

تحضير المركب سيليكات الكالسيوم CaSiO₃ بطريقة الترسيب المشترك

نغم فاخوري*، إبراهيم أسعد اسماعيل**

ملخص البحث

تم في هذا البحث تحضير الجملة (CaSiO₃) بطريقة الترسيب المشترك وذلك انطلاقاً من أملاح كلوريد الكالسيوم CaCl₂ وكلوريد السيليكون SiCl₄ في وسط قلوي من هيدروكسيد الصوديوم NaOH، حيث تم مزج الهيدروكسيدين المتشكّلين. تم فصل الراسب بالترشيح وجفف عند الدرجة (105 °C) ثم رمد عند درجات حرارة مختلفة تراوحت بين (500-1100 °C). تم تحليل العينات الناتجة باستخدام تقنية التحليل الحراري التفاضلي (DTA) ومطيافية انعراج الأشعة السينية (XRD) بالإضافة لمطيافية الأشعة تحت الحمراء (FT-IR). تبين من خلال الدراسة مايلي:

يتشكل مركب سيليكات الكالسيوم عند درجة حرارة (720 °C) وفق النمط البلوري ثلاثي الميل ويبقى ثابت حرارياً حتى الدرجة (1100 °C).

كلمات مفتاحية: ترسيب مشترك، سيليكات الكالسيوم، CaSiO₃، أكسيد مختلط.

(* طالب دكتوراه في الكيمياء اللاعضوية - قسم الكيمياء - كلية العلوم - جامعة البعث - حمص - سوريا.

(**) أستاذ الكيمياء اللاعضوية في قسم الكيمياء - كلية العلوم - جامعة البعث - حمص - سوريا.

Preparing of Calcium silicate CaSiO_3 by coprecipitation method Nagham Fakhouri*, Ibraheem Ismaeel**

Abstract

In this paper, the mixed oxide CaSiO_3 was synthesized by coprecipitation method from calcium chloride (CaCl_2) and silicon tetra chloride (SiCl_4), in basic medium of NaOH.

The formed precipitation was separated by filtration, and dried at (105 °C), and incinerated at different temperatures ranged between (500-1100 °C). The obtained samples were analyzed using X-ray diffraction (XRD), (DTA) and (IR). The obtained results shows:

The mixed oxide CaSiO_3 formed at (720 °C) by triclinic crystal phase, and still thermally stable until (1000 °C).

Keywords:co-precipitation method, Calcium silicate, CaSiO_3 , mixed oxide.

*) PHD student, Department of chemistry-Faculty of science-Al-baath university Homs-Syria.

***) professor of inorganic chemistry, Department of chemistry-Faculty of science-Al-baath university Homs-Syria.

1- مقدمة:

تعد الأكاسيد المعدنية عنصراً هاماً في مختلف تطبيقات الحياة اليومية وخاصة التطبيقات الالكترونية القائمة في أساسها على الموصلات والموصلات الفائقة إضافة للحساسات والمستشعرات. ومع الحاجة المستديمة لتطور الأجهزة فقد دعت الحاجة الى تطوير أكاسيد مختلطة تتألف من أكسيدين أو أكثر وقد أظهرت هذه الأكاسيد ميزات فريدة تفوق الميزات الخاصة بكل أكسيد لوحده. فقد استخدمت في صناعة الدارات الالكترونية الدقيقة والحساسات الغازية والضوئية وخلايا الوقود، إضافة لمواد الطلاء والحماية من التآكل والعوامل الخارجية[1].

عرفت الأكاسيد المختلطة منذ القدم وتم استخدامها بشكل واسع منذ بداية العام 1800 بعد الميلاد في الصناعات الخزفية والفخارية، وذلك لما تمتعت به من ثبات في اللون ومقاومة الحرارة. حيث تستخدم في هذه الصناعات أفران تصل لدرجات حرارة مرتفعة جداً، ومعظم المواد الكيميائية والملونات الطبيعية تتخرب في ذلك المجال. واكثر المعادن استخداماً هي المعادن الانتقالية ويتلون الاكسيد المختلط تبعاً للمعدن المستخدم وطريقة التحضير والبنية الناتجة. وجميع الأكاسيد المختلطة تحضر بعملية التكليل لمزيج من الاملاح المعدنية أو أكاسيدها ضمن مجال من درجات الحرارة يتراوح بين (300 °C- 1300 °C). وهذه المعالجة هي السبب الرئيسي وراء الثبات الكبير للبنية وعدم تأثرها بالعوامل المختلفة (حموض أو أسس) إضافة الى الثبات الكيميائي والحراري[2].

وتعد أكاسيد السيليكات من أكثر المواد انتشاراً على سطح الأرض وتتميز بثبات كيميائي كبير إضافة لشفافية عالية جعلت منها مركز اهتمام الكثير من الابحاث والصناعات مثل صناعة الزجاج والكوارتز والخلايا الضوئية والحساسات الضوئية والغازية وغيرها من التطبيقات إضافة لصناعة معالجات الأجهزة الالكترونية الدقيقة وداراتها التكاملية والمعروفة باسم (IC).

ومما يزيد أهمية هذه المركبات السيليكاتية دخولها في تركيب الكثير من الأحجار الكريمة الطبيعية بل انها المكون الأساسي فيها ويبين الجدول التالي بعض الأحجار الكريمة وتركيبها الكيميائي [3]:

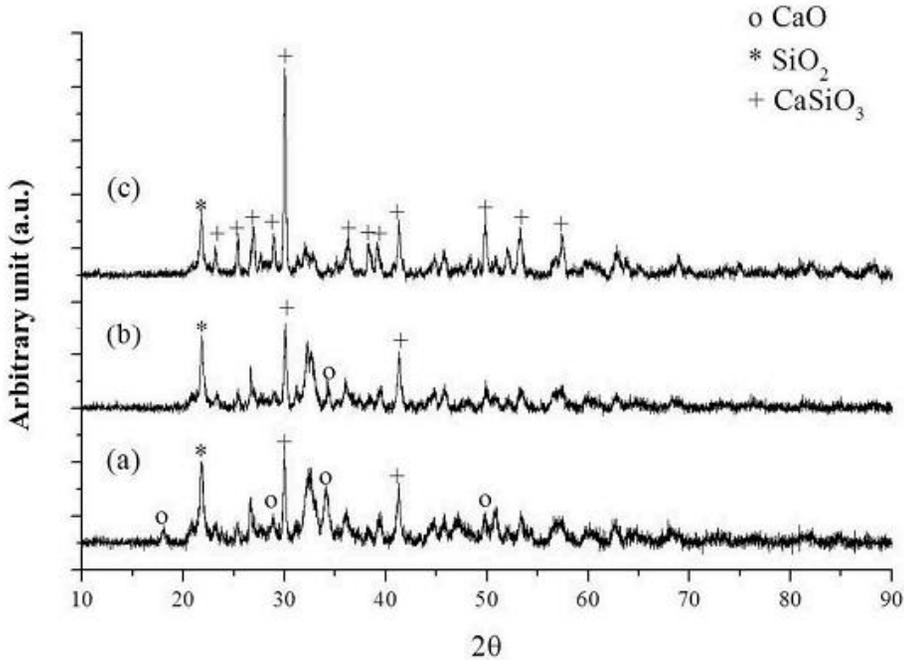
الجدول (1) التركيب الكيميائي لبعض الأحجار الكريمة والفلزات الموجودة في الطبيعة

التركيب الكيميائي	الحجر الكريم	التركيب الكيميائي	الحجر الكريم
KAlSi_3O_8	Feldspar	Al_2SiO_5	Andalusite
$\text{Mg}_3\text{Al}_2\text{Si}_3\text{O}_{12}$	Pyrope	$\text{Be}_3\text{Al}_2\text{Si}_6\text{O}_{18}$	Beryl
$\text{Fe}_3\text{Al}_2\text{Si}_3\text{O}_{12}$	Almandine	CaTiSiO_5	Sphene
$\text{Mn}_3\text{Al}_2\text{Si}_3\text{O}_{12}$	Spessartine	$\text{MgCaSi}_2\text{O}_6$	Diopside
$\text{NaAlSi}_2\text{O}_6$	Jadeite	$\text{Ca}_3\text{Al}_2\text{Si}_3\text{O}_{12}$	Grossular
Al_2SiO_5	Kyanite	$\text{Ca}_3\text{Fe}_2\text{Si}_3\text{O}_{12}$	Andradite
MnSiO_3	Rhodonite	$\text{Ca}_3\text{Cr}_2\text{Si}_3\text{O}_{12}$	Uvarovite
$\text{LiAlSi}_2\text{O}_6$	Spodumene	ZrSiO_4	Zircon

تستخدم سيليكات الكالسيوم بشكل كبير في صناعة الزجاج المقسى والسيراميك والزجاج المقاوم للصدمات وزجاج السيارات غير القابل للكسر وقد اهتم الباحثون بتحضيرها بطرائق مختلفة، فقد تم تحضيرها بطريقة الاصطناع الصلب انطلاقاً من كربونات الكالسيوم والتي تم الحصول عليها من أصداف الحلزونات والتي تتكون من (90%) من كربونات الكالسيوم. حيث جمعت الأصداف وغسلت وجففت ثم طحنت ونخلت لتشكيل مسحوق ناعم يرمد عند درجة حرارة (800°C) لمدة ساعتين. أما بالنسبة للسيليكا فقد تم استخدام رماد قشور الأرز الذي يتكون من (80%) سيليكا (SiO_2) والمجفف لمدة (24 hr) عند درجة حرارة (100°C).

ثم يجمع مزيج المادتين السابقتين بنسبة وزنية (1:1) وتوضع في المطحنة الكروية ويستمر الطحن والتحرك لمدة (8 hr). بعدها يبرد المزيج عند درجات حرارة (800-1000 °C) لمدة ساعتين.

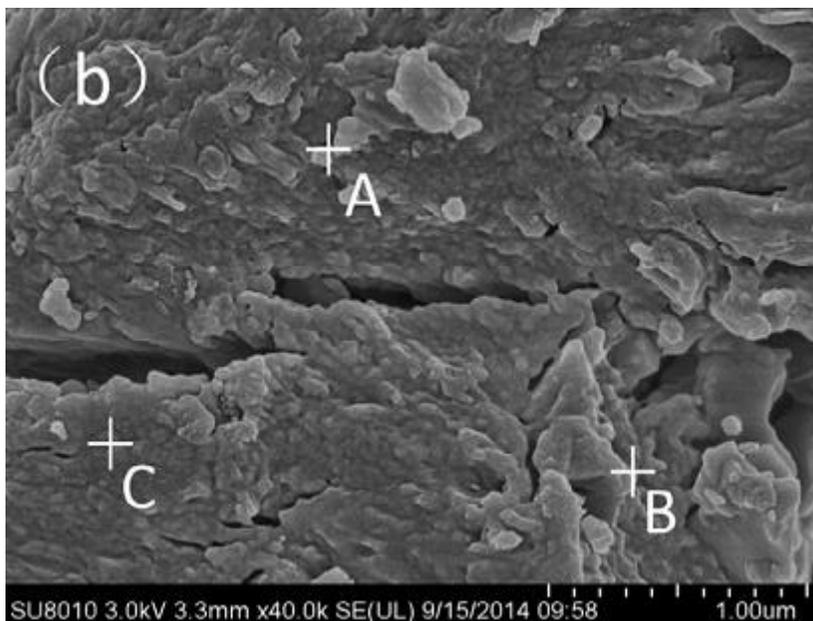
تم توصيف المركب الناتج سيليكات الكالسيوم باستخدام تقنيات (XRD, IR) وبيين الشكل التالي مخطط (XRD) للعينات المرمدة عند درجات الحرارة المختلفة [4]:



الشكل (1) مخطط XRD لسيليكات الكالسيوم المرمدة عند درجات حرارة مختلفة 800 (a) °C, (b) 900 °C, (c) 1000 °C

وكذلك تم تحضير سيليكات الكالسيوم من خلال استخدام قشور بيض الدجاج كمصدر للكالسيوم حيث تتألف بشكل رئيسي من كربونات الكالسيوم. أخذت قشور البيض وغسلت بالماء لازالة المواد العضوية المتبقية والغبار وجففت عند الدرجة (105 °C) لمدة (24 hr) ثم طحنت. وتمت عملية تحضير سيليكات الكالسيوم من خلال أخذ (5gr) من مسحوق قشور البيض وتضاف لـ (50 mL) من محلول سيليكات الصوديوم المحضر

