پنجمین کنفرانس
بین المللی
مهندسی مواد و متالورژی
و دهمین کنفرانس مشترک انجمن مهندسین متالورژی و انجمن علمی ریخته گری ایران
۱۸ و ۱۹ آبان ماه ۱۳۹۵
دانشگاه شیراز
iMAT
Conference 2016
گواهی ارائه مقاله
دانشگاه شیراز
انجمن مهندسین متالورژی ایران
انجمن علمی ریخته گری ایران
5th International Conference on Materials Engineering & Metallurgy
8 & 9 Nov. 2016 - Shiraz University
ضمن تشکر و قدردانی از ارائه مقاله با عنوان
مطالعه روند تبلور فازهای آلومینوسیلیکاتی در سیستم SiO_2-Al_2O_3
در پنجمین کنفرانس بین المللی مهندسی مواد و متالورژی و دهمین کنفرانس مشترک انجمن مهندسین متالورژی و انجمن علمی ریخته گری ایران این گواهی به
مائده نوری ها، سحر ملازاده بیدختی، علیرضا کیانی رشید
اعطا می گردد. موفقیت روز افزون ثمار ارزنده پیشرفت علم و فناوری از خداوند متعال خواستاریم.
دکتر سید مجتبی زبرجد
دبیر کنفرانس
دکتر سید محمد تقی صالحی
رئیس کمیته همایش مشترک انجمن ها
دکتر رامین ابراهیمی
دبیر علمی کنفرانس

دانشگاه شیراز
انجمن مهندسین متالورژی ایران
انجمن علمی ریخته گری ایران
iMAT 2016
پنجمین کنفرانس بین المللی مهندسی مواد و متالورژی
دهمین کنفرانس مشترک انجمن مهندسین متالورژی
و انجمن علمی ریخته گری ایران
۱۸ و ۱۹ آبان ماه ۱۳۹۵ - دانشگاه شیراز
کتابچه چکیده
مقالات

واژه‌های کلیدی: نانو دی اکسید تیتانیوم، کربنات پتاسیم، آناتاز، روتایل، سینتیک غیرهمدما، روش کوتس-ردفرن

مطالعه روند تبلور فازهای آلومینوسیلیکاتی در سیستم SiO_2-Al_2O_3

مائده نوری ها ، سحر ملازاده بیدختی،
علیرضا کیانی رشید
دانشکده مهندسی دانشگاه فردوسی

هدف از تحقیق حاضر دست یابی به شیشه مولایت تک فاز بانسبت استوکیومتری-(3Al2O3.2SiO2)، بانسبت استوکیومتری (3:2) و غیر استوکیومتری (3:4) و (4:2) به روش سل - ژل است که از تترا اتیل اورتوسیلیکات (TEOS) و آلومینیوم نیترات 9 آبه (ANN) به عنوان پیش ماده های اصلی ،آب و اتانول به عنوان حلال واسید نیتریک 0.1 نرمال به عنوان کاتالیست استفاده شد.برای رسیدن به نسبت های ذکر شده مقدار مشخصی از (TEOS) ثابت در نظر گرفته شده و در مقادیر معینی از آب و اتانول در دمای 60 درجه سانتی گراد توسط همزن مغناطیسی حل شد. هیدرولیز تئوس با کنترل فرآیند انجام شد. براساس آزمایشات از پیش تعیین شده مقادیر نسبی از آلومینیوم نیترات با نسبت بهینه (ANN/H_2O) در دمای محیط حل شد. پس از فرآیند ژلیزاسیون تمامی نمونه ها در دمای محیط و به مدت 17 روز پیرسازی و سپس درخشک کن در دو دمای متفاوت به مدت 24 ساعت خشک شدند. به منظور رسیدن به مولایت تک فاز، نمونه ها در محدوده دمایی 1550-600 درجه سانتی گراد طبق برنامه خاص عملیات حرارتی شدند. برای شناسایی فازها ابتدا از آنالیز (XRD) استفاده شد. پس از شناسایی فاز مولایت آنالیز (SEM) برای بررسی مورفولوژی ساختار موجود و آنالیز (FTIR) برای بررسی پیوندهای شیمیایی مورد استفاده قرار گرفت.

واژه‌های کلیدی: نسبت استوکیومتری مولایت ، تبلور ترکیبات آلومینوسیلیکاتی

سنتز و مشخصه یابی هرسینیت نانوکریستال

حسین رحمانی، ساسان اطرج
گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی،
دانشگاه شهرکرد

در این پژوهش هرسینیت نانوکریستال با استفاده از مواد اولیه کلریدی و به کار گیری روش هسته-پوسته (core-shell) در اتمسفر اکسیدی سنتز شد. برای این منظور ابتدا اسپینل آلومینات منیزیم نانو کریستال به روش سل-ژل و با استفاده از محلول آبی با نسبت استوکیومتری کلرید منیزیم و کلرید آلومینیم سنتز شد. سپس محلول آبی کلرید آهن دوظرفیتی به اسپینل سنتز شده افزوده شد و روی همزن مغناطیسی در دمای ۸۰°C به هم زده شد تا ذرات هسته-پوسته اسپینل در کلرید/اکسید آهن تشکیل شوند. پس از خشک شدن رفتار حرارتی نمونه توسط آنالیز حرارتی همزمان مورد بررسی قرار گرفت. با استفاده از نتایج آنالیز حرارتی همزمان نمونه در دماهای مختلف به مدت سه ساعت کلسینه شد و سپس توسط روش پراش پرتو ایکس (XRD) فازهای تشکیل شده مورد بررسی قرار گرفتند. همچنین مورفولوژی ذرات به وسیله میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM) بررسی گردید. برای محاسبه اندازه کریستال‌ها نیز از روش دبای شرر بهبود

