Kingdom of Saudi Arabia
Imam Mohammad Ibn Saud Islamic University (IMSIU)
Faculty of Sciences – Department

تحضير وتوصيف بلورات $CsPbBr_3$ الأحادية البيروفيسكيتية

Synthesis and Characterization of $CsPbBr_3$ Perovskite Single Crystals

إعداد الطالب

محمد علي القحطاني

مشروع تخرج مقدم لقسم الفيزياء استكمالا جزئيا لمتطلبات الحصول
على درجة البكالوريوس في العلوم الفيزيائية

إشراف

د. محمود حزام

الفصل الدراسي الثالث 1446 هـ

1. المقدمــة والمسح الأدبي

1.1 تركيب البيروفيسكايت (Perovskite Structure)

سمي تركيب البيروفسكايت بهذا الاسم بسبب اكتشاف العالم الروسي اسمه ليف بيروفسكايت عن مركب ($CaTiO_3$). والبيروفيسكايت هو نوع من البُنى البلورية، يُعبّر عنها بالصيغة العامة ABX_3 حيث:

A : كاتيون كبير

B : كاتيون أصغر

X : أنيون

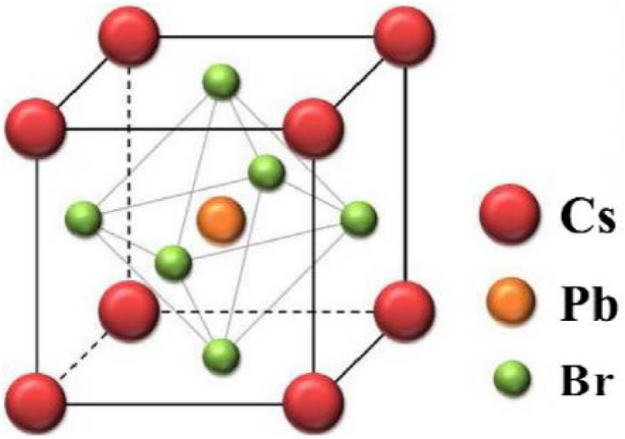
1.2 مركب $CsPbBr_3$ البيروفيسكيتي:

تعتبر مادة $CsPbBr_3$ إحدى المواد البيروفيسكيتية المهمة (انظر التطبيقات في الأسفل)، حيث تتكون بنيتها البلورية من العناصر التالية (انظر الشكل 1):

A- Cs^+ (سيزيوم) تمركز في زوايا المكعب

B - Pb^{2+} (رصاص) يقع في مركز المكعب

X - Br^- (بروم) يكوّن شبكة من 6 أنيونات تحيط بـ B



الشكل 1: البنية البلورية لـ $CsPBBr_3$

تتغير هذه البنية حسب درجة الحرارة:

- تحت 88 °م: البنية **معينية قائمة (Orthorhombic)**
- بين 88–130 °م: البنية **رباعية (Tetragonal)**
- فوق 130°م: البنية **مكعبية (Cubic)**

وبالتالي فإن الطور المستقر عند درجة حرارة الغرفة هو البنية المعينية القائمة (orthorhombic).

1.2.1 أهم التطبيقات

1. الخلايا الشمسية البيروفيسكيتية: يستخدم $CsPbBr_3$ كطبقة فعالة لامتصاص الضوء في خلايا البيروفسكايت الشمسية، حيث يحقق كفاءة تحويل ضوئي جيدة تصل إلى أكثر من 10% في بعض الدراسات، مع استقرار أعلى مقارنة بنظائره العضوية.

2. أجهزة الكشف عن الاشعة (X-ray Detectors) : نظرًا لاحتواء المركب على الرصاص، فإنه يمتلك قدرة عالية على امتصاص الأشعة السينية، مما يجعله مناسبًا لتقنيات التصوير الطبي والأمني.

تستمر الأبحاث في مجال بيروفسكايت $CsPbBr_3$ من أجل:

- تحسين الكفاءة والاستقرار في الخلايا الشمسية
- تطوير تقنيات تصنيع منخفضة التكلفة وصديقة للبيئة.
- الدمج مع تقنيات السيليكون لتقنيات خلايا شمسية هجينة (Hybrid Tandem Systems)
- استكشاف تطبيقات جديدة في الحوسبة الضوئية وأجهزة الذاكرة البصرية.

1.2,2 تفاعلات التحضير

يمكن تكوين بلورات مادة الـ $CsPbBr_3$ بدءا من المادتين الأوليتين: $CsBr$ و $PbBr_2$. إحدى مشاكل تحضير هذه المادة هو وجود أطوار أخرى وهي $CsPb_2Br_5$ و Cs_4PbBr_6. هذان الطوران لهما طاقة تكوين بلوري مقاربتان لطور $CsPbBr_3$، مما يسبب وجود هذه الأطوار بعد التحضير وبالتالي نقاوة أقل. وفيما يلي التفاعلات اللازمة لتكوين الأطوار الثلاثة:

$$CsBr + PbBr_2 \longrightarrow CsPbBr_3$$

$$CsBr + 2PbBr_2 \longrightarrow CsPb_2Br_5$$

$$4CsBr + PbBr_2 \longrightarrow Cs_4PbBr_6$$

التفاعل المطلوب لدينا هو التفاعل الأول. لكن عمليا عند استخدام الطرق الكيميائية في التحضير لا ينتج مركب $CsPbBr_3$ نقياً لكنه قد تنتج الأطوار أيضا حسب تفاوت نسب المولات (كما موضح في الأعلى) وحسب ذوبانية المواد الأولية في المذيبات المستخدمة.

