



ISLN

Quarterly, 2018

Volume2, Number 4

Pages: 11-19

Print ISSN: 2538-4910

Online ISSN: 2588-641X

X Ray Diffraction (XRD) Spectroscopy

Fatemeh Khodam^{*}

Abstract

The science of growth, external shape, internal structure, and physical properties of crystals are called crystallography. By discovering X-rays, it was possible to study the internal structure of the crystals and its relation with the external structure. Hence, X-ray diffraction is a widely used technique for studying the properties of crystals. The X-ray area in the electromagnetic spectrum is in the range between γ and ultraviolet radiation. X-rays used for diffraction usually have a wavelength of about 0.5 to 2.5 Å. Therefore, this method is based on the X-ray waveform property. With this spectral region, information on the general crystal structure quantities such as constant of network, network geometry, qualitative anonymous materials, phase crystal determination, crystal size determination, single crystal orientation, stress, network defects and so on. Also, X-ray diffraction spectroscopy is a widely used method in various fields due to the simple equipment and easy sample preparation. In the XRD, compounds can be identified by determining effective parameters such as the Bragg angle, the intensity and width of the peaks, and the particle size. In this article, we will first introduce the XRD and then XRD components.

Key Words:

Crystal,
X-rays,
Electromagnetic,
XRD,
Network

(*) Corrospounding athour

1. Postdoctor Researcher, Research Laboratory of Environmental Protection Technology, Faculty of Chemistry, Department of Applied Chemistry, University of Tabriz, Tabriz, Iran.

E-mail: f.khodam@Tabrizu.ac.ir

Tel: 04133393153

طیف سنجی پراش اشعه ایکس



شاعا
فصلنامه علمی
سال دوم، شماره ۴
صفحات ۱۱-۱۹، ۱۳۹۷
شاپای چاپی: ۲۵۳۸-۴۹۱
شاپای الکترونیکی: ۶۴۱X-۲۵۸۸

فاطمه خدام*

علم مطالعه رشد، شکل خارجی، ساختار داخلی و خواص فیزیکی کریستال‌ها را بلورشناسی می‌گویند. با کشف اشعه X در سال ۱۸۹۵، امکان مطالعه ساختار درونی کریستال‌ها و ارتباط آن با ساختار بیرونی فراهم شد. از این رو طیف سنجی پراش (تفرق) اشعه X یک تکنیک پرکاربرد برای بررسی خصوصیات کریستال‌ها می‌باشد. ناحیه پرتو X در طیف الکترومغناطیس در محدوده بین پرتو گاما (γ) و پرتو فرابنفش قرار دارد. اشعه‌های X که برای پراش استفاده می‌شوند، معمولاً طول موجی در حدود ۰/۵ الی ۲/۵ آنگستروم دارند. بنابراین این روش بر پایه خاصیت موجی اشعه ایکس استوار است. با استفاده از این ناحیه طیفی می‌توان اطلاعاتی در مورد عموم کمیت ساختار کریستالی از قبیل ثابت شبکه، هندسه شبکه، تعیین کیفی مواد ناشناس، تعیین فاز کریستال‌ها، تعیین اندازه کریستال‌ها، جهت‌گیری تک کریستال، استرس، تنش، عیوب شبکه و غیره به دست آورد. همچنین طیف سنجی پراش اشعه X به دلیل داشتن تجهیزات ساده و آماده‌سازی نمونه آسان، روشی پرکاربرد در زمینه‌های مختلف می‌باشد. در XRD با تعیین پارامترهای موثر از جمله زاویه براگ، شدت و پهنای پیک‌ها و اندازه ذرات می‌توان ترکیبات را شناسایی کرد. در این مقاله ابتدا با اساس کار تکنیک XRD و سپس با اجزا دستگاه XRD آشنا خواهیم شد.

چکیده



فاطمه خدام

واژگان کلیدی:

کریستال،
اشعه X،
الکترومغناطیس،
DRX،
شبکه

(*) مسئول مکاتبات.

