

جامعة قاصدي مرباح ورقلة

كلية الرياضيات وعلوم المادة

قسم الفيزياء



مذكرة

ماستر أكاديمي

مجال: علوم المادة

فرع: إشعاع

تخصص: فيزياء الإشعاعات، كاشف و بصريات الكترونية

من إعداد: فتيتي مروة

بغنوان:

حساب الأقطار المتوسطة لبليرات الكوارتز في الأصناف الحبيبية لرمل

كثبان ورقلة، باستخدام قانون شيرر Scherrer

نوقشت يوم: 2016\05\30

أمام لجنة المناقشة المكونة من:

رئيسا	جامعة ورقلة	أستاذ تعليم عالٍ	عيادي كمال الدين
مناقشا	جامعة ورقلة	أستاذة محاضر. أ.	بلعكروم كريمة
مشرقا	جامعة ورقلة	أستاذ تعليم عالٍ	شيحي إسماعيل

2016\2015

بسم الله الرحمن الرحيم

﴿ يَا أَيُّهَا الَّذِينَ آمَنُوا كُلُوا مِن طَيِّبَاتِ مَا رَزَقْنَاكُمْ وَ اشْكُرُوا لِلَّهِ إِن كُنتُمْ إِيَّاهُ تَعْبُدُونَ ﴾ (البقرة 172)

الحمد لله رب العالمين و الشكر كبير لله الذي أنعم علينا و يسر لنا إتمام هذا العمل .

لا يسعني إلا أن أتقدم بالشكر الخالص إلى الذي تفضل بإشرافه على هذا العمل، الأستاذ الفاضل

د. شيحي إسماعيل، فكان قبس الضياء في عتمة البحث، و كان قبطان مركبة العلم سابقا، أبقاه الله ذخرا

لطلبة العلم، و جعل ذلك في ميزان حسناته و أرضاه بما قسم له .

كما أتقدم بالشكر إلى الأستاذ عيادي كمال الدين على قبوله ترؤس لجنة المناقشة، و الأستاذة بلعكروم كريمة على قبولها مناقشة هذه المذكرة.

لابد لنا و نحن نخطو خطواتنا الأخيرة في هذا المرحلة من التعليم الجامعي أن نعود إلى عام مضى، قضيناه في

رحاب جامعة قاصدي مرباح ورقلة مع أساتذتنا الكرام الذين قدموا لنا الكثير، باذلين بذلك جهودا كبيرة، أن

أتقدم بأسمى آيات الشكر و الامتنان و التقدير إلى جميع أساتذتنا الأفاضل بقسم الفيزياء.

كما أتوجه بللشكر الخالص لجميع المسؤولين و الباحثين

في مخبر الإشعاع و البلازما و فيزياء السطوح (L.R.P.P.S)

كما لا أنسى أن أتفضل بالشكر الجزيل لكل أساتذة مخبر VTRS بالوادي

الفهرس

.....	الفهرس
.....	قائمة الأشكال
.....	قائمة الجداول
1	مقدمة عامة

الفصل الأول: المبادئ النظرية و العملية لانعراج الأشعة السينية

3	I - المبادئ النظرية لانعراج الأشعة السينية
3	I-1 الأشعة السينية
4	I-2 انعراج الأشعة السينية (ظاهرة الحيود)
7	II - المبادئ التجريبية لانعراج الأشعة السينية
7	II-1 الطرق التجريبية لانعراج الأشعة السينية
9	II-2 بعض العوامل و المؤثرات على عرض خط الانعراج

الفصل الثاني : قانون شيرر (SCHERRER)

13	I - محة تاريخية عن العالم بول شيرر
13	II - قانون شيرر (Scherrer)
13	II - 1 السمك الأصلي لبلورة
15	II - 2 معادلة شيرر (Scherrer)
15	II - 2-1 تعريف معادلة شيرر
15	II - 2-2 الطول الموجي للأشعة السينية (λ)
16	II - 2-3 ثابت شيرر (k)
16	II - 2-4 عرض خط الطيف عند نصف الارتفاع
16	II - 3 مجال استخدام معادلة شيرر
17	III - معادلة شيرر المعدلة
17	IV - طرق الحساب الأبعاد المتوسطة البلورية

الفصل الثالث: القياسات العملية و التقدير الحسابي للأقطار المتوسطة

لبليرات الكوارتز في الأصناف الحبيبية

19	I- تحضير العينات
19	I-1 جلب العينات
19	I-2 التصنيف الحبيبي
20	II- القياس التحريبي
20	II-1 جهاز انعراج الأشعة السينية.....
20	II-2 كيفية القياس.....
21	III- برنامج معالجة البيانات
22	IV- الدراسة التحريبية
22	IV-1 دراسة العيئات
33	IV-2 العلاقة بين الأقطار المتوسطة لحبيبات الكوارتز و الأقطار المتوسطة لحبيبات الرمل.....
34	الخلاصة العامة
35	المراجع

فهرس الأشكال

3	رسم تخطيطي للطيف الكهرومغناطيسي	1-I
5	رسم تخطيطي لتداخل الأشعة السينية	2- I
6	رسم تخطيطي لإنعراج الأشعة السينية	3-I
8	رسم تخطيطي لطريقة ديباي - شيرر	4-I
9	رسم تخطيطي لطريقة العدادات	5-I
10	رسم تخطيطي للأبعاد البلورية	6-I
11	رسم تخطيطي لتأثير البلورية على المستويات الشبكية	7- I
14	رسم تخطيطي لأشعة ساقطة على سمك t من البلورة	1- II
16	رسم تخطيطي للطول الموجي لمعدن النحاس	2-II
17	بدلالة $\ln B$ $\ln \frac{1}{\cos \theta}$	3-II
20	جهاز انعراج الأشعة السينية	1-III
22	مخطط انعراج الأشعة السينية للعينه A	2-III
24	بدلالة $\ln(B)$ $\ln \frac{1}{\cos(\theta)}$	3 -III
25	بدلالة $B \cos(\theta)$ $\sin(\theta)$	4 - III
26	مخطط انعراج لأشعة السينية للعينه B	5 - III
27	بدلالة $\ln(B)$ $\ln \frac{1}{\cos(\theta)}$	6-III
27	بدلالة $B \cos(\theta)$ $\sin(\theta)$	7-III
28	مخطط انعراج لأشعة السينية للعينه C	8-III
29	بدلالة $\ln(B)$ $\ln \frac{1}{\cos(\theta)}$	9 -III
29	بدلالة $B \cos(\theta)$ $\sin(\theta)$	10-III
30	مخطط انعراج لأشعة السينية للعينه D	11-III
31	بدلالة $\ln(B)$ $\ln \frac{1}{\cos(\theta)}$	12 -III
31	بدلالة $B \cos(\theta)$ $\sin(\theta)$	13 -III
33	علاقة الأقطار المتوسطة لحبيبات الكوارتز و الأقطار المتوسطة لحبيبات الرمل	14 -III

قائمة الجداول

15 قيم الأطوال الموجية للأشعة السينية الأكثر استعمالاً في علم البلورات	1- II
19 أحجام العينات الأربعة لرمال المراد قياسها	1 -III
21 قائمة ASTM الموافقة للعينات الأربع	2 -III
23 الأقطار المتوسطة لبلورة الكوارتز للعيينة A	3 -III
28 الأقطار المتوسطة لبلورة الكوارتز للعيينة B	4 - III
30 الأقطار المتوسطة لبلورة الكوارتز للعيينة C	5 -III
32 الأقطار المتوسطة لبلورة الكوارتز للعيينة D	6 -III
32 الأقطار المتوسطة لبلورات الكوارتز في الأصناف الحبيبية	7 -III

مَعْرِفَةُ عَالَمِنَا

لم تعد أهمية الرمل تقتصر على الزراعة و عمليات البناء فقط، بل تعدت ذلك بدخولها عالم الصناعة الزجاجية، و ها هو الرمل اليوم يخلق ثورة كبيرة بدخوله محور الطاقات الشمسية، حيث أصبح يستعمل كخزانات شمسية، أو أكثر من ذلك، فقد أضحى يستعمل في صناعة الأغشية الرقيقة، و مع تطور تقنيات الذرية و النووية في العشرة الأخيرة، تمكن علماء الفيزياء من معرفة مكوناته و خصائصه و أحجام حبيباته و حتى ألوانه، و هذا أمر بالغ الأهمية، دفعنا إلى دراسة رمل منطقتنا، حيث تناول زملائي هذا الموضوع من قبل [1-4]، [11-13]؛ فعملوا على توظيف هذه التقنيات على عينات من الكنثبان الرملية لمنطقة ورقلة من بينها:

- تقنية الفلورة بالأشعة السينية (XRF): و هي إحدى الظواهر التي تحصل في مواد معينة عند تعرضها لضوء أو لأشعة سينية، و توصلوا من خلالها إلى معرفة التكوين النوعي و الكمي للرمل.

- كما استعملوا المجهر الإلكتروني الماسح (MEB) الذي يركز على تفاعل حزمات إلكترونية المسرعة مع المادة، و توصلوا إلى معرفة التوزيع السطحي للرمل، و ما تمكنوا من أخذ صور مفصلة للنسيج السطحي له.

- تقنية التحليل بالتنشيط النيوتروني: و هي تقنية تجعل عنصرا أو أكثر موجودا في مادة نشيطا إشعاعيا، و ذلك بعد تعرضها إلى تيارات نيوترونية داخل مفاعلات نووية كبيرة، و تحصلوا على أبرز مكونات الرمل فكان أبرزها الكوارتز.

بعد ذلك واصلوا أبحاثهم مستخدمين طرق التحليل الطيفي، و هي طرق تعتمد على امتصاص و انبعاث الطاقة الإشعاعية، إذ بتفسير هذه المعلومات يمكن الحصول على معلومات كمية و نوعية، حيث تعطى على شكل رسم بياني بين الطاقة الممتصة أو المنبعثة بدلالة موقع الطيف الكهرومغناطيسي و يدعى الطيف، فاستعملوا مطيافية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فوريه (FTIR) فتأكدوا من وجود الكوارتز داخل الرمل من خلال إظهار المجموعة الوظيفية للكوارتز، و توصلوا أيضا إلى أن للكوارتز في رمل ورقلة الطور α ، و كذلك نظام تبلوره هو النظام السداسي، و إلى جانب ذلك تعرفوا على وسائط الخلية. هذا كله كان من خلال طرق التحليل الطيفي.

بناء على هذه النتائج لعينات الرمل ارتأينا مواصلة البحث في هذا الموضوع و الحصول على معرفة جديدة، و هي معرفة الأقطار المتوسطة لبليرات الكوارتز الموجودة في الأصناف الحبيبية لرمل كنثبان ورقلة، و ذلك باستخدام قانون شيرر (Scherrer)، من أجل توظيف بلورات الكوارتز في مجالات أخرى.

لقد قسّمت مذكرتي هذه إلى ثلاثة فصول، فكان الفصل الأول بعنوان المبادئ النظرية و العملية لانعراج الأشعة السينية، حيث تطرقت إلى ظاهرة انعراج الأشعة السينية، ثم بعض الطرق المستعملة سابقا في انعراج الأشعة السينية، و بعض العوامل المساهمة في عرض خط الانعراج، أما في الفصل الثاني فقد تطرقت إلى التعرف على قانون شيرر و مجال استخدامه، فكان عنوان الفصل هو قانون شيرر Scherrer. في الفصل الثالث تطرقنا إلى كيفية تحضير العينات و تعرفنا على جهاز انعراج الأشعة السينية، ثم قمنا بحساب الأقطار المتوسطة لبلورات الكوارتز في الأصناف الحبيبية للكثبان الرملية لمنطقة ورقلة، مستعملين طرق الحساب التي تعرفنا عليها في الفصل الثاني، و في الأخير خلصنا بقيم تقديرية للأقطار المتوسطة للأصناف الحبيبية للكوارتز.

