Contribution to the study of some physical and chemical properties of Syrian diatomaceous earth

Dr. Mohammad Ghafar [*]
Dr. Karam Haddad [**]

(Received 9 / 3 / 2026. Accepted 6 / 4 / 2026)

□ ABSTRACT □

This study investigates the physicochemical properties of Syrian diatomaceous earth sourced from the upper layer (2 m depth) of the Khneifis phosphate mine in Palmyra, Homs Governorate, Syria. Comprehensive characterization using SEM, EDX, FTIR, XRD, TGA, and BET analyses revealed an amorphous silica (opal-A) content exceeding (80%), with a hierarchical porous structure exhibiting specific surface area of (37.6 m^2/g) and total pore volume of (60.5 µl/g). The material demonstrates Type IV adsorption isotherms with H3 hysteresis, indicating mesoporous (64.25%) and macroporous (10.04%) characteristics ideal for filtration and adsorption applications. SEM analysis confirmed preservation of centric diatom frustule morphologies at various magnifications, while EDX quantified major elemental composition (Si: 35.23 wt%, O: 50.18 wt%) with minor (Al, Fe, Ca, and P impurities). FTIR spectra identified characteristic Siloxane vibrations (Si-O-Si) (1045, 812 cm^{-1}) and surface silanol groups (Si-OH) (3393 cm^{-1}), and TGA showed 2.96% total weight loss up to 950°C, confirming Syrian diatomaceous earth thermal stability.

Keywords: Diatomaceous earth, Khenifis, XRD, BET, Silica.

Copyright **:**Latakia University Journal (Formerly Tishreen) -Syria, The authors retain the copyright under a CC BY-NC-SA 04

[*] **Associate Professor, Higher Institute for Environmental Researches, Latakia University(Formerly Tishreen) , Lattakia, Syria, mohammad.ghafar@latakia-univ.edu.sy .**
[**] **Ph.D. - Environmental Chemistry – Department of Environmental Chemistry – Higher Institute for Environmental Research – Latakia University(Formerly Tishreen) – Lattakia, Syria .**
karam.haddad@latakia-univ.edu.sy, karamhaddad28@gmail.com.

مساهمة في دراسة بعض الخصائص الفيزيائية والكيميائية للتراب الدياتومي السوري

د. محمد غفر [*]

د. كرم حداد [**]

(تاريخ الإيداع9 / 3 / 2026. قبل للنشر في 6 / 4 / 2026)

□ ملخّص □

تُحقق هذه الدراسة في الخصائص الفيزيائية والكيميائية للتراب الدياتومي السوري المأخوذ من الطبقة العلوية (عمق 2 متر) من منجم خنيفيس للفوسفات في منطقة تدمر، محافظة حمص، سوريا. أظهر التوصيف الشامل باستخدام تقنيات (SEM, EDX, FTIR, XRD, TGA, BET) وجود محتوى يتجاوز 80% من السيليكا الأمورفية (أوبال-A)، مع بنية مسامية هرمية تتميز بمساحة سطحية نوعية قدرها (37.6 m^2/g) وحجم مسامي إجمالي قدره (60.5 µl/gr). تظهر المادة منحنيات امتزاز من النموذج الرابع مع حلقة (hysteresis) من نوع (H3)، مما يشير إلى خصائص مسامية متوسطة (64.25%) وكبيرة (10.04%) مثالية للتطبيقات الامتزازية والترشيحية. أكد التحليل بالمجهر الإلكتروني الماسح الحفاظ على المورفولوجيات الهيكلية للدياتومات المركزية بتكبيرات مختلفة، بينما قدّر التحليل الطيفي بالأشعة السينية المشتتة للطاقة التركيب العنصري الرئيسي (السيليكون: 35.23% وزناً، الأكسجين: 50.18% وزناً) مع شوائب ثانوية من (Al, Fe, Ca, P)، كما حددت أطياف مطيافية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه اهتزازات رابطة السيلوكسان (Si-O-Si) المميزة عند (812, 1045 cm^{-1}) ومجموعات السيلانول السطحية (Si-OH) عند (3393 cm^{-1}). أظهر التحليل الحراري الوزني فقداناً إجمالياً في الوزن قدره (2.96%) حتى درجة حرارة (950°C)، مما يؤكد الاستقرار الحراري لعينة التراب الدياتومي السوري.

الكلمات المفتاحية: التراب الدياتومي، خنيفيس، حيود الأشعة السينية، مساحة السطح النوعي(BET) ، السيليكا.

حقوق النشر : مجلة جامعة اللاذقية (تشرين سابقاً)- سوريا، يحتفظ المؤلفون بحقوق النشر بموجب الترخيص CC BY-NC-SA 04

[*] أستاذ مساعد - قسم الكيمياء البيئية-المعهد العالي لبحوث البيئة-جامعة اللاذقية(تشرين سابقاً)- اللاذقية سوريا
mohammad.ghafar@

[**] دكتوراه - الكيمياء البيئية - قسم الكيمياء البيئية - المعهد العالي لبحوث البيئة - جامعة اللاذقية-(تشرين سابقاً)- سوريا
karam.haddad@latakia-univ.edu.sy,karamhaddad28@gmail.com

مقدمة:

يُعرف التراب الدياتومي (Diatomaceous Earth) أو السيليكا الدياتومية (Diatomaceous Silica) بأنه صخر رسوبي سيليسي دقيق الحبيبات، يتميز بلونه الفاتح وملمسه الطباشيري الناعم، ويتكون أساساً من هياكل السيليكا الأوبالية لنباتات مائية أحادية الخلية تُسمى الدياتومات (Diatoms). تنتشر رواسب هذا الصخر عالمياً وقد تكون من أصل بحري أو قاري، حيث تتركز الرواسب القارية بشكل أساسي من أصل بحيري، مع وجود رواسب نهرية أو مستنقعية أو مصبية أخرى، ويُعتبر الصخر النقي منه أبيض اللون، وشائعاً ما يكون بنياً إلى رمادياً في موقعه الطبيعي، ونادراً ما يكون أسود اللون[1].

يتكون التراب الدياتومي كيميائياً بشكل رئيسي من ثاني أكسيد السيليكا (SiO_2) بنسبة تتراوح بين (% 97 – 70) وزناً في الرواسب البحرية، وبين (% 90 – 70) في الرواسب القارية. ويحتوي على كميات مختلفة من الماء الحر بنسبة (% 60 – 10) وزناً، بالإضافة إلى ماء مرتبط بالهياكل الدياتومية يتراوح بين (% 9.6 – 1.9) وزناً حسب النوع وتشمل المكونات الرئيسية الأخرى أكسيد الألومنيوم (Al_2O_3) بنسبة (% 10 – 2)، وأكسيد الحديد، والتيتانيوم، والفوسفور، والكالسيوم، والمغنيسيوم، والصوديوم، والبوتاسيوم كما يحتوي على محتوى عضوي وثاني أكسيد الكربون يتراوح بين أقل من (1%) إلى أكثر من (17%) وزناً، كما يتكون التراب الدياتومي معدنياً من الأوبال ومشتقاته مع وجود شوائب مثل الكوارتز والميكا والفلدسبار والكالسيت والجبس والبيريت والكبريت [1].

يتميز التراب الدياتومي بمجموعة فريدة من الخصائص الفيزيائية والكيميائية التي تجعله مادة صناعية قيّمة، فهو ذو كثافة حقيقية تتراوح بين ($0.320 – 0.640\ gr/cm^3$)، وكثافة ظاهرية للمسحوق الجاف بين ($0.080 – 0.256\ gr/cm^3$)، وللمسحوق الرطب بين ($0.160 – 0.480\ gr/cm^3$)، كما يمتاز بمسامية عالية جداً تصل إلى (% 90-80) حسب بعض الدراسات، وقدرة امتصاصية تتراوح بين (3 – 1.5) أضعاف وزنه من الماء. تتراوح أحجام الهياكل الدياتومية بين (0.75-1000 µm)، (غالباً (150 µm - 10)، مع وجود فراغات تصل إلى (% 30-10) حجمياً، كثافته النوعية تتراوح بين ($1.9 – 2.35\ gr/cm^3$)، وصلابته تتراوح بين (6 Mohs – 4.5)، ويتميز بموصلية حرارية منخفضة بسبب حجم الفراغات العالي، ودرجة انصهار مرتفعة بين (1400-1750 °C) وخمول كيميائي في معظم السوائل والغازات [1,2].

يُعد التراب الدياتومي مادة متعددة الاستخدامات بفضل خصائصه الفريدة، أبرزها المسامية العالية جداً، المساحة السطحية النوعية، الكثافة المنخفضة، والخمول الكيميائي، تُسهم هذه الخصائص في جعله مادة مثالية لامتصاص المواد، حيث يعمل كإسفنجة لامتصاص المواد الزيتية والهيدروكربونية كما يتميز بقدرة فريدة على تثبيت مواد تغير الطور (PCMs) مثل البارافين دون حدوث نضوب، مما يجعله وسيلة آمنة ومستقرة لتخزين الطاقة الحرارية بالإضافة إلى ذلك، فإن معالجته بالتكليس (calcination) عند درجات حرارة مناسبة حوالي (850 °C) تُحسّن من محتوى السيليكا النشطة وقدرته على الامتصاص [2].

