الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

رقم الترتيب:

رقم التسلسل:

جامعة الشهيد حمه لخضر بالوادي

كلية العلوم الدقيقة

قسم: الفيزياء

مذكرة تخرج مقدمة لنيل شهادة

ماستر أكاديمي

مجال: علوم المادة

تخصص: فيزياء إشعاع

من إعداد:

باي نسبية

بن ساسي مريم

الموضوع:

دراسة تأثير المعالجات الحرارية على مادة الجبس في منطقة الفولية بالوادي

نوقشت يوم27 \06 \2021

أمام لجنة المناقشة المكونة من الأساتذة:

ريحية غاني	أستاذ مساعد صنف أ	رئيسا
ميموني مراد	أستاذ محاضر صنف ب	مناقشا
محبوب محمد الصادق	أستاذ تعليم عالي	مؤطرا

الموسم الجامعي: 2020\ 2021

أنجز هذا العمل في مخبر استغلال وتثمين المصادر الطاقوية الصحراوية (LEVERS)

بسم الله الرحمن الرحيم

قل هل يستوي الذين يعلمون والذين لا يعلمون

الإهداء

أهدي ثمرة جهدي واجتهادي إلى من قال فيهما الرحمن عز وجل:

﴿وَقَضَى رَبُّكَ أَلَّا تَعْبُدُواْ إِلاَّ إِيَّاه وَبِالوَالِدَيْنِ إِحْسَاناً﴾

إلى أعز ما أملك في الوجود، إلى من سهرت على تربيتي وكانت سر وجودي والتي مهما فعلت وقلت لن أوافيها حقها:

"أمي" الغالية الحنونة حفظها الله وأطال في عمرها.

إلى من يعجز اللسان ويحف القلم عن وصف جميله وكان في سراجا منيرا:

"أبي" العزيز حفظه الله وأطال في عمره.

إلى من عشت معهم وتقاسمنا أحلى الأيام وأمرها إلى من هم أثمن وأجمل ما في هذه الدنيا:

أفراد أسرتي سندي في هذه الحياة.

إلى كل الأقارب وأصحاب الفضل إلى كل عائلة "بن ساسي"

إلى أخي "سليمان دهاص" وزميلتي في هذا العمل "نسيبة"

إلى أساتذتي الأفاضل خلال مشواري الدراسي.

إلى كل صديقاتي ورفيقاتي.

إلى كل من ساهم في هذا الإنجاز.

إلى كل من نسيهم قلمي ولم ينساهم قلبي.

مريم

الإهداء

الحمد لله رب العالمين والصلاة والسلام على خاتم الأنبياء والمرسلين، أما بعد:

أهدي ثمرة جهدي واجتهادي إلى أعز ما أملك على الوجود، إلى من ربتني وأنارت دربي،

إلى من كان دعائها سر نجاحي، أغلى إنسان في الوجود "أمي الحبيبة".

إلى من أحمل اسمه بكل افتخار ... أرجو من الله

أن يمدّ في عمره ليرى ثمارا

قد حان قطفها بعد طول انتظار "أبي العزيز".

إلى جدتي أطال الله في عمرها وحفظها.

إلى من تقاسمت معهم حلو الحياة ومرها أخي: "علاء الدين".

وأخواتي: "نور الهدى، وصال، سمية".

إلى أعز وأغلى إنسان على قلبي: "أحمد رضواني".

إلى كل من علمني حرفا من أساتذتي الكرام.

إلى من تذوقت معهم أجمل اللحظات إلى من سأفتقدهم وأتمنى أن يفتقدوني

إلى رفيقات دربي في الجامعة:

"مريم، سارة".

نسيبة

الشكر والتقدير

الحمد لله الذي يسر أمرنا ووفقنا في عملنا وحقق أمانينا، والصلاة والسلام على نبي الرحمة

وآله وصحبه أجمعين، وبعد:

فإنه من دواعي سرورنا وامتناننا في البداية أن نتوجه بالشكر الجزيل والعرفان الجميل إلى أستاذنا ومشرفنا الفاضل

على سعة صدره وصبره معنا وعلى ما منحنا من نصح وإرشادات

الأستاذ الدكتور "محمد الصادق محبوب" جزاه الله خيرا.

كما نتقدم بالشكر للأستاذين "غاني ريحية" والدكتورة "صورية زروال" على كل المساعدات التي قدماها لنا.

كما نتقدم بالشكر والتقدير للدكتور "مراد ميموني" لقبوله مناقشة مذكرتنا

وكذالك الأستاذ "غاني ريحية " لقبوله ترأس اللجنة .

كذلك نشكر طاقم مخبر استغلال وتثمين مصادر الطاقة الصحراوية "LEVERS" بجامعة الوادي،

ممثلا في مدير المخبر البروفيسور"رحومة فرحات" وكذا المهندس "قدة عثمان".

وكل من كان له بصمة أو فكرة وضعها معنا في هذه المذكرة من بينهم:

طالبة الدكتوراه "نرجس مادي" ونتمنى لها النجاح والتوفيق في مشوارها.

وكذلك الطالبة "شيماء رابحي" نتمنى لها المزيد من النجاح والتقدم.

ولا يفوتنا أن نتقدم بالشكر الجزيل الدكتور" عماد حمادنة" من الجامعة الأردنية (الأردن)على دوره الكبير في

وضع أساس هذا الموضوع.

مريم &نسيبة

فهرس المحـــتويـــات

الإهداء (مريم) I
الإهداء (نسيبة) II
الشكر والتقدير III
فهرس المحتويات IV
فهرس الأشكال VII
فهرس الجداول IX
فهرس الرموز X
المقدمة العامة 2
مراجع المقدمة العامة 3

** الجزء النظري **

الفصل الأول: عمـوميـــات حـول الجـبـــس.

I. 1.مقدمة 6
I. 2. لمحة تاريخية 6
I. 3.أول ظهورللجبس 7
I. 4.تعريف الجبس 7
I. 5.مكونات الجبس 8
I. 6. أنواع الجبس 8
I. 6. 1.الجبس الطبيعي 8
I. 6. 1.1.الجبس البلوري(الألياف المتوازية)..... 8
I. 6. 1. 2.الجبس الأباستريت(المرمر)..... 8
I. 6. 1 3.الجبس سيلينييت..... 8
I. 6. 1. 4.الجبس الجيبسيت..... 8
I. 6. 1. 5.وردة الرمال..... 8
I. 6. 2.الجبس الإصطناعي 8
I. 7.طرق تحضير الجبس 9
I. 7. 1.الطريقة التقليدية 9
I. 7. 2.الطريقة الحديثة 10
I. 9. مخاطر الجبس 12
I. 10.الفرق بين الإسمنت الأبيض والجبس 12
I. 11.الخواص الكيميائية للجبس 12
I. 12.الخواص الفيزيائية للجبس 13
I.13.إستخدمات الجبس..... 14
I. 13.خلاصة 15

مراجع الفصل الأول 16

الفصل الثاني: التقنيـــــات المستـــــعمـــــلة.

II.1.الأشعة السينية 18
II. 1. 1.مقدمة 18
II. 1. 2.تعريف الأشعة السينية 18
II. 1. 3.لمحة تاريخية 18
II. 1. 4.مبدأ عملها 19
II. 1. 5.انعراج الأشعة السينية 19
II. 1. 5. 1.مفهوم الانعراج 19
II. 1. 5. 2.مفهوم المسحوق 20
II. 1. 5. 3.قانون براغ 20
II. 1. 6.الطرق التجريبية لانعراج الأشعة السينية 22
II. 1. 6. 1.طريقة الانعراج في المساحيق 22
II.1.1.6.1.ألية ديباي شرر..... 22
II. 1. 6. 1. 2. جهاز الانعراج الآلي 23
II. 1. 7. مجالات تطبيقات الأشعة السينية 24
II. 1. 7. 1. استخدام الأشعة السينية في التصوير الإشعاعي 24
II. 2.مطيافية الأشعة تحت الحمراء 25
II. 2. 1. مقدمة 25
II. 2. 2. مبدأ مطيافية الأشعة تحت الحمراء 25
II. 2. 3. أنماط الاهتزاز 26
II. 5.خلاصة 27
مراجع الفصل الثاني 28

** الجزء العملي **

الفصل الثالث: دراســة تأثير المعالجات الحرارية على مادة الجبس.

III. 1.مقدمة 33
III. 2. تحضير العينات 33
III. 2. 1. خطوات التحضير 33
III. 3. النتائج ومناقشتها 36
III. 3. 2. نتائج انعراج الأشعة السينية 37
III. 3. 3. تحسين نتائج الانعراج بطريقة "Rieteveld" 38

III. 3. 4. نتائج التحسين للعينــات 39
III. 3. 5. نتائج الأشعة تحت الحمراء 43
III. 3. 5. 1. جهاز مطيافية الأشعة تحت الحمراء المستعمل 43
III. 3. 6.تسجيل النتائج 43
III. 3. 7. الطرد المركزي 50
III. 4. خلاصة 52
مراجع الفصل الثالث 53
الخاتمة العامة 55

فهرس الأشكال

ترتيب الشكل	عنوان الشكل	رقم الصفحة
	** الفصل الأول **	
(1-I)	هرم قديم مصنوع من الجبس	6
(2-I)	ضريح إِيمَدْغَاسن الملكي بولاية باتنة	7
(3-I)	الزخرفة بالجبس	7
(4-I)	مراحل تحضير مسحوق الجبس	9-10
(5-I)	محطة إنتاج الجبس	11
	** الفصل الثاني **	
(1-II)	مخطط توضيحي لأنبوبة توليد الأشعة السينية	19
(2-II)	التداخل البناء والهدام	19-20
(3-II)	شكل توضيحي لطريقة استنتاج قانون براغ	21
(4-II)	العلاقة بين اتجاه البلورة والمسافات الشبكية d_{hkl} المحسوبة	21
(5-II)	انعراج الأشعة السينية على المساحيق	22
(6-II)	شكل توضيحي لطريقة ديباي شيرر	23
(7-II)	المخطط الوظيفي لجهاز الانعراج الآلي	23
(8-II)	صورتي أشعة سينية الأولى لرئتي إنسان والثانية لعظام يد	24
(9-II)	أمثلة عن استخدام الأشعة السينية في الصناعة	24
(10-II)	امتصاص الأشعة تحت الحمراء	26
(11-II)	أنماط اهتزاز الذرات في مجموعة الميثيلين CH_2	27
	** الفصل الثالث **	
(1-III)	تقسيم العينة	33
(2-III)	طحن العينة في الهاون	33
(3-III)	العينات بعد الطحن	34
(4-III)	وضع العينة في المجفف	34
(5-III)	الميزان المستعمل في وزن العينات	34
(6-III)	مخطط خطوات المرحلة الثالثة	35
(7-III)	مخطط يلخص جميع خطوات الحصول على العينة	36
(8-III)	جهاز الانعراج الآلي من نوع PHOTO AXRD Benchtop	36
(9-III)	أدوات تحضير العينة للقياس بجهاز الانعراج الآلي	37
(10-III)	مخطط انعراج الأشعة السينية للعينات المرجع 0والمرجع 1	37
(11-III)	مخطط انعراج الأشعة السينية للعينات بعد المعالجة الحرارية	38

(12-III)	مخطط انعراج الأشعة السينية للمرجع 0	39
(13-III)	مخطط انعراج الأشعة السينية للمرجع 1	40
(14-III)	مخطط انعراج الأشعة السينية للعينةA	40
(15-III)	مخطط انعراج الأشعة السينية للعينةB	41
(16-III)	مخطط انعراج الأشعة السينية للعينةC	41
(17-III)	مخطط انعراج الأشعة السينية للعينةD	42
(18-III)	مخطط انعراج الأشعة السينية للعينةE	42
(19-III)	جهاز مطياف الأشعة تحت الحمراء ذات تحويل فورييه (FTIR)	43
(20-III)	طيف FTIR للمرجع 0 والمرجع 1	44
(21-III)	طيف FTIR للعينة A	44
(22-III)	طيف FTIR لجميع العينات	45
(23-III)	مخطط انعراج الأشعة السينية للعينة Z بعد التسخين عند 200 C° وبعد عملية التحسين	46
(24-III)	مخطط انعراج الأشعة السينية للعينة Z بعد التسخين عند 300 C° وبعد عملية التحسين	46
(25-III)	مخطط انعراج الأشعة السينية للعينة Z بعد التسخين عند 400 C° وبعد عملية التحسين	47
(26-III)	مخطط انعراج الأشعة السينية للعينة Z بعد التسخين عند 500 C° وبعد عملية التحسين	47
(27-III)	مخطط انعراج الأشعة السينية للعينة Z بعد التسخين عند 600 C° وبعد عملية التحسين	48
(28-III)	مخطط انعراج الأشعة السينية للعينة Z بعد التسخين عند 700 C° وبعد عملية التحسين	48
(29-III)	مخطط انعراج الأشعة السينية للعينة Z بعد التسخين عند 800 C° وبعد عملية التحسين	49
(30-III)	مخطط انعراج الأشعة السينية للعينة Z بعد التسخين عند 900 C° وبعد عملية التحسين	49
(31-III)	طيف FTIR للعينة Z بعد المعالجة الحرارية	50
(32-III)	وزن كمية معينة من الجبس	51
(33-III)	ترسيب الرمل	51
(34-III)	الوزن الصافي للرمل	51
(35-III)	ترسيب الجبس	52
(36-III)	جهاز الطرد المركزي	52

فهرس الجداول

ترتيب الجدول	عنوان الجدول	رقم الصفحة
	** الفصل الأول **	
(1-I)	الخواص الفيزيائية للجبس	14
	** الفصل الثالث **	
(1-III)	قيم الكتل قبل وبعد التجفيف	35
(2-III)	قيم الكتل قبل وبعد التسخين	35
(3-III)	جدول يوضح نسبة الأطوار وعوامل الثقة للعينات A، B، C، D، E	42
(4-III)	جدول يوضح روابط الأشعة تحت الحمراء للجبس	45
(5-III)	جدول يوضح نسبة الأطوار وعوامل الثقة للعينة Z	50

قائمة الرموز

❖ الحروف اللاتينية:

R_{exp}	عامل الموثوقية المتوقع.
R_p	عامل شكل الانعراج.
R_{wp}	عامل موثوقية الشكل الجانبي الموزون.
N	عدد النقاط في طيف انعراج المسحوق الملاحظ.
P	عدد الوسائط المحسنة.
w_i	عامل التوزين.
y_{ci}	الشدة المحسوبة.
y_{oi}	الشدة الملاحظة.
d_{hkl}	المسافة الشبكية بين المستويات البلورية [A°].
a, b, c	وسائط الشبكة البلورية [A°].
$, k_{\beta}, L_{\alpha}k_{\alpha}$	الأطياف الخطية.
R	نصف قطر ديباي شيرر [mm].
n	عدد صحيح يمثل رتبة التشتت.

❖ الحروف اليونانية:

λ	طول الموجة[A°].
θ	زاوية الانعراج لبراغ [°].
ω	السرعة الزاوية [rad/s].
δ	الفرق في المسير بين شعاعين.

❖ المؤشرات:

hkl	قرائن ميلر.
i	دليل الذرة رقم i في الشبكة البلورية.

❖ الاختصارات:

XRD	انعراج الأشعة السينية.
GoF	معامل التوافق أو معامل وجود التطابق.
FTIR	الأشعة تحت الحمراء.

المقدمــة العــامة

المقدمة العامة

يعتبرالجبس طريقة فريدة لإبراز جمال وفخامة جدران المنازل وخاصة في أسلوب الزخرفة العمرانية، وتظهر هذه التصميمات جلية في كثير من الآثار القديمة، أما الآن فهي تستخدم في غرف المنازل، الأسقف، فوق النوافذ، الأبواب، على الجدران، الزوايا وحتى المطابخ ...الخ.وهو في الأساسمادة بناء ذات خصائص محددة، وهو من المواد الخام الصخرية الذي يعتبر أبسط مادة في الطبيعة تحت تصرفنا. ويعد الجبس من الخامات الأرضية الشائعة، وهو أكثر معادن الكبريتات انتشارا في الطبيعة كمعدن أو كصخر رسوبي، ويتواجد عادة مع الحجر الجيري والدولامين والطين، كما أنه يتداخل مع معدن الأنهيدريت(كبريتات الكالسيوم المائية). كانت طرق تصنيع الجبس قديما بدائية، حيث تحرق الخامات في أفران مفتوحة وبدون ضبط ويدخل الجبس أيضا في العديد من الصناعات التي لها مساس بحياة الإنسان اليومية[1].

هناك الكثير من يعتقد أن الجبس مادة بناء فقط لكن في الحقيقة لها استعمالات ايجابية كثيرة فهيتستعمل بداية من الطب، وانتهاء بالزراعة. وهي بالتالي مادة مهمة جدا لذلك ارتأينا في هذه المذكرة دراسةهذه المادة الخام في منطقة الوادي. دراسة تتوزع بين الجانبين الكيميائي والفيزيائي. وقد قمنا بتقسيم المذكرةالى ثلاثة فصول وهي:

- **الفصل الأول:**سنعرض في هذا الفصل عموميات حول الجبس بداية من تعريفه، لمحة تاريخية حوله، أنواعه ومكوناته، كما سنتطرق إلى دراسته وكيفية تحضيره من خلال معرفة خصائصه الفيزيائية والكيميائية المدروسة سابقا.
- **الفصل الثاني:**سيتضمن هذا الفصل التعرف وكذلك مبدأ عمل الطرق والتقنيات المستعملة في هذه الدراسة لمعرفة مكونات العينة وأطوارها.
- **الفصل الثالث:** سوف يتم التعرف على طريقة تحضير العينات ومعالجتها بالطرق المذكورة في الفصل الثاني وتسجيل النتائج المتحصل عليها بالإضافة إلى التعرف على آلية تسجيل بيانات نتائج الأشعة السينية على العينة المدروسة باستخدام جهاز الانعراج الآلي وأخيرا مناقشة النتائج المتحصل عليها.

قائمة مراجع المقدمة

[1]M. Kebier," Usage du plâtre dans l’ancien bâti (Cas de timchemt à Ghardaïa)", Mémoire de Master, Université M'HAMED BOUGARA Boumerdes, Algérie (2017).

الجـزء النظـري

الفصل الأول

عموميـات حول الجبـــس

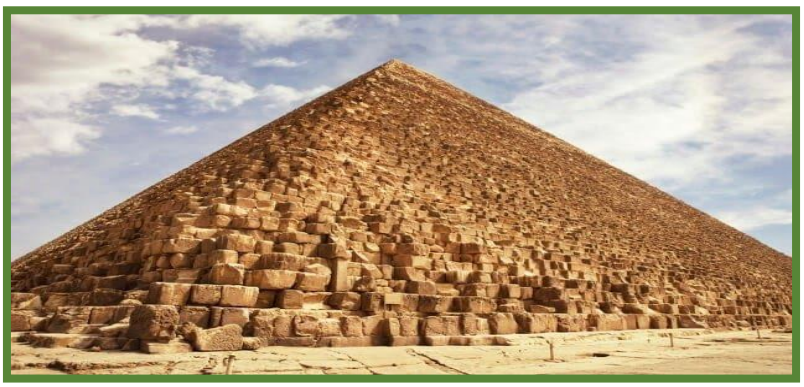
I. 1. مقدمة:

الجبس مادة طبيعية متمثلة في مسحوق تم تحضيره منذ العصور القديمة وهو أبسط مادة أساسية والأكثر تواجدا في الطبيعة، حيث تم التقليل من قيمتها لسنوات عديدة ونحن ندرك اليوم أن القدماء قد عرفوا صفاتها جيدا، خاصة في البناء وميزاتها الطبيعية التي تحافظ على البيئة والتي يميز المناخ الصحراوي والعجز المائي على جميع المستويات.والذي يرجع إلى قلة هطول الأمطار والتبخر الشديد ودرجة الحرارة المرتفعة، في ظل هذه الظروف نجد منطقة الفولية بالوادي التي تقع على بعد 620 كلم جنوب شرق الجزائر العاصمة إذ أنخطوها العرضي 6.9667وخطوها الطولي33.5639، حيث طور الإنسان من هذه المادة المحلية بالتوافق مع المتطلبات الحياتية البشرية والبيئة المناخية[1] .

I. 2. لمحة تاريخية:

يعود أول استخدام معروف للجبس في الأناضول (جزء من تركيا الحديثة) وسوريا حوالي 6000 قبل الميلاد. كما تم استخدامه قبل الميلاد بـ 3700 سنة في مصر القديمة في بناء الأهرامات [2] كما يوضحه الشكل (I-1). واكتشف علماء الآثار الجبس كمادة رابطة لأحجار الهرم الأكبر وكدعم للرسومات النهائية داخل المقابر، كما تم استخدامه في بناء الاهرامات في الجزائر كما في حالة الضريح الأمازيغي إيمَدْغَاسن أو وماد غيس الذي يرجع تاريخه إلى القرن الثالث قبل الميلاد، ويقع على أراضي بلدية بوميا في ولاية باتنة وهو أقدم ضريح ملكي أثري محفوظ في شمال أفريقيا كما يوضحه الشكل (I-2)، وفقا للمؤرخين في القرون الوسطى، فقد أستمد أسمه من ملك نوميديا. أما في العصر اليوناني فقد استعمل ضمن مكونات مواد بناء المعابد الإغريقية. كما تمتع الجبس في عهد الامبراطورية الرومانية بأهمية بالغة حيث قام أصحاب المباني بتلبيس الجدران بمادة الجبس المقاومة للحرارة وهذا يدل على أن الأقدمون قد عرفوا هذه الخاصية. وفي العصور الوسطى كانت الحجارة تجمع لصناعة الجبس [3]، حيث بدأ استخدامه في الزخرفة خلال القرنين 16 و17، كما أصبح الجبس مادة بناء أساسية وحقيقية لجدران المنازل كما يوضحه الشكل (I-3). وعقب حريق باريس عام 1667 أصدر ملك فرنسا لويس الرابع عشر مرسوما أدى إلى تعميم طلاء الجبس لتعزيز الحماية من الحرائق للمنازل نصف الخشبية في باريسومن ثم أصبح واسع الانتشار بفضل تحسين علماء التصنيع لهذا النوع من المواد [1].

