الجمهورية العربية السورية
جامعة دمشق
كلية الهندسة الميكانيكية والكهربائية
قسم هندسة التصميم الميكانيكي



دراسة تحضير مرشحات مائية باستخدام مساحيق المواد السيراميكية

رسالة مقدمة إلى جامعة دمشق لنيل درجة الماجستير في علم المواد و هندستها

إعداد:

م. علي ياسر زريقة

إشراف

أ.د.م. خالد شرف

أستاذ في قسم هندسة التصميم الميكانيكي

2023 م

شكر وتقدير

أتوجه بخالص الشكر والتقدير للمشرف الرئيسي الأستاذ الدكتور خالد شرف، حيث كان لتوجيهاته القيمة الفضل الأكبر في إنجاز هذا العمل منذ أن كان فكرة وحتى بلغ منتهاه.

كما أشكر عمادة كلية الهندسة الميكانيكية والكهربائية ممثلة بعميدها الدكتور محمد مصطفى الموالدي والسادة النائبين.

وأخص بعميق الشكر والامتنان السيد الدكتور خالد شرف رئيس قسم التصميم الميكانيكي و أعضاء الهيئة التدريسية في قسم التصميم الميكانيكي لدعمهم ومساندتهم لتذليل العقبات وتقديم العون على مدار زمن إنجاز البحث.

ولكل من قدم لي جهداً مهما صغر وساهم في إنجاز هذا العمل سواء في كلية الهندسة الميكانيكية والكهربائية أو في وزارة الإدارة المحلية والبيئة وبقية الجهات التي ساعدت في بعض الاختبارات.

وختاماً أتوجه بالشكر للسادة أعضاء لجنة الحكم الذين كلفوا أنفسهم عناء قراءة هذا العمل وستكون توجيهاتهم لي دافعاً لتجويد العمل والارتقاء به....

المهندس علي ياسر زريقة

.....الفهرس.....

مدخل عام 13

الفصل الأول : المواد السيراميكية

(1-1)مقدمة 16

(1-2) تعريف المواد السيراميكية.....16

(1-3) خواص المواد السيراميكية.....17

(1-3-1)الخواص الكيميائية.....17

(1-3-2)الخواص الحرارية.....17

(1-3-3)الخواص الميكانيكية.....18

(1-3-4) الخواص الكهربائية.....18

(1-3-5) الخواص الضوئية.....19

(1-4) البنية البلورية.....19

(1-5) البنية المجهرية.....20

(1-6) دراسة بعض المواد السيراميكية المستخدمة.....21

(1-6-1)الكاولين 21

(1-7)أهم أنواع الكاولين 23

(1-7-1) الكاولين (DD3).....23

(1-7-2) الكاولين (F2).....25

(1-8) الدولوما.....27

(1-9) دمج الكاولين في صناعة المواد السيراميكية.....27

(1-10) الإضافات العضوية.....27

(1-11) تحضير مساحيق المواد السيراميكية.....28

(1-11-1) السحق اليدوي.....28

(1-11-2) الكلسنة الحرارية.....28

(1-11-3) تشكيل العينات.....29

(1-11-4) تلبيد العينات.....29

الفصل الثاني : خصائص عينات المواد السيراميكية

(2-1)دراسة الكتلة الحجمية الظاهرية.....32

(2-2) دراسة القساوة المجهرية.....32
(2-3) دراسة البنية المجهرية.....32
(2-4) التمدد الحراري.....33
(2-5) النتائج.....34

الفصل الثالث : مبادئ و مفاهيم أساسية في الترشيح و المرشحات

مقدمة 47
(3-1) تعريف الشريحة.....47
(3-2) تصنيف الشرائح.....48
(3-2-1)تصنيفها حسب آلية الفصل.....48
(3-2-2) تصنيف الطبقات الرقيقة حسب بنيتها.....49
(3-3) نماذج أشكال الطبقات الرقيقة.....52
(3-3-1) الطبقات الرقيقة المستوية.....52
(3-3-2) الشكل الحلزوني.....53
(3-3-3) الشكل الأنبوبي.....53
(3-3-4) نموذج الألياف المجوفة.....53
(3-4) الفصل باستخدام الطبقات الرقيقة (أقسامه ومجال تطبيقاته).....55
(3-4-1) التنقية الميكرونية.....57
(3-4-2) التنقية الميكرونية الدقيقة.....57
(3-4-3) التنقية النانومترية.....58
(3-4-5) الأسموز العكسي.....58
(3-5) أنماط الترشيح.....59
(3-5-1) الترشيح المباشر.....59
(3-5-2) الترشيح المماسي.....60
(3-5-3) الترشيح الفائق.....61
(3-5-4) الترشيح الدقيق جداً.....62

الفصل الرابع : خواص المرشحات

(4-1) المسامية وطريقة حسابها 64
(4-2) عتبة القص (درجة التوقيف).....65

(3-4) النفاذية.....66
(4-4) مقاومة الشريحة.....67
(5-4) اختبار الثني ذي النقاط الثلاث.....68

الفصل الخامس : طرق تحضير المرشحات

(1-5) تحضير المساند.....71
(1-1-5) تحضير مساند الكاولين DD3 و الدولوما.....71
(2-1-5) تحضير مساند الكاولين (*F2*) باستخدام طريقة الطرد المركزي.....73
(3-1-5) تحضير مساند الكاولين (F2) باستخدام طريقتي الاستخراج والتصفيح.....74
(2-5) تحضير الشرائح.....76
(1-2-5) تحضير الشرائح الخاصة بالتنقية الميكرونية الدقيقة ultrafiltration 79

الفصل السادس: نتائج دراسة خصائص المرشحات

(1-6) دراسة المساند المحضرة من الكاولين (DD3) والدولوما.....82
(1-1-6) حساب النسبة الحجمية للفراغات ومتوسط أقطارها.....82
(2-1-6) دراسة خصائص الفراغات.....86
(3-1-6) نمط توزيع الفراغات.....89
(4-1-6) دراسة الخواص الميكانيكية.....89
(5-1-6) الخصائص الميكانيكية لعينات الكاولين.....91
(2-6) دراسة مساند الكاولين (F2) المحضرة باستخدام طريقة الطرد المركزي.....92
(1-2-6) تأثير سرعة الدوران على ثخانة المساند.....93
(2-2-6) تأثير درجة الحرارة في نسبة الفراغات و أبعادها.....94
(3-2-6) النتيجة.....95
(3-6) دراسة مساند الكاولين (F2) المحضرة باستخدام طريقتي الاستخراج والتصفيح.....95
(1-3-6) دراسة مسحوق المادة الأولية.....96
(2-3-6) حساب النسبة الحجمية للفراغات ومتوسط قطرها.....97
(3-3-6) دراسة خصائص الفراغات.....97
(4-3-6) نمط توزيع الفراغات..... 99
(5-3-6) البنية المجهرية لعينات الكاولين + 20 % وزناً من النشاء.....100
(6-3-6) الخواص الميكانيكية.....100

(4-6) دراسة الشرائح.....103
(1-4-6) دراسة الشرائح الخاصة بالتنقية الميكرونية.....103
(1-1-4-6) اختيار الحامل.....106
(2-1-4-6) الاستقرار الكيميائي.....107
(3-1-4-6) اختبار النفاذية.....107
(4-1-4-6) اختبار الانتقائية.....109
(2-4-6) الشرائح المستخدمة بالتقنية الميكرونية الدقيقة.....109
(1-2-4-6) البنية المجهرية.....110
(2-2-4-6) اختبار النفاذية.....111
مناقشة النتائج.....112
الخاتمة.....114

.....قائمة الجداول.....

الجدول(1-1) طاقات الروابط لبعض المركبات.....17

الجدول(1-2) درجات انصهار بعض المركبات السيراميكية.....18

الجدول(1-3) ثابت العزل لبعض المواد السيراميكية.....19

الجدول (1-4) أهم خصائص الكاولين.....23

الجدول (1-5)التركيب الكيميائي للكاولينDD3.....24

الجدول (1-6) النسب الوزنية و الذرية للعناصر.....25

الجدول (1-7) التركيب الكيميائي للكاولين F2.....26

الجدول (1-8) النسب الوزنية والذرية للعناصر.....27

الجدول(2-1)الكتلة الحجمية الظاهرية بدلالة درجة الحرارة.....34

الجدول (2-2)القساوة المجهرية بتغير درجة الحرارة.....37

الجدول (3-1) مقارنة بسيطة بين مختلف أشكال المرشحات.....54

الجدول (3-2) مجال استخدام الشرائح الرقيقة بدلالة أبعاد الجزيئات التي يمكن إيقافها.....56

الجدول (6-1) نتائج تأثير درجة الحرارة وطرق التحضير في خصائص العينات.....83

الجدول (6-2) نتائج تأثير درجة حرارة التلبيد في الخصائص الميكانيكية لعينات الكاولين.....91

الجدول (6-3) تأثير سرعة الدوران على ثخانة الأنابيب.....93

الجدول (6-4) نتائج تأثير درجة الحرارة في خصائص العينات.....94

الجدول (6-5) نتائج تأثير درجة الحرارة وطرق التحضير على خواص العينات بالاستخراج والتصفيح.....97

الجدول (6-6) نتائج تأثير درجة الحرارة على الخواص الميكانيكية للعينات.....101

الجدول (6-7) خصائص المساند (الحوامل) المستخدمة.....104

الجدول (6-8) خصائص المساند (الحوامل) المستخدمة.....110

.....قائمة الأشكال.....

الشكل (1-1) تمثيل لأهم بنى المواد السيراميكية.....20

الشكل(1-2) تمثيل عام للبنى المجهرية في المواد السيراميكية.....21

الشكل (1-3)البنية البلورية للكاولين.....22

الشكل (1-4) البنية المجهرية للكاولينDD3.....23

الشكل (1-5)التركيب الكيميائي لمسحوق الكاولينDD3.....24

الشكل (1-6)البنية المجهرية للكاولينF2.....25

الشكل (1-7)التركيب الكيميائي لمسحوق الكاولينF2.....26

الشكل (1-8)المهراس اليدوي و جهاز الغربلة.....28

الشكل (2-1)تغير الكتلة الحجمية بدلالة درجة الحرارة و15% فوسفات ثلاثية الكالسيوم.....35

الشكل (2-2)تغير الكتلة الحجمية بدلالة درجة الحرارة و10% فوسفات ثلاثية الكالسيوم.....35

الشكل (2-3)تغير الكتلة الحجمية بدلالة درجة الحرارة و5% فوسفات ثلاثية الكالسيوم.....36

الشكل (2-4)تغير الكتلة الحجمية بدلالة درجة الحرارة و0% فوسفات ثلاثية الكالسيوم.....36

الشكل (2-5) تغير القساوة المجهرية بدلالة درجة الحرارة و0% فوسفات ثلاثية الكالسيوم.....38

الشكل (2-6) تغير القساوة المجهرية بدلالة درجة الحرارة و 5% فوسفات ثلاثية الكالسيوم.....38

الشكل (2-7) تغير القساوة المجهرية بدلالة درجة الحرارة و10% فوسفات ثلاثية الكالسيوم.....39

الشكل (2-8) تغير القساوة المجهرية بدلالة درجة الحرارة و15% فوسفات ثلاثية الكالسيوم.....39

الشكل (2-9)البنيةالمجهرية بدون إضافة فوسفات ثلاثية الكالسيوم.....40

الشكل (2-10)البنية المجهرية مع 5%فوسفات ثلاثية الكالسيوم.....41

الشكل (2-11) البنية المجهرية مع 15%فوسفات ثلاثية الكالسيوم.....41

الشكل (2-12) تغير التمدد الحراري بدلالة درجة الحرارة و0% فوسفات ثلاثية الكالسيوم.....43

الشكل (2-13) تغير التمدد الحراري بدلالة درجة الحرارة و5% فوسفات ثلاثية الكالسيوم.....43

الشكل (2-14) تغير التمدد الحراري بدلالة درجة الحرارة و10% فوسفات ثلاثية الكالسيوم.....44

الشكل (2-15) تغير التمدد الحراري بدلالة درجة الحرارة و15% فوسفات ثلاثية الكالسيوم.....44

الشكل(3-1) رسم توضيحي للشريحة.....47

الشكل(3-2) مخطط يوضح بنية شرائح متجانسة.....50

الشكل (3-3) مخطط يوضح بنية طبقة غير متناظرة.....51

الشكل (3-4) مثال توضيحي حول بنية طبقة مركبة.....51

الشكل (3-5) شكل توضيحي لطبقة مستوية.....52
الشكل (3-6) شكل توضيحي لطبقة حلزونية.....53
الشكل (3-7) رسم توضيحي لمرشحات أنبوبية الشكل.....54
الشكل (3-8) مبدأ الأسموز العكسي.....59
الشكل (3-9) نموذج توضيحي لطريقة الفصل المباشر وتغير التدفق وثخانة المادة المترسبة على سطح الطبقة.....60
الشكل (3-10) نموذج توضيحي لنمط الترشيح المماسي وتغير التدفق وثخانة المادة المترسبة على سطح الطبقة.....61
الشكل (4-1) خلية جهاز قياس الفراغات الزئبقي.....64
الشكل (4-2) نمط توزيع الفراغات في عينة سيراميكية.....65
الشكل (4-3) تغير نسبة التوقيف بدلالة الكتلة المولية لبعض الجزيئات.....66
الشكل (4-4) جهاز اختبار النفاذية.....66
الشكل (4-5) مبدأ اختبار الثني ذي النقاط الثلاث.....69
الشكل (5-1) أهم االخطوات المتبعة في عملية تحضير المساند باستخدام خلائط الكاولين DD3.....72
الشكل (5-2) رسم تخطيطي مبسط لأسطوانة الطرد المركزي.....74
الشكل (5-3) أهم الخطوات المتبعة خلال عملية تحضير المساند من الكاولينF2 74
الشكل (5-4) أهم االخطوات المتبعة في عملية تحضير المساند بالاستخراج والتصفيح.....75
الشكل (5-5) مختلف أشكال الأنابيب المحضرة.....76
الشكل (5-6) أهم الخطوات المتبعة في عملية تحضير الشرائح.....78
الشكل (5-7) أهم الخطوات المتبعة في عملية تحضير الشرائح بالتقنية الميكرونية الدقيقة.....80
الشكل (6-1) تأثير درجة الحرارة في نسبة الفراغات في عينات الكاولين المحضرة بالطريقة 1.....85
الشكل (6-2) تأثير درجة الحرارة في أبعاد الفراغات لعينات الكاولين المحضرة بالطريقة 1.....86
الشكل (6-3) صورتان مجهريتان لمقطعين في عينتي كاولين محضرتين بالطريقة 1 نفسها على اليمين عند الدرجة 1000°C و على اليسار عند الدرجة 1200°C.....86
الشكل (6-4) تغير النسبة الحجمية للفراغات للعينات المحضرة بالطريقتين2 و 3.....87
الشكل (6-5) تغير أبعاد الفراغات للعينات المحضرة بالطريقتين2 و 3.....87
الشكل (6-6) تغير النسبة الحجمية للفراغات للعينات المحضرة بالطريقة 4.....88
الشكل (6-7) تغير أبعاد الفراغات للعينات المحضرة بالطريقة 4.....88
الشكل (6-8) تغير مقاومة الشد مع تغير درجة الحرارة في عينات الكاولين+دولوما.....90
الشكل (6-9) تغير مقاومة الثني مع تغير درجة الحرارة في عينات الكاولين.....92
الشكل (6-10) تغير معامل يونغ مع تغير درجة الحرارة في عينات الكاولين.....92

الشكل (6-11) تأثير سرعة الدوران على ثخانة الأنابيب.....94
الشكل (6-12) نمط توزيع أبعاد الحبيبات و الشكل الرقائقي لبنية العينات.....96
الشكل (6-13) الشكل الرقائقي لبنية العينات.....96
الشكل (6-14) تأثير درجة الحرارة في النسبة الحجمية للفراغات في عينات الكاولين دون إضافات من النشاء.....98
الشكل (6-15) تأثير درجة الحرارة في النسبة الحجمية للفراغات في عينات الكاولين مع إضافات من النشاء.....99
الشكل (6-16) صور مجهرية لمقاطع في مجموعة من العينات معالجة عند درجة الحرارة 1200°C بنسبتي تكبير مختلفة (100مرة-1000مرة).....100
الشكل (6-17) تأثير النسبة الحجمية للفراغات في قيم مقاومة الثني لعينات الكاولين من دون إضافة (أ) و مع إضافات (ب) 102
الشكل (6-18) تأثير النسبة الحجمية للفراغات في قيم معامل يونغ لعينات الكاولين من دون إضافة(أ)ومع إضافات (ب) 103
الشكل (6-19) الضياع النسبي في الكتلة لعينات تمت معالجتها كيميائياً.....105
الشكل (6-20) تغير التدفق بدلالة الزمن والضغط المطبق لحامل معالج عند 1200°C.....107
الشكل (6-21) تغير التدفق مع مرور الزمن من أجل ثلاث قيم مختلفة للضغط.....108
الشكل (6-22) رسم تخطيطي للمرشحات المحضرة.....109
الشكل (6-23) صورة بالمجهر الإلكتروني تمثل سطح الشريحة(UF) 110
الشكل (6-24) تغير التدفق بدلالة الزمن والضغط المطبق.....111

.....قائمة المعادلات.....

المعادلة (2 – 1) حساب الكتلة الحجمية الظاهرية.....32

المعادلة (2 – 2) حساب القساوة المجهرية.....32

المعادلة (2 – 3) حساب التمدد الحراري للعينات.....33

المعادلة (4 – 1) علاقة الضغط ببعد الفراغات.....64

المعادلة (4 – 2) حساب حجم الزئبق الذي يتوغل في فراغات العينة.....65

المعادلة (4 – 3) النفاذية.....67

المعادلة (4 – 4) التدفق.....67

المعادلة (4 – 5) النفاذية.....67

المعادلة (4 – 6) معادلة معامل النفاذية.....67

المعادلة (4 – 7) المقاومة الهيدروليكية للشريحة.....67

المعادلة (4 – 8) المقاومة الهيدروليكية للشريحة.....67

المعادلة (4 – 9) حساب النفاذية.....68

المعادلة (4 – 10) حساب الإجهاد.....68

المعادلة (4 – 11) حساب معامل المرونة (معامل يونغ).....69

المعادلة (6 – 1) نسبة توقيف الشريحة للمادة العضوية.....107

الملخص

في هذا البحث دُرس تحضير مرشحات مائية باستخدام مساحيق المواد السيراميكية، وذلك لحساسية موضوع المياه وضرورة إيجاد مصادر إضافية لمياه يمكن استخدامها في مجالات مختلفة في ظل التراجع الملحوظ لمنسوب المياه الصالحة للشرب، كما دُرست المواد السيراميكية نظراً لتوافرها بشكل جيد، وخواصها الجيدة من استقرار كيميائي وتحمل درجات حرارة مختلفة وغيرها. ركز البحث على مساحيق المواد السيراميكية بسبب التكاليف المنخفضة لتحضير عينات من المساحيق ،فدُرس نوعان من هذه المواد (الكاولين DD3 ، و الكاولين F2) بدءاً من تحضير العينات إلى تعرف أهم خواصها ومناقشة البنى المجهرية لها، ومحاولة تحسين هذه الخواص بإضافة $(Ca_3(PO_4)_2)$. كما تطرق البحث إلى أهم طرائق تحضير هذه المرشحات بقسميها (الطرد المركزي، الاستخراج، و التصفيح)، وبعض خواصها ، بالإضافة إلى الحديث عن بعض أنماط التنقية المستخدمة ،و قد حصلنا في هذه الدراسة على النتائج الآتية حيث كانت نسبة الفراغات الحجمية بين $(13-50\%)$، ومتوسط قطر الفراغات فيها بين $(48.93-0.02\mu m)$ بالنسبة للمساند المصنوعة من الكاولين (DD3)، وبلغت قيمة إجهاد الثني بين $(18-49MPa)$، ومعامل يونغ كانت قيمه بين $(8.1-16.9GPa)$ ، في حين أن المساند المصنوعة من الكاولين (F2) سجلت النتائج الآتية : نسبة الفراغات الحجمية بين $(28.95-60\%)$، ومتوسط قطر الفراغات فيها بين $(0.35-1.52\ \mu m)$، وقيمة إجهاد الثني بين $(6-38MPa)$، ومعامل يونغ كانت قيمه بين$(3.1-11.7GPa)$)، ووصلت قيم التدفق بالشرائح المستخدمة بالتنقية الميكرونية إلى $(420l/hm^2)$ ونسبة انتقائية تصل إلى30% ، أما المستخدمة بالتنقية الميكرونية الدقيقة فوصلت قيم التدفق فيها إلى $(3200l/hm^2)$.

الكلمات الرئيسة :

المواد السيراميكية ، الكاولين ، مساحيق ، مرشحات ، التنقية ، المعالجة الحرارية ، النفاذية ، المسامية ، خواص ميكانيكية.

مدخل عام :

يعاني العالم من تحديات بيئية عديدة نتيجة التطور الصناعي و الانفجار السكاني الكبير، أدت إلى نقص عام في الموارد البيئية، ولا شك أن أكثر الموارد أهمية هو الماء، حيث إن عديداً من دول العالم تفتقر لمصادر مياه نظيفة للشرب تفي باحتياجاتها في ظل استخدام هذه المصادر لأغراض أخرى. و في محاولة تركيز منابع المياه النظيفة للشرب فقط كان من الضروري البحث عن وسائل تمكن من إعادة استخدام مياه الصرف الصحي في مجالات أخرى، لذا فإن دراسة تحضير المرشحات شكل موضوعاً ذا أهمية بالغة، حيث أثبتت هذه المرشحات فائدتها الصناعية الجيدة في فصل السوائل عن المواد الصلبة العالقة، و الأمزجة الغازية الموجودة فيها، وإمكانية إعادة استخدام هذه المياه من دون أي إضافة مواد كيميائية جديدة، فقد تم الوصول إلى قيم مسموح بها من الملوثات الخارجة مع المياه، الأمر الذي أثبت كفاءة مثل هذه الطرق مقارنة بالمعالجة البيولوجية التقليدية . وهذا فتح مجال البحث عن مواد ذات كفاءة جيدة في تصنيع هذه المرشحات فجُرِبت أصناف عدة من المواد كان أهمها المواد السيراميكية، حيث استعمل الإنسان هذه المواد من القدم في الصناعات التقليدية، ثم تطور استخدام هذه المواد بشكل ملحوظ و دخلت العديد من الصناعات الحديثة : كالمنتجات الكهربائية و الطبية و غيرها ، حتى دخلت مؤخراً في مجال تصنيع المرشحات إذ كان لها خواص لم تمتلكها غيرها من المرشحات فتميزت مثل هذه المرشحات بإمكانية استخدامها في أوساط متعددة ، و سهولة تنظيفها ، و استقرارها الحراري و الكيميائي، إلا أن تكلفة تصنيع مرشحات من هذه المواد كانت كبيرة، لذا كان من الضروري الاتجاه نحو طرق و تقنيات تقلل من التكلفة الإنتاجية لهذه المرشحات، فاستخدمت مساحيق المواد السيراميكية حيث تعدُ عملية تحضير المساحيق من هذه المواد أقل كلفة من استخدامها بشكلها الصلب. انطلاقاً من جميع المعطيات السابقة و نظراً للفائدة العامة تأتي أهمية مثل هذه الدراسات التي تهدف إلى تحضير المرشحات و استخدامها كأحد طرق الوقاية الصحية باستخدام مواد ذات خواص جيدة صناعياً و اقتصادياً.

يتكون هذا البحث من ستة فصول الأول عبارة عن مقدمة عامة و مفاهيم أساسية عن المواد السيراميكية و طرق تحضيرها، و الثاني تناول خواص عينات هذه المواد و إمكانية تحسينها، الفصل الثالث تحدث عن مبادئ و مفاهيم أساسية في الترشيح و المرشحات من أشكالها إلى تقنيات الترشيح، والفصل الرابع توقف على أهم طرق تحضير المرشحات من المواد السيراميكية كاولين(DD3), (F2) و ذلك لقسمي المرشح الأساسي (الحامل و الشريحة)، و في الفصل السادس كانت نتائج دراسة خواص هذه المرشحات (تشريحياً و ميكانيكياً) للوقوف على مدى فعالية مثل هذه المواد في صناعة مثل هذه التطبيقات.

الإشكالية البحثية: كانت الإشكالية الأساسية في استخدام المواد السيراميكية هو التكلفة المرتفعة لتصنيعها نظراً لصعوبة معالجتها و هي في الحالة السائلة، لذا كان من الضروري إيجاد تقنية تقلل من هذه التكاليف و الوقوف على خصائصها للتحقق من جودة استخدامها وفعاليتها كمرشحات نظراً لأهمية المرشحات و التي تصب في معالجة موضوع في غاية الأهمية ،وهو شح المياه المتزايد في العالم.

التساؤلات: كانت أبرز التساؤلات قبل القيام بالبحث فيما إذا كانت ستحقق مرشحات هذا النوع من المواد الخواص المطلوبة في النفاذية والمسامية والانتقائية الجيدة للمياه المارة عبرها، بالإضافة إلى استقرارها الكيميائي كيف سيكون، درجة التوقيف التي ستحققها هذه المرشحات.

أهمية البحث:

- نظراً لأهمية موضوع تأمين مياه شرب نظيفة لحوالي أكثر من 40% من سكان العالم، فإن الاهتمام بدراسة أفضل المرشحات وتحضيرها يُعدّ في غاية الضرورة لمحاولة حل هذه المشكلة.
- بالإضافة إلى أنه في تحضير المرشحات فإنه من الضروري اختيار الأنسب والأقل تكلفة، لذا فإن استعمال مساحيق المواد السيراميكية يفي بالغرض المطلوب منه في التنقية والتكلفة.

الهدف من البحث:

- الحصول على مرشحات ذات عمر أطول، مقاومة أعلى ، و فعالية أكبر كونها العنصر الأساسي في عملية التنقية ، و ذلك باستعمال المواد السيراميكية التي تعد جديدة في مجال صناعة المرشحات بسبب ما أعطته من نتائج مرضية في عملية التنقية ، فضلاً عن توافرها بالأسواق المحلية ، و محاولة التقليل من تكلفة تصنيع مثل هذا النوع من المرشحات في اللجوء إلى استخدام مساحيق هذه المواد .

الدراسات السابقة في هذا المجال :

الدراسة الأولى في العام (2008):

تحضير ودراسة مرشحات وحواملها انطلاقاً من مواد أولية محلية [1]

في هذه الدراسة كان موضوع البحث حول تحضير مرشحات انطلاقاً من مواد سيراميكية و استخدامها في معالجة المياه الملوثة لإعادة إمكانية استخدامها و الحد من الأمراض الناجمة عن استخدام مياه الصرف الصحي غير المعالجة ، كما تناولت هذه الدراسة طرق تحضير المواد السيراميكية و مراحلها ، ومخططات الأطوار لهذه المواد ، و تحليل المواد الأولية المستخدمة ، وبعض الطرق التجريبية لتحضير المساند و الأغشية للمرشح .**المشكلة في هذا البحث** أنه ركز الدراسة على نمط واحد فقط من أنماط المواد السيراميكية المستخدمة ، كما أنه لم يدرس المساند و الأغشية (مكونات المرشح) بشكل واف (كنوع المواد المستخدمة فيها و خصائصها و طرق معالجتها ..الخ)، إنما اكتفت بالتطرق إلى المرشحات عامةً.

الدراسة الثانية في العام(2016):

MATERIALS FOR MANUFACTURING LOW–TECH, LOW–COST CERAMIC WATER FILTERS AND THE BUSINESS MODELS FOR THEIR DISTRIBUTION IN CENTRAL AMERICA [5]

تناولت هذه الدراسة المرشحات المصنوعة من المواد السيراميكية و المطلية بجسيمات الفضة النانوية ، و تحديد العوامل التي تحد من إنتاج هذا النوع من المرشحات ، بالإضافة إلى دراسة عينات من هذه المرشحات من أماكن مختلفة باستخدام تقنية حيود الأشعة السينية ، كما بحثت هذه الدراسة بمشاكل المياه المختلفة و الآثار السلبية لاستخدام المياه الملوثة ، كما تطرقت إلى فهم و مقارنة استراتيجيات التسويق لهذه المرشحات ، و كيف آثر السيراميك على عملها .**المشكلة في هذه الدراسة** أنها لم تتطرق إلى أنواع محددة من المواد السيراميكية ، و إنما درستها عامةً ، كما لم تتناول هذه الدراسة موضوع المساند و الأغشية من موادها إلى طرق تحضيرها ، ولم تذكر أي شيء عن أنواع المرشحات و أهم طرق الترشيح أو آلية الترشيح .

الدراسة الثالثة في العام(2019):

LABORATORY SIMULATION, THE BEST METHOD TO CRITICAL GRANULAR FILTER DESIGN [4]

ظهرت في هذه الدراسة فقط بعض الطرق المخبرية لمحاكاة عمل المرشحات المصنوعة من المواد السيراميكية ، و محاكاة لبعض الاختبارات على هذه المرشحات ، وذلك بغرض تقييمها ، كما ورد فيها تأثير بعض العوامل في عمل المرشح مثل نوع الأتربة التي يتعرض لها ، كثافة المادة ، ثخن المادة ، النفاذية ، و الخصائص الكيميائية و الفيزيائية لهذه المواد حيث تم الاستفادة من هذه الدراسة بتكوين فكرة عن بعض خواص المرشحات كالنفاذية وقيم معامل يونغ وغيرها للانطلاق منها في البحث.**المشكلة في هذه الدراسة** أنها لم تتطرق إلى ذكر أي شيء عن نوع و خصائصها ومواد تصنيعها و حواملها ، أو طرق تحضير أي منهما ، وتصنيفاتها ، وكذلك لم تتناول مفهوم الترشيح ، أنواعه ، آليته ، تصنيفاته .

الفصل الأول

مبادئ و مفاهيم أساسية في المواد السيراميكية

(1-1) المواد السيراميكية :

مقدمة عامة :

إنّ مفهوم المواد السيراميكية لم يعد يقتصر على تلك المفاهيم الشائعة التقليدية، وإنما أصبح أكثر تطوراً وأهمية، فالمواد السيراميكية هي فرع من فروع التكنولوجيا أو العلم الذي يتعامل مع خامات فلزية غير معدنية ولا عضوية، أو المتعلق بإنتاج سلع أو أدوات من هذه المواد أو باستخدامها. وبالرغم من أن المفهوم الشائع لدى الناس أن السيراميك لا يتعدى الأغراض التقليدية في الاستخدام مثل أواني الطهي، وكذلك السيراميك الصحي، إلا أنه في الوقت الحالي لم تعد كلمة مواد سيراميكية كافية لوصف وتحديد مجال واسع من المنتجات والأجسام والتقنيات السيراميكية التي تتنوع في أشكالها وبنيتها، مثل المواد متعددة البلورات والمواد ذات البلورة الواحدة والمواد غير البلورية، والطبقات الثخينة والدقيقة والألياف وغيرها؛ ومن ذلك يتضح أن مفهوم علم المواد السيراميكية لم يعد يقتصر على تلك المفاهيم الشائعة التقليدية، وإنما أصبح أكثر تطوراً وأهمية ، وأصبحت مجالات الاستفادة من هذه المواد عديدة ومتسعة جداً بحيث يدخل فيها السيراميك بشكل أساسي .

(1-2) تعريف المواد السيراميكية :

تعرف المواد السيراميكية من الناحية التقليدية على أنها فن صناعة الفخار، تعتمد على خاصية تحويل الغضار إلى عجينة لدنة بلاستيكية سهلة التشكيل وذلك عند مزجها بكمية من الماء وتُسَخّن بعد ذلك عند درجات حرارة عالية للحصول على مادة صلبة. ومع تطور صناعة السيراميكيات عرفت على أنها مواد حرارية صلبة لا هي عضوية ولا هي معدنية،

يُحصل عليها انطلاقا من المواد الأولية بعد المعالجة الحرارية التي تحسن من خصائصها، وأهم خاصية لهذه الأخيرة هي الخاصية البلاستيكية وذلك لكونها سهلة التشكيل .

(1−3) خواص المواد السيراميكية :[5] .

(1−3 −1) الخواص الكيميائية :

تمتاز المواد السيراميكية بنوعين من الروابط الكيميائية، أيونية و أخرى تكافئية أو ذات طبيعة مشتركة، وهي روابط قوية مسؤولة عن تماسك المادة، و تؤدي دوراً كبيراً في تحديد أهم الخصائص الفيزيائية و الكيميائية للمواد السيراميكية .

الجدول(1−1) طاقات الروابط لبعض المركبات

الرابطة	$Si-C$	$Si-Si$	$Si-O$	$B-N$	$C-C$
الطاقة (eV)	3.83	2.30	4.60	4.55	3.60

(1−3−2) الخواص الحرارية :

أهم الخصائص الحرارية في المواد السيراميكية هي الناقلية الحرارية، ومعامل التمدد الحراري وكذلك درجة حرارة الانصهار، فمعظم المواد السيراميكية عازلة حرارياً، وهذا يعود إلى طبيعة الرابطة القوية الأيونية أو التكافئية لذلك تستعمل هذه المواد كعوازل حرارية مثل السيليس و الزركنيوم، كما تمتلك المواد السيراميكية معامل تمدد حراري مرتبط مباشرةً بنوع الروابط الكيميائية و البنية البلورية، فأغلب الأكاسيد التي لها نسبة عالية من الرابطة الكيميائية والأيونية و بنيتها المتراصة مثل ZrO2و Al2O3 لها معامل تمدد حراري خطي كبير، يقارب معامل بعض المعادن، و المواد التي لها نسبة عالية من نوع الرابطة التكافؤية، فمعامل التمدد الحراري الخطي لها ضعيف، مثل السيليس و الكورديريت، و الخزفيات من النوع (LiO3.Al2O3.SiO2) كما تمتاز هذه المواد بدرجة انصهارها العالية نظرا لقوة الرابطة الكيميائية المشكلة لها، والجدول التالي يبن درجة حرارة انصهار بعض المواد الخزفية.

الجدول(1–2) درجات انصهار بعض المركبات السيراميكية

المركب	Al_2O_3	MgO	CaO	TiO_2	SiO_2
درجة الانصهار(°C)	2070	2640	2625	2950	1700

(1–3–3) الخواص الميكانيكية :

إن معرفة الخصائص الميكانيكية للمواد السيراميكية مهم لصناعتها و تطبيقاتها الميدانية، فمعظم المواد السيراميكية هشة تتقصف إذا تعرضت لإجهادات تحاول تغيير شكلها، و مقاومة للتشوه إلى حد معين، و لها قيم عالية لمعاملات المرونة مقارنة بالمعادن، و هذا يعود إلى قوة الرابطة التي لا تسمح بانزلاق المستويات البلورية بالنسبة لبعضها بعضاً ، فهي مواد قصفة (القوة اللازمة لخلق تشوه لدن في العينة أكبر من القوة اللازمة لكسرها).

(1–3–4) الخواص الكهربائية :

للمواد السيراميكة تطبيقات واسعة في مجال الإلكترونيات و الكهربائيات، فهي تستعمل كعوازل ومكتفات كهربائية، نظراً لخصائص العزل التي تتميز بها وتعدّ المواد البلاستيكية و العضوية عند استعمالها كمكثفات أو عوازل كهربائية أحسن من المواد السيراميكية و ذلك لسهولة إنتاجها بأبعاد أفضل من السيراميك، لكن إيجابيات المواد السيراميكية تتمثل في خصائصها الكهربائية العالية و غياب التشوه تحت قوى الإجهاد وعند درجات الحرارة المنخفضة، و المقاومة العالية لتغيرات المحيط عند درجات الحرارة المرتفعة ، فدرجة استعمال المواد البلاستكية من 80°C إلى 250°C أما السيراميكية من 1500°C إلى1700°C ،وتتعلق خصائص المواد السيراميكية بصفة عامة بالشوائب الموجودة بها ومدى تجانس بنيتها المجهرية والفراغات المحتواة فيها، ويعطي الجدول الآتي قيم ثابت العزل لبعض المواد السيراميكية .

