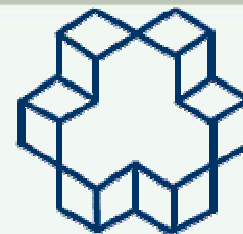




Company Logo

دانشگاه صنعتی خواجه نصیرالدین طوسی
دانشکده مهندسی و علم مواد



کریستالوگرافی

جلسه دهم
(اشعه ایکس و کاربرد آن در کریستالوگرافی)

دکتر رضا اسلامی فارسانی





اشعه X در سال 1895 توسط رنتگن (Roentgen) فیزیکدان آلمانی کشف شد و به دلیل ناشناخته بودن طبیعت این 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.



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.

با این روش (رادیوگرافی) می توان محل های شکستگی در استخوان، ترک در فلزات، ناخالصی ها در مواد و محل آنها در جسم را مطالعه نمود.



در سال 1912، ماهیت اشعه X مشخص شد و قابلیت تفرق یا پراش (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.

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

تولید اشعه X



هرگاه الکترون ها با سرعت بسیار زیاد به یک هدف برخورد کنند اشعه X تولید می شود که اشعه حاصله برای هر عنصر دارای مشخصات مربوط به خود (نظیر طول موج و ...) است.

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

تولید اشعه X



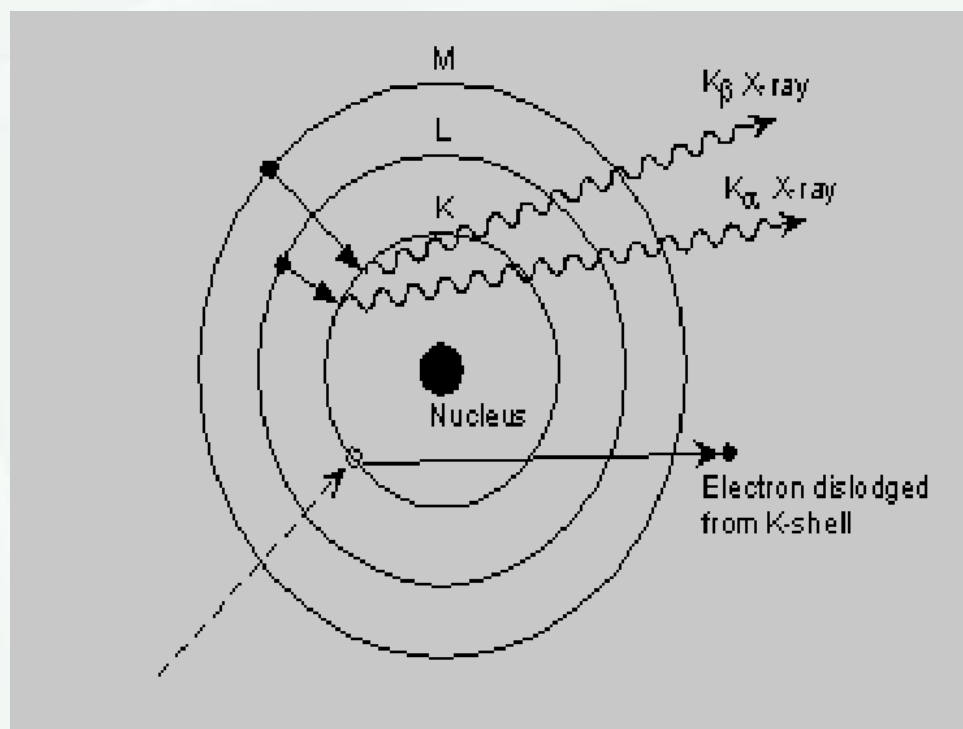
اگر یکی از الکترون ها که هدف (آند) را بمباران می کنند به اندازه کافی انرژی جنبشی داشته باشد تا بتوانند الکترونی را از لایه K خارج سازد با این عمل اتم را در یک حالت برانگیخته شده و انرژی بالا قرار می دهد.

بلافاصله با سقوط یک الکترون از لایه های بالایی چون 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.

