پراش اشعه ایکس (XRD)
اصول و اجزاء

محمدحسن حقیقی‌فرد
فهیمه بهزادی

سیستم جامع آموزش فناوری نانو

ستاد ویژه توسعه فناوری نانو در راستای تأمین نیازهای آموزشی دانش آموزان و دانشجویان مقاطع و رشته‌های مختلف و سایر علاقه مندان به علوم وفناوری نانو اقدام به تدوین سیستم جامع آموزش فناوری نانو نموده است. فایل حاضر، فایل ارائه مقاله ای است که در سایت آموزش فناوری نانو با جانمایی:

دوره؛ روش های نوین شناسایی نانوساختارها

درس؛ روش های مبتنی بر اشعه X

جلسه؛ XRD ۱

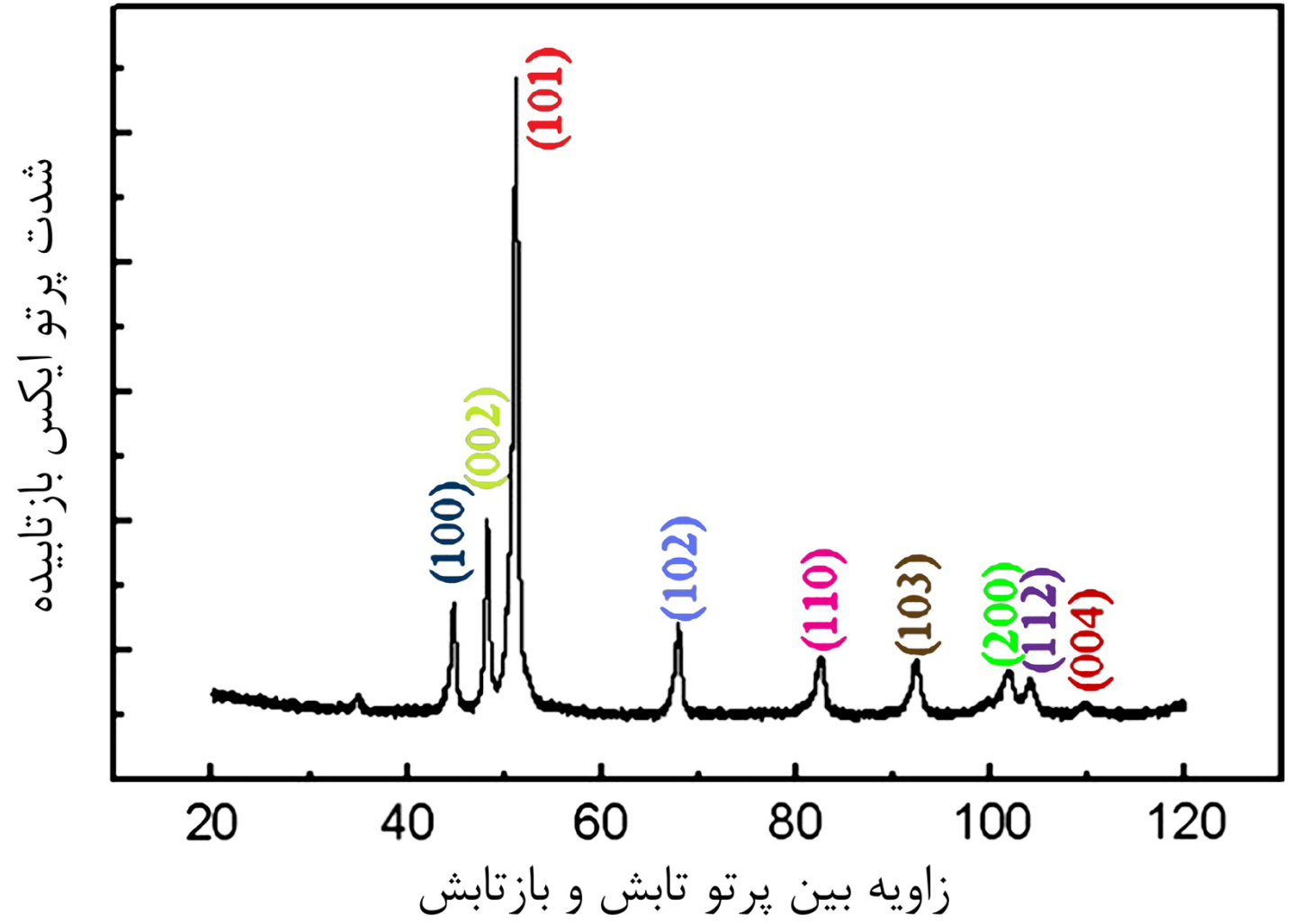
بارگذاری گردیده که به منظور کمک به یادگیری مطالب اصلی توسط کاربر و نیز روان شدن برگزاری کارگاه ها و سمینارهای آموزشی، طراحی شده که در اختیار علاقه مندان قرار گرفته است. استفاده از این فایل ها ضمن کمک به یادگیری بهتر مخاطبان، برگزاری سمینارها و کارگاه های تخصصی را برای نهادهای ترویجی آسانتر خواهد نمود.

