

ساخت بدنه‌های متخلخل ژئولیتی به روش ریخته‌گری ژلی و تحلیل ویژگی‌های آن با روش سطح پاسخ به منظور حذف متیلن بلو از محلول آبی

نوع مقاله: علمی پژوهشی

نیلوفر کریمی دهنوی^۱، حسین سرپولکی^{۲*}، سید امیر غفاری^۳، احمد کیوانی^۴

^۱ دانشکده مهندسی مواد دانشگاه علم و صنعت

^۲ استاد دانشگاه علم و صنعت ایران

^۳ استادیار دانشگاه علم و صنعت

^۴ دانشیار دانشگاه شهرکرد

* hsarpoolaky@iust.ac.ir

چکیده:

بدنه‌های متخلخل ژئولیتی با استفاده از طراحی آزمایش به روش سطح پاسخ (RSM) با کمک نرم‌افزار Design Expert 7.0 و به روش ریخته‌گری ژلی با عامل ژلی شدن آگار تولید شدند. جهت پایداریسازی دوغاب، از تری‌پلی‌فسفات به عنوان پراکنده‌ساز و دودسیل سولفات سدیم به عنوان سورفکتانت استفاده شد. نمونه‌ها ۱ ساعت در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد پخت شد. درصد وزنی آگار و ژئولیت به عنوان متغیرهای مستقل و استحکام فشاری، درصد تخلخل و چگالی به عنوان متغیرهای وابسته در نظر گرفته شدند و رابطه‌های ریاضی حاکم بر این متغیرها توسط نرم‌افزار استخراج شد. نتیجه‌ها نشان داد که استحکام با افزایش میزان ژئولیت و نیز کاهش سهم آگار در بدنه‌ها، افزایش و درصد تخلخل و چگالی کاهش می‌یابند. در ادامه بهینه‌سازی فرایند انجام شد و ۱ درصد وزنی آگار و ۴۰ درصد وزنی ژئولیت برای داشتن بهینه مقدار استحکام فشاری و درصد تخلخل توسط نرم‌افزار معرفی شد. بدنه‌های متخلخل ژئولیتی با ترکیب بهینه دارای ۵۴/۴ درصد تخلخل، چگالی 0.9 g/cm^3 و استحکام فشاری $6/67 \text{ MPa}$ ساخته و مشاهده شد که بین مقدارهای پیش‌بینی شده توسط نرم‌افزار و مقدارهای اندازه‌گیری شده تفاوت اندکی وجود دارد. با افزایش زمان هم‌زدن دوغاب از ۱/۵ دقیقه به ۳ دقیقه، بدنه متخلخل ژئولیتی دارای ۶۷ درصد تخلخل، چگالی 0.69 g/cm^3 و استحکام فشاری $5/3 \text{ MPa}$ ساخته شد. به منظور بررسی تغییرات فازی و ریزساختاری از آنالیزهای XRD و SEM استفاده شده و از محاسبه میانگین اندازه تخلخل‌ها نیز که به وسیله نرم‌افزار ImageJ انجام گرفت، مشاهده شد میانگین اندازه تخلخل‌ها با افزایش زمان هم‌زدن دوغاب افزایش می‌یابد. بیش‌ترین درصد جذب آلاینده متیلن بلو در غلظت 4 ppm و پس از گذشت ۷۲ ساعت، ۹۸/۹۴ درصد به دست آمد.

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۲۹ دی ۱۴۰۰

پذیرش: ۲۲ خرداد ۱۴۰۱

صفحه ۴۴ تا صفحه ۵۷

در دسترس در نشانی:

www.ijcse.ir

زبان نشریه: فارسی

شاپا چاپی: ۲۳۵۲-۲۳۲۲

شاپا الکترونیکی:

۳۰۰۳-۲۷۸۳

کلیدواژه:

آگار، ژئولیت، روش سطح پاسخ، ریخته‌گری ژلی، متیلن بلو.

20.1001.1.23222352.1401.10.0.30.3

کد DOR:

و قلیایی خاکی به ویژه سدیم، کلسیم، منیزیم، استرانسیم و

باریم هستند که شبکه‌های سه‌بعدی متشکل از چهاروجهی

ژئولیت‌ها، آلومینا سیلیکات‌های بلوری و هیدراته فلزات قلیایی

۱- مقدمه



یک مونومر اصلی و ان-ان متیلن بیس آکریل آمید^۲ به عنوان یک اتصال دهنده عرضی^۳ مورد استفاده قرار گرفت. بسپارش درجا^۴ این پلیمر منجر به تشکیل ژلی سه بعدی می شود که ذرات سرامیکی را به دام می اندازد [۵]. استفاده از آکریل آمید با توجه به سمیت آن به تدریج رو به کاهش است و تحقیقات جهت یافتن ماده ای غیرسمی یا کم سمی برای انواع مواد سرامیکی جهت کاهش خطرات عملیاتی و آلودگی محیط زیست گزارش شده است. بنابراین بسیاری از مونومرهای سنتزی، همچنین بسیاری از بیوپلیمرها و پلیمرهای طبیعی شامل پروتئین های حلقوی^۵ مانند آلبومین^۶، آلبومین (به عنوان مثال سفیده تخم مرغ)، آگار^۷ و آگارز^۸، ژلاتین^۹، کاراگینان^{۱۰}، کیتوزان^{۱۱} و آلژینات سدیم^{۱۲} پیشنهاد شده و مورد آزمایش قرار گرفته اند [۶]. آگار از ترکیب دو پلی ساکارید با نام های آگارز و آگاروپکتین^{۱۳} تشکیل شده که تقریباً ۷۰ درصد آن را آگارز تشکیل می دهد و آگارز یک پلیمر خطی است که از واحدهای تکرار شونده آگاروبیوز^{۱۴} تشکیل شده است. از آگارز برای ساخت بدنه های آلومینایی و زیرکونیایی استفاده می شود. البته از محدودیت های آگارز کنترل سخت رفتار جریان یابی در دماهای بالا و قیمت بالا می باشد [۷]. از آگار و آگارز برای ریخته گری ژلی، کوردیریت متخلخل، Si_3N_4 و BaTiO_3 نیز استفاده شده است این دو پلی ساکارید دارای زنجیره یکسان (واحدهای تکرار شونده دی

های $(\text{SiO}_4)^{4-}$ و $(\text{AlO}_4)^{4-}$ دارند و اتم اتصال دهنده آن ها اکسیژن می باشد و هر چهار ضلعی $(\text{AlO}_4)^{4-}$ در شبکه بلوری ژئولیت یک بار منفی القاء می کند که با کاتیون هایی که در خارج از شبکه بلور ژئولیت می باشند خنثی می شود. ژئولیت ها در صنعت به عنوان تبادل کننده یون، جاذب و کاتالیزر به کار می رود [۱]. با توجه به ویژگی و کاربردهای ژئولیت، استفاده به صورت پودری با اندازه ذرات به طور متوسط کم تر از چند میکرومتر به علت پایین بودن چگالی پودر و در نتیجه ایجاد غبار، مشکلات حمل و نقل و رفتارهای متفاوت در سیالات به هنگام استفاده از پودر مشکلاتی را در استفاده عملی با هدف جذب و جداسازی و یا فرایندهای کاتالیزوری ایجاد می کند. بنابراین به منظور استفاده از ژئولیت در فرایندهای صنعتی، باید آن را به شکل هایی درآورد که علاوه بر خواص فیزیکی مناسب استحکام کافی داشته باشد [۲]. انتخاب یک روش شکل دهی مناسب با کم ترین انحراف از هدف اصلی امری ضروری است. ریخته گری ژلی که بر اساس معلق نگه داشتن ذرات سرامیکی توسط پلیمری شدن درجا مونومرها می باشد، نه تنها امکان آماده سازی اجزای سرامیکی پیچیده و مترکم با یکنواختی زیاد را می دهد، بلکه می توان به وسیله آن، سرامیک های متخلخل با حفرات یکنواخت و حتی سلسله مراتبی را پس از خروج مواد آلی از سیستم ساخت [۳، ۴]. اولین سیستم ریخته گری ژلی بر اساس آکریل آمید^۱ به عنوان

