

بررسی تاثیر عملیات حرارتی در سنتز نانوذرات کاربیدبور با استفاده از پلی وینیل الکل و اسید بوریک

امیر فتحی^{۱*}، ناصر احسانی^۲، حمیدرضا بهاروندی^۳، علی علیزاده^۴، علیرضا رحیم نژاد یزدی^۵

۱-۵- تهران - دانشگاه صنعتی مالک اشتر

(تاریخ وصول: ۸۸/۹/۲۲، تاریخ پذیرش: ۸۸/۱۲/۱۵)

چکیده

در این تحقیق نانوذرات کاربیدبور با استفاده از پیش‌ماده‌های پلیمری به‌مراه اسیدبوریک سنتز گردید. برای این منظور ابتدا نمونه‌های اولیه با نسبت معینی پلی وینیل الکل و اسیدبوریک با همدیگر ترکیب شدند. در مرحله بعدی پیرولیز نمونه‌های بدست‌آمده، در محدوده دمایی ۸۰-۶۰۰ درجه سانتی‌گراد انجام شد، سپس عملیات حرارتی نمونه‌ها در محدوده دمایی ۱۶۰۰-۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد انجام گردید. برای بررسی مکانیسم واکنش، آنالیز FTIR مورد استفاده قرار گرفت. همچنین برای تعیین خلوص و بررسی مورفولوژیکی و اندازه ذرات کاربیدبور، محصول نهایی با XRD و SEM مورد آنالیز و بررسی قرار گرفت. در نهایت با بررسی نتایج بدست آمده، از آنالیزهای صورت گرفته معلوم شد، تشکیل نانویپور و نانوذرات کاربیدبور با قطر ۱۲۰-۸۰ نانومتر با این روش امکان پذیر است.

واژه‌های کلیدی: نانو ذرات، کاربید بور، پلی وینیل الکل، اسید بوریک، عملیات حرارتی.

۱- مقدمه

پایین می‌باشند. کاربیدبور به دلیل داشتن خواص منحصر بفرد کاربردهای گسترده‌ای در صنایع مختلف پیدا کرده است، که کاربردهای مکانیکی (گلوگاه نازل موشک‌ها، پوشش‌ها، بعنوان ساینده در تجهیزات پولیشی و کاربردهای زرهی)، کاربردهای شیمیایی (تهیه بوردیها، ساخت محفظه‌های شیمیایی برای کار با اسیدها و بازها و سوخت جامد برای موشک‌ها)، کاربردهای هسته‌ای (حفاظت و کنترل راکتورهای هسته ای به علت قابلیت بالای جذب

کاربیدبور پس از الماس و نیتريدبور به عنوان سخت‌ترین ماده پوسته زمین شناخته شده است. کاربیدبور به علت سختی بالا، دانسیته پایین، جذب نوترونی بالا، پایداری شیمیایی و غیره. برای کاربردهای ویژه بکاربرده می‌شود [۱]. هم چنین کامپوزیت‌های سرامیکی بر پایه کاربیدبور نیز دارای خواص مطلوبی چون سختی بالا، مقاومت سایشی خوب و وزن مخصوص

* E-mail: Amir_fathi83@yahoo.com:

۱- دانشجوی کارشناس ارشد

۲- دانشیار

۳- استادیار

۴- مربی

۵- دانشجوی کارشناسی ارشد

مراحل انجام آزمایشات در شکل ۱ بصورت شماتیک آورده شده است. ابتدا پلی وینیل الکل به مقدار ۲۷ گرم و اسید بوریک به مقدار ۲۲ گرم توزین شدند، سپس هرکدام جداگانه داخل بشرهای ۵۰۰ میلی لیتری حاوی آب مقطر، در دمای ۸۰°C داخل حمام آب گرم به همراه همزن مکانیکی به مدت ۳۰ دقیقه مخلوط شدند. سپس مخلوط‌های آماده شده در بشرها داخل یک بشر ۱ لیتری بهم اضافه شدند، و در شرایط دمایی ۸۰°C به همراه همزن مکانیکی به مدت ۶۰ دقیقه مخلوط شدند، در نهایت محصول سفیدرنگ ژل ماندنی بدست آمد. بعد از این مرحله محصول بدست آمده در دمای ۱۲۰°C به مدت ۶ ساعت در آون قرار گرفت. با تبخیر آب، محصول ترد و شکننده‌ای بدست آمد، سپس این محصول با هاون خرد شد.