5th iMAT 2016
پنجمین کنفرانس بین المللی مهندسی مواد و متالورژی و دهمین کنفرانس مشترک انجمن مهندسین متالورژی ایران و انجمن علمی ریخته‌گری
INTERNATIONAL CONFERENCE ON MATERIALS ENGINEERING AND METALLURGY
8, 9 Nov. 2016 Shiraz University
۸ و ۹ آبان ماه ۱۳۹۵ - دانشگاه شیراز

مطالعه روند تبلور فازهای آلومینوسیلیکاتی در سیستم SiO_2-Al_2O_3

مائده نوری ها[۱] ، سحر ملازاده بیدختی [۲]، علیرضا کیانی رشید[۳]

چکیده

هدف از تحقیق حاضر دست یابی به شیشه مولایت تک فاز بانسبت استوکیومتری($3Al_2O_3.2SiO_2$)، بانسبت استوکیومتری (3:2) و غیر استوکیومتری (3:4) و (4:2) به روش سل - ژل است که از تترا اتیل اورتوسیلیکات (TEOS) و آلومینیوم نیترات 9 آبه (ANN) به عنوان پیش ماده های اصلی ،آب و اتانول به عنوان حلال واسید نیتریک 0.1 نرمال به عنوان کاتالیست استفاده شد.برای رسیدن به نسبت های ذکر شده مقدار مشخصی از (TEOS) ثابت در نظر گرفته شده و در مقادیر معینی از آب و اتانول در دمای 60 درجه سانتی گراد توسط همزن مغناطیسی حل شد. هیدرولیز تئوس با کنترل فرآیند انجام شد. براساس آزمایشات از پیش تعیین شده مقادیر نسبی از آلومینیوم نیترات با نسبت بهینه (ANN/H_2O) در دمای محیط حل شد. پس از فرآیند ژلیزاسیون تمامی نمونه ها در دمای محیط و به مدت 17 روز پیرسازی و پس از آن درخشک کن در دو دمای متفاوت به مدت 26 ساعت خشک شدند. به منظور رسیدن به مولایت تک فاز، نمونه ها در محدوده دمایی 1550-600 درجه سانتی گراد طبق برنامه خاص عملیات حرارتی شدند. برای شناسایی فازها ابتدا از آنالیز (XRD) استفاده شد. پس از شناسایی فاز مولایت آنالیز (SEM) برای بررسی مورفولوژی ساختار موجود و آنالیز (FTIR) برای بررسی پیوندهای شیمیایی مورد استفاده قرار گرفت.

کلمات کلیدی: نسبت استوکیومتری مولایت ، تبلور ترکیبات آلومینوسیلسکاتی

۱-دانشجو، گروه مهندسی متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد، ایران
(ma.nooriha@yahoo.com.)

۲- استادیار، گروه مهندسی متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد، ایران

۳- استاد، گروه مهندسی متالورژی و مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد، مشهد، ایران

مقدمه

مولایت[1] پایدارترین فاز میانی در فشار متعارف (یک اتمسفر) و سیستم دوتایی آلومینا ـ سیلیس و همچنین جزء اصلی دیرگداز های آلومینا سیلیکاتی با نقطه ذوب 1810 درجه سانتی گراد و ساختار کریستالی پایدار اورتورمبیک و نیمه پایدار تتراگونال می‌باشد. فرمول کلی شیمیایی مولایت $Al_2(Al_{2-2x}Si_{2-2x})O_{10-x}$ است. به ازای X=0، سلیمانیت و در X=0.25 فاز غنی از سیلیس با فرمول $(3Al_2O_3.2SiO_2)$و با نسبت (3:2) بین آلومینا/سیلیس متبلور می گردد[4,5]. این فاز پایدارتر از نسبت (2:1) غنی از آلومینا است که در X=0.4 متبلور می گردد[4]. مولایت به دلیل سختی زیاد، مقاومت شیمیایی بالا، هدایت حرارتی کم، پایداری شیمیایی خوب، ضریب انبساط حرارتی کم، مقاومت خزشی عالی در دمای بالا، مدول برشی زیاد و چگالی پایین از اهمیت بالایی برخوردار است.از جمله کاربردهای آن می توان به کاربردهای نسوز، بدنه های مولایت متخلخل، پوشش های مولایتی ، کاربردهای الکترونیکی و اپتیکی اشاره نمود [1,5]. تاکنون روش های گوناگونی برای ساخت مولایت به کار گرفته شده است که عبارتند از سنتز احتراقی، روش ذوب مواد اولیه و روش های شیمیایی، روش های سل ژل، رسوب گیری هم زمان، تجزیه حرارتی ورسوب فاز بخار[3]. در این بین روش سل ژل به دلیل تکرار پذیری از اهمیت به سزایی برخوردار است. به دلیل درجه همگنی بالای پیش ماده ها دمای لازم برای تشکیل مولایت در این روش نسبت به سایر روش ها پایین تر است[3,7]. در تبلور فاز مولایت زمان پیرسازی وخشک کردن وعملیات حرارتی در کوره بسیار حائز اهمیت است.علاوه بر این، مقدار و نسبت های در نظر گرفته شده بین مواد اولیه نیز تاثیر به سزایی در دمای تبلور فازهای بلورین و پایداری حرارتی این فازها دارد[7]. در این مقاله روش سل - ژل برای تهیه پودر مولایت به کار گرفته شد. باتوجه به تاثیر مقدار آلومینا در بهبود خواص شیمیایی ومکانیکی بدنه های ساخته شده از مولایت، هدف این مقاله بررسی تاثیر مقادیر متفاوت آلومینا بر روند تبلور فازهای بلورین در سیستم (SiO_2- Al_2O_3) می باشد.

