حق یگانه را

یاد

باسمه تعالی

تعهدنامه اصالت اثر

اینجانب شراره شادانفر متعهد می‌شوم کـــه مطالب منـــدرج در ایـن پایان‌نامه/رساله حاصل کار پژوهشی اینجانب است و دستـاوردهای پژوهشی دیگـران که در این پژوهش از آن‌ها استفاده شده است، مطابق مقـررات، ارجاع و در فهرست منـابع و مآخذ ذکر گردیده است. این پایان‌نامه/رساله قبلاً برای احراز هیچ مـدرک هم سطـح یا بالاتر ارایه نشده است. در صورت اثبات تخلف (در هر زمان) مدرک تحصیلی صادر شده توسط دانشگاه از اعتبار ساقط خواهد شد.

کلیه حقوق مادی و معنوی این اثر متعلق به دانشگاه تربیت دبیر شهید رجایی است.

نام ونام‌خانوادگی دانشجو: شراره شادانفر

امضاء

تقدیم به پدر و مادر عزیزم:

آنان که وجودم برایشان همه رنج بود و وجودشان برایم مهر.

مویشان سپیدی گرفت تا رویم سپید بماند.

آنان که فروغ نگاهشان، گرمی کلامشان و روشنی رویشان سرمایه های جاودان زندگیم هستند.

در برابر وجود گرامیشان زانوی ادب بر زمین می نهم و با دلی مملو از عشق و محبت بر دستانشان بوسه می زنم.

پایان نامه پیش رو از همه جهات مرهون راهنمایی و لطف استاد محترم سرکار خانم دکتر مهری مشهدی می باشد. ایشان در مقام استاد راهنما زحمات بسیار متقبل شدند و محبت بسیار روا داشتند لکن از این فرصت بهره برده و مراتب قدردانی و سپاس را از استاد محترم خود اعلام می دارم.

همچنین صمیمانه قدردان و سپاسگزار اساتید محترم آقایان دکتر رنجبران و دکتر میر اسماعیلی و همچنین آقای مهندس محمدی می باشم.

در آخر سپاسگزار همه دوستان به ویژه آقای مهندس امامی می باشم.

به جان منت پذیر و حق گذارم.

چکیده:

دی‌بورید زیرکونیوم یکی از پایدارترین بوریدها است که دارای ساختار هگزاگونال می‌باشد. کاربردهای ویژه آن بدلیل خواص فیزیکی و شیمیایی منحصر بفرد آن از قبیل دانسیته مناسب، نقطه ذوب بالا، خنثایی شیمیایی مناسب، هدایت حرارتی و الکتریکی بالا، مقاومت به اسیدهایی چون HCl و HF و فلزات غیر آهنی می‌باشد. خواص ویژه این ماده دلیل استفاده از آن در بسیاری از زمینه‌ها نظیر: ابزار برش، بوته‌های ذوب فلزات، الکترودهای دما بالا، کاتودهای فرایند الکتروشیمیایی تولید آلومینیوم (Hall-Heroult)، ترموکوپل کوره‌های دما بالا، زره حفاظت حرارتی، تجهیزات فراصوتی، پیشرانه‌ی موشک و نازل‌های اسپری‌های دما بالا می‌باشد. اگرچه که به علت پیوندهای کوالانت قوی، متراکم کردن پودرهای ZrB_2 دشوار می‌باشد، سنتز پودرهای بسیار ریز می‌تواند نیرو محرکه‌ی زینترشدن را افزایش داده و تراکم را نیز افزایش دهد و خواص مکانیکی سرامیک حاصل را بهبود بخشد. در این تحقیق سعی بر تولید نانو پودر این ماده با استفاده از مواد اولیه با قیمت مناسب و در دسترس با روش سنتز خود احتراقی دما بالا و حین احیای منیزیوترمی شده است. مواد اولیه مورد استفاده شامل اکسیدزیرکونیوم، اکسیدبور، منیزیوم و سدیم کلرید می‌باشد. ترکیب استوکیومتری با افزودن مقادیر مختلف اکسید بور اضافی مورد بررسی قرار گرفته و همچنین تاثیر کلرید سدیم بر کاهش اندازه ذرات نیز بررسی شده است. در این تحقیق موفق به تهیه نانو پودر دی بوریدزیرکونیوم در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد شدیم که در مقایسه با دماهای ذکر شده در منابع، پایین‌تر بود. به منظور حذف اکسید زیرکونیوم واکنش نیافته و افزایش خلوص، عملیات حرارتی در دماهای بالاتر (۱۰۰۰-۱۲۰۰و۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد) نیز انجام شد. افزایش دما تا ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد میزان تبدیل مواد اولیه به ماده مورد نظر را افزایش داد و پس از تخلیص (اسیدشویی)، ماده حاصله پودر دی‌بوریدزیرکونیوم با خلوص بالا و با متوسط اندازه ذرات ۱۰۰-۴۰ نانومتر بدست‌آمد. جهت بررسی خواص پودر حاصله در هر مرحله، نمونه‌ها تحت آنالیز فازی پراش اشعه X قرار گرفتند و سپس توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مطالعه شدند تا با توجه به نتایج حاصله، روند ادامه آزمایشات مشخص گردد.

