

جامعة قاصدي مرباح ورقلة  
كلية الرياضيات و علوم المادة



مذكرة لنيل شهادة ماستر فيزياء المواد

الميدان : علوم المادة

التخصص: فيزياء المواد

من إعداد الطالبتين

كركوية بسمة حسناوي مارية

تحت عنوان

دراسة خصائص السبيكة  $Pd_{81}Ge_{19}$  باستخدام  
الأشعة السينية

نوقشت يوم : 2017/ 05 /23

أمام أعضاء لجنة المناقشة المكونة من السادة

رئيساً

أستاذة محاضرة " أ " ( جامعة ورقلة )

بلعكروم كريمة

مناقشاً

أستاذ محاضر " أ " ( جامعة ورقلة )

بن مبروك لزه

مؤطرا

أستاذ التعليم العالي ( جامعة ورقلة )

تيجاني محمد الخامس

مساعد مؤطر

استاذ محاضر " ب " ( جامعة ورقلة )

عاشوري عبد الرحيم

2017/2016

إلهي لا يطيب الليل إلا بشكرك ولا يطيب النهار إلا بطاعتك... ولا تطيب اللحظات إلا  
بذكرك.. ولا تطيب الآخرة إلا بعفوك... ولا تطيب الجنة إلا برويتك  
إلى من بلغ الرسالة وأدى الأمانة ونصح الأمة إلى نبي الرحمة المهداة ونور العالمين..  
سيدنا محمد صلى الله عليه وسلم.

إلى ملاكي في الحياة.. إلى معنى الحب وإلى معنى الحنان والتفاني.. إلى بسملة الحياة  
وسر الوجود إلى من كان دعائها سر نجاحي وحنانها بلسم جراحي إلى أغلى الحبايب  
أمي الحبيبة "سليمة"

إلى من كلله الله بالهيبة والوقار... إلى من علمني العطاء بدون انتظار... إلى من أحمل  
إسمه بكل افتخار... والدي العزيز "بلقاسم"

إلى إخوتي الذين هم سندي وعوني في هذه الحياة  
إلى أختي التي ولدتها لي الأيام "محدادي هدى"  
إلى من عمل معي بكد بغية إتمام هذا العمل

إلى زملائي وزميلاتي الذين أمضيت أفضل اللحظات معهم

إلى جميع أساتذة كلية الرياضيات وعلوم المادة

إلى كل طلبة السنة الثانية ماستر دفعة 2017

إلى عائلة كركوبة و عائلة شمبي

أهدي عملي هذا راجية من الله تعالى أن يجعل عملي هذا نفعا يستفيد منه الجميع

كركوبة بسملة

الحمد لله رب العالمين , الحمد لله الذي هدانا و ما كنا لنهتدي لولا ان هدانا الله , الحمد لله

الشكر لله و الصلاة و السلام على رسول الله

أما بعد , أهدي ثمرة جهدي إلى:

الوالد رحمة الله عليه، اللهم تغمد روحه الطاهرة وارحمه برحمتك الواسعة

الوالدة العزيزة، التي تحملت معي وصبرت لشقائي والتي فرحت لفرحي وتأسفت

لحزني، والتي لم تفارقني دعواتها بالنجاح واكمال المسيرة الدراسية.

إلى إخوتي الذين قاسموني دفيء الوالدين، إلى زملائي وأصدقائي واحبائي داخل الجامعة

وخارجها.

إلى صديقتي و زميلتي في المذكرة " بسمة "

إلى عائلة حسناوي و بوزيان

إلى مدينتي جانت و مدينتي الثانية ورقلة

إلى كل من ساهم في وصولي إلى هذه الدرجة من العلم و المعرفة من اساتذة و معلمين ,

إلى جميع الحضور

حسناوي مارية

الحمد لله رب العالمين ، الحمد لله الذي هدانا لهذا و ما كنا لنهتدي لولا ان هدانا الله ، الحمد لله و الشكر لله و الصلاة و السلام على رسول الله

يطيب لنا ان نضع اللمسات الاخيرة لمذكرتنا هذه و ان نتقدم ببالغ الشكر و التقدير لإستاذنا الفاضل " الدكتور تيجاني محمد الخامس "

الذي قبل بنا كمشرف على مذكرتنا هذه و على تقديمه للنصائح القيمة في بحثنا المتواضع هذا ، كما نشكر الاستاذ المساعد " عاشوري عبد الرحيم " الذي ساعدنا في انجاز هذا البحث .

دون أن ننسى ان نقدم شكرنا الى إدارة قسم الفيزياء جامعة قاصدي مرباح ورقلة .

الى الأساتذة أعضاء لجنة المناقشة المتكونة من :

بلعكروم كريمة أستاذة محاضرة " أ " بجامعة قاصدي مرباح ورقلة .

بن مبروك لزهراًستاذ محاضر " أ " بجامعة قاصدي مرباح ورقلة.

تيجاني محمد الخامس أستاذ التعليم العالي بجامعة قاصدي مرباح ورقلة.

عاشوري عبد الرحيم استاذ محاضر " ب " بجامعة قاصدي مرباح ورقلة.

الذين تشرفنا بقراءتهم للبحث و تقييمهم له و نعتز بملاحظاتهم و تصحيحاتهم .

الى القائمين على مخبر فيزياء البلازما للسطوح على التسهيلات المقدمة لانجاز هذا البحث .

## الفهرس

VII		قائمة الجداول:
VIII		قائمة الأشكال:
1	Introduction	الجزء I : المقدمة
1		I . تمهيد
1		1. I السبائك
2		2.I . سبيكة ( Alloy ) $Pd_{81}Ge_{19}$
2		1.2.I . الجيرمانيوم Ge
3		2.2.I . البلاديوم Pd
4		3 . 2 . I سبيكة $Pd_{81}Ge_{19}$
4		3.I . بحث في النشريات العلمية المتعلقة بالسبيكة (recherche bibliographique)
6	Analysis methods	الجزء II: تقنيات التحليل
6		II. الأشعة السينية
7		1. II . حيود الأشعة السينية
7		1.1. II . قانون براج [2] loi de bragg
8		2.1.II . كرة Ewald (sphère d'Ewald) [1]
8		1. 2. 1. II . التفسير الهندسي لقانون براج
12		2.II . إستعمالات الأشعة السينية [18]
12		3.II . بعض مميزات الأشعة السينية RX
12		4. II . Diffractometer
12		1.4.II . دراسة الطيف
12		1.1. 4 . II . البنية
13		2 . 1 . 4.II . الوصف الهندسي لجهاز حيود الأشعة السينية (أحادي هندسية عدة ديفراكتومتر) [19]
14		3 . 1 . 4. II . الدراسة والتحليل بالأشعة السينية(آلية عمل الجهاز) [20]
15		4. 1.4 . II . إستعمالاته [19]
16		5 . II . معامل البنية $F_{hkl}$ [20]
17		6. II . حجم الحبيبات و الإجهادات [22][23]
22	Results	الجزء III: النتائج

22		III تمهيد
32	Discussion	الجزء IV: المناقشة
32		IV. المناقشة
33	Conclusion	الجزء VI: الخاتمة

قائمة الجداول:

الصفحة	عنوانه	رقم الجدول
3	بعض خصائص لعناصر الجير مانيوم	1 - I
4	بعض خصائص عنصر البلاديوم	2 - I
17	القيم السبعة الأولى لأنظمة التبلور المكعبة الثلاثة	1 - II
23	حسابات متعلقة بإستخراج البنية البلورية عند $400^{\circ}\text{C}$	1 - III
24	حسابات ثابت الشبكة $a$ و المسافة بين المستويات البلورية $d$ عند $400^{\circ}\text{C}$	2 - III
25	حسابات متعلقة بإستخراج حجم $t$ و الإجهاد $\epsilon$ عند $400^{\circ}\text{C}$	3 - III
26	حسابات متعلقة بإستخراج البنية البلورية عند $500^{\circ}\text{C}$	4 - III
27	حسابات ثابت الشبكة $a$ و المسافة بين المستويات البلورية $d$ عند $500^{\circ}\text{C}$	5 - III
28	حسابات متعلقة بإستخراج حجم $t$ و الإجهاد $\epsilon$ عند $500^{\circ}\text{C}$	6 - III
29	حسابات متعلقة بإستخراج البنية البلورية عند $650^{\circ}\text{C}$	7 - III
30	حسابات ثابت الشبكة $a$ و المسافة بين المستويات البلورية $d$ عند $650^{\circ}\text{C}$	8 - III
31	حسابات متعلقة بإستخراج حجم $t$ و الإجهاد $\epsilon$ عند $650^{\circ}\text{C}$	9 - III

قائمة الأشكال:

الصفحة	عنوانه	رقم الأشكال
2	سبيكة $Pd_{81}Ge_{19}$	1 - I
8	طيف الأشعة السينية	1 - II
9	الطريقة التي استنتج بها قانون براج	2 - II
11	التفسير الهندسي المباشر	3 - II
12	الكرة المحددة	4 - II
13	حيود الأشعة السينية	5 - II
14	جهاز حيود الأشعة السينية الصلبة	6 - II
15	رسم تخطيطي لآلية عمل جهاز حول الأشعة السينية	7 - II
16	الترتيب لجهاز حيود الأشعة السينية	8 - II
18	نموذج القياسات	9 - II
21	تأثير حجم الحبيبات الدقيقة على منحنيات الانعراج (تخطيطياً)	10 - II
22	الشكل العام الخاص بمنحني حساب حجم الحبيبات $t$ و الاجهاد $\epsilon$	11-II
23	طيف $Pd_{81}Ge_{19}$ في درجة الغرفة $20^{\circ}C$	1 - III
25	طيف $Pd_{81}Ge_{19}$ في درجة $400^{\circ}C$	2 - III
26	منحني يمثل طريقة حساب الحجم $t$ و الاجهاد $\epsilon$ عند $400^{\circ}C$	3 - III
27	طيف $Pd_{81}Ge_{19}$ في درجة $500^{\circ}C$	4 - III
29	منحني يمثل طريقة حساب الحجم $t$ و الاجهاد $\epsilon$ عند $500^{\circ}C$	5 - III
30	طيف $Pd_{81}Ge_{19}$ في درجة $650^{\circ}C$	6 - III
31	منحني يمثل طريقة حساب الحجم $t$ و الاجهاد $\epsilon$ عند $650^{\circ}C$	7 - III
31	مخطط إتران الأطوار لسبيكة $Pd_{81}Ge_{19}$	8 - III



### المخلص

تمت دراسة  $Pd_{81}Ge_{19}$  بإستعمال الأشعة السينية للعينات المحضرة بطريقة melt spinning . العينات تمت معالجتها حراريا عند درجات الحرارة  $400^{\circ}C$  ,  $500^{\circ}C$  ,  $650^{\circ}C$  . دراسة أطياف الأشعة للعينات المذكورة تظهر تركيبة عشوائية للينة في البداية ثم تتبلور لتأخذ بنية (structure) المكعبة الممركزة الأوجه Fcc ، قياس حجم البلورات grain (size) يظهر تزايد من  $285.18 \text{ \AA}$  الى  $362.35 \text{ \AA}$  بتزايد درجة الحرارة بينما الاجهاد (strain) يتناقص بزيادة درجة الحرارة .

### الكلمات المفتاحية

سبيكة  $Pd_{81}Ge_{19}$  ، أشعة X ، الخصائص البنوية و المورفولوجية ، حجم الحبيبات ، الإجهادات .

