جامعة محمد خيضر بسكرة
كلية العلوم الدقيقة وعلوم الطبيعية و الحياة
قسم علوم المادة

مذكرة ماستر

علوم المادة
فيزياء
فيزياء المادة المكثفة

رقم : أدخل رقم تسلسل المذكرة

إعداد الطالب:
الجازية قطياني
راضية قطياني

يوم : 26/09/2020

دراسة البنية المجهرية للكاولنDD1 بطريقة وران افرباخ وويليامصون هول

لجنة المناقشة:

شوية فاتح	أ.مح ب	جامعة محمد خيضر بسكرة	رئيس
العاقل عبد الغاني	أ.مح ب	جامعة محمد خيضر بسكرة	مقرر
بوخميس بوديرة	أ.مح ب	جامعة محمد خيضر بسكرة	مناقش

السنة الجامعية : 2021/2020

الشكر و التقدير

إن الشكر و الحمد الله نحمده حمدا كثيرا طيبا مباركا فيه.

أتقدم بالشكرالجزيل الى كل من ساهم من قريب أو من بعيد في إنجاز هذه الرسالة، وأخص

بالذكر الأستاذ العاقل عبد الغاني على إشرافه و تتبعه المستمر طيلة إنجاز هذا البحث و كذا نصائحه

وإرشاداته القيمة وتشجيعه لنا طيلة مسيرة البحث ، كما أشكر فيه حبه للعمل المتفاني و إخلاصه .

- الى كل من علمني حرفا في هذه الدنيا الفانية.

- الى ابي الغالي.

- الى امي العزيزة الغالية والى اخواتي واخي الغالي

- الى جميع افراد الاسرة التربوية في الجزائر الحرة الابية .

- الى كل هؤلاء وهؤلاء اهدى هذا العمل المتواضع

ونسال الله ان يجعله نبراسا لكل طالب علم

الفهرس

مقدمةعامة.....1

الفصل الاول: انعراج الأشعة السينية في البلورات

I المقدمة.....4

I-1 قانون براغ.....4

I-2تحليل مخطط الانعراج في البلورات 5

I-2-1 البنية البلورية 6

I-2-2حساب بعد الحبيباتD.....7

I-3حساب السمك الاصلي للبلورة 8

I-4 حدود تصنيف علاقة شيرر Scherrer.....11

I-5 علاقات اخرى تستعمل في حساب بعد الحبيبات 11

I-6 برامج المحاكاة 13

I-7 الطرق المستعملة للحصول على الدالة الحقيقية 16

I-7-1 طريقة ستوكس 16

I-8 استعمال برامج :X'Pert HighScore.....18

I-8-1 كيفية استخدام :X'Pert HighScore.....18

الفصل الثاني:فهم الطرق المستعملة لدراسة البنية المجهرية

II مقدمة 20

II-1 طريقة واران لقياس العرض.....20

II-2تصحيح راشينجر لقياس عرض الخطوط لازدواج $\alpha 1\alpha 2$.....22

II-3قيم الدالة الحقيقية $\boldsymbol{f}\varepsilon - \boldsymbol{\xi}$لأهداب الانعراج (Convolution).....24

II-4تحليل فوريه لشكل الخطوط : Fourier Analysais of line profiles.....24

II-5طريقة جونزjones لقياس عرض الانعكاسات.....26

II-6التطبيقات العملية لقياس عرض الانعكاسات.....27
II-6-1 حجم البلورات الظاهري:Apparent crystal size.....27
II-6-2 العيوب التركيبية structural Faults.....28
II-7طريقة وارين –افرباخ:Warren –Averbach Method.....31
II-8النسيج الليفي :Fibre texture 32
II-9النسيج الشريحي :Sheet Texture 33
II-10مسقط ستيروجرافي stereographicprojection.....33
II-11 الشكل القطبي العكسي :Inverse Pole Figures 36
II-12قياس الاجهاد في المعادن :Stress measurement in metals 38
II-13مثال عن الجداء المختلط Convolution.....43

الفصل الثالث :مناقشة النتائج المتحصل عليها

III مقدمة.....45
III-1النتائج المتحصل عليها.....45
III-1-1مختلف الاطوار التي يتكون منها الكاولن DD1.....45
III-1-2مخطط انعراج الاشعة السينية.....46
III-1-3مخطط الانعراج لمسحوق الكوارتز.....47
III-1-4معالجة مخطط الانعراج.....48
III-1-5تحديد البنية البلورية.....49
III-1-6ايجاد الدالة الحقيقية.....50
III-1-7رسم مختلف الاهداب الحقيقية.....50
III-2مناقشة النتائج المتحصل عليها.....52
III-2-1تصحيح لورانتز.....52
III-2-2تمثيل مخطط ويليامسون هول.....53

III-2-3حساب البعد الحبيبي.....53
الخلاصة العامة.....60
المراجع.....62

مقدمة عامة

مقدمةعامة

تعتبر المواد الحرارية ذات أهمية كبيرة خصوصا في المجال الصناعي , فهي تمتاز بدرجات حرارة انصهار عالية , بالإضافة إلى ناقليتها الضعيفة للحرارة , مما يؤهلها للاستعمال كمواد مبطنة للأفران , ومرشحات للمياه ومن بين هذه المواد شائعة الاستعمال , أكسيد الألمنيوم (Al_2O_3) وأكسيد المغنيزيوم (MgO) وأكسيد الكروم (Cr_2O_3).

هناك ظواهر فيزيائية مهمة يجب أخذها بعين الاعتبار في دراسة طوائف الانعراج، بالفعل فإن ظاهرة التوسع في طيف أشعة الانعراج تستطيع أن تنتج شدة متغيرة لمختلف الأهداب (pics) للمادة المدروسةمما يؤدي إلى توزيع خاص في الشدة. شكل توزيع الشدة أو شكل هدب الانعراج هو يمثل عدة عوامل تميز البنية المجهرية وكذلك التحريف الناتج عن الجهاز.من ضمن العوامل الفيزيائية التي تؤثر على شكل هدب الانعراج نذكر البنية المجهرية (البعد ،الشكل الإجهاد ،العيوب الخطية، العيوب المستوية .....). هذه العوامل يمكن إيجادها انطلاقا من حساب الدالة الحقيقية (profil vrai) للعينة بواسطة عملية ديكونفوليسيو (la déconvolution).

الطريقة الأكثر استعمال في تحليل البنية المجهرية في حالة وجود الإجهاد والبعد معا هي طريقة وران أفرباك. وقد تم اختيار هذه الطريقة لكونها لا تعتمد على شكل الطيف (profil).

نظرا لأهمية الدور الذي تلعبه البنية المجهرية في تحديد الخصائص الفيزيائية والكيميائية أرتكز عملنا على دراسة الكاولن الموجودة شرق البلد وهو كاولن جبال دباغ. وبالخصوص البنية المجهرية للكاولينيت الموجودة داخل هذا النوع من الكاولن وذلك بتحليل شكل طوائف الانعراج. هذه الدراسة محققة في إطار التعاون مع المؤسسة الوطنية التي تستغل مناجم الكاولن (SOALCA).

الجدير بالذكر أن هذا النوع من الكاولن تم دراسته في حالته الطبيعية (دون تعريضه لمعالجة حرارية) .

في الفصل الأول لهذه الأطروحة إلى عموميات حول الأشعة السينية وطرق تحليل طيف الانعراج للأهداب وكذا الطرق المستعملة لحساب البعد و الاجهاد .

تعد طريقة واران أفرباخ أحسن الطرق المستعملة لحساب البعد و الاجهاد , حيث هذه الطريقة لا تعتمد على وضع فرضيات إلى أنها تشترط هدبين على الأقل من نفس العائلة لحساب الإجهاد ونسبة الخطأ في هذه الطريقة محصور بين 20 % و30% , وهذه الأخطاء ناتجة على طرق حساب

معاملات فوريه وطريقة راشينجر التي تستعمل لفصل طيف الأشعة السينية عن بعضهما البعض وكذا طرق المستعملة للحصول على الأهداب الحقيقية وحساب البعد والإجهاد في الفصل الثاني .

أما في الفصل الأخير فقد خصصناه لعرض النتائج المحصل عليها ومناقشتها .

الفصل الأول

انعراج الأشعة السينية في البلورات

Iمقدمة :

من المعلوم أنه لرؤية الأشياء المحيطة بنا بالعين المجردة نحتاج إلى الضوء المرئي، وإذا ما دعت الحاجة إلى التعرف إلى كيفية ترتيب الذرات في المادة ،أو الأيونات و الجزيئات في بلوراتها ،فذلك يحتاج إلى ضوء ذي طول موجي قصير للغاية ،عموما المادة في معظم حالاتها عبارة عن جسم متعدد البلورات مكونة من عدد كبير من البلورات الأحادية ،وهو عبارة عن تراص منتظم من الذرات، يمكن وصف هذا التراص بمجموعة من المستويات البلورية معرفة بمسافة بينية تدعى بالمسافات بين المستويات الشبكيةd_{hkl}حيث(hkl)قرائنميلر تقاس هذه المسافة عن طريق انعراج الأشعة السينية بواسطة قانون براغ [1 ، 2] .

1-I قانون براغ :

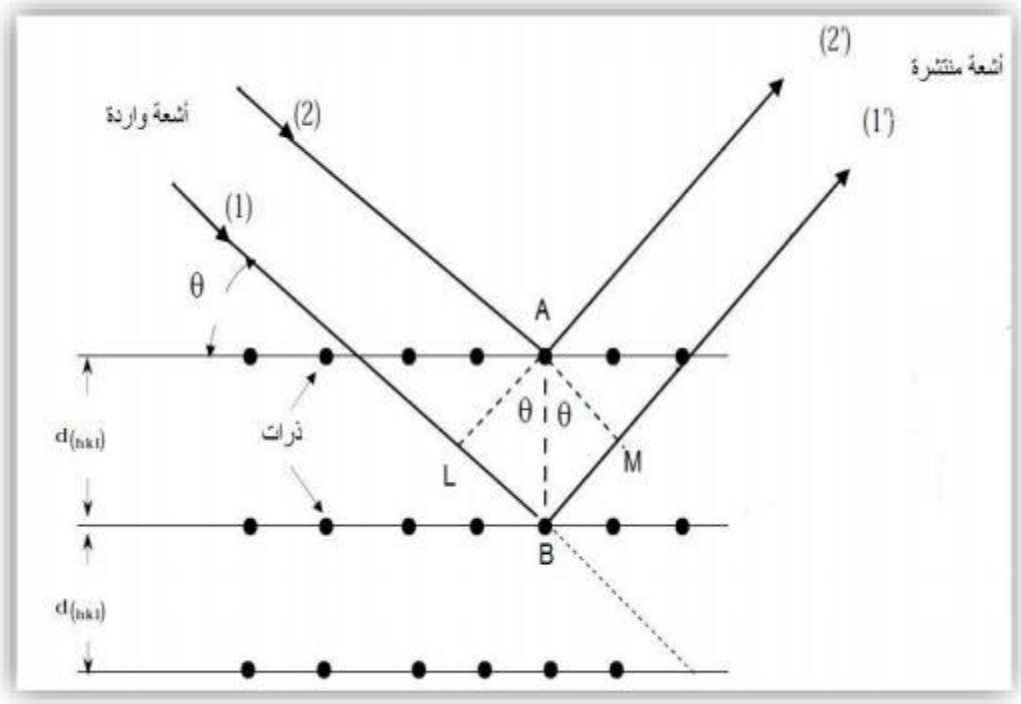
تمكن العالم وليام لورانس براغ في عام 1913م من وضع الشروط الهندسية لحيود حزمة ذات طول موجي وحيد من الأشعة السينية، ولقد اعتمد براغ في صياغة قانونه هذا على أن موجات الأشعة السينية التي تسقط على سطح بلورة ما تنعكس من المستويات الذرية المتوازية انعكاسا منتظما ويحدث الحيود من المستويات المتوازية فقط عندما تتداخل الحزمات المنعكسة تداخلا بناء(حسب قانون الانعكاس في المرايا) انظر الشكل (I-1)رسم تخطيطي لانعراج الأشعة السينية وإذا كانت المسافة الموضحة بين المستويات المتوازية هي d فان فرق المسار بين حزمات الأشعة المنعكسة $d \sin\theta$ من السطح الأعلى والسطح المجاور هو $(2d \sin\theta)$حيث ان θ هي زاوية السقوط المحصورة بين الحزمة الساقطة والعمود المقام عند نقطة الانعكاس ،ويحدث التداخل البناء للحزمات المنعكسة عندما يكون فرق المسار مساويا لعدد صحيح من أطوال الموجة للأشعة الساقطة لذلك يتحقق شروط الحيود إذا كان [3]:

$$2d\sin\theta_{B=} n\lambda \qquad (1-\mathrm{I})$$

حيث أن (n) رتبة الحيود و (n=1,2,3….) وهذه العلاقة تمثل قانون براغ ويتضح منها أن الانعكاس من المستويات المتوازية التي تبتعد عن بعضها بمقدار d لا يتم إلا لمقادير معينة من الزاويθ_B(زاوية براغ)،ويشترط أن يكون الطول الموجي مساويا أو أقل من ضعف هذه المسافة بين المستويات المتوازية أي أن ($\lambda \leq 2d$)وأن كانت الرتبة هي الأولى n=1تكون قيمة زاوية براغ هي[4] :

$$\theta_B=\arcsin(\lambda/2d) \qquad (2-\mathrm{I})$$

إن قانون براغ لا يعطي تفسيرا لحدوث الحيود بانعكاس الموجات من سطح البلورة ومن الواضح أن الحيود يحدث نتيجة تغير الطور في الشبكة البلورية كما أن القاعدة الأساسية للبلورة التي تتكون من ذرات هي المسؤولة عن تحديد شدة الحزمة المنعكسة من المستويات البلورية المتوازية فكلما كانت المستويات البلورية كثيفة (غنية بالذرات) كلما كانت شدة الحزمة المنعكسة عاليةليحدث الحيود لابد أن يكون التصادم المرن بين الفوتونات للأشعة وذرات البلورة هو الذي يؤدي إلى استطارة وعكس الحزمة الإشعاعية الواردة، وحزمة الأشعة السينية الواردة تستطيع ان تتوغل إلى مستويات بلورية أعمق.



شكل (I-1): رسم تخطيطي لانعراج الأشعة السينية .

I-2) تحليل مخطط الانعراج في البلورات

إن تحليل مخطط(طيف) انعراج الأشعة السينية للبلورات المتحصل عليه من جهاز DRX نستطيع من خلاله التعرف على مجموعة كبيرة من المعلومات حول المادة المدروسة،من أهم هذه المعلومات المحصل عليها للمادة المدروسة،نجد ما يلي :

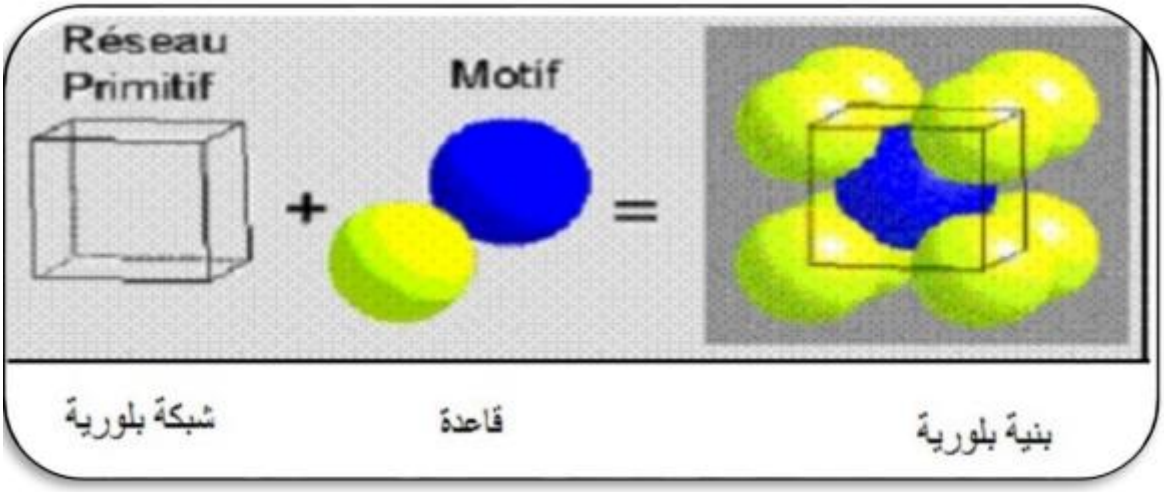
I-2 -1) البنية البلورية :

طيف الانعراج هو دالة لتغير شدة انعراج الأشعة السينية بدلالة الزاوية θ لطيفالتركيب البلوري، من خلال دراسة وتحليل هذا الطيف يمكن الحصول على عدة خصائص متعلقة بالبلورة من أهمها :

بنية الشبكة البلورية : تكمن في التعرف على ثوابت الشبكة a ،b، c و α،β،γ للخلية الأساسية للبلورة ومعرفة معاملات ملير للمستويات الانعراج (hkl) هذه المعلومات يمكن الحصول عليها أو معرفة (تحديد) قيم 2θ لزوايا الانعراج (hkl) المسببة لهذه القيم ، وذلك باستعمال طرق فيزيائيةأو برامج محاكاة (Digvol) الذي سوف نتطرق إليه لاحقا في هذا الفصل.

تموضع الذرات في الخلية الاساسية : يمكن معرفة تموضع الذرات من خلال دراسة الكثافة الإلكترونية باستعمال برامج محاكاة Wien2k اوCastep او(TREOR(Indexationوخاصة عند البلورات ذات المركبات المتعددة الذرات هذه الكثافة تترجم من خلال شكل القمة وشدة الاشعة المنعرجة .

ومن خلال كذلك دمج النتائج (تحديد الشبكة +تحديد تموضع الذرات (القاعدة))يمكننا معرفة البنية البلورية.



الشكل (I-2):تركيب البنية البلورية .

دراسة البنية المجهرية :إضافة إلى معرفة البنية البلورية ومواقع الذرات يمكن تحديد خواص أخرى للبلورات من خلال انعراج الأشعة السينية مثل حجم الحبيباتوالتشوه (الانفعال) و الإجهاد في

العينة،وذلك باستعمال طرق مثل طريقة واران أفرباخ وطريقة وليامسون هول وطريقة جيبس وكذلك علاقة شيرر المعدلة.

تحديد مختلف الاطوار : يتم تحديد مختلف الاطوارمن خلال مخطط الانعراج بالرجوع إلى ملفات STM المعتمدة علمياأو التحليل الحراري التفاضلي DSC عند تسخين المسحوق يؤدي الى احتراق المواد العضوية وخروج الماء الداخل في التركيب وتفكك بعض المركبات الكربونية وبالتالي يمكن تتبع تأثير درجة الحرارة وهذا ما يعرف بالتحليل الحراري الكتلي TAG.

باستخدام قانون براغ السابق ،ومن خلال المسافة العمودية بين المستويات الذرية المتوازنة داخل بلورة نظام مكعب نجد أن:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2+k^2+1^2}{a^2} \quad (3\text{-I})$$

أي أن :

$$a=[d^2(h^2+k^2+1^2)]^{1/2} \qquad (4\text{-I})$$

وهي المعادلة التي تستخدم لحساب قيمة ثابت الشبكة (a)من نتائج (DRX)حيث (d)هي قيم المسافة بين المستويات المتوازنة في نموذج (DRX)،(hkl) معاملات ميلر المناظرة لكل مستوى في هذا النموذج .

2-2-I) حساب بعد الحبيبات D_f:

وذلك باستخدام معادلة ديباي شررDebye-Sherrer Equation [5] :

$$D_f=\frac{c\lambda}{\beta \cos\theta_B} \text{ (A°)} \qquad (5\text{-I})$$

حيث (D_f)هو بعد الحبيبات ويقاس بوحدة الانغشتروم (A°).

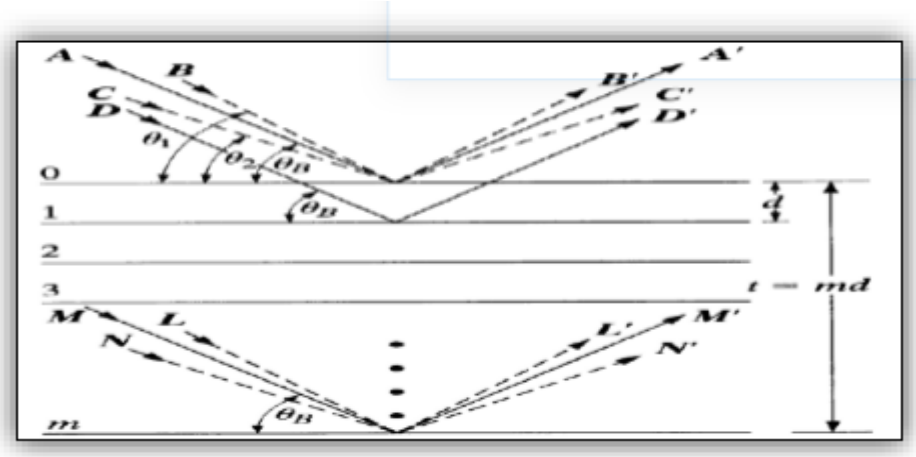
(β)هي عرض المستويات المختلفة التي يتم قياسها عند سعة المنتصف من اقصى شدة وجدت للطور وتوصف الراديان ويتم حساب β باستعمال عدة برامج مثل برنامج Winfit او برنامج Fullprof كما توجد عدة برامج اخرى للحساب.