۱. پژوهشگر پسا دکتری، آزمایشگاه فناوری حفاظت محیط زیست، گروه شیمی کاربردی، دانشکده شیمی، دانشگاه تبریز، تبریز، ایران
ایمیل: f.khodam@Tabrizu.ac.ir
تلفن: ۰۴۱۳۳۳۹۳۱۵۳

این الکترون‌های پر انرژی باعث می‌شوند که یکی از الکترون‌های لایه پایین (نزدیک به هسته) اتم، از مدار خود خارج شود. در این حالت، هسته اتم مجبور می‌شود یکی از الکترون‌های لایه بالا را به طرف خود جذب کند. با افتادن این الکترون از لایه بالاتر به پایین‌تر، انرژی اضافی آن به صورت فوتون‌های نور آزاد می‌شود. این فوتون‌ها همان اشعه X هستند (شکل ۱- الف). از آنجایی که الکترون‌ها دارای سرعت‌های متفاوتی هستند، اشعه X تولید شده طیف پیوسته‌ای را می‌دهد که به سرعت الکترون وابسته است. هم‌چنین شدت اشعه X تولید شده به اختلاف پتانسیل بین آند و کاتد وابسته است. هر چه قدر اختلاف پتانسیل بین آند و کاتد بیشتر باشد، شدت اشعه X تولید شده بیشتر خواهد بود [۱-۳] (شکل ۲).

۱ مقدمه

اشعه X در سال ۱۸۹۵ کشف شد و تا کنون برای سه مصرف اصلی بیان شده در زیر استفاده شده است:

۱- رادیوگرافی اشعه ایکس (X-ray radiography)

جهت تصویربرداری از اجسامی که نور را از خود عبور نمی‌دهند استفاده می‌شود.

۲- کریستالوگرافی اشعه ایکس (X-ray crystallography)

از طبیعت موج/ذره اشعه X جهت تشخیص مشخصات کریستالی مواد استفاده می‌شود.

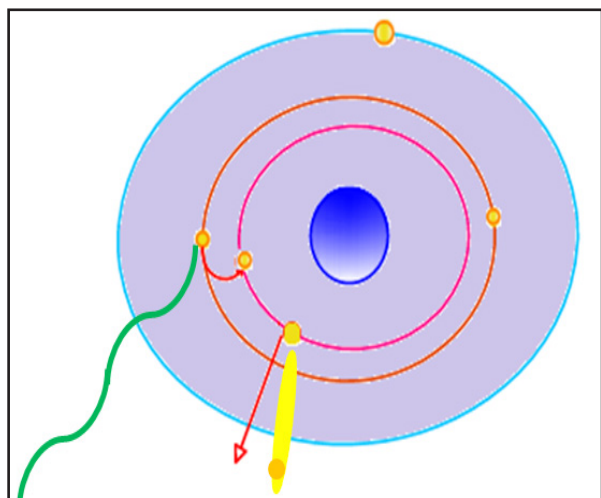
۳- طیف‌سنجی فلئورسانس اشعه X (X-ray fluorescence soectrometry)

از خاصیت برانگیخته شدن مواد و تابش ثانویه آن‌ها در اثر مجاورت قرار گرفتن اشعه X جهت تشخیص ترکیبات شیمیایی مواد استفاده می‌شود.

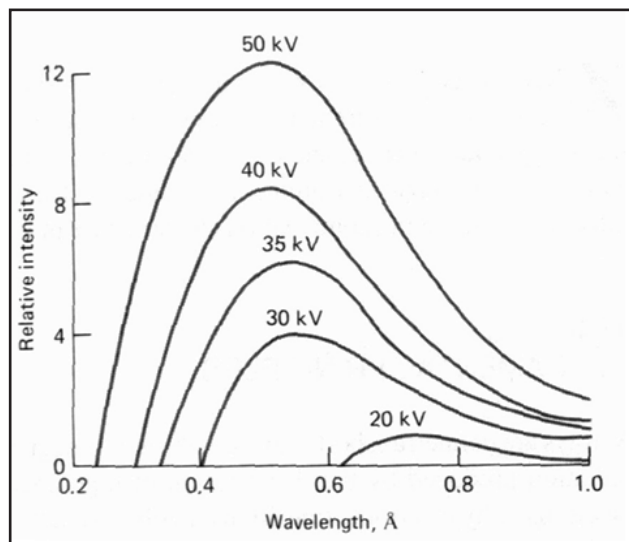
کریستالوگرافی اشعه ایکس که بر روی مواد جامد انجام می‌شود، اصطلاحاً با عنوان X-Ray Powder Dffraction نیز شناخته می‌شود و به صورت معمول می‌توان اطلاعاتی نظیر تشخیص ترکیبات مختلف تک فازی معدنی، غیر معدنی و ترکیبات شیمیایی، تشخیص ترکیبات چند فازی در مخلوط‌های کریستالی میکرون سائز، تشخیص ساختار کریستالی مواد، آنالیز کریستالی ساختارها و محاسبات تک سلولی برای مواد کریستالی، سنجش کمی فازهای مختلف در نمونه چند فازی با انجام محاسبات ضریب پیک‌های حاصل از پراش، تعیین اندازه کریستال‌های موجود در نمونه را بدست آورد [۴].

