الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

جامعة سطيف 1

كلية العلوم

قسم الفيزياء

أطروحة

للحصول على شهادة دكتوراه في العلوم

التخصص: الفيزياء الصلبة

من طرف: العلمي الخير

العنوان

دراسة البنية المجهرية لبعض الكاولن المحلية بطريقة وران - افرباخ و ويليامصون - هول

تاريخ المناقشة : 28 / جانفي /2023

برير الميلود	أستاذ	جامعة محمد بوضياف مسيلة	رئيس
معوش جمال	أستاذ	جامعة سطيف 1	مشرف
العاقل ع الغاني	أستاذ محاضرأ	جامعة محمد خيضر بسكرة	مشرف مساعد
العاقل السعيد	أستاذ	جامعة محمد خيضر بسكرة	ممتحن
رفاس منير	أستاذ محاضرأ	جامعة سطيف 1	ممتحن

تشكرات

الحمدلله رب العالمين والشكركبيرلله الذي أنعم علينا ويسر لنا إتمام هذا العمل. لا يسعني إلا أن أتقدم بالشكر الخالص إلى الذي تفضل بإشرافه على هذا العمل، الأستاذ البروفيسور الفاضل معوش جمال أستاذ بجامعة فرحات عباس بولاية سطيف و الأستاذ المساعد على هذا العمل الأستاذ العاقل عبد الغاني أستاذ محاضرأ بجامعة محمد خيضر بولاية بسكرة كما أشكر أعضاء اللجنة المناقشة على قبولهم مناقشة هذا العمل بداية برئيس اللجنة الأستاذ البروفيسور برير الميلود أستاذ بجامعة محمد بوضياف بولاية المسيلة و الأستاذ البروفيسور المناقش الاستاذ العاقل السعيد أستاذ بجامعة محمد خيضر بولاية بسكرة والاستاذ رفاس منير أستاذ محاضرأ بجامعة فرحات عباس بولاية سطيف.

ثناء وشكر معتبر إلى كل من ساعدنا على إتمام هذه المذكرة وقدم لنا العون ومد لنا يد المساعدة من قريب أو من بعيد.

شكر خاص إلى جميع أفراد الأسرة والأصدقاء والزملاء.

إلى كل هؤلاء تحية شكر وتقدير وعرفان.

الفهرس

الفهرس

مدخل عام.....1

الفصل الأول

I-1- المقدمة 5

I-2- تعريف الخزفيات.....6

I-3- أنواع الخزفيات.....7

I-3-1- الخزفيات التقليدية.....7

I-3-2- الخزفيات التقنية عالية الجودة.....8

I-4- الخصائص العامة للخزفيات.....9

I-4-1- الرابطة الكيميائية.....9

I-4-2- الخصائص الحرارية.....10

I-4-2-1- الناقلية الحرارية.....10

I-4-2-2- درجة الإنصهار.....10

I-4-2-3- التمدد الحراري.....11

I-4-3- الخصائص الميكانيكية.....11

I-4-4- الخصائص الإلكترونية.....12

I-4-5- الخصائص الضوئية.....13

I-5- نبذة عن المواد الصلصالية.....13

I-5-1- أنواع الغضار.....13

I-5-2- الغضار الكاولينيتي.....14

I-6- الكاولينيت.....15

I-6-1- التركيب الكيميائي.....15

I-6-2- البنية البلورية.....15

I-6-3- بعض خصائص الكاولينيت.....17

I-7- تحولات الكاولان أثناء المعالجة الحرارية.....17

I-7-1- التحولات الملاحظة في درجة الحرارة 980 C° 19

I-7-1-1- تعريف الميليت.....20

I-7-1-2- تشكل الميليت الأولي الثانوي.....20

I-7-2- الخصائص الفيزيائية.....21

I-7-2-1- البنية البلورية.....21

I-7-2-2- خصائص الميليت.....22

I-7-2-3- خصائص الميليت الكيميائية.....22

المراجع.....24

الفصل الثاني

II- مقدمة.....29

II-1- طريقة واران لقياس العرض: 29

II-2- تصحيح راشنجر لقياس عرض الخطوط لازدواج α2 α1:.....30

II-3- قيم الدالة الحقيقية $\boldsymbol{f}\varepsilon - \xi$ لأهداب الإنعراج (Convolution): 32

II-4- تحليل فوريه لشكل الخطوط :Fourier Analysais of line profiles 33

II-5- طريقة جونزjones لقياس عرض الانعكاسات 34

II-6- التطبيقات العملية لقياس عرض الانعكاسات.....35

II-6-1- بعد البلورات الظاهري:Apparent crystal size..... 35
II-6-2- العيوب التركيبية structural Faults: 36
II-7- طريقة وران – افرباخ:Warren –Averbach Method 39
II-8- النسيج الليفي :Fibre texture..... 41
II-9- النسيج الشريحي :Sheet Texture..... 42
II-10- مسقط ستيروجرافي stereographicprojection 42
II-11- الشكل القطبي العكسي :Inverse Pole Figures..... 45
II-12- قياس التشوه في المعادن :Stress measurement in metals..... 47
II-13- مثال عن الجداء المختلط Convolution 51
المراجع..... 52

الفصل الثالث

III- مقدمة..... 55
III-1- النتائج المتحصل عليها..... 55
III-1-1- مختلف الاطوار التي يتكون منها الكاولن DD1..... 55
III-1-2- مخطط انعراج الأشعة السينية..... 56
III-1-3- مخطط الإنعراج لمسحوق الكوارتز..... 57
III-1-4- معالجة مخطط الإنعراج..... 58
III-1-5- تحديد البنية البلورية..... 59
III-1-6- ايجاد الدالة الحقيقية..... 60
III-1-7- رسم مختلف الأهداب الحقيقية..... 60

III-2- مناقشة النتائج المتحصل عليها.....62
III-2-1- تصحيح لورانتز.....62
III-2-2- تمثيل مخطط ويليامصون- هول.....62
III-2-3- حساب البعد الحبيبي.....63
III-3- دراسة البنية المجهرية لكاولينيت الكاولن KT2.....67
III-4- تصحيح لورنتز لأهداب مخطط الإنعراج للكاولن KT2.....67
III-5- تحليل البنية المجهرية للكاولن KT2.....68
III-5-1- مختلف مستويات الإنعراج الموجودة في الكاولن KT2.....68
III-5-2- مخطط الإنعراج الكاولن KT2.....69
III-5-2-1- حساب الدالة الحقيقية لأهداب مخطط الإنعراج 69
III-5-2-2- تمثيل مخطط ويليامصون-هول للكاولان KT2.....71
III-5-3- حساب البعد البلوري والتشوه للكاولن KT2.....73
III-5-3-1- حساب التشوه.....73
III-5-3-1-1- بطريقة وران-أفرباخ.....73
III-5-3-1-2- باستخدام مخطط ويليامصون-هول.....77
III-5-3-2- حساب البعد البلوري للكاولن KT2.....77
III-5-3-2-1- بطريقة وران-أفرباخ.....77
III-5-3-2-2- باستعمال مخطط ويليامصون-هول.....78
III-5-3-3- توزيع بعد للكاولنيت الموجودة في الكاولن KT2.....78
III-6- البعد الغالب.....79
المراجع.....80

الفصل الرابع

IV- مقدمة.....83

IV-1- طرق تحليل البنية المجهرية.....83

IV-2- علاقة شرر.....83

IV-3- النتائج المتحصل عليها للكاولن DD1.....84

IV-3-1- مختلف الأطوار التي يتكون منها الكاولن DD1.....84

IV-3-2- مخطط انعراج الأشعة السينية.....84

IV-3-3- معالجة مخطط الانعراج.....85

IV-3-4- ايجاد الدالة الحقيقية.....85

IV-3-5- مخطط ويليامصون- هول.....86

IV-3-6- حساب البعد الحبيبي لطور المليت.....86

IV-3-7- توزيع البعد الغالب 89

IV-4- النتائج المتحصل عليها للكاولن KT2.....90

IV-4-1- مختلف الأطوار التي يتكون منها الكاولن KT2.....90

IV-4-2- مخطط انعراج الأشعة السينية.....90

IV-4-3- معالجة مخطط الانعراج.....91

IV-4-3-1- حساب الدالة الحقيقية لأهداب مخطط الانعراج.....91

IV-4-4- تمثيل مخطط ويليامصون- هول.....92

IV-4-5- توزيع البعد الغالب 95

المراجع.....96

الخلاصة العامة.....98

مدخل عام

مدخل عام

تعتبر المواد الحرارية ذات أهمية كبيرة خصوصا في المجال الصناعي، فهي تمتاز بدرجات حرارة إنصهار عالية، بالإضافة إلى ناقليتها الضعيفة للحرارة، مما يؤهلها للاستعمال كمواد مبطنة للأفران، ومرشحات للمياه ومن بين هذه المواد شائعة الاستعمال، اكسيد الالمنيوم (Al_2O_3) واكسيد المغنيزيوم (MgO) واكسيد الكروم (Cr_2O_3) و أوكسيد الزركونيوم (ZrO_2)و الميليت.

ويعتبر الميليت ذو الصيغة الكيميائية ($2SiO_2.3Al_2O_3$) واحد من أهم المواد الخزفية، وهو المركب الوحيد المستقر في النظام SiO_2-Al_2O_3 حيث تقارن خصائصه بخصائص SiCو Si_3N_4، مما يجعله من أكثر المواد الحرارية استعمالا. بالإضافة إلى إمكانية تحضيره انطلاقا من مادة الكاولان المتوفرة بشكل كبير في كل أنحاء العالم و في الجزائر خاصة (جبل دباغ بقالمة).

هناك ظواهر فيزيائية مهمة يجب أخذها بعين الاعتبار في دراسة طوائف الإنعراج، بالفعل فان ظاهرة التوسع في طيف أشعة الإنعراج تستطيع أن تنتج شدة متغيرة لمختلف الأهداب (pics) للمادة المدروسة مما يؤدي إلى توزيع خاص في الشدة شكل توزيع الشدة أو شكل هدب الإنعراج هو يمثل عدة عوامل تميز البنية المجهرية وكذلك التحريف الناتج عن الجهاز.من ضمن العوامل الفيزيائية التي تؤثر على شكل هدب الإنعراج نذكر البنية المجهرية (البعد، الشكل، التشوه، 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 التشوه والبعد معا هي طريقة وران أفرباخ. 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 الإنعراج. هذه الدراسة محققة في إطار التعاون مع المؤسسة الوطنية التي تستغل مناجم الكاولن (SOALCA).

الجدير بالذكر أن هذين النوعين من الكاولن تم دراستهما في حالته الطبيعية (دون تعريضه لمعالجة حرارية) وبعد المعالجة الحرارية .

الفصل الاول عبارةعن عموميات حول الخزفيات نتناول فيه أهم خصائص المواد الخزفية، وكذلك بنيتها وطبيعتها، ولمحة عن المواد الصلصالية.

تعد طريقة وران-افرباخ أحسن الطرق المستعملة لحساب البعد و التشوه، حيث هذه الطريقة لا تعتمد على وضع فرضيات إلا أنها تشترط هدبين على الأقل من نفس العائلة لحساب التشوه 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 والتشوه في الفصل الثاني.

أما في الفصل الثالث والرابع فقد خصصناهم لدراسة البنية المجهرية لطور الكاولينيت و طور المليت و لعرض النتائج المحصل عليها ومناقشتها.

الفصل الأول:

عموميات حول الخزفيات

يشتمل هذا الفصل على تعريف الخزفيات وأهم خصائصها و بنيتها وطبيعتها.

I-1- المقدمة:

قال الله تعإلى:("فاستفتهم أهم أشد خلقا أم من خلقنا إنا خلقناهم من طين لازب") سورة الصافات الآية:(11).

وقال الله تعإلى:("ولقد خلقنا الإنسان من سلالة من طين") سورة المؤمنون:الآية (12).

وقال الله تعإلى:("الذي أحسن كل شيء خلقه و بدأ خلق الإنسان من طين") سورة السجدة:الآية (7).

الآيات الكريمات تبين أن الله تبارك و تعالى اختار مادة الطين لخلق الإنسان، وهذا لأهمية الطين ومكانته وخصوصيته في مكوناته الفيزيائية والكيميائية وتحمل كافة الظروف الطبيعية وتقلباتها ومازال العقل البشري حائر في التوصل إليها والبحث في أعماقها، مما جعل الإنسان يندفع متسابقا على استخدام الطين في كافة احتياجاته كالبناء والعمارة والرسم والنحت.

إن كلمة الخزف أو السيراميك مشتق من الكلمة اليونانية كيراميكوس (keramikos) والذي يعني المعالجة الحرارية للمواد الأولية الصلصالية**[1]**، وكذلك تعرف بالمواد الفلزية التي هي لا معدنية ولا عضوية، والتي توجد في الطبيعة على نطاق واسع، حيث أن الخزف والأواني الخزفية من المواد الأولى التي صنعها الإنسان عن طريق تحويل المادة الأولية، بإعتبار أن أغلب الخزفيات عبارة عن أكاسيد ملتحمة بروابط تكافئية أو أيونية لديها خصائص عامة متعلقة بهذين النوعين من الروابط والبنية الذرية للمادة**[1]** مثل: المواد ذات البلورة الواحدة والمواد المتعددة البلورات والمواد الغير بلورية والطبقات السميكة والدقيقة والألياف وغيرها،ومن هنا يمكن القول أن علم الخزف لم يعد يقتصر على تلك المفاهيم الشائعة التقليدية وإنما أصبح أكثر أهمية وتطورا وأصبح للخزف مجالات عديدة و متسعة جدا للاستفادة منه بحيث يدخل فيها الخزف بشكل أساسي ومن هنا تم تقسيم منتجات الخزفيات تبعا لخصائصها الفيزيائية و الكيميائية إلى:

1- منتجات كهربائية:

مثل أجزاء الدارات الكهربائية والمرشحات وأجهزة تعمل بالموجات فوق الصوتية وأجهزة ضبط نسبة الوقود في محركات السيارات وأجهزة مراقبة تسرب الغازات.

2- منتجات مغناطيسية:

مكونات خاصة بذاكرة الحاسوب والشرائط الممغنطة والرؤوس المغناطيسية لأجهزة تسجيل الصوت.

3- منتجات نووية:

الجدران الواقية للمفاعلات النووية.

4- منتجات بصرية:

لإنتاج أجزاء شفافة تقاوم الحرارة العالية والتآكل.

5- منتجات ميكانيكية:

أجزاء آلة الاحتراق الداخلي للسيارات وأدوات القطع.

6- منتجات حرارية:

عوازل حرارية ومبطنات الأفران.

7- منتجات كيميائية:

وسائط التبادل الإلكتروني ومساعدات الحفز

8- منتجات بيولوجية:

بيوسيراميك: أجزاء صناعية للعظام وأسنان صناعية ومفاصل صناعية ومشارط للعمليات الجراحية.

9- منتجات بيئية:

شرائح رقيقة خاصة بتنقية الهواء وترشيح الماء.

I-2- تعريف الخزفيات:

إن معنى كلمة الخزفيات (Céramique) هي كلمة ذات أصل يوناني مشتقة من كلمة (keramos) والتي تعني فخار، هذه الكلمة اليونانية ذات جذور سنسكريتية قديمة والتي تعني يحرق**[2]**.

حيث تعرف الخزفيات من الناحية التقليدية على أنها فن صناعة الفخار، وتعتمد أساسا على خاصية تحويل الغضار أو الصلصال (كمادة أولية) عند مزجها بكمية من الماء ثم تسخينهاتحت درجات حرارة عالية نسبيا للجصول على عجينة بلاستيكية سهلة التشكيل ، لنحصل في النهاية على مادة صلبة وصلدة**[3]**، وهذا من الناحية التقليدية.

أما من الناحية الحديثة فحسب الجمعية البريطانية للخزفيات (1979) هي مواد غير معدنية وغير عضوية يتم تكثيفها عند درجات حرارة عالية **[4]**، هذا التعريف يمكن أن ينطبق على مواد أخرى سواء كانت مصنعة أو نصف مصنعة مثلا الزجاج والإسمنت والجبس....الخ. وتمر عملية تحضيرها بثلاثة مراحل أساسية هي**[5]**:

أ:سحق المواد الأولية ومجانستها.

ب:التشكيل (إعطاء المواد الأولية شكلا معينا).

ج:التكثيف عن طريق المعالجة الحرارية.

توجد الخزفيات على أشكال مختلفة مركبة أو بسيطة، أكاسيد ونتريدات وكربيدات وبوريدات أنظر الجدول(I-1) **[5]**.

الجدول (I-1): بعض أنواع الخزفيات**[5]**.

كربيدات	SiC،B_4C
نتريدات	Si_3N،AiN،TiN،BN
أكاسيد بسيطة	ZrO_3،Al_2O_3،SiO_2،MgO،TiO_2
كورديريت	$2MgO.2Al_2O_3.5SiO_2$
ميليت	$3Al_2O_3.2SiO_2$
الأنورثيت	$CaOAl_2O_3.2SiO_2$

I-3- أنواع الخزفيات:

من الناحية الصناعية يمكن تصنيف الخزفيات إلى قسمين:

I-3-1- الخزفيات التقليدية:

الخزفيات التقليدية تتمثل عادة في مركبات سليكاتية أو ألمنوسليكاتية مشتقة من مواد أولية طبيعية**[6]**. مثلا الكاولان والفيلسبات والكوارتز(الرمل)...الخ .إن مثل هذه المواد تتواجد في الطبيعة بشكل وافر كما أن استخراجها يكون سهلا عامة.تندرج هذه الخزفيات ضمن الصناعات الصلصالية، والسلسات الزجاجية، والإسمنت. ويتمثل عادة في المنتجات الخزفية التي تحتوي على الطين (clays) بنسبة تقدرب ٪20 إلى ٪100 و يطلق عليه المصطلحات التالية:

- **الفخار:** مصطلح عام لكل الخزفيات التي تستخدم للأغراض المنزلية التركيبية والتقنية والحرارية.
- **الأواني الخزفية:** تشمل القطع الخزفية المزججة (المدهونة بطلاء زجاجي)(Glazed) أو المسامية (قطع الخزفية دون طلاء الزجاجي) المصنعة أساسا من الطين، وتتضمن أدوات المطبخ ، أدوات الأفران، أدوات المائدة والبلاط ، القطع الفنية.
- **الخزف الحجري:** يشمل القطع الخزفية المزججة (vitreouse) أو القريبة من حالة التزجج (simivitreouse) وتُصنع من الطين الناري غير الحراري، أومن الطين وبعض المواد المساعدة على الصهر(Fluxes) والسيليكات بحيث تصبح المواد المحروقة لها خصائص مماثلة لخصائص القطع الخزفية المزججة.
- **الخزف الصيني:** يتمثل في القطع الخزفية ذات اللون العاجي أو الأبيض أو الرمادي الفاتح ما بعد الحرق. تشمل المواد الخزفية المزججة والتي تكون فيها امتصاصية السوائل بعد الحرق صفرا أو قليلة جدا، ولا تستخدم في تطبيقات الخزف التقني، بل تستخدم في القطع الفنية، الأفران، السلع الصحية وأدوات المائدة.

❖ **البورسيلين:** ويتمثل في الخزفيات المزججة، والغير المزججة المتركبة من الطين الصيني، ورمل الكوارتز، والفلدسبار، يستخدم البورسيلين في أغراض تقنية عديدة مثل صناعة حاوية المطحنة، العوازل الكهربائية وصناعة القطع المقاومة للمحاليل الكيميائية **[7]**، بالإضافة إلى التطبيقات التقليدية الأخرى.

I-3-2- الخزفيات التقنية عالية الجودة:

رغم الإستخدام الواسع للخزفيات التقليدية منذ القدم، إلا انه ظهر نوع آخر يسمى بالخزفيات التقنية والتي تدخل في الكثير من النشاطات التكنولوجية المتعددة التطبيقات مثل: الجراحة، الضوء والصناعات النووية، الميكانيك، الكهروتقنية، الإلكترونيك، في أغلب الحالات يحضر هذا النوع من الخزفيات بعناية فائقة انطلاقا من اختيار ومعالجة المادة الأولية إلى غاية المرحلة النهائية للتصنيع، وذلك بالمراقبة الدقيقة للبنية المجهرية وكذا نسبة ومورفولوجية الأطوار الناتجة، تعد الخصائص الميكانيكية الجيدة من أهم مميزات الخزفيات التقنية، وتحدد أساسا من معاملين على وجه الخصوص هما: الصلابة ومدى انتشار الشقوق الميكرونية، وأدى التحكم في هذين العاملين إلى الحصول على خزفيات ذات مقاومة ميكانيكية كبيرة وكثافة عالية، تتميز بصلابة كبيرة جدا وانتشار جد قليل للشقوق الميكرونية، فأصبحت تنافس المعادن، وحتى الماس في ميدان الآلات القاطعة، وتستخدم في عدة مجالات كقطع المحركات، وأجزاء المفاصل، والعظام الصناعية، وغيرها من التطبيقات الصناعية المختلفة**[8]**.

ويلخص الجدولان (I-2) و(I-3) أنواع الخزفيات التقنية وبعض خصائصها على التوالي:

الجدول(I-2): القيم النوعية لخصائص بعض المعادن والخزفيات التقنية المستخدمة كأدوات قاطعة أو كاشطة **[1]**.

المادة والتركيب	صلادة كنوب	معامل المرونة (GPa)	مقاومة الضغط (MPa)	درجة الإنصهار أو التفكك (°C)
الماس(C)	8000	930	7000	>3000
كربور التيتان (TiC)	3100	350	2800	3100
كربورالسيلسيوم (SiC)	3000	400	1000	2400
الألومين (Al_2O_3)	2100	350	3000	2050
الكوارتز (SiO_2)	1000	54	1200	1710
السيليس في طور زجاجي	550	72	700	1600

الجدول (I-3): بعض أنواع الخزفيات التقنية وتطبيقاتها**[1]**.

مجال الإستخدام	نوعية الإستعمال	التركيب
البيئة	شرائح رقيقة لترشيح الماء أو تنقية الهواء	Al_2O_3
الكهرباء	عوازل (شرائح الكترونية)	Al_2O_3، BeO
الإلكترونيك	المكثفات (فيروإليكتريك)	$BaTiO_3$
	أنصاف النواقل	BaTiO3، SiC، ZnO
	الناقلية الكهربائية	ReO_2، Cr_2O_3
المنتجات المغناطيسية	الرؤوس المغناطيسية، المجسات	Fe_3O_4، ZnO - Fe_2O_3
	وحدات الذاكرة	6 Fe_2O_3
الكيمياء	كواشف الغازات	ZnO، Fe_2O_3، SnO_2
المنتجات الحرارية	مشتتات (مشعال أشعة تحت الحمراء)	ZrO_2، TiO_2

I-4- الخصائص العامة للخزفيات:

تتلخص أهم الخصائص في:

I-4-1- الرابطة الكيميائية:

أهم ميزة تتميز بها خصائص المواد الخزفية عن باقي المواد الصلبة هي متانة الروابط الكيميائية التي تصل بين الذرات المكونة لها**[3]** والتي هي مزيج من روابط أيونية وروابط تساهمية جعلها ذات مقاومة حرارية وكيميائية أدى هذا إلى الفرق في الكهروسالبية للعناصر المكونة للمادة الخزفية، يمكننا أن نميز ما بين المواد التي تغلب عليها الرابطة الأيونية (الفرق في الكهروسالبية كبير) أو الرابطة التساهمية (الفرق في الكهروسالبية صغير)**[6]**.

تعتبر الرابطة الكيميائية هي المسؤولة عن تماسك المواد، وتلعب دورا أساسيا في تحديد خصائصها وتصنيفها أنظر الجدول (I-4).

الجدول (I-4): طاقة الرابطة لبعض المركبات**[9]**.

الرابطة	Si-C	Si –Si	Si-O	B-N	C-C
الطاقة (eV)	3.38	2.30	4.60	4.55	3.60

I-4-2- الخصائص الحرارية:

تمتلك معظم الخزفيات سلوك جيد عند درجات الحرارة العالية، ولكي نفهم هذا السلوك يجب التطرق إلى خصائص المعاملات التالية: معامل السقاية (مقاومة الصدم الحراري)،.الناقلية الحرارية، درجة الإنصهار، معامل التمدد الحراري.

I-4-2-1- الناقلية الحرارية:

الناقلية الحرارية λ (تقاس في الوحدات الدولية ب: W/m. k) تمثل التدفق الحراري على وحدة السطح، و تتعلق بالسعة الحرارية (c)، كمية وسرعة الحاملات الحرارية (v) (إلكترون أو فوتون) ، المسار الحر الوسطي (***l***).

الخزفيات، ذات ناقلية عالية هي التي لديها بنية مركبة من عناصر بسيطة، أو تحتوي على ذرات ذات وزن ذري متقارب، حيث أن الغرافيت ناقل جيد للحرارة، مثل SiC،و BeO على سبيل المثال ناقلية SiC هي: λ=110W/m.K. أما الخزفيات التي لديها بنية معقدة فهي ذات ناقلية حرارية ضعيفة، حيث تقدر عند الألومين (Al_2O_3) بحوالي λ=25 W/m.K، وهي تعتبرعازلة حراريا، بسبب الغياب شبه التام للالكترونات الحرة **[1]**.

I-4-2-2- درجة الإنصهار:

بسبب قوة الرابطة الكيميائية تتميز الخزفيات بدرجة إنصهار عالية حيث تتعدى عند بعض المواد الخزفية 2000°C، والجدول (I-5) يبين درجة حرارة إنصهار وكثافة بعض المواد.

الجدول (I-5): درجة حرارة إنصهار وكثافة بعض المواد**[9]**.

اسم المركب	الصيغة الكيميائية	درجة الإنصهار(°C)	الكثافة(g/cm^3)
أكسيد الألومين	Al_2O_3	2070	3.97
السيليس	SiO_2	1710	-
أكسيد الكلسيوم	CaO	2600	3.32
أكسيد التيتان	TiO_2	1840	4.24
كروميت الكالسيوم	Ca O - Cr O_3	2160	3.22
ألومين الباريوم	Ba O – Al_2 O_3	2000	3.99

I-4-2-3- التمدد الحراري:

هو سعة الاهتزاز الذري للبنية عند زيادة درجة الحرارة، معامل التمدد الخطي α (يقاس في الوحدات الدولية ب: K^{-1}) يعطى بالعبارة (I-1):

$$\alpha=\Delta l/l_0\Delta\theta \qquad (1\text{-}I)$$

l_0: الطول الإبتدائي للمادة.

$\Delta\theta$: يمثل الزيادة في درجة الحرارة.

Δl: استطالة المادة.

يتعلق التمدد الحراري في الخزفيات في أغلب الاحيان بالبنية الداخلية للمادة، فالأكاسيد مثل: (MgO،Al_2O_3) لها بنية متراصة،هذه البنية تنتج تمددا حراريا كبيرا، فهي حساسة جدا للإجهاد الحراري، وعلى العكس فالتمدد الحراري ضعيف جدا عند الخزفيات التكافئية (غير مؤكسدة)، حيث أنه يتم إمتصاص الاهتزازات على مستوي الفراغات البينية، وتمتاز المواد من نوع الميليت بتمدد حراري ضعيف **[1]**، ويلخص الجدول (I-6) قيم الناقلية والتمدد الحراريان لبعض المواد الخزفية.

الجدول (I-6): الخصائص الحرارية لبعض المواد الخزفية**[10]**.

المركب	الناقلية الحرارية λ (W/m.K)	التمدد الحراري α ($10^{-6}K^{-1}$)	مقاومة الصدم الحراري T_c (C°)
Al_2O_3	25	7.6	220
SiC	110	4.4	340
AlN	180	3.9	225

I-4-3-الخصائص الميكانيكية:

للخزفيات قوة رابطة كيميائية لا تسمح بانزلاق المستويات البلورية بالنسبة لبعضها البعض كما في المعادن وهذا ما جعلها تمتلك قيما عالية لمعاملات المرونة وتشوهات مرنة محدودة للغاية مقارنة مع المعادن، لذلك فهي بصفة عامة مواد قصفة (القوة اللازمة لخلق تشوه في العينة، أقل من القوة اللازمة لكسرها) **[11]**، إذن فمجال اللدونة عند درجات الحرارة العادية غائب بالنسبة لهذه المواد، وتتميز بكتلة بعدية ذات قيم ضعيفة ما يعطيها قيم أعظمية للمعامل النوعي (E/ρ).

يقاس معامل المرونة عادة عن طريق اختبار الشد، لكن نظرا لصعوبة إجراء هذا الإختبار على المواد الخزفية يتم اللجوء إلى اختبار الثني.

وتمتلك أيضا الخزفيات قيم ضعيفة لمعامل الصلابة (Ténacité)، الذي يعبر عن مدى مقاومة المادة لإنتشار الشقوق عند انهيار العينة، والجدول (I-7) يبين خصائص بعض الخزفيات.

الجدول (I-7): خصائص بعض الخزفيات **[8]**.

الخزف	الكتلة البعدية (Mgm^{-3})	معامل المرونة (GPa)	مقاومة الضغط (MPa)	اجهاد الثني σr (MPa)	معامل الصلابة ($MPa.m^{1/2}$)
الماس	3.52	1050	5000	-	-
الألومين	3.9	380	3000	400 -300	3.5
كربور السيليسيوم	3.2	410	2000	500 -200	-
نيترور السيليسيوم	3.2	310	1200	850 -300	4
الزيركون	5.6	200	2000	500 -200	12 -4

بالإضافة إلى ما سبق تتميز الخزفيات بصلادة عالية، تتجاوز ما هي عليه في المعادن وحتى الخلائط المعدنية، ويبين الجدول (I-8) النسبة بين معامل الصلادة ومعامل المرونة لبعض المواد**[8]**.

