

**Θ-2Θ RÖNTGEN-DIFFRAKTOMÉTER DETEKTOR DEGRADÁCIÓJÁNAK VIZSGÁLATA ÉS ORVOSLÁSA**  
**EXAMINATION AND AID OF THE DETECTOR DEGRADATION OF A Θ-2Θ X-RAY-DIFFRACTOMETER**

**BENKE MÁRTON<sup>1</sup>, SÓLYOM JENŐ<sup>2</sup>, MERTINGER VALÉRIA<sup>1</sup>, CSEH DÁVID<sup>1</sup>**

**Kulcsszavak:** röntgen-diffraktométer, szcintillációs számláló, intenzitás-veszteség  
**Keywords:** X-ray diffractometer, scintillation detector, intensity loss

### ABSZTRAKT

A Miskolci Egyetem Fémtani, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézetében működő Θ-2Θ típusú, Bragg-Brentano elrendezésű röntgen-diffraktométer által detektált röntgensugár intenzitásának csökkenését tapasztaltuk. Az intenzitás-csökkenés okának meghatározására önvizsgálatot végeztünk a berendezéssel. A vizsgálat bebizonyította, hogy az intenzitás-csökkenés oka a berendezés detektorának degradációja. A detektor degradációja valószínűleg a folyamatos üzemeltetésnek köszönhető. A detektor átállításával kiküszöböltük a degradáció okozta intenzitás-csökkenést.

### BEVEZETÉS

A röntgendiffrakciós berendezések széles körben alkalmazott szerkezetvizsgálati eszközök a kristályos anyagok vizsgálatának területén. A röntgendiffrakciós eljárást a Miskolci Egyetem Fémtani, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézetében működő Komplex Képelemző és Szerkezetvizsgáló Laboratórium (LISA) a kvalitatív fázisazonosítástól a textúra-és maradó feszültség méréseken keresztül az amorf/kristályos hányad meghatározásáig napi rendszerességgel használja. Az intézetben működő egyik Θ-2Θ típusú Bragg-Brentano elrendezésű röntgendiffrakciós berendezés által detektált röntgensugár intenzitása idővel csökkent. Az intenzitás csökkenést különböző gyártók által készített kalibrációs etalonokon végzett ellenőrző mérések eredményei is alátámasztották. A detektált röntgensugár intenzitása egyrészt függ a vizsgált anyag tulajdonságaitól (1-6), másrészt a berendezéstől. Mivel az intenzitás-csökkenést vizsgálati eljárás típusától és a vizsgált anyag minőségétől függetlenül tapasztaltuk, továbbá a kalibrációs etalonok vizsgálata során is tapasztaltuk,

### Abstract

The permanent intensity loss of the detected diffracted X-ray beam was experienced with a Θ-2Θ Bragg-Brentano type X-ray diffractometer operating at the Institute of Physical Metallurgy, Metalforming and Nanotechnology of the University of Miskolc. A self-controlling examination was performed with the equipment to reveal the origin of the intensity loss. The examination revealed that the intensity loss was caused by the degradation of the NaI(Tl) scintillation detector of the equipment. The degradation of the detector was probably due to the long period of operation. The intensity was regained by the proper resetting of the detector.

### INTRODUCTION

X-ray diffractometers (XRDs) are widely used equipments in the field of structure examination of crystalline materials. The X-ray diffraction method is used for examinations from qualitative/quantitative analysis through texture and residual stress measurements to the determination of crystalline/amorphous ratio on a daily basis by the Complex Laboratory of Image and Structure Analysis (LISA) of the Institute of Physical Metallurgy, Metalforming and Nanotechnology of the University of Miskolc. A permanent intensity loss was experienced with one of the laboratory's Θ-2Θ Bragg-Brentano type diffractometer compared to the detected intensities a while ago. The intensity loss was confirmed by control measurements performed on several calibration samples provided by different manufacturers. The intensity of the detected beam depends on one hand on properties of the examined material (1-6) and on properties of the equipment on the other hand. Since the intensity loss was experienced constantly furthermore, independent on the type of the material and the examination, and it was confirmed by the control measurements on

1 Miskolci Egyetem, Fémtani, Képlékenyalakítási és Nanotechnológiai Intézet  
Institute of Physical Metallurgy, Metalforming and Nanotechnology, University of Miskolc  
2 MTA-ME Kutatócsoport.

Hungarian Academy of Science-University of Miskolc Research Group

az intenzitás-csökkenés okát a berendezéshez vezettük vissza. Az intenzitás csökkenését a berendezésen belül is számos tényező okozhatja: a röntgenső degradációja, defókuszálási problémák, a  $\Theta$ - $2\Theta$  paraméterek pontatlansága, stb. A berendezés alapos vizsgálata és paramétereinek újra-beállítása után arra a következtetésre jutottunk, hogy az intenzitás csökkenésének röntgendiffraktométer szcintillációs NaI(Tl) detektorának degradációja lehet az oka. A detektor degradációjának vizsgálatához egy önvizsgáló kísérlet-sorozatot végeztünk a berendezéssel.

