

جامعة محمد خيضر بسكرة  
كلية العلوم الدقيقة وعلوم الطبيعة والحياة  
قسم علوم المادة



# مذكرة ماستر

ميدان علوم المادة  
شعبة الفيزياء  
تخصص فيزياء المواد  
رقم: أدخل رقم تسلسل المذكرة

إعداد الطالب:  
السوفي جميلة بسرة يسرى  
يوم: 28/06/2022

## دراسة وتحضير دعائم لشرائح خزفية أنبوبية الشكل تستخدم لتصفية المياه المستعملة

### لجنة المناقشة:

رئيسا	جامعة محمد خيضر بسكرة	أ. مس أ	سليمان محمد
مقرارا	جامعة محمد خيضر بسكرة	أ. مح أ	بوخميس بودايرة
ممتحنا	جامعة محمد خيضر بسكرة	أ. مح أ	حمز اوي ماجدة

السنة الجامعية : 2021-2022



# شكر و عرفان

الحمد والشكر لله الذي وفقنا على إتمام هذا العمل ويسر أمرنا والصلاة والسلام على سيدنا محمد عليه أفضل الصلاة والسلام.

نتقدم بأسمى كلمات الشكر والعرفان إلى أستاذنا الدكتور المشرف بوخميس بودايرة على إقتراحه لهذا البحث وإشرافه عليه والذي لم يبخل علينا بالمعلومات والإرشادات القيمة ونتمنى له دوام الصحة والعافية .

وكذلك نشكر الأستاذين بقسم علوم المادة لجامعة محمد خيضر بسكرة

الأستاذ سليمان محمد على رئاسته للجنة المناقشة والأستاذة حمزوي ماجدة على مشاركتها في اللجنة كمتحن.

أنجزت أعمال هذا البحث في مخبر جامعة محمد الصديق بن يحيى بجيجل ونخص بالذكر البروفيسور بوزرارة فرحات وكذلك الأستاذين غويل بوجمعة و خيلب ز اللذين قدموا لنا يد المساعدة وكانوا متابعين لنا. لهم منا جزيل الشكر والتقدير

ولا يفوتنا أن نتوجه بالشكر الجزيل للمهندس بوخندق فضيل على توفيره لنا للمادة الأساسية لبحثنا

وفي الختام نشكر كل من ساعدنا من بعيد أو قريب.

# الإهداء

نهدي هذا العمل المتواضع

إلى:

- إلى الوالدين الكريمين اللذان علمانا وساندانا طوال مسيرتنا الدراسية حفظهم الله ورعاهم
- إلى إخوتنا وأخواتنا وكل أفراد أسرتنا
- إلى كل صديقاتنا ومن كانوا برفقتنا أثناء دراستنا الجامعية
- إلى أساتذتنا الذين ساهموا في تعليمنا
- وإلى كل من لم يدخر جهدا في مساعدتنا



	الإهداء
	الشكر والعرفان
	الفهرس
	قائمة الأشكال
	قائمة الجداول
01	المقدمة العامة
<b>الفصل الأول : عموميات حول الخزفيات ودعائم أغشيتها</b>	
02	I. المقدمة
02	I. 1. تعريف الخزفيات
03	I. 2. خصائص عامة للخزفيات
03	I. 1.2. البنية البلورية
03	I. 2.2. البنية المجهرية
03	I. 3.2. خصائص كيميائية
03	I. 1.3.2. الرابطة الكيميائية
04	I. 4.2. مقاومتها لتآكل الكيمائي
04	I. 5.2. خصائص الحرارية
05	I. 6.2. خصائص ميكانيكية
06	I. 7.2. خصائص كهربائية
06	I. 8.2. خصائص بصرية
06	I. 3. وصف بعض المواد الخزفية
06	I. 1.3. الصلصال(الغضار)
06	I. 2.3. الكاولان
07	I. 3.3. السيليس ثاني أكسيد السيليسيوم

08	4.3. I. كربونات الكالسيوم $CaCO_3$
09	4. I. أنواع الخزفيات
09	1.4. I. الخزفيات التقليدية
09	2.4. I. الخزفيات الهندسية
11	5. I. المراحل الأساسية لتحضير قطعة خزفية
11	1.5. I. اختيار المسحوق
11	2.5. I. تهيئة المسحوق
12	3.5. I. الإضافات العضوية
12	4.5. I. التشكيل
13	5.5. I. التلييد
13	❖ التلييد الطبيعي
13	❖ التلييد التفاعلي
13	❖ التلييد تحت الضغط
13	6.5. I. التحسين والإتقان
14	6. I. الدعائم والأغشية
14	1.6. I. تعريف الترشيح
14	2.6. I. تعريف الأغشية الخزفية (الشرائح الرقيقة)
15	3.6. I. تعريف الدعائم
15	4.6. I. الشكل الهندسي للأغشية
15	1.4.6. I. الأغشية المستوية
16	2.4.6. I. الأغشية الحلزونية
16	3.4.6. I. الأغشية الأنبوبية
17	4.4.6. I. الأغشية الليفية
18	5.6. I. بنية الأغشية

19	1.5.6. I الأغشية المتجانسة
19	2.5.6. I الأغشية الغير المتجانسة
20	3.5.6. I الأغشية المركبة
21	6.6. I طبيعة الأغشية
21	1.6.6. I الأغشية العضوية
21	2.6.6. I الأغشية الغير عضوية
21	3.6.6. I الأغشية الهجينة
21	7.6. I أنواع الأغشية
21	1.7.6. I الأغشية المسامية
21	1.1.7.6. I شرائح التقنية الميكرونية (MF) Microfiltration
21	2.1.7.6. I شرائح التقنية الميكرونية الفائقة (UF) Ultrafiltration
22	3.1.7.6. I شرائح التقنية النانومترية (NF) Nano filtration
22	2.7.6. I الاغشية المنعدمة المسامية
22	3.7.6. I أغشية التبادل الأيوني
22	8.6. I . أنماط الترشيح
22	1.8.6. I الترشيح المباشر
23	2.8.6. I الترشيح المماسي
24	9.6. I الدعائم الخزفية
24	10.6. I تحضير المرشحات الخزفية
الفصل الثاني: دراسة المواد الأولية والطرائق التجريبية المتبعة	
26	II . المقدمة
26	1. II الوسائل التجريبية المنتهجة في دراسة المواد الخزفية
26	1.1. II التحليل بإستعمال الأشعة السينية Rx
27	2.1. II مطيافية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه

28	II .2. دراسة المواد الأولية
28	II .1.2. الصلصال
28	II .1.1.2. التحليل الكيميائي لصلصال
28	II .2.1.2. تحليل الصلصال بواسطة انعراج الأشعة تحت الحمراء
30	II .3.1.2. تحليل الصلصال بواسطة انعراج الأشعة السينية
31	II .2.2. كربونات الكالسيوم
32	II .1.2.2. التحليل الكيميائي لكربونات الكالسيوم
32	II .2.2.2. التحليل لكربونات الكالسيوم بواسطة انعراج الأشعة السينية
33	II .3.2.2. تحليل كربونات الكالسيوم بواسطة انعراج الأشعة تحت حمراء
34	II .3. الإضافات العضوية
34	II .4. الطرق التجريبية المتبعة
34	II .1.4. تحضير حوامل من الصلصال وكربونات الكالسيوم
35	II .1.4. المعالجة الحرارية
37	II .5. تقنيات القياس والتحليل
37	II .1.5. اختبار النفاذية
38	II .2.5. اختبار الثني ذو ثلاث نقاط
39	II .6. أهم الأجهزة المستعملة
39	II .1.6. الفرن الكهربائي
39	II .2.6. الميزان الحساس
40	II .3.6. جهاز حيود الأشعة السينية
41	II .4.6. جهاز الأشعة تحت الحمراء
<b>الفصل الثالث : تحليل النتائج ومناقشتها</b>	
43	III . مقدمة
43	III .1. دراسة الدعائم الخزفية المحضرة من الصلصال وكربونات الكالسيوم

43	III.2. التحليل بواسطة انعراج الأشعة السينية
44	III.3. الخصائص الميكانيكية
46	III.4. اختيار الدعيمة
47	III.5. اختبار النفاذية
47	III.1.3.2. تغير التدفق بدلالة الضغط والزمن
50	III.2.5. حساب معامل النفاذية K

# قائمة الأشكال

الصفحة	الأشكال
06	الشكل (1. I) : صورة لصخور رسوبية من الغضار.
07	الشكل (2. I) : صورة لأحجار الكاولان.
08	الشكل (3. I) : الصورة لرمل من السيليس.
08	الشكل (4. I) : صورة لمسحوق من الكالسيوم.
09	الشكل (5. I) : صورة لأواني خزفية تقليدية.
10	الشكل (6. I) : صورة لمكثفات من السيراميك.
11	الشكل (7. I) : صورة لتقنية السحق بالكريات.
12	الشكل (8. I) : قالب مخبري لصنع الأقراص بواسطة الكبس المحوري.
13	الشكل (9. I) : صورة تلييد حبيبات خزفية.
14	الشكل (10. I) : أهم مراحل تشكيل قطعة خزفية.
15	الشكل (11. I) : رسم توضيحي للغشاء.
16	الشكل (12. I) : رسم توضيحي لشريحة ذات شكل مستوي.
16	الشكل (13. I) : رسم توضيحي لشريحة ذات شكل حلزوني.
17	الشكل (14. I) : رسم توضيحي لشرائح ذات شكل أنبوبي.
17	الشكل (15. I) : رسم توضيحي شرائح ذات شكل ليفي.
19	الشكل (16. I) : رسم توضيحي غشاء ذو بنية متجانسة.
20	الشكل (17. I) : رسم توضيحي غشاء ذو بنية غير متجانس .
20	الشكل (18. I) : رسم توضيحي لشريحة ذات بنية مركبة.
23	الشكل (19. I) : رسم توضيحي لمبدأ الترشيح المباشر.
23	الشكل (20. I) : رسم توضيحي لمبدأ الترشيح المسامي.
25	الشكل (21. I) : رسم تخطيطي لأهم مراحل تقنيات تحضير قطعة خزفي.
30	الشكل (1. II) : طيف الامتصاص الأشعة تحت الحمراء لصلصال.

قائمة الأشكال

31	الشكل (2. II): طيف الانعراج للأشعة السينية لصلصال .
33	الشكل (3. II): طيف الانعراج للأشعة السينية لكربونات الكالسيوم .
34	الشكل (4. II): طيف كربونات الكالسيوم بواسطة الأشعة تحت حمراء.
36	الشكل (5. II): الخطوات المتبعة لتحضير مساند خزفية.
37	الشكل (6. II): رسم تخطيطي لاختبار النفاذية.
37	الشكل (7. II) : صورة لجهاز اختبار النفاذية.
38	الشكل (8. II): صورة لجهاز الثني.
39	الشكل (9. II) : صورة لفرن الكهربي.
40	الشكل (10. II): صورة لميزان حساس.
40	الشكل (11. II): صورة لجهاز الأشعة السينية.
41	الشكل (12. II): صورة لجهاز الأشعة تحت الحمراء.
42	الشكل (13. II) :الصورة لعملية الاستخراج الأنابيب.
42	الشكل (14. II) : صورة لعملية التجفيف.
42	الشكل (15. II): صورة للأنابيب بعد المعالجة الحرارية.
44	الشكل (1. III): مخططات انعراج الأشعة السينية لعينات محضرة من الصلصال وكربونات الكالسيوم.
46	الشكل (2. III): تغير أجهاد الثني بدلالة الزمن.
48	الشكل (3. III): تغيرات التدفق بدلالة الزمن والضغط عند $1050^{\circ}\text{C}$ درجة الحرارة
48	الشكل (4. III): تغيرات التدفق بدلالة الزمن والضغط عند درجة الحرارة $1075^{\circ}\text{C}$ .
49	الشكل (5. III): تغيرات التدفق بدلالة الزمن والضغط عند درجة الحرارة $1100^{\circ}\text{C}$
49	الشكل (6. III): تغيرات التدفق بدلالة الزمن والضغط عند $1125^{\circ}\text{C}$ . درجة الحرارة

قائمة الأشكال

51	الشكل (7. III): تغير التدفق بدلالة الضغط المطبق عند $1050^{\circ}\text{C}$ .
52	الشكل (8. III): تغير التدفق بدلالة الضغط عند $1075^{\circ}\text{C}$ .
52	الشكل (9. III): تغير التدفق بدلالة الضغط عند $1110^{\circ}\text{C}$ .
53	الشكل (10. III): تغير التدفق بدلالة الضغط عند $1125^{\circ}\text{C}$ .

# قائمة الجداول

الصفحة	الجدول
03	الجدول ( I . 1): نسبة تواجد العناصر الأساسية في الخزفيات.
04	الجدول ( I . 2): طاقة الربط لبعض المركبات.
05	الجدول ( I . 3): معامل التمدد الحراري لبعض البلورات الخزفية.
05	الجدول ( I . 4): مقارنة الصلادة بين بعض الخزفيات والمعادن.
10	الجدول ( I . 5): مجالات استخدام الخزفيات.
18	الجدول ( I . 6): مقارنة بين مختلف أشكال الأغشية.
28	الجدول ( II . 1): التركيب الكيميائي للصلصال.
32	الجدول ( II . 2): التحليل الكيميائي لكربونات الكالسيوم.
45	الجدول ( III . 1): نتائج تأثير درجة الحرارة على الخصائص الميكانيكية للعينات.
50	الجدول ( III . 2): قيم معامل النفاذية k بالنسبة للعينات المعالجة عند درجات حرارة مختلفة.
51	الجدول ( III . 3): تغير التدفق بدلالة الزمن والضغط المطبق بالنسبة للعينات المعالج عند درجات حرارة مختلفة.

# المقدمة

## مدخل عام

لاشك أن الماء هو عصب الحياة وأهم مكون من مكوناتها الأساسية، وصدق الله عز وجل إذ يقول في كتابه الكريم <<وجعلنا من الماء كل شيء حي أفلا يؤمنون >> (سورة الأنبياء/30)

وفي الآونة الأخيرة ومع تطور الصناعات، فقد تفتت ظاهرة تلوث المياه وذلك عن طريق المخلفات والنفايات الصناعية الضارة حيث يتم صرفها في المسطحات المائية مثل الأنهار والمحيطات والتي تعتبر المصدر الأساسي للعديد من الاستعمالات الزراعية والمنزلية والصناعية، ولحد من هذه الظاهرة سعى العلماء والباحثون لإيجاد حلول تتمثل في تصفية المياه المستعملة بطرق مختلفة نجد من بينها طريقة التصفية بواسطة المرشحات وأهمها المرشحات الخزفية لكونها سهلة التصنيع ووفرة مادتها الأولية وانخفاض تكلفتها مقارنة بالموارد الأخرى كالمعدنية وغيرها، كما أنها تتميز بخصائص ميكانيكية وحرارية جيدة .

والغاية من بحثنا هذا هو دراسة وتحضير دعائم لشرائح خزفية أنبوبية الشكل تستخدم لتصفية المياه المستعملة انطلاقا من مواد أولية والتمثلة في الصلصال و الكالسيت (كربونات الكالسيوم ) المحليتين وقد تم الحصول على الصلصال من منطقة "الأقار عومار" التابعة لولاية البويرة وهو مورد متوفر بكثرة في الجزائر.

وقد قسمت دراسة هذا البحث إلى ثلاثة فصول أساسية، فالفصل الأول يهتم بتقديم عموميات حول الخزفيات وذكر أهم الخصائص التي تتميز بها كالخصائص الميكانيكية و الحرارية، كما يحتوي كذلك على عموميات حول المرشحات الخزفية وطرق كيفية تحضيرها.

أما الفصل الثاني فتم تخصيصه للتعريف بالمواد الأولية المستعملة والطرق التجريبية المنتهجة في بحثنا هذا وكذلك الإشارة إلى بعض الأجهزة المستخدمة في ذلك.

و في الأخير وبالنسبة للفصل الثالث فقد تم التطرق إلى تحليل ومناقشة النتائج المتحصل عليها في هذه الدراسة وكذا مقارنتها بالأعمال الأخرى السابقة.

# الفصل الأول

## I مقدمة

يصنف فن الخزف من الحرف والفنون العريقة جدا عبر تاريخ البشرية، ولحد الآن لم يتم التحديد منذ متى ظهرت وأين، فعند سقوط الأمطار على الأراضي الترابية لاحظ الإنسان تشكل حفر وتقعرات طينية ناتجة عن آثار أقدامه وكذلك أقدام الحيوانات، فتجسدت له فكرة تصنيع حاويات من الطين يحفظ بها السوائل والحبوب وذلك بإستعمال النار لتسويتها وجعلها صلبة ولا تتهار بفعل المياه والسوائل. فمن هذا المنطلق جاءت فكرة صناعة الخزفيات، ولوفرة المواد الأولية وسهولة الحصول عليها ولامتلاكها خصائص ميكانيكية جيدة انتشرت هذه الفكرة بشكل كبير جدا واقتحمت مجال الصناعة فلم تعد تقتصر على المنتجات الفخارية القديمة كالأواني بل أصبحت تشمل جل المنتجات الحديثة في عدة مجالات لاستخدامها نذكر منها: منتجات بيئية تخص تصفية المياه والمنتجات الكهربائية والبيوخرزية وكذلك المنتجات الطبية وغيرها.

ومزامنة مع هذا التطور الصناعي والاقتصادي انتشر التلوث البيئي بشكل كبير وبشتى أنواعه. فتلوث المياه من المشاكل الأساسية التي تواجه العالم بأسره ويشكل خطرا على صحة الإنسان وهذا جعل الباحثين يسعون لإيجاد حلول وطرق لمعالجته فتمكنوا من الوصول إلى تقنيات عديدة منها تقنية الأغشية والتي تعتبر من التكنولوجيات الحديثة والتي لها دور فعال في معالجة التلوث وكذا إستغلال مصادر جديدة كمياه البحر والمحيطات.

## 1.1 تعريف الخزفيات

تشمل كلمة الخزفيات المواد الصلصالية المصنعة التي لا هي عضوية ولا معدنية. والتي تمتاز بأهم ميزة وهي أنها مواد بلاستيكية حيث تعطي مع الماء عجينة لينة سهلة التكوين [1]. تتشكل معظم الخزفيات تحت المعالجة الحرارية فتحسن من بعض خصائصها. أما بنية المواد الخزفية جد معقدة فأبسطها إحتواء المادة على طور واحد صلب إما بلوري أو زجاجي وأعقدها على شكل مركب يتكون من عدة أطوار غير متجانسة [2]، فالعناصر الأساسية التي تتكون منها غالبية المواد الخزفية مبينة في الجدول (1. I).

