

引文格式:王兴国,长世伦,李欣,等.微波辅助硼热/碳热还原法制备硼化钛粉体研究[J].中国有色冶金,2025,54(5):114-120.

WANG Xingguo, CHANG Shilun, LI Xin, et al. Preparation of titanium boride powder by microwave-assisted boro/carbo-thermal reduction method[J]. China Nonferrous Metallurgy, 2025, 54(5):114-120.

微波辅助硼热/碳热还原法制备硼化钛粉体研究

王兴国,长世伦,李欣,陈滨,唐健,徐晨

(江苏大学材料科学与工程学院,江苏镇江 212013)

[摘要] 微波加热具有升温速度快、效率高、低能耗等优点,但也存在着温场不均匀的问题。本文通过应用 COMSOL 仿真软件对微波加热过程的温场均匀性进行理论模拟,并在此基础上以 TiO_2 、 B_4C 和炭黑为原料,对比微波加热和感应加热对硼热/碳热还原法制备 TiB_2 粉体的作用规律。研究表明,相较于“X轴/Y轴对角线排布”和“对角线排布”,以“顶角排布”的排布方式可明显提升微波的加热均匀性;此外,通过微波加热方式,在 $1\ 350\ ^\circ\text{C}$ 保温 $20\ \text{min}$ 下即可获得晶粒均匀分布的纯相 TiB_2 粉体,与感应加热($1\ 550\ ^\circ\text{C}$ 反应完全)相比,微波加热可明显降低反应温度,这主要归因于微波的非热效应;同时,微波加热可将 TiB_2 晶粒粒径由 $3.95\ \mu\text{m}$ 细化至 $1.93\ \mu\text{m}$,且可避免晶粒出现团聚现象,进而提高粉体的烧结性和烧结材料的致密度。

[关键词] TiB_2 粉体;微波加热;感应加热;温度场;电场;非热效应;晶粒团聚

[中图分类号] TF803.12; TF125.2 [文献标志码] A [文章编号] 1672-6103(2025)05-0114-07

DOI:10.19612/j.cnki.cn11-5066/tf.2025.05.012

0 引言

二硼化钛(TiB_2)是Ti和B二元体系间最稳定的准金属化合物,是一种具有高熔点、高强度、高硬度等优异性能的新型特种陶瓷材料。这些优异性能使其被广泛应用于铝电解槽的阴极材料、金属陶瓷、切削工具等各个领域,而 TiB_2 粉体的粒度和纯度则是决定金属陶瓷综合性能的关键^[1-5]。目前制备 TiB_2 粉体的加热方式大多采用热传导、热辐射等进行热量传递,在加热过程中损失部分热量,不仅能耗较高,而且导致内外温度分布不均,存在明显的温度梯度,进而影响 TiB_2 粉体的粒度分布不均一。此外,反应温度过高会导致粉体晶粒出现明显的团聚

粗化,进而降低其烧结性^[5-11]。

微波加热具有升温速度快、效率高、低能耗等优点,近年来已成为材料处理及粉体合成领域的研究热点^[4, 11-14]。Mnatsakanyan等^[4]通过微波合成(MS)缩短了处理时间,制备得到尺寸分布窄的 B_4C -27 wt.% ReB_2 纳米粉体。戴长虹等^[14]用酚醛树脂和 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 作为原料,通过微波加热技术在较低温度($1\ 500\ ^\circ\text{C}$)和极短时间($20\ \text{min}$)内制备了平均粒径在 $5\sim 8\ \text{nm}$,纯度约为98%的超细 AlN 粉体。张海军等^[11]以 ZrO_2 、 B_4C 和炭黑为原料,通过微波碳热还原法在较低温度下($1\ 250\ ^\circ\text{C}$)下制备出纯度约为95%的 ZrB_2 粉体。虽然微波加热在粉体制备领域应用广泛,但目前对微波加热制备 TiB_2 粉体的研究鲜见报道。

尽管微波加热具有诸多优点,但温场分布不均匀的问题在实际加热过程中普遍存在。在微波加热过程中,温场分布不均匀容易引起加热物体内部出现温度过高的“热点”,进而引起热失控现象^[9-10, 13]。这种加热不均匀的问题会严重影响微

