أولا : الفحوص

1- الفحص الميكروسكوبي

أ- الميكروسكوب المستقطب : وقد اطلق عليه هذا الاسم لأن له القدرة علي استقطاب الضوء في اتجاه واحد .

*** الاساس العلمي**

يعتمد علي تكبير الاجسام حتي يمكن اختبار العينة عن طريق الضوء المستقطب . أي يتذبذب في اتجاه واحد عكس الم يكروسكوب العادي ومن خلال ذلك يعطي تفاصيل أدق من الضوء العادي .

*** استخدماته**

1- فحص المواد الاثرية المكونة من المعادن والصخور من خلال شرائح رقيقة لمعرفة نوعية التلف .

2- التعرف علي الشروخ في المواد التي تكون غير مرئية بالعين المجردة .

3- فحص المواد الاثرية العضوية مثل فحص الالياف نسيج اللوحات الزيتية لمعرفة الالياف

4- اغلب استخدماته تكون علي المقاطع الرقيقة لكن يمكن اختبار بعض القطاعات المظلمة (المعتمة) .

*** مكونات الميكروسكوب**

1- الحامل 2- النظام البصري 3- جهازي الاستقطاب

1- الحامل : عبارة عن قاعدة فلزية يتصل بها انبوبة الميكروسكوب بالمفصل والمسرح الدائري أي يشمل الاجزاء الميكانيكية للميكروسكوب وهي : أ- المفصل ب- المسرح الدائري

أ- **المفصل** : وهو الذي يتحرك بواسطة انبوبة الميكروسكوب والمسرح الدائري لتناسب المستوي العيني للباحث .

ب- المسرح الدائري : يجب ان يكون قادرا علي الدوران بأقل ضغط عليه ويوجد به مساكات لتثبيت المقاطع الدقيقة في اماكنها .

2- النظام البصري : و يتكون من :

1- مرآة متحركة 2- عدسة مجمعة اسفل المسرح 3- عدسة شيئية بالطرف السفلي لانبوبة الميكروسكوب 4- عدسة عينية بالطرف العلوي للانبوبة

3- جهازي الاستقطاب : وهي وظيفتهما استقطاب الضوء وجعله يتذبذب في اتجاه واحد فقط وهو يتكون من جزئين : 1- المستقطب 2- المحلل

* **المستقطب** : عبارة عن مقاطع من الكاليست ليقوم باستقطاب الضوء في اتجاه شرق غرب وهو مثبت اسفل مسرح الميكروسكوب .

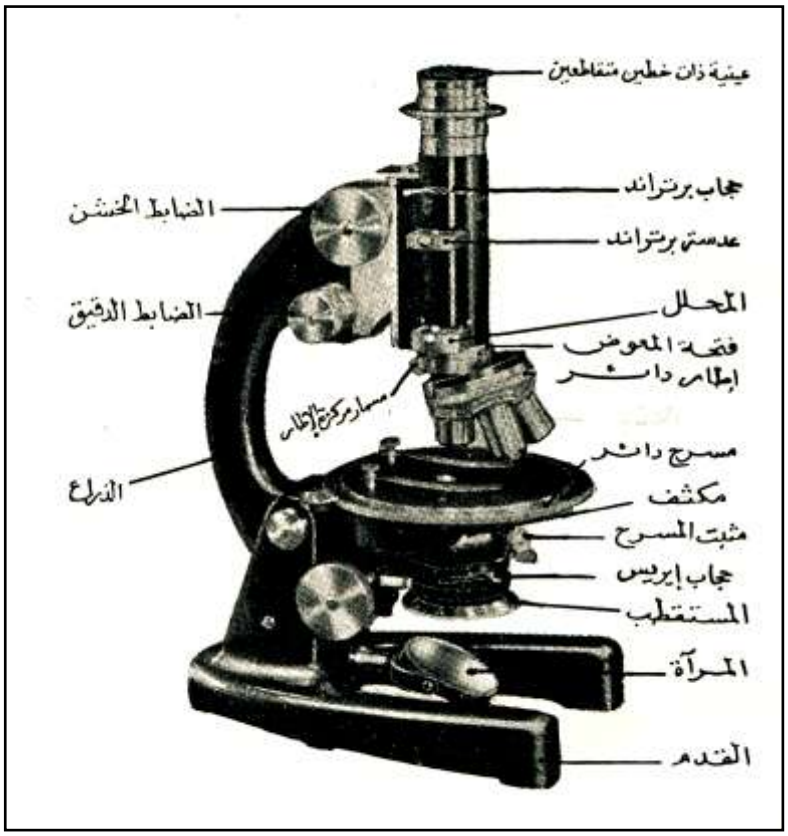
* **المحلل** : له نفس تصميم المستقطب وموجود في انبوبة الميكروسكوب اعلي العدسة الشئيئة وهو يقوم بتوجيه الضوء .

ملحوظة : يمكن استبعاد المحلل من الانبوبة ويتم اختبار المعادن تحت المستطقب فقط او تحت المستطقبان في اتجاهين متعامدين .

* **تركيبهما** : المستقطبين عبارة عن منشور يطلق عليه منشور نيكول

* **منشور نيكول** : هو عبارة عن بللورة معينة من الكاليست من النوع النقي جدا الشفاف ويسمي " ايسلاند سبار " .

تركيبه : وهو عبارة عن مثلثين متشابهين مقطوعين بعناية تامة ومصقولين ويتم لصقهما بواسطة مادة كرتا بلسم " وهي مادة نباتية صمغية تستخرج من الاشجار " .



* الفرق بين الميكروسكوب المستقطب والميكروسكوب العادي

الفرق بينهما هو : أ- وجود جهازي الاستقطاب ب- مسرح الميكروسكوب

(جـ) مجال الرؤية في الميكروسكوب المستقطب متعامد يحدث من خ لالهما استقطاب الضوء حيث يتذبذب في اتجاه واحد وجهازي الاستقطاب يعملان علي جعل الضوء مستقطب في اتجاهين متعامدين

1- المستقطب : يستقطب الضوء في اتجاه شرق وغرب .

2- المحلل : يستقطب الضوء في اتجاه شمال جنوب .

* ويكون ذلك عكس الميكروسكوب العادي الذي يذبذب الضوء في جميع الجهات .

ب- مسرح الميكروسكوب : أ- مقسم الي اربعة اقسام مع امكانية دورانه للتعرف علي النوعيات المختلفة من خلال الزوايا .

ب- مدرج من صفر الي 360 لاختيار الخواص البصرية تلك التي تختلف باختلاف الزوايا .

جـ- وجود حقل رؤية للعدسة العينية تسهل عملية اختبار الخواص البصرية .

صورة توضح الميكروسكوب المستقطب المزود بكاميرا .

طرق اختبار العينات

يتم اختبار العينات في وضعين هما :

أ- اختبار العينات تحت الضوء المستقطب .

ب- اختبار العينات تحت المستقطبين .

أ- اختبار العينات تحت الضوء المستقطب

في هذه الحالة يتم ازاحة المحلل بعيدا علي مسار الضوء وبالت الي ويتم الفحص تحت الضوء المستقطب فقط في اتجاه شرق وغرب .

* ويتم اختبار المعادن تحت المعادن الضوء المستقطب فقط " بدون وجود محلل .

الخواص التي يتم اختبار تحت ضوء المستقطب :

ويتم من خلالها اختبار عدة خواص وهي :

1- معامل الانكسار 2- اللون

3- الشكل 4- التغير اللوني

5- الانفصام

ميكروسكوب الفلزات Metallogrophic Microscope

هو نوع من الميكروسكوبات يتم من خلاله فحص الاجزاء المعتمة (المعادن ومكونات الصدأ)

*** الاساس العلمي**

يعتمد فحص الاجسام المعتمة علي الضوء الم نعكس Reflection light وليس الضوء النافذ كما هو الحال في المواد الشفافة

- لذلك يتم استخدام ميكروسكوب الفلزات في عملية فحص المعادن .

*** استخداماته**

1- يمكن من خلاله دراسة التركيب الفلزي .

2- معرفة اطور الذي تتكون منه السبيكة .

3- التعرف علي المحاليل الصلبة الموجودة في السبائك .

