فصلنامه‌ی علمی

علم و مهندسی سرامیک

دوره‌ی ۱۰، شماره‌ی ۳، پاییز ۱۴۰۰

سنتز و بررسی خواص نانو پودر کامپوزیتی $ZrC-ZrB_2-SiC$

نوع مقاله: علمی پژوهشی

مصطفی کارگر[۱]، مهری مشهدی*[۲]

[۱] فارغ‌التحصیل مقطع کارشناسی ارشد رشته مواد مرکب، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوری‌های ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران

[۲] دانشیار، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوری‌های ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران

*me_mashadi@yahoo.com

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۲۸ آبان ۱۳۹۹

پذیرش: ۰۷ بهمن ۱۳۹۹

صفحه ۳۶ تا صفحه ۴۷

در دسترس در نشانی:

www.ijcse.ir

زبان نشریه: فارسی

شاپا چاپی: ۲۳۵۲-۲۳۲۲

شاپا الکترونیکی:

۲۷۸۳-۳۰۰۳

چکیده:

در این تحقیق پودر نانوکامپوزیتی $ZrC-ZrB_2-SiC$ به روش احیای کربوترمال و بوروکربوترمال سنتز شد. ابتدا سیلیکات زیرکونیوم به مدت چهار ساعت آسیاب شد. سپس هشت ترکیب از اختلاط مواد اولیه تهیه شد. در نهایت نمونه‌ها در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت دو ساعت تحت پیرولیز و سپس در ۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳۰دقیقه تحت اتمسفر آرگون مورد عملیات حرارتی قرار گرفتند. برای بررسی ریزساختار نمونه‌ها از آزمون پراش اشعه ایکس (XRD) و میکروسکوب الکترونی روبشی (SEM) استفاده شد. بررسی نتایج آزمون XRD نشان‌دهنده حضور دوفاز ZrC و SiC و عدم حضور فاز ZrB_2 به دلیل بخار شدن بور بود. مشخص شد، با افزایش نسبت مولی تا سه برابر مقدار مول اکسید بور هم باعث تشکیل فاز ZrB_2 نمی‌شود. در نمونه حاوی چهار برابر مقدار مول اکسید بور، فاز ZrB_2 به‌وجود آمد که علاوه بر آن، حضور فاز نامطلوب ZrO_2 هم مشاهده شد. با افزایش نسبت مولی اکسید بور تا هشت برابر مول، میزان فاز ZrB_2 و ZrO_2 هردو افزایش می‌یابند. در نهایت مشخص شد که بهینه پودر با توجه به میزان فاز نامطلوب ZrO_2، نمونه پودر حاوی چهار مول اکسید بور می‌باشد. با استفاده از نرم‌افزار Anix مشخص شد که اندازه بلورک پودر بهینه برای ZrC، ZrB_2 و SiC به ترتیب ۵۱، ۶۰ و ۳۰ نانومتر می‌باشد.

کلیدواژه:

سنتز پودر، نانوکامپوزیت، دی‌بورید زیرکونیوم، کاربید زیرکونیوم

کد DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.5.8

۱- مقدمه:

در چند سال گذشته، تلاش برای توسعه وسایل نقلیه هوافضایی، هایپرسونیک و ورود مجدد به اتمسفر منجر به افزایش قابل توجهی به سرامیک‌های فوق دمابالا (UHTCs[۱]) شده است. این نوع مواد با دمای ذوب بالاتر از ۳۰۰۰ درجه سانتی‌گراد، مقاومت الکتریکی خوب در دمای بالاتر ار ۱۸۰۰ درجه سانتی‌گراد همراه با پایداری شیمیایی بیش از ۲۰۰ درجه سانتی‌گراد تعریف شده است [۳-۱].

دی‌بورید زیرکونیوم یکی از پایدارترین سرامیک‌های فوق دمابالا است که در آن پیوندهای Zr-B و B-B مسئول دمای ذوب بالا و سختی بسیار زیاد آن است [۶-۴]. این سرامیک بالاترین نقطه ذوب را در بین بوریدهای فلزی گروه چهارم جدول تناوبی دارد و در میان سرامیک‌های فوق دمابالا

[۱] Ultra High Temperature Ceramic

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.5.8]

دارای کم‌ترین چگالی تئوری و مقاومت به اکسیداسیون مناسب که منجربه جلب توجه خاصی به سرامیک‌های بر پایه ZrB_2 در بسیاری از کاربردها به خصوص در مناطقی که نیاز به مقاومت در برابر خوردی، سایش و اکسیداسیون است، مانند الکترودهای دماباالا، بوته‌های مذاب فلزی، سیستم‌های حفاظت حرارتی برای پروازهای ماورای صوت و ... است [۹-۷].

با این‌حال تف‌جوشی ZrB_2 نه‌تنها دشوار است بلکه به خودی خود تمام نیازهای مورد نیاز در مهندسی هوافضا را نمی‌تواند برآورده کند. ZrB_2 در شکل تک‌جزئی خود به دلیل مقاومت ضعیف اکسیداسیون، شکنندگی ذاتی در شرایط شوک حرارتی و محدودیت در قابلیت تف‌جوشی، برای کاربردهای فوق دماباالا مناسب نیست. درنتیجه معمولا در ترکیب با سایر سرامیک‌های نسوز استفاده می‌شود [۱۳-۹].

محققان راه‌های زیادی را برای بهبود رفتار تف‌جوشی سرامیک‌های برپایه ZrB_2 انجام داده‌اند که می‌توان به استفاده از افزودنی‌هایی مانند Si_3N_4,AlN و ZrN برای سرامیک‌های بر پایه ZrB_2 پرس گرم‌شده جهت جلوگیری از رشد دانه در دمای بالای تف‌جوشی اشاره کرد [۱۵-۱۳].

