

## التحليل المعدني للتربة

### Mineralogical Analysis Of Soil

لغرض دراسة الصفات المعدنية للتربة يجب أن تخضع العينة أولاً إلى سلسلة من المعاملات الفيزيائية والكيميائية بهدف فصل المكونات الثلاثة (الرمل ، الغرين ، الطين) والتي تتضمن إزالة الأليكتروليونات الذائبة والمواد اللاصقة التي تربطها مع بعضها وهي المادة العضوية و كربونات الكالسيوم وأكاسيد الحديد ولغرض دراسة المعادن الطينية باستخدام الأشعة السينية يجب إزالة هذه المواد الرابطة لأن وجودها يؤدي إلى :

- 1- منع تفرقة دقائق التربة وبالتالي صعوبة فصل الدقائق عن بعضها البعض.
- 2- تعمل على إضعاف حزمة الأشعة السينية .
- 3- تعمل كعامل مخفف للنموذج وبالتالي تقلل من شدة انكسار الأشعة السينية الساقطة على المواد المتبلورة الأخرى الموجودة في التربة.

لذا تعد إزالة المواد الرابطة ولأسباب المذكورة أعلاه من الأمور الأساسية التي يجب أن تراعى عند إجراء التحليل المعدني للتربة وعموماً يمكن إجمال خطوات العمل كالآتي :

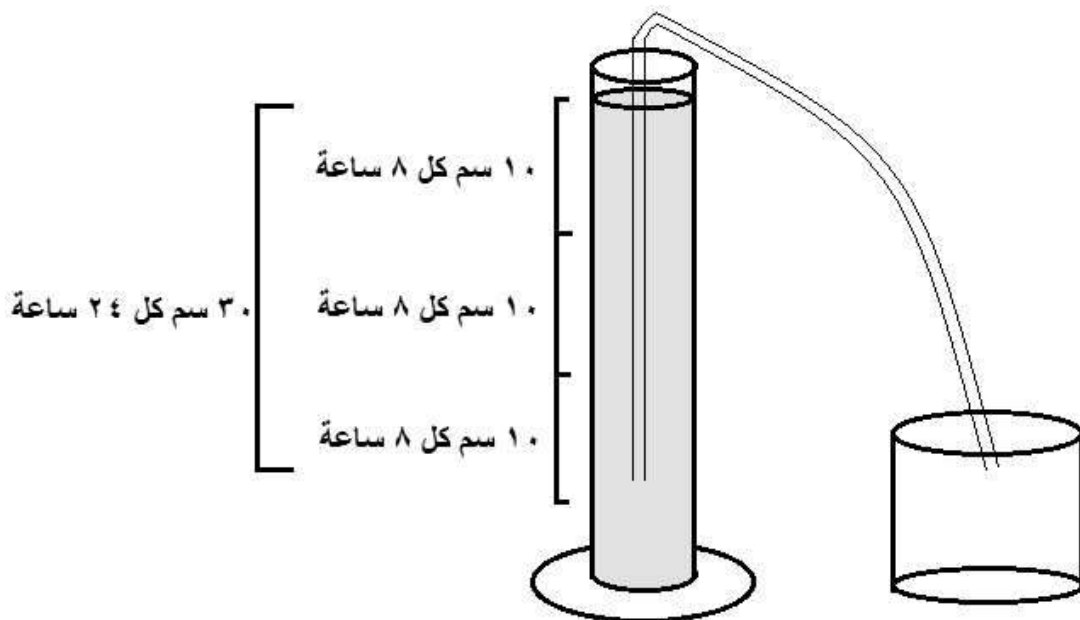
- 1- إزالة المادة العضوية
- 2- التحرر من الأكاسيد والغرويات السيليكاتية والالمنيومية
- 3- إزالة كاتيونات الأملاح الذائبة
- 4- إزالة كاتيونية ثنائية التكافؤ المتبادلة من الكالسيوم والمغنسيوم،

ولكن قبل الدخول في هذه الخطوات بالإمكان فصل الطين عن المفصولات الأخرى ثم إجراؤها على مفصول الطين اختصاراً للوقت واقتصاداً بالمواد الكيميائية المستخدمة.

**فصل الطين :**

يتم فصل الطين عن المفصولات الاخرى باجراء الخطوات التالية:

- 1- زن 50 غم تربة جافة مطحونة ومنخولة بمنخل 2 ملم في بيكر حجمه 500مل وترطيبها بكمية قليلة من الماء المقطر وتترك لمدة عشر دقائق .
- 2- اضع كمية زائدة من الكالكون (Calgon) حوالي 50 مل الى عينة التربة وفي حالة عدم توفر الكالكون يستخدم NaOH كمادة مفرقة.
- 3- انقل العينة نقلا كيميا الى كاس التفريق في جهاز الخلط الكهربائي مع اضافة الماء المقطر الى ثلاثة ارباع الكاس واخلط المعلق لمدة نصف ساعة لضمان تفريق تام لدقائق التربة.
- 4- ينقل المعلق نقلا كيميا الى اسطوانة مدرجة حجم لتر ويكمل الحجم الى العلامة بالماء المقطر ويستكمل خلط المعلق بواسطة البلنجر (Plunger) لمدة دقيقة واحدة ويثبت الوقت بعد انتهاء الخلط ويترك المعلق على سطح مستوي ثابت بعيدا عن الاهتزازات والتيارات الهوائية.
- 5- بعد مرور 24 ساعة نقوم بسحب المعلق من الاسطوانة على عمق 30 سم بواسطة انبوبة مطاطية (بطريقة السيفون) وهذا العمق يعتمد اساسا على قانون ستوك لترسيب الدقائق ، ويوضع المعلق المسحوب في بيكر وهذا المعلق هو عبارة عن مفصول الطين فقط.
- 6- اذا اردنا الاسراع في عملية ترسيب دقائق الطين يستخدم جهاز الطرد المركزي او تضاف مادة مرسبة مثل كلوريد الكالسيوم ( $CaCl_2$ ) ويجب الاحتفاظ بمعلق الطين وهو بحالته الرطبة مع تجنب جفاف العينة اذ توضع في قناني بلاستيكية او زجاجية ذات غطاء لولبي وللحفاظ عليها من الاشنيات والفطريات تضاف اليها مادة Toluene او Chloroform وبذلك يكون الجزء الطيني جاهزا لإجراء المعاملات الثلاث لإزالة المواد اللاحمة وحسب التسلسل.



**فصل الرمل :**

بعد فصل الطين فان المتبقي في الاسطوانة المدرجة هو الغرين والرمل ولكي يتم فصل الرمل عن الغرين وبقايا الطين تضاف كمية من الماء الاعتيادي الى الاسطوانة وترج يدويا ويسكب المعلق الطافي وتعاد العملية عدة مرات الى ان يصبح المعلق رائقا و عندها نتوقف عن اضافة الماء والمتبقي في اسفل الاسطوانة هو الرمل فقط ، يجمع الرمل في بيكر ويغسل بالماء المقطر والاسيتون ، ثم يجفف على درجة حرارة 105 درجة مئوية لمدة 24 ساعة وبعدها يوضع في انبوبة خاصة تثبت عليها المعلومات و عندها يكون جاهزا للعمليات اللاحقة.

**معاملة الجزء الطيني****اولا : ازالة المادة العضوية:**

من المعلوم ان للمادة العضوية دور كبير في تحبب التربة لذا اصبح من الضروري ازالتها عند دراسة الاطيان بالاشعة السينية ونظرا لكون الترب العراقية فقيرة بالمادة العضوية اذ لا يتجاوز نسبتها 2 - 3% لذا فان عملية ازالتها تكون سهلة.

**المواد المستخدمة :**

بيروكسيد الهيدروجين  $H_2O_2$  6% : الذي يختلف عن الماد العادي في احتوائه على ذرة اوكسجين اضافية تعمل على اكسدة المواد العضوية بكافة انواعها .

