

## 1 مقدمة

يمكن التعرف على التركيب البلوري لمادة ما ودراسة الترتيب الذري في الشبكة البلورية أو حتى تصويره باستخدام أشعة ذات طول موجي يقع في حدود المسافة البينية للذرات والتي تصل لبضع أنغسترومات ( $1\text{Å} = 10^{-10}\text{m}$ ) وأنسب الموجات لهذا الاستخدام هي موجات الأشعة X والموجات المصاحبة للإلكترونات والنيوترونات.

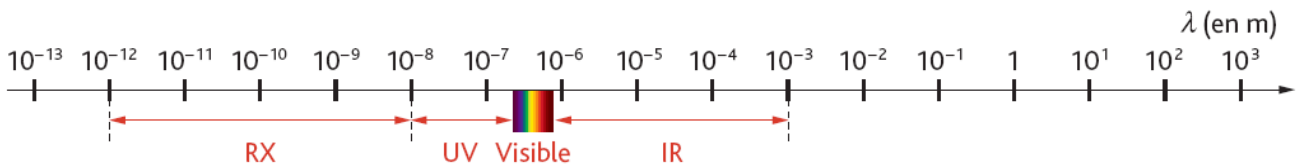
تعتبر طريقة إنعراج الأشعة X حتى الآن المصدر الرئيسي لتحديد التركيب الداخلي للبلورات.

الأشعة السينية هي نوع من الإشعاعات الكهرومغناطيسية الشديدة النفاذ التي تتميز بطول موجة قصيرة جدا تقع في حدود الانغستروم (الشكل 1.2).

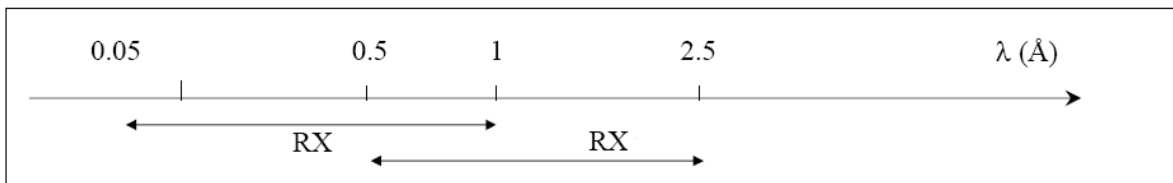
يمكن تقسيم الأمواج السينية المستعملة في التطبيقات إلى نوعين (الشكل 2.2):

(أ) الأشعة X القاسية: أطوال موجاتها تتراوح بين  $0,1-1\text{Å}$ ، وتستعمل في المجال الطبي.

(ب) الأشعة X اللينة: أطوال موجاتها تتراوح بين  $0,5-2,5\text{Å}$  وتستعمل في دراسة البلورات.



الشكل 1.2: مخطط الأمواج الكهرومغناطيسية.



الشكل 2.2: مجالات طول موجة RX القاسية واللينة.

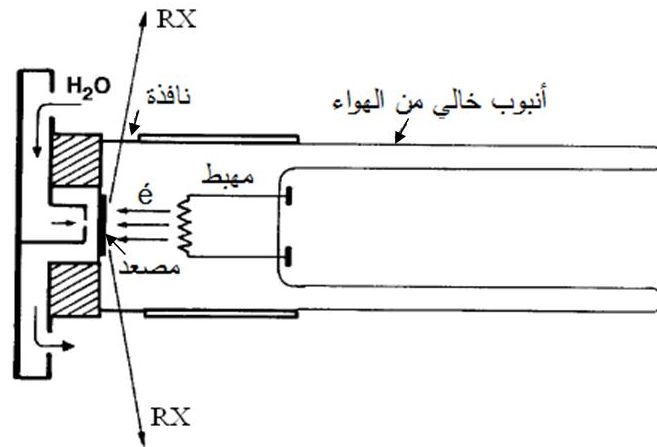
## 2 إنتاج الأشعة X

مبدأ إنتاج الأشعة X هو قذف معدن بحزمة من الإلكترونات السريعة، عمليا يتحقق هذا داخل أنبوب خالي من الهواء يحتوي على شعيرة من التانغستان التي تطلق الإلكترونات عند تسخينها بواسطة تيار كهربائي (الشكل 3.2).

هذه الإلكترونات تعجل بطاقة حركية جد عالية تحت تأثير فرق جهد مسلط بين قطبين كهربائيين السالب المتصل بالشعيرة والموجب المتصل بالمصعد (عبارة عن معدن ثقيل) عادة: Cu, Co, Al, Cr, Fe Mo, ... أثناء تصادم الإلكترونات بالمصعد فإنها تفقد أغلب طاقتها الحركية التي تتحول إلى حرارة مما يؤدي إلى ارتفاع كبير في درجة حرارة المصعد لذلك يبرد هذا الأخير بواسطة الماء الجاري حسب الشكل 3.2. عند انبعاث الأشعة X من المصدر نترك نوافذ صغيرة تصنع عادة من المعادن الخفيفة (Be) لاستعمالها حسب الطلب.

## 1.2 طيف الأشعة X

طيف الأشعة X هي مجموعة أطوال الموجات الصادرة من المصعد. الطيف الناتج تحت جهد مرتفع يتكون من تراكب نوعين من الأشعة السينية: الأشعة الاستيعافية والأشعة المميزة.



الشكل 3.2: أنبوب الأشعة X.

## 1.1.2 الأشعة الاستيعافية

تحت جهد معين يصدر المصدر سلسلة مستمرة من أطوال الموجات  $X$ . منحني توزيع شدة الأشعة  $X$  بدلالة طول الموجة يأخذ الشكل الموضح في الشكل 4.2.

الالكترون المسرع تحت فرق جهد  $V$  يكتسب طاقة حركية مقدارها  $eV$  وعند اصطدامه بالمصدر ودخوله إلى مادته سيعاني تباطؤ كبيراً ويصبح بذلك مصدر لإشعاع الموجات الكهرومغناطيسية، يسمى هذا الإشعاع بإشعاع التباطؤ أو الاستيعاف.

