

آنالیز کیفی پراش اشعه‌ی ایکس

با استفاده از نرم‌افزار

X'Pert HighScore Plus

تألیف و ترجمه:

دکتر قاسم دینی

عضو هیأت علمی دانشگاه اصفهان

اعظم فاطمی

دانشگاه اصفهان

۱۳۹۷

سرشناسه	: دینی، قاسم، ۱۳۵۷ -
عنوان و نام پدیدآور:	: آنالیز کیفی پراش اشعه ی ایکس با استفاده از نرم افزار X`Pert Highscore Plus
مشخصات نشر	: تالیف و ترجمه قاسم دینی، اعظم فاطمی
مشخصات ظاهری	: اصفهان: دانشگاه اصفهان، ۱۳۹۷.
شابک	: ۶-۱۵۲-۱۱۰-۶۰۰-۹۷۸
وضعیت فهرست نویسی	: فیپا
فروست	: دانشگاه اصفهان، ۶۸۷.
موضوع	: اشعه ایکس -- پراش -- نرم افزار
موضوع	: X-rays -- Diffraction -- Software
موضوع	: بلورشناسی با اشعه ایکس
موضوع	: X-ray crystallography
موضوع	: طیف نمایی اشعه ایکس
موضوع	: X-ray spectroscopy
شناسه افزوده	: ناطمی، اعظم، ۱۳۶۹ -
شناسه افزوده	: دانشگاه اصفهان
شناسه افزوده	: دانشگاه اصفهان. انتشارات
شناسه افزوده	: University of Isfahan
رده بندی کنگره	: QC۴۸۲/۵۹۱ ۱۳۹۰
رده بندی دیویی	: ۵۴۸
شماره کتابشناسی ملی	: ۵۳ ۵۲۲۵



انتشارات دانشگاه اصفهان

عنوان کتاب: آنالیز کیفی پراش اشعه ی ایکس با استفاده از نرم افزار X`Pert Highscore Plus

تألیف و ترجمه: قاسم دینی، اعظم فاطمی

ناشر: دانشگاه اصفهان

نوبت چاپ: چاپ اول - تابستان ۱۳۹۷

شمارگان: ۱۰۰۰ نسخه

چاپ و صحافی: چاپخانه دانشگاه اصفهان

قیمت: ۱۵۰/۰۰۰ ریال

کپی حقوق نشر برای ناشر محفوظ است

مراکز فروش کتاب:

اصفهان: میدان آزادی - خیابان دانشگاه - فروشگاه کتاب دانشگاه اصفهان

تلفن: ۳۷۹۳۲۱۷۷ - ۳۱ پُست الکترونیکی: Press@ui.ac.ir

تهران: میدان انقلاب - خیابان شهید لبافی نژاد - بین ۱۲ فروردین و اردیبهشت - پلاک ۲۳۸