4- البنية الاساسية للمادة وكذلك التقنيات المستخدمة في تصنيع هذه المادة مثل (الطرق علي البارد – او الصب) حيث الطرق علي البارد يعطي شكل صفائحي

اما الصب فيعطي شكل شجيري

5- معرفة الصدأ بين الحبيبي او داخل الحبيبات نفسها ومعرفة نوعية الصدأ .

كيفية تحضير العينة

1- يتم اخذ عينة من المادة او من نواتج الصدأ .

2- توضع العينة في قالب من راتنج الاكريليك

3- يتم عمل صقل " polishing " بواسطة نوعيات مختلفة من الصنفرة الخشنة ثم الناعمة ثم كربيد السليكون ثم استخدام قطعة من اللباد او الصوف

4- يتم اجراء عملية التاكل التفاضلي " Etching" وذلك باضافة احد محاليل كلوريد الحديديك لمدة 5 الي 10 ثواني وذلك بوضع قطره من المحلول السبيكة وبعد جفافة يري هذا الجزء تحت الميكروسكوب وتظهر الاضواء من نحاس او برنز او بيلون اوبراس .

وعن طريق الاطوار المختلفة يتم معرفة :

1- معرفة درجة الحرارة

2- طريقة التصنيع

الميكروسكوب الالكتروني Electronic Microscope

الميكروسكوب الالكتروني العادي يعطي شكل لسطح العينة يظهر فيه بعض النتوءات او الدوائر وهذا علي حسب البلورات في العينة اما الميكروسكوب الالكتروني الماسح يعطي صورة مكبرة لسطح العينة تظهر فيه حبيبات العينة بحيث يظهر نوعية التلف والبلورات الملحية .

الاساس العلمي

يعتمد عمل هذا النوع من الميكروسكوب علي استخدام الالكترونات بدلا من الضوء وفي هذا الجهاز تستخدم الالكترونيات في العمود البصري تحت جهد كهربي من 40 – 100 كيلو فولت ويكون الطول الموجي للالكترونات من 0.05 – 10.08 انجستروم والتفريغ يكون 1×10^{-5} من الملليمتر.

* كانت في البداية تستخدم هذه الالكترونيات كطريقة للتحليل لمعرفة مكونات المادة الاثرية وذلك عن طريق استخدام حيود الاليكترونات وهي قريبة من حيود الاشعة السينية لانها تتميز بوجود قدرة احتراق اكبر للسطح .
* انها تعتمد علي التركيب الالكتروني الموجودة في المادة الاثرية مثل الاشعة الاشعة السينية .

*** مكونات الجهاز**

- يتكون الجهاز من ثلاثة اجزاء رئيسية :

1- العمود البصري .

2- جهاز التفريغ : هو الذي يقوم بتفريغ العمود البصري من الهواء .

3- جهاز العرض الالكتروني مثل عدسة العرض علي الشاشة Screen

استخداماته

1- يتم من خلاله التعرف علي المركبات الموجودة بالعينة او الفلزات .

2- كما يستخدم مع المواد البلورية التي تحتوي علي تركيب داخلي منتظم .

وطبقا لقانون براج حيث ان :

$$D_{hkl} = \frac{L}{R_{hkl}}$$

D = المسافة العمودية بين المستويات الذرية

L = ثابت الكاميراتي الاسطوانية

R = المسافة بين الدوائر والدائرة المباشرة الظاهرة من التحليل

الميكروسكوب الالكتروني الماسح Scanning Electron Microscope

طريقة الاستخدام

- يعطي قوة تكبير مرتفعة تصل الي 300 الف مرة وذلك باختبار سطح أي عينة وذلك باي نوعية من انواع الاثار .
- وفي البداية عندما لا يوجد توصيل كهربي علي سطح المعدن يتم تغطيتها بطبقة من مادة الذهب والكربون وفي بعض الأجهزة يتم تعريض العينة مباشرة للالكترونات بدون وضع أي شئ عليها

مكونات الجهاز

يتكون الجهاز من :

1- مصدر الالكترونات 2- عدسات مغناطيسية 3- مستقبل الصورة النهائية 4- المصعد

1- مصدر الالكترونات

وهو يتكون من فتيلة من التنجستين وهي عبارة عن شعيرة علي شكل مخروطي وهي بمادة من التنجستين وتعرف بالمهبط ويقع علي الفتيلة جهد كهربي سالب يصل بين 40 – 10 كيلو فولت .

2- عدسات مغناطيسية

يحتوي علي العديد من العدسات منها :

(عدسة مجمعة – عينية – شبيه – متوسطة – عدسة عرض الصورة)

وهي من مميزات المكيروسكوب الاليكتروني الماسح نظرا لان باقي الميكروسكوبات تستخدم العدسات الزجاجية وهذه العدسات تعمل علي تجميع الاليكترونات تسقط علي العينة .

3- مستقبل الصورة النهائية

قديما كان يتم تغطية العينات من الذهب المثال ليقوم بعملية توصيل الاليكترونات وبالتالي تفقد العينة تماما .

اما حديثا تستخدم العينة دون أي تغطية لها .

4- المصعد

عبارة عن قطعة معدنية دائرية الشكل تمتاز بوجود ثقب صغير في مركزها .

وبالتطور التكنولوجي امكن تزويد الجهاز بوحدة **(EDAX)**

Erergy Dipresive X-Ray Analysis

وذلك التعرف علي العناصر المكونة للحبيبات المعدنية الموجودة وهي وحدة تشتيت الطاقة او وحدة تفلور ا لاشعة السينية فعند سقوط الضوء او علي الالكترونات تحدث اثارة الالكترونات المادة ويحدث احلال لمستويات الطاقة وتنطلق اشعة x-ray فميزة لعينة وبالتالي تستخدم في التحليل .

ويوجد نوعين من الميكروسكوب الالكتروني الماسح من حيث الجهد :

1- ميكروسكوب الكتروني ماسح ذات جهد عالي High voltage SEM

2- ميكروسكوب الكتروني ماسح ذات جهد منخفض Low voltage SEM

*** ميكروسكوب الكتروني ماسح ذات جهد عالي High voltage SEM**

يستخدم فيه جهد كهربي اكبر من 100 kv وذلك لاعطاء قوة اختراق اكبر ويفيد في تحليل عينات ذات سمك اكبر من تلك التي تستخدم مع الميكروسكوب الالكتروني الماسح حيث انه له قوة اختراق اكبر وبالتالي طول موجي اقل .

*** ميكروسكوب الكتروني ماسح ذات جهد منخفض Low voltage SEM**

يستخدم فيه جهد كهربي اقل من 40 kv وهو يكون ذات قوة اختراق صغيرة للالكترونات وذلك في حالة الطبقات الرقيقة " طبقات الصدأ " وتفيد في تحليل العينات ذات سمك رقيق جدا .

صورة توضح الميكروسكوب الإلكتروني الماسح

صورة توضح تغطية العينات بطبقة من الذهب ملحقة بالميكروسكوب الإلكتروني الماسح

صورة توضح حامل تثبيت العينات بالميكروسكوب الالكتروني الماسح

*** استخداماته في مجال الاثار**

1- يستخدم لاي نوعية من الاثار .

2- معرفة الشقوق والتشوهات والاصلاح في الاحجار .

3- التعرف علي مدي تلف المادة الرابطة بين الحبيبات .

4- التعرف علي عمليات الاكسدة الذاتية للالياف .

5- تفيد في التعرف علي التهتك او الضعف لالياف النسيج .

6- الكشف عن مدي نجاح المعالجات التي يتم ياجراؤها بعد عمليات التقادم الصناعي

7- التعرف علي مدي ثبات المادة المقوبة ومدي قدرتها علي التغلغل بعد اجراء عملية التقادم .

8- التعرف علي التلف البيولوجي واضراره

9- يمكن من خلاله تحديد نسبة Na ، Ca في عينة الاملاح .

*** مميزاته**

1- يمكن ان يزود الميكروسكوب بوحدة تحليل EDAX لمعرفة العناصر حيث يمكن توجيهه الي احد البقع لمعرفة مكوناتها .

2- يعطي قوة تكبيرتصل الي 300 الف مرة .

