

جامعة محمد خيضر بسكرة
كلية علوم الدقيقة وعلوم طبيعة والحياة.
علوم مادة.



مذكرة ماستر

علوم مادة
فيزياء
فيزياء طاوقية وطاقات متجددة
رقم: أدخل رقم تسلسل المذكرة

إعداد الطالب:
رغيس سلمى
يوم: 19/06/2023

دراسة وتحضير مساند لشرائح من صلصال محلي لتصفية المياه
المستعملة

لجنة المناقشة:

رئيس	أ. مح ب	جامعة محمد خيضر بسكرة	بودور بريزة
مقرر	أ. مح أ	جامعة محمد خيضر بسكرة	بودايرة بوخميس
مناقش	أ. د.	جامعة محمد خيضر بسكرة	سلطاني محمد توفيق

شكر والعرفان

الحمد لله وشكر لله الذي انار على دربي ووفقني لإتمام هذا العمل
التموضع.

كما أتقدم بالشكر الجزيل إلى الأستاذ بودايرة بوخميس (أ.مح. أ) بجامعة
محمد خيضر بسكرة على اقتراحه وأشرفه على هذا البحث، والذي لم يبخل
علينا بالنصح والمتابعة، وكذا الشكر لكل من الأستاذة (أ.مح. ب) كريمة
بودور بريزة والأستاذ المحترم (أ.د) سلطاني محمد توفيق، كما يسرنا تقديم
الشكر لكل الأساتذة الذين قدموا لنا يد المساعدة سواء كان من بعد أو
قريب في جميع اطوار دراستنا ونخص بالذكر الأستاذ بوزرارة فرحات في
جامعة محمد الصديق بن يحيى بجامعة جيجل الذي كان متابعا للعمل
الذي قما بي مساعدة لإتمام تجاربي وإعطاء نصائح وإرشادات، كما لا ننسى
تقديم الت شكرات إلى جميع مسؤولي وعمال مخبر مصنع البسكورية
للإسمنت على مساعدتي على توفير ما احتاج لي إتمام هذا العملة كذلك
الأستاذ رحمان ساعد شكرا على مساعدتي.

وفي الأخير نتقدم بالشكر لكل من الأقارب ولزميلتي وزملائي الذين كانوا لي
سندا وعونا على انجاز هذا العمل، وكل من قدم لنا يد المساعدة من
قريب او عن بعد.

الاهلراء

الى قءوئي في مءابرة و العمل مءقن و الصلء

ابي الغالي

الى الكنان و رمز العطاء

امي الكنونة

و جءئي لن انساكي ربيءني على ان اكون قوينة

الى للذين وء عءهم العام الماضي لكن اروا هم لزلء ءرافقني اينما كنت

رءمة الله عليهم ءمبعا

الى ءمبب الاهلي

الى ءمبب صءبقائي

الأفقرين

فهرس

الاهداء	
الشكر والعرفان	
الفهرس	
قائمة الاشكال	
قائمة الجداول	
1	مدخل العام
الفصل الأول: عموميات حول الخزفيات	
3	I. الخزفيات
3	I.1 تعريف الخزفيات
3	I.2 أنواع الخزفيات
4	I.3 الطبيعة الكيميائية للخزفيات
5	I.4 خصائص عامة الخزفيات
5	I.4.1. البنية البلورية
6	I.4.2. الروابط الأيونية
6	I.4.3. الروابط التكافؤية
6	I.4.4. البنية المجهرية
7	I.4.5. الخصائص الحرارية
7	I.4.5.1. الناقلية الحرارية
7	I.4.5.2. درجة الانصهار
7	I.4.6. الناقلية الكهربائية
8	I.4.7. الخصائص الضوئية
8	I.4.8. الخصائص الميكانيكية
8	I.4.9. الخصائص الفيزيائية
9	I.4.10. الخصائص بصرية
9	I.5. دراسة بعض المواد الخزفية
9	I.5.1. الصلصال
9	I.5.2. البنية البلورية للصلصال
10	I.5.3. الكاولان
11	I.5.4. كربونات الكالسيوم (الكالسييت) $CaCO_3$
12	I.5.5. السيليس ثاني أكسيد السليسيوم

13	6.5.I ثاني أوكسيد التيتانيوم TiO2
13	6.I مراحل تحضير قطعة خزفية
13	1.6.I اختيار المسحوق
13	2.6.I تهيئة المسحوق
14	3.6.I الإضافة العضوية
15	4.6.I التشكيل
15	أ-طريقة الصب
15	ب-طريقة الكبس الهيدروستاتيكي
15	ج-طريقة الكبس الجاف
15	د-طريقة الاستخراج (البثق)
16	5.6.I التلييد
16	1.5.6.I التلييد الطبيعي
16	❖ التلييد تحت الضغط
16	❖ التلييد التفاعلي
16	6.6.I التحسين والاتقان
17	7.I الدعائم والاعشية
17	1.7.I تعريف الترشيح
17	2.7.I تعريف الأعشية الخزفية (الشرايح الرقيقة)
18	3.7.I تعريف الدعائم
18	4.7.I الشكل الهندسية للأعشية
18	1.4.7.I الاعشية المستوية
19	2.4.7.I الاعشية ذات الشكل الحلزوني
20	3.4.7.I الاعشية ذات الشكل الأنبوبية
20	4.4.7.I الاعشية الليفية
21	8.I مقارنة بين مختلف اشكال الاعشية
23	9.I بنية الأعشية
23	1.9.I الاعشية المتجانسة
23	2.9.I الأعشية الغير متجانسة
24	3.9.I الاعشية المركبة
25	4.9.I طبيعة الاعشية
25	1.4.9.I الاعشية العضوية

فهرس

25	2.4.9.I الاغشية الغير العضوية (اللاعضوية)
25	3.4.9.I الاغشية الهجينة
25	5.9.I أنواع الاغشية
25	1.5.9.I الاغشية المسامية
25	1.1.5.9.I شرايح التقنية الميكرونية (MF) Microfiltration
25	2.1.5.9.I شرايح التقنية الميكرونية الفائقة (UF) Ultrafiltration
26	3.1.5.9.I شرايح التقنية النانومترية (NF) Nano filtration
26	2.5.9.I الاغشية المنعدمة المسامية (الكثيفة)
26	3.5.9.I اغشية التبادل الايوني
26	6.9.I أنواع الترشيح
26	1.6.9.I ترشيح المباشر
27	2.6.9.I ترشيح المماسي
28	7.9.I الدعائم الخزفية
28	8.9.I تحضير المرشحات الخزفية
فصل الثاني	
دراسة المواد الأولية والطرق التجريبية	
30	II. المقدمة
30	1.II طرق التجريبية المتبعة في دراسة دعائم خزفية
30	1.1.II انعراج الاشعة السينية RX
31	2.1.II مطيافية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه (FTIR)
31	II 2. دراسة المواد الأولية
31	II 1.2. الصلصال
31	II 1.1.2 التحليل الكيميائي لصلصال

فهرس

32	II 2.1.2. تحليل الصلصال بواسطة الأشعة تحت الحمراء
33	II 3.1.2. تحليل الصلصال بواسطة الأشعة السينية
34	II 2.2. كربونات الكالسيوم
34	II 1.2.2. التحليل الكيميائي لكربونات الكالسيوم
34	II 2.2.2. التحليل كربونات الكالسيوم بواسطة انعراج الأشعة السينية
35	II 3.2.2. التحليل كربونات الكالسيوم بواسطة الأشعة تحت حمراء
36	II 3. إضافات العضوية
36	II 4. تحضير حوامل من الصلصال وكربونات الكالسيوم
37	II 2.4. المعالجة الحرارية
44	II 5. تقنيات القياس والتحليل
44	II 1.5. اختبار النفاذية
45	II 2.5. اختبار الثني ذو الثلاثة نقاط
46	II 6. اهم الأجهزة المستعملة
46	II 1.6. الفرن الكهربائي
47	II 2.6. الميزان الحساس
48	II 3.6. الخلاط الكهربائي
48	II 4.6. عملية السحق
48	II 5.6. جهاز الاشعة تحت الحمراء
48	II 6.6. جهاز انعراج الاشعة السينية
نتائج مناقشتها	
الفصل الثالث	
51	III. مقدمة
51	III 1. دراسة الحوامل المحضرة في الصلصال وكربونات الكالسيوم
51	III 2. التحليل بواسطة الأشعة السينية
52	III 3. الخصائص الميكانيكية
54	III 4. اختبار المساند(الحامل)
54	III 5. اختبار النفاذية
54	III 1.5. تغير التدفق بدلالة الزمن
57	III 2.5. حساب معامل النفاذية k

قائمة الأشكال

قائمة الاشكال

صفحة	قائمة الاشكال
4	الشكل (1.I): مخطط يوضح نوعين أساسيين من الخزفيات
6	الشكل (2.I): تمثل لاهم البني البلورية للخزفيات
8	الشكل (3.I): بنية الخلية الأولية لكاربونات الكالسيوم
9	الشكل (4.I): صورة لصخور رسوبية من الغضار
10	الشكل (5.I): هياكل أنواع مختلفة من المعادن الطينية (Clay Minerals)
11	الشكل (6.I): بنية الكاولان
12	الشكل (7.I) صورة لمسحوق من الكالسيوم
12	الشكل (8.I): بنية السيليس
13	الشكل (9.I): يوضح أنواع أكسيد التيتانيوم
14	الشكل (10.I): صورة لتقنية السحق بالكريات
15	الشكل (11.I): يوضح مرحل التشكيل
16	الشكل (12.I): صورة لتليد حبيبات خزفية
17	الشكل (13.I): أهم مراحل تحضير قطعه خزفية
18	الشكل (14.I): رسم توضيحي للغشاء
19	الشكل (15.I): رسم توضيحي لشريحة ذات شكل المستوي
19	الشكل (16.I) رسم توضيحي لشريحة ذات شكل حلزوني
20	الشكل (17.I): رسم توضيحي لشريحة ذات شكل الانبوية
21	الشكل (18.I): رسم توضيحي شرائح ذات شكل ليفي
23	الشكل (19.I): رسم توضيحي غشاء ذو بنية متجانسة
24	الشكل (20.I): رسم توضيحي غشاء ذو بنية متجانسة
24	الشكل (21.I): رسم توضيحي لشريحة ذات بنية مركبة
27	الشكل (22.I): رسم توضيحي لمبدأ الترشيح المباشر
28	الشكل (23.I): رسم توضيحي لمبدأ الترشيح المماسي
29	الشكل (24.I): رسم تخطيطي لأهم مراحل تقنيات تحضير قطعة خزفية
40	الشكل (1.II): طيف الامتصاص الأشعة تحت الحمراء للصلصال
41	الشكل (2.II): طيف الانعراج للأشعة السينية للصلصال
42	الشكل (3-II): طيف الانعراج للأشعة السينية لكاربونات الكالسيوم.
43	الشكل (4-II): طيف انعراج كاربونات الكالسيوم بواسطة الأشعة تحت حمراء

قائمة الاشكال

45	الشكل(II-5): اهم الخطوات المتبعة في تحضير حوامل خزفية من الصلصال
46	الشكل (II-6): صورة لعملية السحق يدويا
46	الشكل (II-7): صورة لعملية الغربلة
47	الشكل(II-8): المميزان الحساس الإلكتروني
47	الشكل (II-9): صورة للخلاط الكهربائي
48	الشكل (II-10): صورة لجهاز الاستخراج (البثق)
48	الشكل (II-11): صورة للأسطوانات التجفيف
49	الشكل (II-12): صورة للفرن الكهربائي
49	الشكل(II-13): صورة لبعض العينات من الحوامل بعد المعالجة الحرارية بين $^{\circ}\text{C}$ (1160-1140).
50	الشكل(II-14): رسم تخطيطي الاختبار نفاذية
50	الشكل(II-15): صورة لجهاز قياس النفاذية
51	الشكل(II-16): رسم تخطيطي مبسط لجهاز اختبار الثني.
52	الشكل(II-17): صورة لجهاز اختبار الثني
53	الشكل(II-18): صورة الفرن الكهربائي
53	الشكل(II-19): المميزان الحساس الالكتروني
54	الشكل(II-20): صورة لجهاز الاشعة تحت الحمراء
55	الشكل (II-21): صورة جهاز انعراج الاشعة السينية
59	الشكل(III-1): مخططات انعراج الاشعة السينية العينات محضرة من الصلصال وكربونات الكالسيوم.
61	الشكل(III.2): تغير مقاومة الشدة بدلالة درجة حرارة.
61	الشكل(III.3): تغير اجهاد الثني بدلالة درجة حرارة.
63	الشكل (III.4): التغيرات التدفق بدلالة الزمن والضغط عند درجة الحرارة 1140°C .
64	الشكل(III.5): التغيرات التدفق بدلالة الزمن والضغط عند درجة الحرارة 1150°C .
64	الشكل(III.6): التغيرات التدفق بدلالة الزمن والضغط عند درجة حرارة 1160°C .
66	الشكل(III.7): تتغير التدفق بدلالة الزمن والضغط المطبق بالنسبة للعينة المعالجة عند 1140°C

قائمة الاشكال

67	الشكل (8.III): تتغير التدفق بدلالة الزمن والضغط المطبق بالنسبة للعينة المعالجة عند 1150°C
68	الشكل (9.III): تتغير التدفق بدلالة الزمن والضغط المطبق بالنسبة للعينة المعالجة عند 1160°C

فائِمةُ الجِباوِل

الصفحة	الجدول
3	الجدول(1.I): بعض أنواع الخزفيات.
5	الجدول(2.I): أهم التركيبات بين اشباه المعادن والمعادن المكونة للخزفيات.
5	الجدول(3-I): طاقات الربط لبعض المركبات.
7	الجدول (4.I): درجة حرارة انصهار لبعض المواد الخزفية.
7	الجدول (5.I): ثابت العزل الكهربائي لبعض المواد الخزفية عند التردد (104KHZ).
22	الجدول (6.I): مقارنة بين مختلف اشكال الاغشية.
38	الجدول (1.II): التركيب الكيميائي للصلصال.
42	الجدول(2.II): التحليل الكيميائي لكربونات الكالسيوم.
51	الجدول (3.II): يوضح عناصر لجهاز قياس النفاذية.
60	الجدول (1.III): نتائج تأثير درجة الحرارة على الخصائص الميكانيكية للعينات.
65	الجدول(2.III): تغير التدفق بدلالة الزمن والضغط المطبق بالنسبة للعينات المعالجة عند درجة حرارة مختلفة.
66	الجدول(3.III): قيمة معامل النفاذية بالنسبة للعينات المعالجة عند درجة حرارة مختلفة.

المقدمة

مقدمة:

ان التطورات التكنولوجية التي شهدتها الحياة البشرية وما زالت تشهدها خاصة في مجال الصناعة هذا يؤدي إلى آثار سلبية على البيئة ، خاصة على الموارد الطبيعية ، والموارد الأكثر تأثر بهذا التطور هي تلوث المياه وحصول على جفيف للبيئة بسبب الآلات والمنشآت الصناعية ، هناك حاجة لإيجاد حلول للقضاء عليها بطريقة أو بأخرى ومن بين هذه الحلول، السعي لاستخدام مواد السيراميك للتعامل مع مشكلة المياه الملوثة ، والتطور في هذا الاتجاه لسهولة تصنيعه وقلة تكلفته مقارنة بالمواد الأخرى مثل استخدام الوسائل المعدنية لتنقية المياه من الملوثات والشوائب والجزيئات الدقيقة ، ظهرت عدة أنواع من المرشحات الخزفية المسامية يتميز بخصائص ميكانيكية وحرارية قوية. من ناحية أخرى، تختلف هذه المرشحات من حيث أنها تحتوي على أغشية خزفية تساعد على الترشيح بدرجة نقاء عالية.

تهدف دراستنا إلى تحضير حوامل للأغشية إنطلاقاً من مادة الصلصال المحلية، حيث تم الحصول عليها من منطقة لوطاية بولاية بسكرة، وهي مادة متوفرة بكثرة في بلادنا. - ينقسم هذا البحث إلى ثلاثة فصول:

-الفصل الأول عبارة عن عموميات حول الخزفيات وحوامل الأغشية الخزفية (تعريفها، طبيعتها، خصائصها، أهم مراحل تحضيرها، طرق تشكيلها، التكتيف التليد).

-الفصل الثاني في دراسة وتحليل المواد الأولية المستعملة بالإضافة إلى عرض الطرق التجريبية المتبعة وكذلك الأجهزة المستعملة في تحضير المساند والأغشية باستخدام طريقة الاستخراج وغيرها.

-أما الفصل الثالث والأخير فقد تم التطرق فيه إلى دراسة ومناقشة مختلف النتائج المتحصل عليها من خلال تحضير الحوامل (المساند).

الفصل الأول

عموميات حول الخزفيات

I. الخزفيات :**1.I تعريف الخزفيات:**

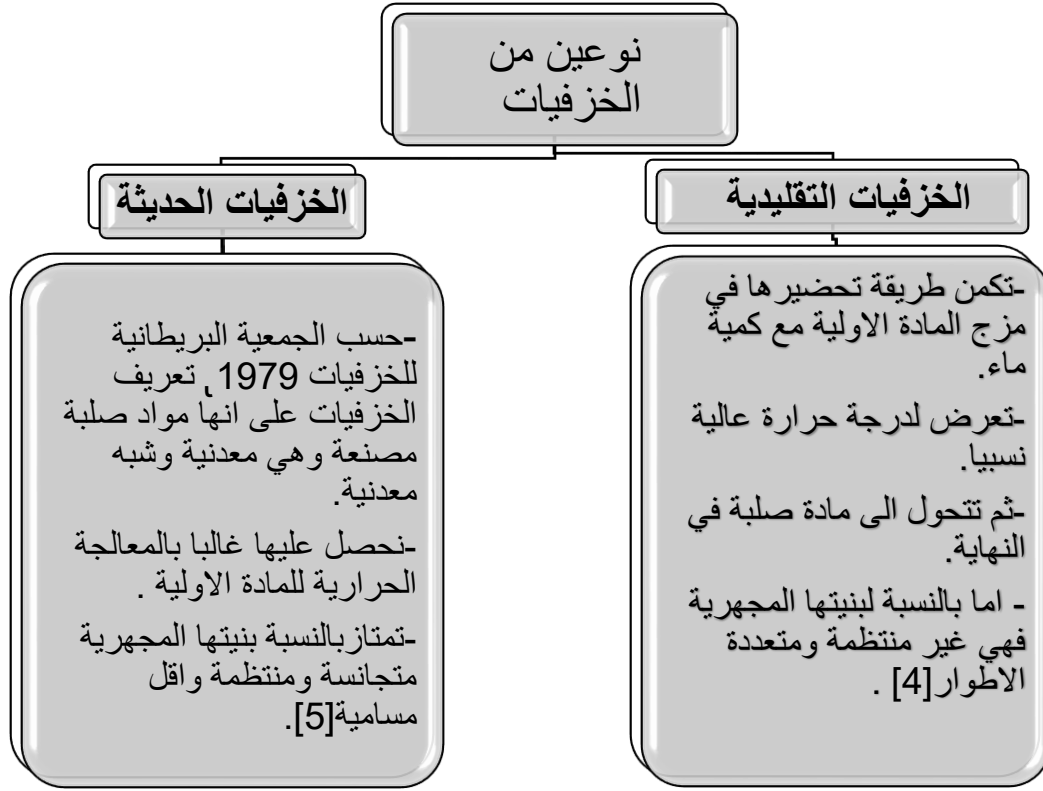
اشتقت كلمة الخزفيات (الفخار او السيراميك) من الاسم اليوناني Keramo والذي يعني (كيراميكوس) مواد محترقة أو التربة محترقة [1]، من ناحية أخرى فالخزفيات تعرف على انها مواد الحرارية صلدة لاهي معدنية ولا عضوية [2]. ويعتمد في المقام الأول على خاصية الصلصال أو الطين (كمادة خام) لتحويله الى خليط بالماء سهل التشكيل. يتم تسخين العجين إلى درجة حرارة عالية نسبيًا حيث يكتسب أخيرًا صلابة [3]. كما هو موضح في جدول (1.I).

الجدول (1.I): بعض أنواع الخزفيات [3].

SiC , B ₄ C	كربيدات
Si ₃ N, AiN, TiN, BN	نتريدات
ZrO ₃ ,Al ₂ O ₃ ,SiO ₂ ,MgO,TiO ₂	اكاسيد بسيطة
2MgO, 2AlO ₃ ,5SiO ₂	كورديريت
3Al ₂ O ₃ ,2SiO ₂	ميليت
CaO,Al ₂ O ₃ ,2SiO ₂	الانورثيت

2-I.أنواع الخزفيات :

تمتلك الخزفيات لها نوعين تتمثل في كل من الخزفيات التقليدية والخزفيات الحديثة [4] و [5] كما يوضحه المخطط الموالي (الشكل 1.I).



الشكل 1.I: مخطط يوضح نوعين أساسيين من الخزفيات

3.I الطبيعة الكيميائية للخزفيات:

تعتبر المواد الخزفية عبارة عن مواد صلبة بلورية أو غير متبلورة وهي مركبات غير معدنية أو غير عضوية [6-7]، تحتوي فقط على عناصر شبه معدنية وتركيباتها، أو مع عنصر واحد أو أكثر من عناصرها المعدنية، أي أن الرابطة الكيميائية ذات طبيعة تكافؤية أو أيونية -تكامفية.

من أهم التركيبات بين اشباه معادن والمعادن المكونة للخزفيات نجدها مدونة في الجدول التالي [8-9]:

الجدول (2.I): أهم التركيبات بين اشباه المعادن والمعادن المكونة للخزفيات [7.9].

أمثلة	الطبيعة الكيميائية للمركبات
الكاربون (C)	شبه معدن حر.
كربيد البور (B_4C)	تركيب اشباه المعادن.
نتريد الألمنيوم (NAI)	تركيب شبه معدن ومعدن.
تركيب اكاسيد مثل لسبينال MgO, Al_2O_3	تركيب شبه معدن ومجموعة معادن.
فليور اباتيت $Ca_5 (PO_4)_3$	تركيب مجموعة اشباه المعادن ومعدن.
مركب السيليكات	تركيب مجموعة اشباه معادن
$4SiO_2 \cdot Al_2O_3 \cdot K_2O$	ومجموعة معادن.

4.I خصائص عامة الخزفيات: تم تلخيص أهم الخصائص في النقاط التالية:

1.4.I البنية البلورية:

تتميز المواد الخزفية بمقاومتها الحرارية و الكيميائية العالية، والتي ميزتها عن باقي المواد الصلبة [10]، و ترجع أساسا إلى روابطها البلورية القوية ذات الطبيعة التكافؤية أو الأيونية و في بعض الأحيان تجمع الرابطتين معا الأيونية و التكافؤية وهي المسؤولة عن تماسك المواد [11].-يوضح الجدول التالي طاقات الربط لبعض المركبات:

جدول (3-I):طاقات الربط لبعض المركبات [12-13].