۲- نحوه تولید اشعه X

کنده شدن الکترون‌های پرسرعت از مدارهای الکترونی در اتم‌ها باعث ایجاد اشعه X می‌شود که این پدیده با برقرای اختلاف پتانسیل بین دو الکتروود آند و کاتد اتفاق می‌افتد. کاتد یک رشته فلزی بسیار داغ است. با عبور جریان الکتریکی، الکترون‌ها از سطح کاتد به خارج از آن پرتاب می‌شوند. در سوی مقابل کاتد، قطب مثبت آند وجود دارد. اختلاف ولتاژ زیاد بین کاتد و آند باعث می‌شود که الکترون‌ها از سطح کاتد به طرف آند پرتاب شوند.



شکل ۱- نحوه تولید اشعه X



شکل ۲- طیف پیوسته اشعه X



۳- معرفی کریستالوگرافی و شبکه بلوری

آرایش منظم از خوشه‌های اتمی که به صورت تناوبی در فضای سه بعدی تکرار می‌شوند، کریستال‌ها را ایجاد می‌کنند. مشخصه بارز کریستال‌ها شامل موارد زیر می‌باشد:

۱- کریستال‌ها دارای سطوحی صاف می‌باشند.

۲- زوایای بین سطوح کریستالی ثابت و مستقل از اندازه کریستال می‌باشد.

۳- مجموع زوایا بین سطوح متوالی در کریستال‌ها ۳۶۰ درجه است.

۴- زوایا بین سطوح در کریستال‌ها، از رسم عمود بر سطوح کریستال به دست می‌آید.

بنابراین به کوچک‌ترین واحد ساختمانی کریستال‌ها که متقارن بوده و

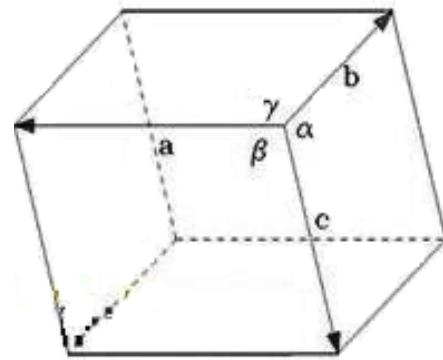
بیان‌گر خصوصیات بلوری است، سلول واحد گفته می‌شود [۴].

خصوصیات سلول واحد توسط پارامتر شبکه تعیین می‌شود. پارامترهای

شبکه شامل طول اضلاع سلول واحد یعنی a ، b و c ، و زوایای بین

اضلاع در سلول واحد یعنی α ، β و γ می‌شوند. با تغییر ۶ پارامتر

شبکه اشکال مختلفی ایجاد می‌شود (شکل ۳).



شکل ۳- نمایش سلول واحد واجذب همدم [۹].

در سال ۱۸۴۸ آگوست براوه دانشمند فرانسوی، ثابت کرد که فقط شکل‌های

هندسی خاصی می‌توانند به طور متناوب در فضا تکرار شوند و ۱۴ شبکه

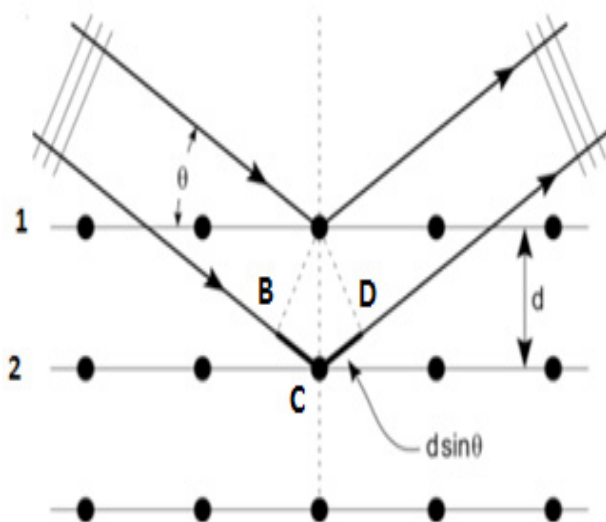
فضایی براوه را معرفی کرد که ۱۴ شبکه براوه به ۷ سیستم بلوری مکعبی،

تتراگونال، اورتورمبیک، مونوکلینیک، تری کلینیک، رومبوهدرال و هگزاگونال

تقسیم بندی می‌شوند (جدول ۱) [۴].