## AZ ELVÉGZETT VIZSGÁLATOK

A röntgen-diffraktométer által detektált intenzitás csökkenésének okát kutató vizsgálatok a berendezés paramétereinek gyári szakszerviz szolgáltatása által kivitelezett újra-beállítással kezdődtek. A beállítások közül két paraméter beállítását ismertetjük, mivel ezekre alapozva végeztük az önellenőrző mérés sorozatot. Ezek a mintatartó pozícióját leíró  $\Theta$  és a detektor pozícióját leíró  $2\Theta$  paraméterek újra-beállításai voltak. Az újra-beállítás ebben az esetben a  $\Theta$  és  $2\Theta$  paraméterek nullpontjának pontos meghatározását jelenti. Ehhez a minta helyére egy a gyártó által biztosított, erre a célra készített üvegrést helyeztük.

A paraméterek definiálását a  $\Theta$  paraméter 0 pontjának pontos beállításával kezdtük. Az eljárás előtt a  $\Theta$  és  $2\Theta$  paramétereket az aktuális 0 értékre állítjuk. Az aktuális 0 értékek a valós 0 értékektől csak kis mértékben térnek el. Ebben a helyzetben (1. ábra) a röntgen cső (2) kilépő ablaka és detektor (7) a goniométer körön (1), egymással szemben helyezkedik el, ezért a művelet során minimális 20 kV feszültségű és 5 mA erősségű a fűtőáramot használtunk. A Soller rés (3) és a 0,1 mm nyílású kollimátor (4) a primer sugárnyaláb (5) szűkítik. A primer sugár a mintatartóba helyezett üvegrésen (6), majd az 1 mm-es antiscatter résen (8) keresztül haladva jut el a detektorba. A detektorrést kivettük a detektor elől, így ha a detektor aktuális  $2\Theta=0$  pozíciója eltér a tényleges  $2\Theta=0$  pozíciótól (a detektor nem a pontos  $2\Theta=0$  helyzetben van), a primer sugár akkor is eljut a detektorba. A  $\Theta$  paraméter 0 értékének pontos meghatározása az alábbiakban részletezett „ $\Theta$ -scan” módszerrel történt. A vizsgálat során a berendezés a mintatartót forgatja a goniométer-kör középpontja körül, vagyis a  $\Theta$  értékét változtatja egy meghatározott intervallumban. Az üvegrés forgatása közben  $\Delta\Theta=0.01^\circ$  volt, minden egyes pozícióban  $t=0.2s$  gyűjtési idővel. A primer sugár akkor halad át az üvegrésen, ha az üvegrés párhuzamos a

calibration samples well, the intensity loss was deduced to originate from the equipment. The intensity loss can be caused by many factors within the equipment such as the degradation of the X-ray tube, misfit of the optic components, defocusing problems, incorrect adjustment of the  $\Theta$ - $2\Theta$  parameters, etc. After the thorough examination and the complete re-adjustment of the equipment it was concluded that the intensity loss must originate from the degradation of the NaI(Tl) scintillation detector of the equipment. A self-control examination series was performed with the device to examine its detector.

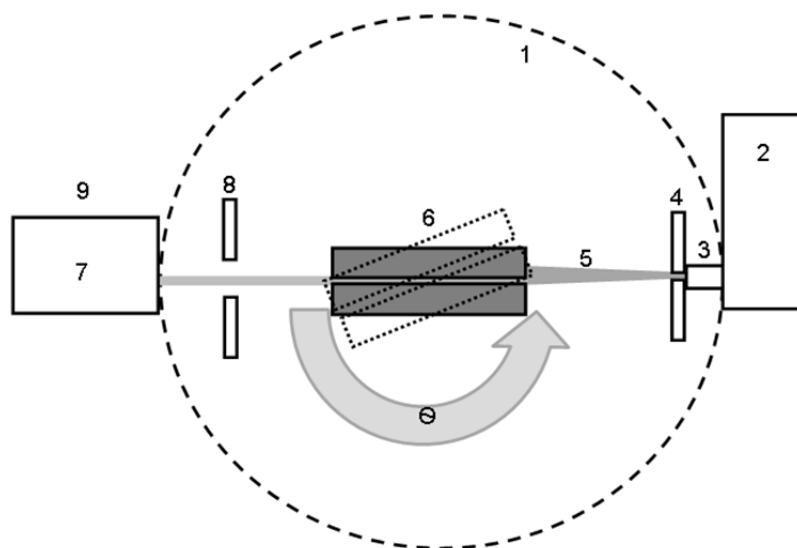
## EXPERIMENTAL

The examination of the equipment started with the complete re-adjustment of the device. The re-adjustments were performed by the specialists of the official service of the manufacturer. Two of these adjustments will be presented because the self-control examination series was based on these two steps. These were the adjustments of the  $\Theta$  and  $2\Theta$  parameters determining the exact position of the sample holder and the detector, respectively. The re-adjustment of the  $\Theta$  and  $2\Theta$  parameters is actually to re-define the 0 positions of these parameters. A glass slit produced exactly for this examination was placed in the sample holder.