الجدول (I-8): مقارنة بين صلادة بعض المعادن والخلائط والخزفيات**[8]**.

المعادن النقية	H/E (10^{-3})	الخلائط المعدنية	H/E (10^{-3})	الخزفيات	H/E (10^{-3})
النحاس	1.2	الليتون	9	الماس	150
الألومينيوم	1.5	(Al 14% Cu)	15	الألومين	40
النيكل	0.9	حديد اينوكس	6	الزيركون	60
الحديد	0.9	حديد مطعم بالكربون	15	كربورالسيليسيوم	60

I-4-4- الخصائص الإلكترونية:

في ميدان الخزفيات توجد ثلاثة أصناف من المواد، مواد عازلة ومواد نصف ناقلة وأخرى ناقلة ضمن شروط معينة، لكن بصفة عامة معظم الخزفيات عازلة كهربائيا وناقليتها ضعيفة مقارنة مع المعادن، فبعض الخزفيات يمكن تصنيفها كأنصاف نواقل ذاتية (intrinseque) مثل: الباريوم الألومين، السيليسيوم وكربور وتيتان ، لكن توجد أنواع أخرى لديها خصائص أنصاف النواقل الغير ذاتية (extrinseque) مثل:أكسيد الزنك المطعم بالكوبالت الذي يعطي نصف ناقل مانح (نوع N) **[12]**.

هناك نوع آخر يسمى بأنصاف النواقل الستوكيوميترية، هذا النوع يتميز بعيب أو زيادة في الكاتيونات عن الحالة الطبيعية، ونذكر منها: أكسيد النيكل المنقوص من ذرة من النيكل بالنسبة للصيغة الكيميائية الدقيقة Nix-1O،NiO ، وفي حين أن أكسيد الزنك الذي يملك ذرة إضافية من الزنك يرمز له كالآتي: $Zn_{x+1}O$ **[12]**.

وهناك بعض الخزفيات وعلى قلتها تمتاز بالناقلية الإلكترونية (تقاس في الوحدات الدولية ب:$(\Omega.m)^{-1}$) التي تحقق النقل بتحرك الالكترونات وهي تظهر خاصة عند أكسيد الزنك والأكاسيد ذات بنية من الشكل ZrO-MgO ...إلخ **[12]**.

I-4-5- الخصائص الضوئية:

لأيونات المعادن الإنتقالية دورا كبيرا في تغيير لون الخزفيات. كالألومين مثلا أحادي البلورة عديم اللون يتلون باللون الوردي في وجود نسبة ضئيلة جدا من (Cr_2O)**[1]**. كما أنه هناك خزفيات أحرى تمتلك خصائص كهروضوئية تسمح بتحويل إشارة ضوئية إلى إشارة كهربائية والعكس صحيح.

I-5- نبذة عن المواد الصلصالية:

إن كلمة صلصال عادة ما تطلق على المادة الأولية للخزف، والتي عرف استخدامها تطورا منذ القدم، إذ أن الغضار الغني بالسيليس (SiO_2) والألومين (Al_2O_3) أصبح الركيزة الأساسية في الخزف الصحي، وميدان البناء، وصناعة المواد الصيدلانية. وهكذا يمكن الحصول على أغلب الخزفيات من سيليكات الألومين، والغضار غالبا ما يتكون من مزيج كبير لمجموعة من المواد ذات أبعاد حبيبية مختلفة وأيضا خواص فيزيائية وكيميائية مختلفة، حيث يتم اختيار مادة على حسب خصائصها وسلوكها أثناء عملية التصنيع.في الجزائر مثلا يستخدم الغضار وخاصة الكاولان على نطاق واسع في الصناعة الحديثة (الآجر والخزف الصحي والبلاط .....) أو التقليدية.

ويعرف الغضار (صلصال) أيضا على أنه أحد أنواع الصخور الرسوبية**[13]**. وكأي صخر يتكون الغضار من عناصر متنوعة بنسب مختلفة أيضا.

للحبيبات المشكلة للغضار بعد صغير جدا، حيث يقل قطرها عن 1/200 من الميليمتر**[13]**، وهذا عند تبليلها بكمية قليلة من الماء يجعلها سهلة التشكيل.وبالتالي فالمواد الصلصالية هي عبارة
عن سيليكات للألومين المميهة بصفة عامة **[13]** ، ومن بينها المواد الصلصالية الكاولينيت.

I-5-1- أنواع الغضار:

يمثل الغضار أكثر الأنواع لاحتوائه خصائص فيزيائية وكيميائية أكثر خصوصية حيث إن للغضار خلية أولية رباعية أو ثمانية.إن البنى ذات قاعدة السيليكات الورقية مثلها مثل جميع السيليكات التي لها

الأيون SiO_4^{-4}، أين السيليسيوم يكون رباعي بالنسبة للأكسجين (أي تحيط به أربع ذرات من الأكسجين مشكلة رباعي وجوه)، ومن الممكن أن يكون أيون الألمنيوم Al^{+3} رباعي، وأيضا يلعب نفس دور أيون Si^{+4}، لكن في الغالب ما يكون في مركز الثماني وبالتالي فهو يمثل ثماني أي تحيط به ست ذرات من الأكسيجين مشكلة ثماني وجوه. وهذه ممكنة جداً بسبب أن النسبة القطرية الأيونية للألمنيوم بالنسبة للأكسجين (r_{Al}^{+3}/r_O^{-2}) تساوي إلى 0.430، وهي قريبة من القيمة 0.414، التي تعتبر النسبة الحدودية بين مجال التناسق الرباعي والتناسق الثماني.

وبالتالي يمكن، تبعاً للترتيب الرباعي ل SiO_4^{-4} (واحتماليا AlO_4^{-5}) أن نمثل جذر السيليكا بالرمز $(Si_{m-x}Al_xO_n)^{-(2n+x-4m)}$.

تكون في غالب الأحيان المعادن الصلصالية مميهة وضعيفة التبلور، وذات أشكال شرائحية أو ليفية، وهي عبارة عن خلائط معقدة، وتتشكل بتعبئة الشرائح فوق بعضها البعض مكونةً الطبقات، والبعد الأساسي (d) يختلف من نوع إلى آخر حسب الجدول التالي **[17]**:

الجدول (I-9): أنواع الغضار **[17]**.

النوع	الصيغةالكيميائية	d (A°)
الكاولينيت	$Al_2Si_2O_5(OH)_4$	7.1
الهالوزايت	$Al_2Si_2O_5(OH)_4 4H_2O$	10.1
البيروفيليت	$Al_2Si_4O_{10}(OH)_2$	من9.2 إلى 9.3
الكلوريت	$(Mg,Fe \ldots.)_6(Si,Al)_4O_{10}(OH)_8$	14.2

I-5-2- الغضار الكاولينيتي:

هذا النوع من الغضار يتكون أساسا من الكاولنيت التي يتواجد معها غالبا مركبات أخرى أهمها السيليس الذي يكون على شكل كوارتز، وهو يؤثر كثيرا في الخواص الريولوجية للكاولنيت. حيث يمكن للكوارتز أن يتفاعل مع عناصر أخرى خلال المعالجة الحرارية لكن هذا التفاعل يخص غالبا الحبيبات الدقيقة.

يصنف الغضار الكاولينيتي في أغلب الأحيان حسب نسبة الألومين التي يحتويها، حيث أن الغضار الذي نسبة الألومين به تتجاوز (40٪) يستعمل في صناعة المواد الحرارية، أما إذا كانت نسبة الألومين اقل من (30٪) فهو يستعمل في باقي الصناعات الأخرى (الخزف الصحي والأواني الفخارية.....).

I-6- الكاولينيت:

الكاولنيت في حالتها النقية مادة حرارية درجة إنصهارها تقارب 1800 C° .لكن تواجد بعض المواد معها مثل الميكا (micas) والفلدسباث (feldspaths) يساعد على ظهور الطور السائل أثناء المعالجة الحرارية عند درجات حرارة منخفضة وبهذا تنخفض درجة إنصهارها. وإحتمال وجود بعض المواد العضوية مع الكاولان يؤثر على خصائصها الريولوجية وأيضا سلوكها خلال عملية تشكيلها، وبوجود بعض الأكاسيد مثل الحديد والتيتان يساعد على إعطائها لونا معينا.والكاولينيت مادة واسعة الانتشار والاستعمال، إذ تتميز بشكلها الطيني، ويستحيل التميز بينها وبين المواد الصلصالية الأخرى دون الاستعانة بالأشعة السينية والوسائل البصرية، وهي تتلون كثيرا وهذا راجع لنوع الشوائب المتواجدة بها.

تتواجد الكاولينيت في الطبيعة في هيئة قشور أو ألياف صغيرة جدا ورقيقة معينية أو سداسية الشكل، و تتواجد أيضا عادة في هيئة كتل طينية الشكل إما أن تكون هشة أو متماسكة **[13]**، وتعتبر من أهم مكونات الغضار، فهي دائما ثانوية النشأة حيث تتشكل من تحلل سيليكات الألومنيوم، وأيضا تتواجد الكاولينيت في التربة مختلطة مع الكوارتز وهي تستعمل في صناعة الطوب والخزف.

أما بالنسبة لإسمها فقد اشتق من كلمة صينية وهو أسم تل بالصين **[14]**.

I-6-1- التركيب الكيميائي:

للكاولينيت صيغة كيميائية نظرية هي $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ إذ يوافق هذا النسب الوزنية التالية،39.5 ٪ وزنا من Al_2O و 46.6٪ وزنا من SiO_2 و13.9٪ وزنا منH_2O لكن توافق هذه النسب الكاولينيت في حالتها النقية، ولهذا فهي تتغير حسب نوع وطبيعة الشوائب المتواجدة بها **[14]**.

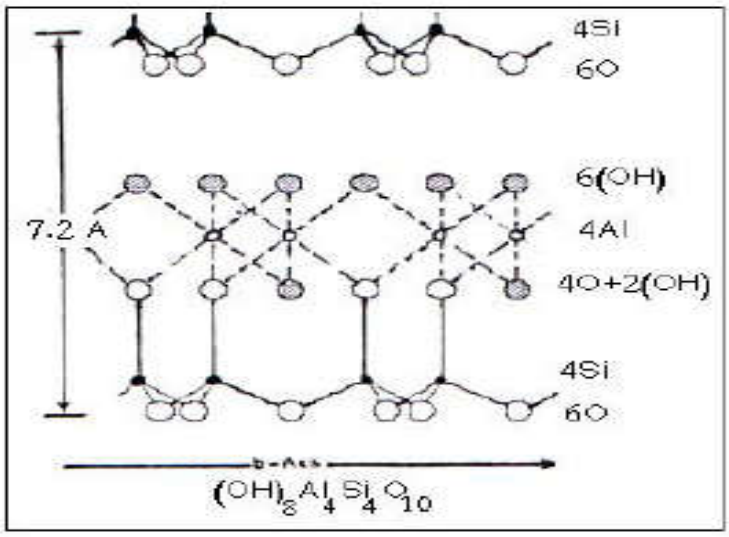
خلال المعالجة الحرارية نسبة الضياع الكتلي في الكاولنيت مرتفعة وهذا بسبب خروج الماء الداخلة في تركيبها وتفكك بعض المواد التي يمكن أن تتواجد معها واحتراق المواد العضوية وتعطى النسب الوزنية في الجدول (I-10).

الجدول (I-10): التركيب الكيميائي للكاولنيت.

الصيغة الكيميائية	Al_2O_3	SiO_2	H_2O
النسبة الوزنية٪	39.5	46.6	13.9

I-6-2- البنية البلورية:

للكاولينيت ببنية رقائقية مكونة من تتابع لطبقات رباعية وثلاثية**[15]**. الشكل(I-1)، إذ أن البنية البلورية للكاولينيت ثلاثية الميل أبعاد خليتها الأولية هي**[16]**.



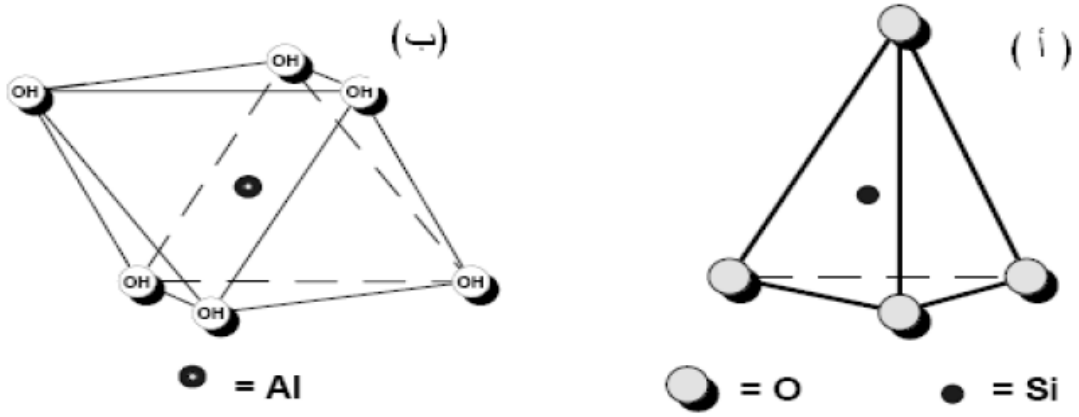
الشكل (I-1):البنية البلورية للكاولينيت**[17]**.

إن التغيرات في رتب البنى البلورية والتركيبة من عينة لأخرى، سببه تواجد الشوائب في المادة الأولية ولهذا تنقسم عائلة الكاولينيت إلى نوعين من البنى رباعية وثمانية.

فالرباعية تنحصر في غالبية السيليكات وهي مكونة من رباعيي سيلكون أكسيجين و في مركز الرباعي توجد ذرة سيلكون (Si^{+4}) الشكل(I-2- أ) وفي كل رأس توجد ذرة أكسيجين (O^{-2}) ونتيجة لوجود أربع ذرات أكسيجين فتوجد هناك زيادة في التكافؤ السلبي الذي يشترك في الرابطة، أما في الخزفيات فتكون الرباعيات (SiO_4) مرتبةً طبقات رباعية، مشكلة بذلك رباعيات مرتبة على مستوى أين تكون المراكز موزعة على رؤوس السداسي.

إن التركيبة المتوسطة للرقاقة والتي تتشكل بتجاور السداسيات هي [$(Si_2O_5)^{-2}$]، وإذا افترضنا أن هذين التكافؤين السالبين يكونا مشبعين ب (H^+) إذ إن الطراز البلوري الذي يتكرر بصورة غير محدودة يكون بالشكل التالي :

أما الثمانية فتنجم عن الألومين (هيدروكسيد الالمنيوم) $Al_2(OH)_4$ المميه حيث أن كل أيون Al^{+3} يتواجد متوضعا في مركز الثماني الشكل (I-2- ب) إن الطبقات الثمانية تكون مشكلة ثمانيات مرتبة على الوجه، مراكزها مقسمة إلى رؤوس الشبكة المستوية، ورقاقة الأليمين(هيدروكسيد الالمنيوم) المميه تتكون من طبقة مركزية ثمانية لأيونAl^{+3} وطبقتين لأيون (OH^-) متموضعة تناظريا، وبالتالي فالطراز البلوري الذي يتكرر بصورة غير محدودة فيكون على الشكل التالي :



الشكل (I-2): يمثل البنية الرباعية (أ) والثمانية (ب).

I-6-3- بعض خصائص الكاولينيت:

نلخص أهم خصائص الكاولينيت في الجدول التالي:

الجدول(I-11):أهم خصائص الكاولينيت**[15]**.

الخاصية	الوحدة	القيمة
الكتلة البعدية	(g / cm^3)	2.63 - 2.6
الصلادة	(Mohs)	2.5 – 2
معامل التمدد الخطي (700C°-20)	(K^{-1})	10^{-6}.(7-5)
الناقليةالحرارية	(cal / cm.s. C°)	10^{-3}.(5-4)
درجة حرارة الاستعمال	(C°)	1700
مقاومة الشد	(kg / cm^2)	210 _ 50

I-7- تحولات الكاولان أثناء المعالجة الحرارية

العديد من الدراسات التي تهتم بدراسة البنية البلورية بينت أنه لمادة الكاولان أثناء تسخينها في درجات

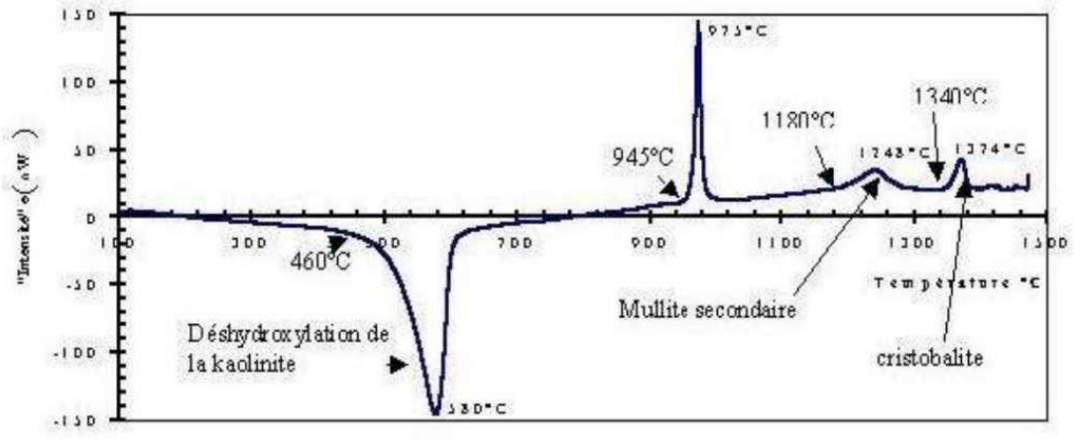
حرارة مختلفة **[16]**، تتبلور بخروج ماء الرطوبة أو المـاء الممتص بعد تفاعـل أولي ماص للحرارة بين درجة الحرارة°C 100 و°C110، وهذه العملية تؤدي باقتراب الحبيبات من بعضها البعض إلى ظاهرة الانكماش، لكن دون أن يغير هذا في البنية البلورية، وإبتداءا من°C500 تقريبا ينتج ثاني تفاعل ماص للحرارة، والذي ينتج عن تحول الكاولينيت إلى طور آخر يدعى الميتاكاولان والذي سببه خروج الماء الداخل في التكوين، تبعاً لآلية الانتشار **[17]**، ويمكن نمذجة هذا التحول الكيميائي بمعادلة التفاعل التالية**[18]** :

2A

حيث أن: $\Delta E = 145\ KJmol^{-1}$

تحت ضغط جوي عادي وبالقرب من درجة الحرارة المحصورة بين °C500 و°C550، يظهر التفاعل الماص للحرارة. لكن هذا التفاعل يتعلق بمعدل ضغط تبخر الماء وسرعة التسخين **[19]**، كما لاحظ أحد الباحثين**[20]** بواسطة التحليل الحراري التفاضلي أثناء دراستهم الكاولان الشكل (I.3)، تفاعل ماص للحرارة وذلك بتسجيل نبضة عند الدرجة °C580، مع العلم أن سرعة التسخين ثابتة وهي °C10 لكل دقيقة إن خروج ماء التكوين يحدث انكماشا سريعاً، مع تغيرات معتبرة في الشبكة البلورية وتحول الكاولان إلى الميتاكاولان يستدل عليه باختفاء كل انعكاسات الأشعة السينية لمادة الكاولان، لكن تبقى هذه الإنعكاسات في بعض المحاليل المرتبة، وفي درجة الحرارة بين °C950 و°C980 يحدث بسبب تحولات مفاجئة للبنية بدون أي ضياع للكتلة انتشار للحرارة ، وهناك تفسيرات عدة طرحت من باحثين تفسر هذا الفعل الناشر للحرارة **[21-22] .**

أيضا نلاحظ نبض ضعيف ناشر للحرارة بين درجة الحرارة °C 1200 و°C 1250وهو عبارة عن طور الميليت والذي يدعى الميليت الأولي، أما تكوين الكريستوباليت فهو المسئول عن النبض الناشر للحرارة عند درجة الحرارة القريبة من °C 1350



الشكل (I-3):منحنى التحليل الحراري التفاضلي لمادة الكاولان**[20]**

I-1-7- التحولات الملاحظة في درجة الحرارة C° 980:

التحول الناشر للحرارة والملاحظ عند درجة الحرارة 980°C، سببه تحولات مفاجئة في البنية البلورية بدون ضياع في الكتلة، حيث طرح مجموعة من الباحثين عدة تفسيرات وذلك باستعمال عدد كبير من التقنيات لتمييز هذه الظاهرة واصلها (الأشعة تحت الحمراء، الرنين المغناطيسي النووي، الأشعة السينية، المجهر الإلكتروني النافذ)، وقد اقترحت ثلاث ظواهر مختلفة من أجل تفسير أو شرح أصل النبض الناشر للحرارة

*تكوين طور ذو بنية سبينال (Al ,Si) أو تنوي الميليت **[23- 29]**.

*تكوين γ-Al_2O_3 الأكثر استقراراً والذي يكون ضروريا للتحول إلى ميليت**[30]**.

*استخلاص السيليس اللابلوري **[31].**

إن البعض قام بتكوين γ-Al_2O_3، حيث لوحظ تكوين هذا الأخير بين درجتي الحرارة 950 °C و 1000 °C وذلك باستعمال التحليل الحراري، كما لاحظ Roy وفريقه[32] باستعمال المجهر الإلكتروني النافذ سنة 1955 تحطم جسيمات الميتاكاولان إلى جسيمات أصغر لها شكل بنيوي جديد عرفت هذه البنية على أنها γ-Al_2O_3 وهذا عند درجة الحرارة 855 °C، وتوجد أيضا نفس الظاهرة في الهالوزايت عند الدرجة 670°C، غير أن الكاولينيت والهالوزايت يظهران في منحنيات التحليل الحراري التفاضلي تفاعلا ناشراً للحرارة عند 980°C وكان سبب هذا النبض تنوي الميليت.

كما بين LEMAITRE وفريقه**[33]** في سنة 1976 أن النبض مرجعه إلى كل من تكوين γ-Al_2O_3 وتنوي الميليت، وأظهر COMER**[33]** أن الكاولينيت المتبلورة جيدا يكون تكوين الميليت منها أسهل من الكاولينيت قليلة التبلور، غير أن GUALTIERI وفريقه **[29]**، قالوا بأن الكاولينيت المرتبة جيدا تقودنا إلى فصل بين المناطق الغنية بالألومين والمناطق الغنية بالسيلس والتي تكون أصل الطور الوسطي ذو بنية سبينال. أما المواد غير المرتبة فتقودنا مباشرة إلى تكوين الميليت. كما طرح في الوقت الحاضر بعض الباحثين تصوراً آخر وقالوا أن الشبكة غير المستقرة للميتاكاولان تتحول لتعطي طور غير بلوري أي أنها تعطي سبينال ونويات من الميليت الأولي، وهذا ما أثبته NAKAHIRA وفريقه **[34]** وهذا باستعمال انعراج الأشعة السينية للبلورات الأحادية، حيث أثبتوا أن الكاولينيت لا تتحول إلى ميتاكاولان فقط ويمكن ايضا أن تتحول أثناء المعالجة الحرارية إلى تركيبة من نوع مكعب ممركز الجسم للسبينال عند إعادة التبلور.

أما مجموعة من الباحثين **[21]**، فتوصلا إلى أن الطور الوحيد الجامد المتشكل عند درجة الحرارة 980 °C هو الميليت الرباعي شبه المستقر وذلك بتركيز ابتدائي من Al_2O_3 قدره 70 % مولاً، وهذا ما وافق اقتراح SANZ وفريقه **[30]**، حيث قالا أن الطاقة المحررة لتحول أيونات *Al* إلى تناسق

سداسي هي التي تسبب النبض الناشر للحرارة عند 980 °C وهذا التناسق يسهل تكوين الميليت. تتغير التركيبة الكيميائية المقترحة للطور ذو بنية سبينال المشكل انطلاقا من الميتاكاولان من باحث إلى آخر حيث أن مجمل التحولات التي تحدث ننمذجها في التفاعل التالي :

$2Al_2(OH$
كاولينيت

I-7-1-1- تعريف الميليت:

هو اسم اشتق من جزيرة Mull الإسلندية بسكوتلندا وهو مادة نادرة الوجود في الطبيعة يميل لونه إلى الأبيض ويحضر أساساً من مكوناته الأساسية أكسيدي السيليسيوم والألمنيوم بالتسخين إلى درجات حرارة عالية جداً، أو بالتحليل الحراري للمواد الصلصالية من مجموعة الكاولان، ويستعمل الميليت كمادة حرارية في عدة مجالات صناعية نظراً لمقاومته العالية للزحف و تمدده الحراري الضعيف وعزله الكهربائي الجيد وسعة حمل ومقاومته للتآكل العاليتين، ومستقر كيميائياً، ويعتبر أيضا مادة مهمة لعدة تطبيقات تكنولوجية (عوازل الموجات الدقيقة، الحوامل الإلكترونية.....)

صيغته الكيميائية $Al_6Si_2O_{13}$ كتلته البعدية النظرية: $\rho = 3{,}16\ gcm^{-3}$

I-7-1-2- تشكل الميليت الأولي والثانوي:

في درجات حرارة منخفضة وفي داخل طبقات الصلصال يتشكل الميليت الأولي **[35-37]**، ويكون شكله المورفولوجي عبارة عن بلورات صغيرة ذات بنية شرائحية **[38-39]**، إذ تتغير درجة حرارة تكوين الميليت الأولي من باحث إلى آخر فلاحظ Moon وفريقه **[31]** بوضوح هذا الطور عند درجة الحرارة 940 °C وذلك باستعمال المجهر الالكتروني النافذ مع مرشحات الطاقة، إن شوارد الهيدروكسيل OH^- المتبقية تكون دائما متواجدة في داخل الميتاكاولان المتعفنة حيث تلعب دور أساسي حينئذ في تكوين الميليت الأولي**[31]**.لكن Liu وفريقه **[33]**، لاحظا أن بلورات الميليت محصورة بين 20 و30 nm بعد معالجة حرارية لمدة 4 ساعات عند درجة الحرارة ، 1150 °C أما في درجات الحرارة المرتفعة يظهر شكل آخر للميليت يدعى الميليت الثانوي، والاختلاف بين الميليت الثانوي والأولي يبقى في بعد البلورات وكذا في الشكل المورفولوجي **[40]**، وحسب أحد الباحثين أن الميليت الأولي يتكون من تجمع لبلورات شرائحية من رتبة 100 Å بينما عصيات الميليت الثانوي تكون كبيرة في البعد وبالتالي فنستطيع ملاحظتها بالمجهر الضوئي، لكن أثناء الكشف عليهم

بواسطة انعراج الأشعة السينية لا يوجد فرق بين الطورين، لكن عندما ترتفع درجة الحرارة يظهر الإختلاف في عملية امتصاص الأشعة تحت الحمراء. وبالتالي فإن حبيبات الميليت الأولي تكبر بخفة، لكن الميليت الثانوي حبيباته تميل إلى انحلالها في الطور الزجاجي **[41]**، حبيبات الميليت الأولي تبقى كاملة في درجة الحرارة العالية.

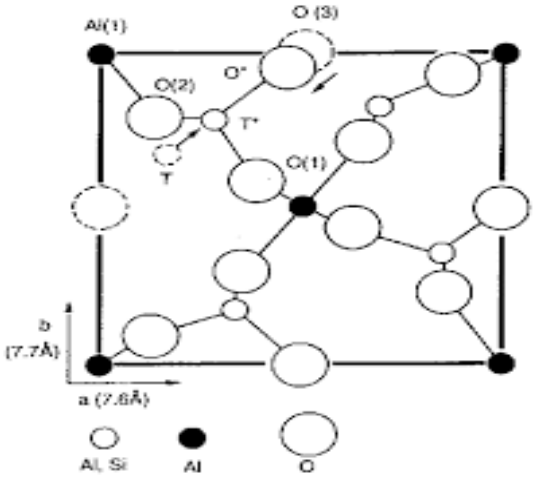
حدد Chen وفريقه **[42]**، انطلاقا من دراسته خليط الكاولينيت والالومينا، أن تكوين الميليت الثانوي يقلل من كمية الطور الزجاجي

I-2-7- الخصائص الفيزيائية:

I-2-7-1- البنية البلورية:

الميليت هو الطور الوحيد المستقر في النظام الثنائي Al_2O_3- SiO_2 ويمتاز ببنية بلورية معينية مستقيمة (Orthorhombique) الشكل (4.I)، توصف بالوسائط الشبكية التالية:

a= 7, 7.660 A° و b= 7, 553 A° و c=2, 8836 A°



الشكل (I-4):البنية البلورية لمادة الميليت**[43-46]**

لهذه البنية سلاسل ثمانية $M(1)O_6$ حيث [M (1) =Al] موازية للمحور البلوري– C ، حيث ترتبط السلاسل الثمانية ببعضها البعض عرضيا بسلاسل مضاعفة رباعية AlO_4 و SiO_4 و السلاسل المضاعفة الرباعية (رباعية السطوح) تُشوه بحيث تغادر بعض ذرات الأكسيجين المنتمية للوحدات الرباعية المتجاورة أماكنها، فيتكون بذلك فراغات أكسيجينية (فراغات في أماكن ذرات الأكسيجين المغادرة.**[43-44]** إن الصيغة العامة لتركيبة الميليت تكون على الشكل التالي :

$Al_2[Al_{2+2x}Si_{2-2x}]O_{10-x}$، أين x هو عدد الأماكن الفارغة المتشكلة من مغادرة ذرات الأكسيجين للوحدات الرباعية، كما يمكن أن تحتل الشوارد الموجبة مواضع بنيوية مثل AlO_6- ثماني وAlO_4و SiO_4- رباعي، أو مواضع عشوائية في القنوات الموازية للمحور البلوري - C،.

