

Programa para acoplamiento y procesamiento de datos en difractómetros de la serie HZG-4

Alberto Serra Jones, Enrique Vega Reyes, Juan C. Molina, Laboratorio de Análisis Estructural IMRE

Alberto Serra Roure, IPVCE Mártires de Humbolt 7

RESUMEN

Se expone un programa, DIFA, en lenguaje QUICK-BASIC para microcomputadoras IBM compatibles que realiza la comunicación y procesamiento de datos para los difractómetros HZG-4 de la Freiburger Präzisionsmechanik.

ABSTRACT

An IBM compatible program, DIFA, in QUICK-BASIC language is presented. This program makes the communication and data-processing for any diffractometer of the series HZG-4 from Freiburger Präzisionsmechanik.

INTRODUCCIÓN

Debido a que los programas utilitarios que vienen acoplados a ciertos equipos comerciales no permiten su posterior desarrollo o adecuación a las necesidades particulares de cada laboratorio pues vienen en código de máquina, es que en este artículo se presenta la sustitución del programa SAP-30, acoplado al difractómetro HZG-4/A de la Freiburger Präzisionsmechanik y ejecutado por una minicomputadora KS 4100, por el

programa DIFA elaborado en lenguaje QUICK-BASIC para microcomputadoras IBM compatibles que realiza los mismos cálculos que el programa SAP-30, que puede ser adaptado a cualquier difractor de la línea HZG-4 y con la ventaja adicional de tener salida por disco lo que permite un posterior procesamiento de los resultados o datos por otros programas.

DESARROLLO

A. DESCRIPCIÓN DEL PROGRAMA

El programa DIFA consta de un programa principal que sólo contiene un menú central que envía a las diferentes subrutinas. Estas son:

1. *Subrutina COMUNIC.* Esta establece la comunicación con el difractor y es la encargada de recibir los parámetros de medición: ángulos final e inicial, paso angular, tiempo de medición y las opciones de la corrección de Rachinger y longitudes de onda. Esta subrutina además crea un fichero con los conteos de cada medición.
2. *Subrutina PROCES.* En esta subrutina se leen los conteos del fichero creado por la subrutina COMUNIC, se ordenan los datos de cada medición separando los picos de los fondos. Los fondos se procesan por el método de los mínimos cuadrados y finalmente se realiza la corrección de los mismos en cada pico.
3. *Subrutina SUAVIZA.* Aquí tiene lugar el suavizamiento de los picos. Este se realiza mediante la expresión /1/:

$$I(n) = (I\langle n-3 \rangle - 18I\langle n-2 \rangle + 63I\langle n-1 \rangle + 164I\langle n \rangle + 63I\langle n+1 \rangle - 18I\langle n+2 \rangle + I\langle n+3 \rangle) / 256 \quad (1)$$

y para los extremos:

$$I\langle 0 \rangle = I\langle 1 \rangle; \quad I\langle -1 \rangle = I\langle 2 \rangle; \quad I\langle -2 \rangle = I\langle 3 \rangle$$

$$I\langle n+1 \rangle = I\langle n \rangle; \quad I\langle n+2 \rangle = I\langle n-1 \rangle; \quad I\langle n+3 \rangle = I\langle n-2 \rangle$$

El suavizado tiene lugar después de la corrección del fondo y en la opción de Rachinger.

4. *Subrutina AREA.* En esta subrutina se calcula la intensidad integral de los picos, así como la varianza y el centroide de acuerdo con las expresiones siguientes /2/:

$$\text{Intensidad Integral } I_{int} = \int I\langle 2\theta \rangle d\langle 2\theta \rangle \quad (2).$$

$$\text{Varianza} = (\int \langle 2\theta - \text{Centroide} \rangle^2 I\langle 2\theta \rangle d\langle 2\theta \rangle) / I_{int} \quad (3).$$

$$\text{Centroide} = (\int 2\theta I\langle 2\theta \rangle d\langle 2\theta \rangle) / I_{int} \quad (4).$$

5. *Subrutina MAX.* Una vez realizado el suavizamiento de los picos la subrutina MAX halla el máximo del pico por ajuste a una parábola de los tres puntos en el entorno del máximo. Esta subrutina calcula la posición del máximo y el ancho integral ambos en 2θ .

6. *Subrutina RACHIN*. En esta subrutina se realiza la corrección de Rachinger mediante la expresión /1/,/2/:

$$I_{a_1} < 2\theta > = I < 2\theta > - \frac{1}{2} I < 2\theta - \Delta 2\theta > \quad (5)$$

donde $\Delta 2\theta = 2 \tan \theta (\Delta \lambda / \lambda)$

y el valor $I < 2\theta - \Delta 2\theta >$ se obtiene por interpolación lineal.

Una vez concluido este cálculo, la propia subrutina calcula el valor de la distancia interplanar correspondiente al pico ya corregido.

7. *Subrutina ALINEA*. Esta subrutina realiza la medición en la opción semiautomática del difractómetro de un pico previamente seleccionado.

En su salida esta subrutina da el listado de los conteos obtenidos y un gráfico donde se resalta el valor máximo de dicha medición.