تتنوع استخدامات التراب الدياتومي بشكل واسع عبر الصناعات المختلفة، ويمكن تصنيفها كالتالي:

أولاً: التصفية، حيث يُستخدم في تنقية السوائل مثل الكحولات، السكريات، والأدوية، وهو الاستخدام الرئيسي للدرجات العالية الجودة من المصادر البحرية.

ثانياً: الامتصاص، إذ يُستخدم في امتصاص المواد الزيتية والهيدروكربونية، تنظيف الانسكابات النفطية على اليابسة والماء، تأمين المواقع الصناعية، معالجة مياه الصرف، إدارة التلوث في الموانئ والموانئ النفطية.

ثالثاً: يستخدم في العزل الحراري بفضل موصليته الحرارية المنخفضة.

رابعاً: يستخدم في المواد المالئة (Fillers)، وفي الطلاءات والمواد الكيميائية الجافة.

خامساً: المواد الإنشائية، كمادة مضافة بوزولانية في الأسمنت والملاط، وإنتاج الخرسانة الخفيفة ورصف الطرق المعدلة بالأسفلت لتحسين الاستقرار الحراري بالإضافة إلى استخدامات صناعية وبيئية متنوعة [3–1].

أهمية البحث وأهدافه:

تهدف هذه الدراسة إلى توصيف التراب الدياتومي السوري من الطبقة العلوية (عمق مترين) في منجم خنيفيس للفوسفات الواقع في منطقة تدمر بمحافظة حمص، سوريا باستخدام عدة تقنيات (SEM, EDX, FTIR, XRD, TGA, BET)، حيث يشمل هذا التوصيف دراسة خصائصه الفيزيائية والكيميائية لتوفير رؤى واضحة حول تطبيقاته البيئية والصناعية المحتملة، وتنبع أهمية هذا البحث من دراسة خصائص التراب الدياتومي السوري لاستخدامه في عدة صناعات مثل مواد البناء النانوية، بالإضافة إلى دراسة قدرته على توصيل الأدوية المصنعة من المستخلصات الفعالة للنباتات، وإزالة الحمولات العضوية واللاعضوية من المحاليل المائية الملوثة بما في ذلك استرداد الليثيوم من المحاليل المرّة الناتجة عن صناعة ملح الطعام في السبخات، كما أن دراسة خصائص هذه المادة تساهم في توفير معلومات قيمة للباحثين والمهندسين المهتمين باستخدام التراب الدياتومي السوري كمادة خام للأبحاث مستقبلاً وهذا يلبي الخطة البحثية في قسم الكيمياء البيئية في المعهد العالي لبحوث البيئة.

طرائق البحث ومواده:

تم استخراج عينات التراب الدياتومي من الطبقة العلوية على عمق حوالي مترين في منجم خنيفيس للفوسفات الواقع في منطقة تدمر بمحافظة حمص، سوريا. جُمعت العينات من مواقع متنوعة داخل منطقة الدراسة التي تبلغ مساحتها حوالي ($2\ Km^2$)، واتخذت الاحتياطات اللازمة لضمان أخذ عينات ممثلة لتكوينات جيولوجية مختلفة حيث تم أخذ خمس عينات عشوائية من منطقة الدراسة وهي غير المستثمرة لاستخراج الفوسفات، وبناءً على المنهجية التجريبية المعتمدة في المرجع [4]، تم استخدام أكياس بلاستيكية من البولي إيثيلين لتغليف ونقل العينات. كانت المادة تحتوي على نسبة رطوبة وقت الاقتناء، وتم تجفيفها فوراً تحت أشعة الشمس لإزالة الرطوبة. بعد التجفيف، تم طحن المادة باستخدام جهاز طحن مناسب في مخابر كلية الهندسة المدنية – جامعة اللاذقية.

توصيف التراب الدياتومي:

المجهر الإلكتروني الماسح (SEM):

يهدف استخدام تقنية المجهر الإلكتروني الماسح (SEM) إلى دراسة السطوح الخارجية للعينة من خلال شعاع إلكتروني يُصوّر شكلها التركيبي بدقة. يعتمد مبدأ عملها على إصدار حزمة إلكترونات عالية الطاقة (30 KV – 0) من مدفع إلكتروني، وتسريعها وتوجيهها لمسح سطح العينة بشكل منهجي عبر خطوط متوازية. تتفاعل الإلكترونات مع ذرات المادة، حيث يعتمد عمق الاختراق على طاقة الشعاع وكتلة الذرات (يزداد مع الطاقة الأعلى والكتل الأخف). ينتج التفاعل المرن إلكترونات منعكسة تكشف التباين التركيبي حسب الرقم الذري (مع سطوع أعلى للعناصر الثقيلة)،

بينما يولد التفاعل غير المرن إلكترونات ثانوية توضح النسيج السطحي والشكل والخشونة، بالإضافة إلى أشعة سينية مميزة لتحديد العناصر. تُجمع هذه الإشارات بواسطة كواشف متخصصة في حجرة العينة، ثم تُحوَّل إلى صور رقمية على الشاشة بعد معالجتها. يتطلب تحضير العينة تجفيفها وطلاءها بمادة موصلة للعوازل لضمان دقة التصوير [5,6] تمّ تجهيز العيّنات وتمريرها على المجهر الالكتروني الماسح (SEM scanning electron Microscope) من نوع (VEGAII Xmu -TESCAN,Czech Republic) الموجود في هيئة الطّاقة الذّرّيّة السّورية – دمشق وتفسير النّتائج.

مطيافية حيود الأشعة السينية للطاقة (EDX):

تُستخدم تقنية مطيافية الأشعة السينية المشتتة للطاقة (Energy-dispersive X-ray spectroscopy) (EDX) للتوصيف الكيميائي للعينات الصلبة. تعتمد على إطلاق شعاع إلكتروني أولي من المجهر الإلكتروني نحو سطح العينة، مما يُثير الذرات بطرد إلكترون من مدارها الداخلي. يُملأ الفراغ الناتج بإلكترون من مدار أعلى طاقة، فيُصدر فرق الطاقة أشعة سينية مميزة لطاقتها الفريدة لكل عنصر. يُقاس الطيف الناتج ليُظهر قمماً واضحة مثل (Kα, Kβ) للعناصر الخفيفة، أو (L,M) للعناصر الثقيلة، مما يتيح التحليل النوعي لتحديد العناصر والكمي لتقدير التركيب النسبي عبر نماذج حسابية [7]. بعد تجهيز العينات تم إجراء التحليل العنصري باستخدام جهاز من نوع (EDX, AMETEK, USA) الموجود في هيئة الطاقة الذرية السورية – دمشق وتفسير النتائج.

تحليل مطيافية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فوريه (FTIR):

تعتمد مطيافية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه (FTIR) في جوهرها على اهتزاز الروابط الجزيئية ودوران الذرات عند ترددات محددة عند تعرضها للأشعة تحت الحمراء(IR) ، حيث ترتبط هذه الاهتزازات بالبنية الجزيئية الداخلية. يُسلط شعاع (IR) بأطوال موجية متنوعة على العينة، فيُمتص الضوء عند أطوال موجية تتوافق مع فرق الطاقة بين مستويات الاهتزاز للروابط الكيميائية والمجموعات الوظيفية، مما يولد طيف امتصاص يُشكل بصمة فريدة للمادة. يحول تحويل فورييه الإشارة الزمنية إلى طيف ترددي سهل التفسير، حيث تُكشف قممه موقعها وقوتها وشكلها عن أنماط الاهتزاز، مما يتيح تحديد أنواع الروابط والمجموعات الوظيفية مثل الهيدروكسيل (OH^-)، السيليكات (Si-O) والفوسفات [8,9]. تمّ تجهيز العيّنات وقياس طيف الأشعّة تحت الحمراء تحويل فورييه (FTIR-Fourier-transform infrared spectroscopy) باستخدام جهاز من نوع (Nicolet 6700 FT-IR spectrometer, USA) الموجود في هيئة الطّاقة الذّرّيّة السّوريّة – دمشق وتفسير النّتائج.

قياس طيف حيود الأشعة السينية ((X-ray Diffraction Spectrum (XRD)):

قياس طيف حيود الأشعة السينية (XRD) تقنية تحليلية غير إتلافية أساسية لتوصيف المواد البلورية، تعتمد على توجيه شعاع أشعة سينية متجانسة نحو عينة مسحوقة، حيث يتداخل الشعاع المنحدر من مستويات الشبكة مما يولد طيفاً يُسجل شدة الحيود مقابل زاوية (2θ) يكشف موقع القمم عن أبعاد الخلية الوحدة والأطوار، أما شدة القمم تعبر عن النقاوة والتوجه، وعرضها يعبر عن حجم البلورات. تُحضر العينة بطحنها لتوحيد الاتجاهات، يُطبق هذا القياس على المواد النانوية، السيراميك، المعادن، والأدوية لقياس معامل التمدد الحراري، والتحولات الطورية، مما يجعله أداة لا غنى عنها في هندسة المواد [10,11].

تم استخدام جهاز قياس انعراج الأشعة السينية بطريقة المسحوق Powder X ray Diffrection (XRD) من ماركة (Stoe stadi p, Germany) (هيئة الطاقة الذرية–دمشق)، تم توليد الأشعة باستخدام مصعد من النحاس بطول موجة λ=1.5406 A^o ضمن مجال لزاوية الانعراج (2θ =10°-90°).

