الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

رقم الترتيب :

رقم التسلسل:

جامعة الشهيد حمه لخضر كلية العلوم الدقيقة

قسم الفيزياء

مذكرة تخرج لنيل شهادة

ماستر أكاديمي

مجال : علوم المادة

تخصص : فيزياء تطبيقية إشعاعات وطاقة

من إعداد:

بريغي إناس- عطيلي مريم

الموضوع :

تحضير هلام السليكا إنطلاقا من رمال السليكا لمنطقة تندلة-الوادي

نوقشت يوم : 2020/09/23

أمام لجنة المناقشة المكونة من الأساتذة:

زواري أحمد فاطمة	أستاذة مساعدة – أ-	رئيسة
ليتيم فتحي	أستاذ محاضر –ب-	ممتحنا
مفتاح نسيمة	أستاذة محاضرة –أ-	مؤطرة

الموسم الجامعي : 2020/2019

بسم الله الرحمان الرحيم

﴿ سبحانك لا علم لنا إلا ما علمتنا إنك

أنت العليم الحكيم ﴾ البقرة.32

صدق الله العظيم

الإهداء

إلى أكبر معاني الحب والعطاء والحنان والتضحية إلى أنهار لا تنضب

ولا تجف و لاتتعب متدفقة دائما بالكثير من العطف الذي لاينتهي**" أمي الحنونة "**

إلى سندي بعد المولى عزوجل إلى الصديق والحبيب الذي لايغفو قلبه

إلا بعد أن تغفو جميع القلوب إلى الأمان**"أبي العزيز "**

اسأل الله العلي القدير أن يمدهما بالصحة والعافية ويطيل في عمرهما

إلى من زرع في داخلي طموحا يدفعني نحو الأمام إلى مستقبل ناجح إلى من رأى في نفسي مالم أره إلى**" روح جدي الطاهرة "**

إلى **إخوتي** إلى **عائلتي** إلى **صديقاتي**

إلى كل من جاد علينا ولو بحرف في سبيل **طلب العلم**

اهدي ثمرة جهدي هته راجينا من المولى عزوجل أن تلقى القبول والرضا .

بريغي إيناس

أهدي هذا العمل المتواضع .

إلى أغلى ما أملك في هذه الدنيا إلى ينبوع الحنان إلى من وضعت

تحت قدميها الجنان رمز العطاء و الأمان **..... أمي الحبيبة .**

إلى روح زكية طاهرة يأبى قلبي أن ينساها و دوما يدعو لها بالرضى من

عند مولاها ..... **أبي الغالي** رحمه الله و أسكنه فسيح جنانه .

إلى من كان لي نعم السند في مسيرتي العلمية و البحثية شريك عمري رفيق

دربي نور حياتي ..... **زوجي العزيز** .

إلى من ساعدوني في تحقيق مرادي **..... أخي و أخواتي** .

إلى من برفقتهم حققت نجاحاتي **..... صديقاتي** .

إلى الذين مهدوا لـــي طريق العلم و المعرفة و لم يتوانوا في مد يد العون لي **أساتذتي الأفاضل** و في الأخير نسأل الله أن يجعل هذا العمل نبراسا لكل طالب علم .

عطيلي مريم

شكر وتقدير

الحمد لله أقصى مبلغ الحمد والشكر لله من قبل ومن بعد سبحانك يا ربنا لك الحمد والشكر حمدا طيبا مباركا فيه واشهد أن لاإلاه إلا الله وحده لا شريك له وأن محمد عبده ورسوله

الحمد لله سبحانه وتعالى الذي وفقنا لهذا العمل وما كنا لنهتدي لولاه

نتقدم بأسمى أبات التقدير والعرفان لجامعة الشهيد حمه لخضر – الوادي- كلية العلوم الدقيقة وكل القائمين عليها بداية من السيد عميد الكلية والأساتذة الكرام

يشرفنا أن نوجه كلمة ثناء وشكرفي حق الأستاذة الفاضلة **"مفتاح نسيمة "** على اقتراحها لهذا الموضوع وعلى مابذلته معنا من مجهود قيم ومثمر من أجل أن نرتقي ونتقدم وكان لها الفضل في تمكيننا من إتمام هته الرسالة

ولا يسعنا في هذا المقام إلا أن نشكر الأستاذة **"زواري احمد فاطمة "**على تقبلها رئاسة لجنة المناقشة وكذا الأستاذ **"ليتيم فتحي"**على قبولها مناقشة المذكرة

كما يسعدنا أن نتقدم بجميل العرفان لمخبر الموارد الصحراوية ترقيتها وتكنولوجيتها **(VTRS)**التابع لكلية التكنولوجيا على رأسه الأستاذ الفاضل**"حمزة طليبه "**هذا ولاننسى مخبرالكيمياء التابع لكلية العلوم الدقيقة الذي تم فيه جزء كبير من عملنا وكل العاملين فيه

الشكر كل الشكر لكافة الأساتذة بكلية العلوم الدقيقة خاصة قسم الفيزياء الذين اشرفوا على تعليمنا طيلة السنوات الفارطة

الفهـــــــــــرس

الإهداء ..... **I**
شكر وتقدير ..... **II**
فهرس المحتويات ..... **III**
فهرس الأشكال ..... **V**
فهرس الجداول ..... **VII**
قائمة الرموز ..... **VIII**
المقدمة **01**

الفصل الأول: عموميات حول الرمال والكوارتز

المقدمة 02
I-1-الكثبان الرملية 02
I-2- أشكال الكثبان الرملية 03
I -2-1-الكثبان الهلالية 03
I-2-2- الكثبان المقوسة 03
I-2-3-الكثبان العرضية 04
I-2-4- الكثبان الطولية 04
I-2-5-الكثبان النجمية 04
I-3-الرمل 05
I-3-1- الخصائص الفيزيائية للرمل 05
I-3-2-قياس الحبات 06
I-3-3-المكونات الكيميائية للرمل 06
أ- معادن أولية 06
ب- معادن ثانوية 06
I.-4-رمال السيليكا 07
I-5- مادة السليكا 07
I-5-1- الخواص الفيزيائية والكيميائية للسليكا 07
أ- الخواص الفيزيائية 07
ب- الخواص الكيميائية 08
I-6-الكوارتز(Quartz) 09
I-6-1- البنية البلورية للكوارتز 09
I -7-هلام السليكا (Gel de silice) 12
I-7-1-خصائص هلام السليكا 12
I.-8- استخدامات رمال السليكا 13
I-9- مجالات استخدام هلام السليكا 13
الخلاصة 14

الفصل الثاني : الطرق التجريبية المستعملة

مقدمة 15
II-1- طرق التحليل الطيفي المستخدمة 15

II-1-1- مطيافية انعراج الأشعة السينية 15
II-1-1- 1- مصادر الأشعة السينية 16
II-1-1-2-حيود الأشعة السينية 17
II-1-1-2-1- مبدأ الحيود 17
II-1-1-2-2- قانون براغ 17
II-1-1-3- الجهاز ومبدأ القياس..... 18
II-1-1-4-طريقة المسحوق باستعمال العداد 18
II-1-1-5- تحضير العينة لإجراء قياس بواسطة حيود الأشعة السينية 19
II-1-1-6-برامج تحليل المعطيات 19
أ- برنامج X'pert..... 19
ب- برنامج (Match) 20
II-1- 2- مطيافية امتصاص الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه (FTIR) 21
II-1- 2-1- الأشعة تحت الحمراء 21
II-1-2-2- مصادر الأشعة تحت الحمراء..... 22
II-1-2-3- مبدأ مطيافية الأشعة تحت الحمراء 22
II-1-2-4- أنماط الاهتزازات الجزيئية 22
أ- اهتزازات التمدد..... 22
ب- اهتزازات التشوه 23
II-1-2-5- النموذج الميكانيكي لعملية التمدد الاهتزازي 24
II-1-2-6- مطياف الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه (FTIR)..... 25
II-1-2-7- الجهاز المستعمل..... 27
II-1-2-8- تحضير العينة للقياس 28
II-1-3- المجهر الإلكتروني الماسح (MEB) 28
II-1-3-1-مبدأ عمل المجهر الإلكتروني الماسح 28
II-1-3-2- الجهاز ومبدأ القياس 29
II-1-3-3- الجهاز المستعمل 31
II-1-3-4- تحضير العينة 31
الخلاصة 32

الفصل الثالث: النتائج التجريبية ومناقشتها

مقدمة 33
III-1- جمع وتحضير العينات 33
III-2- نتائج قياسات مطيافية الامتصاص للأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه 33
III-2-1-دليل تبلور الكوارتز 36
III-3- نتائج القياس بالمجهر الإلكتروني الماسح 37
III-4- تجربة استخلاص هلام السليكا انطلاقا من الرمل 39
III-4-1- استخلاص هلام السليكا بطريقة sol-gel 39
III- 4-1-1- تحضير سيليكات الصوديوم 39
الخلاصة 44
الخاتمة العامة..... 45
المراجع..... 46

فهرس الأشكال

الفصل الأول	
الشكل (I-1): تكون الكثبان الرملية	03
الشكل(I-2): الكثبان الهلالية.....	03
الشكل(I-3): الكثبان العرضية.....	04
الشكل(I-4): الكثبان الطولية.....	04
الشكل(I-5): الكثبان النجمية	05
الشكل(I-6): الأشكال العيانية لحبات الرمل	05
الشكل(I-7):أقسام حبيبات التربة وفقا لأحجامها حسب نظم التقسيم المختلفة.....	06
الشكل (I-8): حجر الكوارتز.....	09
الشكل (I-9): البنية البلوريةلـ SiO_4	10
الشكل (I-10) : البلورة المكعبة للكوارتز	10
الشكل (I-11): مادة هلام السليكا	12
الفصل الثاني	
الشكل (II-1): الطيف الكهرومغناطيسي.....	16
الشكل (II-2): رسم توضيحي مبسط لأنبوب الأشعة السينية	17
الشكل (II-3): رسم تخطيطي يوضح انعراج الأشعة السينية	18
الشكل (II-4): رسم تخطيطي لجهاز انعراج الأشعة السينية	19
الشكل (II-5): واجهة برنامجX'pert	20
الشكل(II-6): واجهة برنامج ماتش	21
الشكل (II-7): اهتزازات التمدد المتناظرة وغير المتناظرة	23
الشكل(II-8): اهتزازات التشوه المختلفة	24
الشكل(II-9): رسم تخطيطي للهزاز التوافقي	24
الشكل (II-10): مخطط جهاز مطيافية الأشعة تحت الحمراء.....	26
الشكل (II-11): مطياف FTIR المستعمل في الدراسة.....	27
الشكل (II-12): الأدوات المستعملة.....	28
الشكل (II-13): رسم تخطيطي لجهاز المجهر الإلكتروني الماسح.....	30
الشكل (II-14): جهاز المجهر الإلكتروني الماسح المستعمل	31
الفصل الثالث	

الشكل (III-1): شكل يوضح العينة والكثيب والموقع الجغرافي للمنطقة المأخوذة منها العينة	33
الشكل (III-2): طيف FTIR لعينة من رمل منطقة تندلة-الوادي.....	34
الشكل (III-3) :طريقة تحديد قيم الامتصاص انطلاقا من خط الأساس	37
الشكل (III-4): صور لعينة الرمل بواسطة المجهر الإلكتروني الماسح MEB....	37
الشكل (III-5): أحد أطياف تحليل EDX للعينة المدروسة.....	38
الشكل (III-6) : صور توضح عملية الغسل (أ) والترشيح (ب)	39
الشكل (III-7): العينتان بعد عملية التجفيف	40
الشكل (III-8):صور بالمجهر الالكتروني الماسح لهلام السيليكا بتكبيرات بصرية مختلفة a× 120000 وb× 24000	41
الشكل (III-9): صورة مجهرية من جل السليكا التونسي القائم على رمل الكوارتز	42
الشكل (III-10): سيليكات الصوديوم المتشكلة.....	43
الشكل (III-11): هلام السليكا المتحصل عليه.....	43

فهرس الجداول

الفصل الأول	
الجدول (I-1):التحاليل الكيميائية لرمال الكثبان لمناطق مختلفة من العالم.....	07
الجدول (I-2): الخواص الفيزيائية لثنائي أكسيد السيلكون البلوري وغير البلوري.....	08
الجدول (I-3): تفاعل ثاني أكسيد السيلكون مع بعض المواد.....	08
الجدول (I-4):خواص الكوارتز الفيزيائية	11
الجدول (I-5): الصيغ البلورية لثنائي أكسيد السليكون المهمة.....	11
الفصل الثالث	
الجدول (III-1): أهم أشرطة الامتصاص المسجلة والمجاميع الوظيفية وأنماط الاهتزاز الموافقة لها للعينة المدروسة	35
الجدول (III-2): يوضح النسب المئوية للعناصر المكونة لمنطقة من العينة حسب تحليل EDX	38
الجدول (III-3): يوضح النسب المئوية للعناصر المكونة لمنطقة أخرى من العينة حسب تحليل EDX	38
الجدول (III-4): ظروف توليف هلام السليكا و خصائصه.....	42

فهرس الرموز

الرمز	المعنى
SiO_2	ثاني أكسيد السليسيوم
XRD	انعراج الأشعة السينية
MEB	المجهر الإلكتروني الماسح
FTIR	الأشعة تحت الحمراء بتحويل فوربيه
λ	الطول الموجي للأشعة
d_{hkl}	المسافة الشبكية لمجموعة المستويات (hkl)
Kbr	بروميد البوتاسيوم
EDX	تشتت الطاقة بالأشعة السينية
μ	الكتلة المختزلة
θ	زاوية انعراج الأشعة السينية
K	ثابت مرونة النابض
ω_0	التردد الزاوي
ν_0	تردد الاهتزاز
σ_0	العدد الموجي
ASTM	الجمعية الأمريكية لاختبار المواد
USDA	وزارة الزراعة الأمريكية
ISSA	الجمعية الدولية لعلوم التربة
CSSC	النظام الكندي لتصنيف التربة
α	الشكل البلوري للكوارتز عند درجة 573م° والضغط الجوي العادي
β	الشكل البلوري للكوارتز عند درجات حرارة الاعلى من573م°

المقدمة العامة

مقدمة عامة

تغطي الرمال ما يقارب ملايين كيلومتر مربع من مساحة الكرة الأرضية و يتركز معظمها في المناطق الصحراوية والتي تشكل 20% من سطح الأرض[1].تتوفر الصحراء الجزائرية على مخزون هائل من رمال السليكا التي تغطي نسبة % 40 من مساحتها والتي تعد مصدر طبيعي محليا مجانيا لمادة الكوارتز الذي يمثل أكثر من% 70 من تركيبة الرمل بالصحراء الجزائرية [2].

يعتبر الكوارتز قاعدة أساسية للعديد من المجالات الحيوية إذ يستخدم في تصنيع الزجاج, السيراميك وفي مجال البصريات, علم الإلكترونيك و غيرة. وكذلك في صناعة أجهزة قياس الوزن الدقيقة [3].

يتكون الكوارتز من إتحاد ذرات الأكسجين والسليسيوم هذا مايجعل منه مصدر جيد للوصول الى هلام السليكا إذ يدخل هذا الأخير في العديد من التطبيقات في مجال الصناعة,النقل, الطب وغيرها نظرا لقدرته على امتصاص الرطوبة الزائدة والمحافظة على سلامة الأجهزة والأغراض. لقد كانت هناك مساهمة سابقة في مجال دراسة تشخيصية لرمل منطقة الوادي[4] فكانت ذات نتائج محفزة تفيد بأن رمل المنطقة يحتوي على نسبة عالية من الكوارتز والذي يعتبر أحد الأشكال المتبلورة للسليكا أي أن رمال منطقة الوادي هي رمال سليكا بإمتياز, الأمر الذي جعلنا نسعى لإتمام ما توصل إليه زملائنا من قبل فجاءت مذكرتنا تحت عنوان **"إستخلاص هلام السليكا إنطلاقا من رمال السليكا لمنطقة تندلة-الوادي "** لمواصلة سلسلة البحث العلمي ضمن هذا المجال.

ومن هذا المنطلق يمكننا أن نلخص إشكالية بحثنا فيما يلي:

- **كيف يتم إستخلاص هلام السليكا من الرمل؟**
- **ماهي بنية هذا الهلام المستخرج؟**

ومن أجل معالجة هذه الإشكالية إرتأينا أن تحمل مذكرتنا في جعبتها مقدمة عامة وثلاث فصول وخاتمه عامة حيث جاء الفصل الأول بعنوان **"عموميات حول الرمال والكوارتز"** فصلنا فيه عن الكثبان الرملية و رمال السليكا و عنصر الكوارتز بنيته وتركيبته وهلام السليكا وأهم التطبيقات.

أما الفصل الثاني فكان محطة لدراسة الطرق التحليلية الطيفية المستعملة في تشخيص الرمل إذ تمثلت في تقنية الانعراج الأشعة السينية وتقنية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فوريي وتقنية المجهر الالكتروني الماسح. وجاء الفصل الثالث ليمثل الجزء التطبيقي من موضوع الدراسة حيث اشتمل على نتائج القياس الطيفي للتقنيات المستعملة ومناقشتها كما تضمن نتائج تجربة استخلاص هلام السليكا ومناقشتها

وتوجت هاته المذكرة بخلاصة عامة تتضمن النتائج المتوصل إليها بعد معالجة الإشكالية المطروحة في المذكرة.

