

ارزیابی روش لایه‌نشانی داغ برای ساخت غشای سرامیکی چندسازه‌ای

شهرام قنبری پاکدهی^{۱*}، الهام رحیمی^۲ و کوروش شفیعی^۳

۱- دانشیار مهندسی شیمی، مجتمع شیمی و مهندسی شیمی، دانشگاه صنعتی مالک اشتر

۲- دانشجوی دکترا، مجتمع شیمی و مهندسی شیمی، دانشگاه صنعتی مالک اشتر

۳- استادیار مهندسی شیمی، مجتمع شیمی و مهندسی شیمی، دانشگاه صنعتی مالک اشتر

دریافت: آذر ۱۳۹۵، بازنگری: بهمن ۱۳۹۵، پذیرش: بهمن ۱۳۹۵

چکیده: غشا سرامیکی غشا چندسازه‌ای است که شامل سه لایه است. لایه اول پایه با حفرات ماکرو، لایه دوم پایه با حفرات مزو و لایه سوم سیلیکا با حفرات میکرو است که نقش اصلی جداسازی را لایه سوم برعهده دارد. لذا کیفیت و یکنواختی این لایه مهم بوده و یکنواختی آن به‌طور مستقیم باعث افزایش بازده فرایند جداسازی می‌شود. در این مقاله روشی ارائه شده که براساس آن ترک و شکاف لایه سیلیکا کاهش یافته است. در این روش که به لایه‌نشانی داغ معروف است پایه پیش از انجام تمام مراحل لایه‌نشانی عادی گرم می‌شود. کاهش شکاف و افزایش پیوستگی لایه مذکور با میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) به‌صورت ظاهری مشاهده شد. از طرف دیگر با انجام آزمون عبوردهی گاز و مقایسه نتایج دبی گاز خروجی در دو حالت لایه‌نشانی داغ و عادی، مشاهده شد که دبی گاز خروجی در حالت لایه‌نشانی داغ به مقدار محسوسی کاهش می‌یابد. نظر به کاهش ضخامت لایه سیلیکا، کاهش دبی گاز خروجی در نتیجه افزایش پیوستگی و کاهش ترک و شکاف لایه سیلیکا است. بنابراین، در روش لایه‌نشانی داغ با دفعات لایه‌نشانی کمتری نسبت به حالت عادی می‌توان به یک لایه سیلیکای پیوسته دست‌یافت.

واژه‌های کلیدی: غشای سرامیکی، سیلیکا، لایه‌نشانی داغ، عبوردهی گاز

مقدمه

است) گزینه‌های عملی‌تر و اقتصادی‌تری را پیشنهاد داده‌اند. یکی از این گزینه‌های پیش رو استفاده از فرایند تراوش تبخیری و غشا است. مزیت مهم فرایندهای غشایی کنترل ساده و مصرف پایین انرژی است. نکته مهم در فرایند مذکور، جنس غشا و روش ساخت آن است [۳]. از طرف دیگر فرایند تراوش تبخیری و تقطیر غشایی برای خروج ترکیبات فرار از مخلوط‌های آلی مناسب است [۴]. تمام غشاهای موجود از لحاظ جنس به دو گروه آلی و غیر

جداسازی اجزاء یک ترکیب در جریان خوراک‌هایی که شامل آزئوتروپ هستند، یکی از مواردی است که در صنایع متفاوت اهمیت زیادی دارد [۱]. گزینه مرسوم و معمول تقطیر، استفاده از تجهیزات بزرگ و همچنین هزینه بالای انرژی را به دنبال دارد [۲]. از این رو پژوهشگران در این موارد و همچنین آب‌گیری از مخلوط‌های آلی (که مقدار آب موجود در خوراک کمتر از ۵ درصد

لازم به ذکر است که اندازه منافذ این لایه بستگی به اندازه ذرات سل دارد [۲۱]. غشاهای سرامیکی در جداسازی گاز، صنایع غذایی، زیست‌فناوری، محیط‌زیست نیز کاربرد دارند [۲۲].

یکی از راهبردها برای داشتن لایه یکنواخت این است که بین پایه و لایه بالایی (که باید بدون ترک باشد) یک لایه کلوییدی با اندازه ذرات بین اندازه ذرات پایه و لایه نهایی وجود داشته باشد که احتمال نشست ذرات افزایش یابد. به عبارت دیگر احتمال رفتن ذرات مربوط به سل لایه بعدی، در حفرات لایه قبلی، با قرار دادن یک لایه کلوییدی کاهش می‌یابد.

روش جدید دیگری که می‌تواند در این زمینه کمک کند استفاده از لایه‌نشانی داغ است. بدین منظور می‌توان پایه را پیش از لایه‌نشانی گرم کرد؛ سپس تمام مراحل لایه‌نشانی عادی را انجام داد. از مزایای این روش می‌توان به ایجاد نیروی محرکه دمایی اشاره کرد که عاملی برای نگه‌داشتن ذرات سل بر سطح پایه است. در این مقاله، این روش برای لایه‌نشانی لایه سیلیکای غشای سرامیکی با استفاده از سل کلوییدی سیلیکا با نام تجاری لودکس انجام و با لایه‌نشانی عادی مقایسه شده است. با استفاده از SEM شکل ظاهری لایه‌های به‌دست آمده از دو روش و همچنین ریخت ذرات به‌دست آمده از سل، با هم مقایسه شده‌اند. برای مقایسه یکنواختی لایه‌های به‌دست آمده به‌صورت عملی نیز از عبوردهی گاز استفاده شده است. به عبارت دیگر مقدار عبوردهی در دو حالت لایه‌نشانی مقایسه شده است. لازم به ذکر است که با بهبود وضعیت عبوردهی کاربرد این غشا نیز افزایش خواهد یافت [۲۳].

بخش تجربی

مواد شیمیایی مورد استفاده

سل کلوییدی حاوی ۳۰٪ وزنی از سیلیکا با کد تجاری ۴۲۰۸۳۲ (از شرکت سیگما آلدریج) خریداری شد. همچنین پایه سرامیکی دیسکی از جنس مولایت نیز استفاده شد. از آب مقطر نیز برای رقیق کردن سل کلوییدی سیلیکا استفاده شد.

