



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
جامعة محمد الصديق بن يحيى – جيجل  
كلية العلوم الدقيقة والإعلام الآلي  
قسم الفيزياء



الرقم التسلسلي:

مذكرة مقدمة لنيل شهادة الماستر في الفيزياء  
تخصص: فيزياء المواد

مقدمة من طرف الطالبة

بومعيزة خولة

بعنوان

تحضير ودراسة مرشحات انطلاقا من مواد خزفية

نوقشت يوم:

أمام لجنة المناقشة:

رئيسا

أستاذ

فرحات بوزرارة

مشرفا

أستاذة محاضرة ب

وردة بودريوع

ممتحنا

أستاذة مساعدة أ

حسناء عافر

السنة الجامعية 2021/2020

## الإهداء

### أمي الحبيبة ...

إلى من هي في الحياة حياة ... إلى قرة عيني وفؤادي ومعنى الحب والحنان والتفاني ...

إلى بسمه حياتي وسر وجودي ...

إلى من كان دعائها سر نجاحي .....إليك أيتها الإنسنة الرائعة،

التي لا حياة دونها..... إليك ينحني الحرف حبا وامتنان إليك أمي ..... وعليك السلام

### أبي الحبيب...

إلى من كلله الله بالهيبه والوقار ... إلى من أحمل اسمه بكل افتخار...إلى من علمني العطاء بدون انتظار...

ستبقى كلماتك نجوم أهتدي بها اليوم وفي الغد وإلى الأبد..... إلى من رعى

خطواتي وقوى عزيمتي.....

إلى من حصد الأشواك عن دربي ليمهد طريق العلم لي..... إليك أبي ..... وعليك السلام

إخوتي... مسعودة، أنيس، شيماء، رحاب

إلى من قاسموني أفراحي واحزاني إلى السند والعضد والساعد أخي وأخواتي

أزف لكم هذا الإهداء حبا ورفعة وكرامة

صديقاتي... أسماء، رانيا ...

إلى من سرنا سويا ونحن نشق الطريق معا نحو النجاح إلى من تكاتفنا يدا بيد ونحن تقطف الزهرة

إلى صديقاتي وزميلاتي

### أساتذتي

إلى منارة العلم والعلماء إلى الصرح الشامخ .... إلى الذين حملوا أقدس رسالة في الحياة ...

إلى الذين مهدوا لنا طريق العلم والمعرفة أساتذتنا الأفاضل

### خولة



## شكر وتقدير

إلهي لا يطيب الليل إلا بشكرك.... ولا يطيب النهار إلا بطاعتك  
ولا تطيب اللحظات إلا بذكرك.... ولا تطيب الآخرة إلا بعفوك  
ولا تطيب الجنة إلا برؤيتك.

"كن عالماً... فإن لم تستطع فكن متعلماً، فإن لم تستطع فأحب العلماء، فإن لم تستطع فلا تبغضهم"

يطيب لي أن أضع اللمسات الأخيرة لهذه المذكرة

وأن أتقدم ببالغ شكري وامتناني وتقديري للأستاذة الموقرة والفاضلة **بودريوع وردة** على اقتراحها  
موضوع البحث، وما بذلته

من جهد ومتابعة مدة الإشراف وما أبدته من تعاون في سبيل إتمام هذا العمل،

كما أتقدم بالشكر إلى الأستاذ **بوزرارة فرحات** على قبوله ترؤس اللجنة والأستاذة **عافر حسناء**  
على قبولها مناقشة هذه المذكرة

كما أشكر جزيل الشكر الأستاذة **بوالعناصر سعاد** على كل ما بذلته من مجهود لمساعدتي وتزويدي  
بالمعلومات اللازمة والتي كانت عوناً لي

ونورا يضيء الظلمة التي كانت تقف أحياناً في طريقي

وأنتقدم كذلك بالشكر الجزيل للأستاذة **بوزرارة فرحات** على مساعدته المطلقة وارشاداته

ونصائحه القيمة طيلة المشوار الدراسي الجامعي بما في ذلك إتمام هذا البحث

كما أتوجه بالشكر للأستاذة **مجم نبيلة** على كل ما بذلته من مساندة ومساعدة لإتمام هذا العمل

وأتوجه بالشكر والتقدير إلى كل الأساتذة الأفاضل

في جامعة محمد الصديق بن يحيى

كما أشكر جميع المسؤولين والباحثين في مخبر الفيزياء.

## الفهرس

1

مدخل عام

### الفصل الأول عموميات حول الخزفيات والمرشحات

3

I. عموميات حول الخزفيات

3

1.I. مقدمة

3

2.I. تعريف الخزفيات

3

3.I. أهم مراحل تحضير قطعة خزفية

3

1.3.I. تحضير المسحوق

4

2.3.I. الاضافات العضوية

4

3.3.I. التشكيل

4

4.3.I. التلييد

4

4.I. بنية وطبيعة الخزفيات

5

1.4.I. البنية البلورية للخزفيات

5

أ. الخزف الأيوني

5

ب. الخزف التكافوي

5

2.4.I. البنية المجهرية

6

5.I. خصائص الخزفيات

6

1.5.I. الخصائص الكيميائية

6

2.5.I. الخصائص الميكانيكية

7

3.5.I. الخصائص الكهربائية

7

4.5.I. الخصائص الحرارية

7

5.5.I. الخصائص الضوئية

7	6.I دراسة بعض المواد الخزفية
7	1.6.I الكاولان
7	1.1.6.I تعريف الكاولان
8	2.1.6.I التركيب الكيميائي للكاولان
8	3.1.6.I البنية البلورية للكاولان
9	4.1.6.I خصائص الكاولان
9	5.1.6.I التحولات الحرارية للكاولان
10	2.6.I الدولوميت
10	1.2.6.I تعريف الدولوميت
10	2.2.6.I التركيب الكيميائي للدولوميت
10	3.2.6.I البنية البلورية للدولوميت
11	4.2.6.I كلسنة الدولوميت
11	5.2.6.I التحليل الحراري للدولوميت
12	3.6.I أكسيد الزيركونيوم
12	1.3.6.I تعريف أكسيد الزيركونيوم
12	2.3.6.I بنية أكسيد الزيركونيوم
13	3.3.6.I خصائص أكسيد الزيركونيوم
14	II. عموميات حول المرشحات
14	1.II تعريف الترشيح
14	2.II تعريف الشريحة (العشاء)
15	3.II تصنيف الشرائح
15	1.3.II تصنيف الشرائح حسب آلية الفصل
15	أ. شرائح المسامية
15	ب. شرائح منعقدة المسامية (الكثيفة)

15	ج. شرائح التبادل الأيوني
15	II.2.3. تصنيف الشرائح حسب البنية
15	أ. الشرائح المتناظرة (المتجانسة)
16	ب. الشرائح الغير متناظرة (غير متجانسة)
16	ج. الشرائح المركبة
16	د. الألياف المجوفة
16	II.3.3. تصنيف الشرائح حسب الشكل
16	أ. الشرائح المستوية
17	ب. الشرائح الحلزونية
17	ج. الشرائح الأنبوبية
17	د. الشرائح الليفية
18	II.4. مستويات الترشيح بواسطة الشرائح
18	أ. المرشحات الميكرونية
18	ب. المرشحات الميكرونية الدقيقة
19	ج. المرشحات النانومترية
19	د. استخدام أغشية الأسبوز العكسي (التناضح العكسي)
20	II.5. أنواع الترشيح
20	أ. الترشيح المباشر
20	ب. الترشيح المماسي (العرضي)
21	II.6. بعض المقادير المميزة للمرشحات
21	II.1.6. المسامية
21	II.2.6. النفاذية
22	مراجع

## الفصل الثاني

## دراسة المواد الأولية والطرق التجريبية المتبعة

28	1.II. مقدمة
28	2.II. تقنيات التحليل والأجهزة المستعملة
28	1.2.II. انعراج الأشعة السينية
28	2.2.II. مطيافية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه (FTIR)
29	3.II. الأجهزة المستعملة
30	4.II. دراسة المواد الأولية
30	1.4.II. الكاولان $F_2$
30	1.1.4.II. التحليل الكيميائي للكاولان
30	2.1.4.II. تحليل الكاولان $F_2$ بواسطة انعراج الأشعة السينية
31	3.1.4.II. التحليل بواسطة الأشعة تحت الحمراء للكاولان $F_2$
32	2.4.II. الدولوميت ( $CaCO_3MgCO_3$ )
32	1.2.4.II. التحليل الكيميائي للدولوميت
33	2.2.4.II. تحليل الدولوميت بواسطة الأشعة السينية
34	مراجع
<h3>الفصل الثالث</h3> <h4>دراسة النتائج ومناقشتها</h4>	
36	1.III. مقدمة
36	2.III. تحضير ودراسة المساند
36	1.2.III. الخطوات التجريبية المتبعة لتحضير المساند
39	2.2.III. دراسة تأثير المعالجة الحرارية على اختبار النفاذية للمساند المحضرة من الكاولان $F_2 + 25\%$ وزنا من الدولوميت
39	1.2.2.III. اختبار نفاذية المساند المحضرة من الكاولان $F_2 + 25\%$ وزنا من الدولوميت والمعالجة عند $1100^\circ C$ و $1150^\circ C$
39	أ. دراسة تغير التدفق بدلالة الزمن من أجل قيم مختلفة للضغط

41	ب. حساب معامل النفاذية K
42	III.2.3. دراسة تأثير درجة الحرارة على الخصائص الميكانيكية
42	III.2.3.1. اختبار الثني ذو ثلاثة نقاط
44	III.2.3.2. دراسة الاستقرار الكيميائي للحامل
46	III.3.3. تحضير الشرائح الخاصة بالتقنية الميكرونية
46	III.3.1. المواد المستخدمة
46	III.3.2. طريقة تحضير الشرائح
48	III.4. دراسة شرائح التقنية الميكرونية المحضرة
48	III.4.1. اختبار النفاذية
48	أ. دراسة تغير التدفق بدلالة الزمن للشرائح المحضرة
49	ب. معامل النفاذية K
51	III.4.2. تأثير وجود الشريحة على معامل النفاذية
51	III.4.3. دراسة مدى فعالية الشريحة في تنقية المياه
53	مراجع
54	خلاصة عامة



شهدت الحياة البشرية اليوم تطورا تكنولوجيا خاصة في المجال الصناعي مما أدى إلى ظهور آثار سلبية على البيئة عامة والموارد الطبيعية خاصة، حيث تشكل الملوثات الصناعية خطورة كبيرة على كل المخلوقات الحية، وهذا ما أكدته الدراسات الحديثة عن الآثار السلبية الناتجة عن هذه المواد. فكان من اللازم إيجاد حلول لهذه المشاكل بأي طريقة ومن بين هذه الحلول السعي لمعالجة المياه الملوثة باستخدام مرشحات خزفية نظرا لسهولة تصنيعها وانخفاض تكلفتها مقارنة بالمواد الأخرى، وبهذا التوجه لتطهير المياه من الملوثات والشوائب والجسيمات الدقيقة ظهرت عدة أنواع من المرشحات الخزفية المسامية والتي تتميز بخصائص ميكانيكية وحرارية قوية.

يهدف هذا البحث إلى تحضير ودراسة مرشحات خزفية انطلاقا من مواد أولية والتي تمثلت في الكاولان ومادة الدولوميت ودراسة خواصها.

تم تقسيم الدراسة إلى ثلاث فصول، حيث تم التطرق في الفصل الأول إلى عموميات حول الخزفيات والمرشحات كما تناول أهم مراحل تحضير قطعة خزفية ودراسة خصائص بعض المواد الخزفية خاصة مادة الكاولان حيث استخدمت هذه الأخيرة كمادة أولية لتحضير المساند، وكذلك دراسة وتصنيف الشرائح ومبدأ عملها ومختلف أشكالها وكذا بعض خواصها.

أما الفصل الثاني تم تخصيصه لدراسة المواد الأولية المستخدمة حيث تم التطرق إلى تقنيات التحليل المتمثلة أساسا في التحليل بواسطة الأشعة السينية والتحليل بواسطة الأشعة تحت الحمراء كما تمت الإشارة إلى أهم الأجهزة المستعملة في تحضير المساند الخزفية.

أما الفصل الثالث فهو متعلق بتحليل ومناقشة مختلف النتائج المتحصل عليها من هذه الدراسة وكذا بعض تطبيقاتها.

# الفصل الأول: عموميات حول الخزفيات والمرشحات

يتناول هذا الفصل مفاهيم عامة حول  
الخزفيات والمرشحات بالإضافة إلى الدراسة  
المرجعية للمواد الأولية التي تم استعمالها في  
هذا البحث وهي الكاولان والدولوميت  
وأكسيد الزركونيوم.

**I. عموميات حول الخزفيات****1.1. مقدمة**

تعد صناعة الخزفيات من الصناعات التقليدية والفنون المعروفة في أغلب البلدان وأقدمها، حيث استخدم الإنسان قديما الأقداح المصنوعة من الطين والقدور وغيرها، في أوائل القرن العشرين تطورت صناعة الخزفيات وأصبح مفهومها لا يقتصر على المفاهيم التقليدية الشائعة فقط بل تناول مفهومها أكثر تطورا ودقة لتشمل جزءا مهما من العلوم والتكنولوجيا وذلك لخصائصها الفيزيائية والكيميائية الجيدة وارتفاع درجة استقرارها الكيميائي، تستخدم المرشحات كوسيلة في تنقية المياه باستعمال وسائل فيزيائية أو كيميائية أو حيوية من أجل إزالة الشوائب أو التقليل منها مما يحسن من جودة المياه لأغراض الاستخدام.

**2.1. تعريف الخزفيات**

الخزفيات هي أحد فنون الصناعة، تركز أساسا على خصائص المواد الصلصالية التي تعطي مع الماء عجينة سهلة التشكيل تصبح صلبة بعد معالجتها حراريا [1]. تعرف على أنها مواد صلبة لا هي معدنية ولا هي عضوية، يتم تشكيلها بواسطة المعالجة الحرارية للمادة الأولية [2]. ولقد عرفها كينجري تعريفا موسعا "هي علم وفن صنع واستخدام المادة الصلبة التي تكون لا عضوية ولا معدنية" [3]. وتمر بثلاثة مراحل أساسية لتحضيرها وهي [4]:

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

**3.1. أهم مراحل تحضير قطعة خزفية**

يستوجب تحضير قطعة خزفية المرور بعدة مراحل أهمها

**1.3.1. تحضير المسحوق**

إن مرحلة تحضير المسحوق من أهم المراحل لتنشيط التلييد، كونها أول مرحلة تحدد أبعاد وشكل الحبيبات (حبيبات السحق) حيث أن صغر حجم الحبيبات يخلق مساحات تلامس كبيرة بين الحبيبات مما يؤدي إلى رفع فعالية التلييد عند ارتفاع درجة الحرارة [5]، وتتم هذه العملية بواسطة عدة تقنيات سواء التقليدية أو الحديثة منها السحق اليدوي أو السحق الميكانيكي والتقنية الأكثر استعمالا هي عملية السحق بواسطة الكريات [5،6].

**2.3.I الإضافات العضوية**

باستعمال الإضافات العضوية يتم تسهيل ربط جزيئات المادة ببعضها البعض، كما تضاف مواد أخرى تعرف بالملدنات تعمل على حماية العينة من التشقق أثناء المعالجة الحرارية [7] والتي يجب التخلص منها أثناء مرحلة التلييد.

**3.3.I. التشكيل**

في هذه المرحلة يتم إعطاء المادة الأولية شكلا خاصا ومناسبا بحيث يكون متعلق بالمنتوج النهائي المراد الحصول عليه [8]، يولد الاحتكاك بين الحبيبات الناتجة عن الضغط المطبق ارتفاعا محليا في درجات الحرارة، مما يسمح بالتحام أولي بين الحبيبات حيث يتم الحصول في النهاية على عينة متماسكة بشكل كاف يمكن معالجتها داخل الفرن [9]. ومن بين طرق التشكيل:

- تقنية الكبس المحوري حيث يوضع المسحوق داخل قالب ثم يكبس [5].
- تقنية البثق.
- تقنية الكبس الجاف والكبس الهيروستاتيكي.
- تقنية الصب.

**4.3.I. التلييد**

تعتبر تقنية التلييد اخر مرحلة لتحضير قطعة خزفية، وهي عملية وضع العينة النهائية المتشكلة في درجة حرارة عالية أقل من درجة الانصهار، مما يؤدي إلى التحام حبيبات العينة التحاما جيدا وزيادة تماسك الروابط الكيميائية [10]، وتوجد عدة طرق للتلييد نذكر منها [5]:

- التلييد الطبيعي.
- التلييد تحت تأثير ضغط.
- التلييد التفاعلي.

**4.I. بنية وطبيعة الخزفيات**

إن لبنية المادة الخزفية أهمية كبيرة ودور فعال في إعطاء وتحديد خصائص منتجاتها، وذلك حسب البنية المجهرية وتوزيع الأطوار [3]، فقد تحتوي المادة الخزفية على طور واحد صلب (بلوري أو زجاجي) أو قد تكون مركبة من عدة أطوار تشكلت في درجات الحرارة العالية [1].

### 1.4.I. البنية البلورية للخزفيات

تنقسم الخزفيات حسب بنيتها إلى نوعين [11]:

#### أ. الخزف الأيوني

يمكن أن تأخذ البنية البلورية للخزف الأيوني تعبئة متراصة بأكبر كثافة ممكنة لما يمتاز به هذا النوع من الخزفيات بوجود روابط أيونية، حيث يتشكل عموماً من عنصر معدني وآخر غير معدني.