در مرحله بعد محصول بدست آمده تحت عملیات پیرولیز قرار گرفت، بدین ترتیب که نمونه‌ها داخل بوته‌های سرامیکی مربوطه ریخته شد، کوره مورد استفاده برای پیرولیز ساخت شرکت کی- گبر رهوستات بود، نرخ حرارت‌دهی ۱۶۰ درجه سانتی گراد بر ساعت و تا دماهای ۷۰۰، ۸۰۰ و ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد حرارت‌دهی انجام شد و به مدت ۱۵۰ دقیقه در این دماها نگهداری شد. نمونه‌های مورد استفاده در این مرحله قبل و بعد از پیرولیز با دستگاه FTIR تحت آنالیز قرار گرفت، دستگاه FTIR مورد استفاده ساخت شرکت پریکن المر، مدل اسپکتروم وان بود. برای عملیات حرارتی محصول بدست آمده از کوره جعبه‌ای استفاده شد، عملیات حرارتی مورد نظر در دماهای ۱۴۰۰، ۱۵۰۰ و ۱۶۰۰ درجه سانتی گراد به مدت زمان ۹۰ دقیقه با اتمسفر آرگون با نرخ حرارت‌دهی ۱۰ درجه سانتی گراد بر دقیقه انجام گرفت. سرعت دمش گاز آرگون ۲۰۰ ml/min بود، و تا دمای ۲۰۰°C دمش گاز آرگون ادامه داشت تا از اکسید شدن محصول نهایی جلوگیری شود. بعد از آماده‌سازی نمونه‌ها، برای بررسی خلوص پودر بدست آمده از دستگاه پراش اشعه ساخت شرکت فیلیپس مدل اکسپرت استفاده شد. هم چنین برای بررسی اندازه ذرات بدست آمده از میکروسکوپ الکترونی روبشی ساخت شرکت فیلیپس کشور هلند و مدل XL30 با ولتاژ ۲۰ kV استفاده شد.

نوترون) و کاربردهای الکتریکی (استفاده در ترموکوپل‌ها تا دمای ۲۲۰۰ درجه سانتی‌گراد تحت گاز نجیب یا اتمسفر خلاء) از جمله این کاربردها می‌باشد. به دلیل وجود چنین خواص فوق‌العاده و کاربردهای حساسی که کاربیدبور دارد. می‌توان گفت این ماده در طبقه‌بندی مواد در محدوده مواد با قابلیت‌های بالا یا به عبارت دیگر در محدوده مواد پرانرژی قرار می‌گیرد [۴-۲]. برای سنتز کاربیدبور روش‌های گوناگونی وجود دارد از این روش‌ها می‌توان به سنتز به روش کربوترمیک با استفاده از اکسیدبور، احیای تری کلریدبور بوسیله هیدروژن در حضور کربن در دمای ۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد با استفاده از لیزر، سنتز بروش منیزوترمیک، سنتز مستقیم از بور و کربن، رسوب‌گذاری از فاز گاز، روش رسوب بخار هالیدها، سنتز به روش رسوب شیمیایی بخار CVD و سنتز به روش تکنولوژی پلاسما حرارتی اشاره کرد. در صنایع برای تولید کاربیدبور از روش کربوترمال با استفاده از اسیدبوریک در دماهای بالای ۲۰۰۰ درجه سانتی‌گراد استفاده می‌شود [۷-۵].

