



جمهوری اسلامی ایران

Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۱۹۵۱-۱

چاپ اول

۱۳۹۶

INSO

21951-1

1st.Edition

2017

فناوری نانو - مشخصه یابی نانومواد با استفاده
از پراش پرتو ایکس (XRD) -

قسمت ۱: روش آزمون

**Nanotechnology- Characterization of
nanomaterials by X-Ray diffraction (XRD)-
Part1: Test method**

ICS: 07.030

استاندارد ملی ایران شماره ۱-۲۱۹۵۱: سال ۱۳۹۶

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۱۰۳ و ۸۸۸۸۷۰۸۰

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج- ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.org.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.1294 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.org.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO) ۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC) ۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML) ۳ است و به عنوان تنها رابط ۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC) ۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

-
- 1- International Organization for Standardization
 - 2- International Electrotechnical Commission
 - 3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)
 - 4- Contact point
 - 5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«فناوری نانو- مشخصه‌یابی نانومواد با استفاده از پراش پرتو ایکس (XRD) - قسمت ۱: روش
آزمون»

رئیس:

میرکاظمی، سید محمد
(دکترای مهندسی مواد)

سمت و/یا محل اشتغال:

عضو هیئت علمی دانشگاه علم و صنعت ایران

دبیر:

سهرابی جهرمی، ابوذر
(دکترای نانوفناوری)

مدیر عامل شرکت راصد توسعه فناوری‌های پیشرفته

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آگند، روح‌اله

(کارشناسی ارشد مهندسی مواد)

کارشناس استاندارد- شرکت راصد توسعه فن‌آوری‌های پیشرفته

اسلامی پور، الهه

(کارشناسی ارشد زیست‌شناسی)

کارشناس کمیته استانداردسازی- ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

پوی پوی، حسن

(کارشناسی ارشد شیمی)

دبیر کمیته استانداردسازی- ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

صقاری، محمدمهدی

(کارشناسی ارشد مهندسی مواد)

مسئول آزمایشگاه پرتو ایکس آزمایشگاه مرکزی دانشگاه شریف

فعلال نظری، نداسادات

(کارشناسی ارشد مهندسی مواد)

کارشناس آزمایشگاه پرتو ایکس آزمایشگاه مرکزی دانشگاه شریف

فردین‌دوست، زهره

(کارشناسی ارشد زمین‌شناسی)

کارشناس آزمایشگاه پرتو ایکس دانشگاه تربیت مدرس

گل‌زردی، سمیرا

(کارشناسی ارشد، مهندسی مواد)

کارشناس کمیته استانداردسازی- ستاد ویژه توسعه فناوری نانو

ویراستار:

سیفی، مهوش

کارشناس استاندارد- نایب رئیس کمیته فنی متناظر فناوری نانو

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
	پیش‌گفتار
ح	
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۱۴	۴ پراش پرتو ایکس
۱۴	۴-۱ مقدمه
۱۵	۴-۲ مبانی کلی و تجهیزات
۱۵	۴-۲-۱ مبانی کلی
۱۵	۴-۲-۲ تجهیزات و ابزار دستگاهی XRD
۱۸	۴-۲-۳ تکفام‌سازها
۱۹	۴-۲-۴ دريچه‌ها
۲۱	۴-۲-۵ هم راستاسازها
۲۱	۴-۲-۶ آشکارسازها
۲۱	۴-۲-۷ زاویه‌سنج
۲۲	۴-۲-۸ محل قرارگیری نمونه
۲۴	۴-۲-۹ سامانه جمع‌آوری اطلاعات
۲۶	۵ آماده‌سازی با توجه به نوع نمونه
۲۶	۵-۱ نمونه‌های توده
۲۷	۵-۲ نمونه‌های پودری
۲۸	۵-۲-۱ آماده‌سازی مخلوط چند پودر
۲۹	۵-۲-۲ مانت کردن نمونه‌های پودری

صفحه	عنوان
۳۰	۳-۵ آزمون‌های فعال و شرایط غیرمحیطی
۳۰	۶ جمع‌آوری داده‌ها
۳۱	۶-۱ محدوده زاویه و حالت جمع‌آوری اطلاعات
۳۱	۶-۲ جستجوی پیک
۳۱	۶-۳ شناسایی فاز
۳۲	۶-۴ تحلیل فاز کمی
۳۲	۶-۵ تخمین میزان فاز بلوری و بی‌شکل موجود در نمونه
۳۳	۶-۶ تحلیل اندازه بلورک و میکروکرنش
۳۳	۷ انطباق محوری و روش کالیبراسیون
۳۳	۷-۱ انطباق محوری در پراش‌سنج‌های براگ-برنتانو
۳۷	۸ کالیبراسیون تکمیلی
۳۷	۸-۱ روش‌های مشخصه‌یابی عملکرد دستگاهی
۳۷	۸-۱-۱ شدت و پهنای تعدادی از پیک‌ها
۳۷	۸-۱-۲ منحنی انحراف زاویه‌ای
۳۹	۸-۱-۳ پهنای خط پراش
۴۰	۸-۱-۴ نمودارهای شدت
۴۱	۸-۱-۵ منحنی آنالیز شکل
۴۱	۸-۱-۶ پارامتر شبکه
۴۲	۸-۱-۷ استفاده از روش پارامتر بنیادی
۴۲	۸-۱-۸ برازش کل الگوی پراش
۴۳	۹ ملاحظات مشخصه‌یابی نانومواد با روش پراش پرتو ایکس
۴۳	۹-۱ ملاحظات کلی
۴۴	۹-۲ ملاحظات مربوط به روش پراش پرتو ایکس در مشخصه‌یابی نانومواد

صفحه	عنوان
۴۸	۱۰ استاندارد گزارش‌دهی
۴۹	پیوست الف- (آگاهی‌دهنده) توابع آماری مورد استفاده در برآزش بر الگوی پراش
۵۲	پیوست ب- (آگاهی‌دهنده) برخی از روش‌ها برای آزمودن پایداری اطلاعات XRD
۵۰	پیوست پ- (آگاهی‌دهنده) فرم استاندارد پیشنهادی جهت گزارش‌دهی آزمون XRD
۵۳	پیوست ت- (آگاهی‌دهنده) مورد مطالعاتی؛ استفاده از بهنات نقره جهت کالیبراسیون XRD

پیش‌گفتار

استاندارد « فناوری نانو- مشخصه‌یابی نانومواد با استفاده از پراش پرتو ایکس (XRD) -قسمت ۱: روش آزمون» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط تهیه و تدوین شده است، در چهل و هشتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد مهندسی پزشکی مورخ ۱۳۹۶/۰۲/۲۵ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون‌های مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

منابع و مآخذی که برای تهیه و تدوین این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

- 1- BSI BS EN 13925-1 Non-destructive testing-X-ray diffraction from polycrystalline and amorphous material - Part 1: General principle.
- 2- BSI BS EN 13925-2 Non-destructive testing-X-ray diffraction from polycrystalline and amorphous material - Part 2: Procedures.
- 3- BSI BS EN 13925-3 Non-destructive testing-X-ray diffraction from polycrystalline and amorphous material - Part 3: Instruments.
- 4- ISO 20203 Carbonaceous materials used in the production of aluminium -Calcined coke — Determination of crystallite size of calcined petroleum coke by X-ray diffraction.
- 5- BSI BS EN 12698-2 Chemical analysis of nitride bonded silicon carbide refractories - Part 2: XRD methods.
- 6- Linsinger T., Roebben G., Gilliland D., Calzolari L., Rossi F., Gibson N., Klein C, "Requirements on measurements for the implementation of the European Commission definition of the term 'nanomaterial'", ISBN 978-92-79-25602-8.
- 7- How to analyze nanomaterials using powder diffraction and the Powder Diffraction File, PDF 00-064-0737, ICDD©2016 JCPDS—International Centre for Diffraction Data 5/16.
- 8- BSI 6699-1:2007, Nanotechnologies – Part 1: Good practice guide for specifying manufactured nanomaterials
- 9- X-ray Diffraction for powder sample, Rigaku Corporation Application laboratory, Keigo Nagao
- 10- Simulation Tools and References for the Analysis of Nanomaterials , T.G. Fawcett, S. N. Kabekkodu, J. R. Blanton, C. E. Crowder, T. N. Blanton, -International Centre for Diffraction Data 2015 ISSN 1097-0002

«فناوری نانو- مشخصه‌یابی نانومواد با استفاده از پراش پرتو ایکس (XRD) - قسمت ۱: روش آزمون»

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد ارائه دستورالعملی برای آزمون پراش پرتو ایکس (XRD) بر اساس استانداردهای بین‌المللی در این زمینه است. این استاندارد را می‌توان به عنوان مدرکی مستند جهت ارائه اصول کلی، معرفی تجهیزات و روش آزمون XRD برای پودرها، مواد توده، لایه‌های نازک، مواد بی‌شکل و چندبلورهای چندبلور در آزمایشگاه‌های سراسر کشور مورد استفاده قرار داد.

یادآوری ۱- این استاندارد، موارد مربوط به ایمنی و سلامت کار با دستگاه را شامل نمی‌شود. اقدام پیشنهادی برای محافظت از تابش و محدودیت‌های سطوح تماس با تابش، از جمله روش‌های اجرایی است که توسط قوانین ملی هر کشور وضع شده است. اگر مقررات و توصیه‌های رسمی در یک کشور وجود نداشته باشد، آخرین توصیه کمیسیون بین‌المللی حفاظت رادیولوژی^۱ باید اعمال گردد.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است. استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 BSI BS EN 13925-1 Non-destructive testing-X-ray diffraction from polycrystalline and amorphous material - Part 1: General principle.

2-2 BSI BS EN 13925-2 Non-destructive testing-X-ray diffraction from polycrystalline and amorphous material - Part 2: Procedures.

1- International Commission of Radiologica Protection

2-3 BSI BS EN 13925-3 Non-destructive testing-X-ray diffraction from polycrystalline and amorphous material
- Part 3: Instruments.

۳ اصطلاحات و تعاریف

۱-۳

اثر اندازه دانه

grain size effect

particle size effect

اثرات بی‌نظمی که در صورت وجود بلورهایی با اندازه بسیار درشت در الگوی پراش ایجاد می‌شود.

۲-۳

ارتفاع پیک (شدت پیک)

peak height

peak intensity

شدت پیک در بیشینه خط پراش را می‌گویند.

یادآوری - هنگامی که از یک لوله پرتو ایکس استفاده می‌شود، ارتفاع پیک ممکن است شامل اجزای $K\alpha_2$ و یا سایر اجزای طیف‌سنجی باشد.

۳-۳

انحراف دستگامی

instrumental aberrations

مشارکت ذاتی و یا ناشی از عدم انطباق محوری هریک از اجزای پراش‌سنج در سیگنال پراش ثبت شده است.

۴-۳

اندازه‌گیری شدت پیک

peak intensity measurement

شدت یکپارچه یک پیک پراش مشخص است.

۵-۳

انطباق محوری

alignment

تصحیح موقعیت اجزای مجزا، مطابق با پیکربندی هندسی و خصوصیات طراحی دستگاه است.

۶-۳

آزمونه

specimen

بخشی از نمونه به شکل خاص، که برای انجام آزمون در دستگاه پراش سنج قرار می‌گیرد.

۷-۳

آشکارساز

detector

وسیله‌ای که تابش حاصل از ذراتی مانند الکترون‌ها، نوترون‌ها و / یا تابش حاصل از فوتون‌های الکترومغناطیسی را ثبت می‌کند.

۸-۳

آینه‌های چندلایه

multilayer mirror

یک وسیله اپتیکی پرتو ایکس با ساختار چندلایه‌ای دارای درجه‌بندی است که بر اساس انعکاس براگ عمل می‌کند.

۹-۳

باریکه برخوردی

incident beam

باریکه‌ای که از منبع پرتو ایکس است که به سطح آزمون برخورد می‌کند.

یادآوری - این منبع ممکن منبعی ظاهری باشد. برای مثال هنگامی که یکی از اجزاء نوری تغییر جهت (مانند تک‌فام‌ساز بلوری) بین منبع حقیقی و نمونه مورد استفاده قرار گیرد.

۱۰-۳

بازده شمارش

counting efficiency

تعداد پالس‌های شمارش شده به ازای ۱۰۰ فوتون برخوردی است.

۱۱-۳

برازش تمام الگو

whole pattern fitting

برازش همزمان یک تابع آماری برای هر یک از خطوط الگوی پراش است

۱۲-۳

بلور کامل (بلور ایده‌آل)

ideal crystal

بلوری که همه اتم‌ها، یون‌ها و یا مولکول‌هایش به درستی در فضای منظم چینش شده‌اند و جذب پرتو ایکس ناچیزی دارند.

۱۳-۳

بلور موزائیک

mosaic crystal

بلور ساخته شده از قطعات کوچک بلوری که تقریباً در یک جهت تنظیم شده‌اند.

یادآوری - قطعات در یک آرایش نزدیک ولی نه کاملاً منطبق نسبت به یکدیگر قرار گرفته‌اند. انحراف آن‌ها از چینش محوری موازی چند دقیقه یا چند ثانیه از کمان است. وقتی پرتو تابش از یک بلور موزائیک پراش می‌کند، قطعات آن فارغ از اندازه دانه‌شان، به صورت یک منطقه منسجم پراش، عمل می‌کند.

۱۴-۳

بلورک

crystallite

محدوده فضایی از ماده است که اغلب به عنوان حوزه‌ای^۱ تعریف می‌شوند و پرتوهای ایکس را به طور منسجم پراش می‌دهند.

۱۵-۳

1- Domain

بی شکل (آمورف)

amorphous

به آزمونه‌ای که فاقد بلورینگی قابل تشخیص در الگوی پراش است گفته می‌شود.

۱۶-۳

پراکندگی پارازیتی (مزاخم)

parasitic scattering

به پرتو ایکس پراکنده شده توسط اجزای پراش‌سنگ و محیط اطراف آن (به غیر از آزمونه) گفته می‌شود.

۱۷-۳

پراکندگی پرتو ایکس

X-Ray scattering

برهمکنش یک فوتون پرتو ایکس و الکترون‌های اتم‌ها است که باعث ساطع شدن دوباره یک فوتون با انرژی مشابه یا پایین‌تر می‌شود.

۱۸-۳

پراکندگی غیرهمسیمیما

Incoherent (Compton) scattering

نوعی از پراکندگی پرتو ایکس است که موجب کاهش انرژی پرتو و همچنین از بین رفتن همسیمیایی آن می‌شود.

یادآوری - معمولا در زمینه ظاهر می‌شود.

۱۹-۳

پراکندگی همسیمیما

coherent scattering

پراکندگی پرتو ایکس بدون تغییر فاز را می‌گویند.

۲۰-۳

پراکندگی ناشی از هوا

air scattering

به پرتو ایکس پراش یافته توسط مولکول‌های هوا در مسیر پرتو گفته می‌شود.

۲۱-۳

پهن‌شدگی انتگرالی

integral breadth

شدت انتگرالی نمودار خط پراش بالای زمینه که بر ارتفاع پیک تقسیم می‌شود.

۲۲-۳

پهن‌شدگی خط پراش

line breadth

مقداری است که عرض خط پراش را تعیین می‌کند.

یادآوری- پهنای پیک در نصف شدت بیشینه و پهنای انتگرالی مثالی از پهن‌شدگی خط پراش هستند.

۲۳-۳

پهن‌شدگی ناشی از اندازه بلورک

crystallite size broadening

پهن‌شدگی خطوط پراش، ناشی از اندازه کوچک بلورک‌ها است.

۲۴-۳

پهن‌شدگی ناشی از دستگاه

instrumental broadening

پهن‌شدگی نمودار خط پراش ناشی از انحراف دستگاهی شامل تفکیک طول موج است.

