بسم الله الرحمن الرحيم

دانشگاه صنعتی خواجه نصیر الدین طوسی
دانشکده مهندسی و علم مواد

روش های پیشرفته مطالعه مواد و آزمایشگاه

جلسه سوم
(اشعه ایکس و کاربرد آن در کریستالوگرافی)

دکتر رضا اسلامی فارسانی

مقدمه

اشعه X در سال 1895 توسط رنتگن (Roentgen) فیزیکدان آلمانی کشف شد و به دلیل ناشناخته بودن طبیعت اشعه در آن زمان اشعه X نامیده شد. این اشعه در مواردی نیز اشعه رنتگن نامیده می شود.

اشعه X مشابه نور معمولی در مسیر مستقیم حرکت می کند و بر فیلم عکاسی نیز اثر می گذارد. اما برخلاف نور معمولی نامرئی است.

نفوذ اشعه X در داخل مواد برخلاف نور طبیعی بسیار زیاد بوده و به سادگی از بدن انسان، تخته، فلزات و بقیه مواد کدر عبور می کند.

مقدمه

از اشعه X جهت مطالعه ساختمان داخل مواد کدر استفاده می شود. فیلم عکاسی در یک طرف جسم قرار گرفته و اشعه X از سوی دیگر به آن تابانده می شود. تصویر حاصل در روی فیلم ناشی از عبور کمتر اشعه از قسمت های متراکم در مقایسه با عبور بیشتر اشعه از قسمت های با تراکم کمتر جسم است. همچنین میزان عبور اشعه از مواد مختلف نیز متفاوت است. این روش، رادیوگرافی نام دارد.

با این روش (رادیوگرافی) می توان محل شکستگی در استخوان و ترک و ناخالصی ها در مواد و قطعات مختلف را مطالعه نمود.

مقدمه

در سال 1912، ماهیت اشعه X مشخص شد و تفرق (Diffraction) این اشعه توسط کریستال ها شناسایی شد.

رادیوگرافی اشعه X جهت مطالعه ساختمان داخلی مواد محدود به حداقل ابعاد 0/1 سانتیمتر می شود، اما روش تفرق امکان مطالعه تا ابعاد 10^{-8}سانتیمتر را فراهم می کند.

تولید اشعه X

اشعه ایکس نوعی تشعشع الکترومغناطیس با طیفی مشابه نور معمولی ولی با طول موج بسیار کوتاه تر از نور معمولی (0/5-2/5 آنگستروم در مقایسه با 6000 آنگستروم) است.

هرگاه الکترون ها با سرعت بسیار زیاد به یک هدف برخورد کنند، اشعه X تولید می شود.

تولید اشعه X

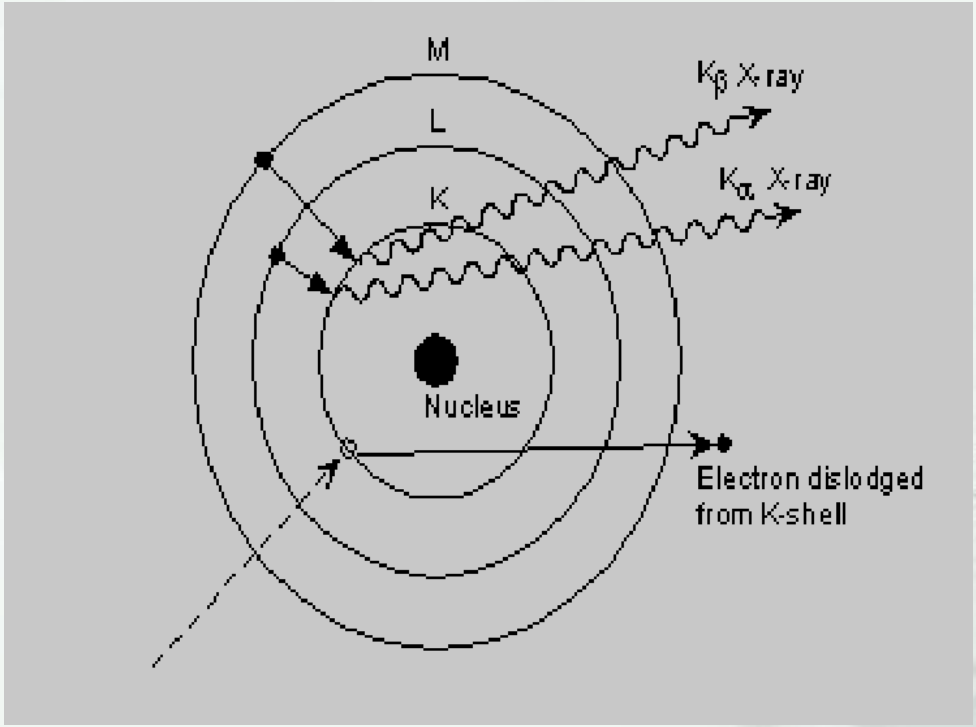
الکترون ها در لایه های مختلف با انرژی های مختلف به دور هسته اتم در حال گردش هستند. دورترین لایه، M و به ترتیب به سمت هسته، L و K هستند.

