

الله



وزارت علوم، تحقیقات و فناوری

دانشگاه بین المللی امام خمینی (ره)



دانشکده فنی و مهندسی

گروه مواد - سرامیک

پایان نامه جهت دریافت درجه کارشناسی ارشد

در رشته مهندسی مواد - سرامیک

سنتر نانو پودر دیبورید تیتانیم توسط فرایند احیای منیزیوترمی

اساتید راهنما

دکتر سعید باغشاهی و دکتر بهمن میرهادی

استاد مشاور

دکتر آرمان صدقی

نگارنده

سامان نعمت

۱۳۹۰ اسفند

سپاس مخصوص خدا را که این پایان نامه با راهنمایی‌ها، کمک‌ها، همکاری و همیاری اساتید گرانقدر جناب آقای دکتر باغشاهی، جناب آقای دکتر صدقی و جناب آقای دکتر میرهادی و سایر اساتید محترم با راهنمایی‌ها و ارشادهای سازنده، همچنین پدر و مادر عزیزم سلیمان نعمت و زهرا میروزبی که در تمام شرایط با حمایت‌های بی‌درباشان دلگرمی برای ادامه راه بودند و دوستان گرامی به پایان رسید.

این پایان نامه تقدیم به پدر و مادر بزرگوارم که تا به امروز بهترین شرایط را برای تحصیلم فراهم کردند. پدر و مادری که از جان خود، از تمامی امکانات، حتی بیشتر از توانشان در حق من کوشیده‌اند. باشد که بتوانم با احترام و تقدیر از این دو بزرگوار، سلیمان و زهرا قدر ناچیزی از سنگینی این فدایکاری را جبران نمایم.

## چکیده :

دیبورید تیتانیم با ساختار هگزاگونال به دلیل سختی و مدول الاستیک بالا، مقاومت به سایش خوب و هدایت بالای حرارتی و الکتریکی توجه زیادی را به خود جلب کرده است. پتانسیل بالای کاربردی را برای مواد ساختاری در دمای بالا، ابزار برش، ذره‌ها، الکترودها در ذوب فلزات و پوشش قطعات به وجود آورده است.

در این تحقیق، نانو پودر دیبورید تیتانیم با استفاده از روش احیایی منیزیوترمی در دماهای  $75^{\circ}\text{C}$ ،  $85^{\circ}\text{C}$  و  $95^{\circ}\text{C}$  داخل کوره تیوبی با اتمسفر آرگون و با مقدار ۱۰ - ۲۰ درصد وزنی از افزودنی نمک کلرید پتانسیم تولید شد که از منیزیم به عنوان عامل احیاکننده اکسید تیتانیم و اکسیدبور استفاده شد. نمک کلرید پتانسیم برای جلوگیری از رشد دانه‌ها و کلوخه شدن، به عنوان افزودنی به کار رفت. این روش موسوم به سنتز احتراق حجمی یا انفجار گرمایی است.

پس از بررسی ریزساختار توسط پراش اشعه ایکس و با استفاده از رابطه شرر مشخص شد که فاز دیبورید تیتانیم سنتز شده و به ابعاد ۲۷۷ نانومتر برای  $95^{\circ}\text{C}$  و ۱۰ درصد وزنی افزودنی کلرید پتانسیم و ۲۳ نانومتر برای  $75^{\circ}\text{C}$  در ۲۰ درصد وزنی افزودنی کلرید پتانسیم رسیده است. همچنین مشخص شد که با افزایش دما از  $75^{\circ}\text{C}$  به  $95^{\circ}\text{C}$  و اکنش کامل‌تر انجام شده است. با افزایش درصد افزودنی از ۱۰ درصد به ۳۰ درصد، کاهش پودر تولیدی و ریزتر شدن دانه‌ها مشاهده شد. سنتز  $\text{TiB}_2$  در دمای  $75^{\circ}\text{C}$  با ۳۰ درصد وزنی افزودنی کلرید پتانسیم انجام نشد. بهترین نتیجه به دست آمده در دمای  $95^{\circ}\text{C}$  و ۱۰ درصد کلریدپتانسیم است که میزان دیبورید تیتانیم تولیدی  $65/56$  درصد است.