برهمکنش اشعه ایکس و اتم‌ها

- برخورد اشعه ایکس به یک اتم یا مولکول، باعث تحریک و نوسان الکترون‌های اتم یا مولکول می‌شود.
- ذرات باردار شتابدار، از خود موج الکترومغناطیسی ساتع می‌کنند. بنابراین، این نوسان‌ها خود باعث تابش امواج جدیدی خواهند شد.
- اگر فرکانس نور بازتابیده با فرکانس نور ابتدایی یکی باشد، این پدیده را پراکندگی رایلی (Rayleigh scattering) می‌نامند.
- علاوه بر پراکندگی رایلی، اتم‌ها تابش فلورسانس نیز دارند.
- در تابش فلورسانس، اتم فوتون را جذب می‌کند و فوتونی با فرکانس پایین‌تر (طول موج بلند تر) ساتع می‌کند.

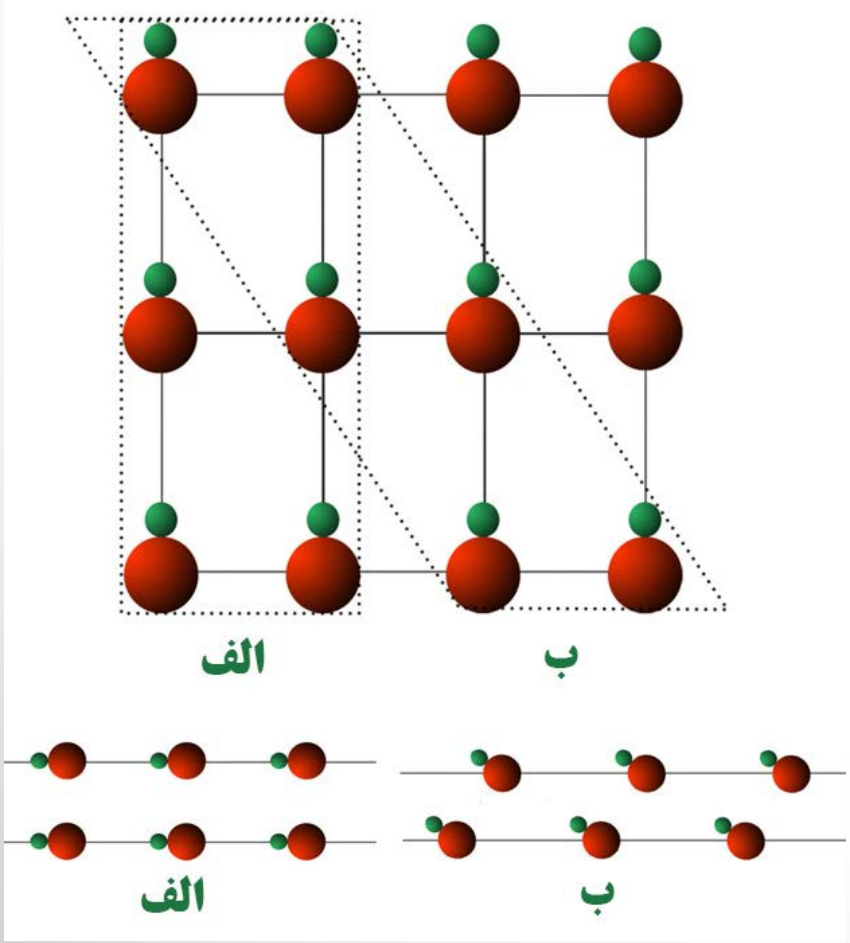
http://edu.nano.ir

اطلاعات ثبت شده از پراش اشعه ایکس



اصول XRD

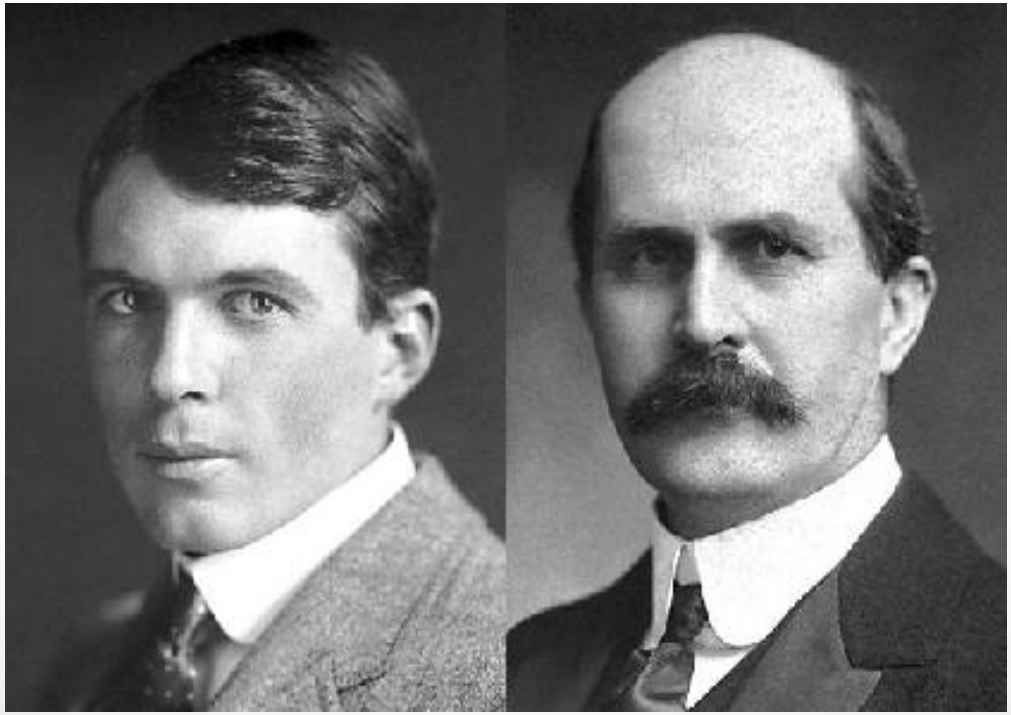
- در پراش اشعه ایکس توسط کریستال مشاهده می‌شود که شدت اشعه ایکس بازتابیده از کریستال، که در هر اتم بصورت الاستیک پراکنده شده‌اند (بدون تغییر طول موج)، در زوایای خاصی ماکسیمم خواهد بود و در بقیه زوایا، شدت اشعه‌ی پراشیده شده مقدار قابل ملاحظه ای ندارد.
- برای یک نمونه‌ی کریستالی قله‌های متعددی در زوایای متفاوت و با شدت‌های متفاوت وجود دارد.
- زاویه‌ی هر قله وابسته به فاصله بین صفحه و شدت قله مربوط به آرایش اتم‌ها در صفحات می‌باشد.



