

## Synthesis of Titanium Diboride Nanoparticles by Volume Combustion Synthesis Method

Saman Nemat<sup>1</sup>, Saeed Baghshahi<sup>2</sup>, \*Arman Sedghi<sup>2</sup>, Faranak Farhadinia<sup>1</sup>

1. M.Sc., Material engineering department, Imam Khomeini International University, Qazvin, Iran.
2. Associate Professor, Material engineering department, Imam Khomeini International University, Qazvin, Iran.

**Citation:** Nemat S, Baghshahi S, Sedghi A, Farhadinia F. Synthesis of Titanium Diboride Nanoparticles by Volume Combustion Synthesis Method. Metallurgical Engineering 2021; 23(4): 319-327 <http://dx.doi.org/10.22076/ME.2021.132315.1298>

 <http://dx.doi.org/10.22076/ME.2021.132315.1298>

### ABSTRACT

Titanium diboride nanoparticles have attracted a lot of attention due to their suitable properties, especially as reinforcements for metal-based composites. In the present study, titanium diboride nanoparticles were produced by volume combustion synthesis and  $TiO_2$ , Mg, and  $B_2O_3$  as raw materials. Potassium chloride was used as an additive to prevent agglomeration of particles and grain growth during synthesis process. After mixing the materials in a satellite mill, materials were heated up to 750, 850 and 950 °C and kept in those temperatures for 30 minutes until combustion of the materials was performed. Also, the effect of adding 10, 20 and 30 wt. % of potassium chloride on the purity and size of the produced powder was investigated. The results of X-ray diffraction (XRD) and electron microscopy images show that the production of high purity titanium diboride nanoparticles by volume combustion synthesis with the addition of 10 wt. % potassium chloride at 950 °C is possible.

**Keywords:** Titanium Diboride Nanoparticles, Volume Combustion, Potassium Chloride, Magnesium.

Received: 19 September 2020 | Accepted: 11 August 2021

■.....■  
\* **Corresponding Author:**

**Arman Sedghi, PhD**

**Address:** Material engineering department, Imam Khomeini International University, Qazvin, Iran.

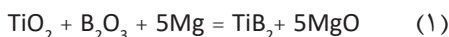
**Tel:** +98 (9121776559)

**E-mail:** sedghi@eng.ikiu.ac.ir



در داخل دسیکاتور سرد شده و تا اندازه کوچکتر از ۲۰۰ مش (کمتر از ۷۵ میکرون) آسیاب شد. همچنین کلرید پتاسیم آسیاب شده و از الک ۳۲۵ مش (کمتر از ۴۵ میکرون) عبور داده شد.

پودرهای  $TiO_2$ ،  $B_2O_3$  و Mg را با نسبت استوکیومتری واکنش (۱) با هم مخلوط و همراه با گلوله‌های فولادی به نسبت وزنی گلوله به پودر ۱۰ به ۱ داخل محفظه فولادی آسیاب قرار داده شد.



به منظور افزایش احتمال احیای اکسیدتیتانیم و اکسیدبور نیم مول پودر منیزیم اضافه به نسبت نیز به مخلوط اضافه شد. ابعاد گلوله‌ها ۲۰، ۱۴ و ۱۰ میلی متر بود. پس از پر کردن محفظه از گاز آرگون، مواد در آسیاب ماهواره ای با سرعت ۲۵۰ rpm به مدت ۱۵ دقیقه آسیاب شدند. سپس مقدار ۱۰ - ۲۰ - ۳۰ درصد وزنی نمک کلرید پتاسیم اضافه شد. درب محفظه بسته و با گاز آرگون مجدداً پر و به مدت ۳۰ دقیقه آسیاب شد. با استفاده از پرس تک محوره سرد با فشار ۱۰۰ MPa قرص‌هایی با سطح مقطع  $1 \text{ cm}^2$  ساخته شد. جدول ۲ نشان دهنده نمونه‌های آماده شده است.

جدول ۲. مشخصات قرص‌های ساخته شده و شرایط سنتز

نرخ گرمایش کوره (min/°C)	زمان ماند در دمای نهایی (دقیقه)	پتاسیم کلراید (درصد وزنی)	دمای نهایی سنتز قرص‌ها (°C)
۲۵	۳۰	۱۰ - ۲۰ - ۳۰	۷۵۰
۲۵	۳۰	۱۰ - ۲۰ - ۳۰	۸۵۰
۲۵	۳۰	۱۰ - ۲۰ - ۳۰	۹۵۰

سپس هر نمونه به صورت جداگانه داخل بوته آلومینایی قرار داده شد و درب کوره تیوبی کاملاً آب‌بندی شد. به مدت ۳ دقیقه با دبی ۲ لیتر بر دقیقه هوای داخل کوره از اکسیژن تهی شد و پس از آن دبی ورود گاز آرگن بر روی ۱ لیتر بر دقیقه تنظیم شد. کوره روشن شد و با نرخ ۲۵ درجه‌سانتی‌گراد بر دقیقه دما افزایش داده شد. پس از سنتز نمونه‌ها در دماهای  $750^\circ\text{C}$ ،  $850^\circ\text{C}$  و  $950^\circ\text{C}$  قرص‌ها بیرون آورده شدند و توسط هاون چینی خرد شدند. پودر حاصل با آب مقطر داغ شسته و سپس با کاغذ صافی، صاف شده و در خشک‌کن قرار داده شد. پودرهای خشک شده با اسیدکلریدریک ۴ مولار برای مدت زمان ۲۴ ساعت به نسبت وزنی ۱ به ۱۰۰ لیچ شدند. پودر حاصله جمع‌آوری، خشک و توزین شد.