مواد و روش تحقیق

[1] -Mulliite

در این پژوهش، مواد اولیه آلومینیوم نیترات 9آبه (ANN)،تترا اتیل اورتوسیلیکات (TEOS)،آب واتانول به عنوان حلال و اسید نیتریک 0.1 (به عنوان کاتالیست فرایند هیدرولیز (TEOS)) استفاده شدند[1,2,7,10]. نسبت مولی (ANN/TEOS) برای دستیابی به نسبت استوکیومتری مولایت(3:2)برابر(1.5)و برای نسب غیر استوکیومتری (4:2) برابر (2.123) و نسبت (3:4) برابر (0.79) در نظر گرفته شد. به منظور پیشرفت بهینه و مناسب فرآیند هیدرولیز تئوس، نسبت حجمی (H2O/TEOS=1.6) و (H2O/ANN=25.3) در نظر گرفته شد[1,2,3]. پس از پیرسازی به مدت 18 روز در دما و رطوبت محیط،ژل های بدست آمده طی دو مرحله در آون به مدت 20 ساعت در دمای 70 درجه سانتی گراد و4 ساعت در دمای 110 درجه سانتی گراد خشک شدند. ژل های خشک شده در دمای 1550.1350,1250,1100,900 درجه سانتی گراد کلسینه شدند[7]. برای تعیین فازها از آنالیز (XRD)، برای بررسی ریز ساختار و مورفولوژی فاز مولایت از میکروسکوب الکترونی روبشی (SEM) و به منظور مطالعه پیوند های شیمیایی تست (FTIR)، (قبل وبعد از عملیات حرارتی) مورد استفاده قرار گرفته شد.

نتایج و بحث

بابررسی پیک های بدست آمده از آنالیز XRD در زوایای 10 تا 80 درجه می توان مشاهده کرد که با افزایش دمای عملیات حرارتی احتمال تبلور فاز مولایت افزایش پیدا کرده است. در عملیات حرارتی در دمای 900 درجه سانتی گراد منجر به ظاهر شدن پیک هایی با شدت نسبتا کم و کوتاه در نتایج XRD می‌گردد.دمای 900 درجه سانتی گراد نزدیک به دمای جوانه زنی مولایت است. علاوه بر پیک‌های ضعیف مولایت،کریستوبالیت و ترکیبات غیر استوکیومتری آلومینوسیلیکات سایر فازهایی می باشند که پس از عملیات حراتی در دمای 900 درجه سانتی گراد متبلور شده اند. با افزایش دمای عملیات حرارتی مهمترین پدیده ایی که باید به آن توجه نمود افزایش شدت پیک های مرتبط با مولایت و یا تبلور بیشتر و راحت تر فاز مولایت در نمونه هایی است که غنی تر از آلومینا می باشند. به عنوان مثال با توجه به تصاویر 4,3 و 5 عملیات حرارتی در دمای 1350 و 1550 درجه سانتی گراد به مدت 3 ساعت منجر شده است که پیک های مشخصه فاز مولایت در نمونه های (4:2) و (3:2) در مقایسه با نمونه (3:4) از شدت بیشتری برخوردار گردند. نکته قابل توجه در این نتایج تبلور آلومینا در نمونه های غنی از سیلیس و یا نمونه های (3:4) می‌باشد. این مساله میتواند ناشی از پیش رفت ناقص فرایند هیدرولیز و در نتیجه کاهش مقدار سیلیس مورد نیاز برای واکنش با آلومینا و یا افزایش جدایش فازی نواحی غنی از آلومینا و سیلیس در نتیجه افزایش ویسکوزیته نمونه ها باشد. همچنین با بررسی پیک های ظاهر شده توسط طیف سنجی مادون قرمز فوریه (FTIR) پیوند

های شیمیایی Si-O-Siو Al-O-Al در گستره ی اعداد موجی cm^{-1} 850-1100 و حدود $3000cm^{-1}$ پیوندهای آبی O-H و همچنین در $630cm^{-1}$ و $720cm^{-1}$ پیوندهی Al-O شناسایی شدند[4,6,9,10].