یک روش برای غلبه بر کمبودهای ذکر شده، بهبود میکروساختار و کامپوزیت‌سازی از آن به منظور تولید ترکیبات دی‌بورید زیرکونیوم - سیلیکون کاربید است که نه تنها برای افزایش مقاومت اکسیداسیون مفید است بلکه همچنین می‌تواند باعث بهبود چگالی برای استفاده در کاربردهای دماباالا شود [۲۰-۱۵].

ZrC یکی دیگر از مواد مناسبی است که می‌تواند به عنوان یک کمک تف‌جوشی و تقویت‌کننده نیز به سرامیک‌های برپایه ZrB_2 اضافه شود [۲۱].

نایبی و همکاران [۲۲] کامپوزیت متراکم ZrB_2-ZrC را با روش SPS و با استفاده از پودرهای دی‌بورید زیرکونیوم، زیرکونیوم و گرافیت سینتر کردند. به این صورت که همزمان با سینتر، سنتز ZrC نیز انجام می‌شود و منجر به تشکیل کامپوزیت ZrB_2-ZrC با دانسیته بالا می‌شود.

لی یو وهمکاران [۲۳] کامپوزیت SiCw-ZrC-ZrB_2 را با واکنش شیمیایی فنول، پارافورمالدهید، اکسی‌کلرید زیرکونیوم، اسید بوریک و تتراتیل اورتوسیلیکات سنتز کردند.

ژانگ و همکاران [۲۴] نیز مکانیسم سنتز درجای کامپوزیت های ZrC-ZrB_2/Cu تهیه شده به روش ریخته‌گری SHS را مورد مطالعه قرار دادند.

در سرامیک‌های چندفازی، یک فاز معمولا با فازهای دیگر احاطه شده است. بنابراین دانه‌های فازهای مختلف با نرخ مناسب با هم رشد می‌کنند. به عبارت دیگر دانه‌های ZrC یا SiC توسط دوفاز دیگر محدود شده بودند که با آنچه در سرامیک‌های دوفازی رخ می‌دهد متفاوت است. این اولین دلیل بود که ZrC و SiC رشد دانه یکدیگر را مهار می‌کنند. مسیرهای مربوط به نفوذ و مرزهای بین فاز در سرامیک های سه فازی پیچیده‌تر از سرامیک‌های دوفازی بودند. بنابراین رشد دانه در سرامیک‌های سه‌فازی دشوار خواهد بود. این نشان می‌دهد که افزودن همزمان ZrC و SiC برای به‌دست آوردن یک ساختار همگن و ریز از سرامیک بر پایه ZrB_2 سودمند است [۲۵].

باتوجه به دلایل گفته شده کامپوزیت سه‌جزئی

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.5.8]

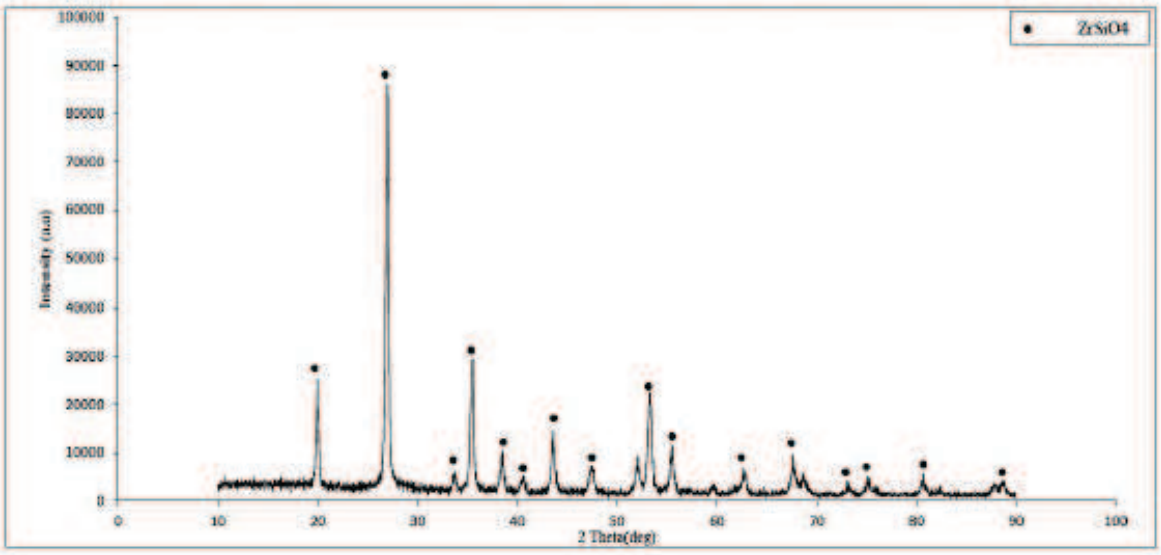
$ZrB_2-ZrC-SiC$ نسبت به کامپوزیت‌های دوجزئی ZrB_2-SiC و ZrB_2-ZrC بهتر می‌باشد.

همچنین روش‌های متفاوتی مانند احیای کربوترمال، احیای کربوبوروترمال و احیای منیزیوترمی برای سنتز این نوع پودر کامپوزیتی وجود دارد. امامی و همکاران [۲۶] به بررسی اثر روش قوس پلاسما بر سنتز پودر کامپوزیت سه‌جزیی $ZrB_2-ZrC-SiC$ در مکانیزم سنتز خودپیش‌رونده دمابالاپرداختند. لی و همکاران [۲۷] سرامیک $ZrB_2-ZrC-SiC$ را از طریق پیش‌ماده‌های مایع تهیه‌شده از پلی‌زیرکونوکسانسال، اسید بوریک و پلی‌اتینیلن، با استفاده از روش درجا سنتز کردند. در تحقیقات قبلی معمولا از منیزیوم استفاده شده است که این روش علاوه بر اینکه از لحاظ اقتصادی قابل توجیه نیست، در حین کار خطراتی را نیز به دنبال دارد.