الفصل الأول

المبادئ النظرية و العملية

لانعراج الأشعة السينية

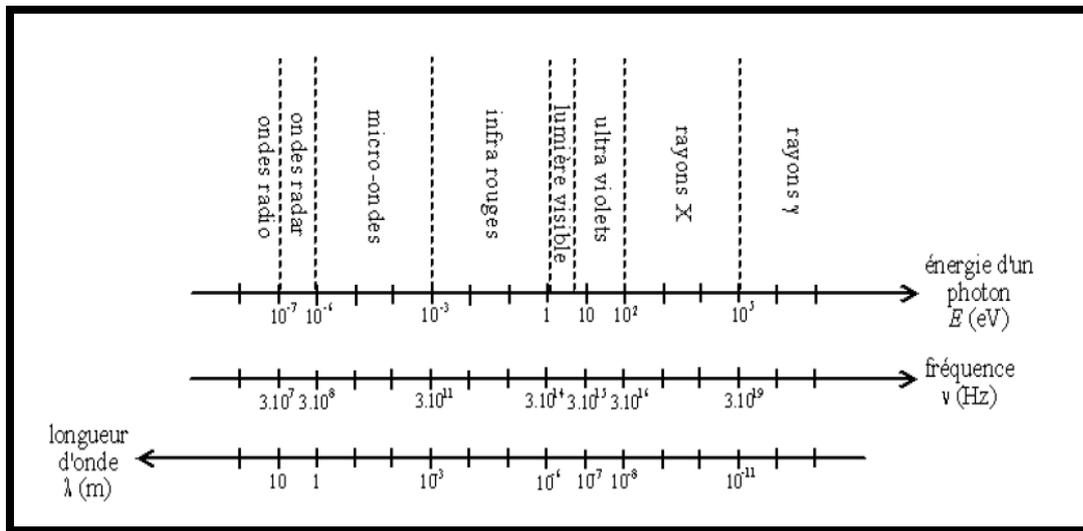
م نذ أن وضع العالم براغ سنة 1912 قانون الحيود للأشعة السينية و الأبحاث تنو اصل في تطبيقه و مجال استعماله، فكانت تطبيقاته الأولى على بلورة وحيدة، بعد ذلك تعددت طرق استخدامه إلى أن جاء العالمان ديباي و شيرر و قاما بتوظيفه على المساحيق، لأن بعض المواد يصعب وجودها على هيئة بلورة وحيدة، و إن كانت المواد متبلورة بل توجد على هيئة مسحوق، ثم جاء العالم ريدارفور سنة 1967 و قام بالتدقيق في البيانات المتحصل عليها، و في الآونة الأخيرة طور الباحثون هذا العمل و ربطوه مع وسائل التكنولوجيا الحديثة، حيث قاموا باستعمال عداد لتسهيل عملية إعطاء أنماط الانعراج، و من خلالها يمكن استنباط المعومات بكل سهولة.

I- المبادئ النظرية لانعراج الأشعة السينية:

I-1 الأشعة السينية:

I-1-1 تعريف الأشعة السينية:

إكتشف العالم رونجن (Rontgen) سنة 1895 الأشعة السينية أو ما تعرف أيضا بأشعة X و ينسب اسمها لاسم مكتشفها Rontgen، و هي عبارة عن موجات كهرومغناطيسية تتميز بطول موجي قصير جداً يتراوح ما بين $(10^{-9}-10^{-11})$ m كما يبين الشكل (I-1). ركزت أول تطبيقاتنا على دراسة البلورات بسبب الرغبة في إظهار الذرات المكونة لجزيئات البلورة[8].



الشكل (I-1): رسم تخطيطي للطيف الكهرومغناطيسي[8].

I-1-2 خصائص الأشعة السينية:

للأشعة السينية عدة خصائص من أهمها:

❖ تستعمل الأشعة السينية في دراسة البلورات لأن طول موجتها في حدود 0.1 nm، و هو نفس المدى الذي تكون عليه الأبعاد البلورية أيضا، و عند تسليط الأشعة السينية على بلورة صلبة فإن هذه البلورة تمتص بعض هذه الأشعة ثم تتفاعل معها، و هكذا تكون كل ذرة مصدرا لموجات ثانوية أخرى، و لهذا السبب أصبحت الأشعة السينية تلعب دورا هاما في معايرة البلورات [5].

❖ للأشعة السينية طاقات بين 10 keV و 100 keV، تحسب بوحدات (eV) و الذي طول موجته λ بالأنجستروم Å من العلاقة التالية: $E = \frac{12400}{\lambda}$ حيث أن: $h\nu = \frac{hc}{\lambda}$ و $1\text{eV} = 1.6 \times 10^{-19} \text{Joul}$ [9].

❖ أستعملت الأشعة السينية في مجالات الطب و الصناعة، و كان الأطباء أول المستفيدين من استعمالها بسبب اختلاف نسب امتصاصها في الأنسجة الحية باختلاف نوع هذه الأنسجة، فاستخدمت خاصية الفلورة في التنظير الشعاعي و دراسة حركية الأعضاء.

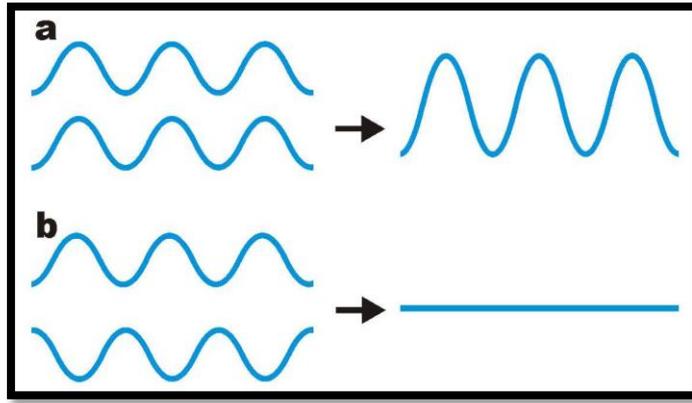
❖ تلعب الأشعة السينية دورا هاما في تطبيقات مختلفة منها (التصوير الإشعاعي، ظاهرة الاستشعاع، التحليل البلوري، المطيافية الإلكترونية للتحليل الكيميائي..... إلخ)

I-2 انعراج الأشعة السينية (ظاهرة الحيود):

يعتبر حيود الأشعة السينية طريقة عالمية لتحديد طبيعة و بنية الأجسام المتبلورة بحيث لا تطلق هذه الطريقة إلا على الأوساط المتبلورة.

I-2-1 شرح ظاهرة انعراج الأشعة السينية:

عند سقوط حزمة من الأشعة السينية أحادية الطول الموجي λ بزاوية θ على سطح بلورية تحتوي ذرات عاكسة تنفصل عن بعضها بمسافة d ، فتعترض هذه الأخيرة لحزمة الأشعة السينية فيحدث لها انعكاس نتيجة تفاعلها مع إلكترونات الذرة، إذا كانت للأمواج المنعكسة أطوار مختلفة ينتج عن جمع هذه الأمواج المنعكسة تداخل هدام ، أما إذا كانت الأمواج المنعكسة نفس الطور فينتج عند جمعها تداخل بناء، الشكل (I-2).



الشكل (I-2): رسم تخطيطي لتداخل الأشعة السينية

يحدث عادة التداخل البناء عندما يكون الفرق بين أطوار الحزم المنعكسة عن المستويات المختلفة من مضاعفات صحيحة لطول الموجة، و عند زوايا سقوط محددة حسب ما أدلى به براغ [5].

I-2-2 قانون براغ:

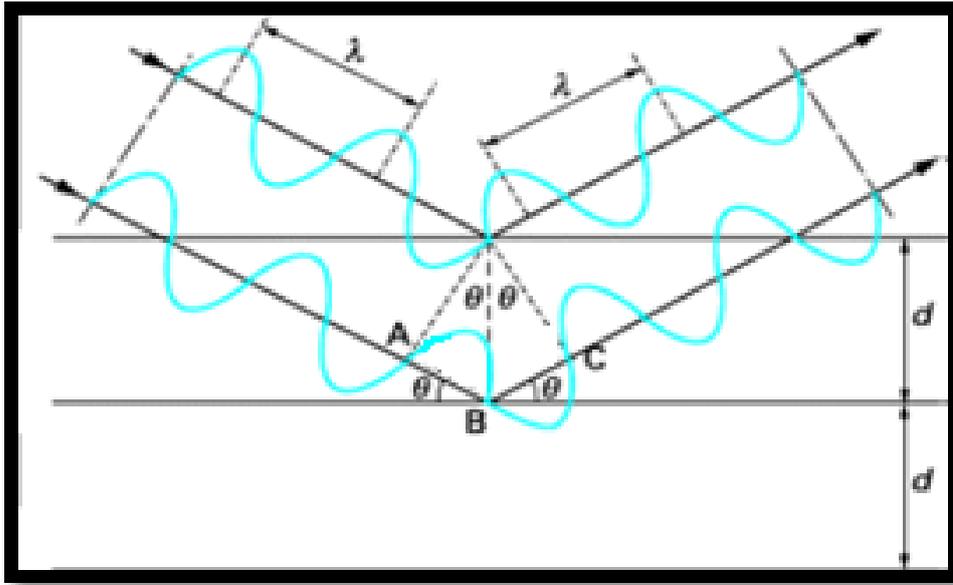
في عام 1913 م تمكن وليام لورانس براغ من وضع الشروط الهندسية لحيود حزمة وحيدة الطول الموجي من الأشعة السينية، وقد افترض أن حزمة الأشعة الساقطة على البلورة تنعكس مثلما تنعكس الأشعة العادية عن المرآة المستوية (زاوية السقوط تساوي زاوية الانعكاس) بالنسبة لمختلف المستويات الذرية في البلورة، و أن الربط بين زاوية السقوط و طول موجة الإشعاع الوارد المستعمل و المسافة بين مستويات الانعكاس شرط أساسي للانعكاس.

تسقط الأشعة السينية بشكل حزمة متوازية على المستويات الذرية، حيث من المفترض أنها سعب الطبقات المختلفة للبلورة و تتبادل التأثير مع كافة المستويات الذرية حتى العميقة منها، و يفترض أيضا أن المستويات الذرية تنعكس قسما صغيرا من الأشعة و الباقي ينفذ إلى المستويات الأخرى، مما يؤدي إلى حيودات من رتب مختلفة، و إلى ظهور كم هائل من الأشعة المنعكسة، و لكن القسم الأكبر يضعف شدته نتيجة لعملية التداخل، و القسم الآخر تزداد شدته، و هذا الشرط يتحقق عندما يكون فرق المسير بين الأشعة الساقطة و المنعكسة يساوي عددا صحيحا من طول الموجة المستخدمة: $\Delta = n\lambda$ ، الشكل (I-3).

عندما يسقط شعاع على بلورة، نجد فرق المسير بين الشعاع المنعكس على المستوي الأول و بين الجزء الباقي من الشعاع

الأصلي المنعكس على المستوي السفلي يساوي:

$$AB+BC = 2AB \quad (I-1)$$



الشكل (I-3): رسم تخطيطي لانعراج الأشعة السينية [10]

$$\sin \theta = \frac{AB}{d}$$

حيث

$$AB = d \sin \theta$$

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

إذًا

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

(2 - I)

❖ θ : زاوية سقوط الأشعة.

❖ λ : الطول الموجي للأشعة.

❖ n : رتبة الانعكاس و يكون عددا صحيحا [10].

شرط تحقيق قانون براغ:

حيث أن $\sin \theta$ لا يمكن أن تزيد قيمتها عن الواحد، لأن قانون براغ يوضح أن الطول الموجي $n \lambda$ يجب أن تكون قيمته

أقل من $2d$ و أن أقل قيمة للعدد n هي الواحد على هذا يكون الشرط الواجب توفره لحدوث حيود عند زاوية 2θ هو:

$$2d \geq \lambda$$

2θ : الزاوية بين شعاع الحيود و امتداد الشعاع الساقط إلى الأسفل.

II- المبادئ التجريبية لانعراج الأشعة السينية:

II-1 الطرق التجريبية لانعراج الأشعة السينية:

II-1-1 طريقة فون لاوي:

طريقة لاوي هي طريقة سريعة و مجدية لتحديد توجهات و تناظر البلورة و الكشف عن العيوب البلورية و التشوهات التي تنشأ عند المعالجة الميكانيكية أو الحرارية للبلورات، تسقط حزمة من الأشعة السينية البيضاء على مجموعة من الثقوب تقع على خط مستقيم فتخرج منها الأشعة على هيئة حزمة ضيقة و تعرف مجموعة الثقوب بالجمع ، حيث تسقط الأشعة السينية على بلورة أحادية أبعادها لا تزيد على 1 mm.

يثبت فيلمان مستويان أمام و خلف العينة بحيث تسقط الحزمة على الفلم الأمامي بينما تسقط الحزمة الحائدة للبلورة على الفلم الخلفي، بما أن λ تغطي مجالا مستمرا كبيرا فلن كل مستو انعكاسي بلوري سينتقي من حزمة الموجات الساقطة شعاعا طول موجته λ ، يسقط بزواوية براغ θ_{hkl} تحقق تداخلا بناء مع الأشعة المنعكسة من المستويات البلورية ذات المسافة البينية d_{hkl} طبقا لقانون براغ، و الصورة المتحصل عليها من الحيود تُظهر بوضوح تناظر البلورة.

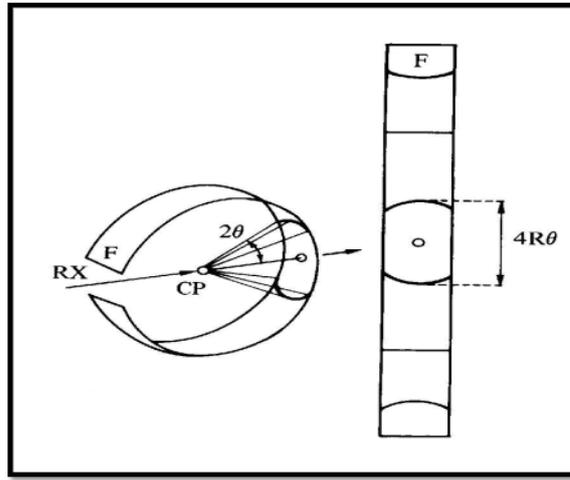
لطريقة لاوي عيوب تجعلها غير صالحة لتعيين التركيب البلوري ، مثل وجود عدد كبير من الموجات التي يمكنها أن تحدث انعكاسات مختلفة من نفس المستوى و تناظر مراتب مختلفة من الحيود، بل من الممكن أن تتطابق بعض الانعكاسات ذات المراتب المختلفة، و لا يوجد طريقة للكشف عن ذلك، و بالتالي يكون قياس شدة الانعكاسات أمرا صعبا [17].