يشكل الجبس كذلك مادة تربوية ذات إمكانيات متعددة لاكتشاف الفنون التشكيلية في أي عمر من خلال بصمات الأصابع والأغلفة، ففي عام 1830 افتتح بيير اتيان لامبير(Pierre Étienne Lambert) وزوجته ماري لويز صوفي وارنت (MarieLouiseSophie Warnet) محجر في-Cormeilles-en Parisis في منطقة باريس. في عام 1890 تم إنتاج أول ألواح الجبس في نيويورك الذي يتجاوز انتاجه اليوم قرابة 300 مليون متر مكعب سنويا [1].



الشكل (I-1): هرم قديم مصنوع من الجبس [4].

الشكل (I-2): ضريح إيمَدْغَاسن الملكي بولاية باتنة [5].

الشكل (I-3): الزخرفة بالجبس [6].

I. 3. أول ظهور الجبس:

تاريخيا يعزى أول ظهور للجبس حيث كان راعيا وذلك من خلال النار التي أشعلها لتدفئة نفسه حيث تحولت الحجارة تحت تأثير الحرارة إلى غبار أبيض، بعد هطول أمطار غزيرة تحول المسحوق إلى عجينة مع عودة تصلبه مرة أخرى عائدة إلى حالتها الأولية عند سطوع الشمس عليه [1].

I. 4. تعريف الجبس:

كلمة (Gypse) اشتقت من الاسم اليوناني للمعدن والذي كان يطلق على المعدن المكلس ويتركب هذا المعدن كيميائيا من كبريتات الكالسيوم المائية $(Ca\,SO_4 \cdot 2H_2O)$. والجبس هو معدن متوفر جدا حول العالم في مجموعة متنوعة من الأشكال وهو على النحو الأكثر شيوعا معدن ليّن أبيض اللون يتشكل في طبقات سميكة من حيث تبخر الماء المالح. وقد تشكلت معظم الترسبات الأخرى إما في قيعان البحار الضحلة، مترسبة بمعية الأنهيدريت$(Ca\,SO_4)$ نتحصل على الباسينيت $(Ca\,SO_4 \cdot 2H_2O)$، أو في البحار المالحة. ويتشكل الجبس أيضا عندما تترسب رسوبيات الأنهيدريت بفعل المياه المسطحة. ومع تشرب الجبس للماء فإنه ينتفخ بحيث يصبح طبقات عموما ذات التواءات ويكون الجبس كتليا ودقيق الحبيبات، وهذا الشكل

يتحول إلى مسحوق عند تسخينه وتجفيفه وهو المستخدم كأساس في معظم أنواع الجبس منها جبس باريس (Plaster of Paris) وفي معظم أنواع الاسمنت [7]. والجبس هو أيضا صخرة ناعمة متبلورة بالكامل ذات جاذبية نوعية تتراوح بين 2.2 و2.4 اعتمادا على درجة الشوائب، ويتبلور تماما عندما يكون نقيا بدرجة كافية. كذلك تظهر بلوراته تحت المجهر بأشكال وألوان مختلفة فهي شفافة للإشعاع، اما عيانيا فعادة ما تكون صخور الجبس بيضاء، صفراء، رمادية أو وردية بسبب الشوائب [8].

I. 5. مكونات الجبس:

هو مادة طبيعية مكونة غالبا من كبريتات الكالسيوم($CaSO_4$)،الماء، كربونات الكالسيوم ($CaCO_3$) والسيليكا أو الرمل(SiO_2) بنسب مختلفة و متغيرة تختلف حسب منطقة تواجده و سوف يتم التعرف في الفصل الثالث على نسب هذه المكونات للجبس الذي تم أخذه من ولاية الوادي بالجزائر [3].

I. 6. أنواع الجبس:

يوجد نوعان من الجبس:

I. 6. 1. الجبس الطبيعي:

يتكون من ستة أنواع أهمها:

I. 6. 1. 1. الجبس البلوري (الألياف المتوازية):

وهو عبارة عن كتل جبسية كثيرة التشقق توجد على شكل ألياف متنوعة، تتميز بلمعة لؤلؤية.

I. 6. 1. 2. الجبس الأباستريت (المرمر):

عادة ما يكون هذا الجبس أبيض متبلور، دقيق الحبيبات مع المظهر العقدي. بشكل عام نلاحظ عقيدات معزولة في مادة غير متبخرة (طينية أو كربونات) في بعض الأحيان يتشكل الجبس العقدي الجريزوفولفين عن طريق تحول الكتلة. ويتكون هذا الجبس من بلورات كبيرة، ويوجد جبس الجريزوفولفين بشكل هائل غالبا ما يكون متجانس تماما وعرضه مظهر عجينة، يسمى هذا الجبس بالأباستريت.

I. 6. 1. 3. جبس سيلينييت:

وهو من أجود أنواع الجبس حيث يتكون من بلورات أحادية شفافة كاملة وقليلة التشقق.

I. 6. 1. 4. جبس الجبسيت:

وهو راسب أرضي غير نقي دقيق الحبيبات مختلط بالرمل والطين.

I. 6. 1. 5. وردة الرمال:

هي صخرة متبخرة تكونت من التبلور العدسي للمعادن القابلة للذوبان وترتيبها يذكرنا بتشكيل الورد. يأتي الرمل من تبخر المياه المترسبة. هذه البلورات في كثير من الأحيان توجد في التربة الرخوة (الرملية والطينية) وخاصة في الصحاري [8].

I. 6. 2. الجبس الاصطناعي:

هو محضر من مواد كيميائية.

I. 7. طريقة تحضير الجبس:

I. 7. 1. الطريقة التقليدية:

في هذه الطريقة يصنع الجبس عبر المرور بعدة مراحل هي: التكسير← الطهي ← الطحن ← الغربلة.

- ✓ التكسير: يتم تكسير هذه الحجارة إلى حجارة أقل حجما وذلك باستعمال أداة بسيطة والمتمثلة في المطرقة.
- ✓ الطهي: ويكون ذلك عن طريق فرن طبيعي مصنوع من الجبس الصلب حيث يوضع بداخله خشب بعدها يتم استعمال النار من أجل طهي الحجارة.
- ✓ الطحن: هو عملية مثل عملية التكسير وتستخدم فيها نفس الأداة لكن يجب تكسير الحجارة حتى يتحصل على أحجام متفاوتة في الصغر.
- ✓ الغربلة: وفيها يتم غربلة الجبس المطحون حتى يتم الحصول على مسحوق الجبس.

a.تكسير حجارة الجبس باستخدام أدوات تقليدية.

b. طهي حجارة الجبس باستخدام أدوات تقليدية.

c.خشب الطهي.

d. طحن حجارة الجبس.

e. غربلة الجبس المطحون.

الشكل (I-4): مراحل تحضير مسحوق الجبس [9].

I. 7. 2. الطريقة الحديثة:

في هذه الطريقة يمر تحضير الجبس الطبيعي بعدة مراحل هي:

- ✓ التكسير: ويتم تكسير الخامات المستخرجة بواسطة كسارات إلى قطع صغيرة على مرحلتين إحداهما تكسير أولي لإنقاص حجمه إلى قطع صغيرة بحجم كف اليد، والأخرى تكسير ثانوي

ليصل إلى حجم صغير جدا. يخزن بعدها ما تم الحصول عليهفي مستودعات تحضيرا لإرساله إلى المحمصة.

- ✓ الاستخراج: ويتم ذلك بغسيل الجبس ثم غربلته، وفصل الشوائب وأخيرا التجفيف.
- ✓ التحميص: يتم إرسال الجبس المكسر بعد عملية الاستخلاص من مستودعات التخزين إلى أفران خاصة بالتحميص عند درجة حرارة $130\ C^{\circ}$ ويبقى بداخلها مدة كافية لطرد نصف الماء الذي يحتوي عليه الجبس الخام فتصبح صيغته الكيميائية $CaSO_4 \cdot \frac{1}{2} H_2O$

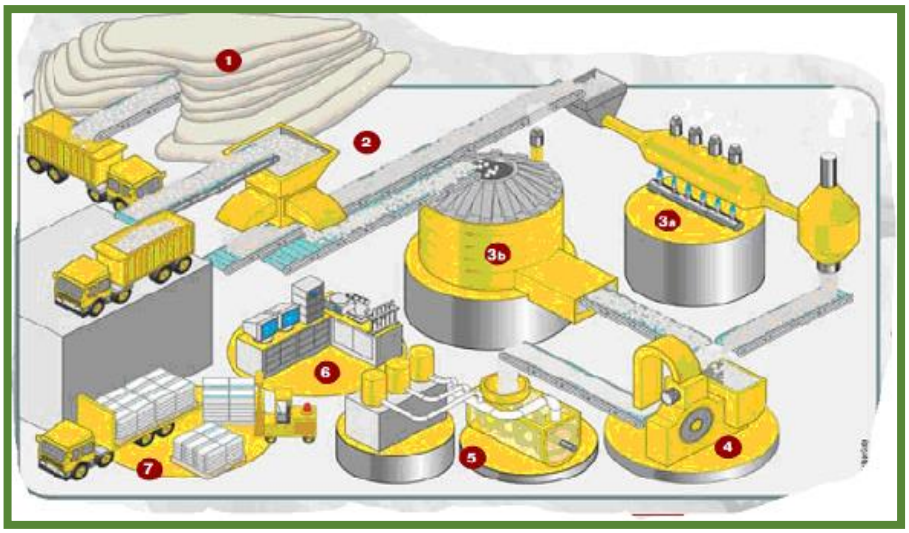
$$CaSO_4.2\ H_2O + heat = CaSO_4 \frac{1}{2} H_2O \qquad (1\text{-I})$$

وينتج عن ذلك نوعين من الجبس:α والجبس β نصف مميه وعند تعرض هذا الأخير إلى درجة حرارة كبيرة وضغط 9 باسكال بعد 6 ساعات نتحصل على الجبس α. يتشابه النوعان في التبلور، ولكن الأول أقل قابلية للتفاعل والذوبان وبالتالي يتطلب كمية كبيرة من الماء وفترة أطول للتصلب، وهو الأكثر إنتاجا واستخداما.

- ✓ الطحن: يرسل الجبس بعد التحميص إلى المطاحن لطحنه، ويمكن معايرة هذه المطاحن للحصول على النعومة المطلوبة.
- ✓ التعبئة: يرسل الجبس المطحون إلى مستودعات خاصة تمهيدا لتعبئته في أكياس. ويتم قبل التعبئة أخذ عينات منه لإجراء اختبارات لمعرفة مدة التصلب، النقاوة، الانحناء، ونوع الشوائب ونسبة كل منها ليتم تصنيفه على ضوء هذه النتائج. أما الجبس الصافي فيتم تحضيره بكميات متفاوتة بعدة طرق صناعية منها: صناعة وتنقية الأحماض العضوية حيث تتشكل كميات قليلة من كبريتات الكالسيوم اللامائية كمنتج ثانوي لعملية تنقية الأحماض مثل حمض الستريك $C_6H_8O_7$ ، والأوكساليك $H_2C_2O_4$ ومثال ذلك تحضير الجبس الصناعي من تفاعل الاملاح لحمض الأوكساليك مع الماء وحمض الكبريتيك وفق المعادلة التالية:

$$CaC_2\ SO_4 + 2\ H_2O + H_2SO_4 \rightarrow CaSO_4 \cdot 2\ H_2O + H_2C_2O_4 \qquad (2\text{-I})$$

الغازات الناتجة عن عمليات نزع الكبريت ويتم ذلك بامتصاص غاز ثاني أكسيد الكبريت (SO_2) المرافق لغاز المداخن وترسيبه بواسطة هيدروكسيد الكالسيوم، ثم أكسدة الناتج للحصول على الجبس الصناعي [3].



الشكل (I-5): محطة إنتاج الجبس [7].

I. 8. مخاطر الجبس:

إن مخاطر الجبس كبيرة حيث تتحد كبريتات الكالسيوم مع الاسمنت مما يؤدي إلى تصدع الأبنية وهشاشتها مع مرور الزمن لذلك عندما يتواجد الجبس بترب البناء نقترح استعمال الاسمنت المقاوم للكبريتات، إذا كانت نسبة الجبس (6% أو أقل) أما إذا كانت نسبته أكثر من 6% ننصح باستبدال التربة مع استعمال الاسمنت المقاوم أيضا ومن مخاطره أيضا قد يسبب مشاكل في صناعة الاسمنت حيث يحدث تراكمات في الفرن وبالتالي يؤدي إلى إيقاف الفرن وضياع في الطاقة[3].

I. 9. الفرق بين الإسمنت الأبيض والجبس:

بما أنه تم ذكر الاسمنت الأبيض في الاستخدامات والصناعة لذلك سنتعرف على الفرق بين الاسمنت الأبيض والجبس المتمثلة في:

1. يزداد حجم الجبس عند خلطه بالماء ويترك ليجف على عكس الإسمنت الأبيض الذي يظل حجمه ثابتا بعد خلطه بالماء.
2. قوة تماسك الإسمنت الأبيض أقوى من الجبس بعد خلط كل منهما بالماء وتركهما ليجفا.
3. زمن تصلب الجبس أقل من زمن تصلب الإسمنت الأبيض.
4. الاسمنت الأبيض أنعم من الجبس ولونه مائل للاخضرار في حين أن الجبس يأخذ اللون الأبيض الفاتح [10].

I. 10. الخواص الكيميائية للجبس:

لا توجد هناك تغيرات في التركيب الكيميائي وأهم ما يمكن الإشارة إليه فقدانه للماء عند درجة حرارة 70C° حيث يتكون ما يسمى بـ: هيمي – هيدريت أو باسينيت$(CaSO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O)$ وبالتسخين السريع إلى درجة حرارة90C° يتغير إلى أنهيدريت $(CaSO_4)$. إذا أخذنا بعين الاعتبار النظام (كبريتات الكالسيوم – ماء) نجد أن عدد الأطوار التي تتبلور في هذا النظام هيأربعة، اثنان منها ثابتة وهما الجبس والأنهيدريت واثنان آخران هما الهيمي هيدريت و$(\gamma CaSO_4)$وهما غير ثابتين أو مؤقتي الاستقرار لذا نجد أنه تحت ظروف الاتزان أنه يجري التفاعل كما يلي:

جبس ↔ أنهيدريت + ماء

$$CaSO_4 \cdot 2H_2O \rightarrow CaSO_4 + 2H_2O \qquad (3\text{-I})$$

وذلك دون تكون مركبات أو اطوار أخرى.

ومن دراسة منحنيات التحلل الحراري وجد أن الجبس يعطي قيمتي امتصاص حراريتين قصوتين بين درجتي 190C°- 200C° حيث تمثل الأولى فقدان جزئي للماء والثانية فقدان بقية الماء. ويبدو هذا التكلس واضحا في الغلايات والأفران عند درجات حرارة (190C° - 200C°) ويعرف ناتج التكلس (كبريتات الكالسيوم اللامائية) بجبس باريس، وهو عبارة عن هيمي هيدريت نتج عن تسخين الجبس عند درجة حرارة 170C° لمدة 1 -3 ساعة وعند إضافة الماء إلى جبس باريس يتم إعادة تكون كبريتات الكالسيوم المائية والتي بدورها تصبح كتلة صلبة متماسكة وذلك بسبب تكون بلورات متشابكة من الجبس.

يترسب الجبس في هيئة طيفية من ماء البحر أو المياه المالحة المركزة من مياه البحيرات، وذلك عند درجات حرارة أقل من 42C°. ويترسب كذلك من محاليل مائية في الكهوف الجيرية كما هو الحال في كهوف الماموث في كنتاكي بالولايات المتحدة الأمريكية. ودائما ما تكون الترسبات الحبيبية الكبيرة ملازمة

لطبقات الحجر الجيري والدولوميتي والحجر الرملي والطفلي. تحتوي مياه البحر عادة على 3.5% أملاح ذائبة، وتشكل كبريتات الكالسيوم ما يقارب 4% من هذه الأملاح الذائبة. ويتم ترسيب الأملاح الذائبة حسب النتائج التالية:

كربونات كالسيوم ← كبريتات كالسيوم ← كلوريد الصوديوم ← كبريتات المغنسيوم ← بروميد الصوديوم ثم كلوريد البوتاسيوم

ولو فرضنا أن مياه بحر ما ذات عمق يقدر بحوالي 300 متر قد تبخرت تماما فيتم ترسيب حوالي خمسة أمتار فقط من الأملاح. ويبلغ سمك طبقة كبريتات الكالسيوم منها 0.12 متر وكلوريد الصوديوم 3.5 متر. ومن ضمن المعادن الملازمة للجبس هي: هاليت، سيلسيتين، كلسيت، أراجونيت، دولوميت، بيريت، الكبريت والكوارتز.

يوجد الجبس في مناطق متعددة في العالم فعلى سبيل المثال توجد رواسب سميكة من الجبس في ستاسفورت بألمانيا رونوفاسكوتيا وفي نيفادا ويوتا وكاليفورنيا وتكساس ونيومكسيكو وغيرها من الأماكن في الولايات المتحدة الأمريكية.

والمسحوق الأبيض الذي يباع في الأسواق له قدرة كبيرة على امتصاص الماء، ويعتبر الجبس مادة قابلة للذوبان وقيمة هذا المعامل تساوي 2g/l عند درجة حرارة الغرفة 18°C-20 °C

I. 11. الخواص الفيزيائية للجبس:

يعتبر الجبس كما ذكرنا سابقا من الخامات المتوفرة بكثرة في الأرض وهو أكثر معدن كبريتي منتشر في الطبيعة بأحد شكليه المعدني أو الصخر الرسوبي وهو يتداخل مع معدن الأنهيدريت (كبريتات الكالسيوم اللامائية) ويتواجد مع الدولوميت والطين والحجر الجيري وهو ذو لون رمادي أو أبيض ويميل إلى الاحمرار في بعض الأحيان وقد يكون وجوده على سطح الأرض أو على أعماق قد تصل إلى 350 متر. وأهم الخواص الفيزيائية للجبس يمكن أن نلخصها في هذا الجدول:

الجدول (I-1): الخواص الفيزيائية للجبس[12].

التصنيف	معادن الكبريتات
صيغته الكيميائية	$\mathrm{Ca}\,SO_4.2H_2O$
اللون	أبيض وقد يكون أصفر، أزرق ووردي وبني محمر أو رمادي بسبب الشوائب.
السحنة البلورية	ضخمة، شقة. بلورات ممدودة والمنشورية عموما.
نظام البلورة	أحادية الميل(monoclinic) -C2/c
قرائن ميلر	شائعة جدا في {110}
مقياس موس للصلادة	Kg_f/mm^2 2-1.5
البريق	زجاجاي إلى حريري، لؤلؤي، أو شمعي
خدش	أبيض
الشفافية	شفاف إلى نصف شفاف
الكثافة النوعية	2.33- 2.31
خصائص بصرية	ذو محورين
قرينة الانكسار	$n_\alpha = 1.519 - 1.521$ $n_\beta = 1.522 - 1.523$ $n_\gamma = 1.529 - 1.530$
انكسار مزدوج	$\delta = 0.010$
تغير اللون	لا شيء
نقطة الانصهار	5
انحلالية	الساخنة، وتمييع حمض الهيدروكلوريك

I. 12. استخدامات الجبس:

يدخل الجبس في كثير من الصناعات التي لها مساس بحياة الإنسان اليومية، وفي مجالات مختلفة من أهمها ما يلي:

- ✓ البناء: يشكل الجبس المكلس (جبس باريس) حوالي 95% من استخدامات الجبس وتتراوح نقاوته بين 85% و95% و يعتمد أساسا على تسخين الجبس إلى 130 درجة مئوية فيفقد الماء ذات الرابطة الضعيفة الداخلة في تركيبه فيتحول إلى جبس نصف مائي $CaSO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$ يعرف تجاريا باسم ستوكو (Stucco)، وتتمثل أكثر استخداماته فيلاصقات الجدران، الألواح اللاصقة، الأسقف المعلقة، بطانة الجدران، القواطع والعوازل الحرارية.
- ✓ الزراعة: يتكون الجبس المستخدم في الزراعة من كبريتات الكالسيوم المائية بنسبة لا تقل عن 70% و كربونات الكالسيوم بنسبة تتراوح بين10% و15% وأكاسيد الحديد وأكاسيد الألمنيوم بنسبة و1.2% وكلوريد الصوديوم في حدود 0.5% والقلويات الموجودة في التربة ويتميز بأنه غير مكلف وسهل الاستعمال، فضلا عن انخفاض آثاره السلبية على البيئة عند استعماله كسماد، مقارنة بالمضافات الكيميائية الأخرى المستعملة في تحسين التربة.