۲۵-۳

پهنای کامل در نصف شدت بیشینه پیک

full width at half maximum

FWHM

پهنای کامل خط پراش در نصف شدت بیشینه اندازه‌گیری شده است.

۲۶-۳

پودر کامل (ایده‌آل)

ideal powder

تعداد زیادی از بلورک‌های کروی کوچک با جهت‌گیری دلخواه است.

۲۷-۳

تصحیح آلفا-۲

alpha2 (K-alpha2) correction

تصحیح ریاضی α_2 به دست آمده از تابش‌های $K\alpha_1$ و $K\alpha_2$ یک الگوی پراش است.

۲۸-۳

تک‌فام‌ساز

monochromator

وسیله‌ای است که از طیف تابش وارد شده به آن، فقط بازه باریکی از طول موج را عبور می‌دهد.

۲۹-۳

تک‌فام‌ساز بلوری

crystal monochromator

وسیله‌ای است که توسط آن محدوده کوچکی از طول موج منبع پرتو ایکس، با استفاده از بلور مناسب بوسیله پراش جدا می‌شود.

۳۰-۳

جهت محوری

axial direction

راستای محور زاویه‌سنج است

۳۱-۳

جهت‌گیری ترجیحی

preferred orientation

جهت‌گیری غیراتفاقی دانه‌ها نسبت به سطح نمونه در آزمایش پراش پرتو ایکس است.

۳۲-۳

حجم تحت تابش

irradiated volume

حجمی از نمونه که سیگنال پرتو ایکس پراش شده را تولید می‌کند.

۳۳-۳

خط پراش

diffraction Line

ناحیه‌ای از الگوی پراش که دارای شدتی بیشینه بوده و مربوط به پراش حاصل از دسته صفحات بلوری شبکه بلور است.

یادآوری - گاهی به جای این واژه از واژگانی مانند «پیک»، «انعکاس» و «انعکاس براگ» نیز استفاده می‌شود.

۳۴-۳

دایره فوکوس

focusing circle

دایره‌ای در صفحه پراش که شامل منبع تابش بوده و همچنین بر سطح و مرکز نمونه مماس است.

۳۵-۳

دریچه آشکارساز

detector slit

دریچه‌ای که تابش ورودی به آشکارساز را محدود می‌کند.

۳۶-۳

دریچه پراکندگی

scatter slit

دریچه‌ای که شدت پرتوهای ایکس در حال حرکت به سمت آشکارساز را با ممانعت از ورود پرتوهای پراش یافته از غیر از سطح پراش، کاهش می‌دهد.
یادآوری - از این دریچه همیشه استفاده نمی‌شود.

۳۷-۳

دریچه ضدپراکندگی

anti-scatter slit

دریچه‌ای که شدت پرتوهای ایکس ورودی به آشکارساز را که از حجم تحت تابش نمونه انتشار نمی‌یابند.

۳۸-۳

دریچه ورودی

receiving slit

دریچه‌ای که ابعاد مقطع عرضی باریکه پراش را محدود می‌کند.

۳۹-۳

دریچه یک‌سوکننده

soller slit

هم راستاسازی با صفحات چندگانه است که میزان واگرایی و همگرایی را در یک مسیر کاهش می‌دهد.

۴۰-۳

روش ریدفیلد

Rietveld method

روش تفسیر اطلاعات پراش پودر با استفاده از مدلی که شامل یک یا بیش از یک ساختار بلوری برای برازش بر الگوی پراش است.

یادآوری - علاوه بر پالایش پارامترهای ساختار کریستالوگرافیکی، از این روش برای آنالیز کمی فاز، آنالیز ریزساختاری، تعیین پارامترهای دستگاهی و غیره نیز استفاده می‌شود.

۴۱-۳

زاویه براگ

Bragg angle

زاویه بین صفحات پراش و پرتو برخوردی (پراش‌یافته) طبق معادله براگ است.

۴۲-۳

زاویه سنج

goniometer

کنترل‌کننده جهت‌یابی اجزای اپتیکی دستگاه موجود در اطراف محور مرکزی آن است.

۴۳-۳

زمینه (پس‌زمینه)

background

شدتی است که به سیگنال پراش هم‌سیما تعلق ندارد.

۴۴-۳

شاخص‌گذاری صفحات

indexing

فرآیند اختصاص شاخص‌های بلورشناسی به خطوط پراش را می‌گویند.

۴۵-۳

شبکه معکوس

reciprocal lattice

توصیف ریاضی شبکه بلورشناسی در فضای معکوس است.

یادآوری- فاصله هر نقطه از شبکه معکوس تا مبدأ برابر با معکوس فاصله شبکه‌ای بلوری است.

۴۶-۳

شدت انتگرالی

integrated intensity

سطح یا حجم خط پراش بعد از حذف زمینه را می‌گویند.

۴۷-۳

شفافیت آزمون

specimen transparency

به میزان نفوذپذیری آزمون نسبت به پرتو ایکس گفته می‌شود.

۴۸-۳

شمارنده

counter

آشکارساز ویژه‌ای که از آن برای شمارش فوتون‌ها و یا ذرات استفاده می‌شود.

۴۹-۳

صفحه افقی

equatorial plane

صفحه شامل پرتو برخوردی و عمود بر محور زاویه‌سنج است.

۵۰-۳

صفحه محوری

axial plane

صفحه عمود بر صفحه افقی که پرتوی برخوردی بر روی آن واقع است.

۵۱-۳

ضریب میرایی

attenuation coefficient

ضریبی است که میزان میرایی پرتوهای ایکس دارای انرژی (طول موج) مشخص را برای یک ماده مشخص ارزیابی می‌کند.

۵۲-۳

ضریب میرایی جرم

mass attenuation coefficient

ضریب میرایی خطی تقسیم بر چگالی موثر آزمونه (با در نظر گرفتن حفرات) است.

۵۳-۳

فاصله d

d-spacing

فاصله‌ای که با استفاده از معادله براگ و موقعیت خط پراش محاسبه شده است.

۵۴-۳

فاصله بین صفحه‌ای

Inter-planar spacing

فاصله عمود بین دو جفت صفحه متوالی در شبکه بلوری است.

۵۵-۳

فیلتر بتا

beta filter

جذب‌کننده‌ای است که مقدار زیادی از تابش‌های $K\beta$ پرتو ایکس را حذف می‌کند.

یادآوری- این نوع فیلتر، بخش عمده‌ای از تابش سفید پرتو را نیز حذف می‌کند.

۵۶-۳

قطعه

block

قطعه‌ای به هم چسبیده از بلورک‌ها یا ذرات به هم پیوسته است.

یادآوری- بلوک در این استاندارد برای یک شکل از نمونه تعریف می‌شود.

۵۷-۳

کالیبره‌کننده

calibrant

ماده مورد استفاده به عنوان مرجع کالیبراسیون یک دستگاه یا یک روش است.

۵۸-۳

کره ایوالد

Ewald sphere

کره‌ای هم مرکز با بردار پرتوی پراش آزمایش (با طول موج λ) که شعاعی برابر با $1/\lambda$ دارد.

یادآوری- عمدتاً از تلفیق این کره و مفهوم شبکه معکوس برای توصیف و یا توضیح مشاهدات پراش استفاده می‌شود.

۵۹-۳

ماکروتنش

macro stress

متوسط تنش اعمالی بر روی ناحیه‌ای از نمونه چندبلوری است.

۶۰-۳

موقعیت خط پراش (موقعیت پیک)

line position (peak position)

مقداری یکتا که موقعیت خط پراش را توصیف می‌کند.

یادآوری- این مقدار می‌تواند با معیارهای آماری گوناگونی بیان شود و معمولاً نیز به عنوان موقعیت بیشینه پیک مشخص

می‌شود.

۶۱-۳

میرایی (جذب)

attenuation

کاهش شدت پرتو ایکس در اثر جذب یا پراکندگی است.

۶۲-۳

نمونه

sample

قطعه یا بخشی از مواد موردنظر برای آنالیز که نمونه از آن گرفته می‌شود.

یادآوری - در XRD، بلورک بخشی از یک ماده چندبلوری است.

۶۳-۳

هم راستاساز

collimator

دستگاهی است که برای تعدیل کردن پرتوها مورد استفاده قرار می‌گیرد.

۶۴-۳

هم راستاسازی

collimation

کاهش تقعر یا تحدب پرتوهای ایکس را می‌گویند.

۶۵-۳

هندسه براگ-برنتانو

Bragg-Brentano geometry

هندسه‌ای که در تمامی زوایای پراش؛ منبع، مرکز سطح نمونه و دریچه دریافت کننده همگی بر روی دایره فوکوس واقع باشند و این شرایط در حالی باشد که سطح نمونه بر دایره فوکوس مماس باشد.

۶۶-۳

هندسه پارافوکوس

para-focusing geometry

آرایش هندسی اجزای اپتیکی آشکارساز و نمونه که یک پرتو ایکس پراش یافته را به‌طور تقریبی به یک خط کانونی در سامانه آشکارساز هدایت می‌کند.

Debye-Scherrer geometry

هندسه پراش ساده‌ای که در آن پرتو ایکس بر یک صفحه محوری برخورد کرده و آشکارساز نیز بر دایره‌ای واقع است که آن محور از مرکز آن می‌گذرد.

۴ پراش پرتو ایکس**۱-۴ مقدمه**

به منظور ارائه یک استاندارد که در محدوده وسیعی از آزمایشگاه‌ها و برنامه‌های کاربردی قابل استفاده باشد، پراش سنج‌ها با هندسه براگ برنتانو^۱ با جزئیات بیشتری نسبت به پراش سنج‌ها با هندسه‌های دیگر، در نظر گرفته شده است. با وجود آن که این استاندارد تعداد زیادی از انواع آنالیز را مرور می‌کند اما جامع نیست.

پراش پرتو ایکس (XRD)^۲ یک روش آزمون غیرمخرب^۳ توانمند برای تعیین ویژگی‌های فیزیکی مواد محسوب می‌شود. از این روش برای تعیین مشخصات ساختار بلوری، اندازه بلورک^۴ و همچنین جهت‌گیری ترجیحی مواد چندبلوری^۵ یا آزمون‌های جامد پودری و یا توده‌ای^۶ استفاده می‌شود. از این روش همچنین در تعیین مشخصات ترکیبات جامد غیرهمگن و تعیین فراوانی نسبی اجزای بلوری استفاده می‌شود. زمانی که این روش با روش‌های تحلیل ساختار مانند پالایش ریتفیلد^۷ ادغام می‌شود، می‌تواند اطلاعات ساختاری مواد مجهول را مشخص کند. این روش علاوه بر موارد فوق، روشی مرسوم برای تعیین میزان کرنش در مواد بلوری است. علاوه بر این، اندازه بلورک‌ها با استفاده از پهن‌شدگی پیک‌های پراش پرتو ایکس و استفاده از فرمول شرر قابل محاسبه است. این استاندارد اصول عمومی پراش پرتو ایکس نانومواد چندبلوری و بی‌شکل را ارائه می‌دهد که روش آزمون آن پراش پودر پرتو ایکس نامیده می‌شود. نانومواد مورد بررسی

1- Bragg-Brentano
 2- X-Ray Diffraction
 3- Non Destructive Testing (NDT)
 4- Crystallite
 5- Poly-crystal
 6- Bulk
 7- Rietveld refinement

ممکن است از جنس فلز، سرامیک، پلیمر، فلز و شیشه باشند. نمونه‌های مورد بررسی می‌توانند به صورت توده، پودر، لایه نازک و یا تعلیقه باشند.

تماس هر یک از اعضای بدن انسان با پرتو ایکس می‌تواند برای سلامتی مضر باشد. بنابراین ضرورت ایجاد می‌کند به هنگام استفاده از تجهیزات پرتو ایکس، احتیاط کافی اعمال شود تا شخص کارور و یا هر فرد دیگری که در محیط اطراف است، ایمن باشد. اقدام پیشنهادی برای محافظت از تشعشع و محدودیت‌های سطوح تماس با پرتو ایکس از جمله کارهایی است که توسط قوانین ملی هر کشور وضع شده است. اگر مقررات و توصیه‌های رسمی در یک کشور وجود نداشته باشد، آخرین توصیه‌های کمیسیون بین‌المللی حفاظت رادیولوژی باید اعمال گردد.

۲-۴ مبانی کلی و تجهیزات

۱-۲-۴ مبانی کلی

پراش پرتو ایکس از برهم‌کنش پرتو ایکس تابیده شده با الکترون‌های موجود در اتم ایجاد می‌شود. بر حسب آرایش اتمی ماده، تداخل‌هایی بین پرتوهای بازتاب شده حاصل می‌شود. این تداخل‌ها وقتی سازنده‌اند که اختلاف مسیر طی شده توسط دو پرتوی بازتابی متناسب با ضریب صحیحی از طول موج باشد. این شرایط تحت معادلهٔ براگ نشان داده می‌شوند.

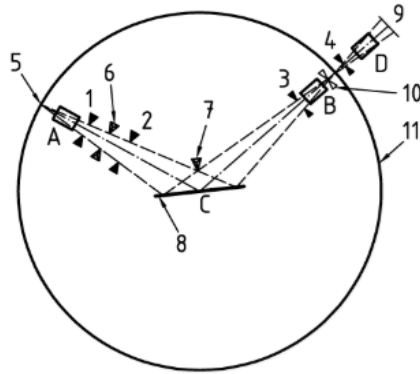
(۱)

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

بر اساس این رابطه، d (فاصله بین صفحات متوالی اتمی در شبکه بلوری) با توجه به θ (زاویه برخورد پرتو ایکس به این صفحات) و λ (طول موج پرتوی تابش) تعیین می‌شود.

۲-۲-۴-۲ تجهیزات و ابزار دستگاہی XRD

شکل ۱ نشان‌دهندهٔ طرحوارهٔ تجهیزات مورد استفاده در دستگاہ XRD است. اجزای نشان داده شده در شکل به ترتیب با شماره‌های ۱ الی ۱۱ نشان داده شده‌اند.



راهنما:

- ۲۱: محل‌های مجاز برای قرار دادن دریچه‌های ضدپراکندگی واگرا^۱
 ۴۳: محل‌های مجاز برای قرار دادن دریچه‌های ضد پراکندگی ورودی^۲
 ۵: منبع
 ۶: دریچه واگرا^۳
 ۷: لبه تیغه^۴
 ۸: سطح نمونه
 ۹: پنجره آشکارساز^۵
 ۱۰: دریچه ورودی^۶
 ۱۱: زاویه‌سنج^۷
 ABC: محل‌های مجاز برای قرار دادن دریچه یک‌سوکننده^۸
 C: مرکز نمونه و دایره زاویه‌سنج

شکل ۱- هندسه پرتو ایکس و تجهیزات در دستگاه XRD.

