

الرقم.....



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

جامعة المسيلة
كلية العلوم
قسم الفيزياء

مذكرة

مقدمة لنيل شهادة

الماستر

الميدان : علوم المادة

الشعبة : الفيزياء

التخصص : علوم المواد

من طرف

بن نوي خيذر

العنوان

دراسة تحليلية لجبس محلي (بوسعادة)

المناقشة بتاريخ : 2014/06/....

أمام اللجنة المكونة من :

| | | | |
|------------|-------------|---------------|--------|
| ع. والي | أ. محاضر. ب | جامعة المسيلة | رئيسا |
| ف. سحنون | أ. محاضر. أ | جامعة المسيلة | مقررا |
| م. حرايز | أ. محاضر. أ | جامعة المسيلة | ممتحنا |
| ح. بلهوشات | أ. محاضر. أ | جامعة المسيلة | ممتحنا |

دفعة جوان 2014

شكر و عرفان

نحمد الله حمدا كثيرا مباركا كما ينبغي لجلال وجهه وعظيم سلطانه ونشكره تعالى على إعانتة لنا لإتمام هذا العمل وعملا بقول رسول الله (صلي الله عليه وسلم) من لم يشكر الناس لم يشكر الله نتقدم بأسمى تشكرتنا إلى كل من قريب أو بعيد ونخص بالذكر شكر الأستاذ المشرف سحنون فوضيل على إشرافه وتتبعه المستمر طيلة انجاز هذا البحث وكذا نصائحه وإرشاداته القيمة وتشجيعه لنا طيلة مسيرة البحث كما اشكر فيه حبه للعمل المتفاني وإخلاصه له . كما أتقدم بشكري الجزيل إلي الأستاذ والى عامر على تفضله برئاسة لجنة المناقشة. وأتقدم بشكري إلى الأستاذين حرايز مناد وبلوشات حسين أعضاء لجنة المناقشة واشكرهما جزيل الشكر على موافقتهما للمشاركة في لجنة المناقشة . كما ليفوتني أن أتقدم بالشكر الجزيل للساهرين على مخبر الأشعة السنوية لجامعة المسيلة.

كما لا يفوتني أن أتقدم بالشكر الجزيل لجميع طلبة قسم الفيزياء دفعة 2014 والى من رافقونا طيلة المراحل الدراسية. كما نتقدم بالشكر وتقدير إلى كل من لم يبخل علينا ولو بابتسامة إلى كل الأساتذة والايداريين لكلية العلوم قسم الفيزياء .

الفهرس

| | |
|----|----------------------------------------------------|
| 01 |مقدمة |
| 02 | الفصل الأول عموميات حول الجبس |
| 03 | 1. I نبذة تاريخية حول الجبس ووجوده في الطبيعة..... |
| 03 | 2. I تعريف الجبس..... |
| 04 | 3. I أنواع الجبس الطبيعي..... |
| 04 | 4. I تكوين الجبس..... |
| 05 | 5. I صناعة الجبس |
| 05 | 1. تحضير المواد الأولية |
| 06 | 2. الكلسنة..... |
| 06 | 3. الطحن..... |
| 06 | 4. التخزين..... |
| 07 | 6. I استعمالات الجبس..... |
| 09 | 7. I خصائص ومميزات الجبس..... |
| 09 | 8. I الجبس الطبيعي |
| 09 | 9. I عوامل ترسيب الجبس الطبيعي |
| 09 | 10. I التعدين السطحي و التعدين تحت السطحي..... |
| 10 | 11. I أنواع أفران صناعة الجبس..... |
| 10 | 1. الفرن الشبكي..... |
| 10 | 2. الفرن الدوار |
| 11 | 12. I مراحل إزالة الشوائب من الجبس..... |

| | |
|----|----------------------------------------------------------------|
| 11 | I. 13 استخدامات الجبس |
| 11 | 1. البناء |
| 11 | 2. الزراعة |
| 12 | 3. الطب |
| 12 | 4. الصناعة |
| 12 | I. 14 مخاطر الجبس بالنسبة للبناء |
| 12 | 2.I تحولات الجبس |
| 14 | 1. 2.I الجبس النصف المميّه (Hemihydrate) |
| 14 | 2. 2.I الأنهدريت |
| 14 | 3. 2.I معدل نسبة الاختلاط |
| 14 | 4. 2.I الخلاصة |
| 14 | 3.I طرق حساب طاقة التنشيط |
| 15 | 1.3.I حساب طاقة التنشيط بثبوت درجة حرارة المعالجة |
| 16 | 2. 3.I حساب طاقة التنشيط بعدم ثبوت درجة حرارة المعالجة |
| 17 | الفصل الثاني الطرق التجريبية المتبعة والأجهزة المستعملة |
| 20 | 1.II المواد الأولية المستعملة |
| 23 | 2.II الطرق المتبعة والأجهزة المستعملة |
| 23 | 1. السحق |
| 23 | 2. تسخين العينات |
| 23 | 3. صناعة العينات |
| 23 | 4. أهم الأجهزة المستعملة |
| 23 | 1.4 جهاز التمديد الطولي التفاضلي |

24..... 4. 2 جهاز الأشعة تحت الحمراء.....

24..... 3.4 جهاز حيود الأشعة السينية

27 الفصل الثالث النتائج التجريبية و مناقشتها

28..... III 1. نتائج التحليل بواسطة الأشعة تحت الحمراء

29..... III 1.1. تحليل نتائج امتصاص طاقة الاشعة تحت الحمراء للجبس.....

$$(\nu = 4000\text{Cm}^{-1} \text{ إلى } \nu = 3400\text{Cm}^{-1})$$

30..... III 2.1. تحليل نتائج امتصاص طاقة الاشعة تحت الحمراء للجبس

$$(\nu = 1800\text{Cm}^{-1} \text{ إلى } \nu = 1500\text{Cm}^{-1})$$

31 III 3.1. تحليل نتائج امتصاص طاقة الاشعة تحت الحمراء للجبس

$$(\nu = 1500\text{Cm}^{-1} \text{ إلى } \nu = 900\text{Cm}^{-1})$$

31..... III 4.1. تحليل نتائج امتصاص طاقة الاشعة تحت الحمراء للجبس.....

$$(\nu = 900\text{Cm}^{-1} \text{ إلى } \nu = 500\text{Cm}^{-1})$$

32 III 5.1. خلاصة

33..... III 2. التحليل بواسطة حيود الأشعة السينية

34..... III 1. 2. منحنيات طيف انعراج الأشعة السينية لدرجات الحرارة المختلف.....

34..... III 2. 2. المنحني الناتج عن طيف الاشعة السينية: $(\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$

35..... III 3.2. منحني طيف الاشعة السينية: $(\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O})$

36..... III 4.2. منحني طيف الاشعة السينية: (CaSO_4)

37..... III 5.2. خلاصة

- الجزء الثاني التحليل بواسطة جهاز قياس التمدد الطولي التفاضلي كاولان - جيبسيت.....38
- III 3. التحليل بواسطة جهاز التمدد الطولي التفاضلي.....39
- III 2.3. الأطوار الناتجة عن تفاعل كاولان - جيبسيت في مختلف درجات الحرارة40
- III 1.3. منحني التمدد الحراري التفاضلي كاولان- جيبسيت لسرعة تسخين 8C°/min41
- III 3.3. حساب طاقة التنشيط استنادا لنظرية جونسون - ميهل - افرمي.....44
- III 4.3. طريقة كيسنجر kissenger.....45
- III 5.3. طريقة بوزويل Boswell.....46
- III 6.3. التحليل بواسطة الاشعة السينية48
- III 7.3. البنية المجهرية.....49

مقدمة

الجبس عبارة عن كبريتات الكالسيوم المائية التي تتواجد على عدة أشكال تتوقف على درجة وكمية الماء التي تدخل في تركيبه حيث يتحول الجبس إلى انهدريت في حالة فقدان الماء ويختلف لون الجبس بين الأبيض والأصفر و قد يكون أحيانا بني اللون وهو من المعادن قليلة الصلابة و ينتشر في الطبيعة على شكل معادن الكبريتات أو الصخور الرسوبية و يتواجد أيضا مع الحجر الجيري و الدولوميت والطين.

الاسم الكيميائي للجبس كبريتات الكالسيوم المائية وصيغته الكيميائية $\text{CASO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ويحتوي خام الجبس على شوائب من أهمها السيليكات (SiO_2) أو الرمل، و كربونات الكالسيوم (CaCO_3) و للجبس استخدامات متعددة حيث يدخل في صناعة الاسمنت البورتلاندي و كمادة ملائمة في الصناعة الطلاء، و في أعمال الديكور و الزخرفة، و في صناعات الكيميائية وغيرها.

و يتواجد الجبس في عدة مناطق و باحتياطات ضخمة مثل خام الجبس في منطقة مجدل ببوسعادة، وغيرها من المناطق و يتم حاليا استغلال جزء بسيط من الخامات الجبس في صناعة الاسمنت .

و يعتبر كذلك من أكثر المواد والديكورات شيوعا واستخداما في تزيين الحوائط والأسقف الخاصة بالمنازل سواء كانت خارجية أو داخلية، و ذلك لكونه عجينة يسهل تشكيلها واكتسابها الفورمة المطلوبة و ما يتلاءم مع ديكور الغرف.

يمتاز الجبس باللون الأبيض و المعروف عليه، لذلك يسهل تلوينه و الرسم عليه و عمل النقوش و الديكورات المختلفة التي تطفئ لمسة الجمال و المنظر على المكان، تتمتع مادة الجبس بخصائص و مميزات تجعلها دائما في طليعة المواد الأساسية المستعملة في البناء.^[1]

أن الهدف الرئيسي من هذا البحث هو أولا تحضير عينات مخبريه للجبس انطلاقا من المادة الأولية $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ المتواجدة بمنطقة ببوسعادة و كذا دراسة التحولات الطورية التي تحدث أثناء التحضير بواسطة أجهزة التحليل التي أمكن استعمالها و هي الأشعة تحت الحمراء و الأشعة السينية.

و ثانيا تحضير عينات من المركب ميليت-زركونيا ذات جودة عالية و تكلفة أقل، و لتحقيق ذلك فانه في تحضيرنا للمساحيق الأولية اللازمة لصناعة العينات استعملنا الكاولان المحلية DD1 كمادة أساسية لتوفرها و ثمنها الزهيد، كما استعملنا الزركونا كإضافة لعدة أسباب منها انه لا يتفاعل مع الميليت لهذا فهو يشكل معه محلول تشتتي مستقر و درجة ذوبانه أعلى منها للميليت (2680°C) كما انه يمتلك طورين ممكني التواجد في آن واحد و نسبة كل واحد منهما تخضع لطريقة تحضير المركب، و في خلال تكوين الطور الرباعي انطلاقا من الأحادي الميل تصحب هذه العملية بزيادة في الحجم تصل إلى 4% و يؤدي هذا إلى نشوء تشققات تعمل كمقابر لحركة الأنخلاعات مما يؤدي إلى تحسن كبير في خاصية مقاومة التشدخ (المتانة). في الأخير نقوم بحساب طاقة التنشيط لتحول الكاولان إلى الميٹاکاولان بعدة طرق مختلفة.

الفصل الأول

عموميات حول الجبس

مدخل

تناولنا في هذا الفصل عموميات حول الجبس، و ذكرنا طرق تصنيعه و مجالات استعماله، كما قمنا بدراسة تحليلية للجبس في مختلف درجات الحرارة، و في الأخير قمنا بذكر طرق حساب طاقة التنشيط.

1.1.I نبذة تاريخية حول الجبس ووجوده في الطبيعة.

يعود استخدام الجبس في البناء إلى العصور القديمة في مصر و روما، أي إلى أكثر من 6000 سنة قبل الميلاد، و تعد الأهرامات أكبر شاهد على ذلك، و للدلالة على أهمية الجبس في عهد الرومان فقد صدرت تشريعات خاصة تحتم على أصحاب المباني تلبس الجدران بمادة الجبس المقاومة للحريق، و ذلك تلافياً لانتشار الحرائق، وهذا يدل على أن القدماء عرفوا الخواص التي يتمتع بها الجبس وخاصة مقاومة الحريق، كما يعرفها و يدركها المختصون والمهتمون بمواد البناء في عصرنا الحاضر.

و من المعلوم أن مدينة باريس تقوم على مساحات شاسعة من خامات الجبس ذات اللون الأبيض و قد عرف الفرنسيون منذ القدم طريقة استخراج هذه الخامات و تصنيعها و استعمالها في تلبس الجدران و أطلق عليه اسم الجبس الممي له لباريس (plaster of paris)، و لا يزال يعرف الجبس عالمياً بهذا الاسم.

كانت طرق تصنيع الجبس قديماً بدائية، حيث تحرق الخامات في أفران مفتوحة و بدون ضبط لدرجات الحرارة، مما كان ينتج عنه جبس قليل الجودة الأمر الذي قلل من انتشار استخدامه، و مع التقدم العلمي والتقني اكتشفت في أواخر القرن التاسع عشر طرقاً جديدة لتصنيع الجبس، حيث بدأ الجبس عهداً تجارياً جديداً و انتشر بسرعة في جميع أنحاء العالم، و أصبحت صناعته من الصناعات الرئيسة في العالم، يترسب الجبس طبيعياً نتيجة تبخر السوائل الغنية بأيونات الكالسيوم Ca و أيونات الكبريتات SO₄ حيث يتواجد في الطبيعة بعدة أشكال مثل الجبس البلوري و الإبري.^[1]

2.1. I تعريف الجبس

يعد الجبس من الخامات الأرضية الشائعة، وهو من أكثر معادن الكبريتات انتشاراً في الطبيعة كمعدن أو كصخر رسوبي، و يتواجد عادة مع الحجر الجيري والدولوميت والطين، كما أنه يتداخل مع معدن الأنهيدريت كبريتات الكالسيوم اللامائية، ويكون لونه عادة أبيض أو رمادي، وفي بعض الأحيان مائلاً إلى الاحمرار، و يوجد الجبس في الطبيعة إما على سطح الأرض أو على أعماق متفاوتة قد تصل إلى أكثر من 200 متر، الاسم الكيميائي للجبس هو كبريتات الكالسيوم المائية، و الصيغة الكيميائية CaSO₄.2H₂O و مكونات كبريتات الكالسيوم المائية تحتوي على 79.1% من كبريتات الكالسيوم و 20.9% ماء.^[1]

3. 1.I أنواع الجبس الطبيعي

يتشكل الجبس الطبيعي على هيئة ثلاثة أنواع هي كبريتات كالسيوم مائية ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) و كبريتات الكالسيوم نصف مائية ($\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$) ، و كبريتات كالسيوم لا مائية (CaSO_4) و للجبس الطبيعي عدة أنواع منها:

- ✓ جبسيت (Gypsite) و هو راسبا أرضي دقيق الحبيبات غير نقي و مصحوب بالطين والرمل أو بالطبقات الحمراء.
- ✓ سيلينايت (Sélénite) و يعد أجود أنواع الجبس وهو عبارة عن بلورات أحادية شفافة كاملة و متشقة، الشكل (1-1).
- ✓ المرمر (Alabastre) و هي عبارة عن كتل دقيقة الحبيبات يتهافت عليها النحاتون لسهولة قطعها وتشكيلها، حيث ينحت على شكل أوان للأزهار أو الزخارف.
- ✓ الجبس الصخري (Rocky Gypsum) و هو نوع متماسكا قشريا أو محببا وعادة ما يكون غير نقي.
- ✓ الجبس الليفي (Satinspar) و هو عبارة عن جبس كثير التشقق، يوجد على هيئة ألياف متنوعة تتميز بلمعة حريرية.^[1]

4. 1.I تكوين الجبس

الجبس عبارة عن صخور بيضاء بلورية ناعمة، لينة (يمكن خدش صخرة الجبس بالظفر). و يتكون أساسا من كبريتات الكالسيوم المائية فالجبس نقي جدا تصل نقاوته في بعض المناطق إلى % 98 فهو سهل في التحضير و سريع التصلب. و تجدر الإشارة انه في طبقات الأتربة الجبسية كلما نزلنا إلى الأعماق نجد أن الجبس يفقد الماء حتى يصبح كبريتات الكالسيوم CaSO_4 يسمى الأنهيدريت Unhydrate.^[2]



الشكل (1-1) جبس كريستال

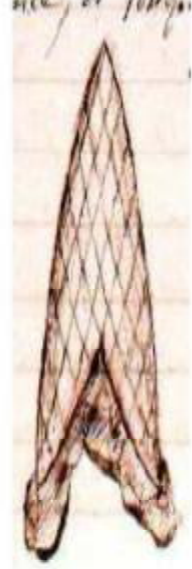
يتبلور الجبس في أشكال مختلفة كثيرة كما هو موضح في الشكل (1-2)، الجبس السكري (كالسكر في المظهر)، و يوجد نوع آخر من الجبس يسمى رأس الحربة و يتكون من بلورات الديلفيون أو الرمح [2]



Gypse saccharoïde



Gypse "fer de lance" ou "pied d'alouette"



Gypse "fer de lance"

الشكل (1-2) أنواع الجبس

5.1.I صناعة الجبس

يمر الجبس أثناء تصنيعه بعدة مراحل منها:

1. تحضير المواد الأولية

يؤخذ الجبس المميه من مقالعه على شكل كتل كبيرة نسبياً لا يمكن تسخينها دون تكسييرها و طحنها و عملية التكسير ليست بتلك العملية الصعبة، و يعقب تكسييرها عملية الطحن أيضاً فغربة ليكون الجبس المميه في هذه الحالة جاهزاً لعملية التسخين.

2. الكلسنة

توجد عدة طرق لكلسنة الجبس المميه للحصول على الجبس من النوع SH-B والجبس من النوع SH – a نذكر منها بعض الطرق:

طرق كلسنة الجبس المميه للحصول على الجبس من النوع SH-B

- ✓ طريقة الحوض المفتوح.
- ✓ طريقة المرجل المتقطع.
- ✓ الطريقة اللولبية المتعاقبة المستمرة.
- ✓ طريقة السير الناقل.
- ✓ طريقة المرجل الأفقي الدوار.
- ✓ طريقة الفرن الدوار المستمر ذي التيار المتعكس

طرق كلسنة الجبس المميه للحصول على الجبس من النوع SH – a

- ✓ طريقة القاطرات.
- ✓ طريقة الدلو.

3. الطحن

غالباً ما تجري عملية الطحن للجبس الناتج عن عمليات الكلسنة الذي يخرج بحبيبات كبيرة الحجم نسبياً تستوجب طحنه وغربلته.

