

مثال 2: عين الخلية الإنقلابية للمكعب المتمركز الاوجه؟

الحل: لإستنتاج خلية بريليون الاولى للمكعب المتمركز الاوجه نشير إلى الشكل (3-9) ومنه يمكن كتابة متجهات الانتقال الاولية لهذا المكعب في الفضاء الحقيقي على الصورة،

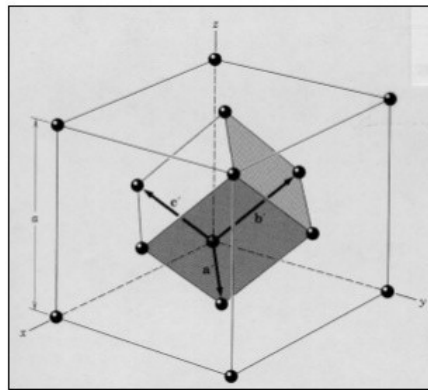
$$\vec{a}^* = \frac{a}{2}(\hat{i} + \hat{j}) \quad \vec{b}^* = \frac{a}{2}(\hat{j} + \hat{k}) \quad \vec{c}^* = \frac{a}{2}(\hat{i} + \hat{k})$$

حيث  $a$  طول خلية الوحدة و  $k, j, i$  هي وحدة المتجه في الاتجاهات الثلاثة المتعامدة ويكون حجم الخلية في الفضاء الحقيقي هو

$$V_c = \vec{a}' \cdot \vec{b}' \times \vec{c}' = \frac{a}{2}(\hat{i} + \hat{j}) \cdot \frac{a^2}{4}(\hat{j} + \hat{k}) \times (\hat{i} + \hat{k})$$

$$V_c = \left(\frac{a}{2}\right)^3 \begin{vmatrix} 1 & 1 & 0 \\ 0 & 1 & 1 \\ 1 & 0 & 1 \end{vmatrix} \frac{a^3}{8} \times 2 = \frac{a^3}{4}$$

### Face-centered cubic (FCC)



- Primitive translation vectors

$$\vec{a}' = \frac{a}{2}(\hat{x} + \hat{y});$$

$$\vec{b}' = \frac{a}{2}(\hat{y} + \hat{z})$$

$$\vec{c}' = \frac{a}{2}(\hat{z} + \hat{x}).$$

الشكل (3-9) تعيين خلية بريليون الاولى للمكعب المتمركز الاوجه.

وتكون متجهات الانتقال الاولى في الشبكة الانقلابية على الصورة:

$$\vec{a}^* = \frac{2\pi}{V_c} \vec{b}' \times \vec{c}'$$

$$\vec{a}^* = \frac{2\pi}{a^3/4} \begin{vmatrix} \hat{i} & \hat{j} & \hat{k} \\ 0 & 1 & 1 \\ 1 & 0 & 1 \end{vmatrix} \cdot \frac{a^2}{4}$$

$$\vec{a}^* = \frac{2\pi}{a} (\hat{i} + \hat{j} - \hat{k}) \quad \vec{b}^* = \frac{2\pi}{a} (-\hat{i} + \hat{j} + \hat{k}) \quad \vec{c}^* = \frac{2\pi}{a} (\hat{i} - \hat{j} + \hat{k})$$

وتكون  $\vec{a}^*$  و  $\vec{b}^*$  و  $\vec{c}^*$  هي المتجهات الاولى في الشبكة الانقلابية للمكعب متمركز الوجة في

الشبكة الحقيقية ويكون حجم الخلية الاولى في الفضاء الانقلابي هو حجم خلية بريليون ويساوى

$$\vec{a}' \cdot \vec{b}' \times \vec{c}' \text{ أي أن ،}$$

$$V_c = \vec{a}' \cdot \vec{b}' \times \vec{c}' = 4 \cdot \left(\frac{2\pi}{a}\right)^3 = \frac{32\pi^3}{a^3}$$

## 9- استخدام الأشعة السينية في تحليل التركيب البنائي للمادة الصلبة

### Using of X-rays for structural analysis of crystalline solids

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 لبضعة انجسترومات ( الأنجستروم  $10^{-10}$  m ) وأنسب

الموجات لهذا الاستخدام هي موجات الأشعة السينية (X-Rays) والموجات المصاحبة للإلكترونات والنيوترونات والحصول على تفاصيل جيدة للشبيكة البلورية يقتضي أن يكون التفاعل بين الموجات والذرات ضعيفا لدرجة تسمح بأن تنفذ الموجات لعدة مستويات داخل البلورة، بحيث يتاح لها ان تتداخل تداخلا بناء.

### 10- الحيود و قانون براغ: Bragg's law

تمكن " براغ " من فرض نموذج بسيط للتركيب البلوري يمكن بواسطته معرفة اتجاه حيود الأشعة السينية من البلورة بعد سقوطها عليها، وفي هذا النموذج افترض براغ أن المستويات المختلفة التي تتكون من ذرات البلورة يمكن أن تعكس الأشعة السينية كما هو موضح بالشكل (10-3). علاوة على ذلك، لقد افترض أنه يمكن تمثيل الذرات التي تكون مراكز التشتت الفعلية بمجموعة من المستويات المتوازية يعمل كل منها كمرآة (تعكس الاشعة السينية). ترتبط المسافة الفاصلة بين هذه المستويات في النظام المكعب  $d_{hkl}$  مع ثابت الشبيكة،  $a$  بالعلاقة المعروفة الآتية،

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \quad (3-43)$$

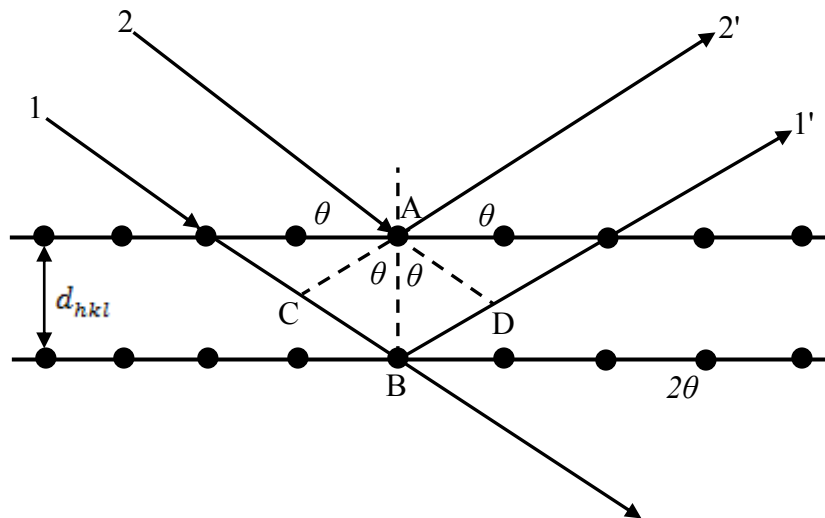
تتداخل الأشعة المشتتة مكونة نماذج يمكن منها استخلاص المعلومات. بالنسبة للتداخل البناء للأشعة السينية المشتتة (والتي يظهر على شكل قمة للتشتت) يجب أن تكون الأشعة مشتتة بواسطة مستويات

متعاقبة وفي طور واحد (مرة أخرى، يجب أن تشترك في صدر الموجة) بعد تركها سطح البلورة، بمعنى يجب أن تكون الأشعة الساقطة والمشتتة في الطور نفسه. كما يتضح من الشكل (3-10) يوجد فرق في المسار بين الأشعة المختلفة. ولتحقيق شرط التداخل البناء يجب أن يساوى فرق المسار بين الشعاعين 1 و 2  $\overline{AB} + \overline{BC}$  عبارة عن مضاعف صحيح للطول الموجي للأشعة الساقطة. يمكن التعبير عن هذا الشرط بالعلاقة الآتية،

$$\overline{AB} + \overline{BC} = n\lambda \quad n=1,2,3,\dots \quad (3-44)$$

وحيث أن  $\overline{AB} = \overline{BC}$  و  $\sin\theta = \frac{\overline{AB}}{d_{hkl}}$  وبالتعويض في المعادلة السابقة نحصل على،

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin\theta \quad (3-45)$$



الشكل (3-10) قانون براغ، بافتراض أن المستويات الذرية تعمل كمستويات عاكسة.

