

تاثیر نوع و فشار اتمسفر محیط بر ویژگی‌های سنتز پودر نانوساختار ZrB_2-ZrC به روش MASHS با کاربرد حفاظت حرارتی در صنایع هوا-فضا

فرهاد ادیب پور، محمد ذاکری، سید علی طیبی فرد*

کارشناسی ارشد، پژوهشگاه مواد و انرژی

استادیار، پژوهشگاه مواد و انرژی

تاریخ ثبت اولیه: ۹۲/۴/۳۰، تاریخ دریافت نسخه اصلاح شده: ۹۲/۹/۲۳، تاریخ پذیرش قطعی: ۹۲/۱۰/۲۲

چکیده از جمله روشهای نوینی که در دهه های اخیر برای سنتز ترکیبات و کامپوزیت های مواد پیشرفته مهندسی بطور روز افزون مورد کاربرد قرار می گیرد، سنتز احتراقی خود گستر فعال شده به روش مکانیکی یا MASHS می باشد. در پژوهش حاضر تاثیر نوع و فشار اتمسفر محیط احتراق بر ویژگی های سنتز کامپوزیت نانوساختار متشکل از زیرکینیم دی بوراید تقویت شده با کاربرد زیرکینیم که کاربرد موثر و مهمی در صنعت هوا-فضا به عنوان محافظ حرارتی برای پرنده های مافوق صوت و موشک هایی که بطور مجدد به اتمسفر وارد می شوند دارد، بررسی شد. پودر مواد اولیه مطابق با معادله شیمیایی $2ZrO_2+B_2O_3+C+7Mg=ZrB_2+ZrC+7MgO$ با رعایت نسبت های استوکیومتری مخلوط شدند و به کمک آسیای مکانیکی برای مدت ده ساعت به روش مکانیکی فعال گردیدند. سپس تاثیر نوع و محیط های انجام فرآیند سنتز از جمله محیط های خلا نسبی، فشار اتمسفری و فشارهای بالاتر از فشار اتمسفری بر روی واکنش احتراقی و فازهای سنتز شده مورد مطالعه قرار گرفت. بررسی الگوهای XRD نشان داد که با تغییر محیط احتراق از خلاء به گاز آرگون با فشار بالا، فرآیند سنتز قابل کنترل تر و به تبع آن فازهای دلخواه نانوکامپوزیت مورد نظر سنتز شد.

(یک خط فاصله اندازه ۶)

کلمات کلیدی: زیرکونیم دی بوراید، زیرکونیم کارباید، MASHS، هوا-فضا.

Influence of Type and Pressure of Synthesis Environment on ZrB_2-ZrC Nano-Structured Powder Characteristics Synthesized by MASHS as a Heat Protective Shield in Aerospace Applications

F. Adibpur, M. Zakeri, S.A. Tayebifard

Semi-conductors Department, Materials & Energy Research Center

Abstract Mechanical Activation Assisted Self-Propagating High-Temperature Synthesis (MASHS), as an advanced method in early decades is used for synthesis of advanced engineering compounds and composites. In this research influence of type and pressure of combustion environment on synthesis of nano-structured composite characteristics included reinforced ZrB_2 field by ZrC which has effective and important applications as a heat protective shield in supersonic and re-entry vehicles industry was studied. Raw materials powder were mixed stoichiometrically according to $2ZrO_2+B_2O_3+C+7Mg=ZrB_2+ZrC+7MgO$ chemical equation and activated for 10 hours by a ball mill machinery. Used environments for this study were vacuumed, continuous flow of Argon inert gas and pressurized argon atmosphere reactor chambers. Studies revealed that by changing the tack from vacuum to continuous flow of Argon and then to pressurized Argon, the process became more and more controllable and because of this, arbitrary phases of our own accord nano-composite were synthesized.

