в мм
Измеренная щель (Slit measured)	Тип щели (фиксированная или изменяемая), используемый для измерения
Симулирован- ная Щель (Slit simulated)	Тип щели (фиксированная или изменяемая), используемый для показа дифрактограммы. "Yes" означает, что показанная щель является симулированной (противоположна Измеренной Щели); "No" означает, что дифрактограмма представлена так, как была измерена.
Смещение по X (X-Offset)	Использованное смещение по Х (в градусах)

Элемент	Описание
Смещение (Displacement)	применяемое значение смещения (в мм)
Влажность (Humidity)	относительная влажность, если используется контроллер влажности HUMID-CONTROL в камере
Название Компании (Company Name)	название компании, извлеченное из конфигурационного файла
Имя Оператора (Operator Name)	имя оператора, извлеченное из конфигурационного файла
Комментарий (Comment)	не требует объяснения
Дата Создания/Время (Creation Date/Time)	для RAW файла
Значения Пользователя (User Values)	это значение редактируется пользователем и может содержать любую величину (полезно в Level View (сечения) и в трехмерном виде)
Действия (Operations)	список действий, произведенных с дифрактограммой (последнее действие указывается первым в списке).

# 5.2 Дифрактограммы, изображенные с помощью точек

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 1999/09



Для некоторых задач бывает полезным показать измеренные данные в виде точек вместо линейных сегментов, которые связывают точки вместе. Для этого просто нажмите на кнопку **Dotted RAW (точечные исходные данные)** на панели инструментов, чтобы получить активную дифрактограмму в виде точек. Символы, использованные для изображения точек, могут быть изменены в листе свойств дифрактограммы (см. следующий раздел).

Символы могут быть изменены с помощью вращающегося окна Line markers (маркеры линии) диалогового окна Scan Properties (свойства дифрактограммы), см. раздел 5.3 "Маркеры линии " для более полной информации.

# 5.3 Изменение свойств дифрактограммы



Рис. 5-1 Диалоговое окно Scan Properties (свойства дифрактограммы)

Чтобы открыть диалоговое окно Scan Properties (свойства дифрактограммы):



- **4.** Нажмите кнопку **Scan (дифрактограмма)** на панели Object (объекта) главного набора инструментов.
- 5. Выберите желаемую дифрактограмму: она становится подсвеченной, и Вы видите ее название и цвет в общей панели управления.
- 6. Нажмите на кнопку **Properties (свойства)** (доступно только для единичного выбора).

# Sample Name and File Name text fields (текстовые поля названия образца и имени файла)

Текущее название образца и имя файла показывается в этих текстовых полях. Любые изменения, сделанные в этих полях, сохраняются в текущем документе EVA, но не затрагивают исходные .RAW файлы. Исходные свойства могут быть извлечены при импортировании .RAW файла заново. Для импорта модифицированного объекта скопируйте его и вставьте в другой документ EVA.

#### Показывать также в расширенном виде

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 1999/09

Отметьте это окно для показа текущей дифрактограммы в расширенном виде.

Расширенный вид обычно показывает разностную кривую между текущей и фантомной дифрактограммой (когда возможно, т.е. в случае вычета фона, сглаживания, удаления Кα<sub>2</sub>...) или между двумя рентгенограммами (Add./Subt. A-B или B-A). В этой опции дифрактограмма и разностная кривая показаны в расширенном виде со шкалой Y, центрированной в нуле.

#### Принудительная установка щелей как переменные/фиксированные

Если дифрактограмма была измерена с фиксированными щелями, отметьте окно Force Slits as Variable (переменная щель по принуждению) для трансформации дифрактограммы, чтобы симулировать измерение с переменными щелями

 $\mathbf{f}_{var} = \sin \theta \cdot \mathbf{I}_{fix} \, \mathbf{J}$ 

Если дифрактограмма была измерена с переменными щелями, отметьте окно Force Slits as Fixed (постоянная щель по принуждению) для трансформации дифрактограммы, чтобы симулировать измерение с постоянными щелями.

Название текстового окна зависит от состояния исходной рентгенограммы.

#### Радиус гониометра

Текстовое поле **Goniometer radius (радиус гониометра)** показывает величину радиуса гониометра, с которым была измерена текущая дифрактограмма. Радиус гониометра нужен для коррекции ошибки смещения образца. Это значение может быть изменено в интерактивном режиме.

#### Восстановить концентрации XRF

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 2003/09

Когда импортируется результат элементного анализа (с помощью кнопки **XRF** окна Search/Match (поиск/соответствие)), концентрации прилагаются к активной на данный момент дифрактограмме.

Если Вы отметите это окно, импортированные концентрации будут удалены.

См. раздел 6.8.4 "Химический баланс: сравнение с химическим анализом " для более полной информации.

#### Маркеры линии

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 1999/09

Для графического представления дифрактограммы возможно использовать непрерывную линию (по умолчанию) или маркер для каждой точки. Используйте стрелки вращающегося окна для изменения символа маркера.

См. раздел 5.2 "Дифрактограммы, нарисованные при помощи точек" для более полной информации.

# 5.4 Список операций на дифрактограмме

Ниже находится список операций, которые могут быть произведены на дифрактограмме:

Чтобы	Смотри
Вычесть фон	раздел 5.5, "Вычитание фона"
Провести поиск пиков	раздел 5.6, "Выполнение поиска пиков"
Удалить Ка2	раздел 5.7, "Удаление Кα₂: расчет"
Сгладить	раздел 5.8, "Сглаживание дифрактограмм"
Провести Фурье сглаживание	раздел 5.9, "Сглаживание и разложение в ряд Фурье"
Провести коррекцию смещения по Х	раздел 5.10, "Коррекция Смещения по Х"
Провести коррекцию сдвига	раздел 5.11, "Коррекция ошибки сдвига образца"
Масштабировать дифрактограмму	раздел 5.12, "Масштабирование текущей дифракто- граммы"
Нормировать дифрактограмму	раздел 5.13, "Нормирование дифрактограмм"
Извлечь аберрантные точки	раздел 5.14, "Подавление аберрантных точек"
Суммировать и вычесть дифрактограммы	раздел 5.15, "Суммирование и вычитание дифракто- грамм"
Импортировать и суммировать несколько дифрактограмм	раздел 3.4.4, "Суммирование дифрактограмм при импортировании"
Совмещать дифрактограммы	раздел 5.16, "Совмещение дифрактограмм"
# 5.5 Вычитание фона

В EVA существует 3 метода вычитания фона:

- Традиционный DIFFRAC метод (рекомендуется для подготовки данных для процедуры поиска/совпадения), который дает дуги параболы, но который никогда полностью не сливается с пиком;
- Усовершенствованный метод, дающий сглаженную кривую (например, для кристаллографических исследований);
- Метод Безье (Bézier), позволяющий пользователю очертить фон таким образом, каким он/она хочет (т.е. определить аморфную диффузию фона).

Когда используется логарифмическая шкала Y, всегда производите вычет фона в логарифмической моде, а не в линейной или корень квадратичной (потому что  $\liminf_{I \to 0} \ln(I) = -\infty$ ).

### 5.5.1 Традиционный DIFFRAC метод

Чтобы понять, как работает традиционный DIFFRAC метод, представьте надутую эластичную мембрану. Каждый момент мембрана пересекает кривую в одной точке (точка контакта), дуга разделена на две части, которые затем увеличиваются отдельно. В нашем случае дуги являются параболическими.

Форма параболы фиксирует "максимальную вогнутость " кривой фона. Однажды найденные точки контакта корректируется по направлению кверху по формуле: *n* умножить на статистическую ошибку<sup>1</sup> соответствующей интенсивности (где *n* – пороговая величина; по умолчанию = 1): минимальная интенсивность в сумме со статистической ошибкой помогает оценить усредненную интенсивность. Если сглаживание было сделано до вычета фона, или данные не были получены с помощью порошковой рентгеновской дифракцией (например, данные нейтронной дифракции или синхротронного излучения), тогда статистический закон больше не выполняется, и пороговая величина (*n*) должна быть скорректирована.

Радиус кривизны является основным параметром вычислений фона. Он должен быть скорректирован, если наблюдаются горбы на дифрактограмме (для описания горбов). Если горбов фона нет, отпадает необходимость корректировки.

Кривая фона должна пересекать фоновый шум как можно ближе к середине. Обычно это достигается без коррекции, если данные не были обработаны (к примеру, для сглаженных данных уменьшите пороговое значение и найдите его оптимальное значение несколькими итерациями).

Наибольшее преимущество DIFFRAC метода - это гарантия того, что ни один пик на дифрактограмме, даже очень слабый, не находится под кривой фона. Таким образом, это полностью удовлетворяет процедуру DIFFRAC<sup>*plus*</sup> поиска/совпадения пиков (недостатки DIFFRAC метода несущественны для этой процедуры).

Существует три недостатка:

- Интенсивность широких линий часто немного занижается.
- Кривая фона получена из дуг параболы; узлы между 2 дугами не являются реалистичным описанием физического явления, часто присутствуют локальные погрешности.
- Алгоритм поиска второй производной пика часто находит ложный пик в каждой точке, где есть узел между двумя дугами; чтобы решить эту проблему, производите поиск пиков до вычета фона и оставляйте найденные пики на

<sup>1</sup> Измерение интенсивности в рентгеновской дифракции подчиняется статистическому закону Пуассона, таким образом, стандартное отклонение может быть оценено как корень квадратный из интенсивности

дифрактограмме с вычтенным фоном; также можно увеличить порог для поиска пика для удаления ложных пиков, но, к сожалению, это может также привести к удалению некоторых реальных (но слабых) пиков, таким образом, такая процедура не рекомендуется (см. раздел 5.6, "Осуществление Поиска Пиков");

Не используйте общий фон при подготовке данных для профильного анализа, потому что профильный анализ сам по себе вычисляет более аккуратно локальное значение фона; когда метод общего фона необходим, потому что профильный анализ не может найти корректный фон, используйте усовершенствованный метод Безье.



Рис. 5-2 Дуги параболы и "острые бугры" в методе DIFFRAC

### 5.5.2 Усовершенствованный метод

Усовершенствованный метод был разработан для построения гладкого фона с допущением, что существует только одиночный "бугор", что является хорошей гипотезой в некоторых случаях для диффузии от аморфной фазы. Если полученный этим методом фон не является удовлетворительным, тогда используйте метод Безье.

Этот метод использует те же самые точки контакта между кривой фона и дифрактограммой, как и DIFFRAC метод, и ту же коррекцию кривизны; однако, некоторые точки контакта могут быть удалены с помощью фильтрации. Пороговое значение больше не используется, потому что метод фильтрации сам по себе обеспечивает, что кривая фона пересекает каждый регион, распознанный как регион фона, в середине его флуктуаций шума.

В отдельных случаях некоторые пики могут быть под кривой фона, так что этот метод не рекомендуется для подготовки данных поиска/совпадения пиков. Для других целей усовершенствованная кривая фона является намного более реалистичной.

### 5.5.3 Метод Безье

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 2001/09

Линия фона, полученная описанными выше методами, найдена "автоматически", так что результаты могут не точно совпадать с представлениями пользователя. Единственный способ для пользователя точно получить фон, отвечающий его представлениям, это нарисовать его. Это возможно, используя кривые Безье<sup>2</sup>.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Кривые Безье были разработаны в 1960-х годах независимо друг от друга двумя французскими инженерами, работавшими на автомобольную промышленность, Pierre Bézier (Renault) и Paul de Casteljau (Citroën); их целью была разработка дизайна каркаса автомобилей.

Кривые Безье включены в практически все графические пакеты, потому что они являются мощным инструментов для изображения гладких кривых. Метод широко используется, и многие пользователи уже знакомы с ним. Если Вы не знакомы, не стесняйтесь пытаться и использовать его; вскоре Вы будете способны предсказывать, как кривая Безье будет реагировать на действия мыши.

Рассмотрим простейшую дугу. Используя кривые Безье, она описывается при помощи двух точек  $P_1$  и  $P_2$ , являющимися концами дуги, и двух точек  $P'_1$  and  $P'_2$ , представляющих крайние точки тангентных векторов. Эти четыре точки называются "точками контроля", конечные точки  $P_1$  и  $P_2$  называются "проходящими точками ", а  $P'_1$  и  $P'_2$ , - "тангентными точками ". Эта кривая является просто кубическим полиномом.



Рис. 5-3 Контрольные точки кривых Безье

Линия  $(P_1P'_1)$  является тангентом в  $P_1$ , и чем меньше расстояние  $P_1P'_1$ , тем быстрее кривая уходит от тангента.



Рис. 5-4 кривые Безье: влияние длины тангентного вектора

Если мы рассматриваем более сложную кривую с большим количеством точек контроля, должны быть определены два тангентных вектора на одну проходящую точку (за исключением конечных точек), но т.к. мы рассматриваем здесь только гладкие кривые (т.е. производные кривые), два тангентных вектора имеют одно и то же направление. Уравнением кривой является полином более высокой степени.



Рис. 5-5 Кривая Безье более высокой степени

Процедура использования кривых Безье представлена следующим образом: **1.** Инициализация: для начального показа фона используются функции DIFFRAC или усовершенствованного фона. В обоих случаях пользователь должен подгонять кривизну для получения максимально близкого к желаемому фону.

2. Подгонка начального фона с помощью кривых Безье: целью на этом этапе не является наилучшее соответствие (для этого, возможно, потребовалось бы много кривых Безье), а наличие приемлемого соответствия с малым числом кривых Безье. Это контролируется корректировкой единственного параметра.

3. Поправьте кривые Безье вручную, перемещая точки контроля, чтобы изобразить фон согласно Вашим собственным представлениям.

### 5.5.4 Вычисление фона



Рис. 5-6 Панель обработки фона

### Метод DIFFRAC или усовершенствованный метод

Для вычета фона из текущей рентгенограммы с помощью DIFFRAC или усовершенствованного метода:

7. Нажмите на кнопку Scan (скан) в панели Object (объект) главного набора инструментов.

Backgnd.

- **8.** Нажмите кнопку **Backgnd (фон)** в меню Data Treatment (обработка данных). Вы увидите фантом, соответствующий кривой фона в обзорной и рабочей панели.
- Решите, выбираете ли Вы окно метки Enhanced (усовершенствованный) (как правило, Вы очищаете это окно метки при подготовке данных для поиска/соответствия пиков и отмечаете для других целей).
- 10. Используйте ползунок для настройки кривизны, если есть бугры фона.
- 11. Выбираете между 4 различными действиями:
  - Добавляете данные рентгенограммы с вычтенным фоном в документ (выберите окно метки Subtract from Scan (вычесть из дифрактограммы) и нажмите кнопку Append (добавить)).
  - Заменяете оригинальную рентгенограмму рентгенограммой с вычтенным фоном (выберите окно метки Subtract from Scan (вычесть из дифрактограммы) и нажмите кнопку Replace (заменить)).
  - Добавляете кривую фона в документ (очистите окно метки Subtract from Scan (вычесть из дифрактограммы) и нажмите кнопку Append (добавить)).
  - Заменяете оригинальную рентгенограмму кривой фона (очистите окно метки Subtract from Scan (вычесть из дифрактограммы) и нажмите кнопку Replace (заменить)).

### Представление метода Безье

Для вычета фона из текущей рентгенограммы с помощью метода Безье:

- Изобразите вычисленный фон с помощью метода, описанного выше (шаги 1-4, DIFFRAC или усовершенствованный метод); получите максимально приближенный к желаемому фон.
- Затем отметьте окно Bézier (Безье) для преобразования этого фона в кривые Безье; теперь курсор позволяет Вам настроить параметр.



Переместите слайдер для подгонки кривой к той, что Вы собираетесь нарисовать; если Вы увеличиваете параметр, кривые становятся более сложными, число кривых Безье увеличивается; число кривых Безье (*n*) указано под параметром. Число проходящих точек равно *n*+1; число точек контроля равно *3n*+1. Во время перемещения курсора проходящие точки показываются как жирные диски.



Рис. 5-7 Представление проходящей точки во время движения слайдера



Нажмите на кнопку Edit (редактирование): теперь EVA показывает все точки контроля; проходящие точки в виде дисков, тангентные точки в виде квадратов, тангентные векторы в виде пунктирных линий. Если цвета не читаются. Вы можете их изменить в меню Settings | Colors (Установки | Цвета) (используемые цвета маркированы как Ghost Line (фантомная линия) и Ghost Fill (фантомное наполнение));



Рис. 5-9 Представление точек контроля в процессе редактирования

### Чтобы переместить точку:

Щелкните на точку и переместите курсор при нажатой левой кнопке мыши, отпустите кнопку мыши в тот момент, когда достигните нужной модификации; EVA показывает вертикальную линию, так что Вы легко можете поместить активную точку в требуемое положение.

Для выбора активной точки Вы также можете щелкнуть в списке; проходящие точки пронумерованы от 1С до (*n*+1)С (С означает "центр (center)"); принимая проходящую точку 7С, левая тангентная точка будет "7-" и правая тангентная точка будет "7+".

#	Angle, Intensity	
7.	57,460, 295	
7C -	64,200, 291	
7+	69.876. 287	-







ł кнопка Add a passing point at

the right

### Чтобы удалить точку:

Выберите интересующую точку, затем нажмите кнопку Erase (удалить).

### Чтобы добавить точку

Вы можете добавить проходящую точку (в сумме, три точки контроля) слева или справа от текущей точки (за исключением конечных, где доступна только внутренняя сторона). Для этого нажмите кнопку Add a passing point at the left (добавить проходящую точку слева) или Add a passing point at the right (добавить проходящую точку справа).

4. Щелкните на **Аррепd (добавить)** для создания Вашего нарисованного фона: он сейчас показывается в виде дифрактограммы; если Вы нажмете на Replace (заменить), Вы замените исходную дифрактограмму на нарисованный фон;

Также возможно получить рентгенограмму с вычтенным фоном вместо самого фона: отметьте окно Subtract (вычесть) до того, как вы нажмете на Replace

или **Append** (**Subtract** неактивен по умолчанию, что является отличием от других методов (DIFFRAC или усовершенствованный)).

### Экспортирование и импортирование кривой Безье

Можно сохранить кривую Безье, чтобы использовать ее в другом файле EVA. Это дает полезный базис для дальнейшего определения фона и уменьшает число необходимых коррекций: Вы можете сразу обратиться к режиму Редактирования (Edit) без настройки кривизны, числа кривых Безье, добавления или удаления точек. Вы должны только переместить существующие точки. Кривая Безье сохраняется в BZR файле.

Для сохранения кривой Безье:

1. в режиме Edit (редактирование) (обычно определив фон и до нажатия на

Append или Replace) обратитесь к меню File;

- 2. выберите Export | Bézier Curve (Экспорт | Кривая Безье);
- в диалоговом окне Export Bézier Curve (экспорт кривой Безье) выберите директорию и имя для BZR файла, затем нажмите на Save (сохранить).

Для использования BZR файла:

- **1.** импортируйте дифрактограмму в EVA файл, начните работать над фоном Безье:
- 2. когда достигните режима Edit (редактирование), обратитесь к меню File и выберите Import | Bézier Curve (Импорт | Кривая Безье);
- 3. найдите BZR файл и нажмите на Open (открыть);
- **4.** в случае необходимости обработайте кривую (обычным образом), затем нажмите на **Replace (заменить)** или **Append (добавить)**.

### Расширенный вид

Во время выполнения вычитания фона фантомная линия показывает линию фона, в то время как разностная кривая показывает рентгенограмму с вычтенным фоном. Таким образом, использование расширенного вида может представлять интерес (выберите Extended (Расширенный) в раскрывающемся меню **Screen (экран)**).



Рис. 5-9 Разностная кривая в расширенном виде во время рисования фона

# 5.5.5 Вычитание фона на нескольких дифрактограммах одновременно

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 2004/09

Вычитание фона при помощи методов (DIFFRAC и усовершенствованного) может быть произведено на нескольких дифрактограммах одновременно с использованием той же **Curvature (кривизна)** и того же **Threshold (пороговое значение)**. Для этого:

- 5. выберите несколько дифрактограмм в главном наборе инструментов (стандартный многочисленный выбор Windows® клавишами CTRL или SHIFT);
- 6. выберите инструменты **Backgnd. (фон)** и произведите вычитание фона как обычно, используя DIFFRAC или усовершенствованный методы;
- когда Вы нажимаете на Replace (заменить), появляется диалоговое окно; нажмите на Yes для подтверждения того, что Вы хотите обработать все дифрактограммы.

Eva	×
	Click Yes to apply this operation to all the selected scans. Click No to apply it only to the scan which has the focus.
	<u>Yes</u> <u>N</u> o

Рис. 5-10 Диалоговое окно для подтверждения обработки нескольких дифрактограмм

# 5.6 Выполнение поиска пиков

Этот набор инструментов производит автоматическое детектирование пиков на рентгенограмме. Алгоритмом поиска пиков является метод второй производной, работающий с данными, подготовленным сглаживающим фильтром Савицкого - Голея (Savitzky-Golay)<sup>3</sup>. Критерий для исключения предположительно несуществующих пиков основан на методе, описанном в частном сообщении, которое доступно по требованию<sup>4</sup>.

Из-за того, что алгоритм поиска пиков включает в себя собственный сглаживающий фильтр, необязательно (не рекомендуется) сглаживать данные перед процедурой поиска пиков. Однако разложение в ряд Фурье обычно является полезным и может совмещаться с Фурье фильтрацией.

Поиск пиков является первым шагом при создании образца пользователя (user pattern). Различные шаги этого процесса описаны в следующих разделах руководства DIFFRAC<sup>*plus*</sup>:

Руководство	раздел	тема
EVA	5.6	Поиск пиков на дифрактограмме (создание списка пиков)
	7.3	Редактирование списка пиков
	7.4	Создание DIF рентгенограммы из списка пиков
	7.6	Экспорт DIF рентгенограммы в DIF файл
PDFMAINT	7.4.1	Создание нового образца в пользовательской базе данных
	7.5.4	Импорт DIF файла в пользовательскую рентгенограмму

Поиск пиков контролируется 2 параметрами:

- ширина пика
- Пороговое значение

### Ширина пика

Это ширина перемещающегося интервала, на котором применяется фильтр Савицкого-Голея (Savitzky-Golay), и на котором пики найдены методом второй производной. Промежуток составляет от 4 до 56 размеров шага (алгоритм использует от 5 до 57 точек с центром в интересующей точке). В идеальном случае ширина пика должна быть близка к двойному значению FWHM (полная ширина на половине высоты). Как правило, приемлемыми значениями для данных нормального качества являются величины от FWHM до FWHMx4 (фактический диапазон приемлемых значений ширины пика зависит от качества данных).

FWHM пика может быть вычислено с помощью инструментов Area (участок) (см. раздел 8 "Работа с участками").

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Savitzky A., and Golay, M.J.E. 1964, Analytical Chemistry, vol. 36, p. 1627-1639

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> Wiese, K.E. "Searching for Peaks in a Diffractogram", Socabim, Paris, 1981

### Пороговое значение

Это является критерием для исключения несуществующих пиков, основанное на сравнении вычисленных максимумов с серединой хорды, соединяющей 2 точки перегиба на обеих сторонах максимума. Если  $I_P$  – интенсивность пика при вычисленном максимуме,  $I_M$  – интенсивность на центре хорды, и T – пороговое значение, пики принимаются, если:

$$I_P > I_M + T \times \sqrt{I_M}$$

Если данные не были обработаны (и если это рентгеновские порошковые данные), обычной величиной порогового значения *T* является 1, разброс значений от 0 до 5.



Рис. 5-11 Определение параметров, использованных для фильтрации порогового значения

### Поиск пиков и вычитание фона

Обычно интересующей величиной является чистая высота пика (т.е. высота, скорректированная на значение фона). Однако не производите вычитание фона до поиска пиков. Мы рекомендуем проводить поиск пиков до вычитания фона, а затем использовать функцию инструментов Пиков **Drop Selection on Scan (оставить отмеченное на дифрактограмме)** по следующим причинам:

- Вычитание часто создает много артефактов, даже при использовании усовершенствованного EVA или Безье алгоритмов описания фона;
- Попадая на дифрактограмму с вычтенным фоном, EVA использует изменение в интенсивности, чтобы автоматически исключить статистически незначительные пики:

Если  $I_P$  – интенсивность пика, рассчитанная до вычета фона, а  $I_N$  – интенсивность того же пика при том же самом значении угла после вычета фона, пик сохраняется, если:

$$I_N > n \times \hat{\sigma}$$

где  $\hat{\sigma} = \sqrt{I_P - I_N}$  (значение по умолчанию *n* = 3): *I*<sub>P</sub>-*I*<sub>N</sub> – оценка интенсивности

фона, σ̂ - оценка стандартного отклонения согласно статистическому закону Пуассона, и 3 – классический коэффициент для покрытия широкого интервала достоверности.



Рис. 5-12 Определение параметров для исключения несущественных пиков

чтобы	смотри
Узнать больше об объектах EVA "пики"	раздел 7 "Работа с Пиками"

### Использование Поиска Пиков EVA



Рис. 5-13 Панель управления поиска пиков

Чтобы произвести поиск пиков на дифрактограмме:

### PeakSearch

- 1. Нажмите кнопку Scan (дифрактограмма) на панели объектов главного набора инструментов.
- 2. Нажмите на кнопку **Peak Search (поиск пиков)** в панели Data Treatment (обработка данных).
- Переместите слайдер, чтобы увидеть фантомные пики в обзорной и рабочей панелях.
- 4. Если амплитуда слайдера слишком мала, используйте кнопку Expand Interval (увеличить интервал); если точность слайдера слишком низка, используйте кнопку Reduce Interval (уменьшить интервал).
- **5.** Когда результаты являются удовлетворительными для автоматической процедуры, существует 2 возможности:
  - Если не требуется ручного редактирования, нажмите **Make DIF (сделать DIF)** для переноса найденных пиков в стандарте DIF.
  - Если ручное редактирование требуется, нажмите Append To List (добавить к списку). Затем можно редактировать список, используя инструменты для пиков Edition (редактирование) из панели управления.

Значение по умолчанию ширины пика в EVA составляет 0.3 градуса или эквивалент в градусах от 15 шагов, зависящих от диапазона сканирования.

Если значение 0.3 градуса попадает в диапазон от 1 до 30 шагов (*m.е.* если размер шага находится между 0.01 и 0.3 °), 0.3 ° сохраняется как значение по умолчанию; в противном случае значение Ширины пика по умолчанию принимается равной 15 шагам.



# 5.7 Удаление Кα<sub>2</sub>: расчет

В основном, рентгеновская дифракция выполняется с дублетом Kα<sub>1</sub>/Kα<sub>2</sub>. Таким образом, извлечение Kα<sub>1</sub> сигнала из дифрактограммы является очень полезным. Существуют два метода: профильный анализ при помощи DIFFRAC<sup>*plus*</sup> TOPAS и метод удаления Kα<sub>2</sub> в EVA. Последний основан на методе Рахингера (Rachinger)<sup>5</sup>, который был разработан в 1948 (но с использованием численных методов, которые не были доступны в 1948).

### 5.7.1 Метод удаления в EVA

Этот метод предполагает, что профили  $K\alpha_1$  и  $K\alpha_2$  линий идентичны по форме, и оба профиля связаны фиксированным отношением интенсивностей *r*. Если  $\Delta\lambda$  - разница в длинах волн между  $K\alpha_1$  и  $K\alpha_2$  излучением, сдвиг  $\Delta 2\theta$  между  $K\alpha_1$  и  $K\alpha_2$  профилями при текущем угле  $2\theta$  может быть рассчитана по закону Брэгга (предполагая  $\Delta\lambda \ll \lambda$ ):



Рис. 5-14 Наложение Ка1 и Ка2 отраженных интенсивностей

Таким образом, Вы можете рассчитать интенсивность Kα<sub>1</sub> из измеренной интенсивности, вычитая интенсивность другой точки, находящейся на 2θ-Δ2θ и умноженной на *r*. Для начала вычислений предполагается, что измерения стартовали в регионе фона, где интенсивность практически постоянна. Даже если гипотеза полностью ошибочна (измерение началось с пика), ошибки ограничены самым началом диаграммы (около пяти Δ2θ).

Этот недостаток возникает благодаря отсутствию гипотезы о форме профильной линии. Из-за статистических ошибок накапливания вычитание слишком малого или слишком большого вклада Ка2 может создать положительные или отрицательные артефакты. Использование сглаживающего фильтра Савицкого – Голея (Savitzky-Golay) и разложения в ряд Фурье может существенно уменьшить появление артефактов.

Несмотря на этот недостаток, метод Рахингера является очень полезным для проведения количественного анализа диаграммы, обычно для проверки, является ли плечо отражением  $K\alpha_2$  или другой линией. Он также может быть полезным до использования профильного анализа, чтобы помочь задать начальные условия при решении сложной проблемы (например, обнаружить позиции пиков), но не проводить профильный анализ на данных с уже вычтенным вкладом  $K\alpha_2$ , потому что это необязательно и может создать артефакты.

При подготовке данных для кристаллографических целей (индексирование, уточнение параметров ячейки и т.п.) профильный анализ является самым точным

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> W.A. Rachinger, J. Sci. Instrum 25, 254 (1948)

методом. В случае если у Вас нет программы профильного уточнения, такой как TOPAS, Вы можете использование удаление Ка2 до процедуры поиска пиков.

Не используйте удаления K $\alpha$ 2 при подготовке данных поиска/соответствия (К $\alpha_2$  плечо может скрывать небольшой пик).

5.7.2 Удаление Кα<sub>2</sub>: расчет



Рис. 5-15 Панель управления удаления Ка2

Для удаления K<sub>α2</sub> из текущей дифрактограммы:

- 1. Нажмите кнопку Scan (дифрактограмма) на панели объектов в главном наборе инструментов.
- 2. Нажмите кнопку Strip KA2 (удалить KA2) на панели Data Treatment (обработка данных).
- 3. Значение по умолчанию Intensity Ratio (отношение интенсивностей) берется из данных дифрактограммы и должно быть правильным (если оно равно 0, Ваша дифрактограмма была измерена с помощью монохроматичного излучения и не требует подобной обработки).
- Используйте слайдер для корректировки соотношения. Если амплитуда слайдера слишком мала, используйте кнопку Expand Interval (увеличить интервал); если точность слайдера слишком низка, используйте кнопку Reduce Interval (уменьшить интервал).

5. В этот момент Вы можете:

- Нажать Append (добавить), чтобы добавить дифрактограмму с удаленным Кα<sub>2</sub> вкладом в документ.
- Нажать Replace (заменить), чтобы заменить исходную дифрактограмму на дифрактограмму с удаленным Кα<sub>2</sub> вкладом.

Фантомная линия показывает удаленную линию Kα<sub>2</sub>. Может быть использован Расширенный вид (в раскрывающемся меню **Screen (экран)**), так как разностная кривая представляет отраженную интенсивность Kα<sub>2</sub>.

### Обработка нескольких дифрактограмм одновременно

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 2004/09

Удаление Kα<sub>2</sub> может быть проведено на нескольких дифрактограммах одновременно с тем же самым Intensity ratio (соотношение интенсивностей). Для этого:

- выберите несколько дифрактограмм в главном наборе инструментов (Main Toolbox) (стандартный многочисленный выбор Windows® клавишами CTRL или SHIFT);
- выберите инструменты Strip KA2 (удалить KA2) и произведите удаление как обычно;
- **10.** когда вы нажимаете на **Replace (заменить)**, появляется диалоговое окно; нажмите на **Yes** для подтверждения того, что Вы хотите обработать все дифрактограммы.



Strip KA2

кнопка Reduce Interval



Рис. 5-16 Диалоговое окно для подтверждения обработки нескольких дифрактограмм

# 5.8 Сглаживание дифрактограмм

Сглаживание дифракционных сканов является весьма обычной операцией; однако, она должна быть использована только для двух целей:

- помочь выявить скрытые детали дифрактограммы;
- подготовить документы в более презентабельном виде.

Процедура сглаживания не нужна до выполнения другой операции DIFFRAC<sup>*plus*</sup>, напротив, это может быть недостатком:

- другие вычисления DIFFRAC<sup>plus</sup> обычно включают в себя собственный сглаживающий фильтр (например, поиск пиков или алгоритм удаления Kα<sub>2</sub>).
- эти вычисления опираются на нормальное распределение шума (статистический закон Пуассона), в отличие от сглаженных данных.

Сглаживающий фильтр в EVA использует алгоритм Савицкого - Голея (Savitzky-Golay<sup>6</sup>). Он контролируется одним параметром, шириной пика (шириной перемещающегося интервала, на котором применяется фильтр):

- 11. интервал вокруг интересующей точки, скан подгоняется полиномом третьей степени, используя регрессию наименьших квадратов;
- 12. точка заменяется значением полинома при той же абсциссе.

Допустимый промежуток составляет от 4 до 56 размеров шага. В идеальном случае ширина пика должна быть близка к двойному значению FWHM (полная ширина на половине высоты). Как правило, приемлемыми значениями для данных нормального качества являются величины от FWHM до FWHMx4 (фактический диапазон зависит от качества данных). FWHM пика может быть вычислено с помощью инструментов Area (участок) (см. раздел 8 "Работа с Участками ").

← 3	Max \leftrightarrow	🔸 Default
➡ 0.15	Smooth factor	Replace
l ← 0.05	Min	Append

кнопку Reduce Interval (уменьшить интервал).

Рис. 5-17 Панель управления сглаживания

Для сглаживания текущей рентгенограммы:

- 1. Нажмите кнопку Scan (дифрактограмма) на панели объектов в главном наборе инструментов.
- Smooth
- кнопка Expand Interval

кнопка Reduce

Interval

 данных).
 Используйте слайдер для корректировки Smooth factor (фактор сглаживания) (фантом сглаженного скана появится в обзорной и рабочей панели). Если амплитуда слайдера слишком мала, используйте кнопку Expand Interval (увеличить интервал); если точность слайдера слишком низка, используйте

2. Нажмите кнопку Smooth (сгладить) на панели Data Treatment (обработка

- 4. В этот момент Вы можете:
  - Добавить сглаженную дифрактограмму в документ (нажмите Append (добавить)).
  - Заменить исходную дифрактограмму на сглаженную (нажмите Replace (заменить)).

<sup>&</sup>lt;sup>6</sup> Savitzky A., and Golay, M.J.E. 1964, Analytical Chemistry, vol. 36, p. 1627-1639

Значение по умолчанию сглаживающего фактора в EVA составляет 0.3 градуса или эквивалент в градусах от 7 шагов, зависящих от диапазона сканирования. Если значение 0.3 градуса попадает в диапазон от 1 до 30 шагов (*m.e.* если размер шага находится между 0.01 и 0.3 °), 0.3 ° сохраняется как значение по умолчанию; в противном случае значение фактора по умолчанию принимается равной 7 шагам.

### Сглаживание нескольких дифрактограмм одновременно

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 2004/09

Сглаживание может быть проведено на нескольких дифрактограммах одновременно с тем же самым **Smooth factor (фактор сглаживания)**. Для этого:

- выберите несколько дифрактограмм в главном наборе инструментов (стандартный многочисленный выбор Windows® клавишами CTRL или SHIFT));
- **14.** выберите инструменты **Smooth (сгладить)** и произведите сглаживание как обычно;
- **15.** когда вы нажимаете на **Replace (заменить)**, появляется диалоговое окно; нажмите на **Yes** для подтверждения того, что Вы хотите обработать все дифрактограммы.

Eva	
⚠	Click Yes to apply this operation to all the selected scans. Click No to apply it only to the scan which has the focus.
	<u>Y</u> es <u>N</u> o

Рис. 5-18 Диалоговое окно для подтверждения обработки нескольких дифрактограмм

## 5.9 Сглаживание и разложение в ряд Фурье

Сглаживание Фурье дает результаты, похожие на полиноминальное сглаживание. Комбинация сглаживания и интерполяции с трансформацией Фурье благоприятно сказывается на внешнем виде непрерывных кривых во время печати данных и для улучшения данных.

Панель управления Фурье показывает кривую для настройки Фурье фильтра. Кривая называется спектральной функцией, где:

- X ширина зоны в градусах<sup>-1</sup> (максимальная установка: 1 / размер\_шага)
- Y удельная мощность на ячейку, относительно максимума в dB

Курсор позволяет выбрать отсечку (пороговое значение) для частот затухающих колебаний. Другая настройка – для увеличения (x1 – без увеличения; или x2, x4, x8, и x16).



Рис. 5-19 Панель управления Фурье

Оцененная спектральная плотность исходных данных обычно демонстрирует изгиб, напоминающий локтевой. Слева данные относятся к значительной части сигнала (низкочастотный диапазон); плоская заключительная часть в верхнечастотном диапазоне представляет собой высокочастотный шум (обычно нежелательный). Частота точки излома (выраженная в числе точек на градус) прямо связана с шириной наиболее узкого пика на дифрактограмме (зависит от образца и имеет абсолютный лимит для данной инструментальной конфигурации).

Когда "локоть" ясно заметен на спектральной плотности (приблизительно выше стрелки), Вы можете поместить отсечку фильтра сразу справа от локтя без потери информации в результате излишнего сглаживания.

