

رقم الترتيب:.....
رقم التسلسل:.....

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي



جامعة الشهيد حمه لخضر-الوادي-
كلية العلوم الدقيقة
قسم الفيزياء



مذكرة تخرج مقدمة لنيل شهادة

ماستر أكاديمي

مجال: علوم المادة
تخصص: فيزياء تطبيقية إشعاعات و طاقة
من إعداد:

مسعودي شهيناز

كساب نسرين

تحت عنوان:

دراسة تأثير المعالجة الكيميائية على الخصائص
الفيزيوكيميائية لمادة الكوارتز

نوقشت يوم : 2022/06/..

أمام لجنة المناقشة المكونة من الأساتذة:

رئيسا
مناقشا
مؤطرا

أستاذ محاضر
أستاذ محاضر
أستاذة محاضرة -أ-

بكار الضاوية
جار الله رشيدة
مفتاح نسيمة

السنة الجامعية: 2022/2021

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

وَقُلْ رَبِّ زِدْنِي عِلْمًا

اهداء

اللهم لك الحمد قبل ان ترضى ولك الحمد إذا رضيت ولك الحمد بعد الرضا، نحمد
الله عز وجل انه وفقنا لإنجاز هذا العمل المتواضع.

الى قرة عيني، الى من جعلت الجنة تحت قدميها... الى التي حرمت نفسها
واعطتني، الى من وهبتني الحياة..... الى من نبع حنانها سقتني ..

أمي الغالية يحفظها الله

الى من يزيدني انتسابا له وذكره فخرا واعتزازا الى من سهر الليالي من اجل
تربيتي وتعليمي، وجعلني أكبر في ازكى وأطهر فضيلة أبي العزيز يحفظه الله
الى من حبهم يجري في عروقي ويلهج ذكرهم فؤادي الى
اخوتي واخواتي

الى من سرنا سويا ونحن نشق الطريق معا نحو النجاح والابداع الى تكاتفنا يدا بيد
ونحن نقطف زهرة تعليمنا
صديقاتي وزميلاتي

الى من علموني حروفا من ذهب وكلمات وعبارات من احلى عبارات في العلم الى
من صاغوا لي من علمهم حروفا ومن فكرهم منارة تنير لنا مسيرة العلم
والنجاح الى
اساتذتي الكرام

من اعداد الطالبة

مسعودي شهيناز

كساب نسرين

الشكر والتقدير

قال رسول الله صل عليه وسلم:

"من سلك طريق يلمات فيه علما سهل الله له به طريقا الى الجنة"

الحمد لله والشكر لله الذي من علينا من فضله ورحمته ويسر لنا امورنا ونور دروبنا لإنجاز هذا العمل المتواضع، سائلين الله ان يوفقنا ويسدد خطانا ويبسط لنا خيرات العلم ويوفقنا في ما تبقي منه راجين من الله مزيد من النجاح والتوفيق والله سميع عليم مجيب الدعاء. والشكر المواصل الى كل استاذ افادنا بعلمه، من اول مراحل الدراسية حتى هذه اللحظة كما نرفع كلمة شكر إلى الدكتورة الاستاذة المشرفة "مفتاح نسيمة" على اقتراحها هذا الموضوع، وما بذلته من جهد وتعب خلال اشرافها علينا.

كما نشكر كل مادنا يد العون لم يبخلوا علينا بنصائحهم وارشاداتهم ونخص بالذكر الاستاذين:

"طليبة علي" و "بقاص عز الدين".

كما اتقدم بالشكر الى الاستاذ "بكار الضاوية" على قبول تراس لجنة المناقشة والأستاذ "جار الله رشيدة" على قبوله مناقشة المذكرة.

وفي الختام نشكر كل من ساعدنا وساهم في هذا العمل سواء من قريب أو بعيد حتى ولو بكلمة

طبية أو ابتسامة عطرة.

فهرس المحتويات:

الصفحة	العنوان
I	اهداء
II	الشكر والتقدير
III	فهرس المحتويات
VI	فهرس الأشكال
VII	فهرس الجداول
VIII	فهرس الرموز
2	المقدمة العامة
الفصل الأول: عموميات حول مادة الكوارتز	
5	I-1-مقدمة
5	I-2-تعريف الكوارتز (المرو)
5	I-3-البنية البلورية للكوارتز
8	I-4-انواع الكوارتز
10	I-5-الخواص الكهربائية للكوارتز
10	I-6-مجالات استخدام الكوارتز
10	I-7-تعريف الرمل
11	I-7-1-مكونات الرمل
11	I-8-الخواص الكيميائية الرمل
12	I-9-استخدامات مادة الرمل
12	I-10-خلاصة
13	قائمة المراجع
الفصل الثاني: الطرق التجريبية المستعملة	
15	II-1-مقدمة
15	II-2-مطيافية الأشعة تحت الحمراء IR
15	II-2-1-تعريف الأشعة تحت الحمراء
16	II-2-2-مصادر الأشعة تحت الحمراء
16	II-2-3-مبدأ مطيافية الأشعة تحت الحمراء
16	II-2-4-انواع الاهتزاز الجزيئية
18	II-2-5-مسار الأشعة داخل جهاز مطيافية الأشعة تحت الحمراء
19	II-2-6-تحضير العينة للتحليل بواسطة FTIR
20	II-2-6-1-الجهاز المستعمل
20	II-3-تعريف الأشعة السينية
20	II-3-1-انواع اطياف الأشعة السينية
22	II-3-2-مبدأ حيود الأشعة السينية

22	II-3-2-1-قانون براغ
23	II-3-3-مبدأ عمل جهاز توليد الأشعة السينية
23	II-3-4-خصائص الأشعة السينية
24	II-3-5-تحضير العينات لإجراء التحليل بواسطة XRD
24	II-3-6-الجهاز المستعمل في حيود الأشعة السينية
25	II-3-7-برنامج تحليل المعطيات التجريبية:
25	II-3-7-1-برنامج:Qualx
25	II-4-المجهر الإلكتروني الماسح
25	II-4-1-مبدأ عمل المجهر الإلكتروني الماسح
27	II-4-2-مكونات المجهر الإلكتروني الماسح
29	II-5-خلاصة
30	قائمة المراجع
الفصل الثالث: النتائج التجريبية ومناقشتها	
32	III-1-مقدمة
32	III-2-جمع و تحضير العينات
33	III-3-دراسة فيزيوكيميائية لعينة الرمل
33	III-3-1-المجهر الضوئي
33	III-3-2-التحليل بمطيافية امتصاص الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه
34	III-3-3-التحليل بواسطة انعراج الأشعة السينية
37	III-3-4-نتائج التحليل بالمجهر الإلكتروني الماسح
38	III-4-معالجة الرمل
38	III-4-1-مراحل المعالجة الكيميائية
41	III-5-نتائج معالجة الرمل
42	III-5-1-مطيافية الأشعة تحت حمراء
44	III-6-الخلاصة
45	قائمة المراجع
47	خلاصة عامة

فهرس الأشكال

الصفحة	عنوان الشكل	ترتيب الاشكال
الفصل الاول		
5	صورة طبيعية لبلورات الكوارتز	الشكل (1-I)
6	البنية البلورية (أ) للطور الفا و(ب) للطور بيتا الكوارتز	الشكل (2-I)
6	رسم تخطيطي لجزيء SiO_2	الشكل (3-I)
7	رسم تخطيطي يمثل البنية البلورية للجزيء SiO_2	الشكل (4-I)
7	يمثل البنية البلورية رباعية الوجة SiO_4	الشكل (5-I)
8	يمثل الاصناف معدن الكوارتز	الشكل (6-I)
الفصل الثاني		
15	الطيف الكهرومغناطيسي	الشكل (1-II)
16	امتصاص الاشعة تحت الحمراء	الشكل (2-II)
17	رسم تخطيطي يوضح انماط اهتزاز التمدد	الشكل (3-II)
18	رسم تخطيطي يوضح انماط الانحناء	الشكل (4-II)
18	مسار الاشعة في مطياف FTIR	الشكل (5-II)
19	الادوات المستخدمة في تحفيز عينات التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء	الشكل (6-II)
20	جهاز مطيافية الاشعة تحت الحمراء المستخدم	الشكل (7-II)
21	انطلاق الاشعة البينية المستمرة عند انحراف الالكترونات المعجل عن مساره	الشكل (8-II)
21	الاشعة السينية المميزة	الشكل (9-II)
22	شكل توضيحي يشرح مبدا قانون براغ	الشكل (10-II)
23	مخطط توضيحي انتاج الاشعة السينية	الشكل (11-II)
24	جهاز انعراج الاشعة السينية المستعمل	الشكل (12-II)
25	واجهة برنامج Qualx المستخدم في تحليل نتائج مخططات الأشعة السينية	الشكل (13-II)
26	رسم تخطيطي للمجهر الالكتروني الماسح	الشكل (14-II)
27	رسم تخطيطي يبين عمق انبعاث الالكترونات	الشكل (15-II)
28	يبيّن المركبات الاساسية للمجهر الالكتروني الماسح	الشكل (16-II)

الفصل الثالث		
32	صورة للكثبان الرملية التي اخذت منها العينة	الشكل (1-III)
33	صورة للمجهر الضوئي للعينة المدروسة	الشكل (2-III)
33	طيف الامتصاص FTIR لعينة الرمل المدروسة	الشكل (3-III)
35	طيف انعراج الاشعة السينية لعينة المدروسة	الشكل (4-III)
37	صورة العينة الرمل اخذت بواسطة المجهر الالكتروني الماسح	الشكل (5-III)
38	أحد اطياف لتحليل EDX للعينة المدروسة	الشكل (6-III)
38	يمثل العملية الغسل لعينة المدروسة	الشكل (7-III)
39	يمثل العملية المعالجة الكيميائية بالرج المغناطيسي	الشكل (8-III)
39	صور توضح عملية الترشح والتجفيف	الشكل (9-III)
40	صورة توضح العينات المدروسة بعد المعالجة الكيميائية	الشكل (10-III)
41	صورة بالمجهر الضوئي لعينة الرمل بعد عملية التقنية (أ) الاكثر نقاوة (ب) الاقل نقاوة	الشكل (11-III)
42	طيف الاشعة تحت الحمراء (أ) الاكثر نقاوة (ب) الاقل نقاوة	الشكل (12-III)

فهرس الجداول

الصفحة	عنوان الجدول	ترتيب الجدول
الفصل الاول		
9	اهم الخواص الفيزيو كيميائية للكوارتز.	الجدول (1-I)
11	التحليل الكيميائي للرمل لمناطق مختلفة من العالم.	الجدول (2-I)
الفصل الثالث		
34	النطاقات الرئيسية لامتماص الاشعة تحت الحمراء ما يصاحبها من اهتزازات الروابط لعينة الرمل.	الجدول (1-III)
36	زاويا الحيود والمعادن الموافقة لها مع المسافات البينية و معاملات ميلر.	الجدول (2-III)
37	النسب المئوية للعناصر المكونة لعينة الرمل حسب تحليل EDX	الجدول (3-III)
40	الشروط التجريبية المتبعة لتنقية الرمل و نسبة الكوارتز المتحصل عليها.	الجدول (4-III)
43	قيم دليل التبلور لعينات الرمل قبل وبعد المعالجة الكيميائية.	الجدول (5-III)

فهرس الرموز:

الرمز	المعنى
SiO ₂	ثاني اكسيد السيلكون
CaCO ₃	الكالسيت
CaO	اكسيد الكالسيوم
Al ₂ O ₃	اكسيد الالمنيوم
FTIR	الاشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه
XRD	الاشعة السينية
MEB	المجهر الالكتروني الماسح
Λ	طول الموجي لاشعة
Dhkl	مسافة البينية لمجموعة المستويات (hkl)
θ	زاوية سقوط الاشعة
CI	دليل التبلور
A	معامل الامتصاصية
EDX	تشتت الطاقة بالأشعة السينية
SI	انبعاثات الالكترونات الثانوية
BSE	انبعاثات الالكترونات الاستطارة الخليفة
KBr	مادة بروميد البوتاسيوم

المقدمة العامة

المقدمة العامة:

يعتبر معدن الكوارتز أحد المعادن الحيوية والمهمة وذلك نظير خصائصه الفيزيائية والكيميائية والكهربائية المميزة، فالكوارتز يتشكل كيميائيا من بلورة صلبة مكونة من جزيئات السيليكون والأكسجين، ويعتبر ثاني أكثر المعادن وفرة في القشرة القارية للأرض. ان استخدامات مادة الكوارتز لا تحصى، حيث يستعمل في مواد البناء، في صناعة الزجاج، الالياف البصرية، المجوهرات، الدارات الالكترونية المتكاملة، في مجال الطب وكذلك تطبيقات الطاقات الشمسية والطاقات المتجددة. يتواجد الكوارتز في الصخور الرئيسية الثلاثة: الرسوبية، النارية والمتحولة ويتواجد ايضا في مادة الرمل. كما وضح الباحثون ان هذه المصادر تحتوي على نسبة عالية من ثاني اكسيد السيليكون (SiO_2) بالإضافة لنسبة قليلة من الشوائب والمعادن الثقيلة كأكسيد الحديد، الالمنيوم ومادة الكالسيت. لكن الصناعات النانوية والمتقدمة تتطلب استخدام معدن الكوارتز ذات نقاوة عالية وخالي تماما من الشوائب.

تتوفر الجزائر على كميات كبيرة من الرمال، فهو يغطي أكثر من نصف مليون كيلومتر مكعب أي حوالي ربع مساحتها، تتوزع هذه الرمال خاصة في الجزء الجنوبي من البلاد [1]. حيث اوضحت بعض الدراسات ان هذه الرمال تتكون بشكل رئيسي من معدن الكوارتز بنسبة 90% بالإضافة لوجود نسب معتبرة من معادن اخرى كمعدن الكالسيت والطين وغيره. ولقد اقدمت الجزائر في السنوات الاخيرة على مشاريع ضخمة في استغلال الطاقة الشمسية [3،4]، ولذا فانه من المفيد جدا استغلال رمال الصحراء التي تعد مصدرا طبيعيا محليا ومجانيا لمادة الكوارتز. ولاستغلال هذه المادة المهمة يتوجب علينا اولا دراسة خصائصها الفيزيائية والكيميائية بعمق ثم اجراء عمليات التنقية سواء بطرق كيميائية او حرارية. وذلك للحصول على مادة الكوارتز ذات نقاوة عالية جدا والذي يبلغ نسبته حوالي 99.99% خاصة في تطبيقات الطاقة الشمسية. بما ان منطقتنا تتميز بوفرة مادة الرمل ارتأينا ان نتناول في هذا العمل دراسة تأثير المعالجة الكيميائية على الخصائص الفيزيوكيميائية لمادة الكوارتز الموجودة في رمل منطقة الرقيبة -الوادي.

لهذا فأنا نسعى من خلال هذه الدراسة للمساهمة في تشخيص رمل منطقة الرقيبة-بالوادي واستخراج معدن الكوارتز منه ودراسة تأثير المعالجة الكيميائية للرمل على الخصائص البنيوية والكيميائية للكوارتز، حيث تنقسم هذه المذكرة الى 3 فصول بالإضافة الى المقدمة العامة والخلاصة العامة:

الفصل الاول: تحت عنوان "عموميات حول الكوارتز والرمل" حيث سنتعرف في هذا الفصل عن معدن الكوارتز ومادة الرمل وعلى خصائصهما ومميزاتها وأهم مجالات استعمالهما.

الفصل الثاني: تحت عنوان "الطرق التجريبية المستعملة"، حيث سنتطرق في هذا الفصل الى الطرق التجريبية المستعملة لدراسة الخصائص البنيوية والكيميائية للرمل وذلك بواسطة الطرق المطيافية والتمثلة في مطيافية الأشعة تحت الحمراء، انعراج الأشعة اكس وتقنية المجهر الالكتروني الماسح وسنركز على مبداء عمل كل تقنية وكيفية استعمالها.

الفصل الثالث: سنتناول اولا في هذا الفصل عملية تشخيص عينة من الرمل المحدد للدراسة باستعمال مختلف طرق التحليل ثم سنتناول عملية تنقية عينة الرمل بطريقة كيميائية وفي شروط تجريبية مختلفة، وفي الاخير سنخرج لدراسة خصائص هذه العينات المعالجة ثم مناقشة وتحليل النتائج المتحصلة عليها. وفي الاخير سنختم بالخلاصة العامة.

قائمة المراجع

[1] http://enc.tfode.com/Area_of_Algeria (Accessed 30 august 2015).

[2] بوضياف س، "تحديد التركيب الجزيئي للأصناف الحبيبية المختلفة لرمل كثبان منطقة ورقلة وحساب تركيز الكوارتز فيها باستخدام التقنيات الطيفية"، اطروحة دكتوراه جامعة ورقلة، (2016).

[3] الهادي شيوا، عزيمة حسين (2013) ترسبات سبها الطينية ليبيا معادنها و الصناعات توقعات الصناعات الاقتصادية، مطبوعات جامعة كيبا نكسان- ماليزيا 18.

