

# آزمایش پراش اشعه ایکس XRD

آزمایش شماره چهار - آزمایشگاه فیزیک حالت جامد

پارسا رنگریز - ۹۷۱۱۰۳۱۴

۳۰ فروردین ۱۴۰۱

## چکیده

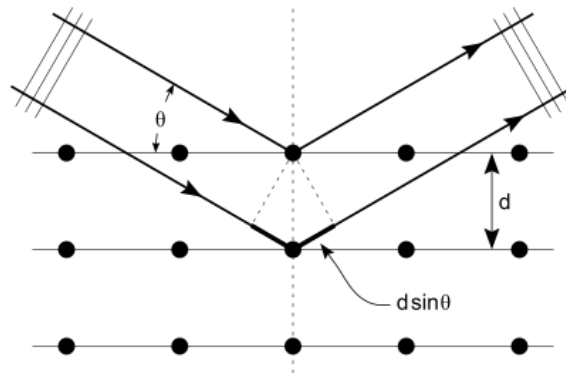
هدف از انجام این آزمایش شناسایی ترکیبات و عناصر موجود در موادی است که اشعه ایکس از آن پراش یافته است و توسط دستگاه‌های مخصوص XRD این اشعه‌ها مورد بررسی قرار گرفته است.

## مقدمه

کریستال‌ها از یک ساختار منظم اتمی تشکیل شده‌اند و پرتوهای ایکس یک نوع موج الکترومغناطیسی با قدرت نفوذ بالا هستند. هنگامی که اشعه ایکس به کریستال برخورد می‌کند، در واقع این امواج با الکترون‌های درون ساختار کریستال یک برخورد کشسان انجام می‌دهند و نتیجه آن ایجاد یک سری موج بازگشتی از سمت ماده است که به سبب اختلاف‌های فاز این امواج ممکن است تداخل سازنده و مخرب رخ دهد که از قانون براگ تبعیت می‌کند. قانون براگ بدین صورت است که اگر فاصله ساختاری ماده  $d$  باشد، زاویه فرودی نسبت به محور عمود به ساختار  $\theta$  باشد و همچنین طول موج پرتوهای فرودی  $\lambda$  باشد، آنگاه خواهیم داشت:

$$2d \sin \theta = n\lambda$$

که  $n$  یک عدد صحیح است. در این صورت پرتوهای بازتابی حتما متاثر از ساختار کریستال خواهند شد و بدین جهت است که یک الگو در هنگام برخورد با آشکارساز، نمایان خواهد شد.



شکل ۱: پدیده پراش

با مشاهده تمام سطح فضایی که ناشی از زاویه  $2\theta$  خواهد بود، می‌توان تمام مسیرهای احتمالی بازتاب را پوشش داد و دریافت کرد. در آزمایش XRD با استفاده از پودر سازی کریستال‌های مورد نظر یک حالتی را بوجود می‌آوریم که بتوان در مورد ساختار نتایج مستحکم‌تر و دقیق‌تری بدست آورد. شناسایی ترکیبات درون ماده از طریق نمودار منحصر به فردی که از روی شدت پرتوی دریافتی بدست می‌آید،