فاصله صفحه‌ای متفاوت و آرایش مختلف اتم‌ها در دو صفحه از یک کریستال

قانون براگ

- پراش اشعه ایکس، نخستین بار توسط ویلیام هنری براگ و پسرش ویلیام لورنس براگ جهت بررسی خواص ساختاری کریستال ها مورد استفاده قرار گرفت؛ که جایزه نوبل فیزیک در سال ۱۹۱۵ را برای آن‌ها به همراه داشت.



ویلیام هنری براگ

لورنس هنری براگ

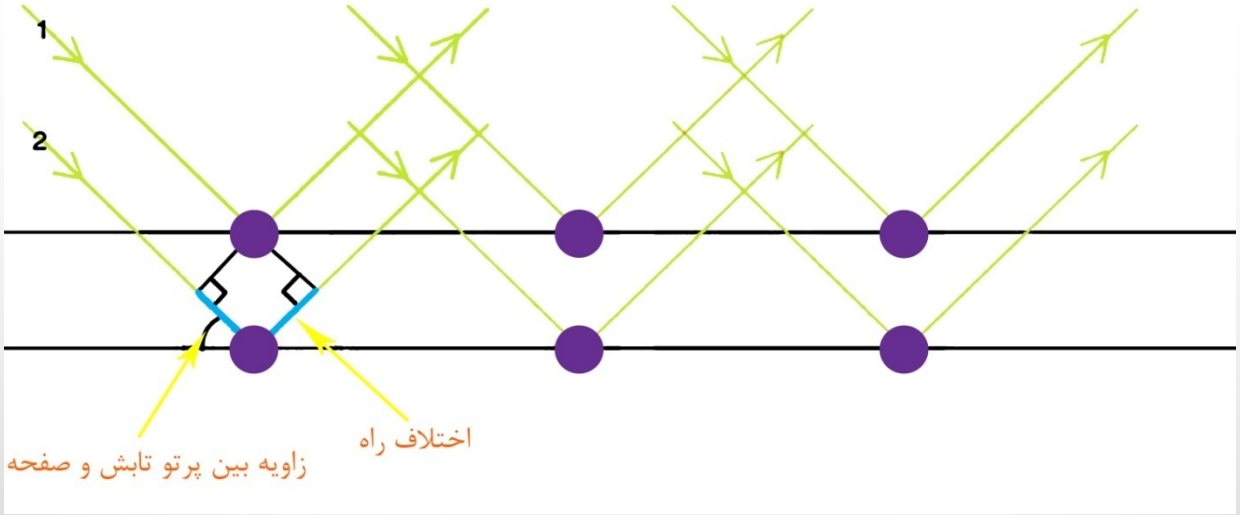
http://edu.nano.ir

قانون براگ

- اشعه ایکس به صفحات کریستال برخورد کرده و بازتاب می‌شود.
- اشعه ۱ که از سطح بالایی و اشعه ۲ که از سطح زیرین منعکس می‌شوند، دارای اختلاف راه می‌باشند که این اختلاف راه به زاویه تابش و فاصله دو صفحه وابسته است و از فرمول زیر تعیین می‌شود:

$$\Delta x=2d.\sin\theta$$

Δx اختلاف راه، d فاصله دو صفحه و θ زاویه بین اشعه و صفحه می‌باشد.



http://edu.nano.ir

قانون براگ

- اختلاف راه مذکور، منجر به اختلاف فاز بین دو اشعه می‌شود که از فرمول زیر تعیین می‌شود:

$$\Delta\varphi = (2\pi/\lambda)\,\Delta x$$

$\Delta\varphi$ اختلاف فاز، λ طول موج اشعه و Δx اختلاف راه دو اشعه می‌باشد.

- در صورتیکه این اختلاف فاز مضرب صحیحی از 2π باشد، دو اشعه بصورت سازنده با هم جمع می‌شوند و این جمع شدن همفاز دو اشعه، دقیقاً مربوط به شدت ماکسیمم اشعه ایکس بازتابیده شده، می‌باشد.

