مدينة الملك عبدالعزيز
للعلوم والتقنية KACST

[19] المملكة العربية السعودية SA
مدينة الملك عبدالعزيز للعلوم والتقنية

[11] رقم البراءة: ٢٨٣١
[45] تاريخ المنح: ١٤٣٣/٠٣/٠١ هـ
الموافـــق: ٢٠١٢/٠١/٢٤ م

[12] براءة اختراع

[72] اسم المخترع: د. راينير جروبير
[73] مالك البراءة: كرونوس انترناشونال، انك.
عنوانه: بوستفاش ١٠ ٠٧ ٢٠، ليفركوزين، ٥١٣٧٣، المانيا
جنسيته: المانية
[74] الوكيل: سليمان ابراهيم العمار

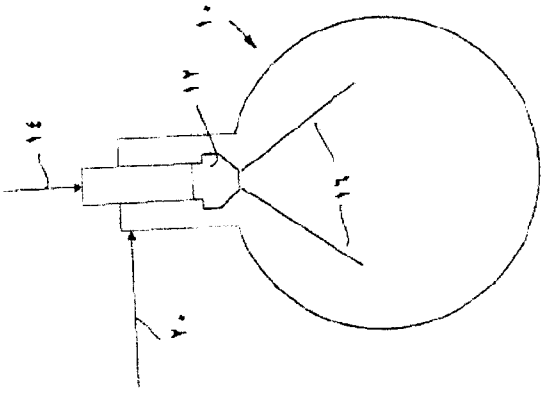
[21] رقم الطلب: ٠٨٢٩٠٦٣٢
[22] تاريخ الإيداع: ١٤٢٩/١٠/١١ هـ
الموافق: ٢٠٠٨/١٠/١١ م

[30] بيانات الأسبقية:
DE ٠٠ ١٠٢٠٠٧٠٤٩٢٩٧ ٢٠٠٧/١٠/١٢م
[51] التصنيف الدولي (IPC[8]): C01G 23/07
[56] المراجع:
WO ٠١/٦٠٧٤٨ ٢٠٠١/٠٨/٢٣م
WO ٢٠٠٧/٠٥٠٦٨٢ ٢٠٠٧/٠٥/٠٢م

اسم الفاحص: متعب بن خالد الحربي

[54] اسم الاختراع: طريقة لتصنيع ثاني أكسيد التيتانيوم
Method for manufacturing titanium dioxide

[57] الملخص: يتعلق الإختراع الحالي بتصنيع titanium dioxide بأكسدة oxidation رابع كلوريد التيتانيوم titanium tetrachloride في مفاعل تدفُّق كُتلي plug flow reactor ، حيث يتم إدخال titanium tetrachloride إلى المفاعل في مرحلتين على الأقل ويتم استخدامه حصرياً في الصورة السائلة. في هذا السياق، يتم فصل الكمية الكلية من TiCL4 السائل المستخدم في مراحل متعددة بهذه الطريقة، بحيث تتم إضافة مجرد كميات صغيرة في المرحلة الأولى لبدء الاحتراق رغم استخدام الطور السائل liquid phase . في الطور الأول first phase ، يتم توفير طاقة التنشيط activation energy المطلوبة عن طريق oxygen المُسخَّن مسبقاً فقط. في كل المراحل الأخرى، طاقة التنشيط activation energy يتم توفيرها بـ oxygen المُسخَّن مسبقاً والمحتوى الحراري لتفاعل أكسدة TiCl4 والمنطلق في المراحل السابقة. يسمح الاختراع الحالي بتوفير الطاقة بالمقارنة بالطرق المعروفة.



الشكل (١)

عدد عناصر الحماية (٨)، عدد الأشكال (٦)

طريقة لتصنيع ثاني أكسيد التيتانيوم

Method for manufacturing titanium dioxide

الوصف الكامل

خلفية الاختراع

يتعلق الاختراع الحالي بتصنيع titanium dioxide بأكسدة oxidation رابع كلوريد التيتانيوم، حيث يتم استخدام titanium tetrachloride السائل.