الفصل الاول

عموميات حول الرمال والكوارتز

مقدمة

تتوفر الصحراء الجزائرية على مخزون هائل من الرمال التي تغطي أكثر من 40% من مساحتها والتي تعد مصدرا طبيعيا محليا مجانيا لمادة الكوارتز التي تمثل أكثر من 70% من تركيب الرمل بالصحراء الجزائرية [2].الأهمية العلمية لمادة الكوارتز والتطبيقات المذهلة في مختلف المجالات خاصة في مجال النانو تكنولوجيا التي توصلت إليها الأبحاث في مختلف مناطق دول العالم دفعنا للخوض في دراسة هذه المادة الحيوية. ولعلى من أهم ما يثير فضولنا وفكرنا عن هذه المادة ما تحتويه من مكونات ومعادن إن استغلت بالطريقة المطلوبة ستكون نقطة تحول في المسار العلمي والاقتصادي لدول العالم.

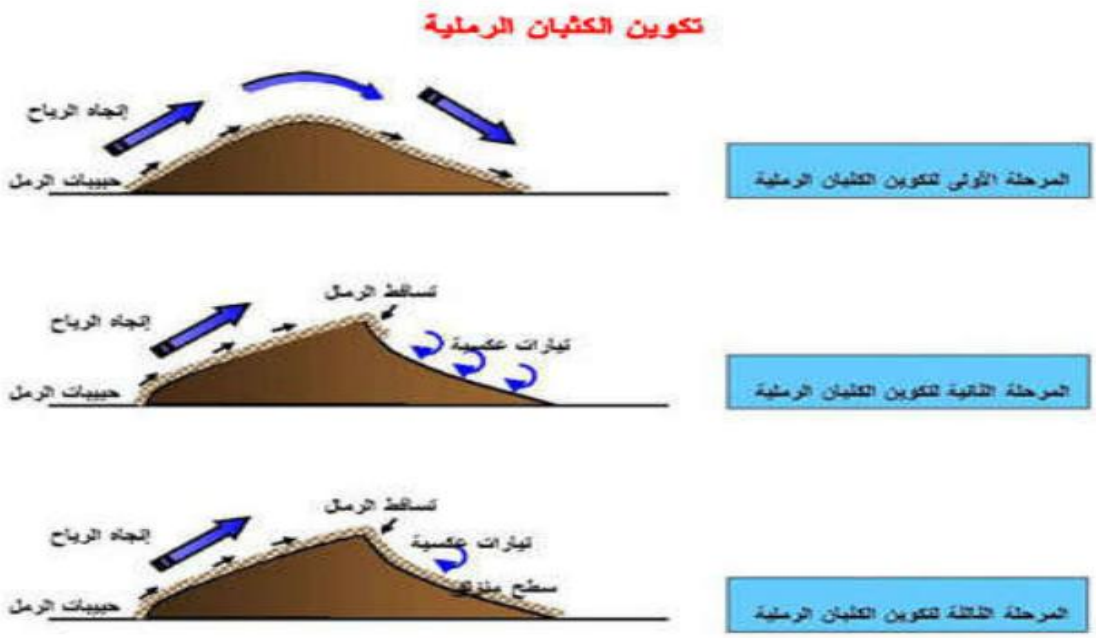
I-1-الكثبان الرملية:

هي عبارة عن تجمعات لرواسب ذات أحجام مختلفة وقد تكون ذات مساحات ضخمة وتنتقل بواسطة الرياح وغالبا مايكون مصدرها من الصخور الرسوبية المفتتة أو من صخور نارية متحولة نتيجة لعوامل التعرية و التجوية بالإضافة إلى عاملي الأمطار والرياح[5].ويمر تكون الكثيب الرملي بالمراحل التالية:

1.عندما تضعف قوة الرياح تتساقط حمولتها من الرمال متجمعة فوق بعضها وتتراكم عادة على الجانب المواجه لاتجاه الرياح، وقد يتبقى بعضها في أعالي الكثيب،ويتدحرج بعضها الآخر على الجانب المعاكس.

2.تنحدر الرمال من أعالي الكثيب بفعل الجاذبية الأرضية تحت أقدام الجانب المعاكس لاتجاه الرياح،ويكون انحدار شديد بفعل التيارات العكسية، إذ ما قورن بدرجة انحدار السطح المواجه لاتجاه الرياح.

3.يظهر الاختلاف واضحا بين كل من الانحدار البسيط المواجه للرياح والانحدار الشديد المعاكس لها، إذ تتجمع الرمال وتنحدر تدريجيا بفعل الجاذبية على الجانب الآخر،الذي يتميز بتأثره بفعل الدوامات الهوائية (التيارات العكسية)،التي تساهم بدورها في ارتكاز بعض حبيبات الرمال فوق الكثيب وتحول دون هبوطها تحت أقدام الانحدار المظاهر لاتجاه الرياح[6] .



الشكل (I-1): تكون الكثبان الرملية[6].

I-2- أشكال الكثبان الرملية:

I-2-1-الكثبان الهلالية: هي في أصلها كثبان عرضية تلتوي أطرافها بفعل الرياح والتي تهب في اتجاه واحد سائد[5].

الشكل(I-2): الكثبان الهلالية[6].

I-2-2- الكثبان المقوسة: وهي شبيهة بالكثبان الهلالية، ولكن اتجاه الرياح معاكس ويتم تحريك الرمال من وسط الكثيب بينما تبقى الأطراف مثبتة بالأعشاب[5].

I-2-3-الكثبان العرضية: هي التي تمتد في وضع متعامد مع اتجاه الرياح حيث تتراكم رمال الكثيب في شكل طبقات متقاطعة تظهر هوامشها مغطاة بطبقات رملية محدثة بزوايا مختلفة[5].

الشكل(I-3): الكثبان العرضية[6].

I-2-4- الكثبان الطولية: تودي الرياح الشديدة إلى نحافة الكثبان و إلى إطالة جانبيه ثم إلى تقطيعه فينتج عن ذلك الكثبان الطولية [5].

الشكل(I-4): الكثبان الطولية[6].

I-2-5-الكثبان النجمية: وهي الكثبان التي تتشكل نتيجة لتغير اتجاه الرياح في منطقة تجمع الرمال وتتكون في مناطق مفتوحة معرضة لعدة أنواع من الرياح الموسمية المتغيرة[5].

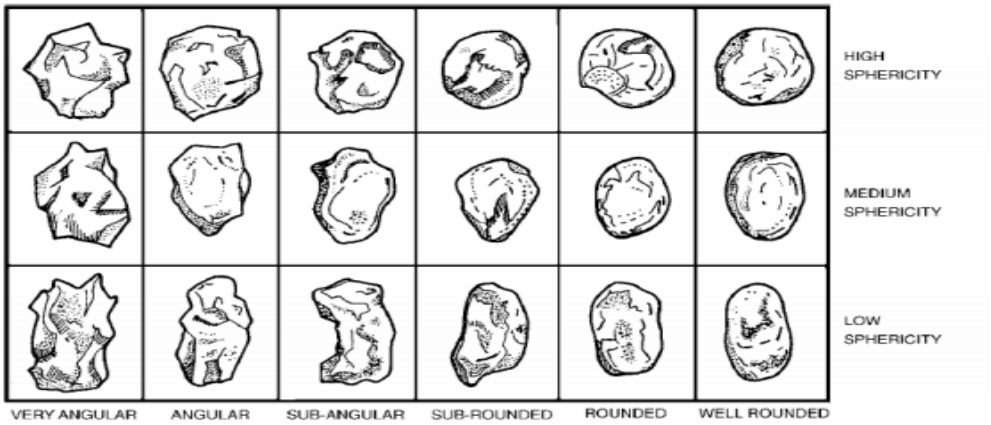
الشكل(I-5): الكثبان النجمية[6].

I-3-الرمل:

هو مادة طبيعية تتكون من خليط حبيبات أبعادها بين 2-0.063 مليمتر و تختلف في أحجامها وفي درجة استدارتها، تتكون معظمها من مادة الكوارتز[7].

I-3-1- الخصائص الفيزيائية للرمل:

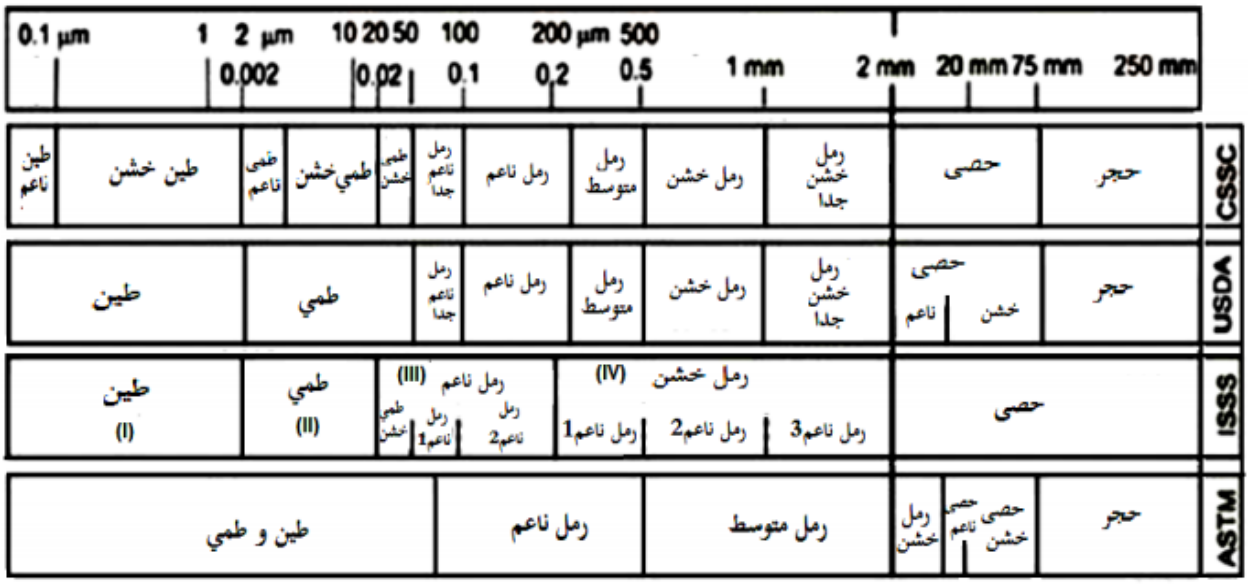
تأخذ حبيبات الرمل أشكالا مختلفة تتحدد بمعرفة درجة تكور الحبيبات وتدورها، قد تكون حبيبات الرمل ملساء أو خشنة، كما أن لها بريق قد يكون معتما أو شفافا [8].



الشكل(I-6): الأشكال العينية لحبات الرمل[9].

I-3-2-قياس الحبات:

تصنف التربة حسب التقاسيم المختلفة لحبيبات التربة تبعا لأبعادها إلى عدة مجموعات، يعتمد التصنيف عادة على الغرض من استخدام التربة، فقد يكون التصنيف لأغراض هندسية أو جيولوجية أو غيرها[10].



الشكل(I-7):أقسام حبيبات التربة وفقا لأحجامها حسب نظم التقسيم المختلفة[10].

I-3-3-المكونات الكيميائية للرمل:

يتكون الرمل من تراكمات عشوائية لقطع صغيرة من الصخور التي تتكون عادة من معدن أو خليط من المعادن المكونة للقشرة الأرضية[11]، كما تحتوي حبيبات الرمل على نسبة قليلة من المواد العضوية[12] .

تنقسم المعادن في الرمال إلى نوعين:

أ ـ **معادن أولية:** هي ناتجة عن التحطم الفيزيائي لصخور الأصل ومن أكثرها انتشارا رمال الكوارتز (SiO_2) ومعدن الفلدسبار Feldspar ($(Na,k,Ca)(AlSi_3O_8)$).

ب معادن ثانوية: وهي ناتجة عن التجوية الكيميائية للمعادن الأولية وهي مهمة للكثير من التفاعلات الكيميائية السائدة في الرمال ومن أكثرها انتشارا السيليكات، الكالسيت ($CaCO_3$)،الدولميت($CaMg(CO_3)_2$) الجبس($CaSO_4,2H_2O$)، أكاسيد الحديد(Fe_2O_3, FeO) والألمنيوم (Al_2O_3) [12].

الأكاسيد	النسبة الوزنية (%)				
المنطقة	الصحراء الكبرى الإفريقية بسكرة (الجزائر)	رمال صحراء تار (الهند)	شبه الجزيرة العربية	أستراليا	صحراء (Vizcaíno) شبه جزيرة كاليفورنيا المكسيك
SiO_2	74.61	80.37	83.42	88.37	71.38
Al_2O_3	1.35	5.53	5.12	6.46	14.24
Fe_2O_3	0.86	2.10	0.64	3.09	1.92
CaO	17.3	4.60	4.06	0.15	4.74
Na_2O	/	1.20	/	0.11	3.52
MgO	0.29	0.97	2.4	0.22	0.94

الجدول (I-1):التحاليل الكيميائية لرمال الكثبان لمناطق مختلفة من العالم[13].

I.-4-رمال السليكا:

هي صخور رملية تحتوي على نسبة عالية من ثاني أكسيد السليسيوم (SiO_2) على شكل حبيبات معدن الكوارتز مع نسبة ضئيلة من الشوائب و أكاسيد المعادن[14] .

I-5- مادة السليكا:

هو الإسم الذي يطلق على ثاني أكسيد السيلكون و المعروف بقساوته، حيث تتكون من العنصرين الأكثر وفرة في القشرة الأرضية (O وSi).حيث تتألف من ذرة واحدة من السيلكون واثنتين من ذرات الأكسجينSiO_2.يتم العثورعلى ثنائي أكسيدالسيليكون عادة في حالة متبلورة ونادرا ما تكون في حالة غير متبلورة[14].

I-5-1- الخواص الفيزيائية والكيميائية للسليكا:

أ - الخواص الفيزيائية:

نظرا للتركيب الرباعي لبلورة السليكا فإن درجة انصهارSiO_2 عالية جدا، لأن الرابطة القوية التساهمية بين السيلكون-أكسجين في(SiO_2) لا يمكن كسرها إلا عند درجة حرارة عالية وهي في حدود 1700م° بالإضافة إلى أن ثاني أكسيد السيلكون صلب جدا وقوي،وهذا بسبب الرابطة التساهمية القوية بينSi-O، وبسبب غياب الإلكترونات الحرة في التركيبة الجزيئية فإن ثاني أكسيد السيلكون يمتاز بأنه رديء التوصيل للكهرباء

ويسلك سلوك المواد العازلة،وفي حين أنه عديم الذوبان في الماء وفي كل المذيبات العضوية إلا أنه يذوب في المذيبات القاعدية وحمض الكبريتيك [15].

الخاصية	الوحدة	السيليكا البلورية	السيليكا غير البلورية
درجة الانصهار	م^{2}	حوالي 1700	حوالي 1700
الكثافة	جم /سم^{3}	2.6	2.2
معامل الانكسار	---	1.46	1.46
المقاومة النوعية	أوم .سم	$10^{16} - 10^{12}$	$10^{18} <$
التوصيلية الحرارية	واط X م / °K	1.3	1.4
نسبة يواسون	----	0.17	0.165
معامل التمدد الحراري	$^{1-}$K	$^{7-}$ 10 x 7.64	$^{7-}$ 10 x 5.4

الجدول (I-2): الخواص الفيزيائية لثنائي أكسيد السيلكون البلوري وغير البلوري [14].

ب -الخواص الكيميائية:

ثاني أكسيد السيلكون يتفاعل مع قليل من الموادالعنصرية أوالمركبة أوالأحماض المخففة أوالمركزة وخاصة عند درجات الحرارة والضغوط العادية ودون وجود مواد محفزة للتفاعل [15].

مادة التفاعل	ظروف التفاعل	----المتكونة	المعادلة الكيميائية
1- قاعدة قوية مثل KOH,NaOH	S_iO_2 بلوري يذوب ببطء في محلول قاعدي ساخن ولكن الغير بلوري يذوب فيه عند درجة حرارة الغرفة	سيليكات البوتاسيوم أو سيليكات الصوديوم	$SiO2 + 2KOH$ $K_2S_iO_3 + H_2O$ $S_iO_2 + 2N_aOH$ $N_{a2}S_iO_3 + H_2O$
2- حمض الهيدروفلوريك	الكوارتز البلوري لا يتفاعل مع الأحماض الأخرى ولكنه يذوب في الحمض والتفاعل يتم في درجة حرارة الغرفة	حامض الهيدروفلوريك $(H_2S_iF_6)$	$S_iO_2 + 6HF$ $H_2S_iF_6 + 2H_2O$
3- كربونات الصوديوم $N_{a2}S_iO_2$ كربونات البوتاسيوم $K_2S_iO_3$	يتفاعل مع ومصهور كربونات الصوديوم ومصهور البوتاسيوم	سيليكات الصوديوم S_iO_3 سيليكات البوتاسيوم $K_2S_iO_3$	$S_iO_2 + K_3S_iO_3$ $K_2S_iO_3 + CD_2$ $SiO2 + N_{a2}CO_3$ $N_{a2}S_iO_3 + CO_2$
4- كربونات الكالسيوم CaCo3	عند درجة حرارة عالية 600 مئوية الكوارتز مع القواعد مثل الحجر الجيري أو كربونات الكالسيوم	سيليكات الكالسيوم Ca3Si3O9	3SiO3+3CaCo3 = Ca3Si2O9+3Co2

الجدول (I-3): تفاعل ثاني أكسيد السيلكون مع بعض المواد[15].