الجزء I

Introduction

المقدمة

## الجزء I : المقدمة

## I . تمهيد

لقد عرف علم البلورات نشاطا مكثفا في مطلع القرن الحالي، فقد كان يعتني هذا العلم بالأشكال الخارجية للبلورات دون التعمق داخل البنية البلورية للمادة و هذا بسبب ضعف الوسائل المستخدمة آن ذاك، و عند اكتشاف الأشعة السينية بدأ الاهتمام بشكل معمق و بدقة للبلورات، مما ساعد على الكشف على عدة نماذج بلورية .

كما ساعدت مختلف وسائل التشخيص المتطورة و أبسطها و أيسرها الأشعة السينية على متابعة تطور و تحسين خصائص المواد الصلبة .

للمعالجة الحرارية للمعادن أهمية كبيرة في تحسين نوعية المعدن وخصائصه (الكهربائية، الحرارية، الميكانيكية ..... الخ ) ، فإنطلاقا من المعالجة الحرارية نستطيع الانتقال من طور إلى آخر والتحول من بنية إلى أخرى ، وهذا ما ستطرق إليه في مذكرتنا من خلال تطور إحدى السبائك بإستخدام تقنيات التحليل و التي بفضلها نستطيع الكشف عن خصائص العينات المدروسة . هناك عدة تقنيات للتحليل المتداولة المستعملة في مختلف المخابر نذكر: SEM , FEM, AUGER و الأشعة السينية RX هذه الأخيرة التي ستكون موضوع دراستنا . و لعنا نذكر في هذا المقام ما كتبه العالم ثورودي هيدجن الحاصلة على جائزة نوبل 1965 حيث قالت "من المميزات الكبيرة لطريقة تعيين التركيب بالأشعة السينية هي مقدرتها على إعطائنا معلومات تثير الدهشة و هي في نفس الوقت موثوق بها دائما " . [1]

في هذه الدراسة سنسلط الضوء على سبيكة  $Pd_{81}Ge_{19}$  هدفنا في هذه الدراسة دراسة الخصائص البنوية و المورفولوجية لهذه السبيكة ومقارنتها مع تجارب أخرى.

## 1. I السبائك

تعرف السبائك علي أنها خليط من معدنين أو أكثر [2] ، حيث يتم خلط المواد المعدنية مع بعضها البعض لتكوين هاته السبيكة و تختلف في خواصها عن المادتين المكونتين لها ، و هذا لكي نستفيد من الخصائص الجديدة التي لا يمكن أن نجدها في

عنصر واحد . [3]

الهدف من هذا الخلط هو الحصول علي معادن ذات خصائص جديدة و مساعدة أكثر كخصائص ميكانيكية كقوة الشد، المرونة، الإجهاد، والصلادة..... الخ وخصائص كيميائية كمقاومة التآكل. و غيرها من الخصائص .

تقسم السبائك إلى نوعين : سبائك حديدية و سبائك غير حديدية ، حيث تتميز السبائك الحديدية بكون المكون الأساسي لها هو الحديد بينما السبائك الغير الحديدية تضم معادن أخرى غير حديدية أي أن الحديد ليس مكوها الرئيسي.[3]

وفي معظم الأحيان يتم إنتاج السبائك بتبريد مصهور عناصرها مع بعضها البعض لتتجمد طبقاً لمنحنيات اتران معروفة . و في بعض الأحيان يتم تحضير السبائك عن طريق خاصية التغلغل المتبادل للعناصر في الحالة الصلبة عند درجات حرارة قريبة من درجة الانصهار كذلك وجد حديثاً أن بعض السبائك يمكن تحضيرها بوسائل ميكانيكية عن طريق التأثير على مساحيق المواد بإجهادات عالية لأزمنة مختلفة . [1]

## 2.I . سبيكة ( Alloy ) $Pd_{81}Ge_{19}$

### 1.2.I . الجيرمانيوم Ge

تم إكتشاف الجيرمانيوم سنة 1886 من قبل الكيميائي الألماني Clemens Winkler فهو شبه معدن نصف ناقل يقع في العمود الرابع من الجدول الدوري لمندليف [5] [4]. يوجد بعدة نسب مختلفة و هو عبارة عن مزيج ل 5 نظائر مستقرة و هي علي الترتيب  $Ge_{74}$  نسبته 35.94% و  $Ge_{72}$  نسبته 27.66% و  $Ge_{70}$  نسبته 21.23% و  $Ge_{73}$  نسبته 7.3% و  $Ge_{76}$  نسبته 7.44% [5]

#### خصائصه :

- ✓ كما يعتبر Ge من أشباه الموصلات وهو فعال بشكل خاص في الترددات العالية و الفولتية التشغيل المنخفضة هو شفاف لجزء من طيف الأشعة تحت الحمراء .
- ✓ يحتوي على معامل انكسار عالي بشكل استثنائي
- ✓ يستخدم الجيرمانيوم في عدة مجالات من بينها مجال الالكترونيات، ألواح الطاقة الشمسية، أجهزة الرؤية الليلية، أنظمة العدسات البصرية و الألياف البصري.

✓ يبلور ضمن بنية الالماس حيث ان المدار الخاجي يحتوي على اربعة الكترونات فهذا يعني ان المدار ينقصه

اربعة الكترونات للوصول الى الحالة التشبع وحقيقة ان ذرات الجيرمانيوم اثناء ارتباطها لتكوين المادة فان

مدارها الخاجي يحتوي على ثمانية الكترونات فإن اربعة من هذه الثمانية ستكون الكتونات تساهمية من

الذرات الاربعة المجاورة هذا الترتيب للذرات المجاورة يدعى بالتكوين البلوري. [6]

**الجدول ( 1 - I ) :** بعض الخصائص لعنصر الجيرمانيوم [4]

Ge	رمزه
32	العدد الكتلي
g/mol 72.60	الكتلة الذرية
g.cm <sup>-3</sup> 5.3	الكثافة
959°C	درجة حرارة الانصهار

### 2.2.I. البلاديوم Pd

تم إكتشاف البلاديوم سنة 1803 من قبل العالم William Hyde Wollaston، وكان ولاستون قد سُمي هذا العنصر

عام 1804 على إسم المذئب پالاس Pallas، والذي كان قد اكتُشِف قبل عامين [7] | [8].

#### خصائصه :

- ✓ فهو معدن انتقالي نادر يوجد ضمن تراكيز منخفضة في البيئة
- ✓ يتميز بقدرته على مقاومة التآكل و كذلك يقاوم التآكسد في درجات الحرارة العالية
- ✓ لديه نشاط محفز قوي خصوصا للهدرجةنة وتفاعلات الأكسدة.

#### استعمالات البلاد يوم :

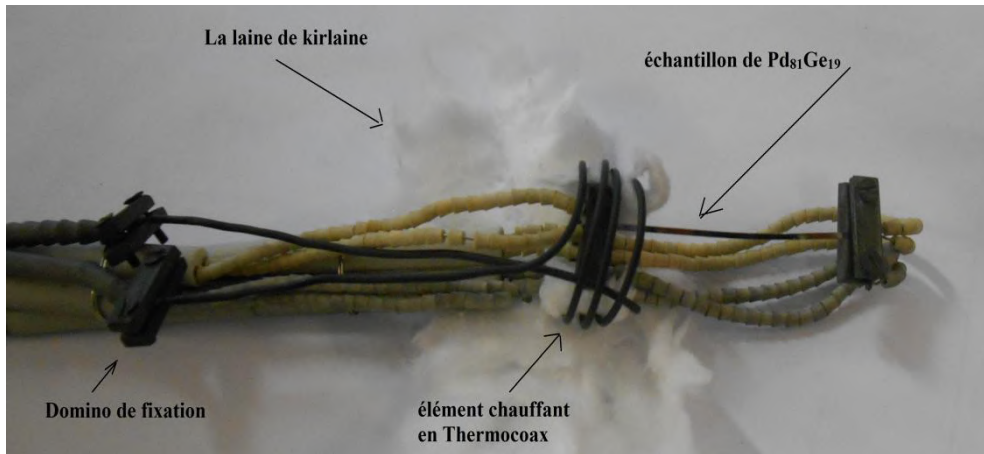
- يستعمل في إنتاج المكونات الكهربائية، مثل : المكثفات السيراميك متعددة الطبقات، الموصلات.

- التكنولوجيا الكهربية.
  - يستخدم في الترونزستورات والدوائر المتكاملة الدوائر الهجينة وأشباه الموصلات.
  - إنتاج العديد من المكونات الالكترونية.
  - يمكن إستبدال الذهب بالبلاد يوم في الطلاء للإلكترونيات. [9]
- الجدول ( I - 2 ) : بعض الخصائص لعنصر البلاديوم .

Pd	رمزه
46	العدد الكتلي
g/mol 106.42	الكتلة الذرية
g.cm <sup>-3</sup> 12.023	الكثافة
1555°C	درجة الانصهار

### I. 2. 3 سبيكة Pd<sub>81</sub>Ge<sub>19</sub>

هذه السبيكة هي عبارة عن خليط من عنصرين بحيث تحتوي علي 81% من Pd و 19% من Ge .



الشكل ( I - 1 ) : سبيكة Pd<sub>81</sub>Ge<sub>19</sub> .

### I. 3. بحث في النشريات العلمية المتعلقة بالسبيكة (recherche bibliographique)

سبيكة Pd<sub>81</sub>Ge<sub>19</sub> هي عبارة عن زجاج معدني و يمكن أن تكون غير متبلورة محتواها الكبير علي Ge [10] [11] ، فهي ذات خصائص غير عادية مثل قوة الشد و المرونة [12] ، و لها هيكل غير متبلور و مقاومة عالية ضد التآكل .

و تستخدم في الصناعات الحربية : كتطوير المواد العسكرية التي هي أقوى و أخف وزنا و أكثر من ذلك أن تكون فعالة في درجات الحرارة العالية.

و في الإلكترونيات : تتمثل في صنع مكونات لأغلفة شاشات الكريستال السائل و في خلايا الهاتف و كذلك غلاف الكاميرات الثابتة الرقمية . [12]

إن الأبحاث محدودة جدا و قليل ما يتكلم عن هذه السبيكة و هذا يوحي بشاء ميدان البحوث لهذه العينة .

## الجزء II

Analysis methods

تقنيات التحليل



## Analysis methods

## الجزء II: تقنيات التحليل

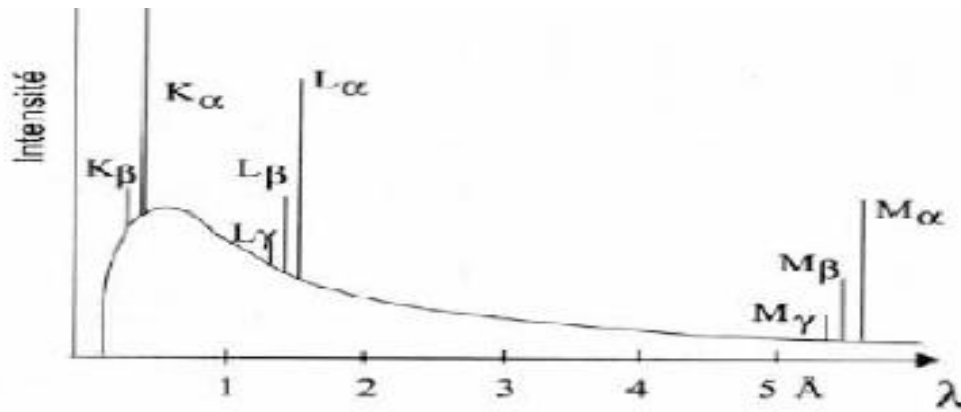
تعتبر طرق التحليل الطيفي من أهم الطرق التحليلية للمواد وذلك لسهولة إستعمالها ، سيكون محور إهتمامنا في هذه  
المذكورة على طريقة التحليل بالأشعة السينية و على كيفية الإستفادة منها .