آلی تقسیم می‌شوند. غشای آلی همان غشای بسیاری است؛ در مقابل غشای غیرآلی به سه گروه ژئولیتی، فلزی و سرامیکی تقسیم می‌شود [۵]. در پنجاه سال اخیر به دلیل مشکلات غشاهای بسیاری مانند متورم شدن، محدودیت پایداری شیمیایی و گرمایی، استفاده از غشاهای غیرآلی به‌ویژه سرامیکی و ژئولیتی مورد توجه زیادی قرار گرفته است [۶]. در این بین غشاهای سرامیکی به دلیل پایداری شیمیایی و گرمایی، استحکام مکانیکی و قابلیت احیاء، جایگاه ویژه‌ای دارند [۷ و ۸]. غشا سرامیکی شامل چندسازه‌ای از پایه متخلخل (با تخلخل ماکرو) و یک لایه میانی (با تخلخل مزو) و لایه بالایی (با تخلخل میکرو) است [۹]. لازم به ذکر است که ترکیب پایه و لایه میانی یک پایه مستحکم برای همه انواع غشاهاست [۱۰]. به‌طور معمول روش ساخت لایه میانی و بالایی به دو صورت نهشت شیمیایی بخار (CVD)^(۱) [۱۱ تا ۱۳] و سل ژل [۱۴ تا ۱۷] است. غشاهایی که با روش CVD ساخته می‌شوند شار پایینی دارند و به‌طور معمول در جداسازی هیدروژن استفاده می‌شوند [۱۸]. در موارد آب‌گیری به‌طور معمول از روش سل ژل برای ساخت لایه میانی و بالایی استفاده می‌شود. از مزایای روش سل ژل می‌توان به کنترل اندازه، توزیع و ریخت ذرات سلی (از طریق کنترل عامل‌های واکنشی سل ژل) که قرار است به‌عنوان لایه روی لایه قبلی قرار گیرد، اشاره کرد [۱۹]. لایه جداکننده که نقش اصلی جداسازی را بر عهده دارد لایه سوم یا لایه بالایی است [۹]. آنچه که واضح است جنس این لایه بستگی به هدف و نوع ماده‌ای دارد که قرار است جدا شود. برای مثال، در موارد آب‌گیری از ترکیبات آلی این لایه باید آب‌دوست باشد. نکته مهم دیگر این است که این لایه نباید هیچ‌گونه شکاف و ترکی داشته باشد تا بتواند جداسازی را با بازده بالا انجام دهد [۲۰]. لایه به‌طور کامل یکنواخت سیلیکا به‌عنوان مقاومت در برابر جریان خوراک گاز عمل می‌کند.

در حالت عادی برای لایه‌نشانی، پایه به مدت چند ثانیه در سل غوطه‌ور^۲ نگه‌داشته می‌شود [۹]. سپس به مدت یک ساعت در آن خشک می‌شود و در نهایت در کوره پخت انجام می‌شود.

1. Chemical vapor deposition

2. Dip coating

لایه‌نشانی در دو حالت عادی و داغ مقایسه شدند.

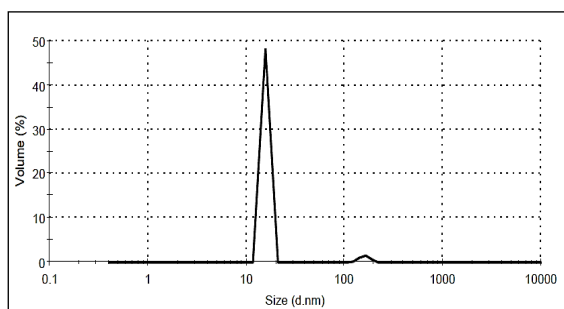
تجهیزات به‌کاررفته

کوره با قابلیت تنظیم سرعت افزایش دما تا 1000°C (مدل BEF1250) و آون با قابلیت تنظیم دما تا 250°C (مدل UF6250, MEMMERT) برای ساخت لایه سیلیکا استفاده شدند.

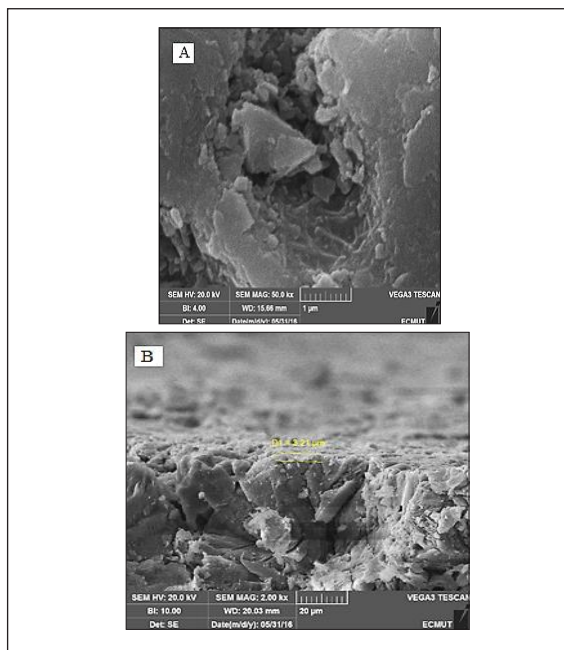
نتیجه‌ها و بحث

اندازه ذرات سل لودکس با روش DLS بررسی شد. نتایج مربوط در شکل ۱ نشان داده شده است. همان‌طور که از شکل دیده می‌شود، اندازه عمده ذرات در گستره ۱۰ تا ۲۰ نانومتر است. تصویرهای SEM دیسک‌هایی که به‌صورت عادی لایه‌نشانی شده‌اند نیز در شکل‌های ۲ تا ۴ آورده شده است.

