



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA E INOVAÇÃO  
**INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS**

sid.inpe.br/mtc-m21b/2015/03.13.17.17-PUD

## ROTINA PARA PADRONIZAR E ANALISAR MEDIDAS DE ROCKING CURVE DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Celso Israel Fornari  
Eduardo Abramof  
Paulo Henrique de Oliveira Rappl

URL do documento original:  
<<http://urlib.net/8JMKD3MGP3W34P/3J5Q42E>>

INPE  
São José dos Campos  
2015

**PUBLICADO POR:**

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE

Gabinete do Diretor (GB)

Serviço de Informação e Documentação (SID)

Caixa Postal 515 - CEP 12.245-970

São José dos Campos - SP - Brasil

Tel.:(012) 3208-6923/6921

Fax: (012) 3208-6919

E-mail: pubtc@sid.inpe.br

**COMISSÃO DO CONSELHO DE EDITORAÇÃO E PRESERVAÇÃO  
DA PRODUÇÃO INTELECTUAL DO INPE (DE/DIR-544):****Presidente:**

Marciana Leite Ribeiro - Serviço de Informação e Documentação (SID)

**Membros:**

Dr. Gerald Jean Francis Banon - Coordenação Observação da Terra (OBT)

Dr. Amauri Silva Montes - Coordenação Engenharia e Tecnologia Espaciais (ETE)

Dr. André de Castro Milone - Coordenação Ciências Espaciais e Atmosféricas  
(CEA)

Dr. Joaquim José Barroso de Castro - Centro de Tecnologias Espaciais (CTE)

Dr. Manoel Alonso Gan - Centro de Previsão de Tempo e Estudos Climáticos  
(CPT)

Dr<sup>a</sup> Maria do Carmo de Andrade Nono - Conselho de Pós-Graduação

Dr. Plínio Carlos Alvalá - Centro de Ciência do Sistema Terrestre (CST)

**BIBLIOTECA DIGITAL:**

Dr. Gerald Jean Francis Banon - Coordenação de Observação da Terra (OBT)

Clayton Martins Pereira - Serviço de Informação e Documentação (SID)

**REVISÃO E NORMALIZAÇÃO DOCUMENTÁRIA:**

Simone Angélica Del Duca Barbedo - Serviço de Informação e Documentação  
(SID)

Yolanda Ribeiro da Silva Souza - Serviço de Informação e Documentação (SID)

**EDITORAÇÃO ELETRÔNICA:**

Marcelo de Castro Pazos - Serviço de Informação e Documentação (SID)

André Luis Dias Fernandes - Serviço de Informação e Documentação (SID)



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA E INOVAÇÃO  
**INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS**

sid.inpe.br/mtc-m21b/2015/03.13.17.17-PUD

## ROTINA PARA PADRONIZAR E ANALISAR MEDIDAS DE ROCKING CURVE DE DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Celso Israel Fornari  
Eduardo Abramof  
Paulo Henrique de Oliveira Rappl

URL do documento original:  
<<http://urlib.net/8JMKD3MGP3W34P/3J5Q42E>>

INPE  
São José dos Campos  
2015



Esta obra foi licenciada sob uma Licença Creative Commons Atribuição-NãoComercial 3.0 Não Adaptada.

This work is licensed under a Creative Commons Attribution-NonCommercial 3.0 Unported License.

## RESUMO

As medidas de *rocking curve* são realizadas por um difratômetro de raios-X de alta resolução, usando como configuração um monocromador de Bartels para o feixe incidente e detector aberto para o feixe difratado. O resultado da medida é uma curva do tipo pseudo-voigt e fornece uma indicação do grau de desordenamento cristalino da amostra. O principal parâmetro a ser analisado como resultado desta análise é a largura a meia altura (FWHM – Full Width at Half Maximum). Os resultados das medidas realizadas por difratômetros de raios-X de alta resolução de fabricação da PAnalytical são gerados em forma de um arquivo texto com extensão “.x00”. Este arquivo contém 21 linhas de cabeçalho com informações a respeito da medida, tais como, ângulo inicial, ângulo final, tensão e corrente utilizadas, entre outros. As linhas posteriores são de uma única coluna e correspondem à intensidade medida. Esta rotina tem como objetivo padronizar e extrair os resultados das varreduras de *rocking curve*, visando facilitar e agilizar o processo de análise e apresentar os dados obtidos. A rotina foi escrita em linguagem R, que é otimizada para tratamentos estatísticos de dados e gráficos.