التّحليل الحراري الوزني (Thermogravimetric Analysis) (TGA):

تُعد تقنية التحليل الوزني الحراري (TGA) أداة لدراسة تغيرات كتلة المادة أثناء تسخينها بمعدل ثابت، مع تسجيل الكتلة باستمرار لتقييم خصائص مثل الاستقرار الحراري، درجات التحلل والتغيرات التركيبية الناتجة عن عمليات فيزيائية أو كيميائية، حيث تُرسم هذه التغيرات كدالة لدرجة الحرارة وفق برنامج حراري مُعد مسبقاً في جو غاز خامل. تُطبق على مواد مثل ثاني أكسيد التيتانيوم (TiO_2) لتقييم استقرارها الحراري والتركيبي، ويُعبر عن درجة التحلل للعينة في لحظة معينة بمعدل التحلل (α) ويشير إلى نسبة الكتلة المفقودة في لحظة معينة إلى الكتلة المفقودة النهائية، ويُعبر عن معدل التحلل α للعينة في لحظة معينة كالتالي $\alpha = (mi - m) / (mi - mf)$ [12–14].

تمّ تجهيز العيّنات وتحليلها على جهاز التّحليل الحراري الوزني (thermogravimetry Analyzer) الذي يحمل الرمز (TG 50) من شركة (Mettler Toledo)، صنع سويسرا والموجود في المخبر المركزي – كلية العلوم – جامعة اللاذقية وفق برنامج التحليل الآتي:

- Heat: 30℃ to 950℃ Rate (10℃/min)
- Gas Flow: N2 - 100 ml/min
- Crucible Alumina: 70 µl

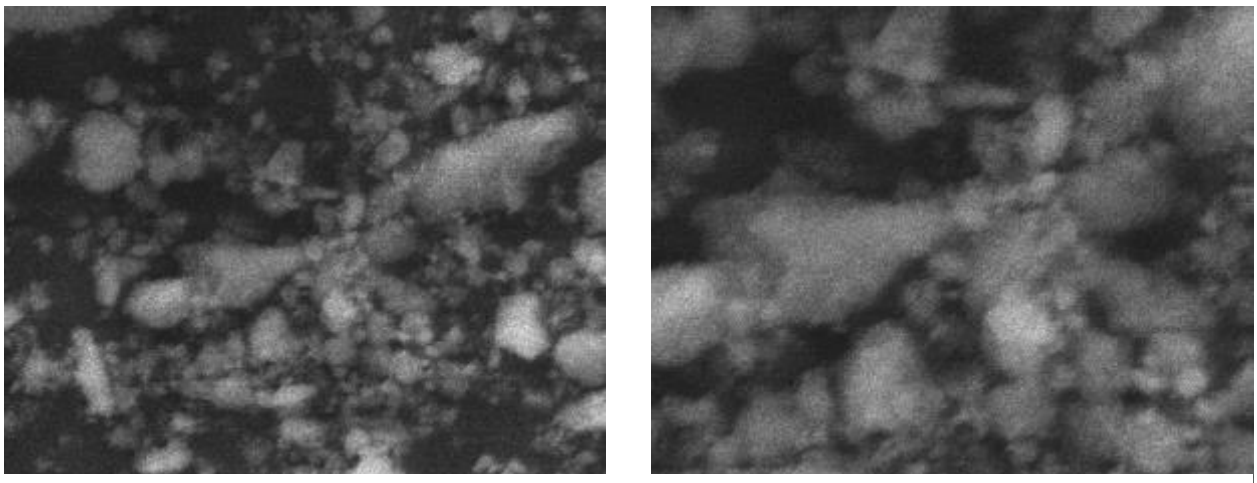
اختبار امتزاز – انتزاز الآزوت بطريقة (Brunauer–Emmett–Teller) (N_2-BET method):

تعتمد تقنية امتزاز الغاز) مثل N_2 عند درجة حرارة منخفضة (على تسخين العينة وإزالة الغازات المحتبسة بفراغ أو غاز خامل لطرد الجزيئات الممتزة، ثم تعريضها لجرعات مضبوطة من الغاز في حجرة مفرغة بضغوط متنوعة لتوليد منحنيات الامتزاز والانتزاز(Adsorption-Desorption) ، حيث يُحدد امتصاص أو إطلاق الجزيئات من اختلافات الضغط. توفر هذه المنحنيات بيانات عن أقصى سعة امتزاز عند ضغط معين، ومساحة السطح النوعية، وحجم وقطر المسام باستخدام نموذج (BET) الذي يفسر الامتزاز الفيزيائي على سطح المادة المسامية. لا يتطابق مسار الانتزاز مع الامتزاز غالباً بسبب التكاثف الشعري في المسام النانوية، وتُشير الحلقة الهستيريسية بين المنحنيين إلى وجود مسام متوسطة قابلة للتحكم، مما يتيح استخراج معلومات نوعية عن بنية السطح وحجمه وتوزيع المسام وطبيعة التفاعلات [15,16].

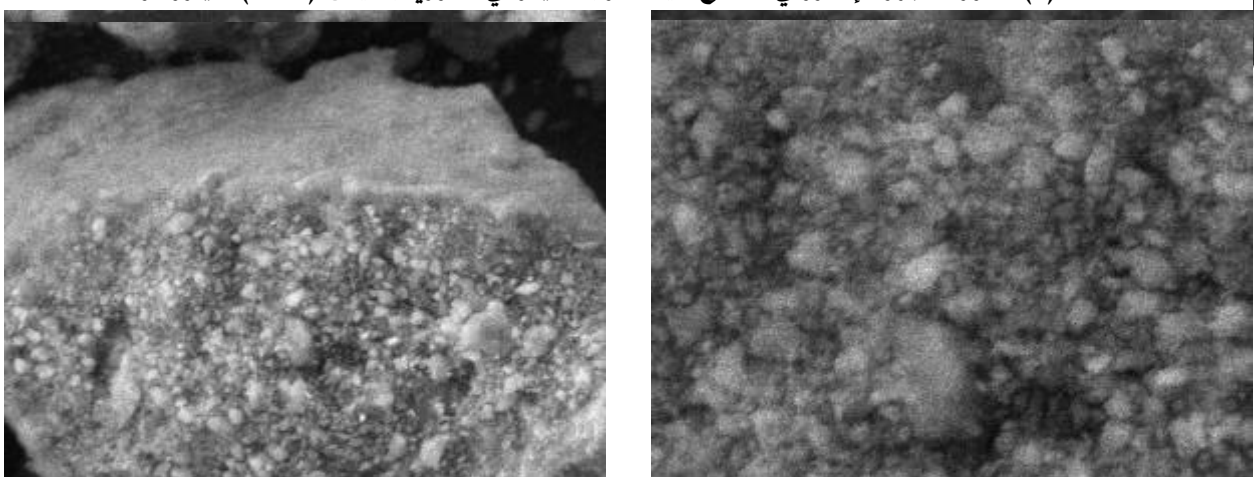
تمّ تحضير العيّنات وتمريرها على جهاز (Quantachrome NOVA 2000e) الموجود في هيئة الطّاقة الذّريّة السّورية – دمشق لحساب المساحة السّطحيّة النّوعية، حجم المسام الكلي ومعدل قطر المسام للعينة بطريقة (BET).

النتائج والمناقشة:

المجهر الإلكتروني الماسح (SEM):



الشكل (1): صور المجهر الإلكتروني الماسح لعينة التراب الدياتومي السوري بمقياس (5 – 2) مايكرومتر



الشكل (2): صور المجهر الإلكتروني الماسح لعينة التراب الدياتومي السوري بمقياس (20 – 5) مايكرومتر

الشكل (3): صور المجهر الإلكتروني الماسح لعينة التراب الدياتومي السوري بمقياس (200 – 50) مايكرومتر

يُظهر التحليل المجهري باستخدام المجهر الإلكتروني الماسح (SEM) للتراب الدياتومي السوري كما في الشكل (1)، الشكل (2) والشكل (3) بنيةً مساميةً متعددة المستويات تتميز بتوزيع واسع لأحجام المسام. عند التكبير العالي (10,000×) وبدقة (~2 µm)، تبدو الحبيبات متجمعة بشكل كثيف مع مسامات دقيقة بينها، مما يشير إلى وجود بنية داخلية معقدة تحتفظ بهيكل صدف الدياتومات الأصلي رغم عمليات الترسيب والتطور الجيولوجي ويظهر السطح نسيجاً غير منتظم مع تباين في الظلال يشير إلى تفاوت في الارتفاع كما تظهر بعض البنيات الدائرية الصغيرة التي قد تمثل بقايا صدف الدياتومات المكسورة.

عند التكبير المتوسط (5,000×) وبدقة (~5 µm) تظهر أشكال دائرية وبيضاوية مميزة تتوافق مع صدف الدياتومات المركزية (centric diatoms) حيث تظهر البنية المسامية الواضحة مع فجوات بين الحبيبات تتراوح أقطارها بين (2-5 µm)، بالإضافة إلى تفاصيل على السطح تدل على الحفاظ الجيد للأنماط الميكروية للجدران الخلوية السيليسية. أما عند التكبير المنخفض (2,000×) وبدقة (~20 µm) فيتضح التركيب التكتلي (agglomerated structure) للعينة، حيث تظهر كتلة كبيرة (~20 µm) مغطاة بطبقة من الجسيمات النانومترية الدقيقة، مما يشير إلى وجود ترسبات ثانوية من السيليكا الأمورفية أو الشوائب المعدنية على السطح الخارجي للتكتلات. تُظهر الحواف غير المنتظمة للهياكل طبيعة التكسر الهش للمادة، وهي سمة مميزة للسيليكا الحيوية (biogenic silica)ذات البنية الهشة. تجمع هذه الملاحظات بين الحفاظ المورفولوجي على الهياكل الحيوية الأصلية للدياتومات والتطورات الجيولوجية اللاحقة، مما يؤكد على جودة العينة وملاءمتها للتطبيقات الصناعية والبيئية التي تعتمد على الخصائص المسامية العالية والمساحة السطحية [17–21].