#### ب. الخزف التكافوي

يمكن أن تأخذ البنية البلورية بنية مماثلة لبنية الألماس، يمتاز هذا النوع بوجود روابط تكافوية (تساهمية)، حيث يتشكل عادة من عنصرين غير معدنيين.

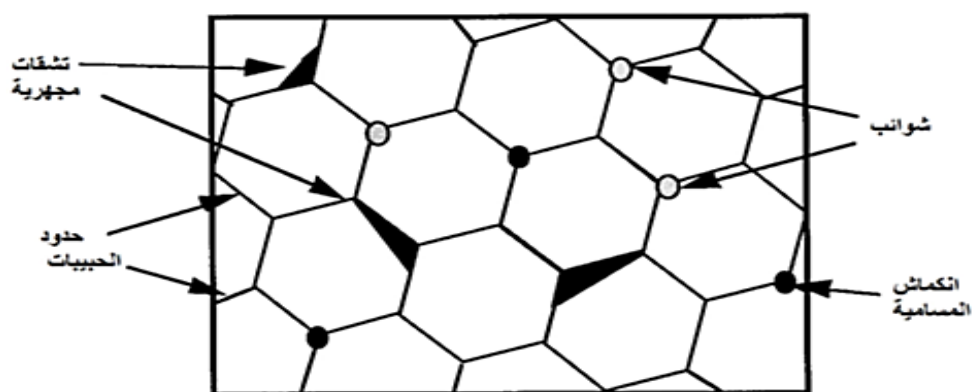
تتميز بنية مختلف المركبات الخزفية بنسبة الروابط الأيونية والتكافؤية كما يبينه الجدول (1-I).

الجدول (1-I): نسبة الروابط الأيونية والتكافؤية لبعض المركبات الخزفية [12].

المركب	SiC	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
النسبة الأيونية	0.30	0.63	0.64	0.72	0.73	0.73	0.89
النسبة التكافؤية	0.70	0.37	0.36	0.28	0.27	0.27	0.11

### 2.4.I. البنية المجهرية

تتشكل البنية المجهرية للخزفيات من تجمع لبلورات أحادية أو متعددة البلورات حيث تتميز البلورات الأحادية بالترتيب الدوري المنتظم في جميع أنحاء العينة، في حين أن المادة متعددة البلورات تتكون من مجموعة من بلورات أحادية (عبارة عن حبيبات صغيرة) تفصل بينها حدود تسمى حدود الحبيبات [2]، كما تتعلق البنية المجهرية بنقاوة المادة الأولية المستخدمة وبطرق التحضير [13]، زيادة على ذلك فإن الخزفيات بصفة عامة لا تخلو من عيوب تتمثل في تشققات وفراغات متوزعة في كامل حجم المادة كما هو موضح في الشكل (1-I) [14].



الشكل (1-I): البنية المجهرية لتشكل حدود الحبيبات والتشققات وانكماش المسامات مع وجود الشوائب [15].

## 5.I. خصائص الخزفيات

### 1.5.I. الخصائص الكيميائية

أهم ما يميز الخزفيات عن باقي المواد الصلبة هي الرابطة الكيميائية القوية جدا ذات الطبيعة التكافؤية أو الأيونية حيث تضمن هذه الروابط تماسك المواد كما تلعب دورا أساسيا في تحديد خصائصها وتصنيفها [1]. ويبين الجدول (2-I) طاقة الربط لبعض المركبات.

الجدول (2-I): طاقة الربط لبعض المركبات [16].

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

### 2.5.I. الخصائص الميكانيكية

نظرا لقوة الرابطة الكيميائية للخزفيات فإنها تتميز بقيم عالية لمعاملات المرونة مقارنة مع المعادن حيث لا تسمح هذه الروابط بانزلاق المستويات البلورية بالنسبة لبعضها البعض كما في المعادن لذلك فهي تعرف على أنها مواد قصفة (القوة اللازمة لخلق تشوه لدن في العينة أكبر من القوة اللازمة لكسرها) [17،18].

**3.5.I. الخصائص الكهربائية**

تصنف الخزفيات إلى ثلاث فئات من المواد مواد عازلة مواد شبه ناقلة ومواد ناقلة [8]. ولكن معظم الخزفيات مواد عازلة كهربائياً حيث تكون ناقلتها رديئة جداً مقارنة مع المعادن ويعود ذلك للطبيعة المزدوجة للروابط الكيميائية (أيونية-تساهمية) وغياب الإلكترونات الحرة [19].

**4.5.I. الخصائص الحرارية**

يمكن اعتبار الخزفيات كعوازل حرارية لما تمتاز به من استقرار الروابط الكيميائية القوية، فهي مقاومة لدرجات الحرارة العالية جداً والتي قد تصل إلى أكثر من 2000°C [20]. كما هو موضح في الجدول (3-I).

**الجدول (3-I): درجة إنصهار بعض الخزفيات [20].**

المركب	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	CaO	TiO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>
درجة الانصهار °	2070	2640	2625	1840	1710

**5.5.I. الخصائص الضوئية**

الألوان من أهم الخصائص البصرية التي تميز مختلف المواد الخزفية حيث تنتج عن امتصاص أطوال موجية معينة حسب البنية الذرية والأيونات المتواجدة في المادة [4].

**6.I. دراسة بعض المواد الخزفية****1.6.I. الكاولان****1.1.6.I. تعريف الكاولان**

يعود أصل كلمة الكاولان إلى اسم مدينة صينية، حيث استغلت هذه المادة لأول مرة، ويعتبر "البورسلان" أساس الخزف الصيني [21]، تتواجد هذه المادة في الطبيعة على شكل قشور رقيقة وصغيرة معينة أو سداسية الشكل وهي سهلة التفتت وذلك لكونها هشّة [22]، يتغير لون الكاولان من نوع إلى آخر فأحياناً تكون بيضاء وأحياناً رمادية ويعود ذلك لاحتوائها على المواد العضوية أو الشوائب [21،23]، يعتبر الكاولان مادة هامة في تركيب المنتجات الخزفية والكاولان هو نوع من الصلصال النقي [24].

### 2.1.6.I. التركيب الكيميائي للكاولان

الصيغة الكيميائية للكاولان النقي هي  $(Al_2Si_2O_5(OH)_4)$  وهذا ما يوافق النسب الوزنية التالية 39.5% وزنا من  $Al_2O_3$  و 46.4% وزنا من  $SiO_2$  و 13.9% وزنا من  $H_2O$ ، هذه النسب تتغير حسب نوع وطبيعة الشوائب المتواجدة بها [21]، من بين هذه الشوائب  $MgO$ ،  $K_2O$ ،  $MnO$ ... الخ بالإضافة إلى المواد العضوية، ومن أهم العناصر التي تنتمي إلى عائلة الكاولان أو تشبهها هي الديكيت، الناكريت والميتاهالوزيت [25].

### 3.1.6.I. البنية البلورية للكاولان

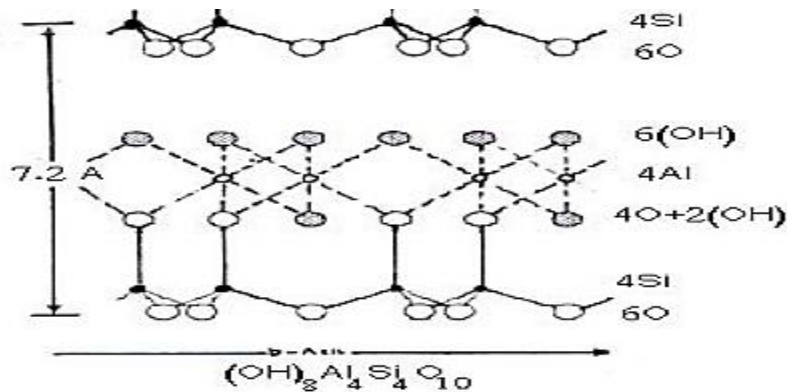
تتوضع الصفائح العنصرية للمواد المشكلة للكاولان فوق بعضها البعض، تتغير أبعاد القطر بين 0.3 إلى  $10\mu m$  أما أبعاد السمك فتتغير بين 0.05 إلى  $2\mu m$ ، تتكون هذه الصفائح عن طريق تجمع الطبقات ثمانية الوجوه لعنصر Al والتي تقع تحت الطبقة السداسية لرباعي السيليكون، حيث تحتل الرؤوس الثمانية الغير مرتبطة برباعي وجوه السيليكون بأيونات الهيدروكسيد، كما يمكن أن يتبلور الكاولان عامة في نظام ثلاثي الميل [26،21،27].

يسمى الجزء المتبلور من الكاولان بالكاولنيت، والذي يملك بنية بلورية ثلاثية الميل وتعطى أبعاد خليتها الأولية [27]:

$$a = 5.119 \text{ \AA} \quad b = 8.932 \text{ \AA} \quad c = 7.391 \text{ \AA}$$

$$\alpha = 91.6^\circ \quad \beta = 140.8^\circ \quad \alpha = 89.9^\circ$$

تتميز الكاولان ببنية رقائقية مشكلة من تتابع لطبقات رباعية وثلاثية كما هو موضح في الشكل (2-I) [28]:



الشكل (2-I): البنية البلورية للكاولنيت.



### 4.1.6.I. خصائص الكاولان

يلخص الجدول (4-I) أهم الخصائص الفيزيائية التي تمتاز بها مادة الكاولان.

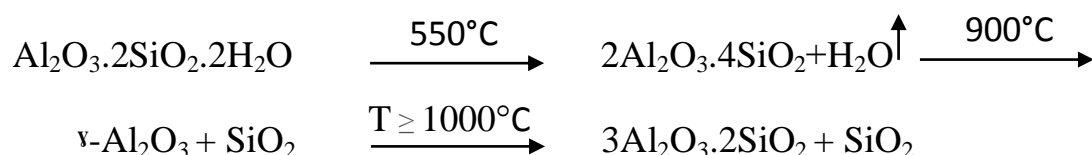
الجدول (4-I): أهم خصائص مادة الكاولان [29].

الخاصية	القيمة
الصلادة	2.5 – 2 (Mohs)
معامل التمدد الخطي	$(7 - 5) 10^{-6} (k^{-1})$
الناقلية الحرارية	$(5 - 4) 10^{-3} (\frac{Cal}{cm})$
درجة حرارة الاستعمال	(1300 – 1700) (°C)
مقاومة الشد	210-50(kg/cm <sup>2</sup> )

### 5.1.6.I. التحولات الحرارية للكاولان

أثبتت عدة دراسات أنه أثناء تسخين الكاولان (الكاولينيت) في درجات حرارة مختلفة تتغير بنيته [30]، يخضع الكاولان ( $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$ ) لسلسلة من التحولات أهمها التفاعلات الماصة والناشرة للحرارة، حيث يتحول إلى ميليت ( $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ ) وكوارتز  $SiO_2$ ، في درجات الحرارة العالية. تتمثل المرحلة الأولى لسلسلة التحولات في التفاعل الماص للحرارة في حدود  $550^\circ C$  ويعود سبب هذا التحول عند معظم الباحثين إلى خروج الماء الداخل في تركيب الكاولينيت وذلك تبعاً لآلية الانتشار [31]، ينتج عن هذا التحول مركب جديد يعرف بالميتاكاولان ( $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$ ) [32,33]، بعد هذا التحول يظهر تفاعل ناشر للحرارة عند  $900^\circ C$  وتنتج عنه مركبات أخرى كانت محل اختلاف آراء الباحثين حول صيغها ونوعها، حيث أرجع البعض هذا التفاعل إلى تشكل طور سبينال  $\gamma-Al_2O_3$  [34,35]. والبعض الآخر أكد على ظهور الميليت زيادة إلى طور سبينال [9,36]. ويمثل آخر تحول في هذه السلسلة تشكل مركب الميليت عند الدرجة  $1100^\circ C - 1200^\circ C$  [32,33]، قد يتشكل الميليت عند درجات حرارة أقل وذلك حسب نسبة الألومين  $Al_2O_3$  التي تحتوي عليها مادة الكاولينيت [37].

يمكن تلخيص سلسلة التحولات السابقة في المخطط التالي:



## 2.6.I. الدولوميت

## 1.2.6.I. تعريف الدولوميت

يرتبط صخر الدولوميت ارتباطاً وثيقاً بالحجر الجيري، وهو صخر يتكون من كربونات الكالسيوم والمغنيسيوم لمعدن الدولوميت  $[CaMg (CO_3)_2]$ ، وعلى الرغم من أن تشابه حجر الدولوميت والحجر الجيري في بعض الأحيان، إلا أنه من السهل التعرف على كل منهما عن طريق ملاحظة تفاعلها مع حمض الهيدروكلوريك المخفف فعندما يتم وضع قطرة من الحمض فوق الحجر الجيري فإن التفاعل يكون فوراً بشكل واضح أما حجر الدولوميت فلن يتفاعل بشكل واضح مع الحمض، ما لم يتم سحقه. ويبدو أن تلك الكميات الكبيرة من حجر الدولوميت تتكون عندما تنتشر المياه الغنية بالمغنيزيوم خلال الحجر الجيري وتحول الكالسيوم إلى دولوميت عن طريق استبدال بعض أيونات الكالسيوم بأيونات المغنيزيوم (عملية التدلّمت). ومع ذلك، تفتقر أحجار الدولوميت الأخرى إلى دليل يثبت أنها تشكلت بهذه العملية، كما أن أصولها لازالت غير مؤكدة [38].

لون الدولوميت أبيض عادة، ملون أحياناً مثل بني فاتح-وردي [39].

## 2.2.6.I. التركيب الكيميائي للدولوميت

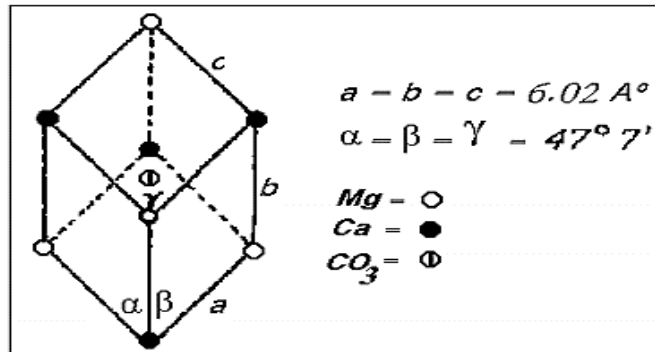
يتكون الدولوميت من كربونات الكالسيوم وكربونات المغنيزيوم، في حالة الدولوميت النقي نسبة كربونات الكالسيوم إلى المغنيزيوم هي 1 ما يوافق 54.3% وزناً من كربونات الكالسيوم و45.7% وزناً من كربونات المغنيزيوم.

## 3.2.6.I. البنية البلورية للدولوميت

يتبلور الدولوميت في خلية أولية ثلاثية متساوية الأحرف [40] الشكل (3-I)، أبعاده البلورية:

$$a = b = c = 6.02 \text{ \AA}$$

$$\alpha = \beta = \gamma = 47.7^\circ$$

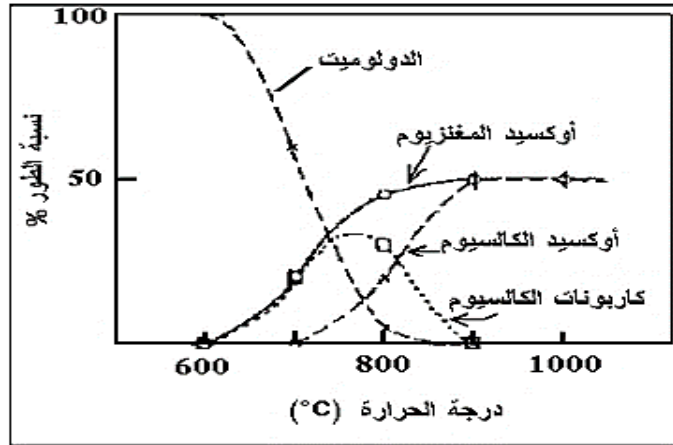


الشكل (3-I): الخلية الأولية لمركب الدولوميت [41].

4.2.6.I. كلسنة الدولوميت

عند تسخين الدولوميت في الهواء عند درجات حرارة مختلفة فإن عملية التفكك إلى أكسيد الكالسيوم وأكسيد المغنزيوم تتم في حدود  $900^{\circ}\text{C}$  [41]، يتم هذا التفكك عبر مرحلتين:

- تفكك الدولوميت إلى أكسيد المغنزيوم وكربونات الكالسيوم ابتداء من  $600^{\circ}\text{C}$ .
- تفكك كربونات الكالسيوم إلى أكسيد الكالسيوم ابتداء من  $700^{\circ}\text{C}$ .



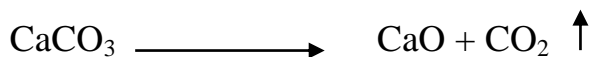
الشكل (4-I): تفكك الدولوميت بعملية التسخين [42].