جدول۱-پیوندهای شیمیایی Al-O , Si-O, O-H , Al-O-Si [4,6,9,10]

Wavenumber cm^{-1}	نوع پیوند	Wavenumber cm^{-1}	نوع پیوند
1384.91	Si-O-Si	1642.22	O-H
1053.80	Si-O-Si	2426.79	O-H
1093.82	Si-O-Si	3199.09	O-H
1383.75	Si-O-Si	3370.68	O-H
1094.7	Si-O-Al	3448.35	H2O
1053.8	Si-O-Si	2426.9	O-H
469.47	Si-O	1638.14	O-H
457.21	Si-O	829.06	Al-O
637	Al-O	702.38	Al-O
592.05	Al-O	726.9	AL-O
559.36	Al-O	1164.13	Al-O
632.92	AL-O		

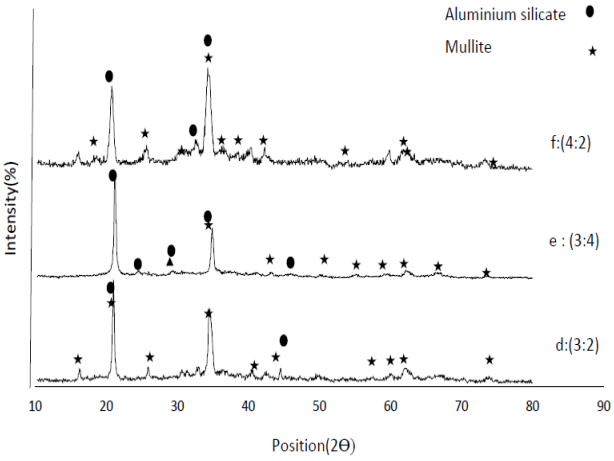
بررسی تصاویر (SEM) نشان می دهد که تغییر مقدار نسبت موجود بین آلومینا و سیلیس تاثیر بر مورفولوژی فازها ندارد. تصاویر تهیه شده توسط میکروسکوپ الکترونی‌روبشی (SEM) درنمونه عملیات حرارتی شده در دمای 1100 درجه سانتی گراد نمایانگر تشکیل نانوساختار سوزنی و میله ای مولایت در دونمونه X و Z با دونسبت استوکیومتری (3:2) و غیر استوکیومتری (4:2)است. با بررسی تصاویر B, C ,Hو I در بزرگ نمایی یکسان 40000 برابر مشاهده شده این نانو میله ها در نمونه X رشد بیشتری داشته و سایز بزرگ تری دارند. افزایش دمای عملیات حرارتی تا 1550 درجه سانتی گراد منجر به رشد نانو میله های مولایت می‌شود و مورفولوژی به صفحه ای تغییر می کند.

نتیجه گیری

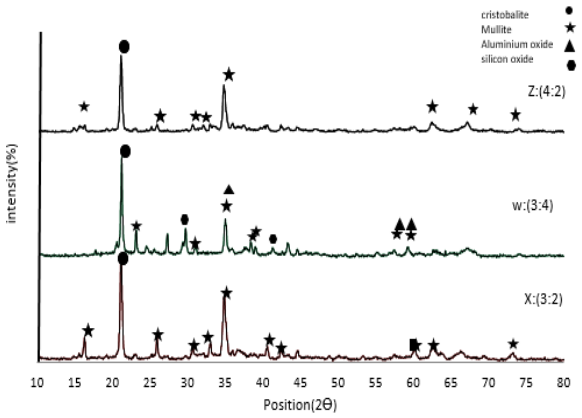
فاز مولایت پس از عملیات حرارتی در دمای 1100 درجه سانتی گراد در تمامی نمونه ها متبلور گردید. افزایش دمای عملیات حرارتی منجر به تغییر در نوع فازهای متبلور شده با تغییر در نسبت بین سیلیس و

آلومینا میشود. فاز مولایت متبلور شده در دمای 1000 درجه سانتی گراد در کلیه نمونه ها مورفولوژی سوزنی شکل و ابعاد نانومتری دارد. افزایش دمای عملیات حرارتی منجر به تغییر مورفولوژی فازهای موجود از میله ای به صفحه ای و افزایش ابعاد ذرات می شود.

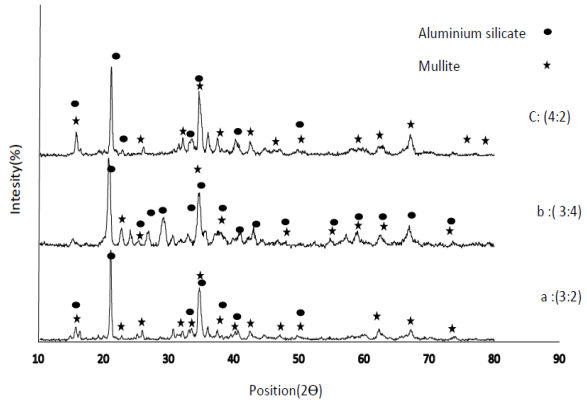
شکل ها و نمودارها



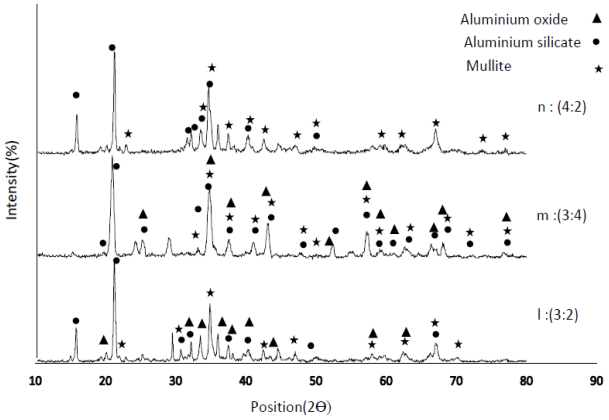
شکل1- XRD نمونه عملیات حرارتی شده در دمای 900 درجه سانتی گراد