[4] أ.د. عصام صالح جلهم، عمر الطاهات، م ايمان الضرابعة (2011) رمال منطقة راس النقب الاردنية وامكانية استغلالها في الصناعات الزجاجية والمواد المرشحة، مؤتمر التعدين الاردني الدولي الطبعة السادسة.

الفصل الأول

عموميات حول مادة

الكوارتز

1-I- مقدمة:

الكوارتز هو أحد المعادن الأكثر شيوعاً على سطح كوكبنا. حيث تم اكتشاف حجر الكوارتز على يد الكيميائي والفيزيائي الفرنسي بيير كوري (1859-1906م)، وذلك من خلال ملاحظة ظاهرة مميزة وهو أن الكوارتز عند التعرض للجهد الألي فإنه يقوم بتوليد تيار كهربائي. فمادة الكوارتز تتميز بخصائص فيزيائية وكيميائية وكهربائية منفردة تجعلها مادة مهمة وحيوية ومستخدمة بشكل واسع في شتى المجالات.

2-I- تعريف الكوارتز (المرو):

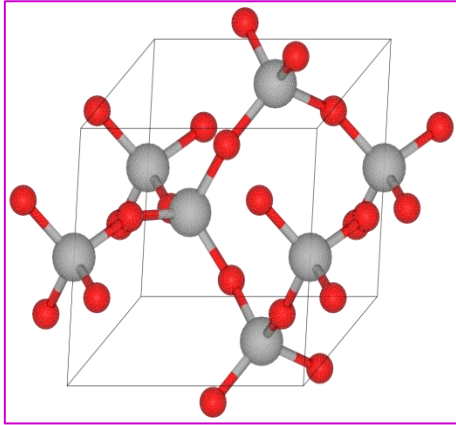
كلمة الكوارتز هي عبارة عن كلمة ألمانية قديمة وتعني الفاسي أو الصلب. وهو ثاني أكثر المعادن وفرة في قشرة الأرض بعد عائلة الفلسبار. فمعدن الكوارتز هو نوع من المعادن الصلبة التي تنتمي إلى مجموعة السليكات، ويعرف بثنائي اكسيد السيلكون ذات الصيغة الكيميائية SiO_2 . ويعد من أكثر المعادن صلابة ويتواجد الكوارتز في الطبيعة على هيئة قشور أو ألياف رقيقة جداً، ويشكل حوالي 70% من تركيب الرمل وله أشكال سداسية ومعيّنة [1،2].



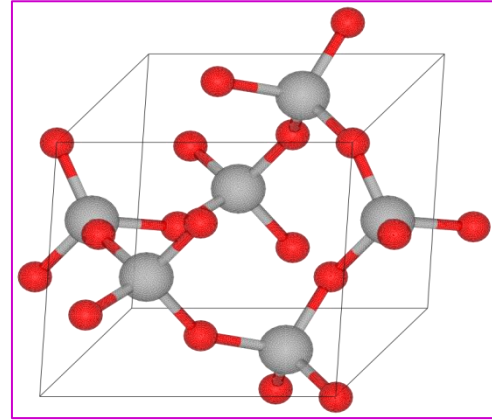
الشكل (1-I): صورة طبيعية البلورات الكوارتز.

3-I- البنية البلورية للكوارتز:

تعتبر مادة الكوارتز من المواد المتعددة الأشكال (Polymorphous)، حيث يوجد في الطبيعة بأكثر من صورة على شكل معين وذلك وفقاً لظروف التبلور كدرجة الحرارة والضغط. كما يوضح الشكل (2-I) تبلور الكوارتز وفق النظام البلوري الثلاثي الميل والذي يدعى بالطور α والذي يكون مستقراً عند درجات الحرارة دون 537°C والضغط الجوي العادي [3،4]، وهو الطور الأكثر شيوعاً. ويتبلور الكوارتز وفق النظام البلوري السداسي الميل والذي يدعى بالطور β والذي يكون مستقراً عند درجات الحرارة -870°C [5].



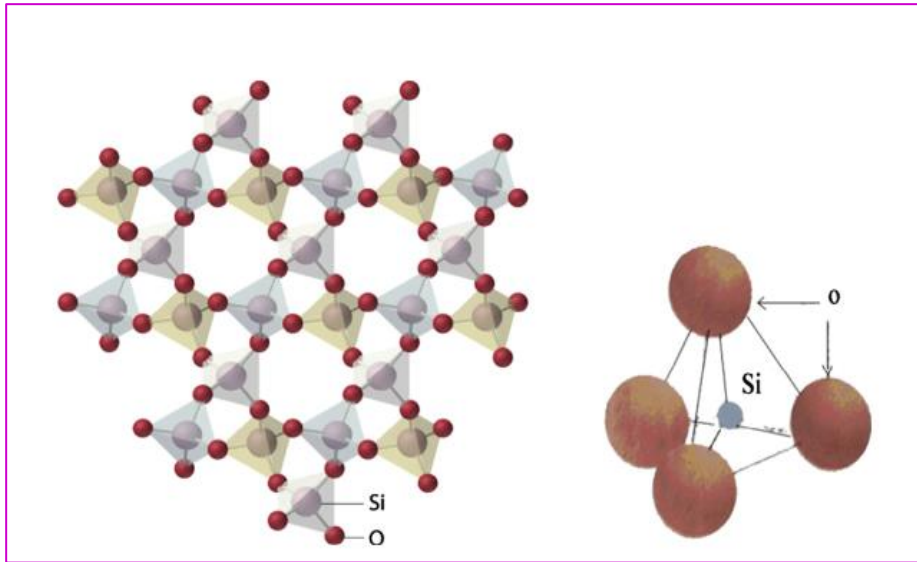
(ب) β - كوارتز



(أ) α - كوارتز

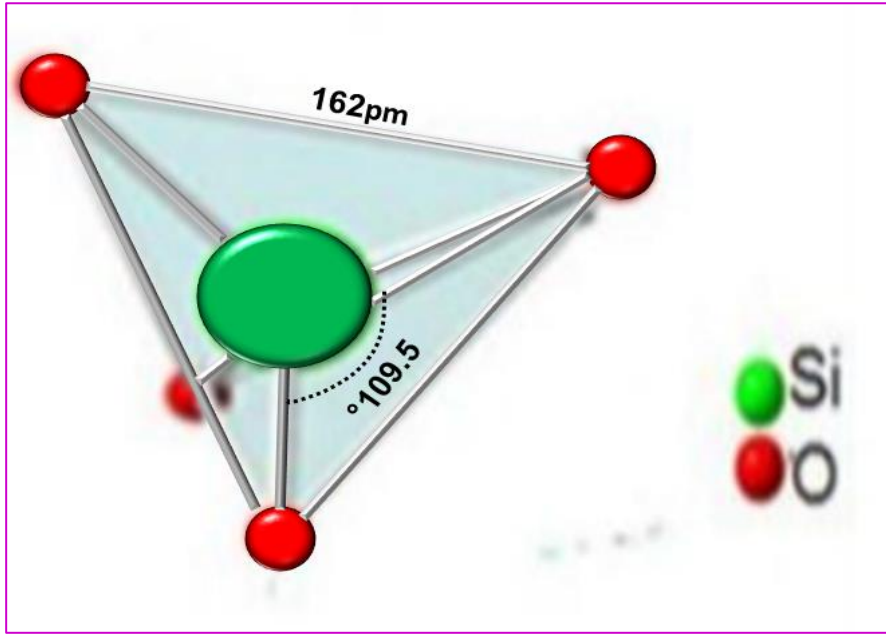
الشكل (2-1): البنية البلورية (أ) للطور ألفا و(ب) للطور بيتا لمادة الكوارتز [1].

بصفة عامة بنية الكوارتز مشكّلة من رباعيات أوجه SiO_4 ، لكن كل ذرة أكسجين مرتبطة بذرة سيليكون لرباعي أوجه آخر أيضاً. لذلك تصبح كل ذرة سيليكون في الواقع مرتبطة مع نصف ذرة أكسجين فقط. لذلك ترتبط كل ذرة سيليكون بأربع انصاف ذرات أكسجين مع رباعي أوجه آخر. أي كل ذرة سيليكون مرتبطة بذرتين من أكسجين، كما هو موضح في الشكل (3-1) [4].



الشكل (3-1): رسم تخطيطي لجزيء الكوارتز [6].

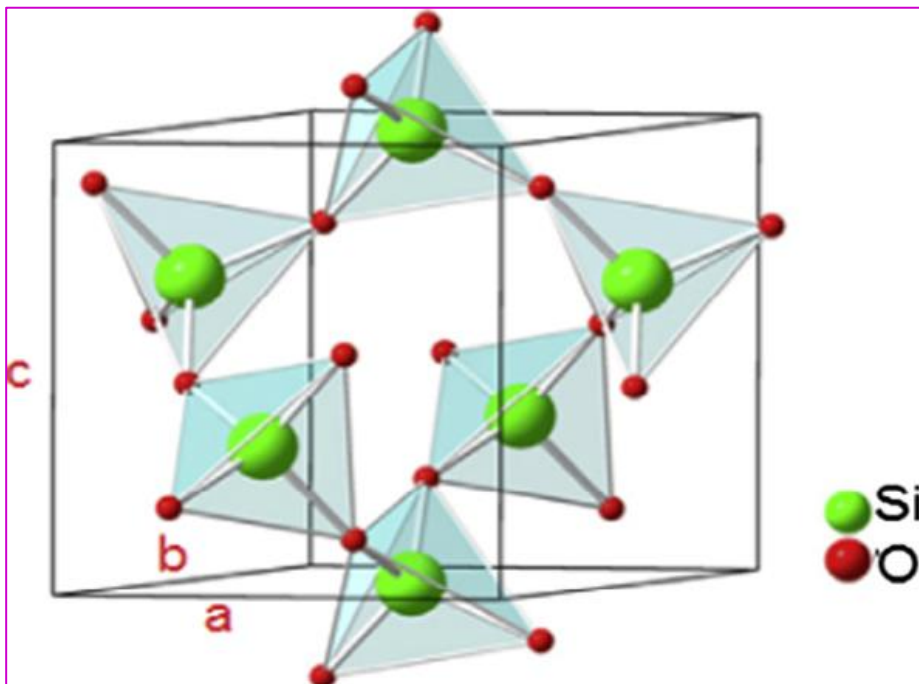
والبنية البلورية رباعية الأوجه ذات الصيغة الكيميائية SiO_4 مكونة من اربع ذرات من الاكسجين وذرة من السليكون كما في الشكل التالي [7]:



الشكل (4-I): رسم تخطيطي يمثل البنية البلورية للجزيء SiO_4 [7].

كما تتكون وحدة الخلية لبلورة الكوارتز من ثلاث مجموعات SiO_2 . تشكل ذرات السيليكون الثلاث في وحدة الخلية مع ذرات السيليكون ثلاث الأخرى التي تنتمي إلى الخلايا المجاورة مسدسًا غير منتظم يمتلك فقط تناظرًا لمحور ثلاثي الأبعاد، وأبعاد خلية الكوارتز الأولية السداسية هي [7]:

$$a=b= 4.929\text{Å}^\circ, c=5.4093\text{Å}^\circ, \text{ وذات حجم } 113.832\text{Å}^\circ.$$



الشكل (5-I): يمثل البنية البلورية رباعية الأوجه SiO_4 [7].

I-4- انواع الكوارتز:

لمعدن الكوارتز مجموعة واسعة من الانواع والالوان فمنها الكوارتز الصخري الكريستال الواضح ويكون هذا النوع عادة عديم اللون. ووفقا لمعهد معلومات المعادن فان الاصناف الملونة من الكوارتز تحتوي على عناصر كيميائية سائدة والتي تعتبر كشوائب الامر الذي يفسر الوانها. ومن الامثلة على الاصناف الملونة من الكوارتز [8]:

- الكوارتز الحليبي ويمتلك اللون الابيض.
- الكوارتز الدخاني وله اللون الاسود.
- الكوارتز الارجواني وعادة ما يسمى الجمشت.
- الكوارتز الزهري ويسمى ايضا الكوارتز الوردي.
- الكوارتز الصفراء او البرتقالية وتسمى بالسترين.



الكوارتز الدخاني



الكوارتز الحليبي



الكوارتز الارجواني



الكوارتز البرتقالي



الكوارتز الزهري

الشكل (I-6): يمثل اصناف معدن الكوارتز.

5-I-الخواص الفيزيوكيميائية للكوارتز:

يتميز الكوارتز بدرجة قساوة عالية تبلغ 7 درجة على سلم موس وفقا لسلم القساوة. وكما يمتلك درجة انصهار عالية جدا وهذا راجع الى الرابطة التساهمية القوية الموجودة بين السيلكون والاكسجين والتي لا يمكن كسرها الا عند درجة حرارة عالية في حدود 1700م° [7]. الكوارتز النقي هو معدن شفاف عديم اللون، وله بريق زجاجي في حالته النقية بسبب غياب الالكترونات الحرة في تركيبه الكيميائي. كما يسلك الكوارتز سلوك المواد العازلة. الجدول التالي يلخص أهم الخواص الفيزيوكيميائية للكوارتز.

الجدول (1-I): أهم الخواص الفيزيوكيميائية الكوارتز [9،7].

الخاصية	الوحدة	القيمة
الصيغة الكيميائية	/	SiO ₂
الكتلة المولية	g/mol	60.085
الحجم المولي	Cm ³	22.688
درجة حرارة الانصهار	C°	1713
درجة حرارة الغليان	C°	2230
الكثافة	g/cm ³	2.648
الموصلية الحرارية	w/cm.k	0.01
الانتشارية الحرارية	m ² /s	0.009
النسبة الوزنية	%	46.75
قرينة الانكسار	/	1554-1.5143
الصلادة	/	7

I-5- الخواص الكهربائية للكوارتز:

على الرغم من ان الكوارتز ليس موصلا الا انه يتمتع بخصائص كهربائية معنية تجعله مفيدا جدا. نذكر على وجه الخصوص خاصية الكهروضغطية (الكهرباء الانضغاطية)، اي ان الكوارتز مادة غير موصلة و لكن تولد الكهرباء عند تعرضها للضغط [10].

I-6- مجالات استخدام الكوارتز:

للکوارتز استخدامات عديدة نلخص البعض منها [2،9]:

- **صناعة الزجاج:** يعتبر الكوارتز أحد أهم اساسيات صناعة الزجاج، حيث يتم تذويب الكوارتز بشرط ان يكون نقيا بشكل استثنائي بنسبة 99.9%، ويترك ليبرد الى أي شكل يريده الصانع. كما ان الكوارتز يستعمل في صناعة الالياف البصرية.
- **صناعة الساعات:** تمتلك بلورة الكوارتز على مذبذبات لها القدرة على الاهتزاز بترددات دقيقة تساعد على تنظيم حركة الساعة، وهذا ما يجعل الساعات دقيقة بلا تأخير. وكما يستعمل ايضا في الصناعات الالكترونية.
- **صناعة صب المعادن:** يستخدم الكوارتز لصناعة صب المعادن بفضل امتلاكه خصائص معنية مثل: نقطة انصهار العالية، ومقاومته العالية للحرارة، حيث يتم مزج رمل الكوارتز بعوامل متماسكة مثل الطين، سيليكات الصوديوم والزيوت... وكما يستخدم الكوارتز في صنع الاطارات للسيارات وصناعة السكك الحديدية.
- **صناعة الموارد الحرارية:** تستعمل رمال الكوارتز في تصنيع الطوب الحراري بسبب مقاومته العالية للحرارة، وايضا يستعمل في صناعة المواد الحيوية والتقنية النانوية.
- كما يستخلص الكوارتز عادة من رمال السليكا (رمال الكوارتز)، وهي حبيبات رملية بيضاء نقية تحتوي على نسبة عالية من ثاني اكسيد السيليكون (SiO_2)، اضافة الى كميات قليلة من الشوائب والمعادن الثقيلة.

I-7- تعريف الرمل:

من وجهة النظر الجيولوجية: الرمل مادة طبيعية عبارة عن خليط من حبيبات غير متماسكة ابعادها عموما بين 0.063-2مم، كما يتكون بشكل رئيسي من معدن الكوارتز SiO_2 وايضا يحتوي على كميات قليلة من الشوائب و المعادن الثقيلة. ويوجد الرمل في الطبيعة في عدة مناطق مثل: الشواطئ والكهوف الرملية والصحراء. كما يمكن تصنيف حبيبات الرمل الى عدة اصناف [11]:

أ-الرمل الناعم جدا: 0.0625-0.125 مم.

ب- الرمل الناعم: 0.125-0.25 مم.

ج- الرمل المتوسط: 0.25-0.5 مم.

د- الرمل الخشن: 0.5-1 مم.

هـ- الرمل الخشن جدا: 1-2مم.