۱۴ شبکه کریستالی براوه				۷ سیستم کریستالی
				تریکلینیک
مرکز پر		ساده		مونوکلینیک
$\beta \neq 90^\circ$ $a \neq c$		$\beta \neq 90^\circ$ $a \neq c$		
وجوه مرکز پر	مرکز پر	قاعده مرکز پر	ساده	اورتورمبیک
$a \neq b \neq c$	$a \neq b \neq c$	$a \neq b \neq c$	$a \neq b \neq c$	
مرکز پر		ساده		تتراگونال
$a \neq c$		$a \neq c$		
				رومبوهدرال
$\alpha \neq 90^\circ$				
				هگزاگونال
وجوه مرکز پر	مرکز پر	ساده		مکعبی
a	a	a		





شکل ۴- اثبات قانون براگ

حال اگر اختلاف فاز مابین اشعه‌های بازتابش شده مضرب صحیحی از 2π باشد، دو اشعه به صورت سازنده با هم جمع می‌شوند. در واقع هر وسیله اپتیکی اشعه‌های بازتابش شده را با وجود اختلاف مسیرشان، به صورت مجموع و یا میانگینی از آن‌ها را دریافت می‌کند. شدت ماکسیمم اشعه ایکس بازتابیده شده مربوط به همین جمع شدن همفاز می‌باشد.

این الگوی برهم‌نهی بین صفحات پایین‌تر نیز تکرار می‌شود. بنابراین رابطه ۳ را می‌توان به صورت زیر نوشت:

$$2d_{hkl} \sin\theta = n\lambda \quad (۴)$$

رابطه ۴ معادله براگ را نشان می‌دهد. هر کریستال دارای صفحات متعددی است که این صفحات در فاصله بین صفحه‌ای با هم متفاوت هستند. با فرض ثابت بودن طول موج اشعه X ، رابطه براگ برای هر صفحه در زاویه خاصی اتفاق می‌افتد [۵].

۶- اجزا پراش دستگاه اشعه X

در حالت کلی اجزا یک دستگاه XRD شامل لامپ اشعه X ، نمونه، آشکار ساز و فیلترهای اشعه X می‌باشد [۱-۴].

۱- لامپ اشعه X

در XRD معمولاً به یک منبع اشعه ایکس تک فام مورد نیاز است. در XRD لامپ اشعه ایکس در یک محفظه شیشه‌ای لوله‌ای شکل با یک دریچه که پرتو X از آن خارج شود، قرار دارد.

اندیس‌های میلر بخشی از کریستالوگرافی برای نشان دادن صفحات کریستالی هستند. برای نشان دادن صفحات کریستالی ابتدا محل تقاطع صفحه با محورهای مختصات را به دست آورده و سپس اعداد به دست آمده معکوس می‌شوند. اگر اعداد به دست آمده کسری نبودند، بر بزرگ‌ترین مقسوم علیه مشترک تقسیم و اگر کسری بودند در مضرب مشترک ضرب می‌شوند. سه عدد به دست آمده از سمت چپ به راست درون پرانتز به صورت (hkl) قرار می‌گیرند که همان اندیس‌های میلر می‌باشند [۴].

۴- برهم‌کنش اشعه ایکس و اتم‌ها

زمانی که اشعه X با یک اتم یا مولکول برخورد می‌کند، الکترون‌های اتم یا مولکول مورد نظر نوسان و از خود امواج الکترومغناطیس ساطع خواهند کرد. این نوسان‌ها باعث تابش امواج جدیدی خواهند شد. حال اگر فرکانس نور تابیده شده با فرکانس نور بازتابیده ثانویه با هم برابر باشند، این پدیده را پراکندگی رایلی (Rayleigh scattering) می‌نامند. از دیدگاه کوانتوم، امواج الکترومغناطیس از فوتون تشکیل شده است که انرژی فوتون طبق رابطه ۱ برابر است با:

$$E = h\nu \quad (۱)$$

با توجه به اینکه فرکانس نور در پراکندگی رایلی تغییر نمی‌کند، پس انرژی تک فوتون‌ها نیز تغییر نمی‌کنند. اساس کار XRD پراکندگی رایلی از صفحات کریستال می‌باشد [۵].

۵- قانون براگ

ویلیام هنری براگ و پسرش ویلیام لورنس براگ برای اولین بار از پراش اشعه ایکس جهت بررسی خواص ساختاری کریستال‌ها استفاده کردند که موفق به گرفتن جایزه نوبل فیزیک در سال ۱۹۱۵ شدند.