[收稿日期] 2025-02-26

[第一作者] 王兴国,男,(1999—),硕士研究生,主要从事硼化钛粉体的制备研究。

[通信作者] 李欣,女,(1991—),博士,助理研究员,主要从事硼化物粉体及陶瓷等方面的研究。

[基金项目] 江苏省自然科学基金项目(编号: BK20200898)。

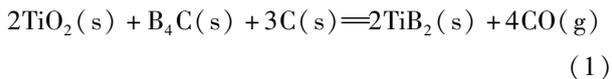
波加热物体的品质,更严重时会引起反应腔体的爆炸。因此,如何提高加热的均匀性和加热效率成为微波加热制备 TiB_2 粉体研究的重点内容。

本文以 TiO_2 、 B_4C 和炭黑为原料,采用微波辅助硼热/碳热还原法制备纯相 TiB_2 粉体。首先,利用 COMSOL 软件对加热过程的热场和电场进行模拟,并考察了物料在炉腔内的摆放位置对微波腔内的电磁场分布状况的影响,确定最优的原料摆放方式;然后采用实验,对比微波加热和感应加热对硼热/碳热还原法制备 TiB_2 粉体的作用规律,明确微波加热的作用与原理。

1 实验

1.1 原料及实验流程

本文所用钛源为 TiO_2 (锐钛矿型),纯度为 99.8%,粉体平均粒径均约为 50 nm;硼源为 B_4C ,纯度为 99.8%,粉体平均粒径约为 0.5 μm ;碳源为炭黑,纯度为 95%,平均粒径为 2.1 μm 。以 TiO_2 、 B_4C 和炭黑为原料,通过碳热/硼热还原法制备纯相 TiB_2 粉体,反应方程见式(1)。



根据反应式中所示的比例,将 TiO_2 、 B_4C 和炭黑按比例称量,加入乙醇和刚玉球磨珠,球磨 3 h;混合均匀后,将样品在 110 $^\circ\text{C}$ 下真空干燥 24 h,过 200 目(0.074 mm)筛,压制成直径 25 mm、高 5 mm 的圆柱形球团,并置于石墨坩埚中,随后将坩埚放入微波加热炉(Ar 气氛,通气速率 30 mL/min)和感应加热炉(Ar 气氛,通气速率 20 mL/min)中,并以 10 $^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速率加热至指定温度并保温 20 min,待加热结束后随炉冷却至室温,用研钵将实验产物粉碎以待进一步检测。

1.2 性能表征

利用 COMSOL 多功能模拟软件对微波加热炉进行电场和热场模拟;采用 Rigaku 公司的 SmartLab 型多功能 X 射线衍射仪分析实验产物的物相组成,采用美国 FEI 公司的 NovaNano450 型扫描电镜对实验产物进行显微形貌分析。

COMSOL 是一款以有限元法为基础的高级数值仿真软件,具有大量预定义的物理应用模式,范围涵盖流体流动、热传导、结构力学、电磁分析等多种物理场,可以快速建立三维模型,通过数学方法来实现

真实物理现象的仿真,进而验证微波加热过程中的电场分布、温度分布情况,具有用途广泛、灵活、易用的特性^[15]。

2 微波模拟分析

2.1 微波加热腔建模

为保证仿真结果的可靠性,本文根据实验室所用微波加热炉的大致尺寸,在 COMSOL 软件里进行微波加热三维建模。首先设置腔体模型尺寸,选择对应的腔体材料和负载材料(负载选择的材料为石墨);然后在电磁波频域里添加端口作为微波激励源,并进行网格划分,最后计算电场分布和温度分布。建立的三维模型如图 1(a)所示,其包含微波加热炉的内腔、试件和波导馈口。图 1(b)蓝色部分为微波加热炉腔体,微波腔体简化为 500 mm \times 500 mm \times 500 mm 的正方体腔体;图 1(c)为石墨坩埚,直径为 30 mm、高为 30 mm;图 1(d)为矩形波导,尺寸为 100 mm \times 50 mm \times 50 mm,这些与本文所用微波加热炉的尺寸相同。本文在有限元仿真中对模拟环境材料采用四面体网格单元划分,综合考虑计算时间和计算精度,划分单元和节点采用普通模式,图 1(e)为微波反应腔模型的网格剖分情况,完整网格共包含 190 638 个域单元,10 626 个边界单元,716 个边单元和 5 089 个网格顶点,网格质量能够满足计算要求。