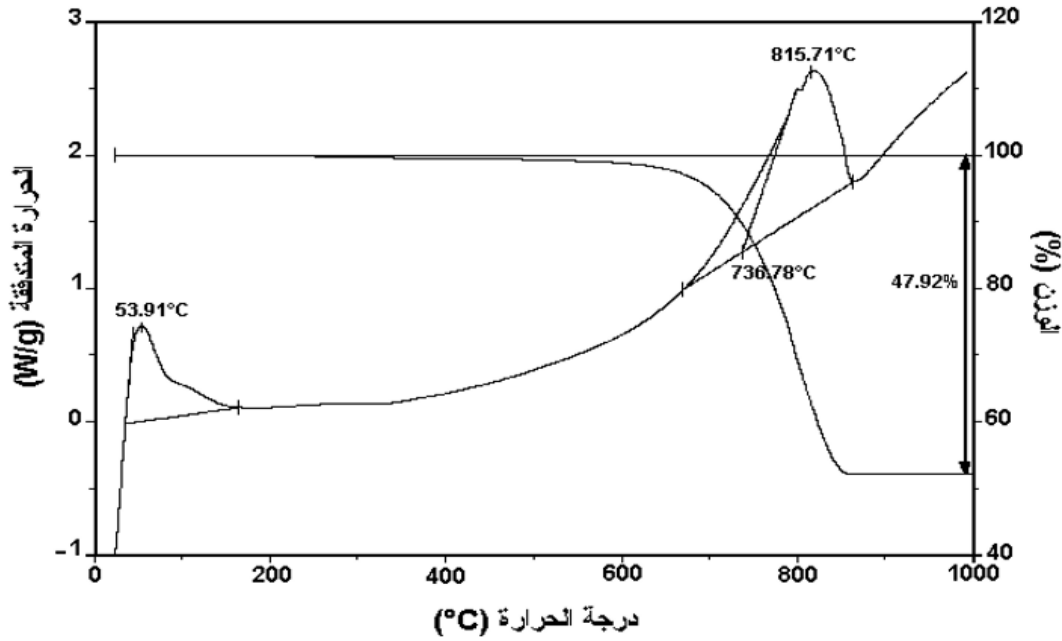
5.2.6.I. التحليل الحراري للدولوميت

نتائج التحليل الحراري الكتلي والتفاضلي لمادة الدولوميت ممثلة في الشكل (5-I)، من خلال منحنى الضياع النسبي للكتلة نسجل نسبة ضياع كلية للكتلة تقدر بحوالي 48% وهذا إلى غاية الدرجة  $1000^{\circ}\text{C}$ ، وهذا النقصان راجع إلى تفكك الدولوميت ( $\text{CaCO}_3\text{MgCO}_3$ ) وانبعث غاز ثاني أكسيد الكربون ( $\text{CO}_2$ ) وهذا ما يؤكد منحنى التحليل الحراري التفاضلي حيث نسجل حدوث تفاعلين ناشرين للحرارة. التفاعل الأول تقع قمته في حدود  $53^{\circ}\text{C}$  ويعود إلى تبخر ماء الرطوبة وكما يظهر على الشكل فنسبته ضعيفة حيث لم نسجل تغيرا واضحا في نسبة الكتلة الضائعة. التفاعل الثاني والثالث الناشران للحرارة كذلك وكما يظهر على الشكل فهناك تداخل في مجال حدوثهما حيث لا نميزهما بوضوح فالتفاعل الثاني الذي تقع قمته في حدود  $736^{\circ}\text{C}$  يعود إلى تفكك كربونات المغنزيوم [6].



أما التفاعل الثالث والذي تقع قمته في حدود  $815^{\circ}\text{C}$  فيعود إلى تفكك كربونات الكالسيوم إلى أكسيد الكالسيوم وثاني أكسيد الكربون الذي ينبعث على شكل غاز [6].





الشكل (5-I): التحليل الحراري التفاضلي والكتلي لمادة الدولوميت.

### 3.6.I. أكسيد الزيركونيوم

#### 1.3.6.I. تعريف أكسيد الزيركونيوم

يتواجد أكسيد الزيركونيوم أو الزيركونيا في الطبيعة بنسبة نقاوة تقدر بحوالي 80% صيغته الكيميائية  $ZrO_2$ ، تقدر كتلته المولية بـ 132.223g/mol وكتلته الحجمية بـ  $5.89g/cm^3$  ودرجة حرارة إنصهاره  $T = 2680^\circ C$  لكنها تنخفض بوجود العناصر المستقرة [6،42].

#### 2.3.6.I. بنية أكسيد الزيركونيوم

يتبلور أكسيد الزيركونيوم عند درجة الحرارة العادية إلى غاية  $1190^\circ C$  في بنية أحادية الميل، له تحويلين تأصلين حيث:

من أجل  $1190^\circ C < T < 2370^\circ C$  بنيته تكون رباعية قائمة.

من أجل  $2370^\circ C < T < 2680^\circ C$  بنيته مكعبة.

يرافق هذه التحولات التأصلية زيادة حجمية من 5 إلى 9% أثناء التبريد، مما يؤدي إلى إجهادات داخلية والتي تؤثر خاصة على الخصائص الميكانيكية [43].

**3.3.6.I. خصائص أكسيد الزيركونيوم**

ناقلية حرارية ضعيفة.

استقرار كيميائي جيد.

ناقلية كهربائية جيدة  $T < 1000^{\circ}\text{C}$ .

مقاومة عالية للإنكسار.

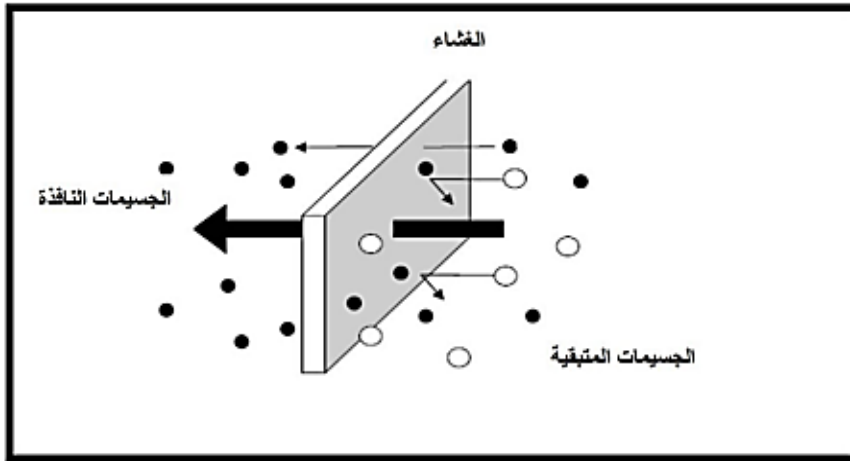
معامل  $\text{Young} = (1.72) 10^6 \text{ Kg/cm}^2$

**II. عموميات حول المرشحات****1.II. تعريف الترشيح**

الترشيح هو عملية إزالة الجزيئات الصلبة الدقيقة والشوائب الموجودة في السوائل وذلك بتمريرها عبر أغشية وشرائح تكون على شكل طبقات رقيقة تحتوي على مسامات تسمح بمرور السوائل خلالها، حيث تسمح هذه العملية بالحصول على سائل نقي خال من الشوائب [44،45]، تتمثل تطبيقات الترشيح في الصناعات الكيميائية، معالجة الأغذية والمشروبات وغيرها.

**2.II. تعريف الشريحة (الغشاء)**

تعرف الشريحة على أنها عبارة عن غشاء مادي رقيق جدا، قد تكون عضوية أو لا عضوية (معدنية أو خزفية) حيث تسمح بإيقاف أو تمرير جزيئات عالقة أو منحلة تحت تأثير قوى فعالة [46]، كما هو موضح في الشكل (6-I).



الشكل (6-I): رسم توضيحي لعملية الترشيح [47].

**3.II. تصنيف الشرائح**

تصنف الشرائح حسب: آلية الفصل، البنية والشكل.

**1.3.II. تصنيف الشرائح حسب آلية الفصل إلى:****أ. الشرائح المسامية**

هي عبارة عن غشاء مسامي، يعمل على توقيف أو تمرير الجزيئات ذات الكتل والأحجام المختلفة، وذلك تحت تأثير فرق في الضغط بين الوسطين أو تدرج في التركيز أو الجهد... الخ. تصنف الشرائح المسامية حسب قطر المسامات إلى:

- شرائح التقنية الميكرونية (MF)، قطر المسامات:  $0.1 \leq \Phi \leq 10 \mu\text{m}$ .
- شرائح التقنية الميكرونية الدقيقة (UF)، قطر المسامات:  $0.01 \leq \Phi \leq 0.1 \mu\text{m}$ .
- شرائح التقنية النانومترية (NF)، قطر المسامات: من رتبة النانومتر □ [49].

**ب. شرائح منعمة المسامية (الكثيفة)**

يتطلب استخدام هذه الشرائح تطبيق ضغط عالي، لانعدام المسامات ما عدا فراغات البنية البلورية، وهي تمتاز بدرجة انتفاء عالية ونفاذية ضعيفة، تحضر عادة من مواد عضوية، آلية الفصل فيها تعتمد على الإنتشار [46].

**ج. شرائح التبادل الأيوني**

هي نوع خاص من الطبقات الكثيفة [46]، تحضر في معظم الأحيان من مواد عضوية حيث أن نفاذيتها لأيونات عالية ومنخفضة بالنسبة للماء [49]، تتم عملية الفصل في هذا النوع من الشرائح تحت تأثير فرق الكمون الكهربائي.

**2.3.II. تصنيف الشرائح حسب البنية**

تصنف الشرائح حسب بنيتها إلى ثلاث أصناف وهي: الشرائح المتناظرة (المتجانسة)، الشرائح غير المتجانسة، الشرائح المركبة والليفية المجوفة.

**أ. الشرائح المتناظرة (المتجانسة)**

تكون هذه الشرائح إما مسامية أو كثيفة حيث تملك نفس البنية على امتداد سمك الشريحة [49]، وهي في الغالب مكونة من مواد عضوية وتستخدم خاصة في التقنية الميكرونية [50].

ب. الشرائح الغير متناظرة (غير متجانسة)

تتكون من طبقتين على الأقل موضوعتين فوق بعضهما البعض، الطبقة السفلية يتراوح سمكها ما بين 100 و 200µm [50] ويتمثل دورها في ضمان القوة الميكانيكية للأغشية [51]، الطبقة العلوية تكون رقيقة جدا حيث أن خصائص الترشيح لهذا النوع (النفاذية، الانتقائية... الخ) تتعلق بقشرة الطبقة العلوية فقط خاصة وأن نفاذية الأغشية تتناسب عكسا مع سمكها [50].

ج. الشرائح المركبة

وهي عبارة عن طبقات غير متجانسة تتكون على الأقل من طبقتين من مادتين مختلفتين، طبقة سطحية عبارة عن غشاء رقيق جدا موضوع على حامل مسامي نفوذ، يتم اختيار كل مادة حسب الخصائص المميزة لكل طبقة، الإنتقائية بالنسبة للأول والميكانيكية للثاني [52]، نفاذية هذه الشرائح أعلى من نفاذية الشرائح غير المتناظرة [50].

د. الألياف المجوفة

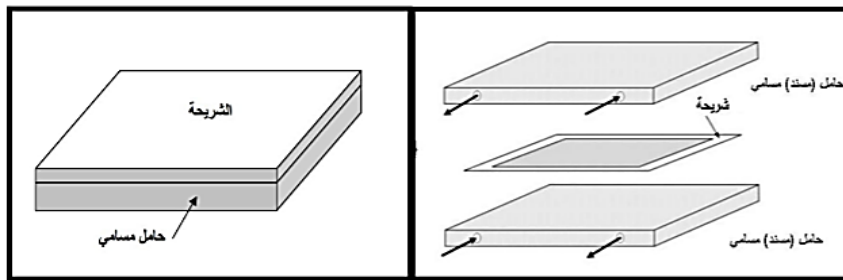
تكون على شكل أنبوب دقيق قطره الخارجي يتراوح بين 50 و 1000 ميكرومتر والداخلي بين 25 و 800 ميكرومتر [53]، وتحضر بنفس الطريقة التي تحضر بها الألياف الصناعية. وفي غالبيتها هي طبقات غير متناظرة حيث توضع الطبقة الفعالة على السطح الداخلي أو الخارجي للأنبوب حسب الحاجة.

II..33. تصنيف الشرائح حسب الشكل

تصنف الشرائح حسب الشكل إلى: شرائح مستوية، حلزونية، أنبوبية.

أ. الشرائح المستوية

تعد من أبسط الأشكال وأقدمها، تكون إما على شكل طبقة رقيقة مستوية أحادية أو عدة طبقات، حيث يفصل بين الأغشية الموضوععة على شكل وريقات بواسطة إطارات وسطية تضمن جريان السائل المراد ترشيحه [54].

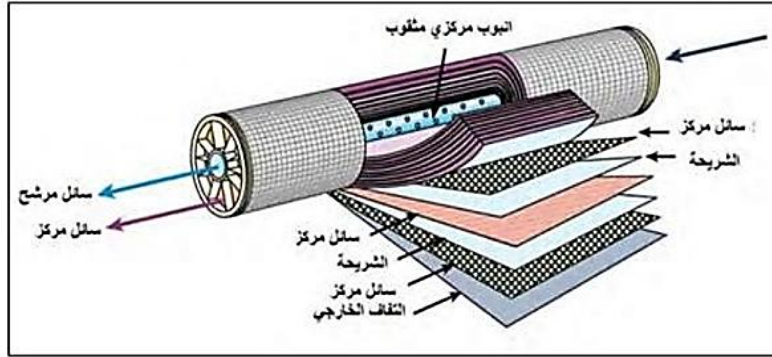


الشكل (I-7): شكل توضيحي للشريحة المستوية [55،56].



ب. الشرائح الحلزونية

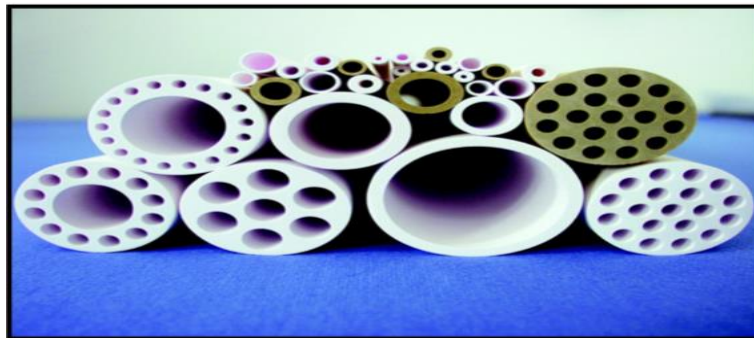
عبارة عن أنبوب يحتوي على فتحات تنفذ من خلالها المادة المرشحة تلتف حوله مجموعة من الطبقات الرقيقة كما هو موضح في الشكل (8-I) [57]. حيث توضع بين كل طبقتين شبكة مرنة تعمل على خلق اضطرابات في جريان السائل [6].



الشكل (8-I): شكل توضيحي لطبقة حلزونية.

ج. الشرائح الأنبوبية

تتكون من حامل أنبوبي له مسامية ونفاذية عاليتين توضع عليه طبقة أو طبقات نصف نفوذة، تمتاز بخصائص ميكانيكية جيدة، قد يكون الحامل الأنبوبي متعدد القنوات أو أحادي القناة.



الشكل (9-I): شكل المساند الأنبوبية [58].

د. الشرائح الليفية

هي عبارة عن مجموعة من الألياف ذات قطر صغير يتراوح بين بضعة أعشار الميكرونات وبضع المليمترات [53].



الشكل (10-I): شكل المساند الأنبوبية [58].

#### 4.II. مستويات الترشيح بواسطة الشرائح

من بين العوامل التي تؤثر على عملية الترشيح بواسطة الأغشية هي: أبعاد الجزيئات وشكلها، الضغط المطبق، شحنة الجزيئات وطبيعة الشريحة. يمكن أن نلاحظ من خلال طبيعة شحنة السائل بالنسبة لسطح الشريحة عدة تفاعلات منها التفاعل (جزيء\_جزيء) والتفاعل جزيء شريحة وهي عوامل تؤثر في عملية الفصل [46]. ولإجراء هذه العملية يجب أن تتوفر الطاقة اللازمة للقيام بعملية الفصل، هذه الطاقة يمكن أن تكون عبارة عن تدرج في الضغط أو التركيز أو الكمون الكهربائي.

يمكن تصنيف عمليات الترشيح حسب أبعاد الجزيئات والضغط المطبق إلى عدة مستويات للترشيح وهي: المرشحات الميكرونية، المرشحات الميكرونية الدقيقة، المرشحات النانومترية، الأسموز العكسي.

##### أ. المرشحات الميكرونية

استخدمت هذه التقنية ولأول مرة سنة 1929م للحصول على مياه صالحة للشرب، تتميز هذه المرشحات بإيقاف الأجسام الصلبة من السائل والتي تكون من رتبة الميكرومتر (0.1 و 10µm) [46]، تعتمد هذه التقنية على تطبيق ضغط منخفض يتراوح من (0.2 إلى 2bar) [49].

##### ب. المرشحات الميكرونية الدقيقة

تسمح هذه المرشحات بمرور الجسيمات الصغيرة مثل الماء والأملاح وتعمل على توقيف الجسيمات ذات الكتلة المولية العالية مثل الغرويات، البوليمار، البروتينات... الخ [46،57]. تتعامل مع السوائل المتجانسة حيث تعمل على إيقاف الجزيئات التي تتراوح أبعادها من (0.01 إلى 0.1µm) [50].

ج. المرشحات النانومترية

تستعمل هذه التقنية لمعالجة المياه الصالحة للشرب وذلك نظرا لفعاليتها الكبيرة على إزالة الأملاح الأيونية والجراثيم والجسيمات الدقيقة، حيث تسمح بمرور جزيئات من رتبة النانومتر [46].