3- يستخدم لاي نوعية من الاثار

4- الكشف عن التلف قبل رؤيته بالعين المجردة وامكانية رؤية الحبيبات مجسمة في الابعاد الثلاثة

5- الكشف عن مدي المعالجات التي يتم اجراؤها .

6- الكشف عن التركيب الداخلي للمواد .

ثانيا : التحاليل

1- طريقه حيود الاشعه السينيه

تعتمد هذه الطريقه على الترتيب البلورى المنتظم للعينه ولابد فى هذه الطريقه ان تكون العينه من ماده متبلوره حتى يحدث حيود الأشعه السينيه بهذه البلورات التى بها ذرات مرتبه ومن خلال ذلك يمكن التعرف على المركبات .

استخداماتها فى مجال الأثار

1 - تفيد معرفه مكونات طبقه الجسو والملاط.
2 - يستخدم فى دراسه عينات الأحجار المنفصله والمونات فى صورة قشور والمغطاه بالأملاح .
3 - دراسه وتحليل المونات .
4 - فحص التركيب البلورى لعينات الألوان .
5 - تستخدم فى دراسه مركبات الصدأ.
6 - دراسه مواد التطعيم .
7 - تستخدم فى دراسه الالوان وأرضيات التصوير فى اللوحات الزيتيه والأيقونات .
8 - تستخدم فى دراسه الفخار والسراميك .
9 - تستخدم فى دراسه الزجاج المتبلور (صدأالزجاج) والراجع الى العصر المصرى القديم (الزجاج الأثرى) والنسيج والصبغات .

الاساس العلمى

الأشعة السينية عبارة عن موجات كهرومغناطيسية لها القدرة علي النفاذ خلال المواد ، وتستخدم الأشعة السينية لدراسة نواتج صدأ الآثار المعدنية ومعرفة المركبات المكونة للعينة بواسطة حيود الأشعة السينية وتعتمد طرق التحليل بالحيود علي قاعدتين أساسيتين هما :-

أ- الأبعاد العمودية للمسطحات الذرية المتوازية للبناء البلوري للمواد تتراوح بين أجزاء إلي عدد مضاعف وقليل من وحدات الأنجستروم .

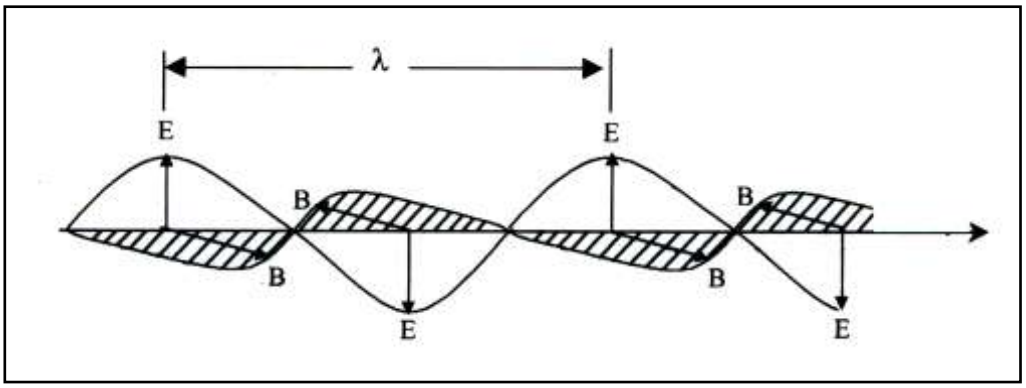
ب – طبقا للنظرية الموجية فإن الأ شعة السينية عبارة عن موجات كهر ومغناطيسية ذات طول موجي قصير ينحصر في نفس القيمة حيث تنعكس وتنكسر الأشعة طبقا لقانون براج ***Bragg's Law*** وهو :

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

حيث : λ = الطول الموجي ، d_{hkl} = المسافة العمودية بين المسطحات الذرية (التي تعطى الانعكاس)

θ = زاوية السقوط وهي مساوية لزاوية الانعكاس

n = عدد صحيح 1 أو 2 أو 3 أو 4 .....



شكل يوضح انتشار الموجات الكهرومغناطيسية

طرق التحليل بحيود الأشعه السينيه

يتم التحليل بواسطه طريقه المسحوق والتى تتم باسلوبين

1- طريقه الديفركتوميتر 2- طريقه الفيلم

طريقة المسحوق

فى هذه الطريقه لابد ان تكون المادة عديده التبلور أو وحيده التبلور ويتم تحويلها الى مسحوق ويتم تعريضها للأشعه السينيه وتستقبل الأشعه المنعكسه على اى فيلم أوشارات .

وتتم هذه الطريقه باسلوبين

1 -طريقه الديفراكتوميتر

2 -طريقه الكاميرات

أولا:- طريقه الديفراكتوميتر وتسمى طريقه التسجيل الألى

1- أنبوبه الأشعه السينيه 2- فتحه الأنفراج 3- دائره الديفراكتوميتر 4- الأشعه الساقطه

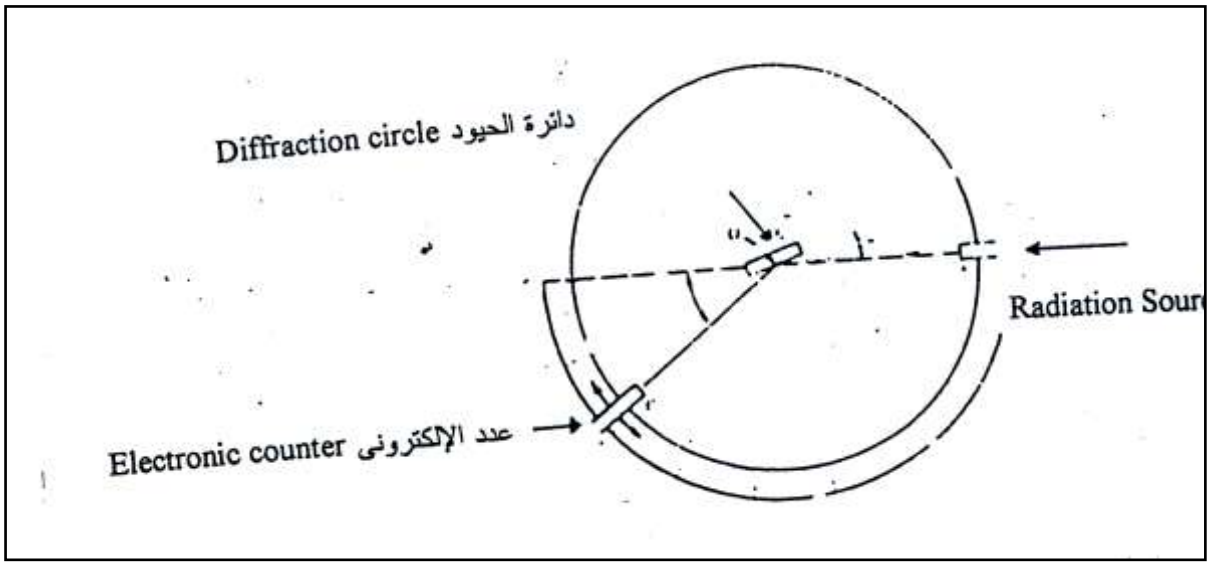
5- العينه 6- الأشعه المنعكسه 7-فتحه الأستقبال 8- العداد الألكترونى 9- دولاب الكترونى به محولات الطاقه 10- شاسه كمبيوتر 11- حامل العينه 12- نمط حيود الأشعه

طريقه العمل 1- تنطلق الأشعه السينيه من الانبوبه وتمر من خلال فتحه الأنفراج التى تتحكم فى مسار الأشعه .

2- ثم تسقط على العينه الموجوده ثم تنعكس والتى يستقبلها العداد الالكترونى من خلال فتحه الاستقبال وبداخله يحدث تاين لغاز الارجوان تبعا للترتيب الذرى الموجود داخله (Ar) مما ينتج عنه طاقه كهربيه وفقا للأشعه التى تصل للعداد

3- ثم تحول الطاقه الكهربيه الى طاقه ميكانيكيه فتحرك البره الموجوده داخل الدولاب والتى تقوم برسم الشده لتلك الأشعه على الشارت

4- وهذا الدولاب موصل بجهاز كمبيوتر والذى يظهر على شاشته الشده المنعكسه.



