

فرآیندهای نوین در مهندسی مواد

ma.iaumajlesi.ac.ir

تأثیر افزودن ZrC در فرآیند تفجوشی بدون فشار کامپوزیت هیبریدی $ZrB_2-SiC_n/SiC_m-Si_3N_4$ بر خواص فیزیکی، مکانیکی و مکانیزم رشد ترک آن

محمد سرهنگیان^۱، مهری مشهدی^{۲*}

مقاله پژوهشی

۱- دانشجوی دکتری، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوری‌های ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران.

۲- دانشیار، مجتمع دانشگاهی مواد و فناوری‌های ساخت، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، تهران، ایران.

* me_mashadi@yahoo.com

اطلاعات مقاله

دریافت: ۱۴۰۲/۰۳/۰۶

پذیرش: ۱۴۰۳/۰۵/۱۲

کلید واژگان:

سرامیک‌های فوق دما

دیپوراید زیرکونیوم

تفجوشی بدون فشار

کاربید زیرکونیوم

چکیده

توجه به سرامیک‌های فوق دما بالا به دلیل فناوری‌های قرن بیست و یکم و تلاش برای ساخت سامانه‌های حفاظت حرارتی قابل استفاده مجدد و سایر ترکیبات مورد نیاز برای نسل‌های آینده وسایل نقلیه هوا فضایی مافوق صوت، به میزان قابل توجهی افزایش یافته است. در این پژوهش افزودن کاربید زیرکونیوم (ZrC) به عنوان تقویت کننده در مقادیر ۵ تا ۴۰ درصد حجمی بر رفتار خواص مکانیکی و مکانیزم رشد ترک ZrB_2-SiC_n/m (دارای ۳ درصد حجمی سیلیکون نیتريد Si_3N_4) مورد بررسی قرار گرفت. جهت ارزیابی از سختی سنجی ویکرز، چگالی ارشمیدس و تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی استفاده شد. نتایج نشان داد؛ میزان انقباض حجمی با افزایش میزان ZrC کاهش می‌یابد. بالاترین افزایش چگالی نسبی نمونه‌ها با افزایش مقدار ZrC در نمونه $ZrB_2-SiC_n/m-30\%ZrC$ به میزان (۹۷/۰۴) درصد است. با توجه به این که ترک نمی‌تواند از میان ذرات ZrC عبور کند؛ این ذرات از طریق دو سازوکار تغییر مسیر ترک و پل زنی ترک باعث افزایش چقرمگی می‌شوند. همچنین نمونه حاوی ۳۰ درصد حجمی ZrC بیشترین مقدار چقرمگی شکست ($4/26 MPa.M^{1/2}$) و سختی (۱۶/۳ GPa) را دارد.

Influence of ZrC Addition on the Physical, Mechanical Properties, and Crack Growth Behavior of $ZrB_2-SiC_n/SiC_m-Si_3N_4$ Hybrid Composite Fabricated Through Pressureless Sintering Process

Mohammad Sarhangian¹, Mehri Mashhadi^{2*}

1- PhD Student, Malek Ashtar University of Technology, Faculty of Materials & Manufacturing Technologies, Tehran, Iran.

2- Associate Professor, Malek Ashtar University of Technology, Faculty of Materials & Manufacturing Technologies, Tehran, Iran.

* me_mashadi@yahoo.com

Article Information

Original Research Paper

Doi: 10.71753/ma.2024.1120898

Keywords:

Ultra-High Temperature

Ceramics

ZrB_2

Pressureless Sinter

ZrC.

Abstract

Attention to ultrahigh temperature ceramics has increased significantly due to the advancements in 21st century technologies and efforts to develop reusable thermal protection systems and other compounds required for future generations of hypersonic aerospace vehicles. In this research, the addition of zirconium carbide (ZrC) as a reinforcement in volumes ranging from 5 to 40% was investigated for its impact on the mechanical properties and crack growth behavior of ZrB_2-SiC_n/m composites with 3% silicon nitride (Si_3N_4) by volume. The results indicate that volumetric shrinkage decreases with increasing ZrC content. The highest relative density increase was observed in the $ZrB_2-SiC_n/m-30\%ZrC$ sample, with a percentage increase of 97.04%. Since cracks cannot pass through the ZrC particles, these particles increase the toughness by altering the crack path and bridging the crack. Moreover, the sample containing 30% volume fraction of ZrC exhibited the highest fracture toughness ($4.26 MPa.m^{1/2}$) and hardness (16.3 GPa).

برای ارجاع به این مقاله از عبارت ذیل استفاده نمایید:

Please cite this article using:

Mohammad Sarhangian, Mehri Mashhadi, Influence of ZrC Addition on the Physical, Mechanical Properties, and Crack Growth Behavior of $ZrB_2-SiC_n/SiC_m-Si_3N_4$ Hybrid Composite Fabricated Through Pressureless Sintering Process, New Process in Material Engineering, 2024, 18(3), 59-70.

۱- مقدمه

به طور کلی منظور از کاربرد فوق دما بالا آن است که ماده بتواند دماهای بالاتر از ۱۸۰۰ درجه به همراه جریان های گرمایی بالا، تنش های مکانیکی و لرزش را تحمل کند. از این رو نیاز است؛ ماده دارای استحکام، مقاومت به اکسیداسیون، مقاومت به شوک حرارتی و مقاومت به سایش بالایی باشد [۱-۳]. ترکیبات دیرگداز مانند کاربیدهای سرامیکی، بوریدها و نیتريد ها، به دلیل نقاط ذوب بالا، سختی بالا، خنثی بودن شیمیایی و مقاومت در برابر اکسیداسیون، شاخص هستند. این ترکیبات دیرگداز به طور کلی سرامیک های فوق دما بالا^۱ (UHTCs) نامیده می شود [۴-۶]. بوریدها و کاربیدهای فلزات مانند دیبورید زیرکونیم (ZrB₂)، TaC و ZrC دارای نقاط ذوب بسیار بالایی هستند و به عنوان سرامیک های فوق دما بالا طبقه بندی می شوند [۷-۸]. کامپوزیت های سرامیکی ZrB₂ کاندیدهای جذاب برای مواد ساختاری فوق دما بالا به علت استحکام عالی دما بالا و مقاومت به اکسیداسیون خوب شناخته شده اند. این خصوصیات باعث می شود تا در محیط های حساس از جمله پرواز مافوق صوت، ورود مجدد اتمسفر، رانش موشک و ... مورد استفاده قرار گیرند [۹-۱۰].

تفجوشی کامپوزیت های پایه ZrB₂ اساساً به روش جرقه پلازما، پرس داغ و پرس داغ واکنشی انجام می شود؛ اما به دلیل مزایایی که روش تفجوشی بدون فشار در مقایسه با روش های ذکر شده دارد (قابلیت ساخت قطعه نزدیک به ابعاد نهایی، ساخت قطعات با اشکال هندسی پیچیده و کاهش هزینه ماشین کاری قطعات) به روش های دیگر ترجیح داده می شود [۱۱-۱۳].

استاندر و همکاران^۲ [۱۴] ارتباط بین ترکیب، ریزساختار و خواص کامپوزیت ZrB₂-SiC-ZrC به روش تفجوشی قوس پلازما بررسی کردند. در این پژوهش پنج نمونه مختلف از این کامپوزیت سه جزئی ساخته شد. چگالی نمونه ها با افزایش درصد سیلیکون کاربرد افزایش یافت و بالاترین چگالی مربوط به نمونه ها در میزان ۲۰ درصد حجمی سیلیکون کاربرد بود. متوسط اندازه ذرات در نمونه ها ۴ الی ۵

میکرومتر گزارش شد. نتایج نشان دادند؛ افزایش درصد فازی SiC منجر به کاهش اندازه ذرات در این کامپوزیت شد. با توجه به نتایج آزمون سختی سنجی بیشترین سختی در نمونه ها در مقادیر ۲۰ درصد حجمی از هر کدام از اجزاء این کامپوزیت است.