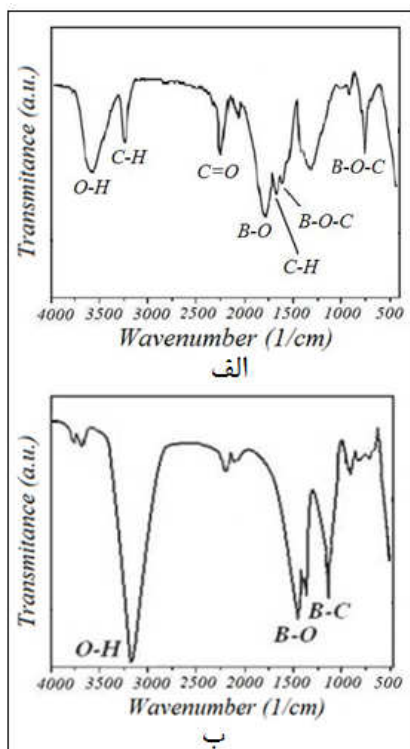
امروزه به دلایل علمی و عملی، در بین محققین تمایل بسیار زیادی برای استفاده از پیش‌ماده‌های پلیمری برای سنتز مواد نانوسرامیکی پیدا شده است. از این دلایل می‌توان به موارد زیر اشاره کرد [۸]:

- بهینه کردن خواص سرامیک با تغییر ترکیب اولیه
 - قابلیت تولید محصولات نهایی بصورت اشکال دلخواه مانند، لایه‌های نازک و غیره
 - تشکیل سرامیک مورد نظر در دماهای کم‌تر از دماهای متداول
- از آنجایی که امروزه، توسعه روش‌های کارآمد برای تولید مواد پیچیده‌ی سازه‌ای و الکترونیکی بصورت اشکال قابل استفاده و آرایش و تخلخل کنترل شده، یکی از مسایل چالش برانگیز در علم مواد و شیمی حالت جامد مدرن است، با استفاده از این روش‌ها تا حدود زیادی این مشکلات برطرف شده است [۸]. هدف از این تحقیق سنتز نانوذرات کاربیدبور با استفاده از پلی‌وینیل الکل و اسید بوریک بود. و با توجه به تاثیرگذاری عملیات حرارتی بر روی سنتز نانو کاربیدبور با این روش در این تحقیق، تاثیر این پارامتر مورد آزمایش و بررسی قرار گرفت.

۲- مواد و روش تحقیق

مواد اولیه استفاده شده در این تحقیق شامل پلی وینیل الکل با خلوص ۹۹/۹ درصد و درجه پلیمریزاسیون ۵۰۰ محصول کمپانی مرک و اسید بوریک با خلوص ۹۹/۵ درصد که محصول کمپانی آلدريج بود.

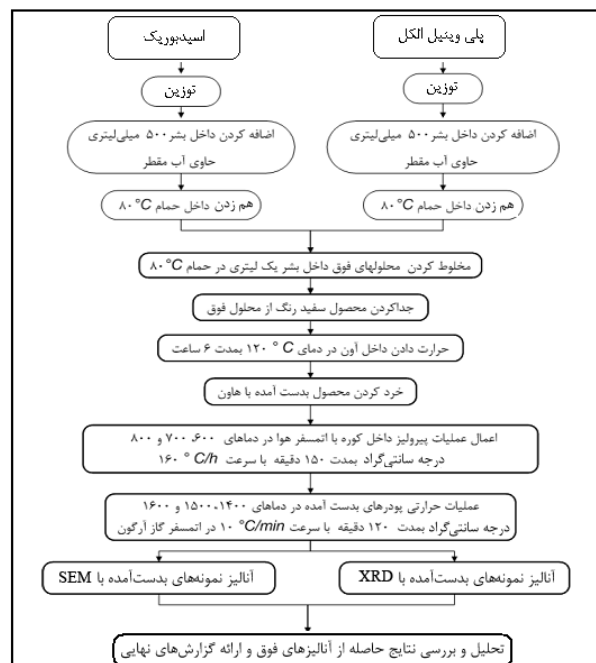
تشکیل داده است. بنابراین براساس پیش‌بینی انجام گرفته پیوندهای مدنظر بین پلی‌وینیل‌الکل با اسید بوریک تشکیل گردیده است، و رسیدن به ترکیبات موردنظر پس از مرحله پیرولیز، امکان‌پذیر خواهد بود.



شکل ۲- آنالیزهای FTIR نمونه بدست‌آمده.