المنحنيات  $I = f(\lambda)$  تقطع المحور  $\lambda$  عند قيم  $\lambda_{min}$  معينة التي تعتمد على الجهد  $V$  المطبق ويفسر هذا بأن طاقة الإشعاع المنبعث لا تكون أكبر من طاقة الالكترون الابتدائية.

$$hv \leq eV$$

$$\frac{hc}{\lambda} \leq eV$$

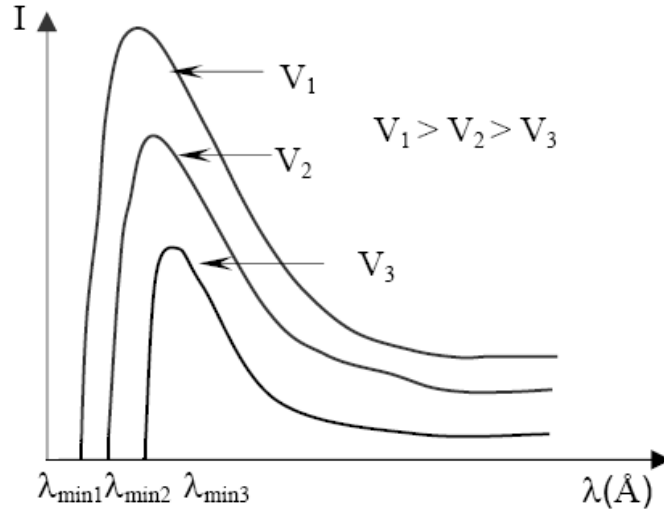
$$\lambda \geq \frac{hc}{eV}$$

$$\Rightarrow \lambda_{min} = \frac{hc}{eV} \quad (1.2)$$

( $h$ : ثابت بلانك:  $h = 6,62 \times 10^{-34} J.S$ ،  $c$ : سرعة الضوء  $c = 3 \times 10^8 m/s$ ).

$$\lambda_{min}(A^\circ) \approx \frac{12400}{V(volts)} \quad (2.2)$$

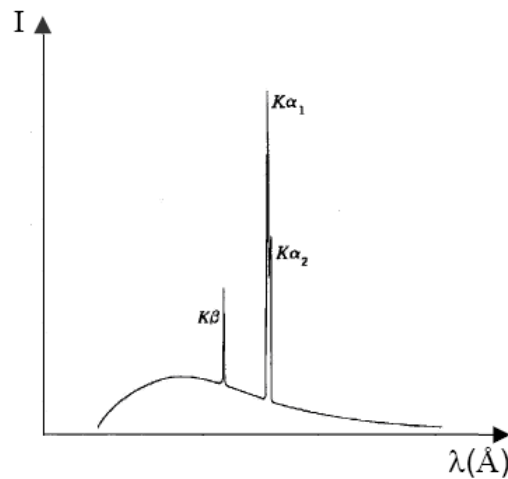
الطيف المستمر له نفس الشكل العام بالنسبة لجميع أنواع المصاعد.



الشكل 4.2: تغيرات طيف الأشعة الاستيعافية بدلالة الجهد المطبق.

### 2.1.2 الأشعة المميزة

بزيادة سرعة الإلكترونات القاصفة يمكن أن تظهر أشعة سينية أخرى ناتجة عن تهيج ذرات مادة المصدر لذا تسمى بالأشعة X المميزة. طيف هذه الأشعة منقطع (غير مستمر) نتيجة مصدرها الذري وشدة الأشعة X المميزة تكون كبيرة (الشكل 5.2).



الشكل 5.2: طيف الأشعة X الصادرة من المصدر.

التفسير:

الإلكترون ذو الطاقة العالية عند اصطدامه بذرات مادة المصعد فإنه يقوم بإخراج إلكترون الطبقة K (أو L أو M) وبالتالي سيسقط الكترون من طبقة أعلى طاقياً (L أو M) ليحل محل الإلكترون المنتزع وأثناء هذا الانتقال يصدر إشعاعاً كهرومغناطيسياً طاقته:  $\Delta E = h\nu$  ويتم إنتقال الإلكترونات بين الطبقات حسب قواعد الاصطفاء:

$$\Delta n \geq 1; \Delta l = \pm 1; \Delta j = 0, \pm 1$$

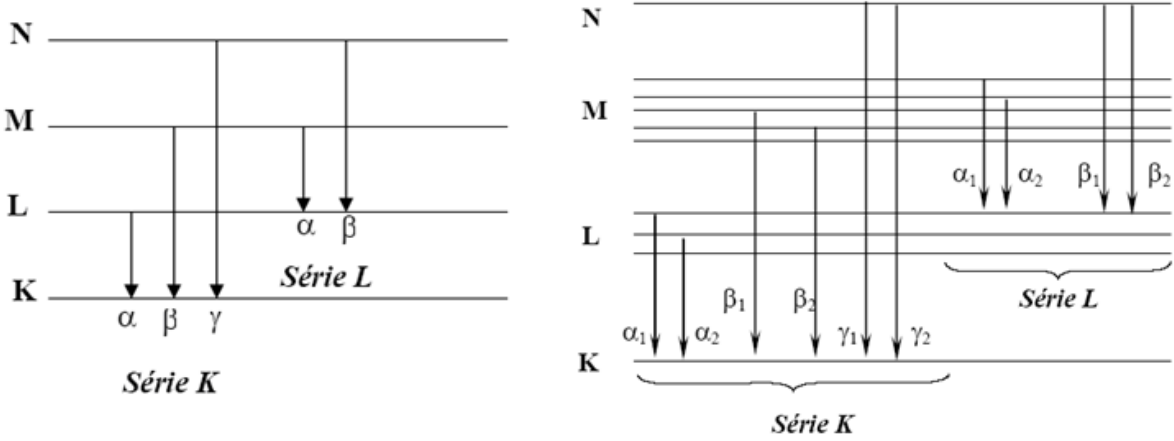
N: العدد الكمي الرئيسي  $n = 1, 2, \dots$

l: العدد الكمي المداري  $l = 0, \dots, n - 1$

$$j = l + S \text{ : العدد الكمي المداري الكلي: } \begin{pmatrix} l = 0, & j = \frac{1}{2} \\ l \neq 0, & j = l \pm \frac{1}{2} \end{pmatrix}$$

إلكترونات المدارات L، M، N، ... التي تسقط إلى الطبقة K تصدر أشعة سينية نسميها سلسلة K عناصرها تسمى حسب مصدر انتقال الإلكترون أي حسب زيادة تردد الإشعاع  $\nu$  بالأحرف  $\delta, \beta, \alpha$  (الشكل 6.2). أي خط طيفي من خطوط سلسلة ما يتكون من خطين دقيقين منفصلين أو أكثر تسمى هذه الحالة بحالة التركيب الدقيق وهذا ناتج عن انقسام سوى الطاقة L أو M إلى عدة سويات طاقة فرعية التي توصف بالأعداد الكمية:  $n, l, j$  (أنظر الشكل 6.2).

