

رقم الترتيب:.....
رقم التسلسلي:.....

جامعة قاصدي مرباح ورقلة
كلية الرياضيات وعلوم المادة

قسم الفيزياء



مذكرة

ماستر أكاديمي

مجال: علوم المادة

فرع: فيزياء

تخصص : فيزياء الإشعاعات، كاشف وبصريات إلكترونية

من إعداد : قبيطة حليلة

بعنوان:

حساب الأقطار المتوسطة لبلورات الكوارتز في الاصناف اللونية

لرمل كثبان ورقلة، باستخدام قانون شيرر

نوقشت يوم: 26 / 05 / 2016

أمام لجنة المناقشة المكونة من:

رئيسا	جامعة ورقلة	أستاذ تعليم عال	د. بوكراع عمار
ممتحنا	جامعة ورقلة	أستاذ محاضر أ	د. غرياني رشيد
مقررا	جامعة ورقلة	أستاذ محاضر أ	د. شيحي اسماعيل

الموسم الجامعي : 2015/2016

الاهداء

إلى حكمتيوعلمي

إلى أدبيوحلمي

إلى طريقي المستقيم

إلى طريقي..... الهداية

إلى ينبوع الصبر والتفاؤل والأمل

إلى كل من في الوجود بعد الله ورسوله أمي الغالية

إلى من ضحى براحته من أجل راحتني ... والدي العزيز

إلى سندي وقوتي وملاذي بعد الله

إلى من آثروني على أنفسهم

إلى من علموني علم الحياة

إلى من أظهروا لي ما هو أجمل من الحياة إخوتي

إلى من كانوا ملاذي وملجئي

إلى من تذوقتك معهم أجمل اللحظات

إلى من سأفتقدهم وأتمنى أن يفتقدوني

إلى من جعلهم الله إخوتي بالله و من أحببتهم بالله طلاب قسم الفيزياء

إلى من يجمع بين سعادتي وحزني

إلى من أتمنى أن أذكرهمإذا ذكروني

إلى من أتمنى أن تبقى صورهمفي عيون

شكر و تقدير

تعمل سعادتنا و نعم نضع آخر لمساره البحثي ، أن نسدي الشكر لمستحقه

فلولاهم ما اكتمل البحث

نتقدم بفائق التقدير وأوفى شكر و امتنان للأستاذ الجليل د. شحبي اسماعيل. على اقتراحه

موضوع البحث ثم قبوله الإشراف عليه و بذل قصارى جهده في متابعة البحث حتى مراحل اكتماله

نشكره على النصائح الثمينة و الرعاية المصيبة التي حقنا بها فلولاهما ما وصلنا ببحثنا المتواضع

لهذه المرحلة المباركة .

والأساتذة المناقشين الأفاضل نتقدم بالشكر لقبولهم مناقشة بحثنا.

و نتقدم بأجزل شكر و أوفى حمد لأساتذتنا الأفاضل و أستاذاتنا الفخليات على اجتماعهم و

منابرتهم

طيلة عام دراسي مُمغنٍ، و تبليغهم رسالة العلم بإتقان و صدق

و نعتزف أن باكورة هذا العمل إنما هي ثمرة خرصم الطيب

و لأستاذنا الكريم الدكتور غرياني رشيد الذي كان ملجأنا لكل إشكال و مرشدنا في كل عويصة

و نشكر عمال و عاملات مكتبة قسم الفيزياء على

أخلاصهم العالية وتفانيهم في خدمة العلم و طلبته.

والى زوجي وعائلتي

و إلى زميلاتنا في الدراسة وإلى من ساهم في إتمام البحث من قريب أو بعيد

لكلّ هؤلاء نتقدّم بشكر و امتنان و تقدير و عرفان .

الفهرس

01 مقدمة عامة

الفصل الأول

المبادي النظرية والعملية لانعراج الأشعة السينية على المستويات البلورية

03 I- مقدمة

03 II- طاقة فوتونات الأشعة السينية

04 III- قانون براغ في الحيود

07 IV- الطرق التجريبية لحيود الأشعة السينية على البلورات

07 IV-1 طريقة البلورة الدوارة (طريقة براغ)

08 IV-2 طريقة المسحوق أو طريقة ديبيي - شرر

10 VI- 3 طريقة العدادات

الفصل الثاني العالم بول شيير

12	I-مقدمة
12	II-1 لتعرف على قانون شيير.....
12	II-1 السمك الأصلي لبنية البلورة.....
13	II-2 حساب حجم البلورة.....
14	II-3 قانون شيير.....
14	II-3-1 الطول الموجي للأشعة السينية.....
15	II-3-2 ثابت شيير (k).....
16	II-3-3 عرض خط الطيف عند منتصف الارتفاع.....
16	II-4 مجال استخدامها.....
16	III معادلة شيير المعدلة
17	IV طريقة الحساب متوسط اقطار بلورات الكوارتز باستخدام معادلة وليامسون- هول.....

الفصل الثالث تحضير العينات

20	I-تحضير العينات.....
21	II- الجهاز المستعمل في انعراج الأشعة السينية (XRD).....
21	III- كيفية اعداد العينات للقياس.....

الفصل الرابع حساب أقطار بلورات الكوارتز

- 22 I-دراسة العينات (الحمراء الشفافة، البرتقالية الشفافة، الصفراء الشفافة).....
- 22 I-2دراسة العينة الحمراء الشفافة.....
- 22 I-3حساب متوسط الأقطار بلورات الكوارتز للعينة الحمراء الشفافة.....
- 24 I-4حساب متوسط أقطار بلورات الكوارتز للعينة الحمراء الشفافة بتطبيق معادلة شيرر.....
- 24 I-5حساب متوسط أقطار بلورات الكوارتز للعينة الحمراء الشفافة بتطبيق معادلة شيرر المعدلة.....
- 25 I-6حساب متوسط الحجم بلورات الكوارتز للعينة الحمراء بتطبيق باستخدام معادلة وليامسون-هول.
- 25 II-العينة البرتقالية الشفافة.....
- 28 II-1تطبيق المعادلات الثلاثة (معادلة شيرر، معادلة المعدلة لشيرر، معادلة وليامسون-هول).....
- 28 II-2حساب متوسط أقطار بلورات الكوارتز للعينة البرتقالية الشفافة بتطبيق معادلة شيرر المعدلة.....
- 28 II-3حساب متوسط أقطار بلورات الكوارتز للعينة الحمراء بتطبيق معادلة وليامسون-هول.....
- 29 III-العينة الصفراء الشفافة.....
- 30 III-1 تطبيق المعادلات الثلاثة (معادلة شيرر، معادلة المعدلة لشيرر، معادلة وليامسون-هول).....

30III-2 حساب متوسط أقطار بلورات الكوارتز للعينه البرتقالية الشفافة بتطبيق معادلة شيرر المعدلة.....
31III-3 حساب متوسط اقطار بلورات الكوارتز للعينه الحمراء بتطبيق معادلة و ليامسون- هول.....
33 الخلاصة العامة
34 قائمة المراجع.....

فهرس الاشكال

03 1-I تجربة فون لاوي على البلورات.....
04 2-I صورة ناتجة عن الحيود وتحديد توزيع الذرات في البلورة.....
05 3-I الحيود عن مستويين ذريين.....
06 4-I قانون براغ وعملية الحيود هندسيا.....
07 5-I فرق المسير بين شعاعين.....
08 6-I طريقة براغ التجريبية في الحيود.....
09 7-I شكل تخطيطي لطريقة المسحوق
09 8-I طريقة الفيلم مع مسحوق.....
 9-I شكل مطابقة الحقيقي بين الفلم و وتظهر عليه الخطوط الداكنة وبين زوايا الحيود الموافقة
10 لشروط براغ على الخط البياني.....
11 10-I رسم تخطيطي لجهاز العدادات.....
13 1-II صورة توضيحية لتشكّل أبعاد بلورة المعينية.....
14 2-II رسم تخطيطي لأشعة ساقطة على سمك t من البلورة.....
15 3-II رسم تخطيطي للطول الموجي لمعدن النحاس.....
16 4-II يوضح العرض المشاهد لخط الانعراج.....
17 5-II يمثل الرسم البياني $\ln \beta$ بدلالة $\frac{1}{\cos \theta}$
20 1-III صورة لكثبان منطقة ورقلة.....
21 2-III جهاز انعراج الأشعة السينية.....

23 يمثل مخطط إنعراج الأشعة السينية للعينه الحمراء الشفافة.....	1-IV
25 يمثل معادلة المستقيم $\ln \beta$ بدلالة $\ln \frac{1}{\cos \theta}$ للعينه الحمراء الشفافة.....	2-IV
26 يمثل معادلة المستقيم $\beta_{\text{obs}} \cdot \cos \theta$ بدلالة $\sin \theta$ للعينه الحمراء الشفافة.....	3-IV
27 يمثل مخطط إنعراج الأشعة السينية للعينه البرتقالية الشفاف.....	4-IV
28 يمثل معادلة المستقيم $\ln \beta$ بدلالة $\ln \frac{1}{\cos \theta}$ للعينه البرتقالية الشفاف.....	5-IV
28 يمثل معادلة المستقيم $\beta_{\text{obs}} \cdot \cos \theta$ بدلالة $\sin \theta$ للعينه البرتقالية الشفاف.....	6-IV
30 يمثل مخطط انعراج الأشعة السينية للعينه الصفراء الشفاف.....	7-IV
30 يمثل معادلة المستقيم $\ln \beta$ بدلالة $\ln \frac{1}{\cos \theta}$ للعينه الصفراء الشفافة.....	8-IV
31 يمثل معادلة المستقيم $\beta_{\text{obs}} \cdot \cos \theta$ بدلالة $\sin \theta$ للعينه الصفراء الشفافة.....	9-IV

فهرس الجداول

23 مخطط إنعراج المتحصل عليه من جهاز انعراج الأشعة السينية للعينه الحمراء الشفافة....	1-IV
24 يوضح نتائج حساب معادلة شيرر للعينه الحمراء الشفافة.....	2-IV
27 مخطط إنعراج المتحصل عليه من جهاز انعراج الأشعة السينية للعينه البرتقالية الشفافة...	3-IV
29 نتائج الحساب للعينه البرتقالية الشفافة.....	4-IV
30 مخطط إنعراج المتحصل عليه من جهاز انعراج الأشعة السينية للعينه الصفراء الشفافة...	5-IV
31 نتائج الحساب للعينه الصفراء الشفافة.....	6-IV
32 نتائج حساب متوسط أقطار بلورات الكوارتز في العينات الثلاثة.....	7-IV

مقدمة عامة

مقدمة عامة

يعد الرمل من أكثر المواد الطبيعية تواجدا على اليابسة، فهو من أقدم مواد التشييد التي عرفها الإنسان، و هو أحد المواد التي جمعت علوم الهندسة و البيئة و الجيولوجيا والكيمياء و الفيزياء و غيرها، و ذلك لأهميتها و تزايد استخداماتها و تنوعها. تختلف الرمال عن غيرها، كونها مادة ثابتة تملك خواص طبيعية متنوعة، و هي تحتاج إلى دراسات معملية و أخرى نظرية. لأجل ذلك أردنا من خلال هذا البحث المساهمة في تشخيص رمال كئبان منطقة ورقلة، خاصة الكوارتز و الذي له دور كبير في العديد من الصناعات الحديثة، و هو يمثل أكثر من 70 % من تركيب الرمال⁽¹⁾.