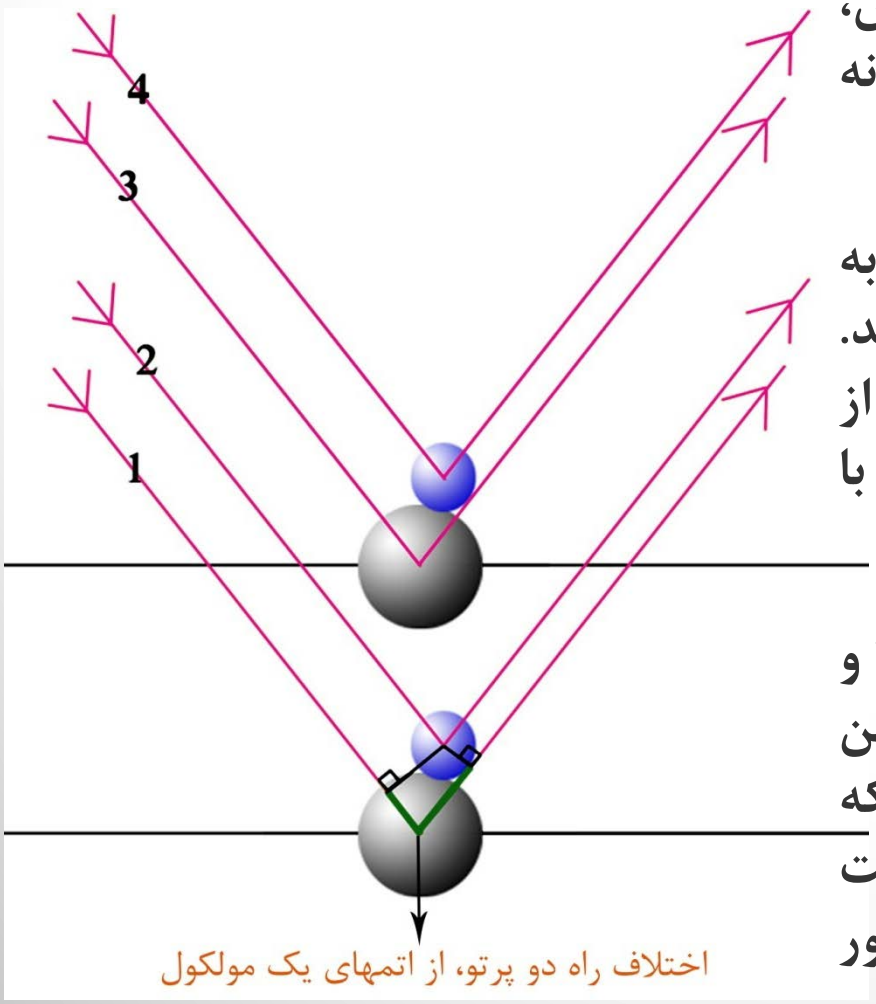
- این الگوی بر هم‌نهی در تمام طول دو صفحه و هم‌چنین بین صفحات پایین‌تر، تکرار می‌شود. این شرط را می‌توان بصورت زیر خلاصه کرد:

$n\lambda = 2nd.\sin\theta$ n عدد صحیح

رابطه فوق، قانون براگ می‌باشد که علت ماکسیمم‌های طیف حاصل از پراش را توضیح می‌دهد.

http://edu.nano.ir

تفاوت شدت ماکسیمم‌ها



اختلاف راه دو پرتو، از اتمهای یک مولکول

- شدت اشعه پراشیده وابسته به جنس، تعداد و نحوه توزیع اتم‌ها در صفحات نمونه می‌باشد.
- اشعه‌های ۱ و ۳ و همچنین ۲ و ۴ نسبت به هم، در شرایط براگ صدق می‌کنند. اختلاف راه برای آن‌ها مضرب صحیحی از طول موج می‌باشد و آن‌ها بطور سازنده با هم جمع می‌شوند.
- شرایط برای اشعه‌های ۱ و ۲ و همچنین ۳ و ۴ اینطور نیست. اشعه‌های ۱ و ۲ و همچنین ۳ و ۴ دارای اختلاف راهی می‌باشند که الزاماً مضرب صحیحی از طول موج نیست و این جفت اشعه‌ها در حالت کلی بطور سازنده با هم جمع نمی‌شوند.