^۸ Agarose

^۹ Gelatin

^{۱۰} Carrageenan

^{۱۱} Chitosan

^{۱۲} Sodium alginate

^{۱۳} Agaropectin

^{۱۴} Agarobiose

^۱ Acrylamide (AM)

^۲ N,N-Methylenebis (acrylamide) (MBAM)

^۳ Cross-linker

^۴ In situ polymerization

^۵ Globular protein

^۶ Albumin

^۷ Agar



اهداف ذکر شده را برآورده می‌سازد، طراحی آزمایش^۱ نام دارد که عبارتست از ایجاد تغییرات هدفمند در ورودی‌ها یا مشخصه‌های یک فرآیند به منظور مشاهده و آزمودن تغییرات حاصل در خروجی‌ها یا نتایج. در واقع یک فرآیند از ترکیب ماشین‌ها، مواد، روش‌ها، انسان، محیط و اندازه‌گیری‌های مربوطه تشکیل شده که در نهایت منجر به تولید یک محصول یا خدمت می‌گردد [۸]. در این پژوهش از ترکیب آگار و زئولیت برای ساخت بدنه‌های متخلخل زئولیتی استفاده شده است. طراحی آزمایش به روش سطح پاسخ^۲ و با استفاده از نرم‌افزار Design Expert 7.0 انجام پذیرفت و رابطه‌های ریاضی حاکم بین متغیرهای مستقل ارایه شد. چگونگی تأثیر دو پارامتر مستقل بر روی متغیرهای وابسته به صورت گرافیکی بررسی شد و درصد بهینه این دو متغیر معرفی شد. همچنین ویژگی‌های فازی و ساختاری بدنه بهینه ساخته شده کاملاً بررسی شد. درصد وزنی آگار و زئولیت به عنوان متغیرهای مستقل و درصد تخلخل، استحکام فشاری و چگالی بدنه‌ها به عنوان متغیرهای وابسته در نظر گرفته شده‌اند.

۲- فعالیت‌های تجربی

۲-۱- مواد اولیه

در این تحقیق جهت آماده‌سازی دوغاب از آب مقطر و پودر زئولیت طبیعی (کلینوپتلولیت استخراج شده از معادن سمنان) با اندازه‌ی بین $10\text{--}6\ \mu\text{m}$ پراکنده‌ساز مصرفی تری‌پلی‌فسفات با فرمول شیمیایی $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ ، عامل ژل‌کننده مصرفی جهت ریخته‌گری ژلی آگار استفاده شد. همچنین از محلول ۳ درصد دودسیل سولفات سدیم (SDS) با فرمول شیمیایی $\text{NaC}_{12}\text{H}_{25}\text{SO}_4$ نیز

^۲ Response Surface Methodology (RSM)

ساکارید به نام آگاروبیوز) می‌باشند. در دماهای بالاتر از ۴۰ درجه سانتی‌گراد، آگارز به صورت کوپل‌های (مارپیچ) تصادفی شکل می‌گردد که در هنگام سرد شدن از طریق ایجاد پیوند هیدروژنی منجر به تشکیل ژل مستحکم می‌گردد. محلول آگار دارای هسیترزیس قابل توجهی به دلیل تغییرات برگشت پذیر با حرارت برای تشکیل ژل در هنگام سرد شدن به زیر ۴۰-۳۰ درجه سانتی‌گراد بوده و برای ذوب شدن نیاز به حرارت‌دهی تا حدود $95\text{--}85^\circ\text{C}$ دارد. ترکیب دوغاب سرامیکی (بار جامد و غلظت عامل ژل‌کننده) بر اساس دو عامل مهم استحکام قطعه خام و گرانشی دوغاب تعیین می‌گردد. هنگامی که بار جامد و غلظت آگارز بالا باشد، گرانشی به حدی می‌رسد که خروج از قالب و ریخته‌گری دشوار می‌شود. با کاهش بار جامد و غلظت آگار، استحکام خام بدنه به حدی می‌رسد که به دلیل عدم توانایی تحمل تنش‌های ناشی از وزن خود، دچار تغییر شکل می‌شود. بنابراین، انتخاب ترکیب مناسب در محدوده این دو عامل برای ساخت بدنه‌هایی با استحکام مناسب و حداقل عیب ضروری است [۶، ۷]. انجام آزمایش همواره متضمن هزینه و زمان است. از این رو انجام آزمایش‌های مؤثر که با صرف حداقل هزینه و زمان، بیش‌ترین اطلاعات را به دست بدهد هدف هر مهندس یا محقق است و این هزینه و زمان هنگامی که تعداد عوامل افزایش پیدا کند به صورت صعودی افزایش پیدا می‌کند. بنابراین به روشی نیاز است که در آن بتوان با صرف حداقل هزینه و زمان، به بیش‌ترین اطلاعات در مورد فرآیند دست پیدا کرد، نتیجه‌گیری‌های منطقی ارائه کرد و مدارک مستند در خصوص فرآیند بدست آورد. روشی که به بهترین شکل

^۱ Design of Experiments (DOE)



به عنوان سورفکتانت استفاده شد.

۲-۲- طراحی آزمایش

به منظور ساخت نمونه‌ها طراحی آزمایش به روش سطح پاسخ و با کمک نرم‌افزار Design Expert 7.0 انجام پذیرفت. بدین منظور از جعبه طراحی ترکیب مرکزی و انتخاب سه سطح از متغیرهای مستقل، استفاده شد. متغیرهای مستقل انتخاب شده نسبت وزنی آگار (A) و درصد زئولیت (B) بودند. با توجه به آزمایش‌های اولیه مقادیر این دو متغیر مستقل مطابق جدول ۱ در نظر گرفته شد. مقادیر در نرم‌افزار وارد شدند.

جدول ۱- متغیرها و مقادیر آنها

سطح تغییر	درصد وزنی زئولیت	درصد وزنی آگار
-۱	۳۵	۰/۱۳
۰	۴۲/۵	۰/۵۶۵
+۱	۵۰	۱

همچنین استحکام فشاری، درصد تخلخل، چگالی به عنوان متغیرهای وابسته در نظر گرفته شدند. جدول ۲ که شامل مقادیرهای گوناگون متغیرهای مستقل است توسط نرم‌افزار پیشنهاد شد و نمونه‌ها بر این اساس ساخته شدند. و پس از اندازه‌گیری متغیرهای وابسته در نرم‌افزار وارد شدند.