В некоторых случаях дифрактограмма кажется деформированной из-за слишком большого размера шага, хотя частотная отсечка явно меньше, чем 1/размер шага. В этом случае детализация данных позволяет интерполяцию между шагами и получение более гладкой дифрактограммы. Эти точки рассчитываются, чтобы выдать только частотно – лимитированную кривую, проходящую через исходный набор точек. Эксперимент и теория показывают, что дифракционные измерения являются ограниченными по частоте; следовательно, дополнительные точки могут быть рассматриваемы как надежные.

### Использование Фурье

Для использования Фурье:

- **16.** Нажмите кнопку **Scan (дифрактограмма)** на панели объектов в главном наборе инструментов.
- **17.** Нажмите кнопку **Fourier (Фурье)** на панели Data Treatment (обработка данных) для вывода панели управления Фурье обработки.
- **18.** В списке выберите увеличение (x1, x2, x4, x8, и x16).
- **19.** Используйте слайдер для настройки отсечки. Фантом улучшенной дифрактограммы появится в Обзорной и Рабочей панели.
- 20. В этот момент Вы можете:
  - Добавить сглаженную дифрактограмму в документ (нажмите Append (добавить)).
  - Заменить исходную дифрактограмму на сглаженную (нажмите **Replace** (заменить)).

### Обработка нескольких дифрактограмм одновременно

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 2004/09

Фурье сглаживание и разложение в ряд может быть проведено на нескольких дифрактограммах одновременно с тем же самым Cutoff (отсечка) и Expansion factor (фактор увеличения). Для этого:

- выберите несколько дифрактограмм в главном наборе инструментов (стандартный многочисленный выбор Windows® клавишами CTRL или SHIFT);
- выберите инструменты Fourier (Фурье) и произведите сглаживание и разложение как обычно;
- 23. когда вы нажимаете на **Replace (заменить)**, появляется диалоговое окно; нажмите на **Yes** для подтверждения того, что Вы хотите обработать все дифрактограммы.



Рис. 5-20 Диалоговое окно для подтверждения обработки нескольких дифрактограмм

Fourier

X-Offset

# 5.10 Коррекция смещения по Х



Рис. 5-21 Панель управления Смещения по Х

Используйте эту функцию для коррекции дифрактограммы на систематический сдвиг нуля . Например, систематический 20 сдвиг в 20 скане может быть скорректирован при помощи внутреннего стандарта в образце.

Панель управления Смещения по X достигается нажатием кнопки X-Offset (смещение по X) в панели Data Treatment (обработки данных).

Диапазон настройки по умолчанию для смещения по X в EVA эквивалентен в градусах ± 10 шагов. Разрешение настройки – это разрешение, заявленное для оси X в настройках.

Прим.: Систематический сдвиг по X крайне маловероятен в современных дифрактометрах.

# 5.11 Коррекция ошибки сдвига образца



Рис. 5-22 Панель управления смещения образца



Избежать смещения образца трудно, особенно для образцов с загрузкой сверху. Для 20 и 0 сканов EVA может корректировать ошибки сдвига, связанные с радиусом гониометра. Этот радиус может быть непосредственно изменен в диалоговом окне Properties (свойства) дифрактограммы.

Диалоговое окно Свойства

Для смещения по X корректировка 20 скана обычно осуществляется с помощью эталона.

Displacem.

Панель управления Displacement (сдвиг) достигается нажатием кнопки Displacem. (сдвиг) в панели Data Treatment (обработки данных).



Fig. 5-23 Определение сдвига

Прим.: Ошибки Смещения по X и сдвига образца трудно различить одну от другой, особенно для рентгенограмм, измеренных до 90° (20). К счастью, в фазовом анализе использование корректировки Смещения по X для исправления ошибки, вызванной сдвигом образца, не вызывает проблем. Однако для кристаллографии это является неприемлемым — на самом деле, ни одна из этих поправок должна быть использована для кристаллографии, т.к. большинство кристаллографического программного обеспечения может уточнять подобные поправки.

# 5.12 Масштабирование текущей дифрактограммы



Рис. 5-24 Панель управления Y-Scale (шкала Y)

Иногда Вы можете захотеть масштабировать дифрактограмму, например, для сравнения между различными дифрактограммами. Вы можете изменить размер дифрактограммы умножением на определенный фактор или добавлением величины смещения к ней.

Для масштабирования дифрактограммы:

1. Нажмите кнопку Scan (дифрактограмма) на панели объектов в главном наборе инструментов.

Y-Scale

- 2. Нажмите кнопку Y-Scale (шкала Y) на панели управления Y-Scale (шкала Y).
- В списке дифрактограмм главного набора инструментов нажмите на дифрактограмму, которую Вы хотите масштабировать.
- 4. Если Вы хотите умножить текущую дифрактограмму на определенный фактор, сделайте следующее:
  - Отметьте окно Multiply (умножить).
  - Используйте слайдер для настройки множителя или введите его непосредственно в окно Value (значение). Если амплитуда слайдера слишком мала, используйте кнопку Expand Interval (увеличить интервал); если точность слайдера слишком низка, используйте кнопку Reduce Interval (уменьшить интервал).
- **5.** Если Вы хотите добавить величину смещения к дифрактограмме, сделайте следующее:
  - Отметьте окно Add (добавить).
  - Используйте слайдер для настройки величины смещения или введите его непосредственно в поле Value (значение). Если амплитуда слайдера слишком мала, используйте кнопку Expand Interval (увеличить интервал); если точность слайдера слишком низка, используйте кнопку Reduce Interval (уменьшить интервал).
- 6. Чтобы использовать значение по умолчанию, нажмите Default.
- 7. EVA показывает фантом скана, получившийся в результате обработки.
- Если Вы удовлетворены результатом, показанным как фантом, нажмите Аppend (добавить), чтобы добавить результирующую дифрактограмму к списку — или —

нажмите Replace (заменить), чтобы заменить им текущую дифрактограмму.

Если Вы хотите использовать опцию **Add** для сравнения нескольких дифрактограмм, вместо этого рассмотрите применение смещения Y в псевдо-3D режиме в Print Preview (предварительный просмотр печати) (см. раздел 11.2.7 "Создание псевдо -3D вида дифрактограммы").

Прим.	Если используется логарифмическая шкала Y, выберите опцию Multiply
	<b>(умножить)</b> для сдвига скана: $\ln(a.I) = \ln a + \ln I$

кнопка Expand Interval

Interval

# 5.13 Нормирование дифрактограмм

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 1998/09

В EVA существует 2 различных возможности для нормирования дифрактограмм:

### Дифрактограммы могут быть нормированы на тот же самый максимум интенсивности

Тогда этот максимум интенсивности устанавливается равным наивысшей точке выбранных дифрактограмм:

- **24.** В списке дифрактограмм главного набора инструментов выберите интересующие дифрактограммы.
- 25. Нажмите Y-Scale (шкала Y) для доступа к панели управления шкалы Y.



Рис. 5-25 Масштабирование дифрактограмм в панели управления шкалы Ү

- **26.** Нажмите на опцию **Normalize (нормировать)**: программа показывает число выбранных дифрактограмм.
- **27.** Нажмите **Apply (применить)** для масштабирования всех выделенных дифрактограмм.

### Дифрактограммы могут быть нормированы, чтобы разделять общую точку

- 1. В главном наборе инструментов выберите первую дифрактограмму из списка.
- **2.** Только дифрактограммы, отмеченные в списке, будут нормированы: отметьте дифрактограмму для нормирования, нажатием кнопки **Check (отметка)**.
- 3. Нажмите Peak (пик) для показа списка пиков и затем нажмите Normalize (нормировать) для доступа к панели управления нормирования.

Edition Mak	ke DIF Norm	alize	
All Visible Scans	<ul> <li>At Current</li> </ul>	Peak Position	
	C At Angle	45.2914	
	Intensity	648.33	Apply

Рис. 5-26 Нормированные дифрактограммы в панели управления Normalize (нормирование)

 Если интересующая позиция соответствует существующему пику, выберите ее в списке пиков и затем отметьте опцию At Current Peak Position (на текущей позиции пика)

```
— или —
```

определите значения X и интенсивности непосредственно, отметьте поле At Angle/Intensity (угол/интенсивность) и введите значения в предназначенных полях.



5. Нажмите Apply (применить) для нормирования всех видимых дифрактограмм.

Чтобы узнать больше	смотри
о пиках, используемых для нормирования дифрактограмм	раздел 7 "Работа с Пиками"

# 5.14 Подавление аберрантных точек

Position	Uncorrected	Corrected	<b></b>	Founds: 32
67.800 69.660	0.00 25.1	27.1 0.00		Replace
71.880	19.2	0.00	-	Append

Рис. 5-27 Панель управления аберрантными точками

EVA проводит статистический тест для каждой точки, сравнивая ее с двумя соседними. Значения, которые не проходят тест, являются обычно аберрантными (паразитным сигналом) и могут быть заменены на среднее значение двух соседних точек.

Aberrant

Панель управления Аберрантными точками достигается нажатием кнопки **Aberrant** (выпадающие) в панели Data Treatment (обработки данных). Фантом обеспечивает графическое представление исправленной дифрактограммы. Также существует список обнаруженных аберрантных точек. Когда фантом виден, и Вы нажимаете на аберрантные точки в списке, они высвечиваются на графике с помощью горизонтальной фантомной линии.

Эта черта обычно бесполезна в современных дифрактометрах. Однако если Ваш дифрактометр получает паразитные выбросы (спайки) время от времени, хорошей практикой является проведение нескольких коротких измерений с последующим их суммированием, нежели проведение одного длительного измерения. В случае длительного измерения паразитные выбросы сглажены (интегрированы с нормальным сигналом в точке), и таким образом, вероятно, не смогут быть детектированы при помощи инструментов аберрантных точек. С другой стороны, короткие измерения легко могут быть очищены от паразитных выбросов, и могут быть просуммированы с другими короткими измерениями с тем же самым статистическим результатом (отношение сигнал/шум), как и длительное измерение.

# 5.15 Суммирование и вычитание дифрактограмм



Рис. 5-28 Панель управления Add/Subt (добавить/вычесть)

Суммирование и вычитание дифрактограмм являются достаточно необычными, хотя может быть полезными процедурами. Суммирование и вычитание дифрактограмм работают в Cps (имп/сек) (не с текущей шкалой Y); это позволяет работать с дифрактограммами, которые не были измерены с тем же самым пошаговым временем измерения.

Эти операции используют две переменных, А и В, для представления дифрактограмм. Используйте опции при выборе арифметических операций.

Нажатием на кнопку Add/Subt (сумм/вычесть) в панели Data Treatment (обработка данных) Вы получаете доступ к панели управления.

Процедура выбора А или В заключается:

- Выберите первую дифрактограмму, затем нажмите Change (изменить) напротив А.
- Выберите вторую дифрактограмму, затем нажмите Change напротив В.
- Для быстрой проверки ряда различных дифрактограмм в качестве В, отметьте окно Auto Change (автоматическое изменение) (каждый раз, когда Вы делаете активной другую дифрактограмму, она становится В).

Чтобы суммировать несколько дифрактограмм, измеренных при тех же условиях, лучше использовать команду **Import | Add scans (Импорт | Суммирование)** меню **File**. См. раздел 3.4.4, "Суммирование Дифрактограмм при Импорте" для дальнейших деталей.

Если Вы выполняете вычитание (**A-B** или **B-A**), выберите опцию **Extended** (расширенное) в раскрывающемся списке **Screen** (экран) для показа фантомной кривой с отрицательными значениями в расширенной панели.

Add./Subt.

# 5.16 Совмещение дифрактограмм

### Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 1998/09



Рис. 5-29 Панель управления Add/Subt (добавить/вычесть) с операцией Merge (совмещение)

Совмещение 2 дифрактограмм для создания одной может быть полезным, если Вы хотите провести поиск/сопоставление на данных, которые были измерены и сохранены в 2 отдельных файлах.

Совмещение дифрактограмм работает в Cps (имп/сек) (даже если текущая шкала Y – в импульсах); это позволяет работать с дифрактограммами, которые не были измерены с тем же самым пошаговым временем измерения.

Функция Merge (совмещение) работает следующим образом:

- чтобы совместить 2 дифрактограммы необходимо, чтобы, по крайней мере, одна точка должна быть совместной,
- совместный диапазон используется для масштабирования одной дифрактограммы относительно другой — та дифрактограмма, которая имеет большую усредненную интенсивность в Cps (имп/сек) по совместному диапазону, используется в качестве базисной, другая называется "ведомая" (slave scan);
- условия измерения базисной дифрактограммы сохраняются для совмещенной дифрактограммы;

в совмещенной дифрактограмме совместный диапазон гладко переходит от 100% одной до 100% другой дифрактограммы.

Операция Совмещения использует две переменных, А и В, для представления дифрактограмм. Для совмещения дифрактограмм:

- 1. Нажмите кнопку Add/Subt (сумм/вычесть) на панели обработки данных для доступа к панели управления.
- 2. В меню Operation (операция) нажмите кнопку Merge (совместить).
- 3. В списке дифрактограмм нажмите на ту, которую Вы хотите установить как А, и затем нажмите Change (изменить) напротив А; нажмите на дифрактограмму, которую Вы хотите установить как В, затем нажмите Change напротив В (порядок не имеет значения).
- Для быстрой проверки ряда различных дифрактограмм в качестве В, отметьте окно Auto Change (автоматическое изменение) (каждый раз, когда Вы делаете активной другую дифрактограмму, она становится В).
- 5. нажмите Append (добавить) для добавления получившейся дифрактограммы к списку.

### Add./Subt.

### Описание алгоритма Совмещения

- Ведомая дифрактограмма умножается на шкальный фактор так, чтобы усредненная интенсивность по совместному диапазону была равна интенсивности базисной.
- Если размер шага отличается, ведомая дифрактограмма изменяется (интерполируется), чтобы иметь одинаковый размер шага.
- В совместном диапазоне кривая гладко переходит от одной дифрактограммы к другой,

```
I = p.I_{\rm A} + (1-p)I_{\rm B}
```

где *р* – пропорция дифрактограммы А, который варьируется от 1 до 0

Если дифрактограммы представлены в импульсах, Cps (имп/сек) конвертируются с использованием времени шага базисной дифрактограммы.



Рис. 5-30 Алгоритм совмещения, шкала Y в импульсах в секунду (Cps)

- Вы можете заменить этот механизм графическим удалением части дифрактограммы, который Вы не хотите видеть в совмещенной дифрактограмме. Для этого:
  - **1.** Убедитесь, что в списке дифрактограмм активной является та, из которой Вы хотите графически удалить часть.
  - 2. В наборе инструментов нажмите на кнопку Residual Scan (остаточная дифрактограмма): указатель меняется на ножницы, если он находится в рабочей панели.
    - Переместите курсор к одному краю той части, которая будет удалена, нажмите левую кнопку мыши и держите нажатой во время перемещения курсора к противоположному краю намеченного участка, затем отпустите кнопку мыши.



# 6 Работа с рентгенограммами

# 6.1 Информация, доступная для рентгенограмм из набора инструментов

Элемент	Описание
Отметка качества (Quality mark)	Символы описаны в руководстве PDFMAINT и соответствуют отметкам качества, данных ICDD каждому образцу. Синий квадрат добавлен, если значения <i>d</i> пересчитаны при импорте (см. раздел 2.10.3 "Вкладка Разное — Точность значений <i>d</i> "); отметка качества заменяется на куб или "dx", если параметры ячейки изменены (см. разделы 6.9 "d x By" и 6.11 "Настройка ячейки")
SS-VVV-PPPP	Номер образца-стандарта (SS=номер источника (source number), V V V =номер тома (volume number), NNNN=номер стандарта (pattern number))
Название соединения (Compound Name)	Название соединения так, как сохранено в базе данных
Формула (Formula)	Химическая формула
Шкала Y Y -Scale	Шкальный фактор, использованный для этой рентгенограммы в % (высота максимальной линии, разделенная на максимальную высоту точки всех дифрактограмм, отмеченных или нет, умноженный на 100)
d x by	Фактор, используемый для перемножения значений <i>d</i> при симулировании изотропного расширения или сжатия ячейки (например, эффект твердого раствора)
Длина волны (Wavelength)	Значение длины волны, использованное для показа (может отличаться от текущей длины волны)
Система (System)	Сингония
а, b и c	Параметры элементарной ячейки в Å (angstroms)
alpha, beta и gamma	Углы между осями в градусах
Бравэ (Bravais L)	Тип решетки Бравэ
Пространствен- ная группа (Space Group)	Символ трехмерной пространственной группы (символика Херманна- Могина (Hermann-Mauguin)) и, в скобках, номер пространственной группы (от 1 до 230) из International Tables for X-ray Crystallography (Интернациональных Таблиц Рентгеновской Кристаллографии)
Z	Число молекул в ячейке
Объем (Volume)	Объем ячейки (Å <sup>3</sup> )
Корундовое число I/Ic PDF	I/c PDF – это соотношение I/I <sub>cor</sub> между интенсивностями максимального пика соединения и максимального пика корунда, измеренных в смеси 50-50, и сохраненная в базе данных PDF.
Пользовательс кое корундовое число (I/Ic User)	I/Ic User: то же, что и вверху, но значение определено пользователем и записано в RIR файле, заявленном в <b>Settings   Databases</b> .
S-Q	Полуколичественный (S-Q) массовое процентное содержание фазы, соответствующей выбранной рентгенограмме. Это значение рассчитывается из значения I/Icor, которое записано в базе данных PDF или определено пользователем в RIR файле. Если обе величины

	присутствуют (I/Ic PDF и I/Ic пользователя), последняя используется для расчета <b>S-Q</b> .
F(N)	Показатель качества (Figure of merit (FOM)), данная редакторами ICDD образцу. Для более подробной информации о FOM см. Smith, G.S. and Snyder, R.J.,J. Appl. Cryst., <b>1979</b> , 12, 60. Для рассчитанных образцов FOM не существует, т.к. это несущественно (значение – наилучшее из возможных по определению).
Действия (Operations)	Список операций, произведенных на выбранной дифрактограмме (последняя выполненная приведена первой в списке)

## 6.2 Положение пиков рентгенограммы

В базе данных, использованной для поиска, значения *d* сохранены в виде целых чисел, близких к 4096/*d*. Этот формат позволяет осуществлять быстрый поисковый алгоритм и важен для качества результатов поиска.

Когда стандарт импортирован, есть две возможности:

- ОБЕ опции Import add. data (hkl, etc.) (импорт дополнительных данных (hkl и т.д.)) и Replace rounded d-values by computed d(hkl)-values at import (заменить округленные значения d рассчитанными значениями d(hkl) при импорте) (в Settings | Miscelaneous Tab) отмечены: значения d рассчитаны из кристаллографических данных;
- Одно из двух условий не выполнено, значения *d* рассчитаны из целых чисел (эти значения *d*-values называются, таким образом, "округленные значения *d*").

Во втором случае значения *d* являются приблизительными — это *не* недостаток при фазовом поиске (напротив, это - преимущество). Небольшое расхождение обычно не может быть увидено на целой дифрактограмме (даже разделенной на 4 сегмента), но может быть замечено при сильном увеличении одного пика. Это является причиной того, что первая возможность предпочтительна.

Такая модифицированная рентгенограмма показывается при помощи модифицированной иконки: синий квадрат добавляется к отметке качества ((эта операция эквивалентна настройке ячейки (tune cell) без изменения параметров, но марка качества все еще видна, потому что кристаллографические параметры не меняются, в отличие от операции настройки ячейки).



Рис. 6-1 Марки индексов, измененные, чтобы подчеркнуть пересчитанные значения d

Величины *d* рассчитываются *во время* импорта, это означает, что Вы должны выбрать установки до введения данных.

В некоторых образцах ряд пиков не проиндексирован (например, запись 00-010-0100); в этом случае, значения *d* для непроиндексированных пиков не меняются (округленные величины сохраняются) — в любом случае, достоверность непроиндексированных пиков сомнительна. В таком случае Вы можете обнаружить разницу между пересчитанным и непроиндексированным пиком при помощи всплывающего окна Popup Information (Информация Всплывающего Окна) (говорящий шарик окна показывает "hkl not read" ("hkl не прочитаны")).

Если образец не проиндексирован (*hkl* не приведены в оригинальной базе данных), все величины *d* являются округленными, и иконка не меняется.

Прим.: значения d (или 20), напечатанные на странице данных (получены с помощью кнопки PDF Database (база данных PDF)), всегда являются оригинальными данными PDF.
 Таким образом, положение пиков соответствует тем, которые напечатаны на странице данных, только тогда, когда данные рентгенограммы рассчитаны, и значения d пересчитаны из кристаллографических данных (вычисление то же самое).
 Чтобы показать значения d, рассчитанные из кристаллографических данных (т.е. соответствующих исправленным позициям пиков), когда рентгенограммы (см. раздел 6.14 "Создание пиков из рентгенограммы").

Чтобы узнать больше о	Смотри раздел
Значениях d	2.10.3 "Вкладка "Разное" – точность значений d"
лист данных рентгенограммы	6.5 "Показ Листа данных рентгенограммы"

# 6.3 Замена щелей, использованных для представления рентгенограмм

Slits (Pa	at.)
Fixed	Ŧ
Fixed	
Variable	

Стандарты ICDD сохранены с интенсивностями, соответствующим рентгенограммам, измеренным с фиксированными щелями. Выберите Variable (переменные) в раскрывающемся списке Slits (Pat.) (щели) для представления всех стандартных рентгенограмм текущего документа с интенсивностями, которые отвечают рентгенограммам, измеренным с переменными щелями. EVA использует такую формулу для пересчета интенсивностей:

$$I_{\rm var} = \frac{I_{Fix} \times \sin\theta}{\sin 10^{\circ}}$$

Так как стандартные образцы идентифицируются через относительную интенсивность, было произвольно решено, что  $I_{var} = I_{fix}$  для  $\theta = 10^{\circ}$ . Эта трансформация влияет на стандартные образцы (не DIF рентгенограммы, которые создаются во время поиска пиков на дифрактограмме).

#### 6.4 Изменение свойств рентгенограммы

Pattern Properties				
Compound : Calcite Pattern : 01-072-1937 F	ormula : CaCO3			
1/1c PDF 3.27 1/1c	User	 (blank=unknown)		
Concentration of added reference (blank=unknown)				
Cell Parameters				
System: Hexagonal (Rh) Bravais L.: Primitive	a 4,99400	Alpha <b>90,000</b>		
Space Group: R-3c (167) Z (formula upits pel cell) = 6	b 4,99400	Beta 90,000		
2 (formald arms per celly = 0	c 17,08100	Gamma <b>120,000</b>		
Markers Head 🕂 📍	Ca	ancel OK		

Puc. 6-2 Диалоговое окно Pattern Properties (свойства рентгенограммы)



набора инструментов.

Чтобы открыть диалоговое окно Pattern Properties (свойства рентгенограммы): 1. Нажмите кнопку Pattern (рентгенограмма) на панели Object (объект) главного

- кнопка Properties 2. Щелкните на желаемую рентгенограмму для ее выбора.
  - 3. Нажмите кнопку Properties (свойства) (доступно только в случае единичного выбора).

### Название соединения, номер рентгенограммы и формула

Текущий номер рентгенограммы, химическая формула и название соединения показываются в этих текстовых полях. Как и для дифрактограмм любые изменения в этих полях сохраняются в документе EVA и не влияют на исходные рентгенограммы стандартов.

### Корундовое число I/Iс, параметры ячейки

Эти параметры описываются более подробно в тематическом разделе 6.8 "Полуколичественный фазовый анализ" (I/Ic) и 6.11 "Анизотропная деформация образца с использованием операции Tune Cell (настройка ячейки)" (параметры ячейки).

### Стрелка маркера

Вы можете приспособить маркер на верхушке пиков текущего образца. Выберите маркер из списка. Маркер появляется только, если выбрана соответствующая опция в Settings (установках) (вкладка Draw (рисунки)).

#### 6.5 Показ листа данных рентгенограммы



При импорте рентгенограммы некоторая информация показывается в главном наборе инструментов (Main Toolbox). Полная информация может быть показана в кнопка Data Sheet листе данных, т.е. в таком же формате, как и в PDFMAINT, при нажатии кнопки Data

- Sheet (лист данных). EVA открывает в этом случае два окна:
  - Окно основной базы данных (Master database) или окно пользовательской базы данных в случае стандарта пользователя со статистикой и возможностью ввести напрямую номер образца, чтобы показать его лист данных (эти окна открываются только раз);
  - Лист данных.



Рис. 6-3 Вкладки прямого доступа к документу EVA, окно базы данных и лист данных образца

Все данные базы данных PDF-2 (и большинство PDF-4) сохранены в компилированной базе данных DPRD. Но когда базой данных является PDF-1, она показывает только (d, I) лист, корундовое число  $I/I_{cor}$ , если есть, авторов и условия сбора данных (атмосферные или другие).

Окна баз данных не закрываются при закрытии документа EVA, но все окна образцов, относящиеся к базе, закрываются, когда Вы закрываете окно базы данных.

### Точность значений d, показанных в листе данных

В базе данных, используемой для поиска/сравнения (.2СА, .4СА или САТ файл), значения d сохранены как целые числа, близкие к 4096/d. Этот формат был оптимизирован для алгоритма поиска и важен для оценки качества результатов поиска.

Когда база данных имеет старый формат DIFFRAC<sup>plus</sup>, и PDF-2 недоступна (или окно Import add data (импорт дополнительных данных) не отмечено во вкладке **Miscellaneous (разное)** установок), значения *d* пересчитываются из целых чисел, сохраненных в САТ файле. Они отличаются от величин, сохраненных в PDF-2 и показываемых программой PDFMAINT. Когда PDF-2 доступна, и опция отмечена, EVA показывает значения, сохраненные в базе данных.

Когда базой данных является DPRD, то EVA всегда показывает значения так, как они сохранены в оригинальном файле. Эти величины могут незначительно отличаться от позиций пиков, показанных графически (см. раздел 6.2 "Положение пиков образца").

Чтобы узнать больше о	смотри	
значениях <i>d</i> , сохраненных в компилированной базе данных	Руководство PDFMAINT, раздел 4.3	

### Как и почему EVA решает, использовать ли Вашу базу данных PDF-2

Имея базу в формате DPRD, EVA никогда не использует базу данных PDF-2.

Если Вы имеете базу данных, которая была скомпилирована из PDF-2 при помощи версии PDFMAINT старше, чем версия 8 (выпуск 2002), тогда это зависит от установок Вашей базы данных. Если в окне PDF-2 Database Last Volume (последний том базы данных PDF-2) есть номер тома, EVA использует вашу базу PDF-2 до тех пор, пока Ваша Основная база данных находится в формате DIFFRAC<sup>plus</sup>, стандарт – из ICDD, и PDF-2 доступна онлайн.

Заметьте, что перекомпиляция PDF-2 в новую базу данных DPRD полезна и крайне рекомендуется.

### Дополнительные замечания

 Используемая по умолчанию длина волны - это текущая длина волны в EVA; она используется для показа положения пиков в 20, 0 или sin<sup>2</sup>0. Текущая длина волна показана в линейке общего управления (Global Controls) наверху документа EVA, как показано на следующем рисунке. В случае дифрактограмм с различными длинами волн текущая длина волны соответствует длине волны первой дифрактограммы, отображенной в главном наборе инструментов.

Current will.	scan.	ALALIANGINUNAW)
1.5406 Cu	Pattern :	00-039-0050 Potassium Aluminum Oxide (K1.5Al11017.25

- Когда Вы заявляете базу данных PDF-2, EVA показывает ее последний том только, если PDF-2 действительна. В случае если EVA не имеет доступа к базе данных PDF-2, она удаляет ее из установок.
- EVA и PDFMAINT не может использовать PDF-2, содержащей тома 1–37 (выпуск 1987) и 1–38 (выпуск 1988).

Формат базы данных идентифицируется по одной из следующих иконок в окне базы данных:

🔳 представляет формат DPRD.

редставляет предыдущий формат DIFFRAC<sup>plus</sup>, когда PDF-2 доступна онлайн.



представляет предыдущий формат DIFFRAC<sup>plus</sup>, когда PDF-2 вне доступа.

📕 представляет формат DIFFRAC-AT.
## 6.6 Просмотр индексов *hkl* соответствующей линии

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 1998/09

Индексы *hkl*, соответствующие каждому пику рентгенограммы, могут быть показаны. Индексы *hkl* сохраняются в базе данных DPRD.

Программное обеспечение считывает индексы *hkl* из базы данных во время импорта стандарта в текущий документ. Помните, что эти стандарты могут быть включены вручную из диалогового окна Рентгенограмма или после процесса поиска/соответствия.

Поэтому является обязательным отметка опции **Import add. data (импорт дополнительных данных)** во вкладке **Miscellaneous (разное)** установок (см. раздел 2.10). Заметьте, что эта опция включена принудительно во время использования базы данных DPRD (т.е. базы данных, компилированной программой PDFMAINT V8 — выпуск 2002 — или последующими).

В случае наличия базы данных в предыдущем формате DIFFRAC<sup>*plus*</sup>, база PDF-2 должна быть онлайн (это не требуется в случае DPRD).

### Как увидеть, что PDF-2 находится онлайн



кнопка Browse

- 1. Откройте диалоговое окно установок, нажатием кнопки Settings (установки) на панели инструментов.
- 2. Выберите вкладку Databases (базы данных).
- Последняя секция этой вкладки указывает положение базы данных PDF-2 и соответствующий том PDF-2.
- 4. Если эта секция пуста, а база данных PDF-2 находится на своем драйве, нажмите кнопку **Browse (обзор)**, чтобы определить местонахождение базы данных: выберите корневую директорию PDF-2 в базе данных.

PDF-2 Database Last Volume = 49 J:		
------------------------------------	--	--

Рис. 6-4 Последняя секция вкладки Databases в Установках

т.е. базы данных, компилированной программой PDFMAINT V8 (выпуск 2002) или последующими

### Как увидеть значения hkl, соответствующие линии на рентгенограмме



- 1. В панели инструментов нажмите кнопку **Рорир information (всплывающая** информация).
- **2.** В рабочей панели укажите на пик, для которого Вы хотите увидеть значения *hkl*: появится всплывающее окно, показывающее
  - Номер стандарта;
  - Химическую формулу стандарта;
  - Название соединения стандарта (как указано в столбце Compound Name (название соединения) главного набора инструментов);
  - Относительную интенсивность пика (100 % относится к максимальному пику стандарта)
  - значения *hkl*



Рис. 6-5 Пример всплывающего окна

Предупреждение: существуют потенциальные расхождения между относительными интенсивностями, показанными этими всплывающими окнами, и теми, которые присутствуют в исходном стандарте, когда образцы масштабируются заново для переменных щелей для стандартов, чьи интенсивности даны от 1 до 999. Эти расхождения возникают из ошибок при округлении.

EVA показывает "no hkl" в сплывающем окне в следующих случаях:

- окно Import add. data (импорт дополнительных данных) не отмечено (см. раздел 2.10);
- соответствующая опция выбрана, но значения *hkl* не определены для пика.

Вы можете сохранить *hkl* как составную часть распечатки текущей рентгенограммы, как показано на рис. 6-6.



Buclatione, Anagomete, Bruche - Hist M (1999) 2/10/10 focked - start 2000 1 - End: 11080 1 - Step: 0.020 1 - Step 0Me: 10.5 - Temp.: 2 Operations: Background 1.000/2.000 | Import BobgeSe (1) - Calcine, syn - CaCOD - Y: 100.00 % - 0 x by: 1, - WL: 1.5406

Рис. 6-6 Распечатка М1с показанными hkl

Для этого:



- 1. Убедитесь, что кнопка **Рорир hkl** на панели инструментов отжата.
- 2. Выберите рентгенограмму в списке главного набора инструментов.
- кнопка **Рорир пкі 3.** (
  - . Откройте Print Preview (предварительный просмотр печати), нажимая **Print Preview** в меню **File**.
  - Если необходимо, измените способ форматирования распечатки, меняя параметры панели инструментов Custom Style (пользовательский стиль), который выводится при нажатии View Toolbox (вид панели инструментов).
  - 5. Нажмите Print в меню File, чтобы послать данные на принтер.

### Как всплывающее окно может помочь при процедуре поиска/соответствия

Стоит задача определить, присутствует ли гидроцеруссит (Hydrocerussite), фаза, отвечающая пику с треугольником на вершине, на дифрактограмме (рис. 6-7). Окно всплывающей информации говорит нам, что пик составляет 75% от максимального. Так как на этом месте не видно никакого пика, мы можем оценить, что значительных количеств гидроцеруссита нет; это не значит, что он не присутствует в образце в следовых количествах, если это и так, то в количествах меньших, чем предел обнаружения.



Рис. 6-7 Относительная интенсивность показана в окне всплывающей информации

## 6.7 Масштабирование текущей рентгенограммы

Функция авто-масштабирования отсутствует для лицензий, выданных до 2004/09

L	<b>(=</b> 176.16	Max %	Max % Fine Tuning		Set To 100%		
뉟	➡ 88.08	Actual %		Set To	Auto 💌		
L	← 0	Min %					

Рис. 6-8 панель управления шкалы Ү

Для масштабирования рентгенограммы:

1. Нажмите кнопку Pattern (рентгенограмма) на панели Object (объект) главного

набора инструментов.

Y-Scale

- 2. Нажмите кнопку Y-Scale (шкала Y).
- **3.** В списке дифрактограмм главного набора инструментов выберите рентгенограмму для масштабирования.
- 4. Используйте слайдер для масштабирования рентгенограммы. Изменение происходит немедленно. Когда слайдер отпущен, он возвращается на половину хода, и Max % значение устанавливается равным двойному текущему значению. Амплитуда перемещения адаптируется, таким образом, к текущей высоте рентгенограммы.
- 5. Кнопка Set To 100% (установить 100%) масштабирует рентгенограмму до 100 %. Кнопка Set To (установить до) устанавливает шкалу к значению, указанному в соответствующем текстовом поле; когда установлена опция Auto, высота образца масштабируется согласно дифрактограмме. Значение по умолчанию Set To является дефолтным при импортировании образца (50 % по умолчанию).

Рентгенограммы, импортированные в документ, всегда имеют дефолтное значение, определенное в Settings | Program Defaults | Pattern Size (Установки | Программные Дефолты | Размер Рентгенограммы) (50%). Эталон для рентгенограммы – максимальная линия, 100% масштаба соответствует случаю, когда наиболее интенсивный пик совпадает с верхней границей панели Обзора. Если наиболее интенсивный пик не показан (вне диапазона показа X), шкала Y может быть выше, чем 100 %.

Прим.: 100% - это (по определению) точка с максимальной интенсивностью всех дифрактограмм в списке Главного Набора Инструментов (отмеченных или нет). Вы можете настроить относительную высоту, но каждая рентгенограмма имеет свою абсолютную высоту (в импульсах или имп/сек). Следовательно, добавление или удаление дифрактограммы может изменить относительные высоты (в %), если значение наивысшей точки меняется, но абсолютные высоты остаются неизменными.

### Тонкая регулировка

Прим.: Эта опция доступна только в линейной шкале Ү.

Кнопка **Fine Tuning (тонкая регулировка)** устанавливает минимум и максимум вокруг текущего значения. Амплитуда в этом режиме зависит от высоты У области увеличения (+/- 25% от этой высоты). Это бывает удобным при настройке высоты рентгенограммы для очень интенсивных пиков. В этом режиме **Max %** и **Min %** установки не отображаются, т.к. они не имеют отношения к этому режиму. Если другая рентгенограмма выбирается, когда режим **Fine Tuning** активен, восстанавливается нормальный режим.

I.	€	75.3153	Max %	Fine Tuning
뉟	₽	50	Actual %	
L	⇐	24.6847	Min %	

Рис. 6-9 Режим тонкой регулировки для настройки шкалы Ү

### Советы

Если пики фазы очень малы, подведите слайдер к нулю и отпустите: максимальная высота устанавливается равной 1%; затем поднимите слайдер, настройка будет точной из-за малой амплитуды. Другим решением является использование кнопки **Set To (установить)** с малой величиной (около 10 %). С другой стороны, чтобы быстро увеличить шкалу, используйте кнопку **Set To** с большим значением.

## 6.8 Полуколичественный фазовый анализ

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 1999/09

### 6.8.1 Проведение полуколичественного анализа

Полуколичественный анализ в EVA является "пассивным" действием: шкала Y образцов должна лишь быть подогнана, и приблизительные концентрации автоматически высвечиваются в столбце **S-Q**, при условии, что значение корундового числа *I*/*I<sub>cor</sub>* доступно для каждого образца.

Полуколичественный анализ проводится на основе относительных интенсивностей образцов и их корундовых чисел *I*/*I*<sub>cor</sub>. Последние величины считываются, когда образцы импортируются при условии, что значения *I*/*I*<sub>cor</sub> доступны из PDF (эти данные сохранены в базе данных DPRD).

Заметьте, что все структурные эталоны — рассчитанные из структурных данных — имеют значения *I*/*I*<sub>cor</sub>, которые, в целом, более надежны, чем измеренные. Поэтому для полуколичественного анализа рекомендуется использовать структурные эталоны.

Введенные пользователем значения *I*/*I<sub>cor</sub>* допускаются в EVA, и они хранится в файле RIR (Reference Intensity Ratio (отношение стандартных интенсивностей)), таким образом, нужно ввести их только один раз. Они вытесняют значения PDF, когда оба типа данных доступны. Имя файла и путь прописаны в текстовом поле **RIR File**, находящемся во вкладке **Databases (базы данных)** Установок. Окно метки под текстовым полем **RIR File** позволяет пользователю установить неизвестные значения *I*/*I<sub>cor</sub>* равными 1. Такие значения показываются синим цветом в главном наборе инструментов, чтобы привлечь внимание пользователя к тому факту, что результаты полуколичественного анализа, вероятнее всего, весьма невысокого качества.