میکروسکوپ الکترونی مورد استفاده در تحقیق حاضر از نوع SEM و مدل XL30 ساخت شرکت فیلیپس از کشور هلند

یا مایکروویو) به صورت موضعی (در فرآیند SHS) یا به صورت یکنواخت (VCS) تا دمایی که واکنش در آن آغاز شود حرارت داده می‌شوند [۹].

در روش احتراق حجمی یا انفجار گرمایی کل نمونه تا دمای آفرزش گرم می‌شود. بر خلاف فرآیند SHS که در آن حرارت اولیه به صورت موضعی به مواد اولیه داده شده و احتراق به صورت یک موج احتراق پیش می‌رود، در روش احتراق حجمی هم زمان از تمامی جهات به نمونه مورد نظر حرارت داده شده و واکنش به طور هم‌زمان در کل نمونه انجام می‌شود [۱۰]. این روش‌ها تنها برای واکنش‌هایی که به شدت گرمازا هستند امکان پذیر است و در سایر موارد پیش از انجام واکنش، فعال سازی نیز مورد نیاز است [۱۱]. تا کنون تحقیقاتی به منظور تولید تیتانیوم دی‌بوراید با استفاده از روش احتراق حجمی انجام شده است [۱۲ و ۱۳]. همچنین استفاده از نمک‌های کلریدی به عنوان افزودنی جهت کاهش اندازه ذرات محصول نهایی در تحقیقاتی مورد بررسی قرار گرفته است [۱۴ و ۱۵]. در تحقیق حاضر، امکان تولید نانو پودر دی‌بوراید تیتانیوم با خلوص بالا با استفاده از روش احیایی منیزوترمی در دماهای مختلف با استفاده از کوره تیوبی با اتمسفر آرگون و با مقادیر متفاوتی از افزودنی مورد بررسی قرار گرفت. همچنین جهت جلوگیری از رشد دانه‌ها و کلوخه شدن ذرات، نمک کلرید پتاسیم استفاده شد. لازم به ذکر است استفاده هم‌زمان از کلرید پتاسیم و سنتز احتراقی حجمی برای اولین بار در این تحقیق مورد استفاده قرار گرفته و همچنین تاثیر میزان افزودنی کلرید پتاسیم در کسب نتیجه مورد بررسی قرار گرفته است.

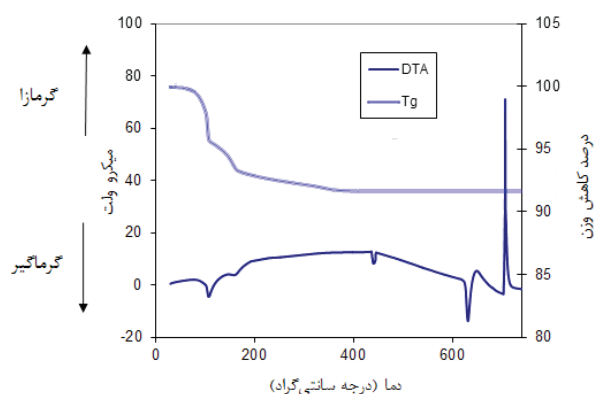
## ۲. مواد و روش تحقیق

مشخصات پودرهای مورد استفاده در جدول ۱ نشان داده شده است.

جدول ۱. مشخصات پودرهای استفاده شده

شرکت سازنده	اندازه دانه	خلوص (درصد)	ترکیب شیمیایی
Aldrich	< ۵ میکرون	۹۹/۹	دی‌اکسیدتیتانیوم
POCH	-	۹۹/۵	اسیدبوریک
Merck	۳۰۰ - ۶۰۰ نانومتر	۹۸/۵	پودر منیزیم
Merck	< ۴۵ میکرون	۹۹/۹	کلرید پتاسیم
Merck	-----	۰/۳۶	اسیدکلریدریک

ابتدا اسید بوریک در دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد در بوته آلومینایی حرارت داده شد تا آب ساختاری از آن خارج شود و کاملاً به صورت  $B_2O_3$  مذاب با سیالیت بالا درآید سپس

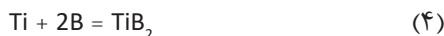


شکل ۲. نمودار آنالیز کاهش وزن و آنالیز حرارتی - افتراقی

ذوب فلز منیزیم را نشان می‌دهد. پس از آن یک پیک پهن دیده می‌شود که مربوط به دو واکنش گرماگیر ۲ و ۳ قبل از تشکیل  $TiB_2$  است.



