

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



# مذكرة ماستر

ميدان علوم المادة  
شعبة الفيزياء  
تخصص فيزياء طااقوية وطاقات متجددة  
رقم: أدخل رقم تسلسل المذكرة

إعداد الطالب:  
مسبل مبروك بلال عنان  
يوم: 21/09/2020

## تحضير ودراسة حوامل لأغشية خزفية انطلاقا من مواد اولية محلية

### لجنة المناقشة:

رئيس	جامعة محمد خيضر بسكرة	أ. مس أ	سليمانى محمد
مقرر	جامعة محمد خيضر بسكرة	أ. مح ب	بودايرة بوخميس
مناقش	جامعة محمد خيضر بسكرة	أ. مح ب	شوية فاتح

## تشكرات

الحمد لله الذي وفقنا لإتمام هذا العمل المتواضع

كما نتقدم بالشكر الجزيل الى الأستاذ بودايرة بوخميس أستاذ من جامعة محمد خيضر بسكرة على إقتراحه وإشرافه على هذا البحث والذي لم يبخل علينا بالنصح والإرشاد، وكذا الشكر لكل الأساتذيين بكلية العلوم التكنولوجيا بجامعة محمد خيضر الأستاذ الفاضل سليماني محمد على رئاسته لجنة المناقشة والأستاذ المحترم شوية فاتح على مشاركته في اللجنة كمتحن ،كما يسرنا تقديم الشكر لكل الأساتذة الذين قدموا لنا يد المساعدة ونخص بالذكر الأستاذ بوزرارة فرحات أستاذ بجامعة محمد الصديق بن يحي جيجل الذي كان متابعا للعمل الذي قمنا به ناصحا لنا وكذا جميع أساتذة كلية علوم الماد بجامعة محمد خيضر بسكرة ،كما لاننسى شكر مخبر مصنع البسكرية للإسمنت وكل العاملين فيه على مساعدتهم على إتمام هذا العمل

	شكر وعرافان
01	مقدمة
الفصل الأول: عموميات حول الخزفيات وحوامل أغشيتها	
02	1.I. تعريف الخزفيات
02	2.I. أنواع الخزفيات
03	3.I. مجالات إستعمال الخزفيات
04	4.I. خصائص عامة عن الخزفيات
05	1.4.I. البنية البلورية
05	2.4.I. البنية المجهرية
05	3.4.I. خصائص الروابط الكيميائية
06	4.4.I. خصائص حرارية
06	5.4.I. الخصائص الميكانيكية
07	6.4.I. الخصائص الناقلية الحرارية والكهربائية
07	5.I. دراسة بعض المواد الأولية الخزفية المستعملة
07	1.5.I. الصلصال
08	2.5.I. الكاولان
08	3.5.I. كربونات الكالسيوم
09	6.I. تهيئة وتشكيل قطعة خزفية
09	1.6.I. تهيئة المسحوق
11	2.6.I. التشكيل
12	3.6.I. التلبيد
12	4.6.I. التحسين والإتقان
13	7.I. عموميات حول المساند وأغشيتها
13	1.7.I. تعريف الترشيح
14	2.7.I. تعرف الشرائح الرقيقة

15	3.7.I. تعريف المساند
15	4.7.I. تصنيف الشرائح حسب الشكل
18	5.7.I. طرق تحضير المرشحات الخزفية
<b>الفصل الثاني دراسة المواد الأولية والطرق التجريبية المتبعة</b>	
22	مقدمة
22	1.II. الطرق التجريبية المتبعة في دراسة المواد الخزفية
22	1.1.II. إنعراج الأشعة السينية
22	2.1.II. مطيافية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه (FTIR)
23	3.1.II. دراسة البنية المورفولوجية بواسطة المجهر الإلكتروني الماسح (MEB)
23	2.II. دراسة المواد الأولية
23	1.2.II. الصلصال
23	1.1.2.II. التحليل الكيميائي للصلصال
25	2.1.2.II. التحليل بواسطة الأشعة السينية
25	3.1.2.II. تحليل الصلصال بواسطة الأشعة تحت الحمراء
27	4.1.2.II. البنية المجهرية للصلصال
27	2.2.II. كربونات الكالسيوم
27	1.2.2.II. التحليل الكيميائي لكربونات الكالسيوم
28	2.2.2.II. التحليل بواسطة الأشعة السينية
29	3.2.2.II. تحليل كربونات الكالسيوم بواسطة الأشعة تحت الحمراء
30	4.2.2.II. البنية المجهرية لكربونات الكالسيوم
30	3.II. تقنيات القياس والتحليل
30	1.3.II. دراسة بنية العينات
30	2.3.II. إختبار النفاذية
31	4.II. الطرق التجريبية المتبعة
31	1.4.II. تحضير حوامل من الصلصال وكربونات الكالسيوم

33	2.4.II صور للخطوات التجريبية المنجزة في الجانب التجريبي
37	5.II. أهم الأجهزة المستعملة
37	1.5.II. جهاز الفلورة السينية x fluorescence
37	2.5.II. الفرن الكهربائي
37	3.5.II. الميزان الحساس
37	4.5.II. الخلاط الكهربائي
37	5.5.II. جهاز الأشعة تحت الحمراء
37	6.5.II. جهاز المجهر الإلكتروني الماسح
<b>الفصل الثالث النتائج ومناقشتها</b>	
38	مقدمة
38	1.III. دراسة الحوامل المحضرة من الصلصال وكربونات الكالسيوم
38	1.1.III. التحليل بواسطة الأشعة السينية
40	2.1.III. البنية المجهرية
45	3.1.III. إختبار الثني ذو الثلاثة نقاط
47	4.1.III. إختبار النفاذية
47	1.4.1.III. تغير التدفق بدلالة الزمن
49	2.4.1.III. حساب معامل النفاذية k
51	5.1.III. إختبار الترشيح
53	خاتمة
54	قائمة المراجع

### قائمة الجداول

03	الجدول:(1-I): بعض أنواع المواد الخزفية [4].
03	الجدول (2-I): مجالات إستعمال الخزفيات [5].
04	الجدول (3-I): نسبة الروابط الأيونية والتكافؤية لبعض المركبات الخزفية [8].
05	الجدول (4-I): يمثل طاقة ربط بعض المركبات الخزفية [11].
06	الجدول (5-I): درجة الإنصهار لبعض المركبات الخزفية [13].
06	الجدول (6-I): الخصائص الميكانيكية لبعض المركبات الخزفية [6].
14	الجدول (7-I): أنماط الترشيح مع بعض المواد التي يمكن إيقافها حسب قطر المسامات [45].
17	الجدول (8-I): بعض مميزات ومساوئ أشكال المرشحات الخزفية [55]
24	الجدول (II - 1): التحليل الكيميائي الصلصال
28	الجدول (2-II): التحليل الكيميائي لكربونات الكالسيوم $CaCO_3$ .
39	الجدول (1-III): الأطوار المتشكلة مع رقم البطاقة (ASTM) لكل طور.
42	الجدول (2-III): الخصائص الميكانيكية للعينات الخزفية المعالجة عند درجات حرارة مختلفة
45	الجدول (3-III): تغير التدفق بدلالة الضغط المطبق بالنسبة للعيينة المعالجة عند $1000^{\circ}C$
45	الجدول (4-III): تغير التدفق بدلالة الضغط المطبق بالنسبة للعيينة المعالجة عند $1100^{\circ}C$
47	الجدول (5-III): قيمة معامل النفاذية k بالنسبة للعينات المعالجة عند درجة حرارة مختلفة.

قائمة الأشكال	
07	الشكل (1-1): (أ) يمثل البنية الرباعية (ب) يمثل البنية الثمانية. [19]
10	الشكل (2-1): تقنية السحق بالكريات (جهاز مصنوع يدويا ومستعمل في مخابر الخزفيات بقسنطينة) [29]
11	الشكل (3-1): بعض تقنيات تشكيل قطعة خزفية [37.5.34.34].
13	الشكل (4-1): رسم توضيحي لعملية الترشيح [44].
15	الشكل (5-1): رسم توضيحي لشريحة مستوية. [49]
16	الشكل (6-1): رسم توضيحي لشريحة ذات شكل حلزوني مدعومة على مسند [50].
16	الشكل (7-1): صورة توضح الشرائح المدعمة على حامل أنبوبي أحادي القناة ومتعدد القنوات [52].
17	الشكل (8-1): صورة الشرائح الليفية [53].
18	الشكل (9-1): أهم مراحل تحضير المرشحات الخزفية [57]
20	الشكل (10-1): مراحل تحضير شريحة خزفية باستخدام طريقة الصب والرش المحوري [61].
21	الشكل (11-1): أهم مراحل تحضير شريحة خزفية باستخدام طريقة الإستخراج [5]
24	الشكل (1-II): صورة لجهاز الفلورة السينية
25	الشكل (2 - II): طيف إنعراج الأشعة السينية للصلصال
26	الشكل (3-II): التحليل بواسطة الأشعة تحت الحمراء للصلصال
27	الشكل (4-II): صورة بالمجهر الإلكتروني الماسح لحبيبات مادة للصلصال
28	الشكل (5-II): طيف إنعراج الأشعة السينية لكاربونات الكالسيوم $CaCO_3$ .
29	الشكل (6-II): التحليل بواسطة الأشعة تحت الحمراء لكاربونات الكالسيوم
30	الشكل (7-II): صورتان بالمجهر الإلكتروني الماسح لحبيبات كاربونات الكالسيوم $CaCO_3$ .
31	الشكل (8-II): رسم تخطيطي للتركيبية المستخدمة في إختبار النفاذية.
32	الشكل (9-II): أهم الخطوات المتبعة في تحضير حوامل خزفية من الصلصال.
33	الشكل (10-II): صورة لعملية السحق
33	الشكل (11-II): صورة لعملية الغريلة
34	الشكل (12-II): صور لمقادير المزيج
34	الشكل (13-II): صورة لعملية الخلط

35	الشكل ( II-14): صورة لعملية إستخراج الأنابيب
35	الشكل ( II-15): صورة لأنابيب التجفيف
36	الشكل ( II-16): صور لبعض العينات من الحوامل بعد المعالجة الحرارية °C (1000-1100).
36	الشكل ( II-17): صورة للفرن الكهربائي.
39	الشكل ( III-1): أطراف إنعراج الأشعة السينية لعينات اللصصال المضافة إليها نسبة من الكالسيوم والمعالجة عند درجة حرارة مختلفة.
41	الشكل ( III-2): صور لسطح عينة من الحوامل أنبوبية الشكل بتكبير مختلف والمعالجة عند درجة حرارة °C 1000.
42	الشكل ( III-3): صور لمقطع عينة من الحوامل أنبوبية الشكل بتكبير مختلف والمعالجة عند درجة حرارة °C 1000.
43	الشكل ( III-4): صور لسطح عينة من الحوامل أنبوبية الشكل بتكبير مختلف والمعالجة عند درجة حرارة °C 1100.
44	الشكل ( III-5): صورة مجهرية لمقطع عينة من الحوامل أنبوبية الشكل بتكبير مختلف والمعالجة عند درجة حرارة °C 1100.
45	الشكل ( III-6): صورة لجهاز إختبار الثني.
46	الشكل ( III-7): تغير إجهاد الثني بتغير درجة الحرارة
47	الشكل ( III-8): صورة لبروتوكول لحساب النفاذية
48	الشكل ( III-9): تغير التدفق بدلالة الزمن والضغط المطبق بالنسبة للعينة المعالجة عند °C 1000
48	الشكل ( III-10): تغير التدفق بدلالة الزمن والضغط المطبق بالنسبة للعينة المعالجة عند °C 1100
50	الشكل ( III-11): تغير التدفق بدلالة الزمن والضغط المطبق بالنسبة للعينة المعالجة عند °C 1000
50	الشكل ( III-12): تغير التدفق بدلالة الزمن والضغط المطبق بالنسبة للعينة المعالجة عند °C 1100
51	الشكل ( III-13): صور توضح مدى فعالية الحوامل أثناء عملية الترشيح.

المقدمة

## مقدمة

يعتبر تلوث الماء من أوائل الموضوعات التي إهتم بها العلماء المختصون بمجال التلوث ،والمقصود بتلوث الماء هو تـدنس مجاري الماء والآبار والأنهار والبحار والمياه الجوفية ..الخ مما يجعل مائها غير صالح للإنسان والحيوان والنباتات وحتى الصناعات ،ويتلوث الماء بطرق متعددة من بينها المخلفات الإنسانية والنباتية والحيوانية والصناعية التي تلقى فيه او تصب في فروعه ، ولأهمية هذه الثروة وإستغلالها في شتى الميادين إتجهت الأبحاث في هذا الميدان نحو عملية المرشحات الخزفية التي تستعمل في التنقية الميكرونية وغيرها وهي احد الطرق الحديثة المستعملة حاليا في تنقية المياه لكن تكلفة المرشحات ذات الجودة العالية الموجودة في السوق العالمية حدت من إستعمالها في الدول النامية ،إنطلاقا من هذا وجه عملنا نحو تحضير مرشحات ذات تكلفة منخفضة بإستغلال مواد محلية

في هذا العمل إنصب الاهتمام أولا على دراسة مساحيق المواد الأولية المستعملة (الصلصال) التي تم الحصول عليها من جبال كردادة بضواحي مدينة بوسعادة وكذا مادة (كربونات الكالسيوم) من جبال المعاضيد بضواحي مدينة المسيلة وهذا نظرا لتميزها بخصائص ميكانيكية وحرارية قوية وسهولة تصنيعها وإنخفاض تكلفتها مقارنة بمواد تكلفتها.

وتم تقسيم هذه الدراسة إلى ثلاثة فصول ، حيث سنتطرق في الفصل الأول إلى دراسة عموميات حول الخزفيات ودراسة أهم الخصائص التي تتميز بها هذه الخزفيات كالخصائص الميكانيكية والحرارية والكيميائية...وكذلك دراسة عموميات حول المرشحات وتخصيص دراسة الحوامل والأغشية الخزفية والإشارة إلى طرق تحضيرها، أما الفصل الثاني فسنخصصه لدراسة المواد المستعملة في التجربة والطرق التجريبية المتبعة إضافة إلى الوسائل المستعملة في تحضير مساند الأغشية الخزفية ، أما الفصل الثالث فهو متعلق بتحليل ومناقشة مختلف النتائج المتحصل عليها من هذه الدراسة.

# الفصل الأول

عموميات حول الخزفيات

وحوامل أغشيتها

## الفصل الأول: عموميات حول الخزفيات وحوامل أغشيتها

## 1.I. تعريف الخزفيات

## 1.1.I. لغة

إن كلمة خزفيات (Céramique) هي كلمة ذات أصل يوناني، مشتقة من كلمة (Karamus) والتي تعني فخار، هذه الكلمة اليونانية نفسها ذات جذور سنسكريتية قديمة والتي تعني "يحرق" [1].

## 2.1.I. مفهوما

من الناحية التقليدية تعرف الخزفيات على أنها فن صناعة الفخار، وتعتمد أساسا على خاصية تحويل الغضار أو الصلصال كمادة أولية عند مزجه بكمية من الماء الى عجنه لدنة سهلة التشكيل، يتم بعد ذلك تسخينها عند درجات حرارة عالية نسبيا، لنتحصل في النهاية على مادة صلبة وصلدة [1].

أما حديثا تعرف الخزفيات على أنها مواد صلبة لا معدنية ولا عضوية، تتشكل بواسطة المعالجة الحرارية للمادة الأولية الحديثة هذا حسب الجمعية البريطانية للخزفيات (1979)، ولقد عرفها كنيجري تعريفا موسعا "هي علم وفن صنع وإستخدام المادة الصلبة التي تكون لا عضوية ولا معدنية" [2].

وتمر بثلاثة مراحل أساسية تحضيرها وهي [2].

- سحق المواد الأولية بشكل مناسب ومتجانس.
- التشكيل (بإعطاء المادة الأولية شكل مناسب).
- المعالجة الحرارية للمادة المتشكلة.

## 2.I. أنواع الخزفيات

من الناحية الصناعية يمكن أن تجد أصناف كثيرة من الخزفيات، كالفخار والأواني الخزفية والخزف الحجري والخزف الصيني، والخزف الهندسي، وهذه الأصناف ناتجة عن الإختلاف في المواد المشكلة لها، لأن معظم الخزفيات عبارة عن إتحاد مجموعة من الاكاسيد المرتبطة فيما بينها، مع وجود بعض الشوائب التي تميزها عن بعضها البعض ويمكن ان نلخص في جدول أنواع المواد الخزفية [3].

الجدول (1-I) : بعض أنواع المواد الخزفية [3].

SiC , B <sub>4</sub> C	كربيدات
Si <sub>3</sub> N , AlN , TiN , BN	نتريدات
ZrO <sub>3</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , SiO <sub>2</sub> , MgO, TiO <sub>2</sub>	أكاسيد بسيطة
2MgO.2Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .5SiO <sub>2</sub>	كورديريت
3Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .2SiO <sub>2</sub>	ميليت
CaO.Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .2SiO <sub>2</sub>	الأنورثيت
Al <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>5</sub> (OH) <sub>4</sub>	الكاولان

### 3.I. مجالات إستعمال الخزفيات

كما سبق وأشرنا ان تعدد الاكاسيد المشكلة للخزفيات يؤدي إلى الإختلاف في أنواعها، مما يؤدي إلى تنوع وتعدد مجال إستعمالها والتي يمكن تلخيصها في الجدول التالي:

الجدول (2-I): مجالات إستعمال الخزفيات [4].

التركيب	نوعية الاستخدام	مجال الاستخدام
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	شرائح رقيقة لترشيح الماء أو تنقية الهواء	البيئة
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , BeO	عوازل (شرائح إلكترونية )	الكهرباء
BaTiO <sub>3</sub>	المكثفات	ال إلكترونيك
SiC, Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	عوازل حرارية ومبطنات للافران	المنتجات الحرارية
TiC, TiN	أدوات القطع ، قطع المحركات	الميكانيك
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , ZrO <sub>2</sub> , SiC	سلوك ومقاومة جيدة للحتكاك	
TiO <sub>2</sub>	إنعكاس الضوء	الضوء
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , ZrO <sub>2</sub>	الأسنان ومشارط العمليات الجراحية	الطب الحيوي
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , SiC	أنظمة المراقبة المراقبة	النووي

#### 4.I خصائص عامة عن الخزفيات

##### 1.4.I البنية البلورية

الخزفيات كالمعادن، تملك بنية على المستوى الذري، قد تكون بلورية أو لا بلورية [5]، وهي غالباً أكاسيد معدنية [6]، وتنقسم حسب بنيتها إلى قسمين الأيونية والتكافؤية.

##### 1.1.4.I الخزف الأيوني

يتميز هذا النوع بوجود روابط أيونية والتي تسمح للبنية البلورية أن تأخذ تعبئة متراسة بأكثر كثافة ممكنة، حيث يتشكل هذا النوع عموماً من عنصر معدني وآخر غير معدني.

##### 2.1.4.I الخزف التكافؤي

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.

تتميز بنية مختلف المركبات الخزفية بنسبة الروابط الأيونية والتكافؤية كما يبينه الجدول (3-I).

الجدول (3-I): نسبة الروابط الأيونية والتكافؤية لبعض المركبات الخزفية [7].

SiC	ALN	SiO <sub>2</sub>	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ZrO <sub>2</sub>	MgO	LiF	المركب
0.30	0.61	0.63	0.64	0.72	0.73	0.73	0.89	النسبة الأيونية
0.70	0.39	0.37	0.36	0.28	0.27	0.27	0.11	النسبة التكافؤية

### 2.4.I. البنية المجهرية

البنية المجهرية لهذه المواد تكون على شكل تجمعات لحبيبات صغيرة لا تتعدى عموماً 1 من الميكرومتر، تفصل بينها الحدود الحبيبية، الخزفيات عموماً لا تخلو من الفراغات المنتشرة، سواء كانت مفتوحة أو مغلقة في كامل حجم المادة وهذا حسب نوعية الأطوار المشكلة لها ودرجة حرارة معالجتها، كما ترتبط البنية المجهرية بنقاوة المواد الأولية وطرق تحضيرها [2].