شكل تخطيطي يوضح جهاز الديفراكتوميتر المستخدم للتحلي بحيود الآشعة

- تستخدم هذه الطريقه كتحليل كيفى أو تحليل نصف كمى للنسب التقريبيه للنسب الموجوده لكل مركب ويمكن عمل تحليل كمى لنسب المركبات .

تحليل كمى لنسب المركبات

1- فمثلا لعمل ذلك نفترض وجود عينه تحتوى على المركبات الاتيه (A-B- C)وهى نسب تقريبيه ولتكن هى كالسيت - كوارتز- جبس بنسب (30% ، 60% ، 10%).

2- أردنا تعيين نسب مختلفه من هذه المركبات فى العينه يتم عمل عينات قياسيه تحتوى على نسب مختلفه من هذه المركبات بمقارنتها بالنسب المتوقعه فى العينه ويمكن أن تكون كل عينه بها نسبه أعلى أو نسبه أقل فتفترض أن هذه النسب كالأتى.

العينه (1)	العينه (2)
- الكورتز 70%	- الكورتز 70%
- كالسيت20%	- كالسيت20%
- جبس 10%	- جبس 10%

3 - ثم تختار أحد البيكات التى تعبر عن المركب ويكون منفرد حتى يعبر عن عدد النبضات الموجودة فى هذا المركب .

ملحوظه

لو وجد Peak غير مكمل داخل ورقه الشارت يتم تقليل كيلو فولت لتوجد داخل الشارت .

4 - بعد الانتهاء يتم عمل منحنى قياسى يسجل عليه عدد النبضات فى الثانيه الواحدة عند كل تركيز كما بالشكل التالى .

5 - ومن خلال معرف عدد النبضات فى الثانيه الواحده فى العينه الاثريه يتم وضعها على المنحنى القياسى فى الرسم وعند تحديد ذلك النقطه يتم إسقاط عمود على درجه ا لتركيز فتكون هى درجه التركيز الاصلى ومن خلال ذلك تم تحديد ذلك .

2- طريقة تفلور الأشعه السينيه X Ray Fluorescence

الأساس العلمى

- تعتمد على اثاره الذرات والتى تعنى أنتقال الالكترونات من مدارها الى المدار الاعلى والفرق فى الطاقه ينطلق على هيئه أشعه سين يه والهدف منها التعرف على العناصر الموجودة فى العينه كان متبلور أو غير متبلور أو نصف متبلور أو على هيئه سائله أو صلبه فهى تستخدم ترتيب ذرى منتظم وتعتمد طريقة التحليل على الأبعاد العموديه d وعند تعريض المادة للأشعه يحدث أثاره للذارات تؤدى الى أنتقال الألكتر ونات فى المدار k الى المدار Lأقرب الى النواه وفرق الطاقه بين المداريين ينتج على هيئة **X Ray** الثانويه المميزه للعناصر فى المادة الموجودة .

- عند قياس الترتيب الكمى كلما كان الذرات أكثر كان الطيف أكثر وشده الأشعاع كانت اكبر .
- ويمكن من خلالها تحليل كيفى وكمى ونصرف كمى .

الجهاز المستخدم

1 -بلورة التحليل 2- العداد الألكترونى 3- الدولاب الألكترونى 4- شاشه كمبيوتر 5- العينه 6- الأشعه السينيه الساقطة الاوليه 7- أنبوبه الأشعه السينيه ذات نافذة واحده 8- أشعه سيمنيه ثانويه 9- فتحه تنظيم مرور الاشعه .

1- بلورة التحليل

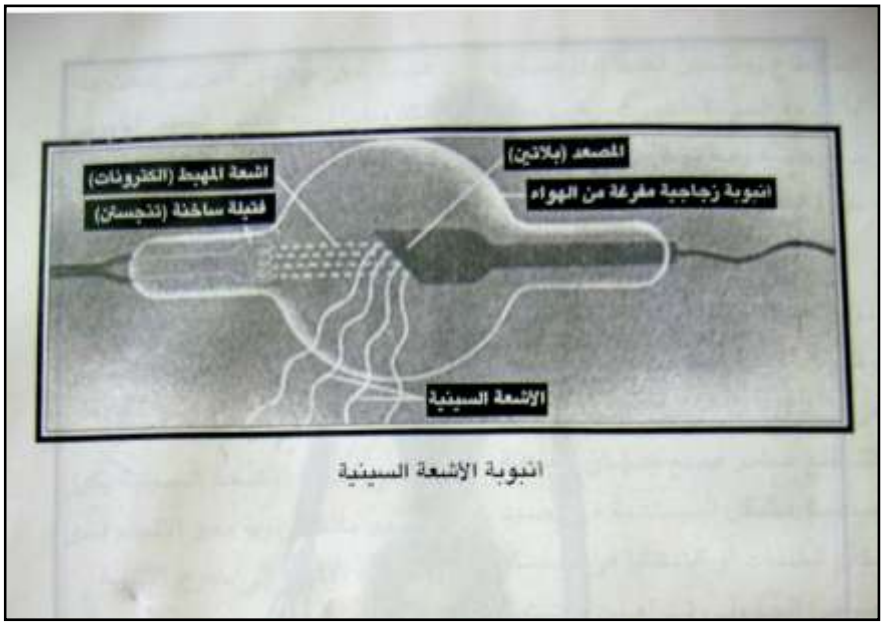
هى بلوره وحيده التبلورذات قيمه (d) تتركب من ماده معينه وتختلف بلورة التحليل حسب كل مادة مكونه منها فمن هذه المواد

(كوارتز – توباز –فلوريد الليثيوم – كلوريد الصوديوم – أمنيوم داى هيدروفوسفات)

تستخدم بلوره التحليل ذات الابعاد الكبيرة لل (d) لتحليل العناصر الخفيفه مثل بلورة اما البلورات ذات الابعاد الصغيرة لل(d) تستخدم مع العناصر الثقيله مثل بلورة (الكوارتز).

2 -لمبه الأشعه السينيه ذات النافذة الواحده

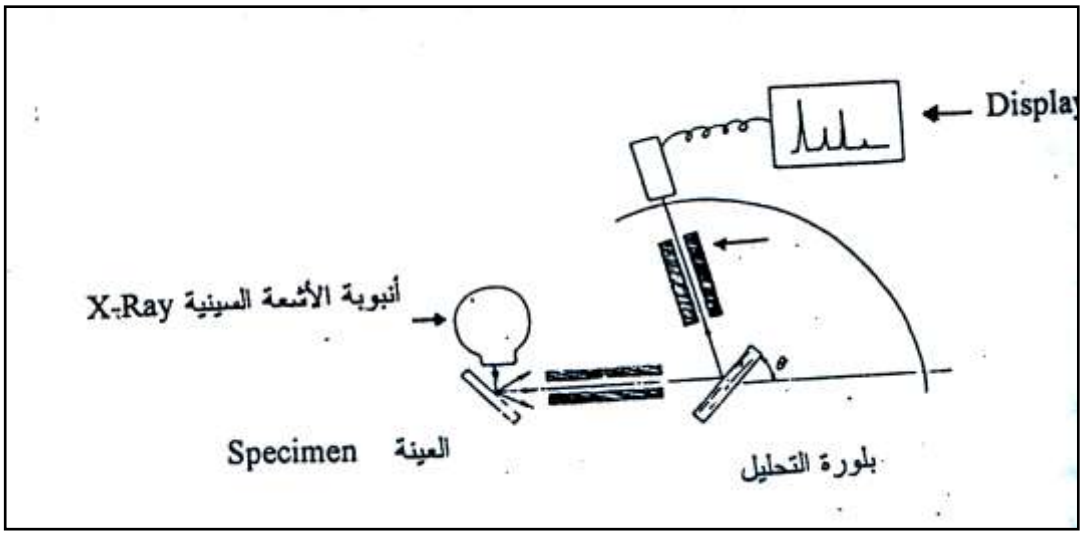
حيث تخرج منها الأشعه السينيه لتقابل العينه الموضوعة امامها وعلى بعد منها فتثار ذرات العناصر الموجودة بها وتنبعث اشعتها الخاصه فى جميع الاتجاهات .