اگر یکی از الکترون ها که هدف (آند) را بمباران می کنند به اندازه کافی انرژی جنبشی داشته باشند تا بتوانند الکترونی را از لایه K خارج سازد با این عمل اتم را در یک حالت برانگیخته شده و انرژی بالا قرار می دهد.

بلافاصله با سقوط یک الکترون از لایه های بالایی همچون M و یا L در محل خالی لایه K، انرژی تولید می شود و الکترون به حالت پایدار بر می گردد. انرژی حاصل به دلیل سقوط الکترون از لایه با انرژی بیشتر به لایه کم انرژی است.

تولید اشعه X

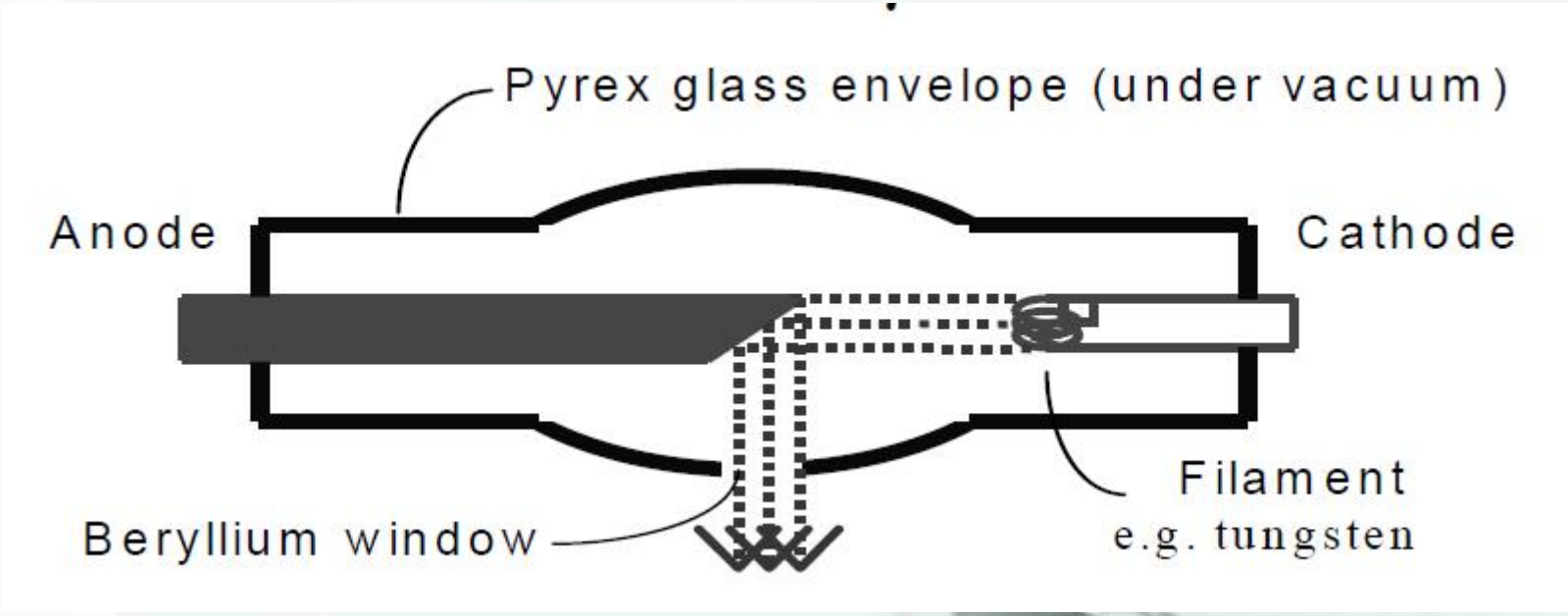
انرژی حاصل به صورت تشعشع با طول موج معین می باشد که در این شرایط تشعشع K نام دارد. اگر لایه K با سقوط الکترونی از لایه L پر شود، تشعشع را K_α و اگر از لایه M باشد، تشعشع را K_β نامند.



