

علی اکبر بابالو، مهرداد کوکی\*

تهران، دانشگاه تربیت مدرس، دانشکده فنی و مهندسی، گروه پلیمر، صندوق پستی ۱۴۱۱۵/۱۱۱

دریافت: ۸۰/۱۰/۲۶ پذیرش: ۸۱/۳/۲۰

#### چکیده

ساخت غشاهای سرامیکی کامپوزیتی با اندازه های میکرونی و نانومتری مستلزم تهیه سیستمهای نگهدارنده متخلخل سرامیکی- کامپوزیتی با ریزساختار دقیق، اندازه و توزیع اندازه حفره های مورد نیاز و خواص فیزیکی و مکانیکی مناسب است. در این پژوهش از روش قالبریزی ژل (در محیط آبی) برای ساخت این سیستمهای نگهدارنده متخلخل و پودر آلومینا با توزیع اندازه ذرات بین ۶۳ تا ۷۵ میکرومتر با ۴۰ درصد حجمی در تعلیفهای آلی شامل مونومرهای آکریل آمید (AM) و N، N' - متیلن بیس آکریل آمید (MBAM) با ۵ درصد وزنی بر مینای پودر سرامیکی استفاده شده است. عملیات گرمایی روی قطعات شکل دهی شده در سه مرحله: خشک کردن با روش جدید ابداعی با عنوان خشک کننده مایع، خارج کردن حامل پلیمری و نف جوشی انجام شده است. نتایج حاصل از آزمایشهای ازشمیدس، جذب نپتروژن و نفوذ حباب بیانگر وجود بیش از ۴۰ درصد تخلخل باز در قطعات نهایی بوده و بیش از ۹۵ درصد حجمی از قطر حفره ها در محدوده باریکی بین ۰.۳ تا ۱.۱۶ میکرومتر توزیع شده اند که دلالت بر مطلوب بودن کاربرد آنها به عنوان سیستمهای نگهدارنده متخلخل غشاهای کامپوزیتی است. این سیستمهای نگهدارنده ساختاری یکپارچه و خواص مکانیکی مطلوبی دارند و فشار چهار بار را بخوبی تحمل می کنند.

واژه های کلیدی: سیستمهای نگهدارنده، قالبریزی ژل، غشا، کامپوزیت سرامیکی، آلومینا

**Key Words:** support systems, gel-casting, membrane, ceramic composite, alumina

کارهای پژوهشی متعددی در زمینه ساخت و بررسی اثر پارامترهای مختلف عملیاتی روی خواص نهایی غشاهای سرامیکی-کامپوزیتی صورت گرفته که نتایج چشمگیری در بهبود خواص لایه های رویی این نوع غشاها حاصل شده است [۴-۱]. در تهیه غشاهای کامپوزیتی، اثر استفاده از سیستمهای نگهدارنده متخلخل با خواص بهینه از قبیل

#### مقدمه

تهیه قطعات متخلخل سرامیکی از جنس آلومینا به دلیل کاربرد آنها در فرایندهای مختلف جداسازی مایعات و گازها از اهمیت بسزایی برخوردار است، به ویژه در سالهای اخیر که به عنوان سیستمهای نگهدارنده متخلخل در غشاهای کامپوزیتی نیز بکار برده شده اند.

\* مسئول مکاتبات، پیام نگار: mchrir@modares.ac.ir

حفره‌هاست. برای این منظور سیستم‌های نگهدارنده متخلخل سرامیکی تهیه و مشخصات آنها ارزیابی و تحلیل شده است. در ادامه به مباحث نظری حاکم بر آزمایش‌های استاندارد مورد استفاده در تعیین مشخصات سیستم‌های متخلخل نیز اشاره می‌شود.

### نظری

#### Archive of SID

مطابق مباحث نظری حاکم بر آزمایش استاندارد اراشمیدس، چگالی توده و میزان تخلخل باز و تخلخل بسته قطعات سرامیکی به ترتیب از معادلات زیر بدست می‌آید [۱۰]:

$$P_b = \frac{W_1 P_1}{W_3 - W_2} \quad (1)$$

$$P_{op} = \frac{W_1 - W_2}{W_3 - W_2} \quad (2)$$

$$P_{cl} = 1 - d - P_{op} \quad (3)$$

که در این معادلات  $W_1$ ،  $W_2$  و  $W_3$  به ترتیب وزن نمونه خشک، وزن نمونه خشک فرار گرفته در داخل مایع (آب یا الکل) و وزن نمونه مرطوب،  $P_1$  چگالی مایع و  $d$  چگالی نسبی قطعه که برابر نسبت چگالی توده به چگالی نظری است و  $P_b$  چگالی توده،  $P_{op}$  میزان تخلخل باز و  $P_{cl}$  میزان تخلخل بسته است.