هدف از این تحقیق سنتز و بررسی خواص نانوپودر $ZrC-ZrB_2-SiC$ به روش کربوترمی و بوروکربوترمی برای اولین بار در دنیا است. با سنتز این پودر کامپوزیتی به روش کربوترمال، خطرات ناشی از استفاده از منیزیوم از بین خواهد رفت. همچنین این پودر می‌تواند در صنایع هوافضا، صنایع دفاعی و به‌طورکلی در مواردی که نیاز به دما، مقاومت به اکسیداسیون و استحکام بالا باشد، مورد استفاده قرارگیرد.

۲- فعالیت‌های تجربی

در این تحقیق از پودر سیلیکات زیرکونیوم با ابعاد کم‌تر از ۳۵ میکرون و با خلوص۹۷ ٪ استفاده شد. الگوی پراش اشعه ایکس (XRD) پودر سیلیکات زیرکونیوم در شکل ۱ مشاهده می‌شود.



شکل ۱- الگوی XRD پودر سیلیکات زیرکونیوم

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.5.8]

پودر اکسید بور با خلوص ۹۹/۹۹ درصد در این تحقیق مورد استفاده قرار گرفت. همچنین از پودر رزین فنولیک با کربن ۵۰ ٪ استفاده شد. در این تحقیق برای کاهش اندازه ذرات و ایجاد یک ترکیب همگن از مواد اولیه، آسیاکاری با استفاده از آسیاب ماهواره‌ای امین فناور پارس استفاده شد. به منظور تهیه یک سوسپانسیون همگن از ذرات از دستگاه همزن مغناطیسی و برای خشک‌کردن محصول خروجی از خشک کن شیماز استفاده شد. فرایند پیرولیز و سنتز در یک کوره باکسی کنترل اتمسفر مدل XINKYO صورت گرفت. به منظور شناسایی، بررسی و مطالعه فازهای تشکیل شده حین سنتز از دستگاه پراش اشعه ایکس مدل Philips PW3710 با طول موج Cu Kα استفاده شد.

روش کار به این صورت بود که ابتدا به‌وسیله نرم‌افزار ترمودینامیکی HSC دمای سنتز پودر کامپوزیتی مورد نظر با توجه به مواد اولیه از نظر ترمودینامیکی تخمین زده شد.

نحوه استفاده از نرم افزار HSC در تعیین دمای سنتز پودر به این صورت بود که با نوشتن بخش مربوط به واکنش دهنده‌ها و فرآورده‌ها، دمایی که در آن انرژی آزاد گیبس واکنش شروع به منفی‌شدن کرد، به‌دست آمد. همچنین به این طریق دمای زیر واکنش‌های محتمل نیز به‌دست آمد و در نهایت دمایی که پودر در آن سنتز خواهد شد، تخمین زده شد.

سپس سیلیکات زیرکونیوم به مدت ۴ ساعت با سرعت ۲۰۰ دور در دقیقه آسیاب شد. سپس یک سوسپانسیون حاوی دو مول سیلیکات زیرکونیوم، رزین و اکسید بور در حلال الکل به‌صورت مکانیکی در دمای ۸۰ درجه سانتی‌گراد هم‌زده شد و درون خشک‌کن قرار گرفت. در نهایت پودرهای به‌دست آمده در بوته‌های گرافیتی درون کوره جهت انجام فرایند سنتز در دمای ۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۳۰ دقیقه مورد عملیات حرارتی قرار گرفتند.

سپس پودر بهینه سنتزشده در میان ترکیب پودرها توسط آنالیزهای XRD و SEM مشخص شد.

جدول ۱- مقدار اکسید بور اولیه جهت سنتز پودر کامپوزیتی ZrB_2-ZrC-SiC

کد نمونه	B_2O_3(mol)
ZBC	۰
ZB1.5C	۱/۵
ZB2C	۲
ZB2.5C	۲/۵
ZB3C	۳
ZB4C	۴
ZB5C	۵
ZB6C	۶
ZB7C	۷
ZB8C	۸

۳- نتایج وبحث

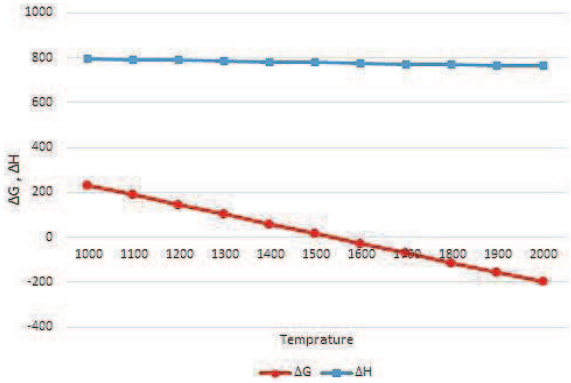
بر اساس جداول و داده‌های ترمودینامیکی، فازی و ریز ساختاری پودر نانوکامپوزیت ZrB_2-ZrC-SiC طبق واکنش استوکیومتری (۱) همانطور که در شکل ۲ نشان داده شده است، در دمای حدود ۱۵۰۰ درجه سانتی‌گراد با تغییرات آنتالپی ۷۷۷/۵۱۸ kcal+ سنتز می‌شود.