با توجه به اینکه فرآیند متراکم سازی این کامپوزیت ها در دما و فشار بسیار بالا انجام می شود، امروزه برای ساخت سرامیک های ZrB₂-SiC-ZrC در واقع نوعی پرس داغ اصلاح شده هستند می توان به گرمادهی بسیار سریع و همین طور زمان تفجوشی کوتاه دست یافت. علاوه بر این در روش ها رشد دانه ها به شدت محدود شده و امکان دسترسی به ریزساختارهای بسیار منظمی وجود دارد. همین طور چگالی نهایی نمونه نیز به چگالی نظری نزدیک تر خواهد بود [۱۴-۱۶].

سیلوسترونی و همکاران^۳ [۱۷] در پژوهشی کامپوزیت های بر پایه ZrC را به روش تفجوشی بدون فشار با استفاده از MoSi₂ به عنوان کمک تفجوشی آماده کردند. پس از آزمایش ها اولیه، یک ماده ZrC پایه و دو کامپوزیت ZrC-HfC و ZrC-ZrB₂ به دست آمد که حاوی ۲۰ درصد حجمی MoSi₂ در دمای ۱۹۰۰ تا ۱۹۵۰ درجه سانتی گراد به تراکم نسبی ۹۶-۹۸ درصد رسیدند. میانگین اندازه ذرات بین ۵ تا ۹ میکرومتر به دست آمد. نتایج نشان داد که افزودن دیبوراید زیرکونیوم موجب بهبود خواص این کامپوزیت در دمای اتاق و دماهای بالاتر می شود. به منظور بررسی اثر ترکیب کامپوزیت روی خواص مکانیکی، حرارتی و الکتریکی، کامپوزیت هایی با ترکیب های متفاوت ساخته شد. نتایج ریزساختار و چگالی نشان دادند که کاهش مقدار ZrB₂، دمای شروع چگال شدن را کاهش می دهد، اما مقادیر ZrC یا SiC، در این دما تأثیری روی چگال شدن ندارد.

بیشترین تأثیر قابل توجه افزودن ZrC به کامپوزیت های زمینه ZrB₂ بهبود تفجوشی پذیری، توسعه ریزساختار، بهبود خواص مکانیکی و افزایش مقاومت به اکسیداسیون است [۱۸-۲۱]. همچنین به دلیل سختی ذاتاً بالا و ایجاد ساختار ریزدانه می تواند خواص مکانیکی و چقرمگی را بهبود دهد

جهت پیرولیز در مرحله اول از کوره با سرعت حرارت دهی ۱ درجه سانتی گراد در دقیقه تا دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۳ ساعت جهت خروج رزین استفاده و در مرحله دوم از کوره با سرعت حرارت دهی ۱۰ درجه سانتی گراد تا دمای ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۲ ساعت استفاده شد.

جدول (۱): مشخصات پودر اولیه کامپوزیت ZrB_2-SiC_n/m .

ردیف	نوع ماده	اندازه ذرات	خلوص (درصد)	ناخالصی ها
۱	SiC_n	40 nm	>۹۹	Al-Ca
۲	SiC_m	$D_{50}=2.5 \mu m$	>۹۹	-
۳	ZrB_2	$D_{50}=3 \mu m$	>۹۹	Hf-Mg-Si-Na
۴	Si_3N_4	$D_{50}=10 \mu m$		
۵	ZrC	$D_{50}=7 \mu m$	>۹۹	Fe-S-Cu

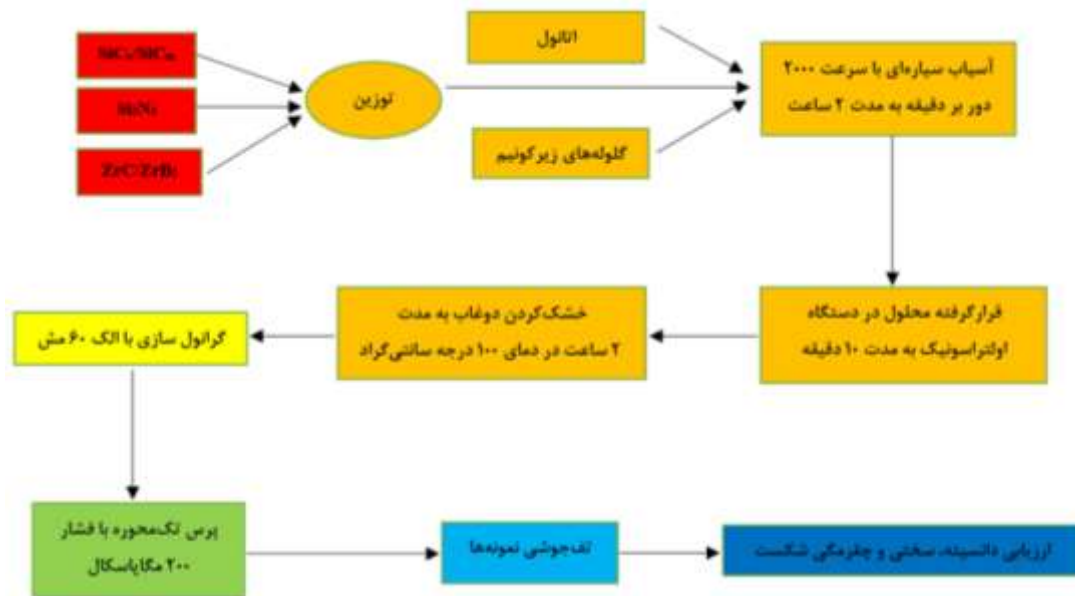
در چارت موجود در شکل ۱ طرح‌واره مراحل کلی آزمایش ارائه شده است. برای بررسی اثر میزان ZrC مقادیر مختلف آن شامل ۰ تا ۴۰ درصد وزنی با ترازوی دیجیتالی توزین شدند. به منظور آماده‌سازی نمونه‌ها، مواد اولیه هر ترکیب توسط آسیاب سیاره‌ای و گلوله‌های زیرکونیا با نسبت پودر به گلوله ۱ به ۱۰ به مدت ۲ ساعت با سرعت ۲۰۰ دور در دقیقه و در محلول اتانول آسیاب شدند. دوغاب حاصله در دمای ۱۰۰ درجه سانتی گراد به مدت زمان ۲ ساعت خشک شد، در ادامه به منظور یکنواخت سازی اندازه آگلومره‌ها، همه ترکیب‌ها در هاون سرامیکی و از الک با مش ۶۰ میکرومتر عبور داده شد. پرس نمونه‌ها توسط دستگاه هیدرولیک تک‌محوره با نیروی ۲۰۰ مگاپاسکال انجام شد. در نهایت نمونه‌ها به صورت قطعات استوانه‌ای شکل به قطر ۱۴ و ارتفاع ۵ میلی‌متر تهیه شدند.

[۲۲-۲۵]. ZrB_2-SiC در شکل دو جزئی به دلیل محدودیت در قابلیت تفجوشی، برای کاربردهای فوق دما بالا مناسب نیست. با توجه به اینکه افزودن ۳ درصد حجمی Si_3N_4 در پژوهش‌های مشابه [۲۶] باعث کاهش تخلخل و بهبود نسبی خواص مکانیکی شده است؛ در این پژوهش اثر میزان افزودنی ZrC (از ۵ تا ۴۰ درصد) بر خواص مکانیکی و مکانیزم ترک کامپوزیت ZrB_2-SiC_n/m (با ۳ درصد حجمی Si_3N_4 در ترکیب) بررسی شده است. در این پژوهش درصد بهینه ZrC به دست آمده است؛ بنابراین سیستم کامپوزیتی مورد بررسی، از خواص مکانیکی بهینه‌تری نسبت به پژوهش‌های مشابه برخوردار است (در کاربردهای مختلف و به خصوص دما بالا، ویژگی لازم و مثبتی تلقی می‌شود).