در این پژوهش از کلیه مباحث نظری حاکم بر آزمایش گاز نیتروژن [۱۱] در تحلیل داده‌های خام حاصل از آزمایش، که به صورت منحنیهای جذب و دفع، حجم گاز نیتروژن جذب شده ( $V_A$ ) در برابر فشار نسبی ( $P/P_0$ ) ارائه می‌شود، استفاده شده است. با استفاده از منحنیهای همدمای استاندارد "t" که از رسم مقادیر حجم جذب شده گاز نیتروژن در برابر ضخامت لایه گاز نیتروژن جذب شده (یعنی t در معادله ۴) بدست می‌آید و بر رویی قسمت خطی منحنی در نقطه‌ای که محور جذب ( $V_A$ ) را قطع می‌کند، میزان تخلخل قطعات را می‌توان معین کرد.

$$t = \left[ \frac{1.399}{0.034 - \log \left( \frac{P}{P_0} \right)} \right]^{1/2} \quad (4)$$

برای تعیین سطح ویژه قطعات از روی نتایج خام حاصل از آزمایش جذب گاز نیتروژن می‌توان از نظریات لانگمیر و BET [۱۰] که به صورت زیر ارائه شده است، استفاده کرد:

نظریه لانگمیر:

$$\frac{1}{V_A \left( \frac{P_0}{P} \right)} = \frac{1}{V_m b P_0} + \frac{1}{V_m} \left( \frac{P}{P_0} \right) \quad (5)$$

اندازه و توزیع اندازه حفره‌ها روی خواص نهایی غشاها بسیار اهمیت دارد. اما، کارهای پژوهشی انجام شده در مورد بهبود خواص سیستم‌های نگهدارنده غشاها بسیار محدود بوده است و انجام کارهای پژوهشی گسترده‌تر را در این زمینه می‌طلبید [۵]. به دلیل نیاز به ریزساختارهای بکتراخت در سیستم‌های نگهدارنده متخلخل غشاها سرامیکی - کامپوزیتی باید ساخت این سیستمها، با کنترل دقیق روی خواص ریزساختار از قبیل اندازه و توزیع حفره‌ها و دانه‌بندی انجام گیرد. به همین دلیل سعی بر این است که در تولید قطعات از جنس سرامیکهای مهندسی از فناوریهای شکل دهی پیشرفته پلیمری و قابل توسعه تجاری استفاده شود. فرایندهای شکل دهی موجود از قبیل فالبریزی دوغابی و قالبگیری تزریقی، به دلیل مشکلات و محدودیتهایی از قبیل طولانی بودن فرایند و مشکل بودن خارج کردن حامل پلیمری و تولید قطعات خام با استحکام مکانیکی پایین، موقعیت چشمگیری ندارد [۶،۷]، اما از قالببریزی ژل به عنوان روشی نوین در شکل دهی و ساخت قطعات سرامیکی می‌توان سود برد. در اثر فرایند پلیمرشدن درجا، شبکه درشت مولکولها در داخل قطعه سرامیکی ایجاد شده و باعث بهبود استحکام مکانیکی لازم در ماشینکاری و حمل و نقل قطعه خام سرامیکی می‌شود. در این روش می‌توان از ترکیب درصد بالای پودر سرامیکی استفاده کرد، بطوری که فرایند قالببریزی به صورتی کاملاً کنترل شده انجام شود و در مرحله عملیات گرمایی نیز جمع شدگی نسبتاً کمتری در قطعات نهایی بوجود آید [۶،۸].

در شکل دهی قطعات سرامیکی به روش قالببریزی ژل، زمان شروع پلیمرشدن بسیار اهمیت دارد و مدت زمان لازم برای قالببریزی با عنوان زمان تاخیر ( $t_{del}$ ) مشخص می‌شود. در کارهای پژوهشی که اوماتت (Omatete) و همکارانش در سال ۱۹۹۱ [۷] و کورکی و همکارانش در سال ۱۹۹۸ [۹] ارائه داده‌اند، اثر درصد آغازگر، کاتالیزور و پودر سرامیکی و دما روی زمان پلیمرشدن تعلیفهای آبی شامل مونومرهای آکریلاتی (آکریل آمید و N، N' - متیلن بیس آکریل آمید) و سرامیکهای مهندسی آلومینا و سیلیکون بررسی شده است. همچنین، در سال ۱۹۹۹ لیو و همکارانش [۸]، در تهیه قطعات سرامیکی متخلخل به روش فالبریزی ژل، برای رسیدن به میزان تخلخل مطلوب (بین ۳۰ تا ۵۰ درصد حجمی) با اندازه حفره‌های زیر میکرون و توزیع باریکی از اندازه حفره‌ها، ترکیب درصد مونومرها را ۵ درصد وزنی بر مبنای پودر سرامیکی گزارش کرده‌اند.