يستخدم الكوارتز بشكل واسع في الصناعات الزجاجية، خاصة المخبرية؛ إذ يتحمل درجات حرارة عالية تفوق 1600°C ، مما يعطيه خصائص عزل كهربائي جيد، كما أن له شفافية كبيرة جدا في المجال الطيفي الممتد من فوق البنفسجي إلى المرئي ثم إلى ما تحت الأحمر، له فجوة طاقة كبيرة جدا تفوق 8 eV ، مما يرشحه للاستعمال في القياسات الطيفية، و كذا في الاستخدامات الكهربائية، كما يمكن أن يستخلص منه السيليسيوم النقي للأبحاث الإلكترونية و النانومترية و تطبيقاتها في أشباه الموصلات، كما تصنع منه الخلايا الشمسية الكهروضوئية.

كل الأبحاث الوطنية التي صادفناها حول الرمل تعالج من حيث استخداماته في مجالات البناء و الري و الفلاحة و التنقية⁽²⁾، و لا تتطرق إلى دراسة الخصائص المجهرية و المجهرية له كخليط طبيعي مكون من عدة مركبات.

نسعى في هذا العمل إلى حساب متوسط أقطار بلورات الكوارتز من معرفتنا من الدراسات السابقة للتركيب العنصري الذري الدقيق الذي تتكون منه رمال كئبان منطقة ورقلة، و بالضبط على العينات الشفافة التي فرزت حسب ألوانها البارزة باستخدام عدسة مكبرة و ملقط يدوي، فحصلنا على عينات شفافة و هي: حمراء و برتقالية و صفراء.

تألف هذه المذكرة من أربعة فصول وخلاصة عامة، ففي الفصل الأول "المبادئ النظرية و العملية لانعراج الأشعة على المستوى البلوري"، و تعرفنا على أنواع الحيود على المستويات البلورية، و على قانون براغ و بعض الطرق التجريبية لانعراج الأشعة السينية.

في الفصل الثاني "قانون شيرر" تعرفنا على قانون شيرر و السمك الأصلي للبلورة و كذا على المعادلة المصححة لشيرر و معادلة ولياموس - هول (williamson-hall)، و طريقة الحساب و كذلك التعرف على مجال استخدامها و كيفية استعمالها.

أما الفصل الثالث "تحضير العينات و القياس التجريبي" فتحدثنا فيه عن كيفية تحضير العينات و الجهاز الذي أجريت به القياسات.

في الفصل الرابع "حساب أقطار بلورات الكوارتز" عرضنا النتائج التي تحصلنا عليها من كل معادلة و عينة و مناقشة النتائج على حسب معرفتنا، ثم حوصلنا ذلك في خلاصة عامة.

الفصل الأول

المبادئ النظرية و العملية
لانعراج الأشعة السينية
على المستويات البلورية

الحيود في البلورات (Diffraction in crystals)

I- مقدمة:

يتم التعامل مع الجسيمات المادية وفق فرضية دوبري على أنها ذات طبيعة مثنوية (موجة-جسيم)، و يتحدد طول الموجة

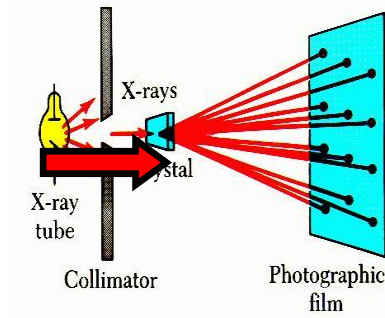
المرافقة للجسيم وفق العلاقة التالية:

$$\lambda = \frac{h}{p} \quad (1-I)$$

إن شرط حيود الأمواج (الأشعة) أثناء اختراقها للبنية البلورية أن تكون أطوال أمواجها من مرتبة المسافة بين الذرات في البلورة؛ أي من مرتبة أطوال المتجهات الأولية $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$ ، عندها يمكننا أن نجد حزما موجية تحيد باتجاهات مختلفة عن اتجاه الحزمة الداخلة إلى البلورة، و من خلال ذلك نستطيع تحديد التركيب البلوري، و من ثم الحصول على المسافة الوسطية بين الذرات و مجموعات التناظر و أمور أخرى متعددة [3].

II- طاقة فوتونات الأشعة السينية (the energy of x-ray photons):

تعتبر الأشعة السينية المصدر الرئيس للمعلومات عن بنية البلورات، و ذلك لأنها تتمتع بطيف واسع من الأطوال الموجية التي تناسب تماما مع كافة الأبعاد الذرية في الجوامد، حيث يمكن استخدام البلورات الحقيقية كشبكات حيود فضائية (فراغية) للأشعة السينية، و هو ما فعله Von laue عام 1927، الشكل (1-I)



Max von laue (1879-1960)

الشكل (1-I) تجربة فون لاوي على البلورات

كما هو معلوم في حيود الضوء فإن زاوية الحيود تتعلق بشكل رئيس بتغير البنية البلورية و بطول موجة الحزمة الضوئية

الساقطة (حزمة الورد) على البلورة. يرتبط الطول الموجي للحزمة بطاقة الأشعة بعلاقة أينشتاين [3]:

$$E = h\theta = h \frac{c}{\lambda} \Rightarrow \lambda = \frac{hc}{E} \quad (2-I)$$

$$hc = 1240 \text{ eV} \cdot \text{nm}$$

حيث

و لحساب طول الموجة بالأنجستروم ($1\text{\AA} = 10^{-10}m$) تؤخذ الطاقة بالكيلو إلكترون فولت (keV) حيث

$$(1\text{eV} = 1.602 \times 10^{-19} \text{ J})$$

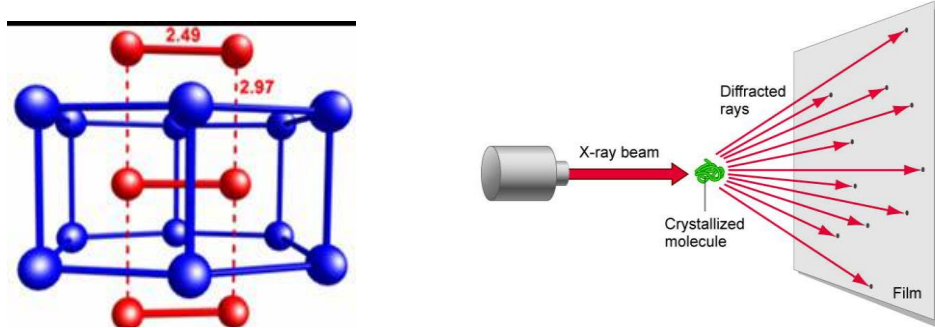
و منه تصبح العلاقة:

$$\lambda = \frac{1240 \text{ eV} \cdot \text{nm}}{E \text{ keV}} = \frac{12.4}{E} \text{\AA} \quad (3-I)$$

إذا كانت المسافة بين الذرات من مرتبة مضاعفات الأنجستروم و أجزاءه فإن طاقة الفوتون يجب أن تكون ما بين

(10-50keV)، و هو طيف الطاقة اللازم لإجراء التجارب بالأشعة السينية على البلورات و يعتبر طيف واسع يتناسب

مع كافة الأبعاد البلورية و يمكننا من تحليل الصورة الناتجة عن الحيود و تحديد توزيع الذرات في البلورة الشكل(2-I).



الشكل(2-I)توضح تحليل الصورة الناتجة عن الحيود وتحديد توزيع الذرات في البلورة

III- قانون براغ (Bragg's law) في الحيود:

في عام 1913 م وضع براغ الشروط الهندسية لحيود حزمة وحيدة الطول الموجي من الأشعة السينية وقد افترض أن حزمة

الأشعة الساقطة على البلورة تنعكس مثلما تنعكس الأشعة العادية عن مرآة مستوية (زاوية السقوط تساوي زاوية الانعكاس)

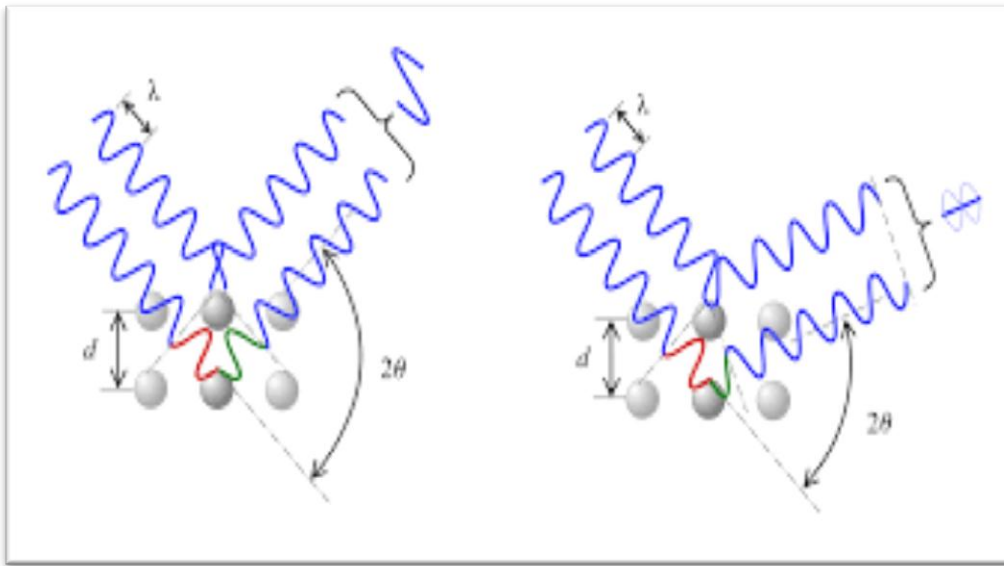
بالنسبة لمختلف المستويات الذرية في البلورة ، و ان الربط بين زاوية السقوط و طول الموجة للضوء المستعمل و المسافة بين

مستويات الانعكاس شرط أساسي للانعكاس الجيد (براغ).

تسقط الأشعة السينية بشكل حزمة متوازية على المستويات الذرية (الشكل I-3)، حيث المفترض أنها ستخترق الطبقات المختلفة للبلورة و تتبادل التأثير مع كافة المستويات الذرية حتى العميقة منها، و يفترض أيضا أن المستويات الذرية تعكس قسما صغيرا من الأشعة، و الباقي ينفذ إلى المستويات الأخرى.