في إحدى الطرق المستخدمة تجارياً لتصنيع جسيمات خضاب pigment particles لـ titanium dioxide ، والمعروفة باسم عملية الكلوريد chloride process ، يتم إجراء تفاعل لـ titanium tetrachloride ($TiCl_4$) مع غاز مؤكسد oxidising gas ، مثل oxygen أو الهواء، إلخ، مع وجود بعض الإضافات في مفاعل تدفُّق كُتلي plug flow reactor لتكوين titanium dioxide وغاز الكلور chlorine gas .

$$TiCl_4 + O_2 \rightarrow TiO_2 + 2\,Cl_2$$

يتم بعد ذلك فصل جسيمات TiO_2 عن غاز الكلور chlorine gas . المواد المضافة المعروفة هي $AlCl_3$ كمادة تضفي شدة النصوع والبخار أو الأملاح القلوية alkali salts كعوامل تنوّي nucleating agent .

نظراً لطاقة التنشيط العالية high activation energy عند أكسدة $TiCl_4$ oxidation فإن مخلفات الإنحلال يجب تسخينها بحيث يتم الوصول إلى درجة حرارة مختلطة mixed temperature مع كظم الحرارة لمخلفات الإنحلال educts تبلغ ٨٠٠°م قبل بداية التفاعل لكي يحدث التفاعل بصورة كاملة. تفاعل الأكسدة oxidation reaction طارد للحرارة بدرجة كبيرة، ويعني ذلك، أنه بعد اكتمال التحول مع كظم الحرارة، فإن درجة حرارة التيار المنتج تكون ٩٠٠°م أعلى من درجة حرارة مخلفات

الإنحلال. قبل فصل جسيمات TiO_2 عن النواتج الغازية للتفاعل بمساعدة مرشح filter ، يجب تبريد هذا الخليط تماما في قسم تبريد cooling section لتجنب تلف المرشح.

وفقاً للبراءة الأمريكية رقم ٣٦١٥٢٠٢ ، يتم التسخين المسبق لـ oxygen و $TiCl_4$ ثم عمل تفاعل له في مفاعل تدفُّق كُتلي plug flow reactor . نظراً لأن الكميات الكاملة لمخلفات الإنحلال تتم إضافتها في كل حالة عند نقطة واحدة من مفاعل التدفُّق الكُتلي، يمكن أن يشار إلى تلك الطريقة باعتبارها طريقة ذات مرحلة واحدة.

بالمثل، فإن الطلب الاوروبي رقم ٠٤٢٧٨٧٨-١ب تكشف عن طريقة ذات مرحلة واحدة يتم فيها تسخين oxygen إلى ١٥٠٠°م إلى ١٦٥٠°م وخلطة مع بخار $TiCl_4/AlCl_3$ الذي له درجة حرارة ٤٥٠°م. هذه العملية غير مجدية فيما يتعلق بالطاقة في كلتا الحالتين، نظراً لأنه فيما يتعلق بـ ١٠٠٪ من الطاقة الداخلة لتسخين نواتج الإنحلال، فإن ١٦٠٪ من طاقة التفاعل الحرارية سوف تنطلق بعد ذلك. وبالتالي فإن ٢١٠٪ من الطاقة الحرارية يجب تبديدها من تيار المنتج الساخن في قسم التبريد. هذا المحتوى الحراري الرئيسي للتفاعل لا يتم بالتالي استخدامه لتنشيط التفاعل، ولكنه ينتقل إلى نظام ماء التبريد cooling-water system .

في الطريقة ذات المرحلة الواحدة وفقاً للبراءة البريطانية رقم ٦٩٦٦١٨ ، يتم إدخال $TiCl_4$ في نفس الاتجاه ويتم إدخال الغاز المحتوى على oxygen الساخن بطريقة مماسية إلى المفاعل. يتم إدخال $TiCl_4$ في الصورة الغازية أو السائلة gaseous or liquid form.

بغرض الاستخدام الأمثل للطاقة ، تشرح البراءة الاوروبية رقم ٠٥٨٣٠٦٣-١ب عملية إدخال على مرحلتين لـ $TiCl_4$ إلى المفاعل. يتم دفع $TiCl_4$ عند درجة حرارة ٤٥٠°م على الأقل والمخلوط مع

$AlCl_3$ إلى تيار oxygen الساخن عند نقطة دخول أولى، و $TiCl_4$ عند درجة حرارة ٣٥٠°م - ٤٠٠°م وبدون $AlCl_3$ عند نقطة دخول أخرى.