الجدول 1.2 يعطي قيم أطوال الموجات للسلسلة K للأشعة المميزة الصادرة عن المعادن المستعملة في أنبوب الأشعة X.



الشكل 6.2: مخطط الانتقالات الإلكترونية الصادرة للأشعة المميزة.

جدول 1.2: أطوال موجات السلسلة K لبعض المعادن المستعملة في أنبوب الأشعة X.

العنصر	$K_{\alpha 1}(A^\circ)$	$K_{\alpha 2}(A^\circ)$	$K_{\alpha}(A^\circ)$	$K_{\beta 1}(A^\circ)$
Ag	0.55941	0.56380	0.56084	0.49707
Mo	0.70930	0.71359	0.71073	0.63229
Cu	1.54056	1.54439	1.54184	1.39222
Ni	1.65791	1.66175	1.65919	1.540014
Co	1.78897	1.79026	1.79026	1.62079
Fe	1.93604	1.93998	1.93998	1.75661
Cr	2.28970	2.29100	2.29100	2.08487

$$\lambda K_{\alpha} = \frac{2\lambda K_{\alpha 1} + \lambda K_{\alpha 2}}{3} \quad (3.2)$$

### 3 إمتصاص الأشعة X

عند مرور حزمة من الأشعة X شدتها  $I_0$  عبر مادة سمكها  $L$  يحدث نقصان في شدة الأشعة وذلك بسبب إمتصاص المادة لها.

تعطى عبارة الشدة النافذة  $I$  عبر السمك  $L$  بالعلاقة:

$$I = I_0 e^{-\mu L} \quad (4.2)$$

$\mu$ : معامل الامتصاص الخطي وحدته  $\text{cm}^{-1}$ .

$I_0$ : الشدة الابتدائية.

$I$ : الشدة النافذة.

$L$ : سمك المادة.

نميز صيغ أخرى لمعامل الامتصاص.

• معامل الامتصاص الكتلي:

$$\mu_m \left( \frac{\text{cm}^2}{\text{g}} \right) = \frac{\mu}{\rho} \quad (5.2)$$

• المعامل الذري للامتصاص:

$$\mu_a \left( \frac{\text{cm}^2}{\text{atome}} \right) = \frac{\mu}{\rho} \cdot \frac{M}{Na} \quad (6.2)$$

حيث:

$M$ : الكتلة المولية،  $Na$ : عدد أفوقادرو،  $\rho$ : الكتلة الحجمية.

• المعامل المولي للامتصاص:

$$\mu_{\text{mol}} \left( \frac{\text{cm}^2}{\text{mol}} \right) = \frac{\mu}{\rho} \cdot M \quad (7.2)$$

المعاملات السابقة مرتبطة مع بعضها بالعلاقة:

$$\mu = \mu_m \cdot \rho = \mu_a \cdot \rho \left( \frac{Na}{M} \right) = \mu_{\text{mol}} \cdot \frac{\rho}{M} \quad (8.2)$$

ومن هذه المعاملات يستعمل  $\mu_m$  بكثرة وهو لا يتعلق بحالة المادة (غاز-سائل-صلب).

عند أخذ خليط من المادة فإن معامل امتصاصها يعطى بالعلاقة:

$$\begin{aligned} (\mu_m)_{A,B,\dots} &= C_A(\mu_m)_A + C_B(\mu_m)_B + \dots \\ &= \sum_k C_k(\mu_m)_k \end{aligned} \quad (9.2)$$

$C_k$ : التركيز الكتلي للعنصر  $k$ .

توجد جداول تعطى  $\mu_m$  لمختلف العناصر في حالة مركبات بسيطة.

معامل الامتصاص الكتلي خاصة ذرية تعتمد على طول موجة الأشعة  $X$  وعلى العدد الذري للمادة الممتصة.

يرجع سبب نقصان شدة الأشعة  $X$  عند مرورها خلال مادة إلى ثلاث ظواهر: الظاهرة الكهروضوئية، ظاهرة أوجي "Auger" وحدوث إنحراف للأشعة وخروجها من الحزمة، ففي ظاهرة الإنحراف لا يمتص فوتون الأشعة السينية الساقطة حقيقة بل ينحرف عند مسار حزمته. أما الظاهرة الكهروضوئية فيتم امتصاص الفوتونات من طرف إلكترونات ذرات المادة وبالتالي ستتطلق من مداراتها فتعوض بنزول إلكترونات أخرى من طبقات عليا فتشع عندئذ أشعة سينية متفلورة (ثانوية) والتي يمكن أن تمتص من طرف إلكترون آخر لينطلق بعيدا عن مداره يسمى بالإلكترون أوجي "Auger".



### 1.3 مخطط تغير معامل الامتصاص الكتلي بدلالة طول موجة الأشعة X

مخطط معامل الامتصاص الكتلي  $\mu_m$  بدلالة  $\lambda$  لمادة ممتصة يأخذ الشكل 7.2.

نلاحظ من المنحنى ما يلي:

• نقصان الإمتصاص بنقصان طول الموجة (لأن زيادة طاقة الأشعة X يزيد من قابليتها على إختراق المواد).

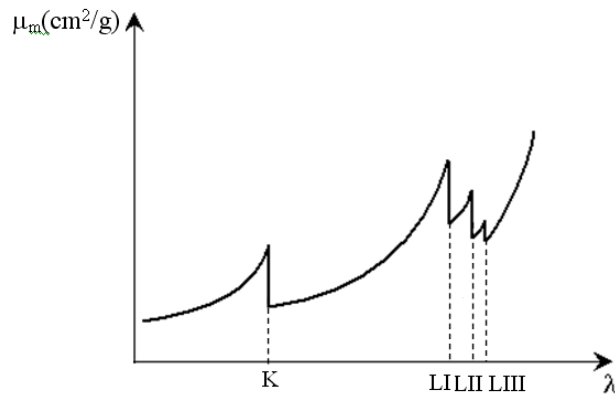
• تقطعات حادة في الإمتصاص عند زيادة طول الموجة وتوافق جميع هذه التقطعات (الحافات) طول موجة الأشعة السينية القادرة على نزع إلكترون من الطبقة K (تسمى عندئذ الحافة K) أو الطبقات LIII, LII, LI تسمى (الحافة LIII, LII, LI).