**Palavras-chave:** Análise; Rocking-Curve; Raios-X



## LISTA DE FIGURAS

	<u>Pág.</u>
Figura 1 - Fluxograma da rotina para converter, analisar e padronizar as medidas de varreduras rocking curve.....	2
Figura 2 - Arquivo original (dir.) e arquivo gerado pela rotina (esq.).....	3
Figura 3 - Arquivo dos resultados da análise da rotina.....	4



## LISTA DE TABELAS

	<u>Pág.</u>
Tabela 1 - Valores padrão de amostras de Si(001) e PbTe(111).....	5



## SUMÁRIO

	<b><u>Pág</u></b>
1 Pré requisitos .....	1
1.1 Instalação do r e rstudio .....	1
2 Descrição da rotina .....	2
3 Passo a passo.....	5
4 Código fonte .....	6



## **1 PRÉ REQUISITOS**

Para executar este código fonte é necessário ter disponível um computador com sistema operacional Linux, Windows ou OS instalado, além do compilador da linguagem R. A instalação da interface, RStudio, é opcional, mas extremamente recomendada.

### **1.1 INSTALAÇÃO DO R E RSTUDIO**

A instalação do compilador é feita através do aplicativo R, que pode ser obtido, para qualquer uma das plataformas citadas acima, no sitio: <http://www.r-project.org/>

A instalação da interface visual RStudio é feita através do aplicativo fornecido no sitio: <http://www.rstudio.com/>. O RStudio deve ser instalado após o compilador R.

## 2 DESCRIÇÃO DA ROTINA

As medidas de *rocking curve* são realizadas por um difratômetro de raios-X de alta resolução, usando como configuração um monocromador de Bartels para o feixe incidente e detector aberto para o feixe difratado. O monocromador de Bartels consiste de quatro cristais de germânio ultrapuros que são responsáveis por fornecer um feixe de raios-X com dispersão espectral na ordem de  $\Delta\lambda/\lambda \simeq 2 \cdot 10^{-4}$  e dispersão angular  $\Delta\theta \simeq 12'' \simeq 10^{-5}$  rad. A medida de *rocking curve* é obtida realizando-se a varredura angular em  $\omega$  (ângulo entre o feixe incidente e a superfície da amostra) com o detector fixo no valor  $2\theta$  do pico de Bragg escolhido.

O fluxograma da rotina para converter, analisar e padronizar os dados de varreduras *rocking curve* de difração de raios-X é apresentado na Figura 1. A rotina foi dividida em três partes. A primeira parte corresponde à interface com o usuário, nela deve-se informar o caminho da pasta onde se encontram as medidas com extensão “.x00”, o nome da amostra a ser analisada e outras informações, conforme descrito em detalhe na seção passo a passo (4).