روش انجام آزمایش



شکل ۱ توزیع اندازه ذرات سل لودکس



شکل ۲ (A) تصویرهای SEM از سطح دیسک L22، (B) تصویر SEM از سطح مقطع دیسک L22 (دیسک با لایه‌نشانی عادی)

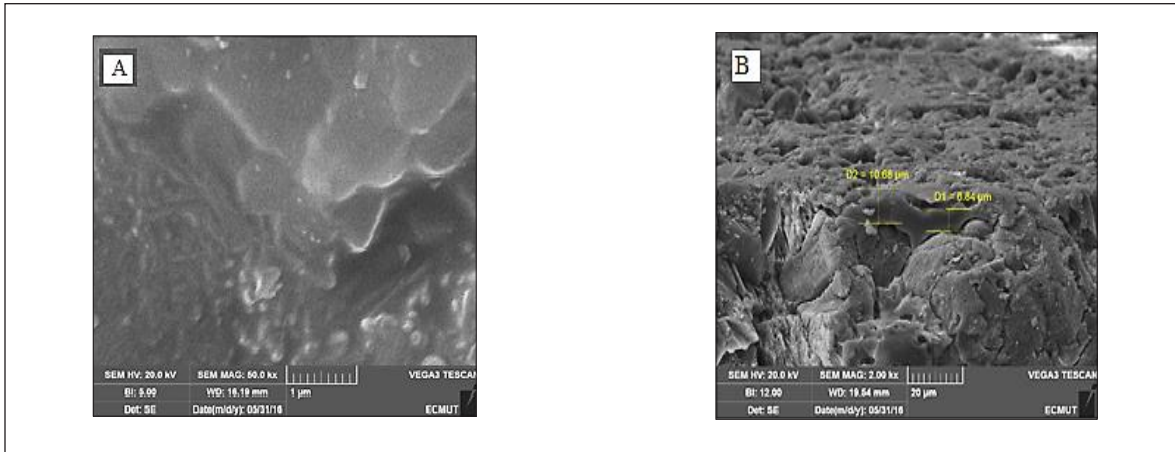
سه‌پایه دیسکی سرامیکی از جنس مولایت انتخاب شدند. دیسک‌های مذکور به ترتیب با L6، L10 و L2 کدگذاری شدند. پایه‌ها در کوره تا دمای 200°C داغ شدند. از طرف دیگر لودکس^۱ یا سل کلوییدی ۳۰٪ سیلیکا با آب مقطر تا ۵٪ درصد رقیق شد. مرحله لایه‌نشانی هر کدام از دیسک‌ها به این صورت بود که ابتدا یکی از سطوح هر دیسک به مدت ۱۰ ثانیه در سل مذکور غوطه‌ور شد. در ادامه دیسک مربوط، به مدت یک ساعت در آون در دمای 100°C خشک شد. سپس در کوره با سرعت گرمایی $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ تا دمای 500°C پخت انجام شد. این مراحل برای دیسک با کد L2 دومرتبه، برای دیسک با کد L6 شش مرتبه و برای دیسک با کد L10 ده مرتبه انجام شد.

در مرحله بعد، همه مراحل بالا به‌جز داغ کردن برای سه‌پایه دیگر انجام شدند. این سه‌پایه به‌صورت L66، L22 و L1010 کدگذاری شدند. به‌عبارت‌دیگر برای سه‌پایه اخیر تمام مراحل لایه‌نشانی به‌استثنای پیش‌گرمایش پایه، انجام شد.

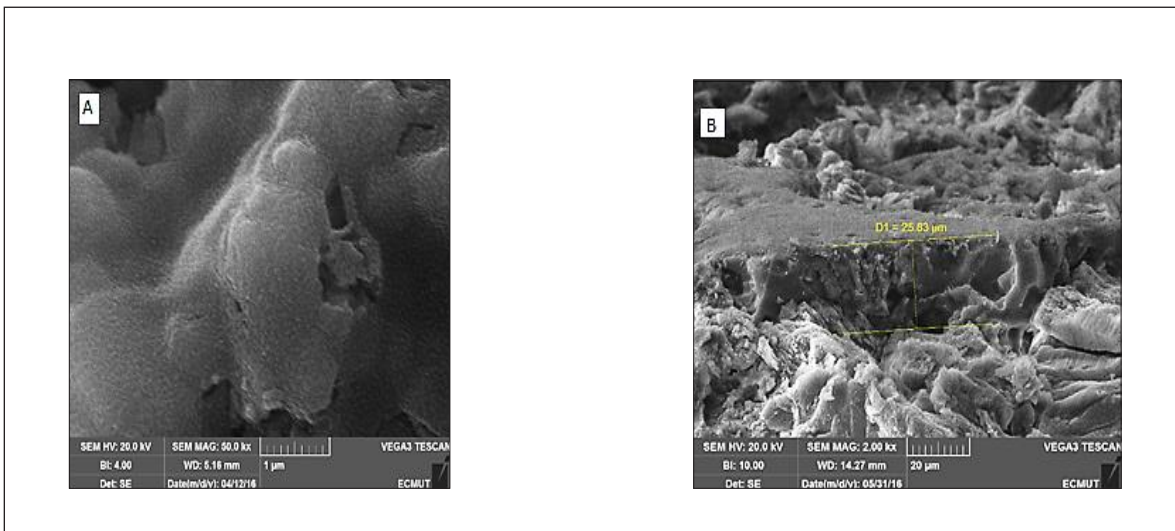
تعیین مشخصه دیسک‌ها

اندازه ذرات سل با به‌کارگیری روش پراکندگی نور دینامیک (DLS)^۲ با دستگاه MalvernZEN3600، ساخت انگلیس تعیین شد. این آزمون بر سل لودکس انجام شد. با میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)^۳ (دستگاه Testcan vega3 lab6، ساخت انگلیس)، اندازه ضخامت لایه موردنظر برحسب دفعات لایه‌نشانی در دو حالت لایه‌نشانی عادی و داغ، همچنین یکنواختی لایه سیلیکا و چگونگی پراکندگی ذرات سل بر روی پایه بررسی شدند. درنهایت مقدار عبوردهی دو گاز آرگون و نیتروژن برحسب دفعات

1. Ludox 2. Dynamic light scattering 3. Scanning electron microscope



شکل ۳ (A) تصویرهای SEM از سطح و (B) سطح مقطع دیسک L66 (دیسک با لایه‌نشانی عادی)