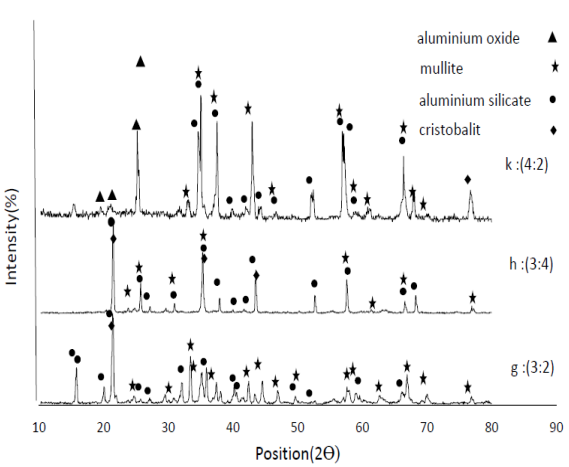
شکل2- XRD نمونه عملیات حرارتی در دمای1100درجه سانتی گراد



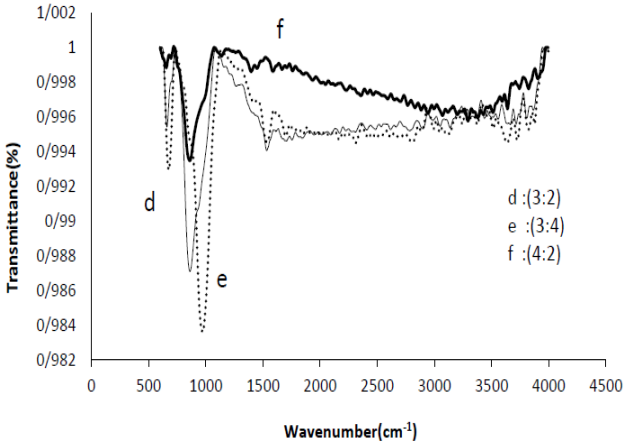
شکل3- XRD نمونه عملیات حرارتی شده در دمای 1250درجه سانتی گراد



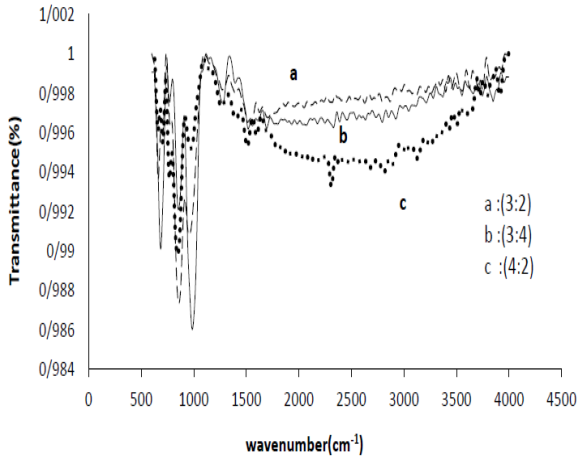
شکل4- XRD نمونه عملیات حرارتی شده در دمای 1350درجه سانتی گراد



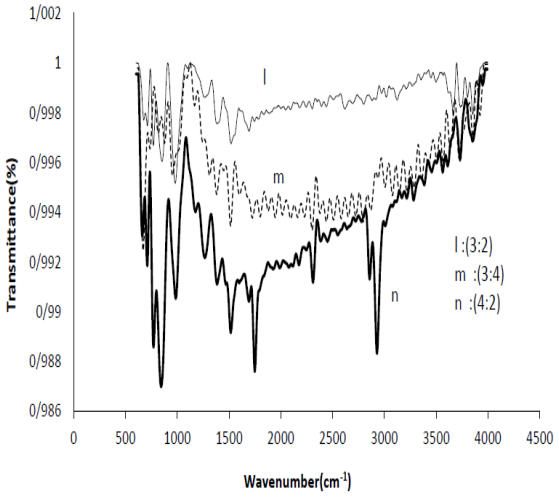
شکل5- XRD نمونه عملیات حرارتی شده در دمای 1550درجه سانتی گراد



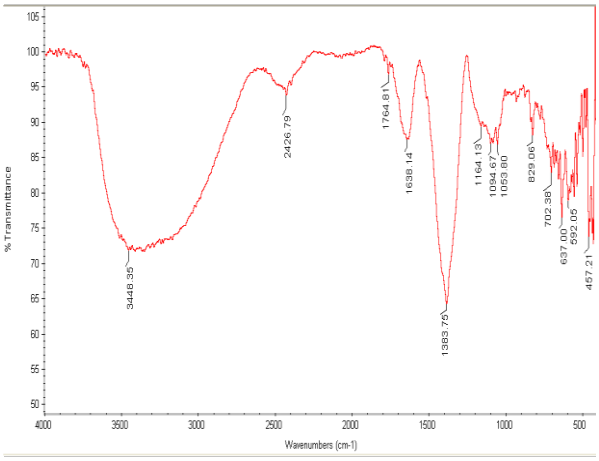
شکل6- FTIR نمونه عملیات حرارتی شده در دمای 900درجه سانتی گراد