بما أن البلورة تتألف من عدة مستويات ذرية و إن أي مستوي يمتلك ترتيبا دوريا للذرات فان هذه المستويات ستفاعل مع الأشعة السينية و كأنها شبكات حيود، و سوف يؤدي ذلك إلى حيودات من رتب مختلفة اعتبارا من المستوي الأول إلى الثاني إلى الثالث..... الخ، و سيؤدي دخول أشعة السينية إلى أعماق البلورة إلى ظهور كم هائل من الأشعة المنعكسة الناجمة عن آلاف المستويات الذرية (شبكات حيود) و لكن القسم الأكبر منها يضعف شدته نتيجة لعملية التداخل و القسم الأخر تزداد شدته و هذا الشرط يتحقق عندما يكون فرق المسير بين الأشعة الساقطة (الواردة) و المنعكسة يساوي عددا صحيحا من طول الموجة المستخدمة [4] أي

$$\Delta = n\lambda \quad (4 - I)$$



الشكل (I-3) الحيود عن مستويين ذريين

و من الشكل التخطيطي (I-4)، حيث يسقط شعاع عند النقطة A على البلورة، نجد فرق المسير بين الشعاع المنعكس على المستوي الأول عند النقطة A و بين الجزء الباقي من الشعاع الأصلي المنعكس على المستوي السفلي عند النقطة B يساوي:

$$(AB + BC) - (AC') \quad (5-I)$$

وإذا كان هذا الفرق يحقق العلاقة (4-I) فإننا نستطيع أن نكتب العلاقة التالية:

$$(AB + BC) - (AC') = n\lambda \quad (6-I)$$

ونلاحظ من الشكل (4-I) أيضا العلاقات المثلثية التالية:

$$AB = \frac{d}{\sin \theta} ; BC = \frac{d}{\sin \theta'} ; AC = \frac{d}{\tan \theta} \quad (7-I)$$

و كذلك نجد أن:

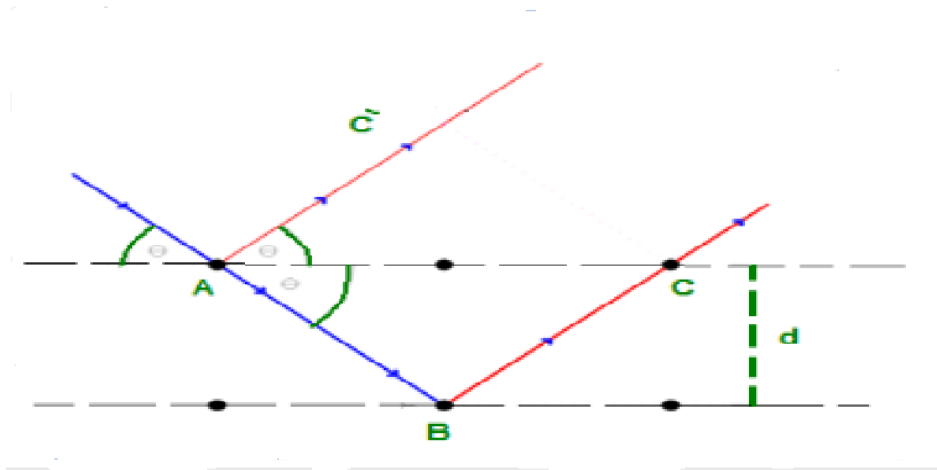
$$AC' = AC \cdot \cos \theta = \frac{2d}{\tan \theta} \cos \theta \quad (8-I)$$

نعوض في العلاقة (6-I) فنجد:

$$n\lambda = \frac{2d}{\sin \theta} - \frac{2d}{\tan \theta} \cos \theta = \frac{2d}{\sin \theta} (1 - \cos \theta^2) = \frac{2d}{\sin \theta} \sin \theta^2 \quad (9-I)$$

ومنه نحصل على قانون براغ للحيود:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (10-I)$$



شكلي: (4-I) يمثل قانون براغ وعملية الحيود هندسيا

أو بشكل مختصر من الشكل (5-I) أيضا فرق المسار بين شعاعين احدهما يسقط على المستوى الأول والثاني على المستوى الثاني

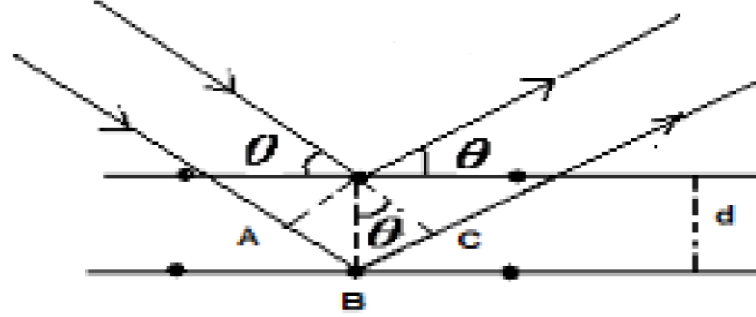
نجد:

$$\Delta = ABC = 2BC = n\lambda$$

$$\sin \theta = \frac{BC}{d} \Rightarrow BC = d \sin \theta$$

$$\Delta = 2BC = 2d \sin \theta = n\lambda \quad (11-I)$$

و هي نفس العلاقة (10-I)، و تعطينا مبدئيا المسافة بين المستويات الذرية، و يجب استعمال أكثر من طول موجي للحصول على تصور فضائي للبلورة.



شكل: (5-I) يوضح فرق المسير بين شعاعين

IV الطرق التجريبية لحيود الأشعة السينية على البلورات:

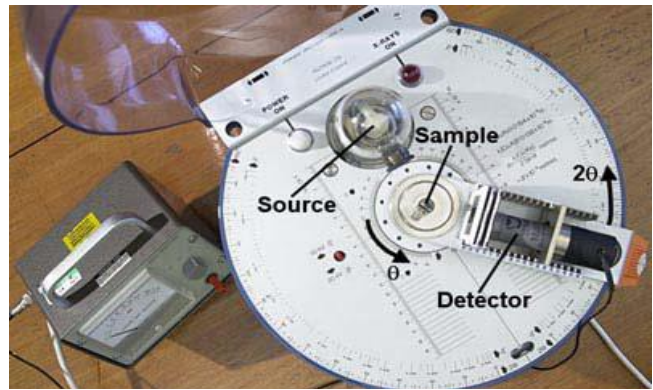
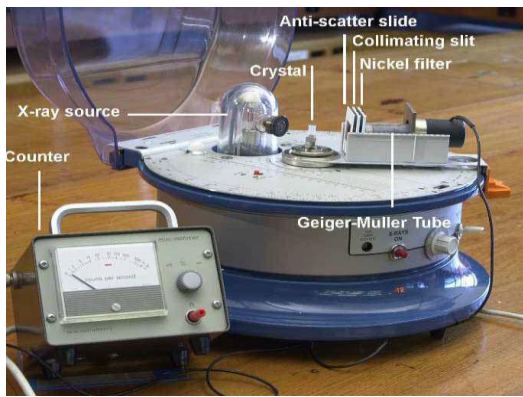
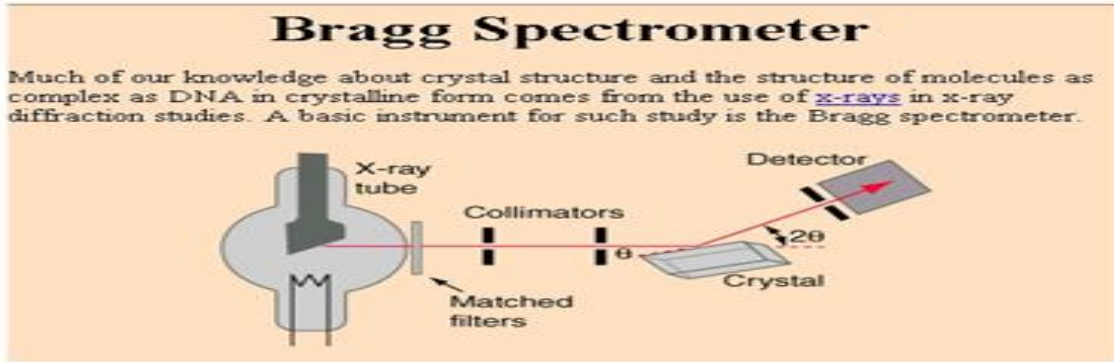
(Experimental methods in X-ray diffraction at crystals)

و هي طريقة سريعة ومجدية لكشف توجهات البلورة وكشف العيوب البلورية حيث تتعرض البلورة إلى حزمة من أشعة السينية البيضاء وبطيف مستمر يتراوح ما بين (0.2 - 3) أنجستروم و ذلك لتغطية كافة الاحتمالات الممكنة للأبعاد بين ذرية وهنا كل مستوي انعكاس بلوري يختار الطول الموجي المناسب مع الأبعاد بين ذرية و بحيث يتحقق قانون براغ [5].

IV-1 طريقة البلورة الدوارة (طريقة براغ):

طريقة لاوي هي إحدى أقدم تقنيات حيود الأشعة السينية، و هي طريقة سريعة و مجددة لتحديد توجهات و تناظر البلورة و كشف العيوب البلورية و التشوهات التي تنشأ عند المعالجة الميكانيكية أو الحرارية للبلورات، حيث يتم فيها تعريض البلورة إلى حزمة من أشعة السينية الوحيدة، ثم يدرس الانعكاس على جملة معينة من سطوح متوازية وذلك عند تدوير البلورة، ووفق قانون براغ يلاحظ الانعكاس من اجل زوايا سقوط معينة تحقق شرط الحيود ويتم من خلالها التعرف على المسافات بين المستويات (d) لجملة السطوح المتوازية، وغالبا يستعاض عن تدوير البلورة بتغيير زوايا سقوط الأشعة الواردة على البلورة ونحصل على نفس النتائج (الشكل I-6) [5].

Bragg Spectrometer



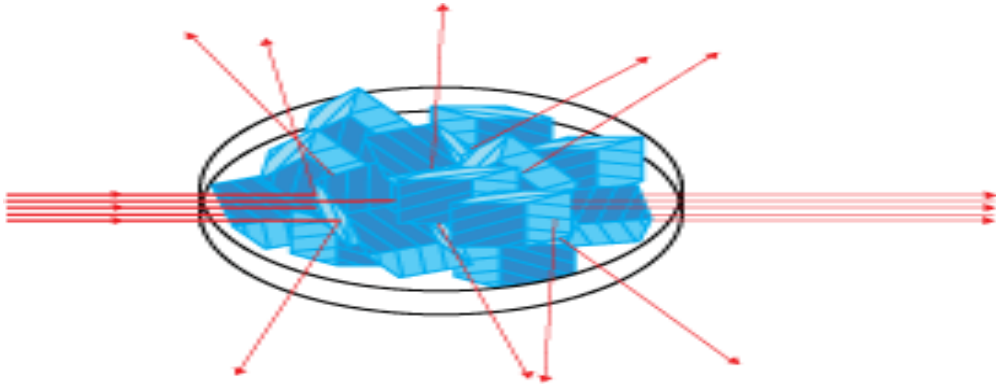
الشكل : (6-I) طريقة براغ التجريبية في الحيود

IV - 2 طريقة المسحوق-Scattering in X-ray powder diffraction - أو طريقة ديبيي - شرر :

تستخدم هذه الطريقة للحصول على أكبر عدد من البلورات، و تصبح كل بلورة عرضة لتحقيق قانون براغ بالحصول على العديد من الانعكاسات وبالتالي الحصول على العديد من الأبعاد البلورية، 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) فيعكس هذا الشعاع على الفلم بعد 30 دقيقة من التعرض لأشعة. وهكذا كل المسارات الأشعة الحائدة وزعت على عباءة مخروط دائري والزوايا الرأسية لكل مخروط تساوي 2θ (حيث θ هي زاوية براغ) و تقطع المخروطات الفلم في مجموعة من الدوائر المتحدة المركز. تحديد المسافات بين مستويات البلورة وبالتالي يمكن من معرفة موضع الخط في الصورة الناتجة من المسحوق، وبذلك يمكن التعرف على مكونات نموذج مسحوق [5].

و يتم الحصول على نتائج رائعة حول الأبعاد البلورية (الأشكال 7 و 8 و 9).