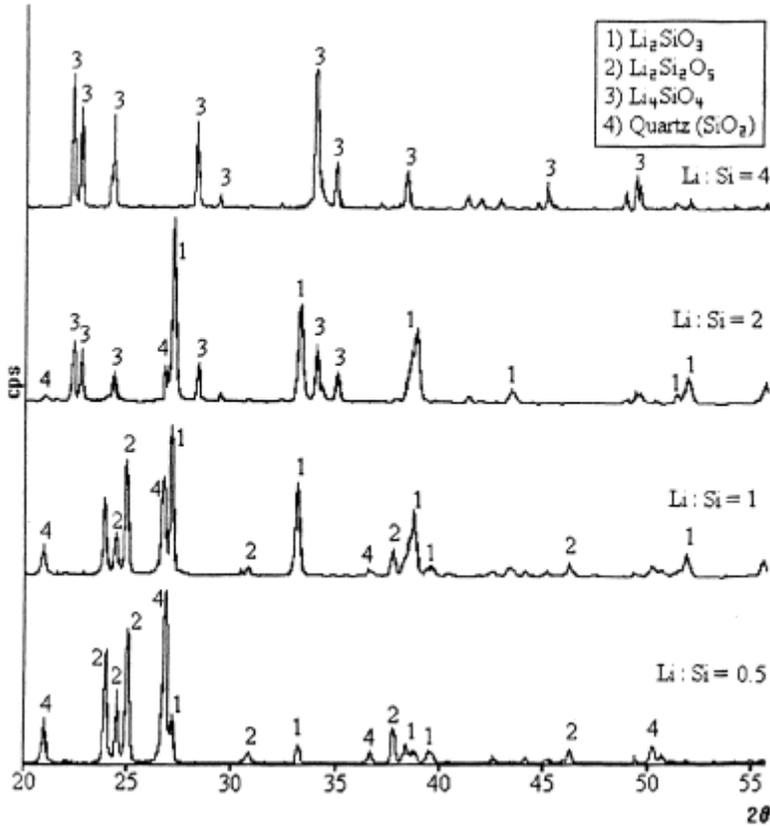
بتركيز مختلفة (0, 0.2, 0.4, 0.6, 1M) بعد ضبط قيمة (pH=8)، ويتم تحريك المرزيج لمدة (4 hr) ثم يجفف عند درجة حرارة (100 °C) لمدة (24 hr) وبعدها يكلس عند درجة حرارة (800 °C) لمدة (4 hr). وقد تم توصيف المركب الناتج باستخدام تقنيات (XRD, SEM, IR) واستخدم كحافز في عملية تحويل زيت النخيل لوقود حيوي وأبدى فعالية كبيرة، ويبين الشكل التالي صور المجهر الالكتروني للعينات المحضرة [5]:



الشكل (2) صورة المجهر الماسح الالكتروني لعينة محضرة من سيليكات الكالسيوم

كذلك حضرت سيليكات الليثيوم بالطرائق الثلاث (اصطناع صلب، الترسيب، Sol-gel) وبنسب مولية مختلفة (Li:Si=0.5, 1, 2, 4)، فبطريقة الاصطناع الصلب مزجت كربونات الليثيوم مع (SiO_2) وبعد المزج الميكانيكي تم الترميد لمدة (4 hr) عند درجة حرارة (900 °C). وبتريقة الترسيب فقد اضيف (SiO_2) للماء وأضيف محلول هيدروكسيد الليثيوم ببطئ ومع استمرار التحريك عند درجة حرارة (70 °C) حتى الجفاف يتم ترميد الناتج لمدة (4 hr) عند درجة حرارة (900 °C). وبتريقة solgel تم التحضير انطلاقاً من رباعي ايتوكسي السيلان مع ميتوكسي الليثيوم بوسط من ايزوبروبيل الكحول وبالتحريك عند درجة حرارة (70 °C) يتم اضافة حمض الأزوت (pH=2) يساعد على

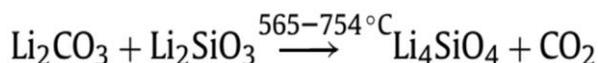
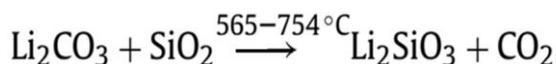
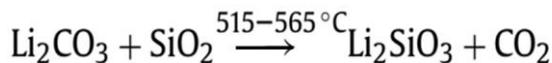
تشكيل الجل الذي يعتق لمدة يوم واحد ثم يجفف عند درجة الحرارة (110 °C) ثم يرمد الناتج لمدة (4 hr) عند درجة حرارة (900 °C). وقد تم توصيف المتجات باستخدام تقنيات (XRD, IR, SEM). والشكل التالي يبين مخططات (XRD) للعينات المحضرة بالاصطناع الصلب [6].



الشكل (3) مخطط XRD لسيليكات الليثيوم المحضرة بنسب مولية مختلفة بطريقة الاصطناع الصلب

كذلك حضرت سيليكات الليثيوم بطريقة الاصطناع الصلب بين أكسيد السيليكون غير المتبلور مع كربونات الليثيوم، وتم الترميد عند درجات حرارة (700, 800, 900 °C)

لمدة (4hr) وينسب مولية مختلفة (4, 2, 1, 0.5) (Li:Si)، وأظهر التحليل التفاضلي الحراري إمكانية حصول التفاعلات التالية [7]:



وحضرت سيليكات الكالسيوم المطعمة بأكسيد الزنك باستخدام طريقة (Sol-Gel) وذلك انطلاقاً من رباعي ايتوكسي السيلان $(\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4)$ ونترات الكالسيوم ونترات الزنك بوجود حمض الآزوت، وتهدف هذه الطريقة لتحضير محلول متجانس لهذه المواد يترك ليحفظ بحرارة المخبر لمدة (14) يوم ثم يجفف عند درجة حرارة (110°C) لمدة (24 hr) وبعد ذلك يوضع في فرن عند درجة حرارة (700°C) لمدة ثلاث ساعات وقد تم توصيف المركب الناتج باستخدام تقنيات [8](IR, SEM, DTA).