Полуколичественный анализ основан на следующих предположениях:

- Концентрация одной фазы известна: эта концентрация установлена в листе свойств образца в текстовом поле Concentration of added reference (концентрация добавленного стандарта). По определению, только одна фаза может выступать в качестве добавленного стандарта. В результате, если Вы вводите значение, в то время как другая фаза уже имеет его, программа удаляет последнее значение.

Рис. 6-10 Лист свойств образца

### 6.8.2 Обучение

Обучающий файл Calc50Port50.EVA поставлен вместе с программой DIFFRAC<sup>*plus*</sup>: Этот обучающий файл содержит дифрактограмму смеси 50% кальцит/50% портландит (50% Calcite/50% Portlandite).

1. В списке образцов в главном наборе инструментов отметьте стандарты, соответствующие фазам, для которых Вы хотите рассчитать концентрацию, используя окно метки (в этом случае, стандарты 76-0571 и 72-1937, отвечающие портландиту и кальциту, соответственно).

	SS-WV-PPPP	Compound Name	S-Q	1/Ic
🗹 오 🗖	01-076-0571	Calcium Hydro	50.6 %	3.4
0 🖲 🔺	00-044-1481	Portlandite, syn		2.9
🗹 😳 •	01-072-1937	Calcite	49.4 %	3.3
🗆 🖲 🔸	00-005-0586	Calcite, syn		2.

Рис. 6-11 Столбец **S-Q** главного набора инструментов; концентрации рассчитаны только для отмеченных стандартов



 Увеличьте самый интенсивный пик портландита, затем измените шкалу Ү рентгенограммы: величины концентраций поменяются и отразятся в столбце S-Q Главного Набора Инструментов.



Рис. 6-12 Самый интенсивный пик портландита (находящийся на 2theta = 18,08°)

- 3. Перелистайте всю дифрактограмму и измените шкалу Y, если необходимо.
- 4. Повторите шаги 2 и 3 для кальцита.

Самый интенсивный пик портландита (находящийся на 2theta = 18,08°)

### 6.8.3 Как оценить точность

Полуколичественный анализ опирается, в основном, на три фактора:

- Точность значений *I*/*I<sub>cor</sub>*; значение для фазы может варьироваться между двумя стандартами, например, для кварца стандарт 00-046-1045 дает *I*/*I<sub>cor</sub>* = 3.41, в то время как стандарт 01-079-1906 дает *I*/*I<sub>cor</sub>* = 4.75, оба значения при нормальном давлении и температуре; помните, что некоторые стандарты относятся к специфическим условиям, внимательно читайте вкладку **Comments** (комментарии) листа данных (см. раздел 6.5 "Показ листа данных Рентгенограммы");
- Визуальная корректировка значений шкалы Y каждого стандарта: относительная высота стандарта может не соответствовать измеренной дифрактограмме (например, в случае перекрывания пиков, или эффекту текстуры);
- Высота пика пропорциональна общей площади пика, что выполняется, только если уширение пиков приблизительно одинаково для всех интересующих соединений.

Прежде всего, убедитесь, что Вы используете правильный режим выставления щелей для рентгенограммы: в раскрывающемся списке **Slits (Pat.) (щели)** выберите **Variable (переменные)**, если дифрактограмма была измерена с переменными щелями, оставьте по умолчанию **Fixed (фиксированные)**, если она была измерена с фиксированными щелями.

Что касается возможной небольшой вариации относительных интенсивностей фазы, шкала Y образца настроена по всей дифрактограмму, таким образом, мы можем доверять умению пользователя оценивать усредненную высоту.

Рассматривая ширину пиков, помните, что концентрация пропорциональна общей площади пика, и, таким образом, его высоте, до тех пор, пока его ширина постоянна. Хорошей оценкой ширины является параметр Integral Breadth (интегральная ширина), рассчитанный инструментами Area (Участка) (см. раздел 8 "Работа с участками"). Интегральная ширина– это ширина прямоугольника, имеющего ту же высоту и ту же площадь, что и пик (т.е. отношение Net Area/Net Height (суммарная площадь/суммарная высота)), и, таким образом, не зависит от высоты пика. После настройки шкалы Y рентгенограмм при помощи слайдера значение в текстовом поле **Actual % (актуальный)** для фазы с наиболее широкими пиками может быть умножено на отношение интегральной ширины и напечатано в текстовом поле.

Этот метод не показателен в случае примера с Calc50Port50.EVA файлом, потому что их интегральные ширины очень близки (между 0.18 ° и 0.24 °), так что ошибка при расчете может быть больше, чем при коррекции. Но в случае Et20.RAW, Et50.RAW и Et80.RAW файлов наблюдается реальное улучшение.

Эти файлы были измерены на смесях корунда и боэмита; боэмит дает широкие пики. Если мы рассмотрим файл Et80.RAW (80 % боэмита, 20 % корунда), полуколичественная оценка не очень эффективна (около 72 % боэмита и 28 % корунда) — но это - полуколичественный анализ. Коррекция с интегральными ширинами дает:

	Положение 2θ (°) для вычислений участка	Интеграль- ная ширина (°)	Начальное шкалиро- вание (%)	Корректи- рованное шкалиро- вание (%)	Массовая пропорция
Боэмит	28.2	0.344	283.33 <sup>7</sup>	484.90	81.3 %
Корунд	35.1	0.201	41.67	41.67	18.7 %

Прим.: Полуколичественная оценка с использованием полных площадей (среднее значение площадей не более трех пиков для каждой фазы)

<sup>&</sup>lt;sup>7</sup> Наиболее интенсивный пик этой фазы находится вне 20 диапазона (14.5 °)

может быть автоматизирована при помощи DQUANT, что привлекательно, если планируются рутинные вычисления. Обращайтесь к руководству DQUANT для более полной информации.

### Улучшение метода

Метод был значительно улучшен при использовании процедуры подгонки: дифрактограмма симулируется из образцов, и шкальные факторы, которые подходят лучше всего, используются для расчета коэффициента I/I<sub>cor</sub>.

Смотри раздел 6.13 "Соответствие Полной Рентгенограммы (Full pattern matching)".

## 6.8.4 Химический баланс: сравнение с химическим анализом

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 2003/09

Лаборатории часто проводят элементный анализ на образцах до того, как анализировать их с помощью рентгеновской дифракции. В этом случае становится возможным сравнить этот элементный анализ с результатом полуколичественного анализа EVA: EVA рассчитывает концентрации каждого элемента из концентраций соединений.

Дополнительно, возможно использовать химический анализ для автоматического задания химического фильтра при поиске/соответствии.

Это не ограничено только элементным анализом, сравнение может быть сделано с любыми химическими анализами, даже анализами соединений. Под анализом соединений мы понимаем метод, дающий концентрацию соединений, а не элементов. Это включает результаты XRF, выраженные в форме комплексных соединений.

Процесс проще, когда элементный анализ произведен на рентгеновском флуоресцентном спектрометре Bruker AXS<sup>8</sup>, управляемым SPECTRA<sup>*plus*</sup>: В этом случае EVA способна считывать результат напрямую в Results Database (базу данных результатов) (Measure.MDB). В противном случае результат химического анализа должен быть сохранен в текстовом файле, который может быть прочитан EVA.

Прим.: XRF – это наиболее распространенный элементный анализ, связанный с рентгеновской дифракцией; для простоты, программный интерфейс и это руководство использует термин "XRF", но он может интерпретироваться как любой другой метод элементного анализа.

### Предпосылки



Доступ к диалоговому окну Settings (Установки)

В общем случае (рентгенограммы импортированы после поиска/соответствия на неизвестном образце), используемые образцы могут не иметь коэффициента *I*/*I*<sub>cor</sub>. Однако качественная информация может быть полезна. Для принудительного расчета концентраций, даже если образец не имеет коэффициента *I*/*I*<sub>cor</sub>, отметьте опцию **Use 1 for the unknown I/Ic (использовать 1 для неизвестного I/Ic)** в диалоговом окне Установки (Settings), вкладка **Database (база данных)** (см. раздел 2.1"Установки для полуколичественного анализа ").

Semi-Quantitative analysis	RIR File C:\DiffPlus\Eva.RIR		
(S-Q) by pattern scaling	🔽 Use 1 for Unknown I/Ic	_	

Рис. 6-13 Определите дефолтное значение I/Icor в Settings (установках), вкладка **Database (база** данных)

Вы также можете ввести пользовательское значение *I*/*I*<sub>cor</sub>, которое будет использоваться EVA для этого образца (см. раздел 6.4 "Изменение свойств образца").

<sup>&</sup>lt;sup>8</sup> Также включает бывший Siemens XRF спектрометр

Если результатами элементного анализа является база данных Результатов SPECTRA<sup>*plus*</sup>, убедитесь, что следующие условия выполнены:

- Пользователь EVA должен иметь права Read (читать), Write (писать), Create (создавать) и Delete (удалять) в директории, где находится Measure.MDB (обычно C:\SPECPlus\Databases\ на компьютере, связанном со спектрометром); это обязательно, т.к. используемый процессор Microsoft Jet database создает временный .LDB файл; сама по себе база данных может быть только для чтения для пользователя EVA;
- Установите местонахождение базы данных результатов для EVA:
  - 1. В диалоговом окне Settings (установки) перейдите во вкладку XRF;
  - 2. Выберите опцию SpectraPlus database (база данных SpectraPlus);
  - используйте кнопку Browse (обзор) для локализации базы данных, находящейся, возможно, на удаленном компьютере, через локальную сеть (LAN).

В случае если для XRF и XRD измерений используется один и тот же компьютер, EVA автоматически извлекает положение базы данных Результатов из регистра; если путь изменен, можно его восстановить нажатием кнопки **Restore SpectraPlus** original database path (восстановить путь к оригинальной базе данных SpectraPlus).



Puc. 6-14 Выберите, откуда извлекать результаты химического анализа, в Settings (установки), вкладка **XRF** 

Если элементный анализ производился с помощью спектрометра Bruker AXS XRF, работающим под SPECTRA-AT или SPECTRA 3000; EVA может напрямую читать рабочий файл Temp\_C.DAT для получения концентраций; (это может также быть использовано с файлом Temp C.DAT, создаваемым SPECTRA<sup>plus</sup>).

...

Для этого выберите опцию current temp\_c.dat folder (текущий файл temp\_c.dat) и используйте кнопку Browse (обзор) для локализации этого файла.

кнопка Browse

Имейте в виду, что этот файл временный, т.е. его содержание заменяется при каждом новом вычислении, особенно при каждом новом измерении. Решение предложено ниже.

Если Вы намерены переименовывать файл Temp\_C.DAT каждый раз с новым именем (т.е. сохранять различные измерения или избегать случайной замены), тогда выберите опцию **use selected**.dat file (использовать выбранный .dat файл). В этом случае EVA будет запрашивать, использовать ли DAT файл при каждом вычислении.

Если элементный анализ производился с помощью других приборов, чем описанные выше, тогда необходимо создать текстовый (ASCII) файл, содержащий результат. Формат этого ASCII файла описан в Приложении В1, глава"Формат ASCII файлов" Выберите опцию user selected ASCII file (выбранный пользователем ASCII файл); EVA будет запрашивать, какой текстовый файл использовать при каждом вычислении.



Доступ к диалоговому окну Settings (Установки)



153

### Импортирование результата химического анализа

После выполнения качественного анализа Вашего образца, коэффициент *I/I<sub>cor</sub>* известен для каждого стандарта (или оценен как 1), и высота образцов (шкала Y) подобрана для дифрактограммы. Результаты полуколичественного анализа показаны в столбце **SQ** главного набора инструментов.

В окне Search/Match (поиск/соответствие) нажмите на **XRF**, чтобы извлечь результаты химического анализа. Диалоговое окно, которое показывается, зависит от источника результатов химического анализа:

<u>Main Da</u>	tabase			<u>, Ma</u>	x Results:	
MASTE	R	<b>•</b>	Eliminate dup	licates 49	•	
✓ add User Database to search Insert in Current Document						
Read Save		Default	XRF	Filter	Search	

Рис. 6-15 кнопка XRF наверху окна Search/Match (поиск/соответствие)

- user selected ASCII file (выбранный пользователем ASCII файл) или user selected .dat file (выбранный пользователем .dat файл): EVA показывает диалоговое окно Select an ASCII File (выбрать ASCII файл); найдите текстовой файл, содержащий результаты;
- current temp\_c.dat (текущий файл temp\_c.dat): диалоговое окно не показывается, результаты извлекаются автоматически.
- SpectraPlus database (база данных SpectraPlus): EVA показывает Select a Record (Выберите Запись) в диалоговом окне SPECTRA<sup>plus</sup> Database (База данных SpectraPlus). Измерения могут быть отфильтрованы пятью различными способами:
  - User defined filter string (определенная пользователем строка фильтра): напечатайте название образца; Вы можете использовать шаблонные знаки \* (звездочка) (отвечает любому символу, включая пустую строку) и ? (отвечает любому единичному символу);
  - Exact match for sample name (точное соответствие названию образца): EVA показывает измерение, имя которого совпадает с именем текущей дифрактограммы;
  - Almost exact match for sample name (практически точное соответствие названию образца): то же самое, что и в предыдущем случае, но пропуски, запятые, пунктиры игнорируются;
  - Partial match for sample name (частичное соответствие названию образца): то же самое, что и в предыдущем случае, но менее строго.

Список показывает концентрации элементов или соединений (согласно опции в раскрывающемся списке), чтобы помочь выбрать нужный образец.

Если Вы измените фильтр, нажмите на Search again (искать снова) для обновления экрана. Длина списка может быть настроена при помощи поля Maximum number of records to retrieve (максимальное число записей для показа).

Нажмите на Use current selection (использовать текущий выбор), чтобы выбрать образец.

Jampie Mallie	Meas. Method Meas. Date Ev			Operator			
3CS-393	Carbonates-peak	30/03/00 23:39:53	30/03/00 23:39:54	Bruker AXS			
Kalkstein2a	Carbonates-peak	30/03/00 23:20:15	30/03/00 23:20:16	Bruker AXS			
Kalkstein1b	Carbonates-peak	30/03/00 23:00:36	30/03/00 23:00:37	Bruker AXS			
Kalkstein1a	Carbonates-peak	30/03/00 22:40:56	30/03/00 22:40:58	Bruker AXS			
ss-1	tutor-low-alloy	30/03/00 22:21:16	30/03/00 22:21:17	Bruker AXS			
ss-1	tutor-low-alloy	30/03/00 22:05:18	30/03/00 22:05:19	Bruker AXS			
ss-1	tutor-low-alloy	30/03/00 21:49:20	30/03/00 21:49:22	Bruker AXS			
ss-1	tutor-low-alloy	30/03/00 21:33:23	30/03/00 21:33:24	Bruker AXS			
ss-1	tutor-low-alloy	30/03/00 21:17:24	30/03/00 21:17:26	Bruker AXS			
ss-1	tutor-low-alloy	30/03/00 21:01:27	30/03/00 21:01:29	Bruker AXS			
ss-1	tutor-low-alloy	30/03/00 20:45:30	30/03/00 20:45:32	Bruker AXS			
Choose a search method to retrieve records from the database          User defined filter string (use * and ?)       *       Name       XBF %         Exact match for sample name "ALREFHT"       Name       XBF %         Almost exact match for sample name "ALREFHT"       Si       0.608         Partial match for sample name "ALREFHT"       Si       0.608         Records with measurement date from       23/07/03       to       24/07/03       Si         Search again       Use time       00:00:00       23:59:59       Fe       0.0221							
User defined filter string (use * and     Exact match for sample name "AL     Almost exact match for sample name "AL     Partial match for sample name "AL     Records with measurement date fr     Search again	ecords from the da ?] * REFHT'' me "ALREFHT'' .REFHT'' om 23/07/03 	tabase to 24/07/03	Show Elem Name Si Mg Al S Fe	nent XRF % 0.972 0.608 0.180 0.105 0.0454 0.0221 0.0125			

Рис. 6-16 Показ результатов XRF анализа из базы данных результатов SPECTRA<sup>plus</sup>

Прим.: концентрации приложены к дифрактограмме, которая является активной, когда показываются результаты. Для удаления концентраций, отметьте окно **Reset XRF concentrations (восстановить XRF** концентрации) в окне Свойства (Properties) дифрактограммы.

### Проведение сравнения

Когда результат химического анализа импортирован, нажмите на **Display as list** (показывать как список). Периодическая таблица элементов окна Search/Match (поиск/соответствие) заменяется списком химического баланса.

По умолчанию показываются все элементы, за исключением Lw (т.е. 102 линии вместе) — кнопка **Show all (показать все)** нажата. Для показа только тех элементов, которые присутствуют на рентгенограмме или в результатах химического анализа, щелкните кнопку **Show all**, чтобы ее отжать.

Столбцы таблицы описаны ниже.

Название столбца	Содержание
Pattern symbol (1 <sup>st</sup> column) (Символ рентгенограммы (1-й столбец))	Элементы, которые присутствуют в активной рентгенограмме, отмечены символом рентгенограммы
EI.	Химический символ элемента; цвет фона соответствует состоянию химического фильтра для поиска/соответствия
Z	Атомный номер элемента
Oxide/Name (Оксид/Имя)	Имя элемента или, если опция <b>Oxide (оксид)</b> отмечена, химическая формула оксида
Filter (Фильтр)	Состояние химического фильтра для поиска/соответствия: N.C. (не отмечен (not checked), серый), Sel. (выбран (selected), зеленый) или Dis. (отброшен (discarded), красный)
XRF	Концентрация в результате внешнего химического анализа
SQD	Концентрация, рассчитанная из полуколичественного анализа дифракционных данных
Delta (Дельта)	Разница между значениями XRF и SQD
Status (Статус)	Найден ли элемент только во внешнем химическом анализе (XRF), только в дифракционных данных (SQD), или в обоих анализах (both)

Как обычно с такими типами таблиц, нажмите на заголовок столбца для сортировки элементов, согласно значению в столбце, нажмите еще раз для сортировки в обратном порядке. При нажатии на заголовок столбца, содержащего символ рентгенограммы, эти группы элементов присутствуют на рентгенограмме вместе.

Два значения показаны ниже в таблице:

- Σ**XRF**: это сумма всех концентраций в столбце XRF;
- ΣSQD: t это сумма всех концентраций в столбце SQD.

D	Display as a list Show All								
	EI.	Ζ	Oxide/Name	Filter	XRF	SQD	Delta	Status	
н	Н	1	Hydrogen	N.C.		0.0372	-0.0372	SQD	
	Li	3	Lithium	N.C.	8.18		8.18	XRF	
	в	5	Boron	N.C.	25.5		25.5	XRF	
H	0	8	Oxygen	N.C.	66.0	45.8	20.2	Both	
	Na	11	Sodium	Dis.		5.82	-5.82	SQD	
H	Mg	12	Magnesium	Dis.		0.645	-0.645	SQD	
H	AL	13	Aluminum	N.C.	0.328	44.6	-44.2	Both	
н	Si	14	Silicon	Dis.		1.40	-1.40	SQD	
	S.	16	Sulfur	Dis.		1.06	-1.06	SQD	
	Ca	20	Calcium	Dis.		0.149	-0.149	SQD	•
	0x	ide	Σ XRF: 1	00.0 %	ΣSQD:	100.0 %			

Рис. 6-17 Сравнительная таблица, полученная нажатием кнопки **Display as list (показывать как** список)

#### Использование результатов

Химический фильтр, использованный для поиска/сравнения, может быть установлен автоматически, согласно результату XRF при нажатии кнопки Filter.

Когда кнопка **Display as a list (показывать как список)** нажата, состояние фильтра элемента может быть изменено двойным щелчком мыши на линию в списке, или нажатием правой кнопки мыши и выбора состояния в контекстном меню.

Также возможно экспортировать сравнительную таблицу в другие приложения (например, текстовые или электронные таблицы): щелкните правой кнопкой мыши на заголовок столбца или выберите Copy list to clipboard (копировать список в буфер). Затем используйте Paste (вставить) в выбранном приложении.

### Опции



Доступ к диалоговому окну

Settings (Установки) Опции меняют характер и вывод результатов анализа. Они находятся в диалоговом окне Settings (установки), вкладка **XRF**. Доступно четыре опции, как описано ниже.

- Z threshold for XRF analysis (предел по Z (номер элемента) при XRF анализе): в XRF легкие (с малым-Z) элементы не могут быть измерены; по этой причине при выставлении фильтра для Search/Match (поиск/соответствие) (кнопка Filter), эти легкие элементы не должны отбрасываться. В текстовом поле наберите самый легкий Z, принимаемый химическим фильтром (6 по умолчанию). Присутствие или отсутствие элемента в результате химического анализа не будет приниматься во внимание, если его номер меньше этого значения Z.
- Lowest XRF concentration to consider an element as present (наименьшая концентрация, чтобы рассматривать элемент присутствующим): когда концентрация элемента ниже этого значения в результате химического анализа, элемент будет обозначен красным цветом как отброшенный (discard) нажатием кнопки Filter.
- Write Delta (=XRF-SQD) in red when either XRF or SQD is missing (записать разность красным цветом, когда что-то из XRF или SQD отсутствует): если элемент присутствует только в одном анализе (полуколичественный XRD анализ или химический анализ), тогда значение разности (Delta) показывается красным цветом, если выбрана эта опция.
- Display Delta (=XRF-SQD) in blue when it is larger than... (показать разность синим цветом, когда она больше, чем...): когда выбрана эта опция, выделены большие расхождения между полуколичественным XRD анализом и химическим анализом. Значение разности (Delta) показано синим цветом, когда она больше (по абсолютной величине), чем указанный предел.

Z threshold for XRF analysis 6	The Filter button will handle elements from this value and up to Z=95
Lowest XRF concentration to consider an element as present	ppm
Write Delta (= XRF - SQD) in red 🔽 🛛 wh	en either XRF or SQD is missing
Display Delta (= XRF - SQD) in blue 🔽 👐	nen it is larger than 30 %

Рис. 6-18 Доступные опции в диалоговом окне Settings (установки), вкладка XRF

Существует две дополнительные опции, которые доступны напрямую в таблице сравнения (Main Toolbox, вкладка Patterns (рентгенограммы), кнопка Display as list (показывать как список) отмечена): Oxide (оксид) и Display graphical bars (показать графические диаграммы).

Когда отмечена опция Oxide, то

- Кислород не рассматривается в формулах образцов;
- Другие присутствующие элементы рассматриваются как связанные с кислородом в самом распространенном оксиде в геологии (т.е. Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> для железа); элементы, которые никогда (или крайне редко) образуют оксиды (такие как, галогены или инертные газы) оставлены в форме элементов;
- Показывается концентрация этих оксидов;
- Доля кислорода может быть рассчитана двумя способами: из формул образцов и из формул оксидов; разница между этими двумя значениями называется "кислородный дисбаланс" и показывается в поле O imb.<sup>9</sup>.

D	Display as a list Show All									
	EI.	Ζ	Oxide/	Name Fi	lter	XRF	SQD	Delta	Status	
н	Н	1	H2O	N	.C.		0.332	-0.332	SQD	
	Na	11	Na2O	N	.C.	9.44	7.85	1.59	Both	
н	Mg	12	MgO	N	.C. (	0.862	1.07	-0.207	Both	
н	AL	13	Al2O3	N	.C.	82.4	84.2	-1.84	Both	
н	Si	14	SiO2	N	.C.	3.10	3.00	0.0974	Both	
	S	16	SO3	N	.C.	3.75	2.66	1.09	Both	
	Са	20	CaO	N	.C. (	0.210	0.208	0.00177	Both	
н	Fe	26	Fe2O3	N	.C. (	0.743	0.737	0.00671	Both	
										•
2	0x	ide		ΣXRF: 10	0%	ΣSQD:	100 % (	0 lmb.: -0.)	0738 %	

Рис. 6-19 Экран, когда отмечена опция Oxide (оксид)

Если кислородный дисбаланс сильно отличается от 0, то использование опции **Oxide** не рекомендуется. Опция **Oxide** дает приемлемые результаты в случаях, когда:

- Соединения самые распространенные геологические формы оксидов,
- или соединения могут разлагаться с образованием таких распространенных оксидов (например, CaCO<sub>3</sub> = CaO + CO<sub>2</sub>, CuSO<sub>4</sub> = CuO + SO<sub>3</sub>).

Использование опции Oxide не дает приемлемых результатов, когда:

- соединения присутствуют в форме оксидов, не самых распространенных в геологии (например, железо в форме Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> или FeO),
- или соединения не разлагаются с образованием основных оксидов (например, CaF<sub>2</sub> ≠ CaO + F)

Прим.:	на пользователе лежит ответственность проверять, соответствует ли
	оксидные формы тому, что он/она ожидает.

<sup>9</sup> На самом деле, кислородный дисбаланс рассчитывается на основании разницы между суммами ∑SQD, полученными с и без отмеченной опции Oxide; т.к. единственная разница – это число кислородных атомов, это дает точно такой же результат

Возможно показывать концентрации в виде графической диаграммы: нажмите правой кнопки мыши на заголовок интересующего столбца (XRF, SQD или Delta) и выберите **Display graphic bars (показать графические диаграммы)**. Это может быть сделано для одного, двух или трех столбцов. Нажмите правой кнопки мыши на тот же самый заголовок столбца и выберите **Display numeric values (показ числовых значений)**, чтобы снова отображать концентрации в числовом виде.

	Н	1	Hydrogen	N.C.	1	SQD
٠	0	8	Oxygen	N.C.		Both
٠	Na	11	Sodium	N.C.	L	Both
	Mg	12	Magnesium	N.C.	1	Both
	AL	13	Aluminum	N.C.		Both
	Si	14	Silicon	N.C.	1	Both
٠	S	16	Sulfur	N.C.	1	Both
	Са	20	Calcium	N.C.	1	Both
	Fe	26	Iron	N.C.	1	Both

Рис. 6-20 Показ концентраций в виде графической диаграммы

# 6.9 Проведение операции d x By (*d* умножить на..) на текущей рентгенограмме



Рис. 6-21 панель управления d x Byl

Для доступа панели управления d x By:

- **1.** Нажмите кнопку **Pattern (рентгенограмма)** на панели объекта главного набора инструментов.
- 2. Выберите интересующую рентгенограмму.
- 3. Нажмите кнопку d x By.

Эта опция позволяет симулировать рентгенограмму, как если параметры ячейки были бы увеличены или уменьшены в результате образования твердого раствора. Значения *d* умножаются на тот же фактор, симулируя изотропное расширение (фактор >1) или сжатие (фактор<1).

Фактор равный 1.005 - значительный; 1.05 - огромный.

Фантом предлагает графическое представление модифицированной рентгенограммы. Расширенный вид помогает контролировать смещение линий (выберите Extended (расширенный) в раскрывающемся списке Screen (экран)). Если модифицированная рентгенограмма добавлена (с помощью кнопки Replace

(заменить) или кнопки Append (добавить)), отметка качества заменяется на d×, чтобы отметить, что позиции пиков не соответствуют значениям *d*, которые сохранены в базе данных DPRD.

d x By

## 6.10 Показ текущей рентгенограммы с другой длиной волны

Прим.: Эти инструменты доступны только тогда, когда единицей измерения по оси X (**X-Unit**) является **2-Theta** (см. раздел 3.8.1 "Изменение единиц измерения по осям X и Y", тема).



Рис. 6-22 Панель управления Wavelength (длина волны)

Wavelength Нажмите на кнопку Wavelength (длина волны) на панели Treatment (обработка) для доступа к панели управления Wavelength (длина волны).

Рентгенограммы обычно представлены для Kα<sub>1</sub> излучения. Вам может потребоваться представить рентгенограмму, которая могла бы быть получена с помощью:

- среднего (Кα<sub>1</sub>+Кα<sub>2</sub>) излучения, к примеру, для широких пиков;
- Кα<sub>2</sub> излучения, чтобы проверить, является ли линия фазы Кα<sub>2</sub>-пиком фазы, или она относится к другой фазе;
- Кβ излучения, чтобы проверить, как хорошо ослабляется Кβ, если Вы используйте Кβ фильтр (по крайней мере, для наиболее интенсивных линий);
- WLα<sub>1</sub> излучения, которое является наиболее часто встречающейся паразитной рентгеновской линией в запаянных рентгеновских трубках, чтобы проверить загрязненность рентгеновской трубки;
- Любой длины волны (например, другой паразитной линии): выберите User defined (определенная пользователем) и наберите ваше собственное значение.

## 6.11 Анизотропное искажение рентгенограммы использованием операции Tune Cell (настройка ячейки)

Эта опция недоступна для лицензионного уровня до 1999/09

Анизотропная деформация рентгенограммы требует знания ячейки образца. Она считывается из DPRD при условии, что она присутствует в данных. Если Вы используете базу данных предыдущего формата DIFFRAC<sup>*plus*</sup>, убедитесь, что окно метки **Import Add. data (hkl, etc.) (импорт дополнительных данных (hkl и т.д.))** в **Settings | Miscellaneous (Установки | Разное)** выбрано. Помните, что эта опция должна быть установлена **до** импортирования образца, чтобы иметь информацию о его ячейке, записанной в документ EVA.

При использовании этих инструментов целью является точное соответствие дифрактограммы, которая показывает наличие твердого раствора, с Рентгенограммой, которая представляет ту же фазу без эффекта твердого раствора (или с другим эффектом). Чем ниже симметрия кристалла, тем больше параметров используется для корректировки, и тем более трудной является операция. Если известен эффект твердого раствора на параметры, это может упростить операцию (например, пользователь может знать, что существует сжатие в направлении *а* и расширение в направлениях *b* и *с* для данной орторомбической фазы).



Рис. 6-23 Панель управления Типе Cell (настройка ячейки)

Чтобы изменить параметр, выберите его в раскрывающемся списке выше симметрии ячейки; затем настройте слайдер. Новое значение параметра показано в поле за слайдером, а также в соответствующем столбце в данных Образцов (a, b, и с в Å, alpha, beta и gamma в °).

Отметка качества образца заменяется на куб <sup>1</sup>, чтобы выделить тот факт, что пики относятся к *модифицированному* образцу.

Предлагаем несколько советов, как сделать графическую коррекцию проще:

- Вероятно, что удаление линий Кα<sub>2</sub> сделает коррекцию проще, потому что это обеспечивает тот факт, что Вы не будете описывать пики как линии Кα<sub>2</sub> во время Вашего уточнения (см. раздел 5.7.2 Удаление Кα<sub>2</sub>: Расчет).
- Раскрывающийся список Show (показать) позволяет показывать фантомы ряда линий вместо всех линий. Подсистема состоит из линий, соответствующих или h00, или 0k0, или 00l, или hk0, или h0l, или 0kl индексов Миллера. Во время уточнения параметра становится, таким образом, возможным показывать только подсистему линий, на которую повлиял этот параметр (например, h00 для *a*); это поможет избежать процесса проб и ошибок.



- Если амплитуда слайдера слишком мала, используйте кнопку Expand Interval (увеличить интервал); если точность слайдера слишком низка, используйте кнопку Reduce Interval (уменьшить интервал). Установки по умолчанию для этих кнопок +/- 1%.
- Использование Extended view (расширенного вида) помогает увидеть смещения линий (выберите Extended (расширенный) в раскрывающемся списке Screen (экран)).
- Прим.: Если образец не индексирован (например, #00-010-0100), то линия не модифицируется при помощи настройки ячейки. В любом случае, тот факт, что линия не проиндексирована может показать, что качество стандарта сомнительно.

С

### Tutorial

Чтобы попробовать эту возможность, Вы можете использовать новый обучающий пример, доставляемый с DIFFRAC<sup>*plus*</sup>: Francolite.EVA (с разрешения IGME<sup>10</sup>). Измеренный образец – карбонат-фторапатит (Carbonate-fluoroapatite) (имя минерала - франколит (Francolite)), и разница между ним и фторапатитом Ca<sub>10</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>6</sub>F<sub>2</sub> в том, что Р частично замещен на C.

Замещение Р<sup>5+</sup> (ионный радиус 0.35) на меньший по размеру С<sup>4+</sup> (0.16) выражается в деформации тетраэдров РО<sub>4</sub> с более короткими расстояниями Р-О и уменьшении параметра ячейки *a*<sub>0</sub><sup>11</sup>.

База данных, компилированная из полной базы PDF Release 2000 (тома 1–50), используется для поиска на данной дифрактограмме (после вычета фона), стандарт # 00-086-0740 найден 2-м из 131,574 кандидатов. Это гидроксилапатит (Hydroxylapatite) Ca<sub>10</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>6</sub>(OH)<sub>2</sub>. Два стандарта карбонат- фторапатита тоже было найдены (# 00-031-0261 и 00-021-0141). Они находятся в списке под номерами 5-м и 6-м. К сожалению, максимальный угол 20, использованный для измерения этих двух экспериментальных стандартов, был слишком малым, по сравнению с текущей дифрактограммой. Вот почему мы выбрали стандарт #01-086-0740 для нашего обучающего файла. Однажды настроенный, он соответствует всем наблюдаемым линиям до 90° очень хорошо.

- Покажите расширенный сегмент (нажмите Extended (расширенный) в раскрывающемся меню Screen (экран)).
- **2.** В списке стандартов нажмите на оригинальный образец 01-086-0740 и убедитесь, что он отмечен, как показано на следующем рисунке.

	SS-WW-PPPP	Compound Name	Formula	Y-Sc
🗸 📀 🔹	01-086-0740	Hydroxylapatite	Ca5(P	100.
🗆 🗇 🗖	01-086-0740	Hydroxylapatite	Ca5(P	100.

Рис. 6-24 Оригинальный стандарт 01-086-0740 отмечен в Main Toolbox (главный набор инструментов)

- 3. Нажмите кнопку Tune Cell (настройка ячейки).
- 4. В списке параметров нажмите **a**, затем нажмите **h00** в раскрывающемся списке **Show (показать)**, чтобы увидеть линии, чье положение зависит только от *a*.
- 5. Сделайте увеличение на одном из (h00)-пиков.
- **6.** Используйте слайдер для тонкой настройки *a*, чтобы описать пик. Фантом пика стандарта, представленный в Расширенном виде, показывает, какие пики двигаются, и насколько далеко они двигаются.
- Пролистайте всю диаграмму, чтобы проверить, все ли линии совпадают с пиками рентгенограммы.
- 8. Повторите шаги 4 7 для параметра *с*, выбирая **00** в раскрывающемся списке Show (показать).
- 9. Используйте кнопки Replace (заменить) или Append (добавить), чтобы либо заменить текущую дифрактограмму, или добавить измененную к списку. Столбцы 'а' и 'с' сохраняют значения а и с для нового образца.

<sup>&</sup>lt;sup>10</sup> Institute of Geology and Mineral Exploration, Athens, Greece – http://www.igme.gr/

<sup>&</sup>lt;sup>11</sup> X-Ray Powder Diffraction Study of Francolite by the Rietveld Method, B. Perdikatsis, Materials Science Forum Vols. 79-82 (1991), pp. 809-814.



Рис. 6-25 (300) линия (находящаяся на 2theta=33.157°) стандарта 01-086-0740 сдвинута, чтобы описать соответствующий пик.

Вы можете сравнить Ваши результаты с рассчитанным стандартом, который приведен в документе

		SS-WV-PPPP	Compound Name	Formula	Y-Sc
	🗸 🜔 🔶	01-086-0740	Hydroxylapatite	Ca5(P	100.
Francolite.EVA	Image: Contract of the second seco	01-086-0740	Hydroxylapatite	Ca5(P	100.

Рис. 6-26 Список дифрактограмм в Toolbox (набор инструментов)

## 6.12 Генератор *hkl*

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 2004/09

Был реализован генератор *hkl*; он создает DIF рентгенограмму из параметров ячейки (для положений линий) и дифрактограмму (для высоты пиков). Это может быть использовано в следующих ситуациях:

- Вы предполагаете, что наблюдаемые линии могут быть пропущены в DIF рентгенограмме; это может быть в случае DIF рентгенограмм низкого качества;
- Вы обнаружили, что стандарт хорошо описывает значительную часть Вашей неизвестной дифрактограммы, но не совместим с химической точки зрения, согласно Вашим представлениям; в результате, Вы предполагаете, что оба материала могут иметь схожие ячейки;
- Вы хотите проверить присутствие возможных линий за пределами рентгенограммы.

Генератор *hkl* генерирует до 500 линий.

### Как использовать генератор hkl?

В Главном Наборе Инструментов (Main Toolbox) выберите **Pattern** (рентгенограмма) в панели объектов. Затем выберите hkl-Gen. (генератор hkl) в панели Data Treatment (обработка данных).

Y-Scale	d x By	Wavelength	Tune Cell	Make Peaks
hkl-Gen.				
Sys Tetra	gonal 💽	a = 9.0906 b = 9.0906	Reset Cu	rrent Scan 🤅
SG 87	14/m	c = 13.469	Edit Dro	p on scan
Cu Co	rrent SG # only nventional SG	be.= 90.000 ga.= 90.000	Get Cell	Append

Рис. 6-27 Панель управления инструментов генератора hkl

Когда Вы хотите генерировать *hkl* из текущей рентгенограммы (т.е. используя параметры ячейки, записанные в стандарте):

- выберите интересующий образец в списке;
- нажмите на Get Cell (получить ячейку).

