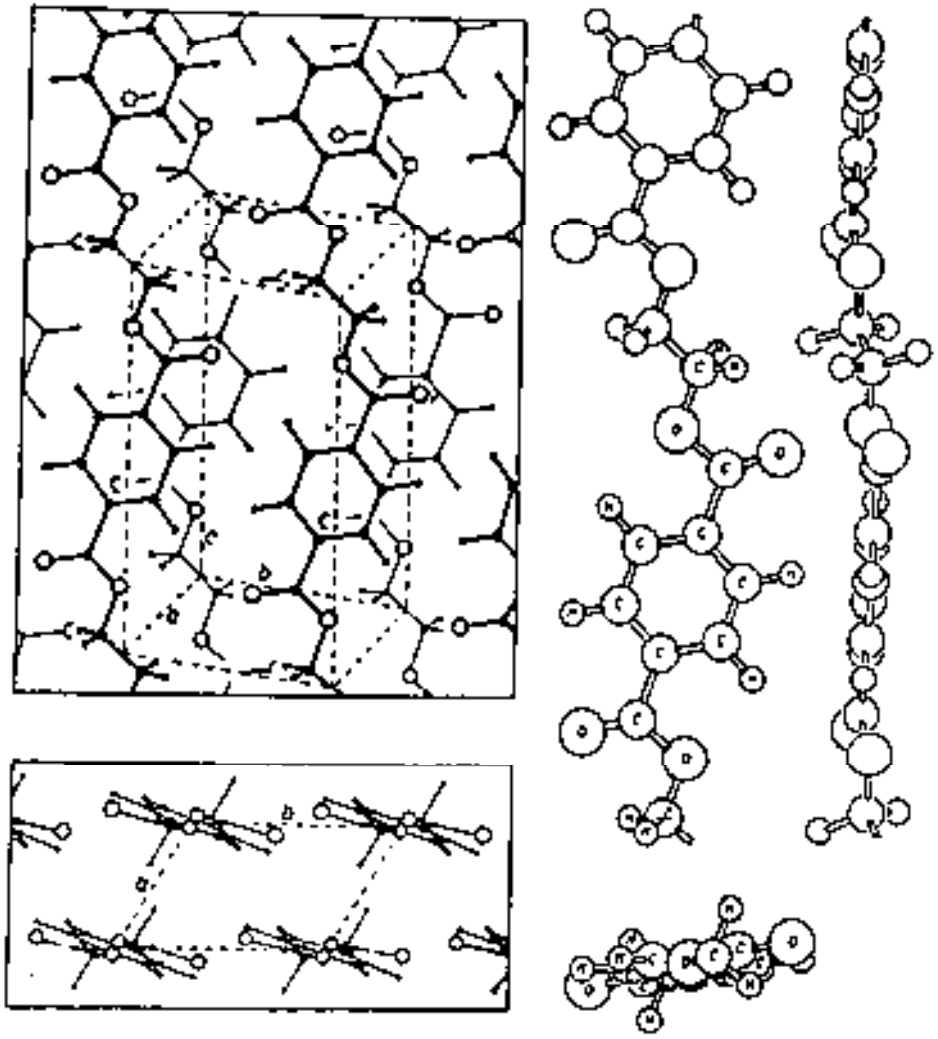
دانشکده مهندسی نساجی – دانشگاه صنعتی اصفهان

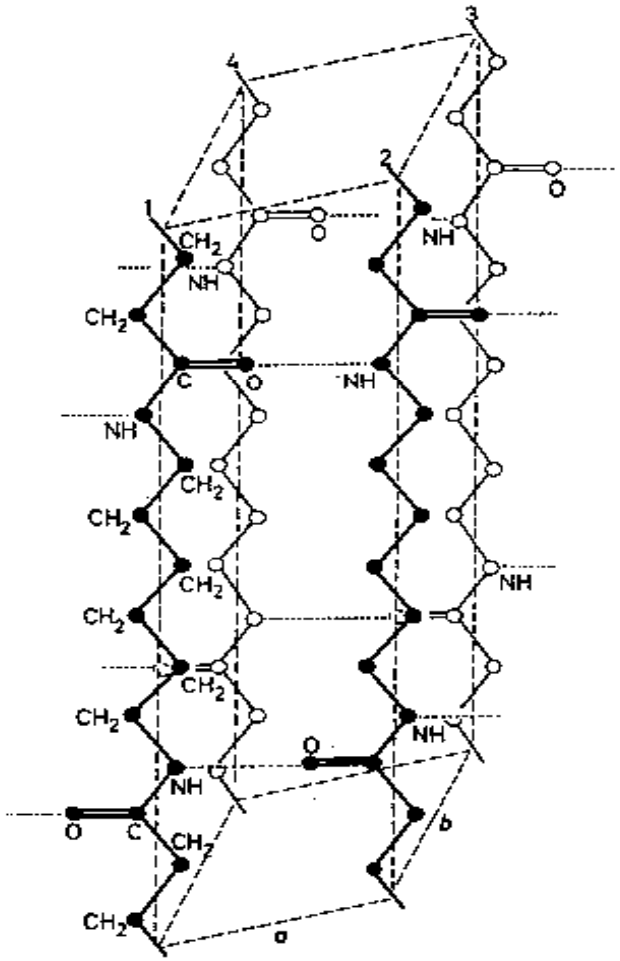
ساختمان فیزیکی الیاف

دکتر مصطفی یوسفی

X-RAY DIFFRACTION



واحد بلوری پلی استر



واحد بلوری نایلون ۶۶

تاثیرات متقابل پرتو ایکس و مواد بلوری

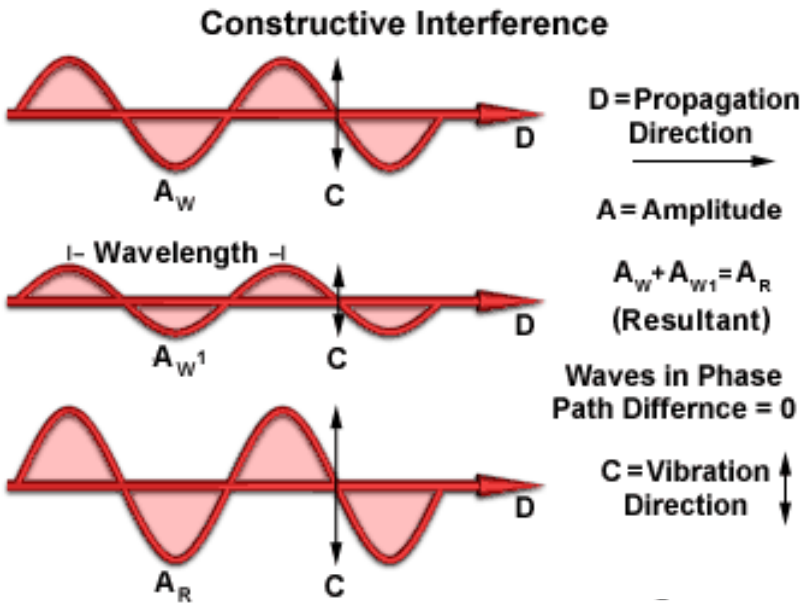
- پراش -دیفراکسیون-
- German physicist: von Laue (1879- 1960)
- در بلورها اتمها به فواصل تکراری کم و مشخصی قرار گرفته اند.
- پرتو ایکس دارای ماهیت موج الکترو مغناطیسی است.
- فاصله اتمها تقریبا برابر طول موج پرتو ایکس است. پس بلورها باید موجب پراش پرتو ایکس شوند .

DIFFRACTION پراش

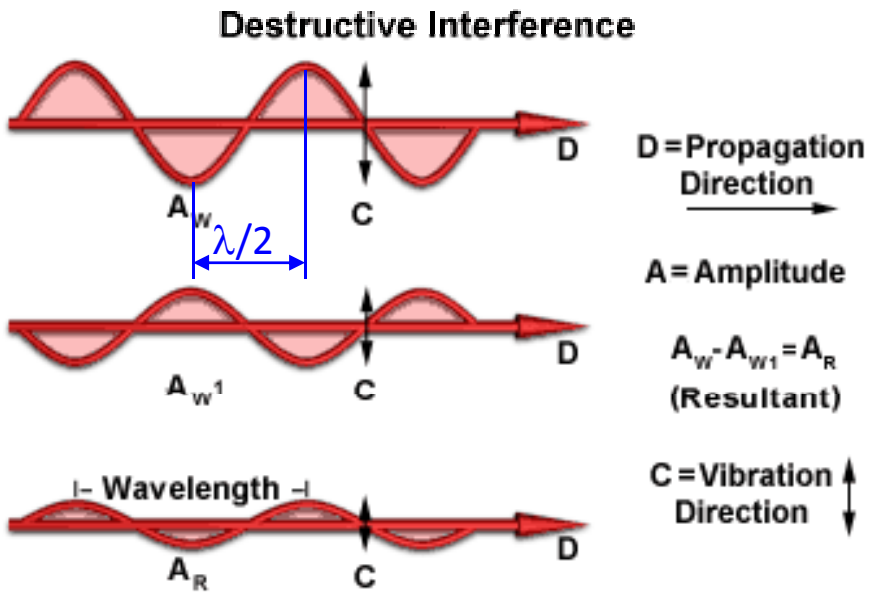
- English Physicists: W. H. BRAGG (1862-1942) , W.L. BRAGG (1890-1971)

- با استفاده از پراش و روابطی سا ده ساختار KCl, NaCl, KBrرا شناختند.

تداخل سازنده و مخرب (غیر سازنده)



Constructive Interference
In Phase



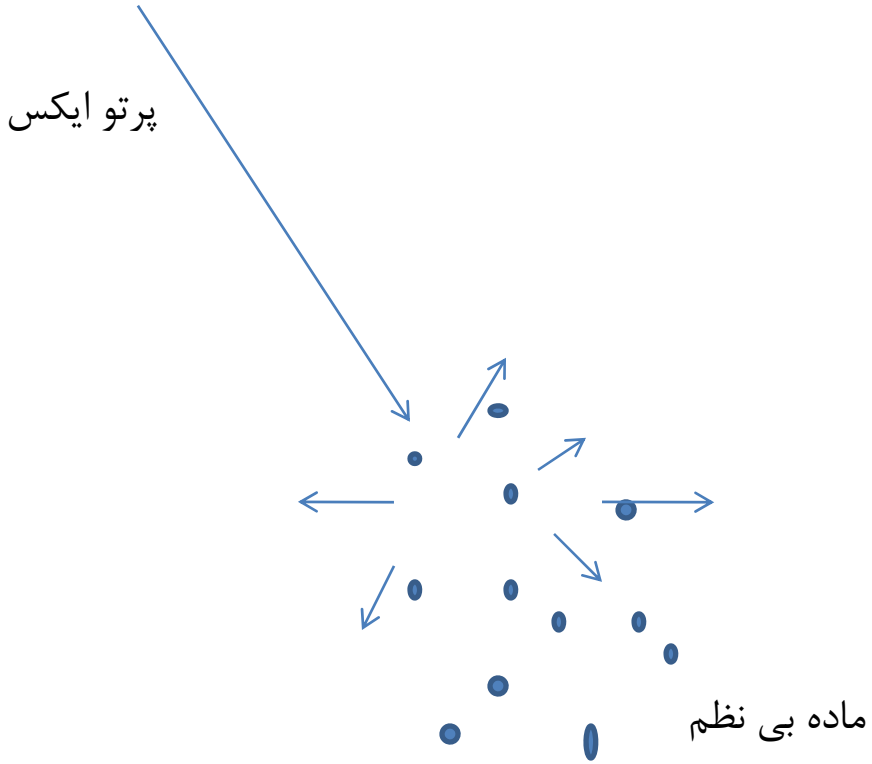
Destructive Interference
Out Phase

اختلاف راه دو موج باعث اختلاف فاز میگردد.

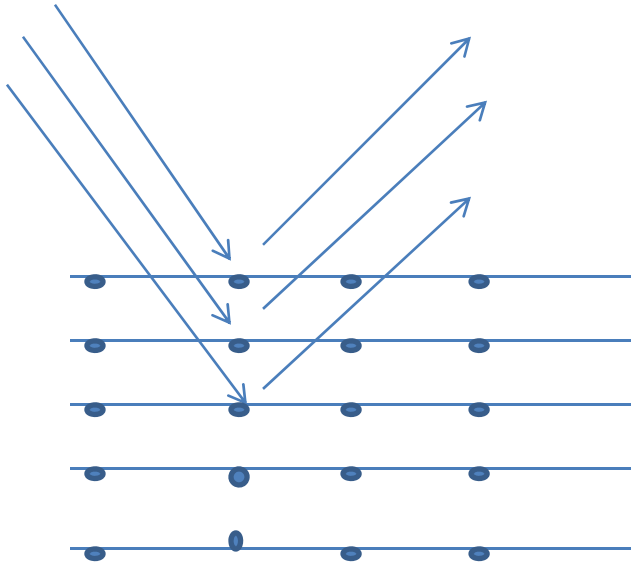
اختلاف فاز موجب تغییر دامنه میگردد.