۱-۲-۲-۴ منابع رایج پرتو ایکس

آندهای رایج مورد استفاده در دستگاه‌های XRD نیز عبارتند از:

- آند مس (Cu): دارای کاربرد عمومی و استاندارد است

-
- 1- Divergence anti-scatter slits
 - 2- Receiving anti-scatter slits
 - 3- Divergence slits
 - 4- Knife slit
 - 5- Detector windows
 - 6- Receiving slits
 - 7- Goniometer
 - 8- Soller slit

- آند کروم (Cr): برای مواردی که سلول واحد^۱ شبکه بلورین در آن‌ها دارای ابعاد بزرگی است، مانند کانی‌های رسی و مواد آلی
- آند آهن (Fe): در مواردی به کار می‌رود که استفاده از آندهای کروم یا کبالت موجب بروز فلورتاب^۲ نامطلوبی توسط نمونه می‌شوند.
- آند کبالت (Co): برای نمونه‌هایی که حاوی ترکیبات زیادی از آهن هستند جهت جلوگیری از تاثیر فلورتابی ایجاد شده به کار می‌رود.
- آند مولیبدن (Mo): جهت افزایش عمق نفوذ پرتو در نمونه و در مواردی که ماده مورد بررسی دارای قدرت جذب پرتو ایکس بالایی باشد و همچنین برای موادی که سلول واحد شبکه بلورین آن‌ها ابعاد کوچکی دارد، مانند اغلب فلزات، به کار می‌رود. به علاوه آند مولیبدن در بررسی‌های ساختاری تک بلورها^۳ بلورها^۴ به‌طور گسترده‌ای استفاده می‌شود.
- آند نقره (Ag): در موادی که ماده دارای قدرت جذب پرتو ایکس بالایی هستند و لذا نیاز به استفاده از طول موج‌های بسیار کوتاه و پراش^۵ پرتو ایکس باشد، ضروری است.

۴-۲-۲-۲ اپتیک‌های پرتو ایکس برخوردی و پراش

ابعاد هندسی پرتوهای پرتو ایکس برخوردی و پراش یافته با استفاده از هم‌راستاسازها^۴ و دریچه‌ها^۵ تنظیم می‌شوند. همچنین ابعاد هندسی پرتو ممکن است توسط تک‌فام‌سازهای بلوری^۶ و آینه‌های چند لایه‌ای دارای دارای

درجه‌بندی^۷ اصلاح شوند.

1- Unit cell
2- Fluorescence
3- Single crystals
4- Collimator
5- Slit
6- Crystal monochromators
7- Graded multilayer mirrors

قابل ذکر است به محدوده منبع پرتو ایکس تا آزمونه، باریکه برخوردی^۱ و محدوده آزمونه تا آشکارساز، باریکه پراش یافته^۲ گفته می شود. به همین دلیل تجهیزات و اپتیک‌های دستگاه نیز به دو دسته برخوردی و پراش یافته تفسیم‌بندی می شوند.

۴-۲-۳ تک‌فام‌سازها

طول موج مورد استفاده در منبع تولید پرتو ایکس، خطوط طیفی مشخصه تشکیل دهنده آند هستند. برای بسیاری از کاربردهای XRD نیاز به تک‌فام سازی پرتو ایکس می باشد. به طور مثال هنگام استفاده از $K\alpha_{1,2}$ باید $K\alpha_2$ را حذف کرد یا به نحوی از شدت آن کاست تا بتوان از تابش تک‌فام $K\alpha_1$ استفاده کرد. تک‌فام‌سازها همچنین خصوصیات هندسی پرتو (درجه واگرایی، همگرایی یا موازی بودن آن) و قطبش^۳ پرتو را تغییر می دهد که می توان آن‌ها را در بخش برخوردی یا در بخش پراش مورد استفاده قرار داد. تجهیزات تک‌فام می توانند به تنهایی یا به صورت ترکیبی استفاده شوند.

۴-۲-۳-۱ فیلترها

فیلتر، وسیله‌ای برای کاهش پرتو ایکس ناخواسته است. برای تک‌فام‌سازی جزیی می توان از فیلترهای $K\beta$ از جنس فلزی که طول موج لبه جذب آن بین $K\alpha$ و $K\beta$ تابش منبع است، استفاده کرد. فیلترهای استاندارد $K\beta$ برای کاهش شدت $K\beta$ تا حدود ۲ برابر کوچکتر از $K\alpha$ و به منظور کاهش تابش چندفامه^۴ از منبع استفاده می شوند.

۴-۲-۳-۲ تک‌فام‌سازهای بلوری

شامل دو دسته کلی می شوند:

1- Incident beam
2- Diffracted beam
3- Polarization
4- Polychrome

الف- بلور موزائیک^۱: از جنس بلور گرافیتی هستند که بیش از ۵۰٪ شدت برخورد $K\alpha_{1,2}$ را حفظ کرده و بیشتر تابش‌های $K\beta$ و چندفامه را حذف می‌نمایند. معمولاً در مسیر راه پرتوی پراش نصب می‌شوند و از این رو قابلیت حذف فلورتاب تمام عناصر موجود در نمونه (بجز عنصر آند) را نیز دارا هستند.

ب- تک‌بلور: قابلیت تفکیک $K\alpha_{1,2}$ و حذف تابش $K\alpha_2$ را دارند. این تک‌فام‌سازها در مسیر پرتوی برخوردی قرار گرفته و تنها حدود ۱۵٪ شدت پرتوی برخوردی را پس از فیلتر باقی می‌گذارند. جنس معمول تک‌بلورهای مورد استفاده در این تک‌فام‌سازها کوارتز، سیلیسیم و ژرمانیم است. استفاده از دو یا چند بلور می‌تواند موجب افزایش قدرت تفکیک شود ولی باعث کمتر شدن شدت در تحلیل‌های معمول می‌شود.

۴-۲-۳-۳ فیلترهای الکترونیکی

این فیلترها اثری مشابه با تک‌فام‌سازهای جزیی را با استفاده از آشکارسازهای حالت جامد ایجاد کرده و قدرت تفکیکی مشابه با تک‌فام‌سازهای بلور موزائیک ایجاد می‌نمایند.

۴-۲-۳-۴ آینه‌های چندلایه

از این آینه‌ها برای موازی و یا همگرا ساختن پرتوهای واگرا و تک‌فام‌سازی پرتوی تابیده‌شده از منبع استفاده می‌شود. این آینه‌های چندلایه شامل دو دسته هستند: آینه‌های سهمی‌گون^۲، که پرتوی واگرا را به موازی و آینه‌های بیضی‌گون^۳، که پرتوی واگرا را به پرتوی همگرا تبدیل می‌کنند.

۴-۲-۴ دریچه‌ها

برای تنظیم واگرایی پرتوی برخوردی و پرتوی پراش یافته مورد استفاده قرار می‌گیرند. گاهی برای کاهش پراکندگی مزاحم و به منظور تعیین شعاع دایره فوکوس و پیرو آن کنترل قدرت تفکیک زاویه‌ای نیز استفاده می‌شوند.

۴-۲-۴-۱ دریچه با روزنه متغیر

معمولاً در دستگاه‌های براگ-برنتانو حضور این دریچه‌ها باعث ثابت ماندن سطح تحت تابش نمونه می‌شوند.

1- Mosaic crystal
2- Parabolic
3- Elliptic

۴-۲-۴-۲ دريچه واگرا

این دريچه‌ها بين لوله و آزمونۀ قرار گرفته و از واگرایی افقی^۱ پرتو جلوگیری می‌نمایند.

۴-۲-۴-۳ دريچه ضد پراکندگی

این دريچه‌ها قبل یا بعد از آزمونۀ یا بعد از دريچه ورودی قرار می‌گیرند و از پراکندگی مزاحم ناشی از برهم‌کنش پرتوی برخوردی و پرتوی پراش‌یافته با هوا، پایه آزمونۀ و سایر اجزای اپتیکی سامانۀ می‌کاهد.

۴-۲-۴-۴ لبۀ تیغۀ^۲

یک تیغۀ مسطح و هموار است که در نزدیکی سطح آزمونۀ به موازات سطح آزمونۀ و محور زاویه‌سنج قرار گرفته و با محدود کردن سطح تحت تابش آزمونۀ، پراکندگی مزاحم را کاهش می‌دهد. این تیغۀ برای آزمونۀ-های مسطح و مسطح مورد استفاده قرار می‌گیرد و عملکردی مشابه با دريچه‌های واگرا و ضدپراکندگی دارد.

۴-۲-۴-۵ دريچه ورودی

این دريچه‌ها بر سر راه پرتوی ورودی به آشکارساز (روبروی آشکارساز و یا تک‌فام‌ساز) قرار گرفته و تابش دیده‌شده توسط آشکارساز را محدود می‌نمایند. برای هندسۀ براگ-برنتانو، دريچه دریافت‌کننده در مدار فوکوس^۳ قرار می‌گیرد و به همین سبب به آن دريچه فوکوس نیز گفته می‌شود. اندازه این دريچه عاملی مهم در تعیین قدرت تفکیک زاویه‌ای دستگاه است و در مقابل تک‌فام‌ساز قرار می‌گیرد.

۴-۲-۴-۶ دريچه آشکارساز^۴

این دريچه در مسیر پرتو پراش‌یافته از آزمونۀ قرار گرفته و با جلوگیری از ورود تابش‌های مزاحم، سایر پرتوها را به آشکارساز می‌فرستد. این دريچه عملکردی شبیه دريچه ورودی دارد. در صورت وجود تک‌فام‌ساز در مسیر راه پرتو پراش‌یافته، دريچه آشکارساز را می‌توان بين تک‌فام‌ساز و آشکارساز قرار داد. اغلب دريچه ورودی به عنوان دريچه آشکارساز عمل می‌کند.

1- Equatorial divergence

2- Knife edge

3- Focusing circle

4- Detector slit

۴-۲-۵ هم راستاسازها

وسیله‌ای است که برای کاهش واگرایی یا همگرایی پرتو ایکس استفاده می‌شود.

برای مثال دریچه^۱ یک‌سوکننده^۱، کلیماتوری با صفحات چندگانه که واگرایی پرتو را به یک مسیر کاهش می‌دهد.

۴-۲-۶ آشکارسازها

آشکارسازها وسیله‌ای برای ثبت تابش حاصل از ذراتی مانند الکترون‌ها و نوترون‌ها و یا تابش حاصل از فوتون‌های الکترومغناطیسی هستند. آشکارسازها ممکن است فیلم عکاسی معمولی، شمارنده‌های یونیزاسیون گازی^۲، آشکارسازهای حالت جامد و یا صفحات فلورتاب باشند.

۴-۲-۷ زاویه‌سنج

زاویه‌سنج بخش الکتریکی و مکانیکی پراش‌سنج است که کنترل موقعیت اجزای سازنده دستگاه نسبت به آزمونه را بر عهده دارد. صفحه‌ای که شامل مرکز منبع تابش، سطح آزمونه و آشکارساز است، صفحه پراش نام دارد. به این صفحه، صفحه افقی نیز می‌گویند. جهت عمود بر این صفحه و موازی با محور زاویه‌سنج، جهت محوری نام دارد. برای اندازه‌گیری اکثر پودرها، سطح مسطح آزمونه باید عمود بر سطح افقی به نحوی قرار گیرد که شامل محور زاویه‌سنج نیز شود.

بیشتر پراش‌سنج‌ها با استفاده از جهت‌گیری و حرکت محور زاویه‌سنج آن‌ها تقسیم‌بندی می‌شوند:

– افقی^۳: دایره زاویه‌سنج زاویه‌سنج افقی و محور زاویه‌سنج عمودی است.

– عمودی^۴: دایره زاویه‌سنج عمودی و محور زاویه‌سنج افقی است.

تقسیم‌بندی دیگری از پراش‌سنج‌ها نیز بر اساس نحوه عملکرد محوری زاویه‌سنج شان انجام می‌شود:

– $\theta - 2\theta$ منبع ثابت و سرعت دوران آشکارساز دو برابر آزمونه است.

– $\theta - \theta$ آزمونه ثابت و سرعت دوران آشکارساز و منبع برابر است.

1- Soller slit
2- Gas ionization counter
3- Horizontal
4- Vertical

۴-۲-۸ محل قرارگیری آزمون

آزمون بر روی پایه درون دستگاه قرار می‌گیرد. از آنجا که آشکارسازها معمولاً بر اساس آزمون‌های مسطح و یا میله‌ای شکل طراحی می‌شوند، لذا شکل آزمون‌ها باید تا حد امکان به یکی از دو شکل زیر نزدیک باشد.

۴-۲-۸-۱ آزمون‌هایی با شکل ظاهری میله‌ای (فیبری، لوله موئین)

محور این آزمون‌ها باید با محور زاویه‌سنج هم‌راستا باشد. آزمون نباید هم‌زمان با روبش 2θ حرکتی داشته باشد ولی گاهی برای بهبود اتفاقی بودن جهت‌گیری بلوری، آنرا حول محور خود دوران می‌دهند. میزان و تعداد این دوران‌ها باید برای هر نقطه زمان‌بندی مشخص و کنترل شده باشد تا موجب مخدوش شدن شدت پراش و غیرواقعی شدن اطلاعات حاصل از آن نشود.

۴-۲-۸-۲ آزمون‌های مسطح

اکثر آزمون‌های مسطح باید مانع شده باشند، چراکه لازم است محور زاویه‌سنج بر روی سطح آن‌ها باشد. علاوه بر جابجایی $\theta - 2\theta$ هندسه براگ-برنتانو، برخی انواع دیگر از تحلیل‌ها مانند تنش و بافت ترجیحی به دوران‌های زیر احتیاج دارند:

الف- زاویه امگا (ω): زاویه بین پرتوی برخوردی و سطح آزمون است. اغلب با زاویه θ یعنی نصف زاویه پراش منطبق است ($\omega = \theta$) اما تحت شرایطی ممکن است با آن یکسان نباشد. به‌طور مثال اگر لازم باشد که عمق بررسی شده آزمون در زوایای پراش گوناگون، ثابت بماند و یا از آشکارسازهای حساس به موقعیت یک و یا دوبعدی استفاده شود، این شرایط برقرار نیست.

ب- زاویه فی (Φ): زاویه‌ای است که برای تعیین موقعیت آزمون مسطح بر روی صفحه آزمون، به‌وسیله چرخش استفاده می‌شود. دورانی با سرعت حدود یک دور به ازای هر گام جمع‌آوری داده^۱ به منظور بهبود آماری تعداد بلورک‌های مورد بررسی استفاده می‌شود.

پ- زاویه چی (χ): این زاویه برای تعیین جهت‌گیری آزمون حول صفحه افقی و عمود بر محور زاویه‌سنج استفاده می‌شود.

1- Data collection step

زوایای امگا و چی که به آن سای نیز گفته می‌شود، بر اساس هندسه زاویه‌سنج تعیین می‌شوند. این زوایا در اندازه‌گیری بافت ترجیحی و نیز تنش پسماند کاربرد دارند.

برای آزمون‌هایی که سطح ناهموار یا خمیده دارند، پراش‌سنج‌های با آرایش پرتوی موازی، عملکرد مناسبی دارند. در این نوع پراش‌سنج‌ها موقعیت سطح آزمون نسبت به محور زاویه‌سنج اهمیت چندانی ندارد.

۴-۲-۸-۳ پایه آزمون

پایه، ابزاری جهت استقرار آزمون و قرار گرفتن آن در دستگاه است. سطح آن می‌تواند باز و در معرض اتمسفر محیط و یا می‌تواند به گونه‌ای باشد که امکان گرمایش، سرمایش و یا اعمال فشار مناسب به آزمون به منظور تحلیل را فراهم نماید. صرف نظر از نوع استقرار، آزمون باید در داخل نگهدارنده قرار گرفته و مانت شود. سپس در محل مناسب بر روی پایه قرار داده شود.

۴-۲-۸-۴ شرایط ابعادی و موقعیت (اندازه آزمون)

ابعاد همه آزمون‌ها باید به اندازه‌ای باشد که تمام پرتو ایکس تابیده شده با آن تلاقی نماید. در غیر این صورت پراش کمتری اتفاق افتاده، شدت پیک‌ها کم شده و به دنبال آن نیز اندازه‌گیری با دشواری و خطا مواجه خواهد شد. سطحی از آزمون که مورد تابش پرتو ایکس قرار می‌گیرد از رابطه ۲ محاسبه می‌شود.