در این پژوهش، هدف ساخت سیستم‌های نگهدارنده متخلخل غشاها سرامیکی - کامپوزیتی از جنس آلومینا به روش قالببریزی ژل با استفاده از مونومر آکریل آمید به منظور دستیابی به خواص مطلوب سیستم‌های یاد شده از لحاظ میزان تخلخل، اندازه و توزیع اندازه

$$\frac{1}{V_A \left[ \left( \frac{P_0}{P} \right) - 1 \right]} = \frac{1}{CV_m} + \frac{C-1}{CV_m} \left( \frac{P}{P_0} \right) \quad (6)$$

که در آن  $V_m$  حجم تک لایه گاز جذب شده روی سطح  $h$  و  $C$  مقادیر ثابت اند. در نظریه لانگمیر با رسم منحنی  $1/[V_A(P_0/P)]$  در برابر فشار نسبی  $(P/P_0)$ ، عرض از مبدا خط رسم شده  $1/V_m b P_0$  و شیب خط  $(1/V_m)$  معین و مقادیر  $V_m$  و  $b$  محاسبه می‌شوند. اگر سطح لازم برای جذب هر مولکول گاز  $a_m$  باشد، سطح ویژه (سطح در واحد جرم) قطعه متخلخل  $(S_s)$  از معادله زیر بدست می‌آید:

$$S_s = 4m \cdot \frac{V_m}{V_{gas}} \cdot N_A \quad (7)$$

که در آن  $N_A$  عدد آووگادرو و  $V_{gas}$  حجم مولی گاز است.

در نظریه BET با رسم منحنی  $1/[V_A((P_0/P)-1)]$  در برابر  $(P/P_0)$ ، عرض از مبدا خط حاصل  $1/CV_m$  و شیب خط  $(C-1)/CV_m$  معین و مقادیر  $V_m$  و  $C$  محاسبه می‌شوند. با داشتن مقدار  $V_m$ ، سطح ویژه قطعه از روی معادله (7) معین می‌شود. روش BJH [10] نیز برای تعیین توزیع اندازه حفره‌ها در قطعات متخلخل مورد استفاده قرار می‌گیرد. در این روش با استفاده از داده‌های خام مربوط به منحنی جذب گاز نیتروژن، در هر مرحله با استفاده از معادله کلونین، که به صورت معادله (8) ارائه می‌شود، می‌توان شعاع کوچکترین حفره‌هایی (r) را که روی سطح آنها گاز نیتروژن جذب شده است معین کرد.

$$\ln(P/P_0) = - \frac{2\gamma v}{RT(r-t)} \quad (8)$$

در معادله اخیر  $\gamma$  کشش سطحی مایع (نیتروژن جذب شده) و  $v$  حجم مولی آن است. بنابراین، حجم نیتروژن جذب شده در هر مرحله متناسب با حجم حفره‌هایی (با شعاع r) است که در آن مرحله گاز نیتروژن روی سطح آنها جذب شده است.

در مورد آزمایش "نقطه حباب" نیز با اعمال موازنه نیروهای سینتیکی و کشش سطحی برای حباب گازی که از حفره‌های قطعه متخلخل خیس شده خارج می‌شود، می‌توان شعاع حفره‌هایی را که در اختلاف فشار،  $\Delta P$ ، باز می‌شوند با استفاده از معادله زیر معین کرد:

$$r \cdot \Delta P = 2\gamma \cos \theta \quad (9)$$

که در آن  $r$  شعاع حفره باز شده در اختلاف فشار  $\Delta P$ ،  $\gamma$  کشش سطحی مایع خیس‌کننده قطعه و  $\theta$  زاویه تماس است که مایع خیس‌کننده با سطح می‌سازد. اگر سطح قطعات با مایعاتی مانند آب یا الکل خیس شده باشد، به دلیل اینکه سطح قطعات با این مایعات کاملاً خیس می‌شود، می‌توان  $\cos \theta$  را برابر واحد در نظر گرفت [10].

Archive of SID

## تجربی

### مواد

از پودر آلفا-آلومینا با توزیع اندازه ذرات بین ۶۳ تا ۷۵ میکرومتر تهیه شده به صورت تجاری به عنوان پودر سرامیکی استفاده شده است. ترکیبات لازم برای فرایند قالب‌ریزی ژل مونومرهای آلی واکشنگر به قرار زیرند: آکریل آمید تک‌عاملی  $(C_2H_5CONH_2, AM)$  تهیه شده از شرکت مرک و  $N'$ ،  $N$  - متیلن بیس آکریل آمید دو عاملی  $(C_2H_5CONH)_2CH_2, MBAM$  از شرکت شیمیایی سیگما، آمونیم پرسولفات  $((NH_4)_2S_2O_8)$  به عنوان آغازگر و  $N'$ ،  $N'$ ،  $N$ ،  $N$  - تراتیل اتیل دی آمین (TEMED) به عنوان شتاب دهنده از شرکت مرک کشور آلمان.

### دستگاهها

در این پژوهش از کوره آتش ساخت شرکت اکسایتون ایران، میکروسکوپ الکترون پوششی مدل XLC ساخت شرکت فیلیس با بزرگنمایی  $10^5$  متعلق به دانشگاه تربیت مدرس و از سیستم جذب گاز نیتروژن متعلق به پژوهشگاه صنعت نفت ایران استفاده شده است.