The re-adjustment of the  $\Theta$  parameter started with setting the  $\Theta$  and  $2\Theta$  parameters to their actual 0 positions. In the actual  $\Theta=0$  and  $2\Theta=0$  positions the  $\Theta$  and  $2\Theta$  parameters differ from the exact 0 positions only with a small value. In this position (fig. 1.), the X-ray tube (2) and the detector (7) are facing each other on the goniometer circle (1), therefore the tube voltage and the heating current were set to the minimal 20 kV and 5 mA values. The Soller slit (3) and the 0.1 mm collimator (4) are ahead of the X-ray tube to decrease the convergence of the X-ray beam (5). The primary beam passes through the glass slit (6) and the 1 mm antiscatter slit (8) to reach the detector. No slit is placed ahead of the detector because if the actual  $2\Theta=0$  position of the detector differs from the exact  $2\Theta=0$  position (the detector is actually not in the exact  $2\Theta=0$  position), the primary beam still can reach the detector. The re-adjustment of the  $\Theta$  parameter is carried out by the mode here referred as “ $\Theta$ -scan” of the equipment. In this mode the sample holder is tilted around the actual  $\Theta=0$  and the intensity passing through the slit is detected ( $\Delta\Theta=0.01^\circ$ ,  $t=0.2s$ ). The beam passes through the glass slit if the slit is parallel with the centreline of the beam. The

nyaláb középvonalával. A nyaláb a legnagyobb intenzitással a valós  $\Theta=0$  értéknél jut el a detektorba. A valós  $\Theta=0$  értéktől való minimális eltérés esetén az üvegrés (8) széle már kitakar a nyalábból. Itt fontos megemlíteni, hogy a vizsgálat során a nyaláb mindig ugyanazon a helyen éri a detektor felületét. A valós  $\Theta=0$  értéktől való minimális eltérés esetén a detektor ténylegesen detektáló felülete (9) csökken az üvegrés kitakarása miatt, de a detektálás *helye* nem változik. A maximális intenzitáshoz tartozó  $\Theta$  értéket definiáljuk a  $\Theta=0$  pontnak.

detected intensity is maximal at the exact  $\Theta=0$  position. At slight differences from the exact  $\Theta=0$  the glass slit shields some of the primary beam. It is important to note here that the primary beam targets the surface of the detector at the same location during the whole examination. At slight differences from  $\Theta=0$  the targeted area (9) of the detector decreases because of the shielding of the glass slit, but its *location* does not. The  $\Theta$  position of the maximal intensity is defined as the new (the exact)  $\Theta=0$  position.

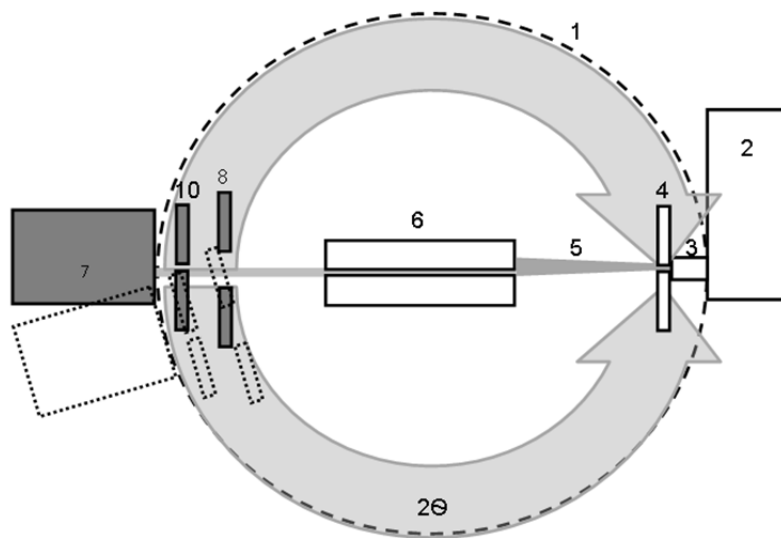


1. ábra A  $\Theta=2\Theta$  röntgen-diffraktométer  $\Theta=0$  paraméterének beállítása, sematikus ábra

Figure 1. The re-adjustment of the  $\Theta=0$  parameter on  $\Theta=2\Theta$  X-ray diffractometer; schematic sketch

A  $2\Theta$  paraméter 0 értékének pontos beállítása előtt a detektor elé is rést (10) helyeztünk (2. ábra). Ezt az eljárást nevezzük „ $2\Theta$ -scan” módszernek. A vizsgálat során a berendezés a detektort lépteti az aktuális  $2\Theta=0$  körül egy meghatározott intervallumon belül. Az eljárás során  $\Delta 2\Theta=0.01^\circ$  volt,  $t=0.2$ s gyűjtési idővel. A detektor elé helyezett résznek köszönhetően a primer sugár csak akkor jut a detektorba, ha a sugármenet egyenes, vagyis a detektor pontosan szemben helyezkedik el a röntgensóval. A primer sugár a legnagyobb intenzitással a valós  $2\Theta=0$  értéknél jut a detektorba. A valós  $2\Theta=0$  értéktől való minimális eltérés esetén a detektorrés kitakar a nyalábból. Ezen vizsgálat során is a nyaláb mindig ugyanazon a helyen éri a detektor felületét. A maximális intenzitáshoz tartozó  $2\Theta$  értéket definiáljuk a  $\Theta=0$  pontnak.