معامل الامتصاص الكتلي لمادة يتغير مع طول الموجة  $\lambda$  وعددها الذري Z وفق علاقة براغ-بيرس:

$$\frac{\mu}{\rho} \propto Z^4 \lambda^3 \quad (10.2)$$

الجدول 2.2 يعطي قيم معامل الامتصاص الكتلي لبعض العناصر بدلالة طول الموجة

$$\lambda k_{\alpha}(Cu) \text{ و } \lambda k_{\alpha}(Mo).$$



الشكل 7.2: مخطط تغير  $\mu_m$  بدلالة طول موجة الأشعة X.

الجدول 2.2: قيم معامل الامتصاص الكتلي  $\mu_m$  لبعض العناصر.

Z	العنصر	$\mu_m \left( \frac{g}{cm^3} \right)$	
		$\lambda k_{\alpha}(Cu) = 1.54 \text{ \AA}^{\circ}$	$\lambda k_{\alpha}(Mo) = 0.71 \text{ \AA}^{\circ}$
4	Be	1.5	0.3
5	B	2.39	0.39
13	Al	48.6	5.16
47	Ag	218	25.8
48	Cd	231	27.5
82	Pb	232	120

### 2.3 تطبيقات الامتصاص

تستخدم ظاهرة إمتصاص الأشعة X ووجود حافات الامتصاص لصناعة المرشحات التي تهدف إلى فصل خط سيني معين (ذو طول موجة معينة) من الخطوط السينية المجاورة له.

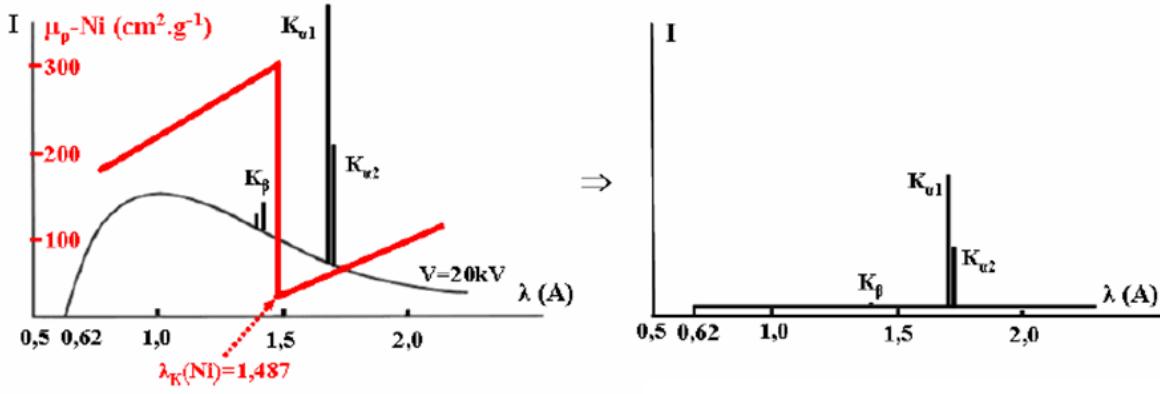
مثال: نستخدم طيف الأشعة السينية لمصعد النحاس يحتوي على الخطين:

$\lambda k_{\alpha} = 1,54 \text{ \AA}^{\circ}$  و  $\lambda k_{\beta} = 1,39 \text{ \AA}^{\circ}$ ، لإزالة الخط  $\lambda k_{\beta}$  نمرر حزمة الأشعة السينية خلال صفيحة

مرشحة مادتها هو عنصر له حافة امتصاص أقل بقليل من الخط  $\lambda k_{\beta}$  لو نأخذ معدن Ni فإن:

$\lambda k_{\beta} < \lambda_k(Ni) < \lambda k_{\alpha}$  فإنه يقوم بامتصاص الخط  $\lambda k_{\beta}$  تاركاً الخط  $\lambda k_{\alpha}$  يمر بدون امتصاص

كبير (الشكل 8.2).



طيف الأشعة السينية لمصدر Cu  
قبل إستعمال المرشح Ni

طيف الأشعة السينية لمصدر Cu  
بعد إستعمال المرشح Ni

الشكل 8.2: مبدأ ترشيح الأشعة السينية.

عادة نأخذ:

$$Z_{\text{مرشح}} = Z_{\text{مصدر}} - 1 \quad (11.2)$$

$$\text{إذن: } Z_{Ni}(28) = Z_{Cu}(29) - 1$$

4 إنعراج الأشعة السينية في البلورات

#### 1.4 ظاهرة الانعراج

من بين تفاعلات الأشعة X مع المادة نأخذ الإنتشار المرن التي تبقى فيه طاقة الأشعة X محفوظة

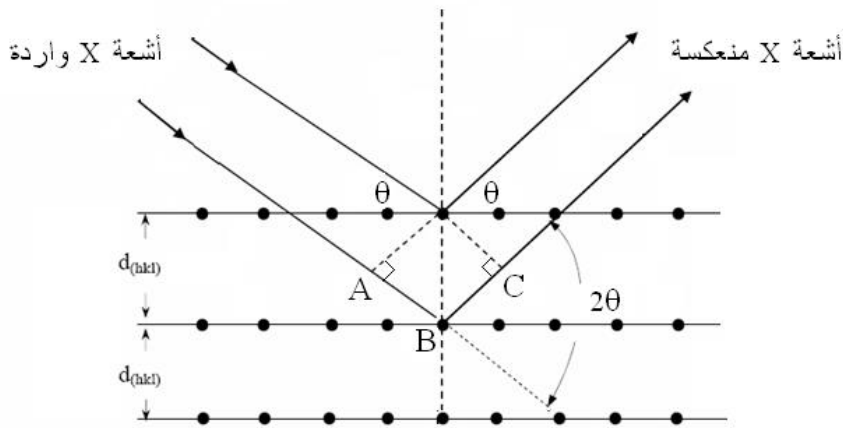
( $\lambda = Cste$ ) يحدث هذا التفاعل على النحو التالي:

- إهتزاز إلكترونات المادة بفعل الحقل الكهرومغناطيسي للأشعة X.
- بهذا الفعل تصبح كل ذرة من المادة منبع للأشعة X بنفس طول الموجة  $\lambda$ .
- إن شدة أشعة X المنتشرة من ذرة من المادة متناهية في الصغر مقارنة بأشعة X الواردة ولها عدة إتجاهات حيث لا يمكن ملاحظتها عمليا.