## روشها

### تهیه نمونه‌ها

فرایند قالب‌ریزی ژل در شکل ۱ به صورت نموداری ارائه شده است. مونومرهای AM و MBAM به میزان ۵ درصد وزنی بر مبنای پودر سرامیکی در آب مقطر حل و پودر سرامیکی - آلومینا نیز در حدود ۴۰ درصد حجمی به آن افزوده می‌شود. محلول به کمک همزن مکانیکی مخلوط می‌شود تا کاملاً یکنواخت گردد. پلیمر شدن وینیلی از نوع رادیکال آزاد با افزودن آغازگر شروع شده و به وسیله گرما و کانالیزور شتاب می‌یابد. تعلیق تهیه شده در قالبی لوله‌ای به قطر داخلی ۲۶،

آزمایش میکروسکوپ الکترون پویشی: ریزساختار سیستمهای نگهدارنده متخلخل در سطح قطعات و مقاطع برش داده شده در حالت خام و تف جوشی شده به وسیله میکروسکوپ الکترون پویشی (SEM) طبق استاندارد ASTM F1372 بررسی شده است.

آزمایش جذب گاز نیتروژن: این آزمایش نیز با استفاده از سیستم جذب گاز نیتروژن انجام شده است. از تحلیل نتایج خام حاصل از این آزمایش با استفاده از نظریه های مختلف سطح ویژه،  $SLD$  و  $SLD$  متخلخل و اندازه و توزیع اندازه حفره ها در ریزساختار سیستمهای نگهدارنده متخلخل نهایی معین شده است.

آزمایش نقطه حباب: گزینش پذیری، نفوذپذیری و اندازه بزرگترین حفره نفوذپذیر موجود در ریزساختار قطعات که در مورد غشاهای سرامیکی و سیستمهای نگهدارنده متخلخل بسیار دارای اهمیت است، با استفاده از آزمایش نقطه حباب طبق استاندارد ASTM F583، معین شده است.

## نتایج و بحث

### میزان تخلخل قطعات نهایی

نتایج حاصل از آزمایش ارشمیدس که شامل میزان تخلخل، تخلخل باز و بسته و چگالی نسبی است برای سیستمهای نگهدارنده متخلخل تهیه شده از جنس آلومینا در شکل ۲ ارائه شده است. چگالی توده

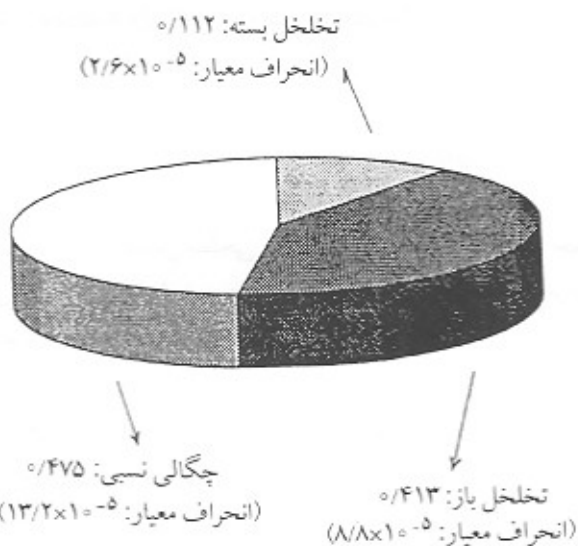


شکل ۱- نمودار فرایند ساخت قطعات متخلخل از جنس آلومینا به روش قالبریزی زل.

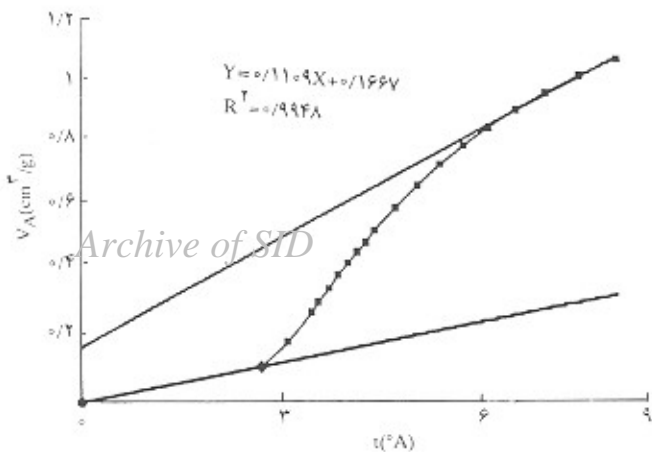
طول ۳۶ و ضخامت ۴ میلی متر قالبریزی شده و قطعه خام زل شده از قالب خارج می شود. سپس، به کمک روشی ابداعی با عنوان "خشک کننده مایع" (Liquid Desiccant) [۱۲]، تا بیش از ۳۷ درصد رطوبت از قطعه خام خارج شده و در آن در دمای  $80-60^{\circ}\text{C}$  به مدت ۲۴ ساعت خشک می شود. عملیات گرمایی که شامل خارج کردن حامل پلیمری و تف جوشی در کوره آتش با دمای بیشینه  $1500^{\circ}\text{C}$  است، با سرعت گرم کردن  $3-2^{\circ}\text{C}/\text{min}$  صورت می گیرد و عملیات تف جوشی به مدت ۵ ساعت در دمای  $1300^{\circ}\text{C}$  انجام می شود.