تولید اشعه X

یک لامپ تولید اشعه X از اجزای زیر تشکیل شده است:

1) منبع یا چشمه تولیدکننده الکترون (کاتد)
2) مولد ولتاژ بالا
3) آند که هدف الکترون هایی است که با شتاب زیاد به آن برخورد می کنند.



تولید اشعه X

در اثر برخورد الکترون ها با آند، انرژی جنبشی آنها به حرارت تبدیل می شود و لذا آند را فلزی انتخاب کرده و با آب خنک می کنند تا ذوب نشود.

برای شتاب دهی الکترون ها جهت برخورد به آند از ولتاژ بالا استفاده می شود. کاتد نیز معمولاً به صورت فیلمان (رشته سیم تنگستن و ...) است که با اعمال ولتاژ گرم شده تا الکترون ساطع کرده و به علت اختلاف پتانسیل موجود بین کاتد و آند به سمت آند حرکت کند.

شدت اشعه ایکس در طول موج های مختلف، متفاوت است. به عنوان نمونه، برای مس میزان $\lambda_{k\alpha}$ از همه بیشتر (1/54 آنگستروم) و به صورت یک تیزی روی منحنی است. اگر بخواهیم اشعه ایکس با طول موج مشخص داشته باشیم، باید اشعه را از فیلتری عبور داده تا طول موج مورد نظر خارج شده و بقیه طیف ضعیف شود.

تولید اشعه X

برای فیلتر کردن انواع مختلف اشعه ایکس که با آندهای مختلف تولید شده اند، از فیلترهای مختلف با ضخامت های معین استفاده می شود.

عنصری برای فیلترکردن مناسب است که عدد اتمی آن یک واحد کمتر از عدد اتمی هدف (آند) باشد.

Target	Kα (Å)	β-filter	Thickness (μm)	Density (g/cc)	% Kα passed	% Kβ passed
Cr	2.291	V	11	6.00	58	3
Fe	1.937	Mn	11	7.43	59	3
Co	1.791	Fe	12	7.87	57	3
Cu	1.542	Ni	15	8.90	52	2
Mo	0.710	Zr	81	6.50	44	1

کریستالوگرافی به وسیله اشعه X

زمانی که اشعه ایکس به داخل بلور نفوذ می کند مقداری از آن در اثر برخورد با اتم های شبکه از مسیر خود منحرف می شود که اثر این اشعه منحرف شده توسط بلور را می توان بر روی فیلم عکاسی که در اطراف بلور قرار داده شده است ثبت نمود. سپس با مطالعه این اثر روی فیلم می توان به ساختار هندسی بلور پی برد.