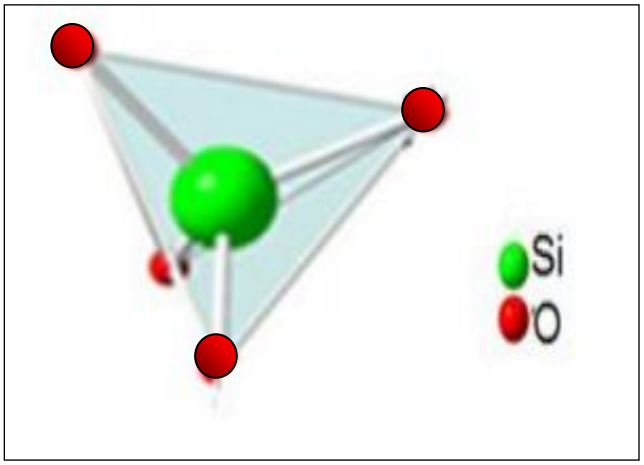
I-6-الكوارتز(Quartz):

يعتبر ثاني أكسيد السيلكون (SiO_2) أو السليكا المكون الأكثر شيوعاً في الرمال، ويكون عادةً على شكل معدن الكوارتز، ويختلف عن المعادن الأخرى بكونه صعباً وقاسياً، غير قابل للذوبان في الماء، لا يتحلل بسهولة بفعل التغييرات الجوية بالإضافة إلى مقاومته الشديدة للتعرية، وعدم تأثره بمياه الأمطار الحمضية، كما أنه مقاوم للتآكل الصخري[3] .للكوارتز بريق فلزي زجاجي إلا أن وجود بعض الأكاسيد مثل الحديد والتيتان والمنغنيز فيه يعطيه لونا معينا.يتواجد الكوارتز في الطبيعة على هيئة قشور أو ألياف رقيقة وصغيرة جدا، له أشكال سداسية و معينية، كما يتواجد عادة على هيئة متماسكة أوهشة[16].

الشكل (I-8): حجر الكوارتز[17].

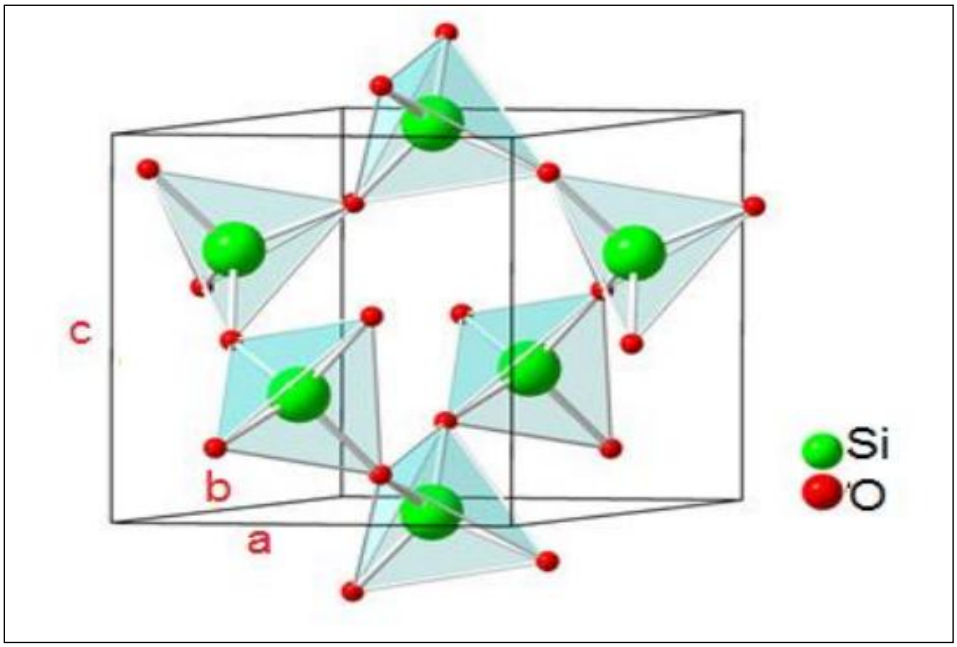
I-6-1- البنية البلورية للكوارتز:

طبيعيا السليكا يظهر في حوالي 13 تركيبا مختلفا ذات خواص مختلفة ويمتاز بالشكل البلوري المعتاد الأولي وهو α والذي يكون مستقرا عند درجات الحرارة دون 573م° والضغط الجوي العادي ويتحول إلى الشكل البلوري β عند تسخينه إلى درجات حرارة أعلى وهو كذلك مستقر وبنيته البلورية رباعية الأوجه ذات صيغة كيميائيةSiO_4. فالبلورة مكونة من أربع ذرات من الأكسجين وذرة من السليكون كما بالشكل التالي [15].



الشكل (I-9): البنية البلورية SiO_4 [13].

ولكل ذرة أكسجين ارتباط مع ذرتين من السيلكون وتتكون وحدة الخلية البلورية من ثلاث مجموعات من SiO_2 كل منها في خلية بنيوية واحدة مع ثلاث من ذرات السيلكون للخلية المجاورة بحيث يشكل سداسي أضلاع غير منتظم (الشكلI-10).البنية البلورية للكوارتز ثلاثية الميل،أبعاد خليتها الأولية هي على التوالي:$\alpha= \beta= 90°;\gamma= 120°$; $c =5.4093Å$; $a = b = 4.9294Å$ وذات حجم 11 3.832Å



الشكل (I-10) : البلورة المكعبة للكوارتز[13]

في بلورة الكوارتز الروابط ليس لديها نفس الطول وكلذرة سيلكون محاطة بأربع ذرات أكسجين، اثنتان تقعا على مسافة 1.603 Å والاثنتان الأخريين تقعا على مسافة 1.163 Å [15].

الجدول التالي يوضح بعض الخصائص الفيزيائية للكوارتز:

الخاصية	الكتلة الحجمية	معامل الانكسار	درجة حرارة الانصهار	معامل المرونة	مقاومة الضغط
الوحدة	جم / سم^3	----	C°	GPa	MPa
القيمة	2.2	1.543	1710	54	1200

الجدول (I-4):خواص الكوارتز الفيزيائية [15]

اما الجدول التالي يوضح الجدول التالي يوضح اهم الصيغ البلورية لثنائي أكسيد السليكون:

الصيغة	رتبة التبلر	السمات البنيوية	ملاحظات
كوارتزα	رومبوهيدرال ثلاثي	سلاسل لولبية، لتشكيل بلورات أحادية	كوارتز ...يتحول إلى كوارتز B عند 573م°
كوارتز β	سداسي	مرتبط جدا مع كوارتز α (وبزاوية Si-O مقدارها 155°) ونشط بصريا	
ترايديميتα	سداسي الأضلاع	مرتبط جدا مع كوارتز α	ترايديميتB يتحول إلى كريستوباليتB عند 1405م°
كريستوباليتα	رباعي	شكل غير ثابت تحت الضغط العادي	
كريستوباليت-β	مكعبي	مرتبط جدا مع كريستوبالايت	ينصهر عند 1705م°
عنصر السيليكون رتبة فلز،الرمزsi العدد الذري 4 والكتلة الذرية 28.0855و للون فضي لامع – الحالة – صلب حتى درجة 298 مطلقة درجة الانصهار 1414 م ° درجة الغليان 2900م° الكثافة 2330 كجم/م^3		غبار سيليكا بأقصى مساحة سطحية مقدارها 380م^2 / جم. انواع السيليكا : الكوارتز والزيولايت (تبادل ايوني)	

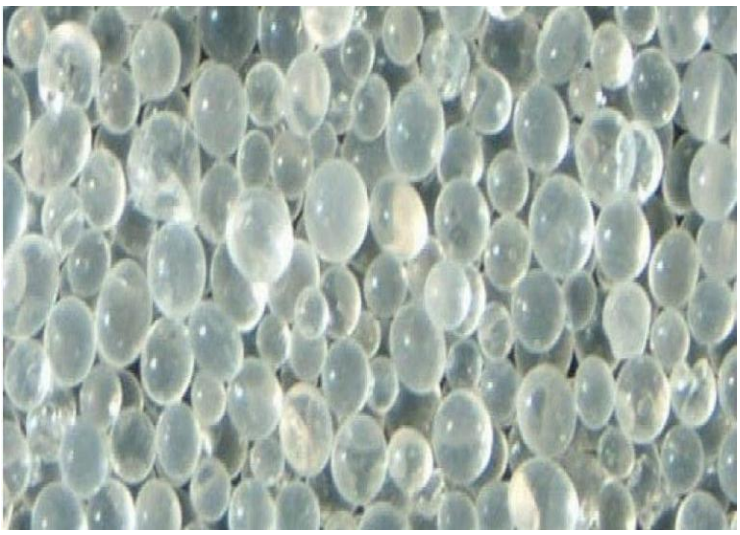
الجدول (I-5): الصيغ البلورية لثنائي أكسيد السليكون المهمة[15].

I -7-هلام السليكا (Gel de silice):

هلام السليكاهومادةمسامية وخاملة كيميائية.وهي شكل من أشكال ثاني أكسيدالسيلكون غيرالمتبلور و هي مادة شديدة الإمتصاص للرطوبة،وذات درجة حموضة. لديها شبكة داخلية متكونة من مسام مجهرية متصلة،تؤدي إلى مساحة سطح نموذجية من 700-800 م^2/غ.وكمثال عن ذلك فإن مساحة السطح الداخلية لملعقة صغيرة من هلام السليكا يعادل ملعب لكرةالقدم. من أهم مميزات السليكا جل أنها تعتبر مادة مجففة وتمتص الغازات حيث يتم إمتصاص جزيئات الماء أوامتصاصها بواسطة هذه المسامات الدقيقة حتى يتحقق توازن ضغط البخار مع الرطوبة النسبية للهواء المحيط[18].

I-7-1-خصائص هلام السليكا:

- تحتوي السليكا جل على العديد من الحبيبات المسامية التي تمتص الرطوبة.ويمكن أن تمتص 40 % من وزنها من الرطوبة.
- يحافظ على المواد من الصدأ والتآكل.
- معبئ بشكل يلائم أحجام وأشكال جميع المنتجات.
- عديم الرائحة.
- له خصائص حرارية وكيميائية مستقرة جدا.
- اختيار المجفف الأبيض يعد نموذجيا، كما يمتص الجل الرطوبة دون أن يحدث تغيير فيزيائي له[18].



الشكل (I-11): مادة هلام السليكا[19].

I-8- استخدامات رمال السليكا:

رمال السليكا لديهاعددكبيرمن الإستخدامات الصناعية وذلك اعتماداعلى خصائصها. نذكر منها:

•إنتاج الزجاج.

•مسبكالرمال.

•سيراميك.

•السفع الرملي وغيره من الموادالكاشطة.

•منتجات البناء.

•إنتاج السيليكون وكربيدالسيليكون.

•أصباغ.

•التكسيرالهيدروليكي ودعم في صناعةالنفط.

•تصفيةالمياه[14] .

I-9- مجالات استخدام هلام السيليكا:

يستخدم هلام السليكا في العديد من المجالات نذكر منها:

- الأدوية : في أغطية أنابيب الأدوية.
- النقل: في العبوات والصناديق والحاويات.
- الإلكترونيات /الكهرباء : في المحولات والأجهزة الإلكترونية.
- المتاحف : نجده في النوافذ خلف اللوحات و مجموعات الطوابع والحشرات.
- المختبر: ويستعمل في تجفيف وسط ترشيح المنتجات .
- الصناعة : من أجل حماية تشغيل المعادن وتخزين العناصر[20].

الخلاصة:

تم التطرق في هذا الفصل إلى تعريف الكثبان الرملية والتي تعتبر أحد مظاهر الطبيعة المهمة وتحديد أشكالها المختلفة،من ثم تم التعرف على المكون الأساسي للكثبان ألا وهو الرمل كما تم تحديد خصائصه الفيزيائية وأشكاله المتعددة وقياس حباته وكذا المكونات الكيميائيةله،ومن بين أنواع الرمال نجد رمال السليكا التي تم التطرق إليها آنفا كما تم أيضا التعرف على خصائصها الفيزيائية والكيميائية،وأخذ بعد ذلك الكوارتز كأكبر معدن مشكل لرمال السليكا حيث تم التعرف عليه وعلى بنيته البلورية،من ثم التحدث عن هلام السيليكا وتحديد خصائصه واستخداماته المختلفة وأبرز تطبيقاته في مختلف المجالات لما له من قدرة عالية على إمتصاص الرطوبة والمحافظة على سلامة الأغراض هذا مايجعل مسألة الحصول عليه مسألة جد مهمة ومن متطلبات الأبحاث العلمية.

الفصل الثاني
الطرق التجريبية المستعملة

مقدمة

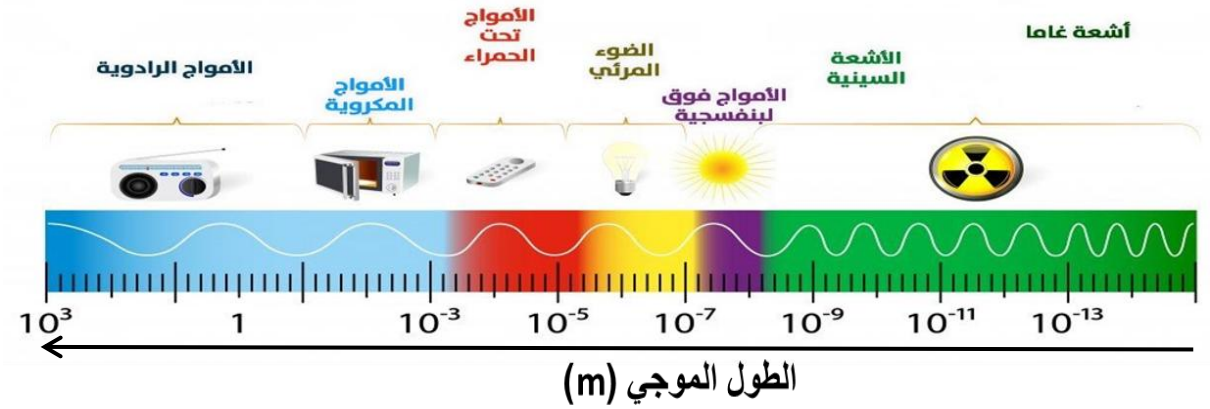
بهدف استخلاص هلام السليكا من مادة الرمال يستوجب أولا إخضاع هذه المادة الأولية لعدد من القياسات الطيفية و المتضمنة في التحليل الطيفي الكيفي بواسطة الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييهFTIR والقياس بواسطة جهاز انعراج الأشعة السينيةXRD, وكذلك إجراء التحليل الكمي المتمثل في استعمال تقنية المجهر الالكتروني الماسحMEB, وذلك من اجل جمع أكبر قدر من المعلومات عن تركيبتها الكيميائية وطريقة تبلورها وكذا نسب العناصرالمكونة لها.

II-1- طرق التحليل الطيفي المستخدمة:

التحليل الطيفي هوتحليل للضوء المنبعث أو المنعكس عن أية مادة بواسطة جهاز خاص يطلق عليه إسم المطياف ,ولكل مادة طيفها المميزالذي لايطابق أية مادة أخرى , ويمكن التعرف عنها عن طريق خطوط سوداء تظهر في أماكن محدودة من مقياس الطيف، والطيف نفسه ينشأ أساسًا من مرورالضوء في منشور زجاجي[21]. تتعدد أنواع التقنيات الطيفية وتتباين تبعا لنمط تطبيقها نذكرفي ما يلي التقنيات المستعملة:

II-1-1- مطيافية إنعراج الأشعة السينية:

إكتشفت الأشعة السينية عام 1890م بواسطة الفيزيائي فيلهلم كونراد رونتجن,تنتشر في الفراغ بسرعة مقاربة لـ300.00كم/ث,تتراوح طول موجة الأشعة السينية الأكثر استخداما مابين 10إلى 0.001 نانومتر أي طاقة أشعتها تتراوح مابين 120 إلى 120 ألف إلكترون فولط, تستخدم الأشعة السينية بشكل واسع في التصوير الإشعاعي وفي مجال الطب والصناعة وغيره. الأشعة السينية ممكن أن تحيد عن مسارها عند السطح الفاصل بين مادتين مختلفتين, أو عند التصادم مع جسيمات أولية مثل الالكترونات لذلك يمكن أن تحيد الأشعة عن مسارها إذا سقطت بزاوية على البلورات[22].



