

بررسی تأثیر مقدار و منبع کربن بر سنتز نانوساختار Ti_2AlC به روش سنتز خود احتراقی دما بالا

آزاده کریمی*^۱، حمیدرضا بهاروندی^۲، حسین عبدی زاده^۳
(تاریخ دریافت: ۹۴/۰۸/۲۷، ش.ص ۵۷-۶۸، تاریخ پذیرش: ۹۵/۰۶/۲۷)

چکیده

در این پژوهش کاربرد سه گانه Ti_2AlC با استفاده از مخلوط پودرهای Ti ، Al و C به روش سنتز خود احتراقی دما بالا تولید گردید. به منظور بررسی تأثیر متغیرهای درصد مولی و نوع منبع کربن در میزان سنتز نانوساختار Ti_2AlC از دو ترکیب $2Ti:2Al:1C$ و $2Ti:2Al:0.5C$ و از سه منبع کربن گرافیت، کربن فعال و کربن سیاه استفاده شد. پس از آن که پودرها با نسبت های مورد نظر مخلوط شدند، تحت فرایند SHS قرار گرفتند. در ادامه به منظور بررسی ترکیب فازی و مشاهده ریزساختار آنالیز پراش اشعه X و میکروسکوپ الکترونی روبشی مورد استفاده قرار گرفت. در نهایت مشخص شد که بیشترین مقدار Ti_2AlC سنتز شده معادل ۷۴٪ وزنی محصولات، مربوط به نمونه‌ای با ترکیب $2Ti:2Al:0.5C$ است که در آن از کربن فعال برای تأمین کربن استفاده شده است. همچنین مشاهده شد که با افزایش کربن از ۰/۵ به ۱ درصد مولی در مواد اولیه، درصد وزنی مکس فاز Ti_2AlC در محصولات واکنش به شدت کاهش می‌یابد.

واژه های کلیدی: مکس فاز، Ti_2AlC ، سنتز خود احتراقی دما بالا، منبع کربن.

^۱ - دانشجوی کارشناسی ارشد مهندسی مواد، دانشگاه آزاد اسلامی واحد تهران جنوب، تهران، ایران

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

^۳ - استاد، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، دانشگاه تهران، ایران

* - azadehkarimi87@yahoo.com

پیشگفتار

تحقیقات انجام شده از سال ۱۹۹۰ نشان می‌دهد، رفتارهای دوگانه فلز-سرامیک مواد جدیدی به نام مکس فاز^۱ بسیار حیرت انگیز است [۱]. به گونه ای که از یک سو رفتارهای فلزی نظیر رسانایی گرما، رسانایی الکتریکی، تغییر فرم در دماهای بالا، سفتی بالا و قابلیت‌های ماشین کاری را از خود بروز داده و از سوی دیگر مانند سرامیک‌ها دارای خواصی مانند مقاومت به شوک حرارتی، دیرگدازی، مقاومت در برابر اکسیداسیون و ضریب انبساط حرارتی پایین هستند [۲-۵].

این ترکیبات با فرمول کلی $M_{n+1}AX_n$ نمایش داده می‌شوند و با توجه به مقدار n به سه دسته ۲۱۱، ۳۱۲ و ۴۱۳ تقسیم می‌شوند. در این فرمول M معرف فلزات انتقالی شامل Sc, Ti, V, Cr, Zr, Nb, Mo, Hf و Ta است. A نشان دهنده‌ی عناصر گروه های ۱۲ الی ۱۶ جدول تناوبی شامل Al, Si, P, S, Ca, Ga, Ge, As, Cd, In, Sn, Pb و Tl بوده و حرف X معرف دو عنصر کربن و یا نیتروژن است [۳، ۶، ۷]. در سال‌های اخیر مکس فاز Ti_2AlC به دلیل داشتن چگالی پایین ($4/11 \text{ g/cm}^3$) و همچنین هزینه تولید کم، بیش از سایر مکس فازها مورد توجه قرار گرفته است [۲، ۸]. خواص مکانیکی مناسب از دیگر دلایلی است که موجب جلب توجه دانشمندان به این ماده شده است که از آن جمله می‌توان به استحکام فشاری 670 MPa ، استحکام خمشی 384 MPa ، تافنس شکست $7 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ، سختی $4/2-5/7 \text{ GPa}$ و مدول الاستیک 277 GPa در دمای اتاق اشاره کرد [۹، ۱۰].