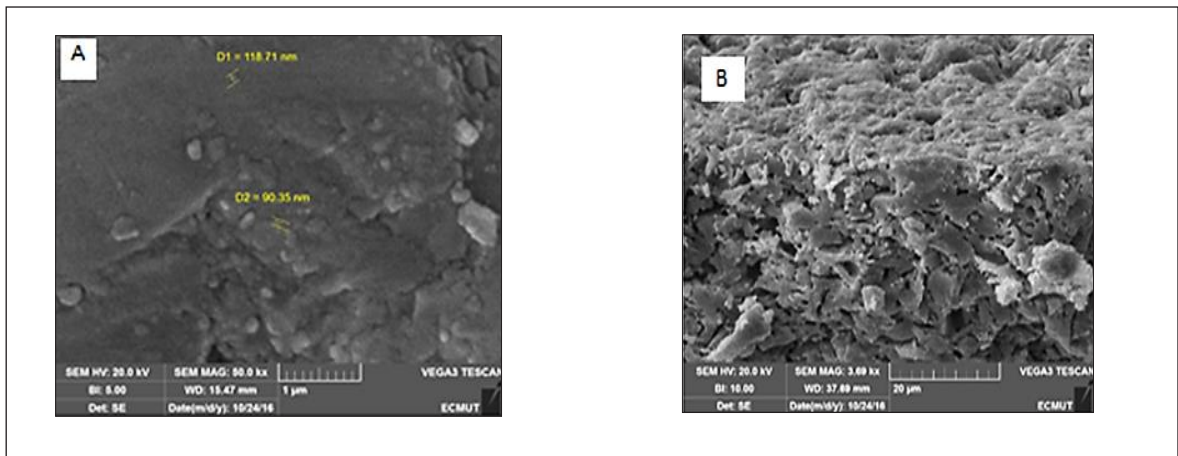
شکل ۴ (A) تصویرهای SEM از سطح و (B) سطح مقطع دیسک L1010 (دیسک با لایه‌نشانی عادی)

دفعه دهم حدود ۲۰ میکرومتر تخمین زده شده است، اما سطح مقطع دیسک‌هایی که به صورت داغ لایه‌نشانی شده‌اند، این ضخامت کمتر است. به گونه‌ای که در دیسک‌هایی با دو دفعه لایه‌نشانی شده‌اند، این ضخامت قابل‌اندازه‌گیری نبود؛ در دفعه ششم لایه‌نشانی، ضخامت به حدود ۳ میکرومتر و در لایه دهم تا ۴٫۵ میکرومتر می‌رسد. کاهش ضخامت لایه سیلیکا باعث افزایش دبی جریان عبوری خروجی از غشاء و در نتیجه باعث عملکرد بهتر غشاء می‌شود.

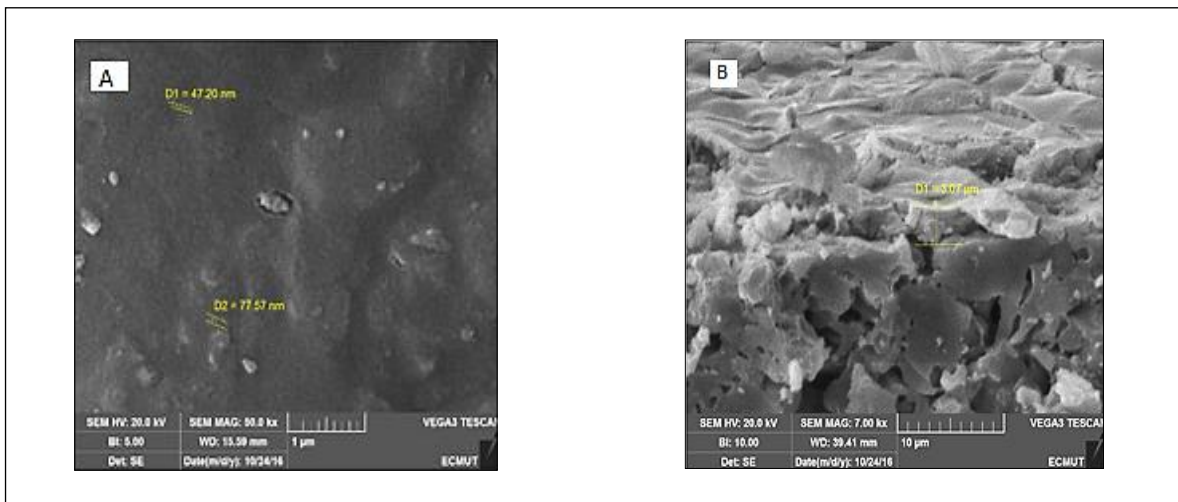
تصویرهای SEM دیسک‌هایی که با داغ کردن لایه‌نشانی شده‌اند نیز در شکل‌های ۵ تا ۷ آورده شده‌اند. با مقایسه شکل‌های مربوط، نتایج زیر به دست می‌آیند:

۱- کیفیت لایه و نیز پراکندگی ذرات در لایه‌نشانی داغ یکنواختی بهتری دارد.

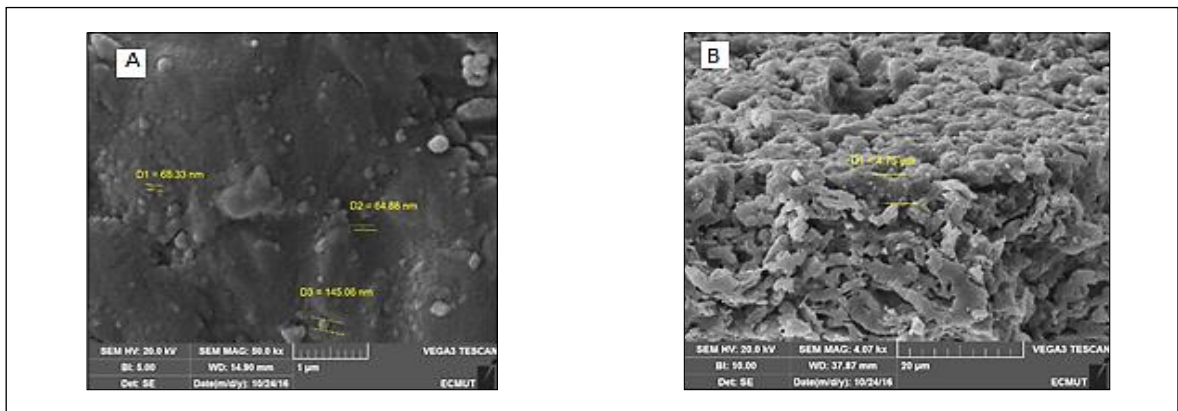
۲- سطح مقطع دیسک‌هایی که به صورت عادی لایه‌نشانی شده‌اند، ضخامت لایه در دفعه دوم حدود ۳، دفعه ششم حدود ۶ و