I-7-1- مكونات الرمل:

يتكون الرمل من تراكبات عشوائية لقطع صغيرة من الصخور التي تتكون عادة من معدن او خليط من المعادن المكونة للقشرة الارضية، كما تحتوي حبيبات الرمل على نسبة قليلة من المواد العضوية [12]. وتنقسم المعادن في الرمل الى نوعين [9]:

- **معادن اولية:** هي ناتجة عن تحطم فيزيائي لصخور الاصل، و المتمثلة في معدن الكوارتز (SiO_2).
- **معادن ثانوية:** وهي ناتجة عن التجوية الكيميائية للمعادن الاولية وهي مهمة للكثير من التفاعلات الكيميائية السائدة في الرمل. ومن أكثرها انتشارا السليكات، الجبس و الكالسيت ($CaCO_3$).

I-8- الخواص الكيميائية للرمل:

يتكون الرمل اساسا من الكوارتز (SiO_2)، حيث تتعدى نسبته اكثر من 70%، كما يحتوي على نسب معتبرة من اكسيد الكالسيوم (CaO) و اكسيد الالمنيوم (Al_2O_3) ونسب اقل من اكسيد الحديد الثلاثي (Fe_2O_3). بالإضافة للمواد العضوية [12].

الجدول (I-2): التحليل الكيميائي للرمل لمناطق مختلفة من العالم [1].

النسبة المئوية %					الاكاسيد
صحراء شبه جزيرة كاليفورنيا المكسيك	استراليا	شبه الجزيرة العربية	رمال صحراء تار(الهند)	الصحراء الكبرى الافريقية بسكرة (الجزائر)	المنطقة
71.38	88.37	83.42	80.37	74.61	SiO_2
14.24	6.46	5.12	5.53	1.35	Al_2O_3
1.92	3.9	0.64	2.10	0.86	Fe_2O_3
4.74	0.15	4.6	4.60	17.3	CaO
3.52	0.11	/	1.20	/	Na_2O
0.94	0.22	2.4	0.97	0.29	MgO

I-9- استخدامات مادة الرمل:

للرمال عدة استعمالات في عدة ميادين نذكر منها [5]:

- ✓ يستخدم الرمل في صناعات مختلفة مثل الزجاج، البصريات، البلوريات.
- ✓ كما يستخدم في تصفية المياه و الزيوت.
- ✓ كما يستخدم لاستخلاص السيليكون الذي يدخل خاصة في الصناعات الإلكترونية الحديثة.
- ✓ مادة باسطة تستخدم في صناعة المطاط و الورق.

I-10- خلاصة:

نظرا للأهمية البالغة التي يمتلكها معدن الكوارتز، تطرقنا في هذا الفصل الى تعريف هذه المادة الحيوية وذكرنا بنيتها البلورية. كما تطرقنا الى اهم خصائص معدن الكوارتز واستخداماته. وفي الاخير تم تعريف مادة الرمل باعتبارها مصدر مهم للكوارتز ومتوفر في منطقتنا وذكر بعض استخداماته.

قائمة المراجع

- [1] محمادي ن، "تحديد تركيب الاصناف اللونية الرئيسية لرمل كثبان منطقة ورقلة تحديد سبب تلونها باستخدام الطرق الطيفية"، اطروحة دكتوراه جامعة ورقلة، (2017).
- [2] Al-abadi L، Study of the optical characters of quartz minerals and the disclosure of its presence in some soils sediments. *Euphr. J. Agric. Sci.* (2009)، 1 (3): 73–80.
- [3] BEDDIAF، S.، & CHIH، S. Study of some structural properties of quartz in the sand dunes of region of Ouargla. *Annals of Science and Technology*، (2014)، 6(1)، 8-8.
- [4] بشينة ن، ربيعي م، "ثاني اكسيد السيلكون كمصدر مهم للتطبيقات الصناعة و التقنية الحيوية، مجلة جامعة الزاوية - ليبيا-10، (2008).
- [5] أنور الدين بشينة، الخواص التطبيقية لثنائي أكسيد السيلكون من الرمل الى التقنيات المتقدمة، قسم الفيزياء، كلية العلوم- جامعة الزاوية، المجلة الجامعة-العدد السابع عشر-المجلة الثاني اغسطس 2015.
- [6] نسيب علي ص. سلطاني ض د، "دراسة الخصائص الكيميائية للمعادن الموجودة في مادة الرمل بمنطقة الوادي"، مذكرة تخرج انيل شهادة ماستر، جامعة الوادي، (2018).
- [7] منصور ز. قروط ش، "المساهمة في دراسة الخصائص الفيزيائية و الكيميائية لرمل ووردة الرمال منطقة الراشدي بالحجيرة"، مذكرة تخرج لنيل شهادة الماستر جامعة الوادي، (2020).
- [8] Facs About Quartz Rocks"، Retrieved 27-12-2019 www.sciencing.com.
- [9] غويل بوجمعة، "تحضير و دراسة مساند لأغشية انطلاقا من مواد خزفية"، مذكرة ماجستير في البنية المجهرية و ميكانيك المواد، جامعة باتنة، (2010).
- [10] سميحة بوضياف، "دراسة التركيب الجزيئي لرمل كثبان منطقة ورقلة باستخدام مطيافية الامتصاص ما تحت الحمراء و حيود الاشعة السينية"، اطروحة دكتوراه جامعة ورقلة، جامعة ورقلة، (2012).
- [11] Guettala S، Mezghiche B، Mellas M Adding finely crushed dune sand to cement on the evolution of hydration of pasta rtland cement. *Asian Journal of Civil Engineering (building and housing)* (2010)، 11(2): 241-251.
- [12] بان عبد الله د. سالي نعيمة م، "تقنية الرمال السيليكا لصناعة الزجاج العملي مجلة الجيولوجيا و التعدين العراقية"، المجلد 3، العدد 35: 1-40، (2007).
- [14] محمد العيد مشري و إسماعيل شيحي، "دراسة التركيب الذري لرمل كثبان منطقة ورقلة باستخدام مطيافيات XRF، MEB، EDX، AAN"، مذكرة تخرج لنيل شهادة ماستر، 2012.

الفصل الثاني

الطرق التجريبية المستعملة

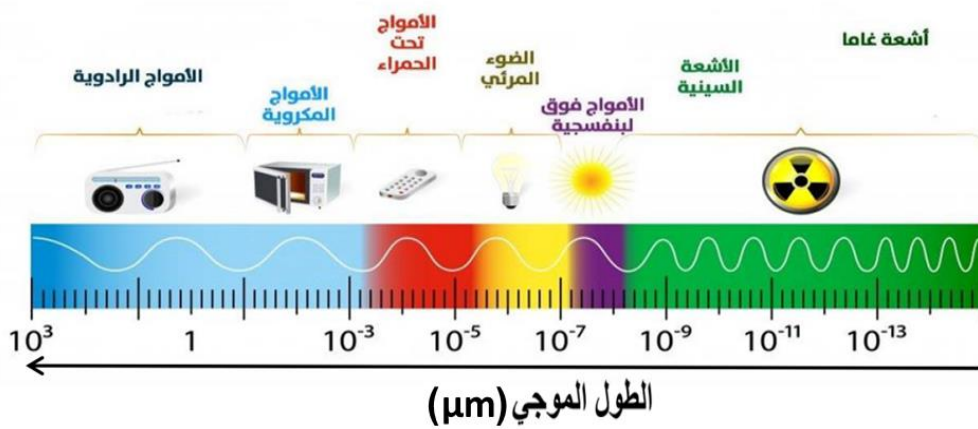
1-II-1- مقدمة:

هناك العديد من الطرق التجريبية المستعملة لتحليل الخواص الفيزيائية والكيميائية للمواد. وتعتبر طرق التحليل الطيفي أكثر التقنيات انتشاراً من أجل تحديد خواص المواد. سنخرج في هذا الفصل إلى تعريف بالطرق التجريبية المستعملة في هذا العمل، والمتمثلة في مطيافية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه، تقنية انعراج الأشعة السينية، وكذلك تقنية المجهر الإلكتروني الماسح مع التذكير بمبدأ عمل كل تقنية و طريقة عملها.

1-II-2- مطيافية الأشعة تحت الحمراء IR :

1-II-2-1- تعريف الأشعة تحت الحمراء:

الأشعة تحت الحمراء هي جزء من طيف كهرومغناطيسي كما هو موضح في الشكل (1-II)، ذات الطول الموجي المحصور بين 0.7 و 300 ميكروميتر. لا يمكن رؤية هذه الأشعة بالعين المجردة ولكن يمكننا الشعور بها كحرارة، وهي تقع بين الطيف المرئي وطيف الأشعة المايكرويف. الأشعة تحت الحمراء لها كل خواص الضوء الأساسية والتي تتمثل في ظواهر الانتشار والانكسار والتداخل والانعراج والاستقطاب. وتنبعث من الشمس او من منابع اصطناعية لها قدرة عالية على اختراق والنفوذ [1].



الشكل (1-II): الطيف الكهرومغناطيسي.

وتنقسم الأشعة تحت حمراء الى ثلاثة مناطق وهي:

أ-الأشعة تحت الحمراء القريبة:

وهي الأشعة ذات المجال الاقرب الى الأشعة المرئية و بالتحديد اللون الأحمر (4000-1400 سم⁻¹).

ب-الأشعة تحت الحمراء البعيدة:

وهي الأشعة ذات المجال الاقرب الى اشعة الميكروويف (20-650 سم⁻¹).

ج-الأشعة تحت الحمراء الوسطى:

تقع بين المنطقتين السابقتين، وتعتبر هذه المنطقة مفيدة لان الكيميائي يجد فيها كفايته من المعلومات

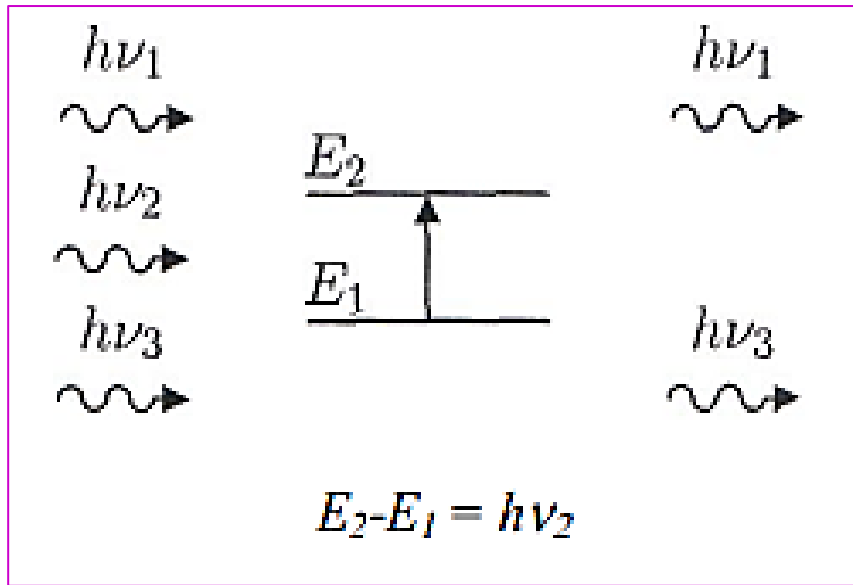
الدالة على بنية معظم المركبات العضوية (4000-650 سم⁻¹).

II-2-2- مصادر الأشعة تحت الحمراء:

تصدر كل الأجسام التي درجة حرارتها أعلى من درجة حرارة الصفر المطلق، أي أعلى من 372 درجة مئوية الأشعة تحت الحمراء. فهي أشعة حرارية تنبعث من كافة الأشياء مثل الفرن أو المصباح الحراري أو من الاحتكاك أو من تسخين أي جسم وتنبعث كذلك من أجسام البشر وكذلك هي الأشعة التي تصل من الشمس ويشعر الجلد بالدفء عند التعرض إلى أشعة الشمس. ولهذا تستخدم الأشعة تحت الحمراء في بعض الأحيان لتسخين الطعام أو الإبقاء عليه ساخناً [2].

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

تعرف مطيافية الأشعة تحت الحمراء على أنها قياس تفاعل الأشعة تحت الحمراء مع المادة عن طريق الامتصاص أو الانبعاث أو الانعكاس. يتم استخدامها لدراسة وتحديد المواد الكيميائية أو بالأحرى تحديد المجموعات الوظيفية في المواد في حالتها الصلبة أو السائلة أو الغازية. ترتبط الذرات مع بعضها البعض بواسطة روابط كيميائية، وكل رابطة كيميائية لديها عزم ثنائي قطب كهربائي. وعند سقوط الأشعة تحت الحمراء على المادة وإذا وافق تردد الأشعة تردد الاهتزاز الرابطة فإنه ينشأ تفاعل بين المجال الكهربائي للإشعاع والمجال الكهربائي المتولد عن عزم ثنائي القطب الكهربائي للرابطة الكيميائية، مما يؤدي إلى امتصاص الإشعاع واهتزاز الرابطة مما يمنحها طاقة تمكنها من الانتقال إلى مستوي اهتزازي أعلى. ثم تعود بعدها إلى المستوي الأكثر استقراراً مخلفاً انبعاث إشعاع [2،3].



الشكل (II-2): امتصاص الأشعة تحت الحمراء [3].

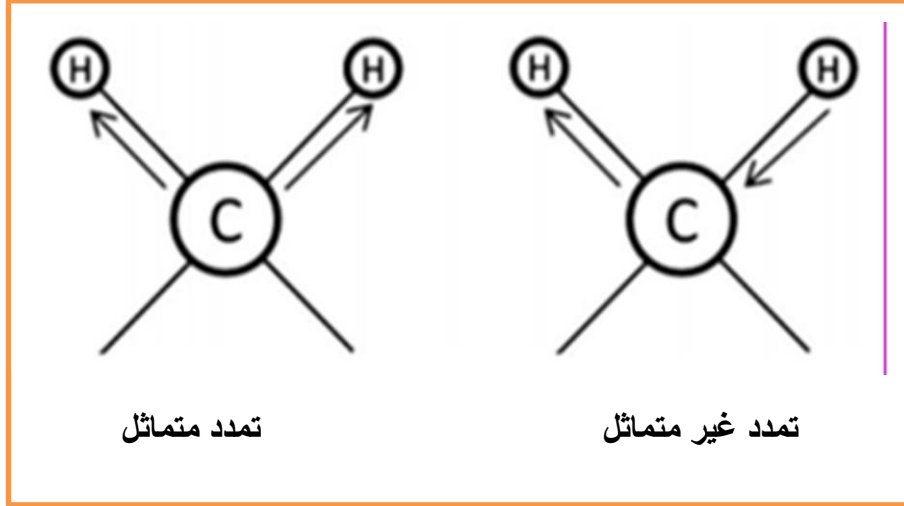
II-2-4- أنواع الاهتزاز الجزيئية:

يؤدي امتصاص الأشعة تحت الحمراء إلى حركة اهتزازية للذرات المكونة للجزيء، ينشأ عنها تغير دوري في أطوال الروابط الكيميائية بالنسبة لبعضها البعض في الجزيء. كما أن كل حركة اهتزازية يمكن أن تنتج من حركة ذرتين أو أكثر. تتعلق طاقة الأشعة تحت الحمراء الممتصة على كتلة الذرة وقوة الروابط المكونة للجزيء والشكل الهندسي للذرات داخل الجزيء، ويمكن تقسيم الاهتزازات إلى نوعين هما [4]:

أ- اهتزاز التمدد (Stretching vibrations):

ينشأ اهتزاز التمدد عن تغيير المسافة بين الذرات في اتجاه محور الرابطة دون تغيير المحاور او الزوايا بين الروابط. الشكل (3-II) يوضح انماط اهتزازات التمدد هاته، وينقسم هذا النوع من الاهتزاز الى نوعين:

- 1- **تمدد بسيط:** يشمل تمدد رابطة واحدة فقط.
- 2- **تمدد مزدوج:** يشمل تمدد رابطتين او أكثر في ان واحد، وهنا يحدث نوعان من التمدد الاهتزازي المزدوج.
 - **تمدد مزدوج متماثل:** وفيه يحدث تمدد للرابطين معا او تقلصهما معا.
 - **تمدد مزدوج غير متماثل:** وفيه تتمدد احدى الروابط، بينما تتكمش الاخرى بالتزامن مع الاولى.