۲-۳- آماده‌سازی دوغاب و ساخت بدنه

برای آماده‌سازی بدنه زئولیتی، توزین مواد اولیه مصرفی توسط یک ترازوی دو رقمی (CP4202 S, Sartorius) انجام شد. در ابتدا با اندازه‌گیری رفتار ته‌نشینی دوغاب زئولیتی بعد از ۲۴ ساعت با درصد وزنی مختلف تری‌پلی‌فسفات (نسبت به زئولیت مصرفی)، ۱ درصد وزنی تری‌پلی‌فسفات در آب حل شد. سپس پودر زئولیت با درصد وزنی کلی مختلف به آن اضافه شد و تا رسیدن به یک دوغاب همگن به وسیله هم‌زن

جدول ۲- آزمایش طراحی شده به وسیله نرم‌افزار

ردیف	درصد وزنی آگار	درصد وزنی زئولیت	درصد تخلخل	استحکام	دانسیته
۱	۰/۵۶۵	۴۲/۵	۵۵	۹	۱/۱
۲	۰/۵۶۵	۳۵	۵۲	۵	۰/۷۸
۳	۱	۵۰	۳۵	۱۸	۱/۲
۴	۰/۵۶۵	۴۲/۵	۵۲	۹	۱/۰۵
۵	۰/۱۳	۴۲/۵	۳۴	۱۰	۱/۱
۶	۰/۱۳	۳۵	۳۷	۵/۵	۰/۹۵
۷	۰/۵۶۵	۴۲/۵	۵۳/۸	۸	۱/۰۷
۸	۰/۵۶۵	۴۲/۵	۵۲/۹	۹	۱/۰۷
۹	۱	۳۵	۶۰	۴	۰/۷
۱۰	۰/۱۳	۵۰	۲۳	۲۰	۱/۴
۱۱	۱	۴۲/۵	۵۴	۷	۰/۹۷
۱۲	۰/۵۶۵	۴۲/۵	۵۲/۵	۹	۱/۱۲
۱۳	۰/۵۶۵	۵۰	۳۲	۱۷	۱/۳



پس از ساخت نمونه‌های اولیه (۱۳ عدد) با توجه به مقدارهای پیشنهاد شده توسط نرم‌افزار برای درصد وزنی آگار و نیز درصد وزنی زئولیت، مقدارهای چگالی، استحکام فشاری و درصد تخلخل نمونه‌ها اندازه‌گیری و وارد نرم‌افزار شدند. نمونه‌ها ساخته شدند. نتیجه‌های به دست آمده در جدول ۲ نشان داده شده است و اثر درصد وزنی آگار و نیز درصد وزنی زئولیت بر روی استحکام فشاری، درصد تخلخل و چگالی بررسی شد. پس از وارد نمودن داده‌های مربوط به نمونه‌ها، نرم‌افزار رابطه‌های ریاضی را برای وابستگی استحکام فشاری، درصد تخلخل و دانسیته به درصد وزنی آگار (A) و درصد زئولیت (B) ارائه نمود (جدول ۳). برای ساخت بدنه‌های بهینه برای برخی از ویژگی‌ها محدودیت‌هایی در نظر گرفته شد به این صورت که درصد تخلخل و استحکام در نرم‌افزار بیشینه و مقدار دانسیته کمینه مقدار انتخاب شد؛ تا بدنه‌ها تولید شده بیش‌ترین کارایی را داشته باشند. سپس بهینه‌سازی توسط نرم‌افزار صورت پذیرفت و شرایط تولید بدنه بهینه را اعلام نمود (جدول ۴). با توجه به مقدارهای معرفی شده توسط نرم‌افزار برای درصد وزنی آگار (۱) و نیز درصد وزنی زئولیت (۴۰) بدنه‌های بهینه ساخته شدند و آزمایش‌های تکمیلی از جمله آزمون فشار، چگالی و تخلخل، SEM، XRD بر روی آن‌ها انجام پذیرفت. همچنین به منظور بررسی اثر زمان هم‌زدن دوغاب بر روی ویژگی‌های فیزیکی و مکانیکی نمونه‌ها، دوغاب با همزن مکانیکی (Ss3, Italy) به مدت ۱/۵ دقیقه و ۳ دقیقه همگن شد و مقادیر تخلخل و چگالی و استحکام آن‌ها بررسی شد.

۳- بحث و نتایج

به منظور بررسی قابل پذیرش بودن تأثیر پارامترهای انتخاب شده بر روی ویژگی نمونه‌ها مقادیر P-value بررسی شد.

مغناطیسی (MR hei-Standard) با دور همزن ۳۰۰ rpm هم‌زدن ادامه پیدا کرد. دوغاب همگن به دمای ۶۰ درجه رسانده شد. پس از آن مقادیر مختلف (برحسب درصد وزنی زئولیت مصرفی) از محلول ۵ درصد وزنی آگار (آگار به مدت یک ساعت و در دما ۸۰ درجه سانتی‌گراد در آب حل شده است) به دوغاب مورد نظر اضافه شده و به وسیله هم‌زن مغناطیسی (MR hei-Standard) با دور همزن ۳۰۰ rpm همگن می‌شود. پس از اختلاط کامل در دوغاب، ۱ درصد وزنی سدیم دودسیل سولفات به عنوان سورفکتانت و به منظور حبس کردن حباب‌های هوا و ایجاد تخلخل اضافه در نمونه‌ها، به دوغاب گرم اضافه شد و با همزن مکانیکی (Ss3, Italy) به مدت ۱/۵ دقیقه همگن شد. سپس دوغاب درون قالب‌های پلی‌اتیلنی با قطر ۱/۵ و ارتفاع ۳ cm ریخته شد. بعد از ۱۰ دقیقه، نمونه‌ها کاملاً حالت ژلی به خود گرفته و به راحتی امکان جداسازی از قالب فراهم شد.

پس از خارج کردن نمونه‌ها از قالب به مدت ۴۸ ساعت در هوای آزاد خشک شدند. بعد از خشک شدن، بدنه‌های خام زئولیتی در کوره محفظه‌ای (AZAR Furnaces Co, F10L 1720, Iran) در دمای ۸۰۰°C پخت شدند و چرخه پخت بدین صورت تنظیم شد:

- افزایش دما از دمای محیط تا دمای ۶۰۰°C با سرعت ۵°C/min و نگهداری در دمای ۶۰۰°C به مدت ۶۰ دقیقه به منظور حذف چسب‌های آلی
- افزایش دما از ۶۰۰°C تا ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد با سرعت ۱۰°C/min و باقی ماندن به مدت ۱ ساعت در دما ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد و سرمایش با سرعت طبیعی کوره تا دمای محیط



جدول ۳- رابطه‌های ریاضی به دست آمده بین متغیرهای مستقل و وابسته انتخاب شده

P-value	رابطه ریاضی استخراج شده	کمیت	ردیف
<0.0001	$-202.79257+94.80672A+11.78031B-0.842912AB-33.54882A^2-0.148414B^2$	درصد تخلخل	۱
<0.0001	$-2.45388+14.15064A-0.268046B-0.459770AB-2.35079A^2+0.018759B^2$	استحکام	۲
<0.0001	$-0.200470-0.222222A+0.032627B$	چگالی	۳