同时,为方便仿真模拟计算,需要对材料、加热条件、和微波输出功率进行假设:①由于 Ar 气氛的介电常数(1.000 5)和热导率(0.017 9 W/(m \cdot K))与空气气氛的介电常数(1.000 6)和热导率(0.026 W/(m \cdot K))极为接近,且二者对微波能量的吸收均几乎为零,因此在模拟中,可将炉腔气氛视为空气,空气的介电损耗忽略不计,炉腔内的初始温度 T_0 为 293.15 K;②炉腔内壁视为不锈钢材料,使用 2.45 GHz 微波频率,每个波导馈口的电磁波输入功率均为 1 500 W,输入的总功率为 6 000 W。

2.2 模拟结果分析

图 2 为模拟计算得到四个坩埚“顶角排布”“Y 轴一字排”“X 轴一字排”“对角线排布”的内部温场分布以及内部电场分布情况。

从图中的坩埚表面温度分布可知,经过 1 min 的加热后,“顶角排布”下坩埚温场分布相对均匀,局部热点主要出现在远离波导的边缘区域,对整体温场分布的没有明显影响,对于该摆放方式的电场

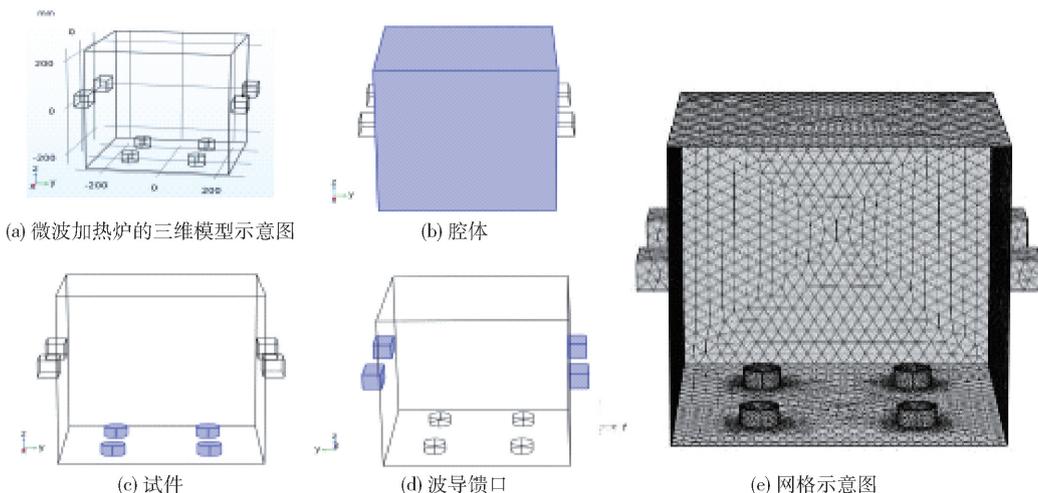


图1 微波加热建模

Fig.1 Microwave heating modeling

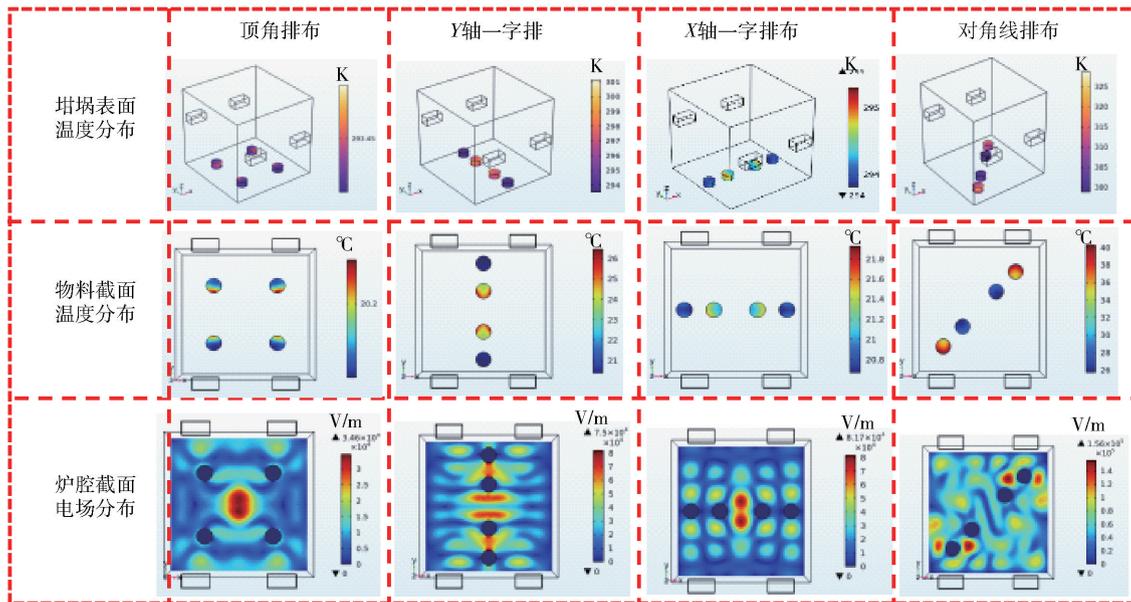


图2 物料不同摆放位置的表面温度、截面温度、截面电场分布情况

Fig.2 Schematic diagram of surface temperature, material cross-section temperature, and cross-section electric field distribution of different positions of materials

分布,在腔体中间形成了强电场区,但是坩埚所在位置并无强电场,这意味着坩埚“顶角排布”摆放能使微波能量在坩埚内部位置分布均匀,整体加热效果较好。对于坩埚“X轴/Y轴一字排布”两种排布情况下,中间两个坩埚内部温度明显高于其他区域,这可能是由于微波能量在这两个坩埚处更为集中,从而导致整体加热不均匀。同时,两种分布情况下四个石墨坩埚周围呈现出强电场强度,这种强电场的

不均匀分布直接影响了温场分布的均匀性,进而影响物料加热的温度分布。而对于“对角线排布”方式的内部温场,位于两端的两个坩埚内部温度明显高于中部的两个坩埚,同时腔体内部的强电场区域相较于前两种排布方式明显增多,场强分布不均匀,进而导致物料的加热效果不理想。