### 3.4.I. خصائص الروابط الكيميائية

الروابط الكيميائية هي المسؤولة عن تماسك المواد وتلعب دوراً مهماً في تحديد خصائصها وكذا تصنيفها، الخزفيات تمتاز بإمتلاكها لرابطة كيميائية جد قوية بين الذرات أو العناصر المكونة للشبكة البلورية [8].

الجدول (4-I): يمثل طاقة ربط بعض المركبات الخزفية [9].

Si-Si	Si-C	C-C	B-N	Si-O	الرابطة
2.30	3.80	3.60	4.55	4.60	الطاقة (eV)

### 4.4.I. خصائص حرارية

يمكن إستعمال الخزفيات كعوازل حرارية بالرغم أنها لا تتحمل الصدمات الحرارية، إلا أن قوة إستقرار الرابطة الكيميائية التي تملكها هذه الأخيرة تمكنها من مقاومة درجات الحرارة العالية قد تصل الي  $2000^{\circ}\text{C}$  [10] يبين الجدول (5-I).

الجدول (5-I): درجة الانصهار لبعض المركبات الخزفية [11].

اسم المركب	الصيغة الكيميائية	درجة الانصهار (°C)
أكسيد الكالسيوم	CaO <sub>2</sub>	2600
كروميت الكالسيوم	CaO-CrO <sub>3</sub>	2160
أكسيد الألومين	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2070
ألومين الباريوم	BaO-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2000
أكسيد التيتان	TiO <sub>2</sub>	1840
السيليس	SiO	1710

#### 5.4.I. الخصائص الميكانيكية

بصفة عامة المواد الخزفية هي مواد قصفة (القوة اللازمة لخلق تشوه لدن أكثر من القوة اللازمة لكسرها)، وذلك بسبب قوة رابطةها الكيميائية التي لا تسمح بإتلاف المستويات البلورية لبعضها البعض كما في المعادن [12].

الجدول (6-I): الخصائص الميكانيكية لبعض المركبات الخزفية [5].

المركب	معامل المرونة (GPa)	مقاومة الضغط (MPa)	إجهاد الشبي (MPa)	معامل الصلابة (MPa.m <sup>1/2</sup> )	الكتلة الحجمية (Mgm <sup>-3</sup> )
الماس	1050	5000	-	-	3.52
الألومين	380	3000	400-300	3.5	3.9
كربور السليسيوم	410	2000	500-200	-	3.2
نيترو السليسيوم	310	1200	850-300	4	3.2
الزيركون	200	2000	500-200	12-4	5.6

## 6.4.I. الخصائص الناقلية الحرارية والكهربائية

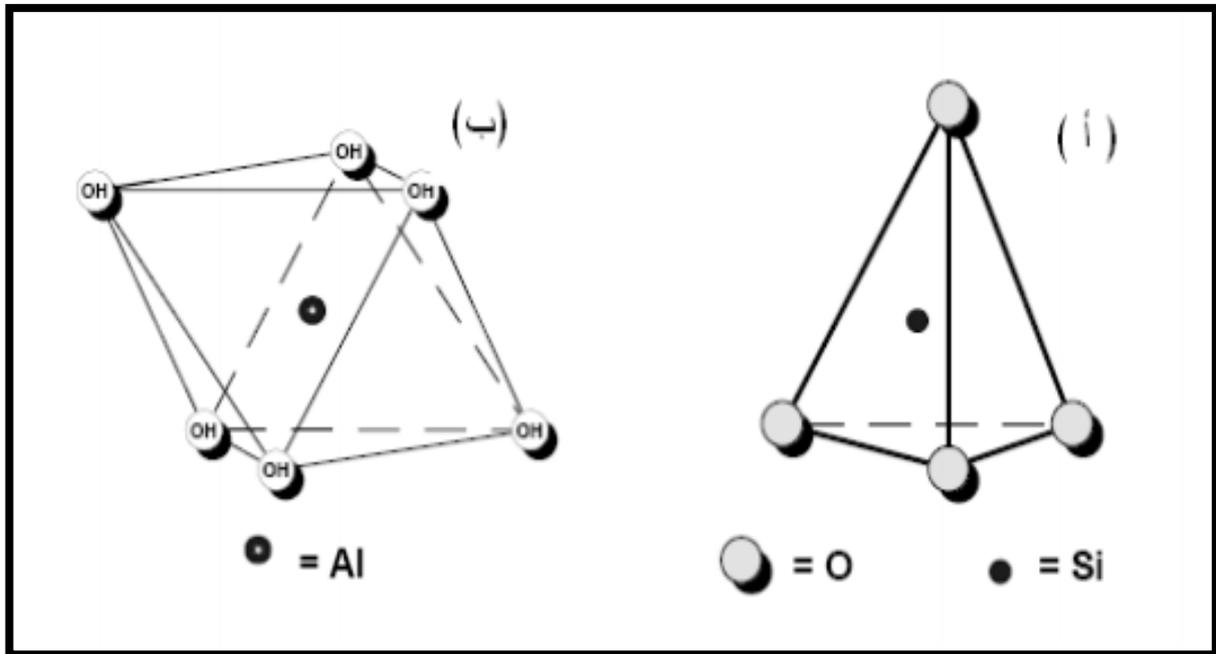
تعد الخزفيات نواقل رديئة للحرارة والكهرباء ومع ذلك تم تحديد الخزفيات ذات طبيعة نصف ناقلة وغير مغناطيسية وبيرو مغناطيسية وفائقة الناقلية [13]، وكما يمكن إستعمالها كعوازل كهربائية (شرائح كهربائية. أو عوازل حرارية ومبطلات للأفران.. الخ). أي خصائصها مختلفة باختلاف أنواع الخزفيات.

## 5.I. دراسة بعض المواد الأولية الخزفية المستعملة

## 1.5.I. الصلصال

يطلق إسم الصلصال (غضار) على أحد انواع الصخور الرسوبية، وكأي صخر يتكون الغضار من عناصر مختلفة بنسب مختلفة كذلك [14].

المواد الصلصالية بصفة عامة عبارة عن سيليكات عالية الألومين [14-15]، وتكون في أغلب الاحيان مميهة وهي مكونة من وحدات بلورية رباعية (Tétraédrique)، وثمانية (octaédrique) مترابطة فيما بينها بالرؤوس [16] كما هو موضح بالشكل (1-I) [17].



الشكل (1-I): (أ) يمثل البنية الرباعية (ب) يمثل البنية الثمانية [17]

تنقسم المواد الصلصالية إلى ثلاثة أصناف المونتوريلونيت (Montmorillonite) والأليت (illite) والكالونيت (Kaolinite) [18].

### 2.5.I. الكاولان

كما ذكرنا في العنصر السابق الكاولان مادة متواجدة في الطبيعة على شكل صلصال أو غضار القشرة الأرضية ومصطلح الكاولان مشتق من إسم مدينة صينية وهي إساس الخزف الصيني "البورسلان" ويعتبر أكثر المواد إنتشارا في العالم، تأخذ اللون الأبيض أو الرمادي وذلك حسب إحتوائها على شوائب أو مواد فضية [11].

الصيغة الكيميائية لمركب الكاولان هي كما يلي  $(Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O)$  [19]. حيث تتوضع هذه العناصر على شكل صفائح فوق بعضها البعض، وتكون أبعادها تغير ما بين 0.3 و 10 ميكرومتر بالنسبة لقطر و 0.05 و 2 ميكرومتر بالنسبة للسماك [20]، عموما لا تصنع القطع الخزفية من الكاولان وحده ولكن بدمجه مع مواد أخرى، مثل الطين أو الكوارتز أو كربونات الكالسيوم.

### 3.5.I. كربونات الكالسيوم

تتواجد كربونات الكالسيوم على شكل صخور في جميع أنحاء العالم من الجزائر تتميز باللون الأبيض في حالة نقاوتها صيغتها الكيميائية تكتب كما يلي  $CaCO_3$  وزنها المولي يقدر بحوالي  $100.1 \text{ (g/mol)}$  كتلتها الحجمية النظرية حوالي  $2.71 \text{ (g/cm}^3)$  [21]. يمكن أن تصل درجة نقاوة  $CaCO_3$  الطبيعية إلى أكثر من 98 % من الكتلة الحجمية النظرية فهي تعتبر عالية جدا بالمقارنة مع بقية المواد الأولية الأخرى أما النسبة المتبقية الأخرى 2% فهي عموما عن أكاسيد  $Al_2O_3$   $Fe_2O_3$   $SiO_3$  [22.21].

تعتبر كربونات الكالسيوم مركبا نشطا كيميائيا، لذا يستعمل فيزيائيا أكثر منها كيميائيا، ومن أهم خواصه الفيزيائية أنه لا يمكن في الحالة الطبيعية أن تكون كثافة كربونات الكالسيوم تساوي الكثافة النظرية لها، ذلك لأنه تتواجد فراغات بين وداخل حبيباتها ناتجة عن تكوينها الأولي، تختلف نسبة هذه الفراغات باختلاف مناطق تواجدها وهي عادة لا تتجاوز 20% ولا تقل عن 0.3% من الحجم الكلي [22.21].

## 6.I. تهيئة وتشكيل قطعة خزفية

يجب معرفة اهم الخصائص التي تتميز بها الخزفية لنتمكن من تهيئتها وتشكيلها، نظرا للخصائص التي تتميز بها الخزفيات (حرارية، صلدة، وفي نفس الوقت هشّة)، تجعل عملية تصنيعها صعبة وتختلف نوعا ما عن بقية المواد الأخرى، باستثناء الخزفيات الزجاجية مثلا، درجات الأنصار العالية للخزفيات تستبعد تشكيلها عن طريق الصب أو القولبة، كما أنه لا يمكن تشكيلها عن طريق الطرق والتصحيح لنقص لدونتها، وعليه فإن عملية التصنيع تكون محدودة [23].

إن معظم الخزفيات تعتمد في تحضيرها على تقنية التلبيد، والتي تتمثل في تحويل المادة الأولية الموجودة على شكل مسحوق مضغوط إلى مادة ملتحمة وصلبة، وهذا بعد معالجتها حراريا عند درجات حرارة مرتفعة نسبيا، ولكن لا يجب أن تتعدى درجة إنصهار المادة [23]، بالأخذ بعين الاعتبار كل هذه الخصائص فإن التعامل مع الخزفيات يتم بشروط، ومن أهم مراحل تحضير قطعة خزفية.

## 1.6.I. تهيئة المسحوق

تمر عملية تهيئة المسحوق بالخطوات التالية:

## 1.1.6.I. إختيار ودراسة المسحوق

إن عملية إختيار ودراسة مسحوق المادة الأولية مهمة للغاية، فخصائص ومميزات المسحوق هي التي تتحكم في نوعية القطعة الخزفية، حيث تتعلق دراسة المساحيق بنوعية الأستخدام، وتعتمد على قياس الكثافة وأبعاد الحبيبات وكذلك تركيبها الكيميائي، وبينتها البلورية، وذلك حسب الغاية المنشودة من هذه الدراسة [24].

## 2.1.6.I. تحضير المسحوق

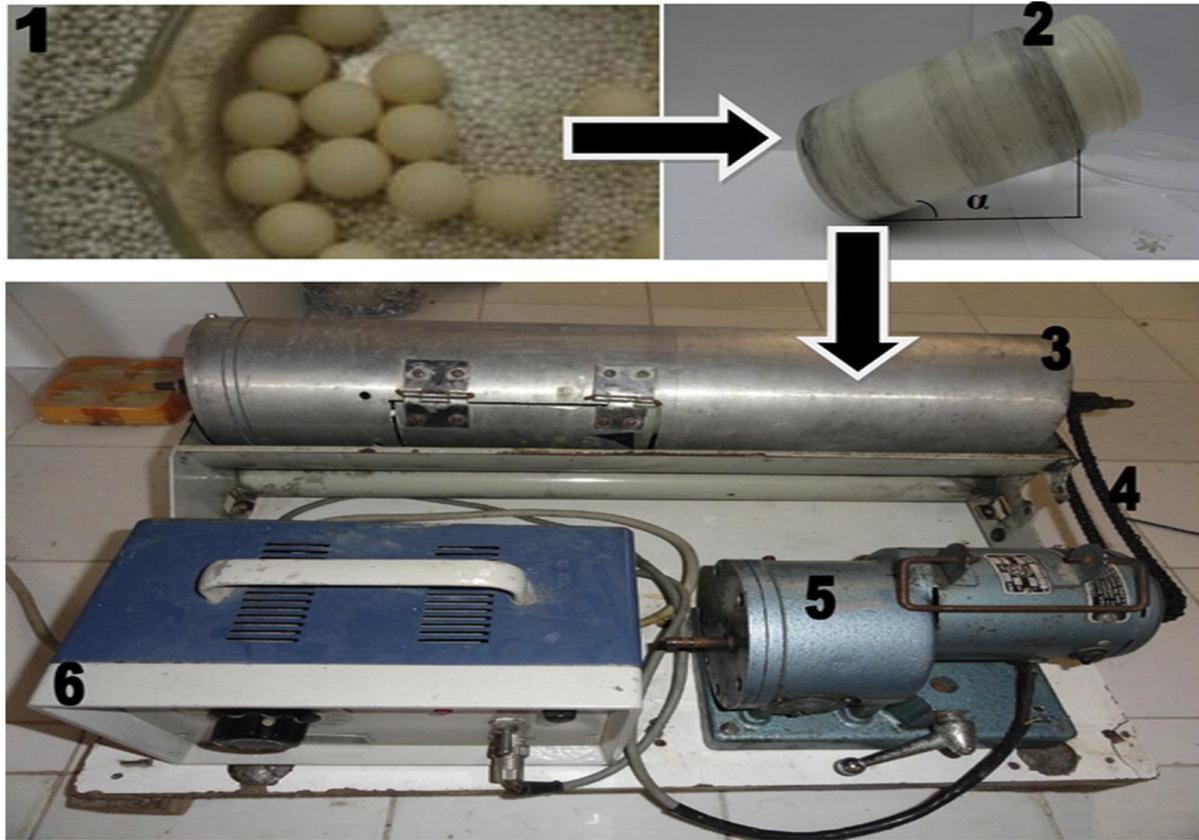
يتم خلال هذه المرحلة سحق المواد الاولية ومجانستها حتى الحصول على مسحوق وحبيبات صغيرة جدا، وهذا للحصول على مساحات تلامس أكبر [23]، فكلما كان تحضير المسحوق الأولي للمادة لخزفية مدروسا ومنجزا بعناية كانت النتائج أحسن ونميز طريقتين لتحضير المسحوق [25].

• التحضير الرطب: عن طريق الترسيب إنطلاقا من محلول او ذوبان الأملاح أو طريقة هلام \* محلول

رغوي Sol Gel \*

- **التحضير الجاف:** تعتبر هذه الطريقة الأبسط والأقل تكلفة بالنسبة للطرق الأخرى ونذكر منها الكنسة والسحق الميكانيكي.

إن أكثر التقنيات إستعمالا في الصناعة هي السحق بواسطة الكريات، حيث نقوم بوضع المادة المراد سحقها داخل غرفة ذات شكل أسطواني تستطيع الدوران حول محور ثابت مع الإهتزاز أين تتواجد كريان من الألومين أو الفولاذ ويتم السحق في وجود الماء المقطر [25] كما هو موضح بالشكل التالي الشكل (I-2):



الشكل (I-2): تقنية السحق بالكريات (جهاز مصنوع يدويا ومستعمل في مخابر الخزفيات بقسنطينة) [26]

### I.3.1.6. الإضافات العضوية

تكمن أهمية هذه المرحلة لكونها مسؤولة عن الزيادة في جودة القطعة الخزفية، وذلك لوجود مواد تحمي العينة من التشقق أثناء المعالجة الحرارية وتسمى بالمواد الملدنة نذكر على سبيل المثال بولينيل غليكول (PEG) (polyethylene glycol) هي إضافات تستعمل مع الألومين [27.28].

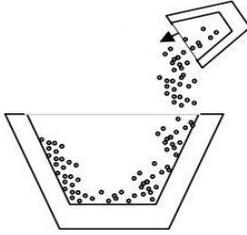
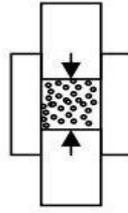
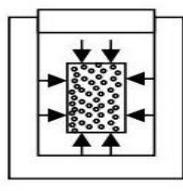
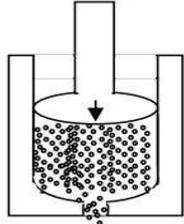
وهنالك مواد تساعد على ربط الجزيئات ببعضها البعض وتسمى بالمواد الرابطة نذكر منها بولي فينيل الكول (PVA) (polyvinyle alcohol) [27-28].

نشير الى أن هذه الاضافات يجب التخلص منها أثناء عملية التلييد قبل إنغلاق الفراغات لتجنب ظهور بعض العيوب البلورية، وكذلك يجب أن تكون لهذه الإضافات قيم حدية لا يمكن تجاوزها [29].

### 2.6.I. التشكيل

وهو إعطاء المسحوق الأولي شكلا نهائيا خاصا بالقطعة الخزفية ويعتبر مرحلة مهمة لأن العيوب التي تظهر لا يمكن إزالتها خلال عملية التلييد، لذا يجب إعطاء عناية خاصة بهذه المرحلة ومن بين الجوانب التي يجب مراعاتها نذكر مثلا، درجة نعومة السطح، القوة الميكانيكية وأبعاد وكثافة العينة

توجد عدة طرق لوضع القطعة الخزفية على شكلها النهائي وشكل القطعة الخزفية هو من يتحكم في إختيار التقنية [4]، يمكن إن نلخصها في هذا الشكل (I-3)

 <p>عملية الصب</p> <p>عملية الصب: يتم صب الخليط (مسحوق، ماء، عضويات) في قالب مسامي له شكل العينة المراد تحضيرها هذا القالب يعمل على امتصاص الماء من الخليط ويتم إستخراجه [31]</p>	 <p>ضغظ محوري</p> <p>تقنية الكبس المحوري: يتم تشكيل عن طريق آلة ضغظ مناسبة وذلك بتطبيق ضغظ مناسب على المسحوق الموجود داخل القالب الذي يعطيه شكله [30]</p>
 <p>ضغظ هيدروستاتيكي</p> <p>طريقة الإستخراج: يتم تثبيت العجينة الخزفية وإستخراجها من القالب على شكلها النهائي وهي طريقة كثيرة الإستعمال [4].</p>	 <p>عملية استخراج</p> <p>طريقة الكبس الكهرو ستاتيكي: يتم وضع الخليط في قوالب كتومة للحصول على اشكال معقدة في بعدين أو ثلاثة [4]</p>

الشكل (I-3): بعض تقنيات تشكيل قطعة خزفية [32.4.31.30].

## 3.6.I. التلييد

التلييد (عملية التصليد الحراري) من الصعب إعطاء تعريف كامل لهته الظاهرة، لكن يمكن أن نقول أنها عملية المعالجة الحرارية للمادة المشكلة، تسمح لمجموعة من الحبيبات بالتكثيف تحت تأثير درجة الحرارة والتي يجب أن تكون أقل من درجة حرارة إنصهار المادة المعالجة [33].

ويصاحب عملية التلييد عدة نتائج نذكر منها:

- زيادة في الكتلة الحجمية لذلك النقص الأبعاد الأولية للعينة
- زيادة في شدة وعدد الروابط بين الحبيبات
- تحسن في الخصائص لميكانيكية

تحول المسحوق المضغوط الي مادة صلبة وصلدة لهته الظاهرة، لكن يمكن أن نقول إنها عملية المعالجة الحرارية للمادة المشكلة، تسمح لمجموعة من الحبيبات بالتكثيف تحت تأثير درجة الحرارة والتي يجب ان تكون أقل من درجة حرارة إنصهار المادة المعالجة [35.34].