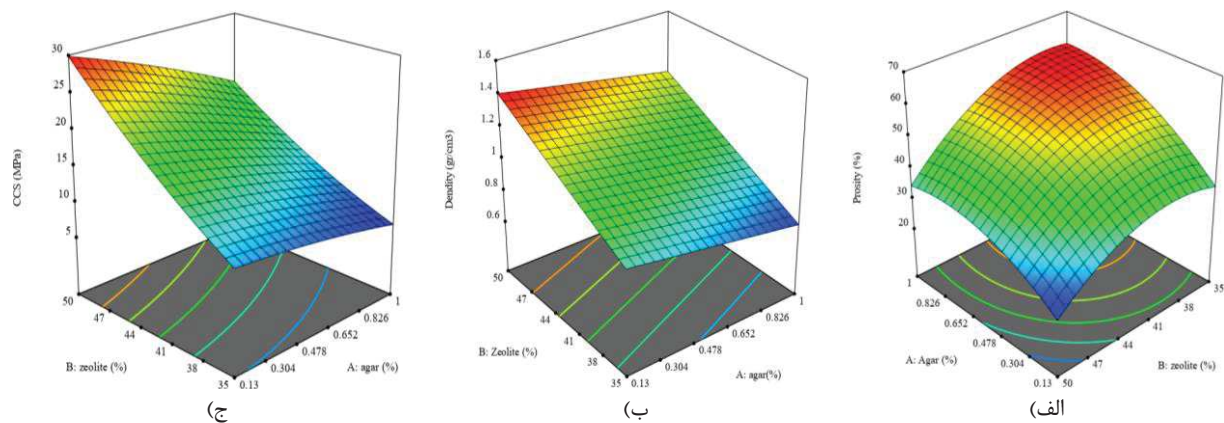
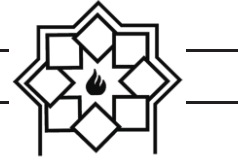
جدول ۴- مقدارهای بهینه متغیرهای مستقل معرفی شده توسط نرم‌افزار و مقادیر پیش‌بینی شده برای متغیرهای وابسته

ردیف	درصد آگار	درصد زئولیت	درصد تخلخل	استحکام	دانسیته
۱	۱	۴۰	۵۸	۶	۰/۸۹

(نتیجه‌ها تنها برای خود مدل در جدول ۳ ارائه شده است). هر چه مقدارهای R^2 Pred- R^2 و Adj- R^2 به یک نزدیک‌تر باشد نشان‌دهنده مناسب بودن مدل انتخاب شده است [۹]، مقدارهای R^2 ، Adj- R^2 و Pred- R^2 برای استحکام نمونه‌ها به ترتیب عبارتند از: ۰/۹۸۷۳، ۰/۹۹۲۶، ۰/۹۸۳۴ و برای تخلخل نمونه‌ها به ترتیب عبارتند از: ۰/۹۶۵۹، ۰/۹۸۰۱، ۰/۸۷۸۲ که نشان‌دهنده مناسب بودن مدل درجه دوم برای پیش‌بینی چگونگی وابستگی استحکام فشاری و درصد تخلخل با درصد وزنی آگار و درصد وزنی زئولیت است. با توجه به داده‌های بالا می‌توان نتیجه گرفت مدل مرتبه دوم معرفی شده توسط روش سطح پاسخ به خوبی می‌تواند رفتار استحکام فشاری و درصد تخلخل نمونه‌ها را در گستره وسیعی از متغیرهای مستقل انتخاب شده پیش‌بینی نماید. مقدارهای R^2 ، Adj- R^2 و Pred- R^2 برای چگالی نمونه‌ها نیز به ترتیب ۰/۹۶۶۹، ۰/۹۷۲۴ و ۰/۹۵۳۶ محاسبه شده است و مدل مرتبه اول معرفی شده است.

در شکل ۱ نمایش داده شده است. همان‌گونه که دیده می‌شود در همه مقدارهای زئولیت، با افزایش درصد وزنی آگار استحکام فشاری کاهش یافته است. بیش‌ترین میزان استحکام فشاری مربوط به حضور حدود ۰/۱۳ درصد وزنی آگار در بدنه متشکل از ۵۰ درصد وزنی زئولیت است. افزودن آگار باعث افزایش تخلخل بدنه‌ها شده است به طوری که درصد تخلخل از حدود ۳۴ درصد در بدنه با ۰/۱۳ درصد آگار به حدود ۵۴ درصد در بدنه با ۱ درصد آگار و حاوی ۴۲/۵ درصد زئولیت افزایش یافته است. با افزایش مقدار آگار گرانروی دوغاب نیز افزایش می‌یابد. علاوه بر این، سرعت و زمان ژل شدن که یک عامل مهم در سیستم‌های کلوئیدی است را تحت تاثیر می‌گذارد. به گونه‌ای که سرعت بالای ژل شدن باعث مشکلات ریخته‌گری می‌شود و کم بودن مقدار ژل باعث رسوب پودر سرامیک در دوغاب می‌شود [۱۰]. در همه نمونه‌ها با افزایش مقدار آگار زمان مورد نیاز برای ژل شدن بدنه کاهش یافته و مشاهده می‌شود که با افزایش مقدار آگار از ۰/۱۳ تا ۱ درصد وزنی مقادیر تخلخل افزایش یافته است؛ زیرا، با افزایش مقدار آگار تخلخل‌های ناشی از سوختن

تأثیر درصد وزنی آگار (A) و درصد وزنی زئولیت (B) بر روی استحکام فشاری، چگالی و درصد تخلخل نمونه‌ها ساخته شده



شکل ۱- تاثیر درصد وزنی آگار و زئولیت بر الف) درصد تخلخل ب) چگالی ج) استحکام فشاری

مایع در دوغاب است، حباب ایجاد شده و در نهایت درصد تخلخل در قطعه نهایی کاهش خواهد یافت و این امر سبب افزایش چگالی و کاهش تخلخل خواهد شد.

۳-۱- بررسی بدنه بهینه ساخته شده

نمونه بهینه با توجه به پیشنهاد نرم‌افزار (۱ درصد وزنی آگار و ۴۰ درصد وزنی زئولیت) تولید شد. همچنین به منظور بررسی اثر زمان هم‌زدن دوغاب بر روی ویژگی‌های فیزیکی و مکانیکی نمونه‌ها، دوغاب با هم‌زن مکانیکی (Ss3, Italy) به مدت ۱/۵ دقیقه و ۳ دقیقه هم‌گن شد و مقادیر تخلخل و چگالی و استحکام آن‌ها بررسی شد. و نمونه‌ها بر اساس دما، مقدار آگار، مقدار زئولیت و زمان هم‌زدن دوغاب مطابق جدول زیر نام‌گذاری شدند. مقادیرهای پیش‌بینی شده برای استحکام فشاری، درصد تخلخل و چگالی نمونه بهینه به ترتیب عبارتند از ۶ MPa، ۵۸٪ و 0.89 gr/cm^3 مقادیر اندازه‌گیری شده به ترتیب ۶/۶۷ MPa و ۵۵٪ و 0.9 gr/cm^3 است همان‌طور که دیده می‌شود بین مقادیرهای پیش‌بینی شده توسط نرم‌افزار و

آگار افزایش یافته و درصد تخلخل باز نمونه‌ها افزایش پیدا می‌کند که این خود دلیل کاهش استحکام نمونه‌ها با افزایش مقدار آگار است. علاوه بر این با افزایش مقدار آگار، از جدایش و یا ته‌نشین شدن ذرات جلوگیری می‌کند و ژل استحکام کافی برای مقاومت در برابر تنش‌های مویینگی حین خشک شدن بدنه‌ها می‌دهد. چگالی نمونه‌ها به دنبال سوختن آگار و ایجاد تخلخل کاهش می‌یابد. با افزایش بار جامد از ۳۵ درصد وزنی زئولیت به ۵۰ درصد وزنی، فشردگی بین ذرات زئولیت افزایش یافته به بیان دیگر برهم‌کنش و احتمال برخورد ذرات با یک دیگر بیش‌تر شده در نتیجه چگالی بدنه‌ها از ۱ افزایش یافته و مقادیر تخلخل نمونه‌ها به علت افزایش فشردگی کاهش می‌یابد. به عبارت دیگر با افزایش درصد جامد، چگالی افزایش یافته و درصد تخلخل کاهش می‌یابد. کاهش درصد تخلخل را می‌توان به افزایش گرانروی دوغاب و کاهش قابلیت حباب‌زایی با افزایش درصد جامد دانست؛ زیرا ایجاد حباب در دوغاب توسط مایع درون دوغاب انجام می‌شود. بنابراین با افزایش درصد جامد که به معنای کاهش فاز