**کلید واژه :** نانو پودر، دیبورید تیتانیم، کلرید پتانسیم، احتراق حجمی، منیزیوترمی

## فهرست مطالب

### صفحه

۱	..... مقدمه
۳	..... فصل اول: مروری بر منابع مطالعاتی
۴	..... ۱-۱- سرامیک‌های اکسیدی
۴	..... ۱-۱-۱- دی اکسید تیتانیم ( $TiO_2$ )
۴	..... ۱-۱-۲- تری اکسید بور ( $B_2O_3$ )
۵	..... ۱-۲- سرامیک‌های غیراکسیدی
۶	..... ۱-۲-۱- کاربیدها
۷	..... ۱-۲-۲- نیتریدها
۷	..... ۱-۲-۲-۱- نیتریدبور
۸	..... ۱-۲-۲-۲- نیتریدسیلیسیم
۸	..... ۱-۲-۳- بوریدها
۱۱	..... ۱-۳- فرآیند سنتز احیای کربوترمال
۱۲	..... ۱-۳-۱- ترمودینامیک فرآیند احیای کربوترمال
۱۲	..... ۱-۴- فناوری فرآیند احیای کربوترمال
۱۹	..... ۱-۵- فرآیند سنتز احتراقی
۲۲	..... ۱-۵-۱- سنتز احتراقی دما بالای خود پیشبرنده

۲۳	۱-۱-۵-۱- سنتز احتراقی دما بالای خود پیشبرنده کلاسیک
۲۵	۲-۱-۵-۱- سنتز احتراقی دما بالای خود پیشبرنده فعال شده با میدان
۲۶	۳-۱-۵-۱- سنتز احتراقی دما بالای خود پیشبرنده فعال شده مکانیکی
۳۰	۴-۱-۵-۱- سنتز احتراقی دما بالای خود پیشبرنده از طریق نفوذ فاز گازی
۳۰	۵-۱-۵-۱- سنتز احتراقی دما بالای خود پیشبرنده برای تولید کامپوزیت
۳۲	۲-۵-۱- سنتز احتراقی به روش احتراق حجمی یا انفجار گرمایی
۳۳	۶-۱- فرآیند سنتز در فاز گازی
۳۴	۶-۱- سنتز بوریدها با استفاده از ترکیبات هالیدی
۳۵	۷-۱- سنتز در فاز محلول
۳۵	۷-۱-۱- فرآیند سل- ژل
۳۸	۷-۱-۲- فرآیند سالوترمال
۴۰	فصل دوم : فعالیت‌های تجربی
۴۱	۱-۲- مواد اولیه
۴۱	۲-۲- روند آزمایش‌ها
۴۱	۲-۲-۱- آماده‌سازی مواد اولیه
۴۲	۲-۲-۲- روند سنتز پودر
۴۴	۲-۳- آنالیز

۴۴ .....	۱-۳-۲ - آنالیز حرارتی
۴۴ .....	۲-۳-۲ - میکروسکوپ الکترونی روبشی
۴۵ .....	۳-۳-۲ - پراش اشعه ایکس
۴۶ .....	فصل سوم : نتایج و بحث
۴۷ .....	۱-۱-۳ - آنالیز حرارتی
۴۷ .....	۱-۱-۳ - آنالیز توزین حرارتی
۴۹ .....	۲-۳ - فازها و اندازه‌گیری میزان پودر تولید شده
۶۰ .....	۲-۴ - ریزساختار و مورفولوژی
۱۷ .....	۳-۴ - محاسبه اندازه دانه توسط رابطه شر
۷۳ .....	فصل چهارم : خلاصه و نتیجه‌گیری
۷۴ .....	۱-۴ - نتایج
۷۵ .....	۲-۴ - پیشنهادها
۷۶ .....	مراجع