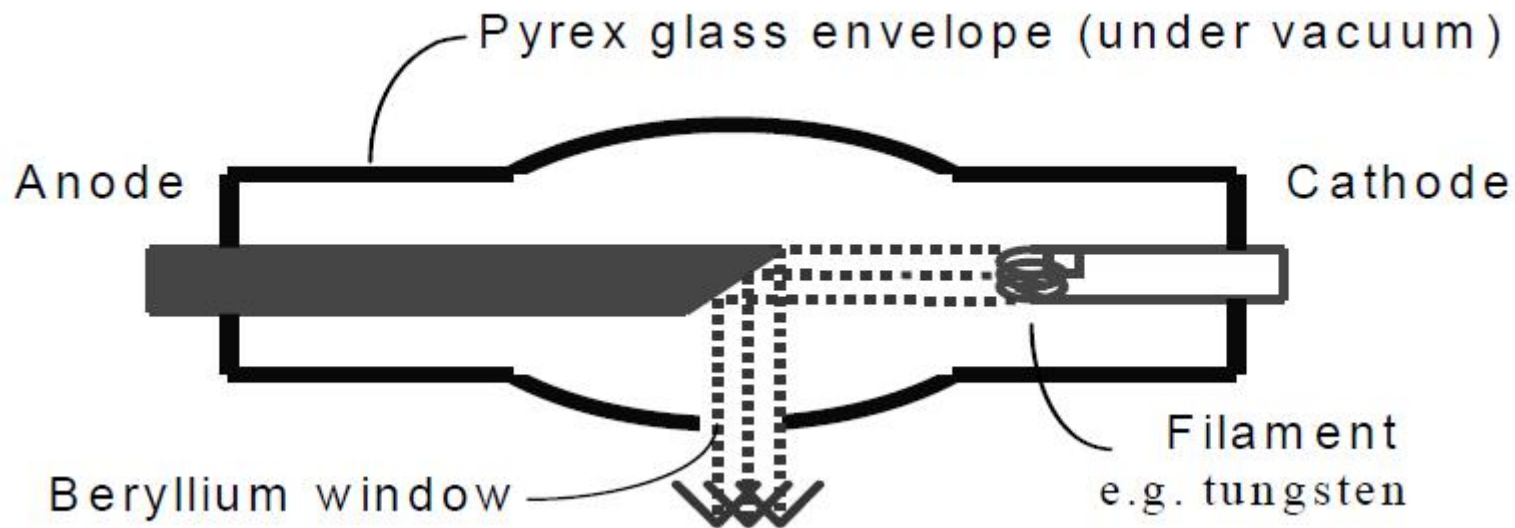


تولید اشعه X



یک لامپ تولید اشعه X از اجزاء 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.

ولتاژ بالا جهت شتاب دهی الکترون ها از سمت کاتد به سمت آند و برای برخورد آنها به آند مورد استفاده قرار می گیرد.

کاتد معمولاً به صورت فیلمان (تنگستن) است که با اعمال ولتاژ، گرم شده تا الکترون ساطع کند.

تولید اشعه X



شدت اشعه ایکس در طول موج های مختلف متفاوت است. برای مثال برای مس میزان $\lambda_{K\alpha}$ از همه بیشتر (1/54 انگستروم) 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 حاصل شده و بقیه طیف ضعیف شود.

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

تولید اشعه X



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

Target	$K\alpha$ (Å)	β -filter	Thickness (μm)	Density (g/cc)	% $K\alpha$ passed	% $K\beta$ 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.