د. استخدام أغشية الأسبوز العكسي (التناضح العكسي)

تسمح الأغشية الكثيفة في التناضح العكسي بمرور الماء فقط وتعمل على إيقاف الأملاح حيث تستخدم في معالجة مياه البحر مما يؤدي لإنتاج مياه عالية النقاوة. ويمكن تمييز نوعين من التناضح [60]: التناضح المباشر والتناضح العكسي، يبين الجدول (5-I) أنماط الترشيح مع بعض المواد التي يمكن إيقافها حسب قطر المسامات.

الجدول (5-I): أنماط الترشيح مع بعض المواد التي يمكن إيقافها حسب قطر المسامات [53].

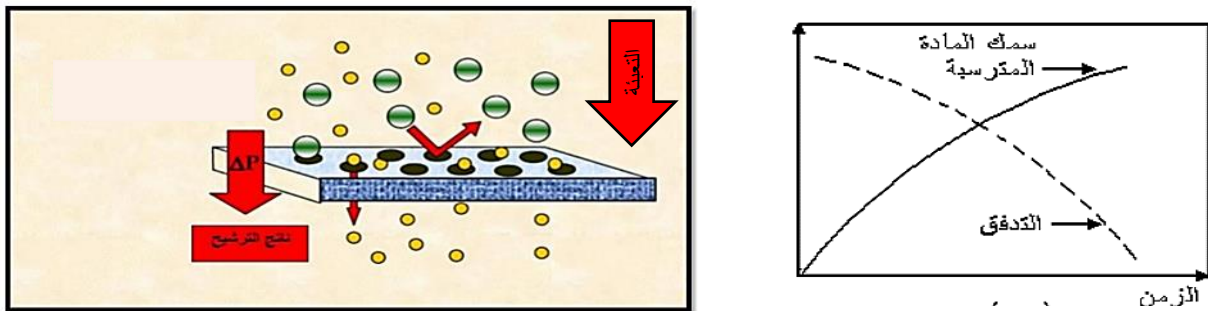
قطر المسامات	المواد	نمط الترشيح
$(0.1-10)\mu\text{m}$	الزيوت البكتيريا بعض الدهون والفيروسات	التقنية الميكرونية
$(0.01-0.1)\mu\text{m}$	الفيروسات والدهون الغرويات والبروتينات وبعض المضادات الحيوية	التقنية الميكرونية الدقيقة
1 نانومتر تقريبا	الغرويات والبروتينات وبعض المضادات الحيوية	التقنية النانومترية
-----	المضادات الحيوية والأيونات المعدنية	التناضح العكسي

## 5.II. أنواع الترشيح

ينقسم الترشيح إلى نمطين أساسيين هما: الترشيح المباشر والترشيح المماسي.

### أ. الترشيح المباشر

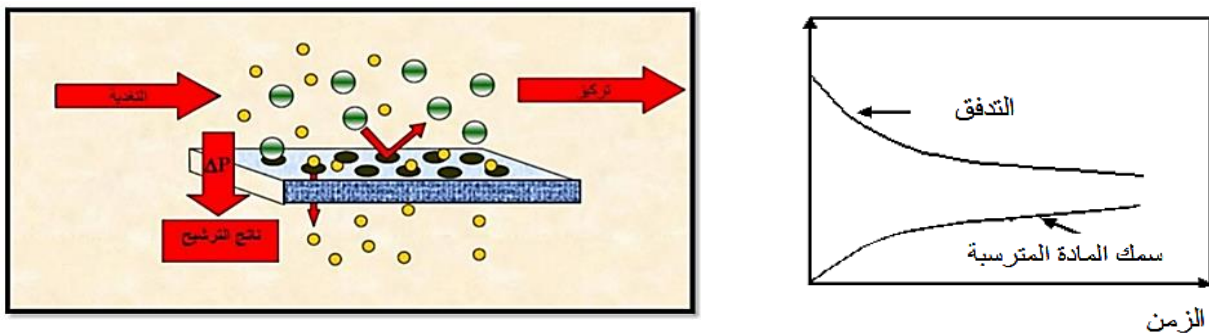
يرد السائل في هذا النمط من الترشيح عموديا على سطح الغشاء وتحت تأثير الضغط المطبق يمر السائل عبر المرشح حيث تتجمع بقايا الترشيح فوق سطح الغشاء مما يتسبب في إعاقة مرور السائل والتخفيض من نسبة النفاذية كما هو موضح في الشكل (I-13)، وهذا ما يجعله يعاني من انسداد مسامات الأغشية بسرعة لذلك يستلزم رعاية كبيرة لتفادي هذا المشكل [51].



الشكل (I-11): نموذج توضيحي لطريقة الترشيح المباشر وكيفية تغير التدفق بدلالة سمك المادة المترسبة على سطح الشريحة [60].

### ب. الترشيح المماسي (العرضي)

يكون تدفق السائل في الترشيح المماسي موازي لسطح الغشاء، وتحت تأثير الضغط المطبق يمر جزء من السائل عبر الغشاء، يتميز هذا النوع من الترشيح بالجريان المماسي للسائل مما يحد من تراكم الجزيئات والشوائب على سطح الغشاء وبالتالي التقليل من انسداد مساماته [51]، كما يوضح الشكل (I-14).



الشكل (I-12): نموذج توضيحي لنمط الترشيح المماسي وكيفية تغير التدفق بدلالة سمك المادة المترسبة على سطح الشريحة [60].

6.II. بعض المقادير المميزة للمرشحات

1.6.II. المسامية

تقاس المسامية في المرشحات بواسطة جهاز يدعى جهاز قياس الفراغات الزئبقي، تسمح هذه التقنية بمعرفة المسامية في العينات ومتوسط قطر الفراغات المفتوحة التي يمكن أن يصل قطرها حتى 1.5nm، ينص مبدأ عمل هذا الجهاز أساساً على خاصية مادة الزئبق لأنه لا يبلل المواد التي يوضع عليها ولا يتغلغل في مساماتها إلا بتطبيق ضغط معين.

2.6.II. النفاذية

يتم تحديد مستوى النفاذية بحساب النسبة بين التدفق وفرق الضغط بين جهتي الشريحة [46].

$$A = \frac{Q}{\Delta p} \dots \dots \dots (1)$$

ويعرف التدفق  $Q$  على أنه النسبة بين حجم السائل المرشح  $Q$  و سطح الشريحة  $S$ .

$$\Phi = \frac{Q}{S} \dots \dots \dots (2)$$

بتعويض العلاقة 2 في العلاقة 1 نجد

$$A = \frac{Q}{\Delta p \cdot S} \dots \dots \dots (3)$$

يعبر عن النفاذية بمقدار  $k$  يسمى معامل النفاذية وهو معامل المستقيم المعرف بالدالة:

$$\Phi = f(\Delta P)$$

## مراجع

- [1] L. Ecraivain, " Technique de l'ingénieur ", A.7290, pp. 1-23 (1986).
- [2] M.W. Barsoum , "fundamental of ceramics", Department of Materials Engineering, Drexel University, USA, pp1-8, (1997).
- [3] W. D. Kingery, H. K. Bowen, and D. R. Uhlmann, Introduction to Ceramics, 2<sup>nd</sup> ed, Wiley, New York, pp3, (1976).
- [4] R.J. Brook, Ed., "Concise Encyclopedia of Advanced Ceramic Materials", Pergamon, New York, (1991).
- [5] M. Chaupai, "Technique de l'ingénieur", A. 2010, pp 10-17 (1996).
- [6] F. Bouzerara, " Porous ceramic supports for membranes prepared from kaolin and doloma mixtures" Thèse doctorat en science, Université de Constantine, Algérie, pp1-171 (2005).
- [7] ب. غويل، « تحضير و دراسة مرشحات خزفية مصنعة من مواد أولية محلية » ، شهادة دكتورا ، جامعة محمد الصديق بن يحيى جيجل، 2015.
- [8] غويل بوجمعة، تحضير ودراسة مساند لأغشية انطلاقا من مواد خزفية، مذكرة الماجستير، جامعة باتنة (2010).
- [9] H. ABDIZADEH, " Thèse de Doctorat, Elaboration et caractérisation des composites duplex " Institut National Des Sciences Applique de Lyon, France (1997).
- [10] G. Cizron, "Le Frittage", Institut de Céramique Française, France, pp 25 (1968).
- [11] O. Elamri, Mémoire de Master, Université de Ouargla, Algérie, (2015).
- [12] زنيخري فهيمة، تحضير ودراسة مرشحات وحواملها انطلاقا من مواد أولية محلية، مذكرة الماجستير، جامعة قسنطينة (2008).
- [13] قشي عبد الكريم، تحضير ودراسة الخزفيات الكثيفة والمسامية المكونة من الأنورثيت إنطلاقا من الكاولان والكالسيت، أطروحة دكتوراه، جامعة قسنطينة (2012).

- [14] بودين بوبكر, لوصيف كمال, دراسة وتحضير الخزفيات الحيوية المكونة أساسا من الولسطانيت, أطروحة دكتوراه, جامعة قسنطينة (2012).
- [15] P. A. Dearnley. A Review of metallic, Ceramic and surface-treated metals. Proc Instn Mech Engrs Vol 213 Part H. pp107-135 (1999).
- [16] J. Philibert, "Recueil de Communication", Deuxième Séminaire des Sciences des Matériaux, Université de Constantine, pp 2-16 (1985).
- [17] A. Vatain, « Manuele et sédimentologie », Edition : Thecnip (1967).
- [18] S. Zouai, Thèse doctorat en science, Université de Constantine, Algérie, (2013).
- [19] علاق مريم, جبايلية زينب, تحضير ودراسة خزفيات ذات أساس من الكاولان DD3 بإضافة فوسفات ثلاثي الكالسيوم, مذكرة الماستر, جامعة أم البواقي (2017).
- [20] F. Bouzrara , Thèse de Magister , Université de constantine ,Algerie , (1998).
- [21] A. Jourdain, et F. Benot-Cation, "La Technologie des Produits Céramiques Réfractaires ", Paris, pp 20-40, (1993).
- [22] M. A. Hilmi, "Métallurgie", Ed. Angelot, Egypte, p 100-300 (1977).
- [23] C. Liv, G.Thomas, A. Caballero, G. S. Moya and S. Dezza, J. Am. Ceram. Soc, pp 77 (1994).
- [24] د وفاء فؤاد شلبي و د. حنان سامي محمد: تقنيات الأدوات والأجهزة الحديثة، دار الفكر ناشرون وموزعون، عمان، ط1، ص 30، 2010.
- [25] بودايرة بوخميس: تحضير ودراسة الأغشية وحواملها انطلاقا من الكاولان (DD2) والكالسيت، مذكرة شهادة الماجستير في الفيزياء ، جامعة منتوري، قسنطينة، ص 8، 2007.
- [26] G. Aliprandi, " Matériaux réfractaires et Céramiques techniques ", Edition septima, Paris (1979).
- [27] J. A. Pask and A. P. Tomosia, J. Am. Ceram. Soc., pp 2367-73, (1991).
- [28] R. Arthar and V. Hippel, "Les Diélectriques et Leurs Applications",

- Ed Dunod, Paris (1961).
- [29] S. CAILLERE, S HENIN et M. RAUTUREAU, "Minéralogie des argiles", Ed Masson, Vol 1, pp. 1-20 (1982).
- [30] B. SONUPARLAK, M. SARICAYA and I.A. AKASAY, J.AN. Ceram. SOC, 70 [11] PP .837-42(1987).
- [31] C. S ROSS and P.F. KARR, "The Kaolin Minéral", U.S. Geological Ssurvery progress, N°. 165. E(1930).
- [32] TRAORE.K., Formation Frittage à basse température d'une argile Kaolinitique du Burkina Faso. Transformation thermique et réorganisation structurales., Doctorat a l'université de Limoges, (2003).
- [33] ARDOIN. J., BENOT-CATION. F., "La Technologie des Produits Ceramiques Refractaires" Pa ris, pp.40(1969).
- [34] H.J.PERCIVL, J.F.DUNCAN and P. K. FOSTER,J.An.Ceram.SOC., 57[1-2]37-43(1977).
- [35] R.M.ORYENSTEIN and D.K.GHOSH,J.An.Ceram.SOC., 61[3-4]171- 173(1978).
- [36] R.M.ORYENSTEIN and D.J.GREEN.J.An.Ceram.SOC .,75[7]1899-1905 (1992).
- [37] E. DORRE, and H. HUBNER., "Alumina Processing, Properties and Applications", Springer-Verlage, Michigan, pp 329 (1984).
- [38] إدوارد جي تار بوك. فريدريك كي لوتجينس. دينيس تاز ، الأرض مقدمة في الجيولوجيا الفيزيائية ، مكتبة العبيكان ، ص 210 ، (2010).
- [39] إدوارد أ. كيلر ، الجيولوجيا البيئية ، مكتبة العبيكان ، ص 547 ، (2014).
- [40] R .S.BOYNTON, "chemistry and technology of lime and limestone ,Jhone Wiley & Sons ,pp 287-290 (1966).
- [41] J.H.CHESTER " Refractories production and proprieties " ,The Iron and Steel Institute, London , pp 177-180 (1973).



- [42] D. Bouras, A. Mecif, A. Mahdjoub, A. Harabi, M. Zaabat, S. Benzitouni, B. Regis, Photocatalytic degradation of Orange II by active layers of Cu- doped ZnO deposited on porous ceramic substrates Journal of Ovonic Research 13 pp 271 (2017).
- [43] A.Mecif, Elaboration et étude des réfractaires à base de mullite et zircon, thèse de doctorat d'état, université de Constantine (2010).
- [44] Jean Louis branlt., " Mémento Technique De L'eau ", Edition du Cinquantenaire , pp. 176-220 (1989).
- [45] C. Prieur, Industrie Céramique, N° 693, (1976).
- [46] Tomas. Adrian Paul, " Etude comparée du colmatage en nanofiltration et en ultrafiltration d'eau de surface". Thèse doctorat, Faculté Des Sciences et de Génie, Maitrise en génie civil, Université Laval, France. (2004).
- [47] كربوع خديجة, دراسة وتحضير مساند خزفية لأغشية التنقية الميكرونية, مذكرة الماستر, جامعة بسكرة (2016).
- [48] ب. غويل, « تحضير و دراسة مرشحات خزفية مصنعة من مواد أولية محلية » , شهادة دكتورا ,جامعة محمد الصديق بن يحيى جيجل, 2015.
- [49] Jean-Pierre BRUN," Procédés de séparation par membranes,(Transport Techniques membrane Application)",MASSON, Paris Milan Barcelone Mexico, pp. 1-241 (1989).
- [50] S. Rakib, Thèse doctorat d'état, Faculté des sciences, Univ Sidi Mohamed ben Abdellah, Maroc (2000).
- [51] Alain Maurel, Technique de l'ingénieur, "Osmose inverse et ultrafiltration, 2 Technologie et application".,J2796, PP. 1-16, (1988).
- [52] Jean Louis branit., " Mémento Technique De L'eau ", Edition du cinquantenaire ,pp. 176-220 (1989).

- [53] Alain Maurel, Technique de l'ingénieur, "Osmose inverse et ultrafiltration, 2 Technologie et application".,J2796, PP. 1-16, (1988).
- [54] Y. Lanteri, "Thèse de doctorat, Transport à travers des membranes de nanofiltration : caractérisation des propriétés électriques et diélectrique". Université de Franche comté, France. (2009).
- [55] B. Boudaira , "Preparation and study of membranes and their supports from ceramic Materials" ,Thèse doctorat, Université de Constantine, Algérie, (2007).
- [56] L. M Camacho , L.Dumée, J Zhang, J.Li , M. Duke, J. Gomez and S.Gray."Advances in Membrane Distillation for Water Desalination and Purification Applications".Water, 5, 94-196, 2013.
- [57] Joell Bertrand et all ." Génie De Procédés ". TEC. DOC. Lavoisier, Paris, pp 137-200, (1993).
- [58]خرفي خالد ,تحضير ودارسة حوامل خزفية للشارئح انطلاقا من الصلصال والكالسيت,مذكرة الماستر, جامعة بسكرة (2018).
- [59] V. J. Violleau, "Demineralisation par electro dialyse en présence d'un complexant application au lactoserum", Thèse doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, pp 13-18, (1999).
- [60] M. E. Bouchot, Thèse de doctorat, "Contribution à l'étude d'un Bioréacteur à Membranes Immergées: Impact de la configuration du module et des conditions d'aération sur le colmatage particulaire et modélisation de l'activité biologique ", INSA de Toulouse, pp 4-7,(2005)

# الفصل الثاني: المواد الأولية والطرق التجريبية

يتضمن هذا الفصل خصائص المواد الأولية وطرق التحليل المجرات عليها المتمثلة في التحليل بواسطة الأشعة السينية والتحليل بواسطة الأشعة تحت الحمراء كما يشير إلى أهم الأجهزة المستعملة.

**1.II. مقدمة**

يهتم هذا الفصل بدراسة خصائص المواد الأولية المستخدمة في هذا البحث، وكذلك التحاليل المجراة عليها والتي تتمثل في التحليل الكيميائي والتحليل بواسطة الأشعة السينية والتحليل بواسطة الأشعة تحت الحمراء. كما سنتطرق لمختلف الأجهزة المستخدمة.

