فصلنامه‌ی علمی پژوهشی

علم و مهندسی سرامیک

دوره‌ی ۸، شماره‌ی ۴، زمستان ۱۳۹۸

سنتز نانو ذرات کاربید زیرکنیم به روش سل– ژل و تعیین مشخصه‌های پودر تولیدی

نوع مقاله: علمی پژوهشی

ابوالحسن نجفی*، غلامرضا خلج، سید حسین موسوی‌زاده

گروه مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد ساوه، ساوه، ایران

* najafi@iau-saveh.ac.ir

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۹ مهر ۱۳۹۸

پذیرش: ۲۳ آذر ۱۳۹۸

کلید واژه:

سنتز، *کاربید زیرکونیم، سل– ژل، نانو ذرات*

چکیده:

در این تحقیق، نانو ذرات کاربید زیر کونیوم به روش سل– ژل در سیستم الکلی سنتز شد. سل در سیستم سه جزئی آلکوکسید – آب– الکل بر پایه‌ی فرآیند شیمیایی سل – ژل تحت شرایط اسیدی و در محدوده۵=pH تهیه گردید. زیرکنیم پروپوکساید، فورفوریل الکل به عنوان مواد اولیه مورد استفاده قرار گرفت. پس از فرایند هیدرولیز و تشکیل ژل، پودر اولیه تحت عملیات حرارتی قرار گرفت و ذرات نانومتری ZrC تشکیل شد. اثر پارامترهای pH و دما در فرایند سنتز این نانو پودرها مورد بررسی قرار گرفت. برای ارزیابی خواص محصول از آنالیزهای FTIR DLS - XRD- DTA/TG, SEM استفاده گردید. نتایج در مورد سل نشان داد که با کنترل pH در محدوده ۵، ذرات پیش سازنده حاوی Zr را در اندازه‌های زیر ۱۰ نانومتر می‌توان سنتز کرد. در داده‌های FTIR، پیوندهای Zr-O و Zr-C به ترتیب در محدوده ۵۶۰ و ۵۰۵cm^{-1} شناسایی شدند. آنالیز DTA/TG نشان داد که جوانه‌های اولیه ذرات ZrC در محدوده دمایی ۱۳۲۰ ^{o}C تشکیل شده است که الگوی پراش اشعه ایکس این موضوع را تایید می‌کند. تصاویر ریزساختاری SEM نشان داد که ذرات کاربید زیرکنیم در محدوده زیر ۱۰۰ نانومتر تشکیل شده است و توزیع اندازه ذرات در محدوده باریک و یکنواخت صورت گرفته است.

۱– مقدمه

کاربیدهای سرامیکی به دلیل خواص بی نظیری مانند مقاومت حرارتی و شیمیایی بالا و خواص مکانیکی خوب، در دهه‌های اخیر، کاربردهای متنوعی در صنایع مختلف پیداکرده‌اند[۱]. این مواد به علت نقطه ذوب بالا، پایداری فازی و مقاومت به شوک حرارتی همواره مورد توجه می‌باشند. کاربیدها همچنین استحکام دما بالای بسیار مناسبی دارند. کاربیدها خصوصا کاربیدهای دیرگداز هر روز اهمیت بیشتری در صنعت پیدا می‌کنند و علت این امر خواص مطلوب آن‌ها ازقبیل استحکام بالا، سختی زیاد، مقاومت به خوردگی خوب و دیرگدازی است که می توان از آن ها در کاربردهای متفاوتی استفاده نمود[۲]. کاربید

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-18]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1398.8.4.7.4]

زیرکونیم به دلیل نقطه ذوب بالا، پایداری فاز جامد و مقاومت خوب در برابر شوک‌های حرارتی از پتانسیل زیادی برای کار در شرایط دما بالا برخوردار می‌باشد. از طرف دیگر به دلیل سختی زیاد و مقاومت به سایش بالایی که دارد قابلیت کاربرد در ابزارهای برشی و مقاوم به سایش را نیز دارد [۳]. اخیراً تکنیک‌های مختلفی نظیر احیاء کربوترمال، سنتز خوداحتراقی دما بالا و رسوب شیمیایی فاز بخار برای تولید این مواد توسعه یافته‌اند[۵ و ۴]. امروزه تلاش‌های زیادی برای گسترش مواد جدید به ویژه مواد نانوساختار انجام شده است. این مواد، خواص نوری، الکتریکی و مکانیکی منحصر به فردی از خود نشان می‌دهند. ذرات نانومتری، می‌توانند در محدوده وسیعی از کاربردها از فتونیک و الکترونیک گرفته تا حسگرهای بیولوژیکی و پزشکی به کار گرفته شوند[۶-۸]. روش‌های زیادی، از جمله فرآیند سل-ژل، رسوب شیمیایی از فاز بخار، آلیاژسازی مکانیکی، روش پلاسما و روش‌های الکتروشیمیایی از روش‌های معمول برای تولید نانو ذرات هستند[۹-۱۰]. در بین روش‌های شیمیایی، روش سل-ژل به دلیل سهولت روش، عدم نیاز به تجهیزات ویژه و تنوع محصولات تولیدی؛ متداول‌ترین روش تولید نانوذرات است[۱۱-۱۳]. پارامترهای مختلفی جهت سنتز نانو ذرات مواد به روش سل-ژل مطرح گردیده است، که از مهمترین آنها می‌توان به پارامتر pH اشاره نمود. به عنوان مثال در سنتز ذرات کاربیدی SiC و B_4C جهت کنترل اندازه ذرات درداخل سل از پارامتر pH استفاده گردیده است[۱۴و۱۵].