شدّت متناسب با مجذور دامنه است

پرتو ایکس در اثر برخورد به یک ماده بی نظم پراکنده می گردد.



در برخورد پرتو ایکس به صفحات یک ماده بلوری پراش اتفاق می افتد.



به دست آوردن قانون براگ

تداخل سازنده فقط وقتی اثفاق می افتد که اختلاف راه نوری دو پرتو مضربی ازطول موج باشد:

$n\lambda = AB + BC$

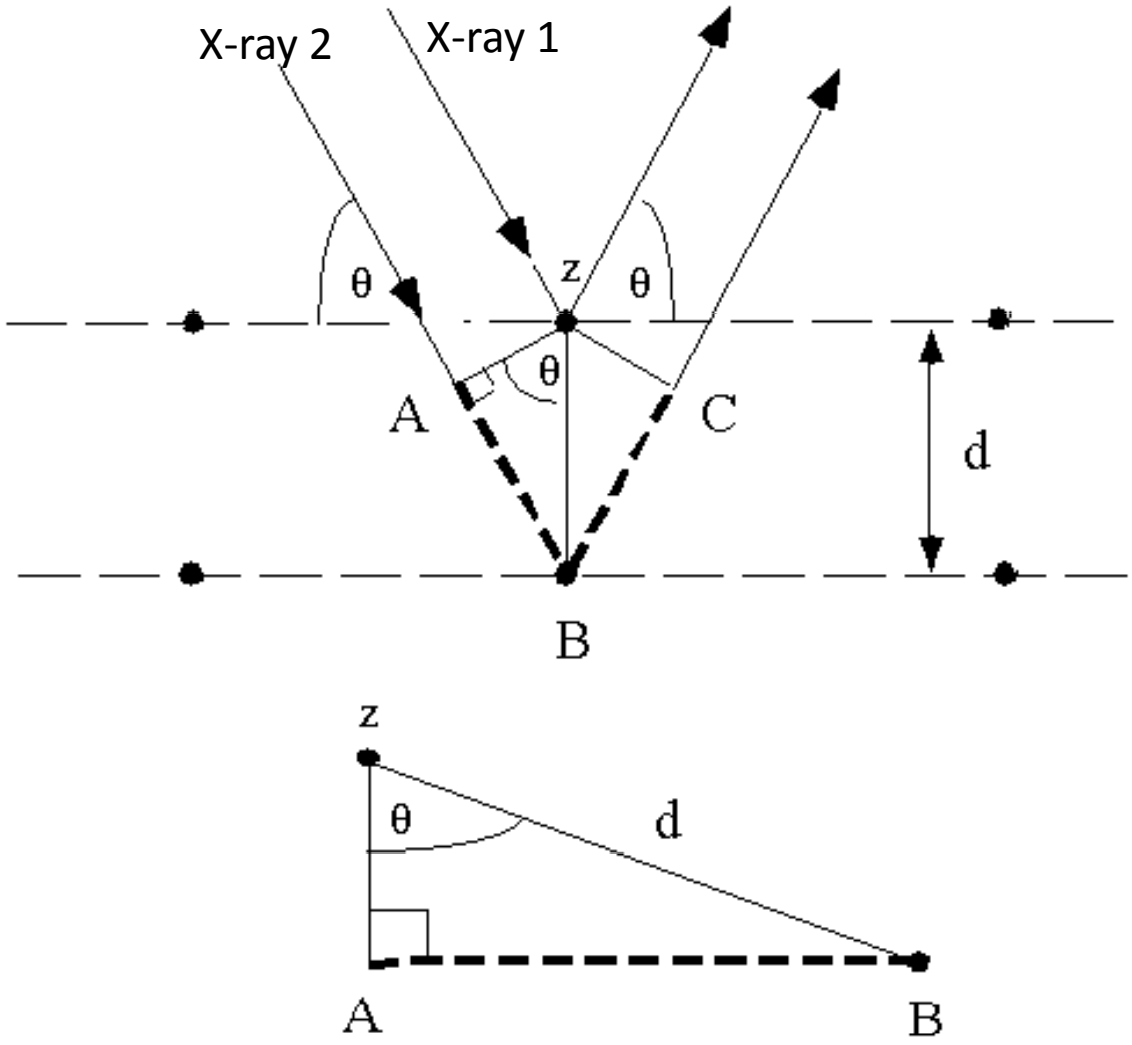
$AB=BC$

$n\lambda = 2AB$

$Sin\theta=AB/d$

$AB=dsin\theta$

$n\lambda =2dsin\theta$



BRAGG LAW

- شعاع برخوردی، خط عمود بر سطح جسم ، شعاع منعکسه همه در یک صفحه قرار دارند.

- اگر دیفراکسیون رخ داد زاویه بین شعاعی که برای آن پراش اتفاق افتاده و شعاع اصلی همیشه برابر 2θ است.

- چون $\sin\theta < 1$ پس باید $\lambda < 2d$ باشد

Wide Angle X-ray Scattering

- پراش پرتو ایکس زاویه زیاد WAXS

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

$$n = 1 \rightarrow d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$$

$$\lambda = 0.7A \rightarrow \theta = 20^0 \rightarrow d = ?$$

1.02A

تکرار با فواصل کوتاه

Small Angle X-ray Scattering

- پراش پرتو ایکس زاویه کم SAXS

$$\lambda = 0.7A \rightarrow \theta = 1^0 \rightarrow d = ?$$

20.05A

تکرار با فواصل بلند

روشهای پراش

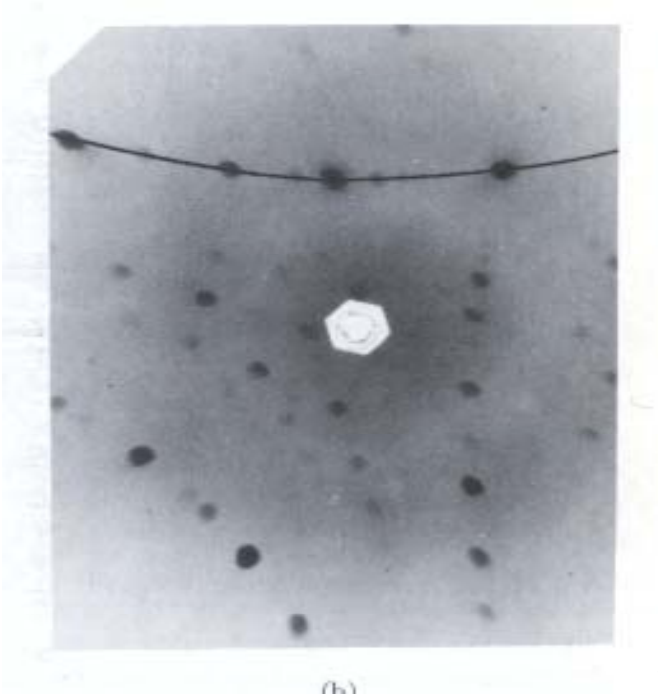
$$2d\sin\theta = n\lambda$$

۱- روش لائو (Laue) λ متغیر و θ ثابت است.

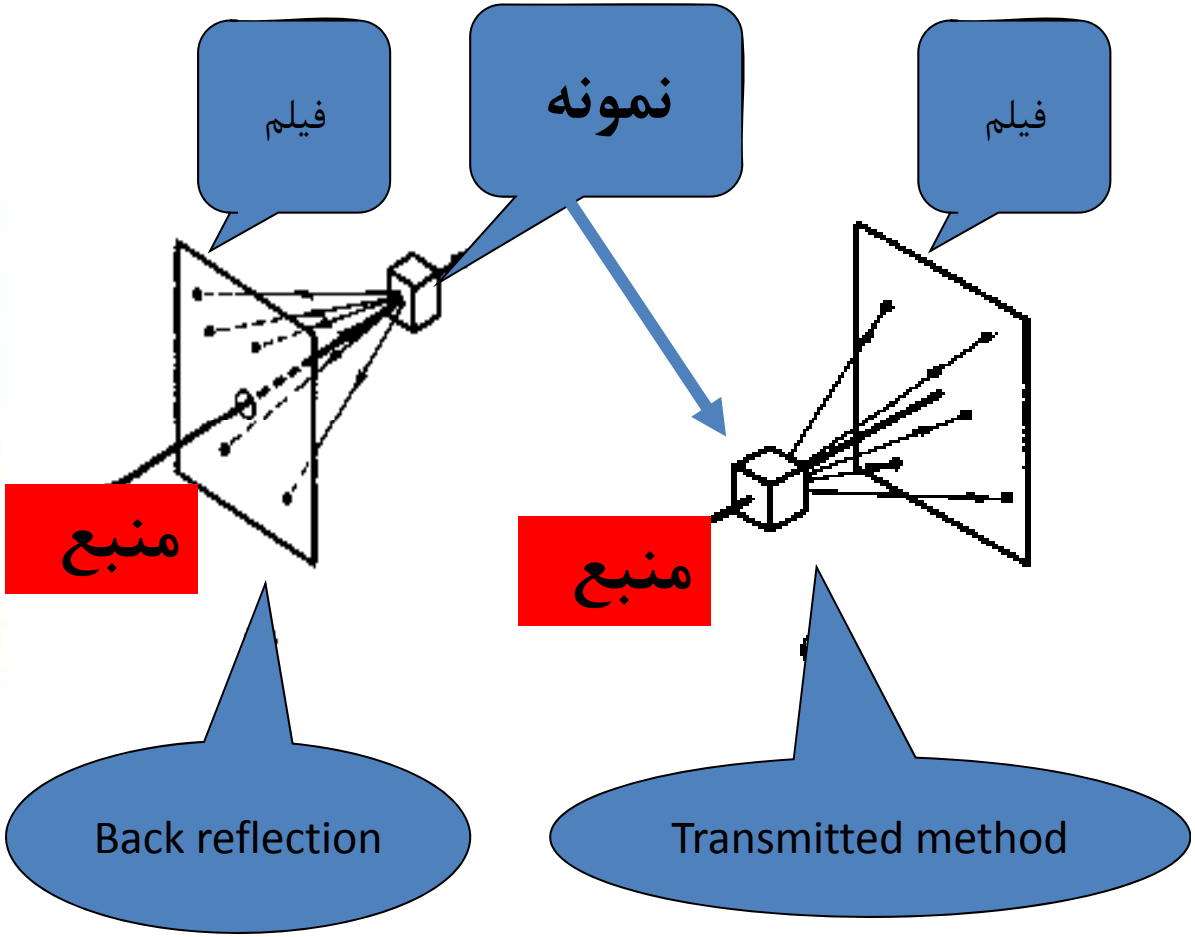
۲- روش بلور چرخان λ ثابت و θ متغیر است.

۳- روش پودری λ ثابت و θ متغیر است.

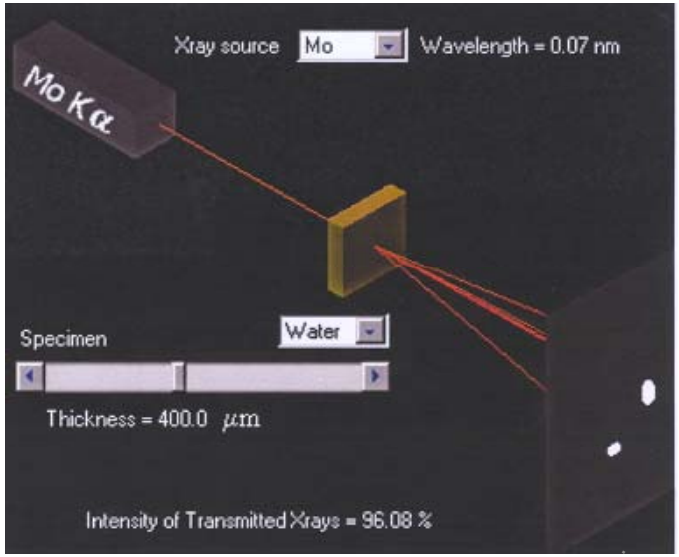
Laue Method



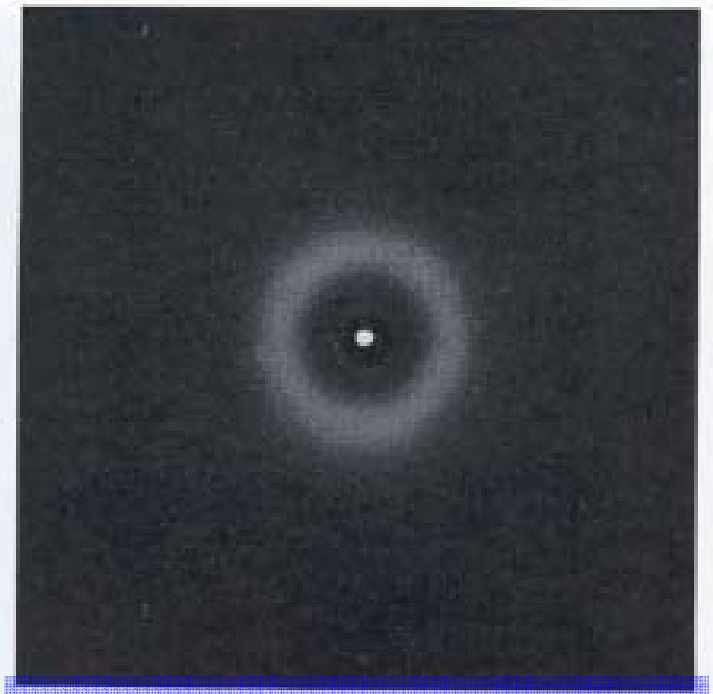
عکس حاصل از آلمینیوم



- بعضی دستگاه ها مجهز به دتکتور دوبعدی و یا فیلم هستند و می توانند از کل پرتو متفرق شده تصویر تهیه کنند. در این حالت نیازی به پودر کردن و یا خرد کردن الیاف نیست و الیاف معمولا روی یک قاب مخصوص پیچیده می شوند و در معرض پرتو ایکس قرار می گیرند.