به منظور سنتز این ساختار نانولایه تاکنون از روش‌های مختلفی استفاده شده است. از جمله این روش‌ها می‌توان به زینتر جرقه پلاسما [۱۱-۱۳]، انفجار حرارتی [۱۴]، آلیاژسازی مکانیکی - پرس گرم [۱۵]، پرس ایزواستاتیک گرم [۱۶] و روش سنتز خود احتراقی دما بالا (SHS^2) [۱۷-۱۹] اشاره نمود. در بین تمامی این روش‌ها، روش SHS به دلیل بازدهی بالای انرژی، سرعت انجام واکنش،

ابزارآلات ساده و نسبتاً ارزان و همچنین توانایی فراهم کردن دماهای بالا که برای سنتز مواد دارای نقطه ذوب بالا مورد نیاز است، به یک شیوه کارآمد برای سنتز فازهای مکس تبدیل شده است [۱۷، ۲۰-۲۲]. این روش برای تولید موادی که واکنش تشکیل آن‌ها گرمازا است، قابل انجام است. مکانیزم فرایند SHS بدین صورت است که در ابتدا نمونه تحت گرمایش نقطه‌ای قرار می‌گیرد. این گرمایش انرژی اولیه لازم برای انجام واکنش را فراهم می‌کند. پس از انجام واکنش گرمای حاصل از آن به نقاط اطراف منتقل شده و بدین ترتیب در نقاط مجاور نیز واکنش اتفاق می‌افتد. با ادامه این روند موج حاصل از واکنش‌های گرمازا سطح نمونه را جاروب کرده و باعث انجام واکنش در تمامی سطح می‌شود [۲۱، ۲۳].

در این بین هاشیموتو^۳ و همکارانش [۱۷] از این روش برای سنتز Ti_2AlC استفاده کرده‌اند. آن‌ها ترکیب $2\text{Ti}:1\text{Al}:1\text{C}$ و منبع کربن سیاه را برای تولید این ماده انتخاب نموده‌اند و توانستند Ti_2AlC حاوی مقدار کمی TiC را سنتز نمایند. کلابی^۴ و همکارانش [۱۸] نیز از مخلوط اولیه Ti, TiAl و گرافیت با ترکیب $1/2\text{TiAl}/\text{Ti}/\text{C}$ برای سنتز Ti_2AlC به روش SHS استفاده نموده‌اند. این محققان گزارش نموده‌اند که نمونه‌ای حاوی ۹۵٪ از مکس فاز Ti_2AlC سنتز شده است. تحقیقات هندای^۵ و همکارانش [۲۴] نیز که با انجام فرایند SHS روی مخلوط پودرهای Ti, Al و C و ترکیب $2\text{Ti}:1\text{Al}:1\text{C}$ انجام شده است، وجود مقدار اندکی TiC در نمونه‌های به دست آمده را تایید می‌کنند. بر اساس آنچه بیان شد، در این مقاله تلاش شده است تا ضمن بیان مکانیزم تشکیل Ti_2AlC در فرایند SHS، تأثیر تغییر درصد مولی کربن و همچنین اثر استفاده از منابع مختلف کربن (پودرهای گرافیت، کربن فعال و کربن سیاه) در درصد وزنی Ti_2AlC سنتز شده مورد بررسی قرار گیرد.

مواد و روش‌ها

پودرهای عنصری تیتانیوم و آلومینیوم به همراه پودر

3 - Hashimoto

4 - Chlubny

5 - Hendaoui

1 - MAX Phase

2 - Self propagating high temperature synthesis

ادامه قرص‌ها درون بوته گرافیتی گذاشته شده و در داخل محفظه دستگاه سنتز قرار داده شدند. برای جلوگیری از اکسید شدن نمونه‌ها، درب محفظه سنتز به‌طور کامل بسته شده و فضای داخل محفظه با گاز آرگون پر شد. سپس جریان قوس الکتریکی بین نوک الکتروود گرافیتی و سطح نمونه داخل بوته برقرار گردید و دمای آن توسط دستگاه ترموکوپل اندازه گیری شد و به بیش از 2000°C افزایش یافت [۲۴, ۲۰] و بدین ترتیب انرژی فعال‌سازی اولیه برای انجام فرایند SHS تأمین گردید. جریان عبوری دستگاه در این حالت در حدود 150 A از نوع AC، ولتاژ برابر 20 V و مدت زمان نگهداری قوس الکتریکی ۸S بود. در ادامه به‌منظور تشخیص فازهای تولید شده و مشاهده ریزساختار آن‌ها، هر یک از نمونه‌ها مورد آنالیز پراش اشعه X (Panalytical-Xpert Pro-) (MPD)، تصویربرداری به کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (MIRA3 TESCAN) و طیف‌سنجی توزیع انرژی قرار گرفتند.