## 4.6.I. التحسين والإتقان

للتحسين عدة مرادفات منها الترقية والتزيين والتجميل.. الخ ومن هذه المرادفات يمكن أن نقول أن هاته المرحلة تكون بهدف التحسين في سطح المنتج وهذا بإستعمال أدوات مناسبة لهته الظاهرة، لكن يمكن أن نقول أنها عملية المعالجة الحرارية للمادة المشكلة، تسمح لمجموعة من الحبيبات بالتكثيف تحت تأثير درجة الحرارة والتي يجب أن تكون أقل من درجة حرارة إنصهار المادة المعالجة [36].

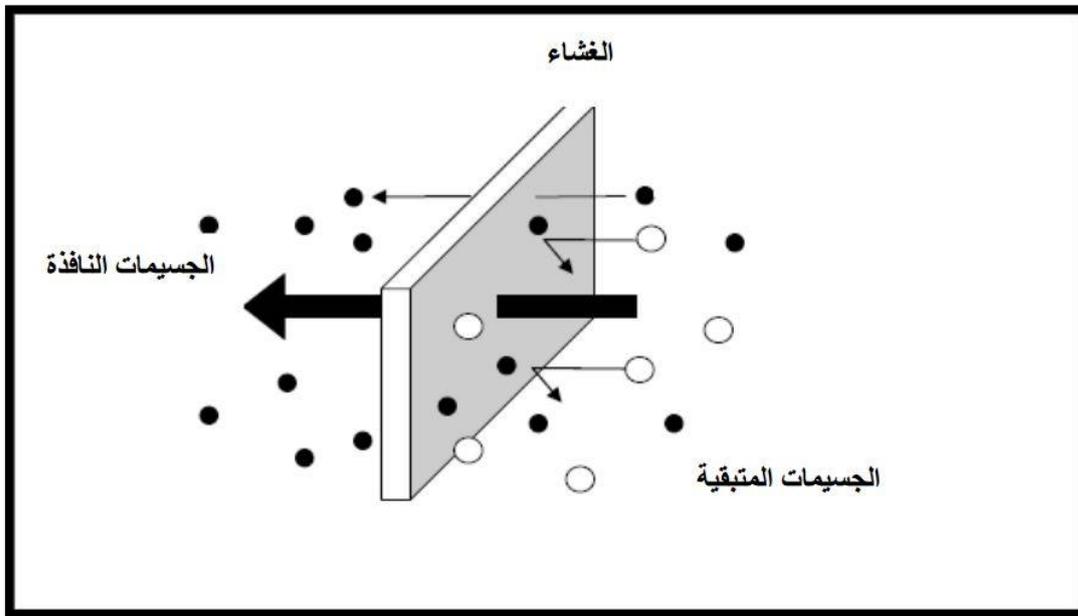
7.I. عموميات حول المساند وأغشيتها

أن إزدياد استعمال الأغشية في معالجة المياه ناتج من عوامل تجارية ومحيطية ذلك إن زيادة الطلب على الماء إستعدت إستغلال منابع المياه ذات النوع الرديء، أين تعتمد تقنيات الأغشية على الفصل الفيزيائي التي لا تتطلب إضافات كيميائية وهذا ما يسمى بعملية الترشيح [37].

1.7.I. تعريف الترشيح

الترشيح أو الغربلة أو التصفية هي عملية فيزيائية أو ميكانيكية الهدف منها هو إزالة الجسيمات الصلبة الدقيقة أو المنحلة في السائل وذلك بتمريرها عبر غشاء نفوذ أو طبقة ذات فتحات صغيرة [38].

حيث تسمح هذه العملية بالحصول على سائل نقي خالي من الشوائب كما هو موضح بالشكل (I-4):



الشكل (I-4): رسم توضيحي لعملية الترشيح [39].

يمكن تصنيف الشرائح المتوفرة حاليا الى عدة أنماط، وذلك حسب قطر المسامات والمواد التي يمكن إزالتها

كما هو موضح بالشكل (I-7):

الجدول (I-7): أنماط الترشيح مع بعض المواد التي يمكن إيقافها حسب قطر المسامات [40].

نمط الترشيح	المواد	قطر المسامات
التنقية الميكرونية	الزيوت البكتيريا بعض الدهون والفيروسات	(0.1-10) $\mu\text{m}$
التنقية الميكرونية الدقيقة	الفيروسات والدهون الغرويات والبروتينات وبعض المضادات الحيوية	(1-10) nm
التنقية النانومترية	الغرويات والبروتينات وبعض المضادات الحيوية	تقريباً 1 نانومتر
التناضح العكسي	المضادات الحيوية والأيونات المعدنية	-----

### 2.7.I. تعرف الشرائح الرقيقة

الشريحة هي عبارة عن غشاء مادي رقيق جداً، قد تكون عضوية أو لا عضوية (معدنية أو خزفية)، كما يمكن تعريفه على أنه عبارة عن حاجز فعال أو غير فعال يفصل طورين ويعمل على نقل المادة بين بينهما [31].

لوضع الشرائح في الخدمة تتركب على حوامل (مساند) ذات أشكال مختلفة: مستوية أو حلزونية أو انبوبية الشكل أو ليفية مجوفة ولأختيار شكل من الأشكال يجب مراعات بعض العوامل منها [41].

- نظام جزيئات المادة
- معرفة إذا كانت هناك ضرورة لعملية التنظيف
- معرفة إذا كانت هناك ضرورة تستدعي القيام بترشيح أولي أم لا.

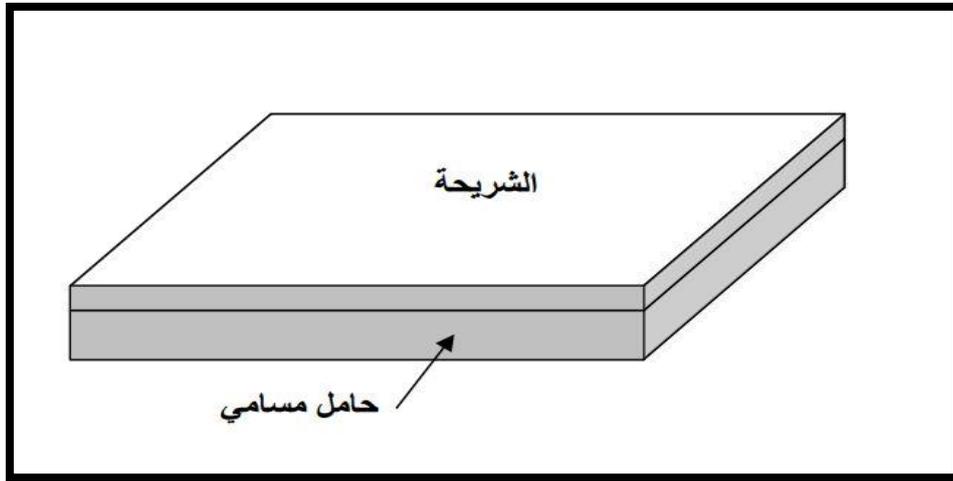
### 3.7.I. تعريف المساند

تستعمل المساند كدعائم للأغشية الخزفية وتكون مسامية تعمل كمرشحات للسوائل، تتميز بخصائص ميكانيكية قوية تستطيع تحمل الإجهادات الخارجية [42].

### 4.7.I. تصنيف الشرائح حسب الشكل

#### 1.4.7.I. الشرائح المستوية

إن الشرائح ذات الشكل المستوي هي أقدم وأبسط الشرائح، حيث توضع الأغشية على شكل وريقات مدعومة على مساند مستوية [43].

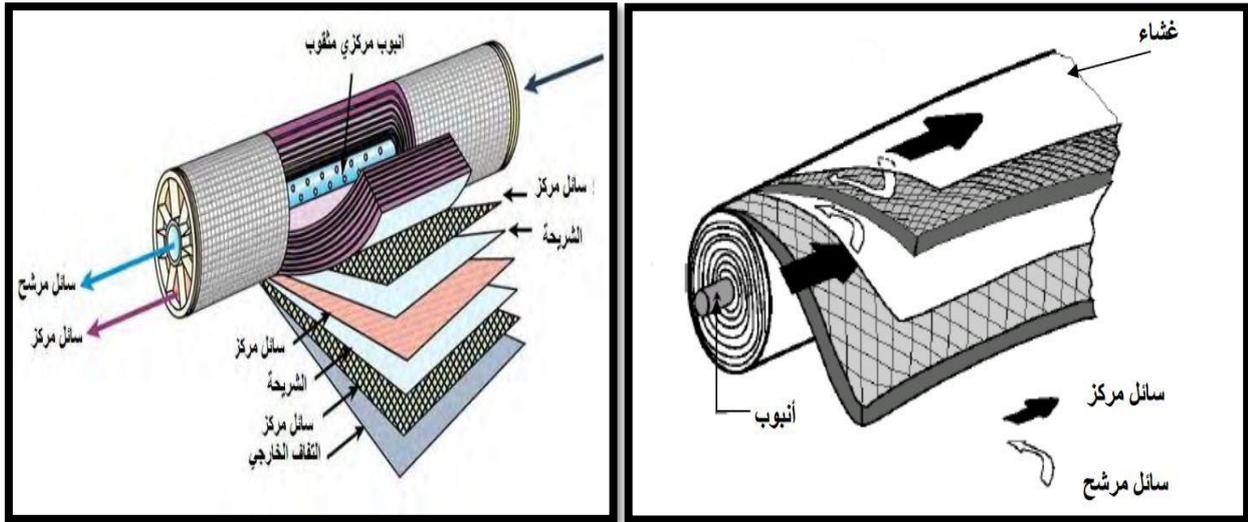


الشكل (5-I): رسم توضيحي لشريحة مستوية [43].

#### 2.4.7.I. الشرائح ذات الشكل الحلزوني

الشرائح ذات الشكل الحلزوني عبارة عن أغشية مستوية ملفوفة على نفسها حول أنبوب (حامل) مسامي، كما يمكن إيجاده أيضا على شكل أسطواني متعدد الطبقات، الشكل (6-I):

أين يكون مجرى المادة النافذة فيها حسب مسلك حلزوني نحوي الأنبوب المسامي، أين يكون مجرى السائل محوريا في القنوات [43].



الشكل (6-I): رسم توضيحي لشريحة ذات شكل حلزوني مدعومة على مسند [44].

### 3.4.7.I. الشرائح المدعومة على حامل أنبوبي

يتكون هذا النوع من حامل أنبوبي له مسامية ونفاذية عاليتين ترسب عليه طبقة او طبقات (غشاء) نصف نفوذ، أبعاد الأنبوب من طول ونصف قطر يتم إختيارها حسب الحاجة والكلفة، ويكون الحامل الأنبوبي أحادي القناة أو متعدد القنوات [45] كما هو موضح بالشكل (7-I):



الشكل (7-I): صورة توضح الشرائح المدعومة على حامل أنبوبي أحادي القناة ومتعدد القنوات [46].

4.4.7.I. الشرائح الليفية

هذا النموذج في الواقع مشابه للنموذج السابق، وهو عبارة عن مجموعة من الانابيب لها قطر صغير يتراوح بين بضع أعشار الميكرومات [47]، يختلف هذا النموذج عن سابقه في التركيب، في هذا النموذج الألياف تلعب دور الحامل والشريحة في نفس الوقت، حيث يكمن وضع الأغشية داخل الليف أو خارجه [48].



الشكل (I-8): صورة الشرائح الليفية [47].

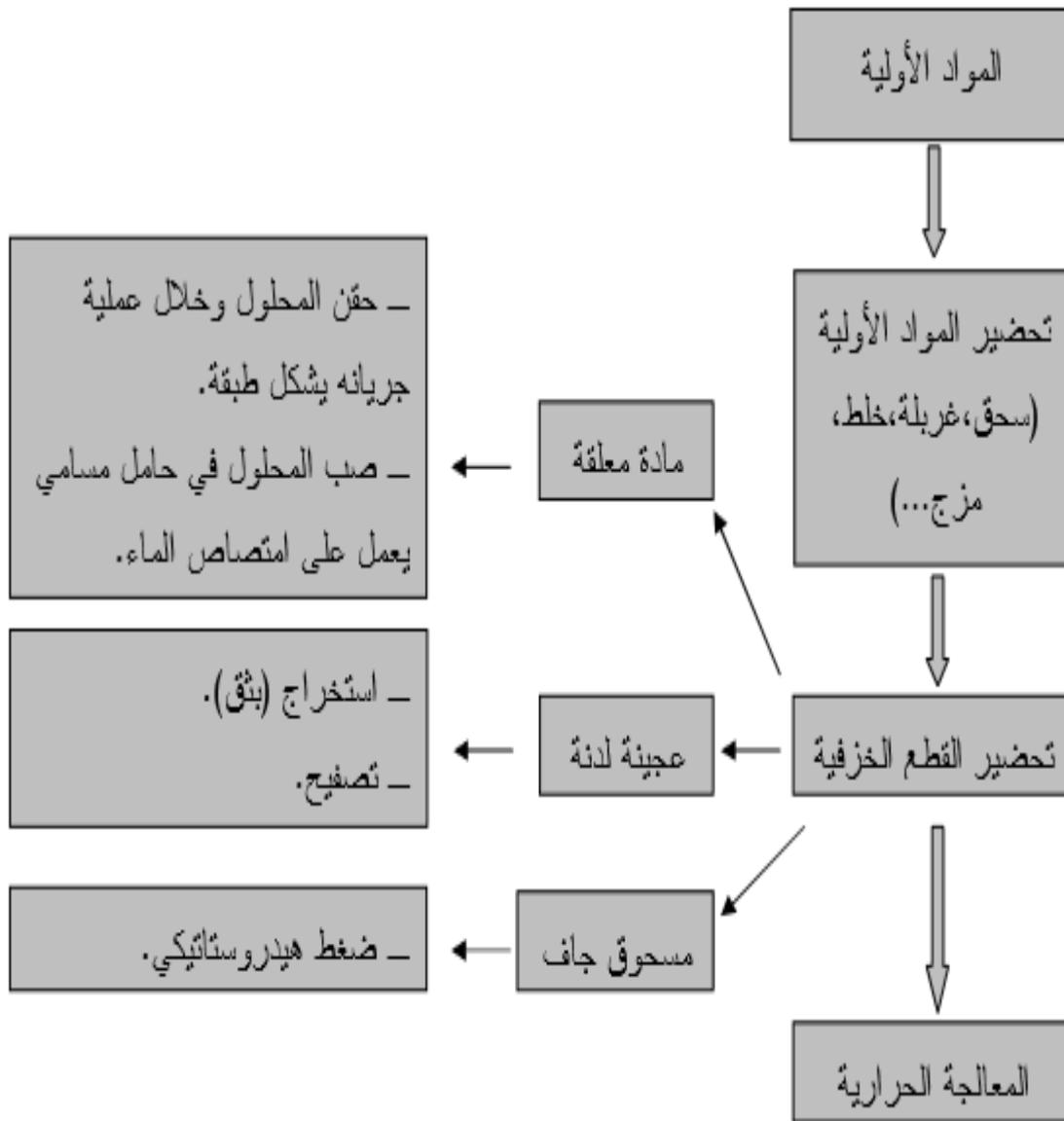
لكل نوع من أشكال المرشحات الخزفية مميزات ومساوئ يلخص بعضها في الجدول (8)

الجدول (I-8): بعض مميزات ومساوئ أشكال المرشحات الخزفية [49]

الشكل	المحاسن	المساوئ
مستوية	(1) سهولة الصنع والتركيب	(1) إحتمال إنسداد فراغاتها بسرعة كبيرة جدا
حلزونية	(1) ثمنها منخفض (2) تشغيل حيزا صغيرا	(1) إحتمال إنسداد فراغاتها بسرعة (2) عملية التفكيك غير ممكنة
أنبوبية	(1) سهولة التنظيف (2) سهولة إستبدال أحد الأنابيب	(1) حجم ميت كبير (2) ثمنها مرتفع
ليفية	(1) حجم ميت ضعيف	(1) صعوبة التنظيف (2) ثمن مرتفع (3) إستبدال التركيبية بأكملها في حالة إصابة جزء

5.7.I. طرق تحضير المرشحات الخزفية

الشرائح الرقيقة وكما يدل إسمها لا يمكنها تحمل فرق الضغط المطبق عليها خلال عملية الترشيح لذلك فهي تتركب على حامل يوفر لها الحماية الميكانيكية اللازمة [50]، ومن هنا المرشحات الخزفية تتكون من حامل (المسند) مسامي وضعت عليه شريحة (غشاء)، ويمكن تحضيرها بعدة طرق كما هو موضح بالشكل (9-I).



الشكل (9-I): أهم مراحل تحضير المرشحات الخزفية [51].

ولفهم تقنيات تحضير المرشحات الخزفية أكثر نقسم الشرائح إلي قسمين:

- شرائح مستوية الشكل
- شرائح أنبوبية

#### 1.5.7.I. الشرائح المستوية

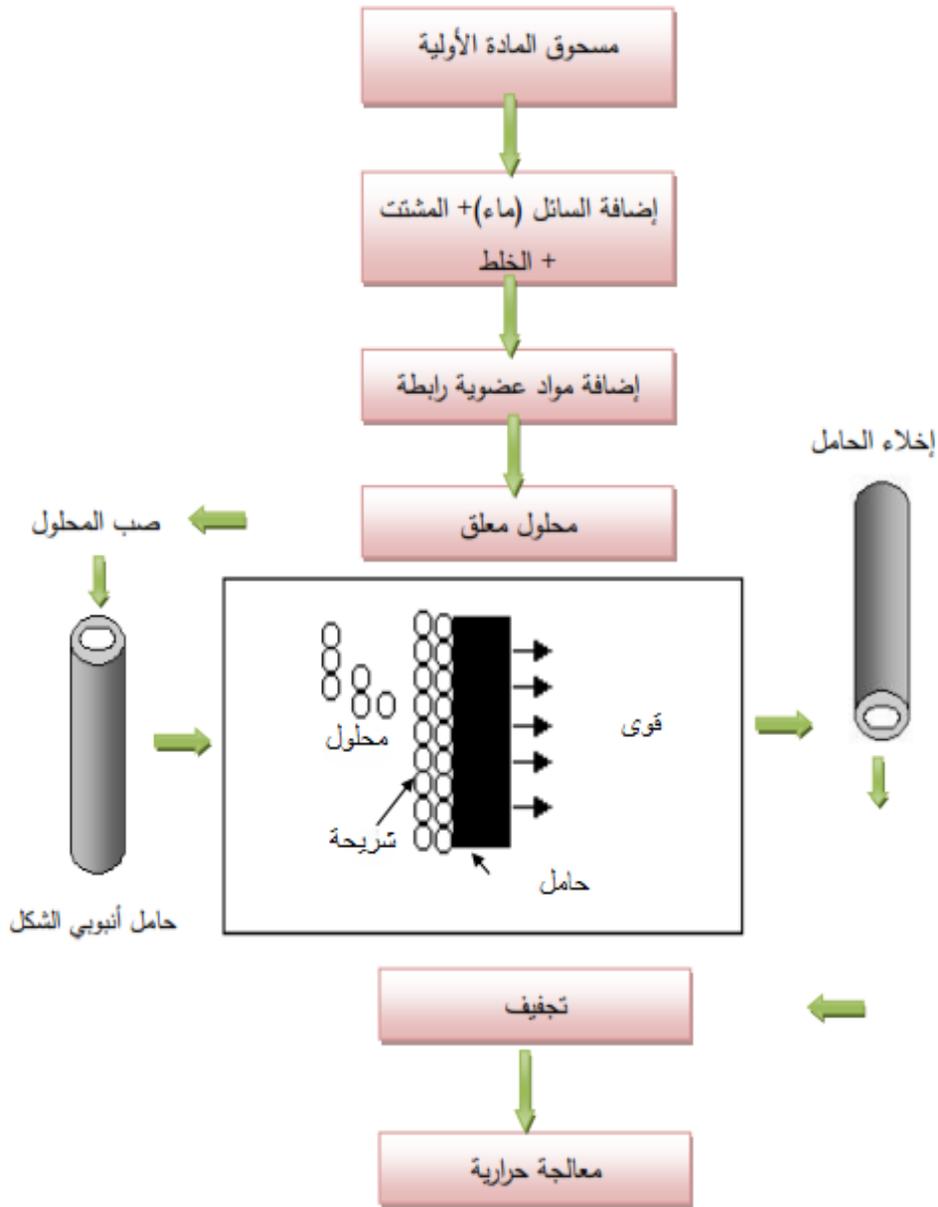
هناك طريقتين لتحضير الشرائح المستوية:

- **الضغط الهيدروستاتيكي:** في هذه الطريقة يتم تحضير مسحوق المادة الأولية ثم يكبس مباشرة تحت ضغط معين [50-52].
- **التصفيح:** هي طريقة عملية تستخدم كثيرا، وفي هذه الطريقة تحضير العجينة الخزفية ليتم بعد ذلك بعد ذلك تحفيض سمكها بالتدرج حتى الحصول على السمك المطلوب وهذا بإستخدام جهاز أعد خصيصا لهذا الغرض [53-54].