模拟结果表明,物料摆放位置对加热温度影响显著,“X轴/Y轴对角线排布”和“对角线排布”方

式下,腔内电场存在多个热点,导致物料局部过热,甚至引发热失控,造成腔体内部温度分布不均。物料“顶角排布”摆放时,表面温度分布均匀,四个坩埚表面无明显温差,物料中心截面处温度分布无明显的过热点,表明此时物料受热均匀,微波反应腔电场分布可知,中心内存在着明显的局部极强电场分布,物料处于电场均匀的区域。

3 结果与讨论

3.1 不同排布方式的产物物相组成分析

由上述模拟结果可知,“X 轴/Y 轴对角线排布”和“对角线排布”方式下,腔内电场均存在多个热点,导致物料温度不均,而“顶角排布”下的物料温度分布均匀。为验证排布方式对产物的影响,本文以 TiO_2 、 B_4C 和炭黑为原料利用微波加热技术,并以“Y 轴排布”和“顶角排布”为例在 $1\ 350\ ^\circ\text{C}$ 保温 $20\ \text{min}$ 下合成 TiB_2 粉体。图 3 为“Y 轴排布”和“顶角排布”方式下不同位置所得产物的 XRD 分析。

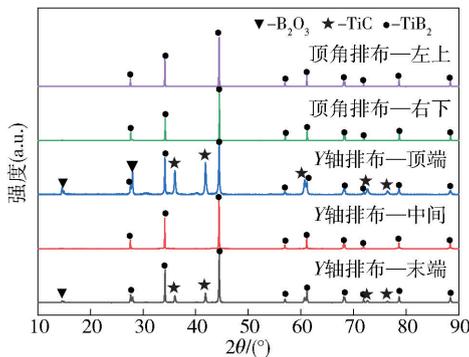


图 3 “Y 轴排布”和“顶角排布”方式下不同位置所得产物的 XRD 图

Fig. 3 XRD patterns of the products obtained at different positions in the Y-axis arrangement

由图可知,在 Y 轴前端和末端所得产物的物相组成均为 TiB_2 (ICDD#PDF 01-071-5368)、 TiC (ICDD#PDF 01-071-6256) 和 B_2O_3 (ICDD#PDF 00-006-0297),而在中间区域所得产物的物相组成均为纯相 TiB_2 (ICDD#PDF 04-001-3239),出现此物相分布差异的原因推测是微波加热时温度分布不均匀,即两端温度低于中间区域温度,导致处于两端的物料反应不完全,致使产生其他物质,出现明显的物相分布差异,大大降低实验产物的纯度;而在“顶角排布”方式下,左上和右下位置所得产物均为纯相

TiB_2 ,无物相分布差异,结晶度良好。该实验结果与模拟结果相一致,进而验证了该模拟结果的可靠性,结合模拟与实验结果可知,为达到理想的温度分布,得到理想的纯相 TiB_2 ,后续实验将采用模拟后所得最佳排布方式(顶角排布)进行。

