

بررسی اثر MgO و دما بر جدایش فاز و کیفیت تخلخل‌های شیشه‌های بوروسیلیکاتی به منظور استفاده در ممبران‌های شیشه‌ای

روح‌اله خسروشاهی، حسام‌الدین محمدی، واهاک کاسپاری مارقوسیان، حسین سرپولکی، مرضیه کرد

دانشکده‌ی مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران

hsarpoolaky@iust.ac.ir

چکیده: بررسی ممبران‌های شیشه‌ای که امروزه یکی از شاخه‌های بسیار مهم در تحقیقات علمی دانشمندان هستند، جنبه‌های بسیار متفاوتی دارد. یکی از این زمینه‌ها، تغییر در ترکیب شیمیایی این مواد جهت کنترل جدایش فاز و اندازه‌ی تخلخل آن‌هاست. گروه مهمی از ترکیبات مورد استفاده در ممبران‌های شیشه‌ای، ترکیبات شیشه ساز بوروسیلیکاتی هستند. اثر افزودنی‌هایی همچون CaO و BaO بر روی این سیستم در تحقیقات برخی از محققین بررسی شده بود. در تحقیق حاضر، اثر افزودنی MgO و تغییرات دما بر روی این ترکیبات و کیفیت جدایش فاز و اندازه‌ی تخلخل آن‌ها بررسی شده است. افزودن مقادیر ۲، ۴، ۶ و ۷ درصد به همراه تغییر در دمای عملیات حرارتی در چهار دمای ۶۷۰، ۶۹۰، ۷۱۰ و ۷۳۰ درجه سانتیگراد مورد بررسی قرار گرفت. برای ساخت ممبران شیشه‌ای، پس از ذوب کردن ترکیب اولیه، مذاب حاصله سرد و سپس آنیل شد. قطعات حاصله در چهار دمای فوق عملیات حرارتی شده و سپس اچ شدند. بعد از بررسی نمونه‌ها توسط آنالیز SEM، نمونه‌ها تحت عملیات اسید شویی قرار گرفته و سپس آنالیزهای تخلخل و سطح ویژه سنجی BET بر روی آن‌ها انجام شد. در نهایت رسیدن به اندازه تخلخل میانگین در حدود ۱۲nm و همچنین توزیع گسترده‌ی تخلخل از ۵ تا ۱۰۰ نانومتر دستاورد مهم این تحقیق محسوب می‌شود.

کلید واژه: ممبران شیشه‌ای، شیشه‌های بوروسیلیکاتی، MgO، متخلخل.

۱- مقدمه

در طول نیم قرن اخیر، وقتی که اولین ممبران‌های^۱ سنتزی با خواص جداسازی قابل دسترسی شد، بسیاری از کاربردهای جذاب تکنیکی و تجاری برای آن یافت شده است. امروز، ۵۰ سال بعد از آن زمان، ممبران‌ها و فرآیندهای ممبرانی به ابزارهای ارزشمندی برای جدایش ترکیب‌های مولکولی تبدیل شده‌اند. فرآیندهای ممبرانی کاربردهای بسیاری در صنایع شیمیایی و داروسازی مانند صنایع غذایی و صنایع زیستی دارند. آن‌ها به عنوان جداکننده گاز در ابعاد صنعتی و آزمایشگاهی مورد استفاده هستند. صنایع مرتبط با ممبران‌ها امروزه رشد سریع چند میلیون یورویی در بازار را به همراه محصولات و فرآیندهای در ابعاد صنعتی شاهد است. گسترش ممبران‌ها با اصلاح خواص آن‌ها، اهمیت ممبران‌ها و فرآیندهای ممبرانی را در جوامع توسعه یافته افزایش داده است. ممبران‌ها و فرآیندهای ممبرانی یک ویژگی عمومی دارند؛ آن‌ها می‌توانند جدایش ترکیب‌های مولکولی را در دمای محدود به طور مؤثر و مقرون به صرفه و بدون واکنش مخرب انجام دهند [۱]. فرآیندهای جداسازی توسط ممبران‌ها