شكل (7-1) شكل تخطيطي لطريقة المسحوق

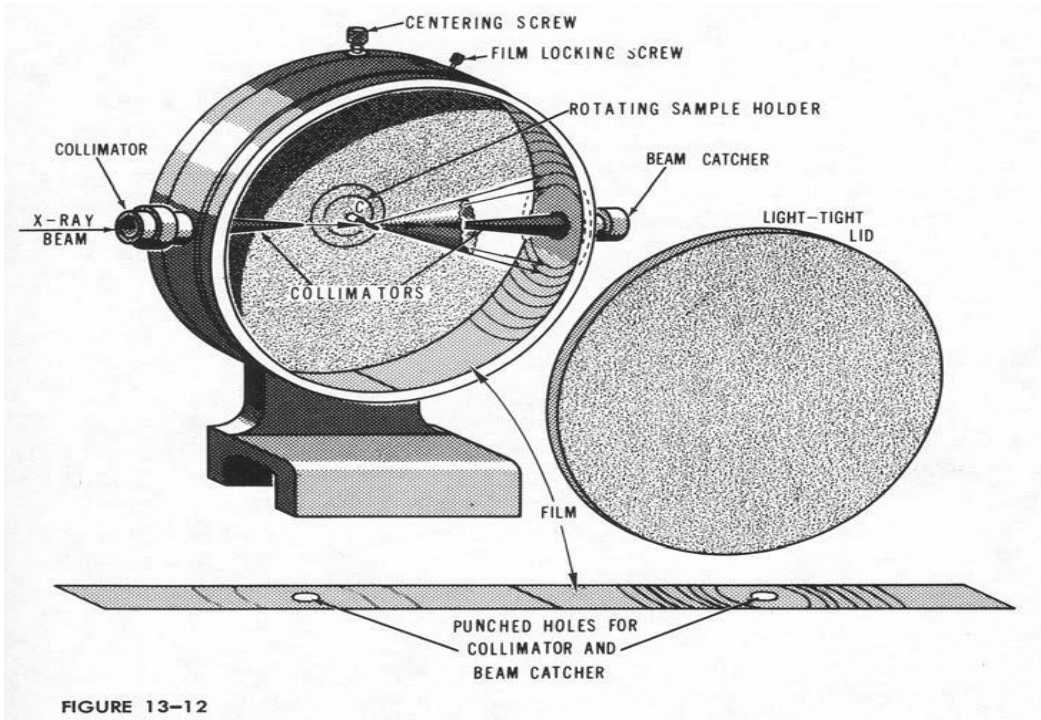
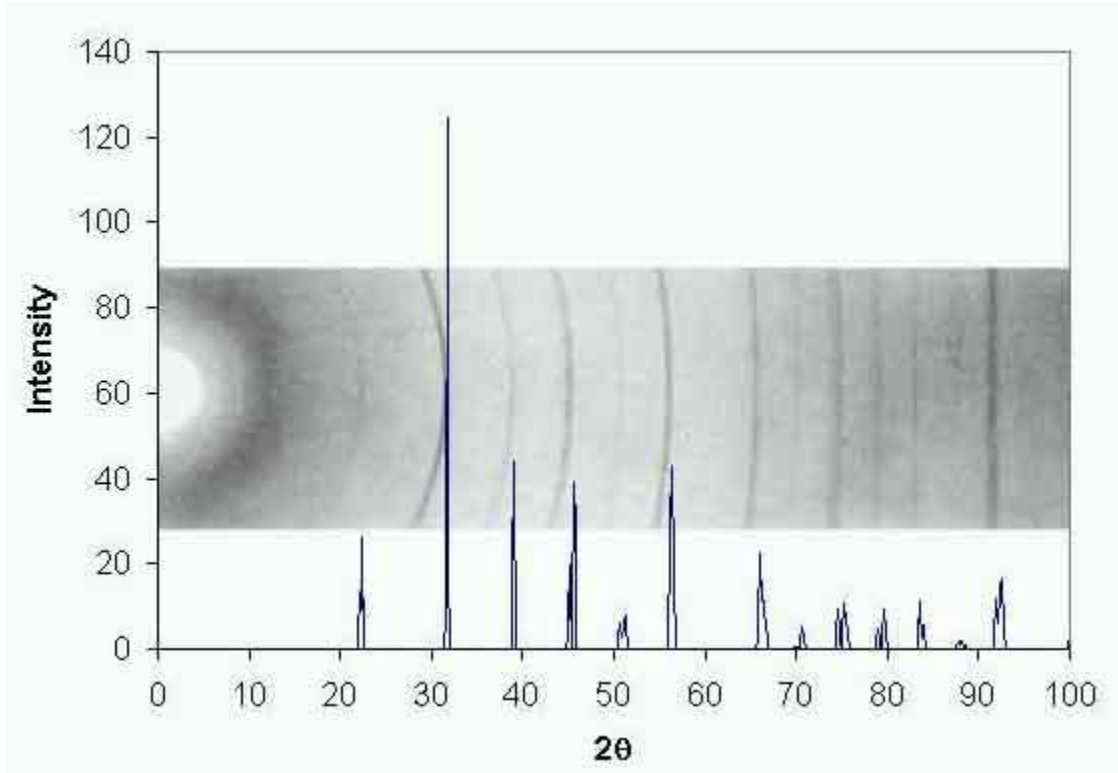


FIGURE 13-12

شكل (8-1) طريقة الفيلم مع المسحوق



شكل (9-I) شكل مطابقة حقيقي بين الفلم وتظهر عليه الخطوط الداكنة وبين زوايا الحيود الموافقة لشروط

براغ على الخط البياني

VI-3 طريقة العدادات:

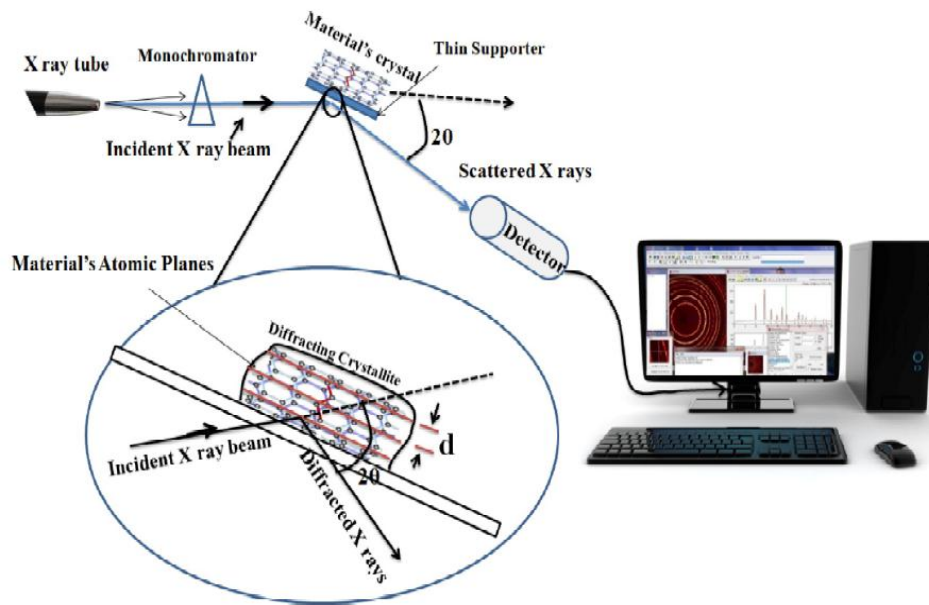
تعتبر هذه الطريقة دقيقة في معلومتها، و يتم التسجيل فيها باستعمال عداد، حيث يوصل هذا الاخير بجهاز يرسم مخطط

الانعراج (الشكل I-10). تسمح هذه التقنية بتأشير خطوط الانعراج الحادثة، ومعرفة الفاصلة d_{hkl} الموافقة لشدة (I)، حيث

تحتسب d_{hkl} وفق قانون براغ، و عليه انطلاقا من المخطط يتم الحصول على قائمة للشثائيات ($I, 2\theta$)، هذه القوائم رتبت في

جداول تعرف ببطاقات (ASTM) كل قائمة من هذه القوائم تشكل بطاقة تعريف لمركب انطلاقا من الخطوط الثلاثة الأكبر

شدة لكل عنصر أو طور [5].



الشكل (10-I): رسم تخطيطي لجهاز العدادات

الفصل الثاني

قانون شيرر

العالم بول شيرر

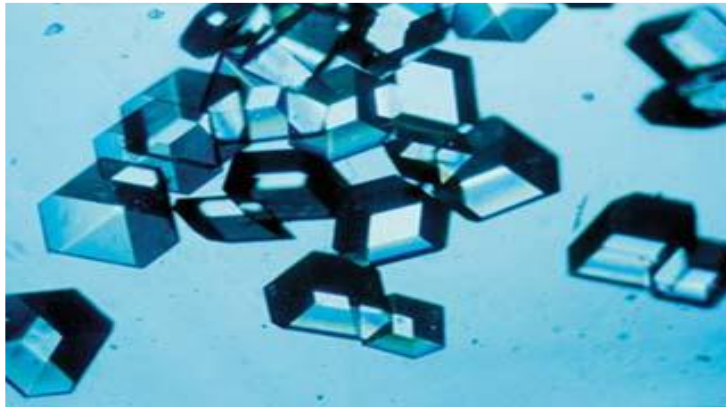
I-مقدمة:

وُلد بول شيرر في سانت غال (St.Gallen) عام 1908. غير مجاله الدراسي من النبات إلى الرياضيات والفيزياء بعد فصلين دراسيين، وفي عام 1912 قضى شيرر فصلا دراسيا واحد في جامعة كنيغسبرغ، ثم قام بمزيد من الدراسات في جامعة غوتنغن، و تخرج من هناك بشهادة الدكتوراه على تأثير فاراداي في جزيء الهيدروجين في عام 1916. طور هو ومعلمه بيتر ديبياي "طريقة مسحوق ديبياي-شيرر"، و هو إجراء باستخدام الأشعة السينية لتحليل البلوري 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 منصب رئيس الدراسة السويسرية للجنة الطاقة الذرية في عام 1946، أدت قدراته وتبصره في التطور المبكر للفروع الجديدة لفيزياء الحالة الصلبة، وهذا مما جعلها مساهمة حيوية في مستوى عالٍ من البحوث في الجامعات السويسرية. توفي في عام 1969 نتيجة حادث ركوب الخيل [6].

II-التعرف على قانون شيرر:

II-1 السمك الأصلي لبنية البلورة :

في علم المعادن و علم البلورات يطلق مصطلح البنية البلورية على الترتيب الفريد للذرات في البلورة. تتكون البنية البلورية من مجموعة من الذرات مرتبة بطريقة معينة في الشبكة البلورية. من الممكن تخيل وحدات البنية البلورية على أنها مجموعات من الذرات على شكل صناديق (الشكل II-1) صغيرة تدعى الخلايا، وبتكرار هذه الخلايا في الفضاء الثلاثي الأبعاد تتشكل البلورة المعينية [7].



الشكل (II-1):صورة توضيحية لتشكل أبعاد بلورة المعينية

2-II حساب حجم البلورة [8]:

إن أبسط طريقة للحصول على السمك الأصلي لبلورة هي استخلاصها من علاقة براغ (10-I)، ولنفترض لدينا

بلورة سمكها t ولديها $(m + 1)$ مستويا الشكل (2-II).

