



بررسی و مطالعه روش غیرمستقیم تعیین درصد تخلخل با استفاده از انواع چگالی‌ها در ساختار گرافیت

فاطمه اهری‌هاشمی*، سعید فتوره‌چیان

پژوهشکده علوم هسته‌ای، سازمان انرژی اتمی ایران، صندوق پستی: ۱۱۳۶۵-۳۴۸۶، تهران - ایران

چکیده: چگالی عامل مهمی در تعیین محدوده تغییرات خواص فیزیکی گرافیت است. تخلخل در گرافیت، چگالی قطعات آن را تحت تأثیر قرار داده و از نظر ریاضی رابطه معکوس بین تخلخل و چگالی وجود دارد. تخلخل یا بطور ذاتی در ساختار مواد خام اولیه وجود دارد و یا حاصل خروج مواد فرار از این قطعات در حین فرایندهای عملیات حرارتی تولید گرافیت است. استفاده از دستگاههایی مانند تخلخل سنج گازی و جیوه‌ای به عنوان روشهای مستقیم، در مقابل محاسبه از طریق اندازه‌گیری چگالی حجمی و پیکنومتری به عنوان روشهای غیرمستقیم جهت تعیین درصد تخلخل شناخته می‌شوند. در این تحقیق با استفاده از اندازه‌گیری انواع چگالی، تخلخل در قطعات گرافیت ساخته شده در پروژه مورد بررسی و ارزیابی قرار گرفته‌اند.

واژه‌های کلیدی: گرافیت، تخلخل، چگالی، تخلخل سنج جیوه‌ای، تخلخل سنج گازی

Consideration and Study of Indirect Method for Determination of the Percentage of Porosity with Utilizing Variety of Densities in the Structure of Graphite

F. Ahari Hashemi*, S. Fatoorehchian

Nuclear Science Research School, AEOL, P.O. Box: 11365-3486, Tehran - Iran

Abstract: Density has an important role in determining the variation limit of the physical properties of graphite. The density of the graphite is inversely proportional to its porosity. The porosity is produced in the structure of graphite due to the escape of volatile from the raw materials through thermal treatment during the fabrication process. There are direct and indirect methods for the measurement of porosity in the structure of graphite. Mercury and gas porosimetry are considered as direct methods, whereas the indirect method is based on bulk and picnometry density measurements. In this research work, by the use of different types of density, the pore production in the fabricated graphite has been determined.

Keywords: Graphite, Porosity, Density, Mercury Porosimetry, Gas Porosimetry



۱- مقدمه

مواد کربنی را می‌توان از فازهای گازی، مایع و جامد تولید کرد. در فاز گازی، رشد یا نشست مواد کربنی روی سطوح جامد صورت می‌گیرد. محصولات این فرایند دارای چگالی بالایی هستند، زیرا در حین فرایند، اندکی تخلخل^(۱) ایجاد می‌شود. از جمله مواد کربنی که از فاز مایع تولید می‌شوند می‌توان به انواع کُک نفتی یا کُک حاصل از زغال‌سنگ اشاره کرد که به دلیل خروج مواد فرار از فاز مایع دارای تخلخل زیادی هستند. این نوع مواد کربنی قابلیت گرافیتی شدن بسیار خوبی دارند. مواد کربنی حاصل از فاز جامد نیز دارای تخلخل اندکی بوده و بیشتر به صورت ساختار الیاف کربنی تولید می‌شوند. با توجه به تقسیم‌بندی صورت گرفته، مناسب‌ترین مواد کربنی برای تولید گرافیت، به لحاظ خاصیت گرافیتی شدن بالا، مواد حاصل از فاز مایع‌اند؛ در این حالت، محصول تولید شده دارای تخلخل زیادی است که ساختار و خواص گرافیت را تحت تأثیر قرار می‌دهد و از اینرو بررسی تخلخل در گرافیت از اهمیت بسیار برخوردار است. از آنجائیکه در فرایند تولید گرافیت، از عملیات حرارتی مانند پخت یا گرافیت‌شدن استفاده می‌شود، خروج مواد فرار سبب ایجاد خلل و فرج در قطعات گرافیت شده و بر چگالی آنها تأثیر منفی می‌گذارد. مطالعات تجربی انجام شده نیز ارتباط مستقیم بین چگالی و انواع خواص حرارتی، الکتریکی و مکانیکی گرافیت را به اثبات رسانده‌اند [۱]. بر این اساس، تخلخل با چگالی گرافیت نسبت معکوس داشته و در نتیجه به عنوان یکی از فاکتورهای مهم کنترل کیفیت گرافیت شناخته شده است.