Keywords: Zirconium Di-boride, Zirconium Carbide, MASHS, Aerospace

*عهده دار مکاتبات

نشانی: کرج، مشکین دشت، پژوهشگاه مواد و انرژی

تلفن: - دورنگار: - پیام نگار: a_tayebifard@yahoo.com

۱- مقدمه

مهندسين هوا- فضا با انواع مختلفی از چالش‌های حفاظت حرارتی به هنگام طراحی یک وسیله پرنده با سرعت های بسیار بالا مواجه می‌شوند، چراکه به هنگام خروج از جو و ورود مجدد آن با اصطکاک شدیدی از جانب عناصر، ترکیبات و مواد موجود در اتمسفر مواجه می‌شوند. بدون اعمال حفاظت حرارتی صحیح اصطکاک ایجاد شده باعث انهدام کامل فضاپیما می‌شود. جهت جلوگیری از بروز چنین رخدادی از مواد و ترکیبات محافظ مخصوصی بصورت روکش، فوم و کاشی بصورت سنگفرش بر روی جداره فضا پیما استفاده می‌شود. برخی از این مواد بصورت عایق از عبور حرارت جلوگیری کرده و برخی دیگر حرارت را جذب کرده و آن را بصورت تشعشع به فضا منعکس می‌نمایند. راه دیگر محافظت در برابر حرارت استفاده از مواد فدا شونده می‌باشد. این مواد حرارت را جذب کرده و بتدریج می‌سوزند و بدین ترتیب خاصیت تخریبی بالقوه حرارت را مستهلک می‌نمایند. اینگونه مواد نه حرارت را جذب می‌نمایند و نه بصورت تشعشع آن را دفع می‌نمایند بلکه وقتی تا حد معینی داغ می‌شوند با مواد در تماس با آنها وارد واکنش شده و خود به جهت ایجاد محافظت از فضا پیما تخریب می‌گردند. در کاربرد اینگونه مواد علاوه بر خواص و نحوه عملکرد اشاره شده، پارامتر وزن را نیز نایستی از نظر دور داشت [۱].

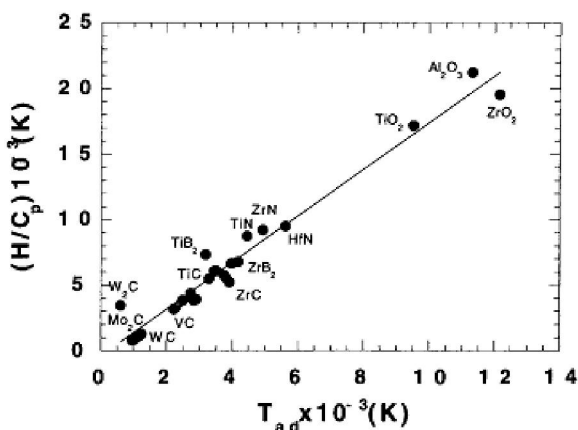
دی‌بوراید زیرکینیم (ZrB_2)، بورید مربوط به عناصر واسطه گروه IVB می‌باشد که در مجموعه مواد سرامیکی پیشرفته مقاوم در دمای بالا طبقه بندی می‌گردد. با توجه به دارا بودن نقطه ذوب بالا، سختی بالا، مدول الاستیسیته بالا، هدایت الکتریکی و حرارتی خوب و مقاومت به شوک حرارتی عالی، ZrB_2 دارای پتانسیل مناسب برای کاندید شدن به جهت کاربرد به عنوان ماده‌ای با کارایی بالا می‌باشد. علاوه بر آن دارای مقاومت به اکسیداسیون زیاد در درجه حرارت‌های بالا بوده و مقاومت شیمیایی عالی در برابر HF, HCl, کربولیت، سرباره های غیر بازی و فلزات مذاب (Al, Cu, Cd, Fe, Pb Mg, Zn) می‌باشد. با توجه به این خواص، از استحکام و سختی بالا، تافنس مناسب، قابلیت تبخیر پایین، پایداری شیمیایی، هدایت حرارتی و الکتریکی خوب، می‌باشد

ZrB_2 در سیستم‌های حفاظت حرارتی برای پرنده های مافوق صوت، موشک‌هایی که مجدداً به اتمسفر وارد می‌شوند و در دیگر مواردی که در دمای بالا کاربرد دارند نظیر ظروف تبخیر، بوتله های حمل فلزات مذاب، غلاف ترموکوپل‌ها و محافظ حسگرهای حرارتی، قطعات مقاوم به سایش، نازل‌ها، سپرها، ابزارهای برشی و به عنوان کاتد برای فرآیند الکتروشیمیایی آلومینیوم استفاده می‌شود. همچنین از آن بصورت پخش شده در زمینه فلزات و کامپوزیت های سرامیکی به جهت بهبود خواص مکانیکی استفاده می‌گردد. برای تولید پودر ZrB_2 از تکنیک هایی نظیر الکترولیز نمک مذاب، احیای کربوترمیک و بوروترمیک، سنتز احتراقی از فاز گازی، فرآیند انحلال فازی و سنتز احتراقی خودگستر (SHS) استفاده شده است [۲].