۲- روش تحقیق

۲-۱- آماده‌سازی نمونه‌ها

با توجه به جدول ۱ در این پروژه از پودرهای ۱ تا ۴ به عنوان مواد اولیه و از ZrC به عنوان کمک تفجوشی استفاده شد. ترکیب کامپوزیت مورد استفاده اولیه $78\%VolZrB_2-20\%VolSiC-3\%VolSi_3N_4$ است. کامپوزیت ZrB_2-SiC حاوی میکروذرات (m) SiC به دلیل تجمع ذرات در مرز دانه‌ها منجر به توزیع غیریکنواخت ذرات در فاز زمینه می‌شود؛ در نتیجه چگالی نسبی افزایش می‌یابد. از طرف دیگر نانوذرات (n) SiC باعث بهبود رفتار تفجوشی ZrB_2 می‌شود [۲۷]. از دستگاه پرس هیدرولیک تک‌محوره با فشار ۸۰ مگاپاسکال به مدت ۵ دقیقه جهت شکل دهی پودرها در قالب فولاد گرید ۱،۲۵۶۷ استفاده شد. در نهایت نمونه‌های استوانه‌ای شکل به ارتفاع تقریبی ۵ و ۱۰ میلی‌متر تهیه شد.



شکل (۱): طرح‌واره فرآیند و مراحل کلی انجام پژوهش.

در این رابطه p بار برحسب نیوتن و D میانگین طول دو قطر سطح اثر به میلی‌متر است. به‌منظور اندازه‌گیری دانسیته نمونه‌ها پس از پخت از روش ارشمیدس بر اساس استاندارد ASTM-B311 استفاده شد. روش استفاده شده به‌طور خلاصه در ادامه ذکر شده است:

- انتخاب حداقل ۹ نمونه سالم و بدون ترک.
- خشک کردن نمونه‌ها.
- اندازه‌گیری وزن نمونه‌ها در هوا و در حالت خشک با دقت 0.0001 گرم (D).
- غوطه‌وری نمونه‌ها در آب مقطر در حال جوش به مدت ۵ ساعت.
- پس از ۵ ساعت نمونه‌ها در آب مقطر به مدت ۲۴ ساعت غوطه‌ور ماندند.
- اندازه‌گیری وزن نمونه‌های غوطه‌ور در آب با دقت 0.0001 گرم (S).
- اندازه‌گیری وزن نمونه‌های خیس در هوا پس از حذف آب اضافی روی سطح پارچه کتان (M).
- با توجه به روابط ۲ تا ۷ حجم ظاهری نمونه (V)، حجم تخلخل‌های باز (V_{op})، تخلخل ظاهری (P)، دانسیته واقعی (T) و دانسیته ظاهری (B) به دست آمد [۲۸-۲۹].

به‌منظور تهیه ترکیبات، پودرها به نسبت‌های وزنی مطابق جدول ۲ به مدت ۲ ساعت در آسیاب ماهواره‌ای با نسبت گلوله به پودر ۱ به ۱۰ و سرعت ۲۰۰ rpm مخلوط شدند. جهت تراکم‌پذیری و چسبندگی پودرها از ۵ درصد رزین فنولیک استفاده شد.

عملیات خشک کردن پودرها در خشک‌کن حرارتی تحت دمای ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد، با سرعت حرارت دهی ۱۰ درجه سانتی‌گراد در دقیقه و به مدت ۲۴ ساعت انجام شد.

جدول (۲): ترکیب شیمیایی نمونه‌های مورد آزمایش.

کد نمونه	ترکیب
ZSZ0	ZrB ₂ -SiC-0%ZrC
ZSZ5	ZrB ₂ -SiC-5%ZrC
ZSZ10	ZrB ₂ -SiC-10%ZrC
ZSZ15	ZrB ₂ -SiC-15%ZrC
ZSZ20	ZrB ₂ -SiC-20%ZrC
ZSZ25	ZrB ₂ -SiC-25%ZrC
ZSZ30	ZrB ₂ -SiC-30%ZrC
ZSZ35	ZrB ₂ -SiC-35%ZrC
ZSZ40	ZrB ₂ -SiC-40%ZrC

به‌منظور سختی سنجی نمونه‌ها از روش سختی سنجی ویکرز با استاندارد ASTM-E399 با نیروی ۷۵ کیلوگرم با توجه به رابطه ۱ استفاده شد.

$$HV = 1.8544(p/d^2) \quad (1)$$

بسته است. میزان تخلخل های باز یا تخلخل ظاهری تعیین کننده میزان نفوذ پذیری یا سهولت عبور مایعات و گازها است که از رابطه ۱۵ محاسبه می شوند.

(۱۵)

$$\text{Relative Density} = [(W_w - W_d)/(W_w - W_s)] \times 100$$

به منظور اندازه گیری چقرمگی شکست نمونه ها از روش ایجاد ترک توسط نفوذگر مطابق استاندارد ASTM-E399 استفاده شد و برای هر ترکیب ۱ نمونه آزمون شد. چقرمگی شکست نمونه ها مطابق این استاندارد توسط رابطه ۱۶ محاسبه می شود.

$$K_{IC} = 0.073 (P/C^{1.5}) \quad (16)$$

در این رابطه P نیروی اعمالی برای گذاشتن اثر ویکرز بر حسب نیوتن و C طول ترک شعاعی بر حسب متر است.

۳- نتایج و بحث

در این پژوهش، از ZrC به عنوان افزودنی در مقادیر ۵ الی ۴۰ درصد وزنی استفاده شده است که این مقدار بر ترکیب اصلی افزوده شد (ترکیب پایه 78%VolZrB₂-20%SiC-3%Si₃N₄ است؛ در این ترکیب نسبت SiC_n به SiC_m برابر با ۳ است [۲۶]).

ZrC در مقادیر وزنی عنوان شده، به ترکیب پایه اضافه شد و عملیات شکل دهی و تفجوشی نمونه ها در شرایط ثابت برای تمامی ترکیبات، انجام گرفت. در جدول ۳ نتایج حاصل از کامپوزیت ZrB₂-SiC_{n/m} در دمای ۲۲۰۰ درجه سانتی گراد آورده شده است.

$$V = M - S \quad (2)$$

$$V_{OP} = M - D \quad (3)$$

$$P = (M - D)/V \quad (4)$$

$$A = (M - D)/D \quad (5)$$

$$T = D/(D - S) \quad (6)$$

$$B = D/V \quad (7)$$

دانشیه بالک نمونه ها به روش ارشمیدس مطابق با استاندارد ASTM-C373-88 و دانشیه تئوری با استفاده از قانون مخلوط ها تعیین شد. از تقسیم دانشیه بالک به دانشیه تئوری، دانشیه نسبی به دست آمد. با استفاده روابط ذکر شده در ادامه، می توان دانشیه بالک، دانشیه نسبی و درصد تخلخل های ظاهری را محاسبه کرد. محاسبات با استفاده از روابط ۸ الی ۱۴ انجام گرفت.

