بسم الله الرحمن الرحيم

٣١١٦٥

۱۳۸۰ /۱۰/ ۲۱

دانشگاه تهران
دانشکده فنی

تهیه مولیت به روش سینترینگ از آندالوزیت معادن سرتل نهبندان بیرجند واقع در استان خراسان

نگارش:

افشین خیاطی مطلق بناب

015565

اساتید راهنما:

دکتر احمدعلی آماده ـ دکتر سعید حشمتی‌منش

اساتید مشاور:

دکتر رامز وقار ـ مهندس سیدشمس‌الدین وهابی

پایان‌نامه جهت دریافت درجه کارشناسی ارشد

در

رشته : مهندسی متالورژی و مواد

گرایش : شناسایی و انتخاب مواد فلزی

تیر ماه ۱۳۸۰

۳/۱۸۶۰

دانشگاه تهران

دانشکده فنی

پایان‌نامه
برای دریافت درجه کارشناسی ارشد

رشته: مهندسی مواد و متالورژی

گرایش: شناسایی و انتخاب مواد فلزی

موضوع:

تهیه مولیت به روش سینترینگ از آندالوزیت معادن سرتل نهبندان بیرجند واقع در استان خراسان

توسط: *افشین خیاطی مطلق بناب*

این پایان‌نامه در تاریخ ۱۳۸۰/۴/۳۰ در حضور هیأت داوران دفاع گردید و مورد تصویب قرار گرفت.

مدیر گروه آموزش: دکتر ایوب حلوایی.....

سرپرست کمیته تحصیلات تکمیلی گروه: دکتر حمیدرضا قاسمی‌منفرد.....

اساتید راهنما: دکتر احمد علی آماده ..... و دکتر سعید حشتمی‌منش .....

اساتید مشاور: دکتر رامز وقار..... و مهندس سید شمس‌الدین وهابی .....

اساتید مدعو: دکتر فرهاد گلستانی‌فرد..... و دکتر علیمحمد هادیان .....

دانشکده فنی دانشگاه تهران
تحصیلات تکمیلی

تقدیم به:

پدر و مادرم که چون شمعی سوختند و

چراغ راه زندگی‌ام گشتند.

تقدیر و تشکر:

بر خود لازم می‌دانم از اساتید راهنمای عزیز و ارجمندم آقایان دکتر آماده و دکتر حشمتی‌منش که با راهنمائی‌های بیدریغ، تصحیح مطالب و راهکارهای مناسب، اینجانب را در تهیه این اثر یاری دادند و همچنین آقایان دکتر فرهاد گلستانی‌فرد و دکتر علیمحمد هادیان که زحمت بازخوانی پایان‌نامه را متقبل شدند کمال تشکر را داشته باشم.

از آقایان محسنی‌پور و اردستانی که در انجام تک‌تک آزمایشها به اینجانب یاری رساندند و همچنین آقای مهندس فراهانی و سایر عزیزانی که در انجام این پروژه همواره کمک حالم بودند نهایت سپاسگزاری را دارم.

چکیده

مولیت از جمله مواد نسوزی است که بسیاری از خواص مطلوب مورد نظر سرامیکها را به نحو احسن دارا می‌باشد که از جمله آنها می‌توان به دیرگدازی، استحکام و مقاومت خزشی خوب در دماهای بالا، ضریب انبساط حرارتی کم در درجه حرارتهای بالا و پایداری شیمیایی خوب اشاره کرد.

برای تهیه این ماده نسوز روشهای مختلفی مورد استفاده قرار می‌گیرد. از جمله این روش‌ها، تهیه مولیت به روش سینترینگ می‌باشد که در آن ترکیبات آلومینوسیلیکاتی نظیر کانیهای گروه کیانیت تحت تأثیر درجه حرارتهای بالا قرار گرفته و تبدیل به مولیت می‌شوند.

ازکانیهای گروه کیانیت می‌توان به آندالوزیت (Al_2SiO_5) اشاره کرد که با عملیات سینترینگ مناسب می‌توان آن را به مولیت تبدیل کرد.