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

2.4.I. الروابط الأيونية:

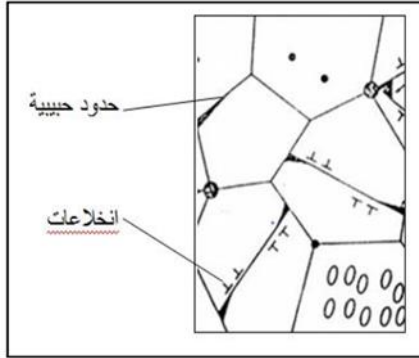
تحتوي الأكاسيد الخزفية مثل (TiO_2 ، ZrO_2 ، UO_2 ، Al_2O_3 ،.....) على نسبة كبيرة من الروابط الأيونية، و عند درجات حرارة عالية تتخلى الكاتيونات المعدنية على الكترولوناتها لأيونات الأوكسجين مما يؤدي الى عدم توفر الكترولونات حرة [14-15].

3.4.I. الروابط التكافؤية:

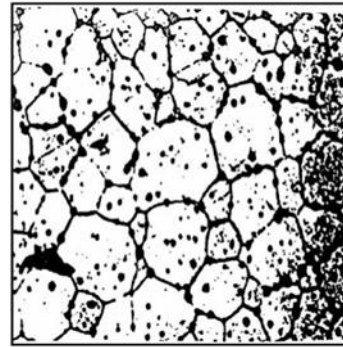
يتميز هذا النوع بوجود روابط تكافؤية (تساهمية) والتي تسمح للبنية البلورية أن تأخذ بنية مماثلة لبنية الألماس، حيث يتشكل هذا النوع عادة من عنصرين غير معدنيين [16].

4.4.I. البنية المجهرية:

تعتمد البنية المجهرية أساسا على جودة ونقاوة المواد الأولية وطرق تحضيرها، وتوصف البنية المجهرية للمواد الخزفية بتجمع حبيبات صغيرة لا يتعدى $1\mu\text{m}$ تفصل بينها حدود حبيبية فعموما الخزفيات تتميز بمسامات بنية منتشرة على كامل حجمها وذلك حسب نوعية الأطوار معالجتها المشكلة لها ودرجة حرارة [17].



(ب) تأثير البنية المجهرية: تكوين



(أ) بيان توزيع الفراغات

التشققات الإنخلاعات حول عائق (حدود حبيبية)

الشكل (2.1): تمثل لاهم البني البلورية للخزفيات [18].

5.4.I. الخصائص الحرارية:

1.5.4.I. الناقلية الحرارية:

فإن درجة انصهار العالية لخزفيات عازلة حراريا بصفة عامة وهذا راجع للغياب شبه كلي للإلكترونات الحرة [19]. كما يمكن استعمالها كعوازل حرارية ومبطنات للأفران أي خصائصها مختلفة باختلاف أنواع الخزفيات.

2.5.4.I. درجة الانصهار:

تمتاز هذه المواد بدرجة انصهارها العالية نظرا لقوة الرابطة الكيميائية المشكلة لها، والجدول التالي يبين درجة حرارة انصهار بعض المواد الخزفية [20].

الجدول (4.I): درجة حرارة انصهار لبعض المواد الخزفية [20].

المركب	Al ₂ O ₃	MgO	CaO	TiO ₂	SiO ₂
درجة الحرارة (C°)	2070	2640	2625	2950	1700

6.4.I. الناقلية الكهربائية :

تصنف المواد الخزفية تبعا لطبيعتها روابطها الكيميائية إلى مواد ناقلة أو نصف ناقلة ضمن شروط معينة، لكن لتغلب الروابط التكافؤية فان الخزفيات تعتبر مواد عازلة كهربائيا [18.21]. والجدول (5.I) يبين قيم ثابت العزل الكهربائي لبعض المواد الخزفية.

الجدول (5.I): ثابت العزل الكهربائي لبعض المواد الخزفية عند التردد (104KHZ) [22].

المركب	Al ₂ O ₃	MgO	NaCl	ZrO ₂	LiF	الميليت	كورديريت	البورسلان
ثابت العزل الكهربائي	10.6-8.6	9.6	5.9	8.8	9.0	17-15	5.4-4.5	6-2

7.4.I الخصائص الضوئية:

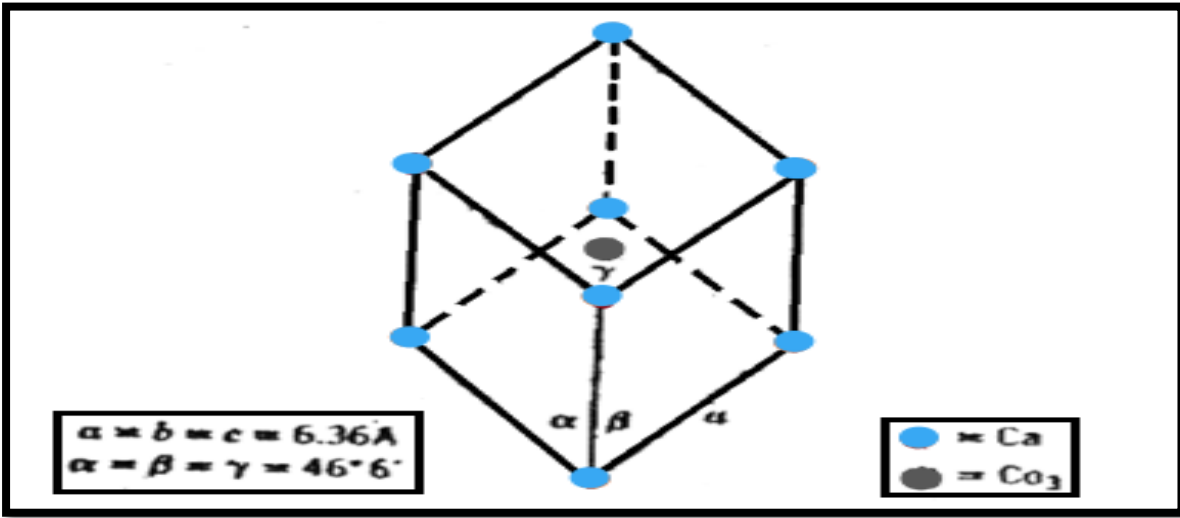
ترجع رؤية الألوان في الخزفيات راجع أساسا الى ايونات المعادن الانتقالية. فمثلا الألومين أحادي البلورة عديم اللون، بينما يتلون باللون الوردي بوجود نسبة ضئيلة جدا من $[23]Cr_2O$.

8.4.I الخصائص الميكانيكية:

عدم سماح انزلاق المستويات البلورية بالنسبة لبعضها البعض كما في المعادن هو قوة رابطتها الكيميائية وبالتالي تكون بصفة عامة مواد قصفة لذا تمتلك الخزفيات قيما عالية من معاملات المرونة مقارنة بالمعادن [24].

9.4.I الخصائص الفيزيائية:

يبين الكثف بواسطة الأشعة السينية أن بنية الكلس الحجري ($CaCO_3$) هي سداسي موشوري بمعنى شبكة ثلاثية متساوية الأحرف [25]، حيث تكون فيها ذرات الكالسيوم موزعة على رؤوس متوازي السطوح، بينما تكون جزيئات (CO_3) بمركزه حسب الشكل (3.I).



الشكل (3.I): بنية الخلية الأولية لكاربونات الكالسيوم [25].

في حالتها الطبيعية لا يمكن أن تكون كثافتها تساوي إلى الكثافة النظرية، بل تتواجد بها فراغات بين الحبيبات ناتجة عن تكوينها الأولي [26].

10.4.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) الى الالومينا (Al_2O_3) عديم اللون فإنه يظهر بلون وردي [23].

5.I دراسة بعض المواد الخزفية:**1.5.I الصلصال:**

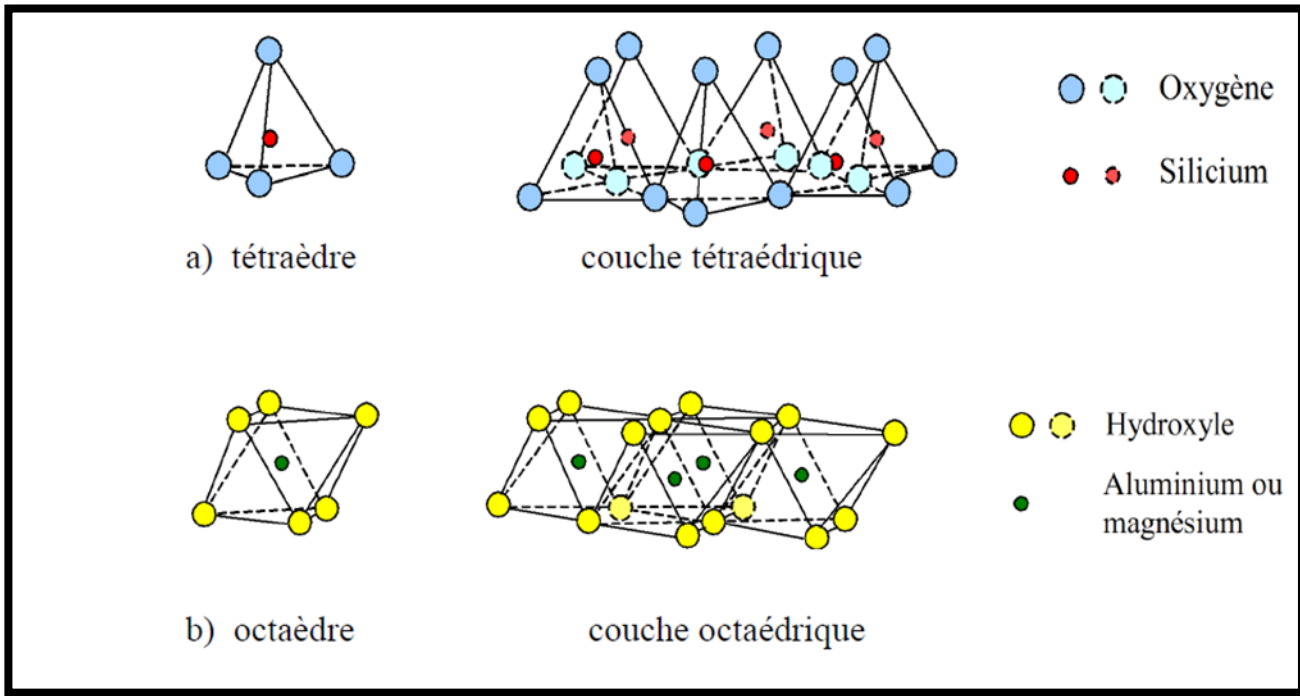
ويطلق عليها أيضا بالغضار وهو عبارة عن جسيمات صغيرة جدا من سليكات الألومين حيث يقدر متوسط بعدها الحبيبي حوالي $2\mu m$ (الشكل (4.I))، ويتوجد في الطبيعة على شكل صخور رسوبية [27].



الشكل (4.I): صورة لصخور رسوبية من الغضار [28].

2.5.I البنية البلورية للصلصال:

يملك الصلصال بنية صفائحية أو شرائحية مشكلة من طبقات ذات وحدات بنيوية رباعية الوجوه أو ثمانية الوجوه، حيث تتكون الطبقة الأولى من وحدات بنيوية رباعية الوجوه للسيليس SiO_4 ، [29-30] وهي عبارة عن أربعة ذرات من الأوكسجين تكون في شكل هرمي ثلاثي القاعدة (رباعي الأوجه). كما تمثل في الشكل (5.I).



الشكل (5.I): هياكل أنواع مختلفة من المعادن الطينية (Clay Minérales) [31].

3.5.I الكاولان:

تعد الكاولان نوع من نوع الصلصال النقي، وهو مشتق من اسم مدينة بالصين، أين تم استخراج هذه المادة لأول مرة [32]. يعتبر من أهم المواد المستعملة في صناعة الخزفيات التقليدية والحديثة، إذ يأخذ اللون الأبيض أو رمادي ذلك حسب احتواءها على شوائب أو مواد عضوية [33].

وان الكاولان سهلة التفتت أي نستطيع تكسيرها، وصيغتها الكيميائية $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ وزنها المولي 258

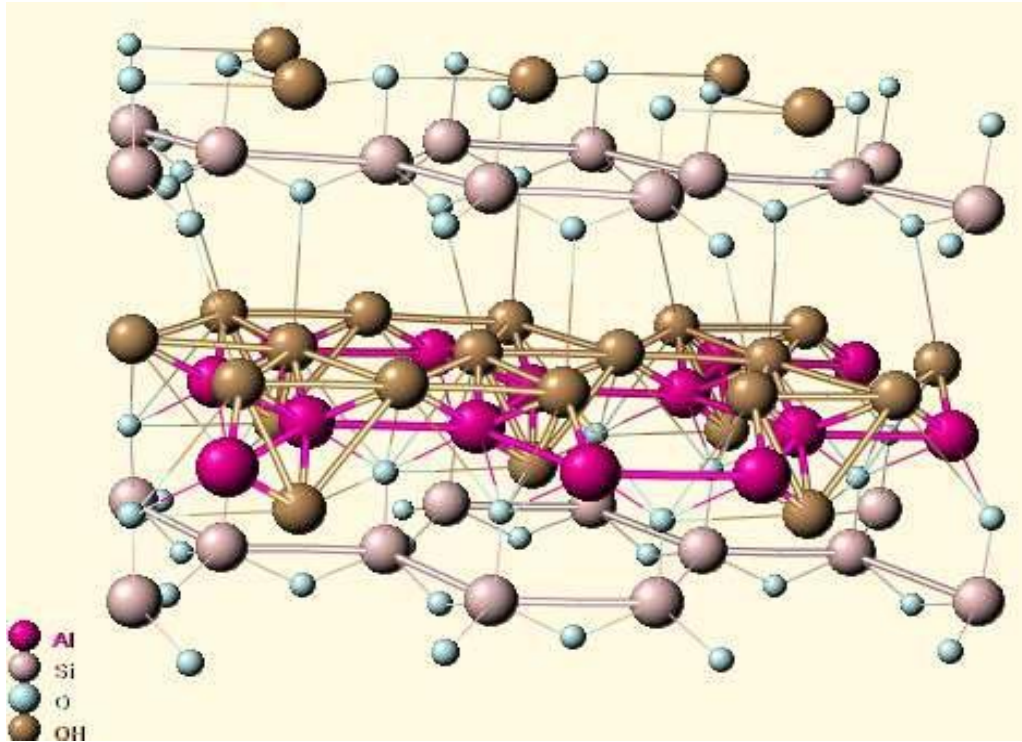
g/mol، أما كتلتها الحجمية النظرية فتتغير قيمتها ما بين 2.1 إلى 2.6 g/cm³ [34].

ويطلق اسم الكاولينيت على الجزء المتبلور من مادة الكاولان والفخار $(2H_2O, 2SiO_2, Al_2O_3)$ وهذا

يوافق النسب الوزن الى كل جزيئة مركب التالية: % 39.5 من Al_2O_3 و % 46.6 من SiO_2 و

% 13.9 من H_2O . وشكل (6.I) مقابل يمثل بنيته الكاولان.

الشكل(6.I): بنية الكاولان [35].



4.5.I كربونات الكالسيوم (الكالسيت) $CaCO_3$:

تعرف كربونات الكالسيوم بأنها مركب كيميائي يحمل الصيغة الكيميائية $CaCO_3$ ، ويتكون من ثلاثة عناصر هي الكربون، والأكسجين، والكالسيوم، وهي مادة شائعة موجودة في الصخور في جميع أنحاء العالم لونها أبيض كما موضح في الشكل(7.I) [36]. كما انه يعتبر المكون الرئيسي للحجر الجيري والطباشير والرخام [37].

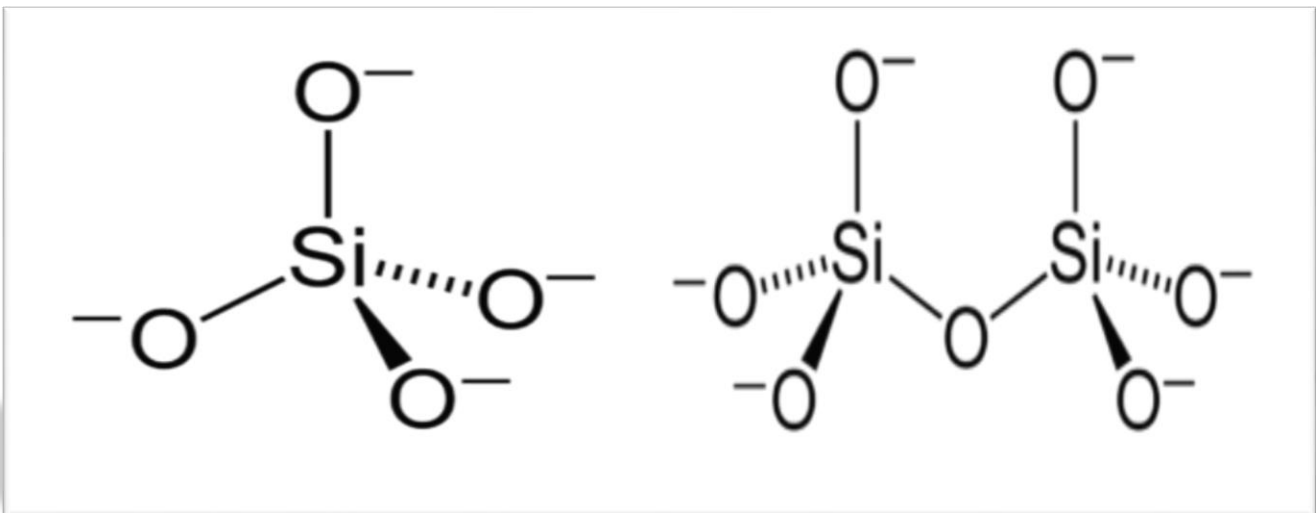


الشكل (7.I) صورة لمسحوق من الكالسيوم [28].

5.5.I السيليس ثاني أكسيد السليسيوم:

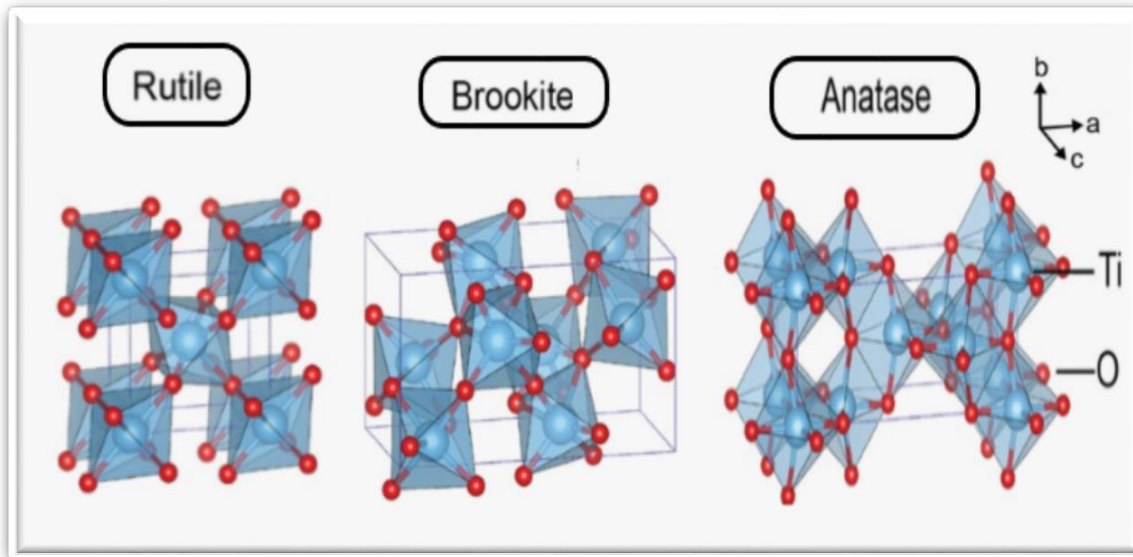
يعتبر السيليس من بين المركبات الأوكسيدية الأكثر أهمية نظراً لتعدد بنائه البلورية ويدخل في تركيبه عنصري الأوكسجين السليسيوم [57]. وهو من أكبر أصناف المعادن وأكثرها تعقيداً وغننا في القشرة الأرضية على الإطلاق هذا يرجع إلى قوة صلابتها، ودرجة حرارة انصهارها العالية، وتكلفتها المنخفضة (الوفرة في الطبيعة) شكل (8.I) مقابل بنية السيليس.

الشكل (8.I): بنية السيليس [49].



6.5.I ثاني أكسيد التيتانيوم TiO_2 :

ثاني أكسيد التيتانيوم عبارة عن مسحوق أبيض رفيع يوجد في الطبيعة في شكل خام مرتبط في الغالب بالحديد، ينقى حتى يصبح صافي الشكل صالح للاستعمال [38]، ويصنف إلى ثلاثة أنواع كما في الشكل (9.I).



الشكل (9.I): يوضح أنواع أكسيد التيتانيوم [39].