الجدول (1. I): نسبة تواجد العناصر الأساسية في الخزفيات [3]

العنصر	O	Si	Al	Fer	Ca. Na..
نسبة تواجده	46%	27.7%	8.31%	5%	0.1%

## 2. I خصائص عامة للخزفيات

### 1.2. I البنية البلورية

تتميز المواد الخزفية عن غيرها من المواد بامتلاكها لهيكل بلوري معقد نوعا ما. يختلف شكله باختلاف طبيعة الروابط البلورية الغالبة فيه وبصفة أدق الفرق في الكهروسلبية [3]. فإذا كان الفرق في الكهروسلبية كبير تتغلب الروابط الأيونية وتأخذ الخزفيات بنية التعبئة المتراسة ذات كثافة كبيرة حيث يحاط كل أيون بعدد كبير من الأيونات المخالفة له في الشحنة مثل المركبات الأكسجينية. وإذا كان الفرق في الكهروسلبية ضعيف تسود الروابط التساهمية وتصبح بنيتها مماثلة لبنية الماس [4].

### 2.2. I البنية المجهرية

توصف البنية المجهرية للمواد الخزفية بتجمع حبيبات صغيرة لا يتعدى قطرها  $1\mu\text{m}$  تفصل بينها حدود حبيبية فعموما الخزفيات تتميز بمسامات بينية منتشرة على كامل حجمها وذلك حسب نوعية الأطوار المشكلة لها ودرجة حرارة معالجتها. فالبنية المجهرية تعتمد أساسا على جودة ونقاوة المواد الأولية وطرق تحضيرها [5].

## 3.2. I خصائص كيميائية

### 1.3.2. I الرابطة الكيميائية

تمتلك المواد الخزفية أهم خاصية تميزها عن باقي المواد حيث أن لديها رابطة كيميائية جد قوية بين الذرات أو العناصر المكونة لشبكاتها البلورية المبينة في الجدول (2. I). وهذا ما يؤدي غالبا إلى خمول كيميائي [6].

الجدول ( 2. I ): طاقة الربط لبعض المركبات [6]

الرابطة الأيونية	الطاقة (ev)
Si-C	3.38
Si-Si	2.30
Si-O	4.60
B-N	4.55
C-C	3.60

#### 4.2. I مقاومتها للتآكل الكيميائي

إن عملية تصنيع المواد القابلة للاستخدام تتطلب دراسة المسببات البيئية التي تؤدي التراجع في الخصائص الميكانيكية والفيزيائية لهذه المواد لتصبح غير قادرة لأداء وظيفتها المصنعة من أجلها ومن أهم العوامل التي تسبب في تلف المواد المصنعة هو التآكل الكيميائي [ 4 ]، حيث شهدت الخزفيات اهتماما كبيرا وأصبحت جل المواد مصنوعة من الخزف ويرجع ذلك لاستقرارها الكيميائي العالي بشكل خاص في وسائط التآكل مثل المحاليل القلوية والحمضية القوية يؤدي إلى طول عمرها [ 7].

#### 5.2. I خصائص حرارية

تتميز المواد الخزفية بدرجة انصهارها العالية تقدر ب  $2000^{\circ}\text{C}$  أو أكثر [ 6 ]. ومن أهم خصائصها الحرارية التي نهتم بها وبشكل رئيسي معامل تمددها الحراري والذي يعتمد أساسا على البنية الداخلية ونوع الروابط الكيميائية المبين في الجدول ( 3. I ) [ 8].

الجدول ( 3. I ): معامل التمدد الحراري لبعض البلورات الخزفية [ 8 ]

معامل التمدد الحراري ( $10^{-6} \text{ k}^{-1}$ )	البلورة
8,1	TiN
5	B <sub>4</sub> C
7,9	TiC
0,48 – 0,52	SiO <sub>2</sub>

### 6.2. I خصائص ميكانيكية

تمتلك الخزفيات قيم عالية لمعاملات المرونة وتشوهات مرنة محدودة للغاية مقارنة مع المعادن وذلك بسبب قوة رابقتها الكيميائية، فقوة الرابطة هذه لا تسمح بانزلاق مستويات البلورة بالنسبة لبعضها البعض كما يحدث في المعادن. كما أن للخزفيات ميزة أخرى وهي أن لديها قيم ضعيفة لمعاملات الصلابة الذي يعبر عن مدى مقاومة المادة لانتشار الشقوق عند تلفها، وتتميز كذلك بصلابة عالية مقارنة مع المعادن ويمكن أن نوضحها في الجدول ( 4. I ) [ 1 ].

الجدول ( 4. I ) : مقارنة الصلابة بين بعض الخزفيات والمعادن [ 1 ]

H/E( $10^{-3}$ )	الخزفيات	H/E( $10^{-3}$ )	المعادن
150	الماس	1.2	النحاس
40	الألومين	1.5	الألمنيوم
60	الزيركون	0.9	الحديد
60	كربور	0.9	النيكال

### 7.2. I خصائص كهربائية

تعتبر الخزفيات نواقل كهربائية ضعيفة وذلك نتيجة للطبيعة المزدوجة للروابط (أيونية - تساهمية)، حيث أن جميع إلكترونات التكافؤ للعناصر المكونة للمركب تكون مقيدة. لكن بالرغم من ذلك فإنها توجد مجموعة من الخزفيات نصف ناقلة وناقلة وحتى فائقة الناقلية وذلك ضمن شروط محددة [9].

### 8.2. I خصائص بصرية

أيونات العناصر الانتقالية لها دور كبير في إعطاء الألوان للخزفيات، فمثلا عند إضافة نسبة قليلة جدا من أكسيد الكروم ( $Cr_2O_3$ ) إلى الألومينا ( $Al_2O_3$ ) عديم اللون فإنه يظهر بلون وردي [10].

### 3. I وصف بعض المواد الخزفية

#### 1.3. I الصلصال(الغضار)

هو عبارة عن جسيمات صغيرة جدا من سليكات الألومين حيث يقدر متوسط بعدها الحبيبي حوالي  $2\mu m$  (الشكل (1. I))، ويتواجد في الطبيعة على شكل صخور رسوبية [11].



الشكل (1. I) : صورة لصخور رسوبية من الغضار [12]

### 2.3. I الكاولان

الكاولان مادة خامة متواجدة بكثرة في الطبيعة وتكون على شكل عدسات مسطحة أو طبقات رسوبية من الصخور على سطح الأرض، وتتكون نتيجة تآكل الصخور الأولية وترسبها بعد تعرضها لظواهر طبيعية [13] (الشكل (2. I)). يرجع مصطلح الكاولان الى أصول صينية ويعتبر أساس الخزف

الصيني وقد أثبتت الدراسات على أنه يمكن استعماله في العديد من الصناعات مثل الورق والبلاستيك والاسمنت الأبيض [14].



الشكل ( 2. I ) : صورة لأحجار الكاولان [12]

### 3.3. I السيليس (ثاني أكسيد السيليسيوم (SiO<sub>2</sub>))

يعد السيليس من المركبات الكيميائية والتي هي من صنف المعادن، تدخل في تركيبها أيونات عنصر الأكسوجين والسليكون تتميز بوفرتها في الطبيعة حيث تمثل % 90 من القشرة الأرضية [11] (الشكل ( 3. I )).

يتحد السيليس مع عناصر أخرى مكونا معها العديد من المركبات ذات أشكال بلورية مختلفة ومعقدة ويوجد في الطبيعة إما على أشكال متبلورة وهي الكوارتز Quartz و الكريستوباليت Cristobalite و التريديميت Tridymite وإما على أشكال غير متبلورة مثل زجاج السيليس [15].



الشكل ( I .3): الصورة لرمل من السيليس [16]

### I .3.4 كربونات الكالسيوم ( $\text{CaCO}_3$ )

هو معدن بلوري أبيض اللون يتواجد على شكل صخور في نطاق واسع من الطبيعة والموضع في الشكل ( I .4). كما أنه يعتبر المكون الرئيسي للحجر الجيري والطباشير والرخام [17].



الشكل ( I .4): صورة لمسحوق من الكالسيوم [12]

## 4. I أنواع الخزفيات

من الناحية الصناعية تختلف الأساليب والمراحل الأساسية لعمليات تصنيع الخزفيات, وعلى ذلك تنقسم الخزفيات إلى قسمين رئيسيين:

### 1.4. I الخزفيات التقليدية

هي تلك الخزفيات التي تصنع من المواد الخام الطبيعية (الطين...الخ) وتتميز باحتوائها على شقوق ومسامات بنيوية مما يجعلها حساسة نوعا ما، حيث أنها تشمل الأغراض التقليدية التي توجه للاستعمال اليومي كالأواني الخزفية المبينة في الشكل (5. I)، وبلاط الجدران والأرضيات والطوب الحرارية وكذلك الخزف الحجري [18].



الشكل (5. I): صورة لأواني خزفية تقليدية [12]

### 2.4. I الخزفيات الهندسية

في الآونة الأخيرة تعدى مفهوم الخزفيات على أنها فن لصناعة الأغراض التقليدية كأواني الطهي...الخ. حيث أنها حظيت باهتمام العلماء وأصبحت من المواد الأساسية في الصناعات التكنولوجية الحديثة كالإلكترونيات (الشكل (6. I))، والأدوات الصحية والأنابيب المزججة وذلك لأنها تتميز بخصائص جيدة (حرارية وميكانيكية)، كما أن لديها القدرة على مواجهة التآكل الكيميائي مما أدى إلى تنوع مجالات استخدامها [14].



الشكل ( I 6): صورة لمكثفات من السيراميك [19]

ويمكن أن نميز بعض أنواع الخزفيات و مجال استخداماتها في الجدول التالي:

الجدول ( I 5): مجالات استخدام الخزفيات [5]

نوعية الاستخدام	مجال الاستخدام	التركيب
شرايح رقيقة لترشيح الماء	البيئة	$Al_2O_3$
عوازل	الكهرباء	$Al_2O_3$ , $BeO$
الإلكترونيات	الإلكترونيات	$BaTiO_3$
عوازل حرارية ومبطنات الأفران	المنتجات الحرارية	$SiC$ , $Si_3N_4$
أدوات القطع	الميكانيك	$TiC$ , $TiN$
انعكاس الضوء	الضوء	$TiO_2$
أربطة الكسور ومفاصل صناعية للعظام والأسنان ومشارط للجراحة	الطب الحيوي	$Al_2O_3$ , $ZrO_2$
أنظمة المراقبة	النووي	$Al_2O_3$ , $SiC$
واقى الصدمات	العسكري	$Al_2O_3$ , $SiC$

### I. 5 المراحل الأساسية لتحضير قطعة خزفية

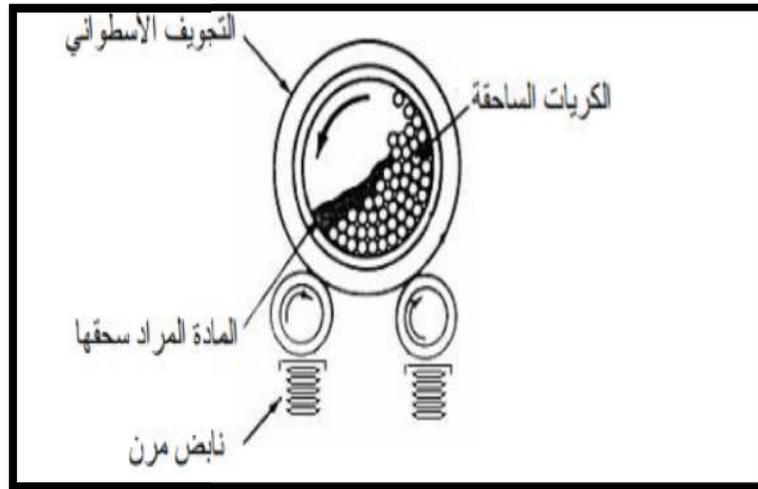
تمر عملية تحضير قطعة خزفية عبر مجموعة من المراحل، فأهمها هو اختيار المواد الأولية وتحضيرها ثم تشكيلها وأخيرا تكثيفها عن طريق المعالجة الحرارية.

#### I. 1.5 اختيار المسحوق

تعتبر أول مرحلة وأهما، حيث يتم فيها اختيار المادة الأولية الطبيعية وفقا لخصائص معينة وذلك لأنها تتحكم في جودة القطعة النهائية [15].

#### I. 2.5 تهيئة المسحوق

في هذه المرحلة يتم فيها سحق المادة الأولية حتى نتحصل على مسحوق ذو حبيبات بأبعاد صغيرة جدا وذلك لتحسين عملية التلبيد [13]. ومن أهم الطرق الشائعة والأكثر استعمالا هي السحق بواسطة الكريات، حيث يتم فيها وضع المادة المراد سحقها داخل حجرة أسطوانية الشكل تحتوي على كريات مصنوعة من الفولاذ أو الألمنيوم، بحيث تدور الاسطوانة على محور ثابت بوجود الماء المقطر كما هو موضح في الشكل ( I. 7) [20].



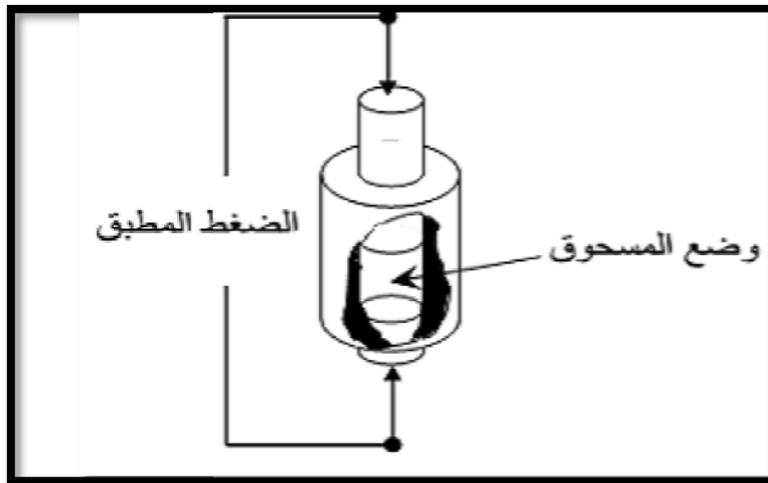
الشكل ( I. 7): صورة لتقنية السحق بالكريات [11]

### 3.5. I الإضافات العضوية

عند تحضير العينات الخزفية يتم إضافة بعض المواد العضوية، فهناك مواد تساعد على ربط الجزيئات ببعضها وتسمى بالمواد الرابطة كما هناك مواد أخرى تعمل على حماية العينة من التشقق أثناء المعالجة الحرارية وتسمى بالملدنات الحرارية والتي يتم التخلص منها قبل عملية التلييد [10].

### 4.5. I التشكيل

يقصد به إعطاء الشكل النهائي لمسحوق المادة الأولية ليصبح قطعة خزفية، وتعتبر هذه مرحلة هامة كما يجب القيام بها بحذر تام لتجنب ظهور لتشققات غير مرغوب فيها والتي لا يمكن أن تختفي أثناء عملية التلييد [1]. كما يوجد مجموعة من الطرق للتشكيل منها تقنية الكبس الهيدروستاتيكي والكبس المحوري وكذلك طريقة البثق، وأهمها التشكيل بالكبس المحوري (الشكل (8. I))، لأنها تعتبر التقنية الأكثر شيوعاً لتميزها بتنوع الأشكال التي يمكن تحضيرها [8]. حيث يتم فيها وضع المسحوق داخل قالب خاص قابل للضغط بواسطة آلة الكبس ليعطيه في النهاية شكلاً معيناً [2].

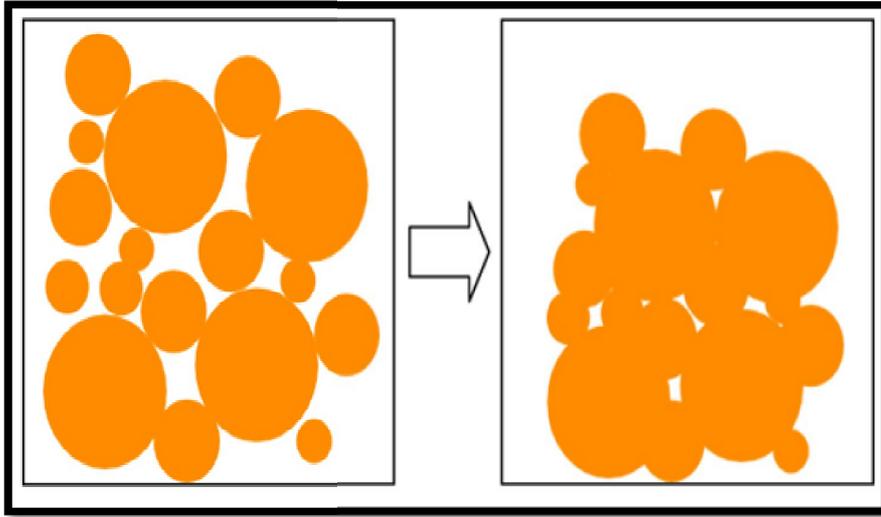


الشكل (8. I): صورة لقالب مخبري لصنع الأقراص بواسطة الكبس المحوري [2].

### 5.5. I التلييد

تتم هذه المرحلة بالمعالجة الحرارية للقطعة الخزفية المتحصل عليها، بحيث تعمل على تكثيف حبيباتها وإزالة الفراغات بينها، فتنحول القطعة الخزفية المشكولة من هشّة سهلة الإتلاف إلى صلبة ومتماسكة [2] (الشكل (9. I)). وتوجد عدة تقنيات مختلفة أهمها:

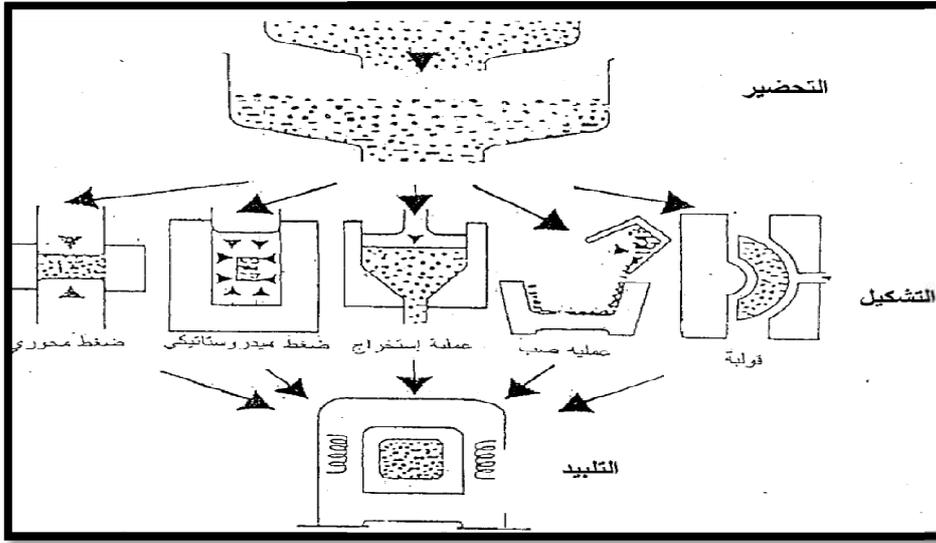
- ❖ **التلييد الطبيعي:** هي التقنية الأكثر استعمالاً، حيث تتمثل في تسخين القطعة الخزفية بشكل عادي عند درجات حرارة مرتفعة نسبياً [6].
- ❖ **التلييد التفاعلي:** عند تعرض القطعة الخزفية إلى التسخين تنتج مجموعة من التفاعلات الكيميائية بين مكونات الخليط فتساهم في تحسين التلييد بشكل جيد [6].
- ❖ **التلييد تحت الضغط:** في هذه التقنية يتم التسخين والتشكيل في آن واحد، وتعطي أحياناً تلييداً كلياً للقطعة الخزفية [2].