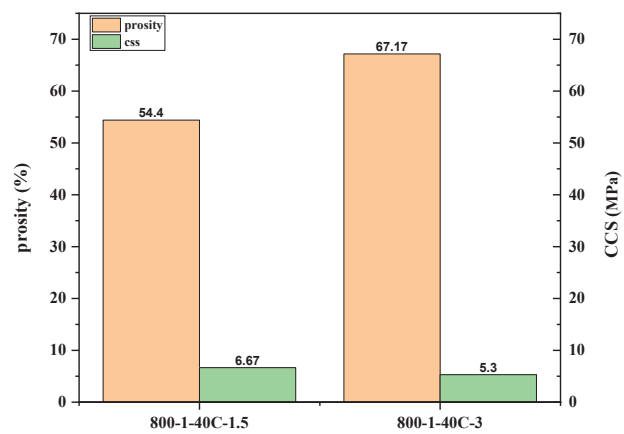
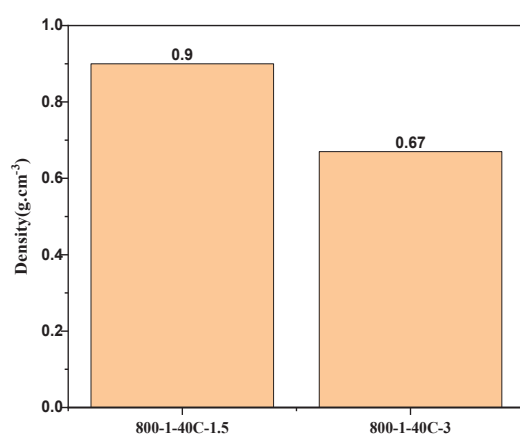
مولکول‌های SDS از داخل دوغاب به سمت سطوح تولید شده جدید حرکت می‌کنند تا از نازک شدن بیش‌تر دیواره‌ها ممانعت کنند. زمانی که اغلب مولکول‌های SDS به فصل مشترک گاز-مایع چسبیدند، دیگر پایدارسازی دیواره‌های جدید امکان‌پذیر نیست و افزایش حجم دوغاب ناچیز خواهد بود [۱۱].

با افزایش زمان هم‌زدن دوغاب، میزان حبس حباب‌های هوا در دوغاب ژئولیتی افزایش و به دنبال آن میزان تخلخل بدنه‌ها افزایش می‌یابد. در نتیجه با افزایش زمان هم‌زدن به علت حبس بیش‌تر حباب‌های هوا و بزرگ و عمیق شدن آن‌ها مقادیر تخلخل و جذب آب افزایش و به دنبال آن چگالی، استحکام و انقباض نمونه‌ها کاهش یافته است. چگالی نمونه $1/5-40C-1-800-0.9 \text{ g/cm}^3$ و تخلخل آن

مقدارهای واقعی اندازه‌گیری شده تفاوت اندکی وجود دارد که خود گواه بر مناسب بودن مدل انتخاب شده و شرایط طراحی آزمایش است. نتیجه‌های مربوط به اثر زمان هم‌زدن دوغاب بر استحکام بدنه بهینه ساخته شده در شکل ۲ نمایش داده شده است. همانطور که دیده می‌شود کم‌ترین میزان استحکام مربوط به بدنه با زمان هم‌زدن بیش‌تر است؛ در حالی که مقدار درصد تخلخل در این نمونه بیش‌ترین است. با افزایش زمان هم‌زدن، حجم فوم افزایش یافته باعث ایجاد حباب در دوغاب می‌شود. مولکول‌های SDS تمایل دارند روی مرز مشترک گاز مایع جذب شوند و یک قسمت آبریز را از حلال بیرون بریزند و یک قسمت آب‌دوست را در تماس با مایع قرار دهند. بنابراین تنش سطح مشترک گازی و مایع را کاهش می‌دهند. بنابراین اطراف هر حباب لایه نازکی از مایع تشکیل می‌شود.

جدول ۵- نام‌گذاری نمونه‌ها

زمان هم‌زدن دوغاب	درصد ژئولیت	درصد آگار	دمای پخت	ردیف
1.5	40C	1	800	800-1-40C-1.5
3	40C	1	800	800-1-40C-3



شکل ۲- اثر زمان هم‌زدن دوغاب بر الف) درصد تخلخل و استحکام ب) چگالی



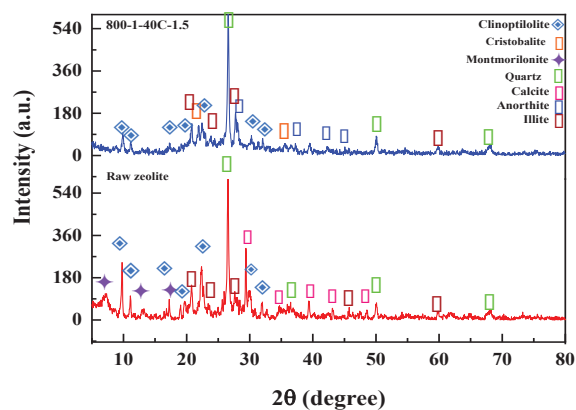
۳-۳- بررسی ریزساختاری

تصاویر SEM حاصل از سطح مقطع برش داده شده نمونه‌های ۳-۴۰C-۱-۵، ۳-۴۰C-۱-۸۰۰ و با بزرگ‌نمایی مختلف در ادامه آورده شده است. در شکل ۴ تصاویر SEM نمونه ۳-۴۰C-۱-۵ در بزرگ‌نمایی مختلف نشان داده شده است. علاوه بر وجود تخلخل‌های ساختاری در زئولیت، حبس شدن حباب‌های هوا درون دوغاب، سوختن آگار و سدیم دودسیل سولفات باعث ایجاد تخلخل‌هایی با اندازه متفاوت در نمونه ۳-۴۰C-۱-۵ شده است. اندازه تخلخل‌ها در محدوده ۴۰ تا ۱۰۰ میکرومتر در تحقیق حاضر، تاثیر استفاده از سورفکتانت و هم‌زدن دوغاب در ایجاد تخلخل‌های بزرگ‌تر را نشان می‌دهد. در پژوهش حاضر مورفولوژی زئولیت در دمای ۸۰۰°C ورقه‌های جدا از هم مشاهده می‌شود. در سایر مطالعات پیرامون زئولیت کلینوپتیلولیت، مورفولوژی زئولیت که دارای فاز کلینوپتیلولیت است به صورت پولک و صفحه‌های جدا از هم مشاهده می‌شود [۱۴، ۱۵]. فردریک و همکارانش [۱۵] در بررسی ریز ساختار زئولیت نشان دادند که کلینوپتیلولیت به صورت ورقه‌های چندین میکرونی و ضخامت ۱-۲ میکرون وجود دارد و بسیاری از آن‌ها تابوت شکل هستند. در نمونه ۳-۴۰C-۱-۸۰۰ تعداد تخلخل‌ها و اندازه‌ی آن‌ها نسبت به نمونه ۳-۴۰C-۱-۵ افزایش یافته است. با مقایسه این دو نمونه می‌توان گفت با افزایش زمان هم‌زدن از ۱/۵ به ۳ دقیقه، هوای بیش‌تری وارد دوغاب شده و حباب‌های هوا به صورت تخلخل‌های کروی بزرگ‌تر و عمیق‌تر با اندازه‌های مختلف در نمونه ۳-۴۰C-۱-۸۰۰ به وجود آمده است که این موضوع درستی افزایش درصد