## II. الأشعة السينية

إكتشفت الأشعة السينية في عام 1895 علي أيدي وليام رونتجن Wilhem Roentgen و تأكدت طبيعتها  
الموجية عام 1913 عندما أجريت أولى تجارب الحيود التي إقترحها فون لاوي ، ثم بينت التجارب اللاحقة أن الأشعة السينية  
عبارة عن موجات مستعرضة و أنها موجات كهرومغناطيسية يتراوح طول موجتها بين  $0.1(\text{Å})$  و هو الحد الأدنى لأشعة  
جاما و  $100(\text{Å})$  و هو الحد الأقصى للموجات فوق البنفسجية .

يتم توليد الإلكترونات من مادة ذات ذرات كبيرة عادة التنغستان (W) و ذلك لسهولة نزع الإلكترونات لكونها ذات طاقة  
ربط ضعيفة . ثم تسرع هذه الإلكترونات في حقل كهربائي كي تصطدم بمادة معدنية تسمى الهدف (Ag , Cu , Co....)

طيف الأشعة السينية هو عبارة عن الطيف المنبعث من التنغستان عندما يكون فرق الجهد الكهربائي بينه وبين المهبط نحو  
100Kv يتكون هذا الإنبعث من طيف مستمر يتراكب معه طيف خطي متمثل في الخطوط  
 $K\alpha$  ،  $K\beta$  ،  $L\alpha$  ،  $L\beta$  ،  $L\gamma$  ،  $M\alpha$  ،  $M\beta$  ،  $M\gamma$  الخ . يتميز الطيف المستمر بإنقطاع مفاجيء عند الطرف الأدنى للأطوال الموجية



[1].

الشكل ( II - 1 ) : طيف الأشعة السينية .

## II . 1 . حيود الأشعة السينية

حيود الأشعة السينية هي عبارة عن طريقة تستخدم عادة للتوصيف البلوري للمادة، تسمح بتحديد بنية المادة المدروسة وطور تبلورها، كما تسمح بتحديد حجم وتوجيه حبيبات هذه المادة. [14]

كما يحدد لنا الإنعراج هل المادة بلورية او غير بلورية و كذلك يحدد لنا الأطوار البلورية و البنية ، و حجم الحبيبات لهاته المادة .

## II . 1.1 . قانون براج loi de bragg

تمكن براج من اعتماد نموذج بسيط للتركيب البلوري يمكن بواسطته معرفة إتجاه حيود الأشعة السينية من البلورة بعد سقوطها عليها ، و في هذا النموذج إفتراض براج أن المستويات المختلفة التي تتكون من ذرات البلورة يمكن أن تعكس الأشعة كما هو موضح في الشكل التالي حيث يعطي قانون براج كالتالي :

$$2 d_{hkl} \sin \theta = n \lambda$$

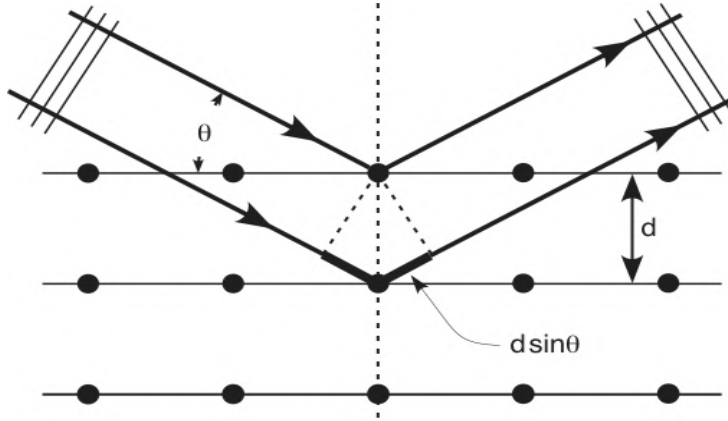
d : المسافة بين المستويات البلورية

θ : زاوية سقوط الانعكاس

n : رتبة الانعكاس

λ : طول موجة الأشعة السينية

و يجب الإشارة إلى أن معادلة براج تم إستنتاجها على أساس الترتيب الدوري لتركيب البلوري دون إعتبار لنوع الذرات او ترتيبها في المستويات العاكسة و هما العاملان المؤثران فقط في شدة الانعكاسات المناظرة لقيم n المختلفة . [2]



الشكل ( II - 2 ) : الطريقة التي إستنتج بها قانون براج . [09]

## 2.1.II كرة Ewald (sphère d'Ewald)

إستخدم مفهوم الشبكة العكسية أولاً بواسطة Ewald و إمتد إستخدامه بواسطة برنال Bernal لوصف العلاقة

بين التركيب البلوري وظيف الحيود و الشبكة العكسية .

تعتمد sphère d'Ewald على الشبكة العكسية التي هي عبارة عن شبكة خيالية او لكل شبكة بلورية حقيقية يمكن بناء شبكة تخيلية عكسية (مقلوبة) . لبناء شبكة عكسية نأخذ أي نقطة من الشبكة البلورية الحقيقية كمركز يرسم منه خطوط عمودية على كل مجموعة من المستويات البلورية الحقيقية ، وبذلك تنشأ نقاط لشبكة عكسية على مسافات تناسب عكسياً مع المسافات البينية للمستويات الحقيقية، وهي تقع أيضاً على مجموعات لمستويات متوازية وتكون معاملات ميلر  $hkl$  للنقطة في الشبكة المقلوبة هي نفس المعاملات للمستويات في الشبكة الحقيقية التي تمثلها هذه النقطة.

وتبعد النقطة في الشبكة المقلوبة مسافة  $\sigma$  من المركز حيث  $\delta = \frac{k}{d_{hkl}}$  وتكون  $K$  كمية ثابتة تؤخذ مساوية ل  $\lambda$  أو  $1$ . [1]

## II 1. 2. 1. التفسير الهندسي لقانون براج

مفهوم الشبكة العكسية وفر طريقة سهلة وذات كفاءة للتعامل مع المشاكل الناشئة من ظاهرة حيود الاشعة السينية من

البلورات ، حيث يمثل sphère d'Ewald التفسير الهندسي لقانون براج ، فقانون براج يمكن ان يكتب بالطريقة:

$$\sin \theta = \frac{\lambda}{2d_{hkl}}$$

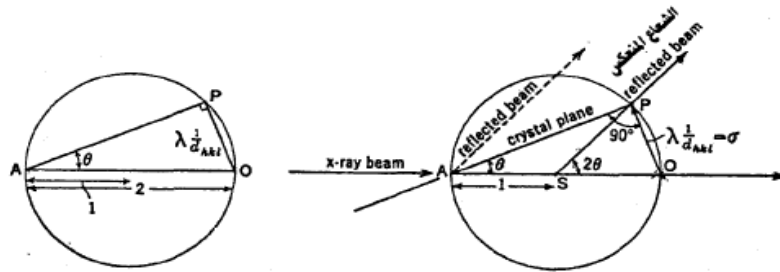
والتفسير الهندسي المباشر لهذه المعادلة مبين في الشكل (3-II) حيث  $\theta$  الزاوية بين قطر دائرة نصف قطرها  $\lambda/2$  وخط واصل

لنقطة في شبكة عكسية في نهاية متجه قيمة  $\frac{1}{d_{hkl}}$ .

وإذا وضعنا  $\delta_{hkl} = \frac{1}{d_{hkl}}$  نحصل على  $\sin \theta = \frac{\delta}{2}$  ومن هذه العلاقة المبسطة لقانون براج قام العالم Ewald يرسم

دائرة قطرها  $\frac{2}{\lambda}$  عندها يستنتج بكل بساطة حيث أن المثلث  $\widehat{ABO}$  مثلث قائم إذا  $O$  تمثل مركز الشبكة العكسية  $P$  نقطة

في الشبكة العكسية و حيث ان  $\delta_{hkl} = \overline{OP}$  شعاع في الشبكة العكسية .



الشكل ( 3 - II ) : التفسير الهندسي المباشر .

من خلال قانون براج الزاوية بين الشعاع الساقط  $k_0$  (Incident) و الشعاع المنعرج (Diffracté)  $\vec{K}$  هي ومنه فإن

$$\sin \theta = \sin \widehat{PAS} = \frac{OP}{AO} \quad \text{و حيث ان} \quad \theta = \widehat{PAS} \quad \text{الزاوية}$$

$$AO = \frac{2}{\lambda} \quad , \quad OP = \delta_{hkl}$$

$$\sin \theta = \frac{\delta_{hkl}}{2} = \frac{\lambda}{2} \delta_{hkl}$$

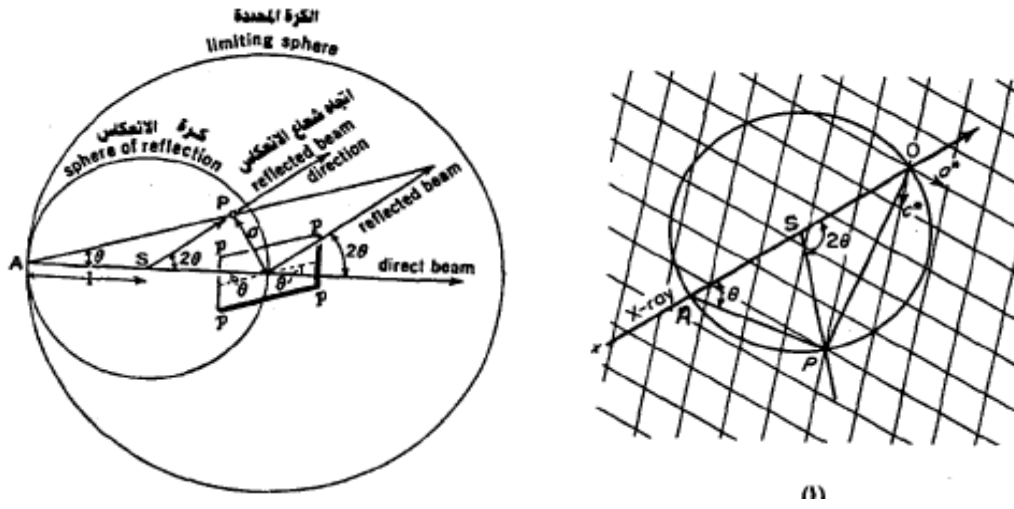
$$2 d \sin \theta = \lambda$$

نحصل على قانون براج عن طريق دائرة Ewald.