هر شبکه بلوری شامل دسته صفحات اتمی یا مولکولی و یا یونی هم شکل است. لذا انعکاس و انکسار اشعه توسط این صفحات تنها با زوایای مشخص صورت می گیرد. چون اشعه به صورت امواج موازی روی کریستال می تابد انعکاس های حاصل هم موازی هستند.

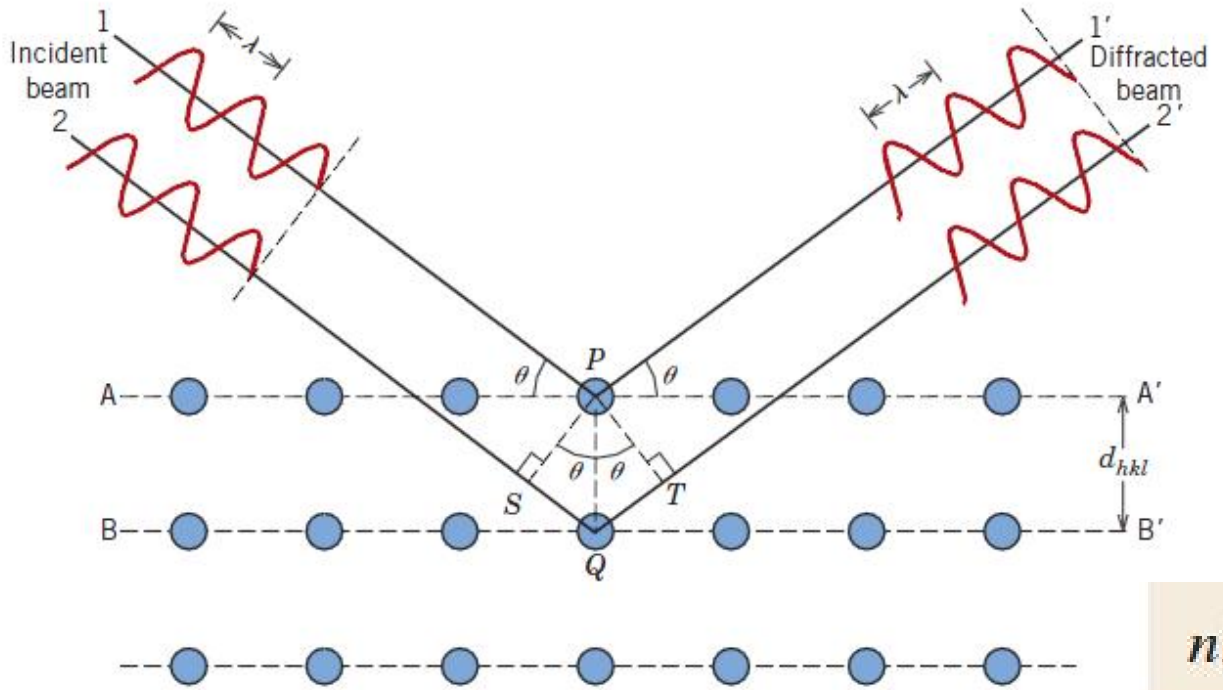
قانون براگ

قانون براگ Bragg's Law

قانون براگ برای اشعه ایکس تک فام (دارای طول موج مشخص) کاربرد دارد. برای این که اثر اشعه ایکس بر روی فیلم بتواند ماکزیمم تیرگی را ایجاد کند لازم است که امواج اشعه منعکس شده با یکدیگر هم فاز باشند تا موج حاصل از تداخل آنها اثر زیادی را داشته باشد (تداخل سازنده).

برای ایجاد تداخل سازنده، اختلاف مسیری که دو اشعه طی می کنند باید مضرب صحیحی از طول موج ($n\lambda$) باشد.