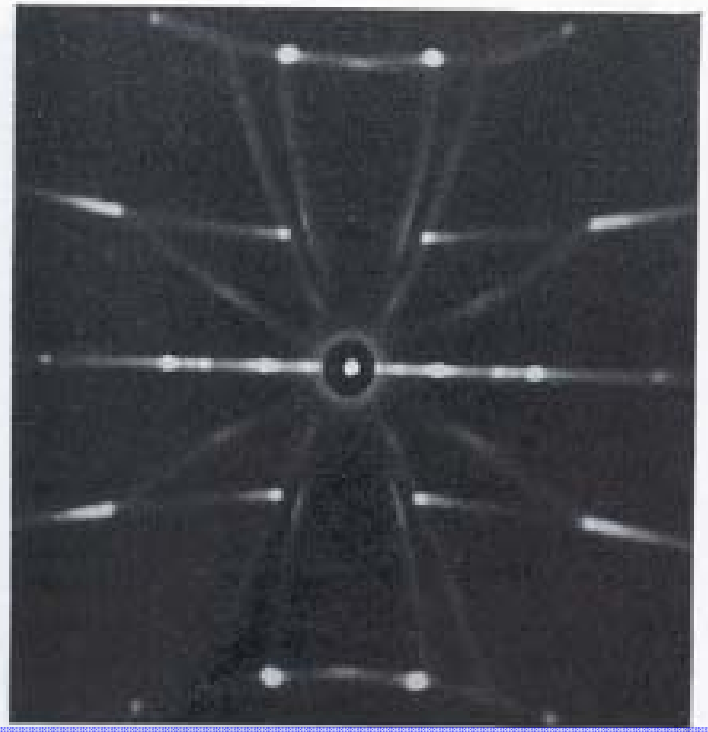


عکسهای پراش حاصل از الیاف



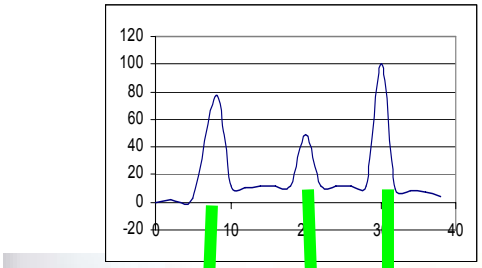
الیاف شیشه

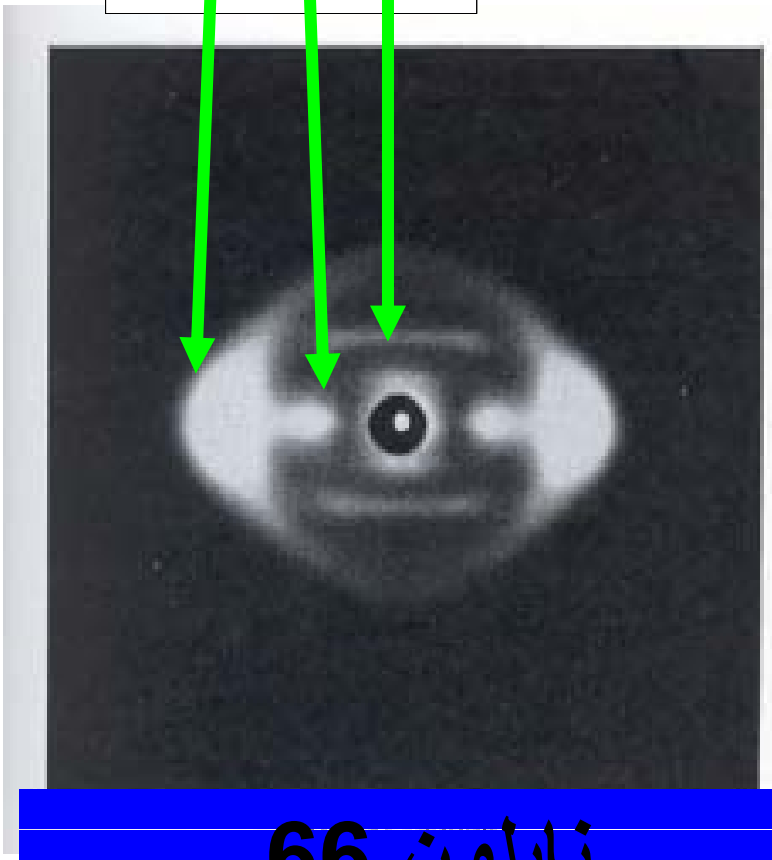
کاملا بی نظم



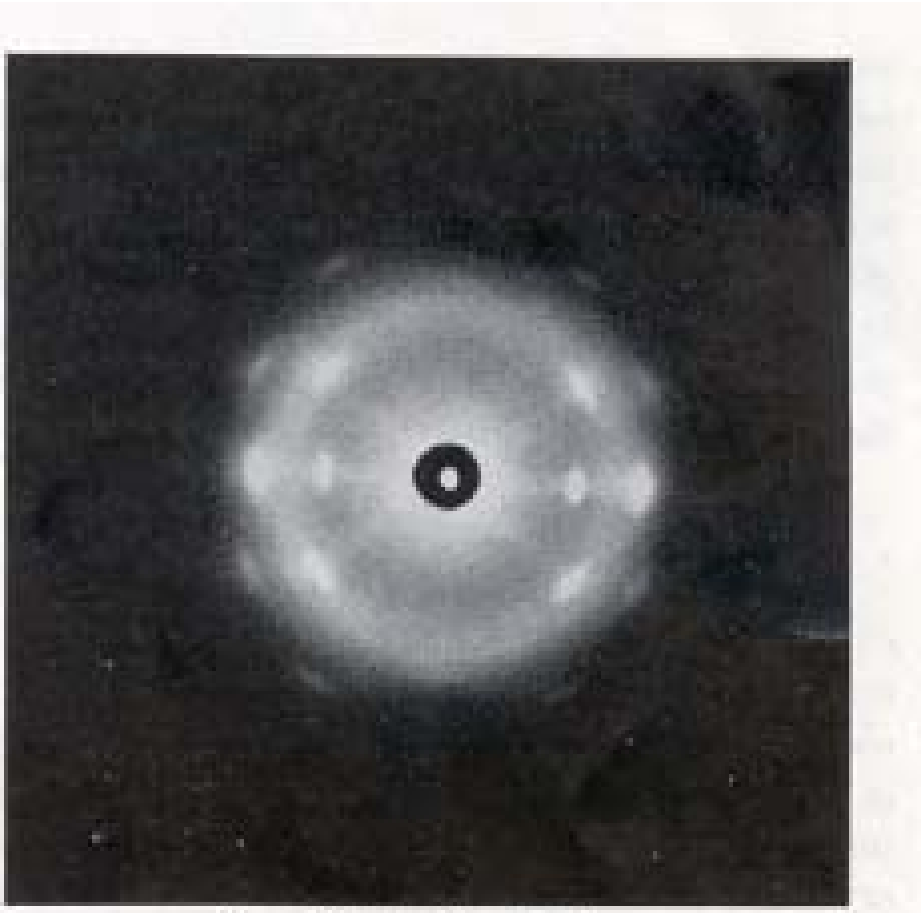
الیاف اسبستasbestose

کاملا بلوری -آرایش کامل



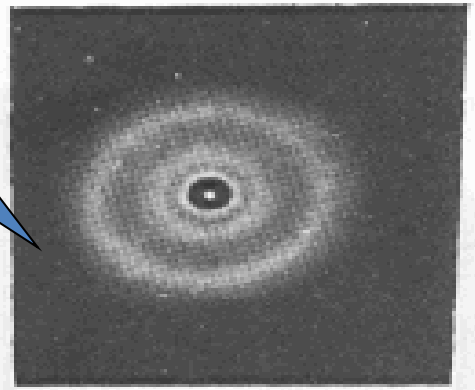


نایلون 66

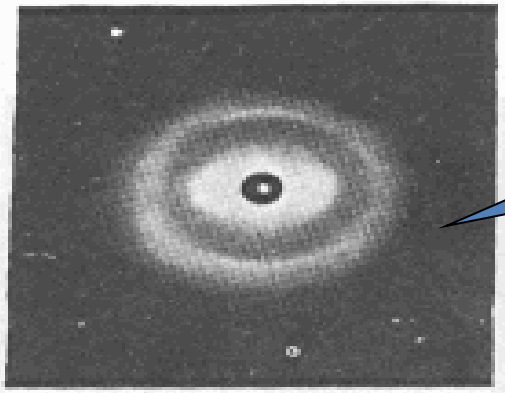


لاستیک کشیده شده

ARDIL

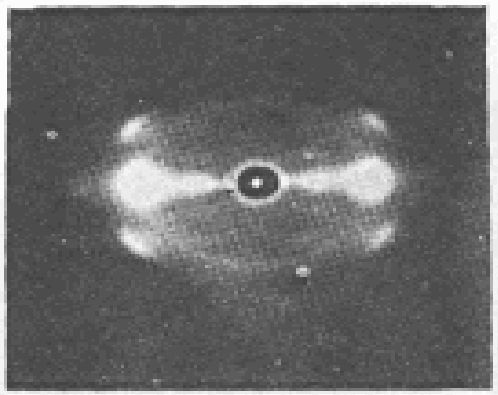


(a) Regenerated protein fibre (Ardil)