الف) قبل از مرحله پیرولیز (ب) بعد از مرحله پیرولیز

در شکل ۲، طیف FTIR نمونه مورد نظر را بعد از مرحله پیرولیز نشان می‌دهد، همانطوری که مشاهده می‌گردد، تشکیل ترکیباتی چون کربن-بور، اکسیژن-بور و اکسیژن-هیدروژن در این آنالیز نشان داده می‌شود. وجود ترکیب کربن-بور، نشان‌دهنده این مطلب است که کاربرد بورحتی در این دما تشکیل شده است، که خود نشان‌دهنده قابلیت این روش نسبت به روشهای مشابه است. از آنجاییکه در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد نیز کاربرد بور تشکیل یافته است، درحالیکه در سنتز کاربرد بور از روشهای کربوترمال با استفاده از اسیدبوریک، از دماهای بالای ۱۶۰۰ درجه سانتی‌گراد استفاده می‌گردد [۵]. همچنین وجود ترکیب اکسیژن-بور، موید این مطلب است که اکسیدبور نیز در این مرحله از محصولات اساسی می‌باشد. اکسیدبور از ترکیباتی است که می‌تواند در مرحله عملیات حرارتی به کاربرد بور تبدیل گردد.

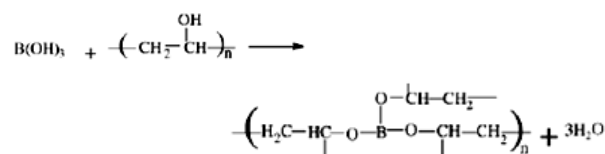


شکل ۱- نمودار مربوط به مراحل سنتز نانوذرات کاربرد بور از پلی‌وینیل‌الکل و اسیدبوریک.

۳- نتایج و بحث

۳-۱- بررسی مکانیسم واکنش

برای بررسی مکانیسم واکنش از آنالیز FTIR استفاده شد، در این بررسی از نمونه‌های حاصله، قبل و بعد مرحله پیرولیز (دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۵۰ دقیقه) آنالیز FTIR به عمل آمد. براساس مطالعات انجام‌شده در کارهای مشابه، مسیر احتمالی واکنش بین پلی‌وینیل‌الکل و اسیدبوریک بشکل زیر پیش‌بینی می‌شد [۹]:

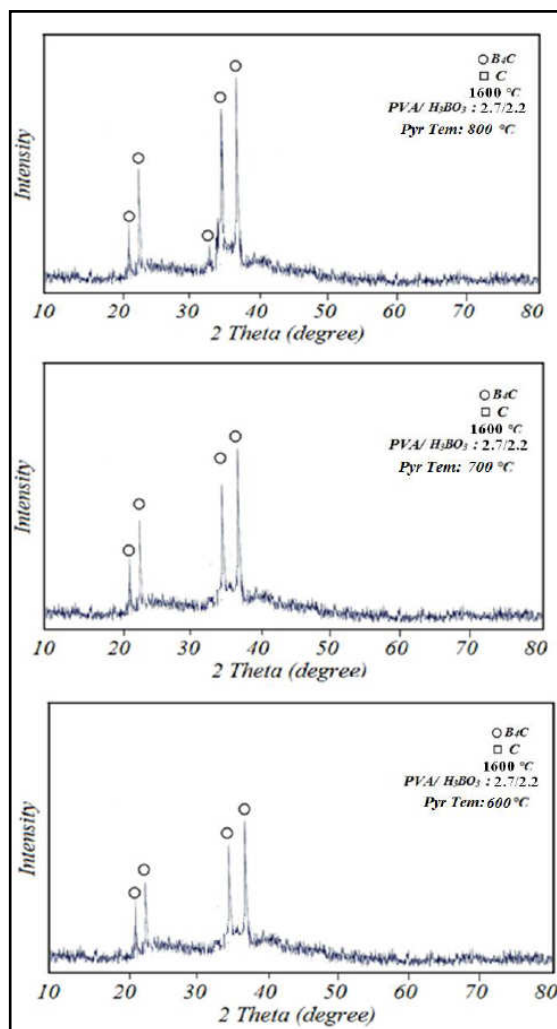


در شکل ۲ (الف و ب)، آنالیزهای FTIR مربوط به نمونه‌های قبل و بعد از مرحله پیرولیز نشان داده شده است. در شکل الف، همانطور که نشان داده شده است وجود ترکیباتی چون اکسیژن-هیدروژن، کربن-هیدروژن، اکسیژن-کربن، بور-اکسیژن، کربن-هیدروژن و ترکیبات مشابه کاملاً مشهود است که برخی از این ترکیبات آلی بوده که مربوط به زنجیره‌های پلی‌وینیل-الکل است و دیگر ترکیبات همچون B-O-C نشان‌دهنده این مطلب است که زنجیره‌های متقاطع پلی‌وینیل‌الکل با اسید بوریک پیوندهای مناسب را