A 0.2 mm detector slit (10) is placed ahead of the detector before the re-adjustment of the  $2\Theta$  parameter (fig. 2.). The re-adjustment of the  $2\Theta$  parameter is performed by the equipment's mode here referred as “ $2\Theta$ -scan” mode. In this mode the detector moves on the goniometer circle around the actual  $2\Theta=0$  ( $\Delta 2\Theta=0.01^\circ$ ,  $t=0.2$ s). The detector slit ensures that the beam reaches the detector only if the slit coincides with the beam, that is, the detector is exactly facing the X-ray tube. The beam reaches the detector with maximal intensity at the exact  $2\Theta=0$  position. At slight differences from the exact  $2\Theta=0$  positions the detector slit shields some of the beam. Again, the beam targets the detector at the same location during the examination (the location that is not shielded by the detector slit). The  $2\Theta$  position of the maximal intensity is defined as the new (the exact)  $\Theta=0$  position.

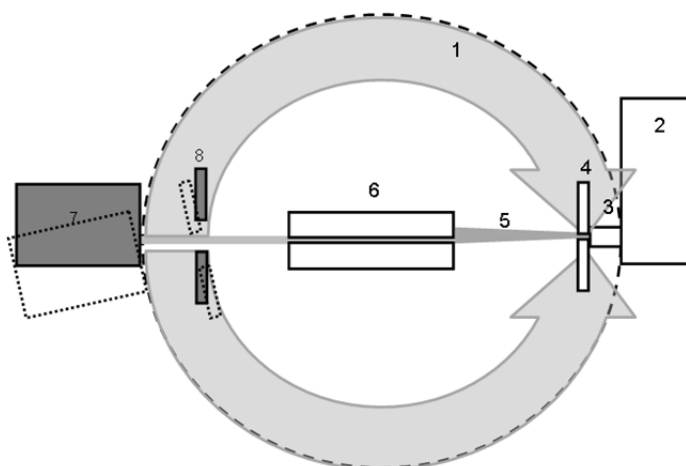


2. ábra A  $\Theta$ - $2\Theta$  röntgen-diffraktométer  $2\Theta=0$  paraméterének beállítása, sematikus ábra

Figure 2. The re-adjustment of the  $2\Theta=0$  parameter on  $\Theta$ - $2\Theta$  X-ray diffractometer; schematic sketch

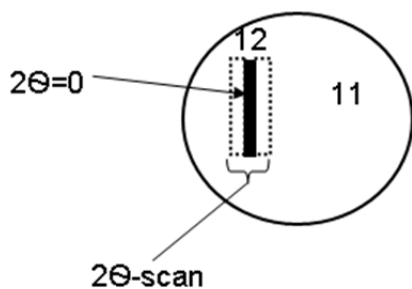
A  $\Theta$  és  $2\Theta$  paraméterek 0 értékeinek definiálása után a detektor felületének érzékenységét vizsgáltuk. Ehhez a vizsgálathoz eltávolítottuk a detektorrést és a detektort léptettük a goniométer kör középpontja körül ( $\Delta 2\Theta=0.01^\circ$  volt,  $t=0.2$ s) (3. ábra). A vizsgálattal alapötlete az volt, hogy a detektor rést eltávolítva a detektor felületének különböző részterületeibe érkezik a primer sugár miközben a detektort  $2\Theta$  mentén léptetjük. A 4. ábrán látható a körülbelül 30 mm átmérőjű detektor teljes felületének (11) sematikus képe és a primer sugár által a detektor léptetése ( $2\Theta$ -scan) közben bevilágított terület (12). Az ábrán az is látható, hogy a sugár nem a detektor felületének közepét éri (fekete terület). (Ez a detektor felfogatásából adódóan következik, és ezt később kihasználjuk.) A 3. ábrával kapcsolatban meg kell jegyezni, hogy a detektor célterülete csak  $2\Theta=0$  pozícióban illeszkedik a goniométer körre. Ahogy a detektort léptetjük  $2\Theta$  mentén az éppen aktuális célterület letér a goniométer körről. Fontos azonban megjegyeznünk, hogy ez nem okoz defókuszálási problémát mivel a primer sugárforrás a detektorral éppen egyvonalban helyezkedik el a vizsgálat során. Továbbá fontos még megemlítenünk, hogy a primer sugár csak  $2\Theta=0$  helyzetben merőleges a detektor felületére. A detektor mozgása során a primer sugár beesési szöge változik. Azonban a beesési szög változása okozta intenzitás csökkenés nem volt megfigyelhető.