(۲)

$$L = \frac{R\alpha}{\sin \theta}$$

که در این رابطه، L طول بخشی از آزمون است که پرتو ایکس به آن می‌تابد، R شعاع زاویه‌سنج^۱ (بر حسب میلیمتر)، α زاویه واگرایی پرتو (بر حسب رادیان) و θ نیز نصف زاویه پراش (بر حسب درجه یا رادیان) می‌باشند.

در دستگاه‌های دارای دریچه‌های ثابت در زوایای پایین 2θ پرتو ایکس خارج از سطح آزمون نیز تابیده می‌شود. برای اصلاح این مشکل می‌توان از دریچه ثابت کوچکتر استفاده کرد.

1- Goniometer radius

در صورتی که حجم نمونه پودری کم باشد، با آماده‌سازی آزمون به شکل یک لایه نازک با سطحی بزرگ تر در برابر پرتو ایکس می‌توان شدت پرتو را افزایش داد.

وقتی آزمون‌هایی با میرایی^۱ کم توسط پراش‌سنج‌های انعکاسی بررسی می‌شوند، باید توجه داشت که در زوایای پایین پراش، پرتوهای ایکس پراش‌یافته و برخوردی مسافت قابل توجهی را تقریباً موازی با سطح آزمون طی می‌کنند. بنابراین، اندازه بهینه عرضی آزمون باید به‌طور قابل توجهی بزرگتر از سطح برخورد پرتو پرتو ایکس فرودی با سطح آزمون آزمایش باشد.

۲-۸-۴-۱ تاثیر جا به جایی آزمون

اگر سطح آزمون نسبت به محور چرخش 2θ در زاویه‌سنج براگ- برنتانو (به‌طور عمودی) جابجا شود، موجب جابجایی زاویه‌ای پیک بر حسب رادیان در الگوی پراش می‌شود. البته در حین انجام آزمون، جابجایی‌های کمتر از ۲۰ میکرومتر آزمون غیرقابل اجتناب هستند. به‌عنوان مثال، با زاویه‌سنجی با شعاع ۲۰۰ میلی‌متر، این انحراف منجر به خطای زاویه‌ای حداکثر $(2\theta) 0.1\%$ می‌شود. استفاده از یک استاندارد ملی مناسب می‌تواند شناسایی و اصلاح این اثر را همزمان با اثر شفافیت آزمون امکان‌پذیر می‌سازد.

۴-۲-۸-۴-۲ اثر شفافیت و ضخامت آزمون

در روش پرتو ایکس انعکاسی، بهتر است ضخامت آزمون به اندازه‌ای زیاد باشد تا پراش از پشت آزمون ناچیز شود. برای تضمین اینکه شدت پراش حداقل ۹۹/۹٪ از حداکثر شدت قابل دستیابی است باید ضخامت آزمون را افزایش داد.

برای مواد با میرایی اندک (مانند مواد آلی)، بخش زیادی از پراش از سطح زیرین اتفاق می‌افتد که این موجب جابجایی و تغییر در شکل و پهنای پیک‌ها می‌شود. این پدیده که به آن «اثر شفافیت» گفته می‌شود، در مواد ضخیم با میرایی کم، شدیدتر است. لذا با استفاده از آزمون‌های نازک می‌توان به اندازه‌گیری دقیق و الگوی پراش مناسبی برای این نوع آزمون‌ها دست یافت.

1- Attenuations
2- Transparency effect

توصیه می‌شود از یک آزمون زیرلایه بدون پراش (که نگهدارنده با زمینه ضعیف نیز نامیده می‌شود) استفاده شود؛ برای مثال برشی از یک صفحه ورقه سیلیکونی تک بلور که موازی با صفحات هم‌خانواده {۵۱۰} برش خورده است. در مورد آزمون‌های نازک با میرایی ضعیف، میتوان از پراش سنج با آرایش هندسه انعکاسی یا عبوری استفاده کرد. سنجش دقیق موقعیت پیک در آزمون‌های ضخیم با میرایی پایین، ترجیحاً با استفاده از پراش‌سنج‌هایی با اپتیک پرتو موازی انجام می‌شوند. این عمل کمک می‌کند تا اثرات ناشی از ضخامت آزمون کاهش یابد.

۴-۲-۹ سامانه جمع‌آوری اطلاعات^۱

این سامانه داده‌های پرتو ایکس به دست آمده از آشکارساز را به همراه داده‌های مرتبط با موقعیت یا جهت آزمون، منبع پرتو ایکس و آشکارساز را جمع‌آوری می‌کند. سامانه جمع‌آوری اطلاعات، این داده‌ها را به قالب لازم برای فایل‌های سامانه ارزیابی/پردازش داده تبدیل می‌کند.

1- Data collection system

جدول ۱- مشخصات دستگاهی که باید توسط کاربر رعایت شود

مشخصات مورد نیاز	جزء دستگاهی
مانند براگ برنتو، سیمن بولین و ..	نوع زاویه سنج
نوع منبع مانند منبع آب بند شده، آند چرخان، سینکوترون و غیره جنس آند شکل و ابعاد؛ معمولا طول و عرض مقطع ساطع کننده پرتوی ایکس شکل ظاهری منبع پرتوی ایکس زاویه برخورد پرتوی ایکس از آند	منبع پرتو ایکس
نوع زاویه سنج تعداد و جهات محورهای زاویه سنج شعاع دایره زاویه سنج فاصله میان منبع ظاهری از مرکز زاویه سنج فاصله میان مرکز زاویه سنج تا آشکارساز و یا دریچه های دریافت کننده	زاویه سنج
موقعیت آن نسبت به پرتوهای مربوطه نوع فوکوس و فاصله کانونی فیلترهای استفاده شده، موقعیت ها، مواد و ضخامت نوع فیلترهای الکترونیکی طول موج نامی و یا بازه طول موج های مورد استفاده	تک فام ساز
نوع آینه ها، موقعیت، انحنای فواصل کانونی نوع و چینش دستگاه های تک فام ساز نوری	آینه های چندلایه
نوع، موقعیت، اندازه، شکل و جهت گیری اگر با مقادیر استاندارد متفاوت باشد	دریچه ها و جمع کننده ها
موقعیت، وقتی با استاندارد تفاوت داشته باشد	اپتیک های موبرگی
نوع آشکارساز پنجره تفکیک انرژی پنجره زاویه ای PSD نوع فیلتر الکترونیکی، زمان اصلاح مرده، پنجره انرژی یا طول موج	سامانه های آشکارسازی
نوع و موقعیت حرکت ابعاد نگهدارنده نمونه محیط نمونه (برای مثال دما و فشار گاز اعمالی)	پایه نمونه

۵ آماده‌سازی با توجه به نوع آزمون

عملیات انجام شده روی آزمون و آماده‌سازی آن باید با ماهیت آزمون و نوع تحلیل مطابقت داشته باشد تا کیفیت داده‌هایی که از آزمون جمع‌آوری می‌شوند بهینه شوند

۱-۵ آزمون‌های توده^۱

سطح آزمون‌ها باید تا حد امکان برای انجام آزمون پراش پرتو ایکس صاف باشد. زبری و ناهمواری سطح موجب کاهش شدت پیک‌ها، پهن شدگی و جابجایی آن‌ها می‌شود. لذا قبل از انجام آزمون باید آزمون‌ها را به صورت مکانیکی، الکترولیتی و یا شیمیایی پرداخت^۲ کرد. البته با توجه به اینکه پرداخت مکانیکی امکان ایجاد کرنش سختی و یا تغییر فاز در آزمون را فراهم می‌کند، استفاده از روش‌های پرداخت شیمیایی و الکتروشیمیایی بیشتر توصیه می‌شوند. آزمون‌های توده یا به طور مستقیم و یا به کمک یک نگهدارنده آزمون روی پایه دستگاه قرار می‌گیرند.

به ویژه در بررسی‌های بافت ترجیحی^۳ و تحلیل تنش سطوح، باید مراقب بود که سطح آزمون کاملاً عمود بر محور دوران زاویه‌سنج قرار گیرد. علاوه بر تمام ملاحظات فوق، باید اطمینان حاصل شود که آزمون در عمق خود ناهمگن نباشد. علاوه بر این ملاحظات، باید اطمینان حاصل شود که آزمون در حجم مورد بررسی ناهمگن نباشد.

در هندسه براگ- برنتانو، علاوه بر اینکه سطح آزمون باید نسبت به محور زاویه‌سنج تنظیم باشد، باید به طور متقارن (با فاصله برابر) بین پرتو برخوردی و پراش یافته قرار گیرد.

۲-۵ آزمون‌های پودری

ممکن است در ابعاد میکروسکوپی یا حتی ماکروسکوپی آزمون‌های پودری چندفازی، ناهمگنی زیادی در توزیع فازی مشاهده شود. در این موارد باید با استفاده از روش‌های همگن‌سازی مناسب (روش‌های جامع در راهنمای BCR آمده است)، پودر را همگن کرد تا الگوی پراش به دست آمده نتایج واقعی‌تری از ساختار را ارائه کند.

1- Bulk
2- Polish
3- Preferred texture

یادآوری - BCR به عنوان یک راهنمای استاندارد در آماده‌سازی نمونه‌ها مورد استفاده قرار می‌گیرد.

آسیا و الک کردن^۱ پودرها می‌تواند موجب همگن شدن ساختار، افزایش تعداد بلورک‌ها و همچنین جلوگیری از کلوخه‌ای شدن آن‌ها شود. تعداد بلورهای موجود در پودر آزمون باید به قدری باشد که نتایج به دست آمده «تجدیدپذیری^۲» کافی را داشته باشند. متوسط انحراف نسبی شدت پیک‌ها در اثر تکرار آزمون با استفاده از رابطه ۱۱ به دست می‌آید.

(۳)

$$U_m = 60 \sqrt{(\mu l^3)}$$

که در آن ρ چگالی، μ ضریب میرایی و l اندازه ذره بر حسب سانتیمتر است.

مقادیر U_m بالاتر از ۱۰٪، معمولاً نشانه بزرگ بودن بلورها است. این مقدار برای تشخیص نوع فازها مناسب است ولی برای افزایش دقت در اندازه‌گیری‌های ابعادی و کمی، باید به مقادیر کمتر از ۲٪ رسید. لذا باید اندازه ذرات پودری تا حد امکان کم (زیر ۱۰ میکرومتر) باشند. البته آسیاکاری بیش از حد و کاهش اندازه ذرات به زیر ۰/۵ میکرومتر ممکن است موجب پهن شدن پیک‌ها و تغییرات قابل توجه در خواص و ویژگی ذرات شوند. مهمترین این تغییرات عبارتند از:

- آلودگی نمونه با ذرات ساینده آسیا (مانند هاون، دسته هاون و گوی‌ها)؛
- امکان بی‌شکل شدن جزئی در ناحیه نزدیک به سطح ذرات آزمون؛
- امکان تغییر به یک حالت بلوری چندشکلی^۳ متفاوت؛
- امکان شکستن برخی از پیوندهای شیمیایی (مانند از دست دادن پیوند ساختاری H_2O و CO_2)؛
- امکان ایجاد تغییر شکل در شبکه بلوری؛
- امکان وقوع واکنش‌های حالت جامد.

1- Milling and sieving

2- Reproducibility

3- Polymorphic

لذا نوع و شدت آسیاکاری با توجه به سختی ماده و هدف آزمون (تشخیص فاز، تحلیل کمی، تعیین پارامتر شبکه و غیره) تعیین می‌شود.

گاهی الک و ته‌نشین کردن نمونه‌های تعلیق‌های، آزمون‌ها نیز روشی موثر و تکمیلی برای رساندن اندازه پودر به حد مناسب است که معمولاً به همراه عملیات آسیاکاری انجام می‌شود. هنگام الک کردن آزمون‌های چندفازی باید بسیار دقت کرد زیرا خطر تغییر ترکیب مخلوط اولیه بسیار بالاست. لازم به ذکر است در صورت نیاز به این مخلوط، باید از این روش استفاده شود و شخص باید از ریسک کار آگاه باشد.

۵-۲-۱ آماده‌سازی مخلوط چند پودر

گاهی لازم است که مخلوطی از چند پودر متفاوت مورد آزمون قرار گیرد. برای آماده کردن چنین مخلوطی، باید مراحل زیر انجام شود:

- توزیع اندازه ذرات در هر پودر باید مشخص باشد.
- اگر توزیع اندازه ذرات پودری بزرگ‌تر بود، باید قبل از اختلاط، اندازه آن را کوچک کرد.
- اختلاط دو پودر باید به‌طور همگن و به گونه‌ای صورت گیرد که کلوخه‌ای شدن اتفاق نیفتد.
- در همه مراحل آماده‌سازی باید از جدایش دوباره^۱ پودرها جلوگیری کرد.
- توصیه می‌شود همگنی پودرها با میکروسکوپ نوری یا الکترونی بررسی شود.

۵-۲-۲ مانع کردن آزمون‌های پودری

برای پراش‌سنج‌هایی که در هندسه انعکاسی^۲ کار می‌کنند، سه حالت استاندارد برای مانع کردن آزمون‌ها وجود دارد که در آن‌ها پودر به ترتیب از «روبرو»، «پشت» و «کنار» سطحی که در معرض تابش پرتو قرار می‌گیرد، از مجرای ورودی به نگهدارنده آزمون وارد می‌شود. در روش اول احتمال جهت‌گیری ترجیحی پودرها بیشتر از دو روش دیگر است.

1- Re-segregation
2- Reflected geometry

برای پراش‌سنج‌های دارای هندسه عبوری^۱ نیز دو حالت استاندارد مانع وجود دارد. حالت «لوله موئین^۲» (یا آزمونه‌های استوانه‌ای) که در آن پودر درون یک محفظه استوانه‌ای باریک از جنس شیشه پُر می‌شود. حالت دیگر «آزمونه‌های مسطح» است که بر اساس آن، پودر بین دو صفحه قرار گرفته و فشرده می‌شود.

روش لوله موئین روشی بسیار موثر است چراکه از جهت‌گیری ترجیحی ذرات جلوگیری کرده و حداقل میزان مانع متراکم شده^۳ را دارد.

آزمونه‌هایی که جهت‌گیری ترجیحی شدیدی دارند را معمولاً با ذراتی پودری با شکل کروی رقیق کرده و یا داخل یک ماده با گرانبوی بالا معلق می‌کنند تا اثر جهت‌گیری ترجیحی آن‌ها کم شود. مواد پودری مورد استفاده جهت رقیق‌سازی می‌توانند بلوری یا بی‌شکل (مانند پودر شیشه، ژلاتین، نشاسته و غیره) باشند. رایج‌ترین مواد ویسکوز مورد استفاده نیز گریس و وازلین هستند.

برای انجام آزمون بر روی آزمونه‌های با مقادیر کم، ابتدا آزمونه درون نگهدارنده‌های مناسب قرار داده می‌شود. جنس نگهدارنده می‌تواند از مواد معمول مورد استفاده در تولید نگهدارنده‌ها باشد. ولی ترجیحاً باید از تک‌بلورهای سیلیسیم و کوارتز برش داده شده در جهت بدون پراش^۴ ($\{510\}$ برای سیلیکون) استفاده کرد. در صورت نیاز می‌توان از گریس، نفت و یا ژل بی‌شکل نیز استفاده کرد.

۵-۳ آزمونه‌های فعال و شرایط غیرمحیطی

اگر آزمونه با هوای محیط واکنش دهد، باید آنرا درون یک محفظه در بسته^۵ تحت گاز بی‌اثر مانع کرد. همچنین می‌توان سطح آزمونه را با یک پوشش شفاف (که پرتو ایکس را به‌طور کامل از خود عبور می‌دهد) محافظت کرد. مواد بسیار فعال را نیز می‌توان تحت خلاء یا گاز بی‌اثر درون لوله موئین شیشه‌ای ذوبی^۶ مانع کرد که در این شرایط، باید آزمون را در حالت عبوری انجام داد.