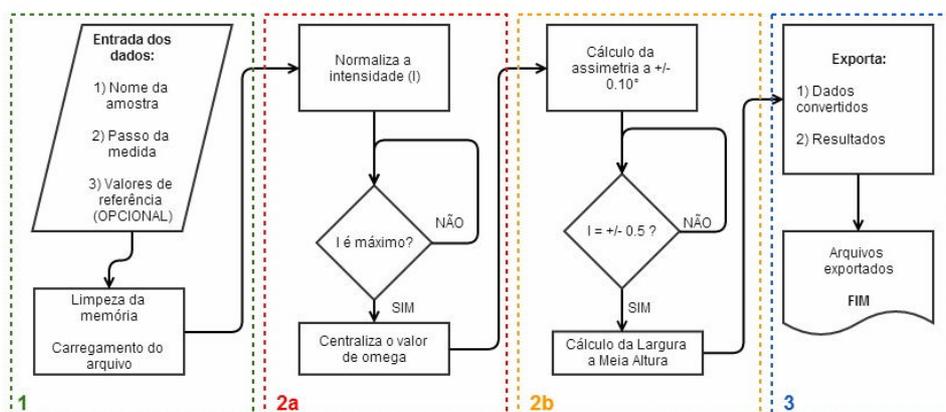


Figura 1 - Fluxograma da rotina para converter, analisar e padronizar as medidas de varreduras *rocking curve*.

A segunda parte da rotina foi subdividida em dois. A primeira parte, 2a, consiste na padronização dos dados de varredura, ou seja, a centralização e normalização dos dados. Na segunda parte, 2b, é feito o cálculo de assimetria da curva (caso o usuário tenha informado os detalhes de sua amostra padrão) e o cálculo de largura a meia altura (FWHM), parâmetro de extrema importância para estas medidas.

A terceira parte do fluxograma corresponde à saída dos arquivos. O primeiro arquivo exportado são os dados padronizados. O arquivo de saída possui extensão .txt, que pode ser lido por qualquer aplicativo gráfico (OriginLab, Excell, RStudio, IgorPRO...) e é dividido em duas colunas, separadas por tabulação. A primeira coluna corresponde ao ângulo  $\omega$  e a segunda à intensidade, normalizada entre zero e 1. A comparação entre os arquivos de entrada e saída está apresentada na Figura 2.

91.x00 - Bloco de notas		91.txt - Bloco de notas	
Arquivo Editar Formatar Exibir Ajuda		Arquivo Editar Formatar Exibir Ajuda	
HR-XRDscan	Arquivo original	omega	intensidade
FileName, 91.x00		-0,4935	0,00406586314559313
FileDateTime, 3-Oct-2014,16:26		-0,493	0,00203293767159738
Sample, PbsnTe/BaF2		-0,4925	0,00182964024515716
Reflection, 2 2 2	Cabeçalho	-0,492	0,00182964024515716
wavelength, 1.540560		-0,4915	0,00284610298215503
GenkVmA, 40, 30		-0,491	0,00142305758987833
omeqa, 24.60475		-0,4905	0,00243952032687621
		-0,49	0,00101646273699787
		-0,4895	0,00203293767159738
		-0,489	0,00101646273699787
		-0,4885	0,00223622290043598
		-0,488	0,0012197601634381
		-0,4875	0,000813177508159281
		-0,487	0,00142305758987833
		-0,4865	0,00203293767159738
		-0,486	0,0012197601634381
		-0,4855	0,00182964024515716
		-0,485	0,00182964024515716
		-0,4845	0,00243952032687621
		-0,484	0,00142305758987833
		-0,4835	0,00142305758987833
13.0000			
23.3333			
11.6667			
20.0000			
8.3333			
16.6667	Valores de		
8.3333	intensidade		
18.3333			
10.0000			
6.6667			
11.6667			
16.6667			
10.0000			
			Valores de omega e intensidade centrados e normalizados

Figura 2 - Arquivo original (dir.) e arquivo gerado pela rotina (esq.).

O segundo arquivo exportado corresponde aos resultados da análise (parte 2b do fluxograma). Este arquivo anexa os dados de análise sempre que a rotina é executada. O arquivo de saída está apresentado na Figura 3. As três primeiras colunas do arquivo correspondem: à indicação da medida (L.E. – Lateral Esquerda), à variação percentual em relação à amostra padrão (%) e ao erro associado ao cálculo (%). As três colunas seguintes correspondem às mesmas informações das três anteriores, mas para a lateral direita (L.D.). As três últimas colunas correspondem à indicação da medida (Largura a meia altura – FWHM), ao valor da largura a meia altura, calculado com duas casas decimais e expresso em arco segundos ( $1/3600^\circ$ ) e, por fim, o rótulo da amostra que foi analisada.