کاربرد زیرکینیم (ZrC) یک سرامیک با کاربرد در دمای بالا (UHTC) می‌باشد که دارای خواص فوق‌العاده ای نظیر نقطه ذوب بالا، سختی بالا، مقاومت به شوک حرارتی خوب، هدایت حرارتی و الکتریکی بالا، نرخ تبخیر پایین، پایداری در حالت فاز جامد و شفافیت در برابر نوترون می‌باشد [۲ و ۳]. در برخی از منابع این ترکیب را به عنوان یک هاردمتال می‌شناسند [۴]. متفاوت از ZrB_2 , ZrC دارای پتانسیل‌های استفاده در ساخت آرایه های انتشار میدانی، پوشش‌های نفوذ کننده در ذرات UO_2 در صنعت هسته ای، تولید الکترودها، فیلامان‌ها، قطعات دیرگداز و غلاف های محافظت کننده از فلزات موجود در ترموکوپل‌ها می‌باشد [۲].

می‌توان انتظار داشت با استفاده از سرامیک‌های تشکیل شده از ZrB_2 و ZrC بصورت کامپوزیت، پتانسیل های خوبی برای کاربردهایی به جهت ساخت ساختارهای مقاوم به حرارت بدست آورد. به خاطر بدست آوردن خواص مکانیکی بهبود یافته، تهیه پودر سرامیکی ZrB_2 -ZrC با ساختاری ظریف و هموزن به عنوان پیش ماده ساخت کامپوزیت های حاصله از این پودر، از اهمیت ویژه ای برخوردار می‌باشد [۲]. کامپوزیت‌های ZrB_2 -ZrC دارای خواص منحصر بفردی از جمله درجه حرارت‌های بالای ذوب فوق العاده زیاد، که بنابر خواص مذکور، این کامپوزیت کاندید مناسبی برای اجزاء سازنده ساختارهای مقاوم به دماهای بالا، اجزاء مقاوم به

بالا بردن درجه حرارت مواد واکنش دهنده بعدی شود بگونه‌ای که این مواد به دمایی برسند که برای شروع واکنش در آنها کافی باشد. این دما را درجه حرارت احتراق می‌نامند [۸]. تحت شرایط ایده‌آل (آدیاباتیک) حداکثر درجه حرارت در ناحیه احتراق، درجه حرارت آدیاباتیک احتراق یا همان T_{ad} می‌باشد. برای اکثر مواد مهم دیرگداز (شامل بسیاری از مواد سخت) T_{ad} بالا می‌باشد، که در بعضی از موارد این درجه حرارت بالای 4000K است. موارد دیگر که برای فرآیند SHS ایجاد محدوده می‌نماید عبارتست از رابطه بین نسبت انتالپی به ظرفیت گرمایی، $(H/C_p)_{298}$ و درجه حرارت آدیاباتیک (T_{ad}) [۸]. این رابطه برای برخی از ترکیبات سرمایی بصورت گراف در شکل (۱) آورده شده است. این حد مناسب برای انجام فرآیند SHS بصورت خود انتشاری برای موادی که $T_{ad} \leq T_m$ می‌تواند بصورت $2000\text{K} \leq (H/C_p)_{298}$ بیان شود. یعنی با شرط کوچکتر بودن دمای آدیاباتیک از دمای ذوب محصول، چنانچه نسبت گرمای تشکیل محصول به ظرفیت گرمایی آن در 298K کوچکتر از 2000K باشد، مود خود انتشاری وجود نداشته و بایستی از منبع گرمای بیرونی نظیر پیش گرمایش یا آون شیمیایی که همان مخلوط راکتانت با گرمایی شدید می‌باشد استفاده شود [۹]. در برخی از مطالعات شرط لازم برای انجام فرآیند SHS را گرمای بالای تولید شده ناشی از انجام واکنش ذکر می‌نمایند که می‌بایست حداقل $H=40\text{Kcal/mol}$ یا $H=168\text{KJ/mol}$ باشد. [۱۰].