الشكل (9. I): صورة تلييد حبيبات خزفية [21]

### 6.5. I التحسين والإتقان

وتعتبر هذه آخر مرحلة، حيث يتم فيها تحديد المميزات النهائية للقطعة الخزفية وتحسينها سطحياً باستعمال أدوات مناسبة للتقّب والصقل [20].  
ونلخص أهم مراحل تشكيل قطعة خزفية بالشكل التالي:



الشكل ( I . 10): أهم مراحل تشكيل قطعة خزفية [9].

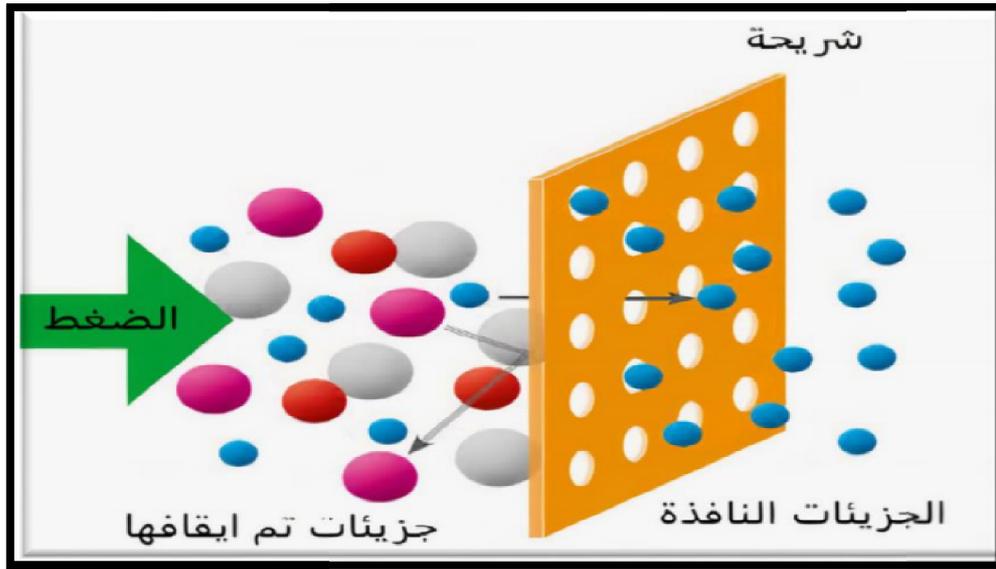
## 6. I الدعائم والأغشية

### 1.6. I تعريف الترشيح

هو عملية فيزيائية تستعمل لفصل المواد الصلبة ذات حبيبات دقيقة أو المواد المنحلة في السائل وذلك بتمريرها عبر غشاء نفوذ ذو فتحات صغيرة، فالهدف منه هو الحصول على سوائل نقية خلال وقت وجيز وبجهد أقل وكذلك بتكلفة منخفضة [2]. وقد أظهرت العديد من الدراسات أن الترشيح الغشائي هو الخيار القابل للتطبيق بهدف إزالة الملوثات من المحاليل المائية، وتشمل مجموعة التطبيقات منها إزالة الأيونات المعادن الثقيلة السامة ومعالجة مياه الصرف الصحي، وللترشيح عدة استعمالات صناعية مثل الصناعات الغذائية والطبية والبيولوجية ومعالجة المياه وكذلك صناعة الأغذية والمشروبات [22].

### I . 2.6 تعريف الأغشية الخزفية (الشرايح الرقيقة)

الأغشية الخزفية هي عبارة عن سطح مادي رقيق جدا يقدر سمكها بأجزاء من المليمتر محضرة من مواد خزفية، بحيث تسمح بمرور أو إيقاف جزيئات عالقة أو منحلة بصفة انتقائية (الشكل ( I . 11)), وذلك تحت تأثير قوى فعالة [2].



الشكل ( 11. I ) : رسم توضيحي للغشاء [23]

### 3.6. I تعريف الدعائم

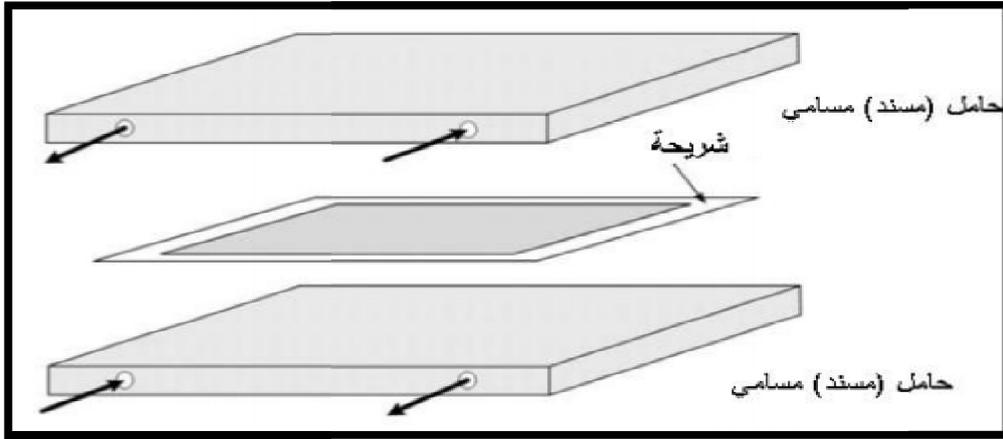
خلال عملية الترشيح تتعرض الأغشية إلى إجهادات خارجية غير قادرة على تحملها لكونها ذات سمك رقيق، فهي بحاجة إلى دعائم توضع عليها وتدعى بالحوامل أو المساند [9]. حيث هذه الأخيرة تدعمها بالقوة الميكانيكية للطبقة العلوية منها من أجل تحمل الضغط الناجم عن فرق الجهد كما يجب أن تتمتع هذه الدعائم في نفس الوقت بمقامة منخفضة لتدفق المرشح [24] [25]. حيث يأخذ الغشاء شكل الحامل الذي وضع عليه [9]

### 4.6. I الشكل الهندسي للأغشية

تأخذ الشرائح شكل الحامل الذي وضعت عليه، حيث لهذه الحوامل أشكال مختلفة تجعل الشرائح متنوعة فنجد:

#### 1.4.6. I الأغشية المستوية

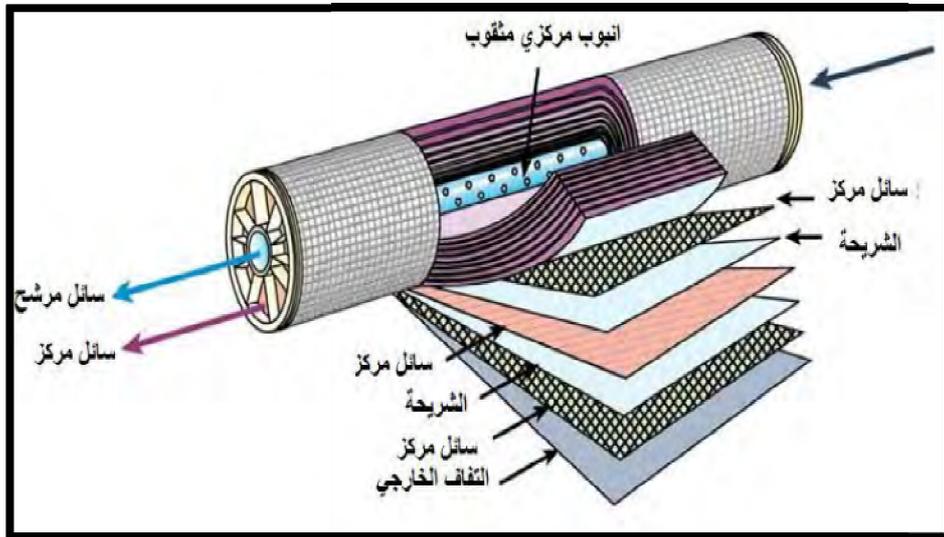
تعد من أبسط الأشكال وأقدمها، تكون على شكل طبقة أحادية مستوية أو عدة طبقات [1]، كما هي موضحة في الشكل ( 12. I ).



الشكل ( I 12): رسم توضيحي لشريحة ذات شكل مستوي [2]

### I 2.4.6.1 الأغشية الحلزونية

وهي طبقات رقيقة مستوية تم لفها حول أنبوب يحتوي على فتحات تسمح بمرور المادة المرشحة كما هي مبينة في الشكل ( I 13) ، حيث توضع بين كل طبقتين شبكة مرنة تعمل على خلق اضطرابات في جريان المائع [13].

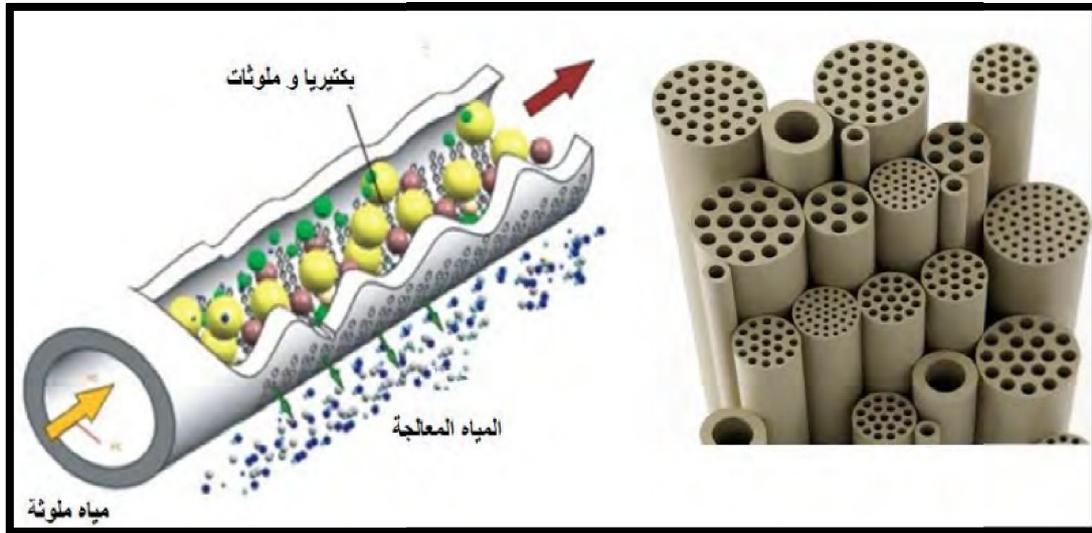


الشكل ( I 13): رسم توضيحي لشريحة ذات شكل حلزوني [2]

### I 3.4.6.1 الأغشية الأنبوبية

يتكون الغشاء من حامل أنبوبي الشكل يتميز ببنفاذية ومسامية عاليتين، توضع عليه طبقة أو طبقات نصف نفوذة، قد يكون الحامل الأنبوبي أحادي القناة أو متعدد القناة والموضحة في الشكل ( I 14).

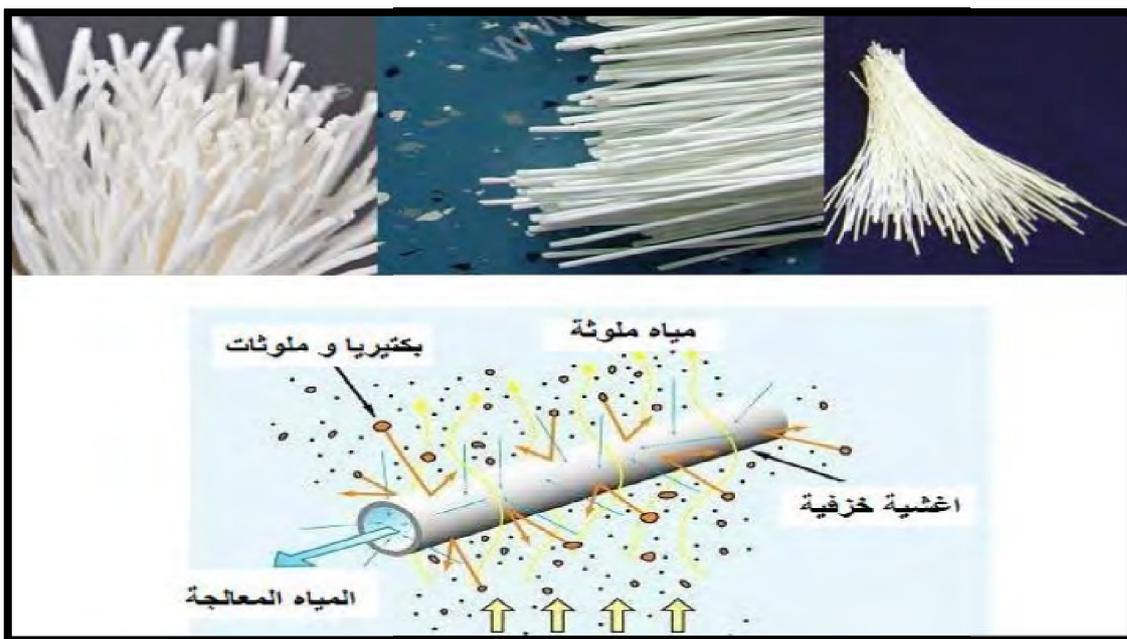
فأبعاد الأنبوب تتناسب طرديا مع استهلاك الطاقة [1].



الشكل ( I 14): رسم توضيحي لشرائح ذات شكل أنبوبي [2]

#### 4.4.6. I الأغشية الليفية

هي عبارة عن مجموعة من الأنابيب يقدر قطرها ما بين 0.5mm و 2 [9]. شكل الأغشية الليفية مشابه للأغشية الأنبوبية إلا انه يختلف في التركيب فالشكل الأنبوبي يتكون من حامل بالإضافة إلى شريحة، أما في الأغشية الليفية تلعب دور الغشاء والحامل في نفس الوقت [2].



الشكل ( I 15): رسم توضيحي شرائح ذات شكل ليفي [2]

يمكن إجراء مقارنة بين مختلف أشكال الأغشية التي درسناها في الجدول التالي:

الجدول ( I . 6): مقارنة بين مختلف أشكال الأغشية [1]

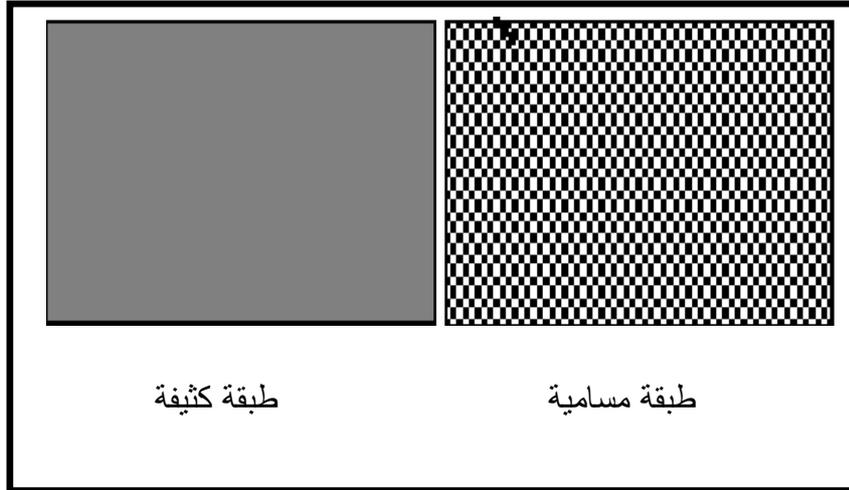
مساؤها	محاسنها	شكل الأغشية
<ul style="list-style-type: none"> <li>- ممكن أن تنسد فراغاتها بسرعة كبيرة جدا.</li> <li>- لا يمكن تفكيكها</li> <li>- مواجهة صعوبة عند تنظيفها.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- ثمنها منخفض.</li> <li>- تشغل حيزا صغيرا.</li> </ul>	الحلزونية
<ul style="list-style-type: none"> <li>- في حالة إصابة أحد الألياف فيجب استبدالها بأكملها.</li> <li>- مواجهة صعوبة عند تنظيفها</li> <li>- باهظة الثمن.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- حجمها صغير.</li> </ul>	الليفية
<ul style="list-style-type: none"> <li>- حجمها كبير.</li> <li>- باهظة الثمن.</li> <li>- يصعب توصيل الأنابيب ببعضها.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- سهولة في التنظيف.</li> <li>- في حالة إصابة أحد الأنابيب يمكن تبديله بسهولة.</li> </ul>	الأنبوبية
<ul style="list-style-type: none"> <li>- يمكن أن تنسد فراغاتها بسرعة كبيرة.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- سهلة في تركيبها.</li> </ul>	المستوية

### 5.6. I بنية الأغشية

يمكن تصنيف هذه الأغشية حسب بنيتها إلى الأغشية المتجانسة والغير متجانسة والأغشية المركبة.