^۱ Membrane

می‌تواند برای گستره‌ی وسیعی از کاربردها استفاده شود و اغلب دارای مزایای شاخصی نسبت به فرآیندهای جداسازی سنتی مانند تقطیر و جذب سطحی است؛ زیرا جداسازی بر مبنای فرآیندهای فیزیکی است. بنابراین تغییرات حرارتی یا شیمیایی یا زیستی در اجزاء رخ نمی‌دهد [۲]. یکی از انواع بسیار مهم و به نسبت جدید ممبران‌ها، نوع شیشه‌ای آن‌ها است که امروزه به دلیل مزایای آن‌ها بسیار مورد توجه واقع شده‌اند. از جمله‌ی مزایای ممبران‌های شیشه‌ای در مقایسه با سایر انواع ممبران‌ها می‌توان به دارا بودن تخلخل‌های هم شکل و همچنین توانایی رسیدن با گستره‌ی وسیعی از اندازه تخلخل در این سیستم‌ها اشاره کرد [۳]. در تهیه‌ی این ممبران‌ها از ترکیبات مختلفی استفاده می‌شود که یکی از مهم‌ترین آن‌ها، استفاده از ترکیبات بوروسیلیکاتی می‌باشد. این شیشه‌ها پس از تهیه مورد عملیات حرارتی قرار گرفته تا در آن‌ها پدیده‌ی جدایش فازی رخ دهد. نتیجه جدایش فازی در این شیشه‌های بوروسیلیکاتی عموماً تشکیل دو فاز سیلیسی و متابورات قلیایی با ریزساختار اسپینودالی است. در ادامه عملیات اسید شویی بر روی آن‌ها انجام شده تا یکی از فازهای جداشونده که محلول در اسید است از سیستم خارج شده و در نتیجه یک سیستم متخلخل سیلیسی بر جای بماند. در صورتی که بتوان نحوه‌ی جدایش فازی و سپس خروج یکی از فازها را کنترل کرد، می‌توان به محصولی دست یافت که دارای تخلخل‌های به هم پیوسته باشد. در تحقیق حاضر، اثر افزودن MgO بر جدایش فازی و کنترل ابعاد تخلخل‌های سیستم شیشه‌ای بوروسیلیکاتی مورد بررسی قرار گرفته است.

۲- فعالیت‌های تجربی

ابتدا ترکیب اولیه‌ی نمونه مینا، شامل $65\% \text{SiO}_2$, $27.8\% \text{B}_2\text{O}_3$, $7.2\% \text{Na}_2\text{O}$ بر اساس تجربیات قبلی محققین [۵] انتخاب گردید. برای تأمین سیلیکا از سیلیس، اکسید بور از اسید بوریک، و اکسید سدیم نیز از کربنات سدیم، همگی از شرکت MERK استفاده شد. سپس سه نمونه دیگر به همین روش اما با افزودن مقادیر ۲ و ۴ و ۶ درصد MgO ساخته شد که برای افزودن MgO، هیدروکسید منیزیم مورد استفاده قرار گرفت. نمونه‌های آماده شده به ترتیب میزان MgO ی اضافه شده، 0M، 2M، 4M و 6M نام‌گذاری گردید. ضمناً میزان MgO به ۱۰۰ گرم ترکیب مینا اضافه شد. جدول ۱ نام‌گذاری کلی نمونه آورده شده است. برای ذوب نمونه‌ها، کوره در مدت زمان ۲ ساعت به دمای 1420°C رسیده و یک ساعت در این دما نگهداری شد و سپس بوتله از کوره خارج و در دمای 1450°C بمدت ۱۰ دقیقه نگهداری گردید. بوتله از کوره خارج و درون قالب فولادی تخلیه شد و در نهایت نمونه‌ها سریعاً به کوره‌ی آنیل با دمای 550°C منتقل گردید. در مرحله‌ی بعد نمونه‌ها تحت آزمایش (Differential Thermal Analysis) DTA قرار گرفت تا بر اساس نتایج آن، دمای عملیات حرارتی معین شود.

بر اساس نتایج آزمایش DTA دمای عملیات حرارتی حاصل شد. بر این اساس حداقل دمای لازم عملیات حرارتی 630°C بود که این دما، کمترین دمای پیک نمونه‌ی 0M بود و حداکثر آن نیز 850°C بود که این دما هم آخرین پیک نمونه‌ی 6M بود. سپس نمونه‌ها ابتدا در دمای 730°C تحت عملیات حرارتی قرار گرفت. با مشاهده‌ی این نمونه تصمیم بر ادامه‌ی عملیات حرارتی در محدوده‌ی همین دما شد؛ زیرا نمونه‌ی 4M به شدت اپک شده بود که احتمال تبلور نیز داشت. ضمناً نمونه‌ی 0M

هم رگه‌های بسیار کوچک بنفش رنگ که حکایت از جدایش اندک داشت را دارا بود. بنابراین دماهای بعدی عملیات حرارتی ۶۷۰، ۶۹۰، ۷۱۰ درجه سانتیگراد انتخاب شد. نمونه‌ها با نرخ گرمایش $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ در کوره‌ی عملیات حرارتی به دمای مورد نظر رسیده و سپس ۳ ساعت در این دما نگهداری شد.

جدول ۱- نام‌گذاری نهایی نمونه‌ها بر اساس درصد افزودنی و دمای عملیات حرارتی

نام نمونه	%MgO	دمای عملیات حرارتی ($^{\circ}\text{C}$)
0M670	۰	۶۷۰
0M960	۰	۶۹۰
0M710	۰	۷۱۰
0M730	۰	۷۳۰
2M670	۲	۶۷۰
2M690	۲	۶۹۰
2M710	۲	۷۱۰
2M730	۲	۷۳۰
4M670	۴	۶۷۰
4M690	۴	۶۹۰
4M710	۴	۷۱۰
4M730	۴	۷۳۰
6M670	۶	۶۷۰
6M690	۶	۶۹۰
6M710	۶	۷۱۰
6M730	۶	۷۳۰