http://edu.nano.ir

تفاوت شدت ماکسیمم‌ها

با توجه به تفاوت آرایش اتم‌ها در صفحه‌ها این تأثیر در هر صفحه متفاوت بوده

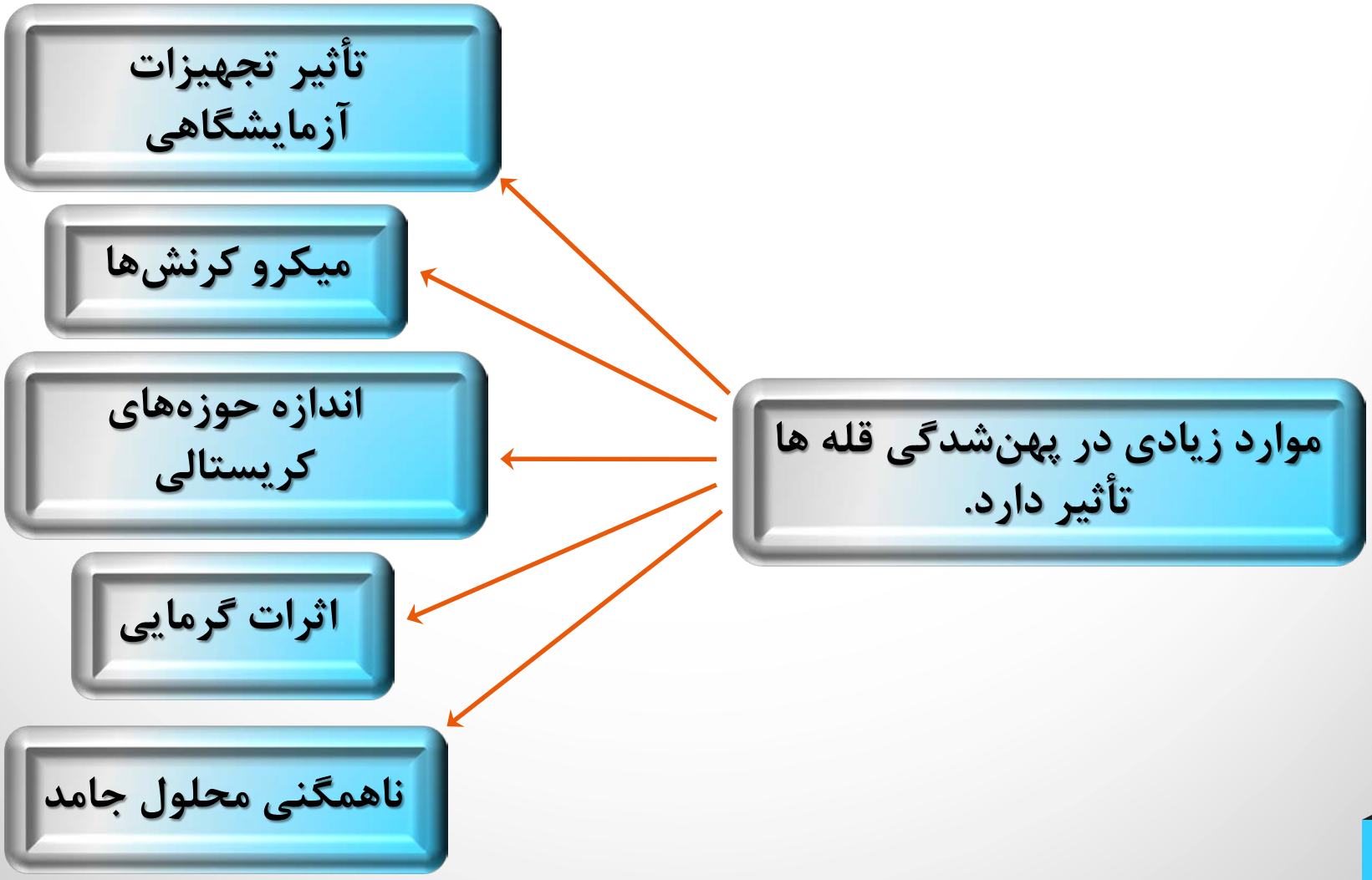
و

باعث تفاوت در شدت ماکسیمم صفحه‌ها نسبت به هم می‌شود.

از زاویه براگ و شدت نسبی ماکسیمم‌ها اطلاعات ساختاری زیادی استخراج می‌شود.