II-1-2 طريقة البلورة الدوارة:

تستخدم هذه الطريقة لتحديد البنية البلورية للبلورات ، حيث تدور البلورة الوحيدة (أبعاد البلورة أقل من 1mm) حول محور ثابت و ناظمي على منحى حزمة الأشعة السينية أحادية الطول الموجي (λ)، ثم يثبت على السطح الداخلي للحجرة فيلم حساس، عند سقوط حزمة الأشعة السينية على البلورة يمكن لهذه الحزمة أن تنعرج على مجموعة من المستويات الذرية للبلورة التي تبعد عن بعضها البعض بالمسافة d ، عند دوران البلورة فلن قانون براغ يكون محققا، و بشكل خاص جميع المستويات الذرية الموازية لمحور الدوران ستعطي انعكاسات في المستوى الأفقي، أما المستويات الأخرى فستعطي انعكاسات فوق أو تحت المستوى الأفقي، و يمكن تغيير زوايا سقوط الأشعة السينية الواردة (الساقطة) على البلورة بدلا من تدوير البلورة، و نحصل على نفس النتائج [18].

II-1-3 طريقة ديبياي- شيرر:

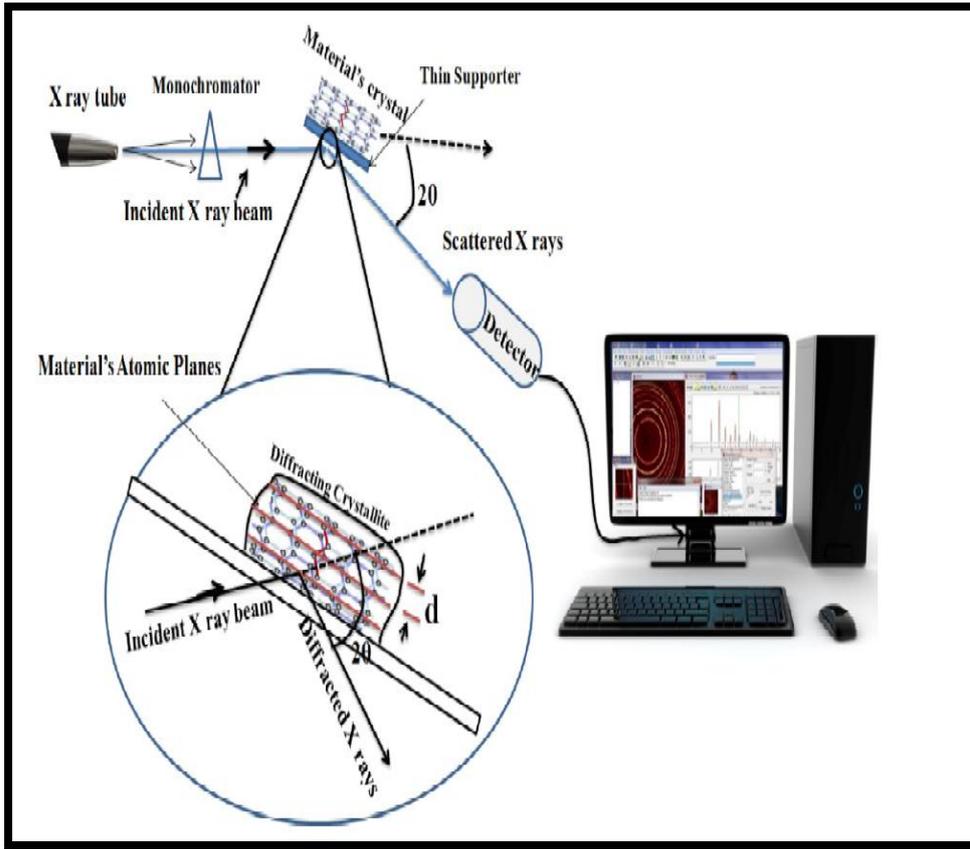
طريقة ديبياي- شيرر أو ما تعرف بطريقة المسحوق في البداية تطحن العينة في هاون ثم تفرك بين أطراف الأصابع، و يوضع المسحوق على شكل ورقة (مستوي). تحاط العينة بفلم مغلق في غرفة مظلمة، و عند سقوط حزمة ضيقة من الأشعة السينية على العينة (يحدث الحيود) فينعكس هذا الشعاع على الفلم على شكل دائرة، و هكذا كل مسارات الأشعة الحائدة وزعت على عباءة مخروط دائري، و الزاوية الرأسية لكل مخروط تساوي 2θ (حيث θ هي زاوية براغ)، و تقطع المخروطات الفلم في مجموعة من الدوائر متحددة المركز، الشكل (I-4). و بالتالي يمكن تحديد المسافات بين مستويات البلورة، و من خلالها يمكن معرفة موضع الخط في الصورة الناتجة للمسحوق، و بهذا يمكن التعرف على مكونات نموذج المسحوق [25].



الشكل (I-4): رسم تخطيطي لطريقة ديبياي-شيرر

II-1-4 طريقة العدادات:

تعتبر هذه الطريقة دقيقة في معلوماتها، حيث يتم التسجيل فيها باستعمال عداد يوصل هذا الأخير بجهاز يرسم مخطط الانعراج، و عند سقوط حزمة ضيقة من الأشعة السينية على العينة يحدث الحيود، و يمكن في هذه الطريقة تدوير العينة أو تدوير العداد أو تدويرهما معا، و يوضح الشكل (I-5) ذلك. كما تسمح لنا هذه التقنية بتأشير خطوط الانعراج الحادثة و معرفة الفاصل d_{hkl} (تُحسب d_{hkl} وفقا لقانون براغ) الموافقة لشدة (I)، و عليه انطلاقا من المخططات يتم الحصول على قائمة للشائيات $(I, 2\theta)$ ، هذه القوائم ترتب في جداول تعرف ببطاقات (ASTM)، كل قائمة من هذ القوائم تشكل بطاقة تعريف لكل مركب، إنطلاقا من الخطوط الثلاثة الأكبر شدة لكل عنصر أو طور [19].



الشكل (I-5): رسم تخطيطي لطريقة العدادات [19]

II-2 بعض العوامل و المؤثرات على عرض خط الانعراج:

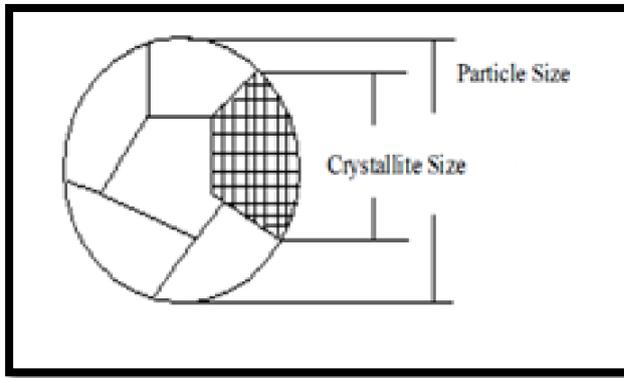
أستخدمت سابقا العديد من الطرق لتحديد أبعاد البلورات و ذلك عن طريق مجموعة تقريبات، من بين هذه الطرق استعمال المجهر الإلكتروني الماسح، و ذلك عن طريق تقريبي بين مقدار التشوه للبلورة و الضغط المقابل له، إلى أن تم الحصول على طريقة تقريبية و مفيدة، سميت هذه الطريقة بتقنية حيود الأشعة السينية DRX، و هي تقنية غير مدمرة يتم عن طريقها الحصول على التركيب و التوجهات البلورية و العيوب الشبكية و التركيز، كما استخدمت في نطاق أوسع من ذلك كالحصول على الطبقات الرقيقة.

واحدة من أهم خصائص تقنية الحيود الأشعة السينية هي توقيع خط الانعراج، حيث بينت الأبحاث أن تحليل خط الانعراج يؤدي إلى تقدير عدة عوامل، من بينها مقدار أبعاد البلورة و مقدار الإنفعال المجهرية للخلية و معرفة بعض المؤثرات الأخرى على عرض خط الانعراج، و استخدم العديد من الباحثين عرض خط الانعراج في تقدير الأبعاد البلورية للأغشية الرقيقة

[20]، و من أهم العوامل المؤثرة على عرض خط الأبعاد البلورية و العيوب الشبكية و تأثير جهاز الانعراج في ما يلي تفصيل ذلك.

II-2-1 الأبعاد البلورية:

نقصد بالأبعاد البلورية تقدير البعد بين حواف الحبيبات أ و ما يعرف بمحدود الحبيبات المكونة للمسحوق، أي قياس و تقييم ذلك التكتل من الحبيبات المتناهية الصغر كما في الشكل (I-6) باستخدام تقنية حيود الأشعة السينية عن طريق تحليل عرض خط الانعراج [21].



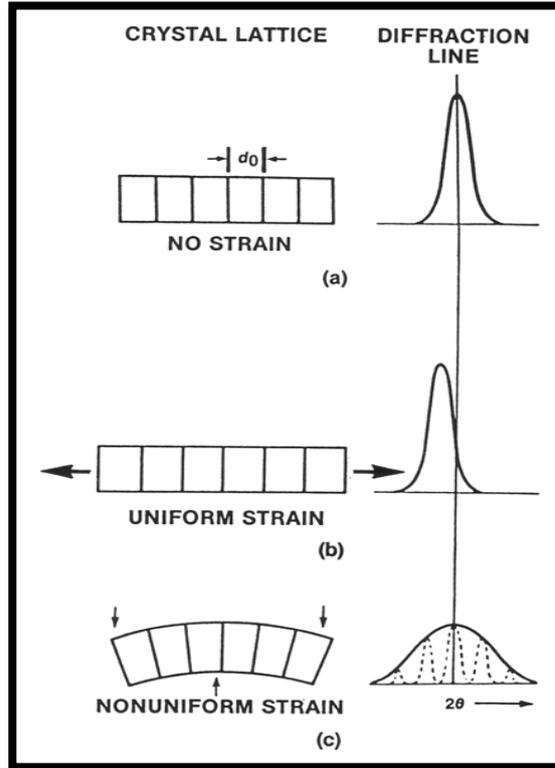
الشكل (I-6): رسم تخطيطي للأبعاد البلورية [21]

هناك طرق عديدة لقياس أبعاد الحبيبات باستخدام تقنية حيود الأشعة السينية من بينها طريقة شيرر (scherrer) و طريقة وليامسون- هول (Williamson-Hall) سنتعرف عليهما لاحقاً.

II-2-2 العيوب الشبكية:

في الحقيقة المواد ليست بلورة متكاملة، و هذا الأمر بالغ الأهمية بالنسبة لهندسة المواد، حيث أنه إذا كانت المواد متكاملة سوف نتحصل على بنية واحدة للبلورة؛ أي متماثلة في حدودها و شكلها و تنوعها. إن إمكانية جعل المواد ناقصة تسمح لعلماء المواد التميز في خصائصها وتصنيفها في مجموعات متنوعة. معظم هذه النقائص يطلق عليها بالعيوب الشبكية البلورية، سواء كانت طبيعية أو مفتعلة، كما يمكن التحكم بها للسيطرة على سلوكها، و تصنف العيوب الشبكية حسب أبعادها، فتسمى بالإضطرابات، و يمكن أن تحدث هذه العيوب على السطح الخارجي للبلورة، أو قد تؤثر العيوب البلورية على مواقع معزولة (فراغات) في التركيب البلوري عن طريق إدماج شوائب مثلاً.

تؤثر العيوب الشبكية البلورية على المسافات الشبكية التي ترتبط مع قرائن ميلر فتصبح الشبكة إما أكبر أو أصغر، مما يؤدي إلى اتساع نطاق قمم الحيود أو انزياحها عن موضعها [22]، الشكل (I-7). لقد بينت الأبحاث أن عرض خط الانعراج قد يكون نتيجة للعيوب البلورية، حيث قياس هذا العرض يمكن أن يعطي لنا معلومات عن نوع هذه العيوب و تعدد حدوثها، و يعبر عن العيوب البلورية بالمقدار $\epsilon = \frac{\Delta d}{d}$ ، حيث d هي المسافة الشبكية [23].



الشكل (I-7) : رسم تخطيطي لتأثير البلورية على المستويات الشبكية [22]

II-2-3 بعض المؤثرات الأخرى على عرض خط الانعراج:

من بين التأثيرات الأخرى على عرض خط الانعراج تأثير الجهاز، مما قد يسبب تحوّلًا في موقع أو عرض خط الانعراج

المدرس، لذا وجب النظر في الجهاز أثناء القياس، و من بينها:

✓ أبعاد الحبيبات: تؤدي الأبعاد الكبيرة للحبيبات إلى خلق مشاكل؛ إذ أن بعض الحبيبات فقط تساهم في خط الانعراج

(توافق مع قانون براغ).