1.2,3 التحضير الكيميائي باستخدام المذيب العاكس (Anti-Solvent)

تستخدم هذه الطريقة لترسيب بلورات من مواد مذابة، وذلك بإدخال كميات من مادة غير مذيبة (Anti-Solvent) مما ينتج عنه ترسب البلورات. وتعتبر هذه الطريقة منخفضة التكلفة وقد تم استخدامها

لتحضير بلورات بيروفيسكيتية كثيرة، إلا أنها تواجه مشكلة اختلاف ذوبانية المواد الأولية فيها، وبالتالي قد نحتاج إلى نسب مولات مختلفة عن تلك الموجودة في المعادلات الكيميائية.

في هذا البحث، تم استخدام هذه الطريقة لتحضير بلورات $CsPbBr_3$ وقد تم استخدام DMSO كمذيب، والإيثانول كمذيب عاكس.

1,3 طرق التوصيف

بعد تحضير البلورات، تم توصيفها بعدة طرق فيزيائية، وهي المجهر الإلكتروني الماسح، تحليل الأشعة السينية مشتتة الطاقة، وحيود الأشعة السينية. وفيما يلي توضيح لهذه التقنيات:

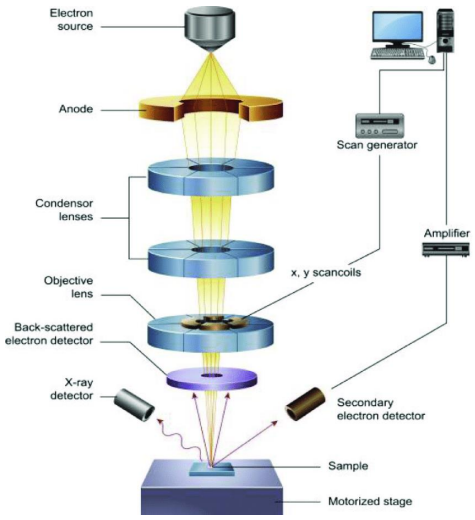
1,3,1 المجهر الإلكتروني الماسح (Scanning Electron Microscope - SEM)

يُعدّ المجهر الإلكتروني الماسح (SEM) من أعظم الاختراعات التي ساهمت في دفع عجلة البحث العلمي والتقدّم التكنولوجي. فبينما تقتصر المجاهر الضوئية على تكبير الأجسام حتى حدّ معيّن تحدّه طبيعة الضوء المستخدم، استطاع SEM أن يفتح نافذة جديدة لرؤية تفاصيل دقيقة لا تُرى بالعين المجرّدة، بدقة تصل إلى النانومتر !

المجهر الإلكتروني الماسح هو أداة متقدّمة تعتمد على استخدام حزمة من الإلكترونات بدلاً من الفوتونات الضوئية لفحص العينات. فعند توجيه هذه الحزمة نحو سطح العينة، تتفاعل الإلكترونات مع ذرات المادة، وتنتج عنها إشارات مختلفة، مثل الإلكترونات الثانوية أو الأشعة السينية، والتي تُجمّع وتُحلّل لتكوين صورة ثلاثية الأبعاد توضح طبيعة وتفاصيل سطح العينة.

يتكوّن المجهر الإلكتروني الماسح من عدة مكوّنات رئيسية تشمل مدفع الإلكترونات، والعدسات الكهرومغناطيسية، وحجرة العينة، وكاشفات الإشارات. يبدأ الجهاز بإطلاق شعاع إلكتروني مركز يمرّ عبر عدسات كهربائية تعمل على تركيزه، ومن ثمّ يُوجه هذا الشعاع نحو سطح العينة داخل غرفة مفرغة من الهواء (انظر الشكل 2).

عندما تصطدم الإلكترونات بسطح العينة، تُنتج عدداً من الإشارات المختلفة التي تحمل معلومات عن تضاريس السطح وتركيبه الكيميائي. ومن خلال تحليل هذه الإشارات، يمكن تكوين صورة دقيقة جدًا، قد تصل درجة تكبيرها إلى أكثر من مليون مرة.



الشكل 2: مكونات المجهر الإلكتروني الماسح

1.3.2 جهاز التحليل الكمي بالأشعة السينية مشتتة الطاقة (EDX)

يُستخدم المجهر الإلكتروني الماسح (SEM) للحصول على صور مفصلة لسطح العينات بدقة عالية، لكن في كثير من الحالات، لا تكفي الصورة وحدها، بل نحتاج إلى معرفة العناصر التي تتكوّن منها العينة. وكما ذكرنا سابقاً، ينتج عن تصادم الإلكترونات بالمادة أشعة سينية ذات دلالة مباشرة على أنواع الذرات المكونة للمادة. هنا يأتي دور جهاز **EDX**، وهو ملحق بجهاز المجهر الإلكتروني الماسح يُستخدم لتحليل التركيب الكيميائي بدقة مباشرة من داخل المجهر. فعند سقوط الإلكترونات من المجهر على سطح العينة، تُثار الذرات وتُصدر أشعة سينية خاصة بكل عنصر. يقوم جهاز EDX بالتقاط هذه الأشعة وتحليلها. بما أن لكل عنصر بصمته الخاصة من الأشعة السينية، يمكن تحديد نوع العناصر الموجودة ونسبها في العينة. يمكن لجهاز EDX أن يقوم بالقياسات التالية:

- يحدّد العناصر الموجودة في العينة (تحليل نوعي).
- يُعطي نسب تقريبية لتركيز كل عنصر (تحليل كمي).
- يُظهر خريطة لتوزيع العناصر على سطح العينة.
- يُستخدم مع صور المجهر للحصول على نتائج متكاملة.