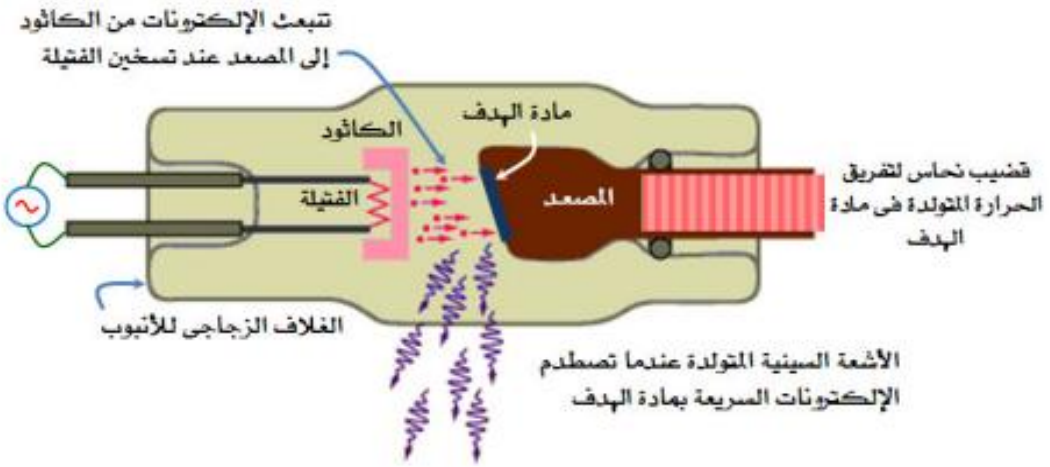
الشكل (II-1): الطيف الكهرومغناطيسي [23].

II-1-1- 1- مصادر الأشعة السينية:

تنحصر مصادر الأشعة السينية في مجموعتين, مصادر طبيعية ومصادر صناعية, فأما المصادر الطبيعية فتتمثل في النجوم الملتهبة الموجودة في أنحاء متفرقة من الكون مثل النجوم الموجودة في برج العقرب الواقع باتجاه مركز درب التبانة في نصف الكرة الجنوبي التي تم اكتشافها سنة1962م. في حين تتمثل المصادر الصناعية للأشعة السينية في أجهزة خاصة صنعها الإنسان, لتتوافق مع الأغراض الحياتية المختلفة. وحري بالذكر أنه مهما اختلف تصميم الأجهزة فإن مقومات الحصول على الأشعة السينية ثلاثة:

- ✓ مصدر للإلكترونات.
- ✓ وسيلة لزيادة طاقة حركة تلك الالكترونات.
- ✓ بالإضافة إلى جسم مادي صلب تصطدم به الالكترونات بعد تعجيلها ويسمى الهدف.

وهذه المكونات الثلاثة توجد في ابسط صورها داخل أنابيب مفرغة من الهواء إلى أقصى حد ممكن, ولذلك فإن هذه الأنابيب تمثل الجزء الرئيس في أجهزة إنتاج الأشعة السينية العادية وتختلف الأنابيب التي تنتج الأشعة في الشكل وربما في التفاصيل الداخلية طبقا لنوع التطبيق ولكنها تتفق في أساس العمل[22].



الشكل (II-2): رسم توضيحي مبسط لأنبوب الأشعة السينية [24].

II-1-1-2-1-حيود الأشعة السينية:

تعد طريقة حيود الأشعة السينية في الوقت الحاضر من الطرق المهمة والحساسة لتحديد ودراسة تركيب المواد ذات الجزيئات الكبيرة, حيث أنها تعطي معلومات ذات أهمية كبيرة عن تشكيل الجزيئات في المادة واتجاهاتها وأحجامها وبنيتها.

II-1-1-2-1- مبدأ الحيود:

عند ورود الأشعة السينية على بلورة فإن المستويات الذرية تعمل كمرايا صغيرة, تحيد الأشعة على نمط منتظم, وكل نوع من البلورات له مخطط حيود مختلف[13].والجدير بالذكر أن العلاقة الرياضية التي تفسر حيود الأشعة السينية تعرف باسم قانون براغ وهي معادلة بسيطة تربط بين الطول الموجي للأشعة السنيةλوبين الفواصل التي تكون بين الطبقات الذرية المكونة للمادة**d** بالإضافة إلى زاوية سقوط الأشعة السينية على الطبقات الذرية في العينةθ[13].

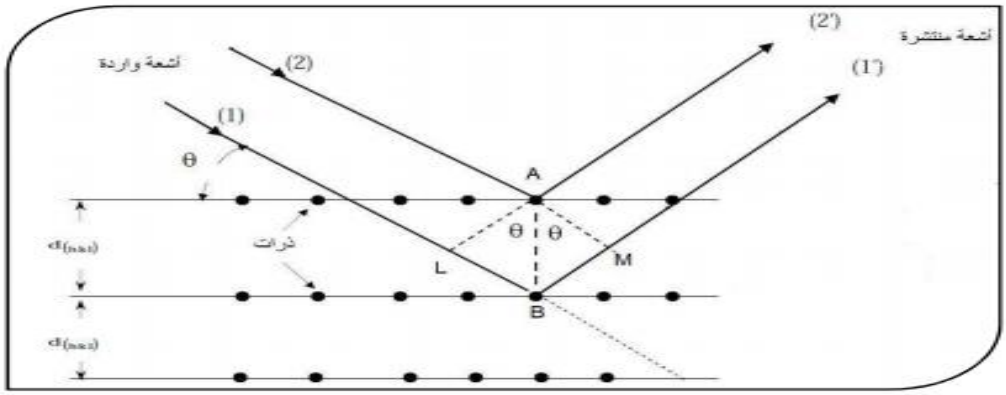
II-1-1-2-2- قانون براغ:

تعتمد طريقة انعراج الأشعة السينية التي تسمح بتحديد بنية مادة ما وطرق تبلورها, على مبدأ أساسي يدعى قانون براغ.والذي يمكن من خلاله تبيان موضع الحزم المتعرجة للأشعة السينية بواسطة البلورة بنموذج بسيط، حيث يفترض أن الأشعة السينية تنعكس بانتظام من المستويات ووجد أن الحزمة المتعرجة توجد فقط في مواضع تتداخل عندها الأشعة المنعكسة عند المستويات المتوازية تداخلا بناءا. ويمكن التعبير عنه بالعلاقة التالية:**(II-1)**

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

n:عدد صحيح يمثل رتبة الانعكاس,θ:زاوية انعراج الأشعة السينية وλ: الطول الموجي للأشعة

تعد المتباينة $\lambda < 2\,d$ شرطا أساسيا لحدوث انعكاسات براغ وهذا ما يوضح عدم ملائمة الضوء العادي لدراسة التركيب البلوري.يمكننا قانون براغ من إيجاد المسافة الشبكيةd_{hkl}لكل مستوى و بالتالي يمكن أن نحسب مختلف ثوابت الشبكة a , b, c [25][26].



الشكل (II-3): رسم تخطيطي يوضح انعراج الأشعة السينية [27].

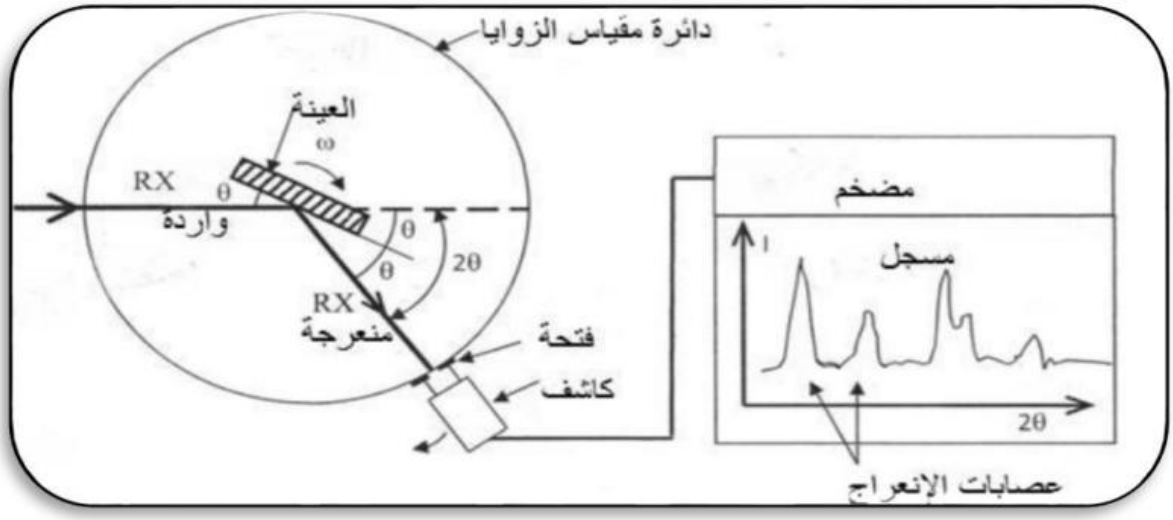
II-1-1-3- الجهاز ومبدأ القياس:

توجد طرق عديدة لتسجيل شكل الانعراج الأشعة السينية بحيث تعتمد على الشكل الذي توجد عليه العينة, وكذلك نوع الأشعة السينية المستخدمة, ولايحدث انعراج الأشعة السينية إلا إذا توافقت قيمθوλوحققت شرط براغ, بمعنى انه بصفة عامة لا تنعكس حزمة من الأشعة السينية إذا سقطت على بلورة بزاوية اختيارية. ومن الناحية التجريبية يجب أن يتوفر مدى متصل من قيم θوλ[28].

II-1-1-4-طريقة المسحوق باستعمال العداد:

صمم هذا الجهاز ليعمل وفق طريقة ديباي و شرر باستثناء العداد المتحرك الذي يحل محل شريحة الفيلم, حيث يتألف الجهاز من أنبوبة توليد الأشعة السينية أحادية الطول الموجي,كذلك حامل العينة الذي يكون على شكل شريحة مستوية يمكنها أن تدور, بالإضافة إلى كاشف الأشعة السينية, ومقياس مدرج لتحديد الزوايا كما هو موضح في الشكل.فعند خروج الأشعة من المصدر تسقط على العينة ثم تنعكس لتكون أشعة منعرجة تلتقي في بؤرة عند فتحة خاصة لتجميع الأشعة فيقوم الكاشف الذي يكون وضعه الزاوي2θبالتقاطها,بحيث يكون دوران العداد مصحوبا آليا بدوران العينة بزاوية وهدا يضمن أن تكون زاويتا السقوط والانعكاس على العينة المستوية

منها متساويتين دائما, وهو النظام الضروري للاحتفاظ بشرط التركيز وذلك حتى يتسنى قياس شدة الانعكاسات الضعيفة [29].



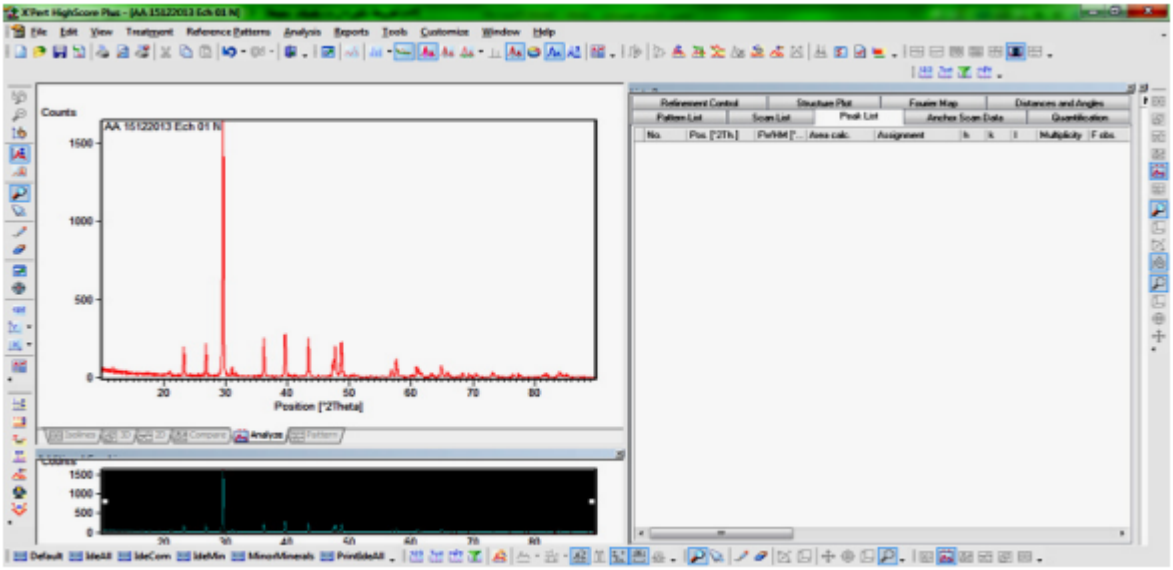
الشكل (II-4): رسم تخطيطي لجهاز انعراج الأشعة السينية [29].

II-1-1-5- تحضير العينة لإجراء قياس بواسطة حيود الأشعة السينية:

من أجل إخضاع العينة للقياس بواسطة تقنية الحيود وفقا لطريقة المسحوق يتم طحنها جيدا بواسطة هاون يدوي مصنوع من الزجاج, وتوضع العينة في حامل على شكل قرص دائري سميك ثم تثبت عن طريق تغطيتها بواسطة صفيحة زجاجية.

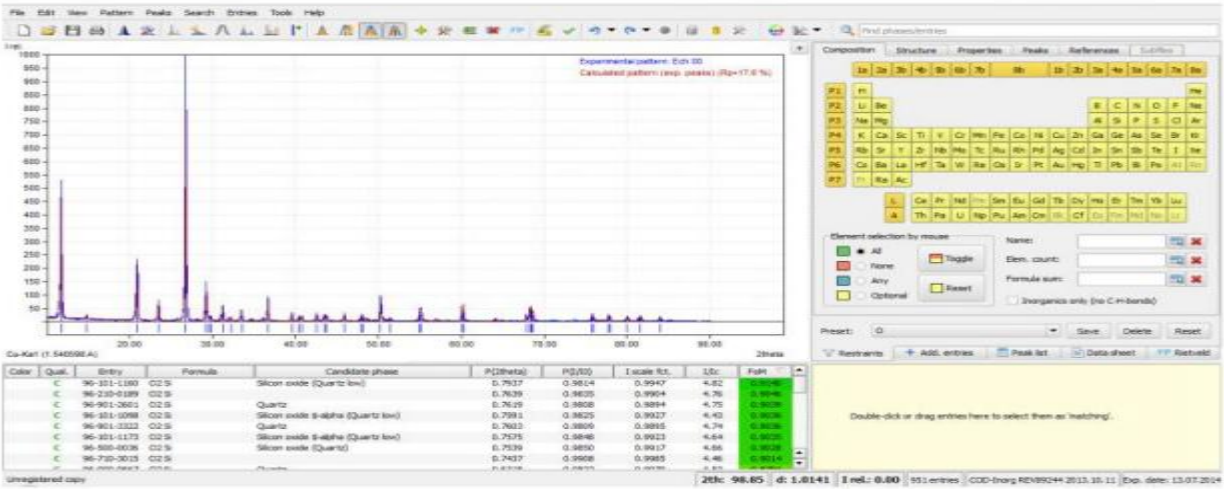
II-1-1-6-برامج تحليل المعطيات:

أ- برنامج X'pert: يعد من البرامج الحاسوبية التي تعالج البيانات اعتمادا على قواعد بيانات تحوي معلومات عديدة عن مختلف التراكيب البلورية. بإمكان برنامج X'pert المطابقة بين المعطيات المقدمة له من مخطط انعراج الأشعة السينية للعينة المدروسة وتلك التي لديه من قواعد البيانات, معطيا التركيب البلوري الأكثر تطابقا. الشكل التالي يظهر واجهة برنامج X'pert [13].



الشكل (II-5): واجهة برنامج X'pert[13].

ب- برنامج (Match): يعتبر برنامج ماتش من بين البرامج الحاسوبية التي تعالج بيانات انعراجات الأشعة السينية وذلك باستخدام قواعد بيانات تحتوي معلومات جديدة عن مختلف التراكيب البلورية, بإمكان برنامج Match المطابقة بين المعطيات المدروسة وتلك التي لديه من قواعد البيانات معطيا التركيب البلوري الأكثر تطابقا وتزداد فعالية هذا البرنامج كلمازود بقائمة العناصر الكيميائية التي تعرف وجودها مسبقا في القائمة المدروسة [30] .



الشكل(II-6): واجهة برنامج ماتش [30].

II-1- 2- مطيافية امتصاص الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه (FTIR):

II- 1- 2-1- الأشعة تحت الحمراء:

تغطي الأشعة تحت الحمراء منطقة واسعة من الطيف الكهرومغناطيسي ذات تردد اقل من تردد الأشعة الحمراء في الطيف الكهرومغناطيسي المرئي.يقع طيف الأشعة تحت الحمراء بين الطيف المرئي وطيف أشعة المايكروويف[31] .وتقسم إلى ثلاثة مناطق وهي على النحو التالي:

✓ الأشعة تحت الحمراء القريبة infrared Near (cm^{-1} 12820-4000) وهي الأقرب إلى الأشعة المرئية وبالتحديد اللون الأحمر.

✓ الأشعة تحت الحمراء البعيدةinfrared Far (cm^{-1} 400-33)وهي التي تكون الأقرب إلى أشعة المايكروويف.

✓ الأشعة تحت الحمراء الوسطىinfrared Med(cm^{-1} 4000-400) وهي التي تقع بين المنطقتين السابقتين [32].

وتعتبر الأشعة تحت الحمراء الوسطى هي المنطقة المفيدة لأن الكيميائي يجد فيها كفايته من المعلومات الدالة على بنية معظم المركبات العضوية[33] .