الجدول(1−3) ثابت العزل لبعض المواد السيراميكية

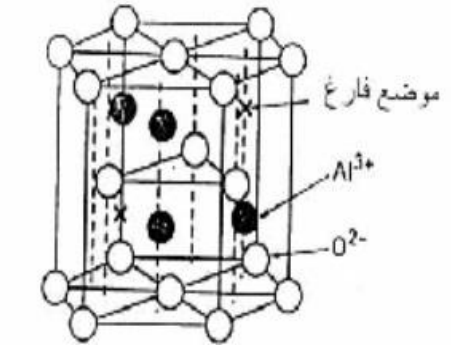
المركب	ثابت العزل
$NaCl$	5.9
LiF	9
$Mica$	7.3 - 2.5
MgO	9.6
Al_2O_3	10.6 - 8.6
ZrO_2	8.8
Melet	17-15
Cordeareat	5.5 - 4.5

(1−3−5) الخواص الضوئية :

أيونات المعدن الانتقالية لها دور كبير في إعطاء المواد السيراميكية الألوان ، فمثلاً أوكسيد الألمنيوم أحادي البلورة عديم اللون يتلون باللون الأحمر بوجود نسبة ضئيلة جداً من Cr_2O_3 .

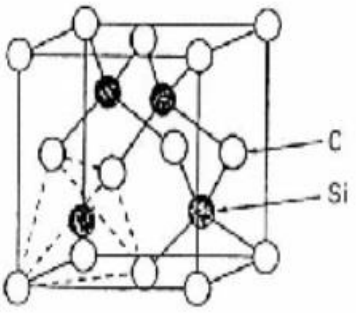
(1−4) البنية البلورية :

تؤثر طبيعة الروابط السائدة بين الذرات على البنية البلورية، حيث يكون لهذه الأخيرة تعبئة متراصة إذا كانت أغلبية الروابط أيونية ، أي يحاط كل أيون بأكبر عدد من الأيونات ذات الشحنة المخالفة له، مثل الأكاسيد المعدنية، حيث تحيط مختلف الأيونات المعدنية المتوضعة في مواقع ثمانية الوجوه بذرات الأوكسجين، كما هو مبين في الشكل (1−1). أما إذا كانت الروابط التكافؤية هي الغالبة، فإن توضع الذرات وترتيبها يتعلق بعدد الروابط الحرة، ويأخذ المركب السيراميكي في هذه الحالة بنية مشابهة لبنية الماس كما في الشكل (1−1) تتغير بعض خصائص المادة كالكثافة ومعامل التمدد الحراري تحت تأثير البنى البلورية المختلفة .



تجمع متراص للأيونات O^{-2} مع أيونات Al^{+3} في ثلثي المواضع الثمانية

(أ) البنية السداسية للألومين



كل Si هو في مركز الرباعي (خط متقطع) ذي القمم 4C

(ب) البنية الرباعية لكربيد السيليسيوم

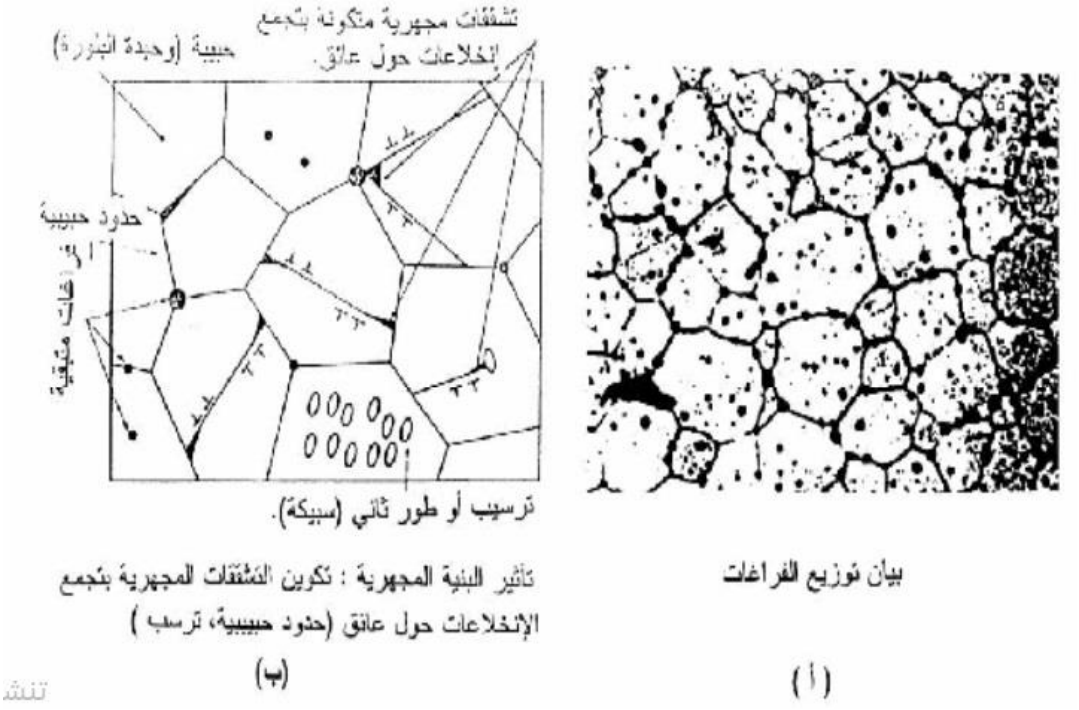
الشكل (1−1) تمثيل لأهم بنى المواد السيراميكية

(1−5) البنية المجهرية :

تتكون البنية المجهرية للمواد السيراميكية من تجمع حبيبات ذات أبعاد لا تتعدى $\frac{1}{100}$ من الميليمتر و ذات توجهات مختلفة، ويعرف الطور البيني الذي يفصل بين هذه الحبيبات بالحدود الحبيبية، إلا أن المواد السيراميكية لا تخلو من الفراغات المنتشرة في حجم المادة.

ترتبط البنية المجهرية بطرق التحضير و بنقاوة المادة المادة الأولية، إذ أن الحدود الحبيبية و تركيز الفراغات لها تأثير كبير في السلوك الميكانيكي و الحراري لهذه المواد .

يرتبط توزيع الأطوار بحجم المادة السيراميكية وشكلها ،و بخصائص هذه المواد، فمثلاً لتصبح هذه المواد غير شفافة (لا تسمح للضوء أن يمر من خلالها) يكفي أن تشكل الفراغات نسبة 10% من حجم هذه المواد .



الشكل(1–2) تمثيل عام للبنى المجهرية في المواد السيراميكية

(1–6) دراسة بعض المواد السيراميكية المستخدمة :

(1–6–1) الكاولين :

أ – تعريفها :

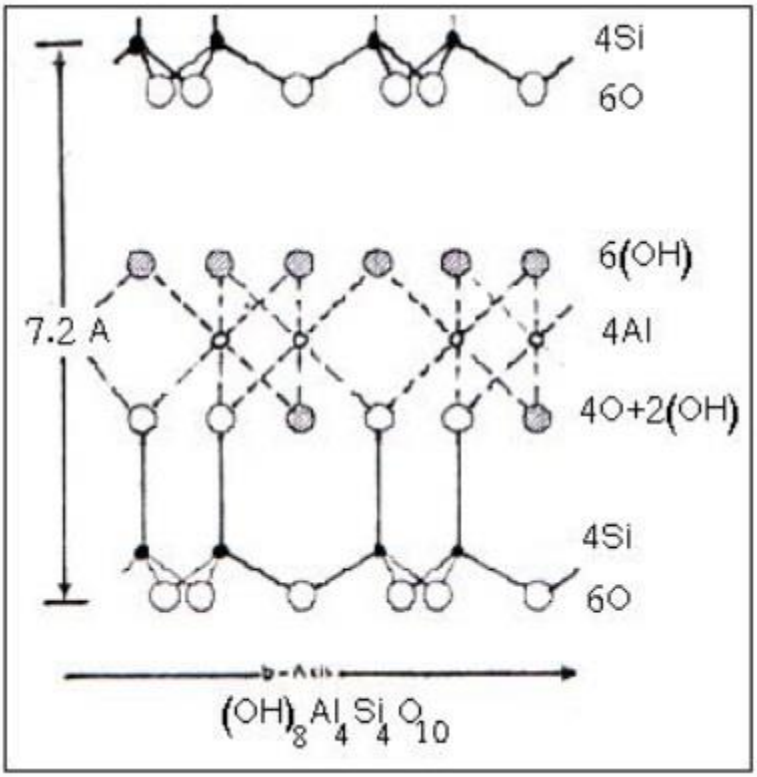
تُعدّ الكاولين واحدة من بين المواد الأولية المتواجدة بكثرة في العالم، و المستعملة بكثرة في صناعة التجهيزات المنزلية، و صناعة المواد الحرارية التي تستخدم في تبطين الأفران، و هي توجد بالطبيعة على شكل صلصال، تأخذ اللون الأبيض أو الرمادي ذلك بسبب احتوائها على شوائب أو مواد عضوية، ومعظم هذه الشوائب هي عبارة عن أكاسيد مثل $K_2O\ ,Na_2O\ ,MnO\ ,MgO$ ، وهي تؤدي دوراً كبيراً في تحديد خواص الكاولين.

ب – التركيب الكيميائي للكاولين :

الصيغة الكيميائية للكاولين النقي هي $Al_2Si_2O_5(OH)$ و هذا يوافق النسبة الوزنية الآتية 39.5 % من وزنها Al_2O_3 ، 46.6 % من SiO_2 ، و 13.9 % من الماء، و هذه النسب الوزنية متغيرة من كاولين إلى آخر بحسب مقدار الشوائب الموجودة فيه، و الوزن المولي يقدر بحوالي $258\ g$ ، كما تقدر نسبتها الحجمية بحوالي $2.6g/cm^3$.

ج – البنية البلورية :

يطلق على الجزء المتبلور من الكاولين بالكاولينيت، له بنية بلورية ثلاثية الميل، و هي تتواجد في الطبيعة على شكل صفائح رقيقة، أبعادها متغيرة من 0.5 إلى 10 ميكرومتر بالنسبة للقطر 0.05 إلى 2 ميكرومتر، بالنسبة للسمك فهي عبارة عن تجمع طبقات رباعية الوجوه مع طبقات ثمانية الأوجه كما هو موضح في الشكل التالي .



الشكل (1–3)البنية البلورية للكاولين

د – خصائص الكاولين :[3] .

تتلخص خصائص الكاولين الأكثر أهمية في الجدول الآتي :

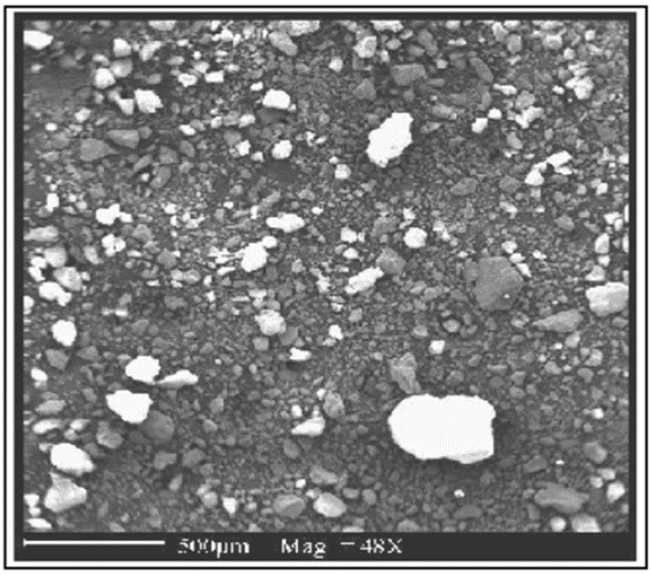
الجدول (1−4) أهم خصائص الكاولين

الخاصية	القيمة
الكتلة الحجمية	2.36 -2.6 $(g.cm^{-3})$
القساوة	2.5 -2 Mohs scale
معامل التمدد الخطي	$(5 -7) \times 10^{-6}$
الناقلية الحرارية	$W\ m^{-1}\ K^{-1}(4-5) \times 10^{-3}$
درجة حرارة الاستعمال	1700 (°C)
مقاومة الشد	210 - 50 kpa

(1−7) أهم أنواع الكاولين :

(1−7−1) الكاولين(DD3) :

وتمتاز بلونها البني وكتلتها الحجمية التي تقدر بحوالي $2.35\ g/cm^3$ ، ويوضح لنا الشكل الآتي صورة بالمجهر الإلكتروني لحبيبات المادة الخام .



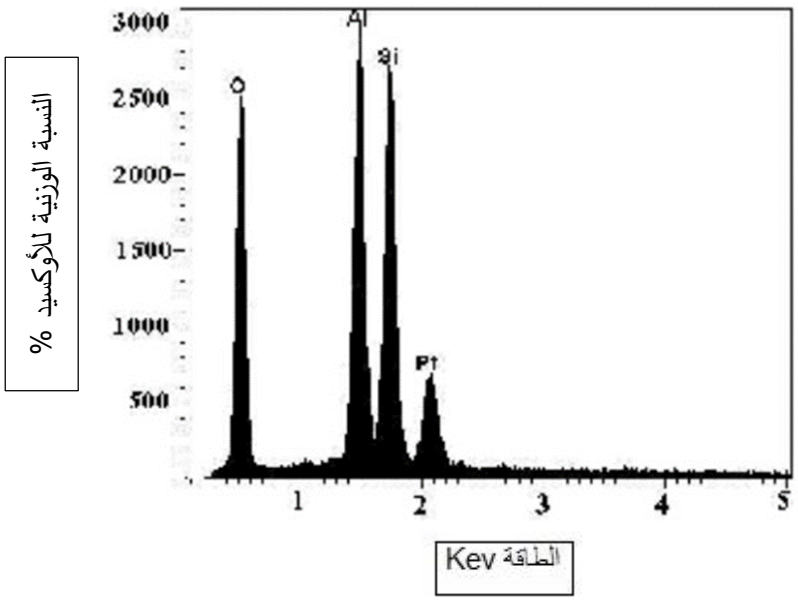
الشكل (1−4) البنية المجهرية للكاولينDD3

التحليل الكيميائي للكاولين DD3 :

لقد استخدم جهاز التحليل الطيفي لمعرفة التركيب الكيميائي، وكذلك النسب الوزنية لمختلف العناصر الداخلة في تركيب هذا النوع من الكاولين ،كما يظهر في الجدول(1−5)، وتوضح هذه النتائج أن الكاولين DD3 مكونة أساساً من الألومين (Al_2O_3) و السيليس (SiO_2) .وهذا ما تؤكده نتائج التحليل الكيميائي للعناصر الموضحة في الشكل(1−5) والتي تتفق مع نتائج الجدول(1−5) في حين أن الجدول(1−6) يظهر النسب الوزنية للعناصر بشكلها الحر(دون ارتباطها مع أوكسجين) ضمن العينة مع الإشارة إلى أن الخط الموافق للبلاتين و المبين على الشكل لا يعني أن مادة البلاتين تدخل في تركيب الكاولين و إنما نتج عن استخدامها لتكسية سطح العينة .

الجدول (1−5)التركيب الكيميائي للكاولينDD3

LI	Al_2O_3	SiO_2	CaO	MgO	MnO	Fe_2O_3	TiO_2	الأوكسيد
17.46	30.27	23.69	0.38	0.06	0.41	0.64	0.09	النسبة الوزنية %



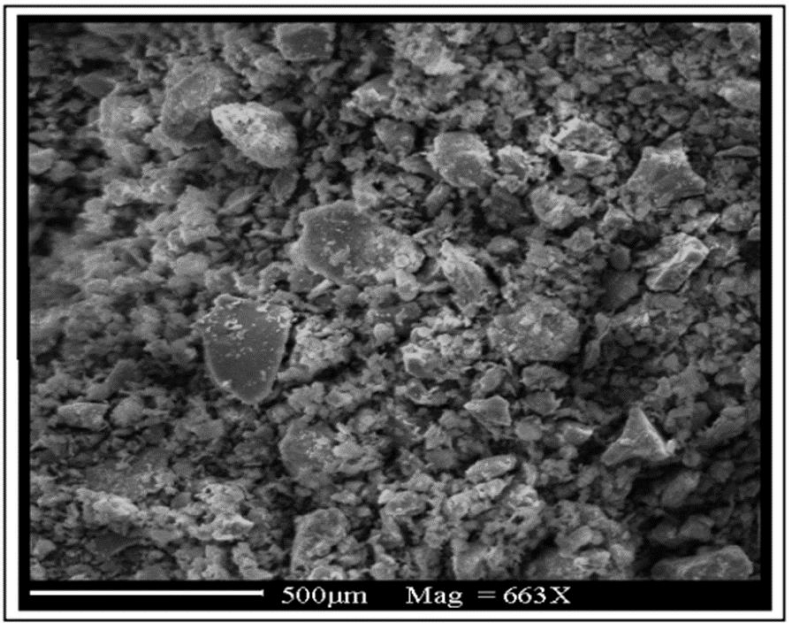
الشكل (1−5) التركيب الكيميائي لمسحوق الكاولينDD3

الجدول (1−6) النسب الوزنية والذرية للعناصر

العنصر	النسبة الوزنية%	النسبة الذرية %
O	48.14	61.52
Al	24.56	18.61
Si	27.30	19.87

(1−7−2) الكاولين(F2) :

وتمتاز بكتلة حجمية تقدر بحوالي $2.6\ g/\mathrm{cm}^3$ ، ويوضح لنا الشكل الآتي صورة بالمجهر الإلكتروني لحبيبات المادة الخام .



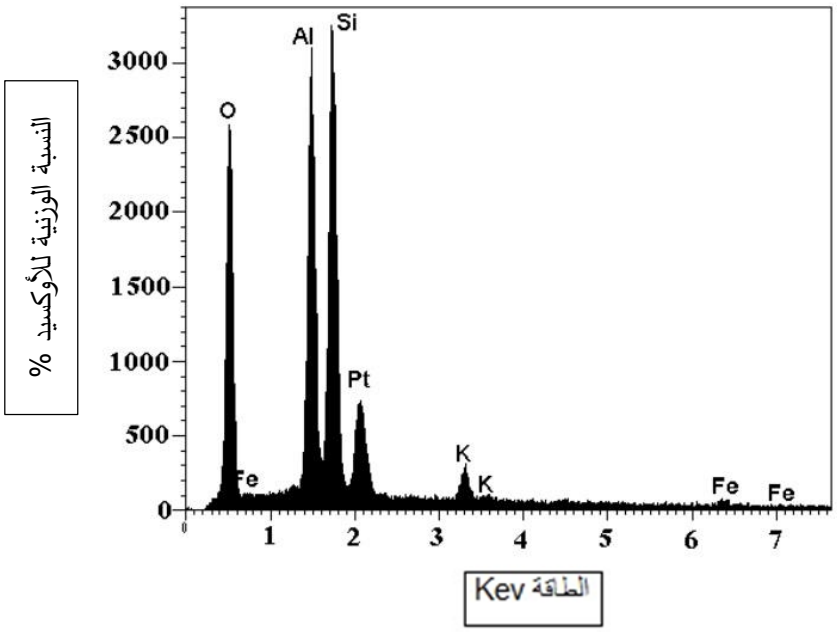
الشكل (1−6)البنية المجهرية للكاولينF2

التحليل الكيميائي للكاولين F2 :

لقد استخدم جهاز التحليل الطيفي لمعرفة التركيب الكيميائي، وكذلك النسب الوزنية لمختلف العناصر الداخلة في تركيب هذا النوع من الكاولين ،كما يظهر في الجدول (1−7)، وتوضح هذه النتائج أن الكاولين F2 مكون أساساً من الألومين (Al_2O_3)و السيليس(SiO_2) مع وجود بعض الشوائب يتصدرها ثاني أوكسيد البوتاسيوم بنسبة تقدر 7 % ، وهذا ما تؤكده نتائج التحليل الكيميائي للعناصر الموضحة في الشكل(1−7) والتي تتفق مع نتائج الجدول (1−7) في حين أن الجدول(1−8) يظهر النسب الوزنية للعناصر بشكلها الحر(دون ارتباطها مع أوكسجين) ضمن العينة مع الإشارة إلى أن الخط الموافق للبلاتين و المبين في الشكل لا يعني أن مادة البلاتين تدخل في تركيب الكاولين و إنما نتج عن استخدامها لتكسية سطح العينة.

الجدول (1−7) التركيب الكيميائي للكاولين F2

LI	Al_2O_3	SiO_2	CaO	MgO	K_2O	Fe_2O_3	TiO_2	الأوكسيد
6.35	34.15	50.56	0.02	0.31	7.18	1.15	0.28	النسبة الوزنية %



الشكل (1−7)التركيب الكيميائي لمسحوق الكاولينF2

الجدول (1−8) النسب الوزنية والذرية للعناصر

العنصر	النسبة الوزنية%	النسبة الذرية %
O	47.60	61.42
Al	21.71	16.60
Si	27.90	20.50
K	2.79	1.47

(1−8) الدولوما :

و هي مزيج من أكاسيد عدة أهمها أوكسيد المغنزيوم و أوكسيد الكالسيوم و تتحلل كلياً في حدود $900\ ^0C$ لونها أبيض و هشة جداً فبمجرد تعرضها لأدنى ضغط ميكانيكي تتفتت و تصبح عبارة عن مسحوق ذي حبيبات دقيقة، كما أنها تتأثر بشكل سريع بالرطوبة لذا يجب أن تحفظ بشكل جيد .

(1− 9) دمج الكاولين في صناعة المواد السيراميكية :

لا تصنع المواد السيراميكية من الكاولين فقط بل يتم دمجه مع مواد أخرى مثل الكوارتز و الفالدسبات و الطين و تسمح الخصائص الفيزيائية و الكيميائية للكاولين باستعمالات عديدة، حيث يضاف كمادة أولية للمواد الصحية مثلاً، و كمادة ثانوية في دهان الخزف و البورسلان العازلة للكهرباء في الخطوط منخفضة و متوسطة و عالية التوتر.

(1−10) الإضافات العضوية :

في بعض الأحيان يكون من الضروري إضافة بعض العضويات، فهناك مواد تساعد على ربط الجزيئات ببعضها و تسمى بالمواد الرابطة ، وهناك مواد أخرى تسمى الملدنات و تعمل على حماية العينة من التشقق أثناء المعالجة الحرارية

، لكن هناك بعض الاحتياطات يجب أن تؤخذ بالحسبان فهذه الإضافات العضوية يجب التخلص منها خلال عملية التلبيد قبل انغلاق الفراغات لتجنب زيادة ضغط الغازات داخل هذه الفجوات و التي تكون مصدراً لبعض العيوب هذا من جهة، ومن جهة أخرى نسب هذه الإضافات محدودة، حيث يوجد قيم حدية يجب عدم تجاوزها. و من بين العضويات المستخدمة كمواد رابطة نذكر منها بوليفينل الكول ، و بالنسبة للملدن نذكر بوليثيلن غليكول، وهي أكثر أنواع الإضافات استخداماً مع الكاولين و غيره من المواد السيراميكية .

(1-11) تحضير مساحيق المواد السيراميكية :

تُحضَّر عينات مساحيق المواد السيراميكية والتي ستستخدم لاحقاً في صناعة المرشحات وفق الخطوات الآتية[16]:

(1-11-1) السحق اليدوي :

تُجمَع عينات الكاولين بداية، ثم تُسحق يدوياً باستعمال المهراس و ذلك لبنيته الهشة و سهولة تفتيته، ثم يُغربَل المسحوق الناتج بواسطة غربال $500\mu m$.



الشكل (1-8)المهراس اليدوي و جهاز الغربلة

(1-11-2) الكلسنة الحرارية :

يُوضَع المسحوق الناتج في فرن عند درجة حرارة 550℃ لمدة ساعتين، وهذا من أجل التخلص من الماء الموجود بالمادة بشكل رطوبة و الداخل في البنية البلورية بحيث يتبخر هذا الأخير، وكذلك للتخلص من الشوائب العضوية الموجودة ، و بعد عملية الكلسنة الحرارية يعاد سحق الناتج باستعمال المهراس و غربلته بعد ذلك بغربال هزاز $500\mu m$.

(1-11-3) تشكيل العينات :

تُكبَس كميات متماثلة من المساحيق و تُشكَّل على هيئة أقراص ذات قطر $(13\ mm)$ باستعمال ضاغطة ميكانيكية بتطبيق ضغط مساوٍ ل $75MP$ ، حيث تُعدّ أحسن قيمة للضغط تفادياً لحصول تشققات بالعينات .

(1-11-4) تلبيد العينات :

تلبد العينات المتحصل عليها عند درجات حرارة مختلفة من 900℃ إلى غاية 1300℃ لمدة ساعتين في فرن تصل درجة حرارته القصوى إلى غاية 1350℃ و سرعة تسخين $5℃/min$.

نظرا لأهمية مرحلة التلبيد في صناعة المواد السيراميكية والتي تُحوّل فيها العينات المشكلة من مسحوق مضغوط غير متماسك إلى مادة صلبة وصلدة، وستُشرح عملية التلبيد مفصلاً كما يأتي.

مفهوم التلبيد :

هو آخر مرحلة من مراحل تحضير قطعة سيراميكية، كما أنه ظاهرة معقدة يصعب إيجاد تعريف دقيق لها، و لكن يمكن القول إنّ التلبيد عبارة عن معالجة حرارية تعمل أساساً على إزالة الفراغات بين حبيبات المادة الأولية و تطوير نظام الحبيبات الفردية إلى حالة تكثيف مثالية. تكون هذه العملية مصحوبة بالظواهر الآتية:

- نقص في الأبعاد الأولية للعينة وزيادة في الكتلة الحجمية.
- نقص في الطاقة السطحية الإجمالية للمادة وذلك نتيجة نمو الحبيبات.
- زيادة في عدد الروابط بين الحبيبات وشدة التماسك بينها.
- تحسن في الخصائص الميكانيكية والحرارية.

وتختار غالباً الفراغات كمعامل لوصف طرق التلبيد للمواد الحرارية، وذلك لإمكانية شرح تغيرات الأبعاد الهندسية للمادة بواسطة التغيرات التي تطرأ على أبعاد الفراغات وأشكالها. كما يتعلق تغير أبعاد المادة أثناء عملية التلبيد بعوامل أخرى، منها ما هو متعلق بطبيعة المادة في حد ذاتها وأبعادها وشكل حبيباتها، وكذلك وجود الطور السائل، ومنها ما هو متعلق بشروط التلبيد من ضغط و درجة حرارة و زمن المعالجة.

مراحل التلبيد:

إن عملية التلبيد تقسم عادة إلى ثلاث مراحل و هي المرحلة الابتدائية، الوسطية، النهائية، وذلك بناءً على التحولات الهندسية التي تحدث أثناء تطور البنية المجهرية لمجموع الحبيبات إلى بنية متعددة البلورات ذات كثافة عالية.

المرحلة الابتدائية:

في أثناء هذه المرحلة تُلتحم الحبيبات المتلاصقة جزئياً، حيث يبدأ تشكل الأعناق ونموها، أما الحبيبات غير المتلامسة فتتشكل بينها الحدود الحبيبية، كما أنه خلال هذه المرحلة لا يحدث أي نمو للحبيبات، حيث تنتهي هذه المرحلة عندما تتطاول الأعناق و تنتشر فوق بعضها بعضاً و هذا يوافق تقلصاً ب5 % من الحجم الكلي.

المرحلة الوسطية:

في أثناء هذه المرحلة تبدأ الحبيبات في النمو وتتميز أيضاً بظهور بنية جديدة مكونة من حبيبات وفراغات مفتوحة تميل لأخذ أشكال أسطوانية. إن هذه المرحلة ذات أهمية كبرى في مراقبة تطور البنى الدقيقة للخزفيات، حيث إنّ أعلى نسبة من التكثيف تكون في أثناء هذه المرحلة.

المرحلة النهائية:

تتشكل الفراغات المغلقة ذات الأشكال الكروية تقريباً، حيث إنّ هذه الفراغات تبقى معزولة داخل الحبيبات و ذلك نتيجة للنمو الحبيبي، كما أن التكثيف يتم ببطء، و هنا يمكن القول إنّ التلبيد قد وصل إلى نهايته.

الفصل الثاني :خواص عينات المواد السيراميكية

(2−1) دراسة الكتلة الحجمية الظاهرية:

تقاس ابعاد العينات المكبوسة والملبدة (القطر والثخانة) بواسطة جهاز بلمر وتزن كتلتها بواسطة ميزان حساس، وذلك لحساب الكتلة الحجمية الظاهرية، وتحسب الكتلة الحجمية حسب العلاقة الآتية[9]:

$$\rho = \frac{m}{V} \dots\dots\dots\dots\dots (1-2)$$

(2−2) دراسة القساوة المجهرية:

استعملنا اختبار فيكرز للقساوة للعينات الملبدة وذلك لمعرفة القساوة المجهرية للعينات المراد دراستها حيث استُخدم جهاز من نوع AFFERI بتطبيق كتلة ذات قيمة مساوية ل $500\ g$، وتحسب القساوة المجهرية من العلاقة الآتية [9]:

$$H_V = 1.8544 \frac{P}{d^2} \dots\dots\dots\dots\dots (2-2)$$

P هي الحمولة المطبقة وتقاس بالغرام.

d قطر فيكرز ويقاس بالميكرو متر وعلاقته : $\frac{d_1+d_2}{2}$

وتعرف القساوة على أنها مقدار المقاومة التي يبديها سطح مصقول إزاء الخدش وهذه خاصية مهمة في تميز المعادن، فالمعادن الأكثر صلابة (قساوة) تخدش المعادن التي هي أقل صلابة منها، ويمكن قياس صلابة المعدن المراد الكشف عنه بمعدن آخر له درجة صلابة معروفة فإذا خدشه يكون أقل صلابة من المعدن الذي خدشه، ويجري اختبار القساوة عملياً باستخدام أدوات ومواد بسيطة، وللدقة فقد استخدم مقياس موهس للقساوة ، الذي ابتكره عالم المعادن الألماني فردريك موهس في القرن التاسع عشر ، ويتكون مقياس موهس للقساوة من عشرة معادن مرجعية ترتب طبقاً للازدياد في القساوة، ويعُدّ معدن التلك أقلها قساوة ومعدن الماس أكثرها قساوة.

(2−3) دراسة البنية المجهرية:

استُعملت تقنية التحليل باستعمال المجهر الإلكتروني الماسح لدراسة البنية المجهرية، وذلك من أجل معرفة آليات التلبيد وطرق نمو الحبيبات بحيث ترتكز هذه التقنية على مبدأ التفاعل إلكترون _ مادة، وهي قادرة على إعطاء صور ثلاثية

الأبعاد بتحليل عالٍ لسطح العينة المدروسة، ولذلك ترش العينات بمادة ناقلة كهربائياً لتصبح العينات ناقلة (لأن المادة الخزفية عازلة ومن ثم فهي لا تعكس الأشعة)، ومن ثم يحصل تفاعل بين الحزمة الإلكترونية والمادة المراد دراستها، وينتج بذلك انبعاث العديد من الأشعة التي تُحلل بواسطة كواشف مختلفة :

الإلكترونيات الثانوية: تصدر من الطبقات السطحية تعطي معلومات تفصيلية حول سطح العينية.

الإلكترونيات الراجعة: تسمح بقياس التجانس الكيميائي للعينة والقيام بتحليل نوعي للعينة.

إلكترونيات أوجي أو الأشعة X : تسمح بإعطاء معلومات حول تركيب العينة وخاصةً سطحها.

(2−4) التمدد الحراري:

ترتفع الطاقة الداخلية لمادة ما تحت تأثير درجة الحرارة عند التسخين، وبفعل الاهتزاز الحراري تزداد المسافة بين الذرات، هذه الزيادة في البعد يمكن ربطها بإيجاد علاقة بين درجة الحرارة و معامل التناسب وهو معامل التمدد الحراري. قياس التمدد الحراري للمادة المدروسة يسمح بتحديد التمدد الخطي أو الحجمي من أجل كل درجة حرارة

معامل التمدد الخطي: يمكن حسابه من العلاقة الآتية [9]:

$$\alpha_l = \frac{dl}{l} dT \dots\dots\dots\dots\dots\dots (3-2)$$

التمدد الحراري لمادة ما متعلق ببنيتها الداخلية وهذه البنية هي المسؤولة عن قيمة معامل التمدد الحراري، مثلاً الألومين وأوكسيد الزركنيوم لهما معامل تمدد حراري كبير، وهذا ما يفسر مقاومتها الضعيفة للإجهاد الخارجي ،وعلى العكس فالمواد السيراميكية التكافؤية لها معامل تمدد حراري ضعيف بسبب امتصاص الاهتزازات في فجوات البنية البلورية .

نتائج دراسة الخواص المذكورة سابقاً: أُخذت نتائج قياس الخواص السابقة لعينات عدة معالجة عند درجات حرارة مختلفة، و بتركيبات مختلفة، حيث قيست في البدء هذه الخواص بدون أي إضافة، و لوحظ أنه بالإمكان تحسين جميع الخواص السابقة بإضافة مواد أخرى أهمها فوسفات ثلاثية الكالسيوم الذي أسهم في تحسين جميع الخواص المدروسة مسبقاً، كما ستظهر النتائج الآتية:

(2−5) النتائج:

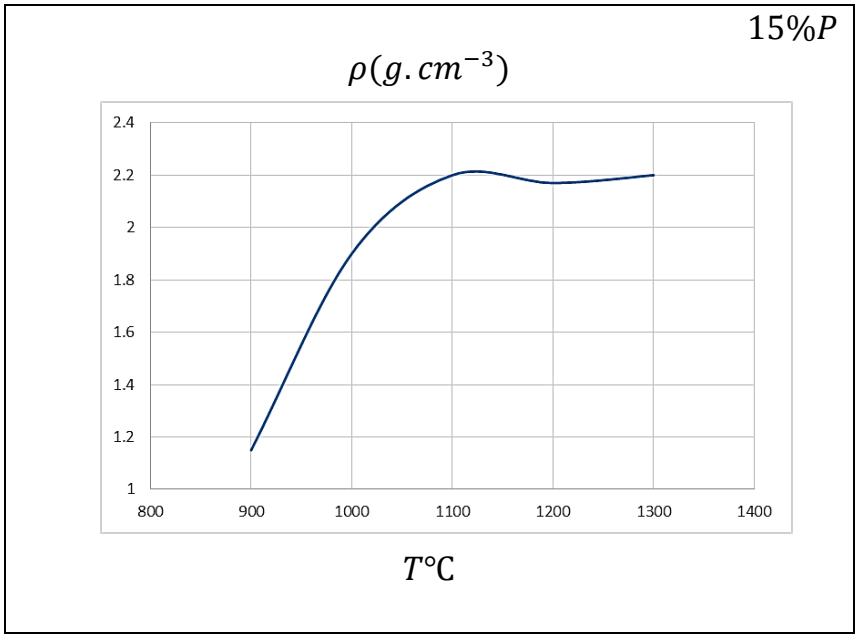
1 – حساب الكتلة الحجمية الظاهرية:

حُضّرت عينات بشكل أقراص من مسحوق الكاولين مضاف إليه تراكيز مختلفة من فوسفات ثلاثي الكالسيوم بنسب 5و10 و15 % وزناً، عولجت عند درجات حرارة مختلفة من 900°C إلى 1300°C. بقياس الكتلة الحجمية الظاهرية كانت النتائج المدونة في الجدول (2−1). وحسب الشكل (2−1) نلاحظ تزايد الكتلة الحجمية الظاهرية بزيادة درجة الحرارة حتى تبلغ قيماً عظمى عند درجة حرارة 1300°C والتي تقدر ب $2.094g/cm^3$ بالنسبة للكاولين دون إضافة و $2.167g/cm^3$ بالنسبة للكاولين بإضافة 5% فوسفات ثلاثية الكالسيوم ، و $2.167g/cm^3$ بالنسبة للكاولين بإضافة 10% فوسفات ثلاثية الكالسيوم ، و $2.245g/cm^3$ بالنسبة للكاولين بإضافة 15%.