3.2 不同加热方式的产物物相组成分析

图 4 为不同加热方式在保温 $20\ \text{min}$ 下所得实验产物的 XRD 分析。由图可知,在感应加热条件下,当温度为 $1\ 350\ ^\circ\text{C}$ 时,实验产物的主要物相组成为 TiB_2 (ICDD#PDF 03-065-3382),同时也存在中间态 B_2O_3 (ICDD#PDF 00-006-0297) 和 TiC (ICDD#PDF 03-065-8417),其中 B_2O_3 可能是由 TiO_2 和 B_4C 通过反应(2)生成, TiC 可能是由 TiO_2 和 C 通过反应(3)生成。结果表明感应加热时, $1\ 350\ ^\circ\text{C}$ 的温度偏低,该体系的还原反应并未完全发生。当感应加热温度升高至 $1\ 550\ ^\circ\text{C}$ 时,此时产物的物相组成只有 TiB_2 相,并无其他中间态,由此表明未反应的 B_2O_3 和 TiC 会继续通过反应(4)生成 TiB_2 [1,3]。

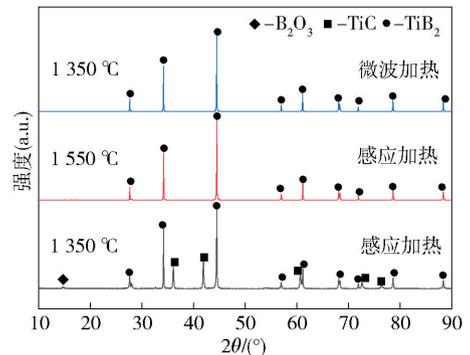
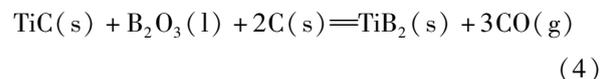
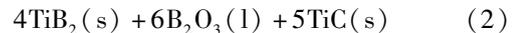
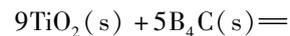


图 4 不同加热方式下实验产物的 XRD 图
Fig. 4 XRD patterns of experimental products under different heating methods



相比之下,在微波加热的条件下,当温度升高到 $1\ 350\ ^\circ\text{C}$ 时,此时产物的物相组成只有 TiB_2 相,并无其他杂质相,表明此时该体系已反应完全。与感应加热相比,微波加热可明显降低反应温度,进而验证了微波加热在低温合成 TiB_2 中发挥的关键作用,即微波的非热效应可实现粉体内外的均匀加热,提高

原子的扩散速率,进而促进反应的进行,降低反应温度^[16-18,21-22]。

3.3 产物微观形貌分析

图5为不同加热方式下所得实验产物的SEM及其粒径分布。采用感应加热时,温度为1350℃(图5(a))时产物中有三种晶粒形貌—类圆球形、六方片状和玻璃相,通过表1中的EDS和XRD的分析结果可知,类圆球形的晶粒为TiC,六方片状晶粒为TiB₂,而玻璃相为B₂O₃,由此可进一步证实此时的产物中存在中间态;随着反应温度升高至1550℃(图5(b)),类圆球形和玻璃相明显消失,证实反应(4)的发生;1550℃下产物中晶粒形貌均为趋于圆润化的六方TiB₂晶粒,晶粒之间出现明显的晶粒团聚现象,是由温度过高导致“过烧”现象所

致。当采用微波加热反应原料至1350℃时,由图5(c)可知,产物的微观形貌均为结晶度很高的六方形TiB₂晶粒,并且晶粒明显细化且分布均匀,无粘连及“过烧”现象。通过ImageJ统计软件分别对两种加热方式下所得纯相TiB₂晶粒(图5(b)和图5(c))进行统计,其粒径分布如图5(d)所示,微波加热下TiB₂晶粒的平均粒径(1.93 μm)明显小于感应加热下的TiB₂晶粒(3.95 μm),并且粒径分布集中。由以上分析可知,微波加热可以细化晶粒,使晶粒分布均匀,其原因可能是微波辐射可降低TiB₂晶粒表面的活化能,致使晶粒趋于稳定,晶粒生长的阻力增加,从而抑制TiB₂晶粒长大,大幅提高TiB₂粉体的品质,有利于进行后续烧结^[19-20]。