### تعیین مشخصات سیستمهای نگهدارنده متخلخل

آزمایش ارشمیدس: این آزمایش طبق استاندارد ASTM D3800، برای تعیین میزان تخلخل، تخلخل بسته و باز و چگالی نسبی (نسبت چگالی توده به چگالی نظری) قطعات تف جوشی شده با توجه به چگالی نظری آلومینا ( $3.98 \text{ g/cm}^3$ )، انجام شده است.



شکل ۲- نتایج حاصل از آزمایش ارشمیدس روی قطعات متخلخل تف جوشی شده آلومینا.

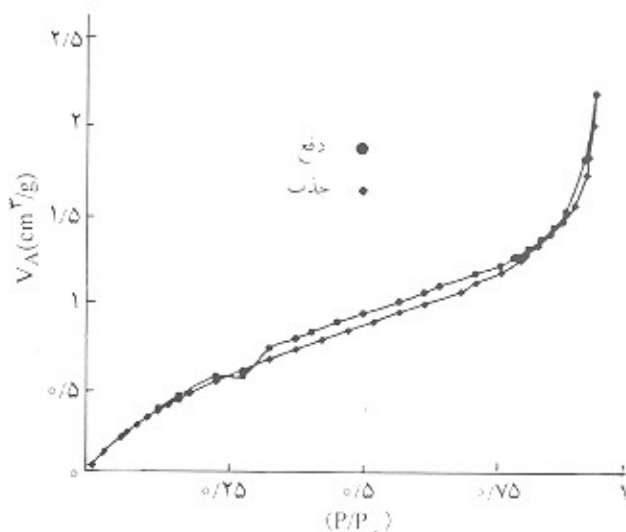


شکل ۴- منحنی حجم گاز نیتروژن جذب شده ( $V_A$ ) در برابر ضخامت لایه جذب شده ( $t$ ) برحسب آنگسترم.

قطعات نهایی است که کاملاً عاری از هرگونه نقص و ترک است. تصویر SEM قطعه خام شکل یافته به روش فالتیریزی ژل نیز در شکل ۵ (ج) نشان داده شده است که در آن حفره‌های حاصل از خروج آب از قطعه کاملاً مشخص است و حامل پلیمری نیز که به عنوان بستری بین ذرات سرامیکی قرار گرفته است به وضوح در تصویر قطعه خام (تف جوشی نشده) مشاهده می‌شود.

#### سطح ویژه قطعات

تحلیل نتایج حاصل از آزمایش جذب نیتروژن برای تعیین سطح ویژه قطعات با استفاده از نظریه لانگمیر و با رسم منحنی  $1/[V_A(P_0/P)]$  در برابر فشار نسبی ( $P/P_0$ ) مطابق شکل ۶ (الف) انجام شده است. عرض از مبدأ خط رسم شده  $0.1903$  و شیب خط نیز  $0.9907$  معین شده است. براساس این نتایج، مقدار عددی  $V_m$  (حجم تک لایه گاز)  $1/0.043 \text{ cm}^3/\text{g}$  محاسبه شده که اگر سطح لازم برای جذب هر مولکول گاز نیتروژن  $0.162 \text{ nm}^2$  باشد، از روی معادله (۷) سطح ویژه سیستمهای نگهدارنده متخلخل حاصل براساس نظریه لانگمیر  $4.372$  مترمربع به ازای هر گرم حساب می‌شود. با استفاده از نظریه BET نیز می‌توان سطح ویژه قطعات را با رسم منحنی  $1/[V_A(P_0/P-1)]$  در برابر  $P/P_0$  مطابق شکل ۶ (ب) معین کرد. عرض از مبدأ خط حاصل،  $0.1701$  و شیب خط  $1.0899$  معین شده و مقدار  $V_m$  برابر  $0.0568 \text{ cm}^3/\text{g}$  محاسبه شده است که با استفاده از معادله (۷)، سطح ویژه سیستمهای نگهدارنده متخلخل حاصل برابر  $2.4734$  مترمربع بر گرم معین می‌شود. البته، نتایج حاصل از نظریه BET نسبت به نظریه لانگمیر، که براساس فرضیه تک لایه‌ای بودن جذب مولکولهای گاز روی سطح قطعه ارائه شده است، از دقت بیشتری برخوردار است.



شکل ۳- منحنی جذب و دفع نیتروژن در دمای ثابت  $76.74$  درجه فارنهایت.