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

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

ب طرح العلاقة (1) من (2) نجد أن :

$$t(\sin \theta_1 - \sin \theta_2) = \lambda$$

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

بحيث لدينا

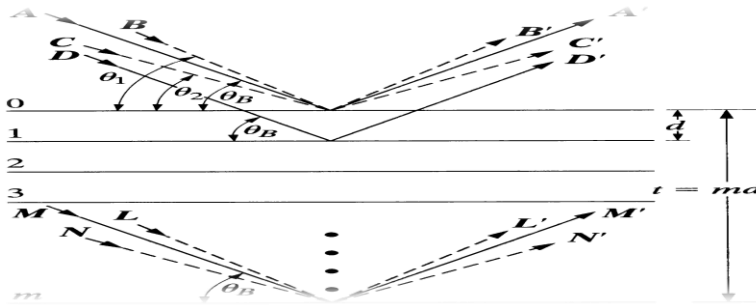
$$2t \cos \left(\frac{\theta_1 + \theta_2}{2} \right) \sin \left(\frac{\theta_1 - \theta_2}{2} \right) = \lambda$$

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

من أجل الزوايا الصغيرة $\theta_1 + \theta_2 \approx 2\theta_B$

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

ومنه



الشكل (2-II) رسم تخطيطي لأشعة ساقطة على سمك t من البلورة

3-II قانون شيرر [9]:

قام العالم بول شيرر سنة 1918 بوضع معادلة لحساب أبعاد الحبيبات النانوية عند معرفة زاوية براغ وعرض أشد

خط انعراج له، حيث يتناسب فيها سمك البلورة عكسيا مع عرض الخط، فكلما زاد عرض الخط كلما قل سمك البلورة و

$$L = \frac{\lambda k}{\beta \cos \theta_B} \quad (3-II) \quad \text{العكس، و يُعطى بالعلاقة التالية:}$$

حيث:

β : يمثل أقصى عرض عند منتصف الشدة.

L : يمثل قطر الحبيبة حسب معادلة ديبياي شيرر.

λ : الطول الموجي للأشعة السينية.

θ : زاوية سقوط الأشعة السينية.

k: عامل الشكل، و يمثل مقدارا ثابتا، يعتمد على شكل الحبيبات النانوية.

II-3-1 الطول الموجي للأشعة السينية (λ):

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.

العنصر	العدد الذري z	$\lambda(k_{\alpha 1}) (\text{Å})$	$\lambda(k_{\alpha 2})(\text{Å})$	$\lambda(k_{\beta}) (\text{Å})$
Chrome	24	2.28891	2.28503	2.0806
Fer	26	1.93601	1.93207	1.7530
Cuivre	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

(1-): قيم

الجدول II)

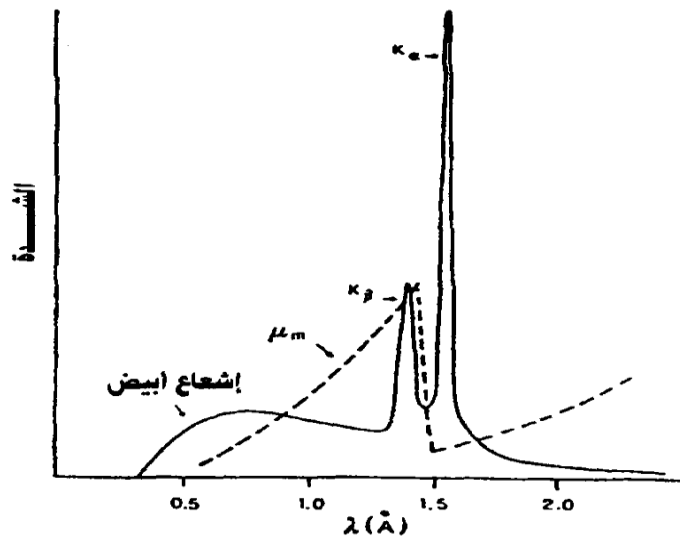
الأطوال الموجية للأشعة السينية الأكثر استعمالا في علم البلورات

عند استعمال النحاس كهدف فإن الإشعاع الأكثر شدة هو الإشعاع (α). 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 استثنائه. يمكن القيام بذلك بكل بساطة، حيث يوضع مرشح (عادة يستعمل

الزركونيوم) عند حافة الامتصاص بين الموجات K_{α} و K_{β} [10].



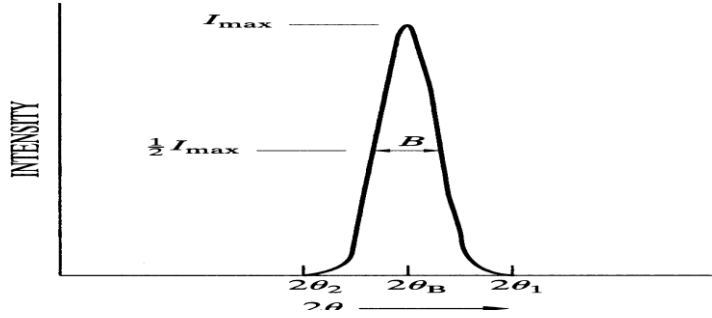
الشكل (II-3) رسم تخطيطي للطول الموجي لمعدن النحاس

II-3-2 ثابت شيرر (k) :

يُعرّف بعامل الشكل، و يؤخذ عادة حسب شكل الخط، و يتغير مقداره ما بين 0.62 إلى 2.08 ، فهو للنظام التكعيبي 0.94، و للنظام غير التكعيبي 0.89، و غالبا ما يؤخذ بالقيمة [10].

II-3-3 عرض خط الطيف عند نصف الارتفاع:

هو العرض الكامل عند نصف الحد الأقصى من ذروته أو ما يعرف ب (full-width at half-maximum) و يرمز له بالرمز FWHM ، وهو 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 [10].



الشكل (II-4) يوضح العرض المشاهد لخط الانعراج

II-4 مجال استخدامها:

يمكن من خلال لمحات عن عرض خط الانعراج توفير عدة معلومات عن الأبعاد وشكل البلورة، في مجال من (5nm-100) أي الأبعاد النانوية البلورية، من خلال هذه الدراسة العكسية يمكن استخراج المعلومات المجهرية، و عندما تكون أبعاد البلورة في حدود 100nm عرض خط الانعراج يمكن قياسه و يكون صغيرا وفقا لعلاقة شيرر، و هذا بغض النظر عن مقدار التشوه في البلورة [11].

III- معادلة شيرر المعدلة (المصححة) [12]:

إذا كان لدينا n ذرة لنفس البلورة حسب معادلة شيرر نتحصل على نفس السمك، لكن لوحظ أن كل ذرة تعطي سمكاً معيناً، و هو أمر مستغرب، لذا أدخلت معادلة شيرر المعدلة للتقليل من الأخطاء و الحصول على قيمة متوسطة لسمك البلورة، على الرغم من كل أعداد القمم المختارة، بما أن k و λ ثابتان فالتصحيح سيكون فقط على $(B * \cos \theta)$.
نقوم بحساب الأبعاد المتوسطة للحبيبات و ذلك بإدخال الدالة اللوغاريتمية على المعادلة (II-3) فنحصل على

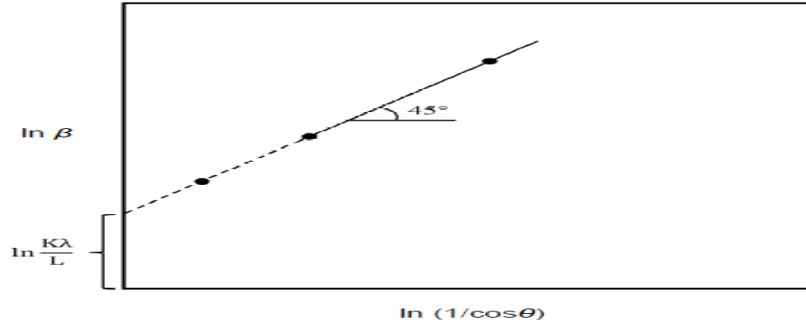
$$\ln \beta = \ln \frac{k\lambda}{d \cos \theta} \Rightarrow \ln B = \ln \frac{k\lambda}{L} + \ln \frac{1}{\cos \theta}$$

$$\ln \beta = \ln \frac{1}{\cos \theta} + \ln \frac{K\lambda}{L} \quad (4 - II)$$

من الناحية النظرية يجب أن تكون المعادلة (4-II) خطا مستقيما منحدرًا بزاوية ميل 45° ،

(الشكل 3-II). عندما تأخذ $\ln \frac{1}{\cos \theta}$ الصفر تكون $\ln B$ مساويةً $\ln \frac{K\lambda}{L}$. عندها يكون:

$$\beta = e^{\ln \frac{K\lambda}{L}} = \frac{K\lambda}{L} \quad (5-II)$$



الشكل (5-II) يمثل الرسم البياني $\ln B$ بدلالة $\frac{1}{\cos \theta}$

IV- طريقة حساب متوسط اقطار بلورات الكوارتز باستخدام معادلة وليامسون هول [13] :

(Williamson – Hall) (W-H)

يتم حساب متوسط اقطار بلورات الكوارتز باستخدام معادلة وليامسون هول و الذي كان يرتكز في معادلته على العوامل المسبب في عرض خط الإنعراج ومن اهم هذه العوامل المسببة في زيادة خطوط إنعراج الاشعة السينية هي [8] :

- تفرق او تباعد الاشعة الساقطة (divergence).
- أبعاد العينة :تؤدي الأبعاد الكبيرة للحبيبات إلى خلق مشاكل، إذ أن بعض الحبيبات فقط تساهم في زيادة خط الانعراج .
- العرض الطبيعي للأشعة السينية نفسها: و ذلك من خلال مسار وحجم الأشعة السينية.
- اجهزت القياس لحيود الاشعة السينية: قد تسبب التجهيزات في بعض الأحيان زيادة في اتساع خط الانعراج

• العيوب التركيبية [5] :ان وجود العيوب في البلورات على مستوى الذرات يمكن ان يؤدي الى عرض زائد لبعض

الانعكاسات و لقياس هذا العرض للخطوط المختلفة يمكن ان يعطينا معلومات عن نوع هذه العيوب و تعدد حدوثها. ومن المفترض ان العرض الانعكاسات الحادثة هي بالدرجة الاولى نتيجة لصغر حجم البلورات الذي يحدث للمعادن بعد تشغيلها على البارد فان التجارب العملية تشير الى ان العرض الزائد للانعكاسات هو نتيجة لتشوّهات الشبكية البلورية وهو ما يسمى بالانفعال المجهرى (micro strain)، و العلاقة بين مثل هذا الانفعال وعرض الخطوط يمكن ان نحصل عليها بتفاضل قانون براغ (10-I) حيث

$$\beta = \Delta 2\theta = -2 \frac{\Delta d}{d} \tan \theta \quad \text{نحصل على:}$$

$$\varepsilon = \frac{1\Delta d}{2d} \quad \text{حيث إن الكمية } \frac{\Delta}{d} \text{ تحتوي على كل من انفعال الشدة و انفعال الضغط فإن انفعال الشدة يكون مساويا للمقدار}$$

$$\varepsilon = \frac{\beta}{4 \tan \theta}$$

اي

• هذا و توجد عدة عوامل أخرى تساهم في عدم اليقين في القياس، بما في ذلك درجة الحرارة، تنقية إزالة المواد، تجانس الحبيبات، حركة الزوايا، و طريقة وضع العينة، ولكن رغم وضعها بشكل صحيح قد يدخل بعض الشكوك في النتائج، لذا يجب تحويل هذه النتائج المتحصل عليها في برامج قياس تعكس الأخطاء الإحصائية المقدرة [11].

ومنه معادلة وليامسون- هول هي من الشكل التالي:

$$\beta_{obs} = \beta_{size} + \beta_{inst} + \beta_{strain} \quad (6 - II)$$

حيث:

β_{obs} : العرض الكلي الملاحظ للخط.

β_{size} : العرض الصافي للعينة (عرض ناتج عن حجم البلورة $\beta_{size} = \frac{K\lambda}{L \cos \theta_B}$).

β_{inst} : العرض بسبب الجهاز.

β_{strain} : العرض الناتج عن الانفعال المجهري .