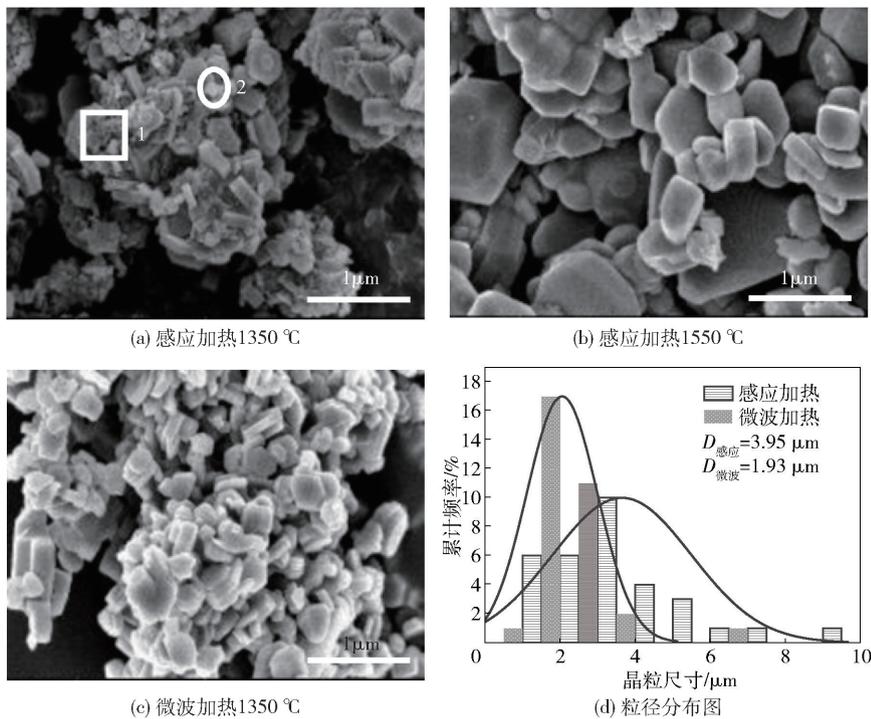


图5 不同加热方式下实验产物的SEM图:(a) 感应加热1350℃;(b) 感应加热1550℃;(c) 微波加热1350℃;(d) 粒径分布图

Fig. 5 SEM patterns of experimental products under different heating methods: (a) Induction heating 1350℃; (b) Induction heating 1550℃; (c) Microwave heating 1350℃; (d) Particle size distribution

4 结论

本文通过应用COMSOL仿真软件对微波加热过程的温场均匀性进行了理论模拟,并在此基础上以TiO₂、B₄C和炭黑为原料,对比微波加热和感应加

热对硼热/碳热还原法制备TiB₂粉体的作用规律。得出以下主要结论。

1) 通过“顶角排布”摆放时,四个坩埚表面温度分布均匀,无明显温差,试样中心截面处温度分布无明显过热点,腔体内存在明显的局部极强电场分

表1 图5中各区域的能谱成分结果(原子比)

Table 1 Spectral components at each area in Fig. 5 (atomic percent)

分析 样点	原子比/%			
	Ti	B	C	O
区域1	1.08	41.33	1.55	53.41
区域2	57.02	1.26	40.76	0.96

布,物料位置电场分布均匀,可明显提升微波的加热均匀性。

2)由XRD分析结果可知,与感应加热相比,微波加热可明显降低反应温度,进而验证了微波加热在低温合成TiB₂中发挥的关键作用。

3)由SEM分析结果可知,微波加热可以细化晶粒,避免晶粒出现团聚现象,进而提高了粉体的烧结性和烧结材料的致密度,实现从材料源头提升材料性能的目的。

[参考文献]