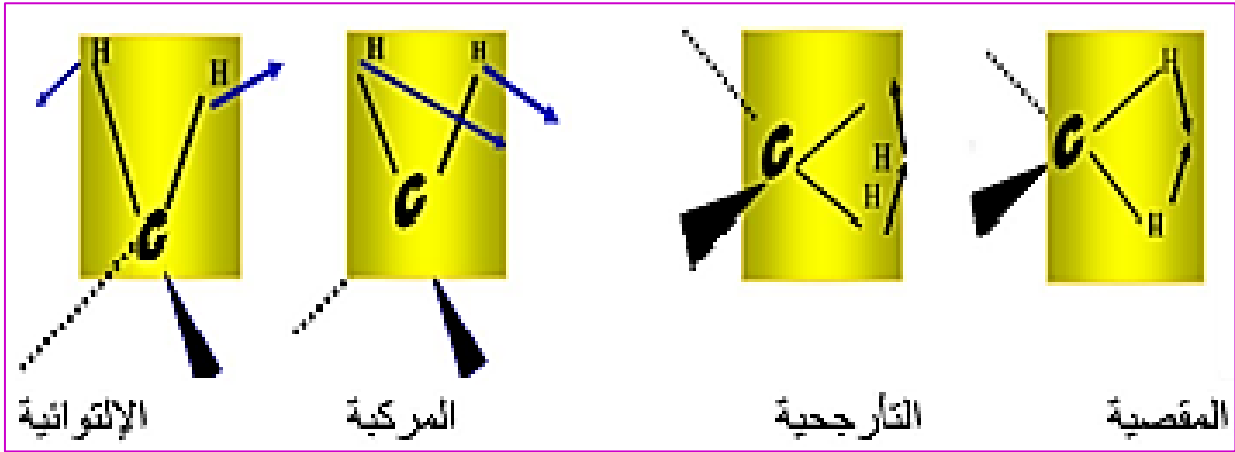


الشكل (3-II): رسم تخطيطي يوضح انماط اهتزاز التمدد [4].

ب- اهتزاز الانحناء:

ينشأ اهتزاز الانحناء عن تغيير الزاوية بين الرابطتين، مما يؤدي الى تغيير اتجاه محور الرابطة ويمكن تقسيم هذا النوع من الاهتزاز الى اربعة انواع [4]:

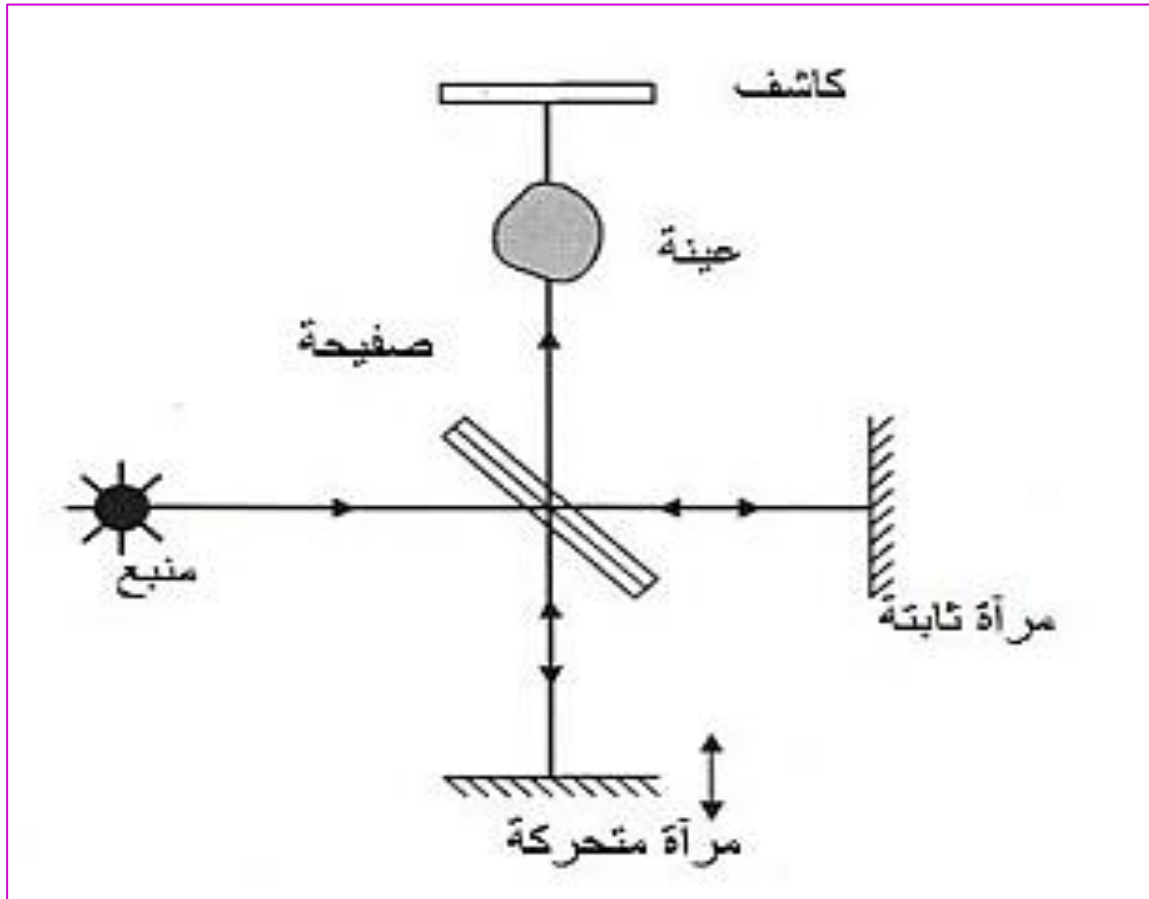
- 1- **انحناء التآرجح:** تتأرجح الوحدة التركيبية يمينا وشمالا في مستوى اتزانها.
- 2- **انحناء مقصي:** تتقارب الربطتان وتتباعدان بالنسبة لبعضهما البعض بحركة تشبه حركة المقص في مستوى الاتزان نفسه.
- 3- **انحناء ارتجاعي:** تتأرجح الوحدة التركيبية الى الخلف والى الامام خارج مستوى اتزانها.
- 4- **انحناء التوائي:** تلف الذرات حول الرابطة بينها وبين باقي الجزيء خارج مستوى اتزانه.



الشكل(II-4): رسم تخطيطي يوضح انماط الانحاء [5].

II-2-5- مسار الأشعة داخل جهاز مطيافية الأشعة تحت الحمراء :

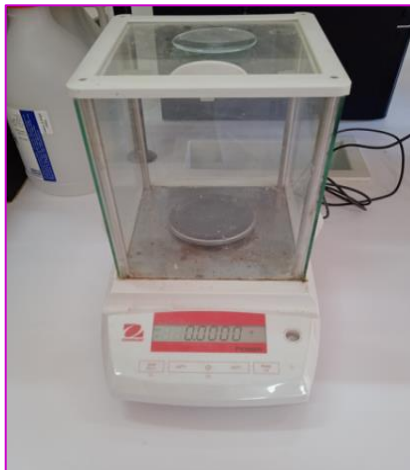
ينقسم الشعاع الوارد من المصدر إلى حزمتين متساويتين بواسطة موشور كما هو موضح في الشكل (II-5)، الحزمة الأولى توجه إلى المرآة الثابتة (mirror fixed) أما الحزمة الثانية توجه إلى المرآة المتحركة (mirror rotating) [3]. ثم يتم تجميع هذان الشعاعان بعد ذلك في نفس المسار لتعبر العينة ومن ثم الكاشف الذي يستقبل الشدة الضوئية الكلية.



الشكل(II-5): مسار الأشعة في مطياف FTIR [3].

II-2-6- تحضير العينة للتحليل بواسطة FTIR :

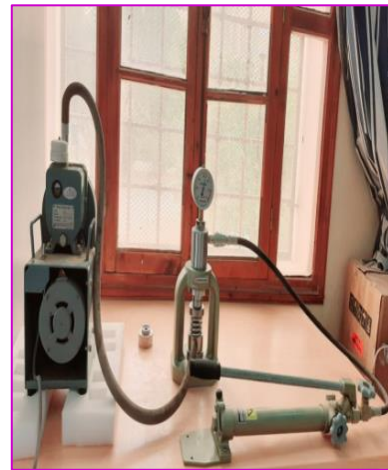
تم تحضير عينة الرمل لتحليلها بمطيافية امتصاص الأشعة تحت الحمراء من خلال مزج مادة حاملة تسمح بنفاذ الأشعة تحت الحمراء عبرها مع مقدار ضئيل جدا من العينة المدروسة. حيث في هذا العمل قمنا بمزج جيد بواسطة هاوون لـ 0.198 غ من مادة بروميد البوتاسيوم (KBr) كمادة حاملة مع 0.02 غ من مادة الرمل المطحون جيدا، ثم قمنا بضغط المزيج المتحصل عليه بمكبس يعمل تحت ضغط مرتفع لمدة خمس دقائق متواصلة. في الاخير تحصلنا على قرص شفاف قطره 1 سم وسمكه 0.5 سم كما هو موضح الشكل التالي:



الميزان



جهاز الطحن



جهاز الضغط



العينة المتحصل عليها

الشكل (II-6): الادوات المستخدمة في تحضير عينات التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء.

II-2-6-1- الجھاز المستعمل:

فِي إطار دراستنا استخدمنا مطياف الأشعة تحت الحمراء بتحوّل فورتييه (FTIR) والمصنع من طرف الشركة اليابانية SHIMADZY، ذا النوع SHIMADZY FTIR-8300 والذي يعمل في المجال الطيفي للأشعة تحت الحمراء المتوسطة ذات المجال 400-4000 سم⁻¹ كما هو موضح بالشكل:



الشكل (II-7): جھاز مطيافية ما تحت الحمراء المستخدم.

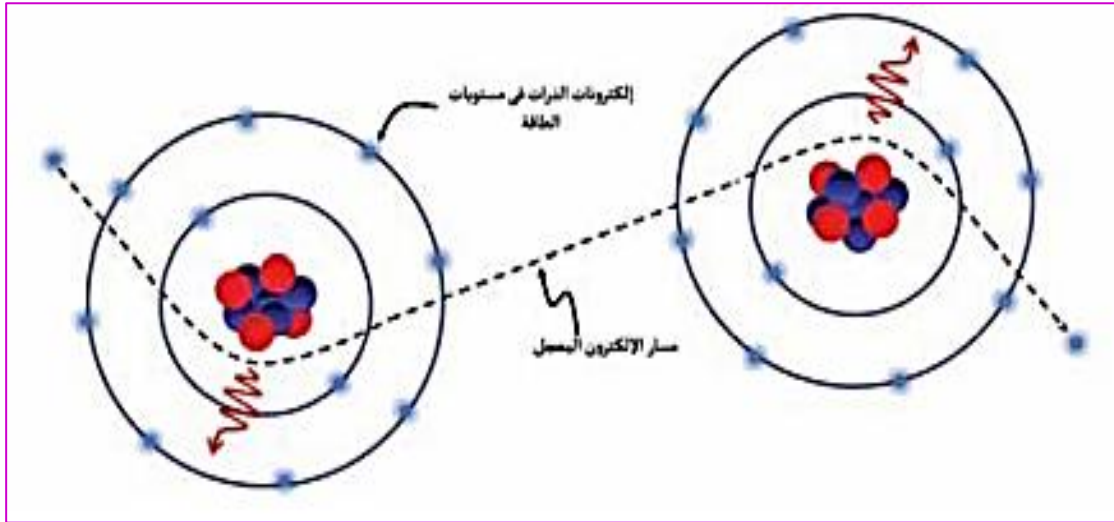
II-3- تعريف الأشعة السينية:

اكتشف العالم رونجن سنة 1895م الأشعة السينية. وتعتبر هذه الأشعة نوعا من أنواع الأشعة الكهرومغناطيسية ولها نفس طبيعة الضوء المرئي ولكن مع طول موجي اقل والواقع في المجال 0.01-10 نانومتر. اي المجال الواقع بين أشعة جاما والأشعة فوق البنفسجية من الطيف الكهرومغناطيسي. والهدف من استخدام تقنية انعراج الأشعة السينية هو دراسة البنية الدقيقة للمادة ومعرفة التركيب البلوري لها [6].

II-3-1- أنواع اطياف الأشعة السينية:

أ- طيف الأشعة السينية (المتصل) المستمر:

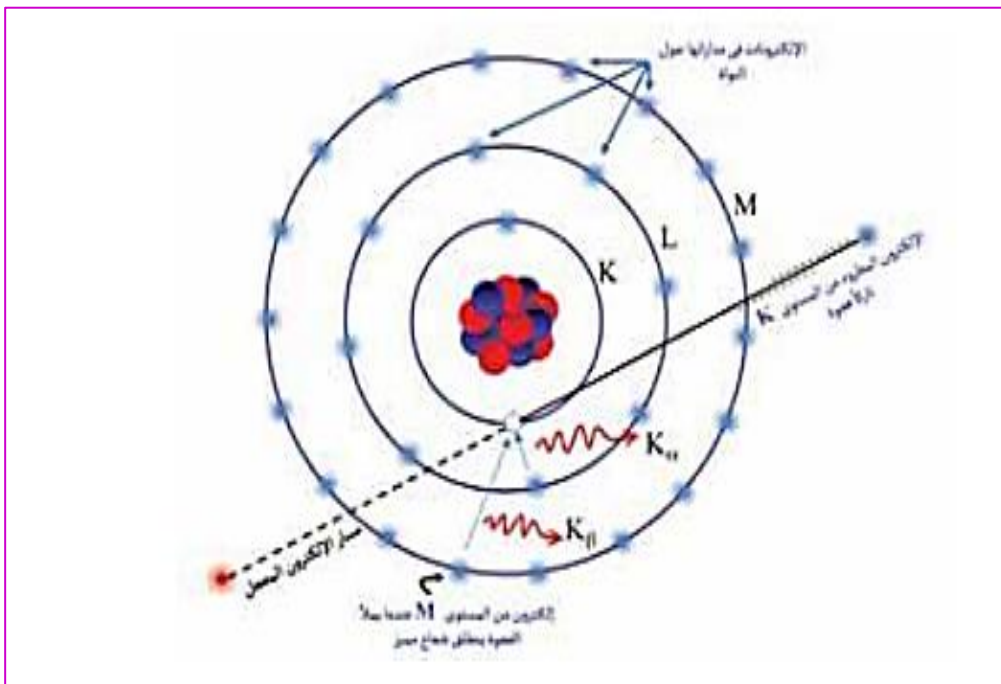
ينتج طيف الأشعة المستمر عندما يحدث تفاعل بين الإلكترونات المسرعة عالية الطاقة مع أنوية ذرات مادة الهدف. فعندما يمر الإلكترون المعجل بالقرب من النواة يحدث تفاعل بين المجال الكهربائي لكلاهما فينتج عنه انحراف مفاجئ لمسار الإلكترون وفقدان جزء من طاقته بسبب تسارع الحركة وهذه العملية تدعى عملية الفرملة [7].



الشكل (II-8): انطلاق الاشعة السينية المستمرة عند انحراف الالكترن المعجل عن مساره [7].

ب- طيف الاشعة السينية المميزة:

لا تعاني كل الإلكترونات المعجلة التي تقصف مادة الهدف من تناقص تسارع الحركة نتيجة لأقترابها من أنوية الذرات، ولكن جزء من هذه الإلكترونات يصطدم بالإلكترونات في المدارات القريبة من النواة فيترتب على هذا الاصطدام إخراج بعض الإلكترونات عن مداراتها إلى خارج الذرة، ومن ثم تتأين الذرات. في حين تنقص طاقة كل إلكترون من الإلكترونات الأصلية المعجلة بمقدار ما تفقده في التصادم وبمجرد تكوين فجوة في المدار، تتهاوى أحد الإلكترونات من المدارات الخارجية البعيدة عن النواة ليملأ المكان الشاغر [7].



الشكل (II-9): الاشعة السينية المميزة [7].

II-2-3-2- مبدأ حيود الأشعة السينية:

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. والجدير بالذكر أن العلاقة الرياضية التي تفسر حيود الأشعة السينية تعرف باسم قانون براغ وهي معادلة بسيطة تربط بين الطول الموجي للأشعة السينية λ وبين الفواصل التي تكون بين الطبقات الذرية المكونة للمادة d بالإضافة إلى زاوية سقوط الأشعة السينية θ على الطبقات الذرية في العينة [8].