مؤسسه کتابیران، مرکز پخش کتاب‌های دانشگاهی - تلفن: ۶۶۴۹۴۴۰۹ - ۶۶۴۱۱۱۷۳ - ۲۱

فهرست مطالب

پیشگفتار.....	۵
فصل ۱: پراش اشعه‌ی ایکس: از ابتدا تا به امروز.....	۱
۱-۱ مقدمه.....	۱
۲-۱ رویدادهای قبل از کشف پراش اشعه‌ی ایکس.....	۴
۳-۱ کشف پراش اشعه‌ی ایکس.....	۵
۴-۱ توسعه‌ی تئوری پراش اشعه‌ی ایکس.....	۶
۵-۱ شروع مطالعه‌ی پراش اشعه‌ی ایکس.....	۱۰
۶-۱ مطالعات وولف.....	۱۱
۷-۱ توسعه‌ی آنالیز پراش اشعه‌ی ایکس کریستال‌ها.....	۱۲
۸-۱ رویکردهای مدرن در توسعه‌ی تحقیقات اشعه‌ی ایکس.....	۱۶
فصل ۲: ساختار کریستالی مواد و پراش اشعه ایکس.....	۲۵
۲-۱ مقدمه.....	۲۵
۲-۲ ساختار کریستالی مواد جامد.....	۲۵
۳-۲ شبکه‌های چهارده گانه‌ی براوه.....	۲۷
۴-۲ صفحه‌های کریستالی.....	۲۹
۵-۲ فاصله‌ی بین صفحه‌های موازی.....	۳۱
۶-۲ شبکه‌های مهم کریستالی.....	۳۱
۱-۶-۲ شبکه‌ی مکعبی مرکزدار (BCC).....	۳۱
۲-۶-۲ شبکه‌ی مکعبی با وجوه مرکزدار (FCC).....	۳۳
۳-۶-۲ شبکه‌ی هگزاگونال فشرده.....	۳۴
۷-۲ شبکه‌ی کریستالی ترکیبات.....	۳۵
۱-۷-۲ فضای خالی شش وجهی.....	۳۵
۲-۷-۲ فضای خالی هشت وجهی.....	۳۵
۳-۷-۲ فضای خالی چهار وجهی.....	۳۵

۳۵	۸-۲ فضاهای خالی در برخی از شبکه‌های کریستالی
۳۵	۸-۲-۱ شبکه‌ی FCC
۳۷	۸-۲-۲ شبکه‌ی BCC
۳۹	۸-۲-۳ شبکه‌ی مکعبی ساده
۳۹	۹-۲ ساختمان کریستالی چند ترکیب مهم
۳۹	۹-۲-۱ ترکیبات با ساختمان AX
۳۹	الف) ساختمان‌های AX از نوع کلرید سزیم (CsCl)
۴۰	ب) ساختمان‌های AX از نوع کلرید سدیم (NaCl)
۴۰	ج) ساختمان‌های AX از نوع ZnS
۴۱	د) ساختمان‌های AX با شبکه غیر مکعبی
۴۲	۹-۲-۲ ترکیبات با ساختمان A_mX_p
۴۳	۹-۲-۳ ترکیبات با ساختمان $A_mB_nX_p$
۴۴	۱۰-۲ پراش اشعه ایکس
۴۴	۱۱-۲ قانون براگ
۴۷	۱۲-۲ روش‌های آزمایشگاهی تعیین فاصله‌ی کریستال‌ها توسط پراش اشعه‌ی ایکس
۴۸	۱۲-۲-۱ روش دبی
۴۹	۱۲-۲-۲ روش پراش سنجر
۵۱	۱۳-۲ شدت اشعه‌ی ایکس پراش یافته
۵۱	۱۳-۲-۱ پراکندگی توسط یک الکترون
۵۱	۱۳-۲-۲ پراکندگی توسط یک اتم
۵۳	۱۳-۲-۳ پراکندگی توسط واحد شبکه
۵۴	۱۳-۲-۴ محاسبه‌ی فاکتور ساختمانی برای چند شبکه‌ی کریستالی
۵۴	الف) شبکه‌های ساده
۵۴	ب) شبکه‌های مرکزدار
۵۵	ج) شبکه‌ها با وجوه مرکزدار
۵۶	۱۴-۲ دیگر پارامترهای مؤثر بر شدت اشعه‌ی ایکس پراش یافته
۵۷	۱۴-۲-۱ فاکتور تعدد صفحات
۵۷	۱۴-۲-۲ فاکتور لورنتز
۶۰	۱۴-۲-۳ فاکتور جذب
۶۰	۱۴-۲-۴ فاکتور دما

۶۳	فصل ۳: آنالیز کیفی پراش اشعه‌ی ایکس
۶۳	۳-۱ مقدمه
۶۳	۳-۲ آنالیز کیفی الگوی XRD چیست؟
۶۵	۳-۳ مفهوم فاز در XRD
۶۶	۳-۴ اساس آنالیز کیفی الگوی XRD
۶۹	۳-۴-۱ روش هاناوال و روش فینک
۷۲	۳-۴-۲ روش کامپوتری
۷۳	۳-۵ پایگاه داده
۷۴	۳-۶ تهیه‌ی الگوی آزمایشگاهی با کیفیت، قدم اول در فازبازی موفق