6.I مراحل تحضير قطعة خزفية:

تمر عملية تحضير وانتاج قطعة خزفية قابلة للاستعمال بعدة مراحل ضرورة، وتعتمد في ذلك على تقنيات معينة نظرا لما تتميز بها من خصائص ميكانيكية و حرارية قوية، ومن أهم مراحل هذه العملية :

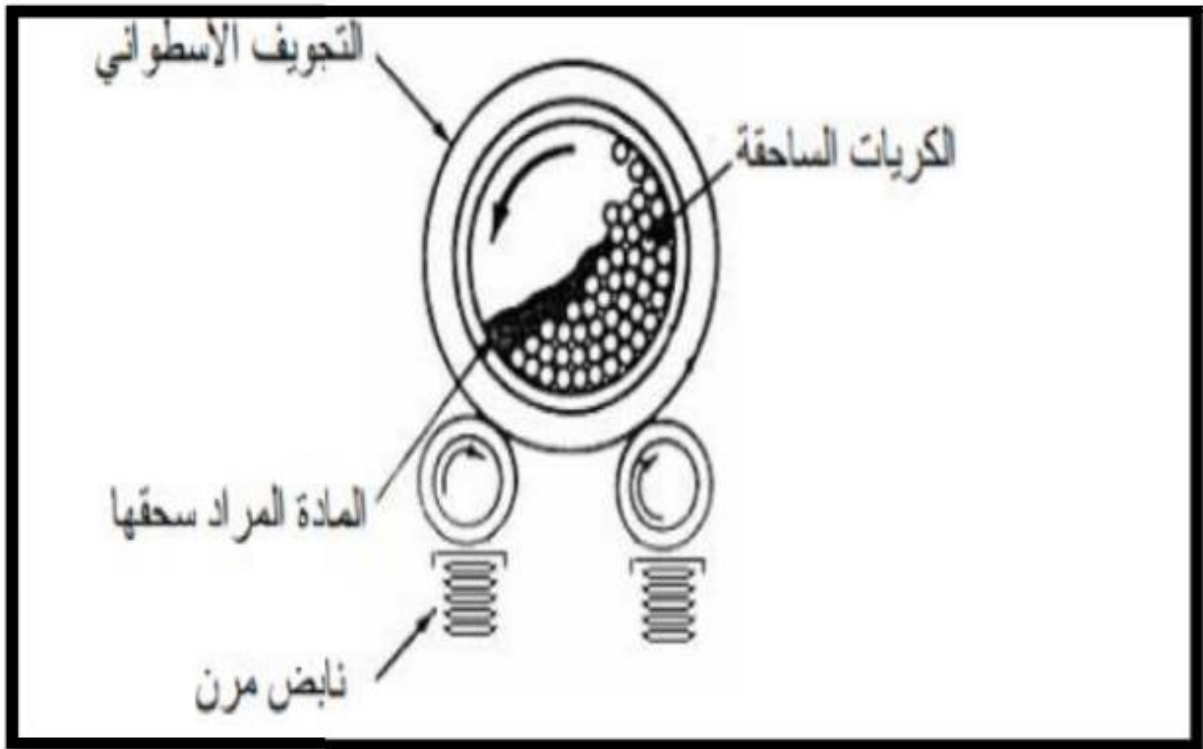
1.6.I اختيار المسحوق:

نظرا لخصائص الخزفيات الحرارية والميكانيكية القوية فإنه يتم استعمال المادة الأولية على شكل مسحوق لسهولة التعامل معها وذلك في درجة حرارة منخفضة نسبيا [40].

2.6.I تهيئة المسحوق:

في هذه المرحلة يتم فيها سحق المادة الأولية حتى نتحصل على مسحوق ذو حبيبات بأبعاد صغيرة جدا وذلك لتحسين عملية التلييد [41]، ومن اهم الطرق الشائعة والأكثر استعمالا هي السحق بواسطة الكريات، حيث يتم فيها وضع المادة المراد سحقها داخل حجرة اسطوانية الشكل تحتوي على كريات مصنوعة من

الفولاذ او الالمنيوم، يمكنها تدورها على محور ثابت بوجود الماء مقطر كما هو موضح في الشكل(10.I)[42].



الشكل(10.I): صورة لتقنية السحق بالكريات[48].

3.6.I الإضافة العضوية:

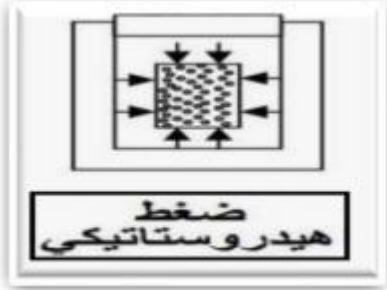
عند تحضير العينات الخزفية يتم إضافة بعض المواد العضوية، فهناك مواد تساعد على ربط الجزيئات ببعضها وتسمى بالمواد الرابطة كما هناك مواد أخرى تعمل على حماية العينة من التشقق أثناء المعالجة الحرارية تسمى بالملدنات الحرارية والتي يتم التخلص منها قبل عملية التلييد [23].

4.6.I التشكيل:

يقصد به إعطاء المادة الأولية شكلا معيناً، وهي عملية دقيقة لتجنب العيوب في القطعة النهائية، كون بعض العيوب لا يمكن إزالتها بعملية التلييد ومن أهم طرق التشكيل نذكر: طريقة الكبس المحوري و طريقة الكبس الهيدروستاتيكي وطريقة البثق وطريقة الصب [43].

❖ أ-طريقة الصب:

تتم بصب الخليط (مسحوق + ماء + عضويات) في قالب مسامي له شكل العينة المراد تحضيرها، هذا القالب يعمل على امتصاص الماء من المزيج حتى يجف الخليط ليتم استخراجها بعد ذلك [44].

❖ ب-طريقة الكبس الهيدروستاتيكي:

يتم وضع الخليط في قوالب كتومة للحصول على أشكال معقدة في بعدين أو ثلاثة أبعاد على حسب المبتغى [44].

❖ ج-طريقة الكبس الجاف:

فيها يتم تشكيل القطعة الخزفية باستخدام آلة كبس، حيث تطبق على المسحوق الموجود داخل قالب خاص ضغطاً مناسباً (يسمح بتشكيله) [45].

❖ د-طريقة الاستخراج (البثق)

في هذه الطريقة يتم كبس العجينة الخزفية واستخراجها من القالب على شكلها النهائي وهي طريقة كثيرة الاستعمال [44].

الشكل (11.I): يوضح مراحل التشكيل.

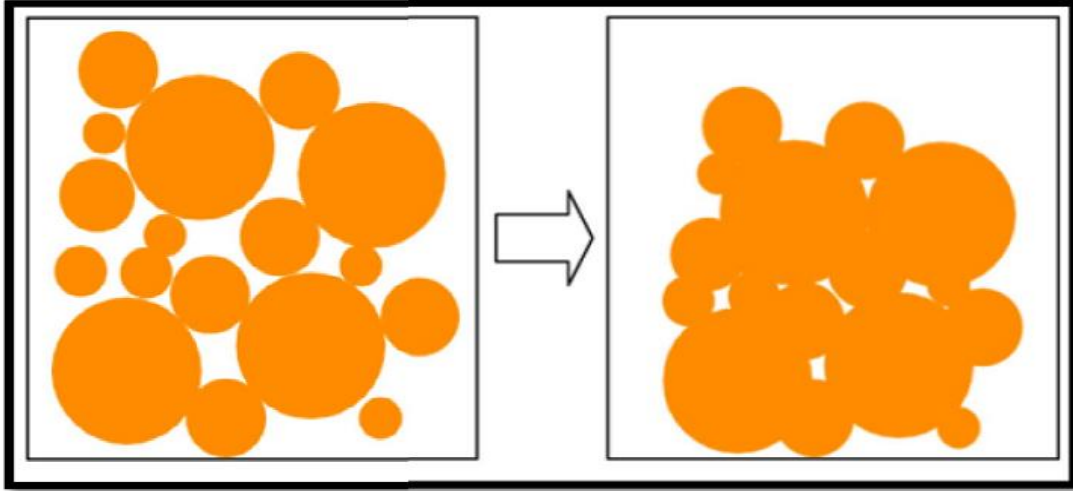
5.6.I التلييد:

تتم في هذا المرحلة بالمعالجة الحرارية للقطعة الخزفية المتحصل، بحيث تعمل على تكثيف حبيباتها وإزله الفراغات بينها، فتتحول القطعة الخزفية المشكلة من هشّة سهلة الإتلاف إلى صلبة ومتماسكة [16] الشكل وتوجد عدة تقنيات مختلفة أهمها:

1.5.6.I التلييد الطبيعي :

هي التقنية الأكثر استعمالا، حيث تتمثل في تسخين القطعة الخزفية بشكل عادي عند درجات حرارة مرتفعة نسبيا [46].

❖ **التلييد تحت الضغط:** في هذه التقنية يتم التسخين والتشكيل في آن واحد وتعطي أحيانا تلييد كليا للقطعة الخزفية [16].



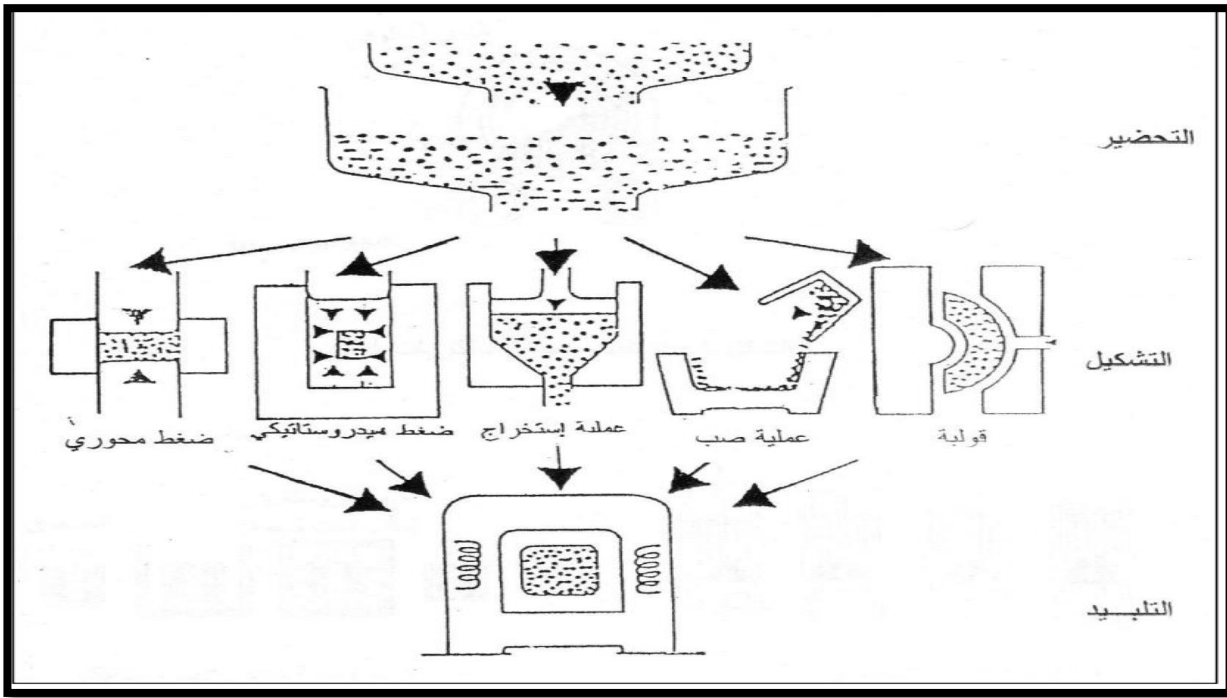
الشكل (12.I): صورة تلييد حبيبات خزفية [49].

❖ **التلييد التفاعلي:** تشغل خلال هذه التقنية تشغل التفاعلات الكيميائية جزئيا أو كليا داخل العينة المحمولة في درجة حرارة معنية يحدث التفاعل عادة بين مكونات الخليط أو نتيجة تفاعل الغازات أو السوائل الموجودة في الفراغات مع الطور الصلب المكون للعينة [47].

6.6.I التحسين والانتقان:

يتم تحسين المنتج بعد التلييد باستعمال أدوات مناسبة للثقب والصقل وليتشكل في النهاية منتج على شكل غير قابل للتغيير [48].

ونلخص أهم مراحل تشكيل قطعة خزفية بالشكل التالي:



الشكل (13.I): أهم مراحل تحضير قطعه خزفية [49].

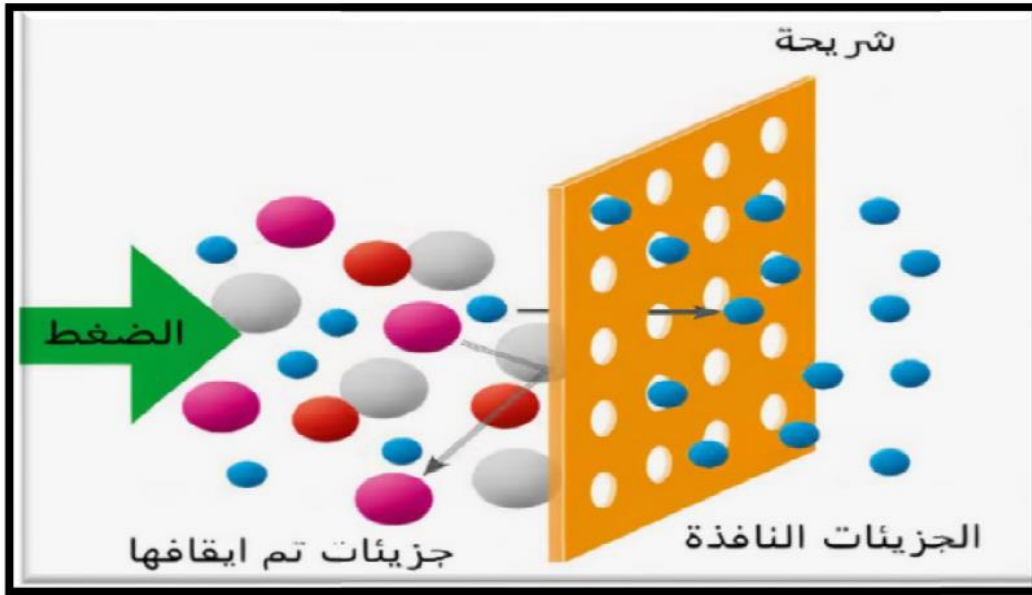
7.I الدعائم والاعشبية:

1.7.I تعريف الترشيح:

هو عملية فيزيائية يتم فيها إزالة الجزيئات الدقيقة او المنحلة من السائل بتمريرها من خلال غشاء نفوذ او طبقة ذات فتحات صغيرة وتعتبر من اهم التطبيقات الصناعية التي تضم مجالا واسعا مثل معالجة المياه... الخ الهدف الأساسي من عملية ترشيح هو حصول على سائل نقي في اقل مدة وتكلفة منخفضة ومجهود اقل [50].

2.7.I تعريف الأغشية الخزفية (الشرايح الرقيقة):

هي طبقة محضرة من مادة عضوية او غير عضوية [51]، تكون طبقة رقيقة جدا يقدر سمكها بأجزاء من المليمتر محضرة من معدنية او خزفية بحيث يسمح مرورا وإيقاف جزيئات عالقة او منحلة بصفة انتقائية الشكل (14.I) وذلك تحت تأثير قوي فعالة [16].



الشكل (14.I): رسم توضيحي للغشاء [52].

3.7.I تعريف الدعائم:

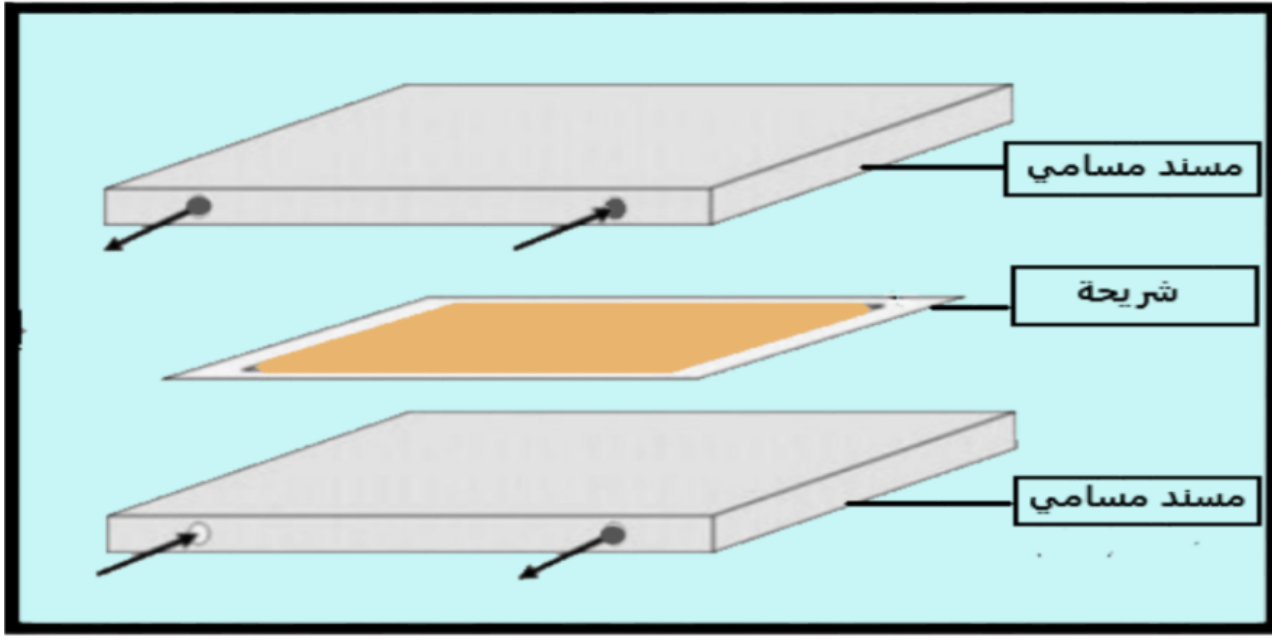
خلال عملية الترشيح تتعرض الاغشية الى اجهادات خارجية غير قادرة على تحملها لكونها ذات سمك رقيقة، فهي بحاجة الى دعائم توضع عليهما وتدعي بالحوامل او المساند [49]. حيث يأخذ الغشاء شكل الحامل الذي وضع عليه. وفي الأخير تدعمها بالقوة الميكانيكية للطبقة العلوية منها من اجل تحمل الضغط الناجم عن فرق الجهد كما يجب ان تتمتع هذه الدعائم في نفس الوقت بمقاومة من منخفضة لتدفق المرشح [53] [54].

4.7.I الشكل الهندسية للأغشية:

تأخذ الشرائح (الاغشية) شكل الحامل الذي وضعت عليه، حيث لهذه الحوامل اشكال مختلفة تجعل الشرائح متنوعة فنجد:

1.4.7.I الاغشية المستوية:

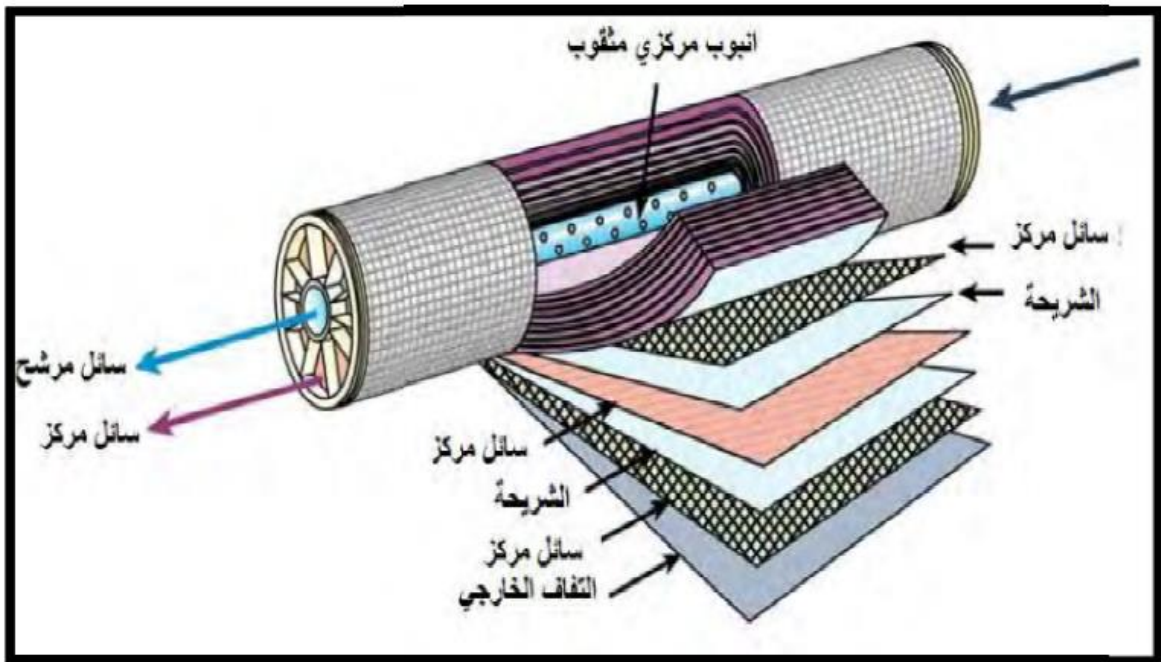
تكون على شكل طبقة أحادية مستوية او عدة طبقات وتعد هذا الشكل ابسط واقدامها [44]. كما هو موضحة في الشكل (15.I).



الشكل (15.I): رسم توضيحي لشريحة ذات شكل المستوي [55].

2.4.7.I الاغشية ذات الشكل الحلزوني:

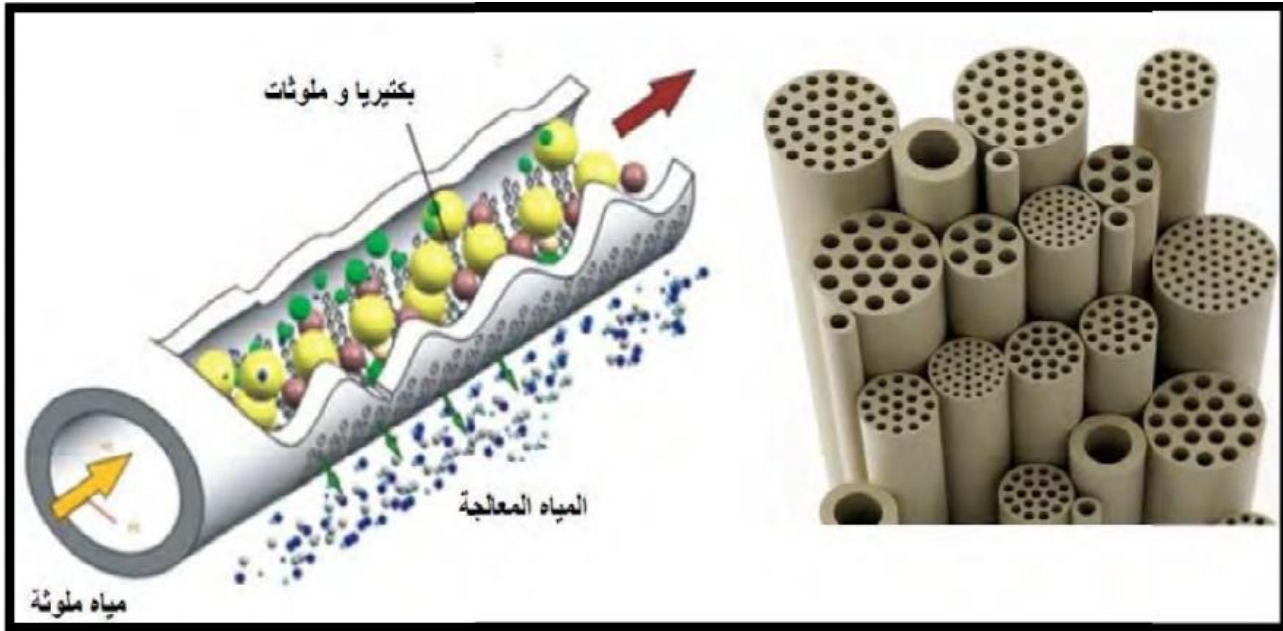
تعد الاغشية الحلزونية مجموعة من الطبقات الرقيقة المستوية تم لفها حول أنبوب يحتوي سطحه على فتحات تنفذ من خلالها المادة المرشحة كما هو موضح في شكل (16.I) [56].