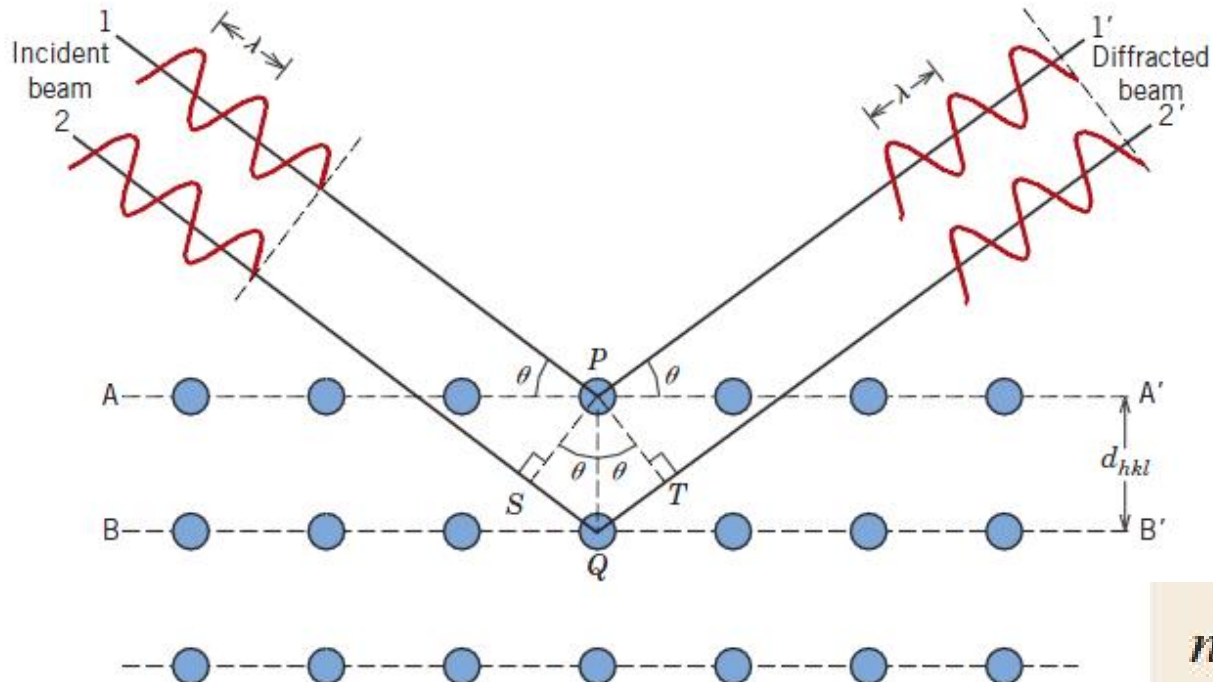


قانون براگ Bragg's Law

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:

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



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

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

رومبوئدرال

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

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.

$$\begin{aligned}d_{hkl} &= \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \\&= \frac{0.2866 \text{ nm}}{\sqrt{(2)^2 + (2)^2 + (0)^2}} = 0.1013 \text{ nm}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\sin \theta &= \frac{n\lambda}{2d_{hkl}} = \frac{(1)(0.1790 \text{ nm})}{(2)(0.1013 \text{ nm})} = 0.884 \\ \theta &= \sin^{-1}(0.884) = 62.13^\circ\end{aligned}$$

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



ü در ساختار SC تمامی صفحات ظاهر می شوند.

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

ü در ساختار BCC مجموع اندیس های صفحات زوج است.

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

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

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



بررسی ساختار بلوری با کمک اشعه X

روش های مختلفی برای بررسی ساختمان بلوری مواد با کمک اشعه X وجود دارد. در همه روش های موجود، طول موج اشعه X و یا زاویه θ تغییر می کند. همچنین از تک بلورها یا پلی کریستال ها یا پودر کریستالی به عنوان نمونه استفاده می شود.

در همه حالت ها با تعیین زاویه بین اشعه با امتداد بازتاب (2θ) و استفاده از رابطه براگ، می توان فاصله بین صفحات بلوری (d) را تعیین کرد و ...

• روش لاه: λ متغیر و θ ثابت
• روش دبای شرر (دبی شرر): λ ثابت و θ متغیر

روش لاوه (Laue Method)