After re-adjusting the  $\Theta$  and  $2\Theta$  parameters the surface of the detector was examined. For this examination the detector slit was removed and the detector was moved around  $2\Theta=0$  on the goniometer circle ( $2\Theta$ -scan,  $\Delta 2\Theta=0.01^\circ$ ,  $t=0.2$ s) (fig. 3). The idea behind this examination was that removing the detector slit and moving the detector the primary beam targets different areas of the detector's surface during the  $2\Theta$ -scan. Fig. 4. shows the whole area of the detector (11) (with diameter of  $\sim 30$  mm) and the area that is targeted by the primary beam (12) during the  $2\Theta$ -scan. It is also shown that the beam does not target the middle of the surface of the detector in  $2\Theta=0$  position (black line). (This results from the mounting of the detector and it will be used as an advantage.) Notice in fig 3. that the targeted area is on the goniometer circle only at the  $2\Theta=0$  position. As the detector moves out of the  $2\Theta=0$  position, the actually targeted area moves off the goniometer circle. It is important to note that this does not cause a defocusing effect, since the primary beam was directed to the detector during this examination, thus no parafocusing was used. It is also important to note that the primary beam is perpendicular to the surface of the detector only at the  $2\Theta=0$  position. As the detector moves, the incidence angle of the primary beam varies. Intensity loss due to this change in the incidence angle was not observed.



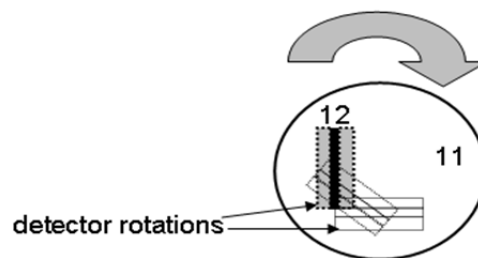
**3. ábra** A  $\Theta$ - $2\Theta$  röntgen-diffraktométer detektor felületének vizsgálata, sematikus ábra

**Figure 3.** The examination of the surface of the detector on  $\Theta$ - $2\Theta$  X-ray diffractometer; schematic sketch



**4. ábra** A detektor teljes felülete és a nyaláb által besugárzott terület egy  $2\Theta$ -scan vizsgálat alatt

**Figure 4.** The whole area of the detector and the area targeted by the beam during one  $2\Theta$ -scan



**5. ábra** A detektor teljes felülete és a nyaláb által besugárzott terület mozgása a detektor forgatása során

**Figure 5.** The whole area of the detector and the area targeted by the beam moving due to the detector rotations

Ha a detektor a teljes felületén azonos hatékonysággal képes a beérkező röntgen fotonokat számolni, az érzékelt intenzitásnak a detektor léptetése közben konstans értéknek kell lennie. Az első ilyen  $2\Theta$ -scan vizsgálat elvégzése után megismételtük azt úgy, hogy a detektort foglalatában óramutató járásával megegyező irányban hozzávetőleg  $45^\circ$ -ban elfordítottuk. Mivel a primer sugár nem a detektor felületének középpontjába érkezik, a detektor új, elfordított pozíciójában felületének egy új részterületét vethetjük vizsgálat alá (5. ábra). Ezt a  $45^\circ$  fokos elfordítást követő  $2\Theta$ -scant többször megismétlő kísérlet sorozatot hajtottunk végre

If the detector counts the X-ray photons with the same measure on the whole of its surface, the detected intensity must be constant during the  $2\Theta$ -scan. After performing one  $2\Theta$ -scan examination, the detector was revolved clockwise with  $\sim 45^\circ$  in its mount and a new  $2\Theta$ -scan was performed. Because the primary beam does not target the middle of the detector surface, a new area of the detector was examined in the new detector position (fig. 5.). The detector was revolved step by step by  $\sim 45^\circ$  and a series of  $2\Theta$ -scan examinations was performed.

A kísérlet sorozat során  $45^\circ$ -os forgatásokkal a teljes  $0^\circ$ - $360^\circ$  szögtartományt lefedtük. A detektor forgatása során a detektor helyzetét a csatlakozóinak állása alapján határoztuk meg. Azt a pozíciót tekintettük  $0^\circ$ -nak, amikor a detektor csatlakozói függőlegesen felfelé álltak. Ebben a vonatkoztatási rendszerben az első mérésünk során (illetve a vizsgálat előtti üzemelés során)  $45^\circ$ -os szögben helyezkedett el. A mérés sorozat elvégzése után finomabb fordítási lépésekkel megismételtük a vizsgálati sorozatot.