تقدم الطريقة المشروحة في البراءة الاوروبية رقم ٠٨٥٢٥٦٨-١ب ليس فقط إضافة $TiCl_4$ على مرحلتين، ولكن oxygen أيضاً. مع ذلك، فإن الهدف من هذه الطريقة هو التحكُّم الفعال في متوسط حجم الجسيمات particle size لـ TiO_2 ، وبالتالي في درجة لون مادة قاعدة خضاب pigment base material TiO_2 . في هذه الحالة فإن بخار $TiCl_4$ الذي تبلغ درجة حرارته ٤٠٠°م يتم دفعه أولا إلى تيار أكسجين oxygen stream له درجة حرارة تبلغ ٩٥٠°م. تتكون جسيمات TiO_2 particles ، ويحدث نمو لحجم الجسيمات في المنطقة البعدية من التفاعل downstream reaction zone . يضاف بخار $TiCl_4$ المُسخَّن بدرجة أقل (١٨٠°م) عند نقطة دخول ثانية. يتم إدخال oxygen الذي تتراوح درجة حرارته بين ٢٥°م و ١٠٤٠°م عند نقطة الدخول الثانية، حيث تكون درجة حرارة الخليط كافية لبدء التفاعل.

ذُكر أن الطريقة متعددة المراحل وفقاً لبراءة الاختراع الامريكية رقم ٦٣٨٧٣٤٧ تُقلِّل من التكتُّل. لذلك، فإن تيار $TiCl_4$ المُسخَّن مسبقاً يتم فصله إلى تيارين قبل إدخاله إلى المفاعل. تيار الجزء الأول one part stream تتم أكسدته oxidised في المرحلة الأولى من المفاعل. يتم تبريد تيار الجزء الثاني second part stream بحقن $TiCl_4$ سائل (تقليل التسخين الزائد de-superheating) ثم إدخاله إلى المفاعل. يحدث تقليل التسخين الزائد خارج المفاعل، ولا تهبط درجة الحرارة إلى أقل من درجة حرارة التكثيف للتيار بأكمله temperature of the overall stream.

تشرح البراءة الامريكية رقم ٠١٧٢٤١٤-١أ طريقة متعددة المراحل لتفاعل $TiCl_4$ و O_2 حيث يتم دفع $TiCl_4$ الغازي إلى المفاعل في المرحلة الأولى، و $TiCl_4$ السائل في المرحلة الثانية. تسمح هذه

الطريقة بتوفير الطاقة energy وتحسين مدى حجم الجسيم improvement of the particle size range.

الوصف العام للاختراع

يهدف الاختراع الحالي إلى استحداث طريقة لتصنيع titanium dioxide بأكسدة oxidation رابع كلوريد التيتانيوم titanium tetrachloride بحيث تسمح هذه الطريقة بتوفيرات في الطاقة بالمقارنة بالطرق المعروفة في الفن السابق.

يتم تحقيق هذا الهدف بتقديم طريقة لتصنيع جسيمات titanium dioxide بتفاعل رابع كلوريد التيتانيوم titanium tetrachloride مع غاز يحتوي على oxygen في مفاعل تدفُّق كُتلي plug flow reactor ، حيث يتم إدخال رابع كلوريد التيتانيوم titanium tetrachloride إلى المفاعل في مرحلتين على الأقل ويتم استخدامه حصرياً في الصورة السائلة، كما يتحقق هدف الاختراع بتقديم جسيمات titanium dioxide المصنعة وفقاً لهذه الطريقة.

هناك شرح للنماذج الأخرى المفيدة من هذا الاختراع في عناصر الحماية الفرعية.

