

آنالیز کمی پراش اشعه ایکس به روش ریتولد با استفاده از نرم افزار MAUD

مؤلفین:

دکتر قاسم دینی

دانشگاه اصفهان

دکتر محمدحسین عنایتی

دانشگاه صنعتی اصفهان

- سرشناسه
- عنوان و نام پدیدآور
- مشخصات نشر
- مشخصات ظاهری
- شابک
- وضعیت فهرست نویسی
- یادداشت
- موضوع
- موضوع
- موضوع
- شناسه افزوده
- رده بندی کنگره
- رده بندی دیویی
- شماره کتابشناسی ملی

اصفهان: جهاد دانشگاهی، واحد اصفهان، ۱۳۹۵.

۹۷۸-۶۰۰-۳۱۸-۱۲۴-۳

فیا

انتشارات جهاد دانشگاهی واحد اصفهان
اصفهان - میدان آزادی - جنب درب شمالی دانشگاه اصفهان
تلفن: ۰۳۱ - ۳۶۶۸۰۰۶۲ - www.jahadbookshop.ir



- تألیف: دکتر قاسم دینی - دکتر محمدحسین عنایتی
- نوبت چاپ: اول
- تاریخ نشر: ۱۳۹۵
- تیراژ: ۳۰۰
- تعداد صفحات: ۱۷۹
- طراح جلد و صفحه آرا: محمدعلی نریمانی
- مدیر تولید: فرهاد رفیعیان
- قیمت:
- شابک: ۹۷۸-۶۰۰-۳۱۸-۱۲۴-۳

مرکز بخش:

- اصفهان: (۱) انتشارات جهاد دانشگاهی واحد اصفهان ۰۳۱-۳۶۶۸۰۰۶۲
- (۲) علم گستر سپاهان: ۰۳۱-۳۲۲۱۹۹۷۹
- تهران: (۱) انتشارات جهاد دانشگاهی (دفتر مرکزی) تلفن: ۰۲۱-۶۶۴۸۷۶۲۶
- (۲) کتابیران: ۰۲۱-۶۶۵۶۶۵۰۹-۱۸
- (۳) دانشیران: ۰۲۱-۶۶۴۰۰۲۲۰

این اثر مشمول قانون حمایت مؤلفان و مصنفان و هنرمندان مصوب ۱۳۴۸ است، هر کس تمام و یا قسمتی از این اثر را بدون اجازه مؤلف (ناشر) نشر، پخش یا عرضه کند مورد پیگرد قانونی قرار خواهد گرفت.

مقدمه ناشر

فهرست مطالب

فصل ۱: ساختار کریستالی مواد.....	۱۴
۱-۱ مقدمه.....	۱۴
۲-۱ شبکه‌های چهارده گانه‌ی براوه.....	۱۶
۳-۱ حجم سلول واحد.....	۱۸
۴-۱ جهت‌های کریستالی.....	۱۹
۵-۱ صفحه‌های کریستالی.....	۲۱
۶-۱ فاصله‌ی بین صفحه‌های موازی.....	۲۴
۷-۱ زاویه‌ی بین دو صفحه‌ی کریستالی.....	۲۴
۸-۱ منطقه.....	۲۵
۹-۱ اندیس گذاری صفحه‌ها و جهت‌های کریستالی در سیستم هگزاگونال.....	۲۷
۱۰-۱ شبکه‌های مهم کریستالی.....	۲۸
۱-۱۰-۱ شبکه‌ی مکعبی مرکز دار (BCC).....	۲۹
۲-۱۰-۱ شبکه‌ی مکعبی با وجوه مرکز دار (FCC).....	۳۰
۳-۱۰-۱ شبکه‌ی هگزاگونال فشرده.....	۳۱
۱۱-۱ فاکتور چیدن اتمی.....	۳۲
۱۲-۱ دانسیته‌ی خطی.....	۳۳
۱۴-۱ آرایش اتم‌ها.....	۳۶