در پژوهشی که مایکل و همکارانش انجام دادند نانوذرات ZrC را با روش سل- ژل از طریق استفاده از مواد اولیه زیرکنیم پروپوکساید، استیک اسید و ساکاروز به عنوان منبع کربن سنتز شد[۱۶]. شیخ و همکارانش، کامپوزیت کاربید زیرکنیا / کاربید سیلیس را از طریق استفاده ازمواد اولیه زیرکنیم پروپوکساید و محلول TEOS در دمای ۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد از طریق واکنش کربوترمیک سنتز کردند [۱۷].

هایتنگ و همکاران، کامپوزیت ZrC/C را توسط روش سل-ژل تهیه نمودند. این محصول از طریق واکنش مواد اولیه ZrO_2 و کربن در دمای بالا تشکیل شد[۱۸]. لیانگ و همکارانش نانوکامپوزیت SiC-ZrC را از طریق فرآیند سل-ژل سنتز کردند. سل‌های اولیه به ترتیب برای تهیه زیرکونیا و سیلیس از منابع zirconium oxychloride و tetraethoxysilane تهیه شدند. دو تا سل با یکدیگر مخلوط شده و ساکارز به عنوان منبع کربن اضافه شد. سپس در دمای ۱۵۰۰ درجه به مدت ۱ ساعت تحت خلاء حرارت داده شدند. قطر متوسط ذرات ۱۸۰ نانومتر به دست آمد[۱۹].

با بررسی منابع مشخص گردید که سنتز نانوذرات کاربید زیرکنیم به روش سل- ژل با استفاده از پارامترهای pH و دما و کنترل آن درحین فرایند صورت نگرفته است بنابراین در این پژوهش برای اولین بار در حوزه سنتز نانو مواد به روش سل-ژل با شرایط فوق، نانوذرات کاربید زیرکنیم سنتز گردید. این فرایند با استفاده از مواد اولیه آلکوکسیدی و افزودنی های مناسب جهت کنترل pH صورت پذیرفت.

۲- فعالیت‌های تجربی

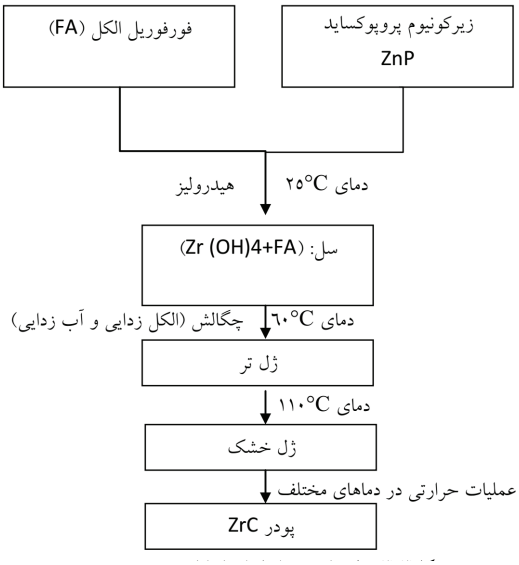
۲-۱- مواد اولیه

مواد مورد استفاده در این تحقیق شامل زیرکنیم پروپوکساید (Sigma-Aldrich Ag Germany) به عنوان منبع

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-18]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1398.8.4.7.4]

زیـرکنیم، فورفوریـل الکـل (Merck Ag Germany) بـه عنـوان منبـع اصـلی کـربن، پروپـانول (Merck Ag Germany) به عنـوان حـلال زیـرکنیم پروپوکـساید و آب مقطر به عنوان عامل هیدرولیز کننده می‌باشد.
شکل ۱ مراحل انجام کار را نشان می‌دهد.



