

بِسْمِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

آنالیز کمی پراش اشعه ایکس به روش ریتولد

با استفاده از نرم افزار MAUD

مؤلفین:

دکتر قاسم دینی

عضو هیأت علمی دانشگاه اصفهان

دکتر محمدحسین عنایتی

عضو هیأت علمی دانشگاه صنعتی اصفهان

سرشناسه	دینی، قاسم، ۱۳۵۷ -
عنوان و نام پدید آور	آنالیز کمی پراش اشعه ایکس به روش ریتولد با استفاده از نرم افزار MAUD
مشخصات نشر	مؤلفین: قاسم دینی، محمدحسین عنایتی.
مشخصات ظاهری	اصفهان: جهاد دانشگاهی، واحد اصفهان، ۱۳۹۵.
شابک	۱۸۱ص: مصور، جدول.
وضعیت فهرست نویسی	۳-۱۲۴-۳۱۸-۶۰۰-۹۷۸
موضوع	فیفا
موضوع	اشعه ایکس -- پراش -- نرم افزار
موضوع	X-rays -- Diffraction-- Software
موضوع	بلورشناسی یا اشعه ایکس
موضوع	X-ray crystallography
موضوع	طیف‌نمایی اشعه ایکس
موضوع	X-ray spectroscopy
شناسه افزوده	عنایتی، محمدحسین، ۱۳۴۱ -
شناسه روده	جهاد دانشگاهی. واحد اصفهان
شناسه افزود	Jahad Daneshgahi Isfahan Branch
رده بندی کنگره	۱۳۹۲ QC۴۸۲/۵۹۸۸
رده بندی دیویی	۸۳/۶۸
شماره کتابشناسی ملی	۴۰۸۶۶۲۱

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



- تألیف: دکتر قاسم دینی - دکتر محمدحسین عنایتی
- نوبت چاپ: اول
- تاریخ نشر: ۱۳۹۶
- تیراژ: ۳۰۰
- تعداد صفحات: ۱۸۱
- طراح جلد و صفحه آرا: محمدعلی نریمانی
- مدیر تولید: فرهاد رفیعیان
- قیمت: ۱۲۰۰۰ تومان
- شابک: ۳-۱۲۴-۳۱۸-۶۰۰-۹۷۸

مراکز بخش:

- ۱) انتشارات جهاد دانشگاهی واحد اصفهان ۳۶۶۸۰۰۶۲-۰۳۱
- ۲) علم گستر سپاهان: ۳۲۱۹۹۷۹-۰۳۱
- تهران: ۱) انتشارات جهاد دانشگاهی (دفتر مرکزی) تلفن: ۶۶۴۸۷۶۲۶-۰۲۱
- ۲) کتابیران: ۱۸-۵۰۹-۶۶۵۶۶-۰۲۱
- ۳) دانشیران: ۲۲۰-۶۶۴۰۰-۰۲۱

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.

فهرست مطالب

فصل ۱: ساختار کریستالی مواد.....	۱۳
۱-۱ مقدمه.....	۱۳
۲-۱ شبکه‌های چهار-ه گانه براوه.....	۱۵
۳-۱ حجم سلول واحد.....	۱۷
۴-۱ جهت‌های کریستالی.....	۱۸
۵-۱ صفحه‌های کریستالی.....	۲۰
۶-۱ فاصله‌ی بین صفحه‌های موازی.....	۲۳
۷-۱ زاویه‌ی بین دو صفحه‌ی کریستالی.....	۲۳
۸-۱ منطقه.....	۲۴
۹-۱ اندیس گذاری صفحه‌ها و جهت‌های کریستالی در سیستم هگزگونال.....	۲۶
۱۰-۱ شبکه‌های مهم کریستالی.....	۲۷
۱-۱۰-۱ شبکه‌ی مکعبی مرکز دار (BCC).....	۲۸
۲-۱۰-۱ شبکه‌ی مکعبی با وجوه مرکز دار (FCC).....	۲۹
۳-۱۰-۱ شبکه‌ی هگزگونال فشرده.....	۳۰
۱۱-۱ فاکتور چیدن اتمی.....	۳۱
۱۲-۱ دانسیته‌ی خطی.....	۳۲
۱۳-۱ دانسیته‌ی سطحی (صفحه‌ای).....	۳۳
۱۴-۱ آرایش اتم‌ها.....	۳۵
۱-۱۴-۱ آرایش مربعی.....	۳۵
۲-۱۴-۱ آرایش شش وجهی.....	۳۵