گرافیت، کربن فعال و کربن سیاه به‌عنوان مواد اولیه مورد استفاده قرار گرفتند. به‌منظور اطمینان از خلوص و مشاهده ریزساختار مواد اولیه تمامی این مواد مورد آنالیز XRD و SEM قرار گرفتند. مشخصات کامل هر یک از مواد اولیه در جدول ۱ آورده شده است.

به‌منظور انجام آزمایش ابتدا پودرهای اولیه با نسبت مولی $2\text{Ti}:2\text{Al}:1\text{C}$ و $2\text{Ti}:2\text{Al}:0.5\text{C}$ و با استفاده از سه منبع کربن گرافیت، کربن فعال و کربن سیاه در یک آسیاب پر انرژی به مدت ۳ ساعت با هم مخلوط شدند. فرایند آسیاکاری با استفاده از گلوله‌هایی از جنس زیرکونیا، با نسبت گلوله به پودر ۱:۱۵ و با سرعت 200 rpm انجام شد. به‌منظور جلوگیری از اکسید شدن نمونه‌ها عملیات آسیاکاری تحت اتمسفر آرگون صورت گرفت و سپس پودرهای حاصل با فشار 80 MPa در یک قالب فولادی پرس شده و قرص‌هایی به قطر 10 mm و ارتفاع 5 mm از مخلوط مواد خام اولیه تهیه گردید. در

جدول ۱- مشخصات مواد اولیه مورد استفاده در آزمایش

نوع پودر	اندازه ذرات (μm)	شرکت سازنده	میزان خلوص (%)
تیتانیوم	≤ 20	نانو بنیان آسیا	≥ 98.5
آلومینیوم	≤ 400	Merck	≥ 98
گرافیت	≤ 30	Merck	≥ 99
کربن فعال	≤ 30	Merck	≥ 99
کربن سیاه	≤ 20	Merck	≥ 99

سیاه برای تأمین کربن آن استفاده شده مقدار سیاه Al_2O_3 نیز دیده می‌شود. پس از انجام آنالیز کمی با توجه به نمودار XRD مشخص شد که بیشترین مقدار Ti_2AlC سنتز شده مربوط به نمونه‌ای است که در آن از منبع کربن فعال استفاده شده است. در این نمونه Ti_2AlC وجود دارد؛ در حالی که مقدار فاز مذکور در نمونه‌هایی که از گرافیت و کربن سیاه استفاده شده به ترتیب $64\% \text{ wt}$ و $60\% \text{ wt}$ است. در نمونه‌های حاوی ۱ درصد وزنی کربن نیز اگرچه میزان سنتز Ti_2AlC شدیداً افت می‌کند؛ اما باز هم مقدار آن در نمونه دارای کربن فعال بیشتر از سایر نمونه‌ها است. دلیل تغییر مقدار Ti_2AlC سنتز شده در این نمونه‌ها را می‌توان تعداد سطوح فعال کربن دانست. کربن فعال شده به صورت جامد آمورف دارای ساختاری با مساحت سطح داخلی بالا می‌باشد که می‌تواند مولکول‌های مختلف را از فاز مایع یا گاز جذب کند [۲۶]. همچنین کربن فعال دارای فعالیت و واکنش پذیری بیشتری نسبت به کربن سیاه و گرافیت است [۲۷]. لذا با توجه به اینکه کربن فعال بیشترین تعداد سطوح فعال را دارد، به همین جهت در مدت زمان مشابه فرآیند SHS واکنش‌های موجود در سیستم Ti-Al-C با سرعت بیشتری نسبت به دیگر نمونه‌ها رخ می‌دهد. در نتیجه در هر دو ترکیب زمانی که از کربن فعال استفاده می‌شود، مقدار فاز مکس تولید شده افزایش می‌یابد (شکل ۳). به همین دلیل زمانی که از گرافیت و کربن سیاه که از نظر میزان فعالیت در مراتب بعدی قرار دارند استفاده می‌شود، میزان مکس فاز تولید شده کاهش یافته است.