## فهرست جداول :

- جدول ۱-۲- خواص فیزیکی ترکیب  $\text{HfB}_2$ ،  $\text{ZrB}_2$  و  $\text{TiB}_2$  ..... ۱۰
- جدول ۲-۱- مشخصات پودرهای استفاده شده برای سنتز  $\text{TiB}_2$  ..... ۴۱
- جدول ۳-۱- اثر درصد افزودنی بر میزان پودر تولیدی در  $750^{\circ}\text{C}$  ..... ۴۹
- جدول ۳-۲- اثر درصد افزودنی کلرید پتاسیم بر میزان پودر تولیدی در  $850^{\circ}\text{C}$  ..... ۵۳
- جدول ۳-۳- اثر درصد افزودنی بر میزان پودر تولیدی در  $950^{\circ}\text{C}$  ..... ۵۵
- جدول ۳-۴- اثر دما بر میزان پودر تولیدی در ۱۰ درصد وزنی افزودنی ..... ۵۷
- جدول ۳-۵- اثر دما بر میزان پودر تولیدی در ۲۰ درصد وزنی افزودنی ..... ۵۷
- جدول ۳-۶- اثر دما بر میزان پودر تولیدی در ۳۰ درصد وزنی افزودنی کلریدپتاسیم ..... ۵۹
- جدول ۴-۱- محاسبه اندازه بلورکها در دمای  $950^{\circ}\text{C}$  ..... ۷۱
- جدول ۴-۲- محاسبه اندازه بلورکها در دمای  $850^{\circ}\text{C}$  ..... ۷۱
- جدول ۴-۳- محاسبه اندازه بلورکها در دمای  $750^{\circ}\text{C}$  ..... ۷۱

## فهرست شکل‌ها :

- شکل ۱-۳- تغییرات انرژی آزاد چند ترکیب بوریدی بر حسب دما ..... ۱۲
- شکل ۴-۱ - XRD محصولات به دست آمده از فرآیند احیای کربوترمال با گرمایش و سرمایش سریع در دمای  $1500^{\circ}\text{C}$  در زمان‌های متفاوت ..... ۱۴
- شکل ۴-۲- الگوی XRD محصولات واکنش نمونه دارای ۱ مول  $\text{TiO}_2$  ..... ۱۵
- شکل ۴-۳- الگوی XRD محصولات واکنش نمونه دارای  $0/5$  مول  $\text{TiO}_2$  ..... ۱۵
- شکل ۴-۴- الگوی XRD محصولات واکنش نمونه دارای  $0/25$  مول  $\text{TiO}_2$  ..... ۱۵
- شکل ۴-۵- تغییرات انرژی آزاد سنتز بوریدهای فلزات انتقالی به روش احیای کربوترمال اکسیدهای آن‌ها ..... ۱۶
- شکل ۴-۶- الگوی پراش نمونه‌ای که در دمای  $400^{\circ}\text{C}$  به مدت ۶۰ دقیقه کلسینه شد ..... ۱۷
- شکل ۴-۷- اثر زمان بر غلظت فازهای کریستالی تولیدی در دمای  $1350^{\circ}\text{C}$  این نمونه در دمای  $700^{\circ}\text{C}$  به مدت ۱۰ دقیقه کلسینه شده است ..... ۱۷
- شکل ۴-۸- اثر دمای راکتور بر ترکیب محصول نهایی (این نمونه در دمای  $400^{\circ}\text{C}$  به مدت ۶۰ دقیقه کلسینه شده است) ..... ۱۸
- شکل ۵-۱- الگوی XRD محصولات واکنش سنتز قبل از شستن آن‌ها توسط آب و لیچینگ با محلول اسید کلریدریک ..... ۲۳
- شکل ۵-۲- الگوی XRD محصولات واکنش سنتز، پس از انجام عملیات شستشو با آب و لیچینگ با اسید کلریدریک ..... ۲۴
- شکل ۵-۳- تاثیر غلظت  $\text{NaCl}$  بر اندازه ذرات نهایی  $\text{TiB}_2$  ..... ۲۴