- ✓ الطب: تستخدم النوعيات الممتازة من الجبس المكلس في أغراض طبية لعمل جبائر كسور العظام.
- ✓ الصناعة: يدخل الجبس في العديد من الصناعات منها الاسمنت البورتلندي حيث يضاف بنسبة 3.6% بهدف تأخير سرعة تصلبه، صناعة الزجاج لتسهيل عملية طرد الغازات، صناعة الدهانات والصمغ، تزيين السقوف والجدران وصناعة السيراميك وكذلك يستخدم في تركيب الطين المستخدم في عمليات حفر آبار النفط، صناعة الجير وحامض الكبريت، كما في الأسمدة [3].

I. 13. خلاصة:

تم التعرف في هذا الفصل على عموميات حول الجبس إذ تم الاستخلاص من هذا الفصل بأن الأندهيدريت هو نفسه كبريتات الكالسيوم $Ca\ SO_4$، بالإضافة نصف جزيء الماء لهذا الأخير نتحصل على الباسينيت $Ca\ SO_4.1/2H_2O$.

قائمة مراجع الفصل الأول

[1]/PLATRE http://gabionorg.free.fr/.

[2]Catherine E. Housecroft and Alan G. Sharpe, Inorganic Chemistry, Second edition 2005, Pearson Education Limited, Edinburgh Gate, Harlow, England
[3]http://lnu.diva-portal.org/smash/get/diva2:1253068/FULLTEXT01.pdf.

[4] https://aminoapps.com/c/mt3-38lk/page/blog/hqyq-n-lhrmt/B23J_8dIwuJjjmYj40Q5BEaJ7JPQV745l, 03/05/2021.

[5]https://ar.wikipedia.org/wiki/إيمدغاسن

[6] د. ع. محمود، "محاضرات في مادة أعمال الجص والاستنساخ"، كلية الآثار، جامعة القاهرة، مصر.

[7]https://www.aspdkw.com/?s=%D8%A7%D9%84%D8%AC%D8%A8%D8%B3.

[8] Collectif, Gypseries, gypiers des villes, gypiers des champs, colloque de Digne-les-Bains, Créaphis, 2005.

[9]M.Kebier," Usage du plâtre dans l'ancien bâti (Cas de timchemt à Ghardaïa)", Mémoire de Master, Université M'HAMED BOUGARA Boumerdes, Algérie (2017).

[10] https://www.isalna.com , 01/06/2021, 9:30 AM.

[11] -Georges Barthe (dir.), le plâtre, l'art et la matière, colloque de Cergy-Pontoise, Groupe de recherche sur le plâtre dans l'art, Créaphis, 2002.

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

الفصل الثانـــي
التـــقنيـــــات
المستـــعمـــــلة

II.1. الأشعة السينية:

II. 1. 1 مقدمة:

ظل العلماء لسنوات عديدة يعكفون على دراسة البلورات من حيث شكلها الخارجي، وكانت المعلومات التي يجمعها العلماء معلومات سطحية وبسيطة وغير كافية لوصف وتفسير الظواهر البلورية [1]. وكانت المعلومات قليلة على الرغم من أنه كانت هناك بعض التكهنات بأن البلورات تتكون من تركيب بلوري منتظم لوحدة معينة[2]. ومع مرور السنوات وإجراء العديد من الأبحاث العلمية، تم اكتشاف طرق عديدة تساعد في تشخيص ودراسة البلورات دراسة دقيقة ونموذجية[1].

مع تعدد تلك الطرق والتقنيات المكتشفة إلا أن تقنية انعراج الأشعة السينية تعد من أهمها لتحديد الخواص البلورية، حيث ساهمت بأبحاث جرت حولها، أو بتلك التي جرت بواسطتها في حل العديد من المشاكل التي واجهها العالم. فمن خلالها أصبح بإمكان الباحثين وصف جسم بلوري وتحديد الروابط بين الذرات والجزيئات وإيجاد كل أبعاد البلورة [4,3].

وفي هذا الفصل سنحاول توضيح هذه التقنية ونتطرق إلى لمحة تاريخية وكذلك مبدأ عملها وطرق انتاجها وختاما بالحديث عن انعراجها.

II. 1.2 .تعريف الأشعة السينية:

هي نوع من أنواع الموجات الكهرومغناطيسية مشابهة للضوء وذات تردد قصير أي له طول موجي بين (0.01 و10) نانومتر، وطاقة أشعتها بين 120 و120 ألفا إلكترون فولط. تنتقل بخطوط مستقيمة منبعثة من مصدرها ولا تنحرف عن اتجاهها عند مرورها خلال المجالات الكهرومغناطيسية فهي ليست دقائق مشحونة بالكهرباء. ومن المؤكد أن الأشعة السينية لا يمكن استشعارها بواسطة حواس الإنسان، كما لا يمكنها تغيير مسارها المستقيم في الفراغ بواسطة المجالات الكهربائية والمغناطيسية المعتادة، ولكن يمكن أن تنعرج عن مسارها عند السطح الفاصل بين مادتين مختلفتين أو عند التصادم مع جسيمات أولية مثل الإلكترونات، لذلك يمكن أن تنعرج الأشعة عن مسارها إذا سقطت بزاوية على البلورات، ولهذا فهي كانت وما زالت من الأساليب الأكثر شيوعا في دراسة الحالة البلورية للمواد الصلبة.

II. 1. 3. لمحة تاريخية:

في عام1895 تم اكتشاف الأشعة السينية من طرف العالم ويلهالم رونتغن(WilhelmRontgen)في فورتسبورغ في ألمانيا، ونال عنها جائزة نوبل في الفيزياء عام 1901، بتجربته التاريخية التي كان يسعى من ورائها إلى دراسة الأشعة المهبطية ومعرفة طبيعتها (الفلورة) وقام بتغطية الأنبوب لتوليد أشعة بالورق الأسود. واستطاع رونتغن وبشيء من الدهشة رؤية لوحة معدنية موجودة على مسافة غير مرئية اخترقت الأجسام وسماها بالأشعة X [5,4].

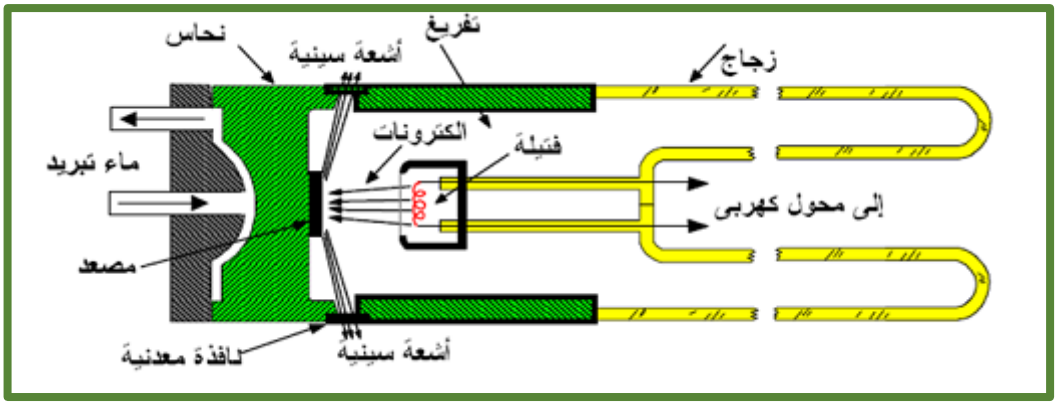
أعطى له هذا الاكتشاف العلمي شهرة كبيرة فتطورت الأبحاث حول استعمال هذه الأشعة حيث كانت أولى تطبيقاتها موجهة نحو دراسة البلورات، فبواسطة انعراج هذا النوع من الاشعاعات على الأجسام الصلبة أصبح بإمكاننا تحديد أبعاد البلورات من زوايا وزمر فضائية ... الخ

وفي عام 1912 قدم فون لاوي (Von Laue)مقالة بعنوان "طريقة جديدة لتحليل مواد كيميائية" حيث أشار فيها إلى "أن كل مادة بلورية تعطي نمطا محددا، كما أن نفس المادة البلورية تعطي نفس النمط دائما، وفي خليط من المواد تنتج كل واحدة نمطا دائما، وفي خليط من المواد تنتج كل واحدة نمطها بشكل مستقل عن الآخرين" فبواسطة هذه التقنية يمكن معرفة العديد من البنيات البلورية للمواد ذات الصيغة

المجهولة، والتي تساعد على حل بعض المشاكل التي تعترضنا كما هو الحال في مشكل نقل أيونات الأوكسجين في مركب البراونمليريت[7,6].

II. 4.1. مبدأ عملها:

تنتج الأشعة السينية في أنابيب عندما نقوم بقصف هدف بإلكترونات ذات طاقة بين 10 kev و100 kev كما هو الحال في أنبوبة كوليدج وهي عبارة عن أنبوبة زجاجية مفرغة من الهواء وتتكون من كاثود وأنود، حيث يتكون الكاثود (المهبط) من فتيلة تسخين من التنغستن مثل الموجودة في المصباح الكهربائي، عندما يمر التيار الكهربائي خلال الفتيلة ترتفع درجة حرارتها تدريجيا إلى أن تصل إلى درجة حرارة انبعاث الإلكترونات من سطحها، أما الأنود (المصعد) هو عبارة عن قرص من مادة كالنحاس، بالإضافة إلى أنها تتكون من نافذة مصنوعة من البريليوم[8,2].

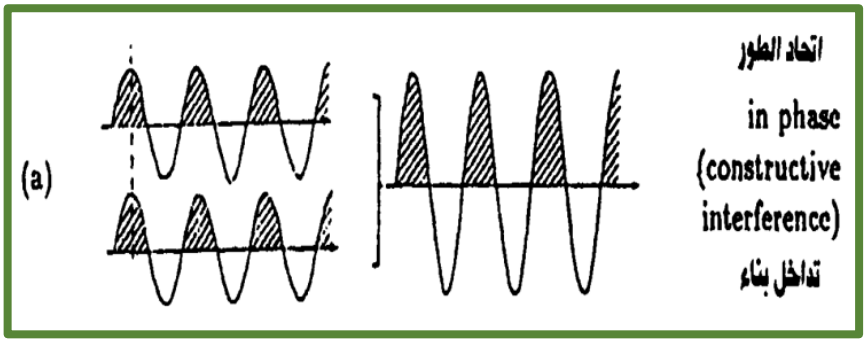


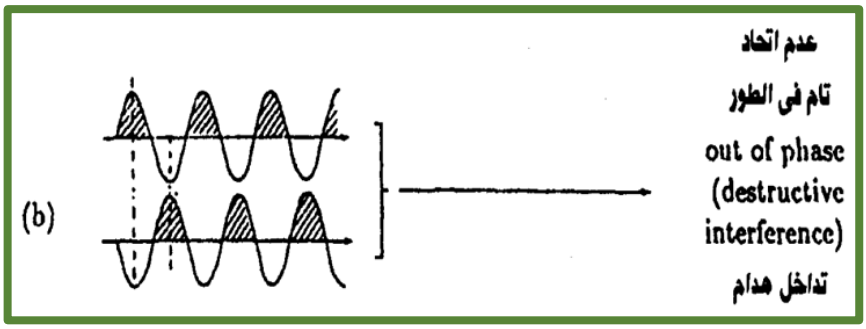
الشكل (II-1):مخطط توضيحي لأنبوبة توليد الأشعة السينية[2].

II. 5.1. انعراج الأشعة السينية:

II. 1.5.1. مفهوم الانعراج:

يعرف الانعراج على أنه ظاهرة خاصة بتداخل الأمواج حيث تشتتها، وأبسط طريقة للتداخل هي طريقة محززة الانعراج، وهي عبارة عن زجاج أملس يوضع فيه خطوط من معدن النحاس، حيث تنفذ منها الموجات الضوئية وتكون المسافات قدرها d وهي عرض الفتحة التي ينفذ من خلالها شرط أن يكون عرض الفتحة مساوٍ لطولها الموجي. فإذا كانت الموجات المتداخلة متفقة في الطور أو كان الفرق في الطور مساوٍ لعدد طبيعي من الطول الموجي فإن التداخل يكون بنّاء ويعطي نقطة مضيئة، وإذا كان غير ذلك فالتداخل سيكون هداماً ويعطي نقطة مظلمة [9] والشكل(II-2) يوضح ذلك.





الشكل (2-II):التداخل البناء والهدام[1].

II. 1. 5. 2. مفهوم المسحوق:

يعرف المسحوق في علم البلورات على أنه عبارة عن بلورات متعددة صغيرة جدا في الحجم من رتبة الميكرومتر[6]. ويمكن أن نتحصل عليه عن طريق طحن المادة المتبلورة الصلبة فتشكل ما يعرف بـالحبيبات "Grain" والتي تكون موزعة بشكل عشوائي [1].

II. 1. 5. 3. قانون براغ:

عندما يسقط الإشعاع على بلورة يتشتت، ويحدث الانعراج إذا كان الطول الموجي لهذا الاشعاع مماثل للتباعد الذري في البلورة، وتبعثر هذا الاشعاع يؤدي إلى مجموعة من الحزم المنعرجة التي تحتوي على المعلومات الخاصة بالهندسة المميزة لهذه البلورة، وقد تمكن العالمانبراغ (Bragg)من فرض نموذج بسيط للتركيب البلوري يمكن بواسطته معرفة اتجاه انعراج الأشعة السينية. واستنتج قانون براغ كما يوضحه الشكل (3-II) على أساس الفرق في المسار بين الشعاعين (1) و(2) والذي يجب أن يكون مضاعف للطول الموجي لكي يحدث تداخل بناء أي:

$$\delta = n\lambda \text{(1-II)}$$

حيث أن الفرق في المسيرδبين الشعاعين (1) و(2)بعد انعكاسهما عن المستويين المتوازيين والمسافة الفاصلة بينهما هي d_{hkl} يتم تعيينه بالعلاقة:

$$\delta = LB + BM \text{(2-II)}$$

$$\sin\theta = \frac{LB}{d_{hkl}} \text{(3-II)}$$

ومن المعادلتين السابقتين نجد (قانون براغ):

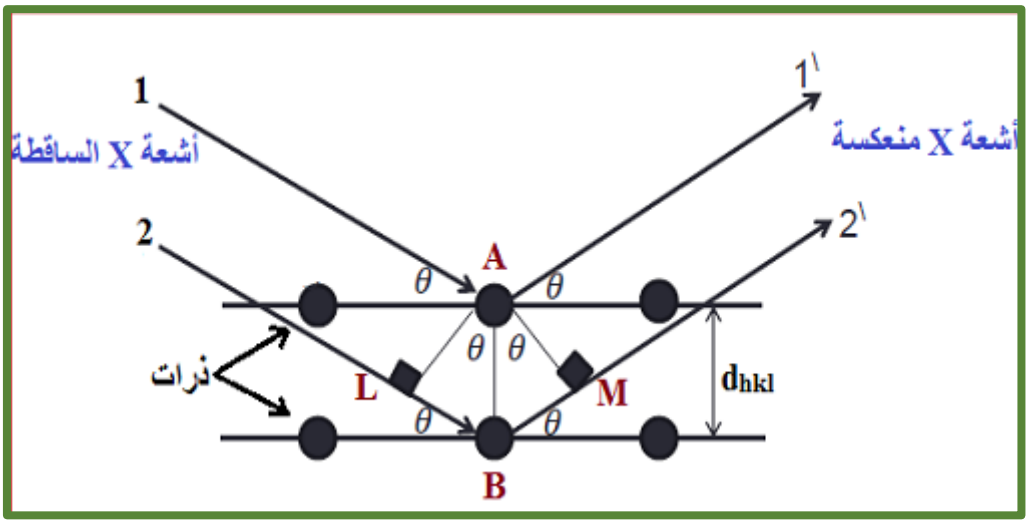
$$2\, d_{hkl} \sin\theta = n\lambda \text{(4-II)}$$

حيث: ● n: عدد صحيح يمثل رتبة الانعكاس.

● θ: زاوية سقوط الأشعة وتسمى زاوية براغ.

● λ: طول الموجة.

تعرف العلاقة السابقة (4-II) بقانون براغ وتصف الوضع الزاوي للشعاع بدلالة λو d_{hkl}.

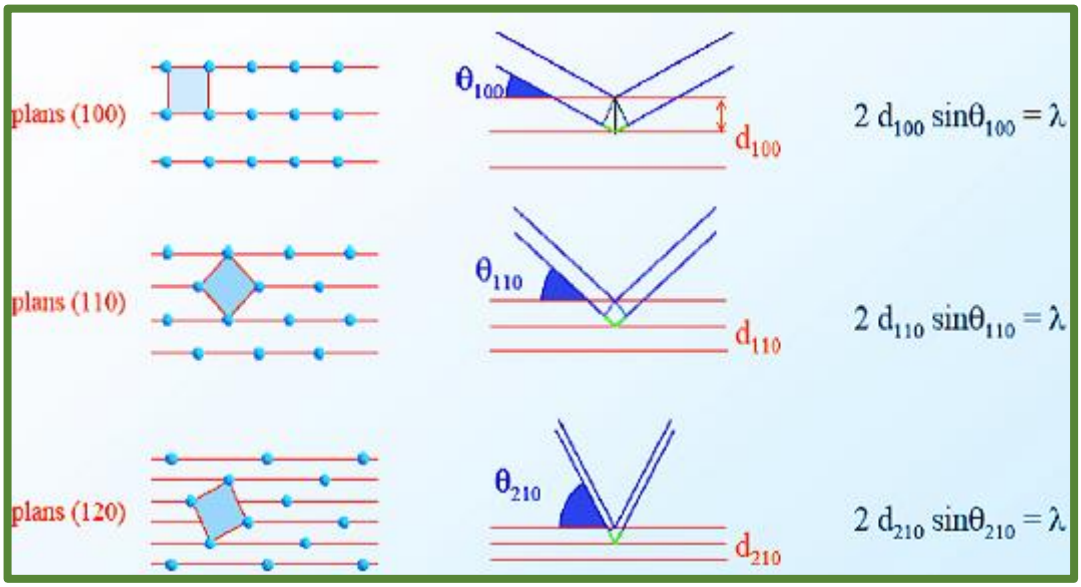


الشكل (II-3): شكل توضيحي يوضح طريقة استنتاج قانون براغ[7].

إن النتيجة المهمة المباشرة لمعادلة براغ هي أن تكون المتباينة $\lambda \leq 2d$ شرطا أساسيا لحدوث انعكاسات براغ وهذا مايفسر عدم ملائمة الضوء العادي لدراسة التركيب البلوري.

ويمكننا أيضا من العلاقة السابقة أن نستخرج المسافة الشبكية d_{hkl} لكل مستوي وبالتالي نحسب مختلف ثوابت الشبكة(a,b,c)، ومن ثم تحديد نوع شبكة برافي.

وتختلف المسافة الشبكية الفاصلة بين مستويين متتاليين في مجموعة مستويات متوازية من مجموعة إلى أخرى، بحيث تتناقص قيمتها كلما ازدادت قرائن ميلر المعبرة عن مجموعة المستويات. حيث أنه كلما قمنا بتغيير اتجاه البلورة بالنسبة لحزمة الأشعة السينية الساقطة (الواردة) كلما تمكنا من قياس المزيد من المسافات الشبكية. كما هو موضح في الشكل (II-4) [10].

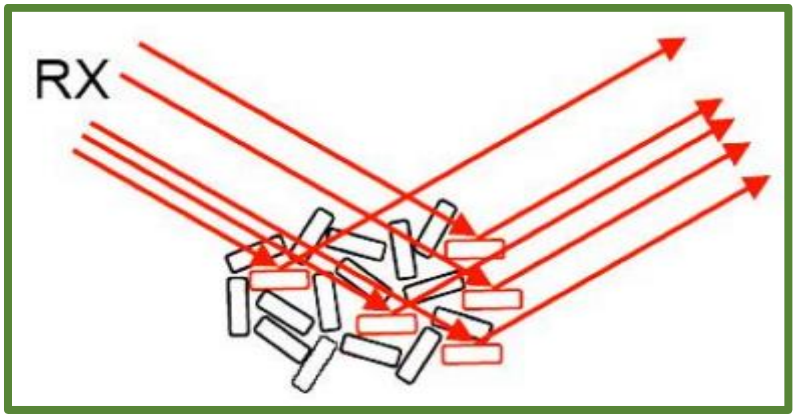


الشكل (II-4): يوضح العلاقة بين اتجاه البلورة والمسافات الشبكية d_{hkl} المحسوبة[10].

II. 1. 6. الطرق التجريبية لانعراج الأشعة السينية:

II. 1. 6. 1. طريقة الانعراج في المساحيق:

لقد أثبتت التجارب أن بعض المواد يصعب إيجادها على شكل بلورات أحادية وإن كانت موادمتبلورة، بل توجد على هيئة متعددة البلورات. يمكن اعتبار الانعراج على المساحيق هو الأكثر شيوعا فكلما كان المسحوق أكثر نعومة كان بالإمكان الحصول على معلومات مفيدة. إن انعراج الأشعة السينية يتطلب القدرة على التحكم وقياس العلاقات الزاوية بين الأشعة الواردة والمنعرجة. ونظرا للطول الموجي الثابت والاتجاه العشوائي للمستويات البلورية. تكون كل مستويات الانعراج متاحة [11]. تستخدم آليتين أساسيتين لإيجاد مخطط الانعراج على المساحيق لهما نفس المبدأ، الأولى تعرف بآلية ديباي-شيرر أما الثانية فعن طريق جهاز الانعراج الآلي [12,11] كما هو موضح غي الشكل (5-II).