مطيافية حيود الأشعة السينية للطاقة (EDX):

يُظهر طيف (EDX) لعينة التراب الدياوتومي السوري في الشكل (5) تكويناً كيميائياً معقداً يعكس البيئة الجيولوجية والبيولوجية المتنوعة لتكوين الرواسب و يوضح الجدول (1) النسب الوزنية والذرية للعناصر، حيث يلاحظ من الشكل مجموعة من القمم المميزة لعناصر السيليكون والأكسجين، إلى جانب قمم ثانوية لعناصر الألومنيوم والحديد والكالسيوم والمغنيسيوم والصوديوم والبوتاسيوم، مع آثار من الفوسفور والكربون، وهو ما يدل على أن البنية المعدنية للعينة تهيمن عليها السيليكا في صورة هيكل دياتومي مسامي تحيط به شوائب ألومينوسيليكاتية وكربوناتية وطينية مرافقة، على نحو يتوافق مع التركيب القياسي لرواسب الدياتوميت الطبيعية الموصوفة في الأدبيات. وتُعد قمة (Si K) ذات الشدة الأعلى، مترافقة مع قمة (O K) القوية، دليلاً على سيادة طور (SiO_2) ضمن الهياكل الزجاجية الأمورفية (الأوبال–A) المشتقة من جدران خلايا الدياتومات، وهو ما يتوافق مع الدراسات العالمية التي تُثبت أن المحتوى الأمورفي للسيليكا في التراب الدياتومي يتراوح بين 68–96%.

بينما تُفسَّر قمم (Al, Fe, Mg, Na, K, Ca, F, P) الأقل شدة بوجود معادن طينية وألومينوسيليكات قلوية (مثل الإليت والفلدسبار والكلوريت) إضافة إلى كربونات أو سيليكات الكالسيوم، مما يشير إلى تداخل رواسب كربونات الكالسيوم (الكالسيت $CaCO_3$ والأراجونيت $CaCO_3$) مع الهياكل الديوتومية خلال فترات الترسيب في بيئة بحرية أو بحيرية غنية بالكالسيوم، أما الحديد يعتبر شائعاً في الرواسب الديوتومية كأكاسيد حديدية (الهيماتيت Fe_2O_3 والجوثيت FeO(OH)) والتي تمنح العينة لوناً بنياً مميزاً، كما أن الفوسفور يشير إلى وجود إلى بقايا عضوية متحللة.

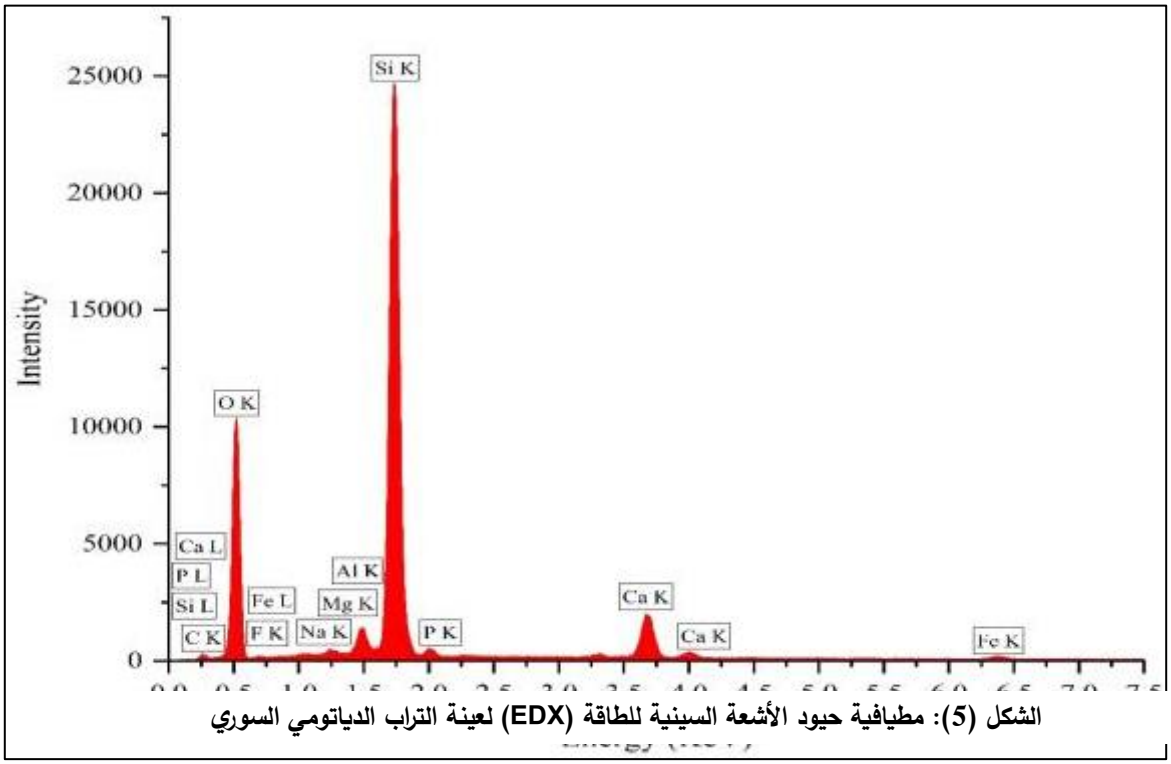
تكتسب هذه المكونات الثانوية أهمية وظيفية، إذ يسهم استبدال(Al, Fe) داخل الشبكة السيليكاتية وتعويض الشحنة بواسطة كاتيونات (Na, K, Ca) في تعديل الشحنة السطحية ونقطة الصفر شحنة pH_{pzc} وزيادة كثافة المواقع الفعالة،

الأمر الذي يحسن قدرة التراب الدياتومي على امتزاز الأيونات المعدنية والمركبات العضوية وجعله مناسباً كحامل محفز أو وسط ترشيح وامتزاز في نظم معالجة المياه والعمليات البيئية المختلفة، كما أوضحت عدة دراسات تناولت العلاقة بين التركيب العنصري والخصائص السطحية والسمّية والفعالية الامتزازية للدياتوميت الطبيعي حيث تتفق هذه النتائج مع الدراسات السابقة [17,22–26].

الجدول (1): النسب الذرية والوزنية للتراب الدياتومي السوري

العنصر	النسبة الوزنية (%)	النسبة الذرية (%)
C	2.81	4.69
O	50.18	62.9
F	1	1.06
Na	0.53	0.46
Mg	0.48	0.4
Al	1.96	1.45
Si	35.23	25.1
P	0.96	0.62
Ca	6.04	3.02
Fe	0.81	0.29

الشكل (4): سطح التراب الدياتومي في نقطة قياس طيف (EDX)



الشكل (5): مطيافية حيود الأشعة السينية للطاقة (EDX) لعينة التراب الدياتومي السوري

1.1 تحليل مطيافية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فوربيه (FTIR):

يُظهر الشكل (6) طيف (FTIR) للتراب الدياتومي السوري ضمن المدى الموجي ($400\text{-}4000\ cm^{-1}$)، وتبرز سمات مميزة تتوافق مع التركيب الكيميائي والهيكلي للسيليكا الحيوية غير المتبلورة، حيث تظهر القمة الرئيسية العميقة عند ($1045\ cm^{-1}$) والمصحوبة بالقمة عند الطول الموجي ($1265\ cm^{-1}$)، وهي مؤشرات حاسمة على اهتزاز التمدد

