

Programa para el cálculo de F_0 a partir de intensidades obtenidas en un difractómetro automático de cristal único

por F. PLANA LLEVAT* y F. LACASTA NÚÑEZ-POLO**

RESUMEN

El programa elaborado para IBM-1130, lee los contajes de intensidad de cada reflexión en una cinta perforada para luego de su posterior corrección de Lorentz —polarización— calcular la intensidad neta, F_0 , F_0^2 , ponderación, así como la calidad de la medida respecto a una σ determinada; dando por último el valor medio de la reflexión de referencia y el número de intensidades perforadas y observadas.

SUMMARY

Cinta is a new program for IBM-1130 system, which reads the intensity counts for each reflection. After its corrections it calculate the intensity, F_0 , F_0^2 , the weight and measure quality concerning to fixed σ . We also have the mean value for the reflection check and the number of the punched and observed intensities.

DESCRIPCIÓN DEL PROGRAMA

Cada reflexión (hkl) del cristal medido comporta 5 contajes (I1, I2, I3, I4, I5), distribuidos en dos contajes de fondo, uno central y dos barridos laterales; lleva asimismo el filtro de atenuación o la constante de tiempo utilizada para la medida (IKF-KT), así como un indicador que nos dice si se trata de la reflexión de referencia y caso de ser ésta, nos dice si es principio de bloque de medida o final del mismo (ITEST = 0), si no es la medida de referencia, 1 comienzo de bloque, 2 final del mismo), sirviendo la medida de referencia para controlar el error del difractómetro o la posible alteración del cristal, ya sea por los rayos X o por ser inestable, además con cada reflexión del cristal se guarda el valor de θ (KTETA) para posteriores cálculos.

Con estos datos obtenidos el programa calcula la intensidad neta del siguiente modo:

$$I_{\text{neto}} = \frac{I1 - I3 - I5}{2} - (I2 - I4)$$

siendo I3, el contaje central e I1, I5 los barridos laterales que deben sumar el valor de I3; I2 e I4 nos dan el valor del fondo continuo a ambos lados de la reflexión medida. Esta intensidad es luego corregida de los filtros atenuantes o de la constante de tiempo utilizada para la medida, del siguiente modo:

$$\text{si } n > 1.000, K_f \cdot K_t = n/1.000 \\ \text{indicando } K_t = 1, K_f = n/1.000$$

$$\text{si } n < 1.000, K_f \cdot K_t = 1/n \\ \text{indicando } K_t = 1/n, K_f = 1$$

siendo los valores de K_f de 2.050, 4.100, 8.320, 12.990 y 37.400, utilizados cuando el contador recibe más de 10.000 imp/s, 20.000 imp/s, 40.000 imp/s, etc.; los valores de K_t pueden ser de 1 o 2, según que en los barridos de θ emplee 60 ms por $0,01 \theta$ o bien $2 \cdot 60$ ms por $0,01 \theta$.

De este modo la intensidad neta, se corrige de los atenuadores o constante de tiempo y nos queda una intensidad elaborada.

$$I_{\text{elab.}} = \frac{I_{\text{neto}} \cdot K_f}{K_t}$$

Con esta intensidad el programa calcula F_0^2 , corrigiendo del factor de Lorentz-Polarización.

$$F_0^2 = \frac{I}{LP}; \\ LP^{-1} = \frac{2 \operatorname{sen} 2 \theta}{1 - \cos^2 2 \theta}; \\ F_0^2 = \frac{I_{\text{elab.}} \cdot 2 \operatorname{sen} 2 \theta}{1 - \cos^2 2 \theta}$$

así como F_0 y la ponderación de esta medida.

$$F_0 = F_0^2; \quad w = \frac{1}{F_0}$$

* Sección de Cristalografía del Instituto "Jaime Almera" del C. S. I. C. de Barcelona.

