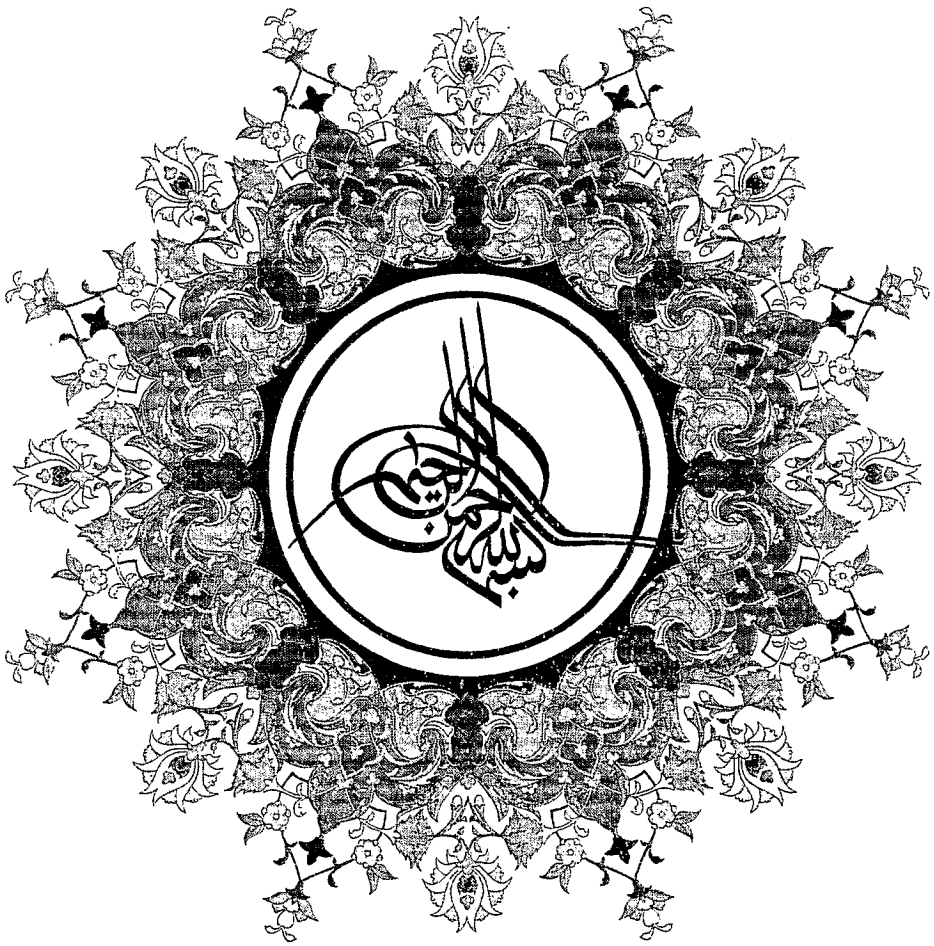
بسم الله الرحمن الرحيم

دانشگاه تهران

دانشکده فنی

میکرونیزاسیون پرکلرات پتاسیم

۱۳۸۱ /۱۲/ ۱۰

استاد راهنما : دکتر محمد علی موسویان

از اطلاعات و ارگ علمی ایران
تحقیقات و ارگ

نگارش

عباس مهدی وشاره

نام نام خانوادگی

پایان نامه کارشناسی ارشد مهندسی شیمی

بهمن ۱۳۸۱

۴۴۴۸

صفحه تصویب پایان نامه کارشناسی ارشد

موضوع

میکرونیزاسیون پرکلرات پتاسیم

توسط

عباس مهدی وشاره

پایان نامه

برای دریافت درجه کارشناسی ارشد

رشته مهندسی شیمی گرایش مهندسی شیمی

از این پایان نامه در تاریخ ۸۱/۱۱/۱۵ در مقابل هیئت داوران دفاع بعمل آمده و مورد تصویب قرار گرفت.