إذ أن أحد الباحثين اقترح أن شوارد كل من Cr^{+3} و Fe^{+3} و Ti^{+3} تتبادل المواضع مع شاردة Al^{+3} في M(1)الثمانية، وهذا بعد عمله المتعلق بالانحلالية الصلبة للمركب Na_2O في الميليت .أما Schneider**[45]** فقد أستنتج أن نصف القطر الكبير للشوارد الموجبة (Na^+) يمكنه جعلها مقحمة في مواضع غير معينة داخل القنوات البنيوية الموازية للمحور البلوري -C.

ويمكن أيضاً أن نصف القطر الكبير لهذه الشوارد الموجبة أن يبين لماذا يحدث دخول (Na^+) فقط عند درجات الحرارة العالية، وفائض الشحنة الناتج عن إدماج (Na^+) يمكن أن يعادل باستبدال ذرات Si بذراتAl.

I-7-2-2- خصائص الميليت:

مادة الميليت تمتاز بخصائص فيزيائية وكهربائية وميكانيكية وحرارية نلخصها في الجدول رقم (12.I)

I-7-2-3- خصائص الميليت الكيميائية:

الميليت طور مستقر مركب أي أنه غير نشيط كيميائياً ، لهذا فإن استعمالاته الفيزيائية أكثر من الكيميائية وهو لا ينحل ولا يتفكك في الماء سواء كان بارداً أوساخنا، كما لا تؤثر عليه جميع الأحماض ماعدا حمض الفلور الذي يحطم هذا المركب حيث يزيل منه SiO_2

الجدول (I-12):خصائص مادة الميليت **[43]،[47-51]**

خصائص فيزيائية	القيمة	الرمز
الكتلة البعدية (g/cm^3)	3,16	
درجة حرارة الاستعمال العظمى في الهواء (°C)	1700	

خصائص ميكانيكية	القيمة	الرمز
الصلادة (على سلم موهس)	7,5	
معامل يونغ(GPa)	150	E
معامل بواسون	0,25	
مقاومة الانحناء (MPa)	من 150 إلى 200	
المتانة $(MPa.m\ 1/2)$	2,2	
مقاومة التحمل عند 1200°C(Mpa)	تفوق 400	

خصائص كهربائية	**القيمة**	**الرمز**
ثابت العزل الكهربائي عند $1MHz$	6,6	
المقاومة الكهربائية عند 20 °C $(Ohm.cm)$	من 10^{10} إلى 10^{13}	
المقاومة العزلية (kV/mm)	من 9 إلى 10	

خصائص حرارية	**القيمة**	**الرمز**
الحرارة النوعية $(J/Kg\,K°)$	6,6	
الناقلية الحرارية $(W/m\,K°)$	من 10^{10} إلى 10^{13}	
معامل التمدد الحراري الخطي من 20 °C إلى 1000 °C	من 5 إلى 6×10^{-6}	
درجة حرارة الذوبان		

المراجع

المراجع

[1] J. L. Chermant, “ Les Céramiques Thermomécaniques ”, Presse de CRNS, p 20-40 (1989).

[2] J. M DORLOT, J. P BAILON et J. MASOUNAVE," des matériaux ", Ed. E′col Poly, Montréal, p. 385-405 (1986).

[3] S. ZAOUE, Thèse de Magister, Université, de Constantine, Algérie (2005).

[4] M. Chaupai, “ Technique de l’Ingénieur ” , A. 2010, p 10-17 (1996).

[5] V. Rajendran Materiels science

[6] M.Chaupai, " Technique de L’ingénieur ", A.2010, P.1-9(1996).

[7] J. Philbert, " Recueil de communication ", Deuxième Séminaire Des Sciences Des Matériaux, Université de Constantine, pp. 2-16, (1985).

[8] J. Denape, Techniques de l’ingénieur: Traité Matériaux non métalliques, ″Céramiques à usages mécaniques et thermomécaniques ″, Paris A2010 et A 2011,(1996).

[9] G. ALIPRANDI, " Matériaux réfractaires et céramiques techniques", Ed. Septima, Paris, P.238-260 (1979).

[10].A.Vatain, "Manuel et sedimentologio, Edi. Technip", (1967).

[11] M. F Ashby et D. R Jones, " Matériaux ", Dunod, Paris, P. 143-157 (1991).

[12] C. Chaussin et G. Hilly, "Métallurgie", Ed. Dunod, universite du Wisconsin-Madison, pp. 100-300 (1973).

[13] K .TRAORE, Thèse de Doctorat, " Frittage a’ base température d’un argile kaolinitiques de Borkina Faso", Université de Limoges, France (2003).

[14] S. CAILLERE, S HENIN et M. RAUTUREAU, "Minéralogie des argiles", Ed Masson, Vol 1, pp. 1-20 (1982).

[15] A. JOURDAIN, et F. BENTO-CATIO, "La Technologie des Produits Céramiques Réfractaires", Paris, p. 20-40 (1993).

[16] Y. F. Chen, M. C. Wang and M. H. Hon, “Phase transformation and growth of mullitein kaolin ceramics”, J. Eu. Ceram. Soc., 24, 2389–97 (2004). [04]- Pampuch R., Proc.IXth Conf. Silicate Ind., Budapest, 143 (1968)

[17] F. Toussaint, J.J. Fripiat, M.C.Gastuche, Dehydroxylation of kaolinite. I. Kinetics, J.Phys.Chem., 67, 26-30 (1963)

[18] W. Davies, and Hooper, R. M., J. Mater. Sci. Letters., 4, P. 39-42 (1985).

[19] M. Gaustuche, C. Bull. Soc. Chim. Fr., 60,P. 84 (1960).

[20] K. Okada, and N. Otsuka, Ceram. Trans., Vol. [06] P. 375-87, Edited by, Somia,

S.,Davies, R. F and Pask, J. A., J. Am. Ceram. Soc., West. Erville. OH, (1990).
[21] LI. D. X and W. J. THOMOSON, J. Am. Ceram. Soc.,74[10] 2328-87 (1991).
[22] T. W.Campos, D. E. Souza, and H.Santos, J. Am. Ceram. Soc., 59[7-8] 357-360(1976).
[23] M.Slaughter, W. D. Keller, High Temperature from impure kaolin clays, Am. Ceram.Soc.Bull., 38, 703-707 (1959)
[24] J.Lemaitre, M. Bulens and B. Delman, Proc. Int. Clay Conf., (1975), Edited by S. W.Bailey. Applied Publishing. Wilmette, IL 539-544 (1976)
[25] B.Sonuparlak, M.Sarikaya, I.Aksay, Spinel phase formation during the 980°Cexothermic reaction in the kaolinite-to-mullite reaction series, J. Am. Ceram. Soc., 70,837-42 (1987)
[26] K.Srikrishna, G.Thomas, R.Martinez, Corral M. P., De Aza S., Moya J. S., Kaolinite-mullite reaction series: a TEM study, J. Mater. Sc., 25, 607-612 (1990)
[27] I. W. M. Brown, K. J. D.Mackenzie, M. E.Bowden, R. H.Meinhold, Outstandingproblems in the kaolinite-mullite reaction sequence investigated by 29Si and 27Al solidstate Nuclear Resonance : II, high temperature transformations of metakaolin., J. Am.Ceram. Soc., 68, 298-301 (1985)
[28] K.Okada, N.Otsuka, J.Osaka, Characterisation of spinel phase formed in the kaolinitemullite thermal sequence., J. Am. Ceram. Soc., 69, C251-C253 (1986)
[29] A.Gualtieri, M.Belloto, G.Artioli, S.M.Clark, Kinetic study of the kaolinite-mullitereaction sequence. Part II : mullite formation., Phys. Chem. Miner., 22, 215-222 (1995).
[30] J.Sanz, A.Madani, J. M.Serratosa, J. S.Moya, S.Aza, “Aluminium 27 and silicon 29magic angle spining nuclear magnetic resonance study of the kaolinite-mullite transformation”, J. Am. Ceram. Soc., 71, C418-C421 (1988).
[31] S.Lee, Y. J.Kim, H.S.Moon, “Phase transformation sequence from kaolinite tomullite investigated by an energy-filtering transmission electron microscope”, J. Am.Ceram. Soc., 82, 2841-48 (1999).
[32] R.ROY , M. D ROY, and E. E.FRANCIS, J. Am. Ceram. Soc.,83 [6] 198-205 (1955).
[33] J. J.COMER, J. Am. Ceram. Soc., 44 [11] 561-63 (1961).
[34] G. W. Brindley and M.Nakahira, “The kaolinite-mullite reaction series”: I, a survey of outstanding problems, J. Am. Ceram. Soc., 42 311-14 (1959) III, the high temperature phases, J. Am. Ceram. Soc., 42, 319-324 (1959)

[35] K. H.Schüller, Reactions between mullite and glassy phase in porcelains, Trans.Br.Ceram. Soc., 63, 102-17 (1964).
[36] K. H.Schüller, Process mineralogy of ceramic materials, chap.1, Edited by W.Baumgart. And F. Enke, Stuttgart, Germany (1984).
[37] K.C. Liu., G.Thomas, A.Caballero, J. S.Moya, De S.Aza, Mullite formation inkaolinite, -alumina, Acta Metall. Mater. 42, 489-495 (1994).
[38] S.Prochazka, F. J. Kluge, and R. H.Doremus, Al2O3-SiO2 system in the mullite region,J. Am. Ceram. Soc., 70, 750-759 (1987).
[39] F. J.Kluge, S.Prochazka, , and R. H.Doremus, , "Al2O3-SiO2 phase diagram in themullite region, Ceram. Tr., 6 ; Mullite and mullite matrix composites". Edited by R. F.Davis, J. A. Pask and S. Somiya, J. Am. Ceram. Soc., OH, 15-43 (1990).
[40] S. T.Lundin, Studies on triaxial whiteware bodies, Almquist and Wiksell, Stockholm(1959).
[41] K. H.Schüller, Reaction between mullite and glassy phase in porcelains, Joint Meet.With Soc. of Glass Technol., Cambridge (1963).
[42] C. Y.Chen, G. S.Lan, W. H.Tuan, Preparation of mullite by the reaction sintering ofkaolinite and alumina, J. Eur. Ceram. Soc., 20, 2519-25 (2000).
[43] C. W.Burnham., "Crystal Structure of Mullite Ceramics", Inst. Washington Yearb, 63,p. 223-27 (1963-64).
[44] J. L.Daniel, B. Hildmann. and H.Schneider , "Effects of disorder in mullite: Molecular dynamics simulation and energy landscape analysis" Phys. Rev. B.,72. 214305 (2005).
[45] H.Schneider , J. Am. Ceram. Soc., 67[6] C-130-C-32 (1984).
[46] M.Schmucker , B. Hildmann and H.Schneider , "Mechanism of 2/1- to 3/2-mullite transformation at 1650 °C"., Amer. Min., 87, 1190-1193 (2002).
[47] G.Aliprandi ,"Matériaux Réfractaires et Céramiques Techniques ., Ed . SEPTIMA,Paris, p. 238 (1979).
[48] W .D .Kingry, H. K .Bowen and D. R.Uhlmann, "Introduction to Ceramics "., CecondEdition Cambridge Massachusetts June (1975).
[49] L.Ecraivain, « Technique de L'ingénieur » ., A. 7290, p. 1-23 (1986).
[50] P. Boch and T.Chartier, J. Am. Ceram. Soc., 74[10] 2448-52 (1991).
[51] T. Mah and K. S.Mazdiyasni, J. Am. Ceram. Soc., 66[10]699-703 (1983).

الفصل الثاني:

انعراج الأشعة السينية في البلورات

يشمل هذا الفصل على:

- انعراج الأشعة السينية وبعض العوامل والمؤثرات على عرض خط الإنعراج.
- علاقات تستعمل في حساب بعد الحبيبات

II- مقدمة

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

II-1 طريقة واران لقياس العرض:

حتى في حالة البلورات الكبيرة المثالية (perfect) يجب الأخذ بعين الاعتبار انه تكون الإنعكاسات ذات عرض محدد وهذا راجع لعدة أسباب هي :

1- تباعد أو تفرق الأشعة الساقطة (divergence) .

2- أبعاد العينة .

3- العرض الطبيعي لأشعة x (اكس) نفسها .

وتوجد صعوبات نظرية لأخذ في الاعتبار هذه العوامل

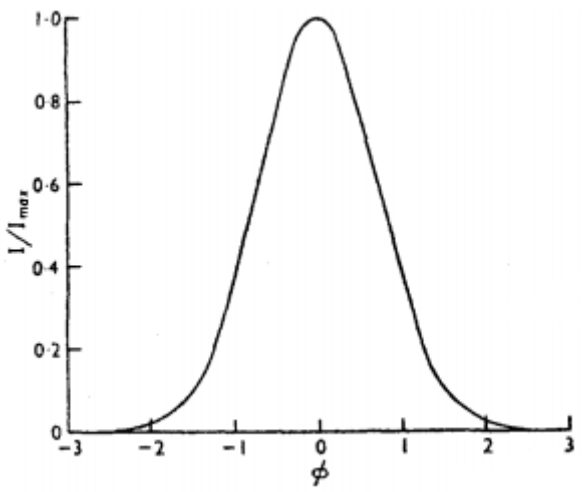
اقترح وران Warren في سنة 1941 م أن مربع الأجزاء من عرض الخطوط يمكن جمعها على بعضها، فإذا كانB هو العرض الكلي لخط الحيود، b هو عرض نتيجة الظروف العملية المذكورة سابقة فيكون βهو العرض نتيجة صغر بعد البلورات حيث يعطى بالمعادلة :

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

إذ أن إثبات هذه العلاقة يعتمد على فرضية أن توزيع الشدة على خط الانعكاس له الشكل:

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

ويسمى منحنى الخطأ (errer curve) حيث I هي شدة الأشعة المقاسة عند زاوية انحراف φ من القيمة الحقيقية للكمياتθ،α هي كمية ثابتة والدالة الموضحة بشكل (II -1) اختيرت لأن لها القيمة العظمى عند φ=o وكلما ازدادت قيمة φ تقل إلى الصفر ،كما أنه في طريقة إثبات العلاقة السابقة يفترض أن عناصر الانعكاسات (élément of broadening) لها أيضا هذا الشكل[01] .



الشكل (II -1) منحنى الخطأ $I=I_{max}\exp(-\alpha\varphi^2)$

ومن الواضح ان هذه الفرضية لا تتوافق مع العرض الطبيعي للخط المنبعث وهذا لأنه يحتوي على قيمتي هما α_1 ،α_2 ويجب أن يأخذ بعين الإعتبار أن يكون B_T هو العرض المشاهد عمليا بعد تصحيحه نتيجة وجود الثنائي α_1 α_2 .

وعمليا بما أن عناصر عرض الانعكاسات (éléments of broadening) لا يكون لها شكل منحنى الخطأ.لا يمكن إعتبار طريقة وران أنه يمكن تطبيقها في جميع الأحوال [02]

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

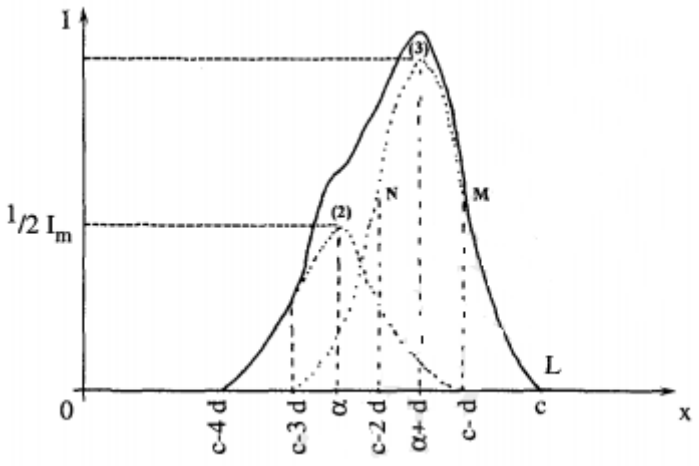
Rachinger correction for the $\alpha_1\alpha_2$ doable in the measurement of widths of lines

إزدواج الخطوط نتيجة $\alpha_1\alpha_2$ هي أحد الصعوبات التي تواجه قياس عرض الخطوط وهذه الخطوط المزدوجة تقع فوق بعضها عندما تصبح الخطوط عريضة وتكمن المشكلة في 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 طول الموجتين α_1، α_2 والمستويات العاكسة والشكل الهندسي للجهاز .

ج- نسبة شدة الخط α_1 إلى الخط α_2 الذي أمكن قياسه سابقا وهو يساوي 2 تقريبا .



الشكل (2-II) يوضح خطينα_1 ،α_2 لأحد الإنعكاسات والمحصلة أي الخط الذي يوضح

.$\alpha_2 + \alpha_1$

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 ومن بين الطرق الأكثر إستعمالا لتعيين I_m هي تلك الخاصة بالعالمين jones وBrill إلا أنها طرق غير دقيقة حيث أنها تفترض شكلا معينا لخط الحيود ولكن طريقة الرسم أفضل منها التي يمكن من خلال إستخدامها تعيين I_m وكذلك فصل الإزدواج α_1،α_2 تماما، وهي تتلخص في أنه من الواضح أن شدة الإنعكاس α_1 يكون مساويا لصفر عند x=c وأن المنحنى α تصبح قيمته صفر عند x=c-d وبالتالي فإن المنحنى المحصل $\alpha_2 + \alpha_1$ يصبح متفقا مع المنحنى (LM)α_1 في المدى (المنطقة) $c-d \leq x \leq c$ وتبعا لذلك فإنه من هذا الجزء المعلوم من المنحنى α يمكن استنباط شكل الأجزاء الباقية وتكون الخطوات كما يلي:

نقسم الشكل إلى شرائح مستطيلة راسية بحيث يكون البعد الأفقي يساوي d فيكون المحور الرأسي الأول 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 الرأسي للجزء LM بمقدار النصف ثم إزاحة هذا المنحنى المسافة d في الاتجاه x– بعد ذلك يمكن الحصول على المنحنى α_1 في المنطقة MN بطرح المنحنى α_2 من المنحنى $\alpha_2 + \alpha_1$.

وتعاد نفس الخطوات بقسمة كل قيم المحور الرأسي على 2 وذلك للمنحنى α_1 في المنطقة

$c-3d \leq x \leq c-2d$ أي MN وإزاحة هذا المنحنى المنخفض مسافة d– وبالتالي يمكن الحصول على المنحنى α_1 في المدى السابق بإجراء عملية 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 الرأسية للمنحنى α_1 إلى النصف ويلي ذلك الإزاحة للمنحنى المنخفض مسافة d – تتم بسهولة باستخدام مسطرة مزدوجة الجدار ذات سمك d.

يمكن تعيين I_m وبالتالي العرض التكاملي للخط α_1 ببساطة بهذه الطريقة وحيث أنه بتفريق الإزدواج فإنه أصبح بالإمكان تعيين قيمة نصف العرض للخط المفرد (أي قيمة العرض عند نصف الإرتفاع أو أي قياسات أخرى) [03].

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

لتحديد تأثير جهاز إنعراج الأشعة السينية على الأهداب فيمكن تحليل القمة باعتبار أن الشكل الجانبي للقمة $h(\varepsilon)$ هو عبارة عن (convolution) بين شكل الحيود النقي (pure) $f(\varepsilon)$ ودالة الأجهزة المستخدمة $g(\varepsilon)$.

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

تعرف عند علماء الرياضيات والفيزياء الصلبة النظرية بأن الكمية $h(\varepsilon)$ هي (convolution) بين $g(\varepsilon)$، $f(\varepsilon)$ والدالة g تعبرعن تأثير الأجهزة على الدالة النقية $f(\varepsilon)$ والمتغير ε هو مقياس الإنحراف الزاوي لأي نقطة عن القيمة النظرية لزاوية التشتت $2\theta_0$ وهي المتغير ξ الإضافي لهما نفس الوحدات.

II-4 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 حيود الدالة $g(\varepsilon)$ حيث يمكن تحويل الشكل النقي لخطوط الحيود $f(\varepsilon)$ إلى الشكل $h(\varepsilon)$ المشاهد عمليا حسب المعادلة :

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

ويمكن كتابة هذه المعادلة بالشكل التالي:

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

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

نفرض أن الدوال $h(\varepsilon), g(\varepsilon), f(\varepsilon)$ يمكن تمثيلها بمتسلسلة فوريه :

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

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

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

في هذه المعادلات تكون المعاملات F، G، H هي تحويلات فوريه Fourier transforms للمتغيرات f، g، h ويمكن أن تعطى بمعادلات كالمعادلة الآتية :

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

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

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

التي تعطينا للمعادلة (2-9) القيمة:

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

يمكن حساب الدالة الحقيقية f من معرفة تحويل فوريه لكل من الدوال المقاسة h،g ويمكن استبدال شكل التكامل من المعادلة بالشكل الآسي حيث يكون أكثر عمومية للسماح بإجراء التكامل على الدوال المتماثلة وغير المتماثلة . ويتم هذا بواسطة هذا التكامل

وبإتباع طريقة ستوكس stokes Method يتم استبدال التكامل بالتجميع كما تغير حدود ε من $\pm\infty$ إلى $\pm\varepsilon_m$ وهي النهاية الصغرى للمتغير .حيث يحدث للقيم الأبعد فيها أن تقل شدة الأشعة إلى قيمة شدة الخلفية back ground وعلى هذا يمكن كتابة (2-14) كالأتي :

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

5-II طريقة جونزjones لقياس عرض الانعكاسات :

اقترح العالم جونز jones طريقة أخرى لتصحيح عرض الانعكاسات نتيجة وجود عرض لها اصلا يعتمد على الظروف العملية إلا أنها ليست بالدقة التي تتناولها طريقة تحويل فوريه ولكنها تعتبر طريقة سريعة ،فقد اثبت جونز أن كل قيم العرض التكاملي B ،β، b تخضع للعلاقة :

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

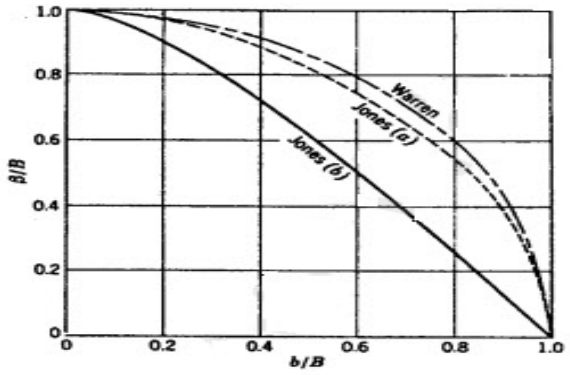
$$\frac{g(\varepsilon)\text{عرض}}{h(\varepsilon)\text{عرض}} = \frac{b}{B} = \frac{\int f(\varepsilon) g(\varepsilon)\, d\varepsilon}{\int f(\varepsilon) d\varepsilon} \qquad (17\text{-II})$$

والدالة g(ε) تكون غير متغيرة في حالة ثبات الظروف العملية التي تجرى عندها التجربة ،ولذلك يمكن تعيينها بقياس توزيع شدة الانعكاس لمادة يكون بعد بلوراتها كبيرا وبهذا تكون انعكاساتها لا تحتوي على عرض زائد ،وقد أجرى جونز الحسابات على خط الانعكاس عند زاوية $\theta = 80$

حتى يكون الخطان $k\alpha_2$,$k\alpha_1$ منفصلين تماما، وبالنسبة للدالة f(ε) فقد استخدم جونز المعادلة $1/(1+k^2\varepsilon^2)$ للتعبير عن توزيع بعد البلورات في العينة وقام بحساب المعادلتين (II-16)(II-17) لمدى واسع من بعد 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 وران Warren برسم المعادلة (1-II) في شكلها:

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

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



الشكل (3-II) : عرض الانعكاسات بطريقة Jones

منحنيات التصحيح لعرض خطوط الانعكاسات نتيجة لعوامل

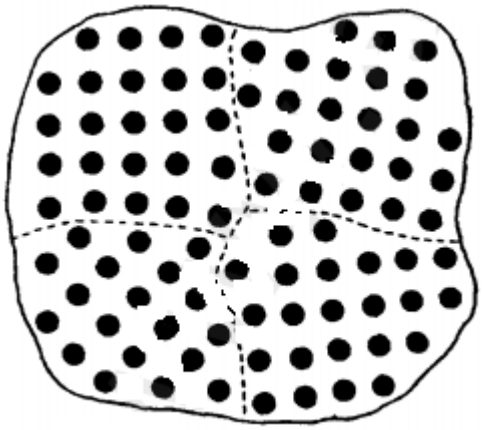
التجهيزات العملية

II-6- التطبيقات العملية لقياس عرض الانعكاسات

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

لتعيين بعد البلورات يستخدم عرض خطوط أشعة الحيود كثيرا وهنا يتحتم علينا الإشارة إلى أن الكمية التي تعين بهذه الطريقة هي بعد البلورات وليس بعد الحبيبات حيث إن الحبيبة الواحدة يمكن أن تحتوي على عدة بلورات (الشكلII -4).

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



الشكل (II-4):أوضاع الذرات في حبيبة تتكون من أربع بلورات صغيرة

وقد قام كثير من العلماء بتقدير قيمة k حيث أعطيت قيما كثيرة كلها تقارب الواحد الصحيح

(k=0.89 أو 1.0747 أو 0.92 أو0.94 ولذلك سميت قيم t التي نحصل عليها من المعادلة بالبعد الظاهري للبلورات [04].

II-2-6 العيوب التركيبية structural Faults:

يمكن إيجاد العرض الزائد لبعض الانعكاسات بسبب وجود العيوب في البلورات على مستوى الذرات ويمكن أن يعطينا قياس هذا العرض للخطوط المختلفة معلومات عن نوع هذه العيوب وتعدد حدوثها .
ويعتبر قياس عرض الانعكاسات له اهمية أيضا في دراسة المعادن المعرضة للتشغيل على البارد Cold worked metals إذ انه من المفترض بالدرجة الأولى أن عرض الانعكاسات الحادث هو نتيجة صغر بعد البلورات الذي يحدث للمعادن بعد تشغيلها على البارد فان التجارب العملية تشير إلى ان العرض الزائد للانعكاسات هو نتيجة لحدوث تشوهات في الشبكة البلورية وهو ما يسمى أحيانا بالانفعال الميكرونى micro strain والعلاقة بين مثل هذا الانفعال و عرض الخطوط يمكن أن نحصل عليها بتفاضل قانون براغ $2d \sin\theta=\lambda$ حيث نحصل على:

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

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

$$\varepsilon=\frac{B}{4tan\theta}3 \qquad (19\text{-II})$$

وعندما يكون عرض الخطوط هو نتيجة لعاملين هما صغر بعد الحبيبات والتشوه في الشبكة البلورية فان طريقة تعيين كل منهما من قياس عرض الخطوط يكون بأحد الطرق [05]

أ- طريقة العرض التكاملي:

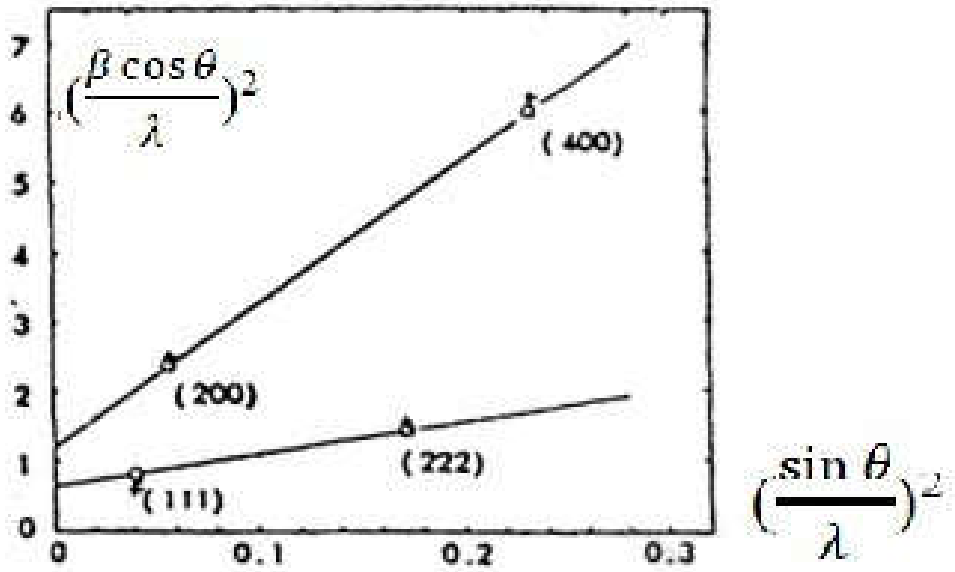
التأثير المزدوج على عرض الخطوط يعتمد على توزيع بعد الحبيبات وكذلك على توزيع الانفعال فإذا كان يتبع جاوس (Gaussian distribution) فان المعادلة تكون :

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

واذا كان التوزيع يتبع Cauchy فان المعادلة تكون :

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

وبرسم العلاقة بين $(\frac{\beta \cos\theta}{\lambda})^2$، $(\frac{\sin\theta}{\lambda})^2$ أو بين $\frac{\sin\theta}{\lambda}, \frac{\beta\cos\theta}{\lambda}$ 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) (D_f) هي بعد الحبيبات عمودي على المستوى (hkl) الشكل (5-II) [06].