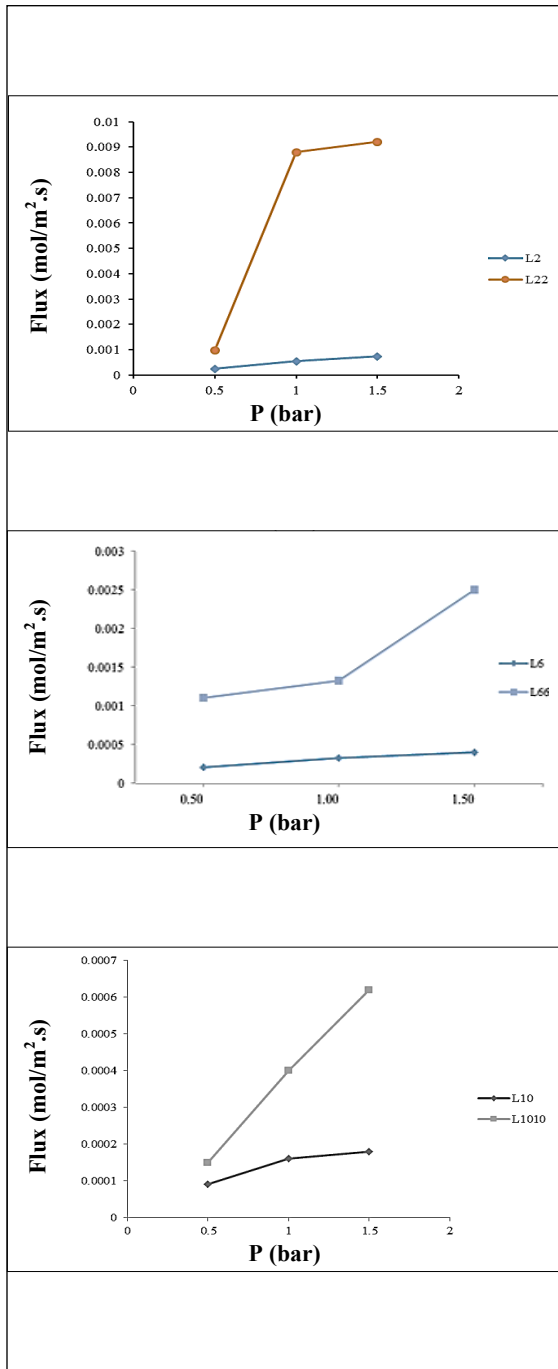
شکل ۵ (A) تصویرهای SEM از سطح و (B) سطح مقطع دیسک L2 (دیسک با لایه‌نشانی داغ)



شکل ۶ (A) تصویرهای SEM از سطح و (B) سطح مقطع دیسک L6 (دیسک با لایه‌نشانی داغ)



شکل ۷ (A) تصویرهای SEM از سطح و (B) سطح مقطع دیسک L10 (دیسک با لایه‌نشانی داغ)

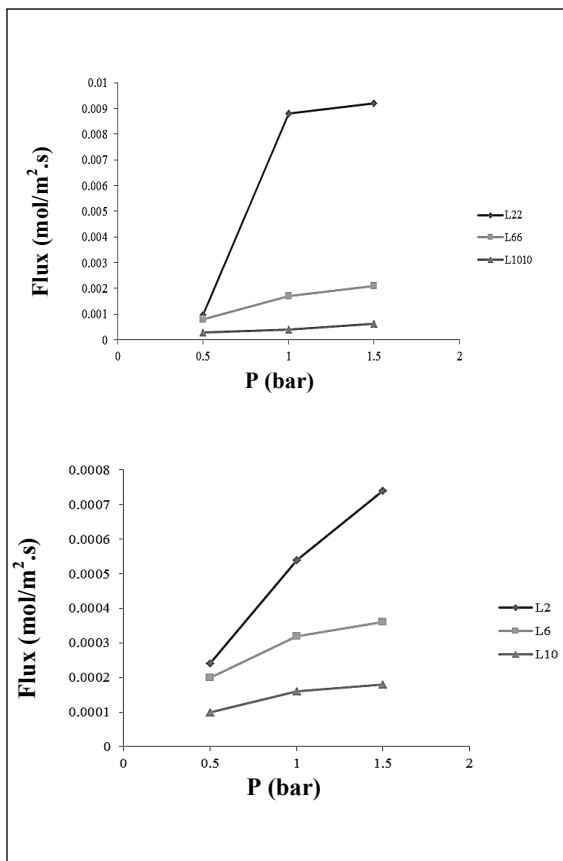


شکل ۸ نمودار تغییرات مقدار عبوردهی گاز نیتروژن برحسب فشار از دیسک‌های L2، L6، L22، L66، L1010 و L10 که به روش عادی و دیسک‌های L2، L6 و L10 که به روش داغ لایه‌نشانی شده‌اند