الشكل (16.I): رسم توضيحي لشريحة ذات شكل حلزوني [57].

3.4.7.I الأغشية ذات الشكل الأنبوبية:

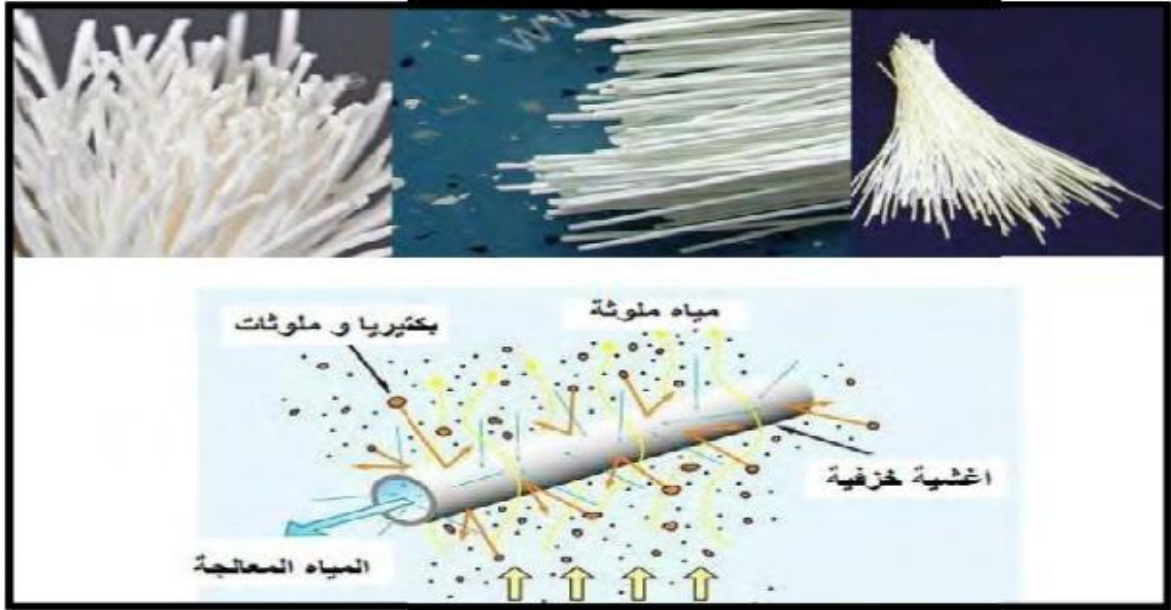
هي عبارة عن طبقة أو طبقات نصف نفوذة يتكون الغشاء من حامل انبوبي الشكل يتميز بنفاذية و مسامية عاليتين يكون حامل الانبوبي احادي القناة او متعددة كما موضحة في الشكل (17.I)[44].



الشكل (17.I): رسم توضحي لشريحة ذات شكل الانبوبية[16].

4.4.7.I الأغشية الليفية:

هي عبارة عن مجموعة من الانابيب يقدر قطرها ما بين 0.5mm و 2 وشكل الاغشية الليفية مشابه للأغشية الانبوبية الا انه يختلف في تركيب فالشكل الانبوبي تلعب دور الغشاء والحامل في نفس الوقت [16].



الشكل(18.I): رسم توضيحي شرائح ذات شكل ليفي [16].

8.I مقارنة بين مختلف اشكال الاغشية:

يلخص الجدول التالي يلخص اهم مقارنة بين مختلف اشكال الاغشية التي درسناها.

الجدول (6.I): مقارنة بين مختلف اشكال الاغشية[44].

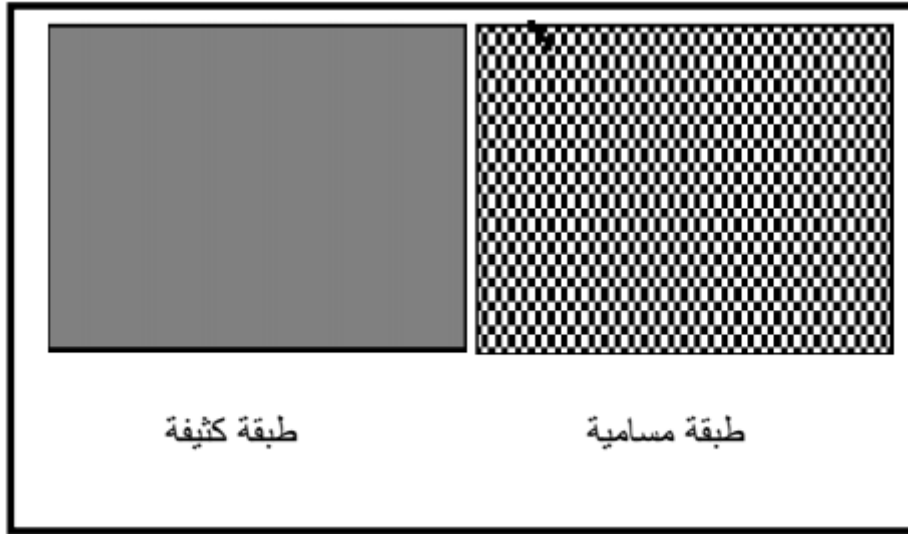
مساءها	محاسنها	شكل الاغشية
- يمكن ان تنسد فراغاتها بسرعة كبيرة.	-سهلة في تركيبها.	المستوية
- ممكنة ان تنسد فراغاتها بسرعة كبيرة جدا. - لا يمكن تفكيكها. - مواجهة صعوبة عند تنظيفها.	- ثمنها منخفض. - تشغل حيز صغير.	الحلزونية
- حجمها كبير. - باهظة الثمن. - يصعب توصيل الانابيب ببعضها.	- سهولة في تنظيف في حالة إصابة أحد الانابيب يمكن تبديله بسهولة.	الانبوبية
- في حالة إصابة أحد الالياف فيجب استبدالها بأكملها. - مواجهة صعوبة عند تنظيفها. - باهظة الثمن.	- حجمها صغير	الليفية

9.I بنية الأغشية:

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

1.9.I الأغشية المتجانسة:

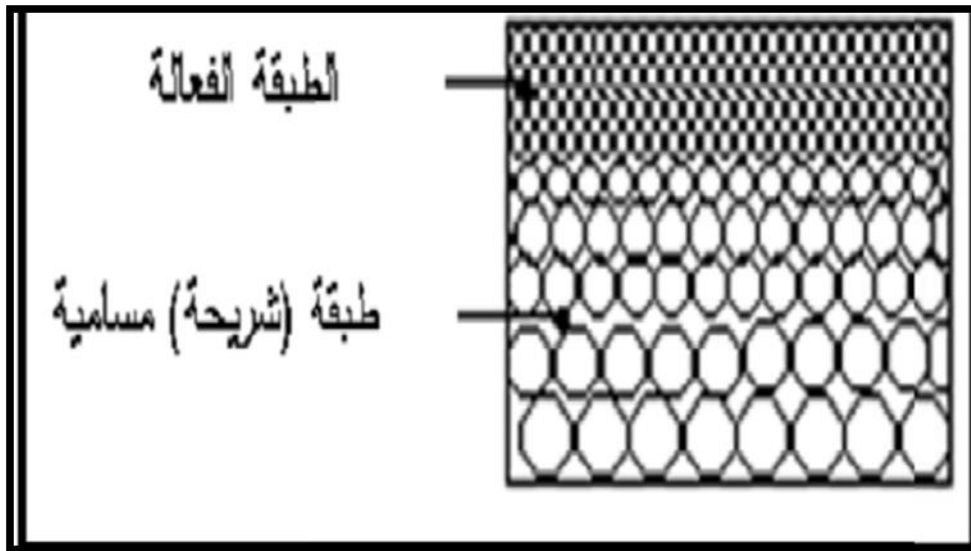
هي الاغشية الرقيقة ذات طبيعة عضوية وتستخدم في التقنية الميكرو نية(MF) وتتكون من طبقة واحدة كثيفة او مسامية تمثل نفس البنية على طول امتداد كم يوضح في شكل(19.I) [16][41].



الشكل(19.I): رسم توضيحي غشاء ذو بنية متجانسة[16].

2.9.I الأغشية الغير متجانسة:

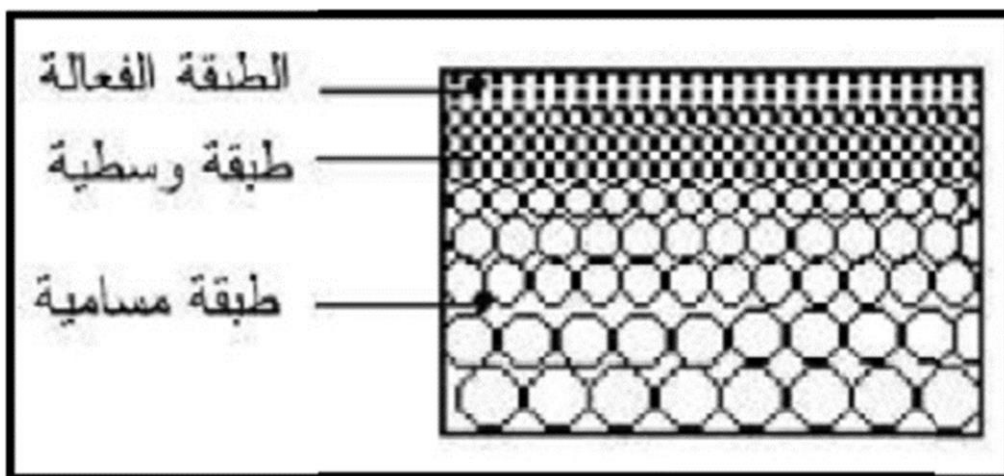
هي اغشية غير متناظرة تكون مكون من طبقة العلوية تسمى بطبقة الفعالة ولذلك لان سطحها يلامس المادة المرشحة سمك هذه طبقة يتراوح ما بين $0.1\mu m$ الى $100\mu m$ ،اما طبقة الثاني فيها تتضمن القوة الميكانيكية للغشاء يكون سمكها ما بين $100\mu m$ الى $200\mu m$. كما يوضح الشكل(20-I) [41].



الشكل (20.I): رسم توضيحي غشاء ذو بنية متجانسة [16].

3.9.I الاغشية المركبة:

هي اغشية غير متناظرة تكون مكون من طبقة العلوية تسمى الطبقة الفعالة ولذلك لان سطحها يلامس المادة المرشحة سمك هذه طبق يتراوح ما بين $10\mu\text{m}$ الى $100\mu\text{m}$ ، طبق الأخرى فيها تتضمن القوة الميكانيكية للغشاء و يكون سمكها ما بين $100\mu\text{m}$ الى $200\mu\text{m}$ [41].



الشكل (21.I): رسم توضيحي لشريحة ذات بنية مركبة [44].

4.9.I طبيعة الاغشية:**1.4.9.I الاغشية العضوية:**

تتشكل أساسا من البولييمير وتتميز بنية غير متجانسة والتي تمنحها القدرة على التكيف مع التطبيقات المختلفة فحوالي 90% من اغشية الترشيح الفائق والدقيق تحتوي اغشية العضوية [56] [57].

2.4.9.I الاغشية الغير العضوية (اللاعضوية):

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 [52].

3.4.9.I الاغشية الهجينة:

تتكون من مواد عضوية واخرى لا عضوية (معدنية او خزفية) [43].

5.9.I أنواع الاغشية:**1.5.9.I الاغشية المسامية**

هي أغشية ذات مسامات صغيرة جدا يتم فيها فصل الجزيئات في المحلول وفقا لحجمها وكتلتها، وذلك تحت تأثير فرق في الضغط بين الوسطين او تدرج في التركيز او الجهد... الخ، وهذا لها تصنيف انما الترشيح المسامية حسب قطر هذه المسامات الى ما يلي [44]:

1.1.5.9.I شرايح التقنية الميكرونية: Microfiltration (MF)

تتميز هذه الاغشية باتساع مساماتها، تستخدم غالبا في إزالة الرمل والصلصال وكذلك الطحالب والبكتيريا، تتراوح قطر هذه المسامات ما بين $1\mu\text{m}$ ، $10\mu\text{m}$ [16].

2.1.5.9.I شرايح التقنية الميكرونية الفائقة (Ultrafiltration(UF)

تتميز هذا الاغشية بالجزيئات الدقيقة مثل الماء والاملاح وتوقف الجزيئات العملاقة التي لها كتلة مولية عالية مثل بروتينات، كما انها تستخدم تحضير مياه عالية النقاوة من اجل الاستخدام الطبي والتخلص من فيروسات... الخ، تتراوح ابعاد مسامات هذه الاغشية ما بين $0.01\mu\text{m}$ و $0.1\mu\text{m}$ [16].

3.1.5.9.I شرايح التقنية النانومترية (Nano filtration (NF)

تتميز اغشية بمنع مرور الاملاح المؤينة متعددة التكافؤ (Ca^{+2} ، Mg^{+2}) والتي كتلتها مولية تفوق 300g/mol ، قطرها من رتبة نانومتر تستخدم مثل :مضادات الحيوية [16].

2.5.9.I الاغشية المنعدمة المسامية (الكثيفة)

تحضر هذه الشرايح غالبا من مواد عضوية وتمتاز بدرجة انتقاء عالية ونفاذية ضعيفة، الية الفصل فيها تعتمد على الية الانتشار، اما تستخدم هذ مع الاغشية المسامية، وتكون مساميتها منعدمة ماعدا فرا النوع من اغشية في تطبيق ضغط مرتفع مقارنة غات البنية البلورية [16].

3.5.9.I اغشية التبادل الايوني

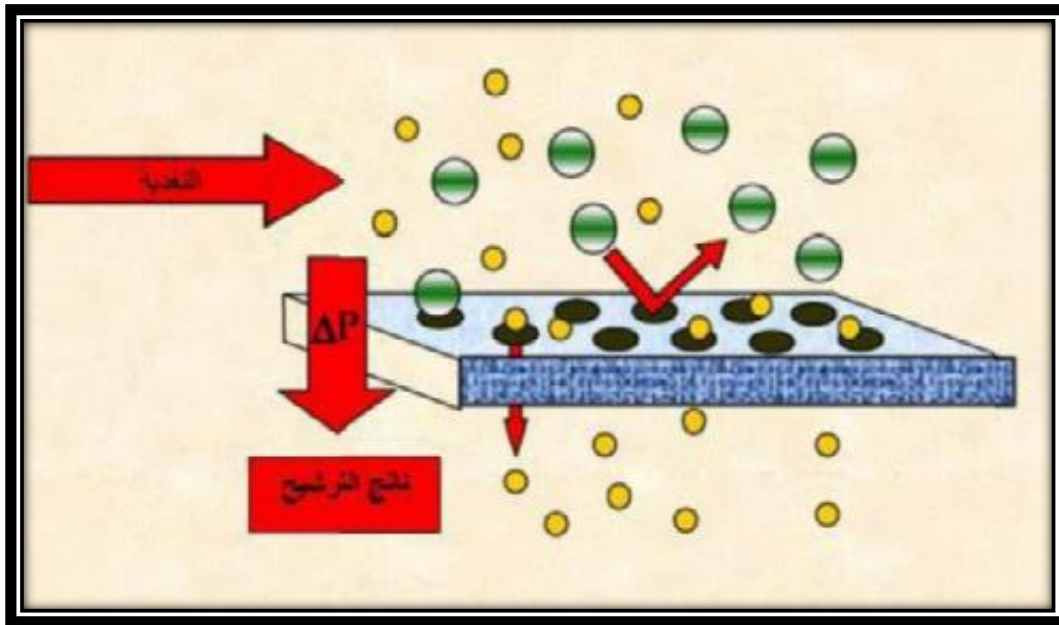
وهي نوع خاص من الأغشية الكثيفة، وتحضير غالبا من مواد عضوية ونفاذيتها لضعف الأيونات عالية ومنخفضة بالنسبة للماء. تتم عملية الفصل في هذا النوع من الأغشية تحت تأثير قوة فرق الجهد الكهربائي [44].

6.9.I أنواع الترشيح

تستخدم الأغشية في عملية الترشيح حسب طريقتين رئيسيتين للاشتغال الاول المباشر والثاني المماسي [49].

1.6.9.I ترشيح المباشر

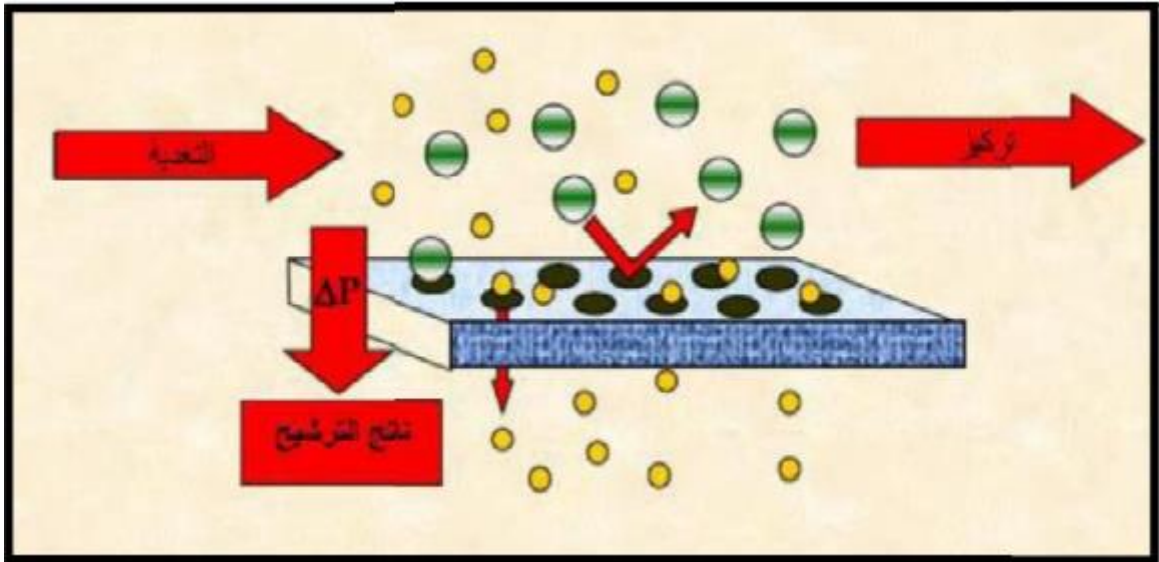
هذا النوع من الترشيح هو ترشيح تقليدي ويرد فيه السائل بشكل عمودي على الشريحة (الشكل 22.I) مرافق لتطبيق الضغط تتراكم الجزيئات على سطح الشريحة مما يعيق عملية الترشيح وتخفض نسبة النفاذية، هذا النوع من الترشيح يحتاج لتنظيف دائم مما يجعله محدود استخدامه واسعا في المخابر لبساطة تجهيزاته [58].



الشكل (22.I): رسم توضيحي لمبدأ الترشيح المباشر [58].

2.6.9.I ترشيح المماسي

في هذا النوع من الترشيح يكون جريان المائع على السطح الشريحة بشكل مماسي كما موضح في الشكل (23.I)، فالضغط المطبق يجعل الجزيئات المتراكمة على سطح الشريحة تنفذ منه تقل ظاهرة انسداد المسامات، يستخدم هذا كثير في التقنية الميكرونية النانو مترية [40].



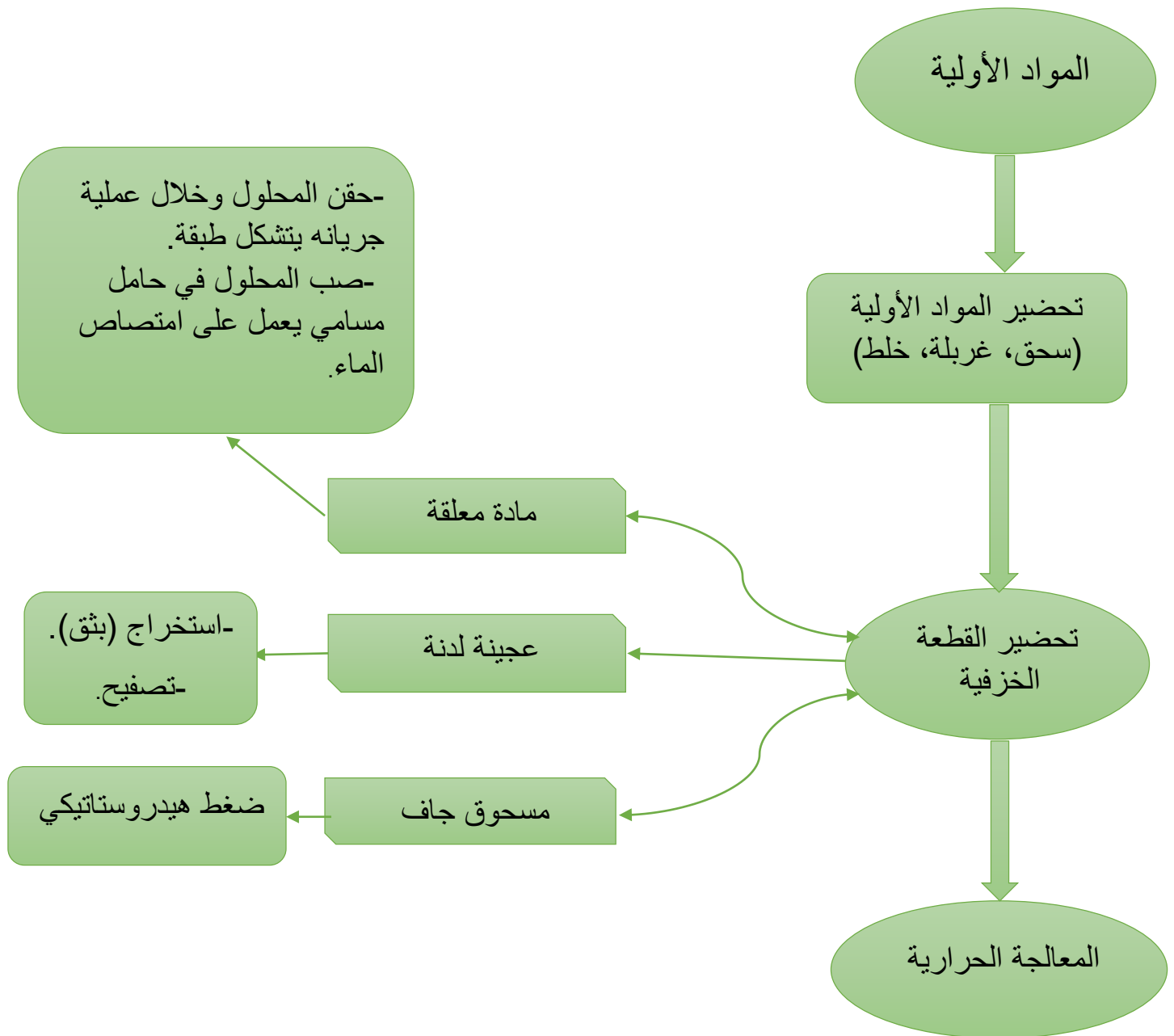
الشكل (23.I): رسم توضيحي لمبدأ الترسيع المماسي [51].