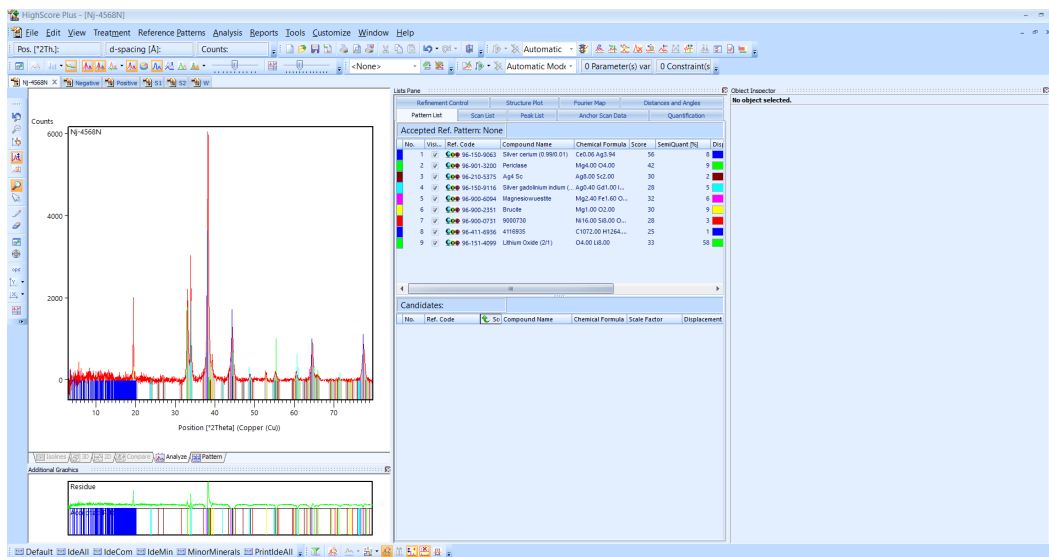
قابل حصول است. بدین صورت که هر ترکیب و عنصر الگو فاصله‌ای خاص خود در قله‌های نموداری دارد و با مطابقت دادن داده‌های آزمایش با مجموعه داده‌های از قبل تعریف شده برنامه آنالیز داده می‌توان مطابقت قله‌ها را با دقت مورد نظر بدست آورد. دستگاه پراش سنج (شکل ۲) شامل سه بخش اصلی است: محفظه اشعه ایکس، نگه‌دارنده نمونه و آشکارساز اشعه. فی‌الواقع اشعه ایکس از طریق یک کاتود و با گرم کردن فیلمان جهت تولید الکترون و سپس شتاب دادن آن‌ها با استفاده از ایجاد یک ولتاژ قوی و بمب‌باران کردن نمونه تولید می‌شود. این هنگامی رخ می‌دهد که الکترون‌های فرودی توانایی برانگیخته کردن الکترون‌های نمونه را داشته باشد. پس از این با توجه به آن‌چه بالاتر در مورد پراش توضیح داده شد، پدیده پراش رخ می‌دهد و با چرخش نمونه و یا آشکارساز، شدت اشعه ایکس دریافتی اندازه‌گیری می‌شود.



شکل ۲: دستگاه اندازه‌گیری XRD

## وسایل آزمایش

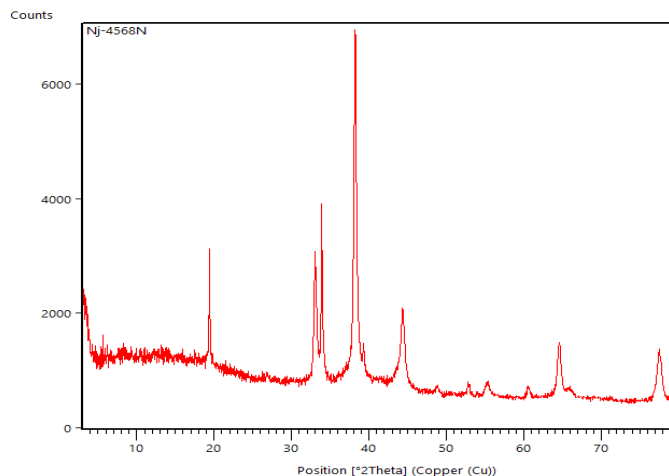
دستگاه XRD، نمونه‌های پودری مورد نظر، نرم‌افزار Xpert HighScore Plus (شکل ۳)



شکل ۳: تصویر نمونه از برنامه تحلیل داده‌های XRD

## شرح آزمایش

به جهت انجام تحلیل و آنالیز بر روی داده‌های اشعه ایکس پراش یافته، باید به چند نکته توجه کرد. برای مثال اگر نموداری (شکل ۴) بدست آید، باید آن را نسبت به محور ایکس‌ها به‌نچار کرد تا بتوان از الگوهای آماده موجود در داده‌های از پیش تعریف شده با دقت بهتری استفاده کرد. سپس آن‌ها را با مطابقت بررسی می‌کنیم و با آن‌هایی که احتمال بیش‌تری دارند را مورد مطالعه قرار می‌دهیم.



### آزمایش ۱: تعیین نوع ناخالصی کلوئید نقره خشک شده

کلوئید نقره خشک شده را در معرض اشعه ایکس قرار می‌دهیم و با استفاده از تحلیل داده‌های پراش ایکس نوع ناخالصی موجود در این ماده را مشخص می‌کنیم.