دانشکده فنی دانشگاه تهران
تحصیلات تکمیلی

محل امضاء

سرپرست تحصیلات تکمیلی دانشکده :

مدیر گروه آموزشی :

استاد راهنما :

استاد مشاور :

داور مدعو :

داور داخلی :

میکرونیزاسیون پرکلرات پتاسیم

چکیده

امروزه با پیشرفت علوم و تکنولوژی، میکرونیزاسیون مواد اهمیت و جایگاه خاصی دارد. پرکلرات پتاسیم بعنوان یک ماده اکسیدکننده در سوختهای جامد بکار می‌رود. با کاهش اندازه ذرات مواد اکسید کننده، سرعت سوختن سوختهای جامد افزایش می‌یابد. برای تولید بعضی سوختهای دو پایه به پرکلرات پتاسیم میکرونیزه نیاز است.

در این پروژه نخست روشهای مختلف میکرونیزاسیون مواد بخصوص مواد حساس بررسی شده و سپس با توجه به خصوصیات پرکلرات پتاسیم نظیر حساسیت به ضربه، روشهای مختلف میکرونیزاسیون این ماده بررسی گردیده است.

با توجه به بررسیهای انجام شده، بهترین روش برای میکرونیزاسیون پرکلرات پتاسیم، فرآیند کریستالیزاسیون سریع تشخیص داده شد. در این فرآیند جهت تولید کریستالهای بسیار ریز، محلول داغ و اشباع پرکلرات پتاسیم، به سرعت سرد گردیده است. و برای سرد نمودن سریع محلول، بهترین روش استفاده از اتمایزرهای دوسیاله همراه با گاز سرد تشخیص داده شد. این فرآیند جهت میکرونیزاسیون پرکلرات پتاسیم در اندازه‌ها ی آزمایشگاهی و نیمه صنعتی طراحی و ساخته شد و تا حد امکان اثر پارامترهای مختلف بر روی اندازه ذرات بررسی گردید. با استفاده از این روش، پرکلرات پتاسیم با اندازه ذراتی تا قطر متوسط شش میکرون، تولید گردید.

تقدیر و تشکر:

ستایش خدا را سزاست که حمد را وسیله رسیدن به نعمتها و موجب افزایش احسان و کرمش قرار داد و درود خداوند بر پیامبر رحمت و اهل بیت عصمت وطهارت که سرچشمه علم و معرفت هستند. خداوند منان را سپاسگزارم که توفیق ادامه تحصیل و انجام این پروژه را به من عطا فرمود.

در این جا وظیفه خود می‌دانم از استاد گرانقدر جناب آقای دکتر محمد علی موسویان که مشوق و راهنمای من در این پروژه بوده و همواره مرا مورد لطف و عنایت خویش قرار داده‌اند، قدر دانی و تشکر نمایم و برای ایشان آرزوی سلامتی و موفقیت در تمام مراحل زندگی را دارم.

همچنین از برادر عزیز جناب آقای محمد جواد باقری که در انجام آزمایشات پروژه مرا یاری نموده‌اند و از برادران مهندس مهدی تفریشی، مهندس امیر سعید نظری و مهندس عماد مسعودی که همواره مشوق و یاری دهنده اینجانب در ادامه تحصیل و انجام این پروژه بوده‌اند، تشکر و سپاسگزاری می‌نمایم.

در پایان از کلیه افرادی که به نوعی در انجام این پروژه، حقیر را یاری نموده‌اند و نامی از ایشان ذکر نگردید، عذر خواهی نموده و از زحماتشان تشکر می‌نمایم.

چکیده	۱
فصل اول : **میکرونیزاسیون مواد**	۲
۱-۱- مقدمه	۳
۱-۲- روشهای میکرونیزاسیون مواد	۷
۱-۲-۱- در هم شکستن مواد	۷
۱-۲-۱-۱- شکسته شدن مواد جامد	۷
۱-۲-۱-۲- آسیابهای تر	۱۱
۱-۲-۱-۳-محدودیتهای روشهای مکانیکی	۱۱
۱-۲-۱-٤- پراکنده سازی مایعات	۱۲
۱-۲-۱-٤-۱- پاشیدن مذاب	۱۳
۱-۲-۱-٤-۲- امولسیون سازی	۱۳
۱-۲-۲- ساخته شدن ذرات	۱۳
۱-۲-۲-۱- ساخته شدن ذرات در فز گاز	۱٤
۱-۲-۲-۲- ساخته شدن ذرات در فاز جامد	۱٤
۱-۲-۲-۳- ساخته شدن ذرات در فاز مایع	۱۵
۱-۲-۲-۳-۱- واکنش شیمیایی	۱۵
۱-۲-۲-۳-۲- کریستالیزاسیون	۱۵
۱-۳- پارامترهای مؤثر در انتخاب روشهای میکرونیزاسیون	۱٦
۱-۳-۱- خصوصیات مواد	۱۷
۱-۳-۲- خصوصیات ذرات مورد نیاز	۱۷
۱-۳-۳- جنبه های اقتصادی و امکانات موجود	۱۹
۱-٤- حساسیت مواد در فرآیندهای میکرونیزاسیون	۱۹
فصل دوم : **روشهای میکرونیزاسیون مواد حساس**	۲۲
۲-۱- شکسته شدن ذرات	۲۳