7.9.I الدعام الخزفية

بما أن الشرائح عبارة عن طبقات رقيقة جدا لا تستطيع أن تتحمل الإجهادات الخارجية المطبقة عليها أثناء عملية الترسيع، تعتبر الخزفيات مواد مثيرة للاهتمام في مجال دعائم الغشاء بسبب مقاومتها الميكانيكية وتمتعها بالقصور الذاتي الكيميائي والعمر الطويل وكذا الاستقرار الحراري [59-61]. 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 [49].

8.9.I تحضير المرشحات الخزفية

تتكون المرشحات الخزفية أساسا من حامل مسامي وشريحة (مجموعة من الشرائح) ويمكن تحضيرها بعدة طرق حسب الشكل (24.I).



الشكل (24.I): رسم تخطيطي لأهم مراحل تقنيات تحضير قطعة خزفية [33].

[1] Fabrication des céramiques Republique Francaise Ce document est la traduction de la version anglaise publiée par la Commission européenne qui seule fait foi Août, (2007).

[2] Mémoire master Karboua [1] L. Ecraivain, Technique de l'ingénieur, A7290, p 20-40, (1986) .

[3] Mémoire Master Khaled Kharfi [3] J. L. Chermant, "Les Céramiques p20-40, (1989). Thermomécaniques, " Presse du CNRS,

[4] Mémoire Master Ben Brika Youcef [1] M.W. Barsoum, "fundamental of ceramics", Department of Materials Engineering, Drexel University, USA, p1-8,(1997).

[5] قرفة فتيحة "تحضير الخزفيات لمختلف التطبيقات: البورسلان و/ أو الخزفيات الحيوية"، أطروحة دكتوراه، جامعة باتنة (2017).

[6] M. W. Barsoum, 'Fundamentals of Ceramics', First published in 1997 by Mc Graw-Hill, P. 1-576, (2003). مذكرة تخرج دكتوراه بديار ليلي.

[7] C. Manoharan, P. Sutharsan, S. Dhanapandian, R Venkatachalapathy, and J. Mol. Struct.1027, 99 (2012).

[8] J. L. Charmant, " Les Céramiques Thermomécanique ", presses du CNRS, France, p 18-22 (1989).

[9] L. Gino, " Aspect Théorique et Pratique Du Frittage Des Oxydes Purs ", « Extrait de l'industrie céramique », France, p 159-163.(1969) .

[10] L. Ecraivain, "Technique de l'Ingénieur ", A 7290, p 1-23, (1956).

[11] M. Chaupai, Technique de l'ingénieur, A. 2010, P. 1-9, (1996).

[12] F. Bouzrara, Thèse de Doctorat de l'Université de Mentouri Constantine, Algérie(2005).

- [13] R. Hellal, Mémoire de Magister de l'Université de Mentouri Constantine, Algérie, (2006).
- [14] F. Karfa, Thèse de Doctorat de L'université Hadj Lakhdar Batna1, Algérie, (2017).
- [15] A. Harabi, Thèse Doctorat de L'université Mentouri Constantine, Algérie, (2016).
- [16] زينخري فهيمة تحضير ودراسة مرشحات وحواملها انطلاقا من مواد أولية محلية, مذكرة الماجستير، جامعة قسنطينة(2008).
- [17] مومني جوهره بدوغي عبلة , "ترسيب طبقات رقيقة من ZnO على مساند خزفية :تأثير إضافة ZrO2 في المساند " ,مذكرة الماستر جامعة أم البواقي .
- [18] M. Chaupai, "Technique de l'ingénieur", A 2010, pp 10-17, (1996).
- [19] F. Bouzrara, "Thèse de Magister", Université de Constantine, Algérie, (1998).
- [20] J. Dejou, "Les Céramiques Société Francophone de Biomatériaux Dentaires" (2009-2010).
- [21] D. W .Richerson, "Modern Ceramic Engineering, Ed by Marcel Dekker, Inc.". .New York,(1992).
- [22] بوزاررة فرحات , "تحضير و دراسة مرشحات انطلاقا من مواد خزفية مكونة أساسا من الكاولان والدولوما " ,مذكرة دكتوراة ,جامعة قسنطينة (2005).
- [23] A. Vatain, " Manuel et Sédimentologie", Edi. Technip, (1967).
- [24] R. S. Bouynton, "Chemistry and Technology of Lime and limestone", (1966).
- [25] Y. G. Shi and G. L. Messing, J. Am. Céram. Soc., p 67-109, (1984).

[26] C. Janot et B. Ilschner, Traité des matériaux, N°19 : "Matériaux émergents, Edition Presses Poly techniques et Universitaires Romandes(2001) ".

[27] بديار ليلي, "آلية التحولات الطورية والتلبيد لمواد خزفية قاعدتها الصلصال المحلي المسيلة و الكاولان DD2 قالمة " مذكرة دكتوراة , جامعة بسكرة (2021).

[28] K. Traore, T. S. Kabre, Ph. Blanchartb," Gehlenite and anorthite crystallisation from kaolinite and calcite mix", 29 p.377–383, (2003).

[29] N. Yakoubi, "Thèse Doctorat", de l'Université Mohamad V -Agdal, Algérie, (2006).

[30] O. Cuisinier, "Thèse de Doctorat " de l'I.N.P.L, France, (2002).

[31] R. palanivel, G. Velraj, FTIR and FT-Raman spectroscopic studies of fired clay.

[32] M. A. Hilmi, "Métallurgie", Ed. Angelot, Egypte, p 100-300 (1977).

[33] Z. Adamis, R. B. Williams, Bentonite, Kaolin, selected Clay Minerals, Geneva: World Health Organization (2005).

[34] D. L Bish, R. B. Von Dreele , " Rietveld refinement of non-hydrogen atomic positions in kaolinite", p. 289-296, (1989).

[35] Y. G. Shi and G. L. Messing, J. Am. Céram. Soc., p 67-109, (1984).

[36] <https://m.marefa.org>.

[37] Terry A. Ring Fundamentals of Ceramic Powder Processing and Synthesis University Malaysia (1979).

[38] Mineral structure and Property Data TIO2 Group. University of Colorado.

[39] A.G. Evans, R.M.Cannon, "Toughening of Britten solids by martensitic transformations". Acta Met. 34. (1986).

[40] H. ABDIZADEH, " Thèse de Doctorat, Elaboration et caractérisation des composites duplex " Institut National Des Sciences Applique De Lyon, France (1997).

[41] قشي عبد الكريم , "تحضير ودارسة الخزفيات الكثيفة والمسامية المكونة من الانورثيت انطلاقا من الكاولان الكالسيت " ,مذكرة دكتوراة ,جامعة قسنطينة (2010).

[42] شحلاط سهام , "تحضير ودراسة خصائص الولسطنانيت المحضرة من كربونات الكالسيوم وأكسيد السيليسيوم " ,مذكرة ماجستير ,جامعة قسنطينة 2.

[43] جردير رقية "تحضير اغشية ودراسة بعض تطبيقاتها " ,مذكرة ماستر ,جامعة محمد الصديق بن يحي جيجل .

[44] ب. غويل, "تحضير ودراسة مساند للأغشية انطلاقا من مواد خزفية", مذكرة الماجستير, جامعة باتنة(2010).

[45] M. Chaupai, "Technique de l'Ingénieur", A. 2010, p 10-17 (1996).

[46] حرابي أسماء , "دراسة الخصائص الفيزيائية والنشاط الحيوي للهيدروكسيباتيت الطبيعي $(Ca_4)PO_6(OH)_2$ " ,مذكرة الماجستير ,جامعة قسنطينة (2009).

[47] A. Guechi "Préparation et étude des Céramiques denses et poreuses constituées d'anorthite à partir de kaolin et de calcite", Thèse de doctorat en sciences, Université de Constantine, Algérie, p 1-111, (2011).

[48] A. Harabi, " Etude des propriétés physiques et la bioactivité de droxyapatite naturelle" Thèse de Magister, Université, de Constantine, Algérie (2009).

[49] بودايرة بوخميس, "تحضير ودارسة الأغشية وحواملها انطلاقا من الكاولان (DD2) الكالسيت " , مذكرة الماجستير ,جامعة قسنطينة (2007).

[50] F. Bouzerara, " Porous ceramic supports for membranes prepared from kaolin and dolomamixtures ", Thèse doctorat en science, Université de Constantine, Algérie, (2005).

[51] R. palanivel, G. Velraj, FTIR and FT-Raman spectroscopic studies of fired clay .

[52] حواسي وسبع, "دأرسة وأأضأئر مسأند لأشراأأ أزفأفة من مواد مألفة للأنفأفة المأكرونية ", مأذكرة مأسأر 2021, أامعة بسكرة .

[53] 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 CaCO₃ ". Desalination and Water Treatment. 57 p5258–5265, (2016).

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

[55] J. maurel, "Osmose Inverse et ultrafiltration, II Technologie et application", Technique de l'Ingénieur 2796, P 1-16.

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

[57] M. BELALIA, S. Zahia , " Préparation des membranes à base des matériaux polymères et inorganiques ", Diplôme de Master, Université AbouBakrBelkaid – Tlemcen .,2018

[58] أرفف أألد , "د أرسة وأأضأئر أوامل أزفأفة لأشراأأ انألاقا من الصلصال و الكالسأف ", (مأذكرة مأسأر , أامعة بسكرة).

[59] 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).

[60] 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).

[61] 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).

الفصل الثاني

دراسة المواد الأولية والطرق التجريبية

II. المقدمة

سوف نهتم في هذا الفصل بدراسة المواد الأولية المستخدمة في تحضير دعائم خزفية، حيث نقوم بمجموعة من التحاليل كيميائية وفيزيائية التي تم إجراؤها على العينات لمعرفة تركيب هذه المواد وكذلك بعض الخصائص المميزة وسلوكها اثناء المعالجة الحرارية والمتمثلة في التحليل بواسطة الاشعة تحت الحمراء والتحليل بواسطة الاشعة السينية.

كما سوف سنتطرق لمختلف مراحل التحضير المتبعة وبعض الأجهزة المستخدمة.

II.1- طرق التجريبية المتبعة في دراسة دعائم خزفية:**II.1.1- انعراج الاشعة السينية RX**

من أجل معرفة الأطوار البلورية المتشكلة للمساحيق المحضرة قمنا بالتحليل الكيفي للمساحيق المعالجة حراريا وغير معالجة بواسطة جهاز حيود الأشعة السينية، توجد عدة طرق لتسجيل انعراج الأشعة السينية حيث تعتمد على الشكل الذي تتواجد عليه العينة، ولا يتم انعراج هذه الأشعة إلا إذا تحقق فيها توافق القيم θ و λ وكذلك يجب ان يتحقق فيها قانون براغ [1]:

$$2d_{hkl} \sin\theta = \lambda$$

1

حيث :

n : رتبة الانعراج.

θ : زاوية الانعراج.

λ : طول موجة الأشعة السينية.

d_{hkl} : البعد بين المستويات البلورية.

وبالتالي يتم الحصول على الثنائيات (I, d_{hkl}) انطلاقا من المخطط وتكون مميزة لكل مركب أو عنصر، حيث أنه تم إعداد قوائم مسبقا وضعت على شكل كتب في نظام بطاقات تعريف A.S.T.M أما مؤخرا 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 [2].

II.1.2- مطيافية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه (FTIR)

تستعمل مطيافية الأشعة تحت الحمراء للتعرف على الأطوار البلورية واللابلورية بإعطاء معلومات عن الجسيمات الخاصة بمختلف الأطوار الموجودة في العينة كما أنها تمكننا من التعرف على بنية هذه العينة دون التأثير على خصائصها حيث ينحصر مجال الأشعة بين $0.7\mu\text{m} - 50\mu\text{m}$ وهو ما يعرف بالمجال المتوسط [3]. تتكون المادة من الجزيئات التي بدورها تتشكل من ذرات ترتبط فيما بينها بروابط كيميائية ذات اهتزازات مركزية لذا يمكن تشبيه الجزيء بمجموعة هزازات توافقية، هذه الهزازات تملك رنين ناتج عن الاضطراب بجوار حالة الاستقرار، مطيافية الأشعة تحت الحمراء تسمح بمعرفة ودراسة هذا النوع من الاهتزازات عند خضوع عينة لطيف كهرومغناطيسي يشمل مجال الأشعة تحت الحمراء [4]. تحليل طيف الأشعة النافذة تسمح بمعرفة عصابات الامتصاص الحادثة عند أطوال موجية معينة.

II.2 د ارساة المواد الأولية

II.1.2.1 الصلصال

يعتبر الصلصال من المواد الخام المحلية، والغرض من اختياره وفترته الطبيعية وسعره المنخفض كما يمتاز بالاستقرار الحراري [5]، [6]، حيث يعتبر في بحثنا هذا المادة الأساسية لتحضير المساند. فقد تم الحصول عليه من بلدية لوطاية منطقة حمام سيدي الحاج ولاية بسكرة، فهو يتميز بلون بني. تكتسب 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 المكونات أساسا السيليس SiO_2 بنسبة 45.82% الألومين Al_2O_3 بنسبة 15.78% .

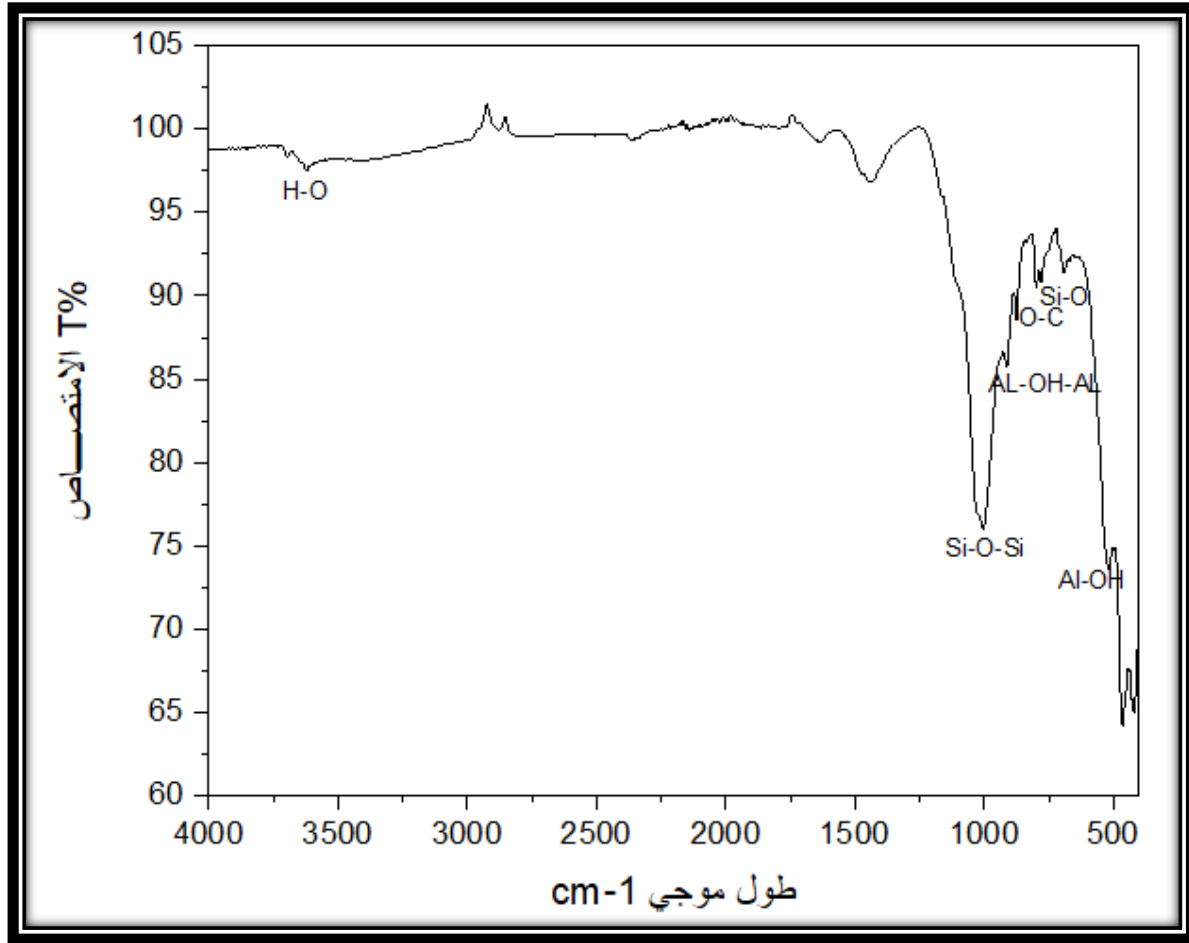
المكونات	PAE	Cl	Na_2O	K_2O	SO_3	MgO	CaO	Fe_2O_3	Al_2O_3	SiO_2
نسبة الوزنية%	12.93	0.230	0.34	1.86	2.11	2.60	9.40	5.66	15.78	45.82

الجدول (II.1): التركيب الكيميائي للصلصال.

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 Perkin Elmer حيث تم المسح في مجال التردد المحصور بين (4000cm^{-1} - 400cm^{-1}) للمادة، فطيف الامتصاص المتحصل عليه موضح في الشكل (2.II) أسفله ونميز عصابات الامتصاص التالية:

- عصابة الامتصاص: من 3600cm^{-1} إلى 3700cm^{-1} تدل على وجود الهيدروكسيل H-O حسب موقعه في الشبكة البلورية [5] (ثنائية ناتجة عن الرطوبة).
- عصابة الامتصاص: 1000cm^{-1} تعبر عن الاهتزازات التوافقية للرابطة Si-O-Si [7].
- عصابة الامتصاص: 910cm^{-1} تعبر عن الاهتزازات التوافقية للرابطة Al-OH-Al [8].
- عصابة الامتصاص: 885cm^{-1} تعبر عن الاهتزازات التوافقية لرابطة كربونات الكالسيوم O-C [7].
- عصابة الامتصاص: 796cm^{-1} تعبر عن الاهتزازات التوافقية لرابطة Si-O [7].
- عصابة الامتصاص: 697cm^{-1} تعبر عن الاهتزازات التوافقية لرابطة الألومين Al-OH [7].

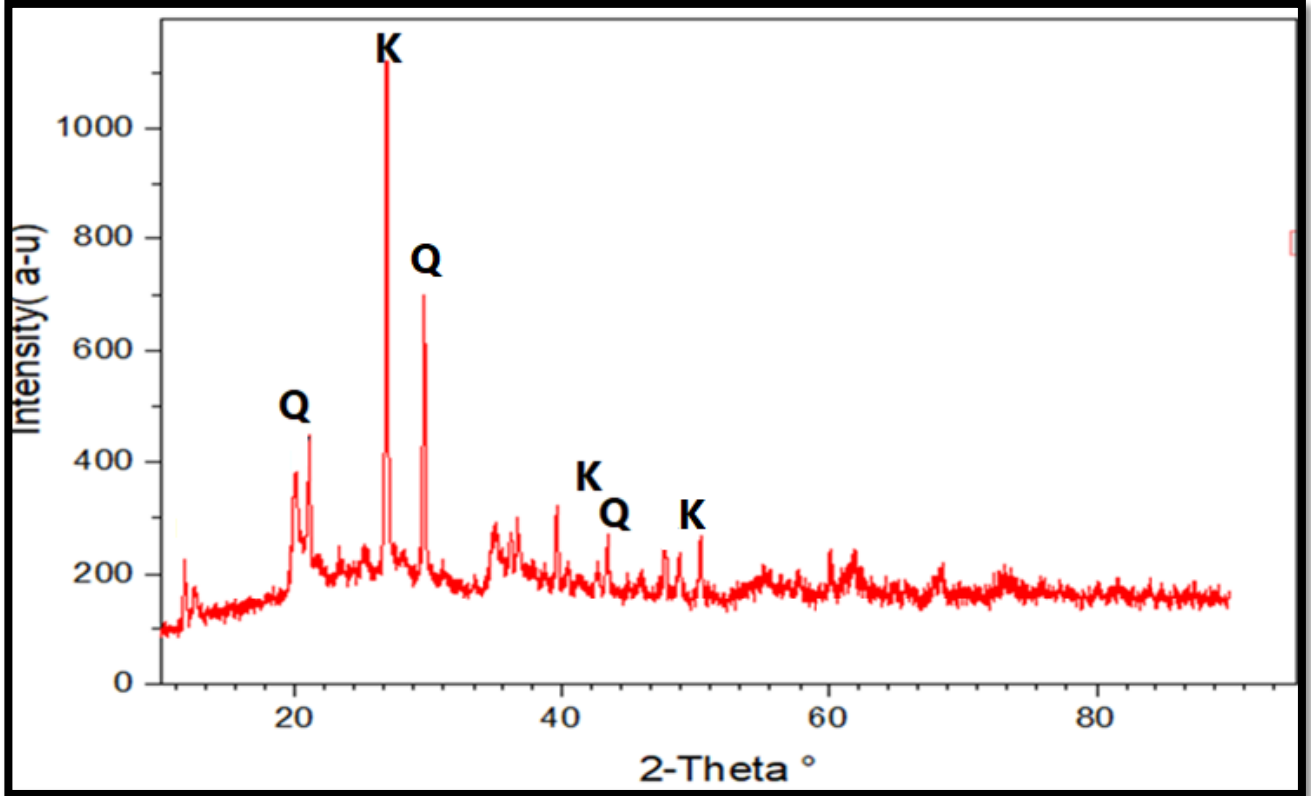


الشكل (1.II): طيف الامتصاص الاشعة تحت الحمراء للصلصال.

II 3.1.2 تحليل الصلصال بواسطة الأشعة السينية

باستخدام انعراج الأشعة السينية تم الحصول على الشكل (II. 2)، وبمطابقة طيف الانعراج مع بطاقات

ASTM تبين أن معظم خطوط الانعراج التابعة للكوارتز وبعض الشوائب من الكالسيت والالومين.



الشكل (2.II): طيف الانعراج للأشعة 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 [5]، حيث تتواجد هذه الأخيرة على شكل صخور وتتمثل صيغتها الكيميائية في $(CaCO_3)$ ، حيث لها دور أساسي 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 $28g/cm^3$ [9].