۷۵	۳-۶-۱ آماده سازی نمونه
۷۵	- ویژگی های یک نمونه ی پودری مناسب
۷۷	- گذاشتن نمونه در نگه دارنده (مانت کردن پودر)
۷۹	- مقدار نمونه
۷۹	- ضخامت نمونه
۸۰	- قرار دادن نمونه در دستگاه پراش سنج
۸۰	۳-۶-۲ پارامترهای انجام آزمون
۸۱	- طول موج
۸۳	- تک فام ساز
۸۳	- اپتیک اشعه ایکس در دستگاه پراش سنج
۸۴	- تنظیمات توان تیوب اشعه ایکس
۸۶	- سرعت انجام آزمون
۸۷	- دامنه ی آزمون
۸۸	۳-۶-۳ معرّاهای رزیابی کیفیت الگو
۹۱	۳-۷-۱ مراحل انجام یک آنالیز کیفی (فازیابی) توسط نرم افزار
۹۲	۳-۷-۱ آماده سازی الگو
۹۲	- تعیین زمینه
۹۴	- مشخص کردن پیک ها
۹۵	- حذف بخش $K\alpha_2$
۹۶	- صاف کردن الگو
۹۷	۳-۷-۲ فازیابی
۱۰۲	۳-۸-۱ مشکلات و محدودیت های آنالیز کیفی الگوی XRD
۱۰۳	۳-۸-۱ حد تشخیص
۱۰۵	۳-۸-۲ ضریب جذب
۱۰۶	۳-۸-۳ فازهای ناشناخته
۱۰۷	۳-۸-۴ فاز آمورف
۱۰۸	۳-۸-۵ محلول جامد
۱۱۰	۳-۸-۶ بافت
۱۱۱	۳-۸-۷ عمق نفوذ اشعه ایکس

فصل ۴: نصب و آماده سازی نرم افزار

۱۱۳	۴-۱ مقدمه
۱۱۳	۴-۲ نصب نرم افزار
۱۱۳	۴-۲-۱ تهیه ی نرم افزار X'Pert
۱۱۴	۴-۲-۲ نصب نرم افزار X'Pert HighScore Plus
۱۱۵	۴-۳ پایگاه داده
۱۱۵	۴-۳-۱ تهیه ی پایگاه داده
۱۱۵	۴-۳-۲ نصب پایگاه داده
۱۱۶	- نصب پایگاه داده غیر فشرده
۱۱۷	- نصب پایگاه داده فشرده