شرح مختصر للرسومات

للمزيد من فهم الاختراع الحالي والمزايا الأخرى له، سيتم الرجوع إلى الوصف التالي بالاشتراك مع الأشكال المصاحبة والتي فيها:

شكل رقم (١): توضيح تخطيطي لمفاعل تدفق كُتلي plug flow reactor به فوهة مائع مفردة single fluid nozzle ، وهي موضوعة بحيث تتراص بطريقة موازية لمستوى يقع عمودياً على خط المركز للمفاعل للاستخدام مع الطريقة الحالية؛

شكل رقم (٢): منظر جانبي للمفاعل الموضح في شكل رقم (١)؛

شكل رقم (٣): توضيح تخطيطي لمفاعل تدفق كُتلي به فوهة ذات رأس عنقودية مُجوَّفة القلب hollow-core cluster head nozzle للاستخدام مع الطريقة الحالية؛

شكل رقم (٤): منظر مكبر للفوهة الموضحة في شكل رقم (٣)؛

شكل رقم (٥): توضيح تخطيطي لمفاعل تدفق كُتلي plug flow reactor به ثلاث فوهات لمائع مفرد single fluid nozzles ، متراصة قطرياً تجاه محيط المفاعل وموازية للمستوى الذي يقع عموديا على خط المركز للمفاعل للاستخدام مع الطريقة الحالية؛ و

شكل رقم (٦): توضيح تخطيطي لمفاعل التدفق الكُتلي الذي به ثلاث فوهات مفردة للمائع، والمتراصة بطريقة مماسية تجاه محيط المفاعل وموازية لمستوى يقع عمودياً على خط المركز للاستخدام مع الطريقة الحالية.

<u>الوصف التفصيلي</u>

تختلف الطريقة الخاصة بالاختراع عن عمليات الكلوريد chloride processes ذات المرحلة الواحدة أو المرحلتين والسابق ذكرها لتصنيع titanium dioxide والمستخدمة في الفن السابق في أن $TiCl_4$ يتم إدخاله إلى مفاعل الأكسدة oxidation reactor في مرحلتين على الأقل وحصريا في الصورة السائلة liquid form.

في هذا السياق، فإن الكمية الكلية لـ $TiCl_4$ السائل المستخدمة يتم فصلها في مراحل متعددة بهذه الطريقة، بحيث تضاف كمية قليلة فقط في المرحلة الأولى لبدء التفاعل بدلا من استخدام الطور السائل liquid phase في الطور الأول first phase ، يتم توفير طاقة التنشيط activation energy اللازمة من oxygen المُسخَّن مسبقاً فقط في كل المراحل الأخرى، فإن طاقة التنشيط يتم توفيرها

بواسطة oxygen المُسخَّن مسبقاً والمحتوى الحراري لتفاعل أكسدة $TiCl_4$ المنطلق في المراحل السابقة.

عند استحداث هذه الطريقة، يكون من الهام جداً عدم إخماد التفاعل نتيجة لحقن كمية زائدة من $TiCl_4$ في إحدى المرحلتين. هناك مؤشر فعال لتوضيح ما إذا كان التفاعل سوف يستمر تلقائياً أو يتوقف ويتم الحصول عليه من درجة الحرارة المختلطة المحسوبة مع كظم الحرارة لكل نواتج الإنحلال في المرحلة المناظرة قبل بدء التفاعل.

أوضحت التجربة أن التفاعل يحدث بالكامل عند أعلى من درجة الحرارة المختلطة مع كظم الحرارة والتي تبلغ ٧٤٠°م.

على هذا الأساس، فإن الفرد المتمرس في هذا المجال يمكنه بسهولة تحديد عدد المراحل المطلوبة وتوزيع $TiCl_4$ بين هذه المراحل.

كان من المدهش اكتشاف أن عملية الكلوريد chloride process وفقاً لهذا الاختراع، مع إضافة $TiCl_4$ في الصورة السائلة حصرياً، يمكن تنفيذها ليس فقط عند استخدام أكسجين مسخن oxygen preheated مسبقاً إلى ١٦٠٠°م، ولكن أيضاً عند استخدام أكسجين مسخن مسبقاً إلى درجة حرارة بين ٧٤٠°م و١٠٠٠°م. في الحالة الأخيرة، لا تكون هناك حاجة إلى تسخين إضافي للـ oxygen باستخدام لهب مساعد، مثل toluene . تتمثل ميزة أخرى للصورة الثانية في الاستهلاك المنخفض للكلور lower chlorine ، والذي سيحدث نتيجة لتكون HCl أثناء احتراق toluene .

الطريقة وفقاً للاختراع يمكن تنفيذها تحت الظروف الموضحة في المثالين ١ و ٢ التاليين، بالرغم من أنه من غير المقصود بأي حال من الأحوال اعتبار هذه القائمة حصرية للاختراع.