تعرف العلاقة السابقة بقانون براغ وتصف الوضع الزاوي للشعاع بدلالة  $\lambda$  و  $d_{hkl}$  في معظم الحالات نهتم فقط بالرتبة الاولى للتشتت ( $n=1$ ) وبالتالي يمكن كتابة قانون براغ على الصورة الآتية،

$$\lambda = 2d_{hkl} \sin\theta \quad (3-46)$$

(نستطيع وضع  $n=1$  لأنه يمكن إعزاء قمة التشتت المقابلة للرتب 2، 3، .... إلى التشتت الناتج عن مضاعفات أدلة ميلر، أي من المستويات ( $nh, nk, nl$ ) بمعنى، من إحدى المستويات المتوازية ذات المسافة الفاصلة  $d_{hkl}$ ).

### 11- قواعد الاختيار لقمم الحيود في الأنظمة المكعبة

لتعيين الزوايا الناتجة من تشتت حزمة من الأشعة السينية الاحادية الموجة و الساقطة على بلورة ما (ذات نظام مكعب مثلاً)، ولقد تبين من الشكل (10-3) انه من الممكن الحصول على زوايا حيود  $2\theta$  في المنستويات (100). و بذلك يمكن الحصول على حدود المرتبة الاولى والثانية والثالثة، وكذلك الحصول على حيود من مجموعة مستويات (110) و (111) وكذلك الحصول على معلومات كمية عن حجم (ثابت الشبكة  $a$ ) و شكل (SC, BCC, FCC) خلية الوحدة المميز وبالتالي نستدل على النظام. لذا فمن الضروري ايجاد علاقة عامة للتنبأ بزوايا الحيود لاي مجموعة

من المستويات في الانظمة البلورية السبعة. من الفصل الاول في البند الثامن تبين العلاقة بين ضلع المكعب (ثابت الشبكة  $a$ ) و المسافة البينية للمستويات  $d$  بدلالة معاملات ميلر وتكون بالصورة

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \quad (3-47)$$

وباستخدام قانون براغ المعادلة (3-46) يمكن ايجاد قيمة المسافة البينية بدلالة الطول الموجي للاشعة الساقطة

$$\therefore d_{hkl} = \frac{\lambda}{2\sin\theta} \quad (3-48)$$

و بالتعويض عن قيمة  $d_{hkl}$  المعادلة (3-48) في المعادلة (3-47) نحصل

$$\frac{\lambda}{2\sin\theta} = \frac{a}{\sqrt{h^2+k^2+l^2}} \quad (3-49) \text{ بالتربيع للطرفين نحصل}$$

$$\frac{\lambda^2}{4\sin^2\theta} = \frac{a^2}{(h^2+k^2+l^2)} \quad (3-50)$$

$$a^2 = \frac{\lambda^2}{4\sin^2\theta} (h^2 + k^2 + l^2) \quad (3-51)$$

نفرض استخدمنا طول موجة ساقطة محددة  $\lambda$  و بلورة ذات نظام معينة (مكعب) بطول ضلع خلية  $a$  عند ذلك تصبح المعادلة (3-51) جيدة التنبؤ عن جميع زوايا الحيود المحتملة و التي يحدث بها

الحيود من المستويات  $(hkl)$ . يمكن كتابة المعادلة (3-51) للمستوي (110) بالصورة

$$a = \frac{\lambda^2}{4\sin^2\theta} (1^2 + 1^2 + 0^2) = \frac{\lambda^2}{4\sin^2\theta} (2) = \frac{\lambda^2}{2\sin^2\theta} \quad (3-52)$$

اما اذا فرضنا البلورة ذات نظام رباعي و ذات اضلاع  $a, c$  عند ذلم يمكن الحصول على العلاقة التالية:

$$\sin^2\theta = \frac{\lambda^2}{4} \left( \frac{h^2+k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \right) \quad (3-53)$$

وبنفس الطريقة يمكن الحصول على علاقة عامة لاي نظام بلوري اخر. ومن الامثلة اعلاه تبين انه بالامكان تعيين اتجاهات الحيود لطول موجي معين بواسطة حجم وشكل وحدة الخلية في البلورة.

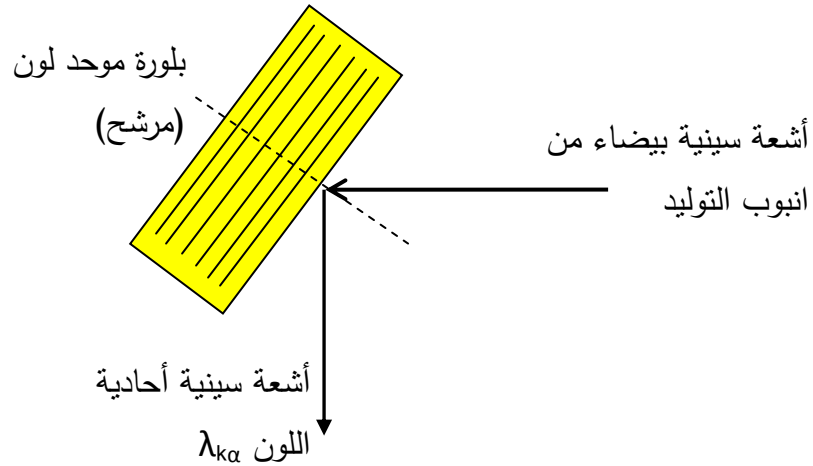
## 12- الطرق العملية لحيود الأشعة السينية:

### Experimental approaches of X-rays diffraction

سنهتم في هذا الفصل باستخدام تقنية حيود الأشعة السينية لغرض : (أ) التعرف على أنظمة بلورية (مكعبة) (ب) تعيين ثابت الشبيكة،  $a$ ، و (ج) التعرف على مستويات معينة أو الاتجاهات المهمة في البلورة. يمكن مطابقة مختلف الطرق الممكنة، من حيث المبدأ، من خلال اختبار قانون براغ. يمكن تحقيق شرط براغ لقيم معينة للمسافة  $d_{hkl}$  بضبط احد المتغيران التجريبيين (1) : الطول الموجي المستخدم للأشعة السينية الساقطة،  $\lambda$  أو (2) اتجاه المستويات البلورية بالنسبة للأشعة الساقطة  $\theta$  بناء على ما سبق يوجد مبدئين يمكن معهما تحقيق حيود الأشعة السينية في الحالة الصلبة عمليا :