كربونات الكالسيوم يستعمل فيزيائيا أكثر من كيميائيا، ومن أهم خصائصها تفكك في درجة ومن أهم خصائصها هي أنها تفكك في درجات الحرارة المرتفعة لتعطي أكسيد الكالسيوم وغاز ثاني أكسيد الكالسيوم وفق المعادلة التالية:



2

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 (2.II).

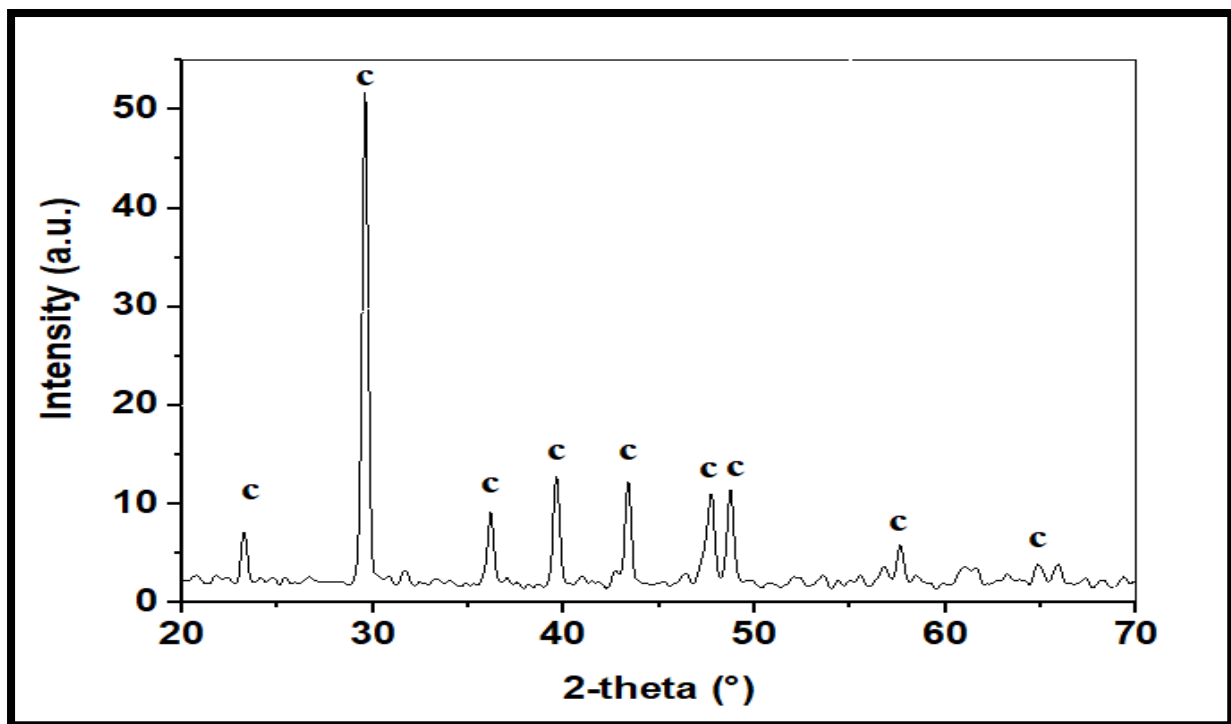
الجدول (2.II): التحليل الكيميائي لكربونات الكالسيوم

العناصر	SO ₃	Cl	MgO	CaO	K ₂ O	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Na ₂ 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 كربونات الكالسيوم بواسطة انعراج الأشعة السينية

من خلال نتائج انعراج الأشعة السينية الموضحة في الشكل (3. II)، وبمطابقة طيف الانعراج مع

بطاقات **A.S.T.M** تبين أن معظم خطوط الانعراج تابعة لكربونات الكالسيوم.

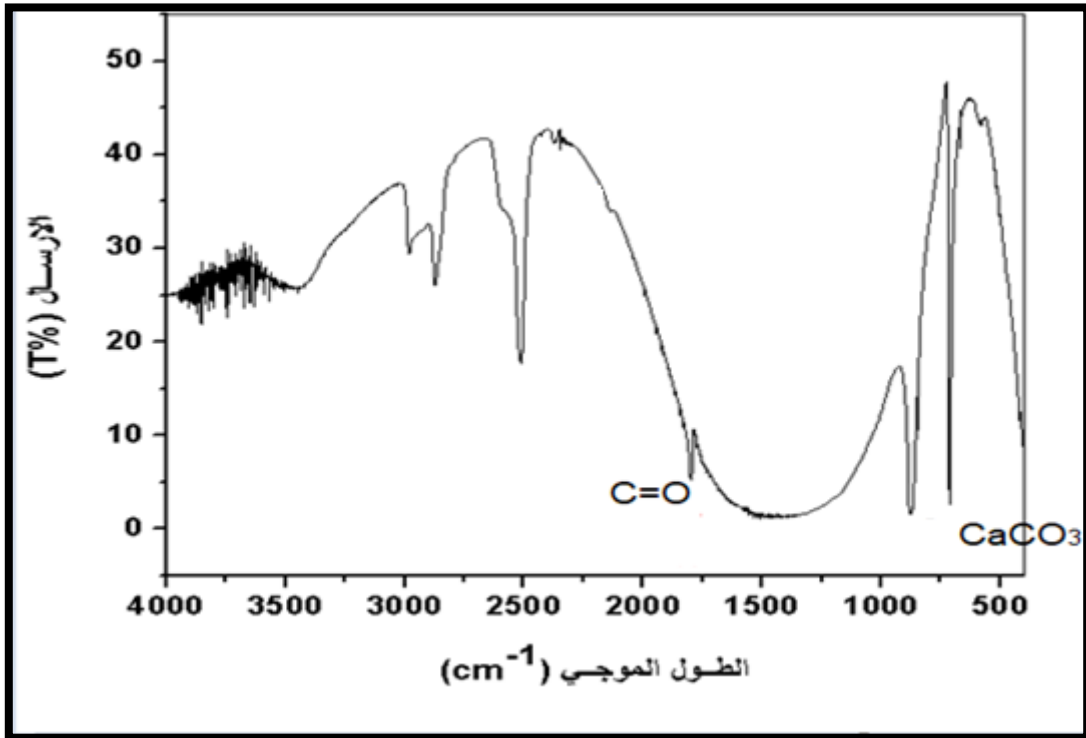


الشكل (3-II): طيف الانعراج للأشعة السينية لكربونات الكالسيوم.

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 (4000 إلى 400cm^{-1}) فتحصلنا على الطيف الموضع في الشكل (4.II). اين يمكن ان نميز العصابات الأساسية للامتصاص.

- العصابة 710.33cm^{-1} تعبر عن الاهتزازات التوافقية الرابط الكالسييت $[\text{10}]\text{CaCO}_3$.
- العصابة 872.69cm^{-1} تعبر عن الاهتزازات التوافقية الرابط $[\text{10}]\text{C-O-C}$.
- العصابة 1797.28cm^{-1} تعبر عن الاهتزازات التوافقية للرابط $[\text{10}]\text{C=O}$.
- العصابة 2345.16cm^{-1} تعبر عن الاهتزازات التوافقية للرابط $[\text{10}]\text{SiO}$.



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

3.II. إضافات العضوية

تمت إضافة مادة عضوية والمتمثلة في الميوسال (3غ)، Méthocel والغرض من هذه الأخيرة هو تحسين الخواص المرنة وقابلية التشكيل للعجينة الخزفية.

4.II. تحضير حوامل من الصلصال وكربونات الكالسيوم

من أجل تحضير حوامل خزفية من الصلصال، تم إتباع مراحل التالية كما هي موضحة في الشكل (5.II). حيث يتم في البداية سحق المواد الأولية والمتمثلة في الصلصال وكربونات الكالسيوم سحقاً جيداً كليهما ثم غربلتها بواسطة غربال يقدر قطره بحوالي 250µm، وبعد ذلك نقوم بأخذ كمية من الصلصال بنسبة وزنية تقدر بحوالي 75غ نسبة بتقريب 75% و 25غ من كربونات الكالسيوم (CaCO₃) وكذلك يتم إضافة 3g وزناً من المادة العضوية والمتمثلة في (الميوسال)، وذلك لتحسين خصائص العجينة لتسهيل عملية التشكيل. بعدها نقوم مباشرة بمزج الخليط جيداً بواسطة خلاط كهربائي وذلك بإضافة كمية من الماء تقدر بحوالي 100ml 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 جيداً. بعد تحضير العجينة تتم وضعها في جهاز خاص الذي يسمى بجهاز البثق كم هو موضح في شكل (12.II) وذلك لتحضير عينات على شكل أنابيب هذه العملية تسمى بعملية الاستخراج، وبعد تشكل الأنابيب الخزفية يتم وضعها مباشرة فوق أسطوانات خاصة مصنوعة من الألمنيوم، حيث تتحرك بحركة دائرية وتترك لمدة 24 ساعة وذلك بغرض جعل الأنابيب تجف بشكل متجانس مع محافظة على شكلها.

II 2.4. المعالجة الحرارية

بعد الانتهاء من عملية تحضير العينات نقوم بمعالجتها عند درجات حرارة مختلفة (1160°C، 1150°C، 1140°C) و مدة ساعة في فرن ، نقوم بضبط فرن على كل دقيقة تقبلها C° 7 درجات حرارة ترتفع هذا بإتباع المخطط المبين في الشكل (5.II).



الشكل (5-II): اهم الخطوات المتبعة في تحضير حوامل خزفية من الصلصال.



الشكل (6.II): صورة لعملية السحق يدويا.



الشكل (7.II): صورة لعملية الغربلة.



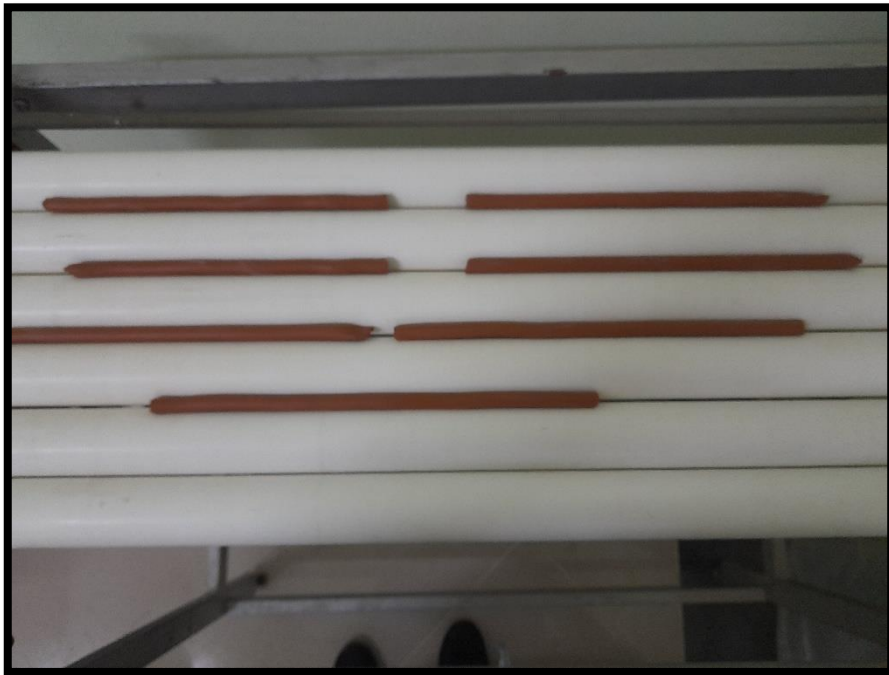
الشكل (8.ii): الميزان الحساس الإلكتروني.



الشكل (9.ii): صورة للخلاط الكهربائي.



الشكل (10.ii): صورة لجهاز الاستخراج (البثق).



الشكل (11.ii): صورة الأسطوانات التجفيف.



الشكل (12.II): صورة للفرن الكهربائي.

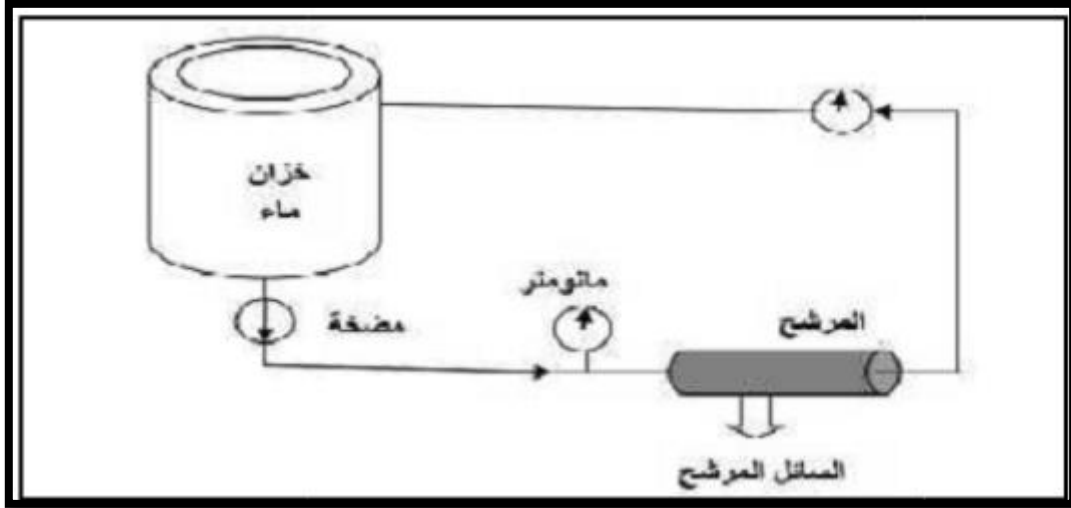


الشكل (13.II): صورة لبعض العينات من الحوامل بعد المعالجة الحرارية بين 1140°C -

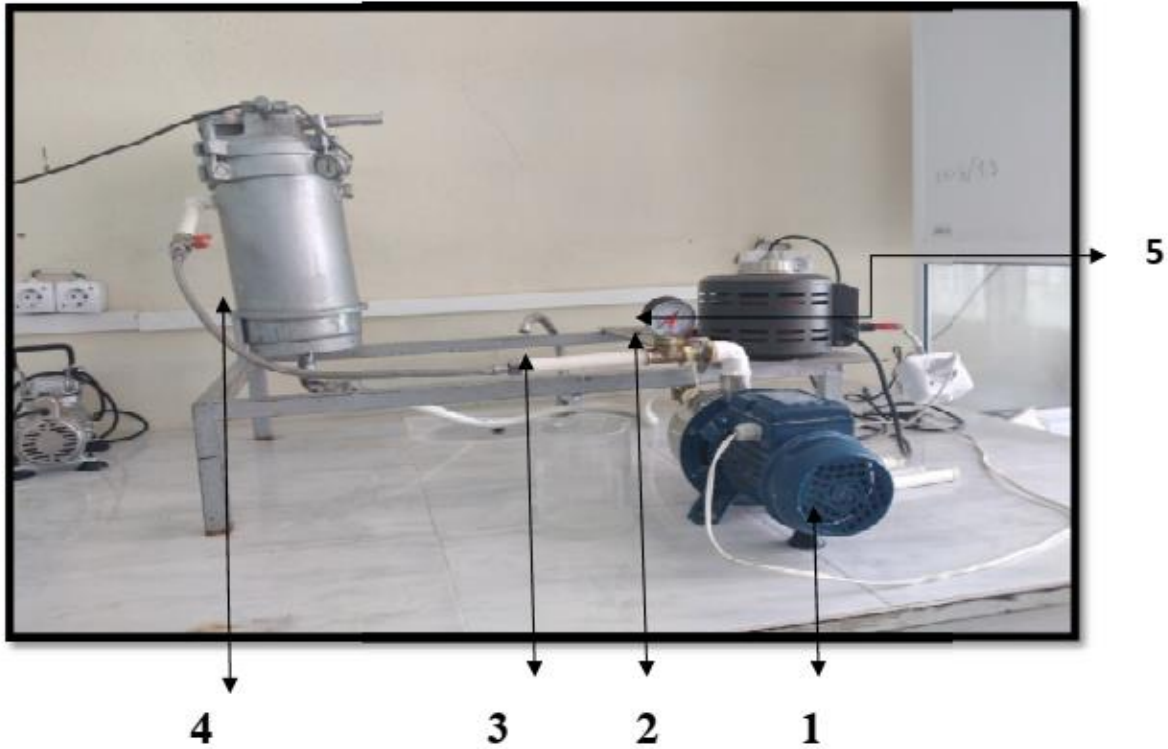
(1170).

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 (15.II) صورة لجهاز قياس نفاذية، والشكل (14.II) رسم تخطيطي مبسط للتركيب المستخدمة لدراسته.



الشكل (14.II): رسم تخطيطي الاختبار نفاذية [8].



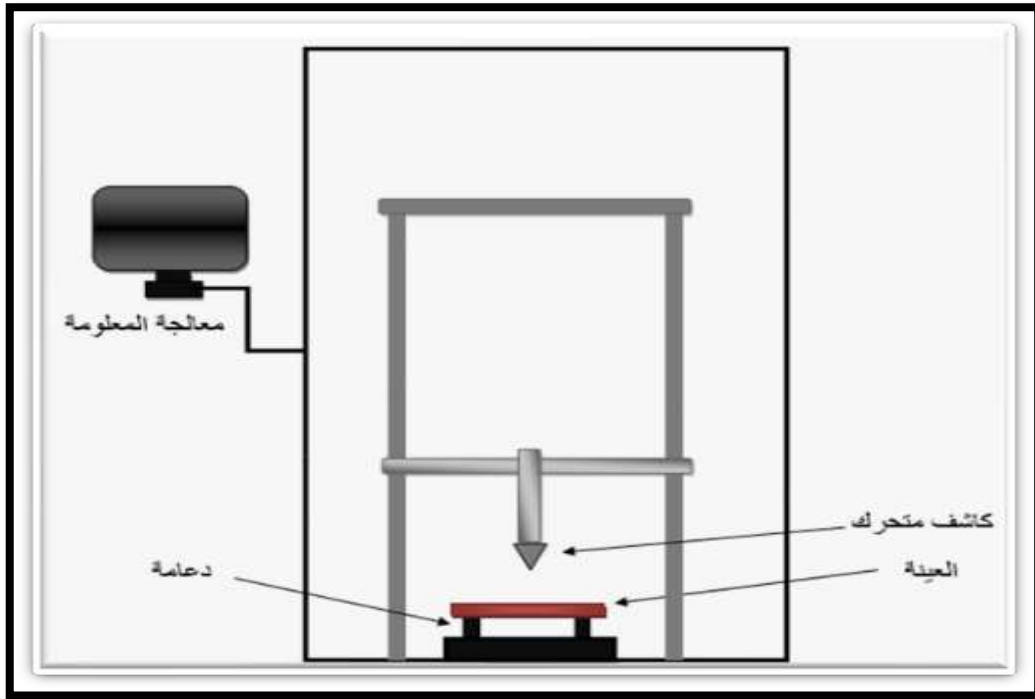
الشكل (15.II): صورة لجهاز قياس النفاذية.

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

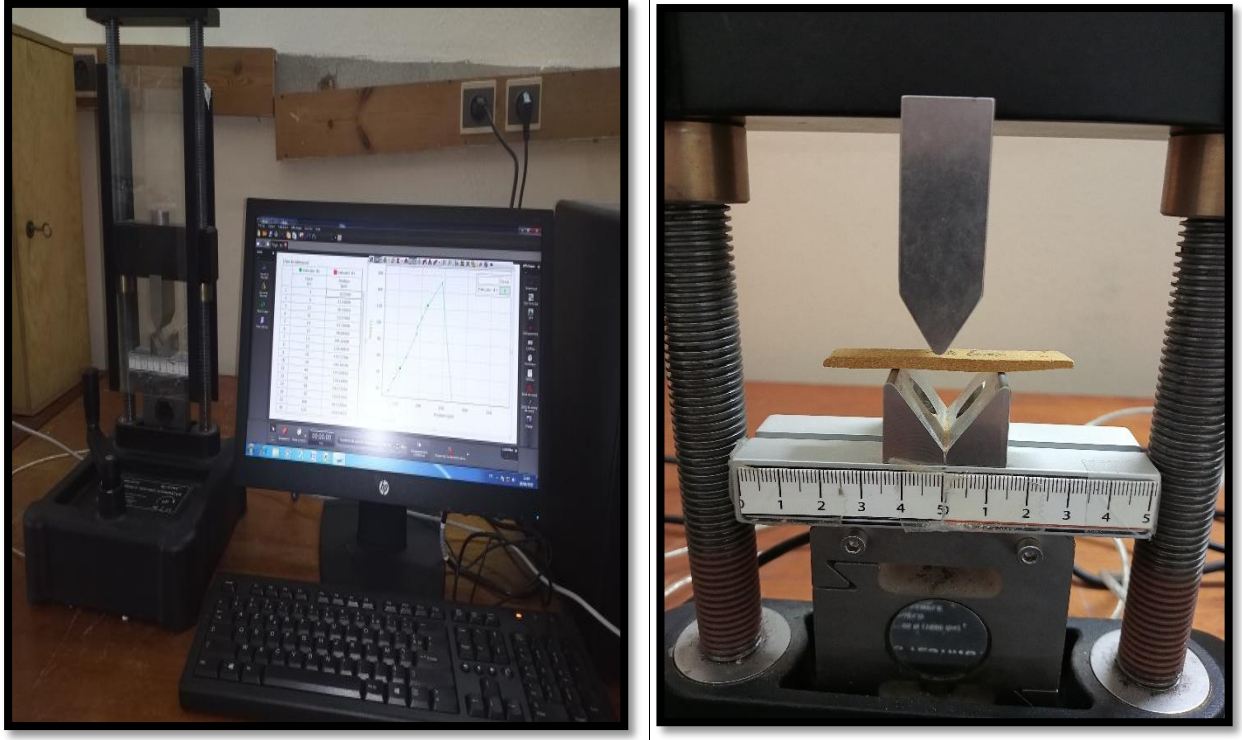
الجدول (3.II): يوضح عناصر لجهاز قياس النفاذية.

2.5.II اختبار الثني ذو الثلاثة نقاط

لحساب إجهاد الثني تم تحضير عينات لها شكل متوازي المستطيلات وبعد المعالجة الحرارية يتم قياس أبعادها النهائية (الطول والعرض والسمك) باستخدام القدم القنوية (بدقة 0.01mm). حيث يقوم اختبار الثني ذو ثلاثة نقاط يقوم على مبدأ قياس الثنائية (قوة التشوه). حيث يتم تطبيق قوة على العينة وبواسطة الكاشف يتم تسجيل قيمة التشوه الحاصل [11].



الشكل (16.II): رسم تخطيطي مبسط لجهاز اختبار الثني.



الشكل(17.II): صورة لجهاز اختبار اثني.