## EREDMÉNYEK

A 6. ábrán látható a rendre  $45^\circ$ -kal elforgatott detektoron végzett  $2\Theta$ -scan vizsgálatok eredményei. A vízszintes tengely mutatja, hogy a  $2\Theta$ -scan vizsgálat alatt milyen intervallumon léptettük a detektort, a függőleges tengelyen pedig a detektor egyes pozícióiban érzékelt intenzitás értékeit mutatja. Az egyes görbék különböző mértékben elfordított detektor pozíciókkal elvégzett  $2\Theta$ -scan mérésekhez tartoznak. A 6. ábrán megfigyelhető, hogy a kezdeti  $45^\circ$ -os detektor pozícióban az intenzitás profil  $2\Theta=0$  pozícióra aszimmetrikus. Ugyan ez aszimmetrikus jelleg a  $90^\circ$ -os helyzet intenzitás profilján még erősebb és itt az intenzitás értékei is lecsökkennek. A  $135^\circ$ -os helyzetben az intenzitás értékek növekednek a  $90^\circ$ -os helyzethez képest, ám az intenzitás profil aszimmetriája itt a legkiugróbb. A profil egyedül  $180^\circ$ -os helyzetben produkálja az általunk feltételezett konstans jelleget, ám  $0^\circ$ - $360^\circ$ -ban az intenzitás görbébe ismét aszimmetrikus jelleget mutat.

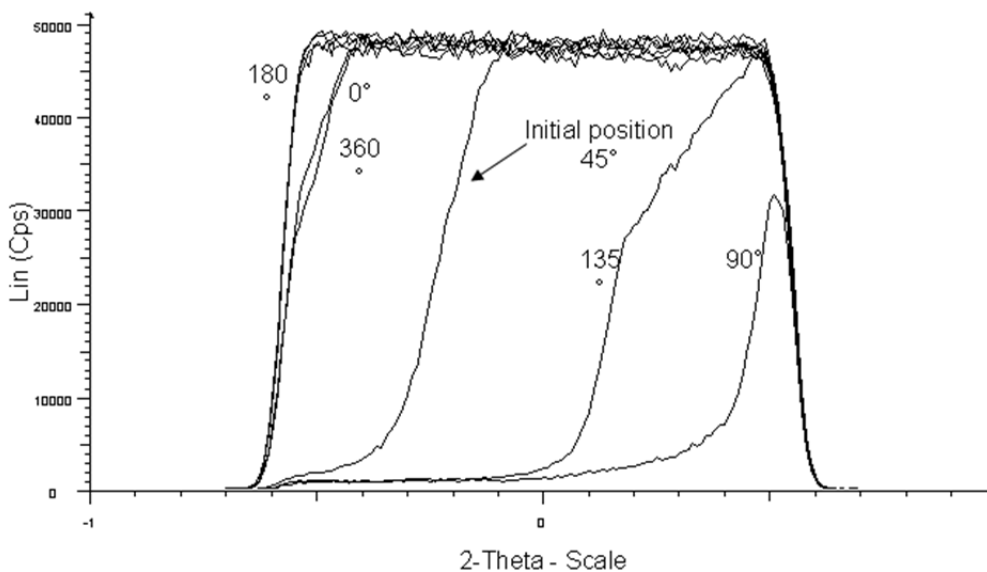
A 7. ábrán láthatjuk a finomabb fordítási lépéscsökkel végrehajtott  $2\Theta$ -scan mérés sorozatot. Ennél a mérési sorozatnál  $\sim 5^\circ$ -onkénti detektor elfordítási pozíciókban vettünk fel  $2\Theta$  mentén léptetett detektor által érzékelt intenzitás profilokat. A finomabb beosztású mérés sorozatot  $0^\circ$ - $180^\circ$ -ig terjedő detektor elfordítási intervallumon belül hajtottuk végre, amely tartományban drasztikus intenzitás-csökkenés volt észlelhető az előző kísérlet sorozatban. A különböző fordítási pozíciókban felvett intenzitás profiloknak az óramutató járásával megegyező irányban történt  $5^\circ$ -onkénti fordítása szerinti sorrendjét nyílakkal jelöltük. A 7. ábrán látható, hogyan változik az intenzitás profil a detektor forgatása közben, hogyan erősödik a görbék aszimmetrikus jellege, majd válik szimmetrikusból ismét aszimmetrikussá.

The rotation of the detector was performed clockwise in the whole  $0^\circ$ - $360^\circ$  interval. The position of the connectors of the detector was used as a reference to define the position of the detector. The position in which the connectors pointed upwards was chosen for the  $0^\circ$  position. According to this reference system the detector in the initial position (in which the equipment was previously used) was in the  $45^\circ$  position (the connectors pointed  $45^\circ$  clockwise). After performing the  $2\Theta$ -scan series using  $45^\circ$  as detector rotation steps, another series of  $2\Theta$ -scan examinations was also performed using finer detector rotation steps.