در این پژوهش به مراحل و روش‌های تهیه مولیت از آندالوزیت معادن سرتل نهبندان واقع در بیرجند استان خراسان پرداخته شده است. پارامترهای مهم در این قسمت درجه حرارت، زمان و اندازه ذرات می‌باشند که به تفصیل در مورد آنها بحث شده است و در نهایت نیز بهترین شرایط برای استحصال مولیت مورد بررسی قرار گرفته است.

فهرست مطالب

عنوان صفحه

فصل اول : مقدمه

مقدمه ۲

فصل دوم : مروری بر منابع

۲-۱- تاریخچه تحقیقات روی مولیت ۵

۲-۲-کریستالوشیمی مولیت ۶

۲-۲-۱- ساختار متوسط مولیت ۶

۲-۳- سنتز مولیت ۸

۲-۳-۱- مولیت درهم‌جوش ۸

۲-۳-۱-۱- تشکیل مولیت ازکیانیت، آندالوزیت و سیلیمانیت ۹

۲-۳-۱-۲- روش‌های دیگر تهیه مولیت به روش درهم‌جوشی ۱۷

۲-۳-۱-۳- تولید تجاری مولیت درهم جوش ۱۸

۲-۳-۲- تهیه مولیت به روش ذوبی ۱۹

۲-۳-۲-۱- تولید تجاری مولیت ذوب شده ۲۰

۲-۳-۳- مولیت شیمیایی ۲۰

۲-۳-۳-۱- روش سل - ژل (Sol-Gel) ۲۰

۲-۳-۳-۲- روش رسوب دادن ۲۲

۲-۳-۳-۳- روش هیدرولیز ۲۳

۲-۳-۳-۴- روش اسپری پیرولیز ۲۴

۲-۳-۳-۵- روش CVD ۲۴

۲-۴- خواص سرامیک‌های مولیتی ۲۵

۲-۴-۱- خواص مکانیکی ۲۵

عنوان | صفحه

۲-۴-۱-۱- مقاومت خمشی و چقرمگی شکست ۲۵
۲-۴-۱-۲- میکروسختی ۲۸
۲-۴-۱-۳- مقاومت خزشی ۲۹
۲-۴-۲- خواص حرارتی مولیت ۳۱
۲-۴-۲-۱- اطلاعات ترمودینامیکی ۳۱
۲-۴-۲-۲- ظرفیت حرارتی و هدایت حرارتی ۳۱
۲-۵- مصارف صنعتی مولیت ۳۲
۲-۵-۱- مواد مولیتی نسوز ۳۳
۲-۵-۲- کاربرد مولیت در درجه حرارت بالا و مصارف صنعتی ۳۳
۲-۵-۲-۱- مواد مقاوم به حرارت ۳۳
۲-۵-۲-۲- مواد مهندسی برای مبدلهای حرارتی ۳۴
۲-۵-۲-۳- مواد مهندسی قابل کاربرد در درجه حرارتهای بالا ۳۵
۲-۵-۳- مولیت جهت مواد پکیج الکترونیک ۳۵
۲-۵-۴- مواد مولیتی نوری ۳۶
۲-۵-۵- دیگر مواد مولیتی ۳۷
۲-۵-۵-۱- مواد آسترترمز ۳۷
۲-۵-۵-۲- مواد سرامیکی متخلخل ۳۷
۲-۵-۵-۳- گلوله‌ها ۳۷
۲-۵-۵-۴- فیبرها ۳۸