- ۱۵-۱ مقایسه‌ی دو شبکه‌ی FCC و HCP ۳۷
- ۱۶-۱ ساختن کریستال‌ها از صفحات اتمی با آرایش مربعی ۳۷
- ۱۷-۱ عدد هماهنگی ۳۹
- ۱۸-۱ شبکه‌ی کریستالی ترکیبات ۴۰
- ۱-۱۸-۱ فضای خالی شش‌وجهی ۴۰
- ۲-۱۸-۱ فضای خالی هشت‌وجهی ۴۰
- ۳-۱۸-۱ فضای خالی چهاروجهی ۴۰
- ۱۹-۱ نواحی خالی در برخی از شبکه‌های کریستالی ۴۱
- ۱-۱۹-۱ شبکه‌ی FCC ۴۱
- ۲-۱۹-۱ شبکه‌ی BCC ۴۳
- ۳-۱۹-۱ شبکه‌ی HCP ۴۴
- ۱۹-۱ شبکه‌ی مکعب ساده ۴۵
- ۲۰-۱ ساختمان کریستالی چند ترکیب مهم ۴۶
- ۱-۲۰-۱ ترکیبات با ساختمان AX ۴۶
- ۲-۲۰-۱ ترکیبات با ساختمان mX ۵۰
- ۳-۲۰-۱ ترکیبات با ساختمان $AmBn$ ۵۰
- فصل ۲: پراش اشعه‌ی X توسط کریستال‌ها** ۵۳
- ۱-۲ مقدمه ۵۳
- ۲-۲ قانون براگ ۵۴
- ۳-۲ روش‌های آزمایشگاهی مطالعه‌ی کریستال‌ها توسط پراش اشعه‌ی X ۵۷
- ۴-۲ شدت اشعه‌ی X پراش یافته ۶۰
- ۱-۴-۲ پراکندگی توسط یک الکترون ۶۰
- ۲-۴-۲ پراکندگی توسط یک اتم ۶۱
- ۳-۴-۲ پراکندگی توسط واحد شبکه ۶۳
- ۴-۴-۲ محاسبه‌ی فاکتور ساختمانی برای چند شبکه‌ی کریستالی ۶۴
- ۵-۲ دیگر پارامترهای مؤثر بر شدت اشعه‌ی X پراش یافته ۶۶
- ۶-۲ معادله‌ی شدت ۷۲
- ۷-۲ مشکلات عملی استفاده از معادله‌ی شدت ۷۳
- ۸-۲ برخی از کاربردهای روش پراش اشعه‌ی X ۷۵
- ۱-۸-۲ شناسایی فازهای موجود در یک ماده (آنالیز کیفی) ۷۶
- ۲-۸-۲ تعیین ثوابت شبکه‌ی کریستالی ۷۷

۷۸.....	۲-۸-۳ تعیین شبکه‌ی کریستالی
۸۱.....	فصل ۳: آنالیز کمی به روش XRD
۸۱.....	۳-۱-۱ مقدمه
۸۱.....	۳-۲-۱ آنالیز کیفی به روش XRD
۸۲.....	۳-۳-۱ آنالیز کمی به روش XRD
۸۵.....	۳-۴-۱ روش ریتولد
۸۷.....	۳-۵-۱ مبانی روش ریتولد
۸۹.....	۳-۵-۱-۱ شدت زمینه
۹۰.....	۳-۵-۲-۱ تابع شکل الگو
۹۲.....	۳-۵-۳-۱ جهت گیری مرجع (بافت)
۹۵.....	۳-۵-۴-۱ دیگر پارامترها
۹۵.....	۳-۶-۱ معیارهای تطابق
۹۷.....	۳-۷-۱ دقت روش ریتولد
۹۹.....	۳-۸-۱ استراتژی اصلاح سازی
۱۰۰.....	۳-۹-۱ تصمیم گیری برای توقف اصلاح سازی
۱۰۱.....	۳-۱۰-۱ کاربردهای روش ریتولد
۱۰۱.....	۳-۱۰-۱-۱ آنالیز فاز کمی
۱۰۲.....	۳-۱۰-۲-۱ محاسبه درصد فاز آمورف
۱۰۲.....	۳-۱۰-۳-۱ آنالیز ریزساختاری کمی
۱۱۰.....	۳-۱۰-۴-۱ ارزیابی اندازه کریستالیت - میخروکرنش
۱۱۳.....	۳-۱۰-۵-۱ دانسیته نابجایی (روش Hallman-Westmactt)
۱۱۵.....	۳-۱۰-۶-۱ احتمال نقص در چیده شدن
۱۱۵.....	۳-۱۰-۷-۱ ارزیابی بافت
۱۱۶.....	۳-۱۱-۱ نکات کاربردی در تهیه الگوی آزمایشگاهی
۱۱۹.....	۳-۱۲-۱ معرفی برخی از نرم افزارهای مبتنی بر روش ریتولد
۱۲۰.....	۳-۱۳-۱ توصیه‌های مهم در رابطه با آنالیز به روش ریتولد
۱۲۱.....	فصل ۴: نرم افزار MAUD
۱۲۱.....	۴-۱-۱ مقدمه
۱۲۲.....	۴-۲-۱ نصب نرم افزار
۱۲۲.....	۴-۲-۱-۱ تهیه و نصب نرم افزار جاوا
۱۲۲.....	۴-۲-۲-۱ تهیه نرم افزار MAUD