در نهایت در دمای  $704^\circ C$  فاز دی‌بورید تیتانیم طبق واکنش (۴) تشکیل شده و گرما آزاد می‌کند.



این آنالیز حرارتی مطابق با آنالیز ویمن و همکارانش است [۱۶]. با این تفاوت که آن‌ها از اسیدبوریک استفاده نموده و در این جا از اکسیدبور استفاده شد. به همین دلیل پیک گرماگیر ذوب اکسیدبور دیده می‌شود اما در هنگام استفاده از اسیدبوریک این پیک دیده نمی‌شود. پس از آنالیز حرارتی - افتراقی مشخص شد که، دماهایی بایستی انتخاب شود که بالاتر از این دما قرار گیرد در نتیجه دماهای  $750^\circ C$ ،  $850^\circ C$  و  $950^\circ C$  انتخاب شدند.

### فازها و اندازه‌گیری میزان پودر تولید شده

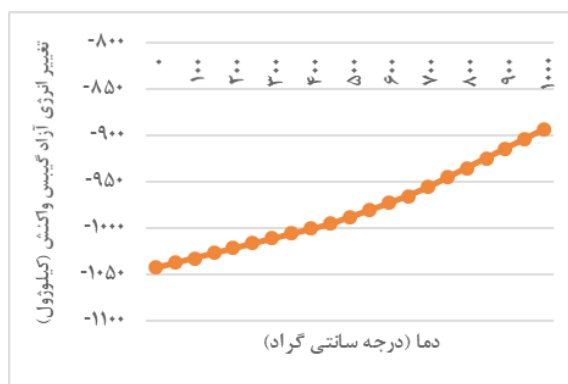
با توجه به اینکه با استفاده از اشعه ایکس امکان محاسبه درصد فازها امکان‌پذیر نیست در نتیجه بر اساس پودر باقی مانده از اسیدشویی و پراش اشعه ایکس مربوطه می‌توان نتیجه‌گیری کرد که پودر باقی مانده نسبت به سایر پودرها از چه ترکیباتی تشکیل شده است. شکل ۲ نشان دهنده میزان پودر باقی مانده پس از سنتز در دماهای مختلف و با درصد افزودنی‌های متفاوت است. همانگونه که مشخص است میزان پودر تولیدی در درصد افزودنی ثابت با افزایش دما افزایش می‌یابد. همچنین به جز در نمونه سنتز شده در دمای  $750^\circ C$  درجه سانتی‌گراد و با ۳۰ درصد وزنی کلرید پتاسیم، در دمای ثابت با افزایش میزان کلرید پتاسیم میزان پودر تولیدی کاهش یافته است. این موضوع نشان می‌دهد

می‌باشد. همچنین دستگاه لایه‌نشانی طلای مورد استفاده در این تحقیق ساخت شرکت Bal-Tec از کشور سوئیس می‌باشد. آنالیز توزین حرارتی و آنالیز حرارتی - افتراقی توسط دستگاه Perkin Elmer Pyris ساخت کشور آمریکا انجام شد. نوع لامپ مورد استفاده در پراش اشعه ایکس مس، ژنراتور،  $40$  کیلو وات و  $30$  میلی‌آمپر و نوع دستگاه فیلیپس است.