نتایج به‌دست آمده از عبوردهی گاز نیتروژن و آرگون از دو نوع دیسک در نمودارهای شکل‌های ۸ و ۹ آورده شده‌اند. با تأمل در این دو شکل مشخص می‌شود که مقدار عبوردهی برای دو گاز نیتروژن و آرگون در دیسک‌های با لایه‌نشانی داغ کمتر از دیسک‌های با لایه‌نشانی عادی است. با توجه به یکسان بودن سل و پایه‌ای که برای هر دو حالت لایه‌نشانی استفاده شده است کاهش مقدار عبوردهی در نتیجه تفاوت عملکرد لایه سیلیکا در دو حالت است. کاهش مقدار عبوردهی یا افزایش مقاومت لایه سیلیکا در مقابل عبور گاز می‌تواند در نتیجه عدم شکستگی یا ترک لایه مذکور، در حالت لایه‌نشانی داغ باشد. نکته قابل‌تأمل دیگر این است که با افزایش فشار، مقدار عبوردهی دیسک‌های با لایه‌نشانی عادی به‌شدت افزایش می‌یابد. از طرف دیگر رفتار عبوردهی دیسک‌های با لایه‌نشانی داغ در مقابل افزایش فشار کنترل بهتری دارد. به‌عبارت‌دیگر نمودار مربوط به دیسک‌های با لایه‌نشانی داغ در مورد هر دو گاز شیب افزایشی کمتری دارد. در نتیجه می‌توان بیان کرد که لایه یکنواخت و بدون شکستگی حاصل از لایه‌نشانی داغ در فشار بالا عملکرد خود را بهتر نشان می‌دهد.

در شکل ۱۰ تغییرات مقدار عبوردهی گاز نیتروژن با فشار در دفعات لایه‌نشانی متفاوت و به‌طور جداگانه در هر دو حالت مقایسه شده است. همان‌طور که مشاهده می‌شود برای هر دو گروه با افزایش دفعات لایه‌نشانی، مقدار عبوردهی گاز کاهش می‌یابد؛ چون به‌رحال با افزایش دفعات لایه‌نشانی احتمال پوشش‌دادن شکستگی‌های مربوط به لایه‌های پیش افزایش می‌یابد و در نتیجه مقدار عبوردهی گاز با افزایش دفعات لایه‌نشانی در فشار ثابت کاهش می‌یابد.

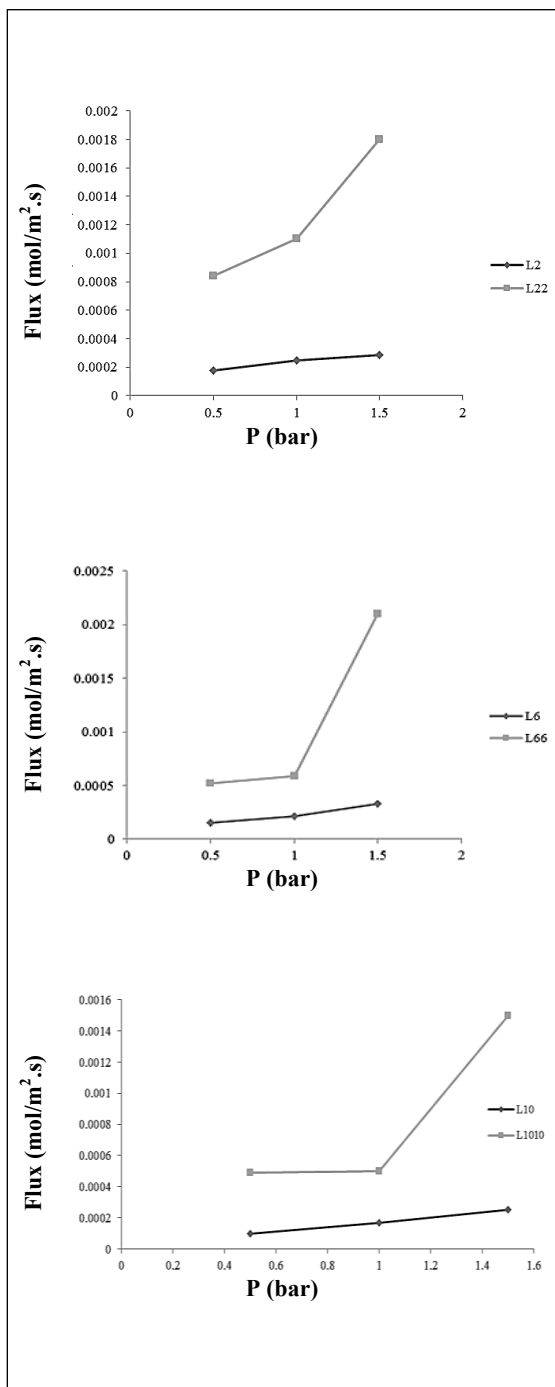
در ضمن در حالت کلی مقدار عبوردهی دیسک‌های ساخته‌شده با لایه‌نشانی داغ نسبت به دیسک‌های ساخته‌شده با روش عادی کمتر است که نشان از کارآمدی روش لایه‌نشانی داغ است (این مطلب در شکل‌های ۷ و ۸ نیز مشخص است). همچنین فاصله بین مقدار عبوردهی گاز در دفعه دوم و دهم در حالت داغ نسبت به حالت عادی کمتر است. به‌عبارت‌دیگر، در روش لایه‌نشانی داغ



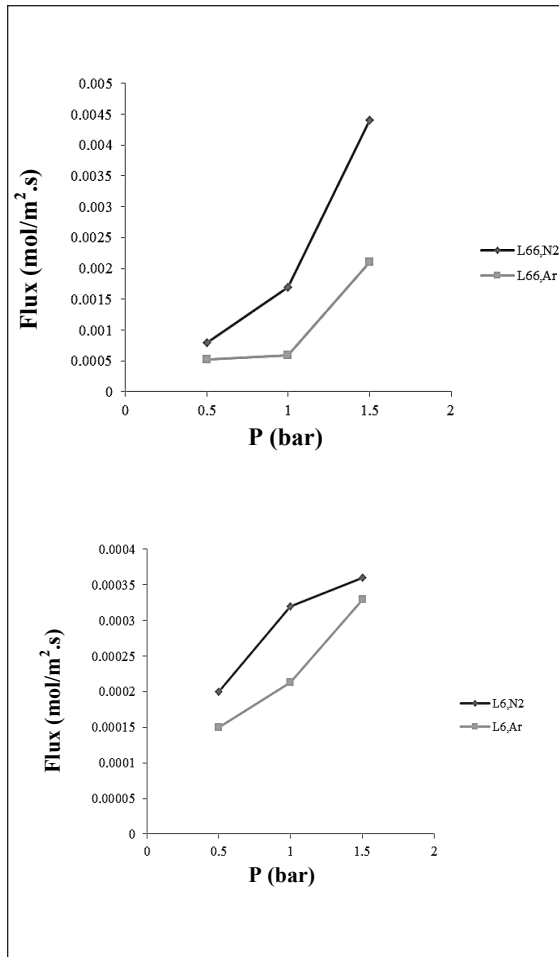
شکل ۱۰ تغییرات شار گاز نیتروژن با فشار در دیسک‌های L6، L2 و L10 که با روش لایه‌نشانی داغ و L22، L66، L1010 که با روش عادی ساخته شده‌اند.