#### 2.5.7.I. الشرائح الأنبوبية:

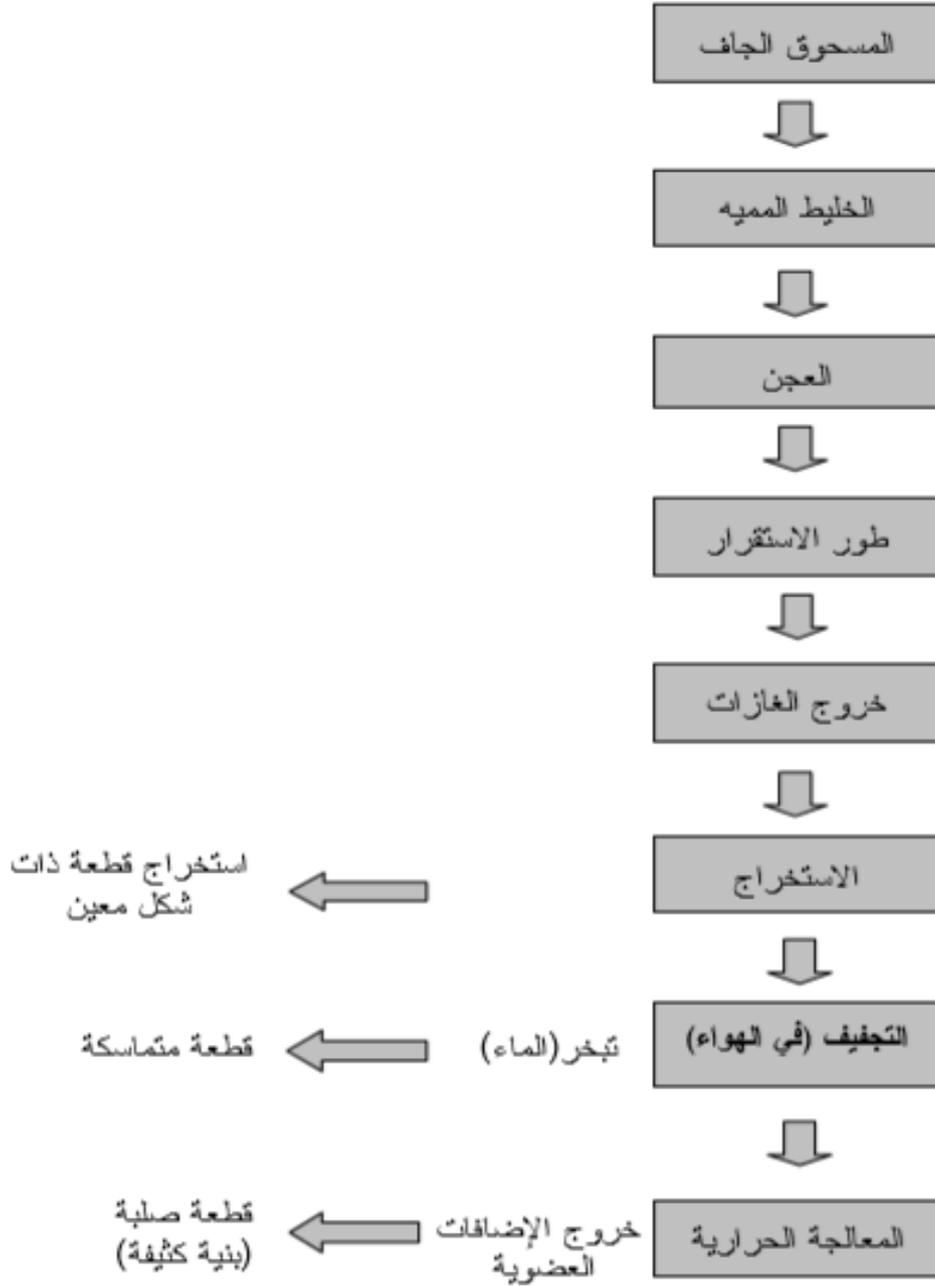
هناك عدة طرق لتحضير الشرائح الأنبوبية نذكر منها، طريقة الصب والأستخراج (البثق) لكنها قليلة في إفريقيا ولذلك نتجنب أخذها ومراعاتها.

طريقة الصب ويلخص لنا الشكل (10-I) أهم مراحل تحضير شريحة خزفية بإستخدام طريقة الصب



الشكل (10-I): مراحل تحضير شريحة خزفية بإستخدام طريقة الصب والرش المحوري [55].

طريقة الإستخراج يلخص لنا الشكل (11-I): أهم مراحل تحضير شريحة خزفية بإستخدام طريقة الإستخراج



الشكل (11-I): أهم مراحل تحضير شريحة خزفية بإستخدام طريقة الإستخراج [4]

# الفصل الثاني

دراسة المواد الأولية والطرق

التجريبية المتبعة

## مقدمة

نتناول في هذا الفصل إلى دراسة المواد الأولية المستخدمة في تحضير الحوامل الخزفية من الصلصال وكربونات الكالسيوم، حيث سنتطرق لمجموعة من التحاليل التي تم إجراؤها على العينات الخزفية كالتحليل الكيميائي والتحليل بواسطة أجهزة الأشعة السينية والذي يهدف إلى معرفة الأطوار المتشكلة في العينات بعد معالجتها، والتحليل بواسطة الأشعة تحت الحمراء إضافة إلى الاعتماد على المجهر الإلكتروني الماسح لدراسة البنية المجهرية للعينة كما سنهتم بمختلف طرق العمل المتبعة وكذلك بعض الأجهزة المستعملة.

## 1.II الطرق التجريبية المتبعة في دراسة المواد الخزفية

### 1.1.II إنعراج الأشعة السينية

تعتبر طرق التحليل بإستعمال إنعراج الأشعة السينية من أهم الطرق المستعملة في تحليل المواد وهي طرق كثيرة ومختلفة الإستعمال حيث تعتمد على الشكل الذي تتواجد عليه العينة ، ومن بين هذه الطرق طريقة المسحوق ويستعمل فيها إشعاع سيني وحيد اللون ،توجد طريقتين أساسيتين بإستعمال طيف الإنعراج ،الأولى تعرف ديبياي شرر ، ويتم فيها تسجيل الطيف على فلم حساس عبارة عن شريط يوضع داخل غرفة ديبياي شرر ، أما الطريقة الثانية (طريقة المسحوق بإستعمال عداد) فهي دقيقة في معلوماتها ويتم التسجيل فيها بإستعمال عداد أين يوصل هذا الأخير بجهاز راسم يقوم برسم شدة الإنعراج بدلالة زاوية براغ  $\sin\theta$  ولقد تم تطوير هذه التقنية وذلك بربط جهاز الإنعراج بجهاز الحاسوب حيث أصبح يسجل مخطط الإنعراج على شاشة الحاسوب أين يمكن تأثير الخطوط بالثنائية (شدة الانعراج I والفاصلة  $d_{hkl}$ ) حيث  $d_{hkl}$  يحسب بقانون براغ[56].

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

### 2.1.II مطيافية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه (FTIR)

تهدف مطيافية الأشعة تحت الحمراء للتعرف على بنية المادة المدروسة من دون التأثير على خصائصها، والتعرف على الأطوار البلورية واللابلورية بإعطاء معلومات عن الجسيمات الخاصة بمختلف الأطوار

الموجودة في العينة، حيث ينحصر مجال الأشعة بين  $0.7\mu\text{m}-50\mu\text{m}$  وهو ما يعرف بالمجال المتوسط [57].

يعتمد عمل هذه المطيافية على إرسال حزمة من الأشعة تحت الحمراء على العينة المدروسة لتسقط بعد ذلك على الكاشف والذي يحولها إلى إشارة كهربائية والتي يتم تحويلها بواسطة عملية رياضية فنحصل على طيف إنعراج يمثل عدد الأمواج بدلالة الإمتصاص، وقد تم وضع جداول خاصة لمعرفة الماهية الكيميائية للمادة [57].

### 3.1.II دراسة البنية المورفولوجية بواسطة المجهر الإلكتروني الماسح (MEB)

للتعرف على البنية المورفولوجية للعينات قمنا باستخدام المجهر الإلكتروني الماسح حيث تقوم هذه التقنية على مبدأ التفاعل بين الإلكترون والمادة والتي يمكن من خلالها الحصول على صورة بتحليل عالي الدقة لسطح العينة ، فعند قذف سطح العينة بحزمة إلكترونات أولية ينتج عن ذلك إنبعثات مجموعة من الأشعة التي يتم تحليلها بواسطة كواشف مختلفة ، مما يسمح بتكوين صورة ثلاثية الأبعاد للسطح [56] ، وبما أن العينات المدروسة عازلة كهربائيا فإنه يتم كسوتها بطبقة رقيقة من البلاتين أو الفضة وذلك لإكسابها ناقلية تسمح بالحصول على الصورة المطلوبة..

### 2.II دراسة المواد الأولية

#### 2.1.II الصلصال

يعتبر الصلصال في بحثنا هذا المادة الأولية الأساسية لتحضير المساند، حيث تم الحصول على هذه المادة الأولية من جبل كرداده ضواحي مدينة بوسعادة ولاية المسيلة.

#### 1.1.2.II التحليل الكيميائي للصلصال

تم تعريض عينة من مادة الصلصال للأشعة السينية باستخدام جهاز الفلورة السينية الموضح بالشكل (II-1)



الشكل (II-1): صورة لجهاز الفلورة السينية

مما سمح لنا بمعرفة النسب الوزنية لمختلف العناصر المكونة لها كما هو موضح في الجدول (II - 1).

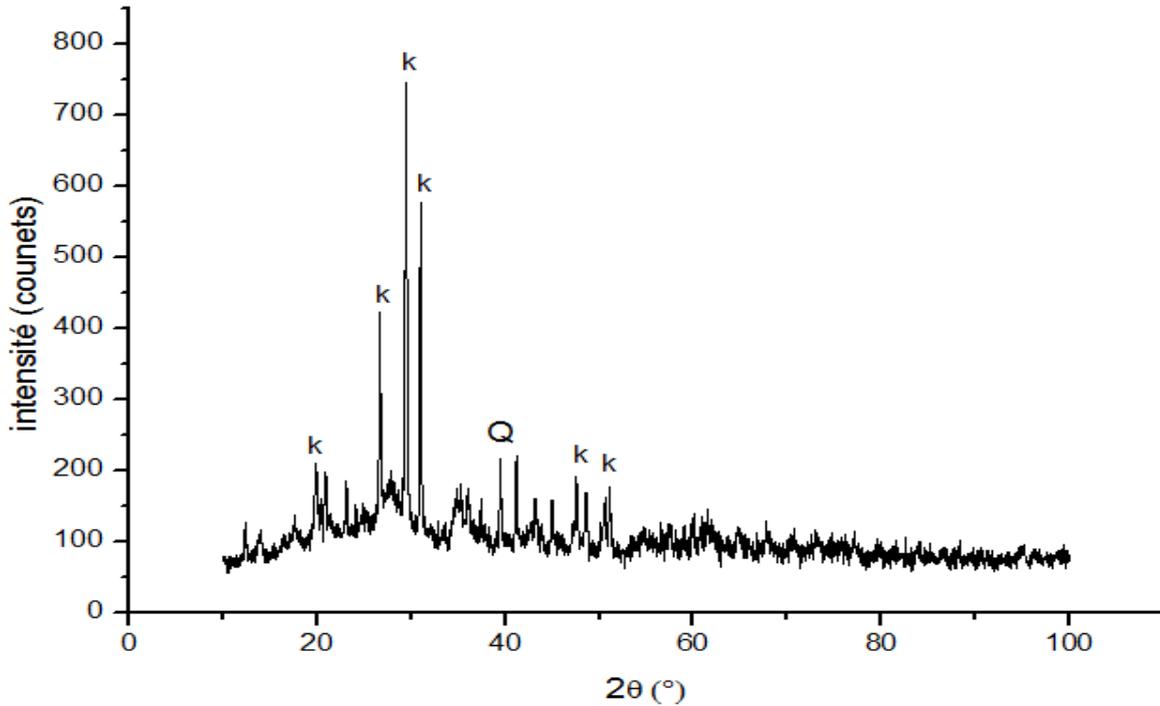
الجدول (II - 1): التحليل الكيميائي للصلصال.

العناصر	PAF 950	CL-	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	SO <sub>3</sub>	MgO	CaO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>
النسب الوزنية	17.02	0.029	0	2.881	0031	5.358	2.669	4.847	14.917	52.248

من خلال نتائج الجدول (II - 2) يظهر أن الصلصال مكون أساسا من السيليس  
 $52.489\% \text{SiO}_2$  والألومين  $14.917\% \text{Al}_2\text{O}_3$  إضافة إلى بعض العناصر الأخرى كـ  $\text{MgO}$  و  $\text{TiO}_2$ .

### II.2.1.2 التحليل بواسطة الأشعة السينية للصلصال

باستخدام الطول الموجي  $\lambda_{\text{K}\alpha\text{Cu}} = 1.54\text{\AA}$  تم الحصول على مخطط الإنعراج، وبمطابقة طيف الإنعراج  
 مع بطاقات ASTM تبين أن معظم خطوط الإنعراج تابعة للصلصال مع وجود بعض شوائب الكوارتز كما  
 هي موضحة بالشكل التالي ( II - 2):



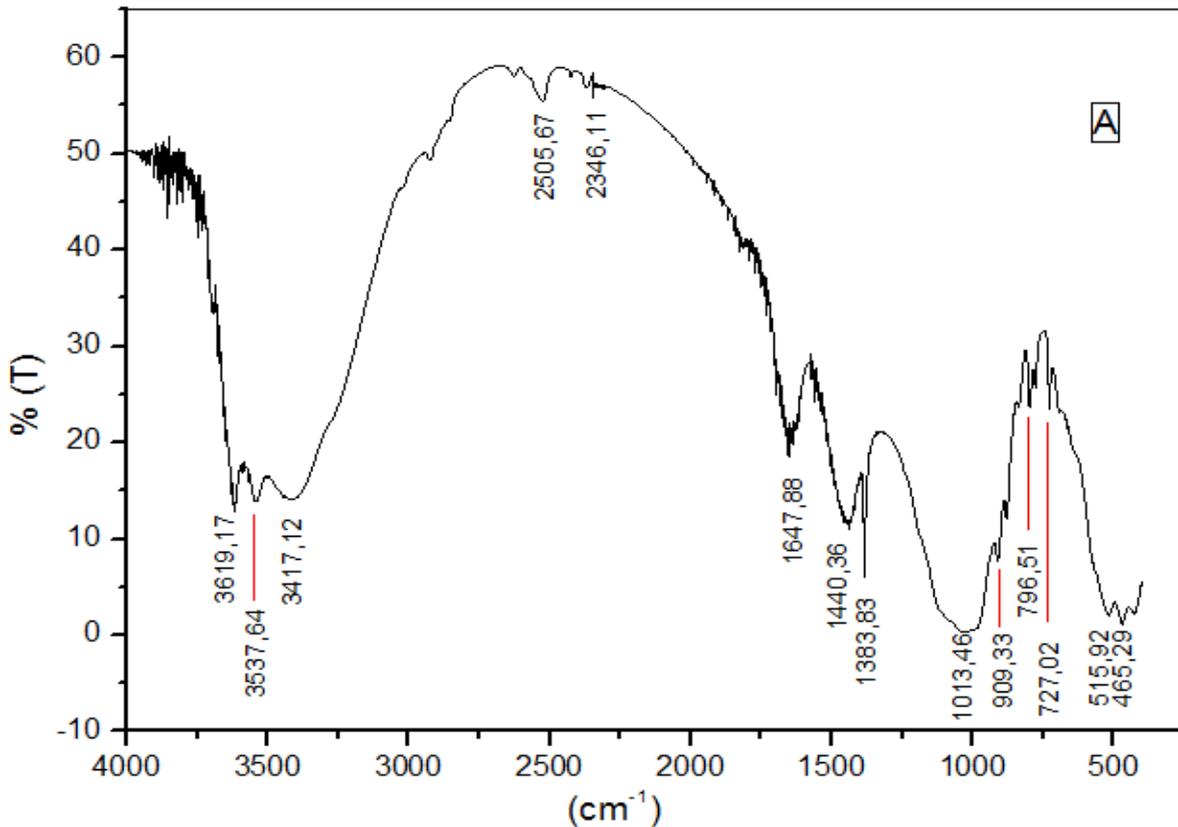
الشكل ( II - 2): طيف إنعراج الأشعة السينية للصلصال

### II.2.1.2 التحليل للصلصال بواسطة الأشعة تحت الحمراء

تمت الدراسة بإستعمال مطيافية إمتصاص الأشعة تحت الحمراء ذو تحليل فورييه (FTIR) على المادة الخام  
 وهذا بإستخدام جهاز من نوع 5zdx-NICOLET حيث تم مسح مجال الترددات (4000-500) المادة

المشتتة المستعملة هي برومور البوتاسيوم (KBr). الطيف المحصل عليه موضح في الشكل (II-5) أين نلاحظ عصابات الامتصاص التالية:

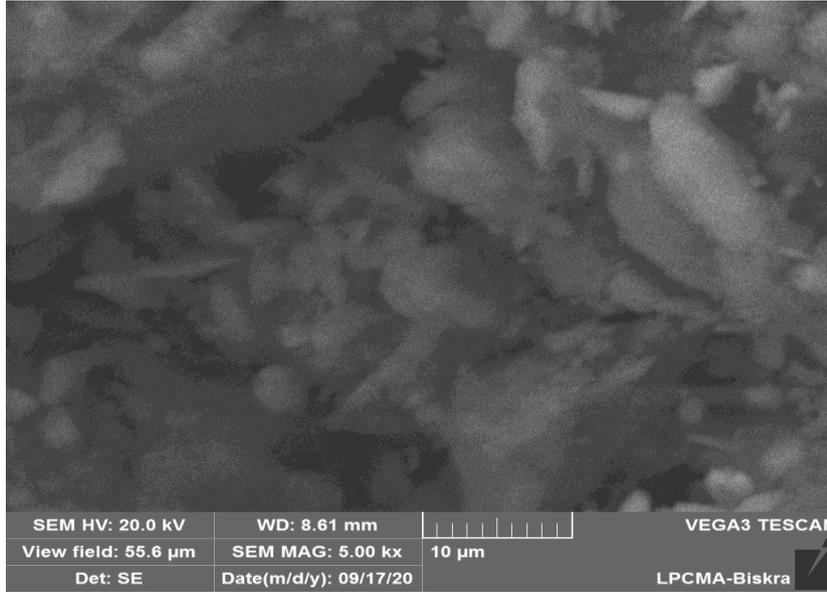
- عصابات الإمتصاص من 468 و  $694\text{ cm}^{-1}$  تدل على وجود الألومين [13].
- عصابة الإمتصاص  $515\text{cm}^{-1}$  تعبر عن الإهتزازات التوافقية للرابطة O-Si-Al [58].
- عصابة الإمتصاص  $796\text{cm}^{-1}$  تعبر عن الإهتزازات التوافقية للرابطة Si-O [59].
- عصابة الإمتصاص  $908\text{cm}^{-1}$  تعبر عن الإهتزازات التوافقية للرابطة Al-OH-Al [60].
- عصابة الإمتصاص  $1013\text{cm}^{-1}$  تعبر عن الإهتزازات التوافقية للرابطة Si-O-Si [13].
- عصابة الإمتصاص  $2346\text{cm}^{-1}$  تعبر عن الإهتزازات التوافقية للرابطة Al-O [61].
- عصابات الإمتصاص 3695 و  $3620\text{ cm}^{-1}$  تعود للهيدروكسيل OH حسب موضعه في الشبكة البلورية موضع مركزي وسطحي على التوالي [62].