** Laboratorio de Cálculo, Facultad de Ciencias, Universidad de Barcelona.

calculándose para ello la desviación de la medida (σ).

$$\sigma^2(I) = I1 - I2 - I3 - I4 - I5 - (P \cdot I)^2$$

siendo P el error sistemático del difractorómetro, con un valor de 0,001, en nuestro caso.

Además para cada medida efectuada damos un margen de confianza, con el cual se hace un test con la intensidad, del modo siguiente:

$$\text{si } I \leq 0 \quad \text{o } I \leq s_b \sqrt{I2 - I4}$$

tenemos

$$I = 0; F_0^2 = 0; F_0 = 0; w = 0$$

estos valores de confianza pueden ser:

$$s_0 = 1; s_1 = 2; s_2 = 3$$

con el primer valor, la confianza es sólo del 66%; pero para $s_1 = 2 = 2.58$, la confianza es del 95% y si tomamos $s_2 = 3 = 3.29$, alcanzamos el 98%.

Estos valores de s_b son usados para controlar los contajes efectuados, sea por el control de doble medida:

$$\begin{aligned} I1 - I5 &= I3 \\ I1 - I5 &\neq I3 \end{aligned}$$

y caso de que la igualdad supere el margen de confianza otorgado, la reflexión es invalidada, o bien por el control de centraje:

$$I1 = I5$$

que nos indicará si la reflexión está bien centrada.

Además, siempre se compara el fondo continuo con la reflexión medida:

$$\sqrt{I2 + I4} = \sqrt{B} = \sigma_B; \sigma_B = \sqrt{I_{\text{etab}}}$$

El programa puede también reordenar (hkl) en el caso de que hubiera sido obligado cambiar su orden, al efectuar las medidas.

Los resultados son perforados e imprimidos de acuerdo con los formatos de los programas de la serie de F. R. AHMED.

DESCRIPCIÓN DE LOS DATOS

1) Datos en ficha perforada

A) Unidades de entrada/salida.
Formato (2I1).

Columna 1 unidad de lectura de datos del difractorómetro.

Columna 2 unidad de salida de datos.

B) Ficha de control.

Formato (F5,2 F6.3, F5.3, 1X, 3I1).

Columnas 1-5 s_1 (segundo valor de confianza).

Columnas 6-11 P (error sistemático del difractorómetro).

Columnas 12-16 s_2 (tercer valor de confianza).

Columnas 18-20 reordenación de (hkl).

2) Datos del difractorómetro

En principio el programa lee una cinta de papel que ha sido perforada por un difractorómetro automático SIEMENS auxiliado por un pequeño ordenador DIGITAL COMPUTER, que puede perforar la cinta en diversos códigos, en nuestro caso ASC-II (lo que implica una modificación en la rutina de lectura de cinta de papel del MONITOR, PAPTZ), siendo el formato necesario para leer dicho código el siguiente:

a) Un salto de dos registros cada vez que comienza a leer una cinta.

b) Lectura de los datos siguientes:

ITEST, H, K, L, KTETA, I1, I2, I3, I4, I5, con formato FORMAT (/2X, I3, X, 3I3, 7I7).

Si los datos se poseen en otro código de cinta bastaría cambiar los formatos 3 y 4 del programa.

3) Resultados del programa

A) En ficha perforada, con formato: FORMAT (6X, 3I4, I2, 1X, F8.2), los valores de H, K, L, INDIC, F_0 de todas las medidas observadas (INDIC = 0) que no sean de referencia, si INDIC = 1 (medida no observada) $F_0 = 0$.

B) Listado de todos los datos y calculados por cada reflexión (hkl), a saber:

I, F_0, F_0^2, w , dando también la calidad de la medida (mal centrada y en su caso inválida, así como el valor medio de la reflexión de referencia y el número de reflexiones perforadas y de éstas las que han sido observadas).

BIBLIOGRAFÍA

AHMED F. R. (1969): Crystallographic programs for a IBM 360 system. National Research Council of Canada.