۳-۲- بررسی دمای پیرولیز بر میزان تشکیل کاربید بور

شکل ۳، تصاویر XRD مربوط به نمونه‌های با ترکیب $PVA:H_3BO_3=2.7:2.2$ که در سه دمای ۶۰۰، ۷۰۰ و ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۵۰ دقیقه تحت عملیات پیرولیز قرار گرفته، و سپس در دمای ۱۶۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۹۰ دقیقه در اتمسفر آرگون، عملیات حرارتی شده، را نشان می‌دهد. یادآوری این نکته ضروری است که در بررسی دمای مناسب پیرولیز از نمونه‌های بدست‌آمده پس از مرحله عملیات حرارتی در دمای ۱۶۰۰ درجه سانتی‌گراد استفاده شد، و این آزمایشات در شرایط دمایی بهینه و با ترکیبات بهینه انجام گردید. پیرولیز در حقیقت یک چرخه حرارت‌دهی با سرعت است، که در این فرایند مواد اولیه در یک محیط خنثی یا احیاء کننده به آهستگی حرارت داده می‌شود، و در نتیجه طبیعت و ساختار ماده اولیه تغییر می‌کند. در این فرایند ممکن است، دما به حدود ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد نیز برسد. در این صورت طی فرایند فوق مواد آلی تجزیه می‌شود و مواد فرار حاصل از تجزیه در محیط منتشر می‌شوند و در انتها مواد کربن‌دار باقی می‌ماند. این فرایند، فرآیندی پیچیده است، و ممکن است در حین انجام آن همزمان واکنش‌های مختلفی مانند: هیدروژن‌زدایی، چگالیده شدن و ایزومری شدن در حال انجام باشند. مکانیزم عمومی فرایند پیرولیز هیدروکربن‌های پلیمری بدین صورت است، که در این ترکیبات ابتدا پیوندهای کربن-هیدروژن شروع به گسستن می‌کنند، و سپس هیدروژن از سیستم خارج می‌شود. بطور کلی باید گفت، فرایند پیرولیز در مورد پلیمرهای خطی همچون پلی‌وینیل‌الکل بدین صورت است، که ابتدا زنجیره‌های پلیمری شکسته شده و به مولکولهای کوچکتر تبدیل می‌شود. در نهایت به صورت گازی، بسیاری از این مواد بصورت هیدروژن یا اکسیژن گازی از سیستم خارج می‌شود. در مرحله پیرولیز براساس نتایج FTIR نشان دادند که، پلی‌وینیل‌بورات (محصول اولیه حاصل- شده بین پلی‌وینیل‌الکل و اسید بوریک) طی این عملیات به ترکیباتی چون اکسیژن- بور و کربن- بور تبدیل گردیده است. برای توصیف مرحله پیرولیز باید گفت که، در مرحله پیرولیز، مقادیر واکنش نکرده اسیدبوریکی ابتدا در دمای ۱۵۰-۱۳۰ درجه سانتی‌گراد آگیری شده و سپس در دماهای بالاتر از ۲۶۰ درجه سانتی‌گراد به اکسیدبور تبدیل می‌شود. همچنین پلی‌وینیل‌الکل واکنش نکرده طی مرحله پیرولیز به کربن و هیدروژن تبدیل شد. حال در این بخش تاثیر دمای پیرولیز بر تشکیل کاربیدبور مورد بررسی قرار می‌گیرد، که در سه دمای ۶۰۰، ۷۰۰ و ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد انجام شد، که با بررسی نتایج XRD بدست‌آمده از دماهای پیرولیز مشخص شد، که کاربیدبور در هر

سه دما تشکیل گردیده است، ولی همانطور که مشخص است، در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد نتایج بهتری حاصل گردیده است.



شکل ۳- الگوهای XRD ترکیب $PVA:H_3BO_3=2.7:2.2$ که ابتدا در دماهای ۶۰۰، ۷۰۰ و ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۵۰ دقیقه پیرولیز شده و سپس در دمای ۱۶۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۹۰ دقیقه در حرارت داده شده است.