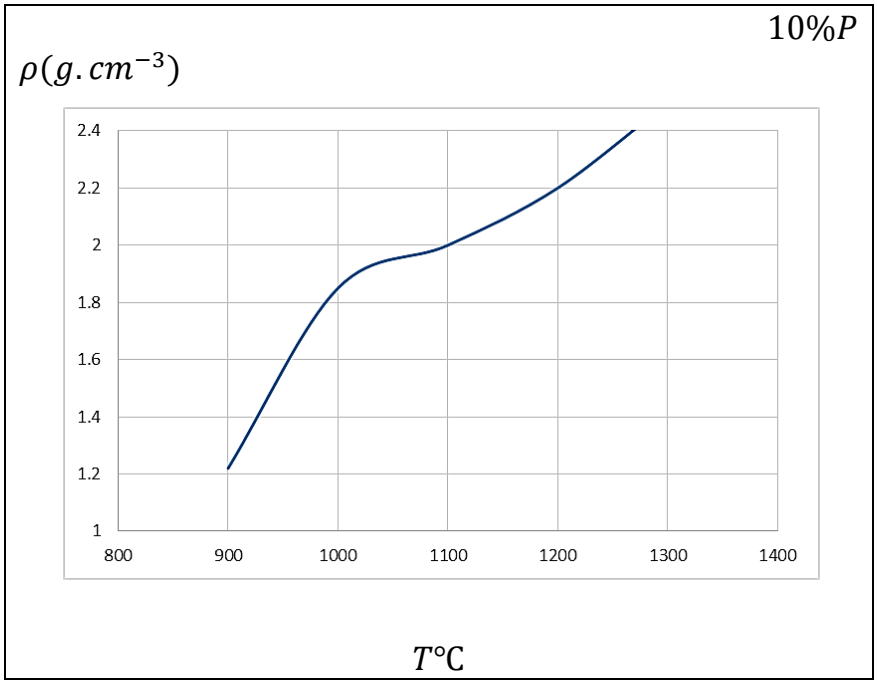
إن التزايد في الكتلة الحجمية راجع إلى آلية التلبيد، حيث تلتحم الحبيبات وتتناقص الفراغات. كما أن إضافة الفوسفات ثلاثية الكالسيوم له تأثير على عملية التلبيد، حيث نلاحظ أن الكتلة الحجمية لمختلف العينات تتزايد بزيادة نسبة فوسفات ثلاثية الكالسيوم عند مختلف درجات الحرارة، وهذا يشير إلى أن فوسفات ثلاثية الكالسيوم يحسن في عملية التلبيد.

الجدول(2−1)الكتلة الحجمية الظاهرية بدلالة درجة الحرارة

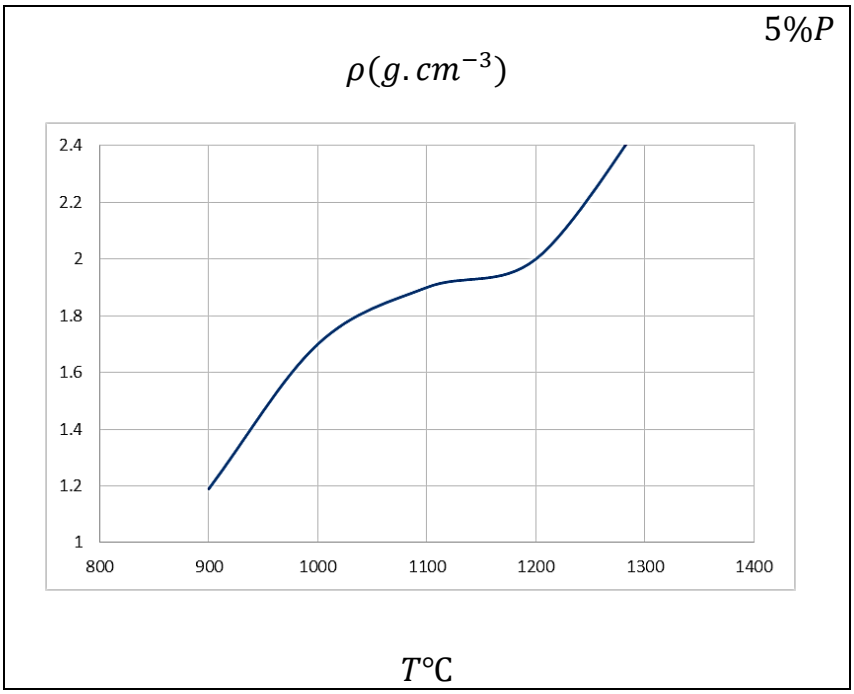
1300	1200	1100	1000	900	T°C / $\rho(g.cm^{-3})$
2.094	1.837	1.610	1.371	1.099	$\rho(0\%P)$
2.167	2.011	1.896	1.736	1.2	$\rho(5\%P)$
2.167	2.069	2.027	1.871	1.256	$\rho(10\%P)$
2.245	2.229	2.229	1.968	1.173	$\rho(15\%P)$



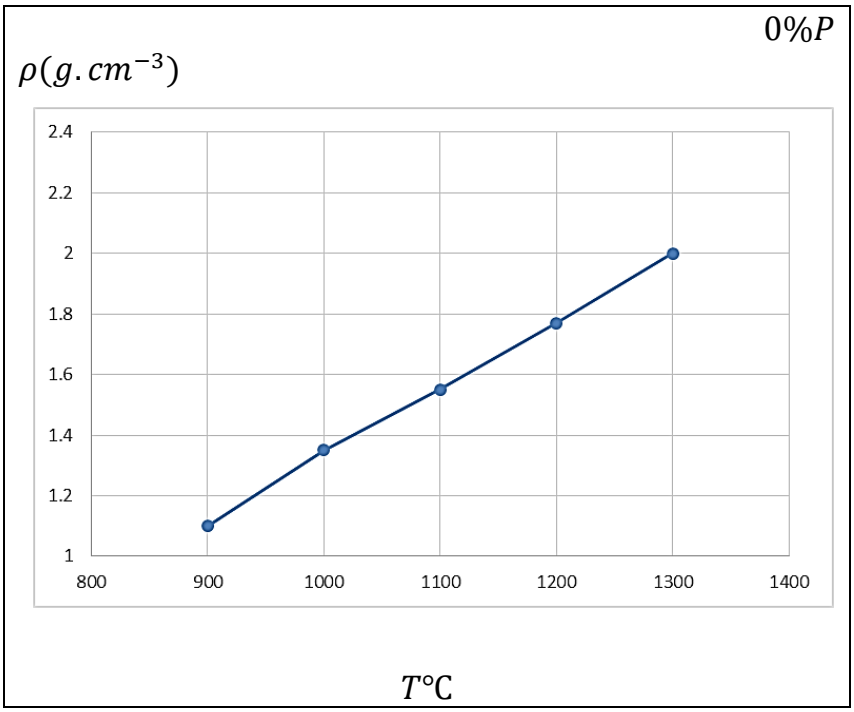
الشكل (2-1)تغير الكتلة الحجمية بدلالة درجة الحرارة و15% فوسفات ثلاثية الكالسيوم



الشكل (2-2)تغير الكتلة الحجمية بدلالة درجة الحرارة و10% فوسفات ثلاثية الكالسيوم



الشكل (2-3)تغير الكتلة الحجمية بدلالة درجة الحرارة و5% فوسفات ثلاثية الكالسيوم



الشكل (2-4)تغير الكتلة الحجمية بدلالة درجة الحرارة و0% فوسفات ثلاثية الكالسيوم

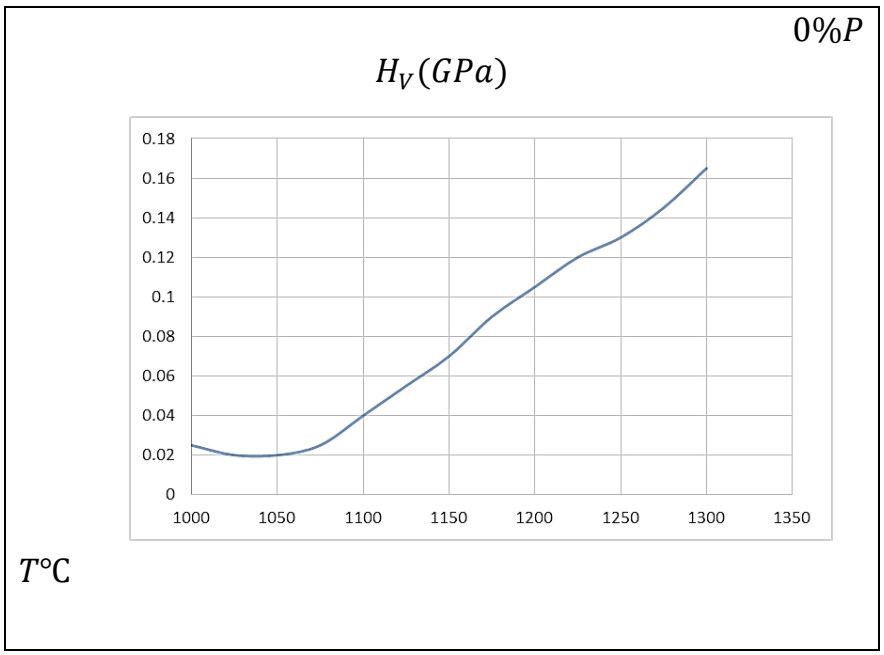
2- القساوة المجهرية :

استعمل اختبار فيكرز للعينات المدروسة والملبدة عند 1000°C إلى غاية 1300°C، حيث طبقت كتلة مقدارها $500g$. وحُسبت القساوة المجهرية، فكانت النتائج كما في الجدول (2-2)، والأشكال التالية تبين تغير القساوة المجهرية بدلالة درجة الحرارة لمختلف العينات.

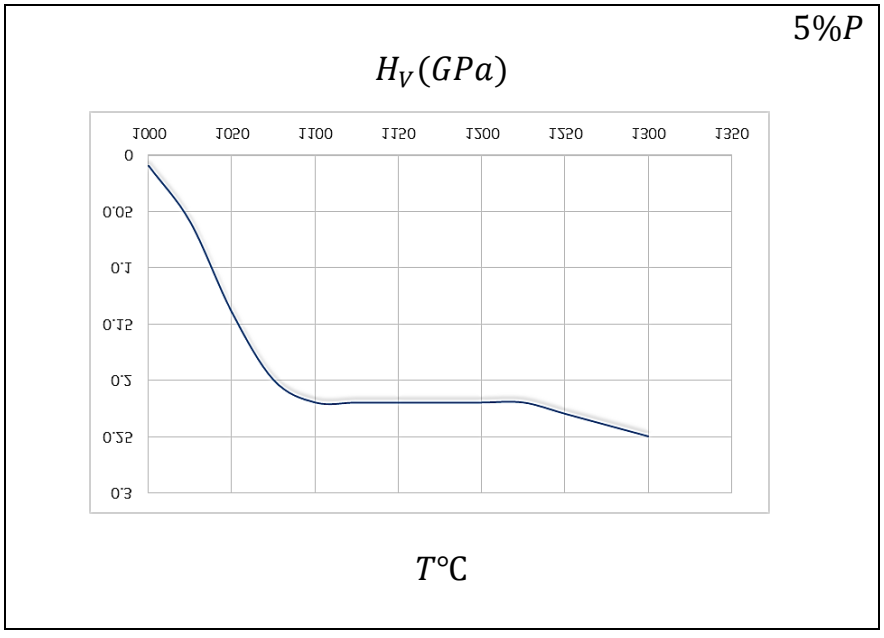
يلاحظ من خلال المنحنيات ارتفاع القساوة المجهرية مع زيادة تركيز إضافة الفوسفات ثلاثية الكالسيوم ومع ارتفاع درجات الحرارة ، حيث بلغت قيماً عظمى عند درجة حرارة 1300°C. إن زيادة القساوة المجهرية تعود إلى ارتفاع نسبة التلبيد كما يبينه تغير الكتلة الحجمية، كما أن إضافة فوسفات ثلاثية الكالسيوم يحسن من عملية التلبيد، ويساعد على ظهور أطوار بلورية أكثر قساوة أو طور زجاجي يساعد على تلاحم الحبيبات.

الجدول (2-2)القساوة المجهرية بتغير درجة الحرارة

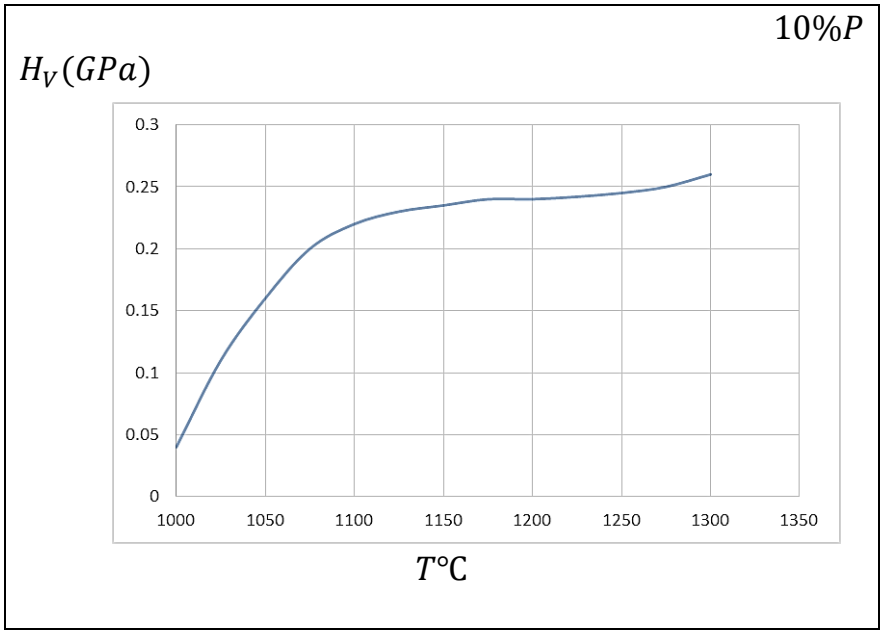
1300	1200	1100	1000	T°C / $H_V(GPa)$
0.1717	0.1112	0.0414	0.0321	$H_V(0\%P)$
0.2485	0.2213	0.1908	0.0128	$H_V(5\%P)$
0.2596	0.2351	0.2175	0.0719	$H_V(10\%P)$
0.2715	0.2472	0.2367	0.1358	$H_V(15\%P)$



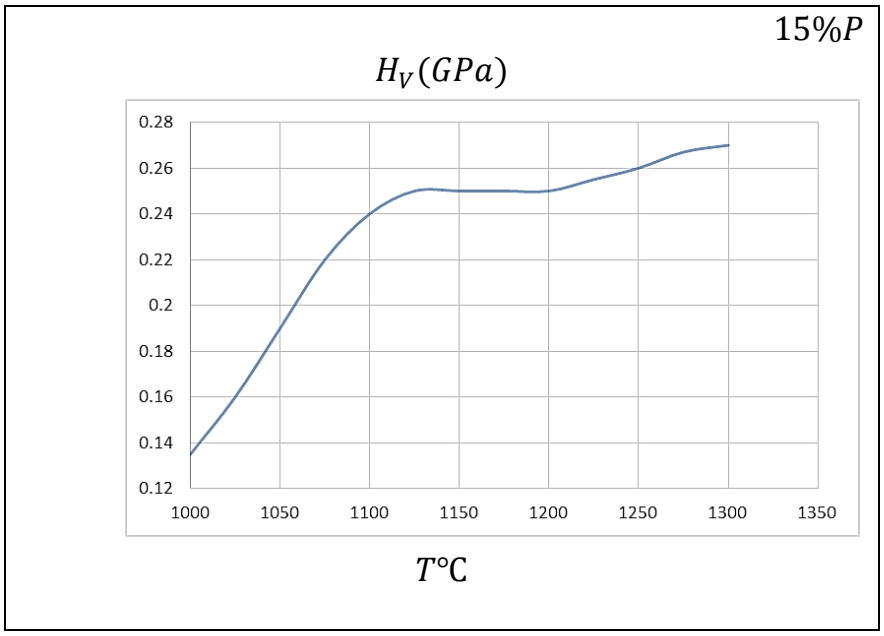
الشكل (2-5) تغير القساوة المجهرية بدلالة درجة الحرارة و0% فوسفات ثلاثية الكالسيوم



الشكل (2-6) تغير القساوة المجهرية بدلالة درجة الحرارة و 5% فوسفات ثلاثية الكالسيوم



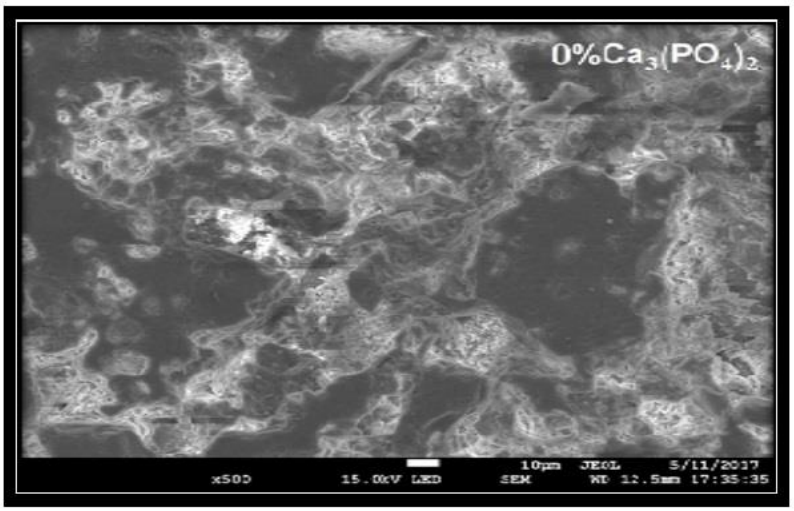
الشكل (2-7) تغير القساوة المجهرية بدلالة درجة الحرارة و10% فوسفات ثلاثية الكالسيوم



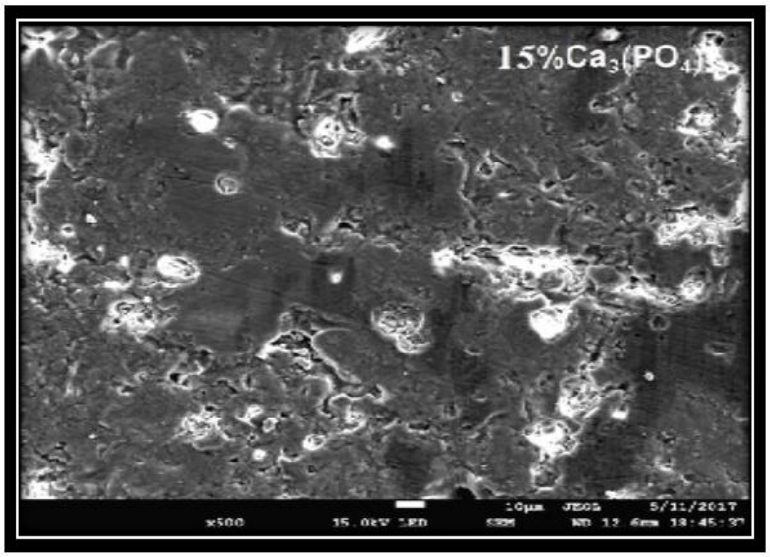
الشكل (2-8) تغير القساوة المجهرية بدلالة درجة الحرارة و15% فوسفات ثلاثية الكالسيوم

3- دراسة البنية المجهرية :

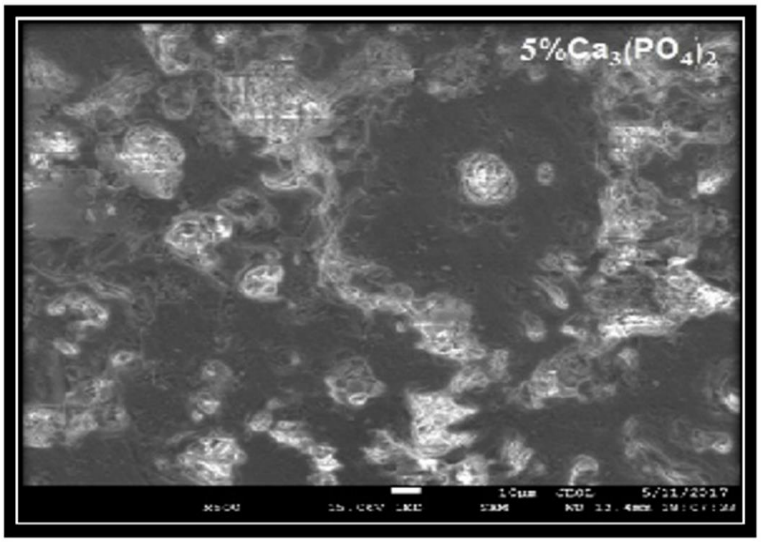
استُعمل المجهر الإلكتروني الماسح لمعاينة البنية المجهرية للعينات الملبدة، وأخذت الصور باستخدام الإلكترونات الثانوية. تبين الأشكال الآتية البنية المجهرية لعينات من الكاولين دون إضافة وأخرى بإضافة 5% و 15% من فوسفات ثلاثية الكالسيوم $Ca_3(PO_4)_2$ ملبدة عند درجة حرارة 1300°C لمدة ساعتين . تظهر الصور الثلاث مورفولوجية سطوح العينات بعد صقلها ومعالجتها حرارياً عند 1200°C للمرة الثانية لمدة ساعة ، ويلاحظ اختلافاً لا بأس به بين السطوح، ففي العينة المشكلة من الكاولين من دون إضافة $Ca_3(PO_4)_2$ توجد تضاريس كثيرة، وهذا يدل على أن التلبيد لم يكن جيداً بحيث أثناء الصقل نُزعت حبيبات كاملة من السطح تاركة خلفها تضاريس متباينة، كما يدل كذلك على وجود فراغات لا بأس بها بين الحبيبات. بينما العينات المشكلة من الكاولين بإضافة الفوسفات تقل التضاريس وتزداد نسبة السطح المصقول كلما كانت نسبة الفوسفات أكبر، ويمكن القول إن التلبيد تحسن بإضافة الفوسفات وازداد تماسك الحبيبات بتشكل طور زجاجي بينها، كما نقصت نسبة الفراغات.



الشكل (2-9)البنية المجهرية بدون إضافة فوسفات ثلاثية الكالسيوم



الشكل (2–10)البنية المجهرية مع 15%فوسفات ثلاثية الكالسيوم



الشكل (2–11) البنية المجهرية مع 5%فوسفات ثلاثية الكالسيوم

4- التمدد الحراري :

يمثل الشكل (2-12) التمدد الحراري الطولي لعينات مشكلة من الكاولين دون إضافة و بإضافة فوسفات ثلاثية الكالسيوم ملبدة عند درجة حرارة 1300°C لمدة ساعتين.

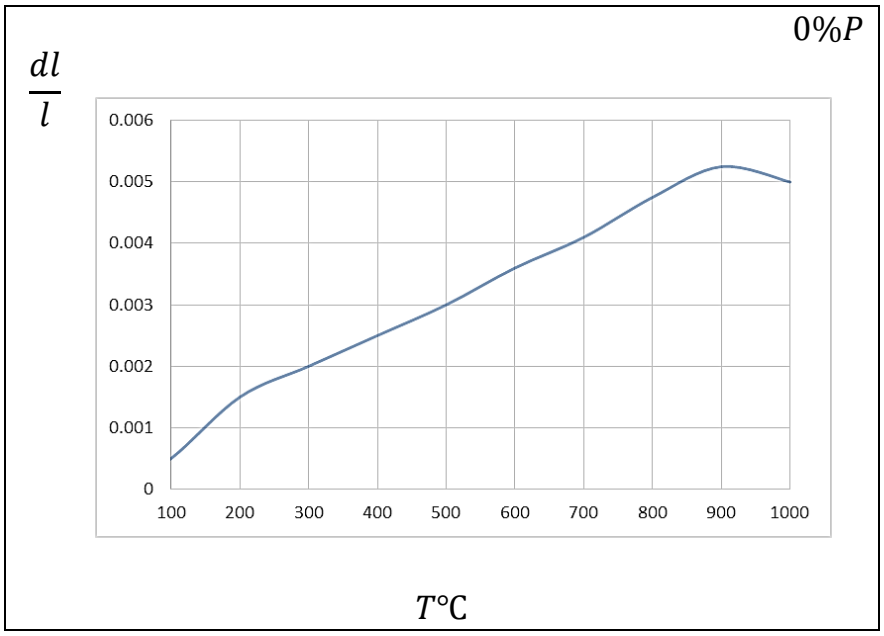
في حالة العينة المشكلة من الكاولين دون إضافة يلاحظ تمدد حراري خطي من جزأين:

في الجزء الأول المحصور بين 20 و 200°C يوجد تمدد حراري بوتيرة أسرع من التمدد الحراري الموجود في الجزء الثاني . يرجح سبب التمدد الحراري السريع في الجزء الأول إلى تحول طور الكريستوباليت من الشكل α إلى الشكل β الموجود في العينة ويصاحب هذا التحول زيادة لا بأس بها لأبعاد البنية البلورية للكريستوباليت .

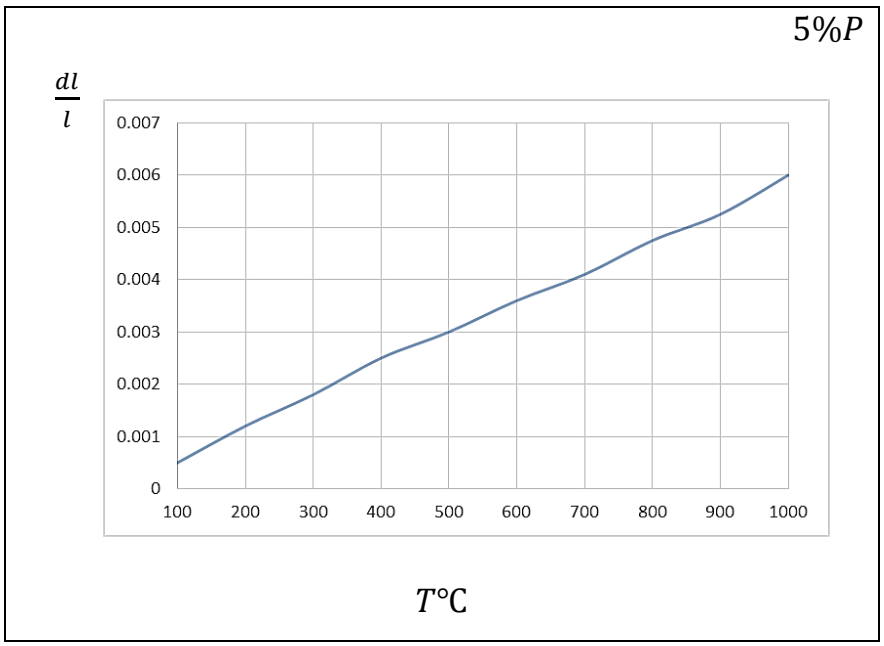
في حال العينة المشكلة من كاولين مضاف 5% من فوسفات ثلاثية الكالسيوم يلاحظ تمدد حراري خطي إلى غاية 750°C، ثم بعدها تزداد وتيرة التمدد بشكل طفيف جداً.

وتكون الظاهرة أكثر وضوحاً في حالة العينة المشكلة من الكاولين مضافاً إليها 10% فوسفات ثلاثية الكالسيوم. يمكن أن يربط هذا التغير في منحني التمدد إلى وجود أطوار مختلفة لفوسفات الكالسيوم في العينات، حيث تحدث تحولات طورية بلورية لها.

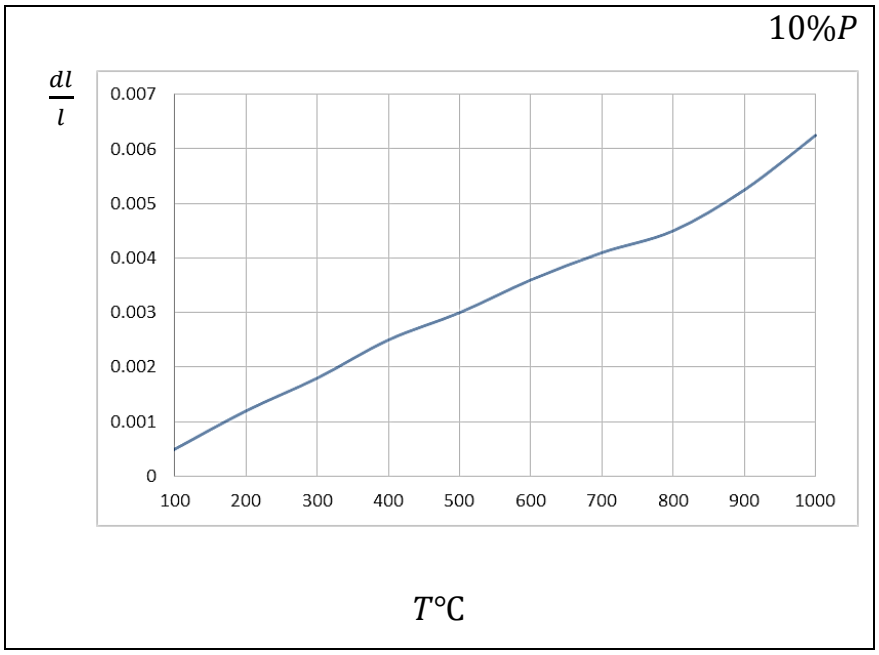
أما في حالة العينة المشكلة من الكاولين مضافاً إليها 15% من فوسفات ثلاثية الكالسيوم فيلاحظ تمدد حراري خطي من درجة حرارة الغرفة إلى غاية 750°C تقريباً، ثم بعدها يحدث تقلص يمكن أن يعود إلى إعادة ترتيب بنيوي للحبيبات بوجود طور زجاجي جديد .



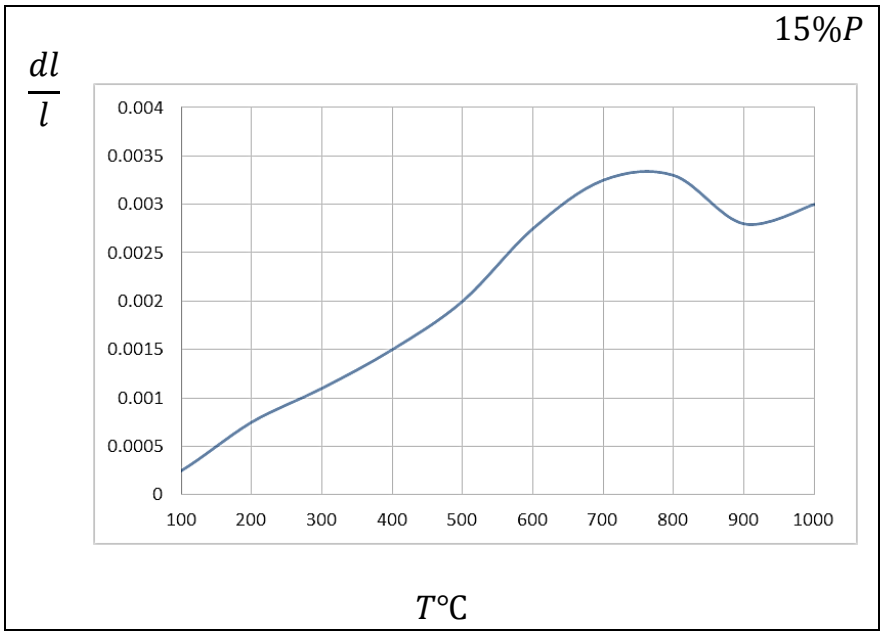
الشكل (2–12) تغير التمدد الحراري بدلالة درجة الحرارة و0% فوسفات ثلاثية الكالسيوم



الشكل (2–13) تغير التمدد الحراري بدلالة درجة الحرارة و5% فوسفات ثلاثية الكالسيوم



الشكل (2-14) تغير التمدد الحراري بدلالة درجة الحرارة و10% فوسفات ثلاثية الكالسيوم



الشكل (2-15) تغير التمدد الحراري بدلالة درجة الحرارة و15% فوسفات ثلاثية الكالسيوم

إن نتائج القياسات والدراسات السابقة تبين وتؤكد تأثير فوسفات ثلاثية الكالسيوم على تلبيد الكاولين وعلى خواصها ويستحق هذا العمل توسعاً وتدقيقاً أكثر.

الفصل الثالث: مبادئ ومفاهيم أساسية في الترشيح والمرشحات

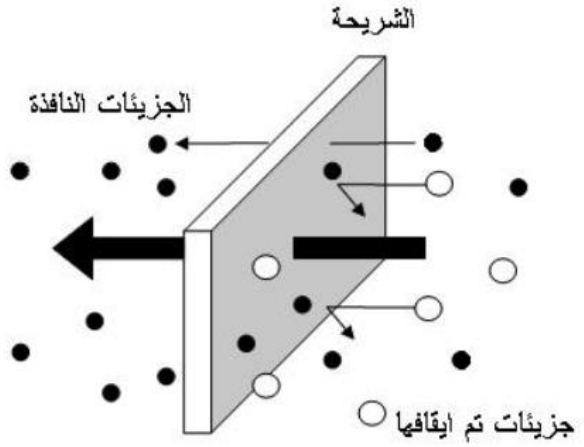
مقدمة :

الترشيح (Filtration) هو إزالة الجزيئات الصلبة الدقيقة أو المنحلة من السائل بتمريرها من خلال غشاء نفوذ (طبقة رقيقة) أو طبقة ذات فتحات صغيرة. إنها إحدى التطبيقات الصناعية الأساسية التي تهم مجالاً واسعاً من الصناعات مثل: الصناعات الكيميائية الأساسية (صناعة حمض الكبريت وماءات الصوديوم)، معالجة المياه، صناعة الأغذية والمشروبات.....الخ.[2] .

إن الهدف من الترشيح هو الحصول على سوائل نقية في وقت قصير وجهود قليلة وكلفة منخفضة.

(3-1) تعريف الشريحة:

الشريحة هي سطح مادي رقيق جداً (ذات ثخانة ضعيفة من أجزاء الميليمتر) يمكن أن تكون عبارة عن فيلم بيولوجي أو عبارة عن فيلم محضر من مادة عضوية أو غير عضوية (معدنية أو خزفية) تعمل على إيقاف أو تمرير جزيئات منحلة أو عالقة تحت تأثير قوى فعالة ميزتها أنها تسمح بمرور منتظم للمادة عبرها. نعني بهذا إذا ورد سائل به أصناف مختلفة من الجزيئات على سطح الطبقة فإن بعض الجزيئات تُقف ونوع آخر يسمح له بالمرور.



الشكل(3-1) رسم توضيحي للشريحة

(3-2) تصنيف الشرائح[18]:

يمكن تصنيف الشرائح (الطبقات الرقيقة) المتوفرة حالياً وفق آلية الفصل فيها أو بنيتها أو طبيعتها الكيميائية أو طريقة تحضيرها.

(3-2-1) تصنيفها وفق آلية الفصل:

آلية الفصل في الشرائح (الأغشية) معقدة وغير معروفة جيدا حتى الآن، ومن بين العوامل المؤثرة في عملية الترشيح باستخدام الشرائح نذكر تصادم الجزيئات مع جدران فراغات الشريحة، الانتشار داخل مادة الشريحة أو مسامات الشريحة، القوى السطحية الجاذبة أو الدافعة خاصة قوى التدافع الكهربائي.

والتصنيف الشائع هو:

1 - الأغشية (الطبقات الرقيقة) المسامية:

عبارة عن حاجز مسامي فتحاته صغيرة، وفق قطر هذه المسامات يُسمح أو تُوقف الجزيئات ذات الكتل و الأحجام المختلفة، فالأغشية المسامية عبارة عن أوساط مرشحة تقوم بعملية فصل انتقائية حيث تسمح بمرور العناصر الكيميائية المنحلة أو العالقة من وسط لوسط آخر.

وهذا تحت تأثير فرق في الضغط بين الوسطين أو تدرج في التركيز أو الجهد...الخ.

الأغشية المسامية تستخدم في عمليات الفصل أو التركيز، وتطبيقاتها واسعة وتهم العديد من القطاعات الصناعية، نذكر منها ميدان الصيدلة إذ تتطلب صناعة الأدوية مياهاً عالية النقاوة، ميدان معالجة المياه، ميدان الصناعات الغذائية فهي تستخدم مثلاً للرفع من تركيز بعض المشروبات، ميدان الكيمياء والبتروكيمياء لفصل المواد الصلبة عن السائلة، ميدان البيولوجيا..الخ. نسبة الفراغات وأبعادها في الشريحة يُتحكم بها حسب الحاجة والتطبيق.

ويشمل قسم الشرائح (الأغشية) المسامية:

- شرائح التنقية الميكرونية (Microfiltration (MF))
- شرائح التنقية الميكرونية الدقيقة (Ultrafiltration (UF))

- شرائح التنقية النانومترية (Nano filtration (NF))

قطر فراغات هذه الشرائح قسم بشكل تقريبي إلى أربعة مجالات:

أكبر من $10\mu < \text{ø}$ خاص أو يعرف بالترشيح العادي أو التقليدي.

$10\mu > \text{ø} > 0.1$ خاص بالتنقية الميكرونية.

$10\mu > \text{ø} > 0.01$ خاص بالتنقية الميكرونية الدقيقة.

إذا كان ø من رتبة النانومتر فهو خاص بالتقنية النانومترية.