(λ) هي الطول الموجي للأشعة السينية المستخدمة في التحليل وتساوي (1.5418 A°)

(θ) هي زاوية سقوط الأشعة السينية (زاوية براغ).

(C) هو الثابت شرر و يعرف بعامل الشكل وهو مقدار ثابت يعتمد على شكل الحبيبات و الذي له قيممحصورة بين (0.38و1.39) .أو يعتمد على النظام البلوري ويؤخذ عادة حسب شكل الخط، ويتغيرمقداره ما بين 0.62 الى 2.08 ،بالنسبة لنظام التكعيبي 0.94، و النظام غير التكعيبي 0.89 ،و يؤخذ القيمة 1إذا كان شكل الحبيبة كروي.

I-3) حساب السمك الاصلي للبلورة :



الشكل(I -3):رسم تخطيطي لأشعة ساقطة على سمك tمن البلورة.

إن ابسط طريقة للحصول على سمك الأصلي للبلورة هي استخلاصها من علاقة براغ ،ولنفترض لدينا بلورة سمكها t ولديها (m+1) مستويا [6].

الأشعة الواردة الى الموضع من A وD الى غاية الموضع Mالشكل (I -3) تصنع الزاوية θ_B وهي ساقطة على مستويات شبكية بلورية بزاوية براغ ،أما الأشعة الواردة إلى الموضع Bإلى غاية الموضع L تصنع الزاوية θ_1 ،والأشعة الورود الى الموضعC إلى غاية الموضع Nتصنع الزاويةθ_2،وهي اشعة سينية ساقطة على مستويات شبكية بلورية بزاوية تختلف قليلا عن زاوية براغ.

لتكن الزاوية θ_B،عند الزاوية $\theta_1 > \theta > \theta_2$الشدة تختلف عن الصفر لدينا حسب قانون براغ :

$$2t\sin\theta_1 = (m+1) \qquad (6\text{-I})$$

$$2t\sin\theta_2 = (m-1)\lambda \qquad (7\text{-I})$$

بطرح المعادلتين(I-6)و (I-7)نجد :

$$t(\sin\theta_1 - \sin\theta_2) = \lambda \qquad (8\text{-I})$$

بحيث :

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

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

ومن أجل الزوايا الصغيرة

$\sin\left(\frac{è_1-\theta_2}{2}\right)=\left(\frac{\theta_1-\theta_2}{2}\right)$

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

نحصل على:

$$t = \frac{\lambda}{B\cos\theta_B} \qquad (9\text{-I})$$

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

$\left(\frac{\theta_1+\theta_2}{2}\right)$ هو : θ_B

t : السمك الاصلي للبلورة.

ا) الطول الموجي للأشعة السينية λ:

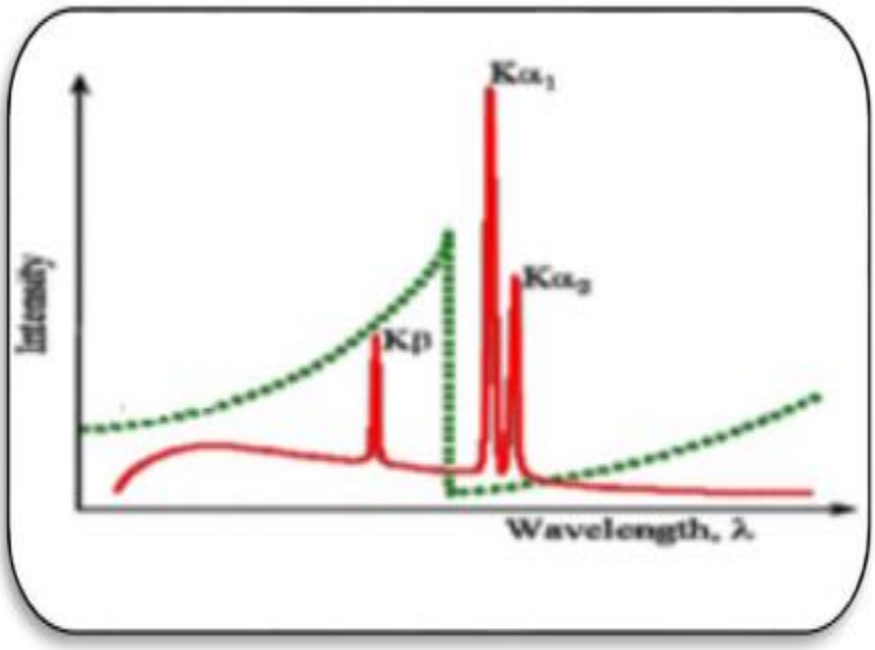
الجدول (I -1): قيم الأطوال الموجية للأشعة السينية الأكثر استعمالا في علم البلورات .

العنصر	العدد الذري z	$\lambda(k_{\alpha1})$(A°)	$\lambda(k_{\alpha2})$ (A°)	λ (K_β) (A°)
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

λ: هو الطول الموجي للأشعة السينية المميزة ،وتأخذ عادة قيما محدودة وثابتة حسب مادة الهدف ،وذلك بتوليد تيار كهربائي وتسليط فرق في الجهد (حسب عمل جهاز توليد الاشعة السينية) [7].

الجدول التالي يمثل بعض الأطوال الموجية الأكثر استخداما في علم البلورات.

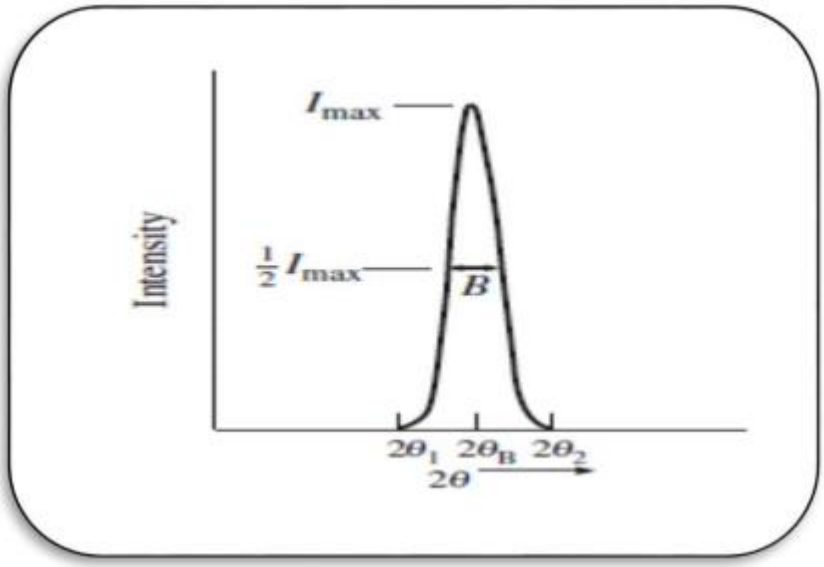
عند استعمال النحاس كهدف فإن الإشعاع الأكثر شدة هو الاشعاع$k_{\alpha 1}$عادة نستعمل اشعاعا أحادي اللون لكن نلاحظ وجود خطوط كما في الشكل (I-4)،هما الخطين الاعظم شدة(K_{α})،والخط الاقل شدة(K_{β})هذا الاخير أثر على طريقة الحساب في أهداب الانعراج ، لذا وجب استثناؤه ويمكن القيام بذلك بكل بساطة حيث يوضع مرشح (عادة يستعمل الزركونيوم) عند حافة الامتصاص بين الموجات ($k_{\alpha 1}$) و($k_{\alpha 2}$)حيث يمتص (K_{β})و يمرر الخطين ($k_{\alpha 1}$) و($k_{\alpha 2}$) [8].ولكن يبقى هنا مشكل فصل الخطين ($k_{\alpha 1}$) و($k_{\alpha 2}$)،حيث يتم عزل الخط ($k_{\alpha 1}$)عن الخط ($k_{\alpha 2}$)ويبقى خط وحيد($k_{\alpha 1}$)، وذلك باستعمال طريقة راشينجر وهذا العزل يعطي لنا نتائج حساب دقيقة.



الشكل (I-4): رسم تخطيطي للطول الموجي لمعدن النحاس[8].

ب) عرض طيف الانعراج(FWHM)عند نصف الارتفاع:

هو العرض الكامل عند نصف الحد الاقصى من ذروته أو ما يعرف full-widthathalf-maximum) و يرمز له بالرمز FWHM،وهو الفرق $\Delta(2\theta) = 2\theta_2 - 2\theta_1$و$\theta_2\theta_1$ حيث هي الزوايا التي تكون فيها الشدة العظمى نصف قيمتها ،فهو العرض المشاهد لخط الانعراج [9].



الشكل (I-5) :العرض عند منتصف القمة الاعظمية (FWHM).

I-4) حدود تصنيف علاقة شيرر Scherrer:

يمكن من خلال لمحات عن عرض خط الانعراج توفير عدة معلومات عن الابعاد كشكل البلورة ،في مجال من (5-100) nm أي الابعاد النانوية البلورية ، من خلال هذه الدراسة العكسية يمكن استخراج المعلومات المجهرية ،وعندما يكون ابعاد البلورة في حدود 100nm عرض خط الانعراج يمكن قياسه ويكون صغيرا وفقا للعلاقة شيرر ، وهذا بغض النظر عن مقدار التشوه في البلورة [10].

I -5) علاقات اخرى تستعمل في حساب بعد الحبيبات:

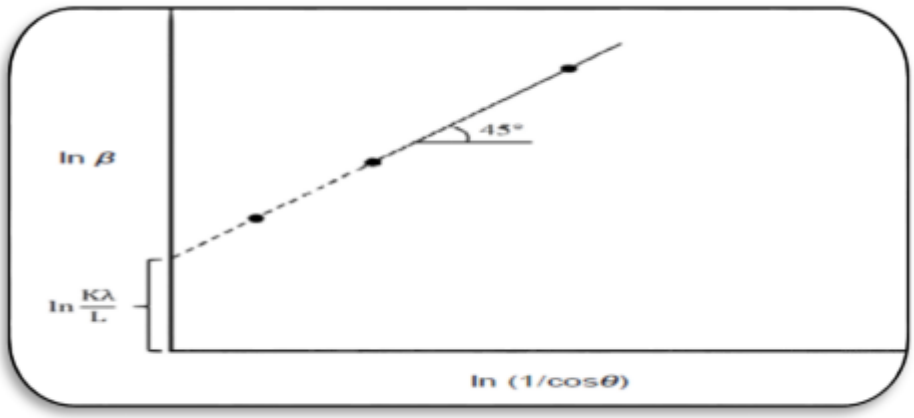
أ) معادلة شيرر المعدلة :

يتم حساب الابعاد المتوسطة للحبيبات وذلك بإدخال الدالة اللوغاريتمية على معادلة شيرر فنحصل على :

$$\ln(B) = \ln\left(\frac{1}{\cos\theta}\right) + \ln\left(\frac{K\lambda}{L}\right) \qquad (10\text{-I})$$

تمت رسم 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 ((I- 6) عندما تأخذ القيمة $\ln\left(\frac{1}{\cos\theta}\right)$ الصفر تكون$\ln(B)$ مساوية $\ln\left(\frac{K\lambda}{L}\right)$بحيث يكون :

$$B=e^{\ln\left(\frac{K\lambda}{L}\right)}=\frac{K\lambda}{L} \quad (11\text{-I})$$



الشكل (I- 6): معادلة شرر المعدلة،حيث رسم البيان $\ln(B)$ بدلالة $\ln\left(\frac{1}{\cos\theta}\right)$.

ب) معادلة ويليامسون-هول Williamson-Hall:

يمكننا كذلك حساب الحجم الحبيبي باستعمال معادلة وليامسون-هول (Williamson-Hall)، التي تأخذ بالحسبان الانفعال المجهري (Micro strain) للشبكة البلورية[11] :

$$\beta\cos\theta = \frac{K\lambda}{L} + L_{W+H} + [4\varepsilon\sin\theta] \qquad (12\text{-I})$$

اذ ان ε:الانفعال المجهري (microstrain) للحبيبات .

L_{W+H}: الحجم الحبيبي (nm).

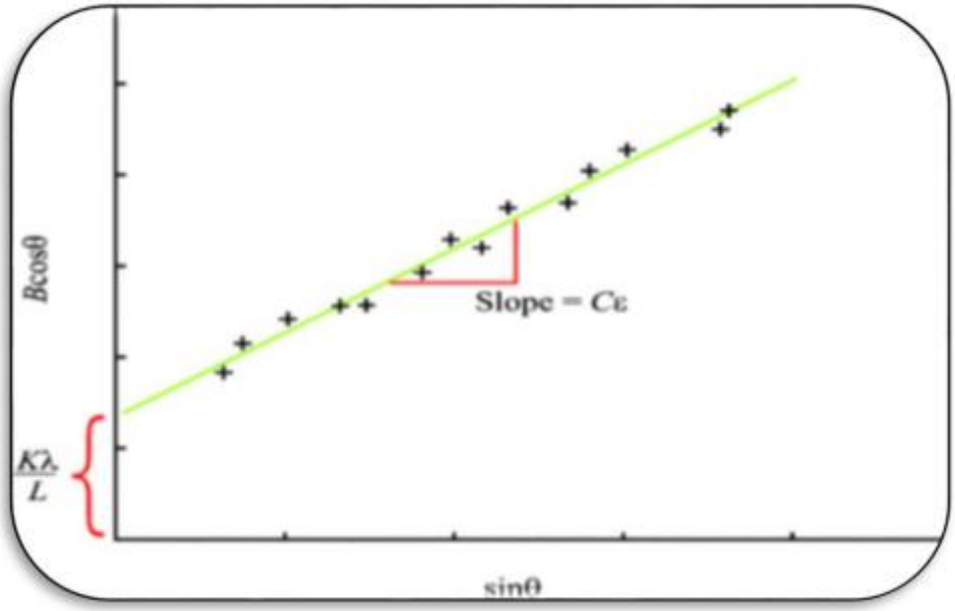
β: اقصى عرض عند منتصف القمة (rad).

θ:زاوية سقوط الاشعة السينية (deg).

K:ثابت يساوي تقريبا يأخذ القيمة بين0.83 و1.39 في الحالة التي يكون فيها الشكل الحبيبي كروي يأخذ الثابت K القيمة 1

وقد يتم إيجاد معدل حجم الحبيبات بالرسم البيانيين ($\sin\theta$)على محور الفواصل (X)و $\cos\theta\beta$ على محور التراتيب (Y) بحيث يمكن استخراج قيمة Lحجم الحبيبات من خلال التقاطع مع محور الفواصل والذي يمثل Kλ/L.

من خلال مقارنة المعادلتين نلاحظ أن معدل حجم الحبيبات باستخدام معادلة W-H هو أكبر من معدل حجم الحبيبات باستخدام معادلة ديباي شيرر ،حيث أخذت معادلة W-H بعين الاعتبارتأثير الانفعال المجهري للحبيبات ، حيث يعزى السبب في عرض القمم إلى حجم الحبيبات و الانفعال الداخلي في آن واحد . الذي يكون صغيرا عند استخدام المساحيق[12].



الشكل (I -7):رسم البيان $B\cos\theta$ بدلالة $\sin\theta$.

I -6 برامج المحاكاة

برنامجDigvol :

هو برنامج يتم من خلاله تحديد النظام البلوري ومعاملات البلورة و الزوايا وهو برنامج يحـدد قـرائن الخليـةhkl [14.13].وهو يعتمد على ملف in و يعطي لنا ملف out

تم إدخـال طريقـة التقسـيمات للتقـرين تلقائيـا لـنمط الحيـود سـنة 1972 من طرف العالم لـووير Louer ،حيث يعطي النتـائج في حالـة طـور واحـد ولقد ارتكز عملنا هذا على دراسة طور واحد (الكاولينيت)وبالنسبةلزوايـا الانعـراج يتم اخذ خمسة زوايا على الاقل

في بداية تم التعامل مع النظام البلوري الأحادي الميل (Monoclinic) في برنامج**Dicvol** من طرف فرغاس (Vargas)لوويرLouer عام 1982 حيث استخدم هذا الإصدار الأخير لتقسيم حجم الخلية الأساسية و البحث عن حلول أكثر في حجم اصغر للخلية الأساسية و كذلك البحث عن كثافة الشبكة المستعملة إذا كانت معروفة ويجب أن يكون الحل عبارة عن عدد صحيح.

يعاني البرنامج أحيانا من البطء في الحصول على النتائج ، حيث قد تكون فترة الحساب التي يستغرقها تصل إلى ساعات و هذا السبب لم يتم التعرف عليه و مع ذلك تم العثور على المبالغة في التقدير للتكامل حتى عدة أيام.

في1991عمل علي بولطيفBoultif استاذ التعليم العالي بجامعة الإخوة منتوري بقسنطينة الجزائرو العالم لوويرالمشرف على مذكرة بولطيف حيث تم حل هذه المشكلة في تقدير التكامل $[Q^{-}.Q^{+}]$ وتطبيق

التقسيمات المتتالية في التناظر ثلاثي الميلtriclinic[15 ،16،17]

في برنامجDICVOL, تكون متغيرات الدالة f لخلية الشبكة هي a ,b ,c , **α, β, γ**

بحيث في الحالة العامة تكون:

$$Q = f(a, b, c, \alpha, \beta, \gamma) \qquad (13 - I)$$

ويتم تحديد المنطقة الابتدائية للانقسام بمايلي :

$$D = [a^{+}\, a^{-}]\,[b^{+}\, b^{-}][c^{+}\, c^{-}][\,\alpha^{+}\alpha^{-}][\,\beta^{+}\beta^{-}][\,\gamma^{+}\gamma^{-}] \qquad (14\text{-}I)$$

وهذه العبارة تكشف لنا الفضاء كاملا وذلك بزيادة أعداد صحيحة للتكاملات التالية :

$$[a- = a_0 + n_a P, \qquad a+ = a^{-}+]$$

$$[- = b_0 +, b+ = b^{-} + P]$$

$$[c- = c_0 + n_c P, \;\; c+ = c^{-}+]$$

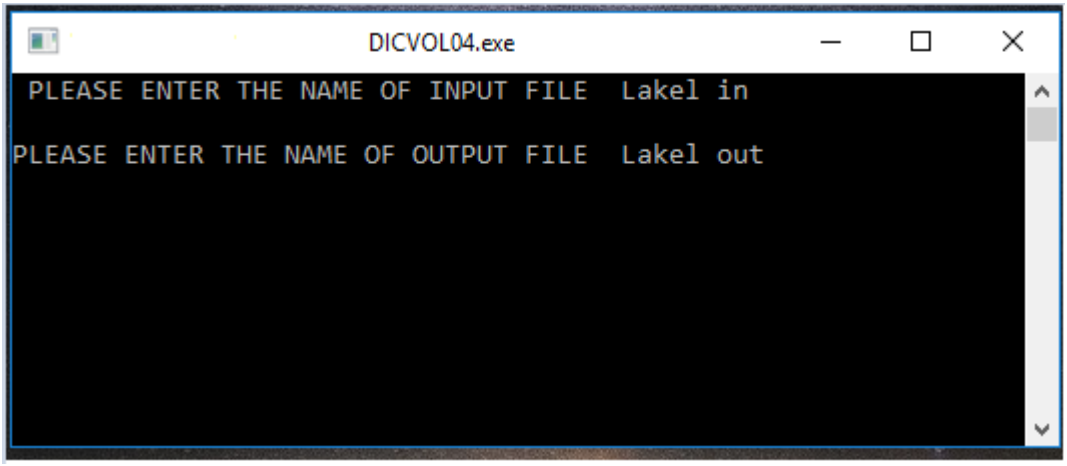
$$[- = \alpha_0 + n_a \theta, \qquad \alpha+ = \alpha^{-} + \theta]$$

$$[\beta- = \beta_0 + n_\beta \theta, + = \beta^{-} + \theta]$$

$$[\gamma- = \gamma_0 + n_\gamma \theta, + = \gamma^{-} + \theta]$$

حيثPهي الخطوة للمتغيرات الخطيةa,b,c.

θالزاوية لمتغيرات الزواياα،βوγ.