۲- انواع تخلخل و روشهای اندازه‌گیری

تخلخل در گرافیت نخستین بار توسط Franklin با استفاده از روش پراش پرتوهای ایکس بررسی شد، سپس توسط Schiller توسعه یافت. بطور کلی، تخلخل به حفره‌های موجود بین بلورها و ذرات و ناهنجاریهای اتمی گفته می‌شود که در محدوده‌ای از ۱۰ آنگستروم تا چند میکرون قرار می‌گیرند [۲]:

$$p = \frac{d_T - d_K}{d_T} = 1 - \frac{d_K}{d_T}$$

P: نسبت حجمی کل تخلخل

d_K: چگالی توده حجمی اندازه‌گیری شده، cm^۳

d_T: چگالی تئوری پرتوهای ایکس تک بلور گرافیت برابر با ۲/۲۶۷gr/cm^۳

تخلخل را از نظر اندازه و ابعاد می‌توان براساس نظریه دوپین (Dobbin) دانشمند روسی به سه طبقه زیر تقسیم نمود [۳]:

- تخلخل‌های میکرو (Micropores) که دارای پهنایی کوچکتر از ۱۵ آنگستروم هستند.
 - تخلخل‌های مزو (Mesopores) که دارای پهنایی بین ۱۵ تا ۱۰۰۰ آنگستروم هستند.
 - تخلخل‌های بزرگ (Macropores) که دارای پهنای بزرگتر از ۱۰۰۰ آنگستروم هستند.
- شکلهای تخلخل در گرافیت از ترکیب‌هایی به صورت شکاف تا حبابهای کروی شکل تغییر می‌کنند که اثرهای مهمی بر پاره‌ای از خواص گرافیت از جمله مقاومت مکانیکی و انبساط حرارتی دارند، ولی طبقه‌بندی شکل‌های تخلخل در مقایسه با اندازه از توجه کمتری برخوردار است.
- از طرف دیگر می‌توان تخلخل را براساس ساختار آن به انواع زیر تقسیم بندی کرد [۴]:

تخلخل باز (Open Porosity): این نوع تخلخل، قابلیت نفوذ توسط سیالات را دارا بوده و به روش پیکنومتری^(۲) اندازه‌گیری می‌شود.

$$P_{open} = \frac{d_P - d_K}{d_P} \quad \text{d}_P: \text{چگالی پیکنومتری، gr/cm}$$

تخلخل بسته (Close Porosity): این نوع تخلخل در مورد سیالات غیرقابل دستیابی است و اندازه‌گیری آن به روشهای حجمی امکان‌پذیر نیست.

$$P_{close} = \frac{d_{Xray} - d_P}{d_{Xray}} \quad X: \text{چگالی حاصل از پراش اشعه X}$$

- **تخلخل حاصل از تابش پرتوهای ایکس (X-Ray Porosity)**

$$P_{X-ray} = \frac{d_{Xray} - d_K}{d_{Xray}}$$

تخلخل در گرافیت بیشتر بوسیله مقادیر تخلخل باز و بسته بررسی و شناسائی می‌شود. چگالی تئوری براساس اندازه‌گیری و

بر روی مواد گرافیتی پرداخته‌اند که معروفترین آنها روش Barrette, Joyner, Helena می‌باشد [۶] که بنام خود آنها با علامت اختصاری BJH به ثبت رسیده است. بر طبق روش و تئوری BJH، سطح مقطع خلل و فرجها به شکل استوانه‌هایی با قاعده کاملاً نامنظم‌اند که این اختلاف را با محاسبات آماری نیز می‌توان نشان داد. در این روش خلل و فرجهای واقعی با توجه به سطح مخصوص آنها از طریق جذب گاز حساب می‌شوند. سطح مخصوص از طریق نفوذ گاز به داخل خلل و فرجهای باز که در دسترس هستند حساب می‌شود و حجم گازی که جذب شده به عنوان تابعی از فشار تعیین می‌گردد. معمولاً از گاز نیتروژن یا آرگن در این روش استفاده شده و از طریق روابط زیر حجم گازی که نفوذ کرده است حساب می‌شود.

$$V_M = V \left(1 - \frac{P_G}{P_{GO}}\right)$$

V_M : حجم گاز جذب شونده (حجم گاز نفوذ کرده)