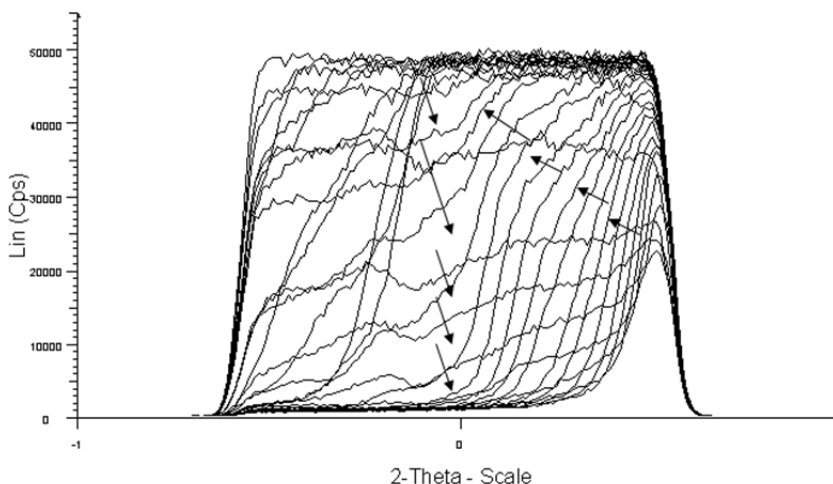
## RESULTS

Fig. 6 shows the results of the  $2\Theta$ -scan examinations using  $45^\circ$  detector rotation steps. The horizontal axis shows the interval of the  $2\Theta$ -scan and the vertical axis shows the detected intensities. The different curves correspond to different detector positions. It can be seen in fig. 6. that the detected intensity profile is asymmetric on  $2\Theta=0$  in the initial  $45^\circ$  detector position. The asymmetric type on  $2\Theta=0$  strengthens in the  $90^\circ$  position, where the detected intensity values also decrease. The intensity starts to increase in the  $135^\circ$  position but it is still strongly asymmetric on  $2\Theta=0$ , while the symmetric profile on  $2\Theta=0$  appears in the  $180^\circ$  position. The asymmetric type on  $2\Theta=0$  starts to develop again in the  $0^\circ=360^\circ$  position.

Fig. 7. shows the results of the  $2\Theta$ -scan examinations obtained during the fine step detector rotations. The step value during this examination was  $\sim 5^\circ$ . The fine step examinations were performed in the  $\sim 0^\circ$ - $180^\circ$  region where intensity loss was experienced during the previous series of examinations. The sequence of the detector scan curves as the detector was rotated is marked with arrows. Fig. 7. shows how the intensity profile varies and the asymmetric character sharpens and later becomes symmetric during the fine detector rotations.



**6. ábra** A 2 $\Theta$ -scan vizsgálatok eredményei 45°-onkénti detektor forgatás mellett  
**Figure 6.** Results of the 2 $\Theta$ -scan examination series using 45° as detector rotation steps



**7. ábra** A 2 $\Theta$ -scan vizsgálatok eredményei ~5°-onkénti detektor forgatás mellett  
**Figure 7.** Results of the 2 $\Theta$ -scan examination series using ~5° as detector rotation steps

## ÖSSZEFOGLALÁS

A 2 $\Theta$ -scan vizsgálatok mérési eredményeinek azon grafikonjai, ahol az intenzitásprofil szimmetrikus (azaz az intenzitás konstans, ahol értéke ~50 000 cps), megmutatja, hogy a primer sugár (keresztül- haladva a minta tartóba helyezett üvegrésen) hol érkezik sértetlen, még nem károsodott detektor felületre, a 2 $\Theta$  intervallumon léptett detektor felületén bejárt teljes nyomvonalon (4.ábra). Ezen felül találkozunk olyan görbékkel,

## DISCUSSION

The plots of the 2 $\Theta$ -scan examinations with symmetric profile on 2 $\Theta$ =0 having ~50 000 cps intensity show the 2 $\Theta$  range where the primary beam (passing through the glass slit and the antiscatter slit) reaches the unharmed areas of the detector. Besides these, plots having asymmetric profile on 2 $\Theta$ =0 and/or having intensity loss compared to the ~50 000 cps value are also present. Since the glass slit used for the examination has a

melyeknek intenzitás profilja változó mértékű aszimmetriát mutat, értékeik pedig csökkentést mutatnak a konstans profillal rendelkező görbe intenzitásához képest. Mivel a mintatartóba egy, a primer nyalábra szimmetrikus üveg rést helyeztünk, a sugármenetet pedig semmi sem zavarta, az egyes  $2\theta$ -scan vizsgálatokhoz tartozó intenzitás profilok aszimmetriának oka egyedül a detektorból eredeztethető. Tény, hogy az egyes vizsgálatok mérési paraméterei közötti egyedüli változás a detektor foglalatában való különböző mértékű elforgatása volt. Ez azt okozta, hogy a különböző elfordítási pozíciókban a primer sugár a detektor felületének eltérő részterületeibe érkezett. Kijelenthetjük tehát, hogy azokban a fordítási pozíciókban, ahol az intenzitás profil aszimmetrikus és/vagy az intenzitás mértéke elmarad a  $\sim 50\,000$  cps értéktől, ott a beérkező primer sugár károsodott detektor felületet talált. A 6. ábrán látható, hogy az intenzitás profil a kezdeti, kiinduló  $45^\circ$ -os detektor elfordítási pozícióban is aszimmetrikus. Állandó intenzitású sugárnyaláb mellett a detektor ebben az elfordítási pozícióban kevesebb foton detektálására képes, mint ahol a detektor még sértetlen. Ennek oka az, hogy a detektornak ebben az elfordítási pozíciójában aktív részfelülete üzem közben degradálódik, mely megmagyarázza, az üzemelés közben hosszú távon tapasztalt intenzitás csökkenést.