- عند أخذ جميع ذرات المادة فيمكن للأموح المنتشرة منها (بنفس طول الموجة) أن تتداخل فيما بينها تداخلا بناء لتعطي أشعة يمكن رؤيتها عمليا، يحدث هذا عند اتجاهات معينة دون سواها وتسمى هذه الظاهرة بإنعراج الأشعة X.

#### 2.4 قانون براغ

تمكن براغ من فرض نموذج بسيط للتركيب البلوري يمكن بواسطته معرفة إتجاه حيود الأشعة السينية من البلورة بعد سقوطها عليها. وفي هذا النموذج إفترض براغ أن المستويات المختلفة التي تتكون من ذرات البلورة يمكن أن تعكس الأشعة السينية مثلما تنعكس الأشعة العادية عن مرآة مستوية (زاوية السقوط تساوي زاوية الانعكاس) وإن كل مستو ذري لا يعكس سوى جزء صغير من الإشعاع الوارد، وهذا يتفق مع ما هو معروف من قدرة الأشعة السينية على النفوذ داخل البلورة. وتكون شدة الأشعة المنعكسة في إتجاه معين على المستويات المتوازية قوية إذا كانت أمواجها متفقة في الطور، أي كانت فروق المسير بينها مساوية عددا صحيحا من طولها الموجي. (أي  $\Delta = n\lambda$ )، لأنها تتداخل عندئذ تداخلا بناء يؤدي إلى زيادة شدتها. أما الأشعة التي لا تحقق هذا الشرط فتكون شدتها ضعيفة ولا ترصد.



الشكل 9.2: مبدأ قانون براغ للإنعراج.

$$\begin{aligned}
 \Delta &= AB + BC \\
 &= d_{hkl} \sin \theta + d_{hkl} \sin \theta \\
 &= 2 d_{hkl} \sin \theta \\
 \Rightarrow 2 d_{hkl} \sin \theta &= n\lambda \quad (12.2)
 \end{aligned}$$

تسمى هذه المعادلة بقانون براغ حيث:

$\theta$ : زاوية سقوط الأشعة.

$\lambda$ : الطول الموجي للأشعة.

$n$ : عدد صحيح يسمى "رتبة الانعكاس".

$d_{hkl}$ : المسافة بين المستويات المتوازية  $(hkl)$ .

ملاحظات:

1. من المعادلة:  $2 d_{hkl} \sin \theta = \lambda$  ونعلم أن:  $1 \geq \sin \theta \geq 0$  بما أن  $d_{hkl}$  في

حدود الأنغستروم ( $A^\circ$ ) فإن  $\lambda \approx A^\circ$  وهذا يتحقق من أجل الأشعة السينية.

2. تسمى العلاقة  $2 d_{hkl} \sin \theta = \lambda$  بالانعراج من الرتبة 1 وهذا الانعراج ناتج عن المستويات

المتوازية  $(hkl)$  والتي فاصلتها  $d_{hkl}$ .

يمكن للمستويات  $(nh, nk, nl)$  أن تعطي نفس الإنعراج بحيث:  $2 \tilde{d} \sin \theta = \lambda$ : الفاصلة بين

المستويات  $(nh, nk, nl)$  و  $\tilde{d} = \frac{d_{hkl}}{n}$

إذن:  $2 \frac{d_{hkl}}{n} \sin \theta = \lambda$  ومنه:  $2 d_{hkl} \sin \theta = n\lambda$

بما أن  $\lambda$  وحيدة اللون فإن الإنعراجات من الرتبة  $n$  تظهر إذا غيرنا  $\theta$ .

وبصفة عامة يحدث الإنعكاس من الرتبة  $n$  من مجموعة مستويات توازي المستويات  $(hkl)$  والمسافة

$$\text{بينها } d = \frac{d_{hkl}}{n} \text{ وقرائنها } (nh, nk, nl).$$

مثلا: إنعكاسات الرتبة 2 من المستويات (100) تعود إلى الانعكاسات (200).

### 3.4 شدة الأشعة المنعرجة ومعامل البنية

تعطى شدة الأشعة المنعرجة  $I_{hkl}$  عن مستوى  $(hkl)$  بالعلاقة النظرية:

$$I_{hkl} = |F_{hkl}|^2 \cdot LP(\theta) \cdot D(\theta) \cdot A \cdot m_{hkl} \quad (13.2)$$

حيث:

$m_{hkl}$ : معامل التكرار.

$LP$ : معامل Lorentz-Polarisation حيث:

$$LP(\theta) = \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cdot \cos \theta} \quad (14.2)$$

$D$ : معامل درجة الحرارة:

$$D = \exp\left(-\beta_j \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2}\right) \quad (15.2)$$

$\beta_j$ : عامل Debye-waller للاهتزاز الحراري للذرة  $j$

$A$ : معامل الامتصاص.

$F_{hkl}$ : معامل البنية.

يعطى  $F_{hkl}$  بالعلاقة:

$$F_{hkl} = \sum_{j=1}^S f_j \exp 2\pi i (hx_j + ky_j + lz_j) \quad (16.2)$$

S: عدد الذرات في الخلية.

$(x_j, y_j, z_j)$ : إحداثيات الذرة  $j$  في الخلية.

$f_j$ : معامل التشتت الذري للذرة  $j$  (بتغير بدلالة  $\theta$  و  $\lambda$ )

#### 1.3.4 حساب معامل البنية للشبكة المكعبة

يمكن حساب معامل البنية  $F_{hkl}$  للبنى البلورية باستعمال العلاقة (16.2). لنحسب هذا المعامل من

أجل شبكات الفئة المكعبة: Cs, CC, CFC.

(أ) في حالة Cs:

عدد الذرات في الخلية:  $S=1$  إحداثياتها  $(0,0,0)$ .

$$F_{hkl} = f \exp 2\pi i (h \cdot o + k \cdot o + l \cdot o)$$

$F_{hkl} \neq 0$  إذن تنعرج الأشعة  $X$  عن جميع المستويات  $(hkl)$ .