V : حجم یک لایه تک اتمی

P_{GO} : فشار بخار اشباع شده جذب کننده

P_G : فشار مخصوص

این روش برای سطح مخصوص بین ۷ تا ۵۰ m^2/gr قابل استفاده است. در این رابطه می‌توان حجم خلل و فرجهای نمونه، V_P را با مساحت سطح مخصوص A_S ، (m^2/gr) معادل هم در نظر گرفت [۵]. سطح مخصوص A_S به وسیله چگالش نیتروژن در خلل و فرجهای کوچک در فشارهای نسبی تعیین می‌شود.

$$A_S = L.F.V_M/V$$

- روش تخلخل سنجی جیوه‌ای

روشی که از آن در صنایع برای اندازه‌گیری میزان تخلخل در گرافیت استفاده می‌شود «تخلخل سنجی جیوه‌ای» است. در این روش جیوه در یک دستگاه اتوکلاو با فشارهای متفاوت به درون خلل و فرج نفوذ می‌کند؛ هر اندازه خلل و فرجها کوچکتر باشند اندازه فشار جیوه بیشتر خواهد شد. به کمک دستگاه تخلخل سنج جیوه‌ای نه تنها میزان کل تخلخل، بلکه توزیع خلل و فرجها را نیز می‌توان تعیین نمود. با این روش می‌توان اندازه خلل و فرج را در محدوده ۳۵۰ تا ۱۰۰,۰۰۰ آنگستروم بدست آورد. شعاع خلل و فرجها از رابطه زیر قابل محاسبه است.

$$r = \frac{2\gamma \cdot \cos \theta}{P_G}$$

محاسبه صورت گرفته و در حدود $2/267 \text{ gr/cm}^3$ برآورد شده است که به عنوان مرجع استفاده می‌شود. چگالی پیکنومتری براساس اندازه‌گیری حجم سیالات درون خلل و فرج قطعات گرافیت بدست می‌آید. چگالی پرتوهای ایکس نیز به روش پراش این اشعه تعیین می‌شود [۵].

علاوه بر روشهای محاسباتی فوق که به وسیله آنها تخلخل براساس مقادیر انواع چگالی حساب می‌شود، روشهای آزمایشگاهی مستقیمی نیز برای اندازه‌گیری تخلخل در مواد کربنی وجود دارند که مهمترین آنها عبارتند از:

- روش پراش اشعه ایکس
- روش تخلخل سنج گازی^(۳)
- روش تخلخل سنجی جیوه‌ای^(۴)

- روش پراش اشعه ایکس

با توجه به اینکه تخلخلها انواع مختلفی دارند، اندازه‌گیری تخلخلهای بسته و حفره‌های بسیار کوچک مشکل‌تر از تخلخلهای باز است. برای دستیابی به میزان این تخلخلها نیاز به استفاده از تکنیک پراش اشعه X و شناخت ساختار بلوری گرافیت است. چون گرافیت دارای دو نوع ساختار بلوری متفاوت و شناخته شده به نامهای هگزاگونال و ریموهدرال می‌باشد، بدلیل فراوانی کریستال هگزاگونال در محصول نهایی، این ساختار گرافیتی در اکثر آزمایشها مورد بررسی قرار گرفته است. در این ساختار، سلول واحد^(۵) به شکل مکعب مستطیل با قاعده لوزی است که بین سه لایه از حلقه‌های هگزاگونال کربن که با نیروهای ضعیف واندروالس بصورت توالی A.B.A.B انباشته شده‌اند، محدود شده است. با استفاده از تکنیک پراش اشعه X و شناخت ساختار بلوری گرافیت و از روی فواصل صفحات بلوری آنها تا حدودی به وضعیت قرار گرفتن لایه‌ها پی برده می‌شود. به وسیله پراش اشعه ایکس با زاویه حداقل ۲ درجه بدون هیچ‌گونه تغییر می‌توان اطلاعات مفیدی درباره اندازه خلل و فرجهای خیلی کوچک بدست آورد. با مطالعات انجام شده پراش اشعه X بر روی گرافیت مشخص شده که اندازه حفره‌ها در جهت a نسبت به جهت c چند برابر بزرگتر است [۵].