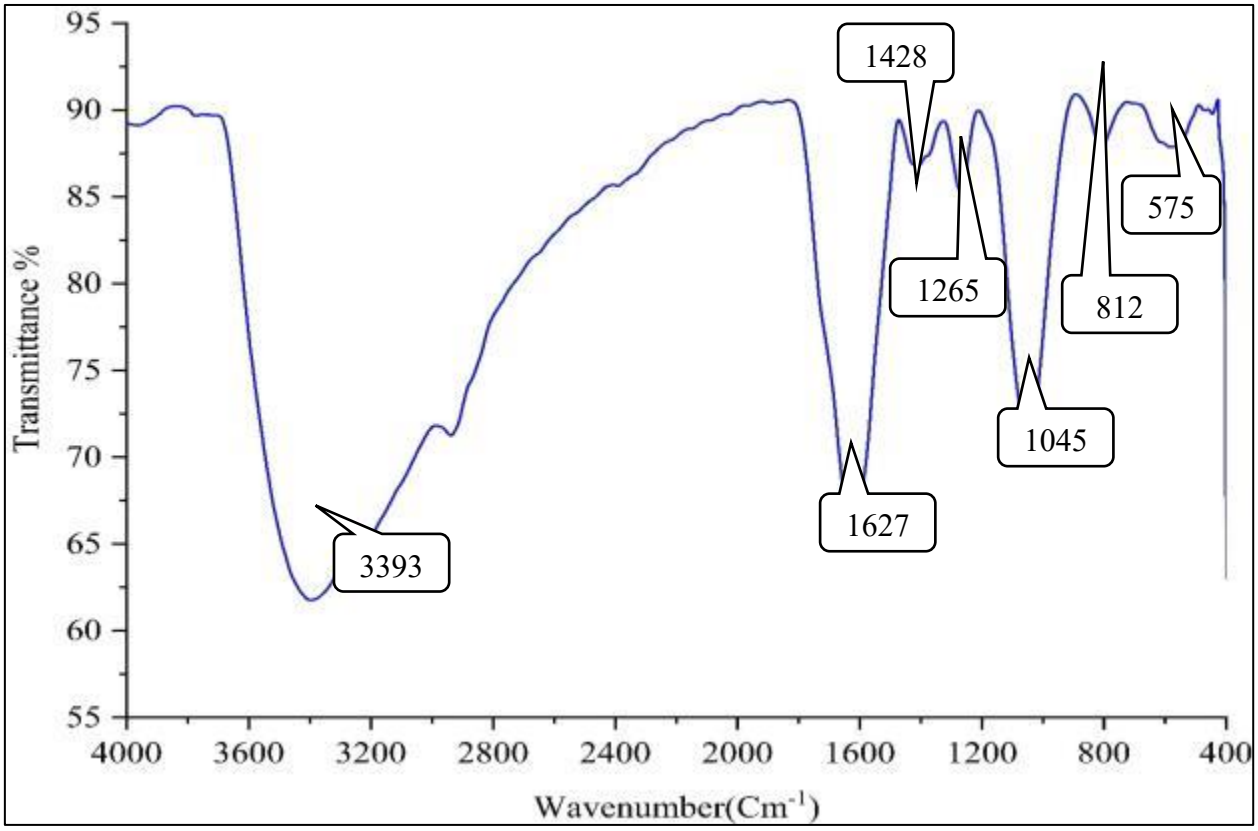
غير المتناظر لرابطة السيلوكسان (Si-O-Si) في بنية السيليكا الأمورفية، أما القمة عند ($1627\ cm^{-1}$) تدل على وجود الأوبال في العينة، وهي ناتجة عن اهتزازات الانحناء لرابطة (H–O–H) للماء الممتص داخل الأوبال واهتزاز الانحناء لرابطة السيلانول (Si-OH).

كما تظهر القمة عند الطول الموجي ($812\ cm^{-1}$) والتي تُعزى إلى اهتزازات تمدد–انضغاط المتناظرة لروابط (Si-O) مع احتمال وجود مساهمات طفيفة للرابطة (Al-O-Si) مما يؤكد التماثل الهيكلي للسيليكا وهذا يشير إلى درجة نقاء جيدة مع شوائب معدنية ضئيلة، أما القمة عند ($575\ cm^{-1}$) تعتبر بصمة طيفية مميزة تدل على وجود معدن المسكوفيت كشائبة معدنية.

في المنطقة المنخفضة، تبرز القمة عند ($455\ cm^{-1}$) للدلالة على اهتزاز الانحناء للرابطة (Si-O-Si) وهي سمة مؤكدة للهيكل ثلاثي الأبعاد للسيليكا الحيوية غير المتبلورة.

أما قمة الامتصاص العريضة عند ($3393\ cm^{-1}$) تُنسب إلى اهتزاز التمدد للرابطة (O-H) للماء الممتص ومجموعات السيلانول السطحية (Si-OH). إن القمتين ($3393\ cm^{-1}$) و($1627\ cm^{-1}$) تعكسان المحتوى المائي الطبيعي والطبيعة الهيدروفيلية للسطح التي تُعد سمة أساسية للتطبيقات الامتصاصية.

القمة الضعيفة عند ($1428\ cm^{-1}$) تشير إلى تلوث طفيف بكربونات الكالسيوم ($CaCO_3$) كشوائب معدنية طبيعية، هذه الخصائص تتفق تماماً مع الدراسات المنشورة سابقاً [30–27]، حيث توفر بصمة FTIR الشاملة دليلاً على التركيب الكيميائي والهيكلي للمادة، بما في ذلك المجموعات السطحية النشطة والمعادن الثانوية مما يؤكد أن العينة السورية تتكون من سيليكا حيوية ذات بنية مسامية وهذا يدعم تطبيقاتها في التعديل السطحي والامتزاز.



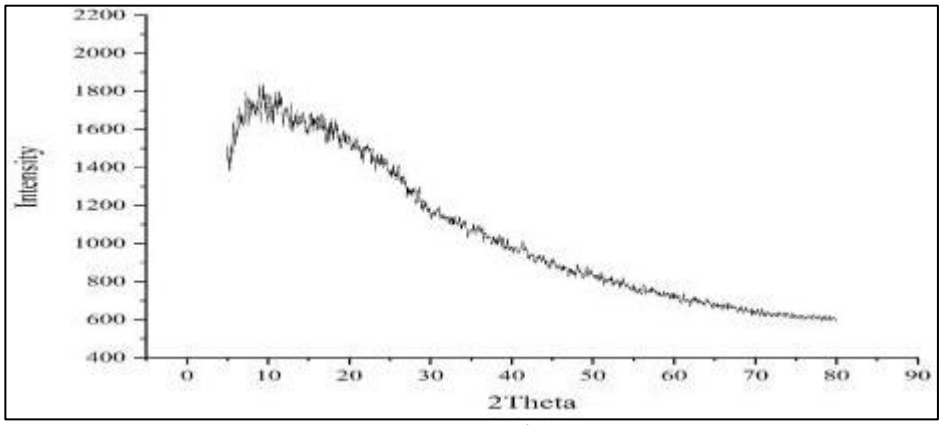
الشكل (6): طيف الأشعة تحت الحمراء (FTIR) لعينة التراب الدياتومي السوري

1.2 قياس طيف حيود الأشعة السينية ((X-ray Diffraction Spectrum (XRD)):

يُظهر **خطأ! لم يتم العثور على مصدر المرجع.)** طيف حيود الأشعة السينية (XRD) للتراب الدياتومي السوري المُسجل ضمن نطاق زاوي واسع، حيث تظهر قمة عريضة في النطاق المنخفض ($2\theta = 5^{o}$-25^{o}) بشدة قصوى تبلغ (1995) عند ($2\theta = 7.72^{o}$)، مما يُشير بشكل قاطع إلى هيمنة طور السيليكا الأمورفية (amorphous silica) من نوع (opal-A)، وهو الطور المميز للسيليكا الحيوية المكونة لصدف الدياتومات دون إجراء معالجات حرارية سابقة، بالتالي غياب الترتيب البلوري المميز للأطوار الكريستالية. يُلاحظ وجود قمة طفيفة عند ($2\theta = 26.6^{o}$) تتوافق مع انعكاس المستوى البلوري (101) للكوارتز (quartz) كطور شوائب ثانوي مما يشير إلى احتواء العينة على كميات ضئيلة من المعادن الكريستالية المحيطة بالترسبات الدياتومية، وهو أمر شائع في التراب الدياتومي الطبيعي غير المعالج. تُقدر درجة التبلور (crystallinity index) بناءً على نسب المساحات المدمجة بأن المحتوى الأمورفي يتجاوز (80%) بينما لا يتجاوز المحتوى المتبلور (20%) مما يعكس جودة عالية للتراب الدياتومي وملاءمته للتطبيقات الصناعية والبيئية.

يُعزى التوزيع غير المتجانس للشدة في النطاق المنخفض مع وجود قمم فرعية متعددة عند ($2\theta = 6^{o}$-15^{o}) إلى التنوع الهيكلي داخل صدف الدياتومات، حيث تساهم المسامات النانومترية والهياكل الطبقية في تشتيت الأشعة السينية بأنماط مميزة، أما غياب القمم الحادة عند ($2\theta = 21^{o}$-23^{o}) التي تُميز الأوبال المتبلور (paracrystalline silica) يؤكد أن العينة لم تتعرض لعمليات تحول حراري (diagenetic transformation) أو ضغوط مرتفعة، وبالتالي فهي تحتفظ بهيكلها الأصلي كسيليكا حيوية أمورفية، وتتوافق هذه النتائج بشكل كامل مع الأدبيات العلمية التي تُشير إلى أن السيليكا الحيوية في التراب الدياتومي تظهر قمة عريضة مركزية على عكس السيليكا الجيولوجية (geological silica) المتبلورة مثل الكوارتز أو الكريستوبالايت التي تظهر قمماً حادة وضيقة.

تُشير الخلفية المرتفعة والمتدرجة الانحدار (sloping background) من النطاق المنخفض إلى العالي إلى وجود تشتيت غير مرن (incoherent scattering) مرتبط بالمحتوى العضوي المتبقي أو المسامات الدقيقة، وهو ما يتسق مع البنية المسامية الهرمية (hierarchical porous structure) المُشار إليها في تحليل المجهر الإلكتروني (SEM)، وبالتالي يُقدم طيف (XRD) دليلاً كمياً على أن التراب الدياتومي السوري يتكون بشكل أساسي من أوبال–A نقي مع شوائب كوارتزية طفيفة، ويمكن القول أن هذه النتائج تتفق مع نتائج تحليل طيف (XRD) للعينات وفق المراجع [34–31] من خلال المقارنة مع الشكل غير المتبلور ومجال ظهور القمة الموضحة.