با دفعات لایه‌نشانی کمتر می‌توان نتیجه مشابه با روش لایه‌نشانی عادی را گرفت. این مطلب مراحل لایه‌نشانی کمتر و پخت کمتر را به دنبال خواهد داشت. بنابراین، روش لایه‌نشانی داغ نسبت به لایه‌نشانی عادی روش اقتصادی‌تری است.

نکته جالب دیگر این است که فاصله بین عبوردهی دفعات دوم و ششم در هر دو حالت لایه‌نشانی زیاد است. پس در هر دو روش، دو دفعه برای لایه‌نشانی کافی نیست. از طرف دیگر فاصله بین دفعات ششم و دهم در هر دو حالت زیاد نیست. البته این فاصله در حالت داغ کمتر است. بنابراین، در حالت داغ با اطمینان بیشتری می‌توان ادعا کرد که شش بار لایه‌نشانی می‌تواند کافی باشد و نیاز



شکل ۹ نمودار تغییرات مقدار عبوردهی گاز آرگون برحسب فشار از دیسک‌های L22، L66 و L1010 که به روش عادی و از دیسک‌های L2، L6 و L10 که به روش داغ لایه‌نشانی شده‌اند.



شکل ۱۱ مقایسه تغییرات شار گاز آرگون و نیتروژن برحسب فشار در دفعه ششم از روش‌های لایه‌نشانی داغ (L6) و عادی (L66)

ساخته می‌شوند نقش بسیار مهمی در جداسازی ترکیبات متفاوت دارند. هر دو روش عادی و داغ در شرایط پایه و سل یکسان در این مقاله به‌طور تجربی بررسی شدند؛ مقایسه نتایج تجزیه‌های انجام شده مشخص کرد که در روش لایه‌نشانی داغ نسبت به روش عادی، لایه‌ای یکنواخت‌تر به‌دست می‌آید و احتمال شکستگی و ترک کاهش می‌یابد. علت این امر آن است که در لایه‌نشانی داغ، دیسک تا دمای 200°C داغ شده است، سل بر روی پایه قرار می‌گیرد و در خلل و فرج پایه فرو می‌رود، اما با توجه به بالا بودن دمای پایه، مقدار سلی که در حفرات فرورفته است تبخیر

به مراحل بالاتر نیست که این امر هزینه ساخت را کاهش می‌دهد. در شکل ۱۱ مقدار عبوردهی گاز آرگون و نیتروژن در دفعه ششم لایه‌نشانی در هر دو حالت مقایسه شده است. در هر دو حالت مقدار عبوردهی گاز آرگون نسبت به نیتروژن کمتر است که با توجه به اندازه کوچک‌تر آرگون این امر بدیهی است.

در لایه‌نشانی داغ با توجه به گرم بودن سطح پایه تحت لایه‌نشانی، سل مربوط تبخیر شده و در نتیجه در سطح پایه نگه‌داشته می‌شود. به عبارت دیگر تفاوت دمای بین سطح و روزنه‌های درون پایه به‌عنوان نیروی محرکه‌ای عمل می‌کند که مانع از ورود سل به درون روزنه شده و بر سطح نگه‌داشته می‌شود. در نتیجه لایه سیلیکا یکنواختی بهتری خواهد داشت و امکان ایجاد ترک و شکاف در لایه مذکور کاهش خواهد یافت. کاهش مقدار عبوردهی حالات مربوط به لایه‌نشانی داغ که در تمام این نمودارها قابل مشاهده است شاهدهی بر این مدعاست. لازم به ذکر است که کاهش دبی عبوری گاز نمی‌تواند در نتیجه افزایش ضخامت لایه سیلیکا باشد زیرا ضخامت‌های به‌دست آمده با SEM، کاهش ضخامت لایه سیلیکا در حالت لایه‌نشانی داغ را نسبت به لایه‌نشانی عادی نشان می‌دهد. این لایه یکنواخت، عملکرد غشاء را در فرایندهایی نظیر تراوش تبخیری و جداسازی گاز بهبود خواهد بخشید و باعث افزایش بازده فرایندهای غشایی مذکور خواهد شد. همچنین، کاهش ضخامت لایه سیلیکا نیز باعث افزایش دبی جریان عبوری خواهد شد و این کاهش در فرایند آب‌گیری و یا جداسازی گاز نیز به‌نوبه خود بازده فرایند غشایی را افزایش خواهد داد.

در حالت لایه‌نشانی عادی برای داشتن لایه یکنواخت نیاز به مراحل لایه‌نشانی بیشتر که مستلزم صرف هزینه بیشتری است، خواهد بود. اما با توجه به آن که در لایه‌نشانی داغ در دفعات کمتر، لایه سیلیکای یکنواختی به‌دست می‌آید، هزینه مصرفی نیز کاهش خواهد یافت.

نتیجه‌گیری

غشاهای دیسکی سرامیکی چندسازه‌ای که از روش سل ژل

و همچنین بالا بودن بازده جداسازی آن‌ها نقش کلیدی خواهد داشت؛ به عبارت دیگر گزینش پذیری این لایه در جداسازی نهایی افزایش می‌یابد. همچنین، نظر به این که در این روش لایه سیلیکا طی مراحل لایه‌نشانی کمتر به یکنواختی موردنظر می‌رسد پس در مقایسه با روش لایه‌نشانی عادی نیاز به دفعات لایه‌نشانی کمتری است. بنابراین، از لحاظ اقتصادی نیز مقرون به صرفه خواهد بود.