$$\rho_b = \frac{m_1}{m_3 - m_2} \times \rho_1 \quad (8)$$

$$\rho_a = \frac{m_1}{m_1 - m_2} \times \rho_1 \quad (9)$$

$$\frac{(\text{vol}\% \text{ZrB}_2 \times \rho_{\text{ZrB}_2} + \text{vol}\% \text{ZrC} \times \rho_{\text{ZrC}} + \text{vol}\% \text{SiC} \times \rho_{\text{SiC}} + \text{vol}\% \text{Si}_3\text{N}_4 \times \rho_{\text{Si}_3\text{N}_4})}{\rho_b} = \rho_r \quad (10)$$

$$\frac{\rho_b}{\rho_a} = \rho_r \quad (11)$$

$$\% \rho_0 = \frac{m_1}{m_3 - m_2} \times 100 \quad (12)$$

$$\% \rho_c = \% \rho_t - \% \rho_0 \quad (13)$$

$$\rho_t = (1 - (\rho_b/\rho_t)) \times 100 \quad (14)$$

در روابط بالا، ρ_b چگالی حجمی توده بر حسب گرم بر سانتیمتر مکعب، ρ_a چگالی ظاهری توده بر حسب گرم بر سانتیمتر مکعب، ρ_1 چگالی مایع غوطه ور کننده بر حسب گرم بر سانتیمتر مکعب (چگالی آب مقطر ۱ گرم بر سانتیمتر مکعب است)، ρ_t چگالی نظری بر حسب گرم بر سانتیمتر مکعب، ρ_r چگالی نسبی (بدون واحد)، m_1 وزن خشک نمونه بر حسب گرم، m_2 وزن غوطه وری نمونه بر حسب گرم، m_3 وزن تر نمونه بر حسب گرم، ρ_0 درصد تخلخل باز، ρ_c درصد تخلخل بسته و ρ_t درصد تخلخل کل است. برای این منظور میزان تخلخل نمونه ها در مراحل مختلف (نمونه خام و نمونه تفجوشی شده نهایی) گزارش شد. تخلخل های ایجاد شده در نمونه ها به دو صورت باز و

جدول (۳): درصد تخلخل، دانسیته بالک، دانسیته نسبی، انقباض حجمی و تخلخل نمونه‌ها.

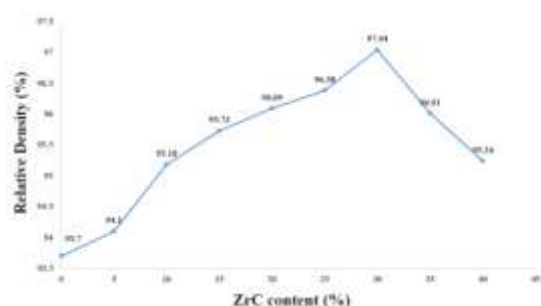
کد نمونه	ترکیب شیمیایی (درصد وزنی)	دانسیته بالک (گرم بر سانتی متر مکعب)	دانسیته نسبی (درصد)	تخلخل (درصد)	انقباض حجمی (درصد)
ZSZ0	ZrB ₂ -SiC-Si ₃ N ₄ -0%ZrC	۵,۲۰	۹۳,۷۰	۱,۹	۴۷,۸۰
ZSZ5	ZrB ₂ -SiC-Si ₃ N ₄ -5%ZrC	۵,۳۱	۹۴,۱۰	۱,۵	۴۶,۴۵
ZSZ10	ZrB ₂ -SiC-Si ₃ N ₄ -10%ZrC	۵,۲۲	۹۵,۱۸	۱,۳	۴۶,۶۷
ZSZ15	ZrB ₂ -SiC-Si ₃ N ₄ -15%ZrC	۵,۲۴	۹۵,۷۳	۱,۳	۴۸,۴۴
ZSZ20	ZrB ₂ -SiC-Si ₃ N ₄ -20%ZrC	۵,۲۹	۹۶,۰۹	۰,۷۸	۵۰,۶۳
ZSZ25	ZrB ₂ -SiC-Si ₃ N ₄ -25%ZrC	۵,۲۶	۹۷,۰۴	۰,۷۶	۴۶,۷۱
ZSZ30	ZrB ₂ -SiC-Si ₃ N ₄ -30%ZrC	۵,۲۱	۹۷,۰۴	۰,۵	۴۶,۰۴
ZSZ35	ZrB ₂ -SiC-Si ₃ N ₄ -35%ZrC	۵,۲۰	۹۶,۰۱	۰,۴۴	۴۶,۲۱
ZSZ40	ZrB ₂ -SiC-Si ₃ N ₄ -40%ZrC	۵,۲۶	۹۵,۲۴	۱,۰۲	۴۶,۰۹

۱-۳- اثر مقدار کاربید زیرکونیوم بر دانسیته نسبی

کامپوزیت ZrB₂-SiC_{n/m}

با داشتن ابعاد نمونه‌ها، قبل و بعد از فرآیند تفجوشی می‌توان درصد انقباض را محاسبه کرد. جدول ۳، درصد انقباض، دانسیته‌ها و تخلخل نمونه‌ها به روش ارشمیدس، بعد از تفجوشی در دمای ۲۲۰۰ درجه سانتی‌گراد را نشان می‌دهد. بررسی نتایج حاصل از آزمون دانسیته بر اساس جدول ۳ و بررسی شکل ۲ که نشان‌دهنده درصد تخلخل برحسب درصد وزنی ZrC است؛ بنابراین در نمونه حاوی ZrC با میزان ۰ تا ۳۰ درصد وزنی ZrC، کاهش در میزان تخلخل و افزایش در دانسیته نسبی رخ داد، به‌طوری‌که در ۳۰ درصد وزنی ZrC کمترین درصد تخلخل و بیشترین دانسیته نسبی مشاهده شد. از طرفی در نمونه‌های با مقادیر بیش از ۳۰ درصد ZrC به دلیل آگلومراسیون، دانسیته نسبی آن کاهش یافته است. در پژوهش‌های مشابه [۲۹-۳۱] با افزودن ZrC، تخلخل‌های ظاهری کاهش پیدا کرده است که می‌تواند در نقش یک کمک تفجوشی، سبب تفجوشی پذیری بهتر کامپوزیت شود؛ در مقابل سبب تراکم بیشتر و افزایش چگالی شده باشد؛ اما مقادیر بیشتر از ۳۰ درصد وزنی، نتیجه عکس داشته و سبب افزایش تخلخل‌های ظاهری می‌شود و به دنبال آن چگالی را کاهش می‌دهد. گروپیانو و همکاران^۴ [۳۲] تأثیر افزودن ZrC و ZrB₂ به یکدیگر را مورد مطالعه قرار دادند. آن‌ها نتیجه‌گیری کردند که سینترپذیری ZrB₂ به میزان زیادی به مقدار ZrC وابسته بوده و به‌عبارت دیگر با افزایش جزء دیرگدازتر کامپوزیت یعنی ZrC تا حدودی چگالی بیشتر

و تخلخل ظاهری کمتر می‌شود. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که با افزایش مقدار ZrC فصل مشترک‌ها گسسته خواهند شد و از حالت یکپارچگی بیرون خواهد آمد. با توجه به نتایج شکل ۲ و بررسی‌های صورت گرفته با افزودن مقدار ZrC درصد انقباض افزایش یافت، اما با عبور از مقدار ۳۰ درصد وزنی، درصد انقباض نمونه مجدداً روند نزولی پیدا کرد. با افزایش بیش از ۳۵ درصد وزنی ZrC، روند نزولی انقباض می‌تواند مربوط به تشکیل احتمالی فازهای جدید باشد و این مطلب در مورد دانسیته نیز صادق است. در نمونه حاوی ۳۰ درصد وزنی ZrC، کمترین مقدار انقباض حاصل شد که نشان‌دهنده تفجوشی شدن خوب نمونه و حذف بیشتر تخلخل‌ها می‌تواند باشد [۲۶ و ۳۳].



شکل (۲): تغییرات چگالی نسبی با افزایش مقدار ZrC.