## ۳. نتایج و بحث

### آنالیز حرارتی افتراقی

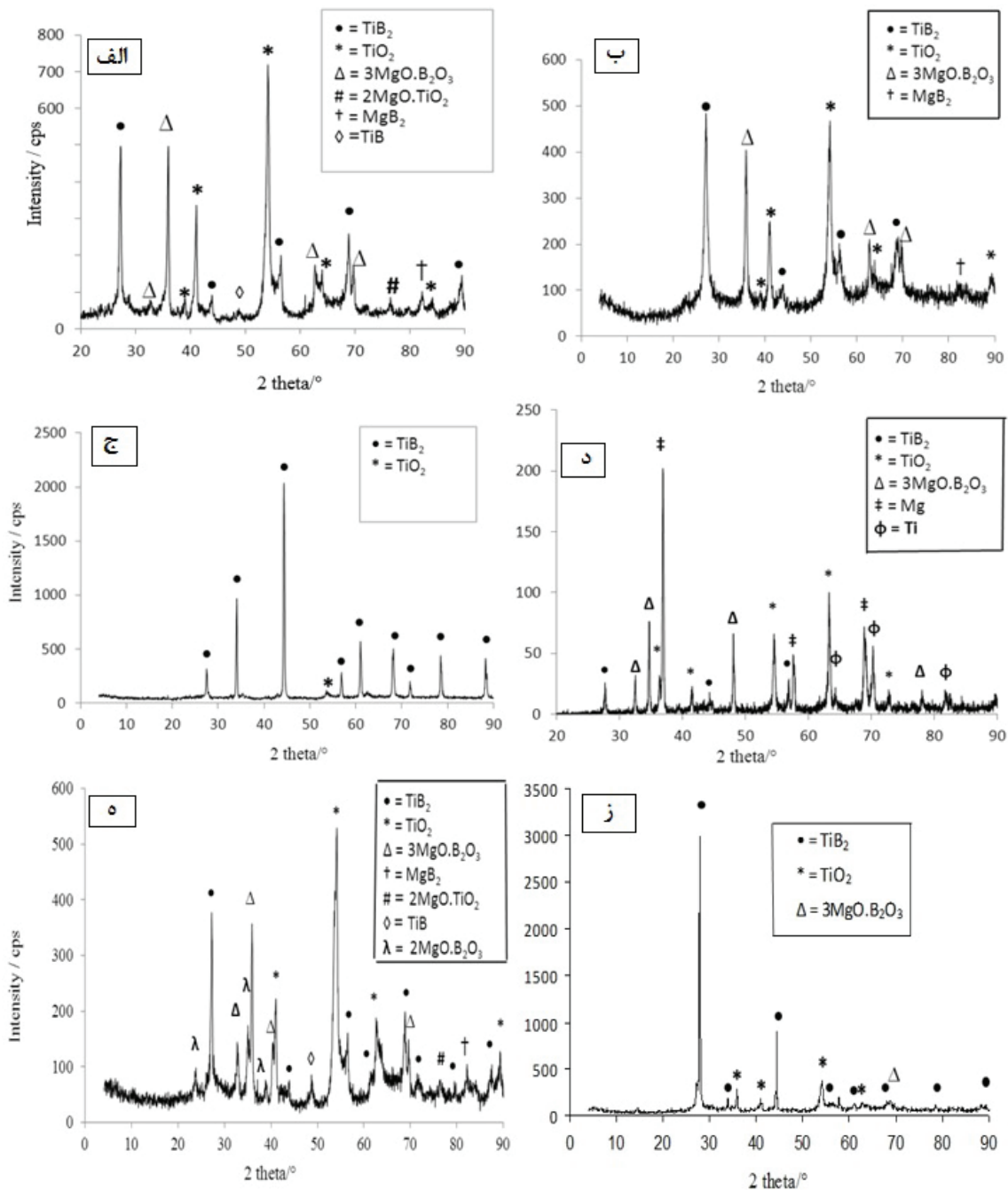
با استفاده از نرم افزار HSC Chemistry 6 میزان آنتالپی واکنش شماره (۱) در دمای  $298$  درجه کلوین ( $25$  درجه سانتی‌گراد) معادل  $-1070$  کیلوژول برای  $7$  مول واکنش دهنده است که نشان دهنده گرمازا بودن بالای این واکنش است. همچنین میزان انرژی آزاد گیبس واکنش در این دما  $-1040$  کیلوژول بوده که بیانگر خودبه خودی بودن این واکنش در دمای محیط است.



شکل ۱. تغییر  $\Delta G$  واکنش (۱) نسبت به دما بر اساس خروجی نرم افزار HSC Chemistry 6

با وجود امکان پذیر بودن این واکنش در دمای محیط از منظر ترمودینامیکی، وجود موانع سینتیکی (همچون انرژی فعال سازی برای آغاز واکنش) از پیش روی واکنش در دمای محیط جلوگیری می‌کنند. به منظور بررسی دمای انجام واکنش آنالیز کاهش حجم و آنالیز حرارتی - افتراقی انجام شده که نتایج آن در شکل ۲ نشان داده شده است.

بر اساس نمودار DTA (شکل ۱) مشاهده می‌شود که دو پیک گرماگیر دیده می‌شود که مربوط به تبخیر رطوبت و آب مقید می‌باشد. این موضوع در انطباق با نمودار TG نشان داده در همین شکل است. بدین صورت که درصد کاهش وزن تا دمای  $200$  درجه سانتی‌گراد به صورت قابل توجهی کاهش پیدا می‌کند. پس از آن، یک پیک گرماگیر دیگر در حوالی دمای  $450^\circ C$  مشاهده می‌شود که مربوط به ذوب اکسیدبور است. پیک گرماگیر دیگری در دمای  $620^\circ C$  وجود دارد که

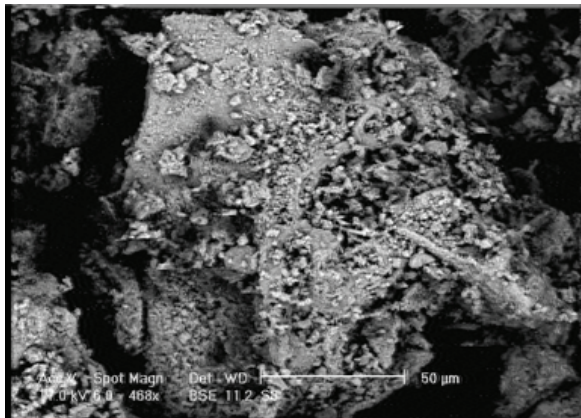


شکل ۳. آنالیز اشعه X نمونه های الف) سنتز شده در دمای ۷۵۰ درجه سانتی گراد و با ۱۰ درصد افزودنی، ب) سنتز شده در دمای ۸۵۰ درجه سانتی گراد و با ۱۰ درصد افزودنی، ج) سنتز شده در دمای ۹۵۰ درجه سانتی گراد و با ۱۰ درصد افزودنی و د) سنتز شده در دمای ۷۵۰ درجه سانتی گراد و با ۳۰ درصد افزودنی، ه) سنتز شده در دمای ۸۵۰ درجه سانتی گراد و با ۳۰ درصد افزودنی و ز) سنتز شده در دمای ۹۵۰ درجه سانتی گراد و ۳۰ درصد افزودنی