$$2ZrSiO_4 + B_2O_3 + 14C = ZrB_2 + ZrC + 2SiC + 11CO(g) \quad (۱)$$

برخلاف نتایج ترمودینامیکی، نتایج آنالیز XRD (شکل۳)

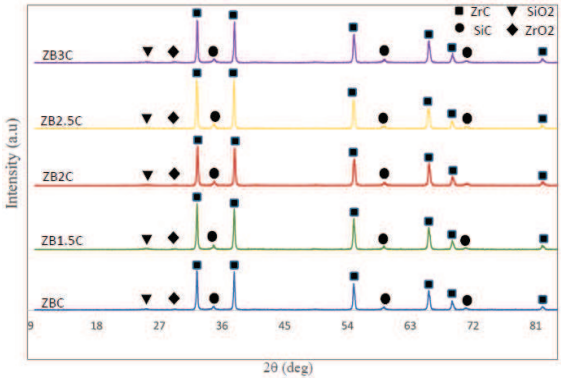
[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.5.8]



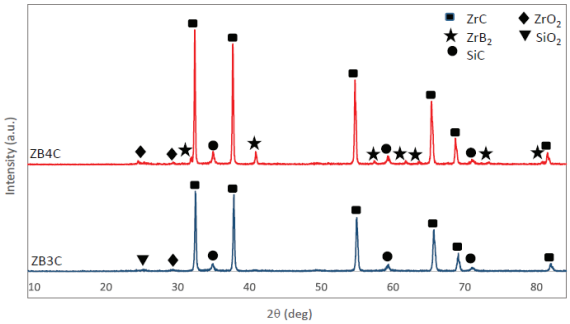
شکل ۲- دیاگرام انرژی آزاد تشکیل $ZrB_2+ZrC+SiC$ برحسب دما (C°)

تشکیل فاز ZrB_2 را نشان نمی‌دهد. علت عدم تشکیل این فاز، رفتار تبخیری B_2O_3 در دمای بالا می‌باشد که مانع از رسیدن بور به ZrO_2 و ZrC شده است. آرای و همکاران [۲۸] گزارش داده اند که B_2O_3 در دمای بالاتر از ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد تبخیر می‌شود. برای حل این مشکل از مقدار مول اضافی B_2O_3 نسبت به مقدار استوکیومتری استفاده شد. با توجه به نتایج آنالیز XRD مشاهده می‌شود که حتی تا مقدار ۳ برابر مول B_2O_3 هم برای تشکیل فاز ZrB_2 کافی نبوده و به مقدار اضافی بیش‌تری نیاز است.



شکل ۳- الگوی پراش اشعه ایکس نمونه‌های سنتز شده با نسبت استوکیومتری تا ۳ برابر مول B_2O_3

درنهایت مشخص شد که که طبق الگو پراش اشعه ایکس نمونه ZB_4C که مقدار ۴ برابر مول B_2O_3 نسبت به مقدار استوکیومتری دارد برای تشکیل فاز ZrB_2 مناسب است. جلالی و همکاران [۲۱] نیز گزارش داده‌اند که هنگامی‌که مقدار اکسید بور افزایش می‌یابد، آنتالپی واکنش برای سنتز خود احتراقی منفی‌تر شده و شرایط ترمودینامیکی مناسب‌تر برای واکنش ایجاد می‌شود.



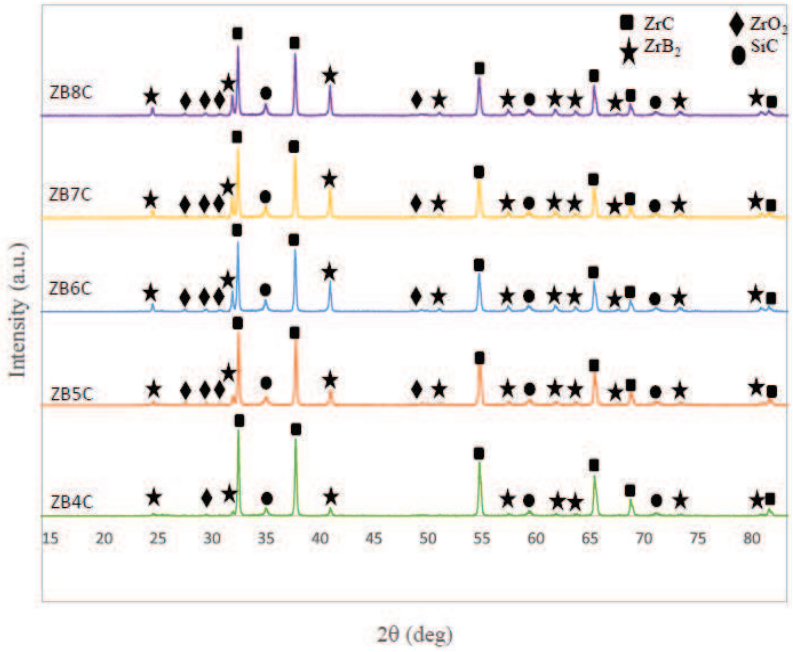
شکل ۴- الگوی پراش اشعه ایکس نمونه‌های حاوی ۳ و ۴ مول اکسید بور

شکل۵ الگوی پراش اشعه ایکس نمونه‌های حاوی ۴ مول اکسید بور و بیش‌تر را نشان می‌دهد که با افزایش مقدار اکسید بور، پیک‌های مربوط به فاز ZrB_2 از نظر تعداد و شدت افزایش می‌یابد و احتمال تشکیل فاز ZrB_2 قوت می گیرد. همچنین با افزایش میزان اکسید بور، تعداد پیک‌های مربوط به فاز ZrO_2 نیز بیش‌ترمی‌شود.