شکل ۱- روندنمای مراحل انجام کار

همـان طـور کـه ملاحظـه مـی‌شـود ابتـدا ۶۰ml زیـرکنیم پروپوکساید همراه بـا ۶۰ml آب مقطـر و ۳۰ ml پروپـانول تهیه گردید. سپس فورفوریل الکـل بـه نـسبت ۱ بـه ۱ بـه محلول فوق اضافه شد. محلول تحت سیستم برگشت پـذیر[1] برروی یک همزن مغناطیـسی کـاملاً همـوژن و یکنواخـت گردید. در این مدت pH محلول در حـین یکنواخـت سـازی سل با اضافه کردن مقادیر لازم کاتالیزور کاملاً کنترل شـد. در ادامه با افـزایش دمـا (۶۰ °C) ذرات بـه هـم پیوسـته و تشکیل ذرات ژل با پیوند (=Zr-O-Zr=) مـی‌دهنـد. بعـد از اینکه ژل تهیه شد به مدت ۲۴ ساعت ژل در دمای ۱۱۰°C خشک شد و در آخر ژل خشک شده تحت جریان گاز آرگون با فلوی ۱۰۰ میلی لیتر بـر دقیقـه در کـوره تحـت عملیـات حرارتـــی در دماهـــای۱۲۰۰، ۱۳۲۰ و ۱۳۸۰°C و زمـــان نگهداری ۱ ساعت قرار گرفت.

۲-۲- روش‌های شناسایی و آنالیز مواد

برای شناسایی فازهای موجود در ذرات پـودری سـنتز شـده تحت شرایط مختلف، از دستگاه XRD شـرکت PHILIPS مدل PW1800 استفاده شد. به منظور بررسـی مورفولـوژی تعیـین شـکل ذرات از دسـتگاه میکروسـکوپ الکترونـی روبشی WEGA/TESCAN مـدل XMU اسـتفاده شـد. برای شناسایی پیوندهای موجود بر روی سـطح ذرات سـنتز شده از طیـف‌سـنجی تبـدیل فوریـه مـادون قرمـز (FTIR) دستگاه مدل VECTOR 33 استفاده شـد. جهـت بررسـی استحاله های فازی و تغییرات وزنی پودر سنتز شده از آنـالیز همزمان گرما سنجی روبشی افتراقی (STA)، دستگاه 409 PCSTA ساخت شـرکت NETSCH مـورد اسـتفاده قـرار گرفت. سرعت گرمایش نمونه در ایـن آزمـایش ۱۰ °/min است. برای بررسی اندازه ذرات و یا آگلومره های احتمالی در محلول از پراش نوری دینامیک (DLS) اسـتفاده شـد. ایـن روش توزیع اندازه و میانگین اندازه ذرات را براسـاس شـعاع هیدرودینامیک مشخص می‌کند. برای ایـن کـار از دسـتگاه (Malvern DTS, ver4.20) اسـتفاده گردیـد. بـه منظـور انـدازه گیـری بـار سـطحی و در نهایـت پایـداری ذرات و منومرهای تشکیل شـده داخـل محلـول از آزمـایش انـدازه گیری پتانسیل سطحی (شارژ سطحی) اسـتفاده شـد. بـدین منظور از دستگاه (Malvern DTS) استفاده گردید.

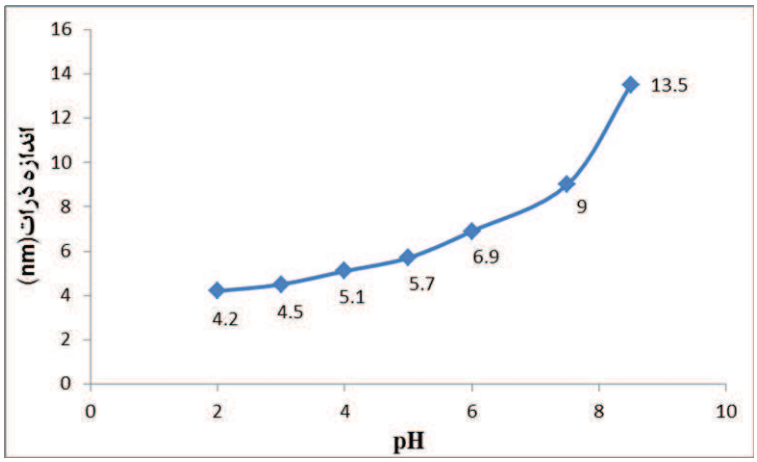
[1] reflux

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-18]
[DOR: 20.1001.1.23222352.1398.8.4.7.4]

۳- نتایج و بحث

۳-۱- مشخصه‌یابی سل

شکل ۲ اثر تغییرات pH بر اندازه ذرات پیش سازنده داخل سل را نشان می‌دهد.