С другой стороны, если Вы хотите самостоятельно установить параметры ячейки:

 в раскрывающемся списке Sys (система) выберите кристаллическую систему, затем в раскрывающемся списке SG (пространственная группа) выберите пространственную группу, которую Вы хотите симулировать (Вы можете набрать напрямую символ Хермана - Могина (Hermann-Mauguin) в раскрывающемся списке)

— или —

наберите номер пространственной группы в тестовом поле SG;

- нажмите на кнопку Edit (редактирование) для показа диалогового окна Редактирование Параметров Ячейки (Edit Cells Parameters);
- в этом диалоговом окне определите параметры ячейки и нажмите на OK;
- отметьте окно Drop on scan (оставить на дифрактограмме), если Вы хотите адаптировать линии к высоте дифрактограммы, в противном случае, очистите окно;
- нажмите на Append (добавить): это создает DIF рентгенограмму.

### Описание средств управления

Управление	Эффект
Sys. (система)	обозначает кристаллическую систему. В добавление к семи кристаллическим системам можно выбрать Unknown (Неизвестная), чтобы иметь все доступные пространственные группы в с раскрывающемся списке SG (ПГ). Ромбоэдрическая система дублирована, Rhombo H. axes (ромбоэдрическая Н Установка) и Rhombo R. axes
	(ромбоэдрическая R Установка), что означает, соответственно, что ячейка выражена в гексагональной, либо в ромбоэдрической установке.
текстовое поле <b>SG (ПГ)</b> (слева)	показывает номер текущей пространственной группы (SG #). Вы можете ввести номер пространственной группы или символ Хермана – Могина (Hermann-Mauguin).
Раскрываю- щийся список <b>SG (ПГ)</b> (справа)	показывает текущий символ Хермана – Могина (Hermann-Mauguin) пространственной группы. Вы можете выбрать этот символ из списка или ввести существующий символ, или номер пространственной группы.
	Список <b>SG (ПГ)</b> ограничен выбором кристаллической системы и также может быть лимитирован следующими 2 окнами метки.
Current SG # only (только № текущей ПГ)	Отметьте это окно, чтобы ограничить раскрывающийся список SG пространственной группой, которая соответствует текущему номеру пространственной группы.
Conventional SG's (стандарт-ные ПГ)	отметьте это окно, чтобы ограничить раскрывающийся список <b>SG</b> 230 стандартными пространственными группами (230 основных групп Интернациональных Таблиц)
кнопка <b>Reset</b> (восстано- вить)	восстановить все параметры ячейки
кнопка Edit (Редактиро- вание)	нажмите ее для редактирования параметров ячейки. Вы получите диалоговое окно Edit Cells Parameters (редактирование параметров ячейки), который ограничен кристаллической системой, например, есть только один параметр, который может редактироваться, для кубической сингонии.
кнопка Get Cell (получить ячейку)	нажмите эту кнопку, чтобы получить параметры ячейки текущего образца. Нет необходимости редактировать параметры ячейки, если текущий образец имеет полностью задокументированную элементарную ячейку и символ пространственной группы (SG), который является частью списка DIFFRAC <sup><i>plus</i></sup> SG (тот же список, что и в TOPAS).
кнопка Append DIF (присоеди- нить DIF)	нажмите эту кнопку, чтобы присоединить DIF образец, составленный из значений <i>d(hkl)</i>
кнопки Current scan or Current zoom (текущая дифракто- грамма или текущее увеличение)	Значения <i>d</i> ( <i>hkl</i> ) будут ограничены либо текущей дифрактограммой, либо текущим увеличением
окошко метки Drop on scan (оставить на дифракто- грамме)	Отметьте это окно, если Вы хотите дать значениям Y текущей дифрактограммы значения, совпадающие со значениями <i>d(hkl)</i> DIF рентгенограммы. Если окно не отмечено, все линии получают 100% полной шкалы Y.

## 6.13 Совместимость полной рентгенограммы

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 2005/09

Прим.: Этот инструмент доступен только когда **X-Unit (единица X)** составляет **2-Theta** (см. раздел 3.8.1 "Изменение единиц измерений X и Y").

Совместимость полной рентгенограммы (FPM) обеспечивает количественный анализ без стандарта: это полная подгонка измеренной дифрактограммы под дифрактограмму симулированную (составленную) с помощью эмпирической модели формы пика из стандартов PDF.

Этот метод использует:

- коэффициент I/Icor (см. раздел 6.8 "Полуколичественный фазовый анализ");
- подгонку дифрактограммы с помощью псевдо Войт (pseudo-Voigt) функций;
- гипотезу, что или сумма всех концентраций равна 100 %, или известна концентрация добавленного стандарта (см.раздел 6.8.1 "Проведение полуколичественного анализа");

Для метода требуется два предварительных этапа:

- Построение модели формы пика: чтобы учесть специфику Вашего дифрактометра, модель формы пика уточняется на дифрактограмме известного материала, чтобы определить уширение линии, асимметрию линии и смешанный параметр псевдо-Voigt функции в зависимости от 20;
   Этот этап обычно проводится один раз ( за исключением случая модификации конфигурации Вашего дифрактометра); его настоятельно рекомендуют проводить, хотя для EVA он не обязателен (предоставляется модель по умолчанию);
- Определение фаз и включение соответственных стандартов, например, с помощью процедуры поиск/соответствие (см. раздел 10 "Проведение Операции Поиска").

Затем симулируется дифрактограмма для каждого PDF образца, используя факторы ширины и формы пика из модели, а положение и высоту пиков из рентгенограммы. Шкальный фактор и факторы ширины пиков затем уточняются для каждого образца, чтобы минимизировать расхождение между суммой симулированных дифрактограмм и измеренной (процедура уточнения). Смещение образца тоже уточняется (см. раздел 5.11). Также возможно уточнить позиции пиков, предполагая изменение параметров ячейки (параметры ячейки и индексы hkl должны быть заданы в образце, см. Раздел 6.11 "Анизотропное искажение рентгенограммы с использованием операции Tune Cell")

### 6.13.1 Симулирование дифрактограмм

### Форма пика

Форма пика описывается эмпирической моделью. Математическая модель, которая используется для симуляции пиков – разделенная функция псевдо – Войта (split pseudo-Voigt function (PV)):

$$PV_{left}(2\theta) = \eta \cdot L_{left}(2\theta) + (1-\eta) \cdot G_{left}(2\theta)$$
для 2 $\theta$  < 2 $\theta_0$ 

$$PV_{right}(2\theta) = \eta \cdot L_{right}(2\theta) + (1-\eta) \cdot G_{right}(2\theta)$$
для 2 $\theta$  > 2 $\theta_0$ 

где

- 200 позиция линии (вершина пика);
- L<sub>i</sub>(20) функция Лорентца;
- G<sub>i</sub>(20) функция Гаусса;
- η смешивающий фактор или фактор Лорентца.

В EVA FPM форма пика характеризуется тремя параметрами (см. приложение С, тема"Форма пика в Полном соответствии рентгенограммы "):

 Фактор асимметрии А; этот фактор варьируется с положением пика 20 согласно эмпирической модели

$$A = A_0 + \frac{A_1}{\tan(\theta_0)} + \frac{A_2}{\tan^2(\theta_0)}$$

где A<sub>0</sub>, A<sub>1</sub> и A<sub>2</sub> – константы для данной дифрактограммы;

 уширение В; этот фактор варьируется с положением пика 20 согласно эмпирической модели

$$B = B_1 \cdot \tan(\theta_0) + B_2 \cdot \tan^2(\theta_0) + B_3 \cdot \tan^3(\theta_0)$$

где *B*<sub>1</sub>, *B*<sub>2</sub> и *B*<sub>3</sub> - константы для данной дифрактограммы;

 ширина функции Лорентца *B<sub>L</sub>*: этот фактор варьируется с положением пика 2θ<sub>0</sub> согласно эмпирической модели

$$B_{Lleft} = B_{Lleft0} + \frac{B_{Lleft1}}{\tan(\theta)}$$
$$B_{Lright} = B_{Lright0} + \frac{B_{Lright1}}{\tan(\theta)}$$

где B<sub>L left 0</sub>, B<sub>L left 1</sub>, B<sub>L right 0</sub> и B<sub>L right 1</sub> - константы для данной дифрактограммы.

Значения могут быть показаны при помощи кнопки Show (показать) после окончания FPM модельного уточнения.

Из этих значений EVA рассчитывает ширину, которую имел бы пик на 30°; это эталонное значение, чтобы иметь возможность сравнить ширины пиков различных дифрактограмм; не имеет специального значения.

### Высота пика

Высота пика / определяется

- шкалой Y рентгенограммы, S и
- относительной интенсивностью *hkl* линии, обусловленной рентгенограммой, *I<sub>hkl</sub>*, — или —

структурными факторами, когда они доступны (применяется коррекция на поляризацию Лорентца (Lorentz-Polarization)).

Когда используются относительные интенсивности, высота равна

 $I = S \cdot I_{hkl}$ 

Если дифрактограмма была измерена с переменными щелями, относительная интенсивность корректируется, чтобы принять во внимание изменения щели (см. раздел 6.3, тема" Замена щелей, использованных для представления рентгенограмм" — опция, выбранная в раскрывающемся списке **Slits (Pat.) (щели)**, не влияет на FPM).

### Положение пика

Во время подготовки данных Вы могли сдвинуть положение дифрактограммы (инструменты X-Offset или Displacem. (смещение) объектов Scan, см. раздел 5.10 и 5.11). Вы также могли изменить положение пиков рентгенограммы, предполагая изотропное или анизотропное искажение ячейки (инструменты d x By и Tune Cell объектов Pattern (рентгенограммы), см. раздел 6.9 и 6.11).

Смещение образца всегда уточняется в ходе уточнения; значение представлено двумя способами:

- относительно дифрактограммы до начала уточнения: это дополнительное смещение называется "Delta displacement" ("Дельта смещение");
- относительно исходных данных: это общее смещение, называется просто "Displacement" ("Смещение").

Оба значения равны, если никакого смещения не было применено к дифрактограмме до уточнения.

Параметры ячейки также может быть уточнены по запросу во время процесса подгонки. Когда параметры ячейки уточнены, значения для образцов обновляются при нажатии кнопок **Create (создать)** или **Update (обновить)**.

## 6.13.2 Алгоритм уточнения

Уточнение является интерактивным процессом. При каждом шаге параметры изменяются, симулируется новая дифрактограмма, и она сравнивается с измеренной. После каждой итерации новые параметры оцениваются и принимаются или отвергаются для следующей итерации.

Критерием, использующимся для сравнения симулированной и измеренной дифрактограммы, является взвешенный фактор недостоверности  $R_{WP}$ :

$$R_{WP} = \sqrt{\frac{\sum_{i} w_{i} \times \left[ \sum_{i}^{obs} - y_{i}^{calc} \right]^{2}}{\sum_{i} w_{i} \times y_{i}^{obs^{2}}} \times 100\%}$$

где

- *y<sub>i</sub><sup>obs</sup>* интенсивность *i*<sup>th</sup> точки измеренной дифрактограммы;
- *y<sub>i</sub><sup>calc</sup>* интенсивность *i*<sup>th</sup> точки симулированной дифрактограммы
- $w_i$  взвешенный фактор, равный  $1/\sqrt{y_i^{obs}}$

*R*<sub>0</sub> представляет неизбежное расхождение из-за статистики рентгеновской дифракции (шум, моделированный по закону Пуассона). Схожее выражение получается при замене ошибки уточнения измерительной статистической ошибкой:

$$R_0 = \sqrt{\frac{\sum_{i} w_i \times y_i^{obs}}{\sum_{i} w_i \times y_i^{obs^2}}} \times 100\%$$

*R<sub>WP</sub>/R*<sup>0</sup> стремится к 1 при идеальном соответствии полной дифракционной картины.

Алгоритм уточнения использует также алгоритм Метрополиса (Metropolis algorithm), чтобы избежать сходимости в " локальном минимуме " *R<sub>WP</sub>*.

Процедура уточнения останавливается после заданного числа итераций без улучшения взвешенного фактора недостоверности с максимальным числом шагов. Эти параметры могут быть установлены в Settings (установки) (см. раздел 2.11 "вкладка FPM").

## 6.13.3 Определение размеров кристаллитов с помощью формулы Шеррера

Формула Шеррера связывает размер кристаллитов *LC* и полную ширину на половине высоты *FWHM*:

$$LC = \frac{180}{\pi} \cdot \frac{k \cdot \lambda}{\cos\theta \cdot \sqrt{FWHM^2 - s^2}}$$

где

- 180/π конвертирует FWHM из градусов в радианы;
- λ длина волны излучения; выражается в Å (angstrom), LC тоже, таким образом, в Å;
- k константа Шеррера, фактор формы; значение по умолчанию 0.89 (соотношение между полной шириной на половине высоты и интегральной шириной);
- *s* инструментальное уширение, т.е. FWHM для материала, который не испытывает другого уширения, кроме как инструментального вклада; значение по умолчанию 0.

Значения *k* и *s* задаются во вкладке **FPM** диалогового окна Установок (Settings) (см. раздел 2.11).

Размер кристаллитов по формуле Шеррера рассчитывается с помощью FWHM модельного пика на 30° для каждого образца при завершении уточнения (инструменты FPM Model (модель FPM) и FPM Evaluation (вычисление FPM)). Это записано:

- в диалоговом окне FPM Fit Results (результаты уточнения FPM) (отчет показывается при завершении расчетов);
- во вкладке FPM Scan Properties (набор инструментов дифрактограммы) для симулированных дифрактограмм (созданных после завершения уточнения).

### 6.13.4 Моделирование формы пика (модель FPM)

Моделирование формы пика - предварительный шаг, целью которого является минимизация числа параметров уточнения во время вычислений FPM.

EVA имеет дефолтную модель, этот шаг, таким образом, не является обязательным.

Моделью является файл EVA, который был обработан специальным образом. Определяются параметры формы (*A*<sub>0</sub>, *A*<sub>1</sub>, *A*<sub>2</sub>, *B*<sub>1</sub>, *B*<sub>2</sub>, *B*<sub>3</sub>, *B*<sub>L left 0</sub>, *B*<sub>L left 1</sub>, *B*<sub>L right 0</sub> и *B*<sub>L right 1</sub>, см. выше), которые и используются как дефолтные значения для вычислений FPM.

В идеале исходные данные должны иметь хорошо разрешенные, сильные и равномерно расположенные пики в полном интересующем нас диапазоне. Если диапазон вычислений не начинается раньше, чем, скажем, 15 - 20° (Си-излучение), тогда возможно использовать LaB<sub>6</sub>. Если диапазон вычислений стартует от 3 до 5 ° (Си-излучение), мы рекомендуем использовать цеолит фожазита (faujasite zeolite), такой же, какой мы использовали для модельного файла NaY-model.EVA (в папке Tutorial (обучение)).

Предполагается, что на дифрактограмме присутствует чистый материал (только один образец используется для симулирования дифракционной картины), но небольшое содержание примесей допускается.

Здесь важны только положения пиков. Когда используется стандарт, рекомендуется уточнить параметры ячейки. Также можно использовать DIF файл, полученный при поиске пиков (см. раздел 5.6) или с помощью hkl-генератора (см. раздел 6.12).

ToolBo	ж				×
Sca	an Pa	attern Pe	eak Area	Label	Level
1	<u>%</u>	ft 🗙 🖪	1 🖳 💯	₴!≤	
· ①		SS-VVV-PPP	P Compound	Name Formu	ila Y-Sca
	🔽 Dif 🗖	DIF	NaY	NaY-2	85
<u>*</u>					
▼					
2					
۵					
2					
_					
	4	-			
	au All Euro	ant Current	Itoma Coloota	d. 1	i i i i i i i i i i i i i i i i i i i
i u	ay All Exci	epriculient	items delecte	u. i	$\square \bigtriangleup$
Y	-Scale	d x By	Wavelength	Tune Cell	Make Peaks
h	d-Gen.	FPM Model	FPM Eval.		
м	odel fitting	limits:			
				Reset	Show
	NaY		-	Fit Param.	Update

Puc. 6-28 Инструменты Модели FPM в Main Toolbox (главный набор инструментов)

Чтобы создать модель формы Пика, придерживайтесь следующих шагов.

Прим.: убедитесь, что используются оригинальные измеренные данные; особенно важно не работать с данными после вычитания фона, т.к. эта операция меняет форму пиков. Если уточнение производится после Поиска/Соответствия, используйте кнопку **Аррепd (добавить)** для вычитания фона и не забывайте выбирать исходную дифрактограмму для уточнения.

### Подготовка документа Еva

- 1. Создайте новый документ EVA (см. раздел 3.4.1);
- 2. Импортируйте RAW файл материала эталона (см. раздел 3.4.1);
- Импортируйте рентгенограммы (см. раздел 10), или создайте DIF рентгенограмму;
- В основном наборе инструментов, выберите Pattern (рентгенограмма) в списке объектов, и выберите инструмент FPM Model;
- **5.** В раскрывающемся меню для этого инструмента выберите, если нужно, дифрактограмму для детализации.

Когда для фазы вероятно изменение параметров ячейки (например, эффект твердого раствора), необходимо уточнить параметры ячейки:

- 1. Выберите нужный образец в главном наборе инструментов;
- 2. Нажмите на кнопку Properties (свойства);
- кнопка Properties 3. В появляющемся диалоговом окне Pattern Properties (свойства рентгенограммы), отметьте окошки Adjust (уточнить) для уточняемых параметров ячейки
  - **4.** нажмите **ОК**.

Pattern Proper	ties						? ×
Compound : Pattern : I/Ic I/Ic PDF Concentrat	Quartz, syn 00-033-1161 3.60 ion of added r	Formula : I/Ic User eference	SiO2		(blank=un (blank=un	known) known)	
Cell Parameter System: Hexa Bravais L.: Pr Space Group: Z (formula unit	s gonal mitive P3221 (154) s pel cell) = 3	a 4.9 b 4.9 c 5.4	1340 1340 0530	FPM F Adjust	Alpha Beta Gamma	90.000 90.000 120.000	FPM
Markers Head	÷Ţ				Cancel		JK

Рис. 6-29 Установки уточнения параметров ячейки в диалоговом окне Pattern Properties (свойства рентгенограммы)

### Запуск уточнения

- Нажмите на Reset (восстановление), если Вы хотите придать всем параметрам их исходные значения (это не имеет смысла при проведении уточнения в первый раз);
- **2.** Нажмите на **Fit Param. (параметры уточнения)**; EVA показывает диалоговое окно Параметры Модели (Model Parameters);
- 3. В этом диалоговом окне можно установить исходные значения параметров (обычно не имеет смысла, за исключением случаев, когда программа испытывает проблемы со сходимостью) и зафиксировать параметры; как общее правило, Background degree (степень полинома для фона) должна быть 2 или 3, а фактор Broadening (\*tan(th)^3) (уширение) (т.е. В<sub>3</sub>) должен быть зафиксирован со значением 0; все остальные параметры должны уточняться;

Model Parameters	×
Background degree	3
Low limit of fitting *2th	High limit:
Initial data for fitting	
Asymmetry (constant)	1 Fixed
Asymmetry (/tan(th))	0 Fixed
Asymmetry (/tan(th)^2)	0 Fixed
Broadening (*tan(th))	0 Fixed
Broadening (*tan(th)^2)	0 Fixed
Broadening (*tan(th)^3)	0 Fixed
Lorentz width (Left const)	1 Fixed
Lorentz width (Left /tan(th))	0 Fixed
Lorentz width (Right const)	1 Fixed
Lorentz width (Right/tan(th))	0 Fixed
Reset	Cancel OK

Рис. 6-30 Диалоговое окно Параметры Модели (Model Parameters)

 Нажмите на **OK**; этим начинается расчет, показывается диалоговое окно Прогресс (Progress); когда расчет окончен, показываются результаты уточнения FPM.

Step 4	R/R0 = 7.9	RWP =	= 46%	
			Abort	

Рис. 6-31 диалоговое окно Progress (прогресс)

Параметр	Описание
Background degree (степень полинома	Линия фона моделируется как полином; значение в этом раскрывающемся списке – степень полинома;
фона)	Рекомендованное значение - 2 или 3
Low/High limit of fitting (нижний/верхний предел уточнения)	Когда эти текстовые поля пустые, уточнение производится на целой дифрактограмме; значения могут быть установлены для ограничения диапазона, на котором проводится уточнение;
	Нижний предел может быть выбран, как показывает практика, от 3 до 15°
	Рекомендуется устанавливать верхний предел не более, чем 60° с Си излучением, потому что это обычный предел для рассчитанных структурных факторов в PDF-4 и относительно надежный для экспериментальных образцов
Asymmetry (асимметрия)	<ul> <li>В асимметричной модели:</li> <li>(constant) (константа): постоянный член (A<sub>0</sub>); рекомендуется его уточнить</li> <li>(/tan(th)): член, обратно пропорциональный tanθ (A<sub>1</sub>); рекомендуется его уточнить</li> <li>(/tan(th)^2): член, обратно пропорциональный tan<sup>2</sup>θ (A<sub>2</sub>); it is рекомендуется его уточнить</li> </ul>
Broadening (уширение)	<ul> <li>В модели уширения:</li> <li>(*tan(th)): член, пропорциональный tanθ (<i>B</i><sub>1</sub>); рекомендуется его уточнить</li> <li>(*tan(th)^2): член, пропорциональный tan<sup>2</sup>θ (<i>B</i><sub>2</sub>); рекомендуется его уточнить</li> <li>(*tan(th)^3): член, пропорциональный tan<sup>3</sup>θ (<i>B</i><sub>3</sub>); рекомендуется зафиксировать его равным нулю</li> </ul>
Lorentz width (лорентцевская ширина)	<ul> <li>Использованная аналитическая функция – это псевдо - Войт (pseudo-Voigt). Ширина лорентцевской части псевдо-Войта определяется двумя факторами для каждой стороны пика:</li> <li>(Left const): этот член представляет постоянную часть фактора, определяющего ширину функции Лорентца для левой стороны пика (<i>B<sub>L left</sub></i><sub>0</sub>); рекомендуется его уточнить.</li> <li>(Left /tan(th)): член, пропорциональный tanθ для моделирования ширины функции Лорентца для левой стороны пика (<i>B<sub>L left</sub></i><sub>0</sub>); рекомендуется его уточнить.</li> <li>(Right const): этот член представляет постоянную часть фактора, определяющего ширину функции Лорентца для левой стороны пика (<i>B<sub>L left</sub></i><sub>1</sub>); рекомендуется его уточнить.</li> <li>(Right const): этот член представляет постоянную часть фактора, определяющего ширину функции Лорентца для правой стороны пика (<i>B<sub>L right</sub></i><sub>0</sub>); рекомендуется его уточнить.</li> <li>(Right /tan(th)): член, пропорциональный tanθ для моделирования ширины функции Лорентца для правой стороны пика (<i>B<sub>L right</sub></i><sub>0</sub>); рекомендуется его уточнить.</li> </ul>

Параметры, которые могут быть установлены в диалоговом окне Model Parameters (параметры модели).

Прим.:

максимальное значение ширины записано в Settings (установки) (параметр **Maximum FWHM (30)**, см. раздел 2.11 "вкладка FPM"), чтобы избежать нереалистичных решений.

### Отчет об уточнении

Итог процесса уточнения показан в диалоговом окне FPM Fit Results (результаты уточнения FPM). Параметрами, которые показывают совпадение между измеренной и симулированной дифрактограммами, являются R/R0 и RWP: чем они меньше, тем лучше. R/R0 стремится к 1 при идеальном уточнении, но не существует абсолютного значения для RWP, которое может рассматриваться как "норма качества ".

Отчет может быть скопирован в буфер при помощи кнопки Clipboard Copy (копировать в буфер). Он может быть вставлен в другой документ Windows (текстовый или электронную таблицу).

Нажмите на OK для продолжения; это закрывает диалоговое окно FPM Fit Results (результаты уточнения FPM), но отчет все еще может быть извлечен с помощью кнопка Properties кнопки Properties (свойства) дифрактограммы, которая будет создана.

> Кнопка Show (показать) инструментов FPM Model (модель FPM) показывает параметры модели формы пика.

FPM Fit results		×
Sample name: File name: Date of fitting: Fitting limits: Number of steps: R/R0: BWP:	NaY NaY-2-S13R2 06/09/2005 2,000 20 1,52 8,84	2.raw 09:43:16 60,000
Delta displacement: DIF FWHM(30): Crystallite Size (Scherrer): System: Space group: Cell param.:	-0,027 NaY 0,119 681,2 Cubic Fd-3m (227) Initial	mm • A Final
You need to hit the [Create] butto MODEL scan.	on in the tool to	save this Fit result as a new
		Clipboard Copy OK

Рис. 6-32 Отчет об уточнении, показанный в диалоговом окне FPM Fit Results (результаты уточнения FPM)

Следующие данные показаны в отчете.

Объект	Описание		
Sample name (имя образца)	имя образца, записанное в RAW файл		
File name (имя файла)	имя RAW файла		
Date of fitting (дата уточнения)	не требует разъяснений		
Fitting limits (пределы уточнения)	20 диапазон, использованный для уточнения, в градусах		
Number of steps (число шагов)	Число итераций при уточнении		
R/R0	Относительная достоверность <i>R<sub>WP</sub>/R</i> <sub>0</sub> (см. раздел 6.13.2 "Алгоритм уточнения ")		
RWP	Взвешенный фактор недостоверности <i>R<sub>WP</sub></i> (см. раздел 6.13.2 "Алгоритм уточнения ")		
Delta displacement (смещение Дельта)	Смещение, рассчитанное на симулированной дифрактограмме, относительно рабочей дифрактограммы		
DIF	Число PDF файлов и имя продукта или, в случае пользовательской DIF рентгенограммы, имя образца, использованного для создания DIF файла		
FWHM(30)	Полная ширина на половине высоты, которую имел бы модельный пик на 30°		
Crystallite size (Scherrer) (размер кристаллитов по Шерреру)	размер кристаллитов, рассчитанный по методу Шеррера, в ангстремах		
System (сингония)	Симметрия кристалла PDF или DIF образца		
Space group (пространственная группа)	Символика Хермана-Могина (Hermann-Mauguin) и номер пространственной группы		
Cell param. (параметры ячейки)	Если параметры ячейки были уточнены, столбец Initial (начальные) показывает исходные данные, а столбец Final (конечные) – уточненные данные (в Å для длин и в ° для углов)		
Model Parameters (Параметры Модели)	См. Выше раздел "Запуск уточнения "		

### Подтверждение правильности результата и графическая проверка

Нажмите на кнопку **Create (создать)** или **Update (обновить)** для подтверждения результатов. Имейте в виду, что до тех пор, пока Вы не нажали эту кнопку, параметры не сохраняются; важно не производить любых других операций (особенно не выбирать любые другие инструменты), если Вы хотите сохранить результаты.



Специальная иконка для симулированных дифрактограмм Кнопка **Create/Update (создать/обновить)** создает новую дифрактограмму, которая является симулированной; она идентифицируется в списке дифрактограмм главного набора инструментов по иконке, показывающей красную букву М ("модель", в то время, как измеренные дифрактограммы имеют номер в иконке).

Чтобы уловить расхождения между измеренной и симулированной Дифрактограммой:

1. в раскрывающемся окне Screen (экран) выберите Extended (расширенный) (см. раздел 3.7 "Расширенная Мода Показа ");

**2.** произведите вычитание дифрактограммы (см. раздел 5.15 "Суммирование и Вычитание Дифрактограмм");

разностная кривая показана в расширенном виде.





Рис. 6-33 Совмещенные кривые и разностная кривая, показанные в расширенном виде

### Сохранение FPM Модели

Если результаты удовлетворительные, тогда в меню File выберите Save As Current FPM Model (сохранить как текущую FPM модель): это создает EVA файл и устанавливает этот EVA файл в текстовое окно Current Model (текущая модель) диалогового окна Settings (установки), вкладка FPM.

Вы можете также сохранить EVA файл, как обычно, и установить его позднее в диалоговом окне Settings (установки) (см. раздел 2.11 "Вкладка FPM").

		FPM	
Maximum step counts	20	Current Model	
Maximum failure counts	11	C:\Diffplus\NaY-model-1.EVA	
Initial FWHM(30)	0.15	0.15 Creation date: 12/08/2005 08:46:12 Fitting limits: 2,000 to 60,000 0.05 Description:	
Minimum FWHM(30)	0.05		
Maximum FWHM(30)	1		
Randomization factor (0-100%)	100	Select PDF-4 databases for structure factors	
Scherrer constant	0.89		
Instrumental FWHM(30)	0		
Displacement correction	Apply to P Apply to P	the original scan Reset to Default Values	

Рис. 6-34 вкладка FPM диалогового окна Setting (установки)

Советы: рекомендуется давать имя, которое сделает возможным простое распознавание между "традиционным!" документом EVA и Моделями; например, Вы можете дать всем Вашим моделям имена, начинающиеся с "Model"; тогда возможно показывать только Модели при выборе текущей Модели. Для этого просто наберите Model\* в текстовом окне
File name (имя файла) диалогового окна Open (Открыть) во время выбора FPM Модели (FPM Model) и нажмите на **Open**.

#### 6.13.5 Определение неизвестного (определение FPM)

Для определения неизвестного образца необходимо иметь дифрактограмму и интересующий PDF стандарт в документе EVA.

Прим.:	убедитесь, что используются оригинальные измеренные данные;
	особенно важно не работать с данными после вычитания фона, т.к. эта
	операция меняет форму пиков. Если уточнение производится после
	поиска/соответствия, используйте кнопку Append (добавить) для
	вычитания фона и не забывайте выбирать исходную дифрактограмму
	для уточнения.

Для каждой выбранной дифрактограммы EVA уточняет шкальный фактор и параметры ширины подгонкой, и результат переводится в концентрации, используя корундовые числа I/Icor.

Прим.: это очень важно проверять, указано ли значение I/Icor в стандарте PDF. Если нет, программа либо использует Ваше значение для этого образца (если Вы его определите, см. раздел 6.4 "Изменение свойств рентгенограммы"), или значение по умолчанию 1, но тогда значения концентраций будут наиболее некорректными. Предпочитайте стандарты, которые рассчитаны из структурной базы данных: они всегда имеют значение I/Icor, которое, в общем, более достоверны, чем экспериментальные значения.

Во время уточнения уточняется смещение образца. Возможно также уточнить параметры ячейки при условии, что они известны, и образец проиндексирован.

#### Подготовка документа Еva

Когда для фазы вероятно изменение параметров ячейки (например, эффект твердого раствора), необходимо уточнить параметры ячейки:

1. Выберите нужный образец в главном наборе инструментов;



- 2. Нажмите на кнопку Properties (свойства);
- кнопка Properties
- **3.** В появляющемся диалоговом окне Pattern Properties (свойства образца), отметьте окошки **Adjust (уточнить)** для уточняемых параметров;
  - 4. Нажмите ОК.

Pattern Proper	ties					? ×
Compound :	Quartz, syn					
Pattern :	00-033-1161	Formula : SiO2	2			
- 1/1c 1/1c PDF Concentrat	3.60 I.	/lc User		(blank=unk (blank=unk	nown) nown)	
Cell Parameter	18					
System: Hexa Bravais L.: Pri	igonal imitive	a 4.91340	FPM	Alpha :	90.000	FPM
<ul> <li>Space Group:</li> <li>Z (formula unit</li> </ul>	P3221 (154) s pel cell) = 3	b 4.91340	Γ	Beta S	90.000	
	o por com, - o	c 5.40530	<b>⊽</b> Adjust	Gamma	120.000	☐ Adjust
Markers Head	÷ <b>!</b>			Cancel		IK

Puc. 6-35 Установки уточнения параметров ячейки в диалоговом окне Pattern Properties (свойства рентгенограммы)

#### Запуск уточнения

- Чтобы запустить уточнение:
- 1. В главном наборе инструментов, панель Patterns (рентгенограммы) выберите

инструменты FPM Eval (pacчет FPM);

ToolBo	ж						×
Sca	an Pa	ttern F	Peak	Area	La	abel	Level
1	¥ 🖻	12 × I	1	Q. 70	<b>2</b>		æ 🔺
- <u>†</u>		SS-VVV-PP	PP	Compound	Name	Formula	Y-Scal
j.	Image: Second	01-072-19	37	Calcite		CaCO3	95
. ×.	<b>₽9</b> •	01-083-01	14	Brucite		Mg(	10
<u> </u>	🗹 😋 🔺	01-075-22	30	Aragonite		Ca(CO3)	20
-							
- ×							
汨							
<b>\$</b>							
621							
Q							
	•						•
🗖 Gr	ay All Exce	ept Current	lte	ems Selected	± 3		) 
Y	-Scale	d x By	1.	/avelength	Tune (	Cell   Mał	ke Peaks
h	d-Gen.	FPM Mode		PM Eval.			
0	Limit to cur	rent model	from	2,000 to 60.	.000	Bac	karound
œ	Limit From	2	To	60	Bese	t dea	3 🔻
_		1-					
	Calcite, A	ragonite, Br	ucite	-	Evalua	ite C	reate

Рис.. 6-36 Инструменты FPM Eval

- В списке объектов выберите интересующие Вас рентгенограммы; используйте множественный выбор Windows (удерживайте кнопки CTRL или SHIFT при щелчке мышью); только выбранные рентгенограммы будут использованы для симуляции дифрактограммы, и, таким образом, будут определены количественно;
- Если документ включает несколько дифрактограмм, выберите интересующую Вас дифрактограмму из раскрывающегося списка;
- 4. нажмите **Reset (восстановить)**, если Вы хотите вернуть параметры к их значениям по умолчанию (это бесполезно для первого вычисления);
- Если Вы хотите изменить интервал 20, использованный для уточнения, выберите опцию Limit from (предел от) и измените значения в текстовых полях;
- Если Вы хотите изменить степень полинома, использованного для симуляции фона, выберите новое значение в раскрывающемся списке Background (фон);

Нажмите **Evaluate (расчет)**; начнется уточнение; будет открыто диалоговое окно Progress (прогресс); по окончании уточнения появляется отчет в диалоговом окне FPM Fit Results (результаты уточнения FPM).

Step 4	R/R0 = 7.9	RWP =	= 46%
			Abort

Рис. 6-37 Диалоговое окно Progress (прогресс)

Прим.: по договоренности, весовой фактор при уточнении профиля устанавливается равным нулю для всех точек данных в отмененных диапазонах, таким образом, эти диапазоны не влияют на уточненные параметры (см. раздел 6.16 « Подготовка остаточной дифрактограммы»). Таким образом становится возможным удалить паразитные пики или аморфный участок.

#### Отчет об уточнении

Итог процесса уточнения показан в диалоговом окне FPM Fit Results (результаты уточнения FPM). Параметрами, которые показывают совпадение между измеренной и симулированной дифрактограммами, являются **R/R0** и **RWP**: чем они меньше, тем лучше. **R/R0** стремится к 1 при идеальном уточнении, но не существует абсолютного значения для **RWP**, которое может рассматриваться как "норма качества".

Отчет может быть скопирован в буфер при помощи кнопки **Clipboard Copy** (копировать в буфер). Он может быть вставлен в другой документ Windows (текстовый или электронную таблицу).

Нажмите на **OK** для продолжения; это закрывает диалоговое окно FPM Fit Results (результаты уточнения FPM), но отчет все еще может быть извлечен с помощью кнопка **Properties** кнопки **Properties** (свойства) дифрактограммы, которая будет создана.

FPM Fit results			×
Sample name: File name: Date of fitting: Fitting limits: Number of steps: R/R0: RWP: Delta displacement: Concentrations:	Calcite, Ara m1.RAW 31/08/200 2,300 20 2,66 12,7 -0,169	agonite, Brucite 5 17:26:45 59,980 mm	
01-072-1937 01-083-0114	54,1% 26,8%	CaCO3 Calcite Mg(OH)2 Brucite	
You need to hit the [Create scan.	] button in the tool	to save this Fit result a	s a new EVAL
		Clipboard Copy	OK

Рис. 6-38 Диалоговое окно FPM Fit Results (результаты уточнения FPM)

Следующие данные показаны в отчете.