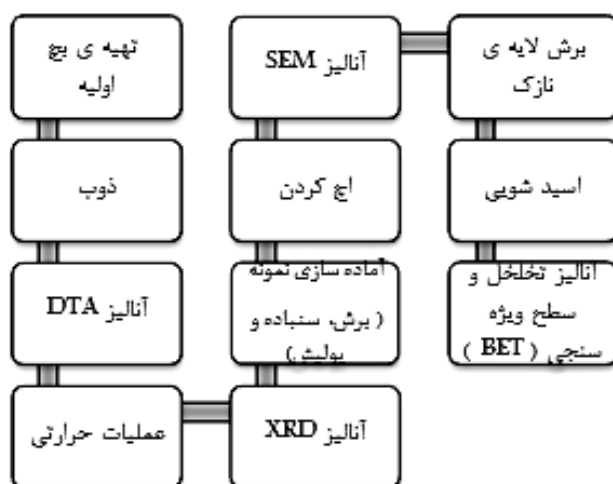
همچنین نمونه‌ی 4M730 برای بررسی وقوع یا عدم وقوع تبلور، توسط آزمایش XRD (X-Ray Diffraction) مورد آنالیز قرار گرفت. برای این کار، نمونه‌ی مورد نظر پودر و از الک مش ۲۳۰ عبور داده شد.

نمونه‌های نهایی تحت عملیات برش، مانت، سنباده زنی و پولیش قرار گرفتند. ابتدا نمونه‌ها مانت گرم شده و سپس توسط سنباده‌های مش ۸۰ تا ۳۰۰۰ ساییده شده و در نهایت به وسیله‌ی دوغاب آلومینایی پولیش شدند.

سپس نمونه‌ها توسط غلظت‌های مختلف HF در زمان‌های متفاوت اچ و سپس آنالیز OM بر روی نمونه‌ها انجام و در نهایت با توجه به شدت خوردگی سطحی نمونه‌ها، غلظت ۱٪ و زمان ۲۵ ثانیه برای اچ کردن کلیه‌ی نمونه‌ها انتخاب شد. در ادامه نمونه‌ها توسط SEM (Scattering Electron Microscopy) بررسی شد.

نمونه‌های عملیات حرارتی شده، برای انجام عملیات اسید شویی برش داده شدند. ضمناً چون هدف از انجام این پروژه، کاربرد شیشه‌ی مورد مطالعه در ممبران شیشه‌ای بود، نمونه‌ها به صورت قطعه، و نه به صورت پودر، تحت عملیات اسید شویی قرار گرفت. بمنظور بررسی میزان جدایش و وضعیت تخلخل‌های نمونه‌های بهینه پس از اسید شویی، از روش BET استفاده گردید. بر پایه مطالعات صورت گرفته توسط گراندجین و همکاران [۴] تاثیر غلظت اسید و زمان اسید شویی بر ریزساختار و اندازه حفرات شیشه‌های متخلخل بوروسیلیکاتی بررسی شده است. مشاهده می‌گردد که مناسب‌ترین میزان خوردگی و بیشترین مقدار حجم

تخلخل و سطح ویژه هنگامی رخ داده که نمونه‌ها با اسید ۰/۳ مولار تا ۱ مولار به مدت ۶ ساعت اسید شویی شدند. در نتیجه جهت یافتن شرایط اسید شویی بهینه نمونه‌های دمای ۶۹۰°C در اسید ۰/۳HCl مولار، ۰/۵ مولار و ۱ مولار در دمای ۵۰°C و دمای محیط به مدت ۶ ساعت اسید شویی شدند. قابل ذکر است که به علت آن که هدف این پژوهش تولید شیشه متخلخل جهت کاربردهای ممبرانی بوده است، اسید شویی بر روی نمونه‌های بالک انجام گرفته است. نمونه‌های اسید شویی شده، در آخرین مرحله‌ی کار، تحت آنالیز BET و BJH قرار گرفت تا سطح ویژه و اندازه و توزیع تخلخل‌ها مشخص گردد. در شکل ۱ فلوجارت مراحل کار مشخص شده است.