A detektort abba az elfordítási pozícióba állítva, ahol az intenzitás profil szimmetrikus, a berendezés által detektált intenzitás ismét elérte az üzembe helyezésekor tapasztalt mértéket. Annak okát, hogy a detektor felületének egyes részterületei miért degradálódnak, nem vizsgáltuk, de valószínűleg a folyamatos, hosszú idejű vizsgálatok állhatnak a károsodás hátterében.

## KÖVETKEZTETÉS

A  $\theta$ - $2\theta$  típusú, Bragg-Brentano elrendezésű röntgen-diffraktométeren tapasztalt intenzitás csökkenés okát keresve, önellenőrző vizsgálatokat végeztünk, mely vizsgálatok alapját a berendezés két paraméterének:  $\theta$  ill.  $2\theta$  újra beállítása jelentette. Világossá vált, hogy a NaI(Tl) detektorának detektor felületének egyes részterületein tapasztalt degradációjából eredeztethető a tapasztalt intenzitás veszteség. A degradáció valószínűsíthető oka a berendezés hosszú üzemideje. A detektor degradációja gyártótól és berendezéstől egyaránt egyértelműen független. Az intenzitás veszteség pedig a detektor foglalatában való elforgatásával orvosolható

symmetric slit, and nothing else could be in the way of the X-ray beam, the asymmetric type of the detected intensity profile on  $2\theta=0$  must originate from the detector itself. This is confirmed by the fact that during the series of  $2\theta$ -scan examinations only the position of the detector in its mount was changed. Because of that, different areas were targeted by the X-ray beam in every single detector position. The plots having asymmetric profile on  $2\theta=0$  and/or having intensity loss compared to the  $\sim 50\,000$  cps value were plotted in detector positions where damaged areas of the detector were also targeted by the X-ray beam. It can be seen in fig. 7. that the intensity profile is asymmetric in the initial detector position. Since the sum of the X-ray photons collected in this position is evidently less than in a position having a symmetric, full profile, the experienced intensity loss during the previous examinations is understandable.

Setting the detector in a position showing a symmetric, full intensity profile the intensity was regained. The reason of the damage of some areas of the detector surface was not investigated, but is probably due to the long duration of operation.

## CONCLUSIONS

The experienced permanent intensity loss of a  $\theta$ - $2\theta$  Bragg-Brentano type diffractometer was examined using a self-controlling examination series based on two re-adjusting modes of the equipment. It was revealed that the degradation of some areas of the NaI(Tl) scintillation detector was the origin of the experienced intensity loss. The cause of the detector degradation was probably due to the long operation period. The degradation of the detector is evidently independent of the manufacturer of the equipment. The intensity loss was aided by repositioning the detector in its mount.



## KÖSZÖNETNYILVÁNÍTÁS

Az itt megjelent kutatásokat Az Új Magyarország Fejlesztési Terv keretein belül a TÁMOP-4.2.1.B-10/2/KONV-2010-0001 projekt támogatta. A projekt létrejöttét az Európai Unió az Európai Szociális Alapon keresztül társ finanszírozta.

## HIVATKOZÁSOK

- [1]: Krawitz, A. D. (2001). Introduction to Diffraction in Materials Science and Engineering (John Wiley & Sons, Inc.).
- [2]: Taylor, A. (1962). X-Ray Metallography (Wiles & Sons).
- [3]: Klug, H. P. and Alexander, L. E. (1974). X-Ray Diffraction Procedure (Wiles & Sons)

## ACKNOWLEDGEMENTS

The present research was supported by the TÁMOP-4.2.1.B-10/2/KONV-2010-0001 project in the framework of the New Hungarian Development Plan. The realization of this project is supported by the European Union, co-financed by the European Social Found.

- [4]: Pecharsky, V. K. and Zavalij, P. Y. (2009). Fundamentals of Powder Diffraction and Structural Characterization of Materials (Springer, LLC).
- [5]: Guinier, A. (1963). X-Ray Diffraction in Crystals, Imperfect Crystals, and Amorphous Bodies (W. H. Freeman and Company).
- [6]: Clearfield, A., Reibenspies, J. H. and Bhuvanesh, N. (2008). Principles and Applications of Powder Diffraction (Wiles & Sons).