۳۶	۱-۱۴-۱ آرایش مربعی
۳۶	۲-۱۴-۱ آرایش شش وجهی
۳۸	۱۵-۱ مقایسه‌ی دو شبکه‌ی FCC و HCP
۳۸	۱۶-۱ ساختن کریستال‌ها از صفحات اتمی با آرایش مربعی
۴۰	۱۷-۱ عدد هماهنگی
۴۱	۱۸-۱ شبکه‌ی کریستالی ترکیبات
۴۱	۱-۱۸-۱ فضای خالی شش وجهی
۴۱	۲-۱۸-۱ فضای خالی هشت وجهی
۴۱	۳-۱۸-۱ فضای خالی چهاروجهی
۴۲	۱۹-۱ فضاهای خالی در برخی از شبکه‌های کریستالی
۴۲	۱-۱۹-۱ شبکه‌ی FCC
۴۴	۲-۱۹-۱ شبکه‌ی BCC
۴۵	۳-۱۹-۱ شبکه‌ی HCP
۴۶	۴-۱۹-۱ شبکه‌ی مکعبی ساده
۴۷	۲۰-۱ ساختمان کریستالی چند ترکیب مهم
۴۷	۱-۲۰-۱ ترکیبات با ساختمان AX
۵۱	۲-۲۰-۱ ترکیبات با ساختمان A_mX_p
۵۱	۳-۲۰-۱ ترکیبات با ساختمان $A_mB_nX_p$
۵۴	فصل ۲: پراش اشعه‌ی X توسط کریستال‌ها
۵۴	۱-۲ مقدمه
۵۵	۲-۲ قانون براگ
۵۸	۳-۲ روش‌های آزمایشگاهی مطالعه‌ی کریستال‌ها توسط پراش اشعه‌ی X
۶۱	۴-۲ شدت اشعه‌ی X پراش یافته
۶۱	۱-۴-۲ پراکندگی توسط یک الکترون
۶۲	۲-۴-۲ پراکندگی توسط یک اتم
۶۴	۳-۴-۲ پراکندگی توسط واحد شبکه
۶۵	۴-۴-۲ محاسبه‌ی فاکتور ساختمانی برای چند شبکه‌ی کریستالی

۶۷	۵-۲ دیگر پارامترهای مؤثر بر شدت اشعه‌ی X پراش یافته
۷۳	۶-۲ معادله‌ی شدت
۷۴	۷-۲ مشکلات عملی استفاده از معادله‌ی شدت
۷۶	۸-۲ برخی از کاربردهای روش پراش اشعه‌ی X
۷۷	۱-۸-۲ شناسایی فازهای موجود در یک ماده (آنالیز کیفی)
۷۸	۲-۸-۲ تعیین ثوابت شبکه‌ی کریستالی
۷۹	۳-۸-۲ تعیین شبکه‌ی کریستالی
۸۲	فصل ۳: آنالیز کمی به روش XRD
۸۲	۱-۳ مقدمه
۸۲	۲-۳ آنالیز کیفی به روش XRD
۸۳	۳-۳ آنالیز کمی به روش XRD
۸۶	۴-۳ روش ریتولد
۸۸	۵-۳ مبانی روش ریتولد
۹۰	۱-۵-۳ شدت زمینه
۹۱	۲-۵-۳ تابع شکل الگو
۹۳	۳-۵-۳ جهت‌گیری مرجح (بافت)
۹۶	۴-۵-۳ دیگر پارامترها
۹۶	۶-۳ معیارهای تطابق
۹۸	۷-۳ دقت روش ریتولد
۱۰۰	۸-۳ استراتژی اصلاح سازی
۱۰۱	۹-۳ تصمیم‌گیری برای توقف اصلاح سازی
۱۰۲	۱۰-۳ کاربردهای روش ریتولد
۱۰۲	۱-۱۰-۳ آنالیز فازی کمی
۱۰۳	۲-۱۰-۳ محاسبه درصد فاز آمورف
۱۰۳	۳-۱۰-۳ آنالیز ریزساختاری کمی
۱۱۱	۴-۱۰-۳ ارزیابی اندازه کریستالیت - میکرو کرنش
۱۱۴	۵-۱۰-۳ دانسیته نابجایی (روش Smallman-Westmactt)