بأخذ B_{inst} الى الطرف الايسر للمعادلة (6-II) نجد

$$\beta_{obs} - \beta_{inst} = \beta_{size} + \beta_{strain} \quad \Rightarrow \quad (\beta_{obs} - \beta_{inst}) = \frac{k\lambda}{d \cos \theta} + 4\varepsilon \tan \theta$$

$$(\beta_{obs} - \beta_{inst}) \cos \theta = \frac{k\lambda}{D} + 4\varepsilon \sin \theta \quad (7 - II) \quad \text{اذن}$$

وهذه المعادلة الاخيرة (7-II) تمثل معادلة مستقيم من الشكل التالي: $y = ax + b$

$$y = (\beta_{obs} - \beta_{inst}) \cos \theta; a = 4\varepsilon; x = \sin \theta; b = \frac{k\lambda}{D} \quad (8-II) \quad \text{حيث}$$

يرسم هذه المعادلة بالاستعانة ببرنامج اورجين (origin) نتحصل على مستقيم ميله 4ε [12].

الفصل الثالث تحضير العينات

تحضير العينات:

أخذنا ثمانين عينة من مواقع مختلفة من كتيب يُدعى توارق، الشكل (III-1) و هو واحد من بين آلاف كتبان العرق الشرقي الكبير. يقع في الجهة الجنوبية الغربية لمدينة ورقلة، وله الإحداثيات الجغرافية التالية: $31^{\circ}48'53''N$ و $5^{\circ}14'06''E$ ، ثم مزجناها للحصول على عينة واحدة متجانسة، يمكن اعتبارها ممثلة للكتيب كله. عَرَبِلنا يدويا هذه العينة بغريال ذي فتحات بقطر 0.315mm، و ذلك لتسهيل عملية الفرز اللوني. فرزنا العينات حسب ألوانها البارزة باستخدام عدسة مكبرة و ملقط يدوي، فتحصلنا على عينات شفافة و هي: حمراء و برتقالية و صفراء.



الشكل (III-1): صورة لكتبان منطقة ورقلة

II- الجهاز المستعمل في انعراج الأشعة السينية (XRD):

جهاز انعراج من نوع (Philips X'Pert PWR) (2-III) ذي مصدر إشعاع ($\text{CuK}_{\alpha 1}$) له طول موجي 1.45060\AA ، خطوة المسح مقدارها 0.02° و سرعة دوران $0.02^\circ \text{sec}^{-1}$ ، مُغذَّى بواسطة مولد مستقر، يعمل تحت توتر مقداره 40 kV و بشدة تيار 40 mA .



الشكل (2-III): جهاز انعراج الأشعة السينية

III- كيفية اعداد العينات للقياس:

يتم تحضير المسحوق بواسطة سحق يدوي لبضعة دقائق للحصول على جسيمات صغيرة، و ذلك لضمان نتائج جيدة. نقوم بوضعها على حامل العينة، ثم ضغطه يدويا بواسطة صفيحة زجاجية للحصول على سطح مستو، هذه العملية ضرورية لتسجيل RX الذي يشتغل بمهندسة Bragg-Brentano إذا كان المسحوق مضغوطا جيدا فقد يؤدي إلى إحداث توجيه اختياري للحبيبات، مما يؤثر سلبا في استغلال شدات الخطوط



الشكل (3-III) : يمثل صفيحة زجاجية

الفصل الرابع

حساب اقطار بلورات الكوارتز

من اهم العناصر التي تتواجد بكثرة في حبيبات الرمل هي الكوارتز، وتتجمع هذه الاخيرة على شكل بلورات متعددة (أي مكونة من حبيبات بلورية كثيرة لها أحجام مختلفة وعشوائية التوزيع [13]) معطية شكل كروي. الطريقة التي اتبعناها لتعيين البناء البلوري لهذه الدراسة هي حيود الأشعة السينية .

هدفنا في هذا الفصل هو حساب متوسط الأقطار البلورية للكوارتز لكتبان رمال منطقة ورقلة و ذلك من خلال مخططات انعراج الأشعة السينية المتحصل عليها في الأعمال السابقة، و سنكتفي بأخذ ثلاث عينات شفافة من حبيبات الرمل، حيث صنفت هذه العينات حسب الالوان، و يتم الحساب بتطبيق علاقة شيرر و العلاقة المعدلة لشيرر و علاقة وليامسون-هول و التعرف على قيمة الانفعال المجهرى إن وجد للعينات .

I-دراسة العينات (الحمراء الشفافة، البرتقالية الشفافة، الصفراء الشفافة):

- مناطق تواجد الكوارتز :

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

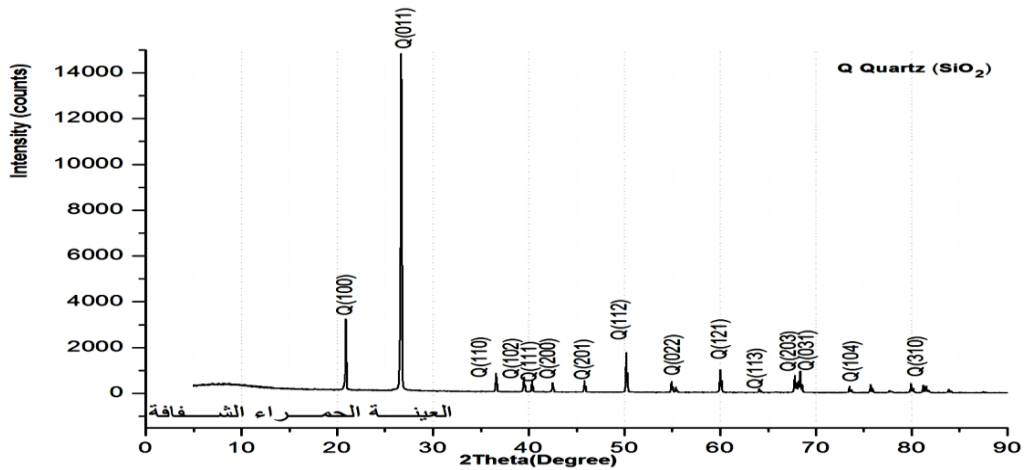
I-2-دراسة العينة الحمراء الشفافة :

يوضح الجدول و المنحنى (1-IV) مخطط إنعراج الأشعة السينية، و يوضح كذلك مناطق تواجد الكوارتز في العينة الحمراء

الشفافة

transparent red									
$\theta(^{\circ})2$	spacing \AA	Phase	indices (hkl)	FWHM	\circ	I [%]			
20.9139	4.2442	Quartz	1 0 0	0.0504		29.71			
26.7374	3315.3	Quartz	0 1 1	0.1008		100.00			
36.6174	2.4521	Quartz	1 1 0	0.0336		8.44			
39.5490	2.2768	Quartz	1 0 2	0.0756		36.6			
40.3574	2.2331	Quartz	1 1 1	0.0588		5.89			
42.5028	2.1252	Quartz	2 0 0	0.0588		4.12			
45.8705	1.9767	Quartz	2 0 1	0.0840		5.53			
50.2251	1.8150	Quartz	1 1 2	0.0672		18.94			
54.9730	1.6690	Quartz	0 2 2	0.0756		4.47			
55.4019	1.6571	Quartz	0 1 3	0.0672		2.59			
60.0293	1.5399	Quartz	1 2 1	0.0840		11.01			
64.1033	1.4515	Quartz	1 1 3	0.0840		1.62			
67.8307	1.3805	Quartz	1 2 2	0.0756		8.22			
2257.68	1.3735	Quartz	2 0 3	0.0840		4.93			
68.3984	1.3705	Quartz	0 3 1	0.0672		8.13			

الجدول (1-IV): مخطط إنعراج المتحصل عليه من جهاز انعراج الأشعة السينية للعينة الحمراء الشفافة



الشكل (1-IV) يمثل مخطط إنعراج الأشعة السينية للعينة الحمراء الشفافة

I-3 حساب متوسط الأقطار بلورات الكوارتز للعينه الحمراء الشفافة :

المعطيات:

✓ اخذنا الطول الموجي $\lambda = 0.154nm$ لمعدن النحاس .

✓ اخذنا قيمة الثابتة $k = 0.89$ لان النظام الكوارتز ليس تكعبيا.

✓ يمكننا حساب عرض البلورة عند منتصف ارتفاع الذروة لزواية الأكبر إنعكاس للكوارتز في مخططات الإنعراج لأشعة

السينية، باللجوء الى برنامج xpowder . (نفس المعطيات إستخدمناها في كافة الحسابات)

I-4 حساب متوسط اقطار بلورات الكوارتز للعينه الحمراء الشفافة بتطبيق معادلة شيرر:

لحساب نتائج معادلة شيرر (3-II) للقطر المتوسط لبلورات الكوارتز. نقوم بتطبيقها في الجدول (3-IV) التالي :

2θ ($^{\circ}$)	d spacing (Å)	FWHM (deg)	I [%]	أقطار بلورات الكوارتز L (nm)
20.9139	4.2442	0.0504	29.71	158.584
26.7374	3.3315	0.1008	100.00	81.0463
50.2251	1.8150	0.0672	18.94	130.612
60.0293	1.5399	84010.0	11.01	109.26

الجدول (2-IV) يوضح نتائج حساب معادلة شيرر للعينه الحمراء الشفافة

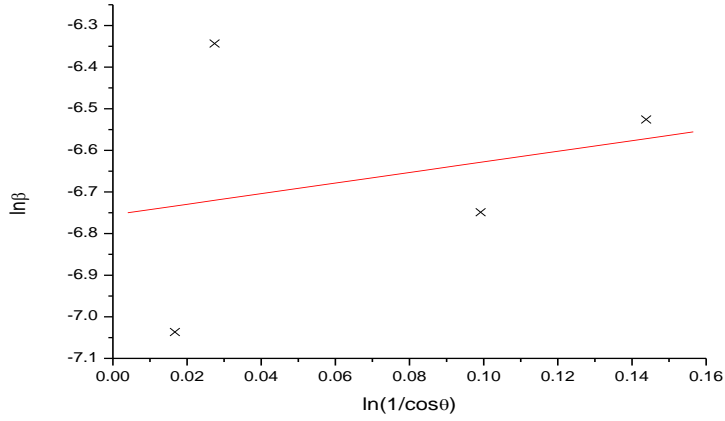
تمثل المعادلة (1 - IV) القيمة المتوسطة لنتائج حساب أقطار بلورات الكوارتز للعينه الحمراء الشفافة :

$$\langle L \rangle = \sum \frac{L_i}{4} = \frac{158.584 + 81.0463 + 130.612 + 109.26}{4} \quad (1 - IV)$$

$$\langle L \rangle = 119.875 \text{ nm}$$

I-5 حساب متوسط أقطار بلورات الكوارتز للعينه الحمراء الشفافة بتطبيق معادلة شيرر المعدلة :

بتطبيق المعادلة (4-II) و برسم الدالة $\ln B = f\left(\ln \frac{1}{\cos \theta}\right)$ نجد الشكل (2-IV) التالي:



الشكل (2-IV): يمثل معادلة المستقيم $\ln\beta$ بدلالة $\ln\frac{1}{\cos\theta}$

ومن الشكل (2-IV) نجد ان معادلة المستقيم هي

$$y = ax + b \quad : b = -6.75502, a = 1.27352$$

بمطابقة معادلة المستقيم مع المعادلة المعدلة (4-II) نجد ان :

$$\ln\frac{k\lambda}{L} = -6.75502; \quad \frac{k\lambda}{L} = e^{-6.75502} \Rightarrow L = \frac{k\lambda}{e^{-6.75502}}$$