شکل ۱. نسبت گرمای تشکیل محصول به ظرفیت گرمایی آن در 298K برابر دمای آدیاباتیک (برای موادی که $T_{ad} \leq T_m$) [۸]

سایش و مقاوم در محیط های خورنده شده است [۳و۶]. برای تهیه این کامپوزیت از روش های متعددی همچون فرآیند پرس داغ (HP)، سینتر تحت جرقه پلاسمایی (SPS)، پرس داغ واکنشی (RHP) و سینتر بدون اعمال فشار (PS) استفاده شده است [۵ و ۶].

از بین مزایای زیاد فرآیند سنتز احتراقی خودگستر فعال سازی شده به روش مکانیکی یا MASHS، شاخص ترین آنها استفاده از این فرآیند در سنتز مواد دیرگداز می‌باشد. از دیگر مزایای این روش می‌توان به مواردی چون راندمان بالای انرژی، تمایل فرآیند به تولید محصولات با خلوص بالا، و مناسب بودن آن برای سنتز مواد تک فازی یا کامپوزیتی و متراکم سازی آنها بطور هم‌زمان اشاره نمود. در سالهای اخیر بهره برداری از فرآیند MASHS به جهت ساخت مواد سخت و یا دیگر مواد، با تنوعی از روشهای تجربی و اصلاحات انجام گرفته بر روی این فرآیند نظیر اصلاحات شیمیایی، حرارتی، مکانیکی و فعال سازی الکترومغناطیسی گسترش یافته است. بر همین اساس از دیگر انواع فرآیندهای مشابه با فرآیند MASHS می‌توان به سنتز دما بالای خودگستر همراه با فعال سازی الکتریکی (FASHS)، سنتز دما بالای خودگستر همراه با فعال سازی شیمیایی (CASHS)، و سنتز دما بالای خودگستر همراه با پیش گرمایش (TASHS) اشاره نمود [۷].

فرآیند MASHS از دو بخش عمده فعال سازی مکانیکی (MA) و سنتز خود گستر احتراقی (SHS) تشکیل شده است. در مرحله فعال سازی مکانیکی بطور عمده از انواع آسیاها میتوان بهره گرفت که در تحقیق حاضر آسیای استفاده شده از نوع گلوله ای می‌باشد. در این آسیا پارامترهای نسبت گلوله به پودر (BPR)، زمان آسیا، سرعت دوران آسیا، حجم ظرف محتوی پودر و گلوله، اندازه و تعداد گلوله ها و همچنین جنس آنها از مهمترین پارامترها می‌باشند. همچنین فرآیند SHS بر تمایل ذاتی واکنشهای به شدت گرمازا استوار است که بر اساس آن پس از شروع واکنش با ورود انرژی مختصر به مواد اولیه، واکنش در جهت مصرف مواد اولیه و تولید محصول بخودی خود ادامه می‌یابد. لازمه وقوع چنین پدیده‌ای آن است که بخشی از گرمای ایجاد شده توسط واکنش شیمیایی صرف

به جهت ایجاد شرایطی مناسب جهت حذف حضور احتمالی اکسیژن و خروج گازهای محبوس در نمونه، نمونه اول درون محفظه راکتور و تحت خلاء نسبی $1/5 \times 10^{-1}$ torr به حالت انفجاری سنتز گردید (شکل ۲).



شکل ۲. شکل ظاهری محصول سنتز شده در کوره (تحت خلاء نسبی $1/5 \times 10^{-1}$ torr)

در اینجا منشاء ایجاد حرارت برای تامین انرژی اکتیواسیون به جهت شروع فرآیند فیلامان تنگستنی با ولتاژ ۱۵۰ ولت بود. پودر حاصل از فرآیند سنتز مورد آنالیز XRD قرارگرفت و همانطور که در شکل (۳) می‌توان ملاحظه نمود، پیک‌های ZrB_2 مشهود بوده ولی اثری از پیک‌های ZrC مشاهده نمی‌گردد.