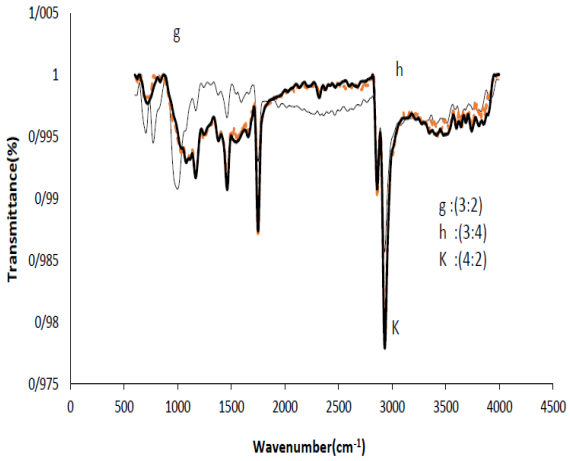
شکل7- FTIR نمونه عملیات حرارتی شده در دمای 1250درجه سانتی گراد



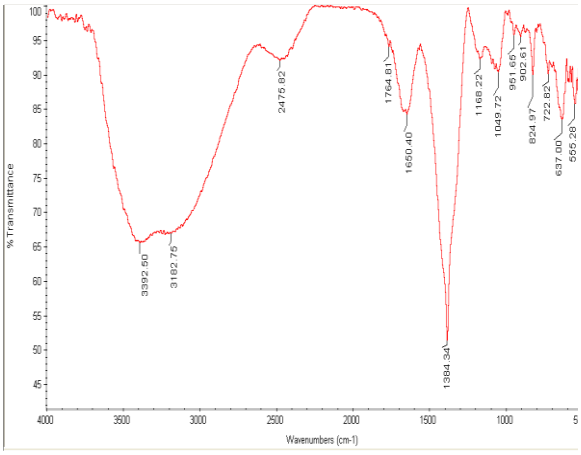
شکل 8- FTIR نمونه عملیات حرارتی شده در دمای 1350 درجه سانتی گراد



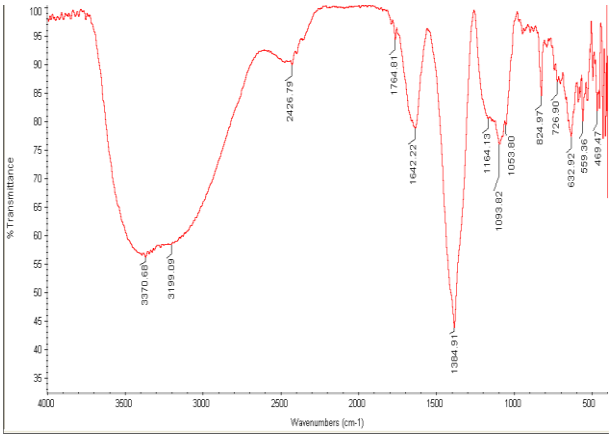
شکل 10 -FTIR نمونه عملیات حرارتی نشده بانسبت استوکیومتری $3Al_2O_3.2SiO_2$



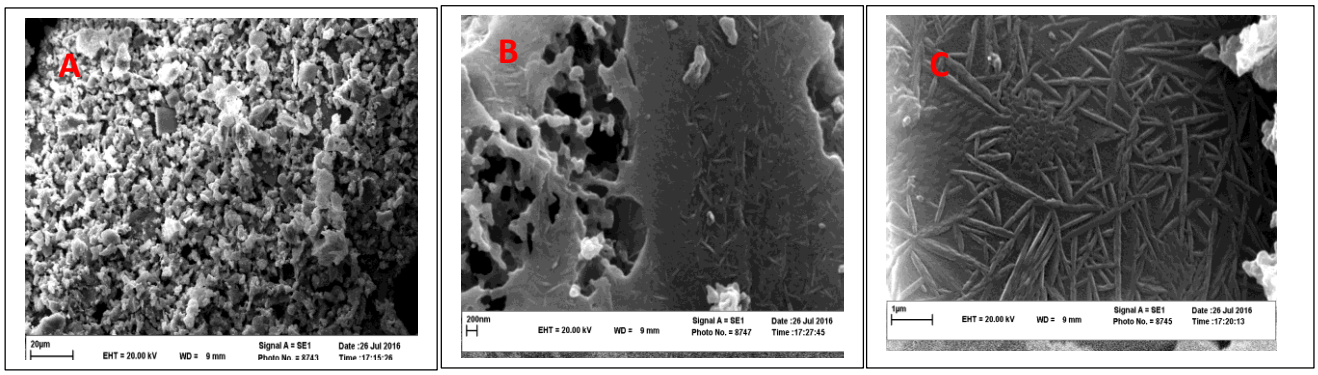
شکل 9- FTIR نمونه عملیات حرارتی شده در دمای 1550درجه سانتی گراد