### آزمایش ۲: تعیین اختلافات موجود در مواد قطب‌های مثبت و منفی باطری سربی ماشین

همانند آزمایش قبلی صفحات مثبت و منفی باطری ماشین که بر پایه سرب است را در دستگاه قرار می‌دهیم و با استفاده از تحلیل اشعه‌ها نوع ترکیبات این نمونه‌ها را مشخص می‌کنیم و اختلاف موجود در مواد مورد استفاده در دو قطبی مثبت و منفی را بررسی می‌کنیم. ضمناً آنالیز عنصری  $XRf$ ، سرب و سولفور را در نمونه نشان می‌دهد)

### آزمایش ۳: تعیین ساختار کریستالی و نوع فاز دو نمونه و اختلاف ریزساختاری

در این آزمایش دو نمونه را در معرض دستگاه قرار می‌دهیم و ساختار کریستالی و نوع فاز و نیز اختلاف ریزساختاری آن‌ها را مورد بررسی قرار می‌دهیم.

### آزمایش ۴: مطالعه لایه تنگستن بر روی نمونه فولاد

یک نمونه فولاد که یک لایه تنگستن بر روی آن قرار دارد را مورد بررسی و تحلیل قرار می‌دهیم و ترکیب موجود در پوشش را تعیین می‌کنیم.

## جدول داده‌ها

جدول ۱: درصد احتمالی وجود ترکیبات در نمونه کلویید نقره خشک شده (آزمایش یک)

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [ $^{\circ}$ 2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	96-150-9063	56	Silver cerium (0.99/0.01)	0.000	0.603	Ce0.06 Ag3.94
*	96-901-3200	42	Periclase	0.000	0.112	Mg4.00 O4.00
*	96-210-5375	30	Ag4 Sc	0.000	0.112	Ag8.00 Sc2.00
*	96-150-9116	28	Silver gadolinium indium (2/5/3)	0.000	0.320	Ag0.40 Gd1.00 In0.60
*	96-900-6094	32	Magnesiowu estite	0.000	0.091	Mg2.40 Fe1.60 O4.00
*	96-900-2351	30	Brucite	0.000	0.081	Mg1.00 O2.00
*	96-900-0731	28	9000730	0.000	0.042	Ni16.00 Si8.00 O32.00
*	96-411-6936	25	4116935	0.000	0.041	C1072.00 H1264.00 N144.00 O763.28 Cl64.00
*	96-151-4099	33	Lithium Oxide (2/1)	0.000	0.296	O4.00 Li8.00

جدول ۲: درصد احتمالی وجود ترکیبات در نمونه صفحه منفی باطری ماشین (آزمایش دو)

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [ $^{\circ}$ 2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	96-151-3339	70	(Pb O) <sub>3</sub> (Pb (S O <sub>4</sub> )) (H <sub>2</sub> O)	0.000	0.199	O16.00 S2.00 Pb8.00
*	96-411-7231	28	4117230	0.000	0.031	Cd396.00 O1299.00 H4029.00 N171.00 C5697.00
*	96-900-8956	62	9008955	0.000	0.837	Pb2.00 O2.00
*	96-900-4699	22	Fersmanite	0.000	0.168	Ti9.56 Nb6.44 Ca21.96 Fe0.12 Mn0.12 Na9.48 Sr0.32 Si16.00 O88.00 F12.00

جدول ۳: درصد احتمالی وجود ترکیبات در نمونه صفحه مثبت باطری ماشین (آزمایش دو)

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	Scale Factor	Chemical Formula
*	96-151-3339	65	(Pb O)3 (Pb (S O4)) (H2 O)	0.000	0.313	O16.00 S2.00 Pb8.00
*	96-901-1034	50	9011033	0.000	0.119	Ca4.00
*	96-900-8956	59	9008955	0.000	0.907	Pb2.00 O2.00
*	96-900-4699	25	Fersmanite	0.000	0.209	Ti9.56 Nb6.44 Ca21.96 Fe0.12 Mn0.12 Na9.48 Sr0.32 Si16.00 O88.00 F12.00

جدول ۴: درصد احتمالی وجود ترکیبات در نمونه اول (آزمایش سوم)

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	Scale Factor	Chemical Formula
*	96-900-9087	93	Anatase	0.000	0.745	Ti4.00 O8.00
*	96-901-1723	38	9011722	0.000	0.038	Ne4.00
*	96-900-4468	32	Richetite	0.000	0.079	U36.00 Pb8.74 Fe0.47 Mg0.83 O132.00 At41.00
*	96-900-8216	37	Anatase	0.000	0.746	Ti4.00 O8.00