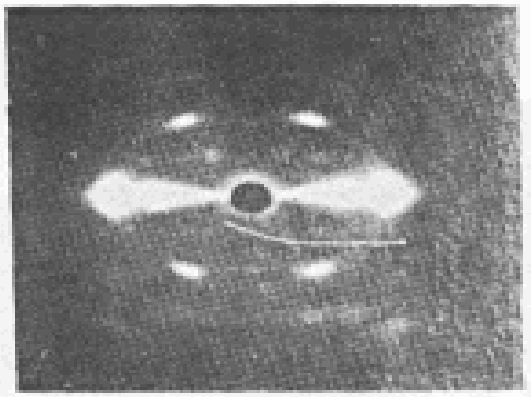


(b) Wool

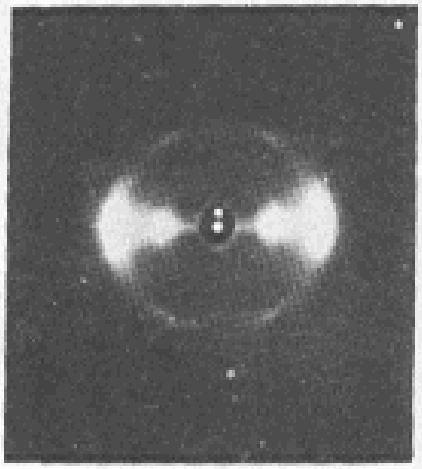
پشم



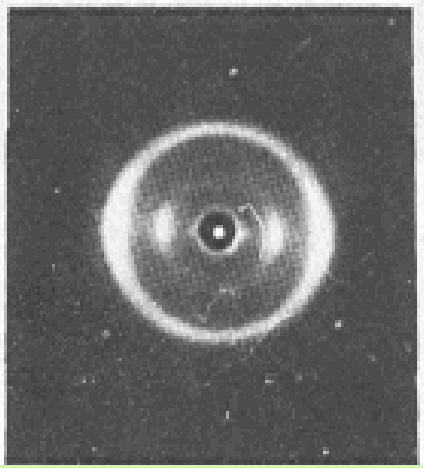
ابریشم



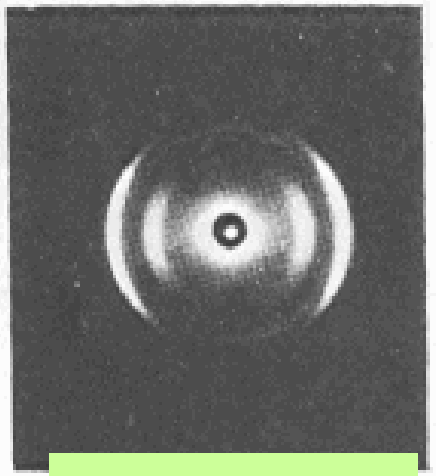
Hemp



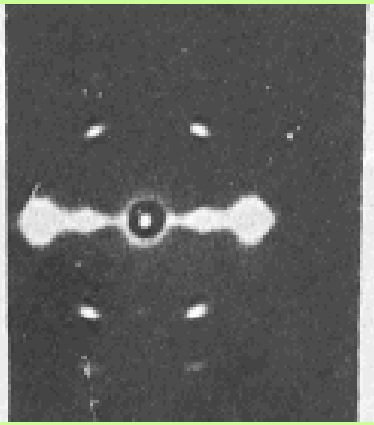
High tenacity viscose rayon



Standerd Viscose



Cotton



Fortisan

روش بلور چرخان

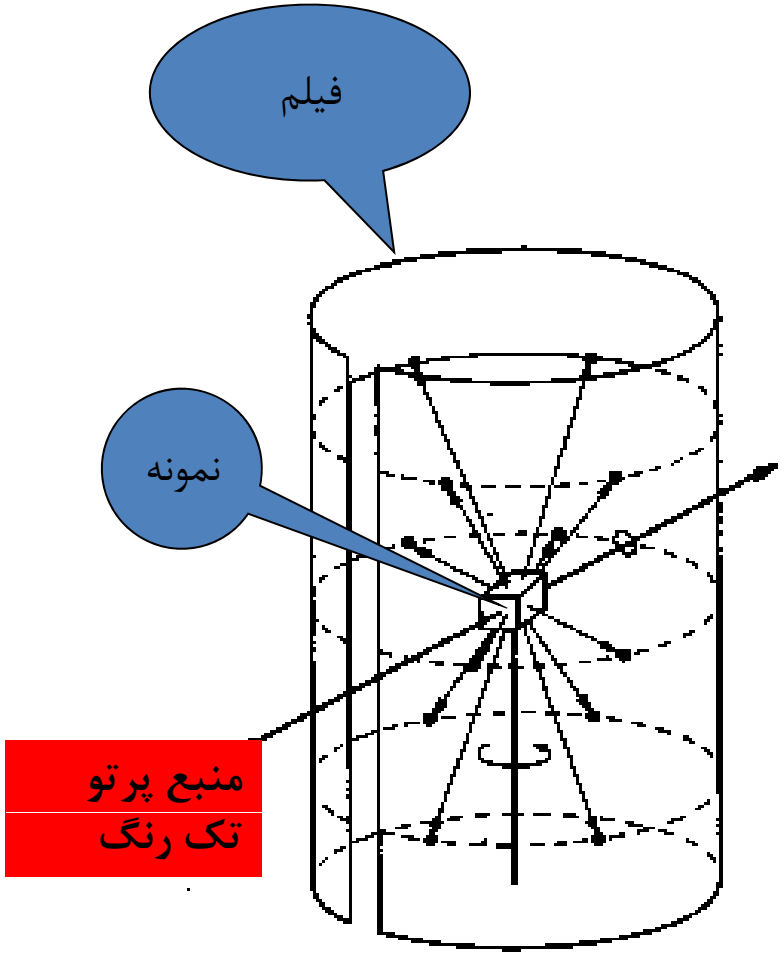
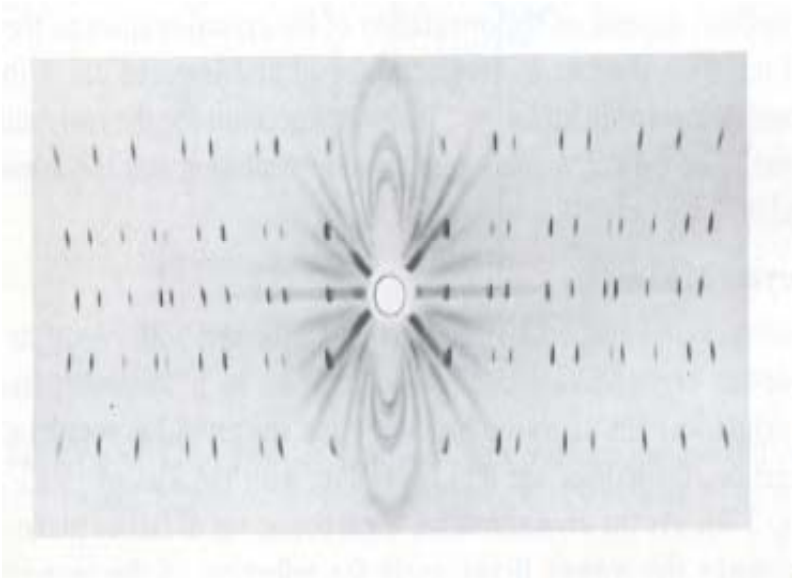
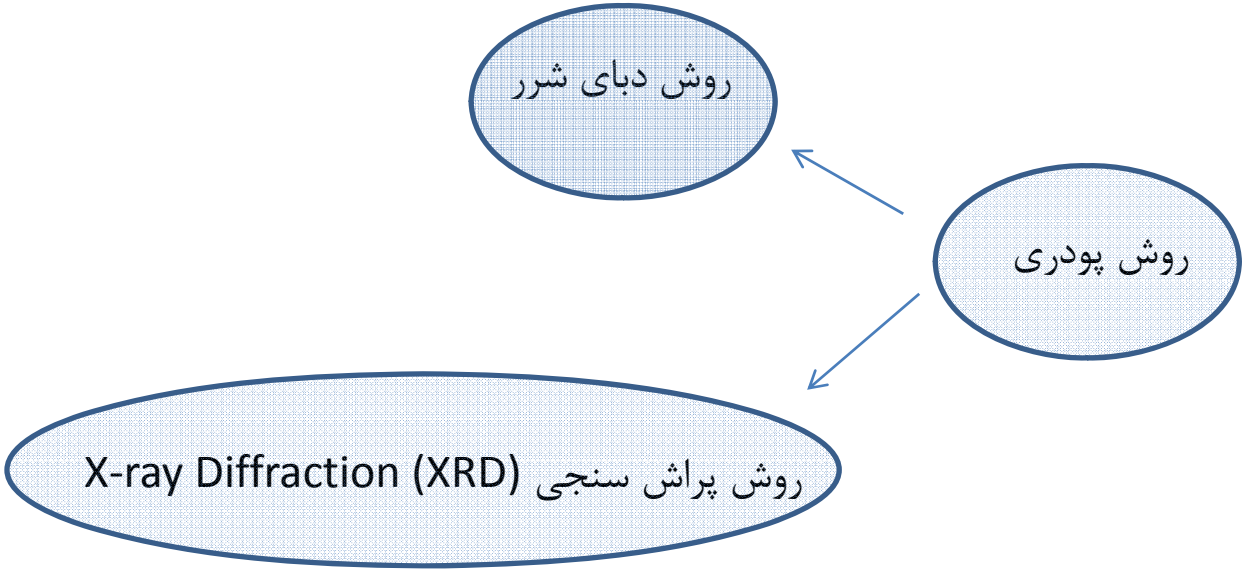


Fig. 3–9 Rotating-crystal method.

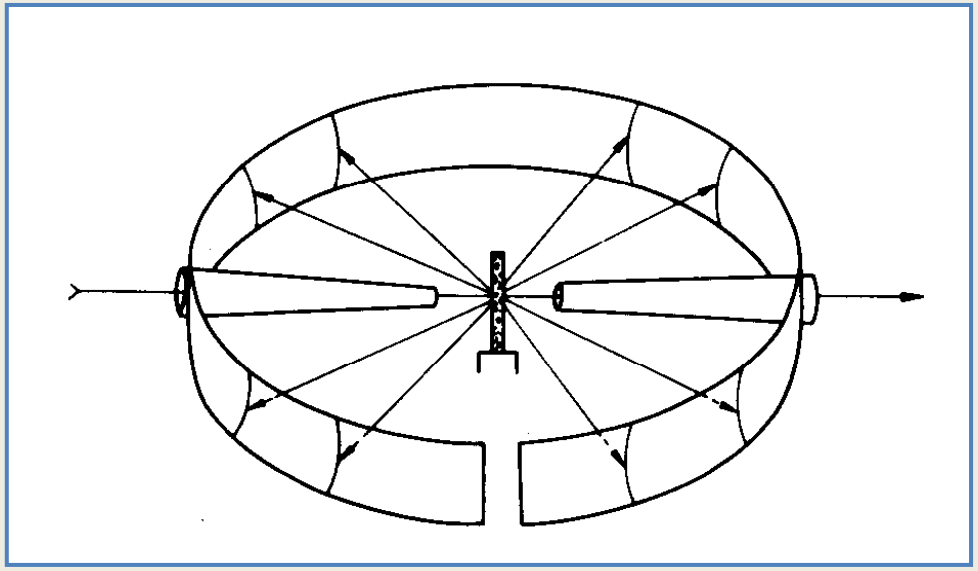


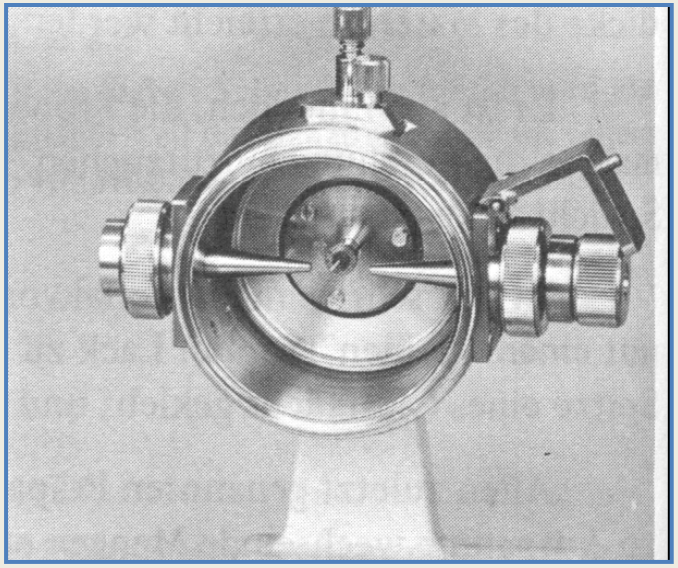
عکس از بلور کوارتز (هگزاگونال)

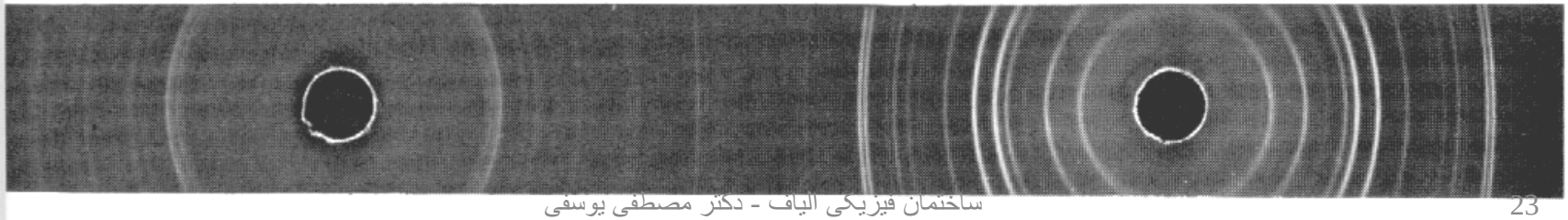

روش دبای شرر
روش پودری
روش پراش سنجی X-ray Diffraction (XRD)