قطعات تهیه شده ( $1/89 \text{ g/cm}^3$ ) با انحراف معیاری حدود  $2 \times 10^{-4}$  اندازه‌گیری شده است، که با توجه به چگالی نظری آلفا-آلومینا ( $3.98 \text{ g/cm}^3$ ) چگالی نسبی قطعات حاصل بطور متوسط  $0.475$  محاسبه شده است. وجود بیش از  $40$  درصد تخلخل باز در قطعات تهیه شده نشان دهنده مناسب بودن آنها برای استفاده به عنوان سیستمهای نگهدارنده متخلخل غشاهای کامپوزیتی است. داده‌های خام حاصل از آزمایش جذب نیتروژن به صورت منحنیهای جذب و دفع در شکل ۳ با میزان پسماند مشخص، که بیانگر متخلخل بودن قطعه است، ارائه شده است. میزان تخلخل سیستمهای نگهدارنده متخلخل تهیه شده با تحلیل داده‌های خام حاصل از آزمایش جذب نیتروژن با استفاده از منحنیهای همدم و استاندارد "t" نیز معین شده است. منحنی حاصل از رسم مفادیر حجم جذب شده گاز نیتروژن در برابر ضخامت لایه جذب شده (t) مطابق شکل ۴، با منحنیهای استاندارد مربوط به قطعات شامل حفره‌های مزو ( $2-500 \text{ nm}$ ) و ماکرو ( $>500 \text{ nm}$ ) مطابقت دارد. برونابی قسمت خطی منحنی اخیر در نقطه‌ای که محور جذب ( $V_A$ ) را قطع می‌کند مقداری معادل  $0.1667$  سانتی متر مکعب به ازای هر گرم را نشان می‌دهد که بیانگر تخلخلی باز در حدود  $40$  درصد حجمی برای سیستمهای نگهدارنده متخلخل است. این نتیجه تطابق خوبی با نتایج حاصل از آزمایش ارشمیدس دارد.

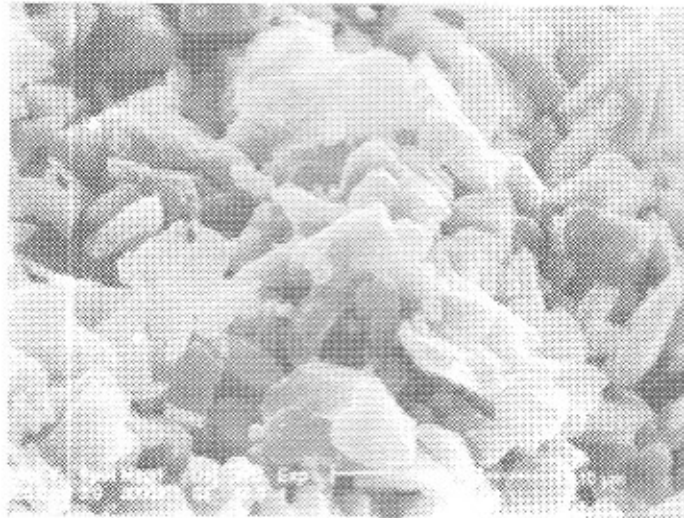
#### ریزساختار قطعات

تصاویر SEM از سطح قطعات تف جوشی شده و مقطع عرضی آنها در شکل ۵ (الف) و (ب) نشان داده شده است. تصاویر SEM بیانگر ریز ساختارهای یکپارچه در سطح مقطع برش بافته

Archive of SID



(الف)