1- Transition geometry
2- Capillary
3- Densely packed mounts
4- Non-diffracting orientations
5- Glove box
6- Fused glass capillaries

۶ جمع آوری داده‌ها

روش جمع‌آوری داده براساس روش کار و نوع آزمون مورد آزمایش تعیین می‌شود. پس‌زمینه الگوی پراش^۱ از پراکندگی کشسان و غیرکشسان ناشی از اندرکنش پرتو و آزمون تشکیل می‌شود. پراکندگی غیرکشسان مانند فلورتابی را می‌توان با انتخاب دقیق طول موج منبع پرتو و یا با استفاده از تک‌فام‌ساز در مسیر پرتوی پراش یافته، کاهش داد. برای جلوگیری از پراکندگی کشسانی مانند پراش ناشی از هوا^۲، می‌توان از دریچه‌های ضدپراکندگی^۳ استفاده کرد. اگر از فیلتر $K\beta$ استفاده شود، به دلیل رخ دادن لبه جذب در ناحیه زاویه پایین هر پیک، اعوجاج شدید در پس‌زمینه رخ می‌دهد. این اتفاق موجب خطا در خواندن شدت و برازش^۴ نمودار می‌شود. برای افزایش شدت پیک می‌توان پرتو را به سطح زیادی از آزمون تاباند و یا از نگهدارنده‌های گردان استفاده کرد.

برای کاهش اثر تعداد محدود بلورک‌ها یا ایجاد جهتگیری ترجیحی کمتر می‌توان از آشکارسازهای حساس به موقعیت (PSD)^۵ تک بعدی یا دو بعدی استفاده کرد. این آشکارسازها می‌توانند داده‌ها را از چندین مخروط دبابی-شرر جمع‌آوری کرده و آن‌ها را ادغام نمایند. برای اندازه‌گیری آن دسته از نمونه‌های توده‌ای که نمی‌توان خواص بلوری ذاتی آن‌ها را تغییر داد، روش چرخش آزمون حول محور خود و استفاده از آشکارسازهای PSD بسیار پرکاربرد است.

۶-۱ محدوده زاویه‌ای و حالت جمع‌آوری داده‌ها

برای تحلیل کیفی آزمون‌های ناشناخته باید از محدوده زاویه متناسب با بیشترین d قابل دسترس تا کمترین d ($1/5$ آنگستروم) استفاده کرد. محدوده 2θ و اندازه گام $\Delta 2\theta$ با توجه به نوع تحلیل و آزمون و بر اساس زمان هر گام انتخاب می‌شوند. پیشنهاد می‌شود که فاصله هر گام به گونه‌ای انتخاب شود که داده‌ها حداقل ۵ تا ۱۰ نقطه را بالای نصف حداکثر شدت پیک پراش ارائه دهد.

1- Background
 2- Air scattering
 3- Anti scatter slit
 4- Fitting
 5- Position Sensitive Detectors (PSD)

۲-۶ جستجوی پیک

جستجوی پیک‌ها در داده‌های پراش فهرستی از پارامترهای مهم (مانند موقعیت 2θ هر پیک، شدت بیشینه I_{max})، پهنای پیک در نصف شدت بیشینه (FWHM) و غیره) را در هر دو دسته خطوط مجزا و دارای همپوشانی موجود در الگوی پراش ارائه می‌کند. هرچه همپوشانی پیک‌ها افزایش یابد، دقت اندازه‌گیری کمتر می‌شود. برای داده‌های رقمی، می‌توان از برنامه‌های جستجوی پیک دستی و رایانه‌ای استفاده کرد. این برنامه‌ها معمولاً شامل ترکیبی از عملگرهای ریاضی (مانند تفرق پس‌زمینه، حذف جزء $K\alpha_2$ ، تفاضل سیگنال، برازش انحنای موضعی) و استفاده از توابع توابع تحلیلی برای مشخص کردن پارامترهای پرفیل خطوط پراش است.

۳-۶ شناسایی فاز

شناسایی فاز معمولاً بر اساس تطابق چشمی یا به کمک رایانه پیک‌های آزمونه مجهول با اطلاعات شدت پراش محاسبه‌شده و یا شدت الگوی پراش حاصل از آزمون یک ماده مرجع انجام می‌شود. در بیشتر موارد، این روش امکان تطابق فاصله بین صفحه‌ای و همچنین شدت نسبی را فراهم می‌سازد.

اطلاعات شدت نسبی پراش بر حسب اندازه فاصله بین صفحات بلوری (d-I) مواد مرجع در بانک‌های اطلاعاتی رایج روش XRD، مانند فایل پراش پودری PDF^۱ و ICDD^۲ قابل دسترسی می‌باشند که سالیانه به روزرسانی می‌شود. این تطابق وقتی دقیق‌تر می‌شود که اطلاعاتی راجع به ترکیب شیمیایی و تصاویر میکروسکوپی آزمونه نیز در دسترس باشد. حد تشخیص برای شناسایی فاز، شدیداً وابسته به درجه بلورینگی^۳ و مقدار وزنی آزمونه است. حد تشخیص در بهترین حالات ۰/۱ تا ۱ درصد جرمی است که در بدترین حالات به ۱۰٪ می‌رسد.

۴-۶ تحلیل فاز کمی

اگر نمونه‌ای که باید مورد آزمون قرار گیرد، ترکیبی از دو یا چند فاز ناشناخته باشد، نوع و کسر حجمی یا جرمی حداقل یکی از فازهای بلوری موجود در آزمونه را می‌توان تعیین کرد. روش تحلیل کمی فازها بر

1- Powder diffraction file (pdf)
2- International center for diffraction data
3- Crystallinity

اساس شدت انتگرالی نسبی پیک‌های مربوط به فازهای گوناگون موجود در نمونه است. اگرچه گاهی از ارتفاع پیک نیز برای این منظور استفاده می‌شود. این شدت‌ها را می‌توان با مقادیر متناظر با نمونه کالیبراسیون نیز مقایسه کرد. در این شرایط نمونه کالیبراسیون باید تک‌فاز و یا مخلوطی از چند فاز مشخص باشد.

همچنین می‌توان از سایر روش‌ها نیز برای تحلیل فاز کمی استفاده کرد. مهمترین این روش‌ها عبارتند از:

- روش استاندارد خارجی؛
- روش استاندارد داخلی (افزودن مقدار مشخصی از یک فاز بلوری به نمونه اصلی)؛
- روش میخکوب کردن یا افزایش استاندارد (افزودن مقدار مشخصی از یک فاز بلوری موجود در نمونه اصلی به آن) و

۵-۶ تخمین میزان فاز بلوری و بی‌شکل موجود در نمونه

برای تخمین کسر فازهای بی‌شکل و بلوری موجود در نمونه، می‌توان از روش‌های گوناگونی استفاده کرد.

- کسر بلوری را می‌توان با کمی‌سازی جداگانه فازهای بلوری با استفاده از مواد استاندارد مناسب انجام داد. سپس فاز غیربلوری (بی‌شکل) را می‌توان از تفاضل نمونه از کسر فازهای بلوری به دست آورد.
- زمانی که فاز بلوری و بی‌شکل از نظر ترکیب شیمیایی یکسان هستند، نسبت شدت انتگرالی خطوط پراش فاز بلوری به شدت انتگرالی خطوط پراش بی‌شکل، را می‌توان معیاری برای تعیین بلورینگی در نظر گرفت.

۶-۶ تحلیل اندازه بلورک و میکروکرنش

اگر پهن‌شدگی خطوط پراش (که با $\sin \theta / \lambda$ یا $\sin \theta$ بیان می‌شود) به n وابسته بود، میکروکرنش در ساختار وجود دارد. چگالی عیوب و همچنین انرژی الاستیک ذخیره‌شده در نمونه را می‌توان محاسبه کرد.

اگر پهن‌شدگی خط پراش به مرتبه خطوط الگوی پراش وابسته نباشد، می‌توان آن را تنها ناشی از اثر اندازه بلورک دانست. در این حالت بلورک‌هایی با اندازه بیش از ۱۰۰ نانومتر را می‌توان اندازه‌گیری کرد.

اما اگر پهن‌شدگی خط پراش، وابسته به مرتبه خطوط الگوی پراش باشد، چگالی عیوب (مانند نابجایی‌ها و ذرات محلول جامد موجود در نمونه) و انرژی کشسان ذخیره شده در نمونه را می‌توان اندازه‌گیری و کمی‌سازی کرد.

۷ انطباق محوری و روش کالیبراسیون

اولین گام برای انجام یک روش آزمون، کالیبراسیون تجهیزات و انطباق محوری دستگاه‌های مورد استفاده در آن روش آزمون است. این مرحله در آزمون XRD با انجام انطباق محوری دستگاه صورت می‌گیرد. بعد از این مرحله نیز آزمون‌هایی جهت مقایسه نتایج حاصل برای نمونه‌ها با نمونه‌های مرجع انجام شده و سپس مرحله نهایی و تکمیلی کالیبراسیون با توجه برخی پارامترهای حاصل از نتایج XRD انجام می‌شود.

برای انجام آزمون XRD باید انطباق محوری مطابق شرایط استاندارد ذکر شده در استاندارد BSI EN 13925-3 انجام شود.

۷-۱ انطباق محوری در پراش‌سنج‌های براگ-برنتانو

موارد زیر حداقل شرایط لازم را برای انجام قبل از آزمایش XRD با هندسه براگ-برنتانو مشخص می‌نماید.

- شعاع زاویه‌سنج را به دست آورده و موقعیت دریچه دریافت‌کننده را تنظیم نمایید.
- پرتوی برخوردی با محور زاویه‌سنج را هم‌مرکز نمایید.
- موازی بودن منبع، سیستم دریچه و سطح نمونه را با محور زاویه‌سنج بررسی نمایید.
- دریچه یک‌سوکننده^۱ را تنظیم نمایید.
- نقاط صفر را برای دایره‌های ω یا θ و 2θ تنظیم نمایید.

هرگونه عدم انطباق محوری در تجهیزات XRD موجب ایجاد خطای دستگاهی، کاهش صحت و نیز کاهش تکرارپذیری اندازه‌گیری می‌شود. برای این منظور باید انطباق محوری زاویه‌سنج با منبع، نمونه و نگهدارنده، آشکارساز و غیره بررسی شود. کالیبراسیون دستگاهی باید توسط یک ماده کالیبره‌کننده مناسب (مانند SRM 1976) انجام شده و انطباق محوری با بررسی الگوی پراش حاصل از آن تایید شود.

عدم وجود تطابق محوری دستگاهی موجب ایجاد تغییرات مقارنی در شدت پیک و به تبع آن اندازه‌گیری می‌شود. تطابق محوری مناسب از موارد زیر قابل تشخیص است:

- مکان مناسب پیک‌ها؛

1- Soller Slit

- شدت مناسب پیک‌ها؛
- شدت مناسب پیک‌ها نسبت به همدیگر؛
- قدرت تفکیک مناسب پیک‌ها.

مکان پیک مناسب (Cu Ka) $2\theta = 0.01^\circ$ است. به طور مثال این مقدار برای کوارتز (Cu Ka) $2\theta = 26.64^\circ$ است. شدت مناسب پیک علاوه بر انطباق محوری به جنبه‌های دیگر آزمون بستگی دارد لذا بررسی انطباق محوری بصورت تجربی انجام می‌پذیرد. به طور مثال برای صفحات (۱۰۱) کوارتز، شدت ۱۰۰۰ بر ثانیه بر میلی‌آمپر مقدار قابل قبولی به نظر می‌رسد. مقدار شدت پیک نسبی مناسب نیز ۵٪ مقدار اسمی آن است. قدرت تفکیک پیک مناسب نیز به طور تجربی قابل تشخیص است. به طوریکه اگر در بررسی کوارتز، پیک-های $(122)\alpha_1$ ، $(122)\alpha_2$ ، $(203)\alpha_1$ ، $(203)\alpha_2$ ، $(301)\alpha_1$ و $(302)\alpha_2$ که در (Cu Ka) $2\theta = 68^\circ$ ظاهر می‌شوند به خوبی قابل تشخیص باشند، قدرت تفکیک پیک‌ها مناسب است.

طبق استاندارد ASTM C1365، روش آزمون استاندارد ارایه شده برای آنالیز XRD شامل موارد زیر می‌شود:

- آماده‌سازی نمونه
- جمع‌آوری اطلاعات و تعیین فاز
- استانداردسازی

نمونه‌ها باید جهتگیری ترجیحی نداشته باشند، حجمی از نمونه که تحت تابش قرار گرفته است باید ثابت بوده و مستقل از زاویه تابش باشد، اثرات پلاریزاسیون تک‌فام‌ساز باید اصلاح شوند، شدت پیک یکپارچه مورد استفاده قرار گیرد و زاویه‌سنج انطباق محوری کامل داشته باشد.

برای استانداردسازی، استفاده از فازهای استاندارد با نسبت مشخص فازی/جرمی الزامی است. این موارد معمولاً با استفاده از CRMها محقق می‌شود. به طور مثال در استاندارد ASTM C1365، ارزیابی صحت نتایج حاصل از روش آزمون XRD با سه SRM (مربوط به صنعت سیمان) انجام می‌شود. نتایج حاصل از آنالیز کمی با ضریب اطمینان ۹۵٪ و ۲، ۳ و ۴ بار تکرار نتایج در جدول شماره ۲ و انحراف از معیارهای درون آزمایشگاهی و بین آزمایشگاهی حاصل از آن نیز در جدول ۲ نشان داده شده‌اند.

جدول ۲- بیشینه تفاوت مجاز میان مقادیر تکرار شونده (درصد سیمان) در بررسی درون آزمایشگاهی و بین آزمایشگاهی

ماده	تکرارپذیری (درون آزمایشگاهی)		بازتولیدپذیری (بین آزمایشگاهی)	
	s-within	d2s-within	s-between	d2s- between
آلیت	۰/۷۴	۲/۰۴	۲/۲۷	۶/۳۰
بلیت	۰/۶۴	۱/۷۷	۱/۴۰	۳/۸۷
آلومینات	۰/۴۷	۱/۳۱	۰/۷۹	۲/۱۹
فریت	۰/۴۹	۱/۳۶	۰/۸۹	۲/۴۷
پنکلاس	۰/۲۳	۰/۶۳	۰/۵۰	۱/۳۹
آرکانتل	۰/۲۲	۰/۶۰	۰/۳۴	۰/۹۴
جیپسیوم	۰/۲۱	۰/۵۹	۰/۵۹	۱/۶۵
باسانیت	۰/۳۹	۱/۰۸	۰/۵۸	۱/۶۰
آنهیدریت	۰/۲۷	۰/۷۴	۰/۶۴	۱/۷۷
کلسیت	۰/۹۹	۲/۷۳	۰/۵۰	۱/۵۰

جدول ۳- بیشینه مجاز تفاوت میان مقادیر میانه براساس درصد جرمی که با ضریب اطمینان ۹۵٪ برای تعداد ۲، ۳ و ۴ بار تکرار بیان شده است

فاز	۲ بار تکرار	۳ بار تکرار	۴ بار تکرار
آلیت	۰/۷۴	۲/۰۴	۲/۲۷
بلیت	۰/۶۴	۱/۷۷	۱/۴۰
آلومینات	۰/۴۷	۱/۳۱	۰/۷۹
فریت	۰/۴۹	۱/۳۶	۰/۸۹
پنکلاس	۰/۲۳	۰/۶۳	۰/۵۰
آرکانتل	۰/۲۲	۰/۶۰	۰/۳۴
جیپسیوم	۰/۲۱	۰/۵۹	۰/۵۹
باسانیت	۰/۳۹	۱/۰۸	۰/۵۸
آنهیدریت	۰/۲۷	۰/۷۴	۰/۶۴
کلسیت	۰/۹۹	۲/۷۳	۰/۵۰

مقادیر d_2 (انحراف از معیار) بر اساس استاندارد C670 و روابط ۴ و ۵ به دست می‌آیند. ۲

(۴)

$$d_{2s\text{-within}} = 1/96 \sqrt{2} S_{\text{within}}$$

(۵)

$$d_{2s\text{-between}} = 1/96 \sqrt{2} S_{\text{between}}$$

این روش آزمون برای سایر مواد نیز با استفاده از این روابط و تعیین انحراف از معیار استاندارد و یا مورد نیاز قابل استفاده است.