#### 1.5.6. I الأغشية المتجانسة

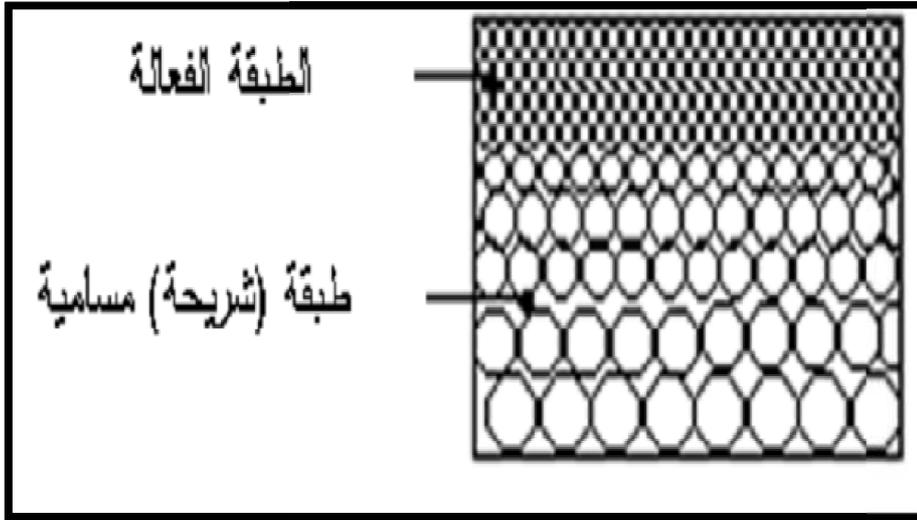
هي أغشية رقيقة تتكون من طبقة واحدة كثيفة أو مسامية تمثل نفس البنية على طول امتداد سمك الغشاء [12](الشكل (16. I)). فأغلبيتها ذات طبيعة عضوية كما أنها تستخدم في التقنية الميكرونية (MF) [2].



الشكل ( 16. I ): رسم توضيحي غشاء ذو بنية متجانسة [2]

#### 2.5.6. I الأغشية الغير متجانسة

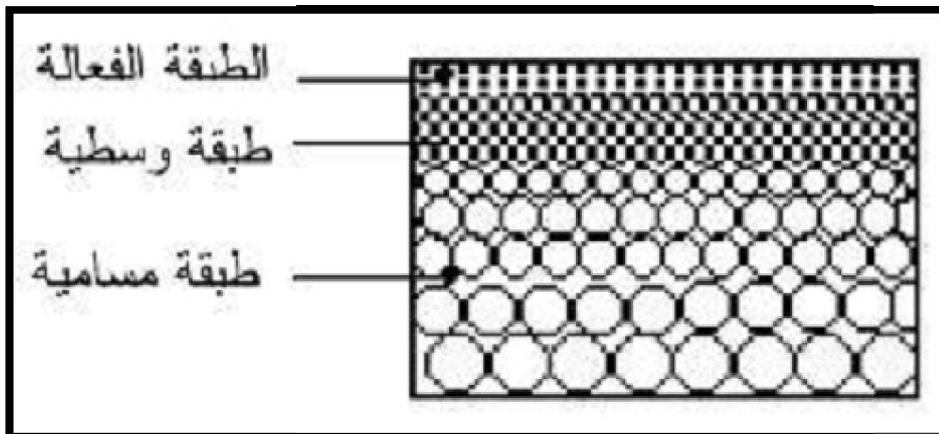
هي أغشية غير متناظرة تتكون من طبقتين موضوعتين فوق بعضها البعض (الشكل (17. I)) حيث تسمى الطبقة العلوية بالطبقة الفعالة وذلك لأن سطحها يلامس المادة المرشحة بصفة مباشرة ، كما أنها رقيقة جدا فيقدر سمكها ما بين  $0.1\mu\text{m}$  و  $100\mu\text{m}$ ، أما الطبقة الأخرى سمكها يتراوح بين  $100\mu\text{m}$  و  $200\mu\text{m}$  فهي تضمن القوة الميكانيكية للغشاء [13].



الشكل ( 17. I ): رسم توضيحي غشاء ذو بنية غير متجانسة [2]

### 3.5.6. I الأغشية المركبة

تتميز ببنية غير متناظرة تتكون من طبقات موضوعة فوق بعضها البعض تختلف فيما بينها من حيث الطبيعة الكيميائية أو الفيزيائية كما يمكن أن تكون خزفية أو عضوية، طبقتها العلوية ( الطبقة الفعالة) أكثر دقة من التي تملكها الأغشية الغير مركبة توضع على مسند ذو مسامية ونفاذية عاليتين كما المبينة في الشكل ( 18. I )، تم تطويرها بهدف الرفع من قيمة النفاذية وذلك بتخفيض سمك الطبقة الفعالة [13].



الشكل ( 18. I ): رسم توضيحي لشريحة ذات بنية مركبة [1]

### 6.6. I طبيعة الأغشية

#### 1.6.6. I الأغشية العضوية

يتم تصنيعها من البوليميرات العضوية والتي تمنحها القدرة على التكيف مع التطبيقات المختلفة فحوالي 90 % من أغشية الترشيح الفائق والدقيق مصنوعة من أغشية عضوية، كما أنها تتميز ببنية غير متجانسة [26].

#### 2.6.6. I الأغشية الغير عضوية

تتكون هذه الأغشية من مركبات غير عضوية قد تكون معدنية أو خزفية. تستعمل في التطبيقات المعرضة لدرجات حرارة عالية وتآكل كيميائي لكونها لديها مقاومة حرارية وكيميائية جيدة [23].

#### 3.6.6. I الأغشية الهجينة

تتكون من مواد عضوية وأخرى لاعضوية ( معدنية أو خزفية) تتميز بخصائص فيزيائية وكيميائية هامة [15].

### 7.6. I أنواع الأغشية

#### 1.7.6. I الأغشية المسامية

هي أغشية ذات مسامات صغيرة جدا يتم فيها فصل الجزيئات في المحلول وفقا لحجمها، فآلية النقل فيها تعتمد على طريقة الغرلة حيث يتم الاحتفاظ جزئيا بالمسامات ذات الحجم الكبير و تسمح بالمرور التام للجسيمات الصغيرة [26]. وتصنف أنماط الترشيح حسب قطر هذه المسامات ومن بين هذه الأنظمة نجد:

#### 1.1.7.6. I شرائح التقنية الميكرونية (MF) Microfiltration

تتميز هذه الأغشية باتساع مساماتها، حيث يتراوح قطر هذه المسامات ما بين  $0.1\mu\text{m}$  و  $10\mu\text{m}$  تستخدم غالبا في إزالة الرمل والصلصال وكذلك الطحالب والبكتيريا [2]. [27]

#### 2.1.7.6. I شرائح التقنية الميكرونية الفائقة (UF) Ultrafiltration

تتراوح أبعاد مسامات هذه الأغشية ما بين  $0.01\mu\text{m}$  و  $0.1\mu\text{m}$ ، تسمح بمرور الجزيئات الدقيقة مثل الماء والأملاح وتوقف الجزيئات العملاقة التي لها كتلة مولية عالية مثل البروتينات، كما أنها تستخدم في

تحضير مياه عالية النقاوة من أجل الاستخدام الطبي و الصناعة الإلكترونية وكذلك معالجة مياه المجاري والتخلص من الفيروسات [2].

### I 3.1.7.6 شرايح التقنية النانومترية (NF) Nano filtration

الأغشية النانومترية قطرها من رتبة النانومتر، حيث أنها تمنع مرور الأملاح المؤينة متعددة التكافؤ ( $Ca^{+2}$  .  $Mg^{+2}$  ...) والمركبات العضوية المؤينة والتي كتلتها المولية تفوق 300g/mol، حيث أنها تستخدم في إزالة اللون و العناصر المعدنية من الماء و كذلك في رفع تركيز المركبات العضوية ذات كتلة مولية ضعيفة مثل المضادات الحيوية [2].

### I 2.7.6 الأغشية المنعدمة المسامية (الكثيفة)

هي أغشية مساميتها منعدمة ما عدا فراغات البنية البلورية، تتطلب استخدام ضغط عال وتتميز بدرجة انتقاء عالية ونفاذية ضعيفة، غالبا ما تحضر من مواد عضوية كما أن آلية الفصل فيها تعتمد على ظاهرة الانتشار [2].

### I 3.7.6 أغشية التبادل الأيوني

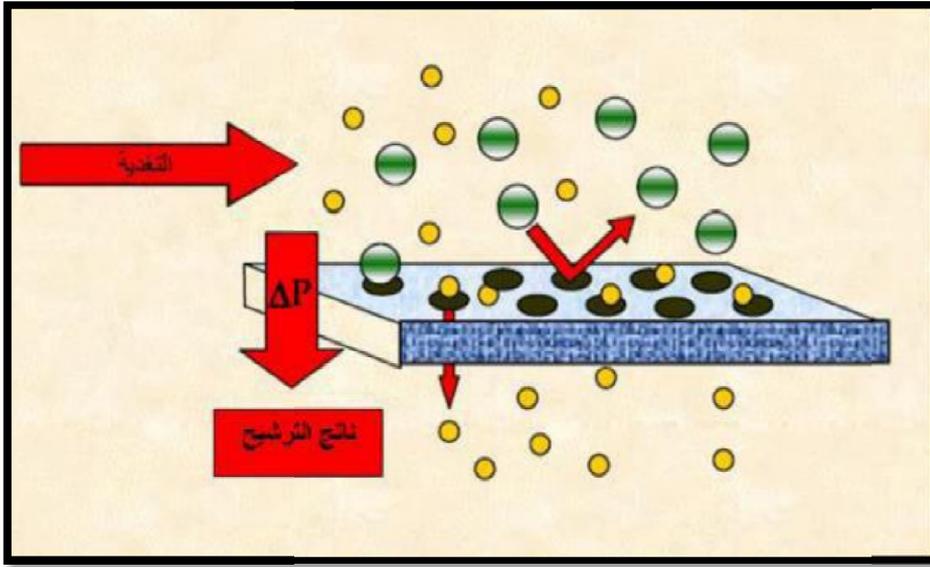
هي نوع خاص من الأغشية الكثيفة غالبا تحضر من مواد عضوية، حيث أن نفاذيتها عالية ضد الأيونات ومنخفضة للماء، وتتم عملية الفصل فيها تحت تأثير فرق كمون كهربائي [1].

### I 8.6 أنماط الترشيح

يمكن أن تستخدم الأغشية في عملية الترشيح حسب طريقتين رئيسيتين للاشتغال هما المباشر و المماسي [9].

### I 1.8.6 الترشيح المباشر

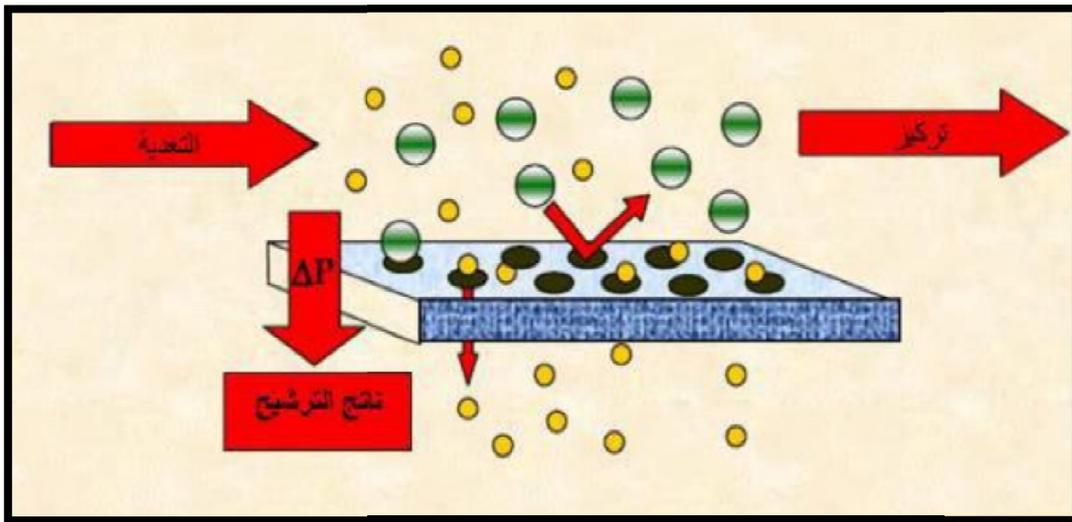
يتميز الترشيح المباشر بسهولة تطبيقه وبتكلفة أقل، ففي هذه التقنية يسكب السائل عموديا على سطح الغشاء فتتجمع كل بقايا الترشيح فوقه [9] (الشكل ( I 19 )). فهذه البقايا المتجمعة تعيق مرور السائل ومنه تتخفض نسبة النفاذية، هذا النوع من الترشيح يتطلب تنظيف دائم مما يجعله محدود الاستعمال في المجال الصناعي [1].



الشكل ( I 19): رسم توضيحي لمبدأ الترشيح المباشر [28]

### I 2.8.6. الترشيح المماسي

في هذا النوع من الترشيح يكون جريان المائع على سطح الشريحة بشكل مماسي كما هو موضح في الشكل ( I 20), فالضغط المطبق يجعل الجزيئات المتراكمة على سطح الشريحة تتفد منه تقل ظاهرة انسداد المسامات, يستخدم هذا النوع كثيرا في التقنية الميكرونية النانومترية [1].



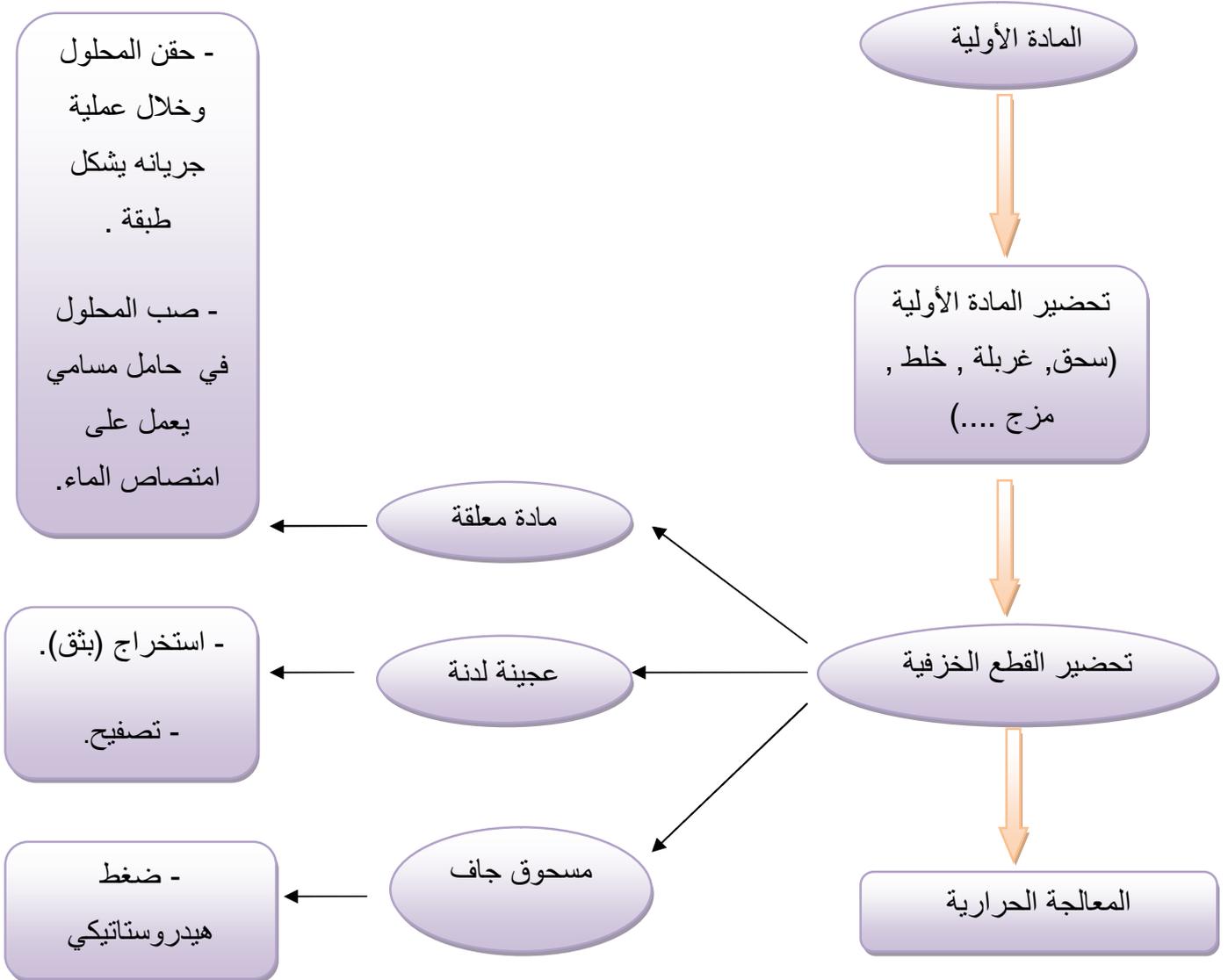
الشكل ( I 20): رسم توضيحي لمبدأ الترشيح المماسي [28]

**9.6. I الدعائم الخزفية**

بما أن الشرائح عبارة عن طبقات رقيقة جدا لا تستطيع أن تتحمل الإجهادات الخارجية المطبقة عليها أثناء عملية الترشيح، فهي بحاجة إلى دعائم تتوضع عليها لتوفر لها الحماية الكاملة. يمكن تصنيف هذه الدعائم إلى أربعة أنواع رئيسية وذلك تبعا لشكل الغشاء فنجد الدعائم المستوية والدعائم الأنبوبية وكذلك الدعائم الحلزونية وأخيرا الدعائم ذات الألياف المجوفة [9]، تعتبر الخزفيات مواد مثيرة للاهتمام في مجال دعائم الغشاء بسبب مقاومتها الميكانيكية وتمتعها بالقصور الذاتي الكيميائي والعمر الطويل وكذا الاستقرار الحراري [29]. [30]. [31].

**10.6. I تحضير المرشحات الخزفية**

تتكون المرشحات الخزفية أساسا من حامل مسامي وشريحة (أو مجموعة من الشرائح) ويمكن تحضيرها بعدة طرق حسب الشكل ( I .21).



الشكل ( I . 21): رسم تخطيطي لأهم مراحل تقنيات تحضير قطعة خزفية [13].

# الفصل الثاني

## II . المقدمة

سوف نهتم في هذا الفصل بدراسة المواد الأولية التي قمنا باستخدامها في تحضير دعائم لشرائح خزفية، حيث نقوم بمجموعة من التحاليل على العينات لمعرفة تركيب هذه المواد وكذلك بعض الخصائص المميزة وسلوكها أثناء المعالجة الحرارية والمتمثلة أساسا في التحليل بواسطة الأشعة تحت الحمراء والتحليل بواسطة الأشعة السينية.

كما سوف نخوض في بعض طرق العمل ونتطرق إلى بعض الأجهزة المستعملة.