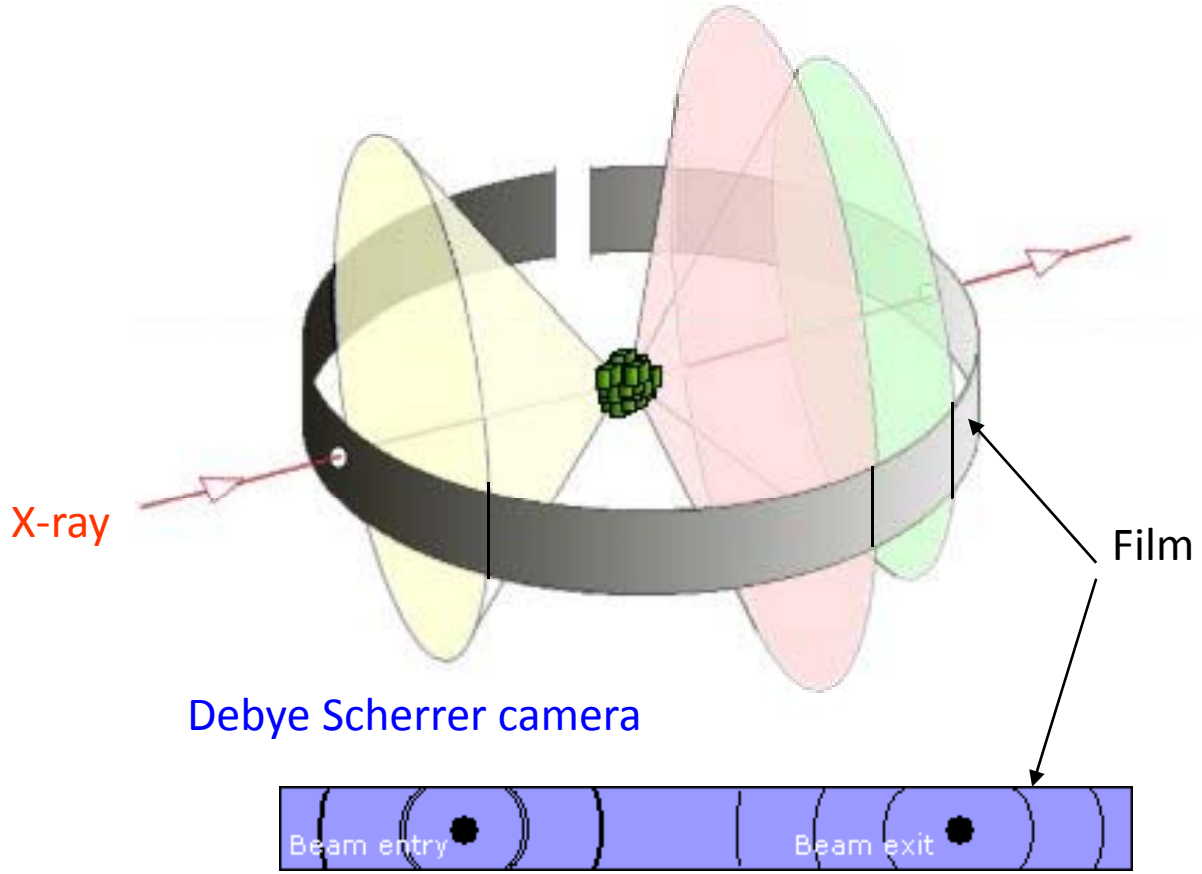
برای بدست آوردن داده های تفرق، زوایای مخروط های تفرق، 2θ باید تعیین شود.

Debye Scherrer Camera



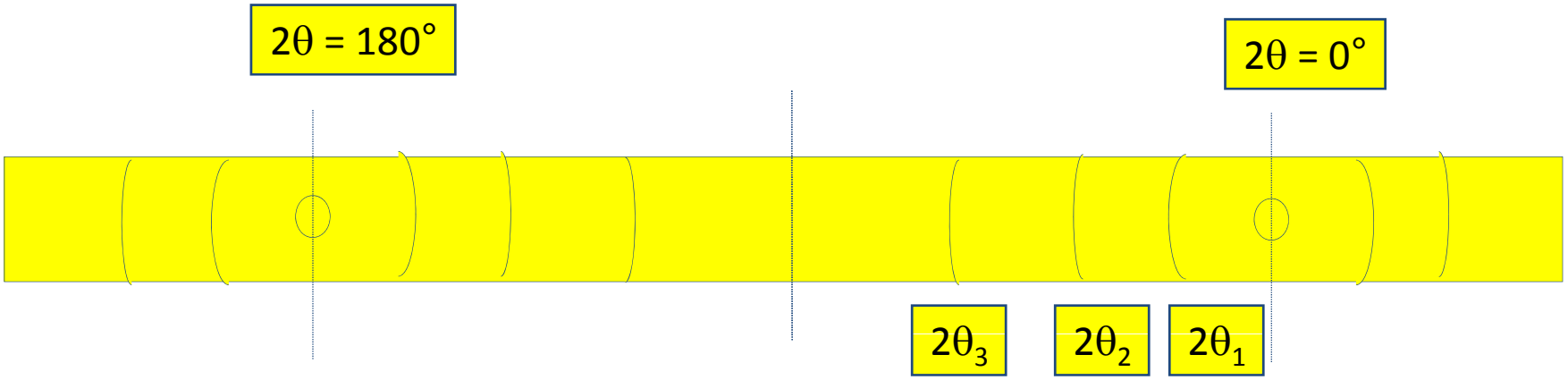






یک نمونه پودری شامل صدها بلورینه می باشد. پرتو متفرق شده یک مخروط تشکیل می دهد. یک فیلم دایره ای برای ثبت طرح تفرق استفاده می شود. در اثر برخورد هر مخروط با فیلم، خطوط تفرق روی فیلم حاصل می شوند. این خطوط به صورت کمان هایی روی فیلم دیده می شوند.

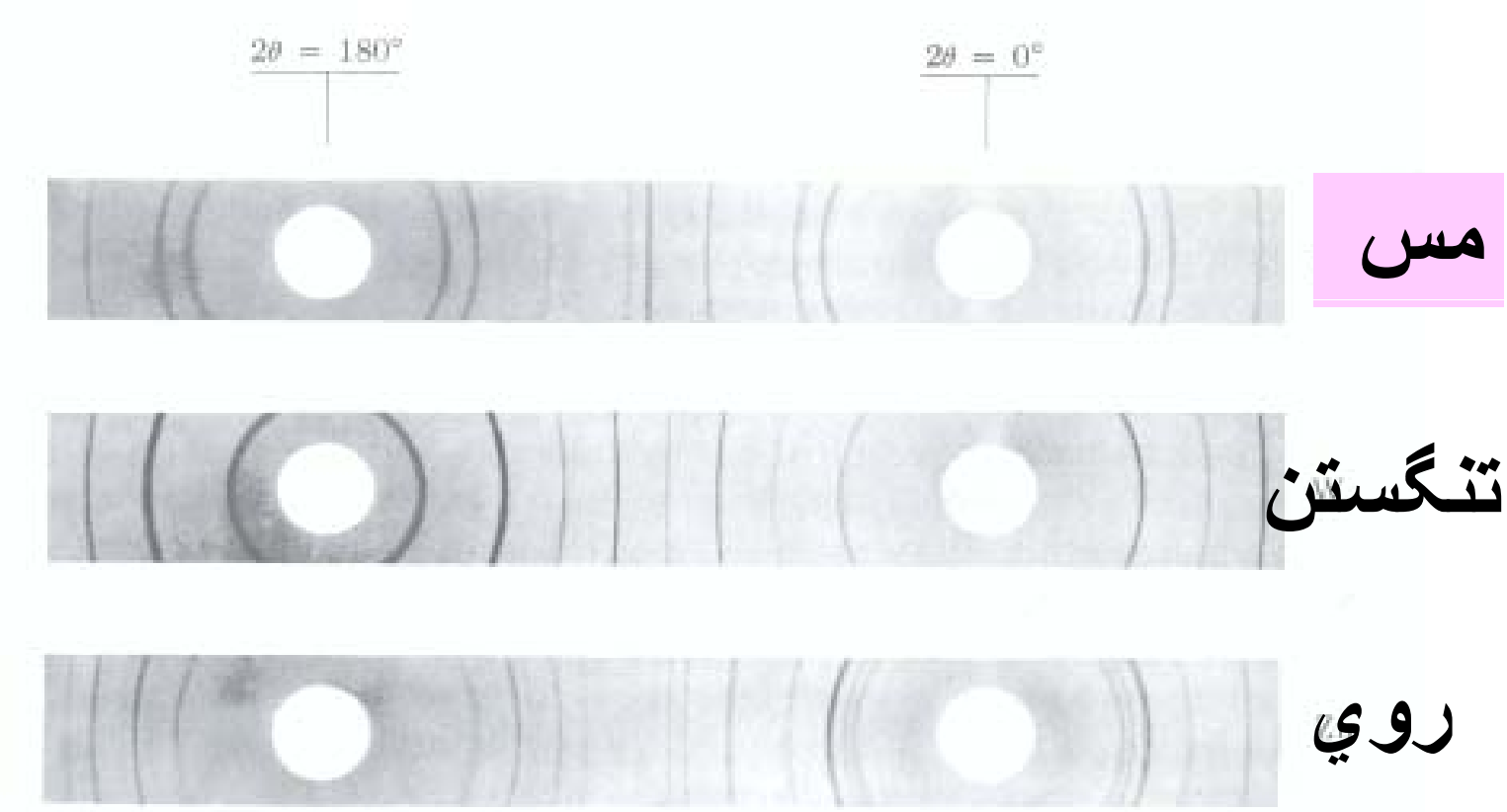
Debye-Scherrer method

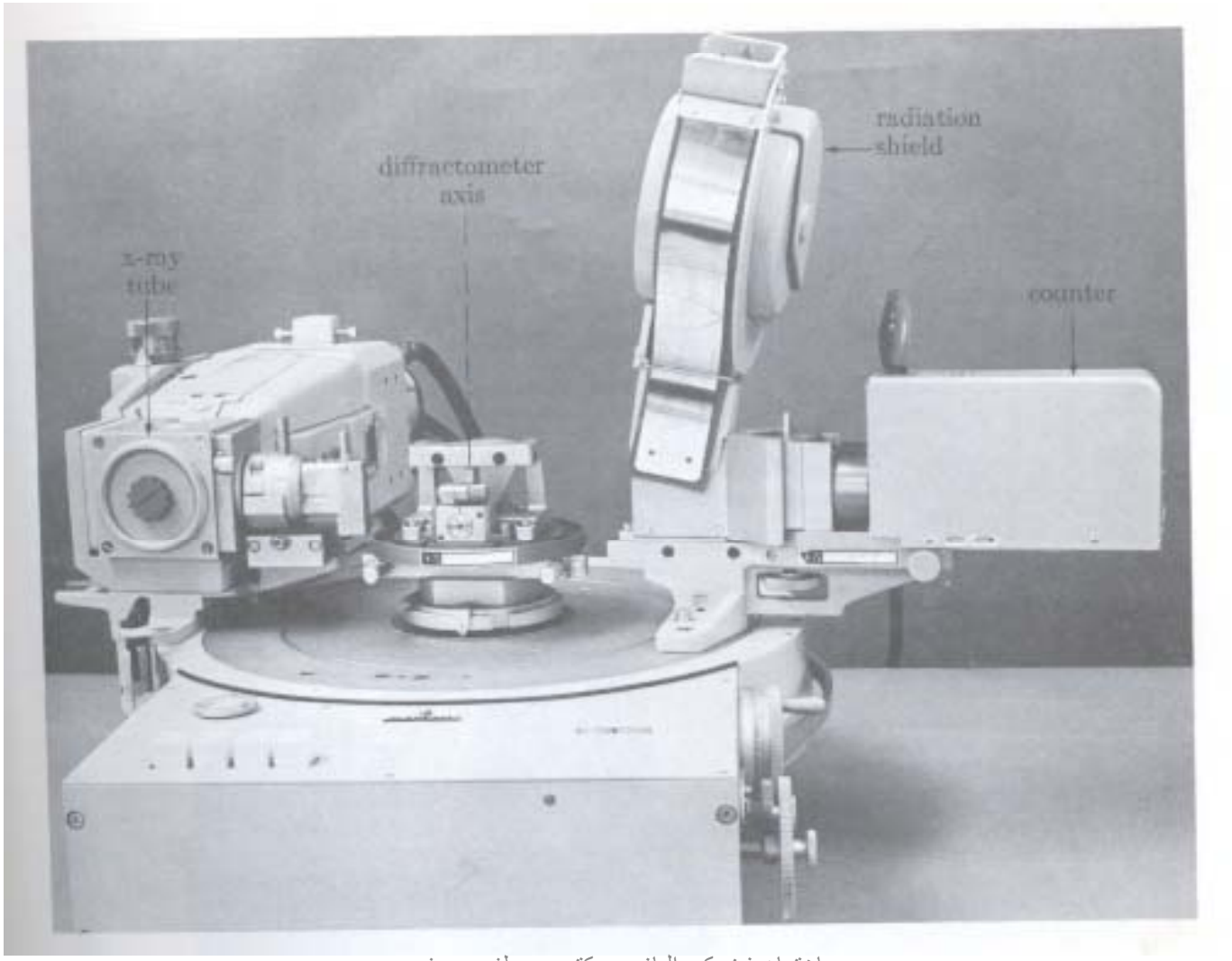


- با جایگزین کردن مقادیر θ در رابطه براگ، فاصله صفحات در شبکه (d) محاسبه می شود.
- شدت پیک های تفرق روی فیلم نیز با داشتن مشخصات فیلم (مانند حساسیت فیلم) قابل محاسبه است.