2 – شرائح (أغشية) منعدمة المسامية (كثيفة):

هي شرائح مساميتها منعدمة ماعدا فراغات البنية البلورية. يتطلب استعمال هذه الأغشية يتطلب استخدام ضغط عالٍ، وهي تمتاز بدرجة انتقاء عالية لكن نفاذيتها ضعيفة وتحضر في الغالب من مواد عضوية.

هذا النوع من الأغشية خاص بالنفاذية الغازية والأسموز العكسي وتعتمد آلية الفصل فيها على ظاهرة الانتشار.

ونشير إلى أن بعض الباحثين يصنف شرائح الأسموز العكسي ضمن قسم الشرائح المسامية، لذلك فهذا التصنيف يختلف من مرجع لآخر.

1. شرائح (أغشية) التبادل الأيوني:

وهي نوع خاص من الطبقات الكثيفة تحضر غالباً من مواد عضوية. نفاذيتها لبعض الأيونات ومنخفضة بالنسبة للماء. عملية الفصل في هذا النوع من الشرائح تتم تحت تأثير الفرق في الكمون الكهربائي.

(3-2-2) تصنيف الطبقات الرقيقة (الأغشية) وفق بنيتها:

من وجهة نظر بنيوية يمكن تصنيف الطبقات الرقيقة إلى ثلاثة أصناف وهي: الطبقات المتجانسة والطبقات غير المتجانسة والطبقات المركبة والطبقات الليفية المجوفة.

1. الشرائح المتناظرة يمكن أن تكون مسامية أو كثيفة. بنية هذه الشرائح تبقى نفسها على امتداد كامل ثخانة الشريحة.

2. شرائح ذات بنية غير متناظرة حيث تتغير البنية من طبقة لأخرى. وتحت هذا الفرع نميز نوعين آخرين.

- طبقات محضرة من المادة نفسها.
- شرائح مركبة: وتتكون أساساً من طبقتين

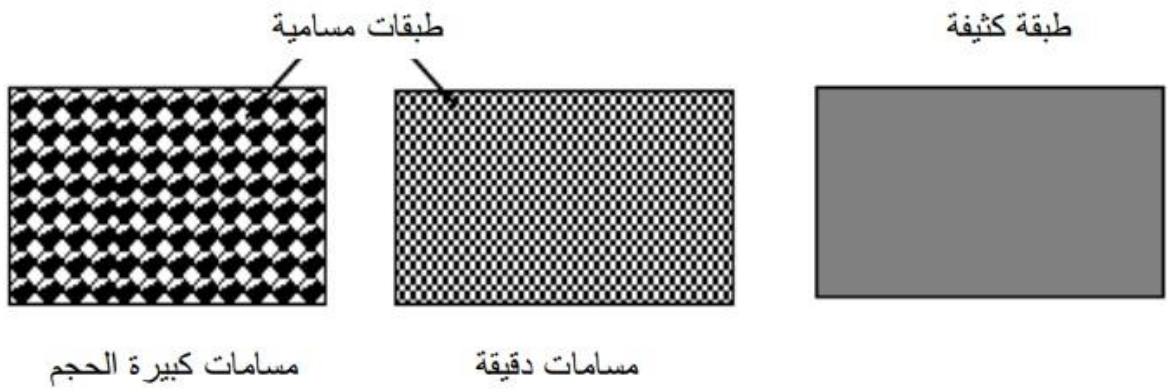
- طبقة فعالة على شكل قشرة أو غشاء رقيق جداً وهي التي تكون في تماس مباشر مع السائل المراد ترشيحه.
- طبقة حاملة يكون لها ثخانة ونفاذية أكبر من سابقتها.

غالبية الشرائح التقنية المكرونية والنانومترية هي من النوع غير المتناظر لأن هذا يسمح بالحصول على نفاذية أعلى.

الشرائح المتجانسة:

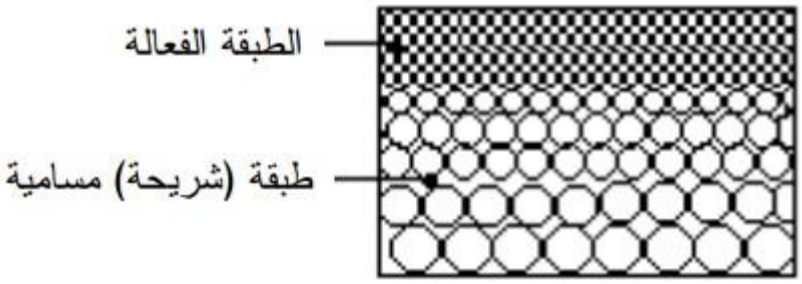
تتكون من طبقة واحدة، غالبيتها هي طبقات عضوية وتستخدم خاصة في التقنية الميكرونية.

الشكل(3-2) مخطط يوضح بنية شرائح متجانسة



الطبقات غير المتناظرة:

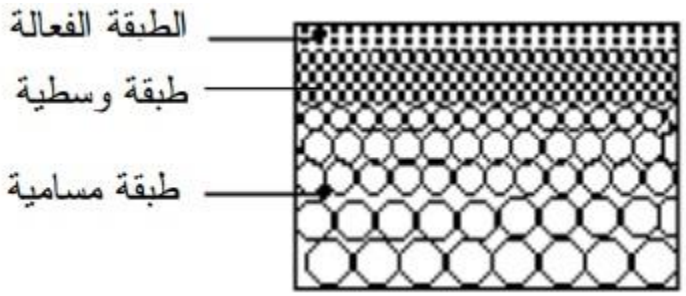
اكتُشفت في حدود الستينيات وتتكون من طبقتين على الأقل موضوعتين فوق بعضهما بعضاً، الطبقة العلوية أو الطبقة الفعالة رقيقة جداً (0.1-10µ) الطبقة الأخرى مساميتها عالية وثخانتها أكبر (100-200µ) خصائص الترشيح في هذا النوع من الطبقات (النفاذية، الانتقائية..الخ) تتحكم في الطبقة الفعالة.



الشكل (3–3) مخطط يوضح بنية طبقة غير متناظرة

الطبقات المركبة:

وهي طبقات غير متجانسة تتكون من طبقتين على الأقل اكتُشفت بهدف الرفع من قيمة النفاذية مقارنة مع الطبقات غير المتناظرة وهي تتكون من غشاء رقيق جداً نصف نفوذ موضوع على مسند (حامل) ذي نفاذية ومسامية عاليتين. الحامل والغشاء مشكل من مادتين مختلفتين.



الشكل (3–4) مثال توضيحي حول بنية طبقة مركبة

الطبقات الليفية المجوفة:

تكون على شكل أنبوب قطره الخارجي يتراوح بين 50 و 1000µ والداخلي بين 25 و 800µ، وتحضر بالطريقة نفسها التي تحضر بها الألياف الصناعية، وفي غالبيتها هي طبقات غير متناظرة حيث توضع الطبقة الفعالة على السطح الداخلي أو الخارجي للأنبوب وفق المساحة.

(3-3) نماذج (أشكال) الطبقات الرقيقة:

تصنيف الشرائح حسب شكلها:

يمكن تصنيف الشرائح حسب الشكل الذي صنعت عليه إلى:

1. شرائح مستوية
2. شرائح أنبوبية الشكل

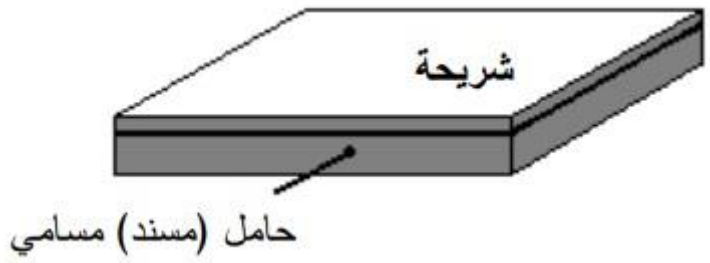
تركب هذه الأشكال في نماذج مختلفة، ويعرف النموذج على أنه وحدة صغيرة يمكن صناعة نماذج أكبر مشابهة له بهدف استغلالها في المجال الصناعي. لوضع الطبقات الرقيقة في الخدمة تركب على حوامل ذات أشكال مختلفة، حيث نميز أربعة نماذج وهي: أنبوبية الشكل، مستوية، ليفية مجوفة أو حلزونية.

عند اختيار شكل من هذه الأشكال يجب أن تأخذ بالحسبان بعض العوامل ونذكر منها:

- نظام جريان المادة. هل هو رقائقي أم توربيني وهذا لتفادي ظاهرة الاستقطابية.
- سهولة عملية التنظيف.
- هل هناك ضرورة تستدعي وجود مساعد مرشح أم لا.

(3-3-1) الطبقات الرقيقة المستوية:

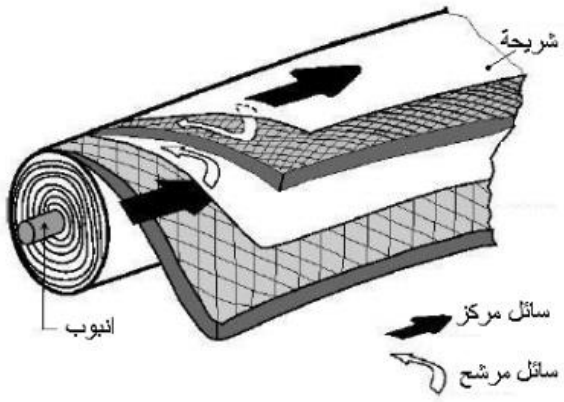
هذا النوع من الطبقات يعد أبسط الأشكال وأقدمها، ونجده على شكل صفائح أحادية أو على شكل علبة مكونة من صفائح عدة .



الشكل (3-5) شكل توضيحي لطبقة مستوية

(3-3-2) الشكل الحلزوني:

هذا الشكل في حقيقة الأمر هو عبارة عن مجموعة من الطبقات الرقيقة المستوية لُفّت حول أنبوب يحتوي سطحه على فتحات تنفذ من خلالها المادة المرشحة. توضع بين كل طبقتين شبكة مرنة تعمل على خلق اضطراب في جريان المائع.



الشكل (3-6) شكل توضيحي لطبقة حلزونية

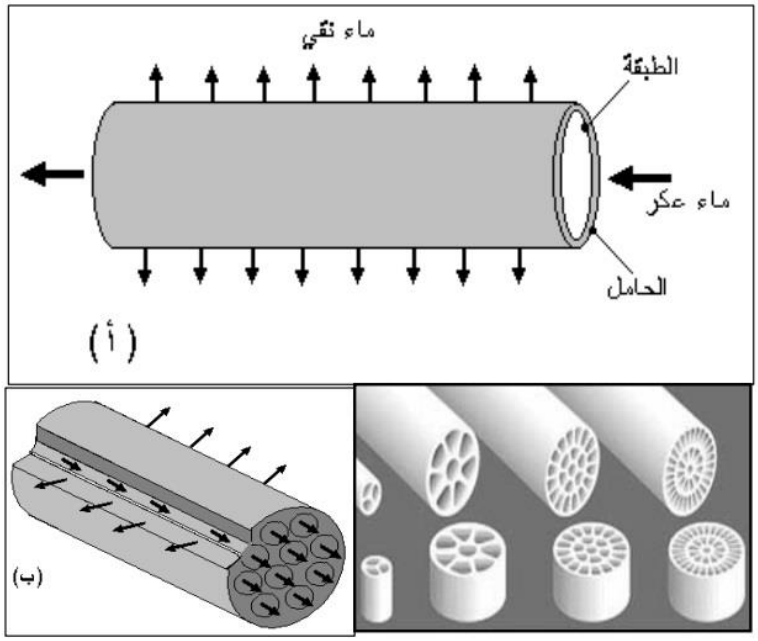
(3-3-3) الشكل الأنبوبي:

يتكون هذا النوع من أنبوب له مسامية ونفاذية عاليتان (الحامل) توضع عليه طبقة أو طبقات نصف نفوذة. أبعاد الأنبوب (الطول ونصف القطر) تُختار حسب الحاجة والكلفة، وإن كان في الغالب صغر نصف القطر يقلل من استهلاك الطاقة والتكلفة الإنتاجية.

نميز في الشكل الأنبوبي نوعين: أنبوب أحادي القناة، وأنبوب متعدد القنوات.

(3-3-4) نموذج الألياف المجوفة :

هذا النموذج في الواقع مشابه للنموذج السابق. وهو عبارة عن مجموعة من الأنابيب لها قطر صغير يتراوح بين بضع أعشار الميكرونات وبضع مليمترات. يختلف هذا النموذج عن سابقه في التركيب، فالشكل الأنبوبي يتكون من حامل + شريحة، أما هذا الأخير فالألياف تؤدي في الوقت نفسه دور الحامل والشريحة.



الشكل (3-7) رسم توضيحي لمرشحات أنبوبية الشكل

وفيما يأتي جدول مقارنة بين أنواع المرشحات المختلفة:

الجدول (3-1) مقارنة بسيطة بين مختلف أشكال المرشحات

الشكل	المحاسن	المساوىء
أنبوبية	- سهولة التنظيف - سهولة استبدال أحد الأنابيب في حال إصابته	- حجم ميت كبير - ثمنها مرتفع - صعوبة وصل الأنابيب ببعضها
مستوية	- سهولة الصنع و التركيب	- احتمال انسداد فراغتها بسرعة كبيرة جداً
حلزونية	- ثمنها منخفض - تشغل حيزاً صغيراً	- احتمال انسداد فراغاتها بسرعة - عملية التنظيف صعبة - عملية التفكيك غير ممكنة
ليفية	- حجم ميت صغير	- صعوبة التنظيف - ثمن مرتفع - استبدال التركيبة بأكملها في حال إصابة أحد الألياف

(3-4) الفصل باستخدام الطبقات الرقيقة: أقسامه ومجال تطبيقاته

التقطير والبلورة والطرق الكيمائية المستخدمة في عمليات الفصل في الأطوار السائلة هي تقنيات تقليدية دُعِّمت بإدخال تقنية الفصل بواسطة الطبقات الرقيقة. بالاعتماد على خواص الشريحة المستعملة نميز مستويات عدة للفصل أو التنقية: التناضح العكسي (OI)، التنقية النانومترية (NF)، التنقية الميكروننية الدقيقة (UF)، والتنقية الميكرونية (MF). تتم عمليات الفصل هنا في وسط سائل مع الإشارة إلى أن قطر مسامات الشريحة يتزايد تدريجياً عندما ننتقل من التناضح العكسي إلى التنقية النانومترية ثم التنقية الميكرونية الدقيقة ثم التنقية الميكرونية.

العوامل التي تتحكم في عملية الفصل:

هناك عوامل عدة تتحكم في عملية الفصل نذكر منها:

- أبعاد الجزيئات وشكلها.
- الضغط المطبق.
- شحنة الجزيئات.
- طبيعة الشريحة.

وتبعاً لطبيعة شحنة الجزيئات بالنسبة لسطح الشريحة يمكن أن نلاحظ تفاعلات عدة منها التفاعل جزيء- جزيء والتفاعل جزيء شريحة، وهي عوامل تؤثر في عملية الفصل.

مستويات الترشيح أو الفصل:

للقيام بعملية الترشيح يجب أن يكون لدينا شريحة وتتوفر الطاقة اللازمة للقيام بعملية الفصل. هذه الطاقة يمكن أن تكون عبارة عن تدرج في الضغط أو التركيز أو الكمون الكهربائي.

ونميز أربعة مستويات للفصل وهذا وفق أبعاد الجزيئات المراد فصلها والضغط المطبق:

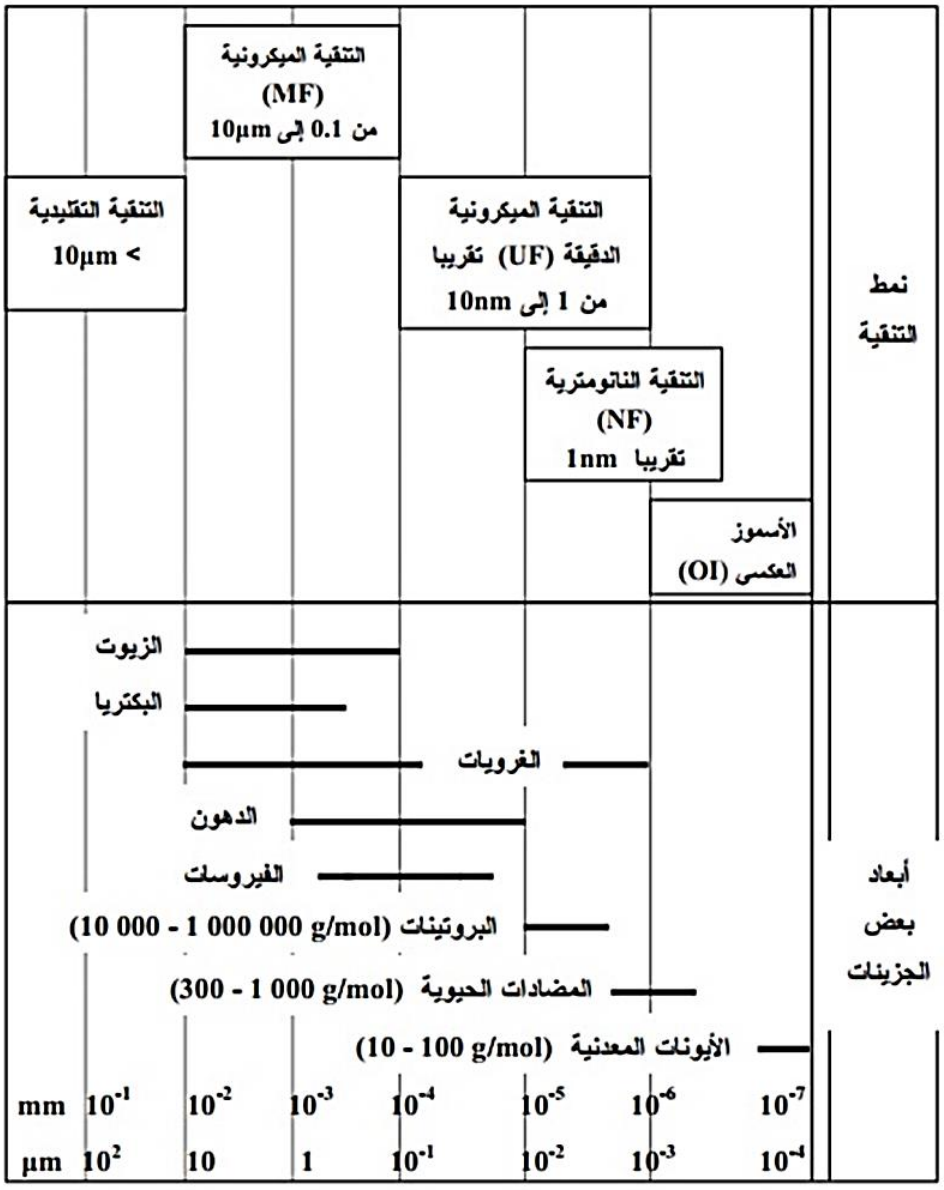
1) التنقية الميكرونية حيث يمكن للضغط المطبق أن يصل إلى 15 PSI
2) التنقية الميكرونية الدقيقة تتراوح قيمة الضغط المطبق بين 10 و 75 PSI

3) التنقية النانومترية تتراوح قيمة الضغط المطبق بين 75 و 250 PSI

4) الأسموز العكسي تتراوح قيمة الضغط المطبق بين 200 و 600 PSI

يبين الجدول (2–3) مجال استعمال الشرائح الرقيقة حسب أبعاد الجزيئات الممكن إيقافها بالإضافة لنمط التنقية لكل شريحة رقيقة حسب أبعاد جزيئاتها

الجدول (3–2) مجال استخدام الشرائح الرقيقة بدلالة أبعاد الجزيئات التي يمكن إيقافها



(3-4-1) التنقية الميكرونية (MF) :

التنقية الميكرونية هي أقدم التقنيات بالنسبة لطرق الترشيح التي تستخدم الأغشية وُضعت في التطبيق بألمانيا سنة 1929 واستخدمت بفعالية في أثناء الحرب العالمية الثانية بهدف الحصول على مياه صالحة للشرب من وجهة نظر بيولوجية. شرائح التنقية الميكرونية المستخدمة في مجال الحصول على ماء الشرب لها قدرة على إيقاف جزيئات أكبر من 0.1µ، وهي تسمح بالتخلص من جزء كبير من الجسيمات المسببة لعكر المياه[1].

تعد التنقية الميكرونية إحدى طرق إزالة الجزيئات الصلبة الدقيقة من السائل، وهذا يتطلب استخدام شرائح تتراوح أبعاد مساماتها بين 0.1 و 10µ، فالأغشية المستعملة في هذه التقنية تسمح بمرور الجزيئات المنحلة سواء كانت صغيرة أو كبيرة الحجم وتوقف الجزيئات الصلبة الكبيرة(< 0.1µ).

بعض استخدامات هذه التقنية في الميدان الصناعي:

- التخلص من الليبدات
- تنقية عصير الفواكه
- استخلاص الخمائر
- تعقيم الماء
- تركيز بعض منتجات الحليب
- التخلص من البكتريا وبعض الغرويات والجزيئات العالقة وكذلك الأيونات التي التصقت بجزيئات عملاقة.

(3-4-2) التنقية الميكرونية الدقيقة (UF):

في هذا النوع من التقنية تستخدم أغشية تتراوح أبعاد مساماتها بين 1 و 100nm، مثل هذه الطبقات تسمح بمرور الجزيئات العملاقة التي لها كتلة مولية عالية مثل البولميرات، البروتينات، الغرويات...الخ. بعض استخدامات هذا النوع من التقنية، على سبيل المثال نذكر: رفع تركيز المحاليل ذات الجزيئات الميكرونية (البروتينات والبولميرات بأنواعها)،

_ تحضير ماء عالي النقاوة للاستعمال الطبي أو الصناعة الإلكترونية _ فصل البروتينات وزيادة تركيزها _ معالجة مياه المجاري _ إزالة الصبغيات _ والتخلص من الفيروسات.

الفرق بين التنقية الميكرونية والتنقية الميكرونية الدقيقة جداً، فالتنقية الميكرونية الدقيقة تتعامل مع طور متجانس أما الأولى فهي تعمل على فصل السائل عن الصلب، هذا من الناحية النظرية أما من وجهة نظر تكنولوجية فالطريقتان يمكن أن تتراكبا وتكملان بعضهما بعضاً. كما أن طبقات التنقية الميكرونية مع مرور زمن استثمارها يمكن أن تعمل عمل طبقات التنقية الميكرونية الدقيقة وهذا بفعل تشكل طبقة رقيقة جداً على سطحها لها مسامات دقيقة.

(3-4-3) التنقية النانومترية (NF):

استعمل هذا المصطلح لوصف تقنية جديدة للترشيح باستعمال الطبقات الرقيقة، وهي تقع بين التنقية الميكرونية الدقيقة (UF) والأسموز العكسي، كما يدل عليه اسم التقنية، فهي تسمح بفصل مركبات تتراوح أبعادها من رتبة 1nm.

طبقات هذا النوع لا يمكنها إيقاف الأملاح الأيونية أحادية التكافؤ والمركبات العضوية غير المؤينة التي لها كتلة مولي في حدود 300g/mol، على العكس من ذلك فهي توقف بفعالية الأملاح المؤينة متعددة التكافؤ مثل الكالسيوم، المنغنيز، الحديد.....، والمركبات العضوية غير المؤينة التي لها كتلة مولية تفوق 300g/mol، كما تزيل اللون من الماء.

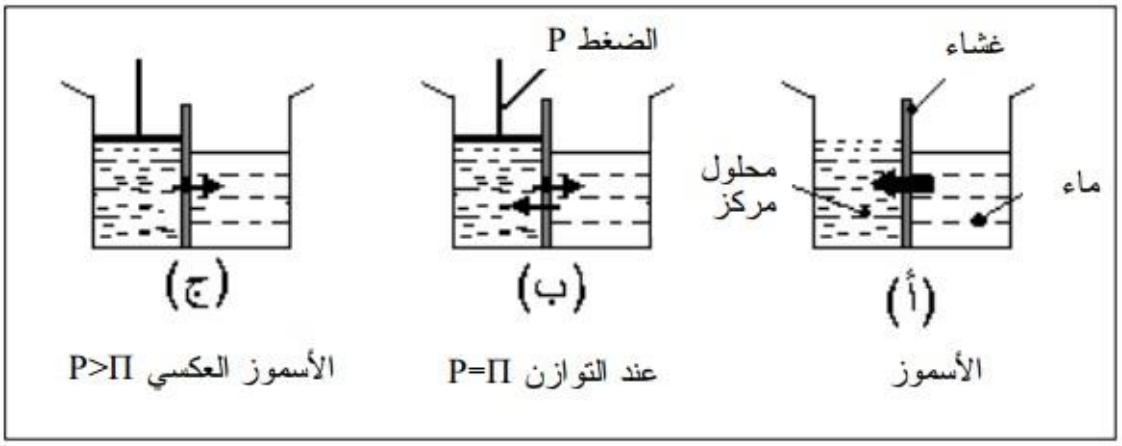
تطبيقات هذه التقنية عديدة فبالإضافة إلى تطبيقات التنقية الميكرونية والميكرونية الدقيقة جداً هناك تطبيقات أخرى نذكر منها، إزالة العناصر المعدنية من الماء، الرفع من تركيز المركبات العضوية ذات الكتلة المولية الضعيفة مثل المضادات الحيوية.

(3-4-5) الأسموز العكسي (التناضح العكسي):

إذا كان لدينا غشاء يفصل بين وسطين، الأول به ماء والثاني محلول مركز فإن جزيئات الماء سوف تنتقل من الوسط الأقل تركيزاً إلى الوسط الأعلى تركيزاً ويعرف هذا بالأسموز.

إذا طبق على المحلول المركز ضغط فإن نسبة تدفق الماء إليه تنخفض، وبارتفاع الضغط يستمر تناقص التدفق حتى ينعدم. الضغط عند هذه النقطة يسمى بالضغط الأسموزي، فإذا زاد الضغط عن هذه القيمة تنعكس جهة انتقال جزيئات الماء لتصبح من المحلول الأعلى تركيزاً إلى الأقل تركيزاً، تعرف هذه الظاهرة بالأسموز العكسي.

أغشية الأسموز العكسي كثيفة ولها عتبة قص في حدود 300DA. هذا النوع من الأغشية يسمح بمرور جزيئات الماء ويوقف كل الجزيئات الأخرى مثل الأملاح والأيونات أحادية التكافؤ. تستعمل هذه التقنية في تحلية مياه البحر والرفع من تركيز المحاليل مثل عصير الفواكه وهذا بالإضافة إلى تطبيقات التقنيات سالفة الذكر.



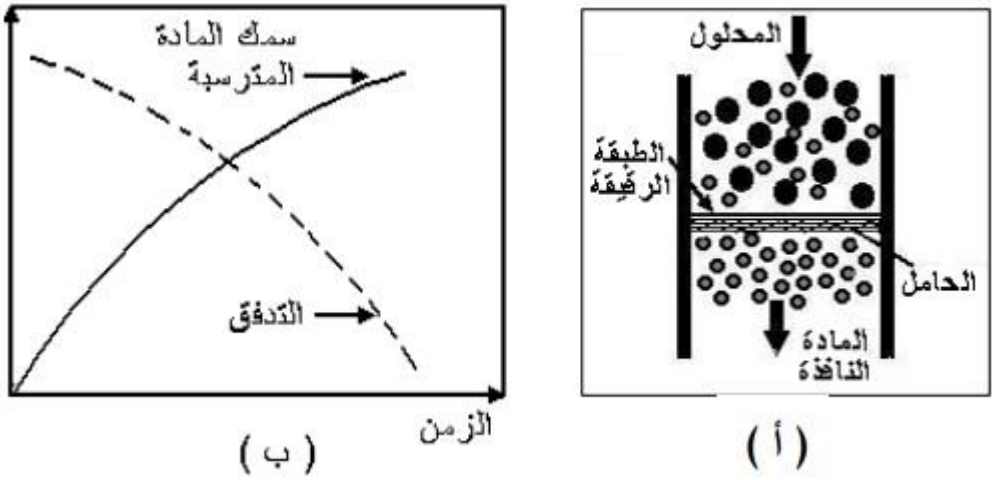
الشكل (3-8) مبدأ الأسموز العكسي

(3-5) أنماط الترشيح[4]:

استخدمت أنظمة المعالجة الغشائية للمياه في الأصل في مشاريع تحلية المياه فقط، غير أن التحسينات التي أدخلت على تكنولوجيا الأغشية جعلتها خياراً أفضل لإزالة الكائنات الدقيقة، و الجسيمات العالقة، والمواد العضوية الطبيعية التي تعطي الماء مذاقاً عفناً وتعكر صفاءه، غير أن أغشية معالجة المياه هي عبارة عن رقائق مكونة من مادة قادرة على فصل الملوثات المبنية على خصائص مثل الحجم أو الشحنة، وتمر هذه المياه عبر الغشاء، ولكن وفق حجمها، وبعض هذه الأنظمة :

(3-5-1) الترشيح المباشر:

يرد المائع في الترشيح المباشر عمودياً على سطح الطبقة الرقيقة ليمر عبر المرشح في الاتجاه نفسه. جزيئات المادة التي أوقفها المرشح تتراكم على سطحه مشكلة طبقة أخرى غير مرغوب فيها لأنها تعيق من نسبة مرور السائل وتخفض من نسبة النفاذية. هذه النمط من الترشيح يستخدم كثيراً على مستوى المخابر، وهذا راجع إلى بساطة التركيبة المستعملة، حيث لا توجد ضرورة تستدعي إعادة تدوير السائل المراد ترشيحه ومن ثم لا داعي لاستخدام مضخة إذ يكفي وجود مصدر ضغط هيدروستاتيكي لتوفير القوة المحركة اللازمة لعملية الترشيح.



الشكل (3-9) نموذج توضيحي لطريقة الفصل المباشر وتغير التدفق وثخانة المادة المترسبة على سطح الطبقة

(3-5-2) الترشيح المماسي:

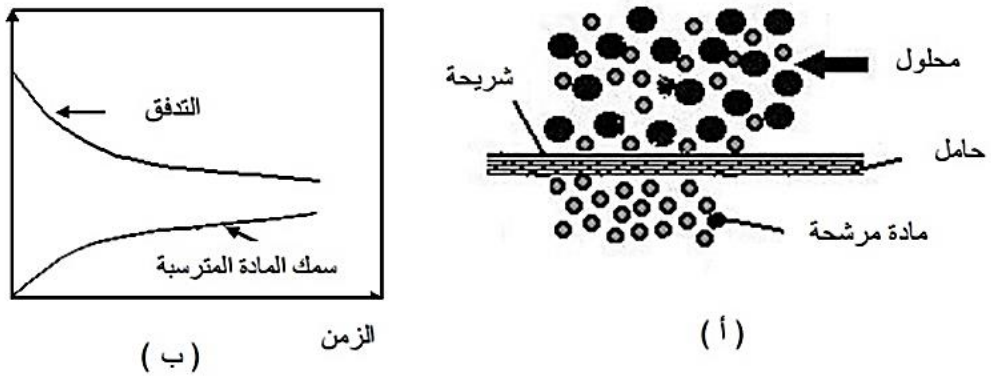
في هذا النمط من الترشيح يجري المائع على سطح الطبقة الرقيقة بشكل مماسي وبفعل الضغط المطبق يعبر جزء من المائع الطبقة الرقيقة. يستخدم هذا النوع من الترشيح كثيراً في التنقية الميكرونية الدقيقة (UF) والتنقية النانومترية (NF) والتناضح العكسي. الشيء الإيجابي في هذا النمط من الترشيح مقارنة مع النمط الأول هو أن الجريان المماسي للسائل يمنع تراكم المادة على سطح الشريحة ويقلل من خطر انسداد مساماتها، فعندما يتحرك السائل بشكل مماسي لسطح الشريحة يجبر معه الجزيئات التي لم تتمكن من النفاذ عبرها، ومن ثم يساعد على الحفاظ على مردود المرشح ويزيد من مدة استعماله.

أقسام الطبقات الرقيقة:

يوجد قسمان رئيسان للطبقات الرقيقة:

- الطبقات الرقيقة العضوية وتحضر من مواد عضوية.
- الطبقات اللاعضوية وتحضر من مواد لا عضوية سواء كانت معدنية أو غير معدنية (مواد خزفية).

هذا النوع الأخير من الطبقات يمتاز بخواص لا يملكها النوع الآخر، فهي تمتاز باستقرار كيميائي جيد ودرجة انصهار عالية ومقاومة ميكانيكية جيدة.



الشكل (3–10) نموذج توضيحي لنمط الترشيح المماسي وتغير التدفق وثخانة المادة المترسبة على سطح الطبقة

(3–5–3) الترشيح الفائق :

تُصنَّع أغشية الترشيح الدقيق بتصميمات عدة مختلفة. فالأغشية اللولبية للارتشاح العكسي عبارة عن طبقات كثيرة من صفائح الأغشية المسطحة ملفوفة حول أنبوب مركزي يدخل الماء الذي يراد معالجته، وتستخدم الأشكال المجوفة من الألياف الدقيقة مجموعة من آلاف الأنابيب المجوفة التي أعدت بدورها من مواد غشائية وتوجد المرشحات الدقيقة، مثل المرشحات الفائقة عادة على شكل ألياف مجوفة.

تكنولوجيا أغشية الترشيح الدقيق هي عبارة عن معالجة فيزيائية، وهي تخضع للقيود الفيزيائية، فالمياه الممتلئة بالجسيمات العالقة أو المواد العضوية يمكن أن تسد الأغشية، وقد تحتاج بعض المياه، ولاسيما المياه السطحية إلى معالجة مسبقة

قبل مرورها في نظام أغشية، وتنتج هذه الأنظمة أيضاً أحجاماً صغيرة من المحاليل المركزة بدرجة كبيرة والتي يتطلب التخلص منها.

تُصنَّف الأغشية طبقاً لحجم الجزيئات التي تستطيع ترشحها، وتُعدّ هذه الأغشية الحد الفاصل الأعلى للوزن الجزيئي للمرشحات، ومن ثم الأغشية تعد أكبر اتساع للمسام، ويستخدم الترشيح الدقيق أحجام مسام من 0.03 إلى 10ميكرون)عادة 0.1 إلى 2 ميكرون. ويستخدم غالباً في إزالة الرمل والطمي، الصلصال، الطحالب، والبكتيريا ، وبالمقارنة مع أنواع أخرى من تكنولوجيات الأغشية، فإن الترشيح الدقيق أقل استخداماً بصورة شائعة في الوقت الحاضر.

(3-5-4) الترشيح الدقيق جداً :

صنعت أغشية الترشيح الدقيق جداً بتصميمات متعددة مختلفة. فالأغشية اللولبية ذات الارتشاح العكسي تتكون من طبقات عدة من صفائح الأغشية المسطحة الملفوفة حول أنبوب مركزي تمر منه المياه التي يتعين معالجتها، وتستخدم الأنواع المجوفة التي تستخدم الألياف الدقيقة مجموعة من آلاف الأنابيب التي يتم تكوينها بدورها من مواد غشائية.

وتوجد المرشحات الدقيقة جداً مثل الارتشاح العكسي، عادة في ترتيبات الأنظمة اللولبية، ونظراً لأن الأغشية تمثل تكنولوجيا معالجة فيزيائية، فإنها تخضع لقيود فيزيائية، فالمياه الممتلئة بالجسيمات العالقة أو المواد العضوية يمكن أن تسد الأغشية، وقد تحتاج بعض المياه ولاسيما المياه السطحية إلى معالجة مسبقة قبل مرورها في نظام ترشيح غشائي.

وتنتج هذه الأنظمة أيضاً كميات صغيرة من المحاليل المركزة بدرجة كبيرة والتي تتطلب التخلص منها.

وتُصَّنف الأغشية طبقا لحجم الجزيئات التي تستطيع ترشحها، وتتطلب العملية ضغوطا عالية جدا للمياه لدفع السائل من خلال مسامات صغيرة للغاية تصل أبعادها إلى 0.001 من الميكرومتر أو النانومتر.وتستخدم المرشحات الدقيقة جداً لإزالة عكر المياه، والمواد العضوية الطبيعية، والكيماويات العضوية التي تتكور من المياه.