2- مشكلة البحث:

تعد سيليكات الكالسيوم من المركبات الهامة في الصناعة، إلا أنه من الصعب الحصول عليها وتحضيرها باستخدام الطرائق العادية مثل (الهدروحرارية والاصطناع الصلب) بسبب درجات الحرارة العالية اللازمة للتحضير.

3- أهمية وهدف البحث:

تكمن أهمية البحث في استخدام طريقة الترسيب المشترك في تحضير الجملة المذكورة حيث تعطي مردود عالي وبنية بلورية منتظمة وأكثر تجانساً. نهدف من هذا البحث الى تحضير مركب سيليكات الكالسيوم ودراسة تأثير درجة الحرارة على الجملة أثناء عملية التحضير إضافة لدراسة البنية البلورية للمركب الناتج.

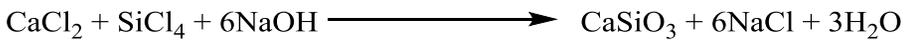
4- الجزء العملي:

4-1- التجهيزات والأدوات المستخدمة:

- ميزان تحليلي بدقة تصل إلى 0.0001 gr
- أدوات زجاجية مختلفة.
- بوتقات خزفية تتحمل درجات حرارة عالية.
- مجفف لتجفيف العينات من إنتاج شركة (memmert).
- مرمدة لحرق العينات وهي ومن نوع (Carbolite) يصل مجالها حتى الدرجة 1100 °C
- جهاز انعراج الأشعة السينية للمساحيق X-Ray Powder Diffractometer من طراز Philips-PW-1840.
- هاون خزفي لطحن العينات للحصول على مسحوق ناعم قدر الإمكان.
- كلوريد الكالسيوم (CaCl₂) من إنتاج شركة (Riedel deHaen) نقاوة (97%)
- كلوريد السيليكون (SiCl₄) من إنتاج شركة (Riedel deHaen) نقاوة (98%)
- هيدروكسيد الصوديوم (NaOH) من إنتاج شركة (Riedel deHaen) نقاوة (99.5%)

4-2- طريقة العمل:

بداية تم حساب أوزان المواد الأولية المستخدمة في الاصطناع انطلاقاً من النسبة الاستيكيومترية للمعادلة التالية:



ومنها نجد أن النسبة المولية المستخدمة Ca:Si=1.

بعد حساب أوزان المواد الأولية التي تم استخدامها في عملية التحضير وبدقة، تم تحضير المحاليل المائية لهذه المواد واللازمة لعملية الاصطناع، والجدول التالي يبين التركيز المولي لكل مادة أولية مستخدمة والوزن مقدراً بالغرام للمادة الصلبة والحجم مقدراً بـ (mL) للمادة السائلة. بالإضافة الى حجم الماء المقطر الواجب اضافته أثناء عملية التحضير.

المادة	NaOH	SiCl_4	CaCl_2
التركيز المحضر	0.6 M	0.1 M	0.1 M
الكمية المأخوذة	2.4 gr	1.2 mL	1.11 gr
الحجم النهائي	100 mL	100 mL	100 mL

بعد ذلك تم اضافة كل من محلولي كلوريد الكالسيوم وكلوريد السيليكون قطرة قطرة وفي الوقت ذاته الى المحلول المائي لهيدروكسيد الصوديوم مع التحريك السريع والتسخين حتى الدرجة (50 °C) مع المحافظة على درجة الحرارة ثابتة.

بعد الانتهاء من عملية اضافة كامل محلولي الملحين السابقين الى المحلول المائي لهيدروكسيد الصوديوم تم ايقاف التسخين مع استمرار التحريك لمدة ساعتين للحصول على أعلى نسبة من التجانس.

وبعد ذلك تم اضافة الماء المقطر للراسب المتشكل وتغطيته وتركه لمدة يوم كامل في درجة حرارة الغرفة لضمان استقرار الراسب.

في خطوة لاحقة تم ترشيح الراسب الناتج وغسله بالماء المقطر للتخلص من أيونات الكلور والتيتانم لتأكد من اختفائها باستخدام محلول نترات الفضة، يؤخذ الراسب ويجفف عند درجة حرارة (105 °C) لمدة ساعتين.

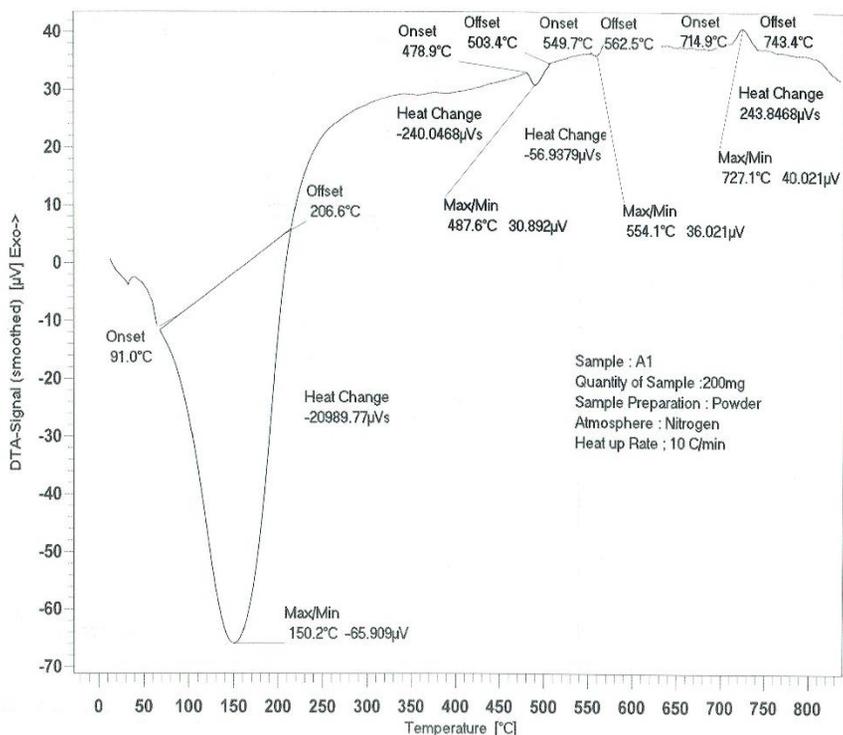
وأخيراً بعد الانتهاء من عملية التجفيف يتم ترميد الراسب عند درجات حرارة مختلفة ليتم بعد ذلك دراسة احتمالية تشكل المركب $(CaSiO_3)$.