شكل (I-8) واجهة برنامجDICVOL

ب. برنامج TREOR:

يعد هذا البرنامج إحدى البرامج التي تسهل التقرين Indexation لأنماط المساحيق على أساس طريقة التجربة والخطأ بحيث وصفت واكتشفت من طرف Warne في سنة 1964 و أول نسخة ظهرت لهذا البرنامج في TREOR 1974 بحث كتبت على برنامج الفورتران بحيث TREOR يبحث عن الحلول للتقرين في الفضاء وذلك بتغيير قرائن ميلر و ترتيبها حسب تشرليShirley ، يعتمد البرنامج إلى حد بعيد على طرق التجربة والخطأ في الرسم حيث أن نسبة النجاح لهذا البرنامج جيدة حيث تصل إلى90 بالمائة وباعتبار التناظرات العالية من النظام المكعبي فما فوق.

هذا البرنامج فكرته بدأت بالتناظر المكعبي وبطريقة تدريجية مختبرة للتناظرات المنخفضة وذلك بسبب زيادة احتمال نجاحها [18].

ج. برنامج ITO:

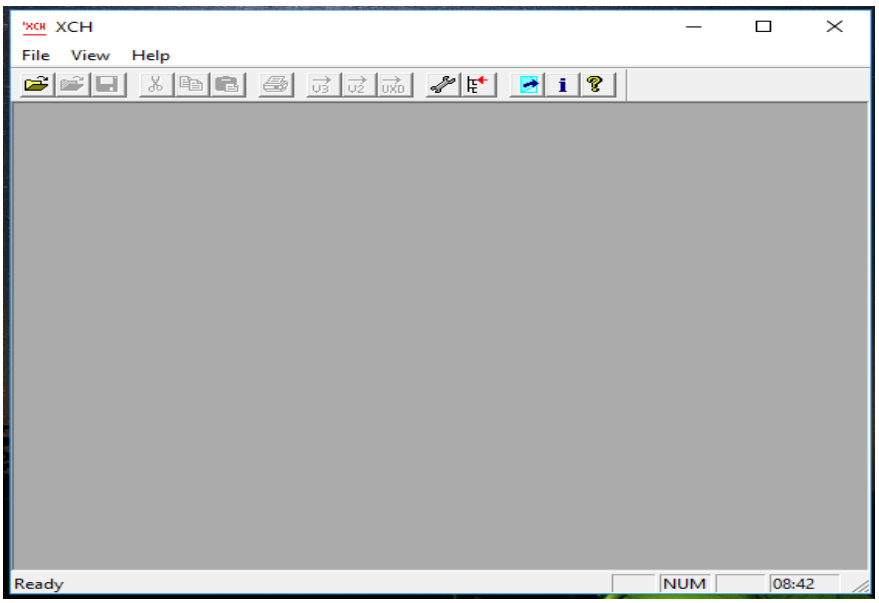
طريقةITOوضعها كذلك وولف فيسر VisserWolfسنة 1958 حيث يعطي نتائج جيدة ولكن في رتب تناظر عليا ويتطلب الدقة في القياس [19].

حيث يعتبر أن اصغر القيم لhkl

$c*^2=(111)Q$ ،$b*^2=(111)Q$ ،$a*^2=(111)Q$

د- برنامج XCH :

يستعمل هذا البرنامج لتحويل الملف RAW المتحصل عليه من جهاز الانعراج الى ملف XCH وذلك لأخذ قسم الشدة وزاوية الانعراج قصد ادخال هذه المعطيات الى برنامج ستوكس للحصول على الدالة الحقيقية ومعاملات فوريه .



شكل (I-11) واجهة برنامجXCH

I -7 الطرق المستعملة للحصول على الدالة الحقيقية:

من بين الطرق المستعملة للحصول على الدالة الحقيقية profil vrai f(x) طريقة (Louër. Weigel). (Louboutin). (Voigt). (Williamson et Hall). (Ergun). (Stokes). ..... ، وفي هذا العمل استعملنا طريقة ستوكس (Stokes)

I -7-1 طريقة ستوكس:

طريقة ستوكس تعتمد على تحويلات فوريه ،تحويلات فوريه مبنية على الجداء المختلط لهذين الدالتين ،حيث جداء هذين الدالتين هو جداء معامل فوريه لكل دالة حيث الدالة f(x)و الدالة h(x) محصورة في المجال [-a /2, a/2]تنعدم الدالتين خارج هذا المجال a يمثل حدود تكامل الدالة h(x)

$$h(x) = \int_{-a/2}^{+a/2} f(y)g(x-y)\,dy$$

الدوال الثلاثة تكتب على شكل سلاسل فوريه على الشكل التالي:

$$f(x) = \sum_{n=-\infty}^{n=+\infty} F(n)\exp(-2\pi\, i\, n\frac{x}{a});$$

$$g(x) = \sum_{n=-\infty}^{n=+\infty} G(n)\exp(-2\pi\, i\, n\frac{x}{a});$$

$$h(x) = \sum_{n=-\infty}^{n=+\infty} H(n)\exp(-2\pi\, i\, n\frac{x}{a}).$$

شرط معاملات *F(n), G(n)* و *H(n)* تكتب على الشكل:

$$F(n)=\frac{1}{a}\int_{-a/2}^{+a/2} f\ (x)\exp(2\pi in\frac{x}{a})dx\,;$$

$$G(n)=\frac{1}{a}\int_{-a/2}^{+a/2} g(x)\exp(2\pi in\frac{x}{a})dx\,;$$

$$H(n)=\frac{1}{a}\int_{-a/2}^{+a/2} h(x)\exp(2\pi in\frac{x}{a})dx\,.$$

تعطي المعادلة عبارة الدالة *f(x)* و *g(x)*

من هذين الدالتين التجريبيتين **h(x)** و **g(x)** نتحصل على المعاملات **F(n)** انطلاقا من الدالة الحقيقية، المعامل **F(n)** يأخذ دائما قيم حقيقية وقيم خيالية ويكتب على الشكل:

$$F(n) = Fr(n) + iFi(n)$$

$$G(n) = Gr(n) + i\ Gi(n)$$

$$H(n) = Hr(n) + iHi(n)$$

يعطى معامل الجزء الحقيقي والخيالي بالعبارتين:

$$Fr(n)=\frac{1}{a}\frac{Hr(n)Gr(n)+Hi(n)Gi(n)}{G_r^2(n)+G_i^2(n)}$$

$$Fi(n)=\frac{1}{a}\frac{Hi(n)Gr(n)-Hr(n)Gi(n)}{G_r^2(n)+G_i^2(n)}$$

مع:

$$G(n)=Gr(n)+Gi(n)=\frac{1}{a}\left(\int_{-a/2}^{+a/2} g(x)\cos(2\pi n\frac{x}{a})\,dx+i\int_{-a/2}^{+a/2} g(x)\sin(2\pi n\frac{x}{a})\,dx\right)$$

هو نفسه بالنسبة *H(n)* (*g(x)* يتم استبداله ب *h(x)*.) وبالتالي يتم حساب *Fr(n)* و *Fi(n)* من

معاملات فوريه $Gr(n), Gi(nHr(n)$ و $Hi(n)$ التي يمكن حسابهما وفقا لمعايير البيانات التجريبية يمكن ايجاد قيمة الدالة الحقيقية باستخدام المعادلة

$$f(x)=\sum_{n=-\infty}^{n=+\infty}\left\{Fr(n)\cos(2\pi\,\mathrm{n}\frac{\mathrm{x}}{\mathrm{a}})+Fi(n)\sin(2\pi\,\mathrm{n}\frac{\mathrm{x}}{\mathrm{a}})\right\}.$$

I -8 استعمال برنامج:X'Pert HighScore

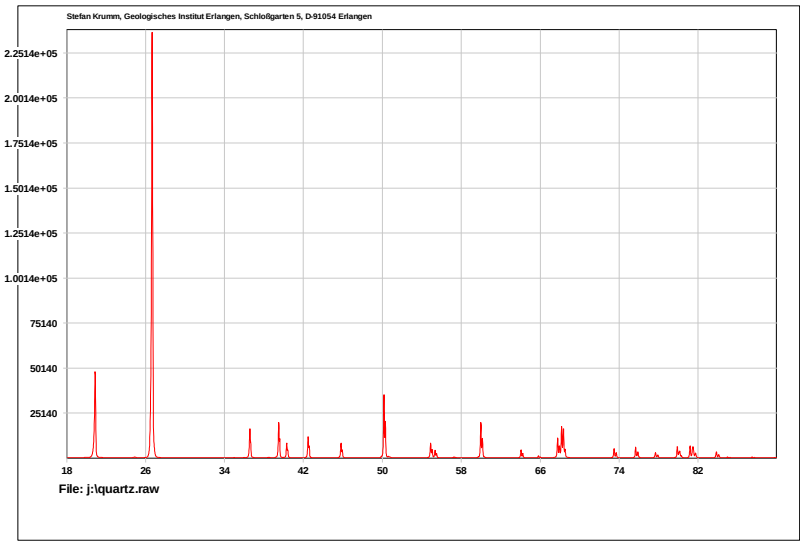
يعتبر برنامج X'Pert HighScore واحد من البرامج الحاسوبية التي تعالج بيانات حيود الأشعة السينيةوباحتوائه لقاعدة بيانات متنوعة يمكننا الحصول على معلومات عديدة عن مختلف التراكيب البلورية. بإمكان برنامج X'Pert HighScoreالمطابقة بين المعلومات المقدمة له من مخطط حيود الأشعة السينية للعينة المدروسة وتلك التي عنده من قواعدالبيانات معطيا التركيب البلوري المطلوب[20].

I -8-1 كيفية استخدام:X'Pert HighScore

لمعالجةمخطط انعراج الأشعة السينية باستعمال هذا البرنامج عبر مجموعة من الخطوات وهي بالتدريج كما يلي:

فتح الملف المتحصل عليه من جهاز الانعراج:

-يتم قراءة طيف مخطط الانعراجبصيغة الملف (RAW. xrdml) مباشرة كما هو موضح في الشكل التالي:



الشكل (I -11): طيفانعراج الأشعة السينية لمسحوق الكوارتز.

الفصل الثانى

فهم الطرق المستعملة لدراسة البنية المجهرية

II مقدمة

لدراسة البنية المجهرية (البعد ، الاجهاد) توجد العديد من الطرق (طريقة ويليامسون هول ، وطريقة واران افرباخ ، وعلاقة شرر.....)، ولقد تطرقنا إلى علاقة شرر بالتفصيل في الفصل الاول إلى أنها تكون صالحة إلا في الحالة التي تكون فيها العينة غير متأثرة بالإجهاد إلى أن اغلب الطرق تعتمد على وضع فرضيات للحساب شكل الهدب (كوشي ، غوص.....) ولكن الطريقة الافضل للحساب في حالة وجود البعد و الاجهاد معا هي طريقة واران افرباخ لأنها لا تعتمد على وضع فرضيات إلى أنها تشترط وجود هدبين على الاقل من نفس العائلة ونسبة الخطأ فيها صغيرة جدا ناتجة عن حساب معاملات فوريه ولهذا السبب سوف نعتمد في الحساب على طريقة واران افرباخ للحصول على نتائج جيدة كما اننا سوف نعتمد على طريقة ويليامسون هول لأنها الطريقة الوحيدة التي نستطيع من خلالها التعرف على ان العينة متأثرة بالبعد و الاجهاد وكما انها تسمح لنا بالحصول على قيمة البعد والاجهاد كما اننا سوف نستعمل علاقة شير ر في الحالة التي تكون فيها العينة غير متأثرة بالإجهاد . فأي من هذه الطرق سوف نتحصل من خلالها على نتائج حساب دقيقة ؟

II -1 طريقة واران لقياس العرض:

يجب الأخذ في الاعتبار انه حتى في حالة البلورات الكبيرة المثالية (perfect) تكون الانعكاسات ذات عرض محدد وهذا يرجع لعدة اسباب هي :

1- تفرق او تباعد الاشعة الساقطة (divergence) .

2- ابعاد العينة .

3- العرض الطبيعي لأشعة x (اكس) نفسها .

وتوجد صعوبات نظرية لأخذ في الاعتبار هذه العوامل

وفي سنة 1941 م اقترح وارين Warren ان مربع الاجزاء من عرض الخطوط يمكن جمعها على بعضها، فاذا كان B هو العرض الكلي لخط الحيود، b هو عرض نتيجة الظروف العملية المذكورة سابقة فيكون βهو العرض نتيجة صغر حجم البلورات حيث يعطى بالمعادلة :

$$\beta^2=B^2-b^2 \qquad (1\text{-II})$$

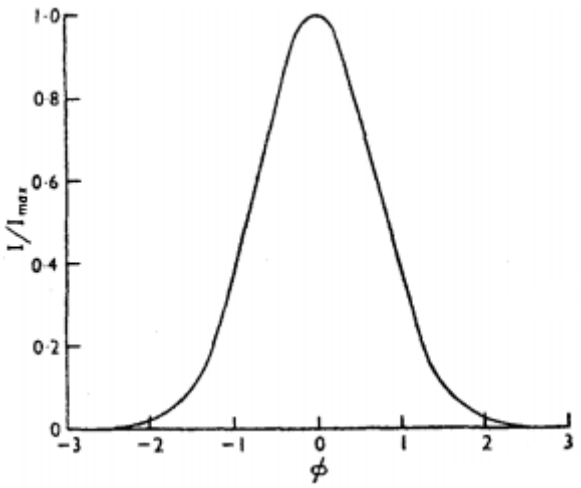
وإثبات هذه العلاقة يعتمد على فرضية ان توزيع الشدة على خط الانعكاس له الشكل :

$$I=I_{max}\exp(-\alpha\varphi^2) \qquad (2\text{-II})$$

ويسمى منحنى الخطأ (errer curve) حيث I هي شدة الاشعة المقاسة عند زاوية انحراف φ من القيمة الحقيقية للكمياتθ،α هي كمية ثابتة وهذه الدالة الموضحة بشكل (II -2) اختيرت لأن لها القيمة العظمى عند φ=O وتقل إلى الصفر كلما ازدادت قيمة φ ،كما انه في طريقة إثبات العلاقة السابقة يفترض ان عناصر الانعكاسات (élément of broadening) لها ايضا هذا الشكل[21] .

ومن الواضح ان العرض الطبيعي للخط المنبعث لا يتوافق مع هذه الفرضية ذلك لأنه يحتوي على قيمتي هما α_1 ،α_2 ويجب مراعاة ان يأخذ في الاعتبار أن يكون B_T هو العرض المشاهد عمليا بعد تصحيحه نتيجة وجود الثنائي $\alpha\alpha_{21}$.

وعمليا لا يمكن اعتبار طريقة وارين يمكن تطبيقها في جميع الاحوال لان عناصر عرض الانعكاسات (éléments of broadening)لا يكون لها شكل منحنى الخطأ[22].



الشكل(II -2) منحنى الخطأ$I=I_{max}\exp(-\alpha\varphi^2)$

II -2 تصحيح راشينجر لقياس عرض الخطوط لازدواج α1 α2:

Rachinger correction for the $\alpha_1\alpha_2$ doable in the measurement of widths of lines

أحد الصعوبات التي تواجه قياس عرض الخطوط هي ازدواج الخطوط نتيجة $\alpha_1\alpha_2$ وهذه الخطوط المزدوجة تقع فوق بعضها عندما تصبح الخطوط عريضة وتكون المشكلة هي الحصول على عرض α_1 في وجود α_2.

والمعلومات التي يمكن الحصول عليها هي:

ا- شكل الخط المزدوج $(\alpha_2+\alpha_1)$.

ب-البعد بين المكونينα_1،α_2 الذي يمكن حسابة من المسافة بين المستويات العاكسة وطول الموجتين α_1، α_2 والشكل الهندسي للجهاز .

ج- نسبة شدة الخط α_1 الى الخط α_2 الذي امكن قياسه سابقا وهو يساوي 2 تقريبا .

الخطين α_1 ، α_2 يمكن تمثيلهما بالمعادلتين :

$$I\alpha_1=f(x) \qquad (3\text{-II})$$

$$I\alpha_2=f(x-d)=1/2\ f(x) \qquad (4\text{-II})$$

حيث dهي المسافة بينهما وذلك لان.

$$2=\frac{\text{شدة المكون}\ \alpha_1}{\text{شدة المكون}\ \alpha_2}$$

العرض التكاملي B (Intergralwidth)للمكونα_1 وهو الكمية المراد تعيينها يمكن الحصول عليها من المعادلة:

$$B=\frac{\text{المساحة المحصورة بواسطة المنحنى}\ \alpha_1}{\text{ارتفاع القمة للمنحنى}\ \alpha_2}=\frac{\int f(x)dx}{I_m}$$

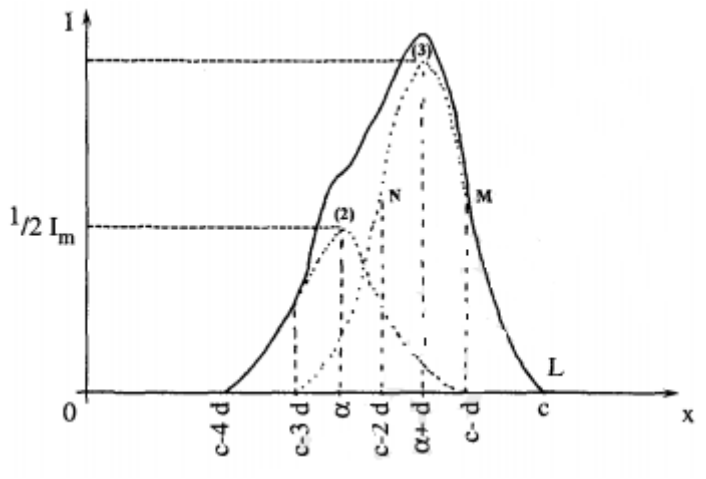
$$=2/3\left[\frac{\text{المساحة المحصورة بواسطة المنحنى المشترك}\ \alpha_1+\alpha_2}{I_m}\right] \qquad (5\text{-II})$$

أي أن المطلوب هو فقط قياس العرض التكاملي وذلك للحصول على I_m واكثر الطرق استخداما لتعيين I_mهي تلك الخاصة بالعالم Brill وتلك الخاصية jonesالا انها طرق غير دقيقة حيث انها تفترض شكلا معينا لخط الحيود وافضل منها طريقة الرسم التي باستخدامها يمكن تعيين I_mوكذلك فصل الازواج α_1،α_2 تماما ، وهي تتلخص في انه من الواضح ان شدة الانعكاس α_1 يكون مساويا لصفر عند x=c وان المنحنى α تصبح قيمته صفر عند x=c-d وعلى دلك فان المنحنى المحصل $\alpha_1 + \alpha_2$يصبح متفقا مع المنحنى α_1(LM) في المدى (المنطقة) $c-d \leq x \leq c$ وتبعا لذلك فانه من هذا الجزء المعلوم من المنحنى α يمكن استنباط شكل الاجزاء الباقية وتكون الخطوات كما يلي :

نقسم الشكل الى شرائح مستطيلة راسية بحيث يكون البعد الافقي يساوي dفيكون المحور الراسي الاول عند x=c ويمكن رسم المنحنى α_2 في المنطقة $c-2d \leq x \leq c-d$ من القطاع المحدد بالخطين x=c-d ، x=c (أي المنحنى LM) وذلك بتخفيض قيمة المحدد الراسي للجزء LMبمقدار النصف ثم ازاحة هذا المنحنى المسافة d في الاتجاه x– بعد ذلك يمكن الحصول على المنحنى α_1 في المنطقة MNبطرح المنحنى α_2من المنحنى $\alpha_1 + \alpha_2$.

وتعاد نفس الخطوات بقسمة كل قيم المحور الراسي على 2 وذلك للمنحنى α_1 في المنطقة $c-3d \leq x \leq c-2d$ أي MN وازاحة هذا المنحنى المنخفض مسافة d– وبذلك يمكن الحصول على المنحنى α_1 في المدى السابق بعملية طرح المنحنى $\alpha_2+\alpha_1$ وتعاد العملية مرة ثانية حتى يمكن الحصول على عملية تفريق لكل المنحنى وعملية رسم المنحنى α_2 من المنحنى α_1 بتخفيض القيم الراسية للمنحنى α_1 الى النصف واستتباع ذلك بالإزاحة للمنحنى المنخفض مسافة d – تتم بسهولة باستخدام مسطرة مزدوجة الجدار ذات سمك d.

وبهذه الطريقة يمكن تعيينI_m وبالتالي العرض التكاملي للخط α_1 ببساطة وحيث انه امكن تفريق الازدواج فانه يمكن تعيين قيمة نصف العرض للخط المفرد (أي قيمة العرض عند نصف الارتفاع او اية قياسات اخرى)[23].



الشكل (2-II)يوضح خطينα_1، α_2 لاحد الانعكاسات والمحصلة أي الخط الذي يوضح $\alpha_1 + \alpha_2$.