دلیل دیگری که برای کاهش مقدار مکس فاز تولیدی در هنگام استفاده از کربن سیاه می‌توان ارائه کرد، ورود ناخالصی به سیستم است؛ زیرا همان‌گونه که در نمودار XRD این نمونه هم مشاهده می‌شود، مقدار سیاه Al_2O_3 نیز در محصولات حاصل از واکنش مشاهده می‌شود و با توجه به اینکه آنالیز پراش اشعه X خلوص مواد اولیه را تأیید می‌کند به نظر می‌رسد، اکسیژن موجود در محصولات در حین آسیاکاری و یا فرایند SHS وارد سیستم شده و در نهایت باعث اکسید شدن آلومینیوم و تشکیل Al_2O_3 گردیده است.

برای تحلیل نتایج نمونه‌های حاصل از آنالیز پراش اشعه X با استفاده از نرم‌افزار تحلیل پراش اشعه ایکس ایکسپرت^۱، بعد از حذف زمینه، مساحت پیک‌های مربوط به صفحات (002) ، Ti_3AlC_2 ، (111) ، TiC و (002) Ti_2AlC اندازه‌گیری شدند. سپس درصد وزنی Ti_3AlC_2 با رابطه ۱ که توسط ونگ^۲ [۲۵] ارائه شده محاسبه شدند.

$$\begin{cases} W_a = \frac{I_a}{I_a + 0.220I_b + 0.084I_c} \\ W_b = \frac{I_b}{4.545I_a + I_b + 0.382I_c} \\ W_c = \frac{I_c}{11.905I_a + 2.619I_b + I_c} \end{cases} \quad (1)$$

در این رابطه W_a ، W_b و W_c به ترتیب درصد وزنی فازهای Ti_3AlC_2 ، Ti_2AlC و TiC می‌باشند. I_a ، I_b و I_c به ترتیب برابر با انتگرال پیک مشخص شده برای Ti_3AlC_2 ، Ti_2AlC و TiC می‌باشد.

نتایج و بحث

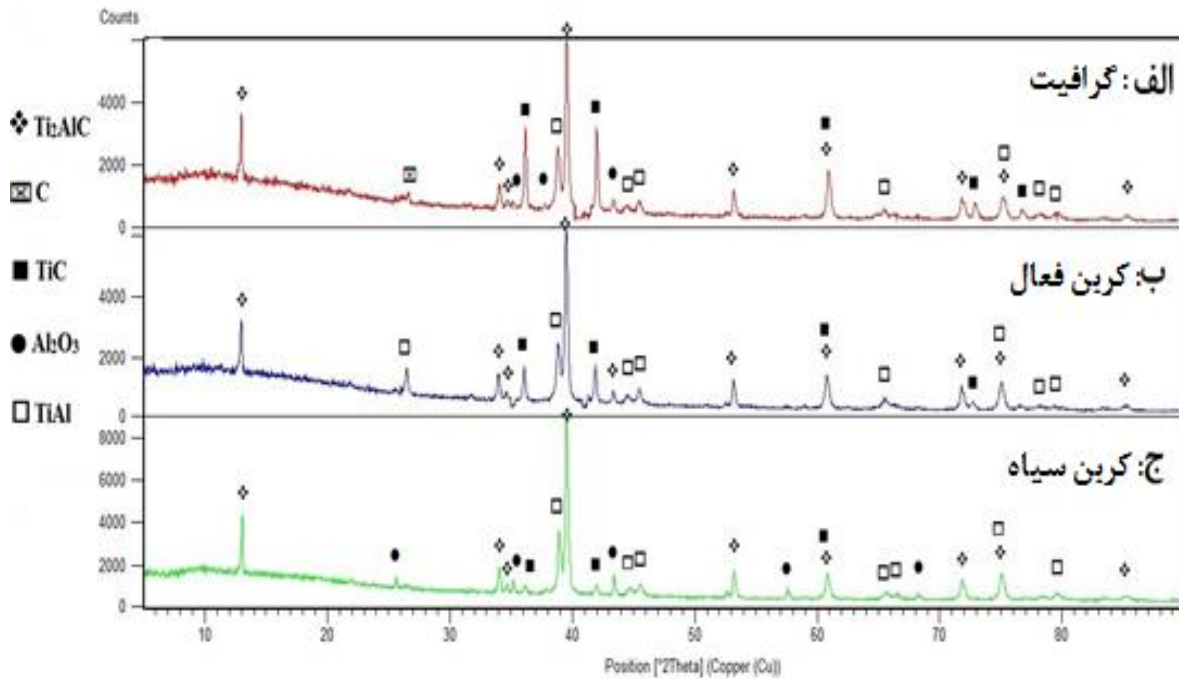
با توجه به اینکه در این مقاله تغییر درصد مولی کربن و همچنین اثر استفاده از منابع مختلف کربن (پودرهای گرافیت، کربن فعال و کربن سیاه) در سنتز نانو ساختار Ti_2AlC مورد مطالعه قرار گرفته؛ در این بخش هر یک از این موارد به تفکیک بررسی شده است.