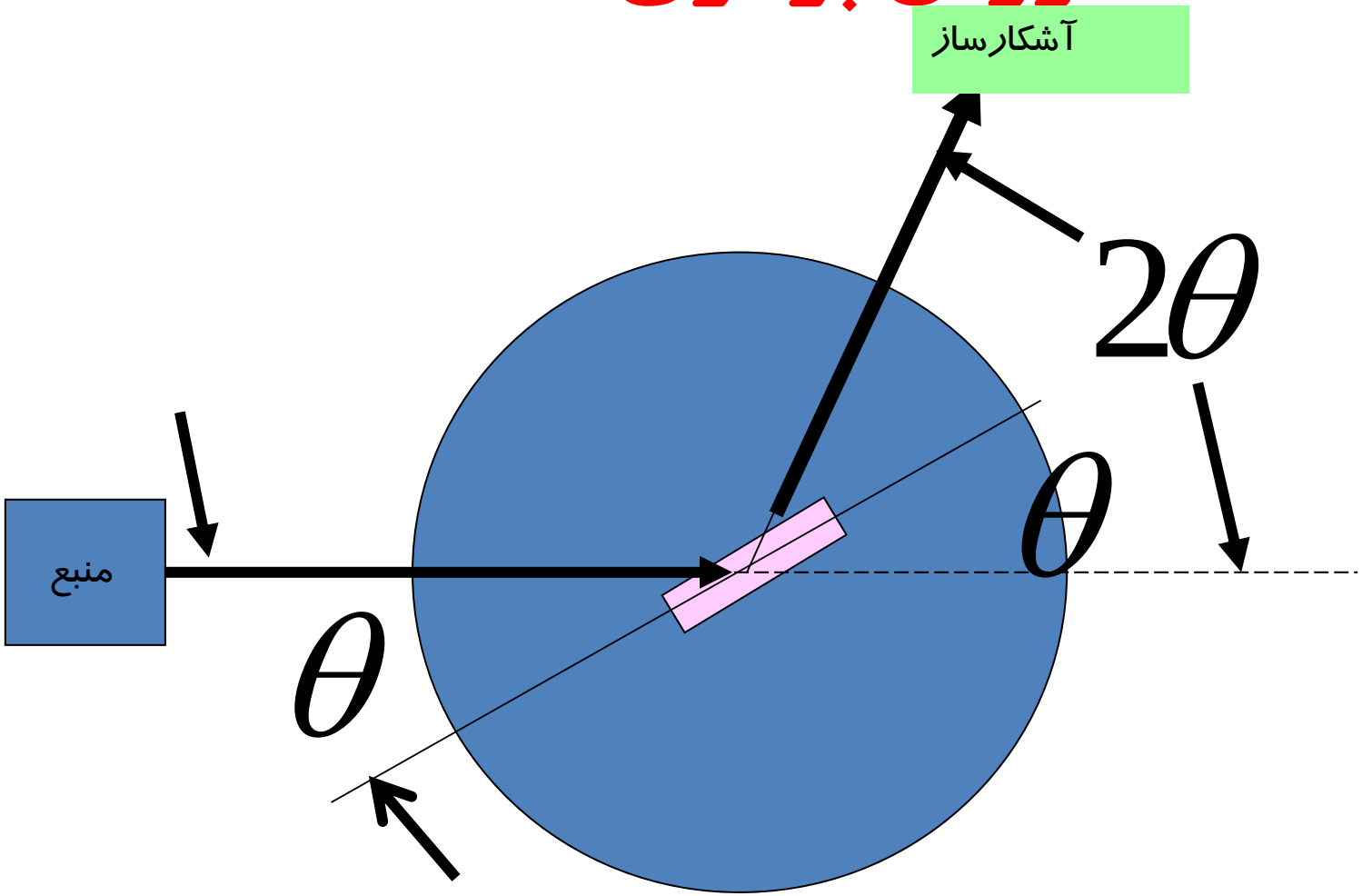
$$\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta_{hkl}$$