**طريقة العمل :**

توضع عينة الجزء الطيني في بيكر حجمه 500 مل ثم يضاف اليها كمية فائضة حوالي 50 مل من محلول بيروكسيد الهيدروجين  $H_2O_2$  6% ، فنلاحظ خروج فقاعات مما يدل حصول تفاعل بين المادة العضوية ومحلول بيروكسيد الهيدروجين . يغطي البيكر بزجاجة ساعة ويترك حتى انتهاء التفاعل ، ويمكن التأكد من ازالة المادة العضوية بالكامل باضافة كمية قليلة من بيروكسيد الهيدروجين الى العينة وعند عدم حدوث فوران وخروج فقاعات دلالة على اكسدة المادة العضوية وازالتها من العينة بالكامل.

**ثانيا : ازالة كربونات الكالسيوم**

تعد كربونات الكالسيوم من المواد اللاحمة المهمة التي تعمل على تغليف وتجميع دقائق التربة مما يستوجب ازالتها عند اجراء التحليل المعدني.

**المواد المستخدمة :**

خلات الصوديوم (1N  $CH_3COONa$ ) pH=5 ( يضبط المحلول عند pH=5 باستخدام حامض الخليك و هيدروكسيد الصوديوم.

**طريقة العمل :**

خذ عينة الطين المزال منها المادة العضوية واضف اليها كمية فائضة حوالي 50 – 150 مل من محلول خلات الصوديوم حوالي ويترك المعلق لمدة 24 ساعة لان التفاعل بطيء جدا واحيانا يستلزم كميات قليلة وبشكل تدريجي مع التسخين الى حين انتهاء التفاعل ويستدل على ذلك بأخذ كمية قليلة من المعلق جانبا ويضاف اليها حامض الهيدروكلوريك المخفف فاذا حدث فوران وازيز دلالة على وجود كربونات الكالسيوم وهنا يستلزم اضافة كمية قليلة من خلات الصوديوم الى المعلق فاذا لم يحدث فوران وازيز دلالة على ذوبان كربونات الكالسيوم باكملها.

**ملاحظة :** عند اجراء التحليل المعدني للتربة نتجنب اضافة او استخدام اي حوامض قوية مثل الهيدروكلوريك او النتريك او الكبريتيك لانها ستؤثر على التركيب المعدني للتربة لذا تستخدم حوامض عضوية مخففة مثل خلات الصوديوم او حامض الخليك.

**ثالثا : ازالة اكاسيد الحديد**

طريقة ازالة اكاسيد الحديد يجب ان لا تعتري طبقات المعادن السيليكاتية وزيادة او نقصان السعة التبادلية الكاتيونية وتعد الطريقة المقترحة من قبل (Mehra & Jackson , 1960) باستعمال طريقة DCB (دايثايونات - سترات - بيكاربونات الصوديوم - Na dithionate - citrate - bicarbonate) الطريقة المفضلة في ازالة اكاسيد الحديد المتبلورة وغير المتبلورة بأقل ضرر اذ يقوم Na dithionate بعملية الاختزال فهو يمتلك قوة اختزال عالية حيث يعمل على اختزال ايون الحديد الثلاثي  $Fe^{+3}$  غير الذائب الى حديدوز ثنائي  $Fe^{+2}$  وهي الصورة الذائبة للحديد ، بينما يقوم محلول Na dithionate كمحلول منظم لوسط التفاعل أي عامل مساعد لضبط الـ pH ، ويقوم محلول سترات الصوديوم (مادة عضوية مخليبية معقدة) بمسك أيونات الحديدوز والحديد.

**المواد المستخدمة :**

- بيكاربونات الصوديوم 1مولاري ( $1M NaHCO_3$ )
- محلول سترات الصوديوم 0,3 مولاري (0.3 M Tri-Na-Citrate)
- مسحوق دايثايونات الصوديوم (Na-Dithionate Powder)

**طريقة العمل:**

- 1- انقل كمية مناسبة من معلق الطين الذي تمت معاملته بالمعاملات التي ذكرت سابقا الى انبوبة طرد المركزي سعة 50 مل.
- 2- أضف 2,5 مل من محلول بيكاربونات الصوديوم ، ثم أضف 20 مل من محلول سترات الصوديوم

- 3- سخن على حمام مائي ، وعند وصول درجة حرارة المعلق الى 80 درجة مئوية يضاف الى الخليط حوالي 1 غم من مسحوق دايتاينونات الصوديوم.
- 4- يرج المعلق لمدة 5 دقائق بواسطة قضيب زجاجي فيحصل فوران داخل الانبوبة دلالة على حدوث عملية الاختزال ، ثم ينقل المعلق الى جهاز الطرد المركزي (3000 دورة / دقيقة) ولمدة 5 دقائق.
- 5- يجمع الراشح في دورق حجمي سعة 100 مل خلال ورق ترشيح Whatman No.42
- 6- تكرر العملية مرتين لضمان ازالة الحديد وعندها يأخذ الطين اللون الرمادي (اللون الطبيعي للطين) وفي كل مرة يجمع الراشح في نفس الدورق الحجمي ثم يكمل الى العلامة بمحلول سترات الصوديوم. يمكن استخدام هذا الراشح في تقدير الحديد في عينة التربة عند الحاجة.
- اصبحت عينة الطين داخل أنبوبة الطرد المركزي خالية تماما من المواد اللاصقة وتكون جاهزة للفرش على الشرائح الزجاجية ويجب الاحتفاظ بعينة الطين بحالتها الرطبة.

## الأشعة السينية X- Rays

هي نوع من الأشعة الكهرومغناطيسية لها طول موجي قصير ( $\lambda = 0.5 - 2.5 \text{ \AA}$ ) مقارنة مع الطول الموجي للضوء المرئي ( $\lambda = 3900 - 7700 \text{ \AA}$ ) حيث  $A = 10^{-3}$  ، الطول الموجي يتناسب عكسيا مع الطاقة ، فكلما كان الطول الموجي قصير كلما كانت كمية الطاقة عالية. من طبيعة الاشعة السينية انها لا تغير اتجاهها الا اذا اصطدمت بمادة صلبة حيث تنعكس وتسمى هذه الظاهرة بظاهرة الحيود (Diffraction) . الكاثود هو مصدر الالكترونات حيث يقوم بتوليد الالكترونات باستخدام التيار الكهربائي ، الطاقة الحرارية للكاثود تكون عالية لذلك يربط بوحدة تبريد. فرق الجهد الذي يتولد داخل الاشعة السينية يتراوح ما بين 50 - 30 كيلوفولت .

اكتشفت لأول مرة من قبل العالم الألماني (Wilhelm Rontgen, 1896) وليام رونتجن عام 1896 في جامعة فورتسبورغ، ونال عنها جائزة نوبل في الفيزياء في عام 1901. حيث قام العالم رونتجن بقذف شعاع الكتروني ذو طاقة حركة عالية خلال تعجيلها في فرق جهد كبير يصل إلى 30000 فولت في أنبوبة زجاجية مفرغة من الهواء. عند اصطدام الالكترونات المعجلة بزجاج الأنبوبة المفرغة لاحظ رونتجن توهج واضح على شاشة فوسفورية مثبتة على مسافة قصيرة من هذا التوهج استمر حتى حين وضع لوح خشبي بين الأنبوبة المفرغة والشاشة الفوسفورية. استنتج رونتجن ان هناك أشعة قوية تنبعث من هذه الأنبوبة وقد أطلق رونتجن على هذه الأشعة بأشعة (X) حيث أنه لم يكن يعلم بعد عن خصائصها. وفي ألمانيا يطلق عليها باسم (أشعة رونتجن).

- 3- سخن على حمام مائي ، وعند وصول درجة حرارة المعلق الى 80 درجة مئوية يضاف الى الخليط حوالي 1 غم من مسحوق دايتاينونات الصوديوم.
- 4- يرج المعلق لمدة 5 دقائق بواسطة قضيب زجاجي فيحصل فوران داخل الانبوبة دلالة على حدوث عملية الاختزال ، ثم ينقل المعلق الى جهاز الطرد المركزي (3000 دورة / دقيقة) ولمدة 5 دقائق.
- 5- يجمع الراشح في دورق حجمي سعة 100 مل خلال ورق ترشيح Whatman No.42
- 6- تكرر العملية مرتين لضمان ازالة الحديد وعندها يأخذ الطين اللون الرمادي (اللون الطبيعي للطين) وفي كل مرة يجمع الراشح في نفس الدورق الحجمي ثم يكمل الى العلامة بمحلول سترات الصوديوم. يمكن استخدام هذا الراشح في تقدير الحديد في عينة التربة عند الحاجة.
- اصبحت عينة الطين داخل أنبوبة الطرد المركزي خالية تماما من المواد اللاصقة وتكون جاهزة للفرش على الشرائح الزجاجية ويجب الاحتفاظ بعينة الطين بحالتها الرطبة.