نتایج آنالیز XRD از مقادیر بیش‌تر از ۴ برابر مول، وجود مقادیر بیش‌تری از ZrO_2 را نشان می‌دهد که فاز مطلوبی نیست. نتایج حاصل از تحلیل نرم افزار Maud از الگوی پراش اشعه ایکس نمونه‌ها (جدول۲) حاکی از آن است که نمونه حاوی ۴ مول اکسید بور دارای کم‌ترین میزان فاز نامطلوب ZrO_2 است.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.5.8]



شکل ۵- الگوی پراش اشعه ایکس نمونه‌های حاوی ۴ تا ۸ مول اکسید بور

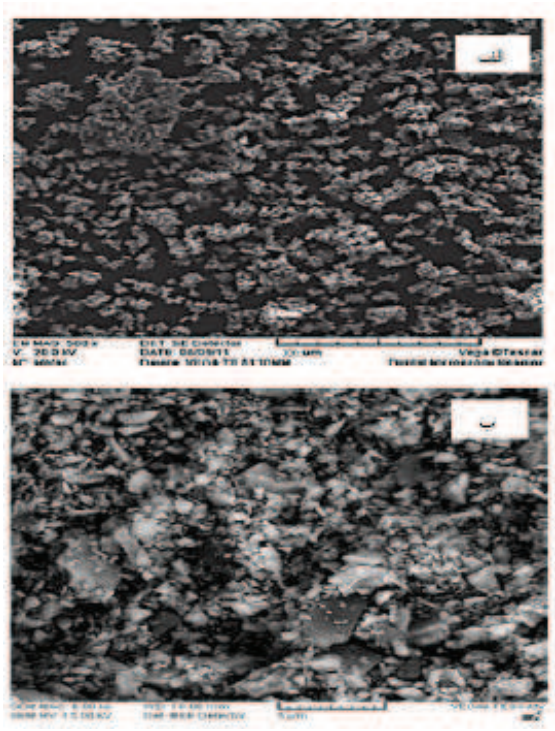
جدول ۲- نتایج حاصل از تحلیل نرم‌افزار Maud از الگوی پراش اشعه ایکس نمونه‌ها

نمونه	ZrC wt%	ZrB_2 wt%	SiC wt%	ZrO_2 wt%	SiO_2 wt%
ZBC	۶۶	–	۳۱	۱	۲
ZB2C	۶۵	–	۳۲	۱	۲
ZB3C	۶۴	–	۳۲	۲	۲
ZB4C	۶۲	۵	۳۱	۲	–
ZB5C	۵۷	۸	۳۲	۳	–
ZB6C	۵۳	۱۱	۳۲	۴	–
ZB7C	۴۹	۱۴	۳۳	۴	–
ZB8C	۴۳	۱۷	۳۵	۵	–

طبق تصاویر میکروسوب الکترونی روبشی قبل و بعد از آسیاب پودر اولیه سیلیکات زیرکونیوم، مشاهده شد که حین آسیاب سیلیکات زیرکونیوم در آسیاب ماهواره‌ای روند خرد شدن ذرات به‌خوبی انجام شده و میزان واکنش‌پذیری نیز بالا رفته و فعال‌سازی مکانیکی صورت گرفته است. گزارش شده است که کاهش اندازه بلورک و افزایش کرنش نشان دهنده فعال‌تر شدن مواد اولیه و مناسب شدن آن‌ها جهت سنتز می‌باشد [۲۹]. میانگین اندازه ذرات محاسبه‌شده پودر سیلیکات زیرکونیوم بعد از آسیاب ۱/۵ میکرومتر می‌باشد. شکل ۷ تصویر میکروسکوب الکترونی نمونه ZB_4C سنتز شده می‌باشد. با توجه به تصاویر SEM مشاهده می‌شود که پدیده آگلومراسیون رخ داده است.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]

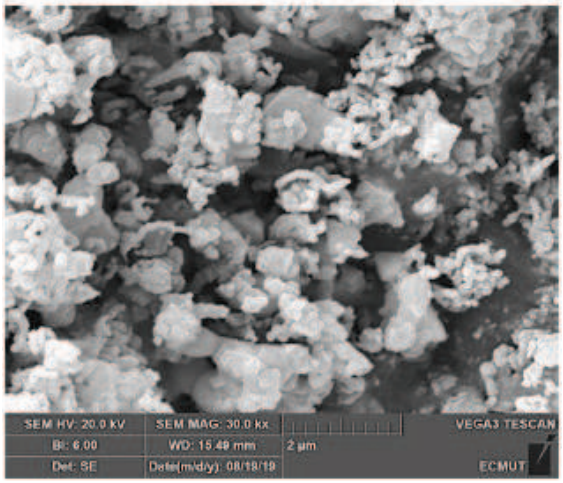
[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.5.8]



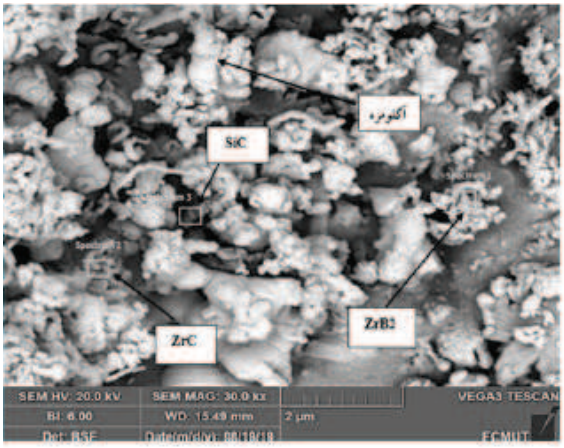
شکل ۶- تصویر SEM از پودر سیلیکات زیرکونیوم (الف) قبل از آسیاب و (ب) بعد از آسیاب

علت این امر را می‌توان به نانوسایز شدن ذرات حین سنتز نسبت داد. توزیع ذرات پودر به صورت نامنظم و آگلومراسیون به‌صورت جزیره‌ای رخ نداد که این امر به دلیل گرایش ذرات بسیارریز برای به هم پیوستن در نتیجه انرژی سطحی است [۳۰].