Объект	Описание
Sample name (имя образца)	имя образца, записанное в RAW файл
File name (имя файла)	имя RAW файла
Date of fitting (дата уточнения)	не требует разъяснений
Fitting limits (пределы уточнения)	20 диапазон, использованный для уточнения, в градусах

Объект	Описание
Number of steps (число шагов)	Число итераций при уточнении
R/R0	Относительная достоверность <i>R<sub>WP</sub>/R</i> <sub>0</sub> (см. раздел 6.13.2 "Алгоритм уточнения ")
RWP	Взвешенный фактор недостоверности <i>R<sub>WP</sub></i> (см. раздел 6.13.2 "Алгоритм уточнения ")
Delta displacement (смещение Дельта)	Смещение, рассчитанное на симулированной дифрактограмме, относительно рабочей дифрактограммы
Concentrations (концентрации)	<ul> <li>Вычисленные массовые концентрации могут быть показаны:</li> <li>Для каждого образца;</li> <li>Для каждого элемента, вычисленные по химическим формулам образцов.</li> <li>Дополнительно каждый элемент (кроме кислорода) превращается в свой наиболее распространенный оксид, тогда показываются концентрации оксидов. Когда соединения не представляют собой наиболее распространенные оксиды, существует разница между концентрацией кислорода вычисленной из формулы образца и концентрацией кислорода в наиболее распространенных оксидах. Эта разница, называемая Избыток кислорода (<b>Охудеп ехсезs</b>), затем бывает показана</li> <li>Также см. раздел 6.8.4 «Опции», тема Дисбаланс кислорода ("Option".)</li> </ul>
Model Parameters (параметры модели)	См. раздел 6.13.4 " Запуск уточнения "
Для каждого Образца	
FWHM(30)	Полная ширина на половине высоты, которую имел бы модельный пик на 30°
Crystallite size (Scherrer) (размер кристаллитов по Шерреру)	размер кристаллитов, рассчитанный по методу Шеррера, в ангстремах
System (сингония)	Симметрия кристалла PDF образца
Space group (пространственная группа)	Символика Хермана-Могина (Hermann-Mauguin) и номер пространственной группы
Cell param. (параметры ячейки)	Если параметры ячейки были уточнены, столбец Initial (начальные) показывает исходные данные, а столбец Final (конечные) – уточненные данные (в Å для длин и в ° для углов)

#### Подтверждение правильности результата и графическая проверка

Нажмите на кнопку **Create (создать)** или **Update (обновить)** для подтверждения результатов. Имейте в виду, что до тех пор, пока Вы не нажали эту кнопку, параметры не сохраняются; важно не производить любых других операций (особенно не изменять выбор рентгенограммы или выбирать любые другие инструменты), если Вы хотите сохранить результаты.

Ē

Специальная иконка для симулированных дифрактограмм Кнопка Create/Update (создать/обновить) создает новую дифрактограмму, которая является симулированной; она идентифицируется в списке дифрактограмм главного набора инструментов по иконке, показывающей синюю букву Е ("evaluation ", в то время как измеренные дифрактограммы имеют номер в иконке).

Чтобы уловить расхождения между измеренной и симулированной Дифрактограммой:

- в раскрывающемся окне Screen (экран) выберите Extended (расширенный) (см. раздел 3.7 "Расширенная Мода Показа ");
- **2.** произведите вычитание дифрактограммы (см. раздел 5.15 "Суммирование и Вычитание Дифрактограмм");

разностная кривая показана в Расширенном виде.



Рис. 6-39 Разница между измеренной и симулированной дифрактограммами в расширенной моде



Для вывода рассчитанного состава выберите симулированную дифрактограмму, нажмите на кнопку **Properties (свойства)**, тогда открывается диалоговое окно «Свойства», результаты – в таблице **FPM**.

кнопка Properties

Отчет может быть скопирован в буфер при помощи кнопки **Clipboard Copy** (копировать в буфер). Он может быть вставлен в другой документ Windows (текстовый или электронную таблицу).

Документ EVA может быть сохранен как обычно.

### 6.14 Создание пиков из рентгенограммы



Рис. 6-40 Панель управления «Создание пиков»

# <u>Make Peaks</u> Нажмите кнопку **Make Peaks (создание пиков)** в панели обработка данных, чтобы получить доступ к панели управления «Создание пиков».

Вы можете конвертировать рентгенограмму в список Пиков, в котором каждый пик соответствует одной из линий рентгенограммы.

EVA позволяет Вам:

- выбрать полную рентгенограмму: нажмите опцию Full Pattern (полная рентгенограмма).
- Выбрать часть рентгенограммы, соответствующую текущему диапазону дифрактограммы: нажмите опцию Limit to Current Scan (ограничен текущей дифрактограммой).
- Выбрать часть рентгенограммы, отраженной на Рабочей панели в данный момент: нажмите опцию limit to Current Zoom (ограничен текущим увеличением).
- Выбрать часть рентгенограммы по Вашему желанию: нажмите опцию Limit (предел) и введите начальное и конечное значение X.

Дополнительно, Вы можете установить высоту каждой индивидуальной линии равной интенсивности активной дифрактограммы в положении X, в котором эта линия находится. Для этого выберите **Drop on current Scan (оставить объекты на текущей дифрактограмме)**.

Вы также можете отделить интенсивности таким образом, чтобы сохранялись только пики с интенсивностью более заданного предела:

- 1. Выберите окно метки Filter below (отделить ниже).
- Выберите опцию Int (интенсивность) для указания абсолютной величины предела

   или
   или

выберите опцию % для указания предела в процентах.

- 3. Введите значение предела в текстовом поле напротив окна метки Filter below (отделить ниже).
- Прим: 100% (по определению) является наивысшей точкой всех дифрактограмм, отображенных в Главном Наборе инструментов (отмеченных или нет). Строка состояния предоставляет информацию как об интенсивности, так и о соответствующему процентному значению текущей позиции курсора.

Число обнаруженных пиков согласно Вашим установкам отображается рядом с Peaks found (Найденные пиками). Нажмите Append To List (добавить к списку) чтобы перенести вычисленные в список пиков, где они могут быть отредактированы.

# 6.15 Экспортирование рентгенограммы как DIF файл

Команда Export ► Current Pattern as DIF file (экспортирование текущей рентгенограммы как DIF файл), находящаяся в меню File предоставляет быстрый и простой способ подготовки Образца для базы данных пользователя или для программ, которые не имеют доступа в базу данных PDF, но могут читать DIF файлы.

См. раздел 3.1.2 Панель Меню – Меню «Вид» и 3.1.3 Панель инструментов.

# 6.16 Подготовка остаточной дифрактограммы

Подготовка остаточной дифрактограммы из рентгенограмм (инструменты **Residue** (остаток)) отсутствует для лицензий, выданных до 2006/09

L		1		
l	⇒	0.1062	FWHM	Reset
Ţ	' 🔶	0.05	Min	Apply

Рис. 6-41 Панель управления Residue (Остаток)

Иногда бывает трудно определить примесные фазы, так как стандарты, соответствующие основным пикам занимают более высокое положение в списке. Можно исключить уже описанные диапазоны, чтобы увеличить вес (Значение) неописанных диапазонов, таким образом, определение примесных фаз, которые описывают эти диапазоны, становится более вероятным.



Одним из решений является проведение исключения вручную, в режиме «Остаточная дифрактограмма» с помощью клавиши **F9**, или кнопки **Residual scan** (остаточная дифрактограмма), или в меню Вид, опция **Residual scan mode** (режим остаточной дифрактограммы). См. разделы 3.1.2 темы "Панель меню", 3.1.3 "Панель инструментов" и раздел руководства Поиск/Соответствие: 4.3 "Обучение 3: «Подготовка остаточной дифрактограммы»

Когда фазы определены, становится возможным использовать стандарты для исключения областей вокруг пиков. Это значительно быстрее, так как несколько областей исключается одним нажатием, но менее аккуратно, чем проведение процедуры вручную, так как невозможно точно определить основание каждого пика.

Чтобы сделать это:

- В Главном наборе инструментов выберите вкладку Pattern (рентгенограмма);
- В списке выберите интересующую Вас рентгенограмму;
- Выберите инструмент Residue (остаток);
- Установите вокруг линий рентгенограммы ширину зоны, которую нужно исключить, с помощью слайдера; также можно ввести ее значение вручную в текстовом поле FWHM; ширина исключаемой области высчитывается исходя из высоты каждого пика и FWHM;
- Нажмите Apply (применить).

Если Вы хотите восстановить отмененную часть, просто нажмите **Reset** (восстановить); это также восстанавливает части, удаленные вручную.

Чтобы больше узнать о	Смотри
способ просмотра отмененных частей	раздел 2.3 "Вкладка Рисунки: Показать удаленное»
влияние отмененных частей на совмещение	раздел 5.16 " Совмещение дифрактограмм: описание алгоритма совмещения"

# 7 Работа с пиками

# 7.1 Информация, доступная для пиков в главной панели инструментов

Элемент	Описание
Подпись (Caption)	Обычно генерируется автоматически, однако ее можно редактировать в диалоговом окне Peak Properties (свойства пика)
Условные обозначения (Legend)	Если подпись пика слишком длинна для надписи на диаграмме, ее можно вписать в список позиций и обозначить на графике условным знаком (выбирается в диалоговом окне Peak Properties)
Угол (Angle)	Фактическое местонахождение пика (обычно угол, зависящий от выбранных единиц измерения X)
Значение d (d- value)	Фактическое значение <i>d</i> (для дифрактограмм, не измеренных по 2-тета, отображается «n.a.» («отсутствует»))
Интенсивность (Intensity)	Интенсивность в выбранных единицах Y (импульсы или импульсы в секунду)
% интенсивности (Intensity %)	Отношение интенсивностей в % (от максимального пика, зарегистрированного в главной панели инструментов)
hkl	hkl-индексы пика

# 7.2 Изменение свойств пика

Peak Propert	ies: Single Selection	? ×
Title = d=1,80	0239	Legend
d value	h k l Orientation	, <u> </u>
Angle 50.6025	Caption Size (pixels)	12 3
Intensity 5480.07	Cancel	OK

Рис. 7-1 Диалоговое окно свойств пика

Для доступа к диалоговому окну Peak Properties (свойства пика):

1. Щелкните мышью на нужный пик в главной панели инструментов.



2. Нажмите кнопку Properties (свойства), чтобы отобразить диалоговое окно Peak Properties.

Состав информации, отображаемой на пике либо в расшифровке, определяется содержимым поля **Title (название)** и положением пика. Те же настройки доступны во вкладке **Sizes (размеры)** пункта Settings (установки). Как правило, пользователю требуется одинаковый вид всех пиков, для чего необходимо задать индивидуальные настройки EVA (не для всех пиков). Если требуется, чтобы один из пиков выглядел иначе, настройки можно изменить на уровне пика. На обоих уровнях действует одно и то же правило.

Используйте следующие коды для автоматического заполнения заголовка пика:

Чтобы отобразить:	наберите:
угол X или 1/d	%1
значение d (недоступно для типов сканирования по X, отличных от 2 $ heta$ )	%2
Интенсивность в выбранных единицах (импульсы или импульсы в секунду)	%3
Отношение интенсивностей в % (по сравнению с пиком с максимальной интенсивностью, отмеченным в главной панели инструментов)	%4
<i>hkl-</i> индексы (если пик производится из рентгенограммы, либо <i>hkl-</i> индексы вводятся непосредственно в диалоговом окне Peak Properties)	%5

*hkl*-индексы, относящиеся к текущему пику, можно ввести в поля **h**, **k** и **l**. Однако, если пик был создан из рентгенограммы, EVA отображает *hkl*-индексы, соответствующие линии, для которой создается пик.

Если название пика очень длинное, может оказаться удобным вставить его в подпись графика, а не в область диаграммы. В этом случае краткая расшифровка (текст, вводимый в поле **Legend (условные обозначения)**, который можно редактировать после установки флажка **Legend**) используется в качестве метки на участке диаграммы и в подписи для введения длинного названия пика.

Прим.: Существует фиксированное соотношение между размером подписи в пикселях (экранный размер) и размером подписи в мм (размер на бумаге). Это соотношение выводится из двух соответствующих значений, определенных в настройках, и позволяет вычислить размер на бумаге, если видна надпись на экране. При редактировании этого окна изменение одного значения автоматически приводит к изменению второго (нередактируемого) значения.

Случай множественного выбора

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 2004/09

При выборе нескольких пиков (с помощью множественного выбора Windows<sup>®</sup>) диалоговое окно Peak Properties отображает только параметры, которые могут быть общими для нескольких пиков, т.е. Title (название), Orientation (направление), Arrowhead (стрелка) и Caption sizes (размер подписей).

Peak Properties: Multiple Selection	? ×
Title	
d=%2	
Orientation 0	÷Į
Caption Size (pixels) 12	
Caption Size (mm) 3	
Cancel	OK

Рис. 7-2 Диалоговое окно Peak Properties (свойства пика) при множественном выборе.

## 7.3 Редактирование текущего пика

Редактирование пиков является частью создания новой пользовательской рентгенограммы. Шаги этой процедуры описаны в следующих разделах руководств DIFFRAC<sup>*plus*</sup>:

Руководство	Раздел	Тема
EVA	5.6	Поиск пика на дифрактограмме (создание списка пиков)
	7.3	Редактирование списка пиков
	7.4	Создание DIF рентгенограммы по списку пиков
	7.6	Экспорт DIF рентгенограммы в файл DIF
PDFMAINT	7.4.1	Создание новой рентгенограммы в пользовательской базе данных
	7.5.4	Импорт файла DIF в пользовательскую рентгенограмму



Рис. 7-3 Панель управления редактированием

По завершении поиска пика автоматически появляется доступ к панели Peak/Edition (пик/редактирование), позволяющей редактировать отдельные пики.

В некоторых случаях может потребоваться непосредственно ввести новые пики вместо автоматического поиска или в дополнение к нему. В этом случае доступ к панели управления Peak/Edition производится нажатием кнопки **Peak (пик)** в верхней части главной панели инструментов, после чего необходимо нажать кнопку **Edition (редактирование)**.

Существующий пик можно редактировать в этой панели или перетащить в другое место. При перемещении или редактировании существующих пиков рекомендуется включать побочное изображение, чтобы отметить текущий пик вертикальной линией.

Чтобы удалить пик, выберите его в главной панели инструментов или на рабочем окне, чтобы активировать его, и нажмите кнопку **Delete (удалить)** в панели обработки данных.

Чтобы создать новый пик, нажмите на символ пика в главной панели инструментов, и перетащите его в нужное место. Если необходимо, чтобы новый пик точно попал на текущую дифрактограмму, удерживайте клавишу CTRL при выполнении данной операции. Аналогичный результат можно получить, нажав Drop Selection on Scan (оставить выбранные объекты на дифрактограмме).

#### Оставление выбранных объектов на дифрактограмме

При нажатии этой кнопки координата X пика сохраняется, а его ордината изменяется до фактической интенсивности дифрактограммы для данной абсциссы. Эта функция дает два преимущества:

- если пик был помещен вручную, его высота автоматически корректируется до *точного* значения дифрактограммы;
- если пик был определен автоматически, функция использует дополнительный фильтр, удаляющий статистически незначимые пики.



Edition



Касательно второго пункта, поиск пиков часто выполняется для подготовки данных для кристаллографии. Поэтому Kα<sub>2</sub> линия удаляется, тогда автоматический поиск пика выполняется на дифрактограмме *до* вычета фона (вычет фона вносит артефакты, что позволяет использовать фильтр, как описано далее).

После нахождения пиков фон вычитается, а пики корректируются по дифрактограмме с помощью кнопки **Drop Selection on Scan** (выберите все пики и убедитесь, что вычтенная дифрактограмма активна). Затем «потеря высоты» пика сравнивается с его окончательной высотой. Обозначим *I<sub>P</sub>* амплитуду пика до вычета фона (т.е. начальную интенсивность), а *I<sub>N</sub>* – амплитуду того же пика после вычитания фона (т.е. чистую амплитуду).

Потеря высоты  $I_P - I_N$  представляет собой аппроксимацию амплитуды фона;  $\hat{\sigma} = \sqrt{I_P - I_N}$  является аппроксимацией стандартного отклонения (в соответствии с Пуассоновской статистической моделью); пик сохраняется, если

 $I_N > n \cdot \sigma$ 

и удаляется в противном случае. *n* – целое число, выбираемое в раскрывающемся списке **Filter (фильтр)**; классическое значение, используемое в статистике, равно 3 (значение по умолчанию).

Использовать данный фильтр имеет смысл только в том случае, если пики перетаскиваются с дифрактограммы с фоном на ту же дифрактограмму после вычитания фона. При использовании этой функции при переносе пиков с одной дифрактограммы на другую присвойте фильтру значение **None (нет)**.



Чтобы	смотри
узнать больше об автоматическом поиске	раздел 5.6 «Выполнение поиска
пиков	ПИКОВ»

## 7.4 Создание DIF рентгенограммы из списка пиков

Создание DIF рентгенограммы является этапом создания пользовательской рентгенограммы. Различные этапы этого процесса описаны в следующих разделах руководств DIFFRAC<sup>*plus*</sup>:

Руководство	Раздел	Тема
EVA	5.6	Поиск пиков на дифрактограмме (создание списка пиков)
	7.3	Редактирование списка пиков
	7.4	Создание DIF рентгенограммы по списку пиков
	7.6	Экспорт DIF рентгенограммы в файл DIF
PDFMAINT	7.4.1	Создание новой рентгенограммы в пользовательской базе данных
	7.5.4	Импорт файла DIF в пользовательскую рентгенограмму

Raw 🔳	Calcite, Aragonite, Brucite	[Op:] Import	
Use Peaks	7 Selected		
			Make DIF



Создать образец DIF можно сразу после поиска пиков, либо из списка выбранных пиков.

Make DIF

Прежде, чем нажимать **Make DIF (создать DIF)**, убедитесь, что выбраны все нужные пики, и они относятся именно к текущей дифрактограмме. Это важно, поскольку образец DIF должен создаваться из правильной дифрактограммы. Название и цвет текущей дифрактограммы отображаются в главном наборе инструментов.

После создания образец DIF добавляется к списку пиков. Чтобы экспортировать его в файл DIF, нажмите Export Current DIF Pattern (экспорт текущей DIF рентгенограммы) в меню File. Экспортированные файлы DIF содержат *hkl*-индексы, если последние имеются в документе EVA.

# 7.5 Изменение масштаба дифрактограмм, чтобы они разделяли общий пик



Рис. 7-5 Нормирование дифрактограмм с помощью панели управления Нормирования (Normalize)

Возможно изменение масштаба дифрактограмм для получения общей точки. Эта точка может соответствовать существующему пику либо задаваться пользователем: **1.** В главном наборе инструментов нажмите на первую дифрактограмму в списке.



- 2. Нормируются только дифрактограммы, помеченные в списке: пометьте дифрактограммы, которые необходимо нормировать нажатием кнопки Check (пометка).
- 3. Нажмите Peak (пик), чтобы отобразить список пиков, затем нажмите Normalize (нормировать) для доступа к панели управления нормированием.
- 4. Если интересующее положение соответствует существующему пику, выберите его из списка пиков и нажмите пункт At Current Peak Position (в текущем положении пика).

— или —

Если Вы хотите задать значения X и амплитуды непосредственно, выберите опцию At Angle (при угле) и введите значения в соответствующие поля.

**5.** Нажмите **Apply (применить)**, чтобы нормировать все видимые дифрактограммы.

Чтобы узнать больше о	смотри
нормировании дифрактограмм	раздел 5.13 «Нормирование дифрактограмм»

### 7.6 Копирование результатов пиков

Пользователь может создать в своем документе DIF рентгенограмму, сходную с эталоном (представленным масштабируемыми штрихами). Однако он, в отличие эталона, не соответствует глобальным настройкам для постоянных или переменных щелей. Основная цель создания образца DIF — его экспорт в другие программы (например, WINMETRIX, WININDEX и PDFMAINT) с помощью команды **Export Current DIF Pattern (экспорт текущей DIF рентгенограммы)** в меню **File**.

Руководство	Раздел	Тема
EVA	5.6	Поиск пиков на дифрактограмме (создание списка пиков)
	7.3	Редактирование списка пиков
	7.4	Создание DIF рентгенограммы по списку пиков
	7.6	Экспорт DIF рентгенограммы в файл DIF
PDFMAINT	7.4.1	Создание новой рентгенограммы в пользовательской базе данных
	7.5.4	Импорт файла DIF в пользовательскую рентгенограмму

Экспорт образца DIF является этапом создания пользовательского образца. Различные этапы этого процесса описаны в следующих разделах руководств DIFFRAC<sup>plus</sup>:



Можно также скопировать список и вставить его в таблицу или другую программу. Чтобы вставить список пиков в таблицу (например, Excel) из трех столбцов — d, 2θ, и I(%) — и отсортировать его по увеличению 2θ, выполните следующее:

- В меню Peak (пик) главного набора инструментов нажмите кнопку Column Settings (настройки столбцов), чтобы отобразить диалоговое окно Column Selection (выбор столбца) (см. рис. 7-6).
- 2. Удерживая клавишу CTRL, нажимайте пункты Caption (подпись), Legend (условное обозначение) и Intensity (интенсивность) в списке Show the following columns (показать следующие столбцы).
- 3. Нажмите Remove (удалить), чтобы переместить выбранные позиции из списка Show the following columns (показать следующие столбцы) в список Available Columns (доступные столбцы).
- Нажмите OK, чтобы выйти из диалогового окна выбора столбца: в главной панели инструментов отображаются только столбцы Angle, d value и Intensity (%) (угол, значение d и интенсивность).
- 5. В Главном Наборе Инструментов (Main Toolbox) нажмите на заголовок столбца Angle (угол), чтобы рассортировать пики.
- 6. Удерживая клавишу CTRL, нажмите на все пики, которые требуется выделить.
- **7.** Нажмите кнопку **Сору (копировать)**, чтобы скопировать выбранные пики в буфер обмена.

кнопка Сору

8. Вставьте скопированные пики в электронную таблицу.

Column Selection	? ×
Available Columns:	Show the following columns Caption Angle d value Intensity Intensity % HkI S2 pixels Default
	Columns are displayed from the left to right
Save As Default Restore Default	Reset Cancel OK

Рис. 7-6 Диалоговое окно Column Selection (выбор столбцов) для пика.

(страница намеренно оставлена пустой)

# 8 Работа с участками

### 8.1 Общие сведения

Расчеты участков производятся по интервалам между 2 точками, называемыми "точками входа" (обычно вводятся с помощью мыши). Это статистические расчеты, основанные на допущении о наличии единственного пика в интервале; они дают информацию, например, о положении максимума пика и эффективной площади пика. Это *не* профильное уточнение; для решения данной задачи необходимо использовать специальное программное обеспечение, например, DIFFRAC<sup>*plus*</sup> TOPAS.

#### Крайние точки расчета участка: левый угол и правый угол

Это углы (выраженные в °) точек дифрактограммы, ближайших к входным точкам (значения, введенные с клавиатуры или с помощью мыши, округляются для подгонки к записанным положениям).

#### Интенсивность на обоих концах: интенсивность слева и справа

Амплитуда фона слева и справа выражается в импульсах в секунду. Каждое значение представляет собой среднее по точкам дифрактограммы в окрестностях точек входа; среднее значение рассчитывается по 1 – 7 точкам. Количество точек *B*, участвующих в расчете среднего значения, зависит от общего количества *N* точек данных, включенных в выбор участка:

Ν	<b>B</b> *
<i>N</i> < 10	1
$10 \leq N < 20$	3
$20 \leq N < 30$	5
N ≥ 30	7

\* Эти значения можно уменьшить, если выбранный интервал должен находиться на левом или правом краю дифрактограммы.

# Максимум пика: Измеренный Максимум (Obs. Max.), d(Obs. Max.), интенсивность в максимуме (Max. Int.) и Net Height (суммарная высота)

Наибольшее значение в интервале может оказаться ложным из-за флуктуаций шума. Положение максимума пика ищется построением параболы через точки, находящиеся вокруг максимального значения, эффективная амплитуда которых превышает 75% эффективного наблюдаемого максимума.

Положение **Obs. Max. (измеренный максимум)** максимума пика задается в единицах дифрактограммы (плюс *d* в Å, если это 20 дифрактограмма). Выходная амплитуда «брутто» **Max. Int. (интенсивность в максимуме)** — это интенсивность вершины аппроксимирующей параболы, выраженная в импульсах в секунду. **Net Height (суммарная высота)** — амплитуда брутто минус амплитуда фона, определяемая линейным фоном между левой и правой крайними точками.



Рис. 8-1 Определение фона и максимума

#### Полная ширина на половине высоты: FWHM

Для расчета этого значения EVA использует линию, равноудаленную от линии фона и подобранного максимума и параллельной расчетному фону. Количество пересечений этой линии и дифрактограммы проверяется с обеих сторон от абсолютного максимума. **FWHM** — это результат подсчета (при отсутствии пересечений выводится n.a. (отсутствуют)).

- С левой и правой сторон наблюдаемого максимума имеется нечетное количество пересечений.
- Среднее значение точек пересечения с левой и правой сторон должно отстоять как минимум на 1 шаг от абсолютного максимума.

#### Средняя хорда: Chord Mid.

Это средняя из хорд, проведенных между средними значениями точек пересечения, используемых для определения **FWHM.** Это другая оценка местоположения пика. Значение выражается в единицах дифрактограммы и *d* (Å) в случае 20 дифрактограммы.

#### Интегральная Ширина (I. Breadth)

Задается в единицах дифрактограммы. Интегральная Ширина, по определению, – это эффективный участок (в импульсах в секунду×единицы дифрактограммы), деленный на эффективную высоту (в импульсах в секунду). Это ширина прямоугольника, имеющего ту же суммарную высоту и ту же площадь поверхности, что и пик.

#### Центр тяжести (Gravity C.)

Это третья оценка местоположения пика. Это центр тяжести чистого пика, т.е. среднее значение каждого положения X в интервале, взвешенного по суммарной интенсивности. Также выражается в *d* (Å) для 20 дифрактограмм.

#### Исходный участок и суммарный участок

Рассчитываются с помощью трапецеидального метода, выражаются в импульсах в секунду × единицы дифрактограммы (импульсах в секунду × градусы для угловых дифрактограмм).

## 8.2 Расчет в участках

X-Coordinates	Y-Coordinates	Press and
Left Right	Left Right	Select an Area
25.15 26.33	233.571 246.143	In a Window
Multi-Scans	Drop on Scan	Create

Рис. 8-2 Панель управления редактирования участка (Area Edition)

Нажмите **Create (создать),** чтобы выбрать участок с помощью мыши (наведите курсор на границу выбираемого участка, нажмите и удерживайте левую кнопку мыши, переместите курсор на другую границу участка и отпустите кнопку мыши). Результаты, рассчитанные для текущей дифрактограммы, отображаются в списке позиций.

Участки графически отображаются с помощью:



- Базовой линии в нижней части участка
- Линией на половине высоты (показывает FWHM и хорду)
- Круга с заливкой, обозначающего положение центра тяжести
- Вертикальной стрелки, указывающей положение максимума

Чтобы изменить участок, перетащите любую стрелку нижней линии участка.

#### Примечание

Чтобы воспроизвести предыдущие расчеты участков (сохраненные в документе EVA) на новой дифрактограмме:

- 1. Откройте старый документ EVA.
- 2. Скопируйте участок в буфер обмена.
- 3. Вернитесь в текущий документ EVA и выберите тип объекта «участок», затем выберите соответствующую текущую дифрактограмму.
- 4. Вставьте участки (они пересчитываются для текущей дифрактограммы).

### 8.3 Работа с несколькими дифрактограммами

Чтобы рассчитать участки для всех имеющихся дифрактограмм сразу, нажмите сначала кнопку Multi-Scans (многочисленные дифрактограммы), затем кнопку Create (создать); либо выделите участок, удерживая клавишу CTRL. Это гарантирует использование одних и тех же угловых пределов для всех дифрактограмм.

После этого расчетные данные можно экспортировать в другое приложение для выполнения других расчетов или построения графиков:

1. Выберите нужные столбцы с помощью кнопки Column Selection (выбор столбца);



2. Удалите ненужные столбцы;

Column Selection			? ×
Available Columns: Sample Name Left Angle Left Int. Right Int. Max Int. Net Height FWHM Chord Mid.	Add -> <- Remove	Show the following colum d (Obs. Max) Obs. Max Net Area	ns Move Up Move Down Width: Default
		Columns are displayed fro	om the left to right
Save As Default	Restore Default	Reset Cancel	OK )



- Выберите все строки в списке участков главного набора инструментов (щелкните мышкой по списку, затем используйте сочетание клавиш CTRL+A) и скопируйте их в буфер обмена, нажав кнопку Сору (копировать);
- 4. Вставьте скопированные данные в приложение (например, Excel).

Например, если дифрактограммы измерялись при различных температурах, направление положения максимума может обнаружить эффект расширения, а эволюция суммарного участка - изменения количества фазы.

# 9 Работа с метками

# 9.1 Информация, доступная для меток в главном наборе инструментов

Элемент	Описание
Caption	Текст (редактируемый в диалоговом окне Label Properties
(подпись)	(свойства метки))
Legend	Если подпись ярлыка слишком длинна для надписи на
(условное	диаграмме, ее можно обозначить условным знаком на
обозначение)	выноске (выбирается в диалоговом окне Label Properties).

## 9.2 Изменение свойств метки

Label Propertie	es: Single Selection	? ×
Title		🗌 Legend
First label		
d value 3.43114	Orientation	90 🕂
Angle	Caption Size (pixels)	18
25.9472	Caption Size (mm)	5
Intensity 3208.54	Cancel	OK

Рис. 9-1 Диалоговое окно Label Properties (свойства метки)

Свойства метки похожи на свойства пика. Для автоматического заполнения заголовка можно использовать те же переменные %*n*, что и для пиков, см. раздел 7.2 «Изменение свойств пика».

Прим.:	Существует фиксированное соотношение между размером подписи в
	пикселях (экранный размер) и размером подписи в мм (размер на
	бумаге). Это соотношение выводится из двух соответствующих
	значений, определенных в настройках, и позволяет вычислить размер
	на бумаге, если видна надпись на экране. При редактировании этого
	окна изменение одного значения автоматически приводит к изменению
	второго (нередактируемого) значения.

#### Случай множественного выбора

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 2004/09

При выборе нескольких меток (с помощью множественного выбора Windows<sup>®</sup>) диалоговое окно Label Properties отображает только параметры, которые могут быть общими для нескольких меток, т.е. **Orientation (направление)**, **Arrowhead** (стрелка) и Caption sizes (размер подписи).

Label Properties: Multiple Selection	? ×
Orientation 90	÷ŧ
Caption Size (pixels) 18	
Caption Size (mm) 5	
Cancel	ĸ

Рис. 9-2 Диалоговое окно Label Properties (свойства метки) при множественном выборе

# 9.3 Редактирование меток



Рис. 9-3 Панель управления Редактированием (Edition)



Перетащите символ Label (метка) из главного набора инструментов в позицию на рабочей панели, в которой должна находиться метка. Появится диалоговое окно Label Properties (свойства Метки) для ввода комментариев вместо используемых по умолчанию.

Чтобы выбрать метку и редактировать ее: нажмите на конец стрелки графического участка дисплея либо на объект в списке главного набора инструментов.

Можно перетащить существующую метку в другое место или изменить ее координаты в главном наборе инструментов.

(страница намеренно оставлена пустой)

# 10 Выполнение операций поиска

# 10.1 Поиск образца по названию или номеру

#### 10.1.1 Задание названия или номера образца



Чтобы вызвать требуемый образец, можно набрать его название или номер в специальном текстовом поле диалогового окна «Образец» (Pattern).

	Pattern	×
Enter a	Type a Name or a Number	
pattern name or a pattern number		Search
	Main Database	Max Results:
	MASTER	30 📑
	add User Database to search	Insert in Current Document 🔽

Рис. 10-1 Диалоговое окно «Образец» (Pattern)

Можно вводить только некоторые части названия; помните, что образец может иметь несколько названий (химическое название, общее название, название минерала...). При вводе нескольких частей используйте пробелы в качестве разделителей; найденные совпадения должны содержать все указанные части в любом порядке. Можно использовать шаблонные знаки \* (звездочка) в начале или в конце части названия, чтобы указать, что начало или конец строки (или и то, и другое) не заданы (\* может быть заменена любой символьной переменной, включая пустую строку). Например:

- Montmo\* находит Montmorillonite (монтмориллонит) (это может оказаться полезным для исключения опечаток и ошибок в написании)
- Yttrium Copper Barium Oxide находит оксиды бария, меди и иттрия (хотя порядок перечисления элементов иной).

Прим.: поиск по химическим названиям облегчается при использовании диалогового окна Search/Match (поиск/соответствия) или программы PDFMAINT (выбором элемента из периодической таблицы).



Search/Match dialog box Кроме использования диалогового окна «Образец» (Pattern), можно непосредственно воспользоваться диалоговым окном Search/Match (поиск/соответствие) (при условии, что Вы приобрели эту опцию). В диалоговом окне Search/Match (поиск/соответствие) щелкните по стрелке, указывающей на текстовое поле **String (строка)**, после чего выполните поиск, как обычно делается с помощью диалогового окна Pattern (образец).



Рис. 10-2 Часть диалогового окна(Search/Match (поиск/соответствие), в котором производится поиск шаблона по названию или номеру

Прим.:	только этим способом можно найти образцы, имеющие метку Skipped
	(пропущенный); см. руководство PDFMAINT раздел 7.3 «Создание
	пользовательских шаблонов»

Если выбирается поиск по номеру образца, то каждая часть номера вводится в специальное поле диалогового окна; поля разделяются дефисом (-). Чтобы начать редактирование поля, нужно щелкнуть по нему курсором мыши. При впечатывании номера курсор автоматически переходит в следующее поле после заполнения текущего (т.е. после впечатывания двух цифр номера источника и трех цифр номера тома); для перехода в следующее поле также можно использовать клавишу **ТАВ** или - (минус) (например, чтобы ввести 046, наберите "0 4 6" или "4 6 -").

При нажатии на стрелку раскрывающегося списка в левой части текстового поля можно выбрать номер источника вместо того, чтобы впечатывать его; можно также вызвать последний напечатанный номер, выбрав пункт **Recent Input (недавний ввод)**. При выборе старой системы нумерации доступны только недавно введенные номера.



Рис. 10-3 Список номеров источников, отображаемый при нажатии на стрелку раскрывающегося списка

#### 10.1.2 Выбор основной базы данных

MASTER	
MINERAL	
CEMENT	
ZEOLITE	

Выберите главную базу данных из числа заявленных в меню Settings | Databases (Установки | База Данных) (индивидуальные настройки могут отличаться от данного примера, особенно если Вы не работаете с цементами или цеолитами). База данных, отображаемая по умолчанию, соответствует базе данных, выбранной при предыдущем выполнении поиска.

🔲 add User Database to search

Можно добавить собственную пользовательскую базу данных, поставив соответствующий флажок.

EVA предполагает, что все стандарты, имеющиеся в Вашей лаборатории, содержатся в базах Master и User.

#### 10.1.3 Задание максимального количества результатов



Задайте максимально возможное количество результатов. Поиск остановится либо при достижении указанного количества результатов, либо в конце базы данных.

# 10.1.4 Выбор автоматической вставки результатов поиска в текущий документ



Insert in Current Document 🔽

Поставьте этот флажок, чтобы результаты поиска вставлялись в текущий документ. В этом случае диалоговое окно Search Results (результаты поиска) не отображается. Его можно отобразить, нажав кнопку **Search Results (результаты поиска)** на панели инструментов.

При отсутствии этого флажка результаты отображаются в диалоговом окне «Результаты поиска», откуда их можно перетаскивать в текущий документ.

Прим.: если одновременно обрабатывается только один документ, может быть полезно поставить флажок Insert in Current Document (вставить в текущий документ). В противном случае выберите отображение окна результатов поиска (Search Results).

### 10.2 Операция поиск/соответствие

#### 10.2.1 Описание

Search/Match (поиск соответствия) – это опция (отключенная, если не приобретается отдельно) для пользователей, которым требуется идентификация фаз. С этой опцией часто доступна коммерческая база данных ICDD (обычно полная).

Существует отдельное руководство по использованию функции DIFFRAC<sup>*plus*</sup> Search/Match. В данном разделе рассматриваются элементы управления, и дается краткая техническая справка. Более подробные сведения смотрите в практическом руководстве по использованию функции Search/Match.



Нажмите кнопку Search/match (поиск/соответствие) на панели инструментов либо клавишу F2, чтобы отобразить диалоговое окно Search/Match, в котором можно задать критерии поиска и начать поиск.

Search/Match
Criterion :       Subfiles       0       2-theta offset         2: Neutral       Inorganic       Inorganic       0       Displacement         Quality Marks       Dual       Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set         Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set         Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set         Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set         Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set         Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set         Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set         Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set         Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set       Image: Comparison of the set <t< td=""></t<>
Display as a list Exp. + Struct. Skip Non Ambient
Li Be B C N O F Ne Na Mg Al Si P S Cl Ar K Ca Sc Ti V Cr Mp Fe Co Ni Cu 7p Ca Ca As Sa Br Kr
Rb Sr Y Zr Nb Mo Tc Ru Rh Pd Ag Cd In Sn Sb Te I Xe Cs Ba La Hf Ta W Re Os Ir Pt Au Hg TI Pb Bi Po At Rn
Fr Ra Ac Lanthanides Ce Pr Nd Pm Sm Eu Gd Tb Dy Ho Er Tm Yb Lu
Toggle All Th Pa U Np Pu Am Cm Bk Cf Es Fm Md No Ln
→ Scan ■ ALREFHT (Alrefht.RAW) → Pattern □
→ String ▼ 00 · · Main Database Max Results:
MASTER     Image: Eliminate duplicates     48       add User Database to search     Insert in Current Document
Read Save Default XRF Filter Search

Рис. 10-4 Диалоговое окно Search/Match (поиск/соответствие)

Можно связать поиск с текущей дифрактограммой или текущим образцом (их названия и цвета отображаются в панели Global Controls (общий контроль) и дублируются в диалоговом окне Search/Match с обозначением стрелкой). Чтобы изменить выбор, щелкните на серую стрелку или наименование напротив нее. Стрелка станет зеленой – это означает, что данный пункт выбран.

Обычно поиск адресуется к неизвестной дифрактограмме, из которой уже вычтен фон (в противном случае результаты не имеют смысла, кроме случаев, когда фон

пренебрежимо мал). Причина поиска – идентификация образцов, описывающих дифрактограмму.