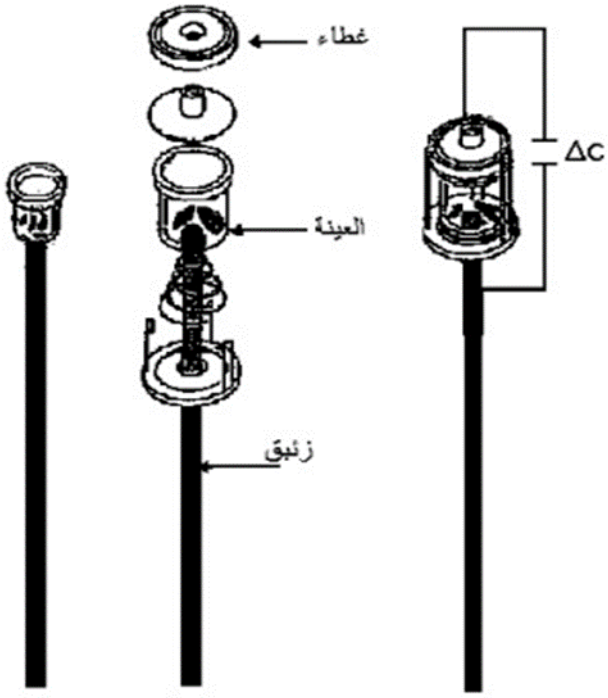
يجب دائماً معالجة مياه المصدر قبل الترشيح الدقيق جداً، حتى لا يحد من فعالية الغشاء وأحيانا تتطلب المياه التي توجد بها نسبة عالية من الكلور، معالجة مسبقة، تتطلب أنظمة الترشيح الدقيق جداً، مثل نظام الارتشاح العكسي تنظيفاً منتظماً واستبدالاً دورياً للأغشية.

الفصل الرابع: خواص المرشحات

بعض المقادير المميزة للمرشحات:

(4−1) المسامية وطريقة حسابها :

تُدرس المسامية في المرشحات بواسطة جهاز أعد خصيصاً لهذا العمل وهو جهاز قياس الفراغات الزئبقي (Porosimetre à mercure).



الشكل (4−1) خلية جهاز قياس الفراغات الزئبقي

تسمح تقنية البوروزيماتر أساساً بمعرفة المسامية في العينات، ومتوسط قطر الفراغات المفتوحة الذي يمكن أن يصل قطرها حتى 1.5nm.مبدأ عمل هذا الجهاز يعتمد على الميزة الأساسية للزئبق فهو لا يبلل المواد المتصل بها. مثلاً إذا وضعت عينة مسامية في وعاء به كمية من الزئبق فإنه لا يتوغل في مساماتها، ولكي ينفذ في العينة يجب تطبيق ضغط، و العلاقة التي تربط الضغط ببعد الفراغات أعطيت من قبل (Washbur) بالشكل الآتي[12] :

$$P.r = 2\sigma \cos\theta \dots\dots\dots\dots\dots (1-4)$$

حيث r نصف قطر المسام (الفراغ) في العينة يقدر بالأنغستروم

σ مقدار ثابت ويساوي $4.74 \times 10^{-5} N/m$

θ هي زاوية التماس بين الزئبق والعينة.

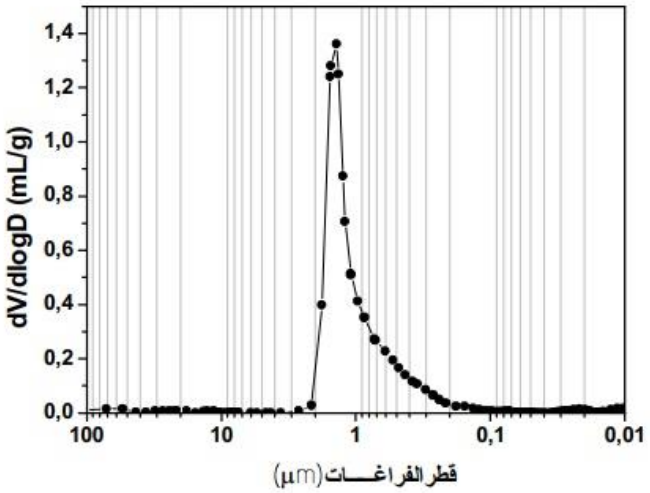
بالنسبة لحجم الزئبق الذي توغل في فراغات العينة يُعرف حجمه بقياس سعة مكثفة عمود الزئبق في خلية القياس.

$$V_P(mm^3/g) = 10.18(\Sigma \Delta C/m) \dots\dots\dots\dots . (2-4)$$

حيث : ΔC تمثل تغير السعة وهي مرتبطة بتغير حجم الزئبق خلال تغير الضغط.

m :تمثل كتلة العينة , V_P : يقدر بواحدة (mm^3/g) لأنه يعبر تغير حجم الزئبق المتوغل في الفراغات ضمن كتلة العينة وفقا للعلاقة (4−2)

الشكل (4−2) يمثل نمط توزيع الفراغات في عينة سيراميكية هذا المنحنى، وكذلك معلومات أخرى حول العينة مثل المسامية المعبر عنها بمحور $(dV/dlogD)$ ومتوسط قطر الفراغات، ويُحصل عليها بواسطة الحاسوب الموصول بجهاز قياس الفراغات الزئبقيPorosimetr.



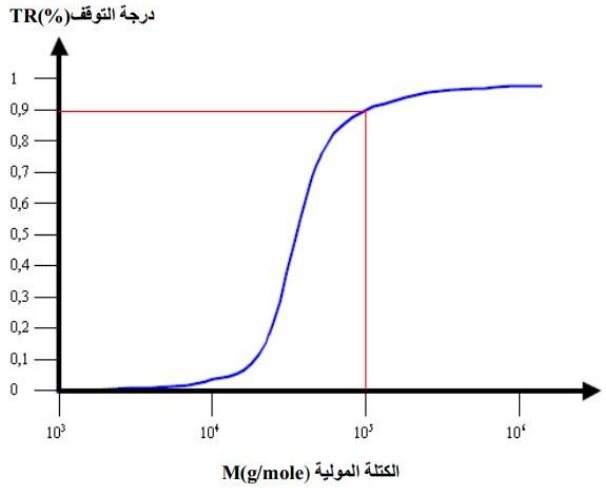
الشكل (4−2) نمط توزيع الفراغات في عينة سيراميكية.

(4−2) عتبة القص (درجة التوقيف)(SC) :

تُمثل الوزن المولي لأصغر الجزيئات التي أوقفتها الشريحة بنسبة لا تقل عن 95% المفهوم الذي يخص شرائح التنقية الميكرونية الدقيقة (UF) ويميزها عن باقي الأغشية ويعبر عن إحدى خواصها ولا يعني شيئاً بالنسبة لأغشية الأسموز

العكسي، وتقاس عتبة القص بوحدة الدالتون (1 Da = 1 g/mole).

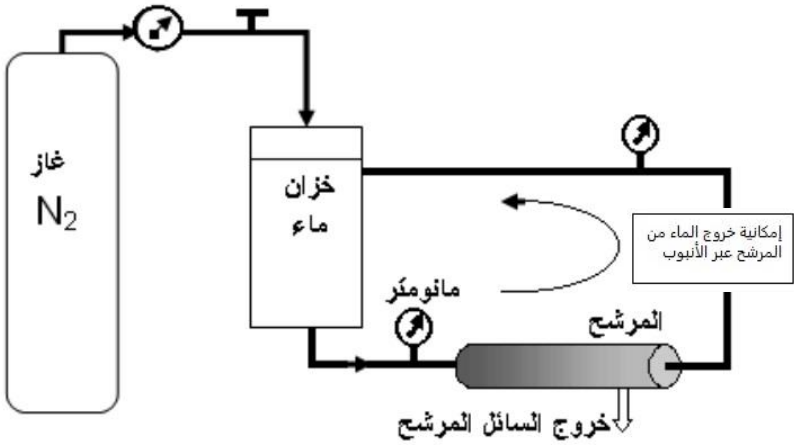
عتبة القص لها علاقة مباشرة بأبعاد فراغات الشريحة، لكن هناك عوامل أخرى مؤثرة منها: أبعاد الجزيئات المرشحة وشكلها و شحنتها وكذلك ضغط الترشيح ...الخ ،لذلك فعتبة القص تعد معياراً نسبياً لكنه مهم ويستعمل كثيراً في التطبيق، وهذا للتمييز بين الشرائح.



الشكل (4-3) تغير نسبة التوقيف بدلالة الكتلة المولية لبعض الجزيئات

(4-3) النفاذية:

التركيبة المستعملة في اختبار النفاذية موضحة في الشكل أدناه



الشكل (4-4) جهاز اختبار النفاذية

عملياً نحصل على النفاذية بحساب النسبة بين التدفق وفرق الضغط بين جهتي الشريحة [6]:

$$A = \frac{\emptyset}{\Delta P} \dots\dots\dots\dots\dots (3-4)$$

ويعرف التدفق $\emptyset$ بأنه النسبة بين معدل التدفق الحجمي للسائل المرشح Q وسطح الشريحة S .

$$\emptyset = \frac{Q}{S} \dots\dots\dots\dots\dots (4-4)$$

بالتعويض في علاقة النفاذية نجد:

$$A = \frac{Q}{\Delta P.S} \dots\dots\dots\dots\dots (5-4)$$

عملياً نفاذية شريحة معينة يعبر عنها ب مقدار K يسمى معامل النفاذية وهو ميل المستقيم الذي يمثل الدالة:

$$\emptyset = f(\Delta P) \dots\dots\dots\dots\dots (6-4)$$

(4-4) مقاومة شريحة:

المقاومة الهيدروليكية لشريحة (R_m) تعرف بأنها المقاومة التي تبديها الشريحة لجريان السائل المرشح عبرها وهي مقلوب النفاذية [6] .

$$R_m = \frac{1}{A} = \frac{\Delta P.S}{Q} \dots\dots\dots\dots\dots (7-4)$$

إذا افترضنا أن فراغات الشريحة أسطوانية الشكل و مستقيمة فإن قانون Poiseuille يسمح لنا بالتعبير عن المقاومة الهيدروليكية للشريحة بالعلاقة:

$$R_m = \frac{8\delta}{n.\pi.r^4} \dots\dots\dots\dots\dots (8-4)$$

حيث : δ: يمثل ثخانة الشريحة.

n : عدد الفراغات في وحدة السطح.

r : قطر الفراغات .

بأخذ مقلوب العلاقة (4-8) نحصل على النفاذية:

$$A = \frac{n.\pi.r^4}{8\delta} \dots\dots\dots\dots\dots (9-4)$$

هذه العلاقة تبين لنا أن النفاذية تتناسب طرداً مع نسبة الفراغات وأبعادها في الشريحة وعكساً مع ثخانتها.

(4-5) اختبار الثني ذي النقاط الثلاث:

في درجات الحرارة المنخفضة تكون المواد السيراميكية بصفة عامة ذات معامل مرونة مرتفع فمجال اللدونة عند هذه المواد غائب و بتقريب جيد يمكن القول إنَّ سلوكها خطي حتى حد الانكسار، وهذا بسبب قوة رابطتها الكيميائية، وقوة الرابطة هذه لا تسمح بانزلاق المستويات البلورية بالنسبة لبعضها بعضاً كما في المعادن، لذلك فالمواد السيراميكية بصفة عامة مواد قصفة(أي مواد تكون فيها القوة اللازمة لخلق تشوه في العينة، أقل من القوة اللازمة لكسرها). إذاً فمجال اللدونة عند درجات الحرارة العادية غائب بالنسبة لهذه المواد.

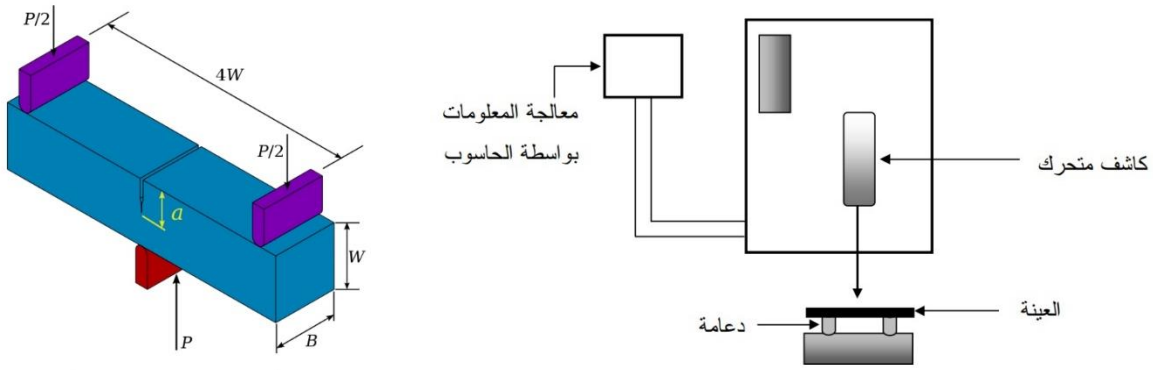
يقوم مبدأ اختيار الثني ذي النقاط الثلاث على قياس الثنائية قوة/تشوه. يوضح لنا الشكل(4-5) مخططاً مبسطاً للجهاز حيث تُطبّق قوة على العينة وعن طريق الكاشف تُسجّل قيمة التشوه الحاصل.

يعطي اختبار الثني ثلاثي النقاط قيم معامل المرونة عند الانحناء، وإجهاد الثني في المادة. تكمن الفائدة الأساسية لاختبار الثني ثلاثي النقاط في سهولة تحضير العينات واختبارها. إلا أن لتلك الطريقة أيضًا بعض المساوئ: فنتائج طريقة الاختبار تكون حساسة بالنسبة للعينات وطريقة التحميل ومعدل الشد. في اختبار الانحناء ثلاثي النقاط نُحدث شقاً في العينة و يتم حساب طوله ثم يبدأ التحميل(تطبيق الجهد) على طرفي العينة و في منتصفها (تحت الشق) (النقاط الثلاث) كما يظهر في الشكل (4-5) ويستمر تحميل العينة بوتيرة واحدة ليبدأ تزايد الشق و تسجل هذه القيم بواسطة الحاسب لتستخدم فيما بعد في حساب المعاملات المطلوبة ، وتستمر الأطراف الخارجية بالتعرض لأقصى قدر من الاجهاد والانفعال بحيث سيحدث الانهيار عندما يتجاوز الإجهاد أو الاستطالة حدود المادة .

يكون للعينات المستخدمة إما شكل أسطواني أو متوازي المستطيلات وأبعاد معروفة.

تسمح مجموعة المعلومات هذه(أبعاد العينة، القوة المطبقة، التشوه الحاصل في العينة) باستخراج مقادير ميكانيكية أخرى تكون مميزة للعينة منها :

- إجهاد الثني عند حد الانكسار $\sigma(MPa)$
- معامل يونغ $E(MPa)$
- التشوه النسبي الأعظمي $k(\%)$.



الشكل (4-5) مبدأ اختبار الثني ذي النقاط الثلاث

الإجهاد يعرف بأنه قوة على السطح ويعطى بالعلاقة الآتية [19] :

$$\sigma = \frac{3D.F}{2bh^2} \dots\dots\dots\dots\dots (10-4)$$

يُحدد معامل المرونة أو معامل يونغ اعتماداً على قيمة ميل المنحنى إجهاد – تشوه $(\sigma = f(\varepsilon))$ ويعطى بالعلاقة الآتية [19] :

$$E = \frac{D^3.F}{4b.h^3} \dots\dots\dots\dots\dots (11-4) \quad [19]$$

حيث : $F(N)$ القوة الطبقة . D معامل يتناسب مع طول العينة $b(mm)$ عرض العينة.

h ثخانة العينة.

الفصل الخامس: طرائق تحضير المرشحات

دراسة طرق تحضير المرشحات المائية لنوعي المادة السيراميكية (F2, DD3):

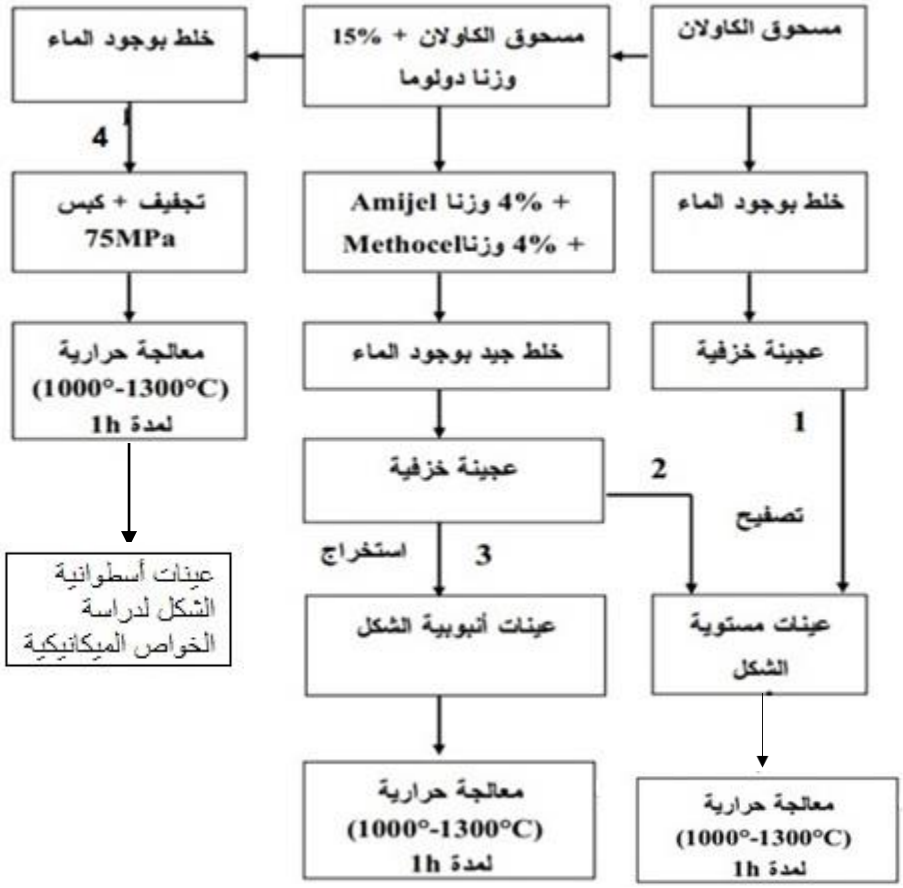
(5−1) تحضير المساند:

(5−1−1) تحضير مساند الكاولين DD3 و الدولوما:

يلخص لنا الشكل (5−1) الخطوات المتبعة في عملية التحضير. بالنسبة للطريقة (1) نأخذ كمية من الكاولين ونضيف إليها نسبة معينة من الماء، ونقوم بعملية الخلط والمزج حتى الحصول على عجينة مرنة قابلة للتشكيل. تترك العجينة لمدة زمنية معينة (1 يوم) حتى ينتشر الماء جيداً بداخلها. تُبسط بعد ذلك العجينة باستخدام جهاز أعد خصيصاً لمثل هذا العمل، حيث تُخفض ثخانة العجينة بالتدريج حتى الحصول على الثخانة المرغوب فيها، تترك العينة المصفحة لتجف في الهواء لمدة حوالي 24 ساعة لتعالج بعد ذلك حرارياً في الطريقتين 2 و 3، وبعد إضافة دولوما بنسبة 15 % من وزن عينة الكاولين ومزجهما بوجود الماء نحصل على عجينة تفتقد لخواص المرونة وغير قابلة للتشكيل. للتخلص من هذا الإشكال قمنا بإضافة مواد عضوية تساعد على تحسين خواص المرونة للعجينة وتجعلها قابلة للتشكيل.(المواد المضافة هي4 % :وزناً من méthocel و 4 %وزناً من amèjel).

بعد الحصول على العجينة توضع في كيس بلاستيكي وتغلق جيداً وتترك لمدة 12 ساعة أو أكثر لينتشر الماء في العجينة جيداً. تحضر بعد ذلك العينات باستخدام طريقة التصفيح التي وُصفت سابقاً أو طريقة البثق والتي استعملت لتحضير عينات لها شكل أنبوبي وهذا باستخدام جهاز بثق أعد خصيصاً لهذا الغرض. تُوضع العينات بعد خروجها من الجهاز على أسطوانات من الألمنيوم تتحرك حركة دائرية حتى تجف الأنابيب بشكل متجانس. في الطريقة الرابعة المذكورة في الشكل (5−1) كُبس مسحوق الكاولين+ دولوما مباشرة دون إضافات أخرى تحت ضغط $75\ Mpa$ و كانت العينات التي حُصل عليها ذات شكل أسطواني، قطرها 12 mm وثخانتها تتراوح بين 0.3 و 0.5 mm،وقد استعملت هذه العينات لدراسة الخصائص الميكانيكية.

يلخص الشكل الآتي أهم الخطوات المتبعة في عملية تحضير المساند وذلك باستخدام الكاولين DD3 بطرق مختلفة نحصل فيها على ثلاث أشكال من العينات.



الشكل (5-1) أهم الخطوات المتبعة في عملية تحضير المساند باستخدام خلائط الكاولين DD3

المعالجة الحرارية :

بعد تحضير العينات وفق الطرق المشار إليها سابقاً عولجت حرارياً عند درجات الحرارة (1000-1300°C) مئوية و قد اتُّبع البرنامج الآتي :

$$T(°C) \xleftarrow{5°C/min} 600°C \xleftarrow{1°C/min} 250°C \xleftarrow{0.5°C/min} 25°C$$

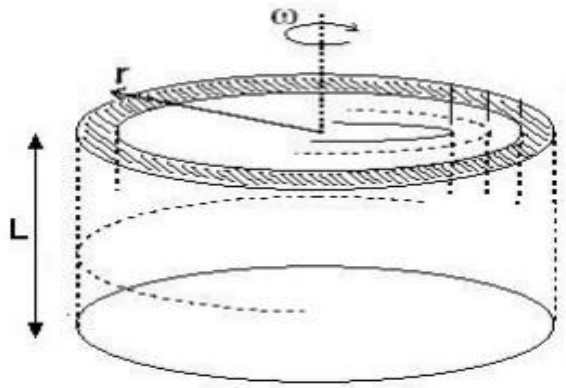
خلال 300 درجة الفارق بين 1000 و1300 ستختلف خواص العينة التي سنحصل عليها ولذلك نحدد الدرجة 1150 للمعالجة بشرط بقاء العينة مدة 40 ساعة تقريباً واختيرت تلك الشروط وفقا للأسباب التالية :

اختيرت سرعة التسخين الأولي $0.5°C/min$ حتى تحترق المواد العضوية المضافة ببطء و تخرج كلياً من العينة دون إحداث مشاكل ، ثم السرعة $1°C/min$ حتى يخرج الماء الداخل في تركيب الكاولين و كذلك الممتص من قبل حبيبات الدولوما .

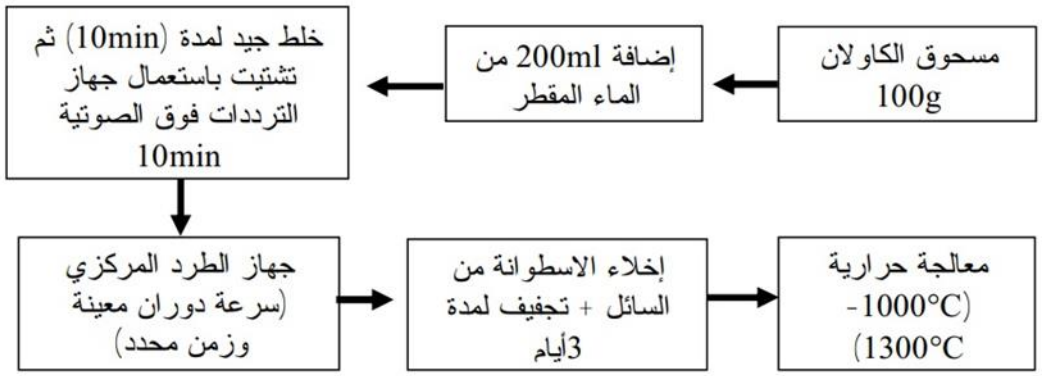
(5−1−2) تحضير مساند الكاولين (F2) باستخدام طريقة الطرد المركزي:

في طريقة الطرد المركزي يُملأ قالب معدني أسطواني الشكل بمحلول معلق ثم تدار الأسطوانة سريعاً حول محورها الشكل(5−2). تحت تأثير قوة الطرد المركزي تنتج حركة لحبيبات المادة نحو جدار الأسطوانة و تكوّن لنا شكلاً أنبوبياً بفعل حركة الحبيبات بالطرد المركزي.

الخطوات التجريبية المتبعة في هذه الطريقة لأجل تحضير المساند يلخصها لنا المخطط (5−3). أُخذ 100g من الكاولين و أضيف إليها 200ml من الماء المقطر، بعد خلط المزيج جيداً يوضع في جهاز الترددات فوق الصوتية الذي يساعد على تفكيك التراكمات وتشتيت حبيبات المادة. يقدر تركيز المحلول المعلق المحصل ب = Φ 0.16ومعامل لزوجته $\eta=6.2*10^{-3}\ Pas^{-1}$. يفرغ المحلول بعد ذلك في أسطوانة معدنية لها نصف قطر وطول محددان يتوقفان على أبعاد الأنبوب المراد تحضيره، وقد استعمل في هذه الدراسة أسطوانات يقدر نصف قطرها ب $(10.5mm)$ أما طولها فيتراوح بين$(4-18\ cm)$، توضع الأسطوانة بعد ملئها كلياً بالمحلول (نسبة التعبئة $\zeta=1$) في جهاز الطرد المركزي الذي يُشغل مباشرة تحت سرعة دوران معينة، وبعد مدة زمنية محددة من الدوران تُخفض السرعة ببطء حتى يتوقف الجهاز، ثم تخرج الأسطوانة وتفرغ من الماء الذي فُصل عن المادة الصلبة التي ترسبت على السطح الداخلي للأسطوانة المعدنية. بعد إفراغ الأسطوانة من السائل تترك في درجة حرارة معينة لمدة 72ساعة حتى يجف الناتج كلياً. درجة حرارة التجفيف لا تتعدى 21°C أما نسبة الرطوبة فهي تتغير من تجربة لأخرى و تتراوح في حدود 50 بفعل التقلص الحاصل في المادة. ينفصل الناتج عن السطح الداخلي للأسطوانة ويخرج بسهولة ثم يعالج حرارياً لنحصل في النهاية على عينات لها شكل أنبوبي .



الشكل (5–2) رسم تخطيطي مبسط لأسطوانة الطرد المركزي

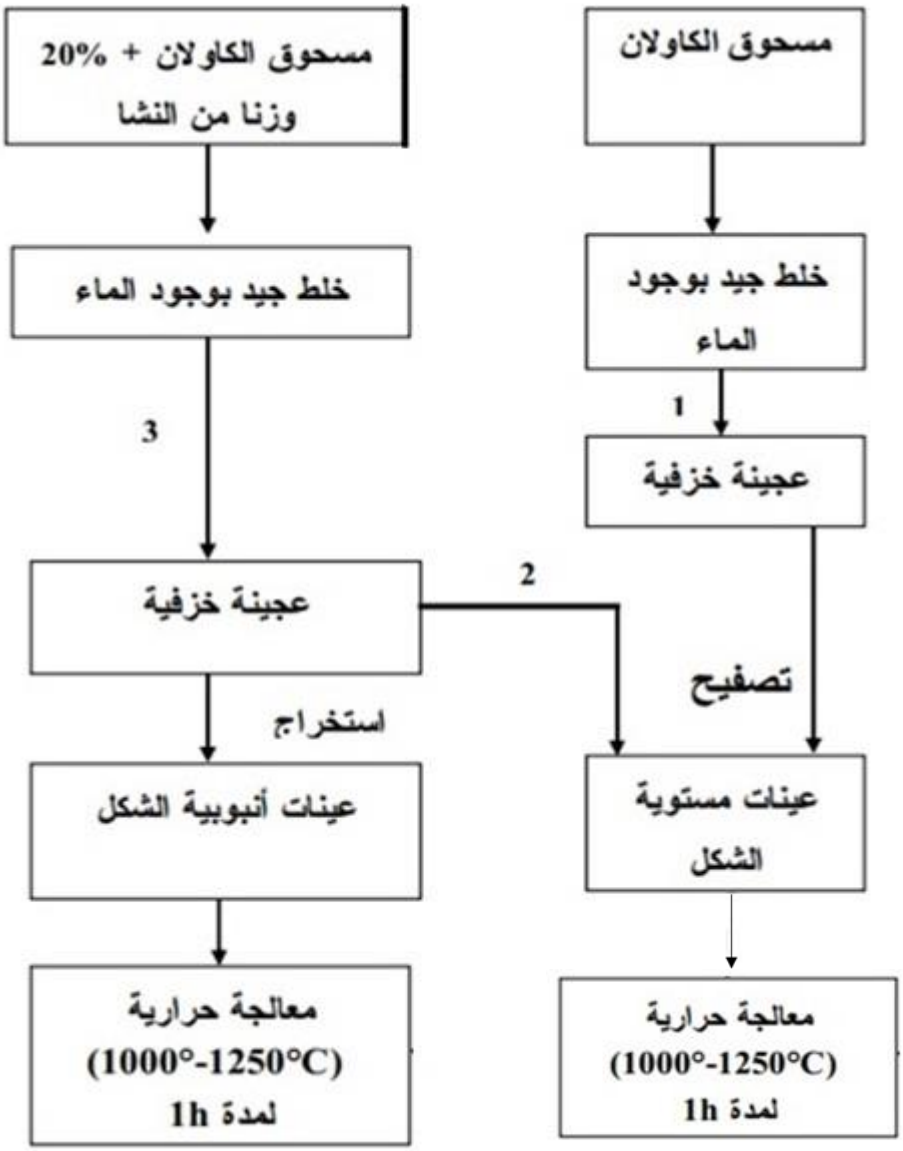


الشكل (5–3) أهم الخطوات المتبعة خلال عملية تحضير المساند من الكاولينF2 [16]

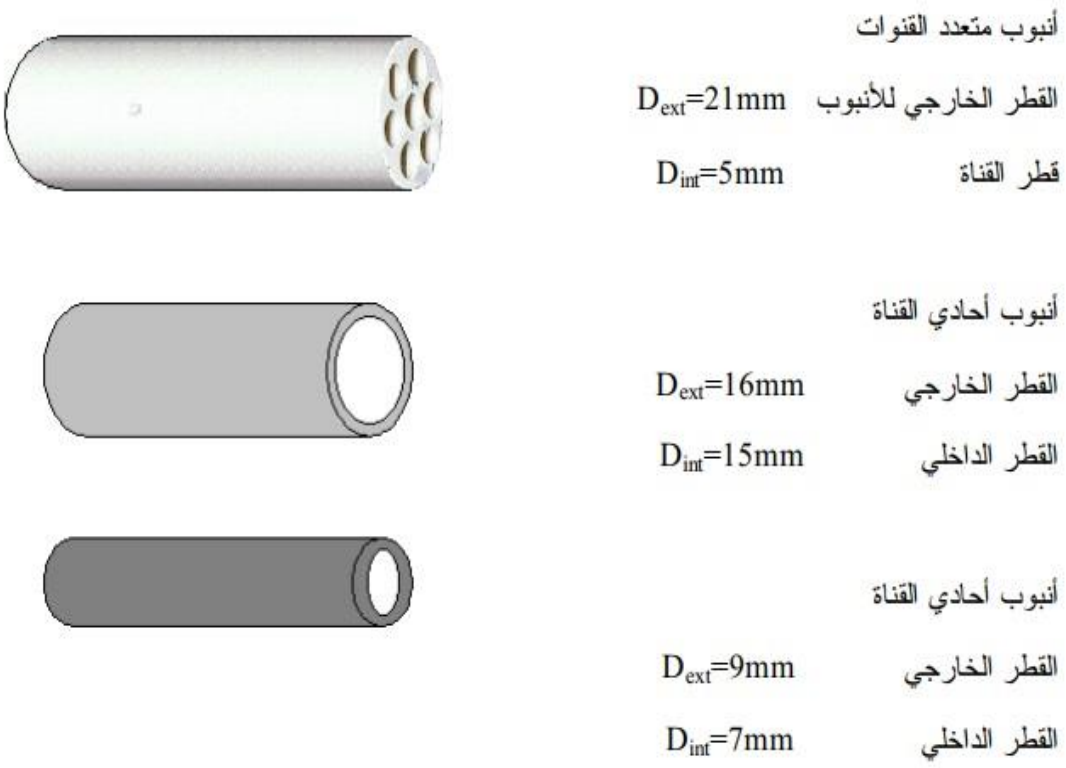
(5–1–3) تحضير مساند الكاولين (F2) باستخدام طريقتي الاستخراج والتصفيح :

أهم المراحل المتبعة في عملية تحضير المساند يلخصها لنا الشكل (5–4)، حيث نقوم بتحضير نوعين من المساند، مساند مستوية وأخرى أنبوبية الشكل. المساند المستوية تُحضّر باستخدام طريقة التصفيح، وقد استخدمت العينات المحضرة لدراسة الخصائص الميكانيكية. أما المساند أنبوبية الشكل فحُضّرت باستخدام طريقة الاستخراج (البثق)، حيث حُضِّر شكلان من الأنابيب، أنابيب أحادية القناة و بأقطار مختلفة وأنابيب متعددة القنوات، كما هو موضح في الشكل (5–4).

حيث نحضر وفقاً لما يلي مساند بشكلين مختلفين من الكاولين المضاف له 20% نشاء، وبشكل واحد فقط مع الكاولين الخالي من الإضافات ثم تعالج حرارياً ضمن مجال محدد (1250°C–1000°C) لنحصل على عينات متماثلة إلى حد كبير بالخواص مع اختلاف طفيف قد يحدث في نسب المواد ضمن العينات.



الشكل (5–4) أهم الخطوات المتبعة في عملية تحضير المساند بالاستخراج و التصفيح



الشكل (5-5) مختلف أشكال الأنابيب المحضرة.

(5-2) تحضير الشرائح:

و تتعلق طريقة تحضير الشرائح بنوع التنقية التي سيستخدم بها المرشح، و في هذا البحث سنورد طرق تحضير الشرائح المستخدمة بالتنقية الميكرونية ، و التنقية الميكرونية الدقيقة (كونهما الأفضل من ناحية الترشيح مقارنة بطرق أخرى).

1 - المادة الأولية :

استخدمت مادة الكاولين (F2) نفسها المستعملة في عملية تحضير المساند، حيث سُحقت من جديد لمدة ساعتين باستخدام جهاز سحق ميكانيكي، وغُربل المسحوق الذي حُصل عليه على مستوى $50\ \mu m$.

2 - تحضير الشرائح :

الخطوات المتبعة في عملية التحضير يلخصها لنا الشكل (5-6) ، حيث نأخذ 700ml من الماء المقطر ونضيف إليه 10g من مسحوق الكاولين لتتم بعد ذلك عملية خلط المزيج جيداً حتى الحصول على محلول متجانس ثم يوضع

الخليط بعد ذلك في جهاز الترددات فوق الصوتية لمدة 10 دقائق بهدف تشتيت المسحوق جيداً وتفكيك الترسبات المتشكلة. بعد ذلك نقوم بإضافة $20g$ من محلول APV المحضر مسبقاً والذي يقدر تركيزه ب 12 % وزناً لتتم بعدها عملية الخلط الجيد ولمدة 24 ساعة تقريباً حتى الحصول على محلول معلق. هذا المحلول يُصّب داخل الأنبوب (حامل الشريحة) ويترك لمدة زمنية معينة، بعد ذلك يُفرّغ الأنبوب ويترك حتى يجف لتتم بعد ذلك المعالجة الحرارية.