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

ب- طريقة الاختلاف:Variance method

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

$$W(2\theta) = \frac{\int (2\theta - <2\theta>)^2 I(2\theta) d(2\theta)}{\int I(2\theta) d(2\theta)} \qquad (22\text{-II})$$

حيث$< 2\theta >$ هو مكان مركز التماثل الذي يعطي بالمعادلة:

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

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

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

حيثw_s هو الاختلاف الحقيقي True Variance.

W_h هو الاختلاف المقاس من شدة الانعكاس المشاهد عمليا.

W_g هو الاختلاف نتيجة تجهيزات القياس.

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

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

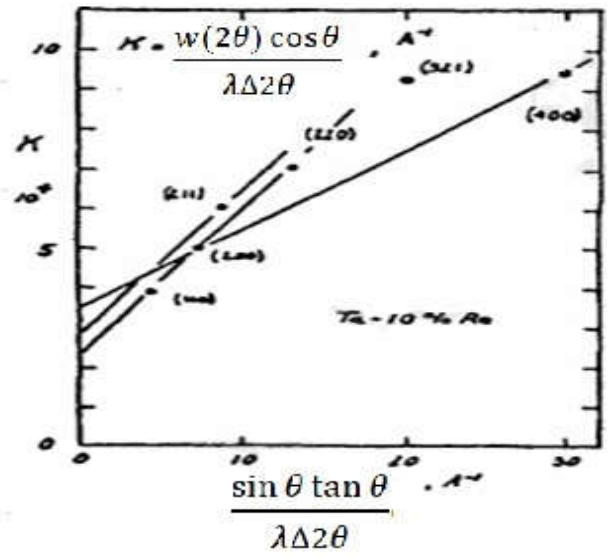
$$W(s) = \frac{\cos\theta \Delta 2\theta}{2\pi^2\lambda}\frac{1}{Dv(hkl)} + (\varepsilon v^2) \qquad (26\text{-II})$$

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

حيثε_v هو الاختلاف نتيجة الانفعال.

D_v هو الاختلاف نتيجة صغر بعد 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 الرأسي يعطي الكمية $\frac{1}{2\pi^2 Dv(hkl)}$ وميل الخط مساويا للكمية $4(\varepsilon^2 v)$ الشكل (6-II)[34].



الشكل (6-II)

II-7- طريقة واران – افرباخ:Méthode Warren –Averbach

سنة 1958 بين وران أن توزيع الطاقة لوحدة طول شعاع الحيود الذي تحصلنا 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 $s=2\sin\theta/\lambda$، $s_0=2\sin\theta_0/\lambda$، L هي المسافة العمودية على مستوى الانعكاس (hkl) وهي تساوي na_3 حيث $\frac{1}{d}\propto a_3$، n عدد صحيح والدالة A_L هي معامل فوريه الحقيقي وتمثل حاصل ضرب معامل بعد الحبيبات ومعامل الانفعال أي :

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

الشكل اللوغاريتمي للمعادلة (29-II)هو :

$$\ln A(L)=\ln A^s+\ln A^D$$

وفي حالة البلورات المكعبة تكون :

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

حيث:

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

ومن أجل تعيين معاملات فوريير A_L وتصحيحها لأخطاء عرض الخطوط نتيجة التجهيزات العملية نتبع طريقة ستوكس ونقسم القمة $k\alpha_1$ إلى عدة أقسام متساوية .ويراعي ان يكون المدى $(2\theta_2-2\theta_1)$ ثابتا للانعكاس الواحد لكل من الخط العريض والخط العياري، والانعكاسات يجب ان تصحح لعوامل الاستقطاب والعوامل الأخرى التي تعتمد على θ الموجودة في المعادلة (28-II) وذلك بالقسمة على :

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

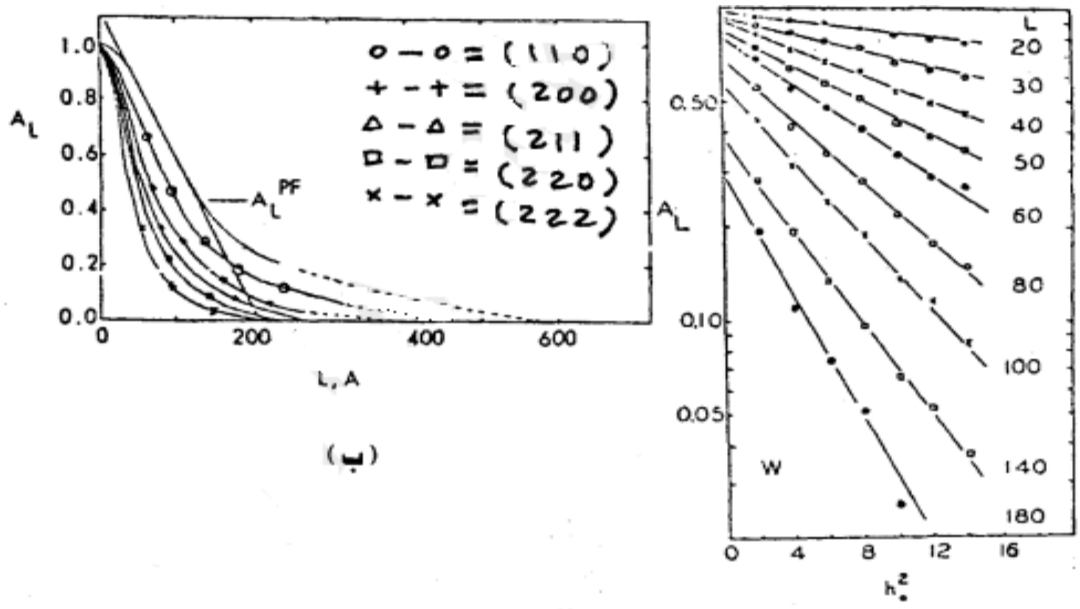
حيث f هو معامل الاستطارة الذري، θ هي موقع مركز ثقل القمة $K\alpha_1$ ولفصل معاملات بعد الحبيبات والانفعال للمعادلة (29-II) ترسم العلاقة بين $\ln A_L$ مع h_0^2 او العلاقة بين $A(L)$ ، h_0^2 على ورق شبه لوغاريتمي (semi-log) شكل (7-II)

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

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 بعد الحبيبات A_s وإذا رسمت هذه القيم كدالة للقيم L فان ميل المماس للخط A^s مع L يكون مقياسا لبعد الحبيبات D_f

شكل (7-IIب)[07].

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



(أ)

الشكل (II-7).طريقة وران- افرباخ لقياس البعد

II-8 النسيج الليفي: Fibre texture

تكون البلورات المنفردة في الأسلاك مرتبة بحيث أن نفس الاتجاه [uvw] في معظم الحبيبات يكون متوازيا أو اقرب ما يمكن للتوازي في اتجاه محور السلك ،ولان نسيجا مشابها يحدث في الألياف الطبيعية و الصناعية فانه يدعى نسيجا ليفيا (يدعى 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 فان النسيج الليفي يكون متوقعا في كل مادة متكونة بواسطة قوى لها تماثل دوراني حول محور . مثال ذلك في قضيب أو سلك مصنع بواسطة الشد drawing أو الطرق swaging أو لسحب extrusion وتكون أمثلة اقل شيوعا للنسيج الليفي وهي الموجودة في الشرائح المتكونة بواسطة الانضغاط البسيط وفي عملية الطلاء بالكهرباء electroplating والتبخير وغير ذلك، ويكون المحور الليفي في هذه الحالات عموديا على مستوى الشريحة وموازيا لمحور أعمدة البلورات. وقد لوحظ أن نسيج الألياف يختلف في درجة المثالية أي في التشتت من الاتجاه [uvw] حول محور الليفة وكل من النسيج الليفي الأوحد و المزدوج ، فأسلاك الألمنيوم المسحوبة على البارد يكون نسيجها هو [111] تقريبا ولكن النحاس يكون نسيجه مزدوجا من مجموع[111]+[100] أي انه في أسلاك النحاس توجد مجموعتان من الحبيبات ,ويكون المحور الليفي لأحد المجموعات[111] وللمجموعة الأخرى[100] [08].

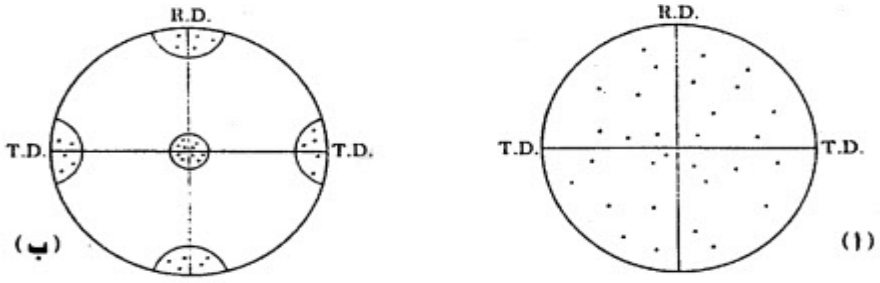
9-II النسيج الشريحي :Sheet Texture

يتشكل النسيج الشريحي بحيث تكون الحبيبات مرتبة بمستويات معينة (hkl) موازيا تقريبا لسطح الشريحة وبحيث يكون اتجاه معين [uvw] في هذا المستوى متوازيا تقريبا مع الاتجاه الذي رققت فيه الشريحة ولا توجد مثل هذه الحرية الدورانية لاتجاه الحبيبات الموجودة في الأنسجة يمكن الليفية والرمز[uvw] (hkl) بوصف ما يسمى بالاتجاه المثالي وبعض المعادن و السبائك يكون لها نسيج شريحي أحادي جدا بحيث يمكن وصفه بذكر الاتجاه المثالي للحبيبات فيه [09].

10-II مسقط ستيروجرافي stereographicprojection

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

نفترض انه عندنا شريحة من معدن ينتمي للنظام المكعبي ونفترض أن العينة تتكون من حبيبات كبيرة البعد عددها عشرة فقط، فاذا أردنا تمثيل الاتجاهات لهذه الحبيبات جملة برسم أماكن الأقطاب [100] لها في مسقط ستيروجرافي projection graphic stereo بحيث يكون مستوى المسقط موازي لسطح العينة، وحيث أن كل حبيبة لها ثلاثة أقطاب [100] فان ذلك ينتج 3x10=30 قطب مرسوم على المسقط تكون هذه الأقطاب موزعة بطريقة متجانسة في المسقط إذا كانت الحبيبات لها اتجاهات عشوائية كلية كما هو موضح بالشكل (II-8) ولكن الأقطاب تميل لان تكون متجمعة مع بعضها البعض في مساحات معينة في المستوى تاركة مساحات أخرى بدون أقطاب إذا كان يوجد اتجاه مفضل للحبيبات [10] .



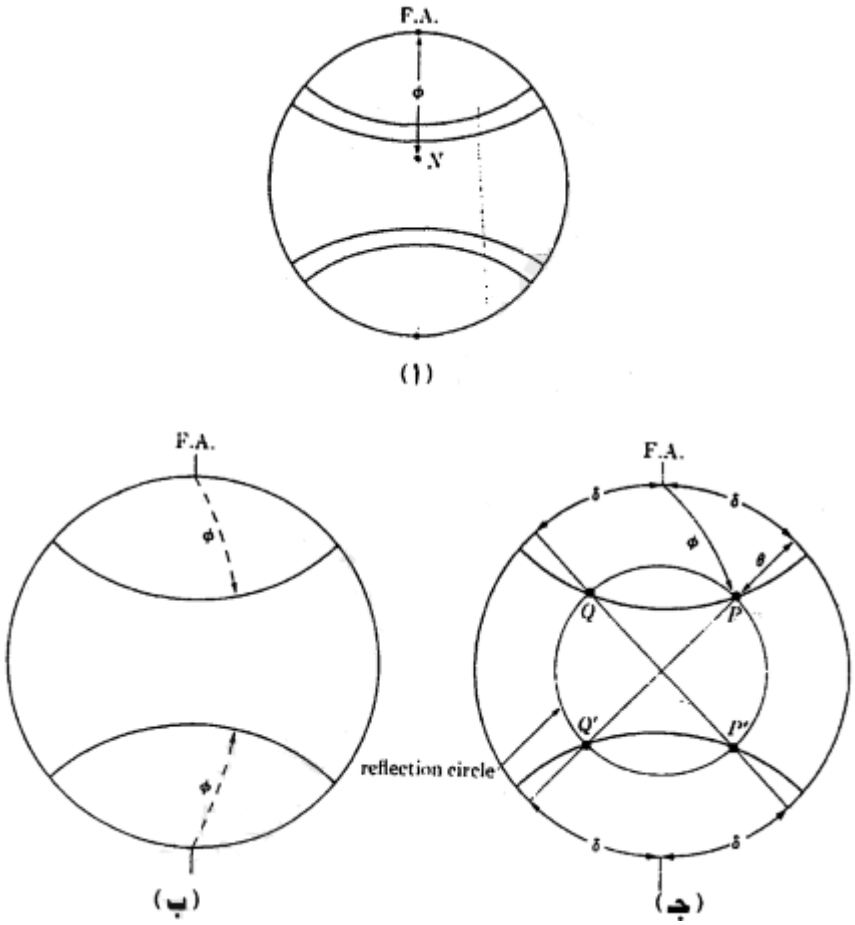
الشكل (II-8) الإسقاط ستيروجرافي

مسقط ستيروجرافي لمادة على هيئة شريحة توضح

(ا)اتجاهات عشوائية (ب)اتجاه مفضل

وعلى سبيل المثال يمكن ان يكون هذا التجمع مثل الموضح بشكل (II-8 ب) وهذا يسمى نسيجا مكعبي, لان كل حبيبة يكون اتجاهها بحيث ان المستويات (100) تكون موازية لسطح الشريحة والاتجاه [001] يكون موازيا لاتجاه التدحرج (اللف) rolling (هذا النسيج البسيط الذي يمكن وصفه بالرمز المختصر [001] (100) يتكون عادة نتيجة عملية إعادة تبلور في معظم المعادن ذات النظام المكعبي المتمركز الأوجه).

إن 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 الأقطاب (111) والزاوية φ هي الزاوية بين المحور الليفي ومكان أي قطب N وبالنسبة للنسيج الموضح تكون النطاقات متمركزة على قيم φ أي التي تقاس أسفل المسقط بالقيمة 54,7 لان هذه هي الزاوية بين المحور [001] والأقطاب (111) الموضحة (انظر الأشكال II-11، II-10)

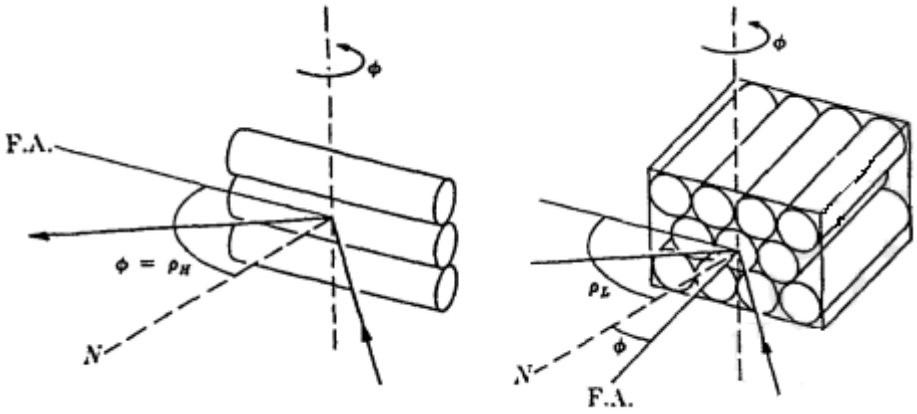


الشكل (II-9) الإسقاط ستيروجرافي

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

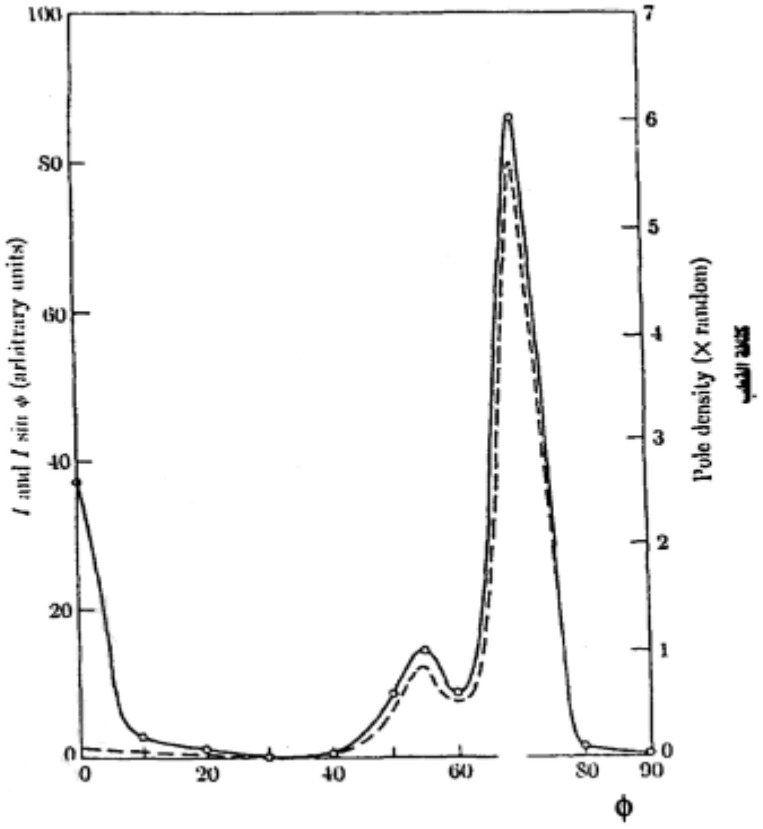
(ب) شكل قطبي لنسيج ليفي 0 0 1 مثالي .

(ج) تحديد أوضاع الأعمدة على المستويات.



الشكل (II-10)

الانعكاس من عينة مكونة من مجموعة من الاسلاك ϕ هي الزاوية بين المحور الليفي .F. A والعمودي على مستويات الانعكاس ρ. N هي الزاوية بين N وسطح العينة

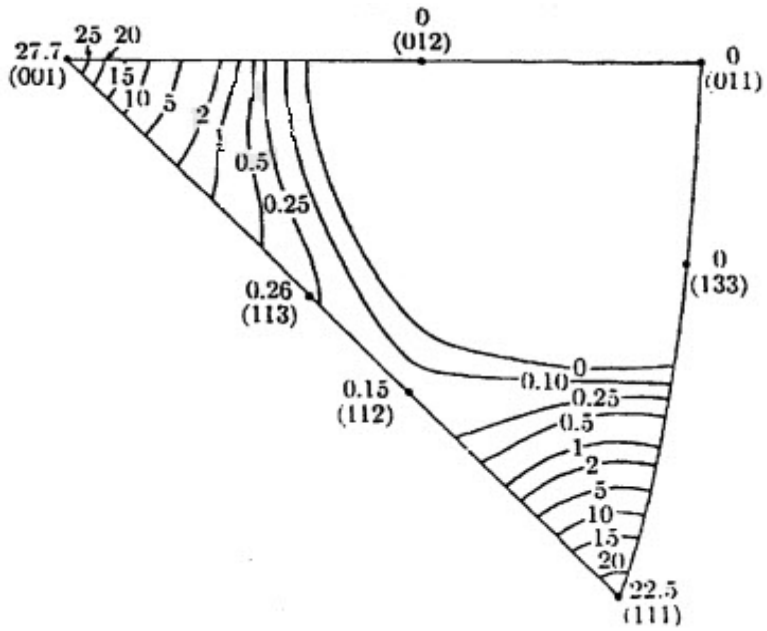


الشكل (II-11)

وبالرغم من أن الشكل القطبي (pole figure) داخل عينة المسحوق هو فقط الذي يعطينا معلومات كاملة عن الاتجاه المفضل للبلورات إلا انه يمكن الحصول على معلومات سريعة وذلك بمقارنة شدة أشعة الحيود المقاسة عمليا بجهاز تسجيل الحيود بتلك المحسوبة نظريا حيث أن شدة الأشعة المعطاة بالمعادلة (II-10) تكون دقيقة فقط عندما يكون الترتيب للبلورات في العينة ترتيب عشوائي ولذلك فان أي عدم توافق بين شدة الأشعة المقاسة عمليا والمحسوبة نظريا يكون دليلا على وجود اتجاه مفضل للبلورات [11].

II-11 الشكل القطبي العكسي:Inverse Pole Figures

بينما يوضح الشكل القطبي توزيع اتجاه بلوري مختار بالنسبة لاتجاهات معينة في العينة فان 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 (II-12) هو شكل قطبي عكسي للنسيج الداخلي لقضيب من الألمنيوم يوضح توزيع كثافة محور القضيب [40].



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

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

و تعتمد طريقة هاريس على قياس شدة انعكاس الأشعة 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 ميلر المعادلة الآتية لشدة الانعكاس التكاملية Integrated intensity .

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

حيث C كمية ثابتة للعينة الواحدة ، I_0 شدة الأشعة 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 أعمدة 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 الأقطاب (pole densities) بدلالة الكثافة في العينة العشوائية لنفس المادة ، وتصبح المعادلة (32-II) في حالة العينة ذات الترتيب العشوائي كالأتي[12]:

$$I_r(hkl)=C_rI_0AL\ N_{hkl}|F_{hkl}|^2 \qquad (34\text{-II})$$

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

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

واذا طبقت المعادلة (35-II) على عدد كبير من الانعكاسات فانه يمكن حساب الكمية :

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

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

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

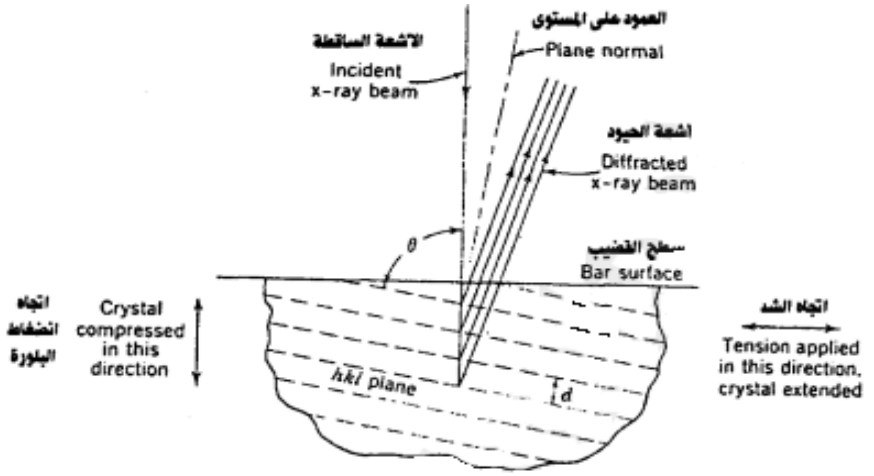
وتصبح المعادلة (35-II) كالاتي:

$$\mathrm{P_{(hkl)}} = \Big/ \frac{1}{n}\sum \frac{\mathrm{I(hkl)}}{\mathrm{Ir(hkl)}} \frac{\mathrm{I(hkl)}}{\mathrm{Ir(hkl)}}$$

12-II قياس التشوه في المعادن: Stress measurement in metals

يمكن دراسة نظريات التشوه والانفعال بالتغير في أبعاد قضيب معدني عند تعريضه لعملية شد على طول محوره فتحت تأثير هذا التشوه يستطيل القضيب وتقل مساحة مقطعه حيث يتناسب هذا مع قيمة التشوه 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 التشوه المرن .

يمكن القول أن قياس التشوه باستخدام حيود الأشعة السينية شكل (13-II) له مميزات محددة ، ففي المقام الأول هي طريقة غير هدامة لتعيين التشوه الأولي أو الداخلي في عينة بدون تقطيعها، وهذا شيء ممكن لأنه ليس من الضروري إجراء القياسات للعينة في حالتها غير المعرضة للتشوه وهو الشيء المطلوب في الطرق الأخرى المستخدمة لتعيين التشوه ،هذا بالإضافة إلى أن هذه الطريقة تقيس الانفعال عند نقطة عادة لا يزيد قطرها عن 1mm إلى 2mm وهذا يجعل دراسة التشوه عند نقطة معينة شيئا ممكنا [13] .



الشكل (13-II) انعكاس خلفي لأشعة اكس من سطح بلوري لقضيب معدني

في المقابل توجد حقيقة أننا لا نحصل على دقة كبيرة إلا إذا كان بعد الحبيبات ليس كبيرا جدا أو صغيرا جدا، وأحد العيوب الأخرى هي أننا لا نستطيع إلا قياس التشوه السطحي نتيجة لعدم قدرة الأشعة السينية على اختراق المعدن لعمق اكثر من 0.001 بوصة، وتبعا لنظرية الكلاسيكية وبفرض أن الانفعال صغير بحيث لا يحدث تغير للمادة في أبعادها أو شكلها فالانفعال e يعرف بأنه :

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

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

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

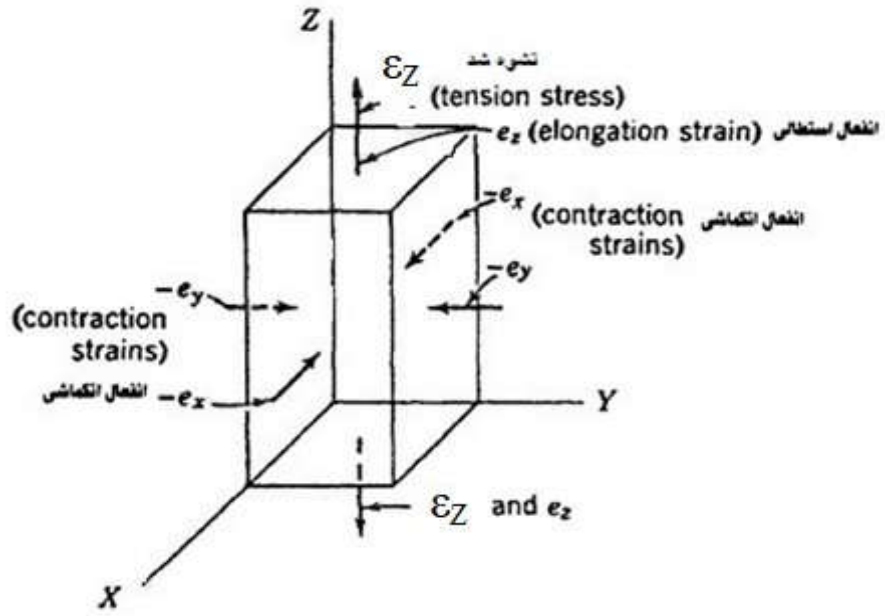
حيث E هو معامل يونغ Young's modulus واذا شد الجسم على امتداد المحور Z شكل (14-II) فانه يستطيل في الاتجاه Z و يكون الانفعال هو e_Z حيث :

$$e_Z= \varepsilon_Z/E \qquad (41\text{-II})$$

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

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

والإشارة السالبة تعني أن الانفعال هو انكماش.



الشكل (II-14) التشوه لنظام ثلاثي البعد

و هذا التشوه يعتبر تشوه في اتجاه واحد والانفعال للنظام ثلاثي الأبعاد يعطي بالمعادلات :

$$e_X=1/E\ [\varepsilon_x-\upsilon\ (\varepsilon_Y+\varepsilon_Z)]$$

$$e_y=1/E\ [\varepsilon_Y-\upsilon\ (\varepsilon_Z+\varepsilon_Z)] \qquad (43\text{-II})$$

$$e_Z=1/E\ [\varepsilon_Z-\upsilon\ (\varepsilon_X+\varepsilon_Y)]$$

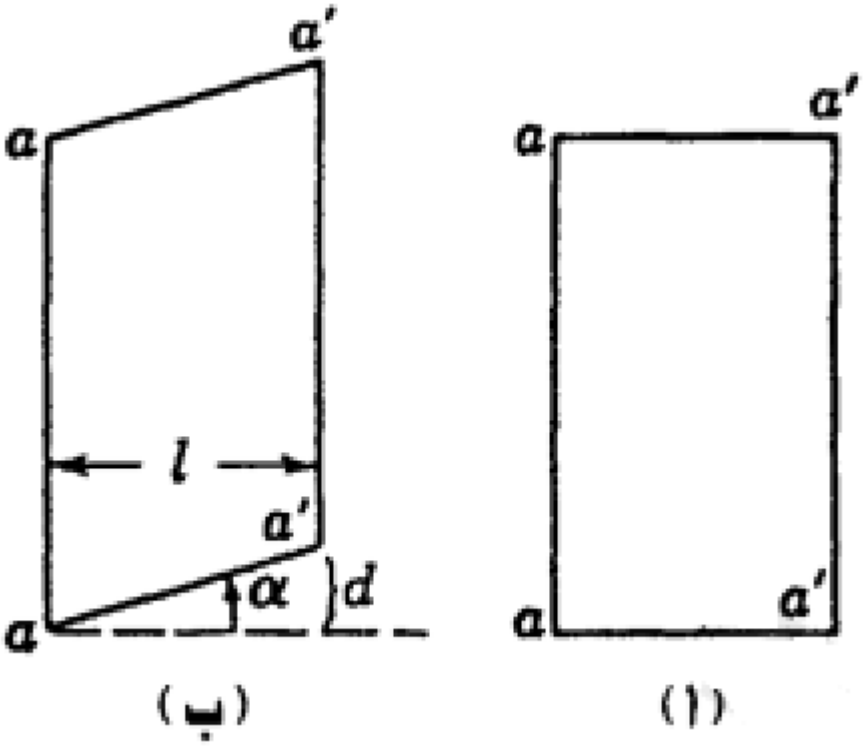
تعتبر الانفعالات المذكورة انفعالات عمودية حيث انها تنشا نتيجة تشوهات عمودية على السطح، وفي المعتاد تكون مثل هذه الانفعالات العمودية مصحوبة بانفعالات إضافية وهي انفعالات القص shearstrains في المستوى العمودي لاتجاه التشوه وتشوه القص يجعل المستويات المتوازية في الجسم تنزلق على بعضها كما هو موضح في الشكل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

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

العلاقة بين تشوه القص τ تعطي المعادلة :

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

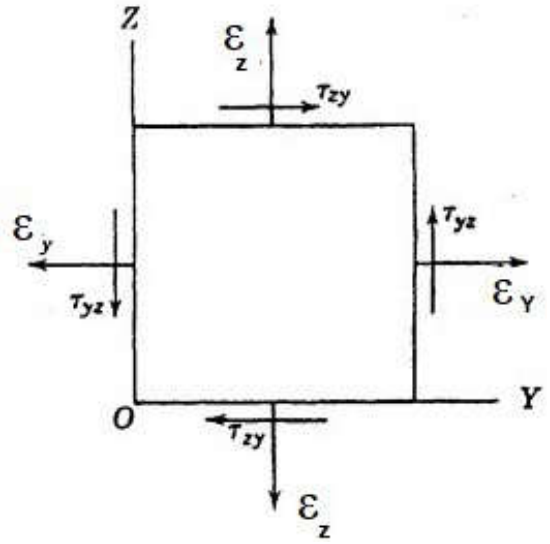
حيث G هي معامل المرونة في القص .