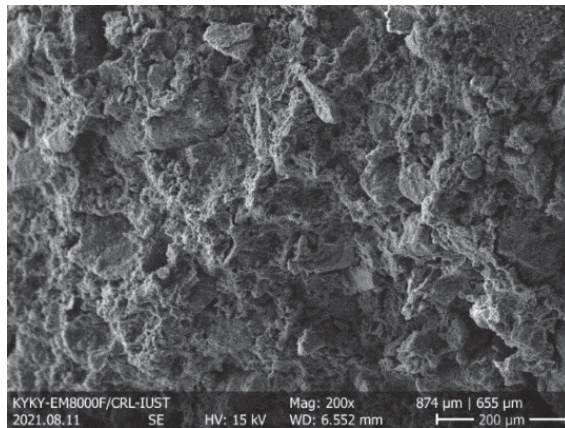
۵۵٪ محاسبه شده است و با افزایش زمان هم‌زدن، چگالی نمونه ۳-۴۰C-۱-۸۰۰ به 0.69 g/cm^3 کاهش و تخلخل به ۶۷٪ افزایش یافته است.

۳-۲- بررسی فازی

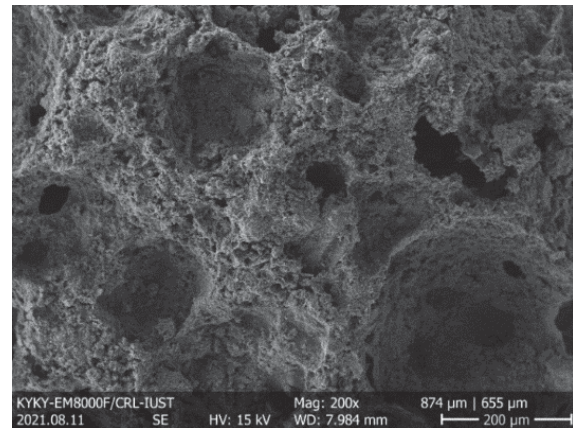
نتایج حاصل از آنالیز XRD برای پودر زئولیت خام و نمونه‌های پخت شده در دمای ۸۰۰°C در شکل ۳ آورده شده است. پودر خام زئولیت مصرفی شامل فاز کلینوپتیلولیت، کوارتز، ایلیت، کلسیت و مونت موریلونیت بوده است. با افزایش دما به ۸۰۰°C علاوه بر کاهش شدت پیک‌های زئولیت، از شدت فاز کربنات کلسیم نیز کاسته شده و فاز آنورتیت پدیدار شده است. در پژوهش دوارسی و همکاران [۱۲] نیز گرمایش تا ۸۰۰°C در مقایسه نمونه خام تغییرات ساختاری قابل تشخیصی مشاهده نکردند دمچک و همکاران [۱۳] از روش پرس نیمه خشک بدنه زئولیتی تهیه و اثر دما بر خواص نمونه‌ها بررسی کردند. زئولیت مصرفی آن‌ها دارای فازهای موردنیت، دولومیت و کوارتز بوده که در دمای ۸۰۰°C فاز موردنیت را به عنوان فاز اصلی زئولیت شناسایی کردند.



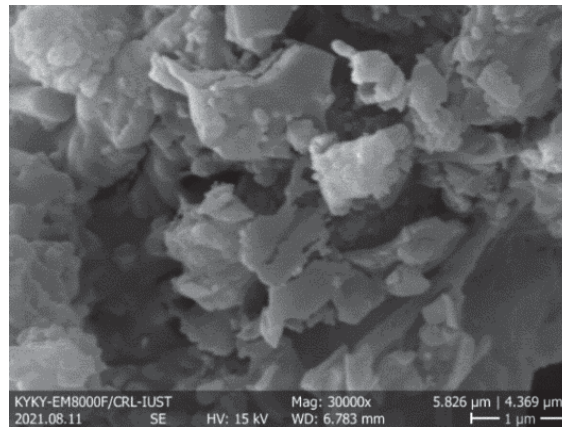
شکل ۳- بررسی فازی پودر خام زئولیت و نمونه پخت شده در دمای ۸۰۰ درجه



(ب)



(ف)



(ج)

شکل ۴- تصاویر SEM حاصل از سطح مقطع برش داده شده نمونه‌های الف (۳-۴۰C-۱-۸۰۰) و ب (۵-۴۰C-۱-۸۰۰)

شود با افزایش مدت زمان هم‌زدن اندازه تخلخل‌ها افزایش می‌یابد به طوری که اندازه اکثر تخلخل‌ها در اثر افزودن SDS به دوغاب و هم‌زدن آن، در نمونه ۳-۴۰C-۱-۸۰۰ در محدوده ۱۰۰ تا ۱۳۰ میکرومتر و در نمونه ۵-۴۰C-۱-۸۰۰ در محدوده ۳۰ تا ۴۰ میکرومتر هستند.

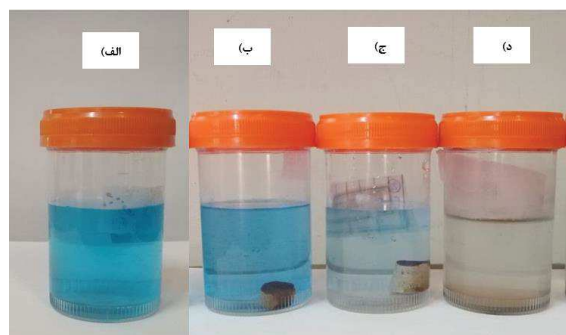
در نمونه ۳-۴۰C-۱-۸۰۰ توزیع تخلخل‌ها با اندازه‌های مختلف بیش‌تر از نمونه ۵-۴۰C-۱-۸۰۰ بوده است و علاوه بر فراوانی تخلخل‌های ۱۰۰ میکرومتری، تخلخل‌های کم‌تر از ۵۰ میکرومتر نیز همچنان در بدنه وجود دارد. در حالی که نمونه ۵-۴۰C-۱-۸۰۰ در مقایسه با نمونه ۳-۴۰C-۱-۸۰۰

تخلخل، جذب آب و به دنبال آن کاهش چگالی و استحکام در نمونه ۳-۴۰C-۱-۸۰۰ در مقایسه با نمونه ۵-۴۰C-۱-۸۰۰ را تأکید می‌کند. در پژوهش مشابه در ساخت بدنه زئولیتی به روش ریخته‌گری ژلی به وسیله عامل ژل‌کننده آگار، با افزایش مدت زمان هم‌زدن دوغاب و حبس حباب‌های هوا اندازه تخلخل‌ها بزرگ‌تر شده در حالی که افزایش اندازه تخلخل‌ها تأثیری چندانی بر چگالی و درصد تخلخل‌ها نداشته است [۱۶]. منحنی توزیع اندازه تخلخل به دست آمده از تصاویر SEM با نرم‌افزار تحلیل تصاویر Imagej، در شکل ۵ نشان داده شده است. همانطور که ملاحظه می



افزایش زمان هم‌زدن از ۱/۵ به ۳ دقیقه توزیع اندازه تخلخل ها از ۱ میکرومتر به ۱۰ میکرومتر تغییر کرد که این موضوع را تایید می‌کند.