3 – المعالجة الحرارية :

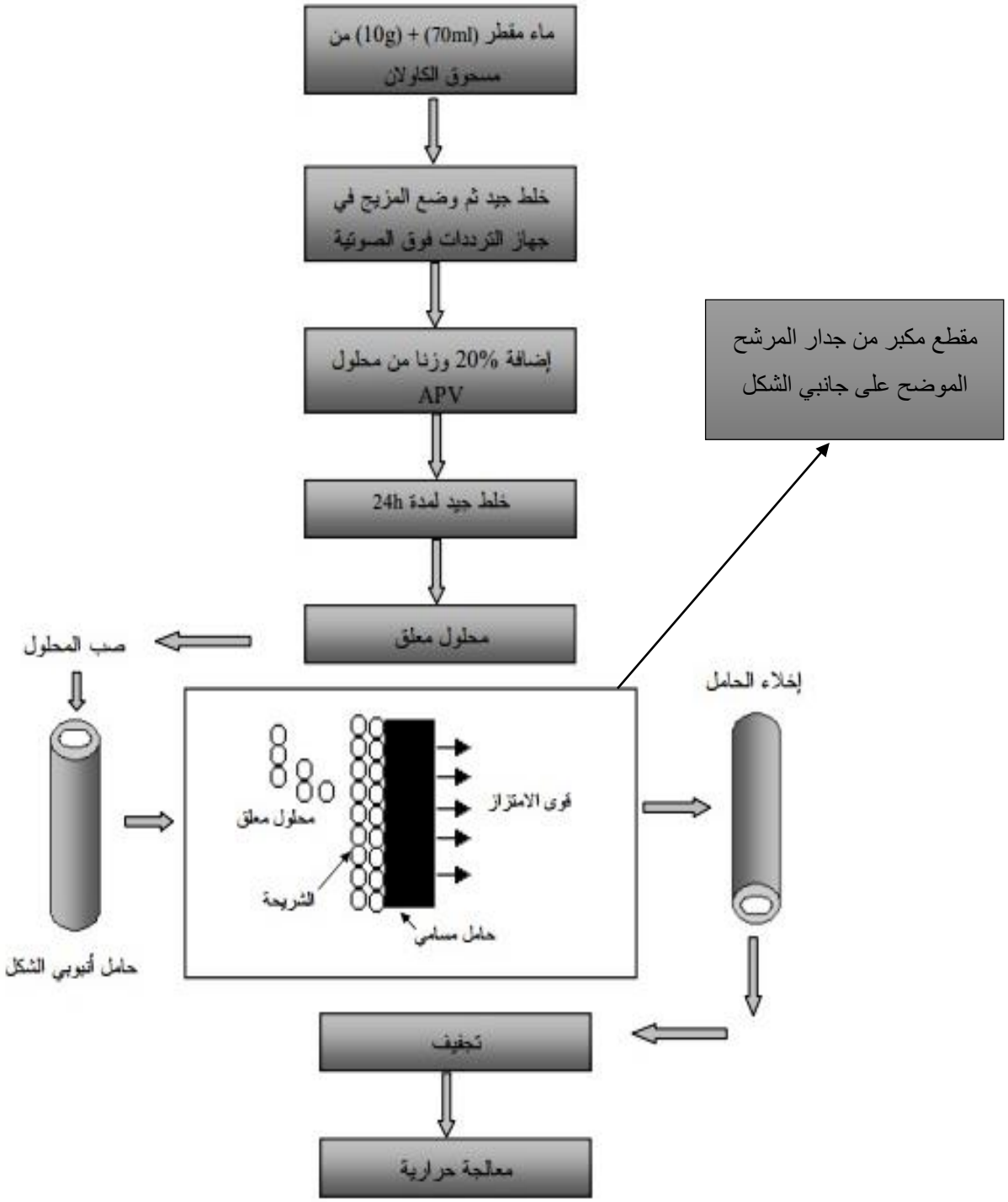
بعد وضع الشريحة على الحامل تعالج حرارياً في درجة حرارة أقل من الدرجة التي عولج فيها الحامل وهذا حتى لا تتغير خواص هذا الأخير، وقد استخدم البرنامج الآتي:

$$T(℃) \xleftarrow{5℃/min} 250℃ \xleftarrow{1℃/min} 25℃$$

اختيرت سرعة التسخين الأولي $1℃/min$ حتى تحترق المواد العضوية المضافة ببطء و تخرج كلياً من العينة دون إحداث تشققات في الشريحة نظراً لثخانتها الضعيفة.

يلخص الشكل الآتي أهم الخطوات المتبعة في عملية تحضير الشرائح [11].

حيث يوضع الأنبوب والذي يعد الحامل المسامي نفسه في مكان التحضير دون وجود شروط لوضعه في أماكن أو ظروف معينة ثم يجهز بعد ذلك ليتم صب المحلول فيه بشكل يدوي إلى أن يجف وتتابع باقي المراحل .



الشكل (5-6) أهم الخطوات المتبعة في عملية تحضير الشرائح

(5-2-1) تحضير الشرائح الخاصة بالتنقية الميكرونية الدقيقة ultrafiltration :

سنتناول في هذا الجزء طريقة تحضير شرائح خاصة بالتنقية الميكرونية الدقيقة (UF) حيث استُخدمت مادة أوكسيد الزيركونيوم ZrO_2 ، توضع هذه الشرائح على شرائح خاصة بالتنقية المكرونية والتي حُضّرت من قبل وقد استخدمت تقنية الامتزاز السطحي لوضع الشريحة على الحامل.

المواد المستخدمة :

أ . المادة الأولية :

أوكسيد الزركنيوم ZrO_2 مادة تستخدم كثيراً لتحضير الشرائح وهذا راجع لاستقرارها الكيميائي الجيد كونها تقاوم الأوساط الحمضية والأساسية.

مادة أوكسيد الزركنيوم المستعملة لها سطح نوعي يقدر ب $43.5m^2/g$، متوسط قطر حبيباتها يقدر ب $0.22\ \mu m$.

ب . المشتت :

المادة المستعملة كمشتت هي Dolapix pc 67 النسبة الوزنية للمادة في المحلول المحضر تقدر ب % 0.1 .

ج . المادة الرابطة :

المادة المستعملة هي هيدروكسيل السليلوز (HES) وهي مادة قابلة للذوبان في الماء و الكحول ، درجة تفكك هذه المادة تقع في حدود 250°C، و النسبة الوزنية لهذه المادة في المحلول المحضر تقدر ب % 2 .

د – الملدن :

الملدن يساعد على إعطاء الطبقة نوعاً من المرونة لتجنب تشققها ، المادة المستعملة هي أغليكول البوليثلان-PEG (300) كتلته المولية 300 ، ودرجة تفكك هذه المادة تقع في حدود 250°C ، و النسبة الوزنية لهذه المادة في المحلول المحضر تقدر ب 4%.

الخطوات المتبعة في عملية التحضير يلخصها لنا الشكل (5-7) وهي كالآتي:[10]

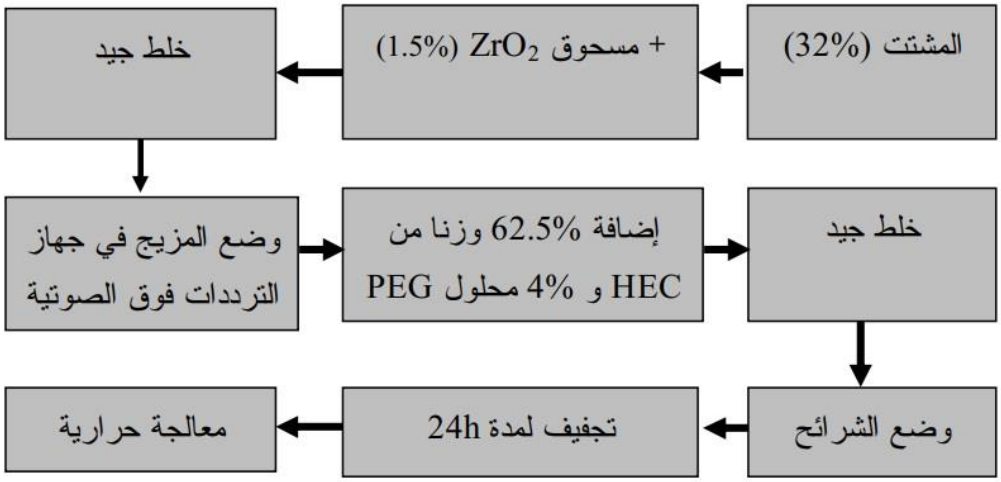
-إضافة مادة أو كسيد الزركونيوم للمحلول الذي استخدم كمشتت والمحضر مسبقاً، ثم القيام بعملية خلط جيد.

-وضـــع الخليط في جهاز الترددات فوق الصـــوتية لتفكيك التراكمات المتشـــكلة.

-إضافة الملين والملدن مع الخلط الجيد حتى الحصول على محلول معلق متجانس.

-يُصب المحلول داخل الأنبوب (حامل الشريحة) ويترك لمدة زمنية معينة، بعد ذلك يُفرغ الأنبوب ويترك حتى يجف ليعالج بعد ذلك حرارياً.

.



الشكل (5-7) أهم الخطوات المتبعة في عملية تحضير الشرائح بالتقنية الميكرونية الدقيقة [10]

المعالجة الحرارية :

بعد وضع الشريحة على الحامل تعالج حرارياً في درجة حرارة أقل من الدرجة التي عولج فيها الحامل والطبقة الأولى الخاصة بالتنقية الميكرونية، وهذا حتى لا تتغير خواص هذا الأخير، وقد استخدم البرنامج الآتي :

$$600℃\ (1h) \xleftarrow{5℃/min} 250℃\ (30min) \xleftarrow{1℃/min} 25℃$$

اختيرت سرعة التسخين الأولي $1℃/min$ حتى تحترق المواد العضوية المضافة ببطء و تخرج كلياً من العينة دون إحداث تشققات في الشريحة نظراً لثخانتها الضعيفة.

الفصل السادس: نتائج دراسة خصائص المرشحات

(6-1) دراسة المساند المحضرة من الكاولين (DD3) والدولوما :

لا تتحمل الشرائح لوحدها فرق الضغط المطبق عليها خلال عمليات الترشيح لذلك تُوضع على حوامل أو مساند أو دعامات لتوفر لها القوة الميكانيكية اللازمة وتساعدها على تحمل الإجهادات الخارجية. هذه الحوامل يجب أن تمتاز بخصائص عدة فبالإضافة إلى قدرتها على تحمل الإجهادات يجب أن تكون نفاذيتها أعلى من نفاذية الطبقة التي توضع عليها حتى لا تعيق جريان المادة المرشحة التي نفذت من خلال الطبقة الرقيقة، وهذا يتوقف على خواص أخرى للحامل منها ثخانته وأبعاد الفراغات ونسبتها فيه. بالنسبة للثخانة كلما كانت ضعيفة كان أفضل بشرط ألا يؤثر ذلك على خصائصه الميكانيكية وتتراوح الثخانة المثالية في أحسن الأحوال بين 1 و 2mm، أما فيما يخص نسبة الفراغات في الحامل فكلما كانت كبيرة كانت أفضل، أما أبعادها فيجب أن تكون مناسبة حتى لا تطرح مشاكل في أثناء عملية وضع الطبقة الرقيقة. بالإضافة إلى الخواص السابقة يجب أن تكون للمساند خواص كيميائية وحرارية مناسبة لذلك.

تُحضّر المساند السيراميكية المتداولة حالياً من مواد مثل الألومين (AL_2O_3) وكربيد السيلسيوم (SiC) والكوردريت ($2MgO, 2AL_2O_3, 5SiO_2$) والسيليس (SiO_2) والميليت ($3AL_2O_3,, SiO_2$) وهي مواد مكلفة، لذلك اتجهت الأبحاث حالياً إلى استغلال مواد ذات وفرة وكلفة إنتاجية منخفضة نذكر منها الكاولين.

سنتناول في هذا الفصل دراسة بعض خواص المساند المصنعة من المواد السيراميكية التالية الدولوما (CaO.MgO) والكاولين (DD3) والكاولين F2. و الطرق المستعملة لتحضير العينات هي الضغط الهيدروستاتيكي والتصفيح والطرد المركزي وطريقة الاستخراج. الطريقتان الأولى والثانية تمكننا من الحصول على مساند مستوية الشكل، أما الثالثة والرابعة فاستُعملتا لتحضير مساند أنبوبية.

(6-1-1) حساب النسبة الحجمية للفراغات ومتوسط أقطارها:

بعد المعالجة الحرارية تُحسب النسبة الحجمية للفراغات (Vp) وأبعادها D في كل عينة وعند درجات حرارة مختلفة وهذا باستخدام جهاز حساب الفراغات الزئبقي، والنتائج التي حصلنا عليها مسجلة في الجدول (6-1).

الجدول (6–1) نتائج تأثير درجة الحرارة وطرق التحضير في خصائص الفراغات

الطريقة التجريبية	درجة حرارة المعالجة (C°)	نسبة الفراغات Vp (%)	متوسط قطر الفراغات D (µm)	نمط توزيع الفراغات	مقاومة الشد $\sigma_f(Mpa)$
الطريقة 1	1000	37.3	0.02	ت.ث	
	1200	15.7	3.49	ت.م	
	1250	13.5	3.32	ت.أ	
	1300	16.0	4.28	ت.أ	
الطريقة 2	1000	56.0	7.68	ت.ث	
	1200	53.3	12.72	ت.م	
	1250	51.2	22.31	ت.أ	
	1300	51.9	39.40	ت.أ	
الطريقة 3	1150	39.9	1.65	ت.ث	
	1200	38.3	2.89	ت.م	
	1250	43.2	27.72	ت.أ	
	1300	40.5	48.93	ت.أ	
الطريقة 4	1000	41.9	0.69	ت.م	6
	1100	-	-	-	9
	1200	41.0	3.77	ت.أ	15
	1250	40.8	11.09	ت.ث	15
	1300	37.6	23.48	ت.أ	9

ت.أ: توزيع أحادي، ت.ث: توزيع ثنائي، ت.م: توزيع متعدد.

(6-1-2) دراسة خصائص الفراغات:

1- نسبها و أبعادها:

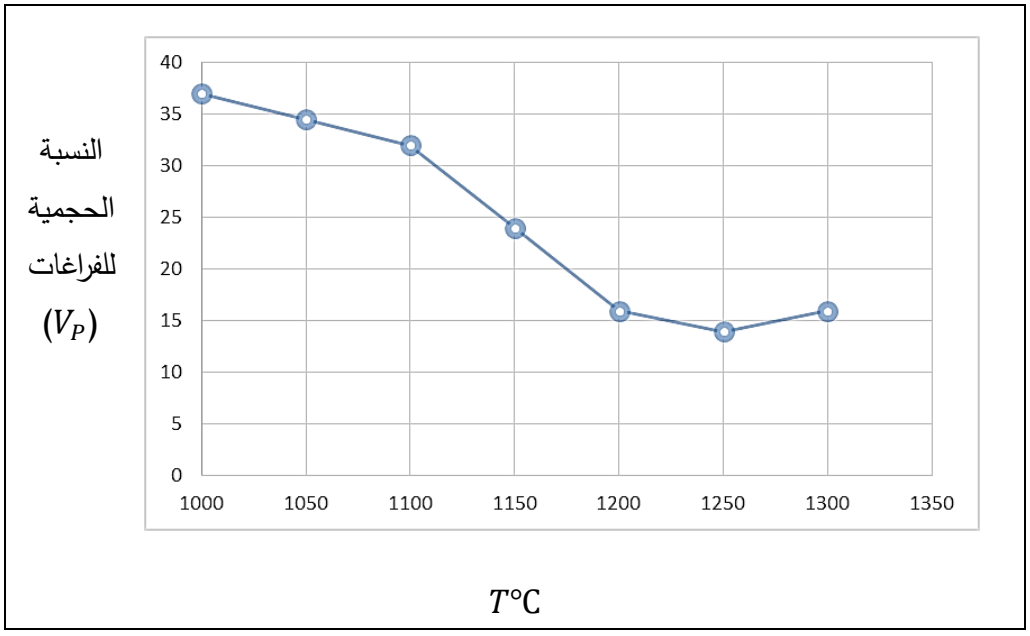
النتائج وفق نسبة حجم الفراغات (%) Vp وأبعادها (µm) D مدونة في الجدول السابق وممثلة في الأشكال(6-1)، وأول ملاحظة نسجلها هي تناقص النسبة الحجمية الكلية للفراغات وارتفاع متوسط قطرها مع ارتفاع درجة حرارتها وهذا بالنسبة لجميع العينات، وهو سلوك متوقع فبارتفاع درجة الحرارة تبدأ المادة في التكثف ويزول جزء من الفراغات، ومن ثم تنخفض نسبتها. بالنظر إلى الجدول (6-1) حيث دونت نتائج القياسات والشكلين (6-1) (6-2) حيث مُثّلث نتائج تغير نسبة الفراغات وأبعادها مع تغير درجة الحرارة. في عينات الكاولين المحضرة بالطريقة 1 نسجل نسبة الفراغات عند الدرجة 1000ºC وتقدر بحوالي Vp= 37% وقطر المتوسط D= 0.02 µm، النسبة الكلية للفراغات تُعدّ مقبولة لكن متوسط القطر ضعيف، فمثل هذه العينات لا تصلح لتكون مساند للطبقات الرقيقة، بالإضافة إلى ذلك فالخواص الميكانيكية ضعيفة كون العينات المعالجة عند هذه الدرجة غير ملبدة. بارتفاع درجة الحرارة تنخفض النسبة الحجمية للفراغات بشكل محسوس، فمثلاً عند درجة الحرارة 1200ºC نسجل نسبة بقدر 15% وتُعدّ هذه النسبة ضعيفة، لأن المساند يجب أن تكون النسبة الكلية للفراغات بها جيدة حتى تكون نفاذيتها عالية ولا تعيق مرور السائل الذي رُشّح بواسطة الطبقة الرقيقة الموضوعة على هذا الحامل. يوضح لنا الشكل (6-3) صورتين مجهريتين لمقطع في عينتين معالجتين عند 1000ºC و 1200ºC حيث يبدو سطح المقطع وكأنه مصمت، فبالنسبة للعينة المعالجة عند درجة حرارة 1000ºC متوسط قطر الفراغات كما أشرنا سابقاً في حدود D= 0.02 µm وهذا ما تؤكده الصورة حيث يصعب رؤية الفراغات بمثل هذه الأبعاد، أما بالنسبة للعينة المعالجة عند درجة حرارة 1200ºC فنسبة الفراغات بها ضعيفة لكن أقطارها أكبر من تلك المعالجة عند درجة الحرارة 1000ºC .

بالنظر إلى الأشكال من (6-4) إلى (6-7) وكذلك الجدول (6-1) ومقارنة نتائج هذه الطرق الثلاثة مع الطريقة الأولى فإننا نسجل تحسناً كبيراً في نسبة الفراغات وأبعادها، ففي جميع الطرق وفي جميع العينات لم تقل نسبة الفراغات عن 37 وهي نسبة مقبولة، فإضافة الدولوما إلى الكاولين ساعدت على تحسين نسبة الفراغات. لكن ما نسجله بالنسبة لهذه

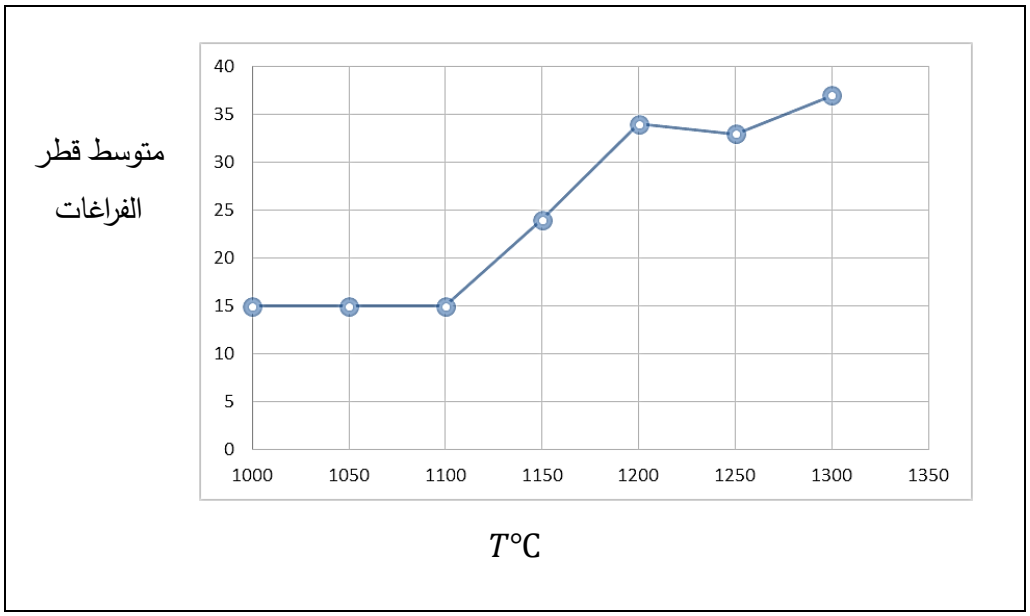
الطرق هو الزيادة الكبيرة في حجم الفراغات وخاصة في العينات المحضرة بالطريقتين 2 و 3 حيث نسجل قطراً متوسطاً يفوق 20 µm الشكل (6–5) وهذا عند درجتي حرارة 1250°C و 1300°C. إن وجود مساند لها فراغات بهذا البعد تطرح إشكالات عند وضع الشريحة عليها، فالشريحة أو الطبقة الرقيقة، وكما يدل عليه اسمها، تكون حبيبات مادتها الأولية صغيرة في غالبية الأحوال، وهذه الحبيبات وفي أثناء عملية وضع الشريحة على المسند يمكن أن تتوغل داخل فراغات المسند وتسدها، وهذا أمرٌ غير مرغوب فيه.

إن تغيرات أبعاد الفراغات مع تغير درجة الحرارة يمكن ملاحظتها بوضوح بواسطة صور مجهر إلكتروني لمجموعة من العينات محضرة بالطرق المطلوبة.

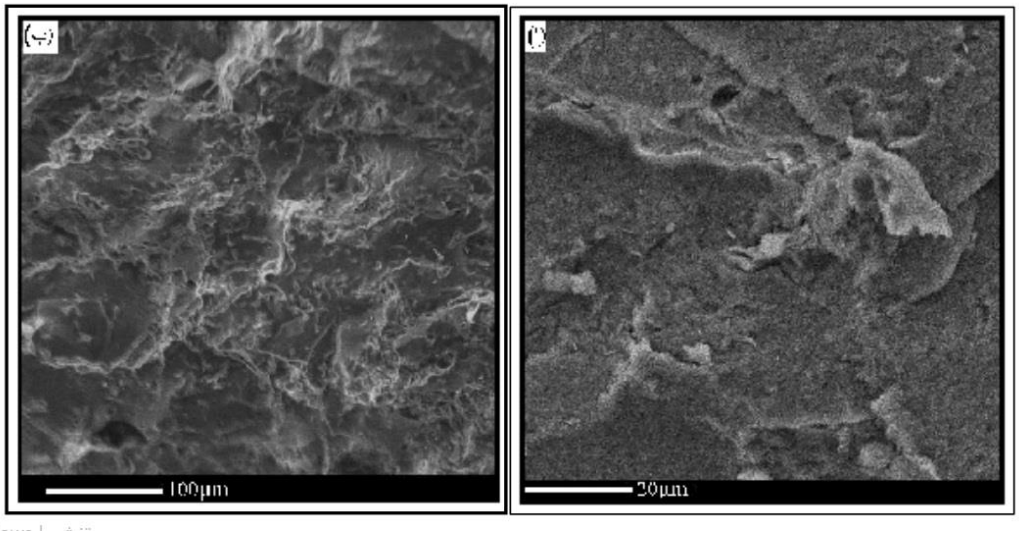
يلاحظ بين الدرجتين (1250°C و 1300°C) ارتفاع بسيط في النسبة الحجمية للفراغات ويعود السبب في ذلك أنه عند الوصول إلى تلك الدرجات تبدأ بعض المواد بالتبخر من العينة لتترك مكانها فراغات جديدة تزيد من هذه النسبة .



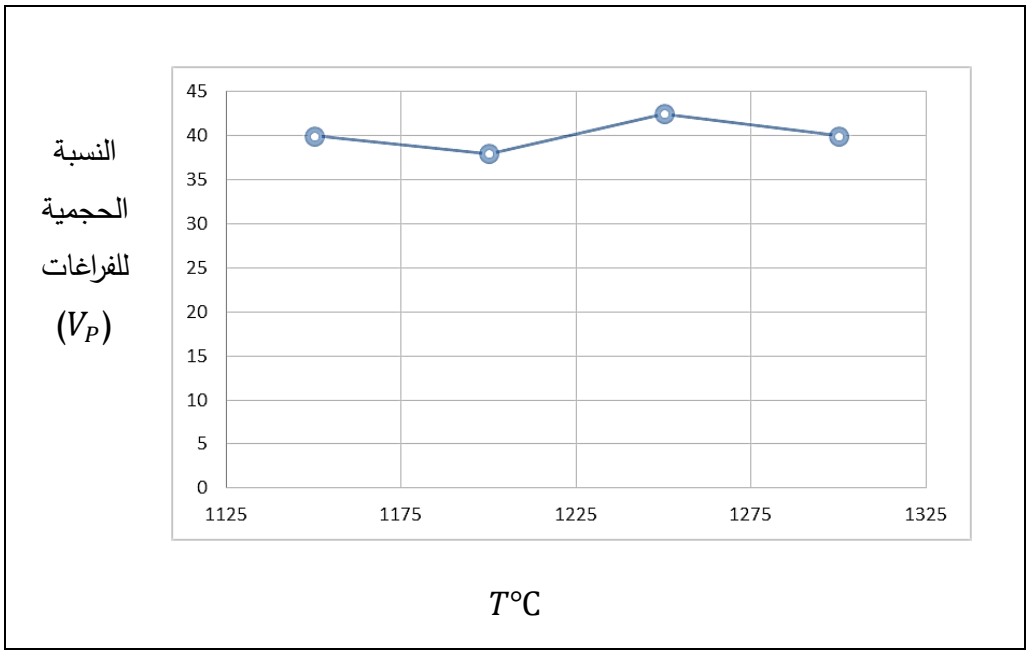
الشكل (6–1) تأثير درجة الحرارة في نسبة الفراغات في عينات الكاولين المحضرة بالطريقة 1



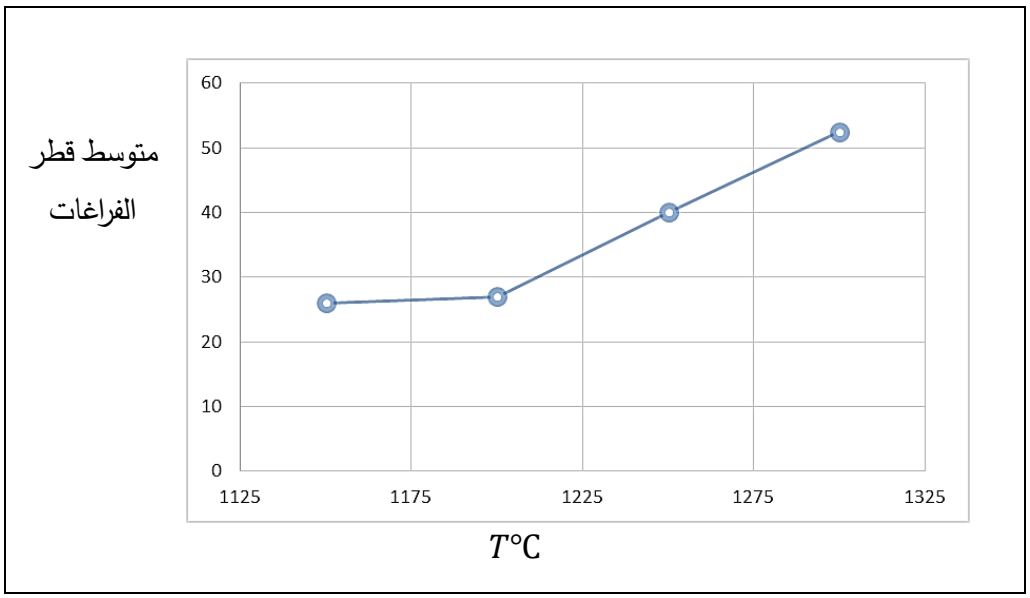
الشكل (6–2) تأثير درجة الحرارة في أبعاد الفراغات لعينات الكاولين المحضرة بالطريقة 1



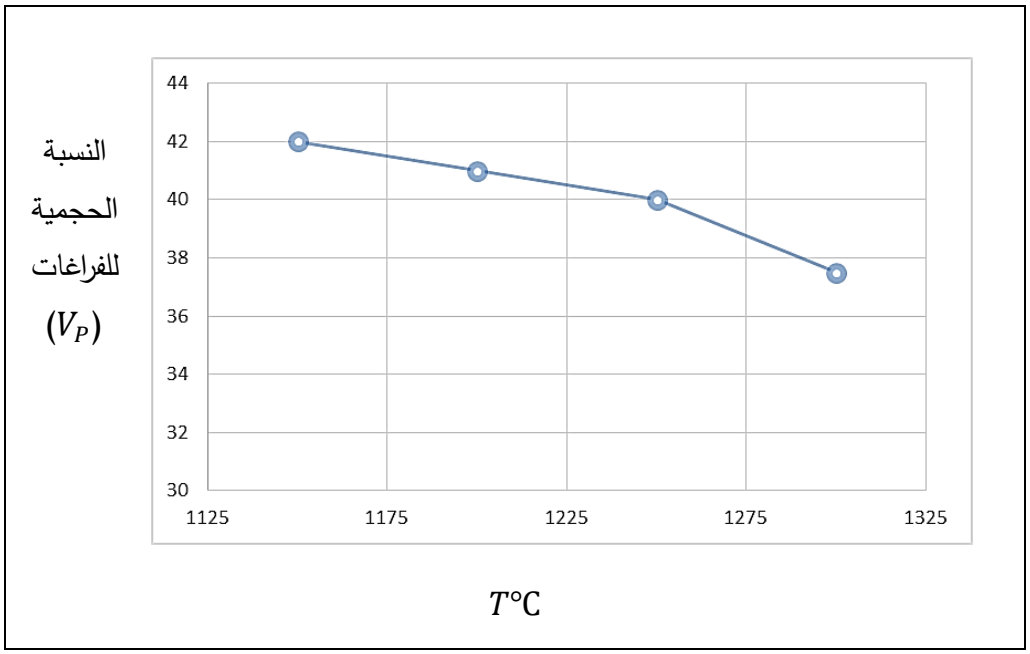
الشكل (6–3) صورتان مجهريتان لمقطعين في عينتي كاولين محضرتين بالطريقة 1 نفسها على اليمين عند الدرجة 1000°C وعلى اليسار عند الدرجة 1200°C



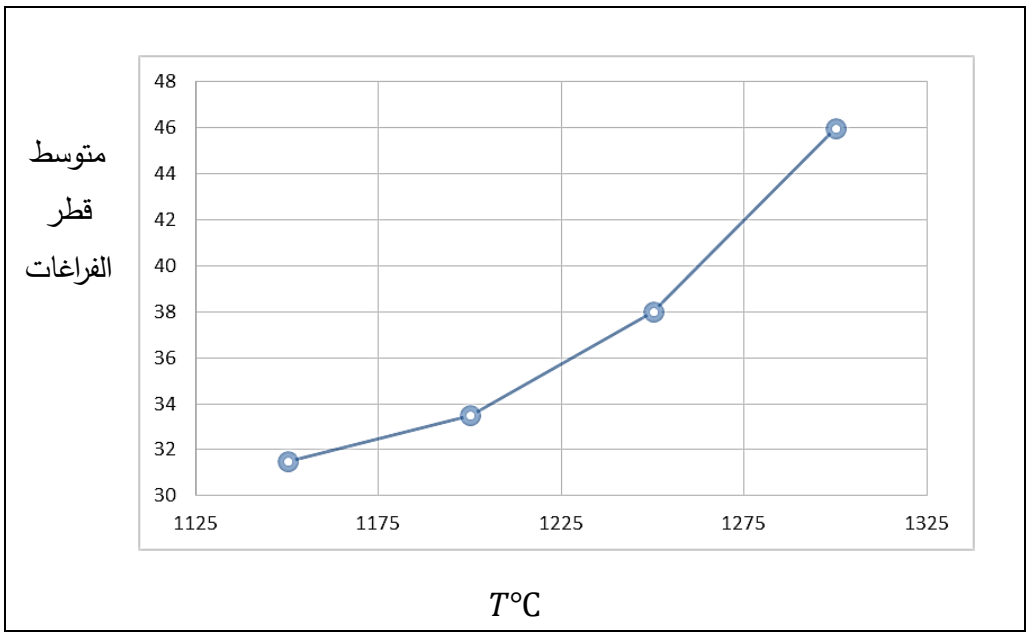
الشكل (6–4) تغير النسبة الحجمية للفراغات للعينات المحضرة بالطريقتين2 و 3



الشكل (6–5) تغير أبعاد الفراغات للعينات المحضرة بالطريقتين2 و 3



الشكل (6–6) تغير النسبة الحجمية للفراغات للعينات المحضرة بالطريقة 4



الشكل (6–7) تغير أبعاد الفراغات للعينات المحضرة بالطريقة 4

(6-1-3) نمط توزيع الفراغات:

نمط توزيع الفراغات في العينات المحضرة أشير إليه في الجدول (6-1). يمكن تصنيف نمط توزيع الفراغات في الحالة العامة إلى ثلاثة أصناف: توزيع أحادي (ت.أ) أو توزيع ثنائي (ت.ث) أو توزيع متعدد (ت.م). فالصنف الأول يعني أن الفراغات لها أبعاد متقاربة، أي هناك تجانس في التوزيع، ومثل هذا التوزيع مهم جداً ومرغوب به سواء في الطبقات الرقيقة أو المساند، وأهميته تكون أكبر في الطبقات الرقيقة لأنها التي تتحكم في عملية الفصل ودرجة الانتقائية، فطبقة رقيقة بفراغات متجانسة تكون لها عتبة قص دقيقة ومستوى فصل محدد. فعلى سبيل المثال: إذا كان لدينا محلول به أصناف عدة من الجزيئات ذات الأحجام المختلفة وأردنا تمرير نوع معين من الجزيئات وفصل الباقي فمجال توزيع الفراغات هو الذي يتحكم في درجة الفصل، فإذا كان المجال واسعاً كان مجال التمرير واسعاً أيضاً، أي إنّ المحلول الذي رُشّح فيه أصناف عدة من الجزيئات بنسب متغيرة، وإذا كان المجال ضيقاً فعدد مجال الأصناف المرشحة ينخفض ونسبتها في المحلول المرشح تزداد. النتيجة السابقة و التي تفيد في التفضيل بين أنواع المرشحات عند اختيارها للتطبيق الذي ستستخدم به.الصنف الثاني من التوزيع هو الثنائي (ت.ث) مثل هذا النوع يدل على وجود قسمين من الفراغات، قسم أبعاد فراغاته تتوزع في مجال معين له قيمة متوسطة معينة، وقسم ثانٍ أبعاد فراغاته تتوزع في مجال ثانٍ له قيمة متوسطة أخرى، ومثل هذا التوزيع للفراغات غير مرغوب به في المساند والطبقات الرقيقة.الصنف الثالث من التوزيع هو التوزيع المتعدد (ت.م) وهذا التوزيع يدل على وجود أقسام عدة من الفراغات وهو غير مرغوب به على الإطلاق.

(6-1-4) دراسة الخصائص الميكانيكية لعينات الكاولان دولوما:

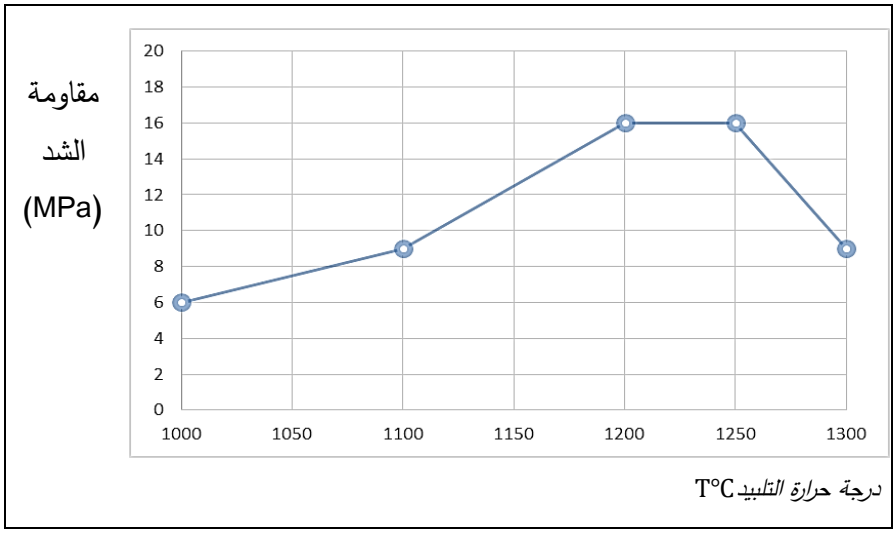
دُرست الخصائص الميكانيكية لعينات الكاولين + الدولوما المحضرة بالطريقة الرابعة حيث تم دراسة مقاومة الشد لها والتي تقدر ب(Mpa)((تعني أقصى إجهاد يمكن أن تتحمله المادة دون أن تنهار)) وهذا باستعمال جهاز اختبار الشد التقليدي بتجربة واحدة لكل عينة، ونتائج هذا الاختبار يوضحها الشكل (6-8).