شکل ۲- اثر تغییرات pH بر اندازه ذرات پیش سازنده داخل سل

همان طور که ملاحظه می‌شود در محدوده pH اسیدی اندازه ذرات تشکیل شده کمتر از محدوده pH های بازی می‌باشد به طوری که در pH های کمتر از ۵ اندازه ذرات بسیار ریز بوده و تغییرات آن از شروع فرایند سنتز تا قبل از نقطه تشکیل ژل ناچیز می‌باشد. دلیل این امر را می‌توان به غلظت پایین OH^- در این محدوده از pH نسبت داد که در نهایت منجر به توقف رشد ذرات در اندازه زیر ۱۰ نانومتر می‌شود. با افزایش pH اندازه ذرات پیش سازنده افزایش می‌یابد زیرا درpH های بازی غلظت یون‌های OH^- افزایش می‌یابد و سرعت هیدرولیز مطابق واکنش (۱) افزایش می‌یابد و غلظت ذرات هیدروکسید $Zr(OH)_2$ افزایش می‌یابد.

$$Zr(OR)_4+4H_2O \rightarrow Zr(OH)_4+4ROH \quad (۱$$

همان‌طور که در شکل ۳ ملاحظه می‌گردد اولاً ذرات پیش سازنده در داخل سل به صورت کاملاً یکنواخت و هموژن پراکنده شده‌اند و همچنین این نمودار گزارش می‌کند که اندازه ذرات موجود در داخل سل زیر ۱۰ نانومتر می‌باشد. جهت بررسی پایداری ذرات پیش سازنده در داخل سل از روش تعیین بارالکتریکی سطح ذرات داخل سل استفاده گردید. شکل (۴) اثر pH بر پایداری ذرات داخل سل را نشان می‌دهد.

همانطور که ملاحظه می‌شود پتانسیل زتا با تغییر میزان pH تغییر می کند و مشاهده می‌شود که در محیط اسیدی با افزایش pH میزان بار الکتریکی در اطراف ذرات کمتر شده و پایداری آنها کمتر می‌شود (به دلیل کاهش ضخامت لایه مضاعف و عدم فعال‌سازی مکانیزم دفع الکترواستاتیک) در نتیجه پدیده آگلومراسیون در بین ذرات اتفاق می‌افتد و

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-18]

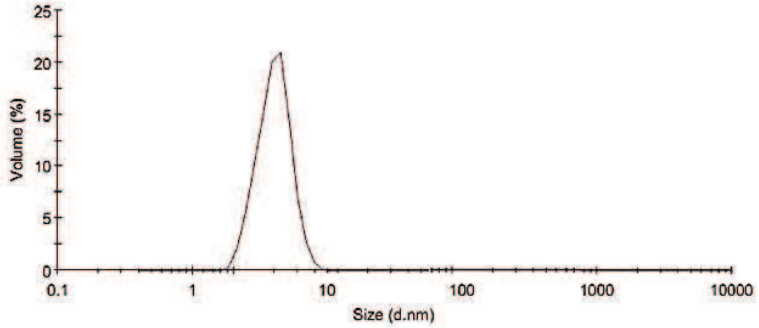
[DOR: 20.1001.1.23222352.1398.8.4.7.4]

ذرات درشت می‌شوند و احتمال رسوب آنها بیشتر می‌شود [۲۰]؛ در شرایط بازی پتانسیل زتا از نظر قدر مطلق مقدارش بالا بوده و یک سیستم کلوئیدی پایدار تشکیل می‌دهد با این تفاوت مطابق به شکل۲ اندازه ذرات افزایش چشمگیری داشته و برای سنتز نانو ذرات ZrC مناسب نیست، بنابراین جهت ادامه فرایند سنتز محدوده pH اسیدی را انتخاب شد.

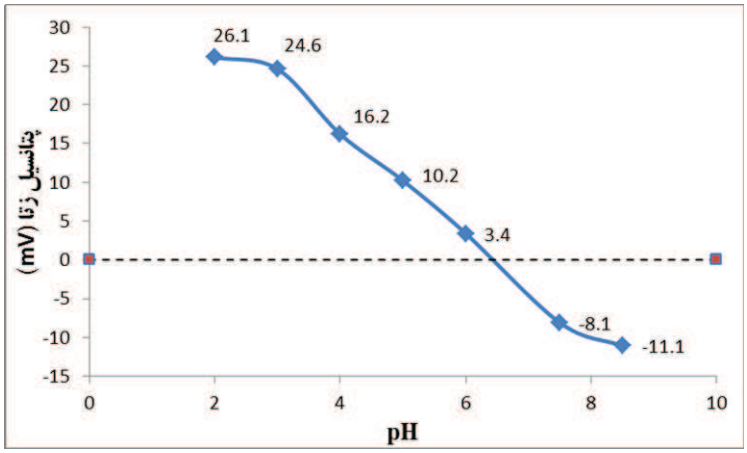
۳-۲- مشخصه‌یابی پودر

جهت بررسی و شناسایی پیوندهای موجود در سطح پودر سنتز شده، از طیف FTIR استفاده گردید. شکل۵ طیف FTIR از نمونه سنتز شده در شرایط pH=۵ در دمای ۷۰۰°C را نشان می‌دهد همانگونه که مشاهده می‌شود پیک‌هایی در عددهای موج ۵۰۵ و cm^{-1} ۵۶۰ دیده می‌شوند که این پیوندها را می‌توان به اتصال عنصر زیرکنیم به عناصر کربن و اکسیژن نسبت داد و در عدد موج‌های بیشتر از cm^{-1} ۶۰۰ پیوندهای حامل کربن که در پیش سازنده کربنی این فرایند وجود دارد گزارش گردیده است [۲۱].