## الأشعة السينية X- Rays

هي نوع من الأشعة الكهرومغناطيسية لها طول موجي قصير ( $\lambda = 0.5 - 2.5 \text{ \AA}$ ) مقارنة مع الطول الموجي للضوء المرئي ( $\lambda = 3900 - 7700 \text{ \AA}$ ) حيث  $A = 10^{-3}$  ، الطول الموجي يتناسب عكسيا مع الطاقة ، فكلما كان الطول الموجي قصير كلما كانت كمية الطاقة عالية. من طبيعة الاشعة السينية انها لا تغير اتجاهها الا اذا اصطدمت بمادة صلبة حيث تنعكس وتسمى هذه الظاهرة بظاهرة الحيود (Diffraction) . الكاثود هو مصدر الالكترونات حيث يقوم بتوليد الالكترونات باستخدام التيار الكهربائي ، الطاقة الحرارية للكاثود تكون عالية لذلك يربط بوحدة تبريد. فرق الجهد الذي يتولد داخل الاشعة السينية يتراوح ما بين 50 - 30 كيلوفولت .

اكتشفت لأول مرة من قبل العالم الألماني (Wilhelm Rontgen, 1896) وليام رونتجن عام 1896 في جامعة فورتسبورغ، ونال عنها جائزة نوبل في الفيزياء في عام 1901. حيث قام العالم رونتجن بقذف شعاع الكتروني ذو طاقة حركة عالية خلال تعجيلها في فرق جهد كبير يصل إلى 30000 فولت في أنبوبة زجاجية مفرغة من الهواء. عند اصطدام الالكترونات المعجلة بزجاج الأنبوبة المفرغة لاحظ رونتجن توهج واضح على شاشة فوسفورية مثبتة على مسافة قصيرة من هذا التوهج استمر حتى حين وضع لوح خشبي بين الأنبوبة المفرغة والشاشة الفوسفورية. استنتج رونتجن ان هناك أشعة قوية تنبعث من هذه الأنبوبة وقد أطلق رونتجن على هذه الأشعة بأشعة (X) حيث أنه لم يكن يعلم بعد عن خصائصها. وفي ألمانيا يطلق عليها باسم (أشعة رونتجن).

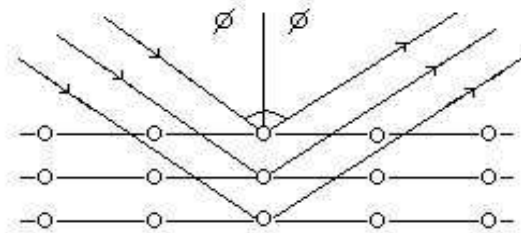
بعد دراسة طيف أشعة اكس وتحليله تبين أن له طول موجي أقصر من الطول الموجي للأشعة فوق البنفسجية وهذا يعني أن طاقتها أكبر. ولهذا السبب تستطيع أشعة اكس من اختراق جسم الإنسان ولكنها لا تخترق العظم ولهذا استخدمت في تصوير العظام حيث يوضع فيلم حساس لأشعة اكس خلف ساق شخص ما وتسلط أشعة اكس لفترة زمنية قصيرة على الجانب الآخر من الساق يمكن تصوير ظل أشعة اكس على الفيلم ورؤية صورة واضحة لشكل العظم.

### دراسة معادن الطين باستعمال الأشعة السينية:

تعد من الطرق الحديثة والمهمة في تشخيص نوعية وكمية معادن الطين السائدة في التربة وهذه الطريقة مبنية على أساس انكسار الأشعة السينية على أسطح ايونات البلورات وحسب قانون براغ

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

Bragg Low حيود الأشعة السينية الذي ينص على أن :



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

Where:

$\lambda$  : X – ray wavelength

d : distance between lattice planes

$\theta$  : angle of incidence with lattice plane

n : integer

**محددات قانون Bragg law**

- 1- زاوية الشعاع الساقط يجب ان تساوي زاوية الشعاع المنعكس
- 2- الشعاع المشتت يجب ان يكون متوافق مع نفس الطور لكي نحصل على شدة عالية
- 3- الزاوية ما بين الشعاع الساقط والمستوى الذري تسمى  $\theta$
- 4- الزاوية ما بين الشعاع الساقط والشعاع المنعكس تسمى  $2\theta$
- 5- يمكن الحصول على أعلى شدة عند الزاوية  $2\theta$  وتسمى زاوية Bragg

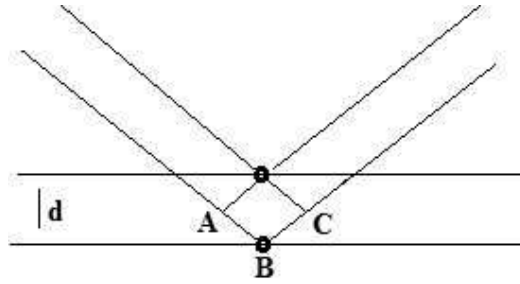
**اشتقاق قانون Bragg law**

$$\sin\theta = AB/d = BC/d$$

$$1/2\lambda = AB = BC = \sin\theta \times d$$

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

لو جمعنا  $\lambda = AB + BC$  طول موجة كامل



توجد معادن الطين على شكل بلورات ناعمة جدا واذا سلطنا أشعة سينية (X-ray) على معادن الطين نلاحظ أن لهذه الأشعة القدرة على اظهار ظاهرة الحيود diffraction (أي لها القدرة على الاختراق والانعكاس)، فان قسم من هذه الأشعة ينعكس عند اصطدامها بالذرات والقسم الاخر ينفذ او يخترق ويلقي ذرات أخرى وينعكس ايضا فتتولد انعكاسات بأطوال موجية مختلفة، فالاشعة من نوع ألفا  $\alpha$  هي الوحيدة القادرة على اظهار ظاهرة الحيود اما الاشعة من نوع  $\beta$  وكما  $\infty$  ليس لديها القدرة على اظهار ظاهرة الحيود.



**تحضير عينات التربة للفحص بالأشعة السينية :**

بعد اتمام معاملة الجزء الطيني بالمعاملات السابقة وهي أكسدة المادة العضوية واذابة كربونات الكالسيوم واكاسيد الحديد تمهيدا لفحصها بالأشعة السينية هناك معاملات يجب اجراؤها على عينة الطين وهي :

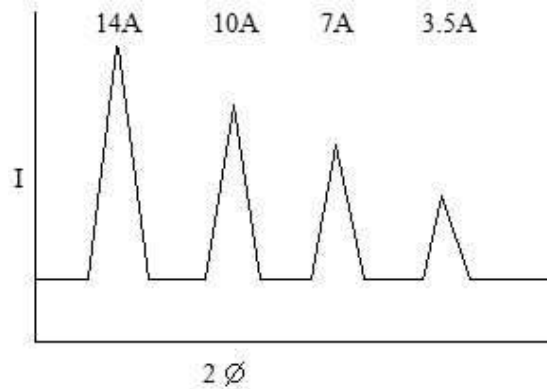
**اولا: معاملة التشبييع بالمغنسيوم مع التجفيف الهوائي**

الغاية من التشبييع بالمغنسيوم هو ان في هذه الظروف تكون العينة وكأنها في الحقل اي اقرب الى