- روش تخلخل سنج گازی

با این روش می‌توان اندازه حفره‌ها و توزیع پخش آنها را با ابعاد حدود ۲۰ تا ۳۰۰ آنگستروم اندازه‌گیری کرد. دانشمندان متعددی با استفاده از این روش به بررسی اندازه تخلخل



$$P_{open} \% = \left(1 - \frac{d_{exterior}}{d_{picno}}\right) * 100$$

$$P_{close} \% = \left(1 - \frac{d_{picno}}{d_{Xray}}\right) * 100$$

$$P_{structural} \% = P_{open} + P_{close} + P_{atomic}$$

P_G : فشار جیوه

T : شعاع خلل و فرجها

γ : مقاومت سطحی جیوه که برابر است با 48 dynes/cm^2

θ : زاویه تماس بین گرافیت و جیوه در 140° درجه سانتی‌گراد

۳- کارهای تجربی

۱-۳ روش کار

در این کار پژوهشی، اندازه‌گیری تخلخل بر روی نمونه‌های گرافیت ساخته شده در پروژه به شکل استوانه با قطر 40 میلی‌متر و ارتفاع 60 میلی‌متر که با دوبار، بدون فرایند چگال‌سازی تهیه شده بودند، انجام شده است [۷]. تعداد 45 قطعه نمونه برای اندازه‌گیری تخلخل مورد بررسی قرار گرفته‌اند.

۲-۳ آزمایشهای انجام شده

در این تحقیق از روش غیرمستقیم، به عبارت دیگر، از فرمولهای محاسباتی، برای تعیین انواع تخلخل در نمونه‌های گرافیت ساخته شده براساس استانداردهای ASTM و GOST استفاده شده است [۸]. روش کار به این ترتیب بود که نمونه‌ها پس از خشک شدن و توزین (با تقریب 0.1 گرم) در محفظه فشار قرار داده می‌شدند. مدت توقف هر نمونه 30 دقیقه و فشار آزمایش حدود یک پاسکال بوده است. پس از ایجاد خلأ، حلال مناسب (بوتانل) به آهستگی به مخزن وارد شده و تا 4 سانتی‌متر بالاتر از ارتفاع نمونه‌ها از حلال پر می‌گردید. سپس هر نمونه به مدت 4 ساعت در فشار حدود 7 KPa ($1 \pm 30 \text{ PSI}$) درون محفظه نگهداشته می‌شد. در هر مرحله توزین نمونه‌ها برای بدست آوردن وزن در حالت تعلیق و اشباع، برای محاسبه انواع چگالی انجام و براساس فرمولهای زیر، انواع تخلخل در نمونه‌ها بدست آمده و نتایج کلی اندازه‌گیری در جدول ۱ ارائه شده است.