الشكل (5-II): انعراج الأشعة السينية على المساحيق[8].

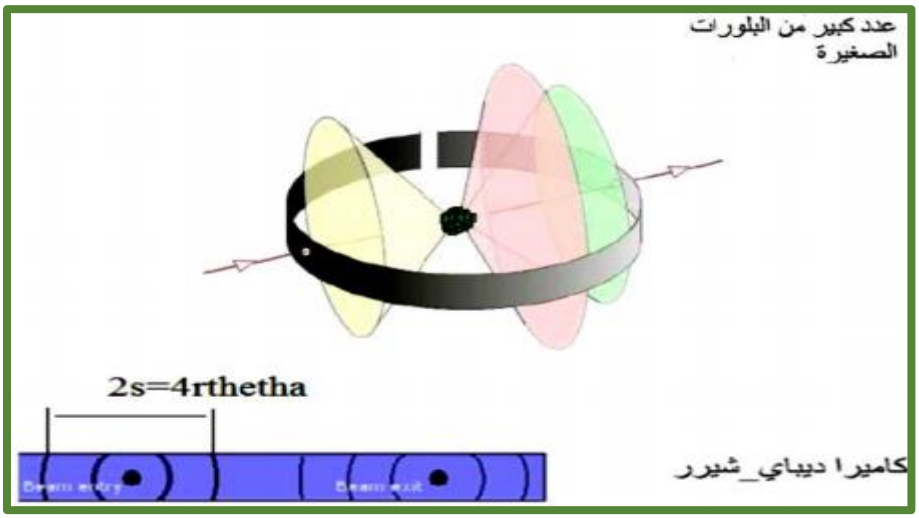
II. 1. 6. 1. 1. آلية ديباي شيرر:

اكتشف ديباي عام 1910 طريقة التحليل البناء للمواد البلورية على شكل مساحيق بواسطة الأشعةX، واشترك معه في هذا بول شيرروأطلق على هذه الطريقة اسم ديباي شيرر[13]. تعتمد طريقة ديباي شيرر على وضع مسحوق في طريق حزمة أشعة أحادية الطول الموجي. وبما أن المسحوق يحتوي على بلورات صغيرة اتجاهاتها موزعة عشوائيا كما ذكرنا سابقا، فإن كل مستويات الانعراج متاحة لكي يحدث الانعراج ويكون لكل مجموعة من المستويات مخاريط من الأشعة المنعرجة والتي تسجل في فيلم على شكل مجموعة من الدوائر. وبتحليل أنصاف أقطار هذه الدوائر والزوايا يكون من الممكن تحديد معاملات ميلر (hkl) [15,14]. يقطع المخروط شريحة فيلم في خطوط بنصف زاوية 2θ، وتظهر على شكل حلقات متحدة المركز كل منها هو مسافة شبكية (انظر الشكل(6-II)). حيث تحسب بالطريقة التالية:

- ✓ إذا كان نصف قطر الفيلم هو hوالمسافة بين خطين متماثلين هي $2S$فإن زاوية الانعراج تحسب كما يلي:

$$2\theta = S/h \qquad (5\text{-II})$$

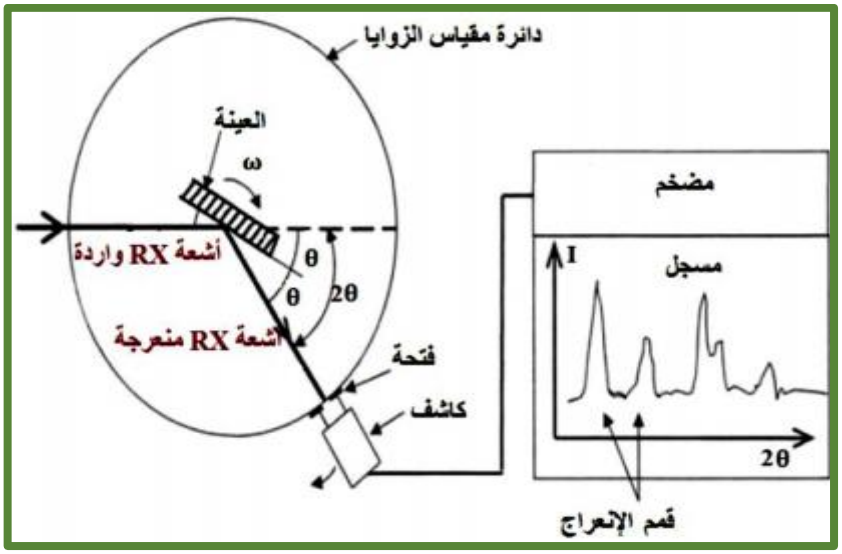
وبمعرفة الطول الموجي للأشعةλنقوم بتطبيق قانون براغ لمعرفة المسافة الشبكي d [15,14].



الشكل (II-6): رسم توضيحي لطريقة ديباي شيرر[12].

II. 1.6. 1. 2. جهاز الانعراج الآلي:

لجهاز الانعراج الآلي نفس مبدأ عمل الطريقة السابقة (طريقة ديباي شيرر) فيشمل هذا التركيب أنبوبة لتوليد الأشعة X أحادية الطول الموجي، كاشف الأشعة ومقياس الزاوية الذي يتحرك عليه الكاشف، حيث يكون هذا الأخير مصحوبا أوتوماتيكيا بدوران العينة حول محور عمودي على مستوى الرسم أي أنه لما يدور الكاشف بزاوية معينة فإن العينة تدور بنصف تلك الزاوية عند 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 الزاوي 2θ بالتقاطها وبقياسشدة الإشعاع X بدلالة الزاوية 2θ المتشكلة مع حزمة هذه الأشعة. تسمى المنحنيات المتحصل عليها بمخططات انعراج (Diffractograms) والتي تمثل شدة المنحنيات المنعرجة بدلالة الزاوية 2θ (I,d_{hkl}) أو $(I,2\theta)$، حيث بواسطة عداد خاص تتم عملية قياس شدة الأشعة [17].



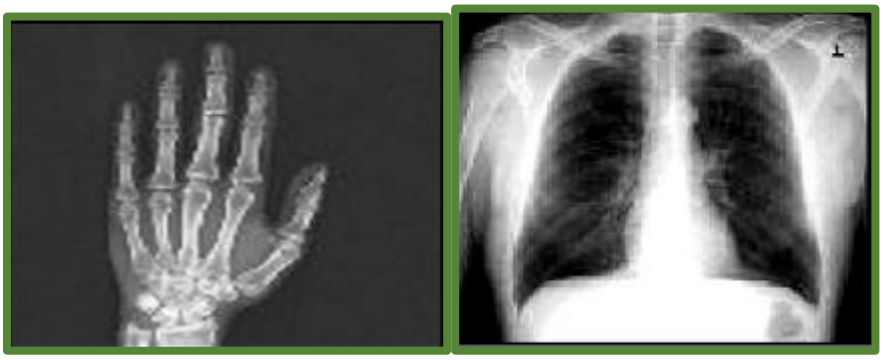
الشكل (II-7): المخطط الوظيفي لجهاز الانعراج الآلي[11].

II. 1. 7.مجالات تطبيقات الأشعة السينية:

II. 1. 7. 1.استخدام الأشعة السينية في التصوير الإشعاعي:

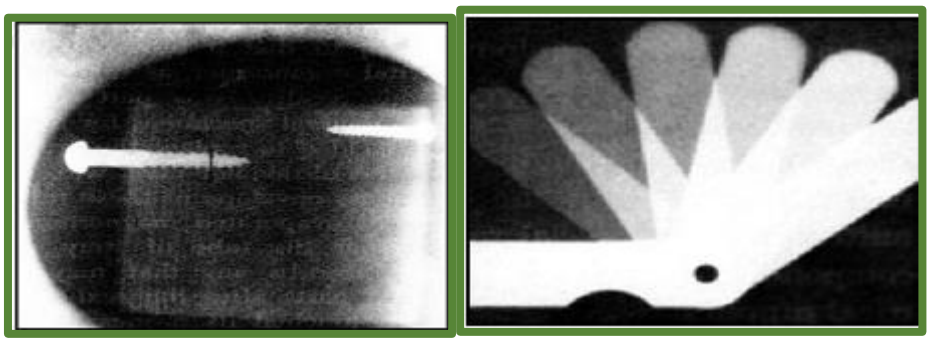
تعد الأشعة السينية من أقدم الطرق المستعملة في الفحوصات حيث أن استعمالها يعود إلى العشرينات من هذا القرن نتيجة للنتائج الجيدة التي يمكن الحصول عليها في المجالات التالية:

- ✓ في الطب: تستعمل الأشعة السينية على نطاق واسع لعمل المرسمة الإشعاعية (صور الأشعة السينية) للعظام وأعضاء الجسم الداخلية. ويستفيد الأطباء من المرسمة الإشعاعية في كشف الحالات الشاذة والحالات المرضية، مثل العظام المكسورة أو أمراض الرئة، داخل جسم المريض، ويستفيد أطباء الأسنان من صور الأشعة السينية للكشف عن الفراغات والأسنان المحشوة.



الشكل (II-8): صورتي أشعة سينية الأولى لرئتي إنسان والثانية لعظام يد [16].

- ✓ في الصناعة: تستخدم الأشعة السينية لفحص المنتجات المصنعة من أنواع مختلفة من المواد، منها الألمنيوم والصلب وغيرها من الفلزات المصبوبة. تكشف صور الأشعة عن الشروخ والعيوب الأخرى في هذه المنتجات، التي لا تظهر على السطح. وكثيرا ما تستخدم الأشعة السينية لفحص جودة العديد من المنتجات المصنعة بكميات ضخمة مثل الترانزستورات والنبائط الإلكترونية الصغيرة الأخرى. وتعمل بعض نبائط فحص الفلزات باستخدام الأشعة السينية، مثل الماسحات المستخدمة في المطارات للبحث عن الأسلحة في الأمتعة.



الشكل (II-9): أمثلة عن استخدام الأشعة السينية في الصناعة [16].

- ✓ في دراسة البلورات: هي أسلوب لمعرفة ترتيب الذرات داخل البلورات حيث تضرب الأشعة السينية البلورات فتتجه نحو عدة اتجاهات معينة وينتج دراسة البلورات. بناء على زوايا وشدة تلك الاشعاعات المنحرفة.

وبناء على تلك الكثافة الالكترونية تعرف المواقع متوسط حسابي للذرات داخل البلورة إضافة إلى روابطها الكيميائية ومعلومات أخرى. ولأن العديد من المواد تتبلور مثل الأملاح والفلزات والمعادن وأشباه الموصلات والعديد من الجزيئات الحيوية والعضوية واللاعضوية. لعبت دراسة البلورات بالأشعة السينية دورا أساسيا في تطور مجالات علمية عدة في أول عقود انتشارها، حدد هذا الأسلوب حجم الذرات، أنواع الروابط الكيميائية وطولها والفرق بين مواد عديدة على المستوى الذري خصوصا المعادن [16]

II.2. مطيافية الأشعة تحت الحمراء:

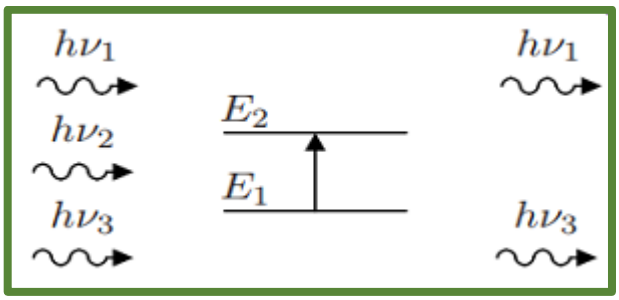
II. 2. 1. مقدمة:

تعتبر مطيافية الأشعة تحت الحمراء من الطرق الأساسية في دراسة المواد، فهي تمكن من التعرف على بنية المادة المدروسة من دون تأثير على خصائصها [19]. وهي من أسهل طرق التحليل المتبعة في المخابر وهذا ما يتعلق بالتحليل الفيزيوكيميائي للمواد [19]. حيث تعتمد على دراسة الأطياف الممتصة من طرف العينة، ويتم تحويلها حسب تواترها إلى طاقة دوران أو طاقة اهتزاز، حيث طاقة الاهتزاز أكبر من طاقة الدوران [20]، وأغلب التحليلات الطيفية تجرى في المنطقة الوسطى للأشعة تحت الحمراء (650-4000 cm^{-1})، لأن هذه المنطقة تجرى فيها أغلب الاهتزازات ويجد فيها الباحث معلومات كافية لتحديد البنية الجزيئية المدروسة [18].

II. 2. 2. مبدأ مطيافية الأشعة تحت الحمراء:

تهتز الجزيئات طبيعيا تبعا لجميع أنواع اهتزازها، ولكن بسعات ضعيفة جدا، فإذا كان تواتر الفوتون يوافق تواتر اهتزاز الأنماط العادية للجزيء فإن الجزيء سيتجاوب معه (résonance). بعبارة أخرى الفوتون الذي تكون طاقته مساوية للطاقة الضرورية للجزيء حتى يمر من حالة طاقة منخفضة إلى حالة مثارة يُمتص الفوتون وتُحوّل طاقته إلى طاقة اهتزاز. والشكل (II-10)يمثل مخطط هذه الظاهرة.

إن الفوتون ذو الطاقة $h\nu_2$ المساوية لطاقة الانتقال $(E_2\text{-}E_1)$ هو الوحيد الذي يمتص، وبالتالي فإن الفوتون الممتص يحدث خللا في الإشعاع المنبعث.



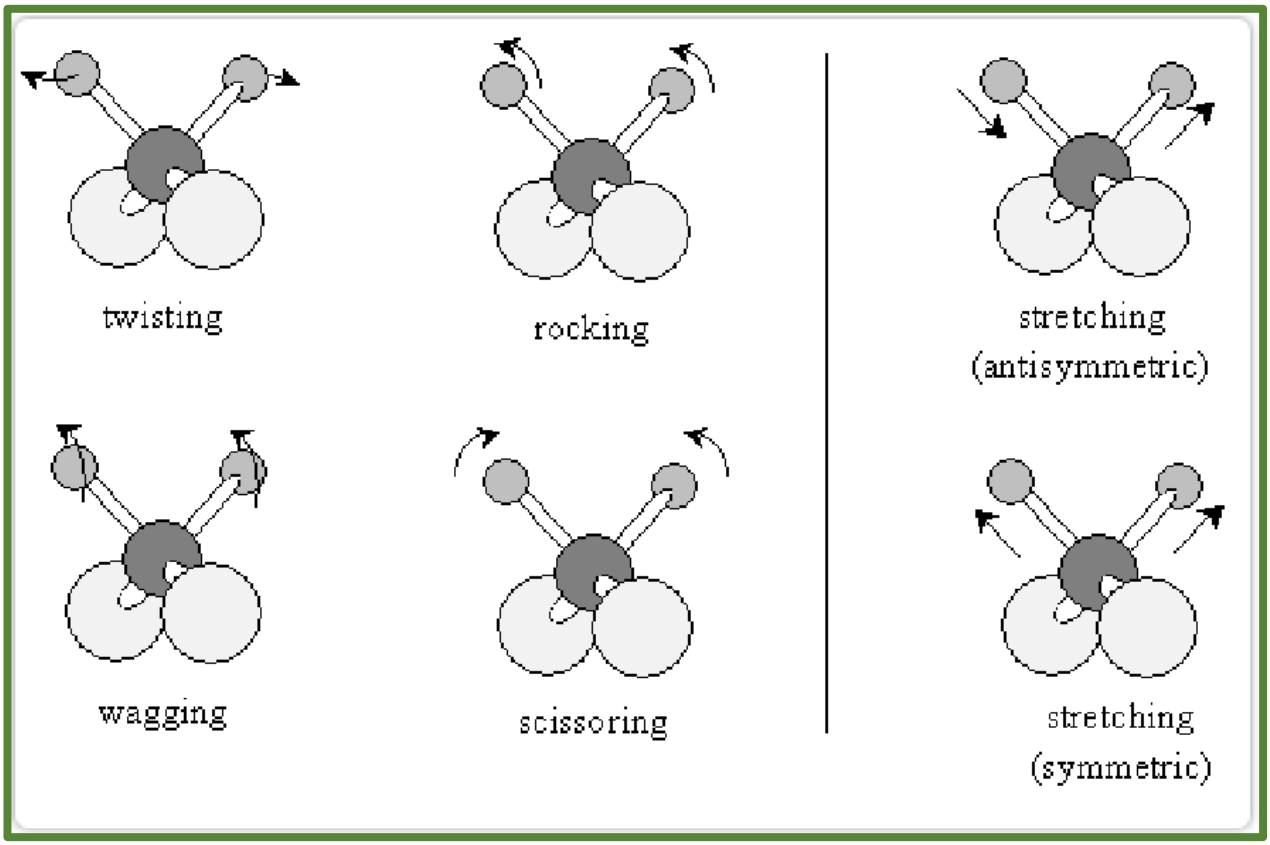
الشكل (II-10): امتصاص الأشعة تحت الحمراء[21].

يؤدي امتصاص بعض الفوتونات الواردة إلى ظهور خطوط توافق الفوتونات الممتصة في منحنى طيف ما تحتالحمراء للجزيء. يميز هذا الامتصاص الروابط بين الذرات، بما أن كل نمط اهتزاز يوافق حركة وحيدة للجزيء إذًا سيكون هناك توافق مباشر بين تواتر الإشعاع الممتص وبنية الجزيء [22,19].

II. 2. 3. أنماط الاهتزاز:

هي خاصية تحدث عندما تقوم الذرات في الجزيئات بحركة دورية، في حين أن الجزيء ككل يكون له حركة دورانية أو انسحابية. يعرف تردد الحركة الدورية باسم تردد الاهتزاز، وهذا الاهتزاز يحدث في كل جزيء عندما يمتص طاقة فإنه يقوم بحركة اهتزازية، يحدث ذلك مثلا عند امتصاص الأمواج الكهرومغناطيسية.

فعندما يكون الجزيء له عددNمن الذرات تكون عدد درجات الحرية لكل ذرة 3N. وعند أخذ الجزيء ككل بعين الاعتبار فإن درجات الحرية يجب أن تتوزع على الذرات كلها وبهذه الحالة يجب أن ينقص من مقدار درجات الحرية للحركات الانسحابية على المحاور x، y وz، بالإضافة إلى ثلاث درجات حرية أخرى موافقة للدوران حول المحاور المذكورة. وبالتالي فإنه بالنسبة إلى جزيء له عدد N من ذرات يحوي على زاوية في تركيبة الجزيء فإن أنماط اهتزازه يعبر عنها بِـ$3N-6$، في حين أنه بالنسبة للجزيئات الخطية فإن لها عدد $3N-5$ من أنماط الاهتزاز، لأن الدوران على محور الجزيء لا يلاحظ[23]، و الجزيء ثنائي الذرة له نمط واحد من الاهتزاز. على سبيل المثال ذرات في مجموعة الميثيلين CH_2لها أنماط الاهتزاز التالية:



الشكل(II-11): أنماط اهتزاز الذرات في مجموعة الميثيلين CH_2[24].

II. 5. خلاصة:

تم التطرق في هذا الفصل إلى التقنيات التجريبية التي استعملت في تشخيص المواد، وتحديد بناها البلورية المتعددة البلورات (مسحوق) حيث تم استخدام التقنيات الآتية:

- الأشعة السينية XRD.
- الأشعة تحت الحمراء FTIR.

قائمة مراجع الفصل الثاني

[1]ع. نعيمة، م. سليمان، "علم البلورات والأشعة السينية"، دار الفكر العربي، مصر (2005).

[2]مصطفى يوسري، "الباب الخامس – حيود الأشعة السينية في البلورات -5"، جامعة المنصورة، مصر (2016).

[3]ك. بن ساري، ز. عزاوي، "تأثير الخطأ التجريبي في حساب حجم الحبيبات باستعمال الأشعة السينية"، مذكرة ماستر، جامعة قاصدي مرباح – ورقلة، الجزائر (2017).

[4]د. اسكندر منيف، "بنية المادة الكثيفة : البلورات"، الهيئة الوطنية للأولمبياد العلمي السوري، دمشق (2016).

[5]ه. الخطيب، "مبادئ الإشعاع والوقاية الإشعاعية"، دار اليازوري العلمية، عمان – الأردن.

[6]م. خضير، "دراسة القنوات المحتملة للنقل الأيوني للأنوينات O^{-2} في المركب $Ca_{0.7}Sr_{0.3}FeO_3$"، مذكرة ماستر، جامعة الوادي، الجزائر(2018).

[7]L. Chekour, "élément de diffraction des rayons X", Travaux pratiques, Université Mentouri de Constantine, Algérie (2012 – 2013).

[8]I. Boudraa, " Synthèse et étude structurale par diffraction des rayons X des phosphates mixtes des métaux à valances II, III et V", mémoire magistère en chimie, Université Mentouri de Constantine, Algérie (2010).