**2.II. تقنيات التحليل المستخدمة****1.2.II. انعراج الأشعة السينية**

توجد عدة طرق لتسجيل انعراج الأشعة السينية (تحليل المواد)، ومن بين هذه الطرق المعروفة وخاصة في دراسة الخزفيات طريقة المسحوق والتي تعتمد على اشعاع ضوئي أحادي اللون، توجد طريقتان أساسيتان باستعمال طيف الانعراج، الأولى تعرف بطريقة ديبيي شرر حيث يتم فيها تسجيل الطيف على فلم حساس عبارة عن شريط يوضع داخل غرفة تعرف بغرفة ديبيي، أما الطريقة الثانية فهي دقيقة في معلوماتها حيث يتم التسجيل فيها باستعمال عداد يوصل بجهاز راسم يقوم برسم مخطط الانعراج (كمية الإشعاع بدلالة زاوية براغ  $2\theta$ )، تسمح هذه التقنية بتأشير خطوط الانعراج الحادثة ومعرفة الفاصلة ( $d_{hkl}$ ) الموافقة للشدة (I) حيث أن ( $d_{hkl}$ ) تحسب من قانون براغ.

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

n رتبة الحيود،  $\theta$  زاوية الحيود، d تمثل المسافة بين المستويات البلورية.

وبواسطة برنامج خاص يحتوي على جميع بطاقات ASTM للمركبات، نتعرف على جميع الأطوار المنشكلة [1].

**2.2.II. مطيافية الأشعة تحت الحمراء بتحويل فورييه (FTIR)**

تتكون المادة من الجزيئات التي بدورها تتشكل من ذرات ترتبط فيما بينها بروابط كيميائية ذات اهتزازات مركزية، مطيافية الأشعة تحت الحمراء تسمح بمعرفة ودراسة هذا النوع من الاهتزازات [2]، وتحليل طيف الأشعة النافذة تسمح بمعرفة عصابات الامتصاص الحادثة عند أطوال موجية معينة.

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 الامتصاص يمثل عدد الأمواج بدلالة الامتصاص، وقد تم وضع جداول خاصة لمعرفة الماهية الكيميائية للمادة [2].

3.II. الأجهزة المستعملة

تم جمع أهم الأجهزة المستعملة في الجدول (1-II).

الجدول (1-II): أهم الأجهزة المستعملة.

اسم الجهاز	الرسم التوضيحي	اسم الجهاز	الرسم التوضيحي
الساحق اليدوي		الأفران	
غربال		القدم القنوية	
اختبار البثق		اختبار الشني	
اختبار النفاذية		الميزان الحساس	

## 4.II. دراسة المواد الأولية

### 1.4.II. الكاولان F<sub>2</sub>

تعتبر مادة الكاولان المادة الأولية المستخدمة في تحضير العينات، تم الحصول عليها من مصنع الخزف بمدينة المليية ولاية جيجل، لونها يميل للأصفر كتلتها الحجمية تقدر بحوالي  $2.6 \text{ g/cm}^3$  [3].

#### 1.1.4.II. التحليل الكيميائي للكاولان

في هذه الدراسة تمكنا من معرفة التركيب الكيميائي للعينات المدروسة والحصول على النسب الوزنية للعناصر المكونة للكاولان المستعمل وذلك باستعمال جهاز أشعة الفلورة السينية.

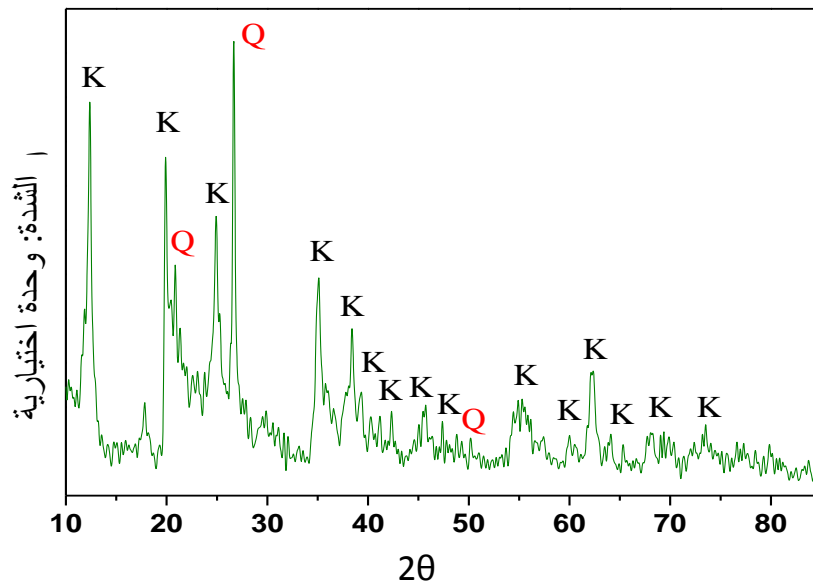
يبين الجدول (2-II) نتائج الدراسة ومن خلال هذه النتائج يظهر أن الكاولان يتكون أساسا من SiO<sub>2</sub> بنسبة 48.83% و Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> بنسبة 24.58% مع وجود بعض الشوائب.

#### الجدول (2-II): التحليل الكيميائي للكاولان.

الأوكسيد	SO <sub>3</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>	CaO	K <sub>2</sub> O	MgO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O
النسبة الوزنية	2.76	24.58	48.83	1.96	2.76	0.63	5.71	3.94

#### 2.1.4.II. تحليل الكاولان F<sub>2</sub> بواسطة انعراج الأشعة السينية

يبين الشكل (1-II) مخطط انعراج الأشعة السينية لمادة الكاولان، والذي تم فيه استعمال الطول الموجي  $\lambda_{CuK\alpha} = 1.54 \text{ \AA}$  وبمطابقة طيف الانعراج مع بطاقات (ASTM) نلاحظ أن أغلب خطوط الانعراج تابعة للكاولان إضافة إلى وجود بعض خطوط الانعراج التابعة للكوارتز.



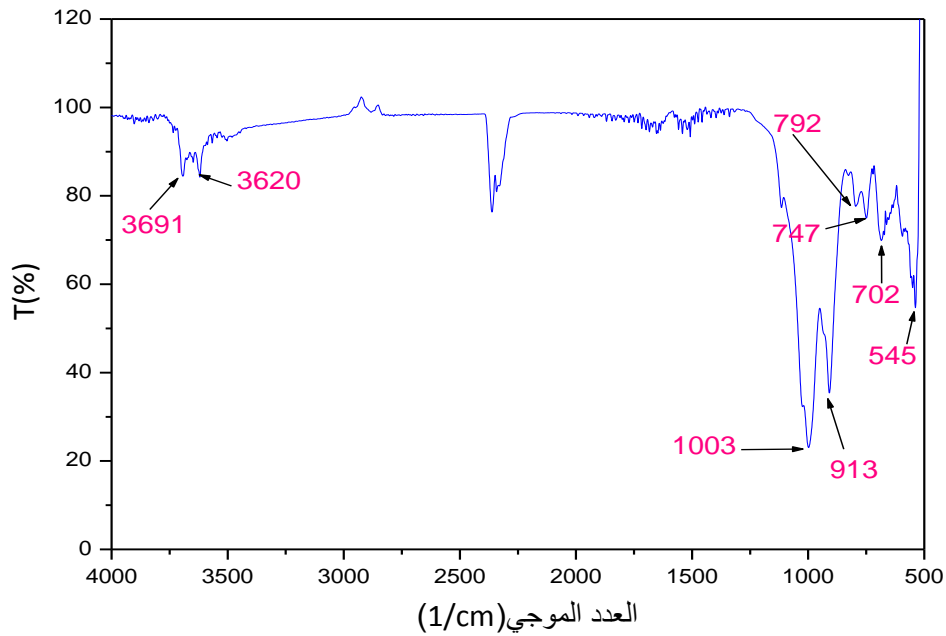
الشكل(II-1): مخطط انعراج الأشعة السينية لمسحوق مادة الكاولان الخام  $F_2$ .

حيث (K): كاولان - بطاقة رقم: 0164-14، Q: الكوارتز- بطاقة رقم: 46-1045.

### 3.1.4.II التحليل بواسطة الأشعة تحت الحمراء للكاولان $F_2$

تمت الدراسة باستعمال مطيافية امتصاص الأشعة تحت الحمراء ذات تحليل فورييه FTIR على مادة الكاولان حيث تم مسح مجال الترددات من  $4000-400\text{cm}^{-1}$ . فتحصلنا على الطيف الموضح في الشكل (II-2) حيث نميز عصابات الامتصاص التالية:

- العصابة الواقعة في حدود ( $538\text{cm}^{-1}$  و  $758\text{cm}^{-1}$ ) تدل على وجود الرابطة Si-O-Al [4].
- العصابة الواقعة في حدود ( $694\text{cm}^{-1}$  و  $794\text{cm}^{-1}$ ) تدل على وجود الرابطة Al-OH [4].
- العصابة الواقعة في حدود ( $914\text{cm}^{-1}$ ) تدل على وجود الرابطة Al-OH-Al [4].
- العصابة الواقعة في حدود ( $1003\text{cm}^{-1}$ ) تدل على وجود الرابطة Si-O-Si [5].
- العصابة الواقعة في حدود ( $3620 - 3692\text{cm}^{-1}$ ) تدل على وجود الرابطة OH [5].



الشكل (2-II): طيف الأشعة تحت الحمراء لمسحوق الكاولان الخام  $F_2$ .

## 2.4.II. الدولوميت ( $CaCO_3MgCO_3$ )

هي عبارة عن حجارة لونها أبيض، وقد تم الحصول على مسحوق الدولوميت من مصنع الخزف بمدينة المليية ولاية جيجل.

### 1.2.4.II. التحليل الكيميائي للدولوميت

يبين الجدول (3-II) نتائج التحليل الكيميائي للدولوميت، وكما هو موضح فالدولوميت يتكون أساساً من أكسيد الكالسيوم (CaO) وأكسيد المغنيزيوم (MgO) مع وجود بعض الشوائب.

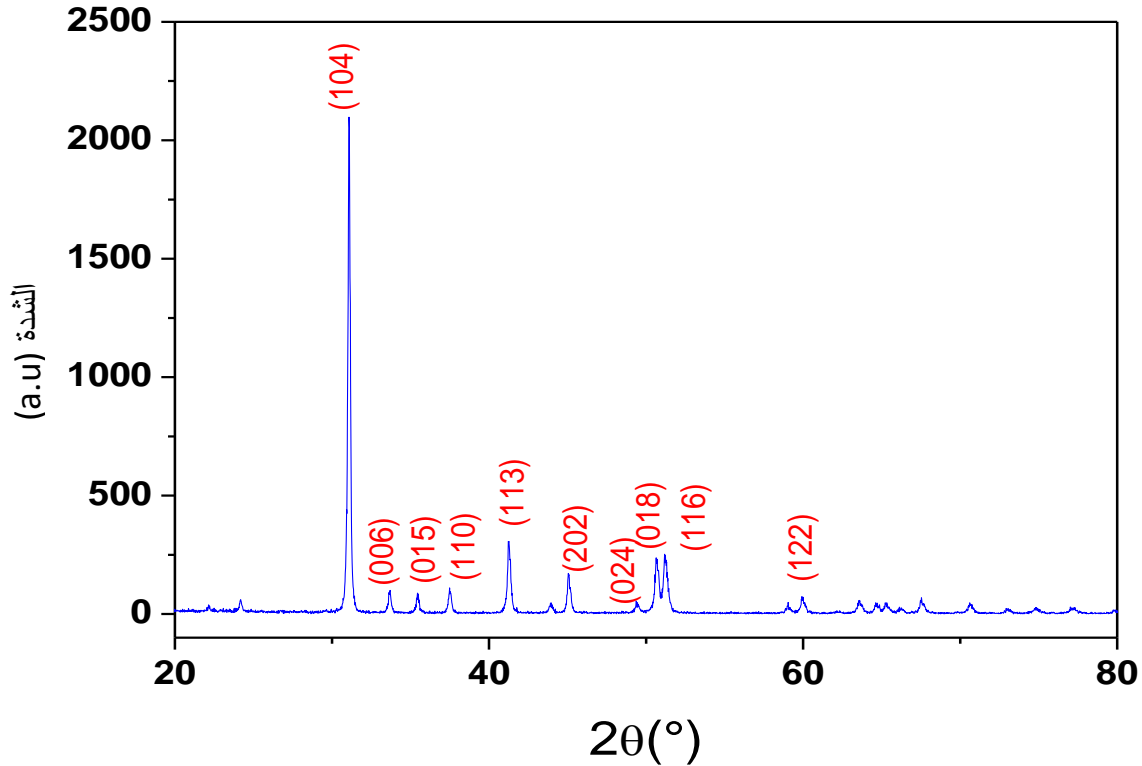
الجدول (3-II): التركيب الكيميائي للدولوميت.

CaO	MgO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	P.A.F	الأكسيد
31.45	20.33	0.20	0.04	0.04	0.02	47.00	النسب الوزنية



## 2.2.4.II. تحليل الدولوميت بواسطة الأشعة السينية

من خلال نتائج انعراج الأشعة السينية الموضحة في الشكل (3-II) وبمطابقة طيف الانعراج مع بطاقات العناصر (ASTM) تبين عدم ظهور أي خط تابع لعنصر أو طور آخر وهذا يدل على نقاوتها العالية نسبياً. حيث أكدت التحاليل باستعمال الفلورة السينية هذا الاستنتاج.



الشكل (3-II) : طيف انعراج الأشعة السينية (λ<sub>CuKa</sub>) للدولوميت (CaCO<sub>3</sub>.MgCO<sub>3</sub>).

- [1] J. Michael Hollas, Modern Spectroscopy, Ed Wiley (1974).
- [2] B. Stuart, Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications, Ed Willey (2004).
- [3] LA.Goodman, rcarev, 35, 613, (1974).
- [4] A.Boulmokh, y. Berredjem, K.Guerfi and A. Gheid. « Kaolin from Djebel Debbagh Mine, Guelma, Algeria » Reseach Journal of Applied Sciences2 (4) pp: 435-440,(2007).
- [5] L.Massoudi, thèse doctorat, « préparation des nouveaux supports céramique pour membranes minérales abas d'argiles marocaines », Univ sisi Mohamed ben Abdellah, Maroc,(1987).

# الفصل الثالث: دراسة النتائج ومناقشتها

سنتطرق في هذا الفصل إلى عملية تحضير  
و دراسة المساند الخزفية وشريحة أكسيد  
الزركونيوم المثبتة على المساند المحضرة  
وكذا بعض تطبيقاتها.

## 1.III. مقدمة

سنتطرق في هذا الفصل إلى عملية تحضير مساند أنبوبية الشكل انطلاقاً من المادة الأولية المتمثلة في الكاولان  $F_2$  بالإضافة إلى الدولوميت. استخدمت هذه العينات كدعامة تثبت عليها الشريحة المحضرة انطلاقاً من مادة ثاني أكسيد الزركونيوم.

## 2.III. تحضير ودراسة المساند

## 1.2.III. الخطوات التجريبية المتبعة لتحضير المساند

- نأخذ عينة من المادة الأولية والمتمثلة في الكاولان  $F_2$  الشكل (أ)، نقوم بسحقها سحقاً جيداً الشكل (ب)، ثم غربلتها بواسطة غربال قطر فتحاته يقدر بـ 0.5mm.



الشكل (ب): الكاولان بعد السحق.

الشكل (أ): الكاولان  $F_2$ .

- نعالج العينة الناتجة حرارياً (الكلسنة) عند درجة حرارة  $600^\circ\text{C}$  للتخلص من الماء والأملاح الموجودة بها وينتج عن هذا تغير في لون العينة الشكل (ج).



الشكل (ج): الكاولان بعد الكلسنة.

- نضع في خلاط كهربائي 75g من مسحوق الكاولان المعالج حرارياً مع 25g من الدولوميت و3g من Methocel نمزج المواد جيداً، ثم نضيف الماء تدريجياً مع مواصلة الخلط الجيد حتى نتحصل على عجينة متماسكة وقابلة للتشكيل، نضع هذه الأخيرة في كيس بلاستيكي لمدة 12 ساعة أو أكثر لضمان وصول الماء لجميع أجزاء العينة.

- بعد تحضير العجينة يتم تشكيلها باستخدام طريقة البثق (Extrusion)، الجهاز المستعمل يحتوي على قالب يحدد الشكل المراد الحصول عليه حيث اعتمدنا الحصول على شكل متوازي مستطيلات الشكل

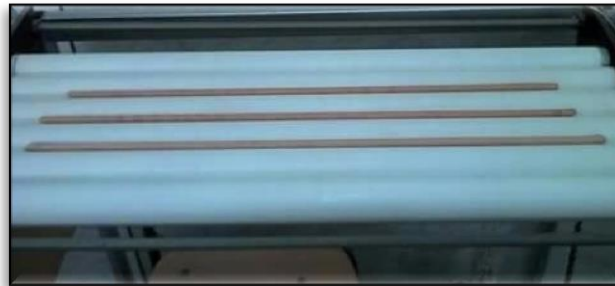
(د) وتستعمل لدراسة الخواص الميكانيكية وشكل أنبوبي الشكل (هـ) حيث توضع الأنابيب المحضرة على أسطوانات من الألمنيوم تتحرك حركة دائرية حتى تحافظ على شكلها وتجف بشكل متجانس الشكل (و).



الشكل (هـ): الشكل الأنبوبي للعينات المستخرجة.



الشكل (د): شكل متوازي المستطيلات للعينات المستخرجة.