Esta subrutina es especialmente útil en el proceso de alineación del difractómetro donde es importante la simetría del pico 0°

B. *Entrada y Salida del programa*

Los datos de entrada son los ya descritos en la subrutina COMUNIC, sin embargo, para hacer el programa lo más versátil posible, todos los parámetros de entrada se guardan en un fichero con el objetivo de utilizarlos posteriormente, pues es posible la corrida de un espectro varias veces con los mismos parámetros de entrada o se puede preparar un conjunto de mediciones para ser procesados en otra ocasión. Este fichero es susceptible de ser corregido dentro del mismo programa.

PEAK No 4 BACKGROUND CORRECTED

INT.: 76.35 I_{max}.: 568.81 2THE.max.: 54.380

CENTROID : 54.430 INT. BR.: 0.134 VAR.: 0.01056321

PEAK No 4 RACHINGER CORRECTED

INT.: 53.35 I_{max}.: 564.61 2THE.max.: 54.380

CENTROID : 54.396 INT. BR.: 0.094 VAR.: 0.01190226

THETA : 27.190 d : 1.6857 Ang.

Figura 1.

Muestra del fichero de resultados de un pico con corrección de Rachinger.

La Figura 1 muestra los resultados del procesamiento de un pico al que se le ha realizado la corrección por Rachinger. Es posible también obtener el listado de las intensidades en cada caso. La figura 2 muestra la salida gráfica del programa donde aparecen: el pico con la corrección del fondo y después de realizada la corrección por Rachinger, así como un resumen de los parámetros más importantes del pico.

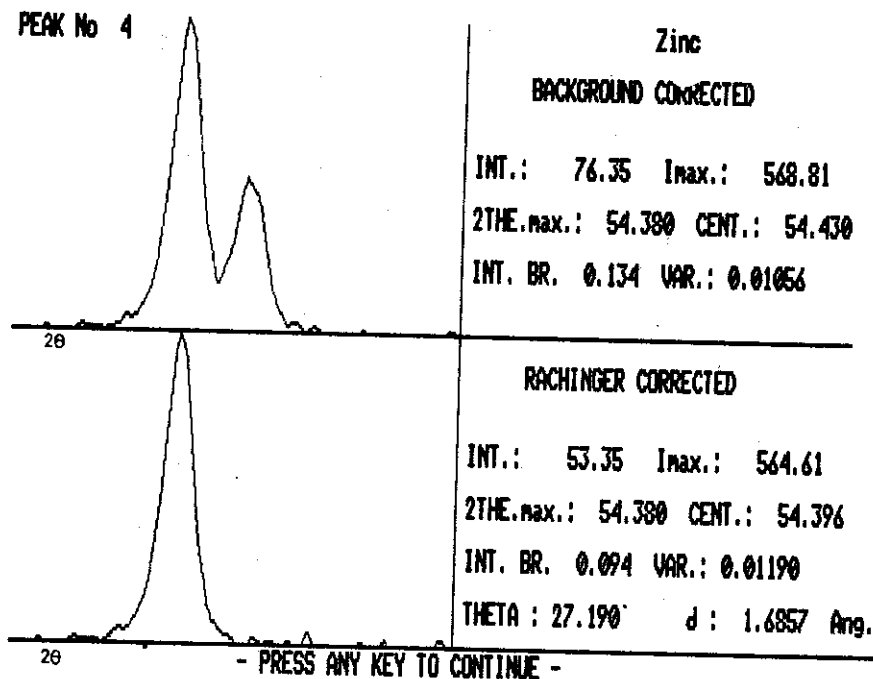


Figura 2. Salida gráfica del programa.

DISCUSIÓN

El programa DIFA, una vez compilado y enlazado (link), fue ejecutado en una IBM compatible provista de TURBO (16MHz) realizando el procesamiento de cinco picos con sus fondos, lo que hace un total de 753 mediciones, en un minuto lo que representa una velocidad varias veces mayor que con el equipamiento original del difractor.

Se compararon los resultados obtenidos con los que se obtienen en el equipo original y no se encontró diferencia alguna. Se confrontó alguna dificultad con el valor de los máximos pero este problema fue resuelto al llevar todos los cálculos a doble precisión.

El programa fue instalado en un equipo HZG-4/B que es la versión semiautomática sin computadora de la Freiburger Präzisionsmechanik y rindió los mismos resultados.

CONCLUSIONES

Se elaboró un programa de comunicación y procesamiento de datos para el difractor HZG-4/A cuya versatilidad, confiabilidad y rapidez representan un ahorro considerable de tiempo en las mediciones punto a punto.

La propia estructura del programa permite que este pueda ser ampliado y mejorado en el futuro.

AGRADECIMIENTOS

Los autores quieren agradecer la participación del laboratorio DIEES del IMRE, especialmente a los Lic. José Picans y José C. Alvarez por el diseño de la interface que hizo posible la comunicación de la computadora con el difractor. Asimismo quieren agradecer la participación del C.Dr. Francisco Cruz por la esclarecedora y crítica discusión del manuscrito.

BIBLIOGRAFÍA

1. Manual del programa SAP-30
2. Klug y Alexander (1973). *X-Ray Diffraction Procedures*. John Wiley and Sons, Second edition.