[9]M. Katih, "Condition de diffraction des rayons X par cristal", Tétouan (2009).

[10]م. سليمان، أ. باشا، ش. خيري، "سلسة الفكر العربي لمراجع العلوم الأساسية فيزياء الجوامد"، دار الفكر العربي، القاهرة، مصر (2005).

[11]س. تامة، "تحضير وتحديد البنية البلورية بواسطة انعراج الأشعة السينية على المسحوق للمركب $Ca_{0.7}Sr_{0.3}FeO_{2.5}$"، مذكرة ماستر، جامعة الوادي، الجزائر(2013).

[12]M. Bieringer, "Neutron powder diffraction", 10^{th} Canadian Neutron Summer School, University of Manitoba, June (2009).

[13]ل. صبتي، "تحضير وتحديد البنية البلورية للمركب $SrFeO_{2.5+\delta}$"، مذكرة ماستر، جامعة الوادي، الجزائر (2019).

[14]م. نصيرة، "استعمال البرنامج Fullprof لتحديد البنية البلورية للمركب$CaFeO_{2.5}$"، مذكرة ماستر، جامعة الوادي، الجزائر (2012).

[15]س. حريز بلقاسم،"تحضير وتحديد البنية البلورية باستعمال انعراج الأشعة السينية على المسحوق المركب من $Ca_{0.5}Sr_{0.5}FeO_{2.5}$"، مذكرة ماستر، جامعة الوادي، الجزائر (2013).

[16]م. مختاري، "المحاضرة الثالثة في طرق التحليل والخصائص –مطيافية الأشعة السينية-"، كلية العلوم الدقيقة، جامعة الوادي، الجزائر(2020).

[17]س. بضياف، "دراسة التركيب الجزيئي لرمل كثبان منطقة ورقلة باستخدام مطيافية الامتصاص ماتحت الأحمر وحيود الأشعة السينية"،مذكرة ماستر، جامعة قاصدي مرباح ورقلة، الجزائر (2012).

[18]س. بن عمر، "دراسة الخواص الفيزيائية لبعض الطبقات الرقيقة لأكسيد الزنك المطعم بالحديد"، مذكرة ماستر أكاديمي، جامعة ورقلة، الجزائر (2016).

[19]B. D. Cullity, "Elements of X-ray Diffraction", 2^{nd} Edition, Addition Wesley, London, (1978).

[20]ع. ح. عبد الرزاق، "دراسة تحليلية بطرائق حيود الأشعة السينية وفحص الصلادة لسبيكة رصاص – قصدير"، المجلة العراقية للعلوم، العراق، مجلد 53، العدد 2، ص. 322 – 329 (2012).

[21]B. D. Cullity, "Elements of X-ray Diffraction", 2^{nd}Edition, Addition Wesley, London, (1978).

[22]B.Stuart, “Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications”,University of Technology, Sydney, Australia, (2004).

[23]http://lnu.diva-portal.org/smash/get/diva2:1253068/FULLTEXT01.pdf

[24]http://lnu.diva-portal.org/smash/get/diva2:1253068/FULLTEXT01.pdf

الجـزء العمـلي

الفصل الثـالـث

دراسةتأثير المعالجات الحرارية على مادة الجبس

III . 1.مقدمة:

تعد معرفة البنية البلورية من أهم المراحل في العديد من المجالات، وبتحديد مواقع الذرات في الفضاء البلوري، أصبح بالمقدور وصف الجسم البلوري، كما أصبح المجال مفتوحا أمام المختصين في دراسة الأجسام الصلبة لربط الخواص الكيميائية والفيزيائية للمركبات الصلبة ببنيتها البلورية.

إذن لتحليل المادة ووصف بنيتها كان لا بد من استخدام تقنيات وطرق تحليل عديدة اخترنا منها تقنية الأشعة السينية لأنها طريقة بسيطة وغير متلفة للمادة، بالإضافة إلى مطيافية الأشعة ما تحت الحمراء، وهذا ما هو متوفر حاليا.ونعتقد ان هاتان التقنيتان اللتان اعتمدتا في هذا العمل ستساعدان في معرفة التركيبة البلورية والروابط الكيميائية وهو مايؤدي إلى ما نبحث عنه ألا وهو دراسة الخصائص الفيزيائية والكيميائية للجبس وتأثير درجة الحرارة عليه.

III .2. تحضير العينات:

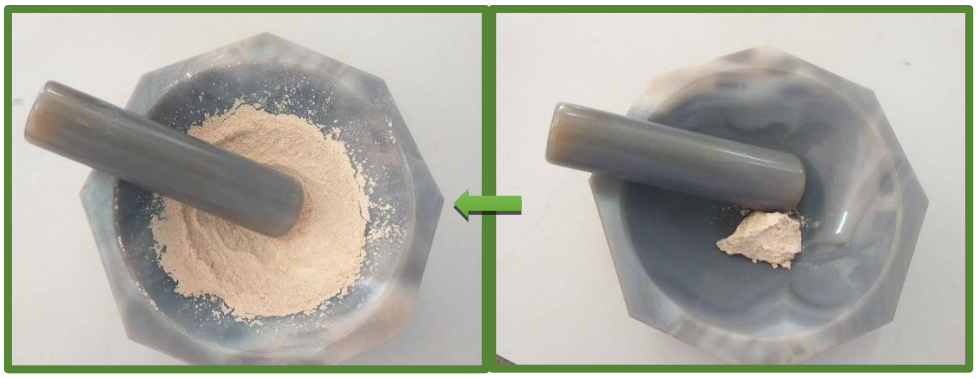
في البداية قمنا بجلب مجموعة عينات من عدة اماكن مختلفة بمنطقة الفولية، بلدية الرقيبة ولاية الوادي. على اعتبار أن المادة المدروسة طبيعية فقد قمنا بخطوات التحضيرالتالية:

III .2. 1. خطوات التحضير:

✓ الخطوة الأولى: تقسم عينة من مادة الجبس إلى سبعة عينات صغيرة الحجم.

الشكل (III-1):تقسيم العينة.

✓ الخطوة الثانية: تطحن جيدا كل عينة على حدّة.



الشكل (III-2): طحن العينة في الهاون.

الشكل (3-III): العينات بعد الطحن.

توضع ستة (06) عينات في مجفف من أجل استخراج جزيئات الماء H_2Oالموجودة داخل العينة وبما أن الماء يتبخر عند درجة $100\ C^\circ$إذًا فقد قمنا بضبط المجفف عند$120\ C^\circ$لمدة7h، نتحصل على مسحوق خال من الماء تقريبا، يوزن والفرق بين الكتل (قبل التجفيف وبعده) تمثل كمية الماء المتبخرة. أما العينة السابعة فلا تتعرض لأي معالجة حرارية ونتركها كمرجع فلا تجفف ولا تسخن.

الشكل (4-III):وضع العينة في المجفف.

الشكل (5-III): الميزان المستعمل في وزن العينات.

الجدول (1-III): قيم الكتل قبل وبعد التجفيف.

كتلة العينة قبل التجفيف m(g)	كتلة العينة بعد التجفيف m(g)	الفرق في الكتل قبل وبعد التجفيف m(g)
$m_A = 10.4693$	$m_A = 9.3947$	m=1.0746
$m_B = 10.3850$	$m_B = 9.3515$	m=1.0335
$m_C = 10.4894$	$m_C = 9.2030$	m=1.2864
$m_D = 10.3015$	$m_D = 9.0354$	m=1.2661
$m_E = 10.4647$	$m_E = 9.1039$	m=1.3608
$m_{0\text{المرجع}} = 10.4505$	لا تجفف تبقى نفسها	-
$m_{1\text{المرجع}} = 10.4218$	$m_{1\text{المرجع}} = 9.2855$	m=1.1363

✓ الخطوة الثالثة: يتم وضع المسحوق بعد التجفيف في إناء مقاوم للحرارة العالية داخل فرن من نوع Nabertherm كما هو موضح في الشكل (6-III) في درجات الحرارة التالية: 500–600–700–800–900 وتسمى A–B–C–D–E على الترتيب، حيث يتم إعادة وزن كل عينة بعد تسخينها عند درجة حرارة معينة.

1. وضع العينة في إناء مقاوم للحرارة

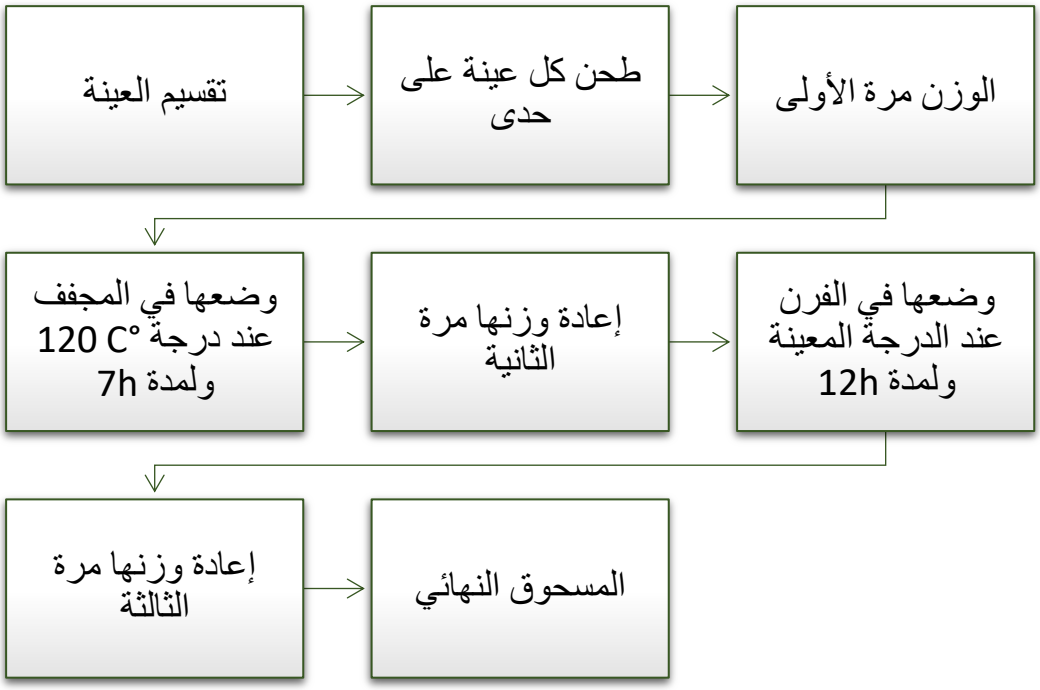
2. وضع العينة في الفرن

الشكل (6-III): توضيح لخطوات المرحلة الثالثة.

الجدول (2-III): قيم الكتل قبل وبعد التسخين.

كتلة العينة بعد التجفيف وقبل التسخين m(g)	كتلة العينة بعد التجفيف وبعد التسخين m(g)	الفرق في الكتل قبل وبعد التسخين m(g)
$m_A = 3.0235$	$m_A = 2.8798$	m=0.1437
$m_B = 3.0285$	$m_B = 2.6584$	m= 0.3701
$m_C = 3.0216$	$m_C = 2.9209$	m=0.1007
$m_D = 3.0431$	$m_D = 2.8866$	m=0.1565
$m_E = 3.0238$	$m_E = 2.8754$	m=0.1484

والمخطط التالي يوضح مراحل تحضير العينات:



الشكل (III-7): مخطط يلخص جميع خطوات الحصول على العينة.

III. 3. النتائج ومناقشتها:

يتم الحصول على مخطط الانعراج للأشعة السينية من خلال جهاز الانعراج الآلي من نوع PROTO AXRD Benchtop كما يوضح في الشكل ذو التركيبة (θ-2θ) حيث يتم تسليط حزمة أشعة سينية خاصة بالنحاس ذات الطول الموجي $\lambda_{k_\alpha} = 1.54251\ A°$ على العينات حتى يحدث الانعراج من خلالها. لنحصل بعد ذلك على قيم الزوايا 2θ في المجال (10°-80°) حيث يكون جهاز الانعراج الآلي متصل بحاسوب مقرون بنظام يسمح بتسجيل النتائج تلقائيا في مخطط الانعراج (Diffractograms) على شكل ملفات الكترونية.

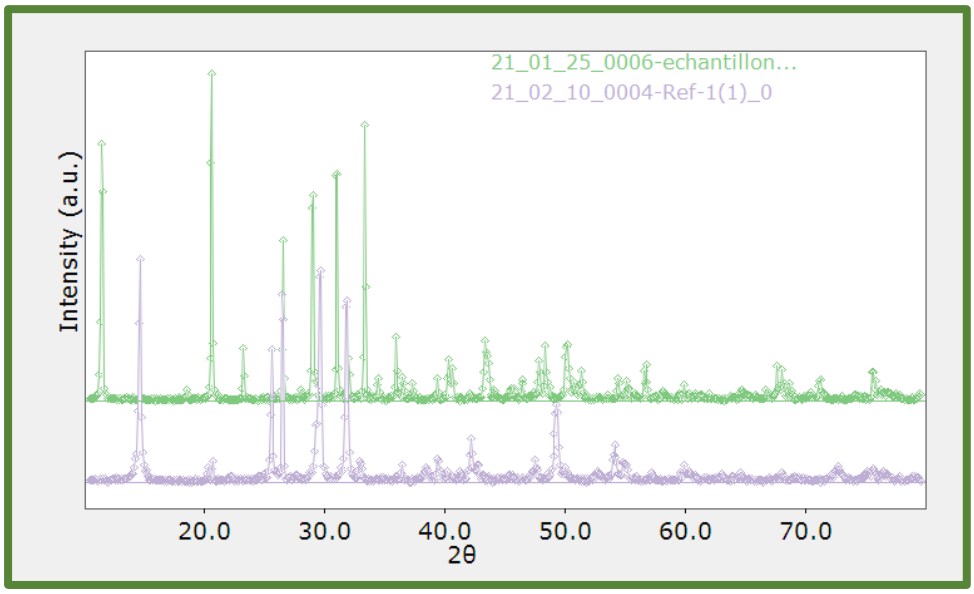
الشكل (III-8): جهاز الانعراج الآلي من نوع PROTO AXRD Benchtop.

من أجل الحصول على مخطط الانعراج لمادة الجبس نقوم بوضع كمية من هذه المادة على شكل مسحوق المحضر مسبقا (المسحوق النهائي) كل على حدى وذلك من خلال سحق يدوي قصد الحصول على حبيبات صغيرة من أجل التحصل على نتائج جيدة، حيث يوضع المسحوق على حامل العينة ثم نضغط يدويا بواسطة صفيحة زجاجية للحصول على سطح مستوي. هذه العملية ضرورية للحصول على مخطط انعراج الأشعة السينية.

الشكل (III-9): أدوات تحضير العينة للقياس بجهاز الانعراج الآلي.

III. 3. 2. نتائج انعراج الأشعة السينية:

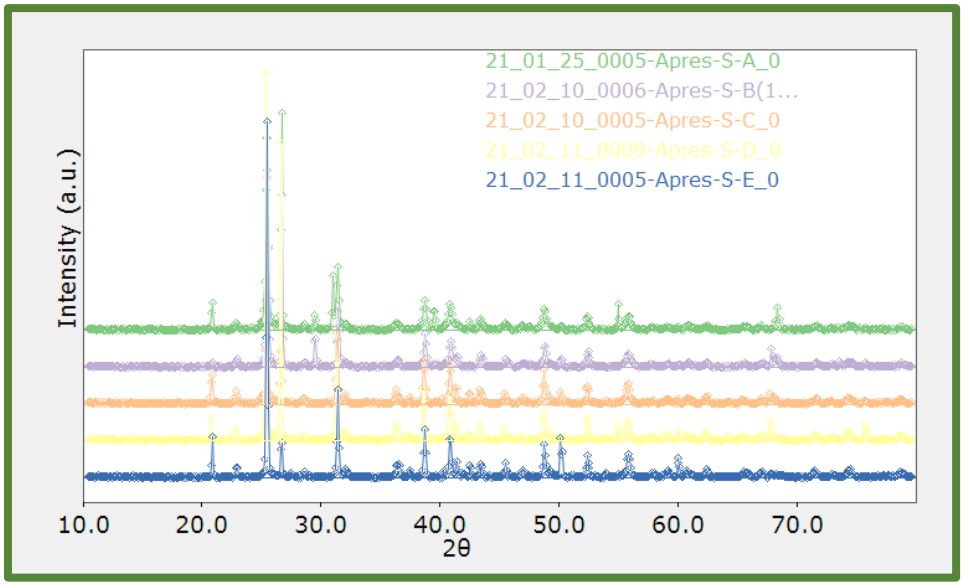
بتعريض العينات المحضرة مسبقا للأشعة السينية نتحصل على مخطط الانعراج، حيث تم أخذ نتائج طيف الأشعة السينية لكل عينة بعد المعالجة الحرارية المعينة. بحيث تكون هذه المخططات على شكل دالة تتغير فيها قيمة شدة الاشعاع (I) بدلالة الزاوية (2θ) كما سيتم عرضها، والشكل **(III-10)**يوضح مخطط الانعراج للعينتين غير المجففة والتي تم تجفيفها على الترتيب.



الشكل (III-10):مخطط انعراج الأشعة السينية للعينتين المرجع 0والمرجع 1.

وهو مخطط العينة دون تجفيف المتمثلة في المرجع (0) والعينة التي تم تجفيفها وهي المرجع (1) حيث تم نزع كمية معينة من الماء لهذا الأخير، حيث أن كتلة الماء المنتزعة تقدر بـ $1.5659\ g$ تقريبا.

بعد المعالجة الحرارية للعينات الخمسة المتبقية تم الحصول على المخططات الآتية:



الشكل (11-III):مخطط انعراج الأشعة السينية للعينات بعد المعالجة الحرارية.

نلاحظ أن قمة الانعراج لزاوية براغ الأكثر شدة هي القمتين المميزتين لطورين الأنهيدريت $CO\ [SO_4]$والرملSiO4عند الزوايا 25.5163 و26.5708 على الترتيب.

III .3.3.تحسين نتائج الانعراج بطريقة "Rietveld":

تستخدم هذه الطريقة لتحديد الثوابت الشبكية للبنى البلورية في حالة المساحيق، وهذه الطريقة تم وضعها في 1969م من طرف العالم ريتفيلد من خلال مقالته في تحسين نتائج البنية البلورية، وفي عام 1977م تم تطبيقها من قبل "Taylor" و"Malmros" وذلك على نطاق واسع لبيانات انعراج الأشعة السينية، حيث تعد من الإجراءات الأكثر فعالية لتحليل المخططات البيانية من انعراج الأشعة السينية على المساحيق، ويمكن استخدامها لعدة أطوار في نفس الوقت في حالة ما إذا كانت العينة تضم أكثر من طور واحد. وتعتمد في تحليلها على الفرق بين منحنى النموذج المفترض (النظري) والمنحنى التجريبي المتحصل عليه من نتائج الانعراج، ولكي يحدث التوافق بين المنحنيين يجب أن يتقارب معامل التوافق (GoF) من الواحد، وتعطى عبارته بالعلاقات التالية [1]:

$$\mathrm{GoF} = \frac{R_{wp}}{R_{exp}} \qquad (1\text{-III})$$

حيث: -R_{wp}: عامل موثوقية الشكل الجانبي الموزون وهو اختصار لـ: R-weighted patternالذي يعتبر أكثر قيمة، بحيث كلما زاد عدد القمم كلما كان الحصول على قيمة جيدة لـ R_{wp}، وهي أقل قيمة له يمكن الوصول إليها بعد إجراء عملية التحسين، علما أن القيمة المثالية هي $R_{wp} = 0$. وتكتب عبارته بالشكل التالي[1]:

$$R_{wp} = \sum_i (y_{oi} - y_{ci})^2 w_i{}^2 / \sum_i (y_{oi})^2 \qquad (2\text{-III})$$

حيث:

- y_{ci} ،y_{oi}: الشدة المحسوبة والشدة الملاحظة على الترتيب.

- w_i: عامل التوزين Weighing لنقطة i.