انبوبة الأشعة السينية

3 -منظم خاص

يسمح بمرور الأشعه فى مسار مستقيم ثم تدخل الأشعه داخل جسم معدنى أسطوانى يوجد بمركز بلورة التحليل والتى تعكس أشعه الطيف بطول موجاتها وزاويا سقوط فى الزاويه خاصه ليستقبلها العداد الالكترونى المتصل بـدولاب الكترونى حيث يتم تسجيل الانعكاسات اليا .



شكل تخطيطي يوضح مكونات جهاز تفلور الأشعة السينية

فرق الطاقه بين المدارين ينتج أشعه سينيه ثانويه المميزه للعناصر الموجوده فى المادة ولحظيا يحدث تعويض من المدار L الى المدار M .

طريقة الأستخدام للجهاز :-

1 - تخرج الأشعه من الانبوبه ذات النافذة الواحدة ثم تسقط على العينه فتعمل على أثارة الذارات الموجودة وتنبعث أشعاتها الخاصه فى جميع الاتجاهات

2 - ثم تسقط الأشعه على بلورة التحليل فيحدث لها حيود

3 - ثم يستقبل الأشعه العداد الالكترونى ويتاين الغاز الحامل الموجود بداخله وتنطلق طاقه كهربيه داخل الكابل الكهربى ومنه الى الدولاب وتتحول الى طاقه ميكانيكيه تعمل على تحريك الابرة وتعطى الشارت .

كيفيه تفسير الشارت Chart

1 - يتم قياس زاويه الانعكاس لكل انعكاس .

2 - باستخدام قيمه ال d لبلورة التحليل المستخدمه .

3 - ويتم التعريض فى قاتنون براج يمكن معرفة الطول الم وجى للأشعه الخاصه المنبعثة وبالتالى على العناصر التى تم إثارتها وبالتالى كميه العنصر فى العينه .

ملحوظه

ومن خلال ذلك لابد من تحديد الهدف المعدنى المستخدم وذلك على حسب نوع العينه المراد تحليلها حيث يتم استخدام المولبيدنيوم والتنجستين وهى عناصر ذات أوزان ذريه ثقيله على عكس الكروم ذات وزن جزيئ خفيف وذلك لانه عند أثارة العناصر الثقيله فى العينه فانها تحتاج الى طاقه هائله لاثارة الالكترونات فى المدار K لذلك لا تصلح الأثارة بانبوبه الكروم لن الأثارة فى هذه الحاله سوف تكون للمدارات الخارجيه فقط دون المدار K لذلك فمن الافضل أستخدام أنبوبه عنصر ثقيل لانها تحتاج الى طاقه هائله لاثارة الالكترونات فى المدار K ومن خلال ذلك سوف ندرس جهاز توليد توليد الأشعه السينيه .

أنبوبه توليد الاشعه السينيه

1 - الهدف المعدنى للقطب الموجب.

2 - ماء التبريد

3 - الأشعه السينيه المتولده من الهدف

4 - الألكترونات

5 - فتيله من التنجستين

6 - المحول

7 - نافذة من البريليوم

عمل الانبوبه

ان الهدف المعدنى عبارة عن القطب الموجب ويكون موصل على جهد كهربى قيمته صفر أما القطب السالب فيكون جهدة الكهربى عالى مما يحدث فرق جهد كبير وينتج عن ذلك أنطلاق الكترونات مسرعه من القطب السالب الى القطب الموجب لتصتدم بالهدف المعدنى فينتج الاشعه السينيه و هنا يحدث تغير فى طاقه الالكترونات المتصادمه حيث تتحول

معظمها الى حرارة ويظهر جزء صغير على شكل **X Ray** وبفحص طول الموجه نجد انها تشكل مدى واسع .

ملحوظه

99% من الطاقه المتولده تتحول الى طاقه حراريه 1% تتحول الى الاشعه السينيه .

عندما يمر الجهد بين الكاثود والانود تسخن الخيوط وينتقل منها سيل من الالكترونات المسرعه تحت تاثير الجهد الكهربى العالى .

توليد الأشعه السينيه من الهدف المعدنى

- الهدف المعدنى يتكون من مواد عديدة مثل النحاس والكوبالت ا لتنجستين فى حاله الحيود وقد يستخدم الحديد فى حاله التفلوروأيضا يمكن أستخدام التنجستين عند وجود ذرات ثقيله.

- عند أصطدام الألكترونات بالهدف المعدنى يحدث إثارة لذرات النحاس الموجوده بداخله فينتقل الألكترونات من المدار K الى المدار L وفرق الطاقه بين المدار يين يحدث أنتاج للاشعه السينيه ويحدث خلل ينتج عنه تعويض من المدار فيعطى K &1 - KB1 وتعتبر هذه أشعه خاصه .

3- التحليل بواسطه الامتصاص الذرى

تستخدم للتعرف على العناصر الموجودة بالعينات وهذا التحليل يعتبر تحليل كمى عن طريقه نستطيع معرفه نسب العناصر فى العينه ومن خلاله نستطيع معرفه اكثر من 60 عنصر من مكونات العينه الواحده بدقه عاليه جدا تصل الى واحد فى المليون وفى الاجهزه الحديثه تصل الى التريليون ولكن لا تحتاجها فى مجال الاثار وبالتالى يتم معرفه مكونات العينه حتى ولو كانت بنسب ضئيله .

الأساس العلمى

تعتمد هذه الطريقه على تحويل المادة الفلزيه الى ذرات حره حيث لابد من تحويل العناصر من جزيئات مرتبطه الى ذرات حرة بتعريض المركبات الى طاقه سواء حراريه أو كهربيه أو غيرها تكفى لتكسير الروابط الكيميائيه وتبق ى على هيئه ذرات حره ويتم تقدير الطاقه الأشعاعيه الممتصه بـواسطه هذه الذرات حيث تتناسب درجه الأمتصاص لعدد الذرات الموجوده فى العينه للعنصر المراد تعينه تتناسب طرديا مع تركيز هذا العنصر وتزداد كميه

الأشعه الممتصة عند هذا الطول الموجى بزياده عدد الذرات للعنصر الموجود فى مسار الأشعه ومن خلال ذلك يتم تعيين تركيز العناصر الموجوده .

مكونات الجهاز المستخدم

1 -مصدر الاشعه (النبوبه المهبطيه)

هو المصدر الذى ينبعث منه طيف العنصر المراد تعينه حيث ان كل عنصر يحتاج الى أشعه ذات طول موجى متعدد لاثارته وهى تحتوى على لمبات للعناصر المطلوب تحديدها ويصل عدد العناصر التى لها لمبات الى 60 عنصر ومنهم (Mg -Ag - Al –Fe-Ca) وهى عباره عن أنبوبه أسطوانيه جدارها من الزجاج الرقيق بها غاز الأرجوان تحت ضغط منخفض ويكون الكاثود القطب السالب لها من العنصر المراد تقديره والتعرف عليه أما الانود وهو القطب الموجب عباره عن سلك من التنجستين مواجه للكاث ود ويرتبط الأنود بالكاثود بواسطه أسلاك من التنجستين هذا ولكل لمبه ظروف تشغيل خاصه يجب مراعاتها حسب كل عنصر مثل فتحه الشعاع والطول الموجى للأشعه .1- لمبه المهبط 2- عدسه مجمعه 3- اللهب 4- عدسه 5- محدة فصل الموجات 6- مكشاف 7- وحده التكبير 8- التسجيل 9- أميتر 10- شاشه كمبيوتر 11- غرفه الرذاذ 12- الوقود المستخدم 13- هؤاء متاكسد 14 – محلول العينه المراد تعينها . 1- كاثود 2- أنود 3- حاجز من الميكا 4- غاز النيو 5- نافذه سليكا 6- أداه 7- قطب سالب من العنصر 8- غاز نيون او ارجوان .