شکل ۴-۵- شماتیکی از فرآیند سنتز خودپیش‌روند دما بالا فعال شده با میدان..... ۲۵

شکل ۵-۵- الگوی پراش مواد اولیه و محصولات با زمان‌های آسیاب‌کاری گوناگون ..... ۲۶

شکل ۶-۵- الگوی پراش مواد اولیه و محصولات: از بالا، الگوی اول مربوط به قبل از فرآیند، الگوی دوم

مربوط به پس از آسیاکاری و الگوی سوم پس از لیچینگ در اسید استیک است..... ۲۷

شکل ۷-۵- اثر دمای پیش‌گرم بر سرعت موج احتراق در نمونه‌ی دارای ماکزیمم چگالی تئوری ۴۵ و ۰.۵۵٪ )

..... ۲۹ ( TMD

شکل ۸-۵- نمودار انرژی آزاد بر حسب زمان برای سه ترکیب  $TiCu$ ,  $TiB_2$  و  $TiB$  ..... ۳۰

شکل ۹-۵- الگوی XRD کامپوزیت  $Cu-TiB_2$  ..... ۳۱

شکل ۱-۷-۱- الگوی پراش نمونه‌های سری اول در دماهای مختلف با نسبت استوکیومتری ( ۱:۱:۵

..... ۳۶  $(TiO_2:B_2O_3:C=$

شکل ۲-۷-۲- الگوی پراش نمونه‌های سری اول با نسبت‌های مختلف کربن در دمای  $1300^{\circ}C$  ..... ۳۶

شکل ۳-۷-۳- الگوی پراش نمونه‌های سری دوم با نسبت‌های مختلف  $B_2O_3$  در دمای  $1300^{\circ}C$  ..... ۳۷

شکل ۴-۷-۴- الگوی پراش نمونه‌های سری دوم در دماهای مختلف با نسبت استوکیومتری ۱:۱/۱۵:۵

..... ۳۸  $TiO_2:B_2O_3:C=$

شکل ۵-۷-۵- الگوی پراش اشعه‌ی ایکس محصولات فرآیند سالوترمال ..... ۳۹

نمودار ۱-۳ - اثر درصد افروزنی کلرید پتاسیم بر میزان پودر تولیدی در  $750^{\circ}C$  ..... ۴۹

نمودار ۲-۳ - پراش اشعه ایکس نمونه سنتز شده در  $750^{\circ}C$  با ۱۰٪ ورنی  $KCl$  و شستشو با ۴ مول بر

لیتر ..... ۴۹

نمودار ۳-۳- پراش اشعه ایکس نمونه سنتز شده در  $750^{\circ}\text{C}$  با  $30\%$  وزنی  $\text{KCl}$  شستشو با آب مقطر..... ۵۱

شکل ۳-۱-  $\text{TiO}_2$  (روتیل) واکنش نکرده در دمای  $750^{\circ}\text{C}$  با  $30\%$  وزنی افزودنی  $\text{KCl}$ , آبشویی شده..... ۵۲

شکل ۳-۲-  $\text{TiO}_2$  واکنش نکرده در دمای  $750^{\circ}\text{C}$  با  $30\%$  وزنی افزودنی  $\text{KCl}$  ..... ۵۳

نمودار ۳-۴- اثر درصد افزودنی کلرید پتابسیم بر میزان پودر تولیدی در  $850^{\circ}\text{C}$  ..... ۵۴

نمودار ۳-۵- پراش اشعه ایکس نمونه سنتز شده در  $850^{\circ}\text{C}$  با  $10\%$  ورنی  $\text{KCl}$  و شستشو با ۴ مول

بر لیتر..... ۵۴

نمودار ۳-۶- اثر درصد افزودنی کلرید پتابسیم بر میزان پودر تولیدی در  $950^{\circ}\text{C}$  ..... ۵۶

نمودار ۳-۷- پراش اشعه ایکس نمونه سنتز شده در  $950^{\circ}\text{C}$  با  $10\%$  ورنی  $\text{KCl}$  و شستشو با ۴ مول