واژگان کلیدی: نانو پودر، دی‌بوریدزیرکونیوم، عملیات‌حرارتی، تخلیص

فهرست مطالب

عنوان.....صفحه

فصل اول :مقدمه..... ۱

مقدمه:..... ۲

فصل دوم :مروری بر منابع مطالعاتی..... ۴

۲-۱- روشهای احیا..... ۵

۲-۲-فرایند سنتز خود احتراقی ۲۰

۲-۲-۱- تکنیک سنتز خود احتراقی دوبل..... ۲۷

۲-۳-روش سل ژل ۴۰

۲-۳-۱-روش سل ژل احتراقی ۴۵

۲-۴-آلیاژسازی مکانیکی..... ۴۶

۲-۴-۱-روش آلیاژسازی مکانیکی و سنتز خود احتراقی دما بالا به طورهمزمان ۵۱

۲-۵-تشکیل لایه های نازک ZrB_2 به روش رسوب شیمیایی فاز بخار CVD..... ۵۳

۲-۶-سایرروشهای تولید پودر دی بورید زیرکونیوم..... ۵۶

فصل سوم :روش تحقیق..... ۵۹

۳-۱-طرح کلی تحقیق..... ۶۰

۳-۲-مشخصات مواد اولیه..... ۶۱

۳-۳-تجهیزات مورد استفاده..... ۶۲

۳-۴-روش انجام آزمایش ۶۲

۳-۴-۱-تعیین دمای واکنش گرمازا ۶۲

۳-۴-۲- ترکیب نمونه ها ۶۵

۳-۴-۳-آماده سازی نمونه ها..... ۶۷

۳-۴-۴-عملیات حرارتی ۶۷
۳-۴-۵- آنالیز فازی ۶۸
۳-۴-۶- تعیین اندازه کریستالیت ۶۸
۳-۴-۷- تخلیص نمونه ها ۶۸
۳-۴-۸- مطالعه مورفولوژی و اندازه ذرات ۶۹
فصل چهارم: نتایج و بحث ۷۰
۴-۱- تاثیردما ۷۱
۴-۱-۱عملیات حرارتی در ۸۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱ ساعت..... ۷۱
۴-۱-۱-۱ تاثیر کاهش زمان عملیات حرارتی در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد از ۱ ساعت به ۳۰ دقیقه ۸۴
۴-۱-۳-تاثیر افزایش دما از ۱۰۰۰درجه سانتیگراد به ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد ۹۰
۴-۱-۴-تاثیر افزایش دما از ۱۲۰۰ درجه سانتیگراد به ۱۳۰۰ درجه سانتیگراد ۹۵
۴-۲- تاثیر افزایش مقدار B_2O_3 اضافی در نمونه ها ۱۰۱
۴-۳- تاثیر افزودن NaCl ۱۰۱
۴-۴-تصاویر حاصله از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)..... ۱۰۲
فصل پنجم : نتیجه گیری و پیشنهادها ۱۴۲
۵-۱-نتیجه گیری ۱۴۳
۵-۲-پیشنهادها..... ۱۴۴
منابع ۱۴۵