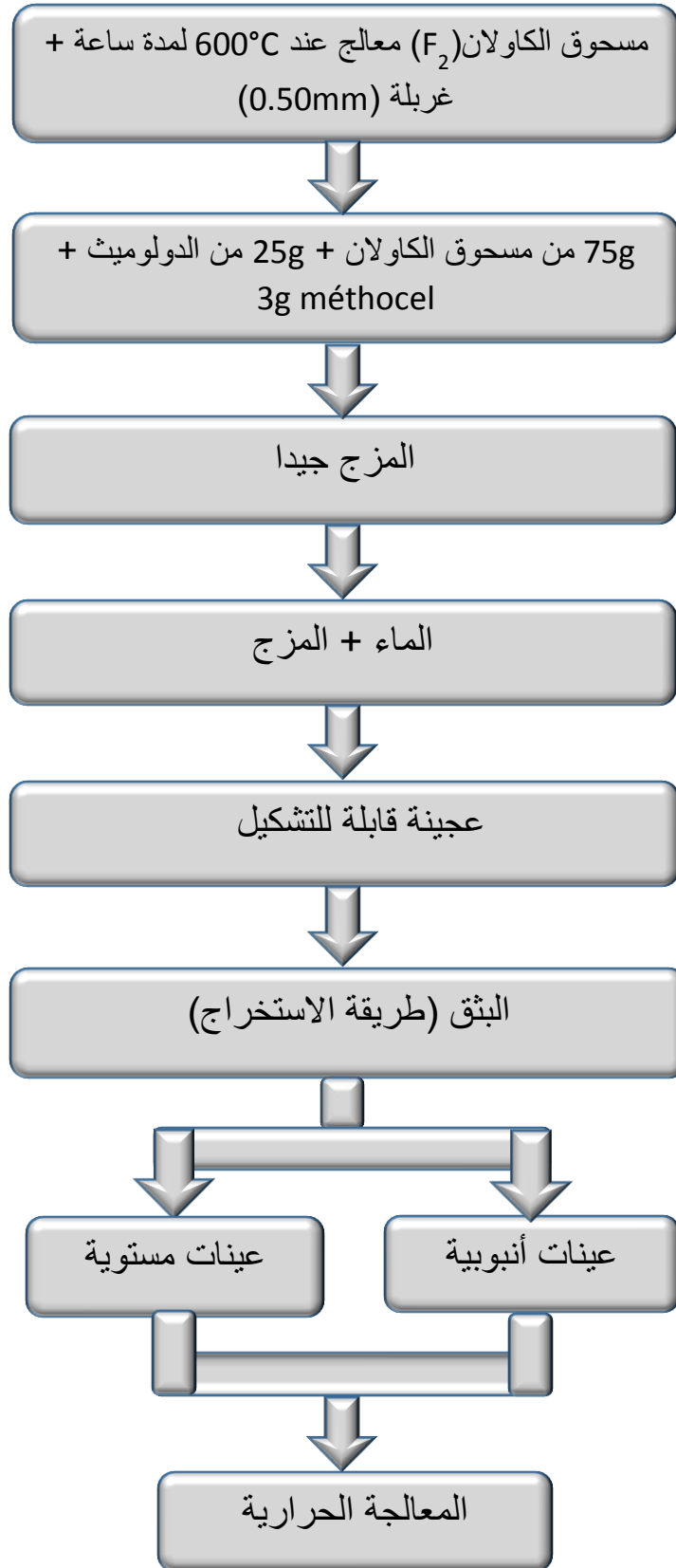
الشكل (و): أسطوانات الألمنيوم.

- نضع العينات المجففة في فرن كهربائي لمعالجتها حراريا عند درجات الحرارة:  $1100^{\circ}\text{C}$ ،  $1150^{\circ}\text{C}$ ،  $1200^{\circ}\text{C}$ . يوضح الشكل (ي) العينات المستخرجة.



الشكل (ي): شكل العينات المستخرجة.

يلخص الشكل (1-III) أهم الخطوات المتبعة لتحضير المساند والمذكورة سابقا:



الشكل (1-III): رسم توضيحي لأهم مراحل تحضير المساند.

### 2.2.III. دراسة تأثير المعالجة الحرارية على نفاذية المساند المحضرة من الكاولان $F_2 + 25\%$ وزنا من الدولوميت

تعتبر النفاذية مؤشر موثوق يعبر عن مدى قدرة المرشح على تمرير السوائل، ولمعرفة تأثير درجة حرارة تلييد العينات في قيمة معامل نفاذيتها تم إجراء هذا الاختبار على عينات أنبوبية الشكل تمت معالجتها في درجات حرارة مختلفة، هذه المرشحات تم وضعها في الماء المقطر لمدة يوم من أجل الوصول إلى استقرار التدفق في أسرع وقت ممكن، الماء المستعمل في الاختبار هو الماء المقطر.

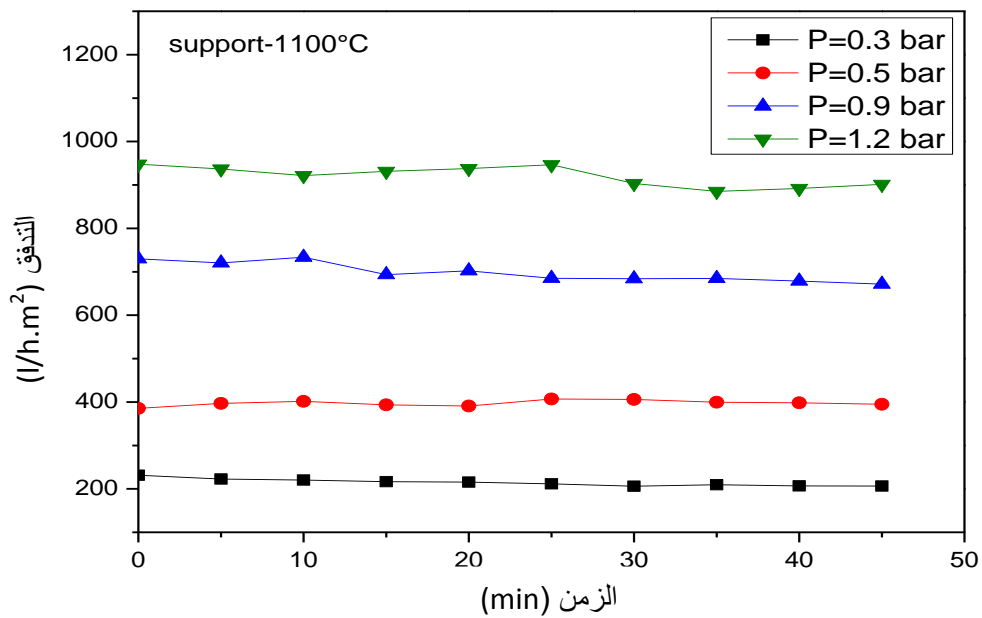
### 1.2.2.III. اختبار نفاذية المساند المحضرة من الكاولان $F_2 + 25\%$ وزنا من الدولوميت والمعالجة عند $1100^\circ\text{C}$ و $1150^\circ\text{C}$ .

#### أ. دراسة تغير التدفق بدلالة الزمن من أجل قيم مختلفة للضغط

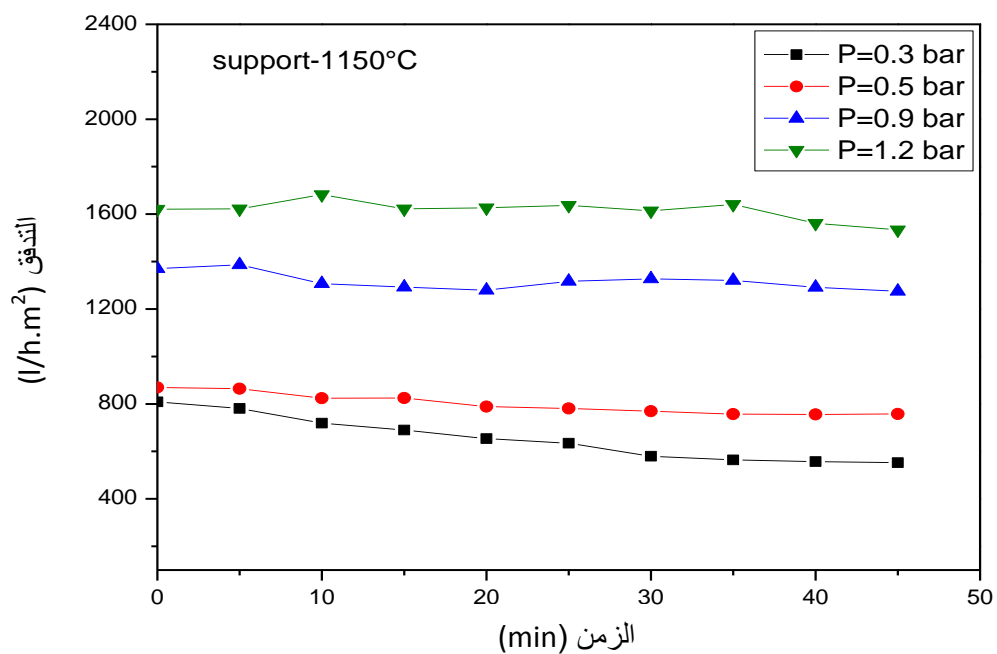
في هذا الاختبار قمنا بدراسة تغير التدفق بدلالة الزمن من أجل قيم مختلفة للضغط، والنتائج المحصل عليها مبينة في الشكلين ((III-2-أ)، (III-2-ب)).

بالنسبة للعيونة المعالجة عند ( $T=1100^\circ\text{C}$ ) نلاحظ استقرار التدفق عند قيم معينة، كما أن زيادة التدفق يتناسب مع زيادة الضغط المطبق، حيث يستقر عند ضغط يساوي 0.3bar عند القيمة  $210 \text{ L/h.m}^2$ ، وعند ضغط يساوي 0.5bar نسجل قيمة تدفق تساوي  $400 \text{ L/h.m}^2$ ، وقدرت قيمة التدفق عند ضغط يساوي 0.9bar ب  $680 \text{ L/h.m}^2$ ، وتصل قيمة التدفق إلى  $900 \text{ L/h.m}^2$  عند ضغط قدره 1.2bar.

بالنسبة للعيونة المعالجة عند ( $T=1150^\circ\text{C}$ )، نلاحظ استقرار التدفق بعد فترات زمنية معينة مع زيادة التدفق بزيادة الضغط فعند ضغط يساوي 0.3bar يستقر التدفق عند القيمة  $550 \text{ L/h.m}^2$ ، ونسجل قيمة تدفق تساوي  $760 \text{ L/h.m}^2$  تحت ضغط قدره 0.5bar، وعند ضغط يساوي 0.9bar نسجل قيمة تدفق  $1300 \text{ L/h.m}^2$ ، وتصل قيمة التدفق إلى  $1600 \text{ L/h.m}^2$  تحت ضغط يساوي 1.2bar.



الشكل (III-2-أ): تغير التدفق بدلالة الزمن من أجل قيم مختلفة للضغط باستعمال حامل معالج عند 1100°C .



الشكل (III-2-ب): تغير التدفق بدلالة الزمن من أجل قيم مختلفة للضغط باستعمال حامل معالج عند 1150°C .

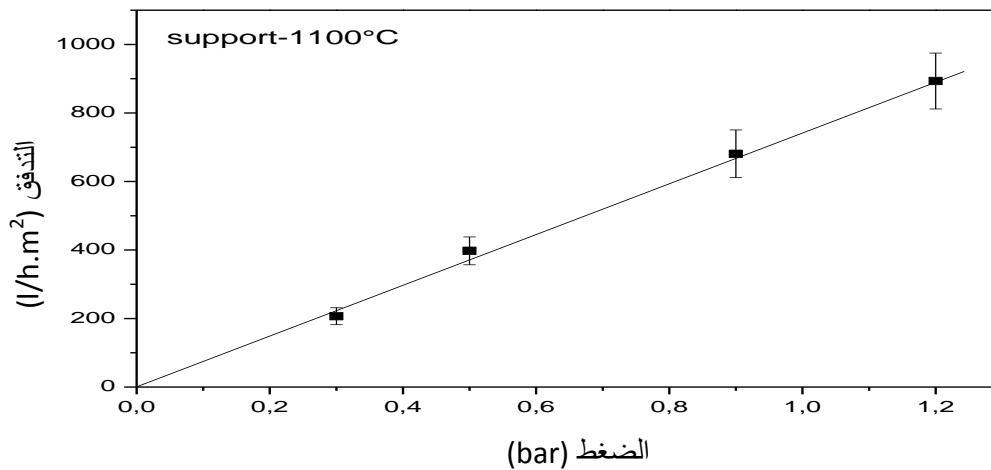


ب. حساب معامل النفاذية K

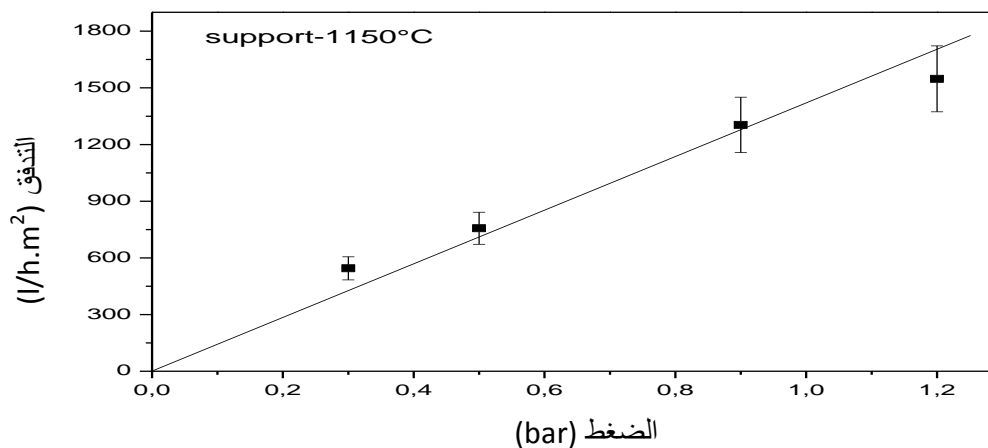
لقياس معامل النفاذية نقوم بدراسة تغير التدفق بدلالة الضغط، النتائج المحصل عليها مدونة في الجدول (1-III) وممثلة في الشكلين (III-3-أ)، (III-3-ب).

الجدول (1-III): تغير التدفق بدلالة الضغط المطبق.

الضغط	0.3	0.5	0.9	1.2
التدفق باستعمال الحامل المعالج عند 1100°C	210	400	680	900
التدفق باستعمال الحامل المعالج عند 1150°C	550	760	1300	1600



الشكل (III-3-أ): تغير التدفق بدلالة الضغط باستعمال حامل معالج عند 1100°C.



الشكل (III-3-ب): تغير التدفق بدلالة الضغط باستعمال حامل معالج عند 1150°C.

نلاحظ أن المنحنيين عبارة عن خط مستقيم وميله يمثل معامل النفاذية حيث عند درجة حرارة 1100°C تقدر قيمة معامل النفاذية بـ  $K=750 \text{ (L/h.m}^2\text{.bar)}$  وعند درجة حرارة 1150°C قدرت قيمتها بـ  $K=1400 \text{ (L/h.m}^2\text{.bar)}$  ويعود ذلك لكبر حجم المسامات وزيادة المسامية.

### III.3.2. دراسة تأثير درجة الحرارة على الخصائص الميكانيكية

#### III.3.2.1. اختبار الثني ذو ثلاثة نقاط

للخصائص الميكانيكية دور فعال في تحديد نوعيتها وجودتها، تتميز الخزفيات بصفة عامة في درجات الحرارة المنخفضة بمعامل مرونة مرتفع وغياب مجال اللدونة ويعود ذلك لقوة رابطةها الكيميائية التي لا تسمح بانزلاق المستويات البلورية بالنسبة لبعضها البعض فهي مواد قصفة، لهذا تم إجراء اختبار الثني بدلا من اختبار الشد.

تمت دراسة الخصائص الميكانيكية بإجراء اختبار الثني ذو ثلاث نقاط، حيث تم استخدام عينات لها شكل متوازي المستطيلات محضرة من الكاولان + 25% من الدولوميت ومعالجة عند درجات حرارة مختلفة تقاس أبعادها باستعمال القدم القنوية، باستعمال جهاز اختبار الثني يتم تطبيق قوة على العينة وعن طريق الكاشف يتم تسجيل قيمة التشوه الحاصل، لحساب إجهاد الثني عند حد الانكسار تعطى العلاقة:

$$\sigma = \frac{3FL}{2bh^2}$$

حيث:

F : القوة المطبقة.

L : المسافة بين الدعامتين.

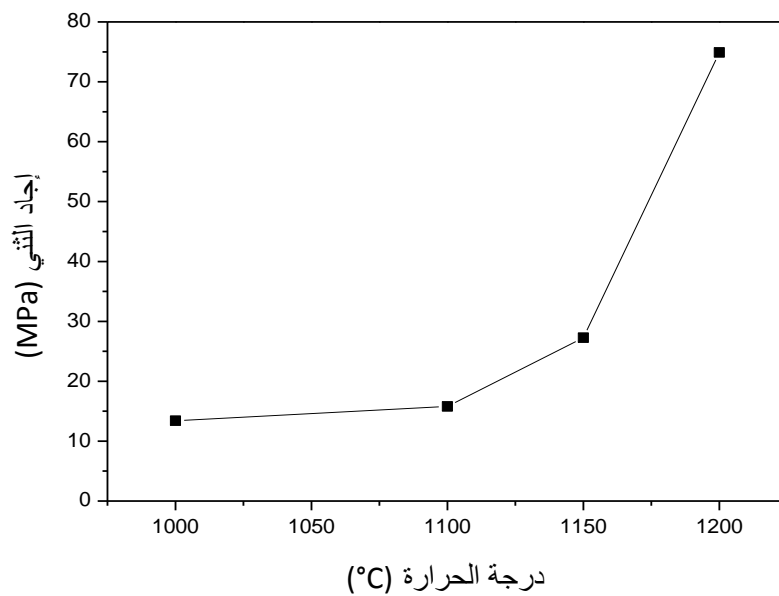
b : عرض العينات.

h : سمك العينات.