مقایسه کارایی بدنه‌ها و حالت پودر شده بدنه ۱/۵-۴۰C-۱-۸۰۰ در حذف آلاینده متیلن بلو در ۵۰ ml محلول ۴ ppm متیلن بلو یک گرم از نمونه ۱/۵-۴۰C-۱-۸۰۰ و ۳-۴۰C-۱-۸۰۰ به مدت ۷۲ ساعت نگه داری شد. همان‌طور که در شکل ۶ و ۷ نشان داده شده در نمونه ۳-۴۰C-۱-۸۰۰ به علت درصد تخلخل بیشتر و به دنبال آن سطح ویژه‌ای که با افزایش تخلخل‌ها ایجاد شده، میزان جذب متیلن بلو بیشتر از نمونه ۱/۵-۴۰C-۱-۸۰۰ بوده و تفاوت اندکی با حالت پودر شده بدنه‌ها دارد. طیف حاصل از آنالیز UV نیز به جذب آلاینده متیلن بلو در طول موج ۶۶۳ در هر دو بدنه تاکید می‌کند. ایجاد تخلخل‌های سطحی در نمونه ۳-۴۰C-۱-۸۰۰ فضای آزاد کافی برای جذب مولکول‌هایی رنگ از محلول‌های آبی کمک می‌کنند [۱۷].



شکل ۶- مقایسه کارایی بدنه‌ها در محلول آلاینده با

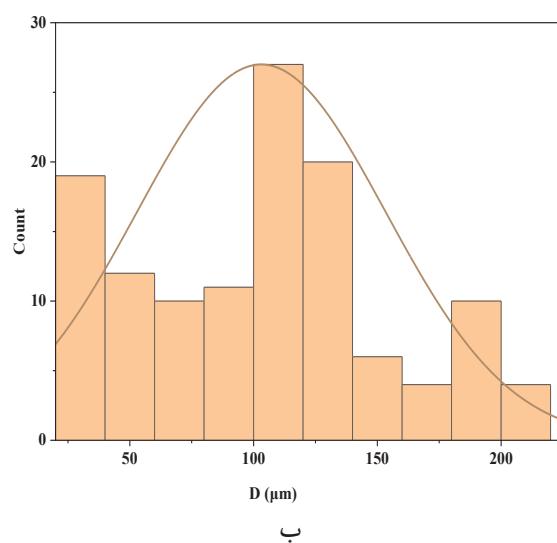
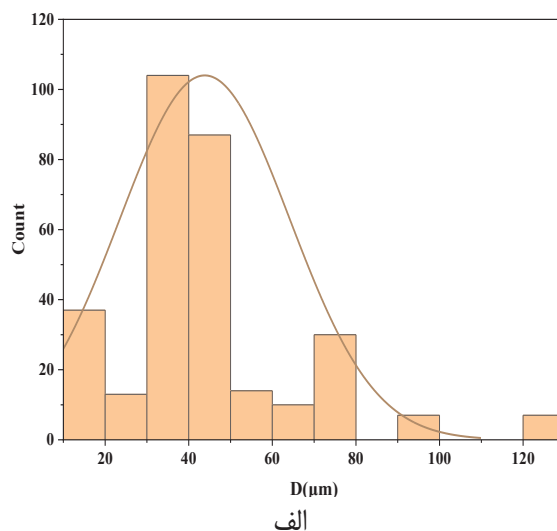
غلظت ۴ ppm (الف) محلول استاندارد

(ب) ۱/۵-۴۰C-۱-۸۰۰ (ج) ۳-۴۰C-۱-۸۰۰

(د) پودر بدنه ۱/۵-۴۰C-۱-۸۰۰

نمونه ۳-۴۰C-۱-۸۰۰ در مقایسه با نمونه ۱/۵-۴۰C-۱-۸۰۰، با

فراوانی تخلخل‌های ۴۰ میکرومتری بیشتر و فراوانی تخلخل ۱۰۰ میکرومتری محدود است.



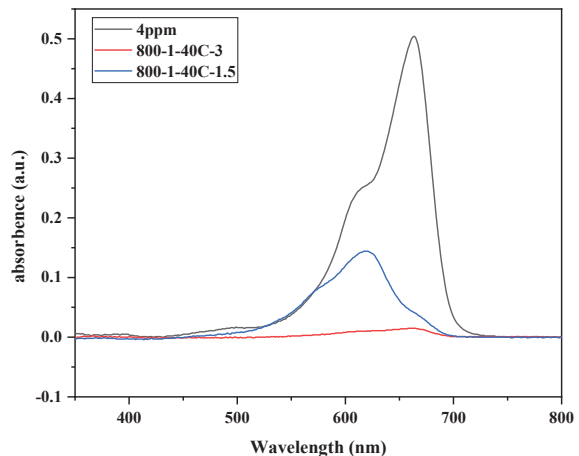
شکل ۵- منحنی توزیع اندازه تخلخل نمونه الف) ۱/۵-۴۰C-۱-۸۰۰
ب) ۳-۴۰C-۱-۸۰۰

می‌توان گفت با افزایش زمان هم‌زدن علاوه بر ایجاد تخلخل های جدید ناشی از حبس حباب‌های هوا، امکان پیوستن حباب‌های هوا به یک دیگر و به وجود آمده تخلخل با اندازه بزرگتر وجود دارد. در پژوهش ایزابل و همکاران [۱۶] با



نمونه‌ها طراحی آزمایش توسط نرم‌افزار Design Expert با تعریف درصد وزنی آگار و ژئولیت به عنوان متغیرهای مستقل و استحکام فشاری، درصد تخلخل و چگالی به عنوان متغیرهای وابسته انجام پذیرفت. نمونه‌ها طبق طراحی آزمایش انجام شده ساخته شدند و ویژگی‌های مورد نظر اندازه گیری شد. نتیجه‌ها نشان داد که استحکام فشاری و چگالی با افزایش درصد ژئولیت و نیز کاهش سهم آگار در بدنه‌ها افزایش می‌یابند در حالی که درصد تخلخل رفتار معکوس نشان می‌دهد. زمان هم‌زدن دوغاب به عنوان عامل ایجاد کننده تخلخل اضافه در نمونه‌ها بررسی شد و مقادیر تخلخل و چگالی و استحکام آن‌ها اندازه‌گیری شد. نمودار XRD تهیه شده از پودر خام ژئولیت و بدنه‌های پخته شده در دمای ۸۰۰ درجه نشان داد که با افزایش دما تا ۸۰۰ درجه فاز ژئولیت پایدار بوده است. تصاویر SEM علاوه بر نشان دادن ریزساختار پولکی شکل جدا از هم ژئولیت، نشان دادند که با افزایش زمان هم‌زدن اندازه تخلخل‌ها افزایش می‌یابد. این افزایش زمان هم‌زدن منجر به کاهش استحکام و چگالی بدنه به ترتیب از ۶/۶۷ به ۵/۳ و از ۰/۹ به ۰/۶۷ افت کرده‌اند. از مقایسه کارایی بدنه ۸۰۰-۱-۴۰C-۳ و ۸۰۰-۱-۴۰C-۱/۵ در حذف آلاینده متیلن بلو با غلظت ۴ ppm می‌توان دریافت که با افزایش مدت زمان هم‌زدن و به دنبال آن افزایش درصد تخلخل در نمونه‌ها مکان‌های مناسب برای جذب سطحی افزایش یافت به طوری که در نمونه ۸۰۰-۱-۴۰C-۳، ۹۸/۷ درصد و در نمونه ۸۰۰-۱-۴۰C-۱/۵، ۶۲ درصد متیلن بلو با غلظت ۴ ppm گزارش شد. سرانجام نتیجه‌های این پژوهش می‌تواند گام نخست در معرفی بدنه متخلخل ژئولیتی به عنوان جاذب در صنعت تصفیه آب باشد هرچند تا صنعتی

میزان جذب ۹۸/۷ درصد کارایی بهتری برای جذب متیلن بلو داشته است.