- ✓ تجانس الحبيبات: المسافات الشبكية هي الأخرى بإمكانها أن تسبب ضغطا على المواد، لأن تأثير الأشعة السينية يختلف من مادة إلى أخرى، لذا يجب أن يؤخذ ذلك بعين الاعتبار عند التعامل مع التغيرات التركيبية.
 - ✓ الأشعة السينية:
 - مسار الأشعة السينية: يجب أن يكون مسار الأشعة السينية واضحاً، إنطلاقاً من أنبوب توليدها وصولاً إلى الكاشف.
 - حجم الأشعة السينية: يجب أن تكون حزمة الأشعة السينية ضيقة بالنسبة لأنحاء العينة؛ أي أن الشعاع يرى منطقة السطح.
 - ✓ درجة الحرارة: يجب أن تبقى درجة الحرارة ثابتة أثناء القيام بالتجربة خلال القياس لتجنب تغيرات إضافية على المستويات البلورية (التمدد الحراري - الأكسدة).
 - ✓ تقنية إزالة المواد: هي تقنية تستعمل لإزالة الطبقات السطحية التي من شأنها أن تحفز بعض الضغوطات، مما يؤدي إلى صعوبات في تحليل النتائج، و أحسن طريقة لإزالتها هي طريقة التلميع الكهربائي (غمر العينة في خزان يحتوي على خليط من الأحماض، ثم يطبق جهد كهربائي، بعد فترة زمنية تغسل العينة).
 - ✓ حركة الزوايا: يجب وضع سطح العينة المراد قياسها في الاتجاه الصحيح مع محور دائرة براغ، حيث أن أي إمالة للاتجاه ستحدث تحوّلاً في مواقع الذروة.
- هذا و توجد عدة عوامل أخرى تساهم في عدم اليقين في القياس ، بما في ذلك الجهاز و العينة و طريقة وضعها، و لكن رغم وضعها بشكل صحيح قد يدخل بعض الشكوك في النتائج ، لذا يجب تحويل هذه النتائج المتحصل عليها في برامج قياس تعكس الأخطاء الإحصائية المقدرة [24].

الفصل الثاني والثمانون

قانون شيرر (SCHERRER)

I- لمحة تاريخية عن العالم بول شيرر:

وُلد بول شيرر سنة 1908 في St.Gallen، غير مجاله الدراسي من النبات إلى الرياضيات و الفيزياء بعد فصلين دراسيين، و في عام 1912 قضى شيرر فصلا دراسي واحد في جامعة Königsberg، ثم قام بمزيد من الدراسات في جامعة Göttingen، و تخرج من هناك بشهادة الدكتوراه على تأثير فاراداي في جزيء الهيدروجين في عام 1916. طور هو و معلمه بيتر ديباي "طريقة مسحوق ديباي-شيرر"، و هو إجراء باستخدام الأشعة السينية لتحليل البنيوي للبلورات ، جعل هذا مساهمة هامة في تطوير تقنيات التشتت، التي لا تزال تستخدم في المنشآت الكبيرة في معهد بول شيرر حتى يومنا هذا.

عين شيرر لمنصب أستاذ الفيزياء التجريبية في عام 1920، و في عام 1927 ركز اتجاهه في الفيزياء النووية، فرع الأبحاث التي كانت لا تزال قادمة إلى حيز الوجود في تلك المرحلة. عمل بول شيرر أيضا في مختلف المؤسسات و اللجان المعنية بنشر الطاقة النووية في سويسرا، عين مجلس الإتحادي السويسري له من نصب رئيس الدراسة السويسرية للجنة الطاقة الذرية في عام 1946، أدت قدراته و تبصره في التطور المبكر للفروع الجديدة لفيزياء الحالة الصلبة، و هذا مما جعلها مساهمة حيوية في مستوى عالٍ من البحوث في الجامعات السويسريّة. توفي في عام 1969 نتيجة حادث ركوب الخيل [27].

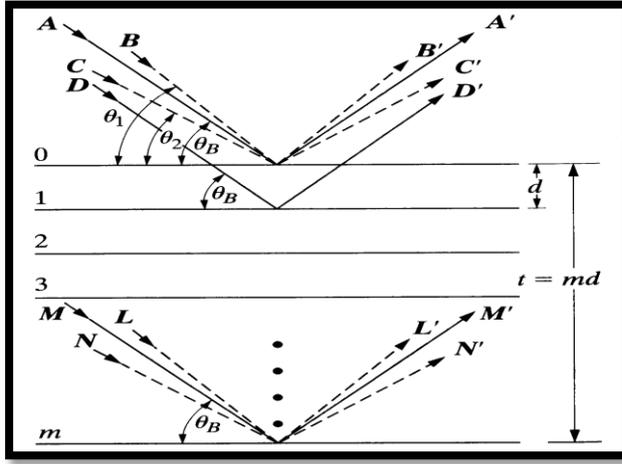
II- قانون شيرر (Scherrer):

II-1 السمك الأصلي للبلورة [25]:

إن أبسط طريقة للحصول على السمك الأصلي للبلورة هي استخلاصها من علاقة براغ ، و نفترض لدينا بلورة سمكها t و لديها $(m + 1)$ مستوي

الأشعة الواردة إلى المواضع من A و D إلى غاية الموضع M (الشكل II-1) تصنع الزاوية θ_B ، و هي ساقطة على مستويات شبكية بلورية بزاوية براغ، أما الأشعة الواردة إلى الموضع B إلى غاية الموضع L تصنع الزاوية θ_1 ، و الأشعة الواردة إلى الموضع C إلى غاية الموضع N تصنع الزاوية θ_2 ، وهي أشعة سينية ساقطة على مستويات شبكية بلورية بزاوية تختلف قليلا عن زاوية براغ.

عند الزاوية θ_B شدة الحيود تكون أعظمية و عند θ_1 و θ_2 الشدة تكون صفرا.



الشكل (II-1): رسم تخطيطي لأشعة ساقطة على سمك t من البلورة [25]

لتكن الزاوية θ متغيرة بالنسبة للزاوية θ_B ، عند الزاوية $\theta_1 > \theta > \theta_2$ الشدة تختلف عن الصفر

لدينا حسب قانون براغ:

$$2t \sin \theta_1 = (m + 1)\lambda \quad (1-II)$$

$$2t \sin \theta_2 = (m - 1)\lambda \quad (2-II)$$

بطرح المعادلة (1-II) من (2-II) نجد:

$$t(\sin \theta_1 - \sin \theta_2) = \lambda \quad (3-II)$$

بحيث:

$$\sin \theta_1 - \sin \theta_2 = 2 \cos \left(\frac{\theta_1 + \theta_2}{2} \right) \sin \left(\frac{\theta_1 - \theta_2}{2} \right)$$

$$2t \cos \left(\frac{\theta_1 + \theta_2}{2} \right) \sin \left(\frac{\theta_1 - \theta_2}{2} \right) = \lambda$$

و من أجل الزوايا الصغيرة

$$\sin \left(\frac{\theta_1 - \theta_2}{2} \right) \approx \left(\frac{\theta_1 - \theta_2}{2} \right)$$

$$2t \left(\frac{\theta_1 - \theta_2}{2} \right) \cos \left(\frac{\theta_1 + \theta_2}{2} \right) = \lambda$$

نحصل على:

$$t = \frac{\lambda}{B \cos \theta_B} \quad (4-II)$$

❖ B : هو $\Delta\theta = \theta_1 - \theta_2$

❖ t : السمك الأصلي للبلورة

2-II معادلة شيرر (Scherrer):

1-2-II تعريف معادلة شيرر [26]:

قام العالم بول شيرر سنة 1918 بوضع معادلة لحساب أبعاد الحبيبات النانوية عند معرفة زاوية براغ و عرض أشد خط انعراج له، حيث يتناسب فيها سمك البلورة عكسيا مع عرض الخط، فكلما زاد عرض الخط كلما قل سمك البلورة و العكس، و يخطى بالعلاقة التالية:

$$D = \frac{k \lambda}{B \cos \theta_B} \quad (5 - II)$$

2-2-II الطول الموجي للأشعة السينية (λ) [5]:

λ هو الطول الموجي للأشعة السينية المميزة، و تأخذ عادة قيما محدودة و ثابتة حسب مادة صنع الهدف.

يمثل الجدول (II - 1) بعض الأطوال الموجية الأكثر استخداما في علم البلورات.

الجدول (II - 1): قيم الأطوال الموجية للأشعة السينية الأكثر استعمالا في علم البلورات [5]

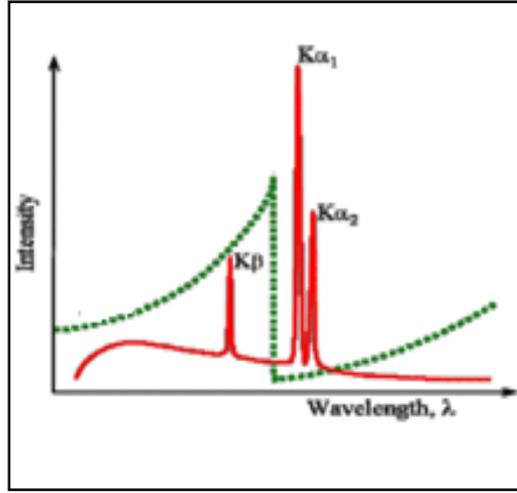
العنصر	العدد الذري Z	$\lambda(K_{\alpha 1})$ (Å)	$\lambda(K_{\alpha 2})$ (Å)	$\lambda(K_{\beta})$ (Å)
chrome	24	2.28891	2.28503	2.0806
fer	26	1.93601	1.93207	1.7530
cuiivre	29	1.54123	1.53739	1.3893
molybdène	42	0.71280	0.70783	0.6310
argent	47	0.56267	0.55828	0.4960
tungstène	74	0.21345	0.20862	0.1842

عند استعمال النحاس كهدف فإن الإشعاع الأكثر شدة هو الإشعاع ($K_{\alpha 1}$) .

عادة نستعمل إشعاعا أحادي اللون، لكن نلاحظ وجود خطين كما في الشكل (II-2)، هما الخط الأعظم شدة (K_{α})،

و الخط الأقل شدة (K_{β}). هذا الأخير خلق بلبلة في العديد من أنماط الانعراج، لذا وجب استثناءه. يمكن القيام بذلك بكل

بساطة، حيث يوضع مرشح (عادة يستعمل الزركونيوم) عند حافة الامتصاص بين الموجات K_{α} و K_{β} [15].



الشكل (2-II) رسم تخطيطي للطول الموجي لمعدن النحاس [15]

3-2-II ثابت شيرر (k) :

يُعرف بعامل الشكل ، و يؤخذ عادة حسب شكل الخط ، و يتغير مقداره ما بين 0.62 إلى 2.08، فهو للنظام التبعي 0.94، و للنظام غير التبعي 0.89 ، و غالبا ما يؤخذ بالقيمة 1 [28].

4-2-II عرض خط الطيف عند نصف الارتفاع:

هو العرض الكامل عند نصف الحد الأقصى من ذروته أو ما يعرف بـ (full-width at half-maximum) و يرمز له بالرمز FWHM ، و هو الفرق $\Delta(2\theta) = 2\theta_2 - 2\theta_1$ ، حيث θ_1 و θ_2 هي الزوايا التي تكون فيها الشدة العظمى نصف قيمتها، فهو العرض المشاهد لخط الانعراج [29].

3-II مجال استخدام معادلة شيرر:

يمكن من خلال لمحات عن عرض خط الانعراج توفير عدة معلومات عن الأبعاد و شكل البلورة، في مجال من nm (5-100) أي الأبعاد النانوية البلورية، من خلال هذه الدراسة العكسية يمكن استخراج المعلومات المجهرية، و عندما تكون أبعاد البلورة في حدود 100 nm عرض خط الانعراج يمكن قياسه و يكون صغيرا وفقا لعلاقة شيرر، و هذا بغض النظر عن مقدار التشوه في البلورة [30].

III- معادلة شيرر المعدلة:

إذا كان لدينا n ذرة في خط الانعراج لنفس التكتل من الحبيبات حسب معادلة شيرر نتحصل على نفس السمك، لكن لوحظ أن كل ذرة تعطي سمكاً معيماً، و هو أمر مستغرب، لذا أدخلت معادلة شيرر المعدلة للتقليل من الأخطاء و الحصول على قيمة متوسطة لسمك البلورة. بما أن k و λ ثابتان فالتصحيح سيكون فقط على $(B * \cos \theta)$ [31].

IV- طرق الحساب الأبعاد المتوسطة البلورية:

هناك العديد من الطرق لحساب الأقطار البلورية لبلورة من بينها:

1-IV حساب الأبعاد المتوسطة البلورية باستخدام علاقة شيرر:

لحساب الأبعاد المتوسطة للحبيبات النانوية نقوم بتطبيق المعادلة (II-5) ثم نأخذ القيمة المتوسطة للقيم الأكبر شدة.