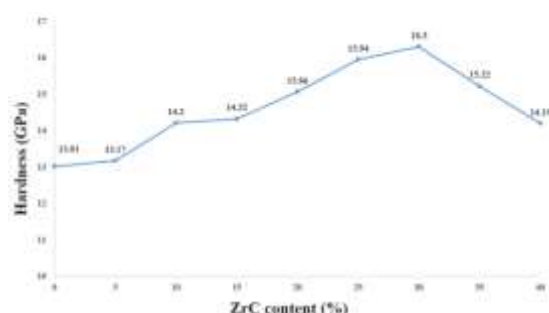
۲-۳- اثر مقدار کاربید زیرکونیوم بر سختی

کامپوزیت ZrB₂-SiC_{n/m}-ZrC

به این که تخلخل در سرامیک‌ها هیچ گونه مقاومتی در برابر تنش نشان ندارد؛ بنابراین در مواد با تخلخل بیشتر، سختی کمتری دیده می‌شود [۳۷-۳۸] و می‌توان نتیجه گرفت که در نمونه‌های ۳۵ و ۴۰ درصد، با زیاد شدن مقدار درصد ZrC تخلخل افزایش یافته و سختی کمتری دیده می‌شود.

$$H = H_0(1 - P)^2 \exp(-bP) \quad (۱۷)$$

با افزایش میزان کاربید زیرکونیوم و با توجه به نمودار سختی در شکل ۳ به نظر می‌رسد به دلیل پدیده آگلومراسیون خواص کاهش یافته است. در نتیجه میزان ۳۰ درصد وزنی کاربید زیرکونیوم بهینه است.



شکل (۳): مقایسه سختی نمونه‌ها در دمای ۲۲۰۰ درجه سانتی گراد.

۳-۳- اثر مقدار کاربید زیرکونیوم بر ریزساختار $ZrB_2-SiC_n/m-ZrC$

همان‌طور که در شکل ۴ مشاهده می‌شود، زمینه تصاویر به صورت چندرنگ متفاوت نشان داده شده است؛ با توجه به چگالی عناصر مختلف، می‌توان تا حدودی نوع آن را تخمین زد. سه فاز بارنگ خاکستری تیره، خاکستری روشن و مشکی، مشاهده می‌شود. با توجه منابع مطالعاتی [۳۹-۴۱] رنگ خاکستری روشن مربوط به فاز ZrC است (با توجه به این نکته که بالاترین چگالی را در بین مواد مورد استفاده دارد، روشن تر از باقی فازها است). همچنین رنگ خاکستری تیره نشانگر فاز ZrB_2 و رنگ مشکی بیانگر حضور فاز SiC است. در جدول ۵، میانگین اندازه دانه در نمونه‌ها که با استفاده از نرم افزار پردازش تصویر^۵ به دست آمده است. با توجه به تصاویر تخلخل در ساختار ۰٪ تا ۲۰٪ وزنی زیاد است و با اضافه شدن ۳۰٪ درصد وزنی افزودنی، مقدار تخلخل

نتایج حاصل از سختی سنجی ویکرز کامپوزیت ZrB_2-SiC_n/m در جدول ۴ آمده است. همان‌طور که ملاحظه می‌شود با افزایش میزان ZrC در نمونه‌های ۲۵ تا ۳۰ درصد وزنی ZrC، افزایش در سختی مشاهده شد؛ زیرا سختی سرامیک‌ها با افزایش دانسیته افزایش یافته است. به بیان دیگر نتایج حاصل از سختی تأییدکننده نتایج حاصل از دانسیته هستند. از طرفی حضور ZrC تحریک‌پذیری مرزخانه‌ها را کاهش داده است. در نهایت ذرات ZrC با ممانعت کردن از حرکت مرزخانه‌ها از رشد دانه‌های زمینه جلوگیری می‌کنند. روند تغییرات در مقادیر سختی را می‌توان به تغییر مقدار ZrC در کامپوزیت و اثر آن بر اندازه دانه و ساختار بلوری کامپوزیت نسبت داد؛ زیرا خود فاز ZrC از سختی بالایی برخوردار است [۲۲] و با افزودن این فاز به کامپوزیت سختی آن بالا می‌رود. همچنین با افزایش مقدار ZrC از یک سو رشد دانه‌ها کنترل شده و اندازه دانه‌ها ریزتر می‌شود که این امر باعث افزایش سختی نمونه‌ها شده است. از سوی دیگر مقدار بیش از حد ZrC (بیش از ۳۰ درصد) موجب گسستگی ساختار و افزایش تخلخل-های ظاهری می‌شود. این امر اثر بیشتری بر سختی گذاشته و مقدار سختی کامپوزیت را کم می‌کند. بنابراین بالاترین مقدار سختی در نمونه با ۳۰ درصد ZrC به مقدار ۱۶/۳ گیگاپاسکال حاصل شد. این میزان در حد سختی به دست آمده برای کامپوزیت $ZrB_2-SiC-ZrC$ در دیگر پژوهش‌های مشابه [۳۴-۳۶] است.

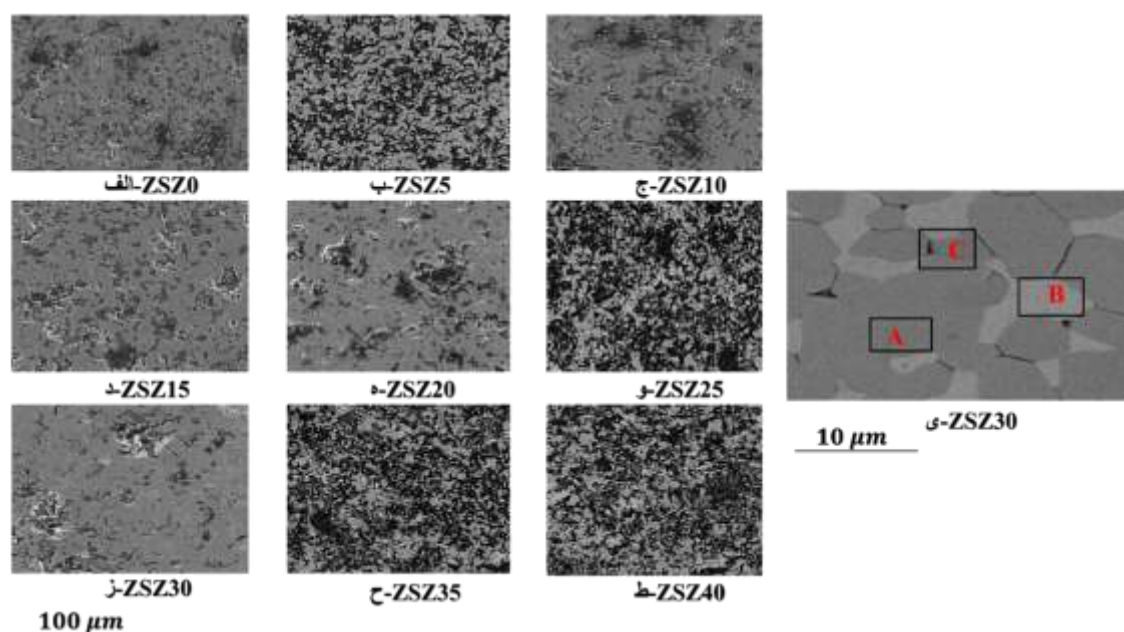
جدول (۴): سختی ویکرز کامپوزیت‌های ZrB_2-SiC_n/m

کد نمونه	سختی (گیگاپاسکال)
ZSZ0	۱۳/۰۱
ZSZ5	۱۳/۱۷
ZSZ10	۱۴/۲۰
ZSZ15	۱۴/۳۲
ZSZ20	۱۵/۰۶
ZSZ25	۱۵/۹۴
ZSZ30	۱۶/۳۰
ZSZ35	۱۵/۲۲
ZSZ40	۱۴/۱۹

با توجه به رابطه ۱۷ و با در نظر گرفتن این نکته که تخلخل روی سختی اثر مستقیم دارد. P سختی ماده کاملاً چگال، H_0 میزان تخلخل موجود در ساختار و b یک ثابت است با توجه

عمده فاز تشکیل شده در مناطق خاکستری تیره و روشن، بر پایه Zr می باشند و همچنین در مقدار محدودی B و C شناسایی شد. (لازم به ذکر است که با توجه به این نکته که عناصر سبک مانند کربن، بور و نیتروژن در آنالیز EDS چندان قابل شناسایی نیستند و همواره مقداری خطا در آنالیز کمی وجود دارد و حضور این مواد در مقادیر کم و محدود، با اطمینان زیاد نمی تواند قابل استناد باشد و همواره تا حدودی خطا دارد.)