II-2-3-1 قانون براغ:

ينص قانون براغ على أنه عند سقوط حزمة من الأشعة السينية على سطح بلوري، فإن زاوية سقوط الأشعة على السطح البلوري تساوي زاوية تشتت وانتشار الأشعة من السطح البلوري، وعندما يكون هناك فرق في طول المسار بين الأشعة المنعكسة عن طبقات الذرات المكونة للمادة يساوي تقريباً الطول الموجي للأشعة المنعكسة فإنه يحدث تداخلاً بناءً للموجات مع بعضها البعض ويُسمى هذا التداخل بحيود براغ. ويمكن التعبير رياضياً عن هذه الظاهرة بقانون براغ [9]:

$$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda \dots\dots\dots (1-II)$$

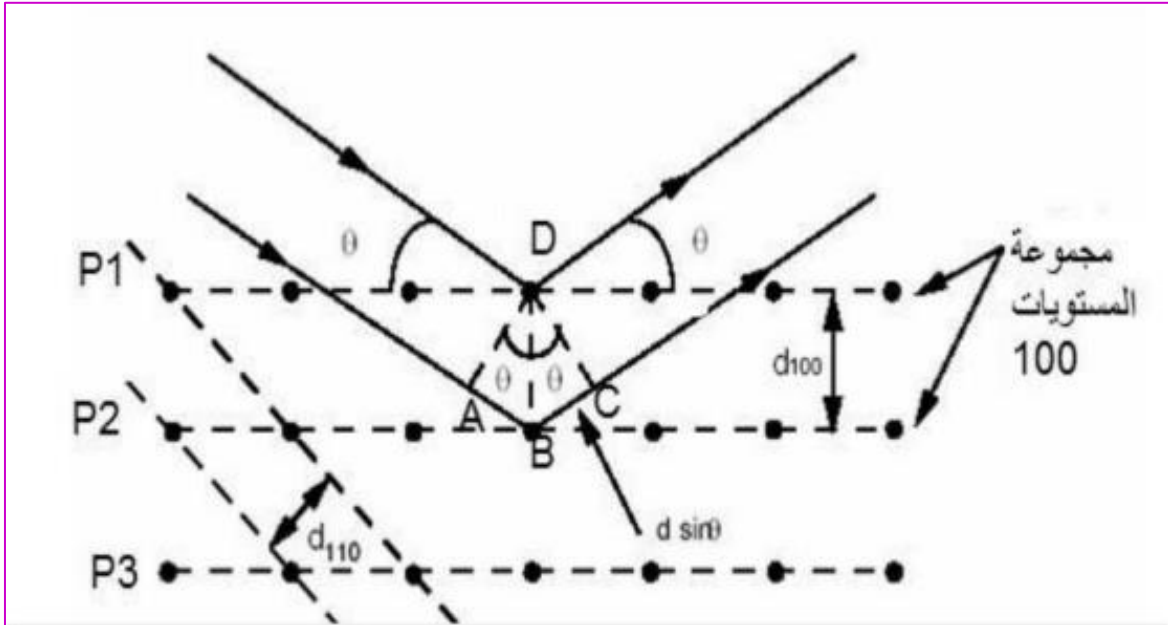
حيث:

θ : زاوية سقوط الأشعة (الانعراج).

λ : الطول الموجي للأشعة.

n : رتبة الانعراج.

d : المسافة البينية لمجموعة المستويات $(h k l)$

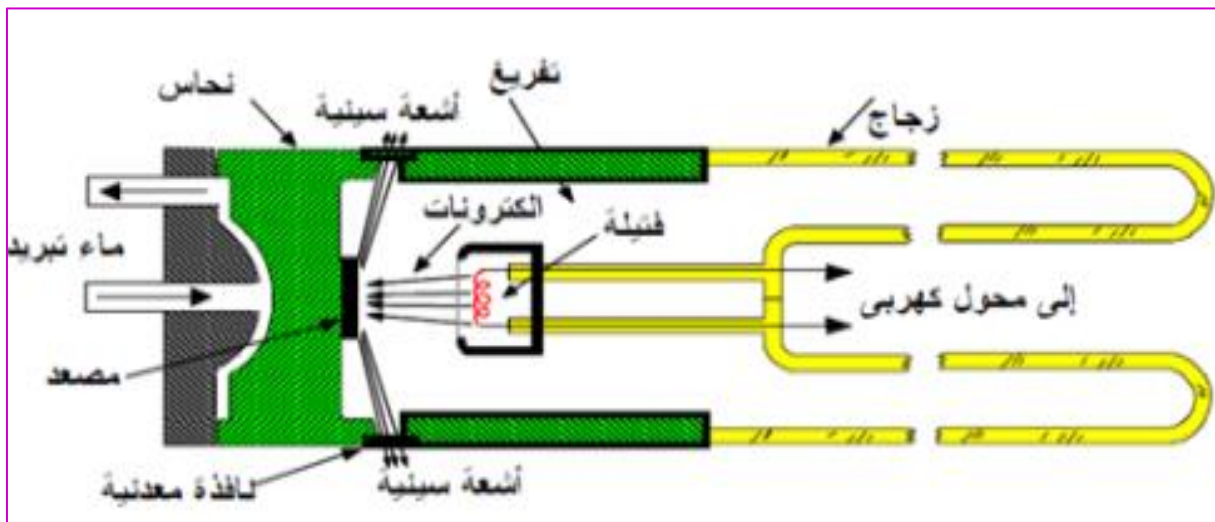


الشكل (10-II): شكل توضيحي يشرح مبدأ قانون براغ [10].

حيث لا تفوق قيمة " $\sin \theta$ " الواحد. وبالتالي من خلال قانون براغ تعد المتباينة $\lambda \leq 2d$ شرطاً أساسياً لحدوث انعكاسات براغ.

II-3-3-مبدأ عمل جهاز توليد الأشعة السينية:

يمكن توليد الأشعة السينية بواسطة جهاز عبارة عن أنبوبة مفرغة تحتوي على مصعد (هدف) ومهبط، كما هو مبين بالشكل (II-11). فعند تسخين المهبط بواسطة فتيلة تنبعث منه إلكترونات يتم تعجيلها نحو المصعد بواسطة فرق الجهد العالي المطبق بين المصعد والمهبط. ثم تصطدم الإلكترونات المعجلة بالمصعد وتنتج أشعة سينية تنبعث منه لتخرج من فتحة جانبية (نافذة) عبارة عن غشاء رقيق من معدن. حيث أن معظم طاقة الإلكترونات المعجلة تفقد عند الاصطدام بالمصعد على شكل طاقة حرارية (99% طاقة حرارية و1% لتوليد أشعة). يجب أن يصنع المصعد من معدن له درجة انصهار عالية، كما يجب أن يكون ذو كتلة كبيرة لإطالة عمر التشغيل. يتم تبريد المصعد بواسطة دائرة تبريد (مائية) للتخلص من الحرارة المتولدة الزائدة. يكون فرق الجهد بين المهبط والمصعد كبيراً ويتراوح بين 1 و50 كيلو فولت (وأحياناً أكثر من ذلك) [11].



الشكل (II-11): مخطط توضيحي إنتاج الأشعة السينية [12].

II-3-4- خصائص الأشعة السينية:

- توجد عدة خصائص إلى الأشعة السينية نذكر منها [13]:
- ✓ الأشعة السينية تنساب بخط مستقيم وبسرعة مساوية لسرعة الضوء.
 - ✓ لا تتأثر بوجود حقل مغناطيسي أو حقل كهربائي وهذا ما يدل على أنها لا تحمل شحنة كهربائية.
 - ✓ يتغير طول موجة الأشعة السينية، بحسب طبيعة معدن المهبط.
 - ✓ لها تأثير كهروضوئي.
 - ✓ تستطيع جرح أو قتل الخلايا وأحياناً إحداث تغيرات عضوية فيها.
 - ✓ تسبب فلورة أو فسفرة بعض الاجسام.

II-3-5- تحضير العينات لإجراء التحليل بواسطة XRD:

لإجراء التحليل الطيفي بواسطة انعراج الأشعة السينية (XRD) وتحديد التركيب البلوري لعينات الرمل المدروسة سحقت العينات جيدا بواسطة هاوون يدوي مصنوع من الزجاج وذلك لضمان نتائج جيدة. وضع المسحوق على حامل العينة ثم ضغط يدويا بواسطة صفيحة للحصول على قرص ذو سطح مستوي وتعتبر هذه العملية مهمة لتسجيل مخطط حيود الأشعة السينية دون حدوث انزياح في مخطط الانعراج [3].

II-3-6- الجهاز المستعمل في حيود الأشعة السينية:

الجهاز الذي استعملناه لتقنية الأشعة السينية نوع Benchtop Powder diffraction Axrd Proto. يعمل هذا الجهاز بطول موجي مساوي إلى $\lambda=1.54 \text{ \AA}$ وتحت جهد مقداره 30 KeV وشدة تيار 20 mA حيث كانت زاوية المسح محصورة بين 20 إلى 80°.

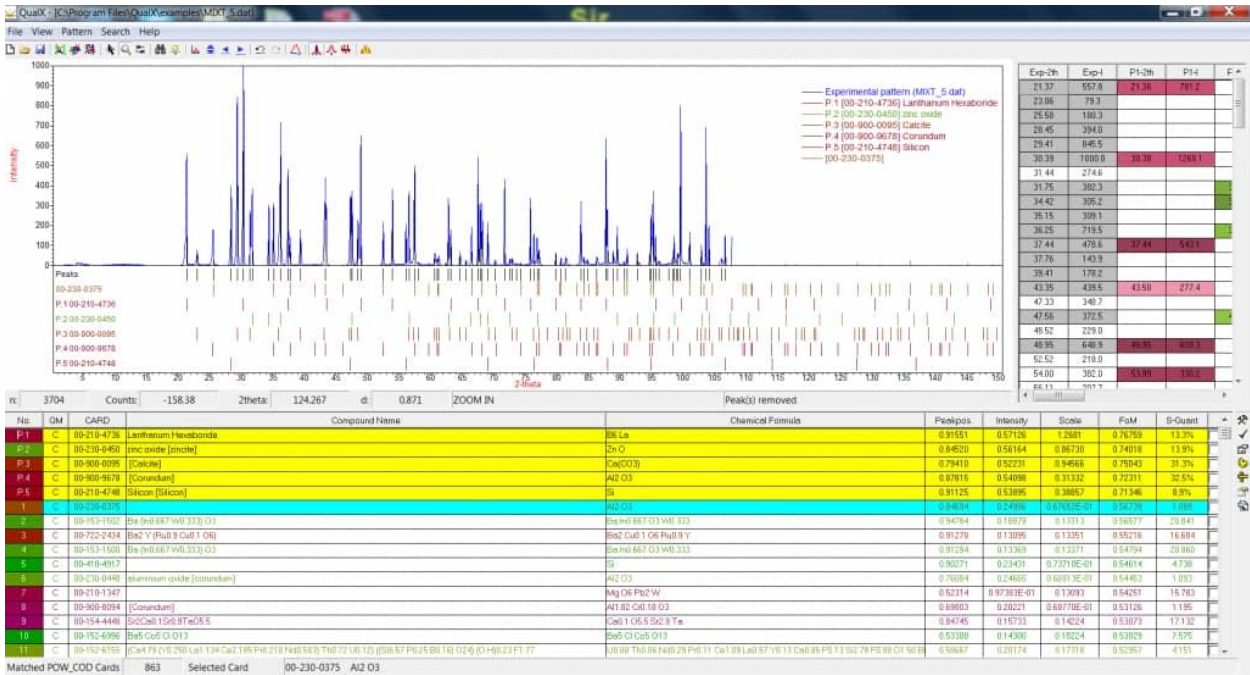


الشكل (II-12): جهاز انعراج الأشعة السينية المستعمل.

II-3-7- برنامج تحليل المعطيات التجريبية :

II-3-7-1- برنامج Qualx :

يعتبر برنامج Qualx من بين البرامج الحاسوبية قادر على تحديد المرحلة البلورية عن طريق بيانات حيود المسحوق. [18]



الشكل (II-13): واجهة برنامج Qualx المستخدم في تحليل نتائج مخططات الأشعة السينية .

II-4-4- المجهر الإلكتروني الماسح:

هو عبارة عن تقنية مجهرية الكترونية يستخدم فيها شعاعا من الالكترونات بدلا من اشعة الضوء للحصول على صور مكبرة لسطح المواد. وهو يزودنا بصورة مجسمة مدهشة مكبرة حوالي نصف مليون مرة باستخدام مبادئ تفاعلات المادة مع الالكترونات [14]. وكذلك يمكنه توفير معلومات عن التركيب الكيميائي للجسم الصلب. وهو جهاز مهم جدا ويستخدم في العديد من المجالات كعلم الاحياء والكيمياء والمعادن والطب والجيولوجيا.....

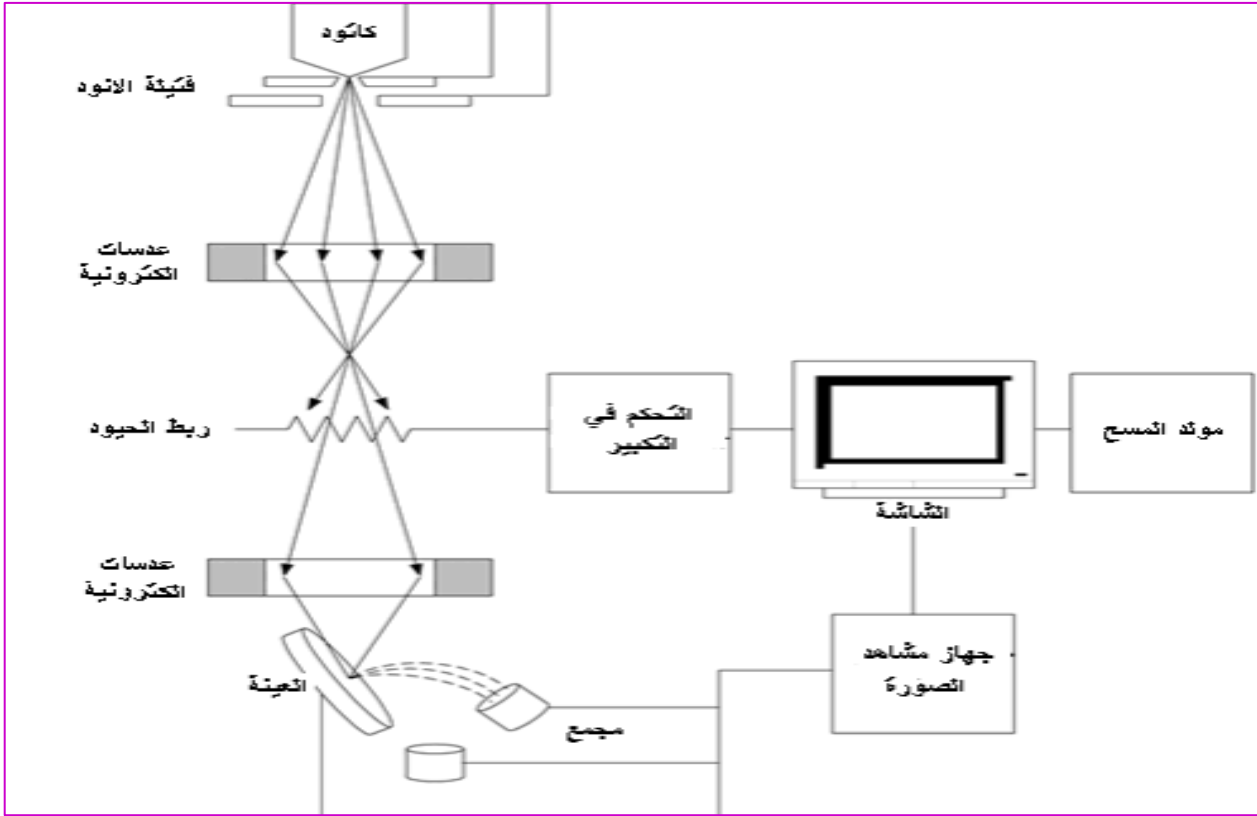
II-4-4-1- مبدأ عمل المجهر الإلكتروني الماسح:

عند استخدام حزمة الكترونية عالية الطاقة فإنها تصطدم بسطح العينة المدروسة عموديا حيث تحدث عملية مسح نقطة بنقطة لسطح العينة [14]، ومن ثم تجمع الإشارات المنعكسة والصادرة من العينة باستخدام الكواشف المختلفة. وفيما يلي نقدم شرحا مبسطا لكيفية عمل هذا المجهر:

اولا: يتم إنتاج الالكترونات عن طريق الانبعاث الحراري وذلك عن طريق تسخين فتيلة (Filament) تصنع عادة من التنجستين، ويطبق على هذه الفتيلة جهد تعجيل تتفاوت قيمته ما بين 0,1 إلى 30 فولط.

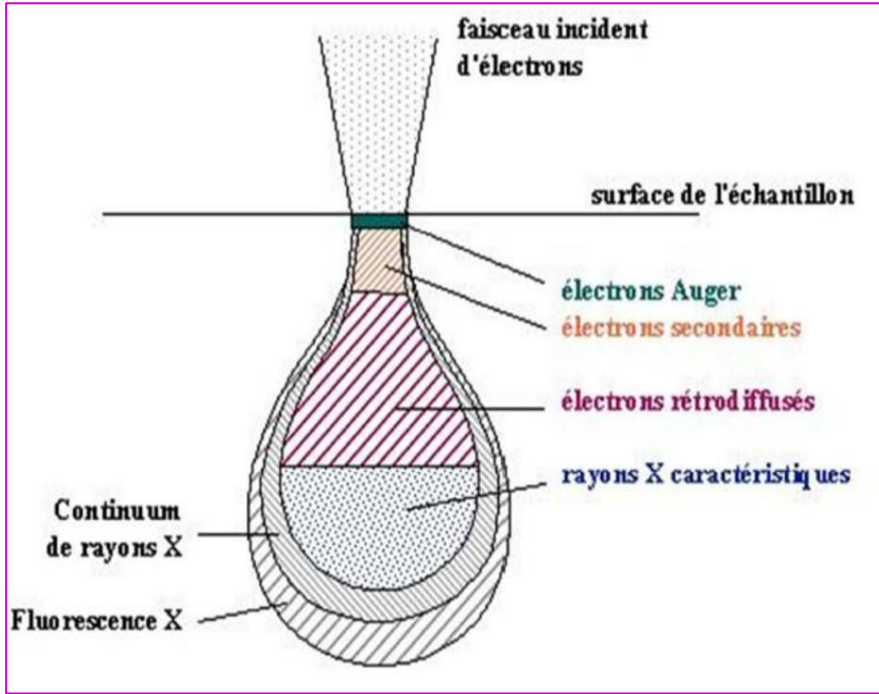
ثانيا: تمر حزمة الالكترونات من خلال عمود المجهر المفرغ ويتم تركيز هذه الحزمة بواسطة مجموعة من العدسات الكهرومغناطيسية على طول هذا العمود .