يستند المثال المرجعي على الإضافة في مرحلة واحدة لـ $TiCl_4$ وفقاً للفن السابق (الطلب الاوروبي رقم ٠٤٢٧٨٧٨- ب١):

	مثال ١	مثال ٢	مثال ٣
عدد المراحل	٢	٥	١
درجة حرارة O_2 قبل منطقة التفاعل (°م)	١٦٥٠	٩٢٠	١٦٥٠
المطالب من toluene كجم/ساعة	١١٠	صفر	١١٠
استهلاك Cl نتيجة لتكون HCl (كجم/ساعة)	٣٤٠	صفر	٣٤٠
$TiCl_4$ (طن/ساعة)			
للمرحلة الأولى	٩,١	١,٢	٢٤
للمرحلة الثانية	١٤,٩	٢,٩	–
للمرحلة الثالثة	–	٤,٣	–
للمرحلة الرابعة	–	٦,٥	–
للمرحلة الخامسة	–	٩,١	–

تقدم الطريقة الخاصة بالاختراع عدة مزايا بالمقارنة بإضافة $TiCl_4$ الغازي:

- يتم الاستغناء عن الطاقة والجهاز المطلوبين لتبخير $TiCl_4$ evaporating.
- نظراً لكمية الحركة العالية لقطرات السائل التي سيتم حقنها، فإن $TiCl_4$ يمكن تشتيته بكفاءة أكثر عند إضافته في الصورة السائلة، مما يجعل من الممكن الوصول إلى ظروف تفاعل أكثر تجانسا.
- في الطريقة متعددة المراحل multi-stage، يُخفِّض الخلط مع مخلفات الإنحلال الباردة نسبياً mixing with relatively cold educt في مراحل الإحتراق combustion stages الثانية وما يليها، من درجة حرارة التفاعل مع كظم الحرارة، مما يعني أن عملية التلبيد sintering process ، أي نمو الجسيمات، سوف تكتمل أسرع. يقلل ذلك من محتوى الجسيمات الأخشن في الخضاب coarse particles in the pigment .

بالإشارة في نفس الوقت إلى الشكلين ١ و ٢، نجد توضيحاً لمفاعل تدفق كُتلي يستخدم مع الطريقة الحالية، ويتحدد بصفة عامة بالرقم ١٠. يتم إدخال $TiCl_4$ السائل إلى مفاعل التدفق الكُتلي plug

flow reactor ١٠ من خلال فوهة مثل الفوهة المفردة للمائع single fluid nozzle ١٢، والتي توضع حول محيط المفاعل ١٠. تستقبل الفوهة ١٠ $TiCl_4$ السائل عند المدخل input ١٤ وتصنع رذاذا spray ١٦ من $TiCl_4$ داخل المفاعل reactor ١٠. تقوم الفوهة nozzle ١٢ بتذريز $TiCl_4$ السائل إلى قطيرات صغيرة تتبخر داخل المفاعل droplets which evaporate within reactor ١٠ بدون الاصطدام بجدار المفاعل without hitting the walls of reactor ١٠. شكل رقم ٢ يوضح التدفق الاتجاهي للغاز داخل المفاعل directional flow of gas within reactor ١٠ والموضح بالسهم arrow ١٨. الفوهة nozzle ١٢ مُغلَّفة بغاز واق protective gas ٢٠ يتم إدخاله إلى المفاعل ١٠ لمنع أي تجمُّع للمواد الصلبة أو التلف الحراري للفوهة accumulation of solids and thermal damage to nozzle ١٢. يوضح شكل رقم ١ الفوهة ١٢ وهي متراصة بحيث توازي مستوى يقع عموديا على خط المركز للمفاعل center line of reactor ١٠.