۸ کالیبراسیون تکمیلی

کالیبراسیون تکمیلی با استفاده از مواد مرجع تایید شده^۱ و بر اساس شیوه‌های استاندارد انجام می‌شود. شیوه استاندارد کالیبراسیون در پیوست C استاندارد BSI EN 13925-3 شرح داده شده است. با کالیبراسیون امکان ارزیابی اثرات دستگاهی روی موقعیت، پهن‌شدگی و شکل خطوط پراش فراهم می‌شود. کالیبراسیون می‌تواند مطابق با یک دستوالعمل نوشته‌شده، انجام شود. ممکن است بسته به نوع و هدف آزمون دستوالعمل کالیبراسیون متفاوت باشد.

۱-۸ روش‌های مشخصه‌یابی عملکرد دستگاهی

در این بند، روش‌های مشخصه‌یابی یک دستگاه در XRD بررسی می‌شوند. اگر هر یک از این روش‌ها برای یک ماده مرجع تاییدشده استفاده شوند، به عنوان یک شیوه کالیبراسیون به شمار می‌روند.

۱-۱-۸ موقعیت، شدت و پهنای تعدادی از پیک‌ها

صحت و/ یا پیوستگی پیک‌ها (برای مثال بیشینه پیک)، شدت (برای مثال شدت انتگرالی) و پهنای (برای مثال FWHM) را می‌توان برای تعداد مشخصی از خطوط پراش اندازه‌گیری کرد. تفاوت بین مقادیر اندازه‌گیری شده موقعیت پیک‌ها با مقادیر مرجع (به عنوان خطای مطلق) نشان از وجود خطا در محور 2θ دارد. اندازه‌گیری شدت پیک در بررسی عملکرد کلی و پایداری منبع پرتو ایکس، انطباق محوری اجزای اپتیکی و

1- Certified reference materials (CRM)

بازده آشکارساز کاربرد دارد. مقادیر پهنا نشان‌دهنده درجه تفکیک زاویه‌ای دستگاه و شرایط انطباق محوری است.

۲-۱-۸ منحنی انحراف زاویه‌ای^۱

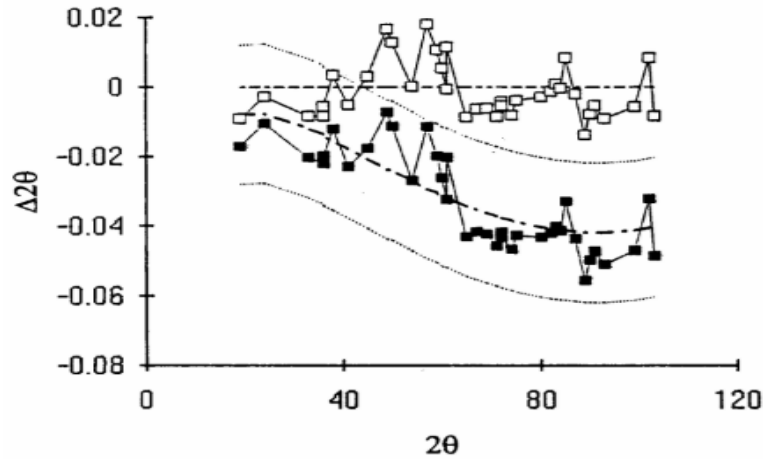
توصیه می‌شود که این روش به صورت ترکیبی با دو روش شرح داده شده در زیربندهای ۳-۱-۴ و ۴-۱-۴ مورد استفاده قرار گیرد.

منحنی انحراف زاویه‌ای یا منحنی کالیبراسیون زاویه‌ای با استفاده از الگوی پراش یک ماده مرجع (WI 00138070) در یک محدوده مشخص از زاویه و با ارزیابی میزان جابجایی باقیمانده خطوط پراش بعد از انطباق محوری به دست می‌آید. برای انطباق محوری دقیق باید تفاوت مقادیر تئوری و مشاهده شده زاویه‌ای پراش در تمام طول طیف کمتر از ۰/۰۲ درجه باشد. ممکن است این مقدار برای دستگاه‌های قدیمی‌تر بیشتر باشد. مهمترین دلایل جابجایی پیک‌ها و وابستگی آن‌ها به $2\theta^{theo}$ در جدول ۴ ارائه شده است.

جدول ۴ - مهمترین دلایل جابجایی پیک‌ها و وابستگی آن‌ها به $2\theta^{theo}$ [۲].

ردیف	منبع خطا	بزرگی خطا (انحراف از زاویه برگ)
1	خطای زاویه‌ای در $2\theta = 0$ (جابجایی صفر)	A_0
2	تغییر مکان سطح نمونه	$A_1 \cos \theta$
3	شفافیت نمونه	$A_2 \sin 2\theta$ برای نمونه‌های ضخیم بدون عبور $A_3 \cos \theta$ برای نمونه‌های نازک با شفافیت مناسب
4	نمونه مسطح	$A_4 \cot \theta$
5	انحراف محوری	$A_5 \cot 2\theta$ (دریچه یکسوکنده باریک)

1- Angular deviation curve



شکل ۱۲- مثالی از کاربرد منحنی انحراف زاویه‌ای [۲].

در نمودار شکل ۱۲، خط‌چین مقادیر تئوری $\Delta 2\theta$ ، نقطه-خط بهینه‌سازی مدل بر اساس فرمول ویلسون، مربع‌های توپر مقادیر عملی حاصل از آزمایش بر اساس روش اشاره شده در استاندارد BSI 13925-2 بند ۳-۶ و مربع‌های توخالی نیز مقادیر بهینه‌سازی شده هستند. مشاهده می‌شود که مقادیر بهینه‌شده هنوز مقداری انحراف دارند که به دلیل خطای تصادفی اندازه‌گیری است.

برای پایش عملکرد یک پراش‌سنج، دو یا چند منحنی انحراف زاویه‌ای در چند زمان‌های مختلف باید ترسیم شده و در یک نمودار واحد وارد شوند.

۸-۱-۳ پهنای خط پراش^۱

توصیه می‌شود که این روش با ترکیبی از دو روش شرح داده شده در زیربندهای ۴-۱-۲ و ۴-۱-۴ مورد استفاده قرار گیرد.

منحنی پهنای خط پراش از الگوی پراش یک ماده مرجع در محدوده زاویه‌ای مشخص و با بررسی FWHM تعداد معینی از خطوط پراش به دست آمده است. با توجه به نوع آزمون، نمودارهای مختلفی از تغییرات FWHM را می‌توان مورد استفاده قرار داد:

1- Line breadth

الف- نمودار $\tan \theta$: این نمودار در هنگام استفاده از یک ماده مرجع بدون کرنش و فاقد اثرات پهن شدگی ناشی از اندازه دانه استفاده می‌شود. همه FWHM های موجود در الگوی پراش به همراه θ مربوط به آن را می‌توان گزارش کرده و نمودار FWHM را بر حسب $\tan \theta$ رسم کرد. این نمودار در شرایطی که از یک دریچه واگرایی ثابت (fixed DS) استفاده شود تقریباً در تمام زوایای بالا بصورت خطی خواهد بود. از ترسیم این خط مقادیر A و B قابل محاسبه هستند.

(۶)

$$FWHM = A \tan \theta + B$$

A و B به تنظیمات دستگاه، دریچه‌ها و همچنین اجزاء واگراکننده پرتو بستگی دارد. برای پایش عملکرد دستگاه باید A و B را بررسی کرد و این دو مقدار نباید با گذشت زمان تغییر کنند.

ب- نمودار «IRF»: نمودار $FWHM^2(2\theta)$ تابع تفکیک‌پذیری دستگاه^۱ نام دارد و طبق رابطه زیر تعریف می‌شود:

(۷)

$$FWHM^2 = A \tan^2(\theta) + B + C \cot^2(\theta) + D \sin^2(\theta)$$

که در آن ثابت‌های A، B و C به ابعاد و هندسه دستگاهی و تابش مورد استفاده و سامانه دریچه‌ها بستگی دارند. D نیز به شفافیت آزمون ارتباط دارد. وقتی از یک ماده کالیبره‌کننده که به شدت جاذب است استفاده شود، ممکن است مقدار D به صفر میل کند.

برای پایش عملکرد دستگاه باید A، B و C و یا نمودارهای پهنای خط پراش با گذشت زمان مورد بررسی قرار داد.

1- Instrument Resolution Function (IRF)

۴-۱-۸ نمودارهای شدت

توصیه می‌شود که این روش با ترکیبی از دو روش شرح داده شده در زیربندهای ۴-۱-۳ و ۴-۱-۲ مورد استفاده قرار گیرد.

کالیبراسیون شدت از مقایسه ارتفاع نسبی پیک‌ها با آن دسته از پیک‌های محاسبه و یا گزارش شده در پایگاه داده الگوهای پراش (PDF و ICDD) انجام می‌شود. مقادیر اندازه‌گیری شده معمولاً مقادیر محاسبه شده (با استفاده از روش‌های مندرج در استاندارد مرجع [۲]) و یا مشاهده شده به‌طور مستقیم هستند. شدت‌ها بر حسب درصدی از شدت بیشینه (نرماله شده نسبت به بلندترین خط پراش معادل ۱۰۰) بیان می‌شوند. برای به دست آوردن چنین منحنی کالیبراسیون شدتی، معمولاً از کوراندوم استفاده می‌شود. اگرچه ممکن است ناهمسانگردی^۱ موجود در ساختار آن موجب ایجاد جهتگیری ترجیحی شود و استفاده از آن را برای این منظور نامناسب کند.

برای بررسی عملکرد کلی یک پراش‌سنج می‌توان شدت نسبی بر حسب زاویه 2θ را با گذشت زمان پایش کرد.

برای پایش عملکرد منبع و سامانه آشکارساز نیز معمولاً از شدت انتگرالی (نه شدت نرماله شده) قوی‌ترین خطوط پراش استفاده می‌شود.

۵-۱-۸ منحنی آنالیز شکل^۲

توصیه می‌شود که این روش به همراه یک روش دیگر مورد استفاده قرار گیرد.

اگر به دقت و صحت اندازه‌گیری بالایی نیاز باشد، بررسی عملکرد دستگاهی و سهم آن در پروفایل خطوط پراش باید قبل از اندازه‌گیری پارامتر شبکه، بافت بلوری، ماکروتنش و یا ساختار بلوری انجام شود. به این منظور استفاده از ماده مرجع کالیبراسیون بر پایه LaB_6 پیشنهاد می‌شود. سهم دستگاهی با استفاده از الگوی پراش این ماده در محدوده زاویه مشخصی استخراج می‌شود. مقدار این پارامتر در هندسه براگ-برنتانو با دریچه ثابت نسبت به 2θ خطی است. انحراف از حالت خطی می‌تواند نشانه استفاده نامناسب از دستگاه‌های

1- Anisotropy
2- Shape analysis curve

مرتبط با تعیین شرایط پرتو موجود در صفحات محوری و افقی (مانند دریچه‌های یکسوکنده و واگرا) باشد. در چنین شرایطی باید انطباق محوری دوباره بررسی شود. همچنین برای بررسی عملکرد دستگاهی پراش‌سنج می‌توان دو منحنی تحلیل شکل را در یک نمودار رسم و پایش را با توجه به آن انجام داد.

۸-۱-۶ پارامتر شبکه

این روش فقط برای بررسی صحت عملکرد زاویه‌ای دستگاه کاربرد دارد و باید با یکی از روش‌های اشاره شده در زیربند ۴-۱ ترکیب شود. در این روش نیز تغییرات پارامتر شبکه محاسبه شده برای یک ماده مرجع در محدوده زوایای وسیع الگوی پراش و در زمان‌های گوناگون بررسی می‌شود.

FOMهای M_{20} و F_{30} تعریف شده در پیوست BSI 13925-2 E، و همچنین پیوست B استاندارد BSI 13925-3، $\langle |\Delta 2\theta| \rangle$ و منحنی کالیبراسیون $2\theta = f(2\theta_{\text{calculated}})_i = f(2\theta_{\text{observed}})_i$ معیارهای انطباق محوری در موقعیت زاویه‌ای^۲ هستند و می‌توان از آن‌ها برای پایش در طی زمان استفاده کرد. البته باید وابستگی پارامتر شبکه به تغییرات دمایی مورد توجه قرار گیرد.

۸-۱-۷ استفاده از رویکرد پارامتر بنیادین^۳

در این روش خطوط پراش پرتو ایکس به صورت ترکیبی از موارد زیر تعریف می‌شوند:

- تابعی که خط پراش را با توجه به ماهیت ماده نمونه توصیف می‌کند.
- تابعی که شکل خط دستگاهی را بر اساس پارامترهای هندسی دستگاه توصیف می‌کند.
- تابعی ریاضی که توزیع طیفی پرتو ایکس را توصیف می‌کند.

شکل پروفایل مشاهده‌شده متأثر از باریکه پرتو ایکس و ساختار نمونه است. نمونه استاندارد سهم بسیار اندکی در سهم ساختار نمونه دارد و لذا چنین نمونه‌ای می‌تواند الگوی پراشی را ارائه کند که تنها سهم دستگاهی را نشان دهد. برای بررسی عملکرد دستگاهی، رویکرد پارامتر بنیادین از پارامترهای مرتبط با توزیع باریکه پرتو ایکس، ابعاد پراش‌سنج، طول و عرض دریچه ورودی، اندازه خروجی منبع پرتو ایکس، واگرایی

1- Figures of merit

2- Angular positions

3- Fundamental parameter approach

پرتوی برخورد و غیره استفاده می‌کند. همچنین برخی از خواص فیزیکی آزمونه (مانند ضریب میرایی و زبری سطحی) را نیز می‌توان در نظر گرفت.

وقتی همهٔ وسایل اپتیکی پراش‌سنج به خوبی شناخته شوند و انطباق محوری آن‌ها رعایت شود، با استفاده از این پارامترها می‌توان پروفیل مشاهده شده را به دست آورده و آنرا با مقادیر اندازه‌گیری شده به خوبی منطبق کرد.

وقتی الگوی پراش حاصله از آزمونه‌ای عاری از عیب با الگوی پراش محاسبه شده برای آن تفاوت داشته باشد، نشان از این است که دستگاه نیاز به تنظیمات مجدد دارد. جزئیات این روش در مرجع ۱۶ استاندارد BSI 13925-3 بیان شده است.

۸-۱-۸ برازش کل الگوی پراش^۱

با استفاده از روش ریتفیلد می‌توان داده‌های حاصل از یک آزمونه مناسب یا ماده مرجع مانند پودر کوران‌دوم را پالایش کرد که در نتیجه پارامترهای بهینه و انحراف استانداردهای آن‌ها به دست می‌آید. با پایش این پارامترها، می‌توان انحرافات دستگاه در طی زمان را مشخص کرد.