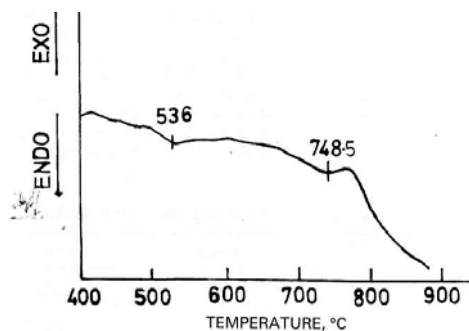


شکل ۱- فلوجارت مراحل انجام آزمایش

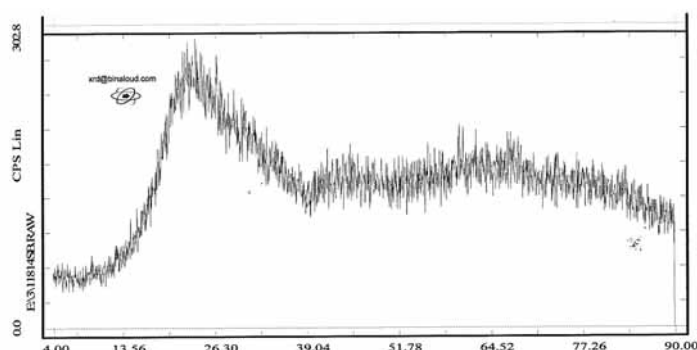
۳- نتایج و بحث

در نتایج آنالیز حرارتی پژوهشی که توسط سرپولکی و همکاران [۵] بر روی شیشه‌ای با ترکیب شیمیایی کاملاً مشابه بدون حضور MgO انجام گرفته، Tg (دمای شیشه‌ای شدن) بین دو دمای ۵۳۶°C و ۷۴۸°C گزارش شده است که نمودار آن در شکل ۲ نمایش داده شده است. هر پیک گرماگیر، بیانگر Tg هر یک از شیشه‌ها است و دو پیک گرماگیر واضح، بیانگر دماهایی است که شیشه‌ای شدن رخ داده و مبنای انتخاب دمای عملیات حرارتی قرار می‌گیرد. در نتیجه دمای عملیات حرارتی بین این دو دما انتخاب شد. یعنی دماهای ۶۷۰، ۶۹۰، ۷۱۰ و ۷۳۰ درجه سانتیگراد.

برای بررسی تبلور یا عدم تبلور نمونه‌ها پس از عملیات حرارتی، از نمونه 6M730 که بیشترین احتمال تبلور را داشت و به شدت اپک شده بود آنالیز XRD گرفته شد که نمودار حاصل آن در شکل ۳ مشاهده می‌گردد. همان طور که مشاهده می‌گردد نمودار کاملاً مربوط به حالت آمورف بوده است و هیچ پیکی در نمودار که نشان دهنده تبلور باشد وجود ندارد. از آن جایی که احتمال تبلور در نمونه 6M730 با توجه به بالا بودن دما نسبت به سایر نمونه‌ها و وجود بیشترین میزان MgO در آن، بیشتر از سایر نمونه‌ها بود این نمونه جهت آنالیز انتخاب گردید، با توجه به این امر و این نکته که در این نمونه تبلور رخ نداده است می‌توان نتیجه گرفت که با تقریب بسیار زیاد، در هیچ یک از نمونه‌ها تبلور صورت نگرفته است و تنها جدایش فاز در نمونه‌ها رخ داده است.



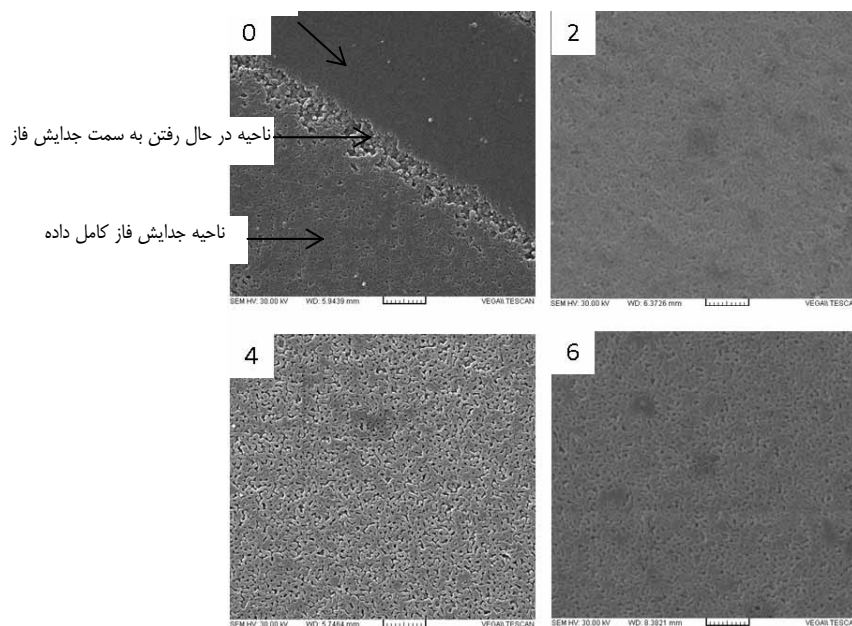
شکل ۲- نمودار DTA پژوهش انجام گرفته روی شیشه با ترکیب شیمیایی یکسان با نمونه ۰٪ MgO [۵].



شکل ۳- نمودار XRD نمونه 6M730، جهت بررسی عدم تبلور.

در ادامه، نمونه‌ای از تصاویر SEM در شکل ۴ آورده شده است. با افزایش مقدار MgO از صفر درصد تا شش درصد در دماهای مختلف (که در این شکل دمای 710°C نشان داده شده است)، نواحی جدایش فاز یافته دارای همگنی بیشتر بوده و میزان به هم چسبندگی تخلخل‌ها کمتر شده است.