II-1-2-2-مصادر الأشعة تحت الحمراء:

الأشعة تحت الحمراء هي أشعة حرارية وتنبعث من كافة الأشياء من حولنا مثل الفرن أو المصباح الحراري أو من الاحتكاك أو من تسخين أي جسم وتنبعث كذلك من أجسامنا وهي الأشعة التي تصلنا من الشمس ويشعر الجلد بالدفء عند التعرض إلى أشعة الشمس. ولهذا تستخدم الأشعة تحت الحمراء في بعض الأحيان لتسخين الطعام أو الإبقاء عليه ساخنا[33].

II-1-2-3- مبدأ مطيافية الأشعة تحت الحمراء:

مطيافية الأشعة تحت الحمراء هي طريقة جيدة للتعرف على التركيب الكيميائي للمركبات, إذ تعتمد أساسا على امتصاص الإشعاع الكهرومغناطيسي في مجال الأشعة تحت الحمراء ما بين 0.78 و1000µm[33].

ترتبط الذرات مع بعضها البعض بواسطة روابط كيميائية, إذا كانت هذه الذرات لديها عزم ثنائي قطب كهربائي مختلف وغذيت بواسطة مصدر للأشعة تحت الحمراء والذي يكون تردده مساوي لتردد الاهتزاز لهذه الرابطة, سينشأ تفاعل بين المجال الكهربائي للإشعاع والمجال الكهربائي المتولد عن عزم ثنائي القطب الكهربائي للرابطة الكيميائية, هذا ما يؤدي إلى امتصاص الإشعاع واهتزاز الرابطة مما يمنحها طاقة تمكنها من الانتقال إلى مستوي اهتزازي أعلى لتعود بعدها إلى المستوي الأكثر استقرارا مخلفة انبعاث إشعاع[13]. وتتوقف طاقة الأشعة الممتصة لأي من الحركات الاهتزازية في الجزيء على نوع الذرات وطبيعة الروابط الكيميائية المتضمنة في الحركة الإهتزازية والشكل الهندسي للذرات داخل الجزيء[33].

II-1-2-4- أنماط الاهتزازات الجزيئية:

يؤدي امتصاص الأشعة تحت الحمراء إلى حركة اهتزازية للذرات المكونة للجزيء, وينشأ عن الحركة الاهتزازية للذرات بالنسبة لبعضها البعض تغير دوري في طول الروابط الكيميائية والزوايا بين هذه الروابط [33].

أ - اهتزازات التمدد:

ويسمى أيضا اهتزاز التكافؤ, ينشا أثناء حركة الذرات على طول محور الرابطة. وينقسم إلى نوعان:

تمدد بسيط : يشمل تمدد رابطة واحدة فقط.

تمدد مزدوج: يشمل تمدد رابطتين أو أكثر في آن واحد وهنا تحدث نوعان من التمدد الاهتزازي المزدوج

- تمدد مزدوج متناظر: وفيه يحدث تمدد للرابطتين معا أو تقلصهما معا.
- تمدد مزدوج غير متناظر: وفيه تتمدد إحدى الروابط بينما تنكمش الأخرى بالتزامن مع الأولى. [13]

كما هو موضح في الشكل:

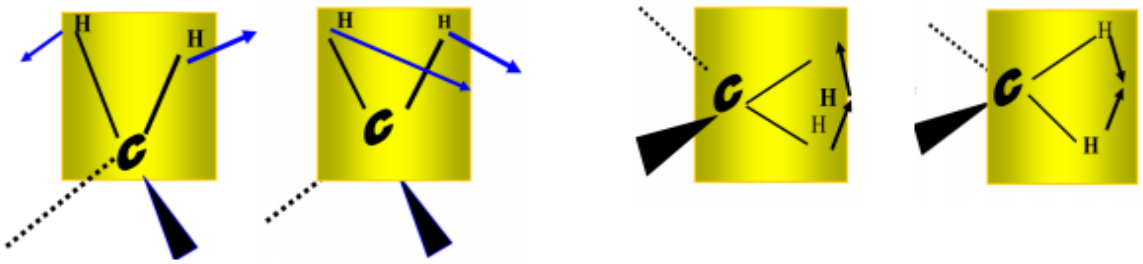
تمدد متناظر تمدد غير متناظر

الشكل (II-7): اهتزازات التمدد المتناظرة وغيرالمتناظرة [33].

ب - اهتزازات التشوه:

يحدث أثناء حركة الذرات خارج محور الرابطة, خلال هذه الحركة تظل المسافة بين الذرات ثابتة يمكن أن تحدث هذه التشوهات في نفس مستوي الرابطتين أو خارج المستوي كما يوجد أيضا تشوهات متناظرة وأخرى غير ذلك كما هو موضح في الشكل, وعليه يمكن تقسيمها إلى أربعة أنواع[13]:

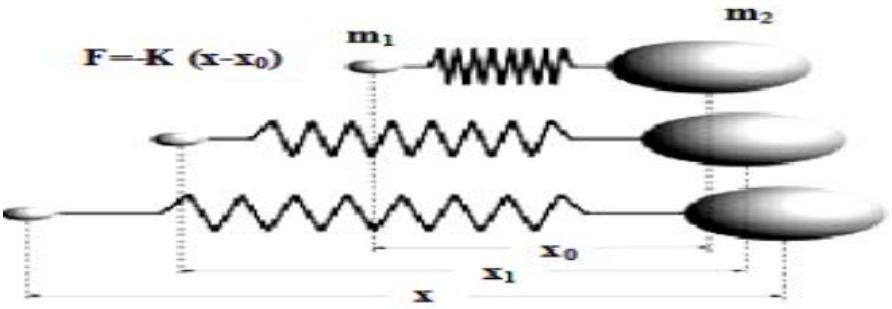
- **التأرجحي (rocking):** تتأرجح الوحدة التركيبية يمينا وشمالا في مستوي اتزانها.
- **المقصي(scissoring):** تتقارب الرابطتين وتتباعد بالنسبة لبعضهما البعض بحركة تشبه حركة المقص في مستوي الاتزان نفسه.
- **الإرتجاجي (wagging):** تتأرجح الوحدة التركيبية إلى الخلف وإلى الأمام خارج مستوي اتزانها.
- **الإلتوائي(twisting):** تلتف الذرات حول الرابطة بينها وبين باقي الأجزاء خارج مستوي اتزانه.



الشكل(II-8): اهتزازات التشوه المختلفة[33].

II-1-2-5-النموذج الميكانيكي لعملية التمدد الاهتزازي:

يعد نموذج الهزاز التوافقي من النماذج الأقرب لتفسير وتوضيح خصائص التمدد الاهتزازي للرابطة الكيميائية.وهو عبارة عن كتلتين تتصلان ببعضهما بواسطة نابض, التغير الدوري للمسافة الرابطة بين الكتلتين ينتج عنه اهتزاز يطلق عليه الحركة التوافقية البسيطة[13].



الشكل(II-9): رسم تخطيطي للهزاز التوافقي [13].

من خلال هذا النموذج يمكن دراسة نظام مكون من جسمين على انه نظام ذو جسم واحد وذلك بإدخال مفهوم الكتلة المختزلة المعرفة بالعلاقة التالية:

$$\mu=\frac{m_a m_b}{m_a+m_b}: \quad \frac{1}{\mu}=\frac{1}{m_a}+\frac{1}{m_b} \qquad \text{(II-2)}$$

m_a, m_b على التوالي تمثلا كتلة الجسمين a و b, μ:الكتلة المختزلة

نموذج الهزاز التوافقي هو تقريب جيد لدراسة الاهتزازات ذات السعات المنخفضة حيث العلاقة بين النبض وكتل الذرات وقوة الرابطة هي مماثلة لعلاقة هوك للهزاز التوافقي[18]f=k.x حيث:

$$w_0=\sqrt{\frac{k}{\mu}} \qquad (\mathrm{II}-3)$$

يتوافق هذا النبض مع التردد وعدد الموجات حيث:

$$\sigma_0=\frac{1}{2\pi c}\sqrt{\frac{k}{\mu}} \quad \text{و} \nu_0=\frac{1}{2\pi}\sqrt{\frac{k}{\mu}} \qquad (\mathrm{II}-4)$$

ω_0 :الزاويالتردد K:ثابت مرونة النابض,ν_0 **:** ترددالاهتزاز,σ_0 :العدد الموجي

II-1-2-6-مطياف الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه (FTIR):

مطياف الأشعة تحت الحمراء بمحول فورييه يتكون أساسا من خمسة أجزاء أساسية:

1.مصدر الضوء (الأشعة تحت الحمراء المتوسطة)

2.جهاز توليد التداخل (المرايا)

3. حجرة العينة التي يمكن أن تستوعب عدة أنواع من الملحقات (حامل العينة) اعتمادا على وضع القياس المستخدم (انعكاس أو نفاذية).

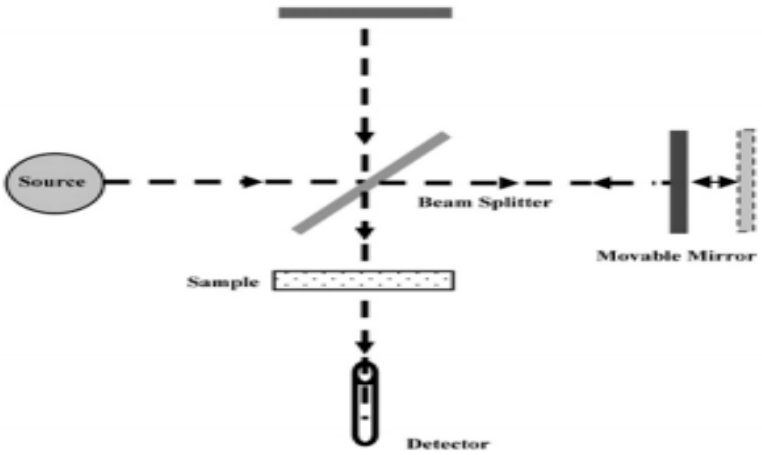
4.كاشف حساس: قد يتضمن FTIR أكثر من كاشف والتي قد تكون من النوع:

- كهربائي حراري (توليد تيار متناسب مع الفارق في درجة الحرارة بين وجهي الكاشف).

- كهر وضوئية(توليد فرق جهد عن طريق امتصاص الفوتونات).

5.المحول الرقمي المنطقي الذي يقوم بتحويل الإشارة الضوئية إلى إشارة كهربائية وبعملية تحويل رياضية تسمى تحويل فوريي تحول الإشارة الملتقطة إلى طيف [34].

يرسل مصدرالإشعاع في مطياف FTIR حزمة تحوي كل أطوال موجات الأشعة تحت الحمراء المتوسطة 4000-400 cm^{-1} إلى صفيحة فاصلة فتقسمها إلى حزمتين.الحزمة الأولى توجه إلى مرآة ثابتة, أما الحزمة الثانية فتوجه إلى مرآة متحركة. توجه الحزمتان نحو العينة المدروسة باستخدام مرايا,ثم يقاس التغير الحاصل في شدة الإشارة بسبب حدوث امتصا صات جزيئية (اهتزازية) والتي تمثل أهداب التداخل المتحصل عليها من خلال فرق مسير حزمة الإشعاع, يتحسس لهذا الإشعاع كاشف يعمل على تحويلها إلى صفة رقمية ثم تعالج بتحويل فوريي لتعطي في النهاية طيف امتصاص[35] .



الشكل (II -10):مخطط لجهاز مطيافية الاشعة تحت الحمراء [36].

II-1-2-7-الجهاز المستعمل:

في إطار دراستنا هذه استخدمنا مطياف الأشعة تحت الحمراء بتحويل فوريي مصنع من طرف الشركة اليابانية SHIMADZY الموجود بمخبر الموارد الطاقوية تنميتها وتكنولوجيتها بجامعة الوادي وهو يغطي المجال الطيفي للأشعة الحمراء المتوسطة cm^{-1} 400-4000. كما هو موضح بالشكل:

الشكل (II-11): مطياف FTIR المستعمل في الدراسة.

II-1-2-8-تحضير العينة للقياس:

سحقت العينة المراد تحليلها جيدا بواسطة هاوون, ثم اخذ مقدار0.002غ منها وأضيف له0.198غ من بروميد البوتاسيوم (kbr)ومزجا جيدا إلى غاية الحصول على خليط متجانس بعد ذلك تم ضغط العينة بواسطة مكبس لمدة تقارب العشر دقائق حتى الحصول على قرص ذو قطر1.3 cm وسمك 0.4mm.

جهاز الضغط والمؤقت الميزان جهاز الطحن وقالب العينة

الشكل (II-12): الأدوات المستعملة.

II-1-3- المجهر الإلكتروني الماسح (MEB):

يعد المجهر الإلكتروني الماسح أداة لا غنى عنها في العديد من المجالات التي تتطلب توصيفا دقيقا للمواد الصلبة، سواء تعلق الأمر بالتطبيقات العلمية أو الصناعية.لذلك يستعمل المجهر الإلكتروني الماسح في العادة من أجل الحصول على صور عالية الدقة للعينات، لمعرفة الشكل الخارجي، البنية البلورية، التركيبة الكيميائية، وتوزيع المواد المكونة للعينة. الصورة المتحصل عليها من المجهر الالكتروني الماسح تعتمد علي الإشارات المنتجة من تفاعل الإشعاع الالكتروني مع العينة.هذه التفاعلات يمكن أن تكون تفاعلات مرنة أو غير مرنة [37].

II-1-3-1-مبدأ عمل المجهر الإلكتروني الماسح:

عند ورود حزمة من الإلكترونات بطاقة ابتدائيةE_0على عينة صلبة سوف يحدث لها عدد من التفاعلات منها ماهو مرن ومنها ماهو غير مرن,حيث التفاعلات المرنة تكون أساسا مع النواة تؤدي بدورها إلى تغير في اتجاه الإلكترونات الواردة (تشتت), وبالتالي يصبح لكل إلكترون مسار مختلف عن الآخر وطول موجي محدد وبشكل

عشوائي. أما فيما يخص التفاعلات الغيرمرنة فإنها تسبب خسارة تدريجية لطاقة الإلكترونات الأولية في شكلين الشكل الأول يتمثل في تحويل الجزء الأكبر من طاقة الإلكترونات الأولية إلى إلكترونات المدارات الذرية مما يؤدي إلى إثارةأو تأيين هاته الأخيرة والشكل الثاني يضيع على هيئة إشعاع عند التفاعل مع النواة(إشعاع الكبح)[38].

أهم الانبعاثات الإلكترونية والكهرومغناطيسية الناتجة عن تفاعل الحزمة الواردة مع العينة تتمثل في مايلي:

1.الإلكترونات الثانوية الناتجة عن التفاعلات الغير مرنة للإلكترونات الأولية مع الإلكترونات الذرية (إلكترونات التكافؤ).

2.الإلكترونات المتشتتة تتأتى من الإلكترونات الأولية والتي لديها طاقة ما بين 0 وE_0 والتي كان معظمها قد حدث له عدد محدود من التصادمات المرنة أو القريبة من المرنة.

3.إلكترونات أوجر (Auger), امتصاص, انبعاث.

4.فوتونات

5. زوج إلكترون- ثقب

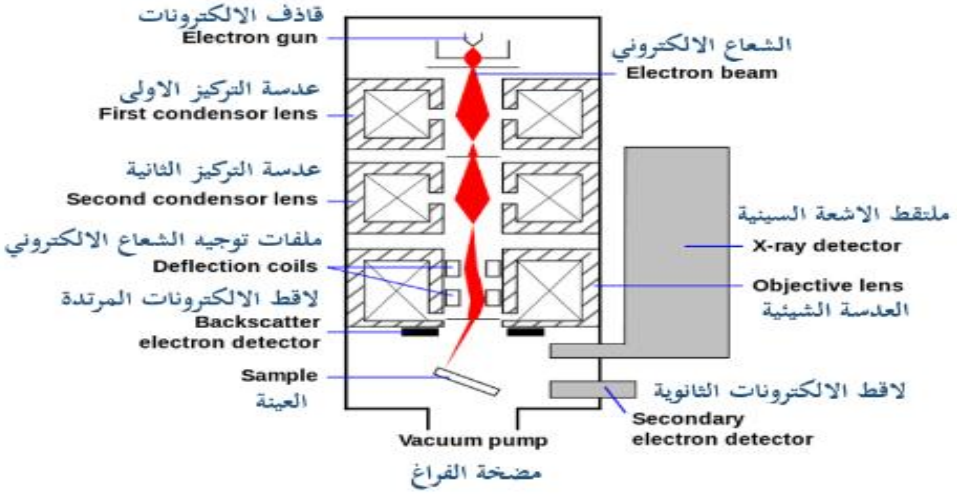
يتوقف عدد الجسيمات المنبعثة على التضاريس والتركيب وملمس سطح العينة, يتم تحليل هذه الجسيمات بواسطة كواشف مختلفة تسمح بإعطاء صورة دقيقة لسطح العينة[38].

II-1-3-1-2- الجهاز ومبدأالقياس:

- يتكون المجهر الإلكتروني الماسح من:
- أنبوبة مفرغة.
- منبع للإلكترونات يسمى بالمدفع وجهاز الجهد العالي, مسرع الإلكترونات.
- مجموعة من العدسات الكهرومغناطيسية تسمى المكثفات معدة لتشكيل حزمة رقيقة ومركزة.
- عدسة كهرومغناطيسية نهائية تسمح بتركيز الحزمة على سطح العينة.
- غشاء موضعي.
- جهاز انحراف مرتبط بواسطة مولد المسح.
- القرص الدوار أو مايعرف بحامل العينة المتحرك.