۲-۱-۱- خردایش مواد جامد	۲۳
۲-۱-۲- پراکنده سازی مذاب	۲٤
۲-۲- روشهای ساخته شدن ذرات	۲٤
۲-۲-۱- روشهای کریستالیزاسیون مجدد	۲٥
۲-۲-۱-۱- کریستالیزاسیون پاششی	۲٦
۲-۲-۱-۱-۱- سرد کردن سریع محلول	۲۷
۲-۲-۱-۱-۲- تبخیر سریع حلال	۲۷
۲-۲-۱-۲- کریستالیزاسیون امولسیونی	۲۸
۲-۲-۱-۲-۱- سرد کردن سریع امولسیون	۲۹
۲-۲-۱-۲-۲- خشکاندن انجمادی امولسیون	۳۰
۲-۲-۱-۳- کریستالیزاسیون بوسیله سیالات فوق بحرانی	۳۰
۲-۲-۱-۳-۱- انبساط ناگهانی محلولهای فوق بحرانی	۳۲
۲-۲-۱-۳-۲- استفاده از ضد حلال بحرانی	۳۳
۲-۳-۱-٤- کریستالیزاسیون به روش ضد حلال	۳٤
فصل سوم : **خصوصیات پرکلرات پتاسیم**	**۳٦**
۳-۱- روشهای تولید پرکلرات پتاسیم	۳۷
۳-۲- تولید پرکلرات پتاسیم به روش الکترو شیمیایی	۳۸
۳-۳- مشخصات فیزیکی و شیمیایی پرکلرات پتاسیم	٤۱
فصل چهارم : **بررسی فرآیندهای میکرونیزاسیون پرکلرات پتاسیم**	**٤٦**
٤-۱- روشهای مکانیکی	٤۷
٤-۲- روشهای شیمیایی	٤۸
٤-۳- روشهای کریستالیزاسیون مجدد	٤۸
٤-۳-۱-۱- کریستالیزاسیون امولسیونی	٤۹
٤-۳-۱-۲- خشکاندن انجمادی امولسیون	٤۹

٤-٣-٢- کریستالیزاسیون بوسیله سیالات فوق بحرانی	٥٠
٤-٣-٣- کریستالیزاسیون به روش ضد حلال	٥٠
٤-٣-٤- کریستالیزاسیون پاششی	٥١
٤-٤- انتخاب فرآیند میکرونیزاسیون پرکلرات پتاسیم	٥٢
فصل پنجم : **کریستالیزاسیون**	**٥٣**
٥-١- مکانیزم کریستالیزاسیون محلولها	٥٤
٥-١-١- ایجاد حالت فوق اشباع	٥٥
٥-١-٢- هسته زایی	٥٧
٥-١-٢-١- هسته زایی اولیه	٥٨
٥-١-٢-٢- هسته زایی ثانویه	٥٨
٥-١-٢-٣- سینتیک هسته‌زایی همگن	٥٨
٥-١-٢-٤- سینتیک هسته زایی ناهمگن	٦١
٥-١-٢-٥- تاثیر ناخالصیها در هسته زایی	٦٢
٥-١-٣- رشد کریستال	٦٢
٥-١-٣-١- تئوری انرژی سطحی	٦٣
٥-١-٣-٢- تئوری جذب سطحی	٦٣
٥-١-٣-٣- تئوری نفوذ واکنش	٦٥
٥-٢- کاهش اندازه کریستالها	٦٨
٥-٢-١- افزایش تعداد هسته‌های اولیه	٨٦
٥-٢-٢- جلوگیری از رشد کریستالها	٦٩
فصل ششم : **میکرونیزاسیون پرکلرات پتاسیم به روش کریستالیزاسیون پاششی**	**٧٢**
٦-١- محلول سازی	٧٣
٦-٢- فرآیند کریستالیزاسیون پاششی	٧٨