3-II قيم الدالة الحقيقية $f(\varepsilon - \xi)$لأهداب الانعراج (Convolution):

لإيجاد تأثير جهاز انعراج الاشعة السينية على الاهداب فان القمة يمكن تحليلها باعتبار ان الشكل الجانبي للقمة $h(\varepsilon)$ هو عبارة عن (convolution) بين شكل الحيود النقي (pure) $f(\varepsilon)$ ودالة الاجهزة المستخدمة $g(\varepsilon)$.

$$h(\varepsilon) = \int_{-\infty}^{+\infty} g(\xi) f(\varepsilon - \xi) d\xi \quad (6\text{-II})$$

والكمية $h(\varepsilon)$ تعرف عند علماء الرياضيات والفيزياء الصلبة النظرية بانها (convolution) بين $g(\varepsilon)$، $f(\varepsilon)$ والدالة g تعبر عن تأثير الاجهزة على الدالة النقية $f(\varepsilon)$ والمتغير ε هو مقياس الانحراف الزاوي لأي نقطة عن القيمة النظرية لزاوية التشتت $2\theta_0$ وهي المتغير ξ الاضافي لهما نفس الوحدات .

4-II تحليل فوريه لشكل الخطوط:Fourier Analysais of line profiles

أفضل طريقة لإجراء تصحيح لعرض الخطوط (الدالة الحقيقية) نتيجة الظروف العملية هي طريقة التحليل convolution analysis وتبعا لهذه النظرية فان لأي جهاز للحيود دالة $g(\varepsilon)$ حيث يمكن تحويل الشكل النقي لخطوط الحيود $f(\varepsilon)$ الى الشكل $h(\varepsilon)$ المشاهد عمليا حسب المعادلة :

$$h(\varepsilon)= \int_{-\infty}^{+\infty} g(\xi) f(\varepsilon - \xi) d\xi \quad (7\text{-II})$$

و هذه المعادلة يمكن كتابتها بالشكل:

$$h(\varepsilon)=\int_{-\infty}^{+\infty} f(\xi) g(\varepsilon - \xi) d\xi \quad (8\text{-II})$$

في البدايات تمكن جونز jones من اثبات ان مثل هذه المعادلة تعطى العلاقة بين شكل الخط النقي pure diffraction maximumوشكل الخط الذي نحصل عليه عمليا ، ثم اوضح كل من paterson, stokes, shull كيف ان الدالة $f(\varepsilon)$ يمكن الحصول عليها من الدوال المقاسة عمليا $h(\varepsilon),g(\varepsilon)$ باستخدام نظرية تحويلات فوريير fouriertransform كالاتي :

نفرض ان الدوال $f(\varepsilon)$,$g(\varepsilon)$,$h(\varepsilon)$ يمكن تمثيلها بمتسلسلة فوريير :

$$f(\varepsilon)=\frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{+\infty} F(\xi)\, e^{-2\pi i \varepsilon £} d\xi \quad (9\text{-II})$$

$$g(\varepsilon) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{+\infty} G(\xi)\, e^{-2\pi i \varepsilon £} d\xi \quad (10\text{-II})$$

$$h(\varepsilon) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{+\infty} H(\xi)\, e^{-2\pi i \varepsilon £} d\xi \quad (11\text{-II})$$

في هذه المعادلات تكون المعاملات F، G، Hهي تحويلات فوريير Fourier transforms للمتغيرات f،g، h ويمكن ان تعطى بمعادلات كالمعادلة الاتية :

$$F(\xi) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{+\infty} f(\varepsilon)\, e^{2\pi i \varepsilon £} d\varepsilon \quad (12\text{-II})$$

وغيرها.

وبالتعويض عن f، g،h من المعادلات $(9-II)$،$(10-II)$،$(11-II)$ في $(7-II)$نحصل على .

$$F(\xi)= {H(\xi)}\Big/{G(\xi)} \quad (13\text{-II})$$

التي تعطينا للمعادلة (2-9) القيمة:

$$f(\varepsilon) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{H(\xi)}{G(\xi)} e^{-2\pi i \varepsilon \xi} d\xi \quad (14\text{-II})$$

وهذا التكامل يجعل من الممكن حساب الدالة الحقيقية f من معرفة تحويل فوريير لكل من الدوال المقاسة h،g ويمكن استبدال شكل التكامل من المعادلة بالشكل الاسي حيث يكون اكثر عمومية للسماح بإجراء التكامل على الدوال المتماثلة وغير المتماثلة .

وتبعا لطريقة ستوكس stokes Method يتم استبدال التكامل بالتجميع كما تغير حدود ε من $\pm\infty$ الى $\pm\varepsilon_m$وهي النهاية الصغرى للمتغير ..حيث يحدث للقيم الابعد فيها ان تقل شدة الاشعة الى قيمة شدة الخلفية back ground وعلى هذا يمكن كتابة (2-14) كالاتي :

$$f(\varepsilon) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \sum_{\hat{1}} \frac{H(\xi)}{\varepsilon_m G(\xi)} e^{-2\pi i \varepsilon \xi / \varepsilon_m \Delta\xi} \quad (15\text{-II})$$

II -5 طريقة جونزjones لقياس عرض الانعكاسات :

اقترح جونز jones طريقة اخرى لتصحيح عرض الانعكاسات نتيجة وجود عرض لها اصلا يعتمد على الظروف العملية الا انها ليست بالدقة التي تتناولها طريقة تحويل فوريير ولكنها تعتبر طريقة سريعة ،فقد اثبت جونز ان كل قيم العرض التكاملي B ،β، b تخضع للعلاقة :

$$\frac{f(\varepsilon)\text{عرض}}{h(\varepsilon)\text{عرض}} = \frac{\beta}{B} = \frac{\int f(\varepsilon)g(\varepsilon)\,d\varepsilon}{\int g(\varepsilon)d\varepsilon} \quad (16\text{-II})$$

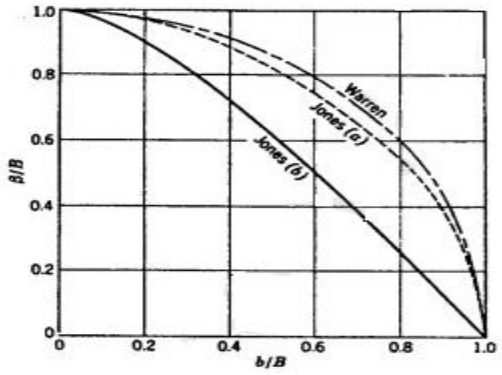
$$\frac{g(\varepsilon)\text{عرض}}{h(\varepsilon)\text{عرض}} = \frac{b}{B} = \frac{\int f(\varepsilon)g(\varepsilon)\,d\varepsilon}{\int f(\varepsilon)d\varepsilon} \quad (17\text{-II})$$

والدالة g(ε) تكون غير متغيرة في حالة ثبات الظروف العملية التي تجري عندها التجربة ،ولذلك يمكن تعيينها بقياس توزيع شدة الانعكاس لمادة يكون حجم بلوراتها كبيرا وبذلك تكون انعكاساتها لا تحتوي على عرض زائد ،وقد اجرى جونز الحسابات على خط الانعكاس عند زاوية $\theta = 80°$ حتى يكون الخطان kα ,kαمنفصلين تماما ،وبالنسبة للدالة f(ε) فقد استخدم جونز المعادلة $1/(1+k^2\varepsilon^2)$للتعبير عن توزيع حجم البلورات في العينة وقام بحساب المعادلتين (16-II)(17-II) لمدى واسع من حجم البلورات وذلك بتغيير العرض لشكل الانعكاس f(ε).حتى نتحصل على المنحنيات b,a شكل (3-II) التي تعطى العلاقة بين b/B،β/B عندما تكون $f(\varepsilon)=e^{-k^2\varepsilon^2}$ ، $f=1/(1+k^2\varepsilon^2)$ بالترتيب كما يوضح الشكل طريقة وارين Warren برسم المعادلة (1-II) في شكلها :

$$\beta \Big/ B = \sqrt{(1-b^2/B^2)} \quad (18\text{-II})$$

ويوضح الشكل(II-3) ان المنحنيات لا تختلف عن بعضها كثيرا حيث(وهو شيء متوقع)ان(ε)g تبعا لطريقة Jonesقريبة من توزيع جاوس Gaussian كما انf (ε)في الطريقتين تتبع توزيع جاوس .

منحنيات التصحيح لعرض خطوط الانعكاسات نتيجة لعوامل التجهيزات العملية



شكل (II-3) : عرض الانعكاسات بطريقة Jones

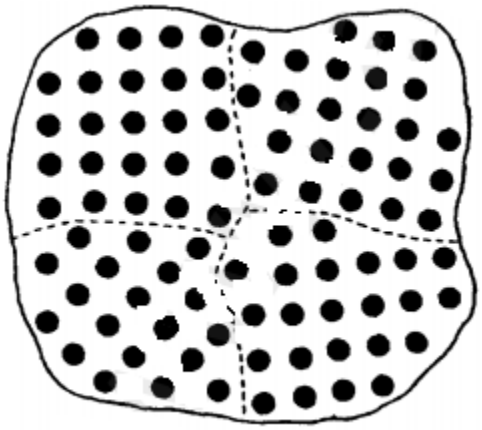
II -6 التطبيقات العملية لقياس عرض الانعكاسات

II-6-1 حجم البلورات الظاهري:Apparent Crystal size

يستخدم عرض خطوط أشعة الحيود كثيرا لتعيين حجم البلورات وهنا يجدر بنا الاشارة إلى أن الكمية التي تعين بهذه الطريقة هي حجم البلورات وليس حجم الحبيبات حيث أن الحبيبة الواحدة يمكن ان تحتوي على عدة بلورات (شكلII -4).

$D_f = k\lambda/\beta\cos\theta$

وقد قام كثير من العلماء بتقدير قيمة k حيث اعطيت قيما كثيرة كلها تقارب الواحد الصحيح (k=0.89 او 1.0747 او 0.92 او0.94 ولذلك سميت قيم t التي نحصل عليها من المعادلة بالحجم الظاهري للبلورات[24].



الشكل (4-II):اوضاع الذرات في حبيبة تتكون من اربع بلورات صغيرة[24].

2-6-II العيوب التركيبية structural Faults:

إن وجود العيوب في البلورات على مستوى الذرات يمكن ان يؤدي الى وجود عرض زائد لبعض الانعكاسات و قياس هذا العرض للخطوط المختلفة يمكن ان يعطينا معلومات عن نوع هذه العيوب وتعدد حدوثها .

وقياس عرض الانعكاسات يعتبر ذا أهمية أيضا في دراسة المعادن المعرضة للتشغيل على البارد coldworkedmetalsفمع انه من المفترض أن عرض الانعكاسات الحادث هو بالدرجة الاولى نتيجة صغر حجم البلورات الذي يحدث للمعادن بعد تشغيلها على البارد فان التجارب العملية تشير الى ان العرض الزائد للانعكاسات هو نتيجة لحدوث تشوهات في الشبيكة البلورية وهو ما يسمى احيانا بالانفعال الميكرونىmicro strain والعلاقة بين مثل هذا الانفعال و عرض الخطوط يمكن ان نحصل عليها بتفاضل قانون براغ $2d \sin\theta=\lambda$حيث نحصل على:

$$\beta = \Delta 2\theta = -2\frac{\Delta d}{d}\tan\theta$$

وحيث ان الكمية $\frac{\Delta d}{d}$تحتوي على كل من انفعال الشد وانفعال الضغط فان انفعال الشد يكون مساويا للمقدار$\varepsilon = \frac{1}{2}\frac{\Delta d}{d}$

$$\varepsilon=\frac{B}{4\tan\theta}3 \qquad (27\text{-II})$$

وعندما يكون عرض الخطوط هو نتيجة لعاملين هما صغر حجم الحبيبات والتشوه في الشبيكة البلورية فان طريقة تعيين كل منهما من قياس عرض الخطوط يكون بأحد الطرق [25]:

أ ـ طريقة العرض التكاملي:

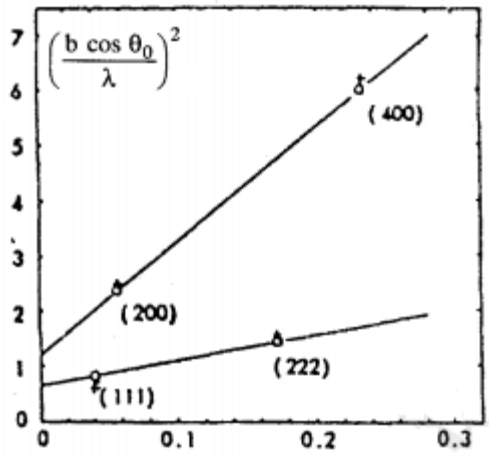
التأثير المزدوج على عرض الخطوط يعتمد على توزيع حجم الحبيبات وكذلك على توزيع الانفعال فإذا كان يتبع جاوس (Gaussian distribution) فان المعادلة تكون :

$$(\frac{\beta \cos\theta}{\lambda})^2=(\frac{1}{\sigma})^2+(4\varepsilon \frac{\sin\theta}{\lambda})^2 \qquad (20\text{-II})$$

وإذا كان التوزيع يتبع Cauchy فإن المعادلة تكون :

$$\frac{\beta\cos\theta}{\lambda} = \frac{1}{\sigma} + 4\varepsilon \frac{\sin\theta}{\lambda} \qquad (21\text{-II})$$

وبرسم العلاقة بين $(\frac{\beta \cos\theta}{\lambda})^2$, $(\frac{\sin\theta}{\lambda})^2$اوبين $\frac{\sin\theta}{\lambda}$,$\frac{\beta \cos\theta}{\lambda}$نحصل على علاقة خطية إذا كانت الانعكاسات المستخدمة تنتمي لنفس النطاق zone حيث يعطينا ميل الخط قيمة الانفعال ε وتقاطع الخط مع المحور y يعطينا 1/6 على امتداد محور النطاق (zone axis)(σ هي حجم الحبيبات عمودي على المستوى hkl) شكل (5-II)[26].



الشكل (5-II) $(\sin\theta_0/\lambda)^2 = (h_0/2a)^2$.[26]

ب- طريقةالاختلاف:Variance method

يعرف الاختلاف (variance)W(2 θ) في شكل خط الانعكاس على أنه العزم الثاني حول مركز الثقل center of gravity حيث يؤخذ مركز الثقل على أنه مقياس لموقع الخط ويكون متوسط مربع الانحراف (البعد)عن مركز الثقل هو:

$$W(2\theta) = \frac{\int(2\theta - <2\theta>)^2 I(2\theta) d(2\theta)}{\int I(2\theta) d(2\theta)} \qquad (27\text{-II})$$

حيث< 2θ > هو مكان مركز التماثل الذي يعطي بالمعادلة:

$$< 2\theta >= \frac{\int 2\theta I(2\theta) d(2\theta)}{\int I(2\theta) d(2\theta)} \quad (23\text{-II})$$

وقد وضع ولسون wilson افتراض ان الاختلاف (variance) الحقيقي يمكن ان يعطي بالمعادلة :

$$w_s = w_h - w_g \quad (24\text{-II})$$

حيثw_sهو الاختلاف الحقيقي True Variance.

W_hهو الاختلاف المقاس من شدة الانعكاس المشاهد عمليا.

W_gهو الاختلاف نتيجةتجهيزات القياس.

والاختلاف الحقيقي هو مجموع الاختلاف نتيجة صغر حجم الحبيبات particle size variance والاختلاف نتيجة الانفعال strain variance وقد وضع ولسون المعادلة التالية :

$$W(s) = w\,(2\theta)\frac{\cos^2\theta}{\lambda^2} \quad (25\text{-II})$$

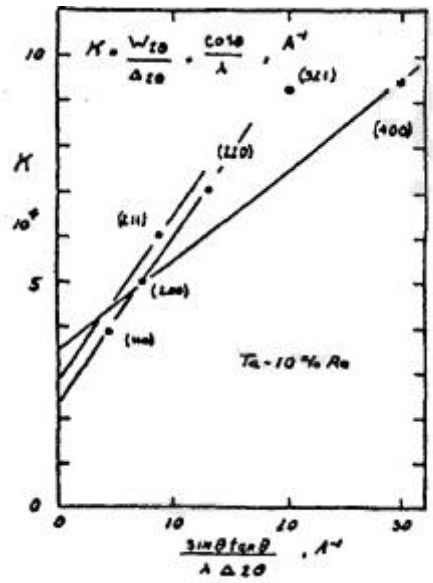
$$W(s) = \frac{\cos\theta \Delta 2\theta}{2\pi^2\lambda}\frac{1}{Dv(hkl)} + (\varepsilon v^2) \quad (26\text{-II})$$

$$\frac{w(2\grave{e})\cos\theta}{\lambda\Delta 2\theta} = \frac{1}{2\pi^2 Dv(hkl)} + 4(\varepsilon^2 v)\frac{\sin\theta\tan\theta}{\lambda\Delta 2\theta} \quad (27\text{-II})$$

حيثε_v هو الاختلاف نتيجة الانفعال.

D_v هو الاختلاف نتيجة صغر حجم الحبيبات.

وبرسم العلاقة بين $\frac{w(2\theta)\cos\theta}{\lambda\Delta 2\theta}$،$\frac{\sin\theta\tan\theta}{\lambda\Delta 2\theta}$ نحصل على خط مستقيم حيث يكون تقاطعه مع المحور الراسي يعطي الكمية $\frac{1}{2\pi^2 Dv(hkl)}$ وميل الخط مساويا للكمية $4(\varepsilon^2 v)$ الشكل (II-6)[27].



شكل (II-6)

II-7 طريقة وارين –افرباخ:Warren –AverbachMéthode

أوضح وارين سنة 1958 ان توزيع الطاقة لوحدة اطوال شعاع الحيود الذي نحصل عليه عمليا بعد تصحيحه لتأثير التجهيزات العملية يعطى بالمعادلة :

$$P'(2\theta)=k(\theta)\sum_{-\infty}^{\infty} n[(A_L\cos 2\pi L(s-s_0)+B_L\sin 2\pi L(s-s_0))] \qquad (28\text{-II})$$

حيث $s=2\sin\theta/\lambda$,$L,s_0=2\sin\theta_0/\lambda$هي المسافة العمودية على مستوى الانعكاس (hkl)وهي تساوي na_3 حيث $\frac{1}{d}\propto a_3$,n عدد صحيح والدالةA_L هي معامل فوريه الحقيقي وتمثل حاصل ضرب معامل حجم الحبيبات ومعامل الانفعال أي :

$$A_L=A^s A^D(l, s) \qquad (29\text{-II})$$

الشكل اللوغاريتمي للمعادلة (29-II)هو :

$$\text{Ln } A(L)=\ln A^s+\ln A^D$$

وفي حالة البلورات المكعبة تكون :

$$\text{Ln } A_L=\ln A^s(L)-h^2{}_0[2\pi^2L^2((\varepsilon_L{}^2)-(\varepsilon_L)^2)/a^2] \qquad (30\text{-II})$$

حيث:

$$h_0^2=h^2+k^2+l^2 \qquad (31\text{-II})$$

ولأجلأن نعين معاملات فوريير A_L وتصحيحها لأخطاء عرض الخطوط نتيجة التجهيزات المعملية نتبع طريقة ستوكس ونقسم القمة $k\alpha_1$ إلى عدد من الاقسام المتساوية .ويراعي أن يكون المدى-$2\theta_2$ ($2\theta_1$)ثابتا للانعكاس الواحد لكل من الخط العريض والخط العياري ،والانعكاسات يجب أن تصحح لعوامل الاستقطاب والعوامل الاخرى التي تعتمد على θ الموجودة في المعادلة (28-II) وذلك بالقسمة على :

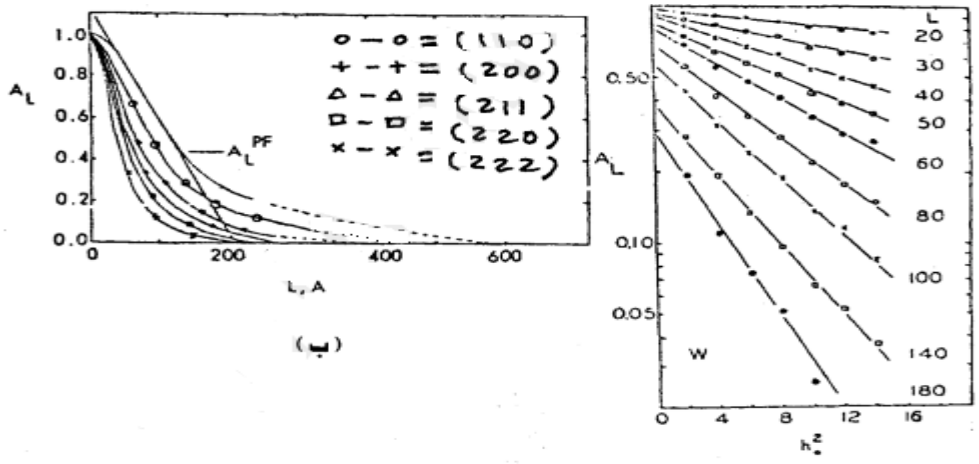
$$f\frac{1+cos^2 2\theta}{sin^2\theta cos\theta}$$

حيث f هو معامل الاستطارة الذرى، θ هي موقع مركز ثقل القمة $K\alpha_1$ ولفصل معاملات حجم الحبيبات والانفعال للمعادلة (29-II) ترسم العلاقة بين $\ln A_L$ مع h_0^2 او العلاقة بين A(L) ، h_0^2 على ورق شبه لوغاريتمي (semi-log) شكل (ا II-7)

فإذا كانت المادة متساوية الخواص في جميع الاتجاهات isotropic نحصل على خط مستقيم .