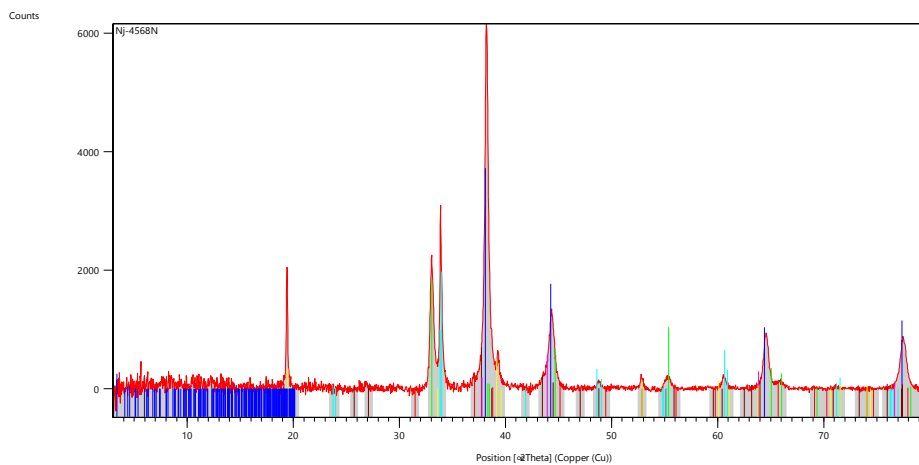
جدول ۵: درصد احتمالی وجود ترکیبات در نمونه دوم (آزمایش سوم)

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	Scale Factor	Chemical Formula
*	96-411-3279	42	4113278	0.000	1.020	Sb40.00 Zn52.00
*	96-450-6580	41	4506579	0.000	38.334	C46.00 H36.00 Cl4.00 O6.00
*	96-702-7027	32	(SAPRS-9)-Nonakis(acetonitril)samarium(III)-hexafluoroarsenat(V)-acetonitril(1/3)	0.000	0.667	Sm4.00 N48.00 C96.00 H144.00 As12.00 F72.00

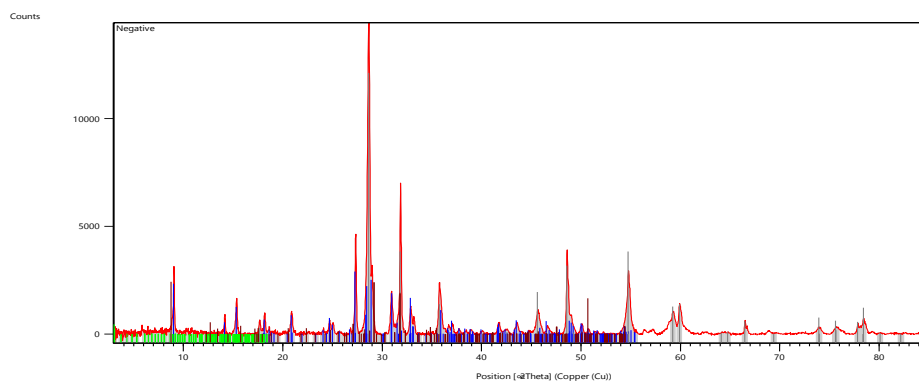
جدول ۶: درصد احتمالی وجود ترکیبات در لایه تنگستنی بر روی فولاد (آزمایش چهارم)

Visible	Ref. Code	Score	Compound Name	Displacement [°2Th.]	Scale Factor	Chemical Formula
*	96-900-6488	48	Tungsten	0.000	0.703	W2.00
*	96-220-5363	26	3-(4-Chlorophenyl)-2H-benz[b][1,4]oxazine	0.000	0.105	Cl4.00 O4.00 N4.00 C56.00 H40.00
*	96-500-0193	25	5000192	0.000	0.222	Br18.00 C198.00 O18.00