بالإشارة في نفس الوقت إلى الشكلين ٣ و ٤، نجد توضيحاً لاستخدام الفوهة nozzle ٢٢ مع المفاعل reactor ١٠، للاستخدام مع الطريقة الحالية. تشتمل الفوهة ٢٢ على فوهة ذات رأس عنقودية على شكل مخروط مُجوَّف hollow cone cluster head nozzle لإنتاج رذاذ $TiCl_4$ spray ٢٤ الذي له حجم قطيرات droplets size أقل عما تنتجه الفوهة ١٢. الفوهات ١٢ و ٢٢ هي فوهات مفردة للمائع single fluid nozzles ، ومع ذلك، فإن الاختراع الحالي يمكن استخدامه مع فوهة بها مسارين للمائع (فوهة لمائعين two-fluid nozzle) حيث يمكن إدخال السائل liquid والغاز gas ، أي المادة الدافعة propellant ، عند موقع واحد بطول محيط المفاعل circumference of reactor ١٠. يمكن أن تشتمل المادة الدافعة، على سبيل المثال، على خليط من الغازات من المجموعة التي تشتمل على nitrogen وargon وغاز الكلور chlorine gas و oxygen.

بالإشارة إلى شكل رقم ٥، نجد توضيحاً لاستخدام الفوهة ١٢ مع المفاعل ١٠ حيث توضع الفوهة ١٢ قطرياً على محيط المفاعل circumference of reactor ١٠. توضع الفوهات ١٢ لحقن inject $TiCl_4$ إلى المفاعل ١٠ حيث تتراص الفوهات موازية لمستوى يقع عمودياً على خط المركز للمفاعل center line of reactor ١٠. يتم عمل رذاذ $TiCl_4$ ٢٦ داخل المفاعل created within reactor ١٠.

يوضح شكل رقم ٦ استخدام ثلاث فوهات three nozzles ٢٦ لحقن $TiCl_4$ السائل إلى المفاعل ١٠ حيث تتراص الفوهات مماسيا على محيط المفاعل circumference of reactor وفي مستوى يقع عمودياً على خط المركز للمفاعل perpendicular to the center line of the reactor ١٠ بحيث تقوم عملية الحقن بضبط التدفق في المفاعل injection to set the flow in the reactor ١٠ بحركة دورانية rotary motion. يتم عمل رذاذ TiCl4 ٢٨ داخل المفاعل created within reactor ١٠. ينتج عن تنظيم الفوهات orientation of nozzles ١٢ والموضح في شكل رقم ٦ الوصول إلى توزيع أفضل في المفاعل better distribution in reactor ١٠ للجسيمات الحاكة التي دخلت إلى المفاعل of the abrasive particles introduced into reactor ١٠ لتنظيف الجدران الداخلية للمفاعل clean the interior walls of reactor ١٠.

الأمثلة العملية المشروحة هي مجرد نماذج توضيحية للاختراع ولا يجب اعتبارها قيداً على نطاقه. على سبيل المثال فإن الاختراع الحالي يشتمل اختيارياً على إضافات أخرى، وهو أمر مألوف لدى المتمرس في هذا المجال، لزيادة النصوع (على سبيل المثال $AlCl_3$) وعوامل لزيادة التنوّي (أملاح قلوية على سبيل المثال) في منطقة التفاعل.

علاوة على ذلك، فإن الاختراع الحالي يشتمل على نماذج للطريقة التي تحددها الإضافة متعددة المراحل لـ oxygen.

عناصر الحماية

١- طريقة لتصنيع جسيمات ثاني اكسيد التيتانيوم Method for manufacturing titanium dioxide particles بتفاعل رابع كلوريد التيتانيوم titanium tetrachloride مع غاز gas يحتوي على oxygen في مفاعل أنبوبي، تتميز بأنه يتم إدخال رابع كلوريد التيتانيوم titanium tetrachloride إلى المفاعل علي مرحلتين على الأقل واستخدامه حصرياً في الصورة السائلة liquid form.

٢- طريقة وفقاً لعنصر الحماية رقم (١)، تتميز بأنه يتم إدخال رابع كلوريد التيتانيوم titanium tetrachloride عن طريق فوهات لمائع مفرد single-fluid nozzles ، وخصوصاً عن طريق فوهات على شكل مخروط مُجوَّف ذات رأس عنقودية hollow-cone cluster-head nozzles.

٣- طريقة وفقاً لعنصر الحماية رقم (١)، تتميز بأنه يتم إدخال رابع كلوريد التيتانيوم titanium tetrachloride عن طريق فوهات ثنائية المائع two-fluid nozzles.

٤- طريقة وفقاً لعنصر الحماية رقم (٣)، تتميز بأنه يتم استخدام مادة دافعة يتم اختيارها من مجموعة الغازات التي تشتمل على nitrogen وargon وغاز الكلور chlorine gas وخلائط منها.