شده و به سطح می‌آید. لذا تفاوت دمای زیاد، نیروی محرکه‌ای است که به وسیله آن سل بر سطح نگه‌داشته می‌شود. در نهایت نیز لایه نهایی یکنواخت خواهد شد. مقاومت در برابر عبور گاز که باعث کاهش مقدار عبور آن در حالت داغ شده است، شاهدی بر وجود لایه سیلیکای یکنواخت و بدون شکستگی است. این لایه در انجام بسیاری از فرایندهای غشایی مانند جداسازی گاز و تراوش تبخیری

مراجع

- [1] Saxena, P.; Hildemann, L.M.; *Atmospheric Chemistry* 24(1), 57-109, 1996.
- [2] Li, N.N.; Fane, A.G.; Ho, W.W.; Matsuura, T.; "Advanced Membrane Technology and Applications", John Wiley & Sons, New Jersey; 115, 2011.
- [3] Feng, X.; Huang, R.Y.; *Industrial & Engineering Chemistry Research* 36(4), 1048-1066, 1997.
- [4] Kujawa, J.; Cerneaux, S.; Kujawski, W.; *Membrane Science* 474, 11-19, 2015.
- [5] Fleming, H.L.; Slater, C.S.; "Membrane Handbook", Chapman and Hall, London; 105, 1992.
- [6] Waldburger, R.M.; Widmer, F.; *Chemical Engineering & Technology* 19(2), 117-126, 1996.
- [7] Verkerk, A.W.; Van Male, P.; Vorstman, M.A.G.; Keurentjes, J.T.F.; *Separation and Purification Technology* 22, 689-695, 2001.
- [8] Bouwmeester, H.J.; Burggraaf, A.J.; "Fundamentals of Inorganic Membrane Science and Technology", Elsevier, Amsterdam; 51, 1996.
- [9] Li, K.; "Ceramic Membranes for Separation and Reaction", John Wiley & Sons; 5, 2007.
- [10] Dong, Z.; Liu, G.; Liu, S.; Liu, Z.; Jin, W.; *Membrane Science* 450, 38-47, 2014.
- [11] Khatib, S.J.; Oyama, S.T.; "Membrane Science and Technology", Elsevier, Amsterdam; 25-60, 2011.
- [12] Gopalakrishnan, S.; da Costa, J.C.D.; *Membrane Science* 323(1), 144-147, 2008.
- [13] Lee, D.; Oyama, S.T.; *Membrane Science* 210(2), 291-306, 2002.
- [14] Benes, N.E.; Jobic, H.; Verweij, H.; "Membrane Science and Technology", Elsevier, Amsterdam, 335-372, 2000.
- [15] De Vos, R.M.; Verweij, H.; *Science* 279(5357), 1710-1711, 1998.
- [16] De Vos, R.M.; Verweij, H.; *Membrane Science* 143(1), 37-51, 1998.
- [17] Tsuru, T.; *Sol-Gel Science and Technology* 46(3), 349-361, 2008.
- [18] Asaeda, M.; Yamasaki, S.; *Separation and Purification Technology* 25(1), 151-159, 2001.
- [19] Prabhu, A.K.; Oyama, S.T.; *Membrane Science* 176(2), 233-248, 2000.
- [20] Coterillo, C.C.; Yokoo, T.; Yoshioka, T.; Tsuru, T.; Asaeda, M.; *Separation Science and Technology* 46(8), 1224-1230, 2011.
- [21] Yang, J.; Yoshioka, T.; Tsuru, T.; Asaeda, M.; *Membrane Science* 284(1), 205-213, 2006.
- [22] Kujawa, J.; Rozicka, A.; Cerneaux, S.; Kujawski, W.; *Physicochemical and Engineering Aspects* 420, 64-73, 2014.
- [23] Gislou, E.S.; Simão, L.; Coelho, K.; Fortes, N.M.; Innocentini, M.D.D.M.; Montedo, O.R.K.; *Materials Science* 881, 357-361, 2017.

Evaluation of hot coating method to make the composite ceramic membrane

Shahram Ghanbari Pakdehi^{1,*}, Elham Rahimi², Korosh Shafiei³

1. Associate Professor of Chemical Engineering, Faculty of Chemistry and Chemical Engineering, Malek Ashtar University of Technology, Tehran, Iran
2. Ph.D student, Faculty of Chemistry and Chemical Engineering, Malek Ashtar University of Technology, Tehran, Iran
3. Assistant Professor of Chemical Engineering, Faculty of Chemistry and Chemical Engineering, Malek Ashtar University of Technology, Tehran, Iran

Received: December 2016, Revised: January 2017, Accepted: January 2017

Abstract: The use of membrane has very specific role in the separation processes such as gas separation and dehydration of the azeotropic feed. The most important step in any membrane process is selection of the membrane material and its fabrication. The ceramic membrane has been more attracted due to sufficient strength, thermal, and chemical stabilities. The ceramic membrane is a composite membrane containing three layers. The first layer is a macroporous support, the second layer is a mesoporous support, and the third layer is silica with micropores which plays a key role in the separation process. Therefore, the quality and uniformity of the third layer is so important that increases directly the efficiency of the separation process. In this article, a method has been presented in which the defects of silica are reduced. In this method, known as hot-coating, the support was heated before all usual coating. Reduction in gaps or defects and increase in continuity or uniformity of the silica layer was observed from SEM analysis. On the other hand, comparing the results of gas permeability test through hot coating and usual coating revealed that the exit gas flow rate was reduced significantly in hot coating. According to reduction in thickness of the silica layer, the decrease in exit gas flux is attributed to increase in continuity and reduce in defects of the layer. So, the continuous or uniform silica layer is obtainable via hot coating through fewer coating steps than usual coating.

Keywords: Ceramic membrane, Silica, Hot coating, Gas permeability