Когда поиск нацелен на образец, целью является поиск других образцов с высокой степенью сходства (называемых изотипами), если таковые существуют. Знать, имеются ли такие образцы в базе данных, важно, поскольку функция Search/Match, по определению, не делает между ними различий, поскольку их дифракционные картины очень схожи между собой. Эти образцы могут быть либо не быть изоструктурными. Если стандарт хорошо соответствует неизвестной дифрактограмме и не имеет изотипа в базе данных, возможно, он присутствует в неизвестном образце. Если один и тот же образец имеет изотипы с высокой степенью соответствия, может потребоваться совместное использование функции Search/Match и других способов выяснения того, какой изотип может присутствовать. Примерами изотипов являются церианит, CeO<sub>2</sub> (43-1002) и сфалерит, ZnS (5-566).

Некоторые параметры поиска уже описаны в разделе 10.1 «Поиск образца по названию или номеру»:

Main Database		Max Results:
MASTER	Eliminate duplicates	49 🗧
🔲 add User Database to se	arch Insert in Curre	ent Document 🔽

Рис. 10-5 Общие параметры для диалоговых окон «Образец» (Pattern) и «Поиск/Соответствие» (Search/Match)

Чтобы	СМ.
Выбрать в главной базе данных	Раздел 10.1.2
Задать максимальное количество результатов	Раздел 10.1.3
Выбрать автоматическую вставку результатов поиска в текущий документ	Раздел 10.1.4

Остальные параметры поиска описаны в последующих разделах.

# 10.2.2 Выбор основного параметра поиска/соответствия: критерия

Criterion :	
2: Neutral	•
1: Favor Simple Patterns	
2: Neutral	
3: Favor Complex Patterns	

При выборе значения 3 предпочтение отдается стандартам, в которых имеется много общих линий с неизвестным образцом. Соответственно, предпочтение отдается сложным эталонным стандартам, а стандарты с малым количеством линий отвергаются. Используйте только это значение при поиске на эталонной рентгенограмме.

Значение 2 представляет собой попытку «нейтрального» поиска. Представьте (или изготовьте синтетический образец и протестируйте его) смесь кремния и полевого шпата в соотношении 50/50. Данный критерий разработан таким образом, что дает равные шансы обоим компонентам. Как правило, при анализе неизвестной дифрактограммы следует начинать с этого критерия.

При выборе значения 1 предпочтение отдается простым эталонным стандартам. Кандидат с 1 совпадающей линией в неизвестном участке может быть выдан прежде, чем стандарт со многими совпадающими линиями. Стандарты, содержащие всего несколько линий, часто дают ложную идентификацию. Для анализа неизвестной дифрактограммы начинайте со значения 2, затем переходите к значению 1. При поиске внутри рентгенограммы этот критерий не имеет смысла.

# 10.2.3 Сортировка параметров, применяемых к образцам до алгоритма поиска/соответствия

Алгоритм поиск/соответствие сравнивает все стандарты из выбранной базы данных с дифрактограммой или образцом и присваивает им метки. После этого стандарты сортируются согласно присвоенным меткам, а затем отбираются наиболее подходящие.

Некоторые параметры позволяют сортировать стандарты еще до оценки их алгоритмом.

#### Метки качества



Чтобы исключить образцы из поиска, снимите соответствующий флажок в окне меток качества. Этот выбор применяется к главной базе данных в том же окне.

Исключение низкокачественных стандартов (обычно удаленных стандартов (D)) способно уменьшить количество дублированных стандартов в списке и увеличить разнообразие перечисляемых веществ. Однако следует помнить, что стандарт высокого качества соответствует очищенному или теоретическому веществу, поэтому низкокачественный стандарт может лучше соответствовать фактически имеющемуся веществу, и поэтому оказаться на лучшей позиции в списке. Подробнее смотрите в руководстве PDFMAINT или руководстве ICDD.

Метка	Значение
۲	Высокое качество
0	Рассчитан из структурных параметров
θ	Хорошее качество (I = индексирован)
0	Качество вызывает сомнения, не соответствует требованиям для ${\tt I}$
6	Не указано; не соответствует требованиям для ${\tt Q}$
0	Удален; как правило, стандарты, помеченные как «удаленные», не следует использовать, поскольку они заменены стандартами боле высокого качества
0	Запасной; дубликат стандарта, см. примечание ниже

#### Примечание по запасным образцам

Увеличение количества стандартов в PDF в последние годы привело к значительному увеличению количества дубликатов. Выпуская PDF-2 Release 2000 (set 1–50), ICDD взялась за решение объемной редакторской задачи по присвоению всем дубликатам метки «Альтернативный набор данных» ("А"). Начиная с Выпуска 2001 (set 1–51), они также имеют 2 новых метки: «гипотетический» и «подлежит замене» (эти метки присваивает ICDD)

В базах данных PDF-2 или PDF-4 «альтернативный набор данных», «гипотетический» и «подлежит замене» являются не метками качества, а отдельными флажками. Для обеспечения возможности использования этих флажков, они преобразуются в единую метку «качества» в процессе компиляции в DPRD: это метка качества **A** («альтернатива»); она заменяет собой фактическую метку качества (\*, I, C, N, Q или D) для данного стандарта.
Чтобы исключить стандарты с пометкой «альтернативные» из поиска, оставьте поле А пустым (по умолчанию).

В базах данных DIFFRAC-AT эти стандарты имеют метку **D** (удаленные). Соответственно, чтобы отличать альтернативные стандарты от удаленных в базах данных DIFFRAC-AT PDF-1, для справки была составлена база данных стандартов «альтернативных наборов данных».

Помните, что EVA предлагает выявлять и удалять дубликаты, даже если они не имеют метки ICDD (см. раздел 10.2.7 «Функция удаления дубликатов»).

#### Подфайлы

- Subriles	_
Inorganic	Þ
Organic	R
Dual	N
Mineral	Þ

Перед проведением количественной оценки можно применить к базе данных фильтр Subfiles (подфайлы). Основное деление базы данных проводиться между органическими и неорганическими образцами. Двойственные образцы относятся к обоим разделам.

Минералы относятся к наиболее часто используемым специализированным подфайлам. Использовать поиск по минералам можно, сняв все остальные флажки, однако объявление базы данных минералов в качестве базы, используемой для поиска, более эффективно. PDFMAINT выделяет базу данных по минералам (Mineral) из полной базы данных целого файла; после этого в Установках (Settings) необходимо заявить новую базу данных (см. раздел 2.1).

После этого выберите подмножество из раскрывающегося списка:

- Experimental+Structure (экспериментальная + структура) полная база данных;
- Experimental (экспериментальная) подмножество, содержащее только стандарты ICDD («экспериментальные» - термин, используемый самой ICDD, хотя часть стандартов является расчетными);
- Structure (структура) подмножество, содержащее только структурные стандарты (т.е. рассчитанные по структурным базам данных).



Структурные стандарты представляют фазы, уже имеющиеся в экспериментальных стандартах. Поэтому рекомендуется выбирать опцию **Experimental**: это не влияет на химическое разнообразие доступных стандартов и позволяет исключить дубликаты (т.е. представление фазы несколькими стандартами).

Однако структурные стандарты интересны по многим причинам, особенно в случае полуколичественного анализа: параметры *I*/*I*<sub>cor</sub> надежнее в случае структурного стандарта по сравнению с экспериментальным. В этом случае можно использовать опцию Experimental+Structure (экспериментальная + структура) в сочетании с Eliminate duplicates (удалить дубликаты) (см. раздел 10.2.7 «Опция удаления дубликатов»), либо сначала выполнить идентификацию по экспериментальным стандартам, а затем вызвать структурный стандарт, соответствующий фазам.

Кроме того, затем ICDD определяет четыре категории стандартов:

- соответствующие атмосферным условиям температуры и давления (например, кварц 00-046-1045);
- соответствующие атмосферной температуре, но не соответствующие атмосферному давлению (например, оксид бора 00-006-0297);
- соответствующие атмосферному давлению, но не соответствующие атмосферной температуре (e.g. ammonium chloride 00-001-0674);

• не соответствующие атмосферным давлению и температуре (например, кварц 00-078-1254).

Эта информация, называемая DATA COLLECTION FLAG (флаг сбора данных), выводится в поле **Comments (комментарии)** в распечатке спецификации данных стандарта. После компиляции остается только две категории баз данных DIFFRAC<sup>*plus*</sup>:

- атмосферные условия соответствует первой категории;
- условия, отличные от атмосферных, соответствует последним трем категориям.

Выберите, включать ли в поиск стандарты с меткой «условия, отличные от атмосферных» в поиск, путем простановки или снятия флажка **Skip Non Ambient** (пропуск не соответствующих атмосферным) (по умолчанию этот флажок установлен, чтобы ограничить поиск только стандартами с меткой «атмосферные условия»).

#### 10.2.4 Химический фильтр

E C	hemi	ical	Filte	r —														
	Н	D																He
	Li	Ве											в	С	N	0	F	Ne
	Na	Mg											Al	Si	Ρ	S	CI	Ar
	K	Са	Sc	Ti	$\vee$	Cr	Mn	Fe	Со	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
	Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Мо	Тс	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Те	T	Xe
	Cs	Ва	La	Ηf	Та	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	TI	Pb	Bi	Po	At	Rn
	Fr	Ra	Ac															
In:	l La	ntha	nide	es	Се	Pr	Nd	Ρm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Τm	Yb	Lu
Ē	To	ggle	All		Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Βk	Cf	Es	Fm	Md	No	Ln

Периодическая таблица позволяет Вам установить химический фильтр, присваивая элементам 3 различных статуса:

- Отмеченные (должны присутствовать); зеленый
- Исключенные (должны отсутствовать); красный
- Не отмеченные (могут присутствовать или отсутствовать); серый

Select Discard • No Check Чтобы изменить цвет элемента, нажмите на его символ, пока не появится красный цвет или кликните на элемент правой кнопкой мыши, чтобы открыть меню выбора.

Как и для PDFMAINT, доступны два необычных символа в таблице для химического поиска: **D** – дейтерий и **Ln** – неопределенные лантаниды и актиниды. Как следствие, таблица не является более настоящей периодической таблицей, но она воспринимает все химические символы, которые могут быть найдены в PDF.

Существуют 924 записи, содержащие дейтерий (D) в PDF выпуска 2000. **D** запрещен по умолчанию (красный), т.к., по всей вероятности, большинство пользователей предпочитают удалять фазы, содержащие дейтерий.

Есть 64 записи с Ln в PDF выпуска 2000. Ln означает один или более неуточненных лантанидов или актинидов в соответствующих фазах.

Отметьте окно Lanthanides (Лантаниды), чтобы исключить все лантаниды и актиниды (включая образцы, содержащие Ln).

Прим.: Некоторые стандарты базы данных не имеют химической формулы, они появляются только тогда, когда все элементы не проверяются, т.е. все окна серые. Когда только одно окно красное или зеленое, эти стандарты не появляются, за исключением случая, когда только **D** - красный.

#### Окно метки Toggle All (переключить все)

Задачей данного окна является выделение большого количества родственных элементов как Discard (исключенный, красный) или No Check (не отмеченный, серый). Отмечая окно **Toggle All** и нажимая на один элемент, можно устанавливать один и тот же статус для всех элементов от конца таблицы до выделенного элемента. Если выделенный элемент отмечен Select (выбранный, зеленый) или No Check (не отмеченный, серый), конец таблицы будет установлен как Discard (исключенный, красный). Если выделенный элемент отмечен Discard (исключенный, красный). Конец таблицы будет установлен как No Check (не отмеченный, серый).

Таким образом, можно исключить всю таблицу (отметьте окно **Toggle All**, затем выберите H), а потом выбрать несколько элементов.

#### Использование химического анализа для установки фильтра

Для установки фильтра можно использовать результаты внешнего химического анализа (например, SRF или ICP). Подробнее см. раздел 6.8.4"Химический баланс: сравнение с химическим анализом».

Имейте в виду, что это может быть ловушкой: у Вас может не быть результатов для некоторых пиков либо потому, что фазы, которую они представляют, нет в базе данных, либо по причине сильного эффекта твердого раствора. В таком случае, поиск без специфического фильтра (каждый элемент отмечен серым цветом, кроме **D**) может дать хорошее соответствие рентгенограммы, но химический состав отличается от ожидаемого. Такая рентгенограмма, однако, может дать Вам информацию о неизвестной фазе (ячейке), которую Вы не могли бы получить, если фильтр был установлен по данным внешнего анализа.

Когда нажата кнопка **Display as a list (показывать как список)** (см. раздел 6.8.4 "Химический баланс: сравнение с химическим анализом»), нажмите дважды на строчку в таблице, чтобы переключить состояние элемента или нажмите на нее правой кнопкой мыши и выберите состояние в появившемся меню.

#### 10.2.5 Окно 20, смещение 20, сдвиг и d x by

#### Окно 20 (только рентгенограммы)

При поиске по рентгенограмме не существует окна естественной ошибки (как для дифрактограммы). Это поле является окном ошибки. Установка по умолчанию равна 0.16 (± 0.16°).

#### Смещение 20 и сдвиг (только дифрактограммы)

Эти поля показывают результаты соответствующих обработок дифрактограммы. Это должно напомнить Вам о необходимости внесения поправок в дифрактограмму, так как они влияют на результаты поиска.

При поиске на дифрактограмме погрешностью поиска является наблюдаемая ширина линии (естественная погрешность). После определения основной фазы Вы можете скорректировать дифрактограмму, чтобы она описывала стандарт. Коррекция дифрактограммы увеличивает шансы найти другие примесные фазы. Избегайте использования стандартов, для которых характерно образование твердых растворов (например, кальцит), так как это может заставить Вас сделать коррекцию сдвига или смещения, в то время как эффект обусловлен образованием твердого раствора.

Разница между коррекциями на смещение по 20 и сдвигом образца может быть заметна только на больших углах 20. Для обычного диапазона 20, используемом при фазовом анализе (10-70° для Си излучения), разница очень незначительна. Коррекция ошибки реального смещения не изменяет существенно преимуществ поправок для идентификации фаз, но влияет на кристаллографию. Обычно не трудно выявить источник ошибки, потому что Вы знаете, как был приготовлен образец (насколько хорошо его поверхность соответствует центру гониометра), и состояние Вашего гониометра.

#### d умножить на величину

Обычно это значение равно 1 (поиск по базе данных так, как есть). Если это значение отлично от 1, это модифицирует рентгенограмму умножением каждого *d* на этот фактор до сравнения с дифрактограммой. Целью служит нахождение образца, измененного в результате образования твердого раствора.

Существует несколько ограничений в этом подходе. Умножение на фактор может только принять во внимание эффекты, которые сходны в 3 направлениях (изотропное расширение или сжатие); также, только 1 фаза может быть найдена в то же самое время (2 фазы, измененные на ту же величину эффекта твердого раствора, выглядят не реалистично). В добавление, Вы должны методом проб и ошибок найти значение **d multiplied by (d умножить на)**. Тем не менее, эта функция может быть крайне эффективной.

Если Вы начинаете поиск со значением **d multiplied by**, отличным от 1, EVA запрашивает подтверждение.

# 10.2.6 Кнопки Read (читать) и Save (сохранить)

Read	Save	Default	XRF	Filter	Search

#### Read (читать)

Чтобы восстановить все параметры, кроме основной базы данных, Вы можете провести поиск по директориям или напечатать название файла Search Option (OPT) (параметры поиска).

#### Save (сохранить)

Выберите элемент и директорию, затем напечатайте название файла или выберите известный файл OPT для перезаписи с помощью этой операции. Сохраненный файл содержит все параметры поиска, включая названия файлов баз данных, предназначенных для сканирования.

#### Default (Состояние по умолчанию)

Кнопка Default восстанавливает установки по умолчанию окна Search/Match:

- Все отметки качества
- Все вспомогательные файлы
- Нейтральный Критерий (Neutral) (2)
- Поиск по Exp.+Struct.
- Отмеченное окно Skip non ambient (игнорировать не атмосферные)
- 48 лучших кандидатов
- Отсутствие химического фильтра
- d x by = 1
- Отмеченное окошко Insert in Current Document (Включить в текущий документ)

## 10.2.7 Старт процедуры поиска

Нажмите **Search (поиск)** для старта. Продолжительность поиска зависит от числа сканируемых стандартов (обычно несколько секунд). После завершения результаты записываются в окно Search Results (результаты поиска) и могут быть включены в текущий документ.

#### Функция исключения дубликатов

Включение в базу данных PDF структурных стандартов (Structure patterns) (ранее называемых MAP) внесло большое количество дубликатов, т.е. различных стандартов, соответствующих той же самой фазе.

EVA предлагает исключать дубликаты; таким образом, список результатов будет содержать больше различных фаз, которые могут помочь в процессе идентификации.

Для удаления дубликатов нажмите на кнопку Eliminate duplicates (удалить дубликаты) в окне Search/Match до нажатия кнопки Search (поиск).

⇒	Scan		IT (Alrefh	t.RAW)		
$\Rightarrow$	Pattern					
$\Rightarrow$	String	▼ 00-	•			
Main D	atabase				Max Rest	ults:
MAST	ER	•	Elimina	ate duplicates	49	•
🔲 add	User Da	atabase to sear	rch	Insert in Curr	rent Docum	ent 🔽

Рис. 10-6 кнопка Eliminate duplicates (удалить дубликаты) в окне Search/Match

Когда функция Eliminate duplicates (удалить дубликаты) активирована, то:

- EVA сохраняет список лучших кандидатов, который в пять раз больше, чем параметр Max Results (максимальное количество результатов);
- EVA проверяет образцы, которые имеют
  - очень похожие рентгенограммы,
  - и тот же химический состав или то же название минерала (проверяется только первая часть названия, т.е. до точки, тире или пробела);

такие образцы отмечаются как Duplicate (дубликаты), за исключением первого или первого, имеющего параметр *I*/*I*<sub>cor</sub>, если он не указан в первом стандарте.



Образцы, отмеченные как Duplicate (дубликаты), показываются в окне результатов поиска (Search Results) с красным крестом на отметке качества. Когда окно **Insert in current document (включить в текущий документ)** отмечено, эти дубликаты стандартов не импортируются (но они все еще могут быть показаны из списка результатов поиска (Search Results)).

Прим.: во время использования опции Eliminate duplicates (удалить дубликаты) рекомендуется отключать удаленные стандарты (Deleted patterns) (см. раздел 10.2.3, тема"Отметки качества"), в противном случае, среди удаленных стандартов будут оставляться те, которые имеют параметр *I*/*I*<sub>co</sub>.

S	earch Results					×
Γ	SS-WV-PPPP	Compound Name	Formula	Mtc	nM	FOM 🔺
L	00-043-1484	Corundum, syn	Al203	13	0	0.82
L	<b>X</b> 00-010-0173	Corundum, syn	Al203	13	0	0.84
L	👰 00-042-1468	Corundum, syn	Al203	13	0	0.85
L	웣 00-046-1212	Corundum, syn	Al203	13	0	0.86
L	👰 00-011-0661	Aluminum Oxide	alpha	12	0	0.89
	Q 00-005-0712	Corundum	alpha	11	0	0.91
	🖲 00-048-1746	Cerium Nickel	Ce2Ni	83	5	0.82

Puc. 10-7 окно Search Results (результаты поиска): пять стандартов корунда отмечены как дубликаты (Duplicate); т.к. отметка качества D не была отключена, стандарт, который будет импортирован, имеет мету D

# 10.3 Окно результатов поиска

Search Results					×	
SS-WW-PPPP	Compound Name	Formula	Mto	nM	FOM 🔺	
00-021-1095	Sodium Alumin	beta'	21	0	0.47	
🖲 00-039-0050	Potassium Alum	K1.5A	31	0	0.57	
300-031-0960	Potassium Alum	K2Al2	42	1	0.58	
300-021-1096	Diaoyudaoite, syn	NaAl1	38	2	0.59	
300-022-0615	Gallium Aluminu	Ga2AI	36	3	0.64	
300-023-0457	Nitrosyl Aluminu	(NO)2	35	1	0.69	
300-044-1009	Potassium Alum	beta	26	0	0.72	
300-031-1263	Sodium Alumin	Na2AI	39	5	0.74	
300-036-0154	Sodium Alumin	Na2AI	31	2	0.76	
00-019-1173	Sodium Alumin	NaAl5	27	2	0.93	
3 00-010-0173	Corundum, syn	Al203	13	0	0.96	
\$200-046-1212	Corundum, syn	Al203	13	0	0.94	
23kn 000 nn (*	Libonito 54, for	CP(V)	40	-5	∩ os ⊥ ▶	
<u></u>	Drag & Drop the sele	ction in a w	indow			
- Statistics					,	
Search d an dùalla	n On : Scan: ALREF	HT (Alrefht.	RAW)			
2-theta o	iffset: 0.000					
Displacer	ment: 0.					
2-theta win	dow :					
Crite	Criterion : 3: Favor Complex Patterns					
Database : D:\PDF-2Wcp2.2ca Total number : 157049						
Match Chem./Subfile: 76994						
Matching Intensity : 76889						
Elapsed Time : 26.1						
🖹 Read	Save D	elete Selec	tion	Re	set List	

Рис. 10-8 Окно результатов поиска (Search Results)



Если окно результатов поиска (Search Results) еще не показано, нажмите на кнопку **Search results (результаты поиска)** панели инструментов или клавишу **F4**, чтобы вывести его на экран.

results

Окно результатов поиска (Search Results) состоит из 2 частей:

Часть 1: Список результатов поиска

Элемент	Описание
(символ)	Отметка качества
SS-VVV-PPPP	Номер стандарта (Ss=номер ресурса, VVV=номер тома, PPPP=номер образца)
Compound Name (название соединения)	Название (я) соединения, как представлено в базе данных
Formula (формула)	Химическая формула
Mtc	Число линий стандарта, совпадающих с линиями неизвестной фазы в показанном диапазоне
nM	Число линий стандарта, не совпадающих с линиями неизвестной фазы в показанном диапазоне
FOM (показатель качества)	Показатель качества (лучшее значение - наименьшее); стандарты отсортированы по величине FOM (Figure of merit) (чем меньше это число, тем лучше соответствие)
N°	Порядковый номер данного стандарта во время процедуры поиска.

Нажмите **Delete Selection (удалить выбранное)** для удаления всех выделенных объектов.

Нажмите **Reset List (восстановить список)** для удаления всех стандартов из окна результаты поиска (Search Results).

Элемент	Описание
Search On (поиск среди)	Поиск среди названий образцов и имен файлов для дифрактограммы; поиск среди названий соединений и химических формул для стандартов
d multiplied by (d умножить на)	Не равен 1 при поиске искаженных стандартов
2 theta offset (смещение по 2 theta)	Только для дифрактограмм (смещение, скорректированное в главном наборе инструментов)
Displacement (Сдвиг)	Только для дифрактограмм (сдвиг, скорректированный в главном наборе инструментов)
2 theta window (окно 2 theta)	Только для дифрактограмм (диапазон ошибки при поиске)
Criterion (критерий)	Критерий, выбранный для операции поиска
Databases (базы данных)	Базы данных, выбранные для операции поиска (только основная база данных (Main database), может быть, в сочетании с пользовательской базой данных (User database))
Total number (Общее число)	Общее число стандартов, содержащихся в выбранных базах данных
Match Chem./Subfile (соответствие хим./подфайл)	Общее число стандартов, прошедших фильтры оценки качества, подфала и химический

#### Часть 2: статистика поиска

Matching Intensity (соответствие интенсивностей)	Общее число стандартов, прошедших фильтры и, по крайней мере, с одной линией, совпадающей с линиями неизвестной фазы (эти стандарты просканированы алгоритмом поиска и получили FOM)
Elapsed Time (затраченное время)	Время, затраченное на поиск, в секундах



Нажмите кнопку **Сору (копировать)** для копирования выбранных линий и статистики в буфер. Чтобы напечатать список результатов поиска (Search Results), вставьте содержание буфера в текстовый процессор или электронную таблицу.

Нажмите кнопку **Read (читать)** для включения файла со списком результатов поиска (SEA или MTC) в это окно. Эти файлы могут быть созданы EVA или предыдущими версиями DIFFRAC-AT. Например, SEA файлы могут быть созданы EVA или DIFFRAC<sup>*plus*</sup> SEARCH (пользовательская программа, которая выполняет операцию поиска без диалогового окна).

Нажмите **Save (сохранить)**, чтобы записать выбранные результаты в МТС или SEA файл. В DIFFRAC-AT SEA файл содержит все результаты 1 поиска, а МТС файл содержит выбранные пользователем стандарты.

# 10.4 Масштабирование рентгенограммы при импорте



Масштабирование рентгенограммы при импорте (например, при выполнении процедуры Search/Match (поиска/соответствия)) установлено во вкладке **Program defaults (программные значения по умолчанию)** установок (см. раздел 2.9).

Если масштаб стандарта не адоптирован к дифрактограмме, он может быть изменен вручную при помощи слайдера **Y-Scale (Шкала Y)** (только одна дифрактограмма) или с помощью кнопки **Set to (установить равным)** (одна или несколько рентгенограмм, см. раздел 6.7, тема ").

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 2004/09

Рекомендуется установить опцию **Auto (автоматически)**, которая более удобна, чем использование фиксированной относительной высоты.

Алгоритм автоматического масштабирования основан на всех линиях, интенсивность которых превышает 10% относительной интенсивности. Заметьте, что ручная настройка все равно потребуется в большинстве случаев, но должна занимать меньше времени, если стартовать с автоматически масштабированных рентгенограмм.

# 11 Печать в EVA

# 11.1 Печать содержимого главного набора инструментов и результатов поиска

Чтобы распечатать содержимое главного набора инструментов (Main Toolbox) или окна с результатами поиска, скопируйте в буфер обмена требуемые элементы и вставьте их в другое приложение Windows, позволяющее их распечатать.

Например, чтобы распечатать с помощью Microsoft Excel список выбранных пиков, сделайте следующее:

**5.** В окне главного набора инструментов (Main Toolbox), на закладке **Peak (пик)**, нажмите кнопку **Columns Settings (установки столбца)**, чтобы выбрать

Удерживайте клавишу CTRL и кликните по очереди нужные пики в списке.

столбцы, которые нужно распечатать. Откроется окно «Выбор столбца» (Column



кнопка Columns Settings

6.



 Нажмите кнопку Сору (копировать), чтобы скопировать выбранные пики в буфер обмена.

Selection), в котором вы можете выбрать столбцы.

8. Вставьте содержимое буфера обмена в лист Microsoft Excel (нажмите кнопку **Paste (вставить)** на панели инструментов).



9. Распечатайте лист.

Рис. 11-1 Как распечатать список выбранных пиков

# 11.2 Предварительный просмотр



# 11.2.1 Запуск предварительного просмотра

При нажатии кнопки **Print Preview (предварительный просмотр)** на панели инструментов открывается новое окно для предварительного просмотра текущего документа в печатном виде.

Как и другие окна предварительного просмотра в Windows, это окно показывает, каким образом будет напечатан документ. Если документ является графиком, то оно также позволяет изменить различные параметры страницы перед печатью (эта возможность еще недоступна для других типов документов, например, для эталонных образцов).

В этом разделе описано форматирование графиков для печати. Для стандартизации внешнего вида графиков и экономии времени можно сохранять стили форматирования. После инсталляции в EVA имеется два стиля печати (2 Axes (2 Ocu) и Frame(Рамка)).

Элемент	Описание
2 axes 2 axes FRAME	Выбрать стиль распечатки из раскрывающегося списка
View Toolbox	Показать или скрыть окно «Стандартный стиль» (Custom Style)
Setup	Открыть окно «Параметры страницы» (Page Setup)
<u>P</u> rint	Открыть окно «Печать» (Print Dialog)
Manual Refresh Refresh Now	Кнопки Manual Refresh (обновить вручную) и Refresh Now (обновить сейчас) позволяют экономить время при обновлении предварительного просмотра, когда изменяются только поля или расположение фона области печати. При нажатии кнопки Manual Refresh обновляются только рамка и легенда в области печати. Чтобы полностью обновить предварительный вид документа, нажмите кнопку Refresh Now.
Zoom <u>I</u> n	Увеличить (приблизить)
Zoom <u>O</u> ut	Уменьшить (отдалить)
Select Margins	Установка области печати. На экране обозначается прямоугольником с маркерами для изменения размера области или ее перемещения по странице. Кроме того, область печати можно задать напрямую, приближая или отдаляя изображение.
Close	Закрыть окно «Предварительный просмотр» (Print Preview) и вернуться к предыдущему окну.

Вы можете выбрать стиль из списка, либо нажать кнопку View Toolbox (показать набор инструментов) и изменить текущие параметры.

#### Примечание: Экспорт изображений

Экспорт изображений в форматах WMF и EMF невозможен для уровней лицензии до 1997/09				
Copy Picture to Clipboard	as WMF 16-bit Windows Metafile	•		

Есть два способа экспортировать изображения:

- Копировать изображение в буфер обмена, а затем вставить его в другое приложение Windows (например, Microsoft Word). Для этого нажмите кнопку Copy Picture to Clipboard (копировать рисунок в буфер).
- Экспортировать изображение в графический метафайл. Для этого в меню File (файл) выберите Export (экспорт), затем Preview picture as Metafile (просмотр рисунка как метафайл).

Перед экспортом изображения необходимо указать его формат. Для этого выберите формат в списке, расположенном справа от кнопки **Сору Picture to Clipboard** (копировать рисунок в буфер). Для большинства программ предпочтительным является формат EMF, но и WMF также иногда бывает полезен. Например, для Microsoft Word 6.0/95 лучше экспортировать изображения в формате WMF, а для Word 97 и более поздних версий используйте формат EMF.

При экспорте изображения в графический метафайл с помощью пункта Export | Preview picture as Metafile (Экспорт | Просмотр рисунка как Метафайл) в меню File, список Save as type (сохранить как тип) содержит три возможных варианта:

- EMF Windows Metafile: 32-битовый файл (для приложений, совместимых с этим форматом)
- WMF Windows Metafile: стандартный 16-битовый метафайл Windows (самый распространенный формат метафайла, однако, изображение может иметь некоторые дефекты)
- WMF Aldus Placeable Metafile: улучшенный 16-битовый метафайл (в отличие от стандартного метафайла этот содержит размер исходного изображения)

Не все программы поддерживают эти три формата, и качество изображения может быть различным в разных форматах. Поэтому мы рекомендуем попробовать все три формата и определить, какой из них наилучшим образом подходит для решения Ваших задач. Последний использованный формат сохраняется в качестве формата по умолчанию.

Export MetaF	iles	? ×
Save in:	🔁 Diffdat 💽 🖻	
📃 Austenite		
🔲 Bc		
📄 Stressdata		
📄 Texdata		
L		
File <u>n</u> ame:		<u>S</u> ave
Save as type:	EMF Windows Metafile (*.emf)	Cancel
	EMF Windows Metafile (*.emf)	
	WMF Windows Metafile (*.wmf)	
	TWMF Aldus Placeable Metafile (*.wmf)	

Рис. 11-2 Диалоговое окно «Экспорт Метафайлов» (Export MetaFiles) с возможными типами метафайлов

Custom Style	×
Presentation Style	Background
FRAME 🔽 🖺 🔀	Enabled
_ Title	X 🖻 🛍 🗲
Top 🔻 Size (mm) 10.0 🗖 🕰	Image Alignement:
	Left Margin 🗖
calcite 50 portlandite 50 IGME. UId file structure	Right Margin 🗖
Use Sample or Compound Name	Top Margin 🗖
– Pseudo-3D Scan view	Bottom Margin 🗖
Show Hidden Lines	Scale To Fit 🗖
Input by Scans Offset : Input by Depth Size:	Grid
+X (mm) 0.000 Width (mm) 0.000	None 💌
+Y (mm) 0.000 Height (mm) 0.000	Legend
Left Axis Top Axis Right Axis Bottom Axis	Bottom Items 💌
Adjust Size (mm) Use Font	Line (mm) 3.5
Axis Enabled 1.00 15.0 C 🖳	Size (mm) 30.0
Caption Auto Lin (Counts)	Use Font 🗖 🕰
Numbers Perpendicular To Axis	With Icon 🔽
Arrow Style Arrow Size Ticks	Icon Filled 🗖
Line V Normal All	Operation 🔽

# 11.2.2 Работа с окном «Стандартный стиль»

Рис. 11-3 Окно «Стандартный стиль» (Custom Style)



Набор инструментов Стандартный стиль (Custom Style) открывается только из окна предварительный просмотр (Print Preview). Чтобы его открыть, нажмите кнопку **Custom style (стандартный стиль)** на общей панели инструментов или кнопку **View Toolbox (вид набора инструментов)** на собственной панели инструментов окна «Предварительный просмотр».

кнопка Custom style

# 11.2.3 Стиль презентации

Presentation Style	

Рис. 11-4 Выбор стиля презентации

Стиль содержит параметры печатаемого документа. Стиль сохраняется вместе с документом. То есть, если сохранить и закрыть документ, а затем его вновь открыть, то параметры печати будут такими же, как до закрытия документа.

Кроме того, можно сохранить стиль в отдельном файле STY, чтобы можно было потом применить созданный стиль к другому документу.

В выпадающем списке поля **Presentation Style (стиль презентации)** показаны все имеющиеся стили. По умолчанию, текущий сохраненный с документом стиль не имеет названия. В списке **Presentation Style** можно выбрать один из стилей, сохраненных в виде файлов STY, и применить его к текущему документу. После сохранения документа этот стиль станет текущим стилем данного документа.

После выбора стиля в списке его можно сохранить под другим именем.



кнопка New Style Based on Current



кнопка New Style (Default Attributes)



кнопка Delete Current Style Нажмите кнопку New Style Based on Current (новый стиль, основанный на текущем) и введите с клавиатуры новое название.

Можно выбрать для текущего стиля параметры по умолчанию.

Нажмите кнопку New Style (Default Attributes) (новый стиль (атрибуты по умолчанию)).

Можно удалить стиль, выбранный в списке Presentation Style.

• Нажмите кнопку Delete Current Style (удалить текущий стиль).

Стиль	Описание
2 axes (2 оси)	Оси X и Y показаны в виде стрелок, заголовок отображается
Frame (Рамка)	График заключен в рамку, оси X и Y помечены, заголовок отображается

#### С программой EVA изначально поставляются два стиля:

# 11.2.4 Заголовок печатаемого документа

Title Top Size (mm)	10.0	
essungen\HTK300798-01.R	AW [001]	
☑ Use Sample or Compound Name		

Рис. 11-5 Параметры заголовка

С помощью этого раздела можно добавить внизу или вверху страницы заголовок, указать высоту области заголовка с помощью текстового поля **Size (размер)** и ввести или изменить текст заголовка (по умолчанию используется первая дифрактограмма в документе). Чтобы не включать заголовок в документ, выберите **No Title (без названия)** в раскрывающемся списке **Title (название)**.

Установите флажок Use Sample or Compound Name (использовать название образца или соединения), чтобы использовать в качестве заголовка распечатки название первой дифрактограммы, отмеченной в главном наборе инструментов (Main Toolbox) (то есть, показанной на графической панели). Этот заголовок изображается серым цветом в поле, расположенном над флажком. Обратите внимание, что если на графической панели показаны только образцы, то в качестве заголовка используется название первого образца, отмеченного в главном наборе инструментов (Main Toolbox).

Чтобы указать другой заголовок, снимите флажок и введите текст заголовка.

По умолчанию (если снят флажок Font Name (название шрифта)) заголовок изображается шрифтом, указанным во вкладке Miscellaneous (разное) установок (Settings).

Чтобы выбрать другой шрифт:

 Установите флажок Font name (название шрифта) и выберите шрифт, его стиль и размер.



Чтобы изменить шрифт:

 Нажмите на кнопку Font Selection (выбор шрифта) и выберите новый шрифт, его стиль и размер.

-Background
Enabled
<u> X Pa</u> Ca 🚅
Image Alignement:
Left Margin 🔽
👘 Right Margin 🥅
Top Margin 🥅
Bottom Margin 🗖
Scale To Fit 🗖

# 11.2.5 Настройка графического фона

Рис. 11-6 Настройка графического фона

Предупреждение: Страницы с фоном не совместимы с документами, созданными в программе EVA версий V4 и старше (1998), но теперь их гораздо проще создавать, потому что они не зависят от принтера и могут быть выровнены с помощью панели инструментов в окне предварительного просмотра.

Иногда бывает полезно указывать на каждом печатаемом документе логотип компании, название лаборатории, адрес или другую информацию. Для этого приготовьте документ с необходимой информацией, а затем сделайте одно из следующих действий:

- Скопируйте его в буфере обмена и вставьте в окно Print Preview (предварительный просмотр).
- Сохраните документ в виде метафайла (WMF или EMF) и вставьте его в окно Print Preview (предварительный просмотр).

Чтобы сохранять фоновую страницу с каждым документом, установите флажок Metafile Background in Document Embedded Style (фон метафайла во внутреннем стиле документа) во вкладке Miscellaneous (разное) установок (Settings).

# Вставка фонового документа из буфера обмена в предварительный просмотр (Print Preview)

Чтобы вставить фоновый документ из буфера обмена в окно Print Preview (предварительный просмотр):



- 1. В окне Print Preview нажмите кнопку View Toolbox (вид набора инструментов), чтобы открыть диалоговое окно Custom Style (стандартный стиль).
- 2. В разделе Background (фон) нажмите кнопку Paste (вставить).