فهرست تصاویر

عنوان **صفحه**

شکل ۲-۱) بررسی محصولات بورون دار زمینه بصورت تابعی از دما در فشار Pa ۲۰برای واکنش ۱مول ZrO_2 و۴مول B..... ۹

شکل ۲-۲) انرژی آزاد گیبس واکنش ۱ بصورت تابعی از دما و فشار جزئی B_2O_2..... ۹

شکل۲-۳) بررسی محصولات حاوی بور زمینه بصورت تابعی ازفشار در c۱۶۵۰بْرای واکنش ۱مول ZrO_2 و۴مول B ۱۰

شکل۲-۴) افت وزنی پس از سنتز در دماهای مختلف ۱۱

شکل۲-۵) تصاویر SEM پودرهای ZrB_2 سنتز شده در دمای a)°C ۱۰۰۰، b) °C ۱۲۰۰، c) °C ۱۵۰۰ و d) °C ۱۶۵۰ ..... ۱۲

شکل۲-۶) تصویرTEM (a) والگویED(b) بدستآمده از ذرات نانوکریستالین حاصله از احیای همزمان$ZrCl_4$ وBBr_3 توسط سدیم فلزی..... ۱۵

شکل۲-۷) الگویXRD نانو پودر ZrB_2 حاصله از احیای همزمان $ZrCl_4$ و BBr_3 با استفاده از سدیم فلزی ۱۵

شکل ۲-۸) تصویر XRD حاصله ازایزوپروپوکسیدزیرکونیوم/پلیمردکابوران-دی کیانوپنتان پیرولیز شده در ۱۱۵۰ °C..... ۱۷

شکل۲-۹) الگویXRDحاصله ازپلیمرپیرولیز شده تحت هلیوم در۱۷۵۰ °C..... ۱۷

شکل۲-۱۰) منحنی های TG-DTA پودرهای اولیه ۱۹

شکل۲-۱۱) تصویر FE-SEM پودرهای ZrB_2 زینتر شده در دمای ۹۵۰ به مدت ۵ دقیقه..... ۱۹

شکل ۲-۱۲) منحنی های DTAو TGA برای نمونه TM1 ..... ۲۴

شکل ۲-۱۳) منحنی دما-زمان برای نمونه CTM2..... ۲۴

شکل۲-۱۴) تصویر SEM نمونه های TM1(a وTM2 b) ۲۵

شکل ۲-۱۵) تصاویر پودرهای مختلف: a)پودر SSHS بدون NaCl. b)پودر SSHS با NaCl وc) تصویر SAD از شکل b ۲۹

شکل ۲-۱۶) تصاویر HRTEM پودرهای DSHS : a وb) پودر تهیه شده از SSHS بدون NaCl و c) پودر تهیه شده از SSHS با NaCl ۳۰

شکل۲-۱۷) الگوی XRD محصولات حاصله از ترکیب ZrوB: a) ۱۰ wt٪ NaCl (b ۱۰ wt٪ NaCl و c) ۲۰wt% NaCl ، d) ۳۰wt% NaCl ، e) ۴۰wt% NaCl بعد از فرایند SHS (۱) ZrB_2 و (۲)NaCl ۳۲

شکل۲-۱۸) دماهای آدیاباتیک، سرعت پیشرفت واکنش و میانگین اندازه ذرات ZrB_2 ..... ۳۳

شکل۲-۱۹) تصاویر SEM سطح شکست محصولات حاصله از مخلوط Zr-B..... ۳۴

شکل ۲-۲۰) تصاویر میکروسکوپ الکترونی : a) پودرZrB_2 تهیه شده با SHS وb) پودر تهیه شده ازروش کربوترمال و c) پودر تجاری و d) TiC تهیه شده با SHS ۳۵

شکل ۲-۲۱) الگوی تصاویر XRD نمونه حاصله از SHS زینتر شده در ۱۸۰۰بمدت ۳۰ دقیقه با مقادیر مختلف کربن: (a) ۰، (b) ۲، (c) ۵wt.% ، (d) ۱۰ ..... ۳۶

شکل ۲-۲۲) الگوی تصاویر XRD نمونه حاصله ازSHS زینتر شده در ۱۸۰۰بمدت ۳۰ دقیقه با مقادیر مختلف کربن: (a) ۰، (b) ۲، (c) ۳ ، (d) ۴ ، (e)۵ ، (f) ۱۰wt.% ۳۷