۱۱۶.....	۳-۱۰-۱۶ احتمال نقص در چیده شدن
۱۱۶.....	۳-۱۰-۷ ارزیابی بافت
۱۱۷.....	۳-۱۱ نکات کاربردی در تهیه الگوی آزمایشگاهی
۱۲۰.....	۳-۱۲ معرفی برخی از نرم افزارهای مبتنی بر روش ریتولد
۱۲۱.....	۳-۱۳ توصیه های مهم در رابطه با آنالیز به روش ریتولد
۱۲۲.....	فصل ۴: نرم افزار MAUD
۱۲۲.....	۴-۱ مقدمه
۱۲۳.....	۴-۲ نصب نرم افزار
۱۲۳.....	۴-۲-۱ تهیه و نصب نرم افزار جاوا
۱۲۳.....	۴-۲-۲ تهیه نرم افزار MAUD
۱۲۳.....	۴-۲-۳ نصب نرم افزار MAUD
۱۲۵.....	۴-۳ آشنایی با محیط نرم افزار MAUD
۱۲۶.....	۴-۳-۲ صفحه ی سمت چپ
۱۲۶.....	۴-۳-۳ صفحه ی اصلی
۱۲۷.....	۴-۳-۴ یک مثال ساده
۱۴۰.....	۴-۴ کالیبراسیون نرم افزار
۱۴۱.....	۴-۴-۱ فایل های مورد نیاز
۱۴۱.....	۴-۴-۲ روش اجرای کالیبراسیون
۱۵۴.....	۴-۵ آموزش مثال ها
۱۵۴.....	۴-۵-۱ اصلاح فاکتور شدت
۱۵۵.....	۴-۵-۲ نوع (فرمت) فایل های خام XRD برای نرم افزار MAUD
۱۵۸.....	۴-۵-۳ تهیه ی فایل های CIF
۱۶۱.....	۴-۵-۴ (مثال ۱) تعیین درصد فازهای تشکیل دهنده ی یک مخلوط پودری
۱۶۳.....	۴-۵-۵ (مثال ۲) تعیین روش سنتز بهینه (تعیین حداکثر درصد فاز)
۱۶۷.....	۴-۵-۶ (مثال ۳) تأثیر دما بر اندازه ی کریستالایت و میکرو کرنش
۱۷۰.....	۴-۵-۷ (مثال ۴) تعیین درصد فاز آمورف
۱۷۱.....	۴-۵-۸ (مثال ۵) تأثیر آلاندگی (محلول جامد) بر پارامتر شبکه

- ۱۷۴..... ۴-۵-۹ مثال ۶) محاسبه‌ی احتمال نقص در چیده شدن
- ۱۷۶..... ۴-۵-۱۰ مثال ۷) اندازه‌گیری ضخامت پوسته در نانو ساختارهای هسته-پوسته
- ۱۷۸..... ۴-۵-۱۱ مثال ۸) محاسبه‌ی دانسیته‌ی نابعایی‌ها و اصلاح یافت
- ۱۸۰..... منابع

پیشگفتار

تا قرن هفدهم میلادی، تصور دقیقی از ساختار کریستالی مواد جامد وجود نداشت و برای بیان چگونگی قرارگیری اتم‌ها در ساختمان مواد، عمدتاً دانه‌های برف مدنظر قرار می‌گرفت. تا اینکه یک دانشمند دانمارکی (استنو، ۱۶۶۹) برای اولین بار بیان کرد که کریستال‌های تشکیل دهنده‌ی جامدات دارای تقارن هستند و زاویه‌ی بین وجوه در تمامی گونه‌های یک بلوره مشخص، یکسان است. پس از آن تا اواسط قرن نوزدهم، دسته‌بندی کاملی از تمامی حالت‌های تقارن در سیستم‌های کریستالی و ساختارهای مرتبط با آنها ارائه گردید (براهه، ۱۸۴۸).