دستورالعمل ۱-۱-۴ ساده‌ترین روش است و نیازی به اطلاعات اضافی ندارد. دیگر دستورالعمل‌ها مانند ۴-۱-۲، ۴-۱-۷، ۴-۱-۸ و ۴-۱-۹ در صورت لزوم می‌توانند استفاده شوند. دستورالعمل ۴-۱-۹ نسبت به سایر دستورالعمل‌ها بسیار پیچیده است و اطلاعات زیادی از الگوی پراش استخراج می‌کند.

۹ ملاحظات مشخصه‌یابی نانومواد با روش پراش پرتو ایکس

۱-۹ ملاحظات کلی

در روند آماده‌سازی و آزمون نانومواد باید الزامات زیر را در نظر داشت:

الف- موارد کلی:

1- Whole pattern fitting

- واکنش‌پذیری بالای نانومواد با هوا و رطوبت نیز از چالش‌های مهم موجود برای مشخصه‌یابی نانومواد است. به طور مثال نانواکسیدهای سرامیکی اغلب با رطوبت و نانواکسیدهای غیرسرامیکی نیز با هوا واکنش می‌دهند. لذا قبل از مشخصه‌یابی نانومواد باید «برگه مشخصات ماده^۱» را مطالعه کرده و ملاحظات ایمنی مربوط به مشخصه‌یابی آن نانوماده را در خلال فرآیند آزمون لحاظ کرد.
- بحث نمونه‌گیری چالش بعدی اندازه‌گیری نانومواد است. برای نمونه‌گیری باید از بخش‌های مختلف یک ماده (از نظر ترکیب، اندازه، جنس، رنگ و ...) انتخاب شود تا در پایان نتایج به دست آمده با اطمینان بیشتری بیانگر مشخصات ماده^۱ اولیه باشد.
- بعد از نمونه‌گیری باید آزمون را تهیه کرد. این مرحله نیز با توجه به روش مشخصه‌یابی به روش خشک یا پراکنده‌سازی در مایع مناسب انجام می‌شود. معلق‌سازی نانوذرات موجب از بین رفتن کلوخه‌ای شدن و البته گاهی در اثر گذشت زمان طولانی نیز موجب کاهش اندازه ذرات می‌شود. اگر پس از معلق‌سازی، فرآیندهای خشک‌سازی صورت بگیرد، موجب تغییر در اندازه ذرات می‌شود. در مراحل پراکنده‌سازی نیز معمولاً با اعمال فراصوت، کلوخه‌ها از بین می‌روند ولی اعمال جریان موجب شکسته شدن برخی ذرات و کاهش اندازه ذرات نسبت به حالت اولیه نیز می‌شود.

ب- موارد مربوط به پایداری زمینه^۲:

- جلوگیری از ورود یا خروج گازها یا ترکیبات فرّار به/ از نمونه تا از تغییرات ماهیت شیمیایی زمینه جلوگیری شود.
- جلوگیری از تلاطم یا نوسان بیش از حد ذرات که موجب ایجاد تغییرات ساختاری در زمینه و تشکیل/ تخریب کلوخه‌ها در آن می‌شود.
- جلوگیری از نوسانات دمایی و کاهش دما تا حدّ امکان که از کلوخه‌ای شدن، تغییرات pH و افزایش فعالیت میکروبیولوژیکی زمینه جلوگیری شود.
- به حداقل رساندن میزان در معرض نور قرارگرفتن نمونه تا از اکسایش نوری^۳ مواد آلی یا فرآیندهای فوتوسنتز میکروبی در نمونه جلوگیری شود.

1- Materials data sheet

2- Matrix

3- Photo oxidation

پ- ملاحظات مربوط به پایداری نانوذرات:

- جلوگیری از ورود یا خروج گازها، رطوبت و یا ترکیبات فرار به/ از نمونه تا موجب تغییر در ریخت-شناسی یا ترکیب شیمیایی ذرات نشود؛
- جلوگیری از تلاطم یا نوسان بیش از حد ذرات که موجب ایجاد تشکیل/ تخریب انبوهه‌هایی حاوی ذرات می‌شود؛
- جلوگیری از نوسانات دمایی و کاهش دما تا حد امکان که از افزایش ضریب نفوذ ذرات و تشکیل/ تخریب انبوهه جلوگیری شود؛
- جلوگیری از اتلاف نانوذرات به واسطهٔ چسبیدن به دیوارهٔ ظروف نگهداری؛
- جلوگیری از اتلاف نانوذرات در اثر انحلال ناشی از آن‌ها در محیط مایع پراکنده‌ساز؛
- جلوگیری از آلودگی نانوذرات در کل مراحل آماده‌سازی و انبارش^۱.

۹-۲ ملاحظات مربوط به روش پراش پرتو ایکس در مشخصه‌یابی نانومواد

به‌طور کلی این روش برای اندازه‌گیری متوسط اندازه بلورک، روش پرکاربردی است، زیرا:

الف- به هر دو روش پودری (اکثر موارد) و در تعلیق (در برخی موارد به شرط غلظت کافی) قابل انجام است.

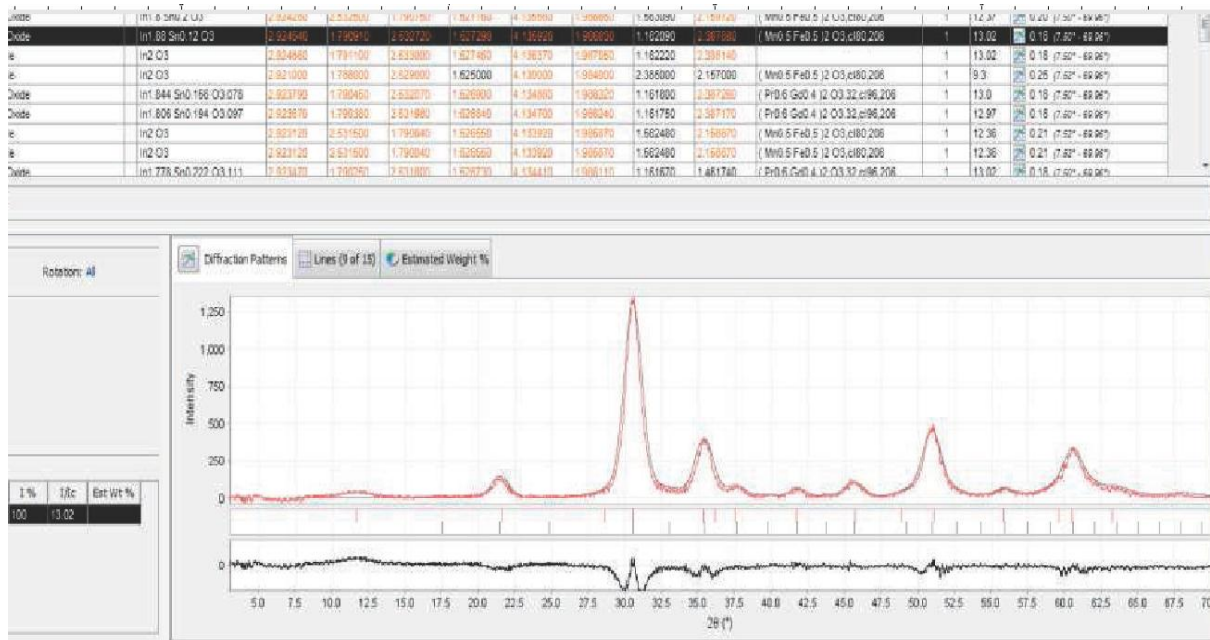
ب- پهنای پیک در اندازه‌های بلورک کوچک‌تر، بالاتر بوده و لذا اندازه‌گیری آن آسانتر است.

اما روش XRD با چالش‌هایی برای اندازه‌گیری بلورک‌های نانومواد نیز مواجه است که اهم به آن‌ها در ذیل اشاره می‌شود:

- اولین چالش در آزمون XRD نانومواد، تهیهٔ الگوی‌های پراش مرجع و استاندارد مربوط به نانومواد^۲ است. این الگوهای مرجع مختص نانومواد را می‌توان از مراجعی مانند ICCD تهیه کرد. با این حال هرگونه عریض شدگی و تغییر شکل ناشی از اندازه کوچک نانوذرات در پیک‌ها را می‌توان با استفاده از مقایسهٔ شاخص‌های صفحات به دست آمده با الگوی‌های مرجع با اندازهٔ متفاوت (غیر نانومتری) نیز انجام داد.

1- Storage

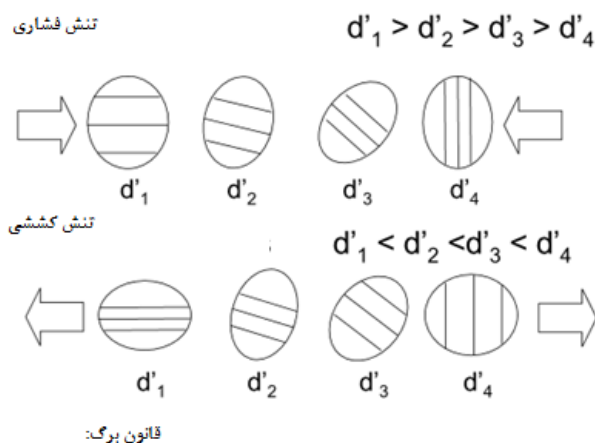
2- Pattern Database Folder (PDF)



شکل ۱۳- تطابق پیک‌های نانوذرات هیدروآپاتیت (طیف قرمز رنگ) با الگوی مربوط به الگوی غیرنانومتری استاندارد آن (طیف مشکی رنگ). این دو الگو در موقعیت پیک مشابه بوده ولی در پهنای پیک متفاوت هستند.

- اگر در آماده‌سازی از محیط مایعی برای پراکنده‌سازی نانوذرات استفاده شود، باید اثرات ناشی از پراش و تاثیر آن بر الگوی نهایی ماده در نظر گرفته شود.
- زبری سطح در نانومواد مهم و در نتایج نهایی تاثیرگذار است به‌طوری‌که سطح زبر می‌تواند موجب افزایش پهنای پیک و جابجایی موقعیت آن شود. در این موارد توصیه می‌شود که از دریچه‌های پرتو موازی^۱ و روش پرتوی موازی استفاده کرد.
- همچنین باید در حین آماده‌سازی دقت کرد که ذرات پودر دچار تنش و یا کرنش نشود. چون مطابق شکل، موجب خطا در مشخصه‌یابی و جابجایی پیک‌ها می‌شوند.

1- Parallel beam Slits (PB slits)



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

شکل ۱۴- تاثیر تنش‌های فشاری و کششی بر نتایج XRD.

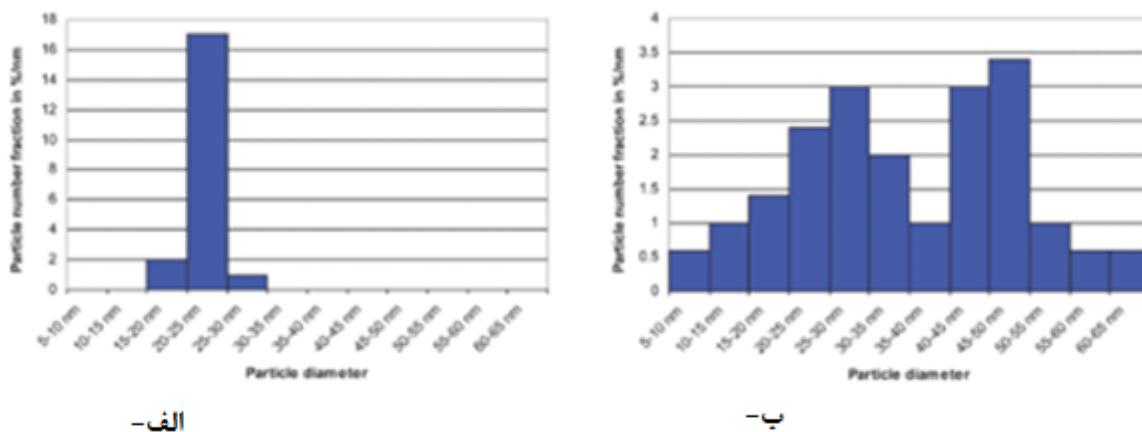
اگر اندازه ذرات بسیار کوچک باشد (۲ آنگستروم الی ۲۵۰ آنگستروم)، امکان تداخل پراکندگی‌ها در زوایای پایین و یا پراکندگی‌های ناشی از ذرات بی‌شکل نیز در الگو وجود دارد. این اتفاق موجب تغییر در شکل کلی پیک و همچنین قله‌ی آن می‌شود. در این حالت پیشنهاد شده است که ابتدا یک بار از زاویه بسیار پایین (کمتر از ۲ درجه با تابش Cu-K α) اندازه‌گیری را شروع کرده و تا حدود ۱۰۰ درجه ادامه داده شود. تحقیقات جدید نشان داده است که مواد بی‌شکل، به خصوص در زوایای بالا، تاثیر خود را بر روی الگوی پراش نشان خواهند داد. استفاده از نسبت سیگنال به نوفه ۱ بالا و همچنین افزایش زمان آزمون در کنار استفاده از منابع سینکوترون می‌تواند از دیگر روش‌های مفید جهت کاهش اثرات خارجی بر روی الگوی پراش نانومواد باشد.

بزرگترین چالشی که در مورد نانومواد وجود دارد، تشکیل انبوهه (اتصال با پیوندهای نسبتاً قوی مانند کوالانسی) و یا کلوخه‌ای (اتصال با پیوندهای نسبتاً ضعیف مانند واندروالسی) از نانوذرات است. روش پراش پرتو ایکس بر خلاف سایر روش‌های مشخصه‌یابی نانومواد، فقط اندازه متوسط بلورک را برآورد می‌کند و قادر به ارائه توزیع آن‌ها و همچنین شکل و اندازه کلوخه و انبوهه نیست. البته روش XRD اشتباهات محاسباتی موجود در سایر روش‌ها (مانند DLS، AFM، SAXS و CLS) برای

1- Signal to noise ratio

اندازه‌گیری کلوخه‌ها و انبوهه‌ها را نیز ندارد. لذا اکثر روش‌های مذکور برای تایید نانومواد بودن مورد استفاده می‌گیرند و برای رد نانومواد بودن یک نمونه‌ی آزمایشگاهی کاملاً قابل استناد نیستند. تنها با استفاده از روش‌های آزمون استاندارد و استفاده ترکیبی از روش‌های فوق به مشخصه‌یابی دقیق نانومواد پرداخت.

چالش بعدی در مشخصه‌یابی نانومواد مربوط به ساختارهایی با توزیع دوگانه ۱ و توزیع یگانه ۲ است. روشی مانند XRD قادر به مشخصه‌یابی نمونه‌های با توزیع دوگانه نیست و تنها فقط مقدار متوسط اندازه ذرات را ارائه می‌کند. از سوی دیگر، استفاده از روش‌های دیگری مانند SEM نیز موجب ارائه نتایجی می‌شوند که ممکن است به نادرستی از آن‌ها استفاده شود. به‌طور مثال یک ساختار با توزیع دوگانه و یک ساختار با توزیع یگانه ممکن است اندازه متوسط و میانه یکسانی داشته باشند ولی ساختار آن‌ها دارای توزیعی از ذرات با توزیع اندازه غیریکنواخت ۳ و یا توزیع اندازه یکنواخت ۴ باشند (شکل). در این موارد تنها ذکر مقادیر متوسط و میانه کافی نیست و باید از ترکیب روش‌های متفاوت (مثلاً XRD و SEM) و ارائه نمودارهای توزیع نیز استفاده کرد.



شکل ۱۵- توزیع ذرات با پراکندگی الف- یکنواخت و ب- غیریکنواخت. متوسط ذرات و اندازه میانه در هر دو تصویر تقریباً یکسان ولی توزیع آن‌ها متفاوت است.