شکل ۲-۲۳) تصویر SEM نمونه حاصل از SHS زینتر شده در ۱۸۰۰ بمدت ۳۰ دقیقه بدون افزودن کربن ۳۷

شکل ۲-۲۴) تصویر TEM نشان دهنده آگلومراسیون پودر ZrB_2 ..... ۳۸

شکل۲-۲۵) میکروگراف a TEM) پودر ZrB_2 نانو کریستال b) ذرات ZrB_2 بدون کربن و c) ذرات ZrB_2 با ۵wt.%کربن ۳۹

شکل۲-۲۶) تصویر XRD نمونه پودری حاصله با (SHS) a)۰و b)TiC ۲۰ wt% ۴۰

شکل۲-۲۷) نمایی از فرایند سل ژل..... ۴۰

شکل ۲-۲۸) نگاهی به فرایند سل ژل..... ۴۱

شکل ۲-۲۹) نمودار سنتز زیرکونیوم دیبورید با استفاده از مواد اولیه آلی-غیر آلی ۴۲

شکل۲-۳۰)تصاویر SEM پودر سنتز شده در دماهای مختلف ۴۳

شکل ۲-۳۲) شکل ساده ای از فرایند آلیاژسازی مکانیکی ۴۶

شکل۲-۳۳) فرایند تولید پودر..... ۴۷

شکل۲-۳۴) تصاویر SEM مخلوط پودرهای ZrB_2 بعد از آسیاب کردن به مدت (a) ۰h، (b) ۲h، (c) ۱۲hو (d) ۲۰h ۴۹

شکل۲-۳۵) میزان حضور ZrB_2 با گذشت زمان آسیاب ۵۰

شکل۲-۳۶) آنالیز XRD با افزایش زمان آسیاب..... ۵۱

شکل۲-۳۸) سنتزمواد نانو سایز از فاز گاز ۵۴

شکل ۲-۳۹) تصویر میکروسکوپ الکترونی پودردی بورید زیرکونیوم..... ۵۵

شکل۳-۱) الگوی پراش اشعهX مربوط به نمونه ZBM..... ۶۰

شکل۳-۲) نمودارهای DTA و TGمربوط به نمونههای (۱)ZBC و(۲)ZBM..... ۶۴

شکل ۳-۳)نمودار TGوDTA مربوط به نمونه ZBM..... ۶۵

شکل ۴-۱) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM (۸۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱ ساعت) ..... ۷۲..

شکل ۴-۲) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM1 (۸۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱ ساعت) ..... ۷۲..

شکل۴-۳) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM2 (۸۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱ ساعت). ۷۳

شکل ۴-۴) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM3 (۸۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱ ساعت) ..... ۷۴..

شکل ۴-۵) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM4 (۸۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱ ساعت) ..... ۷۴.....

شکل ۴-۶) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونهZBM5 (ترکیب نمونه ZBM با۲۰% NaCl، ۸۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱ ساعت)..... ۷۵

شکل ۴-۷) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM6 (ترکیب نمونه ZBM1 با۲۰% NaCl ، ۸۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱ ساعت)..... ۷۶

شکل ۴-۸) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM7 (ترکیب نمونه ZBM2 با۲۰٪ NaCl، ۸۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱ ساعت)..... ۷۶

شکل ۴-۹) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM8 (ترکیب نمونه ZBM3 با ۲۰% NaCl، ۸۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱ ساعت) ۷۷

شکل ۴-۱۰) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM9 (ترکیب نمونه ZBM4 با ۲۰% NaCl، ۸۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱ ساعت) ۷۷

شکل ۴-۱۱) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM (عملیات حرارتی در ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد بمدت ۱ساعت)..... ۷۸

شکل ۴-۱۲) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونهZBM1 (عملیات حرارتی در ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد بمدت ۱ساعت) ۷۹

شکل ۴-۱۳) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM2 (عملیات حرارتی در ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد بمدت ۱ساعت)..... ۷۹

شکل ۴-۱۴) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM3 (عملیات حرارتی در ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد بمدت ۱ساعت)..... ۸۰