الحالة الطبيعية Natural Soil Conditions

**طريقة العمل :**

- 1- خذ كمية مناسبة من عينة الطين المزال منها المواد اللاحمة في انبوبة اختبار حجم 50 مل.
  - 2- اضع الى العينة 30 مل من محلول كلوريد المغنسيوم 1N  $MgCl_2$  ثم رج لمدة 5 دقائق .
  - 3- ضع الانبوبة في جهاز الطرد المركزي على سرعة 5000 دورة /الدقيقة لمدة دقائق.
  - 4- تكرر العملية مرتين اضافيتين لضمان ازاحة جميع الكاتيونات ويبقى المغنسيوم فقط وللتخلص من الكلوريد نغسل بالاسيتون.
  - 5- ولغرض فرش عينة الطين ضع الشريحة على سطح مستوي وتكون هذه الشريحة مرقمة بالحفر على الوجه الثاني وافرش بهدوء مليلتر واحد من معلق الطين المشبع بالمغنسيوم على الشريحة وتعتمد كمية الاضافة على كثافة المعلق
  - 6- اترك الشريحة في المختبر مع مراعاة تغطية الشريحة لمنع تسرب الغبار والابخرة اليها حتى تجف هوائيا وعندها تكون العينة جاهزة للقراءة باستخدام الأشعة السينية X-ray.
- عند قراءة هذه الشريحة بالأشعة السينية فان اهم المعادن التي بالامكان ان تظهر في هذه المعاملة هي مجموعة معادن السمكتايت وتشمل معدن (المونتموريلونايت ، الفيرميكيولايت ، الكلورايت) ومجموعة معدن الايلايت ومعدن الكاولينايت والانعكاس الثانوي والثالث لـ 14 A وكما في الشكل التالي :



## حيث ان :

I: الشدة ، وتعتمد على 1- درجة تبلور المعدن 2- كمية المعدن  
2Ø: زاوية الانعكاس

اهم المجاميع التي تظهر في هذه انعكاسات هذه المعاملة:

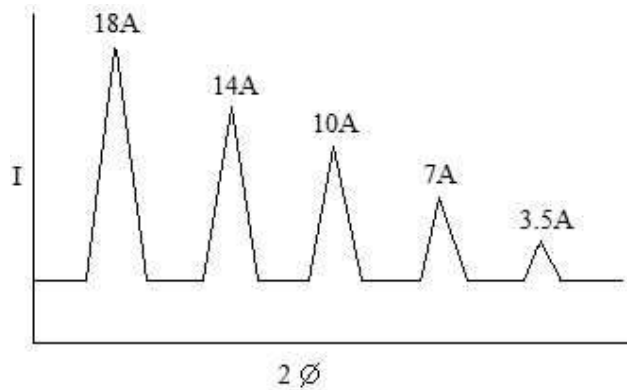
- عند A 14 هو اما معدن المونتموريلونايت أو الفيرميكيولايت أو الكلورايت
- عند A 10 معدن الايلايت اذ انه يظهر عند A 10 في جميع المعاملات وبشكل ثابت.
- عند A 7 هو اما الكاولينايت او انعكاس ثانوي Second Order لـ A 14
- عند A 3,5 هو انعكاس ثالث 3<sup>rd</sup> Order لـ A14

ثانيا : معاملة التشبيح بالمغنسيوم مع المعاملة بالاثيلين كلايكل

الغاية من استخدام الاثيلين كلايكل هو الكشف عن معدن المونتموريلونايت اذ ان الاثيلين كلايكل هو مركب عضوي حجم جزيئاته كبيرة ولها القدرة على الدخول بين جزيئات المعادن المتمددة مثل معدن المونتموريلونايت ويرفع سمك هذه المعادن من A 14 الى A 18 او A21. طريقة العمل :

1- نضع محلول الاثيلين كلايكل في اسفل المجفف disecater وتوضع نفس الشريحة (التي سبق قراءتها بجهاز الاشعة السينية) على الشبكة المعدنية الموجودة فيه ثم يعاد وضع غطاء المجفف.

2- ينقل المجفف مع محتوياته الى فرن على درجة حرارة 40-50 مئوية اذ يتبخر الاثيلين كلايكل ويصبح الجو داخل المجفف مشبع ببخار الاثيلين كلايكل وبعد 24 ساعة سوف تنتشع عينة الطين بالاثيلين كلايكل. عند قراءة هذه الشريحة بجهاز الاشعة السينية ولوحظ تمدد لـ A 14 الى A 18 دلالة على وجود معدن المونتموريلونايت فهو الوحيد الذي يتأثر بهذه المعاملة والعكس صحيح.



ولا يتاثر في هذه المعاملة (التشبيح بالمغنسيوم والاثيلين كلايكل) أي من معدن الكلورايت والفيرميكيولايت والايلايت والكاؤلينايت ، وتفسر انعكاسات الشكل أعلاه كما يلي :

- عند A 18 يعني وجود معدن المونتموريلوناييت.
- عند A 14 يعني وجود اما معدن الفيرميكيولايت او الكلورايت.
- عند A10 يعني وجود معدن الايلايت .
- عند A 7 يعني وجود معدن الكاؤلينايت او انعكاس ثانوي 2<sup>nd</sup> order لمعدن الفيرميكيولايت او معدن الكلورايت.

ملاحظة : عند A 14 هناك احتمالين (اما معدن الفيرميكيولايت او الكلورايت) ، ومن اجل وضع حدا فاصلا لهذه الاشكال سوف نلجأ الى معاملات اخرى لاحقة.

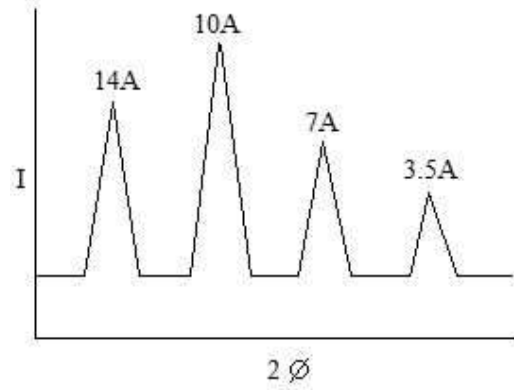
### ثالثا: معاملة التشبيح بالبوتاسيوم مع التجفيف الهوائي

الغاية من التشبيح بالبوتاسيوم هو الكشف عن معدن الفيرميكيولايت اذ انه في حالة وجود الفيرميكيولايت سوف يحصل تقلص في الـ A 14 واستطالة في الـ A 10.

### طريقة العمل :

- 1- ضع كمية من معلق الطين المزال منه المواد اللاصقة في انبوبة اختبار سعة 50 مل.
- 2- اضع الى معلق الطين 30 مل من محلول كلوريد البوتاسيوم 1N KCl ثم رج لمدة 5 دقائق
- 3- ضع الانبوبة في جهاز الطرد المركزي على سرعة 5000 دورة /دقيقة لمدة 5 دقائق.
- 4- تكرر العملية مرتين اضافيتين حتى تنتشبع العينة بالبوتاسيوم.

ضع الشريحة الزجاجية المرقمة على سطح مستوي وافرش عليها 1 مل من معلق الطين المشبع بالبوتاسيوم ( مع مراعاة نفس ظروف الشرائح المشبعة بالمغنسيوم ) وبعد جفافها تكون الشريحة جاهزة للفحص بجهاز الاشعة السينية . وفي هذه المعاملة اذا حدث تقلص في A 14 واستطالة في A 10 دلالة على وجود الفيرميكيولايت وتحوله الى معدن الايلايت وعند عدم حدوث التغير عن الشكل السابق دلالة على عدم وجود معدن الفيرميكيولايت.



- في حالة تقلص الـ A 14 واستطالة الـ 10 دلالة على وجود معدن الفيرميكيولايت وتحوله الى معدن الـ الايلايت . اما اذا لم يحدث هذا التغير دلالة على عدم وجود معدن الفيرميكيولايت .
- عند الـ A 14 هو معدن الكلورايت فهو لا يتأثر بالحرارة او الرطوبة ويبقى في كل الظروف عند A 14.
- عند الـ A 10 دلالة على وجود معدن الايلايت وفي حالة استطالته دلالة على تحول معدن الفيرميكيولايت الى معدن الايلايت (معدن الايلايت ثابت عند A 10).
- عند الـ A 7 يحتمل وجود معدن الكاولينايت أو الانعكاس الثانوي Second Order لمعدن الفيرميكيولايت أو الكلورايت.

#### رابعاً : معاملة التشبيح بالبوتاسيوم والتسخين على درجة حرارة 350 مئوية

الغاية من هذه المعاملة هو لتعزيز الكشف عن معدن الفيرميكيولايت فعند تسخين الشريحة المشبعة بالبوتاسيوم على درجة حرارة 350 مئوية فعند تقلص الـ A 14 واستطالة الـ A 10 يعني وجود معدن الفيرميكيولايت. اما المتبقي عند الـ A 14 هو معدن الكلورايت فهو لا يتأثر بكافة المعاملات.