وإذا كانت المادة غير ذلك anisotropic فيجب استخدام الانعكاسات من نفس النطاق (zone) وفي هذه الحالة يكون تقاطع الخط البياني مع المحور $A(L)$ مساويا لمعامل حجم الحبيبات A_s وإذا رسمت هذه القيم كدالة للقيم L فان ميل المماس للخط A^s مع L يكون مقياسا لحجم الحبيباتD_f شكل (7-IIب)[28].

$$1/D_f=-[dA^s(L)/dL]_{L=0}$$



(ا)

شكل (7-II).حساب البعد الحبيبي

II -8 النسيج الليفي :Fibre texture

تكون البلورات المنفردة في الاسلاك مرتبة بحيث أن نفس الاتجاه [u v w] في معظم الحبيبات يكون متوازيا أو اقرب ما يمكن للتوازي في اتجاه محور السلك ،ولأن نسيجا مشابها يحدث في الالياف الطبيعية و الصناعية فإنه يسمى نسيجا ليفيا (يسمى محور السلك المحور الليفي) و المواد التي لها نسيج ليفي يكون لها تماثل دوراني حول محور بمفهوم أن كل اتجاهات البلورات حول هذا المحور يكون احتمال وجودها متساويا ، ولذلك فإن النسيج الليفي يكون متوقعا في كل مادة متكونة بواسطة قوى لها تماثل دوراني حول محور . مثال ذلك في سلك أو قضيب مصنع بواسطة الشد drawingاو الطرق swagingأو لسحب extrusionوتكون أمثلة أقل شيوعا للنسيج الليفي وهي الموجودة في الشرائح المتكونة بواسطة الانضغاط البسيط وفي عملية الطلاء بالكهرباءelectroplatingوالتبخير وغير ذلك ، ويكون المحور الليفي في هذه الحالات عموديا على مستوى الشريحة وموازيا لمحور اعمدة البلورات . وقد لوحظ ان نسيج الالياف يختلف في درجة المثالية أي في التشتت من الاتجاه [u v w] حول محور الليفة وكل من النسيج الليفي الاوحد و المزدوج ، فأسلاك الالمنيوم المسحوبة على البارد يكون نسيجها هو [1 1 1] تقريبا ولكن النحاس يكون نسيجة مزدوجا من مجموع[1 1 1]+ [0 1 0] أي أنه في أسلاك النحاس توجد مجموعتان من الحبيبات ,ويكون المحور الليفي لأحد المجموعات[1 1 1] وللمجموعة الاخرى[0 1 0] [29].

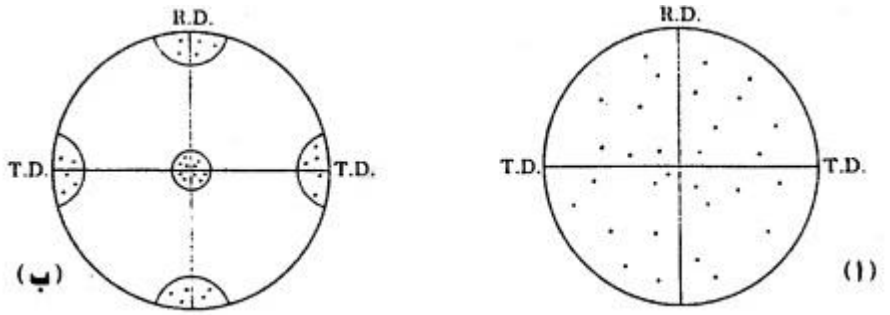
II-9 النسيج الشريحي :Sheet Texture

يتكون النسيج الشريحي بحيث تكون الحبيبات مرتبة بمستويات معينة (hkl) موازيا تقريبا لسطح الشريحة وبحيث يكون اتجاه معين [u v w] في هذا المستوى متوازيا تقريبا مع الاتجاه الذي رققت فيه الشريحة ,ولا توجد مثل هذه الحرية الدورانية لاتجاه الحبيبات الموجودة في الانسجة يمكن الليفية والرمز[u v w] (hkl) يصف ما يسمى بالاتجاه المثالي وبعض المعادن و السبائك يكون لها نسيج شريحي احاد جدا بحيث يمكن وصفه بذكر الاتجاه المثالي للحبيبات فيه [30].

II -10 مسقط ستيروجرافي stereographicprojection

هو مسقط شكل فراغي له اتجاه محدد بالنسبة للعينة وهو يوضح تغير كثافة الاقطاب مع اتجاهها لمجموعة من مستويات البلورة ،وهذه الطريقة لوصف النسيج استخدمت في بادئ الامر بواسطة العالم الالماني لعلم المعادن waver في سنة 1924 ومعناه يمكن توضيحه بالمثال التالي :

نفترض أن عندنا شريحة من معدن ينتمي للنظام المكعبي ونفترض أن العينة من حبيبات كبيرة الحجم عددها عشرة فقط ،فإذا أردنا تمثيل الاتجاهات لهذه الحبيبات جملة برسم أماكن الاقطاب [0 0 1] لها في مسقط ستير وجرافي stereographicprojection بحيث يكون مستوى المسقط موازي لسطح العينة ,وحيث أن كل حبيبة لها ثلاثة اقطاب [0 0 1] فإن ذلك ينتج 3x10=30 قطب مرسوم على المسقط فإذا كانت الحبيبات لها اتجاهات عشوائية كلية فان هذه الاقطاب تكون موزعة بطريقة متجانسة في المسقط كما هو موضح بالشكل (ا II-8) ولكن إذا كان يوجد اتجاه مفضل للحبيبات فإن الاقطاب تميل لأن تكون متجمعة مع بعضها البعض في مساحات معينة في المستوى تاركة مساحات اخرى بدون اقطاب[31] .



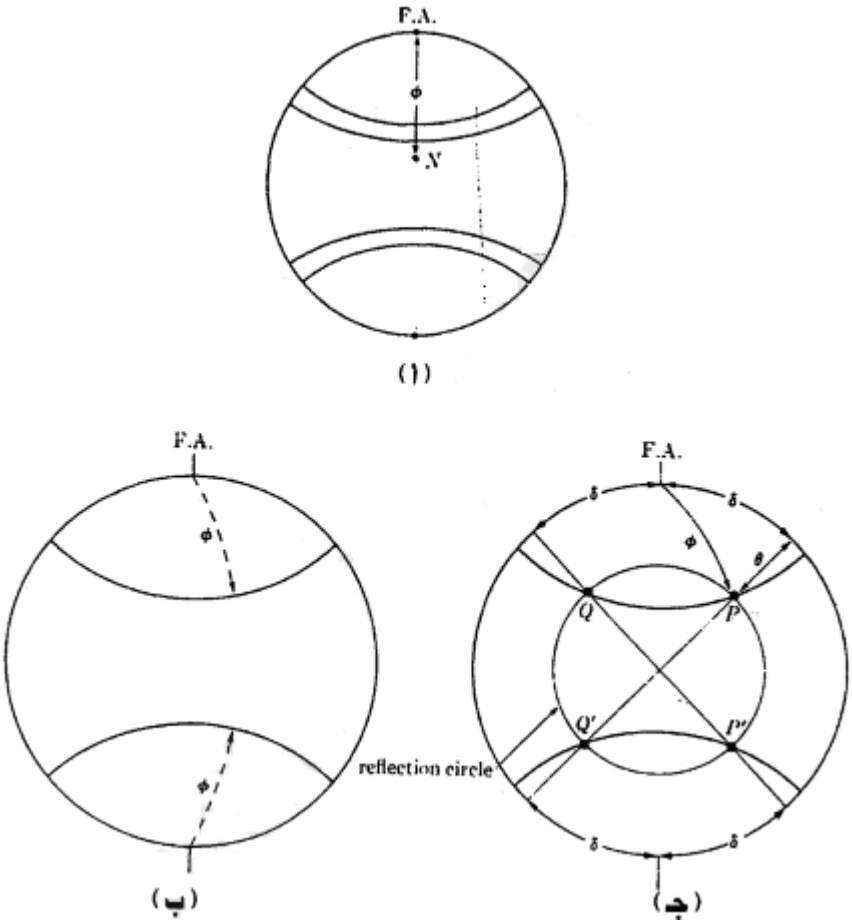
شكل (II-8)المسقط ستير وجرافي stereographicprojection

مسقط ستيروجرافي لمادة على هيئة شريحة توضح

(ا)اتجاهات عشوائية (ب)اتجاه مفضل

وعلى سبيل المثال يمكن أن يكون هذا التجمع مثل الموضح بشكل (II-8ب) وهذا يسمى نسيجا مكعبي, لأن كل حبيبة يكون اتجاهها بحيث أن المستويات (100)تكون موازية لسطح الشريحة والاتجاه [1 0 0] يكون موازيا لاتجاه التدحرج (اللف) rolling (هذا النسيج البسيط الذي يمكن وصفه بالرمز المختصر [1 0 0] (0 0 1) يتكون عادة نتيجة عملية إعادة تبلور في معظم المعادن ذات النظام المكعبي المتمركز الاوجه).

الشكل القطبي للنسيج الليفي يكون بالضرورة له تماثل دوراني حول المحور الليفي (شكل II-9) ودرجة التشتت لهذا النسيج تعطى بالعرض الزاوي للنطاقات التي تظهر عند أماكن القطاب (1 1 1) والزاوية φ هي الزاوية بين المحور الليفي ومكان أي قطب N وبالنسبة للنسيج الموضح تكون النطاقات متمركزة على قيم φ أي التي تقاس و اسفل المسقط بالقيمة 54,7 لان هذه هي الزاوية بين المحور [1 0 0] والاقطاب (1 1 1) الموضحة (انظر الاشكال II-10, II-11)

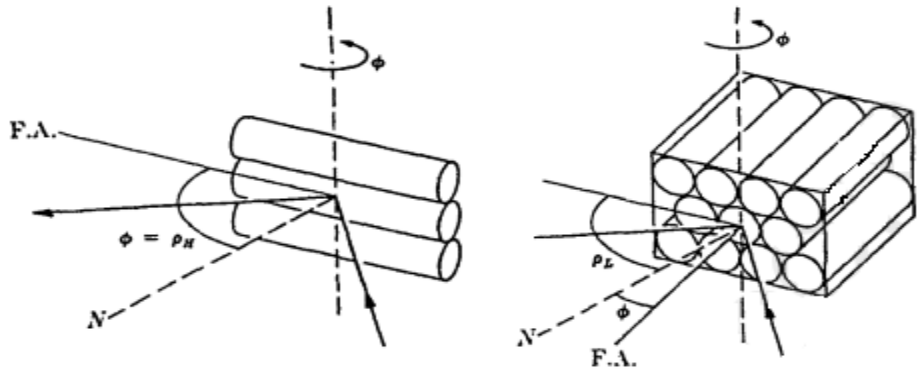


شكل (II-9)تماثل دوراني حول المحور الليفي

(ا) شكل قطبي لنسيج ليفي 0 0 1غير مثالي.

(ب) شكل قطبي لنسيج ليفي 0 0 1 مثالي .

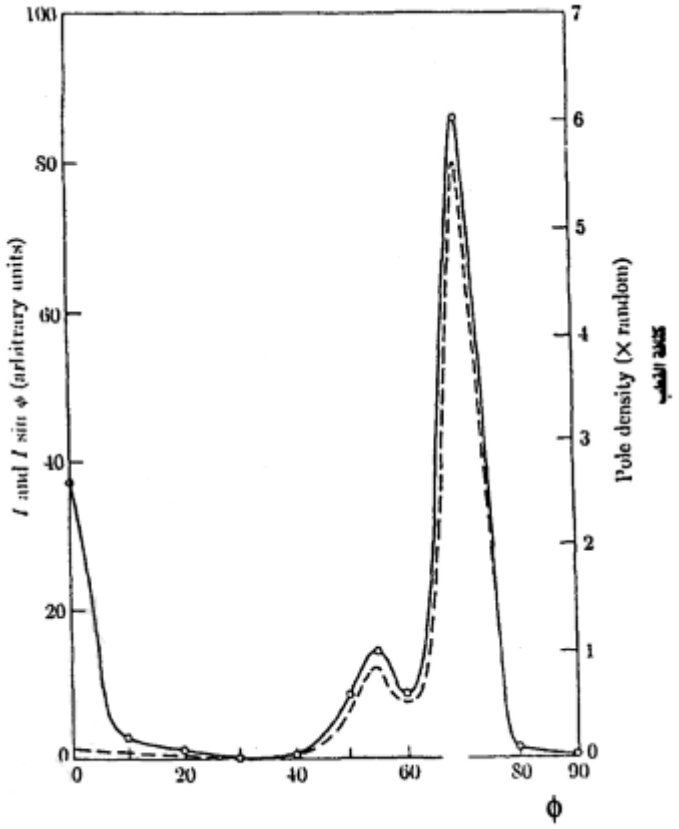
(ج) تحديد اوضاع الاعمدة على المستويات.



شكل (II-10)الشكل القطبي للنسيج الليفي

الانعكاس من عينة مكونة من مجموعة من الاسلاك ϕ هي الزاوية بين المحور الليفي .F. A

والعمودي على مستويات الانعكاس N .ρهي الزاوية بين N وسطح العينة



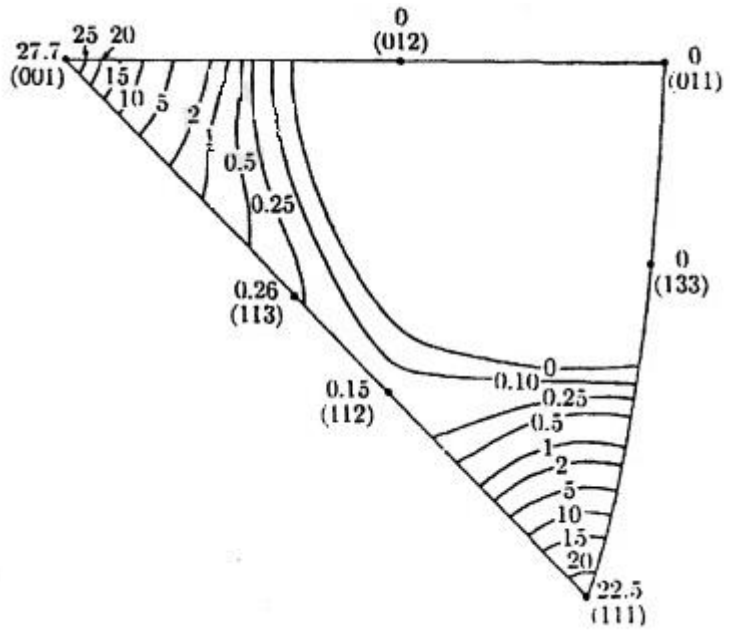
شكل (II-11)الشكل القطبي للنسيج الليفي

ورغم أن الشكل القطبي (pole figure) هو فقط الذي يعطينا معلومات كاملة عن الاتجاه المفضل للبلورات داخل عينة المسحوق إلا أنه يمكن الحصول على معلومات سريعة وذلك بمقارنة شدة اشعة الحيود المحسوبة نظريا بتلك المقاسة عمليا بجهاز تسجيل الحيود حيث ان شدة الاشعة المعطاة بالمعادلة (1-10) تكون دقيقة فقط عندما يكون الترتيب للبلورات في العينة ترتيب عشوائي ولذلك فإن أي عدم توافق بين شدة الاشعة المقاسة عمليا والمحسوبة نظريا يكون دليلا على وجود اتجاه مفضل للبلورات [32].

II-11 الشكل القطبي العكسي:Inverse Pole Figures

بينما يوضح الشكل القطبي توزيع اتجاه بلوري مختار بالنسبة لاتجاهات معينة في العينة فإن معلومات عن النسيج يمكن أيضا الحصول عليها مما يسمى الشكل القطبي العكسي الذي يوضح توزيع اتجاه بلوري معين في العينة بالنسبة لمحاور البلورة ، وعلى هذا يكون مستوى المسقط للشكل القطبي العكسي هو مسقط عياري (standard) للبلورة حيث يكفي توضيح الوحدة الاستيروغرافية المثلثة

والشكل (12-II) هو شكل قطبي عكسي للنسيج الداخلي لقضيب من الالمنيوم يوضح توزيع كثافة محور القضيب.



الشكل (12-II) :شكل قطبي عكسي لقضيب من الألمنيوم

وقد ادخل تعبير الشكل القطبي العكسي بواسطة هاريس harris لوصف النسبة الحجمية P لمادة ما في أوضاع عديدة (اتجاهات عديدة)بالنسبة للمحور الليفي في عينة لها نسيج ليفي .

وطريقة هاريس تعتمد على قياس شدة انعكاس الاشعة السينية من المستويات البلورية المختلفة التي تقع موازية لسطح العينة (في حالة القضيب تكون مستويات القضيب التي تقع عمودية على محور القضيب) وشدة الانعكاسات من مستويات مشابهة من عينة عشوائية . وقد استخدمت هذه القياسات للشدة كوحدات لقياس شدة الانعكاسات من العينات التي يكون لها نسيج (اتجاه مفصل) وقد استخدم ميللر المعادلة الاتية لشدة الانعكاس التكاملية Integratedintensity .

$$I_{(hkl)}=CI_0ALN_{hkl}|F_{hkl}|^2P_{hkl} \qquad (32\text{-II})$$

حيث C كمية ثابتة للعينة الواحدة , I_0شدة الاشعة الساقطة والقيم A ،L_P،|F|،N هي معامل الامتصاص ،معامل لورنتز والاستقطاب ، معامل التركيب ومعامل التضاعف (multiplicity)على الترتيب .

أما P_{hkl}فهي نسبة جزء البلورات التي تكون اعمدة مستوياتها (hkl)موازية لمحور الليفة وتكون قيم P_{hkl}بوحدات تجعل القيمة المتوسطة لجميع الاتجاهات مساوية للوحدة .

$$\overline{P} = \frac{1}{4\pi}\int P_{hkl}\, d\,\Omega = 1 \qquad (33\text{-II})$$

أي أن العينة التي تكون حبيباتها عشوائية الاتجاهات تكون قيمة P في كل اتجاه مساوية لقيمة $\overline{P}$وفي العينة ذات النسيج (التي يكون لها اتجاه مفضل لحبيباتها)فانه يعبر عن كثافة الاقطاب (pole densities)بدلالة الكثافة في العينة العشوائية لنفس المادة ، وتصبح المعادلة (32-II) في حالة العينة ذات الترتيب العشوائي كالاتي[33]:

$$I_r(hkl) = C_r I_0 AL\, N_{hkl} |F_{hkl}|^2 \qquad (34\text{-II})$$

وبقسمة المعادلة (32-II)على المعادلة (34-II)نحصل على النسبة C/C_r

$$\frac{I(hkl)}{Ir(hkl)} = \frac{C}{Cr} p(hkl) \qquad (35\text{-II})$$

وإذا طبقت المعادلة (39-II) على عدد كبير من الانعكاسات فانه يمكن حساب الكمية :

$$\frac{1}{n}\sum \frac{I(hkl)}{Ir(hkl)} = \frac{C}{Cr}\frac{\sum P(hkl)}{n} \qquad (36\text{-II})$$

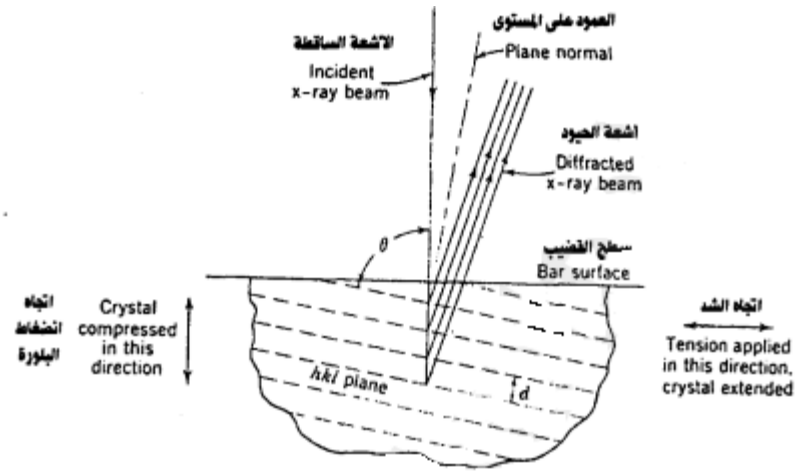
ويمكن اعتبار الكمية الاتية مساوية للواحد الصحيح $\boldsymbol{\Sigma}\ P_{(hkl)}/\ n$وذلك إذا كانت قيمة n كبيرة وبذلك تصبح المعادلة (36-II)كالاتي :

$$\frac{C}{Cr} = \frac{1}{n}\sum \frac{I(hkl)}{Ir(hkl)} \qquad (37\text{-II})$$

وتصبح المعادلة (35-II)كالاتي:

$$P_{(hkl)} = \frac{I(hkl)}{Ir(hkl)} \Big/ \frac{1}{n}\sum \frac{I(hkl)}{Ir(hkl)} \qquad (38\text{-II})$$

12-II قياس الإجهاد:



شكل (II-13)انعكاس خلفي لأشعة اكس من سطح بلوري لقضيب معدني[33].