همانطور که در شکل ۴ نشان داده شده است، اشعه ایکس به اتم‌ها در صفحات کریستالی برخورد کرده و بازتابش می‌شوند. اشعه بازتابش شده از صفحه اول و اشعه بازتابش شده از صفحه دوم، دارای اختلاف مسیر می‌باشند. در صورتی که اشعه‌های بازتابش شده دارای تداخل سازنده باشند، اختلاف مسیر آنها مضرب صحیحی از طول موج آنها می‌باشد. طبق معادلات ریاضی این اختلاف مسیر به زاویه تابش و فاصله دو صفحه وابسته است که معادلات ۲-۴ آن را نشان می‌دهند.

$$BC + CD = n\lambda \quad (۲)$$

$$d_{hkl} \sin\theta + d_{hkl} \sin\theta = n\lambda \quad (۳)$$



تابش K_{α} بر اثر گذار الکترون لایه L به K و تابش K_{β} بر اثر گذار الکترون لایه M به K است. تابش K_{α} خود از دو طول موج بسیار نزدیک تشکیل شده است. در DRX از تابش K_{α} که میانگینی از $K_{\alpha 1}$ و $K_{\alpha 2}$ است، استفاده می‌شود. برای دست یافتن به طیف تک طول موج (تک فام) تابش K_{β} حاصل از هدف، به وسیله فیلترهای مخصوص از طیف حذف می‌شود. در جدول زیر طول موج تابش اشعه ایکس و فیلترهای مربوط به عناصر مختلف آورده شده است.

اشعه X با برخورد الکترون‌های پراثرژی که در یک پتانسیل الکتریکی شتاب گرفته‌اند، به عنصر هدف برخورد می‌کنند. عنصر هدف از خود یک طیف مشخص از امواج الکترومغناطیس تولید می‌کند. این تابش الکترومغناطیس در طول موج معینی اتفاق می‌افتد و مشخصه عنصر هدف می‌باشد. برخورد الکترون‌های پراثرژی به عنصر هدف باعث کنده شدن الکترون از لایه داخلی K می‌شود. این جای خالی الکترون می‌تواند توسط الکترون‌های لایه بالاتر که انرژی بیشتری دارند، پر شوند. به برای حفاظت و افزایش طول عمر لامپ، محیطی برای چرخش آب به دور لامپ تعبیه شده است که لامپ را خنک می‌کند.

جدول ۲- مشخصات لامپ XRD

عنصر	فیلتر	$K_{\alpha 1} (A^{\circ})$	$K_{\alpha 2} (A^{\circ})$
Fe	<u>Mn</u>	۱/۹۳۵	۱/۹۳۹
Cu	Ni	۱/۵۴۰	۱/۵۴۴
Cr	V	۲/۲۸۹	۲/۲۹۳
Mo	<u>Zr</u>	۰/۷۰۹	۰/۷۱۳

۳- آشکارساز

آشکارساز تاثیر بسزایی در کیفیت داده‌های حاصل از XRD دارد. از آشکارسازها می‌توان به آشکارسازهای شمارنده گایگر (Geiger)، تناسبی (Proportional)، جریان گاز (Gas Flow)، سوسوزن (Scintillating) و نیمه رسانا اشاره کرد. در PXRD (powder XRD) معمولاً از آشکارساز تناسبی و در SCXRD (Single Crystal XRD) از آشکارساز نیمه هادی که حساس‌تر و دقیق‌تر می‌باشد، استفاده می‌کنند.

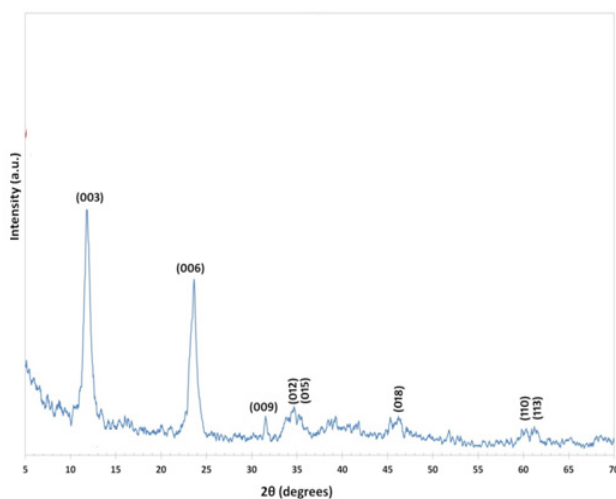
۲- نمونه

در آنالیز XRD آنالیز سخت و پیچیده‌ای برای آماده‌سازی نمونه وجود ندارد. نمونه می‌تواند به صورت پودر و با به صورت ورقه‌های نازک باشد. در نمونه حالت پودری صفحات به صورت تصادفی در معرض تابش قرار می‌گیرند که باعث افزایش سرعت آنالیز نمونه می‌شود. اندازه ذرات در نمونه پودری باید کوچک‌تر از ۵۰ میکرومتر باشند. نمونه با ذرات کوچک‌تر منجر به پهن شدگی پیک‌ها و ذرات با اندازه بزرگ‌تر از ۵۰ میکرومتر باعث افزایش شدت پیک برای برخی از صفحات می‌شود.