المبدأ الأول هو ثبوت زاوية سقوط الأشعة،  $\theta$ ، وتغير الطول الموجي للأشعة،  $\lambda$ ، والمبدأ الثاني هو ثبوت الطول الموجي للأشعة،  $\lambda$ ، وتغير زاوية سقوط الأشعة،  $\theta$ . تبني نظرية عمل جميع الطرق العملية على أحد المبدأين السابق ذكرهما وفيما يلي سنناقش هذه الطرق بشئ من التفصيل. من الخصائص الضرورية للأشعة السينية المستخدمة، في كثير من تجارب الحيود، هو أن يجب أن تكون أحادية اللون. توجد طريقتان أساسيتان للحصول على حزمة أشعة سينية أحادية اللون من حزمة بيضاء (متصلة) هما: طريقة الامتصاص وطريقة الانعكاس. في طريقة الامتصاص تمرر الحزمة البيضاء خلال رقيقة معدنية تسمى المرشح (filter)، يكون للمرشح المقدرة على امتصاص جميع الأطوال الموجية للأشعة السينية ماعدا طول موجي معين  $\lambda_0$  في الحقيقة يكون معامل امتصاص مادة المرشح للطول الموجي  $\lambda_0$  صغيرا جدا مقارنة مع امتصاص باقي الأطوال الموجية. يتم اختيار نوع المرشح طبقا لنوع مادة هدف أنبوبة التوليد والطول الموجي المراد استخدامه. فعلى سبيل المثال لا الحصر، يستخدم مرشح نيكل للعمل مع أنبوبة ذات هدف مصنوع من النحاس وتكون الأشعة السينية التي نحصل عليها، في هذه الحالة، أحادية اللون وذات طول موجي مقدار  $1.542 \text{ \AA}$ . للحصول على أشعة أحادية اللون بطريقة الانعكاس يتم استخدام بلورة تسمى محدد اللون (monochromator) كما هو مبين في الشكل (11-3). جاءت التسمية من الفعل، الذي يقوم به المحدد (أو موحد لون) والذي يكون عبارة عن بلورة معينة تعمل فرز للإشعاعات (تماما كما في حالة المنشور الضوئي) بمعنى أنها تعكس الأشعة ذات الأطوال الموجية المختلفة بزوايا مختلفة وعندئذ يتم اختيار الطول الموجي المناسب باختيار زاوية انعكاس معينة. من أمثلة محددات الأشعة السينية بلورة الكوارتز.



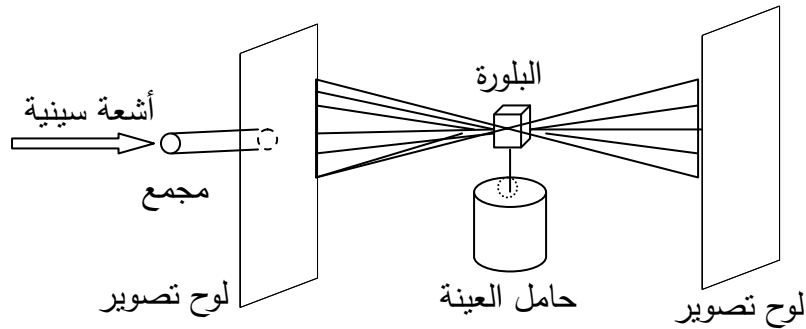


الشكل (3-11) الحصول على أشعة أحادية اللون من الأشعة البيضاء.

### 1-12- طريقة لاوى: Laue method

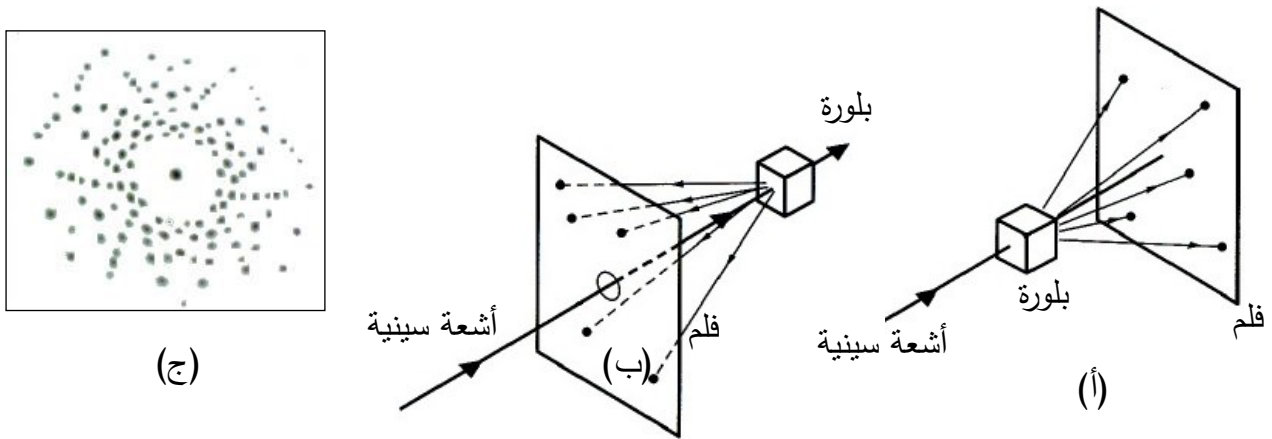
تُستخدَم طريقة لاوى في تحديد تناظر واتجاه البلورات الأحادية المعروفة التركيب (بلورات صغيرة تزيد أبعادها عن 1 mm) وذلك بتحليل نموذج حيود الأشعة السينية الناتج. تبنى فكرة عمل هذه الطريقة على مبدأ ثبوت زاوية سقوط الأشعة السينية،  $\theta$ ، وتغير الطول الموجي،  $\lambda$ ، لتحقيق قانون براغ المعروف. يتم ذلك عن طريق سقوط شعاع أبيض من الأشعة السينية على بلورة أحادية ساكنة (وبالتالي تكون  $\theta$  ثابتة لجميع مستويات البلورة)، كما هو موضح بالشكل (3-12). يتم تثبيت البلورة بحيث يكون لها توجيه ثابت بالنسبة لحزمة الأشعة الساقطة ويتم وضع لوح تصوير (فيلم فوتوغرافي) أمام البلورة بشكل عمودي على الأشعة الساقطة ولوح تصوير آخر خلفها. يكون اللوح الأمامي مثقوباً من المنتصف لمرور الأشعة الساقطة.

كما نعلم، يتضمن الشعاع الأبيض من الأشعة السينية كل من الطيف الخطي والطيف المتصل المتولد بواسطة الأنبوبة (وبذلك فإن البلورة تتعرض لمدى معين متصل من قيم الأطوال الموجية). تقوم كل مجموعة من المستويات المتوازية بعكس (تشتت) فوتونات الأشعة السينية ذات طول موجي معين والتي تحقق قانون براغ لزاوية سقوط ثابتة.



الشكل (3-12) الترتيب التجريبي لحيود الأشعة السينية طبقا لطريقة لاوى.

يمكن تسجيل حيود الأشعة بطريقة ملائمة بواسطة كاميرا بولارويد (Polaroid camera) أو بواسطة أي جهاز تصوير إلكتروني. يمكن تحليل نماذج حيود الأشعة المشتتة النافذة أو الأشعة المشتتة المرتدة بالانعكاس من البلورة والتي يتم الحصول عليها على ألواح التصوير، كما هو مبين في الشكل (3-13) (19 الجزئين) أ (و) ب (على وجه الترتيب).