٥ - طريقة وفقاً لواحد أو أكثر من عناصر الحماية من (٢) إلى (٤)، تتميز بأن الفوهات nozzles تكون محاطة بغاز واق protective gas.

٦ - طريقة وفقاً لواحد أو أكثر من عناصر الحماية من (٢) إلى (٥)، تتميز بأن الفوهات

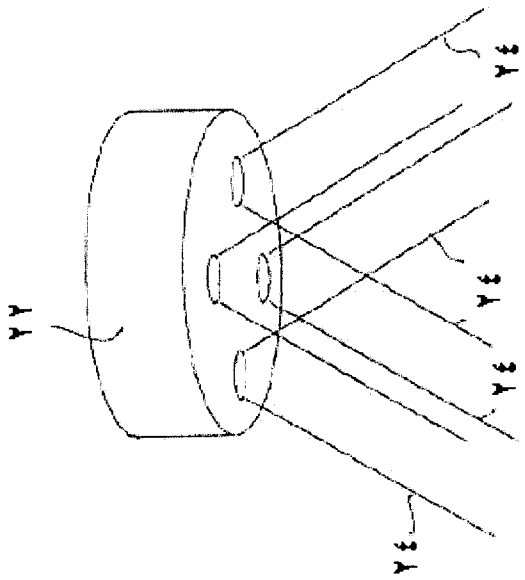
nozzles تكون موجهة بحيث توازي مستوى يقع عمودياً بالنسبة لخط المركز للمفاعل centre line of the reactor.

٧- طريقة وفقاً لعنصر الحماية رقم (٦)، تتميز بأنه يتم ترتيب الفوهات مماسياً حول محيط المفاعل circumference of reactor.

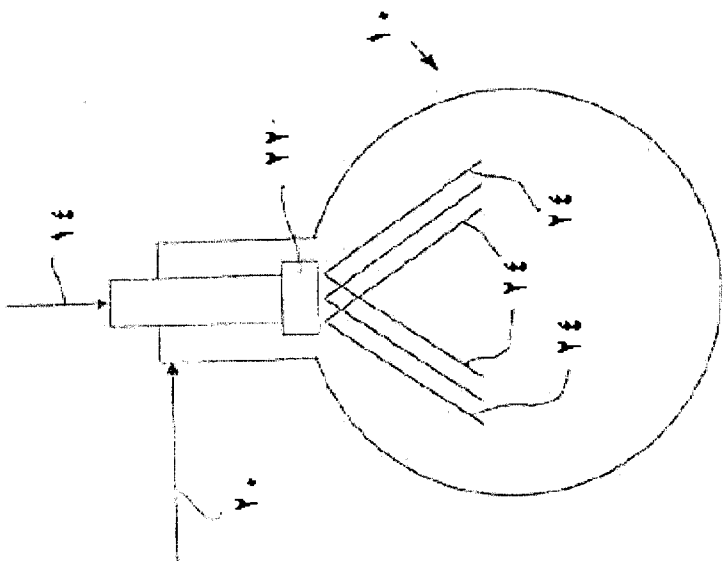
٨- طريقة وفقاً لواحد أو أكثر من عناصر الحماية من (١) إلى (٧)، تتميز بأنه يتم تسخين oxygen إلى درجة حرارة تصل إلى ١٦٠٠°م و يفضل إلى درجة حرارة بين ٧٤٠°م و١٠٠٠°م.

شكل رقم (٢)