2-IV حساب الأبعاد المتوسطة البلورية باستخدام علاقة شيرر المعدلة [31]:

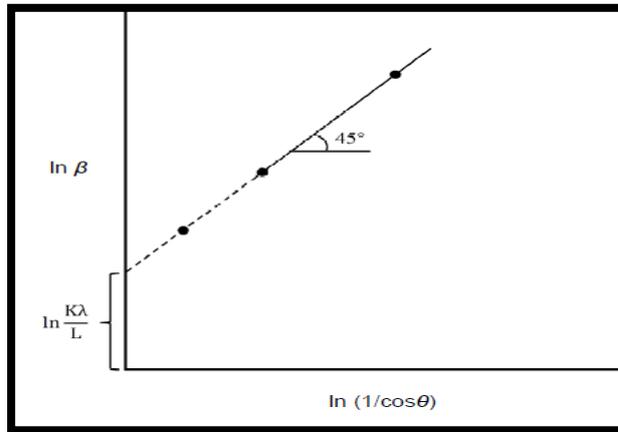
نقوم بحساب الأبعاد المتوسطة للحبيبات و ذلك بإدخال الدالة اللوغاريتمية على المعادلة (II-5) فنحصل على:

$$\ln(B) = \ln\left(\frac{1}{\cos \theta}\right) + \ln\left(\frac{k\lambda}{D}\right) \quad (6 - II)$$

نقوم برسم الدالة $\ln(B)$ بدلالة $\ln\left(\frac{1}{\cos \theta}\right)$ من الناحية النظرية يجب أن يكون البيان عبارة عن خط مستقيم منحدر بزاوية

ميل 45° ، (الشكل (II-3)) عندما تأخذ $\ln\left(\frac{1}{\cos \theta}\right)$ الصفر تكون $\ln(B)$ مساوية $\ln\left(\frac{k\lambda}{D}\right)$ عندها يكون

$$B = e^{\ln\left(\frac{k\lambda}{D}\right)} = \frac{k\lambda}{D}$$



الشكل (II-3): $\ln B$ بدلالة $\ln \frac{1}{\cos \theta}$ [31]

3-IV حساب مقدار (ϵ) التشوه باستخدام علاقة Williamson-Hall [32]:

ربما من الأكثر شيوعاً أن صيغة شيرر تستخدم عرض ذروة واحدة لتقدير متوسط أبعاد البلورة في العينة، و لا تأخذ بعين الاعتبار العرض الناتج عن فعل الإجهاد الذي هو في كثير من الحالات الشكل السائد لقمة العرض . جاءت علاقة Williamson-Hall سنة 1953 للجمع بين النهجين، حيث فصّل العالمان Williamson و Hall في عرض خط الانعراج، و اعتبره أنه المجموع بين العرض الناتج من أبعاده و العرض الناتج من مقدار التشوه، و هذا في حالة شكل الخط اللورنتزي.

حيث: $B_{\text{sample}} = B_{\text{size}} + B_{\text{strain}}$

$$B_{\text{sample}} = \frac{k \lambda}{D \cos \theta_B} + 4\epsilon \tan \theta$$

$$B_{\text{sample}} \cos \theta = \frac{k \lambda}{D} + 4\epsilon \sin \theta \quad (7 - II)$$

برسم المعادلة (7- II) نجدها خطاً مستقيماً من الشكل $y = a * x + b$ حيث أن المقدار a (الميل) يمثل 4ϵ و المقدار b يمثل

$$\frac{k \lambda}{D} \text{ القيمة}$$

الفصل الثالث

القياسات العملية و التقدير الحسابي

للأقطار المتوسطة لبليرات الكوارتز في

الأصناف الحبيبية للرمل

سقوم في هذا الفصل بالتعرف على القياسات العملية و التقدير الحسابي للأقطار المتوسطة لبليرات الكوارتز لرميل كثبان منطقة ورقلة من خلال مخططات انعراج الأشعة السينية المتحصل عليها في الأعمال السابقة، انطلاقا من تحضير العينات، سنكتفي بأخذ أربع عينات من حبيبات الرمل فقط، حيث صنفت هذه العينات حسب أحجامها، و سرعمل أيضا على تطبيق علاقات حساب الأبعاد البلورية، و نتعرف على قيمة الإجهاد إن وجد في العينات ، و كذلك حساب عرض الخط الناتج عن مخطط الانعراج للأشعة السينية للعينات الأربع.

I- تحضير العينات:

I-1 جلب العينات:

أخذنا عينات الرمل من الجنوب الغربي لمدينة ورقلة، على وجه التحديد من كتيب معروف شعبيا باسم التوارق. لهذا الكتيب الإحداثيات الجغرافية $31^{\circ}48'50.34"N, 5^{\circ}14'09.48"E$ ، و هو ذو شكل نجمي بثلاثة أوجه، و هو يُعدُّ واحدا من آلاف الكثبان التابعة للعرق الشرقي الكبير.

جمعنا نحو 80 عينة من الوجوه الثلاثة للكتيب، و ذلك من أسفل إلى أعلى، و على أعماق مختلفة. وزناً كمياتٍ متساويةً من كل عينة و خلطانها مع بعضها البعض بهدف الحصول على عينة عامة تمثل الكتيب ككل.

I-2 التصنيف الحبيبي:

قمنا بإحضار عينة من الرمل و أخذنا مجموعة المناخل القياسية، ربّنا الغرابيل فوق بعضها، حيث جعلنا ذا الفتحات الأصغر في الأسفل، ثم الأكبر فالأكبر. وضعنا العينة على الغرابل الأعلى (أكبر قياس) و غطيناها بغطاء. بدأنا الغريلة باستعمال الهزاز الميكانيكي لمدة 10 دقائق، فحصلنا على عينات مصنفة كما بالجدول (I-III-1).

الجدول (I-III-1): حجوم العينات الأربعة لرميل المراد قياسها

العينات	العيينة A	العيينة B	العيينة C	العيينة D
أقطار حبيبات الرمل (mm)	0.125-0.063	0.160-0.125	0.315-0.160	1-0.315

II- القياس التجريبي:

II-1 جهاز انعراج الأشعة السينية:

إستعملنا في تجربتنا جهاز انعراج من نوع (Philips X'Pert PWR)، له مصدر إشعاع سيني ($\text{CuK}_{\alpha 1}$) ، و هو ذو طول موجي 1.54 \AA ، خطوة المسح مقدارها 0.02° و سرعة الدوران $0.02^\circ \text{ sec}^{-1}$ مُعدّى بواسطة مولد مستقر، يعمل تحت توترٍ مقداره 40 kV و بشدة تيار 40 mA ، الشكل (III-1).



الشكل (III - 1): جهاز انعراج الأشعة السينية

II- 2 كيفية القياس:

عند تسليط شعاع أحادي اللون من الأشعة السينية على العينة الموضوعة بزوايا ورود معينة و محددة وفقا لقانون براغ، يتم التسجيل عبر جهاز استشعار مناسب للزوايا المشاهدة و شدة قمم الحيود المتحصل عليها، ثم يتم فهرسة هذه القيم باستخدام قواعد البيانات المحددة.

III- برنامج معالجة البيانات:

لتحديد زوايا الانعراج الأكثر انعكاسا عن المستويات البلورية للكوارتز استعملنا برنامج xpowder؛ إذ تُدخل البيانات التحريبية للبرنامج كدالة بين زوايا الانعراج و الشدات الموافقة لها، فيقوم البرنامج برسم مخطط الانعراج مع التوقيع على الزوايا ذات الشدات العليا للكوارتز، و تكون هذه الزوايا متطابقة مع قائمة (ASTM) الموافقة لكل عينة.

يمكننا معرفة زوايا انعكاس الكوارتز في مخطط الانعراج للأشعة السينية من خلال قائمة (ASTM) للعينات، و التي تعتبر

كبطاقة تعريف العينة، كما موضح في الجدول (III-2).

الجدول (III-2): قائمة ASTM الموافقة للعينات الأربع [33]

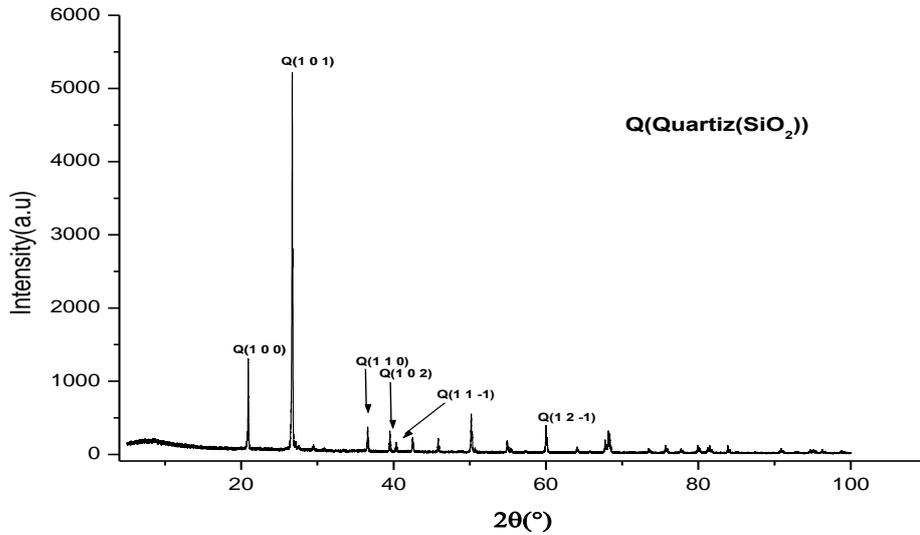
no	h	k	l	d (Å)	2θ (°)	I (%)
1	1	0	0	4.24352	20.917	30.6
2	1	0	1	3.33656	26.696	100.00
3	1	1	0	2.45000	36.650	12.0
4	1	0	2	2.27799	39.528	59.6
5	1	1	-1	2.23110	40.395	24.8
6	2	0	0	2.12176	42.575	6.4
7	2	0	1	1.97479	45.917	6.0
8	1	1	-2	1.81437	50.245	1.0
9	0	0	3	1.80000	50.674	0.3
10	2	0	2	1.66828	54.998	0.6
11	0	1	3	1.65709	55.401	2.3
12	1	2	0	1.60390	57.406	0.6
13	1	2	-1	1.53751	60.133	13.4
14	1	1	-3	1.45059	64.150	2.2
15	3	0	0	1.41451	65.991	0.6
16	1	2	-2	1.37895	67.920	6.7
17	2	0	3	1.37261	68.277	9.8
18	3	0	1	1.36834	68.519	9.1
19	0	1	4	1.28647	73.564	2.0
20	0	3	2	1.25297	75.872	1.6
21	2	2	1	1.22500	77.926	2.2
22	1	2	-3	1.19748	80.072	3.4
23	2	2	-1	1.19465	80.300	1.9
24	1	1	-4	1.18238	81.307	3.2
25	1	3	0	1.17694	81.763	3.3
26	3	1	-1	1.14995	84.112	2.8
27	0	2	4	1.13899	85.111	0.4
28	2	2	-2	1.11552	87.341	1.7
29	3	0	3	1.11219	87.672	1.0

IV- الدراسة التجريبية:

IV- 1 دراسة العينات:

❖ العينة A:

هي العينة ذات حبيبات الرمل التي لها أقطار $0.125-0.063\text{mm}$ ، حيث يحتل الكوارتز فيها أكبر شدة ، و الشكل (2-III) يمثل مخطط انعراج لهذه العينة.



الشكل (2-III): مخطط انعراج الأشعة السينية للعينة A

IV- 1- 1 حساب الأبعاد المتوسطة لهلورة الكوارتز:

• المعطيات:

- أخذنا طول الموجي لمعدن النحاس $\lambda = 0.154 \text{ nm}$

- أخذنا قيمة الثابت $k=0.089$ لأن نظام الكوارتز ليس نظام تكعيبي

(نفس المعطيات إستخدمناها في كافة الحسابات)

- تحديد عرض قمة الذروة عند منتصف ارتفاع الذروة:

لتحديد العرض عند منتصف ارتفاع الذروة استخدمنا برنامج x powder، فكانت النتائج المدونة في الجدول (III-3)

بالنسبة للعينة A فقط.

❖ الطريقة الأولى:

لحساب القطر المتوسط لبلورة الكوارتز للعينة A باستخدام علاقة شيرر، نقوم بتطبيق المعادلة (II - 5) فنحصل على

النتائج المدونة في الجدول (III-3).