بعد ذلك تم توصيف العينات المحضرة باستخدام تقنيات IR, XRD, DTA.

5- النتائج والمناقشة:

5-1- دراسة منحنى التحليل الحراري التفاضلي DTA:

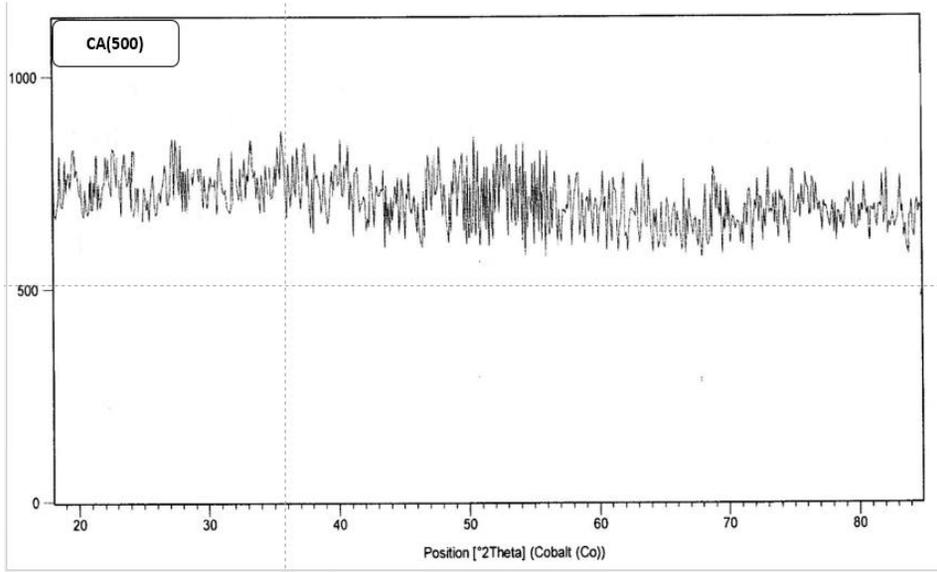
يبين المنحنى المبين في الشكل (4) السلوك الحراري للمركب حيث تم المسح ضمن مجال درجات الحرارة (0-800 °C) وتظهر فيه قمة امتصاص عريضة عند الدرجة (150.2 °C) وتعود لخسارة الماء الفيزيائي (الرطوبة)، أما القمة الثانية والتي تظهر عند الدرجة (487.6 °C) فتعود لفقدان الماء المتبلور من داخل الشبكة البلورية وهي قمة ماصة للحرارة أيضاً. وتظهر في المنحنى قمة امتصاص عند الدرجة (554.1 °C) وهي تعود لتبلور الأكاسيد الأولية. وتظهر بعدها قمة ناشرة للحرارة عند الدرجة (727.1 °C) تعود لتشكيل المركب المطلوب. ولتأكيد هذه النتائج قمنا بدراسة مخططات (XRD) للمركب المحضر عند درجات حرارة مختلفة (500-1000 °C).



الشكل (4) مخطط التحليل الحراري التفاضلي لمركب سيليكات الكالسيوم المحضر بطريقة الترسيب المشترك

5-2- مخطط (XRD) للعينات المحضرة عند درجة حرارة (500 °C):

يبين الشكل التالي مخطط انعراج الأشعة السينية للعينة التي تم حرقها عند درجة حرارة (500 °C):



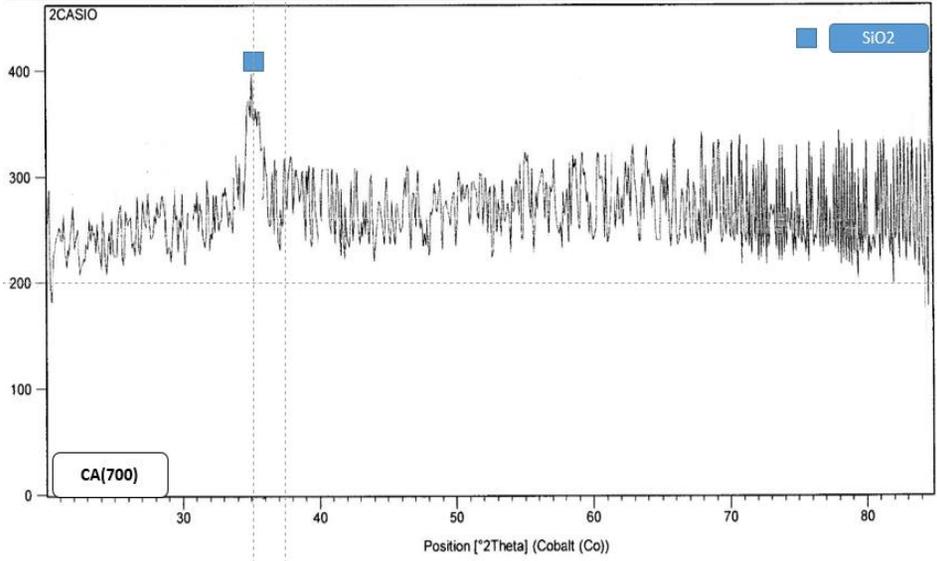
الشكل (5) مخطط (XRD) لمركب سيليكات الكالسيوم المحضر عند الدرجة (500 °C)

نلاحظ من الشكل السابق عدم وجود قمم في المخطط مما يدل على عدم تشكل المركب وعدم وجود الأكاسيد الأولية بشكل بلوري.

5-3- مخطط (XRD) للعينات المحضرة عند درجة حرارة (700 °C):

قمنا بتسجيل مخطط (XRD) لعينة من مركب سيليكات الكالسيوم المرمدة عند الدرجة (700 °C) لمدة (4 hr) ويبين الشكل (6) المخطط الناتج.