شکل ۴-۱۵) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونهZBM4 (عملیات حرارتی در ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد بمدت ۱ساعت)..... ۸۱

شکل ۴-۱۶) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM5 (نمونه ZBM با ۲۰٪NaCl، عملیات حرارتی در ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد بمدت ۱ساعت) ۸۱

شکل ۴-۱۷) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM6 (نمونه ZBM1 با ۲۰٪NaCl، عملیات حرارتی در ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد بمدت ۱ساعت) ۸۲

شکل ۴-۱۸) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM7 (نمونه ZBM2 با ۲۰٪NaCl، عملیات حرارتی در ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد بمدت ۱ساعت) ۸۲

شکل ۴-۱۹) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM8 (نمونه ZBM3 با ۲۰٪NaCl، عملیات حرارتی در ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد بمدت ۱ساعت) ۸۳

شکل ۴-۲۰) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM9 (نمونه ZBM4 با ۲۰٪NaCl، عملیات حرارتی در ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد بمدت ۱ساعت) ۸۳

شکل۴-۲۱) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM3 (عملیات حرارتی در ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد بمدت ۳۰ دقیقه) ۸۴

شکل۴-۲۲) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM8 (ترکیب ZBM3+NaCl ۲۰%، عملیات حرارتی در ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد بمدت ۳۰ دقیقه) ۸۵

شکل۴-۲۳) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM10 (عملیات حرارتی در ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد بمدت ۳۰ دقیقه ۸۶

شکل۴-۲۴) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM11 (عملیات حرارتی در ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد بمدت ۳۰دقیقه)..... ۸۶

شکل۴-۲۵) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM14 (عملیات حرارتی در ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد بمدت ۳۰ دقیقه)..... ۸۷

شکل۴-۲۶) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM12(ترکیب ZBM10+ ۲۰% NaCl، عملیات حرارتی در ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد بمدت ۳۰ دقیقه) ۸۸

شکل۴-۲۷) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM13 (ترکیب ZBM11 +۲۰%، NaCl عملیات حرارتی در ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد بمدت ۳۰ دقیقه ۸۸

شکل۴-۲۸) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM15 (ترکیب ZBM14 +۲۰٪NaCl عملیات حرارتی در ۱۰۰۰ درجه سانتیگراد بمدت ۳۰ دقیقه) ۸۹

شکل ۴-۲۹) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM11 (عملیات حرارتی در ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۳۰ دقیقه)..... ۹۰

شکل ۴-۳۰) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM3 (عملیات حرارتی در ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۳۰ دقیقه)..... ۹۱

شکل ۴-۳۱) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM8 (عملیات حرارتی در ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۳۰ دقیقه)..... ۹۲

شکل ۴-۳۲) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM10 (عملیات حرارتی در ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۳۰ دقیقه)..... ۹۲

شکل ۴-۳۳) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM12 (عملیات حرارتی در ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۳۰ دقیقه)..... ۹۳

شکل ۴-۳۴) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM13 (عملیات حرارتی در ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۳۰ دقیقه)..... ۹۳

شکل ۴-۳۵) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM14 (عملیات حرارتی در ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۳۰ دقیقه)..... ۹۴
شکل ۴-۳۶) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM15 (عملیات حرارتی در ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۳۰ دقیقه)..... ۹۴
شکل۴-۳۷) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM3 (عملیات حرارتی در ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۳۰ دقیقه)..... ۹۶
شکل۴-۳۸) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM10 (عملیات حرارتی در ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۳۰ دقیقه)..... ۹۶
شکل۴-۳۹) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM11 (عملیات حرارتی در ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۳۰ دقیقه)..... ۹۷
شکل۴-۴۰) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM14 (عملیات حرارتی در ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۳۰ دقیقه)..... ۹۷
شکل۴-۴۱) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM8 (عملیات حرارتی در ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۳۰ دقیقه)..... ۹۸
شکل ۴-۴۲) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM12 (عملیات حرارتی در ۱۳۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۳۰ دقیقه)..... ۹۹
شکل ۴-۴۳) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM13 (عملیات حرارتی در ۱۳۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۳۰ دقیقه)..... ۹۹
شکل ۴-۴۴) الگوی پراش اشعه X مربوط به نمونه ZBM15 (عملیات حرارتی در ۱۳۰۰ درجه سانتیگراد به مدت ۳۰ دقیقه)..... ۱۰۰
شکل۴-۴۵) تصاویرSEM مربوط به نمونهZBM3 ..... ۱۰۳
شکل۴-۴۶) تصاویرSEM نمونه ZBM3 ..... ۱۰۳
شکل ۴-۴۷) تصاویر SEM نمونه ZBM3 ..... ۱۰۴
شکل ۴-۵۰) تصاویر SEM نمونه ZBM10..... ۱۰۹
شکل ۴-۵۱) تصاویر SEM نمونه ZBM10..... ۱۱۰
شکل ۴-۵۲) تصاویر مربوط به نمونهZBM11..... ۱۱۱