کاهش می یابد. همان طور که اشاره شد، با افزایش ZrC، تخلخل کاهش و دانسیته افزایش یافته و همچنین ساختار از نظر دانه بندی همگن تر شده و تشکیل دانه های ریز و همگن نیرو محرکه هایی برای چگال شدن کامپوزیت است. نتایج حاصل از EDS، نمونه ZSZ30 در جدول ۶ آورده شده است. حضور فازهای ثانویه در ریزساختار می تواند نقطه ذوب پایین تر داشته باشند؛ و آثار مخربی روی قابلیت های دما بالای ماده دارند. پس حضور ناخالصی های اکسیژن برای متراکم سازی پودرهای اولیه، مخرب است و باعث رشد سریع دانه می شود. همان طور که آنالیز EDS در نمونه ZSZ30 نشان می دهد،



شکل (۴): تصاویر میکروسکوپ الکترون روبشی کامپوزیت های ZrB_2-SiC_n/m .

جدول (۵): میانگین اندازه دانه در نمونه ها با توجه به آنالیز تصویر.

کد نمونه	میانگین اندازه دانه (μm)
ZSZ0	۴/۰۸
ZSZ5	۳/۹۴
ZSZ10	۳/۳۶
ZSZ15	۲/۹۷
ZSZ20	۲/۳۲
ZSZ25	۲/۲۹
ZSZ30	۲/۰۶
ZSZ35	۲/۱۴
ZSZ40	۳/۲۸

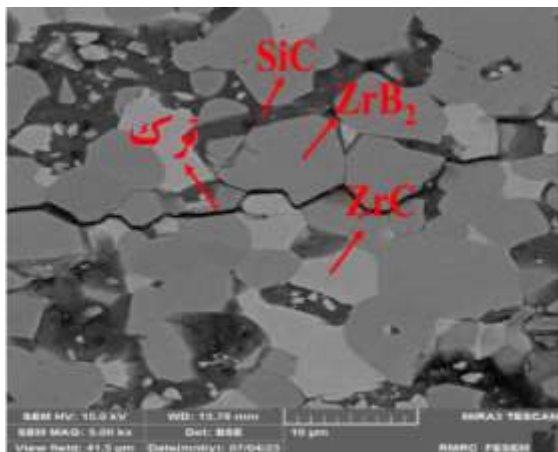
جدول (۶): نتایج EDS در نمونه ZSZ30.

	ED	Line	Int	Ratio	κ_{α}	κ_{β}	wt%
C	C	K α	68.8	0.9544	0.1173	0.8594	59.93
	Si	K α	2583.8	12.2529	0.8827	0.4469	49.87
					1.0000	0.5863	100.00
B	B	K α	83.1	12.4774	0.5234	0.5597	44.37
	Zr	L α	1388.0	5.3472	0.4766	0.5896	55.63
					1.0000	1.0693	100.00
O	C	K α	61.5	4.8684	0.2024	0.8937	39.65
	O	K α	49.7	4.8684	0.0814	0.8377	19.58
	Al	K α	77.5	4.5922	0.0445	0.8286	2.64
	Si	K α	68.7	4.5922	0.0365	0.8169	1.95
	Zr	L α	556.6	4.5922	0.6351	0.2839	36.19
					1.0000	0.4627	100.00

۴-۳- اثر مقدار کاربید زیرکونیوم بر چقرمگی

کامپوزیت $ZrB_2-SiC_n/m-ZrC$

دانه‌های سفیدرنگ) تغییر مسیر داده و به‌طور عمده ذرات ZrC را دور می‌زند. یعنی ترک نمی‌تواند از میان ذرات ZrC عبور کند. در نتیجه ذرات ZrC از طریق دو سازوکار تغییر مسیر ترک و پل زنی ترک باعث افزایش میزان چقرمگی شکست کامپوزیت‌های $ZrB_2-SiC-ZrC$ می‌شوند.



شکل (۵): مسیر انحراف ترک نمونه کامپوزیتی ZSZ30

ریزدانگی افزایش سطح مرزدانه را به همراه دارد و باعث طولانی شدن مسیر تکثیر ترک می‌شود. همچنین اصلاح چقرمگی شکست برای مقاومت به شوک حرارتی نیز سودمند است. چقرمگی شکست تحت تأثیر اندازه ذرات فاز ثانویه و توزیع آن‌ها است. اندازه بزرگ‌تر دانه ZrB_2 و اندازه کوچک‌تر فاز ثانویه می‌تواند چقرمگی شکست را به دلیل انحراف ترک در سطوح مشترک مرزدانه افزایش دهد. این موضوع به تنش باقیمانده درون‌دانه‌ها و در مرزدانه‌ها مربوط است. احتمال افزایش چقرمگی، به دلیل وجود میکروترک‌های به وجود آمده در اثر اختلاف ضریب انبساط حرارتی SiC ، ZrB_2 ، ZrC نیز وجود دارد. بدون حضور فاز ثانویه، ترک به راحتی اشاعه می‌یابد، ولی با حضور آن، ترک انرژی بیشتری جهت حرکت نیاز دارد که در نتیجه چقرمگی ماده با کامپوزیت شدن افزایش می‌یابد. افزایش دانسیته و کاهش اندازه دانه ناشی از بهبود فرآیند تفجوشی در حضور ZrC و همچنین کاهش تخلخل‌ها از یک‌سو موجب انحراف مکرر ترک از مسیر مستقیم می‌شود. از سوی دیگر، می‌تواند عامل بهبود چقرمگی باشد. بسیاری از محققان [۱۶، ۳۰ و ۳۵] ذکر کرده‌اند که فاز ZrC می‌تواند باعث بهبود استحکام،

در رابطه با نتایج چقرمگی شکست نمونه‌های تفجوشی شده، نمودار در جدول ۷ آورده شده است. سرامیک‌ها به دلیل پیوندهای یونی-کوالانس چقرمگی شکست پایین و تغییر شکل پلاستیک محدودی دارند. عدم تطابق در ضرایب انبساط حرارتی زمینه و ذرات فاز ثانویه، تنش‌های باقیمانده در اطراف فاز ثانویه ایجاد نموده که این تنش‌ها با فاصله از فاز ثانویه کاهش می‌یابند. وجود این تنش‌ها در اطراف فاز ثانویه نابجایی و مرزهای فرعی ایجاد نموده که در حین فرآیند سرد کردن بعد از تفجوشی ایجاد می‌شوند [۴۳-۴۲]. حضور ZrC به عنوان فاز دوم، با انحراف ترک باعث افزایش چقرمگی شده است. چقرمگی نمونه‌ها با استفاده از اندازه طول ترک و بار اعمالی محاسبه شد. با توجه به تراکم بالاتر در نمونه ZSZ30 حرکت ترک در نمونه به‌سختی انجام پذیرفته در نتیجه چقرمگی بالاتری نسبت به دیگر درصدهای افزودنی دارد.