۷۵۰ درجه سانتی گراد (شکل ۳ الف) پیک های شاخص عمدتاً مختص به مواد اولیه و فازهای میانی  $3MgO.B_2O_3$ ،  $2MgO.TiO_2$  و  $MgB_2$  است که در برابر  $HCl$  ۴ مول برلیتر مقاوم بوده و حل نشده اند. این ناخالصی ها مشابه تحقیق انجام شده توسط Bilgi و همکارانش است [۱۷]. بودن پیک منیزیم در شکل ۳-د نشان دهنده این است که منیزیم نتوانسته از قدرت احیایی خود استفاده کند. با این

که افزودنی کلریدیتاسیم باعث رقیق شدن سیستم شده که نتیجه آن فاصله گرفتن ذرات واکنش دهنده و کاهش پودر تولیدی شده است.

شکل ۳ نشان دهنده نتایج حاصل از پراش اشعه ایکس از نمونه ها است. همانگونه که مشخص است تنها در شکل ۳-ج تقریباً تمامی پودر تولیدی  $TiB_2$  خالص است و در سایر نمونه ها همواره مقداری ناخالصی وجود دارد. در دمای



شکل ۴.  $TiO_2$  واکنش نکرده در دما  $750^\circ C$  با ۳۰٪ وزنی افزودنی KCl

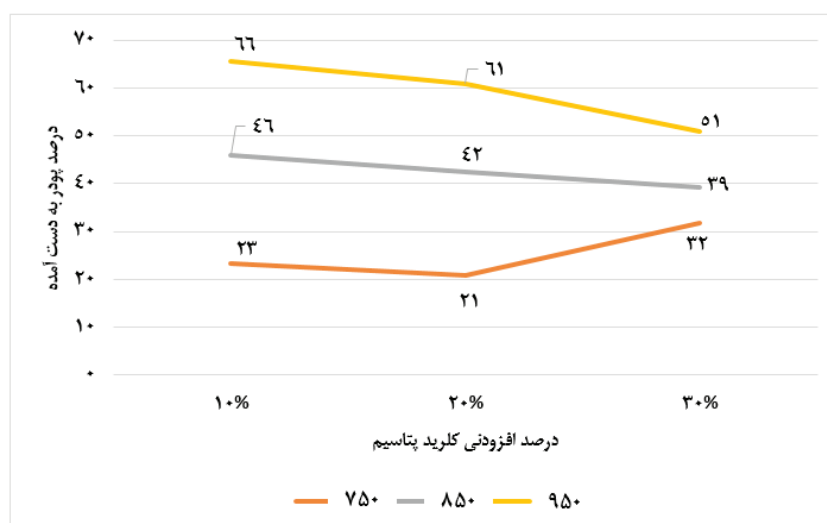
بیشتر واکنش در این دما است. وجود پیک های محصولات میانی نشان دهنده این است که دمای  $850^\circ C$  درجه سانتی گراد

وجود از لحاظ ترمودینامیکی می بایست واکنش صورت گیرد اما به دلیل غلظت بالای رقیق کننده و همچنین عدم وجود زمان کافی انتقال جرم صورت نگرفته و واکنش انجام نشده است. Chaichana و همکارانش نشان دادند که در روش SHS در درصد رقیق کننده بیشتر از ۳۰ درصد واکنش انجام نگرفته است [۱۸]. عدم رخ دادن واکنش دلیل افزایش پودر تولیدی در دمای  $750^\circ C$  درجه سانتی گراد و ۳۰ درصد وزنی افزودنی نسبت به پودر سنتز شده در همین دما و با ۲۰ درصد افزودنی است. همچنین رنگ محلول لیچ نمونه های نگهداری شده در دمای  $750^\circ C$  درجه سانتی گراد زرد بود که بیانگر وجود تیتانیوم واکنش نکرده در سیستم است.

شکل ۴ نشان دهنده ذرات  $TiO_2$  واکنش نکرده (ذرات با رنگ روشن تر) در بستری از منیزیم (زمینه کدر) است. پیک های حاصل از پراش اشعه ایکس نمونه های سنتز شده در دمای  $850^\circ C$  درجه سانتی گراد نشان دهنده پیشرفت