الشكل (3-13) حيود لاوى في (أ) نمط الأشعة النافذة، (ب) نمط الأشعة المرتدة بالانعكاس و (ج) نموذج تداخل أشعة نافذة.

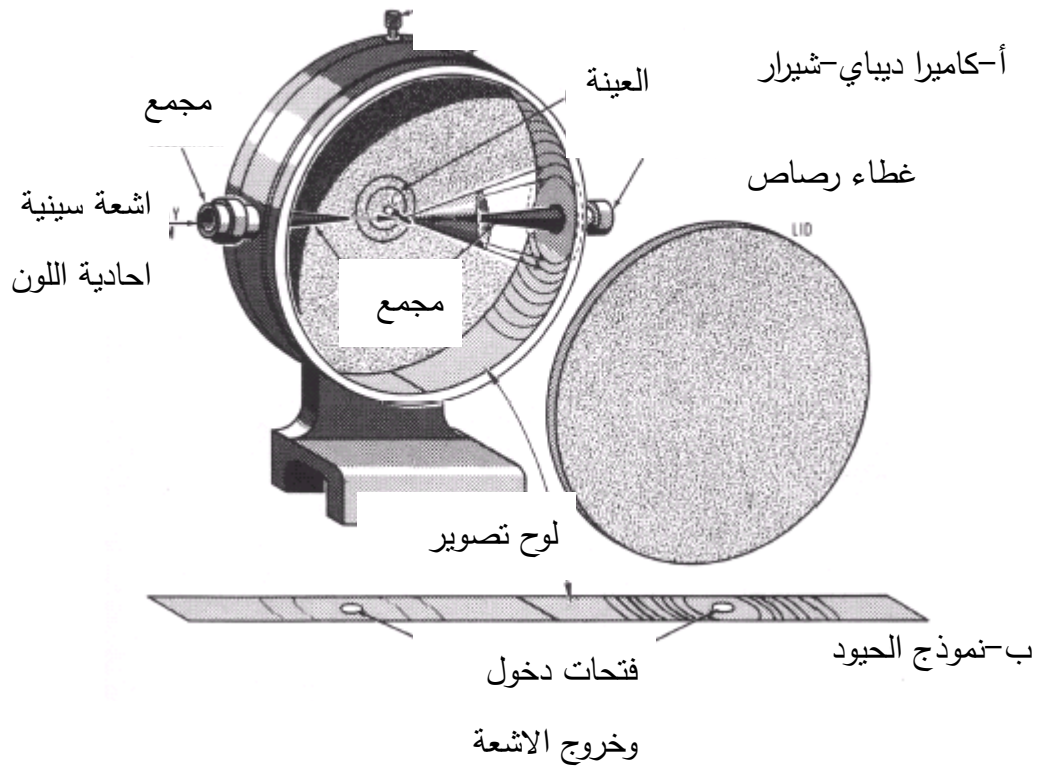
تغطي حزمة الأشعة الساقطة مجالا مستمرا (متصلاً) كبيراً من الأطوال الموجية، لذلك فإن كل مجموعة مستويات بلورية متوازية ( $d_{hkl}$ ) تنتخب من الحزمة الساقطة طول موجي يحقق قانون براغ وتعكسه بزاوية  $\theta_{hkl}$ . ونتيجة انعكاسات كل مجاميع المستويات المتوازية يظهر نموذج الحيود والذي يكون على هيئة بقع (تلطخات) على لوح التصوير موزعة بصورة تظهر توجه البلورة، كما هو مبين بالشكل (13-3ج). فلو كان للبلورة المدروسة محور تناظر من الدرجة السادسة وموجه بحيث يوازي هذا المحور اتجاه الأشعة الساقطة فإن صورة التشتت يكون لها محور تناظر من الدرجة السادسة أيضاً وعمودي على مستواها، كما يبين الشكل (ج).

تترتب البقع في نموذج حيود الأشعة النافذة (الشكل ج) على شكل قطوع ناقصة مارة بالبقعة المركزية. ينتج كل قطع ناقص عن التشتت الناتج من مستويات منطقة واحدة محورها  $[uvw]$  وأدلة ميلر لها تحقق المعادلة  $h\nu + kv + wl = 0$ . أما البقع في نموذج حيود الأشعة المرتدة بالانعكاس فتتكون من قطوع زائدة لا تمر بالبقعة المركزية. يتم تحليل وتعيين أدلة ميلر المقابلة لبقع الحيود باستخدام مخطط يسمى بناء أيوالد (Ewald).

غالبا يفضل استخدام هذه التقنية في نمط الأشعة المرتدة بالانعكاس. لاحظ أنه يمكن بواسطة هذه الطريقة تعيين قيم  $\theta$  المقابلة لكل انعكاس ولا يمكن تعيين قيم  $\lambda$  المقابلة وذلك بسبب تراكم الانعكاسات من الرتب المختلفة من مجموعة معينة من المستويات البلورية. ولهذا، لا يمكن استخدام هذه التقنية لتعيين ثابت الشبكة، مثلاً. بالرغم مما سبق فإن لهذه الطريقة فائدة كبيرة في تحديد تناظر واتجاه البلورات المعروفة التركيب والتعرف على مستويات أو اتجاهات بلورية معينة، كما تستخدم أحيانا في تحديد التشوهات والعيوب التي تنشأ عند المعالجة الحرارية أو الميكانيكية للبلورات.

## 2-12- طريقة المسحوق: Powder method

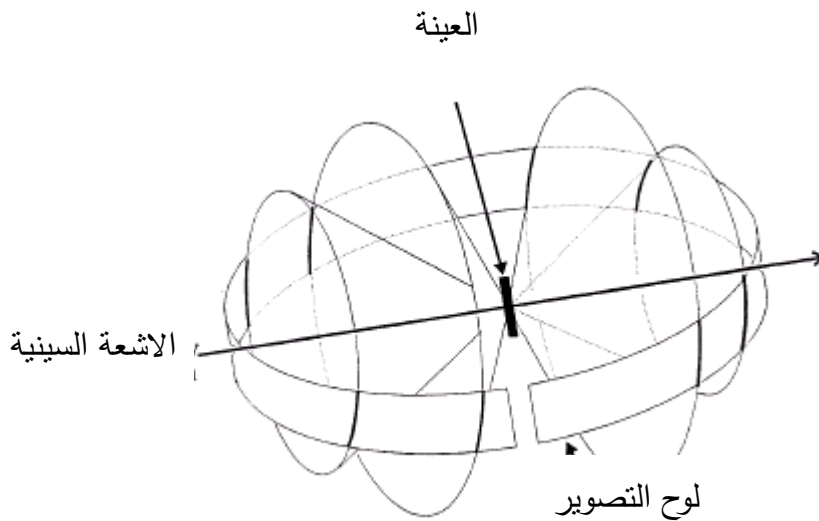
تسمى هذه الطريقة أيضا بطريقة ديبي-شيرر (Deby-Scherrer) وهما أول من صنعا آلة تصوير للحيود وتحمل نفس الاسم. يعتمد أسلوب العمل في هذه الطريقة على استخدام ضوء أحادي اللون (الطول الموجي ثابت) وزاوية سقوط متغيرة. يتم طحن العينة لتتحول إلى مسحوق ناعم (بلورات صغيرة) وتعبأ في كبسولة رقيقة (أنبوبة شعرية من مادة ليس لها تأثير على الحيود ولا يتجاوز قطرها 1 مم). توضع الكبسولة رأسيا في مركز كاميرا ديبي-شيرر التي تحتوى على لوح تصوير بداخلها ويتم تعريض البلورة لأشعة سينية أحادية اللون، كما هو مبين بالشكل (3-14).