4. التخزين

لا يمكن استخدام الجبس الناتج عن عملية الكلسنة إذ لا يمكن الطحن المباشر لأن الجبس الغير ناضج لا يمكن طحنه، لذا فإنه غالباً ما يترك في المستودعات فترة قصيرة نسبياً ينضج خلالها بامتصاص الجبس للماء متحولاً بذلك إلى الجبس نصف مميه و محققاً قدرأً أكبر من التجانس، و نلاحظ أن الجبس يتصلب بتميهه وعودته إلى الشكل الأصلي. [2] و لقد قمنا بزيارة مصنع الجبس (شركة تواب لصناعة الجبس ومشتقاته) وتتبعنا مراحل صناعة الجبس

● المرحلة الأولى

تقوم آلات الحفر بتكسير الصخور من الجبال حيث تتميز منطقة بوسعادة بتضاريس جبلية والتي تحتوي على التراب الجبس، بحيث وجدنا للجبس عدة أنواع، الشكل (1-3) يوضح صورة منجم الجبس. تنقل هذه الصخور بواسطة شاحنات كبيرة، حيث ترسل إلى مكان تجميعها.

- المرحلة الثانية

تقوم آلات بتكسير هذه الصخور و تفتيتها إلى قطع صغيرة جدا فتنتقل عبر أفرشة إلى مكان التخزين وتجميعها كي تمر علي الفرن .

- المرحلة الثالثة

في هذه المرحلة تمر التراب الجبسية في الفرن درجة حرارته مرتفعة جدا، حيث يدور بسرعة معينة أثنائها يقوم الجبس بفقدان الماء، ثم تأتي المرحلة الأخيرة يعاد سحقه من جديد حيث يصبح الجبس جاهز لاستعمال يقومون بتجميعه داخل المستودع ثم تعبئته في أكياس و نقله إلى السوق، يوضح الشكل(1-4) صورة أماكن الأفران والتخزين.

- المرحلة الرابعة

تؤخذ العينات إلى المخبر لإجراء عدة تحاليل من بين هذه التحاليل قياس صلادة الجبس و معرفة الكثافة، و معرفة البنية البلورية.

6.1.I استعمالات الجبس

يستعمل الجبس في عدة مجالات من بينها:

- ✓ صناعة الإسمنت.
- ✓ يدخل في صناعة الأسمدة لزيادة خصوبة التربة.
- ✓ مساعد لتفكيك التربة الصلصالية و زيادة نفاذيتها .
- ✓ صناعة الزجاج .
- ✓ كمادة حاملة للمبيدات الحشرية لأنه يتمتع بقدرة كبيرة على الامتصاص.
- ✓ كمادة ملائمة في كل من الصناعات التالية: الخشب، النسيج، الورق والدهانات.
- ✓ صناعة سائل الحفر الخاص بأبار النفط .

كما يتم استخدام الجبس المكلسن في الأغراض الإنشائية والعمرانية كطلاء الجدران الداخلية في الأبنية وعمل القواطع والسقوف و الألواح الجدارية وفي أعمال الزخرفة، الاستعمالات الطبية و الدوائية كأعمال التجبير و قوالب الأسنان، صناعة السيراميك [1].



الشكل(1-3) صورة الاختلاف في مناجم الجبس.



الشكل(1-4) صورة الأفران و أماكن التخزين

7.1. I خصائص ومميزات الجبس

تتمتع مادة الجبس بخصائص و مميزات تجعلها دائماً في طليعة المواد الأساسية المستعملة في البناء، ومن أهم تلك المميزات ما يلي: مقاومة الحريق، امتصاص وعزل الصوت، عزل الحرارة، و لون أبيض جميل يمكن طلاؤه بأي لون من الدهان، و البقاء لمدة طويلة خاصة إذا استعمل بشكل فني، سهولة استعماله و تشكيله في دقائق بسبب سرعة تصلبه، و يعد أرخص مواد البناء الرئيسية، كما يمكن تحسين هذه الخصائص بخلط الجبس بمواد أخرى مثل الصوف الزجاجي.

8. 1.I الجبس الطبيعي

يشكل الجبس الطبيعي مع الصخر الملحي (Halite) رواسب سميكة واسعة الامتداد و على شكل أجسام عدسية - بلورات أحادية طويلة ذات شكل موشوري - أو أجسام مسطحة أو كتل ليفية تتطابق مع الحجر الجيري أو الحجر الرملي أو الطين على امتداد العمود الجيولوجي خصوصاً في البيئات الجيولوجية المنخفضة.

9. 1.I عوامل ترسيب الجبس الطبيعي

- تتطلب عملية ترسيب الجبس ضمن تكوينات الصخور الملحية عدة عوامل هي
- * وجود ذراع محدود من بحر، أو بحيرة، أو حوض مائي.
 - * تبخر مياه ضحلة في بيئة جافة.
 - * إعادة حقن الحوض بالماء.
 - * غوص متدرج لقاع الحوض
 - * ترسب الأنهيدريت ($CaSO_4$).

10. 1.I التعدين السطحي و التعدين تحت السطحي

عندما نستخدم طرق الحفر المفتوحة بعد إزالة الغطاء السطحي لتجنب تشويه الطبقات يراعى ثبات المنحدر و صغر المسافة الرأسية في الحفر المفتوحة و عمل ضوابط أثناء استخراجها و تحليل العينات الجبسية عند كل مستوى و نطلق على هذه الطريقة اسم طريقة التعدين السطحي .

أما إذا استخدمنا طريقة الدعائم و الغرف والتي هي الأكثر انتشاراً في التعدين حيث تتطلب وفرة الاحتياط من الخام وأن يكون ذي جودة عالية و قريباً من الأسواق الطالبة له.

وتوفر وحدة معالجة الكلس و رخص أجور النقل و القدرة على منافسة المنتجات البديلة حيث نسمي هذه الطريقة بطريقة التعدين تحت السطحي .
و من أجل صناعة الجبس نقوم بتكسير الخامات المستخرجة إلى قطع صغيرة على مرحلتين:

✓ تكسير أولي لإنقاص الحجم إلى قطع صغيرة

✓ تكسيرا ثانويا ليصبح بحجم العدسات وتخزن بالمستودعات لإرساله إلى المحمصمة فيما بعد .

و يستخرج الجبس بعد أن يغسل و يغربل و تفصل الشوائب عنه ومن بعدها يجفف، بعد ذلك كله يرسل إلى التحميص و يوضع في الفرن عند درجة حرارة أكثر من 130 درجة مئوية و يبقى في الفرن لفترة كافية ريثما يطرد (3/4) من الماء الذي بداخله حيث تصبح صيغته الكيميائية $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} + (\text{حرارة}) \leftarrow \text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O} + 3/2\text{H}_2\text{O}$ وعندها يظهر نوعان من الجبس:

✓ جبس ألفا نصف مائي

✓ جبس بيتا نصف مائي.

11. 1.I أنواع أفران صناعة الجبس

1. الفرن الشبكي

في الفرن الشبكي يتبخر الماء بسبب درجة الحرارة العالية فنحصل على الجبس النقي والجاف، و يقوم هذا الفرن بطحن الجبس الذي حبيباته تتراوح أقطارها ما بين 7- 80 مم حيث ينتج 17 طن في الساعة و تصل درجة حرارته 1000 درجة وهذا ما يجعل الفرن كافي لطحن الجزيئات الكبيرة.

2. الفرن الدوار

هو فرن مختص بطحن الجبس الذي قطر حبيباته 7 مم و درجة حرارته تقدر ب 150 درجة وهذا ما يؤدي إلى إنتاج الجبس النصف المميه ($\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$) ومن ثم يمرر الجبس بالسحق و الغربلة قبل التخزين في خزانات سعتها 800 طن و يقوم بطحن 15طن في الساعة هذه عملية ترافقها عملية الغربلة للحصول على جزيئات متجانسة تتم عبر غرابيل ذات أقطار اقل

من 1,25 مم، أما بالنسبة للعناصر التي تمر تعاد إلى السحق مرة أخرى من أجل الاقتصاد وعدم إضاعة الجبس، تنتج من عملية طحن حبيبات الجبس التي تحتاج إلى جزيئات الماء تحدث من خلالها عملية التصلب حيث انه بمجرد إضافة الماء إلى الجبس تتم عملية التفاعل و بالتالي نصل إلى الغرض الذي نبحت عنه في عملية البناء.

12. 1.I مراحل إزالة الشوائب من الجبس

لنزع الشوائب من الجبس تتبع المراحل التالية:

- ✓ الغسل لإزالة الشوائب القابلة للذوبان وإزالة الشوائب العضوية بالطفو على الماء.
- ✓ التجفيف بنزع الماء جزئي.
- ✓ تبلور المزيج المكون من كبريتات الكالسيوم ثنائية الماء والنصف مائية وذلك لإيجاد شكل سهل لكي لايسبب صعوبات أثناء التصنيع.
- ✓ طحن المنتج إلى جسيمات بالحجم المراد إيجاده.

بعد إزالة الشوائب ثم الكلسنة يرسل الجبس إلى المطاحن ليتم طحنه حسب الطلب و يرسل إلى مستودعات خاصة لكي يتم تعبئته بأكياس خاصة، و ذلك بعد أن تؤخذ منه عينات و إجراء الاختبارات لمعرفة النقاوة و زمن التصلب و قوة الدق و أنواع الشوائب و نسبتها ليتم التصنيف.

13. 1.I استخدامات الجبس

يدخل الجبس في العديد من الصناعات التي لها مساس بحياة الإنسان اليومية، و في مجالات مختلفة من أهمها ما يلي:

1. البناء

يشكل الجبس المكلسن (الجبس المميه لباريس) حوالي 95% من استخدامات الجبس، و تتراوح نقاوته ما بين 85% -95%، و يعتمد أساسا على تسخين الجبس إلى 130 درجة مئوية، فيفقد الماء ذا الرابطة الضعيفة الداخلة في تركيبه فيتحول إلى جبس نصف مائي $CaSO_4 \cdot 1/2H_2O$ والذي يعرف تجارياً باسم ستوكو (Stucco) و تتمثل استخداماته في البناء مثل لاصقات الجدران، و الألواح اللاصقة، والأسقف المعلقة، و بطانة الجدران، و القواطع، و عوازل حرارية.

2. الزراعة: يتكون الجبس المستخدم في الزراعة من كبريتات الكالسيوم المائية بنسبة لا تقل عن 70% و كربونات الكالسيوم بنسبة تتراوح ما بين 10% - 15%، و أكاسيد حديد و أكاسيد

الألمنيوم بنسبة 1.2% و كلوريد صوديوم في حدود 0.5%. يستخدم الجبس الزراعي في تحسين خواص التربة حيث يعوض نقص التربة من الكالسيوم والكبريت، و معالجة الأملاح الضارة و القلويات الموجودة في التربة. و يتميز بأنه غير مكلف، و سهل الاستعمال، فضلاً عن نقص آثاره السلبية على البيئة عند استعماله مقارنة بالمضافات الكيميائية الأخرى المستعملة في تحسين التربة.

3. الطب

تستخدم النوعيات الممتازة من الجبس المكلس في أغراض طبية لعمل جبائر كسور العظام.

4. الصناعة

يدخل الجبس في العديد من الصناعات منها الأسمنت البورتلندي حيث يضاف بنسبة 3%-6%، وصناعة الزجاج لتسهيل عملية طرد الغازات، كما يستخدم في صناعة حشو الورق، و في تركيب الطين المستخدم في عمليات حفر آبار النفط، صناعة الجير و حامض الكبريت، ذلك عند تسخينه في أفران محدودة التهوية عند درجة حرارة 1093 درجة مئوية.

1.1. 14. مخاطر الجبس بالنسبة للبناء

إن مخاطر الجبس كثيرة جداً، فعند إضافة كبريتات الكالسيوم إلى الاسمنت يصبح ما يسمى البيتون المسلح، ومع مرور الزمن يصبح هش جداً مما يؤدي إلى تصدع الأبنية لذلك عندما يتواجد الجبس بتراب البناء نقترح باستعمال الأسمنت المقاوم للكبريتات و ذلك إذا كانت نسبة الجبس 6% أو أقل أما إذا كانت نسبته أكثر من 6% ننصح باستبدال التربة مع استعمال اسمنت مقاوم أيضاً.

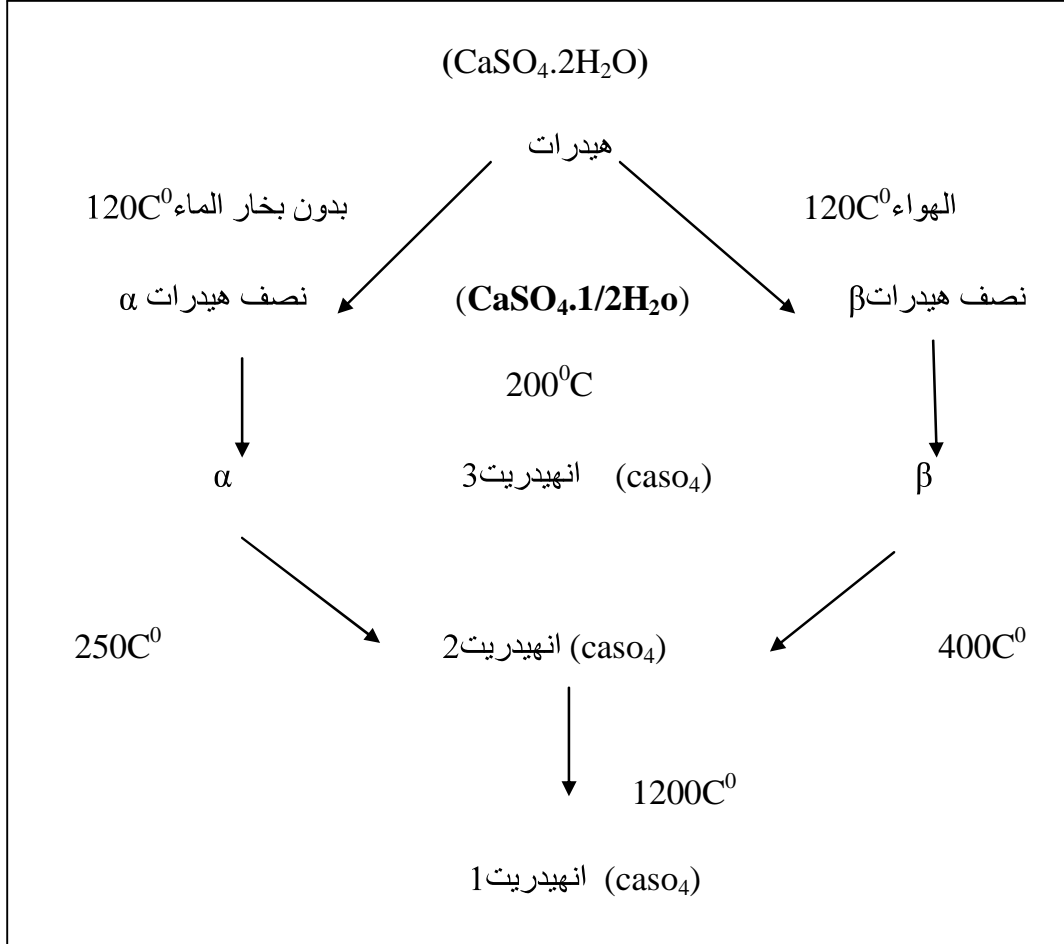
ومن مخاطر الجبس أيضاً قد يسبب الجبس مشاكل في صناعة الاسمنت، حيث يحدث تراكمات في الفرن و بالتالي يؤدي إلى إيقاف الفرن و ضياع في الطاقة، و كذلك استخراج مادة الجبس من السدود يلحق ضرراً كبيراً بالمياه، و تجرى أعمال التنقيب و التعدين لاستخراج الجبس على نطاق واسع وعلى ارتفاعات متعددة تاركة أكواماً من الرسوبيات الرخوة التي تنجرف و بشدة مع فيضان إلى الأودية دائمة الجريان المؤدية إلى السدود مما ينتج عنه تلوث المياه.

[1]

2.I تحولات الجبس

الجبس عبارة عن صخور توجد على أشكال مختلفة بلورية فالجبس ذو الصيغة الكيميائية $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ و المصطلح الكيميائي كبريتات الكالسيوم ثنائي الهيدرات، فكتلته المولية

172.2g/mol عند معالجة الجبس حراريا يكون تفاعله ماص للحرارة ففي درجة حرارة 120°C. كتلته المولية 145.1g/mol و في درجة الحرارة 200°C فما فوق كتلته المولية 136.1g/mol، الشكل (2) مخطط يوضح عائلة هيدرات (الجبس). [3]



الشكل (2) مخطط يوضح عائلة هيدرات كبريتات الكالسيوم

إن مرحلة انتقال $\text{CaSO}_4.2\text{H}_2\text{O}$ إلى $\text{CaSO}_4.1/2\text{H}_2\text{O}$ تحدد الخصائص الجبس أما الانتقال $\text{CaSO}_4.1/2\text{H}_2\text{O}$ إلى CaSO_4 هو نتيجة ارتفاع درجة الحرارة والتي تعطي الانهدريت، توجد العديد من أصناف الجبس لا تخلو من الشوائب، فالجبس له هيكل معقد لهذا قام الكثير من العلماء بإعطاء الهياكل البلورية للجبس فمن بينهم تمثيل دي يونغ ويومان $a \neq b \neq c$. $\alpha = \beta = 90 \neq \gamma$ فبلورات الجبس وجهها ابري في معظم الحالات، ففي بداية

المعالجة الحرارية شكل البلورة معين ثم يتحول إلى سداسي ثم مكعب إلى غاية درجة حرارة 1200C° فوق هذه الدرجة يتفكك المركب

1. 2.I الجبس النصف المميه (Hemihydrate)

هناك عاملان يتحكمان في معالجة الجبس هما درجة الحرارة و ضغط البخار اللعاب على

هذه الشرطين يمكن الحصول على وضعين لتسخين مما يؤدي إلى الحصول على نوعين هما:

مجموعة α (البخار المضغوط)

مجموعة β (جافة)

إن α hemihydrate الناتج عند خلطه مع الماء يعطي خصائص ميكانيكية جيدة. و يتم الحصول على hemihydrate بواسطة أفران أي التسخين المباشر في درجات حرارة معينة لإعطاء هيكل قريب من الجبس البلوري و التي هي اضعف من المجموعة α

2. 2.I الأنهدريت

عند رفع درجة التسخين للجبس المعالج نحصل على جبس نصف مميه hemihydrate ثم نحصل على الأنهدريت الثالثي ذو الصيغة $\text{CaSO}_4 \cdot \varepsilon \text{H}_2\text{O}$ بحيث: $0.06 < \varepsilon < 0.11$ ، ثم نحصل على الأنهدريت الثانوي.

3. 2.I معدل نسبة الاختلاط

هو النسبة بين كتلة الماء و كتلة الجبس، و يرمز له عادة ب: E / P (الماء / الجبس) و لتحقيق الالتصاق الصحيح، يجب أن يكون $E / P > 0.4$ ، عموما تكون نسبة $E/p=0.8$ مما يتيح حلا وسطيا بين القوة الميكانيكية وسيولة العجينة.