- [1] LI X, CHEN B, QIAO J, et al. Low-temperature synthesis and sinterability of high-purity submicron TiB₂ powder via microwave-assisted carbothermal reduction [J]. *Journal of the European Ceramic Society*, 2024, 44(7): 4549–4557.
- [2] LI X, CHEN B, TANG J, et al. Growth mechanism of bimodal-sized TiB₂ particles synthesis via a NaCl additive-microwave-assisted carbothermal reduction [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2024, 994: 174653.
- [3] LI X, WANG X, TANG J, et al. Low-temperature synthesis of high-purity TiB₂ via carbothermal reduction of metatitanic acid and H₃BO₃ [J]. *Ceramics International*, 2023, 49(24): 40140–40148.
- [4] MNATSAKANYAN R, DAVTYAN D, MINASYAN T, et al. Superhard B₄C-ReB₂ composite by SPS of microwave synthesized nanopowders [J]. *Materials Letters*, 2021, 285: 129163.
- [5] 陈滨, 王兴国, 李欣, 等. TiO₂晶型对微波加热制备TiB₂粉体的影响 [J]. *耐火材料*, 2024, 58(1): 44–47, 52.
CHEN Bin, WANG Xingguo, LI Xin, et al. Effect of TiO₂ crystal forms on TiB₂ powder prepared by microwave heating [J]. *Refractories*, 2024, 58(1): 44–47, 52.
- [6] 刘彦超. 传统加热与微波加热制备活性炭及其介电性能的研究 [D]. 太原: 太原理工大学, 2019.
LIU Yanchao. Preparation of activated carbon by traditional heating and microwave heating and its dielectric properties [J]. Taiyuan: Taiyuan University of Technology, 2019.
- [7] 王力臻, 闻红丽, 孙淑敏, 等. 以核桃壳为碳源微波加热制备介孔活性炭 [J]. *功能材料*, 2014, 45(18): 18144–18147, 18152.
WANG Lizhen, WEN Hongli, SUN Shumin, et al. The

preparation of mesoporous activated carbon by microwave radiation heating walnut shell [J]. *Journal of Functional Materials*, 2014, 45(18): 18144–18147, 18152.

- [8] 王兴国, 陈滨, 李欣, 等. 以蔗糖为碳源制备亚微米级TiB₂粉体的研究 [J]. *耐火材料*, 2024, 58(5): 405–409.
WANG Xingguo, CHEN Bin, LI Xin, et al. Preparation of submicron TiB₂ powder using sucrose as carbon source [J]. *Refractories*, 2024, 58(5): 405–409.
- [9] 叶红勇, 左广玲, 杜朝军, 等. 微波加热制备高分散性纳米氧化锌粉体 [J]. *南阳理工学院学报*, 2010, 2(2): 65–68.
YE Hongyong, ZUO Guangling, DU Chaojun, et al. Synthesis of highly dispersed ZnO nano particles by microwave heating [J]. *Journal of Nanyang Institute of Technology*, 2010, 2(2): 65–68.
- [10] 张贝贝, 吴琳, 于奕峰, 等. 微波加热制备无机保温材料及其性能研究 [J]. *化工新型材料*, 2019, 47(6): 252–256.
ZHANG Beibei, WU Lin, YU Yifeng, et al. Preparation and performance of inorganic insulation material by microwave heating [J]. *New Chemical Materials*, 2019, 47(6): 252–256.
- [11] 张海军, 贾全利, 贾晓林, 等. 微波碳热还原低温合成ZrB₂粉体的研究 [J]. *材料导报*, 2007(S2): 61–64.
ZHANG Haijun, JIA Quanli, JIA Xiaolin, et al. Study on synthesis ZrB₂ powder by microwave carbothermal reduction at low temperature [J]. *Materials Reports*, 2007(S2): 61–64.
- [12] 艾艳玲, 李铁虎, 冀勇斌. 微波加热与传统加热制备高比表面积活性炭的对比研究 [J]. *西北工业大学学报*, 2009, 27(4): 527–531.
AI Yanling, LI Tiejun, JI Yongbin. Comparing properties of activated carbon prepared by microwave heating method with those prepared by conventional heating method [J]. *Journal of Northwestern Polytechnical University*, 2009, 27(4): 527–531.
- [13] 陈勇强, 王怡雪, 张帆, 等. 微波加热制备特种陶瓷材料研究进展 [J]. *无机材料学报*, 2022, 37(8): 841–852.
CHEN Yongqiang, WANG Yixue, ZHANG Fan, et al. Preparation of special ceramics by microwave heating: a review [J]. *Journal of Inorganic Materials*, 2022, 37(8): 841–852.
- [14] 戴长虹, 张显鹏, 张劲松, 等. 微波法合成AlN纳米微粉 [J]. *金属学报*, 1996, (11): 1221–1226.
DAI Changhong, ZHANG Xianpeng, ZHANG Jinsong, et al. Synthesis of nanometer aluminium nitride powder by microwave method [J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 1996, (11): 1221–1226.
- [15] 郝稳定. 催化剂作用下微波合成SiC粉体的生长机理研究 [D]. 郑州: 郑州航空工业管理学院, 2023.
HAO Wending. Study on the growth mechanism of SiC powder synthesized by microwave under the action of catalyst [D]. Zhengzhou: Zhengzhou Institute of Aeronautics, 2023.
- [16] 武家莹, 刘佳, 胡月, 等. 微波辅助sol-gel法合成Bi_{0.5}Na_{0.5}TiO₃粉体及其压电性能研究 [J]. *宁夏大学学报(自然科学版)*, 2024, 45(2): 218–224.
WU Jiaying, LIU Jia, HU Yue, et al. Study on microwave-