پس از کشف اشعه X (روننگن، ۱۸۹۵)، مطالعات در رابطه با ماهیت و اندازه طول‌موج اشعه X در نهایت منجر به ارائه اولین گزارش آزمون پراش اشعه X (XRD) بر روی کریستال CuSO_4 توسط لاهه در تاریخ هشتم جون ۱۹۱۲ گردید. در سال ۱۹۱۳، براگ‌ها (پدر و پسر) اولین ساختار کریستالی را برای NaCl توسط XRD تعیین کردند. لاهه به خاطر کشف پراش اشعه‌ی X توسط کریستال‌ها و براگ‌ها به خاطر تلاش‌های صورت گرفته در جهت آنالیز ساختاری توسط اشعه‌ی X موفق به دریافت جایزه نوبل به ترتیب در سال‌های ۱۹۱۴ و ۱۹۱۵ شدند. این پیشرفت‌ها منجر به وجود آمدن علوم جدیدی مانند کریستالوگرافی توسط اشعه X گردید.

در همان سال ۱۹۱۳، ساختار کریستالی الماس نیز شناسایی گردید. سپس ساختار موادی مانند مس، فلورایت، کلسیت و پیریت در سال ۱۹۱۴ تعیین شد. با گسترش استفاده از XRD، دیگر انواع مواد نیز مورد بررسی قرار گرفت و در سال ۱۹۲۳ اولین ترکیب آلی (الکل جامد) و در سال ۱۹۳۷ اولین مولکول بیولوژیکی (کلسترول) توسط این روش شناسایی شد. تعداد ساختارهای شناسایی شده توسط XRD که در مرکز بین‌المللی اطلاعات پراش (ICDD) ثبت شده است، در سال ۲۰۱۶ به بیش از ۵۰۰ هزار مورد رسیده است.

امروزه روش XRD نه تنها در رشته‌های علوم پایه، بلکه در بیشتر رشته‌های فنی و مهندسی به عنوان یک تکنیک قدرتمند مورد استفاده محققان قرار می‌گیرد. بی‌شک اصلی‌ترین کاربرد

XRD، شناسایی ساختار کریستالی اجزا تشکیل دهنده یک ماده است؛ اما همزمان با گسترش آنالیز کیفی، تلاش‌هایی نیز برای استخراج نتایج کمی صورت گرفته است. یکی از معروفترین روش‌های آنالیز کمی توسط XRD، روش ریتولد است. این روش اولین بار توسط اچ. ام. ریتولد در سال ۱۹۶۷ معرفی گردید. امروزه با گسترش استفاده از کامپیوتر، به کارگیری این روش بسیار متداول شده است.

از آنجا که در سال‌های اخیر، خصوصاً با گسترش پژوهش‌های بین‌رشته‌ای مانند نانو فناوری، مطالعه‌ی ساختار و تعیین اندازه مواد در مقیاس نانو، بسیار مورد توجه قرار گرفته است، به کارگیری XRD در این رابطه اهمیت ویژه‌ای پیدا کرده است. متأسفانه باید در اینجا به این نکته اشاره کرد که هرچند یکی از کاربردهای XRD کمی می‌تواند تعیین اندازه ذرات در مقیاس نانو باشد، اما در بیشتر پژوهش‌های صورت گرفته در این رابطه، به جزئیات روش برای استفاده درست از آنالیز XRD کمی توجه کافی نشده است.