4. 2. I الخلاصة: تؤخذ خصائص الجبس على أنها مادة سهلة و غير مكلفة لوضعها موضع تنفيذها، و يلاحظ مع ذلك أن الآليات الفيزيائية و الكيميائية معروفة على أنها حساسة للغاية لوجود المؤثرات. [4]

3.I طرق حساب طاقة التنشيط

هناك عدة طرق تقريبية اقترحت من طرف الباحثين حول كيفية حساب طاقة التنشيط E و هي الطاقة اللازمة لتشكيل مول واحد لأي طور و كذلك معامل التنوي و الذي يعني معامل

النمو المورفولوجي (the growth morphology paramètres) الذي يبرز آلية التبلور (the-crystallisation) و تختلف هذه الطرق باختلاف الشروط التجريبية و طبيعتها ومن أهم هذه الشروط درجة حرارة المعالجة و التي يمكن أن تكون ثابتة أو متغيرة.

1.3.I. حساب طاقة التنشيط بثبوت درجة حرارة المعالجة

درجة الحرارة لا تتغير أثناء المعالجة، حيث تعتمد هذه الطريقة على نتائج التحليل الحراري التفاضلي DTA و استنادا لنظرية جونسون-ميهل-افرمي JMA حول تغيرات الحجم النسبي لطور متشكل بدلالة الزمن (41) بثبوت درجة الحرارة .

$$X=1-\exp[-(kt)^n] \dots \dots \dots (1)$$

بحيث: X: الحجم النسبي اللحظي للطور المتشكل في زمن معين (نسبة التبلور)

n: هو الثابت الأسّي لافرامي (Avrami exponent)

K: ثابت سرعة التفاعل يتعلق بدرجة الحرارة و يعطي حسب علاقة أرانيان

$$K=k_0 e^{-\frac{E}{RT}} \dots \dots \dots (2)$$

حيث يمثل كل من E و T و k_0 و R على التوالي طاقة التنشيط و درجة حرارة التحول بالكلفين و معامل التذبذب الذري و ثابت الغازات المثالية .

بأخذ لوغاريتم المعادلة (1) مرتين نجد ما يلي:

$$\ln(-\ln(1 - x)) = n\ln(k) + n\ln(t) \dots \dots \dots (3)$$

$$\ln(k) = \ln k_0 - \frac{E}{RT} \dots \dots \dots (4)$$

و انطلاقا من المعادلتين (1) و (2) يمكن إيجاد عبارة سرعة التبلور $\left(\frac{dx}{dt}\right)$

$$\frac{dx}{dt} = kf(x) = k_0 \exp\left(-\frac{E}{RT}\right) f(x) \dots \dots \dots (5)$$

بعد إدخال اللوغاريتم على المعادلة (4) نجد:

$$\ln\left(\frac{dx}{dt}\right) = \ln\left[k_0 n \left(-\ln(1-x)\right)^{\frac{n-1}{n}} (1-x)\right] - \frac{E}{RT} = \ln(k_0 f(x)) - \frac{E}{RT} \dots (6)$$

اقترح ليجيروا و جماعته Ligerio et al (42) طريقة رياضية بالاستناد إلى نتائج التجارب اللاكظومية حيث إذا اخترنا مجموعة من قيم x في كل تجربة وهذا باختلاف سرعة التسخين نرسم لأجل قيم محددة لx في كل تجربة الدالة الخطية $\ln\left(\frac{dx}{dt}\right)$ بدلالة $\frac{1}{T}$ و طاقة التنشيط E تمثل ميل الدالة الخطية المبينة في المعادلة (6).

بمعرفة قيم طاقة التنشيط عند قيم مختلفة x فإنه يمكننا حساب قيمة $\ln(k_0 f(x))$ لمختلف سرع التسخين وذلك بالاعتماد على المعادلة (6) وبالتالي يمكن حساب معامل افرمي n الدال على آلية التبلور بأخذ أزواج نسبة التبلور x_1 و x_2 بحيث تحقق لنا الشرط^[5].

$$\ln[k_0 f(x_1)] = \ln[k_0 f(x_2)] \dots\dots\dots(07)$$

وبالتالي نجد :

$$\ln(1-x_1) + \frac{n-1}{n} \ln[-\ln(1-x_1)] = \ln(1-x_2) + \frac{n-1}{n} \ln[-\ln(1-x_2)] \dots(08)$$

و منه يمكن حساب n بالاعتماد على العلاقة التالية:^[4]

$$n = \frac{\ln[\ln(1-x_1)/\ln(1-x_2)]}{\ln[(1-x_1)\ln(1-x_1)/(1-x_2)\ln(1-x_2)]} \dots\dots\dots(09)$$

بعد تعيين معامل التبلور n يمكن تحديد معامل التذبذب الذي k_0 و ذلك باستعمال المعادلة:

$$\ln[k_0 f(x)] = \ln(k_0 n) + \ln(1-x) + \frac{n-1}{n} \ln[-\ln(1-x)] \dots\dots\dots(10)$$

2.3.I حساب طاقة التنشيط بعدم ثبوت درجة حرارة المعالجة

يمكن أن نحسب طاقة التنشيط و كذا عوامل التشكل استنادا إلى التحليل الحراري التفاضلي حيث درجة حرارة المعالجة تتغير بدلالة الزمن حيث:

$$T = T_0 + \int \phi dt \dots\dots\dots(11)$$

T: درجة الحرارة في اللحظة t

T_0 : درجة الحرارة الابتدائية

\emptyset : سرعة التسخين ($\emptyset = dT/dt$)

و بالتالي فان k يتغير بتغير الزمن فتصبح المعادلة (1)

$$X=1-\exp\left\{-\left[\frac{k(T-T_0)}{\emptyset}\right]^n\right\} \dots\dots\dots(12)$$

بتغير درجة الحرارة بدلالة الزمن تكون سرعة التبلور $\frac{dx}{dt}$ من الشكل

[4]

$$\frac{dx}{dt} = \left(\frac{\partial x}{\partial t}\right)_T + \left(\frac{\partial x}{\partial T}\right)_t \left(\frac{dT}{dt}\right) \dots\dots\dots(13)$$

تكون نسبة تغير x بدلالة درجة الحرارة و بثبوت الزمن $\left(\frac{\partial x}{\partial t}\right)_t$ معدومة و ذلك لان ثبوت الزمن يعني ثبوت عدد و مواقع الجزيئات التي يشملها النظام، تصبح عبارة سرعة التبلور كما يلي:

$$\frac{dx}{dt} = k_0(1-x)e^{\frac{-E}{RT}} \dots\dots\dots(14)$$

تكون سرعة التبلور أعظمية في درجة الحرارة النبض حيث ($T = T_p$) و كذلك المشتق

$$\frac{dx^2}{dt^2} = 0 \quad \text{بالنسبة للزمن معدوم}$$

$$\frac{d}{dt} \left(\frac{dx}{dt}\right) = \frac{dx}{dt} \left[\frac{E}{RT^2} \frac{dT}{dt} - k_0 e^{\frac{-E}{RT}}\right] = 0 \dots\dots\dots(15)$$

$$\frac{E}{RT_p^2} \frac{dT}{dt} = k_0 e^{\frac{-E}{RT_p}} \dots\dots\dots(16)$$

بعد تبسيط و تعديل (14) توصل الباحث كينجر لحساب طاقة التنشيط اعتمادا على العلاقة:

$$\ln\left(\frac{\emptyset}{T_p^2}\right) = -\frac{E}{RT_p} + \text{com} \dots\dots\dots(17)$$

يمكن حساب طاقة التنشيط و ذلك بتمثيل الدالة الخطي $\ln \left(\frac{T_p}{\phi} \right)$ بدلالة $\frac{1}{T_p}$ و حساب ميلها

ماتيسيتا و فريقه قاموا بإجراء تحويل على معادلة كينجر فأصبحت بالشكل التالي: [6]

$$\ln \left(\frac{\phi^n}{T_p^2} \right) = - \frac{mE}{RT_p} + \text{con} \dots \dots \dots (18)$$

ومنه بتمثيل $\ln \left(\frac{\phi^n}{T_p^2} \right)$ بدلالة $\frac{1}{T_p}$ نحصل على خط مستقيم ميله يمكن أن نحسب منه m حيث أن

n هو معامل افرمي و m هو المعامل العددي الذي يحدد آلية نمو [7] الحبيبات.

الفصل الثاني

الطرق التجريبية المتبعة والأجهزة المستعملة

مدخل

تأكدنا في بداية هذا الفصل من ماهية الجبس، ثم قمنا بعرض لمختلف الطرق المتبعة في تحضير ومعالجة الجبس، و في الأخير تطرقنا إلي أهم طرق التحليل و القياس المتبعة و الأجهزة المستعملة.

1.II المواد الأولية المستعملة

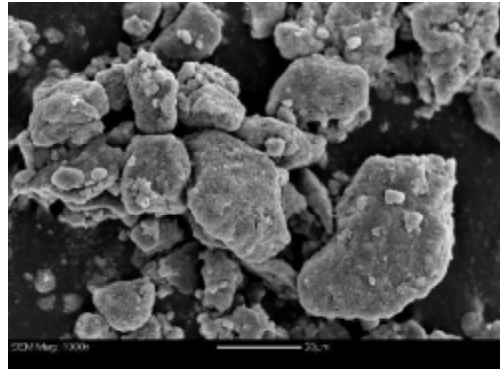
في هذه الدراسة تم استعمال أربعة مساحيق كمواد أساسية في التحضير. أولها مسحوقا كاولان جبل دباغ من ولاية قالمة. لونها ابيض (DD1). صيغتها الكيميائية $Al Si O (OH)$. تستعمل كمادة تجارية في صناعة الخزف بالمؤسسة الوطنية لصناعة الخزف بقالمة، البنية المورفولوجية لمسحوق الكاولان عبارة عن تجمع لحبيبات صغيرة البعد في حبيبات كبيرة البعد الحبيبي يصل معدلها إلى أكبر من $(45 \mu m)$ هذه التجمعات غير منتظمة كما هو موضح في الشكل 2-1 (أ). كتلتها الحجمية تقدر بحوالي $\rho = 2.53 \text{ gr/cm}^3$ أي ما يعادل 98.1% من الكتلة الحجمية النظرية، طيف انعراجها المستخلص باستعمال الأشعة السينية موضح في الشكل 2-2 (أ)

و هو يبين أن ترقيمها في جدول البطاقات التقنية العالمية هو 00-009-0453.

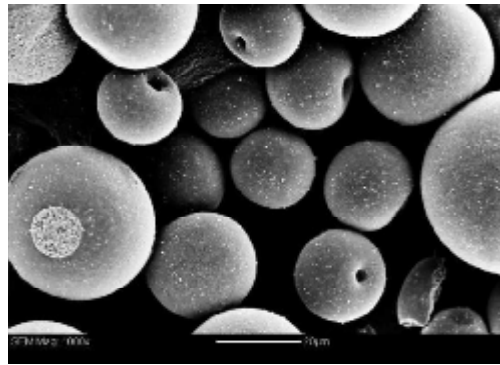
ثاني المساحيق المستعملة هو مسحوق الجبسيات المخبري التجاري العالي النقاوة، لونه ابيض ناصع، ذو مساحة سطحية تصل إلى $14 \text{ m}^2/\text{gr}$ بنيته المورفولوجية عبارة عن تجمع لحبيبات صغيرة جدا من رتبة نصف ميكرون، هذه التجمعات ذات شكل كروي منتظم كما هي موضحة في الشكل 2-1 (ب) صيغته الكيميائية $Al(OH)_3$. كتلته الحجمية بعد كلسنته 3.98 gr/cm^3 طيف الانعراج له بعد كلسنته يبين أن كل خطوط الانعراج تابعة له كما هو موضح في الشكل 2-2 (ب) و ترقيمه في البطاقات التقنية العالمية هو 00-010-0173.

ثالث المساحيق المستعملة هو أكسيد الزركونيوم (الزركونا) مطعم ب 3% مول من Y_2O_3 ذو مساحة سطحية تقدر ب: $18 \text{ m}^2/\text{gr}$ (3Y-TZP CRIGERAM) طيف الانعراج له المستخلص باستعمال جهاز الأشعة السينية موضح في الشكل 2-2 (ج) إن أول ما يمكن استنتاجه من طيف الانعراج هو تواجد الزركونا في طورها أحادي الميل و رباعي الميل، و الطور المستقر هو الأول لكن بوجود Y_2O_3 أصبح تواجد الثاني ممكنا عند درجات الحرارة العادية فهو يعمل كمثبت له. ترقيم ZrO_2 الأحادي الميل هو 01-083-0939 أما الرباعي فهو 01-079-1764، بنيته المورفولوجية تشبه كثيرا مثيلتها للألمينا لونه ابيض يميل إلى الاصفرار.

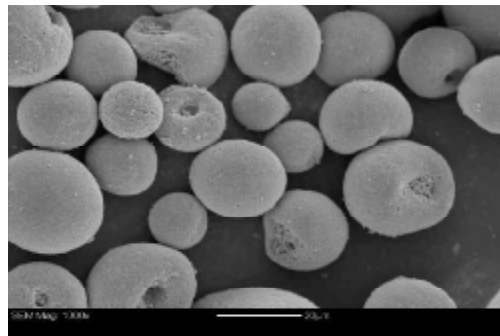
رابع هذه المساحيق هو الجبس المأخوذ من منطقة بوسعادة، وهو عبارة عن أحجار مختلفة الأشكال يميل لونها إلى الأبيض الرمادي وهو ذو صلادة منخفضة و تقدر كتلته الحجمية التجريبية ما بين $2-3 \text{ g/cm}^3$ و بواسطة بطاقات التعريف للمواد يتم التعرف على الجبس، صيغته الكيميائية هي $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ ، و يمر الجبس بعدة تحولات طورية بتغير درجة الحرارة كما هو موضح في الشكل (2).



أ

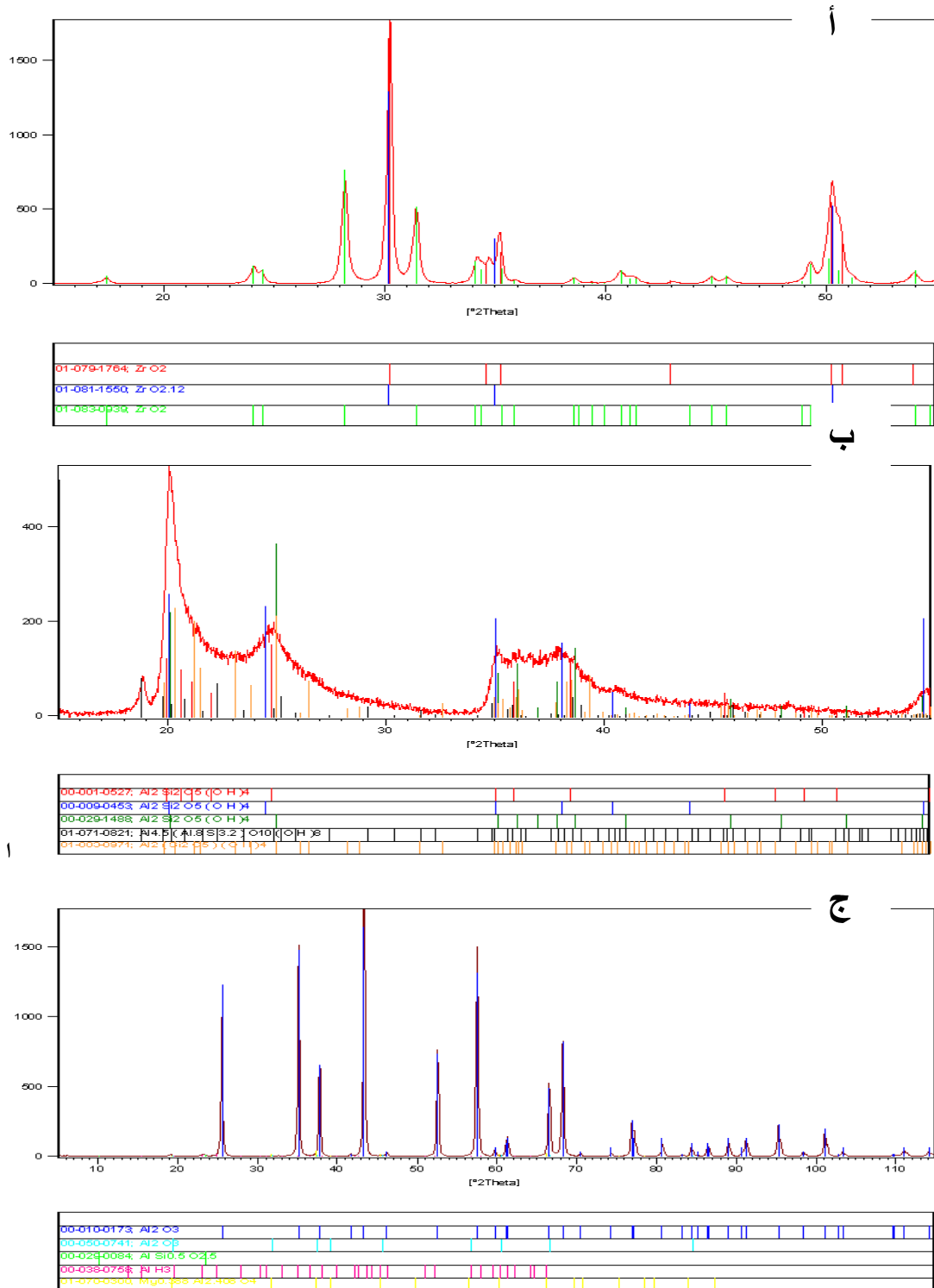


ب



ج

الشكل (1-2): البنية المورفولوجية للمساحيق المستعملة قبل معالجتها باستخدام المجهر الإلكتروني الماسح (أ: الكاولان. ب: الجبسييت المكلسن (الألومين). ج: الزركونا).



الشكل (2-2): طيف انعراج الأشعة السينية للمساحيق المستعملة
 أ: الكاولان . ب: الجبسيات المكلسن الألمين. ج: الزركونا

2.II الطرق المتبعة والأجهزة المستعملة

1. السحق

قمنا بسحق المواد الأولية بواسطة جهاز يدوي و ذلك بالسحق الجيد، حتى تحصلنا على مسحوق متجانس ذو حبيبات صغيرة جدا.