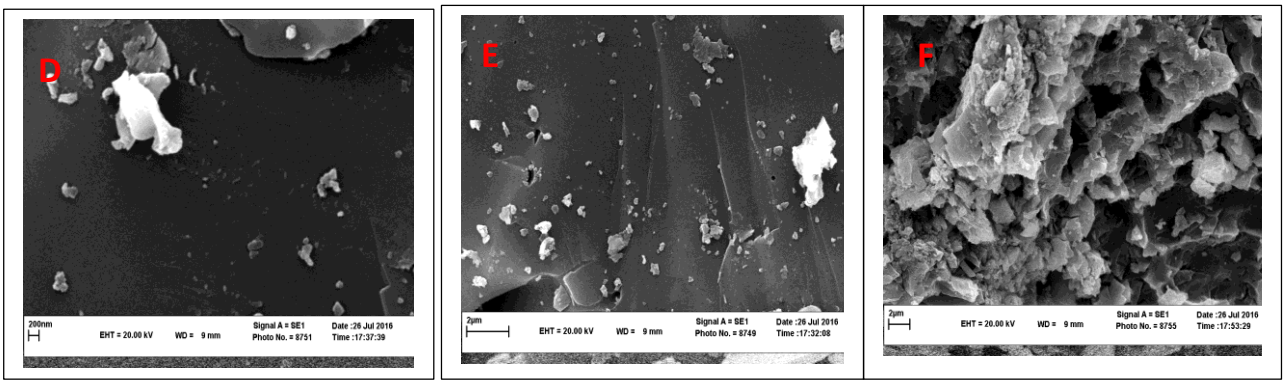
شکل 12- FT-IR نمونه عمیات حرارتی نشده با نسبت غیراستوکیومتری $4Al_2O_3.2SiO_2$



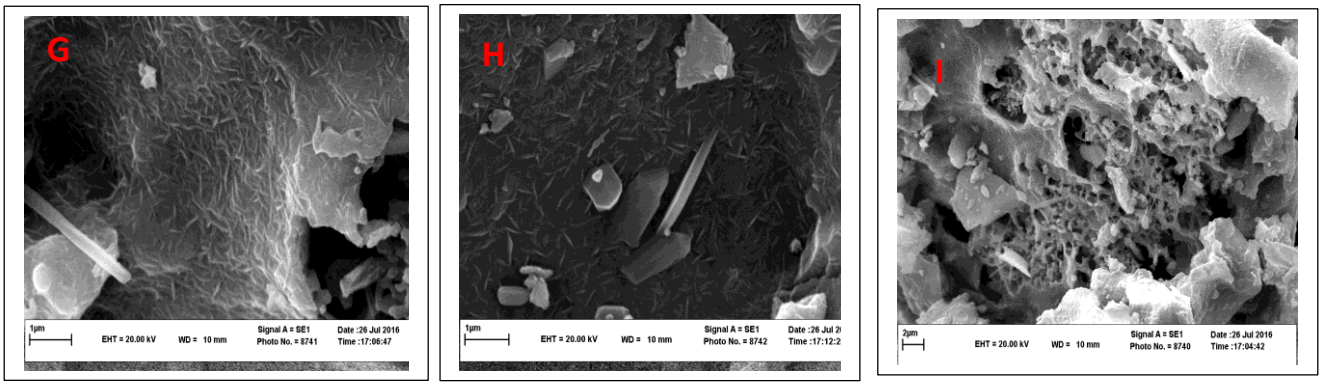
شکل 11- FT-IR نمونه عمیات حرارتی نشده با نسبت غیراستوکیومتری $3Al_2O_3.4SiO_2$



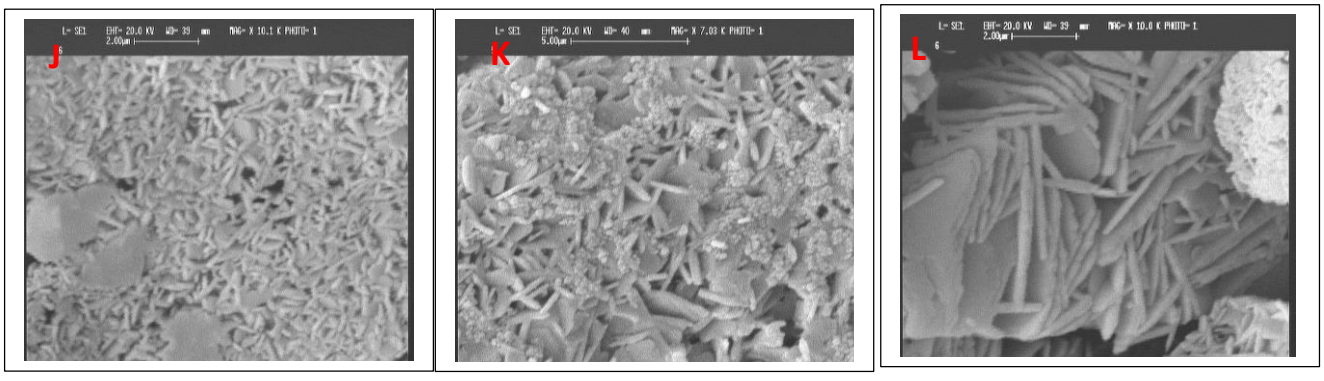
شکل13- تصاویر SEM نمونه X عملیات حرارتی شده در دمای 1100 درجه سانتی گراد با نسبت غیر استوکیومتری3:2



شکل14–تصاویر SEM نمونه W عملیات حرارتی شده در دمای 1100 درجه سانتی گراد با نسبت استوکیومتری 3:4



شکل15–تصاویر SEM نمونه Z عملیات حرارتی شده در دمای1100 درجه سانتی گراد با نسبت غیر استوکیومتری4:2