$$d_{bulk} = \frac{D}{V}$$

$$d_{picno} = \frac{D}{(D - S)} \quad \text{چگالی (۱۶۰)}$$

$$d_{exterior} = \frac{D}{(W - S)} \quad \text{چگالی حلال (۱۶۰)}$$

V : حجم ظاهری، cm^3

D : وزن نمونه در حالت خشک، gr

d_{bulk} : چگالی حجمی، gr/cm^3

S : وزن نمونه در حالت معلق، gr

W : وزن نمونه در حالت اشباع، gr

چگالی حلال (بوتانل): برابر با 0.78 gr/cm^3

d_{picno} : چگالی پیکنومتری، gr/cm^3

$d_{exterior}$: چگالی خارجی (ظاهری) gr/cm^3

d_{Xray} : چگالی اشعه ایکس برابر با 2.22 gr/cm^3 براساس نتایج

XRD نمونه‌ها

d_{atomic} : چگالی اتمی برابر با 1.77 gr/cm^3 براساس محاسبات

XRD نمونه‌ها

d_T : چگالی تنوری برابر با 2.26 gr/cm^3

P_{open} : درصد تخلخل باز

P_{close} : درصد تخلخل بسته

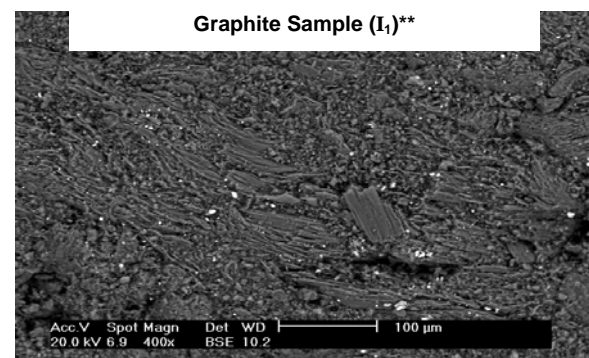
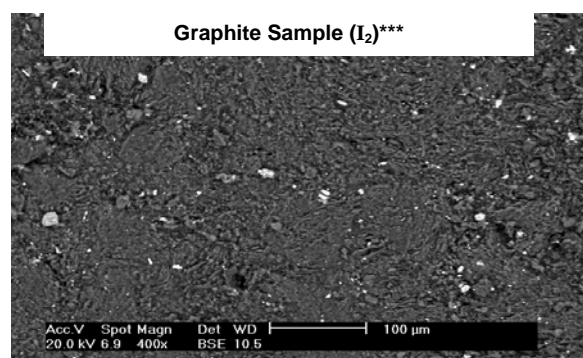
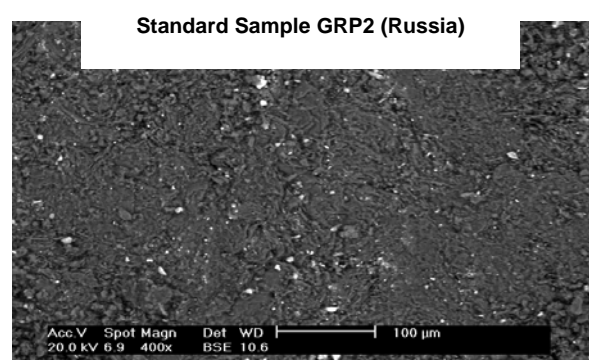
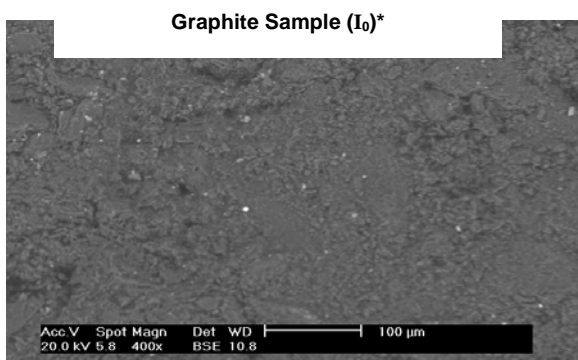
$P_{structural}$: درصد تخلخل ساختاری

۳-۳ میکروسکوپ الکترونی

برای تحلیل کیفی قطعات گرافیت ساخته شده در پروژه، از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)^(۶) استفاده شده است. در این بررسی از نمونه‌های گرافیتی با دوبار، یکبار، بدون فرایند چگال‌سازی (تهیه شده در پروژه) استفاده شده است. دستگاه میکروسکوپ الکترونی مورد استفاده، مدل XL30 ساخت شرکت فیلیپس هلند و مجهز به سیستم آنالیز پراکندگی انرژی اشعه X نثری (EDAX)^(۷) بوده و دارای قدرت بزرگنمایی تا 400000 برابر می‌باشد. در شکل ۱ نتایج حاصل از SEM برای نمونه‌های مختلف گرافیت نشان داده شده است.

جدول ۱- نتایج اندازه گیری انواع چگالی و محاسبه تخلخل در نمونه های گرافیت ساخته شده در پروژه.