فصل سوم : روش انجام آزمایش

۳-۱- آزمایشهای مربوط به پرعیارسازی آندالوزیت ۴۰

عنوان | صفحه

۳-۱-۱- انتخاب دانه‌بندی مناسب جهت آزمایشهای فرآوری ۴۰
۳-۱-۲- عملیات سایش ۴۰
۳-۱-۳- جدایش مغناطیسی ۴۰
۳-۱-۴- آزمایشهای مایع سنگین روی دانه‌بندیهای مختلف ۴۲
۳-۱-۵- دانه‌بندی ذرات ۵۰۰μ- ۴۲
۳-۱-۶- آزمایش‌های مایع سنگین روی بخش ابعادی ۵۰۰- تا ۳۰۰+ میکرون ۴۳
۳-۱-۷- شناسایی آندالوزیت فرآوری شده ۴۴
۳-۲- آزمایشهای مربوط به عملیات حرارتی آندالوزیت پرعیار شده ۴۴
۳-۳- ساخت نمونه‌های استاندارد ۴۶
۳-۴- آزمایشهای XRD روی نمونه‌های سینتر شده ۴۶
۳-۵- مطالعات SEM ۴۷

فصل چهارم : نتایج و بحث

۴-۱- نتایج مربوط به آزمایشهای پر عیارسازی آندالوزیت ۴۹
۴-۱-۱- انتخاب شرایط بهینه سایش ۴۹
۴-۱-۲- جدایش مغناطیسی ۵۱
۴-۱-۳- آزمایشهای مایع سنگین روی دانه‌بندیهای مختلف ۵۲
۴-۱-۴- دانه‌بندی ذرات ۵۰۰- میکرون ۵۴
۴-۱-۵- آرایش ذرات ۵۰۰- میکرون ۵۴
۴-۱-۶- آزمایش مایع سنگین روی بخش ابعادی ۵۰۰- تا ۳۰۰+ میکرون ۶۰
۴-۱-۷- شناسایی آندالوزیت فرآوری شده ۶۰

عنوان | صفحه

۴-۲- نتایج مربوط به تهیه مولیت از آندالوزیت بروش سینترینگ ۶۴
۴-۲-۱- اثر درجه حرارت ۶۵
۴-۲-۲- اثر زمان ۶۹
۴-۲-۳- اندازه ذرات اولیه ۷۶
۴-۳- بررسی کمی فاز مولیت تشکیل شده ۷۸
۴-۴- بررسی میکروسکوپی الکترونی روبیدنی (SEM) ۸۰

فصل پنجم: نتیجه‌گیری

نتیجه‌گیری ۸۵

منابع ۸۶

فهرست جدولها

عنوان — صفحه

جدول ۲-۱: مختصات اتمی و عوامل اشغال برای مولیت $\frac{۳}{۲}$ و $\frac{۲}{۱}$ ۷

جدول ۲-۲: اطلاعات مربوط به تغییر حالتهای پودرکیانیت، آندالوزیت و سیلیمانیت ۱۰

جدول ۲-۳: ثوابت شبکه آندالوزیت، سیلیمانیت، مولیت $\frac{۲}{۱}$، مولیت $\frac{۳}{۲}$ ۱۱