تأثیر تغییر منبع کربن در میزان سنتز Ti_2AlC

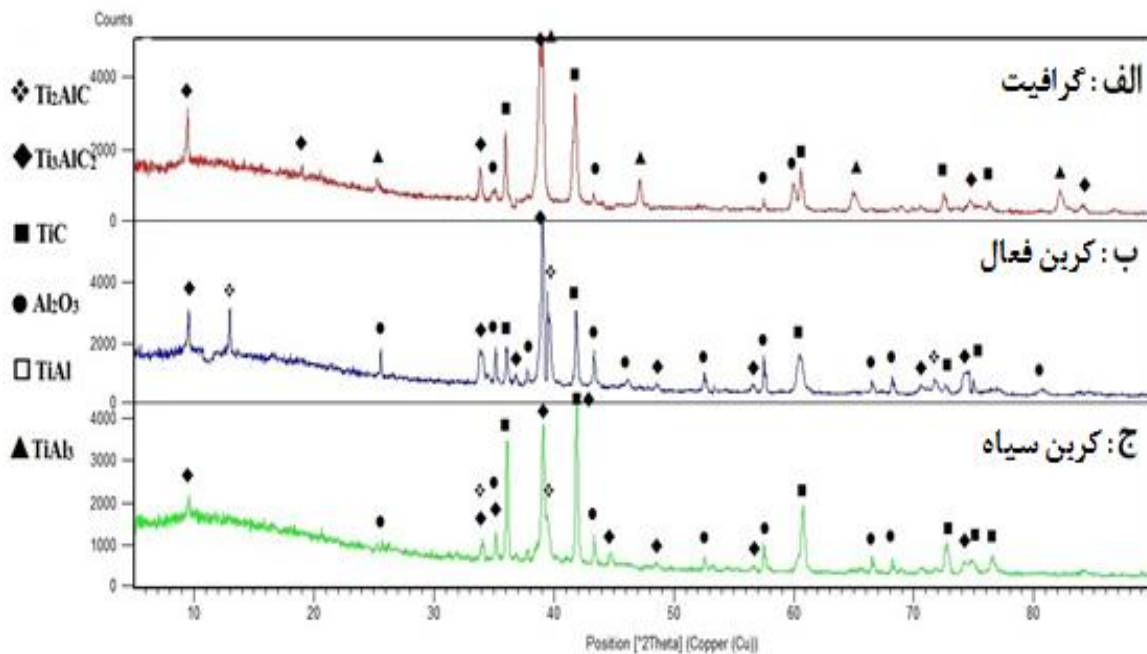
در شکل‌های ۱ و ۲ به ترتیب نمودار مربوط به آنالیز پراش اشعه X نمونه‌های دارای نسبت مولی $2\text{Ti}:2\text{Al}:1\text{C}$ و $2\text{Ti}:2\text{Al}:0.5\text{C}$ که کربن آن‌ها از منابع متفاوت تأمین شده نمایش داده شده است. همان‌گونه که مشاهده می‌شود پیک اصلی در نمونه‌های دارای 0.5 mol کربن مربوط به فاز Ti_2AlC است. این در حالی است که همواره مقدار قابل توجهی TiC در هر یک از نمونه‌ها وجود دارد. فاز TiAl دیگر فازی است که در این نمونه‌ها قابل مشاهده است. در نمونه‌ای که از کربن