- R_{exp}: عامل الموثوقية المتوقع وهو اختصار لـ: R- expected pattern. وللحصول على قيمة مثالية له يجب أن يقترب قيمته من المعامل R_{wp} وبالتالي نتحصل على معامل توافق(GoF) قريب من الواحد. وعلاقته تعطى بـ[1]:

$$R_{exp} = [(N - P)/\sum_i w_i(y_{oi})^2]^{1/2} \qquad (3\text{-III})$$

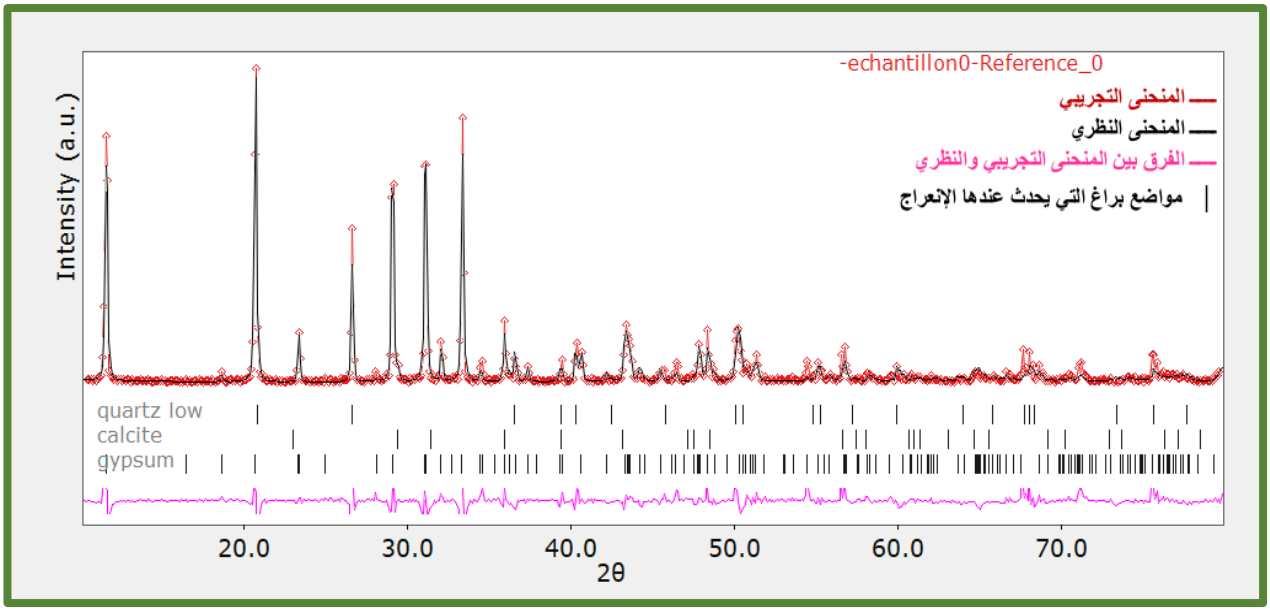
حيث:-N:عدد النقاط في طيف انعراج المسحوق الملاحظ.

-P:عدد الوسائط المحسنة.

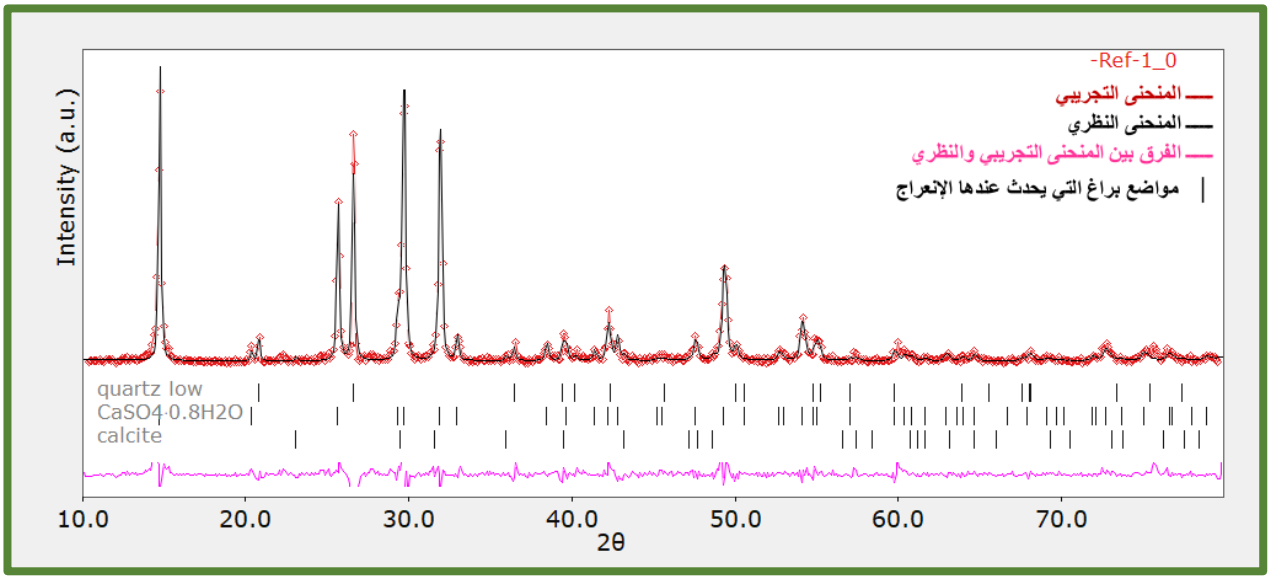
III .4.3.نتائج الإنعراج للعينـــات:

بالاعتماد على مخطط الانعراج في عملية التحسين لكل عينة، والتي أعطت لنا أفضل النتائج.بعد العديد من عمليات التحسين تم التوصل إلى نتيجة تعتبر إلى حد كبير مقبولة. التي اكتفينا عندها نظرا لعدم إمكانية الحصول على نتيجة أفضل من جهة ولتحقق الشرط الذي أساسه تقوم طريقة التحسين لـ: "Rietveld" والمتمثلة في التطابق الكبير بين البيان النظري والبيان التجريبي من جهة ثانية.

بعد عملية التحسين تحصلنا على المخططات الآتية:

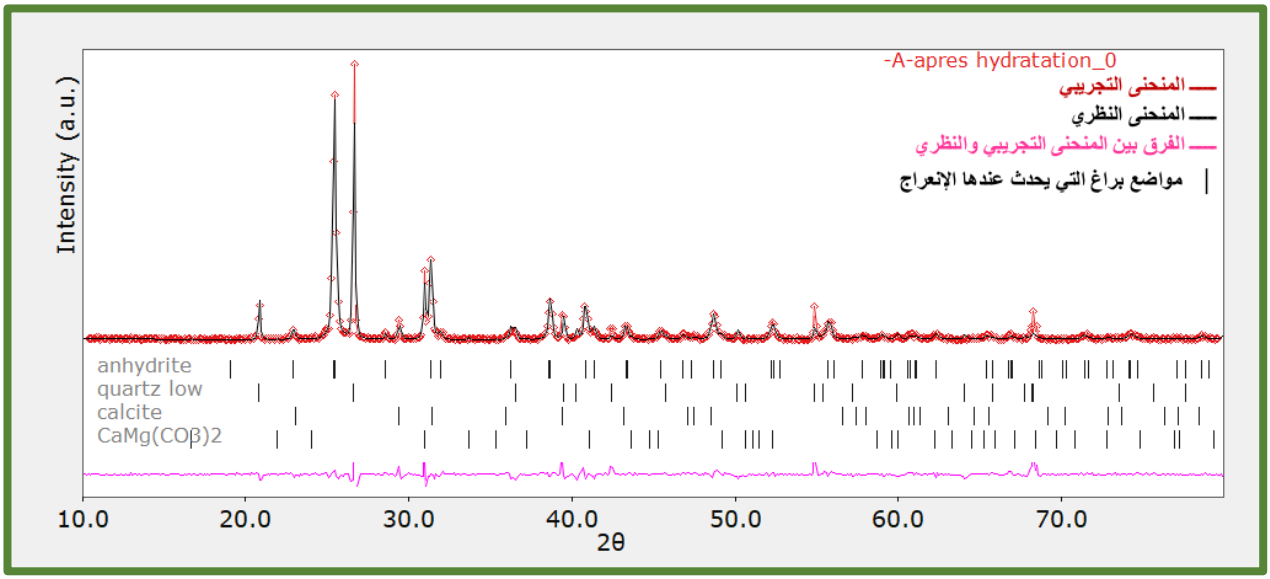


الشكل (12-III):مخطط انعراج الأشعة السينية للمرجع 0.



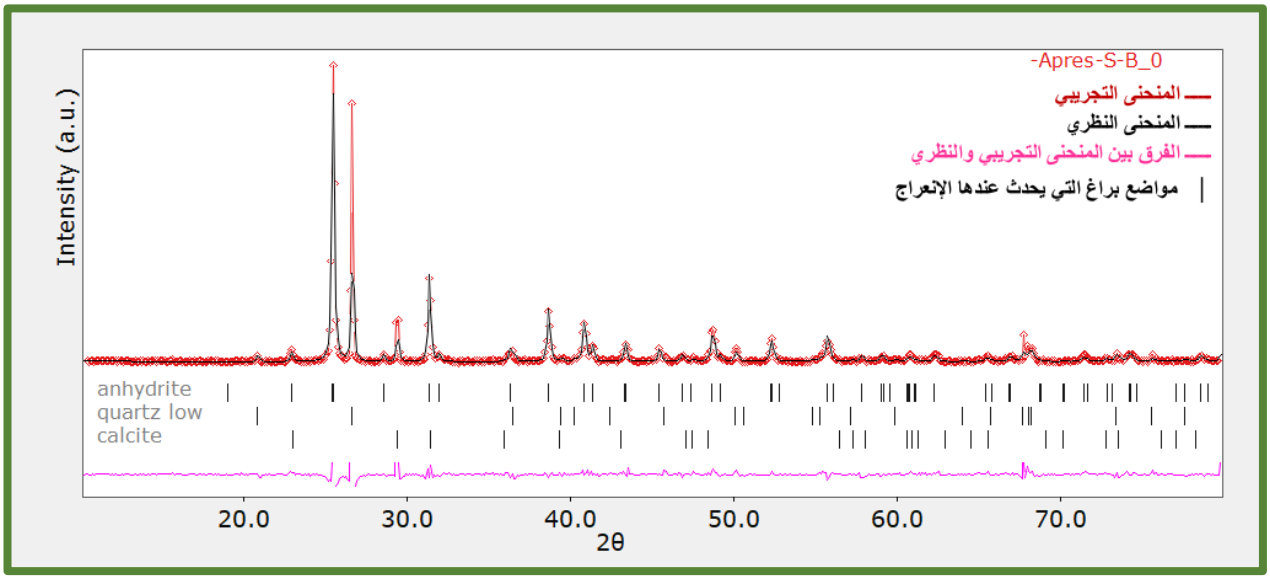
الشكل (III-13):مخطط انعراج الأشعة السينية للمرجع 1.

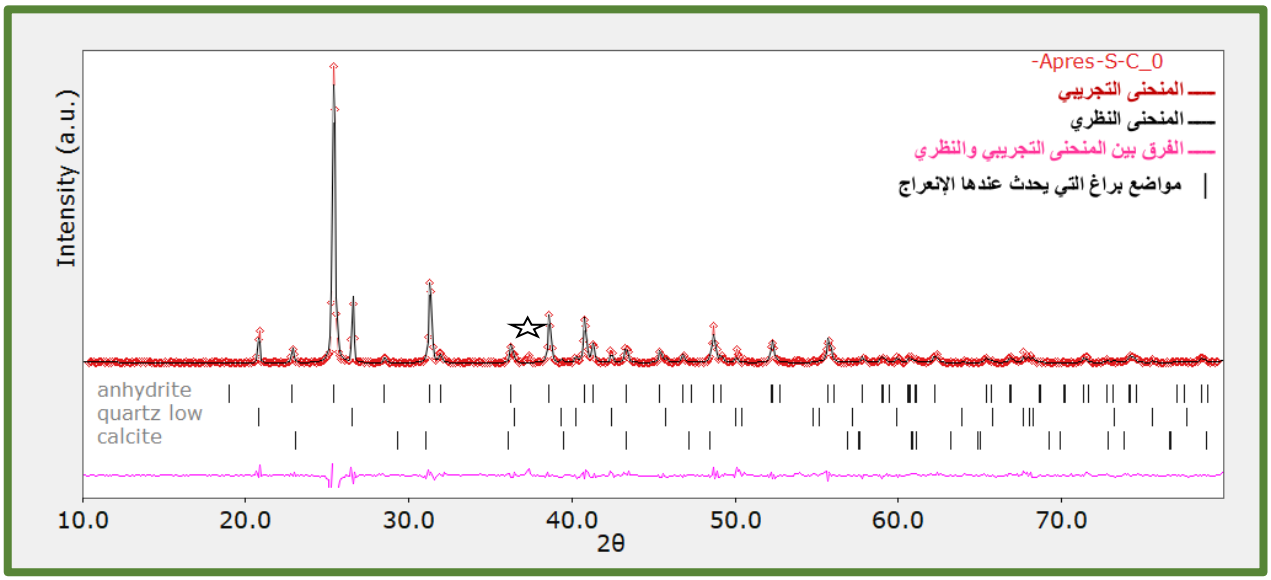
- مخطط العينة A التي تم الحصول عليه بعد التسخين عند 500 C° لمدة 12h.



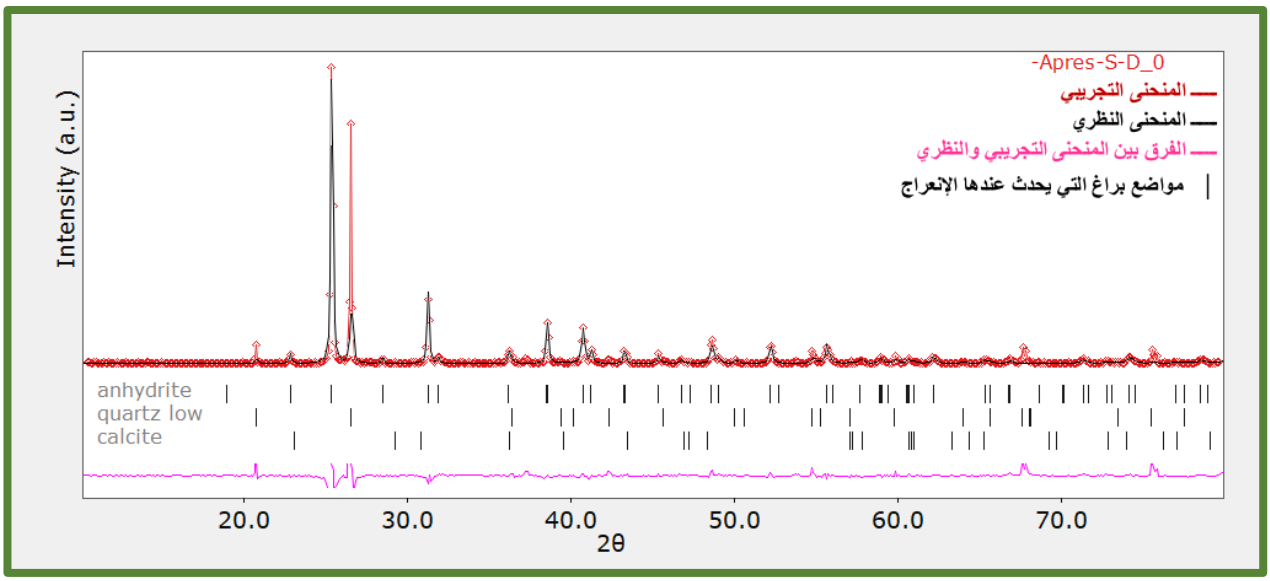
الشكل (III-14):مخطط انعراج الأشعة السينية للعينةA.

- مخطط العينة B التي تم الحصول عليه بعد التسخين عند 600 C° لمدة 12h.

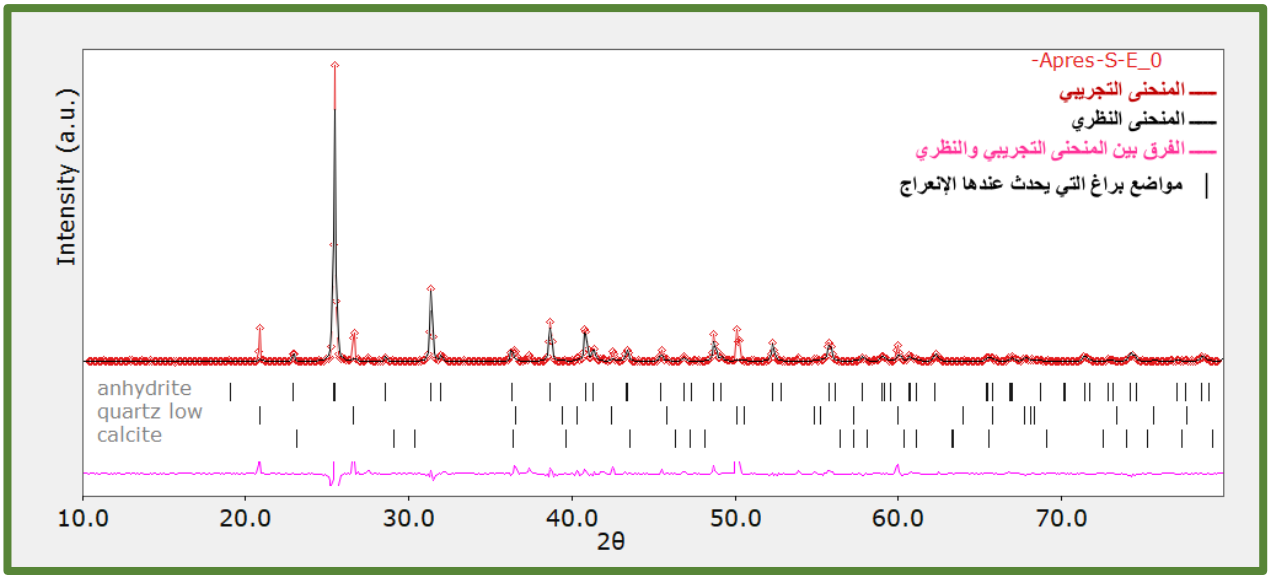




الشكل (III-16): مخطط انعراج الأشعة السينية للعينة C.



الشكل (III-17):مخطط انعراج الأشعة السينية للعينةD.



الشكل (III-18):مخطط انعراج الأشعة السينية للعينةE.

المخططات التي تم إدراجها هي المخططات المتحصل عليها بعد إجراء عملية التحسين، نلاحظ أن هناك تطابق كبير بين المنحنى التجريبي والمنحنى النظري. والجدول **(III-3)**يلخص النتائج النهائية لنسب عوامل الثقة وتواجد الأطوار.

الجدول (III-3):جدول يوضح نسبة الأطوار وعوامل الثقة للعينات A، B، C، D، E.

العينة	نسبة تواجد الأطوار %						عوامل الثقة%		
	$CaSO_4$	SiO_2	$CaMg(CO_3$	$CaCO_3$	$CaSO_4-2H_2O$	$CaSO_4-0.8H_2O$	R_p	R_{wp}	R_{xp}
المرجع 0	-	4.83	-	1.36	93.79	-	25.10	37.42	17.56
المرجع 1	-	19.07	-	4.10	-	76.81	20.61	31.73	18 .28
العينة A	46.83	38.50	7.86	6.79	-	-	19.96	31.96	17.67
العينة B	53.29	32.29	-	14.40	-	-	22.35	33.60	19.75
العينة C	81.02	18.97	-	0.10	-	-	21.13	33.38	18.74
العينة D	50.27	47.88	-	1.83	-	-	38.35	54.45	17.17
العينة E	68.69	935	-	21.95	-	-	23.06	37.15	18.93

- هناك عدة عوامل تؤخذ بعين الاعتبار وليس أن يكونR_{wp}أصغر ما يمكن فقط.

إن ملاحظة متفحصة لنتائج الجدول **(III-3)**هو دليل على أن مادة الجبس ترتكز على 3 أطوار أساسية هي الأنهيدريت $CaSO_4$والرمل$Si\ O_2$والكالسيت$Ca\ CO_3$، بنسب غير ثابتة حيث أن نسبة تواجد الأنهيدريت أكثر تواجدا في العينة T، A، B، Cو D على عكس العينة E. والمركبين $CaMg\ (CO_3)$ و$CaCO_3$ عبارة

عن شوائب إذ نلاحظ أن الأول متواجد فقط عند العينة A و D. والمركب $Ca\ Mg\ (CO_3)$ظهر في العينةA ثم اختفى في بقية العينات.

III .5.3.نتائج الأشعة تحت الحمراء:

III .1.5.3. جهاز مطيافية الأشعة تحت الحمراء المستعمل:

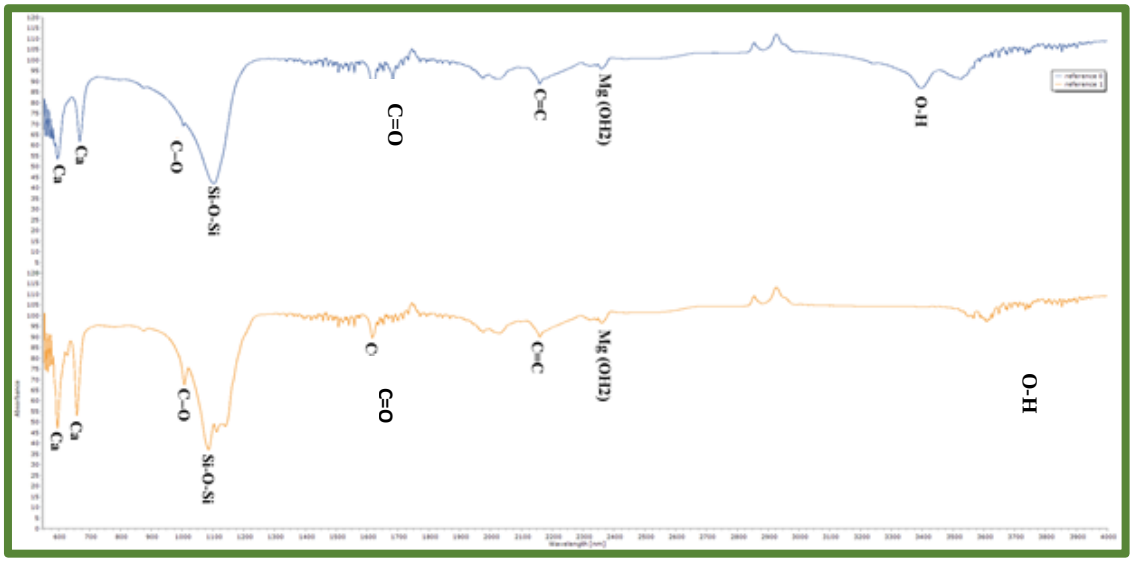
في هذه الدراسة تم تسجيل طيف الأشعة تحت الحمراء للعينات المدروسة بواسطة جهاز له الخواص التالية:

- الاسم :جهاز مطيافية الاشعة تحت الحمراء
- النوع Stectrometer Nitolet IST5.
- الشركة Thermo Stienbtistentifit.
- مجال العدد الموجي من $4000cm^{-1}$ إلى$500cm^{-1}$.