شکل ۴-۵۳) تصاویر مربوط به نمونه ZBM11 ..... ۱۱۲
شکل ۴-۵۴) تصاویر MAP مربوط به نمونه ZBM11، توزیع عنصر بور..... ۱۱۳
شکل ۴-۵۵) تصاویر MAP نمونه ZBM11، توزیع عنصربور وزیرکونیوم (تصویر سمت چپ) و توزیع عنصر زیرکونیوم (تصویر سمت راست)..... ۱۱۳
شکل ۴-۵۶) تصاویرمربوط به نمونه ZBM12 ..... ۱۱۴
شکل ۴-۵۷) تصویر مربوط به نمونه ZBM3 تخلیص شده با HCl ۱۱۷
شکل ۴-۵۸) تصاویر مربوط به نمونه ZBM3 تخلیص شده با HCl ۱۱۷
شکل ۴-۵۹) تصاویر مربوط به نمونه ZBM8 تخلیص شده با HCl ۱۱۹
شکل ۴-۶۰) تصاویر مربوط به نمونه ZBM8 تخلیص شده با HCl ۱۲۰
شکل ۴-۶۱) تصاویر مربوط به نمونه ZBM10 تخلیص شده با HCl ۱۲۲
شکل ۴-۶۲) تصویر مربوط به نمونه ZBM10 تخلیص شده با HCl ۱۲۳
شکل۴-۶۳) تصاویر مربوط به نمونه ZBM11 تخلیص شده با HCl ۱۲۵
شکل۴-۶۴) تصاویر مربوط به نمونه ZBM11 تخلیص شده با HCl ۱۲۷
شکل ۴-۶۵) تصاویر مربوط به نمونه ZBM12 تخلیص شده با HCl ۱۲۸
شکل ۴-۶۶) تصاویر مربوط به نمونه ZBM13 تخلیص شده با HCl ۱۳۱
شکل۴-۶۷) تصاویر مربوط به نمونه ZBM13 تخلیص شده با HCl ۱۳۱
شکل ۴-۶۸) تصاویر مربوط به نمونه ZBM15 تخلیص شده با HCl ۳۰۰۰۰..... ۱۳۴
شکل ۴-۶۹) تصاویر مربوط به نمونه ZBM11 تخلیص شده با HCl ۱۳۷
شکل ۴-۷۰) تصاویر مربوط به نمونه ZBM11 تخلیص شده با HCl ۱۳۸
شکل ۴-۷۳) تصویر مربوط به نمونهZBM11 ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد،۳۰ دقیقه، تخلیص شده با HCl ۱۴۱
شکل ۴-۷۴) آنالیز XRD نمونه ZBM11،۱۳۰۰درجه سانتی گراد۳۰ دقیقه، تخلیص شده با HCl... ۱۴۱
شکل ۴-۷۶) تصاویر مربوط به نمونه ZBM13 ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد ۳۰ دقیقه، تخلیص شده با HCl ۱۴۳