1,3.3 حيود الأشعة السينية (X-Ray Diffraction – XRD)

حيود الأشعة السينية (XRD) idتقنية تحليلية تُستخدم لتحديد التركيب البلوري للمواد ، تعتمد هذه التقنية على تفاعل الأشعة السينية مع الذرات داخل المادة، يُستخدم لاستنتاج البنية الذرية. تقوم فكرة XRD على ظاهرة الحيود التي تحدث عندما تسقط أشعة سينية على مادة بلورية، فتنكسر أو تنعكس هذه الأشعة عن مستويات الذرات داخل البلورة بزوايا معينة. تقوم التقنية بقياس موجات الأشعة السينية المنكسرة بعد ذلك، ليحدد تداخلها البناء تفاصيل التركيب البلوري.

قانون براغ

في عام 1913، قام لورنس براغ (الابن) بتطوير قانون براغ (Bragg’s Law) الذي يفسر كيف تنكسر الأشعة السينية داخل البلورات، مما يمكّن العلماء من "رؤية" ترتيب الذرات داخل المادة. هذا القانون أصبح أساسًا لعلم البلورات بالأشعة السينية(X-ray Crystallography) ، وهو علم غيّر فهمنا للمواد الصلبة، والبروتينات، وحتى الحمض النووي لاحقًا. في عام 1915، حصل ويليام هنري براغ وابنه ويليام لورنس براغ معًا على جائزة نوبل في الفيزياء. الصيغة الأساسية التي تحكم هذا الحيود تُعرف بـ قانون براغ (Bragg’s Law) -انظر الشكل 3-

$$2d \sin\theta = n\lambda$$

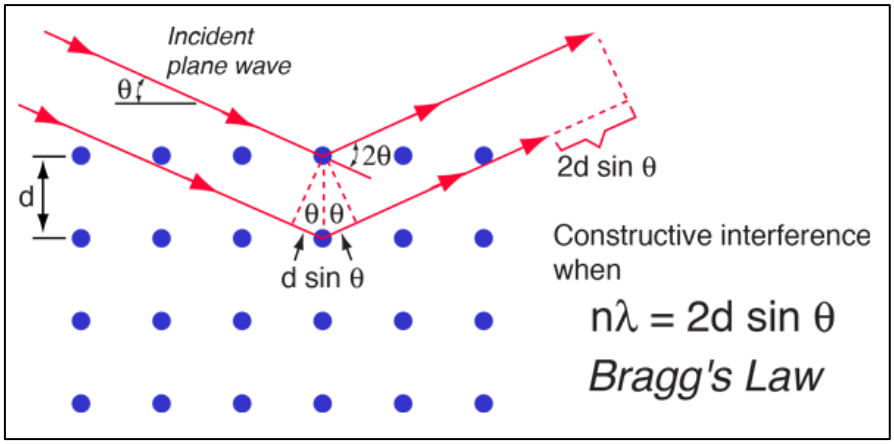
حيث:

n : عدد صحيح (مرتبة الحيود).

λ : الطول الموجي للأشعة السينية.

d : المسافة بين المستويات البلورية (Interplanar spacing)

θ : زاوية السقوط (زاوية براج).



الشكل 3: التداخل البناء للأشعة السينية المنكسرة عن البلورات (قانون براغ)

وفيما يلي خطوات العمل عند تحليل حيود الأشعة السينية:

- **تحضير العينة:** تُطحن العينة إلى مسحوق ناعم لتوزيع البلورات بشكل عشوائي.
- **تسليط الأشعة السينية:** يُسلَّط شعاع X-ray على العينة.
- **التقاط نمط الحيود:** يقوم كاشف (Detector) بتسجيل شدة الأشعة المنعكسة عند زوايا مختلفة.
- **تحليل البيانات:** يُستخدم برنامج لتحليل النمط ومقارنته بقاعدة بيانات لتحديد البنية البلورية والمركب.

1,4 أهداف المشروع

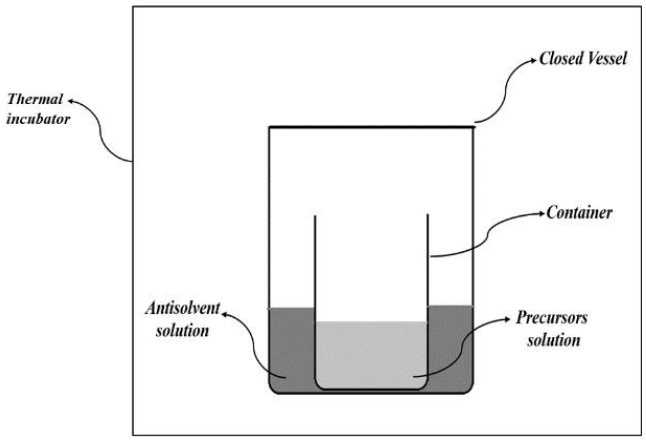
1. تحضير بلورات $CsPbBr_3$ بطريقة عاكس المذيب (Anti-Solvent)
2. دراسة تشكل البلورات المحضرة وتركيبها الكيميائي
3. دراسة البنية البلورية باستخدام تقنية حيود الأشعة السينية
4. دراسة تأثير التركيز (المولارية) على الطور البلوري للمادة