نتائج اختبار الثني المحصل عليها مدونة في الجدول (3-III) وممثلة في الشكل (4-III).

**الجدول(3-III):** تغير إجهاد الثني بدلالة درجة الحرارة.

درجة الحرارة	°c1000	°c1100	°c1150	°c1200
إجهاد الثني (MPa)	13.41	17.85	27.27	74.89

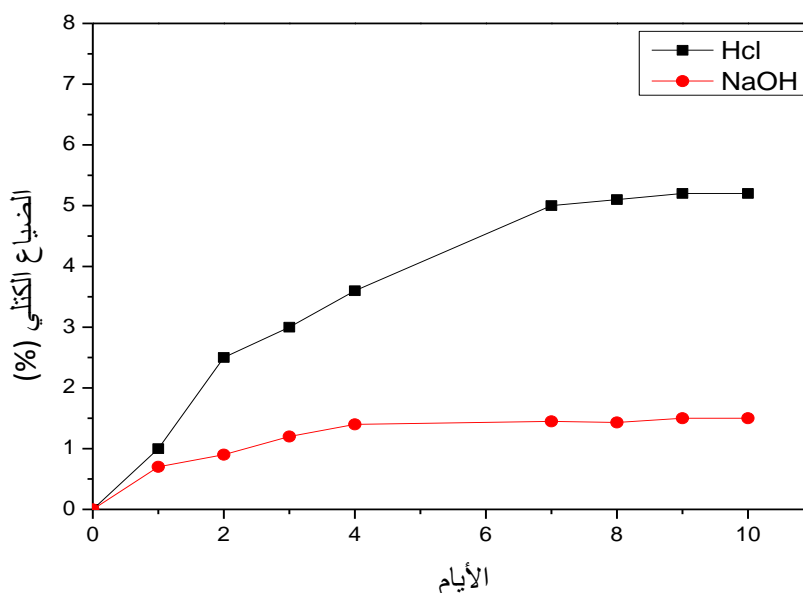


**الشكل (4-III):** تغير إجهاد الثني للعينات المحضرة بدلالة درجة الحرارة.

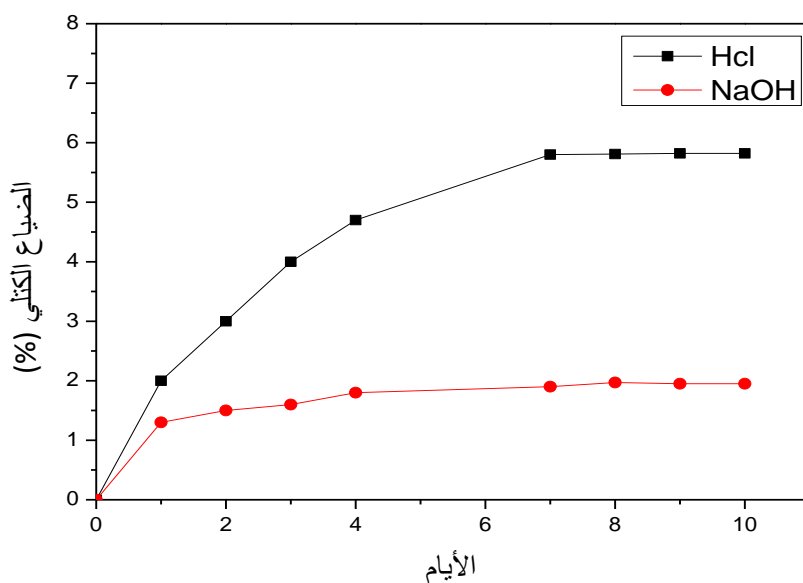
من خلال الشكل (4-III) نلاحظ زيادة قيمة إجهاد الثني للعينات مع ارتفاع درجة الحرارة وهذا يدل على تحسن الخصائص الميكانيكية ويعود ذلك إلى تكثيف العينات بفعل الحرارة حيث لوحظ تقلص العينات خاصة تلك المعالجة عند درجة الحرارة 1200°C وهذا ما يؤكد زيادة إجهاد الثني عند 1200°C حيث قدر بـ 74.89MPa واعتمادا على الدراسات المرجعية السابقة يعود الاختلاف الموجود إلى نسبة المسامية وقطر المسامات حيث أنه كلما قلت نسبة المسامات كلما تحسنت الخواص الميكانيكية للعينات.

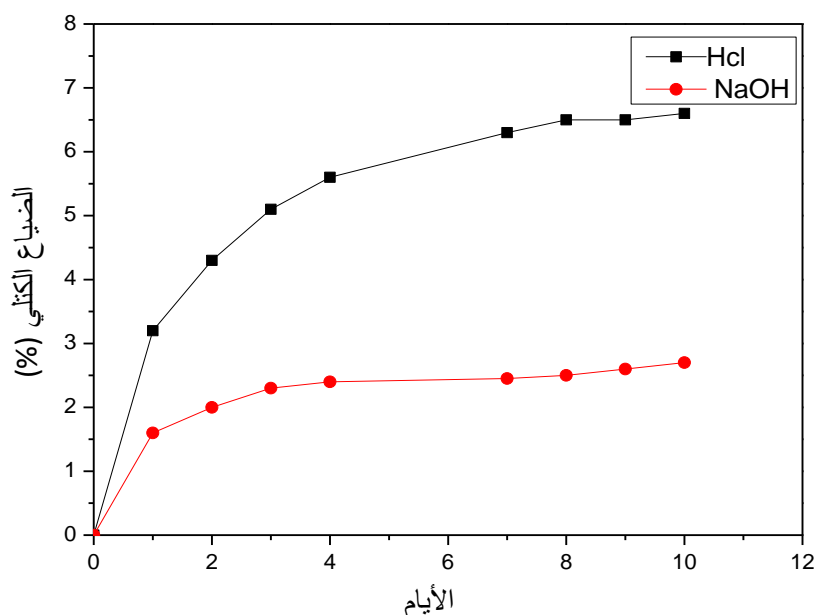
## III..2.32. دراسة الاستقرار الكيميائي للحامل

تم إجراء اختبار الاستقرار الكيميائي على عينات معالجة عند  $1100^{\circ}\text{C}$ ،  $1150^{\circ}\text{C}$  و  $1200^{\circ}\text{C}$  حيث وضعت مجموعة من العينات في محلول حامضي HCl درجة حموضته  $\text{Ph} = 1.4$  وعينات أخرى في محلول قاعدي NaOH درجة حموضته  $\text{Ph} = 13$ ، التغيرات الحاصلة في العينات تمت دراستها بقياس الضياع في الكتلة، الأشكال (III-5-أ)، (III-5-ب)، (III-5-ج) تمثل تغيرات الوزن مع مرور الزمن.



الشكل (III-5-أ): نسبة الضياع في الكتلة للعينات المعالجة عند  $1100^{\circ}\text{C}$ .



الشكل (III-5-ب): نسبة الضياع في الكتلة للعينات المعالجة عند  $1150^{\circ}\text{C}$ .الشكل (III-5-ج): نسبة الضياع في الكتلة للعينات المعالجة عند  $1200^{\circ}\text{C}$ .

من خلال المنحنيات نسجل الملاحظات التالية:

- ✓ نسبة الضياع في الكتلة تزداد بسرعة خلال الأيام الأولى لتصبح التغيرات طفيفة مع مرور الأيام، وكمثال نأخذ العينة المعالجة عند  $1200^{\circ}\text{C}$  حيث لوحظ بعد سبعة أيام تصبح التغيرات طفيفة حيث تتراوح بين % [0-0.2] بالنسبة للعينات الموضوعة في محلول HCl و % [0.05-0.1] للعينات الموضوعة في محلول NaOH.
- ✓ نسبة الضياع في الكتلة تزداد مع زيادة درجة الحرارة للعينات، حيث قدرت في اليوم السابع بـ 5% بالنسبة للعينة المعالجة عند  $1100^{\circ}\text{C}$  و 5.8% بالنسبة للعينة المعالجة عند  $1150^{\circ}\text{C}$  وكذلك لوحظ نفس الاختلاف بالنسبة لنفس العينات الموضوعة في محلول NaOH.
- ✓ نسبة الضياع الكتلي لجميع العينات التي وضعت في محلول HCl أكبر بكثير من نسبة الضياع الكتلي الموضوعة في محلول NaOH، إذن مقاومة العينات للوسط القاعدي أحسن من مقاومتها للوسط الحامضي.

**3.III. تحضير الشرائح الخاصة بالتقنية الميكرونية****1.3.III. المواد المستخدمة****• المادة الأولية**

تم استخدام المادة الأولية المتمثلة في أكسيد الزركونيوم  $ZrO_2$  والتي تستعمل في أغلب الأحيان لتحضير الشرائح الفعالة نظرا لما تمتاز به من خصائص عدة أهمها ناقلية حرارية ضعيفة، خمود كيميائي جيد ومقاومة كبيرة.

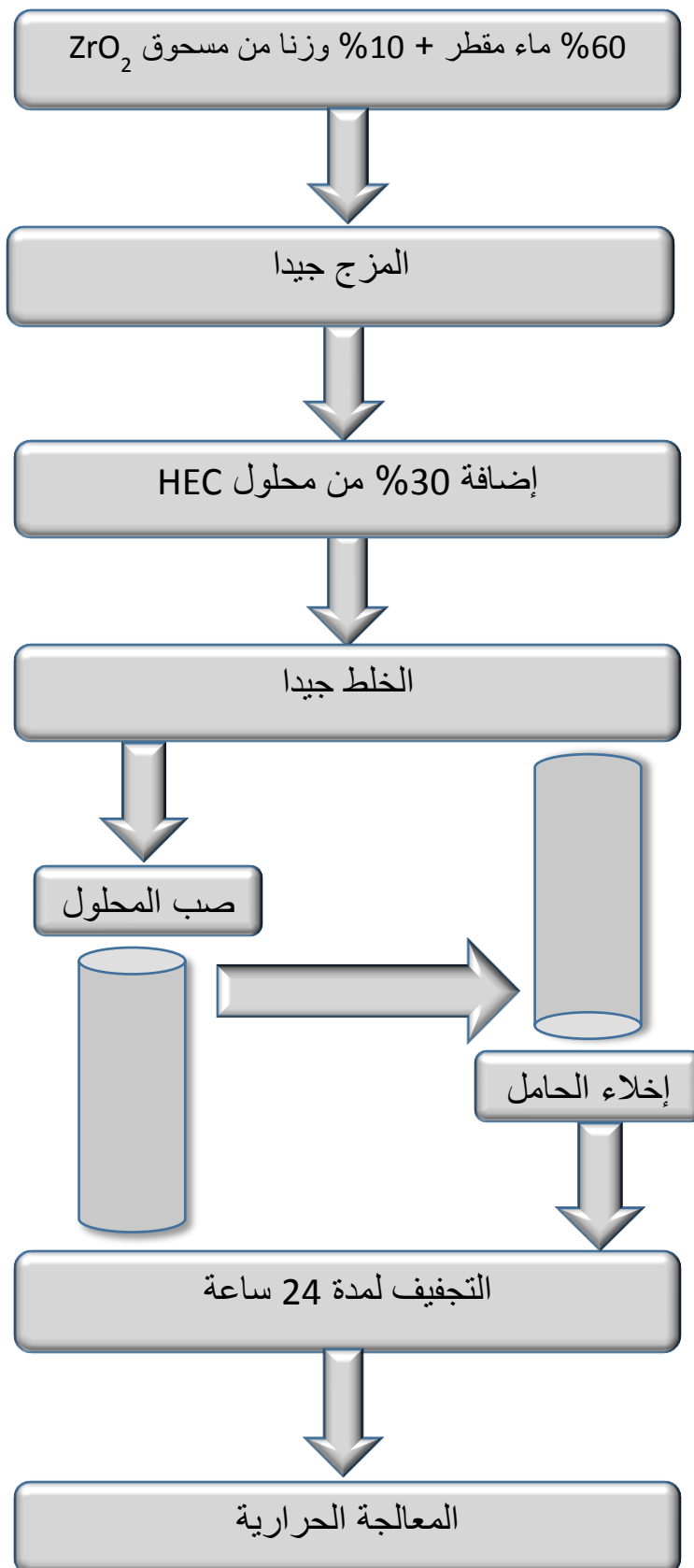
**• المادة الرابطة**

المادة المستعملة هي HEC (هيدروكسيل السيليلوز).

**2.3.III. طريقة تحضير الشرائح**

عملية تحضير الشريحة مرت بعدة مراحل يلخصها لنا الشكل (III-6) والمذكورة أدناه:

- في البداية تم تحضير محلول هلامي مسبقا، بأخذ 3% من مادة HEC وإضافة 97% من الماء المقطر ومزج الخليط جيدا حتى الحصول على محلول معلق.
- نمزج 60% من الماء المقطر مع 10% من مادة ثاني أكسيد الزيركونيوم ونخلط المزيج جيدا حتى نتحصل على محلول متجانس.
- نضيف 30% من محلول HEC إلى محلول أكسيد الزيركونيوم المتحصل عليه لتتم بعدها عملية المزج الجيد لمدة 24 ساعة.
- يتم صب المحلول الناتج داخل المساند الأنبوبية ويترك لمدة 5 دقائق ثم يتم تفريغ الأنابيب حتى تجف لمدة 24 ساعة.
- في الأخير وبعد تجفيف العينات يتم معالجتها حراريا في درجة حرارة أقل من درجة حرارة الحامل وذلك للحفاظ على خواصه، حيث تمت المعالجة عند  $1000^{\circ}C$  باستخدام سرعة  $2^{\circ}C/min$ ، للتخلص ببطء من المواد العضوية المضافة وتجنب تشكل العيوب المجهرية.



الشكل (III-6): أهم المراحل المتبعة في تحضير شرائح  $ZrO_2$ .

## 4.III. دراسة شرائح التقنية الميكرونية المحضرة

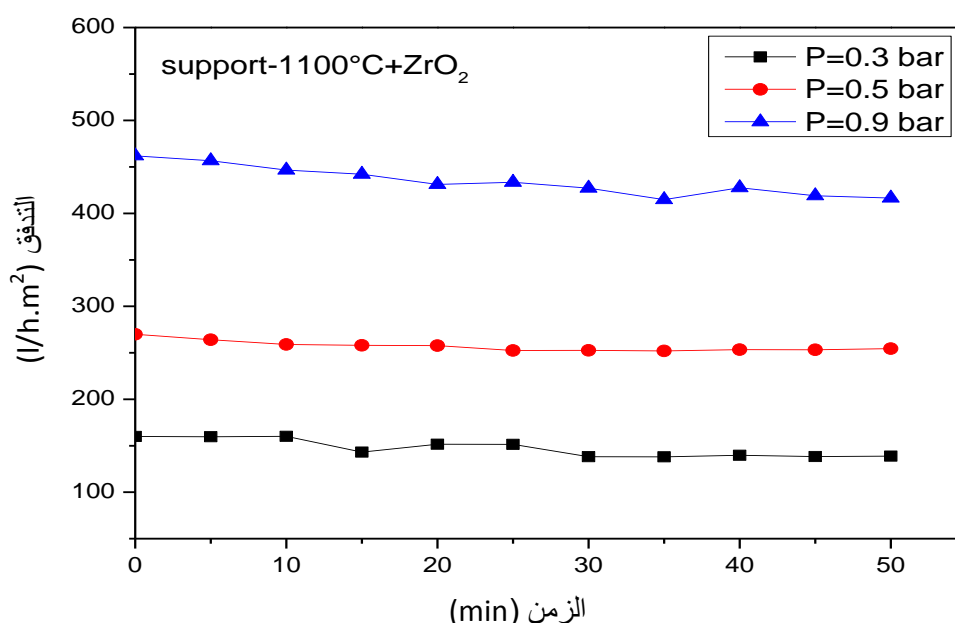
## 1.4.III. اختبار النفاذية

## أ. تغير التدفق بدلالة الزمن للشرائح المحضرة

تم إجراء نفس الاختبار السابق على مرشحات معالجة عند درجات حرارة مختلفة، يوضح الشكل ((III-7-أ)، (III-7-ب)) تغير التدفق بدلالة الزمن من أجل قيم مختلفة للضغط، حيث نلاحظ زيادة قيمة التدفق بزيادة الضغط.