وهذا التفسير الهندسي هو عبارة عن شكل متجهي له بعض الخواص الهامة تتمثل في الآتي:

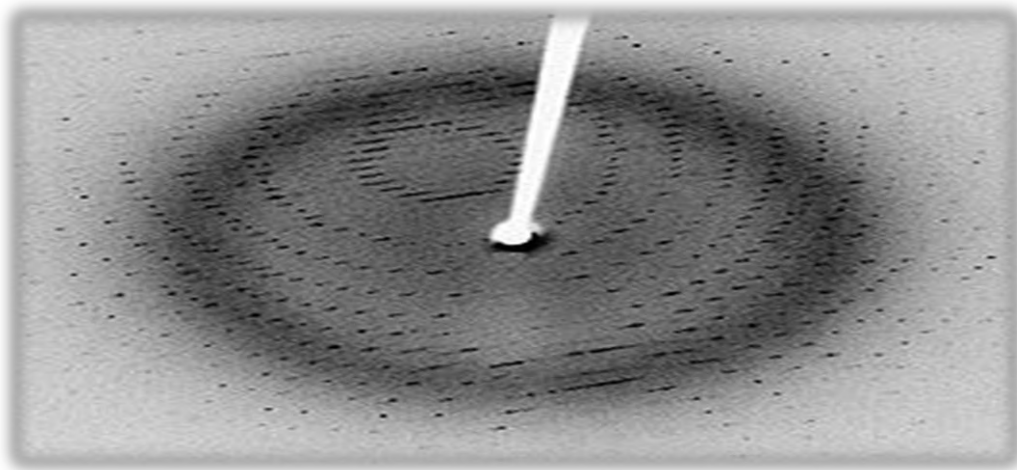
- أ. يمثل الخط AO إتجاه الأشعة السينية، AP ميل المستوى البلوري العاكس حيث أنه يصنع زاوية  $\theta$  مع AO.
- ب. حيث إن OP عمودي على المستوى AP فهو إذن إتجاه المتجه من المركز الى النقطة P في الشبكة العكسية التي تمثل المستوى الذي له ميل AP .
- ج. حيث إن OP بنية اساسا مساو للمتجه  $\frac{\lambda}{d_{hkl}}$  فإن OP حقيقة يمثل متجه الشبكة العكسية في الطول (إذا كانت  $K = \lambda$ ) وكذلك في الإتجاه بالنسبة لشعاع الأشعة السينية .
- د. حيث أن الزاوية OSP تساوي  $2\theta$  فإن SP هو المتجه من مركز الدائرة الى نقطة الشبكة المقلوبة  $P_{hkl}$  يمثل إتجاه الشعاع المنعكس.

في أي تجربة يكون طول الموجة  $\lambda$  ثابتا وإتجاه الشعاع AO كذلك ثابتا ويكون المتغير في تجربة الحيود من البلورة هو المسافة بين المستويات  $d_{(hkl)}$  وكذلك وضع المستوي (hkl) . ويوضح الشكل عملية الحيود تحدث فقط عندما يكون وضع البلورة بحيث تكون نقطة الشبكة العكسية P ملامسة لمحيط الدائرة S التي لها نصف قطر يساوي الوحدة ، وعندها يحدث ذلك ينبعث شعاع حيود في الإتجاه SP. هذا يسمح فقط لنقاط الشبكة العكسية التي تكون قيمة  $\sigma$  لها أصغر من العدد 2 أن تحدث إنعكاسا. والمحل الهندسي لهذه النقاط المحصورة داخل كرة لها نصف قطر يساوي العدد 2 ، تسمى الكرة المحددة الشكل (II-4) اما الكرة التي نصف قطرها يساوي الواحد فتسمى كرة.



الشكل (II - 4) : الكرة المحددة .

ثم يعمم هذا التمثيل الهندسي الى ثلاثة أبعاد حيث تسمى كرة Ewald . يصبح شرط الانعكاس هو ملامسة نقطة من الشبكة العكسية ( ثلاثية الأبعاد ) كرة Ewald كي نحصل على انعكاس (diffraction).



الشكل (II - 5) : حيود الأشعة السينية. [17]

## 2.II. إستعمالات الأشعة السينية

- ✓ تعرف (تحديد هوية) المواد وحيدة الطور مثل: المعادن، والمركبات الكيميائية، والمواد السيراميكية، أو المواد الهندسية الأخرى.
- ✓ تعريف المواد متعددة الأطوار في الخلائط دقيقة التركيب البلوري مثل الصخور.
- ✓ تحديد التركيب البلوري للمواد المعرفة.
- ✓ التعرف والتحليل الهيكلي لنمط المعادن الطينية.
- ✓ التعرف على مواد لاشكلية في الخلائط المتبلورة جزئياً.
- ✓ التحليل الهيكلي البلوري وحسابات خلية الوحدة للمواد المتبلورة.
- ✓ التحديد الكمي للأطوار بإعادة تدقيق الكامل .
- ✓ تحديد حجم البلورات من خلال تحليل إتساع القمة.
- ✓ تحديد الشكل البلوري بعد دراسة تماثل القمة .
- ✓ دراسة التمدد الحراري في تراكيب البلورة باستخدام أجهزة مرحلة التدفئة في موقعها الأصلي. [18]

## 3.II. بعض مميزات الأشعة السينية RX

- بساطة طريقة RX
- المحافظة على العينة
- دقة خاصة في تحديد البنية

## 4. II. ديفراكتومتر Diffractometer

## 1.4.II. دراسة الطيف

## II. 4. 1.1. البنية

$$2 d_{hkl} \sin \theta = n \lambda$$

من قانون براج :

الطريقة المتبعة هي طريقة الزاوية المضاعفة ( $2\theta$ ) حيث يدور كل من البلورة والكاشف بالنسبة للمنبع وفي كل لحظة تصنع فيها البلورة مع المنبع زاوية ( $\theta$ ) تكون الزاوية بين الكاشف والمنبع ( $2\theta$ ). ومن الطبيعي عندئذ أن هذه الطريقة تستخدم لدراسة مجموعة واحدة فقط من المستويات البلورية وهي تلك الموازية لسطح البلورة . [19]

## II.4.1.2 الوصف الهندسي لجهاز حيود الأشعة السينية (أحادي هندسية عدة

### ديفراكتومتر)

يوجد تصميمات هندسية عدة لجهاز الأشعة السينية طبقا للشريكات المنتجة لكن لابد أن يشمل ثلاثة عناصر أساسية :

✓ مصدر للأشعة السينية : أحادي الطول الموجي (طاقة محددة).

✓ كاشف لعد الأشعة السينية الحائد وهذا على محيط الدائرة المدرجة .

✓ حامل العينة المطلوب فحصها ويوجد في المركز . [19]

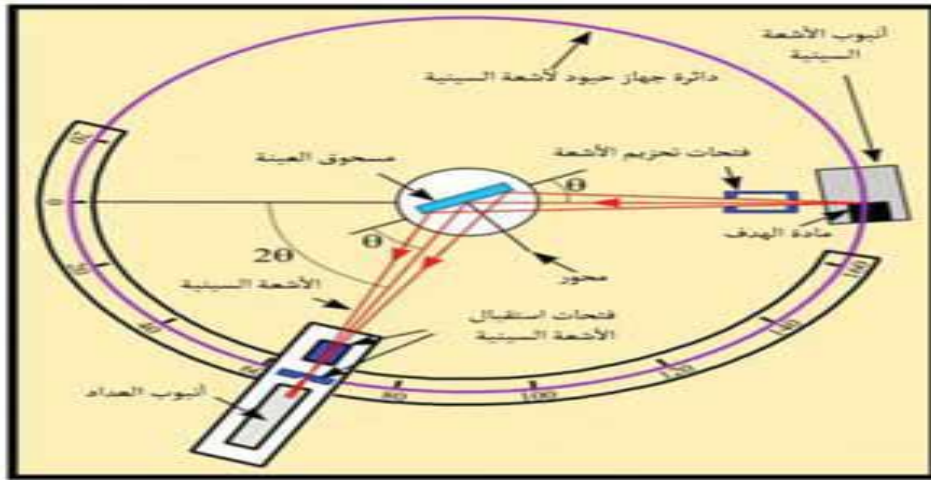




الشكل (II- 6) : جهاز حيود الأشعة السينية الصلبة .

## II . 4 . 1 . 3 الدراسة والتحليل بالأشعة السينية (آلية عمل الجهاز)

❖ وضع مصدر أشعة سينية أحادي الطول الموجي وعداد للأشعة السينية على محيط دائرة مدرجة، يوضع عند مركزها العينة.

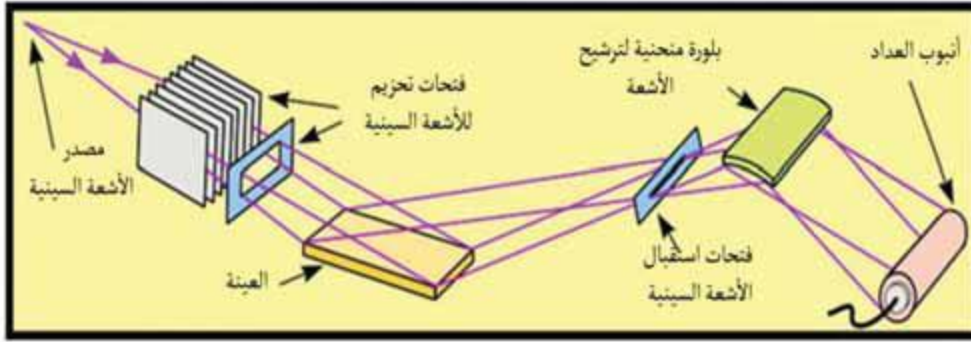


الشكل (II - 7) : رسم تخطيطي لآلية عمل جهاز حيود الأشعة السينية .

❖ توضع فتحات بين مصدر الأشعة السينية وبين العينة، حتى تصير الأشعة السينية متوازية قبل سقوطها على العينة. وتوجد أيضا فتحات إستقبال للأشعة السينية بين العينة والعداد، حيث تستخدم هذه الفتحات في الحد من الأشعة المبعثرة (الغير الحائدة)، ومن ثم تخفيض الخلفية الإشعاعية من البيئة المحيطة، ثم العمل على توجيه الأشعة والسعي الى تواريزها .

❖ حامل (ماسك) العينة والعداد متوافقان ميكانيكيا، حيث يسجل زاوية دوران للعداد تساوي  $2\theta$  مع كل زاوية دوران للعينة مقدارها  $\theta$ .

❖ بلورة منحنية أحادية اللون تحتوي على بلورة من الجرافيت، وتستخدم في ضمان أن تكون الأشعة المرصدة بالعداد أحادية الطاقة أي تعمل على ترشيح الأشعة. [20]



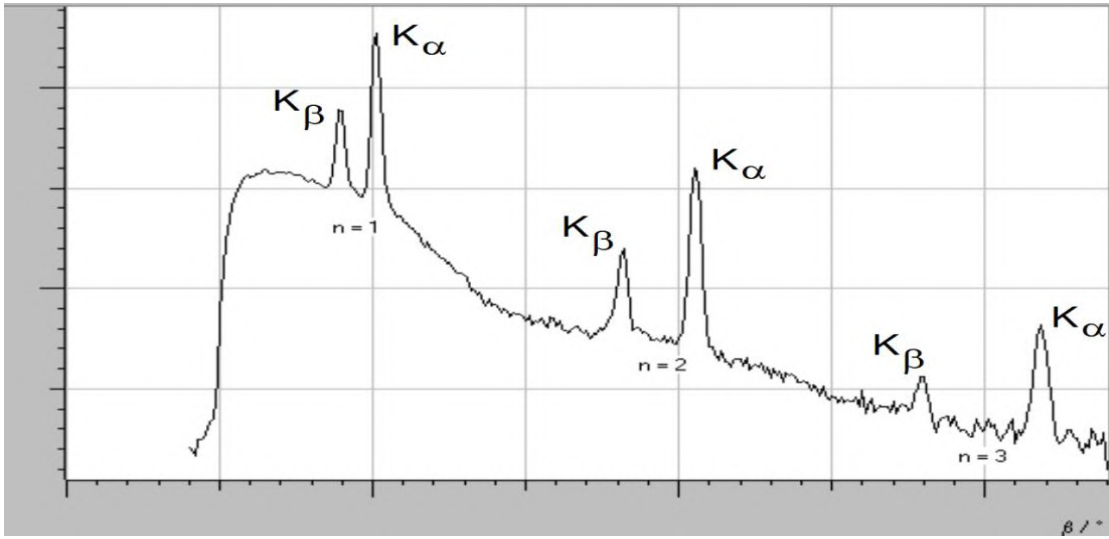
الشكل ( II - 8 ) : الترتيب لجهاز حيود الأشعة السينية .