## II . 1 الوسائل التجريبية المنتهجة في دراسة المواد الخزفية

## II . 1.1 التحليل باستعمال الأشعة السينية RX

تعرف هذه الطريقة بطريقة المسحوق والتي تستعمل فيها الأشعة السينية وحيدة اللون. توجد تقنيتين يستخدم من خلالهما طيف الانعراج، فيما يخص الطريقة الأولى فهي طريقة ديبياي شرر حيث يتم تسجيل فيلم حساس وهو عبارة عن شريط يوضع داخل غرفة تعرف بغرفة ديبياي، أما الطريقة الثانية فيتم فيها تسجيل طيف الانعراج باستعمال عداد أين يوصل هذا الأخير بجهاز راسم يقوم برسم مخطط يتمثل في شدة الانعراج بدلالة زاوية براغ  $(2\theta)$ ، كما يمكننا تأشير خطوط الانعراج بالتثائي  $(d_{hkl}, \lambda)$  أين تكون القيمتين  $d_{hkl}$  و  $\lambda$  هما على التوالي شدة الانعراج والفاصلة، هذه الأخيرة تحسب من قانون براغ :

$$\boxed{\sin \theta = n \lambda 2d_{hkl}} \longrightarrow 1 \star$$

حيث:

$n$ : رتبة الانعراج

$\theta$ : زاوية الانعراج

$\lambda$ : طول موجة الأشعة السينية

$d_{hkl}$ : البعد بين المستويات البلورية

وبالتالي يتم الحصول على الثنائيات ( $d_{hkl}$ ) انطلاقاً من المخطط وتكون مميزة لكل مركب أو عنصر، حيث أنه تم إعداد قوائم مسبقاً وضعت على شكل كتب في نظام بطاقات تعريف **A.S.T.M** أما مؤخراً من أجل تسهيل استعمالها مباشرة تم برمجتها على أقراص مضغوطة وتكون هذه البطاقات مرتبة حسب قيم  $d_{hkl}$  للخطوط الثلاثة الأكثر شدة لكل عنصر أو طور وهي كافية لتحديد ماهية مادة ما، ومن أجل القيام بالتحليل لمادة ما نقوم بتأشير لخطوط الانعراج وترتيبها حسب التزايد في الشدة والعودة إلى بطاقات **A.S.T.M** للكشف عن طور معين، كما يمكن أن نتخذ هذه الطريقة في حالة وجود أكثر من طور واحد في المادة وفي حالة استحالة تحديد الطور فإن الخط الثاني يلغى ويعاد البحث من جديد بالاعتماد على الخط الأول والثالث والرابع إلى غاية تحديد الخط الأول وبعد ذلك تلغى كل الخطوط التابعة لهذا الطور ويعاد ترتيب الخطوط المتبقية على حساب شدتها والعودة إلى بطاقات **A.S.T.M** لتحديد الأطوار الأخرى [20].

## II 2.1.1 مطيافية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه (FTIR)

وهي عبارة عن إشعاع كهرومغناطيسي ذو طول موجي أكبر من الطول الموجي الخاص بالضوء، حيث ينحصر مجال الأشعة بين ( $0.7\mu\text{m} \sim 50$ ) هو ما يعرف بالمجال المتوسط يقوم عمل هذه الأخيرة على إرسال حزم من الأشعة تحت الحمراء على العينة لتسقط على الكاشف والذي يحولها إلى إشارة كهربائية ومن ثم يتم تحويلها بواسطة عملية رياضية فتتوصل على طيف الانعراج يمثل عدد الأمواج بدلالة الامتصاص، حيث تم وضع جداول لمعرفة الروابط الكيميائية للمادة [32]. مكننا التحليل بواسطة الأشعة تحت الحمراء من التعرف على طبيعة وبنية المادة من دون التأثير على خصائصها وكذلك على الأطوار البلورية و اللابلورية حيث تعتمد على دراسة الأطياف الممتصة، وعند خضوع العينة المدروسة لطيف كهرومغناطيسي يشمل مجال الأشعة تحت الحمراء وإذا كان تردد الحقل الكهرومغناطيسي المحتوي في الطيف يساوي طيف الاهتزاز لجزيئات المادة يحدث امتصاص للطاقة مما يجعلها تنتقل من مستوى طاقة الاستقرار إلى مستوى آخر. وتحليل طيف الأشعة النافذة تسمح بمعرفة عصابات الامتصاص الحادثة عند أطوال موجية معينة [1].

## II. 2. دراسة المواد الأولية

## II. 1.2. الصلصال

يعتبر الصلصال من المواد الخام المحلية، والغرض من اختياره هو وفرته الطبيعية وسعره المنخفض كما يمتاز بالاستقرار الحراري [33] [34]، حيث يعتبر في بحثنا هذا المادة الأساسية لتحضير المساند. فقد تم الحصول عليه من منطقة لاقار عومار المتواجدة في ولاية البويرة فهو يتميز بلون رمادي. تكتسي عملية تحضير مسحوق الصلصال أهمية كبيرة لما لها من تأثير على جودة المساند .

## II. 1.1.2. التحليل الكيميائي لصلصال

لقد مكنا استخدام تفلور الأشعة السينية من معرف التركيب الكيميائي لهذه المادة حيث قدرة النسب الوزنية لمختلف العناصر بالمقادير الموضحة في الجدول ومن خلال هذه النتائج يتبين لنا أن الصلصال مكونا أساسا من السيليس ( $\text{SiO}_2$ ) بنسبة 52.95% و الألويمين ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) بنسبة 17.26 %

## الجدول (II. 1): التركيب الكيميائي للصلصال

المكونات	$\text{SiO}_2$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{Ca}_2$	$\text{MgO}$	$\text{SO}_3$	$\text{K}_2\text{O}$	$\text{Na}_2\text{O}$	Cl	PAF
النسب الوزنية %	52.95	17.26	6.36	8.79	0.26	0.20	2.44	0.42	0.054	9.840

## II. 2.1.2. تحليل الصلصال بواسطة الأشعة تحت الحمراء

وقد تمت الدراسة باستعمال مطيافية الأشعة تحت الحمراء ذو تحليل فورييه (FTIR) وهذا باستخدام جهاز من PerkinElmer ، حيث تم المسح في مجال التردد المحصور بين ( $400\text{cm}^{-1}$  \_4000) للمادة، فطيف الامتصاص المتحصل عليه موضح في الشكل أسفله (II. 1).

ونميز عصابات الامتصاص التالية:

❖ عصابة الامتصاص : من  $3619\text{cm}^{-1}$  الي 3693 تدل على وجود الهيدروكسيل

**H-O** حسب موقعه في الشبكة البلورية [34]. (ثنائية ناتجة عن الرطوبة)

❖ عصابة الامتصاص:  $1002\text{ cm}^{-1}$  تعبر عن الاهتزازات التوافقية للرابطة

[28]Si-O-Si.

❖ عصابة الامتصاص:  $912\text{ cm}^{-1}$  تعبر عن الاهتزازات التوافقية للرابطة

[35] Al-OH- Al.

❖ عصابة الامتصاص:  $875\text{ cm}^{-1}$  تعبر عن الاهتزازات التوافقية لرابطة كربونات الكالسيوم

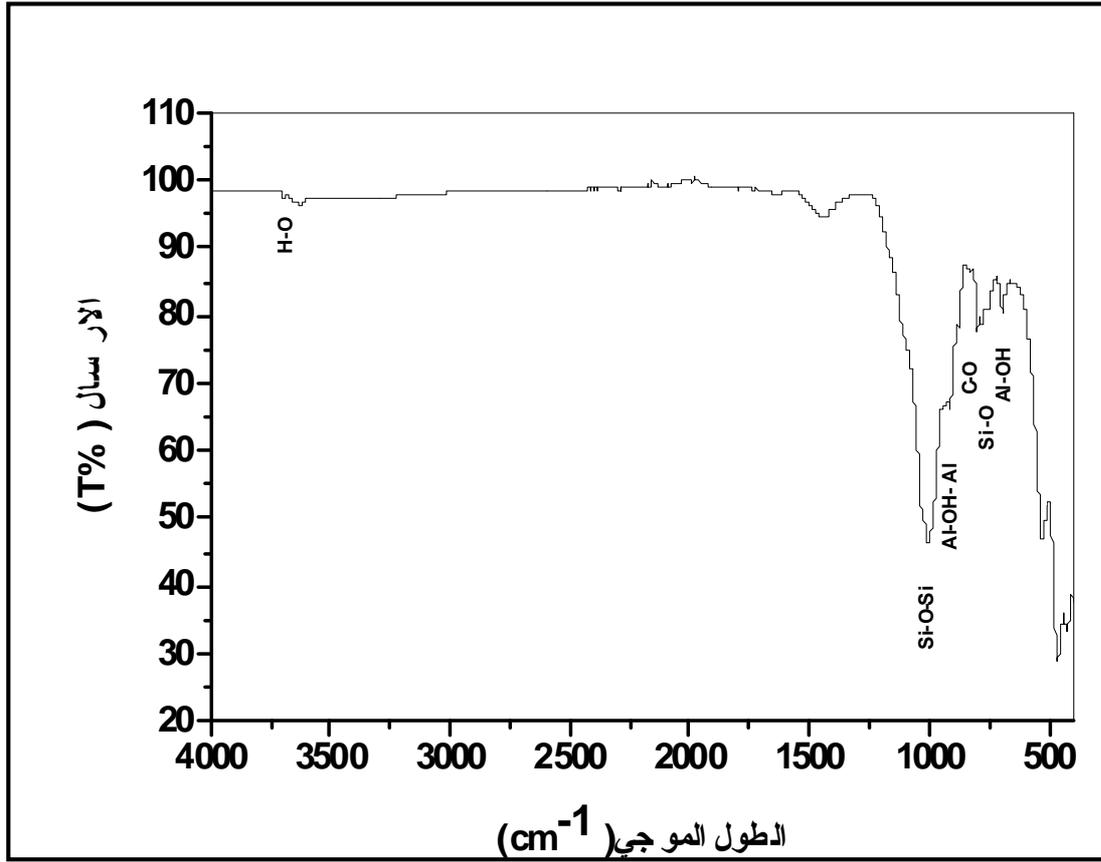
[28] O- C.

❖ عصابة الامتصاص:  $797\text{ cm}^{-1}$  تعبر عن الاهتزازات التوافقية للرابطة

[28]Si -O.

❖ عصابة الامتصاص:  $694\text{ cm}^{-1}$  تعبر عن الاهتزازات التوافقية لرابطة الألومين

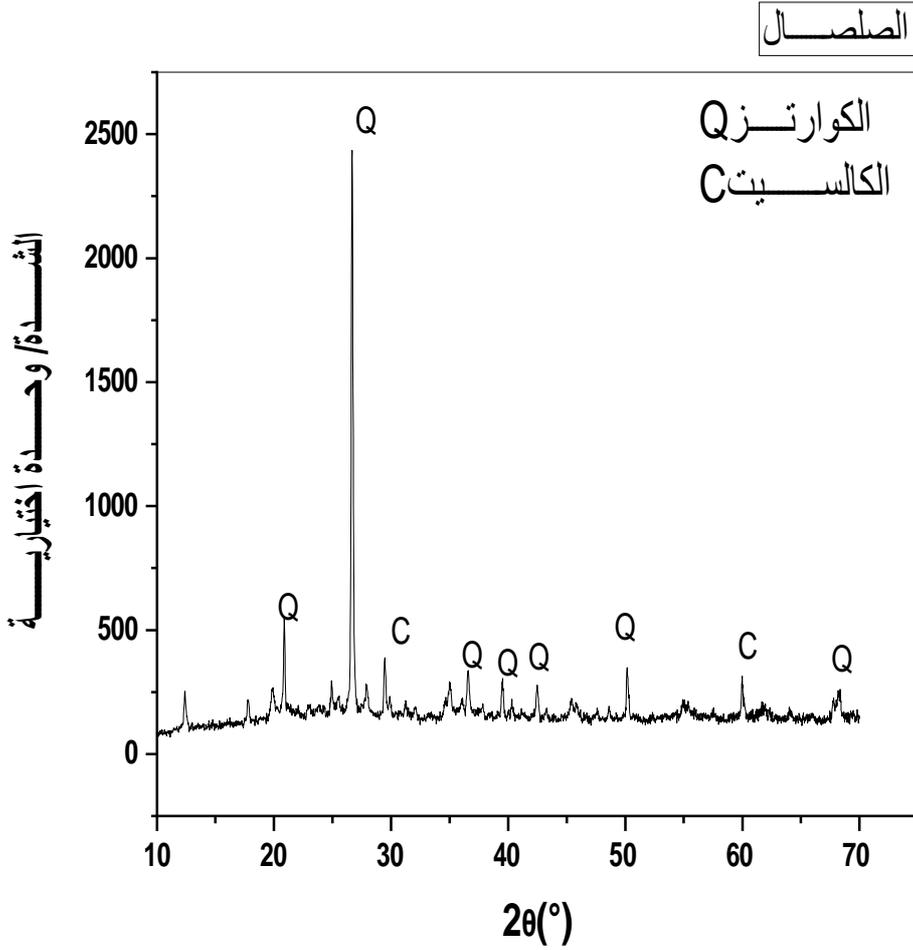
[28]Al-OH.



الشكل (1. II): طيف الامتصاص الأشعة تحت الحمراء للصلصال

### 3.1.2. II تحيل الصلصال بواسطة الأشعة السينية

باستخدام انعراج الأشعة السينية تم الحصول على الشكل (2. II)، وبمطابقة طيف الانعراج مع بطاقات ASTM تبين أن معظم خطوط الانعراج التابعة للكوارتز وبعض الشوائب من الكالسيت

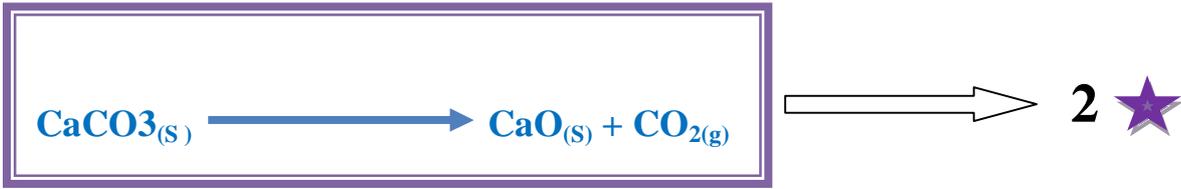


الشكل ( II . 2): طيف انعراج الأشعة السينية للصلصال

## II . 2.2 كربونات الكالسيوم

تعتبر كربونات الكالسيوم من المواد الخام الطبيعية المتواجدة بكثرة في معظم أنحاء العالم فالجزائر من بين دول العالم التي تتمتع بوفرة هذه المواد [36]، حيث تتواجد هذه الأخيرة على شكل صخور و تتمثل صيغتها الكيميائية في  $(CaCO_3)$ ، حيث تلعب هذه الأخيرة دورا مهما في تحضير المساند الخزفية لكونها تساعد في الحصول على حوامل مسامية بعد المعالجة الحرارية وهي عبارة عن مسحوق ذو لون أبيض ناصع، حيث تقدر كتلته الحجمية بحوالي  $28g/cm^3$  [2].

تعتبر كربونات الكالسيوم مركبا غير نشط كيميائيا، ولذلك فهو يستعمل فيزيائيا أكثر منه كيميائيا، ومن أهم خصائصها هي أنها تفكك في درجات الحرارة المرتفعة لتعطي أكسيد الكالسيوم وغاز ثاني أكسيد الكالسيوم وفق المعادلة التالية [15]:



### II . 1.2.2 التحليل الكيميائي لكربونات الكالسيوم

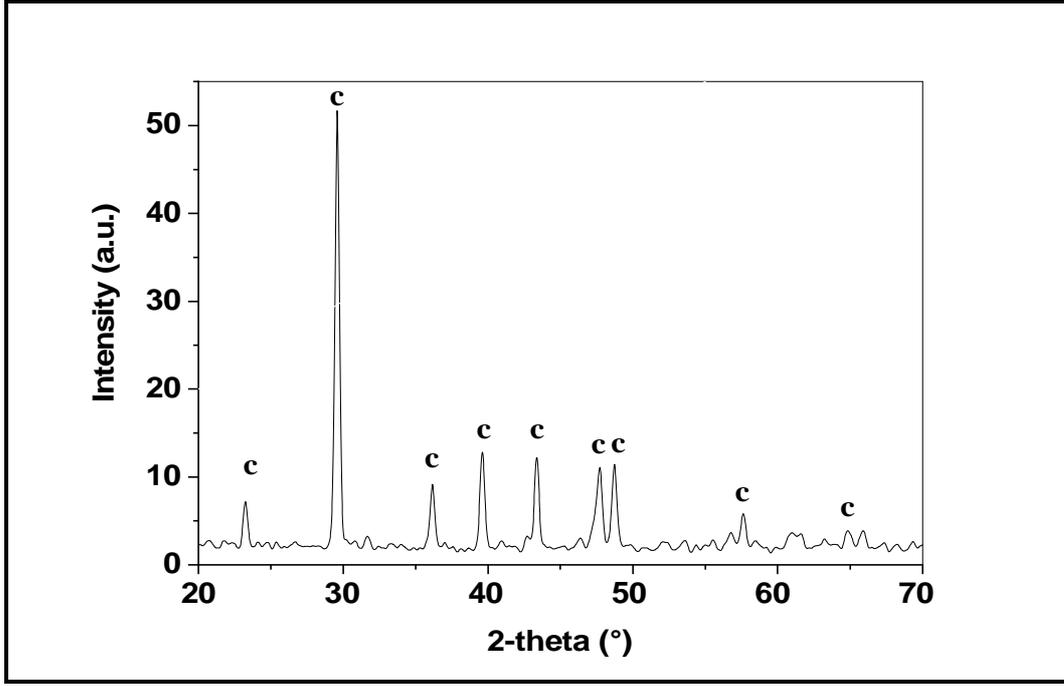
نعرض عينة من مادة كربونات الكالسيوم لأشعة الفلورة السينية وهذا ما يسمح لنا بمعرفة النسب الوزنية لمختلف العناصر المكونة لها كما هو موضح في الجدول (II . 2). [32].

الجدول (II . 2): التحليل الكيميائي لكربونات الكالسيوم

العناصر	SO <sub>3</sub>	Cl-	MgO	CaO	K <sub>2</sub> O	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	PAF
										950
النسب الوزنية %	1.758	1.18	1.683	47.251	0.083	4.929	0.696	0.243	1.193	38.6

### II . 2.2.2 التحليل لكربونات الكالسيوم بواسطة انعراج الأشعة السينية

من خلال نتائج انعراج الأشعة السينية الموضحة في الشكل (II . 3)، وبمطابقة طيف الانعراج مع بطاقات A.S.T.M تبين أن معظم خطوط الانعراج تابعة لكربونات الكالسيوم.