الشكل (3-14) الترتيب العملي لطريقة المسحوق ومخطط يوضح الكاميرا ونموذج الحيود.

ولما كان المسحوق يحتوى على بلورات صغيرة موجه عشوائيا، لذلك تكون كل مستويات الحيود متاحة ويتكون عدد كبير من الأشكال المخروطية من الأشعة المشتتة  $2\theta$ ، أو ضعف زاوية براغ

لحيود الأشعة على يكون لكل منها نصف زاوية المخروط مستويات بلورية معينة. والسبب في ظهور الأشكال المخروطية من الأشعة المشتتة هو أن المستويات موضوع البحث (الموجودة خلال وفرة من الحبيبات ذات التوجيه العشوائي) تبعث على أن يكون التشتت في أي اتجاه حول الشعاع الساقط متاح ما دام الشعاع الساقط يكون زاوية براغ مناسبة مع هذه المستويات، وهكذا يوجد تماثل دوراني للأشعة المشتتة حول اتجاه الشعاع الساقط، كما هو مبين بالشكل (3-15)، تكون زوايا براغ صغيرة للمستويات ذات المسافات البينية الكبيرة وعند العكس فالعكس صحيح.



الشكل (3-15) منشأ حلقات حيود ديبيي.

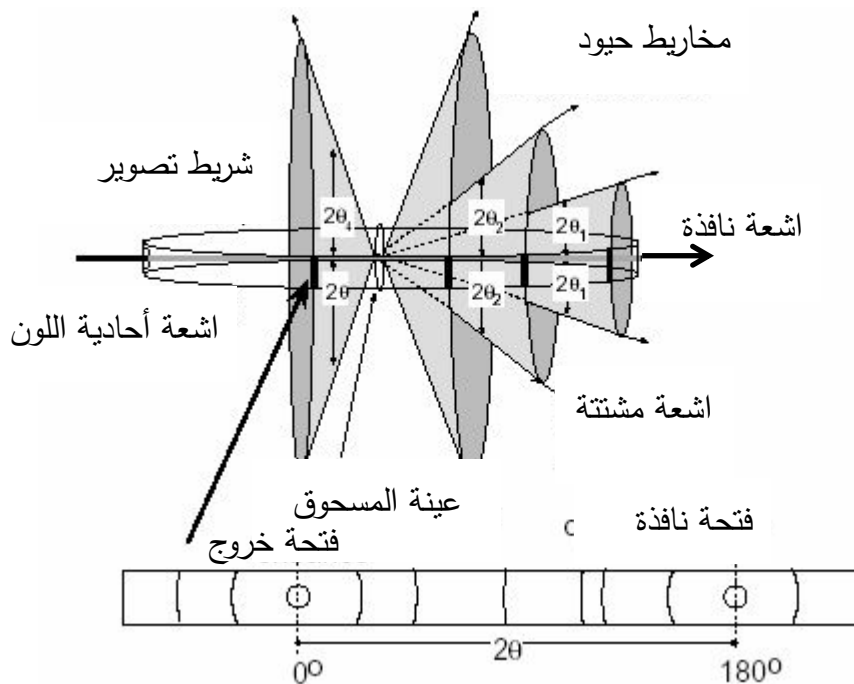
بعد إجراء الحيود لزمن كافي يظهر لوح التصوير بعد تظهيره (تحميضه) نموذج حيود كالمبين في الشكل (3-16)، يقابل كل قمة حيود (كل خط أسود) على لوح التصوير تداخل بناء عند مستويات لها مسافة بينية  $d_{hkl}$ ، الآن، تكمن المشكلة في تعيين أدلة ميللر (hkl) لخطوط الحيود.

من قانون براغ نجد أن،

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

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

$$\frac{\lambda^2}{4\sin^2\theta} = \frac{a^2}{(h^2+k^2+l^2)} \quad , \quad \frac{\sin^2\theta}{(h^2+k^2+l^2)} = \frac{\lambda^2}{4a^2} = \text{const}$$



الشكل (3-16) مخطط توضيحي لمخاريط الأشعة المشتتة عند زوايا مختلفة (الشكل العلوي) ونموذج الحيود

على لوح التصوير (الشكل السفلي).

وطبقا لذلك، نجد أن هذه العلاقة تتحقق لكل الخطوط (قيم  $\theta$ ) الموجودة، أي أن،

$$\frac{\sin^2 \theta_1}{(h^2+k^2+l^2)_1} = \frac{\sin^2 \theta_2}{(h^2+k^2+l^2)_2} = \frac{\sin^2 \theta_3}{(h^2+k^2+l^2)_3} = \text{constnt} \quad (3-54)$$

وبما أن المجموع  $(h^2 + k^2 + l^2)$  يكون دائما عدد صحيح والمقدار  $\frac{\lambda^2}{4a^2}$  عبارة عن مقدار ثابت

فإن مشكلة تعيين أدلة ميلر لنموذج حيود النظام المكعبى تكمن في تحديد مجموعة الأعداد

$(h^2 + k^2 + l^2)$  التي تعطى خارج القسمة مقدار ثابت عند التعويض في المعادلة السابقة لكل قيم

$\theta$  الموجودة . (لاحظ أنه تستحيل أعداد معينة مثل 7، 15، 23، الخ لأنه لا يمكن أن تتكون بجمع

مربعات الأعداد الثلاثة).

الآن، سنجرى عملية تحديد الأدلة بسياق الخطوة-خطوة كما يلي:

1- تعيين قيم  $\theta$  للخطوط التي تم الحصول عليها من هندسة لوح التصوير، حيث يقاس قطر كل

قوسين متقابلين (جزئي حلقة واحدة) على لوح التصوير،  $R$ ، وقطر الكاميرا الداخلي،  $D$ ، وتكون

الزاوية هي  $\theta = \frac{180}{\pi} \frac{R}{2D}$  تكون علاقة الزاوية  $\theta$  علاقة خطية في المسافة بين فتحة خروج الأشعة