❖ عندما توضع الأشعة الحائذة عند زاوية محددة تحديدا صحيحا في مقدمة العداد، يوجد الشعاع المطلوب للعداد مع إستبعاد الأشعة الأخرى.

❖ ترشح الإشارات من العداد بواسطة جهاز معاير، لتحليل إرتفاع النبضة ومن ثم قياس النسب بين إرتفاع النبضات (الإشارات) ، ثم ترسل إلى جهاز مقياس المعدل الخطي لتحويل الإشارات إلى تيار كهربائي مستمر. [20]

## II . 1.4 . 4 إستعمالاته

- ✓ تحديد هوية المواد مثل المعادن والمركبات الكيميائية والمواد السيراميكية لو المواد الهندسية الأخرى.
- ✓ تعريف المواد متعددة الأطوار في الخلائط دقيقة التركيب البلوري مثل الصخور.
- ✓ تحديد التركيب البلوري للمواد المعرفة.
- ✓ التعرف و التحليل الهيكلي للمعادن الطينية.
- ✓ التحليل الهيكلي البلوري و حسابات خلية الوحدة للمواد المتبلورة.
- ✓ تحديد حجم البلورات من خلال تحليل إتساع القمة. [19]



الشكل ( II - 9 ) : نموذج القياسات . [13]

## II . 5 معامل البنية $F_{hkl}$

تناسب شدة الأشعة المنعرجة مع مجموعة من العوامل أهمها عامل البنية  $F_{hkl}$  (الذي يعتمد على قرائن المستوي العاكس  $(hkl)$  الذي يمثل دور ذرات أو جزيئات قاعدة التركيب البلوري في تكوين شدة الأشعة المنعرجة إنعدام  $F_{hkl}$  يعني إنعدام الإنعكاس عن المستويات  $(hkl)$  :

$$\sum_{j=1}^S F_j e^{2\pi i(x_j h + y_j k + z_j l)} = F_{hkl}$$

حيث:  $(x_j, y_j, z_j)$  إحداثيات الذرة المشتتة  $j$  الموجودة في القاعدة  $S$  عدد ذرات القاعدة  $f_j$  عامل التشتت الذري المعتمد على التركيب الإلكتروني للذرة المشتتة.  $(hkl)$  معاملات ميلر بالنسبة للمحاور  $a_1, a_2, a_3$  المنطقة على وحدة التركيب البلوري الخلية الأساسية .

- عنصر ذو التركيب  $CS (p)$  : لا توجد إنعكاسات تحقق العلاقة  $N = h^2 + k^2 + l^2 = 4^p(8n+7)$  حيث  $p, n$  أعداد صحيحة (بضمها الصفر).
- عنصر ذو التركيبة  $BCC (I)$  : تختفي الإنعكاسات عن المستويات البلورية عندما يكون مجموع دلائلها فرديا.
- عنصر ذو التركيب  $FCC (F)$  : تختفي الإنعكاسات عن المستويات التي قرائنها مختلطة.

- عنصر ذو التركيب الماسي : شروط الإنعكاسات المفقودة هي عندما ( hkl ) مختلطة وعندما  $h+k+l=4n+2$  حيث n عدد صحيح وصفر.

- زيادة درجة حرارة العينة المشتتة تضعف الأشعة السينية المنعرجة (المنعكسة) ولكنها لا تؤثر على التباين و ذلك طبقا لقانون ديبي والر . [20]

ويبين الجدول القيم السبعة الأولى من أجل أنظمة التبلور المكعبة الثلاثة.

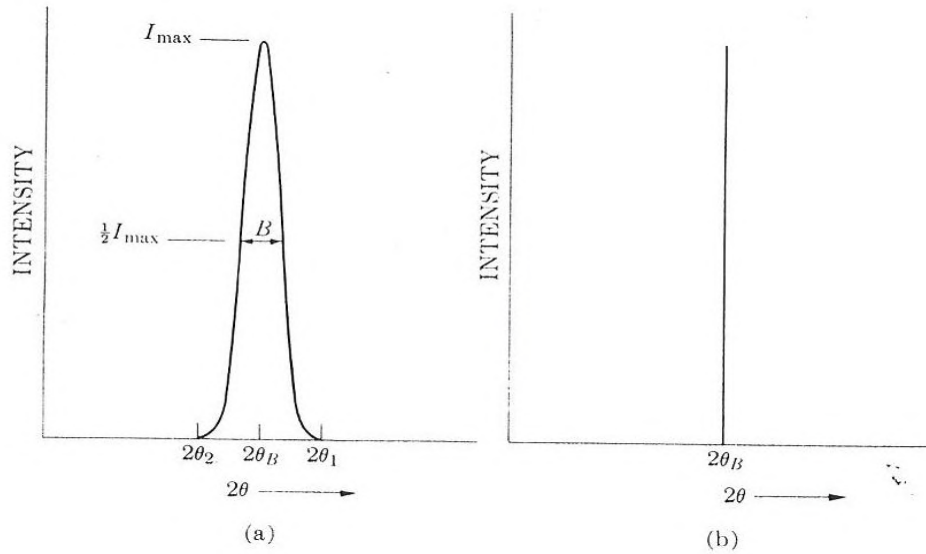
الجدول ( 1 - II ) : القيم السبعة الأولى لأنظمة التبلور المكعبة الثلاثة.

ترتيب القيمة	SC			BCC			FCC		
	[h k l]	$h^2 + k^2 + l^2$	$\frac{\sin^2 \theta_i}{\sin^2 \theta_1}$	[h k l]	$h^2 + k^2 + l^2$	$\frac{\sin^2 \theta_i}{\sin^2 \theta_1}$	[h k l]	$h^2 + k^2 + l^2$	$\frac{\sin^2 \theta_i}{\sin^2 \theta_1}$
1	[100]	1	1	[110]	2	1	[111]	3	1
2	[110]	2	2	[200]	4	2	[200]	4	$\frac{4}{3}$
3	[111]	3	3	[211]	6	3	[220]	8	$\frac{8}{3}$
4	[200]	4	4	[220]	8	4	[311]	11	$\frac{11}{3}$
5	[210]	5	5	[310]	10	5	[222]	12	4
6	[211]	6	6	[222]	12	6	[400]	16	$\frac{16}{3}$
7	[220]	8	8	[321]	14	7	[331]	25	$\frac{25}{3}$

## 6. II حجم الحبيبات و الإجهادات

إن إستعمال الأشعة السينية يمكننا من الحصول على معلومات عدة زيادة على تحديد البنية البلورية و ذلك من خلال دراسة

شكل القمم الإنعراج و خاصة بإستعمال (ديفراكتومتر) جهاز الإنعراج Diffractometre .



الشكل ( 10 - II ) : تأثير حجم الحبيبات الدقيقة على منحنيات الإنعراج (تخطيطيا) .

نلاحظ أن قمم الإنعراج لها شدة معينة  $I$  و عرض نسميه مثلا  $\beta$  (الشكل 10-II) . فشدة القمة تتعلق بعدد الأسطح التي توجد في الحبيبات (او العينة) و كلما زاد عدد الأسطح كلما زادت الفتونات المنعرجة أي إزدادت الشدة و لذلك فشدة القمم تعطينا فكرة عن حجم الحبيبات و لكن دون دقة .

ثم إن هناك عرض القمم  $\beta$  الذي تساهم فيه ثلاثة عوامل :

ا \_ عامل الجهاز المستعمل و هذا لايهمنا

ب \_ عامل حجم الحبيبات الذي نسميه  $t$  (thickness) (السماك)

ج \_ عامل الاجهاد  $\epsilon$  (strain) المسلط على سطوح الانعراج

### ب- تأثير حجم الحبيبات على $\beta$

لتكن بلورة ذات سمك  $t$  في إتجاه ما متعامد مع مجموعة سطوح الإنعراج حيث أن :

$$t = md \quad (m \text{ عدد السطوح})$$

$$2 d_{hkl} \sin \theta = n \lambda \quad \text{رجوعا الى علاقة براج (I)}$$

$$2 t \sin \theta_B = m \lambda \quad 2 d \sin \theta_B = \lambda \quad \text{تأخذ } n = 1$$

$\theta_B$ : زاوية براج

$$2 t \sin \theta_1 = (m - 1) \lambda \quad \text{كما يمكننا كتابة}$$

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

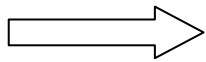
$$t(\sin \theta_1 - \sin \theta_2) = \lambda \quad \text{كي نحصل على العلاقة}$$

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

و حيث أن  $\theta_1$  و  $\theta_2$  لا يختلفان كثيرا عن  $\theta_B$

$$\theta_1 + \theta_2 = 2 \theta_B$$

$$\theta_1 - \theta_2 \ll 1rd$$



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

و إذا وضعنا  $\beta = \theta_1 - \theta_2 = \frac{(2\theta_1 - 2\theta_2)}{2}$  عرض القمة بالراديان (radian) نحصل على علاقة بسيطة و مهمة

$$2 \beta \cos \theta_B = \lambda$$

$$t = \frac{\lambda}{\beta \cos \theta_B}$$

أي أن عرض القمة يتناسب عكسيا مع حجم البلورة المسؤولة عن الإنعراج .

ج- عامل الإجهاد  $\varepsilon$  (strain)

$$\varepsilon = \frac{\Delta d}{d} \quad \text{نعرف الإجهاد بصفة على}$$

و إنطلاقا من علاقة براج

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

$$\sin \theta = \frac{\lambda}{2d} \quad \text{أو} \quad d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$$

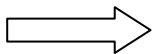
نشتق طرفي المعادلة بدلالة  $d$  و  $\theta$  :

$$\cos \theta \, d\theta = -\frac{\lambda}{2} \frac{d(d)}{d^2}$$

$$\cos \theta \, \delta\theta = -\frac{\lambda}{2} \frac{\delta d}{d}$$

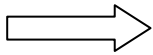
$$d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \quad \text{نعوض}$$

$$\cos \theta \, \delta\theta = -\frac{\lambda}{2} \frac{\delta d}{d} \frac{1}{d} \quad \text{نحصل على :}$$



$$\delta\theta \cos \theta = -\frac{\lambda}{2} \frac{\delta d}{d} \frac{2 \sin \theta}{\lambda}$$

$$\delta\theta = \frac{\delta d}{d} \operatorname{tg} \theta$$



$$\Delta\theta = \frac{\Delta d}{d} \operatorname{tg} \theta = \varepsilon \operatorname{tg} \theta$$