#### خامساً : معاملة التشبيح بالبوتاسيوم والتسخين على درجة حرارة 550 مئوية

الغاية من هذه المعاملة هو الكشف عن معدن الكاولينايت فعند تسخين الشريحة المشبعة بالبوتاسيوم على درجة حرارة 550 مئوية سوف يتهدم البناء البلوري لهذا المعدن وبالتالي سيختفي ولا يظهر انعكاس للاشعة السينية عند A 7 مما يدل على وجود معدن الكاولينايت . اما في حالة ظهور الانعكاس عند A 7 يعني عدم وجود معدن الكاولينايت وان هذا الانعكاس يشير الى وجود انعكاس ثانوي Second Order لمعدن الفيرميكيولايت او الكلورايت.

## انواع العينات:

### 1- عينة منتظمة Oriented Specimen

عند فرش معلق الطين بصورة منتظمة على الشرائح الزجاجية ذات السطح المستوي تكون البلورات مفروشة بصورة منتظمة وعندها تسقط الاشعة السينية على اكبر مساحة من الشريحة وتظهر الانعكاسات بصورة واضحة ومنتظمة.

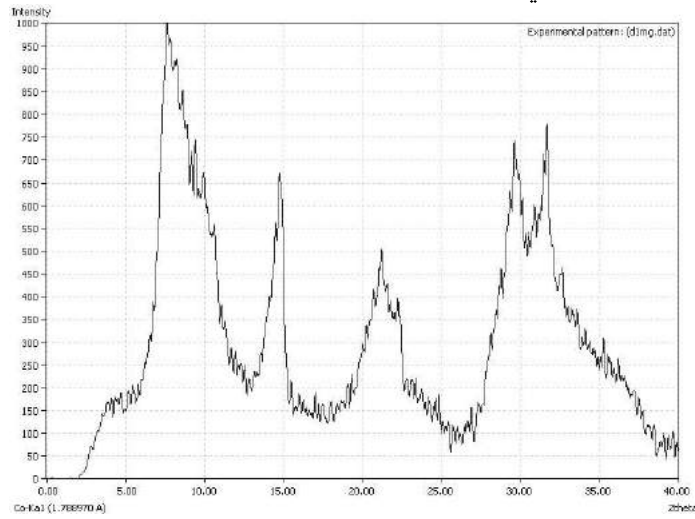
### 2- عينة غير منتظمة Powder Diffraction Specimen

عند وضع تربة بصورة مسحوق Powder اي بحالتها الطبيعية دون عمل معلق طيني توضع في حفرة موجودة على الشريحة الزجاجية وعندما تسلط عليها الاشعة السينية تكون الانعكاسات غير منتظمة وبعده حالات.

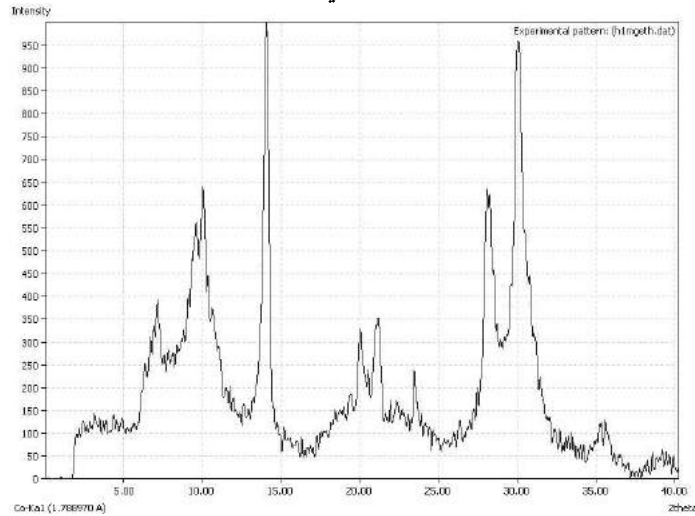


الشكل أعلاه لجهاز الاشعة السينية

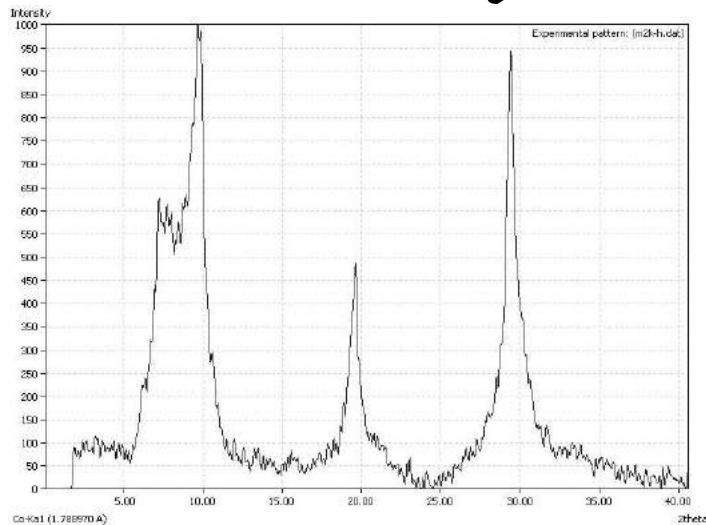
بعض الامثلة للأشعة السينية التي اجريت على بعض العينات:



تجفيف هوائي - زاخو



التشبيع بالاثيلين كلايكون - الحمدانية



التسخين بالحرارة 550 – مخمور

## نموذج لبيانات اخذت لعينة من الجهاز ، حيث يحسب قيمة d من قيمة 2 theta مباشرة

Match! message

Page 1 of 4

### Match! Phase Analysis Report

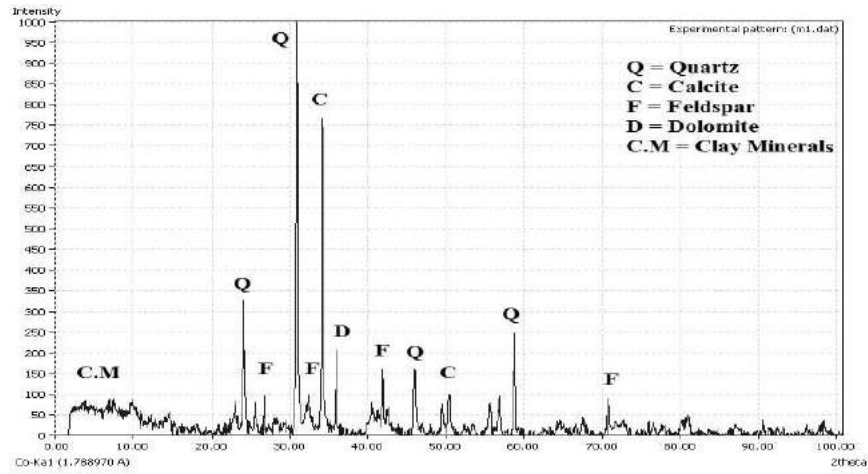
Sample: a1k-h

<b>Sample Data</b>	
Filename	a1k-h.dat
File path	d:\misafir\musul_university\professor adil\heated\
Data collected	03/06/2010 14:08:35
Data range	-5.324° to 116.475°
Number of points	4096
Step size	0.030
Alpha2 subtracted	No
Background subtr.	Yes
Data smoothed	Yes
2theta correction	0.02°
Radiation	Co-Ka1
Wavelength	1.788970 Å