2. تسخين العينات

قمنا بصنع العينات من هذا المسحوق، ثم سخنا هذه العينات في درجات حرارة مختلفة بواسطة فرن من النوع Naberthem تصل درجة حرارته إلى $1800C^{\circ}$ و استخدمنا سرعة التسخين $5C^{\circ}/min$ ، بعد مرور الوقت اللازم للتسخين و الذي قدره 2 ساعة، بردنا هذه العينات تلقائيا، و درجات تسخين العينات هي:

$T=200C^{\circ} \longrightarrow t=2h$ العينة A_1

$T=400C^{\circ} \longrightarrow t=2h$ العينة A_2

$T=600C^{\circ} \longrightarrow t=2h$ العينة A_3

$T=800C^{\circ} \longrightarrow t=2h$ العينة A_4

$T=1000C^{\circ} \longrightarrow t=2h$ العينة A_5

$T=1200C^{\circ} \longrightarrow t=2h$ العينة A_6

3. صناعة العينات

كبسنا العينات المحضرة داخل قالب من الفولاذ المعالج باستعمال جهاز كبس هيدوستاتيكي يدوي، أما أقطار العينات المدروسة فهي ذات قطر ثابت ($d=13mm$) و أوزان متقاربة، حيث طبقنا كتلة واحدة قدرها 1طن على جميع العينات، و التي توافق ضغط قدره تقريبا ($75Mpa$) .

4. أهم الأجهزة المستعملة

1.4 جهاز التمدد الطولي التفاضلي

استخدمنا جهاز التمدد الطولي التفاضلي من نوع DIL402C (NETZSCH) درجة حرارته القصوى حوالي $1600C^{\circ}$ و ذلك من اجل معرفة التحولات الطورية و دراسة حركية التحولات للمادة المعالجة، لان الأشعة السينية لاتعطي كل المعلومات خاصة في حالة تكون الأطوار اللابلورية،

أما جهاز التمدد الطولي فحساس جدا إلى أي تحول يحدث للمادة، كما يساعدنا أيضا في فهم ظاهرة التليبد انطلاقا من التقلص الذي يحدث للمادة كما يعطي لنا أيضا معامل التمدد الطولي لأي مادة تتم دراستها بهذا الجهاز، و يستعمل عادة في هذا الجهاز معيار، و يستعمل فيه اوكسيد الألمنيوم كمعيار.

2.4 جهاز الأشعة تحت الحمراء

قمنا بتحضير العينات من الجبس المعالج حراريا في مختلف درجات الحرارة حيث هذه العينات تزن كل واحدة منها 100mg تحتوى على 70mg من Kbr و 30mg من الجبس المحضر، Kbr مادة شفافة حيث أنها في الجهاز FTIR لا تعطي أي إشارة، و ضعنا هذه العينات على رقاقات زجاجية و وضعناها في الفرن درجة حرارته 100°C و هذا من اجل نزع الماء الذي تعرض له Kbr، أي الرطوبة ثم نقوم بوضع العينة في جهاز الكبس الهيدوستاتيكي و نقوم بضغطها حيث نطبق عليها ضغط قدره 75 Mpa لمدة 10 دقائق فنحصل على العينة ذات شكل اسطواني، حيث نضع هذه الأخيرة في جهاز FTIR و نمرر عليها حزمة من الأشعة تحت الحمراء فتعطي لنا منحنيات طيف الامتصاص للأشعة تحت الحمراء على جهاز الكمبيوتر.

3.4 جهاز حيود الأشعة السينية

نستعمل جهاز حيود الأشعة السينية لمعرفة بنية المركبات الناتجة عن تفاعل المواد الأولية في الحالة الصلبة أي البنية البلورية، و الجهاز المستخدم من النوع:

(Diffraction à rayons haute résolution MRD. PANAnalytical (ISM)

مع استعمال الأشعة السينية لمهبط النحاس $Cu(K\alpha)$ ، و يرتكز مبدأه على قذف العينات بحزمة من الأشعة السينية أحادية اللون تنعرج عند اصطدامها بالمستويات البلورية وفق علاقة براغ:

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

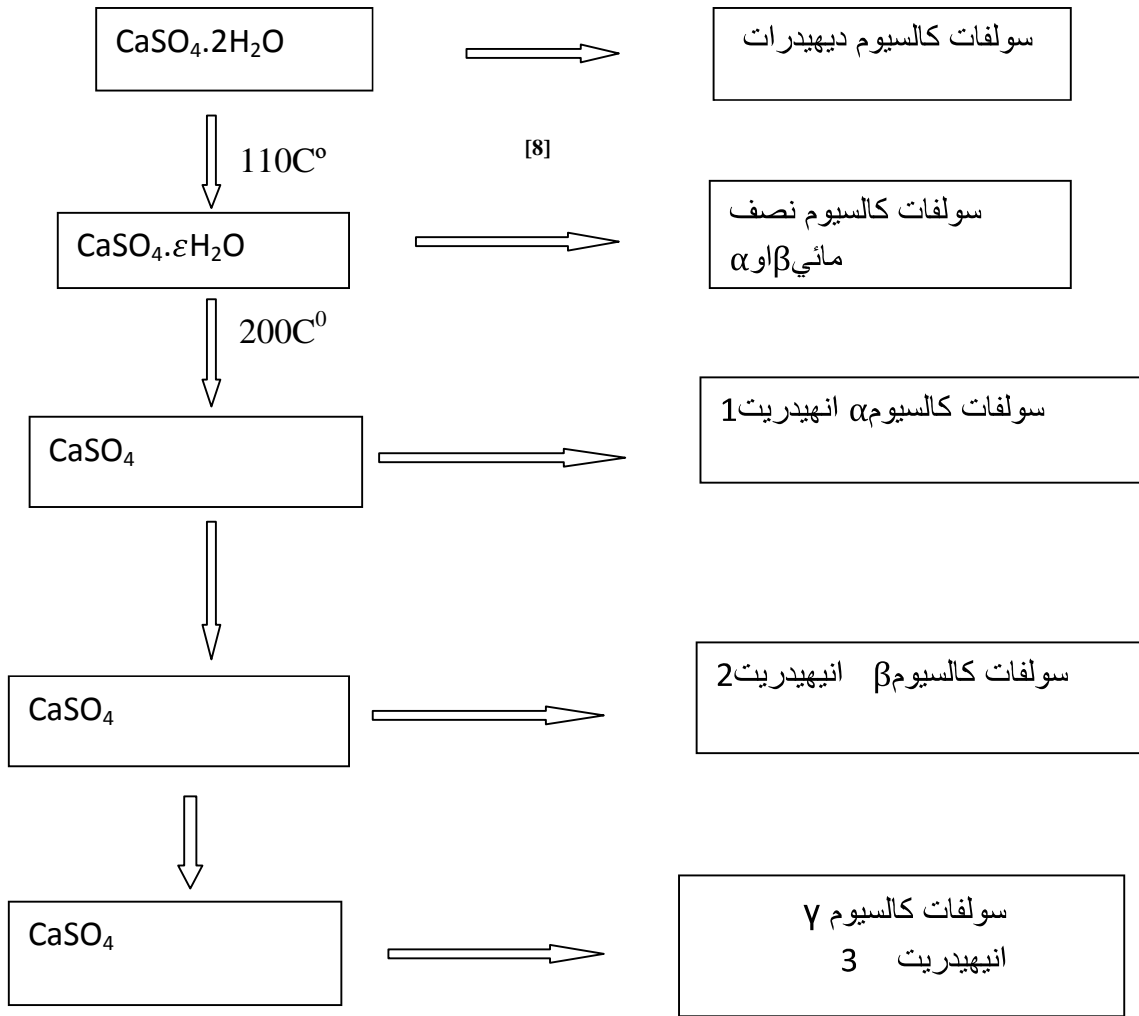
α : زاوية الانعراج الأشعة

n: رتبة الانعراج

d_{hkl} : البعد العمودي بين المستويات البلورية

λ : طول موجة الأشعة السينية

و بواسطة برنامج خاص يحتوي على جميع بطاقات ASTM للمركبات نتعرف على جميع الأطوار المتشكلة.



الشكل (3-2)

الفصل الثالث

مناقشة النتائج التجريبية

مدخل

سنتعرض في هذا الفصل إلى نتائج دراسة كل التحولات الحرارية التي تحدث سواء للمادة الأولية للجبس غير المكلس أو للكاولان أو الكاولان-جبسيت-اوكسيد الزركون سواء باستعمال الأشعة السينية أو جهاز التمدد الطولي النسبي أو جهاز الأشعة تحت الحمراء. و من نتائج التحليل الحراري لسرع تسخين مختلفة قمنا بحساب طاقة تشكل الميكاكاولان. كما قمنا بدراسة تأثير الزر كونا على البنية المجهرية و توزع الأطوار في المادة الأم.

III. 1 نتائج التحليل بواسطة الأشعة تحت الحمراء

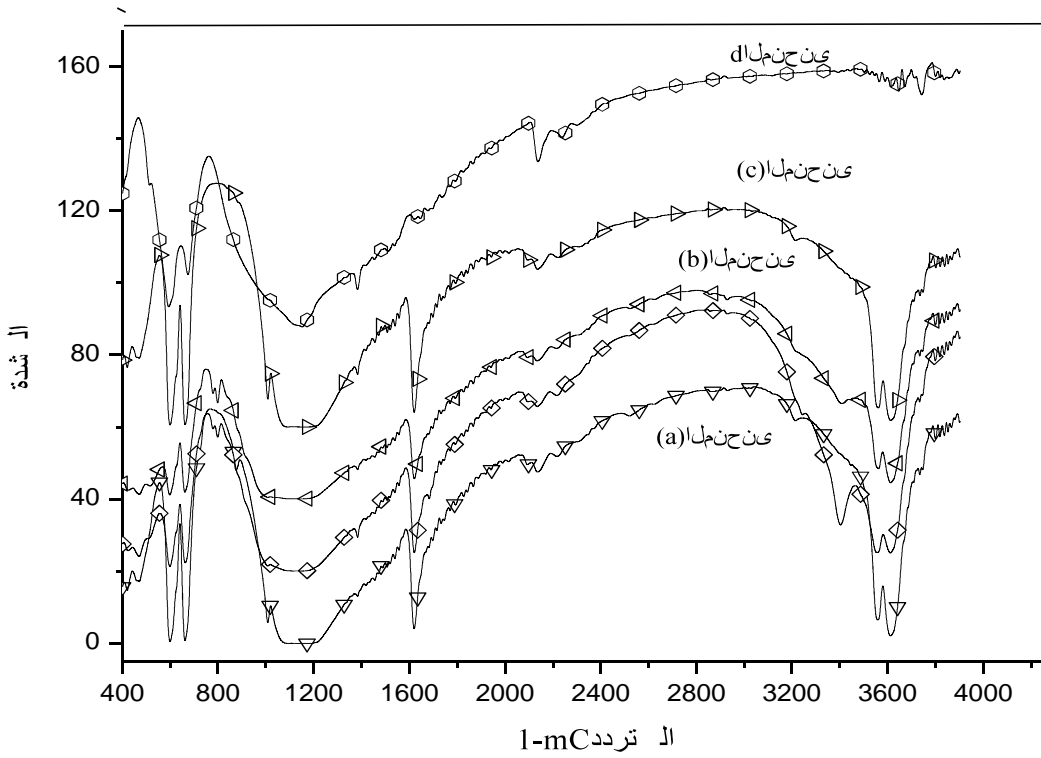
الشكل (1-3) يوضح نتائج امتصاص طاقة الأشعة تحت الحمراء ذات التردد الموجي $\nu=400\text{Cm}^{-1}$ إلى غاية $\nu=4000\text{Cm}^{-1}$ لأربع عينات مختلفة.

✓ المنحنى (a): يمثل طيف الامتصاص لمادة الجبس التي تحصلنا عليها من المصنع و هي عبارة عن المادة النهائية للجبس المسوق.

✓ المنحنى (b): يمثل طيف الامتصاص لمادة الجبس غير المعالج حراريا.

✓ المنحنى (c): يمثل طيف الامتصاص لمادة الجبس المعالج حراريا عند درجة حرارة $T=200\text{C}^\circ$

✓ المنحنى (d): يمثل طيف الامتصاص للجبس المعالج عند درجة حرارة $T=1200\text{C}^\circ$

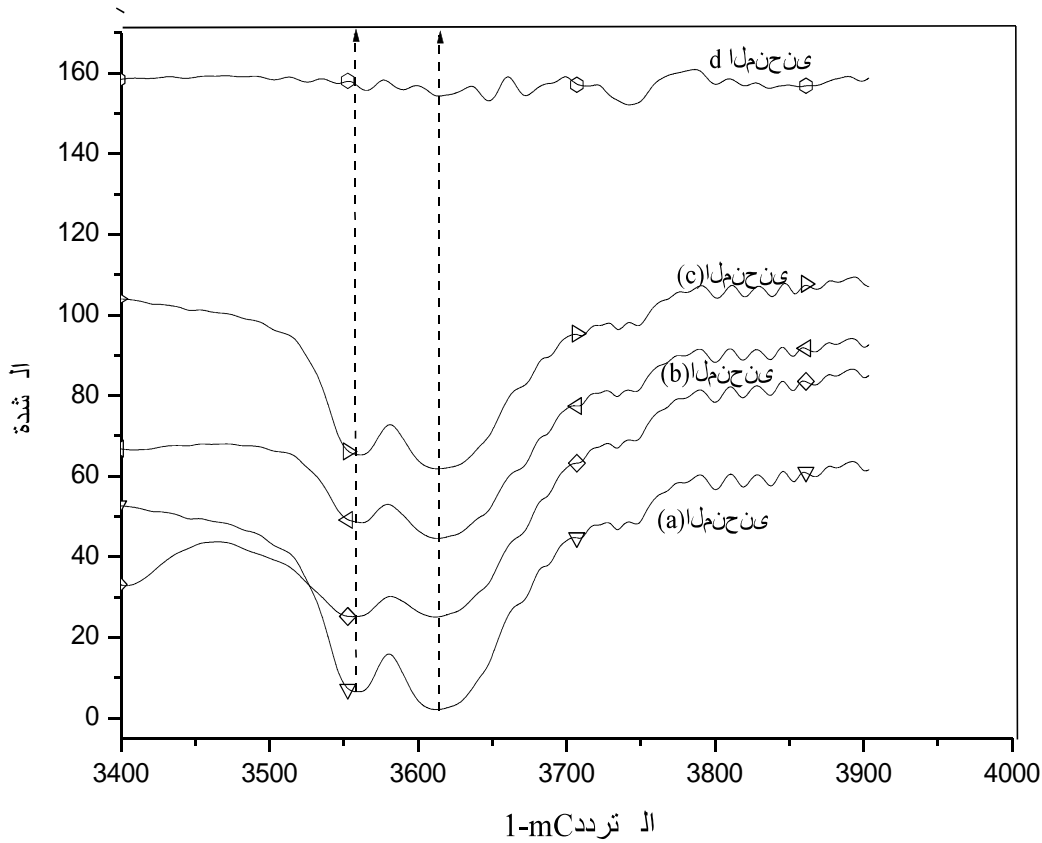


الشكل (1-3) منحنيات طيف امتصاص الأشعة تحت الحمراء لمادة الجبس في مختلف درجات الحرارة المختلفة

III. 1.1 تحليل نتائج امتصاص طاقة الأشعة تحت الحمراء للجبس

$$(\nu = 4000\text{Cm}^{-1} \text{ إلى } \nu = 3400\text{Cm}^{-1})$$

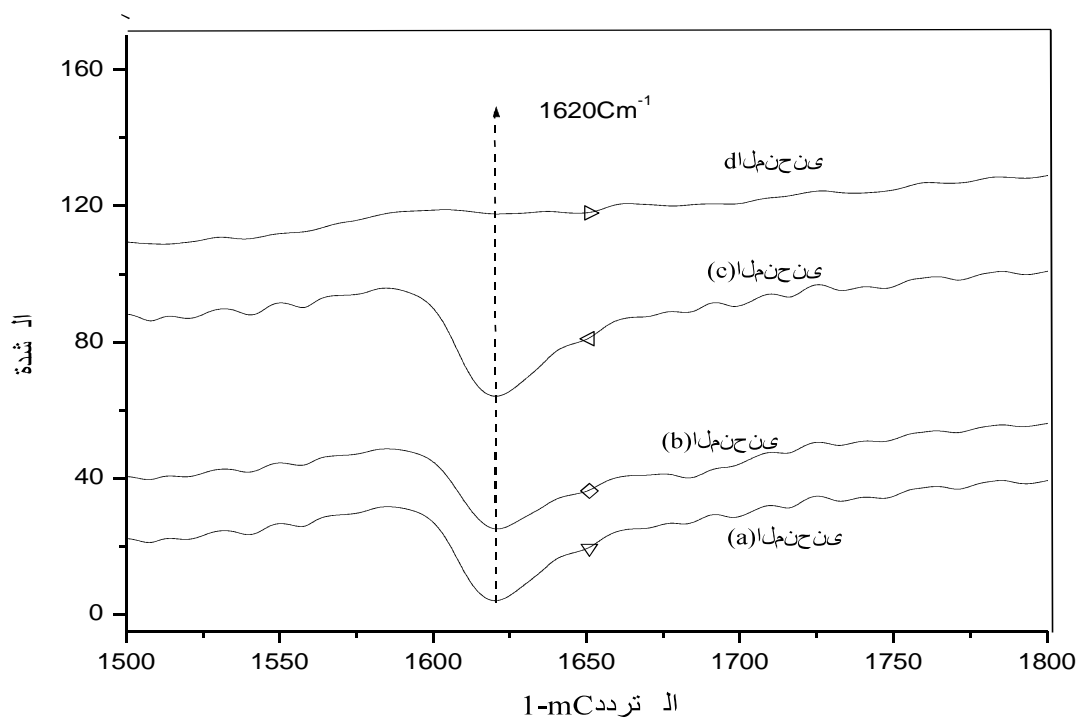
الشكل (2-3) يوضح نتائج امتصاص طاقة الأشعة تحت الحمراء ذات التردد الموي (3-2) إلى غاية $\nu = 3400\text{Cm}^{-1}$ لأربع عينات مختلفة، و نلاحظ أن ذروة الامتصاص التي توافق التردد 3558cm^{-1} والتردد 3620cm^{-1} ، هما عبارة عن اهتزاز جزيء الماء أي الرابطة O-H، وهذا قبل المعالجة الحرارية، وبعد المعالجة عند درجة الحرارة 200°C نلاحظ وجود هذه الرابطة، أما في درجة الحرارة 1200°C لا توجد الرابطة O-H أي اختفاء جزيء الماء، و نفس ذلك بفقدان الجبس للماء بشكل تدريجي [9].