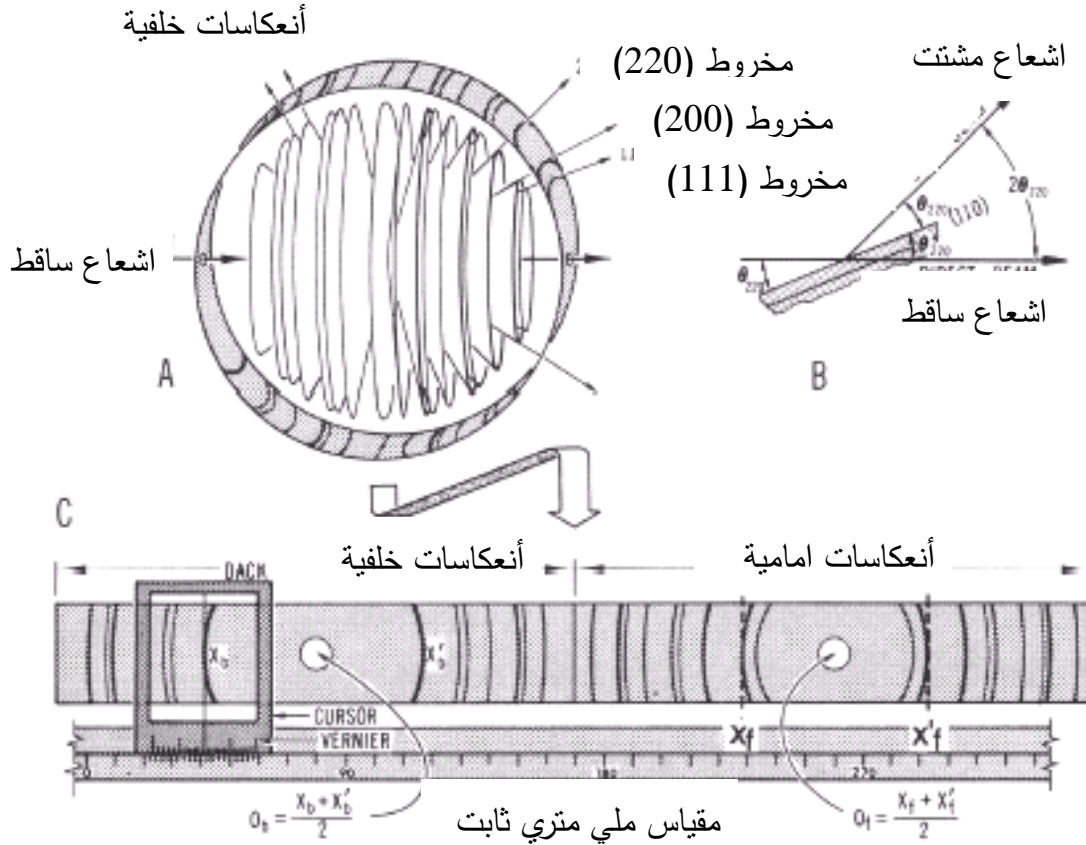
( $2\theta=0$ ) وفتحة الدخول ( $2\theta=180$ ) ، كما هو مبين الشكل (3-17).

2- نرسم للقيم المتصاعدة لزوايا الخطوط المتتالية بالأدلة  $\theta_1$  و  $\theta_2$  و  $\theta_3$  وهكذا ونعين قيم  $\sin 2\theta$

لكل منها. إذا كان النظام مكعب بسيط فإننا نعلم أن جميع المستويات الموجود سوف تؤدي إلى

حدوث حيود وتكون خطوط متتالية (مع زيادة  $\theta$ ) تنتج من التشتت على المستويات ذات المسافات

البيئية المتناقصة: (100)، (110)، (111)، (200)، (211)، (220)، الخ.



الشكل (3-17) حلقات لوح التصوير

من المعادلة (3-53) ندرك أن

$$\frac{\sin^2 \theta_1}{1} = \frac{\sin^2 \theta_2}{2} = \frac{\sin^2 \theta_3}{3} = \frac{\sin^2 \theta_4}{4} = \frac{\sin^2 \theta_5}{5} = \text{constnt}$$

إذا كان النظام مكعب متمركز الجسم، فإننا نعلم من قواعد الاختيار أن المستويات التي سوف تعكس

هي فقط التي لها  $(h^2 + k^2 + l^2) =$  عدد زوجي، وهكذا فإن العلاقة السابقة تصبح:



$$\frac{\sin^2 \theta_1}{2} = \frac{\sin^2 \theta_2}{4} = \frac{\sin^2 \theta_3}{6} = \frac{\sin^2 \theta_4}{8} = \dots = \text{constnt}$$

(يمكن التمييز بين المكعب البسيط و المكعب المتمركز الجسم من خلال الحقيقة التي تؤكد أنه لا يمكن الحصول على العدد 7 من مجموع مربعات ثلاثة أرقام ، بل يمكن الحصول على العدد 14 من المستويات ((321)).

بالنسبة للنظام المكعبي المتمركز الاوجه، تبين قواعد الاختيار وجود انعكاس فقط من المستويات التي لها أدلة (hkl) غير مخلوطة وبالتالي نحصل على:

$$\frac{\sin^2 \theta_1}{3} = \frac{\sin^2 \theta_2}{4} = \frac{\sin^2 \theta_3}{8} = \dots = \text{constnt}$$

3- بعد الاختيار المناسب يمكن تعيين المقدار الثابت:  $\frac{\sin^2 \theta_1}{(h^2 + k^2 + l^2)_1} = \text{const.}$  ويمكن تعيين ثابت خلية الوحدة كالآتي،

$$\frac{\sin^2 \theta_1}{(h^2 + k^2 + l^2)_1} = \text{const.} = \frac{\lambda^2}{4a^2}$$

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

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

مثال:

في تجربة ديبياي-شرر إذا كان الطول الموجي للأشعة المستخدمة هو  $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$  والمسحوق البلوري المستخدم من النوع المتمركز الجسم وله ثابت شبكية يساوي  $a = 3.5 \text{ \AA}$  جد معاملات ميلر للانعكاس (hkl) المقابلة لأكبر زاوية براغ  $\theta_{hkl}$ .

الحل

نستخدم معادلة براغ،

$$\frac{4a^2 \sin^2 \theta}{\lambda^2} = h^2 + k^2 + l^2 = N$$

$$20.6611 \sin^2 \theta = N$$

حيث  $N$  عدد صحيح و  $\sin^2 \theta < 1$  إذن نجد  $N \leq 20$  وبالتالي فإن أعلى قيمة للعدد  $N$  هي 20

وتقابل المعاملات (420) وتكون أكبر زاوية براغ هي  $\theta_{\max} = \theta_{420}$  ونجد قيمتها كالتالي

$$\sin^2 \theta_{420} = 0.968$$

$$\sin \theta_{420} = \sqrt{0.968}, \quad \theta_{420} = 80^\circ$$

### 3-12- طريقة تدوير البلورة: Rotating Crystal method

تستخدم في هذه الطريقة بلورة صغيرة (أبعادها في حدود 1 mm) أحادية على محور رأسي

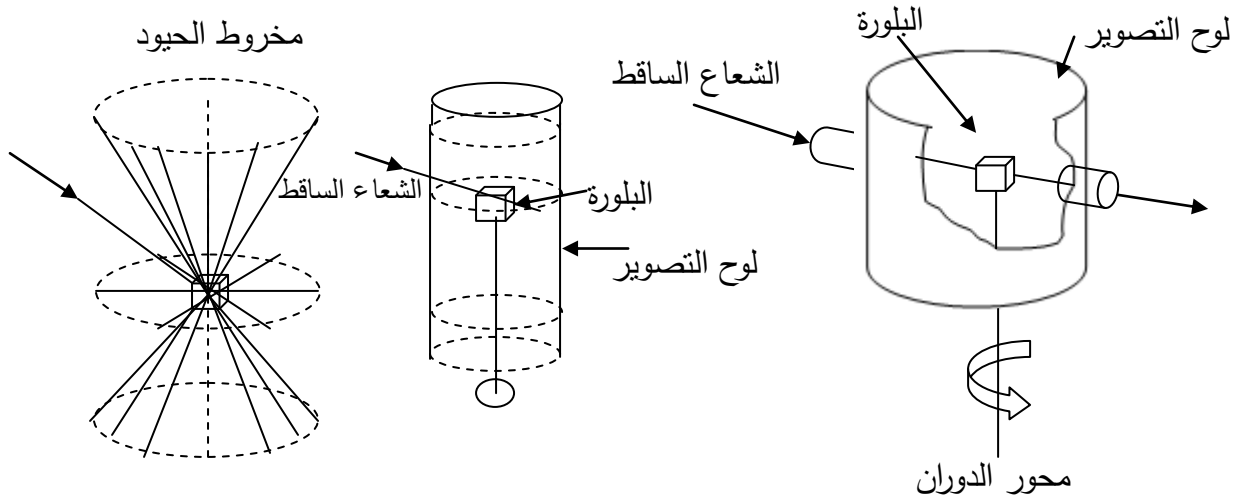
عمودي على حزمة أشعة سينية أحادية اللون  $\lambda$  ويدور حول نفسه بسرعة زاوية  $\omega$ . توضع البلورة