بر لیتر..... ۵۶

نمودار ۳-۸- اثر دما بر میزان پودر تولیدی در  $10$  درصد وزنی افزودنی کلرید پتابسیم..... ۵۸

نمودار ۳-۹- اثر دما بر میزان پودر تولیدی در  $20$  درصد وزنی افزودنی کلرید پتابسیم..... ۵۹

شکل ۳-۳- پوشش کلرید پتابسیم بر روی ذرات و جلوگیری از رشد آنها (دما:  $950^{\circ}\text{C}$  -  $30\%$  وزنی کلرید پتابسیم) ..... ۶۰

شکل ۳-۴-  $\text{TiB}_2 + \text{MgO}$  محصول آبشویی پودر سنتز شده (دما:  $950^{\circ}\text{C}$  -  $30\%$  وزنی کلرید پتابسیم). ۶۱

شکل ۳-۵-  $\text{TiB}_2 + \text{MgO}$  محصول آبشویی پودر سنتز شده (دما:  $950^{\circ}\text{C}$  -  $30\%$  وزنی کلرید پتابسیم)..... ۶۱

شکل ۳-۶-  $\text{TiB}_2$  محصول اسیدشویی پودر آبشویی شده (دما:  $950^{\circ}\text{C}$  -  $30\%$  وزنی کلرید پتابسیم، غلظت

اسید:  $4$  مولار) ..... ۶۲

نمودار ۳-۱۰- پراش اشعه ایکس پودر پس از اسیدشویی (دما :  $950^{\circ}\text{C}$ - $30^{\circ}\text{C}$ /٪ وزنی کلریدپتاسیم، غلظت اسید: ۴ مولار)..... ۶۲

نمودار ۳-۱۱- پراش اشعه ایکس نمونه سنتز شده در  $850^{\circ}\text{C}$  با ۱۰٪ ورنی KCl و شستشو با ۴ مول بر لیتر..... ۶۳

نمودار ۳-۱۲- پراش اشعه ایکس نمونه سنتز شده در  $850^{\circ}\text{C}$  با ۲۰٪ ورنی KCl و شستشو با ۴ مول بر لیتر..... ۶۴

نمودار ۳-۱۳- پراش اشعه ایکس نمونه سنتز شده در  $850^{\circ}\text{C}$  با ۳۰٪ ورنی KCl و شستشو با ۴ مول بر لیتر..... ۶۴

شکل ۳-۷- دمای  $850^{\circ}\text{C}$  با ۳۰٪ وزنی کلریدپتاسیم، اسیدشویی با ۴ HCl ۴ مولار..... ۶۶

شکل ۳-۸- دمای  $850^{\circ}\text{C}$  با ۲۰٪ وزنی کلریدپتاسیم، اسیدشویی با ۴ HCl ۴ مولار..... ۶۶

شکل ۳-۹- دمای  $850^{\circ}\text{C}$  با ۱۰٪ وزنی کلریدپتاسیم، اسیدشویی با ۴ HCl ۴ مولار..... ۶۶

شکل ۳-۱۰- پودر  $\text{TiB}_2$  به دست آمده در دمای  $950^{\circ}\text{C}$ , ۱۰٪ وزنی افزودنی KCl و اسید کلریدریک ۴ مولار..... ۶۷

شکل ۳-۱۱- پودر  $\text{TiB}_2$  به دست آمده در دمای  $950^{\circ}\text{C}$ , ۲۰٪ وزنی افزودنی KCl و اسید کلریدریک ۴ مولار..... ۶۷

شکل ۳-۱۲- سمت راست :  $\text{TiB}_2$  تجاری با درجه ۳۰ - HCT، بزرگنمایی ۱۰ میکرون..... ۶۸

شکل ۳-۱۳- پودر به دست آمده در دمای  $750^{\circ}\text{C}$ , ۲۰٪ وزنی افزودنی KCl و اسید کلریدریک ۴ مولار..... ۶۹

شکل ۳-۱۴- پودر به دست آمده در دمای  $750^{\circ}\text{C}$ , ۱۰٪ وزنی افزودنی KCl و اسید کلریدریک ۴ مولار..... ۷۰

۱۵-۳- مقایسه اندازه دانه در دما و درصد افزودنی مختلف.....