۳-۳- بررسی تاثیر عملیات حرارتی بر تشکیل کاربید بور

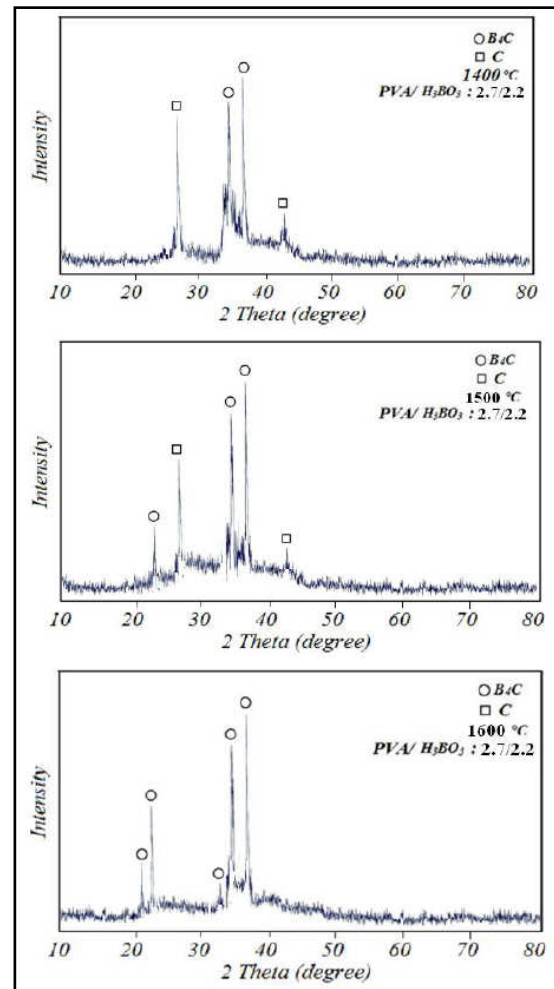
شکل ۴، تصاویر XRD مربوط به نمونه‌های با ترکیب $PVA:H_3BO_3=2.7:2.2$ و پیرولیز شده در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۵۰ دقیقه و سپس عملیات حرارتی شده در دمای ۱۶۰۰-۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۹۰ دقیقه در حضور گاز آرگون را نشان می‌دهد.

دمای ۱۶۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۹۰ دقیقه با عبور همزمان جریان گاز آرگون بود. با توجه به مطالعات ترمودینامیکی تشکیل کاربید بور خالص از مواد اولیه مشابه، دمای لازم برای رسیدن به آن دمای ۱۵۰۰-۲۵۰۰ درجه سانتی‌گراد می‌باشد، که طبق نتایج حاصله، دمای بهینه بدست آمده نزدیک به پایینترین دمای مورد نیاز است، که این امر نوعی مزیت محسوب می‌شود. در مقایسه این روش با روش‌هایی که در دمای پایینتر به کاربید بور خالص رسیده‌اند، باید گفت که طبق آخرین نتایج بدست آمده، کاربید بور خالص با عملیات حرارتی در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۵ ساعت حاصل شده است، ولی با مقایسه زمان این دو فرآیند می‌توان به این نتیجه رسید، که اختلاف قابل توجه زمان در این دو روش، به صرفه بودن روش را توجیه می‌کند، و همچنین بدلیل افزایش مدت زمان واکنش در فرآیند مذکور، رسیدن به ذرات کاربید بور با اندازه نانو امکانپذیر نبوده است [۱۰].

۳-۴- بررسی نتایج مربوط به اندازه ذرات

براساس معادله شرر ($d = 0.89\lambda / B(2\theta) \cos \theta$) اندازه کریستالیت‌های محصول نهایی بدست آمده از عملیات حرارتی ۱۶۰۰ درجه سانتی‌گراد، از روی نتایج XRD محاسبه گردید، که با محاسبه اندازه کریستالیت‌ها برای صفحات کریستالی موجود در XRD مربوط به نمونه بهینه، حدود ۲۲ نانومتر بدست آمد.