ثالثاً: تعمل فتحات التحكم الموجودة على طول عمود المجهر على التحكم في عرض حزمة الإلكترونات وذلك بحجز الإلكترونات المتشتتة والمنحرفة عن مسار الحزمة.
 رابعاً: تصطدم الحزمة الإلكترونية بسطح العينة و التي تكون داخل حيز مغلق و مفرغ تماماً يسمى غرفة المجهر الإلكتروني الماسح (SEM) حيث تتفاعل هذه الحزمة مع سطح العينة، و ينتج عن هذا التفاعل عدد من الانبعاثات "الإشارات"، و من أهم هذه الانبعاثات أو الإشارات و التي تستخدم في إنتاج صور أسطح العينات، إشارتان هما انبعاث الإلكترونات الثانوية و يرمز لها اختصاراً SE و انبعاث الكثرونات الاستطارة الخلفية و يرمز لها اختصاراً BSE [14].



الشكل (II-14): رسم تخطيطي للمجهر الإلكتروني الماسح [15].

وأيضاً هناك الأشعة السينية (rayons X) المنبعثة من العينة و لها أهمية كبيرة في دراسة ماهية عناصر العينة و كذلك نسبها، مما يعطي معلومات وافية عن العينة المدروسة. وتجدر الإشارة هنا إلى أن كل إشارة من هذه الإشارات تنبعث من عمق معين بالنسبة لسطح العينة و تشكل نسبة معينة من عملية التفاعل بين الحزمة الإلكترونية الساقطة و سطح العينة. تسمى عملية التفاعل باسم حجم التفاعل و التي تبين الحيز ثلاثي الأبعاد لمدى التفاعل بين الحزمة الإلكترونية و العينة و كذلك مستوى و حجم كل إشارة من إشارات الانبعاث [14]، كما هو موضح في الشكل أدناه.



الشكل (II-15): رسم تخطيطي يبين عمق انبعاث الالكترونات.

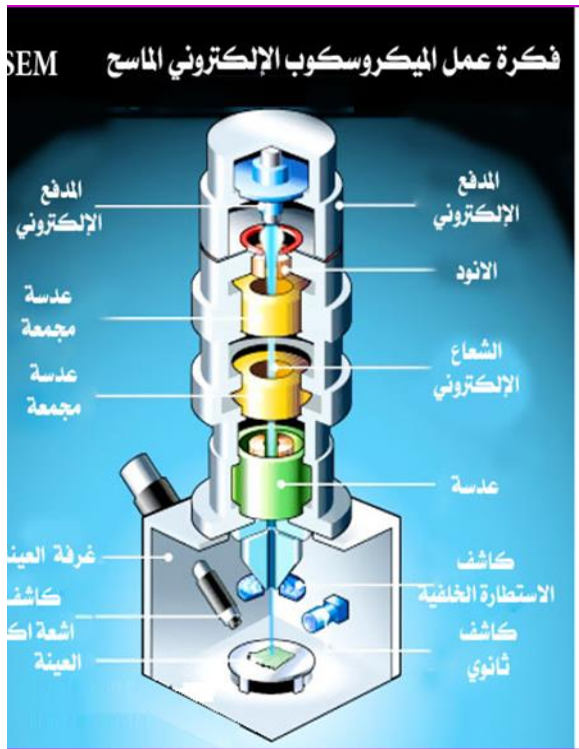
II-4-2- مكونات المجهر الإلكتروني الماسح:

يتكون المجهر الإلكتروني الماسح من [16]:

- انبوبة مفرغة.
- منبع للإلكترونات يسمى بالمدفع و جهاز الجهد العالي، مسرع الالكترونات.
- مجموعة من العدسات الكهرومغناطيسية تسمى المكثفات معدة لتشكيل حزمة رقيقة و مركزة
- غشاء موضعي.
- جهاز انحراف مرتبط بواسطة مولد المسح.
- القرص الدوار او ما يعرف بحامل العينة المتحرك .
- كواشف.
- نظام عرض الصور مرتبط بصفة.

تنتج حزمة الالكترونات من طرف مدفع الالكترونات الذي يلعب دور المنبع، تعدل هذه الحزمة من طرف عدسات كهربائية و التي 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 و الوشائع يشكلان معا ما يعرف بالأنبوبة الالكترونية .

فعندما تسقط حزمة دقيقة من الإلكترونات على العينة ينتج عدة التفاعلات تؤدي الى توليد الكترونات ثانوية بطاقة منخفضة تسرع هذه الاخيرة باتجاه كاشف الإلكترونات الثانوية الذي يقوم بتضخيم الاشارة حيث تتوقف شدة الاشارة الكهربائية على طبيعة العينة. صورة العينة تظهر في الشاشة الفوسفورية في انبوبة الكاثود وتخزن في فليم فوتوغرافي [16].



الشكل (II-16): يبين المكونات الأساسية للمجهر الإلكتروني الماسح [17].

استعملنا هذا العمل و من اجل الدراسة المجهرية و كذلك التحليل الشبه كمي لعينات الرمل المدروسة في جهاز المجهر الإلكتروني الماسح من نوع PHENOM المنتج من طرف شركة PROX.

II-5- خلاصة:

تم التطرق في هذا الفصل باختصار الى التقنيات التجريبية التي استعملت في تشخيص العينات، وتحديد بنيتها البلورية وخصائصها الفيزيوكيميائية حيث تم استخدام التقنيات التالية:

- مطيافية الاشعة تحت الحمراء FTIR.
- حيود الاشعة السينية XRD .
- المجهر الالكتروني الماسح SEM.

قائمة المراجع

- [1] عبد المنعم السيد الاعسر، التحليل الطيفي للأنظمة الكيميائية والبيوكيماوية للمركبات العضوية الصلبة باستخدام جهاز الأشعة تحت الحمراء، الدار العربية للنشر والتوزيع الطبعة الثانية 1997، الفصل 02 ص 67-59.
- [2] كتاب طرق التحليل الطيفي تقنية مختبرات كيميائية، المؤسسة العامة للتعليم الفني والتدريب المهني المملكة السعودية، 61.
- [3] بوضياف س، "تحديد التركيب الجزيئي للأصناف الحبيبية المختلفة لرمل كئبان منطقة ورقلة وحساب تركيز الكوارتز فيها باستخدام التقنيات الطيفية"، اطروحة دكتوراه جامعة ورقلة، (2016).
- [4] محادي ن، "تحديد تركيب الأصناف اللونية الرئيسية لرمل كئبان منطقة ورقلة وتحديد سبب تلونها باستخدام الطرق الطيفية"، اطروحة دكتوراه جامعة ورقلة، (2017).
- [5] مشري م ع، "دراسة أثر المعالجة الحرارية على تركيب رمل كئبان ورقلة وعلى ناقلتيه الكهربائية"، باستخدام الطرق الطيفية، اطروحة دكتوراه جامعة الوادي، (2016).
- [6] م. يسرى، حيود الأشعة السينية في البلورات –الباب الخامس-جامعة (2015).
- [7] د. صالح محمد متولي، "الأشعة السينية الفوائد والمخاطر" مدينة المملكة العربية السعودية، الرياض 1437هـ، 2015م.
- [8] سعد الله ف. صوالح احيمه ح. "تحضير ودراسة الأغشية الرقيقة لكبريتيد الرصاص المحضرة بطريقة حمام الكيميائي"، مذكرة تخرج لنيل شهادة الماستر جامعة الوادي.
- [9] Ooi، Li-ling. Principles of X-ray Crystallography. Oxford University Press، 2010.
- [10] Guinebretière، R. Diffraction des rayons X sur échantillons polycristallins. Hermès، (2002).
- [11] بحث الخامس، للأشعة السينية (the X-rays)، جامعة الاندلس للعلوم الطبيعية، جامعة سوريا.
- [12] بن تيمة م، "دراسة النوية للعينة من رمل منطقة سيدي خويلد-ورقلة"، مذكرة تخرج لنيل شهادة الماستر جامعة ورقلة، (2019).
- [13] محمود ن د، "الأشعة السينية بعض تطبيقاتها"، الهيئة العربية للطاقة الذرية تونس، ص (14-16) (2008).
- [14] Kasaboğlu، Oğuzcan، et al. "Micromorphology of sialoliths in submandibular salivary gland: a scanning electron microscope and X-ray diffraction analysis." *Journal of oral and maxillofacial surgery* 62.10 (2004): 1253-1258.
- [15] أ. سليمان، "مساهمة في دراسة طبقات معدنية رقيقة من مركب تيتان مرسبه على مساند فولاذية"، مذكرة ماجستير، ورقلة- الجزائر.
- [16] I.RAHIL، élaboration et caractérisation de revêtements durs Mo-Cr et Mo-CrN، mémoire présenté pour obtenir le grade de magister، Université Constantine، (2008).
- [17] د. حازم فلاح سكيك، الميكروسكوبيات الإلكترونية، جامعة الازهر-غزة ، 2013.
- [18] A ؛ كوتشي ، سي ؛ جياكوفازو ، سي ؛ Moliterni ، Rizzi ، A. & QUALX ، R. : برنامج كمبيوتر للتحليل النوعي باستخدام بيانات حيود المسحوق" (2008)، J.Apple .

الفصل الثالث

النتائج التجريبية

ومناقشتها

III-1- مقدمة:

في هذا الفصل سنعرض أولاً نتائج التحليل الفيزيوكيميائي لرمال منطقة الرقيبة شمال مدينة الوادي، وذلك باستعمال مطيافية الأشعة تحت الحمراء (FTIR)، انعراج الأشعة اكس (DRX) وكذلك باستعمال المجهر الإلكتروني الماسح (MEB). ثم سنتطرق إلى دراسة أثر المعالجة الكيميائية للرمال على خصائص مادة الكوارتز.

III-2- جمع و تحضير العينات:

قمنا بجمع حوالي خمسين عينة من كتبان رملية من منطقة الرقيبة الواقعة شمال مدينة الوادي. حيث تم جمع العينات من مناطق مختلفة من الكثيب ومن الأسفل إلى الأعلى ومن أعماق مختلفة، ثم مزجت جيداً حتى تحصلنا على عينة واحدة متجانسة ممثلة للكثيب.



الشكل (III-1): صورة للكتبان الرملية التي أخذت منها للعينات.

ومن أجل تحضير العينة للدراسة الطيفية قمنا بطحن يدوي للمزيج السابق بواسطة هاوون حتى الحصول على مزيج ناعم جداً.

III-3- دراسة فيزيوكيميائية لعينة الرمل:

III-3-1- المجهر الضوئي:

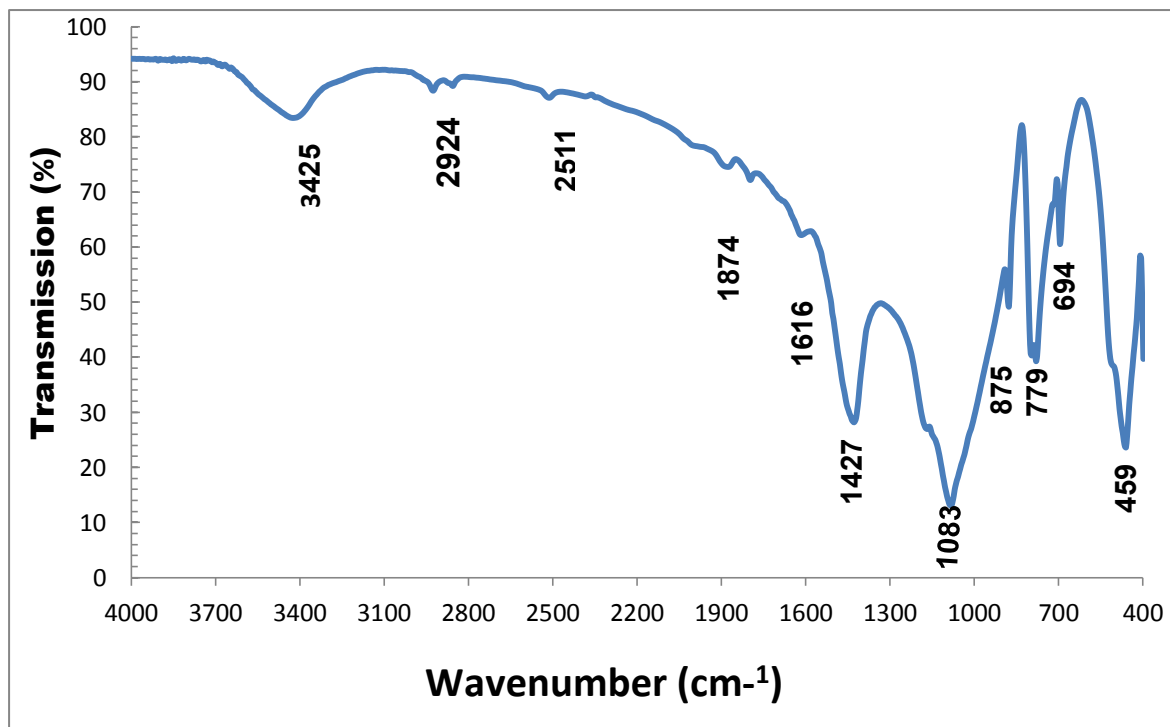
تحصلنا من خلال التحليل بالمجهر الضوئي لعينة الرمل من اخذ صورة مكبرة للعينة كما هو موضح في الشكل (III-2). نلاحظ ان حبيبات الرمل تتأخذ اشكال دائرية ومستطيلة، كما ان معظم الحبيبات ذات لون ابيض شفاف، حيث هذه الحبيبات تمثل مادة الكوارتز [1]. بالإضافة لوجود حبيبات ذات اللون الاحمر والاصفر وهو ما يدل على وجود عناصر كيميائية اخرى كالحديد والمغنسيوم والتي تعتبر كشوائب مكونة لعينة الرمل.



الشكل (III-2): صورة للمجهر الضوئي للعينة المدروسة.

III-3-2- التحليل بمطيافية امتصاص الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه:

يعطي طيف امتصاص الأشعة تحت الحمراء معلومات عن نوعية وكمية الروابط الكيميائية. يظهر الشكل (III-3) الطيف المسجل من مطياف امتصاص الأشعة تحت الحمراء لعينة الرمل تحت للدراسة.



الشكل (III-3): طيف امتصاص FTIR لعينة الرمل المدروسة.

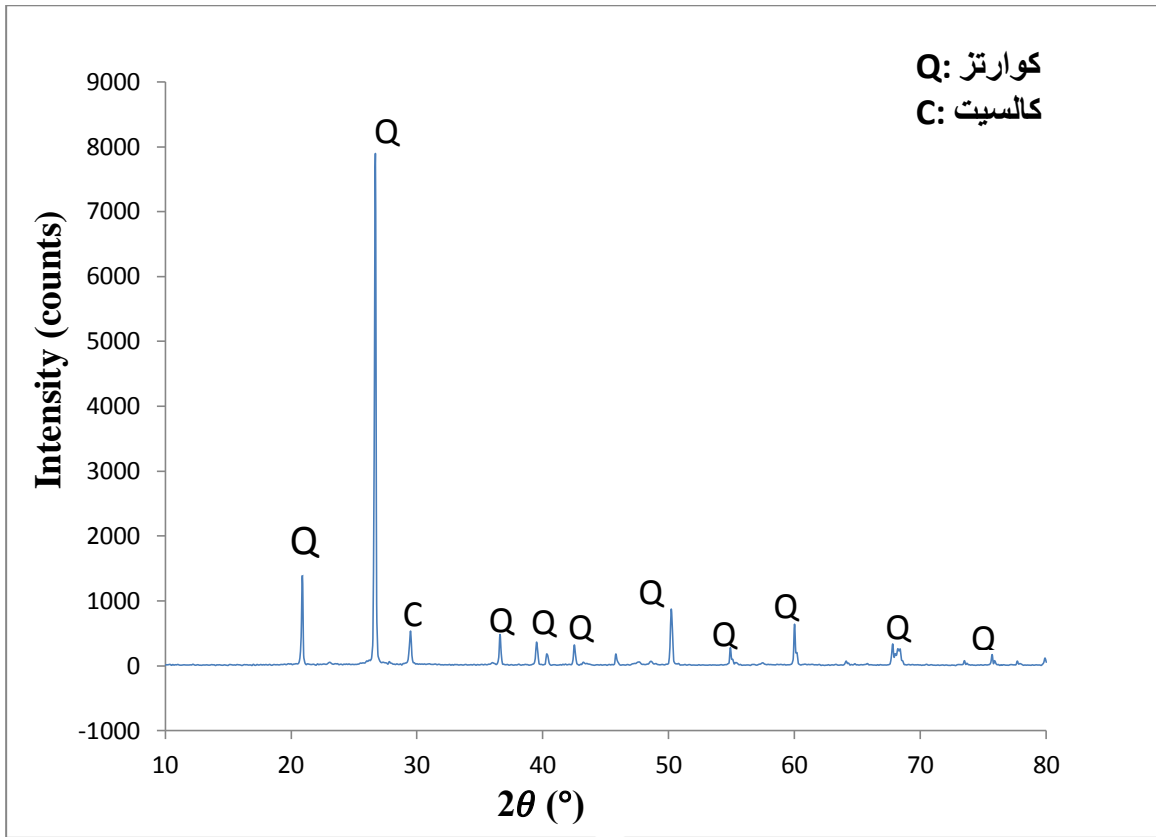
كما يلخص الجدول (1-III) أهم أشرطة الامتصاص المسجلة والمجائيع الوظيفية وأنماط الاهتزاز الموافقة لها.