الجدول (III-3): الأقطار المتوسط لبلورة الكوارتز للعينة A

2 θ	d (hkl)	I (%)	FWHM (°)	D (nm)
20.91	4.24	30.6	0.094	85.02728
26.69	3.33	100.00	0.103	78.42625
36.60	2.45	12.0	0.101	81.96289
39.51	2.27	59.6	0.084	99.41662
40.35	2.23	24.8	0.116	72.18311
60.00	1.53	13.4	0.094	96.53788

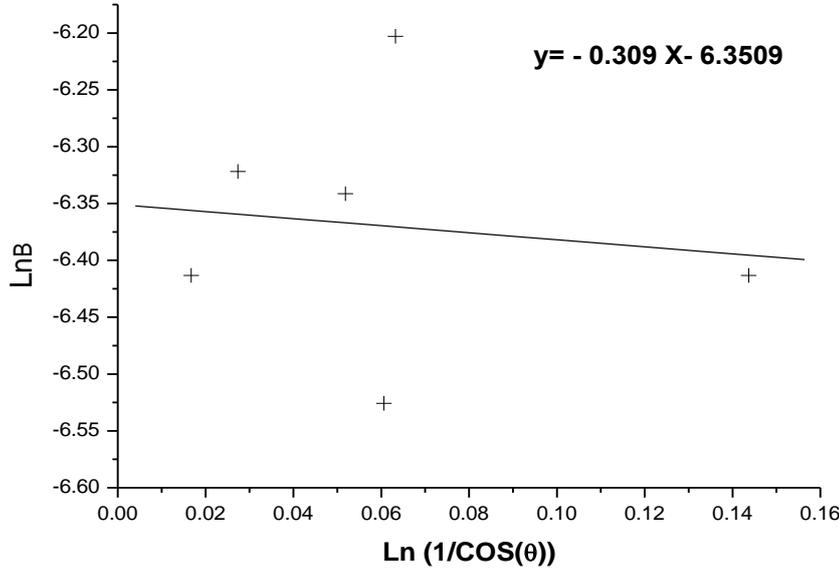
القيمة المتوسطة لأبعاد حبيبات العينة A:

$$\langle D \rangle = \frac{\sum D}{6} = \frac{85.02 + 78.42 + 81.96 + 99.41 + 72.18 + 96.53}{6} = 85.58 \text{nm}$$

❖ الطريقة الثانية:

لحساب القطر المتوسط لبلورة الكوارتز للعينة A باستخدام علاقة شيرر المعدلة، نقوم بتطبيق المعادلة (II-6) و

$$\text{رسم الدالة } \ln(B) = f\left(\ln \frac{1}{\cos(\theta)}\right) \text{، نحصل على الشكل (III-3).}$$



الشكل (III-3): $\ln(B)$ بدلالة $\ln \frac{1}{\cos(\theta)}$

المعادلة عبارة عن خط مستقيم من الشكل: $y = a * x + b$ حيث: $a = -0.309$ و $b = -6.3509$

بمطابقة معادلة المستقيم (الشكل (III-3)) مع معادلة شيرر المعدلة (II-6) نجد: $\ln B = \ln \frac{K\lambda}{D} = -6.3509$

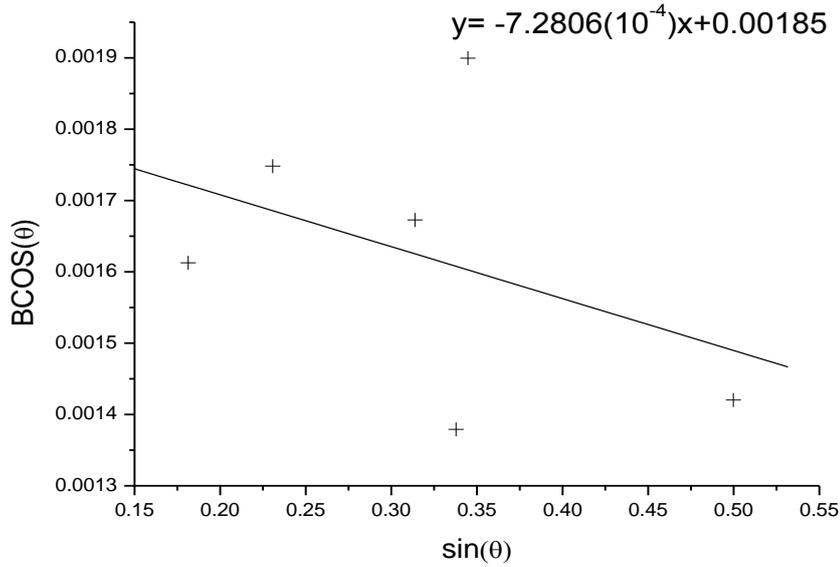
$$B = \frac{K\lambda}{D} = e^{-6.3509} = 0.001745$$

$$D = 78.54 \text{ nm}$$

IV-1-2 حساب مقدار الانفعال المجهرى (ε) في العينة A باستخدام علاقة هول:

لحساب مقدار الانفعال المجهرى للعينة A باستخدام علاقة وليامسون-هول، نقوم بتطبيق المعادلة (II-7) و رسم

الدالة $(B \cos(\theta) = f(\sin(\theta)))$ نحصل على الشكل (III-4).



الشكل (III - 4): بدلالة $\sin(\theta)$ $B \cos(\theta)$

المعادلة عبارة عن خط مستقيم معادلته من الشكل: $y = a * x + b$: حيث $a = -7.2806 * 10^{-4}$ و $b = 0.00185$

بمطابقة معادلة المستقيم (الشكل (III - 4)) مع معادلة وليامسون-هول (II-7) نجد:

● مقدار الانفعال المجهرى في العينة A:

$$4\varepsilon = -7.2806 * 10^{-4} \quad \varepsilon = \frac{-7.2806 * 10^{-4}}{4} = -0.0182\%$$

$$\varepsilon = -0.0182\%$$

● القطر المتوسط للحبيبات:

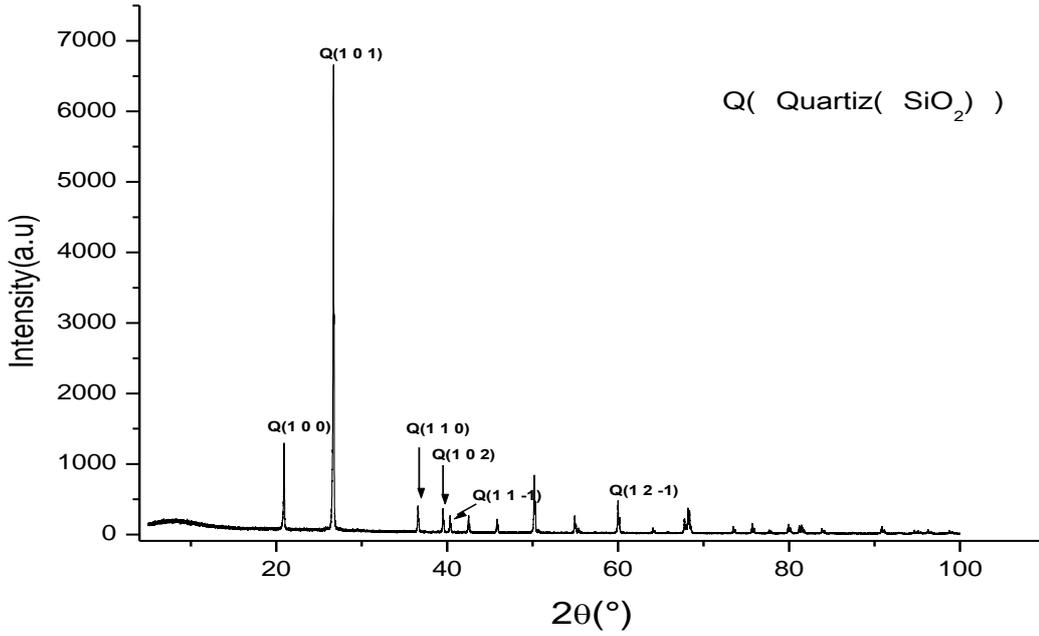
$$\frac{K\lambda}{D} = 0.00185 \quad D = \frac{0.89 * 0.154}{0.00185} = 74.086\text{nm}$$

$$D = 74.086\text{nm}$$

أجزنا الحسابات نفسها بالنسبة لبقية العينات (D, C, B)، لذا سنكتفي بعرض النتائج المتحصل عليها فقط.

❖ العينة B:

هي العينة ذات حبيبات الرمل التي لها أقطار $0.125-0.160$ mm، حيث يحتل الكوارتز فيها أكبر شدة ،
و الشكل (III-5) يمثل مخطط انعراج الأشعة السينية لهذه العينة .

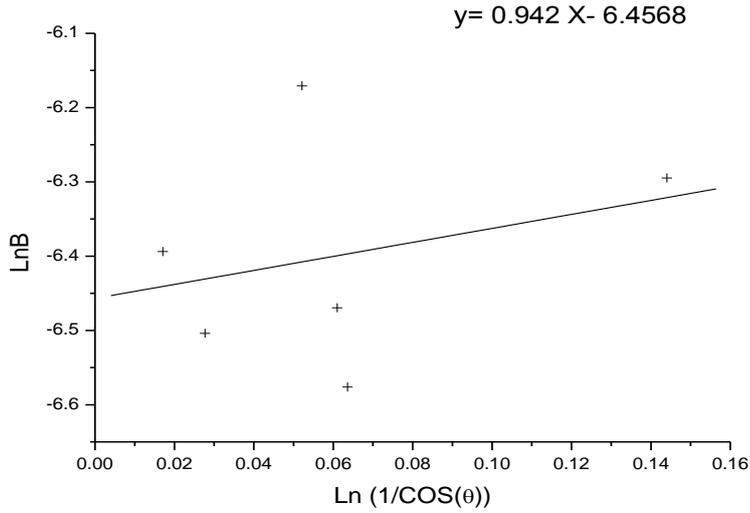


الشكل (III-5): مخطط انعراج لأشعة السينية للعينة B

❖ طرق حساب القطر المتوسط للعينة B:

a. باستخدام علاقة شيرر معدلة:

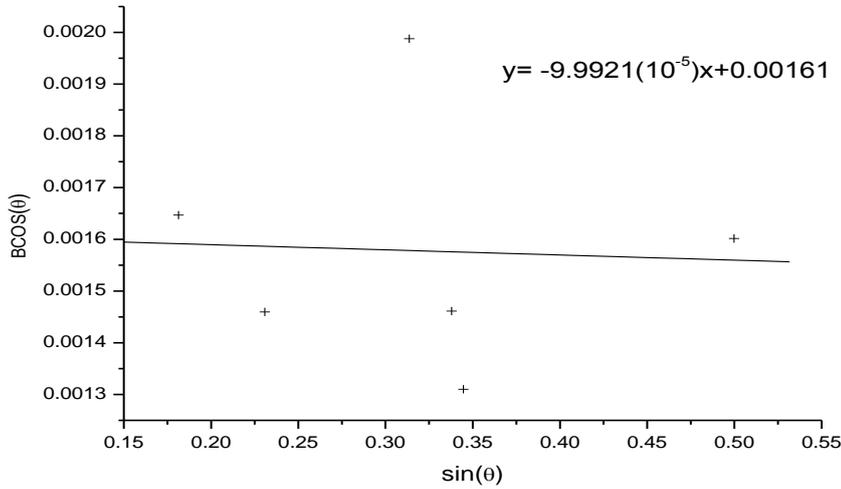
بمطابقة معادلة المستقيم(الشكل III-6)) مع معادلة شيرر معدلة، نجد القطر المتوسط للعينة B هو $87,85$ nm.



الشكل (III-6): $\ln(B)$ بدلالة $\ln \frac{1}{\cos(\theta)}$

b. باستخدام علاقة وليامسون - هول: بم طباقه معادلة المستقيم (الشكل III-7) مع معادلة

وليامسون - هول نجد القطر المتوسط للعينة B هو 85.130 nm و مقدار الانفعال المجهري هو -0.00249-



الشكل (III-7): $B \cos(\theta)$ بدلالة $\sin(\theta)$

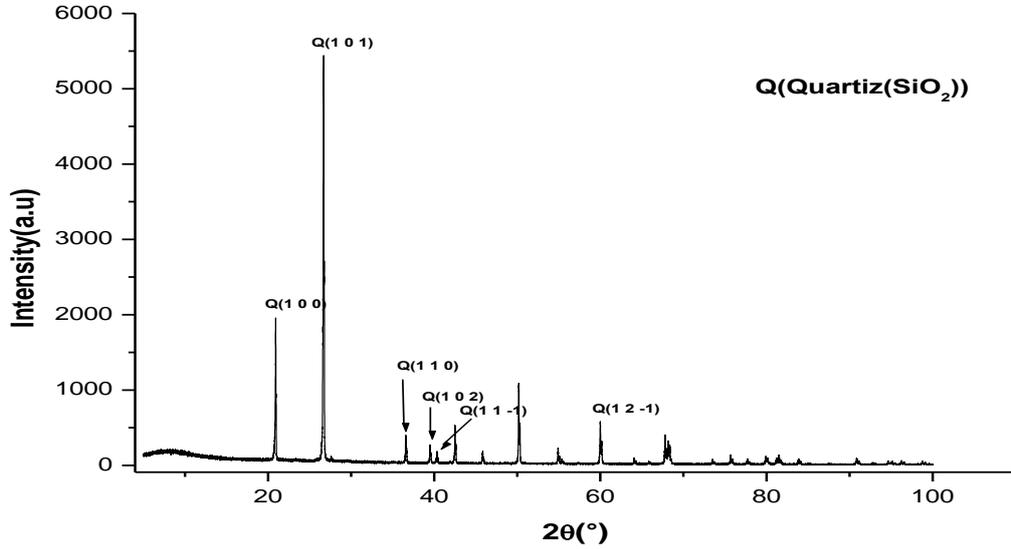
يمثل الجدول (III-4) النتائج التجريبية لدراسة العينة B

الجدول (III-4): الأقطار المتوسطة لبلورة الكوارتز للعينة B

الانفعال المجهري (%) (ε)	وليامسون - هول (nm)	شبيرر المعدلة (nm)	شبيرر (nm)	الطريقة المستعملة
-0.0024	85.130	87.85	89.36	الأبعاد المتوسطة لحبيبات الكوارتز

❖ العينة C:

هي العينة ذات حبيبات الرمل التي لها أقطار 0.160-0.315 mm، حيث يحتل الكوارتز فيها أكبر شدة ،
و الشكل (III-5) يمثل مخطط انعراج الأشعة السينية لهذه العينة.