٦-٢-١- فرآیندهای سرد کردن سریع	٧٩
٦-٢-١-١- محیطهای سرد	٨٠
٦-٢-١-٢-انواع جریانها در سیستم سرد کردن محلول به روش پاشش	٨٢
٦-٢-١-٣- اثر پارامترها در فرآیندهای سرد کردن به روش پاشش	٨٣
٦-٢-٢- روشهای پاشیدن محلول	٨٤
٦-٢-٢-١- اتمایزر دوار	٨٥
٦-٢-٢-٢- اتمایزر نازلی	٨٧
٦-٢-٢-٣- اتمایزر های مناسب برای فرآیند کریستالیزاسیون	٩٠
٦-٢-٣- مکانیزم سرد شدن قطرات پاشیده شده توسط گاز	٩٦
٦-٢-٣-١- مکانیزم سرد شدن قطره در هوا	٩٦
٦-٢-٣-٢- مکانیزم سرد شدن قطرات در اتمایزر دو سیاله	٩٧
٦-٣- فیلتراسیون و شستشو	٩٩
٦-٣-١- تئوری فیلتراسیون	١٠٠
٦-٣-٢- انواع فیلترها	١٠١
٦-٣-٣- شستشو	١٠١
٦-٤- خشک کردن	١٠٢
٦-٤-١- مکانیزم خشک کردن	١٠٢
٦-٤-٢- فرآیندهای خشک کردن	١٠٤
٦-٤-٣- خشک کردن پرکلرات پتاسیم	١٠٤
فصل هفتم : **طراحی فرآیند کریستالیزاسیون پاششی**	**١٠٦**
٧-١- جریان هوا	١٠٨
٧-٢- محلول سازی	١٠٩
٧-٣- اتمایزر	١١١
٧-٣-١- اتمایزر نوع بسته	١١١