چگال سازی	شماره نمونه	وزن خشک, D	وزن معلق, S _i	وزن اشباع, W _i	d _{bulk}	d _{exterior}	d _{pico}	%P _{open}	%P _{close}	%P _{structural}	
بدون چگال سازی	۱	۵۵,۶۵۱۹	۳۲,۹۰۹۱	۶۲,۱۹۰۸	۱,۵۴۱	۱,۵۳۹	۱,۹۸۲	۲۲,۳۳۱	۱۰,۷۱۷	۳۴,۸۱۸	
	۴	۶۸,۳۸۵۵	۴۰,۶۶۳۲	۷۶,۴۵۳۶	۱,۵۳۴	۱,۵۴۸	۱,۹۹۸	۲۲,۵۴۳	۹,۹۹۵	۳۴,۳۰۸	
	۵	۸۷,۳۹۰۵	۵۱,۷۴۲۲	۹۷,۴۵۲۳	۱,۵۳۳	۱,۵۴۹	۱,۹۸۶	۲۲,۰۱۲	۱۰,۵۵۵	۳۴,۳۳۷	
	۶	۸۲,۷۶۱۴	۴۸,۸۷۳۹	۹۲,۲۶۸۱	۱,۵۳۴	۱,۵۴۵	۱,۹۷۸	۲۱,۹۰۸	۱۰,۸۹۱	۳۴,۵۶۹	
	۸	۷۹,۳۸۲۰	۴۶,۹۵۵۷	۸۷,۹۲۹۱	۱,۵۳۰	۱,۵۶۹	۱,۹۸۳	۲۰,۸۶۰	۱۰,۶۷۸	۳۳,۳۰۸	
	۹	۷۳,۷۲۱۵	۴۳,۸۷۶۱	۸۲,۰۴۷۱	۱,۵۵۰	۱,۵۶۴	۲,۰۰۱	۲۱,۸۱۱	۹,۸۷۴	۳۳,۴۵۶	
	۱۰	۷۹,۹۹۵۳	۴۷,۳۱۸۰	۸۸,۸۹۹	۱,۵۵۵	۱,۵۵۸	۱,۹۸۳	۲۱,۴۱۳	۱۰,۶۸۰	۳۳,۸۶۳	
	۱۱	۹۷,۹۸۱۵	۵۸,۰۳۴۸	۱۰۹,۲۳۳۱	۱,۵۱۴	۱,۵۵۰	۱,۹۸۷	۲۱,۹۷۷	۱۰,۵۰۶	۳۴,۲۵۲	
	۱۳	۶۸,۳۵۲۱	۴۰,۶۰۳۲	۷۵,۸۷۶	۱,۵۴۲	۱,۵۷۰	۱,۹۹۵	۲۱,۳۳۱	۱۰,۱۲۵	۳۳,۲۲۶	
	۱۴	۸۶,۹۶۹۹	۵۱,۷۴۵۵	۹۷,۱۲۴	۱,۵۷۰	۱,۵۵۲	۲,۰۰۰	۲۲,۳۷۶	۹,۹۱۴	۳۴,۰۶۰	
	۱۵	۸۶,۲۶۰۸	۵۱,۱۴۹۸	۹۶,۱۶۰۲	۱,۵۵۲	۱,۵۵۲	۱,۹۹۰	۲۱,۹۹۴	۱۰,۳۶۰	۳۴,۱۲۳	
	۱۶	۵۵,۹۱۹۱	۳۵,۱۵۰۳	۶۲,۲۸۸۲	۱,۵۶۵	۱,۶۶۹	۲,۱۸۱	۲۳,۴۶۹	۱,۷۶۲	۲۷,۰۰۱	
	۱۷	۶۶,۶۶۵۵	۳۹,۳۸۸۳	۷۴,۳۰۳۴	۱,۵۵۷	۱,۵۴۷	۱,۹۸۰	۲۱,۸۷۶	۱۰,۸۲۷	۳۴,۴۷۳	
	۱۸	۵۵,۳۰۸۴	۳۲,۸۹۱۸	۶۱,۵۴۸۷	۱,۵۶۵	۱,۵۶۳	۱,۹۹۹	۲۱,۷۷۶	۹,۹۷۷	۳۳,۵۲۳	
	۱۹	۵۱,۴۳۲۳	۳۰,۶۷۵۸	۵۷,۳۳۲	۱,۴۹۳	۱,۵۶۳	۲,۰۰۷	۲۲,۱۳۳	۹,۵۹۱	۳۳,۴۹۳	
	۲۰	۶۵,۵۰۰۹	۳۸,۸۵۶۸	۷۳,۲۵۱۹	۱,۵۳۰	۱,۵۴۳	۱,۹۹۱	۲۲,۵۳۵	۱۰,۳۰۳	۳۴,۶۰۸	
	متوسط نتایج بدون چگال سازی					۱,۵۴۲	۱,۵۶۱	۲,۰۰۳	۲۲,۰۲۱	۹,۷۹۷	۳۳,۵۸۹
	یکبار چگال سازی	۲۱	۷۴,۷۰۸۰	۴۴,۳۲۴۹	۸۰,۴۴۲۱	۱,۶۸۷	۱,۶۷۵	۱,۹۹۲	۱۵,۸۷۶	۱۰,۲۸۵	۲۷,۹۳۱
		۲۳	۸۰,۰۹۳۰	۴۷,۶۱۳۳	۸۵,۸۰۱۳	۱,۶۷۴	۱,۶۹۷	۱,۹۹۷	۱۴,۹۴۸	۱۰,۰۲۷	۲۶,۷۴۴