إن مقارنة أشرطة الامتصاص في طيف عينتنا مع ما هو منشور في المراجع المختلفة يشير إلى أن أغلب الروابط تعود لمادة الكوارتز (SiO_2) والممثلة بأشرطة الامتصاص: 459، 694، 779، 1084 و 8751سم^{-1} والموافقة للرابطة Si-O ، بالإضافة لوجود مادة الكالسيت (CaCO_3) والممثلة بأشرطة الامتصاص 876، 1427 و 2511سم^{-1} . كذلك لوحظ قمتين عند 1616سم^{-1} و 3426سم^{-1} والموافقة للرابطة H-OH والتي تمثل جزئ الماء. كما لوحظت قمة اخرى عند 2940سم^{-1} والتي تمثل المواد العضوية. الجدول (1-III): النطاقات الرئيسية لامتصاص الأشعة تحت الحمراء وما يصاحبها من اهتزازات الروابط لعينة الرمل.

المجموعة الوظيفية	Minerals المعدن	Frequency (cm^{-1}) التردد
Si-O (غير المتكافئة الانحاء)	كوارتز	459.06
Si-O (الانحاء متناظرة)	كوارتز	694.37
Si-O (تمتد متناظرة)	كوارتز	779.24
انحاء في المستوي الاتزان (غير المتكافئة تمتد) C=O	كالسيت	875.68
Si-O-Si (متناظرة تمتد)	كوارتز	1083.99
(غير المتكافئة تمتد) $(\text{CO}_3)^{-2}$	كالسيت	1427.32
H-OH (تمتد)	الماء	1616.35
الجمع بين التمدد المتناظر والانحاء في مستوي الاتزان ل CO_3^{-2}	كالسيت	1797.66
Si-O	كوارتز	1874.81
الجمع بين التمدد المتناظر والانحاء في مستوي الاتزان ل CO_3^{-2}	كالسيت	2511.32
C-H (تمتد الاهتزاز)	شوائب عضوية	2924.09
H-OH (تمتد الاهتزاز)	ماء ممتص	3425.58

III-3-3- التحليل بواسطة انعراج الأشعة السينية:

سمح جهاز انعراج الاشعة السينية بتسجيل مخطط الحيود لعينة الرمل المدروسة من منطقة الرقبية. وتم معالجة هذا الطيف بواسطة برنامج كوالاكس (QualX) لتحديد الاطوار المشكلة لهذه العينة وكذلك الحصول على معلومات عن الخصائص البلورية للمواد البلورية الموجودة بالعينة المدروسة. يمثل الشكل (4-III) مخطط انعراج الاشعة السينية المسجل على عينة اصلية من رمل كثنان منطقة الرقبية.



الشكل (4-III): طيف انعراج الأشعة السينية لعينة الرمل المدروسة.

من خلال معالجة الطيف المتحصل عليه تبين ان رمل كثبان منطقة الرقيبة في حالته الطبيعية يتميز بطبيعة بلورية عالية. كما تدل قيم الانعراج عند الزوايا 2θ : 20.89° , 26.59° , 36.59° , 39.49° , 42.49° , 45.90° , 50.19° , 54.90° , 59.99° , 75.69° على وجود معدن الكوارتز [2] وبنسبة عالية. ولوحظت قمة حيود عند الزاوية 2θ : 29.49° والناجمة عن كربونات الكالسيوم (CaCO_3) [3]. فمن خلال البرنامج QualX وبطاقات (ASTM) تحصلنا على زوايا الحيود والمواد الموافقة لها مع المسافات البينية ومعاملات ميلر للعينة المدروسة والموضح في الجدول التالي:

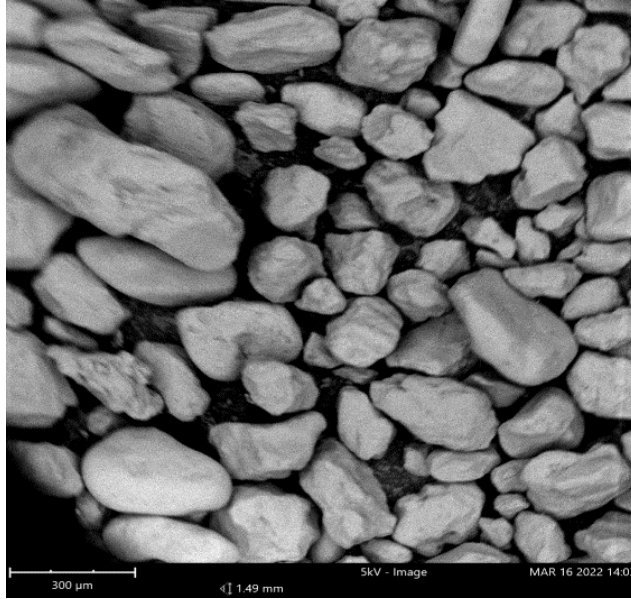
الجدول (III-2): زوايا الحيود والمعادن الموافقة لها مع المسافات البينية ومعاملات ميلر

المعادن	المسافة d (Å)	معاملات ميلر h k l	زوايا الانعراج $2\theta(^{\circ})$
كوارتز	4.251	1 0 0	20.89
كوارتز	3.339	1 0 1	26.59
كالسيت	3.028	1 0 4	29.49
كوارتز	3.455	1 0 4	36.59
كوارتز	2.279	1 0 2	39.49
كوارتز	2.126	2 0 0	42.49
كوارتز	1.978	2 0 1	45.90
كوارتز	1.816	1 1 2	50.19
كوارتز	1.669	2 0 2	54.90
كوارتز	1.540	2 1 1	59.99
كوارتز	1.381	1 2 2	67.76
كوارتز	1.255	3 0 2	75.69
كوارتز	1.228	2 2 0	76.99

اثبتت بعض الانعكاسات الطيفية ذات المسافات البينية d_{hkl} : 4.2506، 3.3392، 1.5403 Å ان البنية البلورية للكوارتز من الصنف الفا (α) في العينة المدروسة [4].
 ايضا من خلال برنامج التحليل QualX تحصلنا على بعض الخصائص البلورية لمعدن الكوارتز ومعدن الكالسيت المكونين لعينة الرمل. تبين ان معدن الكوارتز المكون لعينة الرمل ذا طور α ومتبلور في النظام السداسي، المجموعة الفضائية (154) $P3_221$ وذا وسائط الخلية:
 $c=5.4093\text{Å}$ ، $a=b=4.9294\text{Å}$.

III-3-4- نتائج التحليل بالمجهر الالكتروني الماسح:

يظهر الشكل (III-5) صورة مجهرية دقيقة لعينة من رمل منطقة الرقبية المتحصل عليها بواسطة المجهر الالكتروني الماسح. تبين الصورة المجهرية ان هذا الرمل يحتوي على حبيبات ذات أشكال مختلفة دائرية، مستطيلة متعددة الواجهه، كما ان حجم الحبيبات يقع في مجال 100-300ميكرومتر.

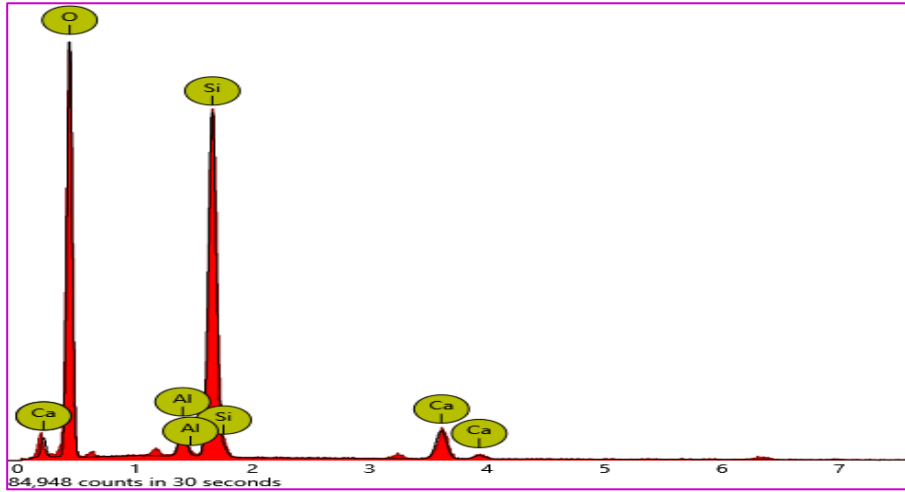


الشكل (III-5): صور لعينة الرمل اخذت بواسطة المجهر الالكتروني الماسح (MEB).

كما اعطى التحليل نصف الكمي لعينة الرمل وذلك باستعمال تقنية مطيافية تشتت الطاقة بالأشعة السينية (EDX) والمرفقة مع جهاز المجهر الالكتروني الماسح النسب المئوية للعناصر الكيميائية او الاكاسيد المهيمنة في العينة.

الجدول (III-3): النسب المئوية للعناصر المكونة لعينة الرمل حسب تحليل EDX.

العناصر الكيميائية	التركيز الذري	التركيز الكلي	الاكاسيد	التركيز الكلي للاكاسيد
O	76.31	63.69		
Si	18.81	27.55	SiO ₂	81.11
Ca	2.75	5.76	CaO	11.09
Al	2.13	3.00	Al ₂ O ₃	7.80



الشكل (III-6): أحد الاطياف التحليل EDX المسجلة للعينة المدروسة

كما هو ملخص في الجدول (III-3)، تظهر ان نسبة المئوية لأكسيد السليسيوم (SiO_2) في العينة تساوي 81% وهي النسبة الاعلى في العينة. وايضا بالإضافة الى أكسيد السليسيوم توجد نسبة اقل من اكسيد الالمنيوم ($\text{Al}_2\text{O}_3=8\%$) واكسيد الكالسيوم ($\text{CaO}=11\%$). هذه النتائج يؤكد ان عينة الرمل المدروسة تتكون اساسا من معدن الكوارتز بالإضافة لوجود بعض الشوائب مثل اكسيد الالمنيوم واكسيد الكالسيوم.

III-4- معالجة الرمل:

نظرا لوجود شوائب بنسب معتبرة في عينة الرمل والتي تؤثر على خصائص مادة الكوارتز المكونة لها، قمنا بمعالجة كيميائية لمادة الرمل وذلك بهدف تنقية مادة الكوارتز من الشوائب.

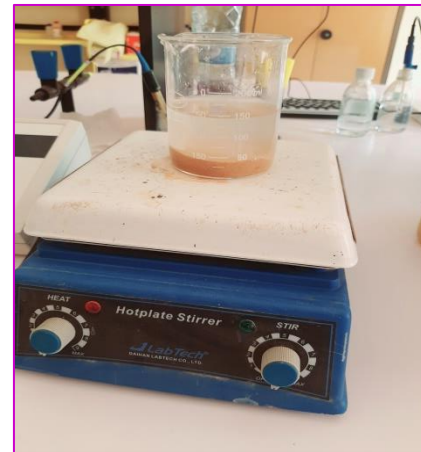
III-4-1- مراحل المعالجة الكيميائية:

عملية تنقية الرمل مرت بعدة مراحل نذكر اهمها:

أ- غسل الرمل: من اجل التخلص من المواد العضوية والشوائب الملتصقة بسطح حبيبات الرمل قمنا بغسل 25 غم من الرمل بالماء المقطر لمدة 10د ثلاث مرات على التوالي. ثم تم تجفيف العينة ووزنها بعد الغسل باستعمال ميزان دقيق.



بعد الغسل و التجفيف



الشكل (III-7): يمثل عملية الغسل للعينة المدروسة.

ب- المعالجة الكيميائية: تم وضع 20 غ من العينة المغسولة بالماء المقطر في بيشر و اضافة 100 مل من حمض الهيدروكلوريك (HCl) بتركيز مختلفة. ثم وضع الخليط فوق جهاز الرج المغناطيسي في درجات حرارة مختلفة و فترات زمنية مختلفة ايضا.

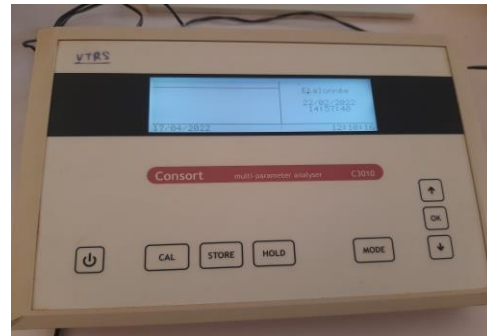


الشكل (III-8): يمثل العملية المعالجة الكيميائية بالرج المغناطيسي.

ج- ترشيح العينة و غسلها بالماء المقطر الى غاية الحصول على $PH=7$ ، ثم تجفيف العينة في الفرن لمدة 2سا.



مجفف



جهاز ال PH

الشكل (III-9): صور توضح عملية الترشيح و التجفيف.

قمنا بإنجاز ثلاثة عشرة تجربة و ذلك بتغيير في كل مرة تركيز الحمض، درجة حرارة الرج و المدة الزمنية لعملية الرج. و في كل مرة نحلل العينة المتحصل عليها بمطيافية تشتت الطاقة بالأشعة السينية (EDS).



الشكل (III-10): صور توضح عينات بعد المعالجة الكيميائية.

النتائج المتحصل عليها ملخصة في الجدول التالي:

الجدول (III-4): الشروط التجريبية المتبعة لتنقية الرمل ونسبة الكوارتز المتحصل عليه.

الزمن (h)	تركيز HCl (%)	درجة الحرارة (°C)	نسبة SiO ₂ (%)	Δm (g)
4	20	70	97.02	3.64
4	30	40	97.04	3.69
6	30	55	97.05	3.71
6	25	40	97.06	3.89
6	20	55	97.07	3.90
2	25	70	97.08	3.93
4	30	70	97.09	3.94
6	25	70	97.3	3.99
2	30	55	97.5	4.13
4	20	40	97.59	3.15
2	20	55	97.5	3.17
4	25	55	97.8	4.31
2	25	40	98.2	4.35

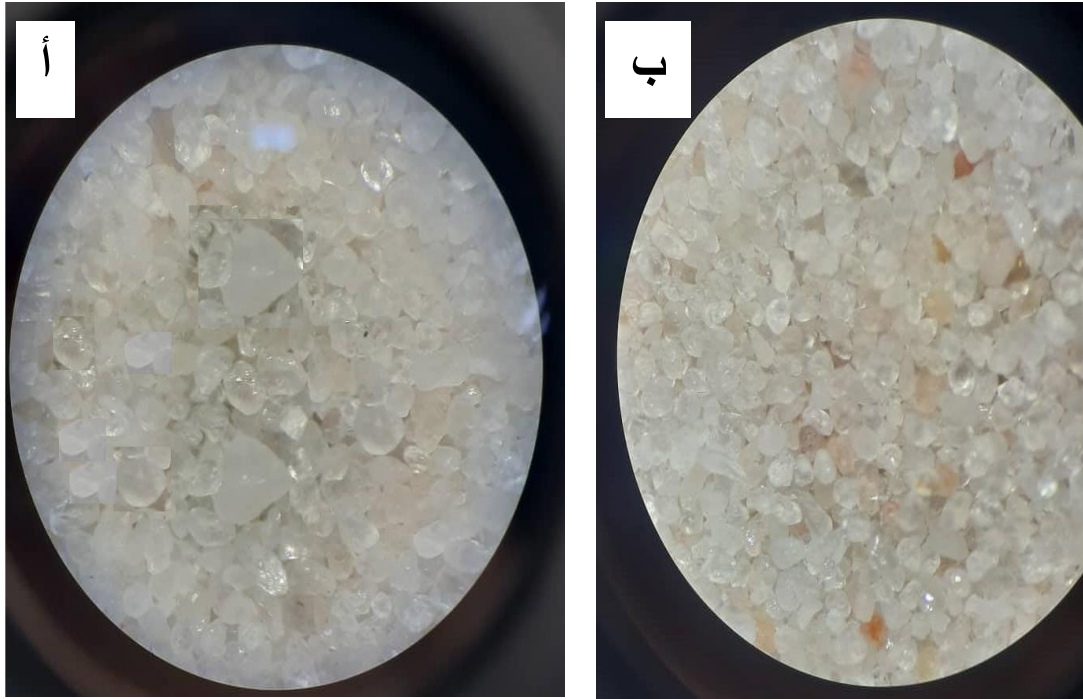
من خلال الجدول نلاحظ ان لدرجة الحرارة، تركيز الحمض والمدة الزمنية للمعالجة تأثير على عملية التنقية. حيث لاحظنا عند الشروط التجريبية الموافقة لـ 4س، 20% و70°م اعطت اقل نسبة لمادة الكوارتز بنسبة 79.02 %، بينما الشروط التجريبية الموافقة لـ 2س، 25% و40°م اعطت اعلى نسبة لمادة الكوارتز بنسبة 98.2 % . أي ان أفضل الشروط لتنقية الرمل والتخلص من الشوائب في تجربتنا هاته هي 2س، 25% و40°م. حيث تعتبر العينة الاولى (SiO_2 79.02 %) هي العينة الاقل نقاوة بينما العينة الاخيرة (98.02 % SiO_2) تعتبر العينة الاكثر نقاوة.