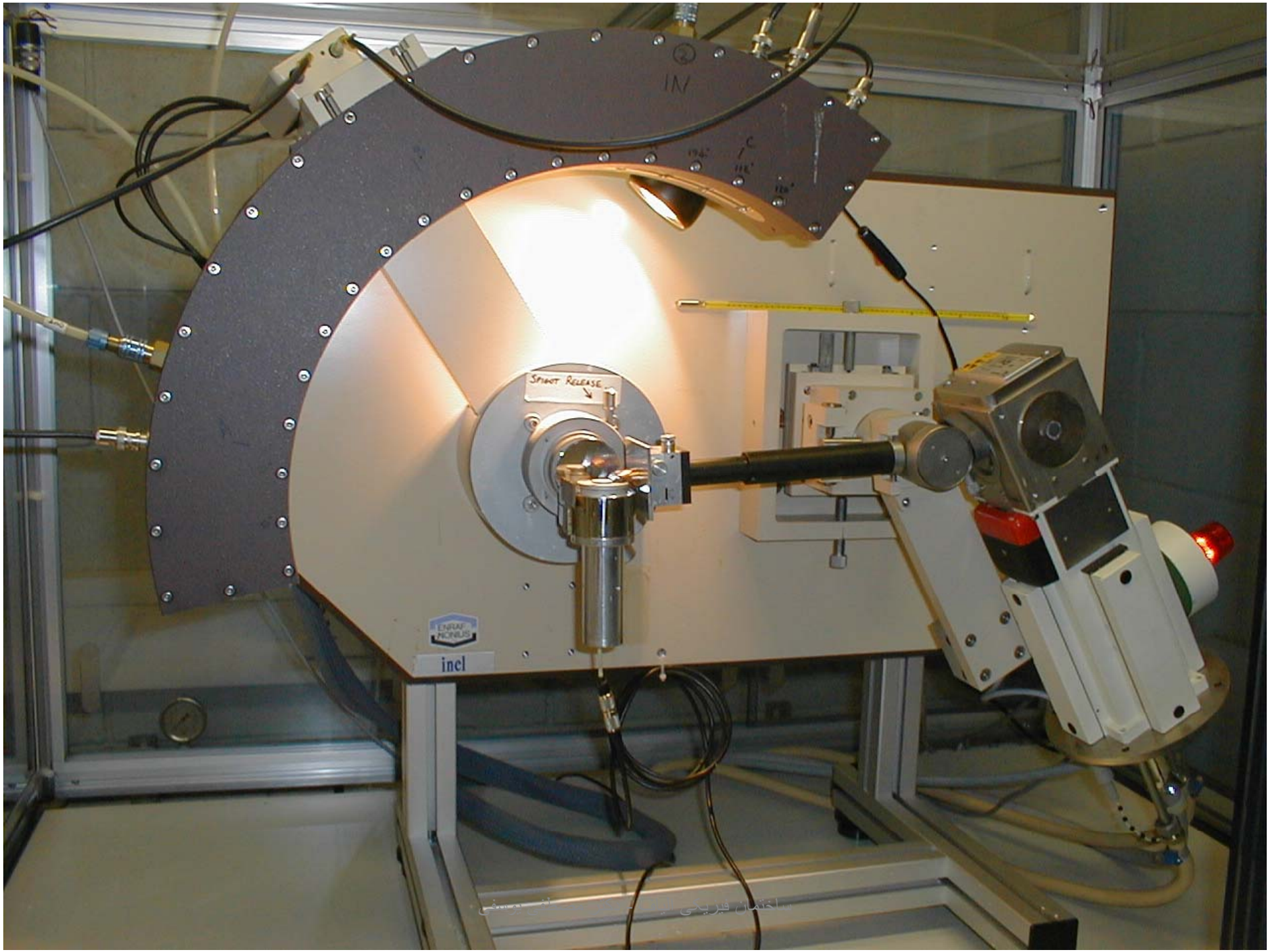
عکسهای حاصل با دستگاه د بی شرر



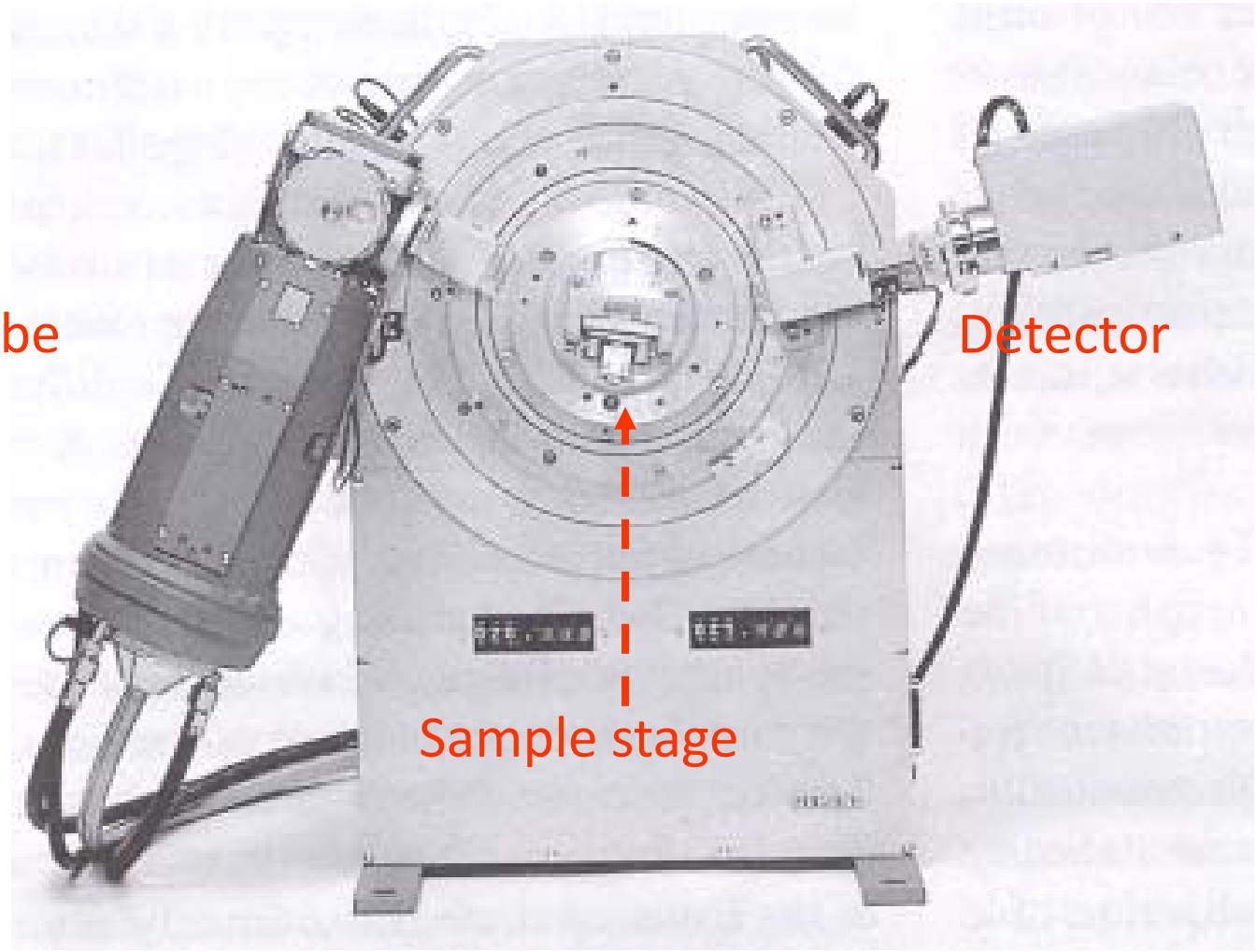

radiation
shield
diffractometer
axis
x-ray
tube
counter

روش پودری XRD



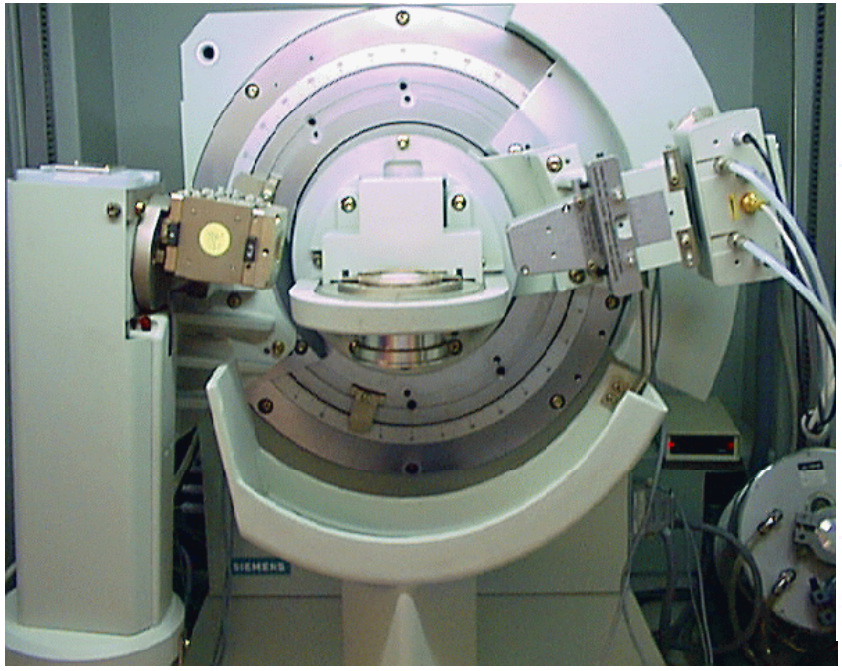

IN
SPIN RELEASE
incl

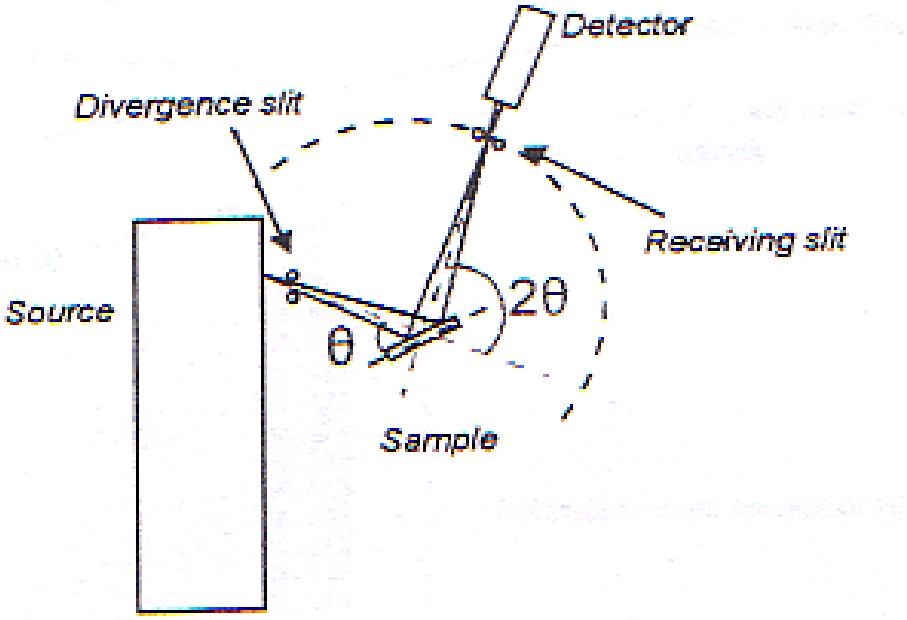
A Modern Automated X-ray Diffractometer

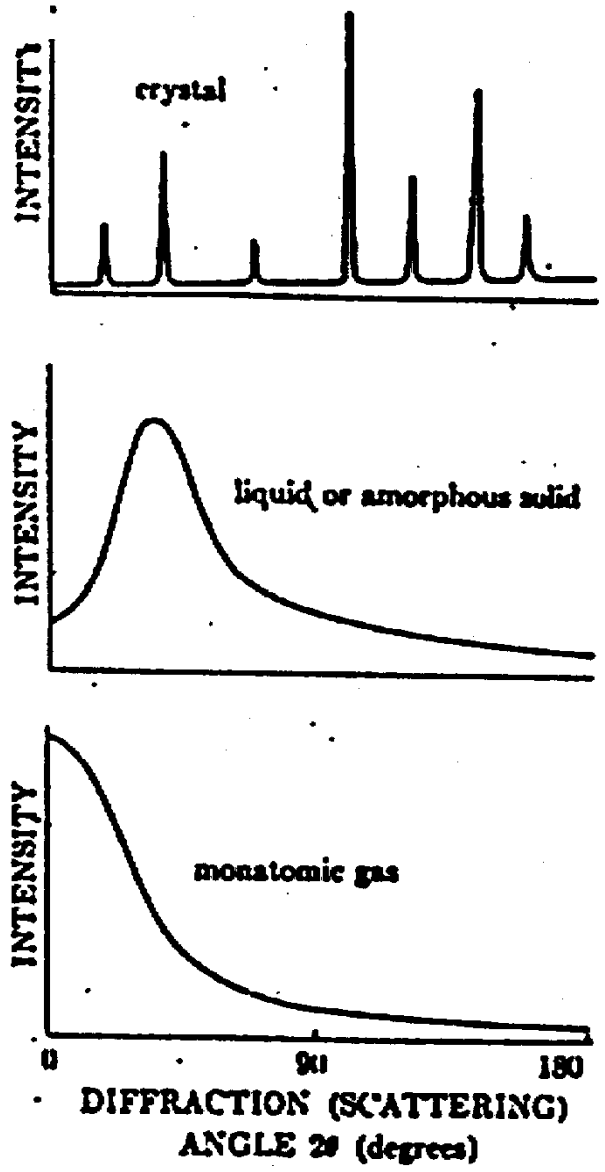


Cost: $560K to 1.6M

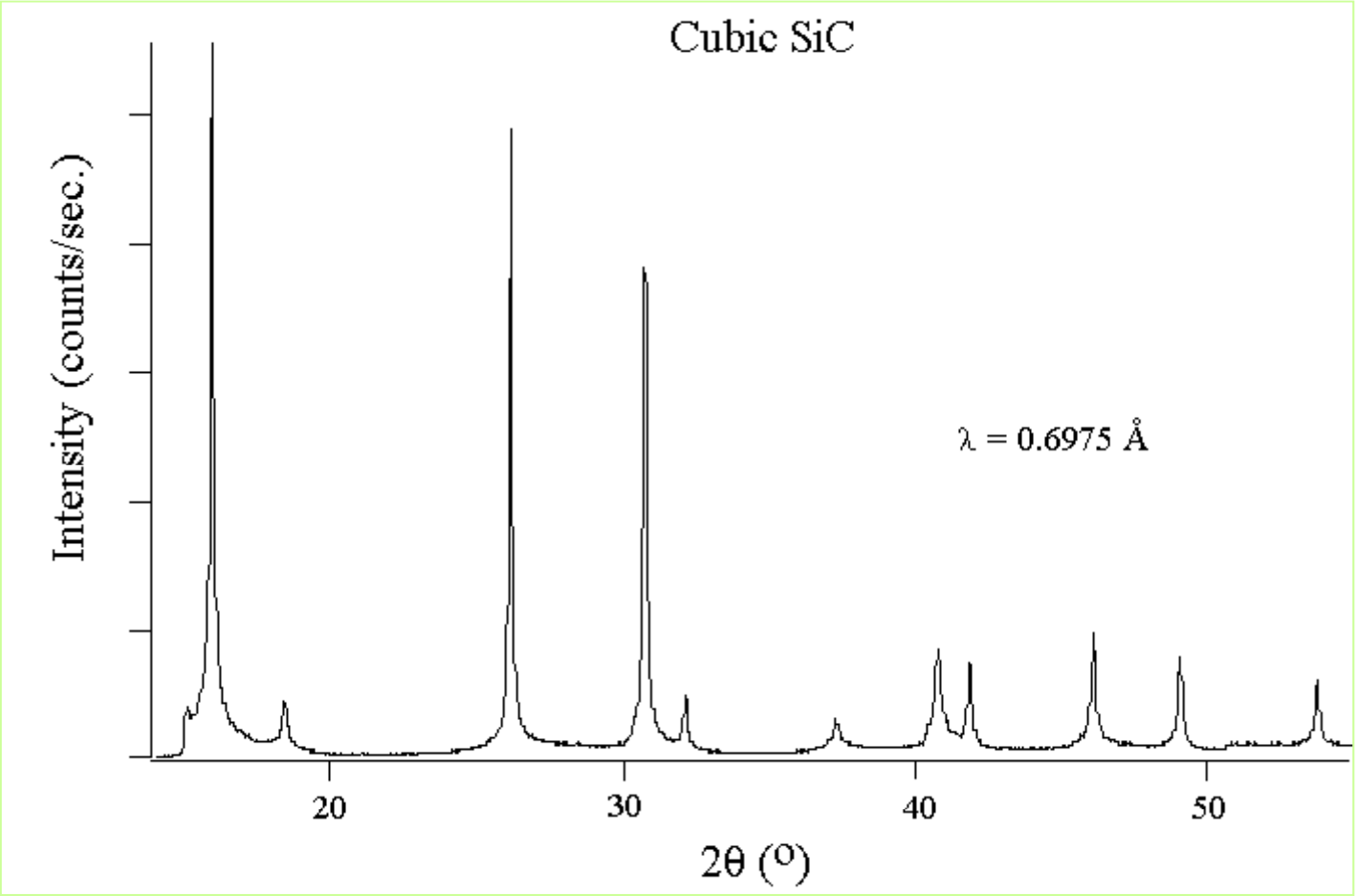
Powder Diffractometer

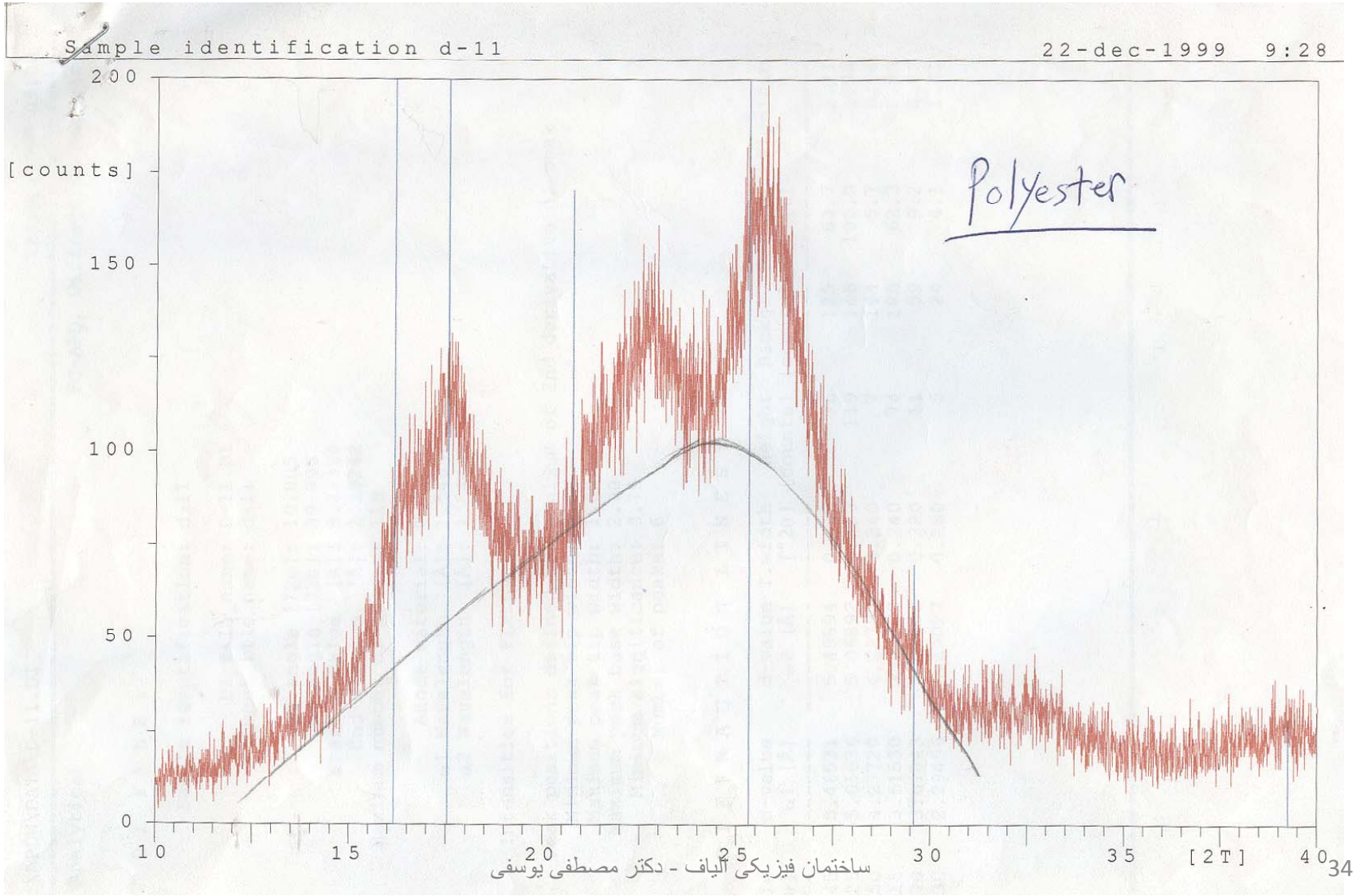





INTENSITY
crystal
INTENSITY
liquid or amorphous solid
INTENSITY
monatomic gas
0
90
180
DIFFRACTION (SCATTERING)
ANGLE 2θ (degrees)