الشكل (II-3): التحليل بواسطة الأشعة تحت الحمراء للصلصال.

## 4.1.2.II البنية المجهرية للصلصال

صورة بالمجهر الإلكتروني الماسح لمسحوق مادة الصلصال كما هو موضح بالشكل (4-II) حيث توضح البنية المورفولوجية لحبيبات المادة الخام ونلاحظ ان مسحوق الصلصال عبارة عن توزيع متجانس للحبيبات .



الشكل (4-II): صورة بالمجهر الإلكتروني الماسح لحبيبات مادة الصلصال.

## 2.2.II كربونات الكالسيوم

تم الحصول عليها من جبال المعاضيد بولاية المسيلة، وهي عبارة عن مسحوق أبيض ناصع، حيث تلعب كربونات الكالسيوم في هذا البحث دورا أساسيا في تحضير المساند الخزفية بحيث أن إضافة كمية منها الى الصلصال تسمح بالحصول على مساند مسامية بعد المعالجة الحرارية

## 1.2.2.II التحليل الكيميائي لكربونات الكالسيوم

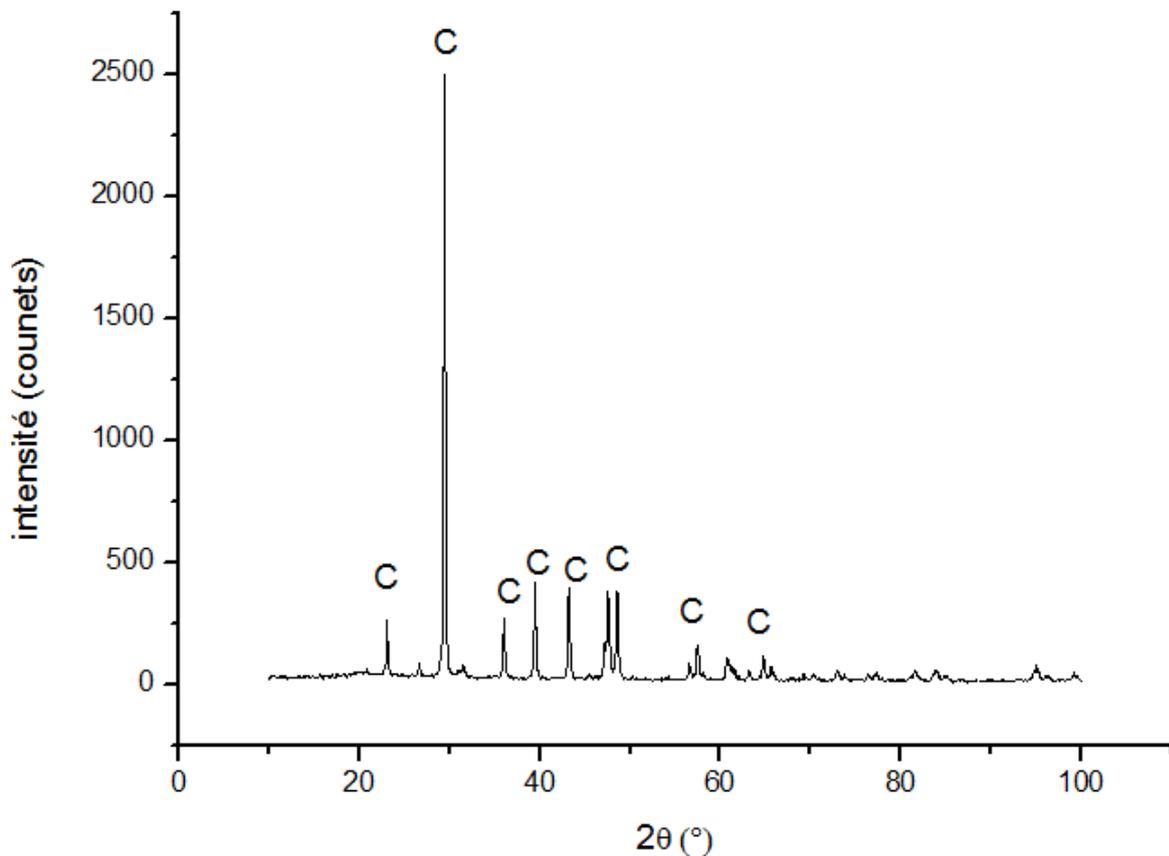
يتم تعريض عينة من مادة كربونات الكالسيوم لأشعة الفلورة السينية مما يسمح لنا بمعرفة مختلف النسب الوزنية لمختلف العناصر المكونة لها كما هو موضح في الجدول (2-II).

الجدول (2-II): التحليل الكيميائي ل كربونات الكالسيوم  $CaCO_3$ .

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

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

من خلال نتائج إنعراج الأشعة السينية الموضحة في الشكل (5-II) وبمطابقة طيف الإنعراج مع بطاقات (ASTM) تبين أن معظم خطوط الإنعراج تابعة لكربونات الكالسيوم.

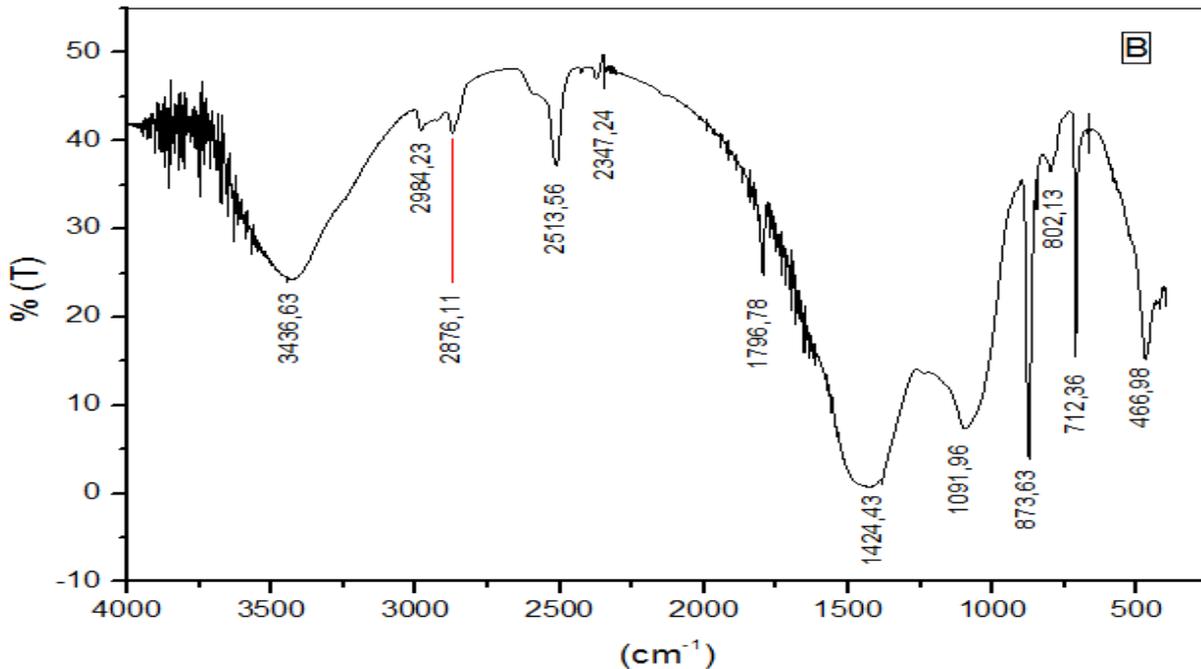


الشكل (5-II): طيف إنعراج الأشعة السينية لكربونات الكالسيوم  $CaCO_3$ .

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

تمت الدراسة بإستعمال مطيافية إمتصاص الأشعة تحت الحمراء ذو تحليل فورييه (FTIR) على المادة الخام وهذا بإستخدام جهاز من نوع 5zdx-NICOLE حيث تم مسح مجال الترددات (4000-500) المادة المشتتة المستعملة هي برومور البوتاسيوم (KBr). الطيف المحصل عليه موضح في الشكل (II-6) أين نلاحظ عصابات الإمتصاص التالية:

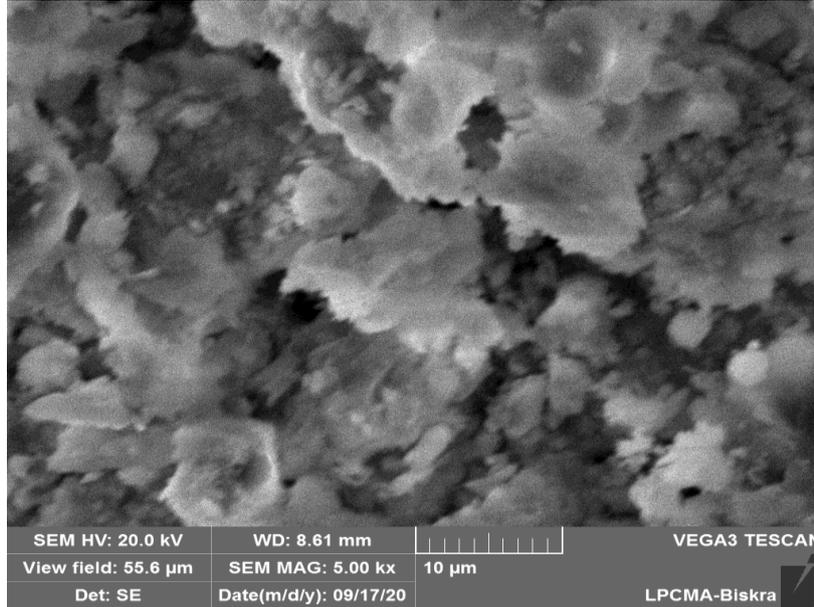
- عصابات الإمتصاص من 468 و 694  $cm^{-1}$  تدل على وجود الألومين [13].
- عصابة الإمتصاص  $802\ cm^{-1}$  تعبر عن وجود السيليس [60].
- عصابة الإمتصاص  $874\ cm^{-1}$  تعبر عن الأهتزازات التوافقية للرابطة Si-O [63].
- عصابة الإمتصاص  $1090\ cm^{-1}$  تعبر عن الأهتزازات التوافقية للرابطة Si-O [13-60].
- عصابة الإمتصاص  $1422\ cm^{-1}$  تعبر عن الأهتزازات التوافقية للرابطة Si-Oi [60].
- عصابة الإمتصاص  $3436\ cm^{-1}$  تعبر عن الأهتزازات التوافقية للرابطة OH [64].
- عصابات الإمتصاص 3200 و  $3800\ cm^{-1}$  تعبر عن وجود شوائب ناجمة من عملية التحضير وكذلك وجود [64].



الشكل (II-6): التحليل بواسطة الأشعة تحت الحمراء لكربونات الكالسيوم.

#### 4.2.2.II. البنية المجهرية لكربونات الكالسيوم

يوضح الشكل (II-7) صورة بالمجهر الإلكتروني الماسح لمادة كربونات الكالسيوم والتي تبدو على شكل حبيبات .



الشكل (II-7): صورة بالمجهر الإلكتروني الماسح لحبيبات كربونات الكالسيوم  $CaCO_3$ .

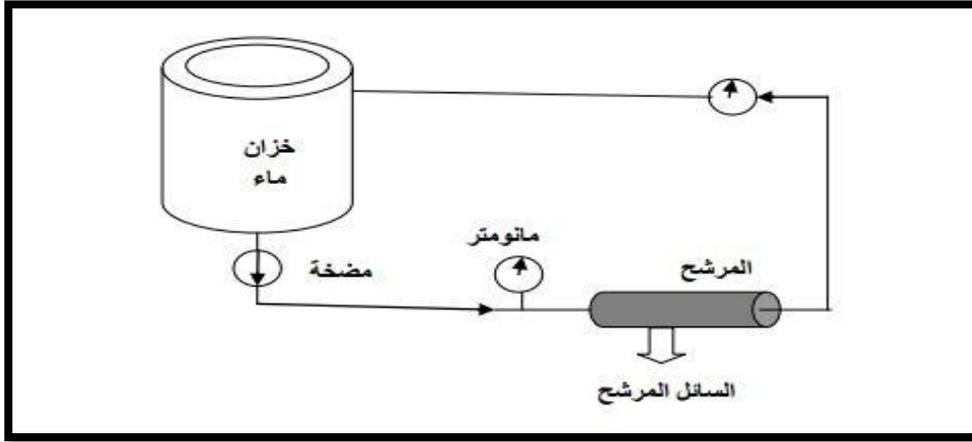
### 3.II. تقنيات القياس والتحليل

#### 1.3.II. دراسة بنية العينات

تم استخدام مجموعة من الأجهزة لغرض دراسة بنية العينات كجهاز الأشعة السينية بهدف معرفة الأطوار المتشكلة في العينات بعد معالجتها، كما تم استخدام جهاز التحليل الحراري وذلك لمعرفة الضياع الكتلي ومعرفة التغيرات البنيوية خلال المعالجة الحرارية، بوزارة

#### 2.3.II. إختبار النفاذية

تهدف هذه التقنية لمعرفة مدى فعاليتها وذلك بحساب معامل نفاذيتها الذي يسمح لنا بمعرفة كميات الماء المارة حيث يوضح الشكل (II-8) رسم مبسط للتركيب المستخدمة لدراسة إختبار النفاذية.



الشكل (II-8): رسم تخطيطي للتركيبية المستخدمة في إختبار النفاذية.

#### 4.II. الطرق التجريبية المتبعة

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

لتحضير حوامل خزفية من الصلصال وكربونات الكالسيوم تم إتباع خطوات ومراحل مهمة أثناء عملية التحضير حيث تم سحق المادة الأولية الصلصال جيدا مع غربلته بغريال قطره  $250\mu\text{m}$  ثم تم معالجة المسحوق الناتج حراريا عند  $600\text{ }^\circ\text{C}$  لنتحصل على مسحوق متجانس حيث يقدر وزنه ب 70% من الصلصال مضاف إليه 30% من كربونات الكالسيوم المتمثلة في 50 g المسحوق مع غربلتها أيضا بغريال قطره  $250\mu\text{m}$  يضاف إلي العينة مواد عضوية متمثلة في الأميغال و يقدر وزنه ب 8g أي بنسبة 2% ، وذلك لتحسين خصائص العجينة وتسهيل عملية التشكيل ، ليتم بعد ذلك مزج المسحوق المتشكل بكمية من الماء المقطر 70 ml بواسطة خلاط كهربائي(الماء يضاف بالميليلتر لكي لا تأتي العينة فيها ماء فتتشقق الأنابيب) لتتشكل في النهاية عجينة متماسكة قابلة للتشكيل والتي توضع داخل كيس بلاستيكي وتترك لمدة معتبرة لينتشر الماء داخلها بشكل جيد.

بعد تحضير العجينة يتم وضعها في جهاز خاص والذي يسمى بجهاز البثق لتحضير عينات على شكل أنابيب وتسمى هذه العملية بعملية الإستخراج، وبعد تشكل الأنابيب الخزفية يتم وضعها مباشرة على أسطوانات من الألمنيوم والتي تتحرك بحركة دائرية حتى تجف هذه الأنابيب بشكل متجانس مع المحافظة على شكلها السليم. ثم تأتي عملية التلييد وذلك بوضع العينة في درجة حرارة  $1000\text{ }^\circ\text{C}$  ويمكن تلخيص هذه الخطوات كما هو موضح في الشكل (II-9).

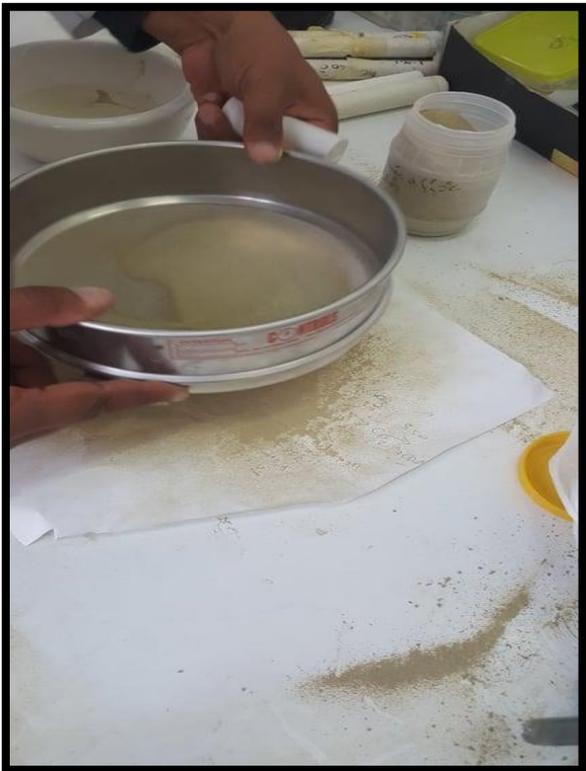


الشكل ( II-9): أهم الخطوات المتبعة في تحضير حوامل خزفية من الصلصال.

2.4.II صور للخطوات التجريبية المنجزة في الجانب التجريبي



الشكل ( II-10): صورة لعملية السحق



الشكل ( II-11): صورة لعملية الغربلة



الشكل ( II-12): صور لمقادير المزيج



الشكل ( II-13): صورة لعملية الخلط



الشكل ( II-14): صورة لعملية إستخراج الأنابيب



الشكل ( II-15): صورة لأنابيب التجفيف



الشكل ( II-16): صور لبعض العينات من الحوامل بعد المعالجة الحرارية ( $1000^{\circ}\text{C}$  -  $1100^{\circ}\text{C}$ ).



الشكل ( II-17): صورة للفرن الكهربائي.

## 5.II. أهم الأجهزة المستعملة

## 1.5.II. جهاز الفلورة السينية (fluorescence x)

تم إستعمال جهاز الفلور السينية نوع Zetium Malvern Panalytical وذلك لمعرفة مكونات المادة الخزفية الموضح في الشكل (II-1).

## 2.5.II. الفرن الكهربائي

تم إستعمال فرن كهربائي من نوع Nabertherm more thane het 30-3000 °C وذلك للمعالجة الحرارية للعينات والتي تصل درجة حرارته القصوى إلى 3000°C الموضح في الشكل (II-17).

## 3.5.II. الميزان الحساس

تم إستعمال ميزان KERN ALJ 220-4NM ذو دقة قياس تصل إلى  $d=0.0001g$  الموضح في الشكل (II-12).

## 4.5.II. الخلاط الكهربائي

تم إستخدام الخلاط الكهربائي SINMAG لمزج المسحوق مع الماء بشكل متجانس الموضح في الشكل (II-13).

## 5.5.II. جهاز الأشعة تحت الحمراء

لتحليل بنية المسحوق إستعملنا جهاز من نوع shimadzu ftir-8400s

## 6.5.II. جهاز المجهر الالكتروني الماسح

إستعملنا جهاز من نوع TESCAN VEGA3.

# الفصل الثالث

النتائج ومناقشتها

## مقدمة

يتموضع هذا الفصل على أهم النتائج التجريبية المحصل عليها إضافة إلى محاولة مناقشتها، والهدف من هذا البحث هو دراسة بعض خصائص الحوامل الخزفية المحضرة إنطلاقاً من مواد أولية والمتمثلة في مادة الصلصال إضافة إلى مادة كربونات الكالسيوم.