۱۲۲	 ۴-۲-۳ نصب نرم افزار MAUD
۱۲۴	 ۴-۳-۳ آشنایی با محیط نرم افزار MAUD
۱۲۴	 ۴-۳-۱ نوار ابزار
۱۲۵	 ۴-۳-۲ صفحه‌ی سمت چپ
۱۲۵	 ۴-۳-۳ صفحه‌ی اصلی
۱۲۶	 ۴-۳-۴ یک مثال ساده
۱۳۹	 ۴-۴ کالیبراسیون نرم افزار
۱۴۰	 ۴-۴-۱ فایل‌های مورد نیاز
۱۴۰	 ۴-۴-۲ روش اجرای کالیبراسیون
۱۵۳	 ۴-۵-۵ آموزش مثال‌ها
۱۵۳	 ۴-۵-۱-۱ اصلاح دستور شدت
۱۵۴	 ۴-۵-۲-۱ نوع فرمت فایل‌های خام XRD برای نرم افزار MAUD
۱۵۷	 ۴-۵-۳-۱ تهیه‌ی فایل‌های CIF
۱۶۰	 ۴-۵-۴-۱ مثال (۱) تعیین درصد فازهای تشکیل دهنده‌ی یک مخلوط پودری
۱۶۲	 ۴-۵-۵-۲ مثال (۲) تعیین روش سربلین (تعیین حداکثر درصد فاز)
۱۶۶	 ۴-۵-۶-۳ مثال (۳) تأثیر دما بر اندازه‌ی کریستالیت و میکرو کرنش
۱۶۹	 ۴-۵-۷-۴ مثال (۴) تعیین درصد فاز آمورف
۱۷۰	 ۴-۵-۸-۵ مثال (۵) تأثیر آلایندگی (محلول جامد بر اثر شبکه
۱۷۳	 ۴-۵-۹-۶ مثال (۶) محاسبه‌ی احتمال نقص در پیوندهای
۱۷۵	 ۴-۵-۱۰-۷ مثال (۷) اندازه‌گیری ضخامت پوسته در نانوساختارهای هسته-پوسته
۱۷۷	 ۴-۵-۱۱-۸ مثال (۸) محاسبه‌ی دانسیته‌ی نابجایی‌ها و اصلاح بافت
۱۸۰	 منابع

پیشگفتار

تا قرن هفدهم میلادی، تصوّر 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 (استن، ۱۶۶۹) برای اولین بار بیان کرد که کریستال‌های تشکیل دهنده‌ی جامدات دارای مارن 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 کریستال و ساختارهای مرتبط با آنها ارائه گردید (براو، ۱۸۴۸).

پس از کشف اشعه X (رونتگن، 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. او 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 ۱۹۱۵ و ۱۹۱۶ 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. 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 (کلسترو) 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 نمود که ه. چند 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 مطرح‌شده 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. خوبست بدان 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، نتایج نگارش این کتاب ایجاد شد.

این کتاب می‌تواند مورد استفاده 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 مورد نیاز 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 زحمات مطالعه و تصحیح این کتاب را بر عهده داشتند، تشکر می‌نمایم. از تمامی پژوهشگاری 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. لذا نظرات، پیشنهادها، انتقادات و سؤال های خود را از این طریق مطرح نمایید. همچنین در این سایت سعی شده است که مثال های 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.

فارس دینی

دانشگاه اصفهان، دانشکده علوم و فناوری های نوین

۱۳۹۵