		۳۱	۶۹,۰۹۱۵	۴۰,۸۱۹۸	۷۴,۱۳۸۹	۱,۷۰۰	۱,۶۸۰	۱,۹۸۰	۱۵,۱۴۹	۱۰,۸۳۳	۲۷,۷۵۲
۳۲		۹۱,۷۴۹۳	۵۴,۱۹۶۴	۹۶,۷۲۴۵	۱,۶۹۲	۱,۷۴۷	۱,۹۷۹	۱۱,۶۹۹	۱۰,۸۵۶	۲۴,۳۲۵	
۳۳		۷۶,۵۶۵۴	۴۵,۷۹۵۱	۸۲,۳۱۷۶	۱,۶۸۱	۱,۶۹۸	۲,۰۱۶	۱۵,۷۵۰	۹,۲۱۱	۲۶,۷۳۱	
۳۴		۷۲,۲۴۳۱	۴۳,۰۸۱۰	۷۷,۷۷۵۸	۱,۶۸۴	۱,۶۸۷	۲,۰۰۷	۱۵,۹۴۷	۹,۶۱۲	۲۷,۳۲۹	
متوسط نتایج یک بار چگال سازی شده					۱,۶۸۶	۱,۶۹۸	۱,۹۹۵	۱۴,۸۹۵	۱۰,۱۳۷	۲۶,۸۰۲	
دو بار چگال سازی	۲۲	۹۱,۷۵۷۴	۵۴,۳۳۰۴	۹۶,۶۰۹۹	۱,۷۲۷	۱,۷۶۲	۱,۹۹۱	۱۱,۵۰۴	۱۰,۳۰۹	۲۳,۵۸۳	
	۲۴	۹۱,۷۶۲۹	۵۴,۱۹۰۳	۹۶,۹۷۵۱	۱,۷۰۶	۱,۷۳۷	۱,۹۷۸	۱۲,۱۸۲	۱۰,۸۹۰	۲۴,۸۴۲	
	۲۵	۶۴,۷۹۵۲	۳۸,۲۱۷۳	۶۸,۳۷۲۰	۱,۷۷۱	۱,۷۴۰	۱,۹۷۵	۱۱,۸۶۲	۱۱,۰۴۸	۲۴,۶۸۰	
	۲۶	۸۵,۸۳۱۳	۴۹,۷۲۸۲	۸۹,۳۵۰۵	۱,۷۷۵	۱,۷۵۵	۱,۹۲۶	۸,۸۸۲	۱۳,۲۵۷	۲۳,۹۰۹	
	۲۷	۸۴,۸۷۲۲	۵۰,۱۱۴۸	۸۹,۳۰۳۷	۱,۷۵۳	۱,۷۵۴	۱,۹۷۸	۱۱,۳۰۸	۱۰,۹۰۶	۲۳,۹۸۴	
	۲۸	۱۰۵,۲۵۷۸	۶۲,۵۳۵۴	۱۱۱,۱۰۷۵	۱,۷۵۴	۱,۷۵۵	۱,۹۹۶	۱۲,۰۴۳	۱۰,۱۰۶	۲۳,۹۱۹	
	۲۹	۹۰,۴۱۸۱	۵۳,۷۱۵۷	۹۵,۶۰۰۵	۱,۷۵۳	۱,۷۴۹	۱,۹۹۵	۱۲,۳۷۳	۱۰,۱۱۴	۲۴,۲۵۷	
	۳۰	۴۳,۲۲۲۸	۲۵,۶۷۷۵	۴۵,۶۱۸۰	۱,۷۲۱	۱,۷۵۶	۱,۹۹۵	۱۲,۰۱۲	۱۰,۱۱۶	۲۳,۸۹۷	
	۳۷	۹۰,۸۴۰۰	۵۴,۹۱۸۹	۹۴,۷۳۷۶	۱,۷۹۰	۱,۸۰۳	۱,۹۹۳	۹,۵۴۹	۱۰,۲۲۹	۲۱,۵۴۸	
	۳۸	۵۷,۸۸۲۵	۳۴,۳۹۷۰	۶۰,۴۲۹۹	۱,۷۸۹	۱,۸۰۱	۱,۹۹۶	۹,۷۸۵	۱۰,۰۷۵	۲۱,۶۳۱	
	۳۹	۷۳,۳۹۴۵	۴۴,۰۰۹۹	۷۶,۶۴۰۰	۱,۷۸۶	۱,۸۲۲	۲,۰۲۳	۹,۹۴۶	۸,۸۶۷	۲۰,۵۸۳	
	۴۰	۸۱,۵۱۶۹	۴۸,۵۸۵۴	۸۵,۲۶۷۵	۱,۷۸۶	۱,۸۰۰	۲,۰۰۵	۱۰,۲۲۵	۹,۶۸۳	۲۱,۶۷۸	
	۴۱	۸۲,۹۷۵۹	۴۹,۴۵۵۳	۸۶,۸۲۲۴	۱,۷۷۳	۱,۷۹۹	۲,۰۰۵	۱۰,۲۹۴	۹,۶۸۲	۲۱,۷۴۶	
	۴۲	۷۵,۳۷۴۳	۴۴,۸۸۳۲	۷۸,۶۹۸۳	۱,۷۸۶	۱,۸۰۶	۲,۰۰۲	۹,۸۳۰	۹,۸۰۵	۲۱,۴۰۵	
	متوسط نتایج دو بار چگال سازی شده					۱,۷۶۲	۱,۷۷۴	۱,۹۹۰	۱۰,۸۴۲	۱۰,۳۶۳	۲۲,۹۷۶