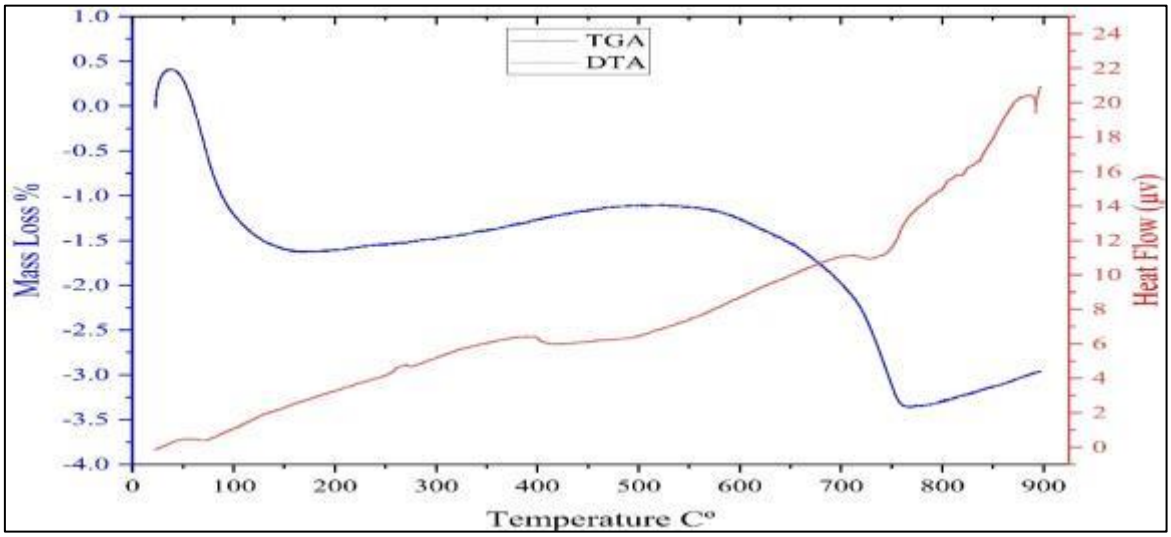


\الشكل (7): طيف حيود الأشعة السينية (XRD) لعينة التراب الدياتومي السوري

1.3 التّحليل الحراري الوزني (Thermogravimetric Analysis) (TGA) والتفاضلي (DTA):

يُعد التحليل الحراري الوزني (TGA) والتحليل الحراري التفاضلي (DTA) من التقنيات التحليلية الأساسية لتوصيف المواد المسامية مثل التراب الدياتومي، حيث يُظهر الشكل **(8)** التحليل الحراري للعينة السورية أربع مراحل حرارية رئيسية تتوافق مع الآليات المعروفة في الأدبيات العلمية الدولية.

تبدأ المرحلة الأولى بالمجال (25-150 ºC) بفقدان وزني يبلغ (1.8%)، وهذا يُعزى لتبخر الماء الممتز فيزيائياً على السطح الخارجي والمسامات الكبيرة، وهو ما يتوافق مع نتائج الدراسة في المرجع [35] التي سجلت فقدان وزن مشابه (~2%) عند درجات حرارة منخفضة للتراب الدياتومي، وتُظهر قمة (DTA) ماصة للحرارة عند (T=68 ºC) تؤكد طبيعة هذه العملية، تليها المرحلة الثانية (150-400 ºC) التي تُظهر تغيراً طفيفاً في الوزن مع قمة ماصة للحرارة عند (T=402 ºC) مما يشير إلى تحلل جزئي للمواد العضوية المتبقية أو الشوائب الطينية، حيث أشارت الدراسات إلى أن إزالة الهيدروكسيل في الطين تتم في هذا النطاق الحراري، أما المرحلة الثالثة (400-800 ºC) فتُعد الأكثر أهمية من الناحية الهيكلية، إذ يسجل فقدان وزن كبير يصل إلى (2.03%) مع قمة ماصة للحرارة لمنحني (DTA) عند (T=757 ºC) وهو ما يعكس آلية إزالة الهيدروكسيل لمجموعات السيلانول (Si-OH) السطحية والداخلية وفقاً لنموذج Zhuravlev الشهير للسيليكا الأمورفية، إذ تُزال المجموعات المتجاورة (Vicinal silanols) في النطاق (200-400 ºC) بينما تتطلب المجموعات المعزولة (Isolated silanols) درجات حرارة أعلى تصل إلى (800-900 ºC)، مما يؤدي إلى تكثف السطح (Sintering) وتقليل المساحة السطحية النوعية [36]. تختتم المرحلة الرابعة (800-900 ºC) بفقدان وزن طفيف (−0.34%) وقمة ماصة للحرارة عند (T=889 ºC) مما قد يشير إلى بداية إعادة الترتيب الهيكلي للسيليكا الأمورفية نحو التبلور، حيث أظهرت دراسات سابقة أن التحول الكامل من أوبال−A إلى كريستوبالايت يحدث عند درجات حرارة تتجاوز (T=1000 ºC). يُقدر إجمالي فقدان الوزن للعينة بنحو (2.96%) من الوزن الأصلي، وهو ما يتوافق مع النطاق الطبيعي للتراب الدياتومي النقي (2-5%) ويشير إلى محتوى سيليكاني حوالي (% 80) بناءً على درجة حرارة إزالة الهيدروكسيل المرتفعة نسبياً [41–37].

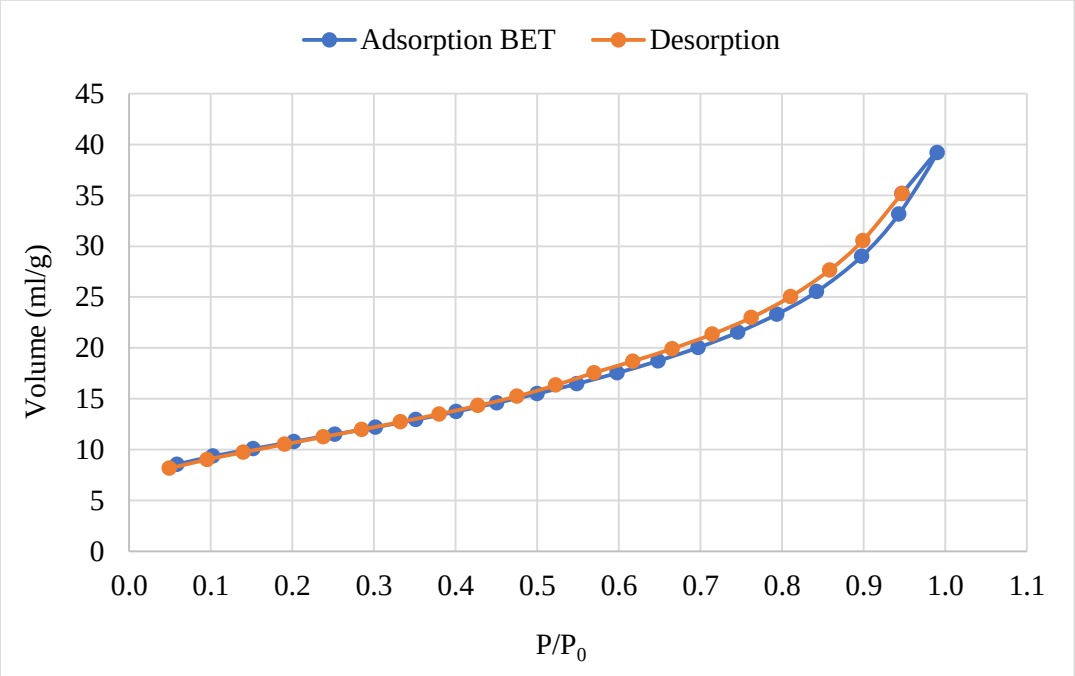


الشكل (8): التحليل الحراري الوزني (TGA – DTA) لعينة التراب الدياتومي السوري

1.4 اختبار امتزاز – انتزاز الآزوت بطريقة (Brunauer–Emmett–Teller) (N2-BET method):

يُظهر منحنى الامتزاز–الانتزاز لعينة التراب الدياتومي السوري في الشكل (9) تصنيفاً من نوع الرابع (Type IV) وفقاً لتصنيف IUPAC، مع حلقة (Hysteresis) من نوع (H3) تمتد عبر نطاق الضغوط النسبية (0.45-0.95)، مما يُشير بوضوح إلى طبيعة المادة المسامية المتوسطة (Mesoporous) ووجود مسام على شكل شقوق (Slit-shaped pores) أو هياكل صفائحية (Plate-like structures). تبدأ حلقة (Hysteresis) عند ($P/P_0 \approx 0.45$) وهو ما يتوافق مع بداية ظاهرة في المسام المتوسطة، حيث تتكثف طبقات متعددة من جزيئات الآزوت في المسام الدقيقة نسبياً، مكونة حلقة مغلقة لا تظهر عتبة (Plateau) عند الضغوط العالية، وهو السلوك المميز للمسام غير المنتظمة الشكل على سطح التراب الدياتومي [42].