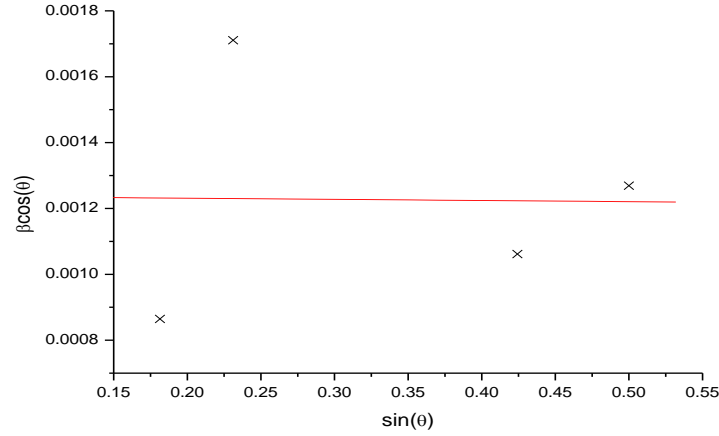
$$L = 117.64 \text{ nm}$$

6-I حساب متوسط اقطار بلورات الكوارتز للعينة الحمراء بتطبيق معادلة وليامسون- هول:

قد تم اهمال تعريض الجهاز في تجربتنا. لتصبح المعادلة (7-II) بالشكل الآتي :

$$(\beta_{obs}) \cos \theta = \frac{k\lambda}{D} + 4\varepsilon \sin \theta \quad (1 - IV)$$

بتطبيق المعادلة (1-IV) ، ورسم الدالة $\beta_{obs} \cdot \cos \theta = f(\sin \theta)$ نتحصل على الشكل (3-IV):



الشكل (3-IV) يمثل معادلة المستقيم $\beta_{\text{obs}} \cdot \cos \theta$ بدلالة $\sin \theta$

بتطبيق المعادلة (8-II) نجد

$$y = ax + b; a = -3.4927E - 5; b = 0.00124$$

$$\frac{k\lambda}{L} = 0.00124 ; 4\varepsilon = -3,4927 \cdot 10^{-5}$$

حيث :

إذن

$$\text{➤ متوسط اقطار بلورات الكوارتز } L = 110.5\text{nm}$$

$$\text{➤ مقدار الانفعال المجهرى يساوي } \varepsilon = 8,73175 \cdot 10^{-6}$$

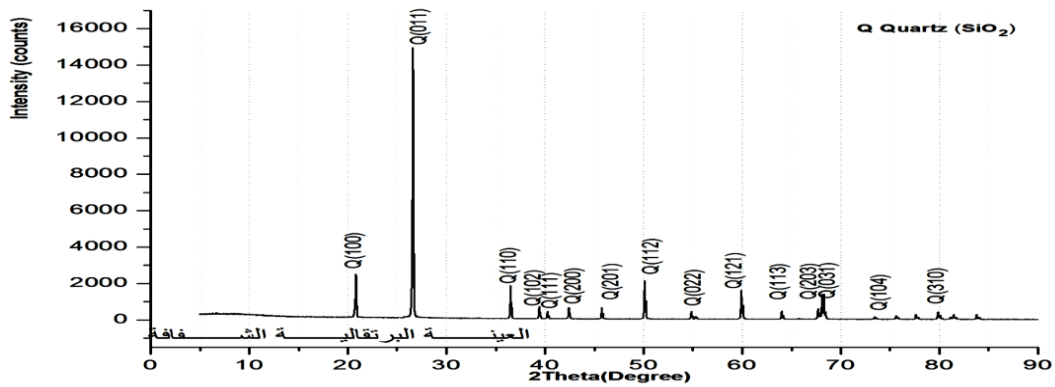
II-العينة البرتقالية الشفافة:

هذا الجدول (4-IV)، و المنحنى (4-IV)، يمثل مخطط الانعراج المتحصل عليه من جهاز انعراج الأشعة السينية، للعينة البرتقالية

الشفافة

transparent orange					
$\theta(^{\circ})2$	spacing (\AA)	Phase	indices (hkl)	FWHM	I [%]
20.8451	4.2580	Quartz	1 0 0	0.0672	13.36
26.6399	3.3435	Quartz	0 1 1	0.0672	100.00
36.5325	2.4576	Quartz	1 1 0	0.0672	11.62
39,4745	2.2810	Quartz	1 0 2	0.0840	3.66
40,2949	2.2364	Quartz	1 1 1	0.0588	2.48
42,4504	2.1277	Quartz	2 0 0	0.0588	3.79
45,7880	1.9801	Quartz	2 0 1	0.0588	3.97
50,1433	1.8178	Quartz	1 1 2	0.0756	13.02
54,8724	1.6718	Quartz	0 2 2	0.0420	2.71
55,2994	1.6599	Quartz	0 1 3	0.0504	0.97
59,9461	1.5419	Quartz	1 2 1	0.0756	10.55
64,0311	1.4530	Quartz	1 1 3	0.0588	3.05
67,7530	1.3819	Quartz	1 2 2	0.1092	3.49
68,1353	1.3751	Quartz	2 0 3	0.0672	9.30
68,3160	1.3719	Quartz	0 3 1	0.0588	5.06

الجدول (3-IV): مخطط إنعراج المتحصل عليه من جهاز إنعراج الأشعة السينية للعينة البرتقالية الشفافة

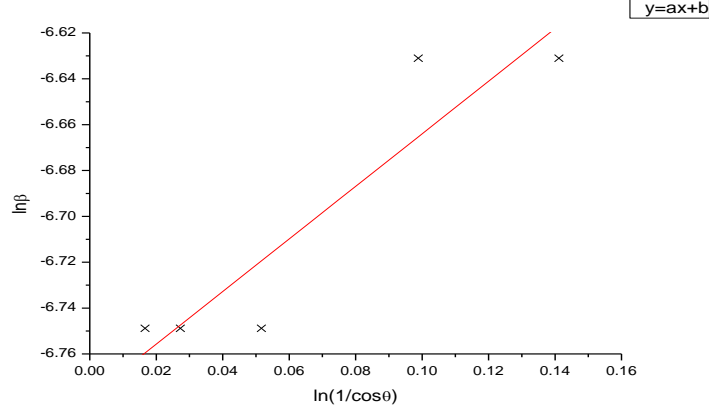


الشكل (4-IV) يمثل مخطط إنعراج الأشعة السينية للعينة البرتقالية الشفافة

1-II تطبيق المعادلات الثلاثة (معادلة شيرر، معادلة المعدلة لشيرر، معادلة وليامسون-هول):

II-2 حساب متوسط أقطار بلورات الكوارتز للعيينة البرتقالية الشفافة بتطبيق معادلة شيرر المعدلة :

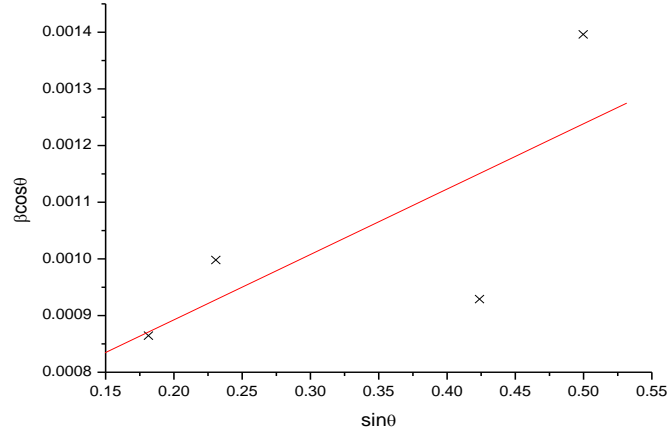
بتطبيق المعادلة (II-4) و برسم الدالة $\ln B = f\left(\ln \frac{1}{\cos \theta}\right)$ نجد الشكل (IV-5) التالي



الشكل (IV-5) يمثل معادلة المستقيم $\ln \beta$ بدلالة $\ln \frac{1}{\cos \theta}$

II-3 حساب متوسط اقطار بلورات الكوارتز للعيينة الحمراء بتطبيق معادلة وليامسون- هول:

بتطبيق المعادلة (IV-1) ، ورسم الدالة $\beta_{obs} \cdot \cos \theta = f(\sin \theta)$ نتحصل على الشكل (IV-6):



الشكل (IV-6) يمثل معادلة المستقيم $\beta_{obs} \cdot \cos \theta$ بدلالة $\sin \theta$

الجدول (IV-4)، يمثل نتائج حساب العلاقات الثلاثة (شيرر، شيرر المعدلة، وليامسون- هول)، المتحصل عليها بإتباع نفس الخطوات السابقة:

قيمة الإنفعال المجهري % (ε)	وليامسون- هول (nm)	شيرر المعدلة (nm)	شيرر (nm)	العلاقة العينة
625.10 ⁻⁵ 1,	121.292	120.458	120.968	البرتقالية الشفافة

الجدول (4-IV) يوضح نتائج الحساب للعينة البرتقالية الشفافة

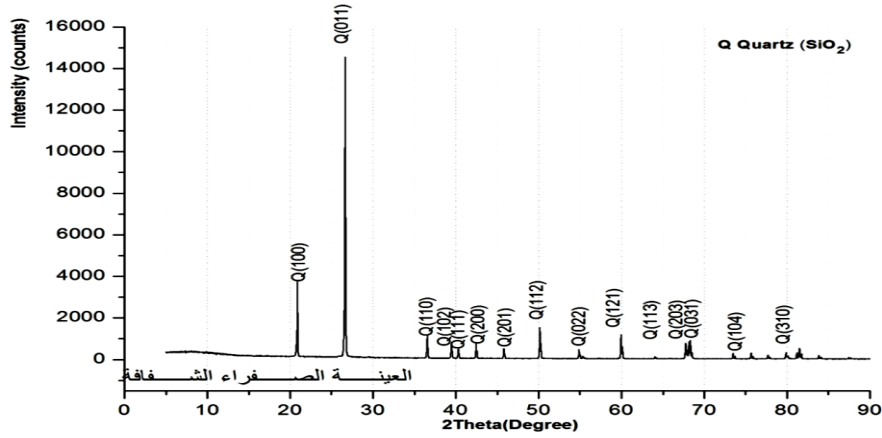
III-العينة الصفراء الشفافة :

هذا الجدول (5-IV)، و المنحنى (7-IV)، يمثل مخطط الانعراج المتحصل عليه من جهاز انعراج الأشعة السينية، للعينة البرتقالية

الشفافة

transparent orange					
$\theta(^{\circ})2$	d spacing (Å)	phase	indices (hkl)	FWHM ($^{\circ}$)	I [%]
20.9044	4.2461	Quartz	1 0 0	0.0504	26.27
26.6873	3.3377	Quartz	0 1 1	0.0588	100.00
36.5930	2.4537	Quartz	1 1 0	0.0504	7.39
39.5142	2.2788	Quartz	1 0 2	0.0672	5.02
40.3390	2.2341	Quartz	1 1 1	0.0672	3.27
42.4827	2.1262	Quartz	2 0 0	0.0588	5.88
45.8352	1.9781	Quartz	2 0 1	0.0840	3.77
50.1752	1.8167	Quartz	1 1 2	0.0588	12.47
54.8978	1.6711	Quartz	0 2 2	0.0588	3.89
55.3484	1.6585	Quartz	0 1 3	0.0840	0.97
59.9917	1.5408	Quartz	1 2 1	0.0924	9.45
64.0799	1.4520	Quartz	1 1 3	0.0672	1.06
67.7580	1.3819	Quartz	1 2 2	0.0588	6.30
68.1740	1.3744	Quartz	2 0 3	0.0840	6.34
68.3659	1.3710	Quartz	0 3 1	0.0420	3.92