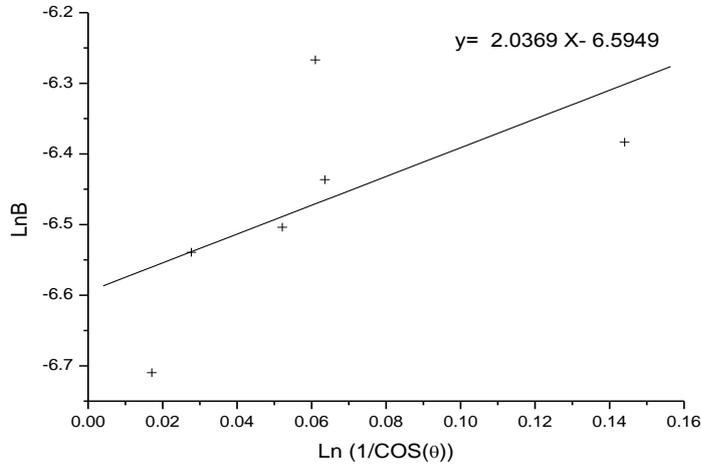


الشكل (III-8): مخطط انعراج لأشعة السينية للعينة C

❖ طرق حساب القطر المتوسط للعينة C:

a. باستخدام علاقة شيرر معدلة:

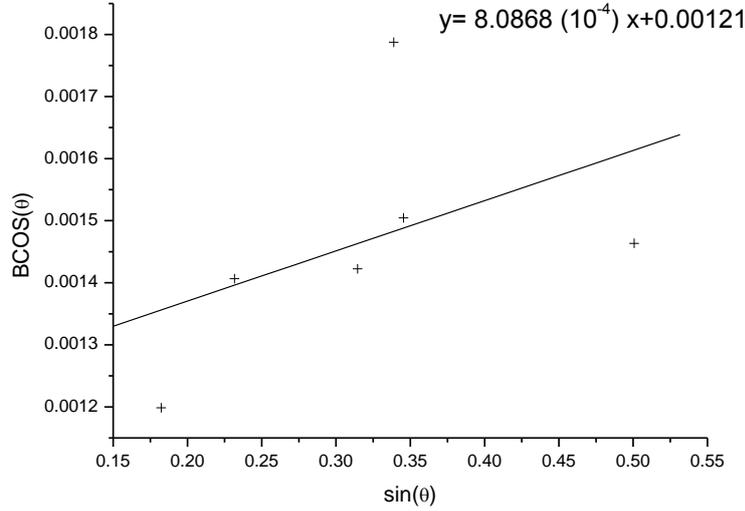
بمطابقة معادلة المستقيم (الشكل III-9) مع معادلة شيرر معدلة، نجد القطر المتوسط للعينة B هو 100,77 nm.



الشكل (III-9): ln(B) بدلالة $\ln \frac{1}{\cos(\theta)}$

b. باستخدام علاقة وليامسون-هول: بمطابقة معادلة المستقيم (الشكل III-10) مع معادلة

وليامسون-هول نجد القطر المتوسط للعينة B هو 113.27 nm و مقدار الانفعال المجهرى هو 0.020%



الشكل III-10: $B \cos(\theta)$ بدلالة $\sin(\theta)$

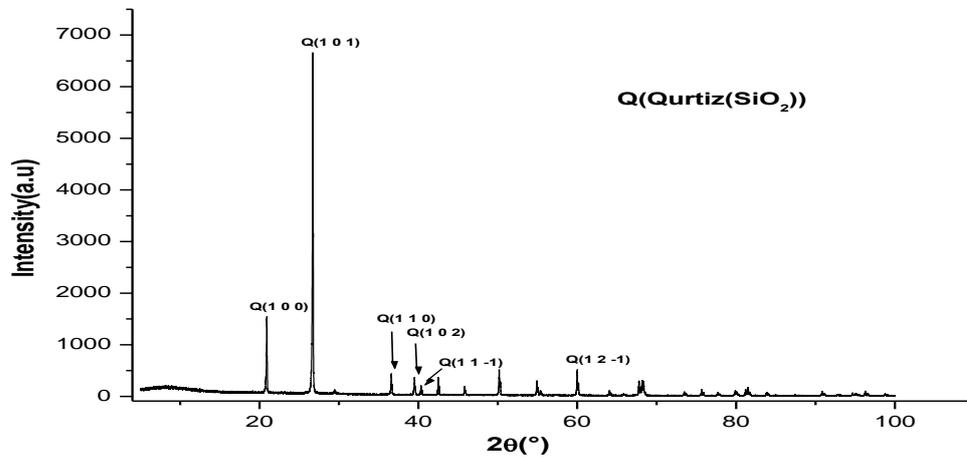
يمثل الجدول (III-5) النتائج التجريبية لدراسة العينة C

الجدول (III-5): الأقطار المتوسطة لبلورة الكوارتز للعينة C

الانفعال المجهرى (ϵ)(%)	وليامسون-هول (nm)	شبيرر المعدلة (nm)	شبيرر (nm)	الطريقة المستعملة
0.020	113.27	100.77	95.88	الأبعاد المتوسطة لحبيبات الكوارتز

❖ العينة D:

هي العينة ذات حبيبات الرمل التي لها أقطار 1-0.315mm، حيث يحتل الكوارتز فيها أكبر شدة ، و الشكل (III-11) يمثل مخطط انعراج الأشعة السينية لهذه العينة .

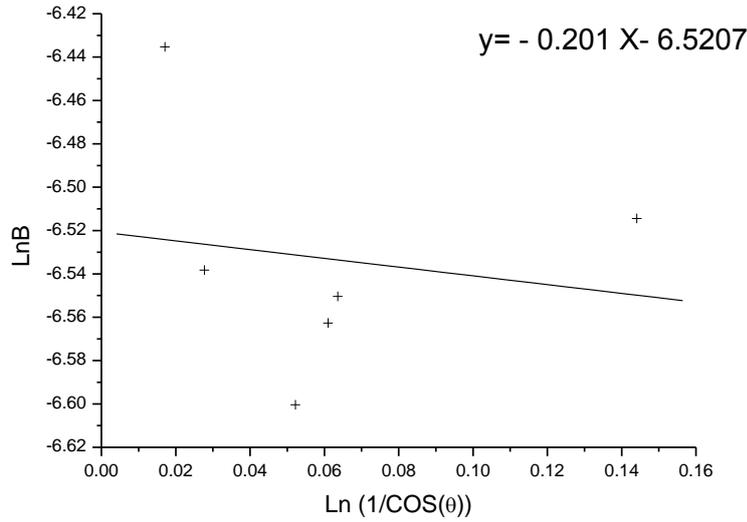


الشكل (III-11): مخطط انعراج لأشعة السينية للعينة D

❖ طرق حساب القطر المتوسط للعينة D:

a. باستخدام علاقة شيرر معدلة:

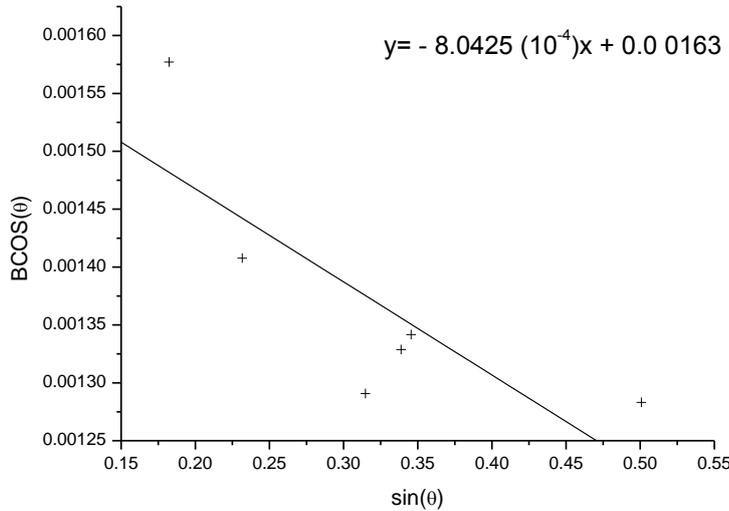
بمطابقة معادلة المستقيم (الشكل (III-12)) مع معادلة شيرر معدلة، نجد القطر المتوسط للعينة D هو 93,23 nm.



الشكل (III -12): Ln(B) بدلالة $\ln \frac{1}{\cos(\theta)}$

b. باستخدام علاقة وليامسون- هول: بمطابقة معادلة المستقيم (الشكل (III -13)) مع معادلة وليامسون-

هول نجد القطر المتوسط للعينة D هو 84.085 nm و مقدار الانفعال المجهرى هو 0.020% -



الشكل (III -13): B cos(θ) بدلالة sin(θ)

يمثل الجدول(III-6) النتائج التجريبية لدراسة العينة D

الجدول (III-6): الأقطار المتوسطة لبلورة الكوارتز للعينة D

الطريقة المستعملة	طريقة شيرر (nm)	طريقة شيرر المعدلة (nm)	طريقة وليامسون- هول (nm)	قيمة الإنفعال المجهرية (ε) (%)
الأبعاد المتوسطة لحبيبات الكوارتز	101.50	93.23	84.085	- 0.020

بينت لنا هذه الدراسة التجريبية أن الأقطار المتوسطة للبلورات الكوارتز تتراوح ما بين (70-100 nm)، و هي مبينة في الجدول

(III-7).

الجدول (III-7): الأقطار المتوسطة لبلورات الكوارتز في الأصناف الحبيبية

الأقطار (nm)	العينات (mm)	شيرر	شيرر المعدلة	وليامسون- هول	مقدار التشوه (ε) %
A	0.125- 0.063	85.58	78.54	74.086	- 0.0182
B	0.160 -0.125	89.36	87.858	85.130	- 0.002
C	0.315- 0.160	95.88	100.77	113.27	0.020
D	1 - 0.315	101.50	93.23	84.085	- 0.020

تأثير مقدار الانفعال المجهرية على الأبعاد المتوسطة للبلورة واضح على الرغم من صغر قيمته، إلا أن ذلك الاختلاف

موجود، حيث أنه كلما كانت ε (مقدار الإنفعال المجهرية) سالبا حدث نقص في الأبعاد المتوسطة للبلورة. لأن صغر أبعاد

الحبيبات (بضعة ميكرومتر) يولد ضغطا زائدا على الخلية. يؤثر هذا الضغط على السطح الخارجي للخلية، فيحدث لها انكماش،

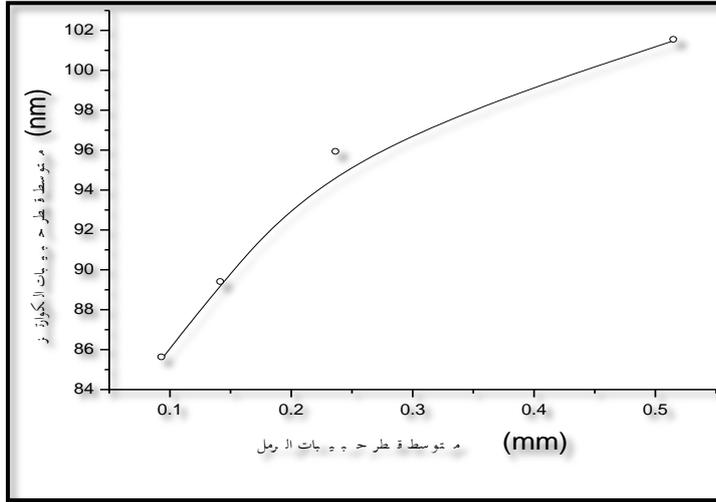
هذا يعني تغير في المقادير (a,b,c). أما إذا كانت الخلية في حالة تمدد فتؤثر على السطح الداخلي للبلورة هنا يكون ε (مقدار

الإنفعال المجهرية) موجبا، و تحدث زيادة في الأبعاد المتوسطة للبلورة، مما ينتج عنها تضخم في البلورة.

V- علاقة الأقطار المتوسطة لحبيبات الكوارتز و الأقطار المتوسطة لحبيبات الرمل:

بتفحص نتائج الجدول (III-7) تبين لنا أن الأقطار المتوسطة لحبيبات الكوارتز متناسبة مع الأقطار المتوسطة لحبيبات

الرمل، الشكل (III-14).