2. العمل التجريبي (التحضير والتوصيف)

2.1 تحضير بلورات $CsPbBr_3$ البيروفيسكيتية

يتم تحضير البلورات بالطريقة التالية:

- تذويب $PbBr_2$ و CsBr في مذيب عضوي (DMSO) بنسبة مولارية 1:1.5 , 1:1
- تقليب المحلول عند درجة حرارة الغرفة حتى يتم الذوبان الكامل
- وضعها في بيكر أكبر مع وجود (الايثانول) -انظر الشكل 4-
- تترسب البلورات عن طريق التبخر البطيء للإيثانول ودخوله في المحلول



الشكل 4: طريقة التحضير باستخدام طريقة المذيب العكسي

المواد المطلوبة

- CsBr (بروميد السيزيوم)
- $PbBr_2$ (بروميد الرصاص)
- مذيب عضوي (DMSO)
- مذيب عاكس (الإيثانول)
- وعاء للتفاعل ووعاء للمذيب العكسي
- تحريك مناسب (الخلاط المغناطيسي)

تنظيف الأدوات

حيث تم تنظيف الأدوات حسب الخطوات التالية على التوالي:

1- بحمض الكبريت
2- الماء و الصابون
3- الماء المقطرة
4- غسلها بالايثانول
5- تجفيفها بالهواء المضغوط داخل المجفف

طريقة التحضير

1- نبدأ في وضع المواد في الميزان الإلكتروني لقياس الكتل المطلوبة من مادتي CsBr و $PbBr_2$ حسب الجدول 1.

الجدول 1: تراكيز وكتل المواد الأولية التي تم استخدامها في التجارب

	Experiment No. 1 (1:1)	
	CsBr	**$PbBr_2$**
Molar ratio	1	1
Molarity (M)	0.267	0.267
Weight (g)	0.2841	0.4899
Total Input Weight	**0.7740**	
Total Output Weight	**0.4714**	
Yield الناتج	**61**	**%**

	Experiment No. 2 (1:1.5)	
	CsBr	**$PbBr_2$**
Molar ratio	1	1.5
Molarity (M)	0.267	0.4
Weight (g)	0.2841	0.7340
Total Input Weight	**1.0181**	
Total Output Weight	**0.6508**	
Yield الناتج	**64**	**%**

2- بعد التأكد من الكتل المطلوبة ووضعها داخل وعاء التفاعل نضيف معها المادة المذيبة (DMSO)10 مل

3- نضع الوعاء على الخلاط المغناطيسي لمده ساعة

4- بعد الخلط نفلتر المحلول باستخدام فلتر بحجم 450 نانو متر

5- نأتي بوعاء أكبر ونضع داخله إيثانول بكمية (12 مل) و ثم نضع وعاء التفاعل داخل وعاء المذيب العكسي (كما موضح في الشكل 4 أعلاه)

6- يبدأ ترسب وتكون البلورات -كما هو مبين في الشكل 5- بسبب تفاعل المذيب مع الغير مذيب عن طريق تبخر الغير مذيب ودخوله في محلول التفاعل.

الشكل 5: ترسب البلورات بعد التفاعل

7- تصفية البلورات من المحلول وتجفيفها ووزنها كما هو مبين في الشكل 6.

الشكل 6: البلورات بعد تصفيتها من المحلول وتجفيفها

8. طحن و تكسير البلورات وتجهيزها لدراستها و تحليلها

2,2 تحليل العينات

تم تحليل العينات باستخدام التقنيات التالية:

1. المجهر الإلكتروني الماسح (Scanning Electron Microscope - SEM) والمبين في الشكل 7، وذلك لدراسة شكل البلورات وحجم الحبيبات. كما أن جهاز EDX لتحليل العينات بالأشعة السينية ملحق بهذا الجهاز.

الشكل 7: المجهر الإلكتروني الماسح الذي تم استخدامه

(معهد الملك عبد الله لتقنية النانو، جامعة الملك سعود)

2. حيود الأشعة السينية (X-Ray Diffraction - XRD) -الشكل 8- لتحليل البنية البلورية وتحديد الطور البلوري لكل عينة.