analise.txt - Bloco de notas								
Arquivo	Editar	Formatar	Exibir	Ajuda				
"L.E."	197.98	19.75	"L.D."	358.49	17.99	"FWHM"	127.88	"12037"
"L.E."	344.32	31.12	"L.D."	300.11	24.32	"FWHM"	135.51	"12038"
"L.E."	495.85	17.96	"L.D."	256.23	27.1	"FWHM"	117.27	"12042"
"L.E."	252.89	19.04	"L.D."	158.09	12.36	"FWHM"	96.93	"12043"
"L.E."	287.35	20.72	"L.D."	220.08	21.04	"FWHM"	130.9	"12044"
"L.E."	191.68	25.56	"L.D."	224.03	18.99	"FWHM"	135.61	"12044-2"
"L.E."	270.35	39.56	"L.D."	267.6	29.79	"FWHM"	91.26	"6075"
"L.E."	109.66	24.34	"L.D."	113.56	17.03	"FWHM"	97.66	"12032"
"L.E."	1801.14	369.76	"L.D."	435.45	214.35	"FWHM"	71.07	"12044-sub(111)"
"L.E."	154.16	57.38	"L.D."	-28.25	37.01	"FWHM"	47.98	"12044-sub(222)"

Figura 3 - Arquivo dos resultados da análise da rotina.

### 3 PASSO A PASSO

- 1) Após a instalação do aplicativo R e a instalação do RStudio (opcional), copie e cole o código fonte no campo "RScript".
- 2) Na **LINHA 10**, altere o endereço da pasta do seu computador onde se encontram os arquivos de extensão .x00. Para isto, substitua o endereço dentro das aspas.

Exemplo: `setwd("~/Raio-X/Rocking Curve")`

- 3) Na **LINHA 12** altere o nome do arquivo que você deseja converter. Para isto, substitua o nome do arquivo dentro das aspas.

Exemplo: `data<-read.table("teste.x00",...`

- 4) Na **LINHA 13** indique o rótulo da amostra. Para isto, substitua novamente o nome do arquivo dentro das aspas.

Exemplo: `amostra<-c("teste")`

- 5) Na **LINHA 19**, verifique se o passo indicado é o mesmo que foi utilizado na sua varredura. Caso não se lembre do passo utilizado, abra um arquivo de extensão .x00, vá na linha 18, e verifique o número indicado ao lado de "StepWidth". Este é o valor do passo utilizado nas medidas, indicado em graus.
- 6) Na **LINHA 124**, dentro da terceira sessão do código, insira novamente o nome da amostra, substituindo a palavra que se encontra dentro das aspas.

Exemplo: `write.table(dados, file="teste.txt", sep...`

- 7) ITEM OPCIONAL: Caso você queira, insira na **LINHA 45** o valor médio de intensidade da sua amostra padrão a  $\pm 0.10^\circ$ . Isto permitirá que a rotina calcule a diferença relativa (%) das suas amostras com a amostra padrão. Dois valores estão tabelados abaixo:

Tabela 1 - Valores padrão de amostras de Si(001) e PbTe(111).

Amostra	Pico (h k l)	Valor padrão ( $\pm 0.10^\circ$ )
Si (001)	0 0 4	0.00651
PbTe (111)	2 2 2	0.002346364

- 8) Execute o roteiro. Para isto, vá em: Menu > Code > Run ou aperte SHIFT + CTRL + ENTER.