من هنا نستخلص أن  $\Delta\theta = \varepsilon \sin \theta$

أن الإجهاد يساهم في عرض القمة :  $\beta \cos \theta = \varepsilon \sin \theta$

$$\beta \cos \theta = \frac{\lambda}{t} + \varepsilon \sin \theta$$

بجمع الطرفين الناتج عن الحجم و إجهاد البلورة

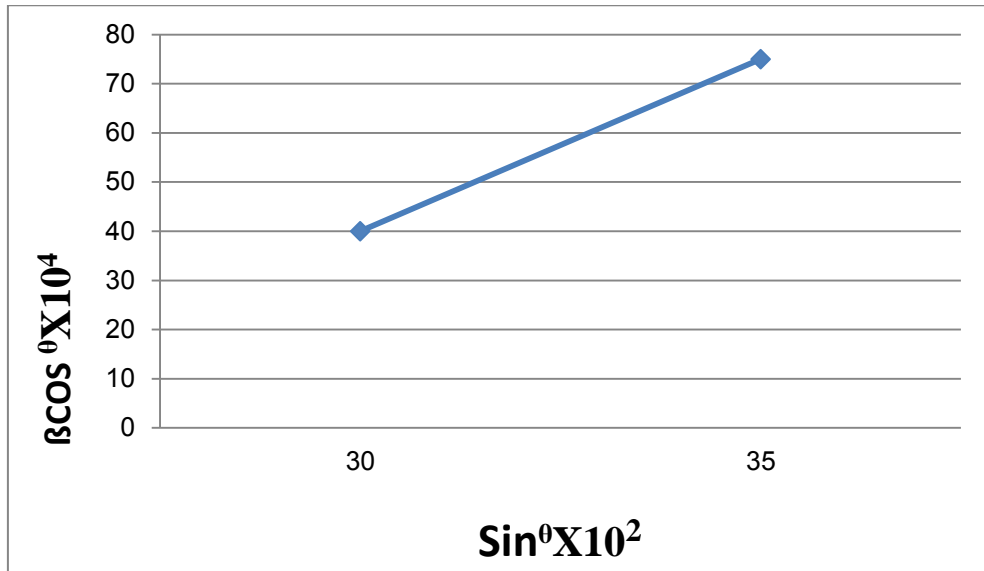
عليه يمكننا قياس عرض القمة و رسم  $\beta \cos \theta(\sin \theta)$

كي نحصل على مستقيم على الشكل  $y = ax + b$

حيث أن المماس (tangente) للدالة يعطينا  $\varepsilon$  الإجهاد و إلتقاء المستقيم مع محور  $y$  يعطينا  $\beta (\cos \theta = 1)$

[22][23]

مثلا :



الشكل ( II - 11 ) : الشكل العام الخاص بمنحني حساب حجم الحبيبات و الإجهاد .



## الجزء III

# Results النتائج

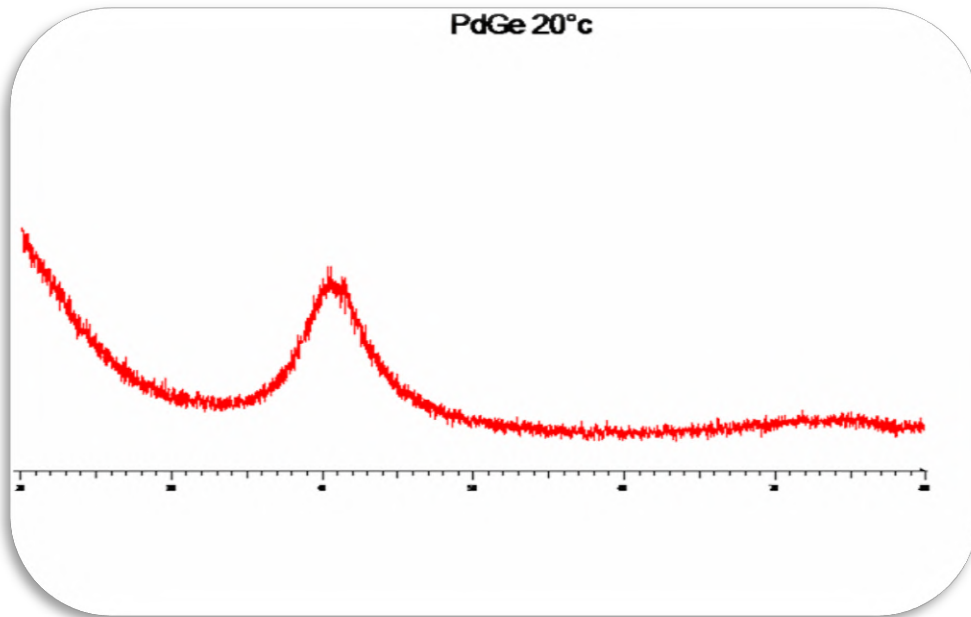
## الجزء III : النتائج

## III تمهيد

تجريبيا تم تحضير العينات بتقنية تدعى Melt spinning فهي عبارة عن تقنية وضعت للتبريد السريع للسوائل بعد معالجة الحرارية لسبيكة  $Pd_{81}Ge_{19}$  في درجات حرارة مختلفة حيث قمنا بوضع عينة في درجة حرارة الغرفة  $20^{\circ}C$  و في درجات حرارة أخرى متمثلة في  $400^{\circ}C$ ,  $500^{\circ}C$ ,  $650^{\circ}C$  خلال فترات زمنية معينة . بعد المعالجة الحرارية لهذه السبائك قمنا بتسليط حزمة من الأشعة السينية على هذه السبائك فكانت النتائج في المنحنيات الموالية :

## 1-III النتائج

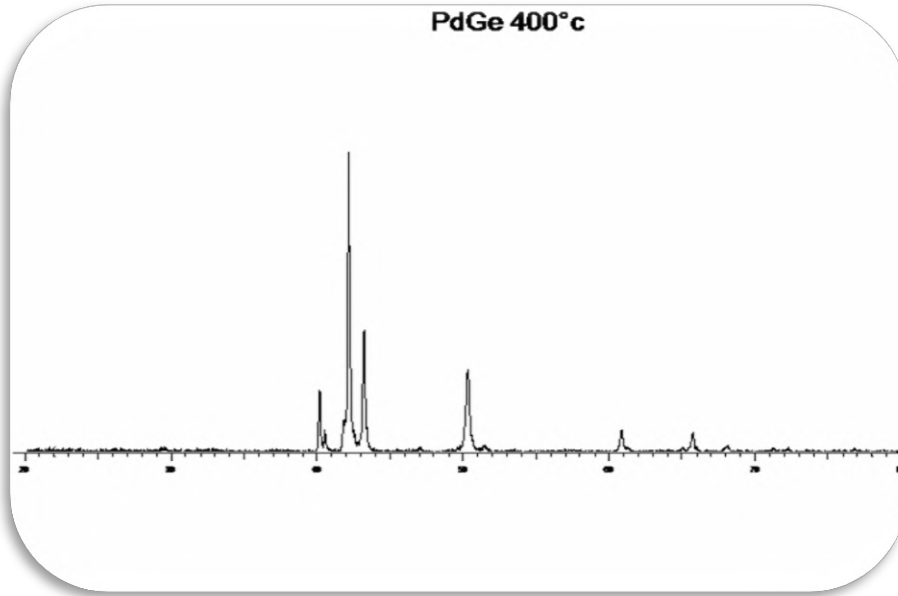
أولا قمنا بوضع عينة في درجة حرارة الغرفة فتحصلنا على الطيف الممثل في الشكل ادناه :



الشكل ( 1 - III ) : طيف  $Pd_{81}Ge_{19}$  في درجة الحرارة  $20^{\circ}C$  .

سوف نقوم بعدة حسابات ثابت الشبكة ، المسافة ، حجم الحبيبات و الإجهادات :

**عند 400°C**



الشكل ( III - 2 ) : طيف  $Pd_{81}Ge_{19}$  في درجة حرارة 400 °C

إستخراج البنية البلورية :

الجدول ( III - 1 ) : جدول يمثل الحسابات المتعلقة بإستخراج البنية البلورية عند 400°C .

$\sigma_{hkl}^2 = \left(\frac{2 \sin \theta}{\lambda}\right)^2$	$\frac{\sigma^2}{\sigma_0^2}$	$\frac{\sigma^2}{\sigma_0^2} \times 3$	( hkl )
0.2252	1	3	(111)
0.3016	1.3387	4.01	(200)
0.6047	2.6842	8.05	(220)

لحساب ثابت الشبكة و المسافة بين المستويات البلورية :

$$2 d_{hkl} \sin \theta = n \lambda \quad \text{لدينا}$$

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \quad \text{و}$$

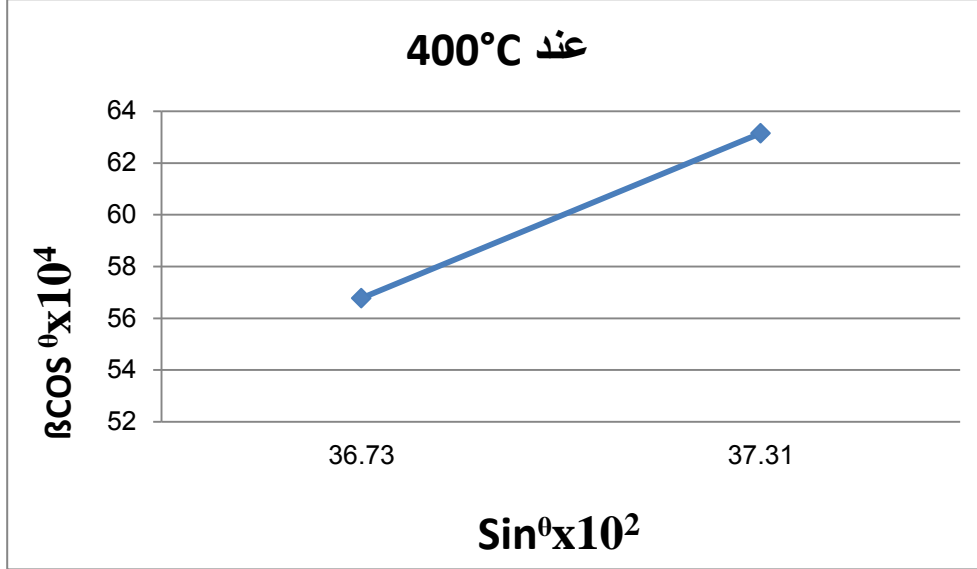
$$d_{hkl} = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \quad \text{و منه فإن}$$

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

hkl	$\theta$	d (A°)	a (A°)
111	21.55	2.09	3.61
200	25.15	1.81	3.62
220	37	1.27	3.59

الجدول ( III . 2 ) : جدول يمثل حساب ثابت الشبكة a و المسافة بين المستويات البلورية d عند 400°C

حساب حجم الحبيبات و الإجهادات :



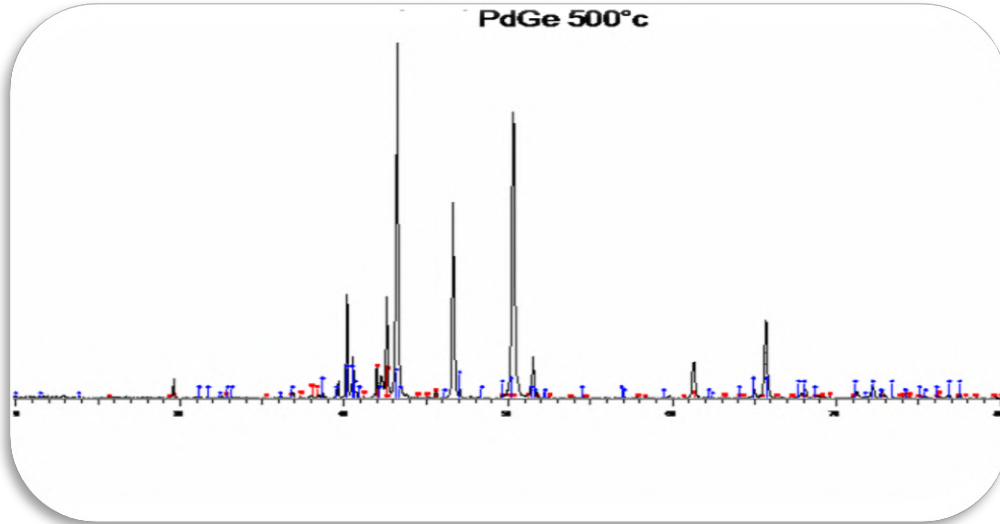
الشكل (III- 3) : منحنى يمثل طريقة حساب الحجم  $t$  و الإجهاد  $\epsilon$  عند  $400^\circ\text{C}$ .