*I₀: Without Impregnation
 **I₁: Once Impregnation
 ***I₂: Twice Impregnation

شکل ۱- تصاویر حاصل از SEM برای نمونه‌های مختلف گرافیت.

۴- یافته‌ها و نتیجه‌گیری

بررسی مقادیر تخلخل در نمونه‌ها که براساس نتایج تجربی حاصل از اندازه‌گیری چگالی‌ها محاسبه شده‌اند، نشان می‌دهد که اولاً بین مقادیر تخلخل و چگالی نسبت عکس وجود داشته ثانیاً با افزایش تعداد فرایند چگال‌سازی، تخلخل در نمونه‌ها کاهش یافته است. این کاهش برای مرحله اول چگالی‌سازی در حدود ۲۰٪ و برای مرحله دوم حدود ۱۴٪ بوده و در مجموع دوبار فرایند چگال‌سازی، در حدود ۳۲٪ کاهش تخلخل در نمونه‌های گرافیت حاصل شده است. نکته مهم آن است که مقدار «تخلخل بسته» در حالت‌های مختلف، تقریباً ثابت بوده و کاهش چندانی نیافته، در صورتیکه «تخلخل باز» به طور چشمگیری کاهش یافته است. این موضوع تأثیر مستقیم فرایند چگال‌سازی بر روی تخلخل باز را در نمونه‌ها نشان می‌دهد. بررسی تصاویر حاصل از SEM نیز اختلاف وضعیت خلل و فرجها را در نمونه‌ها در سه حالت مورد بررسی نشان می‌دهد. بعلاوه، این تصاویر نشان می‌دهند که SEM، ابزاری مؤثر در مطالعه ساختار فیزیکی گرافیت بوده و محاسبه متوسط تخلخل

کل را از روی چگالی‌های ظاهری و واقعی میسر می‌سازد. مقایسه بین نمونه‌های ساخته شده در پروژه با نمونه استاندارد نشان می‌دهد که شباهت کاملی بین نمونه‌های دوبار چگال‌سازی شده با نمونه استاندارد وجود دارد. با توجه به تطابق نتایج کسب شده با قوانین تنوری، می‌توان نتیجه گرفت که روش محاسباتی (غیرمستقیم) تعیین تخلخل را، بدلیل سهولت کاربرد می‌توان به عنوان جایگزین مناسبی برای روشهای مستقیم (دستگاهی) که معمولاً دارای فناوری پیچیده و گرانی هستند، مورد استفاده قرار داد.

پی‌نوشت‌ها:

- ۱- Porosity
- ۲- Pycnometry Density
- ۳- Gas Porosimetry
- ۴- Mercury Porosimetry
- ۵- Unit Cell
- ۶- SEM: Scanning Electron Microscope
- ۷- EDAX: Energy Disposal to Analyses the X-Ray Emitted

References:

1. ف. اهری‌هاشمی و س. فتوره‌چیان، "بررسی اثرهای چگال‌سازی گرافیت با قیر قطران زغال‌سنگ در بهبود خواص فیزیکی آن،" نشریه علمی سازمان انرژی اتمی ایران، شماره ۲۷ (۱۳۸۲).
2. S.J. Gregg and K.S. Sing, "Adsorption, Surface Area and Porosity," Academic press (1982).
3. A.E. Scheidegger, "The physics of flow through porous media," New York (1957).
4. W. Della, K. Koizlik, H. Nickel, "Graphitic materials for use in nuclear reactors," part 2, Karl Thieving AG (1983).
5. R.E. Nightingale, "Nuclear graphite," Academic press (1962).
6. E.P. Barrett, L.G. Joyner, P.P. Halena, "J. Am. Chem. Soc.," 73, 373 (1951).
7. س. فتوره‌چیان، ف. اهری‌هاشمی، ش. احمدی، "تحلیل رابطه تجربی بین مدل دینامیکی یانگ و ضریب انبساط حرارتی در گرافیت هسته‌ای،" نشریه علمی سازمان انرژی اتمی ایران، شماره ۲۴ (۱۳۸۰).
8. ف. اهری‌هاشمی و ش. احمدی، "روشهای کنترل کیفی گرافیت و مواد اولیه براساس استانداردهای GOST و ASTM مرکز پژوهشی سازمان انرژی اتمی ایران (۱۳۷۶).