الشكل (2-3) منحنيات طيف امتصاص الأشعة تحت الحمراء للجبس في درجات الحرارة المختلفة

III 2.1. تحليل نتائج امتصاص طاقة الأشعة تحت الحمراء للجبس

$$(\nu = 1800\text{Cm}^{-1} \text{ إلى } \nu = 1500\text{Cm}^{-1})$$



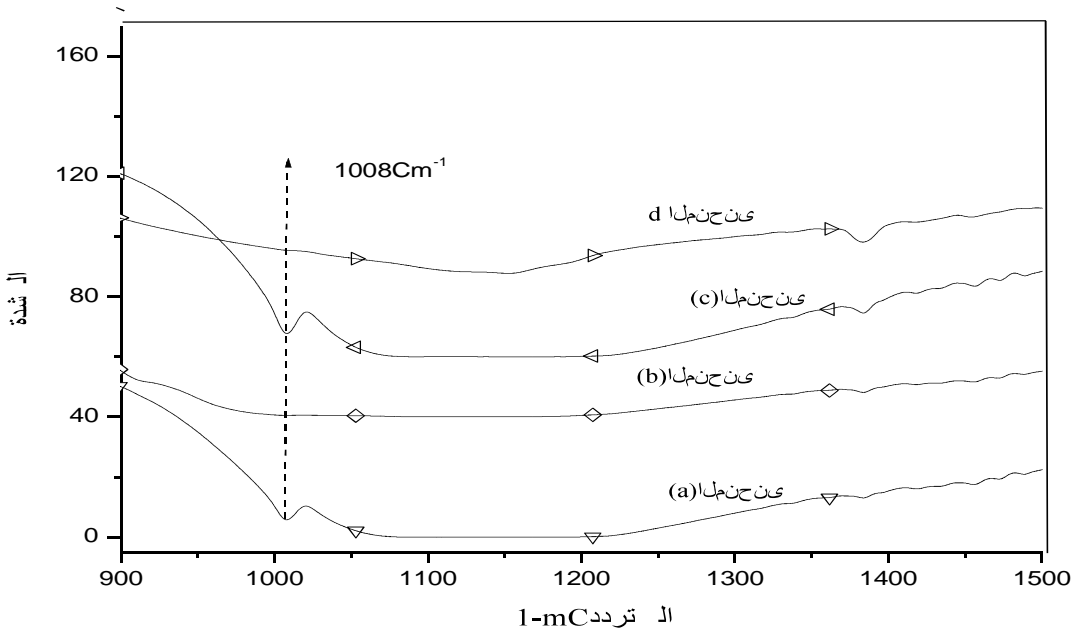
الشكل (3-3) منحنيات طيف امتصاص الأشعة تحت الحمراء للجبس في درجات الحرارة المختلفة

الشكل (3-3) يوضح نتائج امتصاص طاقة الأشعة تحت الحمراء ذات التردد الموجي $\nu = 1500\text{Cm}^{-1}$ إلى غاية $\nu = 1800\text{Cm}^{-1}$ لأربع عينات مختلفة، نلاحظ أن ذروة الامتصاص توافق التردد 1620cm^{-1} ، هي عبارة عن وجود رابطة الكن (C=C)، حيث أن روابط المواد العضوية محصورة بين المجال $\nu = 1600\text{Cm}^{-1}$ إلى غاية $\nu = 1660\text{Cm}^{-1}$ ، وتظهر هذه الذروة قبل المعالجة الحرارية، و بعد المعالجة في درجة الحرارة 200°C ، أما في درجة الحرارة 1200°C لا توجد هذه الأخيرة، و نفس ذلك بتكسير هذه الروابط أو احتراقها على شكل غاز الفحم $^{10}\text{CO}_2$.

III 3.1. تحليل نتائج امتصاص طاقة الأشعة تحت الحمراء للجبس

$$(\nu = 1500\text{Cm}^{-1} \text{ إلى } \nu = 900\text{Cm}^{-1})$$

الشكل (3-4) يوضح نتائج امتصاص طاقة الأشعة تحت الحمراء ذات التردد الموجي $\nu = 900\text{Cm}^{-1}$ إلى غاية $\nu = 1500\text{Cm}^{-1}$ لأربع عينات مختلفة، نلاحظ أن ذروة الامتصاص توافق التردد 1008Cm^{-1} وهذا أثناء المعالجة الحرارية و في درجة حرارة 200°C ، وهي عبارة عن رابطة S-O، أما في درجة الحرارة 1200°C لا توجد هذه الرابطة، و توجد ذروة امتصاص أخرى توافق التردد 1385Cm^{-1} في مختلف درجات الحرارة، وهي تمثل الرابطة C-C (الكان).^[11]



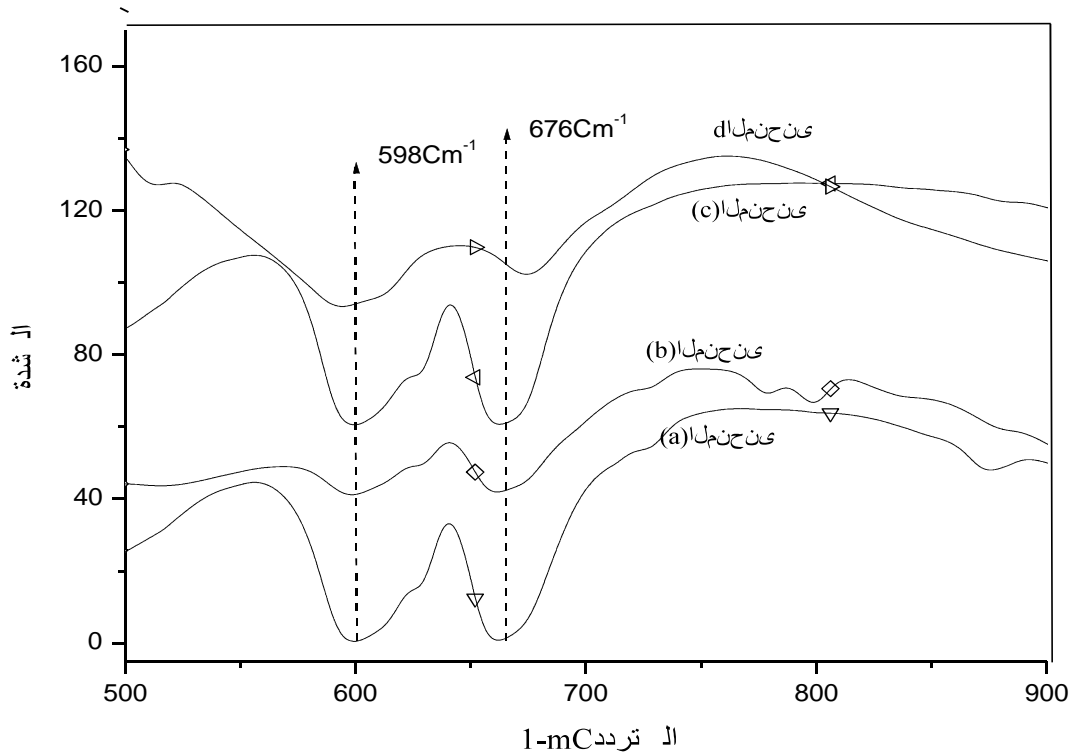
الشكل (3-4) منحنيات طيف امتصاص الأشعة تحت الحمراء للجبس في درجات الحرارة المختلفة

III 4.1. تحليل نتائج امتصاص طاقة الأشعة تحت الحمراء للجبس

$$(\nu = 900\text{Cm}^{-1} \text{ إلى } \nu = 500\text{Cm}^{-1})$$

الشكل (3-5) يوضح نتائج امتصاص طاقة الأشعة تحت الحمراء ذات التردد الموجي $\nu = 500\text{Cm}^{-1}$ إلى غاية $\nu = 900\text{Cm}^{-1}$ لأربع عينات مختلفة، نلاحظ أن ذروة امتصاص

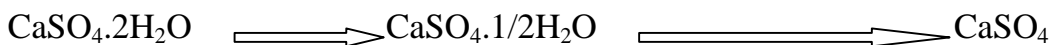
الاشعة تحت الحمراء توافق الترددات التالية: 598Cm^{-1} ، 676Cm^{-1} ، وهي عبارة عن روابط كيميائية الأولى تمثل **Fe-O**، والثانية تمثل S-O، وتظهر هذه الروابط في درجات الحرارة المختلفة، ويمثل كل منهما أكسيد الحديد و الكبريتات. [12]



الشكل (3-5) منحنيات طيف امتصاص الأشعة تحت الحمراء للجبس في درجات الحرارة المختلفة

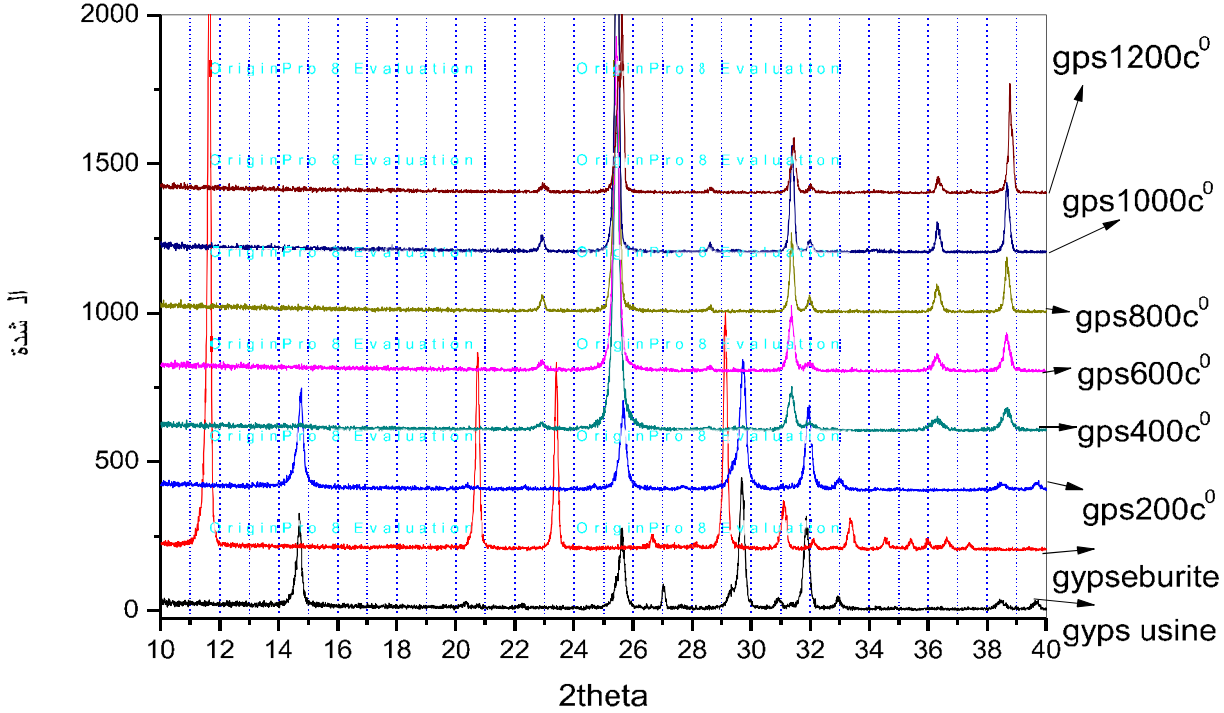
III 5.1. خلاصة

نستنتج من خلال نتائج امتصاص طاقة الأشعة تحت الحمراء لمختلف درجات الحرارة للجبس، انه بارتفاع درجة الحرارة تزول عدة روابط من بينها رابطة O-H (الماء) بحيث كلما زادت درجة الحرارة تفقد هذه الأخيرة حتى تختفي في درجة حرارة معينة.



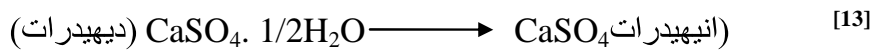
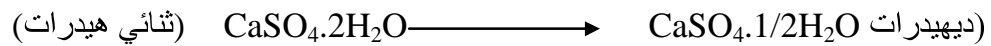
III. 2. التحليل بواسطة حيود الأشعة السينية

أخذنا كمية من المسحوق المعالج في درجات الحرارة المختلفة و حللناه بواسطة جهاز حيود الأشعة السينية.

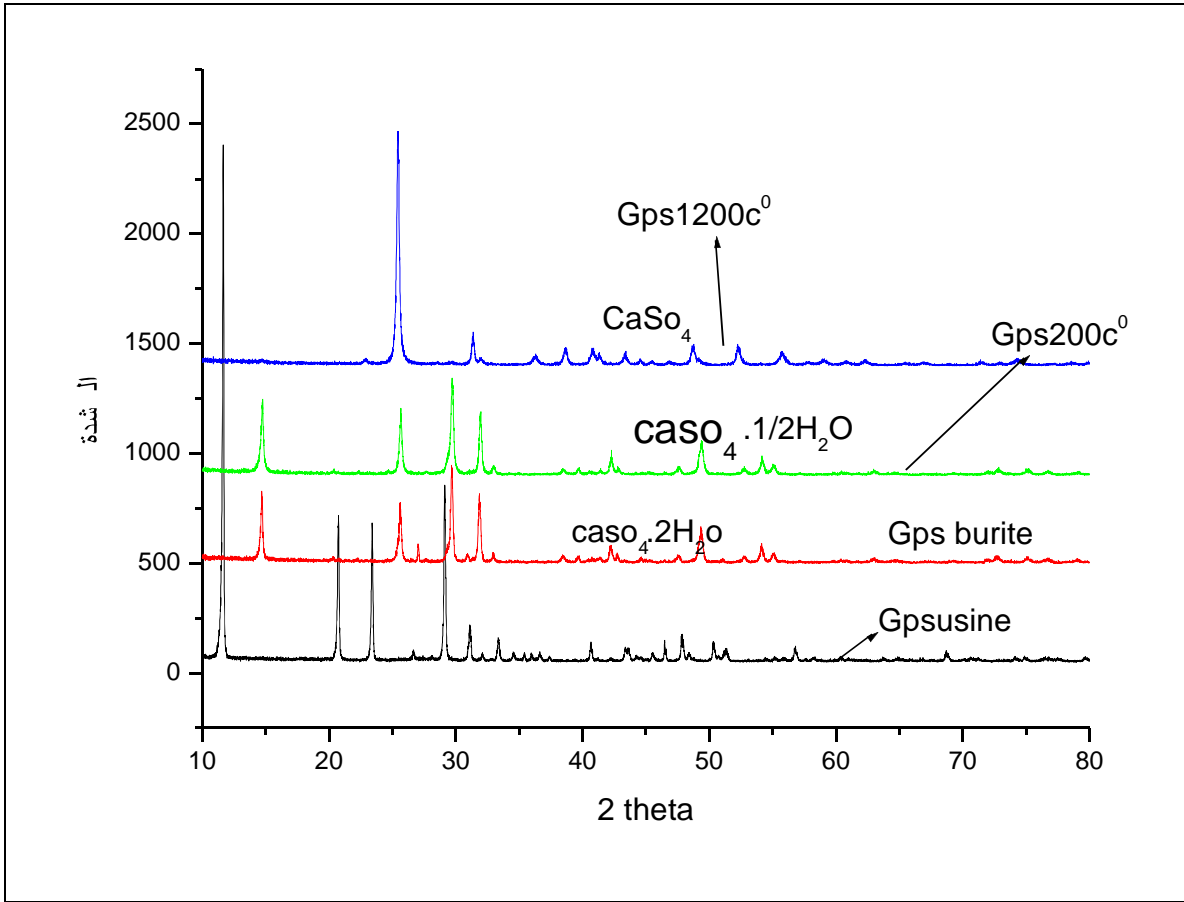


الشكل (7-3) منحنيات طيف الأشعة السينية للجبس لمختلف درجات الحرارة

نأخذ المنحنيات التي يكون فيها تحول الجبس الخام (سulfates كالسيوم ثنائي هيدرات) إلى سulfates كالسيوم نصف المائي α أو β ثم إلى سulfates كالسيوم انيهيدريت المعادلات التالية توضح ذلك:



III. 2. 1 منحنيات طيف انعراج الأشعة السينية لدرجات الحرارة المختلفة

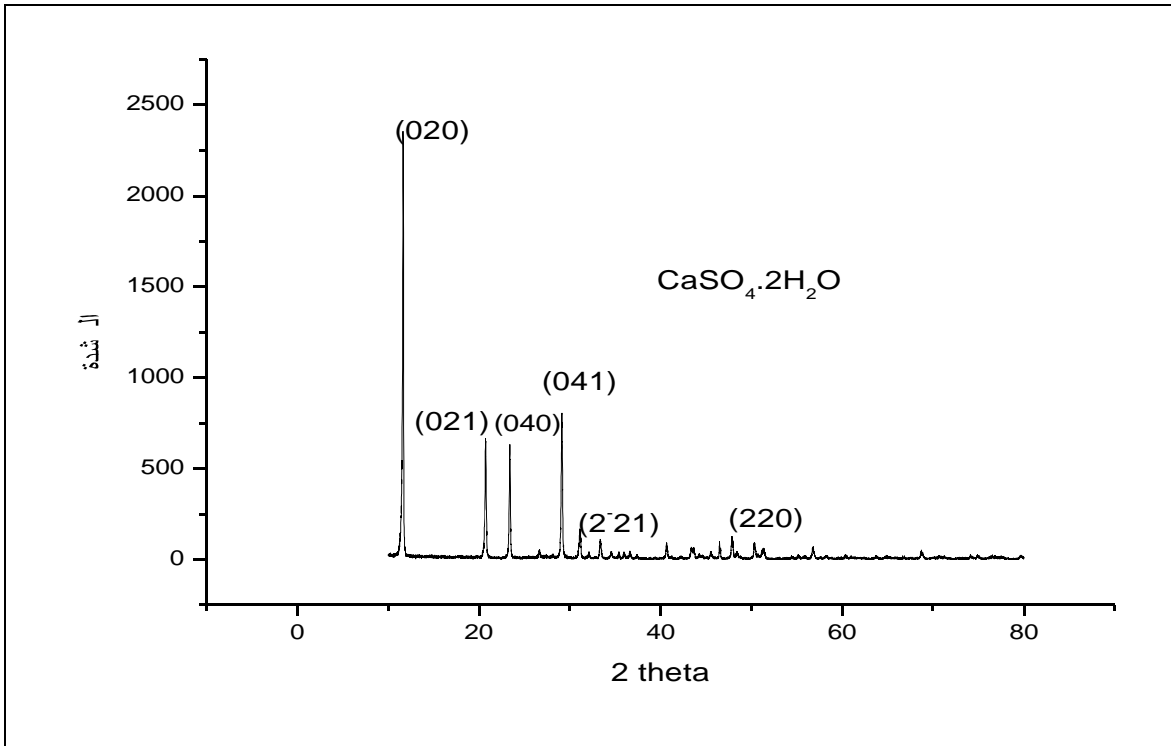


الشكل (8-3) منحنيات طيف انعراج الأشعة السينية لدرجات الحرارة المختلفة

التحول الأول (CaSO₄.1/2H₂O) ← (200°C ← 110°C)
 التحول الثاني (CaSO₄.ε H₂O) ← (350°C ← 200°C)
 التحول الثالث (CaSO₄) ← (1200°C ← 350°C)

III. 2. 2 المنحني الناتج عن طيف الاشعة السينية: (CaSO₄.2H₂O)

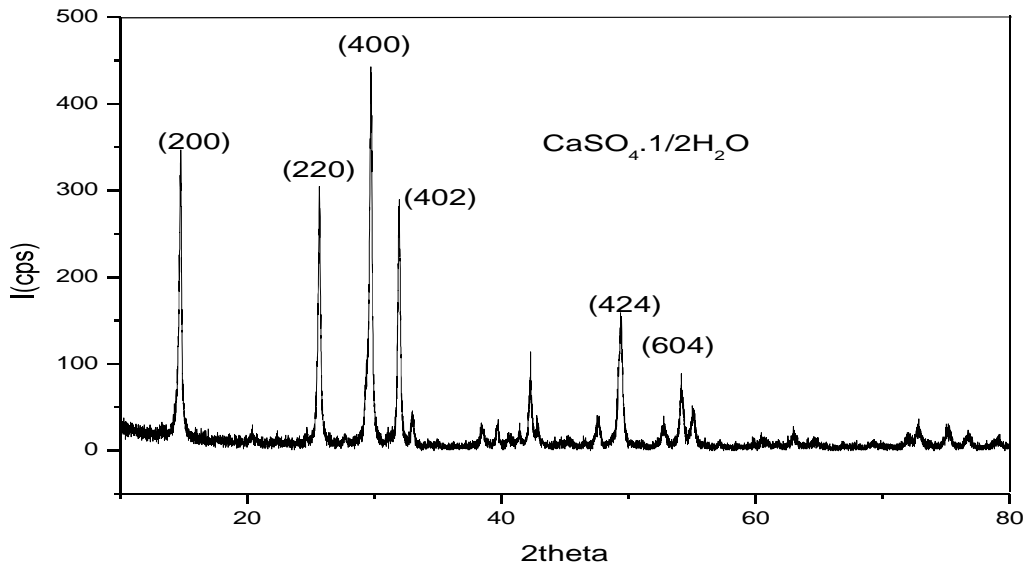
(CaSO₄.2H₂O) هو عبارة عن جبس مميّه يوجد في الطبيعة على شكل خام نقوم بتمثيل المنحني ونبين فيه المستويات (hkl) اعتمادا على البطاقات الخاصة بالمركبات والعناصر المعدنية [14]



الشكل (9-3) منحنى طيف انعراج الاشعة السينية للجبس المميه.