جدول (۷): چقرمگی شکست کامپوزیت‌های ZrB_2-SiC_n/m

تفجوشی شده در دمای ۲۲۰۰ درجه سانتی‌گراد.

کد نمونه	ترکیب شیمیایی (درصد وزنی)	چقرمگی (مکاپاسکال در جذرمتر)
ZSZ0	$ZrB_2-SiC-0\%ZrC$	۳,۰۹
ZSZ5	$ZrB_2-SiC-Si_3N_4-5\%ZrC$	۳,۰۶
ZSZ10	$ZrB_2-SiC-Si_3N_4-10\%ZrC$	۳,۱۰
ZSZ15	$ZrB_2-SiC-Si_3N_4-15\%ZrC$	۳,۵۰
ZSZ20	$ZrB_2-SiC-Si_3N_4-20\%ZrC$	۳,۹۰
ZSZ25	$ZrB_2-SiC-Si_3N_4-25\%ZrC$	۴,۰۲
ZSZ30	$ZrB_2-SiC-Si_3N_4-30\%ZrC$	۴,۲۶
ZSZ35	$ZrB_2-SiC-Si_3N_4-35\%ZrC$	۴,۱۲
ZSZ40	$ZrB_2-SiC-Si_3N_4-40\%ZrC$	۳,۹۶

در شکل ۵ مسیر انحراف ترک توسط ذرات ZrC به‌خوبی قابل مشاهده است، به‌طوری‌که هر چه دانه‌ها ریزتر بوده و تعداد و توزیع ذرات فاز ثانویه در زمینه یکنواخت‌تر باشد، از رشد ترک در ساختار ممانعت به عمل آمده است. در این تصاویر روشن است که ترک ایجادشده، در اثر برخورد با ذرات ZrB_2 (دانه‌های خاکستری روشن) و به‌ویژه ذرات ZrC

ACS Applied Materials & Interfaces, vol. 13, no. 17, pp. 20548–20558, 2021.

[4] D. Ni, Y. Cheng, J. Zhang, J. X. Liu, J. Zou, B. Chen, H. Wu, H. Li, S. Dong & J. Han, "Advances in ultra-high temperature ceramics, composites, and coatings", Journal of Advanced Ceramics, vol. 11, pp. 1–56, 2022.

[5] B. C. Wyatt, S. K. Nemani, G. E. Hilmas, E. J. Opila & B. Anasori, "Ultra-high temperature ceramics for extreme environments", Nature Reviews Materials, pp. 1–17, 2023.

[6] A. Nisar R. Hassan, A. Agarwal & K. Balani, "Ultra-high temperature ceramics: Aspiration to overcome challenges in thermal protection systems", Ceramics International, vol. 48, no. 7, pp. 8852–8881, 2022.

[7] M. Kheyrollazadeh, Z. Balak, M. Azizieh & M. S. Asl, "Effect of TaC and graphene nanoplatelets on the microstructure and mechanical properties of ZrB₂", Diamond and Related Materials, vol. 139, p. 110345, 2023.

[8] D. Hu, Q. Fu, L. Zhou, X. Li & B. Liu, "Effects of air plasma flame on the ZrB₂-based UHTC coatings: Microstructure, phase evolution and ablation resistance", Journal of Materials Science & Technology, vol. 158, pp. 194–206, 2023.

[9] M. Zhang, G. Yang, L. Zhang, Y. Zhang, J. Yin, X. Ma, J. Wen, L. Dai, X. Wang & H. Chen, "Application of ZrB₂ thin film as a low emissivity film at high temperature", Applied Surface Science, vol. 527, p. 146763, 2020.

[10] B. Kumar & P. Kumar, "Preparation of hybrid reinforced aluminium metal matrix composite by using ZrB₂: A systematic review", Materials Today: Proceedings, vol. 61, pp. 115–120, 2022.

[11] J. A. Yeom, Y. W. Kim, W. K. Jung, D. I. Cheong & E. S. Kang "Pressureless sintering of SiC ceramics with improved specific stiffness", Journal of the European Ceramic Society, vol. 43, no. 9, pp. 3941–3949, 2023.

[12] W. Huang, J. Zhou, C. Ren, F. Zhang, J. Tang, M. Omran & G. Chen, "Sintering behaviour and properties of zirconia ceramics prepared by pressureless sintering", Ceramics International, vol. 49, no. 16, pp. 27192–27200, 2023.

[13] X. Li, L. Zhang, Y. Dong, M. Qin, Z. Wei, Z. Que, J. Yang, X. Qu & J. Li, "Towards pressureless sintering of nanocrystalline tungsten", Acta Materialia, vol. 220, p. 117344, 2021.

چقرمگی شکست و مقاومت در برابر اکسیداسیون سرامیک بر پایه ZrB₂ به‌وسیله مهار کردن رشد دانه شود.

۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش اثر ZrC به‌عنوان تقویت‌کننده در مقادیر ۵ تا ۴۰ درصد وزنی بر خواص مکانیکی سرامیک ZrB₂-SiC_{n/m} (ترکیب پایه 77%VolZrB₂-20%SiC-3%Si₃N₄ است؛ در این ترکیب نسبت SiC_n به SiC_m برابر با ۳ است) در فرآیند تف‌جوشی بدون فشار موردبررسی قرار گرفت؛ نتایج نشان داد:

۱- افزودن ذرات ZrC با درصد وزنی ۲۵ و ۳۰ درصد، باعث افزایش دانسیته نسبی به ۹۷/۰۴ شد. همچنین افزایش درصد ZrC به بالای ۳۰ درصد باعث کاهش حداکثر دانسیته نسبی خواهد شد.

۲- با توجه به‌سختی بالای ZrC و همچنین کنترل رشد دانه توسط آن افزودن ذرات ZrC تا ۳۰ درصد وزنی سبب افزایش سختی شد و سختی از ۱۳/۰۱ به حداکثر ۱۶/۳ گیگاپاسکال افزایش یافت. در مقادیر بالای ۳۰ درصد اگرچه سختی بالاتر از نمونه بدون افزودنی است؛ اما به دلیل گسستگی ساختار و افزایش تخلخل‌های ظاهری باعث کاهش سختی از مقدار ماکزیمم خواهد شد.

۳- با توجه به تراکم بالاتر در نمونه ZSZ30 حرکت ترک در نمونه به‌سختی انجام پذیرفت؛ بنابراین چقرمگی نمونه از ۳/۰۹ به حداکثر ۴/۲۶ مگاپاسکال در جذر متر افزایش یافت.

۵- مراجع

[1] S. V. Ushakov & A. Navrotsky, "Experimental approaches to the thermodynamics of ceramics above 1500 °C", Journal of the American Ceramic Society, vol. 95, no. 5, pp. 1463–1482, 2012.

[2] Z. Wu, X. Liang, Z. Shao, H. Chen, J. Li & J. Wang, "Highly porous multicomponent (Hf1/3Ta1/3Nb1/3) C ultra-high temperature ceramic with low thermal conductivity", Materialia, vol. 18, p. 101158, 2021.