قانون براگ



λ: طول موج اشعه ایکس

d: فاصله صفحات اتمی موازی در شبکه بلوری

n: درجه انعکاس های مختلف (عدد صحیح)

θ: زاویه بین مسیر اشعه و یک دسته از صفحات

$$n\lambda = d_{hkl}\sin\theta + d_{hkl}\sin\theta$$

$$= 2d_{hkl}\sin\theta$$

در سیستم مکعبی داریم:

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

Company Logo

قانون براگ

تتراگونال

$$\frac{1}{d^2}=\frac{h^2+k^2}{a^2}+\frac{l^2}{c^2}$$

هگزاگونال

$$\frac{1}{d^2}=\frac{4}{3}\left(\frac{h^2+hk+k^2}{a^2}\right)+\frac{l^2}{c^2}$$

ارتورومبیک

$$\frac{1}{d^2}=\frac{h^2}{a^2}+\frac{k^2}{b^2}+\frac{l^2}{c^2}$$

رومبوهدرال

$$\frac{1}{d^2}=\frac{(h^2+k^2+l^2)\sin^2\alpha+2(hk+kl+hl)\cos^2\alpha-\cos\alpha}{a^2(1-3\cos^2\alpha+2\cos^3\alpha)}$$

قانون براگ

مثال 1.

برای آهن BCC زاویه پراش را برای دسته صفحات (220) محاسبه نمایید. پارامتر شبکه آهن معادل 0/2866 نانومتر و طول موج اشعه تک فام 0/1790 نانومتر است. درجه انعکاس یک در نظر گرفته شود.

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

$$= \frac{0.2866 \text{ nm}}{\sqrt{(2)^2 + (2)^2 + (0)^2}} = 0.1013 \text{ nm}$$

$$\sin\theta = \frac{n\lambda}{2d_{hkl}} = \frac{(1)(0.1790 \text{ nm})}{(2)(0.1013 \text{ nm})} = 0.884$$

$$\theta = \sin^{-1}(0.884) = 62.13^\circ$$

The diffraction angle is 2θ, or

$$2\theta = (2)(62.13^\circ) = 124.26^\circ$$

صفحات انعکاس مجاز در سیستم مکعبی

شدت نسبی انعکاس های مختلف از یک کریستال به نوع ساختار بلوری و تعداد اتم های موجود در سلول واحد آن وابسته است.

نوع آرایش اتمی یک بلور می تواند به گونه ای باشد که صفحات کریستالی خاصی از آن شبکه نتوانند ماکزیمم شدت انعکاس را ایجاد کنند. به عبارت دیگر تنها برخی صفحات در هر بلور توانایی ایجاد حداکثر شدت انعکاس اشعه های پراکنده شده را دارند. این صفحات را صفحات انعکاس مجاز نامند.

صفحات انعکاس مجاز در سیستم مکعبی

- در ساختار SC تمامی صفحات ظاهر می شوند.

(100)(110)(111)(200)(210)(211)(220)(221)(300)(310)(311)(222)(320)(321)(400)

- در ساختار BCC مجموع اندیس های صفحات زوج است.

(110)(200)(211)(220)(310)(222)(321)(400)

- در ساختار FCC اندیس ها همگی زوج و یا همگی فرد هستند.

(111)(200)(220)(311)(222)(400)