http://edu.nano.ir

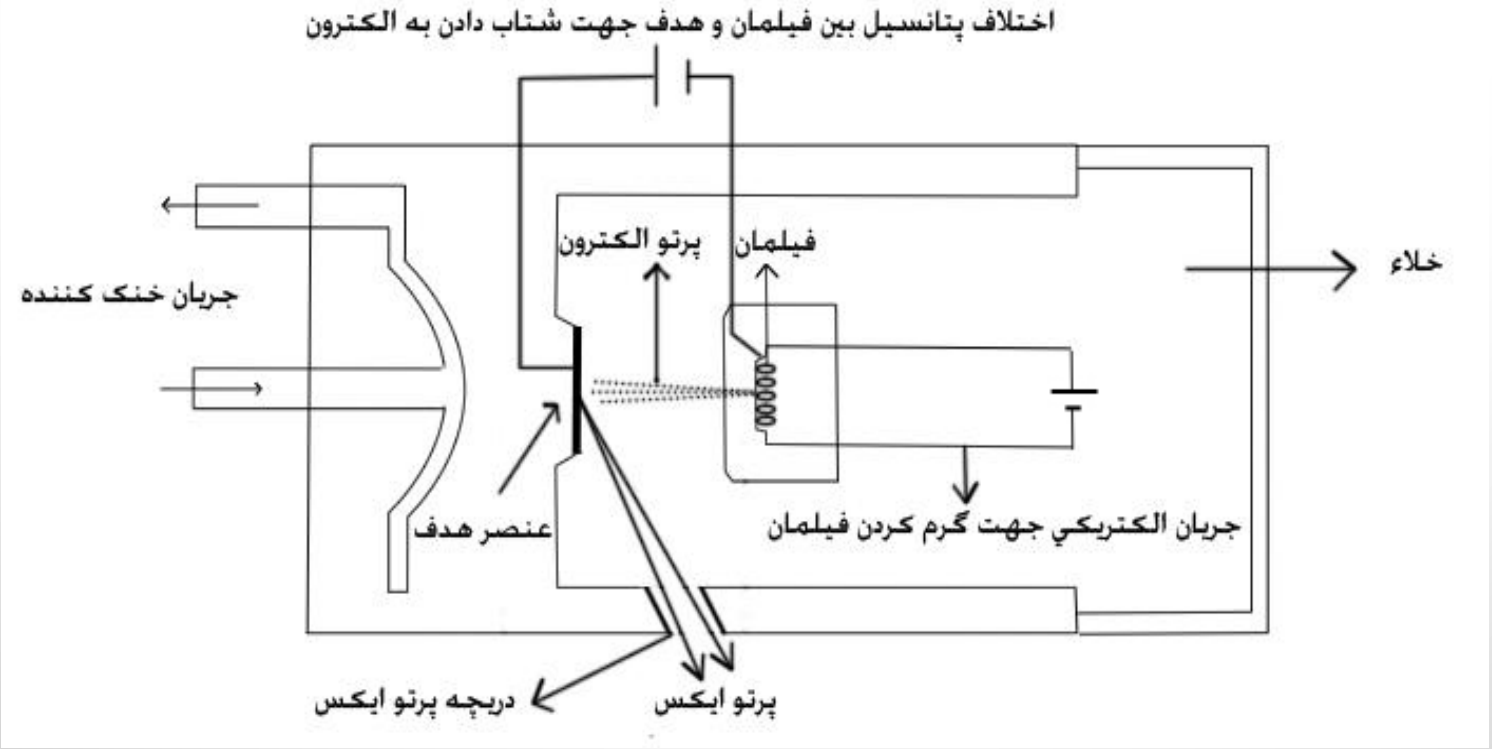
پهنای قله‌ها


موارد زیادی در پهن‌شدگی قله ها تأثیر دارد.
تأثیر تجهیزات آزمایشگاهی
میکرو کرنش‌ها
اندازه حوزه‌های کریستالی
اثرات گرمایی
ناهمگنی محلول جامد

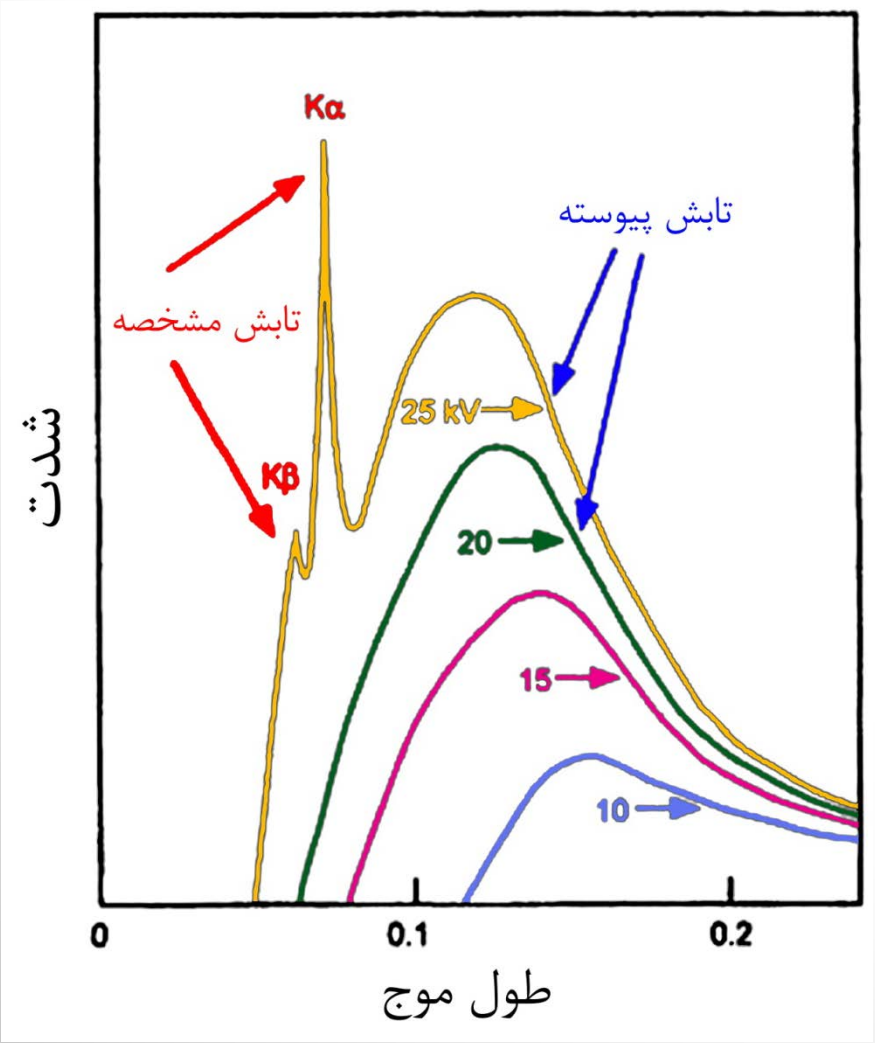
اجزای تشکیل دهنده‌ی دستگاه پراش اشعه ایکس

منبع اشعه ایکس

- در XRD معمولاً به یک منبع اشعه ایکس تکفام نیاز است که در شیوه‌های متداول از لوله اشعه ایکس (x-ray tube) استفاده می‌شود.



اجزای تشکیل دهنده‌ی دستگاه پراش اشعه ایکس



منبع اشعه ایکس

- اشعه ایکس توسط برخورد الکترون‌های پر انرژی که در یک پتانسیل الکتریکی شتاب گرفته‌اند، با هدفی معین تولید می‌شود.
- در عمل در صورتیکه هدفی خاص بوسیله الکترون‌های پر انرژی بمباران شود، هدف از خود یک طیف مشخص از امواج الکترومغناطیسی، همانند تصویر، گسیل می دهد.
- این طیف دو قسمت اساسی دارد: منحنی هموار و قله‌ها.