فهرست نمودار

عنوان **صفحه**

نمودار ۴-۱) آنالیز عنصری کلی نمونهZBM3 ..... ۱۰۲

نمودار۴-۲) آنالیز عنصری کلی نمونه ZBM8..... ۱۰۵

نمودار ۴-۳) آنالیزعنصری نقطه A نمونه ZBM8 ..... ۱۰۷

نمودار ۴-۴) آنالیز عنصری نقطه B نمونه ZBM8..... ۱۰۷

نمودار ۴-۵) آنالیز عنصری نقطه C نمونه ZBM8 ..... ۱۰۷

نمودار ۴-۶) آنالیز عنصری کلی نمونه ZBM10..... ۱۰۸

نمودار ۴-۷) آنالیز عنصری نقطه A نمونه ZBM10 ..... ۱۰۸

نمودار۴-۸) آنالیز کلی نمونه ZBM11..... ۱۱۰

نمودار۴-۹) آنالیز کلی نمونه ZBM12 ..... ۱۱۴

نمودار۴-۱۰) آنالیز عنصری نقطهA نمونهZBM12 ..... ۱۱۵

نمودار۴-۱۱) آنالیز عنصری نقطه B نمونه ZBM12 ..... ۱۱۵

نمودار۴-۱۲) آنالیز کلی نمونه ZBM3 تخلیص شده با HCl ۱۱۶

نمودار۴-۱۳) آنالیز عنصری نقطه A نمونه ZBM3 تخلیص شده با HCl..... ۱۱۸

نمودار۴-۱۴) آنالیز عنصری نقطه B نمونه ZBM3 تخلیص شده با HCl..... ۱۱۸

نمودار۴-۱۵)) آنالیز کلی نمونه ZBM8 تخلیص شده با HCl..... ۱۱۹

نمودار۴-۱۶) آنالیزعنصری مربوط به نقاط روشن نمونه ZBM8 تخلیص شده با HCl ۱۲۰

نمودار۴-۱۷) آنالیزعنصری مربوط به نقاط تیره نمونه ZBM8 تخلیص شده با HCl ۱۲۱

نمودار۴-۱۸) آنالیز کلی نمونه ZBM10 تخلیص شده با HCl ۱۲۲

نمودار۴-۱۹) آنالیز مربوط به نقاط روشن نمونه ZBM10 تخلیص شده با HCl..... ۱۲۳

نمودار۴-۲۰) آنالیز مربوط به نقاط تیره نمونه ZBM10 تخلیص شده با HCl..... ۱۲۴

نمودار۴-۲۱) آنالیز کلی نمونهZBM11 تخلیص شده با HCl ۱۲۴

نمودار۴-۲۲) آنالیز مربوط به نقطه A نمونهZBM11 تخلیص شده با HCl ۱۲۵
نمودار۴-۲۳) آنالیز مربوط به نقطه B نمونهZBM11 تخلیص شده با HCl ۱۲۶
نمودار۴-۲۴) آنالیز مربوط به نقطه C نمونهZBM11 تخلیص شده با HCl..... ۱۲۶
نمودار۴-۲۵) آنالیز کلی نمونه ZBM12 تخلیص شده با HCl..... ۱۲۸
نمودار۴-۲۶) آنالیز عنصری نقطه A نمونهZBM12 تخلیص شده با HCl ۱۲۹
نمودار۴-۲۷) آنالیز عنصری نقطه B نمونهZBM12 تخلیص شده با HCl ۱۲۹
نمودار۴-۲۸) آنالیز عنصری نقطه C نمونه ZBM12 تخلیص شده با HCl..... ۱۲۹
نمودار۴-۲۹) آنالیز کلی نمونه ZBM13 تخلیص شده با HCl..... ۱۳۰
نمودار۴-۳۰) آنالیز عنصری نقطهA نمونه ZBM13 تخلیص شده با HCl ۱۳۲
نمودار۴-۳۱) آنالیز عنصری نقطه B نمونه ZBM13 تخلیص شده با HCl ۱۳۲
نمودار۴-۳۲) آنالیز کلی نمونه ZBM15 تخلیص شده با HCl..... ۱۳۴
نمودار۴-۳۳) آنالیز عنصری نقطه A نمونهZBM15 تخلیص شده با HCl ۱۳۵
نمودار۴-۳۴) آنالیز عنصری نقطه B نمونهZBM15 تخلیص شده با HCl ۱۳۵
نمودار۴-۳۵) آنالیز کلی نمونه ZBM11، ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد بمدت ۳۰ دقیقه، تخلیص شده با HCl ۱۳۶
نمودار۴-۳۶) آنالیز عنصری نقطه B نمونهZBM11 ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد بمدت ۳۰ دقیقه ، تخلیص شده با HCl ۱۳۷
نمودار۴-۳۷) آنالیز کلی نمونه ZBM11 ,۱۳۰۰ درجه سانتی گراد بمدت ۳۰ دقیقه، تخلیص شده با HCL..... ۱۳۹
نمودار۴-۳۸) آنالیز کلی نمونه ZBM13 ,۱۳۰۰ درجه سانتی گراد بمدت ۳۰ دقیقه، تخلیص شده با HCL..... ۱۴۲