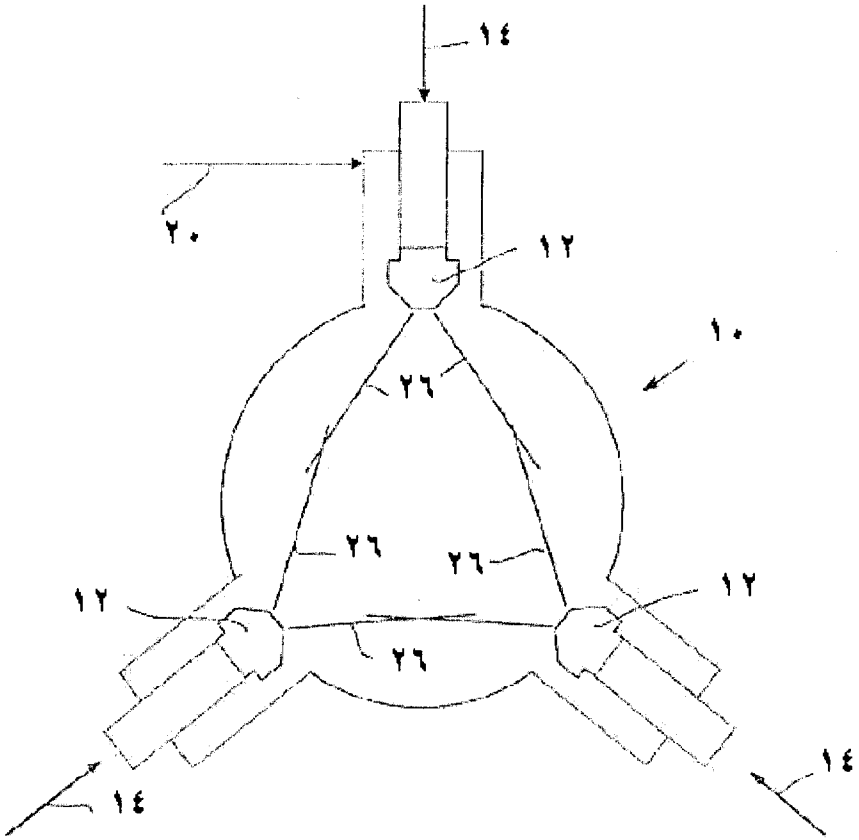
شكل رقم (١)



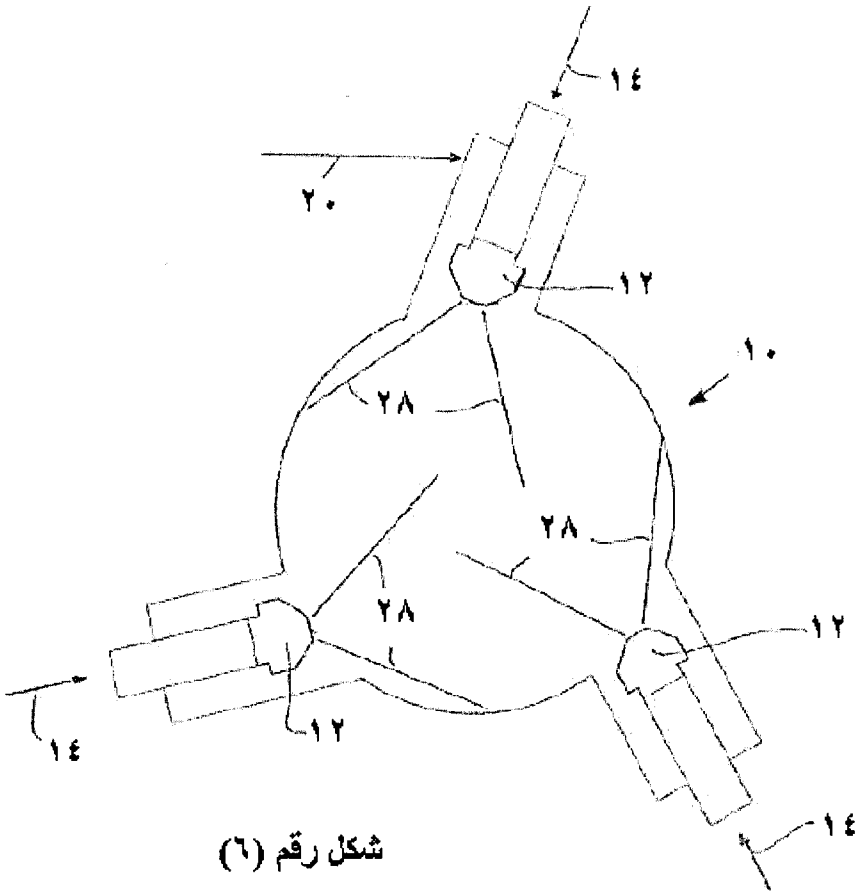
شكل رقم (٤)



شكل رقم (٣)



شكل رقم (٥)



شكل رقم (٦)