- كواشف.
- نظام عرض الصور مرتبط بصفة متزامنة بمولد المسح[39].

تنتج حزمة الإلكترونات من طرف مدفع الإلكترونات الذي يلعب دور المنبع, تعدل هذه الحزمة من طرف عدسات كهربائية والتي لها دور مماثل للعدسات التقليدية الضوئية في المجهر الضوئي, لتمر بعدها الحزمة عبر مجموعة من الوشائع موضوعة وفقا للمحورين العموديين على محور الحزمة ملفوفة حولها تيارات متزامنة, العدسات الكهربائية والتي هي عموما عبارة عن عدسات مغناطيسية والوشائع يشكلان معا مايعرف بالأنبوبة الإلكترونية [39].فعندما تسقط حزمة دقيقة من الإلكترونات على العينة ينتج عدة تفاعلات تؤدي إلى توليد إلكترونات ثانوية بطاقة منخفضة, تسرع هذه الأخيرة باتجاه كاشف الإلكترونات الثانوية الذي يقوم بتضخيم الإشارة حيث تتوقف شدة الإشارة الكهربائية على طبيعة العينة. وهذا ما يحدث تماما عند كل نقطة من العينة. صورة العينة تظهر في الشاشة الفوسفورية في أنبوبة الكاثود وتخزن في فيلم فوتوغرافي.



ا

الشكل (II-13): رسم تخطيطي لجهاز المجهر الإلكتروني الماسح[40].

II-1-3-3- الجهاز المستعمل:

لغرض الحصول على صورة دقيقة للعينة استعملنا جهاز المجهر الإلكتروني الماسح من نوع PHENOM المنتج من طرف شركة PROX والموجود حاليا بمخبر الكيمياء التابع لكلية العلوم الدقيقة بجامعة الوادي.

الشكل (II-14): جهاز المجهر الإلكتروني الماسح المستعمل

II-1-3-4- تحضير العينة:

في هاته المرحلة قمنا بطحن يدوي لعينة الرمل بواسطة هاوون لمدة ساعتين ثم وضعت في الفرن الكهربائي لتجفيفها والتخلص من الرطوبة لمدة نصف ساعة تقريبا, اخذ مقدار0.5غ من العينة السابقة وتم ضغطه بواسطة مكبس لمدة خمس دقائق حتى الحصول على قرص ذو سمك 2.5مم وقطر 1.3 سم.

الخلاصة:

تم التطرق في هذا الفصل إلى ثلاث تقنيات طيفية والتي تم بواسطتها إخضاع العينة إلى التشخيص والمتمثلة في مطيافية انعراج الأشعة السينية والأشعة تحت الحمراء والمجهر الإلكتروني الماسح حيث تمت الإشارة في الجزء الخاص بمطيافية انعراج الأشعة السينية على مبدأ الحيود حيث تعتمد هاته التقنية في مبدأ انعراجها على قانون براغ الذي تم الإشارة إليه آنفا كذلك وتم عرض أهم مصادر الأشعة السينية وآلية عمل جهاز الانعراج الخاص بالمساحيق .

والتطرق بعدها إلى تقنية مطيافية الأشعة تحت الحمراء لنعرج بذلك على مبدئها و مصادرها والتعرف على آلية عمل المطياف وبعد ذلك التطرق إلى تقنية المجهر الإلكتروني الماسح وتسليط الضوء بذلك على مبدئه وآليةعمله.

الفصل الثالث

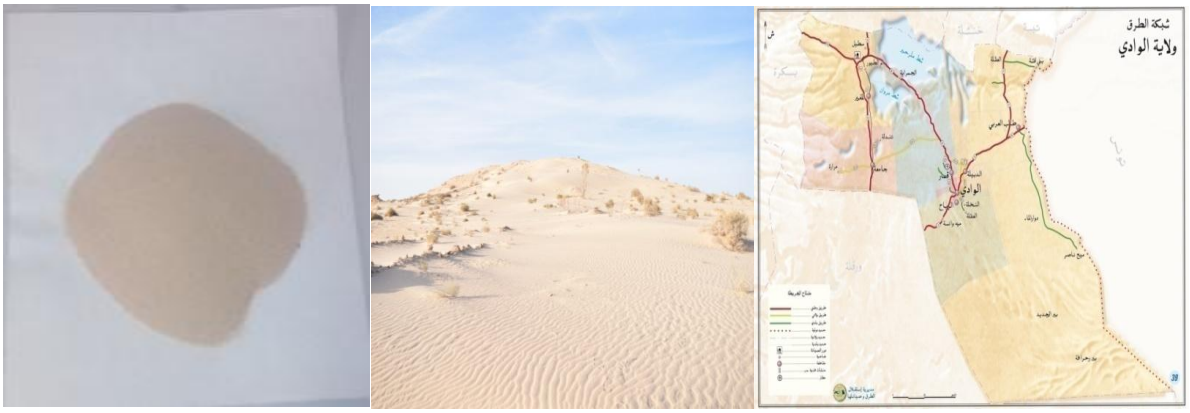
النتائج التجريبية ومناقشتها

مقدمة

سنقوم في هذا الفصل بعرض نتائج التحليل الطيفي لرمال منطقة الوادي بواسطة الأشعة تحت الحمراء بتحويل فوريه (FTIR)والتحليل الطيفي بواسطة المجهر الإلكتروني الماسح(MEB) ومناقشتها كما سنناقش بعض الطرق المتبعة للحصول على هلام السليكا إنطلاقا من الرمال.

III-1- جمع وتحضير العينات:

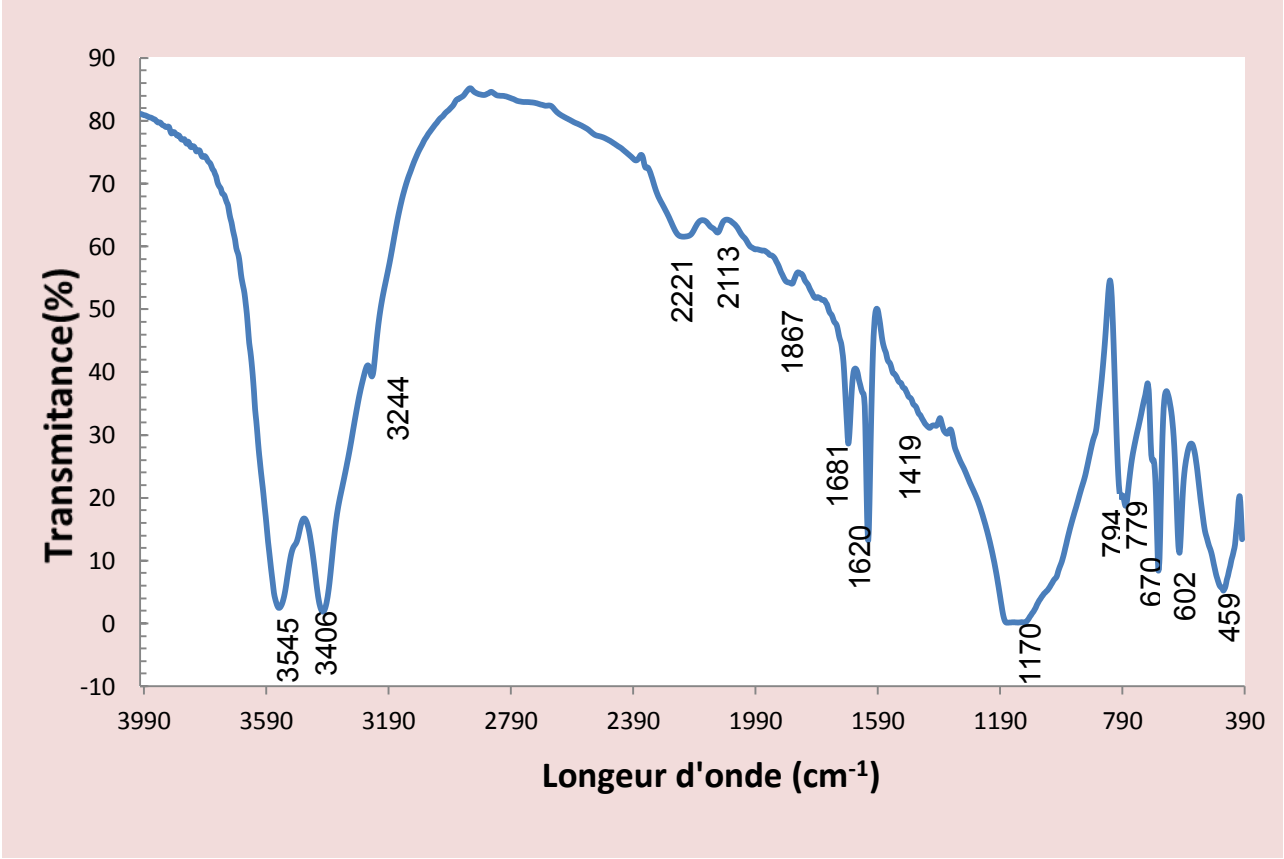
قمنا بأخذ عينة من الرمال من منطقة–تندلة–الواقعة شمال مدينة الوادي بإحداثيات جغرافية 6°1'52049 شرقا و40°33'31.36 شمالا على بعد حوالي 20km من دائرة جامعة الواقعة في الشمال الغربي للوادي.في هاته المرحلة قمنا بجمع حوالي سبعين عينة من مناطق مختلفة من الكثيب ومن الأسفل إلى الأعلى ومن أعماق مختلفة ومزجت جيدا حتى الحصول على عينة واحدة ممثلة للكثيب ومن أجل تحضير العينة للدراسة الطيفية قمنا بطحن يدوي للمزيج السابق بواسطة هاوون لمدة ساعتين تقريبا حتى الحصول على مزيج ناعم جدا.



الشكل (III-1):شكل يوضح العينة والكثيب والموقع الجغرافي للمنطقة المأخوذة منها العينة.

III-2-نتائج قياسات مطيافية الامتصاص للأشعة تحت الحمراء بتحويل فوريه:

يعطي طيف امتصاص الأشعة تحت الحمراء معلومات عن نوعية وكمية الروابط الكيميائية المتواجدة بالمادة وبمعرفة العناصر الكيميائية المكونة لهذه المادة يمكن التنبؤ ببنيتها الجزيئية خاصة إذا أستعين بمراجع درست مواد مشابهة. يظهر الشكل**(III-2)**طيف الامتصاص للأشعة تحت الحمراء لعينة رمل المأخوذة من منطقة تندلة- الوادي:



الشكل(III-2): طيف FTIR لعينة من رمل منطقة تندلة-الوادي.

إن مقارنة أشرطة الامتصاص في طيف عينتنا مع ماهومنشورفي المراجع المختلفة يشير إلى أن أغلب الروابط تعود لمادة الكوارتز ممثلة بأشرطة الإمتصاص 459-602-670-779-794-1867 و$1681cm^{-1}$. حيث يعود الشريط $459cm^{-1}$ إلى اهتزاز التمدد غير المتناظر لرابطة Si-O-Si .

- ويشير الشريط$602\ cm^{-1}$ إلى اهتزاز الانحناء غير المتناظر للرابطة Si-Oوأيضا الشريط $670cm^{-1}$ إلى اهتزاز الانحناء المتناظر للرابطة Si-O.
- ينسب الإمتصاص المزدوج الذي يظهر عند حوالي$779cm^{-1}$و$794cm^{-1}$ إلى إهتزاز التمدد المتناظر للرابطة Si-Oويعود الشريط $1170cm^{-1}$ و$1681cm^{-1}$ إلى إهتزاز التمدد غير المتناظر للرابطة Si-O
- أما الشريط $16817\ cm^{-1}$ إلى اهتزاز التشوه للرابطة Si-O.
- تحتوي عينتنا أيضا على مادة الكالسيت ويستدل عليها بالشريط $1419cm^{-1}$.كما وجد أيضا الشريطين $2221cm^{-1}$ و$2113cm^{-1}$ والتي تعود لبعض المركبات العضوية.

لوحظت أيضا أشرطة امتصاص عند 3544 و3244 و3406 و$1620\ cm^{-1}$ وهي عائدة إلى اهتزاز التمدد لرابطة الهيدروكسيل H-OH المعبرة عن الماء.الجدول الموالي يلخص أهم أشرطة الامتصاص المسجلة والمجاميع الوظيفية وأنماط الاهتزاز الموافقة لها:

الجدول (1-III): أهم أشرطة الامتصاص المسجلة والمجاميع الوظيفية وأنماط الاهتزاز الموافقة لها للعينة المدروسة:

التردد (cm^{-1}) *(Frequency)*	العنصر (element)	المجموعة الوظيفية ونمط الاهتزاز (Type of IR band Modes of vibration)
3545	الماء	(stretching vibration) O-H
3406	الماء	(stretching vibration) إهتزاز H-O-H
3244	ماء ممتص	str -OH
2221	نتريل	stretching C≡N
2113	الكين	stretching C≡C
1867	الكوارتز	
1681	الكوارتز	(deformation stretching) Si- O
1620	الماء	(stretching vibration) H-OH
1419	كالسيت	CO_3^{-2} (Doubly degenerate asymmetric stretching)
1170	الكوارتز	(asymmetrical stretching) Si-O
794	الكوارتز	(symmetrical stretching vibration)Si-O
779	الكوارتز	(symmetrical Stretching vibration) Si-O

670	الكوارتز	(symmetrical bending) Si- O
602	الكوارتز	Si- O –M(M=Al, Mg, Fe)(asymmetrical bending)
459	الكوارتز	(asymmetrical stretching vibration) Si-O-Si

III-2-1-دليل تبلورالكوارتز:

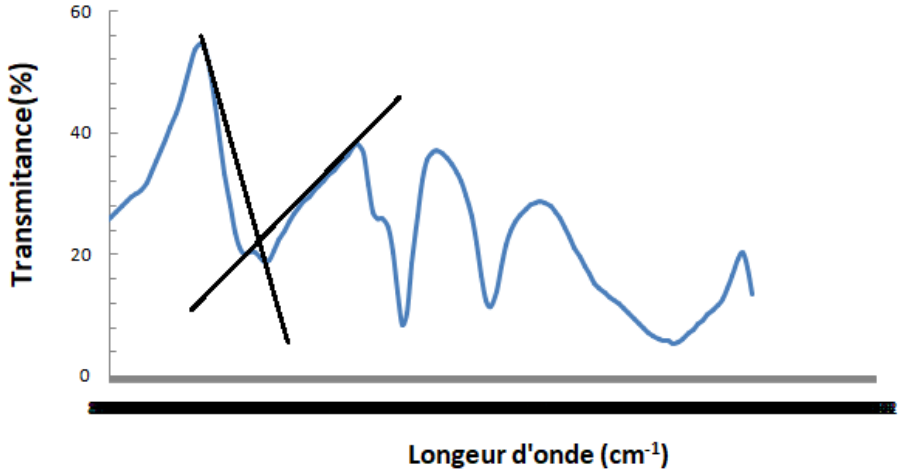
التبلورهوعملية تشكيل البلورات الصلبة من المحلول, يعتمد تبلور المواد على عدة عوامل درجة الحرارة اللزوجة وغيرها. يحدد التبلور من خلال دليل التبلور وهو يعبر عن النسبة بين كمية المواد المتبلورة والكمية الكلية للمادة حيث كلما زاد تبلور المادة نقصت قيمة دليل التبلور. يحسب دليل التبلور لمادة الكوارتز بحساب النسبة بين شدتي الامتصاص عند$794cm^{-1}$و$779\ cm^{-1}$.حيث تحدد قيمة الامتصاصية انطلاقا من العلاقة[41]:

$$A = log_{10}\frac{T_0}{T} \qquad \textbf{(III-1)}$$

T_0: النفاذية عند خط الأساس.

T:النفاذية عند قمة الامتصاص.

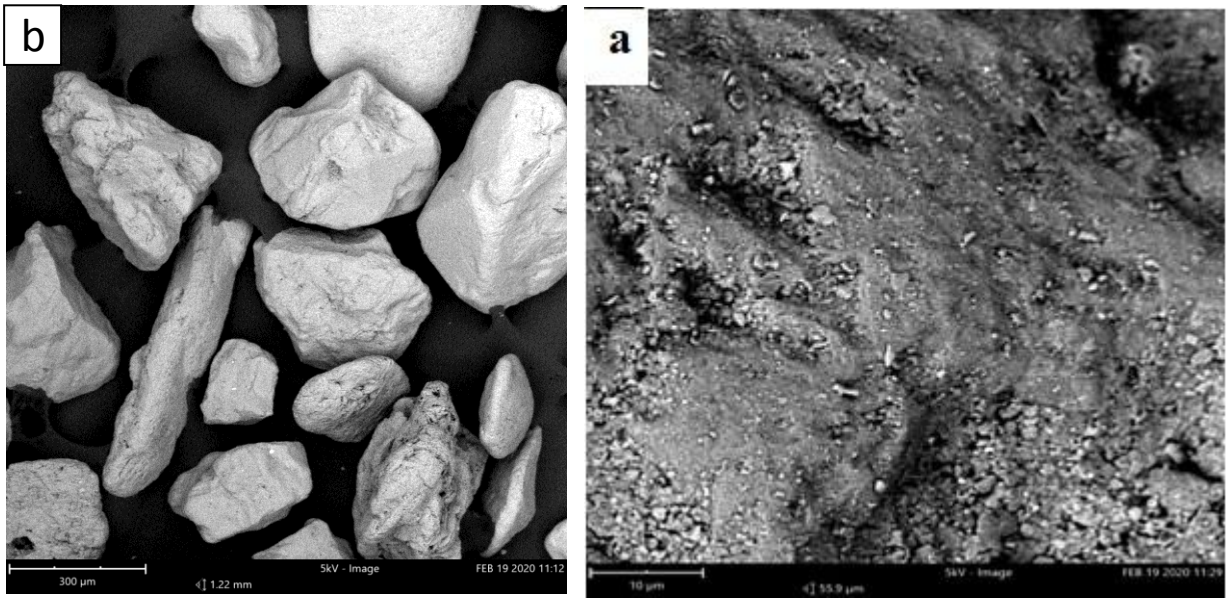
عند إجراء الحساب انطلاقا من العلاقة الفائتة توصلنا إلى أن درجة التبلور لمادة الكوارتز في العينة المدروسة مساوية لـ 0.65.