برای بررسی اندازه ذرات نمونه بهینه نهایی علاوه بر استفاده از رابطه شرر از تصاویر SEM گرفته شده نیز اندازه ذرات را مورد بررسی قرار گرفت. همچنین از این روش می‌توان مقایسه‌ای بین این دو مقدار انجام داد. تصاویر شکل ۶، تصاویر SEM مربوط به نمونه پیرولیز شده در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۵۰ دقیقه و عملیات حرارتی شده در دمای ۱۶۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۹۰ دقیقه در حضور گاز آرگون، را نشان می‌دهد. با بررسی دقیق این تصاویر مشخص است که اندازه ذرات بدست آمده در محدوده ۱۲۰-۸۰ نانومتر قرار دارد. همانطور که در تصاویر نیز می‌بینید، که در بالا نیز بررسی شد، مقدار اندازه‌ی کریستالیت‌های بدست آمده از رابطه شرر برای نمونه عملیات حرارتی شده در دمای ۱۶۰۰ درجه سانتی‌گراد، با مقادیر نانو بدست آمده از نتایج SEM مطابقت دارد. درعین حالی که هردو مقدار در محدوده نانو قرار دارد، ولی مقدار بدست آمده از نتایج SEM حدود پنج برابر مقادیر بدست آمده از معادله شرر است. بطور کلی می‌توان گفت، مقادیر و اندازه ذرات بدست آمده از نمونه بهینه نهایی با استفاده از هردو روش در محدوده نانو قرار دارد، و



شکل ۴- الگوهای XRD ترکیب PVA:H₃BO₃=2.7:2.2 که در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۵۰ دقیقه پیرولیز شده و عملیات حرارتی شده در دمای ۱۴۰۰، ۱۵۰۰ و ۱۶۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۹۰ دقیقه در حضور گاز آرگون عملیات حرارتی شده است.

همانطوری که مشاهده میشود، با افزایش دمای عملیات حرارتی از ۱۴۰۰ تا ۱۶۰۰ درجه سانتی‌گراد مقدار کاربید بور بیشتر شده و به همان نسبت مقدار کربن در ترکیبات کم شده و در نمونه عملیات حرارتی شده در دمای ۱۶۰۰ درجه سانتی‌گراد به بهینه ترین حالت خود رسیده است. که این تغییرات در خلوص به دلیل این است که در این دما واکنش کامل تر انجام می‌شود، و ترکیبات با خلوص بالاتر به دست می‌آید. بنابراین طبق مشاهدات و نتایج بدست آمده می‌توان گفت، دمای مطلوب برای واکنش کاملی که منجر به تولید کاربید بور بهینه و حالت کامل کریستالی گردد، عملیات حرارتی در

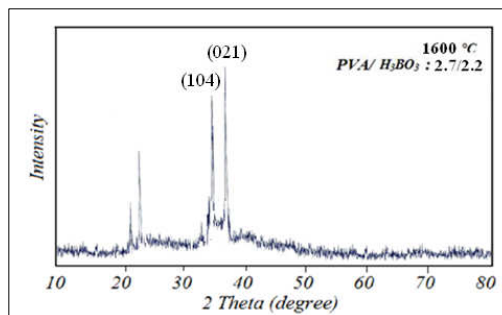
۴- نتیجه‌گیری

در این بررسی، نانو ذرات کاربیدبور با استفاده از پیش‌ماده پلیمری، پلی وینیل‌الکل بعنوان منبع کربن و واسیدبوریک بعنوان منبع بور سنتز گردید. همچنین با بررسی دمای پیرولیز بر روی تشکیل کاربیدبور مشخص گردید که این پارامتر در حصول کاربیدبور با خلوص مطلوب اهمیت دارد و با انتخاب مناسب آن رسیدن به کاربیدبور با خلوص بهتر را نتیجه می‌دهد. قابل ذکر است که، مدت زمان عملیات حرارتی از عوامل تاثیرگذار در برای رسیدن به ذرات نانو است، و در صورت ازدیاد زمان عملیات حرارتی رشد ذرات کاربیدبور قابل پیش‌بینی بود، بنابراین با انجام بررسی‌های اجمالی بر روی کارهای مشابه و انتخاب دقیق این پارامتر رسیدن به ذرات نانو امکان‌پذیر شد. در نهایت این روش در مقایسه با روش‌های مذکور از نظر مواد اولیه و همچنین از نظر سیکل‌های حرارت‌دهی مورد نیاز، جزء روش‌های اقتصادی برای تولید نانوذرات کاربیدبور می‌باشد.