В окно «Предварительный просмотр» (Print Preview) можно вставить большой документ, например лист Excel, и распечатать его на той же странице, что и фоновое изображение. Но проще скопировать фон в буфер обмена (с помощью кнопки **Сору metafile (копировать метафайл)** в окне Print Preview) либо сохранить его в файле WMF или EMF (с помощью пункта **Export/Preview Picture as Metafile (экспорт/предварительный просмотр рисунка как метафайл)** в меню **File**), а затем вставить его в лист Excel. Обратите внимание, что экспорт изображения EVA не поддерживается для уровней лицензии до 1997/09.

Кнопка	Описание
Enabled	Показать или скрыть фон, если он есть. Эта кнопка автоматически нажимается при вставке фона в окне «Предварительный просмотр» (Print Preview).
Ж	Удалить фон и поместить его в буфер обмена
Ē	Поместить фон в буфер обмена
	Вставить фон из буфера обмена в документ EVA

#### Вставка метафайла в окне «Предварительный просмотр» (Print Preview)

Чтобы вставить метафайл в окне Print Preview:



**1**. В окне «Предварительный просмотр» (Print Preview) нажмите кнопку **View Toolbox (вид набора инструментов)**, чтобы открыть окно «Стандартный стиль» (Custom Style).

2. В разделе Background (фон) нажмите кнопку Read Background (считать фон), чтобы открыть диалоговое окно «Метафайл фона» (Background Metafile).

3. Найдите в папке нужный файл WMF или EMF, выделите его и нажмите **Open** (открыть).

#### Расположение фона на печатаемой странице

Положение фонового изображения можно настраивать.

Попробуйте разные положения фонового изображения, чтобы достичь нужного вам вида. Для этого установите один или несколько флажков в разделе **Background** окна Custom Style, которые описаны ниже в таблице.

Чтобы сэкономить время при обновлении страницы, нажмите кнопку Manual Refresh (обновлять вручную): в области печати будут показаны только рамка и условные обозначения. Закончив выбор расположения фонового изображения, нажмите кнопку Refresh Now (обновить сейчас), чтобы вновь получить полное изображение страницы. Данная таблица описывает значение каждого из флажков. Фоновое изображение и область печати показаны серым и белым прямоугольниками соответственно.

Флажок	Расположение
Left Margin (по левому краю)	
Right Margin (по правому краю)	
Top Margin (по верхнему краю)	
Bottom Margin (по нижнему краю)	
Scale to Fit (по размеру страницы)	

Установив одновременно несколько флажков, можно получить более сложные варианты расположения фона и области печати.

#### 11.2.6 Форматирование сетки

Γ	Grid	1
	None 💌	
Ц	None	
	Solid	
	Dash	
	Dot	
	Dash-Dot	
	Dash-Dot-Dot	

Рис. 11-7 Раскрывающийся список Grid (сетка)

График может быть изображен с линиями сетки, проведенными от делений на координатных осях. Выберите тип линий сетки в раскрывающемся списке Grid.

No Grid	Сетки нет	
Solid Grid	Сплошная	
Dash Grid	Штриховая	
Dot Grid	Пунктирная	
Dash-Dot Grid	Штрихпунктирная	
Dash-Dot-Dot-Grid	Штрих-точка-точка	

# 11.2.7 Имитация трехмерного изображения дифрактограмм

Отключение флажка Show hidden line (показать скрытую линию) невозможно для уровней лицензии до 1998/09 Pseudo-3D Scan view ✓ Show Hidden Lines Input by Scans Offset : Input by Depth Size: +X (mm) 1.000 Width (mm) 19.000 +Y (mm) 1.000 Height (mm) 19.000

Рис. 11-8 Имитация трехмерного вывода дифрактограмм

Вторая и последующие дифрактограммы могут быть сдвинуты вверх или вбок. Для этого выполните одно из следующих действий:

- Введите величину сдвига в миллиметрах по осям в поля + X (mm) и +Y (mm).
- Укажите «глубину» серии дифрактограмм, указав ширину и высоту в соответствующих полях.



Рис. 11-9 Значения в полях сдвига и глубины

Если снять флажок Show Hidden Lines (показать скрытую линию), то дифрактограммы станут непрозрачными, и верхние будут перекрывать нижние. Для уровней лицензии до 1998/09 этот флажок всегда установлен.

Ограничение: Невозможно установить отрицательный сдвиг по оси X, если область печати соответствует части дифрактограммы, начальное значение которого больше первого значения этой дифрактограммы по X.

# Совместимость правил изображения объектов при трехмерном изображении дифрактограмм

Программа различает сдвиги по X, по Y и по X и Y, а также различает различные типы объектов. Правила изображения приведены в следующей таблице:

удаляются при сдвиге по Х, но не при сдвиге по Ү
удаляются при любом сдвиге, потому что сдвиги по X и Y не применимы к пикам.
не удаляются (в отличие от пика, область привязана к дифрактограмме и сдвигается вместе с ней)
не удаляются: пользователь должен самостоятельно учитывать сдвиги

Сечения: удаляются при сдвиге по Y, но не удаляются при сдвиге по X



11.2.8 Формат условных обозначений

Рис. 11-10 Формат условных обозначений



Набор элементов легенды зависит от того, сколько объектов содержит документ и какие столбцы выбраны для каждого типа объекта Если вас не устраивает текст, показанный при предварительном просмотре,

выйдите из этого окна и измените нужные свойства в соответствующем диалоговом вокне (нажмите кнопку **Properties (свойства)** в главном наборе инструментов), либо измените список столбцов.

Параметр	Описание
Location list (Список положений)	Выберите в списке вариант расположения условных обозначений на странице. Чтобы не выводить на этой странице условные обозначения, выберите <b>No</b> Legend (без обозначений).
Line (mm) (Строка (мм))	Высота строки текста
Size (mm) (Размер (мм))	Размер, выделенный для условного обозначения. Расположение условного обозначения определяет ее размер.
Use Font (Другой шрифт)	Установите этот флажок, чтобы использовать шрифт, отличный от стандартного. Установив этот флажок, нажмите кнопку Font Selection (выбор шрифта), расположенную рядом с ним, чтобы выбрать шрифт. Если этот флажок снят, используется шрифт, заданный на вкладке Miscellaneous (разное) установок (Settings).
With Icon (Со значком)	Если этот флажок установлен, каждый элемент в условном обозначении изображается со значком.
lcon Filled (Обратный значок)	Если этот флажок установлен, значки элементов изображаются в обратном цвете (это удобно на прозрачных пленках для проектора).
Operation (Операции)	Если этот флажок установлен, для каждого объекта выводится дополнительная строка, на которой перечислены в обратном порядке все выполненные операции.





## 11.2.9 Формат координатных осей



Рис. 11-12 Параметры осей

Количество делений и цифр на осях подбирается в зависимости от длины осей, выбранного размера подписей на осях (Size (размер)) и значений в полях Ticks (отметки на осях) и Adjust (настроить).

В раскрывающемся списке **Ticks (отметки на осях)** выберите, у каких делений следует подписывать числовые значения. В поле **Adjust (настроить)** введите минимальное расстояние (в мм) между делениями (это может повлиять на содержимое списка **Ticks**).

В большинстве случаев, при двух стандартных стилях изображения (рамка из четырех осей без стрелок или две оси со стрелками) дополнительного форматирования осей не требуется.

По умолчанию (если флажок Font Name (название шрифта) не установлен) отметки на осях изображаются шрифтом, указанным во вкладке Miscellaneous (разное) установок.

Чтобы использовать другой шрифт:

• Установите флажок Font name (название шрифта), а затем выберите шрифт, его стиль и размер.

Чтобы использовать другой шрифт:

• Нажмите кнопку Font Selection (выбор шрифта), а затем выберите шрифт, его стиль и размер.

Чтобы создать документ с особым форматированием или изменить стили, прилагающиеся к DIFFRAC<sup>*plus*</sup> (**Frame (рамка)** и **2 ахез (2 оси)**), сделайте следующее:

- 1. Нажмите вкладку, соответствующую оси, формат которой нужно изменить (Left Axis (левая ось), Тор Axis (верхняя ось), Right Axis (правая ось) или Bottom Axis (нижняя ось)).
- 2. Определите, будет ли эта ось показана (кнопка Axis enabled (разрешить оси)).
- **3.** Если ось будет показана, определите, будет ли на ней стандартная подпись (кнопка **Caption Auto (автоматическая подпись)**). Если вы хотите сделать новую подпись к этой оси, не нажимайте кнопку, а введите подпись в текстовое поле.
- 4. Чтобы четыре оси образовали рамку, выберите в поле Arrow Style (стиль стрелки) вариант Line (без стрелки). Если показаны только оси X и Y без рамки, то рекомендуется снабдить их стрелками. Тип и размер стрелок выберите в выпадающих списках Arrow Style (стиль стрелки) и Arrow Size (размер стрелки), соответственно.
- 5. Если на оси нужно указать много числовых отметок, то их можно написать перпендикулярно оси (флажок Numbers Perpendicular To Axis (числа перпендикулярны осям)). Желательно, чтобы на обеих осях (Х и Y) числа были написаны в одном направлении. Для этого установите этот флажок только для одной из осей.
- 6. Размер делений, числовых значений и подписей к осям подбираются с помощью общего значения в поле Size (mm) (размер (мм)), причем одно и то же значение этого поля может означать большие или меньшие деления и числа в зависимости от того, указана подпись к оси или нет. Чтобы не выводить подпись, нужно отжать кнопку Caption Auto (автоматическая подпись) и не вводить ничего в текстовое поле.
- Чтобы оси выглядели красиво и были удобны для работы, выберите соответствующие значения в полях Ticks (отметки на осях) и Adjust (настроить):
  - Чтобы не выводить числовые отметки на оси, выберите в поле Ticks вариант None (без делений) или Mirror (зеркало) (деления изображаются в том же направлении, что и на другой оси, но без числовых отметок).
  - Чтобы показать числовые отметки, выберите в поле Ticks вариант All (все), а затем установите расстояние между делениями в поле Adjust (увеличьте, чтобы показать меньше делений, и уменьшите, чтобы делений было больше). Выбрав количество показываемых делений, можно после этого уменьшить количество числовых отметок на делениях с помощью выпадающего списка Ticks.



# 11.2.10 Перенос печатаемой страницы в другое приложение Windows

Эта функция недоступна для уровней лицензии до 1997/09

После того, как вы оформили печатаемую страницу с помощью возможностей набора инструментов Стандартный Стиль (Custom Style), ее можно перенести в другое приложение Windows, например, в текстовый редактор или электронную таблицу, следующими способами:

- Скопировать страницу в буфер обмена (нажмите кнопку Copy Metafile to Clipboard (копировать метафайл в буфер)) и вставить ее в другое приложение Windows.
- Экспортировать страницу в файл WMF и импортировать этот файл в другое приложение Windows:
  - 1. В окне Print Preview нажмите Export (экспорт), затем Preview Picture as Metafile (просмотр рисунка как метафайл). Откроется диалоговое окно «Экспорт метафайлов» (Export Metafiles).
  - 2. В этом окне найдите папку, в которой вы собираетесь сохранить файл WMF.
  - 3. В поле File name (имя файла) введите имя файла WMF.
  - 4. Нажмите Save (сохранить).

# 11.3 Использование диалоговых окон печати и параметров страницы

# 11.3.1 Диалоговое окно печати

После выбора в меню команды **Print (печать)** открывается стандартное окно Печать Windows.

Print		? ×
Printer —		
<u>N</u> ame:	EPSON Stylus COLOR 900	▼ <u>P</u> roperties
Status:	Ready	
Type:	EPSON Stylus COLOR 900	
Where:	LPT1:	
Commer	nt:	🔲 Print to file
Print rang	je	Copies
• <u>A</u> II		Number of <u>c</u> opies: 1
O Page	es <u>f</u> rom: 1 <u>t</u> o:	
C <u>S</u> ele	ction	
		OK Cancel

Рис. 11-13 Диалоговое окно «Печать» (Print)

Элемент	Описание	
Принтер	Список принтеров, установленных на компьютере	
Свойства	Параметры принтера (в зависимости от свойств принтера)	
Страницы	В данной версии не используется (печатается одна страница)	
Копии	Число копий страницы	
Печать в файл	Печать документа в файл, а не на бумагу (требуется указать имя файла и папку)	
Кнопка <b>ОК</b>	Закрыть окно и сохранить изменения	
Кнопка <b>Отмена</b>	Закрыть окно, не сохраняя изменений	

Примечание: В русской версии Windows это диалоговое окно содержит подписи порусски.

Page Setup	? ×
Paper	
Size:	4
Source:	utomatically Select
- Orientation	Margins (millimeters)
C P <u>o</u> rtrait	Left: 8,2mm <u>R</u> ight: 2,65mm
C Landscape	Iop: 3,97mm Bottom: 3,97mm
	OK Cancel <u>P</u> rinter

11.3.2 Диалоговое окно параметров страницы

Рис. 11-14 Диалоговое окно «Параметры страницы» (Page Setup)

Диалоговое окно «Параметры страницы» (Page Setup) содержит следующие элементы:

Элемент	Описание
Образец	Показывает, как выглядит страница (по мере изменения параметров образец изменяется)
Размер бумаги	Размер используемых листов бумаги
Источник бумаги	Выбор способа подачи бумаги. В разных принтерах возможны различные источники (верхний лоток, конвертная подача, ручная подача)
Ориентация	Ориентация страницы (книжная или альбомная)
Поля	Размер полей, ограничивающих область печати. Поля также можно изменить в окне «Предварительный просмотр» (Print Preview)
Принтер	Изменение параметров принтера

Примечание: В русской версии Windows это диалоговое окно содержит подписи порусски.

# 11.4 Автоматическая печать

#### 11.4.1 Общие сведения

Функция автоматической печати позволяет распечатывать графические документы без Вашего участия. Процесс печати иногда занимает много времени, и бывает удобно запустить на печать несколько документов и удалиться.

Автоматическую печать можно запустить несколькими способами:

- Из Проводника (Windows Explorer).
- По окончании измерений (программа EVA должна быть запущена измерительной программой в качестве пользовательского задания, "user task")
- Из пакетного файла (список команд операционной системы, сохраненный как файл BAT) или скрипта Javascript (файл JS) либо VisualBasic (файл VBS);
- Из меню File программы EVA (выберите Print All Documents (печатать все документы), все документы будут распечатаны без запросов подтверждения печати)

В обычном документе программы EVA (файл с расширением .EVA) содержится вся информация, необходимая для печати. При непосредственном использовании файла RAW или DIF для печати осмысленного документа требуется дополнительная информация. Эта информация извлекается из вкладки Automatic Plot (автоматическая печать) или из файла модели печати (PLM). Эти файлы можно подготовить только на странице настроек EVA.

Автоматическая печать всегда производится на текущий принтер Windows, выбранный по умолчанию, с теми настройками, которые выбраны для него по умолчанию, кроме ориентации бумаги, которая берется из документа или из вкладки Automatic Plot (автоматическая печать) настроек программы.

#### 11.4.2 Запуск автоматической печати

#### Из Проводника

- 1. Выберите файл EVA, RAW или DIF.
- 2. Кликните его правой кнопкой и выберите Print в контекстном меню.

Это меню открывается благодаря связи расширений файлов с определенными программами в Windows. Файлы EVA, RAW и DIF должны быть связаны с программой EVA.

В Windows 95 можно выбрать несколько файлов одновременно. В Windows NT 4.0 печатается только последний из выбранных файлов.

#### Из пакетного файла

Откройте Notepad, WordPad или другой текстовый редактор, способный сохранить текстовый файл в формате MS DOS с расширением .ВАТ. Этот файл должен содержать список команд, удовлетворяющих следующим правилам:

\path1\Evau/pu\path2\Data\_file.EXT[u/Modelu\path3\Plot\_model.PLM]...

...[u/Style\_Style\_file][u/Preview]

(на одной строке без многоточий; обратите внимание на пробелы между элементами)

где:

- 📖 обозначает символ пробела
- аргументы в квадратных скобках не обязательны
- \path1\ путь к файлу EVA.EXE (папка DIFFRAC<sup>plus</sup>)
- /p ключ для указания имени печатаемого файла
- \path2\ путь к файлу
- Data file.EXT файл с расширением EVA, RAW или DIF
- /Model ключ для указания имени файла модели печати (не обязателен; игнорируется, если в качестве печатаемого файла используется готовый документ EVA)
- \path3\ путь к файлу модели печати
- Plot model. PLM имя файла модели печати (расширение .PLM обязательно)
- /style ключ для указания файла стиля (не обязателен; заменяет собой имя файла стиля в документе EVA или в файле модели печати)
- Style\_file имя файла стиля (путь и расширение указывать не нужно, потому что файл стиля сохраняется в той же папке, что и файл EVA.EXE, если только на вкладке Settings | Miscellaneous (Установки | Разное) не задана иная папка для файлов стиля)
- /Preview ключ, заменяющий печать документа показом его на экране в течение 5 секунд.

#### Примечания:

Можно использовать строчные и заглавные буквы.

1. Сообщения об ошибках EVA показываются в течение 5 секунд; системные сообщения остаются открытыми до подтверждения пользователем.

**2**. Если путь или имя файла содержит пробелы, то заключите его в кавычки, например, /Modelu"C:\Datau2\PMu3.PLM"

#### Решение проблем при печати файла из Проводника

Работа функции **Print (печать)** зависит от привязки расширений файлов к приложениям Windows. Если функция не работает, значит, привязка расширений файлов .RAW, .DIF и .EVA была изменена другой программой (не EVA.EXE). Кроме того, возможно, вы работаете в системе Windows NT V3.51, которая больше не поддерживается. Чтобы восстановить привязку к EVA.EXE файлов .RAW, .DIF, .EVA, сделайте следующее:

#### Способ 1

Запустите EVA.EXE, затем закройте приложение.

Обычно запуск EVA.EXE восстанавливает привязку файлов. Если это не сработает, попробуйте способ 2.

#### Способ 2



- 1. Откройте «Мой компьютер» (My Computer) на рабочем столе или в Проводнике (Windows Explorer);
- 2. В меню View (вид) выберите Options (свойства).
- В диалоговом окне «Свойства» (Options) откройте вкладку File Types (типы файлов);
- 4. Кликните первый тип файла, который не работает, нажмите и держите клавишу CTRL, затем кликните остальные неработающие типы файлов;
- 5. Нажмите Remove (удалить), чтобы удалить выбранные типы файлов из списка;
- 6. Нажмите ОК.
- 7. Запустите программу EVA.EXE, чтобы заново создать привязки типов файлов.

Примечание: Существует различие между запуском автоматической печати из Проводника (Windows Explorer), из пакетного файла и из пользовательского процесса. При запуске из Проводника используется работающий процесс EVA (если он работает). Пакетный файл или пользовательский процесс запускают отдельный процесс EVA для каждой печатаемой страницы. Внешне это различие обычно ни на что не влияет, если только вы не изменили настройки на вкладке «Автоматическая печать» (Automatic Plot) и не запустили печать файла .RAW из Проводника, потому что изменения на вкладке Automatic Plot вступают в силу только после завершения процесса EVA. (эта страница намеренно оставлена пустой)

# 12 Трехмерное изображение данных (режимы 3D и сечения)

# 12.1 Введение

Режимы 3D и Level View представляют несколько дифрактограмм в виде, удобном для выявления закономерностей, например, при дифракционных измерениях в зависимости от времени или температуры.

Теоретически в этих режимах можно изобразить любое количество дифрактограмм, но по-настоящему интересные результаты получаются, когда их достаточно, чтобы создать трехмерную поверхность, которая показывала бы закономерность. Например, можно вывести в этом режиме 1, 2 или 3 дифрактограммы, но ничего интересного Вы не увидите. Дифрактограммы располагаются по оси Z в том порядке, в котором они перечислены в списке в главном наборе инструментов (Main Toolbox) (см. раздел 4.10 «Упорядочивание элементов в Main Toolbox»).

Мы рекомендуем использовать отдельную многодиапазонную дифрактограмму по результатам автоматических измерений при одинаковых условиях с помощью DIFFRAC<sup>*plus*</sup>. Можно внешними средствами зафиксировать эволюцию образца, а затем использовать несколько отдельных файлов и заполнить столбец пользовательских значений (User Values).

# 12.2 Режим 3D (трехмерный вид)

#### 12.2.1 Введение

Предупреждение для пользователей Windows 95: Программа EVA работает с системной библиотекой (OPENGL32.DLL 4.00), которая может привести к неустойчивой работе системы, если одновременно открыто более одного окна в режиме 3D. Однако мы не стали ограничивать количество открытых одновременно окон в режиме 3D, потому что в ближайшем будущем эта проблема будет решена путем обновления библиотеки. В настоящее время мы рекомендуем пользователям Windows 95 открывать только одно окно 3D, чтобы избежать зависания системы.

В новом режиме 3D проще выполнять повороты (они разрешены только по осям X и Y) и больше возможностей компоновки (во многом за счет увеличения отношения ширины к глубине). Эти возможности доступны для всех уровней лицензии.

#### Ось Z в режиме 3D

Ось Z представляет собой порядок расположения дифрактограмм в главном наборе инструментов (дифрактограммы) (Main ToolBox) (Scan); дифрактограммы распределяются по оси Z равномерно, и длина шкалы — это количество дифрактограмм в списке.

Чтобы упорядочить дифрактограммы по содержимому столбца<sup>1</sup>, нажмите на заголовок соответствующего столбца. Ось Z по-прежнему будет проградуирована по номерам дифрактограмм, но при выделении определенной дифрактограммы будет показано ее значение из столбца, использованное при упорядочивании.

Примечание:	Изображение в режиме 3D может отличаться от режима сечения (Level View). В режиме 3D дифрактограммы располагаются на
	одинаковых расстояниях друг от друга, а в режиме сечения это не
	всегда так, потому что по оси Z отложены значения текущего
	столбца <sup>2</sup> . Например, если первая дифрактограмма была получена
	при комнатной температуре <sup>3</sup> , вторая при 100°С, а последующие — с
	интервалом в 10°С, в режиме сечения между первой и второй
	дифрактограммой будет большой промежуток, если они
	упорядочены по температуре, а в режиме 3D этого промежутка не будет.
	Если вручную изменить порядок дифрактограмм в списке, то их
	невозможно будет изобразить в режиме сечения (будет выдано
	сообщение об ошибке, требующее упорядочить их по
	возрастающему или снижающемуся параметру). В режиме 3D это
	будет возможно.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> порядок дифрактограмм изменяется, если возможно провести упорядочивание, то есть, если хотя бы одно значение отличается от остальных

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> либо порядок дифрактограмм, если текущий столбец содержит не числа (например, название образца или имя файла); в этом случае оба режима имеют одинаковый вид

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> Значение *т* установлено в диалоговом окне «Установки» (Settings), вкладка **Program Defaults (программные** установки по умолчанию), 25 °C по умолчанию

#### Запуск режима 3D

KHORKA New window 3D

кнопка 3D settings

Импортируйте один многодиапазонный файл RAW или несколько одиночных файлов RAW. Чтобы показать их в режиме 3D, нажмите кнопку **New Window 3D** (новое окно 3D). Для примера возьмите файлы NH4NO3.RAW, Ep333f.RAW или guil4.RAW. Учитываются только файлы, отмеченные в списке главного набора инструментов (Main Toolbox).

Затем откройте окно настройки режима 3D, нажав на кнопку **3D settings (установки 3D)**.

D View	E
Display Surround Bo Show axes Smooth filter Reverse Scan Order	X Rainbow Colors Ambient Light 0.25 Transparent colors
Set Size C Square Fit Window C Custom	X/Y size ratio 1.60
View True Perspe Increase mo speed + Zoom	ctive   Top   Side
Enable	
Click to	Update the Display

Рис. 12-1 набор инструментов 3D

Кнопка **Update (обновление)** внизу окна позволяет обновить изображение после изменения параметров изображения 2D (например, масштаба). Она же используется при изменении параметров 3D. Некоторые параметры (например, фильтр сглаживания (smooth filter), пропорции (proportions)...) требуют нажатия кнопки **Update**, поэтому при изменении этих параметров кнопка окрашивается в красный цвет.

Click to Update the Display

Рис. 12-2 Кнопка Update (обновление)

# 12.2.2 Цвета, используемые в презентации (экран)

#### Текстура поверхности

Цвета можно определить шестью способами с помощью раскрывающегося списка **Colors (цвета)**:



Рис. 12-3 Раскрывающийся список Colors (цвета)

- Rainbow Colors (радуга): гладкая поверхность, цвет которой изменяется по оси Z, то есть каждая дифрактограмма изображается одним цветом; первая красная, последняя синяя, а цвет промежуточных плавно меняется согласно спектру радуги (этот режим выбран по умолчанию);
- Scan Colors (цвета дифрактограммы): гладкая поверхность, цвет которой изменяется по оси Z, то есть каждая дифрактограмма изображается одним цветом; это те же цвета, что в режиме 2D, но между дифрактограммами цвета плавно переходят один в другой;
- **Contours (контуры)**: если в режиме 2D заданы уровни, то они могут быть показаны в режиме 3D; гладкая серая поверхность, линия определенного цвета показывает точки, находящиеся на определенном уровне Y (то есть, пересечение поверхности с плоскостью Y = constant); если уровни не определены, то используется режим Gray Shades;
- Levels (уровни): подобен режиму Contours, но расстояние между двумя уровнями полностью закрашивается в цвет верхнего уровня, без плавного перехода цвета; если уровни не определены, то используется режим Оттенки Ceporo (Gray Shades);
- Grid Lines (линии сетки): поверхность изображается в виде сетки без скрытых частей;
- Gray Shades (оттенки серого): гладкая серая поверхность; оттенки серого создают ощущение объемности.

Режим цвета дифрактограммы (Scan Colors) оказывается полезным, если нужно выделить определенные участки поверхности (например, фазовые переходы). Для этого нужно изменить цвет одной или нескольких дифрактограмм в главном (2D) наборе инструментов (Main (2D) Toolbox).


Рис. 12-4 Фазы, меняющиеся с температурой, NH4NO3.RAW, показано в цветных сканах

#### Скрытые части

Поверхность рассматривается плоской, за исключением режима линии сетки, так что некоторые детали могут быть скрыты при просмотре. Чтобы увидеть детали, находящиеся за пиком, отметьте окно **Transparent Colors (прозрачные)** цвета. Это может быть полезно для выделения единичного скана без использования инструментов Display Scan Range (показ диапазона дифрактограммы): Вы только должны определить те же самые цвета для всех дифрактограмм, за исключением интересующей.



Рис. 12-5 Файл NH4NO3.RAW, диапазон от 1 до 39, все диапазоны – желтые, за исключением 21-го (синий), показано в цветных сканах с прозрачными цветами

Использованный с контурным режимом с несколькими пиками, этот способ может действительно помочь в понимании эволюции дифрактограмм.



Рис. 12-6 Файл NH4NO3.RAW, пять уровней равномерно размещаются между 360 и 4.700 импульсами, показано в контурном режиме с прозрачными цветами

Прим.:	если Ваша графическая карта не поддерживает прозрачные цвета,
	обновление экрана будет очень медленным.

#### Подсветка

Вы заметите рельефный эффект, полученный с помощью теней на поверхности, так что некоторые части поверхности будут достаточно темными на вид. Поэтому Вы можете настроить подсветку поверхности с помощью слайдера **Ambient light** (рассеянный свет). Переместите слайдер вправо, чтобы получить более яркое изображение, и влево – для более темного.

Вы можете напечатать значение напрямую в этом поле (это обеспечивает точное соответствие таких же условий показа для различных изображение); значение по умолчанию - 0.25 в произвольно выбранной шкале, идущей от 0 до 0.5.

Ambient Light 0.25

Fig. 12-7 слайдер Ambient light (рассеянный свет) для изменения освещения

Вы можете установить большие значения (до 1), напечатав их в текстовом поле.

#### Другие возможности показа

Существуют три возможности для настройки общего показа:

- Surround Box (окружающий ящик): когда это окно отмечено (по умолчанию), график заключен в сеточный ящик; в противном случае единственными указателями направлений служат нарисованные оси X, Y и Z;
- Show Axes (показать оси): когда это окно отмечено (по умолчанию), оси X, Y и Z показываются;

Если и оси, и окружающий ящик скрыты (оба окна очищены), указателей направления нет;

- Direct or reverse scan order (прямой или обратный порядок дифрактограмм): Вы можете выбрать порядок показа дифрактограмм;
  - если окно Reverse Scan Order (обратный порядок дифрактограмм) очищено (по умолчанию), то первая дифрактограмма в списке главного (2D) набора инструментов (Main Toolbox) показывается на фасаде изображения, т.е. ось Z направлена от монитора;
  - если окно Reverse Scan Order отмечено, то первая дифрактограмма в списке показывается самой дальней, т.е. ось Z направлена к пользователю;
- Smooth filter (сглаживающий фильтр): когда это окно отмечено, поверхность сглажена, чтобы улучшить оформление дифрактограмм; EVA использует алгоритм Лапласа: точка поверхности перемещается в направлении центра масс восьми ее соседей (этот алгоритм применяется несколько раз); заметьте, что это является общим сглаживанием поверхности, а не каждой дифрактограммы в отдельности.



Рис. 12-8 алгоритм сглаживания Лапласа: точка движется по направлению центра масс ее 8 соседей

Если Вы показываете координаты единичной точки на поверхности (см. раздел ниже), отраженное значение *I* является реальным значением точки, а не высотой точки на сглаженной поверхности. Кривая является реальной дифрактограммой и может точно не соответствовать сглаженной поверхности.

#### 12.2.3 Передвижения и пропорции

#### Скорость и типы визуализации (вид)

Скорость работы трёхмерной визуализации зависит от конфигурации Вашего компьютера (объём свободной оперативной памяти, мощность процессора и графической карты и т.д.) Для того чтобы добиться наилучших результатов, программу EVA можно сконфигурировать таким образом, чтобы во время движений (перенос, поворот, приближение) изображение упрощалось. При первом запуске EVA в трёхмерном режиме система запустит графический тест, определяющий возможности Вашего оборудования, в это время Вы увидите вращающийся зелёный квадрат. В зависимости от результатов теста, Вы можете выбрать опцию упрощения изображения.

Если Вы хотите использовать упрощение изображения во время движений, отметьте пункт **Increase motion speed (увеличить скорость движения),** по умолчанию он отмечен. Если Ваш компьютер выпущен недавно, можете попробовать работать, сняв эту отметку. Можно выбрать тип визуализации: когда отмечен пункт **True perspective (истинная перспектива)**, поверхность показывается с исчезающей точкой (чем дальше объект, тем меньше его кажущийся размер). По умолчанию этот пункт не отмечен, и построение поверхности идёт в изометрической (параллельной) проекции.

Обратите внимание, что в режиме истинной перспективы отметки на осях скрыты. В выпуске EVA V6 (2000 год) был доступен только режим истинной перспективы; мы считаем, что для представления дифракционных данных лучше подходит параллельная проекция, однако сохранили прежний режим для совместимости.

#### Пропорции поверхности (установить размеры)

Размер оси Z всегда равен размеру оси Y, так, что боковая сторона показываемого параллелепипеда всегда является квадратом. Это ограничение введено для упрощения интерфейса и улучшения внешнего вида, однако Вы можете изменять соотношения между X и Y (и, как следствие, между X и Z), что примерно соответствует изменению ширины дифрактограммы.

Кроме двух автоматических режимов, Square (квадратный) and Fit Window (вписать в окно), есть и режим, определяемый пользователем (Custom)

- Square (квадратный) : длина оси Y равна длине оси X, так что дифрактограмма с наивысшим пиком оказывается вписана в квадрат, а изображаемая фигура является кубом; соотношение *x*/*y* равно 1;
- Fit window (вписать в окно): ширина фигуры (т.е. ось Х) регулируется таким образом, что любую дифрактограмму, вне зависимости от ее положения, всегда можно было вписать в окно; соотношение *x/y* зависит от размера окна в тот момент, когда опция была активирована. Это значит, что при изменении размера окна соотношение сторон сохраняется, чтобы изменить его в соответствии с новым размером окна выберите пункт Fit Window снова и нажмите кнопку Update (обновить);
- Сиstom (пользовательский): при выборе этой опции пропорции поверхности определяются простым перемещением слайдера X/Y size ratio (соотношение X/Y). Значение, показываемое в окне, и есть соотношение сторон *x/y*, значение 1 соответствует режиму квадрата. Можно также ввести значение непосредственно в соответствующее поле.

X/Y size ratio 1.61

Рис. 12-9 Слайдер, определяющий пропорции поверхности

#### Приближение и перемещение (вид)

```
Zoom Чтобы приближать и удалять изображение, просто воспользуйтесь соответствующим слайдером Zoom (увеличение)
```

Диапазон приближения ограничен так, чтобы не допустить обрезания поверхности при каком-нибудь повороте. Если Вам требуется большее увеличение, сначала выполните приближение в окне двухмерной визуализации, или попытайтесь изменить пропорции (увеличьте *x*/*y*), а затем обновите изображение нажатием на кнопку **Update (обновить)**.

Если ширина поверхности больше, чем её высота, то, в зависимости от степени приближения, поверхность может оказаться обрезанной слева или справа. Вы можете передвигать поверхность влево или вправо, чтобы увидеть интересующую Вас часть изображения.

Чтобы передвинуть изображение, используйте полосу горизонтальной прокрутки (ползунок) внизу окна, она выглядит точно так же, как полоса прокрутки в любом приложении Windows. Ширина полосы прокрутки соответствует соотношению *у/х* (если *х/у* равно 3, то полоса прокрутки соответствует 1/3 доступного пространства), так что Вы никогда не потеряете изображение, если слишком углубитесь. Когда Вы отдаляете изображение, полоса прокрутки сохраняет свой размер, так что движения ограничены, но Вы всегда можете передвинуться к левому или правому краю поверхности.



Рис.. 12-10 Использование полосы прокрутки (scroll bar), когда изображение шире, чем окно

Прим.: Приближение в трёхмерном режиме — «реальное», т.е., оно соотносится с расстоянием между объектом и камерой. Поскольку оно является полностью подобным преобразованием, оно отличается от приближения в двухмерном режиме, где, на самом деле имеет место представление ограниченного количества данных на всей отображаемой поверхности с изменением пропорций. Эквивалентом двухмерного приближения будет комбинация изменения соотношения *x/y* (в пользовательском режиме) и трёхмерного приближения.

#### Поворот (вид)

Возможно вращение вокруг двух осей:

вокруг оси X, которая передвигается вместе с поверхностью;



Рис. 12-11 Вращение вокруг оси Х

это движение выполняется передвижением слайдера с надписью **Тор (верх)**; угол вращения обозначается через Ф, (PHI, традиционное обозначение для, так называемых, эйлеровых углов);

вокруг вертикальной оси, зафиксированной относительно экрана.



Рис. 12-12 Вращение вокруг вертикальной оси

Это движение выполняется передвижением слайдера с надписью Side (бок); угол вращения обозначается через  $\phi_1$  (phi1 — традиционное обозначение для так называемых эйлеровых углов,  $\phi_1$  на самом деле обозначает поворот вокруг оси Z, выполненный *прежде, чем* будет выполнен поворот вокруг оси X)

Точка зрения (угол поворота) представлена как точка на квадратной диаграмме  $(\phi_1, \Phi)$  Вы можете перейти непосредственно к любому виду, кликнув в нужное место на диаграмме.



Рис. 12-13 Непосредственное использование карты Эйлера

Вращение ограничено вокруг оси X (угол  $\Phi$ ) от 0 ° до 90 ° и от -45 ° до +45 ° для вращения вокруг вертикальной оси (угол  $\phi_1$ ).

В отличие от EVA V6 (выпуск 2000 год), вращение с помощью мыши невозможно. Это новое ограничение введено, так как применявшееся ранее свободное вращение по трём осям могло приводить к возникновению видов, зачастую бессмысленных, из которых трудно было вернуться в исходное положение. Имеющиеся в настоящей версии возможности включают все «интересные» виды, включая эквиваленты видам Levels 2D (сечения) и псевдо-трёхмерной печати.

Угол поворота можно изменять с помощью курсорных клавиш на клавиатуре. Как всегда в Windows, клавиши изменяют активный объект, то есть последний объект, на который Вы кликнули мышью. Если Вы кликнули на диаграмму углов, то активным объектом будет точка на диаграмме, так что Вы сможете изменять значение  $\Phi$  с помощью клавиш  $\uparrow$  и  $\downarrow$ , а значение  $\phi_1$  с помощью клавиш  $\leftarrow$  и  $\rightarrow$ . Если Вы кликните на один из указателей, то после этого Вы сможете изменять только положение этого указателя (клавиши BBEPX  $\uparrow$  и ВПРАВО  $\rightarrow$  увеличивают угол, клавиши ВНИЗ  $\downarrow$  и ВЛЕВО  $\leftarrow$  уменьшают его).