الجدول ( III - 3 ) : جدول يمثل النتائج المتعلقة بحجم  $t$  و إجهاد  $\epsilon$  عند  $400^\circ\text{C}$ .

$2\theta$	$\theta$	$\Delta\theta(\text{rad})$	$\sin \theta$	$\beta \cos \theta$
43.1	21.55	0.0047	0.3673	$56.78 \times 10^{-4}$
50.3	25.15	0.0069	0.4249	$63.15 \times 10^{-4}$

$t(\text{A}^\circ)$	$\epsilon(\text{A}^\circ)$
285.18	$1.25 \times 10^{-2}$

عند 500°C

الشكل (III-4) : طيف  $Pd_{81}Ge_{19}$  في درجة الغرفة 500°C .

إستخراج البنية البلورية :

الجدول ( III . 4 ) : جدول يمثل الحسابات المتعلقة بإستخراج البنية البلورية عند 500°C .

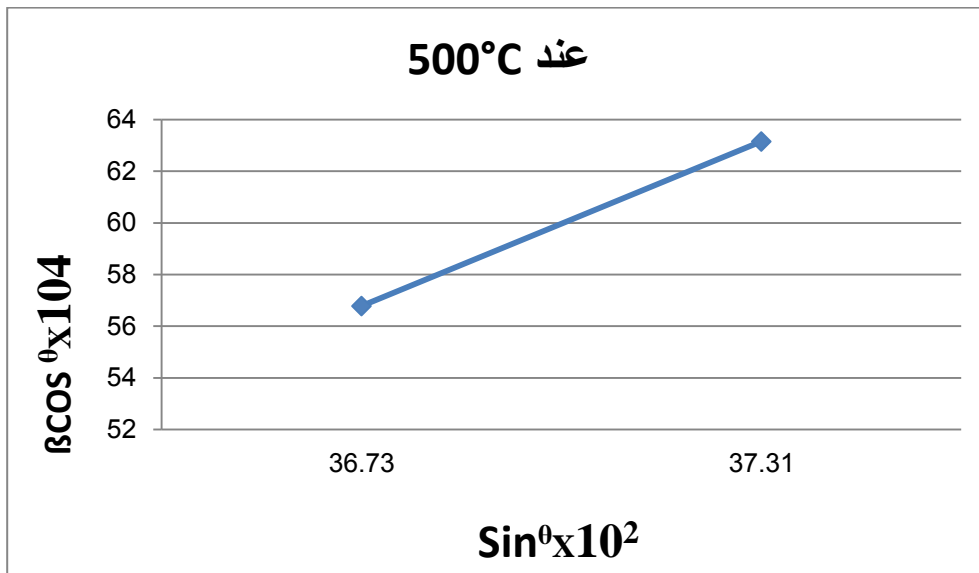
$\sigma_{hkl}^2 = \left(\frac{2 \sin \theta}{\lambda}\right)^2$	$\frac{\sigma^2}{\sigma_0^2}$	$\frac{\sigma^2}{\sigma_0^2} \times 3$	( hkl )
0.227	1	3	(111)
0.304	1.3387	4.01	(200)
0.610	2.6842	8.05	(220)

لحساب ثابت الشبكة و المسافة بين المستويات البلورية :

الجدول ( III . 5 ) : جدول يمثل حساب ثابت الشبكة  $a$  و المسافة بين المستويات البلورية  $d$  عند  $500^{\circ}\text{C}$  .

$hkl$		$d(\text{A}^{\circ})$	$a(\text{A}^{\circ})$
111	21.55	2.09	3.61
200	25.15	1.81	3.62
220	37	1.27	3.59

حساب حجم الحبيبات و الإجهادات :



الشكل (III-5) : منحني يمثل طريقة حساب الحجم  $\tau$  و الإجهاد  $\epsilon$  عند  $500^{\circ}\text{C}$  .

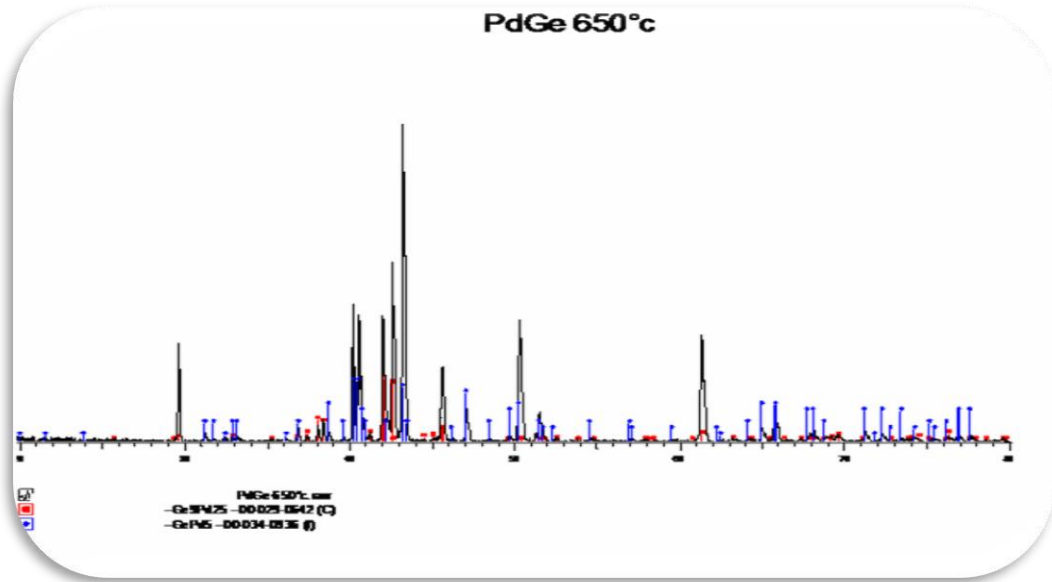
الجدول ( III . 6 ) : جدول يمثل النتائج المتعلقة بحجم  $t$  و إجهاد  $\epsilon$  عند  $500^{\circ}\text{C}$ .

$2\theta$	$\theta$	$\Delta\theta(\text{rad})$	$\sin \theta$	$\beta \cos \theta$
43.1	21.55	0.0040	0.3673	$37.31 \times 10^{-4}$
50.3	25.15	0.0048	0.4249	$44.20 \times 10^{-4}$

$t (\text{A}^{\circ})$	$\epsilon (\text{A}^{\circ})$
362.35	$1.16 \times 10^{-2}$



عند 650



الشكل ( III - 6 ) : طيف  $\text{Pd}_{81}\text{Ge}_{19}$  عند درجة حرارة  $650^\circ\text{C}$ .

إستخراج البنية البلورية :

الجدول ( III - 7 ) : جدول يمثل الحسابات المتعلقة بإستخراج البنية البلورية عند  $650^\circ\text{C}$ .

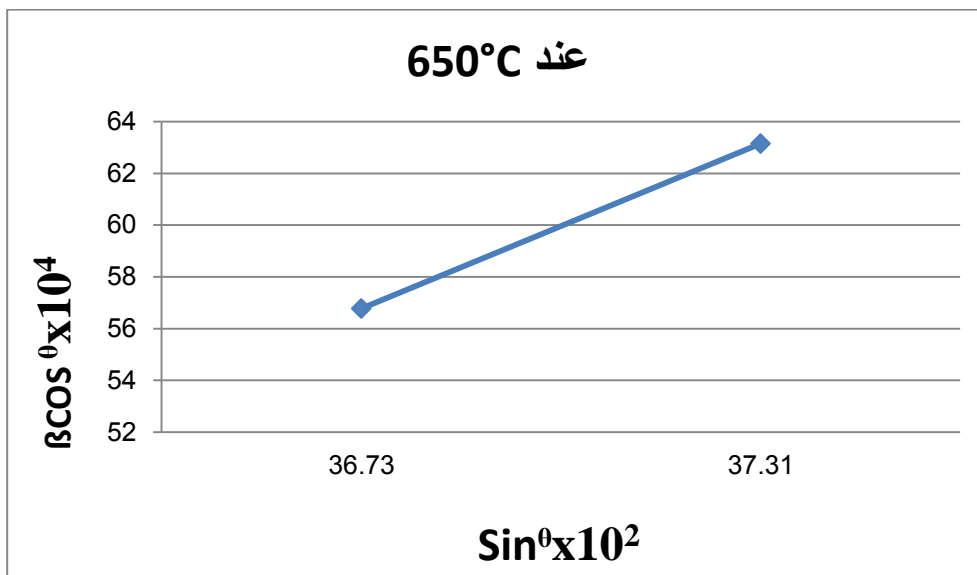
$\sigma_{hkl}^2 = \left(\frac{2 \sin \theta}{\lambda}\right)^2$	$\frac{\sigma^2}{\sigma_0^2}$	$\frac{\sigma^2}{\sigma_0^2} \times 3$	( hkl )
0.227	1	3	(111)
0.304	1.3387	4.01	(200)
0.610	2.6842	8.05	(220)

لحساب ثابت الشبكة و المسافة بين المستويات البلورية :

الجدول ( III . 8 ) : جدول يمثل حساب ثابت الشبكة a و المسافة بين المستويات البلورية d عند  $650^{\circ}\text{C}$  .

hkl	$\Theta$	d(A $^{\circ}$ )	a(A $^{\circ}$ )
111	21.55	2.09	3.61
200	25.15	1.81	3.62
220	37	1.27	3.59

حساب حجم الحبيبات و الإجهادات :

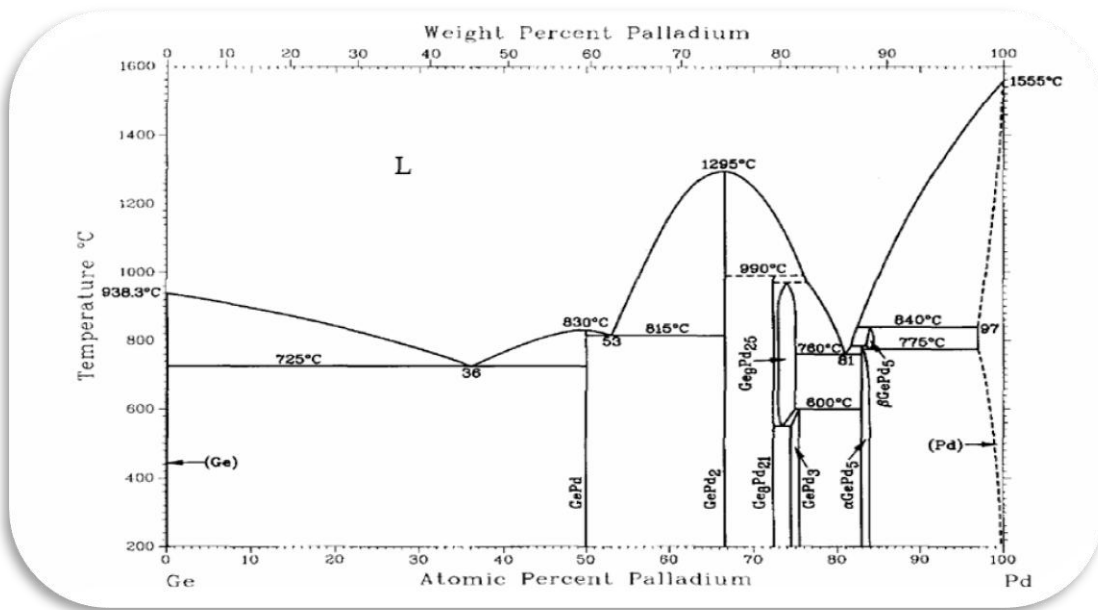


الشكل ( III - 7 ) : منحنى يمثل طريقة حساب الحجم t و الإجهاد  $\epsilon$  عند  $650^{\circ}\text{C}$  .