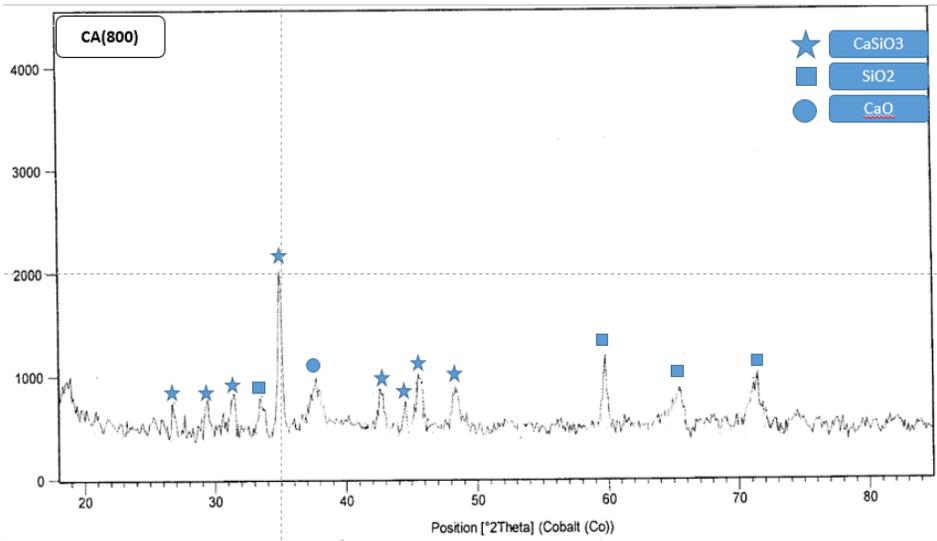
يلاحظ من المخطط ظهور قمة واحدة عن القيمة ($2\theta=35.2^\circ$) وهي تعود لأكسيد السيليكون (SiO_2) وفق البطاقة المرجعية رقم (45-1374) وهو ما أكدته مخطط (DTA) بظهور قمة ماصة للحرارة عند الدرجة (554.1 °C) وبالتالي يمكننا الجزم بأن هذه القمة تعود لتبلور أكسيد السيليكون.



الشكل (6) مخطط (XRD) للمركب سيليكات الكالسيوم المحضر عند الدرجة (700 °C)

5-4- مخطط (XRD) للعينات المحضرة عند درجة حرارة (800 °C):

برفع حرارة ترميد العينات للدرجة (800 °C) يظهر لدينا المخطط التالي:



الشكل (7) مخطط (XRD) للمركب سيليكات الكالسيوم المحضر عند الدرجة (800 °C)

وفيه نلاحظ انخفاض التشويش بشكل كبير مما يدل على عدم وجود أطوار غير بلورية وفيه يظهر قمم عائدة للأكاسيد الأولية إضافة لظهور قمم عائدة لمركب سيليكات الكالسيوم توافق البطاقات المرجعية



ويبين الجدول التالي قيمة زوايا الانعراج وشدة كل منها:

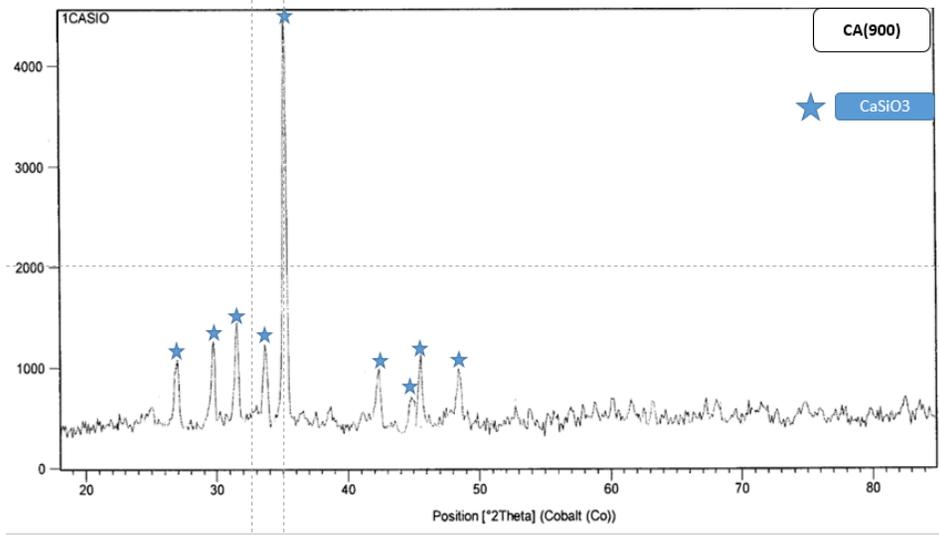
الجدول (2) زوايا الانعراج وشداتها للعينات المرمدة عند الدرجة (800 °C)

المركب	Pos. [$^{\circ}2\theta$]	Rel. Int. [%]	Hkl
CaSiO ₃	26.931	35	400
CaSiO ₃	29.359	40	002
CaSiO ₃	31.199	46	202
SiO ₂	33.200	35	211
CaSiO ₃	34.948	100	320
CaO	37.569	50	111
CaSiO ₃	42.253	45	402
CaSiO ₃	44.723	33	412
CaSiO ₃	45.593	53	601
CaSiO ₃	48.310	44	521
SiO ₂	59.467	64	024
SiO ₂	65.200	49	323
SiO ₂	71.219	55	324

المخطط السابق يدل على عدم اكتمال عملية التحضير وقد يكون ذلك بسبب انخفاض وقت الترميد.