علت علاقه‌مندی اینجانب به موضوع آنالیز کمی به روش XRD به دوران تحصیل در مقطع دکترا (۱۳۸۴ الی ۱۳۸۸) بازمی‌گردد. در آن زمان به منظور انجام بخشی از پژوهش، نیاز به ایجاد ارتباط بین ریزساختار و خواص مکانیکی در فولاد TWIP از طریق اندازه‌گیری دانسیته نابجایی‌ها بود. از میان روش‌های مطرح شده برای اندازه‌گیری دانسیته نابجایی‌ها، به موضوع آنالیز کمی به روش XRD علاقه‌مند شدم. پس از آشنایی با مبانی روش ریتولد، در میان نرم‌افزارهای موجود، تمرکز اصلی را روی نرم‌افزار MAUD قرار دادم. از آن زمان تا به امروز همچنان در رابطه با آنالیز کمی به روش XRD فعالیت دارم. خوشبختانه امکان همکاری در آزمایشگاه مرکزی دانشگاه اصفهان و سرپرستی دستگاه XRD موجود در این مرکز فرصت مناسبی را برای کسب تجربه‌ی بیشتر و ارائه کارگاه‌های آموزشی فراهم کرد. در نهایت مقدمات نگارش این کتاب ایجاد شد.

این کتاب می‌تواند مورداستفاده تمامی دانشجویان رشته‌های علوم پایه، فنی و مهندسی و حتی دانشجویان رشته‌ی هنر (حفاظت و مرمت آثار باستانی) قرار گیرد. همچنین کارشناسان دستگاه‌های XRD و متخصصین در صنایع مرتبط نیز می‌توانند از مطالب ارائه‌شده در این کتاب استفاده کنند.

مطالب این کتاب در چهار فصل تدوین شده است. در فصل اول، ساختار کریستالی مواد و مفاهیم اولیه‌ی کریستالوگرافی ارائه‌شده است. در فصل دوم، مبانی پراش اشعه X و همچنین چگونگی محاسبه شدت اشعه‌ی X پراش یافته از دیدگاه تئوری ارائه‌شده است. در انتهای این

فصل کاربردهای XRD نیز بیان گردیده است. در فصل سوم با عنوان آنالیز کمی به روش XRD (فصل اصلی کتاب)، سعی شده است که مبانی روش ریتولد به گونه‌ای آموزش داده شود که حداقل اطلاعات موردنیاز برای آنالیز کمی تأمین گردد. به عبارت دیگر مطالب ارائه شده بیشتر جنبه کاربردی دارد. در فصل چهارم نیز آموزش نرم افزار MAUD در قالب هشت مثال متنوع ارائه گردیده است. همچنین مسئله کالیبراسیون نرم افزار برای تعیین مناسب اندازه کریستالیت و میکرو کرنش به صورت جداگانه در این فصل ارائه شده است. تمامی نرم افزارها، فایل های خام XRD مثال ها و پاسخ آنها در سایت www.xrdini.com قرار داده شده است.

در اینجا ابتدا باید خداوند بزرگ را شاکر باشم که به من این توان را داد تا بتوانم کار نگارش این کتاب را به پایان برسانم. از آقای دکتر محمدحسین عنایتی، استاد دانشکده مهندسی مواد دانشگاه صنعتی اصفهان که در تهیهی دو فصل اول به اینجانب کمک کردند، صمیمانه سپاسگزارم. همچنین از آقای مهندس حمید عابدی، کارشناس سابق دستگاه XRD آزمایشگاه مرکزی دانشگاه اصفهان که زحمت مطالعه و تصحیح این کتاب را بر عهده داشتند، تشکر می‌نمایم. از تمامی پژوهشگرانی که با در اختیار دادن اطلاعات فایل های XRD خود در قالب برخی از مثال همکاری داشته‌اند، تشکر می‌کنم. سایت www.xrdini.com می‌تواند یک پل ارتباطی میان خوانندگان عزیز و اینجانب باشد. لطفاً نظرات، پیشنهادها، انتقادات و سؤال‌های خود را از این طریق مطرح نمایید. همچنین در این سایت سعی شده است که مثال‌های خارج از کتاب نیز برای آموزش بیشتر ارائه گردد. امیدوارم که مطالب ارائه شده در این کتاب منجر به برداشته شدن قدم کوچکی در راستای اعتلای علم و سربلندی کشور عزیزمان گردد.

قاسم دینی

دانشگاه اصفهان، دانشکده علوم و فناوری‌های نوین

پاییز ۱۳۹۵