الشكل (3. II): طيف الانعراج للأشعة السينية لكريونات الكالسيوم

### II . 3.2.2 تحليل كربونات الكالسيوم بواسطة الأشعة تحت حمراء

تمت الدراسة باستعمال مطيافية امتصاص الأشعة تحت حمراء ذات تحليل فورييه، حيث تم مسح مجال التردد بين ( $4000$  إلى  $400\text{cm}^{-1}$ ) فتحصلنا على الطيف الموضح في الشكل (4. II)، أين يمكن أن نميز العصابات الأساسية للامتصاص

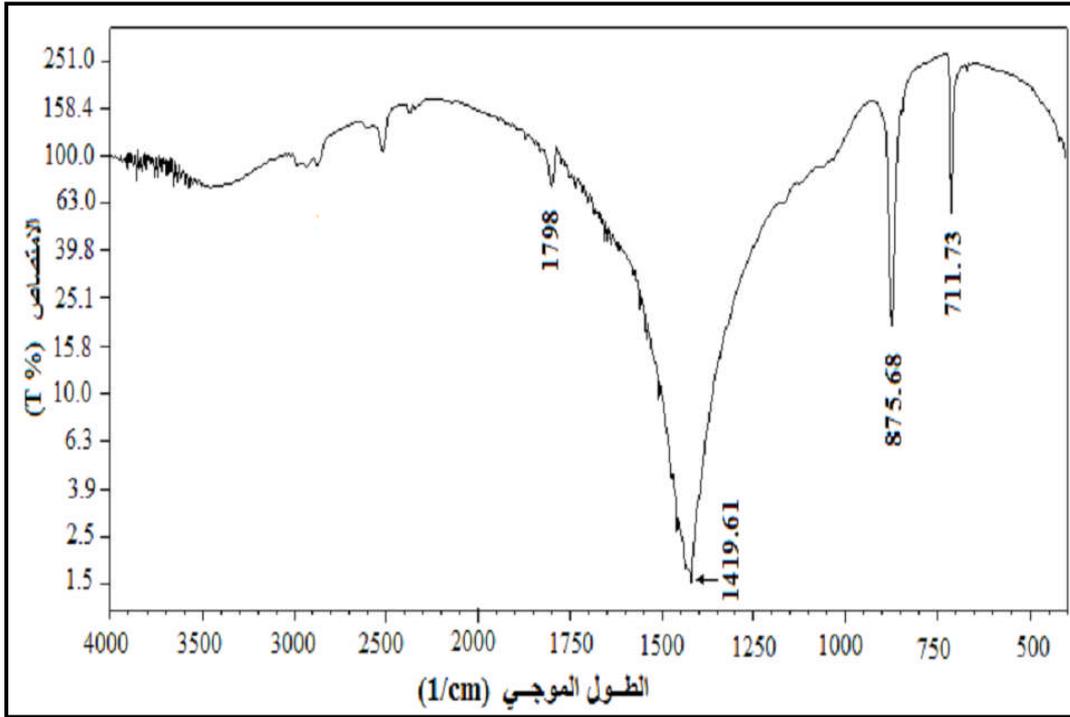
❖ العصابة  $711.73\text{cm}^{-1}$  تعبر عن الاهتزازات التوافقية لرابطة الكالسييت  $\text{CaCO}_3$  [1].

❖ العصابة  $875.68\text{cm}^{-1}$  تعبر عن الاهتزازات التوافقية لرابطة الكربونات  $\text{CO}_3$  [1].

❖ العصابة  $1419.61\text{cm}^{-1}$  تعبر عن الاهتزازات التوافقية الطولية الغير متناظرة للرابطة

[1] O-C-O.

❖ العصابة  $1798\text{cm}^{-1}$  تعبر عن الاهتزازات التوافقية الطولية للرابطة  $\text{C=O}$  [1].



الشكل (II 4): طيف انعراج كربونات الكالسيوم بواسطة الأشعة تحت حمراء

### 3. II الإضافات العضوية

تمت إضافة مادة عضوية والمتمثلة في الميذوسال (Méthocel)، والغرض من هذه الأخيرة هو تحسين الخواص المرورية وقابلية التشكيل للعجينة الخزفية.

### 4. II الطرق التجريبية المتبعة

#### 1.4. II تحضير حوامل من الصلصال وكربونات الكالسيوم

من أجل تحضير حوامل خزفية من الصلصال، تم إتباع مراحل مهمة كما هي موضحة في الشكل (II 5)، حيث يتم في البداية سحق المواد الأولية والمتمثلة في الصلصال وكربونات الكالسيوم سحقاً جيداً ثم غربلتها بواسطة غربال يقدر قطره بحوالي  $250\mu\text{m}$ ، وبعد ذلك نقوم بأخذ كمية من الصلصال بنسبة وزنية تقدر بحوالي 70% (7208g) ثم يضاف إليه نسبة 30% (31.2g) من كربونات الكالسيوم ( $\text{CaCO}_3$ ) وكذلك يتم إضافة 4g وزناً من المادة العضوية والمتمثلة في الميذوسال (Méthocel)، وذلك لتحسين خصائص العجينة وتسهيل عملية التشكيل. بعدها نقوم مباشرة بمزج الخليط

جيدا وذلك باضافة كمية من الماء تقدر بحوالي 110 ml حتى نتحصل على عجينة متماسكة وقابلة للتشكيل، بعدها يتم وضع هذه العجينة داخل كيس بلاستيكي وغلقتها بإحكام لمدة 24 ساعة حتى ينتشر الماء داخلها بشكل جيد.

بعد تحضير العجينة الخزفية، تتم عملية الاستخراج وذلك لتحضير عينات على شكل أنابيب باستخدام جهاز خاص يسمى جهاز البثق والموضح في الشكل (13. II)، توضع هذه الأخيرة مباشرة فوق أسطوانات خاصة مصنوعة من الألمنيوم، حيث تتحرك بحركة دائرية وتترك لمدة 24 ساعة وذلك بغرض جعل الأنابيب تجف بشكل متجانس.

## II. 2.4 المعالجة الحرارية

بعد الانتهاء من عملية تحضير العينات نقوم بمعالجتها عند درجات حرارة مختلفة: (1050°C - 1075°C - 1100°C - 1125°C)، وهذا بإتباع المخطط المبين في الشكل (5. II)

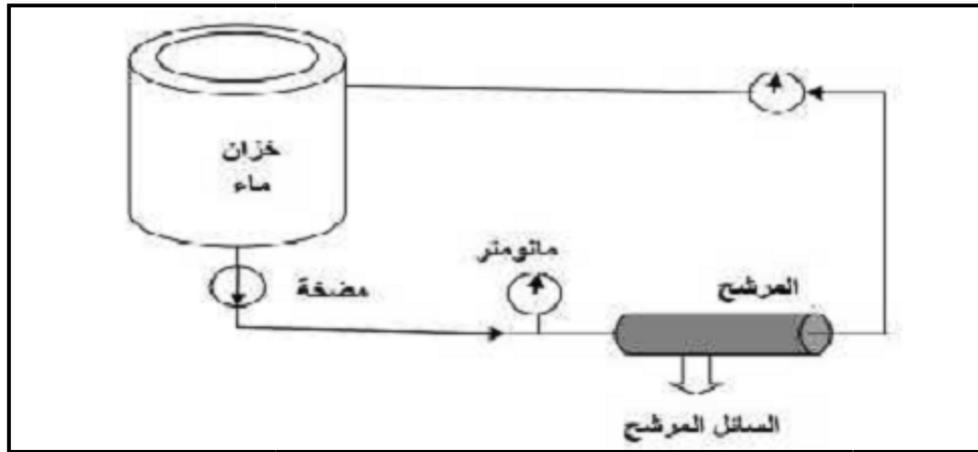


الشكل ( II. 5): الخطوات المتبعة لتحضير مساند خزفية

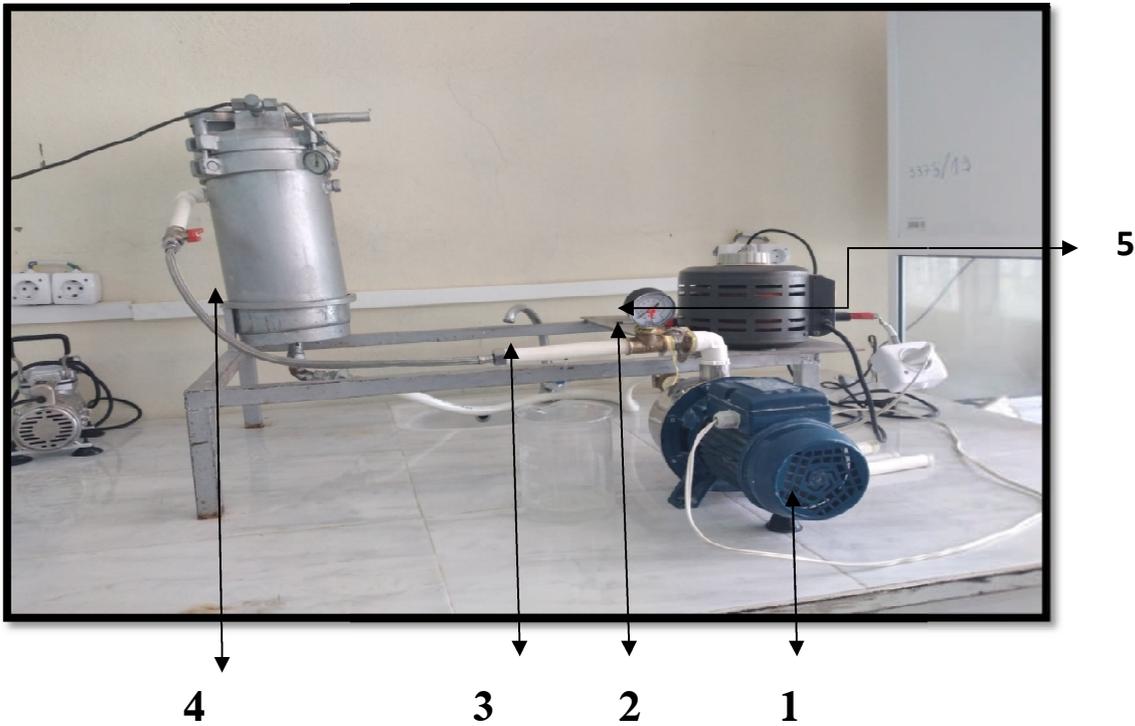
## 5. II تقنيات القياس والتحليل

### 1.5. II اختبار النفاذية

يهدف هذا الاختبار لقياس نفاذية العينة وذلك بمعرفة كميات الماء النافذة منها, حيث يوضح الشكل (7. II) صورة لجهاز قياس النفاذية, والشكل (6. II) رسم تخطيطي مبسط للتركيب المستخدمة لدراسته



الشكل (6. II): رسم تخطيطي لاختبار النفاذية [28]



الشكل (7. II) : صورة لجهاز اختبار النفاذية

5	4	3	2	1
مانومتر	خزان الماء	شريحة الترشيح	حنفية التحكم بالضغط	مضخة

## II. 2.5. اختبار النثي ذو ثلاث نقاط

تمتلك الخزفيات بصفة عامة عند درجات الحرارة المنخفضة معامل مرونة مرتفعا كما تتميز بغياب مجال اللدونة، ويرجع هذا إلى قوة رابقتها الكيميائية، حيث هذه الأخيرة لا تسمح بانزلاق المستويات البلورية بالنسبة لبعضها البعض كما في المعادن .

يقوم اختبار النثي ذو ثلاث نقاط (الشكل (II. 8)) على مبدأ قياس الثنائية (قوة/ تشوه) حيث يتم تطبيق قوة على العينة بواسطة كاشف يتم تسجيل قيمة التشوه الناتج، حيث تكون العينات المستعملة في هذا الاختبار لها شكل متوازي المستطيلات وأبعاد معلومة [23].



الشكل (II. 8): صورة لجهاز النثي

## II. 6 أهم الأجهزة المستعملة

## II. 1.6 الفرن الكهربائي

تم استعمال فرن من نوع Nabertherm mor thane het (الشكل II. 5)، حيث تتراوح درجة حرارته ما بين  $30^{\circ}\text{C}$  و  $3000^{\circ}\text{C}$  وهي درجة الحرارة القصوى، وذلك من أجل المعالجة الحرارية.



الشكل (II. 9): صورة لفرن الكهربائي

## II. 2.6 الميزان الحساس

من أجل قياس الكتلة تم استخدام ميزان حساس من نوع Axis ذو دقة قياس  $d=0.1\text{ mg}$

المتمثل في الشكل (II. 10).



الشكل (10. II): صورة لميزان حساس

### 3.6. II جهاز حيود الأشعة السينية

تم استعمال جهاز قياس الأشعة السينية من نوع Zetium Malvern Panalytical وذلك لمعرفة مكونات المادة الخزفية [28] (الشكل (11 II)).



الشكل (11. II): صورة لجهاز الأشعة السينية

## II 4.6 جهاز الأشعة تحت حمراء

من أجل تحليل بنية المسحوق استعملنا جهاز من نوع PerkinElmer الموضح في الشكل (II 12)، حيث تم المسح في المجال ( $400\text{Cm}^{-1}$  الى 4000).



الشكل (II 12): صورة لجهاز الأشعة تحت الحمراء

وهذه بعض الصورة توضح عملية استخراج الأنابيب (الشكل (II 13) ) وطريقة تجفيفها (الشكل (II 14))، والصورة الموضحة في الشكل (II 15) تمثل هذه الأنابيب بعد المعالجة الحرارية.



الشكل (13. II): الصورة لعملية الاستخراج

التجفيف

الأنابيب



الشكل (15. II): صورة للأنابيب بعد المعالجة الحرارية

# الفصل الثالث

## III . مقدمة

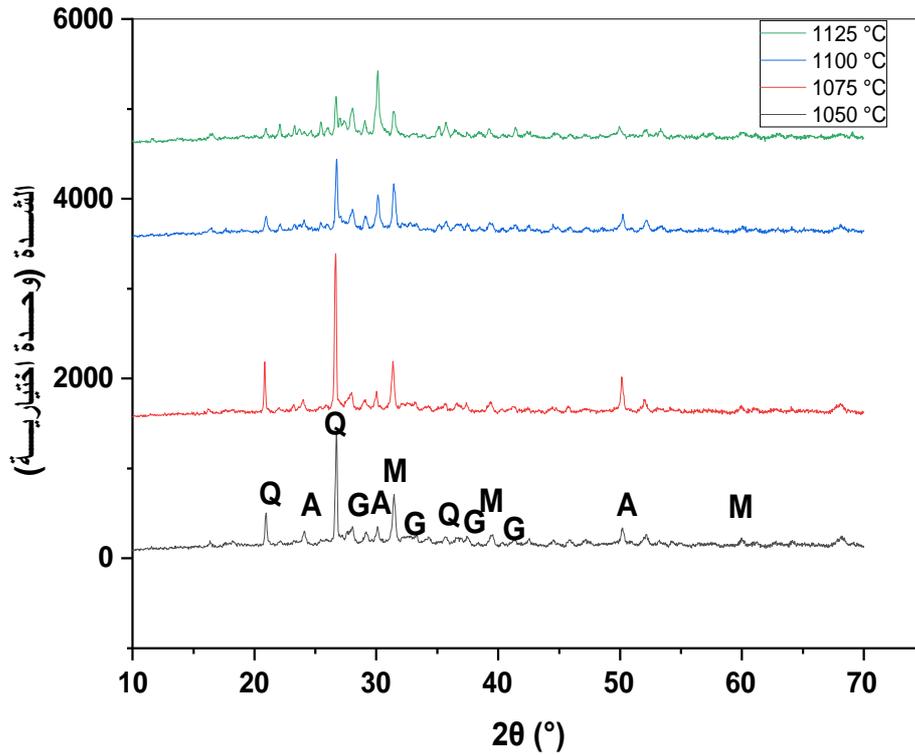
يحتوي هذا الفصل على أهم النتائج المتحصل عليها خلال دراستنا للدعائم (المساند) الخزفية المحضرة من المواد الأولية المتمثلة في كل من الصلصال وكربونات الكالسيوم ثم القيام بمناقشتها.

## III.1 دراسة الدعائم الخزفية المحضرة من الصلصال وكربونات الكالسيوم

بعد القيام بعملية تحضير الدعائم الخزفية كما ذكرنا في الفصل السابق على أنها محضرة من الصلصال بنسبة تقدر بحوالي 70% (72.8g) وكذا 30% (31.2g) من كربونات الكالسيوم أين يتم الحصول على مساند أنبوبية الشكل ذات لون بني فاتح. بعدها نقوم بدراسة هذه الدعائم وذلك بإجراء اختبار النفاذية، حيث توصلنا إلى نتائج جد مقبولة وهذا راجع لكون أن المادة الأولية المستخدمة ذات جودة عالية.

## III.2 التحليل بواسطة الأشعة السينية

يمثل الشكل (III.1) مخططات انعراج الأشعة السينية لعينات محضرة من الصلصال والكالسيوم والتي تمت معالجها في درجات حرارة مختلفة، حيث لاحظنا وجود عدة أطوار مختلفة تتمثل في: الكوارتز (Quartz)، الأنورثيت (Anorthite)، الجيهلينيت (Guehlinite)، الميليت (Mullite)، بحيث يعتبر الكوارتز هو الطور الغالب في جميع العينات المعالجة عند درجات الحرارة المختلفة ويليه طور الميليت أما باقي الأطوار الأخرى فهي تتواجد بنسب ضعيفة .



الشكل (1. III): مخططات انعراج الأشعة السينية لعينات محضرة من الصلصال وكربونات الكالسيوم

### 3. III الخصائص الميكانيكية

تمت دراسة الخصائص الميكانيكية وذلك بإجراء اختبار الثني ذو ثلاث نقاط، أين تم استخدام عينات ذات شكل متوازي المستطيلات وأبعادها معلومة، حيث يتم قياس مقاومة الثني والنتائج المتحصل عليها كما هي مدونة في الجدول (1. III) والمتمثلة في الشكل (2. III)

يتم حساب إجهاد مقاومة الثني باستخدام العلاقة التالية:

$$\sigma = 3.L.F / (2.b.h^2) \quad \rightarrow \quad 1$$

حيث:

$\sigma$ : مقاومة الشبي.

$F$ : القوة التي تنكسر العينة عندها.