الشكل (II-15) معامل المرونة والقص

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

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



الشكل (II-16) :العلاقة بين التشوه والانفعال العمودي لنظام في بعدين

ولذلك فان القيم الثلاث اللازمة لتعريف النظام هي τ_{YZ}و ε_Z وε_Y أما نظام التشوه ثلاثي الأبعاد، فمن الواضح انه يحتوي على ثلاثة أنظمة ثنائية الأبعاد، وفي هذه الحالة لا نحتاج إلا إلى ستة معاملات للتشوه لتعريف حالة التشوه في الجسم الصلب الا وهي :

$$\varepsilon_X , \varepsilon_Y , \varepsilon_Z , \tau_{XY} , \tau_{YZ} , \tau_{ZX}$$

لا تكون هذه التشوهات العمودية بالضرورة اكبر تشوهات عمودية داخل الجسم ، وهذه الأخيرة تدعى التشوهات الرئيسية ε_3 ، ε_2 ، ε_1 التي في أغلب الأحيان ما تكون موازية لمحاور الإحداثيات المتعامدة والعلاقة بين التشوهات الرئيسية و الانفعالات الرئيسية e_3، e_2، e_1 تكون مشابهة للعلاقات السابقة فإذا أخذت التشوهات الرئيسية موازية للمحاور المتعامدة X، Y، Z فان معاملة القطع الناقص المجسم للتشوه stress ellipsoid يمكن أن تكتب كالأتي :

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

وأي نقطة X_n، Y_n، Z_n على سطح هذا القطع الناقص المجسم تمثل معاملات التشوه العموديε_n وتعطي بالمعادلة :

$$\varepsilon_n = \varepsilon_1 \alpha_1^2 + \varepsilon_2 \alpha_2^2 + \varepsilon_3 \alpha_3^2 \qquad (48\text{-II})$$

حيث α_1، α_2، α_3 هي جيوب تمام الزوايا بين اتجاه التشوه العمودي ε_n والمحاور الرئيسية للانفعال .ويمكن كتابة المعادلة التالية للتعبير عن القطع الناقص المجسم للانفعال[14] .

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

II-13 مثال عن الجداء المختلط Convolution :

الجداء المختلط بين دالتي رياضيتين g(y), f(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 ان 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 [14].

المراجع

المراجع

[01] ا.فؤاد باشا،ش. احمد خيرى ، البصريات الفيزيائية،دار الفكر العربي ، 1998م.

[02] م. امين سليمان ،ا. فؤاد باشا ،ا.د. شريف احمد خيرى ، فيزياء الجوامد ، دار الفكر العربي ، 2000م.

[03] A. slanov et al.,I.U.C, Crystallographic Instrumentation , (1998).

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

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

[06] B. D. Cullity, Elements of x-ray Diffraction, publishingcompanyinc , (1978) .

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

[08] Giacovazzo et al .I.U.C,Fundamentals of crystallography oxford university press, (1992).

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

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

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

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

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

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

[13] W. Ashcroft – N. David Mermin ,Holt-saundersInt,Solid state Physics ,(1976).

[14] ن.عبد القادر احمد و م. امين سليمان ، علم البلورات و الأشعة السينية ،ص351 إلى 362، (2005م).

الفصل الثالث

مناقشة النتائج المتحصل عليها لطور الكاولينيت

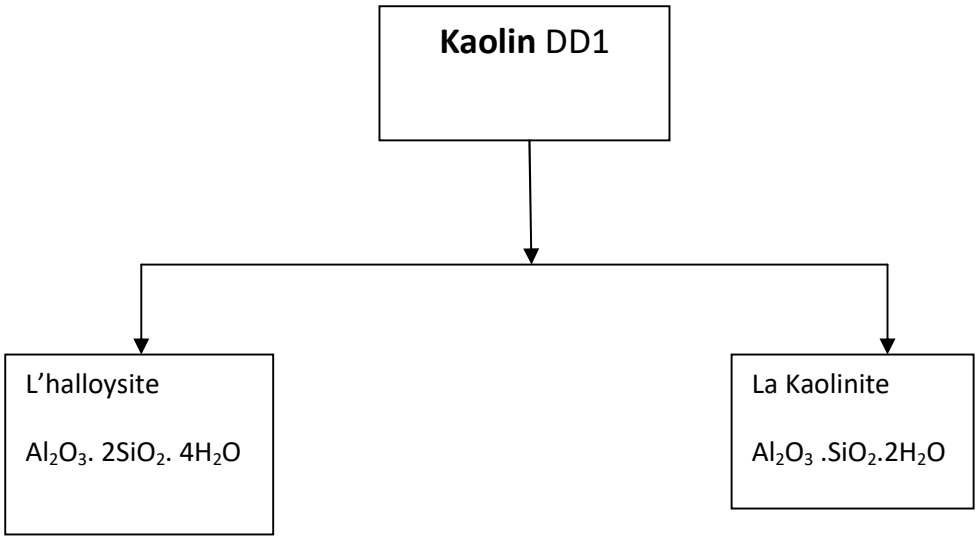
III - مقدمة

كاولن جبال دباغ يسمى الكاولنDD1 (الموجود بمدينة قالمة) وهو يتكون من طورين رئيسيين هما الكاولينيت ذو الصيغة الكيميائية $Al_2O_3.SiO_2.2H_2O$ والهالوزيت ذو الصيغة $Al_2O_3.2SiO_2.4H_2O$ التركيبة الكيميائية للكاولن DD1 المعطاة في الجدول التالي:

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

الجدول (III -1): التركيبة الكيميائية للكاولنDD1

يمثل الشكل (III-1) مختلف الاطوار الموجودة في الكاولنDD1 :



الشكل (III-1): مختلف الاطوار الموجودة في الكاولنDD1

لقد ارتكزنا في هذا العمل على دراسة طور الكاولينيت الموجود في الكاولن DD1 والكاولن KT2.

III-1النتائج المتحصل عليها :

III-1-1مختلف الأطوار التي يتكون منها الكاولنDD1

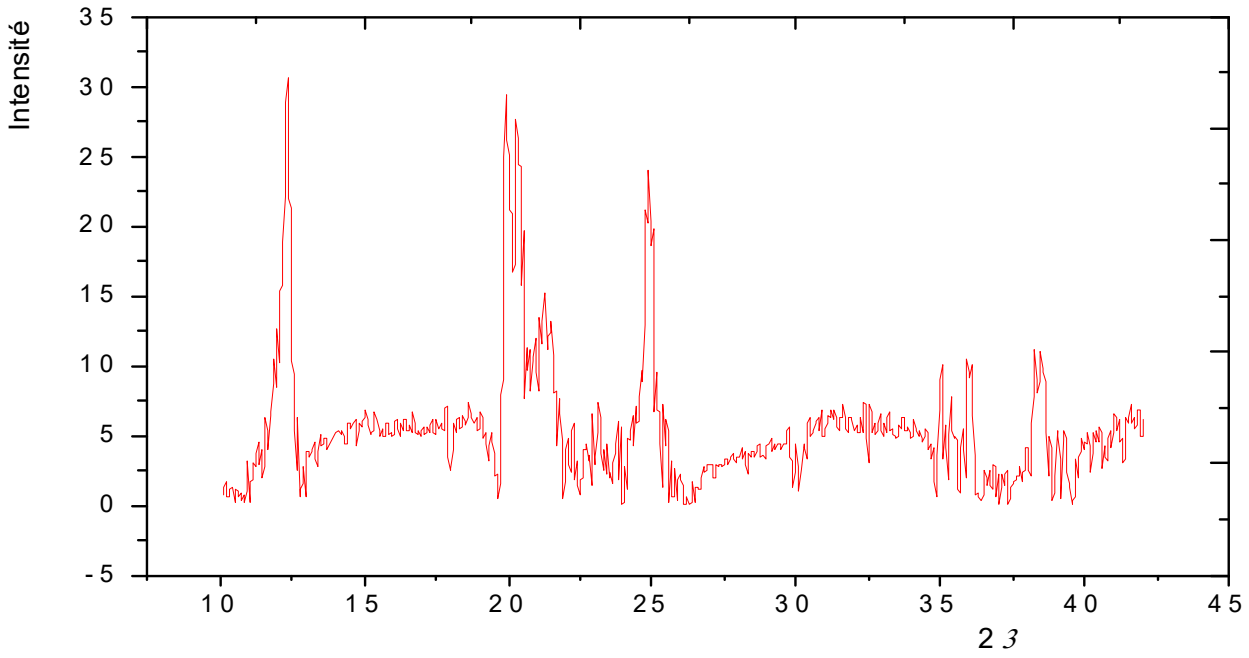
تحليل النوعي بواسطة الأشعة السينية تبين انطلاقا من مستويات الانعراج ان الكاولن DD1 يتكون من طورين المذكورين في الجدول التالي:

الطور	المستويات (hkl)	الزاوية 2θ
هالوزيت	(110)	19.90
	(200)	35.02
الكاولينيت	(001)	12.00
	(002)	25.00
	(200)	36.06
	(131)	39.30

الجدول (III-2) :مستويات الانعراج للأطوار الاساسية الموجودة في الكاولنDD1.

III-1-2 مخطط انعراج الأشعة السينية:

مخطط انعراج للأشعة السينية تم الحصول عليه بواسطة جهاز الانعراج الأشعة السينية RX الموجود على مستوى وحدة البحث لقسم الفيزياء لجامعة محمد بوضياف لمسيلة . مخطط الانعراج للكاولنDD1 ممثل على الشكل (III-2)



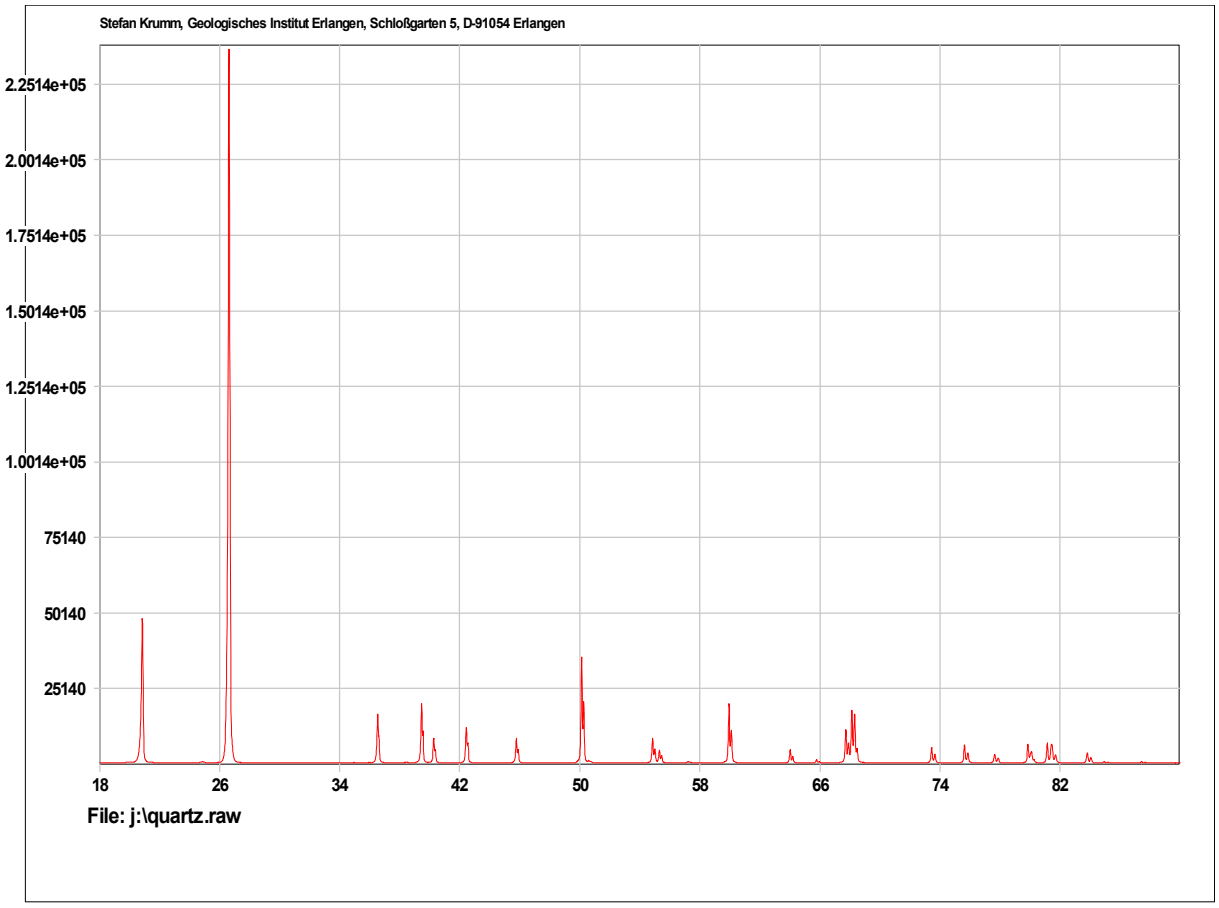
الشكل (III-2):مخطط الانعراج للكاولن DD1.

III-1-3 مخطط الانعراج لمسحوق الكوارتز:

نتائج التحليل مخطط الكوارتز مدونة في الجدول (III-3).

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.



الشكل (3-III): مخطط الانعراج لمسحوق لكوارتز.

4-1-III معالجة مخطط الانعراج:

لمعالجة مخطط الانعراج اعتمدنا على برنامج Winfitوبرنامج WinPlotr. خصائص اهداب مخطط الانعراج للكاولنDD1 مدونة في الجدول (4-III)

$2\theta_M$	12.00	25.00	35.02	36.06	39.30
I_{max}	104	120	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 (III-4):خصائص مختلف الاهداب للكاولنDD1

III-1-5 تحديد البنية البلورية

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

النظام البلوري: ثلاثية الميل

ثوابت الخلية:

a=5.62934 b = 8.62934 c =7.46805

2ɵ	(hkl)	D_{obs}	D_{cal}	D_{obs}- D_{cal}	$2ɵ_{cal}$
12.00	(001)	7.15543	7.15517	0.00026	12.360
25.00	(002)	4.45804	4.45714	0.00090	25.900
35.021	(200)	2.56022	2.56013	0.00009	35.021
36.032	(200)	2.48873	2.49059	-0.00186	36.032
39.322	(131)	2.29069	2.28946	0.00124	39.322

الجدول (III-5): خصائص البنية البلورية المتحصل عليها ببرنامج Digvol

M=53

F=12

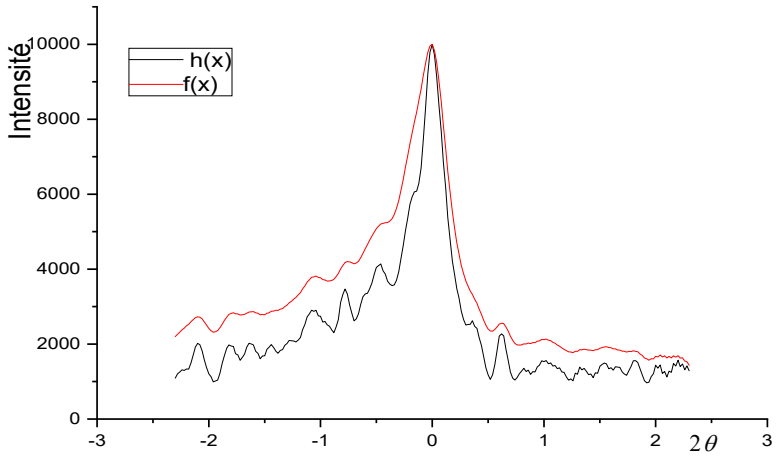
III-1-6 إيجاد الدالة الحقيقية :

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 .....)

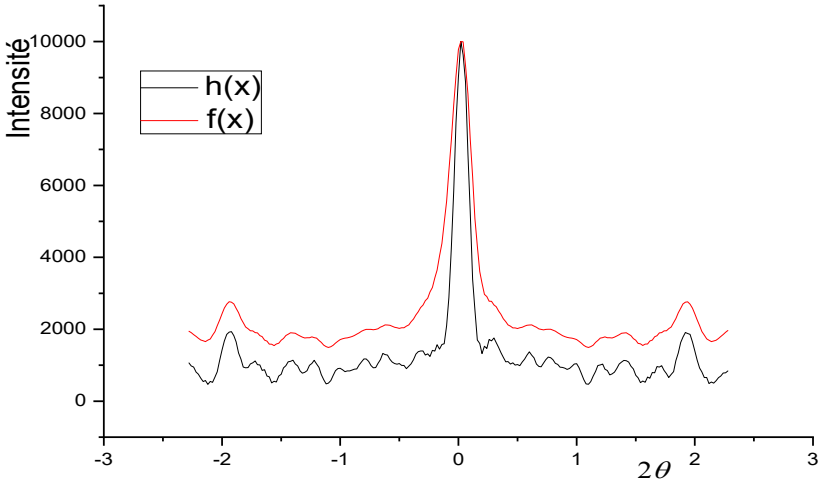
III-1-7 رسم مختلف الأهداب الحقيقية :

تطبيق طريقة LWL تعطي لنا الأهداب الحقيقية.الأشكال (III -4) (III -5) (III -6) (III -7) تمثل الأهداب الموافقة لمخطط الانعراج للكاولنDD1 حسب ترتيب الزوايا :

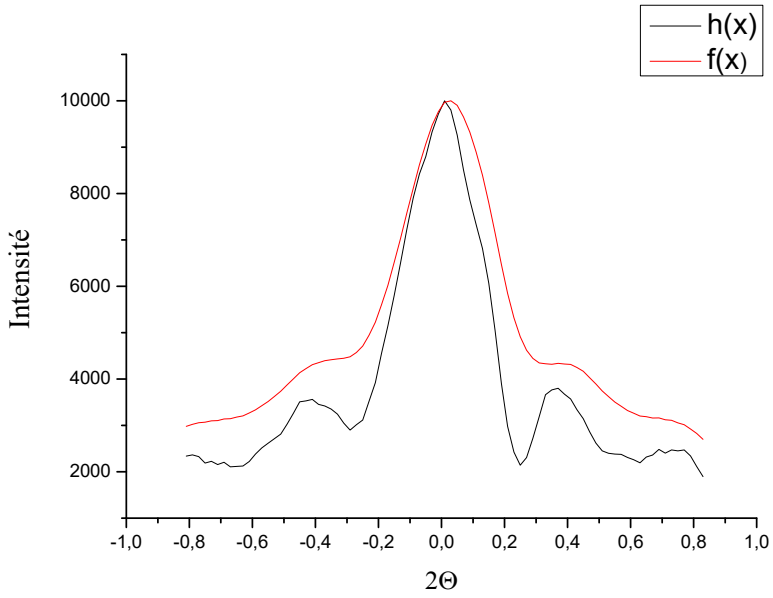
$2\theta = 12{,}00°$, $2\theta = 19{,}90°$, $2\theta = 36{,}02°$ et $2\theta = 39{,}30°$.



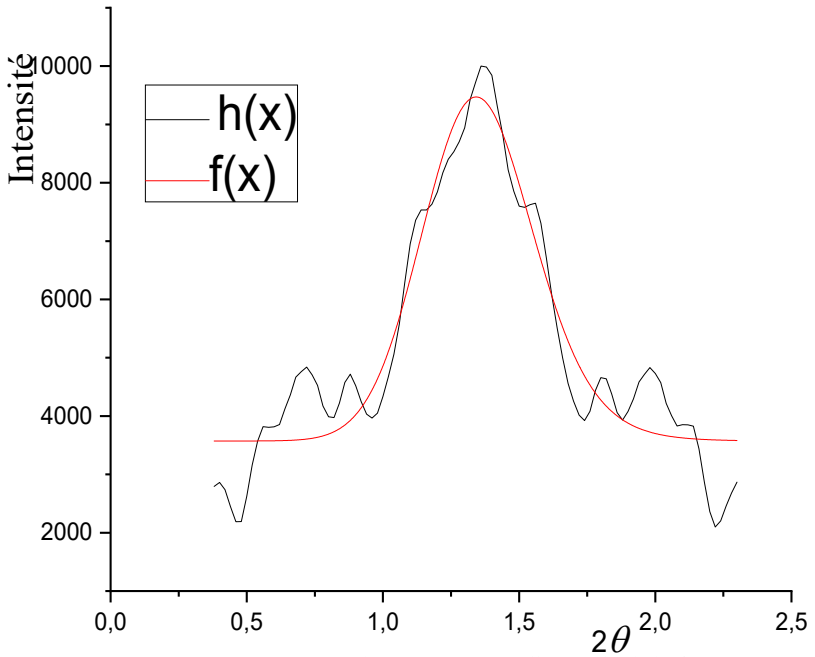
الشكل (III -4): الدالة الحقيقية للهدب (111) عند الزاوية $2\theta = 12{,}00°$



الشكل (III -5) : الدالة الحقيقية للهدب (103) عند الزاوية $2\theta = 25{,}00°$



الشكل (III-6) : يمثل الدالة الحقيقية للهدب (200) عند الزاوية $2\theta = 36{,}06°$

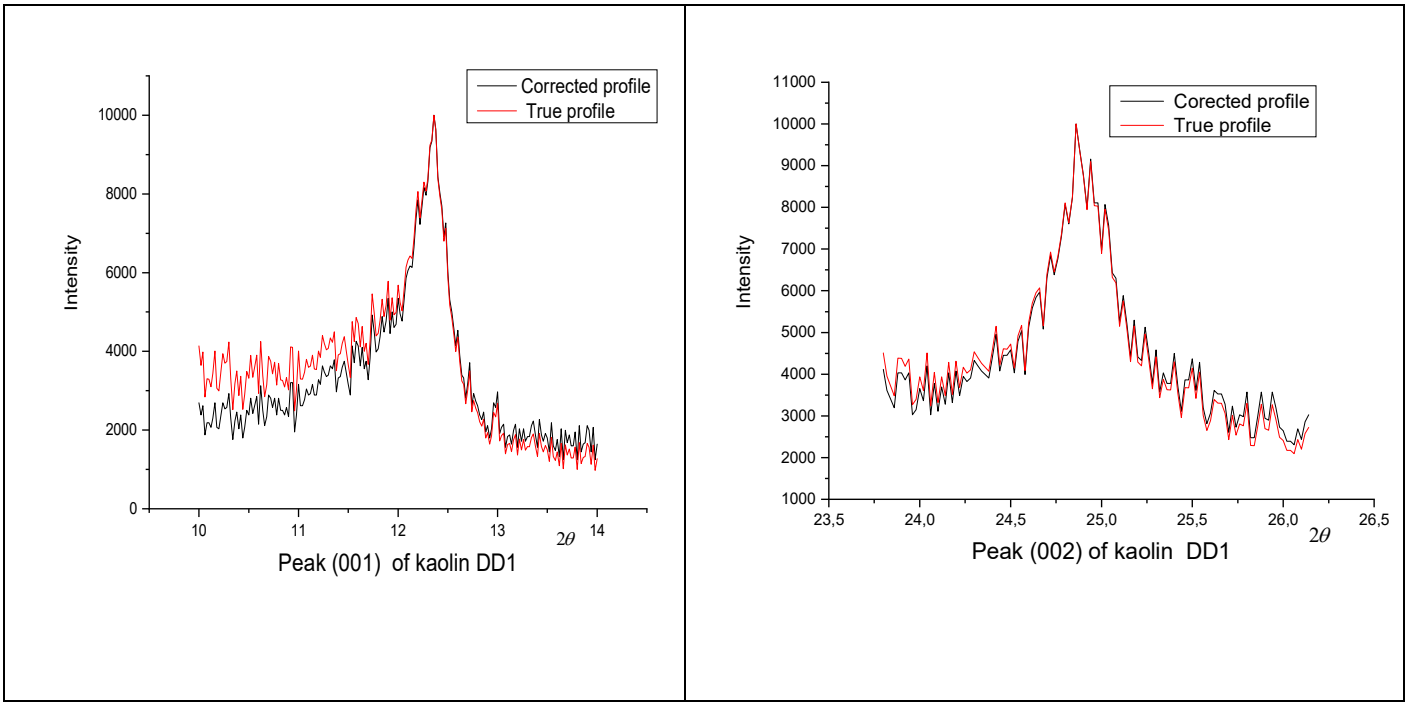


الشكل (III -7): يمثل الدالة الحقيقية للهدب (131) عند الزاوية $2\theta = 39{,}30°$

III-2 مناقشة النتائج المتحصل عليها :

III-2-1 تصحيح لورانتز :

قمنا باستعمال تصحيح لورنتز على مختلف الأهداب للكاولنDD1 الموضحة في الأشكال التالية:

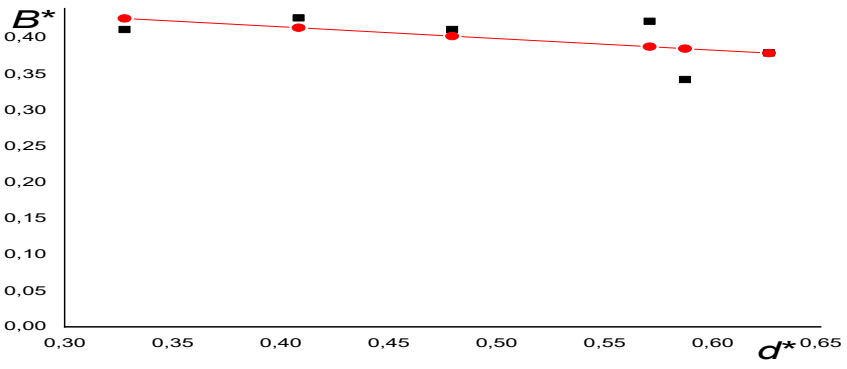


الشكل (III -8): تصحيح لورنتز لأهداب الكاولنDD1

نلاحظ أن تصحيح لورنتز له تأثير في بداية الهدب الأول (001) من مخطط الانعراج أما بقية الأهداب لم تتأثر بتصحيح لورنتز

III-2-2 تمثيل مخطط ويليامصون- هول :

مخطط ويليامصون- هول للكاولنDD1 ممثل في الشكل التالي:



الشكل (III-9): مخطط ويليامسون هول للكاولنDD1.