الشكل(3-III):طريقة تحديد قيم الامتصاص انطلاقا من خط الأساس.

3-III-نتائج القياس بالمجهر الإلكتروني الماسح:

تظهر الصورتين (a)و(b) صور دقيقة لعينة من رمل منطقة الوادي بواسطة المجهر الإلكتروني الماسح ذات سلم 10µmو300µmعلى التوالي. تبين من الصورة bأن الرمل يحتوي على حبيبات ذات أشكال مختلفة, منها ماهو دائري وطولي ومنها ماهو ذات أشكال غير منتظمة.



الشكل(4-III):صور لعينة الرمل بواسطة المجهر الإلكتروني الماسح MEB.

أما التحليل الكمي باستخدام تقنية EDX المرفقة بجهاز المجهر الإلكتروني الماسح تظهر أن متوسط نسبة ثاني أكسيد السليسيوم SiO_2 في العينة يشكل61% بالإضافة إلى تواجد نسبة من كاليست و نسبة من أكسيد الحديد و أكسيد الألمنيوم و المغنيزيوم. وهذا ما أثبته تحليل الأشعة التحت حمراء بتحليل فوريه.

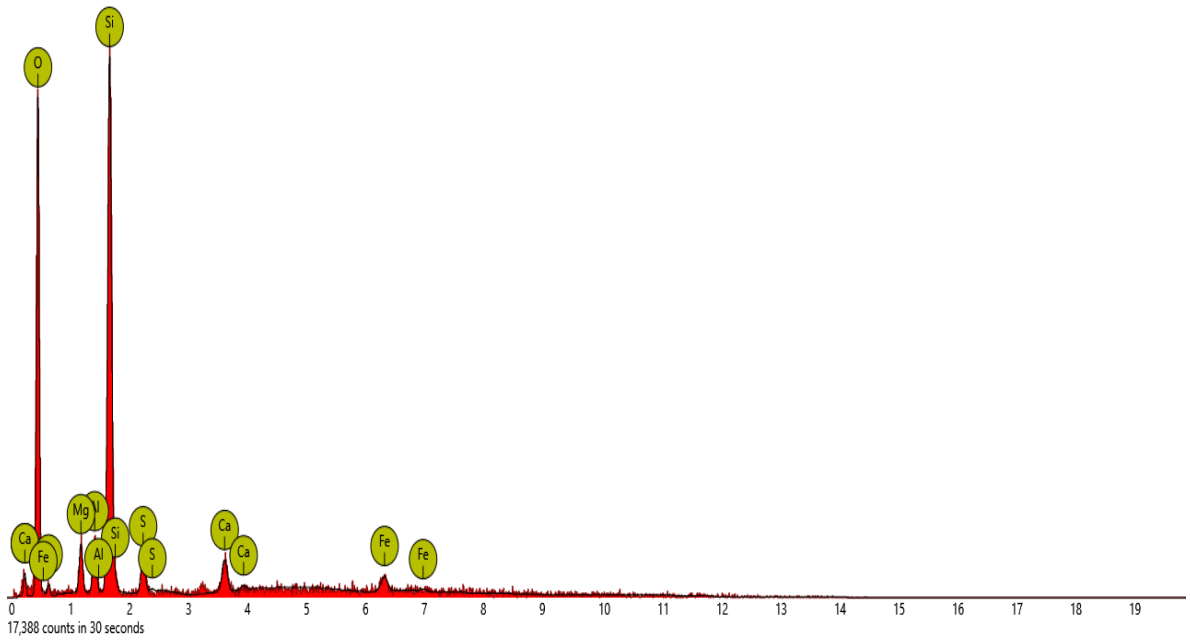
بينما التحليل الموضعي في مناطق مختلفة من العينة فسجلنا نسب عالية من ثاني أكسيد السليسيوم تتراوح بين 99% و72%وهذا ما يثبت بأن رمال منطقة الوادي هي رمال غنية بالسليكا بامتياز.

Element Symbol	Atomic Conc.	Weight Conc.	Oxide Symbol	Stoich. wt Conc.
O	82.80	71.81		
Si	16.58	25.24	SiO_2	94.81
Sr	0.62	2.95		

الجدول (III-2): يوضح النسب المئوية للعناصر المكونة لمنطقة من العينة حسب تحليل EDX.

Element Symbol	Atomic Conc.	Weight Conc.	Oxide Symbol	Stoich. wt Conc.
O	83.74	74.33		
Si	16.19	25.23	SiO_2	99.19

الجدول (III-3): يوضح النسب المئوية للعناصر المكونة لمنطقة أخرى من العينة حسب تحليل EDX.



الشكل(III-5):أحد أطياف تحليل EDX للعينة المدروسة.

III-4- تجربة استخلاص هلام السليكا إنطلاقا من الرمل:

تم في بداية الأمر سحق الرمل بواسطة هاوون لمدة ساعتين تقريبا إلى غاية الحصول على مزيج ناعم جدا.

III-4-1-إستخلاص هلام السليكا بطريقة sol-gel:

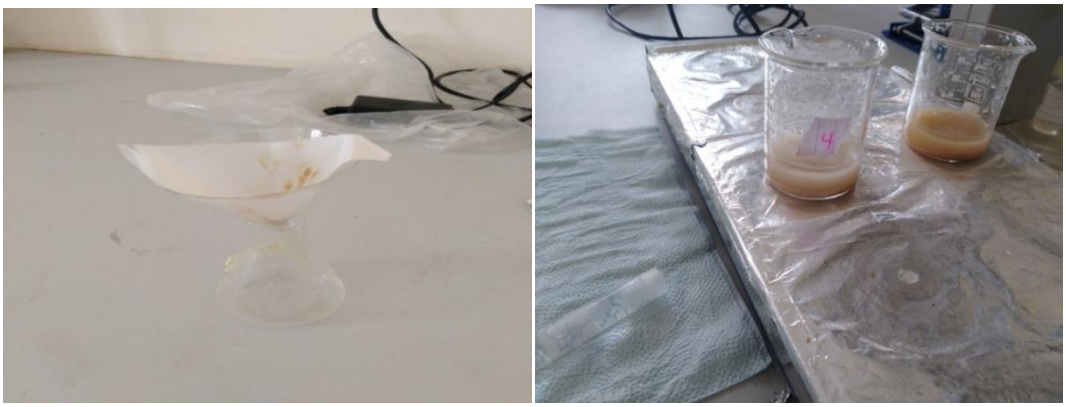
إن عملية تحضير هلام السليكا إنطلاقا من الرمال يتم عبر مرحلتين :

- تحضير سيليكات الصوديوم.
- تحضير هلام السليكا بواسطة أكسدة سيليكات الصوديوم بمساعدة حمض الهيدروكلوريك 2M.

III- 4-1-1- تحضير سيليكات الصوديوم:

قمنا في هاته المرحلة بمجموعة من الخطوات الواحدة تلوى الأخرى:

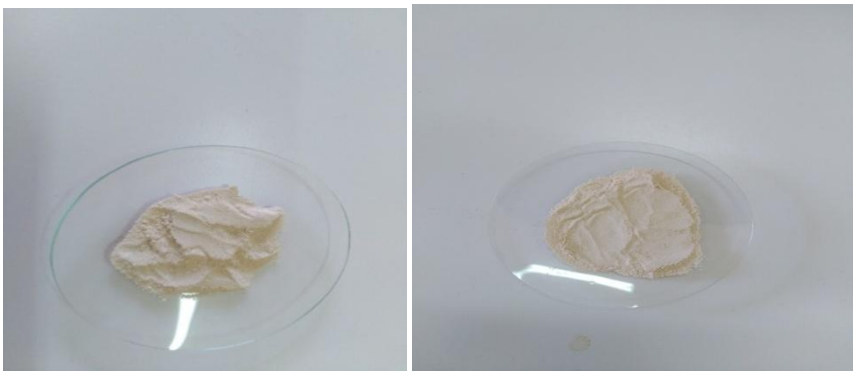
1.الغسل والترشيح:الهدف من هذه المرحلة هو إزالة الشوائب من الرمل حيث يتم انتهاج نمطين من الغسل,واحد بالماء المقطر والآخر بحمض الهيدروليك, حيث أخذنا عينتين متماثلتين من الرمل وزن كل منها 4g ووضعت كل منها في بيشر أضيف للبيشر الأول 20ml من الماء المقطر وللبيشر الثاني 20ml من حمض الهيدروكلوريك. يتم المزج بواسطة جهاز المحرك المغناطيسي,حيث يوضع كلا البيشرين على جهاز الدوران لمدة 30 دقيقة وبسرعة 50 m/s.ثم ترشح العينتين بواسطة ورقة الترشيح يتم إعادة نفس العملية على العينتين ولكن لمدة 20 دقيقة وبسرعة دوران 250 m/s ونقوم بالترشيح للمرة الثانية.



(ب) (أ)

الشكل(III-6):صور توضح عملية الغسل (أ) والترشيح (ب).

2.التجفيف:توضع العينتين السابقتين في الفرن لمدة 24 ساعة وتحت درجة حرارةc^0 105.



الشكل(III-7): العينتان بعدعملية التجفيف

3. نأخذ مقدار واحد غرام (1g) من كلتا العينتين السابقتين ونضيف لكل منها قدر 2g من كربونات الصوديوم (Na_2Co_3) بشكل تدريجي ويمزجا جيدا,ثم توضعا في بوتقتين في الفرن لمدة ساعتين وتحت درجة حرارةc^0 1000.

✓ للمقارنة مع الأبحاث التي أجريت لصناعة أو للحصول على هلام السليكا قمنا بتلخيص أهم الأعمال.

❖ حيث قام كل من الدكتور إبراهيمي وزملائه سنة 2014 [42] بتحضير هلام السليكا من رمال الكاولين (Kaoline). حيث قاموا بـ:

المرحلة الأولى:

- إزالة أكاسيد الحديد من العينة (رمال الكاولين) وغسلها وتجفيفها ومن أجل ذلك يأخذ مقدار250g من الرمل ويضاف له500 mL من حمض الكبرتيك$H_2SO_4$4M.
- يغسل الناتج جيدا وبكمية وفيرة من الماء المقطر ثم يجفف عند درجة حرارة $105c^0$ لمدة 24 ساعة.
- تسحق العينة جيدا بواسطة هاون حتى الحصول على مسحوق ناعم.

المرحلة الثانية: إنتاج هلام السليكا

يتم إنتاج الهلام انطلاقا من ناتج المرحلة الأولى لرمال الكاولين ويكون في خطوتين :

- الخطوة الأولى : وهي إعداد تربة السيليكات.
- الخطوة الثانية : هي زعزعة الإستقرارالميتاسيليكاتي بإضافة قطرة من 2 M من حمض الهيدروكلوريك.

تحضرالسيليكات عن طريق تسخين خليط من كربونات الصوديوم والرمل (رمل الكاولين) في درجة حرارة $1000c^0$ حسب المعادلة التالية :

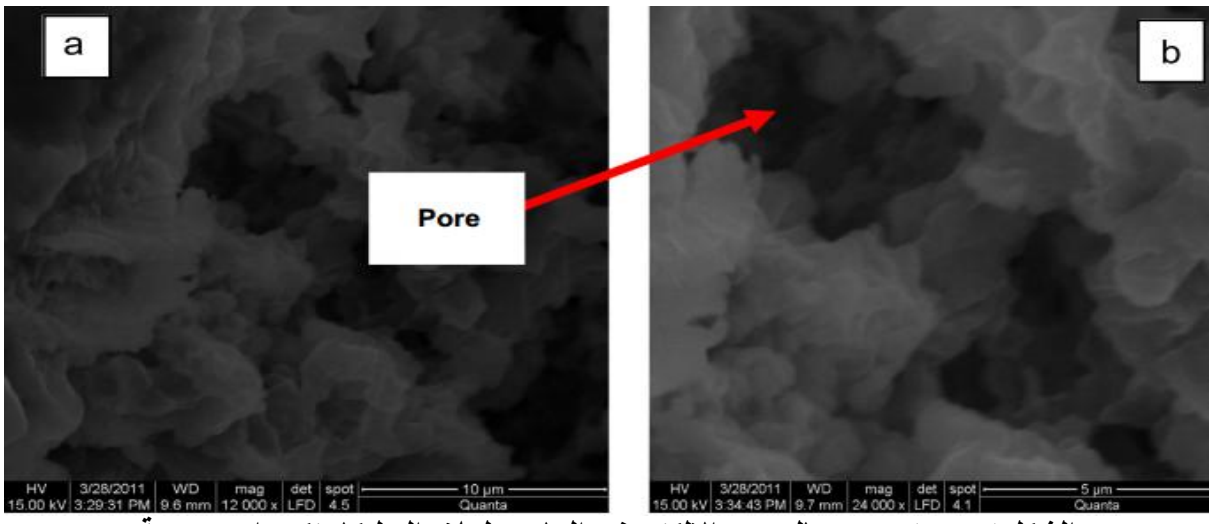
$$3Sio_2 + Na_2\ Co_3 \longrightarrow (3\ Sio_2, Na_2o) + co_2\uparrow$$

نأخذ 10 g من المركب الزجاجي (Sio_2, Na_2O) المنتج ونذيبه في 500 ml من الماء الساخن المقطر ذو درجة الحرارة $50c^0$ لتحضير سيليكات الصوديوم المائية.

الخطوة الأخيرة هي الخطوة الأهم للحصول على هلام السليكاوهي مرتبطة بإضافة قطرة 2 M من حمض الهيدروكلوريك إلى سيليكات الصوديوم المخفف إلى غاية الحصول على Ph المطلوب للمحلول مع التقليب المستمر .

نغسل هلام السليكا المتحصل عليه عدة مرات بالماء المقطر حتى تصبح مياه الغسيل خالية من ايونات الكلور cl^-,ثم يتم تجفيف هلام السيليكا عند درجة حرارة c^0 105 لمدة 24 ساعة.

تم الحصول في هذه التجربة على نسبة 92% من هلام السليكا من أصل العينة الأولية. و أظهرت نتائج المجهر الإلكتروني الماسح أن جسيمات هلام السليكا تبدو كجسيمات متراكمة للغاية كما وأنها إسفنجة هذا ما يمنحها تأثير جيد على قدرة الامتصاص.[42]

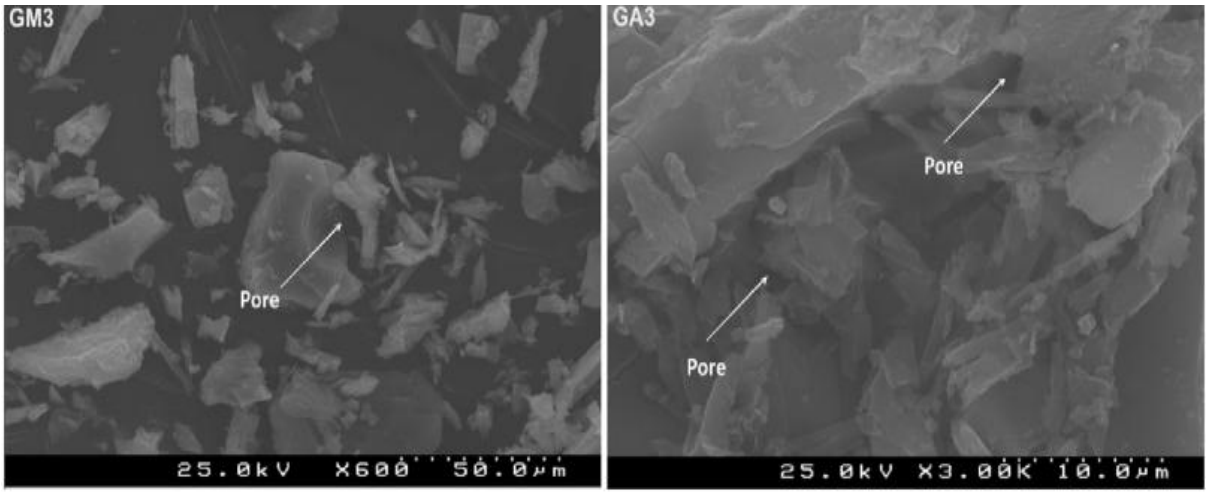


الشكل(III-8):صور بالمجهر الالكتروني الماسح لهلام السليكا بتكبيرات بصرية مختلفة120000 ×a و24000 ×b.[42]

- عمل آخر أجري سنة 2019م [43]للأستاذ مروان خليفة ومعاونيه تم تحضير هلام السليكا على أساس ثلاث خطوات:

1- تحضير سيليكات الصوديوم.
2- إذابة سيليكات الصوديوم للحصول على سيليكات الصوديوم المائية.
3- تشكل الهلام.