شکل ۷- مقایسه طیف حاصل از آنالیز UV در کارایی بدنه‌ها ۸۰۰-۱-۴۰C-۳ و ۸۰۰-۱-۴۰C-۱/۵ در محلول آلاینده با غلظت ۴ ppm

این درحالی است که در نمونه ۸۰۰-۱-۴۰C-۱/۵ میزان جذب ۶۲ درصد و در حالت پودر شده بدنه‌ها جذب به ۹۹/۳ درصد افزایش یافته است. قطر مولکولی متیلن بلو ۷/۷ آنگستروم است ولی در اثر انحلال به ابعاد $۵/۶۴ \times ۵/۴۱ \times ۱۶/۳۲$ آنگستروم تغییر می‌کند. بنابراین نفوذ مولکول‌های متیلن بلو به منافذ داخلی جاذب ژئولیتی سخت و زمان‌بر است. بنابراین فرایند جذب سطحی اغلب در سطوح خارجی جاذب رخ می‌دهد [۱۸]. به همین دلیل است که درصد جذب آلاینده متیلن بلو در نمونه ۸۰۰-۱-۴۰C-۳ که دارای از نمونه ۸۰۰-۱-۴۰C-۱/۵ بیش‌تر بوده است.

۴- نتیجه‌گیری

در پژوهش حاضر بدنه متخلخل ژئولیتی تشکیل شده از آگار/ژئولیت به روش ریخته‌گری ژلی ساخته شد. برای ساخت



- [9]. M. K. SA, S. Mashayekhan, and H. Baniasadi, "Fabrication of porous gelatin-chitosan microcarriers and modeling of process parameters via the RSM method," *International journal of biological macromolecules*, vol. 88, pp. 288-295, 2016.
- [10]. L. Montanaro, B. Coppola, P. Palmero, and J.-M. Tulliani, "A review on aqueous gelcasting: A versatile and low-toxic technique to shape ceramics," *Ceramics International*, vol. 45, no. 7, pp. 9653-9673, 2019.
- [11]. P. Sepulveda, and J. Binner, "Processing of cellular ceramics by foaming and in situ polymerisation of organic monomers," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 19, no. 12, pp. 2059-2066, 1999.
- [12]. Ö. Ç. Duvarcı, Y. Akdeniz, F. Özmişçi, S. Ülkü, D. Balköse, and M. Çiftçioglu, "Thermal behaviour of a zeolitic tuff," *Ceramics International*, vol. 33, no. 5, pp. 795-801, 2007.
- [13]. V. Demchuk, B. Kalinichenko, and S. Sokolova, "Sintered Ceramic Materials Based on Zeolite Raw Material from the Amur Region," *Glass and Ceramics*, vol. 74, no. 7, pp. 233-235, 2017.
- [14]. S. Wahono, D. Prasetyo, T. Jatmiko, A. Suwanto, D. Pratiwi, and K. Vasilev, "Transformation of mordenite-clinoptilolite natural zeolite at different calcination temperatures." p. 012009.
- [15]. F. A. Mumpton, and W. C. Ormsby, "Morphology of zeolites in sedimentary rocks by scanning electron microscopy," *Clays and Clay Minerals*, vol. 24, no. 1, pp. 1-23, 1976.
- [16]. I. Santacruz, M. I. Nieto, R. M. Moreno Botella, M. Faraldos, and E. Sastre, "A novel method to prepare zeolites with hierarchical porosity," 2005.
- [17]. A. Badeenezhad, A. Azhdarpoor, S. Bahrami, and S. Yousefinejad, "Removal of methylene blue dye from aqueous solutions by natural clinoptilolite and clinoptilolite modified by iron oxide nanoparticles," *Molecular Simulation*, vol. 45, no. 7, pp. 564-571, 2019.
- [18]. Y. Zhang, Z. Wang, Z. Zhang, L. Wu, Y. Fan, and Z. Sun, "Synthesis, characterization and adsorption behaviors of Faujasite-type zeolites towards methylene blue." p. 012017.

شدن آن نیاز به انجام پژوهش‌ها و آزمایش‌های جامع‌تری است.

مراجع

- [1]. J. A. Schwarz, C. I. Contescu, and K. Putyera, *Dekker encyclopedia of nanoscience and nanotechnology*: CRC press, 2004.
- [2]. A. Sulaymon, and A. Mahdi, "Spherical zeolite-binder agglomerates," *Chemical Engineering Research and Design*, vol. 77, no. 4, pp. 342-350, 1999.
- [3]. I. Santacruz, M. I. Nieto, and R. Moreno, "Alumina bodies with near-to-theoretical density by aqueous gelcasting using concentrated agarose solutions," *Ceramics International*, vol. 31, no. 3, pp. 439-445, 2005.
- [4]. V. Colonetti, M. Sanches, V. De Souza, C. Fernandes, D. Hotza, and M. Quadri, "Cellular ceramics obtained by a combination of direct foaming of soybean oil emulsified alumina suspensions with gel consolidation using gelatin," *Ceramics International*, vol. 44, no. 2, pp. 2436-2445, 2018.
- [5]. C. Tallon, and G. V. Franks, "Recent trends in shape forming from colloidal processing: A review," *Journal of the Ceramic Society of Japan*, vol. 119, no. 1387, pp. 147-160, 2011.
- [6]. C. D. Munro, and K. P. Plucknett, "Agar-Based Aqueous Gel Casting of Barium Titanate Ceramics," *International Journal of Applied Ceramic Technology*, vol. 8, no. 3, pp. 597-609, 2011.
- [7]. K. P. Plucknett, and C. D. Munro, "Biopolymer-Based Gel Casting of Ferroelectric Ceramics," *Advanced Engineering Materials*, vol. 16, no. 6, pp. 684-698, 2014.
- [8]. A. Khataee, M. Kasiri, and L. Alidokht, "Application of response surface methodology in the optimization of photocatalytic removal of environmental pollutants using nanocatalysts," *Environmental technology*, vol. 32, no. 15, pp. 1669-1684, 2011.

Production of Porous Bodies by Gel Casting Approach and the Analysis of Its Properties Using the Response Surface Method to Remove Methylene Blue from Aqueous Solution

Niloofer Karimi Dehnavi¹, Hossein Sarpoolaky^{2*}, Seyed Amir Ghaffari³, Ahmad Keyvani⁴

¹ Iran University of Science & Technology (IUST)

² Professor of Material (Ceramic) Science, Iran University of Science & Technology (IUST)

³ Assistant Professor of Material (Ceramic) Science, Iran University of Science & Technology (IUST)

⁴ Associate professor of Materials Engineering, Shahrekord University

* hsarpoolaky@iust.ac.ir*

Abstract: Zeolite were formed through agar gel casting method. Using response surface method (RSM) the weight percentage of the gel factor and zeolite was considered as dependent variables and compressive strength, porosity and density as dependent variables and the mathematical equations governing these variables were extracted by software. The concentration of 40% of zeolite and 1 wt% was selected as optimal conditions. Porous bodies with an optimal combination of 54.4% porosity, density 0.9 g/cm³, and compressive strength of 6.67 MPa were made and observed that there is a slight difference between predicted values by the software and the measured values. Longer time to mixing from 1/5 min to 3 min, the porous body has 67.17% porosity, density 0.69 g/cm³, and compressive strength of 5/3 MPa. XRD and SEM analysis was used to investigate the phase and structural changes at 800°C. Highest percentage of adsorption of methylene blue at 4 ppm concentration after 72 h was 98.94%.

Keywords: agar, zeolite, response surface method, gel casting, methylene blue.