نلاحظ أن ميل المنحنى سالب وهذا نتيجة أخطاء في معالجة أهداب الانعراج. من خلال المنحنى نستنتج أن بلورات الكاولينيت للكاولن DD1 غير متأثرة بالتشوه 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:

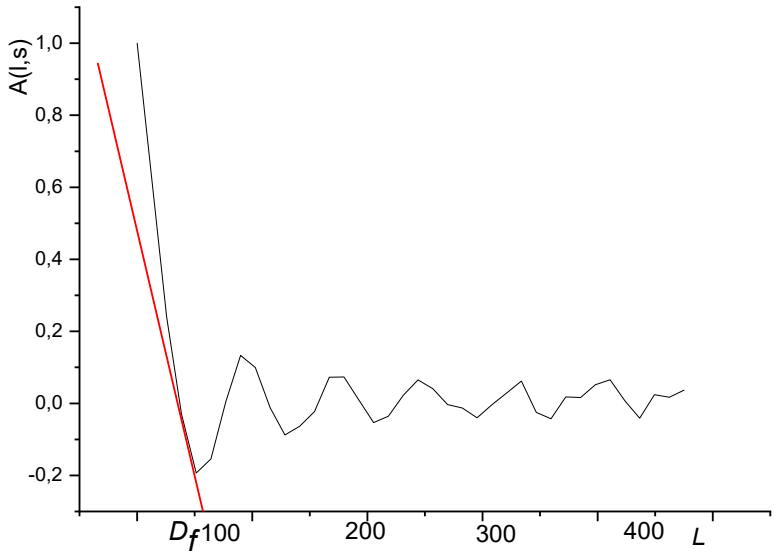
Pic (001)		Pic (002)	
$A(l,s_n)$	$B(l,s_n)$	$A(l,s_n)$	$B(l,s_n)$
.1000000E+01	.0000000E+00	.1000000E+01	.0000000E+00
.2638966E+00	.8217709E-02	.3771588E+00	-.5774870E-01
.2755725E+00	.2696048E-01 -	.2031769E+00	.1408108E-01
.2168030E+00	.2329160E-01	.1684756E+00	- .7841229E-01
.1716555E+00	.3125706E-01	.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
-.2301074E-02	.4632781E-02	-.7989283E-03	-.1475380E-03
-.4462681E-02	.3115151E-03 -	.4131202E-02	.3407308E-02

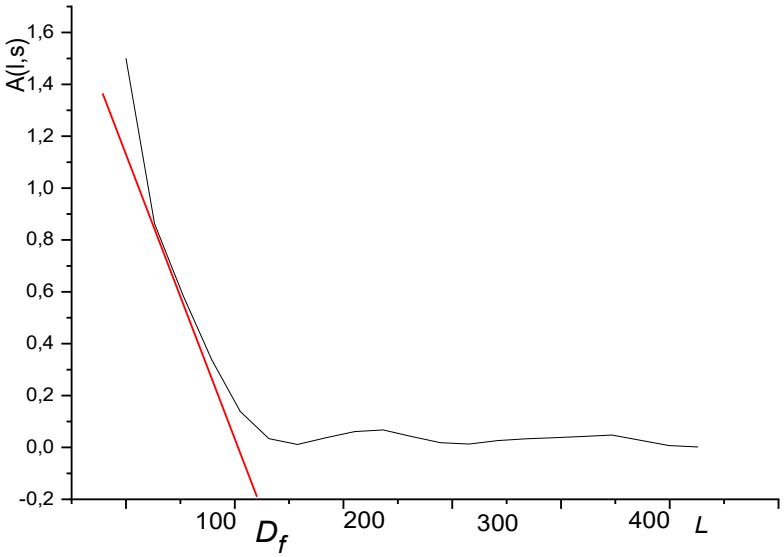
الجدول (III-6):معاملات فوريه الحقيقية و الخيالية.

نلاحظ ان قيم معامل فوريه الخيالي مهملة بالمقارنة مع معامل فوريه الحقيقي وكذلك من خلال الجدول السابق (الجدول III-4) نلاحظ ان قيم خصائص اهداب مخطط الانعراج ($B_{droite} \approx B_{gauche}$) متماثلة وهذا يدل على ان الاهداب متناظرة وتناظر الاهداب يدل على ان الكاولينيت متأثرة بالبعد الحبيبي فقط.

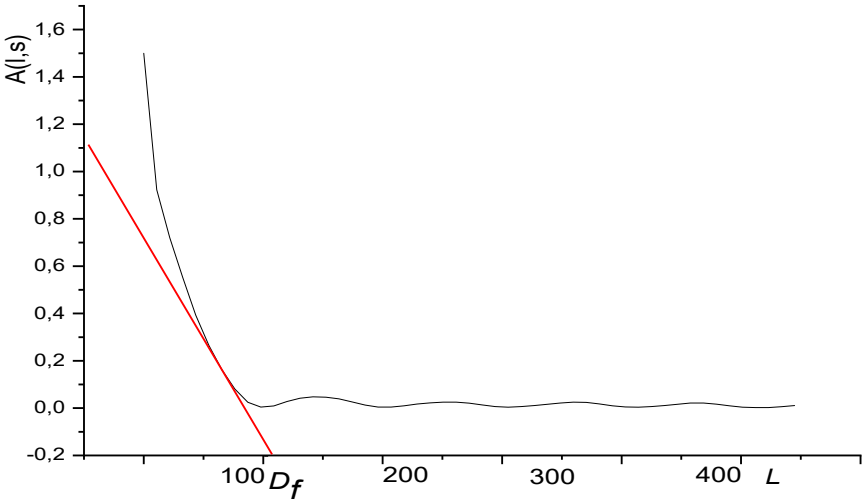
الاشكال 10، 11، و12 تمثل تغير المعامل فوريه بدلالة (Lnombre harmonique)



الشكل (III -10) :تغيرات معاملات فورييه للهدب (001) بدلالة L



الشكل (III -11) :تغيرات معاملات فورييه للهدب (002) بدلالة L



الشكل (III -12) :تغيرات معاملات فورييه للهدب (131) بدلالة L

Les Pics	D_f (Å)
(001)	112
(002)	120
(131)	110
Taille moyenne $<D_f>$ = 114 Å	

الجدول(III-7): البعد البلوري لمختلف اهداب الكاولينيت بطريقة وران- افرباخ.

باستعمال مخطط ويليامصون ـ هول :

انطلاقا من مخطط ويليامصون ـ 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 و غيرمتأثرة بالتشوه

علاقة شيرر تكتب على الشكل :

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

C: هو ثابت شيرر يتعلق بالشكل الحبيبي والنظام البلوري وهو محصور بين 0.89 و1.39 في الحالة التي تكون فيها شكل حبيبات الكاولن كروي C=1 [01]

قيم البعد البلوري للكاولنيت المدروسة مدونة في الجدول التالي :

Les Pics	D_f (Å)
(001)	130
(002)	125
(131)	120
Taille moyenne $<D_f>$ = 125 Å	

الجدول(III-8):البعد البلوري لمختلف اهداب الكاولينيت .

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

- بواسطة طريقة واران- افرباخ $D_f=114$ Å
- بواسطة علاقة شيرر $D_f=125$ Å

- بواسطة مخطط ويليامصون هول D_f=118 Å

حساب البعد الغالب في الكاولنDD1 (الكاولينيت):

لدراسة البعد الغالب في الطور الاساسي للكاولنDD1 نستعمل مشتق البعد $A^s(L)$ بدلالة L

نتائج البعد الغالب مدونة في الجدول التالي، أعطى هذا التوزيع البعد الغالب قيمة 40 Å.

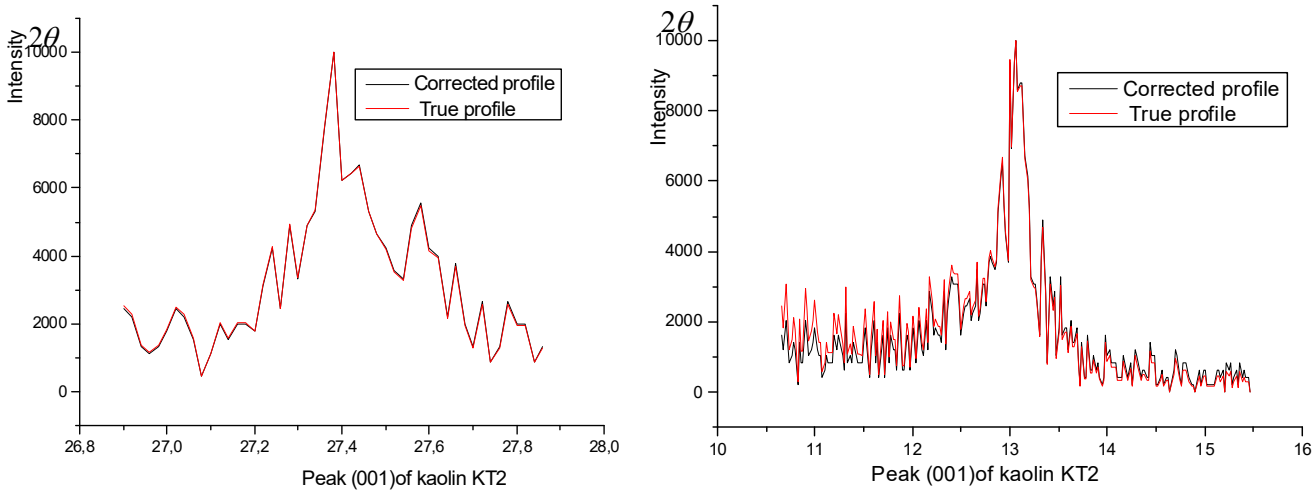
الهدب (Pics)	البعد الغالب (Taille dominante)A°
(001)	37
(002)	39
(131)	44

الجدول(III-9):البعد الغالب في الطور الأساسي للكاولنDD1 .

III-3 دراسة البنية المجهرية لكاولينيت الكاولن KT2

III-4- تصحيح لورنتز لأهداب مخطط الانعراج للكاولن KT2:

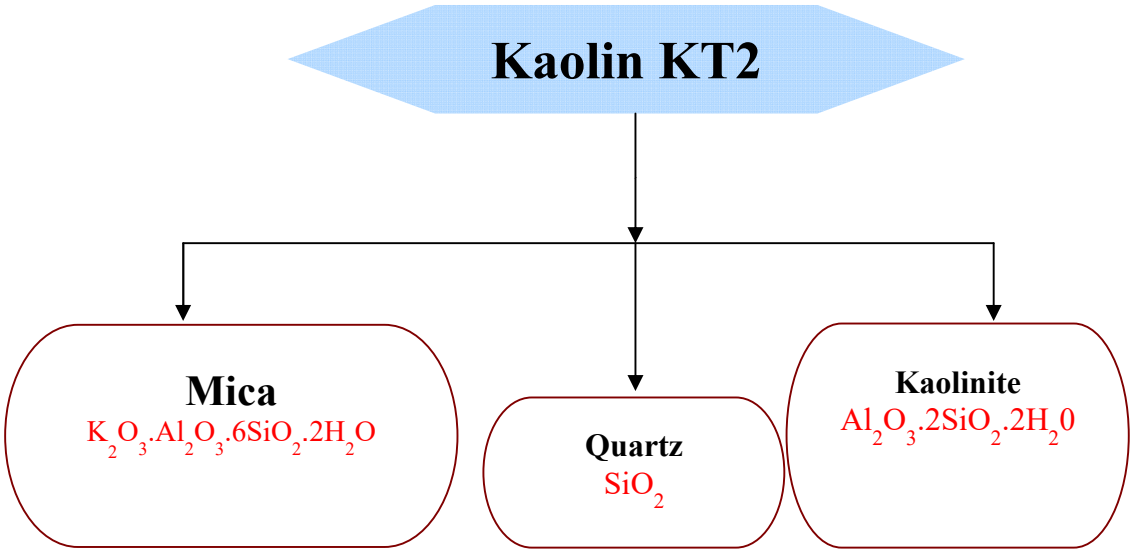
لتصحيح أهداب الكاولن KT2 قمنا باختيار برنامج لورنتز الذي يحتاج إلى ملف in الذي يحتوي على قيم h(x) حيث قمنا بإجراء هذا التصحيح على مجموعة من الأهداب. نلاحظ أن تصحيح لورنتز ليس له تأثير إلا في بداية الهدب الأول من خلال الشكل نلاحظ أن الهدب (001) متأثر بتصحيح لورنتز وذلك في البداية بينما الهدب (101) غير متأثر إطلاقا بتصحيح لورنتز.



الشكل (III-13): تصحيح لورنتز لأهداب الكاولنKT2.

III-5- تحليل البنية المجهرية للكاولن KT2:

الكاولن KT2 يتكون من عدة أطوار وهي الكاولنيت والكوارتز والميكا كما أنه يحتوي على مجموعة من الشوائب ولقد ارتكز عملنا هذا على دراسة طور الكاولنيت **[02]**.



الشكل (14-III): مختلف أطوار الكاولنKT2.

III-5-1- مختلف مستويات الإنعراج الموجودة في الكاولن KT2:

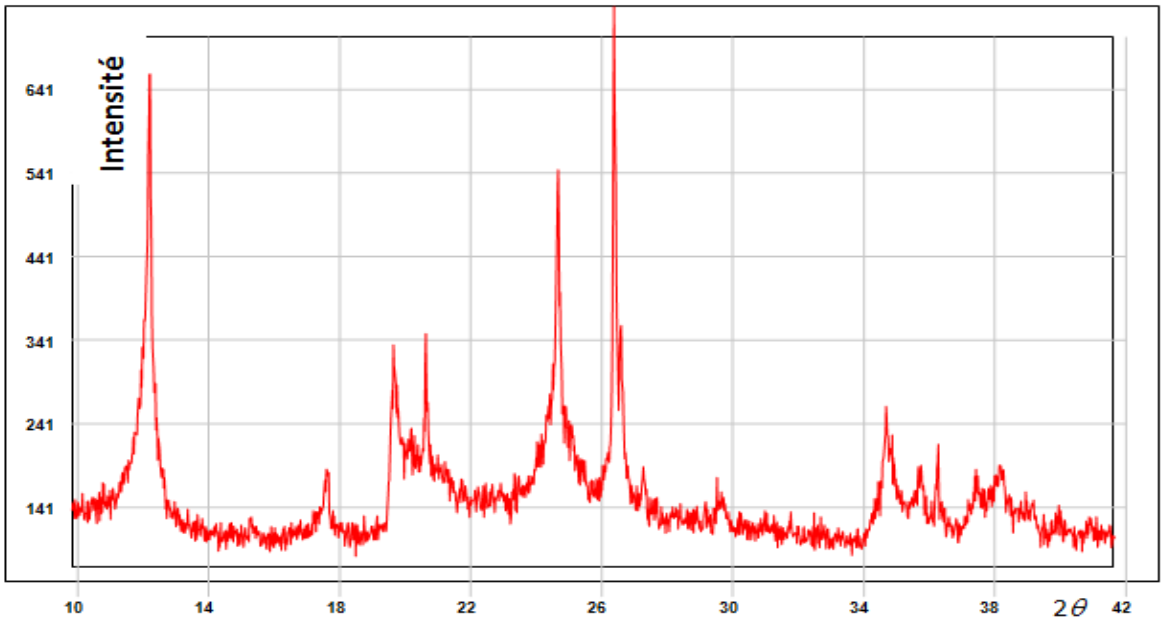
مستويات الإنعراج التي تم التعرف عليها انطلاقا من الملف STM الممثلة في الجدول التالي:

الجدول (10-III): مستويات الإنعراج الموجودة في الكاولن KT2.

Phase	(hkl)	2θ
Kaolinite	(001) (002) (003)	12.40 24.94 38.52
Quartz	(101)	26.66
Quartz+ kaolinite	(201)	20,88
Mica+kaolinite	(011)	35.00
Mica	(002)	19.88

III-2-5- مخطط الإنعراج الكاولن KT2:

مخطط الإنعراج للكاولن KT2 ممثل في الشكل (III-15).



الشكل (III-15): مخطط الإنعراج للكاولان KT2.

III-2-5-1- حساب الدالة الحقيقية لأهداب مخطط الإنعراج:

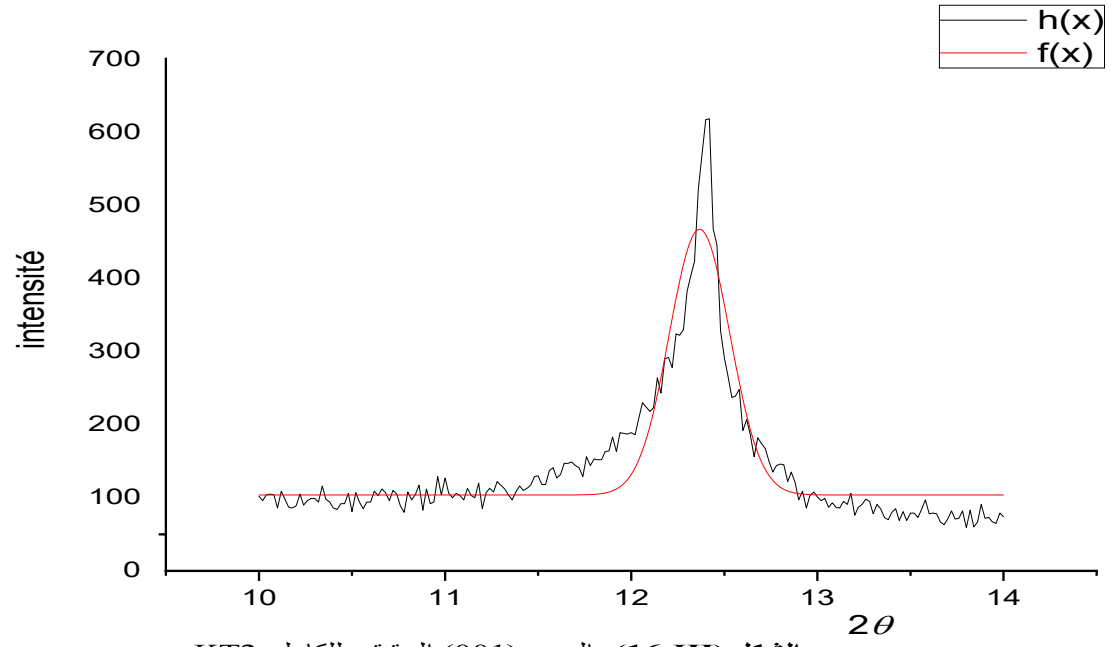
الشدة الأعظمية والعرض التكاملي للعينة تم الحصول عليها انطلاقا من برنامج *WinFit*، *WinPlotr* **[03]** **[04]**.

نتائج الحساب مدونة في الجدول التالي:

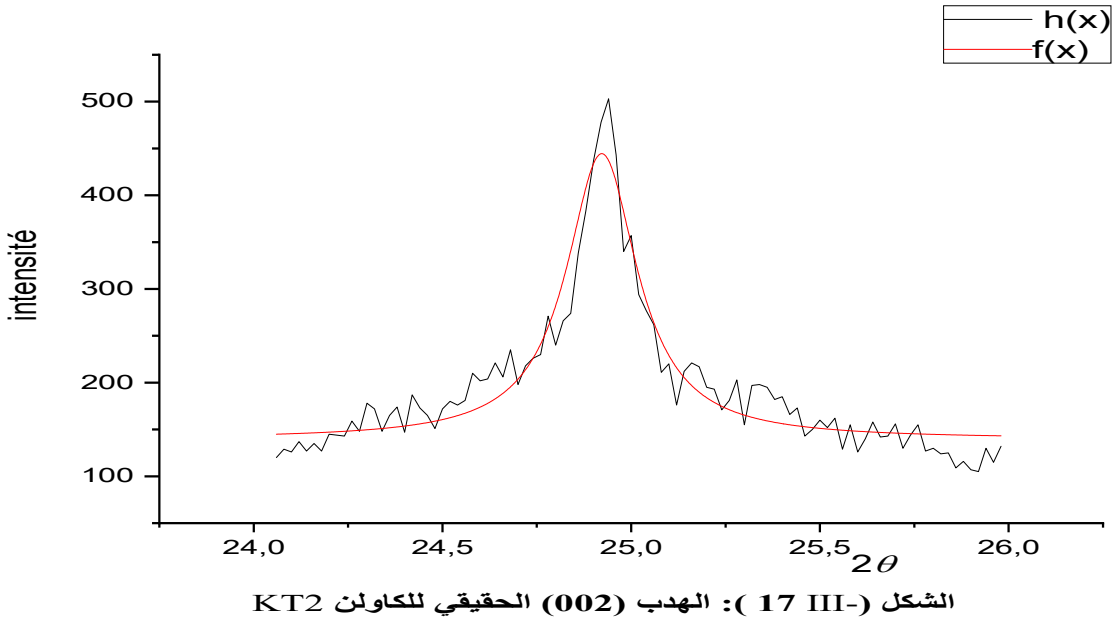
الجدول (III-11): متغيرات الدالة الحقيقية للكاولن KT2.

$2\theta_M$	12.40	19.88	20.88	24.94	26.66	35.00	38.52
I_{max}	111	115	176	175	241	69	150
Surface (u. a)	99	30	90	102	71	32	267
FWHM (2ω)	0.600	0.198	0.304	0.390	0.256	0.409	0.249
Largeur intégrale β	0.897	0.258	0.498	0.582	0.294	0.467	0.778
Exposant – gauche	0.154	0.253	0.445	0.148	0.099	0.817	0.592
Exposant – droite	1.150	1.019	0.800	0.143	0.101	0.814	0.600
FWHM - gauche	0.290	0.097	0.150	0.192	0.127	0.213	0.123
FWHM- droite	0.310	0.101	0.154	0.198	0.129	0.196	0.126
β - gauche	0.458	0.128	0.254	0.290	0.146	0.237	0.386
β -droite	0.439	0.130	0,244	0.292	0.148	0.230	0.392

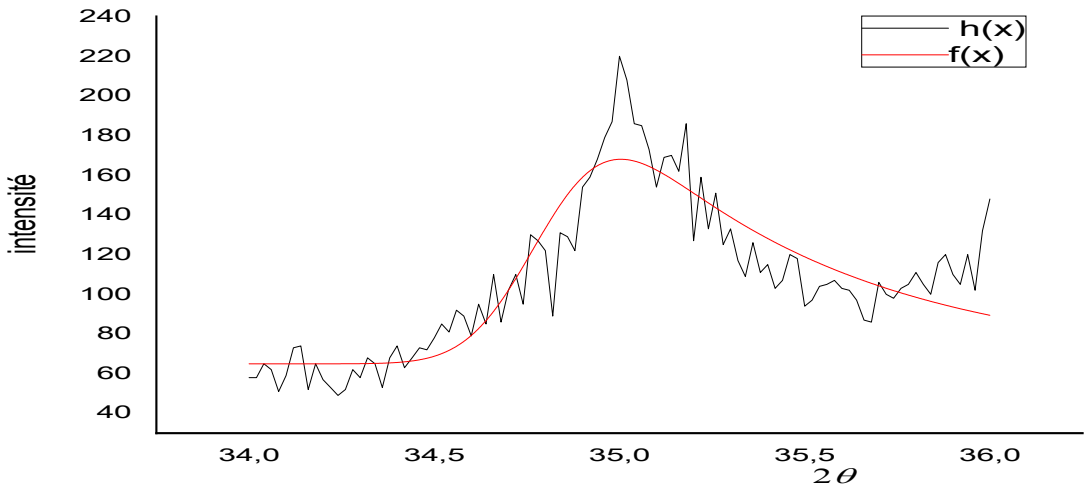
طريقةLWL تسمح لنا بالحصول على الهدب الحقيقي انطلاقا من مخطط الإنعراج للكاولن ومخطط الإنعراج للكوارتز[**05**]. الأشكال(III-16)، (III-17) ،(III-18)، (III-19)، تمثل على الترتيب الهدب الحقيقي الموافق للزوايا $2\theta = 12.40°$،$2\theta = 24.94°$ ، $2\theta = 35°$،$2\theta = 38.52°$.



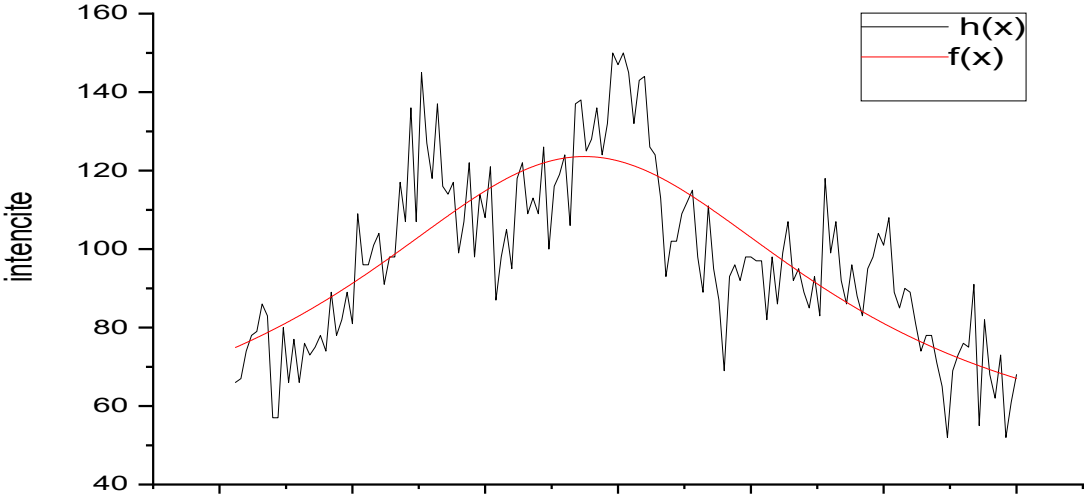
الشكل (III-16): الهدب (001) الحقيقي للكاولن KT2.



الشكل (III- 17): الهدب (002) الحقيقي للكاولن KT2



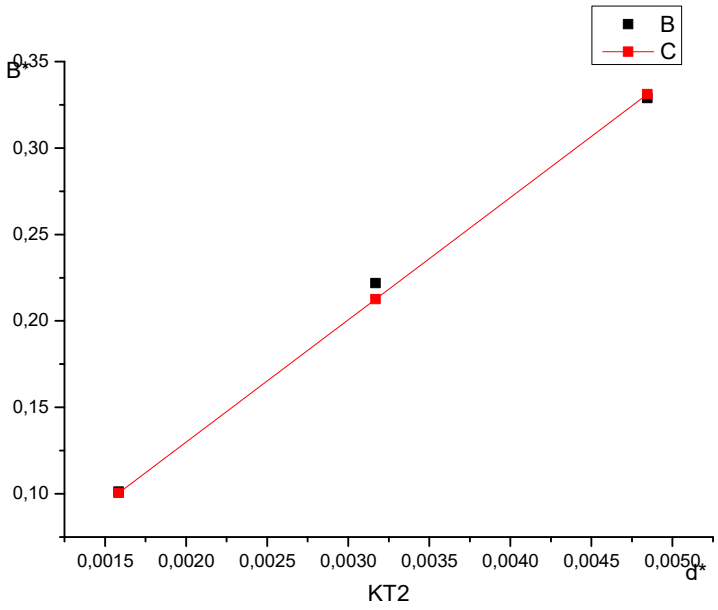
الشكل(III-18): الهدب (011) الحقيقي للكاولن KT2.



الشكل(III-19): الهدب (003) الحقيقي للكاولن KT2.

III-2-2-5- تمثيل مخطط ويليامصون هول للكاولان KT2:

الشكل (III-**20**) يمثل مخطط ويليامصون هول للكاولن KT2 نلاحظ أن المنحني عبارة عن خط مستقيم مائل لا يمر بالمبدأ ومنه نستنتج أن العينة متأثرة بالبعد والتشوه **[06]**.



الشكل (20-III): مخطط ويليامصون- هول للكاولنKT2.

Equation	y = a + b*x
Plot	B
Weight	No Weighting
Intercept	-0,00598 ± 0,01224
Slope	0,28 ± 3,53116
Residual Sum of Squares	6,62824171490829E-5
Pearson's r	0,99872177121321
R-Square(COD)	0,997445176295253
Adj. R-Square	0,994890352590506

III-5-3- حساب البعد البلوري والتشوه للكاولن KT2:

III-5-3-1-حساب التشوه:

III-5-3-1-1- بطريقة وران - أفرباخ:

قيم معامل فوريه (الحقيقية والخيالية) للدالة الحقيقية لأهداب الإنعراج المتحصل عليها من طريقة LWL الممثلة في الجدول (III-12) ، (III-13).

الجدول (III-12):قيم معاملات فوريه الحقيقية ($A(l, s_n)$ والخيالية ($B(l, s_n)$ للكاولان KT2.

Pic (002)		Pic (001)	
$A(l, s_n)$	$B(l, s_n)$	$A(l, s_n)$	$B(l, s_n)$
.1000000E+01	.0000000E+00	.1000000E+01	.0000000E+00
.934940E+00	.6898249E-01	.9904332E+00	.31712889E-01
.509408E+00	.3579661E+00	.9808664E+00	.54660372E-02
.67768EE+01	.3776592E+00	.6574289E+00	.26498136E-01
.1027679E+01	.3997014E+00	.6567455E+00	.27449124E-01
.3419558E+00	-.1705568E-01	.4402471E+00	.55695322E-01
.2777997E+00	-.1650563E+00	.4693688E+00	.22430343E-01
.2160488E+00	-.1812489E+00	.3066130E+00	.17661060E-01
.1037671E+00	-.2318554E+00	.4426255E+00	.98451538E-02
.5559306E+01	-.2227216E+00	.1854831E+00	.53595288E-02
.2229756E+00	-.7487697E-01	.1827625E+00	.76452257E-02
.2849322E+01	-.1069995E+00	.3436303E+01	.28121338E-01
.1514565E+00	-.2140197E+00	.3557154E+01	.52427686E-01
.5113665E-01	-.2044303E+00	.1953108E+01	.72212219E-01
.1285602E-01	-.2266345E+00	.8950465E+02	.81854732E-01
.3917903E-01	-.1411061E+00	.1992086E+01	.52976202E-01
.1566858E+00	-.1342006E+00	.3346728E+01	.28386589E-01

.1553401E+00	-.1016425E+00	.9057643E+01	.34954725E-02
.1661709E+00	-.1287702E-01	.1248662E+01	-.54061885E-02
.1333206E+00	.5085219E-02	.6725188E+01	.60204735E-02
.1438632E+00	.6261581E-01	.3392851E+01	.38077410E-01
.1234627E+00	.8271287E-01	-.3055040E+01	.7907312E-01
1029753E+00	.5938829E-01	.2461970E+01	.1763081E+00
.9609693E+01	.4233279E-01	.1188280E+01	.1737177E+00
.9072274E+01	-.3379958E-01	.5951970E+01	.1628636E+00
.7976873E+01	-.4443190E-01	.1188022E+01	.8405174E-01
.4649786E+01	.4681242E-02	.2461597E+01	.2834109E-01
.2525250E+01	-.4817184E-01	.3055331E+01	-.3531647E-01
.1695569E+01	-.4259422E-01	.3392490E+01	.5932082E-02
.2466099E+01	-.5249358E-03	.3819629E+01	-.7724136E-02
.3183764E+01	-.2987206E-02		
.3210577E+01	-.2211442E-02		
.1202059E+01	-.2160255E-01		
.1215521E+02	-.2107343E-01		
.1356611E+01	-.1319828E-01		
.2288560E+02	-.1650717E-02		
.9377314E+02	.2071404E-02		
.2718280E+01	.5041110E-02		
.8442455E+02	.3325824E-02		
.4975513E+02	.2186376E-02		

الجدول (III-13):قيم معاملات فوريه الحقيقية (A(l ,s_n والخيالية(B(l ,s_n للكاولان KT2.