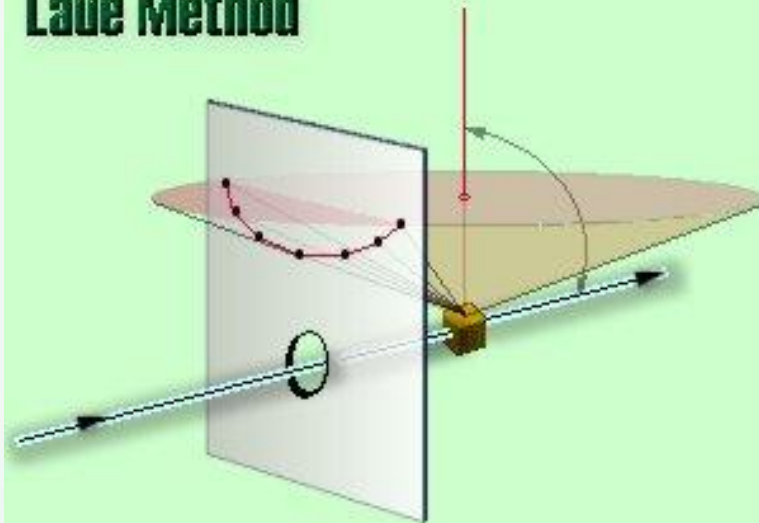
در روش لاوه از اشعه ایکس چند رنگ (پلی کروماتیک) با طول موج بین 0/2-2 آنگستروم استفاده می شود.

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.

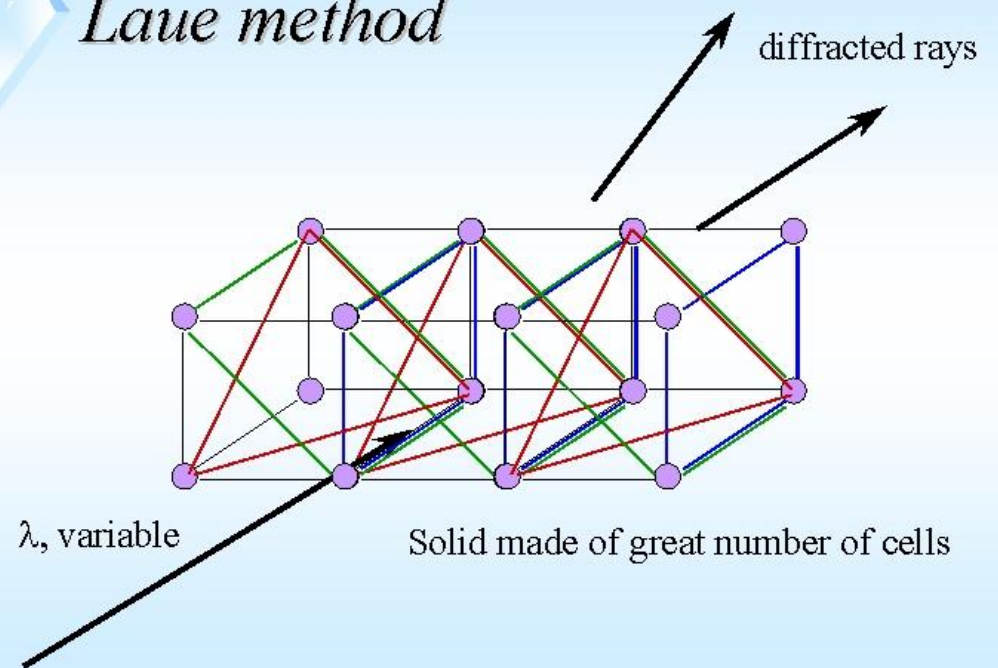
صفحه فیلم عکاسی پشت نمونه قرار گرفته و لذا نقاط سیاه رنگ متعددی با نظم خاص و به شکل سهمی ظاهر می شود.



Laue Method



Laue method





مثال 2. 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 انگستروم بتابد، چه طول موج هایی منعکس می شوند؟