¹ - X'Pert HighScore Plus

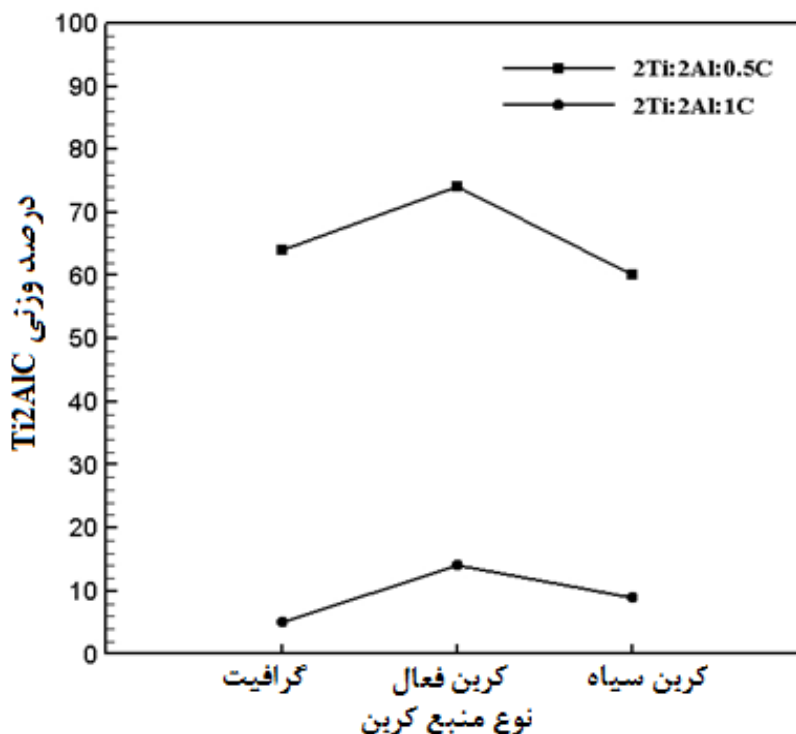
² - Wang



شکل ۱- نمودار پراش اشعه X نمونه‌های دارای نسبت مولی $2\text{Ti}:2\text{Al}:0.5\text{C}$ با استفاده از منبع کربن الف) گرافیت، ب) کربن فعال و ج) کربن سیاه



شکل ۲- نمودار پراش اشعه X نمونه‌های دارای نسبت مولی $2\text{Ti}:2\text{Al}:1\text{C}$ با استفاده از منبع کربن الف) گرافیت، ب) کربن فعال و ج) کربن سیاه



شکل ۳- نمودار تغییرات مقدار Ti_2AlC سنتز شده با تغییر نوع منبع کربن

شکل ۴ ریزساختار مربوط به نانولایه‌های Ti_2AlC را برای نمونه‌های دارای ترکیب مولی $2\text{Ti}:2\text{Al}:0.5\text{C}$ در حالتی که از منابع مختلف کربن استفاده شده نشان می‌دهد. در این تصاویر ساختار نانولایه‌ای مکس فازهای تولید شده به وضوح قابل مشاهده است. البته ذرات ریزی نیز در این تصاویر دیده می‌شوند که آنالیز EDS آن‌ها نشان دهنده آن است که این ذرات Ti-Al و TiC هستند (شکل ۵).

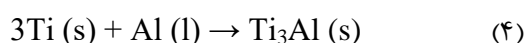
شکل ۴ ریزساختار مربوط به نانولایه‌های Ti_2AlC را برای نمونه‌های دارای ترکیب مولی $2\text{Ti}:2\text{Al}:0.5\text{C}$ در حالتی که از منابع مختلف کربن استفاده شده نشان می‌دهد. در این تصاویر ساختار نانولایه‌ای مکس فازهای تولید شده به وضوح قابل مشاهده است. البته ذرات ریزی نیز در این تصاویر دیده می‌شوند که آنالیز EDS آن‌ها نشان دهنده آن است که این ذرات Ti-Al و TiC هستند (شکل ۵).

شکل ۴ ریزساختار مربوط به نانولایه‌های Ti_2AlC را برای نمونه‌های دارای ترکیب مولی $2\text{Ti}:2\text{Al}:0.5\text{C}$ در حالتی که از منابع مختلف کربن استفاده شده نشان می‌دهد. در این تصاویر ساختار نانولایه‌ای مکس فازهای تولید شده به وضوح قابل مشاهده است. البته ذرات ریزی نیز در این تصاویر دیده می‌شوند که آنالیز EDS آن‌ها نشان دهنده آن است که این ذرات Ti-Al و TiC هستند (شکل ۵).