الشكل 8: جهاز حيود الأشعة السينية الذي تم استخدامه

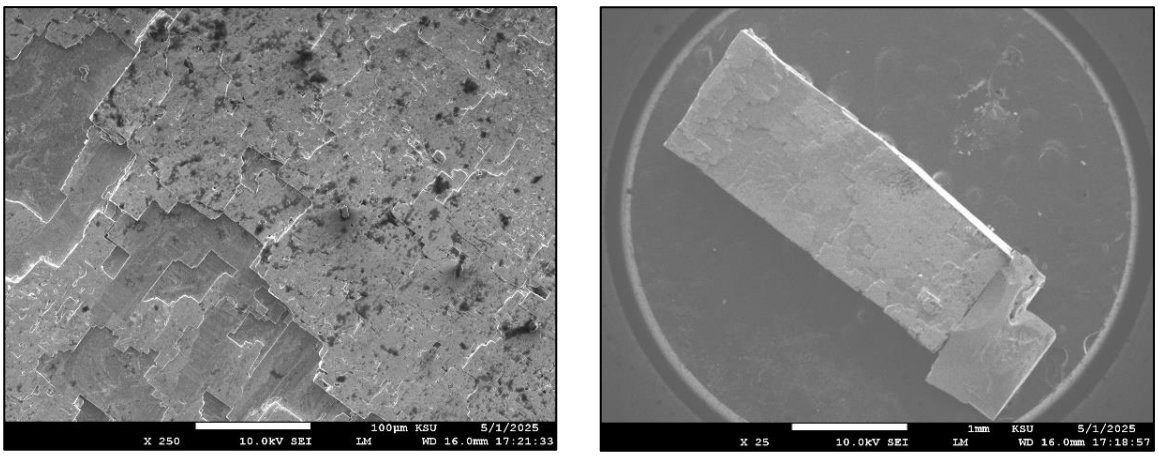
(معهد الملك عبد الله لتقنية النانو، جامعة الملك سعود)

3. النتـائـج والمنـاقشـــة

3.1 نتائج المجهر الإلكتروني الماسح (SEM)

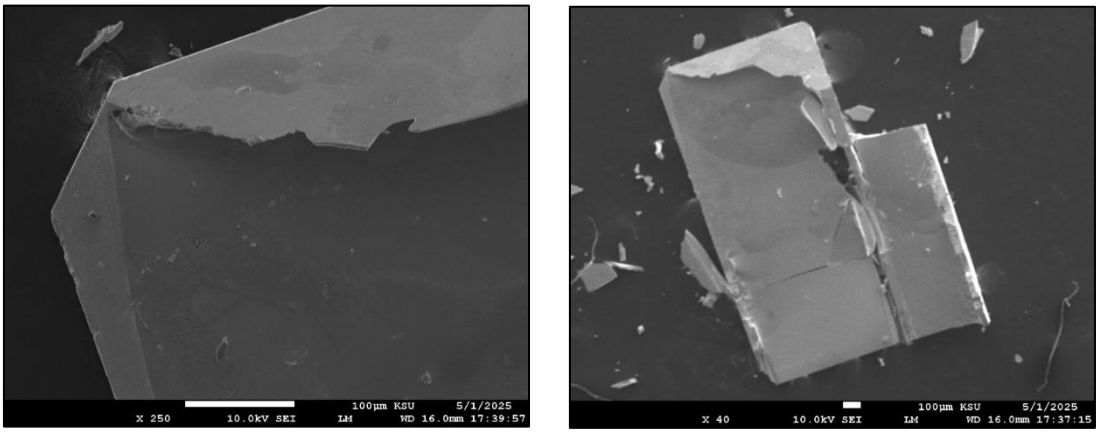
يبين الشكل 9 العينات قبل وضعها داخل المجهر الإلكتروني الماسح حيث وضعت العينات على لاصق موصل للكهرباء حتى لا تتشتت الإلكترونات الساقطة على العينة. بعد ما تم إدخال العينات، ووضع الشعاع الإلكتروني على العينة الأولى (1:1) تبين لدينا الصور في الشكل 10. وكما هو موضح في الصور فإن سطح المادة ليس أملساً بل إنها عبارة عن مناطق بلورية متلاصقة في بعضها البعض.

الشكل 9: تحضير العينات قبل إدخالها إلى المجهر الإلكتروني الماسح



الشكل 10: صور المجهر الإلكتروني الماسح للعينة (1:1) عند تكبير 25x (يمين) و تكبير 250x (يسار)

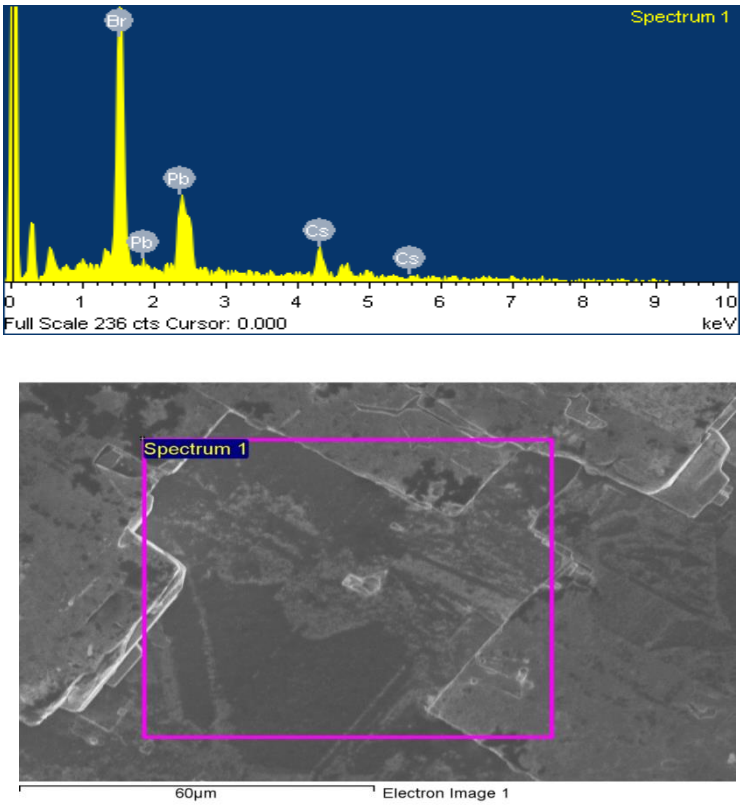
أما بالنسبة للعينة الثانية (1:1.5)، فإن خشونة السطح ليست ظاهرة مما يدل على أنها عبارة عن بلورات أحادية، كما هو مبين في الشكل 11.