شکل18- تصویر SEM نمونه عملیات حرارتی شده در دمای 1350 درجه سانتی گراد با نسبت4:2

شکل17- تصویر SEM نمونه عملیات حرارتی شده در دمای 1350 درجه سانتی گراد بانسبت3:4

شکل16- تصویر SEM نمونه عملیات حرارتی شده در دمای 1350 درجه سانتی گراد با نسبت3:2

مراجع

۱- حسین رجایی ،ایمان مباشرپور،محمد فرویزی،محمد ذاکری ، "سنتز نانو مولایت با استفاده از آلومینیوم نیترات و تترا اتیل اورتو سیلیکات (TEOS) به روش سل- ژل "، دومین همایش ملی وکارگاه تخصصی علوم وفناوری نانودانشگاه خوارزمی ،۱۳۸۱

۲-صاحبعلی مجتبی، جعفریان کامبیز، میرزا امینی، س۱ خ۱،۲،۳، "بررسی مورفولوژیک مولایت سنتز شده به روش سینترینگ واکنشی"،اولین همایش ملی نانو وتکنولوژی، دانشگاه آزاد اسلامی واحد شاهرود ،اسفند ۱۳۹۰

۳-نادر مددی شیشوان،پایان نامه کارشناسی ارشد،دانشگاه خواجه نصیرالدین طوسی ،۱۳۹۱.

4-Jing Li, TianboZhao, FengyanLi, BaoningZong, ZexueDu, JianliZeng "A comparative study on the synthesis mechanism and microstructural development of hierarchical porous mullite monoliths obtained by thesol–gel process with three different silicons ources",Ceramics International,china,2015

5-Esther Ruiz de Sola , Francisco Javier Serrano , Estefanıa Delgado-Pinar ,Marıa Mercedes ReventosAna Isabel Pardo, Marek Andrzej Kojdecki , Jose Marıa Amigo , Javier Alarcon,: "Solubility and micro structural development of TiO_2-containing$3Al2O_3{\cdot}2SiO_2$ and $2Al2O_3{\cdot}SiO_2$ mullites obtained from single-phase gels", Journal of the European Ceramic Society,2647 ,

6- Feng He, William T. Petuskey,:" Low temperature mullite crystallization in Al- and Si-alkoxide derived homogeneous gels",Journal Materials Letters,2631,2632

7- Yi Wang,HaitaoLiu,HaifengCheng, JunWang,:" Densification behavior and micro structure of mullite obtained from diphasic Al2O3–SiO2 gels", Ceramics International,12789,12790,12795

8- Vilko Mandi, Emilija Tkal, Jasminka Popovi, Stanislav Kurajica,Jorg Schmauch,:" Crystallization pathway of sol–gel derived zinc-doped ", Journal of the European Ceramic Society",1285,1286

9- P. Padmaja, G.M. Anilkumar, P. Mukundan, G. Aruldhas, K.G.K. Warrier,:" Characterisation of stoichiometric sol–gel mullite by fourier transform infrared spectroscopy", International Journal of Inorganic Materials,693-698

10- Yabin Zhang, Yaping Ding, Jiqiang Gao, Jianfeng Yang,:" Mullite fibres prepared by sol–gel method using polyvinyl butyral", Journal of the European Ceramic Society,1105

5th iMAT 2016
پنجمین کنفرانس بین المللی مهندسی مواد و متالورژی و دهمین کنفرانس مشترک انجمن مهندسین متالورژی ایران و انجمن علمی ریخته‌گری
INTERNATIONAL CONFERENCE ON MATERIALS ENGINEERING AND METALLURGY
8, 9 Nov. 2016 Shiraz University
۱۸ و ۱۹ آبان ماه ۱۳۹۵ - دانشگاه شیراز

Study crystalization aluminosilicte phase in SiO_2-$Al2O_3$

Maedeh Nooriha*,Sahar Mollazadeh Beidokhti,Alireza Kiani RashidFirst

Department of Metallurgy and Materials Science, Facualty of engineering, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, Iran.
(Mollazadeh.b@um.ac.ir)

The aim of this study was to achieve monophase mullite stoichiometry ratio $3Al2O3.2SiO2$, non ratio stoichiometry 4: 2 and 3: 4 by sol-gel method in which tetraethylorthosilicate ((TEOS) and the aluminum nitrate nonahydrate (ANN) were used as main ingredients, water and ethanol as a solvent and nitric acid 0.1 normal as a catalyst. The certain amount of (TEOS) are considered fixed and certain amount of water and ethanol at a temperature of 60 ° C was mixed by magnetic stirrer. Hydrolysis and condensation reactions were completed by precies process control. Based on experiments predetermined relative amounts of aluminum nitrate with optimum ratio (ANN / $H2O$) solved at ambient temperature. After glization process all the samples were aged at ambient temperature for 17 days and then dried in oven in two different temperatures for 26 hours. All prepared samples were heat treated at temperatures ranging from 600-1550 ° C to achieve momophasic mullite samples. Heat treated samples were characterized with (XRD) analysis to identify probable crystalline phases. (SEM) and (FTIR) analysis were used to evaluate the morphology and chemical configuration of crystalline phses.

Keyword:mullite,Aliminium Silicate Glass,Ratio, StoichiometryEnglish