شکل۶ منحنی‌های آنالیز حرارتی افتراقی (A) و تغییرات وزنی (B) را برای پودر تهیه شده در دماهای مختلف، نشان می‌دهد. همانگونه که مشاهده می‌گردد، در محدوده دمایی ۱۰۰°C یک پیک گرماگیر در منحنی آنالیز حرارتی افتراقی (A) مشاهده می‌شود. که این امر را می‌توان به خروج آب‌های آزاد و ساختاری موجود در پودر نسبت داد.



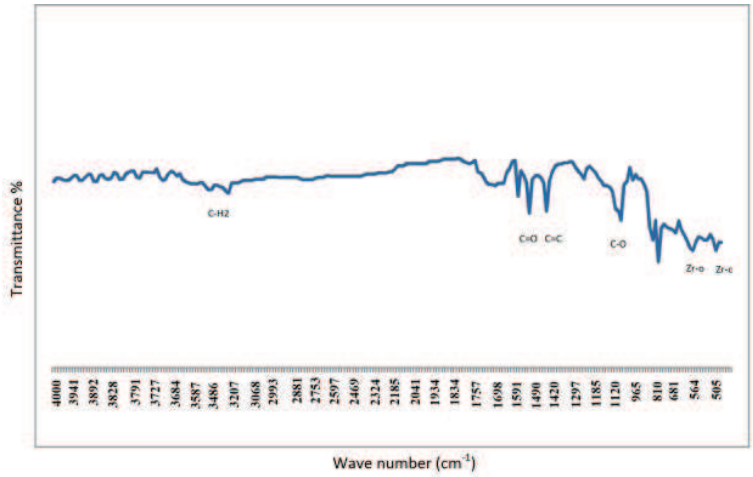
شکل ۳- منحنی توزیع اندازه ذرات پیش سازنده در داخل سل در pH=۵



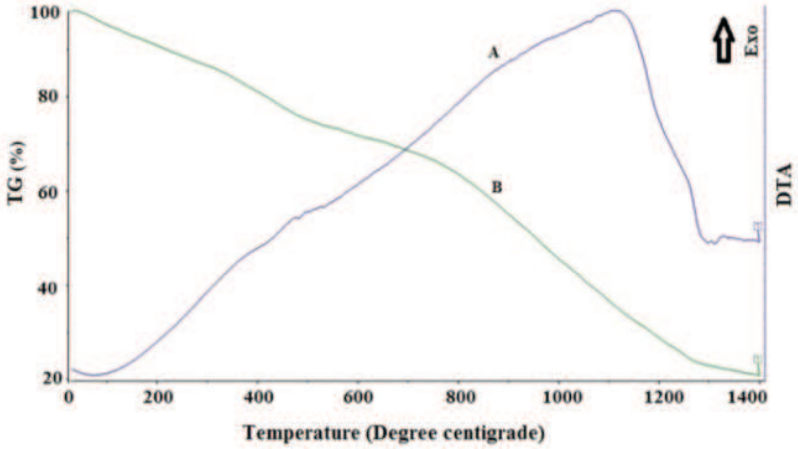
شکل ۴- اثر pH بر پایداری ذرات داخل سل

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-18]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1398.8.4.7.4]



شکل ۵- طیف FTIR از نمونه پودری حاصل از فرایند عملیات حرارتی در دمای ۷۰۰ °C و pH=۵



شکل ۶- منحنی‌های آنالیز حرارتی افتراقی و تغییرات وزنی نمونه در دماهای مختلف مربوط به ژل نهایی در شرایط pH=۵

در ادامه تا دمای ۱۱۰۰°C مواد فرار موجود در پودر حاصل که شامل آب‌های پیوندی و مواد آلی هستند زدوده و تجزیه می‌شوند. در محدوده دمایی ۱۱۳۱°C یک استحاله‌ی گرماگیر مشاهده می‌شود که بیانگر واکنش احیای کربوترمال بین زیرکنیا و کربن موجود در پودر مزبور می‌باشد و نشان می‌دهد فاز کاربید زیرکونیم ایجاد گردیده است[۲۲] (واکنش ۲).