- assisted sol-gel synthesis of $\text{Bi}_{0.5}\text{Na}_{0.5}\text{TiO}_3$ powders and their piezoelectric properties [J]. *Journal of Ningxia University (Natural Science Edition in Chinese and English)*, 2024, 45(2): 218–224.
- [17] 严尧, 张思凡, 袁宁凯, 等. TiC 粉体的形貌调控及吸波性能研究 [J]. *陶瓷学报*, 2024(5): 985–992.
YAN Yao, ZHANG Sifan, YUAN Ningkai, et al. Morphology control and microwave absorbing properties of TiC powders [J]. *Journal of Ceramics*, 2024(5): 985–992.
- [18] 张心新, 张蒙, 邓锐, 等. 微波预处理对 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 粉体合成温度及烧结性能的影响 [J]. *陶瓷*, 2023(5): 9–11, 27.
ZHANG Xinxin, ZHANG Meng, DENG Yue, et al. Effect of microwave pretreatment on synthesis temperature and sintering properties of $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ powders [J]. *Ceramics*, 2023(5): 9–11, 27.
- [19] 冯炜, 邹克华, 翟增秀. 微波辅助低温制备纳米 TiO_2 晶体生长动力学研究 [J]. *无机材料学报*, 2010, 25(8): 815–819.
FEGN Wei, ZOU Kehua, ZHAI Zengxiu. Study on crystal growth kinetics of nano- TiO_2 prepared with microwave aid at low temperature [J]. *Journal of Inorganic Materials*, 2010, 25(8): 815–819.
- [20] 张永芬, 李中元. 细晶粒氧化镁陶瓷的制备及应用研究进展 [J]. *石家庄职业技术学院学报*, 2024, 36(4): 37–42.
ZHANG Yongfen, LI Zhongyuan. Preparation and research progress of fine grain MgO ceramics [J]. *Journal of Shijiazhuang University of Applied Technology*, 2024, 36(4): 37–42.
- [21] WANG L, GONG C, SONG Z, et al. Effect of non-thermal effects in microwave heating on the rheology and chemical properties of petroleum asphalt [J]. *Materials Research Express*, 2024, 11(3): 035302.
- [22] HAN G, LIU F, ZHANG T, et al. Study of microwave non-thermal effects on hydrogen bonding in water by Raman spectroscopy [J]. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 2023, 285: 121877.

Preparation of titanium boride powder by microwave-assisted boro/carbothermal reduction method

WANG Xingguo, CHANG Shilun, LI Xin, CHEN Bin, TANG Jian, XU Chen
(School of Materials Science and Engineering, Jiangsu University, Zhenjiang 212013, China)

Abstract: Microwave heating has the advantages of fast heating speed, high efficiency and low energy consumption, but it also has the shortcomings of uneven temperature field. In this paper, the temperature field uniformity of microwave heating process is theoretically simulated by applying COMSOL simulation software, and on this basis, the role of microwave heating and induction heating on the preparation of TiB_2 powder by boro/carbothermal reduction method is compared with TiO_2 , B_4C and carbon black as raw materials. The paper shows that the uniformity of microwave heating can be significantly improved by the arrangement of “top corner arrangement” compared with “X-axis/Y-axis diagonal arrangement” and “diagonal arrangement”; furthermore, the heating uniformity of microwave heating can be significantly improved by the arrangement of “top corner arrangement” compared with “X-axis/Y-axis diagonal arrangement” and “diagonal arrangement”. In addition, the pure-phase TiB_2 powder with uniformly distributed grains can be obtained by microwave heating at 1 350 °C for 20 min. Compared with induction heating (complete reaction at 1 550 °C), microwave heating can significantly reduce the reaction temperature, which is mainly due to the non-thermal effect of microwave. At the same time, microwave heating can refine the grain size of TiB_2 from 3.95 μm to 1.93 μm , and can avoid the phenomenon of grain agglomeration, which in turn improves the sinterability of powder and the density of sintered materials.

Key words: TiB_2 powder; microwave heating; induction heating; temperature field; electric field; non-thermal effect; grain agglomeration