اجزای تشکیل دهنده‌ی دستگاه پراش اشعه ایکس

منبع اشعه ایکس

- در بمباران بوسیله اشعه الکترونی کم انرژی، طیفِ حاصل پیوسته و هموار می‌باشد.
- هنگامی‌که انرژی اشعه الکترونی افزایش می‌یابد، قله‌هایی در نمودار بوجود می‌آید.
- این قله‌ها که در اثر گذار الکترون بین لایه های داخلی اتم اتفاق می‌افتد، برای هر عنصر در طول موج معینی رخ می‌دهد و مشخصه عنصر هدف می‌باشد.
- تابش‌های K_α بر اثر گذار الکترون لایه L به K می‌باشد؛ که خود از دو طول موج بسیار نزدیک (در حدود چند ده‌هزارم آنگستروم) تشکیل شده که نتیجه گذار از زیر لایه‌های لایه L به K می‌باشد.
- تابش K_β بر اثر گذار الکترون لایه M به K می‌باشد. برای دست یافتن به طیف تکفام تابش K_β حاصل از هدف، به‌وسیله فیلترهای مخصوص از طیف حذف می‌شود.

http://edu.nano.ir

اجزای تشکیل دهنده‌ی دستگاه پراش اشعه ایکس

منبع اشعه ایکس

- از آنجایی‌که طول موج K_α برای هدفهای مختلف تفاوت دارد، ولتاژ مورد نیاز باید به گونه‌ای انتخاب شود که اشعه الکترونی انرژی لازم جهت ایجاد تابش K_α در عنصر هدف را داشته باشد.

طول موج‌های تابش اشعه ایکس و ولتاژ مورد نیاز عناصر مختلف

عنصر	ولتاژ مورد نیاز (کیلو ولت)	طول موج (آنگستروم)			
		$k_{\alpha 1}$	$k_{\alpha 2}$	k_β	$k_{\bar{\alpha}}$
آهن	25-30	1.93597	1.93991	1.75653	1.93728
مس	40-25	1.54051	1.54433	1.39217	1.54178
کروم	25	2.28962	2.29351	2.08480	2.29092
مولیبدنوم	50-55	0.70926	0.713543	0.632253	0.71069

http://edu.nano.ir

اجزای تشکیل دهنده‌ی دستگاه پراش اشعه ایکس

منبع اشعه ایکس

- روش دیگر برای تولید اشعه ایکس استفاده از تابش سینکروترون (synchrotron) می‌باشد. سینکروترون یک شتاب دهنده ذرات می‌باشد که ذرات را به سرعت بسیار بالا (نزیک به سرعت نور) می‌رساند.
- سینکروترون از طریق آهنرباهای خود ذرات باردار را در مسیر دایره‌ای قرار داده و بوسیله میدان الکتریکی در این مسیر بسته، به آن‌ها شتاب می‌دهد.
- با استفاده از منبع اشعه ایکس سینکروترون می‌توان به اشعه ایکس با شدتی به مراتب بالاتر از شیوه لوله اشعه ایکس دست یافت.

اجزای تشکیل دهنده‌ی دستگاه پراش اشعه ایکس

نمونه

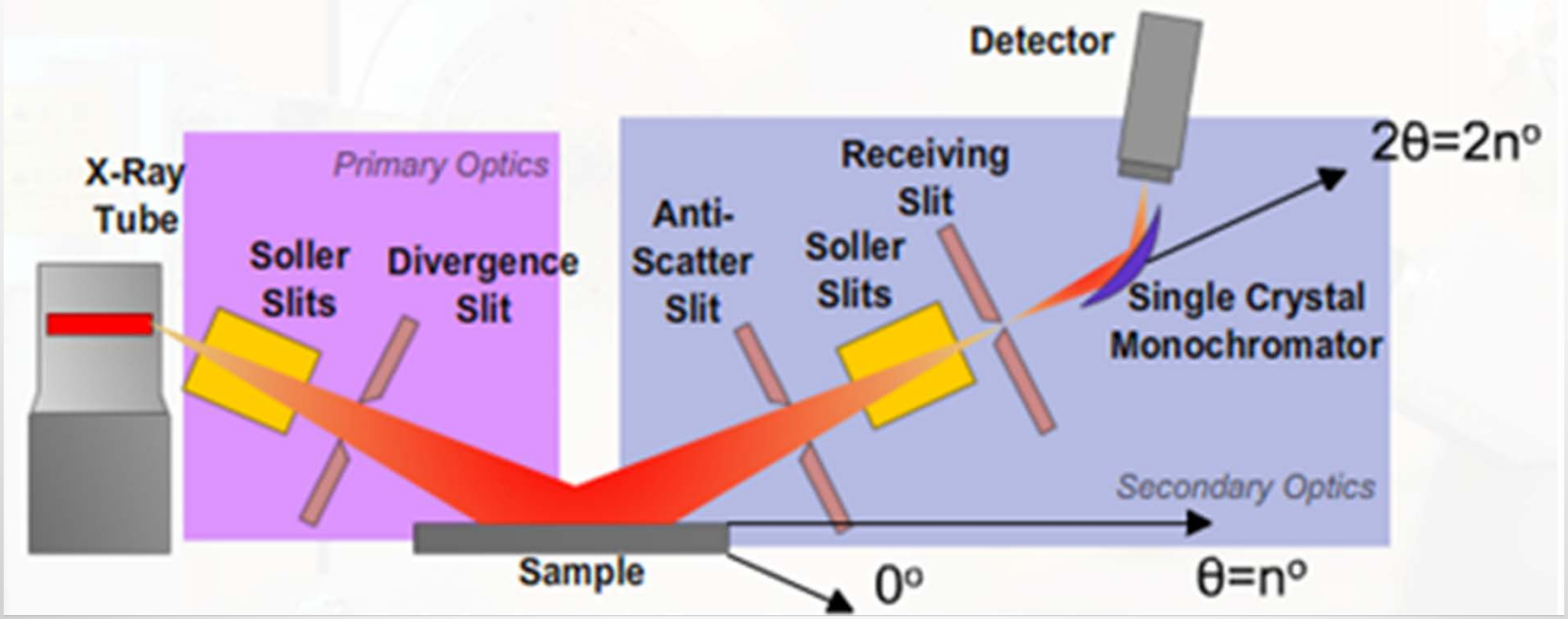
- در XRD نمونه می‌تواند به صورت لایه یا ورقه نازک یا پودر نمونه باشد.
- ذرات پودر باید کوچکتر از ۵۰ میکرومتر باشند.
- نمونه ای با ذرات کوچکتر منجر به پهن‌شدگی قله ها در نمودار پراش می‌شود.
- در نمونه‌ای با ذرات بزرگتر، شاهد برجسته تر شدن جهتی خاص از صفحات هستیم که این امر باعث افزایش شدت اشعه پراشیده نسبت به حالت کاملاً تصادفی، برای برخی از صفحات می‌شود.