۷- الگوی پراش اشعه X

شکل ۵ الگوی پراش اشعه ایکس برای یک نمونه پودری را بصورت تابعی از زاویه نشان می‌دهد. توضیح این امر مربوط به خاصیت موجی اشعه ایکس و آرایش تناوبی بلورها می‌باشد. همانطور که در شکل دیده می‌شود، برای یک نمونه کریستالی پیک‌های متعددی در زوایای مختلف و با شدت‌های متفاوت وجود دارد. هر کدام از این پیک‌ها مربوط به خاصیت موجی اشعه ایکس و آرایش تناوبی بلورها می‌باشد. هر کدام از این پیک‌ها مربوط به صفحه‌های خاص از نمونه می‌باشد. زاویه هر پیک وابسته به فاصله بین صفحه و شدت پیک مربوط به آرایش اتم‌ها در صفحات می‌باشد. همچنین شدت اشعه پراشیده شده به جنس، تعداد و نحوه توزیع اتم‌ها در صفحات نمونه بستگی دارد. پهنای هر پیک نیز حاوی اطلاعاتی از نمونه می‌باشد. دلایل زیادی در پهن شدن پیک‌ها تاثیر گذار می‌باشد مانند تاثیر تجهیزات آزمایشگاهی، میکرو کرنش‌ها، اثرات گرمایی، اندازه حوزه‌های کریستالی، ناهمگنی پودر نمونه و غیره اشاره کرد.



شکل ۵- الگوی پراش اشعه X

۸- کاربردهای XRD

*تعیین فاز

یکی از اساسی‌ترین کاربردهای XRD تعیین فاز می‌باشد که کاربردهای زیادی در صنعت دارد. همانطور که قبلاً ذکر شده است، مکان و شدت پیک‌ها حاوی اطلاعاتی از نمونه می‌باشد. با استفاده از این اطلاعات

۴- اپتیک

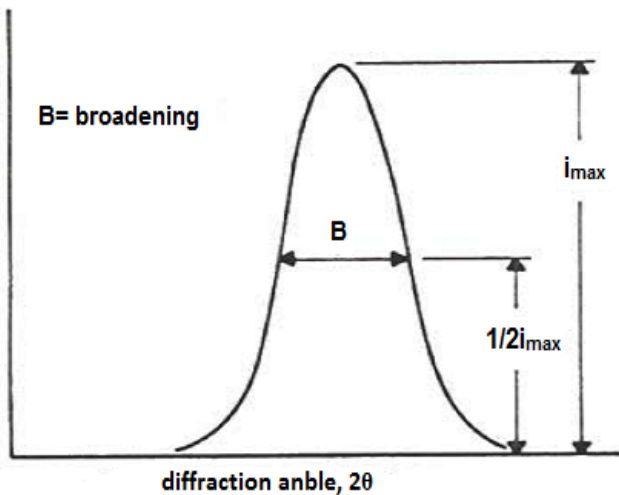
از تجهیزات اپتیکی، جهت کنترل و بهبود اشعه ایکس در XRD استفاده می‌شود. این تجهیزات با قرار گرفتن بین لامپ اشعه ایکس و نمونه، فرکانس‌های نامطلوب را از تابش اشعه ایکس جهت تشکیل اشعه تک طول موج حذف، اشعه را همسو و واگرایی را کنترل می‌کند. همچنین برخی از این تجهیزات جهت حذف تابش‌های زمینه در اشعه ایکس، بین نمونه و آشکارساز قرار می‌گیرند. در دستگاه‌های جدید از کریستال گرافیت بجای تجهیزات اپتیکی استفاده می‌شود. این کریستال، بین نمونه و آشکارساز قرار می‌گیرد که هم فرکانس‌های ناخواسته در تابش منبع و هم تابش‌های زمینه حاصل از پراش از کریستال را حذف می‌کند.