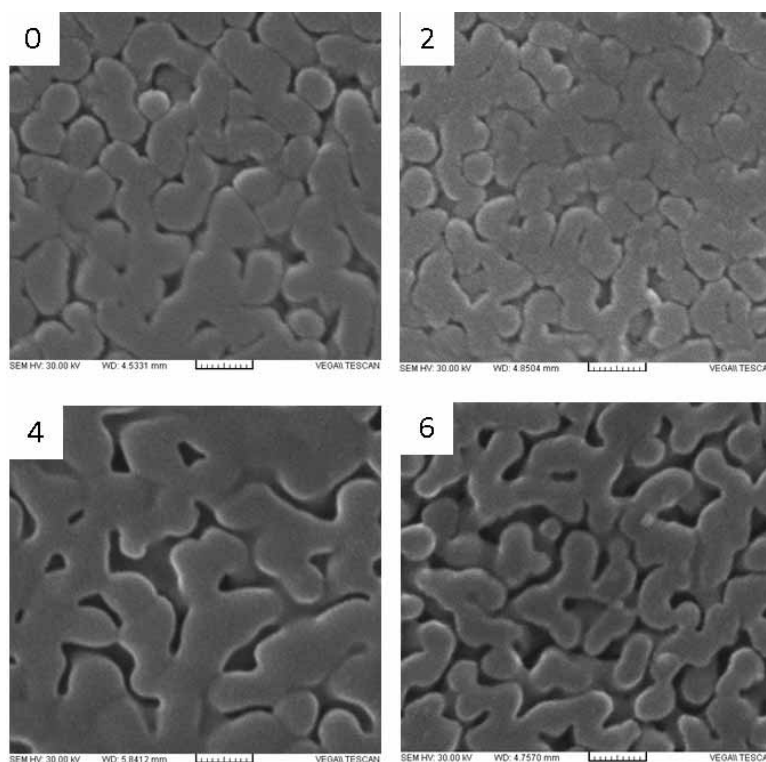
ناحیه بدون جدایش فاز



شکل ۴- MgO٪ متغیر در دمای ثابت 710°C در بزرگنمایی ۱۰ kx.

در بزرگنمایی‌های بالا تر اثر افزایش درصد MgO بهتر قابل مشاهده خواهد بود به طوری که در شکل ۵ که نشان دهنده نمونه‌های حاوی صفر تا شش درصد MgO و عملیات حرارتی شده در دمای 690°C را در بزرگنمایی $110 \times$ است، هر چه درصد اکسید منیزیم بیشتر شده است میزان جدایش فاز هم افزایش یافته به طوری که در نمونه صفر درصد نواحی جدایش یافته کاملاً به هم چسبیده و در نمونه شش درصد جدایش فاز اسپینودالی کاملاً به صورت کانال‌های باز جدا از هم صورت گرفته‌اند. در شکل ۶ نیز اثر افزایش دما در نمونه‌ای با ۴ درصد MgO در بزرگنمایی $50 \times$ نشان داده شده است. همان طور که مشاهده می‌شود افزایش دما باعث تشدید جدایش فاز شده است به نحوی که باعث رشد سایز کانال‌های جدایش یافته و همچنین یکنواختی و همگنی نواحی جدایش فاز یافته شده است.

نمونه‌های اسید شویی شده در HCl یک مولار دمای 50°C به مدت ۶ ساعت، ترک خورده و به نمونه‌هایی با ابعاد کوچک‌تر خرد شد. از آن جایی که هدف ما کاربردهای ممبرانی است فرایندی مطلوب خواهد بود که بیشترین میزان خوردگی در حالی انجام بپذیرد که نمونه‌های ممبران آسیب نبینند و ترک نخورده باشند. قوی‌ترین شرایط اسید شویی که نمونه‌ها در آن هیچ گونه آسیبی ندیدند فرآیند اسید شویی با اسید 0.5 مولار در دمای 50°C به مدت ۶ ساعت بوده است.