## 1.III. دراسة الحوامل المحضرة من الصلصال وكربونات الكالسيوم

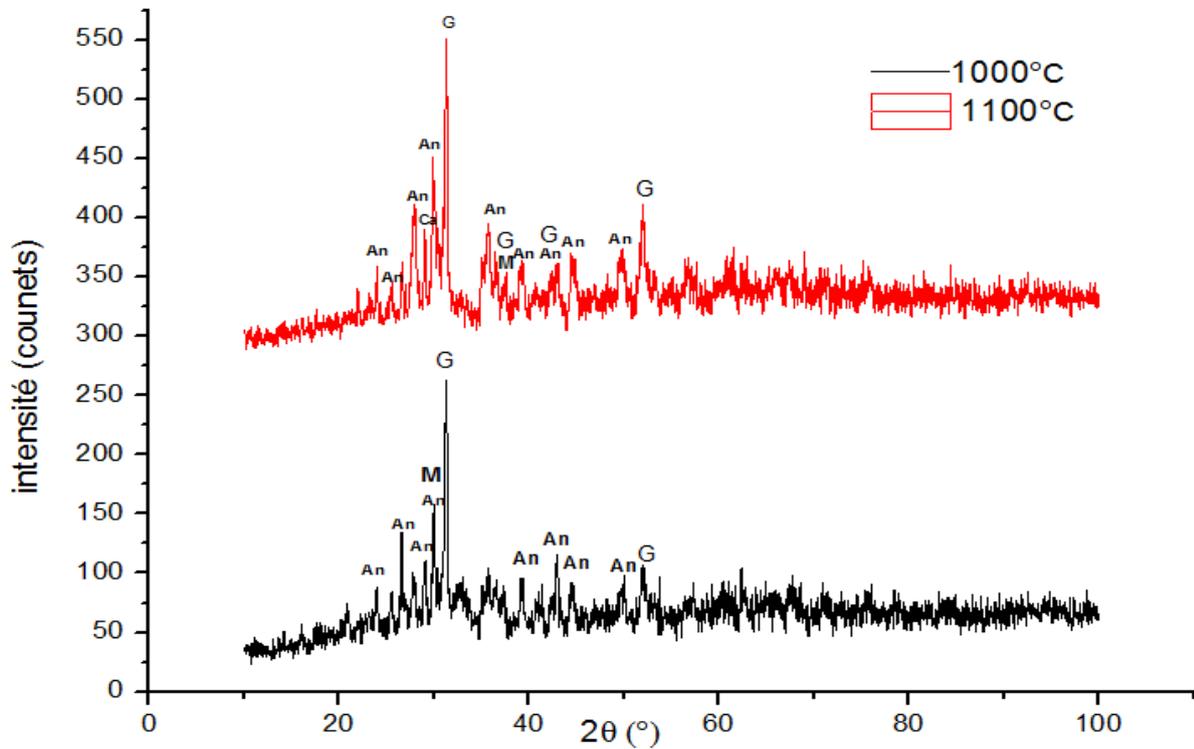
بعد تحضير حوامل خزفية إنطلاقاً من مادة الصلصال والتي تقدر بنسبة 70% ومادة كربونات الكالسيوم بنسبة 30% كما وضحنا ذلك في الفصل السابق فقد تحصلنا على حوامل ذات لون بني، وعند القيام بدراسة هذه الحوامل وذلك بإجراء تجربة إختبار النفاذية لاحظنا أن هذه الأخيرة جيدة وهذا عائد لنوعية المواد الأولية وهذا يدل على ان هذا النوع من الصلصال صالح لإستعماله كمادة أولية في تحضير حوامل خزفية.

## 1.1.III التحليل بواسطة الأشعة السينية

يوضح الشكل مخططات إنعراج الأشعة السينية لعينات محضرة من الصلصال وكربونات الكالسيوم والتي تمت معالجتها عند درجات حرارة مختلفة، حيث نلاحظ وجود طور الأنورثيت ( $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ) إضافة إلى وجود أطوار أخرى كالجيهالينيت ( $2\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$ ) والميليت ( $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ) والكالسيت ( $\text{CaCO}_3$ ) ، حيث يعتبر طور الأنورثيت هو الغالب في جميع العينات المعالجة في درجات حرارة مختلفة غير أن شدته تزداد بزيادة درجة الحرارة أما باقي الأطوار فتتواجد بنسب متباينة.

الجدول (1-III): الأطوار المتشكلة مع رقم البطاقة (ASTM) لكل طور.

الرمز	إسم الطور	الصيغة الكيميائية	رقم البطاقة (ASTM)
An	الأنورثيت	$\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$	98-000-9330
			98-020-2712
			98-020-2711
G	الجيهاينيت	$2\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$	98-008 - 6348
			98-016 - 0332
			98-004 - 0303
M	الميليت	$3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$	98-005 - 1554

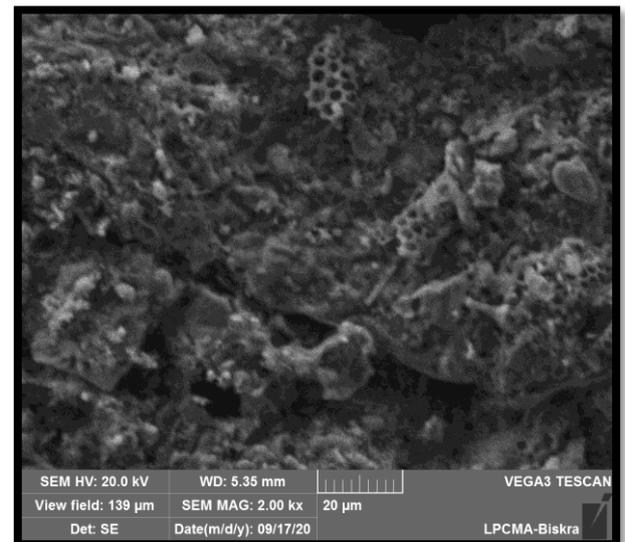
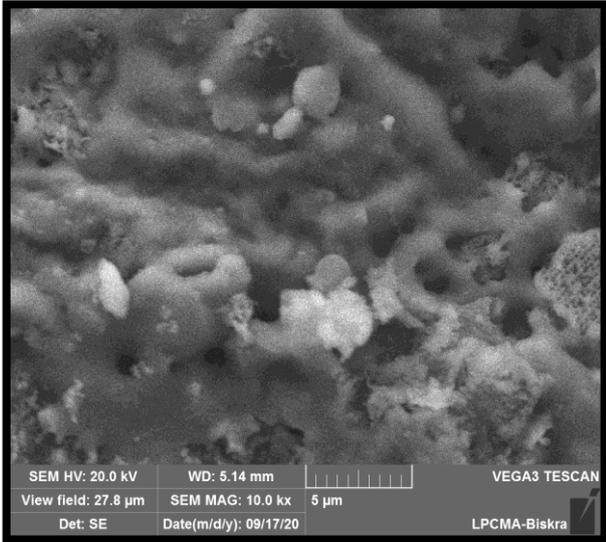
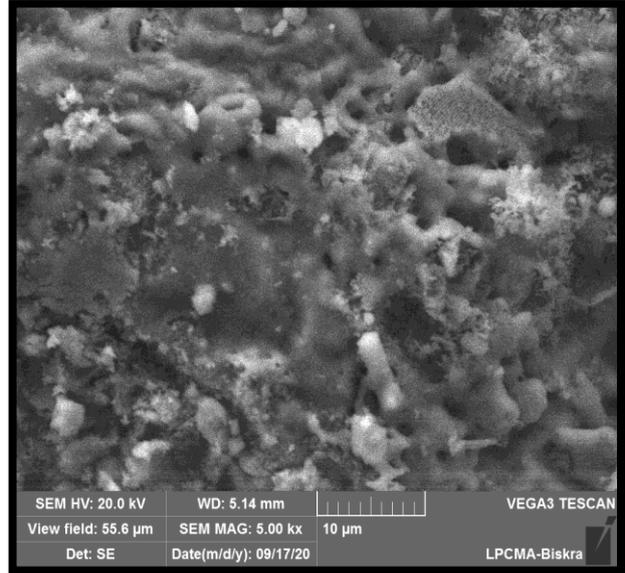
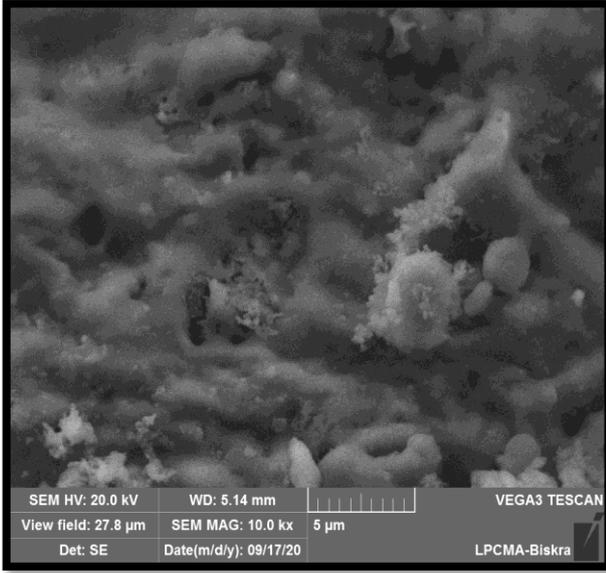


الشكل (1-III): أطياف انعراج الأشعة السينية لعينات الصلصال المضافة إليها نسبة من الكالسيت والمعالجة عند درجة حرارة مختلفة.

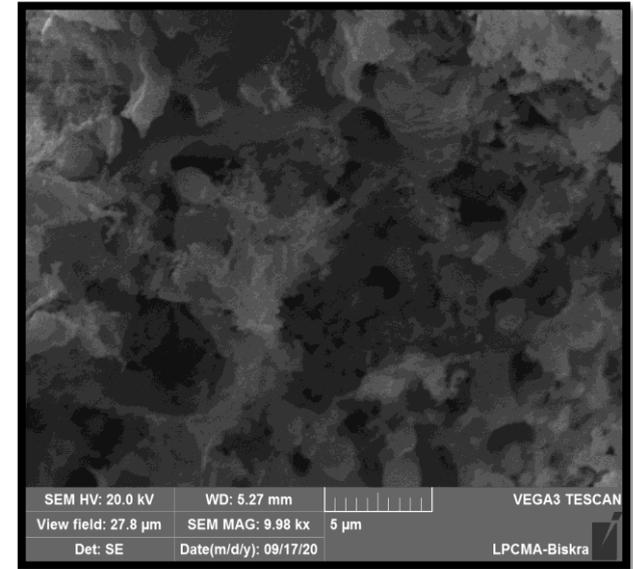
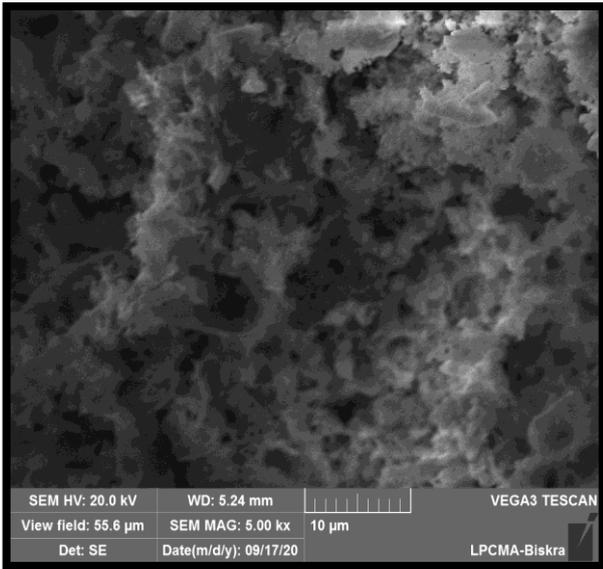
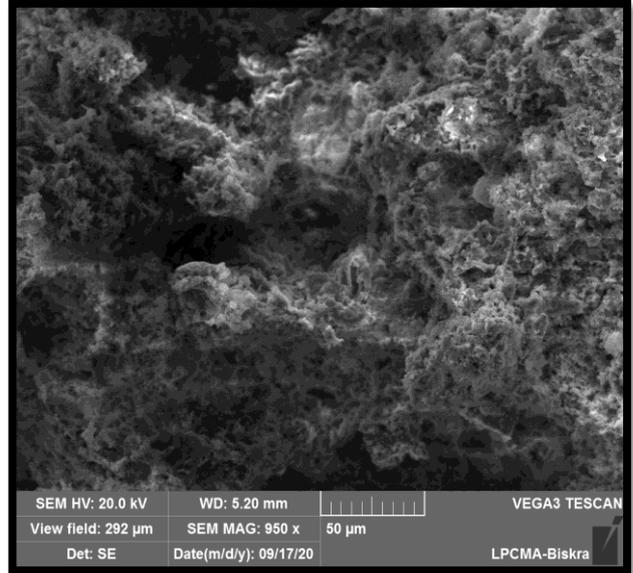
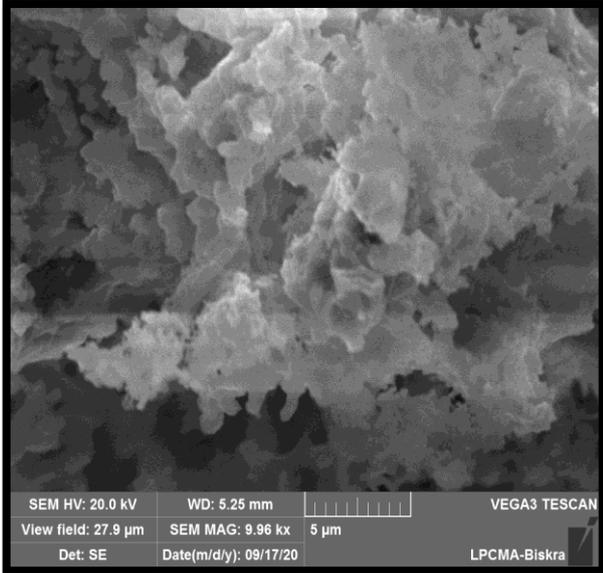
## 2.1.III البنية المجهرية

توضح الأشكال (III-2)، (III-3)، (III-4)، (III-5) صور بالمجهر الإلكتروني الماسح (MEB)، لأسطح عينات من الحوامل الخزفية ذات الشكل الأنبوبي بتكبيرات مختلفة عند درجات حرارة مختلفة، حيث تبين هذه الصور أن هذه العينات خالية من العيوب المجهرية كالتشققات ولكنها تحتوي على مسامات معتبرة ومختلفة الأحجام وذلك باختلاف درجة الحرارة أثناء المعالجة الحرارية.

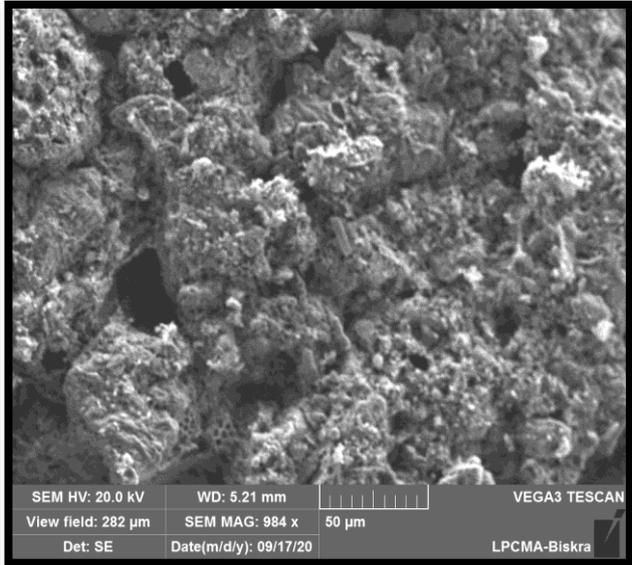
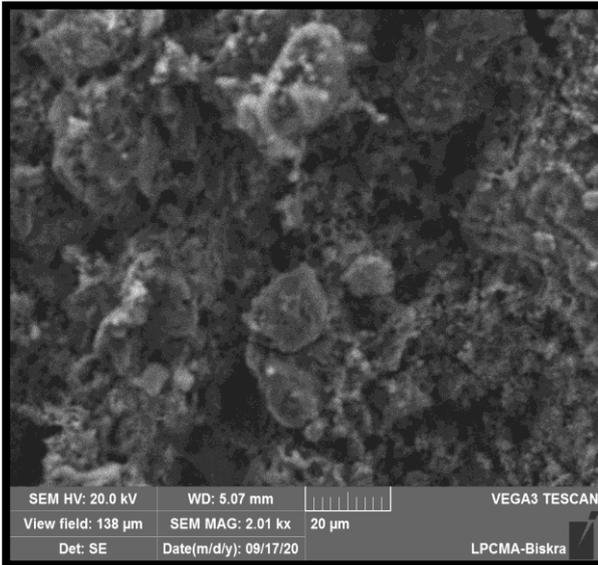
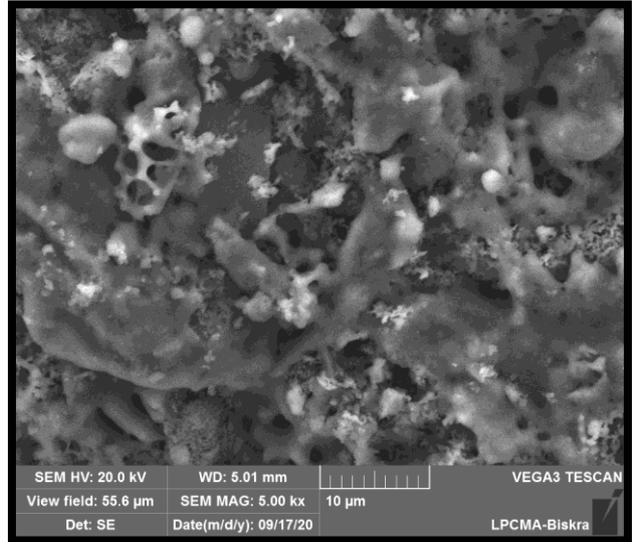
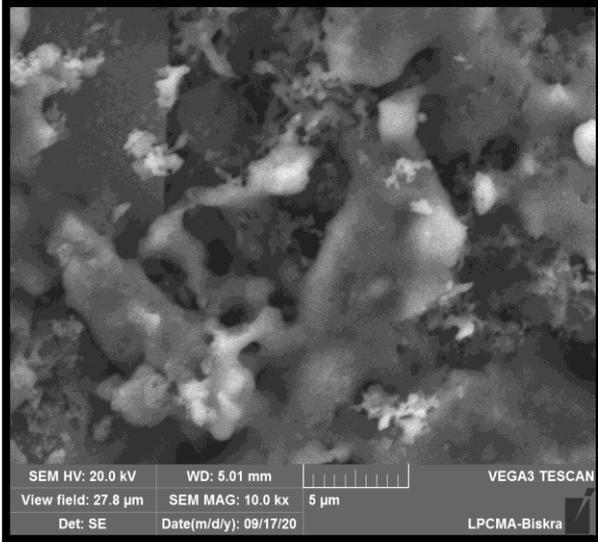
يظهر سطح العينة المعالجة عند درجة الحرارة  $1000^{\circ}\text{C}$  خاليا من العيوب المجهرية ويحتوي على مسامات مختلفة أغلبها لا يتجاوز قطرها  $4\ \mu\text{m}$ ، أما بالنسبة للعينة المعالجة عند درجة الحرارة  $1100^{\circ}\text{C}$  فقطر المسامات فيها أكبر من العينة الأولى حيث لا يتجاوز  $5\ \mu\text{m}$  وهذا لحدوث التحام أكبر للحبيبات واندماج الحبيبات الصغيرة مع بعضها البعض مشكلة حبيبات كبيرة حيث أصبحت أكثر تجانس. ملاحظة: الحوامل في بحثنا لا تتحمل درجة حرارة أكبر من  $1250^{\circ}\text{C}$ .