(ب) في حالة CC:

عدد الذرات في الخلية:  $S=2$  إحداثياتها  $(0,0,0), (\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$

$$F_{hkl} = f_1 \exp 2\pi i (h \cdot o + k \cdot o + R \cdot o) + f_2 \exp 2\pi i (\frac{h}{2} + \frac{k}{2} + \frac{R}{2})$$

بما أن الذرات متماثلة:  $f_1 = f_2 = f$

$$\begin{aligned} F_{hkl} &= f + f \exp 2\pi i (h + k + l) \\ &= f(1 + \exp 2\pi i (h + k + l)) \\ &= f(1 + (-1)^n) \end{aligned}$$

حيث:  $n(h + k + l)$  (عدد صحيح)

$$F_{hkl} = \begin{cases} 2f & \text{عدد زوجي } n \\ \text{نمير حالتين} & \\ 0 & \text{عدد فردي } n \end{cases}$$

إن في التركيب CC تختفي الانعكاسات عن المستويات البلورية عندما يكون مجموع قرائنها عددا فرديا.

### ج) حالة CFC:

عدد الذرات في الخلية هو  $S=4$  وإحداثياتها:  $(0,0,0)$ ,  $(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$ ,  $(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2})$ ,  $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0)$

$$F_{hkl} = f(1 + e^{i\pi(h+k)} + e^{i\pi(h+l)} + e^{i\pi(k+l)}) \quad \text{نجد:}$$

نمير حالتين:

•  $h, k, l$  مختلطة (أي أن أحد القرائن فردي والباقيان زوجيان أو العكس). فإن

$$F_{hkl} = 0$$

•  $h, k, l$  غير مختلطة (أي كلها أعداد زوجية أو كلها فردية) فإن:  $F_{hkl} = 4f$ .

## 5 الطرق التجريبية لإنعراج الأشعة X في البلورات

### 1.5 مقدمة

يستخدم إنعراج الأشعة X بواسطة البلورات لتحديد تركيبها البلوري، وتعتمد الطرق التجريبية المختلفة على تطبيق قانون براغ حيث يجب أن يتوافر مدى متصل من قيم  $\lambda$  أو  $\theta$ ، ولما كان بالإمكان تعيين الطول الموجي  $\lambda$  للأشعة السينية بطريقة مستقلة وقياس  $\theta$  مباشرة من تجربة الانعكاس حيث أنها تساوي نصف الزاوية بين الأشعة الساقطة والمنعرجة كما هو موضح في الشكل 9.2 فإنه يمكن من تحليل صورة إنعراج الأشعة X الحصول على معلومات كافية عن البنية البلورية.

أهم الطرق التجريبية المستعملة في هذا المجال ملخصة في الجدول 3.2.

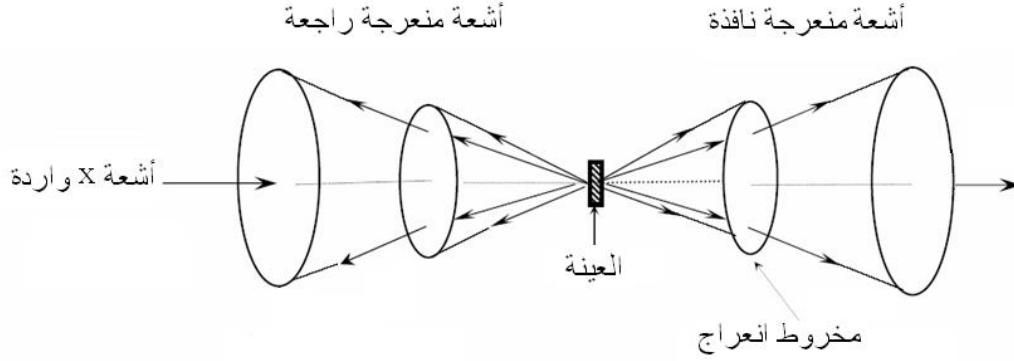


الجدول 3.2: أهم الطرق التجريبية لانعراج الأشعة X.

الطريقة	أشعة ×	وضع العينة	العينة
طريقة المسحوق	أحادية اللون	ثابتة أو دوارة	متعدد البلورات
طريقة لاوي	بيضاء اللون	ثابتة	أحادي البلورة
طريقة البلورة الدوارة	أحادية اللون	دوارة	

### 2.5 طريقة المسحوق أو طريقة "ديباي-شرر"

نستعمل في هذه الطريقة عينة على شكل مسحوق ناعم موجود داخل أنبوبة شعرية مكونة من مجموعة كبيرة من البلورات الأحادية ذات توجهات عفوية في الفضاء، وتسقط على العينة حزمة من الأشعة السينية الوحيدة اللون ولما كانت العينة المدروسة هنا تتألف من عدد كبير من البلورات الدقيقة فإن شرط براغ يتحقق لكل مجموعة من المستويات المتوازية يكون توجهها مناسباً. ولما كان توجه هذه البلورات الدقيقة في المسحوق عشوائياً، فإن الأشعة المنعكسة عن مختلف المستويات في مختلف البلورات بزوايا براغ معينة تشكل مع الحزمة الواردة زاوية  $2\theta$  في كل الاتجاهات الممكنة، وهذا يؤدي إلى بروز حزمة على شكل مخروط دوراني (الشكل 10.2) رأسه البلورة ونصف زاويته  $2\theta$  ومحوره الحزمة الواردة. ويحدث نفس الشيء لمستويات أخرى تحقق شرط براغ بزوايا أخرى تؤدي إلى بروز حزم مخروطية أخرى.



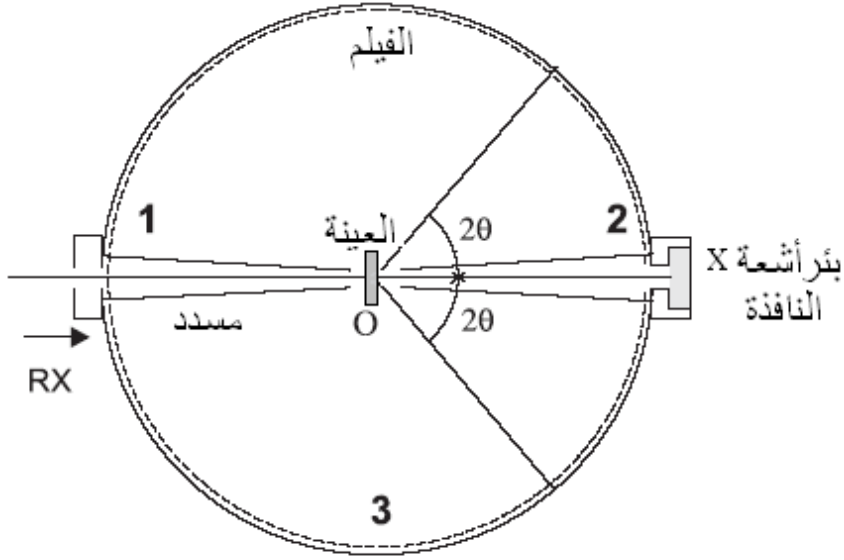
الشكل 10.2: اتجاهات الأشعة المنعرجة.