۷۱

## مقدمه

مواد سرامیکی در صنعت کاربردهای زیادی دارند. این مواد به طور کلی به دو دسته‌ی سرامیک‌های اکسیدی و سرامیک‌های غیراکسیدی تقسیم‌بندی می‌شوند. سرامیک‌های غیراکسیدی خود به پنج دسته‌ی کاربیدها، نیتریدها، بوریدها، سولفیدها و سیلیسیدها تقسیم‌بندی می‌شوند. هر کدام از این گروه‌ها به دلیل ماهیت شیمیایی خود، دارای کاربردهای خاصی هستند. از میان مواد پیشرفته جدید، سرامیک‌های غیراکسیدی مورد توجه خاصی بوده و با سرعت بیشتری رشد پیدا کرده‌اند، زیرا این مواد دارای خواص بسیار مطلوبی در دماهای بالا بوده و همچنین خواص و ساختار ترکیبات قبلی را نیز بهبود می‌بخشند.

بوریدها از جمله ترکیبات بسیار مهم و کاربردی سرامیک‌های غیراکسیدی هستند که به صورت طبیعی وجود ندارند و سنتز آن‌ها از این جهت از اهمیت فوق العاده‌ای برخوردار است که دارای نقطه ذوب بالا، هدایت حرارتی و الکتریکی خوب، مقاومت در برابر شوک‌های حرارتی، سختی بالا و خنثایی شیمیایی هستند. سنتز این پودر با استفاده از روش‌های معمولی با سدهای بزرگی همچون نیاز به دماهای بالا، زمان‌های طولانی روبرو است که روش‌های جدید که در پایین اشاره شده راه‌کاری برای سنتز این بورید اشاره شده است که در این بین سنتز احتراقی به دلیل هزینه پایین آن و عدم نیاز و دستگاه‌های پیچیده و پیشرفته انتخاب شده است.

دیبورید فلزات انتقالی از جمله تیتانیم، زیرکونیم و هافنیم به علت نقطه ذوب بسیار بالای خود، سرامیک‌های فوق دما بالا<sup>۱</sup> (UHTCs) نام گرفته‌اند. بنابراین دیبورید فلزات انتقالی برای کاربرد در دماهای بالا، جریان‌های حرارتی بالا و تنش‌های سطحی شدید هستند، استفاده می‌شوند.

به طور کلی، روش‌های سنتز بوریدها به چهار دسته تقسیم می‌شوند:

---

<sup>۱</sup>- Ultra High Temperature Ceramics (UHTCs)

۱- فرآیند احیای کربوترمال

۲- فرآیند سنتز احتراقی

۳- فرآیند سنتز گازی

۴- سنتز از فاز محلول

سنتز پودردیبوریدتیتانیم از اکسیدتیتانیم و اکسیدبور توسط احیاکننده‌هایی همچون آلومینیوم، کلسیم، سیلیسیم و منیزیم در دماهای زیر  $1000^{\circ}\text{C}$  به دلیل قدرت اکسیژن‌زادایی بالای آن‌ها امکان‌پذیر است.

از این بین، برای تهیه پودر  $\text{TiB}_2$ ، منیزیوم مناسب‌ترین گزینه است. زیرا اکسیدمنیزیم تولید شده به راحتی با اسید‌کلریدریک رقیق شسته شده و پودر دیبوریدتیتانیوم حاصل می‌شود. از دو فلز دیگر کمتر استفاده می‌شود زیرا جدایش اکسیدآلومینیوم و اکسیدسیلیسیم تولید شده بسیار مشکل است و سنتز با پودر آلومینیوم بیشتر در ساخت کامپوزیت‌های  $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{TiB}_2$  استفاده می‌شود و فلز کلسیم قیمت نسبتاً بالایی دارد.

بیشتر روش‌های کار شده، به روش سنتز دما بالای خودپیشبرنده توسط افزودنی کلریدسدیم است.