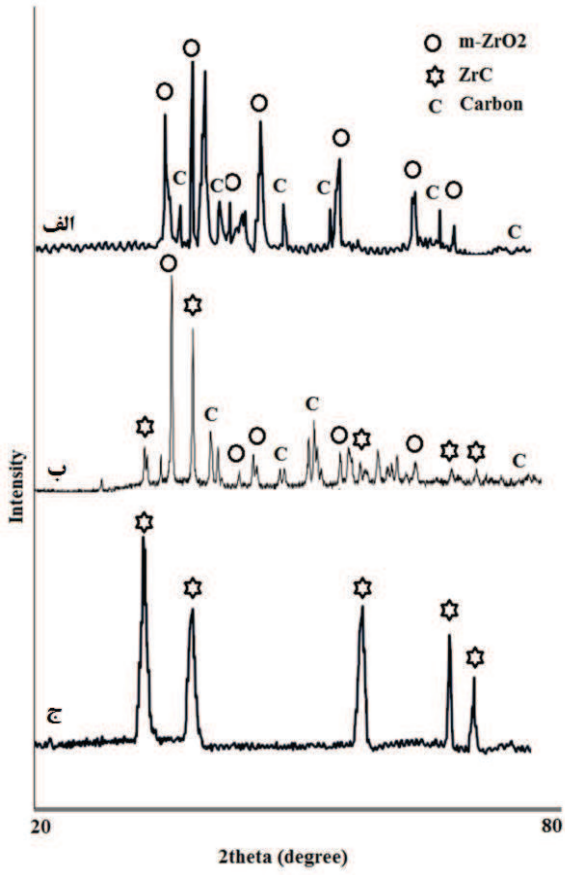
$$ZrO_2(s) + 3C \rightarrow ZrC(s) + 2CO\ (g) \qquad (۲$$

چنانچه از روی منحنی تغییرات وزنی(B) مشاهده می‌شود، در تمامی محدوده‌ی دمایی از دمای محیط تا ۱۴۰۰°C کاهش وزن تقریبا یکسانی وجود دارد.

شکل۷ الگوی XRD پودر عملیات حرارتی شده را در دماهای۱۲۰۰، ۱۳۲۰ و ۱۳۸۰°C و زمان نگهداری ۱ ساعت نشان می‌دهد. شکل ۷(الف) نشان می‌دهد که در دمای ۱۲۰۰ ذرات کاربید زیرکنیم تشکیل نگردیده است و هنوز ترکیبات اولیه حاوی کربن و زیرکونیا هیچ واکنش شیمیایی انجام نداده‌اند. اما با افزایش دما تا ۱۳۲۰°C در شکل ۷(ب) جوانه‌های اولیه کاربید زیرکنیم شروع به تشکیل کرده‌اند که

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-18]
[DOR: 20.1001.1.23222352.1398.8.4.7.4]

به طور هم زمان مواد اولیه هم در ترکیب پودر وجود دارند؛ در ادامه با افزایش دما تا ۱۳۸۰°C، مواد اولیه باقی مانده از طریق واکنش‌های کربوترمال به کاربید زیرکنیم تبدیل می‌شود که این موضوع در الگوی XRD (شکل ۷(ج)) مشاهده می‌گردد (براساس کد مرجع: JCPDS-27-0997).



شکل ۷- الگوی XRD نمونه‌های عملیات حرارتی شده در دماهای (الف) ۱۲۰۰، (ب) ۱۳۲۰و (ج) ۱۳۸۰°C

با استفاده از معادله شرر (Scherer) و نرم‌افزار اکسپرت (Expert)، اندازه‌ی بلورک‌های پودر محاسبه گردید. از رابطه شرر برای محاسبه‌ی اندازه‌ی بلورک‌ها استفاده گردید (معادله‌ی (۳))

$$t=0.9\lambda/B\cos\theta_B \qquad (۳$$

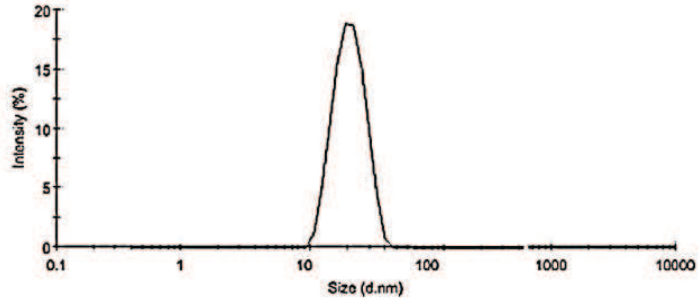
که t اندازه بلورک، B عرض پیک در نصف شدت بیشینه بر حسب رادیان، λ طول موج پرتو X تابشی که برابر است با ۱/۵۴ آنگستروم (Å) و θ_B زاویه‌ی براگ مربوط به پیک ناشی از پراش است. ملاحظه می‌شود که در دمای ۱۳۲۰°C اندازه کریستالیت‌های به دست آمده در حدود ۱۲ nm گزارش شده است.

اندازه‌ی ذرات پودر با استفاده از روش پراکنش دینامیک نور (DLS) محاسبه گردید (شکل۸). چنانچه مشخص است، میانگین اندازه ذرات پودر زیر ۵۰ nm می‌باشد و توزیع ذرات در محدوده باریک و کاملاً یکنواخت می‌باشد.