III. 3.2. منحنى طيف الاشعة السينية: (CaSO₄·1/2H₂O)

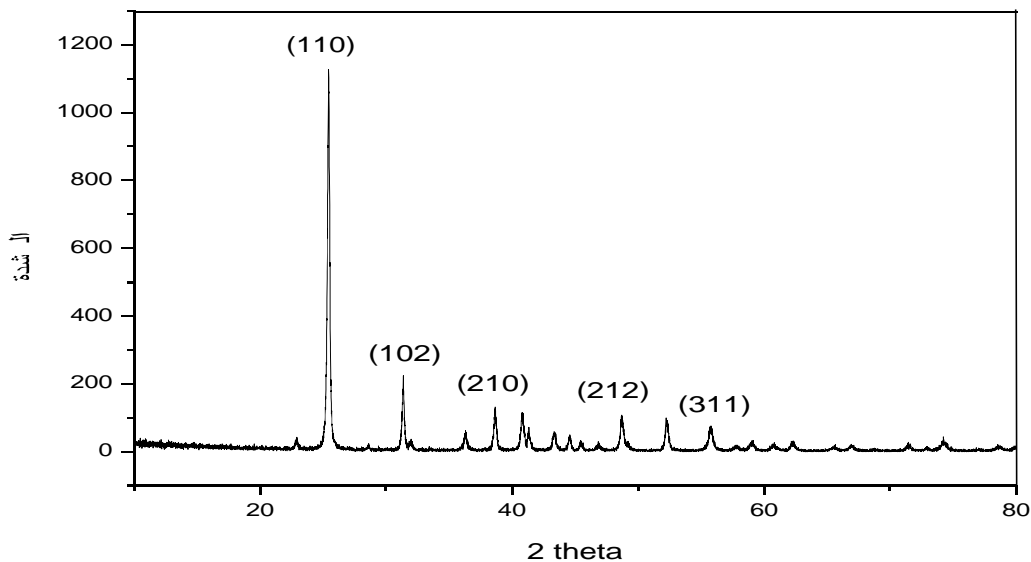
سولفات كالسيوم نصف المائي نحصل عليه عند معالجة الجبس في درجة الحرارة 200°C بحيث يفقد الجبس 3/2 من الماء، و نقوم بتمثيل المستويات الطاقوية (hkl) و ذلك اعتمادا على البطاقات الخاصة بجميع المركبات الشكل يوضح ذلك. [15]



الشكل (10-3) منحنى طيف انعراج الأشعة السينية للجبس نصف المميه

III 4.2. منحنى طيف الاشعة السينية: (CaSO_4)

CaSO_4 سولفات الكالسيوم اللامائي نحصل عليه بمعالجة الحرارية في درجة الحرارة أكثر من 400C^0 و سنقوم بتمثيل المستويات (hkL) اعتمادا على البطاقات الخاصة بالمركبات [15].



الشكل (11-3) منحنى طيف انعراج الأشعة السينية للجبس (كبريتات الكالسيوم اللامائية)

III. 5.2. خلاصة

نستنتج من خلال نتائج التحليل بواسطة الأشعة السينية لمادة الجبس أن منحنيات أطيف الأشعة السينية التي حصلنا عليها واعتمادا على برنامج خاص يحتوي على جميع بطاقات ASTM للمركبات، يمكن أن نقول أن الجبس المعالج حراريا يتحول من طور إلى آخر وذلك بفقدانه للماء حيث يتحول من hydrate($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) إلى ($\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$) semi hydrate إلى (CaSO_4) Anhydrite.

الجزء الثاني

التحليل بواسطة جهاز قياس التمدد الطولي التفاضلي

كاولان - جبسيت

III. 3 التحليل بواسطة جهاز التمدد الطولي التفاضلي

أخذنا كمية من مادة الكاولان والمسحوقة جيدا بواسطة الساحق الآلي، وقمنا بصناعة عينات ذات أشكال اسطوانية من اجل استعمالها في جهاز قياس التمدد الطولي التفاضلي، و ذلك لمعرفة جميع التحولات التي تحدث لهذا الخام، حيث استخدمنا الشروط التجريبية التالية:

✓ القوة المطبقة على العينات هي 01 طن والتي تقابل ضغط مقداره 75MPa

✓ قطر العينات 13mm وارتفاعها يتراوح ما بين 15mm و20mm.

✓ درجة الحرارة المستعملة هي 1500°C.

✓ سرعة التسخين 8 °C/min

يمثل الشكل (3-12) منحنى التمدد النسبي لمادة كاولان - جيبسيت، حيث نلاحظ انه تحدث عدة تغيرات و ظواهر أثناء المعالجة الحرارية للكاولان- جيبسيت وهي كالتالي:

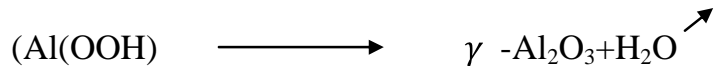
✓ في درجة حرارة 146°C خروج ماء الرطوبة للجيبسيت

✓ في درجة حرارة 242°C خروج ماء الرطوبة للكاولان وتحوله إلى كاولينيت

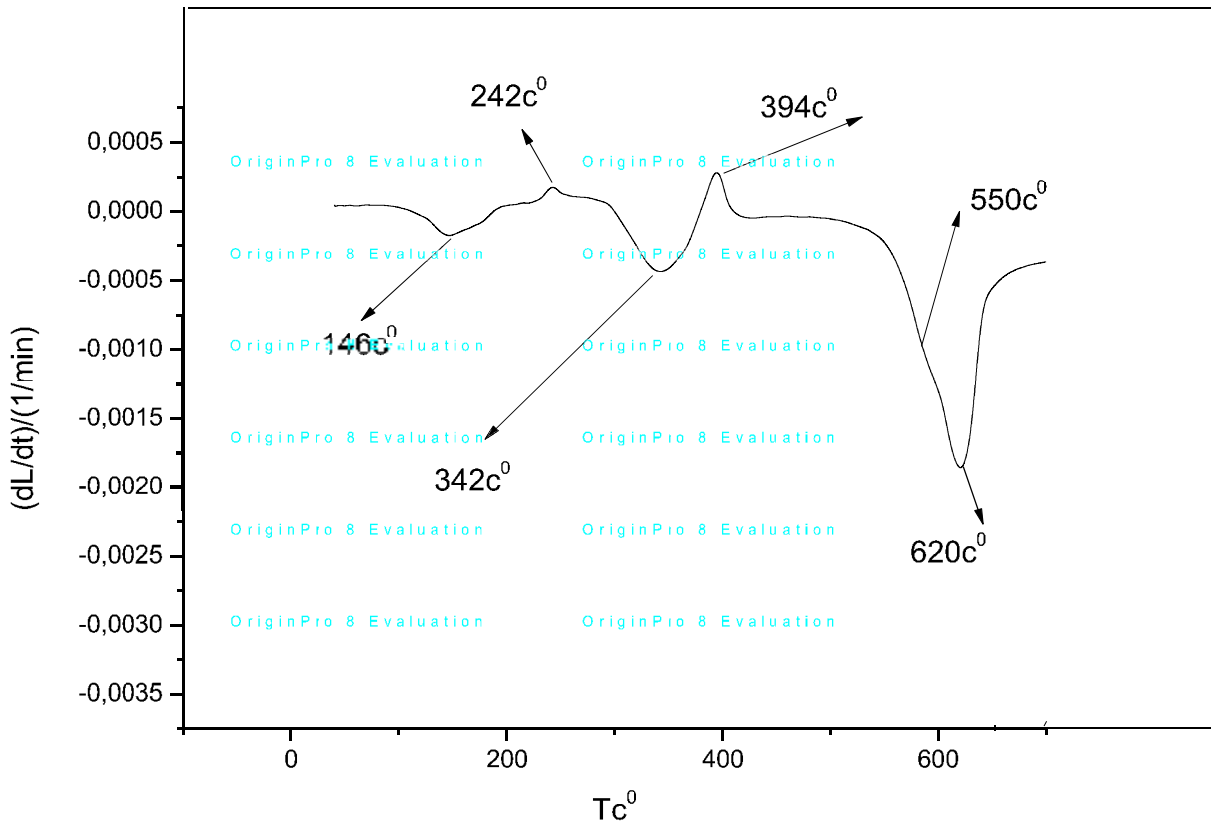
✓ في درجة حرارة 342°C تحول الجيبسيت إلى البهومييت

✓ في درجة حرارة 394°C خروج المواد العضوية من الكاولان DD₁

✓ في درجة حرارة 550°C هناك تحول



✓ في درجة الحرارة 620°C تقريبا يحدث هناك تحول للمادة وهذا الأخير ناتج عن إزالة الماء الداخل في تركيب الكاولان، حيث تنكسر الروابط المشكلة، ويتحول إلى ميتاكالولان.



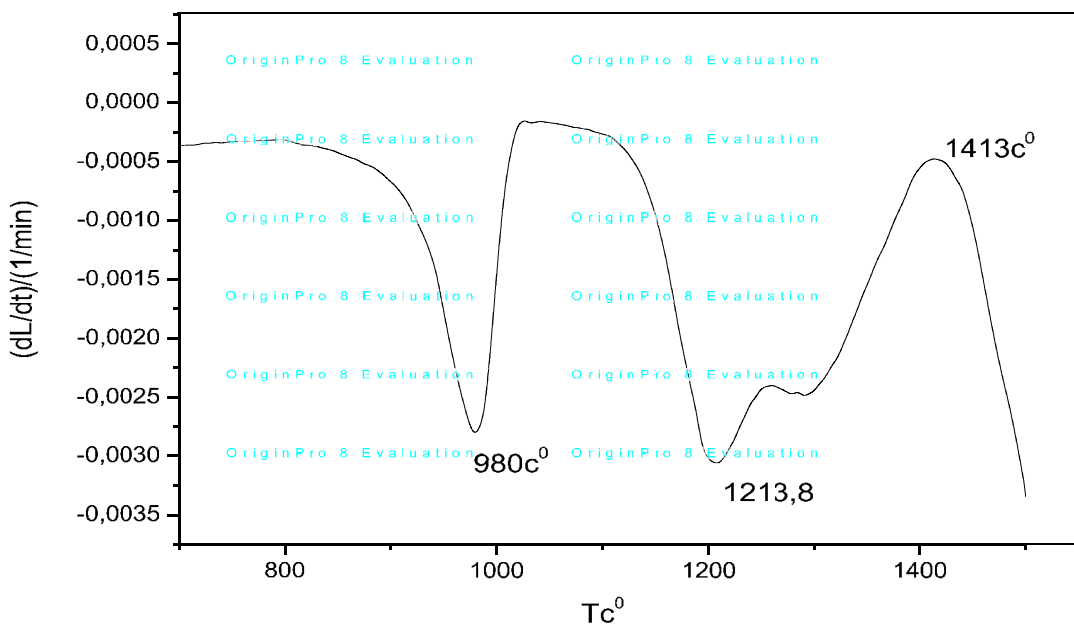
الشكل (12-3) منحنى التمدد الحراري النسبي التفاضلي لمادة كاولان – جيبسيت

لسرعة تسخين $8c^0/min$

III. 1.3 منحنى التمدد الحراري التفاضلي كاولان- جيبسيت لسرعة تسخين $8c^0/min$

✓التحول عند درجة الحرارة $1207C^0$ تدل على تكوين الميليت الأولي

✓التحول عند درجة الحرارة $1413.8C^0$ تكوين الزركون $ZrSiO_4$



الشكل (3-14) منحنى التمدد الحراري النسبي التفاضلي لمادة كاولان - جبسيت

لسرعة تسخين 8c⁰/min

III. 2.3. الأطوار الناتجة عن تفاعل كاولان - جبسيت في مختلف درجات الحرارة

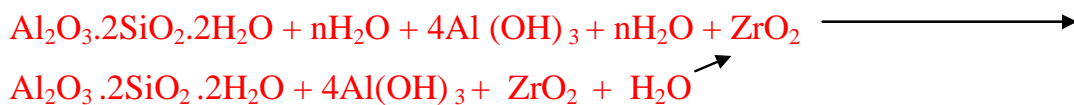
- الكاولان ذو الصيغة الكيميائية $Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O + nH_2O$

- الجبسيت ذو الصيغة الكيميائية $4Al(OH)_3 + nH_2O$

- اوكسيد زركون ZrO_2

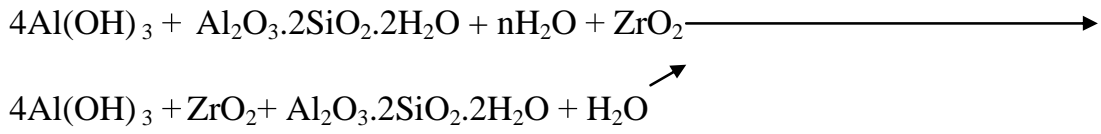
- التحول A

خروج الماء الرطوبة من الجبسيت حسب المعادلة التالية:



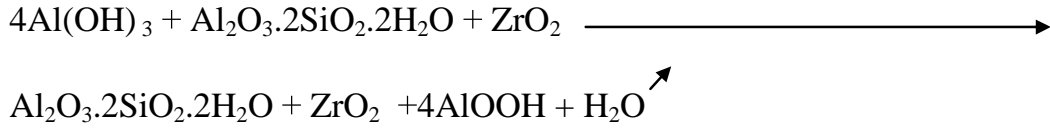
-التحول D

خروج ماء الرطوبة من الكاولان حسب المعادلة التالية:



- التحول C

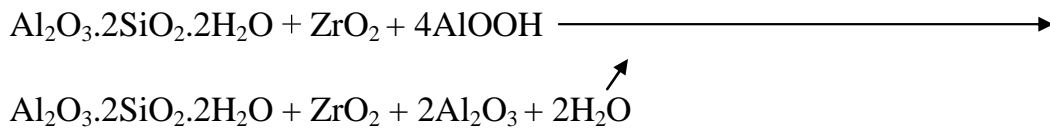
تحول الجبسيت إلى البوهيميت حسب المعادلة التالية:



- التحول D

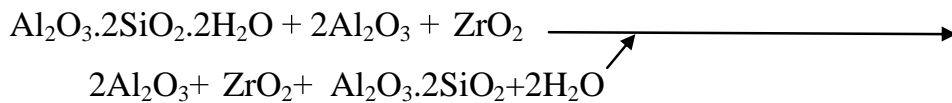
احتراق المواد العضوية على شكل CO_2

- التحول E



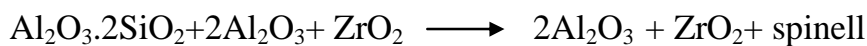
- التحول F

تحول الكاولان إلى ميتاكااولان ويفقد الماء داخل في تركيبه حسب المعادلة التالية:

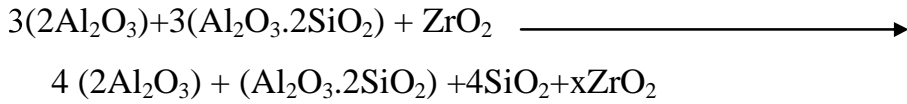


- التحول z

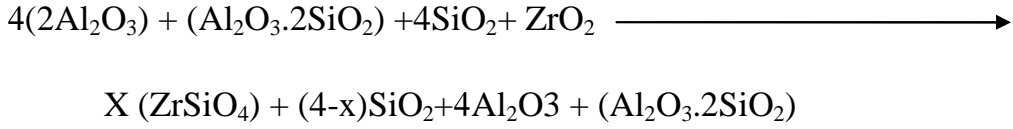
في هذا الطور تحول ميتاكااولان إلى اسبينال (spinell) حسب المعادلة التالية:



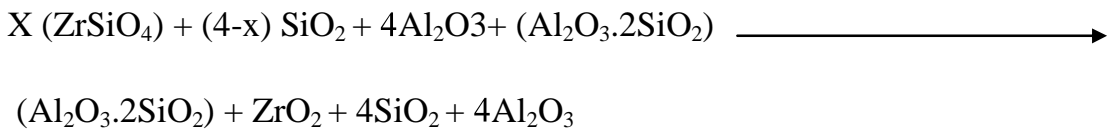
- التحول K



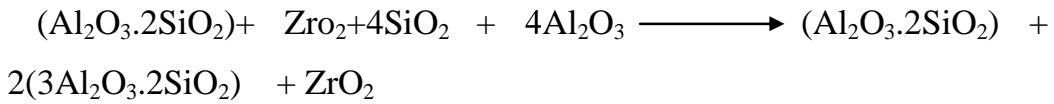
- التحول L



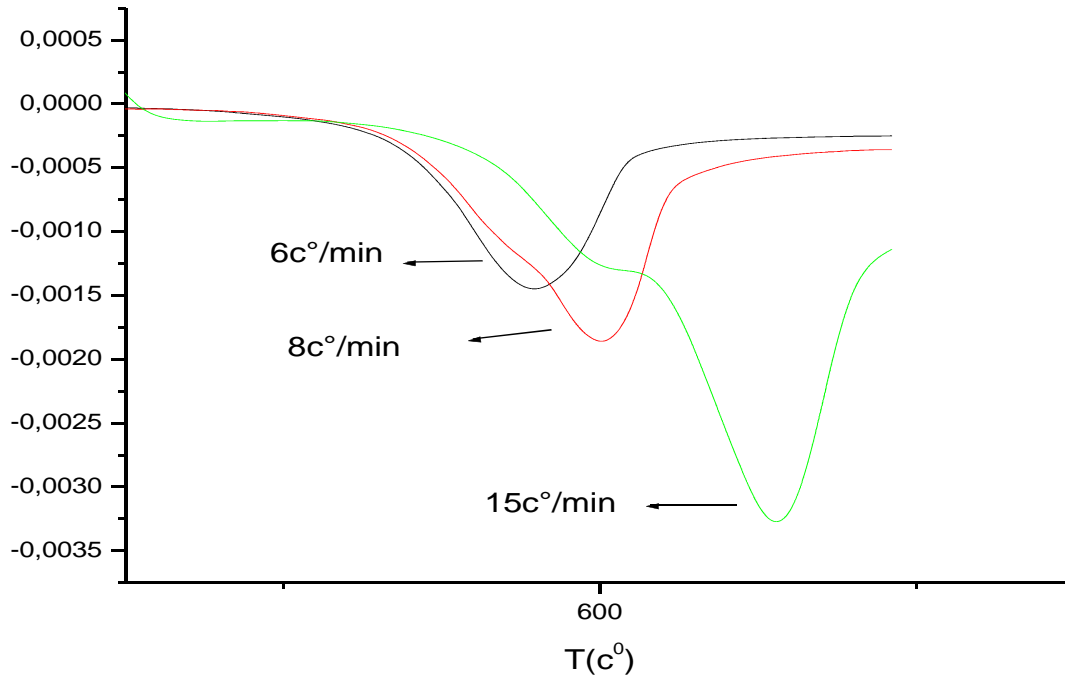
- التحول M



- التحول N



ولتحديد الدراسة بشكل دقيق، اخترنا لحساب الطاقة المجال الأول من التحول (750c°-450c°) وهو مجال تحول الكاولينيت إلى مينكاكاولينيت مع اخذ سرعات مختلفة كما يوضحه الشكل (3-16)



الشكل (15-3) منحنى التمدد الحراري النسبي للخليط كاولان - جيبسيت بدلالة درجة الحرارة لسرع مختلفة

III 3.3 حساب طاقة التنشيط استنادا لنظرية جونسون - ميهل - افرمي

$$x=1-\exp [-(kt)^n] \quad \text{لدينا}$$

حيث x هو الحجم النسبي المتشكل بدلالة الزمن n هو الثابت الآسي لافرامي AF rami و k ثابت سرعة التفاعل و هو يعطى حسب علاقة أرانيان Arrhenian -type equation

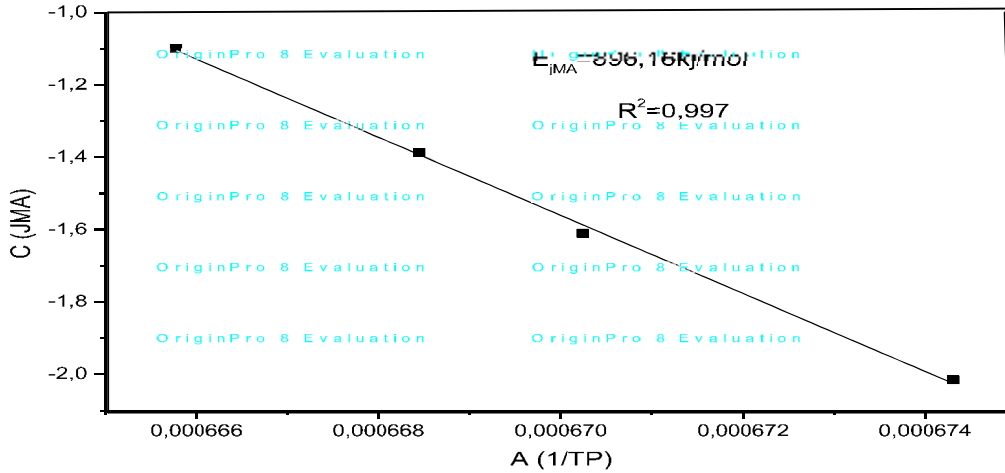
$$K = k_0 \exp\left(\frac{-E}{RT}\right)$$

قمنا بحساب طاقة تحول الكاولينيت إلى ميتاكاولينيت بعدة طرق منها طريقة (JMA) و ((Kissenger) و (Boswell) و هذا استنادا إلى نتائج المعالجة الحرارية المعطاة بواسطة جهاز التمدد الطولي الحراري للتحويلات الغير كظومة أي متغيرة درجة الحرارة، أي سرعة تغير درجة الحرارة معلومة لدينا $\phi\left(\frac{dT}{dt}\right)$ بطريقة JMA قمنا برسم الدالة $\ln(\phi)$ بدلالة $\frac{1}{T_p}$

الشكل (17-3) ومن ميله نستطيع حساب الطاقة اللازمة للتحويل، بتطبيق المعادلة التالية:

$$\ln(\emptyset) = -\frac{E}{RT_p} + \text{con}$$

حيث قدرت الطاقة بالقيمة التالية: $E_a = 896.16 \text{ KJ/mol}$



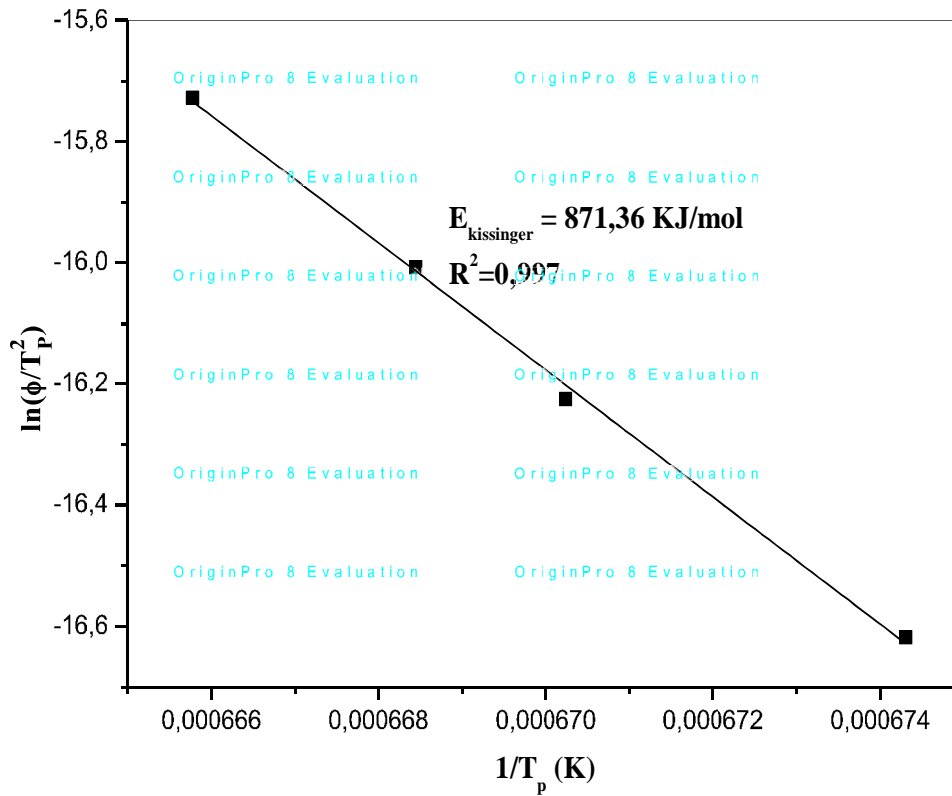
الشكل (16-3) بيان تغيرات الدالة الخطية $\ln(\emptyset)$ بدلالة مقلوب درجة الحرارة $\frac{1}{T_p}$

III 4.3 طريقة كيسنجر kissenger

قمنا بتمثيل الدالة $\ln(\frac{\emptyset}{T_p^2})$ بدلال $\frac{1}{T_p}$ ، الشكل (18-3) حيث المنحني يكون على شكل خط مستقيم، و من ميله استطعنا حساب طاقة التنشيط اللازمة لتحول الكاولينيت إلى ميتاكاولينيت بتطبيق المعادلة الرياضية التالية:

$$\ln\left(\frac{\emptyset}{T_p^2}\right) = -\frac{E}{RT_p} + \text{con}$$

حيث قدرت الطاقة بالقيمة التالية: $E_a = 871.36 \text{ KJ/mol}$



الشكل (3-17) بيان تغيرات الدالة الخطية $\ln\left(\frac{\phi}{T_p^2}\right)$ بدلالة مقلوب درجة الحرارة $\frac{1}{T_p}$

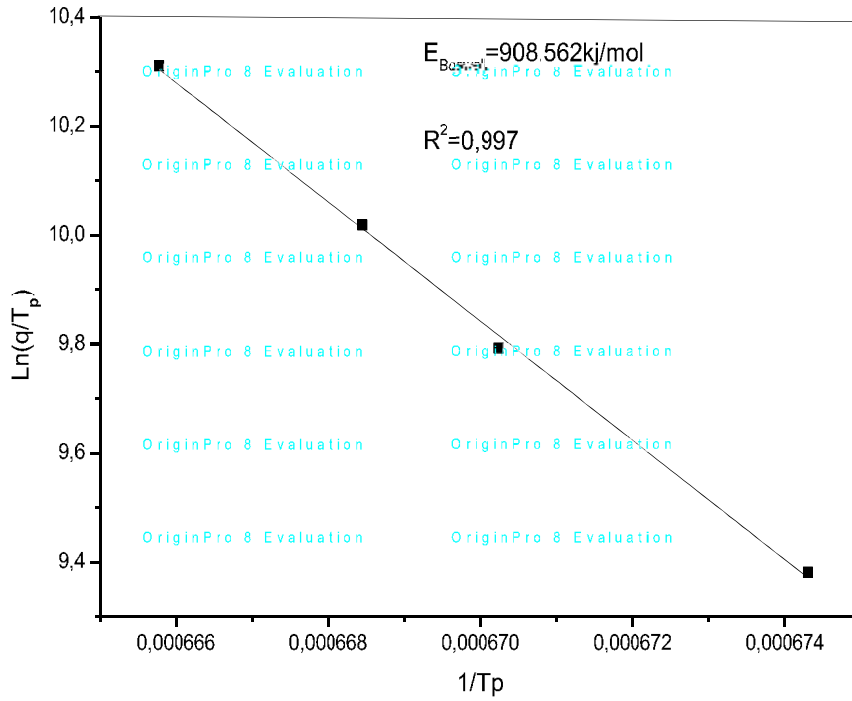
III. 5.3. طريقة بوزويل Boswell

نقوم بتمثيل الدالة $\ln\left(\frac{\phi}{T_p}\right)$ بدلالة $\frac{1}{T_p}$ الشكل (3-19) حيث المنحني على شكل خط مستقيم

ومن ميله استطعنا حساب الطاقة اللازمة للتحويل وبتطبيق المعادلة الرياضية التالية:

$$\ln\left(\frac{\phi}{T_p}\right) = -\frac{E}{RT_p} + \text{con}$$

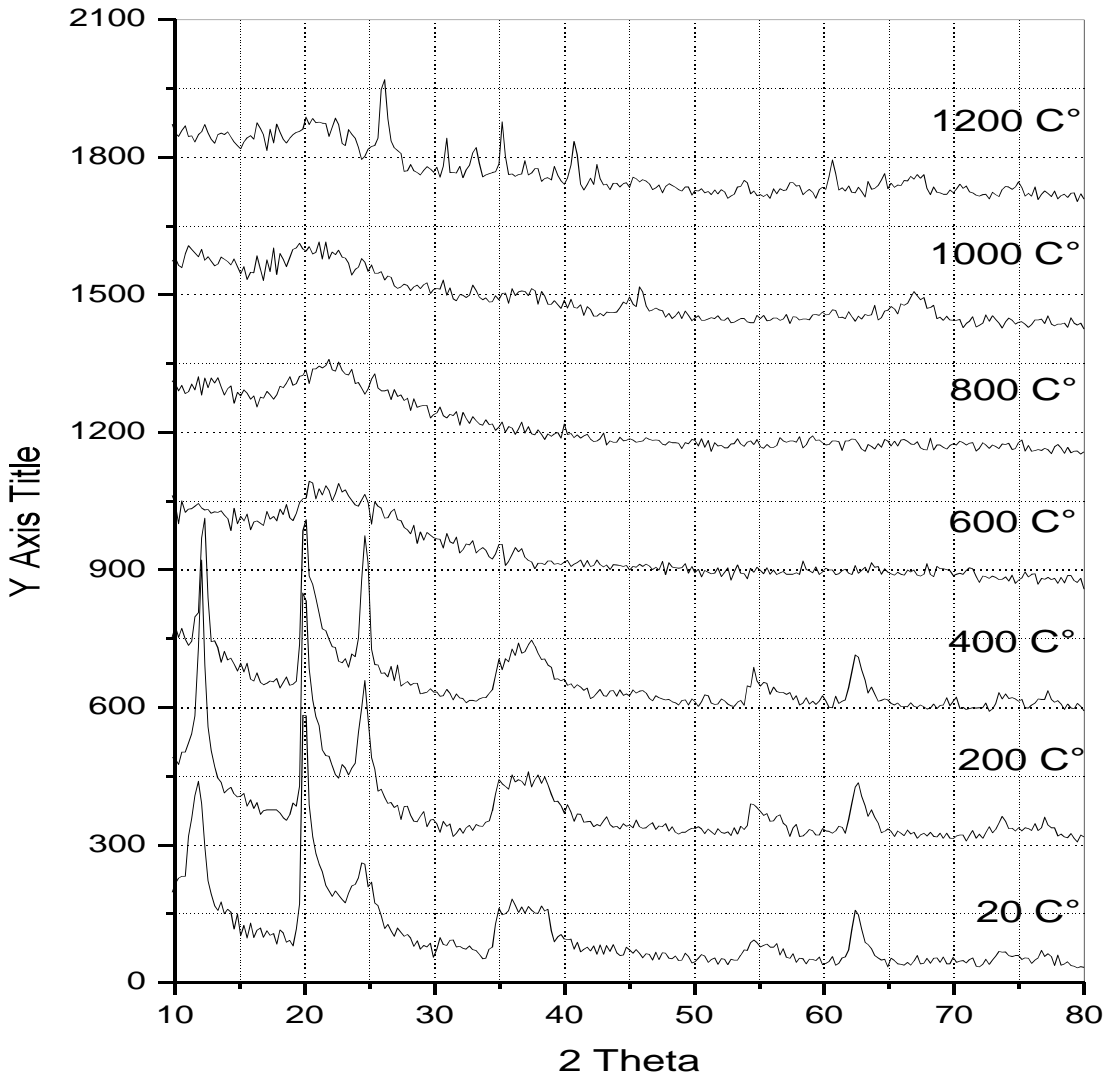
حيث قدرت الطاقة بالقيمة التالية: $E_a = 908.562 \text{ KJ/mol}$



الشكل (18-3) بيان تغيرات الدالة الخطية $\ln \left(\frac{\phi}{T_p} \right)$ بدلالة مقلوب درجة الحرارة $\frac{1}{T_p}$

III. 6.3. التحليل بواسطة الاشعة السينية

أخذنا كمية من مادة الكاولان والمعالجة حراريا و قمنا بتحليلها بواسطة جهاز الاشعة السينية، فلاحظنا تحول الكاولان إلى الكاولينيت، ثم تحول الكاولينيت إلى ميتاكاولان، الشكل (19-3) يوضح ذلك:



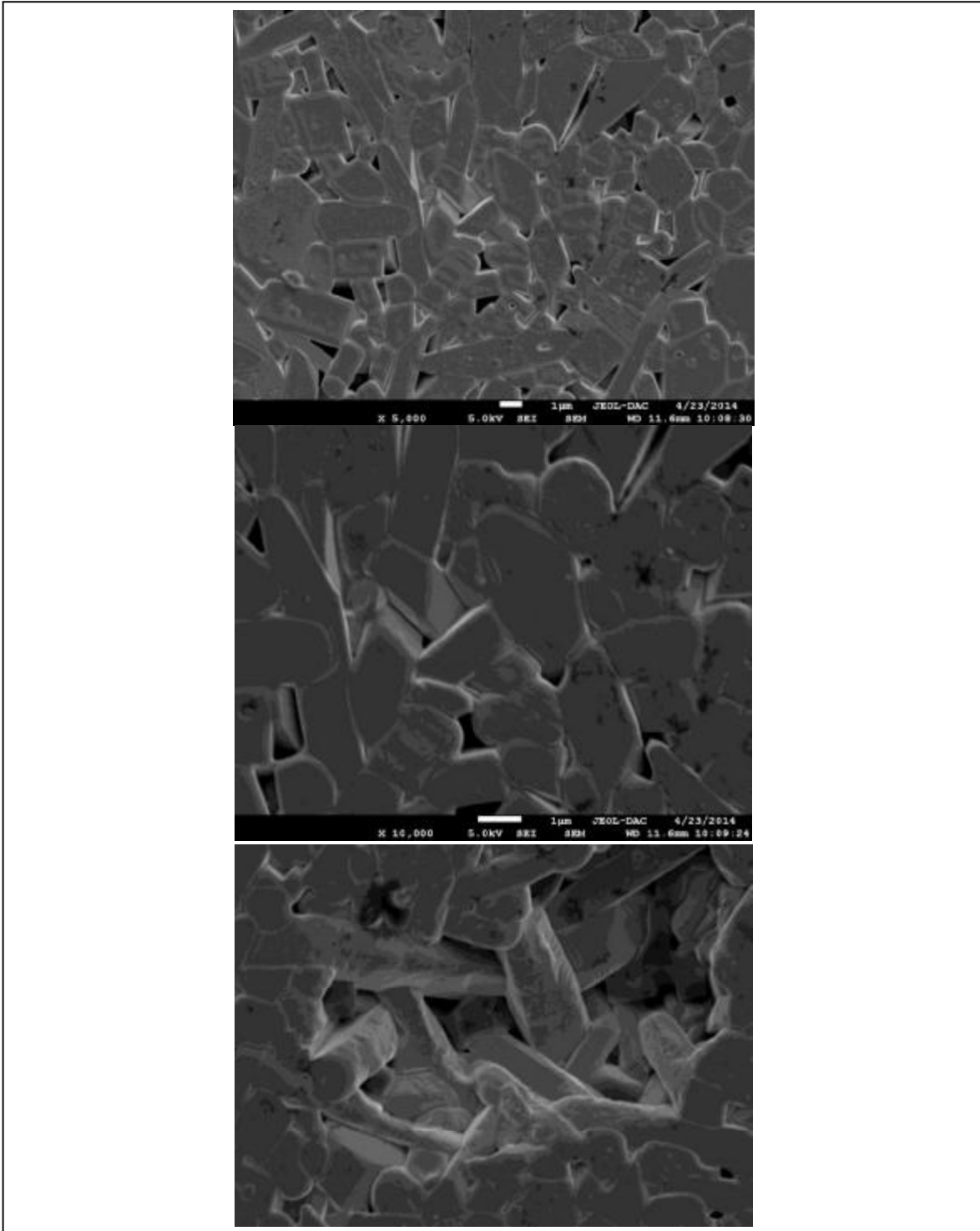
الشكل (19-3) منحنيات طيف امتصاص الاشعة السينية لمادة الكاولان في مختلف درجات الحرارة