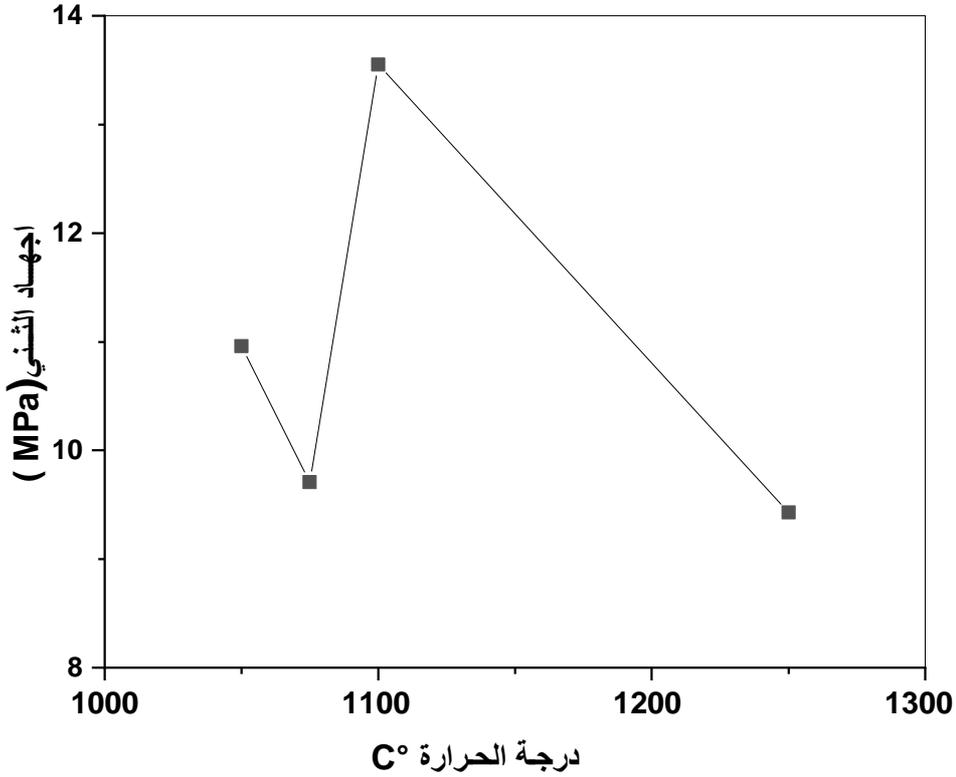
$L$ : طول العينة ويقدر ب 3cm في تجربتنا هذه.

$b$ : عرض العينة.

$h$ : سمك العينة.

الجدول (1. III): نتائج تأثير درجة الحرارة على الخصائص الميكانيكية للعينات.

إجهاد الشبي ( $\sigma_f$ (MPA))	درجة الحرارة ( $T$ (°C))
10.96	1050
9.71	1075
13.55	1100
9.43	1250



الشكل (2. III): تغير أجهاد الشني بدلالة درجة الحرارة

انطلاقاً من النتائج المتحصل عليها المتمثلة في الشكل (2. III)، حيث نلاحظ انخفاض طفيف في قيمة إجهاد الشني في المجال (1075°C - 1050°C)، كما نسجل في المجال (1100°C - 1075°C) زيادة معتبرة في قيمة الإجهاد وذلك بسبب اتحاد حبيبات المادة فيما بينها وتكاثفها نتيجة التليد الحراري مع ارتفاع في درجات الحرارة وهذا ما يحسن في خصائصها الميكانيكية، أما في المجال (1250°C - 1100°C) فتعود قيمة الإجهاد إلى النقصان وذلك لتغلب عامل تداخل المسامات على عامل التحام وتكاثف الحبيبات.

### III. 4 اختيار الدعيمة (الحامل)

تعتمد عملية اختيار الدعيمة على الخصائص الميكانيكية وكذلك أبعاد الفراغات ونسبة تواجدها وعلى هذا الأساس وقع اختيارنا على الدعيمة المعالجة عند 1100° C لأن خصائصها الميكانيكية جد مقبولة مقارنة مع باقي الدعائم.

## III.5 اختبار النفاذية

إن إجراء اختبار قياس النفاذية يهدف إلى معرفة مدى فعالية الدعائم المحضرة وقياس نفاذيتها، قبل إجراء الاختبار تم وضع العينات في الماء المقطر لمدة دامت 24 ساعة بهدف الوصول إلي استقرار التدفق في وقت وجيز.

## III.5.1 تغيير التدفق بدلالة الضغط والزمن

قمنا بقياس التدفق للدعائم الخزفية التي تم تحضيرها من قبل، حيث أنه تم قياس الزمن  $t$  اللازم للحصول على حجم معين  $v$  من الماء الذي ينفذ عبر السطح  $s$  للدعيمة وذلك عند قيم مختلفة للضغط (0.3bar, 0.6 bar, 1 bar)، ثم قمنا بحساب التدفق  $\phi$  باستعمال العلاقة التالية:

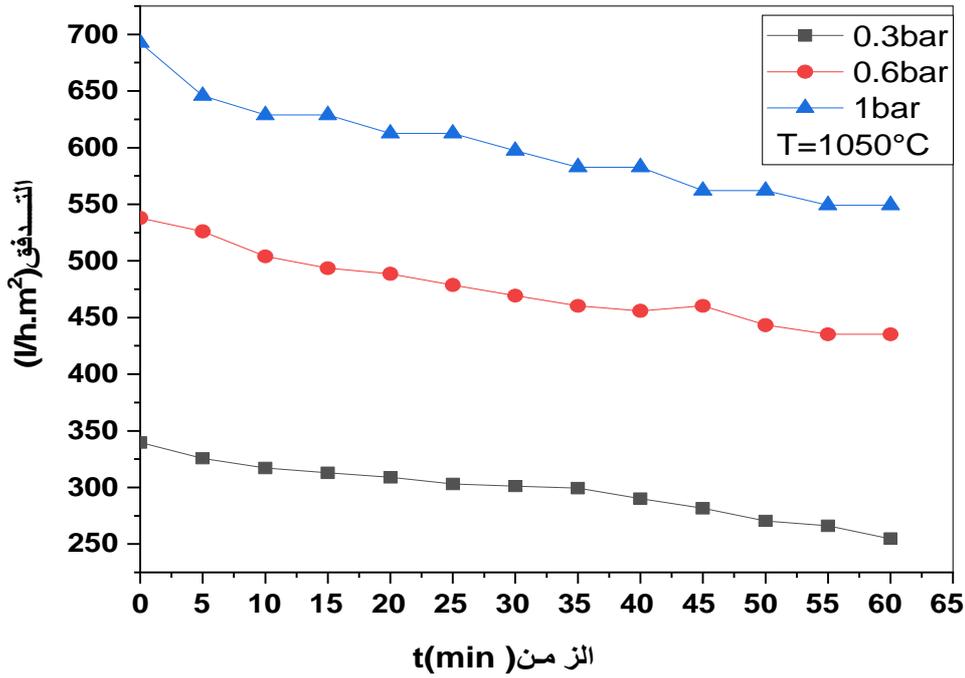
$$\phi = v/s \cdot t \quad \longrightarrow \quad 2 \quad \star$$

حيث:

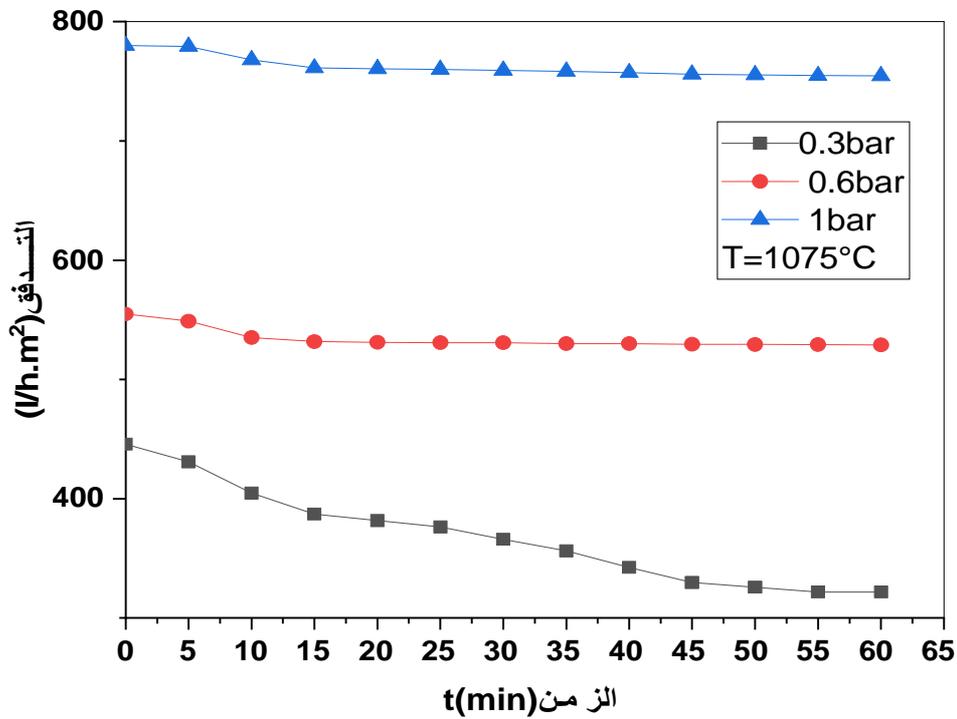
$s = 2\pi r l$ : مساحة سطح الدعيمة.

$v$ : حجم الماء المتدفق عبر الأنبوب.

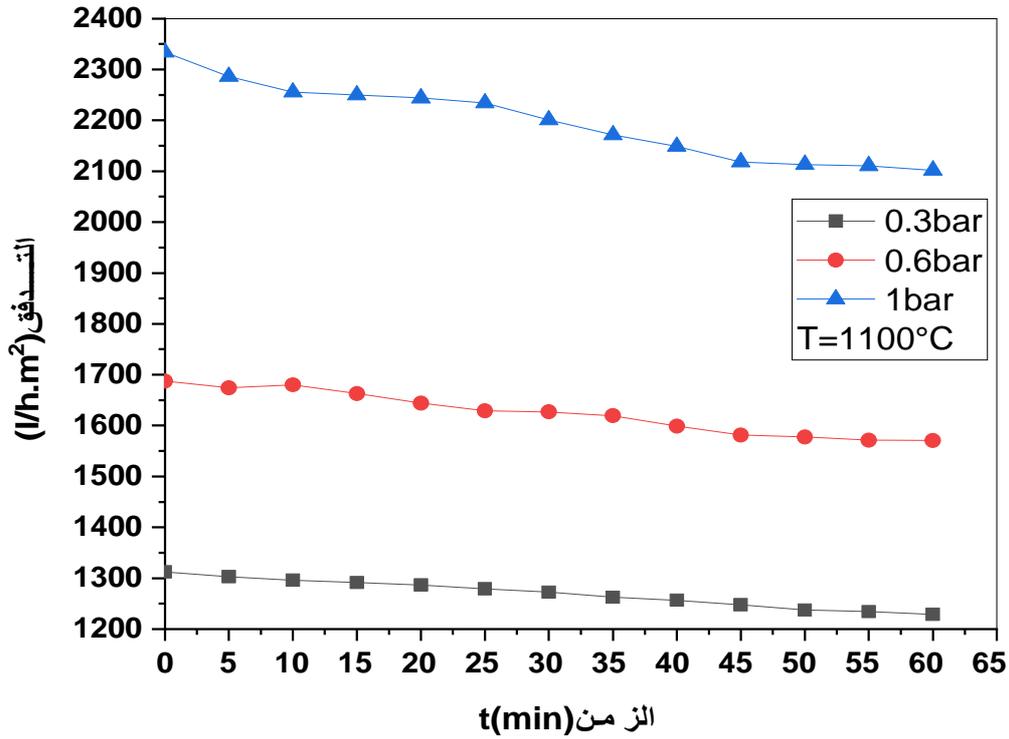
$t$ : زمن الحصول على الحجم  $v$ .



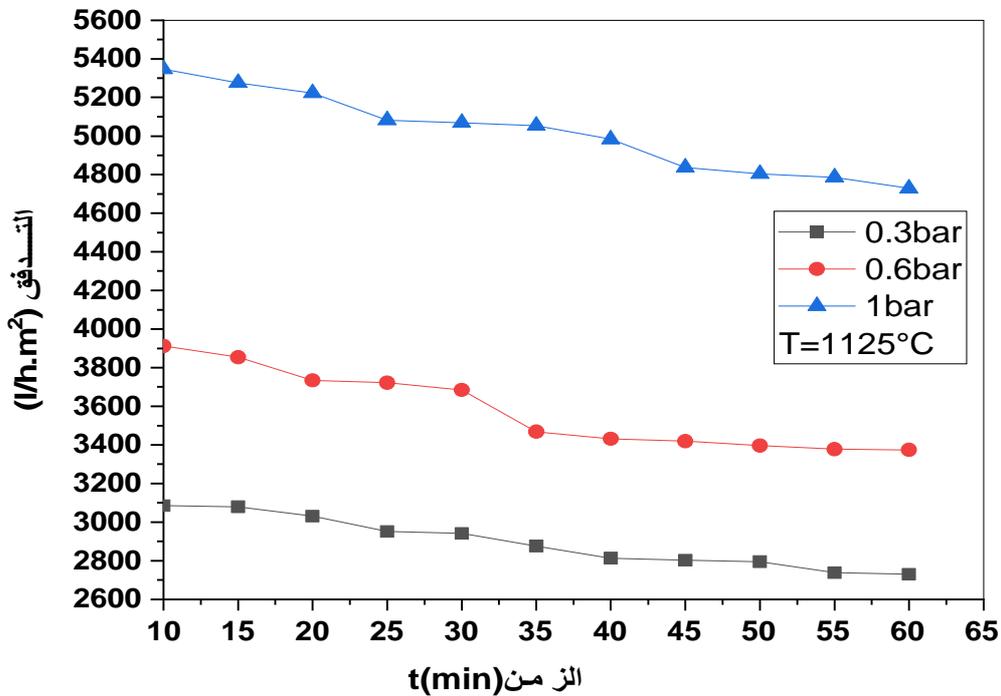
الشكل (3.III): تغيرات التدفق بدلالة الزمن والضغط عند درجة الحرارة 1050 °C



الشكل (4.III): تغيرات التدفق بدلالة الزمن والضغط عند درجة الحرارة 1075°C



الشكل (5. III): تغيرات التدفق بدلالة الزمن والضغط عند درجة الحرارة 1100°C



الشكل (6. III): تغيرات التدفق بدلالة الزمن والضغط عند درجة الحرارة 1125°C

تبين الأشكال (3. III) (4. III) (5. III) (6. III) تغيرات قيم التدفق بدلالة الزمن من أجل قيم مختلفة من الضغط (0.3bar، 0.6bar، 1bar) ودرجة الحرارة (1050°C، 1075°C، 1100°C، 1125°C)، نلاحظ انخفاض تدريجي في قيمة التدفق خلال اللحظات الأولى من الاختبار ثم توّول إلى الاستقرار في النهاية وهذا بالنسبة لجميع قيم الضغط المطبق ولكل العينات، كما نلاحظ أيضاً أن قيمة التدفق تزداد مع زيادة كل من الضغط ودرجة الحرارة في جميع المنحنيات.

### 2.5. III حساب معامل النفاذية k

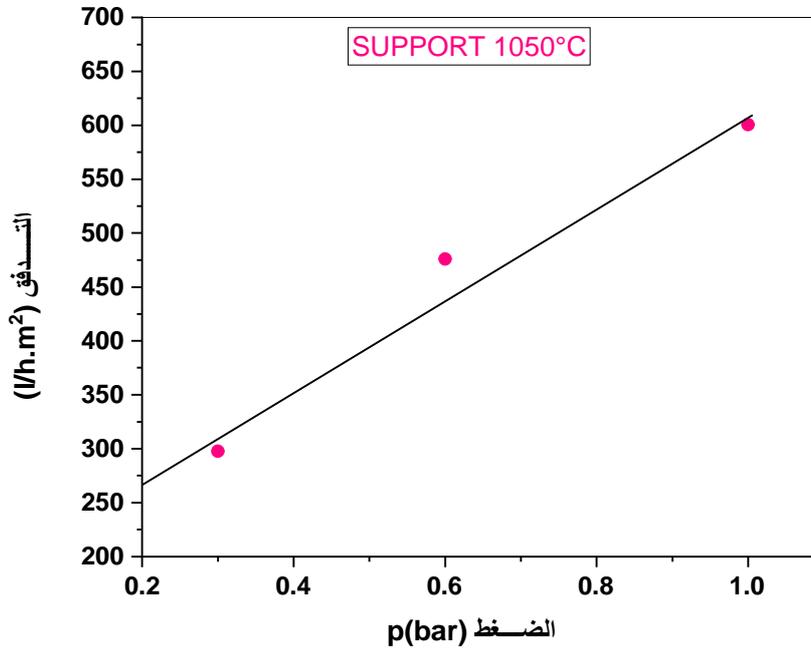
من أجل حساب معامل النفاذية، تم اللجوء إلى دراسة تأثير الضغط على قيمة التدفق، فقد قمنا بإجراء عدة قياسات لمعرفة هذا التأثير ونتائج هذه القياسات موضحة في الجدول (2. III) و (3. III) وكذلك الأشكال (7. III) (8. III) (9. III) (10. III). فالمنحنى المتحصل عليه عبارة عن خط مستقيم لا يمر بالمبدأ معادلته من الشكل:  $Y = AX + B$  مما يدل على وجود تدفق أولي حيث أن A يمثل معامل النفاذية و B يمثل التدفق الأولي.