۶- تکنیک‌های پراش XRD

روش‌های متفاوت پراش XRD بدنبال بررسی سریع‌تر و دقیق‌تر نمونه می‌باشند که با تغییر دادن یکی از شرایط رابطه براگ به این هدف می‌رسند. از میان سه روش لایه، کریستال چرخان و روش پودری، روش پودری اهمیت ویژه‌ای دارد. چون به سادگی برای همه‌ی بلورها بکار می‌رود و اطلاعات و داده‌های پراش از مواد بلوری به دست می‌آید. و چون این اطلاعات منحصر به فرد هستند، می‌توانند برای شناسایی یک ماده بکار روند.

در روش پودری، پودر نمونه، مجموعه‌ای از بلورهایی بسیار ریز است که به طور تصادفی جهت‌گیری کرده‌اند. یک باریکه‌ی اشعه‌ی ایکس تک طول موج تحت زاویه‌ی براگ θ بر روی مجموعه‌های از صفحات شبکه با فاصله‌ی بین صفحه‌های d در یک بلور بخصوص تابیده می‌شود. اگر پرتو پراشیده از مقدار زیادی از بلورهایی که بطور تصادفی جهت‌گیری کرده‌اند و پراش از صفحاتی را که فاصله‌ی بین صفحه‌های آنها یکسان است، بررسی کنیم، مکان هندسی باریکه‌های پراشیده شده، مخروطی با زاویه‌ی نیمراست 2θ خواهد بود. این مخروط‌ها هم‌محور هستند. فیلم برای ثبت داده‌ها، استوانه‌ای است که از دو سوراخ که به صورت قطری رو به روی هم قرار گرفته‌اند، تشکیل شده است. یکی برای ورود باریکه‌ی پرتو ایکس و دیگری برای خروج آن می‌باشد. فیلم طوری تنظیم می‌شود که دو انتهای آن در وسط راه نقاط ورود و خروج به هم می‌رسند. در این نوع قرارگیری فیلم، طیف پراش به طور کامل از $2\theta = 0^\circ - 180^\circ$ یا $2\theta = 0^\circ - 90^\circ$ ثبت می‌شود. همچنین هر مخروط پراش، فیلم را در یک زوج کمان قطع می‌کند و این به یافتن زوایای براگ و سرانجام فواصل شبکه‌ای کمک می‌کند [۱-۴].

X-ray intensity



شکل ۶- پهنای پیک در نصف ارتفاع

* تحلیل بافت

توزیع غیر تصادفی صفحات و ارجعیت جهتی خاص در نمونه باعث تغییر شدت پیکها می‌شود. به این توزیع غیر تصادفی صفحات بافت می‌گویند. با مقایسه شدت پیکها با حالت کاملاً تصادفی می‌توان به توزیع غیر تصادفی صفحات دست یافت. نوع بافت نمونه در خصوصیات کشش و مقاومت نمونه تاثیر زیادی دارد.

۹- مزایا و معایب XRD

XRD تکنیکی کم هزینه و پرکاربرد می‌باشد. علت این امر اصول فیزیکی ساده‌ی این شیوه می‌باشد. اطلاعات بدست آمده از پراش اشعه ایکس که شامل شدت اشعه پراشیده شده در هر زاویه و پهنای هر پیک می‌باشد که وابسته به طیف وسیعی از خصوصیات و کمیت کریستالها می‌باشد. این امر کاربرد فراوان XRD را به همراه دارد. از جمله محاسن XRD عدم نیاز به خلاء می‌باشد که باعث کاهش هزینه‌ی ساخت می‌شود و آن را در مکانی برتر نسبت به تکنیکهای الکترونی قرار می‌دهد. همچنین XRD تکنیکی غیر تماسی و غیر مخرب می‌باشد و نیاز به آماده سازی سخت و مشکل ندارد.

از معایب XRD می‌توان به رزولوشن و تفکیک پایین و شدت کم اشعه پراشیده شده نسبت به پراش الکترونی نام برد. شدت اشعه پراشیده شده در XRD وابسته به عدد اتمی می‌باشد. برای عناصر سبکتر این شدت کم‌تر بوده و کار را مشکل می‌کند. بعنوان مثال زمانی که نمونه از اتمهای سنگین و سبک تشکیل شده باشد، XRD به خوبی توان تفکیک این دو را ندارد که البته روش پراش نوترونی جایگزینی برای این مشکل می‌باشد.

می‌توان ساختار اتمی و فاز صفحات پراش کننده را تعیین کرد و جنس و ساختار نمونه را تعیین کرد. این کار از طریق مقایسه الگوی حاصل با استانداردهای موجود انجام می‌شود. استانداردهای نمونه‌های متعددی در مرکز بین المللی اطلاعات پراش (International Center for Diffraction Data) تهیه شده و در اختیار پژوهشگران قرار گرفته است.