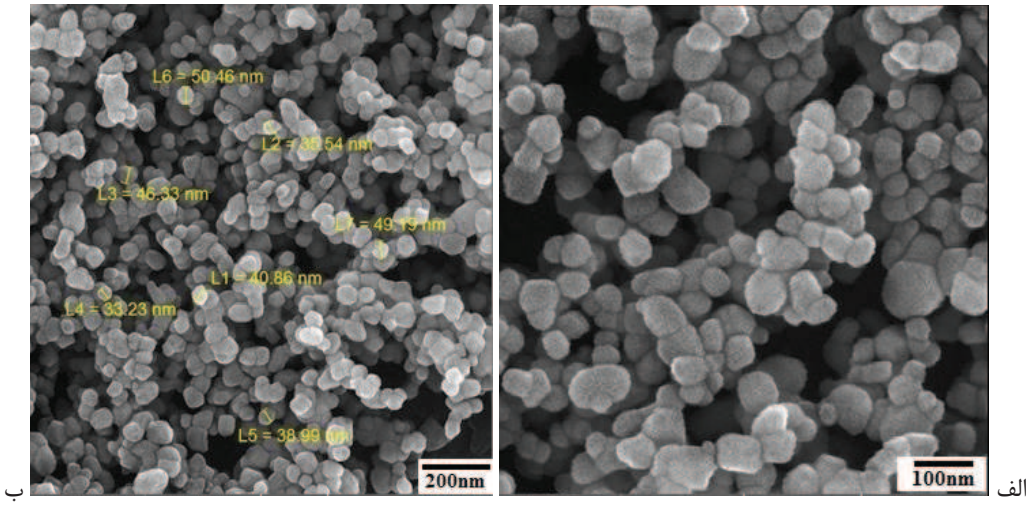
شکل‌های (۹) الف و ب تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه حرارت داده شده در دمای ۱۳۸۰°C و مدت زمان نگهداری ۱ ساعت را نشان می‌دهند. همان طور که مشاهده می شود؛ اولاً ذرات سنتز شده دارای مورفولوژی یکنواخت با توزیع اندازه ذرات باریک می‌باشد، ثانیاً محدوده اندازه ذرات کاربید زیرکنیم سنتز شده زیر ۵۰ نانومتر می‌باشد.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-18]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1398.8.4.7.4]



شکل ۸- توزیع اندازه پودر به روش پراکنش دینامیک نور را برای پودر سنتز شده در دمای ۱۳۸۰ °C



ب الف

شکل ۹- (الف و ب)- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی ذرات نانومتری کاربید زیرکنیم سنتز شده در دمای ۱۳۸۰ °C و مدت زمان نگهداری ۱ ساعت

۴- نتیجه‌گیری

- پارامتر pH مهمترین فاکتور در تعیین اندازه ذرات $Zr(OH)_4$ در داخل سل می باشد؛ به طوریکه در محدوده pH های کمتر از ۵ اندازه ذرات بسیار ریز بوده و تغییرات آن از شروع فرایند سنتز تا قبل از نقطه تشکیل ژل ناچیز می‌باشد و در pH های بالاتر از ۵، اندازه ذرات پیش سازنده رشد چشمگیری داشته و کنترل اندازه ذرات دشوار است. بنابراین pH برابر ۵ به عنوان مقدار بهینه جهت سنتز ذرات کاربیدزیرکنیم انتخاب شد.
- بررسی‌های پیوندی از پودر خام وجود اختلاط مواد اولیه را در ابعاد مولکولی اثبات می‌کند به طوری که در طیف FTIR پودر سنتز شده، پیوندهای Zr-C و Zr-O به ترتیب در عددهای موج ۵۰۵ و cm^{-1} ۵۶۰ تشکیل می‌شوند.
- نتایج XRD نشان داد که جوانه‌های ذرات پودر ZrC در محدوده‌ی دمایی ۱۳۲۰°C تشکیل و در دمای ۱۳۸۰°C رشد و تکمیل می‌گردند.
- نتایج پراش اشعه X، موید تشکیل فاز کاربیدزیرکنیم در دمای ۱۳۸۰°C و زمان نگهداری ۱ساعت می‌باشد؛ و بلورک‌های به دست آمده در عدد ۱۲ nm حاصل شد.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-18]
[DOR: 20.1001.1.23222352.1398.8.4.7.4]

- تصویر ریز ساختاری از پودر سنتز شده نشان داد که اولا مورفولوژی پودرهای کاربیدزیرکنیم سنتز شده در دمای ۱۳۸۰°C یکنواخت می باشد و ثانیا میانگین اندازه پودرهای سنتز شده بسیار ریز دانه و در ابعاد نانومتری (زیر ۵۰ نانومتر) می‌باشند.