الشكل (III-14): علاقة الأقطار المتوسطة لحبيبات الكوارتز و الأقطار المتوسطة لحبيبات الرمل

المناقشة:

تؤدي زيادة متوسط قطر حبيبات الرمل إلى زيادة متوسط قطر حبيبات الكوارتز. يمكن تأويل ذلك نتيجة للتغيرات

الحجمية (كالكثافة الحجمية، التقلص الخطي....)، وكذا للخواص الكهربائية (العزل الكهربائي، التوصيل الكهربائي) [7].

نلاحظ من خلال عرضنا للنتائج أن قيم الأقطار المتوسطة للعينات تتراوح ما بين (70 - 100 nm) وهي في حدود

الأبعاد النانوية [30]، وكذلك لاحظنا أثناء قيمانا بحساب الأقطار المتوسطة لبليرات الكوارتز أنه عند أخذنا جميع قيم عرض خط

الانعراج عند الزوايا التي يحدث فيها انعكاس الكوارتز، أدق و أفضل من أخذ قيمة واحدة لعرض خط الانعراج عند الزاوية الأشد

انعكاس للكوارتز [34].

كل طرق الحساب التي استخدمناها في حساب الأبعاد المتوسطة للعينات الأربعة مكنتنا من معرفة الأقطار المتوسطة لبليرات

الكوارتز الموحدة داخل الكتيبان الرملية لمنطقة ورقلة، إلا أن كلتا طريقتي لشير لم توضح تأثير الانفعال المجهرى للحبيبات على

عكس طريقة وليامسون- هول، حيث يعزى السبب في عرض القمم إلى أبعاد الحبيبات و الانفعال المجهرى في آن واحد [7].

خداوند جانم

لقد كنا نهدف من خلال هذا العمل إلى حساب أبعاد حبيبات الكوارتز (crystallite size) الموجودة ضمن حبيبات رمل كثبان ورقلة المصنفة تصنيفاً حجمياً. لأجل ذلك صنفتنا هذا الرمل إلى ثلاثة أصناف حُبيبية رئيسية هي: الحبيبات ذات الأقطار (1-0.315 mm)، و الأقطار (0.315-0.160 mm)، و الأقطار (0.160-0.125 mm) و الأقطار (0.125-0.063 mm). تعرّفنا أثناء ذلك على أسس انعراج الأشعة السينية على المستويات البلورية، و كذا على ثلاثة قوانين مستعملة لحساب الأبعاد المتوسطة للحبيبات البلورية، و هي: قانون شيرر (Scherrer)، و قانون شيرر المعدّل و قانون وليامسون-هول (Williamson-Hall). كل ذلك بالاعتماد على مخططات انعراج الأشعة السينية المنجزة على عينات الرمل الموصوفة آنفاً. لقد وردت معادلة شيرر المعدّلة لتصحيح الأخطاء الناجمة عن معادلة شيرر؛ حيث تعطي المعادلة المعدّلة قيمةً تقريبيةً لأقطار الحبيبات البلورية بدلا من إعطاء قيم مختلفة تبعاً لكل خط انعراج. أمّا معادلة وليامسون-هول فهي تفصّل في عرض خط الإنعراج، و تعتبره راجعاً إلى عدة عوامل، لا إلى الأبعاد البلورية فقط. باستخدام هذه المعادلات الثلاث للعينات الأربع تعرّفنا على الأقطار المتوسطة لبورات الكوارتز، فكانت النتائج كلها متقاربة، لذا اعتمدنا على أبسطها، و هي طريقة شيرر، فكانت أقطار بلورات الكوارتز للعينات الأربع على النحو التالي: للعيينة الأولى كان متوسط أقطار حبيبات الكوارتز 85.58 nm، و للعيينة الثانية 89.36 nm، و للعيينة الثالثة 95.88 nm، أمّا الرابعة فكان 101.50 nm. يبدو جلياً أن هناك تناسباً واضحاً بين أقطار حبيبات الرمل و أقطار حبيبات الكوارتز الموجودة فيها. يمكن استغلال هذه النتائج لتوظيفها في مجالات أخرى، كأشباه النواقل، أو الألياف البصرية... الخ.

سحر جی

- [1] سميحة بضياف و إسماعيل شيحي، دراسة بعض الخصائص البنيوية للكوارتز الموجود برمل كثبان منطقة ورقلة،
volume 6 numéro 1 AST ، (2014) .
- [2] محمد العيد مشري و إسماعيل شيحي، دراسة التركيب الذري لرمل كثبان منطقة ورقلة باستخدام مطيافيات XRF
وMEB و EDX و AAN، (2012)، volume 4 numéro 2 AST .
- [3] نوية محادي و إسماعيل شيحي ، تحديد التركيب الجزيئي للأصناف اللونية الموجودة في رمل كثبان منطقة ورقلة باستخدام
مطيافية الإمتصاص ما تحت الأحمر (FTIR)، (2014)، volume 6 numéro 2 AST .
- [4] محمد العيد مشري و إسماعيل شيحي ، تأثير الحرارة على الأطوار البلورية في رمل كثبان منطقة ورقلة ،
volume 6 numéro 2 STA، (2014) .
- [5] نعيمة عبد القادر أحمد. محمد أمين سليمان، علم البلورات و الأشعة السينية، دار الفكر العربي، القاهرة، ص 92-109، (2005).
- [6] علي حسين عبد الرزاق، دراسة تحليلية بطرائق الأشعة السينية و فحص الصلادة لسبيكة رصاص -قصدير، المجلة العراقية للعلوم،
جامعة بغداد (2016).
- [7] هاني محمود حسين، دراسة تأثير السليكا والالومينا على الخواص الكهربائية للكاولين المكلسن، أطروحة ماجستير، جامعة
بابل، (2003).
- [8] S. bekhbekh, Etude structurale par la méthode de Rietveld des précurseurs de faible stabilité thermique, Magistère chimie, univ mentouri Constantine, (2012).
- [9] Jean-Jacques.Rousseau،cristallographie Géométrique radiocristallographie, Dunod، Paris, p106-108,(2000-2007).
- [10] A.Bensaddek, Synthèse, caractérisation et étude structurale des nouvelles variétés d'oxalates mixtes de plomb, zirconium et de cadmium, Magistère chimie, univ Constantine،(2010).
- [11] Beddiaf, Samiha; Chihi, Smail; Leghrieb, Youcef, The determination of some crystallographic parameters of quartz, in the sand dunes of Ouargla, Algeria, Journal of African Earth Sciences, Volume 106, p. 129-133,(2015).

- [12] Samiha Beddiaf , Smail Chihi, Hamza Bouguettaia, Mohammed Laid Mechri, Naouia Mahdadi, Qualitative and Quantitative Evaluation of Quartz in Different Granular Types of Ouargla Region Sand Dunes – Algeria, *Silicon*, pp 1-9, (2015).
- [13] Mohammed Laïd Mechri, Smail Chihi, Naouia Mahdadi, Samiha Beddiaf, Study of Heat Effect on the Composition of Dunes Sand of Ouargla (Algeria) Using XRD and FTIR, *Silicon*, pp 1-9,(2016).
- [14] Carl A Carlsson and Gudrun Alm Carlsson, Basic physics of X-ray imaging, LIU-RAD-R-008,(1996).
- [15] N.Dragoe, CHIM 401 RX instrumentation et applications, universitè paris-sud UFR. d' orsay, (2013).
- [16] Lynne B. McCusker and Christian Baerlocher, Electron crystallography as a complement to X-ray powder diffraction techniques, *EPJ Web of Conferences* 41,12004 (2013).
- [17] Barbara Lavina, Modern X-ray Diffraction Methods in Mineralogy and Geosciences, *Mineralogy & Geochemistry* Vol. 78 pp. 1-31, (2014).
- [18] B. Freyer J. Stingl, F .Zamponi· M. Woernerb, and T. Elsaesser, Femtosecond x-ray diffraction using the rotating crystal method, Berlin Germany univ, (2013).
- [19] Rasel Das, Md. Equb Ali and Sharifah Bee Abd Hamid, Current applications of x-ray powder diffraction -Areview, *Adv.Mater.Sci.*38 95-109, (2013).
- [20] A. R. Bushroa, R. G. Rahbari, H. H. Masjuki, M .R. Muhamadc, Approximatn of crystallite size and microstrain via XRD line broadening analysis in TiSiN thin films, d Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, journal homepage, *Vacuum* 86 1107e1112 (2012).
- [21] B. akbaril, M. Pirhadi Tavandashti, and M. Zandrahimi, Particle size characterization of nanoparticles –A.practicalapproach, *Journal of Materials Science & Engineering* Vol. 8, Number 2, (2010).
- [22] S.N. Anitha and I. Jayakumari, Synthesis and Analysis of Nanocrystalline Fe₂Mn₂Ni_{0.5}Zn_{1.5}O₉ at Different Treating Temperatures, *Journal of Nanoscience and Technology* 1(1) (2015) 26–31.

- [23] Yusheng Zhao and Jianzhong Zhang, Microstrain and grain-size analysis from diffraction peak width and graphical derivation of highpressure the rmomechanics, Journal of Applied Crystallography ISSN 0021-8898,(2008).
- [24] M.E. Fitzpatrick, A.T. Fry, P. Holdway, F.A. Kandil, J. Shackleton and L. Suominen, Determination of Residual Stresses by X-ray Diffraction – Issue 2, Scotland,(2005).
- [25] B. D.cullity, elements of x- ray diffraction, the United States of America ,(1956).
- [26] Leroy Alexander and Harold p.klug, Determination of Crystallite Size with the X-Ray Spectrometer*, Journal of Applied Physics 21, 137 (1950).
- [27] Charles Scribner, Scherrer Paul Hermann, Complete Dictionary of Scientific Biography,(2008).
- [28] V. drits. J.Srodon and D. Eberl, xrd measurement of mean crystallite thickness of illite and illite/smectite: reappraisal of the kubler index and the scherrer equation, Clays and Clay Minerals. Vol.45.No 3.461-475,(1997).
- [29] Gaber, M. A. Abdel- Rahim, A. Y. Abdel-Latief, Mahmoud. N. Abdel- Salam, Influence of Calcination Temperature on the Structure and Porosity of Nanocrystalline SnO₂ Synthesized by a Conventional Precipitation method, Univ Assiut, (2014).
- [30] S.C. Tjong, Haydn Chen, Nanocrystalline materials and coatings, A Review journal materials science and Engineering R 45/1-88, (2004).
- [31] Ahmad Monshi, Mohammad Reza Foroughi, Mohammad Reza Monshi, Modified Scherrer Equation to Estimate More Accurately Nano- Crystallite Size Using XRD, Department of Materials Engineering, Najafabad branch, Islamic Azad University, Isfahan, Iran, (2012).
- [32] A. Khorsand Zak, W.H Abd. Majid, M.E. Abrishami, RaminYousefi, X-Ray analysis of ZnO nanoparticles by Williamson Hall and size strain plot method, Solid Sate Sciences 251-256, (2011).
- [33] Machatschki, F., Z. Kristallogr., Kristalloggeom., Kristallphys., Kristallchem., Calculated from ICSD using POWD-12++,(1997).

- [34] L. B. Patle, P. K. Labhane, V. R. Huse, A.L. Chaudhari, Structural Analysis of Cu Doped TiO₂ Nanoparticles using Williamson-Hall Method, Volume1. Issue5.Print ISSN: 2395,(1990).

المختصر:

في هذه المذكرة قمنا بحساب الأقطار المتوسطة لبلورات الكوارتز الموجودة في الأصناف الحبيبية للكتبان الرملية لمنطقة ورقلة، و ذلك بتحليل المعطيات التجريبية لانعراج الأشعة السينية على هذه العينات. لأجل ذلك استخدمنا ثلاث طرق حساب مبنية على قانون شيرر. لقد تبين لنا أن نتائج الحساب متقاربة، إلا أنها مختلفة بسبب تأثير مقدار الانفعال المجهرى. لقد بينت نتائج الحسابات أن أقطار بلورات الكوارتز متناسبة عكسًا مع أقطار حبيبات الرمل، و هي في حدود 100 nm، مما يجعلها معتبرةً من البلورات النانوية.

الكلمات المفتاحية: رمل الكتبان، كوارتز، إنعراج الأشعة السينية، شيرر، حجم البلورات، الإنفعال المجهرى

Abstract:

In this work the crystallite sizes of quartz in granular types of Ouargla dunes sand have been estimated. So, the experimental XRD patterns of these samples have been used. For that, three Scherrer based laws have been used. The calculated results were close, but there are differences because of the influence of the microscopic strains. The crystallite sizes were inversely proportional to the diameter of sand grains, and they were about 100 nm, making them nanocrystals.

Key words: dune sand, quartz, XRD, Scherrer, crystallite size, microscopic strain

Abstrait:

Dans ce travail, les tailles de cristallites de quartz dans les types granulaires de Ouargla dunes de sable ont été estimées. Ainsi, les motifs de diffraction des rayons X de ces échantillons expérimentaux ont été utilisés. Pour cela, trois lois sur la base Scherrer ont été utilisés. Les résultats calculés étaient proches, mais il existe des différences en raison de l'influence des souches microscopiques. Les tailles de cristallites sont inversement proportionnelles au diamètre des grains de sable, et ils étaient d'environ 100 nm, ce qui les rend nanocristaux.