http://edu.nano.ir

اجزای تشکیل دهنده‌ی دستگاه پراش اشعه ایکس

اپتیک

- منظور از اپتیک در XRD استفاده از ادوات اپتیکی، جهت کنترل و بهبود اشعه ایکس می‌باشد.



اجزای تشکیل دهنده‌ی دستگاه پراش اشعه ایکس

اپتیک

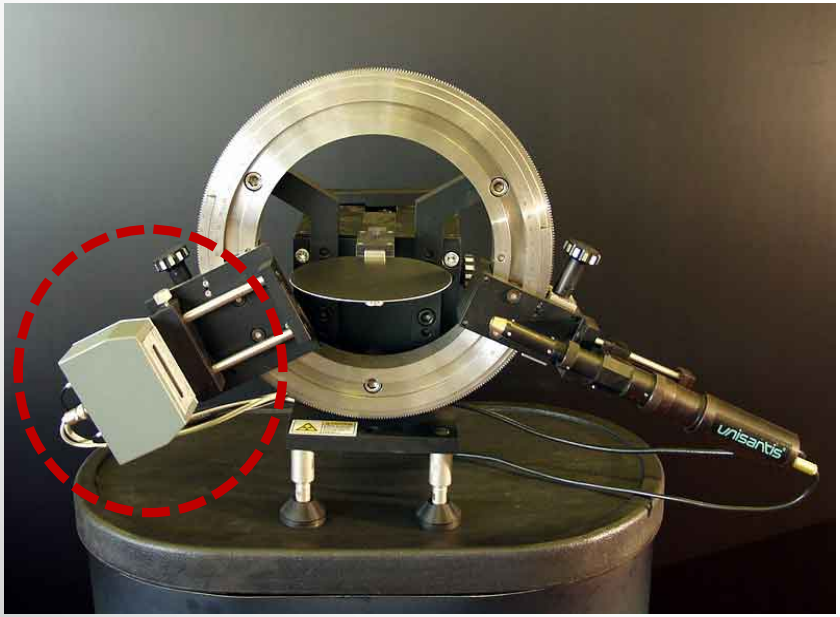
- بخشی از ادوات اپتیکی، بین منبع اشعه ایکس و نمونه قرار می‌گیرند؛ که هدف آنها، حذف فرکانس‌های نامطلوب از تابش اشعه ایکس جهت تشکیل اشعه تکفام، همسو کردن اشعه و کنترل واگرایی اشعه می‌باشد.
- قسمت دوم ادوات بین نمونه و آشکارساز قرار می‌گیرند.
- هدف عمده این ادوات حذف تابش‌های زمینه در اشعه ایکس پراشیده می‌باشد.

http://edu.nano.ir

اجزای تشکیل دهنده‌ی دستگاه پراش اشعه ایکس

آشکارساز

- متداول‌ترین آشکارساز در XRD، آشکارساز تناسبی (proportional detector) است.



- همچنین در XRD از آشکارساز CCD (charge-coupled device) استفاده می‌شود که بازده بالاتری دارد ولی به علت قیمت بالاتر آن نسبت به آشکارساز تناسبی، کمتر مورد استفاده قرار می‌گیرد.

مزایا و معایب XRD

مزایا و معایب XRD

معایب

- رزلوشن و تفکیک اشعه پراشیده شده، پایین است.
- شدت اشعه پراشیده شده، نسبت به پراش الکترونی، کمتر است.
- نیاز به استفاده از نمونه بزرگتر که منجر به تعیین اطلاعات به صورت میانگین در XRD می‌شود.
- شدت اشعه پراشیده شده، برای عناصر سبکترکمتر بوده و کار را برای XRD مشکل می‌کند.

http://edu.nano.ir

مشارکت در توسعه سیستم جامع آموزش فناوری نانو

سیستم جامع آموزش فناوری نانو با مشارکت دانشجویان و علاقه مندان در مقاطع دکتری وکارشناسی ارشد گرایش های مختلف فناوری نانو و سایر رشته های مرتبط با این فناوری نوین در حال توسعه است. لذا از تمامی اساتید، دانشجویان، متخصصین و علاقه مندان تقاضا می گردد نظرات، پیشنهادات و انتقادات خود را به منظور توسعه هر چه بهتر این سیستم با سایت آموزش فناوری نانو در میان بگذارند.

Edu@nano.ir

ستاد ویژه توسعه فناوری نانو
کارگروه ترویج و فرهنگ سازی عمومی

پایان

Edu@nano.ir