الجدول (5-IV): مخطط إنعراج المتحصل عليه من جهاز انعراج الأشعة السينية للعينة الصفراء الشفافة

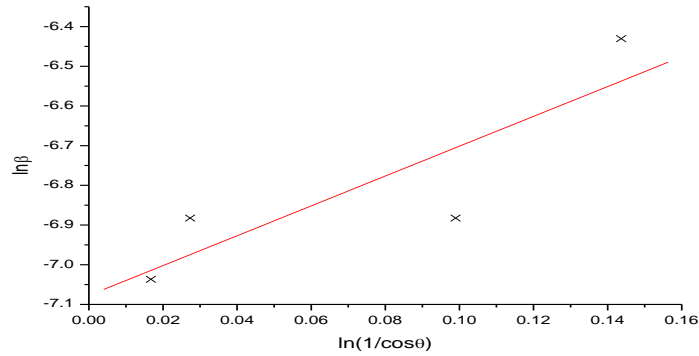


الشكل (7-IV) يمثل مخطط انعراج الأشعة السينية للعينة الصفراء الشفافة

III-1 تطبيق المعادلات الثلاثة (معادلة شيرر، معادلة المعدلة لشيرر، معادلة وليامسون- هول):

III-2 حساب متوسط أقطار بلورات الكوارتز للعينة الصفراء الشفافة بتطبيق معادلة شيرر المعدلة :

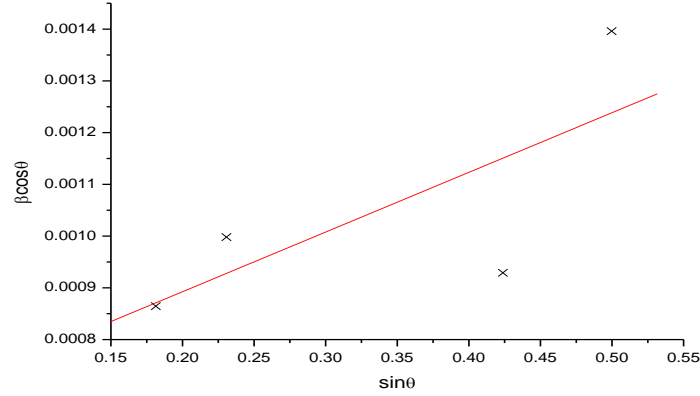
بتطبيق المعادلة (4-II) و برسم الدالة $lnB = f\left(\ln\frac{1}{\cos\theta}\right)$ نجد الشكل (8-IV)



الشكل (8-IV) يمثل معادلة المستقيم $ln\beta$ بدلالة $ln\frac{1}{\cos\theta}$

III-3 حساب متوسط اقطار بلورات الكوارتز للعينة الصفراء بتطبيق معادلة وليامسون- هول:

بتطبيق المعادلة (1-IV) ، و رسم الدالة $\beta_{obs} \cdot \cos\theta = f(\sin\theta)$ نتحصل على الشكل (9-IV):



الشكل (9-IV) يمثل معادلة المستقيم $\beta_{obs} \cdot \cos \theta$ بدلالة $\sin \theta$

الجدول (6-IV)، يمثل نتائج حساب العلاقات الثلاثة (شيرر، شيرر المعدلة، وليامسون-هول)، المتحصل عليها بإتباع نفس الخطوات السابقة:

قيمة الإنفعال المجهرى (%) (ε)	وليامسون-هول (nm)	شيرر المعدلة (nm)	شيرر (nm)	العلاقة العينة:
6189.10-4,6	119.182	162.36	136.959	الصفراء الشفافة

الجدول (6-IV) يوضح نتائج الحساب للعينة الصفراء الشفافة

الجدول (7-IV)، يمثل ملخص نتائج حساب متوسط أقطار بلورات الكوارتز في العينات الثلاثة المتحصلة عليه من تطبيق العلاقات الثلاثة (شيرر، شيرر المعدلة، وليامسون-هول):

الجدول (7-IV) ملخص نتائج حساب متوسط أقطار بلورات الكوارتز في العينات الثلاثة

قيمة الإنفعال المجهرى (%) (ε)	وليامسون-هول (nm)	شيرر المعدلة (nm)	شيرر (nm)	العلاقة العينة:
$8,73175 \cdot 10^{-6}$	110.5	117.64	119.875	الحمراء الشفافة
$1,625 \cdot 10^{-5}$	121.292	120.458	120.968	البرتقالية الشفافة
$6,6189 \cdot 10^{-4}$	119.182	162.36	136.959	الصفراء الشفافة

من خلال الحسابات التي قمنا بها للعينات الثلاث نجد:

- ✓ ان متوسط الأقطار البلورية للكوارتز في حدود 100 nm وهي في حدود الأبعاد النانوية .
- ✓ كل الطرق الحسابية التي استخدمناها في الحساب مكنتنا من معرفة الأقطار المتوسطة لبلورات الكوارتز .
- ✓ عامل التشوه موجب في كل عينة اي ان البلورة حدث لها تضخم اي زيادة في حجمها المتوسط.

رئلاصة العامة

الخلاصة العامة

في هذا العمل تمت الدراسة على عينات من كتبان الرمل لمنطقة ورقلة انطلاقا من مجموعة من الدراسات و التجارب. وذلك من خلال حساب الأقطار المتوسط لبليرات الكوارتز التي تتميز بها هذه المنطقة، فأخذنا ثلاثة عينات شفافة تم فرزها حسب اللون (العينة الحمراء الشفافة، العينة البرتقالية الشفافة، العينة الصفراء الشفافة).

و ذلك من خلال مخططات إنعراج الأشعة السنية لهذه العينات تمت دراستنا على حساب الاقطار المتوسطة لبليرات الكوارتز باستخدام ثلاث طرق (معادلة شيرر، المعادلة المعدلة لشيرر، معادلة وليامسون-هول) فكانت النتائج ما يلي:

➤ الاقطار المتوسطة لبليرات الكوارتز للعينة الحمراء الشفافة باستخدام معادلة شيرر فكانت 119.875nm و معادلة المعدلة لشيرر 117.64nm و معادلة وليامسون-هول 110.5nm و مقدار الانفعال المجهرى له هو $8,73175 \cdot 10^{-4}$

➤ الاقطار المتوسطة لبليرات الكوارتز للعينة البرتقالية الشفافة باستخدام معادلة شيرر فكانت 120.986nm و معادلة المعدلة لشيرر 120.458nm و معادلة وليامسون-هول 121.292nm و مقدار الانفعال المجهرى له هو $1,625 \cdot 10^{-5}$

➤ الاقطار المتوسطة لبليرات الكوارتز للعينة الصفراء الشفافة باستخدام معادلة شيرر فكانت 136.959nm و معادلة المعدلة لشيرر 162.36nm و معادلة وليامسون-هول 119.82nm و مقدار الانفعال المجهرى له هو $6.6189 \cdot 10^{-6}$

و يمكن ان نستفيد من هذه الدراسة من خلال دراسات اخر كحساب، التركيز البلوري لحبيبات الكوارتز أو معرفة خصائص حبيبات الرمل .

قائمة المراجع

- [1] <http://www.geologyofmesopotamia.com> (version 21 mars 2012)
- [2] Youcef Touil, Samir Taha, Rachid Issaadi, Abdelatif Amrane; ‘‘Pilot plant for wastewater treatment involving septic pit and biological filtration on sand of dunes of the Algerian Sahara’’; *Desalination and Water Treatment*, 10, pp 148-152(2009)
- [3] فيزياء الجوامد .د/سعد بن حميد اللحياني
- [4] الاشعة السينية وبعض تطبيقاتها تأليف .أ.د نصر الدين محمود- الهيئة العربية للطاقة الذرية تونس 2008
- [5] علم البلورات الاشعة السينية -دار الفكر العربي-94شارع عبد العقاد- مدينة النصر-القاهرة
- [6] Scherrer, Paul Hermann." Complete Dictionary of Scientific Biography. 2008. *Encyclopedia.com*. 24 Dec. 2015 <<http://www.encyclopedia.com>>
- [7] المواد البلورية خواص ومفاهيم -ما تكني 2011/1432
- [8] M.E. Fitzpatrick, A.T. Fry, P. Holdway, F.A. Kandil², J. Shackleton and L. Suominen,(2005), Determination of Residual Stresses by X-ray Diffraction – Issue 2, Queen's Scotland p14-48
- [9] Scherrer: *Bestimmung der Größe und der inneren Struktur von Kolloidteilchen mittels Röntgenstrahlen*. Göttinger Nachrichten, 1918, Vol. 2, S. 98.
- [10] Leroy Alexander and Harold p.klug,(1949), Determination of Crystallite Size with the X-Ray Spectrometer,Department of Research in Chemical Physics, Mellon Institute, Pittsburgh, Pennsylvania.
- [11] V. drits.J.Srodon and D.D.Eberl,(1997),xrd measurement of mean crystallite thickness of illite and illite/smectite:reappraisal of the kubler index and the scherrer equation , Vol.45.No 3.461-475
- [12] B.Weiner,(1992), in Particle Size Analysis, Royal Society of Chemistry, Cambridge , Stanley.
- [13] Ahmad Monshi, Mohammad Reza Foroughi, Mohammad Reza Monshi,(2012), Modified Scherrer Equation to Estimate More Accurately Nano- Crystallite Size Using XRD , Department of Materials Engineering, Najafabad branch, Islamic Azad University, Isfahan, Iran.

المختصر

تمت الدراسة في هذه المذكرة على عينات من كثبان الرمل في منطقة ورقلة، انطلاقاً من مجموعة من الدراسات و التجارب تم تجسيد بعض خصائص الرمل وذلك من خلال حساب الأقطار المتوسطة لبلورات الكوارتز التي تتميز بما هذه المنطقة، أخذنا ثلاثة عينات شفافة تم فرزها حسب اللون (العينة الحمراء الشفافة، العينة البرتقالية الشفافة، العينة الصفراء الشفافة).

و استخدمنا ثلاثة طرق للحساب، وهي: (معادلة شيرر، المعادلة المعدلة لشيرر، معادلة وليامسون-هول)، والقيمة المتوسطة للأقطار المتوسطة لبلورات الكوارتز هي:

- العينة الحمراء الشفافة: يقدر قطر المتوسط لبلورة الكوا تر فيها 116,005 nm.
- العينة البرتقالية الشفافة: يقدر قطر المتوسط لبلورة الكوا تر فيها 120,912nm.
- العينة الصفراء الشفافة: يقدر قطر المتوسط لبلورة الكوا تر فيها 139,713nm.

الكلمات المفتاحية : رمل ، كوارتز ، XRD ، القطر البلوري.

Abstract:

The study was conducted on samples of d une sand of Ouargla.

from a range of studies and tests effect ,we have characteresed son properties of due sand through mesurement of intermediate diamediator of crestals of quartz, that characterize this region , we took three transparent samples sorted by color (sample transparent red , transparent orange sample , the sample yellow transparent) .

we were used three ways to account, namely: (equation Shearer , the modified equation for Shearer , Williamson - Hall) , medium to intermideate diameters and value of the quartz crystals are equivalent :

- red transparent sample : Estimated average diameter of cerestal quartz is 116.005 nm.
- Orange transparent sample : Estimated average diameter of cerestal quartz is 120.912nm.
- yellow transparent sample : Estimated average diameter of cerestal quartz is 139.713nm.

Key words: sand , quartz , XRD , Diameter crystalline .