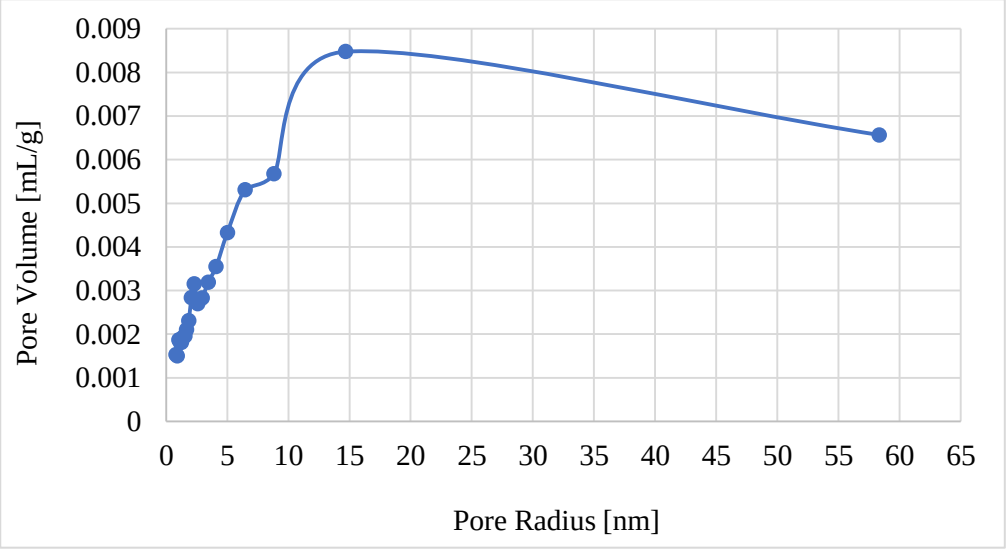
تُظهر البيانات المستخرجة من تحليل توزع حجم المسام (BJH) كما في الشكل (10) و الشكل (11) توزيعاً مسامياً يتضمن ثلاث فئات رئيسية: مسام دقيقة (Micropores < 2 nm) تشكل حوالي (25.71%) من إجمالي الحجم، ومسام متوسطة (Mesopores 2–50 nm) تُهيمن على التوزيع بنسبة (64.25%)، ومسام كبيرة (Macropores > 50 nm) بنسبة (10.04%). يتركز التوزيع التفاضلي لحجم المسام (dV/dD) في النطاق (2-15 nm) مع قمة واضحة عند (14.7 nm).



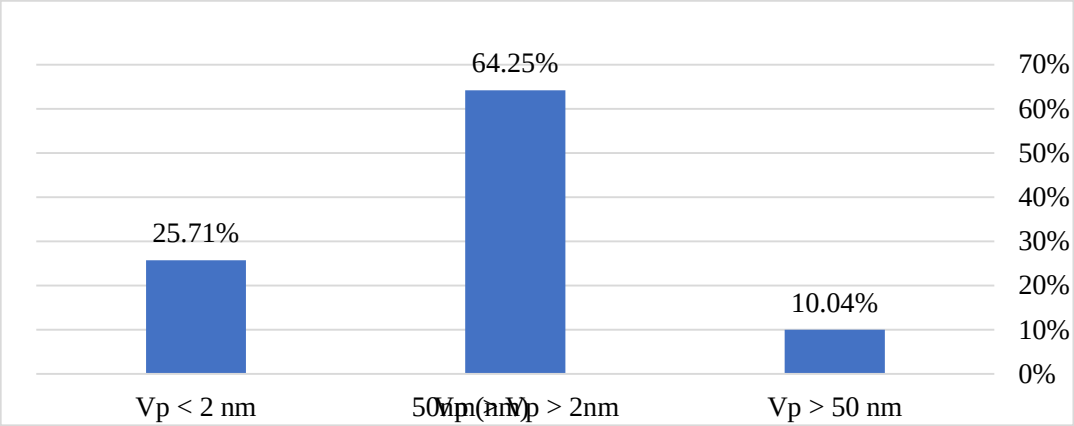
الشكل (9): منحنى الامتزاز–الإزالة لعينة التراب الدياتومي السوري

يوضح الجدول 2)(نتائج تجربة (BET) والجدول3) (نتائج تجربة (BJH): المساحة السطحية النوعية، معدل حجم المسام، ومتوسط نصف قطر المسام المحسوبة بطريقة (BET)، ويلاحظ بأن مساحة السطح النوعي تقع ضمن المدى الطبيعي للتراب الدياتومي الخام، ويُعزى هذا إلى الحفاظ على الهيكل المسامي الأصلي للدياتومات السيليسية دون إتلاف المسام الدقيقة، أما إجمالي حجم المسام (0.0605 ml/g) فيتوافق مع نتائج تجربة (BJH) وبنسبة توافق

ممتازة مما يُثبت دقة القياسات وموثوقية البيانات [18,28,29]، وهنا يمكن اعتبار مسامية التراب الدياتومي السوري متوسطة وكبيرة الحجم، حيث يُلاحظ تراجع تدريجي في حجم المسامات مع تناقص نصف القطر دون (10 nm)، وهذه الخصائص تتوافق مع بنية التراب الدياتومي الطبيعي الذي يتميز بمزيج من المسام المتوسطة في جدران الفروستيول والمسام الكبيرة بين جسيماته الصفيحية، مما يُفسر أيضاً ظهور حلقة (Hysteresis) من النوع (H3) في منحنى الامتزاز–إزالة الامتزاز، كما أن غياب العتبة في منحنى الامتزاز عند $P/P_0 \rightarrow 1$ يُشير إلى وجود مسام كبيرة مفتوحة (Open Macropores) غير مشبعة، وهو ما يتوافق مع الصور الميكروسكوبية الإلكترونية (SEM) للتراب الدياتومي [43–46].



الشكل (10): مخطط توزع حجم المسام (BJH)



الشكل (11): النسب المئوية لحجم المسام

الجدول (2): نتائج تجربة (BET)

Specific Surface Area (m^2/g)	37.6

Total Pore Volume (µl/g)	60.5
Average Pore Radius (Å)	32.2

الجدول (3) : نتائج تجربة توزع حجم المسام

Num	Pore Radius [nm]	Pore Volume [mL/g]	Num	Pore Radius [nm]	Pore Volume [mL/g]	Num	Pore Radius [nm]	Pore Volume [mL/g]
1	58.32919	0.0065669	**8**	2.95633	0.0028283	**15**	1.38785	0.0019292
2	14.68781	0.0084762	**9**	2.59129	0.0026974	**16**	1.26184	0.0018062
3	8.81685	0.0056723	**10**	2.30153	0.0031487	**17**	1.14437	0.0018186
4	6.47417	0.0053094	**11**	2.06208	0.0028326	**18**	1.02803	0.0018678
5	5.00983	0.0043262	**12**	1.85753	0.00231	**19**	0.91554	0.0014991
6	4.08432	0.0035448	**13**	1.68065	0.0020991	**20**	0.79933	0.0015267
7	3.43717	0.0031904	**14**	1.52604	0.0019587	------	-------	---------

الاستنتاجات والتوصيات:

الاستنتاجات:

- يتكون التراب الدياتومي السوري المستخرج من منجم خنيفيس للفوسفات بشكل أساسي من السيليكا الأمورفية (أوبال–A) مما يعكس جودة عالية للمادة الخام.
- تتميز العينة ببنية مسامية هرمية متعددة المستويات، كما أظهرت منحنيات الامتزاز–الانتزاز طابعاً مسامياً متوسطاً وكبيراً (10.04%) مع حلقة (Hysteresis) من النوع (H3)، مما يجعلها مثالية للتطبيقات الامتزازية والترشيحية.
- يحافظ التراب الدياتومي على مورفولوجيا الدياتومات المركزية الأصلية كما ظهر في تحليل (SEM)، مما يدل على الحفاظ الجيد للهياكل الحيوية السيليسية.
- يُظهر التحليل العنصري (EDX) هيمنة السيليكون والأكسجين مع وجود شوائب ثانوية من الألومنيوم، الحديد، الكالسيوم، والفوسفور.
- يؤكد طيف (FTIR) الطبيعة الهيدروفيلية للسطح.
- يُظهر التحليل الحراري الوزني (TGA) استقراراً حرارياً جيداً للعينة.
- تُشير نتائج (XRD) إلى غياب الترتيب البلوري المميز للأطوار الكريستالية، مع وجود شوائب طفيفة من الكوارتز.

التوصيات:

- إجراء دراسات تطبيقية لتقييم فعالية التراب الدياتومي السوري في امتزاز الملوثات البيئية مثل المعادن الثقيلة والأصباغ والهيدروكربونات النفطية، نظراً لخصائصه المسامية المتميزة.
- دراسة تأثير المعالجات الحرارية والكيميائية (مثل الحمضية والقاعدية) على تحسين خصائصه السطحية والمسامية، بهدف رفع كفاءته في التطبيقات الصناعية المختلفة.
- إجراء دراسات مقارنة بين عينات من طبقات جيولوجية مختلفة في منطقة خنيفيس لتحديد أفضل المواقع من حيث الجودة والكمية للاستغلال الصناعي.
- تطوير دراسات اقتصادية لتحديد جدوى استغلال هذا المورد الطبيعي محلياً وتصديره، مع الأخذ بعين الاعتبار
- التكاليف البيئية والتقنية المرتبطة باستخراجه ومعالجته.