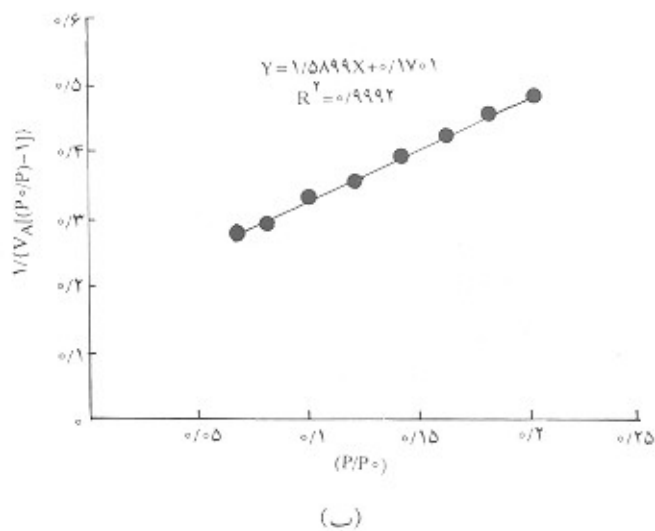
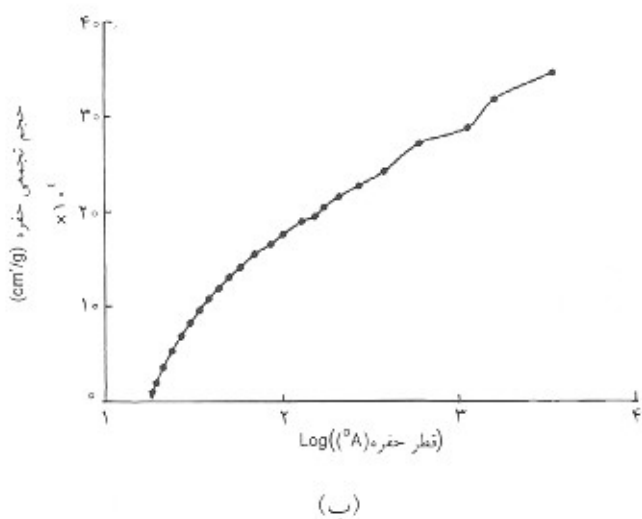
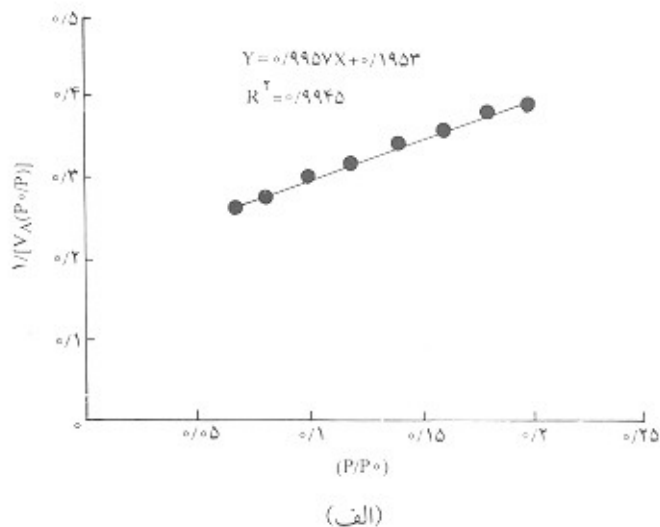
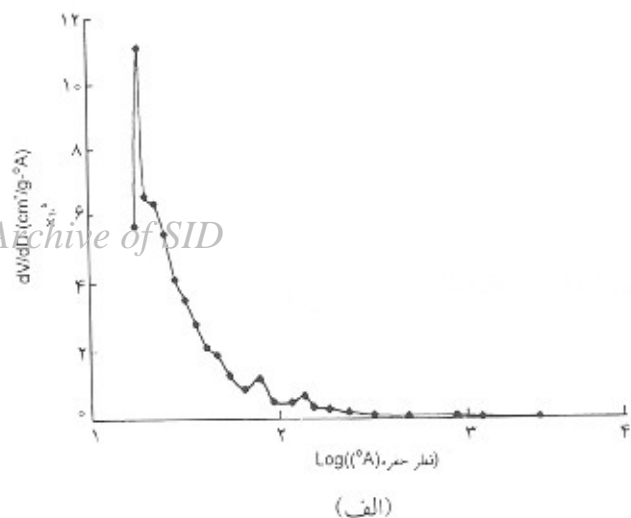


(ب)



(ج)

شکل ۵- تصاویر SEM برداشت شده از ریزساختار قطعات متخلخل لوله‌ای از جنس آلومینا: (الف) سطح قطعه تف جوشی شده، (ب) مقطع عرضی قطعه تف جوشی شده و (ج) مقطع عرضی قطعه تف جوشی نشده.



شکل ۷- توزیع اندازه حفره‌ها در قطعات متخلخل لوله‌ای تهیه شده به روش قالب‌ریزی ژل از جنس آلومینا: (الف) توزیع حجمی دیفرانسیلی و (ب) توزیع حجمی تجمعی.

شکل ۶- منحنیهای مربوط به داده‌های پردازش شده برای تعیین سطح ویژه قطعات متخلخل: (الف) نظریه لانگمیر و (ب) نظریه BET.

اندازه و توزیع اندازه حفره‌ها

داده‌های خام حاصل از آزمایش جذب نیتروژن با روش BJH پردازش شده و نتایج حاصل در مورد توزیع اندازه حفره‌های سیستمهای نگهدارنده متخلخل تهیه شده به صورت توزیع حجمی دیفرانسیلی و توزیع حجمی تجمعی در شکل ۷ نشان داده شده است.