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

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

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

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

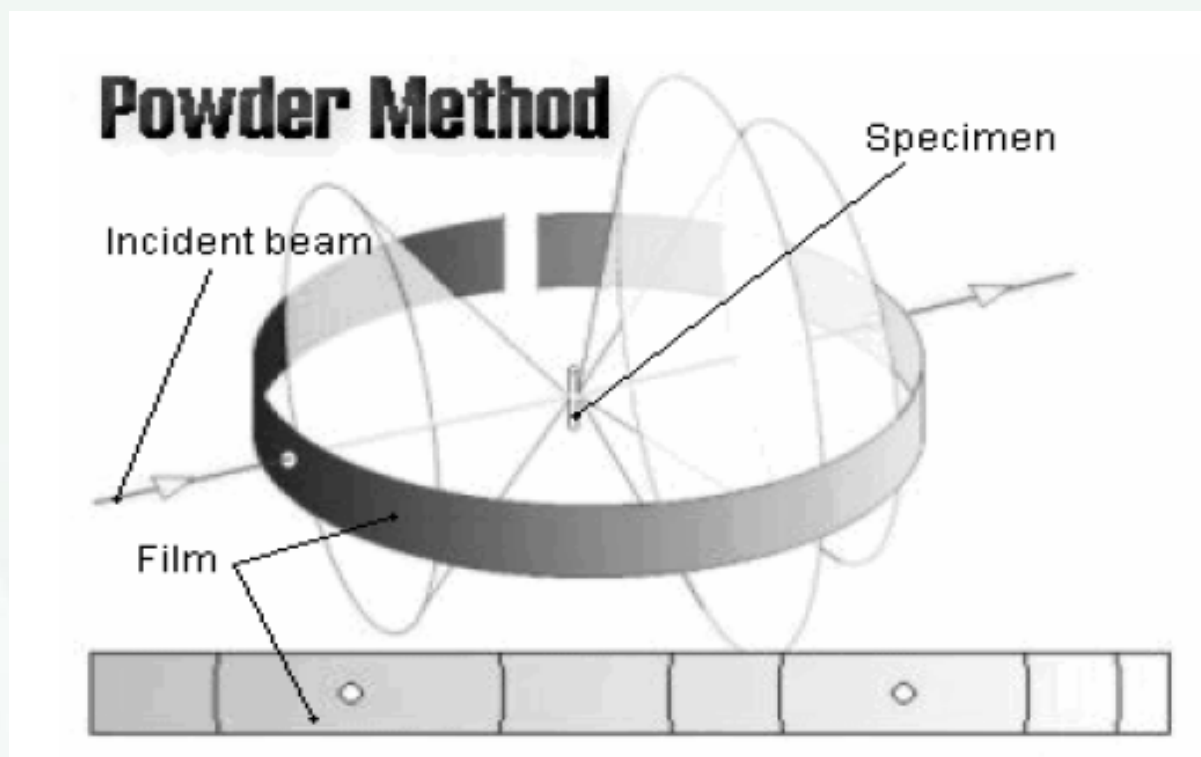
روش دبای شرر (Debye-Scherrer Method)



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 شود.

روش دبای شرر (Debye-Scherrer Method)





روش دبای شرر

تمامی اشعه های انعکاس یافته با جهت تابش، اشعه زاویه 2θ ساخته 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.

همواره



روش دبای شرر

مثال 3. در بررسی کریستال سدیم فلورید با استفاده از اشعه ایکس با طول موج $1/54$ انگستروم زوایای براگ $19/31$ ، $41/51$ و $76/25$ درجه می باشند. اگر واحد شبکه بلور معادل $4/6342$ انگستروم باشد فاصله بین صفحات یونی را تعیین کرده و صفحات مجاز برای انعکاس را تشخیص دهید.

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

$$\frac{1.54}{2\sin 19.31} = 2.32A$$

$$\frac{1.54}{2\sin 41.51} = 1.16A$$

$$\frac{1.54}{2\sin 76.25} = 0.791A$$

روش دبای شرر



با مقایسه اعداد حاصل برای نسبت $\frac{d}{n}$ مشاهده می‌شود که این نسبت برای زوایای $19/31$ دو برابر زاویه $41/51$ و سه برابر مقدار برای زاویه $76/25$ است. بنابراین مقدار n ، ۱، ۲ و ۳ خواهد بود و

$$\text{لذا } d = 2.32A$$

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

صفحات مجاز برای انعکاس در شبکه FCC صفحات (111) ، (200) ، (220) ، (311) ، (222) و (400) هستند لذا صفحه مجاز برای زوایای براگ داده شده صفحه (200) است چون:

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