مراجع

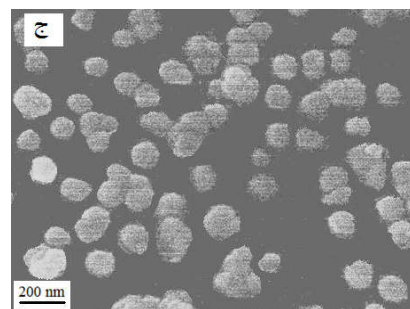
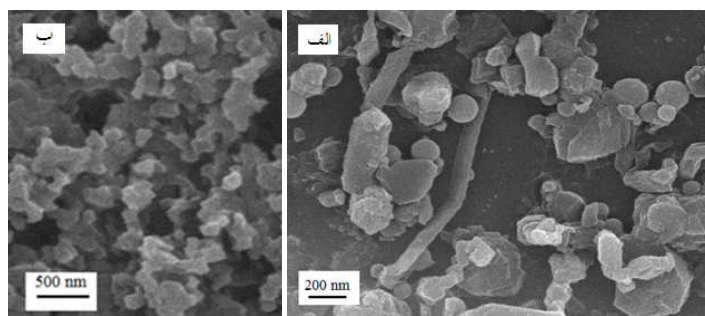
- [1]. Shi, L. "A low Temperature Synthesis Crystalline B4C Ultrafine Powders."; Solid State Communications. 2003,128, 5-7.
- [2]. Sinha, A. "Carbothermal Route for Preparation of Boron Carbide Powder from Boric Acid-Citric Acid Gel Precursor."; Journal of Nuclear Materials. 2002, 301,165-169.
- [3]. Goldstein, A. "Boron Carbide-Zirconium Boride In Situ Composites by the Reaction Pressure-less Sintering of Boron Carbide-Zirconia Mixtures."; J. Am. Ceram. Soc. 2001, 6, 24-44.
- [4]. Lipp, A. "Boron Carbide Production and Application."; Technological Review. 1965, 14, 23- 28.
- [5]. Chen,S.; wang, D.; huang, J.; ren, Z. "Synthesis and Characterization of Boron Carbide Nanoparticles, " Appl. Phys. A. 2004, 79, 1757-1759.
- [6]. Ganguly, C.; Roy, S.K.; Roy, P. R. "Advanced Ceramics, Key Engineering Materials."; 1991, 56 and 57.
- [7]. Cho, N. "Processing of Boron Carbide."; Ph.D. Thesis, Georgia Institute of Technology, 2006.
- [8]. Sneddon, Y. G., Pender, J. "Design, Syntheses and Applications of Chemical Precursors to Advanced Ceramic Materials in Nanostructured Forms."; Journal of the European Ceramic Society. 2005, 25, 91-97.
- [9]. Mondal, S.; Banthia, A. "Low-Temperature Synthetic Route for Boron Carbide."; Journal of the European Ceramic Society. 2005, 25, 287-291.
- [10]. Yanase, I; Ogawara, R; Kobayashi, H. "Synthesis of Boron Carbide Powder from Polyvinyl Borate Precursor."; Materials Lett. 2009, 63, 91-93.

می‌توان به نکته رسید، که علاوه بر کریستالهای کاربیدبور، ذرات کاربیدبور تشکیل یافته نیز در محدوده نانو است. با بررسی کمی و کیفی تصاویر SEM بدست آمده، می‌توان گفت، طبق بررسی شرایط و عوامل مختلف روی این پارامتر، نانو ذرات کاربیدبور بدست آمده است.



شکل ۵- آنالیز XRD مورد استفاده برای محاسبه اندازه کریستالیت‌ها در نمونه نهایی

برای صفحات (۰۲۱) و (۱۰۴).



شکل ۶- تصاویر SEM مربوط به نمونه پیرولیز شده در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۵۰ دقیقه و عملیات حرارتی شده در دمای ۱۶۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۹۰ دقیقه در حضور گاز آرگون.