2 -مصدر الطاقة

او وحدة تحويل العناصر الى الحاله الذريه وهو المختص بانتاج ذرات حره واذا وجدت عدة مركبات فى العينه يتم الحصول على كل عنصر ومصدر الطاقه نوعين :

أ - طاقه حراريه (طريقة اللهب)

وتنتج الحرارة فى هذه الحاله من الغازات المختلفة والتى تعمل على تحويل المادة من الحاله الجزئيه الى الحاله الحرة وهذه الغازات مثل الأستيلين مع هواء مضغوط أو الأستيلين مع أكسيد النيتروز أو البروتين مع الهواءالمضغوط

ب -مصدر كهربى (فرن الجرافيت)

وفرن الجرافيت عبارة عن قضيب من الجرافيت وهذا يتم التحكم فى درجه الحرارة حيث يتم تسخين العنصر للدرجه المناسبه له وتمتص هذه الذرات جزء من الطاقه الأشعاعيه التى نبعثها لمبه المهبط .

3- وحدة فصل الموجات

تستخدم لفصل الاشعه ذات الطول الموجى المستخدم لتقدير العنصر من باقى المصدر وتستخدم المنشور أو المحرز .

4- مكشاف

وهو عبارة عن خليه ضوئيه مركبه لتحويل الطاقه اللاشعاعيه ا لى اشارات كهربية يمكن تسجيلهاعلى لوحه القياس فى صورة أمتصاص أو فى صورة امرار ضوئى .

5- وحدة تكبيرالأشعه

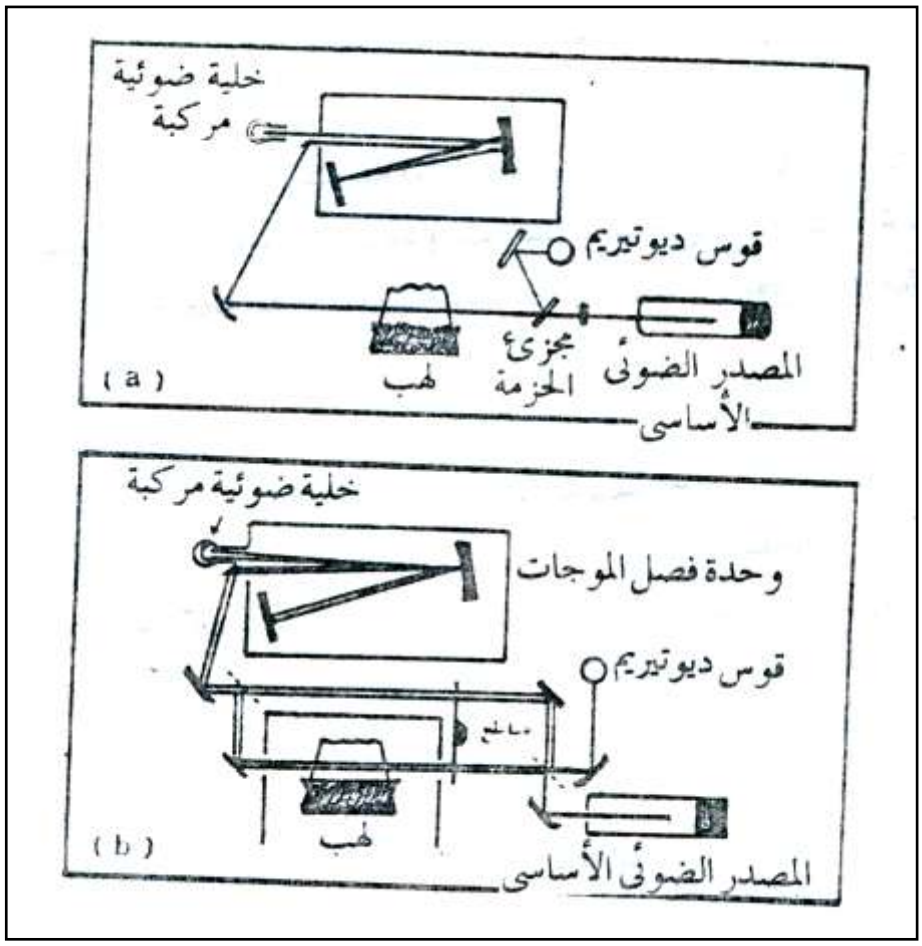
يتم فيها تكبير الطيف الممتص.

6- وحدة التسجيل أو القياس

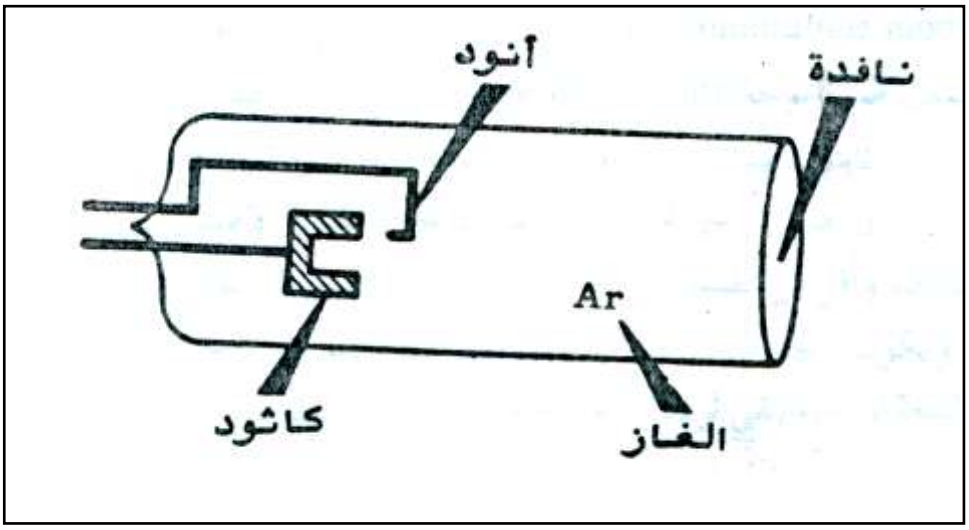
وذلك باستخدام الأميتر أو وحدة تسجيل ترسم منحنيات للعناصر .

7- جهاز كمبيوتر

وهو لمعالجة القياسات الناتجه واخراجها فى صوره بيانات .



شكل تخطيطي يوضح المكونات الأساسية لجهاز التحليل بالأمتصاص الذري .



شكل تخطيطي يوضح لمبة الكاثود المفرغة .

طريقة الاستخدام

1- تجهيز العينه

أ - يتم تجهيز العينه ووزنها ولتكن 1 مم

ب- نقوم بوضع العينه فى المذيب لاذابتها ونقوم بوضع عدة قطرات لتمام الذوبان .

ج- نقوم بالترشيح لازاله الجزء الذى لم يذوب ويتم وزنه .

د- ثم نقوم بتكميل العينه المذابه ثم ناخذ منها حوالى 500 ونقوم بتخفيفها لو كانت العناصر بها نسبه عاليه وتاخذ منها ونضع فى الجهاز

ملحوظه

لابد من الحصول على تزكيزات خفيفة ليتم معرفة كميه العناصر لانها بعد 40 ppm لا يتم تحديد أى شئ اى لا تعطى أى نتائج وتعطى الشكل التالى ولا يحدث أمتصاص .

3 - تشغيل الجهاز

أ - يتم توصيل الجهاز بالتيار الكهربى.

ب- يتم وضع لمبه العنصر المراد تعيينه وتشغيلها اولا.

ج- يتم خلال وحدة فصل الموجات تعيين الطيف الخارج من اللمبه المهبطيه .

د-يتم ضبط درجه الحرارة المناسبه للمراحل الثلاثة:

1- مرحله التبخير 2- مرحله التحميص 3- مرحله الأثارة

ويتم فيها رفع درجه الحرارة للدرجه المناسبه لاثارة العنصر ليحوله الى ذرات حيث أن لكل عنصر درجه حرارة خاصه به حيث يحدث للعنصر تفكك ثم إثارة.

ز- تتعرض هذه الذارات للطيف العنصر يحدث لها أثاره وتمتص هذا الطيف على حسب درجه تركيز العنصر الموجود .

و- وتذهب الأطياف لوحدة فصل الموجات حيث يتم طرح الأطياف الخارجه من اللمبه من الأطياف للذرات الممتصة ثم تذهب الى وحدة التكبير تقوم بتكبير هذه الأطياف وتنزل على شارت على الكمبيوتر .