برای آنالیز عنصری از SEM-EDS استفاده شد. شکل ۸ آنالیز عنصری پودر سنتز شده ZB_4C را نشان می‌دهد. از مورفولوژی پودر سنتزشده می‌توان دریافت که اندازه ذرات پودر با توضیع ذرات بسیارکوچک (زیر ۲۰۰ نانومتر)، ذرات بزرگ (کم‌تر از ۲ میکرومتر) و بسیاری از آگلومره‌ها ناهموار و نامنظم است. نمونه آگلومره و اجزای پودر سنتزشده توسط فلش در شکل ۸ نشان داده شده است. همچنین آنالیز EDS هرکدام از اجزای نشان داده شده در شکل ۸ نیز در شکل ۹ نشان داده شده است. همان‌طورکه آنالیز عنصری نشان می‌دهد، واکنش‌دهنده‌ها به ZrC، ZrB_2، SiC و ZrO_2 تبدیل شده‌اند.



شکل ۷- تصویر SEM از نمونه پودر ZB_4C سنتزشده



شکل ۸- تصویر BSE-SEM از پودر ZB_4C سنتز شده

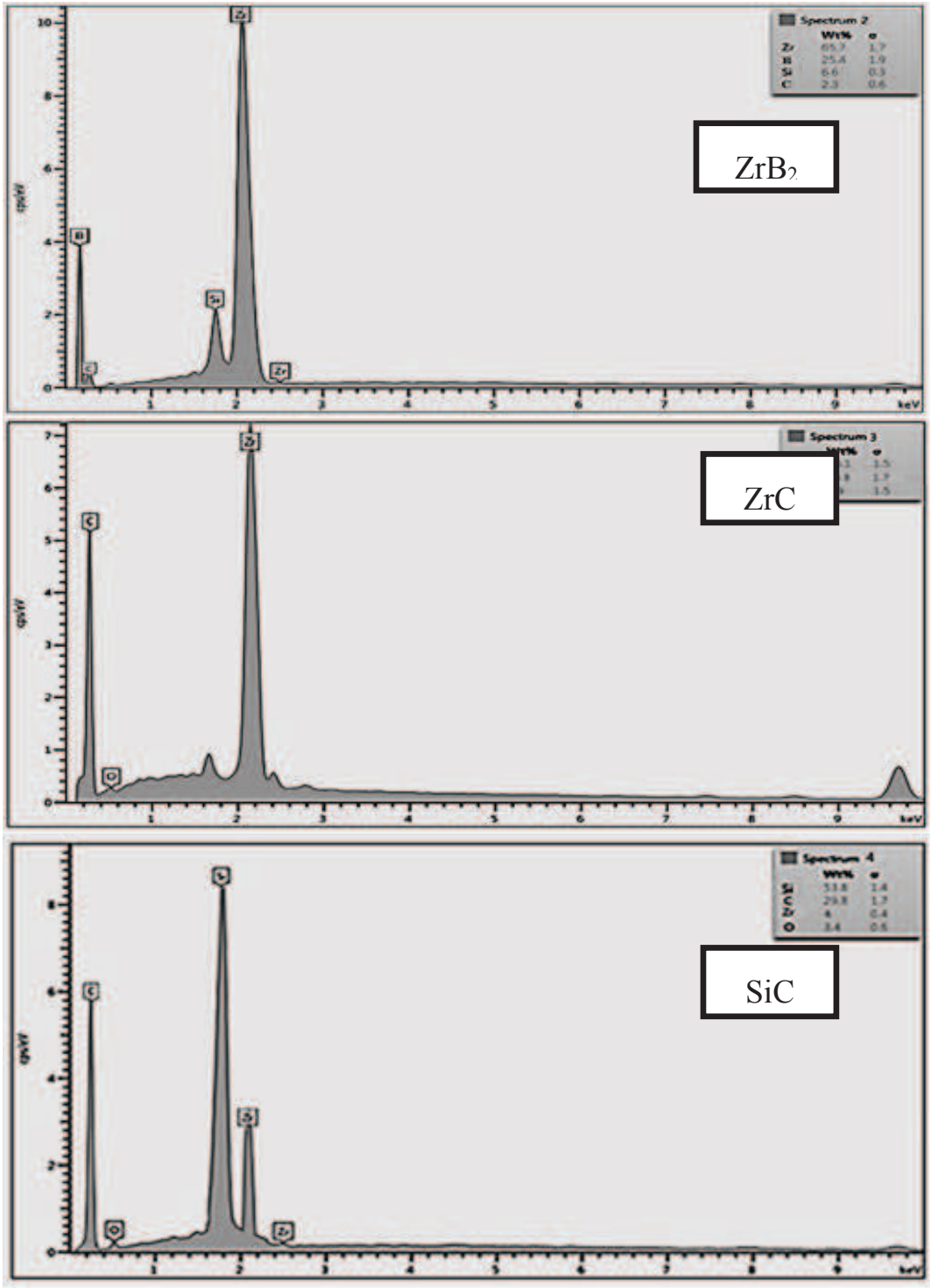
با استفاده از نرم‌افزار Anix به بررسی اندازه ذرات سنتزشده پرداخته شد. میانگین اندازه ذرات پودر ZB_4C سنتزشده در جدول ۳ لیست شده است.