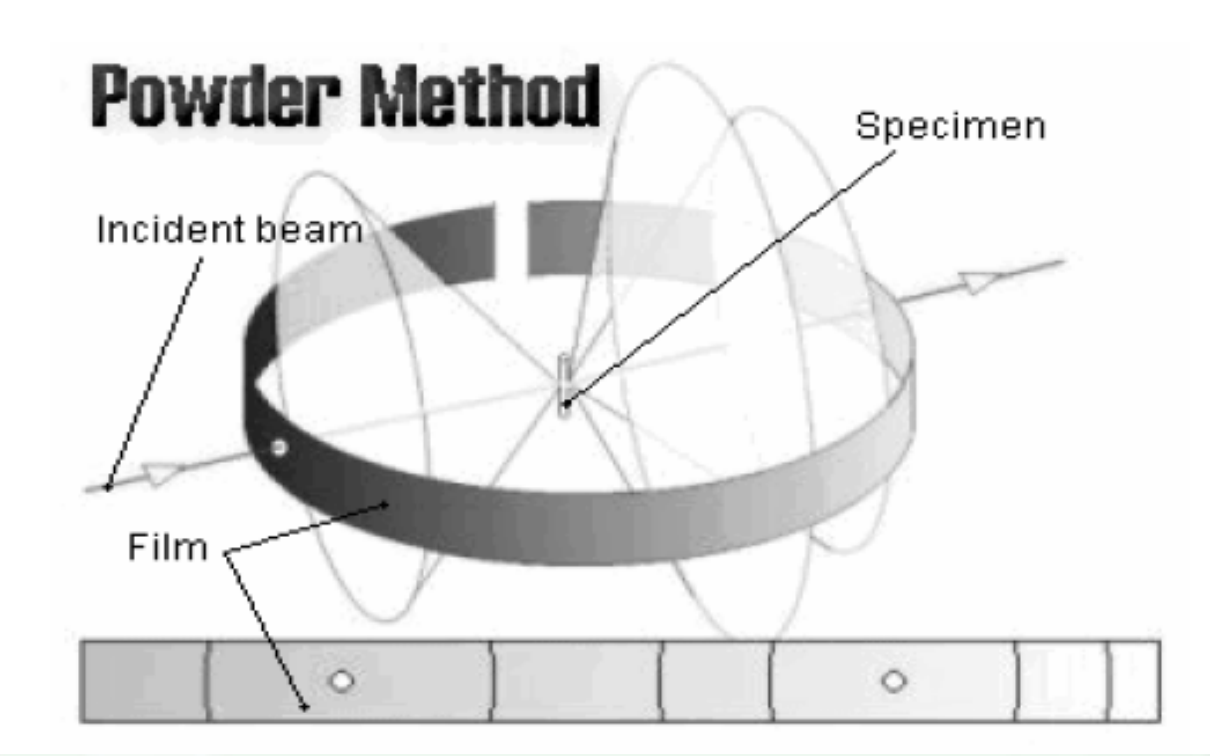
روش های مطالعه اشعه X

دو روش کلی برای بررسی ساختار بلوری مواد با کمک پراش اشعه X براساس تابش اشعه به نمونه و بررسی اثر اشعه منحرف شده توسط بلور بر روی فیلم عکاسی به شرح زیر وجود دارد:

- روش دبای شرر: λ ثابت و θ متغیر
- روش لاوه: λ متغیر و θ ثابت

روش دبای شرر *Debye-Scherrer Method*

در روش دبای شرر، یک دسته اشعه X با طول موج مشخص (منوکروماتیک) از یک نمونه پلی کریستال (که اغلب به صورت پودر کریستالی است) عبور داده می شود. در این حالت اشعه به تعداد زیادی تک کریستال که به صورت ناهمگن در جهات مختلف پراکنده شده اند می تابد و برای برخی از آنها رابطه براگ برقرار شده و لذا خطوط تداخل روی فیلم پدیدار می شوند.



روش دبای شرر

تمامی اشعه های انعکاس یافته با جهت تابش اشعه زاویه 2θساخته و امتداد این اشعه ها مخروطی با زاویه 4θ می سازند.

پرتوهای پراش یافته در روش پودری بر روی سطوح چندین مخروط قرار می گیرند که روی فیلم به صورت کمان دیده می شوند.

با استفاده از روش دبای شرر می توان توسط اشعه ایکس با طول موج معین اندیس میلر هر صفحه اتمی، فواصل اتمی، واحد شبکه و همچنین تعداد اتم هر سلول واحد از شبکه بلوری را تعیین کرد.