## 4 CÓDIGO FONTE

```
#### ROTINA PARA TRATAMENTO DOS DADOS DE ROCKING CURVE ####

##Dividido em 3 partes:
# 1) Conversão dos arquivos Xnn;
# 2) Análise dos dados;
# 3) Exportação dos resultados;

#DEFININDO LOCAL DE TRABALHO E LENDO ARQUIVOS:
rm(list=ls()) #Remove todas as variáveis da memória;
setwd("~/Raio-X/Rocking Curve") #Informa o local onde se encontram os arquivos;

data<-read.table("teste.x00", sep="", dec=".",skip=21) #Insira em "teste" o nome do arquivo;
amostra<-c("teste") #Digite o rótulo da amostra em "teste";

#####
# 1) CONVERSÃO DO ARQUIVO;

step<-0.0005 #Insira o valor do passo utilizado, em graus;
data[,2]<-data[,1]
names(data)<-c("omega","intensidade")
min <- min(data[,2])
data[,2] <- data[,2] - min
max <- max(data[,2])
data[,2] <- (data[,2])/max

for(i in 1:length(data[,1])) #Localiza o índice j;
{
  if(data[i,2] == 1)
  {
    j<-i
  }
}

for(i in 1:length(data[,2])) #Utiliza o índice j para o cálculo dos ângulos;
{
  data[i,1] <- i*step - j*step
}
dados <- data

#####
# 2) ANÁLISE DOS DADOS

ref_alt <- 0.002346364 #Insira aqui a referência de altura padrão a +/-
0.10°. Referência de altura padrão do PbTe/BaF2 a +/-0.10°
alt_amostra <- 0 #Zera o contador de altura;
lma_amostra<- 0 #Zera o contador da Largura a Meia Altura;
dev <- 0 #Zera o desvio padrão;
cs<-0 #Zera o contador Superior;
ci<-0 #Zera o contador Inferior;

resultado<-data.frame()

#Cálculo da assimetria percentual (%) da altura em torno de +/- 0.10°
ci<-j-195
cs<-j-205
```

```

alt_amostra<-mean(dados[ci:cs,2])
dev <- sd(dados[ci:cs,2])
resultado[1,1]<-c("L.E.")
resultado[1,2]<-round((alt_amostra-ref_alt)/ref_alt*100,2)
resultado[1,3]<-round(((dev)/ref_alt*100) ,2)

ci<-j+195
cs<-j+205

alt_amostra<-mean(dados[ci:cs,2])
dev <- sd(dados[ci:cs,2])
resultado[1,4]<-c("L.D.")
resultado[1,5]<-round((alt_amostra-ref_alt)/ref_alt*100,2)
resultado[1,6]<-round(((dev)/ref_alt*100) ,2)

data_lma <- data.frame #DataFrame onde será analisado a Largura a Meia Altura

#LARGURA A MEIA ALTURA (FWHW);

# 1) Encontrando Omega negativo:
for(i in 1:j)
{
  if(dados[i,2] > 0.48 && dados[i,2] < 0.52)
  {
    ci <- i
  }
}

cs <- ci+1
ci <- ci-1

data_lma <- dados[ci:cs,c(1,2)]
lm<-lm(data_lma[,1] ~ data_lma[,2]) #Modelo que determinará a LMA;
om_n<-lm$coef[2]*0.5 + lm$coef[1]

# 2) Encontrando Omega positivo:
for(i in j:1000)
{
  if(dados[i,2] > 0.48 && dados[i,2] < 0.52)
  {
    cs <- i
  }
}

ci <- cs-1
cs <- cs+1

data_lma <- dados[ci:cs,c(1,2)]
lm<-lm(data_lma[,1] ~ data_lma[,2]) #Modelo que determinará a LMA;
om_p<-lm$coef[2]*0.5 + lm$coef[1]

#Salvando os resultados obtidos;
resultado[1,7]<-c("FWHM")
resultado[1,8]<-round((om_p-om_n)*3600,2)
resultado[1,9]<-amostra

```

```
#####
```

### # 3) SALVANDO OS ARQUIVOS

# Exporta o resultado da análise:

```
write.table(resultado, file="analise.txt", sep="\t", append=TRUE, row.names=FALSE,  
col.names=FALSE)
```

# Exporta os dados tratados:

```
write.table(dados, file="teste.txt", sep="\t", dec=".", quote=FALSE, row.names=FALSE)
```