لابد من عمل عينات قياسيه ويتم حساب درجه التركيز من خلال هذا القانون .

مثال على ذلك وزن عينه 0.5 جم يتم إذابتها فى محلول حتى 500 للتحليل بواسطه الامتصاص الذرى فكانت قراءة الجهاز هى 5 pp .

ملحوظه

1 - فى حاله عدم حدوث أمتصاص كان هذا دليل على عدم وجود عنصر فى العينه .

2 - كم الاشعه الصادرة من الكاثود هى نفسها كم الاشعه الممتصه من قبل العنصر المراد تحديدههى نفسها كم الأشعه الصادرة من العنصر وبالتالى لا يكون هناك تداخل سوى بنسبه قليله جدا

3 - قد تضاف بعض المواد لعدم حدوث تدلخل

4 - فى حاله وجود عنصر بنسبه تركيز أعلى من 40% فانه لابد من تخفيف تركيز العنصر .

المواد الأثريه التى تحلل بواسطه الامتصاص

1 - تستخدم هذه الطريقة للتحليل الكمى للعناصر الفلزيه واللافلزيه وتحديد نسبه تركيز العناصر الغير عضويه .

2 - تستخدم فى التعرف على الاثار المعدنيه والسبائك

3 - التعرف على العناصر فى الأحجار مثل (Mg – Ca – Na - K)

4 - يستخدم فى تحليل الألوان .

5 - يستخدم فى تحليلالأحبار المعدنيه

6 - يستخدم فى دراسه وتحليل الاثار الفخاريه والزجاجيه .

7 - يستخدم فى دراسه الصور الجداريه والوان طبقات الشيد الحوامل.

8 - يستخدم فى التعرف على التابن المستخدم فى دباغه الجلود .

9 - يستخدم فى دراسه الاملاح.

10-يستخدم فى دراسه طبقات الجو والالوان فى الاخشاب الملونه.

11- يستخدم فى التعرف على الزجاج ومكوناته .

مميزات التحليل بواسطه الامتصاص الذرى

1 - دقه التحليل وحساب التركيز لاى عنصر لاقل نسبه.

2 - تحليل درجات التركيز قليله جدا تصل الى جزء من المليون

3 - فرصه حدوث التداخل قليله جدا

4 - أمكانيه دراسه الفيانس التركيب الداخلى (اللب الداخلى)

5 - يتم التسجيل اليا

6 - تفيد فى معرفه تكنولوجيا الصناعه القديمه ومعرفه الزيف والاصاله فى المقتنيات الفنيه ومعرفه المناطق التى أنتجت فيها هذه الاثار والتاريخ .

عيوب التحليل بواسطه الامتصاص الذرى

1 - يستخدم فى التحليل المواد الغير عضويه حيث ان المواد العضوية المكون الأساسى لها الكربون والذى يستحيل استخدامه كمهبط لانه غير موصل للكهرباء

2 - يستخدم فى تحليل المواد وهى فى الحاله السائله فقط وهى من الطرق المتلفه .

3 - أستهلاك وقت كبير فى تحضير العينه والذى يحتاج لدقه عاليه كما أن تغير لمبات الأشعه الخاصه بكل عنصر يستغرق وقت

4 - وهى طريقة مجهدة ومكلفه حيث أنه لابد من توافر جميع لمبات العناصر كما أنها تحتاج لوجود خلفيه عن الطبيعه المواد الموجودة .

5 - تعد من الطرق التلفه حيث تفقد العينه عند إذابتها ولذا يجب أن تكون أخر الطرق المستخدمه

6 - قد يحدث تشتيت للذرات فى اللهب

7 - كبر حجم الجهاز وخضوعة لحسابات وقياسات دقيقة

4- التحليل بواسطه الأشعه تحت الحمراء Infra-Red Analysis

الأشعه تحت الحمراء عبارة عن طيف كهرومغناطيسى يقع فى المنطقه الواقعه بين الأشعه المرئيه والموجات القصيرة والطول الموجى لهذه الأشعه يكون فى المدى من 0.7:500 ميكروميتر وحدة القياس الأشعه تحت الحمراء هى الميكروميتر وهو يساوى 10× 1 سم.

ثانيا :- الجهاز المستخدم

1 - عدسه عاكسه 2-عدسه عاكسه 3- مصدر اشعه تحت الحمراء 4- الخليه المرجعيه 5- العينه 6- وحدة فصل الموجات 7- وحدة فصل الموجات 8- المكشاف 9- الشارت .

مكونات الجهاز

1- مصدر الطاقة الأشعاعيه

يتكون مصدر الطاقه الأشعاعية من ثلاثة مصادر:-

أ- قضيب جلوبار

وهو عبارة عن قضيب من كربيد الكالسيوم وهذا يتم تسخينه كهربيا الى 300 درجه مئويه

ب- شعيرة نيرنست

وهى عباره عن أسطوانه قطرها من 1-2 مم وطوله ا 20مم من أحد العناصر الأرضيه النادرة مثل الزركونيوم وهذا يتم تسخينها بواسطه مصدر خارجى (ثوريوم – ديتريوم)

ج- شريط نيكروم

2- وحدة فصل الموجات

يستخدم فى فصل الأطوال الموجيه المختلفة من الاشعه بعد مرورها على العينه ويستخدم معه مرشح لتلافى عيوبه .

3-المكشاف

يستخدم لتقدر الأشعه وطاقتها وذلك من خلال أستخدام أجهزة قياس الحرارة مثل المزدوجه الحرارية وغيرها .

1 -وحدة التكبير (المكبر)

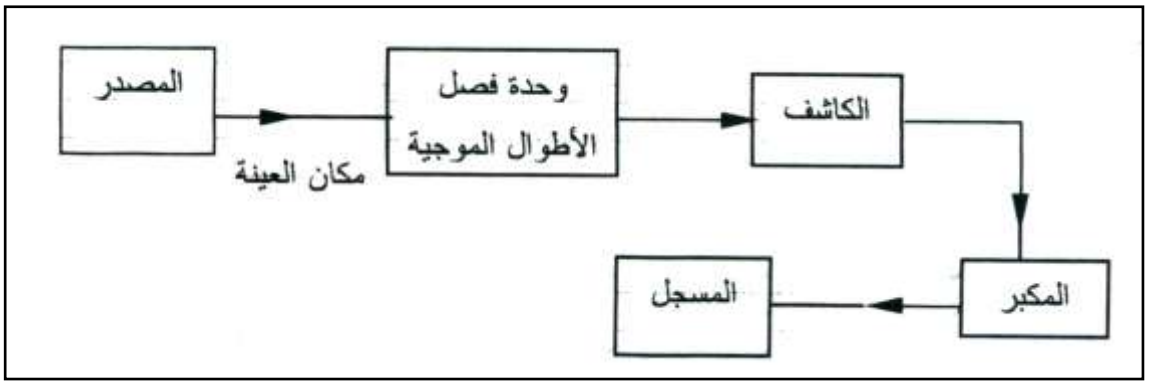
2 -وحدة التسجيل أو القياس المسجل

يستخدم طيف الأشعه تحت الحمراء فى المدى المرغوى .

3 -معالجه النتائج (الكمبيوتر)

4 -مكان وضع العينه (حامل العينه) .

هناك ثلاثة أنواع من العينات وهى صلبة وسائلة وغازية ومكان وضع العينه مصمم بحيث يتم التمكن من قياس العينات فى كل حالتها .



شكل تخطيطي يوضح جهاز (مطياف) الأشعة تحت الحمراء

ثالثا :- طريقة الأستخدام

تجهيز العينات

يمكن الحصول على طيف الامتصاص لأشعه تحت الحمراء للعادة فى صورتها الغازيه أو السائله أو الصلبه ويلزم لأجراء التحليل أذا يكون سمك العينه صغير جدا ولذلك تستخدم خلايا دقيقة غالبا ما تكون معدنيه بها نافذتان لمرور الاشعه خلال العينه هنا والمادة المصنوع منها النوافذ يجب الا تكون من النوع الذى يمتص الاشعه تحت الحمراء وتستخدم عادتا هاليدات العناصر الفلزيه فى صناعة هذه النوافذ .