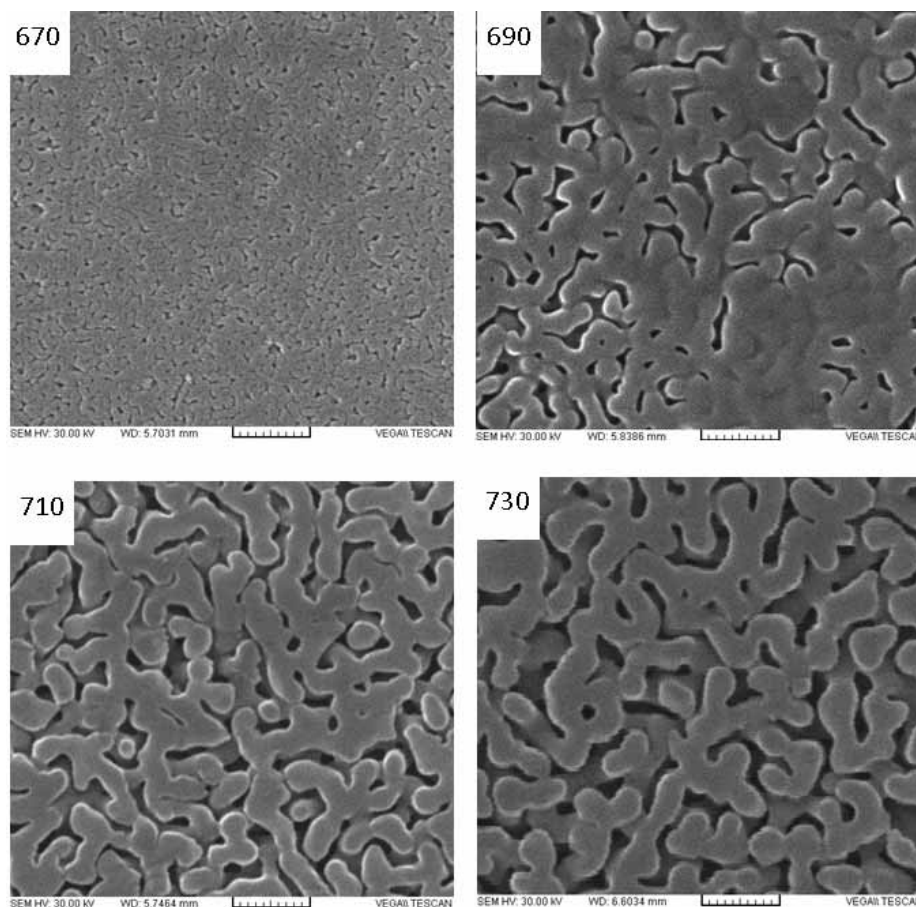


شکل ۵- % MgO متغیر در دمای ثابت 690°C در بزرگنمایی $110 \times$

برای این منظور نمونه‌های ۶ درصد و ۲ درصد MgO اسید شویی شده در این فرآیند جهت انجام آزمایش تخلخل سنجی و تعیین سطح ویژه (BET) انتخاب شدند.

شکل ۷ نمودار جذب و واجذب هم دمای این دو نمونه را نشان می‌دهد. همان گونه که مشاهده می‌شود در هر دو نمودار، جذب در فشار جزئی‌های بالا رخ داده است که این به معنای آن پایین بودن حجم تخلخل‌ها در هر دو نمونه است که البته با توجه به

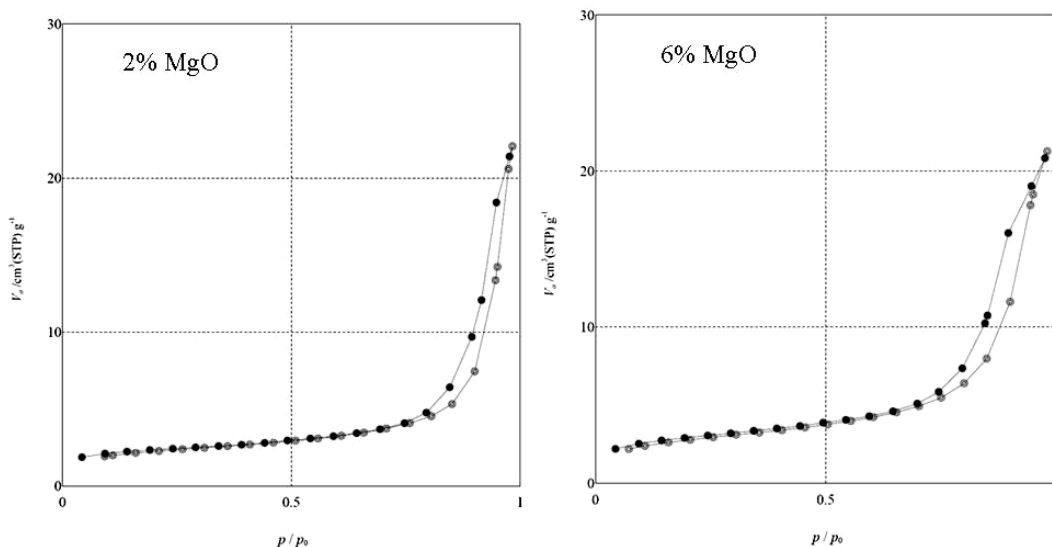
عدم غلظت بالای اسید مورد انتظار بود. فاصله گرفتن نمودار جذب و واجذب بیانگر وجود تخلخل‌هایی است که به وجود آمده است و همان گونه که انتظار می‌رفت این عدم انطباق در نمونه ۶ درصد بیشتر است.



شکل ۶- دمای متغیر برای 4% MgO در بزرگنمایی ۵۰kx

نتایج تعیین سطح ویژه و حجم تخلخل‌ها با استفاده از روش BET نیز این روند را نشان می‌دهد. در جدول ۲ اعداد مربوط به سطح ویژه و حجم حفره‌ها را به این روش نشان می‌دهد. همان گونه که مشاهده می‌گردد قطر حفره‌ها در هر دو نمونه در حدود ۱۵nm است، این در صورتی است که در تصاویر ریزساختاری مشاهده می‌شد که قطر کانال‌های به وجود آمده در اثر جدایش فاز در حدود ۲۰nm تا ۱۰۰ nm بوده‌اند که این بدان معنی است که اسید شویی به طور کامل انجام نگرفته است و یا احتمالاً جدایش فاز در سطح نمونه بیشتر از مرکز آن بوده است.