مراجع

[1] A. W. Weimer, "Carbide, Nitride and Boride Materials Synthesis and Processing", Chapman & Hall, 1997.

[2] R. Freer, "The Physics and Chemistry of Carbides, Nitrides and Borides", Kluwer Academic Publisher, 1990.

[3] R. Taylor, S. Coulombe, T. Otanicar, P. Phelan, A. Gunawan, W. Lv, G. Rosengarten, R. Prasher, and H. Tyagi , "Small particles, big impacts: A review of the diverse applications of nanofluids", Journal of Applied Physics Vol. 113, pp. 011301, 2013.

[4] H. Cui, Y. Feng, W. Ren, T. Zeng, H. Lv, Y. Pan,"Strategies of Large Scale Synthesis of Monodisperse Nanoparticles", Recent Patents on Nanotechnology, Vol. 3, pp. 32-41, 2009.

[5] B.L. Cushing, V.L. Kolesnichenko, C.J. O'Connor, "Recent Advances in the Liquid-Phase Syntheses of Inorganic Nanoparticles", Chemical Reviews, Vol. 104, pp. 3893-3946, 2004.

[6] L. Qi, "Synthesis of Inorganic Nanostructures in Reverse Micelles", Encyclopedia of Surface and Colloid Science, Taylor & Francis, pp. 6183-6207, 2006.

[7] J.H. Bang, K.S. Suslick, "Applications of Ultrasound to the Synthesis of Nanostructured Materials", Advanced Materials, Vol. 22, pp. 1039-1059, 2010.

[8] K. E. Drexler, "Engines of Creation: The Coming era of Nanotechnology", Doubleday/Anchor Press, New York, NY, USA, 1986.

[9] K. J. Klabunde, "Nanoscale Materials in Chemistry",Wiley-Interscience, New York, NY, USA, 2001.

[10] K. D. Kim, T. J. Lee, H. T. Kim, "Optimal Conditions For Synthesis of TiO_2 Nanoparticles in Semi-batch Reactor", Colloids and Surfaces A:Physicochem. Eng. Aspects Vol. 224, pp 1-9, 2003.

[11] C. Brinker, G. Scherer, "Sol-gel Science: the physics and chemistry of sol-gel processing", Academic press, ISBN 0121349705, 1990.

[12] J. D. Wright, N.A.J.M. Sommerdijk, "Sol-Gel Materials: Chemistry and Applications", CRC press, 2000.

[13] Najafi, F. Golestani-Fard, H. R. Rezaie, "Sol-gel synthesis and characterization of B4C nanopowder", Ceramics International, Vol. 44, pp.21386- 21394, 2018.

[14] A. Najafi, F. Golestani-Fard, H. R. Rezaie, N. Ehsani, "Effect of APC addition on stability of nanosize precursors in sol-gel processing of SiC nanopowder", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 505, pp. 692- 697, 2010.

[15] Najafi, F. Golestani-Fard, H. R. Rezaie, N. Ehsani., "Effect of APC addition on precursors properties during synthesis of B4C nano powder by a sol-gel process", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 509, pp. 9164- 9170, 2011,.

[16] M. Doll´e, D. Gosset, "Synthesis of nanosized zirconium carbide by a sol–gel route", Journal of the European Ceramic Society, Vol. 27, pp. 2061–2067, 2007.

[17] S. M. El-Sheikh, Z. I. Zaki, Y. M. Z. Ahmed, "In situ synthesis of ZrC/SiC nanocomposite via carbothermic reduction of binary xerogel", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 613, pp. 379-386, 2014.

[18] H. Wu, T. Zhang, Y. Li," Fabrication of biomorphic ZrC/C ceramics by sol–gel and carbothermal reduction processing", Journal of Ceramics International, Vol. 41, pp.13034–13041, 2015.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-18]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1398.8.4.7.4]

[19] M. Liang, F. Li, X. Ma, "Syntheses of ZrC–SiC nanopowder via sol–gel method", Ceramics International, Vol. 42, pp 1345–1351, 2016.

[20] S. Seog, C. H. Kim, "Preparation of monodispersed spherical silicon carbide by the sol-gel method", Journal of Materials Science, 28, pp 3277–3282, 1993.

[21] J-X Wang, D-W Ni, S-M Dong, G Yang,Y-F Gao, Y-M Kan, X-W Chen, Yan-Peng Cao and X-Y Zhang, "Synthesis of nanocrystallized zirconium carbide based on an aqueous solution-derived precursor", Royal Society of Chemistry, Vol. 7, pp 22722-22727, 2017.

[22] Da, F. Long, J. Wang, W Xing, Y Wang, F. Zhang, W. Wang, Z. Fu, "Preparation of nano-sized zirconium carbide powders through a novel active dilution self-propagating high temperature synthesis method", Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed., Vol. 30, pp 729–734, 2015.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-18]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1398.8.4.7.4]