۴-۴ آماده سازی نرم افزار	۱۱۹
فصل ۵: آموزش آنالیز کیفی الگوی پراش اشعه ی ایکس توسط نرم افزار	۱۲۵
۱-۵ مقدمه	۱۲۵
۲-۵ مثال ها	۱۲۵
۱-۲-۵ (۱) آشنایی با روش اصلاح زمینه در نرم افزار X'Pert	۱۲۶
۲-۲-۵ (۲) اصلاح زمینه در یک الگوی حاوی فاز آمورف	۱۲۸
۳-۲-۵ (۳) ادغام کردن دو بخش مجزا از یک الگو	۱۳۱
۴-۲-۵ (۴) روش تشخیص و حذف $K\alpha_2$ از الگوی آزمایشگاهی	۱۳۲
۵-۲-۵ (۵) یک مثال ساده برای فازبایی	۱۳۶
۶-۲-۵ (۶) تأثیر وجود زمینه بر نتیجه شناسایی فازی	۱۳۸
۷-۲-۵ (۷) مشکل محلول جامد در فازبایی و راه حل آن در نرم افزار X'Pert	۱۳۹
۸-۲-۵ (۸) استراتژی در فازبایی (مقدار فاز دوم)	۱۴۴
۹-۲-۵ (۹) یک مثال دو فازی	۱۴۷
۱۰-۲-۵ (۱۰) شناسایی یک فاز تنها با یک پیک	۱۴۹
۱۱-۲-۵ (۱۱) آنالیز شیمیایی یکسان، ساختار کریستالی متفاوت	۱۵۱
۱۲-۲-۵ (۱۲) تفاوت Min و IdeAll	۱۵۵
۱۳-۲-۵ (۱۳) جستجوی سریع با محدودیت در ترکیب شیمیایی	۱۵۷
۱۴-۲-۵ (۱۴) استراتژی در فازبایی (تأثیر دما)	۱۶۱
۱۵-۲-۵ (۱۵) آنالیز فازی یک فاز	۱۶۴
۱۶-۲-۵ (۱۶) شناسایی فازی یک لعاب سرامیکی	۱۶۵
۱۷-۲-۵ (۱۷) آماده شدن برای انجام یک تمرین	۱۶۸
۱۸-۲-۵ (۱۸) تمرین	۱۶۹
۱۹-۲-۵ (۱۹) تأثیر اندازه ذرات در مقیاس نانو بر ظاهر الگوی XRD	۱۷۰
۲۰-۲-۵ (۲۰) تأثیر آماده سازی نمونه بر ظاهر الگوی XRD	۱۷۱
۲۱-۲-۵ (۲۱) تأثیر یافت	۱۷۳
۲۲-۲-۵ (۲۲) انتخاب الگوی استاندارد مناسب	۱۷۴
۳-۵ چند توصیه	۱۷۷
مراجع	۱۸۱
پیوست ۱: رسم الگوهای XRD در نرم افزار Excel	۱۸۳
پیوست ۲: کیفیت الگوهای استاندارد	۱۹۵
پیوست ۳: منابع آنالیز	۱۹۷
واژه یاب	۱۹۹

پیشگفتار

عموماً، آنالیزهای کیفی و کمی دو روی یک سکه هستند، زیرا آن‌ها به ترتیب به دو پرسش "چه چیزی؟" و "چه مقداری؟" پاسخ می‌دهند. در رابطه با آزمون پراش اشعه‌ی ایکس (XRD) نیز آنالیزهای کیفی و کمی انجام می‌گیرد که هدف از آنالیز کیفی، شناسایی ساختارهای کریستالی (فازها) تشکیل دهنده‌ی نمونه و هدف از آنالیز کمی تعیین درصد کریستال و ساختارهای کریستالی است. البته از آنالیز کمی XRD می‌توان اطلاعات بیشتری بدست آورد.

پس از انتشار کتاب "آنالیز کمی پراش اشعه‌ی ایکس به روش ریتولد با استفاده از نرم‌افزار MAUD" و استقبال بسیار خوب محققین از آن، خلأ ناشی از نبودن کتاب آنالیز کیفی به خوبی احساس گردید، زیرا معمولاً آنالیز کیفی مقدم بر آنالیز کمی است. بنابراین تلاش مندرجی صورت گرفت تا این کتاب با فاصله‌ی نسبتاً کوتاهی از کتاب آنالیز کمی تهیه گردد.

هرچند کتاب‌های آموزشی و جزوات متعددی در رابطه با نرم‌افزار X'Pert وجود دارد، اما در این کتاب سعی شده است که همانند کتاب آنالیز کمی، رویکرد کتاب صرفاً بر روی آموزش نرم‌افزار نباشد. به عبارت دیگر، پس از مطالعه‌ی فصل‌های ابتدایی و آشنایی با مبانی آنالیز کیفی، می‌توان صرف نظر از نوع نرم‌افزار، الگوهای XRD را تحلیل کرد.

از آن‌جا که شناسایی فازي توسط XRD یکی از روش‌های پایه در مشخصه‌یابی مواد است، بنابراین این کتاب می‌تواند مورد استفاده‌ی محققین، دانشجویان و کارشناسان در علوم مختلف قرار گیرد. همچنین نرم‌افزار X'Pert HighScore Plus محصول شرکت PANalytical - که یکی از سازندگان مطرح دستگاه‌های پراش سنج است - در دنیا بسیار شناخته شده است.