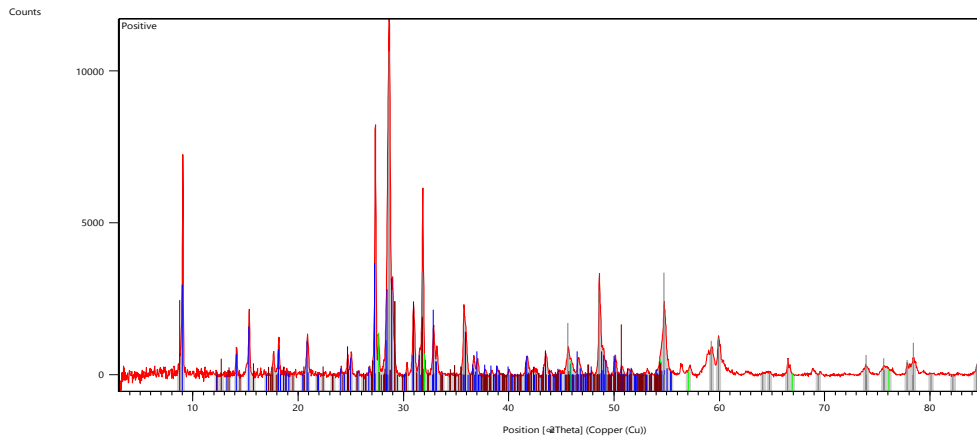
## نمودار داده‌ها



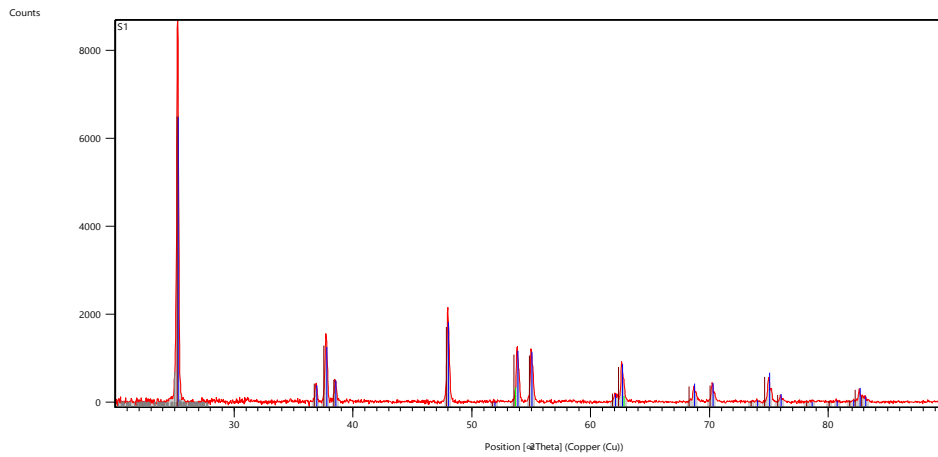
نمودار ۱: نمودار مقدار شدت پراش (شمارش) بر حسب زاویه دریافتی اشعه ایکس از نمونه کلوئید نقره خشک شده (آزمایش اول)



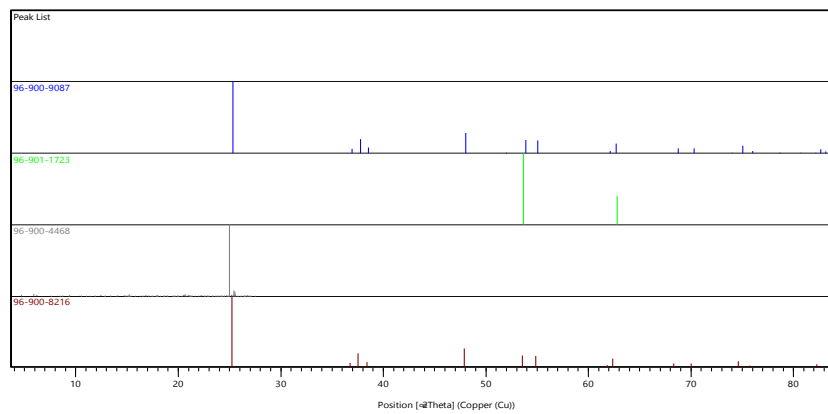
نمودار ۲: نمودار مقدار شدت پراش (شمارش) بر حسب زاویه دریافتی اشعه ایکس از صفحه منفی باطری ماشین (آزمایش دوم)