5-5 - مخطط (XRD) للعينات المحضرة عند درجة حرارة (900°C):

أما برفع حرارة ترميد العينات للدرجة (900°C) يظهر لدينا المخطط التالي:



الشكل (8) مخطط (XRD) لمركب سيليكات الكالسيوم المحضر عند الدرجة (900°C)

وفيه نلاحظ اختفاء القمم العائدة للأكاسيد الأولية وظهور القمم العائدة لمركب سيليكات

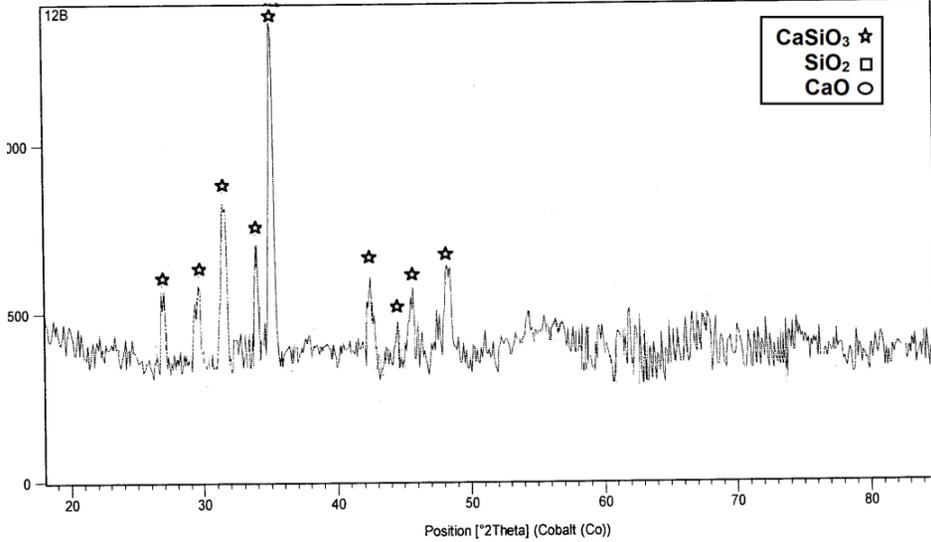
الكالسيوم بشكل أكثر حدة وبيين الجدول التالي قيمة زوايا الانعراج وشدة كل منها:

الجدول (3) زوايا الانعراج وشداتها للعينات المرمدة عند الدرجة (900°C)

المركب	Pos. [$^\circ 2\text{Th}$]	Rel. Int. [%]	Hkl
CaSiO_3	26.943	24	400
CaSiO_3	29.452	29	002
CaSiO_3	31.276	32	200
CaSiO_3	33.649	28	202
CaSiO_3	34.956	100	320
CaSiO_3	42.261	22	402
CaSiO_3	44.756	12	412
CaSiO_3	45.685	25	601
CaSiO_3	48.304	23	521

5-6- مخطط (XRD) للعينات المحضرة عند درجة حرارة (1100 °C):

وبالترميز عند درجة حرارة (1100 °C) نحصل على المخطط التالي:



الشكل (9) مخطط (XRD) لمركب سيليكات الكالسيوم المحضر عند الدرجة (1100 °C)

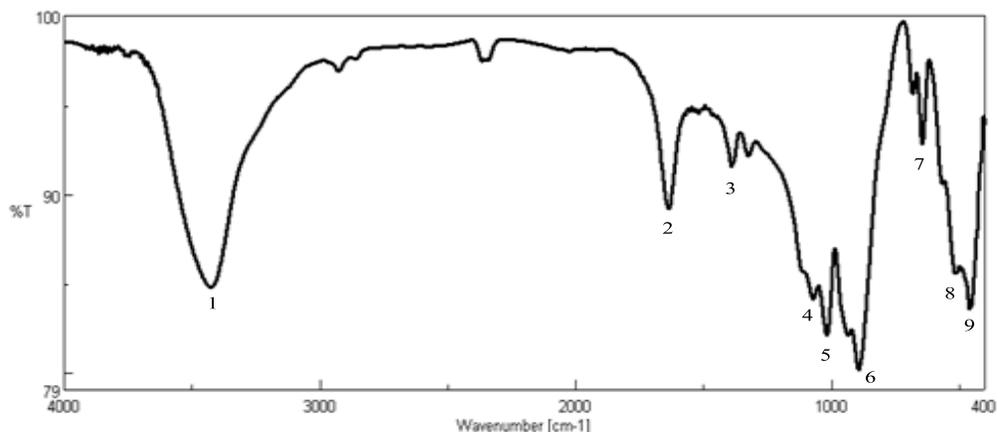
يلاحظ إذا قارنا هذا المخطط مع المخطط السابق نلاحظ التطابق الكبير بينهما من حيث حدة القمم المتشكلة ووضوحها وهذا يدل على الثبات الحراري للمركب عند هذه الدرجة من الحرارة. ويبين الجدول التالي قيم زوايا الانعراج وشدتها والمركب الذي تنتمي اليه:

الجدول (4) زوايا الانعراج وشداتها للعينات المرمدة عند الدرجة (1100 °C)

المركب	Pos. [°2Th]	Rel. Int. [%]	Hkl
CaSiO ₃	26.810	15	400
CaSiO ₃	29.211	18	002
CaSiO ₃	31.345	53	200
CaSiO ₃	33.301	37	202
CaSiO ₃	34.899	100	320
CaSiO ₃	42.199	25	402
CaSiO ₃	44.689	9	302
CaSiO ₃	45.611	24	601
CaSiO ₃	48.200	31	521

5-7- دراسة مطيافية (IR) لمركب سيليكات الكالسيوم:

تم تسجيل طيف (IR) للجلمة المحضرة والمرمدة عند درجة الحرارة (1100°C) والتي تظهر بشكل نقي وفق مخططات (XRD) ويبين الشكل التالي الطيف الناتج:



الشكل (10) طيف الأشعة تحت الحمراء لمركب سيليكات الكالسيوم المتشكل عند الدرجة (900°C)

ويبين الجدول التالي عصابات الامتصاص في الطيف والأعداد الموجية الموافقة لكل منها:

الجدول (5) عصابات الامتصاص في طيف (IR) لمركب سيليكات الكالسيوم

العدد الموجي cm^{-1}	نمط الاهتزاز	عصابة الإمتصاص
3427	OH امتطاط غير متناظر للرابطة	1
1636	Ca-O-Si امتطاط حني لجزيئات الماء المتبلورة	2
1390, 1327	SiO_4 امتطاط غير متناظر للرابطة Si-O في	3, 4
1067, 1017	Si_2O_7 امتطاط غير متناظر للرابطة Si-O في	5
892	Si_3O_9 امتطاط غير متناظر للرابطة Si-O في	6
645	Si-O-Si امتطاط غير متناظر للرابطة	7
458, 515	Ca-O امتطاط غير متناظر للرابطة	8, 9

ويتأكد لنا من عصابة الامتصاص للرابطة (Ca-O-Si) دخول الكالسيوم في البنية البلورية للسيليكا، وهو ما يتطابق مع مخطط (XRD) للعينة المحضرة.