عدم وجود پیک‌های مربوط به کاربید زیرکنیم را اینگونه می‌توان توجیه نمود که به علت وجود شرایط خلاء و فشار بخار بالای عنصر منیزیم بویژه در دماهای بالای فرآیند سنتز، بخشی از فلز منیزیم بعنوان احیاء کننده بصورت بخار از محیط واکنش خارج شده و باقیمانده آن صرف احیاء اکسید زیرکنیم و اکسید بور گردیده است. اما از آنجا که به لحاظ ترمودینامیکی تشکیل ZrB_2 مقدم بر تشکیل ZrC می‌باشد (شکل ۴) و این ترکیب از پایداری بالاتری نسبت به کاربید زیرکنیم برخوردار است، محصولات بدست آمده از مرحله احیاء فرآیند صرف بوجود آمدن ترکیب دی‌بوراید زیرکنیم شده اند و اثر قابل تشخیصی به توسط دستگاه برای نشان دادن حضور ZrC ملاحظه نمی‌گردد ولی همچنان وجود اکسیدهای منیزیم و زیرکنیم بصورت ترکیبی ملاحظه می‌شوند.

تحقیقات انجام شده توسط دیگر محققان از مواد اولیه گران‌قیمت عنصری استفاده شده است با توزیع اندازه بلورک از نانومتر تا میکرومتر [۶ و ۲] در صورتیکه در تحقیق حاضر استفاده از مواد اولیه ارزان قیمت اکسیدی و دستیابی به فازهای مشابه و نانو ساختار مد نظر می‌باشد.

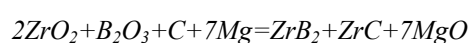
۲- نحوه آزمایش

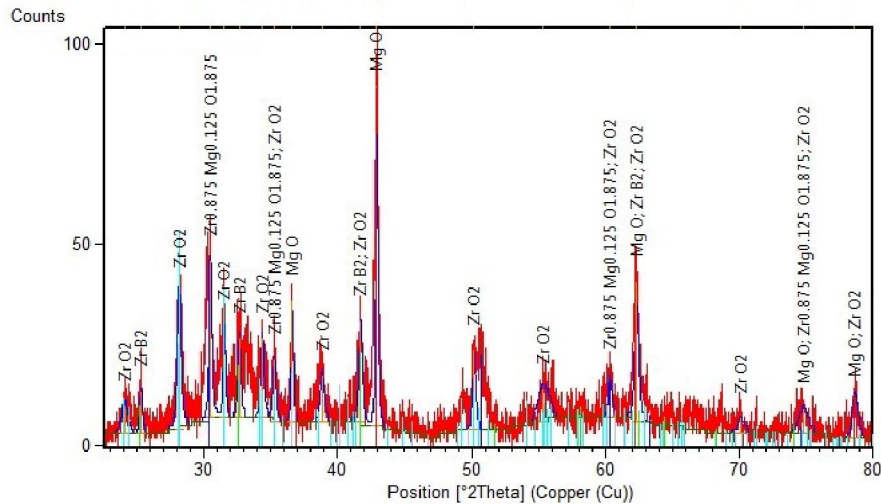
به جهت انجام این تحقیق از پودرهای اکسید زیرکنیم ساخت شرکت SIGMA-Aldrich، اکسید بور آزمایشگاهی ساخت شرکت SDFCL، گرافیت ساخت شرکت MERCK و پودر منیزیم آزمایشگاهی بعنوان ماده اولیه استفاده شده است. جهت فعال سازی مکانیکی از یک آسیای گلوله‌ای با زمان آسیای ۱۰ ساعت، نسبت گلوله به پودر ۵/۱ و سرعت دورانی ۲۵۰ دور بر دقیقه استفاده شد. نمونه‌های فشرده شده خام از مخلوط پودرهای تهیه شده درون قالب فولادی سمبه- ماتریسی به کمک پرس یک طرفه، تحت فشار 300 MPa پرس شده و نمونه‌هایی استوانه‌ای شکلی با ابعاد تقریب ۱۰ میلیمتر قطر و ارتفاع ۶ میلیمتر بدست آمد. نمونه‌های بدست آمده جهت انجام فرآیند سنتز درون راکتور حرارتی با منشاء حرارتی تشعشعی و اتمسفر مطلوب این تحقیق قرار داده شدند. نمونه‌های خارج شده از محیط واکنش توسط دستگاه تفرق اشعه ایکس فیلپس مدل PW3710 با ولتاژ 40kV و جریان 30mA، مجهز به تیوب آند کبالتی ($\lambda=1.789010^\circ \text{A}$)، $\text{Step Size}=0.02$ ، $(\text{Time/Step})=0.55$ تحت تابش اشعه ایکس قرار گرفتند. جهت تهیه تصویر از دانه بندی محصول بدست آمده از میکروسکپ الکترونی روبشی (SEM) استفاده گردید.