سطح ویژه و حجم تخلخل کم، می‌تواند به دلیل روش اسید شویی به روش حجمی بوده و به همین دلیل میزان خوردگی کم شده است. در پژوهشی که توسط آنکه و همکاران [۶] بر روی شیشه‌های متخلخل بوروسیلیکاتی انجام گرفته و اسید شویی بر روی پودر انجام گرفته به حجم تخلخل‌هایی حتی تا $0.15 \text{ (cm}^3\text{g}^{-1}\text{)}$ و سطح ویژه تا $290 \text{ (m}^2\text{ g}^{-1}\text{)}$ رسیده است. البته در این پژوهش، عملیات حرارتی در دمای پایین و در مدت زمان بسیار طولانی انجام گرفته است، به همین دلیل جدایش فاز به صورت کانال‌های بسیار باریک و در حد ۱۰nm رخ داده است.

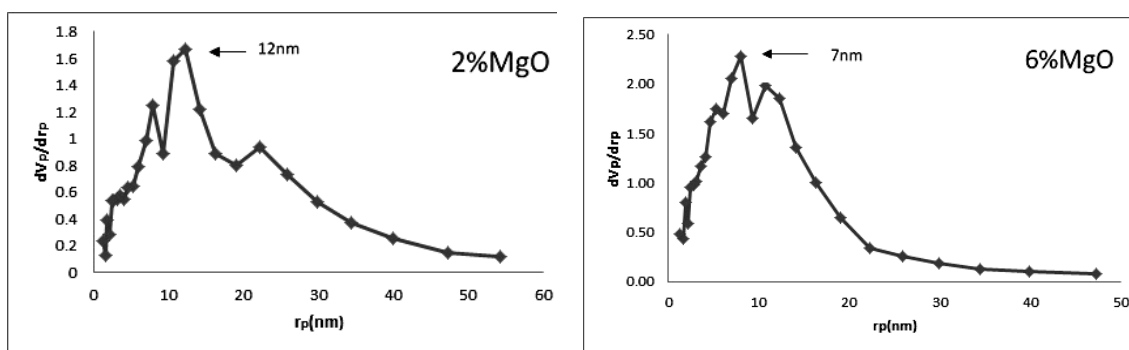


شکل ۷- نمودار جذب و واجذب هم دما نمونه‌های 2M690 و 6M690 اسید شویی شده در HCl ۰/۵ مولار به مدت ۶ ساعت در دمای ۵۰°C

جدول ۲- سطح ویژه، حجم تخلخل‌ها و قطر میانگین نمونه‌های 2M690 و 6M690.

	سطح ویژه [m ² g ⁻¹]	حجم تخلخلی [cm ³ g ⁻¹]	قطر میانگین تخلخل‌ها [nm]
نمونه 2M690	۸/۳۷۹۱	۰/۰۳	۱۶/۲۸۵
نمونه 6M690	۹/۹۶۰۳	۰/۰۳	۱۳/۲۰۳

توزیع اندازه تخلخل‌ها نیز برای دو نمونه اسید شویی شده 2M690 و 6M690 با استفاده از تئوری BJH در شکل ۸ نشان داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود در هر دو نمونه بزرگ‌ترین سایز تخلخل در حدود ۵۰ nm است. علاوه بر این با افزایش درصد MgO، پیک ماکزیمم قطر تخلخل از ۱۲nm به ۷nm کاهش یافته است.

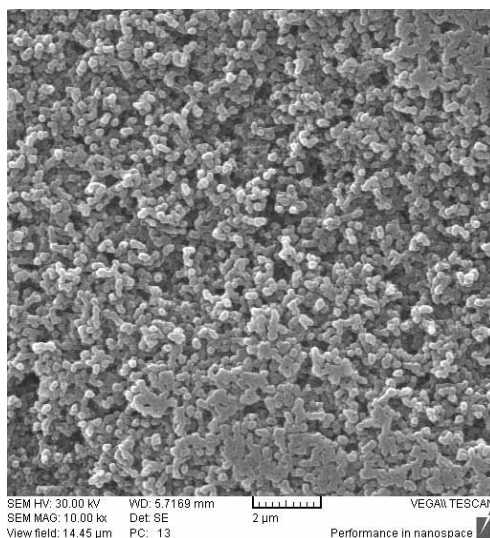


شکل ۸- نمودار توزیع اندازه قطر تخلخل‌های نمونه‌های 2M690 و 6M690.

نتایج ریزساختاری نشان می‌دهد که با افزایش درصد MgO میزان جدایش و اندازه قطر کانال‌ها افزایش پیدا کرده است، این در صورتی است که سایز میانگین حفره‌ها و پیک بیشینه قطر حفره‌ها کاهش یافته است. با توجه به این نکته که MgO هنگام جدایش در فاز بوراتی قرار می‌گیرد، احتمال می‌رود که MgO مقاومت به خوردگی فاز بوراتی را افزایش داده است. همین دلیل

ممکن است باعث کاهش سایز حفره‌ها شده باشد. البته این مطلب که با افزایش MgO میزان جدایش فاز افزایش یافته است را می‌توان در این مطلب مشاهده کرد که با آن که قطر حفره‌ها در نمونه ۶ درصد کاهش یافته است و میزان خوردگی کاهش یافته است، ولی حجم تخلخل نهایی در هر دو نمونه به یک اندازه است و حتی سطح ویژه در نمونه ۶ درصد MgO افزایش یافته که بیانگر این مطلب است که افزایش MgO میزان جدایش فاز را افزایش می‌دهد.