[3] E. Zhang, W. Zhang, T. Lv, J. Li, J. Dai, F. Zhang, Y. Zhao, J. Yang, W. Li & H. Zhang, "Insulating and robust ceramic nanorod aerogels with high-temperature resistance over 1400 °C",

- [24] J. Zhang & J. M. McMahon, "Temperature-dependent mechanical properties of ZrC and HfC from first principles", *Journal of Materials Science*, vol. 56, no. 6, pp. 4266–4279, 2021.
- [25] I. Forooghi & M. Mashhadi, "Pressureless Sintering & Mechanical & Thermal Properties of $ZrB_2-ZrC-SiC$ Nanocomposite", *Journal of Advanced Materials in Engineering (Esteghlal)*, vol. 39, no. 4, pp. 115–129, 2022.
- [26] M. Sarhangian & M. Mashhadi, "The Impact of Si_3N_4 Incorporation on the Mechanical Characteristics of ZrB_2-SiC Nanocomposite Sintered via Pressureless Method", *Heliyon*, 2024.
- [27] Z. Nasiri & M. Mashhadi, "Investigation on microstructure, mechanical properties and pressureless sintering behavior of ZrB_2-SiC nano/micron composites", 2018.
- [28] M. Vivekananthan, C. Ahilan, S. Sakthivelu & M. Saravanakumar, "A primary study of density and compressive strength of the silicon nitride and titanium nitride ceramic composite", *Materials Today: Proceedings*, vol. 33, pp. 2741–2745, 2020.
- [29] S. W. Hughes, "Measuring liquid density using Archimedes' principle", *Physics Education*, vol. 41, no. 5, p. 445, 2006.
- [30] L. Feng, W. G. Fahrenholtz & G. E. Hilmas, "Effect of ZrB_2 content on the densification, microstructure, and mechanical properties of $ZrC-SiC$ ceramics", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 40, no. 2, pp. 220–225, 2020.
- [31] S. Li, Y. Zhu, J. Chai, Y. Liu, L. Niu, X. Gao, P. Jin, T. Shen, M. Cui & Z. Wang, "Effects of ZrC content on the microstructure and mechanical property of ZrC/ZTA composites consolidated by hot pressing", *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 860, p. 158402, 2021.
- [32] V. Gropyanov & L. Bel'tyukova, "Sintering and recrystallization of $ZrC-ZrB_2$ compacts", *Soviet Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, vol. 7, pp. 527–533, 1968.
- [33] Z. Yu, X. Lv, S. Lai, L. Yang, W. Lei, X. Luan & R. Riedel, " $ZrC-ZrB_2-SiC$ ceramic nanocomposites derived from a novel single-source precursor with high ceramic yield", *Journal of Advanced Ceramics*, vol. 8, pp. 112–120, 2019.
- [34] S. Emami, E. Salahi, M. Zakeri & S. Tayebifard, "Effect of composition on spark plasma sintering of $ZrB_2-SiC-ZrC$ nanocomposite synthesized by MASPSyn", *Ceramics International*, vol. 43, no. 1, pp. 111–115, 2017.
- [14] A. Snyder, D. Quach, J. R. Groza, T. Fisher, S. Hodson & L. A. Stanciu, "Spark Plasma Sintering of $ZrB_2-SiC-ZrC$ ultra-high temperature ceramics at 1800 C", *Materials Science and Engineering: A*, vol. 528, no. 18, pp. 6079–6082, 2011.
- [15] T. G. Aguirre, C. L. Cramer, E. Cakmak, M. J. Lance & R. A. Lowden, "Processing and microstructure of ZrB_2-SiC composite prepared by reactive spark plasma sintering", *Results in Materials*, vol. 11, p. 100217, 2021.
- [16] F. Adibpur, S. A. Tayebifard, M. Zakeri & M. S. Asl, "Spark plasma sintering of quadruplet $ZrB_2-SiC-ZrC-Cf$ composites", *Ceramics International*, vol. 46, no. 1, pp. 156–164, 2020.
- [17] L. Silvestroni & D. Sciti, "Microstructure and properties of pressureless sintered ZrC -based materials", *Journal of Materials Research*, vol. 23, no. 7, pp. 1882–1889, 2008.
- [18] Z. Zhao, K. Li & W. Li, "Ablation behavior of $ZrC-SiC-ZrB_2$ and $ZrC-SiC$ inhibited carbon/carbon composites components under ultrahigh temperature conditions", *Corrosion Science*, vol. 189, p. 109598, 2021.
- [19] Y. Wang, G. Zhang & K. Chou, "Preparation and oxidation characteristics of $ZrC-ZrB_2$ composite powders with different proportions", *International journal of minerals, metallurgy and materials*, vol. 29, no. 3, pp. 521–528, 2022.
- [20] M. Tiwari, A. Singh & V. K. Singh, "The microstructural and mechanical behavior of in-situ synthesized ZrB_2-ZrC and $ZrB_2-SiC-ZrC$ composites: A comparative study", *Vacuum*, vol. 214, p. 112199, 2023.
- [21] E. W. Neuman, G. J. Harrington, G. E. Hilmas & W. G. Fahrenholtz, "Thermal conductivity of hot-pressed ZrB_2-ZrC ceramics", *Materialia*, vol. 26, p. 101638, 2022.
- [22] B. Ke, W. Ji, J. Zou, W. Wang & Z. Fu, "Densification mechanism, microstructure and mechanical properties of ZrC ceramics prepared by high-pressure spark plasma sintering", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 43(8), pp. 3053–3061, 2023.
- [23] K. Cui, H. Mao, Y. Zhang, J. Wang, H. Wang, T. Tan & T. Fu, "Microstructure, mechanical properties, and reinforcement mechanism of carbide toughened ZrC -based ultra-high temperature ceramics: A review", *Composite Interfaces*, vol. 29, no. 7, pp. 729–748, 2022.

[40] R. Harrison & W. Lee, "Processing and properties of ZrC, ZrN and ZrCN ceramics: a review", *Advances in Applied Ceramics*, vol. 115, no. 5, pp. 294–307, 2016.

[41] H. B. Ma, G. J. Zhang, H. L. Liu, J. X. Liu, Y. Lu & F. F. Xu, "Effect of WC or ZrC addition on thermal residual stresses in ZrB₂SiC ceramics", *Materials & Design*, vol. 110, pp. 340–345, 2016.

[42] G. A. Gogotsi, "Fracture toughness of ceramics and ceramic composites", *Ceramics international*, vol. 29, no. 7, pp. 777–784, 2003.

[43] K. Matsui, K. Hosoi, B. Feng, H. Yoshida & Y. Ikuhara, "Ultrahigh toughness zirconia ceramics", *Proceedings of the National Academy of Sciences*, vol. 120, no. 27, p. e2304498120, 2023.

۶- پی نوشت

[1] Ultra High Temperature Ceramics

[2] Snyder et al

[3] Silvestron et al

[4] Gropyzanov

[5] Image j

[6] Gropyzanov

[35] B. Ke, J. Zou, W. Wang, W. Ji & Z. Fu, "Fabrication and improved properties of ZrC-SiC-ZrB₂ ceramics by ultra-high pressure sintering", *Journal of the European Ceramic Society*, 2024.

[36] H. L. Liu, G. J. Zhang, J. X. Liu & H. Wu, "Synergetic roles of ZrC and SiC in ternary ZrB₂-SiC-ZrC ceramics", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 35, no. 16, pp. 4389–4397, 2015.

[37] A. Rezapour & Z. Balak, "Fracture toughness and hardness investigation in ZrB₂-SiC-ZrC composite", *Materials Chemistry and Physics*, vol. 241, p. 122284, 2020.

[38] Q. Y. Liu, S. K. Sun, L. Y. Zeng, Y. You, W. M. Guo, L. X. Wu & H. T. Lin, "Improvement of sinterability and mechanical properties of ZrB₂ ceramics by the modified borothermal reduction methods", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 40, no. 12, pp. 3844–3850, 2020.

[39] S. N. Katea, L. Riekehr & G. Westin, "Synthesis of nano-phase ZrC by carbothermal reduction using a ZrO₂-carbon nano-composite", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 41, no. 1, pp. 62–72, 2021.