#### 12.2.4 Перемещение по поверхности (диапазон дисплея)

Чтобы выбрать точку на поверхности, Вы должны сначала выбрать дифрактограмму, к которой она принадлежит (дифрактограмма подсвечивается красным), а затем установить линию, параллельную оси Y (вертикаль к точке). Чтобы активировать эту возможность, установите опцию **Enable display range (включить диапазон отображения)** или просто кликните по поверхности (в режиме истинной перспективы данная функция отключена)

После этого становится активной панель диапазона отображения, где доступны два слайдера:

– Display Rang 🔽 Enable	
48.983 °	2-Theta
267	Counts
34	Scan #
25 °C	Temperature

Рис. 12-14 Панель диапазона отображения

- Вертикальный слайдер Z выбирает дифрактограмму, и выделяет ее цветом; когда слайдер перемещается вниз, система переходит к дифрактограммам ближе к наблюдателю (если изображение показано в прямом порядке, это соответствует меньшим значениям Z)
- Горизонтальный слайдер Х передвигает по скану вертикальную линию



Рис. 12-15 Выбор отдельного скана и точки на поверхности

Координаты выбранной точки показываются в панели Display Range (диапазон отображения).

В первом поле показана координата X; подпись отражает единицы измерения X, выбранные в двухмерном представлении (2-Theta, d или 1/d в случае сканов с 20, Theta для кривых качания...).

Во втором поле показана координата Y — это реальное значение, а не высота точки над поверхностью (которая может отличаться от реального значения, если использовано сглаживание); подпись отражает единицы измерения Y, выбранные в двухмерном представлении (counts (импульсы) или Cps (импульсы в секунду)).

В третьем поле, подписанном scan #, показана координата Z (номер дифрактограммы). Если дифрактограммы отсортированы по какому-нибудь значению (это производится кликом на заголовок одной из колонок списка дифрактограмм в основном, двухмерном представлении), то данные из этой колонки показаны в четвёртом (опциональном) поле, подписанном именем колонки (например, Температура, Название образца и т.п.).

Текущая позиция показана точкой в пересечении позиций слайдеров на диаграмме (*x*,*z*). Вы можете кликнуть непосредственно на эту диаграмму, чтобы переместиться в приблизительно нужную позицию.



Рис. 12-16 Непосредственное регулирование позиции с помощью диаграммы (x,z)

Позицию курсора можно изменять с помощью курсорных клавиш на клавиатуре. Как всегда в Windows, клавиши изменяют активный объект, то есть последний объект, на который Вы кликнули мышью. Если Вы кликнули на диаграмму позиции или на поверхность, то активным объектом будет точка на диаграмме, так что Вы сможете изменять значение Z с помощью клавиш ↑ и ↓, а значение X с помощью клавиш ← и →. Если Вы кликните на один из указателей, то после этого Вы сможете изменять только положение этого указателя (клавиши ВВЕРХ ↑ и ВПРАВО → увеличивают значение, клавиши ВНИЗ ↓ и ВЛЕВО ← уменьшают его).

Прим.: выбранная дифрактограмма показывается в соответствии с реальными данными, поэтому, если 3D поверхность была сглажена, кривая может не в точности ей соответствовать.

# 12.2.5 Предварительный просмотр печати

Из-за сложности изображения возможности изменения внешнего вида ограничены. Основные функции — те же, что и в двухмерном отображении (Select margins (установка полей), Setup (параметры), Print (печать), Zoom In/Out (приближение), Close (закрыть), Copy Picture to Clipboard (скопировать изображение в буфер)).

Легенда к изображению создаётся автоматически, она описывает оси (единицы измерения X, Y, Z) и даёт координаты выбранной точки, если в трёхмерном отображении была выбрана опция **Enable Display Range (включить диапазон отображения).** Для оси Z также отображается, показываются ли дифрактограммы в прямом или в обратном порядке, при этом учитывается сортировка в списке дифрактограмм, а также установлена ли опция **Reverse scan order (обратный порядок)**.

Если сканы были отсортированы и был включен **Display Range(диапазон отображения),** то появляется четвертая строка, где показаны название столбца, выбранного для сортировки и данные из этого столбца.

	Axes and cursor coordinates :
<u>Axes:</u>	X-axis 2-Theta - cursor at 73.874 °
X-axis 2-Theta	Y-axis Counts Lin - cursor at 621 Counts
Y-axis Counts Lin	Z-axis by increasing Scan Order - Scan # 46
Z-axis by increasing Scan Order	Scan # 46: Temperature = 63,20 °C

Рис. 12-17 Легенда с выключенной и с включенной опцией Display Range (Диапазон отображения)

По умолчанию заголовком диаграммы является имя образца на первой дифрактограмме, чтобы изменить заголовок, отметьте опцию **Custom title (другой заголовок)** и введите текст в соответствующее поле.

В раскрывающемся меню выберите разрешение, в зависимости от драйвера Вашего принтера, разница может быть и незаметной (кроме количества отметок на осях), однако эта опция оказывает большое влияние на размер изображения, если Вы выберете функцию **Copy Picture to Clipboard (скопировать изображение в буфер).** 

Custom title Select Margins	Setup	<u>P</u> rint	Zoom In Zoom Out	<u>C</u> lose
	High Resolution	n (300 dpi) 🛛 💌	Copy Picture to Clipboard	
	Low Resolution	(100 dpi)		
	Medium Resolu	tion (200 dpi)		
	High Decelution	(200 de0		

Рис. 12-18 Панель инструментов Print Preview (предварительный просмотр печати)

# 12.2.6 Файлы примеров

#### Ep333f

Файл содержит 100 кривых. Каждая из них является кривой качания (rocking curve), т.е., отклонение 20 постоянно, а сканирование производится по углу наклона. Если взят гониометр типа  $\theta$ -2 $\theta$ , то детектор остается неподвижным, а двигается только образец, ( $\theta$ -сканирование); если он типа  $\theta$ - $\theta$ , то излучатель двигается в том же направлении, что и детектор.



Рис. 12-19 Кривые качания с использованием гониометров типа  $\theta$ -2 $\theta$  или  $\theta$ - $\theta$ 

Поскольку отражающими плоскостями являются только те, которые перпендикулярны вектору дифракции (делящему пополам угол между исходным и преломлённым лучом), такое измерение позволяет обнаружить эффект ориентации. В данном случае сканирование производится с увеличением угла отклонения 20.

Поэтому, более интересно отсортировать сканы по параметру 2-Theta (главный набор инструментов) перед тем, как использовать трёхмерный режим: в этом случае колонка 2-Theta станет активной и будет отражена как параметр Z.

Time Started	2-Theta ∇	Theta
4464 s	90.190 °	44.800 °
4514 s	90.195 °	44.800 °
4565 s	90.200 *	44.800 °

Рис. 12-20 Сканы, отсортированные по возрастанию параметра 2-Theta

#### NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>

Данные использованы с разрешения Института химических технологий Фраунхофера<sup>4</sup>. Они представляют собой 75 быстрых сканов (с помощью линейного PSD детектора), выполненные при различных температурах (от -72 °C до 150 °C) с целью обнаружить четыре фазовых перехода. Это особенно важно, так как некоторые фазы являются взрывчатыми веществами.

То есть, в данном случае интересно отсортировать сканы по температуре.

Time per Step	Temperature $\nabla$	Time Started
5. s	117 °C	34788 s
5. s	120 °C	35339 s
5. s	123 °C	35890 s

Рис. 12-21 Сканы, отсортированные по возрастанию температуры

Следующая функция (пользовательские значения) отсутствует для лицензий, выданных до 2001/09.

Следующий раздел описывает использование столбца пользовательских значений (User Values). Представьте себе, что между измеренной и действительной температурой существует систематическая ошибка (вполне вероятная ситуация в том случае, если датчик температуры расположен не достаточно близко к образцу). В этом случае температура может быть выверена по известным фазовым переходам, а затем измеренные значения температуры — исправлены с

<sup>&</sup>lt;sup>4</sup> Fraunhofer Institut Chemische Technologie — Joseph-von-Fraunhofer-Strasse 7, 76327 Pfinztal (Berghausen), Germany http://www.ict.fhg.de/

использованием градуировочной кривой. Для того чтобы использовать исправленные значения температуры (или любых других данных пользователя), нужно произвести следующие действия:

- выберите все дифрактограммы (CTRL+А в основной панели инструментов), скопируйте их в буфер, а затем в приложение для работы с таблицами (например, Excel);
- примените формулу преобразования (например, добавьте 2°С) к столбцу со значениями температуры (у неё должен быть числовой формат), затем скопируйте новый столбец в буфер;
- 3. вернитесь в EVA; используя кнопку Properties of User Values column (свойства столбца пользовательских значений), установите следующие параметры:

	User Values Column Properties 🛛 🗙
	Legend: Unit: Corrected temperature (*C
	Numerical Values 🔽
	Decimal Places 0
	Pad with Zeroes 🗖
	Current User Value:
	1
]	Cancel OK

Рис. 12-22 Кнопка и диалоговое окно User Values Column Properties (свойства столбца пользовательских значений)

а затем кликните ОК;



4. используйте кнопку Paste in User Values Column (вставить пользовательские значения), а затем кликните на заголовок столбца, чтобы отсортировать сканы.

Заголовок колонки будет по-прежнему User Values (пользовательские значения) (чтобы избежать путаницы с каким-нибудь существующим столбцом), но на панели трёхмерной визуализации будет отображаться заголовок Corrected temperature (исправленная температура)

Creation Date/Time	User Value $\nabla$	Operations
22/01/96 22:28:42	-72 °C	Import [001]
22/01/96 22:28:42	-69 °C	Import [002]
22/01/96 22:28:42	-66 °C	Import [003]

Рис. 12-23 Дифрактограммы, отсортированные по возрастанию пользовательских значений

#### Guil4

Данные использованы с разрешения UMR6010<sup>5</sup>. Они состоят из 32 быстрых сканов (PSD детектор). Сложное кристаллическое фторсодержащее соединение нагрето в инертной атмосфере от комнатной температуры до 400 °C (первый скан сделан при комнатной температуре, остальные при температурах от 100 °C до 400 °C с шагом в 10 °C). Вещество проходит через два твердотельных перехода: сначала в аморфное состояние, затем в другое кристаллическое состояние.

<sup>&</sup>lt;sup>5</sup> Laboratoire des Fluorures — Université du Maine/CNRS UMR6010 — Av. Olivier Messiaen, BP 535, 72085 Le Mans cedex 9, France — http://www.univ-lemans.fr/sciences/fluorures/ldf.html

# 12.3 Сечения



Рис. 12-24 Сечение

Сечение — это представление трёхмерных данных по X и Z. Набор данных состоит из сканов, покрывающих один и тот же интервал и выполненных с одинаковым шагом. Информация о значениях Y дана в виде кривых равной интенсивности (контуров)

0

Чтобы активировать в EVA режим сечений:

На панели инструментов нажмите кнопку Level view (сечение)

Кнопка Level view

•

В зависимости от установок в Main Toolbox/Scan (главный набор инструментов/ дифрактограмма), значения на оси Z могут возрастать или уменьшаться.

Установки Base always zero (основание всегда ноль) и Always fit top (всегда соответствовать верху) не влияют на контурные диаграммы.

В данных, полученных с помощью отображения обратной решетки (reciprocal-space mapping, RSM), контуры, скорее всего, будут равноудалёнными при использовании логарифмической шкалы, тип шкалы (линейная, степенная со степенью ½ или логарифмическая) можно установить в разделе Settings | Levels & Maximums (Установки | Сечения и максимумы)

Количество десятичных знаков в отображаемых значениях параметра Z основано на установках в Settings | Decimal places (Установки | Десятичные знаки).



Рис. 12-25 Пример данных отображения обратной решетки (RSM)



Кроме того, на сечениях можно показывать решётку интенсивности, делающую значения Y легче для восприятия. В этом случае пространство X-Z делится на квадраты равной площади, а каждый квадрат закрашивается цветом, соответствующим уровню интенсивности. Подобная возможность делает диаграммы легче для восприятия, подобно тому, как географическую карту с изобатами легче читать, если в ней использованы цвета для обозначения разной высоты.

Чтобы отобразить на срезе решётку интенсивности:

 Кликните кнопку Intensity Grid (решетка интенсивности) на панели инструментов

 
 Прим.:
 Возможно отображение трёхмерных данных в трёхмерной визуализации с использованием сечений, ранее определённых в двухмерном представлении: выберите опцию Contours (контуры) или Levels (срезы) в раскрывающемся меню панели управления трёхмерным отображением. После этого изображение будет разделено на слои, высоты и цвета которых будут зависеть от срезов, определённых в основной панели. Эта функция позволяет Вам сравнивать двух- и трёхмерное представление одних и тех же данных.

 Обратите внимание, что изображения могут не совмещаться, поскольку в трёхмерной визуализации сканы равномерно

поскольку в трёхмерной визуализации сканы равномерно распределены по оси Z, а на сечениях ось Z отображает значения из столбца, выбранного для сортировки дифрактограмм.



ToolBo	8				×
Sc	an	Pattern Pe	ak Area	Label	Level
‡≣	Å	h C× f	i u 🔽 🛛	2 in in	<b>a</b>
- <u>†</u>	Size	Time per Step	Temperature 3	V Time Started	<u>1</u> 2-T ▲
.i.	Э°	5. s	-72 °C	75 s	10.
	9°	5. s	-69 °C	626 s	10
· •	9°	5. s	-66 °C	1177 s	10.
	9°	5. s	-63 °C	1728 s	10.
$\overline{\Psi}$	9 °	5. s	-60 °C	2279 s	10.
	9 °	5. s	-57 °C	2830 s	10.
汨	9 °	5. s	-54 °C	3381 s	10.
es.	9 °	5. s	-51 °C	3932 s	10.
	9 °	5. s	-48 °C	4483 s	10.
e Maria	9 °	5. s	-45 °C	5034 s	10.
Q	9 °	5. s	-42 °C	5585 s	10.
	9°	5. s	-39 °C	6136 s	10.
	Э°,	5. s	-36 °C	6687 s	10.
	•				►
🗖 G	ray All	Except Current	Items Selected:	None	$\mathfrak{D} \bigtriangledown$

12.3.2 Выбор оси Z для отображения сечений

Рис. 12-26 Выбор оси Z (в данном случае — температура)

По умолчанию ось Z отображает порядок сканирования, но можно выбрать более подходящий столбец в основной панели, например, столбец Temperature (Температура) для серии 2θ-сканов выполненных при разной температуре

Чтобы выбрать другую переменную для оси Z:

- 1. В главной панели кликните Scan (дифрактограмма).
- 2. Кликните на заголовок столбца, данные в котором должны отражаться на оси Z.

#### Примечания:

- Если выбран столбец, данные в котором не могут быть отсортированы (текстовые данные или константа), то система будет использовать порядок сканирования и равномерное распределение дифрактограмм.
- Порядок дифрактограмм изменяется только в том случае, если хотя бы одно значение (численное или текстовое) отличается от других.
- Когда данные в столбце числовые и, по крайней мере, одно значение отличается от других, ось Z представляет этот столбец и градуируется значениями из столбца. В панели состояния (Status bar) показывается именно это значение как значение Z.
- В заголовке столбца, который используется для оси Z, справа отображается треугольник, чтобы отличить его от других. Треугольник указывает вниз, если объекты отсортированы в порядке возрастания, или вверх — если по убыванию.

# 12.3.3 Использование автоматических уровней для генерации сечений

Edition Auto Levels Maximum	
Max Intensity Level 17033.1	
Min Intensity Level 3645.9	
Number of Levels to Create 5	Create

Рис. 12-27Панель управления автоматическими сечениями

Для создания равноудалённых сечений рекомендуется использовать автоматические сечения, по умолчанию их генерируется 5. Это действие может быть произведено как в режиме X-Y (скан), так и в X-Z (сечение). Рекомендуется устанавливать уровни сечений на скане (X-Y), так как там ясно видны уровни интенсивности. Кроме того, если Вы установите сечение, которому не соответствует ни одно значение, то, при выключенной решётке интенсивности вы получите в результате пустой экран.

Для использования панели управления автоматическими сечениями:

- 1. В главном наборе инструментов кликните на Level (сечение) в панели Object (объект).
- 2. В панели Data Treatment (обработка данных) кликните на Auto Levels (автоматические сечения).
- В полях Max Intensity Level (максимальная интенсивность) и Min Intensity Level (минимальная интенсивность) введите максимальное и минимальное значения для интервала, который будет использован для создания равноудалённых сечений.
- 4. В поле Number of Levels to Create (количество сечений) введите желаемое количество сечений.
- 5. Кликните кнопку **Create (создать)**. После этого EVA покажет вновь созданные сечения на графических панелях, а также в главном наборе инструментов.
- Прим.: Если шкала Y в отображении X-Y нелинейная, то создаваемые срезы будут равномерно располагаться по шкале с учётом нелинейности (например, для логарифмической шкалы 10, 100, 1000...). После того, как сечения созданы, линейность или нелинейность шкалы не оказывает влияния на вид сечений: ось Y видится сверху, изменяется только вертикальное расстояние между срезами, а оси X и Z всегда линейные. По техническим причинам каждый раз при переключении из режима сечений в режим скана, ось Y устанавливается в линейный режим.

## 12.3.4 Информация, доступная для сечений в главной панели

Элемент	Описание
Legend (условное обозначение)	Если подпись к данным слишком длинна, для того, чтобы уместиться на диаграмме, она может быть обозначена ссылкой и вынесена в легенду (устанавливается в диалоговом окне Label Properties (свойства подписи))
Intensity (Интенсивность)	Интенсивность в избранных для Y единицах (counts (импульсы) или cps (импульсов в секунду))
Intensity % (Интенсивность в %	Интенсивность в процентах, текущая максимальная интенсивность делится на наибольший измеренный или записанный уровень и

умножается на 100

## 12.3.5 Автоматическое нахождение максимумов

Editio	n Auto Levels Maximum	
1	High Filter	
Ц	31 Maximum peak(s) found.	
T	Low Filter	Append

Рис. 12-28 Панель управления Махітит (максимум)

С помощью специальной панели управления можно автоматически находить максимумы. Единственная регулировка — фильтр, который может быть настроен так, чтобы поисковый алгоритм был более или менее чувствительным и, таким образом, находил больше или меньше максимумов.

Для того чтобы автоматически найти необходимое количество максимумов:

- 1. В главном наборе инструментов нажмите Level (сечение) в панели Object (объект).
- 2. В панели Data Treatment (обработка данных) нажмите Maximum (максимум).
- Установите слайдер настройки фильтра в нужное положение: EVA отображает количество найденных максимумов в поле Maximum peak(s) Found (найдено пиков).
- 4. Нажмите Append (добавить), чтобы создать найденные максимумы.

# 12.3.6 Информация, доступная для максимумов в основной панели

Элемент	Описание
Caption (подпись)	ТекстТекст (редактируется в диалоговом окне Maximum Properties (свойства максимума))
Legend (условное обозначение)	Если подпись к максимуму слишком длинна, для того, чтобы уместиться на диаграмме, она может быть обозначена ссылкой и вынесена в легенду (устанавливается в диалоговом окне Maximum Properties (свойства максимума))
Angle (угол)	Реальное положение максимума на оси X (обычно угол, зависит от единиц измерения X)
d-value (значение d)	Реальное значение <i>d</i> (для сканов, отличных от 2- Theta, не определено, показывается значение «n.a.»)
Intensity (интенсивность)	Интенсивность в избранных для Y единицах (counts (импульсы) или cps (импульсов в секунду))
Intensity % (интенсивность в %)	Интенсивность в процентах, текущая максимальная интенсивность делится на наибольший измеренный или записанный уровень и умножается на 100
Z-Scale (шкала Z)	Реальное значение по Z (только на сечениях, в обычном виде показывается значение «п.а.»)



# 12.3.7 Создание сечений и максимумов вручную

Рис. 12-29 Панель управления Edition (редактирование)

#### Создание сечений вручную

Чтобы вручную создать сечение:

- 1. В главном наборе инструментов нажмите Level (сечение) в панели Object (объект)
- 2. В панели Data Treatment (обработка данных) нажмите Edition (редактирование).



3. Перетяните мышью символ Level (сечение) в положение на рабочей панели, где Вы хотите создать сечение: EVA отображает вновь созданное сечение прямой линией на графической панели и добавляет его к списку сечений в главном наборе инструментов.

Прим.: Вы можете изменять значение интенсивности, перетягивая мышью символ в другое положение или непосредственно вводя значение в поле Intensity (интенсивность) под пунктом Edition (редактирование)

#### Нахождение максимумов вручную

Чтобы найти максимум вручную:

- В главном наборе инструментов нажмите Level (сечение) в панели Object (объект)
- 2. В панели Data Treatment (обработка данных) нажмите Edition (редактирование).
- Перетяните мышью символ Maximum (максимум) в положение на рабочей панели, где Вы хотите создать максимум: EVA добавляет вновь созданный максимум к списку максимумов в главном наборе инструментов.

#### Примечания:

- При использовании мыши для нахождения максимума на обычном изображении координаты максимума определяются следующим образом:
  - Значение Х получается из текущего значения абсциссы курсора,
  - Значение Y значение интенсивности, которое ближе всех к курсору из всех сканов;
  - Значение Z определяется по дифрактограмме, обладающей значением Y.

Вследствие этого, если Вы пытаетесь определить максимум по всем дифрактограммам с некоторым X, максимум будет установлен для той дифрактограммы, где будет найдена наибольшая интенсивность при этом X. Обратите внимание, что при определении максимума значения Z на изображении не показываются. Это связано с тем, что в любой момент можно изменить столбец, который будет отображаться как координата Z, в то время как



в изображении сечения текущий объект обязательно должен принадлежать сечению. EVA возвращается к нормальному режиму изображения, как только Вы выберете другой объект, что предотвратит установку другого столбца для оси Z (в этом случае сечения могут стать неверными).

 Положение максимума может быть изменено перетягиванием его символа на другую позицию в графической панели, или непосредственным редактированием соответствующих полей в пункте Edition (редактирование).

# 12.3.8 Изменение свойств сечений и максимумов

#### Изменение свойств сечений

Level Properties: Sin	gle Selection	? ×
Legend = I=10642 Cou	ints (100,0 %)	
I=%3 (%4)		
Intensity 10642.1	Cancel	OK

Рис. 12-30 Диалоговое окно Level Properties (свойства сечения)

Вы можете изменять название текущего сечения, вводя желаемый текст или вводя специальные значения, описанные в следующей таблице:

Чтобы показать…	Введите
Угол Х	%1
Значение <i>d</i> (неопределенно для дифрактограмм, отличных от 2-theta, для них EVA показывает «n.a.» — "Не доступно")	%2
Интенсивность в выбранных единицах (Counts или Cps)	%3
Интенсивность в процентах (текущая максимальная интенсивность, разделённая на наибольший обнаруженный или записанный в списке максимум и умноженная на 100)	%4
Значение Z	%5

Обратите внимание, что значение по умолчанию указывается во вкладке Sizes (размеры) в меню Settings (установки)

Уровень интенсивности можно менять непосредственно в поле Intensity (интенсивность)

#### Изменение свойств максимумов

Maximum Properties	? ×
Title = 1=1073 Counts, Z=75	Legend
I=%3, Z=%5	
Oriental	tion 🛛 🛨
Angle Caption Size (pixel	s) 12
45.1 Caption Size (mm)	3
1073 Cancel	ОК

Рис. 12-31 Диалоговое окно Maximum Properties (свойства максимума)

Вы можете изменять название текущего максимума, вводя желаемый текст или вводя специальные значения, описанные в следующей таблице:

Чтобы показать…	Введите
Угол Х	%1
Значение <i>d</i> (неопределенно для дифрактограмм, отличных от 2- theta, для них EVA показывает «n.a.» — "Не доступно")	%2
Интенсивность в выбранных единицах (Counts или Cps)	%3
Интенсивность в процентах (текущая максимальная интенсивность, разделённая на наибольший обнаруженный или записанный в списке максимум и умноженная на 100)	%4
Значение Z	%5

Что касается пиков, можно выносить подпись максимума, если она длинная, в легенду диаграммы. В это случае краткая подпись (текст, который Вы вводите в поле **Legend (условное обозначение)** и который можно редактировать, установив опцию **Legend**) используется как маркер на диаграмме, и повторяется в легенде, где его сопровождает длинное название максимума.



Прим.: Существует жёсткая зависимость между размером легенды в пикселях (на экране) и её размером в миллиметрах (на бумаге). Эта зависимость определяется по двум соответствующим значениям,

которые находятся во вкладке **Sizes (размеры)** в меню **Settings (установки)** и позволяет определить размер легенды на печати по её размеру на экране. Когда Вы редактируете значения на этой вкладке, второе значение автоматически подстраивается под то, которое Вы изменили.

#### Изменение нескольких объектов

Эта функция отсутствует для лицензий, выданных до 2004/09

Если средствами Windows<sup>®</sup> были выбраны несколько сечений или максимумов, то диалоговые окна показывают только те параметры, которые могут быть общими для нескольких объектов, то есть:

- для сечений: Legend (условное обозначение);
- для максимумов: Title (подпись), Orientation (ориентация), Arrowhead (размерная стрелка) и Caption sizes (размеры заголовка).

Level Properties: Mu	Itiple Selection	? ×
Legend		
I=%3, Z=%5		
	Cancel 0	к
Maximum Properties:	Multiple Selection	? ×
Maximum Properties: Title	Multiple Selection	? ×
Maximum Properties: Title [1=%3, Z=%5	Multiple Selection	? ×
Maximum Properties: Title [1=%3, Z=%5	Multiple Selection Orientation	?× ÷↓
Maximum Properties: Title [I=%3, Z=%5	Multiple Selection Orientation Caption Size (pixels) 12	? × ÷↓
Maximum Properties: Title [1=%3, Z=%5	Multiple Selection	? × ÷↓
Maximum Properties: Title 1=%3, Z=%5	Multiple Selection Orientation 0 Caption Size (pixels) 12 Caption Size (mm) 3 Cancel 0	? ×

Рис. 12-33 Диалоговые окна свойств сечений и максимумов при выборе нескольких объектов

# Приложения

# А EVA V14 и уровни лицензии

#### Совместимость с базами данных PDF

Свойство	Требуемый уровень лицензии
Совместимость с PDF-4+ 2008, Organics 2009	2008/09
Совместимость с PDF-2 Выпуск 2008	2008/09
Совместимость с PDF-4+ 2007, Organics 2008	2007/09
Совместимость с PDF-2 Выпуск 2007	2007/09
Совместимость с PDF-4+ 2006, Organics 2007	2006/09
Совместимость с PDF-2 Выпуск 2006	2006/09
Совместимость с PDF-4+ 2005, Organics 2006	2005/09
Совместимость с PDF-2 Выпуск 2005	2005/09
Совместимость с PDF-2 Выпуск 2004	2004/09
Совместимость с PDF-2 Выпуск 2003	2003/09
Совместимость с PDF-2 Выпуск 2002	2002/09
Совместимость с PDF Выпуск 2001	2001/09
Совместимость с PDF Выпуск 2000	2000/09
Совместимость с PDF Выпуск 1999	1999/09
Совместимость с PDF Выпуск 1998 (sets 1–48)	1998/09
Совместимость с PDF Выпуск 1997(sets 1–47)	1997/09
Совместимость с PDF Выпуск 1996 (sets 1–46)	1997/06

Для PDF2: поддерживаются все версии баз данных от 1–39 до указанного уровня (уровни 1–37 и 1–38 не поддерживаются).

Для PDF4:лицензия ICDD действительна в течение 1 года. Поддерживаются базы данных: PDF-4+ и PDF-4/Organics.

#### Основные свойства

Свойство	Требуемый уровень лицензии
Вычисление остатка для поиска/соответствия	2006/09
Согласование полной рентгенограммы	2005/09
Автоматическое масштабирование рентгенограмм при импорте	2004/09
hkl-генератор	2004/09
Окна Tools (инструменты) и Property (свойство) могут применяться для множественного выбора	2004/09
Исключение дубликатов	2003/09
Химический баланс	2003/09
Дизайн фона с помощью кривых Безье	2001/09
Цвета сечений и максимумов хранятся в документе	2001/09
Столбец пользовательских значений для дифрактограмм	2001/09
Анизотропная деформация образцов	1999/09
Замена округленных значений <i>д</i> при импорте рентгенограмм	1999/09
Графический полуколичественный фазовый анализ	1999/09
Автоматическое увеличение по Ү	1999/09
Нанесение дифрактограмм пунктиром	1999/09
Расширенный режим показа	1999/09
Добавление дифрактограмм при импорте	1999/09
Возможность Undo/Redo (отмена/повтор)	1998/09
Показ индексов hkl для рентгенограмм	1998/09
Совмещение дифрактограмм	1998/09
Нормирование дифрактограмм	1998/09
Установки экрана по умолчанию	1998/09
Не показывать скрытые линии для псевдо-3D	1998/09
Создание пиков из рентгенограммы	1998/09
Кривые изо-интенсивности для 3D данных	1997/09
Графики могут быть сохранены как метафайлы	1997/09

# В Химический баланс

Это приложение содержит некоторую дополнительную информацию о химическом балансе (см. раздел 6.8.4 "Химический баланс: сравнение с химическим анализом").

#### Формат ASCII файлов

Когда химический анализ не проводится с помощью спектрометра Bruker AXS XRF под управлением SPECTRA<sup>*plus*</sup>, SPECTRA 3000 или SPECTRA-AT, результаты должны храниться в виде ASCII файла (текстовый файл). Этот текстовый файл может быть напечатан в текстовом редакторе (например, NOTEPAD.EXE) или в электронной таблице (например, EXCEL, но сохраните файл в формате TXT), или он может быть создан программой химического анализа и модифицирован пользователем при необходимости.

Формат должен отвечать следующим требованиям:

- Перед списком результатов не должно быть заголовка
- Один элемент или соединение на строчке
- В одну строчку: название элемента или соединения + разделитель + концентрация [+ разделитель + комментарии]

(Поля в скобках являются необязательными.)

Поле	Формат
Название элемента	Химический символ (например, С для углерода, АІ для алюминия и т.д.)
Название соединения	В наиболее простых случаях: напишите краткую формулу (например, SiO2); более сложные случаи описаны в приложении В.2 "Преобразователь химических формул"
Разделитель	Существуют три правильных разделителя: табуляция, знак равенства '=', вертикальная черта ' '
	Можно заключить <b>все</b> поля в двойные кавычки; в этом случае, любой символ (включая пробел) может служить разделителем
Концентрация	<ul> <li>Существуют три правильных единицы измерения (только массовая концентрация):</li> <li>per one (нормирование на единицу, т.е пишите '0.5' для 50%): записывайте только значение</li> <li>процент: записывайте значение и знак процента ('%')</li> <li>ppm: записывайте значение и 'ppm'</li> </ul>
	между значением и единицей измерения можно оставлять или не оставлять пробел;
	Знаки после запятой могут быть отделены точкой '.' или запятой ','

Правильный формат описан в нижеследующей таблице:

#### Примеры правильно записанных строк:

CaO   0.40		(означает "40% оксида кальция")
"CaO" "0.40"		
SiO2 60,0%		(разделено табуляцией)
Ti=120ppm	comment	(второй разделитель - табуляция)

#### Преобразователь химических формул

Формулы соединений используются для преобразования концентраций соединений в концентрации элементов. Это касается формул записанных в стандартах PDF и, возможно, соединений, измеренных методом химического анализа.

В простейшем случае дается краткая формула: элемент записывается один раз и число его атомов в молекуле или ячейке записывается после химического символа элемента (например, Al2O3 для оксида алюминия).

Но формула может быть задана более сложным образом, особенно если соединение складывается из нескольких составляющих. Вот несколько примеров.

#### Образец 00-041-1985

Формула: C<sub>7</sub>H<sub>9</sub>CdN<sub>5</sub>NiO·0.25(CH<sub>3</sub>NHCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH)·0.25[(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>3</sub>] /Cd(CH<sub>3</sub>NHCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH)Ni(CN)<sub>4</sub>·0.25(CH<sub>3</sub>NHCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH)·0.25[(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>3</sub>]

Z	Элемент	Число атомов в молекуле/ячейке	Массовая доля % (умножается на концентрацию соединения)
1	Н	14.25	3.599
6	С	10	30.09
7	N	5.25	18.43
8	0	1.25	5.011
28	Ni	1	14.71
48	Cd	1	28.17

Преобразование:

Комментарии:

- альтернативная формула, данная после знака "/", не принимается во внимание (альтернативные формулы могут быть доступны для PDF-2, но не для PDF-4);
- центрированные точки "." являются разделителями для отдельных составляющих.

# Образец 00-043-0038

Формула: [(C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>)<sub>4</sub>N]<sub>2x</sub>Fe<sub>2-x</sub>PO<sub>4</sub>·zH<sub>2</sub>O

#### Преобразование:

Z	Элемент	Число атомов в молекуле/ячейке	Массовая доля % (умножается на концентрацию соединения)
1	Н	0.58 (56x+2z)	0.2784
6	С	0.24 (24x)	1.373
7	N	0.02 (2x)	0.1334
8	0	4.01 (4+z)	30.55
15	Р	1	14.75
26	Fe	1.99 (2-x)	52.92

Комментарии:

- х и z по договоренности замещаются на 0.01;
- более высокий порядок скобок поддерживается.

# Образец 00-052-1576

Формула: (Ba,K,Pb,Na)<sub>4</sub>(Y,Ca,Ln)<sub>2</sub>[Si<sub>8</sub>B<sub>2</sub>(B,Si)<sub>2</sub>O<sub>28</sub>F]

#### Преобразование:

Z	Элемент	Число атомов в молекуле/ячейке	Массовая доля % (умножается на концентрацию соединения)
5	В	3	2.438
8	0	28	33.68
11	Na	1	1.728
14	Si	9	19
19	к	1	2.939
20	Са	0.6667	2.009
39	Y	0.6667	4.456
56	Ва	1	10.32
57	La	0.04762	0.4973
58	Ce	0.04762	0.5016
59	Pr	0.04762	0.5044
60	Nd	0.04762	0.5163
62	Sm	0.04762	0.5382
63	Eu	0.04762	0.544
64	Gd	0.04762	0.5629
65	Tb	0.04762	0.5689
66	Dy	0.04762	0.5817
67	Ho	0.04762	0.5904
68	Er	0.04762	0.5987
69	Tm	0.04762	0.6047
70	Yb	0.04762	0.6194
71	Lu	0.04762	0.6263
82	Pb	1	15.57

#### Комментарии:

- когда элементы разделены запятыми, как в случае (Ba, K, Pb, Na), преобразователь дает всем элементам равную атомную долю, 0.25 в данном случае;
- Ln (означает "неопределенный лантаноид или актиноид") распределен в равных долях на 14 лантаноидов и актиноидов (Pm не включен в наш список, так как он не существует в природных условиях), т.е. 0.07. В данном случае, есть 0.3333 атома лантаноида в составляющей соединения и эта составляющая встречается дважды в молекуле/ячейке, что составляет 0.04762 атом каждого лантаноида.

# С Форма пика при совместимости полной рентгенограммы (FPM)

Математическая функция, использованная для процедуры совместимости полной рентгенограммы (FPM), является разделенной функцией псевдо – Войта (pseudo-Voigt function), т. е. суммой функций Гаусса и Лоренца.

$$PV_{left}(2\theta) = \eta \cdot L_{left}(2\theta) + (1-\eta) \cdot G_{left}(2\theta)$$
для 2 $\theta$  < 2 $\theta_0$ 

$$PV_{right}(2\theta) = \eta \cdot L_{right}(2\theta) + (1-\eta) \cdot G_{right}(2\theta)$$
для 2 $\theta$  > 2 $\theta_0$ 

где

- 200 положение линии (вершина пика);
- L<sub>i</sub>(20) функция Лоренца;
- G<sub>i</sub>(20) функция Гаусса;
- η фактор смешения, или фактор Лоренца.

Это эмпирическая модель; ширина функций Лоренца *H*<sub>Li</sub> связана с шириной функций Гаусса *H*<sub>Gi</sub> следующей формулой (*i* заменяет *left(левый*) или *right(правый*)):

$$H_{Li} = (1 + B_L) \cdot H_{Gi}$$

где *B*<sub>L</sub> это фактор, который изменяется с 20.

Ширина функций Гаусса описывается фактором уширения *B*, который изменяется с 20:

 $H_{Gi} \propto B$ 

Асимметрия описывается соотношением между правой и левой функциями Гаусса, это параметр *А*:

$$A = \frac{H_{Gright}}{H_{Gleft}}$$

Таким образом, форма пика описывается тремя параметрами (см. раздел 6.13.1 "Симуляция дифрактограмм"):

• Фактор асимметрии А:

$$A = A_0 + \frac{A_1}{\tan(\theta_0)} + \frac{A_2}{\tan^2(\theta_0)}$$

где A<sub>0</sub>, A<sub>1</sub> и A<sub>2</sub> - постоянные для данной дифрактограммы;

• Фактор уширения В:

 $B = B_1 \cdot \tan(\theta_0) + B_2 \cdot \tan^2(\theta_0) + B_3 \cdot \tan^3(\theta_0)$ 

где B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub> и B<sub>3</sub> - постоянные для данной дифрактограммы;

• ширина *B*<sub>L</sub> функции Лоренца:

$$B_{Lleft} = B_{Lleft0} + \frac{B_{Lleft1}}{\tan(\theta)}$$
$$B_{Lright} = B_{Lright0} + \frac{B_{Lright1}}{\tan(\theta)}$$

где B<sub>L left 0</sub>, B<sub>L left 1</sub>, B<sub>L right 0</sub> и B<sub>L right 1</sub> - постоянные для данной дифрактограммы.

(страница намеренно оставлена пустой)