* بلورینگی

در تمام مواد، ساختار کریستالی و یا نظم کریستالی بطور کامل در ماده وجود ندارد و مواد ترکیبی از حالت کریستالی و بی‌نظم (آمورف) هستند. حوزه‌های کریستالی پیکهای تیز و حوزه‌های آمورف پیکهای پهن ایجاد می‌کنند. از شدت نسبت این پیکها می‌توان برای تعیین بلورینگی استفاده کرد.

* اندازه‌گیری حوزه‌های کریستالی

پهنای پیکها حاوی اطلاعاتی از نمونه می‌باشد. اندازه حوزه کریستالی و میکرو کرنشها که در اثر عیوب شبکه ایجاد می‌شود، از عوامل موثر در پهنای پیکها می‌باشد. هرچه قدر عیوب شبکه کم‌تر و حوزه‌های کریستالی بزرگ‌تر باشد، پهنای پیکها کوچک‌تر است. با تجزیه و تحلیل نمونه و استفاده از روابط موجود، می‌توان به اندازه حوزه کریستالی پی برد. با استفاده از این تکنیک می‌توان به بررسی کلوخه شدن و تعیین اندازه ذرات اشاره کرد.

اندازه متوسط ذرات با استفاده از پهنای بزرگترین و متقارنترین پیک با استفاده از رابطه شرر (Scherrer) محاسبه می‌شود.

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (5)$$

β پهنای پیک در نصف ارتفاع (شکل ۶)، θ زاویه‌ی براگ مربوط به پیک و λ طول موج پرتوی ایکس می‌باشد.



۱۰- روش تحلیل داده‌ها

[3] Braun, R.D. (1987). Introduction to instrumental analysis. McGraw-Hill College.

[4] Tilley, R.J. (2006). Crystals and crystal structures. John Wiley & Sons.

[5] Freiser, H. Freiser, M. (1992). Concepts & Calculations in Analytical Chemistry, Featuring the Use of Excel, Crc Press.

SUITE FULLPROF اسم برنامه‌ای است که از آن برای انجام انواع متنوعی از آنالیزها و تحلیل‌ها روی انواع الگوهای پراش اشعه x یا پراش نوترونی و... استفاده می‌شود. برای شروع تحلیل در این برنامه، دو فایل نیاز است: یک- مربوط به فایلی می‌باشد که از الگوی پراش اشعه x به دست آمده و معمولاً دارای فرمت xrdml است. این فایل نشان دهنده‌ی پیک‌های مربوط به ساختار ماده‌ی مورد نظر که به پیک‌های براگ معروف است می‌باشد و از تحلیل آن می‌توان نوع ساختار و گروه فضایی و پارامترهای شبکه ماده مورد نظر را به دست آورد. این فایل را بعداً به صورت dat درآورده می‌شود.

دو- مربوط به فایلی است که دارای فرمت PCR است و نشان دهنده‌ی اطلاعات مربوط به مدل ساختاری است. این فایل حاوی تمام اطلاعات ورودی مانند گروه‌های فضایی، پارامترهای شبکه یا پارامترهای ثابت، نوع تابع زمینه، ضرایب U,V,W نوع اتم‌ها و نحوه چینش و درصد اشغال آن‌ها در شبکه مورد نظر، ... می‌باشد. برای پیدا کردن این فایل دو روش وجود دارد.

۱۱- نتیجه‌گیری

XRD به دلیل ساختار و تجهیزات نه چندان پیچیده، روشی سریع و پرکاربرد است. هم‌چنین وجود روابط ساده امکان استفاده از آن در موارد زیادی را می‌دهد. از آنجایی که XRD یک روش شناسایی غیر مخرب می‌باشد، اهمیت استفاده از آن را دو چندان می‌کند. با تعیین پارامترهای موثر در کمیت‌های اساسی مثل زاویه براگ، محل، شدت و پهنای پیک‌ها باعث شده است که XRD در زمینه‌های مختلف شناسایی مواد کاربرد داشته باشد.

مراجع

[1] Klug, H.P. Alexander, L.E. (1974). X-ray diffraction procedures: for polycrystalline and amorphous materials, X-Ray Diffraction Procedures: For Polycrystalline and Amorphous Materials. Wiley-VCH.

[2] Jenkins, R.Snyder, R.L. (1996). Introduction to X-ray Powder Diffraction. Wiley Online Library.