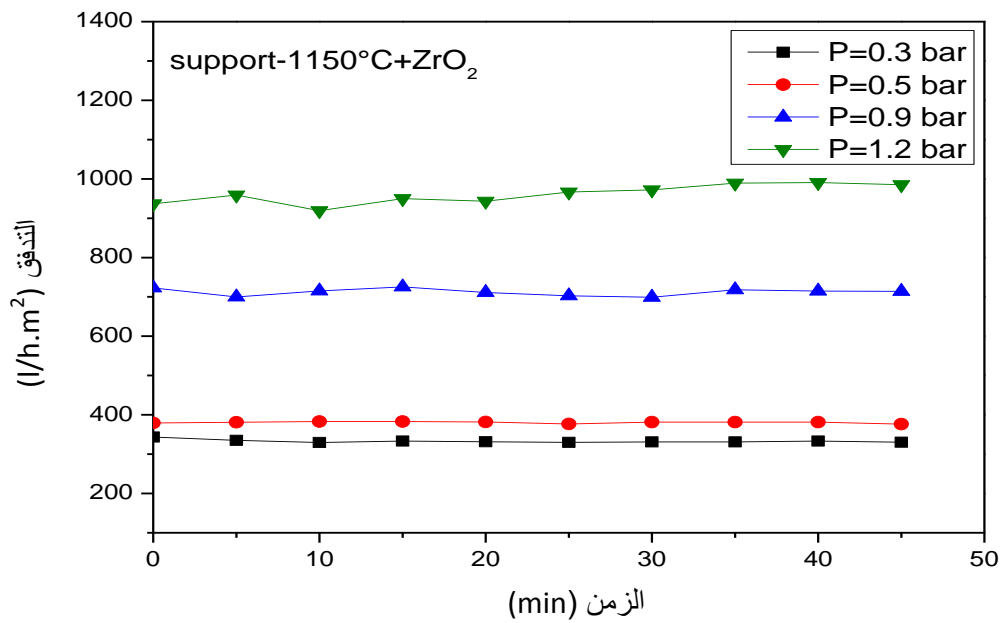
بالنسبة للشريحة المعالجة عند  $1000^{\circ}\text{C}$  والموضوعة على الحامل المعالج عند  $1100^{\circ}\text{C}$ : عند ضغط يساوي 0.3bar تقدر قيمة التدفق ب  $140 \text{ L/h.m}^2$  ثم ترتفع إلى  $250 \text{ L/h.m}^2$  عند ضغط يساوي 0.5bar لتصل إلى  $400 \text{ L/h.m}^2$  عند ضغط قدره 0.9bar.

بالنسبة للشريحة المعالجة عند  $1000^{\circ}\text{C}$  والموضوعة على الحامل المعالج عند  $1150^{\circ}\text{C}$ : حيث يستقر عند القيمة  $350 \text{ L/h.m}^2$  تحت ضغط يساوي 0.3bar وعند ضغط يساوي 0.5bar يرتفع ويستقر عند القيمة  $380 \text{ L/h.m}^2$  وتحت ضغط يساوي 0.9bar يرتفع إلى  $720 \text{ L/h.m}^2$  ليصل إلى  $1000 \text{ L/h.m}^2$  عند ضغط قدره 1.2bar.



الشكل (III-7-أ): تغير التدفق بدلالة الزمن من أجل قيم مختلفة للضغط باستعمال الشريحة support(1100°C) + ZrO<sub>2</sub>.





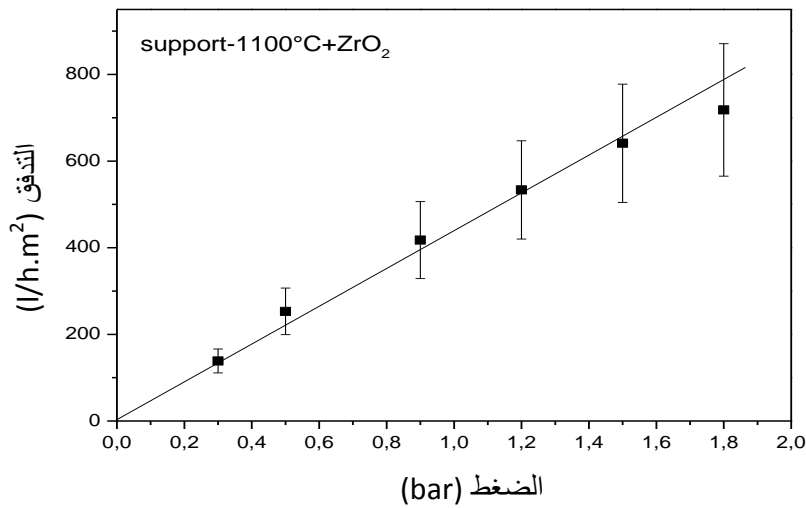
الشكل (III-7-ب): تغير التدفق بدلالة الزمن من أجل قيم مختلفة للضغط باستعمال الشريحة support(1150°C) +ZrO<sub>2</sub>.

#### ب. معامل النفاذية K

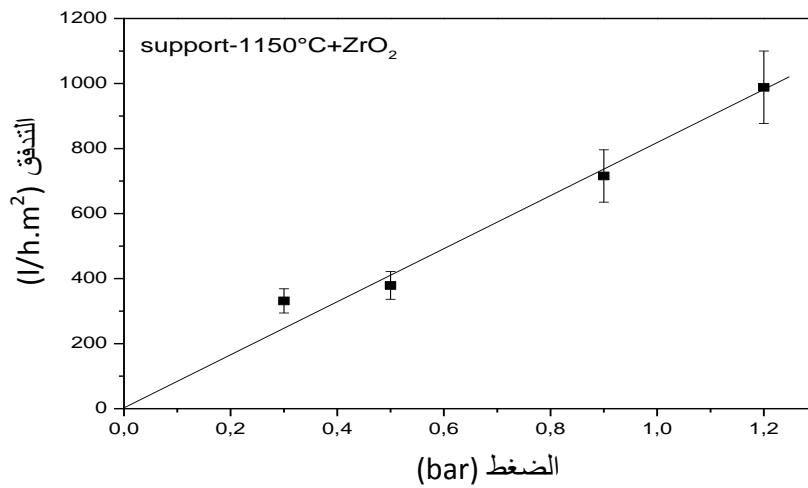
من أجل حساب معامل النفاذية قمنا بدراسة تغير التدفق بدلالة الضغط المطبق، نتائج الدراسة مدونة في الجدول (III-4) وممثلة في الشكلين (III-8-أ)، (III-8-ب)).

الجدول (III-4): تغير التدفق بدلالة الضغط المطبق.

الضغط	0.3	0.5	0.9	1.2	1.5	1.8
تدفق- support- 1100°C+ZrO <sub>2</sub>	140	250	420	530	640	720
تدفق- support- 1150°C+ZrO <sub>2</sub>	330	380	720	1000	-----	-----



الشكل (III-8-أ): تغير التدفق بدلالة الضغط للشريحة support(1100°C) +ZrO₂.



الشكل (III-8-ب): تغير التدفق بدلالة الضغط للشريحة support(1150°C) +ZrO₂.

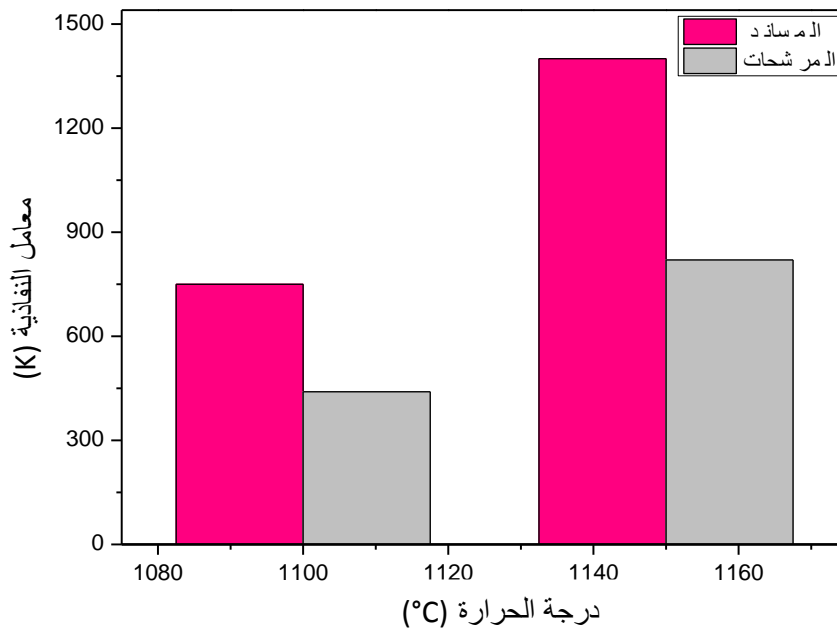
نلاحظ أن المنحنيين عبارة عن خط مستقيم وميله يمثل معامل النفاذية، حيث قدرت قيمة معامل النفاذية للشريحة المعالجة عند 1000°C والموضوعة على الحامل المعالج عند 1100°C بـ 440(L/h.m².bar) وقيمتها بالنسبة للشريحة الموضوعة على الحامل المعالج عند 1150°C تساوي 820(L/h.m².bar) ومنه فإن للحامل تأثير مباشر على معامل نفاذية الشريحة.

### 2.4.III. تأثير وجود الشريحة على معامل النفاذية

من النتائج السابقة يمكن دراسة تأثير وجود الشريحة على معامل النفاذية. النتائج مدونة في الجدول (6-III) وممثلة في الشكل (9-III).

الجدول (6-III): تأثير وجود الشريحة على معامل النفاذية.

1150°C		1100°C		درجة حرارة الحامل
Supp+ZrO <sub>2</sub>	Supp	Supp+ZrO <sub>2</sub>	Supp	معامل النفاذية
820	1400	440	750	



الشكل (9-III): تأثير وجود الشريحة على معامل النفاذية.

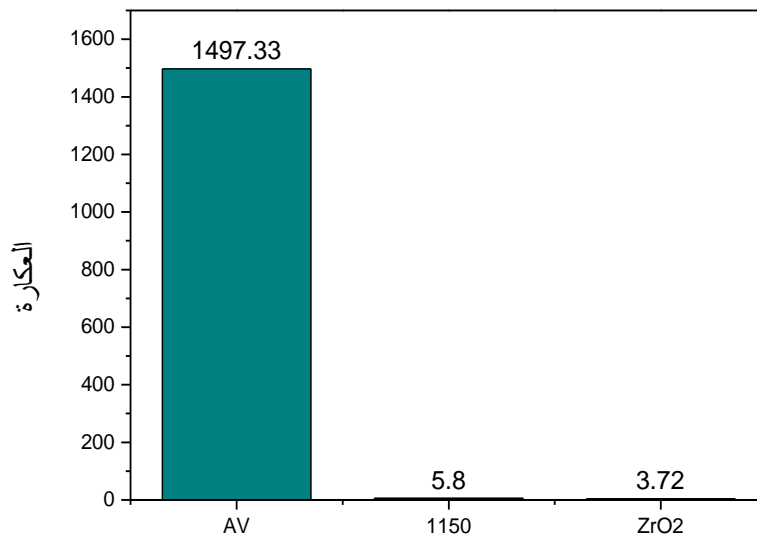
نلاحظ مما سبق أن نفاذية المساند أكبر من نفاذية المرشحات، وهذا راجع لصغر قطر مسامات الشريحة المحضرة من الزركونيوم والمعالجة عند 1000°C حيث يقدر متوسط قطر المسامات بـ 0.2µm [3].

### 3.4.III. دراسة مدى فعالية الشريحة في تنقية المياه

بعد التعرف على بعض خصائص المرشحات المحضرة كالنفاذية، قمنا بإجراء بعض التطبيقات الخاصة بهذه المرشحات كقدرتها على خفض درجة العكر، حيث قمنا بترشيح عينة من المياه تحتوي على مسحوق الكاولان F<sub>2</sub>، النتائج المحصل عليها موضحة في الجدول (7-III) وممثلة في الشكل (10-III).

الجدول (III-7): نتائج قياس درجة العكر لعينة من الماء مضاف إليها كمية من مسحوق الكاولان  $F_2$ .

نوع العنصر	الناقلية ( $\mu s$ )	درجة العكر (NTU)	PH
ماء غير مرشح	190.96	1497.33	7.10
ماء مرشح بواسطة مسند معالج عند $1100^\circ C$ .	163.93	5.8	6.82
ماء مرشح بواسطة شريحة موضوعة على حامل معالج عند $1150^\circ C$ .	116.66	3.76	6.25



الشكل (III-10): مدى فعالية المرشحات في خفض نسبة العكارة.

من النتائج السابقة يمكننا ملاحظة انخفاض الناقلية من  $190.96(\mu s)$  قبل الترشيح إلى  $163.93(\mu s)$  بعد الترشيح بواسطة الحامل المعالج عند  $1150^\circ C$  لتتخفض إلى  $116.66(\mu s)$  باستعمال الشريحة الموضوعة على نفس الحامل والمعالجة عند  $1000^\circ C$  وهذا راجع إلى نقص الشوارد ، كما نلاحظ مدى فعالية المرشحات المحضرة وقدرتها على خفض نسبة العكر، حيث نلاحظ انخفاض درجة العكر من  $1497.33(NTU)$  قبل الترشيح إلى  $5.8(NTU)$  باستعمال حامل معالج عند  $1150^\circ C$ ، ثم تنخفض إلى  $3.76(NTU)$  باستعمال الشريحة الموضوعة على نفس الحامل وهذا يدل على إزالة بعض الشوائب من المحلول. كما نلاحظ أن نتائج التحاليل للشريحة المحضرة أحسن من نتائج التحاليل للمساند وهذه التغيرات ناتجة عن اختلاف مسامية ومتوسط قطر مسامات المرشحات المحضرة.

- [1] S. Rakib, Thèse doctorat d'état, Faculté des sciences, Univ Sidi Mohamed ben Abdellah, Maroc (2000).
- [2] Y. Kondo et al. Slip Casting Of alumina Using Porous Alumina Mold. J. of the Ceramic Society of Japan. Vol 101-905, (1993).
- [3] N.Medjemem, Thèse de doctorat, "Elaboration et caractérisation des membranes de microfiltration (MF) à base de céramique" , Université de jijel, Algérie, (2016).

تتعرض البيئة للخطر بصفة عامة وخاصة خطر التلوث البيئي الذي يؤثر سلبا على المياه، حيث أصبح هذا الموضوع مثيرا للجدل بين العلماء والباحثين في هذا المجال مما وجب عليهم إيجاد حلول لهذا المشكل وذلك بتصفية ومعالجة المياه، وذلك باستخدام المواد الخزفية كمواد أولية في تحضير مرشحات مكونة أساسا من حوامل لأغشية خزفية ذات أشكال مختلفة وذات خصائص ميكانيكية قوية، وهذا ما تطرقنا إليه في بحثنا هذا.

قمنا في البداية بدراسة الخزفيات والمرشحات بصفة عامة والاشارة لبعض خصائصها كما تطرقنا لدراسة بعض المواد الأولية المستخدمة في هذا البحث كمادة الكاولان والدولوميت وثاني أكسيد الزركونيوم.

ثم تطرقنا لدراسة مختلف الحوامل الخزفية بالإضافة للأغشية المستخدمة في الترشيح والتعرف على بعض مميزاتها كما ذكرنا بعض الطرق المتبعة لتحضير هذه الحوامل والأغشية.

في الأخير قمنا بتحضير ودراسة مساند لأغشية خزفية باستخدام طريقة الاستخراج للحصول على مساند ذات شكل أنبوبي أحادي القناة وهذا انطلاقا من مواد أولية والمتمثلة في الكاولان  $F_2$  ومادتي الدولوميت وثاني أكسيد الزركونيوم، ثم معالجتها حراريا عند درجات حرارة مختلفة  $1200^{\circ}C$ ,  $1100^{\circ}C$ ,  $1150^{\circ}C$ ، تم اختيار المساند المناسبة لدراسة أهم خصائصها مثل النفاذية والخصائص الميكانيكية والمقاومة الكيميائية، حيث أثبتت النتائج المحصل عليها أن المساند المحضرة والمعالجة عند  $1150^{\circ}C$  تمتلك خصائص جيدة.

من خلال الخصائص المتحصل عليها يمكن استخدام هذه المساند كحوامل لأغشية خزفية والتي تم تحضيرها انطلاقا من مادة ثاني أكسيد الزركونيوم باستخدام طريقة الصب، وقد أثبتت فعاليتها في إيقاف الجزيئات وخفض درجة العكر.

## ملخص

تم في هذا العمل تحضير حوامل لأغشية خزفية أنبوبية الشكل ذات قناة واحدة وذلك باستخدام تقنية الاستخراج (البثق) هذه الحوامل مكونة أساسا من مواد محلية مع بعض الإضافات العضوية المادتين الأوليتين المستخدمتين هما الكاولان  $F_2$  والدولوميت. وقد أظهرت النتائج أن الحوامل المعالجة عند  $1150^{\circ}C$  أحسن حيث تملك مسامية، نفاذية، خصائص ميكانيكية، ومقاومة كيميائية جيدة مقارنة مع العينات الأخرى.

تم تحضير الأغشية انطلاقا من مادة ثاني أكسيد الزركونيوم  $ZrO_2$  بطريقة الصب وتمت معالجتها عند  $1000^{\circ}C$ ، الشريحة المحضرة تم إجراء بعض التطبيقات عليها حيث تم ترشيح ماء عكر يحتوي على الكاولان  $F_2$  وبينت النتائج المحصل عليها أن الشريحة لها قدرة كبيرة على خفض درجة العكر للمياه.

**الكلمات المفتاحية:** كاولان  $F_2$ ، الدولوميت، مساند، أغشية، المسامية.

## Résumé

Dans ce travail, des supports pour films céramiques tubulaires monocanal ont été préparés par la technique d'extraction (extrusion). Ces supports sont principalement composés de matériaux locaux avec quelques additifs organiques. Les deux principaux matériaux utilisés sont le kaolin  $F_2$  et la dolomie. Les résultats ont montré que les supports traités à  $1150^{\circ}C$  sont meilleurs car ils ont une bonne porosité, perméabilité, propriétés mécaniques et résistance chimique par rapport aux autres échantillons.

Les films ont été préparés à partir de dioxyde de zirconium  $ZrO_2$  par un procédé de coulée et traités à  $1000^{\circ}C$  pour l'eau. Les résultats obtenus montrent que les membranes élaborées peuvent être utilisées dans le domaine de traitement des eaux usées.

**Mots clé :** Kaolin  $F_2$ , dolemite, supports, membranes, porosité.