۳- نتایج و بحث

برای انجام فرآیند سنتز نمونه تهیه شده از رابطه شیمیایی (۱) درون راکتور، نمونه پرس شده از پودر حاصل از انجام ۱۰ ساعت فرآیند آسیا درون محفظه راکتور با منشاء تامین حرارت تشعشعی قرارداد شد.

(معادله ۱)

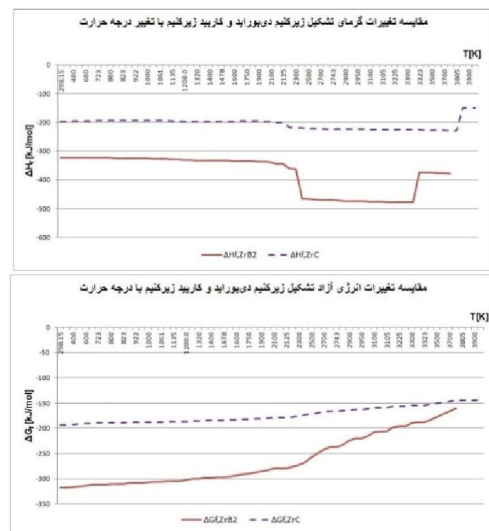




شکل ۳. نمودار XRD نمونه سنتز شده درون راکتور تحت خلاء نسبی 10^{-1} torr [۱۱].

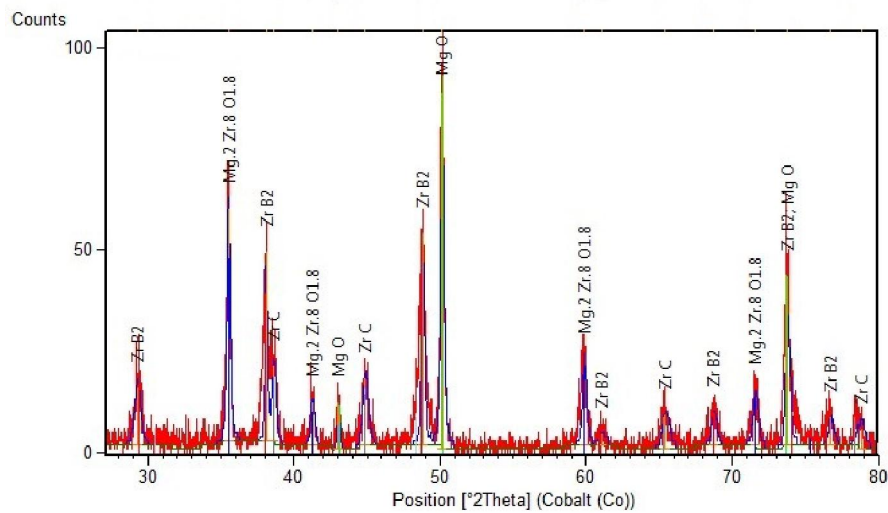
همانطور که در گراف مربوطه می‌توان ملاحظه نمود پیک های مربوط به تشکیل ZrC و ZrB_2 قابل تشخیص بوده و در کنار این پیک ها، پیک های مربوط به ترکیب اکسید منیزیم و ترکیب اکسیدی شامل عناصر منیزیم و زیرکونیم با شدتی قابل ملاحظه قابل مشاهده می‌باشد که بدان مفهوم است که بخشی از مواد اولیه در حین سنتز هنوز بصورت اکسیدی باقی مانده و انرژی لازم برای تبدیل به محصولات مورد نظر را دریافت ننموده اند. در نمونه سوم به جهت جلوگیری از انفجار نمونه حین سنتز که بخشی از آن ناشی از تبخیر سریع و با فشار بخار نسبتاً بالای منیزیم و اکسید بور در شرایط سنتز می‌باشد و همچنین به جهت انجام کاملتر فرآیند سنتز، نمونه درون راکتور و تحت فشار نسبی $1/5$ بار مثبت گاز آرگون سنتز گردید.