كما يمكننا أن نميز في منحني الشكل (6-8) ثلاث مناطق نقسمها حسب درجة الحرارة إلى 3 مجالات وهي:

المجال الأول من 1000°C إلى 1200°C: ارتفاع درجة الحرارة في هذا المجال ساعد على تكثيف المادة وانخفاض نسبة الفراغات بها، وهذا ما أدى إلى تزايد مقاومة الشد للعينات وتحسن خصائصها الميكانيكية.

المجال الثاني من 1200°C إلى 1250°C: قيمة مقاومة الشد بقيت تقريباً ثابتة على الرغم من الانخفاض الطفيف في نسبة الفراغات. لكن هناك فعل أو عامل آخر له تأثير وهو أبعاد الفراغات، فالفراغات ذات الأبعاد الكبيرة تؤثر سلباً في الخصائص الميكانيكية، في هذا المجال تم تسجيل زيادة في نسبة أبعاد الفراغات التي انتقل متوسط نصف قطرها من حوالي 4µm إلى 11µm. إذاً في هذا المجال انخفاض نسبة التلبيد وتزايد أبعاد الفراغات فكان لهما تأثير عكسي متساوٍ فبقيت مقاومة الشد نفسها.

المجال الثالث 1250°C إلى 1300°C: تم التحقق من النتائج التي تعتبر مألوفة إلى حد معين ولكن كان لا بد من إثباتها، حيث نلاحظ أن هناك انخفاضاً ملحوظاً في قيمة مقاومة الشد وبالنظر إلى قيمتي نسبة الفراغات وأبعادها المدونة في الجدول(6-1) نسجل انخفاضاً في نسبة الفراغات من 40% إلى 37% وزيادة في متوسط قطرها الذي انتقلت قيمته من 11µm إلى 22µm. انخفاض نسبة الفراغات يساعد على تحسين الخصائص الميكانيكية، وزيادة أبعادها يضعف الخصائص الميكانيكية. في هذا المجال تزايد أبعاد الفراغات غلب على تأثير انخفاض نسبتها، وهذا ما أدى إلى تناقص مقاومة الشد. فالفراغات كبيرة الحجم تضعف الخصائص الميكانيكية للعينات بشكل واضح .



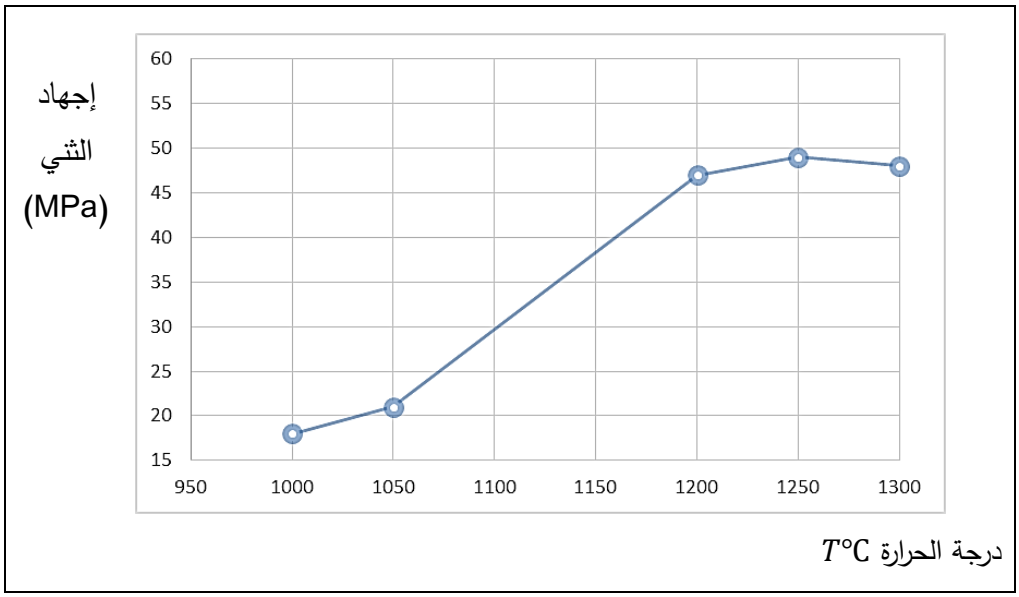
الشكل (6-8) تغير مقاومة الشد مع تغير درجة الحرارة في عينات الكاولين+دولوما

(6-1-5) الخصائص الميكانيكية لعينات الكاولين:

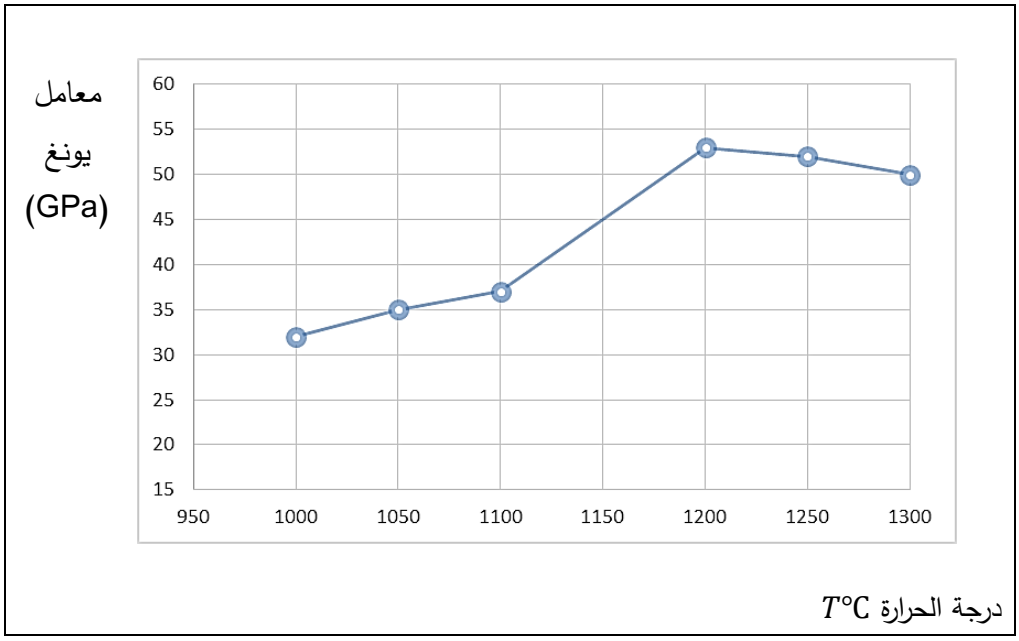
دُرست الخصائص الميكانيكية لعينات الكاولين المحضرة بالطريقة الأولى بإجراء اختبار الثني، حيث قيست مقاومة الثني ومعامل يونغ، والنتائج التي حُصل عليها مدونة في الجدول (6-2) وممثلة في الشكلين (6-9) و(6-10). نلاحظ على الشكل تزايد مقاومة الثني وقيمة معامل يونغ مع تزايد درجة الحرارة، وهذا يدل على تحسين الخصائص الميكانيكية للعينات. هذا التحسن راجع لانخفاض نسبة الفراغات في العينات، حيث انتقلت نسبة حجم الفراغ من القيمة Vp= 37% عند الدرجة 1000°C لتستقر في حدود Vp= 15% في مجال درجات الحرارة الأعلى من 1200°C، وهذا ما يفسر لنا كذلك استقرار قيمة معاملي يونغ ومقاومة الثني في هذا المجال لدرجات الحرارة. هذه النتائج تبين لنا بوضوح أن الخواص الميكانيكية لها علاقة مباشرة بنسبة الفراغات (نسبة التلبيد)، فكلما كانت نسبة الفراغات أقل كانت الخصائص الميكانيكية أحسن.

الجدول (6-2) نتائج تأثير درجة حرارة التلبيد في الخصائص الميكانيكية لعينات الكاولين

الطريقة المتبعة	درجة حرارة المعالجة (C°)	نسبة الفراغات Vp (%)	إجهاد الثني $\sigma_f(Mpa)$	معامل يونغ E (GPa)
الطريقة 1	1000	37.3	18	8.1
	1050	-	21	9.3
	1100	-	27	10.4
	1200	15.7	47	17
	1250	13.5	49	16.9
	1300	16.0	48	16.5



الشكل (6-9) تغير مقاومة الثني مع تغير درجة الحرارة في عينات الكاولين



الشكل (6-10) تغير معامل يونغ مع تغير درجة الحرارة في عينات الكاولين

(6-2) دراسة مساند الكاولين (F2) المحضرة باستخدام طريقة الطرد المركزي :

تستخدم الأنابيب السيراميكية المسامية كمساند للطبقات الرقيقة المحضرة من مواد لا عضوية. من بين الطرق التقليدية المستخدمة لتحضير مثل هذه الأنابيب هي الضغط الهيدروستاتيكي و طريقة الاستخراج، هاتان الطريقتان مناسبتان لإنتاج أنابيب ذات كثافة عالية، لكن استخدام مثل هذه الأنابيب كمساند للطبقات الرقيقة يطرح بعض المشاكل أو

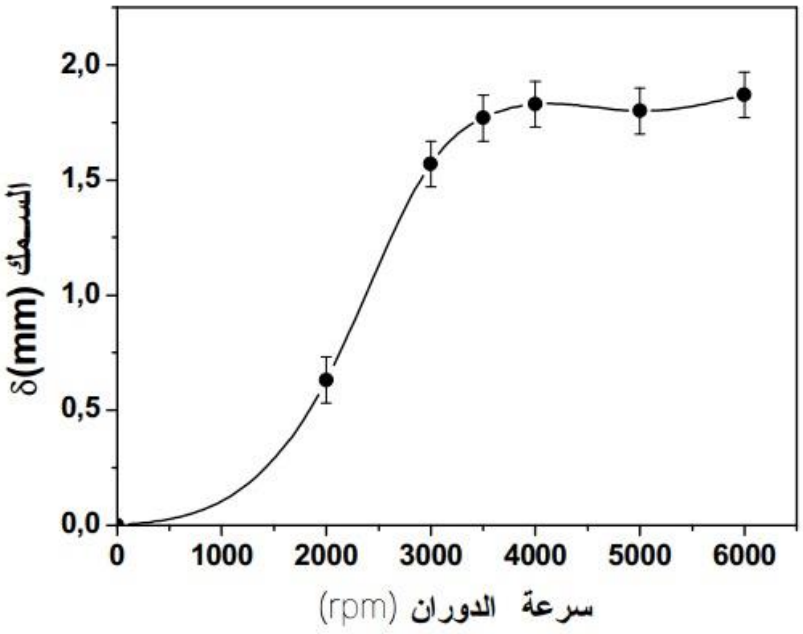
التحفظات لاسيما عدم تجانس أبعاد المسامات (مجال توزيعها واسع)، وكذلك درجة نعومة السطح الداخلي للأنبوب وهما عنصران أساسيان خاصة عند وضع طبقات خاصة بفصل الغازات. بالإضافة إلى لطرق التقليدية المتبعة لتحضير مساند ذات شكل أنبوبي هناك طريقة أخرى وهي الطرد المركزي، تمكننا هذه الطريقة من الحصول على شكل أنبوبي ذي استدارة جيدة وسطح داخلي ناعم وفراغات لها أبعاد متجانسة موزعة في مجال ضيق، وهي عوامل مهمة تتحكم في نوعية الأغشية (الطبقات الرقيقة) التي توضع على هذا السطح .

(6-2-1) تأثير سرعة الدوران على ثخانة المساند :

دُرس تحضير مجموعة من العينات تحت سرعات دوران مختلفة لجهاز الطرد المركزي تتراوح قيمها بين 2000rpm و 6000rpm وهذا لمدة دقيقتين لكل عملية. تجفف الأنابيب ثم تعالج حرارياً عند درجة حرارة 400°C لمدة نصف ساعة لتُقاس بعد ذلك الثخانة. اختيار درجة الحرارة 400°C تم على أساس كونها غير كافية لحدوث عملية التلبيد أو حدوث تغيير في بنية الكاولين. النتائج التي حصلنا عليها مدونة في الجدول (6-3) و ممثلة بيانياً في الشكل (6-11)، حيث نلاحظ زيادة في الثخانة مع زيادة سرعة الدوران، فبزيادة السرعة تزداد شدة القوة الطاردة ومن ثم تزداد كمية المادة المتوضعة على سطح الأسطوانة. إن زيادة الثخانة مع زيادة السرعة يعني أن المدة الزمنية المقدرة بدقيقتين غير كافية لفصل كل المادة الصلبة عن السائل وترسيبها على سطح الأسطوانة .

الجدول (6-3) تأثير سرعة الدوران على ثخانة الأنابيب

السرعة (rpm)	2000	3000	3500	4000	5000	6000
الثخانة $\delta(mm)$	0.63	1.57	1.77	1.83	1.80	1.87



الشكل (6–11) تأثير سرعة الدوران على ثخانة الأنابيب

(6–2–2) تأثير درجة الحرارة في نسبة الفراغات وأبعادها:

تمت عملية حساب نسبة الفراغات بواسطة جهاز قياس الفراغات الزئبقي، والنتائج التي حصلنا عليها مدونة في الجدول (6–4)

الجدول (6–4) نتائج تأثير درجة الحرارة في خصائص العينات

درجة الحرارة (°C)	1000	1050	1100	1150	1200	1250
نسبة حجم الفراغات (%)	50.17	49.70	43.87	37.67	31.40	28.95
متوسط قطر الفراغات $D(\mu m)$	0.61	0.63	0.74	0.77	0.77	0.75

يوضح لنا الجدول السابق تغير قيمة متوسط قطر الفراغات ونسبتها الحجمية مع تغير درجة الحرارة، حيث نسجل تناقصاً مستمراً في نسبة الفراغات، ويقابل هذا النقصان زيادة في أبعادها، وهي تغيرات متوقعة ، تكون المادة في درجات الحرارة المنخفضة عبارة عن تجمع حبيبي ذي كثافة منخفضة، وتكون كل حبيبة منه في حالة تلامس ميكانيكي مع حبيبة أخرى على الأقل. مساحات التلامس بين الحبيبات تكون أولى المناطق التي تخضع لتأثير درجة

الحرارة، فهي تمثل مناطق التفاعل. بارتفاع درجة الحرارة تبدأ مراكز الحبيبات في الاقتراب من بعضها بعضاً لتزداد بذلك مساحات التلامس بينها، وتصبح العينة أكثر كثافة وتتناقص بذلك نسبة الفراغات فيها.

تُلبّد المادة في البداية على حساب الفجوات صغيرة الحجم التي تزول بهجرتها إلى السطح عبر الحدود الحبيبية أو تلتحم مع فجوات أخرى لتعطي فراغات ذات أبعاد أكبر (التي يصعب زوالها)، وهذا ما يفسر لنا زيادة أبعادها مع ارتفاع درجة الحرارة.

عند درجة الحرارة 1000°C يمتد مجال توزيع قطر الفراغات تقريباً من 0.01µm إلى 2µm. و مع ارتفاع درجة الحرارة تزول بعض الفراغات صغيرة الحجم ويتحد بعضها ليشكل فراغات ذات حجم أكبر، كما نسجل ظهور مجالين لتوزيع الفراغات، حيث يمتد المجال الأول تقريباً من 0.01µm إلى 0.08µm، والمجال الثاني من 0.08µm إلى 2µm، لكن نسبة فراغات المجال الأول ضعيفة حيث تزول مع ارتفاع درجة الحرارة و يبقى مجال واحد يمتد تقريباً من 0.1µm إلى 2µm عند درجتي الحرارة 1100°C و 1150°C ليتقلص قليلاً بعد ذلك مجال توزيع قطر الفراغات عند درجتي الحرارة 1200°C و 1250°C لتصبح تقريباً من 0.2µm إلى 2µm .

(6-2-3) النتيجة :

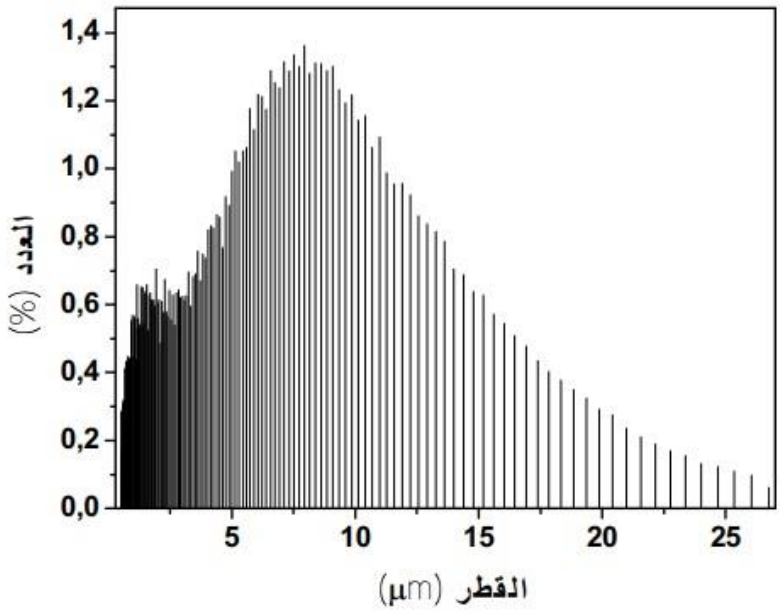
تُعدّ طريقة الطرد المركزي مثالية للحصول على عينات متجانسة من ناحية توزيع الفراغات وأبعادها التي كان توزيعها منتظماً ومثالياً، حيث تمكن هذه الطريقة من الحصول على عينات نسبة الفراغات فيها تتراوح بين 28 و 50 % ،أما متوسط قطرها فهو في حدود $0.7\mu m$.

(6-3) دراسة مساند الكاولين (F2) المحضرة باستخدام طريقتي الاستخراج والتصفيح:

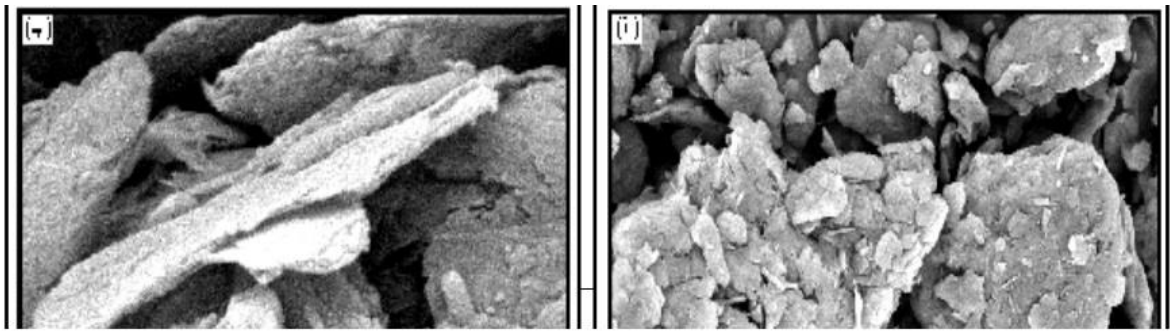
نتطرق في هذا الجزء إلى دراسة حوامل للشرائح المحضرة بطريقتي الاستخراج و التصفيح المذكورة سابقاً، وهذا باستخدام مادة الكاولين (F2) .

(6-3-1) دراسة مسحوق المادة الأولية :

يمثل الشكل (6-12) نمط توزيع أبعاد حبيبات الكاولين (F2) المستعملة في تحضير المساند التي قدر متوسط قطر حبيباتها بحوالي 8µm، كما تظهر العينات في الشكل (6-13) بأنها مكونة من حبيبات دقيقة وتجمعات أخرى مكونة من حبيبات أكبر ، بالإضافة إلى أن هذه العنيات تتمتع ببنية طبقية (رقائقية) .



الشكل (6-12) نمط توزيع أبعاد الحبيبات و الشكل الرقائقي لبنية العينات



الشكل (6-13) الشكل الرقائقي لبنية العينات

(6-3-2) حساب النسبة الحجمية للفراغات ومتوسط قطرها :

بعد المعالجة الحرارية حُسبت النسبة الحجمية للفراغات(V_P)، وأبعادها (D) في كل عينة وعند مختلف درجات الحرارة، وهذا باستخدام جهاز حساب الفراغات الزئبقي(Porosimétre a mercure) والنتائج التي حُصل عليها مدونة في الجدول أدناه.

الجدول (6-5) نتائج تأثير درجة الحرارة وطرق التحضير على خواص العينات بالاستخراج والتصفيح

التركيب	الطريقة التجريبية	درجة حرارة المعالجة (C°)	نسبة الفراغات Vp (%)	متوسط قطر الفراغات D (µm)	نمط توزيع الفراغات
كاولين +20% وزنا من النشاء	الطريقة 2 (الاستخراج)	1000	60	0.9	ت.أ
		1100	54.7	1.27	ت.أ
		1150	51	1.29	ت.أ
		1200	46.3	1.44	ت.أ
		1250	46.4	1.52	ت.أ
كاولين	الطريقة 2 (التصفيح)	1000	44.6	0.35	ت.أ
		1050	43.3	0.41	ت.ث
		1100	38.8	0.45	ت.أ
		1150	32.3	0.5	ت.أ
		1200	37.5	0.53	ت.أ

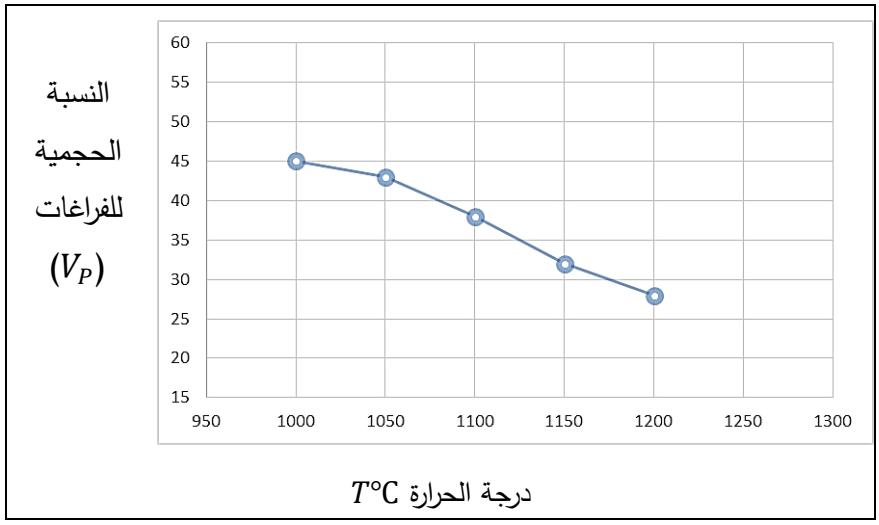
(6-3-3) دراسة خصائص الفراغات :

1- نسبتها وأبعادها :

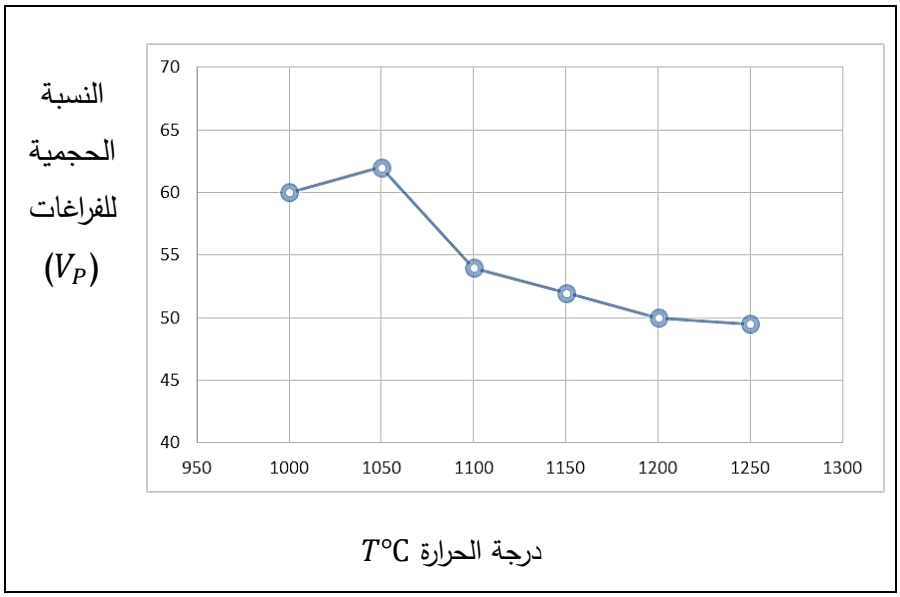
نتائج حساب نسبة حجم الفراغات وأبعادها في العينات المحضرة مدونة في الجدول(6-5) وممثلة في الشكلين(6-14) و (6-15)، حيث توضح الأشكال و الجدول أن نسبة الفراغات وأبعادها تتغير بالشكل نفسه في العينتين، حيث

تتناقص نسبة الفراغات مع ارتفاع درجة الحرارة وتتزايد قيمة متوسط قطرها. حيث انخفاض نسبة الفراغات مع ارتفاع درجة الحرارة يرجع إلى توفر الطاقة اللازمة والكافية لتجميع حبيبات المادة وتكثيفها، بينما في درجات الحرارة المنخفضة تكون الحبيبات في حالة تلامس ميكانيكي فقط، وتكون الطاقة غير كافية لتجميعها وتشكيل روابط بينها. كما يظهر في الشكل و الجدول أن نسبة الفراغات عند درجتي الحرارة 1000°C و 1050°C لم تتغير كثيراً حيث نسجل تقريباً القيمة نفسها، لكن عند الدرجة 1100°C نسجل تغيراً محسوساً في نسبة الفراغات، ويمكن القول إنه في حدود هذه الدرجة تبدأ عملية التلبيد.

ما نسجله كذلك هو التحسن الكبير في قيم النسبة الحجمية للفراغات ومتوسط قطرها في عينات الكاولين المضاف إليها 20 % وزناً من النشاء مقارنة مع الكاولين لوحدها، وهذا عند مختلف درجات الحرارة حيث لم تنزل نسبتها عن 45 %، وهي نسبة تُعدّ جيدة بالنسبة لحوامل الطبقات الرقيقة، لكن الإشكال يبقى في أبعاد الفراغات فبالرغم من تضاعف قيمة متوسط قطرها الذي أصبح يتراوح في حدود $1.5\mu m$ إلا أن هذا البعد يُعدّ منخفضاً قليلاً وهذا ربما يمكن إرجاعه إلى دقة حبيبات الكاولين حيث يتراوح متوسط قطرها في حدود 9μm ،وهو ما لاحظناه تقريباً عند دراستنا لعينات (DD3) دون إضافات.



شكل (6-14) تأثير درجة الحرارة في النسبة الحجمية للفراغات في عينات الكاولين دون إضافات من النشاء



شكل (6–15) تأثير درجة الحرارة في النسبة الحجمية للفراغات في عينات الكاولين مع إضافات من النشاء

(6–3–4) نمط توزيع الفراغات :

أ . في عينات الكاولين :

لُخِّص نمط توزيع الفراغات في عينات الكاولين في الجدول (6–5)، حيث يظهر وجود نمط توزيع واحد وهو التوزيع الأحادي (ت.أ)، لكن عرض مجال التوزيع يختلف من درجة حرارة لأخرى، ففي الدرجة 1050°C يلاحظ مجال توزيع واسع تمتد حدوده تقريباً من 0.03 الى 1µm، وبارتفاع درجة الحرارة يضيق هذا المجال لتصبح حدوده من 0.1 إلى 1µm وهذا عند درجة الحرارة 1150°C . هذا التناقص يعود الى زوال الفراغات صغيرة الحجم في أثناء عملية التلبيد.

ب . نمط توزيع الفراغات في عينات الكاولين + 20 % وزناً من النشاء:

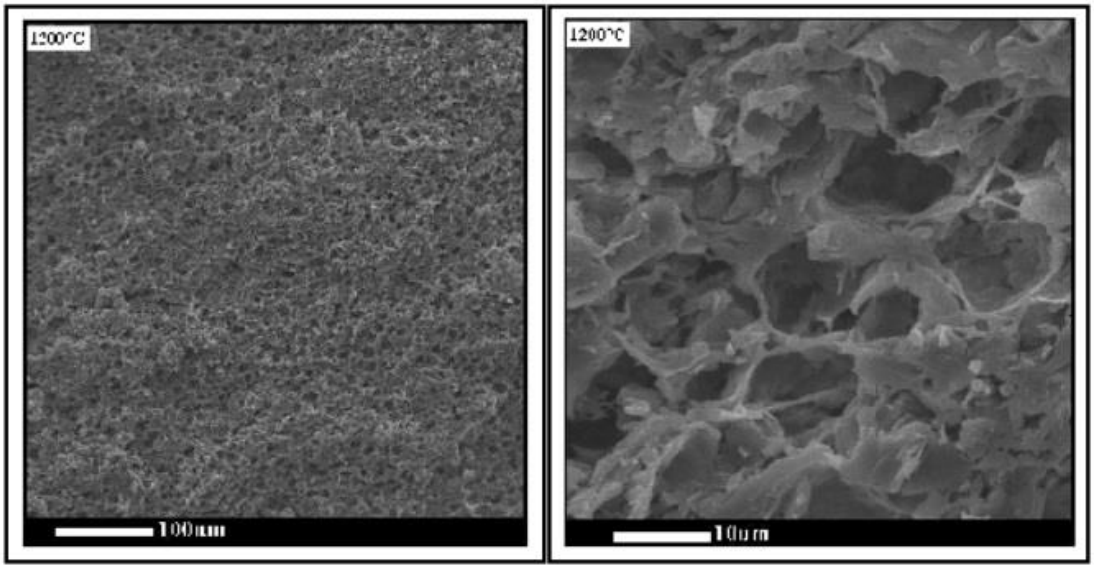
إن نمط توزيع الفراغات عند كل درجة حرارة الذي ذكر في الجدول السابق لا نلاحظ فيه فرقاً كبيراً مقارنة مع نمط توزيع الفراغات في عينات الكاولين دون إضافات، فنمط التوزيع عند الدرجة 1050°C هو توزيع ثنائي، وعند الدرجة 1100°C يزول المجال الواقع جهة الفراغات الصغيرة ليتحد مع الأول ليصبح التوزيع أحادياً حيث تتوزع الفراغات في مجال واحد تمتد حدوده تقريباً من 0.1 إلى 2µm، عند درجتي الحرارة 1150°Cو 1200°C لا نسجل فرقاً كبيراً في

نمط التوزيع مقارنة مع سابقه، وهذا يعطينا فكرة حول سير عملية التلبيد، حيث تزول أولاً الفراغات ذات الحجم الصغير وتنمو فراغات أخرى ليصبح حجمها أكبر.

(6-3-5) البنية المجهرية لعينات الكاولين + 20 % وزناً من النشاء:

أظهرت دراسة البنية المجهرية وجود تشابه كبير بين مختلف العينات المعالجة عند درجات حرارة مختلفة فلم نسجل تغيرات كبيرة، وهذا تأكيد للنتائج السابقة، حيث كانت أبعاد الفراغات وكذلك توزيعها نفسه تقريباً عند مختلف درجات الحرارة.

يبدو سطح مختلف العينات ومقطعها متجانساً بشكل كبير وخال من العيوب من ناحية توزيع الفراغات، وتبدو حبيبات المادة ذات حجم متقارب، كما تغيب الفراغات الكبيرة و العيوب المجهرية.



الشكل (6-16) صور مجهرية لمقاطع في مجموعة من العينات معالجة عند درجة الحرارة 1200°C بنسبتي تكبير مختلفة(100 مرة – 1000 مرة)

(6-3-6) الخصائص الميكانيكية :

دُرست الخصائص الميكانيكية بإجراء اختبار الثني ذي النقاط الثلاث حيث استخدمت لهذا الغرض عينات لها شكل

متوازي المستطيلات، وقد قيست مقاومة الثني عند حد الانكسار و معامل يونغ.

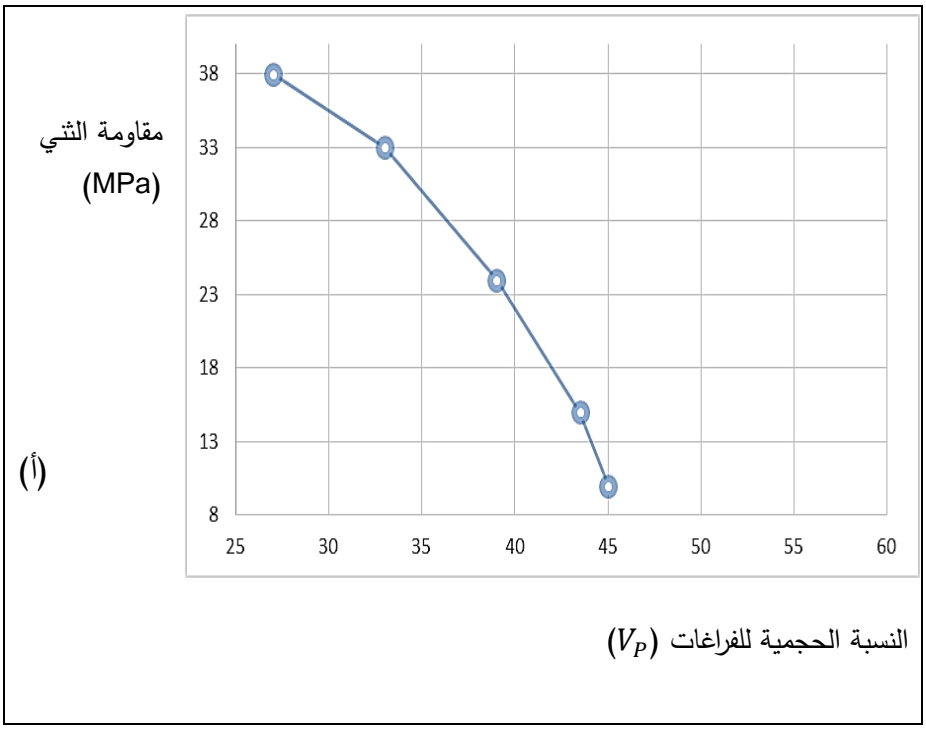
النتائج التي حُصل عليها مدونة في الجدول (6–6) وممثلة في الشكلين (6–17) و (6–18)

الجدول (6–6) نتائج تأثير درجة الحرارة على الخواص الميكانيكية للعينات

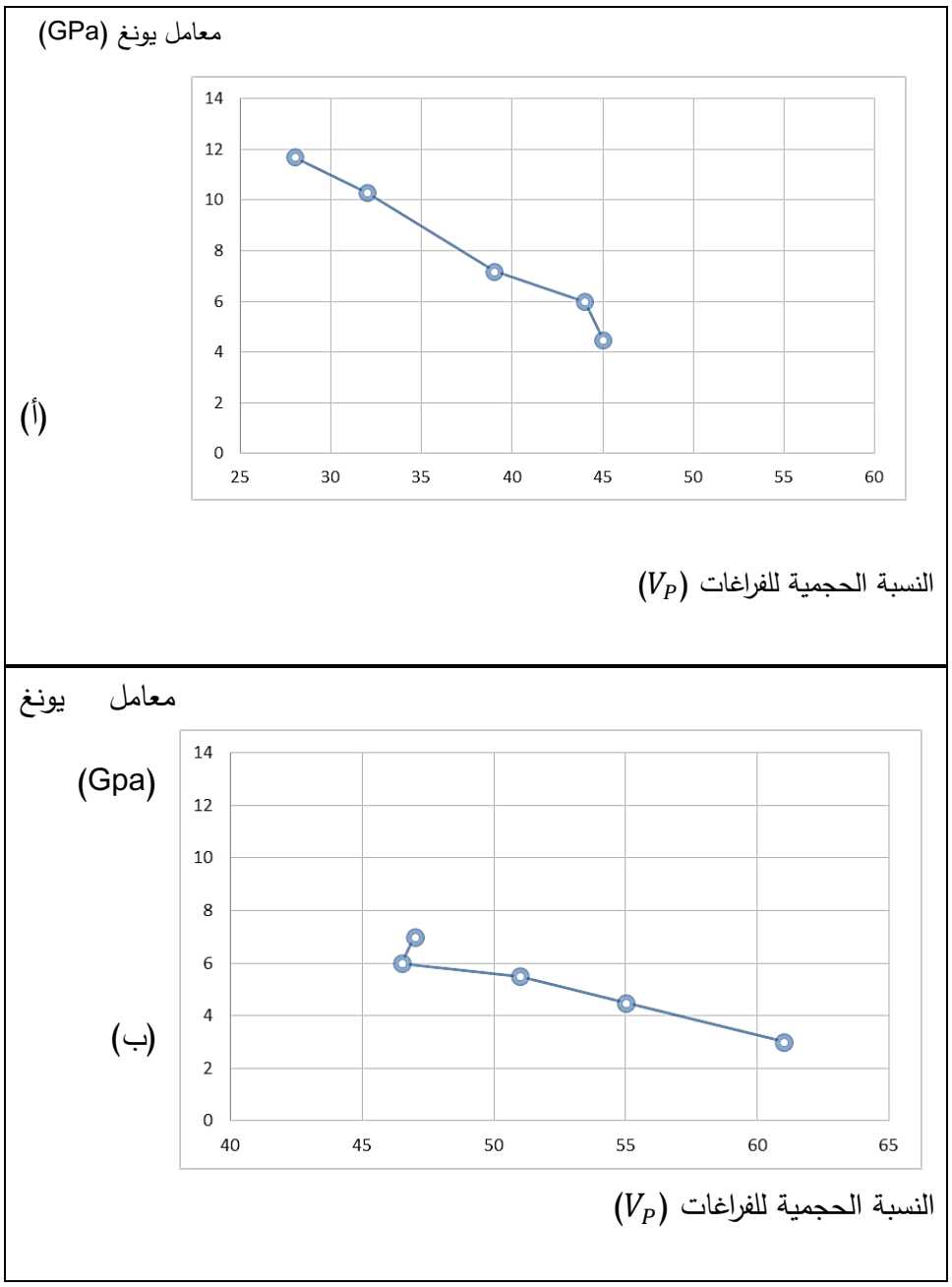
التركيب	درجة حرارة المعالجة (C°)	مقاومة الثني $\sigma_f(Mpa)$	معامل يونغ $E(MPa)$
كاولين +20% وزناً من النشاء	1050	6	3.1
	1100	13	4.6
	1150	16	5.4
	1200	19	6.1
	1250	25	7
كاولين	1000	10	4.6
	1050	15	6
	1100	23	7.3
	1150	33	10.3
	1200	38	11.7

الملاحظة الأولى التي نسجلها هي تزايد مقاومة الثني ومعامل يونغ مع تزايد درجة حرارة المعالجة، وهذا يدل على تحسن الخصائص الميكانيكية للعينات ويمكن تفسيرها بالاستعانة بالشكل الآتي الذي يمثل تغير معامل يونغ ومقاومة الثني بدلالة نسبة الفراغات في العينات، حيث يظهر بوضوح تحسن الخصائص الميكانيكية مع نقصان نسبة الفراغات في العينات والتي تنخفض مع ارتفاع درجة حرارة المعالجة، الملاحظة الثانية هي أن الخصائص الميكانيكية لعينات الكاولين دون إضافات أفضل منها في عينات الكاولين مع الإضافات. الملاحظة الأولى ، والملاحظة الثانية نفسرها كذلك على

أساس نسبة الفراغات، فالنسبة الحجمية للفراغات في عينات الكاولين أقل منها في عينات الكاولين مع الإضافات، ووجود الفراغات يضعف الخصائص الميكانيكية للعينات.