مطالب این کتاب در پنج فصل و سه پیوست ارائه گردیده است. در فصل اول سعی شده است که مروری تاریخی بر رخ داده‌های قبل و بعد از کشف پراش اشعه‌ی ایکس پرداخته شود و یاد افراد موثر در به ثمر رسیدن این روش آزمایشگاهی مهم زنده گردد. در بخش اول از فصل دوم، حداقل اطلاعات مورد نیاز در رابطه با ساختار کریستالی مواد و مفاهیم اولیه‌ی کریستالوگرافی ارائه شده است و در بخش دوم، مبانی آزمون XRD و روش‌های آزمایشگاهی انجام آزمون معرفی گردیده است.

در فصل سوم که اصلی‌ترین فصل کتاب است، به مبانی آنالیز کیفی XRD و نکات مرتبط با آن پرداخته شده است. در فصل چهارم، روش نصب و آماده‌سازی نرم‌افزار X'Pert HighScore Plus آموزش داده شده و در نهایت در فصل پنجم، چگونگی آنالیز کیفی الگوهای XRD توسط نرم‌افزار X'Pert HighScore Plus در قالب ۲۲ مثال کاربردی به صورت مرحله به مرحله ارائه گردیده است. مثال‌ها به نحوی انتخاب شده است که تنوع در مواد مختلف رعایت شده و آموزش شامل مراحل مقدماتی تا پیشرفته است. لازم به ذکر است که مطالب ارائه شده در سه فصل اول کتاب عمدتاً از منابع معتبر در رابطه با مبانی روش XRD، استخراج و ترجمه شده است. این منابع در فهرست مراجع به ترتیب از شماره ۱ تا ۱۲ قرار دارند و خوانندگان عزیز می‌توانند برای اطلاعات بیشتر به آنها مراجعه کنند. خصوصاً مرجع شماره ۱۱ بسیار مفید، کاربردی و به روز است.

در اینجا ابتدا از خداوند بزرگ سپاسگزارم که توفیق نگارش کتاب دوم در رابطه با پراش اشعه ایکس را به اینجانب عطا فرمود. از خانم اعظم فاطمی، فارغ التحصیل کارشناسی ارشد فیزیک دانشگاه اصفهان که در نگارش این کتاب به بنده کمک کردند، تشکر می‌کنم. همچنین از سرکار خانم مرضیه اکبری، کارشناس با تجربه‌ی بخش اشعه ایکس آزمایشگاه مرکزی دانشگاه اصفهان که زحمت بازرینی علمی و فنی کتاب را بر عهده داشتند، قدرتی می‌دانم. از تمامی پژوهش‌گرانی که با اختیار قرار دادن اطلاعات فایل‌های آزمایشگاهی خود در قالب برخی از مثال‌ها همکاری داشته‌اند، تشکر می‌کنم. همچنین از جناب آقای دکتر رکنی‌زاده معاون پژوهش و فناوری، دانشگاه اصفهان، جناب آقای دکتر همتی رئیس اداره انتشارات دانشگاه اصفهان، اعضای شورای انتشارات دانشگاه اصفهان و جناب آقای نیکبخت کارشناس اداره انتشارات دانشگاه اصفهان و دیگر افرادی که در فراهم شدن شرایط چاپ این کتاب نقش داشته‌اند، قدردانی می‌گردد.

از طریق سایت www.xrdini.com می‌توانید نظرات، پیشنهادات، انتقادات و سوالات خود را مطرح نمایید. امید است که مطالب ارائه شده در این کتاب در راستای تسهیل فرآیند پژوهش‌گرانی که در جهت شکوفایی و سربلندی کشور عزیزمان تلاش می‌کنند، قرار گیرد.

قاسم دینی

دانشگاه اصفهان، دانشکده علوم و فناوری‌های نوین

بهار ۱۳۹۷