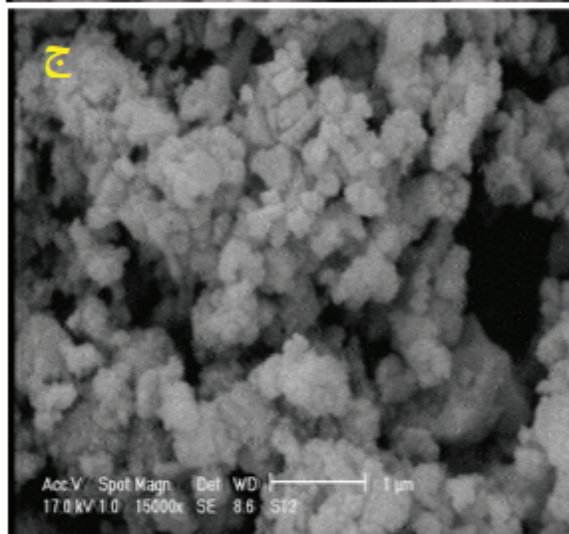
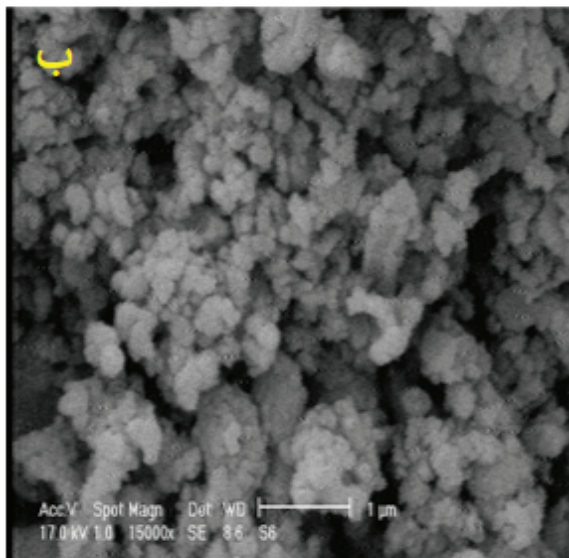
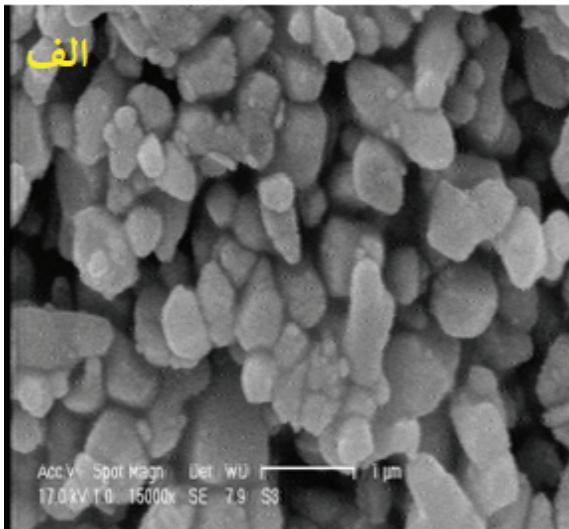
جدول ۳. واکنش های دخیل در تشکیل پودر  $TiB_2$

شماره واکنش	$\Delta G^\circ$	$\Delta S^\circ$	$\Delta H^\circ$	واکنش
۵	-۲۴۹	-۳۱	-۲۵۸	$TiO_2 + 2Mg = Ti + 2MgO$
۶	-۵۱۵	-۵۹	-۵۳۳	$B_2O_3 + 3Mg = 2B + 3MgO$
۷	-۹۰	-۸	-۹۲	$Mg + 2B = MgB_2$
۸	-	-	-	$3MgO + B_2O_3 = 3MgO.B_2O_3$
۹	-	-	-	$2MgO + TiO_2 = 2MgO.TiO_2$
۱۰	-۱۶۰	-۲	-۱۶۰	$Ti + B = TiB$
۱۱	-۱۱۶	-۱۲	-۱۱۹	$TiB + B = TiB_2$
۱۲	-۱۸۶	-۶	-۱۸۷	$MgB_2 + Ti = TiB_2 + Mg$
۱۳	-۲۷۵	-۱۴	-۲۷۹	$Ti + 2B = TiB_2$



شکل ۵. میزان پودر تولیدی در دما و درصد افزودنی متفاوت در دماهای  $750^\circ C$ ،  $850^\circ C$  و  $950^\circ C$  درجه سانتی گراد





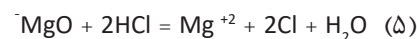
شکل ۶. تصاویر SEM نمونه های سنتز شده در دمای ۹۵۰ درجه سانتی گراد و الف) ۱۰ درصد، ب) ۲۰ درصد و ج) ۳۰ درصد وزنی پتاسیم کلراید

برای تولید پودر  $TiB_2$  مناسب نیست و تنها به عنوان دمایی گذرا قابل قبول است. می توان مراحل تشکیل پودر  $TiB_2$  را مطابق با واکنش های نشان داده شده در جدول ۳ در نظر گرفت. همانگونه که مشخص است تمامی واکنش ها گرمازا بوده و با توجه به انرژی آزاد گیبس آن ها، خود به خودی به شمار می روند.