1.6.II اهم الأجهزة المستعملة

1.6.II الفرن الكهربائي

ثم استعمال فرن كهربائي من نوع NaberTherm وذلك لمعالجة الحرارية للعينات والتي تصل درجة حرارته القصوى الى 3000°C - 30°C .



الشكل (18.II): صورة الفرن الكهربائي.

2.6.II. الميزان الحساس

تم استعمال ميزان AXIS ذو دقة قياس تصل الى $d=0.0001g$ (كم موضح في شكل (20.II)).



الشكل (19.II): الميزان الحساس الإلكتروني.

3.6.II. الخلاط الكهربائي

تم استخدام الخلاط الكهربائي SINMAG لمزج المسحوق مع الماء بشكل متجانس. (كم موضح في الشكل اعلى (9.II)).

4.6.II. عملية السحق

تتم عملية السحق باستخدام اليدوي.

5.6.II. جهاز الاشعة تحت الحمراء

لتحليل بنية المسحوق استعملنا جهاز PerkinElmer كم موضح في شكل (20.II)، حيث تم المسح في المجال ($400\text{cm}^{-1} - 4000\text{cm}^{-1}$).



الشكل (20.II): صورة لجهاز الاشعة تحت الحمراء.

6.6.II. جهاز انعراج الاشعة السينية

استعملنا جهاز من نوع Rigaku MiniFlex 600.



الشكل (21.II): صورة جهاز انعراج الاشعة السينية.

- [1] J. Michael Hollas, Modern Spectroscopy, Ed Wiley (1974).
- [2] R. S. Bouynton, "Chemistry and Technology of Lime and limestone", (1966).
- [3] B. Stuart, Infrared Spectroscopy : Fundamentals and Applications, Ed Willey (2004).
- [4] T. Hayashi and H. Saito, "Preparation of CaO-SiO₂ glasses by the gel method", J. mater. Sci., 15, pp 1971, (1980).
- [5] 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).
- [6] Boudaira . B , Harabia . A , Bouzerara . F, Condom. S , " Preparation and characterization of microfiltration membranes and théier supports using kaolin (DD₂) and CaCO₃" , Desalination and Water Treatment. 9,P142–148 (2009).
- [7] خرفي خالد , "د ارسه وتحضير حوامل خزفية للشرائح انطلاقا من الصلصال و الكالسيت " ,مذكرة ماستر ,جامعة بسكرة.
- [8] شرشار زهية " , د ارسه وتحضير مساند خزفية انطلاقا من مواد أولية محلية , " مذكرة ماستر, جامعة بسكرة 2016.
- [9] غويل بوجمعة " , تحضير ود ارسه مساند الأغشية انطلاقا من مواد خزفية , " مذكرة الماجستير, جامعة باتنة(2010).
- [10] زنيخري فهيمة " , تحضير ود ارسه مرشحات وحواملها انطلاقا من مواد أولية محلية" , مذكرة الماجستير, جامعة قسنطينة 2, (2008).
- [11] حواسي وسبع , "د ارسه وتحضير مساند لشرائح خزفية من مواد محلية للتنقية الميكرونية " , مذكرة ماستر ,جامعة بسكرة (2021).

الفصل الثالث

النتائج ومناقشتها

III. مقدمة

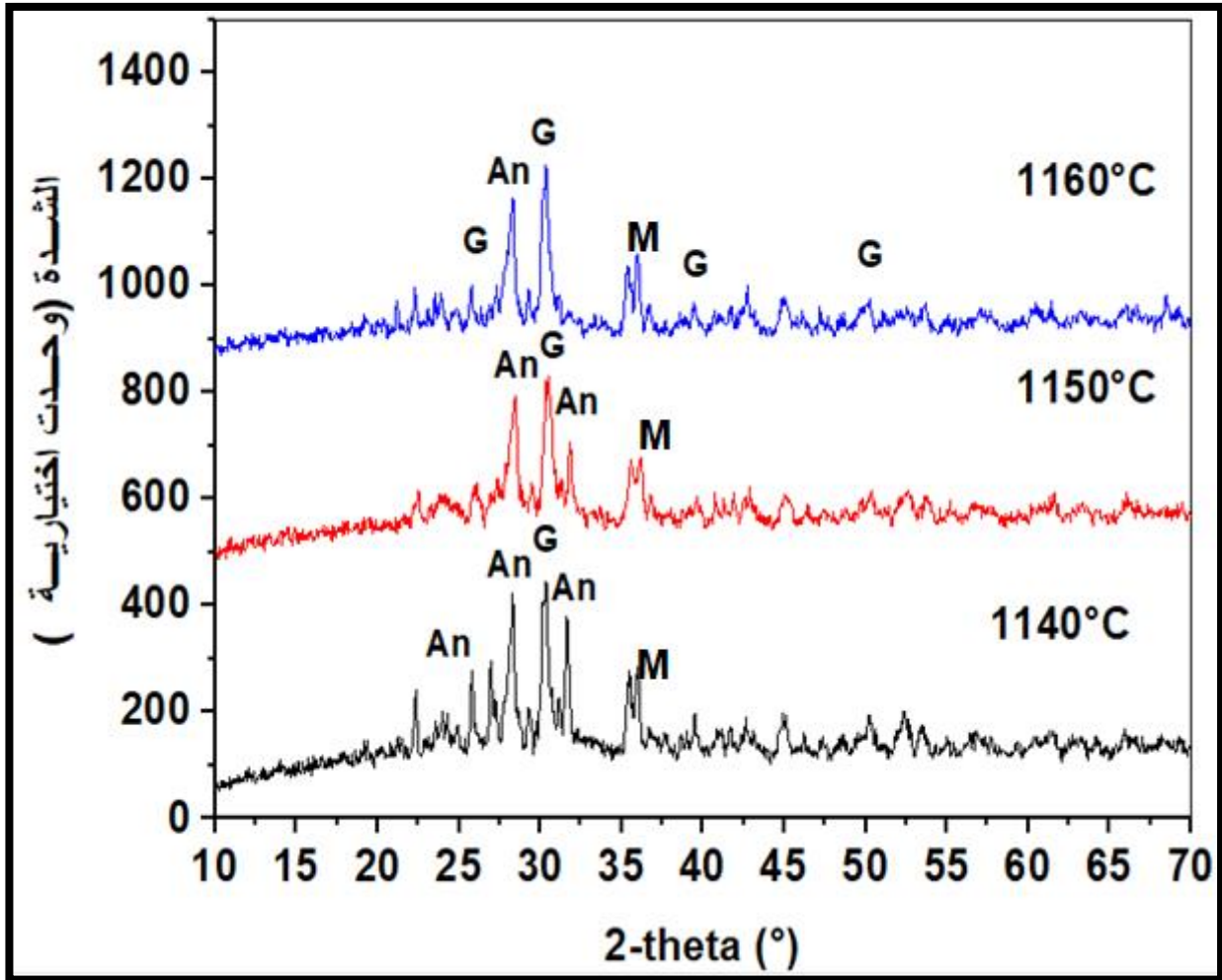
يحتوي هذا الفصل على أهم النتائج التجريبية المتحصل عليها إضافة إلى محاولة مناقشتها، والهدف من البحث هو دراسة بعض خصائص للدعائم (المساند) الخزفية المحضرة، وإنطلاقاً من مواد أولية متمثلة في كل من الصلصال وكربونات الكالسيوم المتوفرة بكثرة في بلادنا.

III.1 دراسة المساند المحضرة من الصلصال وكربونات الكالسيوم

بعد تحضير المساند خزفية انطلاقاً من مادة الصلصال والتي تقدر بنسبة 75% ومادة الكالسيوم بنسبة 25% كما وضحنا ذلك في الفصل السابق فقد تحصلنا على المساند ذات لون بني فاتح، بعدها نقوم بدراسة هذه المساند وذلك بأجراء اختبار النفاذية، حيث توصلنا الى نتائج جد مقبولة وهذا ارجع لكون ان المادة الأولية المستخدمة ذات جودة عالية.

III.2 التحليل بواسطة الأشعة السينية

يمثل (الشكل III.1) مخططات انعراج الاشعة السينية العينات محضرة من الصلصال والكالسيوم والتي تمت معالجها في درجات حرارة مختلفة، حيث لاحظنا وجود ثلاث اطور غالبية يتمثل في كل من: الأنورثيت (Anorthite) صيغتها الكيميائية $(CaO, Al_2O_3, 2SiO_2)$ ، الجيهلينيت (Guehlinite) صيغتها الكيميائية $(Ca_2Al_2SiO_7)$ ، الميليت (mullite) صيغتها الكيميائية $(3Al_2O_3, 2SiO_2)$. يعتبر الأنورثيت هو الطور الغالب في العينتين المعالجة عند درجات الحرارة $(C^\circ 1150 - C^\circ 1140)$ أما في العينة المعالجة درجة حرارة $(C^\circ 1160)$ فهو الجيهلينيت فهو طور الغالب، اما طور الميليت فيمثل نسبة ضعيفة أمام الطورين السابقين.



الشكل(1.III): مخططات انعراج الاشعة السينية العينات محضرة من الصلصال و كربونات الكالسيوم.

3.III الخصائص الميكانيكية

لدراسة الخصائص الميكانيكية وذلك بأجراء اختبار الثني ذو ثلاث نقاط، اين تم استخدام عينات ذات شكل متوازي المستطيلات وابعادها معلومة، حيث يتم قياس مقاومة الشدة واجهاد الثني والنتائج المتحصل عليها كما هي مدونة في الجدول (1.III)، والمتمثلة في الشكل(2.III) والشكل (3.III).

يتم حساب مقاومة الثني واجهاد الثني باستخدام العلاقة التالية:

$$\sigma_t = 3. L. F / (2. b. h^2) \longrightarrow \boxed{1}$$

$$\sigma_f = 2.7 * \sigma_t \longrightarrow \boxed{2}$$

حيث:

σ_t : مقاومة الثني.

σ_f : اجهاد الثني.

F: القوة التي تنكسر العينة عندها.

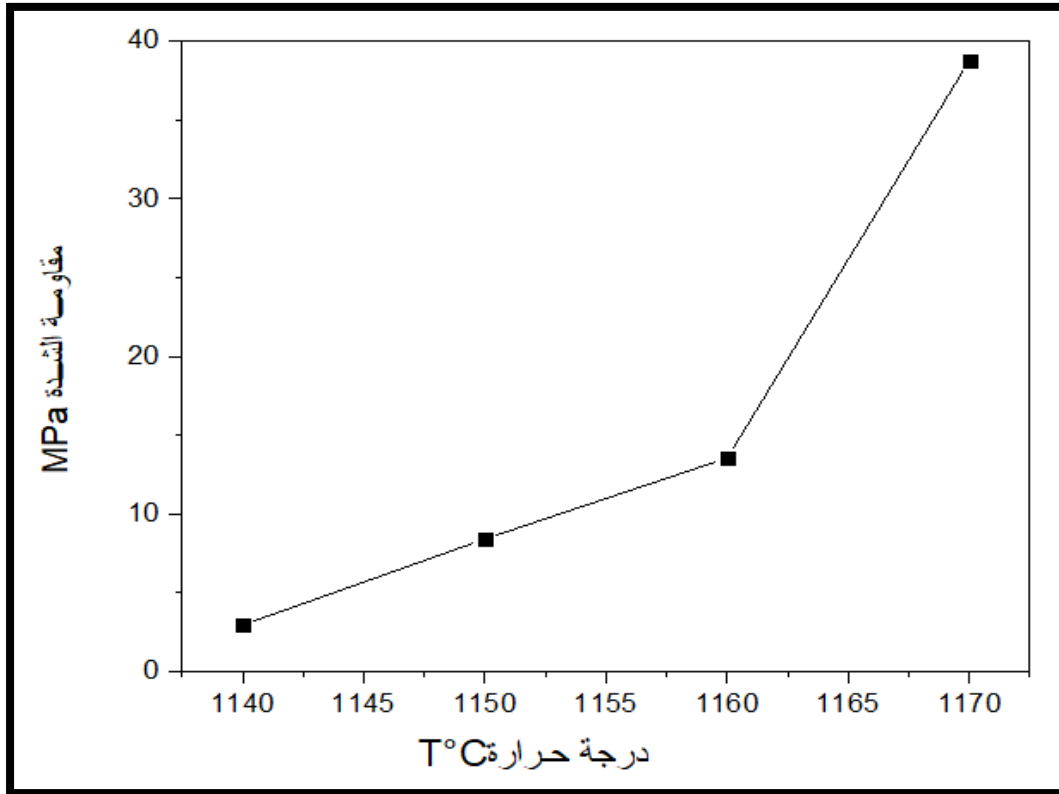
L: طول العينة ويقدر ب 3cm في تجربتنا هذه.

b: عرض العينة.

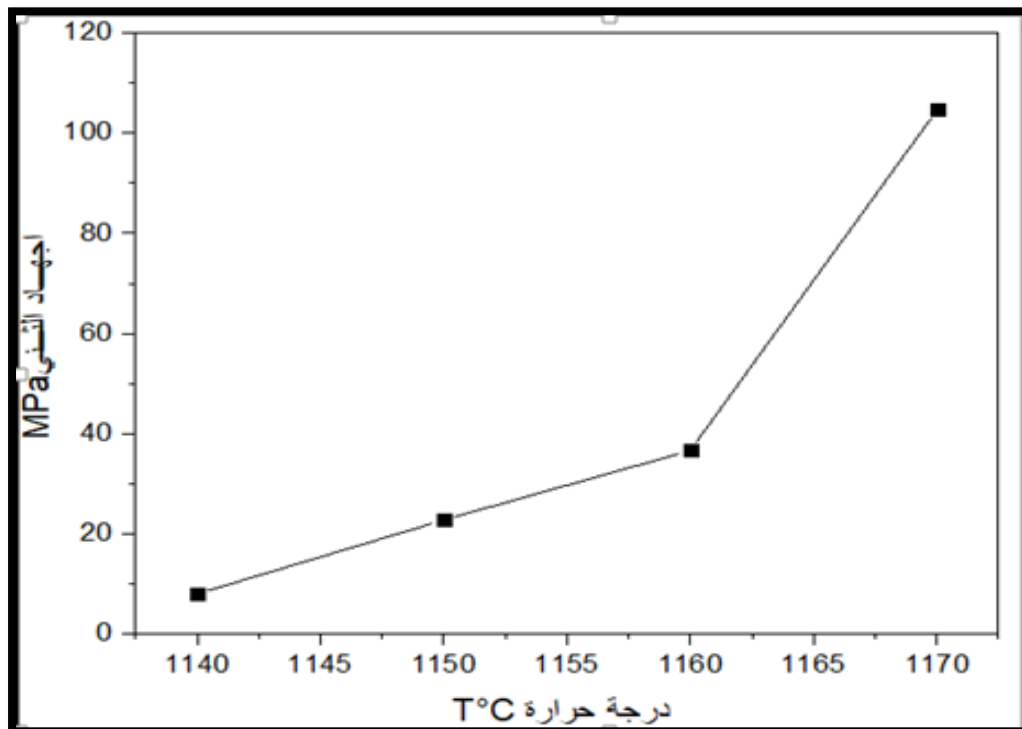
h: سمك العينة.

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

اجهاد الثني (σ_f (MPA)	مقاومة الشدة (σ_t (MPA)	درجة الحرارة (C) T°
8,00	2,96	1140
22.74	8.42	1150
36.62	13.56	1160



الشكل (2.III): تغير مقاومة الشدة بدلالة درجة حرارة.



الشكل (3.III): تغير اجهاد الشني بدلالة درجة حرارة.

انطلاقاً من النتائج المتحصل عليها والمتمثلة في الشكل (2.III)، حيث نلاحظ ان هناك زيادة خطية في قيمة اجهاد الثني ومقاومة الشد في المجال (1140°C الى 1160°C) كما نسجل في المجال (1160°C) زيادة معتبرة في قيمة الاجهاد وذلك بسبب اتحاد حبيبات المادة فيما بينها وتكاثفها نتيجة التليد الحراري مع ارتفاع في درجات الحرارة وهذا ما يحسن في خصائصها الميكانيكية. وهذه النتائج تعتبر جيدة بالمقارنة [1][2].

4.III اختبار المساند (الحامل)

تعتمد عملية اختبار الدعيمة على الخصائص الميكانيكية وكذلك أبعاد الفراغات ونسبة توأجدها وعلى هذا الأساس وقع اختبارنا على الدعيمة المعالجة عند 1150°C لأن خصائصها الميكانيكية جد مقبولة مقارنة مع باقي الدعائم.

5.III اختبار النفاذية

يهدف هذا الاختبار إلى معرفة مدى فعالية المساند المحضرة وحساب نفاذيتها، قبل اجراء الاختبار تم وضع العينات في الماء المقطر لمدة تدوم 24 ساعة بهدف الوصول الى استقرار التدفق في وقت وجيز.

1.5.III. تغير التدفق بدلالة الزمن

لقد قمنا بقياس التدفق المساند 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 (0.9bar-0.6bar-0.3bar)، ثم قمنا بحساب التدفق ϕ باستعمال العلاقة التالية:

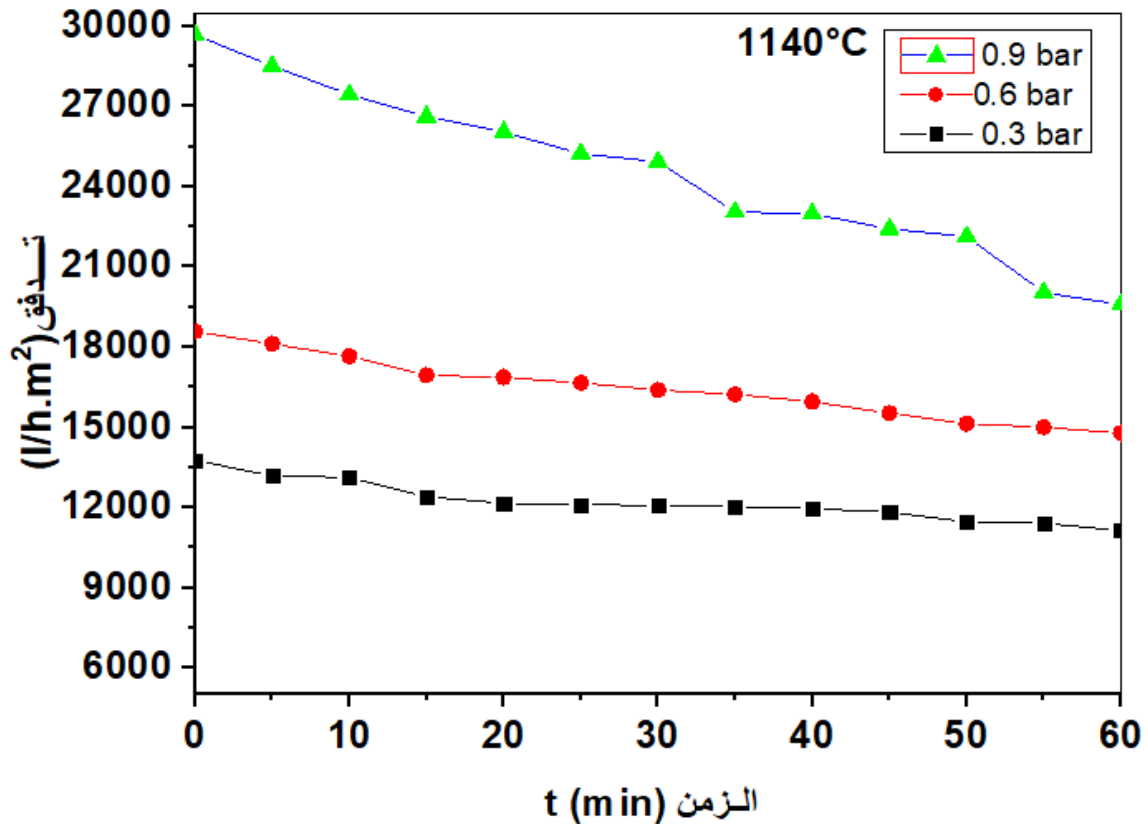
$$\phi = V / (S * t) \longrightarrow \boxed{3}$$

حيث:

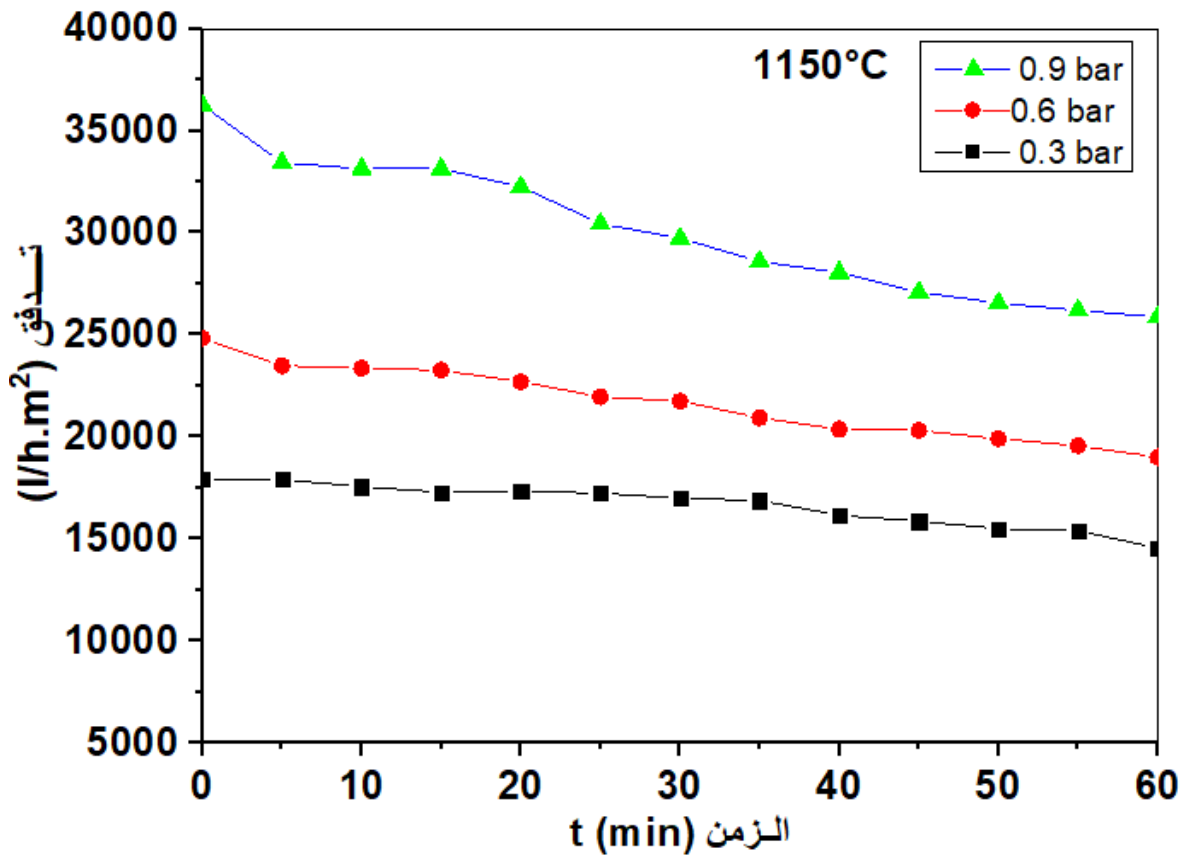
$S = 2\pi r l$: مساحة سطح الدعيمة.