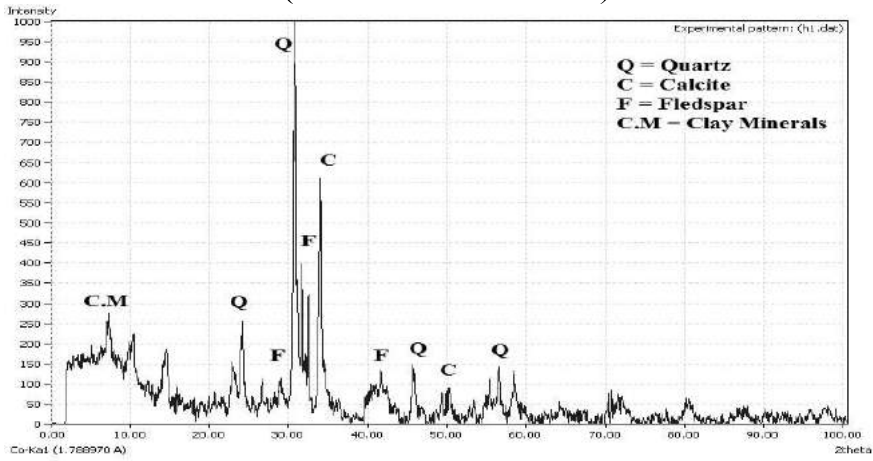
#### Peak List

No.	2theta [°]	d [Å]	I/I0	FWHM
1	1.97	52.0823	265.16	0.3000
2	2.24	45.7712	308.88	0.3000
3	2.44	42.0823	313.77	0.3000
4	3.06	33.5168	347.81	0.3000
5	3.20	32.0672	351.70	0.3000
6	3.42	29.9623	351.58	0.3000
7	3.85	26.6104	369.59	0.3000
8	4.02	25.5090	345.55	0.3000
9	4.36	23.4918	395.83	0.3000
10	4.94	20.7748	592.94	0.3000
11	5.18	19.8006	597.55	0.3000
12	5.51	18.6089	524.69	0.3000
13	5.67	18.0743	527.10	0.3000
14	5.86	17.5131	492.60	0.3000
15	6.00	17.0944	481.96	0.3000
16	6.40	16.0142	502.32	0.3000
17	6.99	14.6700	531.07	0.3000
18	7.21	14.2174	620.39	0.3000
19	7.46	13.7424	551.70	0.3000
20	7.87	13.0284	448.46	0.3000
21	8.17	12.5589	427.15	0.3000
22	8.39	12.2335	410.47	0.3000
23	8.64	11.8695	426.50	0.3000
24	8.84	11.6068	396.52	0.3000
25	9.09	11.2936	416.26	0.3000
26	9.32	11.0049	411.78	0.3000
27	9.54	10.7556	430.90	0.3000
28	9.79	10.4775	438.45	0.3000
29	10.38	9.8885	248.18	0.3000
30	10.61	9.6723	212.32	0.3000
31	10.82	9.4646	173.35	0.3000
32	11.06	9.2819	175.86	0.3000
33	11.23	9.1440	131.76	0.3000
34	11.43	8.9813	132.57	0.3000
35	11.60	8.8499	137.84	0.3000
36	11.77	8.7240	111.94	0.3000
37	12.00	8.5557	104.14	0.3000
38	12.24	8.3930	110.13	0.3000
39	12.50	8.2150	123.55	0.3000
40	12.72	8.0742	123.80	0.3000
41	12.89	7.9686	92.14	0.3000
42	13.10	7.8394	101.01	0.3000
43	13.73	7.4825	97.00	0.3000
44	14.00	7.3378	98.76	0.3000
45	14.34	7.1885	95.74	0.3000
46	14.71	6.9851	50.78	0.3000
47	15.01	6.8487	120.37	0.3000
48	15.44	6.6569	57.50	0.3000
49	15.77	6.5213	58.57	0.3000
50	16.03	6.4157	61.17	0.3000
51	16.27	6.3204	52.81	0.3000
52	16.43	6.2596	43.58	0.3000
53	16.67	6.1698	41.37	0.3000
54	16.90	6.0870	38.37	0.3000
55	17.59	5.8511	59.68	0.3000
56	17.77	5.7918	52.90	0.3000
57	18.00	5.7188	80.61	0.3000
58	18.38	5.6002	64.66	0.3000
59	18.68	5.5105	85.20	0.3000
60	18.96	5.4313	58.88	0.3000
61	19.39	5.3123	141.72	0.3000
62	19.63	5.2473	206.90	0.3000

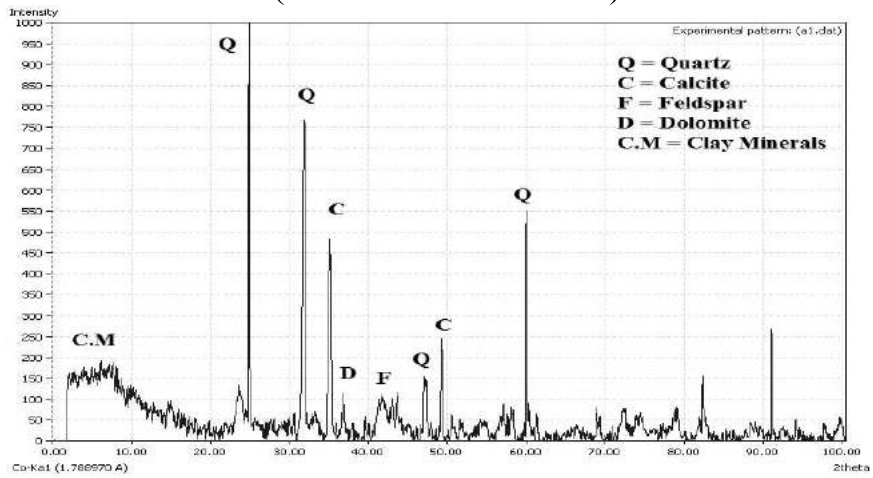
file://C:\Documents and Settings\ine\Local Settings\Temp\Match\match\_temp\_htmlfile.... 6/3/2010



(عينة سطحية لمنطقة مخمور)



(عينة سطحية لمنطقة الحمدانية)



(عينة سطحية لمنطقة القوش)  
(نماذج الاشعة السينية لتحليل نماذج من التربة)



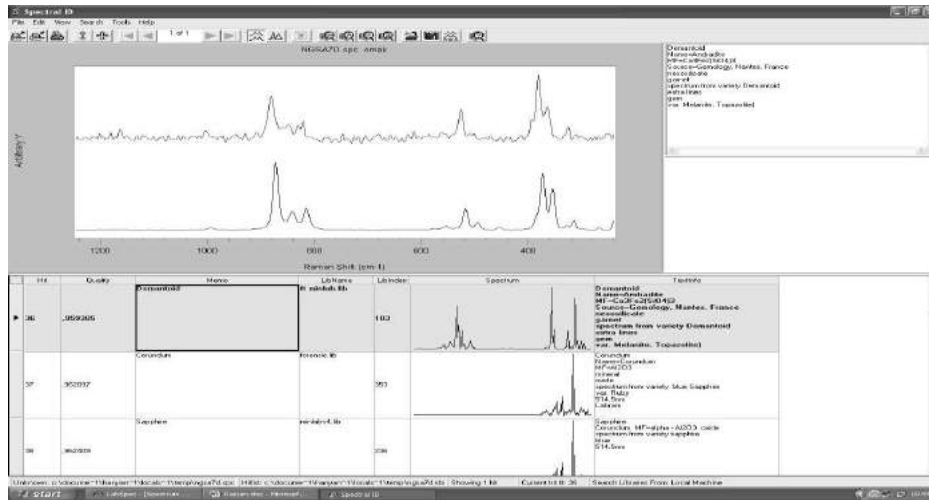
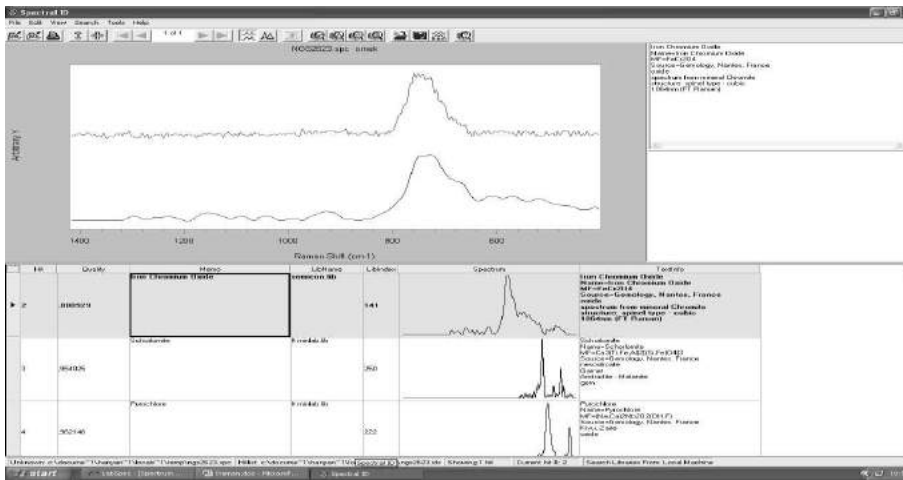
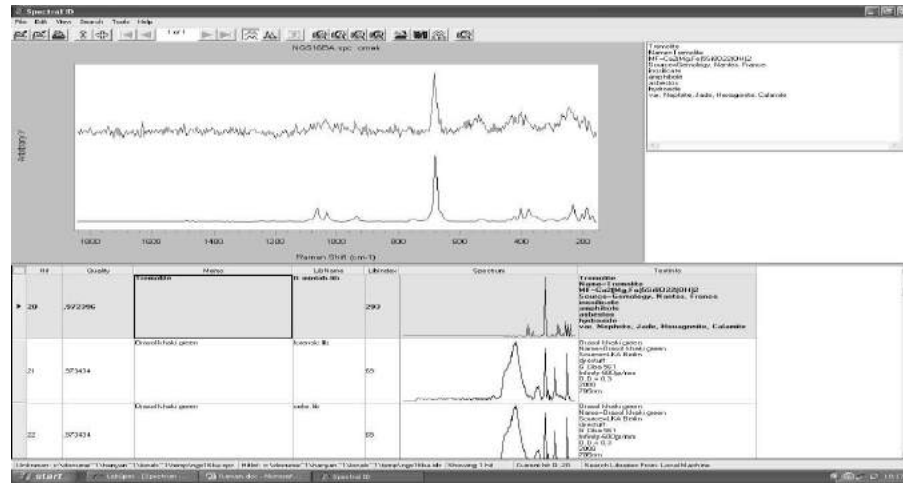
**معادن الرمل :****فصل المعادن الخفيفة والثقيلة**