References:

[1] P. R. Moyle and T. P. Dolley, With or Without Salt—a Comparison of Marine and Continental-Lacustrine Diatomite Deposits, (2003).
[2] A. Przybek, M. Łach, M. Hebdowska-Krupa, K. Miernik and J. Mikuła, Research of the physical and chemical properties of diatomite as a carrier of phase change materials for use in advanced building materials, Frontiers in Materials. Vol. 11, p. 1507779, (2024).
[3] T. Du, P. Song and L. Liu, Experimental Study on Activated Diatomite Modified Asphalt Pavement in Deep Loess Area, Processes. Vol. 10, No. 6, p. 1227, (2022).
[4] A. S. Dandashire et al., Geology and Economic Potential of Manawaji and Environs, Gulani Area, Upper Benue Trough, Nigeria. Vol. 4, No. 3, (2025).
[5] C. Temiz, Scanning Electron Microscopy, Electron Microscopy. (2022).
[6] A. Ali, N. Zhang and R. M. Santos, Mineral Characterization Using Scanning Electron Microscopy (SEM): A Review of the Fundamentals, Advancements, and Research Directions, Applied Sciences. Vol. 13, No. 23, p. 12600, (2023).
[7] J. Bernardi, Energy-dispersive X-ray spectroscopy, IOP Publishing. Vol. 1, p. 10, (2021).
[8] K. Al-Amin, M. Kawsar, M. T. R. B. Mamun and M. Sahadat Hossain, Fourier transform infrared spectroscopic technique for analysis of inorganic materials: a review, Nanoscale Advances. Vol. 7, No. 21, pp. 6677–6702, (2025).
[9] Y. Gong, X. Chen and W. Wu, Application of fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy in sample preparation: Material characterization and mechanism investigation, (2024).
[10] P. Nagaraju, B. V. Ramana and P. S. Fathima, X-RAY DIFFRACTION METHODS – ARTICLE REVIEW, (2024).
[11] A. Roy, A Review on X-Ray Diffraction. Vol. 7, No. 2, (2022).
[12] G. Xie, Y. Lu, X. Lu, Z. Zhang and S. Lin, Measurement Error Analysis and Thermal Degradation Kinetic Model Improvement for Thermogravimetric Analyzers, Polymers. Vol. 17, No. 17, p. 2390, (2025).
[13] T. Walker, Unveiling the Secrets of Thermogravimetric Analysis: A Comprehensive Exploration. Vol. 7, No. 6, (2024).
[14] K. Joao, Thermo-Gravimetric Analysis in the Investigation of Catalysts: Insights and Innovations, Journal of Chromatography & Separation Techniques. Vol. 15, No. 6, p. 2, (2024).
[15] F. S. Irwansyah et al., How to Read and Determine the Specific Surface Area of Inorganic Materials using the Brunauer–Emmett–Teller (BET) Method, ASEAN Journal of Science and Engineering. Vol. 4, No. 1, pp. 61–70, (2022).
[16] S. Miditana, S. Tirukkovalluri, M. Imandi, B. A and R. A, Review on the synthesis of doped TiO_2 nanomaterials by Sol-gel method and description of experimental techniques, Journal of Water and Environmental Nanotechnology. Vol. 7, No. 2, (2022).
[17] E. De Tommasi and A. Rogato, The Diatom Frustule: Morphogenesis and Role in Light Manipulation, GANDF. Vol. 4, No. 1–2, p. 3, (2023).
[18] A. Przybek, Assessment of Physico-Chemical Behavior and Sorptivity—Diatomaceous Earth as Support for Paraffinic Phase-Change Materials, Materials. Vol. 17, No. 19, p. 4691, (2024).
[19] I. Zgłobicka et al., Insight into diatom frustule structures using various imaging techniques, Scientific Reports. Vol. 11, No. 1, p. 14555, (2021).
[20] Z. Asmaa and H. Saad, Experimental analysis of Algerian diatomaceous earth aimed at silicon extraction, Applied Chemical and Materials Science. pp. 008–010, (2023).

[21] Q. Li et al., Morphology and Mechanical Properties of Fossil Diatom Frustules from Genera of Ellerbeckia and Melosira, Nanomaterials. Vol. 11, No. 6, p. 1615, (2021).
[22] M. K. Bok, C. H. Chin, H. J. Choi, J. H. Ham and B. S. Chang, Analysis of composition and microstructure of diatom frustules in mud on the coast of Boryeong-city, South Korea, Applied Microscopy. Vol. 52, No. 1, p. 12, (2022).
[23] C. Nattrass, C. J. Horwell, D. E. Damby, A. Kermanizadeh, D. M. Brown and V. Stone, The global variability of diatomaceous earth toxicity: a physicochemical and in vitro investigation, Journal of Occupational Medicine and Toxicology. Vol. 10, No. 1, p. 23, (2015).
[24] A. Stempkowska, T. Gawenda and K. Smoroń, The Diatomite Grinding Technology Concept for the Protection of Diatomite Shells and the Control of Product Grading, Materials. Vol. 17, No. 15, p. 3662, (2024).
[25] A. A. Reka et al., Diatomaceous Earth: Characterization, thermal modification, and application, Open Chemistry. Vol. 19, No. 1, pp. 451–461, (2021).
[26] M. Lutyński, P. Sakiewicz and S. Lutyńska, Characterization of Diatomaceous Earth and Halloysite Resources of Poland, Mineral Deposits of Central Europe, (2019).
[27] A. A. Reka et al., Diatomaceous Earth: Characterization, thermal modification, and application, Open Chemistry. Vol. 19, No. 1, pp. 451–461, (2021).
[28] O. A. Radwan, A. Al-Yaseri, J. D. Humphrey, R. Theravalappil and M. M. Abdelnaby, Evaluating Diatomaceous Earth for Long-Term Use in Hydrogen Storage, ACS Omega. Vol. 9, No. 19, pp. 21580–21586, (2024).
[29] Z. Hu et al., Pore structure and surface properties of diatomite with mechanical grinding and its influence on humidity control performance, Physicochemical Problems of Mineral Processing, (2022).
[30] A. Touina, Characterization and efficient dye discoloration of Algerian diatomite from Ouled Djilali-Mostaganem, p. 13, (2021).
[31] S. Li, D. Li, F. Su, Y. Ren and G. Qin, Uniform surface modification of diatomaceous earth with amorphous manganese oxide and its adsorption characteristics for lead ions, Applied Surface Science. Vol. 317, pp. 724–729, (2014).
[32] A. Saponjic, S. Gyoshev, Z. Bascarevic, L. Jankovic-Mandic, G. Ljubenov and M. Kokunesoski, Characterization of sedimentary minerals from Kolubara mining basin, Serbia, with the determination of natural radioactivity, Science of Sintering. Vol. 54, No. 1, pp. 39–48, (2022).
[33] D. Novembre and D. Gimeno, Synthesis and Characterization of Na-X Zeolite Using a Natural Opaline Diatomite Rock from SE Spain, Minerals. Vol. 15, No. 3, p. 238, (2025).
[34] Y. Liu and T. Tian, Fabrication of Diatomite/Silicalite-1 Composites and Their Property for VOCs Adsorption, Materials. Vol. 12, No. 4, p. 551, (2019).
[35] A. Galotta, E. Giust, M. Bortolotti, G. D. Sorarù, V. M. Sglavo, and M. Biesuz, Cold sintering of diatomaceous earth, Journal of the American Ceramic Society. Vol. 104, No. 9, pp. 4329–4340, (2021).
[36] L. T. Zhuravlev, The surface chemistry of amorphous silica. Zhuravlev model, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects. Vol. 173, No. 1–3, pp. 1–38, (2000).
[37] A. A. Reka et al., Effect of Thermal Treatment of Clayey Diatomite at Temperature Range 800–1200°C, Prime Archives in Chemistry, (2020).
[38] A. Chaisena and K. Rangsriwatananon, Effects of Thermal and Acid Treatments on Some Physico-Chemical Properties of Lampang Diatomite, (2004).

[39] M. Sedlačík, M. Nguyen, T. Opravil and R. Sokolář, Preparation and Characterization of Glass-Ceramic Foam from Clay-Rich Waste Diatomaceous Earth, Materials. Vol. 15, No. 4, p. 1384, (2022).
[40] R. V. P. Leal et al., Assessing regenerated diatomaceous earth waste as a supplementary cementitious material, Environmental Technology & Innovation. Vol. 40, p. 104484, (2025).
[41] I. C. Bernardo-Arugay et al., Evaluation of Linamon Red Clay, Salvador Black Cinder and Kapatagan Diatomaceous Earth of the Southern Philippines, Minerals. Vol. 13, No. 2, p. 252, (2023).
[42] M. Thommes et al., Physisorption of gases, with special reference to the evaluation of surface area and pore size distribution (IUPAC Technical Report), Pure and Applied Chemistry. Vol. 87, No. 9–10, pp. 1051–1069, (2015).
[43] V. G. Baldovino Medrano, V. Niño Celis and R. Isaacs Giraldo, Systematic analysis of the nitrogen adsorption-desorption isotherms recorded for a series of microporous–mesoporous amorphous aluminosilicates using classical methods, (2022).
[44] A. Nurgain, M. Nazhipkyzy, G. Özsin, A. A. Zhaparova and E. Apaydın-Varol, Efficient Pb(II) Adsorption by Natural Mugaldzhar Diatomite: Isotherm, Kinetic, and Thermodynamic Analysis, Journal of Composites Science. Vol. 9, No. 11, p. 625, (2025).
[45] A. Occhicone et al., Carbon nanoparticles and diatomaceous earth hybrids: A synergistic approach for methylene blue uptake, Environmental Science and Pollution Research, (2026).
[46] Z. Chen, Y. Min, X. Zhao, P. Shi and H. Lu, Preparation of Fe-Modified Diatomite-Based Ceramsite for Efficient Phosphate Adsorption: Utilizing Diatomite's Distinctive Porous Structure and Surface Silanol Groups, Water. Vol. 16, No. 16, p. 2218, (2024).