جدول ۳- میانگین اندازه ذرات پودر ZB_4C سنتزشده

ذره	اندازه ذره(nm)
ZrC	۱۶۰
ZrB_2	۱۳۸
SiC	۱۵۲

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.5.8]



شکل ۹- آنالیز عنصری از تصویر SEM از شکل ۸

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.5.8]

۴- نتیجه‌گیری

پودر نانو کامپوزیت $ZrC-ZrB_2-SiC$ با استفاده از مواد اولیه سیلیکات زیرکونیوم با میانگین اندازه ذرات در مقیاس میکرون (۱/۵ میکرومتر) به‌عنوان منبع زیرکونیوم و سیلیسیوم، اکسید بور به عنوان منبع بور و رزین فنولیک به عنوان منبع کربن تحت فرایندهای احیای کربوترمال و بوروکربوترمال با موفقیت سنتز شد.

برای دستیابی به فاز ZrB_2 در پودر سنتزشده نهایی، به مقدار اکسید بور اضافی به دلیل رفتار تبخیری بور در دمای بالا، نیاز است که مقادیر اکسید بور تا حدود ۴ مول و بیش‌تر منجربه تشکیل فاز موردنظر می‌شود. با این حال با افزایش میزان اکسید بور اضافه، فاز نامطلوب ZrO_2 نیز افزایش می یابد که با توجه به این امر، ترکیب دارای ۴ مول اکسید بور، ترکیب بهینه می‌باشد. میانگین اندازه ذرات برای اجزای پودر با بهینه ترکیب، ZrC، ZrB_2، SiC به ترتیب ۱۶۰،۱۳۸ و ۱۵۲ نانومتر بود.

مراجع

[1] K. Upadhya, J. Yang, and W. Hoffman, "Advanced materials for ultrahigh temperature structural applications above 2000°C," Am. Ceram. Soc. Bull, vol. 76, no. 12, pp. 51-56, 1997.

[2] F. Monteverde and A. Bellosi, "The resistance to oxidation of an HfB_2–SiC composite," Journal of the European Ceramic Society, vol. 25, no. 7, pp. 1025-1031, 2005.

[3] F. Monteverde, A. Bellosi, and L. Scatteia, "Processing and properties of ultra-high temperature ceramics for space applications," Materials Science and Engineering: A, vol. 485, no. 1-2, pp. 415-421, 2008.

[4] B. Akgün, "Formation of zirconium diboride and other metal borides by volume combustion synthesis and mechanochemical process," MS Thesis, Middle East Technical University, Ankara, 2008.

[5] M. A. Avilés, J. M. Córdoba, M. J. Sayagués, M. D. Alcalá, and F. J. Gotor, "Mechanosynthesis of $Hf1-xZr_xB_2$ solid solution and $Hf1-xZr_xB_2$/SiC composite powders," Journal of the American Ceramic Society, vol. 93, no. 3, pp. 696-702, 2010.

[6] A. L. Chamberlain, W. G. Fahrenholtz, G. E. Hilmas, and D. T. Ellerby, "High-strength zirconium diboride-based ceramics," Journal of the American Ceramic Society, vol. 87, no. 6, pp. 1170-1172, 2004.

[7] M. Brochu, B. Gauntt, L. Boyer, and R. Loehman, "Pressureless reactive sintering of ZrB_2 ceramic," Journal of the European Ceramic Society, vol. 29, no. 8, pp. 1493-1499, 2009.

[8] J. Meléndez-Martınez, A. Domınguez-Rodrıguez, F. Monteverde, C. Melandri, and G. De Portu, "Characterisation and high temperature mechanical properties of zirconium boride-based materials," Journal of the European Ceramic Society, vol. 22, no. 14-15, pp. 2543-2549, 2002.

[9] W. G. Fahrenholtz, G. E. Hilmas, I. G. Talmy, and J. A. Zaykoski, "Refractory diborides of zirconium and hafnium," Journal of the American Ceramic Society, vol. 90, no. 5, pp. 1347-1364, 2007.

[10] T. Parthasarathy, R. A. Rapp, M. Opeka, and R. J. Kerans, "A model for transitions in oxidation regimes of ZrB_2," in Materials Science Forum, 2008, vol. 595: Trans Tech Publ, pp. 823-832.

[11] W.-M. Guo and G.-J. Zhang, "Oxidation resistance and strength retention of ZrB_2–SiC ceramics," Journal of the European Ceramic Society, vol. 30, no.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.5.8]