5-8- دراسة البنية البلورية لمركب سيليكات الكاسيوم:

بعد مقارنة قمم انعراج الأشعة السينية في المخطط المبين في الشكل (8) والذي تكون فيه جميع القمم عائدة للمركب المطلوب) مع القيم المرجعية للمركب. تبين أن نمط التبلور ثلاثي الميل. حيث لا يمكن معرفة نمط التبلور إلا باستخدام جهاز انعراج الأشعة السينية أحادي البلورة monocystal وهذه التقنية غير متوفرة.

وتعطي العلاقة التي تربط ثوابت الشبكة البلورية مع قرائن ميلر بالعلاقة التالية:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{V^2} (S_{11}h^2 + S_{22}k^2 + S_{33}l^2 + 2S_{12}hk + 2S_{23}kl + 2S_{13}hl)$$

حيث أن:

$$S_{11} = b^2c^2 \sin^2 \alpha$$

$$S_{22} = a^2c^2 \sin^2 \beta$$

$$S_{33} = a^2b^2 \sin^2 \gamma$$

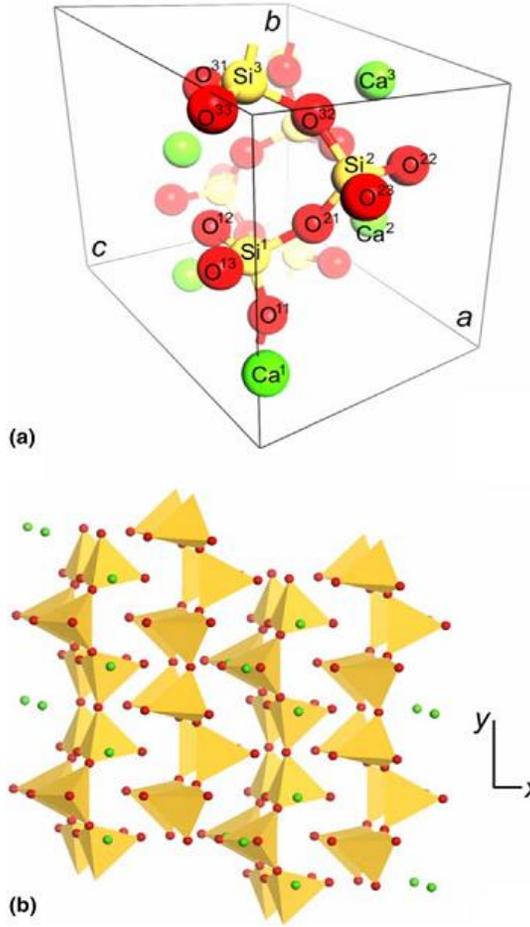
$$S_{12} = abc^2 (\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma)$$

$$S_{23} = a^2bc (\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha)$$

$$S_{13} = ab^2c (\cos \gamma \cos \alpha - \cos \beta)$$

ومن المعلوم أنه لا يمكن حساب أي من ثوابت الشبكة البلورية لهذا النمط بالاعتماد على مخططات (XRD) وحدها لذا اكتفينا بالمقارنة مع البطاقة المرجعية ومن خلال التطابق أمكننا اعتماد الثوابت الموجودة في البطاقة.

وبالتالي يمكننا توضيح البنية البلورية وفق الشكل التالي:



الشكل (11) البنية البلورية لمركب سيليكات الكالسيوم وفق النمط البلوري ثلاثي الميل

نلاحظ من الشكل السابق تموضع ذرات السيليكون في مركز رباعيات الوجوه وهو ما أثبتته طيف (IR) للمركب المحضر.

6- الخلاصة والتوصيات:

- 1- تم في هذا البحث تحضير المركب سيليكات الكالسيوم بطريقة الترسيب المشترك انطلاقاً من أملاح كلوريد الكالسيوم وكلوريد السيليكون.
- 2- تم دراسة تحضير المركب عند درجات حرارة مختلفة ضمن مجال (500- 1000 °C) وكانت الدرجة المناسبة للتحضير (720 °C) وهو ما ظهر بمخطط (DTA) وأكدته مخططات (XRD).
- 3- تم اثبات هوية الجلمة بالاعتماد على مخططات XRD للعينات ومقارنتها مع البطاقات المرجعية المذكورة في المراجع المعتمدة.
- 4- نوصي بدراسة تحضير مركبات سيليكاتية للعديد من المعادن نظراً للتطبيقات الهامة لها.

المراجع:

1. Fernandez-Garcia M, Martinez-Arias A, Hanson JC, Rodriguez JA. Nanostructured oxides in chemistry: characterization and properties. *Chemical Reviews*. 2004 Sep 8;104(9):4063-104.
2. Buxbaum G, editor. *Industrial inorganic pigments*. John Wiley & Sons; 2008 Jul 11.
3. Roberts WL, Rapp GR, Weber J, Rapp GR. *Encyclopedia of minerals*. New York: Van Nostrand Reinhold; 1990.
4. Phuttawong R, Chantaramee N, Pookmanee P, Puntharod R. Synthesis and Characterization of Calcium Silicate from Rice Husk Ash and Shell of Snail *Pomacea Canaliculata* by Solid State Reaction. *Adv Mater Res*. 2015;1103:1–7.
5. Chen G, Shan R, Li S, Shi J. A biomimetic silicification approach to synthesize $\text{CaO} - \text{SiO}_2$ catalyst for the transesterification of palm oil into biodiesel. *FUEL* [Internet]. 2015;(March):1–8. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.fuel.2015.02.109>
6. Pfeiffer H, Bosch P, Bulbulian S. Synthesis of lithium silicates. *J Nucl Mater*. 1998;257:309–17.
7. Tang T, Zhang Z, Meng J, Luo D. Synthesis and characterization of lithium silicate powders. *Fusion Eng Des*. 2009;84:2124–30.
8. Wajda A, Goldmann WH, Detsch R, Boccaccini AR. Influence of zinc ions on structure , bioactivity , biocompatibility and antibacterial potential of melt-derived and gel-derived glasses from $\text{CaO} - \text{SiO}_2$ system. *J Non Cryst Solids* [Internet]. 2019;511(September 2018):86–99. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2018.12.040>