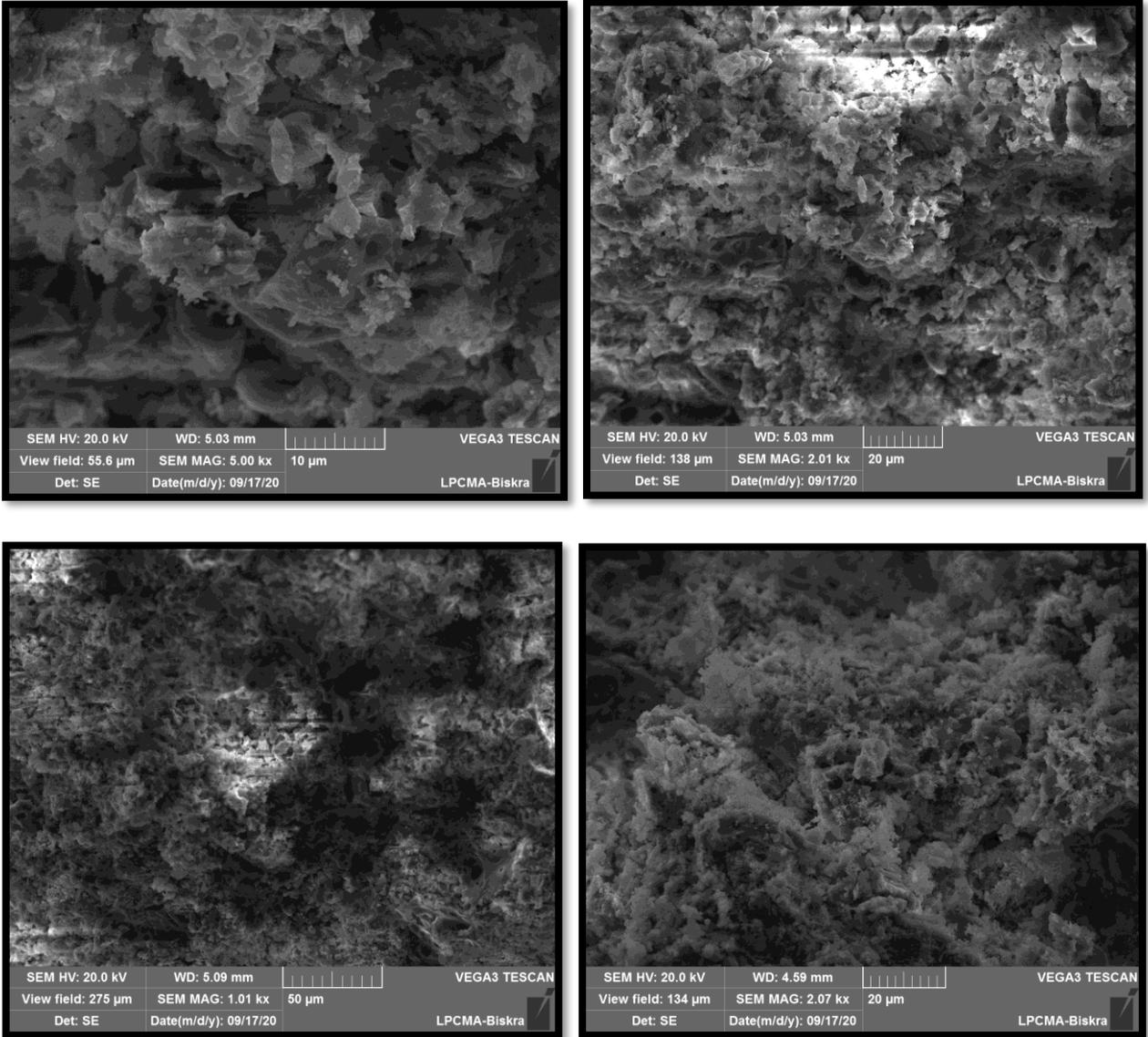
الشكل ( III-2): صور لأسطح عينات من الحوامل أنيوية الشكل بتكبير مختلف والمعالجة عند درجة حرارة 1000°C.



الشكل ( III-3): صور مجهرية لمقاطع عينات من الحوامل أنبوبية الشكل بتكبير مختلف والمعالجة عند درجة حرارة  $1000^{\circ}\text{C}$ .



الشكل ( III-4): صور مجهرية لأسطح عينات من الحوامل أنبوبية الشكل بتكبير مختلف والمعالجة عند درجة حرارة  $1100^{\circ}\text{C}$ .



الشكل ( III-5): صور مجهرية لمقاطع عينات من الحوامل أنبوية الشكل بتكبير مختلف والمعالجة عند درجة حرارة  $1100^{\circ}\text{C}$ .

## 3.1.III اختبار الثني ذو الثلاثة نقاط

يتم تطبيق قوة على العينة وبواسطة كاشف موصول بالحاسوب يتم تسجيل قيمة كل من القوة المطبقة والتشوه. العينات المستخدمة لها شكل متوازي المستطيلات وأبعادها معروفة كما يوضحه الشكل (III-4).



الشكل (III-6): صورة لجهاز إختبار الثني.

تم حساب مقاومة الثني بالإعتماد على العلاقة:

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

$\sigma$  : مقاومة الثني.

F : القوة التي تنكسر عندها العينة.

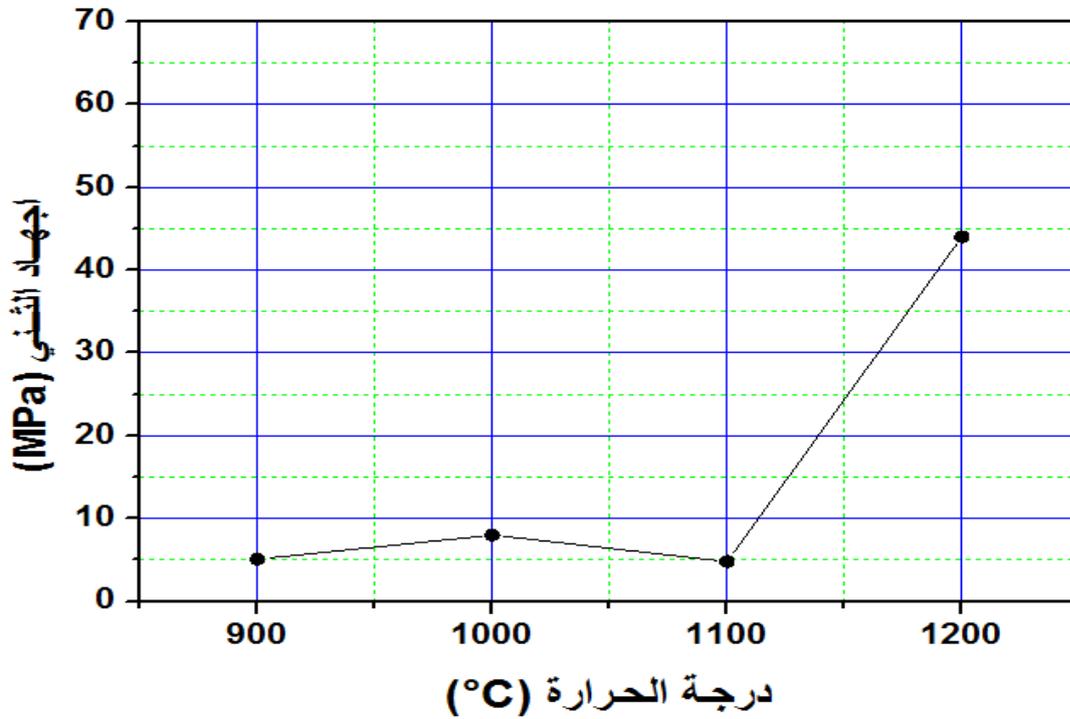
L : طول العينة أو هي المسافة بين نقطتي إرتكازها و تساوي 3cm في تجربتنا هذه.

b : عرض العينة.

h : سمك العينة.

الجدول (III-2): الخصائص الميكانيكية للعينات الخزفية المعالجة عند درجات حرارة مختلفة

إجهاد الشبي ( $\sigma_f$ ) (MPa)	درجة الحرارة $^{\circ}\text{C}$
5.1	900
8	1000
4.8	1100



الشكل (III-7): تغير إجهاد الشبي بتغير درجة الحرارة

إنطلاقاً من النتائج السابقة نلاحظ تزايد إجهاد الشبي وذلك تزامناً مع إرتفاع درجة الحرارة، مما يدل أن القطعة الخزفية اكتسبت صلابة نتيجة التكاثر أثناء المعالجة الحرارية وهذا يعني أن هناك زيادة في المقاومة الميكانيكية لهذه المادة.

### 4.1.III إختبار النفاذية

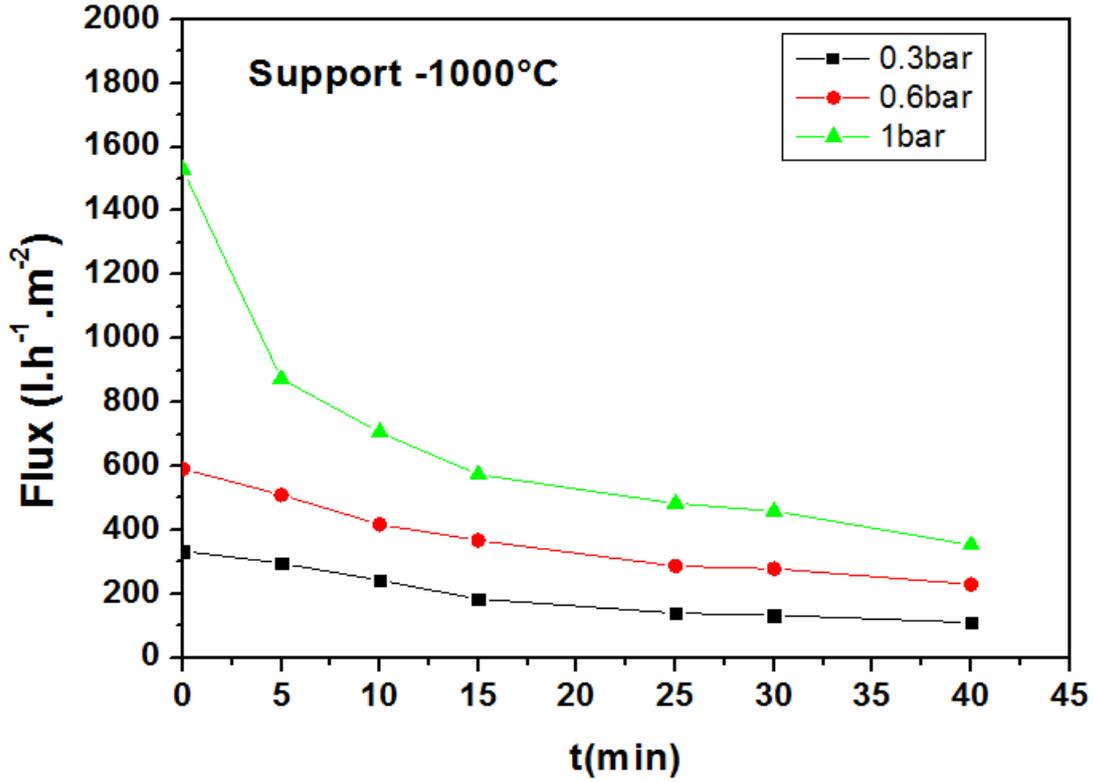
قمنا بوضع العينات داخل الماء المقطر وذلك لمدة 24 ساعة وهذا من أجل الوصول إلى إستقرار التدفق في أسرع وقت ممكن، ثم قمنا بإجراء إختبار نفاذية الحوامل الخزفية وذلك لمعرفة مدى فعاليتها وكما أنه يمكننا من حساب معامل نفاذيتها وذلك بإستعمال البروتوكول الموضح بالشكل (III-8).



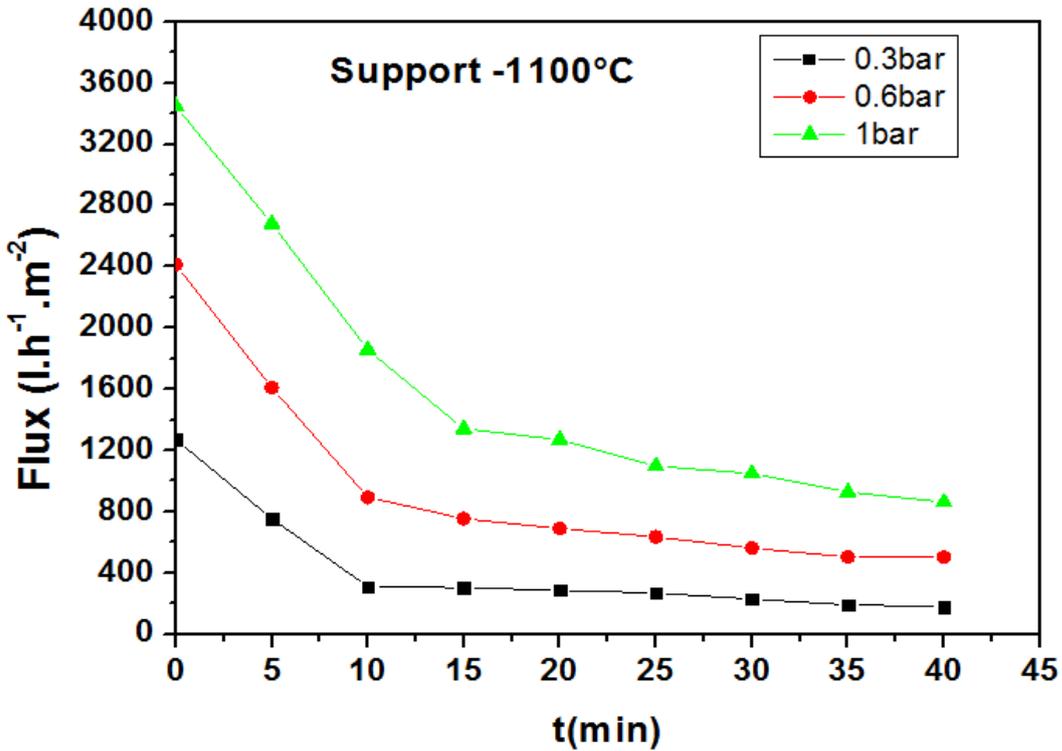
الشكل (III-8): صورة لبروتوكول لحساب النفاذية

### III.1.4.1 تغيير التدفق بدلالة الزمن

تبين الأشكال (III-9) (III-10) تغيير التدفق مع مرور الزمن من أجل قيم مختلفة للضغط والتي تقدر ب (0.3 و 0.6 و 1) bar حيث قمنا بتسجيل النتائج وفق منحنيات تغيير التدفق بدلالة الزمن وذلك حسب العينات المعالجة عند درجة حرارة مختلفة. فالشكل (III-9) يمثل تغيير التدفق مع مرور الزمن للعيينة المعالجة عند درجة حرارة  $1000^{\circ}\text{C}$ ، والشكل (III-10) يمثل تغيير التدفق مع مرور الزمن للعيينة المعالجة عند درجة حرارة  $1100^{\circ}\text{C}$ ، نلاحظ أن المنحنيات لها نفس التغيرات حيث تتناقص في البداية بشكل كبير ثم تحاول الإستقرار بعد مدة من الزمن ومن جهة أخرى نلاحظ أن قيم التدفق تتزايد مع إرتفاع قيم الضغط حيث أن النتائج موضحة في الجدولين (III-3) و (III-4)



الشكل (III-9): تغير التدفق بدلالة الزمن والضغط المطبق بالنسبة للعينة المعالجة عند 1000°C



الشكل (III-10): تغير التدفق بدلالة الزمن والضغط المطبق بالنسبة للعينة المعالجة عند 1100°C

الجدول (3-III): تغير التدفق بدلالة الضغط المطبق بالنسبة للعينة المعالجة عند 1000°C

الضغط المطبق (bar)	0.3	0.6	1
التدفق (l/h.m <sup>2</sup> )	203	382	574

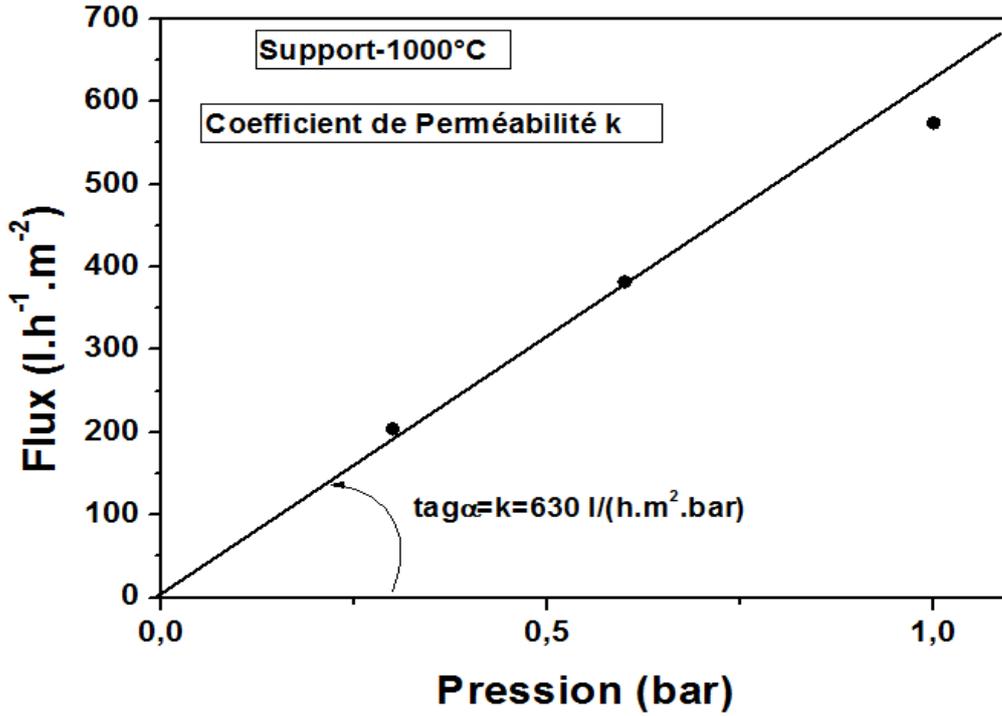
الجدول (4-III): تغير التدفق بدلالة الضغط المطبق بالنسبة للعينة المعالجة عند 1100°C

الضغط المطبق (bar)	0.3	0.6	1
التدفق (l/h.m <sup>2</sup> )	314	764	1380

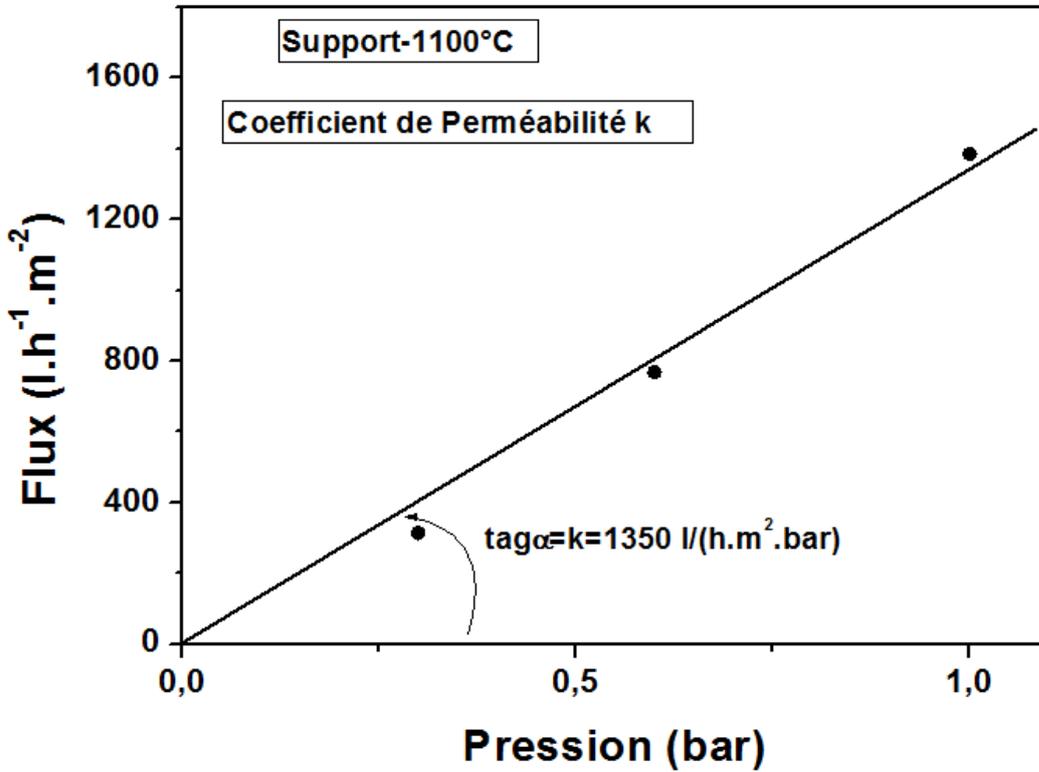
إنطلاقاً من الأشكال السابقة نلاحظ أن التدفق ينخفض قليلاً في الفترات الأولى للاختبار ثم يستقر في النهاية، كما نلاحظ تزايد التدفق وذلك بزيادة الضغط المطبق وبمقارنة الشكلين (9-III) و (10-III) نلاحظ تزايد التدفق بزيادة درجة الحرارة.