يتم استقبال الأشعة المنعرجة حسب الجهاز المستعمل:

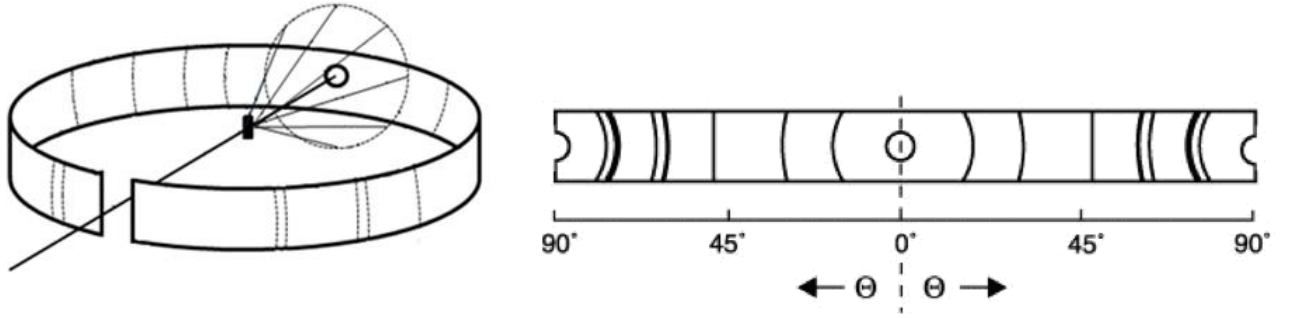
- استقبال على فيلم فوطوغرافي: ترسم أشعة X المنعرجة صورة على الفيلم الحساس تكون على شكل أقواس دوائر متحدة المركز.
- استقبال كهربائي (عداد): يتم بواسطة عدادات أشعة X حيث تحول الأشعة إلى إشارات كهربائية وعند تضخيمها تسجل على شكل مخطط.

### 1.2.5 طريقة الفيلم

تدخل أشعة X الوحيدة اللون إلى حجرة الانعراج الأسطوانية من الفتحة A وجزئها الذي لا ينعرج يستمر خارجا من الحجرة عبر النقطة B. توضع العينة في مركز الحجرة "O" وهي في غالب الأحيان تدور حول محورها لزيادة التوجهات العفوية بالنسبة للأشعة الساقطة. ولتسجيل صورة الانعراج يوضع فيلم فوطوغرافي على شكل أسطوانة حسب شكل الحجرة (الشكل 11.2). توجد ثلاث طرق لتثبيت نهائي الفيلم داخل حجرة ديباي- شرر، ففي الطريقة 1 نتحصل على صورة إنعراج كما هو موضح في الشكل 12.2، الأشعة المنعرجة تكون بهيئة مخاريط رأسها عند العينة "O"، هذه المخاريط تسجل على الفيلم بصورة أقواس دوائر متمركزة.



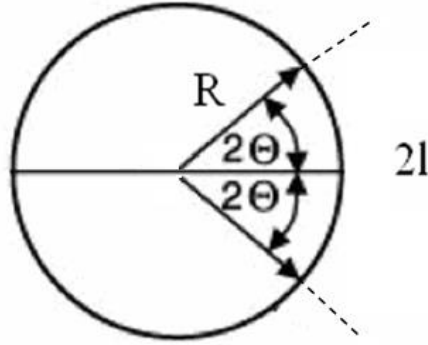
الشكل 11.2: حجرة ديبياي-شرر.



الشكل 12.2: صورة انعراج الأشعة X على الفيلم.

بعد إجراء صورة الانعراج على الفيلم يقاس قطر كل قوسين متقابلين (جزئي حلقة واحدة) على الفيلم

حسب ما يلي (الشكل 13.2):



الشكل 13.2: طريقة حساب زاوية الانعراج.

$$4\theta R = 2l$$

$$4\theta = \frac{2l}{R} (\text{rad})$$

$$4\theta = \frac{2l}{R} \times \frac{360^\circ}{2\pi}$$

$$\theta^\circ = \frac{l}{\pi R} \cdot 90^\circ \quad (14.2)$$

R: نصف قطر حجرة ديبياي

### 2.2.5 طريقة العداد

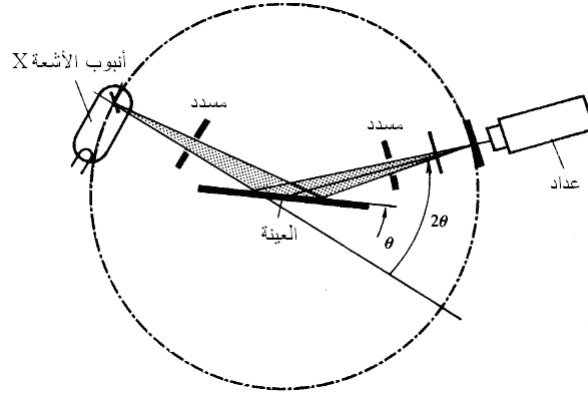
الطريقة الحديثة لتسجيل طيف الانعراج هو إستعمال عدادا بدلا من الفيلم.

يثبت العداد على ساعد يدور حول العينة ويقوم بتسجيل شدة الأشعة المنعرجة في مختلف الاتجاهات.

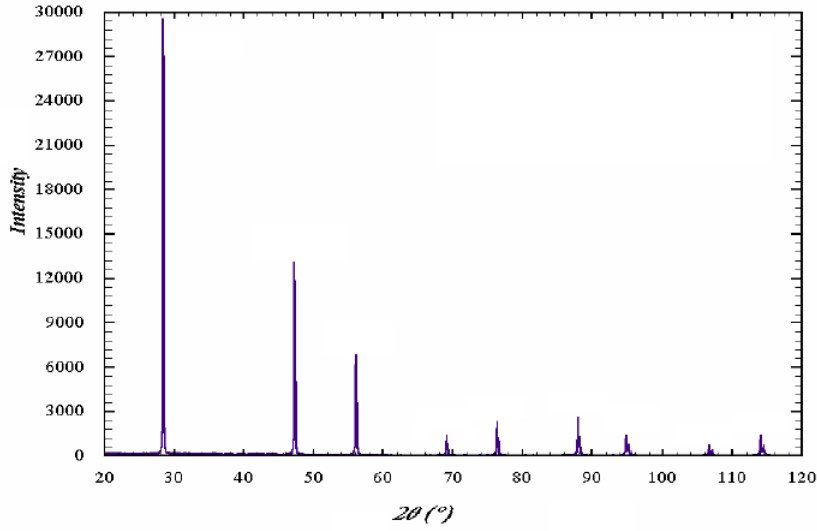
تدار العينة والعداد بشكل تكون معه سرعة دوران العينة مساوية نصف سرعة دوران العداد، ليتلقى

العداد دوما الأشعة المنعرجة عن المستويات البلورية الموازية لسطح العينة (الشكل 14.2).