الشكل (19-III):جهاز مطيافية الأشعة تحت الحمراء .

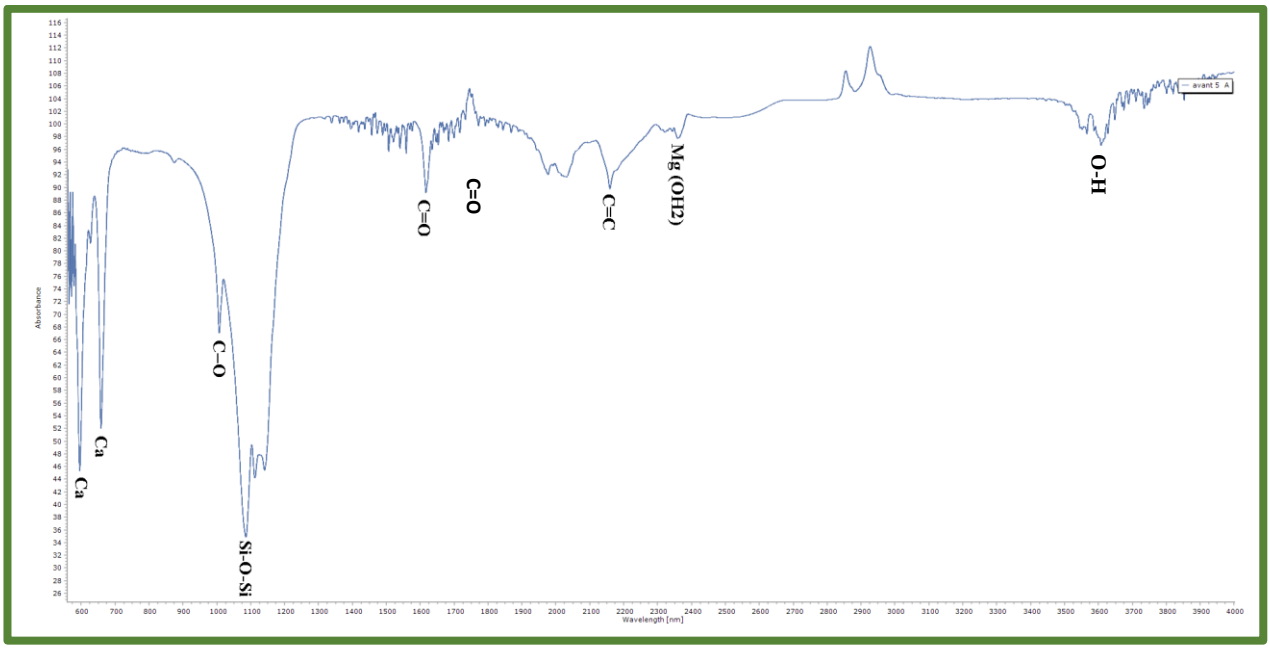
III .6 .3.تسجيل النتائج:

تم مسح مجال الترددات $(4000-500)cm^{-1}$ من خلال جهاز FTIR Thermo FisherspectrometerNicoleMMt iS5، حيث أن أي تردد ممتص يميز نوع اهتزاز الرابطة المعينة وعليه يتم استخدام هذه الخاصية لتتبع ودراسة خصائص الروابط الكيميائية لمادّة الجبس.



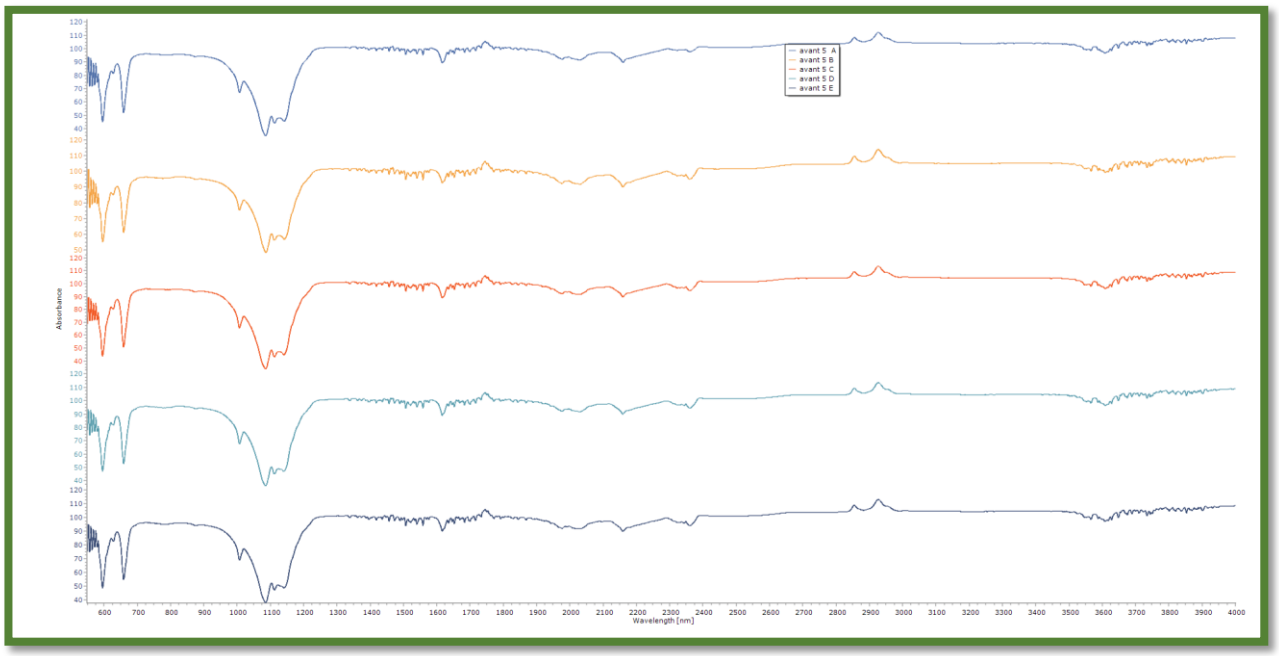
الشكل (20-III):طيف FTIR للمرجع 0 والمرجع 1.

إن الشكل **(20-III)** يوضح طيف FTIR للمرجع 0 والمرجع 1 والروابط عندهما حيث أن الأول به جزيء O-H أما المرجع 1 فهي موجودة ولكن ضعيفة جدا مما يعني أن النسبة الكبيرة من الماء قد تبخرت من العينة عن طريق التجفيف عند درجة الحرارة 120 C°.



الشكل (21-III): طيف FTIR للعينة A.

الشكل (22-III): طيف FTIR لجميع العينات.



الشكلين **(18-III)** و **(19-III)** يوضحان الروابط الموجودة في العينة A وهي نفسها الروابط الموجودة في المرجع 1، B، C، D، E وكذلك العينة T، لكن نلاحظ زيادة العرض في القمة بين (1000-1200) بزيادة درجة الحرارة هذا راجع إلى نسب تواجد الجزيء في العينة وهي القمة الأكثر امتصاصا أي أن الرمل أكثر جزيء متواجد في العينة.

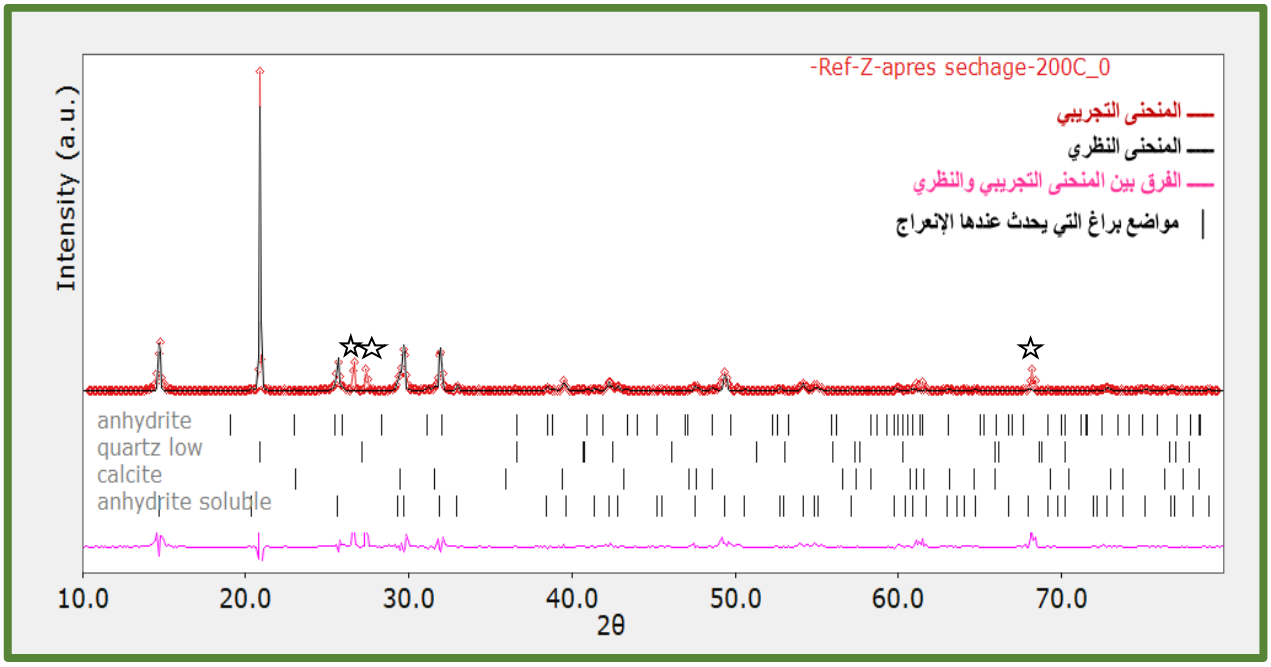
الجدول (4-III): جدول يوضح روابط الأشعة تحت الحمراء للجبس[2].

التردد cm^{-1}	592	655	1080	1100
نوع الرابطة	Ca-O	Ca-O	C-O	Si-O-Si
مجال الترددات	537-712	537-712	1050-1085	1050-1150
التردد cm^{-1}	1614	2150	2351	3546-4000
نوع الرابطة	C=O	C=C	$Mg(OH_2)$	O-H
مجال الترددات	1610-1620	2100-21500	2000-2500	3000-4000

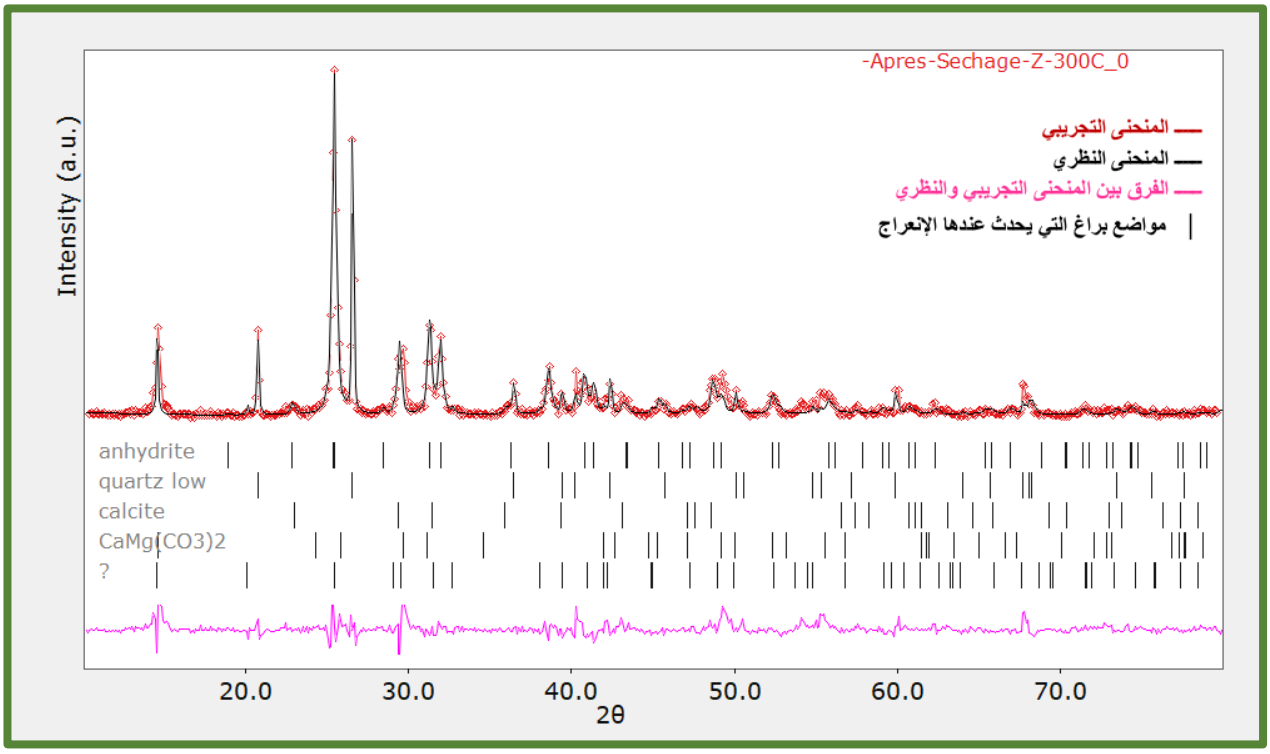
الشكل (18-III) و(19-III) يوضحان الروابط الموجودة في العينة A وهي نفسها الروابط الموجودة في المرجع 1،B،C،D وكذلك E

في ظل هذه النتائج فقد تبين لنا أن المكونان الرئيسيان وهما الرمل والأنهيدريت لا يرتبطان بعلاقة تناسبية مع درجة الحرارة مما يعني أن هذه العينات غير متجانسة. وبناء على هذا الاستنتاج قررنا إعادة هذه الدراسة بمتابعة المعالجة الحرارية لكن على عينة واحدة حتى نضمن أكبر قدر من التجانس.

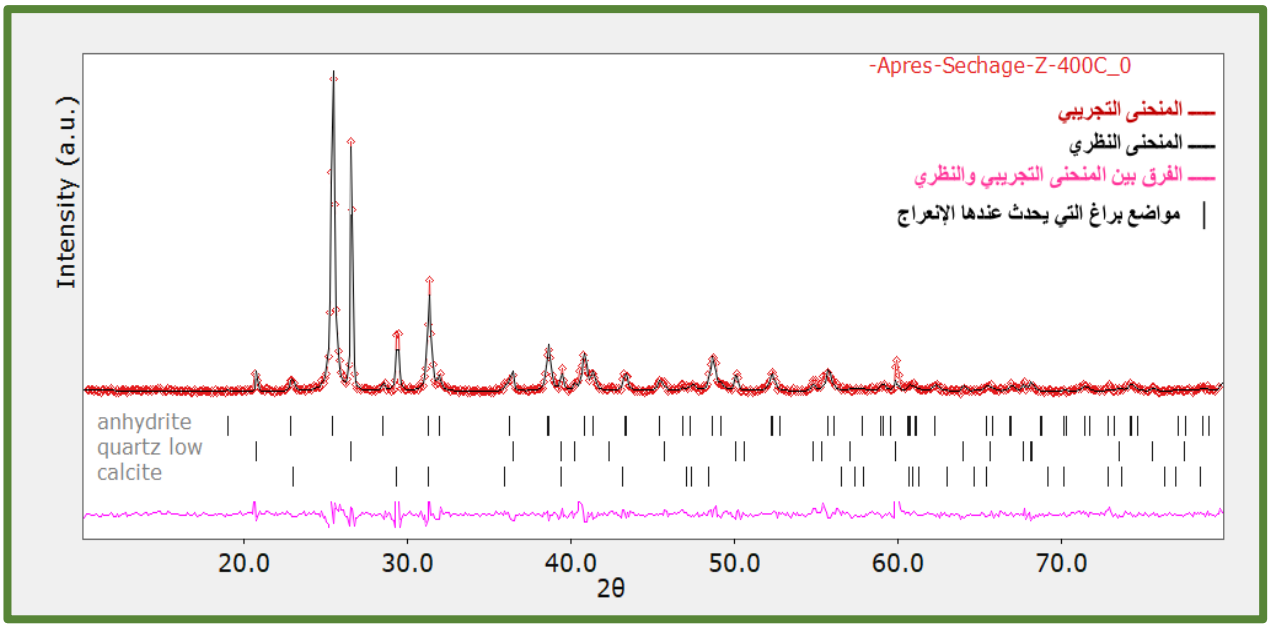
لقد قمنا بأخذ عينة لا على التعيين من مادة الجبس وتمت معالجتها الحرارية من الدرجة **200 C°** إلى الدرجة **900 C°** إذ تحصلنا على المخططات التالية:



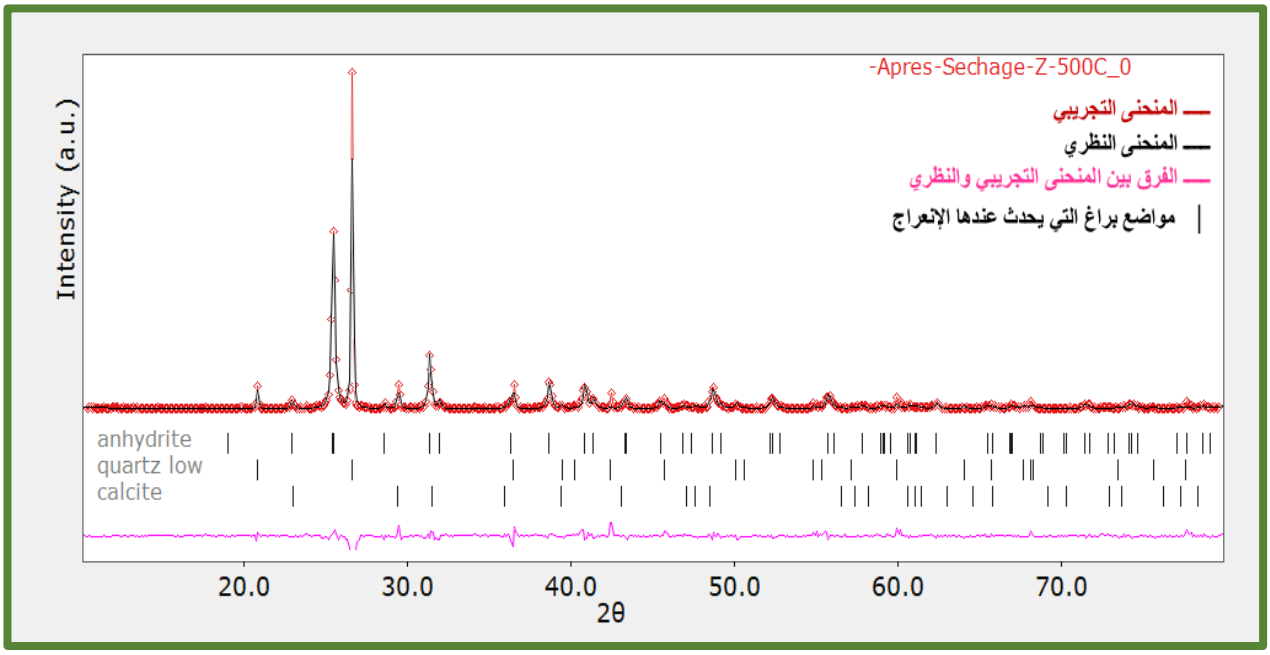
الشكل (23-III): مخطط انعراج الأشعة السينية للعينة Z بعد التسخين عند 200 C° وبعد عملية التحسين.