بعد فصل الرمل بعمليات الرج والسكب والتجفيف على درجة 105 مئوية لمد 24 ساعة ، يمكن الحصول على الرمل بحجميه الخشن والناعم ، وفضل حجم للرمل للفحص بالمجهر الضوئي يتراوح بين 53 – 10 مايكرون لذا ينخل الرمل المجفف باستخدام منخل حجم فتحاته 100 مايكرون ، وفصل الرمل الخشن عن الرمل الناعم يستخدم محلول البرورموفورم Bromofrm (كثافته 3,9 غم/سم<sup>3</sup>) له القدرة على فصل الرمل الخشن عن الرمل الناعم وكما يلي:

- يوضع محلول البروموفورم داخل قمع الفصل Separation Funnel ثم يضاف الرمل فالجزء الذي يطفو في الاعلى هو الرمل الناعم اما الرمل الخشن فيترسب في أسفل قمع الفصل.
- يوضع بيكر أسفل فتحة القمع ثم نفتح الصنبور فعند اكتمال خروج البروموفورم مع الرمل الخشن يغلق الصنبور . اما البرورموفورم في وسط قمع الفصل فيحتوي على حبيبات رمل متوسطة الحجم ويهمل هذا الجزء من الرمل.
- يوضع بيكر اخر أسفل فتحة القمع ويستقبل البروموفورم مع الرمل الناعم.
- بعد ترشيح النوعين من الرمل (الناعم والخشن) يتم الغسل بالماء المقطر والاسيتون والتجفيف على درجة حرارة 105 مئوية وعندها يصبح الرمل الخشن والرمل الناعم جاهزين للفرش على الشرائح الزجاجية وكما يلي:
- نأخذ شريحة زجاجية مغسولة ومجففة ويكتب بالحفر على الوجه الثاني لها حرف H للرمل الخشن وحرف h على شريحة مماثلة للرمل الناعم ويوضع على كل منها مادة كندا بلسم (مادة صمغية مشابهة لزيت الخروع)
- تفرش حبيبات الرمل الخشن او الناعم كل على شريحته الخاصة ويجب ان تحتوي الشريحة الواحدة على 300 حبيبة رمل على الاقل حتى تكون ممثلة بشكل كامل للنموذج ثم يوضع عليها غطاء الشريحة Cover Slide
- تترك الشريحة الزجاجية لمدة اسبوع حتى تجف وتصبح جاهزة للفحص بالمجهر الضوئي وفيه نلاحظ بلورات مختلفة الالوان والاحجام.



(نماذج لصور حبيبات الرمل في جهاز الرامان)



(مطابقة النموذج تحت المجهر مع المعدن المقارب له)



(الشكل أعلاه لجهاز الرامان لفحص حبيبات الرمل تحت المجهر)

## قياس الشحنات السطحية لمفصول الطين Determination of Surface Charges For Clay Fraction

تقسم الشحنات السطحية في التربة الى :

- 1- **الشحنة الدائمة** : غالبا ما تكون سالبة وتنشأ نتيجة لعملية الاحلال المتماثل في معادن الطين وتكون موزعة بشكل منتظم وهذه الشحنة ثابتة في مدى pH بين 2,5 الى 10.
- 2- **الشحنة السالبة المعتمدة على درجة تفاعل التربة** : وهذه متغيرة وتنشأ نتيجة لتأين مجموعة الهيدروكسيل المرتبطة بالسيليكون وتأين المجاميع الفعالة المرتبطة بالمادة العضوية مثل الكربوكسيل وتتركز هذه الشحنات في الحواف والزوايا المتكسرة
- 3- **الشحنة الموجبة المعتمدة على درجة تفاعل التربة** : تنشأ نتيجة لاكتساب مجموعة الهيدروكسيل في طبقة الاوكتايدرا بروتونا وبالتالي تحمل شحنة موجبة، وفي المادة العضوية تكتسب مجاميع النتروجين بروتونا وتصبح موجبة الشحنة.

**قياس الشحنات المتغيرة (المعتمدة على الـ pH) باستخدام منحنيات التسحيح المقدره بالجهد الكهربائي :**

**مبدأ الطريقة:**

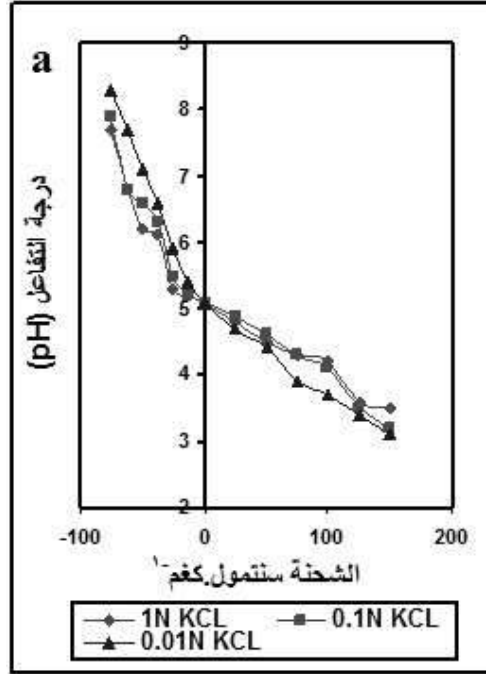
تقاس الشحنات المتغيرة والمعتمدة على الـ pH لمفصول الطين الخالي من الكربونات باستخدام منحنيات التسحيح وذلك من خلال اضافة كميات متزايدة من حامض الهيدروكلوريك (0,1 مولاري) وهيدروكسيد الصوديوم (0,1 مولاري) الى معلق الطين وباستخدام ثلاث تراكيز من المحلول الالكتروليتي كلوريد البوتاسيوم KCl ويتم احتساب كمية الشحنات الموجبة والسالبة من خلال احتساب كمية ايونات الهيدروجين H<sup>+</sup> والهيدروكسيل OH<sup>-</sup> الممتزة عند قيم pH المختلفة، وعند تساوي كمية H<sup>+</sup> مع كمية OH<sup>-</sup> الممتزة يكون صافي الشحنات السطحية يساوي صفرا وتسمى هذه النقطة بنقطة التعادل الكهربائية (ZPC) Zero Point Charge وهذه تظهر عند تقاطع منحنيات التسحيح مع بعضها في نقطة محددة.