در این پروژه، با استفاده از پودرمنیزیوم به عنوان احیاکننده و نمک کلریدپتابسیم با استفاده از کوره تیوبی به عنوان منبع حرارتی، این پودر سنتز شد که این روش موسوم به احتراق حجمی (انفجار گرمایی) است.

## فصل اول

# مرواری بر منابع مطالعاتی

## ۱-۱- سرامیک‌های اکسیدی

اکسیدها نقش اساسی در بسیاری از زمینه‌های شیمی، فیزیک و علم مواد دارند. این دسته از مواد در ساخت ابزارهای مدارهای میکروالکترونیک، حس‌گرها، پیزوالکتریک، سلول‌های سوختی، پوشش برای غیرفعال کردن سطح برای جلوگیری از خوردگی و به عنوان کاتالیست استفاده می‌شوند. به عنوان مثال، تقریباً تمام کاتالیست‌های مورد استفاده در صنایع، یک ترکیب اکسیدی به عنوان فاز فعال و یا کمک کاتالیست در بر می‌گیرند. به علاوه، در بیشتر قطعات کامپیوترها از ترکیبات اکسیدی استفاده می‌شود [۱].

### ۱-۱-۱- دی اکسید تیتانیم ( $TiO_2$ )

از میان چندین اکسید موجود در سیستم تیتانیم – اکسیژن، دی اکسید تیتانیم پایدارتر از بقیه است. این ماده در طبیعت به شکل‌های روتیل، بروکیت و آناتاز یافت می‌شود. برای اهداف صنعتی این ماده از ماده معدنی ایلمنیت ( $FeTiO_3$ ) تولید می‌شود. ایلمنیت پس از شستشو با اسیدسولفوریک و رسوب هیدروکسید از محلول و خشک کردن آن، به دی اکسید تیتانیم تبدیل می‌شود. سرباره‌های غنی از تیتانیم یکی دیگر از منابع خام دی اکسید تیتانیم است. [۱].

از کاربردهای تجاری  $TiO_2$  می‌توان به استفاده آن به عنوان رنگدانه سفید اشاره کرد. همچنین در تکنولوژی ساخت سیلیکات‌ها و در لعاب‌های پایه  $TiO_2$  از این ماده استفاده می‌شود. برای کاربرد در این موارد، اندازه دانه و ساختار کریستالی  $TiO_2$  بسیار مهم است و نیاز به عملیات حرارتی دارد. پس نباید هیچ‌گونه آلودگی در آن وجود داشته باشد.

### ۱-۱-۲- تری اکسید بور ( $B_2O_3$ )

این ماده در ساخت برخی از شیشه‌ها و لعاب‌ها بسیار قابل توجه است. این ماده به ندرت در شکل اکسید به مواد خام اضافه می‌شود. این ماده به طور طبیعی بی‌رنگ، شفاف و جاذب رطوبت است.  $H_2BO_3$  با از دست دادن آب در دمای بین  $260^{\circ}C$ - $270^{\circ}C$  و فشار  $130$ - $260$  MPa به  $B_2O_3$  تبدیل می‌شود. پس با

ذوب آن مقدار آب باقی مانده کم می شود.  $\alpha\text{-B}_2\text{O}_3$  (هگزاگونال) با چگالی  $2/46 \text{ gr/cm}^3$ ، با حرارت دادن اسید بوریک در دمای بین  $225 - 250^\circ\text{C}$  به مدت چند روز، به دست می آید.  $\beta\text{-B}_2\text{O}_3$  از حرارت دادن شکل طبیعی در دمای  $400^\circ\text{C}$  حاصل می شود. برای کاربردهای صنعتی، منابع  $\text{B}_2\text{O}_3$  اسید بوریک و بوراکس هستند [۱].