فهرست جداول

عنوان **صفحه**

جدول ۱- خواص برجسته‌ی ZrB_2..... ۳

جدول ۳-۱) ترکیب نمونه های مورد بررسی در تحقیق ۶۵

فصل اول

مقدمه

مقدمه:

دی بورید زیرکونیوم یکی از پایدارترین بوریدها است که دارای ساختار هگزاگونال می‌باشد [۲،۱]. اگرچه که به علت پیوندهای کوالانت قوی، متراکم کردن پودرهای ZrB_2 دشوار می باشد، سنتز پودرهای بسیار ریز می‌تواند نیرو محرکه‌ی زینتر شدن را افزایش داده و تراکم را افزایش دهد و خواص مکانیکی سرامیک حاصل را بهبود بخشد [۳،۲،۱]. در بین خانواده سرامیکهای دما بالا، بنظر می رسد دی بورید زیرکونیوم یکی از جذابترین مواد با کاربردهای ویژه بدلیل خواص فیزیکی و شیمیایی منحصر بفرد آن باشد[۴]، خواصی چون نقطه ذوب بالا، خنثایی شیمیایی مناسب، هدایت حرارتی و الکتریکی بالا، مقاومت به اسیدهایی چون HCl و HF و فلزات غیر آهنی [۳،۱]. خواص ویژه این ماده دلیل استفاده از آن در بسیاری از زمینه ها نظیر: ابزار برش، بوته‌های ذوب فلزات، الکترودهای دما بالا، کاتودهای فرایند الکترو شیمیایی تولید آلومینیوم (Hall- Heroult)، ترموکوپل کوره های دما بالا، زره حفاظت حرارتی تجهیزات فراصوتی، پیشرانه‌ی موشک و نازل‌های اسپری های دما بالا می باشد [۳،۵،۲،۱] .

بدلیل استفاده های تکنولوژیکی مهم، این ماده به چندین روش تولید می شود [۱]: واکنش بین پودرهای عناصر زیرکونیوم و بور، احیای متالوترمیک ZrO_2 و B_2O_3 به وسیله‌ی منیزیم یا بور، الکترولیز نمک ذوبی، سنتز مکانیکی-شیمیایی و سنتز احتراقی، احیای حالت جامد، سنتز الکترو شیمیایی، آلیاژ سازی مکانیکی، سنتز خود احتراقی دما بالا، فرایند فاز محلول، گرمایش مایکرو ویو و ... از روش‌های سنتز ذرات ZrB_2 می‌باشند [۵،۴،۲]. در ادامه در فصل دوم هر یک از روش ها شرح داده شده است. فصل سوم پایان نامه در مورد روش تحقیق و نحوه بررسی خواص ماده حاصله، و فصل چهارم بحث و نتایج حاصله از آنالیزهای انجام گرفته می باشد. در فصل پنجم نیز نتیجه گیری و پیشنهادها آورده شده است.

در جدول شماره ۱ به برخی از خواص ZrB_2 اشاره شده است:

جدول ۱- خواص برجسته‌ی ZrB_2 [۶]

خواص	ZrB_2
دانسیته (g/cm^3)	۶/۰۹
پارامتر شبکه	$a = ۳/۱۶۸ ، c = ۱/۱۱۴$
ساختار کریستالی	هگزاگونال
مدول الاستیسیته (GPa)	۴۴۰-۴۶۰
سختی (GPa)	۱۲-۲۲
نقطه ذوب $(°k)$	۳۳۱۳
مقاومت الکتریکی $(\times 10^{-6}\ W\ cm)$	۹/۲
هدایت حرارتی (W/mK)	۲۳-۲۵
حداکثر دمای مقاومت در برابر اکسیداسیون $(°C)$	۱۰۰۰-۱۳۰۰