نظريات الإجهاد والانفعال يمكن دراستها بالتغير في ابعاد قضيب معدني عندما يعرض لعملية شد على طول محوره فتحت تأثير هذا الاجهاد يستطيل القضيب وتقل مساحة مقطعه حيث يتناسب هذا مع قيمة الاجهاد المؤثر ، وذلك بفرض أننا لم نتجاوز الحد المرن وتكون محصلة التأثير على كل بلورة صغيرة في القضيب هي تمدده في الاتجاه الموازي لمحور القضيب وتضاغط في الاتجاهات العمودية و المستويات البلورية العمودية على قوى الشد أو الضغط تتغير مسافاتها البينية بقيم Δd^{+}وقياس هذه التغيرات يعطينا مقياس الانفعال المرن وبالتالي الاجهاد المرن .

يعتبر قياس الاجهاد باستخدام حيود الاشعة السينية شكل (II-13)له مميزات محددة ، ففي المقام الأول هي طريقة غير هدامة لتعيين الاجهاد الاولي أو الداخلي في عينة بدون تقطيعها ، وهذا شيء ممكن لأنه ليس من الضروري اجراء القياسات للعينة في حالتها غير المعرضة للإجهاد وهو الشيء المطلوب في الطرق الاخرى المستخدمة لتعيين الاجهاد ،هذا بالإضافة إلى أن هذه الطريقة تقيس الانفعال عند نقطة عادة لا يزيد قطرها عن 1mm الى2mm وهذا يجعل دراسة الاجهاد عند نقطة معينة شيء ممكنا[34] .

في مقابل للمميزات السابقة توجد حقيقة اننا لا نحصل على دقة كبيرة إلا إذا كان حجم الحبيبات ليس كبيرا جدا أو صغيرا جدا ، واحد العيوب الاخرى هي إننا لا نستطيع إلا قياس الاجهاد السطحي نتيجة لعدم قدرة الاشعة السينية على اختراق المعدن لعمق اكثر من 0.001 بوصة ، وتبعا لنظرية الكلاسيكية وبفرض أن الانفعال صغير بحيث لا يحدث تغير للمادة في شكلها أو ابعادها فالانفعال e يعرف بأنه :

$$e=\Delta l/l \qquad (39\text{-II})$$

حيث Δl هو التغير في الطول للجسم الذي طوله l وإذا كان هذا الانفعال يحدث نتيجة اجهاد قيمته σ ويعمل في اتجاه واحد فانه تبعا لقانون هوك تكون :

$$e=\sigma/E \qquad (40\text{-III})$$

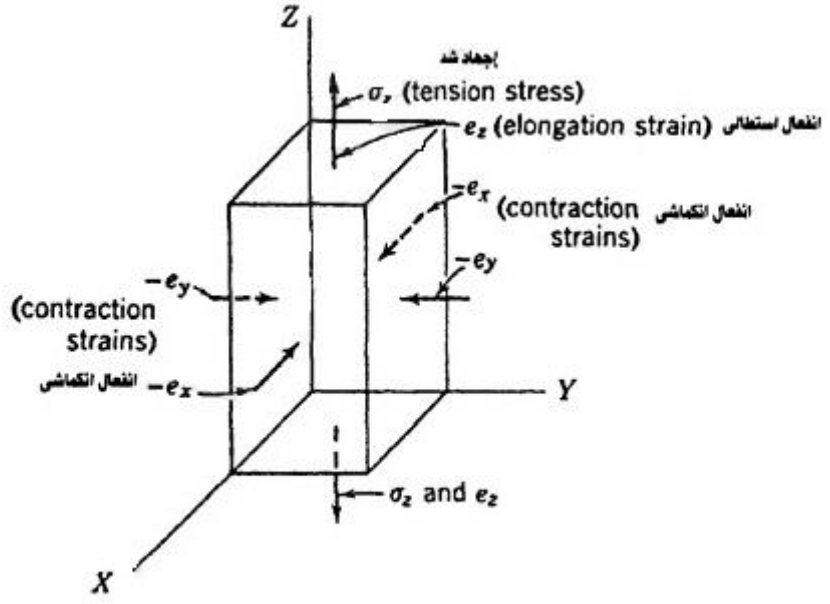
حيث E هو معامل يونغ Young's modulus وإذا شد الجسم على امتداد المحور Z شكل (14-II) فإنه يستطيل في الاتجاه Z و يكون الانفعال هو e_Z حيث :

$$e_Z=\sigma_Z/E \qquad (41\text{-III})$$

وفي نفس الوقت ينكمش الجسم بنفس القيمة على امتداد المحاور X،Y وهذه الانفعالات ترتبط بالانفعال e_Z خلال نسبة بواسون Poisson's ratio كالاتي :

$$-e_x=-e_y=\upsilon\, e_Z=\upsilon\sigma_Z/E \qquad (42\text{-III})$$

والاشارة السالبة تعني ان الانفعال هو انكماش.



شكل (14-II)اتجاه الاجهاد في اتجاه واحد والانفعال للنظام ثلاثي

ومثل هذا الاجهاد يعتبر اجهاد في اتجاه واحد والانفعال للنظام ثلاثي الابعاد يعطي بالمعادلات :

$$e_X=1/E\,[\sigma_x-\upsilon\,(\sigma_Y+\sigma_Z)]$$

$$e_y=1/E\ [\sigma_Y-\upsilon\ (\sigma_Z+\sigma_Z)] \qquad (43\text{-III})$$

$$e_Z=1/E\ [\sigma_Z-\upsilon\ (\sigma_X+\sigma_Y)]$$

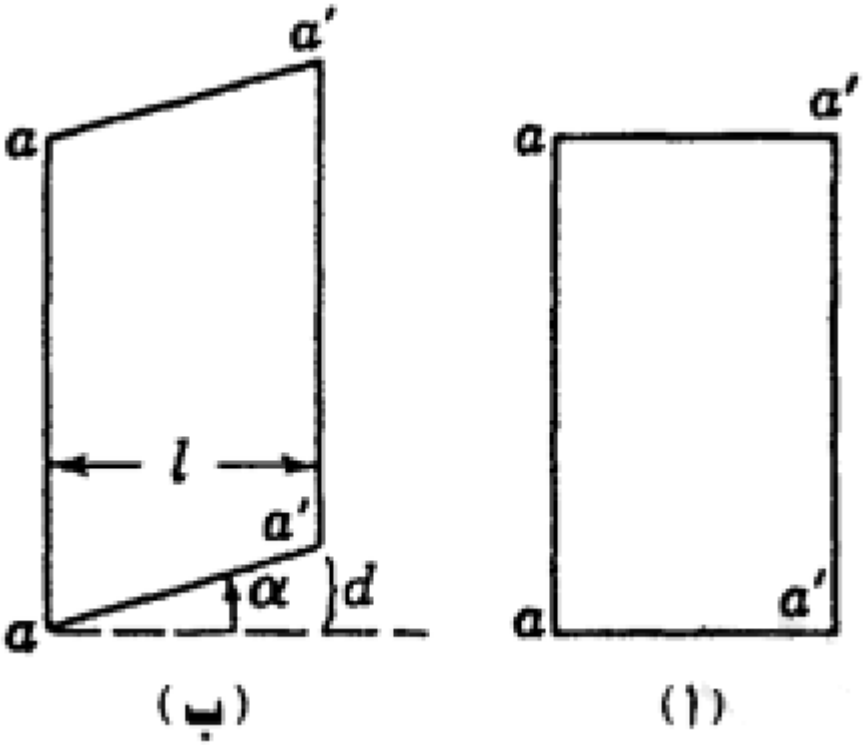
الانفعالات المذكورة تعتبر انفعالات عمودية حيث انها تنشا نتيجة اجهادات عمودية على السطح . وفي المعتاد تكون مثل هذه الانفعالات العمودية مصحوبة بانفعالات إضافية وهي انفعالات القص shearstrains في المستوى العمودي لاتجاه الاجهاد واجهاد القص يجعل المستويات المتوازية في الجسم تنزلق على بعضها كما هو موضح في الشكل (15-II) ويعرف انفعال القص γ على أنه الازاحة للمستويات المتوازية عند وحدة المسافة .

$$\gamma=d/l=\tan\alpha \qquad (44\text{-III})$$

العلاقة بين اجهاد القص τ تعطي المعادلة :

$$\gamma=\tau/G \qquad (45\text{-III})$$

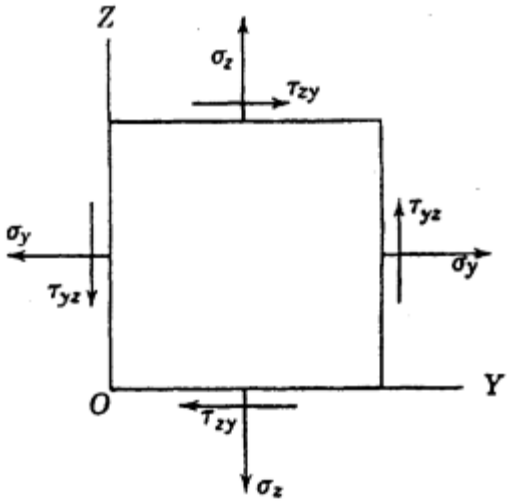
حيث G هي معامل المرونة في القص .



شكل (15-II)العلاقة بين الإجهاد والانفعال العمودي لنظام في بعدين

يوضح شكل (16-II)العلاقة بين الإجهاد والانفعال العمودي لنظام في بعدين . الرمز τ_{ZYX} يعني اجهاد القص العمودي على المحور Z الذي يعمل في اتجاه المحور Y وتحت ظروف الاتزان تكون :

$$\tau_{ZY}=_{YZ} \qquad (46\text{-III})$$



شكل (2-16) :العلاقة بين الاجهاد والانفعال العمودي لنظام في بعدين

ولذلك فإن القيم الثلاث اللازمة لتعريف النظام هي τ_{YZ}و σ_Z وσ_Y اما نظام الاجهاد ثلاثي الابعاد ,فمن الواضح أنه يحتوي على ثلاثة انظمة ثنائية الابعاد ,وفي هذه الحالة لا نحتاج إلا إلى ستة معاملات للإجهاد لتعريف حالة الاجهاد في الجسم الصلب إلا وهي :

$$\sigma_X \, , \sigma_Y \, , \sigma_Z \, , \tau_{XY} \, , \tau_{YZ} \, , \tau_{ZX}$$

هذه الاجهادات العمودية لا تكون بالضرورة اكبر اجهادات عمودية داخل الجسم ، وهذه الاخيرة تسمى الاجهادات الرئيسية σ_3 ، σ_2 ، σ_1 التي غالبا ما تكون موازية لمحاور الاحداثيات المتعامدة والعلاقة بين الاجهادات الرئيسية و الانفعالات الرئيسية e_3، e_2 ،e_1 تكون مشابهة للعلاقات السابقة فإذا اخذت الاجهادات الرئيسية موازية للمحاور المتعامدة X، Y ، Z فان معاملة القطع الناقص المجسم للإجهادstress ellipsoid يمكن ان تكتب كالاتي :

$$\frac{X^2}{\sigma 1^2}+\frac{Y^2}{\sigma 2^2}+\frac{Z^2}{\sigma 3^2}=1 \qquad (47\text{-III})$$

وأي نقطة X_n، Y_n ،Z_n على سطح هذا القطع الناقص المجسم تمثل معاملات الاجهاد العمودي σ_n وتعطي بالمعادلة :

$$\sigma_n=\sigma_1\alpha_1{}^2+\sigma_2\alpha^2{}_2+\sigma_3\alpha_3{}^2 \qquad (48\text{-III})$$

حيث α_1، α_2 ، α_3 هي جيوب تمام الزوايا بين اتجاه الاجهاد العمودي σ_n والمحاور الرئيسية للانفعال .

ويمكن كتابة المعادلة التالية للتعبير عن القطع الناقص المجسم للانفعال[35] .

$$\sigma_n=e_1\alpha_1^2+e_2\alpha^2_2+e_3\alpha_3^2 \qquad (49\text{-III})$$

13-II مثال عن الجداء المختلط Convolution :

الجداء المختلط بين دالتي رياضيتين f(y) , g(y) هي دالة ثالثة تعطى بالمعادلة :

$$c(x)=\int_y f(y)g(x-y)dy$$

ولحساب هذه الدالة نضع مركز الدالة الاولى دوريا على كل مكان من الدالة الثانية ، وفي كل مرة نضرب قيمة الدالة الاولى في كل وضع في قيمة الدالة الثانية عند هذه النقطة ثم تجمع كل هذه القيم أي أن التعانق بين دالتين f(y)، g(y) عند نقطة x_0 نحصل عليه بضرب قيم f(y)، $g(x_0-y)$ لكل مجموعة من القيم الممكنة لx وبعد ذلك نجمع كل نواتج حاصل الضرب وهذه العملية تكرر لكل قيم x.

الفصل الثالث

مناقشة النتائج المتحصل عليها

III مقدمة:

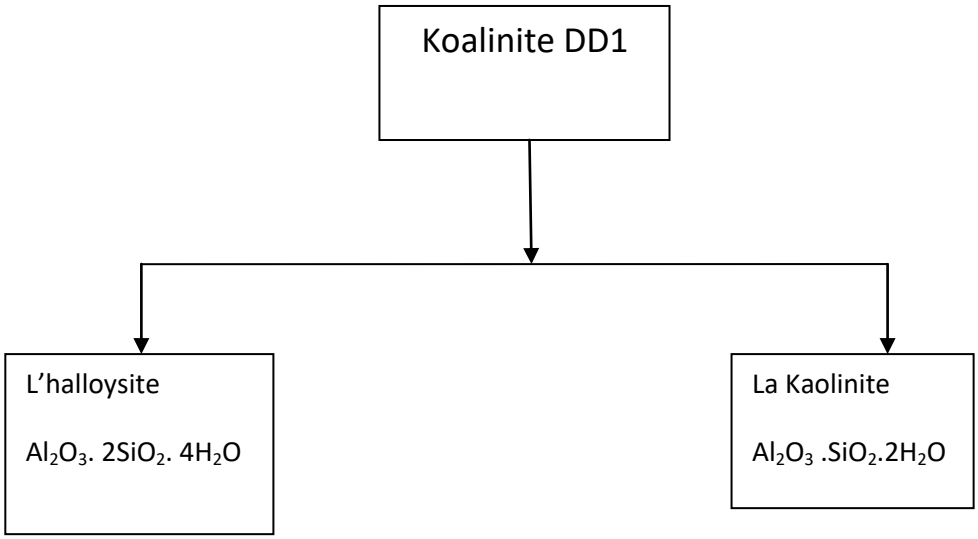
كاولن جبال دباخ (الموجود بمدينة قالمة)يسمى الكاولن DD1 وهو يتكون من طورين رئيسيين هما الكاولينيت ذو الصيغة $Al_2O_3.SiO_2.2H_2O$ و الهالوزيت ذو الصيغة $Al_2O_3.2SiO_2.4H_2O$.

التركيبة الكيميائية المعطاة في الجدول التالي :

	SiO_2	Al_2O_3	Total impuretés
Kaolin DD1	55	44,5-45	<1

الجدول III -1:التركيبة الكيميائية للكاولن DD1

الرسم III-1 :مختلف الاطوار الموجودة في الكاولن DD1



لقد ارتكزنا في هذا العمل على دراسة طور الكاولينيت .

III-1النتائج المتحصل عليها:

III-1-1مختلف الأطوار التي يتكون منها الكاولن DD1

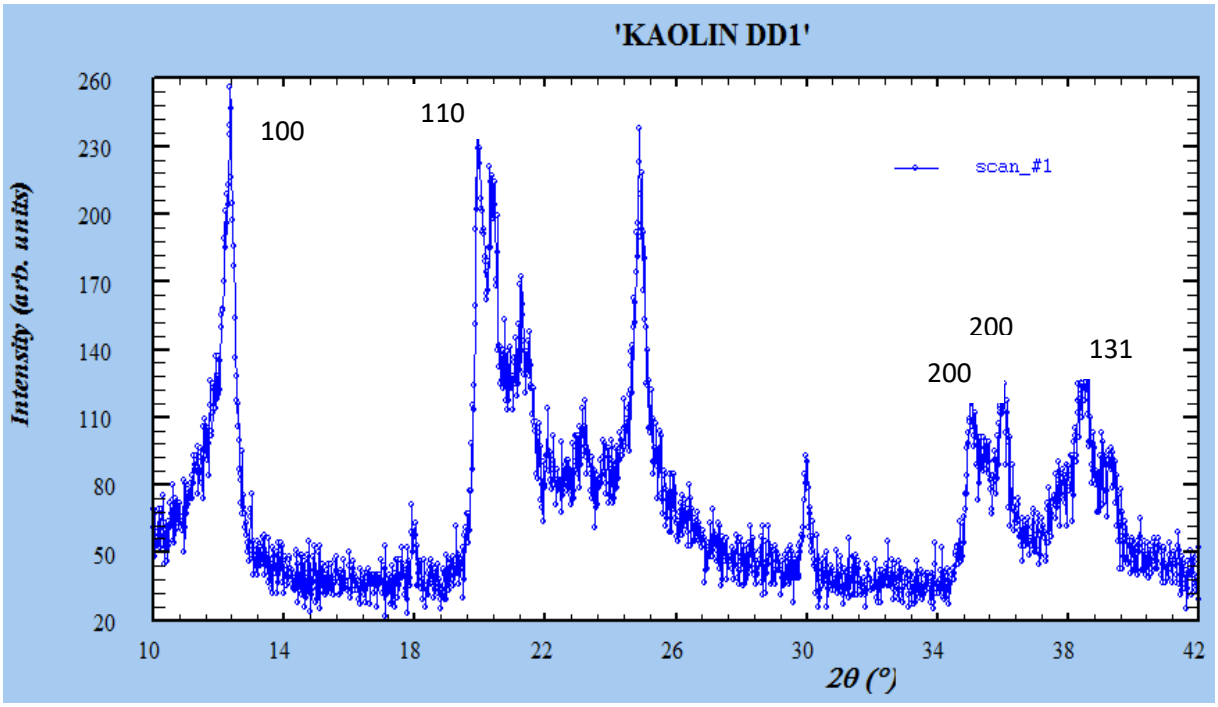
تحليل النوعي بواسطة الاشعة السينية تبين انطلاقا من مستويات الانعراج ان الكاولن DD1يتكون من طورين المذكورين في الجدول التالي :

الطور	(hkl)	2θ
L’halloysite	(110) (200)	19.90 35.02
La kaolinite	(100) (200) (131)	12.36 36.06 39.30

الجدول(III-2) :مستويات الانعراج للأطوار الاساسية الموجودة في الكاولن DD1.