همانطور که در شکل (۶) می‌توان ملاحظه نمود، این بار نمونه منفجر نشده و بصورت بالک سنتز گردیده است.



شکل ۴. مقایسه نمودارهای تغییرات گرمای تشکیل و انرژی آزاد تشکیل ZrC و ZrB_2 نسبت به تغییرات درجه حرارت [۱۲].

نمونه دوم درون راکتور و تحت جریان گاز آرگون سنتز گردید. مجدداً محصول بدست آمده بصورت پودر از درون محفظه راکتور جمع آوری شده و مورد آنالیز XRD قرار گرفت (شکل ۵).

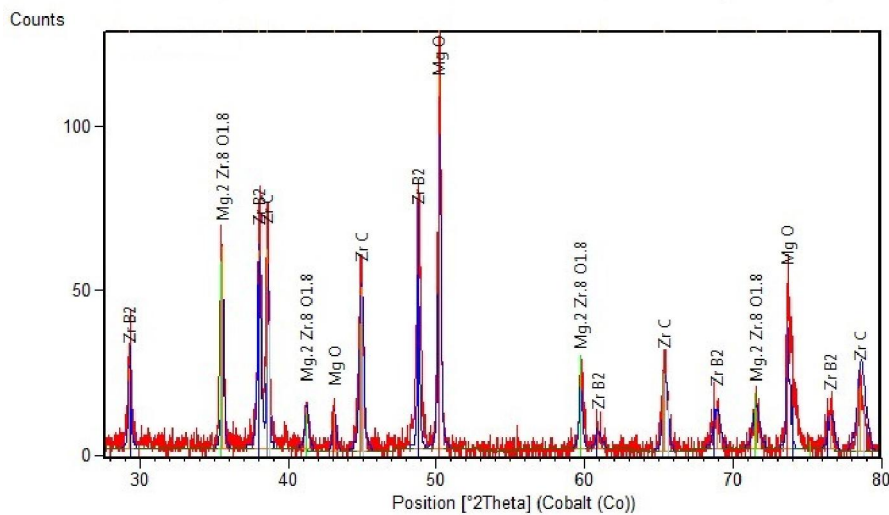


شکل ۵. نمودار XRD نمونه سنتز شده درون راکتور تحت جریان گاز آرگون [۱۱].

محصول این واکنش تحت آنالیز XRD قرارگرفت (شکل ۷). همانطور که ملاحظه می‌شود این بار هر دو پیک ZrC و ZrB_2 با شدت‌هایی قابل ملاحظه مشاهده می‌شوند، اما هنوز پیک‌های اکسیدی منیزیم و زیرکینیم در مقایسه با محصولات مطلوب بوجود آمده مشهود می‌باشند.



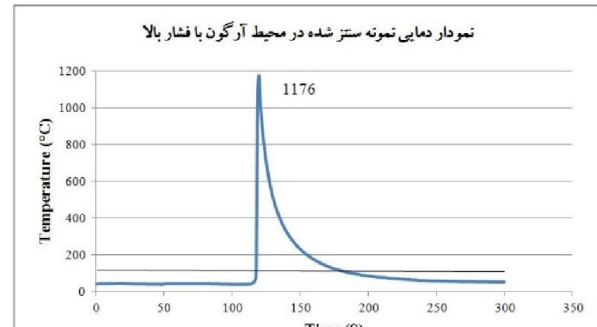
شکل ۶. شکل ظاهری محصول سنتز شده در راکتور (در محیط گاز آرگون با فشار نسبی ۱/۵ بار مثبت، ابعاد تقریبی: D:12mm, h:10mm)



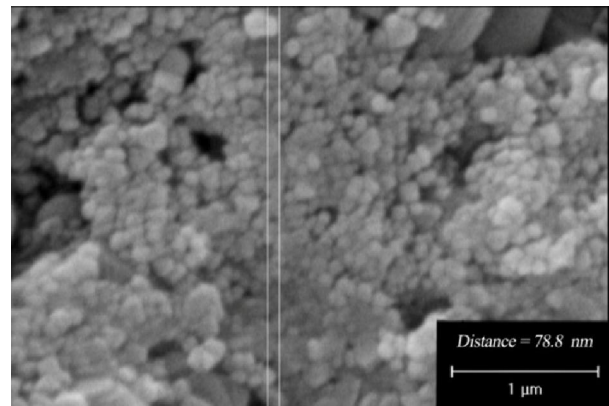
شکل ۷. نمودار XRD نمونه سنتز شده درون راکتور تحت فشار نسبی ۱/۵ بار مثبت گاز آرگون [۱۱].