در دمای  $850^\circ C$  فازهای میانی تشکیل شده کاملاً مشخص هستند (شکل ۳- ب و شکل ۳- ه). برخی از این فازهای میانی مانند  $MgB_2$  در واقع ترکیبی میانی برای تشکیل  $TiB_2$  می باشند (واکنش شماره ۱۲). همچنین فاز آمورف در تمامی پراش های اشعه ایکس دمای  $850^\circ C$  دیده می شود که بیشتر آن را عنصر بور احیا شده توسط منیزیم و درصد کمی را اکسید بور واکنش نکرده، تشکیل داده است. لازم به ذکر است پس از سنتز نمونه ها هیچگونه فاز شیشه ای در قرص های سنتز شده و در عکس های میکروسکوپ الکترونی مشاهده نشد. این موضوع نشان دهنده این است که عمده فاز آمورف موجود عنصر بور است. این پس زمینه آمورف تنها در دمای  $850^\circ C$  مشاهده می شود که نشان دهنده واکنش ناقص مواد اولیه است.

با توجه به پراش های اشعه ایکس در دمای  $950^\circ C$  (شکل ۳- ج و ۳- ز) مشخص است که واکنش به خوبی انجام شده و فازهای ثانویه پس از اسیدشویی بسیار ناچیز هستند به این معنی که پودر منیزیم به خوبی اکسیدتیتانیم و اکسیدبور را احیا کرده و فازهای اصلی دی بوریدتیتانیم و اکسیدمنیزیم تشکیل شده اند که اکسیدمنیزیم حاصل به راحتی در اسیدکلریدریک حل شده و فاز  $TiB_2$  باقی می ماند. پس از عملیات لیچینگ نیز رنگ محلول به صورت بی رنگ دیده شد که بیانگر دو مطلب اساسی است:

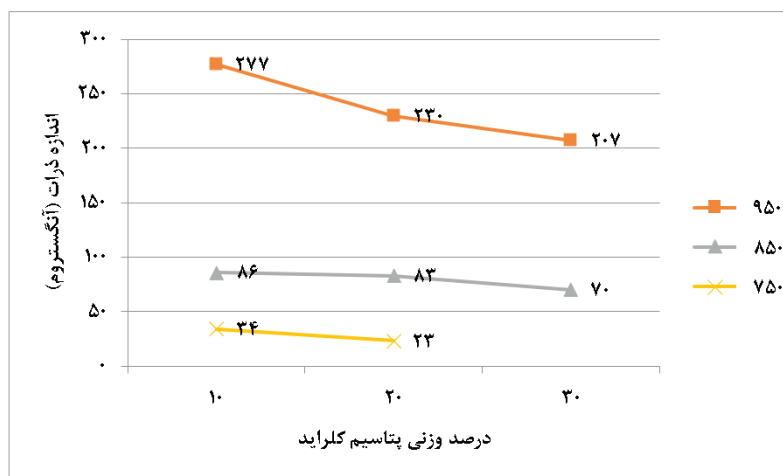
۱)  $MgO$  تولید شده طبق واکنش ۵ به صورت  $Mg^{+2}$  در می آید و کاملاً حل می شود و با کریستالیزاسیون محلول حاصل، پودر  $MgCl_2$  آب دار به عنوان محصول جانبی به دست می آید.



۲) عدم وجود تیتانیم آزاد: اکسیدتیتانیم احیا شده با منیزیم و عدم واکنش آن با بور باعث می شود که واکنش آن با اسیدکلریدریک تولید یون  $Ti^{+3}$  و  $Ti^{+4}$  کند که محلول را به رنگ ارغوانی یا زرد در می آورد که در محلول حاصل از لیچ نمونه های سنتز شده در دمای  $950^\circ C$  درجه سانتی گراد وجود نداشت.

### ریزساختار و مورفولوژی

کلرید پتاسیم با ایجاد لایه ای بر روی ذرات از کلوخه شدن آن ها جلوگیری کرده و در هنگام سنتز مواد نیز سبب جلوگیری از رشد ذرات شده و در نتیجه محصولات پس از



شکل ۷. اندازه ذرات محاسبه شده بر اساس رابطه دبای شرر در دماهای ۷۵۰، ۸۵۰ و ۹۵۰ درجه سانتی گراد

۵- در صورت انجام واکنش به صورت کامل، کلرید منیزیم آبدار، به عنوان محصول جانبی به دست می آید.