۷-۳-۲- اتمایزر نوع باز ۱۱۳

۷-٤- مخزن جمع آوری ۱۱٤

۷-٥- فیلتراسیون و شستشو ۱۱٦

۷-٦- خشک کردن ۱۱۷

۷-۷- روشهای اندازه گیری متغیرهای ورودی و خروجی ۱۱۹

۷-۸- بازدهی کریستالیزاسیون ۱۲۱

۷-۹- بررسی اثر پارامترهای مختلف بر فرآیند کریستالیزاسیون پاششی ۱۲۲

فصل هشتم : **کارهای تجربی و آزمایشات** **۱۲۳**

۸-۱- آزمایشات کریستالیزاسیون سریع توسط روشهای مختلف ۱۲٤

۸-۱-۱- روش ضد حلال ۱۲٤

۸-۱-۲- روش سرد کردن امولسیون ۱۲٥

۸-۱-۳- روش سطوح سرد ۱۲٥

۸-۱-٤- روش ظرف همزن دار ۱۲٦

۸-۲- بررسی اثر پارامترهای مختلف در سرعت سرد شدن قطرات اتمایز شده ۱۲٦

۸-۳- بررسی اثر پارامترهای مختلف در فرآیند کریستالیزاسیون پاششی ۱۲۹

۸-٤- شرح فرآیند میکرونیزاسیون پرکلرات پتاسیم ۱۳۰

۸-٤-۱- غلظت محلول ۱۳٥

۸-٤-۲- قطر نازل هوا ۱۳٦

۸-٤-۳- فشار گاز ۱۳۷

۸-٤-٤- دمای گاز ۱۳۸

۸-٤-٥- رطوبت گاز ۱۳۸

۸-٤-٦ - PH محلول ۱۳۹

فصل نهم : **نتیجه گیری و پیشنهادات** **۱٤۰**

منابع و مراجع ۱٤٤

ضمیمه الف ۱٤٦

شکل ۱-۱ اثر اندازه ذرات اکسید کننده بر روی سرعت سوختن سوخت	٦
شکل ۱-۲ نمودار روشهای کاهش اندازه ذرات مواد	۸
شکل ۱-۳ آسیاب ارتعاشی	۱۰
شکل ۱-٤ آسیاب دمشی	۱۱
شکل ۲-۱ فرآیند کریستالیزاسیون پاششی	۲۸
شکل ۲-۲ حالت امولسیون محلول	۲۹
شکل ۲-۳ فرآیند کریستالیزاسیون به روش RESS	۳۳
شکل ۳- ۱ فرآیند الکترولیز نمک طعام و کلرات سدیم را برای تهیه پرکلرات سدیم و پرکلرات پتاسیم	٤۰
شکل ۳-۲ منحنی حلالیت پرکلرات پتاسیم	٤۲
شکل ۵-۱ منحنی حلالیت و فوق اشباعیت	٥٦
شکل ۵ - ۲ گرادیان نیروی محرکه در تئوری نفوذ واکنش	٦۷
شکل ۵-۲ اثر افزایش فوق اشباعیت بر روی تعداد هسته‌های ایجاد شده	۷۰
شکل ٦-۱ فلوچارد فرآیند میکرونیزاسیون پرکرات پتاسیم به روش کریستالیزاسیون پاششی	۷۲
شکل ٦-۲ مکانیزم حل شدن سطح یک ذره جامد	۷٤
شکل ٦-۲ نمودار شاخه ای انواع مختلف اتمایزرها	۸۵
شکل ٦-۳ یک نوع اتمایزر دوار دیسکی	۸٦
شکل ٦-٤ یک نوع ساده از اتمایزرهای فشاری همراه با قسمت حلزونی	۸۸
شکل ٦-۵ ساختمان اتمایزرهای دو سیاله: الف- اختلاط داخلی و ب- اختلاط خارجی	۸۹
شکل ٦-٦ — الف اتمایزر دو سیاله اختلاط خارجی نوع بسته	۹۱
شکل ٦-٦- ب اتمایزرهای دو سیاله اختلاط خارجی نوع باز	۹۲
شکل ٦-۷ اثر نسبت دبی جرمی هوا به دبی مایع بر روی اندازه قطرات	۹۳
در شکل ٦-۸ اثر سرعت گاز اتمایز کننده بر روی قطر قطرات	۹٤
شکل ٦-۹ اثر ویسکوزیته مایع بر روی قطر قطرات	۹۵
شکل ٦-۱۰ اثر کشش سطحی مایع بر روی قطر قطرات	۹۵

شکل ٦-١١ مکانیزم خشک شدن یک لایه از کیک جامد مرطوب	١٠٣
شکل ٦-١٢ خشک‌کن هوا گردشی	١٠٥
شکل ٧-١ فرآیند نیمه صنعتی میکرونیزاسیون پرکلرات پتاسیم به روش کریستالیزاسیون پاششی	١٠٧
شکل ٧-٢ قسمت سر اتمایزر دو سیاله اختلاط خارجی نوع بسته	١١٢
شکل ٧-٣ عکس اتمایز کردن اتمایزر دو سیاله اختلاط خارجی نوع بسته	١١٢
شکل ٧-٤ یک نمونه از اتمایزر طراحی شده برای اتمایز کردن محلول	١١٢
شکل ٧-٥ شکل مخزن به همراه مسیرهای جریان هوا و محلول	١١٥
شکل ٧-٦ مراحل فیلتراسیون و شستشو	١١٧
شکل ٧-٨ فرآیند نیمه صنعتی میکرونیزاسیون پرکلرات پتاسیم	١١٨
شکل ٧-٩ کیک حاصل از فیلتراسیون	١١٩
شکل ٨-١ درجه حرارت قطرات محلول در فواصل مختلف از سر اتمایزر	١٢٨
شکل ٨-١ درجه حرارت قطرات محلول در زمانهای مختلف بعد از اتمایز شدن	١٢٨
شکل ٨-٣ عکس اندازه ذرات نمونه شماره ٤	١٣٣
شکل ٨-٤ عکس اندازه ذرات نمونه شماره ١٠	١٣٣
شکل ٨-٥ عکس اندازه ذرات نمونه شماره ١١	١٣٣
شکل ٨-٦ عکس اندازه ذرات نمونه شماره ١٥	١٣٤
شکل ٨-٧ عکس اندازه ذرات نمونه شماره ١٦	١٣٤
شکل ٨-٨ عکس اندازه ذرات نمونه شماره ١٧	١٣٤
شکل ٨-٩ عکس اندازه ذرات نمونه شماره ٢٠	١٣٥
شکل ٨-١٠ عکس اندازه ذرات نمونه شماره ٢٠ با بزرگنمایی بیشتر	١٣٥
شکل ٨-١١ اثر میزان ماده حل شده بر اندازه ذرات کریستالها	١٣٦
شکل ٨-١٢ اثر قطر نازل هوا بر اندازه ذرات کریستالها	١٣٧
شکل ٨-١٣ اثر فشار گاز بر اندازه ذرات کریستالها	١٣٧
شکل ٨-١٤ اثر دمای گاز بر اندازه ذرات کریستالها	١٣٨