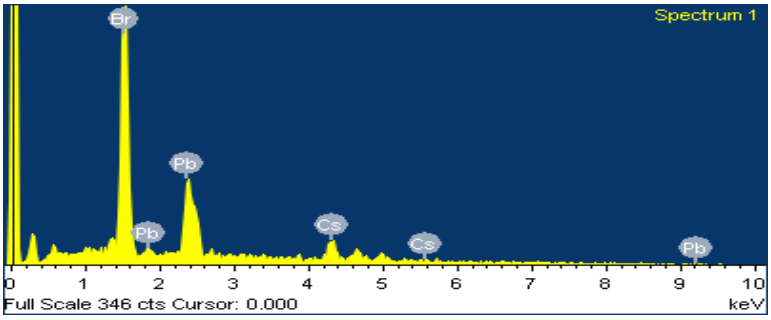
الشكل 11: صور المجهر الإلكتروني الماسح للعينة (1:1.5) عند تكبير 40x (يمين) و تكبير 250x (يسار)

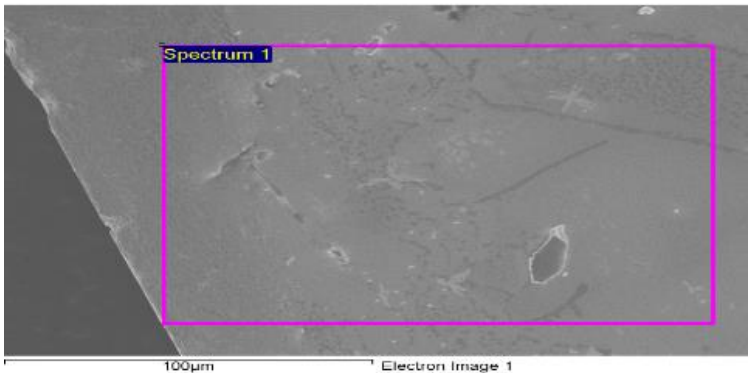
3,2 نتائج جهاز التحليل الكمي بالأشعة السينية (EDX)

يظهر الشكل 12 والشكل 13 نتائج EDX للعينتين (1:1) و (1:1.5) على التوالي.



الشكل 12: منحنى EDX للعينة الأولى (1:1)





الشكل 13: منحنى EDX للعينة الثانية (1:1.5)

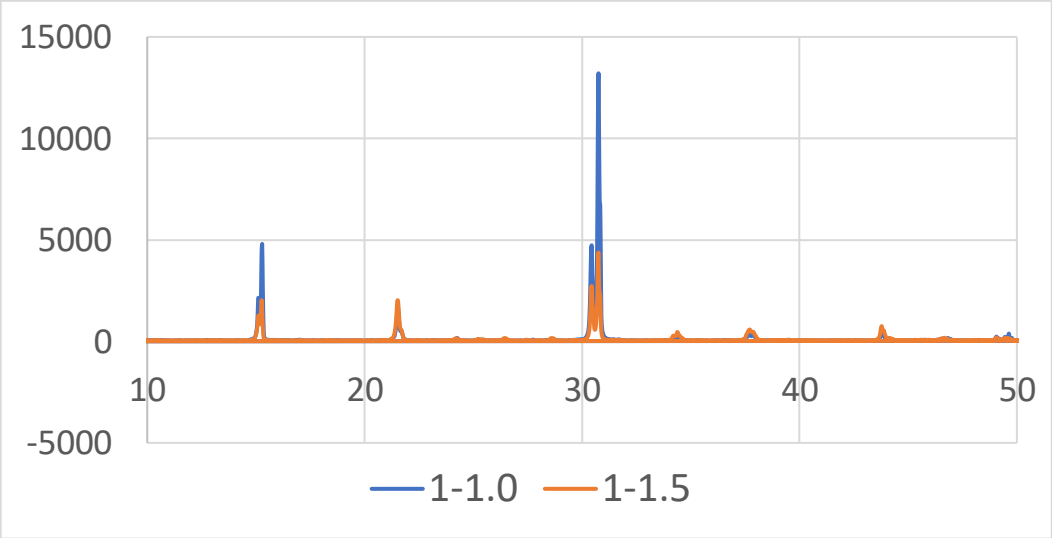
ويبين الجدول 2 نتائج التحليل الكمي للعينتين. وحسب النتائج، تبين أن 1.5 : 1 كان توزيعها أفضل حيث أن النسب الذرية لـ Cs و Pb و Br تقترب من النسب الموجودة في اسم المركب $CsPbBr_3$ (1:1:3) بينما العينة 1:1 لم تحقق التوزيع المطلوب.