شکل ۴ ریزساختار مربوط به نانولایه‌های Ti_2AlC را برای نمونه‌های دارای ترکیب مولی $2\text{Ti}:2\text{Al}:0.5\text{C}$ در حالتی که از منابع مختلف کربن استفاده شده نشان می‌دهد. در این تصاویر ساختار نانولایه‌ای مکس فازهای تولید شده به وضوح قابل مشاهده است. البته ذرات ریزی نیز در این تصاویر دیده می‌شوند که آنالیز EDS آن‌ها نشان دهنده آن است که این ذرات Ti-Al و TiC هستند (شکل ۵).

شکل ۴ ریزساختار مربوط به نانولایه‌های Ti_2AlC را برای نمونه‌های دارای ترکیب مولی $2\text{Ti}:2\text{Al}:0.5\text{C}$ در حالتی که از منابع مختلف کربن استفاده شده نشان می‌دهد. در این تصاویر ساختار نانولایه‌ای مکس فازهای تولید شده به وضوح قابل مشاهده است. البته ذرات ریزی نیز در این تصاویر دیده می‌شوند که آنالیز EDS آن‌ها نشان دهنده آن است که این ذرات Ti-Al و TiC هستند (شکل ۵).

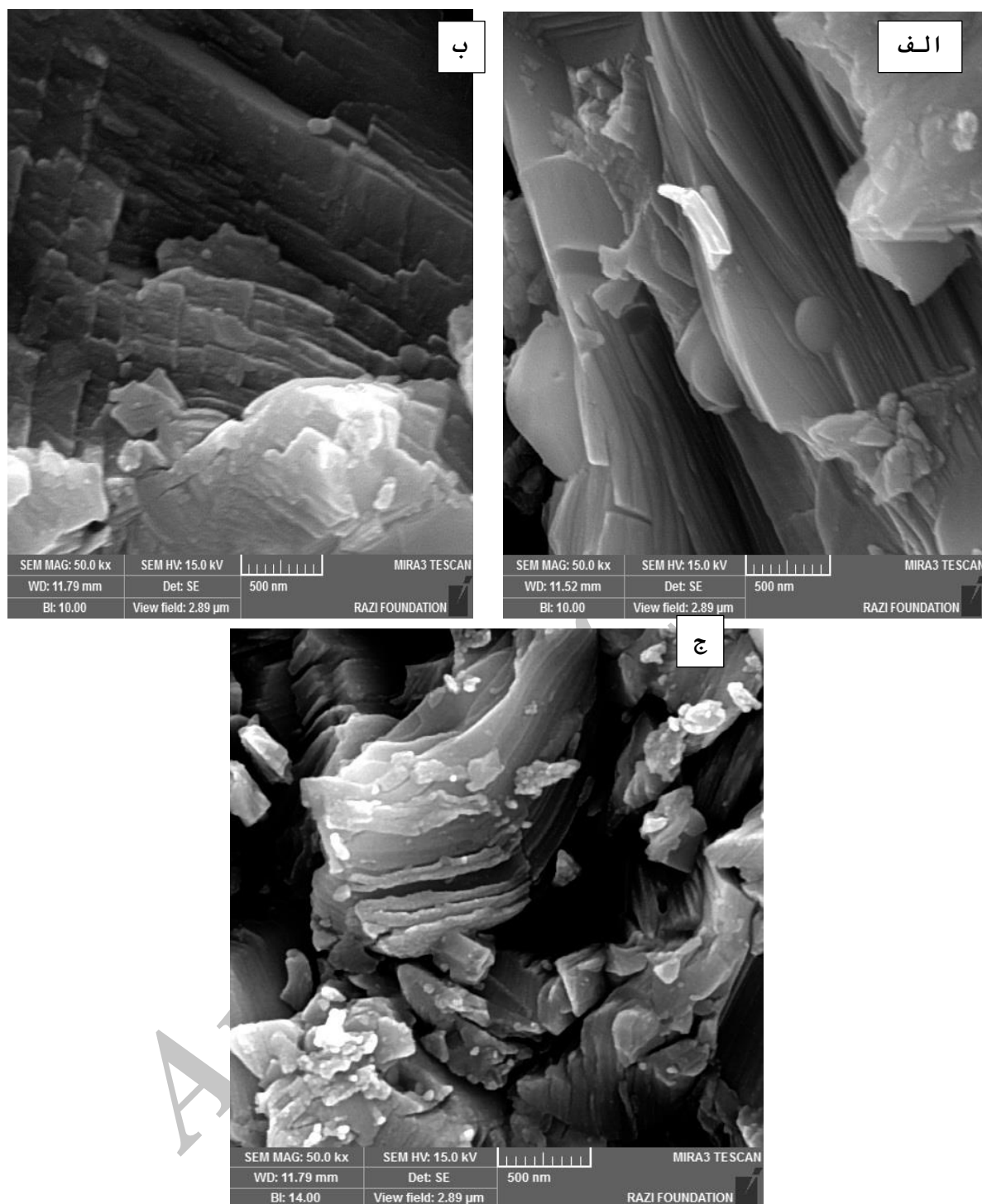
شکل ۴ ریزساختار مربوط به نانولایه‌های Ti_2AlC را برای نمونه‌های دارای ترکیب مولی $2\text{Ti}:2\text{Al}:0.5\text{C}$ در حالتی که از منابع مختلف کربن استفاده شده نشان می‌دهد. در این تصاویر ساختار نانولایه‌ای مکس فازهای تولید شده به وضوح قابل مشاهده است. البته ذرات ریزی نیز در این تصاویر دیده می‌شوند که آنالیز EDS آن‌ها نشان دهنده آن است که این ذرات Ti-Al و TiC هستند (شکل ۵).