بحيث يكون احد محاورها (وليكن  $a$ ) موازيا لمحور الدوران. يثبت على السطح الداخلي لغرفة

التشتت الاسطوانية لوح تصوير ليستقبل الأشعة المشتتة، كما هو مبين بالشكل (18-3). عند سقوط

الأشعة السينية على البلورة تنعكس من المستويات المتوازية مكونة مخاريط حيود أعلى وأسفل خط

الاستواء، كما هو مبين بالشكل (18-3ب) ومكونة نموذج حيود على لوح التصوير عبارة عن بقع، كما هو مبين بالشكل (18-3أ).



الشكل (18-3) (أ) غرفة التشتت (ب) الأشعة المنعكسة على لوح التصوير.

عند تغير زاوية السقوط  $q$  مع الدوران فإن الأشعة تنعكس على كل مجاميع المستويات البلورية المتوازية والتي تصنع فرق في مسار الأشعة مساويا للمقدار  $(a \sin \theta)$ . لاحظ هنا أن  $\lambda$  ثابتة وكل من  $\theta$  و  $d_{hkl}$  متغيرة، حيث توجد لكل زاوية انعكاس. عموما، تعكس كل المستويات الموازية لمحور الدوران (والتي تشكل منطقة) الأشعة على لوح التصوير الاسطواني في مستوى الاستواء الاوسط، أما المستويات العاكسة الأخرى فإنها تعطي انعكاسات في مستويات تقع تحت أو فوق مستوى الاستواء، كما يبين الجزء (أ) من الشكل (19-3). بفرض أن الزاوية بين الشعاع الساقط والمستوى العاكس هي  $\frac{\theta}{2}$  فإن الشعاع المنعكس والذي يعطي بقعة ما على لوح التصوير

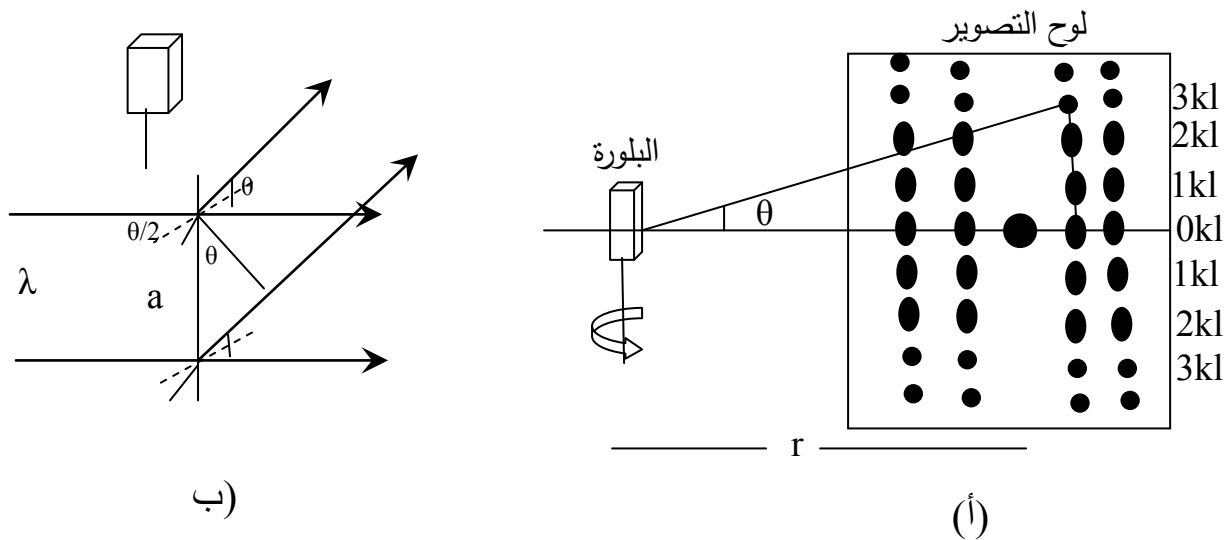
يصنع زاوية مع اتجاه الأشعة الساقطة زاوية  $\phi$  حيث  $\phi = 90 - \theta$ ، كما يتضح من هندسة الشكل (3-19)، تنتج الانعكاسات عند خط الطبقة الأولى من المستويات  $(hkl)$ ، حيث  $\lambda = a \cos \theta_1$ ، بفرض  $n=1$ . تنتج الانعكاسات عند خط الطبقة الثانية من المستويات  $(2kl)$ ، حيث  $2\lambda = a \cos \theta_2$ ، وهكذا.

إذا كان بعد الطبقة الأولى عن خط الاستواء هو  $h$  وكان نصف قطر الغرفة هو  $r$  فإن  $\tan \theta = \frac{h}{r}$ .

وحيث أن  $n\lambda = a \sin \theta$ ، فإنه يمكن الحصول على الفاصل  $a$  من العلاقة  $a = \frac{n\lambda}{\sin \theta} = \frac{n\lambda}{\sin \left( \tan^{-1} \frac{h}{r} \right)}$ . وبقياس بعد خط الطبقة الأولى من البقع عن خط الاستواء على

لوحة التصوير وكان البعد هو  $h_1$  فإن طول وحدة الخلية  $a$  يكون  $a = \frac{n\lambda}{\sin \left( \tan^{-1} \frac{h}{r} \right)}$ ، حيث  $\lambda$

الطول الموجي للأشعة. وبتغيير محور الدوران ليكون موازيا للمحور  $b$  مرة وموازيا للمحور  $c$  مرة أخرى يمكن بنفس الطريقة تعيين أطوال وحدة الخلية  $b$  و  $c$ . بقياس شدة إضاءة كل بقعة وتحديد المستوى البلوري  $(hkl)$  الذي حدث منه الانعكاس (طبقا لقانون براغ)، فإنه يمكن حساب التركيب البلوري. أجريت بعض التعديلات على هذه الطريقة لتقليل احتمال تطابق النقاط الناتجة عن الانعكاس من أكثر من مستوى بلوري وذلك بجعل البلورة تتذبذب حول المحور الرأسي في حدود بضع درجات وبذلك يقل عدد مستويات الانعكاس.