روش دبای شرر

مثال 2. در بررسی کریستال سدیم فلورید با استفاده از اشعه ایکس با طول موج 1/54 آنگستروم زوایای براگ 19/31، 41/51 و 76/25 درجه می باشند. اگر واحد شبکه بلور معادل4/6342 انگستروم باشد فاصله بین صفحات یونی را تعیین کرده و صفحات مجاز برای انعکاس را تشخیص دهید.

$$n\lambda = 2dSin\theta \Rightarrow \frac{d}{n} = \frac{\lambda}{2Sin\theta}$$

$$\frac{1.54}{2Sin19.31} = 2.32A$$

$$\frac{1.54}{2Sin41.51} = 1.16A$$

$$\frac{1.54}{2Sin76.25} = 0.791A$$

روش دبای شرر

با مقایسه اعداد حاصل برای نسبت $\frac{d}{n}$ مشاهده می‌شود که این نسبت برای زوایای ۱۹/۳۱ دو برابر زاویه ۴۱/۵۱ و سه برابر مقدار برای زاویه ۷۶/۲۵ است. بنابراین مقدار n، ۱، ۲ و ۳ خواهد بود و لذا $d = 2.32A$

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \Rightarrow \frac{a}{d} = \frac{4.6342}{2.32} \approx 2 = \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

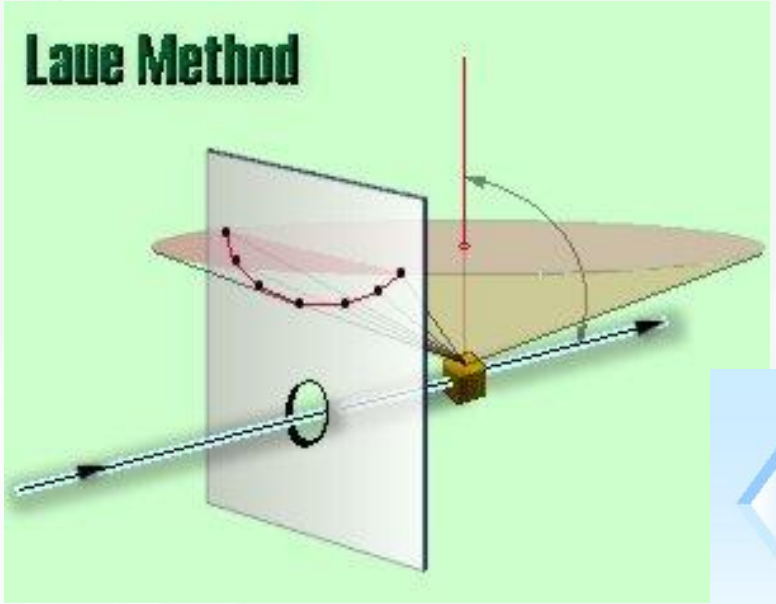
صفحات مجاز برای انعکاس در شبکه FCC صفحات (۱۱۱)، (۲۰۰)، (۲۲۰)، (۳۱۱)، (۲۲۲) و (۴۰۰) هستند لذا صفحه مجاز برای زوایای براگ داده شده صفحه (۲۰۰) است چون:

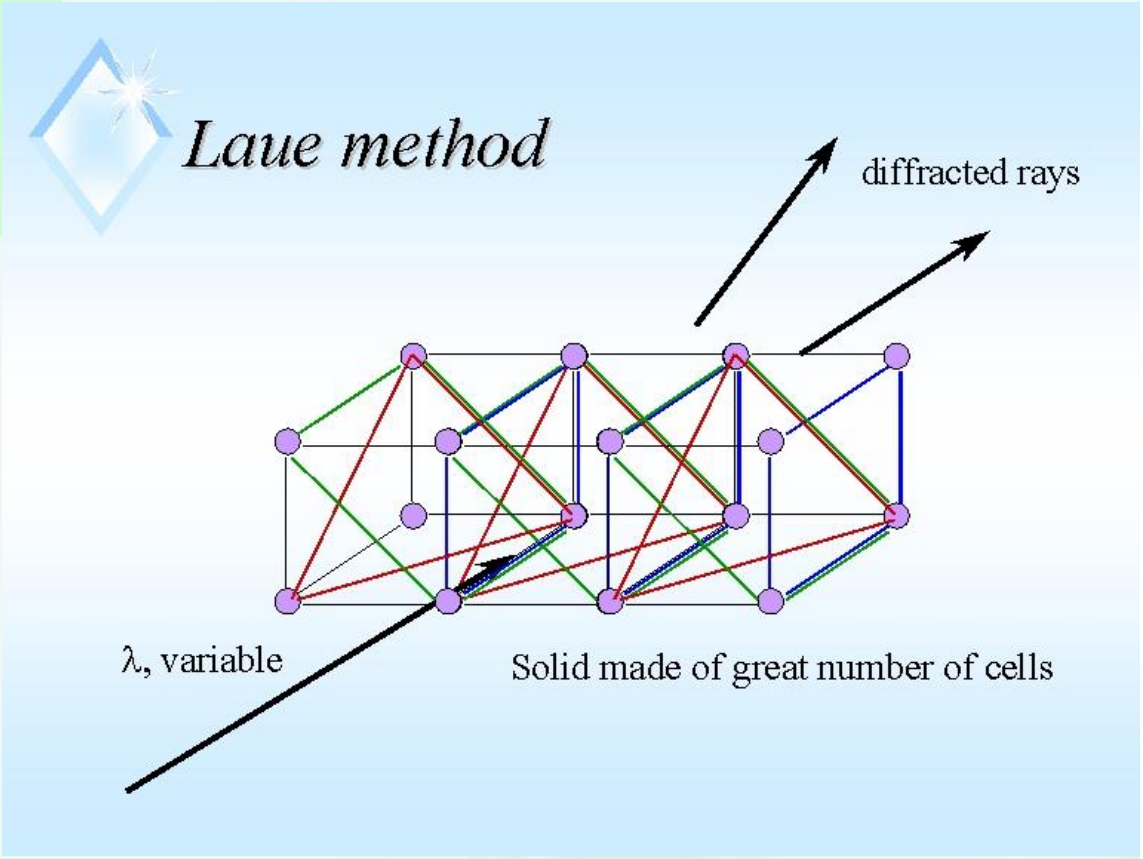
$$\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} = \sqrt{2^2 + 0 + 0} = 2$$

روش لاوه Laue Method

در روش لاوه از اشعه ایکس چند رنگ (پلی کروماتیک) با طول موج بین 0/2 تا 2 آنگستروم استفاده می شود. در این حالت نیز تابش اشعه بر روی صفحات سبب تفرق و انعکاس شده و برای برخی طول موج ها رابطه براگ برقرار می شود. صفحه فیلم عکاسی پشت نمونه قرار گرفته و لذا نقاط سیاه رنگ متعددی با نظم خاص و به شکل سهمی ظاهر می شود.

روش لاوه





Company Logo

روش لاوه

مثال 3. اگر اشعه سفید X (با طول موج های مختلف) تحت زاویه 10 درجه بر روی صفحه (001) از شبکه بلوری آلومینیم با پارامتر شبکه 4/04 آنگستروم بتابد چه طول موج هایی منعکس می شوند؟

$$\lambda_1 = \frac{2 \times 4.04 \sin 10}{1\sqrt{1^2 + 0^2 + 0^2}} = 1.404\,A$$

$$\lambda_2 = \frac{2 \times 4.04 \sin 10}{2\sqrt{1^2 + 0^2 + 0^2}} = 0.702\,A$$

$$\lambda_3 = \frac{2 \times 4.04 \sin 10}{3\sqrt{1^2 + 0^2 + 0^2}} = 0.468\,A$$

$$\lambda_4 = \frac{2 \times 4.04 \sin 10}{4\sqrt{1^2 + 0^2 + 0^2}} = 0.351\,A$$