Pic (003)	
$A(l,s_n)$	$B(l,s_n)$
.1000000E+01	.0000000E+00
.7281020E+00	.32115680E-01
.4562040E+00	.48139229E-01
.2546356E+00	.34374167E-01
.2724083E+00	.88149765E-02
.2682565E+00	-.70748603E-02
.2190182E+00	-.13582560E-01
.2237329E+00	-.86598365E-02
.2448603E+00	.10343511E-02
.2796311E+00	.96552945E-02
.1632435E+00	.77684723E-02
.1353199E+00	.66703824E-03
.8505445E+01	-.63971601E-02
.8939602E+01	-.85181655E-02
.3248530E+01	-.45803609E-02
.5766156E+01	.28509819E-02
.5568615E+01	.73908758E-02
.1727259E+01	.73083734E-02
.1481120E+01	.18183410E-03
.6816864E+02	-.89380331E-02
.2137052E+01	-.12079684E-01
.1390205E+01	-.35132136E-02
.8325625E+02	.11138757E-01
.1159169E+02	.19656843E-01
.8615781E+02	.11703112E-01
.1219532E+01	-.72635164E-02
.7437492E+02	-.22469781E-01
.2471792E+02	-.14103968E-01
.2347595E+03	.19511342E-01
.1957723E+02	.46807666E-01
.3238026E+03	.36075908E-01
.3862388E+02	.2046234E-03
.2674479E+02	-.1163940E-03
.6806705E+02	-.6725985E-02

تذكير للعلاقات المستخدمة لطريقة وران - أفرباخ:

$$\ln A^D(l,s) = -2\pi^2 s^2 l^2 \left\langle \varepsilon_l^{\,2} \right\rangle$$

$$\ln \mathrm{A}(l,s) = \ln A^s(l) - 2\pi^2 l^2 s^2 \left\langle \varepsilon_l^{\,2} \right\rangle$$

هذه العلاقات الرياضية تستعمل من أجل الأهداب التي تنتمي إلى نفس العائلة **[07]**.نستخدم هذه العلاقات الرياضية من أجل الهدبين (001) و(002) انطلاقا من الدالة الحقيقية لهذين الهدبين:

من أجل الهدب ((001) $l = 1$):

$$\ln A(1, s_{(001)}) = \ln A^s(1) - 2\pi^2 s_{(001)}{}^2 \left\langle \varepsilon_1{}^2 \right\rangle \qquad \text{(1-III)}$$

من أجل الهدب ((002) $l = 1$):

$$\ln A(1, s_{(002)}) = \ln A^s(1) - 2\pi^2 s_{(002)}{}^2 \left\langle \varepsilon_1{}^2 \right\rangle \qquad \text{(2-III)}$$

من خلال العلاقتين السابقتين تكتب عبارة القيمة المتوسطة للتشوه على الشكل:

$$\left\langle \varepsilon_l{}^2 \right\rangle = \frac{\ln A(1, s_{(002)}) - \ln A(1, s_{(001)})}{2\pi^2 (s_{(001)}{}^2 - s_{(002)}{}^2)}$$

نتائج الحساب المتحصل عليها بطريقة وران - أفرباخ للتشوه مدونة في الجدول (III-14)

الجدول (III-14): قيم التشوه الناجمة عن مستويات الانحراف *(hkl)*.

L	ε_i
1	0,236
2	0,384
3	0,504
4	0,0031
5	0,106
6	0,198
7	0,108
8	0,391
9	0,370
10	0,319
11	0,343
12	0,406
13	0,317
14	0,320
15	0,264
16	0,226
17	0,213
18	0,233
19	0,146
$<\varepsilon_i>=$	0,21

III-5-3-1-2- باستخدام مخطط ويليامصون- هول:

من خلال مخطط ويليامصون هول الممثل في الشكل (III- 20) القيمة المقدرة للتشوه:

$<\varepsilon_i>$=0,28.

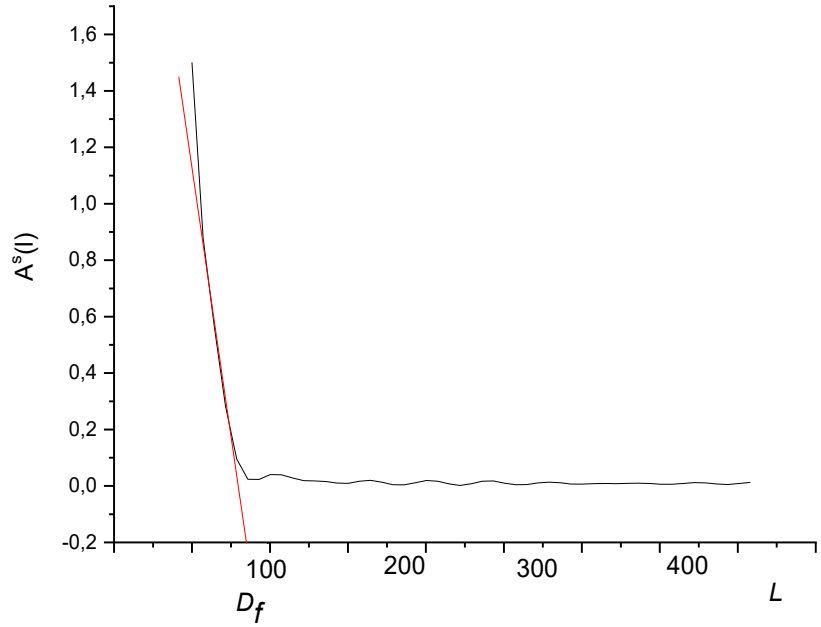
III-5-3-2- حساب البعد البلوري للكاولن KT2:

III-5-3-2-1-بطريقة وران- أفرباخ:

من العلاقة (**III**-1)، يتم حساب قيم $A^S(l)$ من معامل فوري الحقيقي $A(l, S)$ وقد تم تدوينها في الجدول **(III-15)**.

الجدول (III-15):قيم معامل البعد$A^S(l)$.

L	$A^s(l)$
1	20062,27
2	213961,48
3	212566,87
4	35002,674
5	45809,624
6	521,14103
7	61602,043
8	77992,924
9	86551,21
10	980,58271
11	103,15978
12	1153,91856
13	12161,5665
14	1360,01514
15	141611,031
16	15181,5161
17	16302,7843
18	17747,7001
19	181,16485
20	19587,3618
21	20776,2231
22	21993,6631
23	225,81717
24	2391,41634
25	24681,9707
26	251246,054
27	26751,0913
28	27363,2889
29	28499,5897
30	29803,022
31	30133,6026
32	31302,5491
33	3259,80175
34	3322,37089
35	3486,73241
36	35361,4019
37	3683,51446
38	371,58646
39	3892,52242



الشكل (III- 21): تغيرات العامل الحقيقي لفوريه $A^S(l)$ كدالة لـL.

من خلال الرسم البياني في قيمة متوسط البعد البلوري في الكاولنKT2 هي:

$$< D_f > = 72 \text{ Å}.$$

III-5-3-2-2- باستعمال مخطط ويليامصون - هول:

يقدم مخطط ويليامصون- هول الذي يمثله الشكل (III- 17) القيمة المتوسطة للبعد الحبيبي لطور(الكاولنيت) من الكاولن KT2. القيمة التي تم العثور عليها هي:

$< D_f >= 99$ Å.

III-5-3-3-توزيع بعد الكاولنيت الموجودة في الكاولن KT2:

تم حساب ودراسة توزيع البعد الغالب لطور المدروس من الكاولن KT2 بعلاقة المشتق الثاني للمعاملات فوري الحقيقية كدالة للعدد التوافقي L **[08]**. نتائج حساب البعد الغالب للكاولن KT2 مدونة في الجدول (III-16).

الجدول(III-16): توزيع بعد الكاولن KT2.

l	$< D_f >$(Å)
1	11.90
2	16.62
3	20.20
4	22.91
5	25.50
6	28.20
7	41.82
8	36.49
9	40.17
10	43.70
11	47.45
12	51.02
13	50.75
14	58.30
15	57.04
16	52.60
17	49.25
18	47.98
19	46.60
20	40.22
21	43.90
22	33.51
23	30.20
24	25.79
25	19.50
26	14.09
27	11.76

III-5- البعد الغالب:

لتطبيق طريقة وران- أفرباخ على الكاولنKT2، كان لدينا هدبين (001) و (002) تنتميان إلى نفس العائلة، تم استخدام المشتق الأول للحصول على معامل البعد والمشتق الثاني للحصول على قيمة البعد الغالب، أعطى هذا التوزيع البعد الغالب قيمة Å 43 **[09]**.

المراجع

المراجع

[01] T .Theivasanthi. and Alagar M." Nano sized copper particles by electrolytic synthesis and characterizations". International Journal of the Physical Sciences. 6(15). pp:3662-3671, (2011).

[02] A. Bouyoucef,Thèse de doctorat d'état, Université de Mentouriconstantine (2003).

[03] S. Krumm, *WinFit* version June (1997).

[04] R. Carvajal,Roisnel, *WinPlotr* version Feb (2007).

[05] A. Boultif, Thèse de doctorat d'université, Université de Rennes (1993).

[06] A. Lakel, Thésede doctorat en Sciences, UniversitéConstantine1, Algérie (2008).

[07] S. Vives, E. Gaffet, J-P. Itié, Cathy Meunier.Matériaux (2002).

[08] D. balzar.To appear in Microstructure Analysis from Diffraction, edited by R.L. Snyder, H. J. Bunge, and J. Fiala, Internationl Union of Crystallography (1999).

[09] A. Bouyoucef, S. Hamamda, Rev. Mét, Vol99, (2002)777.

الفصل الرابع

مناقشة النتائج المتحصل عليها لطور الملیت

IV- مقدمة

عند تسجيل نمط الحيود للمساحيق، من الشائع ملاحظة أن شكل الخطوط أوعرضها لايتوافق مع الشكل الحقيقي لمخطط الانعراج التي يمكن قياسها على سبيل المثال باستخدام عينة مرجعية. يرجع هذا التوسيع الجوهري الإضافي إلى البنية المجهرية للعينة ويأتي أساسًا من تأثير البعد الحبيبي والتشوه. للعثور على الدالة الحقيقية للعينة(x) f، يتم استخدام عملية Deconvolution وهي عملية تصحح أنماط أهداب الانعراج f(2θ). واحدة من أهم خصائص تقنية الحيود الأشعة السينية هي الحصول على مخطط الانعراج، حيث بينت الأبحاث أن تحليل مخطط الانعراج يؤدي إلى تقدير عدة عوامل، من بينها مقدار أبعاد البلورة ومقدار الانفعال المجهري للخلية ومعرفة بعض المؤثرات الأخرى على عرض خط الانعراج، واستخدم العديد من الباحثين عرض خط الانعراج في تقدير الأبعاد البلورية للمسحوق [1-15].

IV-1- طرق تحليل البنية المجهرية

قمنا باستعمال جهاز انعراج للحصول على مخطط الانعراج للكاولان DD1 وKT2، وقبل تمرير العينة على جهاز الإنعراج قمنا بمجموعة من الخطوات:

- قمنا بسحق العينة (الحصول على حبيبات متجانسة).
- تعريض العينة إلى معالجة حرارية.
- وضع المسحوق على صفيحة زجاج ذات سطح مستوي.

قمنا بتمرير العينة على جهاز انعراج الأشعة السينية للحصول على خصائص أهداب مخطط الإنعراج (الشدة الأعظمية، زاوية الإنعراج .....).

IV-2- علاقة شرر:

يتم استخدام طريقة شيرر عندما يكون العرض الهدب (β) ناتجًا فقط عن تأثير البعد البلوري (عندما لا تحتوي المادة على التشوه). يتم الحصول على البعد الحبيبي من خلال علاقة شيررالمعروفة (المعادلة 1) [16].

$$D_f = \frac{C\,\lambda}{\beta \cos\theta} \qquad (1)$$

المعاملC يعتمد على شكل البلورات ويمكن أن يأخذ القيم من 0.8 إلى 1.39 [17].في حالة الحبيبات كروية الشكل C=1، تُعطى بشكل عام بواسطة (المعادلة 2):

$$\frac{1}{D_f} = \frac{1}{\beta^*} \qquad (2)$$

حيث θ هي زاوية Bragg، و D_f هو متوسط البعد الحبيبي، λ هو الطول الموجي و B^* هو التوسيع المميز لعرض الهدب، معبرًا عنه بوحدات الشبكة المعكوسة.

IV-3- النتائج المتحصل عليها للكاولن DD1

IV-3-1- مختلف الأطوار التي يتكون منها الكاولن DD1

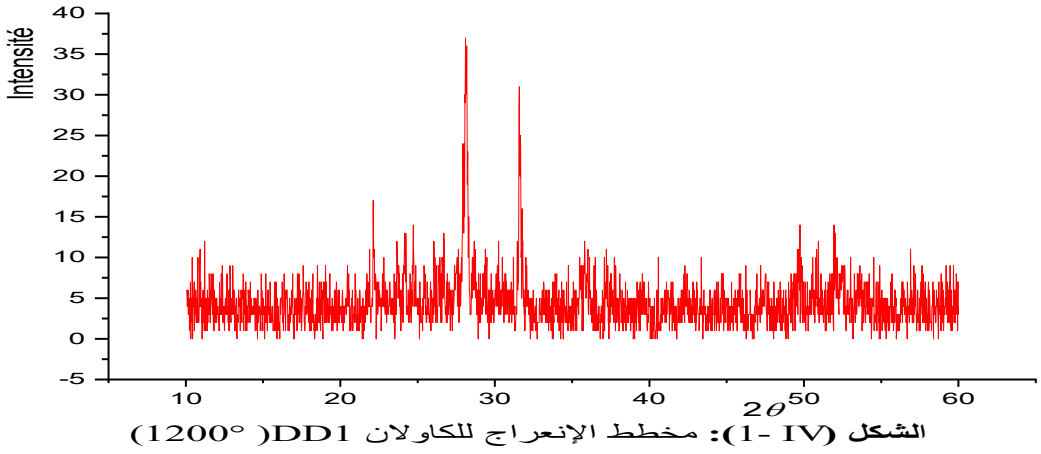
تحليل النوعي بواسطة الأشعة السينية تبين انطلاقا من مستويات الانعراج أن الكاولن DD1 يتكون من ثلاث أطوار المذكور في الجدول التالي:

الجدول(IV-1) :مستويات الانعراج للأطوار الأساسية الموجودة في الكاولن DD1.

الطور	(hkl)
المليت	(110) (210) (220) (111) (121) (330) (340)
الكريستوباليت	(101) (110) (203) (312)
الكوارتز	(101) (102) (200)

IV-3-2- مخطط انعراج الأشعة السينية:

مخطط انعراج للأشعة السينية تم الحصول عليه بواسطة جهاز الانعراج الأشعة السينية RX الموجود على مستوى وحدة البحث لقسم الفيزياء لجامعة محمد بوضياف بالمسيلة . مخطط الانعراج للكاولن DD1 ممثل على الشكل(IV -1)



الشكل (IV -1): مخطط الإنعراج للكاولان DD1(1200°)

IV-3-3- معالجة مخطط الانعراج:

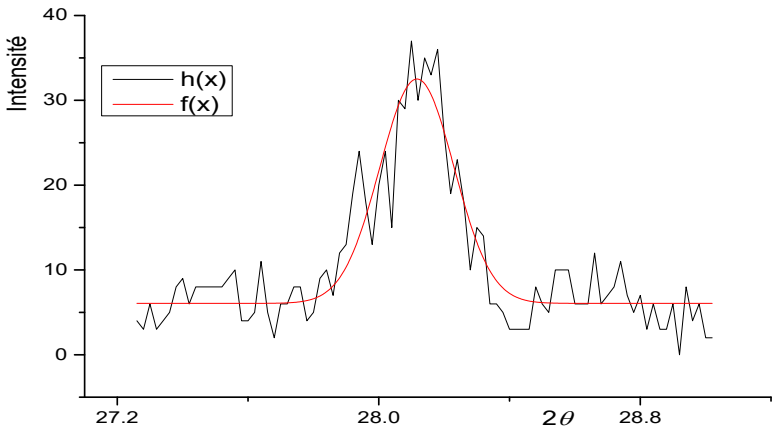
لمعالجة مخطط الانعراج اعتمدنا على برنامج Winfitوبرنامج WinPlotr.خصائص أهداب مخطط الانعراج للكاولن DD1 مدونة في الجدول (IV-2)

الجدول (IV-2): متغيرات الدالة الحقيقية للكاولن عند درجة الحرارة °1200 DD1.

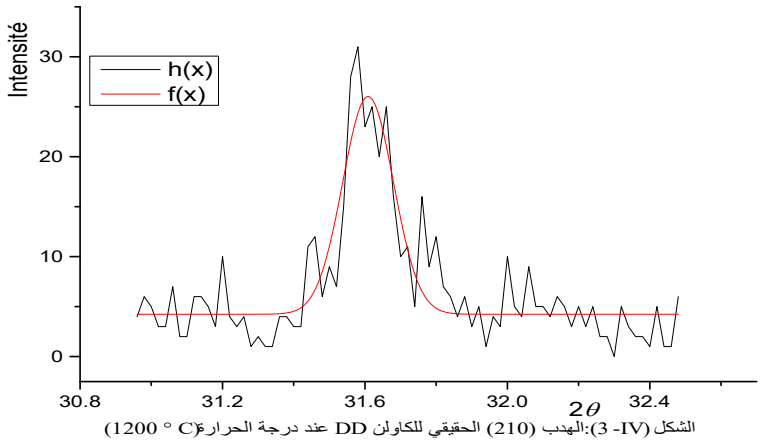
Pic	$2\theta_M$	a	b	2ω (°2θ)	β (°2θ)	ϕ
110	16.38	15	17.76	0.48	0.55	0.87
210	26.22	24.50	27.94	0.68	0.70	0.97
001	30.98	30	31.96	0.38	0.39	0.96
220	33.22	32	34.44	0.44	0.48	0.91
111	35.28	33.82	36.74	0.46	0.49	0.94
201	39.32	38.16	40.48	0.36	0.44	0.80
230	40.86	39.50	42.22	0.38	0.45	0.84
311	49.50	48.02	50.98	0.50	0.67	0.74
420	54	53	55	0.50	0.58	0.86
041	57.54	55.60	58.48	0.44	0.47	0.93

IV-3-4- إيجاد الدالة الحقيقية:

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



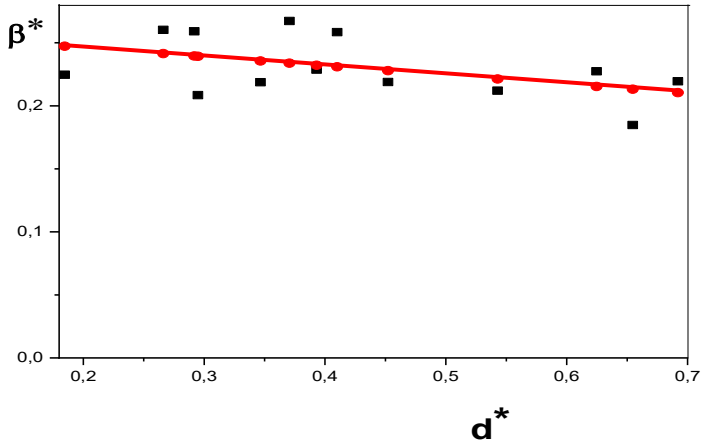
الشكل (IV- 2):الهدب (001) الحقيقي للكاولن DD عند درجة الحرارة °1200



الشكل (IV- 3):الهدب (210) الحقيقي للكاولن DD عند درجة الحرارة(1200 ° C)

IV-3-5- مخطط ويليامصون- هول:

يوضح الشكل (IV-4). مخطط Williamson-Hall لكل عينة من الكاولن DD . نلاحظ أن المنحنى عبارة عن خط مستقيم بميل يساوي صفر تقريبًا. ربما ترجع القيمة السالبة لهذا المنحدر إلى دقة البيانات التي حصلنا عليها من مخطط الانعراج. يمكن استنتاج أن العينة (الطور المشترك المليت) لا تحتوي على التشوه.



الشكل (IV- 4):مخطط ويليامصون هول للكاولن DD1

IV-3-6- حساب البعد الحبيبي لطور المليت:

نظرًا لأن العينة لا تحتوي على التشوه، فقد تم تطبيق طريقة Averbach-Warren. يوضح الشكلان 4 و 5 معاملات فورييه كدالة لـ L (harmonic number) لهدبين من الكاولن تم الحصول عليهما عند 1200 درجة مئوية. (الهدبين (100) و (001)). ومن خلال (المعادلة 3):

$$\left|\frac{dA_n}{dL}\right|_{L\to 0} = \frac{1}{D_f} \qquad (3)$$

$L = n$ حيث

θ_1 و θ_2 هي قيم الزوايا الحدية التي تحدد الهدب.

قيم معامل فوريه (الحقيقية والخيالية) للدالة الحقيقية لأهداب الانعراج المتحصل عليها من طريقة LWL الممثلة في الجدول (IV-3) .

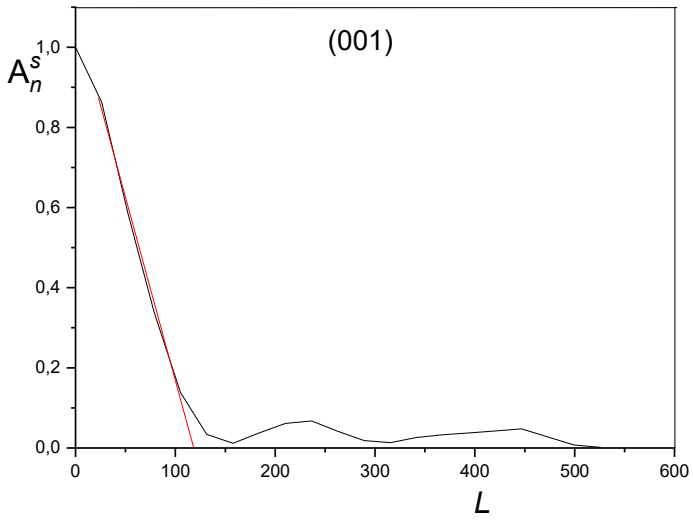
الجدول (IV- 3): قيم معاملات فوريه الحقيقية $A(l, s_n)$ والخيالية $B(l, s_n)$ للكاولان DD1.

Pic (210)		Pic (001)	
A_n	B_n	A_n	B_n
.10000000E+01	0.	.10000000E+01	0.
.10147443E+01	.27765461E-02	.89462934E+00	-.61123191E-01
.10133706E+01	.50357127E-02	.93997041E+00	-.69643577E-01
.10115734E+01	.65382854E-02	.96504120E+00	-.60836014E-01
.10097405E+01	.73370588E-02	.97793922E+00	-.51186645E-01
.10080927E+01	.76197681E-02	.98503634E+00	-.43397857E-01
.10067062E+01	.75770399E-02	.98925859E+00	-.37380490E-01
.10055770E+01	.73513230E-02	.99194373E+00	-.32705280E-01
.10046698E+01	.70347289E-02	.99374611E+00	-.29010415E-01
.10039429E+01	.66821254E-02	.99500982E+00	-.26035546E-01
.10033588E+01	.63243662E-02	.99592783E+00	-.23598496E-01
.10028863E+01	.59778366E-02	.99661447E+00	-.21571094E-01
.10025010E+01	.56505336E-02	.99714071E+00	-.19861751E-01
.10021843E+01	.53457214E-02	.99755238E+00	-.18403813E-01
.10019216E+01	.50640688E-02	.99788006E+00	-.17147893E-01
.10017019E+01	.48048782E-02	.99814480E+00	-.16056773E-01
.10015167E+01	.45667843E-02	.99836143E+00	-.15101982E-01
.10013594E+01	.43481461E-02	.99854063E+00	-.14261446E-01
.10012249E+01	.41472616E-02	.99869025E+00	-.13517853E-01
.10011090E+01	.39624820E-02	.99881616E+00	-.12857501E-01
.10010086E+01	.37922674E-02	.99892279E+00	-.12269463E-01
.10009211E+01	.36352100E-02		
.10008445E+01	.34900393E-02		
.10007771E+01	.33556174E-02		
.10007175E+01	.32309307E-02		
.10006645E+01	.31150779E-02		
.10006173E+01	.30072593E-02		
.10005751E+01	.29067649E-02		
.10005372E+01	.28129651E-02		
.10005031E+01	.27253005E-02		
.10004722E+01	.26432744E-02		
.10004444E+01	.25664449E-02		

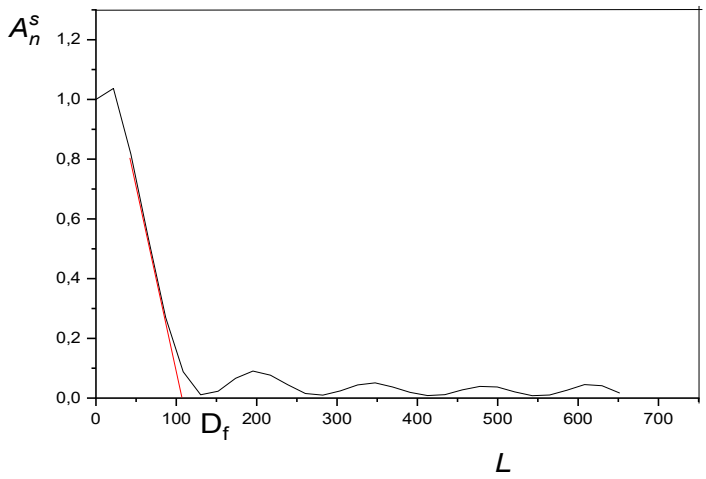
.10004191E+01	.24944189E-02		
.10003960E+01	.24268464E-02		
.10003751E+01	.23634159E-02		
.10003560E+01	.23038497E-02		
.10003385E+01	.22479007E-02		
.10003225E+01	.21953494E-02		
.10003079E+01	.21460008E-02		
.10002944E+01	.20996824E-02		
.10002822E+01	.20562419E-02		
.10002709E+01	.20155462E-02		
.10002606E+01	.19774793E-02		
.10002511E+01	.19419415E-02		
.10002425E+01	.19088485E-02		
.10002346E+01	.18781308E-02		
.10002275E+01	.18497328E-02		
.10002210E+01	.18236127E-02		
.10002152E+01	.17997428E-02		
.10002100E+01	.17781089E-02		
.10002054E+01	.17587110E-02		

نلاحظ أن معامل فوريه الخيالي له قيم صغيرة جدا بالمقارنة مع معامل فوريه الحقيقي وهذا يثمن أن الأهداب متناظرة (متأثرة بالبعد الحبيبي فقط) وهذا مثمن كذلك انطلاقا من النتائج المتحصل عليها في الجدول السابق (الجدول IV-3).

الشكل (IV- 5) و الشكل (IV- 6) يمثلان تغير معامل فوريه بدلالة (L nombre harmonique)



الشكل (IV- 5):تغير معاملات فورييه للهدب (001) بدلالة L (DD 1200 ° C).



الشكل (IV- 6):تغير معاملات فورييه للهدب (100) بدلالةL (DD 1200 ° C).

القيم التي تم الحصول عليها لبعد بلورات الكاولن DD المختلفة المدروسة في الجدول (IV- 3) من خلال مخطط ويليامصون هول ومن خلال (المعادلة 4) متوسط البعد:

$$D_f = \frac{1}{\beta^*} \qquad (4)$$

*β كونه العرض الهدب في احدثيات الشبكة المعكوسة. بالنسبة للكاولن عند 1200 درجة مئوية، فإن متوسط قيمة البعد التي تم العثور عليها من مخطط ويليامصون-هول هو حوالي Å 190 مقارنة بـ Å 134 التي تم العثور عليها بواسطة طريقة Averbach-Warren

الجدول (IV-4): قيم البعد لمختلف الأهداب *(hkl)*.

Les Pics	D_f (Å)
(110)	80
(210)	70
(001)	110
(220)	90
(111)	90
(201)	100
(230)	110
(311)	80
(420)	130
(041)	130
(331)	120
(002)	210

IV-3-7- توزيع البعد الغالب:

تم حساب ودراسة توزيع البعد الغالب لطور المدروس من الكاولنDD1 بعلاقة المشتق الثاني للمعاملات فوري الحقيقية كدالة للعدد التوافقي L.

نتائج حساب البعد الغالب للكاولنDD1 مدونة في الجدول (IV-5).