- 1- Bimodal
- 2- Monomodal
- 3- Polydisperse
- 4- Monodisperse

۱۰ استاندارد گزارش‌دهی

گزارش‌دهی هر آزمون مطابق با شیوه‌مندرج برای همان آزمون در استاندارد مرجع مربوط به آن است. لذا ذکر یک شیوه‌مشخص برای هر یک از روش‌های ذکر شده با توجه به اینکه روش‌های محاسبه خطا، تکرارپذیری و عدم قطعیت مربوط به هر روش استاندارد متفاوت و منحصر به همان استاندارد است، خالی از اشکال نیست. با این وجود برای گزارش نتایج آزمون XRD یک فرم مطابق فرم پیشنهادی در پیوست B استاندارد BSI EN 13925-2 در پیوست پ پیشنهاد می‌شود.

پیوست الف

(آگاهی دهنده)

توابع آماری مورد استفاده در برازش بر الگوی پرش

$G = A_1 \exp -(x/k_1)^2$	توابع گوسین
$L = A_2(1 + x^2k_2^2)^{-1}$ $LM = A_3 \exp(1 + x^2k_3^2)^{-2}$ $LI = A_4 \exp(1 + x^2k_4^2)^{-1.5}$	توابع لورنزین
$PV = A_5 (\eta L(x) + (1 - \eta)G(x))$ $sPV = A_5 (\eta_l L(x) + (1 - \eta_l)G(x)) \quad \text{if } x \leq 0$ $sPV = A_5 (\eta_h L(x) + (1 - \eta_h)G(x)) \quad \text{if } x \geq 0$ $\Phi(x) = \Phi(0)\beta\beta_G^{-1}Re\{w(z)\}, z = \frac{x\sqrt{\pi}}{\beta_G} + ik, k = \frac{\beta_L}{\beta_G\sqrt{\pi}}$	توابع وویت
$PVII = A_6 [1 + \frac{4(2^{1/m}-1)x^2}{(k_6)^2}]^{-m}$ و $m = k'_G + \frac{k''_G}{20} + \frac{k'''_G}{20^2}$ $\text{Split PVII} = A_6 [1 + \frac{4(2^{1/m}-1)x^2}{(k_{6,l})^2}]^{-m}$ و $\text{if } x \leq 0$ $\text{Split PVII} = A_6 [1 + \frac{4(2^{1/m}-1)x^2}{(k_{6,h})^2}]^{-m}$ و $\text{if } x \geq 0$	توابع پیرسون
<p>مقادیر k ثوابتی هستند که به پهنای پیک در نصف شدت بیشینه اختصاص دارند. مقادیر A فاکتورهای نرمالیزینگ هستند. β_G و β_L مقادیر انتگرال عرضی اجزای لورنزین و گوسین هستند. $Re\{w(z)\}$ بخش حقیقی تابع خطا است. η سمت پر زاویه و کم زاویه هستند. $\eta: 0 \leq \eta \leq 1$</p>	

پیوست ب

(آگاهی دهنده)

برخی از روش‌ها برای آزمودن پایداری اطلاعات XRD

پارامترهای FWHM، شدت و موقعیت خطوط پراش (در پارامتر شبکه متناسب با آن‌ها) از پارامترهایی هستند که می‌توان برای ارزیابی پایداری اطلاعات حاصل از XRD استفاده کرد.

ب-۱ نمودارهای ارزش^۱ برای FWHM و شدت

تغییرات FWHM با زاویه پراش اساس یک معیار پیوستگی را برای نتایج را تشکیل می‌دهد. این رابطه درجه دوم کaglioti^۲ نام دارد و عبارت است از:

(ب-۱)

$$FWHM^{\lambda} = U \tan^2 \theta + V \tan \theta + W$$

که در آن U، V و W متغیر هستند. وقتی تابعی دارای توزیع گوسین یا لورنزی باشد، استخراج مقادیر $FWHM_G$ و $FWHM_L$ می‌تواند ارزشمند باشد. در این حالت وقتی پهن شدن پیک پراش نمونه به جهتگیری hkl وابسته نباشد، می‌توان از روابط زیر استفاده کرد:

(ب-۲)

$$FWHM_G = (U \tan^2 \theta + V \tan \theta + W)^{1/5}$$

(ب-۳)

$$FWHM_L = X \tan \theta + Y / \cos \theta$$

که در آن U، V، W، X و Y ثوابتی هستند که به خصوصیات نمونه و دستگاه مرتبط می‌باشند.

ب-۲ نمودار ارزش

1- Figures of merit (FOM)

2- Caglioti

معیار دیگر (نمودار ارزش) است که معمولاً برای ارزیابی مناسب بودن برازش شدت‌های مشاهده شده، I_{obs} ، استفاده می‌شوند:

(ب-۴)

$$R_{Bragg} = \frac{\sum (I_{obs} - I_{ref}) / \sum (I_{ref})}{\sum (I_{obs} - I_{calc}) / \sum (I_{obs})}$$

که در آن I_{ref} ، I_{calc} و I_{obs} شدت مربوط به ماده مرجع، شدت حاصل از محاسبه به روش فیت کردن در موقعیت براگ و شدت مشاهده شده هستند. شدت لحاظ شده در نمودارهای ارزش می‌تواند شدت بیشینه یا انتگرالی باشد.

ب-۳ نمودارهای ارزش برای موقعیت خط پراش و پارامتر شبکه

برای ارزیابی پایداری و پیوستگی دسته‌ای از خطوط پراش و موقعیت و پارامتر شبکه متناظر با آن‌ها از دو نمودار ارزش استفاده می‌شود:

M_N که برای تعیین و تایید پارامتر شبکه استفاده می‌شود:

(ب-۵)

$$M_N = \frac{Q_N}{\sum N_{calc} \cdot < |\Delta Q| >}$$

که در آن N_{calc} تعداد خطوط پراش محاسبه شده (معمولاً ۲۰) بعد از آخرین خط و ΔQ نیز متوسط انحراف از معیار مطلق بین مقادیر مشاهده شده و محاسبه شده (از رابطه $Q = 1/(dhkl)^2$) در موقعیت پیک است.

F_N که برای کمی‌سازی کیفیت اطلاعات الگوی پراش مورد استفاده قرار می‌گیرد:

$$F_N = \frac{N}{N_{calc} \cdot < |\Delta 2\theta| >} \quad (\text{ب-۶})$$

که در آن نیز $\Delta 2\theta$ متوسط انحراف از معیار مطلق بین مقادیر مشاهده شده و محاسبه شده در موقعیت پیک است.

پرکاربردترین نمودارهای ارزش، F_{30} و M_{20} هستند. مقادیر بالای (بیش از ۲۰) منجر به افزایش دقت در اندازه‌گیری پارامتر شبکه و بهبود کیفیت اطلاعات XRD می‌شود. M_{20} بیشتر موجب صحت اندیس‌گذاری شده در حالیکه F_{30} بیشتر معیاری برای دقت اطلاعات آزمایشگاهی است.

پیوست پ

(آگاهی دهنده)

فرم استاندارد پیشنهادی جهت گزارش دهی آزمون XRD

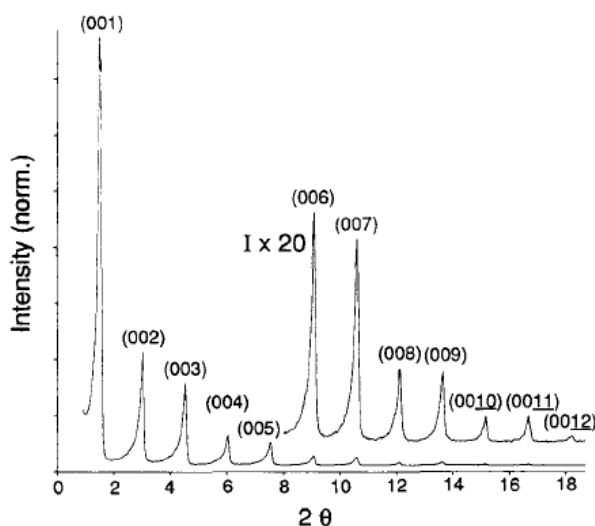
تجهیزات پراش سنج:							
<input type="checkbox"/>	نوع:	<input type="checkbox"/>	آند:	<input type="checkbox"/>	فوکوس طیفی:	<input type="checkbox"/>	
<input type="checkbox"/>	توان (KW):	<input type="checkbox"/>	ولتاژ ژنراتور (KV):	<input type="checkbox"/>	فوکوس نقطه‌ای:	<input type="checkbox"/>	
<input type="checkbox"/>	زاویه take-off:	<input type="checkbox"/>	طول عمر:	<input type="checkbox"/>	جریان ژنراتور:	<input type="checkbox"/>	
(درجه):							
نوع آزمون و زمینه کاربرد:							
آماده‌سازی:							
<input type="checkbox"/>	آسیاکاری:	<input type="checkbox"/>	روش آسیاکاری:	<input type="checkbox"/>	اندازه بلورک:	<input type="checkbox"/>	
<input type="checkbox"/>	الک کردن:	<input type="checkbox"/>	روش الک کردن:	<input type="checkbox"/>	اندازه ذره آزمون:	<input type="checkbox"/>	
<input type="checkbox"/>	آماده‌سازی سطحی:	<input type="checkbox"/>	تگهدارنده آزمون:	<input type="checkbox"/>	نوع:	<input type="checkbox"/>	
توضیحات:							
کالیبراسیون:							
کالیبراسیون آزمون:							
روش پایش:							
دوره کالیبراسیون:				تاریخ آخرین کالیبراسیون:			
جمع آوری داده‌ها:							
<input type="checkbox"/>	روش پیوسته:	<input type="checkbox"/>	تعداد گام روبش:	<input type="checkbox"/>	محدوده زاویه روبش:	<input type="checkbox"/>	
<input type="checkbox"/>	ثانیه / درجه:	<input type="checkbox"/>	زمان روبش:	<input type="checkbox"/>	زمان کل آزمون:	<input type="checkbox"/>	
توضیحات:							
پردازش و تحلیل اطلاعات:							
معیار ارزیابی:				روش ارزیابی:			
نتایج (در صورت نیاز به همراه صحت و دقت بیان شود):							
<input type="checkbox"/>	فاز اول:	<input type="checkbox"/>	wt%	<input type="checkbox"/>	بلورینگی:	<input type="checkbox"/>	اندازه بلورک:
<input type="checkbox"/>	فاز دوم:	<input type="checkbox"/>	wt%	<input type="checkbox"/>	بلورینگی:	<input type="checkbox"/>	اندازه بلورک:
<input type="checkbox"/>	فاز سوم:	<input type="checkbox"/>	wt%	<input type="checkbox"/>	بلورینگی:	<input type="checkbox"/>	اندازه بلورک:
<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>		<input type="checkbox"/>	
تاریخ:				امضای مسئول انجام آزمون:			
تاریخ:				امضای مسئول کنترل کیفی:			

پیوست ت

(آگاهی دهنده)

مورد مطالعاتی؛ استفاده از بهنات نقره جهت کالیبراسیون XRD

بر اساس مرجع ICDD^۱، نمونه‌های استاندارد کالیبراسیون XRD باید دارای حداقل یک پیک در زاویه‌ای کوچکتر از زاویه اولین پیک نمونه باشند. برای مثال نمونه استاندارد NIST SRM675 (فلوگوپیت^۲) دارای دو پیک در موقعیت 2θ برابر $8/85^\circ$ و $17/76^\circ$ و به ترتیب فاصله بین صفحه‌ای $9/981$ و $4/990$ آنگستروم است. به منظور مطالعه موادی با فاصله بین صفحه‌ای بزرگتر، لازم است دستگاه را با نمونه استاندارد مناسب با پیک‌هایی در زوایای کوچکتر کالیبره کرد. برای این منظور از بهنات نقره (با عنوان مخفف AgBeh) با ترکیب شیمیایی $CH_3(CH_2)_{20}COO Ag$ با پیک (۱۰۰) در زاویه 2θ کمتر از $1/5$ درجه، می‌توان استفاده کرد. شکل ت-۱ نشانگر صفحات بلوری و زوایای مربوط به پیک‌های ساختاری این نمونه است.

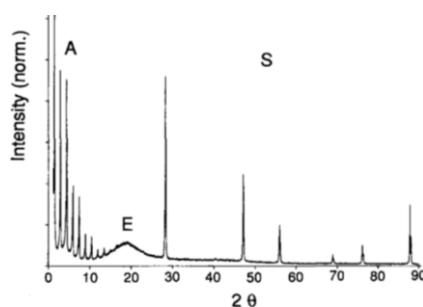


شکل ت-۱- الگوی پراش پرتوی ایکس $(Cu K\alpha)$ AgBeh.

1- Interational Center fpr Diffraction Data
2- Flow gobit

برای کالیبراسیون دستگاه با استفاده از این پودر، ابتدا باید آن را در اتانول ۵۰ درجه سلسیوس و سپس در آب یونزدایی شده ۲۵ درجه سلسیوس شستشو داد تا هرگونه باقیمانده بهنیک اسید^۱ و نیترات پتاسیم خارج شده و نمونه برای آنالیز آماده شود. سپس آزمون XRD مطابق روش شرح داده شده در همین استاندارد انجام می‌شود. موقعیت پیک‌ها با استفاده از روش کمترین مربعات تعیین می‌شود. کالیبراسیون دستگاه زمانی دقیق‌تر خواهد بود که انحراف زاویه‌ای محاسبه شده در کل محدوده آزمون کمتر از ۰/۰۲ درجه باشد.

به منظور ایجاد استاندارد که همه محدوده‌های 2θ را پوشش دهد، می‌توان AgBeh را با نمونه‌های استاندارد دارای زاویه پراش بالا همچون سیلیکون، کوراندم، کوارتز و یا تنگستن مخلوط کرد. می‌توان مواد فوق را با اپوکسی و AgBeh مخلوط کرده و یک نمونه استاندارد کامپوزیتی تهیه کرد. البته باید دقت کرد که کامپوزیت مورد نظر، دارای ذرات درشت و یا کلوخه‌ای نباشد. نمونه استاندارد کالیبراسیون تمام محدوده پراش، از مخلوط پودر نمونه استاندارد غیر آلی/AgBeh به نسبت وزنی ۷۰ به ۳۰ و هم زدن این مخلوط با اپوکسی به نسبت ۳۴ درصد وزنی پودر / ۶۶ درصد وزنی اپوکسی تهیه می‌شود. مخلوط بدست آمده پس از شکل دهی و ماشین کاری برای آزمون‌های کالیبراسیون آماده می‌شود. شکل ت-۲ نشانگر الگوی پراش کامپوزیت Epoxy-AgBeh-Silicon (NIST SRM 640b) است که می‌توان از آن برای تطبیق الگو و همچنین کالیبراسیون دستگاه در تمامی زوایای پراش استفاده کرد. این شکل نشان می‌دهد که الگوی پراش پرتو ایکس این نمونه از سه محدوده زاویه کم متعلق به AgBeh (بخش A)، زاویه متوسط متعلق به اپوکسی (بخش E) و زاویه بالا متعلق به سیلیکون (بخش S) تشکیل شده است.



شکل ت-۲- الگوی پراش پرتوی ایکس نمونه کامپوزیتی Silicon/Epoxy/AgBeh

1- Behenic acid

برای تهیه نمونه استاندارد مناسب این بخش در انتخاب اندازه ذرات و قابلیت توزیع پودر استاندارد غیر آلی در اپوکسی باید دقت کرد.

نمونه استاندارد AgBeh علاوه بر کالیبراسیون زوایای کم در تعیین خطای زاویه صفر، اثر شفافیت نمونه و واگرایی پرتوی ایکس در زوایای 2θ پایین نیز کاربرد دارد.