V : حجم الماء المتدفق عبر الأنبوب.

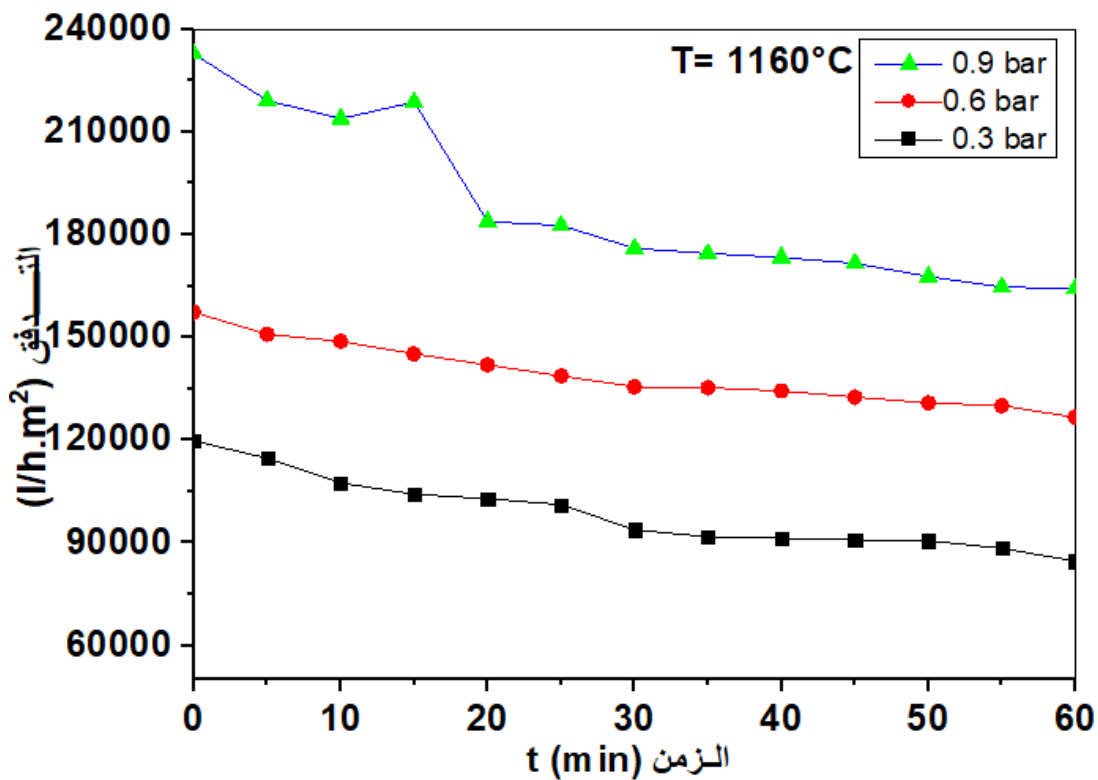
t : زمن الحصول على الحجم v .



الشكل (4.III): التغيرات التدفق بدلالة الزمن والضغط عند درجة الحرارة $1140^\circ C$.



الشكل (5.III): التغيرات التدفق بدلالة الزمن والضغط عند درجة الحرارة 1150°C.



الشكل (6.III): التغيرات التدفق بدلالة الزمن والضغط عند درجة حرارة 1160°C.

تبيين الاشكال (4.III) (5.III) (6.III)، تغيرات التدفق بدلالة الزمن من اجل قيم مختلفة من الضغط المطبق على الحوامل (0.9bar-0.6bar-0.3bar)، حيث نلاحظ ان في الفترات الأولى ينخفض التدفق تدريجيا وبمرور حوالي 40 دقيقة من الزمن يصبح تقريبا مستقرا، ففي الحامل الذي درجة حرارته 1160°C عند ضغط 0.9 bar يكون الانخفاض في التدفق سريعا حتى اللحظة بحوالي 16 دقيقة أين يصبح شبه مستقرا.

5.2.III حساب معامل النفاذية k

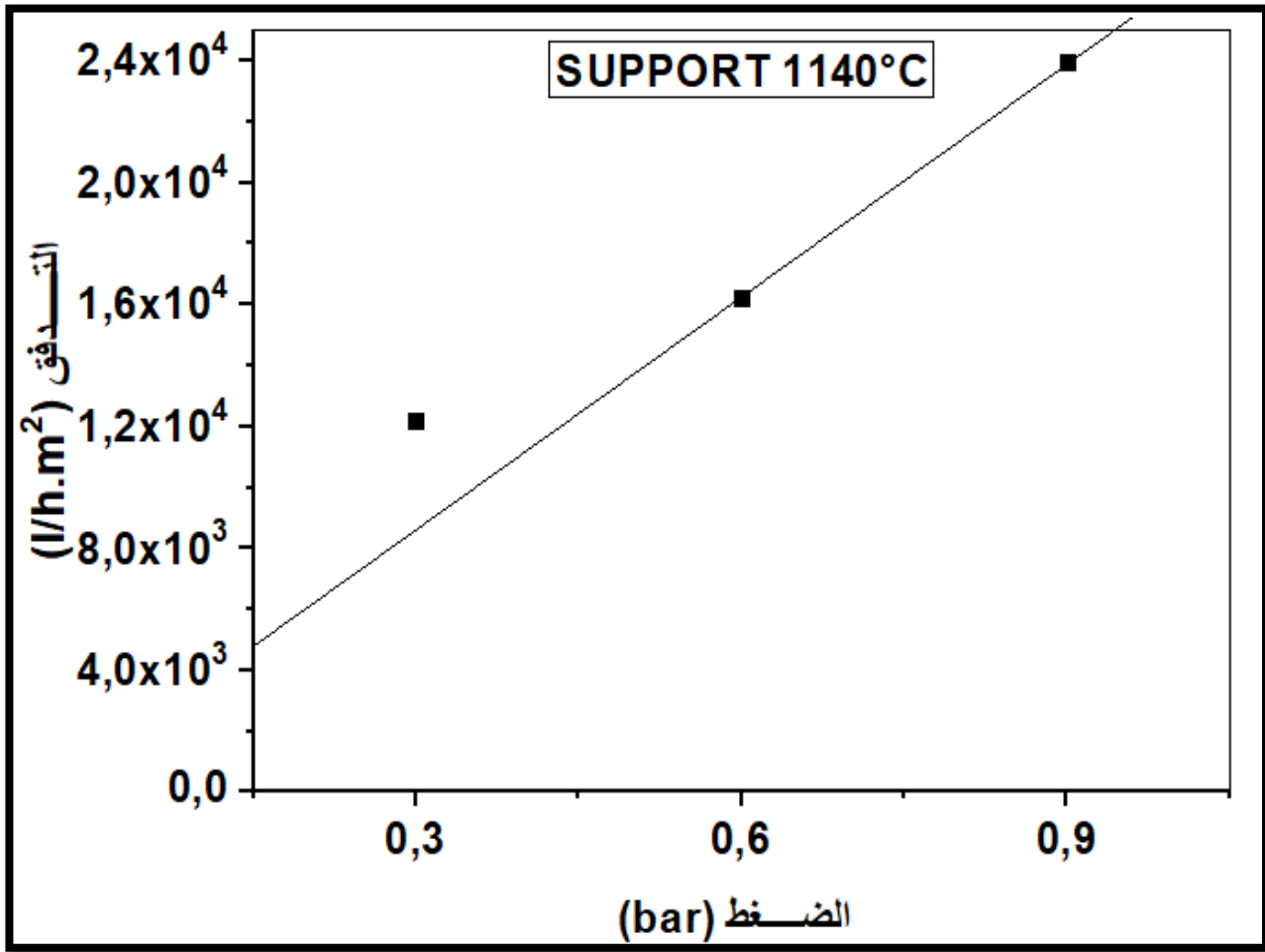
من أجل حساب معامل النفاذية k قمنا بدراسة تأثير الضغط على قيمة التدفق، فلقد قمنا بإجراء عدة قياسات لمعرفة هذا التأثير على حساب معامل النفاذية ونتائج هذه القياسات موضحة في الجدول (2.III) و(3.III) وكذلك الاشكال (7.III) (8.III) (9.III)، فالمنحنى المتحصل عليه عبارة عن خط مستقيم لا يمر بالمبدأ معادلته من الشكل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

الجدول(2.III): تغير التدفق بدلالة الزمن والضغط المطبق بالنسبة للعينات المعالجة عند درجة حرارة مختلفة.

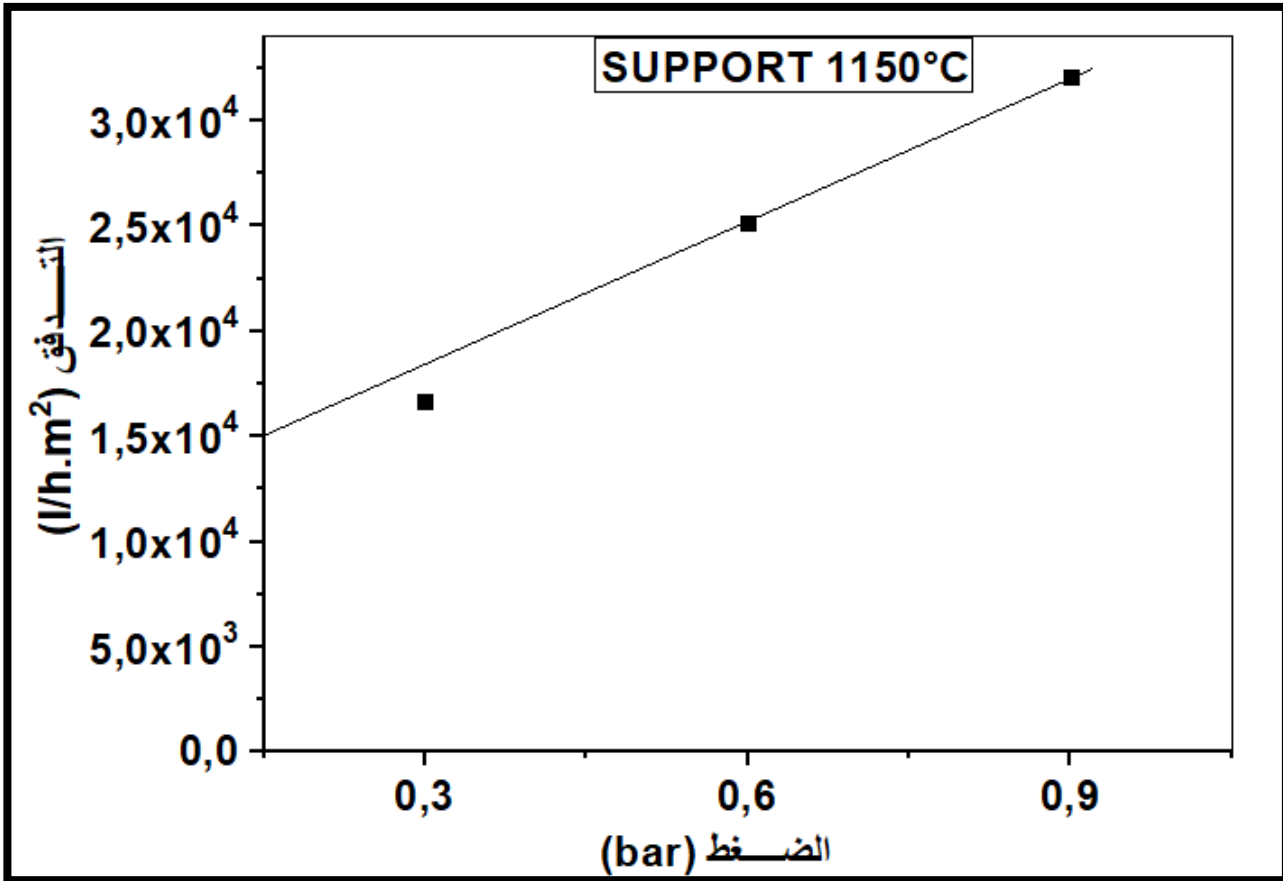
العينة المعالجة عند 1160°C		العينة المعالجة عند 1150°C		العينة المعالجة عند 1140°C	
التدفق (I/h.m ²)	الضغط المطبق (bar)	التدفق (I/h.m ²)	الضغط المطبق (bar)	التدفق (I/h.m ²)	الضغط المطبق (bar)
98598.39608	0.3	16679,2914	0.3	12208.37313	0.3
131873.83513	0.6	25134,2299	0.6	16216.84779	0.6
181962.80753	0.9	32087,08142	0.9	23994.97175	0.9

الجدول(3.III): قيمة معامل النفاذية بالنسبة للعينات المعالجة عند درجة حرارة مختلفة.

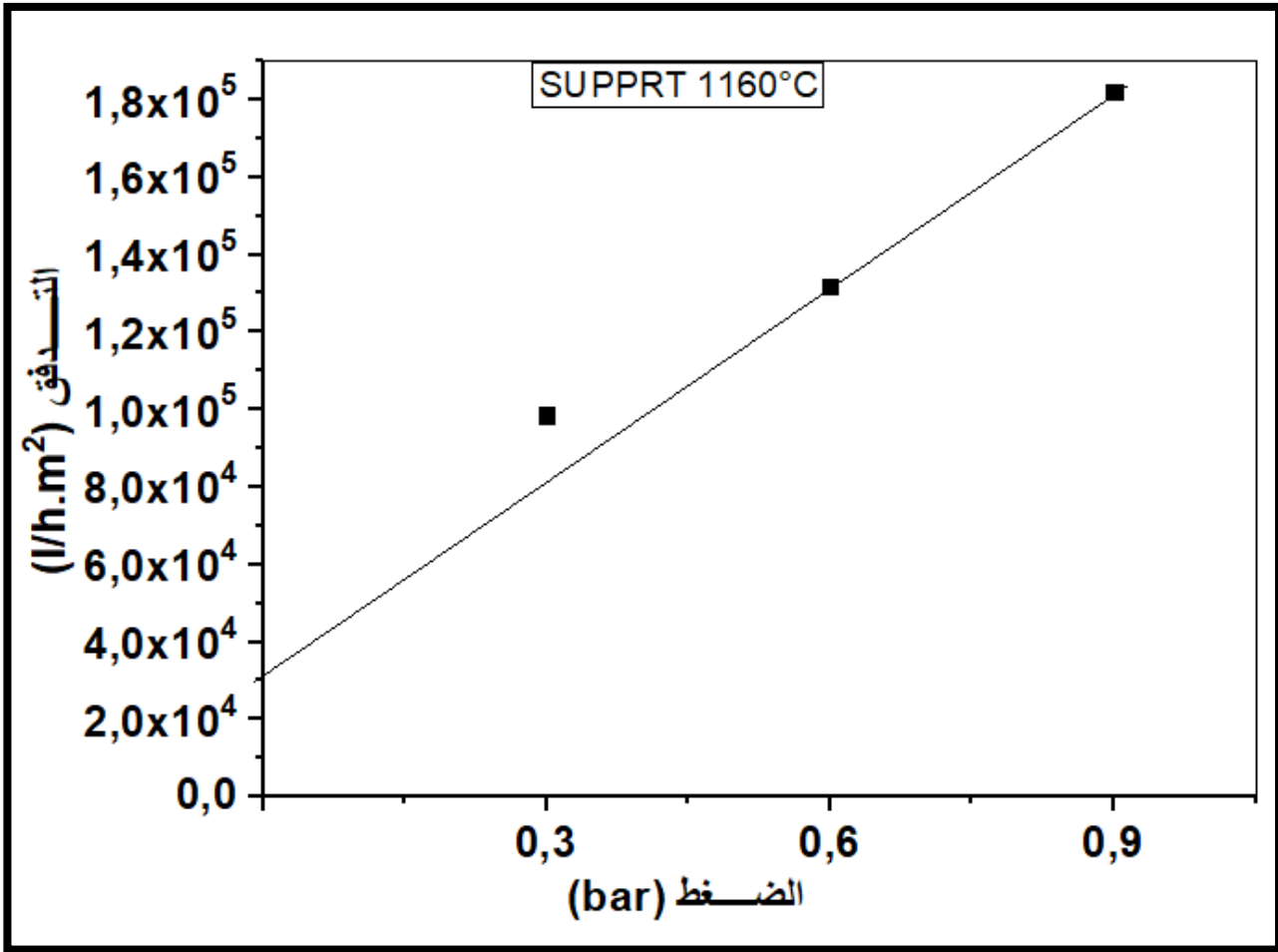
معامل النفاذية (I/h.. bar . m ²)	درجة حرارة ° C
18694.7432	1140
18985.64602	1150
168847.5639	1160



الشكل (7.III): تتغير التدفق بدلالة الزمن والضغط المطبق بالنسبة للعينة المعالجة عند 1140°C.



الشكل (8.III): تتغير التدفق بدلالة الزمن والضغط المطبق بالنسبة للعيينة المعالجة عند 1150°C.



الشكل (9.III): تتغير التدفق بدلالة الزمن والضغط المطبق بالنسبة للعيينة المعالجة عند 1160°C.

انطلاق من الجدول السابق نلاحظ ان معامل النفاذية k للعينات الثلاثة مرتفعا مقارنة ببعض المراجع وقد يعود ذلك لكبير مسامات هذه العينات.

- [1] السوفي الجميلة وبسرة يسرى "دراسة وتحضير دعائم لشرائح خزفية انبوية الشكل تستخدم لتصفية المياه المستعملة " مذكرة ماستر جامعة بسكرة (2022).
- [2] سيف الله سباع وسامي حواسي " دراسة وتحضير مساند لشرائح من مواد محلية للتقنية الميكرونية " مذكرة ماستر جامعة بسكرة (2021).

الخطبة

خلاصة عامة

إن التأثيرات السلبية للتطور التكنولوجي في مجال الصناعة على البيئة والموارد الطبيعية، حيث يؤدي ذلك إلى تلوث المياه وجفاف البيئة بسبب استخدام الآلات والمنشآت الصناعية. مما ووجب على الباحثين إيجاد حلول لهذا المشكل وذلك بمعالجة المياه الملوثة، وذلك بإستخدام المواد الخزفية كمواد أولية في تحضير مرشحات مكونة أساسا من حوامل لأغشية خزفية ذات أشكال مختلفة وذات خصائص ميكانيكية جيدة، وهذا ما تطرقنا إليه في بحثنا هذا بالتفصيل.

في البداية قمنا بدراسة الخزفيات بصفة عامة والاشارة لبعض خصائصها كما قمنا بدراسة بعض المواد الأولية المستخدمة في هذا العمل كمادة الصلصال وكربونات الكالسيوم، ثم تطرقنا إلى دراسة مختلف الحوامل لأغشية خزفية والتعرف على بعض مميزاتها كما ذكرنا بعض الطرق المتبعة لتحضير هذه الحوامل.

لنقوم في نهاية هذا العمل بتحضير ودراسة مساند لأغشية خزفية باستخدام طريقة الاستخراج للحصول على مساند ذات شكل انبوبي وهذا انطلاقا من مواد أولية والمتمثلة في مادتي الكاسيت والصلصال، لنقوم بعد ذلك بمعالجتها حراريا عند درجات حرارة مختلفة (1140°C - 1150°C - 1160°C) والتي تتميز بخصائص ميكانيكية جيدة كلما ارتفعت درجة الحرارة لتصل مقاومة الشد $\sigma_t = 13.56\text{MPa}$ وكذلك بالنسبة لاجهاد الثني الذي يصل إلى حوالي $\sigma_f = 36.62\text{MPa}$ كما تحصلنا على معامل نفاذية كبير مقارنة ببعض المراجع وذلك عند درجات الحرارة المرتفعة والذي يصل إلى حوالي $k = 181962.807531/\text{h.m}^2.\text{bar}$ ورغم هذا الارتفاع فإن هذه المساند يمكن استخدامها كمرشحات مقبولة الفعالية.

ومن خلال الخصائص المتحصل يمكن استخدام هذه المساند كحوامل لأغشية خزفية وذلك للتقليل من التدفق وللحصول على ترشيح ذو نقاوة أعلى وذلك باستخدام أغشية ميكرونية أو أغشية ميكرونية دقيقة وكذلك يمكن استخدام الأغشية النانومترية.

الطائفة

ملخص

دأرسة وأأضفر مساند لشراأء من صلصال مألى لأصففة المفاه المسأعملة.

من ألال هذا البأء أمكننا من أأضفر دعائم لأغشفة أرففة انألاقا من مادتف الصلصال بنسبة أأدر بأوالف 75% و 25% بالنسبة لمادة الكالسفة وذلأ بأسأأام طرفة البأق (الأسأراأ)، أفن أأصلنا على دعائم أنبوبة الشكل والفة أم معالآها عند درآا أرة مأألفة 1140°C، 1150°C، 1160°C، فوآ أأأارنا على الدعائم الفف عولآة عند 1150°C لأن لأفها أأصائف آففة، فالأصافة المفاكفففة أأأمأل فف د ارسة إآهاد الفف ذو ثلاث نفاط، آفأ أأدر قفمأه أوالف (104.63MPa) أما ففما فآص معامل النفاذفة ففن قفمأه أصل أوالف (168847.56 l/h.m².bar). وأعأفرن قفمأان آفدأان بالمقارنة مع بعض المراجع، فالأطوار الرئفسفة الفف أم الأصول علفها أأأمأل فف: الأنورأفأ (Anorthite)، الآفهلفففأ (Guehlinite)، المفلفأ (Mullite)، ... إلآ، فمكن الأعماد على هذه الدعامات لأكون مساند لأطبقات الأغشفة المسأأمة فف الأرفشفا الأقفق (MF) والأرفشفا الفائق (UF) و الأرفشفا النانومأرف (NF).

الكلمات المفأاآفة: الدعائم، الأغشفة، الصلصال، الكالسفة.

Abstract

Elaboration and study of supports from local clay for waste water microfiltration.

In This work, the membranes supports have been prepared from local raw materials such as clay (75%wt) and calcium carbonates (25% 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 (1140°C, 1150°C,1160°C). It has been found that supports sintered at 1150°C had interesting characteristics flexural strength (104.63 MPa), as for the water permeability measured is (168847.56 l/h.m².bar) which are considered two good values by comparing then with some references, The main phases detected in samples fired at this temperature were: Anorthite, Guehlinite, Mullite, ect .Thes 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.