الجدول (IV-5): توزيع البعد الغالب للكاولن**DD1**

Pic	Dominant size (Å)
(110)	150
(210)	71
(001)	131
(220)	64
(111)	111
(201)	98
(230)	193
(311)	91
(420)	150

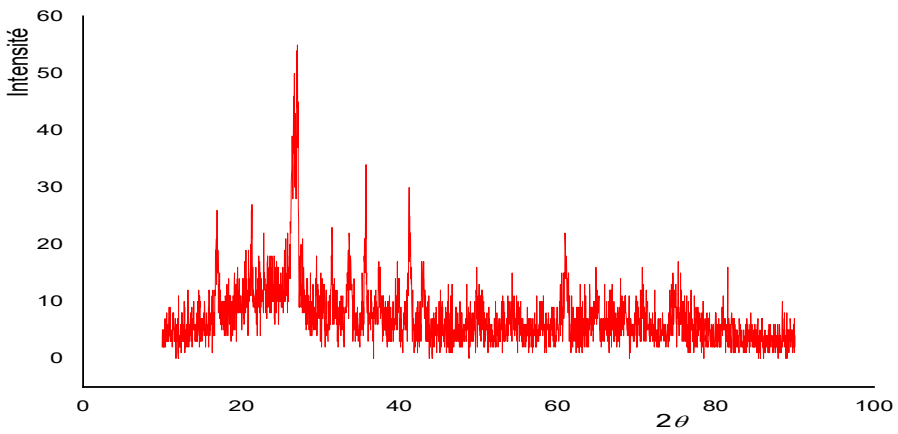
IV-4- النتائج المتحصل عليها للكاولن KT2:

IV-4-1- مختلف الأطوار التي يتكون منها الكاولن KT2:

تحليل النوعي بواسطة الأشعة السينية تبين انطلاقا من مستويات الانعراج أن الكاولن KT2 يتكون من طورين هما المليت والكوارتز

IV-4-2- مخطط انعراج الأشعة السينية :

مخطط انعراج للأشعة السينية تم الحصول عليه بواسطة جهاز الانعراج الأشعة السينية RX الموجود على مستوى وحدة البحث لقسم الفيزياء بجامعة محمد بوضياف بالمسيلة . مخطط الانعراج للكاولن KT2 ممثل على الشكل(IV -7)



الشكل (IV-7): مخطط الإنعراج للكاولان KT2(1200° C).

IV-4-3- معالجة مخطط الانعراج:

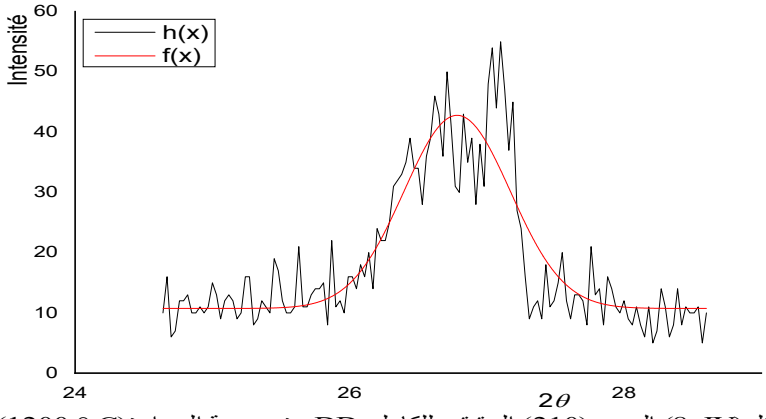
لمعالجة مخطط الانعراج اعتمدنا على برنامج Winfitوبرنامج WinPlotr.خصائص اهداب مخطط الانعراج للكاولن KT2 مدونة في الجدول (IV-6)

الجدول (IV-6): متغيرات الدالة الحقيقية للكاولن KT2 (1200°C).

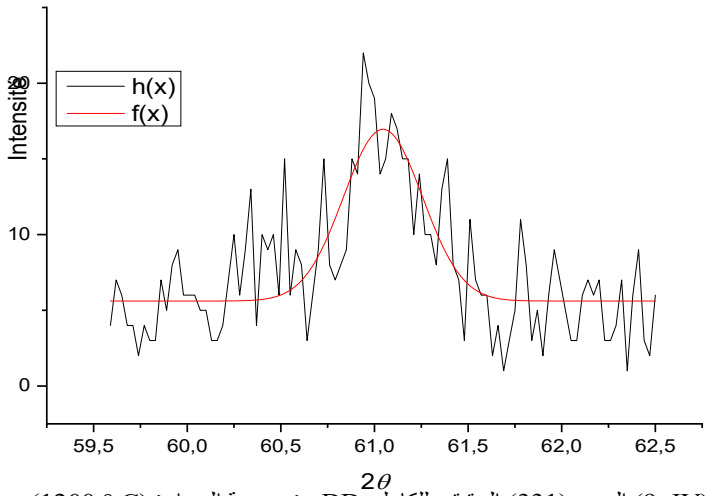
Pic	$2\theta_M$	a	B	2ω	β	ϕ
110	16,3	51.3	17,4	0,34	0,35	0,9
021	19,5	18,5	20,4	0,26	0,27	0,9
200	23.6	22.5	24,7	0,38	0,41	0,9
120	26	24.6	27.3	0,38	0,41	0.9
210	26.2	25.0	27.4	0.3	0.33	0.9
001	31	30.0	31.9	0.22	0.25	0.8
220	33.2	32	34.4	0.42	0.43	0.9
111	35.2	34.0	36.5	0.34	0.37	0.9
130	36.8	35.7	37.9	36.54	0.42	0.9
230	40.8	39.6	41.9	0.34	0,36	0,9
311	49.4	48.5	50.4	0.32	0.36	0.8
041	57.5	56.6	58.4	0.38	0.40	0.9
331	60.6	59.5	61.7	0.32	0.33	0.9
002	64.4	65.0	63.0	0.38	0.40	0.9

IV-4-3-1- حساب الدالة الحقيقية لأهداب مخطط الانعراج:

طريقة LWL تسمح لنا بالحصول على الهدب الحقيقي انطلاقا من مخطط الانعراج للكاولن ومخطط الانعراج للكوارتز، الأشكال (IV-8) ، (IV-9) ، تمثل على الترتيب الهدب الحقيقي الموافق للزوايا $2\theta = 60.6°$،$2\theta = 26.2°$



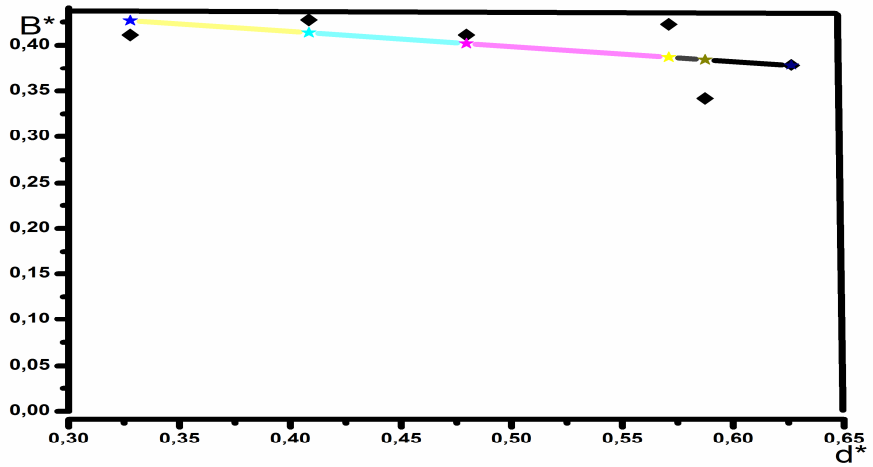
الشكل (IV- 8):الهدب (210) الحقيقي للكاولن DD عند درجة الحرارة(1200 ° C)



الشكل (IV- 9):الهدب (331) الحقيقي للكاولن DD عند درجة الحرارة (1200 ° C)

IV-4-4- تمثيل مخطط ويليامصون-هول:

مخطط ويليامصون- هول للكاولن KT2 ممثل في الشكل (IV- 10):



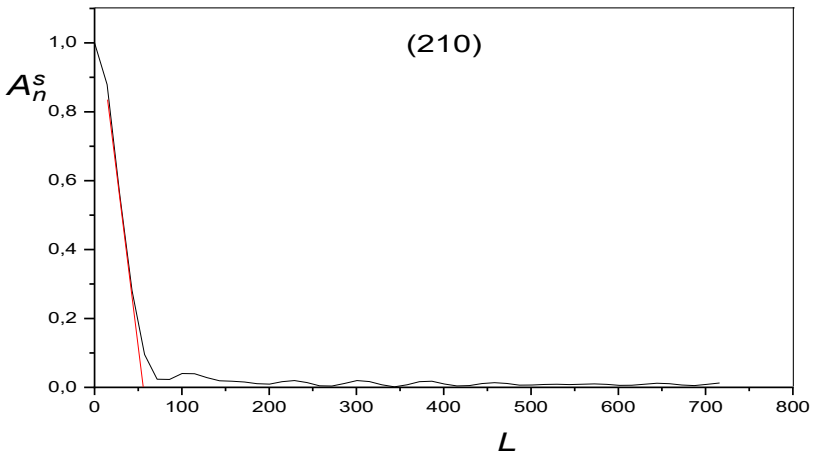
الشكل (IV- 10):مخطط ويليامصون- هول للكاولن KT2

قيم معامل فوريه (الحقيقية والخيالية) للدالة الحقيقية لأهداب الانعراج المتحصل عليها من طريقة LWL الممثلة في الجدول (IV-7) .

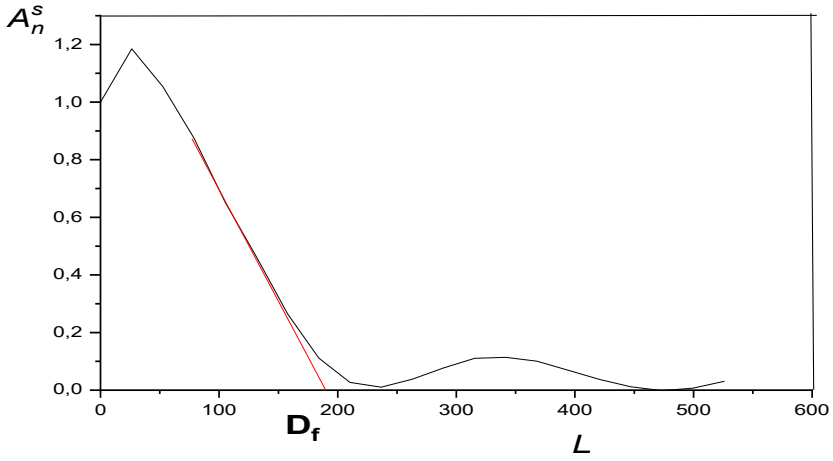
الجدول (IV- 7): قيم معاملات فوريه الحقيقية $A(l, s_n)$ والخيالية $B(l, s_n)$ للكاولان DD1.

Pic (210)		Pic (001)	
A_n	B_n	A_n	B_n
.10000000E+01	0.	.10000000E+01	0.
.10369348E+01	.32115680E-01	.11849937E+01	.31712889E-01
.81684469E+00	.48139229E-01	.10535418E+01	.54660372E-02
.53713850E+00	.34374167E-01	.87427781E+00	.26498136E-01
.26970539E+00	.88149765E-02	.65192171E+00	.27449124E-01
.88091752E-01	-.70748603E-02	.46267912E+00	.55695322E-01
.11025543E-01	-.13582560E-01	.26488252E+00	.22430343E-01
.23072378E-01	-.86598365E-02	.11126859E+00	.17661060E-01
.66371816E-01	.10343511E-02	.26687523E-01	.98451538E-02
.90524778E-01	.96552945E-02	.10423367E-01	.53595288E-02
.76530956E-01	.77684723E-02	.38043905E-01	.76452257E-02
.44502091E-01	.66703824E-03	.77062766E-01	.28121338E-01
.15304369E-01	-.63971601E-02	.11059440E+00	.52427686E-01
.98432327E-02	-.85181655E-02	.11410997E+00	.72212219E-01
.24222098E-01	-.45803609E-02	.10041593E+00	.81854732E-01
.44142161E-01	.28509819E-02	.69162202E-01	.52976202E-01
.51125154E-01	.73908758E-02	.37131283E-01	.28386589E-01
.37150689E-01	.73083734E-02	.12021285E-01	.34954725E-02
.19010941E-01	.18183410E-03	-.15788424E-02	-.54061885E-02
.86127627E-02	-.89380331E-02	.67946478E-02	.60204735E-02
.11650159E-01	-.12079684E-01	.30554139E-01	.38077410E-01
.27469110E-01	-.35132136E-02		
.39202488E-01	.11138757E-01		
.37246192E-01	.19656843E-01		
.20882855E-01	.11703112E-01		
.79119825E-02	-.72635164E-02		
.10541183E-01	-.22469781E-01		
.26582951E-01	-.14103968E-01		
.45113471E-01	.19511342E-01		
.41326823E-01	.46807666E-01		
.17435386E-01	.36075908E-01		

يوضح الشكل (IV- 11) والشكل (IV- 12) تباين معاملات فورييه كدالة لـ L (harmonic number).يتم حساب قيم متوسط بعد البلورات في الاتجاه العمودي على مستوى الإنعراج عن طريق المماس التي يقطع المحور L



الشكل (IV- 11): تغير معامل فوريه للهدب (210) بدلالة L (KT2 1200° C).



الشكل (IV- 12):تغير معاملات فوريه للهدب (001) بدلالة L (KT2 1200 ° C)

كما يتضح من الجدول(IV-8)، فإن أبعاد البلورات ذات ترتيب نانوي.

مخطط ويليامصون- هول الممثل في الشكل (IV- 8) يعطي القيمة المتوسطة للبعد الحبيبي لطور(المليت) من الكاولن KT2. القيمة المتحصل عليها هي:

$< D_f >$= 245 Å.

الجدول (IV-8): قيم البعد لمختلف الأهداب *(hkl)*.

Pic	D_f (Å)
(110)	130
(021)	143
(200)	109
(120)	106
(210)	143
(001)	217
(220)	132
(111)	150
(130)	127
(230)	148
(311)	173
(041)	226
(331)	241
(002)	205

IV-4-5- توزيع البعد الغالب:

لدراسة البعد الغالب في الطور الأساسي للكاولن KT2 نستعمل مشتق البعد $A^s(L)$ بدلالة العدد التوافقي L نتائج البعد الغالب مدونة في الجدول **(IV-9)**.

الجدول **(IV-9):** توزيع البعد الغالب للكاولن KT2

Pic	Dominant size
(110)	82
(210)	120
(001)	73
(220)	64
(111)	60
(230)	52
(320)	72
(240)	40
(041)	51

المراجع

المراجع

[1] Vives S, Gaffet E and Meunier C. Materials Science and Engineering: A 2004; 366; 229.

[2] Gonçalves NS, Carvalho JA, Lima ZM and Sasaki JM. Materials Letters 2012; 72;36.

[3] Mote V, Purushotham Y and Dole B. Journal of Theoretical and Applied Physics 2012; 6.

[4] Lock JT and Parker I. Elife 2020; 9; 55008.

[5] Basciano LC and Peterson RC. American Mineralogist 2007; 92; 1464.

[6] Pourghahramani P, Altin E, Mallembakam MR, Peukert W and Forssberg E. Powder Technology 2008, 186; 9.

[7] Bhakar A, Pandey AH, Singh MN, Upadhyay A, Sinha AK, Gupta, S and Rai SK. Acta Crystallographica Section B: Structural Science, Crystal Engineering and Materials 2017; 73; 1095.

[8] Uvarov V and Popov I. Materials characterization 2007; 58); 883.

[9] Williamson GK and Hall WH. Acta metallurgica 1953; 1; 22.

[10] Lakel A. Journal of Building Materials and Structures 2019, 6; 20.

[11] Avillez RRD, Abrantes FG and Letichevsky S. Materials Research 2018; 21; 980.

[12] Bot A, Aldea N and Matei F. Experimental Data Deconvolution Based on Fourier Transform Applied in Nanomaterial Structure 2015; 5772.

[13] Matei F, Aldea N, Rada M and Pop I. Bulletin of University of Agricultural Sciences and Veterinary Medicine Cluj-Napoca. Horticulture 2016; 73; 310.

[14] Poudeu RC, Ekani CJ, Djangang CN and Blanchart P. Annales de Chimie et Science des Matériaux 2019; 43; 359.

[15] Williamson GK and Smallman RE. Philosophical Magazine 1956; 1; 34.

[16] Tjong SC and Chen H. Materials Science and Engineering 2004; 45; 88.

[17] Balzar D. International union of crystallography monographs on crystallography 1999; 10; 94.

[18] Marinkovic B, Avillez RRD, Saavedra A and Assunção FCR. Materials Research 2001; 4; 71.

[19] Rivnay J, Noriega R, Kline RJ, Salleo A and Toney MF. Physical Review B 2011; 84; 045203.

[20] Kibasomba PM, Dhlamini S, Maaza M, Liu CP, Rashad MM, Rayan DA and Mwakikunga BW. Results in Physics 2018; 9; 628.

[21] Irfan H, Racik KM and Anand S. Modern Electronic Materials 2018; 4; 31.

[22] Nath D, Singh F and Das R. Materials Chemistry and Physics 2020; 239; 122021.

الخلاصة العامة

الخلاصة العامة

من خلال هذا العمل حاولنا معرفة الأسس النظرية لانعراج الأشعة السينية في البلورات، وبعض العوامل والمؤثرات على عرض مخطط الإنعراج. شكل توزيع الشدة أو شكل هدب الإنعراج هو يمثل عدة عوامل تميز البنية المجهرية وكذلك التحريف الناتج عن الجهاز.من ضمن العوامل الفيزيائية التي تؤثر على شكل هدب الإنعراج نذكر البنية المجهرية (البعد، الشكل، التشوه، العيوب الخطية، العيوب المستوية .....). هذه العوامل يمكن إيجادها انطلاقا من حساب الدالة الحقيقية (profil vrai).

لحساب الأبعاد المتوسطة للحبيبات البلورية في حالة غياب التشوه استعملنا طريقة وران - أفرباخ وعلاقة شيرر ومخطط ويليامصون - هول وفي حالة وجود التشوه نستعمل طريقة وران - أفرباخ ومخطط ويليامصون - هول

قمنا باستعمال جهاز انعراج للحصول على مخطط الإنعراج للكاولن DD1 وKT2، للحصول على خصائص أهداب مخطط الإنعراج (الشدة الأعظمية، زاوية الإنعراج .....).انطلاقا من تحليل البنية المجهرية للكاولن KT2 وجدنا أنه يتكون من عدة أطوار وهي الكاولنيت والكوارتز والميكا كما أنه يحتوي على مجموعة من الشوائب بينما الكاولن DD1 يتكون من الكاولينيت والهالوزيت ولقد ارتكز عملنا هذا على دراسة طورالمشترك الكاولينيت. أما بعد المعالجة الحرارية فلقد ارتكز عملنا على دراسة الطور المشترك المليت.

تم حساب الدالة الحقيقية لأهداب مخطط الإنعراج وفق طـريقـة LWL و طريقة ستوكس وذلك لإعطاء معاملات فوري. بعد الدراسة وجدنا أن العينة متأثرة بالبعد والتشوه وأكد ذلك بطريقة ويليامصون - هول حيث المنحنى عبارة عن خط مستقيم لا يمر بالمبدأ أما بعد المعالجة الحرارية وجدنا أنا العينة متأثرة بالبعد الحبيبي فقط ومخطط ويليامصون - هول عبارة عن خط مستقيم ذو ميل يساوي تقريبا الصفر.

باستخدام طريقة وران - أفرباخ وجدنا البعد في الكاولينيت (الطور الرئيسي) محصور بين Å 110 و 120Å، و باستعمال علاقة شيرر وجدنا البعد في الكاولينيت (الطور الرئيسي) محصور بين Å 125 و 130Å .

تم حساب متوسط البعد البلوري للكاولن DD1 فوجدنا:بطريقة وران – أفرباخ $< D_f > = 114$ Å

وبطريقة ويليامصون - هول $< D_f > = 118$ Å. ، وباستعمال علاقة شيرر $< D_f > = 125$ Å.

أما بالنسبة لمتوسط البعد البلوري للكاولن KT2 فوجدنا:بطريقة وران – أفرباخ $< D_f > = 72$ Å
وبطريقة ويليامصون - هول $< D_f > = 99$ Å.

أما بالنسبة للتشوه:بطريقة وران - أفرباخ $\varepsilon_i = 0.21$ و بطريقة ويليامصون -هول $\varepsilon_i = 28$

يعد توزيع البعد مهم للغاية، لتفسير الخصائص الفيزيائية ومجال استخدام هذا الكاولن .أظهرت الدراسة أن البعد الغالب للكاولنيت في الكاولن DD1 هي قريبة من 40 Å (بـ41%).
وأيضا البعد الغالب للكاولنيت في الكاولن KT2 هي قريبة من 43 Å (بـ42%).
بعد المعالجة الحرارية البعد الغالب في الكـاولان DD1 بعد البلـيرات (الحبيبات) للطــور المـدروس أغلبيتها تـتراوح بـين (70Å, 210Å), أما في الكاولان KT2 بعد البليرات (الحبيبات) للطور المدروس أغلبيتها تتراوح بين (106Å, 241Å).

ملخـــــــص

الجزء الأول من هذا العمل خصص لدراسة نوعين من الكاولين المتواجدة بشرق الجزائر: كاولين جبل دباغ DD1 والذي يتكون من طورين هما الهالوسيت والكاولينيت. وكاولين تامزيرت KT2 والذي يتكون من عدة أطوار وهي: الكاولينيت والكوارتز والميكا. في هذا الجزء ارتكز عملنا على الكاولينيت والذي هو الطور المشترك لكل من المسحوقين (DD1 و KT2). بعد ذلك ، تم إدخال تصحيح لورنتز على الطيف الذي تم الحصول عليه، والذي أعطى نتائج مطابقة لأطياف المسحوقين (DD1 و KT2). ولإيجاد الدالة الحقيقية استعملنا برنامج وفق طـريقـة LWL و الذي كـان ضروريا لدراسة البنية المجهرية (بعد الحبيبات والتشوه) وإعطاء معاملات فورييه. ولإيجاد قيم التشوه والبعد تم استعمال طريقة وران - أفرباخ ويليامصون - هال. كما طبقنا علاقة شرر في الحالة التي لا تكون فيها التشوهات. وجد أن الكاولينيت في الكاولين DD1 لا يحتوي على التشوه بينما كاولينت الكاولين KT2 تأثرت بالتشوه وذلك تم التأكد منه بطريقة ويليامصون - هال وبالمثل تحليل فورييه. إن البعد المتوسط للبلورات في الكاولين DD1 للطور المدروس هوÅ114 وهذا بطريقة وران- أفرباخ وÅ118 بطريقة ويليامصون - هال وباستعمال علاقة شرر البعد وجد Å125. من اجل الكاولينيت الثانية البعد المتحصل عليه هو Å72 وهذا بطريقة وران - أفرباخ وÅ99 بطريقة ويليامصون - هال. بالنسبة للتشوه في الكاولينت KT2 فبطريقة وران- أفرباخ وجدنا القيمة المتوسطة للتشوه هي 0,21 أما بطريقة ويليامصون - هال فالقيمة المتوسطة للتشوه فهى 0,28 . ايضا تم دراسة توزيع بعد الحبيبات فوجد أن البعد الغالب للكاولينيت قي كاولين DD1 قريبة من 40 Å (بـ41%) وفي كاولينت الكاولين KT2 قريبة من 43 Å (بـ42%).

الجزء الثاني خصص لدراسة الطور الأساسي مليت في الكـــاولين بعد المعالجة الحرارية حيث وجد تناظر الخلية مطابق إلى نظــام متوازي مستطيلات orthorhombique بالثوابت التالية

. (a = 7.660 Å , b =7 .553 Å , c=2.8836 Å))

بعد أغلب البلـورات (الحبيبات) للطــور المــدروس تــتراوح بـين (210 Å ,70 Å) في الكاولين DD1 و تتراوح بين (Å106 و 241 Å) في الكاولين KT2 وهذه النتائج أكدت بطريقة Williamson_Hall . ايضا تم دراسة توزيع البعد الغالب فوجد أنه في حدود 117,6 Å للكاولين DD1 وفي حدود 68,2 Å لمليت الكاولين KT2.

الكلمات المفتاحية:

علم البلورات للمساحيق، الكاولينDD1 و الكاولين TK2، الكاولينيت، المليت، تحديد بعد الحبيبات، التشوه، طريقة وران و أفربا خ ، طريقةLWL، طريقة ويليامصون وهول، توزيع بعد الحبيبات،.تصحيح لورنتز، الطور الرئيسي.

RESUME

La première partie de ce travail a été consacrée à l'étude de deux types de kaolin rencontrés dans l'Est de l'Algérie: le Kaolin Jebel Dabbagh (DD1) qui est constitué de deux phases, halosite et kaolinite, le Kaolin Tamzirt (KT2) qui est constitué de plusieurs phases : kaolinite, quartz et mica. Dans cette partie, nos travaux se sont concentrés sur la kaolinite, qui est la phase commune aux deux poudres (DD1 et KT2). Par la suite, une correction de Lorentz a été appliquée aux spectres obtenus conduisant à des résultats identiques aux spectres des deux poudres (DD1 et KT2). Pour trouver la fonction réelle, nous avons utilisé un programme selon la méthode LWL, qui était nécessaire pour étudier la microstructure (taille des grains et déformation) et donner les coefficients de Fourier. Pour trouver les valeurs de déformation et de taille, la méthode de Warren-Averbach et la méthode de Williamson-Hall ont été utilisées. Nous avons également appliqué la relation de Scherrer dans le cas où les distorsions ne sont pas présentes. Il a été constaté que la kaolinite du kaolin DD1 ne contient pas de déformation, tandis que la kaolinite du kaolin KT2 est affectée par la déformation, ce qui a été confirmé par la méthode Williamson-Hall, ainsi que par l'analyse de Fourier. La taille moyenne des cristaux de kaolin DD1 pour la phase étudiée est de 114Å par la méthode de Warran-Averbach et de 118Å par la méthode de Williamson-Hall, et en utilisant la relation de Scherrer, la taille est environ de 125Å. Pour la seconde kaolinite la taille obtenu est de 72Å par la méthode Warran-Averbach et de 99Å par la méthode Williamson-Hall. Pour la déformation dans la kaolinite KT2 et en utilisant la méthode Warran-Averbach, on a trouvé que la valeur moyenne de déformation était de 0,21, et par la méthode Williamson-Hall, elle était d'environ 0,28. De plus, la distribution granulométrique a été étudiée et il a été constaté que la taille prédominante de la kaolinite dans Kaolin DD1 est proche de 40 Å (de 41%) et celle de la kaolinite dans Kaolin KT2 est proche de 43 Å (de 42%).

La deuxième partie a été consacrée à l'étude de la phase principale de la mullite dans le kaolin après traitement thermique, où la symétrie cellulaire s'est avérée identique au système orthorhombique avec des constantes a = 7,660 Å, b = 7,553 Å et c = 2,8836 Å.

La taille de la plupart des cristaux (granules) de la phase étudiée varie entre (70 Å, 210 Å) dans le kaolin DD1 et entre (106 Å et 241 Å) dans le kaolin KT2, et ces résultats ont été confirmés par la méthode de Williamson-Hall. De plus, la distribution de la taille prédominante a été étudiée et elle a été de l'ordre de 117,6 Å pour le kaolin DD1 et de l'ordre de 68,2 Å pour la kaolinite KT2.

Mots clés: Diffraction sur poudre, kaolin DD1,kaolin KT2, Kaolinite , mullite, Taille des cristallites, Micro contrainte, Méthode de Warren-Averbach, Méthode de LWL, Méthode de Williamson-Hall, Distribution de la taille des grains, Correction de Lorentz, Phase principale.

Abstract

The first part of this work was devoted to the study of two types of kaolin found in the east of Algeria: Kaolin Jebel Dabbagh (DD1), which consists of two phases, halosite and kaolinite, Kaolin Tamzirt (KT2), which consists of several phases: kaolinite, quartz and mica. In this part, our work focused on kaolinite, which is the common phase of both powders (DD1 and KT2). After that, a Lorentz correction was applied to the obtained spectra leading to results which are identical to the spectra of the two powders (1DD and 2KT). To find the real function, we used a program according to the LWL method, which was necessary to study the microstructure (grain size and deformation) and to give the Fourier coefficients. To find the values of deformation and grain size, Warren-Averbach method and Williamson-Hall method were used. We also applied Scherrer relation in the case where the distortions are not present. It was found that the kaolinite in kaolin DD1 did not contain deformation, while the kaolinite in kaolin KT2 was affected by deformation, and this was confirmed by Williamson-Hall method, as well as by Fourier analysis. The average size of the crystals in kaolin DD1 for the studied phase is found to be 114Å by the Warran-Averbach method and 118Å by the Williamson-Hall method, and using the Scherrer relation, the size was found to be 125Å. For the second kaolinite the size obtained is 72Å by the Warran-Averbach method and 99Å by the Williamson-Hall method. For the deformation in the kaolinite KT2 and by using the Warran-Averbach method, it was found that the average value of deformation was 0.21, and by the Williamson-Hall method, it was around 0.28. Also, the grain size distribution was studied, and it was found that the predominant size of kaolinite in Kaolin DD1 is close to 40 Å (by 41%) and that of kaolinite in Kaolin KT2 is close to 43 Å (by 42%)

The second part was devoted to the study of the basic phase of mullite in kaolin after heat treatment, where the cell symmetry was found to be identical to the orthorhombic system with constants a = 7.660 Å, b = 7.553 Å and c = 2.8836 Å.

The size of most of the crystals (granules) of the studied phase varies between (70 Å, 210 Å) in kaolin DD1 and between (106 Å and 241 Å) in kaolin KT2, and these results are confirmed by the method of Williamson Hall. In addition, the predominant size distribution is studied and it was about 117.6 Å for DD1 kaolin and about 68.2 Å for KT2 kaolinite.

Key words: Powder diffraction, kaolin DD1,kaolin KT2, Kaolinite, mullite, Crystallite size, Micro constraint, Warren & Averbach method , LWL method, Williamson-Hall method Grain size distribution, Lorentz correction, Main phase.