جدول ۲-۴: روش پخت مواد خام مولیت در هم جوش ۱۸

جدول ۲-۵: برخی از خواص پودرهای مولیت تجارتی در ژاپن در سال ۱۹۹۰ ..... ۱۹

جدول ۲-۶: مشخصات خزشی سرامیکهای مولیتی ۲۹

جدول ۲-۷: خواص کامپوزیت (Nextel- Mullite) ۳۵

جدول ۲-۸: داده‌های مهم برای مواد پایه پکیج‌های الکترونیک ۳۶

جدول ۴-۱: نتایج آزمایشهای سایش جهت تعیین غلظت مناسب ۴۹

جدول ۴-۲: نتایج آزمایشهای سایش جهت تعیین زمان مناسب ۵۰

جدول ۴-۳: نتایج آزمایشهای جداکننده مغناطیسی برروی بخشهای ابعادی مختلف ۵۲

جدول ۴-۴: نتایج آزمایشهای مایع سنگین روی دانه‌بندیهای مختلف ۵۳

جدول ۴-۵: مواد شیمیایی مورد استفاده در آزمایشهای مایع سنگین ۵۳

جدول ۴-۶: نتایج آنالیز سرندی بخش ذرات ۵۰۰- میکرون ۵۴

جدول ۴-۷: نتایج آزمایش‌های تعیین شیب میز لرزان ۵۵

جدول ۴-۸: نتایج آزمایش مربوط به تعیین دبی مناسب برای میز لرزان ۵۶

جدول ۴-۹: نتایج آزمایشهای تعیین شیب میز لرزان برای محصول میانی ۵۷

جدول ۴-۱۰: نتایج آزمایش تعیین دبی مناسب برای آرایش محصول میانی میز لرزان ۵۸

جدول ۴-۱۱: شرایط آزمایشگاهی کار با میز لرزان ۵۹

عنوان | صفحه

جدول ۴-۱۲: نتایج آزمایش‌های مربوط به مراحل شستشوی کنسانتره میز لرزان ۵۹

جدول ۴-۱۳: نتایج آزمایش مایع سنگین روی بخش ۵۰۰- تا ۳۰۰+ میکرون ۶۰

جدول ۴-۱۴: نتیجه آزمایش XRF آندالوزیت فرآوری شده..... ۶۰

جدول ۴-۱۵: زاویه پراش مربوط به پیکهای اصلی مولیت به همراه پارامتر شبکه مربوطه ۶۵

جدول ۴-۱۶- شدت پیکهای مربوط به نمونه‌های استاندارد در زوایای اصلی پراش مولیت..... ۷۸