III. 7.3. البنية المجهرية

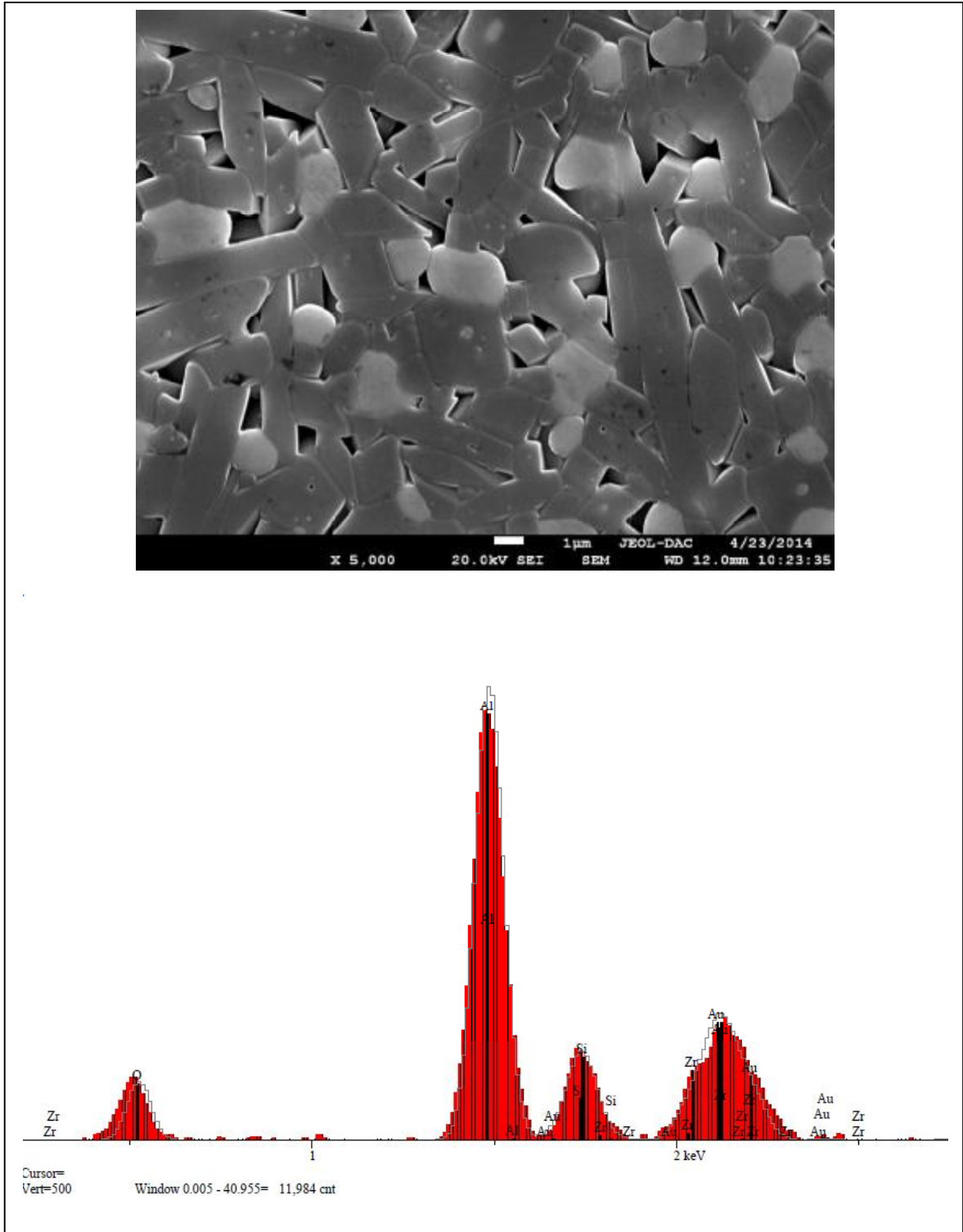
في دراستنا للبنية المجهرية استعملنا المجهر الإلكتروني الماسح SEM و في دراستنا لتوزيع الأطوار استعملنا كذلك المجهر الإلكتروني الماسح المزود بمقياس طيف الطاقة المتشتتة Scanning Electron Microscope with Energy Dispersive (SEM-EDS) Spectrometer و في تحضيرنا للعينات لدراستها مجهريا سلطنا طريقتين مختلفتين، فمن اجل دراسة البنية المجهرية السطحية استعملنا أوراق الصقل لغاية $1\mu\text{m}$ بعد المرور على 15 و 9 و 6 و $3\mu\text{m}$ بعدها قمنا بعملية تسخين للعينات لمدة 15 دقيقة عند درجات حرارة اقل ب 150°C من درجة حرارة التلييد، ثم عرضنا العينة لحزمة ناقلة من الذهب لدراسة البنية المجهرية السطحية. أما من اجل دراسة البنية المجهرية الداخلية للعينات فلقد أخذنا العينات التي تعرضت للكسر و عرضت للتغطية على حزمة ذرية من الذهب.

الشكل (2-20) يبين البنية المجهرية لعينات

- كينيا يمتلك الميليت نفس النوع من الشكل المورفولوجي عوديه للحبيبات بعد التلييد يوضح البنية المجهرية السطحية و طيف الطاقة للعناصر المتواجدة على كل سطح العينة و بعمق واحد مكرون بواسطة جهاز المجهر الإلكتروني الماسح المزود بمقياس طيف الطاقة المتشتتة (SEM-EDS). و يمكن استنتاج من ما هو موضح في الشكل و من تحليل كل النتائج المتحصل عليها لكل انواع العينات ما يلي:
- تتوزع حبيبات الزركونا بانتظام على كل العينة.
- طيف التشتت الطاقوي يبين أن هناك ثلاث أنواع من العناصر فقط إضافة للأكسجين و هي الألومنيوم و السليسيوم و الزركونيوم.
- تتوزع ذرات الألومنيوم بشكل منتظم على كل الحبيبات ما عدا حبيبات الزركونا و هو ما يوضح تجانسها و بالتالي النهاية الشبه التامة للتفاعل بين الألومين و أكسيد السيلكون لتشكيل الميليت.
- إن لقيمة البعد الحبيبي دور فعال في تحديد كمية الزركونا المتحولة من طور الرباعية إلى الأحادية، فكلما كان معدل البعد الحبيبي صغيرا (اقل من 1.3 ميكرومتر) كلما تناهت النسبة المتحولة إلى الصفر، و بزيادة قيمة البعد الحبيبي تزداد النسبة المتحولة، و لغرض تحسين الخصائص الميكانيكية فإننا نبحث تحت هذه الشروط على نسبة الإضافة المواتية لتحويل نسبة مناسبة من الزركونا من طور الرباعية إلى الأحادية.



الشكل 2-19: البنية المهيجية بواسطة المجهر الالكتروني الماسح SEM
للعينة كاوان - جبسيت 22% من الزركونا ملبدة عند $T=1600^{\circ}\text{C}$ لمدة ساعتين.



الشكل 2-20: البنية المهجرية و طيف الطاقة المتشتتة بواسطة جهاز المجهر الإلكتروني الماسح المزود بمقياس طيف الطاقة المتشتتة (SEM-EDS).

الخلاصة العامة

إن أهم ما يمكن أن نلخصه في هذا البحث هو معرفتنا لمادة الجبس المتواجدة في منطقة بوسعادة و التحولات التي تمر بها اثناء المعالجة الحرارية، فالجبس المميه $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ عند ارتفاع درجة الحرارة يتحول الى الجبس نصف المميه $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ ، ثم ستحول الى انهيدريت CaSO_4 . وكذا دراسة التحولات الطورية التي تحدث أثناء التحضير بواسطة أجهزة التحليل التي أمكن استعمالها و هي الأشعة تحت الحمراء، و الأشعة السينية، ومن خلال هذه التجارب عرفنا الروابط الكيميائية المتواجدة في مادة الجبس، و كذلك معرفة البنية البلورية و الأطوار المتواجدة، و هذا قبل و بعد المعالجة الحرارية.

في الجزء الثاني هو تمكنا من تحضير مادة الميليت، انطلاقا من الكاولان المحلية كمادة أساسية (كاولان جبل دباغ نوع (DD1))، و هيدروكسيد الألمنيوم المخبري (الجبسيت)، و قمنا كذلك بحساب طاقة التنشيط لتشكل مختلف الأطوار ، حيث قمنا بتحضير عدة عينات عند درجات حرارة مختلفة و أزمنة مختلفة، و هذا من اجل حساب طاقة التنشيط لتشكل الميليت الثانوي باستخدام انعراج الاشعة السينية و تطبيق طريقة كيسنجر و (JMA) و بوزويل، و قمنا بحساب طاقة التنشيط لتحول الكاولينيت الى الميتاكاوليتيت باستخدام جهاز التمدد الحراري الطولي، فتحصلنا على قيم الطاقة التالية: طريقة كيسنجر 87.36KJ/mol ، طريقة (JMA) 876.16KJ/mol . طريقة بوزويل 908.56KJ/mol ، و هذه القيم جيدة و متقاربة، و على ضوء هذه النتائج يمكننا استعمال كاولينيت جبل دباغ كمادة أولية في تحضير الميليت.

قائمة المراجع

- [1] Y.C. Nagar , M.D. Sastry , B. Bhushan , A. Kumar , K.P. Mishra , A. Shastri , M.N. Deo , G. Kocurek , J.W. Magee , S.K. Wadhawan , N. Juyal , M.S. Pandian , A.D. Shukla and, A.K. Singhvi. , « Chronometry and formation pathways of gypsum using Electron Spin Resonance and Fourier Transform Infrared Spectroscopy » , Quaternary Geochronology 5 (2010) 691e704
- [2] François Michel, Roches, et paysages, reflets de histoire de la terre .collection. Bibliothèque scientifique, BGRM éditions-Belimpour.Lo.Scence, paris,2005
- [3] A., Ferrzris, Wittman, *Etude expérimentale du retrait du béton*, Materials and Structures 20 323-333. 1987.
- [4] Barnes, Farrell, Hydrated aluminaa sa medium-density fiberboard fire retardant, Forest products journal 28 (6) 36-37. 1978
- [5] M. Romero, J.Mart in –Marquez and .JMa.Rinc on, « kinetic of mullite formation. From a porcelain stoneware body for tiles production » J.E.Cer Soc, 26(2006) 1647-165
- [6] K., Matusita , Sakka, S., and Matsui, y., Determination of activation energy for crystal growth by differential thermal analysis .J. Mater .Sci.,1975,10,961- 966
- [7] K. Matusita and Sakka, S., kinetic-study on crystallization of glass by differential thermal –analysis. Criterion on application of Kissinger plot. J.Non-Cryst.Solids 1980,38-39,741-746
- [8] A. Abragam, The Principles of Nuclear Magnetism, Oxford University Press, Oxford, p. 216. 1994
- [9] C. Serna, J.L. Ahlrichs, J.M. Serratosa, Clays and Clay Minerals 23 (1975) 452–457.
- [10] M.A. Martin, J.W. Childers, R.A Palmer, Fourier transform infrared Photoacoustic spectroscopy characterization of sulfur – oxygen species

resulting from the reaction of SO_2 with CaO and CaCO_3 , Appl. Spectrosc. 41 (1) (1987) 120–125.

[11] R.J.P. Lyons, and W. M. Tuddenham, 11th Pittsburgh Conf. on Anal Chem, and Appl. Spectroscopy (1960)

[12] N.Q. Liem, G. Sagon, Quang, H. Van Tan, P. Colomban, J. Raman Spectrosc. 31-933, (2000)

[13] S. Titiz-Sargut, P. Sayan, B., Influence of citric acid on calcium sulfate, dihydrate crystallization in aqueous media, Cryst. Res. Technol. 42 (2007) 119–126

[14] S. K. Mehta, S. Kumar, M. Gradzielski, Growth, stability, Optical and photoluminescent, properties of aqueous colloidal, ZnS nanoparticles in relation to surfactant molecular structure, J. Colloid Interface Sci. 360 (2011)

[15] J. PDS-International Centre for Diffraction Data .all.rights reserved, 1997.

[16] S. laughter M., Keller W.D., High Temperature from impure kaolin clays, A m.ceram.Soc Bull., 38,703-707(1959).

[17] A. Gualtieri., Belloto., M. Article, G., S.M. Clark, kinetic study of the kaolinite-mullite reaction sequence. Part II: mullite formation. Phys.Chem.Miner., 22, 215-222(1959)

[18] R. Roy, M.D and Francis, E. E., J. Am. Céram. Soc., 83[6] 198-205(1955)

[19] A. liprandi. G., «Matériaux Réfractaires et Céramiques Techniques., Ed.SEPTIMA, paris, p.238(1979)

[20] Mah. T. and K. Mazdiyasm. S., J. Am. Céram. Soc., 66[10]699-703(1983).

[21] S. Schmucker. M. Hildmann, and S. Schneider .H, « Mechanism of 2/1-to 3/2-mullite transformation at 1650c°, Amer. Min., 87, 1190-1193(2002).

[22] Balhouchet Houcine Thèse de Doctorat, université de Sétif, 2008.

- [23] N. Bowen and J.W. Greig., « The system alumina – silica » J.Am.ceram.Soc., 7[4]238-254(1924).
- [24] S. prochazk, kluge, F.J and D orémus R.h., Al₂O₃-SiO₂ system in The mulite region, J. Am .Céram. Soc. 70,750-75(1987).
- [25] M. Romero, J. Marte in-Maarquez and J. Ma. Rince on Kinic of mulite formation from a porcelain stoneware body for tiles production, J, E. Cer. Soc. 26(2006) 1647-1652.
- [26] R.A., Ligeró, vazques, J., casas-Ruiz, M.and Jim enez-Garay, R, R., A study of the crystallizatón kinetics-Cu-As-Te glasses. Mater. Sci. 1991, 26,211-215.
- [27] K., Matusita ,S. Sakka ,and Matsui, Y., Determination of activation energy for crystal growth by differenyail thermal analysis.J.Mater.Sci., 1975,10,961-1966.
- [28] K. Matusita, and S. Sakka, kinetic study of the crystallisation of glass by differential scanning calorimetry.Phys.Chem.Glasses,1979, ,20,81,84.
- [29] K. Matusita, and S. Sakka, kinetic study on crystallisation of glass by differential thermal - analysis. Criterion on application of Kissinger plot. J. Non-Cryst. Solides, 198,38-39,741-746.

ملخص:

أن الهدف الرئيسي من هذا البحث هو أولاً تحضير عينات مخبرية للجبس انطلاقاً من المادة الأولية $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ المتواجدة بمنطقة بوسعادة وكذا دراسة التحولات الطورية التي تحدث أثناء التحضير بواسطة أجهزة التحليل التي أمكن استعمالها وهي الأشعة تحت الحمراء والأشعة السينية، ثانياً تحضير عينات من المركب ميليت-زركونيا ذات جودة عالية وتكلفة أقل، ولتحقيق ذلك فإنه في تحضيرنا للمساحيق الأولية اللازمة لصناعة العينات استعملنا الكاولان المحلية DD1 كمادة أساسية لتوفرها و ثمنها الزهيد، وكذا دراسة هذه العينات بواسطة أجهزة التحليل، كما قمنا بحساب طاقة التنشيط لتحول كاولينيت إلى ميتاكاولينيت بعدة طرق منها كينجر و بوزويل و (JMA)، بعدها قمنا بتحليل العينات المصنعة مجهرياً و بواسطة SEM-EDS حددنا توزيع الأطوار على حجم الحبيبات...

الكلمات المفتاحية: الجبس، انهيدريت، ميليت، كاولان، جيبسيت، طاقة التنشيط، التمدد الحراري الطولي، الأشعة تحت الحمراء، انعراج الأشعة السينية.

Résumé:

L'objectif principal de cette recherche est la première à préparer les échantillons pour laboratoire de gypse de la $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ de matière première zone localisée Boussaâda et ainsi que l'étude des transitions de phase qui se produisent lors de la préparation des instruments d'analyse qui pourraient être utilisés et sont infrarouge et rayons X, Deuxième Aainat préparation du composé Millet - zircone de haute qualité et à moindre coût, et pour ce faire, il est dans notre préparation pour les poudres initial nécessaires à la fabrication des échantillons, nous avons utilisé Alcaolan DD1 locale comme matériau de base pour la disponibilité et le prix bon marché, ainsi que l'étude de ces échantillons par des instruments d'analyse, que nous calculons l'énergie d'activation pour la transformation de Kaulinic à Mestackaulinic de plusieurs façons y compris Kissinger et Boswell et (JMA), puis traitées les échantillons que nous avons analysés au microscope et par SEM-EDS ont identifié la distribution des phases de la taille de grain ...

Mots-clés: gypse, anhydrite, Millett, Kolan, Jabsat, énergie d'activation, dilatation thermique linéaire, infrarouge, diffraction des rayons X.

Abstract:

The main objective of this research is the first to prepare samples for laboratory Gypsum from the raw material $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ located Boussaâda area and as well as the study of phase transitions that occur during preparation by analytical instruments that could be used and are infrared and X-ray, Second Aainat preparation of compound Millet - zirconia high quality and lower cost, and to achieve this, it is in our preparation for powders the initial necessary for the manufacture of the samples we used Alcaolan local DD1 as background material for the availability and price cheapness, as well as the study of these samples by analytical instruments, as we calculate the activation energy for the transformation of Kaulinic to Mestackaulinic in several ways including Kissinger and Boswell and (JMA), then processed the samples we analyzed microscopically and by SEM-EDS identified the distribution of phases on the grainsize ...

Key words: gypsum, anhydrite, Millett, Kolan, Jabsat, activation energy, linear thermal expansion, infrared, x-ray diffraction.

Le résumé doit être rédigé en deux différentes langues