III-1-2 مخطط انعراج الاشعة السينية :

مخطط انعراج للأشعة السينية تم الحصول عليه بواسطة جهاز الانعراج الاشعة السينية RX الموجود على مستوى وحدة البحث لقسم الفيزياء لجامعة محمد بوضياف لمسيلة . مخطط الانعراج للكاولن DD1 ممثل على الشكلIII -2



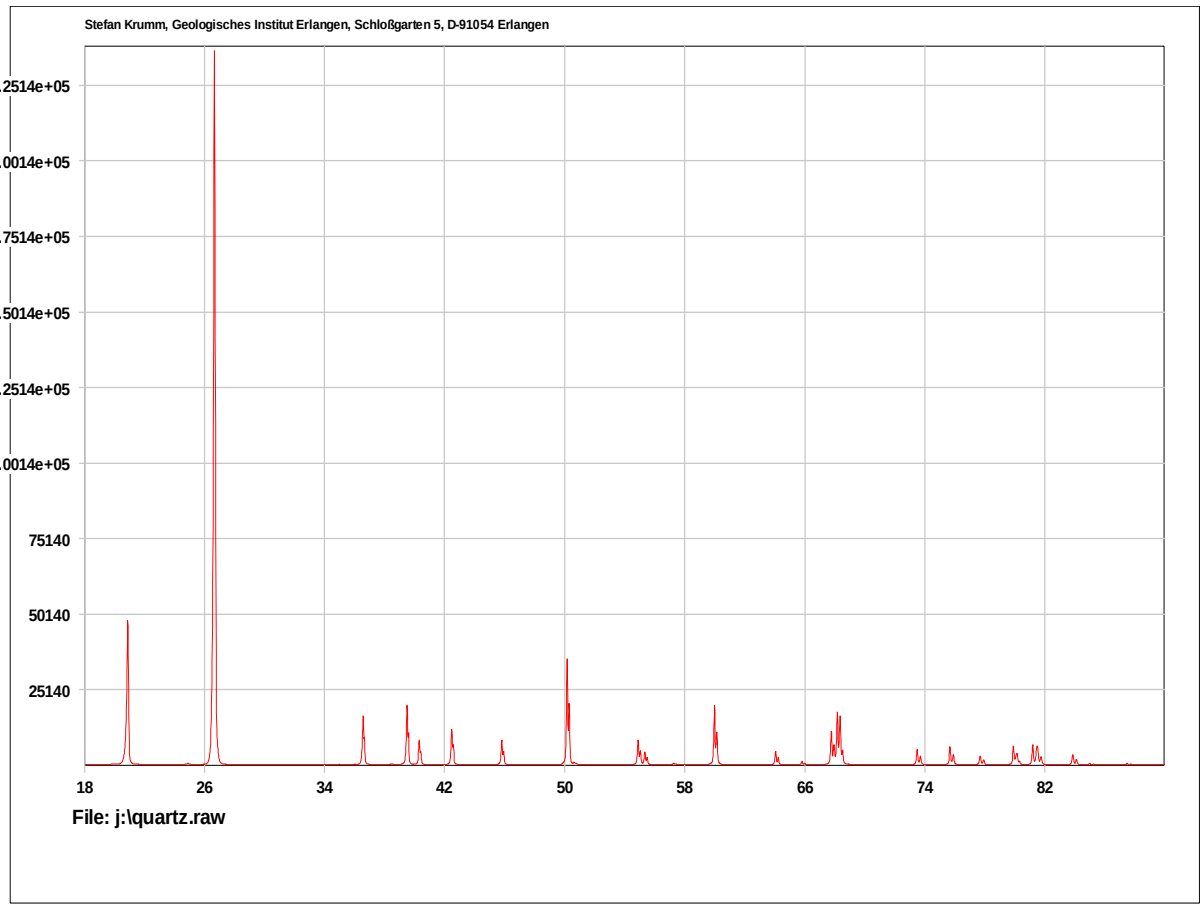
الرسم III-2 :مخطط الانعراج للكاولن DD1.

III-1-3 مخطط الانعراج لمسحوق الكوارتز:

نتائج التحليل مخطط الكوارتز مدونة في الجدول.

h k l	$2\theta_g$ Bragg	$2w_g$	β_g	Φ_g
1 0 0	20.843	0.051	0.069	0.739
1 0 1	26.631	0.055	0.066	0.833
1 1 0	36.529	0.050	0.059	0.847
1 1 1	40.276	0.059	0.070	0.843
2 0 0	42.440	0.065	0.077	0.844
1 1 2	50.126	0.070	0.085	0.823
0 0 3	54.854	0.071	0.083	0.855
2 1 1	59.947	0.072	0.088	0.818
1 1 3	64.019	0.080	0.096	0.833
2 0 3	68.133	0.079	0.095	0.831
1 0 4	73.461	0.089	0.012	0.795
2 1 3	79.884	0.097	0.119	0.815
3 1 0	81.471	0.121	0.141	0.858
3 1 1	83.803	0.123	0.149	0.825
3 1 2	90.793	0.131	0.160	0.819
1 0 5	94.633	0.121	0.146	0.829

الجدول III-3:خصائص مختلف الاهداب لمخطط الانعراج للكوارتز.



الرسم III-3 :مخطط الانعراج لمسحوق لكوارتز .

III-1-4 معالجة مخطط الانعراج:

لمعالجة مخطط الانعراج اعتمدنا على برنامج WinfitوبرنامجWinPlotr.خصائص اهداب مخطط الانعراج للكاولن DD1 مدونة في الجدول III3-

$2\theta_M$	12.36	24.86	35.02	36.06	39.30
I_{max}	104	140	53	69	123
Surface (s)	63	98	24	32	64
FWHM (2ω)	0.428	0.408	0.249	0.409	0.471
Largeur intégrale β	0.602	0.698	0.448	0.467	0.423
Exposant - gauche	0.203	0.777	0.992	0.257	0.152

Exposant–droite	0.216	0.800	0.890	0.254	0.131
FWHM -.gauche	0.212	0.202	0.123	0.203	0.229
FWHM –droite	0.216	0.206	0.126	0.206	0.242
β - gauche	0.300	0.340	0.227	0.247	0.211
β -droite	0.302	0.358	0.221	0.220	0.212

الجدول(-III3) :خصائص مختلف الاهداب للكاولن DD1

III-1-5 تحديد البنية البلورية

لتحديد البنية البلورية نستخدم برنامج Digvol وهو عبارة عن برنامج يحتاج الى ملف in الذي نقوم بإدخال جميع زوايا الانعراج .بعد تشغيل البرنامج نتحصل على ملف out الذي يحتوي على المعلومات التالية :

النظام البلوري : ثلاثية الميل

ثوابت الخلية :

a=11.62934 b= 11.62934 c=14.46805

2θ	(hkl)	D_{obs}	D_{cal}	D_{obs}- D_{cal}	$2\theta_{cal}$
12.360	(111)	7.15543	7.15517	0.00026	12.360
19.904	(103)	4.45804	4.45714	0.00090	19.904
35.021	(421)	2.56022	2.56013	0.00009	35.021
36.032	(403)	2.48873	2.49059	-0.00186	36.032
39.322	(423)	2.29069	2.28946	0.00124	39.322

الجدول (-III4): خصائص البنية البلورية المتحصل عليها ببرنامج Digvol

M=53

F=12

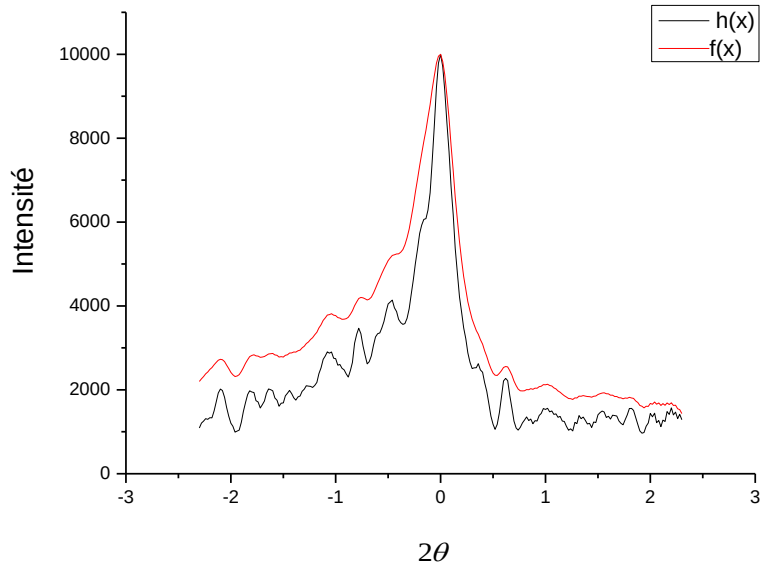
III-1-6 إيجاد الدالة الحقيقية :

لإيجاد الدالة الحقيقية profil vrai نستعمل برنامج (LWL) او برنامج ستوكس الهدف من استخدام هذا البرنامج هو تنقية مخطط الانعراج المتحصل عليه من جهاز DRX من الاخطاء الناتجة عن الجهاز (عامل درجة الحرارة ,معامل التعددية ,عامل لورنتز .....)

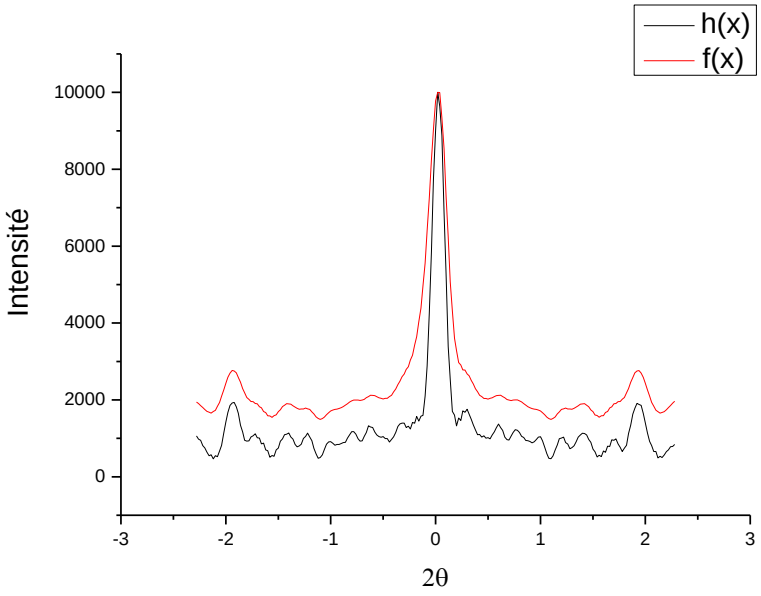
III-1-7 رسم مختلف الأهداب الحقيقية :

تطبيق طريقة LWL تعطي لنا الأهداب الحقيقية .الأشكال (III -1) (III -2) (III -3) (III -4) تمثل الأهداب الموافقة لمخطط الانعراج للكاولن DD1 حسب ترتيب الزوايا :

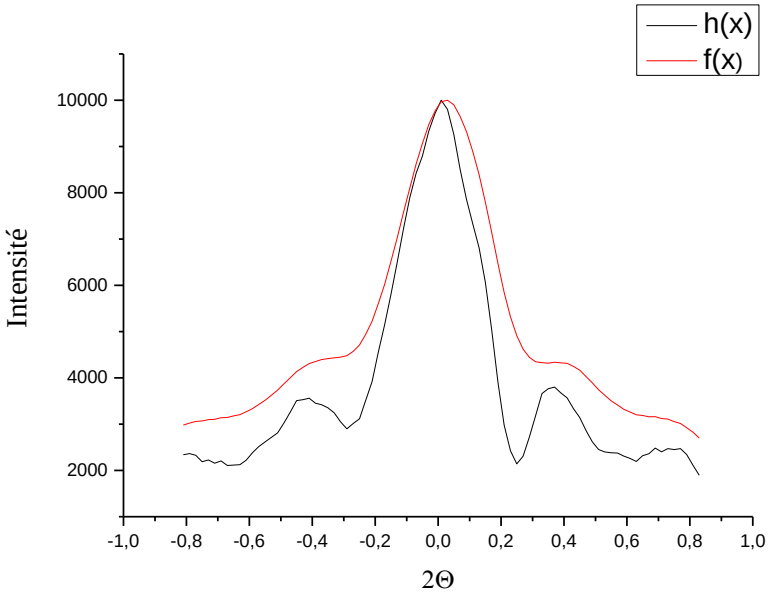
$2\theta = 12{,}36°$, $2\theta = 19{,}90°$, $2\theta = 36{,}02°$ et $2\theta = 39{,}30°$.



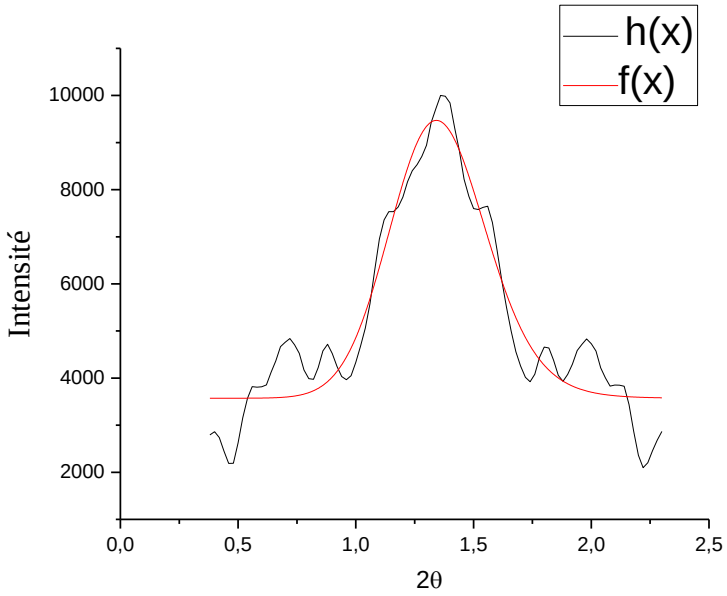
الشكل (III -1) : الدالة الحقيقية للهدب (111)



الشكل (III -2) : الدالة الحقيقية للهدب (103)



الشكل III(-3) : يمثل الدالة الحقيقية للهدب (403)

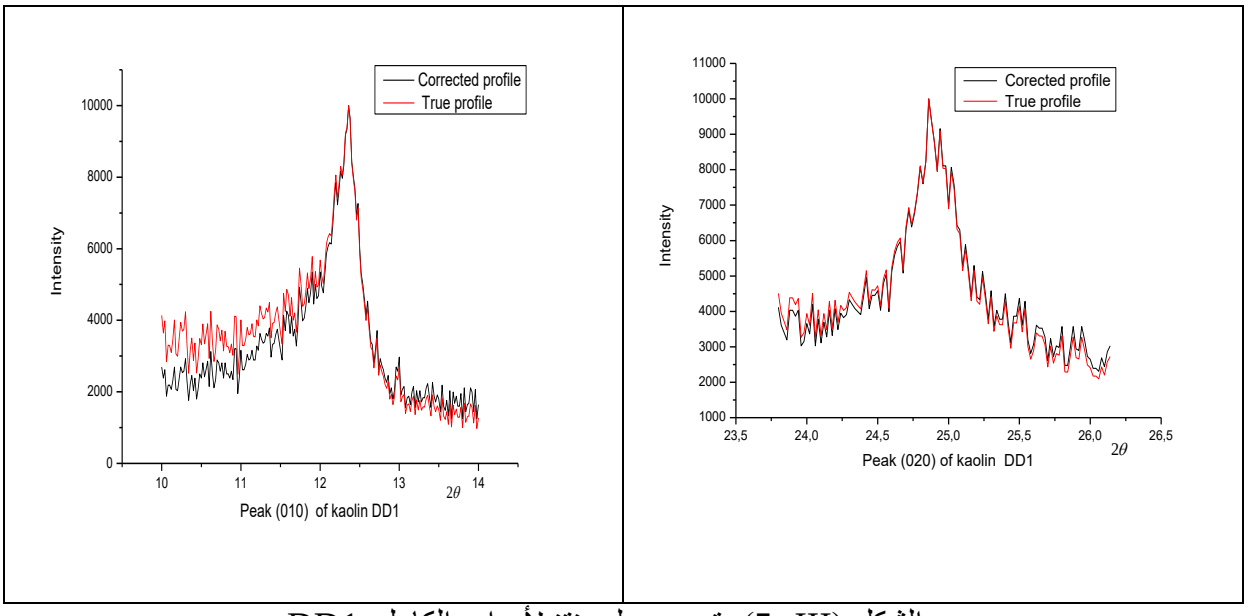


الشكل (III -4) : يمثل الدالة الحقيقية للهدب (423)

III-2 مناقشة النتائج المتحصل عليها :

III-2-1تصحيح لور انتز :

قمنا باستعمال تصحيح لورنتز على مختلف الاهداب للكاولن DD1 الموضحة في الاشكال التالية :

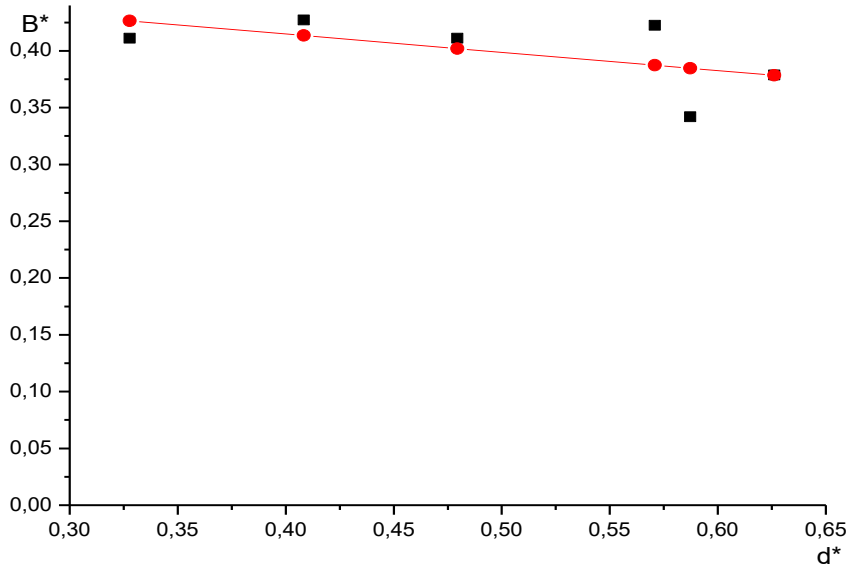


الشكل (III -5) :تصحيح لورنتز لأهداب الكاولن DD1

نلاحظ ان تصحيح لورنتز له تأثير في بداية الهدب الاول (020) اما بقية الاهداب لم تتأثر بتصحيح لورنتز

III-2-2 تمثيل مخطط ويليامسون هول :

مخطط ويليامسون هول للكاولن DD1 ممثل في الشكل التالي :



الشكل III-6 :مخطط ويليامسون هول للكاولن DD1 .

نلاحظ ان المنحنى عبارة عن ميل سالب وهذا ليس له معنى فيزيائي (نتيجة اخطاء في معالجة اهداب الانعراج).

من خلال المنحنى نستنتج ان بلورات الكاولينيت غير متأثرة بالإجهاد متأثرة فقط بالبعد الحبيبي

III-2-3 حساب البعد الحبيبي:

ا) استعمال طريقة واران افرباخ :

يحسب البعد في طريقة واران افرباخ انطلاقا من معاملات فوريه (الحقيقية والخيالية) المدونة في الجداول التالية :

Pic (103)		Pic (111)	
$A(l, s_n)$	$B(l, s_n)$	$A(l, s_n)$	$B(l, s_n)$
.1000000E+01	.0000000E+00	.1000000E+01	.0000000E+00
.2638966E+00	.8217709E-02	.3771588E+00	-.5774870E-01
.2755725E+00	.2696048E-01 -	.2031769E+00	.1408108E-01
.2168030E+00	.2329160E-01	.1684756E+00	- .7841229E-01
.1716555E+00	.3125706E-01	.8001457E-01	.8879538E-01
.2235988E+00	.3965743E-01 -	.7883313E-01	-.1072939E+00
.1444729E+00	.3862212E-01	.1205637E-01	.7901996E-01
.2294417E+00	.4941661E-01 -	.1056983E-01	- .7897567E-01
.1146431E+00	.4118888E-01	-.3077265E-01	.6554786E-01
.1300519E+00	.4331100E-01	-.1214948E-01	-.7682528E-01
.1604927E+00	.5256117E-01 -	-.3416555E-01	.1374245E-01
.9454468E-01	.4568532E-01	-.1927391E-01	- .3983932E-01
.1451312E+00	.5399116E-01 -	-.1937245E-01	.1241567E-02
.7816790E-01	.4866044E-01	-.3636444E-01 -.1180777E-01	.3098655E-01
.1493183E+00	.5460118E-01 -	-.1523210E-01	-.1054034E-01
.6833873E-01	.5081661E-01	.2499516E-02 -.1841373E-02	-.1882216E-01
.1209772E+00	.5204270E-01 -	-.9345585E-02	-.3902750E-01
.5777083E-01	.5002042E-01	-.1672410E-03	-.2632691E-01
.5336765E-01	.5254067E-01	-.1572736E-01	-.2602251E-01
.8032616E-01	.4162975E-01 -	-.8796118E-02	.1187025E-01
.1156366E-01	.5236648E-01	.9046640E-02	-.1737435E-01
.2132613E-01	.4195527E-01	-.6248966E-04	-.3922079E-02
.4577071E-01	.3453821E-01 -	.1336138E-01	-.2767729E-01
.3590766E-01	.2710961E-01 -	.2915217E-02	-.2054520E-01
.2549847E-01	.2923195E-01 -	-.5228766E-02	-.7087961E-02
-.4811397E-02	.3039612E-01	-.1025136E-01	-.3755597E-02
.2164832E-01	.1861574E-01 -	.1388372E-01	-.3637588E-03
.9342266E-02	.1452717E-01	.5817604E-02	-.3924064E-02
.1311898E-01	.1284726E-01 -	.1025857E-01	.5232523E-02
.8473318E-02	.6409144E-02	.3040260E-02	-.5606003E-02
.1514381E-01	.4555497E-02 -	.5935585E-03	-.1836566E-02
.3909258E-02	.2352409E-02	.1076117E-03	-.2575790E-02
.2132629E-02	.7684822E-02 -	-.1452959E-02	-.5963769E-02
-.1083759E-01	.9089615E-02	.3778624E-02	-.1533568E-02
.1871823E-02	.4989402E-02 -	.2773454E-02	-.2800999E-02
-.4139910E-02	.1931884E-02	.2251875E-02	.3531844E-02
.3266202E-02	.1912926E-02 -	.2010528E-02	.8126128E-03
-.7989283E-03	.1774047E-02	-.1466127E-02	.4131202E-02

-.1475380E-03	-.7989283E-03	.4632781E-02	-.2301074E-02
.3407308E-02	.4131202E-02	.3115151E-03 -	-.4462681E-02

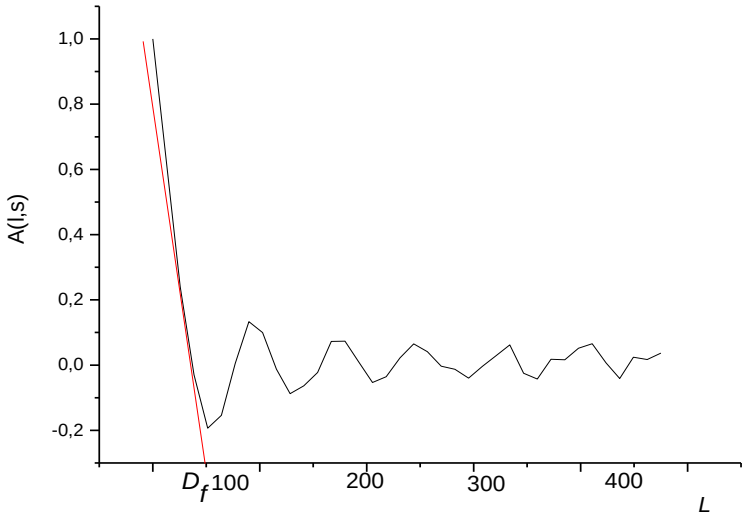
الجدول III-5:معاملات فوريه الحقيقية و الخيالية.