جدول ۴-۱۷: شدت پیکهای مربوط به دماهای مختلف و میزان نسبت مولیت تشکیل شده..... ۷۹

فهرست شکلها

عنوان صفحه

شکل ۲-۱: تصویر ساختار متوسط مولیت برروی a(001) b(010) و c(100)..... ۷

شکل ۲-۲: ساختار کریستالی (a)آندالوزیت (b) مولیت (c) سیلیمانیت..... ۱۰

شکل ۲-۳: تطابق سه‌بعدی میان ساختار آندالوزیت و مولیت $\frac{3}{2}$..... ۱۲

شکل ۲-۴: تشکیل مولیت ازکیانیت، آندالوزیت و سیلیمانیت برحسب زمان واکنش و دما ۱۴

شکل ۲-۵: میزان آندالوزیت تبدیل نشده (a-۱) برحسب زمان در دماهای متغیر..... ۱۵

شکل ۲-۶: رابطه میزان تبدیل (a) براساس درجه حرارت در زمان ثابت ۱ ساعت..... ۱۶

شکل ۲-۷: منحنی Logk و LogC براساس $\frac{1}{T}$..... ۱۷

شکل ۲-۸: پایداری سل‌های سیلیس و آلومینا برحسب pH ۲۱

شکل ۲-۹: مدل‌های ریزساختار شماتیک از مواد اولیه تهیه شده به روش‌های شیمیایی ۲۲

شکل ۲-۱۰: تصویر کلی دستگاه اسپری پیرولیز..... ۲۴

شکل ۲-۱۱: مقاومت خمشی و چقرمگی شکست سرامیکهای مهم..... ۲۶

شکل ۲-۱۲: تغییر مقاومت خمشی نمونه‌های مولیت با ترکیب شیمیایی..... ۲۷

شکل ۲-۱۳: تغییر چقرمگی شکست نمونه‌های مولیت با ترکیب شیمیایی..... ۲۷

شکل ۲-۱۴: میکروسختی ویکرز تک کریستال مولیت روی وجه (001) و مقایسه

آن با a-Al2O3(0001) و SiC(0001)..... ۲۸

شکل ۲-۱۵: ارتباط سرعت کرنش با ترکیب شیمیایی مولیت تحت تنش ۱۹/۶MPa..... ۳۰

شکل ۲-۱۶: سرعت خزش یکنواخت سرامیکهای اکسیدی برحسب تنش اعمالی ۳۰

شکل ۲-۱۷: تغییر ظرفیت حرارتی مولیت $\frac{3}{2}$ با درجه حرارت..... ۳۲

شکل ۲-۱۸: هدایت حرارتی مولیت چند کریستاله برحسب درجه حرارت..... ۳۲

عنوان	صفحه

شکل ۳-۱: مراحل آزمایشهای فرآوری جهت تعیین خردایش مناسب..... ۴۱

شکل ۳-۲: تصویر دستگاه میز لرزان..... ۴۳

شکل ۳-۳: شمایی از کوره تاومن..... ۴۴

شکل ۳-۴: شکل قالب و نمونه‌های تهیه شده..... ۴۵

شکل ۴-۱: الگوی پراش اشعه X آندالوزیت فرآوری شده..... ۶۲

شکل ۴-۲: بلورهای آندالوزیت (An)، فلدسپات (Fl)، سیلیمانیت (Sil) و بیوتیت (Bi) (×۲۵). ۶۳

شکل ۴-۳: بلورهای آندالوزیت (An)، فلدسپات (Fl)، سیلیمانیت (Sil) و بیوتیت (Bi) (×۵۰). ۶۳

شکل ۴-۴: تصویری از ادخالهای کربن در داخل بلورهای کیاستولیت به همراه بیوتیت..... ۶۴

شکل ۴-۵: الگوی پراش اشعه X نمونه سینتر شده در دمای $1600^{\circ}C$ و زمان یکساعت و اندازه ذرات ۴۰- میکرون..... ۶۶

شکل ۴-۶: الگوی پراش اشعه X نمونه سینتر شده در $1550^{\circ}C$ و زمان یکساعت و اندازه ذرات ۴۰- میکرون..... ۶۷

شکل ۴-۷: الگوی پراش اشعه X نمونه سینتر شده در $1550^{\circ}C$ و زمان یکساعت و اندازه ذرات ۴۰- میکرون که با گرافیت پوشانده شده است..... ۶۸

شکل ۴-۸: الگوی پراش اشعه X نمونه سینتر شده در $1300^{\circ}C$ و زمان یکساعت و اندازه ذرات ۴۰- میکرون..... ۷۰

شکل ۴-۹: الگوی پراش اشعه X محصول بدست آمده در درجه حرارت $1400^{\circ}C$ و زمان یکساعت برای اندازه ذرات ۴۰- میکرون..... ۷۱

شکل ۴-۱۰: الگوی پراش اشعه X نمونه سینتر شده در دمای $1500^{\circ}C$ و زمان یکساعت با اندازه ذرات ۴۰- میکرون..... ۷۲

شکل ۴-۱۱: الگوی پراش اشعه X نمونه سینتر شده در دمای $1520^{\circ}C$ و زمان یکساعت با اندازه ذرات ۴۰- میکرون..... ۷۳

عنوان | صفحه

شکل ۴-۱۲: الگوی پراش اشعه X نمونه سینتر شده در دمای $1500^{\circ}C$ و زمان $1\frac{1}{2}$ ساعت با اندازه ذرات ۴۰- میکرون ۷۴
شکل ۴-۱۳: الگوی پراش اشعه X نمونه سینتر شده در دمای $1520^{\circ}C$ و زمان $2\frac{1}{4}$ ساعت با اندازه ذرات ۴۰- میکرون ۷۵
شکل ۴-۱۴: الگوی پراش اشعه X نمونه سینتر شده در دمای $1520^{\circ}C$ و زمان یکساعت با اندازه ذرات ۱۰۰- میکرون ۷۷
شکل ۴-۱۵: منحنی تغییرات میزان تبدیل فاز آندالوزیت به مولیت (α) با تغییرات درجه حرارت (T) در زمان یکساعت و اندازه ذرات ۴۰- میکرون ۸۰
شکل ۴-۱۶: تصویر SEM نمونه سینتر شده در دمای $1300^{\circ}C$ به مدت یکساعت ۸۱
شکل ۴-۱۷: تصویر SEM نمونه سینتر شده در دمای $1400^{\circ}C$ به مدت یکساعت ۸۲
شکل ۴-۱۸: تصویر SEM نمونه سینتر شده در دمای $1500^{\circ}C$ به مدت یکساعت ۸۲
شکل ۴-۱۹: تصویر SEM نمونه سینتر شده در دمای $1600^{\circ}C$ به مدت یکساعت ۸۳