الجدول ( III . 9 ) : جدول يمثل النتائج المتعلقة بحجم t و إجهاد  $\epsilon$  عند  $650^{\circ}\text{C}$

$2\theta$	$\theta$	$\Delta\theta(\text{rad})$	$\sin \theta$	$\beta \cos \theta$
43.1	21.55	0.0040	0.3673	$37.31 \times 10^{-4}$
50.3	25.15	0.0048	0.4249	$44.20 \times 10^{-4}$

$t (\text{Å}^\circ)$	$\varepsilon (\text{Å}^\circ)$
362.35	$1.16 \times 10^{-2}$



الشكل ( III - 8 ) : مخطط إتران الأطوار لسبيكة  $\text{Pd}_{81}\text{Ge}_{19}$

# الجزء IV

المناقشة

Discussion

## IV. المناقشة

من خلال النتائج المتحصل عليها تبين أن العينة الأولية غير مبلورة (Amorphe) و هذا متوقع لأن العينة لم تتوفر لها الظروف الفيزيائية ( الحرارة ) لتبلور ، و ذلك لأن التبريد كان بوتيرة سريعة لايمكن السبيكة من التبلور و وجود قمة واحدة عند الزوايا الصغيرة يعني في علم حيود الأشعة السينية أن المادة غير بلورية . بينما عند  $400^{\circ}\text{C}$  تبدأ ظهور القمم ( Peaks ) و هذا علامة بداية التبلور (Crystallization) و عددها كان محدود و ذات بنية مكعبة ممركرة الأوجه Fcc . عند  $500^{\circ}\text{C}$  نلاحظ زيادة في عدد القمم و هذا دليل على إستمرارية عملية التبلور من خلال مخطط إتران الأطوار و قياس زوايا الإنعراج نلاحظ ظهور أطوار بلورية جديدة  $\text{Pd}_{25}\text{Ge}_3$  ،  $\text{Pd}_5\text{Ge}$  . بينما عند  $650^{\circ}\text{C}$  نلاحظ تزايد في عدد القمم (Peaks) في المقابل المحافظة على نفس الأطوار السابقة مع الزيادة في شدتها و لها نفس البنية البلورية Fcc .

أما بالنسبة لحجم الحبيبات فمن خلال الحساب المتسلسل و الموافق لإستخراجه و من أطيف Rx نجد أن الحجم الحبيبي يتزايد من درجة معالجة حرارية صغيرة الى أخرى كبيرة و هذا دليل على إستمرارية في كبر حجم الحبيبات .

كما تبين أيضا من خلال نتائج الأشعة Rx أن الإجهادات داخل هذه السبيكة تناقص و هذا راجع الى وجود ذرات بأحجام مختلفة Pd و Ge ، و يعود سبب هذا التناقص الى وجود إجهاد داخل الخلية او وجود العيوب الخلية داخل الخلية , فالزيادة في حجم الخلية يؤدي الى تناقص في مسافة حدود الحبيبات و بالتالي تناقص الاجهاد . وهذه النتائج كانت متوافقة مع النظريات المدروسة .



## الجزء VI

الخاتمة

Conclusion

## الجزء VI: الخاتمة

### الخاتمة

هذا البحث كان محاولة متواضعة لدراسة بعض الخصائص البنيوية للسبيكة  $Pd_{81}Ge_{19}$  لما لهذه السبيكة من أهمية تكنولوجية

لقد بينت دراسة البنية بإستعمال إنعراج الأشعة السينية أن البنية البلورية لهذه السبيكة كانت ممركرة الوجوه ( مكعبة ) و هذا

متوقعا نظرا أن كل من المعدنين  $Pd$  و  $Ge$  ممركر الوجوه (  $Fcc$  ) .

السبيكة التي كانت عشوائية تبلور عندما تعالج حراريا و حجم الحبيبات يزداد مع إرتفاع درجة الحرارة من جهة أخرى

الإجهاد الناتج عن تبلور السبيكة يتناقص .

بالرغم من أهمية هذه النتائج نعتقد أن هذه النتائج تنقصها الدقة و نقترح إعادة التحليلات بإستعمال الأشعة السينية و توطيدها

بدراسة مجهرية بإستعمال المجهر الإلكتروني (  $SEM$  Scanning Electron Microscopy ) .



# قائمة المراجع

[01] د.نعيمة عبد القادر احمد د.محمد امين سليمان، علم البلورات والاشعة السينية ، ملتزم الطبع والنشر دار الفكر العربية [01] القاهرة، الطبعة 1(1426هـ/2005م) ص92،93،94.

[02] د. سعود بن حمد اللحياني. فيزياء الجوامد ، جامعة ام القرى كلية العلوم التطبيقية شعبة الفيزياء الطبية ،

Pdf created with pdf actory pro trial version [www.pdfactory.com](http://www.pdfactory.com)

[03] المعالجة الحرارية للفولاذ علم المواد ، الوحدة الثانية، الادارة العامة لتصميم و تطوير المنهاج .

[04] panrama du marché 2010 du germanium rapport final

/BRGM/RP\_60584\_FR, décembre 2011.

[05] مذكرة عبد القادر سويقات ، نمذجة و محاكات انتشار المظعمات في السيليسوم و الجيرمانيوم احاديي البلورة  
، 2012/2011،

[06] Germanyom ,mineral commbily projles, by w.c.buterman and Johan d.

Jorgesoir, .USGS 2004page 1 .

[07] Platinum metals review , rhoduim and \_palatium \_ events surrounding its  
piscovey ,accessed 5 feb 2007 .

[08] W.H.wollaston ona new metal,found in gude platina "philosophical  
transactionof the royal society of london 1804.

[09] Dr. Christine melber .Dr . delefkeller and Dr. Innge, mangels dorf  
fraunhofer instit .

[10] A. Achouri ,A. Boukraa,l. mohammdi electrical risistivity and seebeck  
coefficient of Pd81Ge19 .16 august 2016.

[11] Ildiko pethes ,ivan kabana,mihai stoica,brigitte beunneu,and pal  
jovari.chemical ordering in Pd81Ge19 metallic glass studied by reverse  
monte\_carlo modelling of XRD.Ndand EXAFS experimental data.

- [12] katraca mivsek ,metallic glass , novembre 2006.
- [13] X.ray scattering liquid metal / vapor interfaces SEASand dept of physic,  
harvaed univ, combridge .
- [14] مذكرة سميحة بضياف ، دراسة التركيب الجزئي لرمال كتبان منطقة ورقلة بإستخدام مطيافية الامتصاص ما تحت .  
الحمراء و حيود الاشعة السينية 2012/06/27
- [15] شارلز كيتل ، المبادئ الاساسية في فيزياء الجوامد ، مكتبة النهضة المصرية القاهرة .
- [16] W. R. Hendee and E. R. Ritenour, Medical Imaging Physics, A John  
Wiley & Sons, Inc., Publication, 4th edition, (2002).
- [17] René guinebretière ; "diffraction des rayons x échantillons polycristallins" ,  
paris hermeés science pullications 2002 .
- [18] صالح محمد متولي، الاشعة السينية الفوائد و الاخطار الرياض 2015 .  
د. فوزي عوض، د. محمد عبد الحفيظ، د. عبد العزيز الزغبي، د. فاتن الفيل، د. محمد حماد، الفيزياء العملية "فيزياء الجسم الصلب"  
[19] جامعة دمشق، 2013 .
- مذكرة دراسة الخصائص التركيبية لاغشبية  $Ni_{(1-x)}Zn_xO$  المحضرة بطريقة التحليل الكيميائي الحراري . رديقة صديق  
عبد [20] الستار الدليمي . بكالوريوس علوم الفيزياء 2011 .
- [21] كتاب تمارين محلولة في فيزياء الجسم الصلب . الدكتور عقيل عزيز داخل ديوان المطبوعات الجامعية 05-90  
الجزائر 1983/30-08.
- [22] Structure of metals , c.s Barrett , Ph.D –T.B. Massalski, Ph.D.D.Sc–  
pergamon press. oxford. New york. Toronto. Sydney. paris. frankurt . chapter 7.

[23] Elements of x-ray diffraction . B.D.Cullity , addison –wesley publishing company,inc.Reading ,Massachusetts, Menol park , california london. Amsterdam. Don mills, ontario. Sydney . chapter 9.

**الملخص :** تمت دراسة  $Pd_{81}Ge_{19}$  باستخدام الأشعة السينية للعينات المحضرة بطريقة melt spinning . العينات تمت معالجتها حراريا عند درجات الحرارة  $400^{\circ}C$  ,  $500^{\circ}C$  ,  $650^{\circ}C$  . دراسة أطيايف الأشعة للعينات المذكورة تظهر تركيبة عشوائية للعيينة في البداية ثم تتبلور لتأخذ بنية (structure) المكعبة الممركرة الأوجه Fcc ، قياس حجم البلورات ( grain size ) ( يظهر تزايد من  $285.18 A^{\circ}$  الى  $362.35A^{\circ}$  بتزايد درجة الحرارة بينما الاجهاد ( strain ) يتناقص بزيادة درجة الحرارة .

**الكلمات المفتاحية :** سبيكة  $Pd_{81}Ge_{19}$  ، أشعة X ، الخصائص البنيوية و المورفولوجية ، حجم الحبيبات ، الإجهادات .

**Abstract :** The study of structure and morphology have been conducted on  $Pd_{81}Ge_{19}$  alloy using x-ray diffraction techniques. The alloy was prepared using melt spinning method, then heat – treated at increasing temperatures,  $400^{\circ}C$ ,  $500^{\circ}C$  and  $650^{\circ}C$ . The analysis of the obtained x-ray patterns shows that the alloy was initially amorphous then crystallizes when it is heat-treated. Indexing of the x-ray patterns of all specimens yield a close packed structure, face centered cubic (FCC). As the heating temperature increases the grain size increases from  $285.18 A^{\circ}$   $362.35A^{\circ}$ , on the other hand the strain decreases with increasing heat treatment temperature.

**Keywords :**  $Pd_{81}Ge_{19}$  , x-ray , structural morphological characteristics, size of grains , stresses.

**Résumé :** L'étude de l'alliage préparé par la methode " melting spinning "  $Pd_{81}Ge_{19}$  a été réalisée en utilisant des rayons-x . Les échantillons ont été traités thermiquement aux température de  $400^{\circ}C$ ,  $500^{\circ}C$  et  $650^{\circ}C$  . L'étude des spectres obtenus intisalement amorphe se montre que l'alliage cristallise que le traitement tremique en FCC ( cubique faces centrées ).

D'autre part le taille du cristaux se developpe eu augmental les temperature de traitement , tandui que stress dimunent (  $285.18A^{\circ}$  à  $362.35A^{\circ}$  )

**Les mot-clés :** Alliage  $Pd_{81}Ge_{19}$  , rayons x , les caractéristiques structurelles et morphologiques , taille des grains , les stress.