Pic (403)		Pic (423)	
B (l, sn)	*A (l, sn)*	*B (l, sn)*	*A (l, sn)*
.0000000E+00	.1000000E+01	.0000000E+00	.1000000E+01
-.2427695E+00	-.2356699E+00	.6296937E-02	.2445385E+00
.1534562E+00	.1863312E-01	.6445120E-02	.8883285E-01
.8586542E-01	.8986910E-01	.8622931E-02	.9147318E-01
-.1173987E+00	-.1198116E+00	.1634809E-02	-.1037829E-01
.3470618E+00	.1100129E-01	.1204381E-02	-.1569480E-01
-.1334235E+00	.8337267E-01	.5067072E-02 -	.7588182E-02
.2765153E-01	-.5431013E-01	.4683007E-02	-.1121790E-02
.2140577E-01	-.1434741E-01	.1078924E-01 -	.3199138E-01
.5886329E-01	.5905645E-02	.7871531E-02	.9761811E-02
-.7231432E-01	.3042755E-04	.6902198E-02 -	.9084035E-02
.5301003E-01	-.4163088E-01	-.1286455E-03	-.2822931E-01
-.3811616E-01	.4331820E-01	.7377512E-02 -	.1832723E-01
.1701603E-01	-.3017456E-01	.1290024E-02	-.1386630E-01
-.1786923E-01	.5895090E-02	.1660967E-02 -	.1262386E-02
-.4881069E-02	-.2303144E-01	.6182873E-03	-.8726121E-02
-.8722441E-02	.6933037E-02	.1265482E-02 -	.9526153E-02
.6826063E-02	-.6210056E-02	.9431023E-03	.1480217E-02
-.2719007E-01	.5222787E-02	-.4296000E-03 -	.3770566E-02
.1957143E-01	-.1032098E-01	-.2988904E-03	-.4631549E-02
-.1476778E-01	.1318795E-01	-.5263687E-03 -	.5324661E-02
.6173702E-02	-.5174759E-02	-.3999331E-03	-.5121912E-02
-.1060646E-01	-.3159567E-02	-.1728734E-03 -	.4061894E-02
.1836299E-01	-.1449517E-01	-.3215094E-03	-.5456800E-02
-.1613593E-01	.1354431E-01	-.5103564E-03 -	.5896056E-02
.1640969E-01	-.1106897E-01	-.6308715E-03	-.5002833E-02
-.1621278E-01	.9994371E-02	-.6444557E-03 -	.5910605E-02
.8571704E-02	-.1754357E-01	.5293350E-03	-.6005112E-02
-.5813668E-02	.1482549E-01	.2410546E-03 -	.5464523E-02
.6735452E-02	-.1387136E-01	.1011339E-03	-.5684286E-02
-.1085243E-01	.1276856E-01	-.5712196E-03 -	.5688552E-02
.8329771E-02	-.1542596E-01	-.3674219E-03	-.5629823E-02
-.3574899E-02	.2045796E-01	.2560469E-03 -	.5756636E-02
-.1877213E-02	-.7056066E-02	-.5160765E-03	-.5673209E-02
-.4357961E-02	.1158526E-01	-.1205816E-03 -	.5745702E-02
.1084689E-02	-.6233812E-02	-.2230961E-03	-.5624462E-02
-.1700129E-03	.1293716E-01	.2726151E-03 -	.5844175E-02
.1949665E-03	-.1278174E-01	-.1768538E-03	-.5650416E-02
-.8492894E-03	.1310134E-01	-.1648304E-03 -	.5679441E-02
.3843226E-02	-.1081995E-01	.1169478E-03	-.5669685E-02

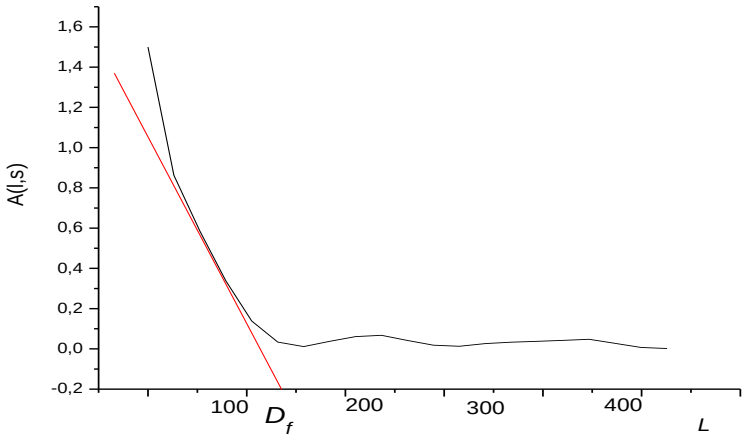
الجدول(III-6):معاملات فوريه الحقيقية و الخيالية

نلاحظ أن المعامل فوريه الخيالي له قيم صغيرة جدا بالمقارنة مع معامل فوريه الحقيقي وهذا يثمن أن الاهداب متناظرة (متأثرة بالبعد الحبيبي فقط) وهذا مثمن كذلك انطلاقا من النتائج المتحصل عليها في الجدول السابق (الجدول III-6).

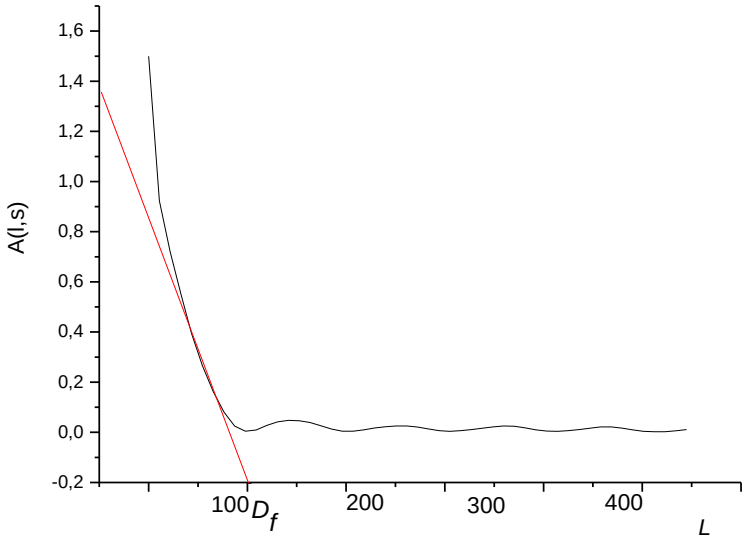
الاشكال 7 ،8 و9تمثل تغير المعامل فوريه بدلالة (*L*nombre harmonique)



الشكل (III -7) :تغيرات معاملات فورييه للهدب (200) بدلالة L



الشكل (III -8) :تغيرات معاملات فورييه للهدب (100) بدلالة L



الشكل (III -9) :تغيرات معاملات فورييه للهدب (131) بدلالة L

Les Pics	D_f (Å)
(200)	99
(100)	143
(131)	100
Taille moyenne $< D_f >$ = 114 Å	

الجدولIII -7:البعد البلوري لمختلف اهداب الكاولينيتبطريقة وران افرباخ.

باستعمال مخطط ويليامسون هول :

انطلاقا من مخطط ويليامسون هول القيمة المتوسطة للبعد الحبيبي هي :

$D_f = 1/\beta^*$

ومنه نجد:

D_f=118 Å

باستعمال علاقة شيرر:

علاقة شيرر صالحة فقط في الحالة التي تكون فيها العينة متأثرة بالبعد الحبيبي (غياب الاجهاد) .

علاقة شيرر تكتب على الشكل :

$$D = \frac{C\lambda}{\beta \cos\theta}$$

C: هو ثابت شيرر يتعلق بالشكل الحبيبي وهو محصور بين 0.89 و1.39 في الحالة التي تكون فيها شكل حبيبات الكاولن كروي C=1 [36]

القيم البعد البلوري للكاولنيت المدروسة مدونة في الجدول التالي :

Les Pics	D_f (Å)
(200)	144
(100)	115
(131)	116
Taille moyenne $< D_f >$ = 125 Å	

الجدولIII -8 :البعد البلوري لمختلف اهداب الكاولينيت .

من خلال حساب البعد الحبيبي انطلاقا من طرق الثلاثة نلاحظ أن القيم متقاربة:

- بواسطة طريقة واران افرباخ D_f=114 Å
- بواسطة علاقة شيرر D_f=125 Å
- بواسطة مخطط ويليامسون هول D_f=118 Å

حساب البعد الغالب في الكاولن DD1 (الكاولينيت):

لدراسة البعد الغالب في الطور الاساسي للكاولن DD1 نستعمل مشتق البعد $A^s(L)$بدلالة نتائج البعد الغالب مدونة في الجدول التالي :

الهدب (Pics)	البعد الغالب(Taille dominante)A°
(200)	32
(100)	35
(131)	40

الجدولIII -9 :البعد الغالب في الطور الأساسي للكاولن DD1 .

الخلاصة العامة

الخلاصة العامة

في هذا العمل قمنا بدراسة البنية المجهرية (البعد ، الإجهاد .....) للكاولن جبال دباغ DD1 ولقد ارتكز عملنا على الطور الكاولينيت في بداية العمل قمنا بتحديد النظام البلوري للكاولنيت وثوابت البلورة .ولإيجاد الدالة الحقيقية استعملنا طريقة ستوكس ولحساب البعد الحبيبي استعملنا ثلاث طرق وهي طريقة واران افرباخ وويليلمسون هول وعلاقة شيرر ولقد وجدنا نتائج الحساب متقاربة في حساب البعد الحبيبي ولتأكد من العينة انها متأثرة بالبعد الحبيبي استعمانا طريقة ويليامسون هول .

يمكن التأكد من وجود البعد (La Taille) والإجهاد انطلاقا من معاملات فوري. من خلالدراسة البنية المجهرية للكاولان DD1 تبين أنها متأثرة بعد الجزيئات فقط. ولقد استخدمنا ثلاث طرق لحساب بعد الجزيئات.

- باستخدام طريقة وران أفرباخ وجدنا البعد في الكاولينيت (الطور الرئيسي) محصور بين 99Å و 144Å .

- باستخدام علاقة شرر وجدنا البعد محصور بين 115Åو 144Å.

- انطلاقا من مخطط ويليامسون و هول وجدنا البعد هو 118 Å.

ولدراسة توزيع البعد في الكاولن DD1وجدنا البعد الغالب هو32Å،التوزيع الذي يوافق البعد الغالب هو92%.

المراجع

المراجع :

[1] س . تامة ، تحضير وتحديد البنية البلورية بواسطة انعراج الاشعة السينية على مسحوق $Ca_{0.3}Sr_{0.7}FeO_{2.5}$ "،مذكرة ماستر، جامعة الوادي ،(2013).

[2] ع. الهزازي ، الحالة الصلبة الفصل الرابع ، السعودية .

[3] C.Kittel , Introduction to solid state Physics, (2005)

[4]A.Monshi, R. Foroughi M, R. Monshi M, Modified Scherrer Equation to Estimate More Accurately Nano-Crystallite Size Using XRD, pp:154-160 ,(2012).

[5] ك.بن ساري و ز.عزاوي،تأثيرالخطأ التجريبي في حساب حجم الحبيبات باستعمال الاشعة السينية ،مذكرة ماستر اكاديمي ،بجامعة ورقلة،ص11 - 22،(2017).

[6]B. D.cullity, elements of x- ray diffraction, (1956).

[7]ن.ع.ق. احمد ، م.ا. سليمان "علم البلورات الأشعة السيني ،القاهرة مصر ،(2115- ه 1426).

[8]M.E.Fitzpatrick ,A.T.Fry, P. Holdway , F.A.Kandil , J.Shackleton and L.Suominen . "Determination of Residual Stresses by X-ray Diffraction) , (2005).

[9] M. Gaber, A. Abdel- Rahim,A. Mahmoud, N. Abdel- Salam, Influence of Calcination Temperature on the Structure and Porosity of Nanocrystalline SnO2 Synthesized by a Conventional Precipitation method, (2014).

[10] S. Tjong,H. Chen, Nanocrystalline materials and coatings, (2004).

[11] Y.T. Prabhu, X-Ray Analysis by Williamson-Hall and SizeStrain Plot Methods of ZnO Nanoparticles with Fuel Variation,pp21-28, (2013).

[12] T. Theivasanthi and M. Alagar, Nano sized copper particles by electrolytic synthesis and characterizations , pp:3662-3671, (2011).

[13] B.B. Khalfallah, Influence de l'erreur expérimentale sur la détermination de la symétrie de la maille cristalline, mémoire de magister, Université Mentouri-Constantine.

[14]D.Louer,M. Louer, J. appl," CRYST" , 5, 271-275, (1972).

[15]A. Boultif , Indexing of powder diffraction patterns for low symmetry lattices by the successsive dichotomy method scryst , 24.987-993, (1991).

[16]A. BOULTIF, D. LOUER, J. APPL." CRYST".37, 724-731, (2004).

[17]P.Werner, L.Eriksson and West Dahl TREOR , a semi-exhaustive trial and error powder indexing for all symmetries, 18,367-370, (1985)

[18]J .Vesser, A fully Automatic program for finding the unit cell from powder, 2.89, (1962).

[19]H.bouraoui, Conformation moléculaire, structure cristalline, Spectroscopie, des produits polycycliques benzéniques organoséléniés, (2016).

[20] ا.ف. باشا،ش.ا. خيرى ، البصريات الفيزيائية، دار الفكر العربي ، 1998م.

[21] م.ا. سليمان ، ا.ف. باشا ،ا.د. شريف احمد خيرى ، فيزياء الجوامد ، دار الفكر العربي ، 2000م.

[22] J.B.Colven and J.E.Hilliard, Mechanical Behaviour of Materials ,(1998).

[23]T.Otto , W.Wpringer-Verlag, Crystallographic Borchard ,Fundamentals of Crystal physics Sirotin .Yn, (1993).

[24]M.M. Woofson, Direct Methods in crystallography ,(1961).

[25] B.D. Cullity, Elements of x-ray Diffraction, publishing companyinc , (1978) .

[26] P.M .shaskolsraya, Mir publishers, Fundamentals of crystal physics Sirotin,(1982).

[27]F.A.Jentins and white, H.E.Mc Graw Hill ,fundamentals of optic,(1957).

[28]F.W. BillmeyerWiley, N.Y.Interscience, Text Book of polymer science, (1971).

[29]G.S. Rohrer , Structure and bonding in crystalline Materials cambridge, (2001).

[30]H. Lipson and Cochran, the Determination of crystal structures, (1966).

[31]J.F. Nye, Oxford, physical properties of crystals, (1967).

[32] N.Y. Van No strand,piezoelectric crystals and their applications to ultrasonics, (1950).

[33] W.G.N. Mcgraw Hill, Piezoelectric cady , (1946).

[34] W. N.Ashcroft ,D. Mermin , Holt-saundersInt, Solid state Physics ,(1976).

[35]ن.عبد القادر احمد و م. امين سليمان ، علم البلورات و الاشعة السينية ، ص351 الى 362، (2005م).

[36] C.G.Shull, thedetermination of X-ray diffraction line widhths des contraintes internes, Habilitation à diriger des recherches ,(2004).

ملخـــــــص

في هذا العمل قمنا بدراسة الكاولن المحلية بواسطة الأشعة السينية.كاولين جبل دباغ DD1 و الذي يتكون من طورين هما الهالوسيتو الكاولينيت.

لقد ارتكز عملنا على الكاولينيت الطور الرئيسي للمسحوق. وبعد تحصلنا على طيف المسحوق أدخلنا تصحيح لورنتز الذي أعطي لنا نتائج مطابقة لطيف المسحوق. ولإيجاد الدالة الحقيقية استعملنا برنامج وفق طريقة LWL و الذي كان ضروريا لدراسة البنية المجهرية (حجم الحبيبات. التشوه) وإعطاءمعاملات فوري.ولإيجاد قيم البعد قمنا باستعمال طريقة وران أفرباك ويليامصون وهال. كما طبقنا علاقة شرر في الحالة التي لا تكون فيها الاجهادات (التشوه).

ولدراسة الكاولينيت في الكاولينDD1 وجدنا أنه لا يحتوي على الإجهاد وذلك أكد بطريقة ويليامسون وهال.إن البعد المتوسط بليرات في الكاولن DD1 للطور المدروس هوÁ114 وهذا بطريقة وران أفرباك.وÁ118 بطريقة ويليامصون وهال وباستعمال علاقة شرر وجدنا الحجمÁ125 . ولدراسة توزيع بعد الحبيبات بينة البعد الغالب للكاولنيت في كاولن DD1 فهي قريبة منÁ 32 (بـ92%).

الكلمات المفتاحية:

علم البلورات للمساحيق,الكاولنDD1 ,الكاولينيت,الهالوسيت,تحديد بعد الحبيبات,التشوه,طريقة وران و أ فربا ك,طريقةLWL,طريقةويليامصون وهول, توزيع بعد الحبيبات,تصحيحلورنتز, الطورالرئيسي.

Résumé

Dans ce travail nous étudions le kaolin local par rayons X. Kaolin Jabal Dabbagh DD1 qui se compose de deux phases: halocytoalkaolinite.

Notre travail a été basé sur la kaolinite comme phase poudre principale. Après avoir obtenu le spectre de la poudre, nous avons inséré la correction de Lorentz qui nous a donné des résultats correspondant au spectre de la poudre. Afin de trouver la fonction réelle, nous avons utilisé un programme selon la méthode LWL, qui était nécessaire pour étudier la microstructure (granulométrie, déformation) et donner des coefficients immédiats.Pour trouver les valeurs de dimension, nous avons utilisé la méthode de Rann Overbuck Williamson et Hall. Nous avons également appliqué une relation d'étincelle dans le cas où les contraintes (déformation) ne sont pas présentes

Pour étudier la kaolinite dans le kaolin DD1, nous avons trouvé qu'elle ne contient pas de stress et cela a été confirmé par la méthode de Williamson et Hall. Le volume moyen de billettes dans le kaolin DD1 pour la phase étudiée est de 114, et ceci par la méthode Warn Averbuck. Pour étudier la distribution granulométrique, la preuve de la taille prédominante de la kaolinite dans le kaolin DD1 est proche de 32 (par 92%).

les mots clés:

kaolin DD1, kaolinite, halocite, déformation méthode LWL, méthode Williamson et Hall,

correction de Lorentz, phase primaire.

Abstract :

In this work we studied the local kaolin by X-ray. Kaolin Jabal Dabbagh DD1 which consists of two phases: halocitekaolinite.Our work has been based on kaolinite as the main powder phase. After we obtained the powder spectrum we inserted the Lorentz correction which gave us results that matched the spectrum of the powder. In order to find the real function, we used a program according to the LWL method, which was necessary to study the microstructure (grain size, deformation) and give immediate coefficients. To find the dimension values we used the method of Rann Over buck Williamson & Hall. We also applied a spark relationship in the case when the stresses (deformation) are not present.

To study kaolinite in kaolin DD1, we found that it does not contain stress and that was confirmed by the method of Williamson and Hall. The average volume of billets in DD1 kaolin for the studied phase is 114, and this is by Warn Aver buck method. To study the particle size distribution, the evidence for the predominant kaolinite size in DD1kaolin is close to 32 (by 92%).

key words:kaolin DD1, kaolinite, halocite, deformation, LWL method, Williamson and Hall method, Grain size distribution, Lorentz correction.