الشكل (6-17) تأثير النسبة الحجمية للفراغات في قيم مقاومة الثني لعينات الكاولين من دون إضافة (أ) و مع إضافات (ب)



الشكل (6-18)تأثير النسبة الحجمية للفراغات في قيم معامل يونغ لعينات الكاولين من دون إضافة(أ)ومع إضافات (ب)

(6-4) دراسة الشرائح:

(6-4-1) دراسة الشرائح الخاصة بالتنقية الميكرونية (microfiltration) :

نتطرق في هذا الجزء إلى دراسة الشرائح الخاصة بالتنقية الميكرونية المحضرة من مادة الكاولين (F2) والتي وضعت على مساند محضرة كذلك من المادة نفسها أي الكاولين(F2). العينات المحضرة يمكن عدّها مرشحات خاصة بالتنقية

الميكرونية، كما يمكن عدّها كذلك حوامل يمكن أن توضع عليها شريحة أو شرائح أخرى لها مسامات أقل دقة، أي شرائح خاصة بالتنقية الميكرونية الدقيقة (Ultrafiltration) .

حُضّرت شرائح الكاولين حسب الطريقة الموصوفة سابقاً وهذا باستخدام تقنية الامتزاز، حيث تعد قوى الامتزاز السطحي هي القوى المؤثرة في عملية وضع المادة على سطح الحامل. ثخانة الشريحة تتوقف على عوامل عدة نذكر منها نسبة الفراغات وأبعادها بالحامل و نفاذيته، وكذلك نسبة الكاولين في المحلول المعلق، لزوجته ومدة عملية وضع الشريحة ...الخ

(6-4-1-1) اختيار الحامل :

كما سبقت الإشارة إليه فالشريحة منفردة لا يمكنها أن تتحمل فرق الضغط المطبق عليها وكذلك الإجهادات الخارجية في أثناء عملية الترشيح، لذلك فهي توضع على حامل. واختيار حامل بعينه للتطبيق يتوقف على خواص هذا الأخير والتي نذكر منها نسبة الفراغات وأبعادها وكذلك خواصه الميكانيكية.

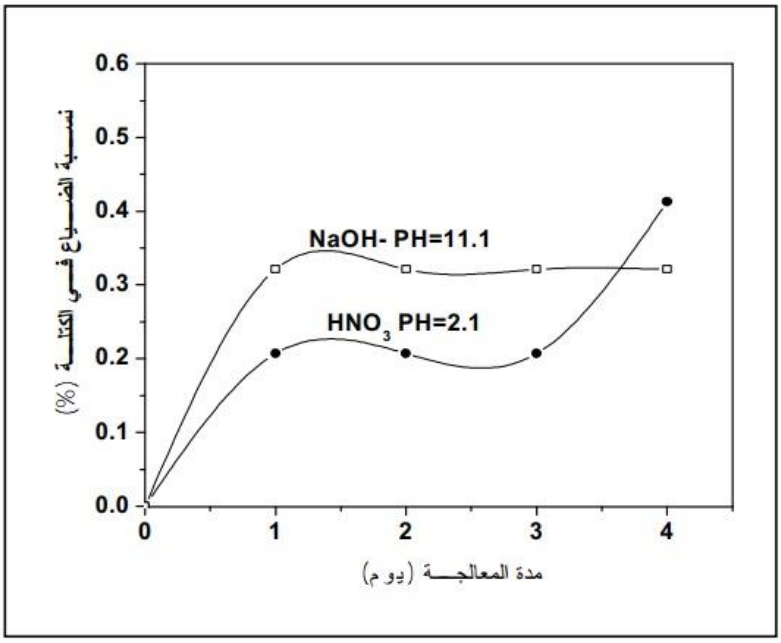
وعلى هذا الأساس فقد وقع اختيارنا على الحوامل المذكورة في الجدول (6-7) أدناه والمحضرة بطريقة الاستخراج (حوامل ذات شكل أنبوبي) مع الإشارة إلى أن الحامل المعالج 1150 يتحمل ضغطاً يفوق 15Pa.

الجدول (6-7) خصائص المساند (الحوامل) المستخدمة.

طريقة التحضير و شكل الحامل	درجة حرارة المعالجة (C°)	نسبة الفراغات Vp (%)	متوسط قطر الفراغات D(µm)	إجهاد الثني $\sigma_f(Mpa)$
الاستخراج حامل أنبوبي	1050	60.8	0.9	6.12
	1150	50.95	1.29	16.2
	1200	46.3	1.44	18.57

(6-4-1-2)الاستقرار الكيميائي :

أُجري اختبار الاستقرار الكيميائي على عينات معالجة عند 1050°C لمدة ساعة واحدة، حيث وضعت مجموعة من العينات في محلول حامضي هو حمض الأزوت HNO_3 درجة حموضته pH=2.1 و عينات أخرى في محلول قلوي NaOH له pH=11.1 وُضعت العينات في درجة حرارة تقدر ب 80°C ، ثم دُرست التغيرات الحاصلة في العينات بقياس الضياع في الكتلة و كذلك التغيرات بالبنية المجهرية. الشكل (6-19) يبين بوضوح عدم وجود أي ضياع في الكتلة بعد 4 أيام من المعالجة حيث لم تتجاوز نسبة الضياع في الكتلة 0.5 % ، كما توضح صور المجهر الإلكتروني عدم وجود أي تآكل. هذه النتائج تبين الاستقرار الكيميائي الجيد للعينات ومقاومتها للأوساط الحمضية والقلوية، وهذه إحدى الميزات الأساسية للشرائح المحضرة من مواد سيراميكية مقارنة بالشرائح المحضرة من مواد عضوية.



الشكل (6-19) الضياع النسبي في الكتلة لعينات عولجت كيميائياً

(6-4-1-3) اختبار النفاذية :

الهدف من الجريان المماسي هو تجنب التراكم المستمر على سطح الشريحة للعناصر التي أُوقفت، لذلك أجري اختبار

النفاذية على عينات لها شكل أنبوب بدل العينات المستوية، من جهة أخرى فقد قدر متوسط قطر الفراغات في الشرائح المحضرة باستعمال الكاولين (F2) بحوالي 0.5µm ، وهو يوافق مجال التنقية الميكرونية التي يمتد نطاقها من 0.1µmإلى 10µm.

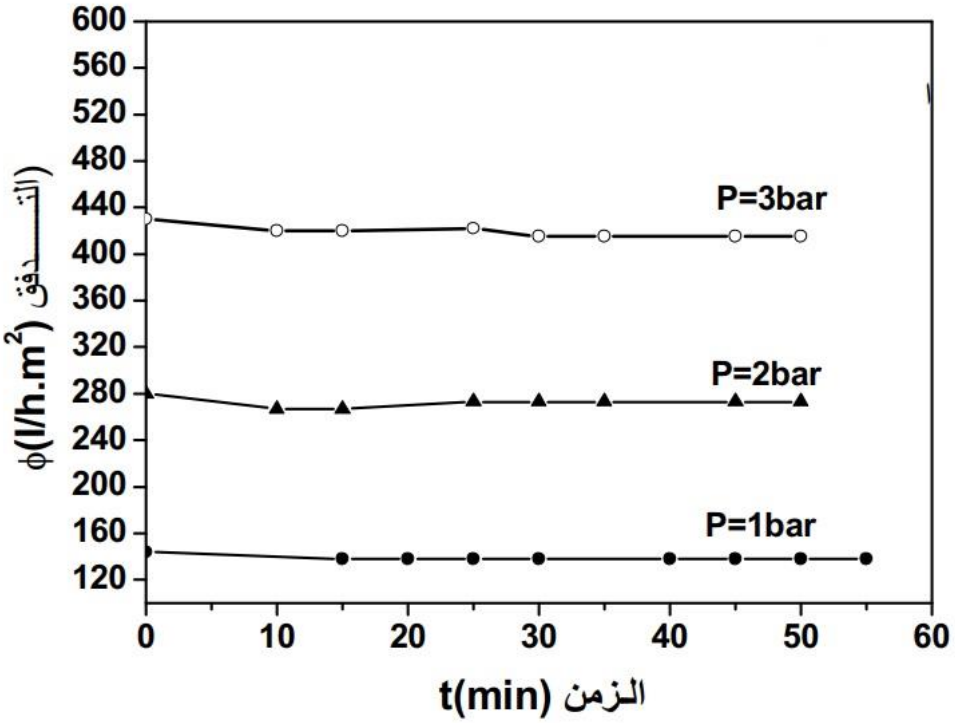
الشرائح الموضوعة على أنابيب طولها 15Cm والمحضرة حسب الطرق المشار إليها سابقاً دُرست بإجراء اختبار النفاذية.

قياس النفاذية:

قبل إجراء القياسات تُوضع العينات في الماء المقطر لمدة 24h بهدف الوصول إلى استقرار التدفق في أسرع وقت ممكن، الماء المستعمل في الاختبار هو ماء مقطر مقاومته تقدر ب 18Mohms .

تغير التدفق بدلالة الزمن والضغط :

يبين الشكل (6−20) تغير التدفق مع مرور الزمن من أجل قيم مختلفة للضغط المطبق. أول ملاحظة نسجلها هي التغير المألوف للتدفق مع مرور الزمن حيث يتناقص في أثناء الفترات الأولى للاختبار ثم يستقر في حدود قيمة معينة، كما نسجل كذلك ازدياد قيم التدفق مع زيادة قيمة الضغط المطبق بالنسبة للمرشح $(T = 1150℃, V_P = 51\%)$ حيث بلغت قيمة التدفق $140\ l/h.m^2$ من أجل ضغط مطبق يقدر ب P=1bar ، و نسجل التدفق $280\ l/h.m^2$ من أجل P=2bar و $420\ l/h.m^2$ من أجل الضغط P=3bar ، لكن الشيء غير المتوقع هنا هو قيمة النفاذية التي تُعدّ منخفضة إذا ما قورنت بأفضل مرشحات التنقية الميكرونية التي تتراوح نفاذيتها في حدود $900\ l/h.m^2$ ولبلوغ هذه القيمة يجب علينا تطبيق ضغط يقدر بحوالي $5 - 6\ par$.



الشكل (6−20) تغير التدفق بدلالة الزمن والضغط المطبق لحامل معالج عند 1200℃

(6−4−1−4) اختبار الانتقائية :

إن الهدف من التنقية الميكرونية للمياه هو فصل المواد الصلبة أو العالقة عن السائل. و للوقوف على مدى فعالية الشرائح المحضرة ومدى قدرتها على إيقاف المواد المنحلة وتمريرها. أجري هذا الاختبار على المرشح $(T_1 = 1150℃, T_2 = 1050℃, V_P = 46\%)$ حيث T_1 و T_2 هما درجتا الحرارة التي عولجت عندهما الشريحة والحامل على الترتيب، و V_P هي النسبة الحجمية للفراغات في المرشح. أُجري اختبار الانتقائية باستخدام محلول يحتوي على مادة عضوية مذابة تركيزها في السائل يقدر ب$0.5g/l$ ،والمادة المستعملة هي Dextran كتلتها المولية الوزنية تقدر ب 580. نسبة توقيف الشريحة للمادة العضوية قُدّرت باستخدام العلاقة الآتية :

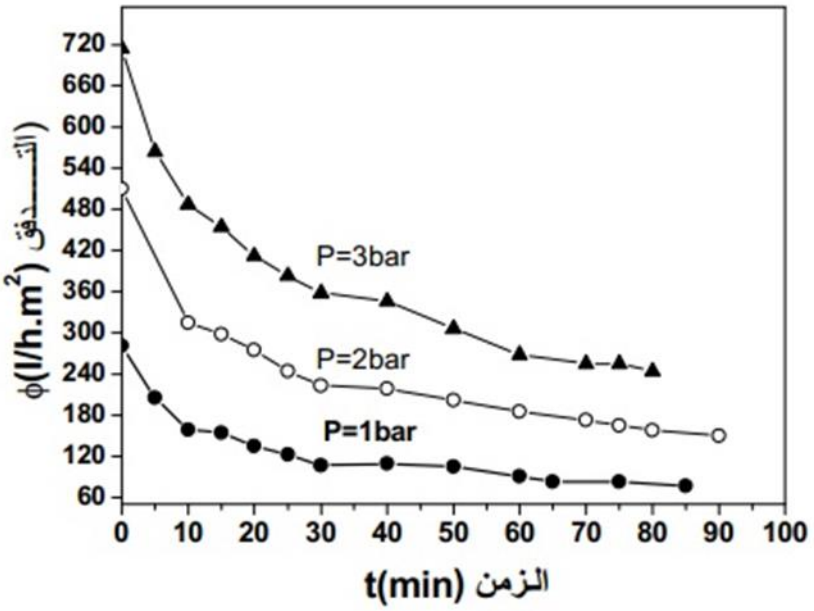
$$R\% = 100\left(1 - \frac{C_P}{C_F}\right) - - - - - (1-6)$$

R : يمثل نسبة توقيف الشريحة للمادة العضوية.

C_P : تركيز المادة العضوية في المحلول بعد الترشيح.

C_F : تركيز المادة العضوية قبل الترشيح .

مُثّل على الشكل (6−21) تغير تدفق المحلول بدلالة الزمن والضغط المطبق. نسجل على المنحنيات الثلاثة تزايد قيمة التدفق مع زيادة الضغط المطبق، كما نلاحظ كذلك التناقص المستمر للتدفق مع مرور زمن عملية الترشيح، وهذا عكس ما لوحظ عند إجراء اختبار النفاذية باستعمال الماء المقطر، حيث كان التدفق يستقر عند قيمة محددة بعد مدة تتراوح 15 دقيقة من بدء عملية الترشيح. هذا التناقص المستمر للتدفق يرجع إلى إيقاف الشريحة لجزيئات المادة العضوية المنحلة في السائل التي تكون بعض جزيئاتها قد سدت بعض فراغات المرشح، والسائل الذي تم رُشّح قيس به تركيز المادة العضوية باستعمال تقنية كروماتوغرافيا السوائل(liquid chromatography analyses) ،وقدرت نسبة الانتقائية التي حُصل عليها ب R=30% وهي نسبة يمكن القول عنها إنها مقبولة.



الشكل (6−21) تغير التدفق مع مرور الزمن من أجل ثلاث قيم مختلفة للضغط

(6-4-2) الشرائح المستخدمة بالتقنية الميكرونية الدقيقة :

تحضر شرائح التنقية الميكرونية الدقيقة غالباً من مواد مثل أو كسيد الزيركونيوم (ZrO_2) و الألومين (AL_2O_3) و ثاني أوكسيد التيتانيوم(TiO_2) و اوكسيد المغنيزيوم (MgO) ، وهذا راجع لخصائصها الحرارية والكيميائية الجيدة وعلى هذا الأساس اختيرت مادة (ZrO_2).

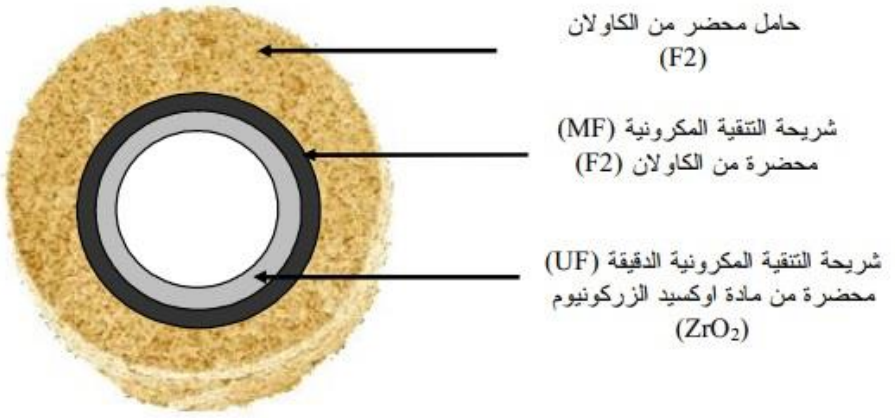
سنتناول في هذا الجزء دراسة شرائح خاصة بالتنقية الميكرونية الدقيقة (UF) المحضرة من مادة أو كسيد الزيركونيوم وُضعت هذه الشرائح على شرائح خاصة بالتنقية الميكرونية والتي حُضّرت من قبل، وقد استخدمت تقنية الامتزاز السطحي لوضع الشريحة على الحامل.

العينات (المرشحات) المحضرة تتكون من :

1-حوامل أنبوبية الشكل محضرة من مادة الكاولين المكلسنة عند 900°C، وهذا باستخدام تقنية الاستخراج (البثق)، و يلخص لنا الجدول(6-8) خواص الحوامل المستخدمة.

2-طبقة خاصة بالتنقية الميكرونية محضرة من الكاولين F2 .

3-طبقة ثانية محضرة من مادة أو كسيد الزيركونيوم .



الشكل (6-22) رسم تخطيطي للمرشحات المحضرة

خواص المساند (الحوامل) المستخدمة في هذه التقنية تتلخص في الجدول(6-8) :

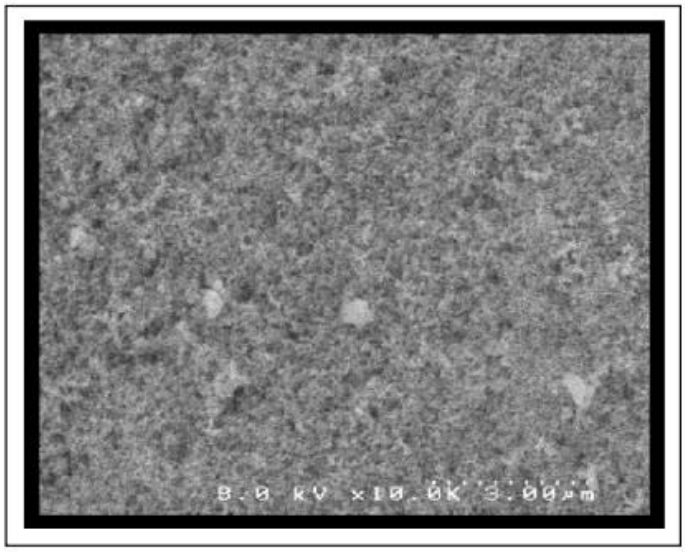
الجدول (6−8) خصائص المساند (الحوامل) المستخدمة.

	درجة حرارة المعالجة (C°)	نسبة الفراغات Vp (%)	متوسط قطر الفراغات D(µm)	إجهاد الثني $\sigma_f(Mpa)$	معامل يونغ $E(GPa)$
الحامل	1250	50.9	4.07	51	21
طبقة التنقية الميكرونية (MF)	1050	–	0.5	–	–

(6−4−2−1)البنية المجهرية :

لوحظت الشرائح المحضرة تحت المجهر. الشكل (6−23) أدناه عبارة عن صورة يمثل سطح شريحة التنقية الميكرونية الدقيقة.

صور المجهر تعطينا فكرة عن التجانس الكبير في سطح العينات وخلوه من العيوب، حيث يخلو السطح من الفراغات ذات الأبعاد الكبيرة و العيوب المجهرية. مقطع العينة يظهر لنا كذلك وجود تجانس في ثخانة شريحة التنقية الميكرونية الدقيقة والتي قدرت ثخانتها بحوالي $7\mu m$.



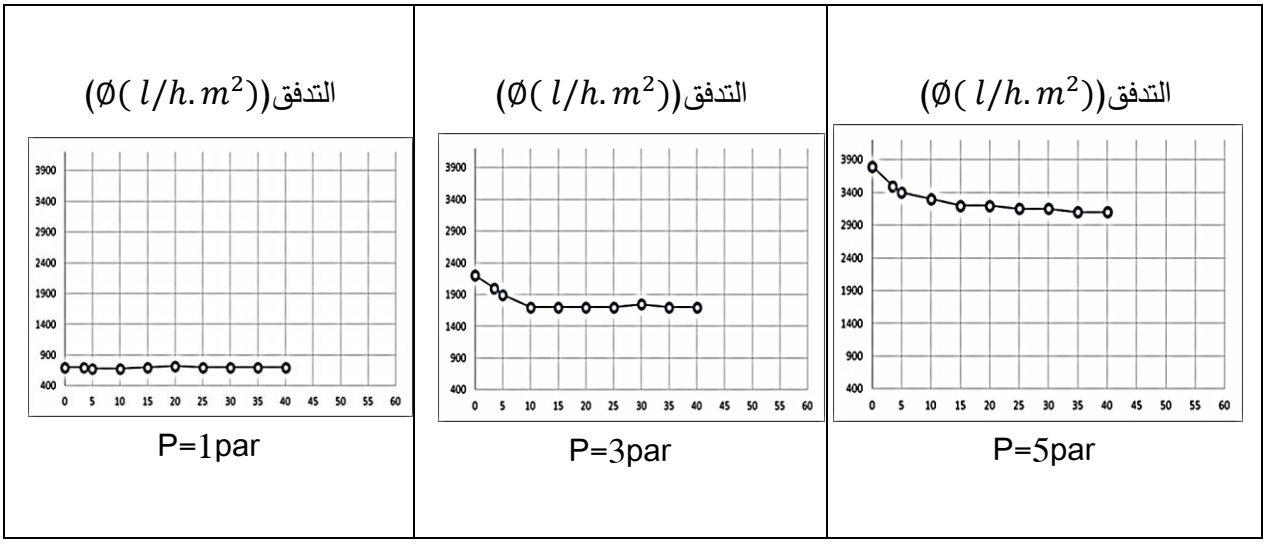
الشكل (6−23) صورة بالمجهر الإلكتروني تمثل سطح الشريحة(UF)

(6−4−2−2) اختبار النفاذية:

كما أشرنا إليه من قبل فإنه قبل إجراء اختبار النفاذية توضع العينات في الماء المقطر لمدة 24h، وهذا بهدف الوصول إلى استقرار التدفق في أسرع وقت ممكن. الماء المستعمل في الاختبار هو ماء مقطر مقاومته تقدر بـ18Mohms.

تغير التدفق بدلالة الزمن :

يبين الشكل (6−24) تغير التدفق مع مرور الزمن من أجل ثلاث قيم مختلفة للضغط المطبق، نسجل على المنحنى تزايد قيمة التدفق مع ارتفاع قيمة الضغط، فمن أجل ضغط قدره P=1bar نسجل قيمة للتدفق تقدر بحوالي $600\ l/h.m^2$ ، ومن أجل ضغط قدره P=3bar نسجل قيمة للتدفق تقدر بحوالي $1800\ l/h.m^2$، ثم ترتفع لتبلغ $3200\ l/h.m^2$ من أجل ضغط قدره P=5bar .



الشكل (6−24) تغير التدفق بدلالة الزمن والضغط المطبق

مناقشة النتائج :

بالمقارنة مع دراسات سابقة في هذا المجال سجلت نتائج جديدة في هذا البحث تمثلت في خواص عينات المواد السيراميكية الأكثر أهمية(الكتلة الحجمية الظاهرية – القساوة المجهرية – التمدد الحراري – البنى المجهرية) وتحديد طريقة لتحسين هذه الخواص (بإضافة فوسفات ثلاثية الكالسيوم)، بالإضافة إلى دراسة خواص مكونات المرشح الأساسية الترشيحية والميكانيكية(النسبة الحجمية للفراغات و أقطارها – نمط توزيع هذه الفراغات – الاستقرار الكيميائي – النفاذية – الانتقائية) وذلك لنوعين من المواد الأولية (DD3–F2) و لتقنيتين من الترشيح، وهذا ما شكل إضافة في هذا المجال.

بالنظر إلى نتائج خواص عينات المواد السيراميكية التي حصلنا عليها والتي ذكرت أعلاه وجد أن استخدام عينات مضاف إليها 15% وزناً من $Ca_3(PO_4)_2$ يُعدّ في غاية الأهمية نظراً للتحسن الملحوظ في الخواص الذي تحققت بإضافة هذه النسبة. كما أنه عند دراسة الخواص الفيزيائية للمساند بالنسبة للفراغات لكلا نوعي المواد السيراميكية لوحظ تحسن جيد فيها مع زيادة درجة حرارة المعالجة وذلك بسبب انخفاض نسبة الفراغات في العينات ،مع العلم أنه عند درجة حرارة المعالجة 1200°C سجلت نسب الفراغات الحجمية و أبعادها قيماً مقبولة تعطي خواص جيدة مقارنة بدرجات الحرارة الأخرى مع وجود مفاضلة صغيرة بينها من حيث طريقة التحضير، حيث سجلت الطرق 1 و 4 (التصفيح – الكبس) نتائج مرضية أكثر من التي سجلت في الطريقتين 2 و 3(التصفيح لعينات تحوي إضافات عضوية – البثق) ، بالإضافة إلى مفارقة بسيطة أخرى هي أن المساند المصنعة من الكاولين (F2) أعطت مجال توزيع أحادي للفراغات عند مختلف درجات حرارة المعالجة، وهو ما يُعدّ مرغوب فيه عند تصنيع المرشحات ،الأمر الذي يعطيها أفضلية عن تلك المصنعة من (DD3) و التي ظهر فيها أنماط توزيع متنوعة باختلاف درجات حرارة المعالجة. كما أظهرت النتائج أن إضافة النشاء أو الدولوما بنسب مختلفة إلى الكاولين تحسن قابلية تشكيله كما أدت إلى تحسين قيم النسب الحجمية للفراغات ، لذا تقل الخواص الميكانيكية لهذه العينات وهذا يجعل استخدام الكاولين بدون إضافات أكثر فائدة من استعمال إضافة ما له .

أما فيما يخص دراسة الشرائح فكان واضحاً تحسن الخواص بارتفاع درجة حرارة المعالجة ، إلا أن المواد التي لم يسمح لها بالمرور تغيرت تبعاً لنوع التنقية المستخدم بها المرشح، حيث سُجّلت قيم في الشرائح المستخدمة بالتنقية الميكرونية أفضل من تلك المستخدمة بالميكرونية الدقيقة ،الأمر الذي يجعلها أفضل من غيرها من حيث التدفق و نوع المياه التي تخرج من كل تنقية.

الخاتمة :

تمكنا خلال هذا البحث من دراسة تحضير مرشحات المياه وهذا باستخدام مواد سيراميكية ، هذه المرشحات تتكون من حامل وضعت علية شريحة .

العمل الإيجابي في هذا البحث هو استخدام المواد السيراميكية المحلية المتوفرة بكثرة. كما دُرست تقنيتان مختلفتان لتحضير مساند الشرائح وهما تقنية الاستخراج و تقنية الطرد المركزي، هاتان التقنيتان مكنتنا من الحصول على مساند أنبوبية الشكل. وبالنسبة لتحضير الشرائح فقد دُرست تقنية الصب، و العينات المحضرة دُرست بعض خصائصها منها البنية المجهرية والنفاذية والخصائص الميكانيكية والمسامية، فمعرفة متوسط قطر مسامات الشريحة مثلاً مكننا من تحديد أبعاد الجزيئات التي يمكن إيقافها قبل القيام بعملية الترشيح. كما توصل البحث إلى نتائج مقبولة بينت أن تقنية المرشحات السيراميكة ذات كفاءة في معالجة المياه بغض النظر عن نوعيتها، و أنها تصلح لتحسين نوعية المياه الملوثة بحوالي 10% بواسطة الترشيح دون إضافة أي مواد كيميائية أو خلق مواد جديدة.

التوصيات والآفاق المستقبلية:

- يمكن استخدام مواد سيراميكية أخرى غير المستخدمة و المفاضلة بين هذه المواد لاستخدامها في تصنيع المرشح .
- يمكن استخدام إضافات عضوية أو غير عضوية أخرى تسهم في تحسين خصائص المواد السيراميكية بشكل أكبر.
- يمكن دراسة خصائص أخرى لهذه المرشحات (كمقاومة التآكل و حمايتها منه).
- يمكن دراسة خصائص المياه الناتجة عن المرشحات و تحديد مجال استخدامها المناسب بدقة.

المصادر و المراجع :

1 – زنيخري فهيمة: تحضير ودراسة مرشحات وحواملها انطلاقاً من مواد أولية محلية، مذكرة شهادة الماجستير في الفيزياء، جامعة منتوري، قسنطينة 2008 .

2 – د.حافظ شمس الدين عبد الوهاب: تبسيط الجيولوجيا، ط *1*،دار الفكر العربي، القاهرة، مصر، 2013.

3 – د. وفاء فؤاد شلبي و د. حنان سامي محمد محمد: تقنيات الأدوات والأجهزة الحديثة، دار الفكر ناشرون وموزعون، عمان، ط ،2012 .

4 – S. SHAHAB YASROBI , ALI AZAD , ((LABORATORY SIMULATION, THE BEST METHOD TO CRITICAL GRANULAR FILTER DESIGN)) , Civil Engineering Department, Tarbiat Modarres University Tehran, Iran ,2019.

5 – Brandon David Nichols ,((MATERIALS FOR MANUFACTURING LOW–TECH, LOW–COST CERAMIC WATER FILTERS AND THE BUSINESS MODELS FOR THEIR DISTRIBUTION IN CENTRAL AMERICA)) , THE UNIVERSITY OF BRITISH COLUMBIA , (Mining Engineering) , October 2016.

6– B.Hidouk, "Etude qualitative du kaolin Tamazart et son intégration dans la fabrication des produits céramiques entre autre" ,Ed. Dunot, Paris ,2002.

7 – Van der Laan, H., van Halem, D., Smeets, P. W. M. H., Soppe, a. I. a, Kroesbergen, J.,Wubbels, G., … Heijman, S. G. J. Bacteria and virus removal effectivenessof ceramic pot filters with different silver applications in a long term experiment. Water Research. (2014).

8 - United Nations. (2015). The United Nations World Water Development Report 2015: Water for a Sustainable World. Paris. Retrieved April 2, 2015 from http://unesdoc.unesco.org/images/0023/002318/231823E.pdf

9 - Rayner, J. Current Practices in Manufacturing of Ceramic Pot Filters for Water Treatment. Loughborough University. Retrieved Nov 1, 2014 from.

10 - Roberts, M. Field test of a silver-impregnated ceramic water filter. 30th WEDC .International Conference, Vientiane, Lao,2004 .

11 -Sagara, J. Study of filtration for point-of-use drinking water treatment in Nepal. 2015 ,From : http://web.mit.edu/watsan/Docs/StudentTheses/Nepal/Sagara2000.pdf

12 - NSF, International Protocol for the verifcation of wastewater treatment technologiez.

13 - Bertram, G.E. (2014). "An Experimental Investigation of Protective Filters" Harvard Pub. No. 267,vol6

14 - Farzaneh, O. (2018). “Suitable Filter Determination Problems in Embankment Dams for Dispersive soils” Proceedings of the 4th Dam construction, Tehran, Iran (In farsi).

15 - Yakub, I., Du, J., & Soboyejo, W. O. (2012). Mechanical properties, modeling and design of porous clay ceramics. Materials Science and Engineering A, 558, 21–29.

16 -Sullivan, C. A., Meigh, J. R., Giacomello, A. M., Fediw, T., Lawrence, P., Samad, M.Steyl, I. (2003). The Water Poverty Index : Development and application at the

community scale, 27, 189–199

17 - A. Papo , L. Piani, R. Ricceri “Sodium tripolyphosphate and polyphosphate as dispersing agents for kaolin suspensions: rheological characterization”, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects 201 (2002) 219–23

18 - B. Remmey, Jr , "Firing Ceramics", Ed. World Scientific Publishing Co Pte Ltd

19 – Salters Horners – Bendy Wafer , 2008 , Advanced Physics for Edexcel AS Physics Activity 20 – Essex Pearson Education.

20 – Seriei Secundae . Orell Fussli , 1638 – 1788 , the Rational Mechanics of Flexible or Elastic Bodies .

Abstract

In this research, the preparation of water filters using powdered ceramic materials was studied, due to the sensitivity of the water issue and the need to find additional sources of water that can be used in different fields due to the noticeable decline in the level of drinking water. The ceramic materials were also studied due to their good availability, and their good properties of stability Chemical, different temperatures, etc. The research focused on ceramic powders due to the low costs of preparing samples of powders, so two types of these materials (Kaolin DD3 and Kaolin F2) were studied, starting from preparing samples to identifying their most important properties and discussing their microstructures, and trying to improve these properties by adding $(Ca_3(PO_4)_2)$. The research also touched on the most important methods of preparing these filters in its two sections (centrifugation, extraction, and lamination), and some of their properties, in addition to talking about some of the purification patterns used. -50%), and the average diameter of the voids in them ranged between $(0.02-48.93\ \mu m)$ for kaolin supports (DD3), and the bending stress value was between $(18-49$ MPa) and Young's modulus was between $(8.1-16.9$ GPa), while The supports made of kaolin (F2) recorded the following results: the ratio of the volumetric voids between $(28.95-60\%)$ and the average diameter of the voids in them between $(0.35-1.52\ \mu m)$ and the bending stress value between $(6-38$ MPa) and the Young's modulus was its value between $(3.1-11.7$ GPa), the flow values of the slides used in Microfiltration $(420 l/hm^2)$ and a selectivity rate of up to 30%, while those used in the Ultrafiltration reached $(3200 l/hm^2)$.

the key words :

Ceramic materials, kaolin, powders, filters, purification, heat treatment, permeability, porosity, mechanical properties.

Syrian Arab Republic
Damascus University
Electrical and Mechanical Engineering
Mechanical Design Engineering

A Study of Preparing Water Filters Using Powders of ceramic materials

a dissertation submitted in partial fulfillment of the requirements for the degree of master in materials science engineering

Prepared by

A.Y.Zreka

Supervised by

Dr. Khaled Sharaf

Professor in Mechanical Design Engineering Department

2023