به دلیل محدودیت سیستم جذب نیتروژن توزیع اندازه حفره‌ها در محدوده ۱۷ تا ۳۰۰۰ آنگسترم معین شده است. همان‌طور که از روی منحنی توزیع حجمی تجمعی مشخص است، کل حجم حفره‌هایی که در این محدوده قرار دارند در حدود  $0.03507 \text{ cm}^3/\text{g}$  است که در مقایسه با حجم کل حفره‌های سیستمهای نگهدارنده متخلخل

نتایج حاصل از آزمایش نقطه حباب نشان می‌دهد که اولین حباب گاز در اختلاف فشار ۲.۵ بار از سیستمهای نگهدارنده متخلخل لوله‌ای خیس شده با آب مقطر خارج می‌شود و با توجه به اینکه کشش سطحی آب  $71.4 \times 10^{-3}$  نیوتن بر متر است، اندازه شعاع بزرگترین حفره نفوذپذیر در این قطعات برابر  $0.58 \mu\text{m}$  محاسبه شده است. بنابراین و براساس نتایج حاصل از آزمایشهای

برگرم دارند. اندازه قطر حفره‌ها در ریزساختار این قطعات بزرگتر از ۲ نانومتر است و جزء مواد مزو و ماکرو متخلخل محسوب می‌شوند. از روی نتایج حاصل از آزمایشهای نقطه حباب و جذب تیروژن مشخص شد که توزیع اندازه (قطر) حفره‌ها در سیستمهای نگهدارنده متخلخل تهیه شده، در محدوده باریکی بین ۰٫۳ تا ۱٫۱۶ میکرومتر قرار دارد. تصاویر SEM نیز بیانگر وجود ریزساختاری پکتواخت و عاری از هرگونه نقص و ترک در سطح و مقاطع برش یافته این قطعات است. مشخصات یاد شده و تحمل بیش از چهار بار فشار بر خواص مطلوب این سیستمهای نگهدارنده متخلخل غشاهای سرامیکی-کامپوزیتی دلالت دارد.

### مراجع

- Hyun S.H., Jo S.Y., and Kang B.S., "Surface Modification of  $\gamma$ -Alumina Membranes by Silan Coupling for  $\text{CO}_2$  Separation", *J. Membrane Sci.*, **120**, 197-206, 1996.
- Vaccasy R., Guizard C., Thoraval V. and Cot L., "Synthesis and Characterization of Microporous Zirconia Powders: Application in Nanofilters and Nanofiltration Characteristics", *J. Membrane Sci.*, **132**, 109-118, 1997.
- Zeng Z., Xiao X., Gui Z. and Li L., "AFM Study on Surface Morphology of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{SiO}_2$ - $\text{TiO}_2$  Composite Ceramic Membranes", *J. Membrane Sci.*, **136**, 153-180, 1997.
- Darcovich K., and Clutier C.R., "Processing of Functionally Gradient Ceramic Membrane Substrates for Enhanced Porosity", *J. Am. Ceram. Soc.*, **82**, 8, 2073-79, 1999.
- Luyten J., Coymans J., Adrianses W. and Leysen R., "Alternative Process Routes for Better Ceramic Membrane Supports", *Indust. Ceramics*, **20**, 1, 291-293, 2000.

جذب تیروژن و نقطه حباب مشخص می‌شود که اندازه شعاع ۹۸ درصد حجمی حفره‌ها در سیستمهای نگهدارنده متخلخل تهیه شده، در محدوده بین ۰٫۱۵ تا ۰٫۵۸ میکرومتر قرار دارند که در مورد سیستمهای نگهدارنده متخلخل غشاهای کامپوزیتی-سرامیکی توزیع باریک و مطلوبی است. در آزمایش نقطه حباب فشار تا حداکثر فشار ممکن (۴ بار) افزایش یافت، ولی هیچ گونه نقصی در قطعات ایجاد نشد که بیانگر وجود استحکام مکانیکی مطلوب در سیستمهای نگهدارنده متخلخل تهیه شده است.

### نتیجه گیری

سیستمهای نگهدارنده متخلخل سرامیکی تهیه شده به روش قالب‌ریزی ژل بیش از ۴۰ درصد تخلخل باز و سطح ویژه‌ای معادل ۲٫۴۷ مترمربع

- Young A.C., Omatete O.O., Janney M.A. and Menchhofer P.A., "Gelcasting of Alumina", *J. Am. Ceram. Soc.*, **74**, 3, 612-18, 1991.
- Omatete O.O., Janney M.A. and Stehlow R.A., "Gelcasting-A New Ceramic-Forming Process", *Ceram Bull*, **70**, 10, 1641-49, 1991.
- Gu Y., Liu X., Meng G. and Peny D., "Porous YSZ Ceramics by Water-based Gel Casting", *Ceram. Int.*, **25**, 705-709, 1999.
- Kokabi, M., Pirooz, A. and Nekomanesh Haghghi M., "Gel-Casting of Engineering Ceramics", *Iran. Polym. J.*, **7**, 3, 169-175, 1998.
- Inhizaki K., Komorneni S. and Nanko M., *Porous Materials*, KAP, London, 1998.
- Web P.A. and Orr C., *Analytical Methods in Fine Particle Technology*, GA, USA, 1997.

۱۲- براتی ابوالفضل، کویکی مهرداد و فامیلی محمدحسین نوید، "روشی بدیع در خشک کردن قطعات سرامیکی تولید شده به روش قالب‌ریزی ژل"، ششمین کنگره مهندسی شیمی ایران، دانشگاه صنعتی اصفهان، اردیبهشت ۱۳۸۰.