فهرست جداول

جدول ۱-۱ تستهای حساسیت مواد پر انرژی	۲۱
جدول ۲-۱ خصوصیات فشار و دمای بحرانی گازها	۳۱
جدول ۳-۱ مشخصات فیزیکی و شیمیایی پرکلرات پتاسیم	٤۱
جدول ۲-۳ حلالیت پرکلرات پتاسیم در درجه حرارتهای مختلف در آب	٤۲
جدول ۲-۳ حلالیت پرکلرات پتاسیم در حلالهای مختلف	٤۳
جدول ۳-٤ مشخصات شیمیایی لازم برای پرکلرات پتاسیم در آمیزه‌های سوخت	٤٤
جدول ۳-۵ ترکیبات پیروتکنیک، چاشنی و سوخت شامل پرکلرات پتاسیم	٤۵
جدول ٦-۱ دانسیته محلول اشباع پرکلرات در دماهای مختلف	۷٦
جدول ٦ - ۲ کشش سطحی آب در دماهای مختلف	۷٦
جدول ٦-۳ هدایت حرارتی آب در دماهای مختلف	۷۷
جدول ۸ -۱ نتایج آزمایشات سرعت سرد شدن قطرات محلول	۱۲۷
جدول ۸-۲ فرم آزمایشات و ثبت نتایج فرآیند کریستالیزاسیون پاششی	۱۳۰
جدول ۸-۳ شرایط آزمایشات و نتایج بدست آمده در فرآیند کریستالیزاسیون پاششی	۱۳۲

فصل اول

میکرونیزاسیون مواد

۱-۱- مقدمه میکرونیزاسیون

امروزه با پیشرفت علوم و تکنولوژی، میکرونیزاسیون[۱] جایگاه و اهمیت خاصی دارد. روشهای تولید و کاربرد این مواد تحت عنوان میکروتکنولوژی و نانوتکنولوژی در مراکز علمی و صنعتی جهان مطرح است.

کاهش اندازه ذرات مواد و پودرها به اندازه ذرات ریز در حد چند میکرون را میکرونیزاسیون می‌نامند. شکل، اندازه ذرات، توزیع اندازه ذرات و سطح مخصوص پودرها به عنوان یک پارامتر مهم در اغلب زمینهای علمی و تجربی مطرح است.

در بیشتر آمیزه‌های مواد مختلف که در آنها از پودرهای جامد استفاده می گردد، مشخصات پودر ها یک پارامتر مهم است و در فرآیندهای بسیاری، افزایش سطح مخصوص پودرها کاربرد و اهمیت خاصی دارد. میکرونیزاسیون مواد در صنایع مختلف، کاربرد زیادی دارد که به صورت مختصر می‌توان موارد زیر را نام برد:

الف - صنایع داروسازی و مواد آرایشی: جهت تولید مواد بسیار ریز با توزیع اندازه ذرات کوچک و جذب سریع و یکنواخت این مواد توسط بدن، مانند محلولهای سوسپانسیون تزریقی.

ب- صنایع غذایی: جهت تولید مواد اولیه و اضافه شونده‌ها به صورت مطلوب و قابل استفاده در مواد غذایی.

ج- صنایع الکترونیک: جهت ساختن قطعات الکترونیکی بسیار کوچک و استفاده از خاصیت مغناطیسی ذرات بسیار ریز.

د- صنایع شیمیایی: جهت ساخت مواد و کاتالیستها با سطح مخصوص زیاد و افزایش سرعت واکنشها.

ه- صنایع پلیمر و رنگ: جهت تولید مواد اولیه با اندازه ذرات مناسب به عنوان مواد اولیه آمیزه‌های پلیمری و رنگهای مختلف.

---

[۱] Micronization