تبدو من نتائج المجهر الإلكتروني الماسح بأن عينة هلام السليكا المحللة تتكون من حبيبات متجمعة ذات أشكال متماثلة مع وجود بعض المسام الكبيرة, حيث أن متوسط أحجام حبيبات الهلام تتراوح مابين 1.14mmو5.45mm حيث أن هذا الاختلاف يرجع إلى تراكم الجسيمات هلام السليكا. حجم جزيئات هلام السليكا هذه تشبه هلام السليكا التجاري(متوسط الحجم يتراوح من 0.5mmإلى8mm)[43].



الشكل (III-9): صورة مجهرية من جل السليكا التونسي القائم على رمل الكوارتز.[43]

الجدول الموالي يلخص ظروف توليف هلام السليكاوبعض خصائصه:

Sample	pH	Molar ratio SiO_2/Na_2O	S_{BET} (m^2/g)	Pore volume (cm^3/g)	Pore diameter (Å)
GM3	3	1.5	194	0.53	111
GM6	6	3	91	0.23	79
GM10	10	1.5	33	0.12	129
GS3	3	3	133	0.46	127
GS6	6	1.5	58	0.14	85
GS10	10	3	24	0.06	22
GA3	3	1.5	178	0.50	107
GA6	6	1.5	86	0.20	83
GA10	10	3	31	0.09	115
GI			253	0.28	45

الجدول (III-4):ظروف توليف هلام السليكا وبعض خصائصه[43].

❖ أيضا قام الباحث علي سديري و معاونيه (2014)[44] باستخراج الهلام من مادة الرمل.

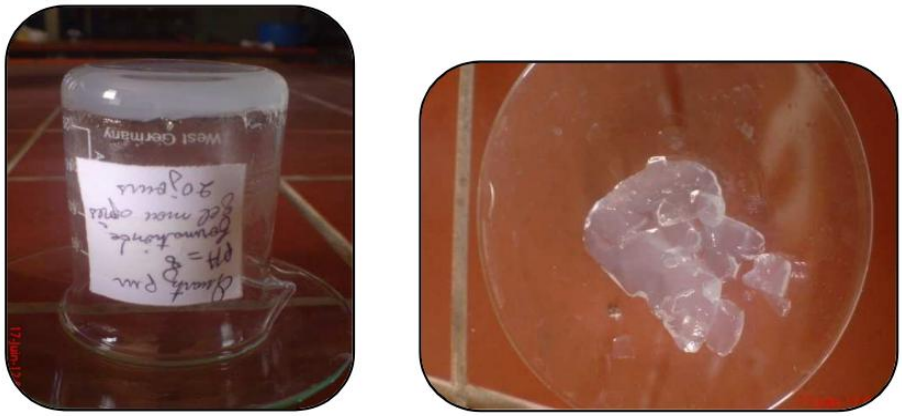
يتم إعداد خليط بمزج الرمل مع كربونات الصوديوم تحت درجة حرارة$1150c^0$ولمدة ساعتين مع نسبة مولية 1/1 من الكوارتز حسب المعادلة التالية:

$$SiO_2 + Na_2\,CO_3 \rightarrow Na_2O.SiO_2 + CO_2 \uparrow$$

سيليكات الصوديوم المتحصل عليها موضحة في الصورة الموالية والتي تكون بشكل مادة صلبة زرقاء حيث ينتج هذا اللون من وجود أكاسيد فلزية معينة في الكوارتز الطبيعي.

الشكل (III-10): سيليكات الصوديوم المتشكلة [20].

يتم إذابة سيليكات الصوديوم المتحصل عليها في ماء ساخن. ثم أخذ 40mL من المحلول للناتج السابق وأضاف له حمض الهيدروكلوريك بالتدريج مع التحريك 2M من أجل الحصول على درجة حموضة بين 3 و8.يترك المحلول لمدة من الزمن حتى يتشكل الهلام ثم يتم فصل الهلام بواسطة الطرد المركزي لمدة 5 دقائق عند 3000 دورة في الدقيقة. يأخذ الهلام الذي تم الحصول عليه ويغسل جيدا ولعدة مرات بالماء المقطر حتى التخلص التام من أيونات الكلور و في الأخير يجفف الناتج في الفرن عند درجة حرارة $80c^0$ لمدة عشر ساعات [20] [44].



الشكل (III-11): هلام السليسيوم المتحصل عليه.[20]

من خلال التجارب التي أجريت حول استخلاص هلام السليكا من مادة الرمل نستخلص أن معظم الباحثين اتفقوا على أن طريقة التحضير الأفضل و الأكثر مردودية هي طريقة الصول جال (Sol Gel).

الخلاصة:

تم في هذا الفصل عرض نتائج التحليل الطيفي لعينة الرمل ومناقشتها بواسطة مطيافية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه والمجهر الإلكتروني الماسح .حيث تعرفنا على التركيبة الكيميائية لرمل المنطقة, وحددنا أهم الروابط المحتواة في العينة,كما توصلنا أيضا إلى حساب درجة التبلور,وتحديد نسبة متوسط ثاني أكسيد السليسيوم في العينة.وتطرقنا أيضا لتجربة استخلاص السليسيوم من الرمل كما عرضنا بعض التجارب للحصول على هلام السليسيوم.

الخاتمة العامة

الخاتمة العامة

تعتبر مادة الرمال أحد أهم عناصر البيئة حيث تحتوي على نسبة عالية من معدن السليكا والتي قد تصل إلى 99%. وبغرض المساهمة في تثمين رمال الكثبان لمنطقة الوادي وتقدير نسبة الكوارتز فيها وإستخراجها ثم الوصول إلي تشكيل هلام السليكا, وهذا الأخير له تطبيقات كثيرة خاصة في مجال النانو تكنولوجيا.قمنا في هذا العمل بدراسة مطيافية وتركيبة لتحديد مكونات رمال المنطقة وذلك بإستخدام مطيافية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه FTIR ومطيافية المجهر الالكتروني الماسحMEB.حيث أفادت الدراسة باستخدام مطيافية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه إلى أن اغلب الروابط الموجودة في رمل كثبان منطقة الوادي تعود إلى مادة الكوارتز ويستدل عليها بأشرطة الامتصاص الخاصة بالرابطةSi-O.في حين أن رمال المنطقة تحتوي على نسبة قليلة من الكالسيت و الممثل بالشريط $1419cm^{-1}$.بفضل هاته التقنية تمكنا أيضا من تحديد مؤشر التبلورللكوارتز المقدرب 0.65

كما إستطعنا بفضل تقنية المجهر الالكتروني الماسح من التوصل إلى النسبة المتوسطة لثاني أكسيدالسليسيوم في العينة والمقدرة ب61% مع وجود بعض الأكاسيد الاخرى كأكسيد الحديد و أكسيد الألمنيوم في حين سجلنا نسب عالية لمعدن الكوارتزSiO2قدر ب 99%في مناطق مختلفة من العينة وهي دلالة على نقاء رمال المنطقة.وتمكنا بفضل هاته التقنية أيضا من التعرف على أشكال حبيبات الرمال و حجمها المختلفة.

وإنطلاقا من النسبة المعتبرة لثاني أكسيد السليسيوم المكونة لرمال المنطقة حاولنا استخراج هلام السليكا ومن أجل ذلك إنتهجنا خطوات معينة تعتمد أساسا على ثلاثة مراحل وهي تحضير سيليكات الصوديوم ثم إذابتها في الماء المقطر بغية الحصول على السيليكات المائية وأخيرا إنتاج هلام السليكا بإضافة حمض الهيدروكلوريك. وبالإعتماد على ماتم التوصل إليه في هذا العمل ومما سبق يمكننا وضع بعض التطلعات والأفاق لتكون منطلق لأعمال بحثية أخرى :

- **إستخدام هلام السليكا المجفف من أجل امتصاص الرطوبة من الأجهزة الإلكترونية وعدسات الكاميرا والمحافظة على سلامة الأجهزة.**
- **إستخدام السليسيوم النقي للأبحاث النانومترية.**

المراجع

المراجع

[1] Michael J. Kavulich J (2008) , The Physics of Sand Dune Formation and Migration on Mars ,Worcester polytechnic institute in partial fulfillment of the requirements .

[2] Benna Y. Bedjou S . Gueltahe B . Braray A (2006) , Valorisation des sables de dune : Applications aux sables des régions de Ouargla et de Boussaada , National Center of Studies and Integrated Researchs (CNERIB).

[3] http://.mawdoo3.com/

[4] Meftah N . Mahboub M (2019) , spectroscopic Characterizations of Sand Dunes Minerals of El-Oued (Northeast Algerian Sahara) by FTIR, XRF and XRD Analyses, Silicon, ISSN 1876- 990X.

[5] بن عيفان الحارثي ع ,مقرر المخاطر الجيولوجية, قسم الجيولوجيا الهندسية والبيئة, كلية علوم الأرض جامعة الملك عبد العزيز , المملكة العربية السعودية,12 .

[6] Bigelow A. Bowman C . Cassel D k (2004) ,Physical properties of sand amended with inorganic materials. USGA Turf grass and Environmemtale Research online.vol 3,Num 6.

[7] Pye K. Aeolian Sand and Sand Dunes 397 / © Springer 2009 .

[8] lorenz R .D and zimbelman J.R. (2014);Dune worlds how windblown sand shapes planetary landscapes ; spring-verlag Berlin Heidelberg .

[9] Marc P. and Jacques G. (2006); Handbook of soil analysis: mineralogical, organic and inorganic methods;Springer-verlag Berlin Heidelberg .

[10] رجائي م . الصحلاوي ج (2008),المعادن والصخور الضارة بالبيئة , مجلة أسيوط للدراسات البيئية , 31:101-118.

[11] www.travelerpedia.net

[12] بان عبد الله د .سالي نعمة م (2007),تنقية رمال السيليكا لصناعة الزجاج العلمي مجلة الجيولوجيا والتعدين العراقية ,المجلد 3,العدد35:1-40 .

[13] محدادي ن,(2017), تحديد تركيب الأصناف اللونية الرئيسية لرمل كثبان منطقة ورقلة وتحديد سبب تلونها باستخدام الطرق الطيفية ,أطروحة دكتورا جامعة ورقلة .

[14] Dr,kamar shah Ariffin (2004), EBS-425-Mineral perindustrian.

[15] بشينة ن . ربعي م (2008), ثاني أكسيد السلكون كمصدر مهم للتطبيقات الصناعية والتقنية الحيوية , مجلة جامعة الزاوية – ليبيا , 10.

[16] بوضياف س (2016) , تحديد التركيب الجزيئي للأصناف الحبيبية المختلفة لرمل كثبان منطقة ورقلة وحساب تركيز الكوارتز فيها باستخدام التقنيات الطيفية,أطروحة دكتورا,جامعة ورقلة.

المراجع

[17] https://www.gemstones-ar.com/

[18] Weintraub S (2002) , demystifying research, in object specialty croup postprints Washington, D C :American for conservation, vol 9,24

[19] https://gel-de-silice.com/

[20] Abidat A (2013), préparation et caractérisation d' un matériau poreux a partir du quartz, mémoire pour obtenir le diplôme de magister en chimie des matériaux Université Oum Bouaghi .

[21] https://ar.wikipedia.org/wiki/

[22] متولي م ص (1438ه-2015م), كتاب الأشعة السينية الفوائد والمخاطر ,الرياض .

[23] عميرات ح (2008),دراسة الخصائص البنيوية للمركب $Bi_{1-x}Sr_xFeO_3$ من اجل x = 0.25- 0.3 مذكرة تخرج لنيل شهادة الماستر جامعة ورقلة .

[24] أولاد سالم م . غرياني م (2018) , مساهمة في دراسة الخصائص الفيزيائية و الكيميائية لعينات من رمل منطقة حاسي ميلود بورقلة ,مذكرة تخرج لنيل شهادة ماستر جامعة ورقلة .

[25] Lebail A (1992), Power Diffraction II, NIST Spécial Publication, 846.

[26] Dib M E (2010) , caractérisation et étude structurale par diffraction des RX des oxalates mixtes à base de plomb ,de lanthane et de zirconium,thèse magister d'état, Université Constantine.

[27] عذاب ط (2008) , "الأشعة السينية التشخيصية ", دار الفجر للنشر والتوزيع ,القاهرة مصر .

[28] بن ساري ك , عزاوي ز (2017), تأثير الخطأ التجريبي في حساب حجم الحبيبات باستعمال الأشعة السينية مذكرة تخرج لنيل شهادة الماستر, جامعة ورقلة .

[29] كيتل ش (2005), المبادئ الأساسية في فيزياء الجوامد"مكتبة النهضة المصرية ".

[30] نسيب ع . سلطاني ض د (2018) , دراسة الخصائص الكيميائية للمعادن الموجودة في مادة الرمل بمنطقة الوادي ,مذكرة تخرج لنيل شهادة الماستر جامعة الوادي .

[31] ريزان منلا م (2019), كتاب الطيف المغناطيسي, قسم الالكترونيات والكهرباء .

[32] www.chromacademy.com

[33] كتاب طرق التحليل الطيفي تقنية مختبرات كيميائية,المؤسسة العامة للتعليم الفني والتدريب المهني المملكة العربية السعودية , 61.

[34] Polfer N. C. Dugourd P (2013), Laser Photo dissociation and Spectroscopy of Mass-separated Biomolecular Ions, Lecture Notes in Chemistry 83; Springer International Publishing Switzerland .

[35] مشري م ع (2016) , دراسة اثر المعالجة الحرارية على تركيب رمل كثبان ورقلة وعلى ناقليته الكهربائية باستخدام الطرق الطيفية,أطروحة دكتورا جامعة ورقلة .

[36] Kulkarni S.K.(2015): Nanotechnology: principles and practices ;capital publishing company .

[37] www.scientific.ma

[38] H.Paquton,J Ruste (2006) , Microscopie électronique à balayage. Principe et équipement. Techniques de l'Ingénieur, P 865 v2 .

[39] I.RAHIL(2008), élaboration et caractérisation de revêtements durs Mo-Cr et Mo-Cr-N ,mémoire présenté pour obtenir le grade de magister, Université Constantine

[40] Nano-arabia.com

[41] Gnanasaravanan S. Rajkumar P. (2013); Characterization of minerals in natural and manufactured sand in Cauvery River belt. Tamilnadu.India; Infrared Physics andTechnology58:21-31 .

[42] D.Brahmi et al (2014) ,preparation of amorphous silica gel from Algeria siliceous by-product of kaolin and its physic chemical properties,University of Bejaia , Materials Technology Laboratory of Process Engineering(LTMGP), Targa Ouzemmour Road.

[43] M.Khalifa et al (2019),Innovative technology for the production of high-purity sand by thermal treatment and acid leaching process ,Tunisia.

[44] Ali Sdiri, Teruo Higashi, Samir Bouaziz, Mourad Benzina(2010) , Synthesis and characterization of silica gel from siliceous sands of southern Tunisia. Arabian Journal of Chemistry. doi: 10. 1016.

الملخص:بغرض الحصول على هلام السليكا إنطلاقا من رمال السليكا,تم في هذا العمل دراسة التركيب الكيميائي لرمال منطقة "تندلة" وذلك بإستخدام تقنيتي مطيافية الأشعة تحت الحمراء والمجهر الالكتروني الماسح. حيث أفادت تقنية الأشعة تحت الحمراء بان رمال المنطقة تتكون أساسا من الكوارتز بدرجة تبلور 0.65 و معدن الكالسيت.وانطلاقا من تقنيةEDXالمرافقة للمجهر الالكتروني الماسح تم حساب النسبة المتوسطة لثاني أكسيد السليسيوم(SiO_2) في العينة والمقدرةب61%.نظرا للنسبة المعتبرة لثاني أكسيد السليسيوم في العينة تم إنتهاج طرق كيميائية للحصول على هلام السليكا, إذ تعتمد أساسا على تحضير سيليكات الصوديوم إنطلاقا من تسخين خليط الرمال وكربونات الصوديوم عند درجة حرارة 1000م° ومن ثم إذابتها في الماء المقطر للحصول على سيليكات الصوديوم المائية وأخيرا إنتاج الهلام بإضافة حمض الهيدروكلوريك.

الكلمات المفتاحية: رمال السليكا,الكوارتز,هلام السليكا,مطيافية الأشعة تحت الحمراء والمجهر الالكتروني الماسح.

Abstract: In order to obtain a silica gel from silica sand, the chemical composition of the sand in the "tendla" area was studied using the techniques of infrared spectroscopy and a scanning electron microscope.The infrared method (FTIR) reported that the sand of this region is mainly composed of quartz with a crystallinity index of 0.65 and the calcite minerals.Based on the EDX technique which associated with the scanning electron microscope (MEB), the average percentage of silicon dioxide (SiO_2) was calculated in the sample and estimated at 61%. Due to the significant percentage of silicon dioxide in the sample, chemical methods have been adopted to obtain silica gel, as it mainly depends on preparing sodium silicate based on heating the sand and sodium carbonate mixture at a temperature of 1000 ° C and then dissolving it in distilled water to obtain aqueoussodium silicate and finally producing the gel By adding hydrochloric acid.

Key words: Silica sand, quartz, Silica gel, infrared spectroscopy and Scanning electron Microscopy.