طیف حاصل از دیفراکتومتر برای SiC

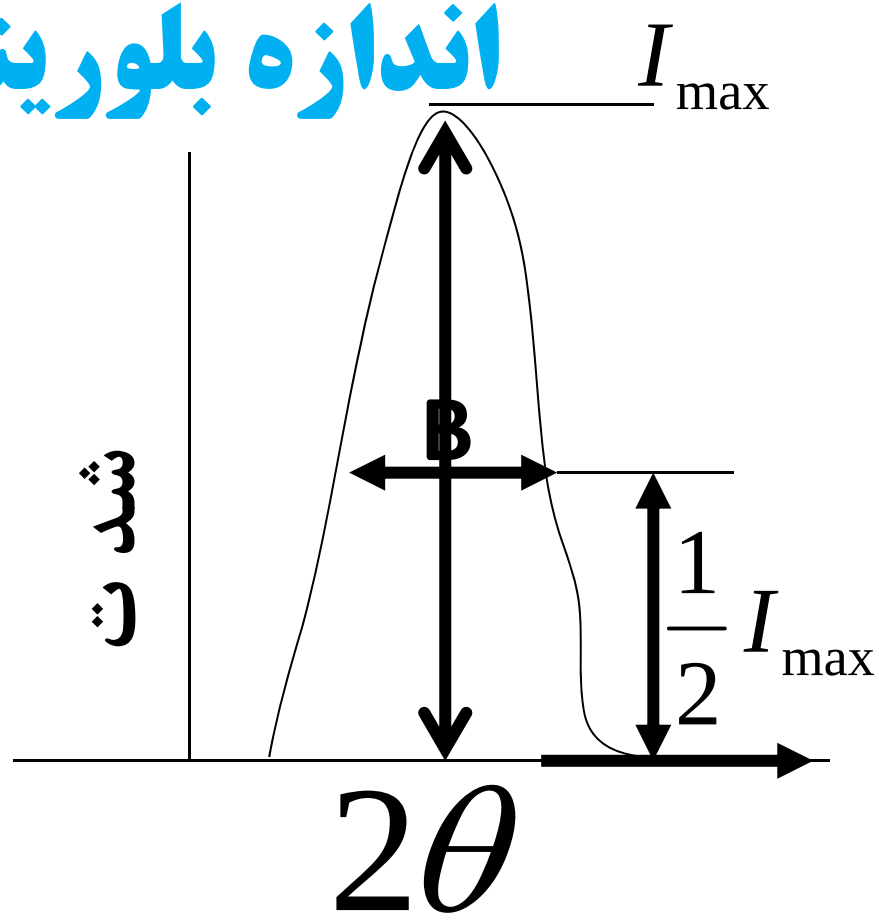



Sample identification d-11
22-dec-1999 9:28
[counts]
200
150
100
50
0
10
15
20
25
30
35
[2T]
40
Polyester

اندازه بلورینه ها (میسل ها)

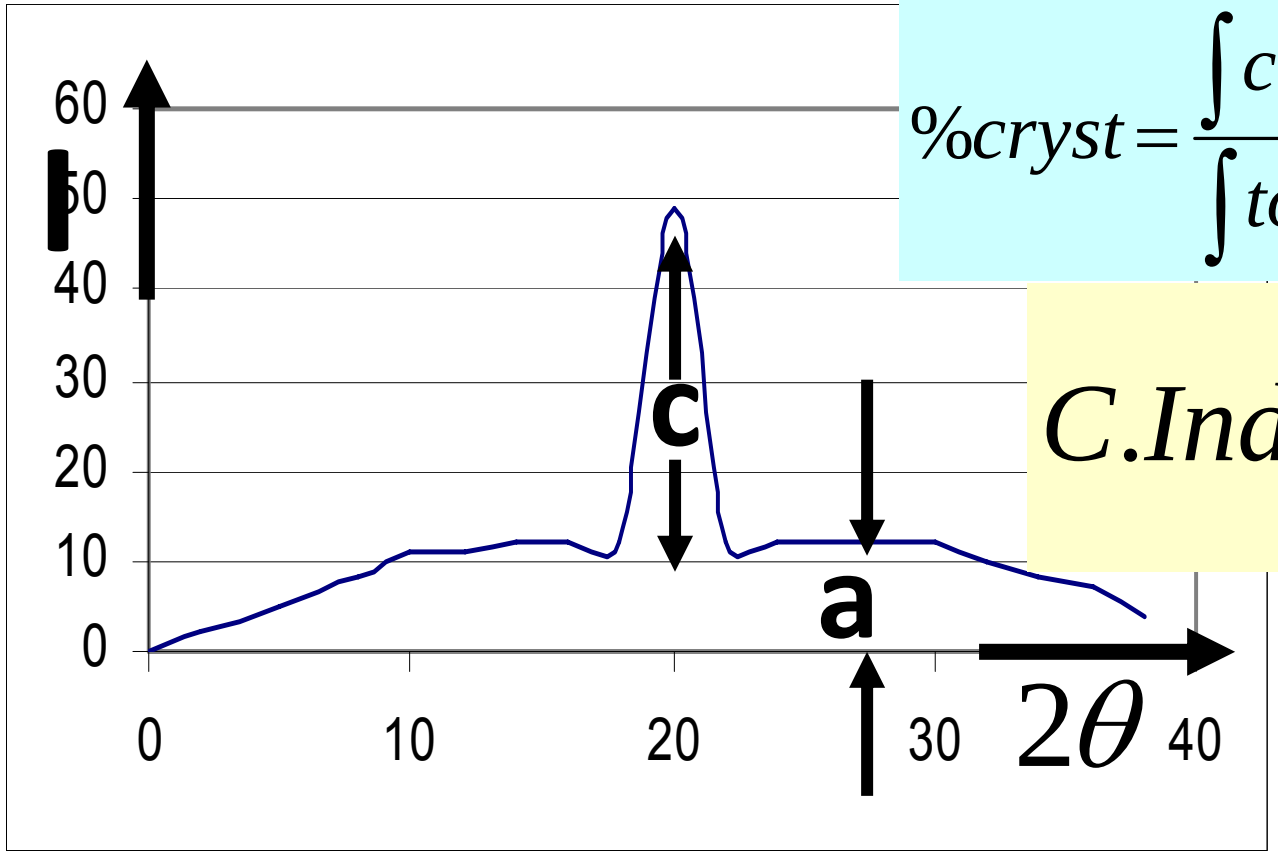
فرمول شرر

$$t = \frac{0.9\lambda}{B\cos(\theta_B)}$$



منحنی های شدت بر حسب زاویه پراش با بزرگ شدن اندازه باریک میشود

تعیین در صد یا شاخص تبلور



$$\%cryst = \frac{\int cryst}{\int total} \times 100$$

$$C.Index = \frac{c}{a+c}$$

اطلاعات حاصل از پراش پرتو ایکس

- فاصله صفحات - مشخصات سل واحد
- درصد تبلور.
- جهت گیری یا آرایش یافتگی بلورها.
- اندازه بلورینه ها
- از اندازه گیری در زاویه کم، (SAXS)، تکرارها با فاصله زیاد- اندازه قطر فیبریلها- ورقه ها به دست می آید

درصد تبلور

حجم کل

حجم مناطق بلوری

حجم مناطق بی نظم

$$V = V_c + V_a$$

جرم کل

جرم مناطق بلوری

جرم مناطق بی نظم

$$m = m_c + m_a$$

$$\rho V = \rho_c V_c + \rho_a V_a$$

نسبت حجمی تبلور

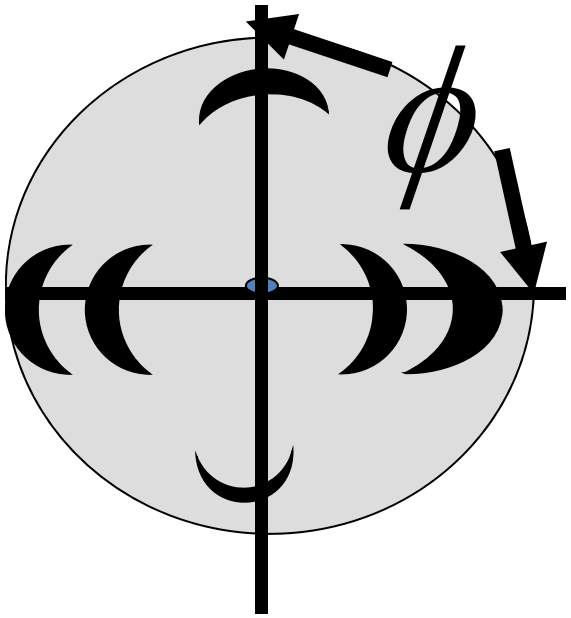
$$\varphi_c = \frac{V_c}{V} = \frac{\rho - \rho_a}{\rho_c - \rho_a}$$

نسبت جرمی تبلور

$$X_c = \frac{m_c}{m} = \frac{\rho_c V_c}{\rho V} = \frac{\rho_c}{\rho}\left(\frac{\rho - \rho_a}{\rho_c - \rho_a}\right)$$

آرایش بلوری

- آرایش بلوری از عکسهای پودری که الیاف در راستای مشخصی قرار گرفته اند به دست می آید.



$$f_c = (3\langle \cos^2 \phi \rangle - 1)/2$$

$$\langle \cos^2 \phi \rangle = \frac{\int_0^{\frac{\pi}{2}} I(\phi) \cos\phi . \sin\phi \, d\phi}{\int_0^{\frac{\pi}{2}} I(\phi) \sin\phi \, d\phi}$$

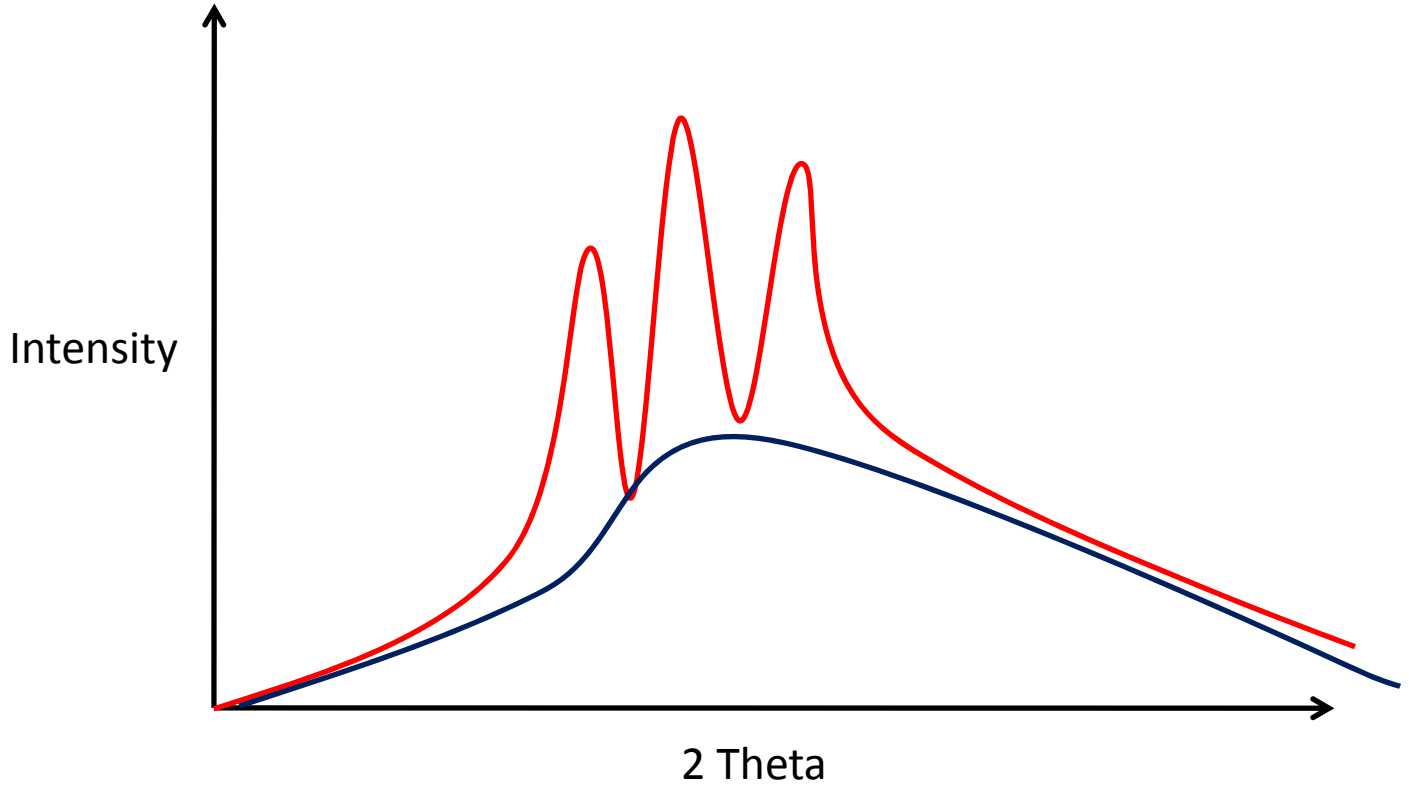
f_c = ضریب آرایش بلوری

= I شدت اشعه ایکس برای صفحات مشخص

XRD Pattern

Significance of Peak Shape in XRD

1. Peak position
2. Peak width
3. Peak intensity


Intensity
2 Theta