**المحاليل المستخدمة:**

- 1- محاليل كلوريد البوتاسيوم  $KCl$  ( $0.01 M$ ,  $0.1 M$ ,  $1M$ ) : أذب المقادير ( , 0.74 , 74 , 7.4 ) غم من ملح  $KCl$  النقي والمجفف على درجة حرارة 60 م ولمدة ساعة واحدة في الماء المقطر في دوارق حجمية سعة لتر وأكمل الى العلامة بالماء المقطر، ستعطي محاليل كلوريد البوتاسيوم بتركيز ( $0.01 M$ ,  $0.1 M$ ,  $1M$ ) على التوالي:
- 2- حامض الهيدروكلوريك  $HCl$  ( $0.1M$ ) : خفف 8.28 مل من حامض الهيدروكلوريك المركز بالماء المقطر واكمل الحجم الى لتر.
- 3- محلول  $NaOH$  ( $0.1M$ ) : أذب 4 غم من ملح  $NaOH$  النقي المجفف على درجة حرارة 105 م ولمدة ساعتين في الماء المقطر وأكمل الحجم الى لتر.

**خطوات العمل:**

- 1- حضر ثلاث مجاميع من البيكرات (أ ، ب ، ج) حجم 50 مل ، كل منها تتألف من 9 بيكرات ، ضع 2 غم من الطين في كل بيكر وللمجموعات الثلاثة
- 2- أضف الى كل بيكر 10 مل من محاليل كلوريد البوتاسيوم بالتركيز ( , 0.01 M , 0.1 M , 1M) وللمجموعات الثلاثة (أ ، ب ، ج) على التوالي.
- 3- أضف كميات متزايدة من حامض  $HCl$  ( $0.1M$ ) (2 ، 4 ، 6 ، 8مل) الى يسار كل مجموعة وكميات متزايدة من  $NaOH$  ( $0.1M$ ) (2 ، 4 ، 6 ، 8مل) الى يمين المجموعة وبيقي البيكر الوسطي (الخامس) دون اضافة الحامض او القاعدة.
- 4- أضف الماء المقطر الى كل بيكر ليصبح الحجم الكلي للمعلق 30 مل.
- 5- رج المحتويات لمدة 15 دقيقة ، ثم تترك المعلقات لمدة اربعة ايام مع الرج المستمر وبشكل دوري حتى تصل الى حالة الاتزان.
- 6- قس الـ pH للمعلق في كل بيكر على اساس كمية  $H$  (pH) و  $OH$  (pOH) للتركيز الالكتروليتية الاربعة.
- 7- ضع قراءات الـ pH مع تركيز الحامض والقاعدة المضافة للمجموعات الاربعة في رسم بياني واحد يبين العلاقة بين قيم الـ pH وكميات الحامض أو القاعدة المضافة. المحور الرأسي يمثل قيم الـ pH في المستخلصات ، أما المحور الافقي فيمثل كمية الحامض أو القاعدة المضافة. فتحصل على منحنى يسمى منحنى التسحيح. عند تقاطع منحنيات عينات الطين وهذه النقطة تمثل نقطة التعادل الكهربائي (ZPC) للمعلق



أظهرت نتائج الدراسات بأنه وعلى حسب موقع نقطة التعادل الكهربائية (ZPC) فإنه يمكن تقسيم منحنيات التسحيح إلى ثلاث مجاميع:

- المجموعة الأولى: تتقاطع منحنياتها الثلاثة في نقطة محددة
- المجموعة الثانية: تتقاطع فيها اثنين من منحنيات التسحيح في نقطة محددة
- المجموعة الثالثة: لا تتقاطع أي من منحنياتها الثلاثة مع بعض حيث تكون منحنيات هذه المجموعة مشتتة.

إن سبب هذا التباين في منحنيات التسحيح لتحديد موقع نقطة التعادل الكهربائية يعود بصورة جزئية إلى وجود الأكاسيد ونسب مختلفة إضافة إلى احتمال وجود كميات قليلة ومتبقية من كاربونات الكالسيوم والتي لم يتم إزالتها بصورة كاملة باستخدام خلاص الصوديوم. إضافة إلى التركيب المعدني ووجود المواد غير المتبلورة وجميع هذه الأسباب قد ينتج عنها عدم انتظام في الطبقة الكهربائية المزدوجة (Electrical Double Layer) مما يتسبب في عدم انتظام هذه المنحنيات.

#### الحسابات:

يتم حساب الشحنات بوحدة سنتمول/كغم طين

عدد المليمكافئات = حجم الحامض أو القاعدة × العيارية  
الشحنات = عدد المليمكافئات / 2 غم طين  
نعمل نسبة وتناسب لكي ننسب إلى الوزن إلى 100 غم طين

سوف تظهر النتيجة بوحدة مليمكافئ / 100 غم طين  
وهي نفسها = سنتمول/كغم طين.

## قياس الشحنات السالبة الدائمة على سطوح الطين

**Determination of Permanent Negative Charge on Clay**

يتم تقدير الشحنات السالبة الدائمة على سطوح الطين باستخدام طريقة امتزاز كلوريد الليثيوم، حيث يمثل الليثيوم الممتز كمية الشحنات السالبة الدائمة على سطوح الطين، أما الكلوريد الممتز فيمثل الشحنات الموجبة.

**طريقة العمل :**

- 1- حضر ست مجاميع من محلول (1 مولاري) من كلوريد الليثيوم (LiCl) مع ضبط الحموضة لهذه المجاميع عند ستة مستويات من الـ (pH) (3,4,5,6,7,8) باستخدام حامض الهيدروكلوريك (HCl) أو هيدروكسيد الصوديوم (NaOH).
- 2- تشبع عينات الطين بكلوريد الليثيوم وعند درجات الـ (pH) المحددة من خلال استخدام ستة أنابيب اختبار زجاجية حجم (50 مل) وضع في كل انبوبة (1 غم) من الطين لكل انبوبة ثم أضيف (20 مل) من كلوريد الليثيوم (1 مولاري) عند درجات الـ pH من 3 الى 8 مع الرج لمدة عشر دقائق ثم الطرد المركزي على سرعة (3000 دورة / دقيقة) لمدة خمس دقائق .
- 3- تكرر عملية التشبيع ثلاث مرات لضمان إزاحة جميع الايونات الأخرى من مواقع التبادل وإحلالها بأيونات الليثيوم والكلوريد مع ملاحظة ثباتية الـ (pH) المحدد عند كل مرحلة من مراحل التشبيع.
- 4- يتم التخلص من كلوريد الليثيوم الفائض بعد كل عملية تشبيع وذلك بغسل العينات المشبعة باستخدام الايثانول 96% لمرة واحدة ثم الغسل عدة مرات بمحلول (1:1) ايثانول إلى الماء وذلك لضمان التخلص من الليثيوم والكلوريد الزائد وعند هذه المرحلة تكون مواقع الشحنات مشبعة بأيونات الليثيوم والكلوريد فقط.
- 5- يتم إزاحة الليثيوم Li والكلوريد Cl من مواقع التبادل باستخدام محلول (1مولاري) من خلات الامونيوم ( $CH_3COONH_4$ ) وذلك بغسل عينات الطين ثلاث مرات باستخدام (30 مل) من خلات الامونيوم لكل عينة مع الرج لمدة عشر دقائق مع التأكد من ثبات الـ (pH) عند القيم المطلوبة ويتم استخدام جهاز الطرد المركزي على سرعة (3000 دورة / دقيقة) لمدة خمس دقائق ويجمع الراشح في دوارق معيارية (حجم 100 مل).
- 6- يتم قياس الليثيوم في الراشح باستخدام جهاز Flame photometer نوع Shewood موديل 410 ،



7- أما الكلوريد فيتم تقدير كميته بالتسحيح مع محلول (0,025) مولاري من نترات الفضة باستخدام دليل كرومات البوتاسيوم وحسبت كمية الشحنات السالبة والموجبة على أساس كمية الليثيوم والكلوريد الممتزة على مواقع التبادل بوحدة السنتمول.كغم<sup>-1</sup> ويتم رسم منحنيات تمثل علاقة الشحنات السالبة والموجبة مع قيم الـ (pH) حيث تعبر كمية الليثيوم الممتز عن كمية الشحنات السالبة الدائمة بينما كمية الكلوريد الممتز الشحنات الموجبة.