شکل ۹ ریزساختار نمونه 0M730 را نشان می‌دهد که در اثر اچ، نسبت به دیگر نمونه‌ها به شدت خورده شده است. این نکته می‌تواند تأییدی بر این مطلب باشد که ورود MgO درون فاز بوراتی باعث افزایش مقاومت شیمیایی این فاز می‌گردد.



شکل ۹- تصویر SEM نمونه ۷۳۰ بدون MgO که در اثر اچ به شدت خورده شده است.

انتخاب MgO بر اساس بررسی‌های صورت گرفته بر روی تحقیقات انجام گرفته توسط سایر محققین انجام شد. تحقیقات دیگری بر روی سایر افزودنی‌ها مانند [Y]BaO و یا نوع خاصی از ممبران‌های شیشه‌ای با نام شیراسو [A] صورت گرفته است. ولی تأثیر افزودن MgO بر جدایش و تخلخل‌های این سیستم مطالعه نشده است. با توجه به پهنای گنبد نقص انحلال $\Delta_{0.5}$ مربوط به Mg [Y]، اثر بسیار زیاد این افزودنی بر روی جدایش فازی شیشه‌های سیلیکاتی قابل بررسی می‌باشد. در نهایت، افزودن اکسید منیزیم به ترکیب شیشه اولیه اثر بسیار مثبتی بر روی یکنواختی جدایش فاز در تمام سطح شیشه داشت؛ به طوری که نمونه‌های فاقد MgO در تمام دماهای عملیات حرارتی، دارای عدم یکنواختی در جدایش فاز بودند. یعنی دارای نواحی‌ای بودند که یا اصلاً جدایش نداده بودند و یا در حال جدایش فاز یافتن بودند. همچنین با افزایش میزان افزودنی اکسید منیزیم و عبور از مرز ۴ درصد، اثر دما محسوس‌تر می‌شود.

۴- نتیجه‌گیری

۱- افزودن MgO به ترکیب شیشه اولیه اثر بسیار مثبتی بر روی یکنواختی جدایش فاز در تمام سطح شیشه داشت؛ به طوری که نمونه‌های فاقد MgO در تمام دماهای عملیات حرارتی، دارای عدم یکنواختی در جدایش فاز بودند. یعنی دارای نواحی‌ای بودند که یا اصلاً جدایش نداده بودند و یا در حال جدایش فاز یافتن بودند.

- ۲- با افزایش میزان افزودنی MgO و عبور از مرز ۴ درصد، اثر دما محسوس تر می‌شود.
- ۳- سطح ویژه دو نمونه‌ی 2M690 و 6M690 به ترتیب $9/9603 (m^2g^{-1})$ و $8/3791 (m^2g^{-1})$ بود.
- ۴- حجم تخلخل دو نمونه‌ی 2M690 و 6M690 مساوی و برابر با $0/03 (cm^3g^{-1})$ بود.
- ۵- قطر میانگین دو نمونه‌ی 2M690 و 6M690 به ترتیب $13/203 nm$ و $16/285 nm$ بود.

مراجع

1. A. K. Pabby, S. A. (2009). Handbook of Membrane Separations- Chemical, Pharmaceutical, Food, and Biotechnological Applications. Taylor & Francis Group.
2. Z. F. Cul, H. S. Muralidhera. (2010). Membrane Technology. Oxford: ELSEVEIR, P 2.
3. S. T. Gorley, (2010). Handbook of Membrane Research: Properties, Performance and Applications (Chemical Engineering Methods and Technology). Nova Science Publishers.
4. G. Toquer, C. Delchet, M. Nemeč, A. Grandjean, Effect of Leaching Concentration and Time on the Morphology of pores in Porous Glass. Non-Crystalline Solids, 357, 1552-1557, 2011.
5. V. K. Marghussian and H. Sarpoolaky, Rheological behaviour of vycor silica glass slip. British Ceramic Transaction, 96, 149-154, 1997.
6. Marković, D. Stoltenberg, D. Enke, E.-U. Schlünder, A. Seidel-Morgenstern. (2009). Gas permeation through porous glass membranes Part I. Mesoporous glasses—Effect of pore diameter and surface properties. Journal of Membrane Science.
7. B. K. Mishra, V. Sudarshan, C. P. Kaushik, K. Raj, Sk. Kulshreshtha, A. K. Tyagi. (2007). Effect of BaO addition on the structural aspects and thermophysical properties of sodium borosilicate glasses. Non-crystalline solids.
8. Kukizaki, Masato. "Large-scale production of alkali-resistant Shirasu porous glass (SPG) membranes: Influence of ZrO₂ addition on crystallization and phase separation in Na₂O–CaO–Al₂O₃–B₂O₃–SiO₂ glasses; and alkali durability and pore morphology of the membranes." Journal of Membrane Science, 2010: 426--435.
۹. "جدایش فازی مایع-مایع در شیشه‌ها." شیشه: ساختار، خواص و کاربردها، واهاک کاسپاری مارقوسیان، ۶۴-۶۶. تهران: دانشگاه علم و صنعت تهران، ۱۳۸۶.