## ۱-۲- سرامیک های غیر اکسیدی

پیشرفت سرامیک های غیر اکسیدی، به دلیل تقاضا برای دستیابی به دماهای بالا و ترکیب غیر معمول خواص بوده است. این گروه به دلیل طبیعت شیمیایی ذاتی، با سرامیک های اکسیدی تفاوت داردند. در ترکیبات اکسیدی، پیوند ها از نوع یونی بوده و در ساختار شبکه ای آن ها یون های بزرگ اکسیژن حضور دارند و کاتیون ها در حفره های بین آن ها قرار دارند. ولی در ترکیبات سرامیکی غیر اکسیدی (کاربیدها، نیتریدها و بوریدها) پیوند ها از نوع کووالانسی ( $\text{SiC}$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{B}_2\text{C}$  و  $\text{BN}$ ) یا کووالانسی - فلزی ( $\text{TiC}$ ,  $\text{TiN}$ ,  $\text{TaC}$ ,  $\text{WC}$ ) هستند. سرامیک های اکسیدی مقاومت الکتریکی نسبتا بالایی دارند و به عنوان نیمه هادی استفاده می شوند. سرامیک های غیر اکسیدی خواصی شبیه به فلزات دارند. ساختار شبکه ای فلزی دارند و بقیه عناصر با شعاع اتمی کوچک تر حفره ها را اشغال کرده اند. گاهی اوقات این ترکیبات، ترکیبات درون شبکه ای<sup>۱</sup> نام بده می شوند و به صورت غیر استوکیومتری ترکیب می شوند.

این مواد باید در اتمسفر غیر اکسیدی در دماهای بسیار بالا زینتر شوند. ترکیباتی که دارای پیوند کووالانسی هستند به خوبی زینتر نمی شوند و به عنوان مثال، باید از روش های پرس گرم و زینترو اکنشی استفاده شود. در کاربردهای عملی، باید مقاومت نسبتاً پایین آن ها به اکسیداسیون در نظر گرفته شود، بطوریکه استفاده از آن ها در دمای بالا باید به شرط این است که محیط خلا، احیایی و یا خنثی شود.

## ۱-۲-۱ - کاربیدها

کاربیدها دارای بالاترین دمای ذوب در میان مواد شناخته شده هستند. از ویژگی‌های کاربیدها می‌توان به سختی بسیار بالا، هدایت الکتریکی و حرارتی خوب و پایداری بالا به جز در برابر اشاره کرد.

تولید کاربیدها به دو بخش تقسیم می‌شود :

۱- آماده‌سازی ترکیبات واقعی (مانند سنتز از عناصر و یا احیای اکسیدها)

۲- شکل‌دهی پودر تولیدی با تکنیک‌های سرامیکی و حرارت دادن آن برای رسیدن به یک ماده چگال.

کاربیدها به میزان کمی به زینتر کردن حساس هستند، به‌طوری‌که برای ساخت آن‌ها از پرس گرم، زینتر واکنشی و زینتر توسط مقدار کمی فاز مایع استفاده می‌شود. همچنین با ترسیب بخار به صورت لایه لایه روی مواد و پاشش پلاسمای نیز می‌توان کاربید تولید کرد. از کاربیدهای مهم می‌توان به  $TiC$ ,  $SiC$ ,  $B_3C$  و  $WC$  اشاره کرد.

کاربیدها به طور کلی به چهار دسته تقسیم می‌شوند [۲]:

- ۱- کاربیدهای درون شبکه‌ای (کاربید عناصر  $(Mo, Zr, Cr, V, Ti)$ )
- ۲- کاربیدهای کووالانسی ( $SiC$  و  $B_3C$ )
- ۳- کاربیدهای واسطه (کاربیدهای فلزات انتقالی گروه ۷ و ۸)
- ۴- کاربیدهای شبه نمکی (کاربیدهای عناصر گروه ۱، ۲ و ۳)

کاربید سیلیسیم یک سرامیک مهندسی پیشرفته است که در صنایع الکتریکی و سرامیکی به دلیل حفظ استحکام در دمای بالا، عالی، ضریب انبساط حرارتی و وزن کم استفاده می‌شود. متداول‌ترین روش سنتز کاربید سیلیسیم روش اچسون است که طبق واکنش (۱-۱-۲) در دمای  $2000\text{ K}$  انجام می‌شود [۳] :