## References

- 1- A. Javadi, S. Pan, C. Cao, G. Yao, X. Li, "Facile Synthesis of 10 nm Surface Clean TiB<sub>2</sub> Nanoparticles", Mater. Lett. (2018).
- 2- A. Passerone, M.L. Muolo, D. Passerone, J. Mater, "Wetting of Goup 4 Diboride by Liquid Metals", Sci. 41 (2006).
- 3- R. G. Munro, "Material Properties of Titanium Diboride", J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol. 105 (2000).
- 4- M. Chen, X. Li, G. Ji, Y. Wu, Zh. Chen, W. Baekelant, K. Vanmeensel, H. Wang, J. Kruth, "Novel Composite Powders with Uniform TiB<sub>2</sub> Nano-Particle Distribution for 3D Printing", Appl. Sci. 7, 250 (2017).
- 5- Sh. H. Kang and D. J. Kim, "Synthesis of Nano-Titanium Diboride Powders by Carbothermal Reduction", J. Eur. Ceram. Soc. 27 (2007)
- 6- H.E. Camurlu and F. Maglia, "Self-Propagating High-Temperature Synthesis of ZrB<sub>2</sub> or TiB<sub>2</sub> Reinforced Ni-Al Composite Powder", J. Alloys Compd., 2009, vol. 478 (1-2), pp. 721-25.
- 7- S. Niyomwas, N. Chaichana, and N. Memongkol, "The effects of milling time on the synthesis of titanium diboride powder by self-propagating high temperature synthesis", Sci. Technol., vol. 30 (2008).
- 8- Alan W. Weimer, "Carbide, Nitride and Boride Baterials Synthesis and Processing", Chapman and Hall (1997).
- 9- F. Farhadinia and S. Sedghi, "Fabrication of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/(ZrB<sub>2</sub>+TiB<sub>2</sub>) Composite using MACS and Microwaves," Metall. Materials Trans. A 45 (2014).
- 10- A. Varma and A. S. Mukasyan, "Combustion synthesis of advanced materials: Fundamentals and Applications", Korean J. Chem. Eng., 21(2)(2004).
- 11- K.C. Patil, S.T. Aruna and T. Mimani, "Combustion Synthesis: An Update", Curr. Opin. Solid State Mater. Sci., 2002, vol. 6 (6), (2002).
- 12- N.J. Welham, "Room-Temperature Mechanochemical Synthe-

سنتز ریزتر و یکنواخت تر خواهند شد. شکل ۴ نشان دهنده تصاویر SEM نمونه های سنتز شده در دمای ۹۵۰ درجه سانتی گراد و با درصد وزنی متفاوت کلرید پتاسیم و پس از آب شویی و اسیدشویی با اسید کلریدریک ۴ مولار است. همانگونه که مشاهده می شود با افزایش افزودنی کلرید پتاسیم اندازه ذرات ریزتر شده است.

شکل ۷ نشان دهنده اندازه دانه نمونه های مختلف است که بر اساس رابطه دبای شرر و با استفاده از نتایج XRD محاسبه شده است. رابطه دبای شرر به صورت زیر است.

$$t = 0.9 \lambda / B \cos \Theta B$$

که در این رابطه t اندازه ذرات، B عرض پیک در نصف شدت بیشینه، λ طول موج پرتو ایکس و Θ زاویه براگ مربوط به پیک بر حسب رادیان است. لازم به ذکر است تشخیص فازها و محاسبات مربوط به پراش های اشعه ایکس با استفاده از نرم افزار اکسپرت انجام شده است. همانگونه که در شکل ۷ مشخص است با افزایش دما اندازه ذرات افزایش و با افزایش درصد افزودنی کاهش یافته است.

## ۴. نتیجه گیری

- ۱- با افزایش رقیق کننده، کاهش اندازه دانه و توزیع یکنواخت مشاهده شد.
- ۲- با افزایش دما میزان تشکیل فاز دی بورید تیتانیوم افزایش یافت.
- ۳- کلرید پتاسیم رقیق کننده مناسبی برای سنتز TiB<sub>2</sub> در دماهای پایین نیست.
- ۴- غلظت اسید کلریدریک استفاده شده برای انحلال ترکیبات میانی، پایین بوده است. اما در صورتی که واکنش به صورت کامل انجام گرفته باشد مناسب است.



- sis of  $W_2B_5$  Powders", *Miner. Eng.*, 1999, vol. 12 (10), (2012).
- 13- R. Taherzadeh Mousavian, S. Sharafi and M.H. Shariat, "Microwave-assisted combustion synthesis in a mechanically activated Al-TiO<sub>2</sub>-H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> system", *Int. J. Refract. Metal. Hard Mater.*, vol. 29 (2), (2011).
- 14- A. K. Khanra, L. C. Pathak, S. K. Mishra and M. M. Godkhindi, Processing of nano-structured TiB<sub>2</sub> by self-propagating high-temperature synthesis (SHS) *Mater. Lett.*, 58 (2004).
- 15- A. Ghnbari, M. Sakaki, A. Faeghinia, M. SH Bafghi and K. Yanagisawa, Synthesis of nanocrystalline TiB<sub>2</sub> powder from TiO<sub>2</sub>, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Mg reactants through microwave-assisted self-propagating high-temperature synthesis method, *Bull. Mater. Sci.*, Vol. 39 (4), (2016).
- 16- W. Weimin, F. Zhengyi, W. Hao and Y. Runzhang, "Chemistry Reaction Processes During Combustion Synthesis of B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub>-Mg system", *J. Mater Process. Technol.* 128 (2002).
- 17- E. Bilgi, H. Erdem and Camurlu Bar, "Formation of TiB<sub>2</sub> by Volume Combustion and Mechanochemical Process", *Mater. Res. Bull.* 43(2008).
- 18- N. Chaichana, N. Memongkol, J. Wannasin and S. Niyomwas, "Synthesis of Nano-Sized TiB<sub>2</sub> Powder by Self-Propagating High Temperature Synthesis", *CMU.J.Nat.Sci.Special issue on nanotechnology*, Vol.7(1)51, (2008).