### 2.4.1.III حساب معامل النفاذية k

تمت دراسة تأثير الضغط على قيمة التدفق وذلك من أجل حساب معامل النفاذية K، فلقد قمنا بأجراء عدة قياسات لمعرفة هذا التأثير، ونتائج هذه القياسات موضحة في الأشكال (11-III) و (12-III)، فالمنحنيات المتحصل عليها عبارة عن خطوط مستقيمة تمر من المبدأ حيث يمثل ميلها معامل النفاذية k



الشكل (III-11): تغير التدفق بدلالة الزمن والضغط المطبق بالنسبة للعينة المعالجة عند 1000°C



الشكل (III-12): تغير التدفق بدلالة الزمن والضغط المطبق بالنسبة للعينة المعالجة عند 1100°C

الجدول (III-5): قيمة معامل النفاذية k بالنسبة للعينات المعالجة عند درجة حرارة مختلفة.

درجة الحرارة	1000 °C	1100 °C
معامل النفاذية k (l/h.m <sup>2</sup> .bar)	630	1350

إنطلاقاً من الأشكال السابقة نلاحظ أن معامل النفاذية k للعينات المعالجة عند 1000°C والذي تقدر قيمته بـ  $k=630$  (l/h.m<sup>2</sup>.bar) وهي قيمة صغيرة، في حين أن قيمة معامل النفاذية k للعينات المعالجة عند 1100°C تقدر على التوالي بـ  $k=1350$  (l/h.m<sup>2</sup>.bar) جيدة مقارنة ببعض المراجع التي تجاوزت  $k=5000$  (l/h.m<sup>2</sup>.bar) [65].

### III.1.5 اختبار الترشيح

من أجل التأكد من مدى فاعلية الحوامل الخزفية المحضرة قمنا بتجربة هذه الأخيرة وذلك بإجراء عملية الترشيح حيث قمنا بوضع ماء معكر بالرمال في إناء، ثم قمنا بضخه من بواسطة مضخة المياه عبر أنبوب كان موصول بأحد الحوامل المحضر سابقاً وبفعل الضغط المطبق بالمضخة تتدفق المياه عبر الأنبوب حيث تتم عملية الترشيح على مستوى هذا الحامل لنتحصل في النهاية على ماء نظيف خال من الرمال (صافي نوعاً ما) كما هو موضح في الشكل (III-13).



الشكل (III-13): صور توضح مدى فعالية الحوامل أثناء عملية الترشيح.

الختامة

## خلاصة عامة

نظرا لمشاكل التي تواجهها الجزائر من تحديات بيئية عديدة ناجمة عن تلوث المياه، جعل الباحثين يهتمون بإيجاد حلول لهذا المشكل وذلك بمعالجة المياه الملوثة، ومن بينها الترشيح بواسطة المواد الخزفية لإستعمالها كمواد أولية لإمتلاكها خصائص ميكانيكية جيدة وذات أشكال مختلفة، وهو الموضوع الذي حظي بالدراسة المفصلة لهذا العمل

ولكون المرشحات التي تم تحضيرها تقوم على الخزفيات كمواد مختلفة، وهو قمنا في البداية بالتطرق الى دراسة المواد الخزفية وعلى الخصوص مادة الصلصال وكربونات الكالسيوم التي أستخدمت كمواد أولية.

كما تعرضنا لدراسة مختلف أنواع المرشحات وآليات الترشيح، حيث تصنف الأغشية الى عدة أنواع حسب آلية الفصل والبنية والشكل

ثم تطرقنا إلى دراسة مختلف الحوامل الخزفية إضافة الى الأغشية المستخدمة للترشيح والتعرف على بعض ميزاتها كما ذكرنا بعض الطرق المتبعة لتحضير هذه الحوامل

لنقوم في هذا العمل بتحضير ودراسة مساند لأغشية خزفية بإستخدام طريقة الإستخراج

للحصول على مساند على شكل أنبوبي وهذا انطلاقا من مزج 70% من مادة الصلصال مع 30% من مادة كربونات الكالسيوم (ويعود هذا الأختيار بعد عدة تجاربة كانت هذه النسبة هي الأنسب لنتائج جيدة خالية من التشققات والعيوب)، هذه الأخيرة هي المسؤولة عن خلق المسامات في العينة أثناء المعالجة الحرارية بسبب خرج ثاني أكسيد الكربون لنتاج عن تفكك  $CaO$  و  $CO_2$ .

وقد وجدنا أن المساند المحظرة إنطلاقا من الصلصال وإضافة 30% من كربونات الكالسيوم وبعد المعالجة الحرارية عند  $1000C^0$  و  $1100 C^0$  تتميز بخصائص ميكانيكية جيدة كما تحصلنا على معامل نفاذية كبير مقارنة ببعض المراجع، ووجدنا أن درجة الحرارة المناسبة للحصول على مساند جيدة في بحثنا من حيث المسامية الخصائص الميكانيكية هي  $1100 C^0$ .

ومن خلال الخصائص المحصل عليها يمكن إستخدام هذه المساند كحوامل لأغشية خزفية وذلك للتقليل من التدفق والحصول على ترشيح ذو نقاوة عالية.

## قائمة المراجع

- [1] L. ECRAIVAIN, `` Technique de l'ingénieur `` 'A. 7290, p. 1- 23 (1986).
- [2] W. D. Kingery ,H. K. Bowen, and D. R. Uhlmann, Introduction to Ceramics, 2d ed., Wiley, New York,p3, 1976
- [3] J. L. Chermant, Les Céramiques Thermomécaniques, Presse du CNRS, 1989, p1- 23.
- [4] غويل بوجمعة، تحضير ودراسة مساند لأغشية انطلاقا من مواد خزفية، مذكرة الماجستير، جامعة باتنة 2010
- [5] M. F Ashby et D. R Jones, " Matériaux ", Dunod, Paris, P. 143-157 (1991).
- [6] J. M DORLOT, J. P BAILON et J. MASOUNAVE," des matériaux ", Ed.
- [7] زنيخري فهيمة تحضير ودراسة مرشحات وحواملها انطلاقا من مواد أولية محلية, مذكرة الماجستير، جامعة قسنطينة (2008)
- [8] J. L. CHERMANT, `` Les Céramiques Thermomécaniques `` , Presse du CNRS, p. 20-40 (1989).
- [9] J. PHILIBERT, `` Recueil de communications `` , Deuxième Séminaire Des Sciences Des Matériaux, Université de Constantine, p. 2-16 (1985).
- [10] A. VATAN `` Manuel de Sédimentologie `` Edition Thecnip, p. (1967).
- [11] A. JOURDAIN, et F. BENOT-CATION, `` La Technologie des Produits Céramiques Réfractaires `` , Paris, p. 20-40 (1993).
- [12] G. ALIPRANDI, " Matériaux réfractaires et céramiques techniques", Ed. Septima, Paris, P.238-260 (1979).
- [13] S. Rakib, Thèse doctorat d'état, Faculté des sciences, Univ Sidi Mohamed ben Abdellah, Maroc (2000).
- [14] J. Philbert, " Recueil de communication ", Deuxième Séminaire Des Sciences Des Matériaux, Université de Constantine, p 2-16, (1985).
- [15] A. Vatain, "Manuel et Sédimentologie ", Edi. Technip, (1967).
- [16] matéraux et processus ceramique philipe boch jean -pierre bonnt. Anne bouquillon. Thierry chapitier. Jaean-marie gaillard. Paul. Goursat (2001)

[17] حاريز مناد، تحضير وتلييد الخزفيات ذات الأساس كاولان-ألومينا ودارسة خصائصها الفيزيائية والميكانيكية، أطروحة. (2010) دكتوراه، جامعة باتنة

[18] علم السيراميك والزجاج، الجامعة التكنولوجية علوم المادة، شهاب أحمد زيدان الجبوري، @ shehab aljboori yahoo .com

[19] Dorre E., and Hubner H., " Alumina: Processing, and Application", New York: Springer-Verlag, pp 329, (1984).

[20] Aliprandi G., " Matériaux réfractaires et Céramiques techniques ", Edition septima, Paris (1979).

[21] J. ARDON, `` Trait  Pratique Sur L'Utilisation des Produits Refractaires `` , Paris, p.21-22 (1982).

[22] J. H. CHESTER `` Refractories production and proprieties `` ,The Iron and Steel Institute, London, 177-180 (1973).

[23] M. Chaupai, "Technique de l'Ing nieur" ,A. 2010, p 10-17 (1996).

[24] H. ABDIZADEH, " Th se de Doctorat, Elaboration et caract risation des composites duplex " Institut National Des Sciences Applique De Lyon, France (1997).

[25] C. Janot, Il. Bernhard, Mat riaux  mergents, Amazon FranceTM 19 (2001) 7- 29315 .

[26] A. Harabi, E. Harabi, A modified milling system, using a bimodal distribution of highly resistant ceramics. Part1. A natural hydroxyapatite study, Mater. Sci. Eng. C 51 (2015) 206-215.

[27] S CAILLERE ,S HENIN et M. RAUTUREAU, `` Min ralogie des argiles `` Edition Masson, p. 1-20 (1982).

[28] J. A. PASK and A. P. TOMSIA, J. Am. C ram. Soc., 74 [10] 2367-73 (1991).

[29] R. ARTHAR et V. HIPPEL, `` Les Di lectriques et Leurs Applications `` Ed. DUNOD, Paris, p. 232- 234 (1961).

30] M. Chaupai, "Technique de l'Ing nieur", A. 2010, p 10-17.5 (1996).

[31] F. Bouzerara, " Porous ceramic supports for membranes prepared from kaolin and doloma mixtures" Th se doctorat en science, Universit  de Constantine, Alg rie ,pp1-171. (2005)

[32] بلعمري جمال، دراسة خصائص الهيدروكسيأبتات المستخلصة من عظم البقر، جامعة فسطنينة 2015

[33] G. Cizeron, "Le Frittage" ,Institut de C ramique, France, p 1-17, (1968).

[34] A. Harabi, Ph. D. Thesis, Manchester, (1990).

[35] Y. Jorand, Th se d' tat, Institut National des Sciences Appliqu es de Lyon, France, (1991).

[36] G. Aliprandi, `` Mat riaux r fractaires et c ramiques techniques `` ,Ed. SEPTIMA, Paris , p. 238-260 (1979).

[37] N. Saffaj, S. Younssi, A. Albizane, A. Messouadi, M. Bouhria, M. Persin, et al., Preparation and characterization of ultrafiltration membranes for toxic removal from wastewater. *Desalination*, 168, 259–263 (2004).

[38] Kyung-Hee Kim, Seong-Jai Cho, Kyung-Jin Yoon, Jong-Jip Kim, Jowoong Ha, Dong-II Chun. Centrifugal casting of alumina tube for membrane application. *J. of Membrane Science*, 199, 69–74 (2002)

[39] كربوع خديجة، دراسة وتحضير مساند خزفية لأغشية التنقية الميكرونية، مذكرة الماستر، جامعة بسكرة 2016

[40] Alain maurel et al ‘Technique de l’ingénieur, " Techniques séparatives a` membranes, Considérations théoriques", J 2790, pp. 1-24, (1988).

[41] Tomas. Adrian Paul, " Etude comparée du colmatage en nano filtration et en ultrafiltration d’eau de surface". Thèse doctorat, Faculté Des Sciences et de Génie, Maîtrise en génie civil, Université Laval, France. (2004). [

[42] R. S. Bouynton “Chemistry and Technology of Lime and limestone” , 1 (1966).

[43] Valery Biryukov. The theory of the centrifugal mechanism of feeding-in in bent crystals . *Physics Letters, A* 205, 343-348 (1995).

[44] D. G. Brant, *Am. Ceram. Sos. Bull.*, 62, p 580, (1982).

[45] A. Ghotov, "Chimie physique pour les géologue", Ed. OPU, p 130-170, (1989)

[46] خرفي خالد، تحضير ودراسة حوامل خزفية للشرائح انطلاقا من الصلصال والكالسيت، مذكرة الماستر، جامعة بسكرة 2018

[47] J. Mllevalle, P.E. Odendall, and M.R. Wiesner, "Water treatment membrane processes", McGraw-Hill, New York, (1996).

[48] I. A. Kartika, « Nouveau procédé de fractionnement des graines de Tournsol : expression et extraction en extrudeur bi-vis, purification par ultrafiltration de l’huile de tournesol », Institut national polytechnique de Toulouse, Cedex 04, p 1-339, (2005).

[49] C. Prieur, *Industrie Céramique*, N° 693, (1976).

[50] J.M. Berland, et C. Jeury, "Les procédés membranaires pour le traitement de l'eau", Document technique N°14, Fonds nationale pour le développement des adductions d'eau. FNDAE, France, (2002)

[51] S. Loeb, S. Sourirajan, *UCLA Dept. Eng. Report*, N°.60.60, (1961).

[52] J. Mllevalle, J.L. Bersillon, C. Anselme, and P. Aptel, " Membrane Filtration in Drinking

[53] R. C. West, *Hand Book of Chimestry and Physics*, CRC Presse, p 855, (1977).

- [54] N. Elmoudden, A. Elghazouali, S. Rakib, M. Sghyar, M. Rafiq, A. Larbot, et al., Nouveaux supports membranaires à base de chamotte d'argile. *Ann. Chim. Sci. Mat.*, 26(2), 5–11 (2001).
- [55] J. Mllevalle, J.L. Bersillon, C. Anselme, and P. Aptel, " Membrane Filtration in Drinking Water Treatment: A Case Story" In *Influence and Removal of Organics in Drinking Water*, Lewis publisher, Chap 2, pp 299-310, (1992) .
- [56] J. Michael Hollas, *Modern Spectroscopy*, Ed Wiley (1974).
- [57] B. Stuart, *Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications*, Ed
- [58] f. zenikhri ‘‘ elaboration et etude membranes et leurs supports à partir du kaolin et CaCO<sub>3</sub> ‘‘ these de magister. Université. Constantine algerie (2008).
- [59] Jason A. Griggsa ,John C. Watahab, Anil Kishen ,*J. Eur. Ceram. Soc.*, pp 353–358, (2003)
- [60] A. Boulmouk, Y. Berredjem, K. Guerfi and A. Gheid. " Kaolin from Djebel Debbagh Mine, Guelma, Algeria". *Research Journal of Applied Sciences* 2 (4) :435-440, (2007).
- [61] Chaudhuri S. P., Sarkar P., Chakraborty A. K., *Ceram, Int.* 25, p91-99, (1999).
- [62] K. Massoudi Thèse, doctorat d'état, Faculté des sciences, Univ SidiMohamed ben ali, Maroc (1996).
- [63] G. E. Romanos, Th.A. Steriotis, E. S. Kikkinides, N.K. Kanellopoulos, V. Kasseelouri et al., *Innovative methods for preparation and testing of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>*
- [64] Alain Maurel, *Technique de l'ingénieur "Osmose inverse et ultrafiltration, II Technologie Et application"*., J2796, pp. 1-16, (1988).

[65] م بوزكوط ، ي بن بريكة ، تحضير ودراسة مساند لأغشية انطلاقا من مواد خزفية محلية ، مذكرة الماستر ، جامعة بسكرة 2019 .

## ملخص

إن أهم ما يمكن أن نلخص به هذا البحث هو تمكننا من تحضير حوامل لأغشية خزفية المكونة أساسا من مواد محلية كالكولان بنسبة 70% و كربونات الكالسيوم بنسبة 30% وذلك باستخدام تقنية الإستخراج (البثق) حيث تحصلنا في النهاية على حوامل أنبوبية الشكل والتي تمت معالجتها عند درجات حرارة مختلفة

(900 °C - 1000°C - 1100 °C - 1200°C) ، حيث لم يتم إختيار الحوامل المعالجة عند 900°C و

1200°C وذلك لكون الحوامل المعالجة عند 900 °C لها معامل نفاذية صغير ، أما الحوامل لا تتحمل

معالجة عند درجات أكبر من 1200°C وذلك لإنسدل المسامات بسبب الذوبانية ، وتم إختيار الحوامل

المعالجة عند 1100°C ومن خلال إنعراج الأشعة السينية لاحظنا تشكل عدة أطوار غير أن الطور الغالب

كان الأنورثيت والذي يتميز بخصائص مثل مقاومة الإجهاد الحراري كما أنه يمتاز بالصلادة العالية ، وتمكننا

بواسطة المجهر الإلكتروني الماسح (MEB) من دراسة البنية المجهرية لهذه الحوامل الخزفية حيث وجدنا

أنها خالية من العيوب المجهرية كالتشققات في حين أن متوسط قطر مسامات هذه المساند قد يصل إلى

ما بين  $(2-4)\mu\text{m}$  و  $(2-5)\mu\text{m}$  ، ل يتم بعد ذلك دراسة بعض الخصائص الميكانيكية وذلك بإجراء إختبار

الثني ذو ثلاثة نقاط ، حيث تم الحصول على خصائص ميكانيكية جيدة

، أما فيما يخص معامل النفاذية فقدّر بحوالي  $k=1380 \text{ l/h.m}^2.\text{bar}$  ، وفي نهاية البحث قمنا بتجريب مدى

فعالية هذه الحوامل في الترشيح حيث تحصلنا على مياه نظيفة خالية من الرمال بعدما كانت مياه ملوثة.

كما توصل البحث إلى نتائج مقبولة بينت أن تقنية الأغشية ذات كفاءة في معالجة المياه بغض النظر عن

نوعيتها وأنها تصلح لتحسين نوعية المياه الملوثة بواسطة الترشيح دون إضافة أي مواد كيميائية أو خلق مواد

جديدة

## الكلمات المفتاحية

الصلصال ، الكالسيوم، صلصال، مساند، أغشية، مرشحات، شرائح، خصائص، ميكانيكية، مسامات

## Abstract

### Preparation and study of supports for ceramic membranes from local raw materials

In this work, the membranes supports have been prepared from local raw materials such as clay (70% wt) and calcium carbonates (30% wt). These supports were made by extrusion technique in order to obtain tubular supports, the supports prepared from these materials have been sintered at different temperature (900 C°-1200°C). It has been found that supports sintered at 1000C° and 1100°C had interesting characteristics flexural strength (9 MPa) and (5.1 MPa) respectively. The water permeability measured is about 630 l/h.m<sup>2</sup> and 1350 l/h.m<sup>2</sup>.bar respectively. The average pore size of about (2-4)µm and (2-5) µm. The surface morphologies observed through a scanning electron microscope (SEM) are also homogeneous and do not present any macro

defects (cracks, etc.). The main phases detected in samples fired at this temperature were: Anorthite, Guehlinite , Mullite etc., These supports were selected to be substrates for the membrane layers used in microfiltration (MF), ultrafiltration (UF) and nanofiltration (NF).

At the end, the waste water has been tested, using these supports were we obtained an uncolrated water.

**key words:** Clay, supports , membranes, calcium carbonates, mechanical properties