الجدول 2: النسب الذرية المئوية للعناصر والناتجة عن تحليل EDX

EDX Analysis	Cs	Pb	Br
1:1 ratio	24.78	16.31	58.91
1.5:1 ratio	20.77	18.40	60.83

3.3 نتائج حيود الأشعة السينية (XRD)

يبين الشكل 14 منحنيات حيود الأشعة السينية للعينتين، والذي بين أن التركيب البلوري للمادة هو المعين القائم (orthorhombic) حيث تمت مقارنة النتائج بقواعد بيانات حيود الأشعة السينية. كما نلاحظ أن كلا العينتين لا يوجد فيهما أطوار أخرى، وبالتالي كان التحضير ناجحاً في الحصول على طور نقي من مادة $CsPbBr_3$. كما نلاحظ أن أماكن القمم كانت متقاربة جداً، مما يعني أن ثوابت خلية الوحدة (unit cell) هي أيضاً متقاربة.



الشكل 14: منحنيات XRD للعينات

حساب ثوابت خلية الوحدة:

حسب النقاش أعلاه، تم اختيار العينة الأولى (1:1) لعمل الحسابات. وقد تم استخدام العلاقة التالية الخاصة بالبلورات المكعبة:

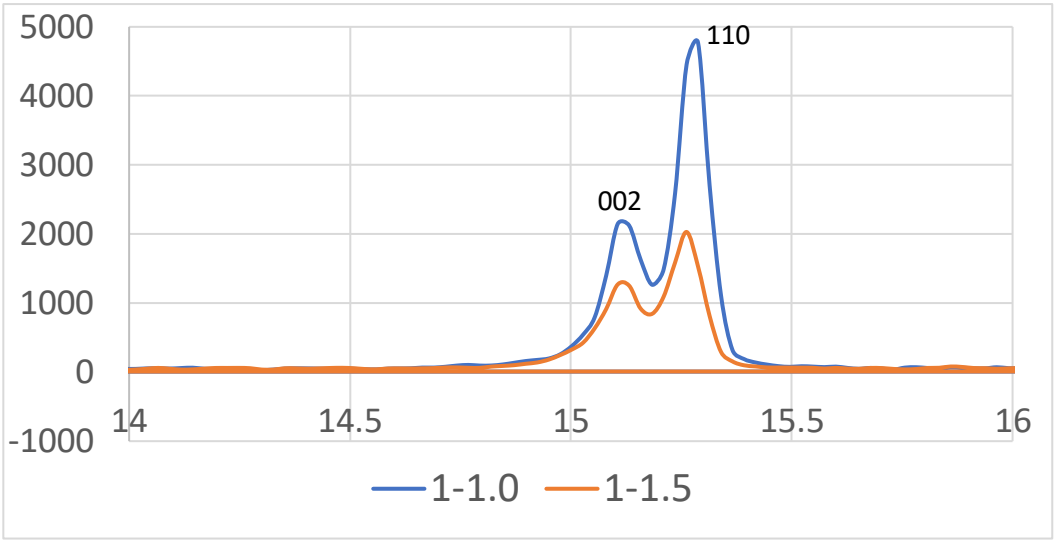
$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

وباستخدام قانون براغ:

$$2d \sin\theta = \lambda \Longrightarrow d = \frac{\lambda}{2 \sin\theta}$$

حيث $\lambda = 1.54$ Å وهو الطول الموجي للأشعة السينية الصادرة عن النحاس. وقد تم اختيار القمة 002 والقمة 040 والقمة 110 لعمل الحسابات واستخراج قيم a و b و c.

يبين الشكل 15 صورة مكبرة لمنحنيات XRD عند القمتين 002 و 110. وفيما يلي تفاصيل الحسابات الخاصة بهاتين القمتين.



الشكل 15: منحنيات XRD للعينات في منطقة القمتين 002 و 110

(1) **002 peak at: 2θ = 15.132**

$$\theta = 7.566$$

$$d = \frac{1.54}{2\ \sin(7.566)} = 5.848\ \text{Å}$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{0^2}{a^2} + \frac{0^2}{b^2} + \frac{2^2}{c^2}$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{4}{c^2}$$

$$\frac{1}{d} = \frac{2}{c}$$

$$c = 2d = 11.70\ \text{Å}$$

Reference value: $c = 11.88\ \text{Å}$

$$\%\ \text{error} = \frac{11.88 - 11.70}{11.88} \times 100 = 1.5\%$$

(2) 110 peak at: 2θ = 15.262

$$\theta = 7.631$$

$$d = \frac{1.54}{2\ \sin(7.631)} = 5.798\ \text{Å}$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1^2}{a^2} + \frac{1^2}{b^2} + \frac{0^2}{c^2}$$