11, pp. 2387-2395, 2010.
[12] S.-Q. Guo, "Densification of ZrB_2-based composites and their mechanical and physical properties: a review," Journal of the European Ceramic Society, vol. 29, no. 6, pp. 995-1011, 2009.
[13] F. Monteverde and A. Bellosi, "Effect of the addition of silicon nitride on sintering behaviour and microstructure of zirconium diboride," Scripta Materialia, vol. 46, no. 3, pp. 223-228, 2002.
[14] F. Monteverde and A. Bellosi, "Beneficial effects of AlN as sintering aid on microstructure and mechanical properties of hot-pressed ZrB_2," Advanced Engineering Materials, vol. 5, no. 7, pp. 508-512, 2003.
[15] F. Monteverde and A. Bellosi, "Development and characterization of metal-diboride-based composites toughened with ultra-fine SiC particulates," Solid state sciences, vol. 7, no. 5, pp. 622-630, 2005.
[16] M. Mallik, S. Roy, K. Ray, and R. Mitra, "Effect of SiC content, additives and process parameters on densification and structure–property relations of pressureless sintered ZrB_2–SiC composites," Ceramics International, vol. 39, no. 3, pp. 2915-2932, 2013.
[17] J. Han, P. Hu, X. Zhang, S. Meng, and W. Han, "Oxidation-resistant ZrB_2–SiC composites at 2200°C," Composites Science and Technology, vol. 68, no. 3-4, pp. 799-806, 2008.
[18] S. Meng, H. Chen, J. Hu, and Z. Wang, "Radiative properties characterization of ZrB_2–SiC-based ultrahigh temperature ceramic at high temperature," Materials & Design, vol. 32, no. 1, pp. 377-381, 2011.
[19] X. Wang, J. Liu, and L. Peng, "ZrB2–SiC composite parts in oxyacetylenic torch tests: Experimental and computational assessment of chemical, thermal and mechanical behavior," Materials Science and Engineering: A, vol. 528, no. 22-23, pp. 6896-6906, 2011.
[20] E. Padovano, C. Badini, S. Biamino, M. Pavese, W. Yang, and P. Fino, "Pressureless sintering of ZrB_2–SiC composite laminates using boron and carbon as sintering aids," Advances in Applied Ceramics, vol. 112, no. 8, pp. 478-486, 2013.
[21] M. Jalaly, M. Tamizifar, M. S. Bafghi, and F. Gotor, "Mechanochemical synthesis of ZrB_2–SiC–ZrC nanocomposite powder by metallothermic reduction of zircon," Journal of Alloys and Compounds, vol. 581, pp. 782-787, 2013.
[22] B.Nayebi, N.Parvin, M.S.Asl, A.Motallebzadeh, and M.Shokouhimehr,. "Nanostructural and nanoindentation characterization of ZrB_2 ceramics toughened with in-situ synthesized ZrC." International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 94, p.105391, 2021.
[23] C.Liu, L.Zhang, X.Li, X.Chang, Y. Wu, X. and Wang, "Synthesis, characterization, and ceramization of a carbon-rich SiCw-ZrC-ZrB_2 preceramic polymer precursor." Ceramics International, 45(13), pp.16097-16104, 2019.
[24] M.Zhang, X.Zhao, H. Yao, H. Wang, S. Li, C. Yang, Q. Chen, X. and Bai, " In situ synthesis mechanism of ZrC-ZrB_2/Cu composites prepared by SHS-casting method." International Journal of Applied Ceramic Technology, 16(6), pp.2229-2235, 2019.
[25] J. Bull, M. J. White, and L. Kaufman, "Ablation resistant zirconium and hafnium ceramics," ed: Google Patents, 1998.
[26] S. Emami, E. Salahi, M. Zakeri, and S. Tayebifard, "Synthesis of ZrB_2–SiC–ZrC nanocomposite by spark plasma in $ZrSiO_4/B_2O_3$/C/Mg system," Ceramics International, vol. 42, no. 6, pp. 6581-6586, 2016.
[27] Y. Li, W. Han, H. Li, J. Zhao, and T.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]
[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.5.8]

Zhao, "Synthesis of nano-crystalline $ZrB_2/ZrC/SiC$ ceramics by liquid precursors," Materials Letters, vol. 68, pp. 101-103, 2012.

[28] Y. Arai, R. Inoue, H. Tanaka, Y. Kogo, and K. Goto, "In-situ observation of oxidation behavior in ZrB_2–SiC–ZrC ternary composites up to 1500°C using high-temperature observation system," Journal of the Ceramic Society of Japan, vol. 124, no. 9, pp. 890-897, 2016.

[29] E. M. Sharifi, F. Karimzadeh, and M. Enayati, "Mechanochemical assisted synthesis of B_4C nanoparticles," Advanced Powder Technology, vol. 22, no. 3, pp. 354-358, 2011.

[30] N. Setoudeh and N. Welham, "Carbonitridation of mechanically activated mixtures of zircon and carbon," Journal of Alloys and Compounds, vol. 586, pp. 730-735, 2014.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.5.8]

Iranian Journal of
Ceramic Science & Engineering
Vol. 10, No. 3, 2021

Synthesis and Characterization of ZrC-ZrB_2-SiC Composite Nano Powder

Mostafa Kargar[1], Mehri Mashhadi[*2]

[1, 2] Faculty of Materials and Manufacturing Engineering, Malek Ashtar University of Technology

* me_mashadi@yahoo.com

Abstract: In this research, ZrC-ZrB_2-SiC nanocomposite powder was synthesized by carbothermal and borocarbotermal reduction methods. Zirconium silicate was first milled for four hours. Then eight mixtures of raw materials were prepared. Finally, the samples were pyrolyzed at 800°C for two hours and then heat-treated at 1500°C for 30 minutes under an argon atmosphere. X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM) tests were used to examine the microstructure of the samples. Examination of XRD test results showed the presence of two-phase ZrC and SiC and the absence of ZrB_2 phase due to boron evaporation. It was found that by increasing the molar ratio to three times the molar value of boron oxide does,nt cause the formation of ZrB_2 phase. In a sample containing four times the molar amount of boron oxide, a ZrB_2 phase was formed, in addition to which the presence of an undesirable ZrO_2 phase was also observed. As the molar ratio of boron oxide increases to eight times the molar, the amount of both of the ZrB_2 and ZrO_2 phases increased. Finally, it was found that the optimal powder due to the undesirable phase of ZrO_2, the powder sample containing four moles of boron oxide. Using Anix software, it was found that the optimal powder crystal size for ZrC, ZrB_2 and SiC was 51, 60 and 30 nm, respectively.

Keywords: Powder Synthesis, Nanocomposite, Zirconium Dioride, Zirconium Carbide.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-14]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1400.10.0.5.8]