مراجع

- 1- Nick Haddad, Harold McWilliams, Paul Wagoner, NASA Engineering Design Challenges, Thermal Protection Systems, EP-2008-09-122-MSFC
- 2- Duygu A˘gao˘gulları*, Hasan Gökç,e, İsmail Duman, M. Lütfi Övec,o˘glu, Characterization investigations of ZrB₂/ZrC ceramic powders synthesized by mechanical alloying of elemental Zr, B and C blends, Journal of the European Ceramic Society 32 (2012) 1447-1455, ELSEVIER
- 3- H. O. PIERSON, in "Handbook of Refractory Carbides and Nitrides: Properties, Characteristics, Processing, and Applications" (Noyes Publication, New Jersey). (1996).
- ۴- فرهاد گلستانی فرد، درس سرامیک‌های مهندسی غیر اکسیدی، دوره کارشناسی ارشد سرامیک، پژوهشگاه مواد و انرژی، ۱۳۷۴
- 5- Shouming Zhang, Song Wang, Wei Li, Yulin Zhu, Zhaohui Chen, Mechanical properties of the low-temperature reactive melt infiltrated ZrB₂-ZrC based composites, Materials Letters 78 (2012) 81-84, ELSEVIER.
- 6- Takeshi Tsuchida*, Satoshi Yamamoto, MA-SHS and SPS of ZrB₂-ZrC composites, Solid State Ionics 172 (2004) 215-216, ELSEVIER.
- 7- P. Mossino, Some aspects in self-propagating high-temperature synthesis, Ceramics International 30 (2004) 311-332, ELSEVIER.
- 8- Ralf Riedel, Handbook of Ceramic Hard Materials, WILEY-VCH Verlag GmbH, D-69469 Weinheim (Federal Republic of Germany). (2000) ISBN 3-527-29912-6.
- 9- S. A. TAYYEBI-FARD, An Investigation of Parameters Affecting Self- Propagating High-Temperature Synthesis (SHS) of MoSi₂, A thesis submitted for the degree of Msc in Materials Engineering (Ceramics). Feb. 1999.
- 10- A. Varma, A. S. Rogachev, A. S. Muksayan, S. Hwang, Composition Synthesis of Advanced Materials: Principal and Application, Advances in Chemical Engineering. 24 (1998) 79-226
- 11- X'Pert HighScore Plus, Version: 2.2b (2.2.2) Date: 01-11-2006, Produced by: PANalytical B.V. Alamo, The Netherlands.
- 12- Ihsan Barin, Thermochemical Data of Pure Substances, VCH Verlagsgesellschaft mbH. D-69451 Weinheim (Federal Republic of Germany) (1995) ISBN 3-527-28745-0.



شکل ۸. نمودار دمایی ثبت شده برای نمونه سنتز شده در راکتور تحت گاز آرگون با فشار ۱/۵ بار مثبت.



شکل ۹. مرفولوژی دانه بندی نانوکامپوزیت سنتز شده تحت اتمسفر گاز آرگون با فشار ۱/۵ بار مثبت.

در بررسی مرفولوژی کامپوزیت بدست آمده از این فرآیند به کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) با بزرگنمایی های بالا مشخص شد که دانه های کامپوزیت سنتز شده دارای ابعادی نانومتری می باشند. به علت آنکه اختلاف بین نقاط ذوب محصولات مطلوب (3420°C برای ZrC و 3245°C برای ZrB₂) و حداکثر دمای احتراق که 1176°C ثبت شده است (شکل ۸)، نسبتاً زیاد می باشد احتمال رشد ذرات در این دما و زمان بسیار اندک فرآیند سنتز خیلی کم بوده و حضور ذرات نانومتری در نمونه بوضوح مشهود می باشد (شکل ۹). اندازه بلورک های ZrC و ZrB₂ اندازه گیری شده به کمک روش شرر بترتیب در حدود $62/5\text{nm}$ و $73/2\text{nm}$ بود.