III-5- نتائج معالجة الرمل:

بعد تجفيف العينات المعالجة كيميائيا تم تحليل العينة الاعلى نقاوة والأقل نقاوة بواسطة المجهر الضوئي ومطيافية الأشعة تحت حمراء.

• من خلال الجدول (III-4) نلاحظ ان كتلة العينة بعد المعالجة قد انخفضت، بحيث انخفضت كتلة العينة الاكثر نقاوة بنسبة 18% وكتلة العينة الاقل نقاوة انخفضت كتلتها بنسبة 14%.

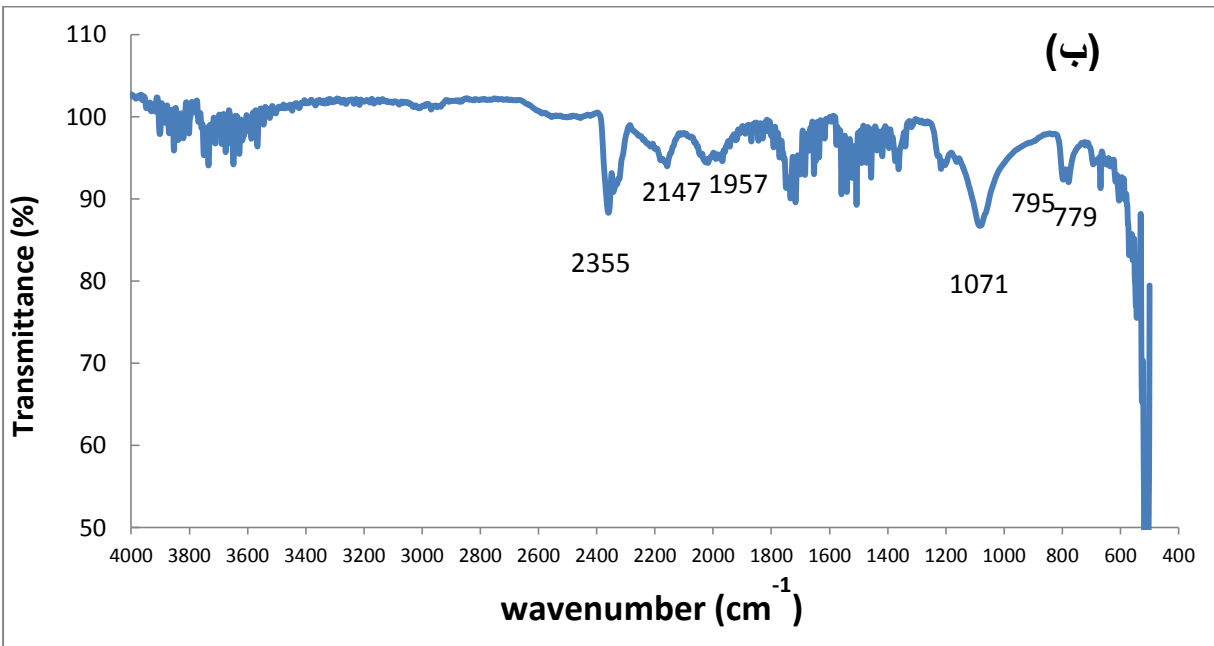
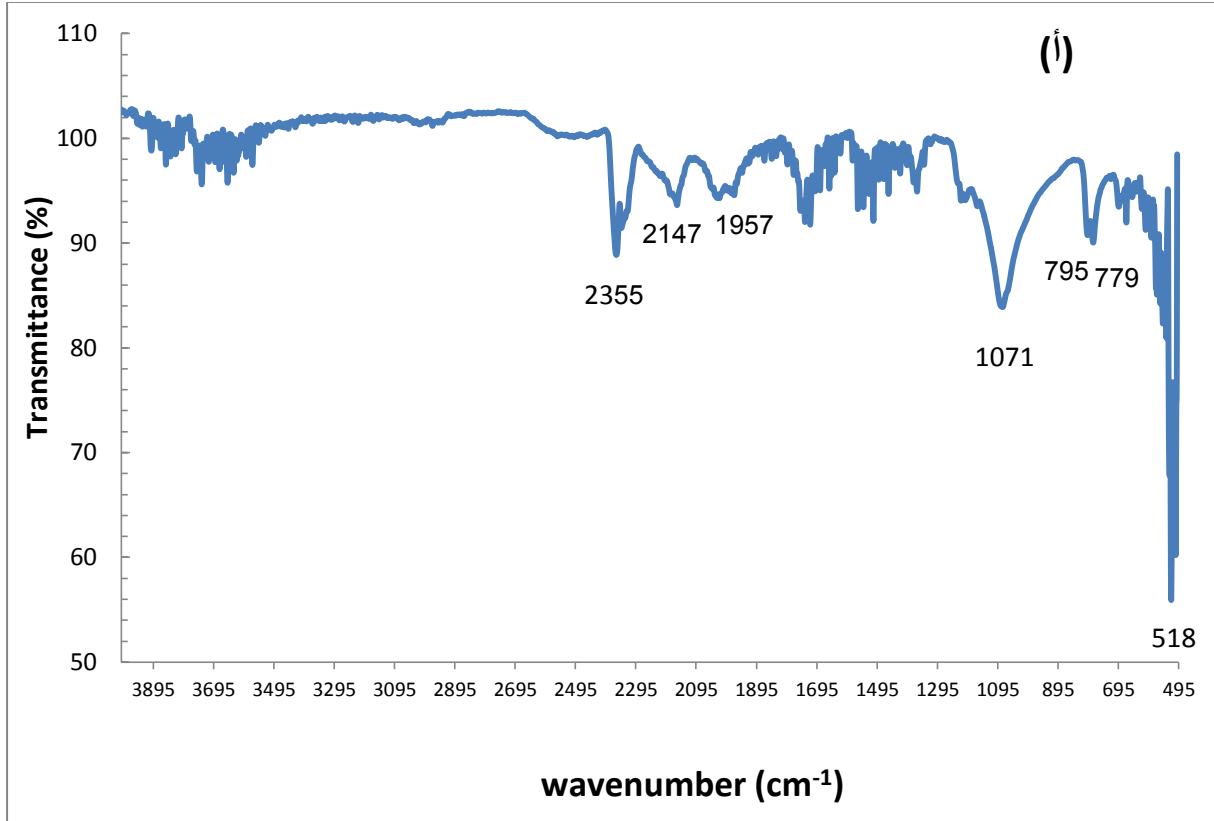
• الشكل (III-6) يوضح صور اخذت بالمجهر الضوئي لعينات رمل الرقيقة بعد المعالجة. نلاحظ ان العينة الاكثر نقاوة ذات لون ابيض شفاف وهذا دليل على اختفاء الشوائب كليا اما العينة الاقل نقاوة فنلاحظ وجود حبيبات ذات لون احمر او اصفر دلالة على بقاء بعض الشوائب جزيئا في العينة.



الشكل (III-11): صور بالمجهر الضوئي بعد عملية التنقية: (أ) العينة الاكثر نقاوة و(ب) الاقل نقاوة.

III-5-1- مطيافية الأشعة تحت حمراء:

اعطى تحليل الأشعة تحت حمراء للعينة الأكثر نقاوة والاقلة نقاوة المنحنيات التالية:



الشكل (III-12): طيف الأشعة تحت حمراء (أ) للعينة الأكثر نقاوة و (ب) للعينة الأقل نقاوة.

نلاحظ من خلال طيفي الأشعة تحت الحمراء للعينة الأكثر نقاوة والاقلة نقاوة اختفاء كل من القمة 1798 سم⁻¹ والموافقة لمادة الكالسيوم والقمة 2924 سم⁻¹ والموافقة للمواد العضوية. وهذا يوضح ان المعالجة الكيميائية ساهمت في تقليل نسبة الشوائب في عينة الرمل. ولحساب دليل التبلور لمعدن الكوارتز المكون لعينات الرمل ما قبل و ما بعد المعالجة، و من خلال طيف الأشعة تحت حمراء المتحصل عليه لكل عينة، نطبق العلاقة التالية [5]:

$$CI(\text{دليل التبلور}) = \frac{A_{795}}{A_{779}}$$

A₇₉₅ و A₇₇₉ هي قيمة الامتصاصية عند القمة 795 سم⁻¹ و القمة 779 سم⁻¹ على التوالي.

جدول (5-III): قيم دليل التبلور لعينات الرمل قبل وبعد المعالجة.

العينة	العينة الاعلى نقاوة	العينة الاقل نقاوة	عينة الرمل قبل المعالجة
دليل التبلور	0.75	1.18	2.03

نلاحظ ان العينة الاكثر نقاوة لها أدنى قيمة لدليل التبلور على عكس عينة الرمل الغير معالجة والتي لها اعلى قيمة لدليل التبلور. وبما أن دليل التبلور يتناسب تناسبا عكسيا مع تبلور معدن الكوارتز [5]، فيمكننا ان نستنتج ان كوارتز العينة الاكثر نقاوة أصبح أكثر تبلور. ومن هنا يستنتج ان المعالجة الحرارية ايضا تساهم في تحسين تبلور الكوارتز.

III-6-الخلاصة:

خلال هذا الفصل تم اجراء دراسة الخصائص الفيزيوكيميائية لعينة من الرمل، حيث اظهرت هذه التحاليل ان عينة الرمل تحتوي نسبة معتبرة من مادة الكوارتز بالإضافة الي بعض الشوائب. تم معالجة هذه العينة معالجة كيميائية في شروط مختلفة. ثم قمنا بدراسة أثر المعالجة على العينة الاكثر نقاوة والاقل نقاوة. توصلنا الى ان عملية المعالجة الكيميائية لها تأثير مباشر على لون العينة، التركيب الكيميائي ومؤشر التبلور. كما أثبتت النتائج المتحصل عليها أن عملية المعالجة الكيميائية لها تأثير مباشر على لون العينة، التركيب الكيميائي ومؤشر التبلور لمعدن الكوارتز.

قائمة المراجع

- [1] Mahdadi N, et al. Chromatic classification of Ouargla (Algeria) dunes sand: determination of main compositions and color causes, by using XRD, FTIR and XRF. *Silicon*, 2017, 9.2: 211-221.
- [2] Beddiaf S, et al. Qualitative and quantitative evaluation of quartz in different granular types of Ouargla region sand dunes–Algeria. *Silicon*, 2017, 9.4: 603-611.
- [3] Beddiaf S, Chihi Smail, Leghrib Youcef, The determination of some crystallographic parameters of quartz, in the sand dunes of Ouargla, Algeria. *Journal of African Earth Sciences*, 2015, 106: 129-133.
- [4] Kumar R. Senthil; Rajkumar P, Characterization of minerals in air dust particles in the state of Tamilnadu, India through FTIR, XRD and SEM analyses. *Infrared Physics & Technology*, 2014, 67: 30-41
- [5] Meftah N. et al. Spectroscopic characterizations of sand dunes minerals of El-Oued (Northeast Algerian Sahara) by FTIR, XRF and XRD analyses. *Silicon*, 2020, 12.1: 147-153.

خلاصة عامة

خلاصة عامة:

لقد كان الهدف من هذا العمل هو القيام بدراسة فيزيوكيميائية لمادة الرمل الطبيعية والمأخوذة من منطقة الرقبية بالوادي، وذلك بهدف الحصول على خصائصه الكيميائية والبنوية و ثم القيام بتنقية الرمل لاستخراج معدن الكوارتز بنسبة عالية.

ففي بداية هذا العمل قمنا بدراسة الخصائص الفيزيائية والكيميائية لمادة الرمل وذلك باستخدام العديد من الطرق الطيفية والمتمثلة في المجهر الضوئي، مطيافية الأشعة تحت الحمراء، انعراج اشعة اكس، وتقنية المجهر الإلكتروني الماسح. أكدت النتائج التجريبية المتحصل عليها من الطرق المستعمل، حيث اظهرت هذه التحليل ان عينة الرمل تحتوي على نسبة عالية من مادة الكوارتز طور الفا في حدود 81%، ايضا وجود بعض الشوائب مثل اكسيد الكالسيوم بنسبة 11% و اكسيد الالمنيوم بنسبة 8%.

بعد تحديد المركبات الكيميائية المشكلة لعينة الرمل ونسبها، قمنا بمعالجة كيميائية للرمل باستعمال حمض الكلوريد وفق عملية الرج المغناطيسي، وذلك في ظروف مختلفة من درجة الحرارة، تركيز الحمض والمدة الزمنية للرج. فلقد تبين من خلال التحليل الشبه كمي بالمجهر الإلكتروني الماسح انه في الشروط 2سا، 25% تركيز الحمض و 40 درجة مئوية تحصلنا على اعلى نسبة للكوارتز 98.2%، وهي العينة الاعلى نقاوة.

فمن خلال تحليل المجهر الضوئي اكتسبت عينة الرمل الاعلى نقاوة اللون الابيض الشفاف والذي يدل على الكوارتز النقي.

ايضا من خلال حساب دليل التبلور من طيف الاشعة تحت حمراء للعينة الاكثر نقاوة تبين ان قيمة دليل التبلور قد انخفض وهذا دليل على ارتفاع نسبة التبلور لمادة الكوارتز. اي ان المعالجة الكيميائية ادت ايضا الى تحسين درجة التبلور لمادة الكوارتز.

اللَّهُمَّ

المخلص

خلال هذا العمل قمنا أولاً بدراسة بنيوية وكيميائية لمادة الرمل الطبيعية وذلك باستعمال بعض الطرق الطيفية والمتمثلة في مطيافية الأشعة السينية (XRD) ومطيافية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه (FTIR) وتقنية المجهر الإلكتروني الماسح (MEB/EDX). أكدت هاته الطرق ان الرمل المدروس يتكون أساساً من معدن الكوارتز (SiO_2) طور α بنسبة 81%، بالإضافة الى نسبة قليلة من مادة الكالسيت (CaCO_3) واكسيد الألمنيوم Al_2O_3 . المعالجة الكيميائية لهاته العينة بحمض الهيدروكلوريك اثبتت ان كلا من تركيز الحمض، درجة الحرارة والمدة الزمنية للمعالجة لها تأثير مباشر على درجة نقاوة معدن الكوارتز المشكل لمادة الرمل. وكذلك من خلال حساب دليل التبلور (CI) تبين تحسن درجة تبلور مادة الكوارتز.

الكلمات المفتاحية:

الكوارتز، حيود الأشعة السينية، مطيافية الأشعة تحت الحمراء، الكالسيت، المعالجة الكيميائية.

Abstract

During this work, we first studied the structural and chemical characteristics of the natural sand material by using some spectroscopic methods such as X-ray spectroscopy (XRD), Fourier transforms infrared spectroscopy (FTIR), and scanning electron microscopy (MEB/EDX) techniques. These methods confirmed that the studied sand consisted mainly of α -phase quartz (SiO_2) by 81%, in addition to a small percentage of calcite (CaCO_3) and aluminum oxide Al_2O_3 . Chemical treatment of this sample with hydrochloric acid proved that the acid concentration, temperature, and treatment time had a direct effect on the purity of the quartz mineral-forming sand. Also, through the Crystallization Index (CI) it was found that the degree of crystallization of quartz was improved.

Key words:

Quartz, X-ray diffraction, infrared spectroscopy, calcite, and chemical treatment.