الجدول (2. III): قيم معامل النفاذية k بالنسبة للعينات المعالجة عند درجات حرارة مختلفة

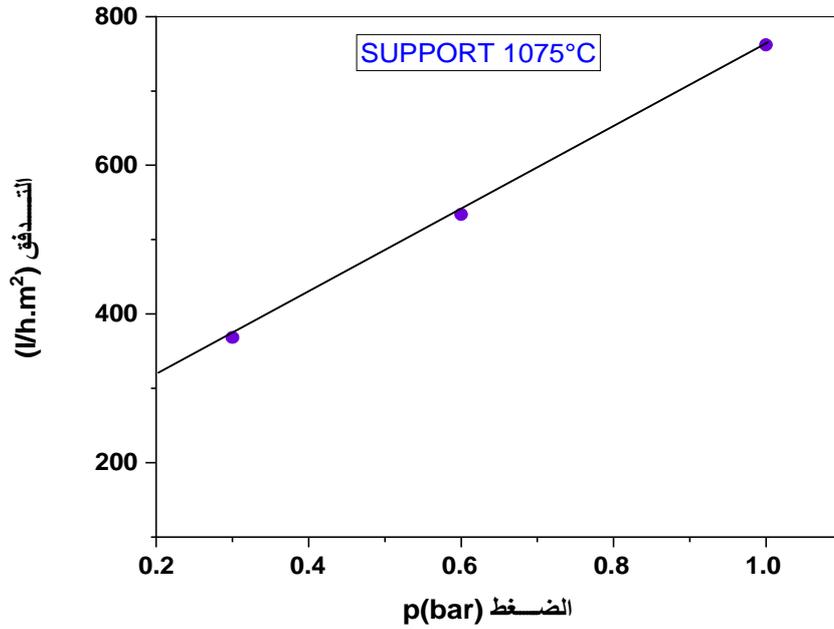
معامل النفاذية (l/m <sup>2</sup> .h .bar)	درجة الحرارة (°C)
432.67	1050
562.01	1075
1325.12	1100
1509.08	1125

الجدول (3. III): تغير التدفق بدلالة الزمن والضغط المطبق بالنسبة للعينات المعالجة عند درجات حرارة مختلفة

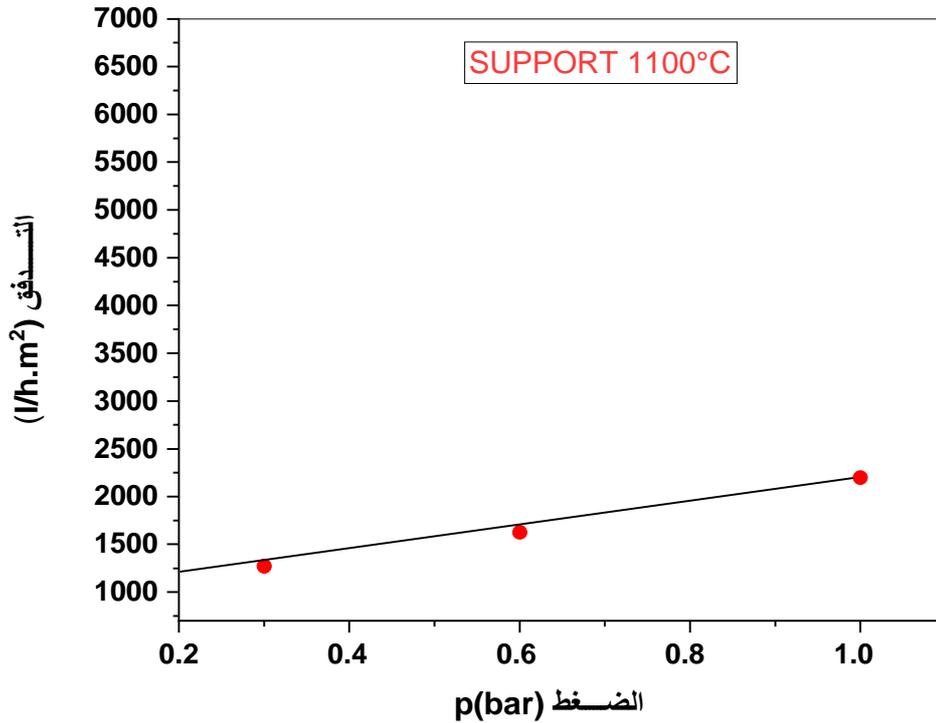
العينة المعالجة عند 1125°C		العينة المعالجة عند 1100°C		العينة المعالجة عند 1075°C		العينة المعالجة عند 1050°C	
التدفق (l/h.m <sup>2</sup> )	الضغط المطبق (bar)						
2928.25	0.3	1269.88	0.3	368.45	0.3	297.70	0.3
3633.39	0.6	1624.96	0.6	533.87	0.6	476.03	0.6
5084.09	1	2197.47	1	761.86	1	600.53	1



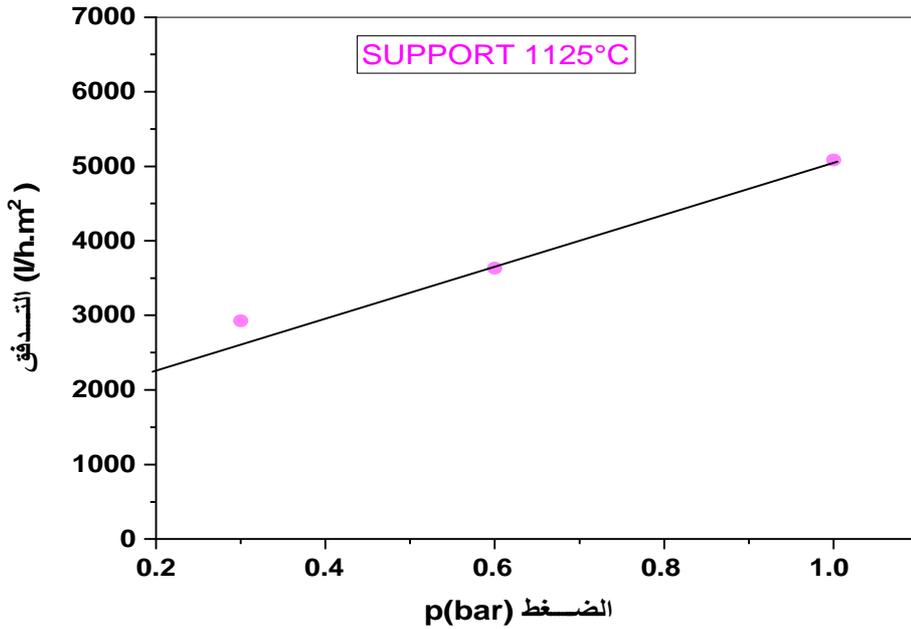
الشكل (7. III): تغير التدفق بدلالة الضغط المطبق عند 1050°C



الشكل (8. III): تغير التدفق بدلالة الضغط المطبق عند 1075°C



الشكل (9. III): تغير التدفق بدلالة الضغط المطبق عند 1110°C



الشكل (10. III): تغير التدفق بدلالة الضغط المطبق عند 1125°C

من خلال النتائج المتحصل عليها نلاحظ ظهور تدفق أولي قبل تطبيق الضغط ، ويمكن تفسير ذلك لنفاذية كون أن الدعائم تمتاز بنسبة عالية من المسامات، فقيمة معامل النفاذية عند 1050C° و 1075C° منخفضة نوعاً ما وتقدر ب  $K=432.60707 \text{ l/h.m}^2.\text{bar}$  و

$K=562.0177528 \text{ l/h.m}^2.\text{bar}$  على التوالي وتكون مرتفعة عند 1100C° و 1125C° وتقدر ب:

$K=1325.12701 \text{ l/h.m}^2.\text{bar}$  و  $K=1509.089974 \text{ l/h.m}^2.\text{bar}$  على الترتيب وهي قيم جيدة

مقارنة ببعض المراجع [28].



## خلاصة عامة:

بناءً على المشاكل التي طرحت في مجال البيئة خصوصاً تصفية المياه الملوثة، توجب على الباحثين الاجتهاد في إيجاد طرق لحل هذا الإشكال ومن بينها الترشيح بواسطة الأغشية المحضرة من الخزف و التي تتكون أساساً من دعيمة وغشاء.

بدايةً قمنا بذكر عموميات حول الخزفيات و الإشارة لبعض خصائصها وتوضيح المواد الأولية المستخدمة في هذا العمل والمتمثلة في الصلصال وكربونات الكالسيوم، ثم تطرقنا إلى دراسة مختلف الدعائم الخزفية والأغشية المستخدمة وكذا أنماط الترشيح إضافة إلى ذلك ذكرنا المراحل المتبعة لتحضير هذه الدعائم

وباستعمال طريقة الاستخراج (البثق) تحصلنا على دعائم ذات شكل أنبوبي انطلاقاً من مواد أولية والتي هي الصلصال و الكالسييت (كربونات الكالسيوم) حيث أن هذه الأخيرة هي المسؤولة عن خلق مسامات في العينة أثناء المعالجة الحرارية بسبب خروج ثاني أكسيد الكربون الناتج عن تفكك كربونات الكالسيوم إلى  $CaO$  و  $CO_2$  كما تتشكل بعض الأطوار والمتمثلة في كل من الأنورثيت (Anorthite)، الجيهلينيت (Guehlinite)، الميليت (Mullite) والكوارتز (Quartz)، حيث وجدنا عند درجة  $1100C^{\circ}$  أن الدعائم تمتاز بخصائص ميكانيكية (13.55MPa) و معامل نفاذية ( $1325.12701 \text{ l/h.m}^2.\text{bar}$ ) عاليتين مقارنة ببقية الدعائم المعالجة درجات الحرارة الأخرى.

ومن خلاص ما تحصلنا عليه من نتائج يمكن القول أن هذه الدعائم تستعمل كحوامل لأغشية خزفية وذلك من أجل التقليل من التدفق والحصول على ترشيح ذو نقاوة جيدة والتي يمكن استخدامها كحوامل لأغشية ميكرونية وميكرونية الدقيقة وكذا النانومتري

# قائمة المراجع

## المراجع

- [1] غويل بوجمعة, "تحضير ودراسة مساند لأغشية انطلاقا من مواد خزفية", مذكرة الماجستير, جامعة باتنة (2010).
- [2] زنيخري فهيمة, "تحضير ودراسة مرشحات وحواملها انطلاقا من مواد أولية محلية", مذكرة الماجستير, جامعة قسنطينة (2008).
- [3] Rebial. L, "étude thermodynamique de matériaux frites a basse du kaolin tamazert", these de magister, université Constantine.(2006).
- [4] قرفة فتيحة, "تحضير الخزفيات لمختلف التطبيقات: البروسولان وألخزفيات الحيوية , مذكرة دكتوراه, جامعة باتنة 1 (2017).
- [5] مومني جوهره. بدوغي عبلة, "ترسيب طبقات رقيقة من ZnO على مساند خزفية: تأثير إضافة  $ZrO_2$  في المساند", مذكرة الماستر, جامعة أم البواقي (2018).
- [6] حرابي أسماء, "دراسة الخصائص الفيزيائية والنشاط الحيوي للهيدروكسيباتيت الطبيعي  $(OH)_2$   $Ca_{10} (PO_4)_6$ ", مذكرة الماجستير, جامعة قسنطينة (2009).
- [7] Foughali. L, Harabi .A, Bonnet. J.P, Smith. D, Boudaira. B, " Effect of calcium phosphate addition on sintering of El-Oued sand quartz raw materials", Cerâmica. 60 p546–551,(2014)
- [8] رغدي أمينة, "دراسة آلية وحركية كل من التلبيد والتحولات الطورية لمواد حرارية قاعدتها أكسيد الزركنيوم والجيبست مضافا لها الكاولان المحلية", مذكرة دكتوراه, جامعة لمسيلة (2018).
- [9] بودايرة بوخميس, "تحضير ودراسة الأغشية وحواملها انطلاقا من الكاولان  $(DD_2)$  الكالسييت", مذكرة الماجستير, جامعة قسنطينة (2007).

- [10] بوزرارة فرحات, "تحضير و دراسة مرشحات انطلاقا من مواد خزفية مكونة أساسا من الكاولان و الدولوما", مذكرة دكتوراه, جامعة قسنطينة (2005).
- [11] بديار ليلي, "آلية التحولات الطورية والتلييد لمولد خزفية قاعدتها الصلصال المحلي المسيلة و الكاولان (DD<sub>2</sub>) قالمة", مذكرة دكتوراه , جامعة بسكرة (2021).
- [12] <https://ar.m.wikipedia.org> .
- [13] قشي عبد الكريم, "تحضير ودراسة الخزفيات الكثيفة والمسامية المكونة من الأنورثيت انطلاقا من الكاولان الكالسييت", مذكرة دكتوراه, جامعة قسنطينة ( 2012).
- [14] بن عبود أحلام, "تحضير ودراسة المواد الحرارية المشكلة أساسا من الميليت والزيركونيا (3Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 2SiO<sub>2</sub>) (Zr Si O<sub>4</sub>)", مذكرة ماستر، أم البواقي (2012).
- [15] جردير رقية, "تحضير أغشية خزفية ودراسة بغض تطبيقاتها", مذكرة الماستر، جامعة جيجل (2020).
- [16] <httpsdz.repa-tec.com>.
- [17] <https://m.marefa.org>.
- [18] Benbekhamb. F, Benamoura. W, "Etude d'influence de la granulométrie du calcim d'africaver sur les propriétés de la céramique sanitaire", these magister, Université Jijel (2019).
- [ 19] <https://ara.thehoue of choronic.com>.
- [20] شحلاط سهام, "تحضير ودراسة خصائص الولسطانيت المحضرة من كربونات الكالسيوم وأكسيد السيليسيوم", مذكرة ماجستير, جامعة قسنطينة (2005).
- [21] J. Dejou ."les céramiques", Société francophone de biomatériaux dentaires.27, p7,(2010).
- [22] Medjemem. N, Harabi. A, Bouzerara. F, Foughali. L, Boudaira. B, Guechi. A, Brihi. N, "Elaboration and characterization of low cost ceramics

microfiltration membranes applied to the sterilization of plant tissue culture media". Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers. 59 p 79–85, (2016).

[23] حواسي وسبع, "دراسة وتحضير مساند لشرائح خزفية من مواد محلية للتنقية الميكرونية", مذكرة ماستر , جامعة بسكرة (2021).

[24] Boudaira. B, Harabi. A, Bouzerara. F, Zenikheri. F, Foughali. L, Guechi. A, " Preparation and characterization of membrane supports for microfiltration and ultrafiltration using kaolin (DD2) and CaCO<sub>3</sub> ". Desalination and Water Treatment. 57 p5258–5265, (2016).

[25] Bouzerara. F, Harabi. A, Ghouil. B, medjemem. N, Boudaira. B, Condom. S, " Elaboration and Properties of Zirconia Microfiltration Membranes ". Procedia Engineering. 33 p278 – 284,(2012).

[26] Metaiche. M, "Technologie Membranaire", faculté des sciences et des sciences Appliquées", Université de Buir. 83, P19–20, (2014).

[27] Galaj. S, Wicker. A, Dumas. J -P, Gillo. J, Garcera. D, "Microfiltration tangentielle avec décolmatage sur membrane céramiques", Société France da filtration. 64,p638– 639,(1984).

[28] خرفي خالد, "دراسة وتحضير حوامل خزفية للشرائح انطلاقا من الصلصال و الكالسيت", مذكرة ماستر , جامعة بسكرة (2018).

[29] Harabi. A, Boudaira. B, Foughali. L, Zenikheri. F, Guechi. A, Ghouil. B, condon. S, "Porous Ceramic Supports for Membranes Prepared from Kaolin (DD3)and Calcite Mixtures" , Acta physica polonica. 127 p116 – 1166, (2015).

[30] Guechi. A, Harabi. A, Condoum. S, Zenikheri. F, Boudaira. B, Bouzerara . F, Foughali . L , " Elaboration and characterization of tubular supports for membranes filtration" ,Desalination and Water Treatment. 57 p5246–5252, (2016).

[31] Kadiri. C, Harabi. A, Bouzerara. F, Foughali. L, Brihi. N, Hallour. S, Guech. A, Boudaira. B, " Preparation and properties of tubular macroporous

ceramic membrane supports based on natural quartz sand and dolomite", Journal of the Australian Ceramic Society. 56 , P379–387 (2020).

[32] بلال عنان .مسبل مبروك, "دراسة وتحضير مساند خزفية انطلاقا من مواد أولية محلية" مذكرة الماستر, جامعة بسكرة (2020).

[33] Boudaira . B, Bouzerara . F, Harabi . A , Condom .S , "Porous ceramic supports for membranes prepared from kaolin (DD2) and calcite mixtures" , Algerian journal of advanced materl 5,P233– 236 (2008).

[34] Boudaira . B , Harabia . A , Bouzerara . F, Condom. S , " Preparation and characterization of microfiltration membranes and their supports using kaolin (DD2) and  $\text{CaCO}_3$ " , Desalination and Water Treatment. 9,P142–148 (2009).

[35] شرشار زهية, "دراسة وتحضير مساند خزفية انطلاقا من مواد أولية محلية", مذكرة ماستر, جامعة بسكرة (2016).

[36] Ghouil. B, Harabi. A, Bouzerara. F, Boudaira. B, Guechi. A, Demirc. M, Figoli. A , "Development and characterization of tubular composite ceramic membranes using natural alumino-silicates for microfiltration applications " , Materials Characterization. 103 P18–27 (2015).

## ملخص

## دراسة وتحضير دعائم لشرايح خزفية أنبوية الشكل تستخدم لتصفية المياه المستعملة

من خلال هذا البحث, تمكنا من تحضير دعائم لأغشية خزفية انطلاقا من مادتي الصلصال بنسبة 70% و الكالسيت بنسبة 30% وذلك باستخدام طريقة البثق (الاستخراج) فتحصلنا على دعائم أنبوية الشكل, ثم تمت معالجتها عند درجات حرارة مختلفة (  $1250^{\circ}\text{C}$  ,  $1050^{\circ}\text{C}$ ,  $1075^{\circ}\text{C}$ ,  $1100^{\circ}\text{C}$ ). فوق اختيارنا على الدعائم التي عولجت عند  $1100^{\circ}\text{C}$  لأن لديها خصائص جيدة , فالخاصية الميكانيكية تتمثل في دراسة إجهاد الشبي ذو ثلاث نقاط, حيث تقدر قيمته حوالي (13.55 MPa), أما فيما يخص معامل النفاذية فإن قيمته تصل حوالي (1325.127011/h.m<sup>2</sup>.bar). وتعتبرنا قيمتان جيدتان من خلال مقارنتها مع بعض المراجع, فالأطوار الرئيسية التي تم الحصول عليها تتمثل في: الأنورثيت (Anorthite), الجيهلينيت (Guehlinite), الميليت (Mullite), الكوارتز (Quartz) الخ... فيمكن الاعتماد على هذه الدعائم لتكون مساند لطبقات الأغشية المستخدمة في الترشيح الدقيق (MF) والترشيح الفائق (UF) و الترشيح النانومتري (NF).

الكلمات المفتاحية: الدعائم, الأغشية, الصلصال, الكالسيت

## Abstract

Study and preparation of supports for tubular membrane ceramic used for purification of waste water.

In this work, the membranes supports have been prepared from local raw materials such as clay (70%wt) and calcium carbonates (30% wt) mixtures. These supports were made by extrusion technique in order to obtain tubular supports, the supports prepared from these materials have been sintered at different temperatures (1050°C, 1075°C, 1100°C, 1125°C). It has been found that supports sintered at 1100°C had interesting characteristics flexural strength (13.55 MPa), as for the water permeability measured is (1325.12701 l/h.m<sup>2</sup>.bar) which are considered two good values by comparing them with some references, The main phases detected in samples fired at this temperature were: Anorthite, Guehlinite, Mullite, Quartz ect. These supports were selected to be substrates for the membrane layers used in microfiltration (MF), ultrafiltration (UF), and nanofiltration (NF).

**Key words:** supports; Membranes; Clay; Calcite