عند وصل العداد بمسجل فإننا نحصل على مخطط الانعراج للعينة المدروسة (الشكل 15.2).



الشكل 14.2: مبدأ جهاز انعراج الأشعة X.



الشكل 15.2: مخطط انعراج الأشعة X على مسحوق من السيليسيوم Si.

### 3.5 تحليل صورة الانعراج

بعد الحصول على مخطط الانعراج للعينة المدروسة نقوم بحساب الزوايا  $2\theta$  الموافقة لكل قيم الانعراج ومن ثم نستنتج قيمة  $\theta$  (زاوية براغ).

أما إذا استعملنا طريقة الفيلم فإن زوايا الانعراج  $\theta$  تحسب من العلاقة (14.2).

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

إذا كان الجسم البلوري المدروس ذو بنية مكعبة فإن:

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \quad (15.2)$$

$$2 \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \sin \theta = \lambda$$

ونكتب المعادلة على الشكل:  $\frac{2 \sin \theta}{\lambda} = \frac{1}{a^2} \sqrt{h^2+k^2+l^2}$

بترتيب الطرفين:  $\frac{4 \sin^2 \theta}{\lambda^2} = \frac{1}{a^2} (h^2+k^2+l^2)$

نضع:  $N = h^2 + k^2 + l^2$  حيث  $N$  عدد صحيح قيمته التصاعدية حسب الجدول 4.2.

الجدول 4.2: قيم  $N$  الممكنة والقرائن  $(hkl)$  الموافقة لها.

N	(hkl)	N	(hkl)
1	(100)	13	(320)
2	(110)	14	(321)
3	(111)	15	-
4	(200)	16	(400)
5	(210)	17	(410),(322)
6	(211)	18	(411),(330)
7	-	19	(331)
8	(220)	20	(420)
9	(300), (221)	21	(421)
10	(310)	22	(332)
11	(311)	23	-
12	(222)	24	(422)

نلاحظ غياب الأرقام: 7، 15، 23... وهي تقابل  $N = 4^p(8n + 7)$  حيث:  $n, p$  عددين صحيحين.

ولتعيين البنية البلورية للعينة المدروسة سواء من مخطط الانعراج أو إنطلاقاً من الفيلم نتبع الخطوات التالية:

1. تقاس زوايا الانعراج  $\theta^\circ$  عملياً وتدرج في العمود الأول من الجدول أسفله.
2. نحسب كل القيم  $\frac{4 \sin^2 \theta}{\lambda^2}$  حيث  $\lambda$  طول موجة الأشعة السينية المستعملة وتوضع القيم في العمود 2 من الجدول (5.2).
3. عند تقسيم قيم العمود 2 على قاسم مشترك  $(\frac{1}{a^2})$  فالنواتج تكون قريبة من أعداد صحيحة  $N$ . لذلك يجب أن نبعث عن القاسم المشترك  $(a^{-2})$  للحصول على قيمة  $\lambda$  قريبة من عدد صحيح. عملياً نقسم جميع قيم العمود 2 على أقل قيمة لهذا العمود إذا لم نجد قيم صحيحة  $\lambda$   $N$  نقسم مرة ثانية على:  $\frac{\text{أقل للعمود قيمة 2}}{2}$  ثم  $\frac{\text{أقل قيمة للعمود 2}}{3}$  وهكذا حتى نحصل على قيم صحيحة  $\lambda$   $N$  ثم نضعها في الجدول في العمود 3.
4. انطلاقاً من قيم  $N$  نستنتج قيم  $(hkl)$  (أي تأشير الانعكاسات) حيث  $N = h^2 + k^2 + l^2$ . تدرج قيم  $(hkl)$  في العمود 4 من الجدول (5.2).
5. باستخدام المعادلة:  $4 \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2} = \frac{N}{a^2}$  نجد قيم "a" وندرجها في العمود 5 من الجدول (5.2) مع العلم أن أدق قيمة لـ "a" توافق زوايا براغ الكبيرة. ولاستنتاج نوع الشبكة المكعبة (CS أو CC أو CFC) نستند على شروط ظهور وإختفاء الانعكاسات  $(hkl)$  في هذه الشبكات والملخصة في الجدول 6.2.

الجدول 5.2: طريقة وضع النتائج لتعيين البنية البلورية.

1	2	3	4	5
$\theta(^{\circ})$	$\frac{4 \sin^2 \theta}{\lambda^2}$	N	(hkl)	$a(A^{\circ})$

نلاحظ من الجدول 6.2 أن الانعكاسات المسموحة تحقق الشروط التالية:

(أ) البنية **CS**: جميع الانعكاسات مسموحة (لا يوجد شروط على القرائن  $h, k, l$ ).

(ب) البنية **CC**: الانعكاسات المسموحة تحقق الشرط:  $h + k + l = 2n$ .

(ج) البنية **CFC**: القرائن  $h, k, l$  من نفس النوع (كلها زوجية أو كلها فردية).

(د) بنية الماس:  $h, k, l$  زوجية مع  $h + k + l = 4n$ .

$h, k, l$  فردية.



الجدول 6.2: المستويات المنعرجة في جميع أنواع الشبكة المكعبة من أجل  $N \leq 24$

N	(hkl)	CS	CC	CFC	الماس
1	(100)	1			
2	(110)	2	2		
3	(111)	3		3	3
4	(200)	4	4	4	
5	(210)	5			
6	(211)	6	6		
8	(220)	8	8	8	8
9	(300), (221)	9			
10	(310)	10	10		
11	(311)	11		11	11
12	(222)	12	12	12	
13	(320)	13			
14	(321)	14	14		
16	(400)	16	16	16	16
17	(410), (322)	17			
18	(411), (330)	18	18		
19	(331)	19		19	19
20	(420)	20	20	20	
21	(421)	21			
22	(332)	22	22		
24	(422)	24	24	24	24