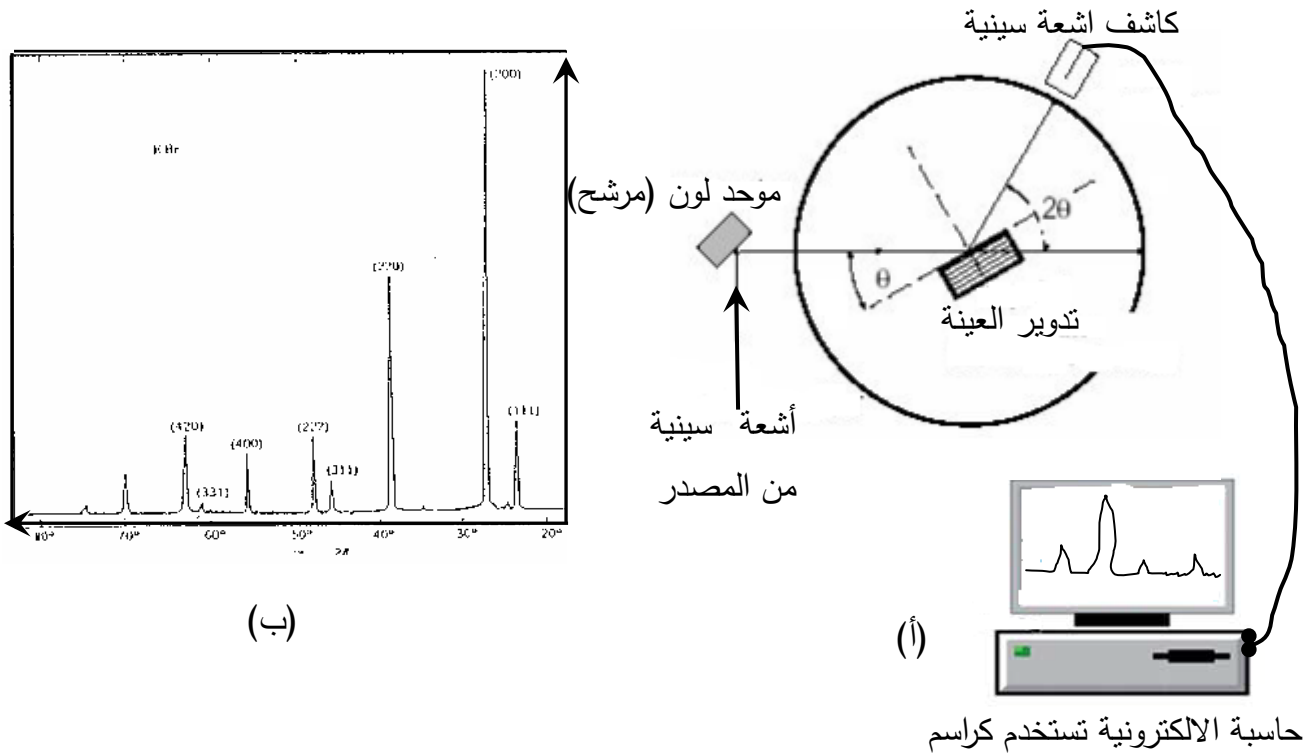
الشكل (3-19) نموذج الحيود في تجربة لاوى وهندسة انعكاس الأشعة.

#### 12-4- طريقة مطياف الحيود: Diffractometer method

تعتبر طريقة مطياف الحيود طريقة حديثة ومتطورة حيث يتم تسجيل طيف الحيود بواسطة عدادات الكترونية وجهاز راسم بدلاً من ألواح التصوير. تبنى فكرة عمل هذه الطريقة على مبدأ استخدام طول موجي،  $\lambda$ ، ثابت وتغيير زاوية سقوط الأشعة،  $\theta$ ، وعلى ذلك يكون المتطلب الأساسي في هذه الطريقة هو إمكانية توفر أشعة سينية أحادية اللون ذات طول موجي معلوم. يمكن الحصول على أشعة سينية أحادية اللون بطريقة ملائمة باستخدام بلورة تعمل كمرشح. مرة أخرى، يتم الحصول على فعل الترشيح بوضع البلورة في مسار الأشعة السينية البيضاء (التي تحتوي على العديد من الأطوال الموجية) المنبعثة من أنبوبة التوليد بزاوية سقوط معينة تسمح بتحقيق قانون براغ عند أكبر شدة إشعاع ( $K\alpha$ ) منبعثة من البلورة. يستخدم شرط طول موجي ثابت وزاوية متغيرة في أكثر من تقنية منها دوران العينة باستخدام مطياف الحيود وطريقة المسحوق.

يبين الشكل (20-13) الترتيب العملي لطريقة مطياف الحيود. توضع العينة (على شكل بلورة أو مسحوق معبأ) في مركز منضدة دوارة ويجب مراعاة أن تكون المسافة بين الموحد والعينة وبين الكاشف والعينة متساويتان.

يتم تعريض العينة لشعاع أحادي اللون من الأشعة السينية المنعكسة من الموحد. يتم تدوير العينة بسرعة ثابتة حول محورها بينما يدور الكاشف حول مركز العينة بسرعة مضاعفة وذلك للمحافظة على نفس شروط الضبط وتركيز الأشعة الساقطة على الكاشف. يقوم جهاز الراسم برسم طيف التشتت (شدة الأشعة-زاوية براغ) تمثل كل قمة تشتت انعكاس برافى وتمثل المساحة تحت كل قمة شدة التشتت المتكاملة. يبين الشكل (20-3ب) طيف التشتت لبلورة بروميد البوتاسيوم.



الشكل (3-20) (أ) مخطط توضيحي لمطياف حيود الأشعة السينية، (ب) طيف تشتت لبلورة بروميد

البوتاسيوم.

عند استخدام عينة على شكل كبسولة من مسحوق المادة، فإن شدة التشتت المتكاملة تعتمد على العديد من العوامل مثل التشتت الذري ودرجة الحرارة و نوع البناء وحدوث الاستقطاب وغيرها.

مثال: عند دراسة عينة من مسحوق النيكل بواسطة مطياف الأشعة السينية تم تعريض العينة للاشعاع CrK الذي له طول موجي  $2.29 \text{ \AA}$ . لوحظ ثلاث قمم فقط هي (111) و (200) و (220).

اشرح لماذا لم تظهر الانعكاسات من المستويات ذات أدلة ميلر أعلى مع العلم أن ثابت الشبكة للنيكل هو  $a=3.53 \text{ \AA}$ .

الحل: بلورة النيكل من النوع المتمركز الواجهه، ولهذا فإن المستوى التالي في ترتيب الانعكاس هو

(311). سنستخدم الآن قانون براغ  $\lambda=2d_{hkl}\sin\theta$  لتعيين زاوية الانعكاس من المستوى (311)

$$d_{311} = \frac{a}{\sqrt{3^2+1^2+1^2}} = \frac{3.53}{\sqrt{11}} = 1.06 \text{ \AA}$$

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

$$\theta = \sin^{-1} \left( \frac{\lambda}{2d_{hkl}} \right) = \sin^{-1} \left( \frac{2.29}{2 \times 1.06} \right) = \text{undefined}$$

كما يظهر من الحسابات أن  $\theta$  الناتجة غير محددة، وهكذا، فإن الطريقة الوحيدة لقياس الانعكاس من المستويات ذات أدلة ميلر أعلى من (220) هي أن نغير نوع مادة الهدف في أنبوبة التوليد إلى مادة عنصر أكثر ثقلاً من أجل تقليل الطول الموجي للإشعاع. بهذه الطريقة، يمكن تحقيق قانون براغ.