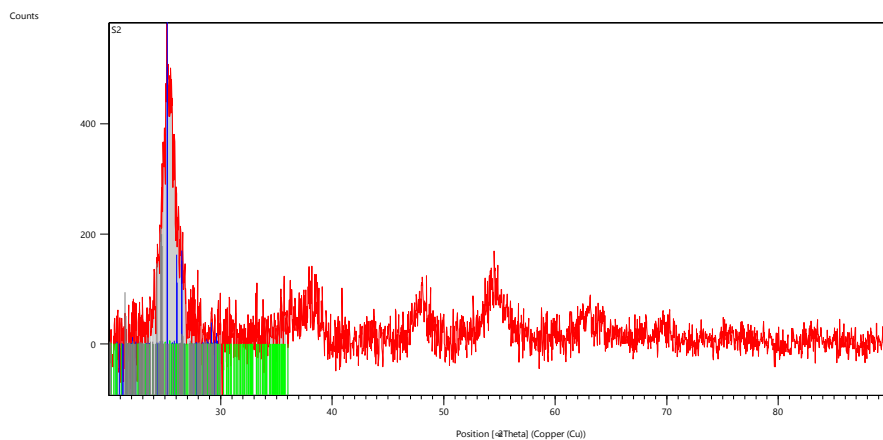
نمودار ۳: نمودار مقدار شدت پراش (شمارش) بر حسب زاویه دریافتی اشعه ایکس از صفحه مثبت باطری ماشین (آزمایش دوم)



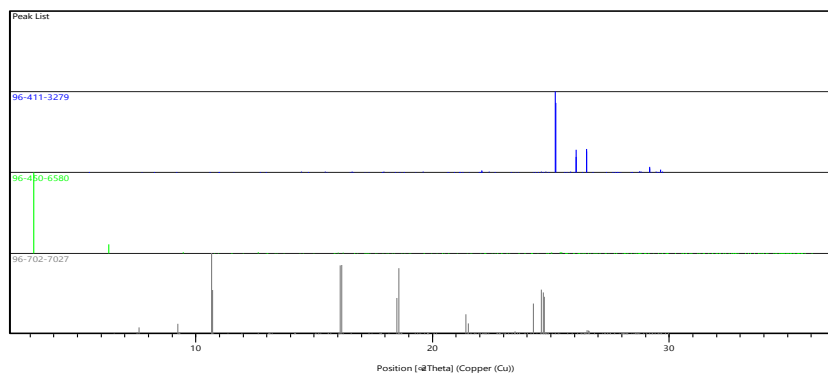
نمودار ۴: نمودار مقدار شدت پراش (شمارش) بر حسب زاویه دریافتی اشعه ایکس از نمونه اول (آزمایش سوم)



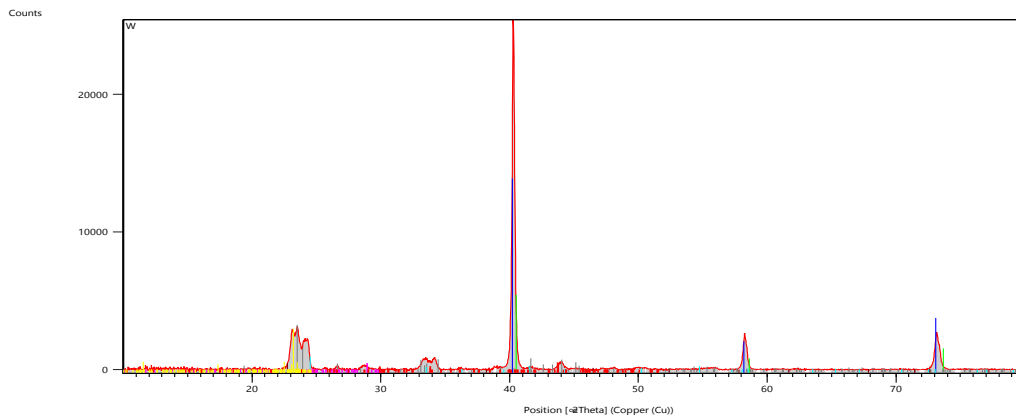
نمودار ۵: نمودار فازهای شناسایی شده بر حسب زاویه دریافتی اشعه ایکس از نمونه اول (آزمایش سوم)



نمودار ۶: نمودار مقدار شدت پراش (شمارش) بر حسب زاویه دریافتی اشعه ایکس از نمونه دوم (آزمایش سوم)



نمودار ۷: نمودار فازهای شناسایی شده بر حسب زاویه دریافتی اشعه ایکس از نمونه دوم (آزمایش سوم)



نمودار ۸: نمودار مقدار شدت پراش (شمارش) بر حسب زاویه دریافتی اشعه ایکس از لایه تنگستن بر روی فولاد (آزمایش چهارم)

خطای آزمایش



خطای آزمایش‌ها می‌تواند مربوط به ساختار بلوری مواد مورد نظر که بعنوان نمونه در نظر گرفته شده‌اند وابسته باشد. همچنین نحوه پودرسازی و مقدار آن و نیز کیفیت نمونه‌ها می‌تواند بر آزمایش اثرگذار باشد. ضمناً مقدار داده‌هایی که بعنوان داده‌های پیش فرض مورد بررسی قرار گرفته ممکن است اطلاعاتی را از دست داده باشد و ترکیباتی در آن حضور نداشته باشد.