$$\frac{1}{(5.80)^2} = \frac{1^2}{a^2} + \frac{1^2}{(8.26)^2}$$

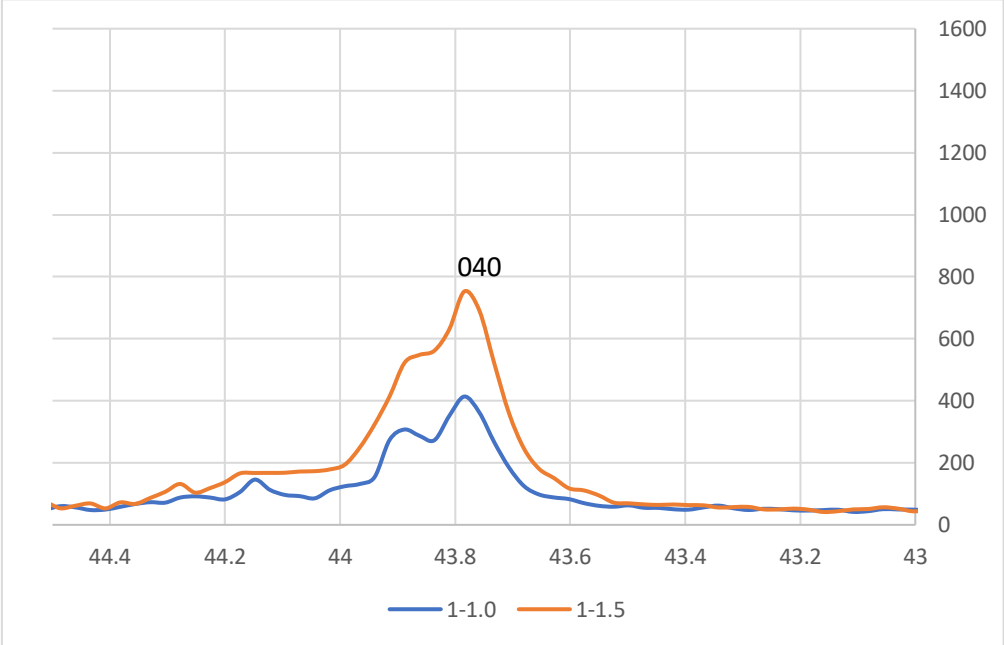
$$\frac{1}{a^2} = \frac{1}{(5.80)^2} - \frac{1}{(8.26)^2} = 0.0151$$

$$a = \sqrt{\frac{1}{0.0151}} = 8.14\ \text{Å}$$

Reference value: $a = 8.10$ Å

$$\%\ \text{error} = \frac{8.14 - 8.10}{8.10} \times 100 = 0.49\%$$

يبين الشكل 16 صورة مكبرة لمنحنيات XRD عند القمة 040. وفيما يلي تفاصيل الحسابات الخاصة بهاتين القمتين.



الشكل 16: منحنيات XRD للعينات في منطقة القمة 040

(3) 040 peak at: 2θ = 43.784

$$\theta = 21.892$$

$$d = \frac{1.54}{2\ \sin(21.892)} = 2.065\ \text{Å}$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{0^2}{a^2} + \frac{4^2}{b^2} + \frac{0^2}{c^2}$$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{16}{b^2}$$

$$\frac{1}{d} = \frac{4}{b}$$

$$b = 4d = 8.26\ \text{Å}$$

Reference value: $b = 8.45\ \text{Å}$

$$\%\ \text{error} = \frac{8.45 - 8.26}{8.45} \times 100 = 2.25\%$$

4. الخاتمة

يُعتبر مركب $CsPbBr_3$ من المواد الواعدة في مستقبل التكنولوجيا البصرية والإلكترونية، خاصة في مجالات الخلايا الشمسية والـ LEDوأجهزة الاستشعار. وعلى الرغم من التحديات المرتبطة به، فإن خصائصه المتميزة تدفع العلماء لتكثيف الجهود نحو تحسينه والاستفادة القصوى من إمكانياته. وقد تم في هذا البحث تحضير بلورات أحادية باستخدام تقنية المذيب العكسي. نتج عن هذا البحث أن استخدام تراكيز (1:1.5) من المادتين الأوليتين ($CsBr:PbBr_2$) يعطي نتائج أفضل في البنية البلورية وفي الناتج الإجمالي للمادة المحضرة. بينت نتائج حيود الأشعة السينية أن المواد المحضرة لديها قيم خلية الوحدة $a = 8.14\ \text{Å}$ ، $b = 8.26\ \text{Å}$ ، $c =$ 11.70 Å وهي قريبة من القيم المرجعية بنسبة خطأ لا تتعدى 2.25%.

5. المراجع

عن البيروفسكايت:(Perovskite Structure)

1. Mitzi, D. B. (2001). *Synthesis, structure, and properties of organic-inorganic perovskites and related materials*. Progress in Inorganic Chemistry, 48, 1–121.
2. Park, N. G. (2013). *Perovskite solar cells: An emerging photovoltaic technology*. Materials Today, 18(2), 65–72.
3. Kojima, A., Teshima, K., Shirai, Y., & Miyasaka, T. (2009). *Organometal halide perovskites as visible-light sensitizers for photovoltaic cells*. Journal of the American Chemical Society, 131(17), 6050–6051.

عن المجهر الإلكتروني الماسح:(SEM)

4. Goldstein, J., Newbury, D., Joy, D., Lyman, C., Echlin, P., Lifshin, E., ... & Sawyer, L. (2003). *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis* (3rd ed.). Springer.
5. Reimer, L. (1998). *Scanning Electron Microscopy: Physics of Image Formation and Microanalysis*. Springer.

عن جهاز التحليل الطيفي بالأشعة السينية (EDX)أو (EDS)

6. Williams, D. B., & Carter, C. B. (2009). *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science* (especially chapters on EDX analysis). Springer.
7. Friel, J. J. (2003). *Practical Guide to Energy Dispersive X-ray Spectrometry*. ASM International.

عن حيود الأشعة السينية:(XRD)

8. Cullity, B. D., & Stock, S. R. (2001). *Elements of X-ray Diffraction* (3rd ed.). Prentice Hall.
9. Klug, H. P., & Alexander, L. E. (1974). *X-ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials*. Wiley-Interscience.