مميزات التحليل بواسطه الأشعه تحت الحمراء

1 - يمكن التعرف على مكونات المواد الطبيعية معقدة التركيب بمقارنتها بمواد معروفه

2 - إمكانيه إستخدام الأشعهتحت الحمراء فى التعرف على بعض المجموعات الغير عضويه

3 - استخدام الأشعه تحت الحمراء فى التفريق بين (SIO2 –SIO4) الصغر المتناهى لحجم العينه المطلوب تحليلها

4 - لا يعتمد التحليل بهذه الطريقة على الحاله الطبيعية للمادة المراد تحليلها حيث يمكن إستخدامها فى حالتها الثلاثة .

5- التحليل بواسطه الأشعه فوق البنفسيجيه

تشغل الاشعه الفوق بنفسيجيه المنطقه بين 200، 380 نانومتر ويحدث فى هذا القسم الأمتصاص للمركبات العضويه والغير عضويه والطيف المرئى 800:400 .

الأساس العلمى

تعتمد هذه الطريقة علىقياس الطاقه اللازمه لاحداث أثارة للألكترونات الموجودة فى المدارات الجزيئيه والمجموعات الفعاله فى هذه الطريقة هى المجموعات التى تحتوى على روابط مزدوجه او تحتوى على اللكتونات غير مشاركه فى الرابطه مثل (N – Ss – Cl) فى البدايه لابد وان نذكر انه عند التحليل بواسطه طيف الأشعه فوق البنفسيجيه فاننا نتعامل مع المدارات الجزيئية وليس المدارات الذرية أو بعبارة أخرى نتعامل مع الكترونات التكافؤ وهى الألكترونات التى يتم من خلالها عمل الروابط وبالتالى تكوين الجزيئات

.

1- مصدر الاشعه

وهى عبارة عن لمبه من الهيدروجين أو التنجستين ومن المعروف انه يوجد مصدرين للأشعه احداهما مصدر للاشعه الفوق بنفسيجيه والأخرى للطيف المرئى .

2- وحدة فصل الموجات

وهى التى تفصل الأشعه التى يحدث لها أمتصاص عن الأشعه الاخرى .

3- وحدة لوضع محلول العينه

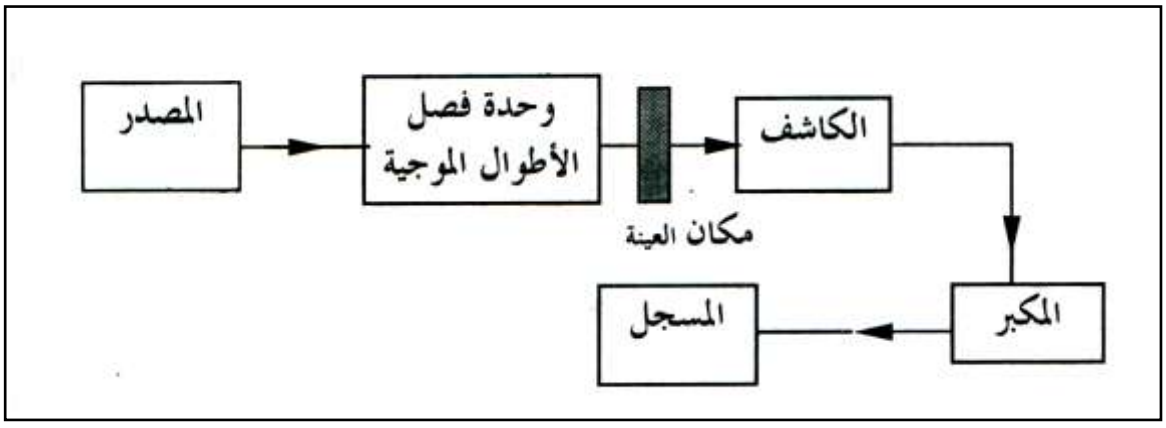
وهى عبارة عن خلايا لامتصاص الأشعه الفوق بنفسيجيه وهى خلايا من الكوارتز حيث توضع العينه فى مسار الاشعه .

4- وحدة قياس الطاقه

وهى عبارة عن خلايا ضوئيه لتقدير الاشعه الفوق بنفسيجية

5- خليه مرجعيه 6- مرآه مرجعيه 7- مكشاف 8- مسجل

يسجل مناطق الأمتصاص ويتم عمل رسم بيانى .



شكل تخطيطي يوضح المكونات الأساسية لمطياف الأشعة فوق البنفسجية .

تطبيقات الاشعه فوق البنفسيجيه فى مجال الأثار

1 -تستخدم مع المركبات العضوية وغير العضويه .

2 -تستخدم فى دراسه بهتان الالوان

3 - يمكن التعرف على ثبات المادة المقويه باجراء تحاليل بواستطها قبل الأستخدام ثم بتعريضها للتقادم الصناعى ثم بعد ذلك يتم إختبارها مرة أخرى بالأشعه الفوق بنفسيجيه وفى حالة حدوث تغير فى الأطوار الموجيه التى يحدث عندها الأمتصاص دل ذلك على حدوث تغير فى المادة والعكس صحيح .

4 -يمكن بواسطه هذه الطريقة عمل تحليل كيفى لكثير من المواد العضوية وغير العضوية وتحليل كمى ومعرفة مدى التغير الذى يحدث للمادة وكذلك معرفة مدى نشاط عنصر من عدمه بتعريض المادة للأمتصاص ثم تعريضها لعامل التلف أو مادة العلاج ثم تعريض المادة لامتصاص مره أخرى وملاحظه الفرق .

5 - تستخدم فى التعرف على الجزيئات فى المركبات العضويه خاصه والمركبات الغير عضويه .

6 - تفيد فى التعرف على العيوب فى اللوحات الزيتيه والتى لا ترى بالعين المجردة .

7- تستخدم فى التعرف على الأصباغ.

8 - تستخدم فى تعيين درجه التركيز صغيرة جدا .

9 - تفيد فى التعرف على الورنيشات والراتنجات والشموع

10- يستخدم فى تحديد المركبات الأروماتيه

11- يستخدم فى معرفة المركب من عدمهوتاثير الضوء على الأثر أذا حدث تغير فى مناطق الأمتصاص .

12- ومدى ثبات الالوان من عدمه ونشاط المركب مع الأثر

13- ويمكن الكشف عن المجموعات الفعاله حيث هذه المجموعات لها القدرة على إمتصاص الأشعه الفوق بنفسيجيه ومنها : (الكربونيل C=O - الألدهيد CHO – الكربوكسيل COOH – الأمين NH_2 – النيترو NO_2-)

وحسب كل مذيب تتغير أماكن الأمت صاص ويتم مقارنتها بواسطه عينات قياسيه وتوجد مجموعات أخرى تسمى الأوكسى كروم وهذه المجموعة هى (NH_2 -OH) وهى مجموعات فعاله تؤثر على درجه الامتصاص حيث تعمل على إزاحه مناطق الامتصاص سواء الزيادة أو النقصان .

ملاحظات

1 - توجد مركبات لا توجد بها مجموعات فعاله فعند إذابتها فى المذيب تكون مجموعات فعالة ويمكن قياسها.

2 - فى حاله أختبار العينات الملونه يستخدم مجال الطيف من (400-800) نانومتر أما فى حاله أختبار العينات الغير ملونه يستخدم طيف من (200-400) نانومتر.

3 - يتوقف إختيار الطريقه المستخدمه فى التحليل على نوعيه العينه وح جمها ومدى أهميتها وأمكانيه الحصول عليها .

4 - التصوير الجدارى الهش لا يمكن عمل إنعكاس أمامى وخلفى له بالتالى لا يمكن التحليل بواسطه الاشعه السينيه وذلك نظرا لضعفها الشديد ومن ثم تفتتها وقد سهل التطور العملى المذهل هذه العمليه وذلك عن طريق إستخدام أجهزه محموله دون الحاجه الى أخذ عينه .

5 - التحليل الكيميائى يفضل فى الحفائر حيث ضعف الأمكانيات ومن ثم يكون الهدف الاول للمرمم هو التعرف على العناصر المكونه للعينه وكوسيله تاكيديه فى حاله توافر العينات .