## نتیجه‌گیری

همانطور که از نمودارها و جداول مشخص است، نتایج را به آزمایش‌های مختلف تقسیم کرده و یک به یک مورد بررسی قرار می‌دهیم:

### آزمایش اول:

با استفاده از جدول ۱ می‌توان به وضوح مشاهده کرد که آنچه به احتمال خوبی بعنوان ناخالصی در نمونه کلئید خشک شده نقره وجود دارد،  $Ag_2Ce$  (نقره سریم) است و پس از آن مقداری ناخالصی کمتر منیزیت  $MgO$  است. بنابراین اگر به عنوان یک جواب بخواهیم بگوییم، احتمالاً سریم که ترکیب نقره سریم ایجاد کرده را بعنوان ناخالصی بتوان معرفی کرد.

### آزمایش دوم:

با استفاده از جدول ۲ می‌توان گفت که دو ترکیب سرب سولفات  $PbSO_4$  و همچنین اکسید سرب  $PbO$  بعنوان موادی هستند که بیشترین مقدار و درصد را درون صفحه منفی باطری شامل هستند. همچنین برای صفحه مثبت با استفاده از جدول ۳ می‌توان مدعی شد که علاوه بر آنچه در صفحه منفی به طور واضح وجود دارد، کلسیم  $Ca$  نیز به وضوح وجود دارد. بنابراین اختلاف موادی که می‌توان بر این دو صفحه ذکر کرد، وجود ترکیبات خالص و غیرخالص کلسیم درون صفحه مثبت نسبت به صفحه منفی هستیم.

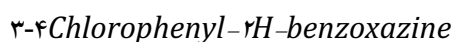
### آزمایش سوم:

با استفاده از نمودارهای ۴ و ۶ واضح است که نمونه اول قطعا از ساختار بلوری منظم تری نسبت به نمونه دوم برخوردار است. چرا که هر چه کریستالیت بودن یک ماده بیش تر باشد، آن ماده قله‌های منظم تر و نیز بدون نویز را خواهد داشت. بدین ترتیب است که می‌توان با قاطعیت از کریستالیت‌تر بودن ماده اول به دوم دفاع کرد. همچنین با استفاده از نمودارهای ۵ و ۷ که نمودار فازهای مشاهداتی هستند، می‌توان دید که تعداد خطوط موجود در نمونه کمتر ساختارمند بیشتر از نمونه اول است چرا که با درصد اطمینان بهتری می‌توان در مورد مواد درون آن صحبت کرد و الگوهای منظم و با قله‌های دقیق تر در زوایای پراش مشخص تر را مشاهده کرد.

ضمناً نمونه اول با احتمال بسیار خوبی، آنتاز  $TiO_2$  است که ساختار بلوری تتراگونال (چهار گوشه) دارد، اما متأسفانه به دلیل خطای بسیار بالا و نیز غیربلوری بودن نمونه دوم نمی‌توان با دقت خوبی از ساختار درون آن صحبت کرد؛ اما می‌توان با توجه به جدول مربوطه آن وجود عناصری را پیش‌بینی کرد.

### آزمایش چهارم:

از جدول و نمودار مربوط به آزمایش چهارم می‌توان گفت که درصد خوبی از لایه تنگستن بر روی فولاد را خود تنگستن فرا گرفته است و این با انتظار ما مطابقت دارد. همچنین مقدار محدودی از ترکیب خاص



در آن وجود دارد که نشان می‌دهد به مقدار خیلی خالصی از تنگستن وجود ندارد. همچنین ترکیبات شناخته شده اما غیرمعروف دیگری نیز در لایه شناسایی شده است که به سبب امتیاز کم آن ممکن است چنین ترکیباتی صرفاً ناشی از خطا یا عدم تمیزپذیری دستگاه مورد نظر بوجود آمده باشند.