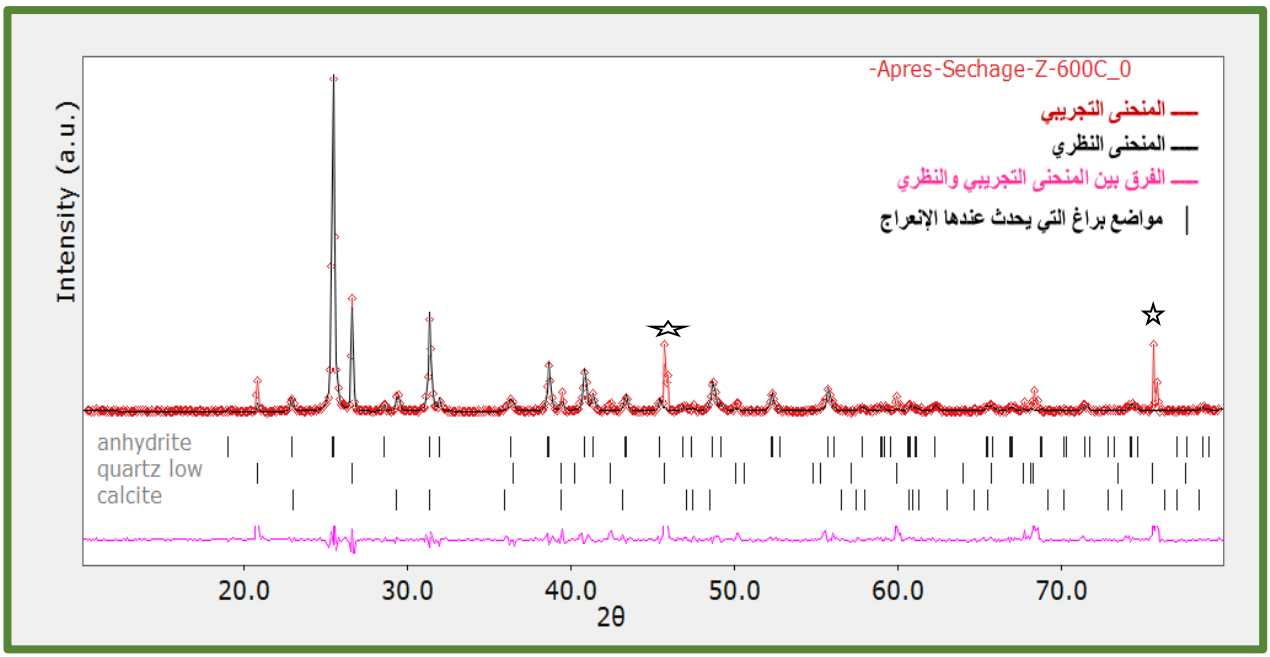
الشكل (III-24): مخطط انعراج الأشعة السينية للعينة Z بعد التسخين عند 300 C° وبعد عملية التحسين.



الشكل (III-25): مخطط انعراج الأشعة السينية للعينة Z بعد التسخين عند 400 C° وبعد عملية التحسين.

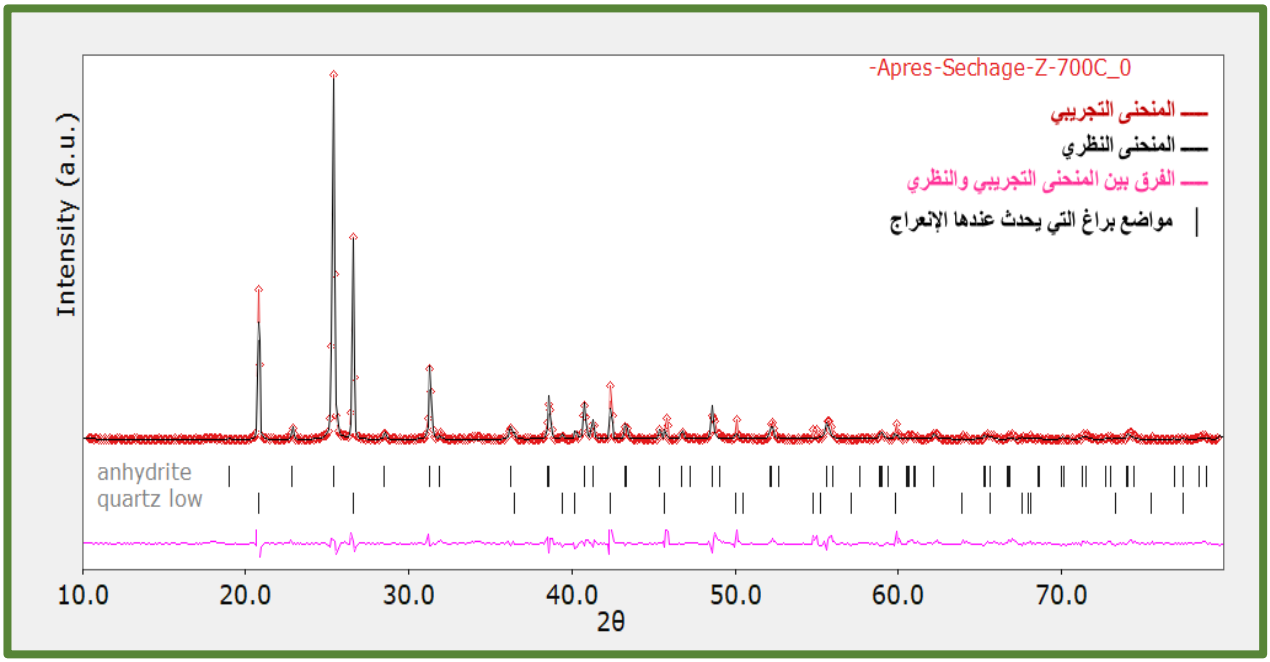


الشكل (III-26): مخطط انعراج الأشعة السينية للعينة Z بعد التسخين عند 500 C° وبعد عملية التحسين.

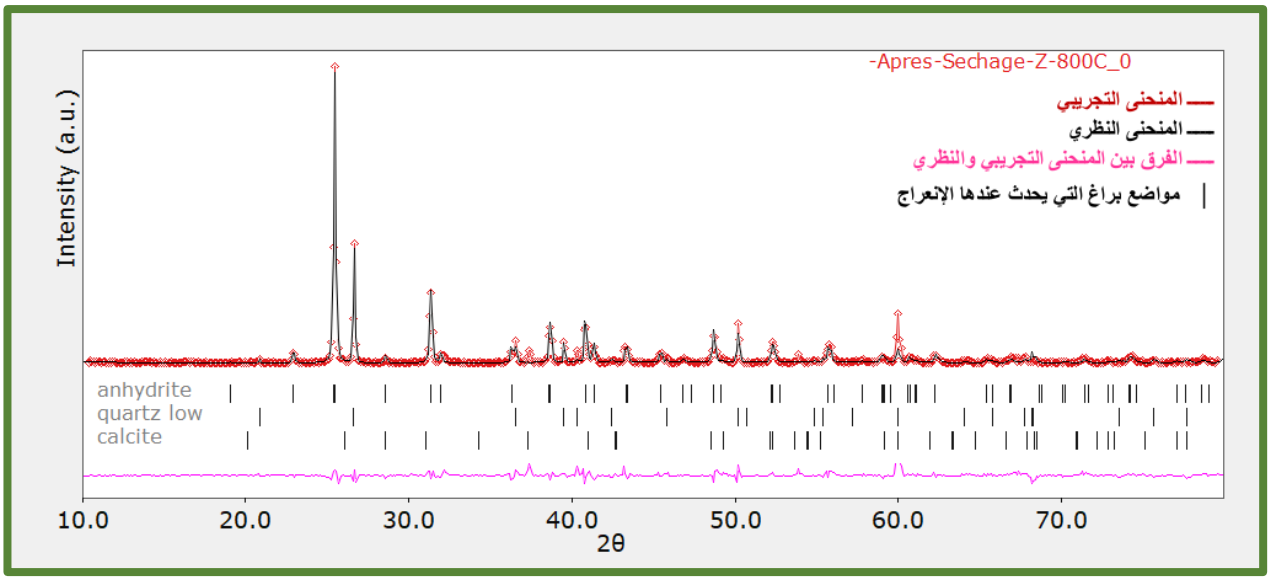


الشكل (III-27): مخطط انعراج الأشعة السينية للعينة Z بعد التسخين عند 600 C° وبعد عملية التحسين.

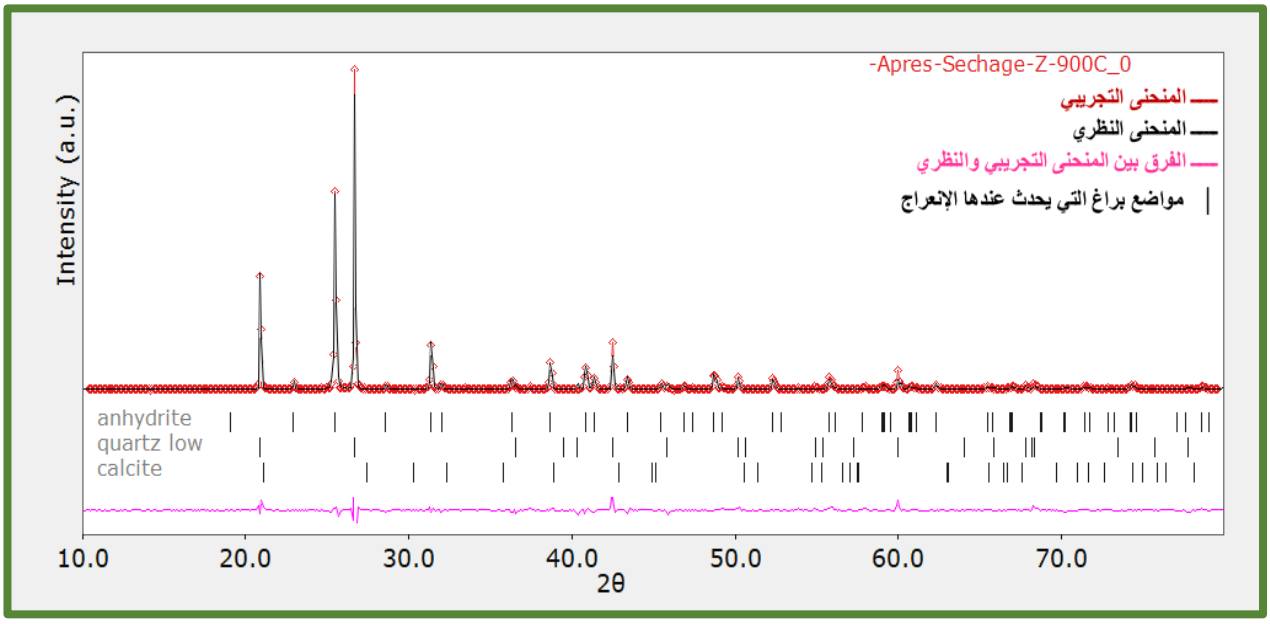
- ☆ قمة غير معروفة.



الشكل (III-28): مخطط انعراج الأشعة السينية للعينة Z بعد التسخين عند 700 C° وبعد عملية التحسين.



الشكل (III-29): مخطط انعراج الأشعة السينية للعينة Z بعد التسخين عند 800 C° وبعد عملية التحسين.



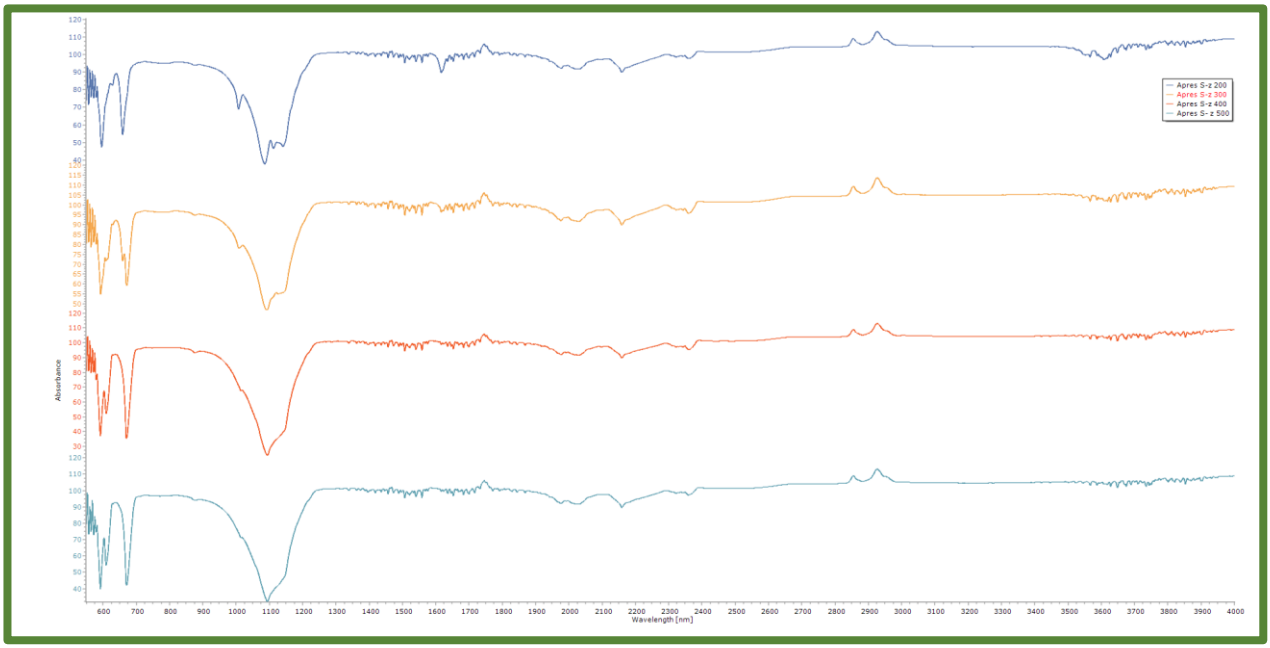
الشكل (30-III):مخطط انعراج الأشعة السينية للعينة Z بعد التسخين عند 900 C° وبعد عملية التحسين.

المخططات التي تم إدراجها هي المخططات المتحصل عليها بعد المعالجة الحرارية وإجراء عملية التحسين، نلاحظ أن هناك تطابق مقبول بين المنحنى التجريبي والمنحنى النظري.

نلاحظ أن العينة التي تم تسخينها عند **200**ثم **300** يوجد بها طور إضافي، هو مركب الأنهيدريت به جزيء الماء (الباسينيت)، وعند الدرجة **400** فما فوق يختفي هذا الطور، إذ يتحول إلى الأنهيدريت بين الدرجة **300** و**400**، والجدول **(5-III)**يلخص النتائج النهائية لنسب عوامل الثقة وتواجد الأطوار للمخططات السابقة:

الجدول (5-III):جدول يوضح نسبة الأطوار وعوامل الثقة للعينة Z.

العينة	نسبة تواجد الأطوار %						عوامل الثقة%		
	$CaSO_4$	SiO_2	$CaMg$	$CaCO_3$	$CaSO_4-2H_2O$	$CaSO_4.0.8H_2O$	R_p	R_{wp}	R_{xp}
Z 200	16.46	3.46	-	21.13	-	58.94	32.51	39.12	16.22
Z 300	20.82	29.82	0.26	10.94	-	38.09	23.44	34.88	18.09
Z 400	57.82	28.77	-	13.40	-	-	19.67	30.58	18.93
Z 500	41.36	52.23	-	6.40	-	-	23.87	36.75	18.59
Z 600	69.77	21.05	-	9.16	-	-	22.53	36.95	18.63
Z 700	80.27	19.72	-	-	-	-	23.86	35.92	16.49
Z 800	76.19	23.65	-	0.12	-	-	25.56	39.75	20.04
Z 900	70.51	28.04	-	0.32	-	-	21.74	39.02	16.27



الشكل (III-31):طيف FTIR للعينة Z بعد المعالجة الحرارية.

إن الشكل**(III-31)**يمثل طيف FTIR للعينة Z حيث أن الروابط الموجودة في هذه العينة مثل روابط المرجع 1 والعينة A لذلك اكتفينا بمنحنيات العينة Z التي تم تسخينها عند درجات الحرارة200 – 300 – 400 – 500.

III. 7.3.الطرد المركزي:

من أجل فصل الجبس عن الرمل تم القيام بعملية الترسيب وذلك لأن كثافة الرمل تختلف عن كثافة الجبس. تم القيام بوزن كمية صغيرة من إحدى العينات.

الشكل (III-32): وزن كمية معينة من الجبس.

ثم قمنا بإضافة 100 ml لها من الماء المقطر ويخلط من أجل انحلال الجبس في الماء ويترك تقريبا لمدة دقيقة نلاحظ ترسب الرمل لامتلاكه كثافة أكبر من كثافة الجبس.

الشكل (33-III): ترسيب الرمل.

وبعدها تم تجفيف الكمية المترسبة من الرمل وذلك بعد الفصل طبعا فتحصلنا على الكمية الآتية:

الشكل (34-III): الوزن الصافي للرمل.

لاحظنا أن محلول الجبس المتبقي لازالت به حبيبات صغيرة من الرمل لجأنا إلى عملية الطرد المركزي بهدف فصله تماما.

الشكل (35-III): ترسيب الجبس.

الشكل (III-36): جهاز الطرد المركزي.

بعد هذه العملية لم نتمكن من فصلهما نهائيا لأن حجم حبيبات الرمل مساو لحجم حبيبات الجبس وأن هذا الأخير يحتوي تقريبا على 1/3 من الرمل أما الكتلة المتبقية فهي كتلة الأنهيدريت مع بعض الشوائب.

III. 4. خلاصة:

في هذا الفصل تم التطرق لخطوات تحضير العينات ثم دراسة تركيبتها البنيوية بمعالجة نتائج الأشعة السينية المتحصل عليها عن طريق جهاز الانعراج الآلي بواسطة البرنامج (Rex Powder diffraction) وذلك بعد عملية التحسين لمعرفة الأطوار بالإضافة إلى تقنية الأشعة تحت الحمراء FTIR التي تعطينا فكرة عن الأطوار الموجودة في مادة الجبس عبر امتصاص فوتونات الأشعة تحت الحمراء التي تثير اهتزازات الروابط الجزيئية التي يمكن استخدامها كبصمة للمساعدة في تحديد العينة وتشخيصها.

قائمة مراجع الفصل الثالث

[1]**ف.أ.حسين قادر،ف.م طعمة عباس ، "تحضيرالمركب ($Ba_{1-x}Sr_xTiO_3$) النانوي بطريقة السول – جل ودراسة خصائصه التركيبية"، مجلة ابن الهيثم للعلوم الصرفة والتطبقية ،المجلد 29 العدد 1(2016).**

[2]https://www.simaaldrich.com

الخـاتـمــة العـامة

الخاتمة العامة

تم في هذا البحث التعرف على عموميات حول الجبس، كذلك دراسة خواصه الفيزيائية والكيميائية وتأثير درجة الحرارة عليها ولمعرفة ما نبحث عنه تم الاستعانة بتقنيات مختلفة وهي: انعراج الأشعة السينية على المساحيق ومطيافية الأشعة ما تحت الحمراء. إذ تم شرح بعض المفاهيم المهمة حول الأشعة السينية وانعراجها على المساحيق بغية الحصول على المركبات المكونة للمادة المدروسة وذلك طبعا بعد عملية تحسين نتائج المخططات باستعمال طريقة ريتفلد عن طريق برنامج المعالجة (Rex) ذلك بتطابق المنحنى النظري مع المنحنى التجريبي. حيث أظهرت هذه النتائج (XRD)أن الجبس يتكون من عدة أطوار أهمها الأنهيدريت$CaSO_4$، الكوارتز (الرملأو SiO_2) وهما الطورين الأكثر تواجدا في هذه المادة بالإضافة إلى الكالسيت، الساليت و الأنهيدريت القابل للذوبان. إن استعمال تقنية الأشعة ما تحت الحمراء (FTIR) أكد لنا وجود الأطوار التي تم التعرف عليها باستعمال انعراج الأشعة السينية في الجبس.

في نهاية هذا العمل يمكننا القول أننا تمكنا من دراسة بعض خصائص مادة الجبس ولكن ضيق الوقت لم يسمح لنا من فصل الأنهيدريت (كبريتات الكالسيوم) منها لذالك نأمل أن يؤخذ هذا بعين الاعتبار في المستقبل وكذالك النقاط التالية :

- إستعمال EDX من أجل معرفة العناصر الكيميائية .
- تقريص العينات بعد المعالجات الحرارية من أجل معرفة مدة تصلب كل عينة .
- تغيير مدة درجة الحرارة من أجل إذ كان هناك تغير في الروابط أم لا .

الحمد لله

الملخص:

تم في هذا العمل دراسة بعض الخصائص الفيزيائية والكيميائية لمادة الجبس، حيث أظهرت تقنية انعراج الأشعة السينية (XRD) أن مادة الجبس غير متجانسة في تركيبتها فهي تحتوي من اثنين الى أربعة أطوار. ان عملية تحسين ريتفلد باستعمال برنامج "Rex" بينت لنا أن الأنهيدريت $(CaSO_4)$ والكوارتز (الرمل) (SiO_2) هما المركبان الأكثر تواجدا في المادة. أما مطيافية الأشعة ما تحت الحمراء (FTIR) فأكدت لنا وجود هذه الأطوار فعلا، حيث ظهرت الروابط المميزة لها في الاطياف المتحصل عليها كما أظهرت أن مركب الرمل هو الأكثر امتصاصا والمتواجد في النطاق ما بين cm^{-1} [1000 -1200].

الكلمات المفتاحية: الجبس، انعراج الأشعة السينية، مطيافية الأشعة ما تحت الحمراء ، $CaSO_4$، SiO_2.

Abstract:

In this work, some physical and chemical properties of gypsum were studied. The X-ray powder diffraction (XRPD) technique showed that gypsum is heterogeneous in its composition, as it contains from two to four phases. The process of Rietveld refinement using "Rex" software showed that anhydrite $(CaSO_4)$ and quartz (sand) (SiO_2) are the two phases dominant in the gypsum. Infrared spectroscopy (FTIR) confirmed the existence of these phases in fact, as the characteristic bonds of them appeared in the obtained spectra. It also showed that the sand compound is the most absorbent and is present in the range between [1000 -1200] cm^{-1}.

Keywords: Gypsum, X-ray diffraction, Infrared spectroscopy, $CaSO_4$, SiO_2.