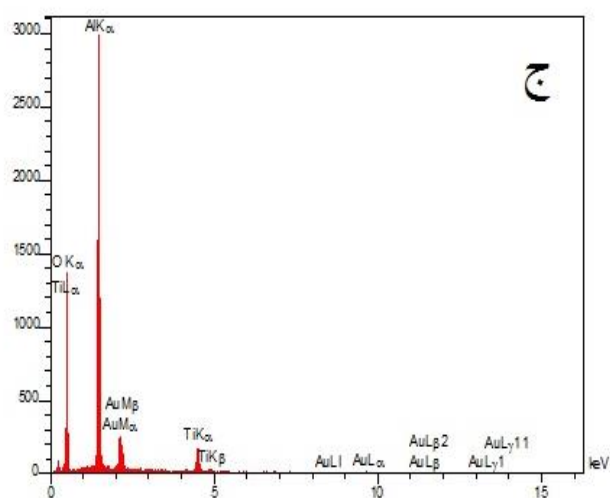
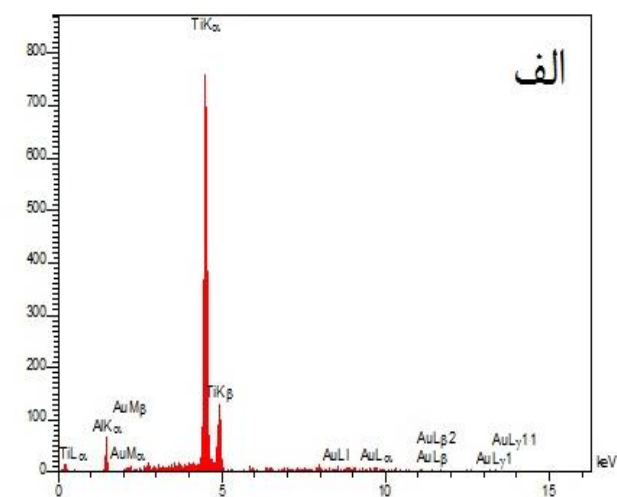
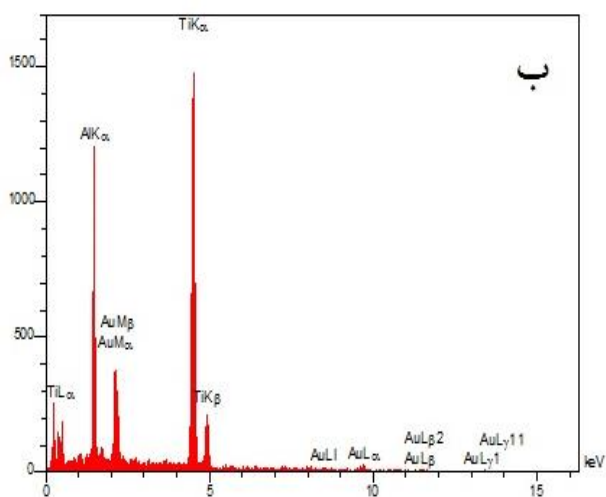
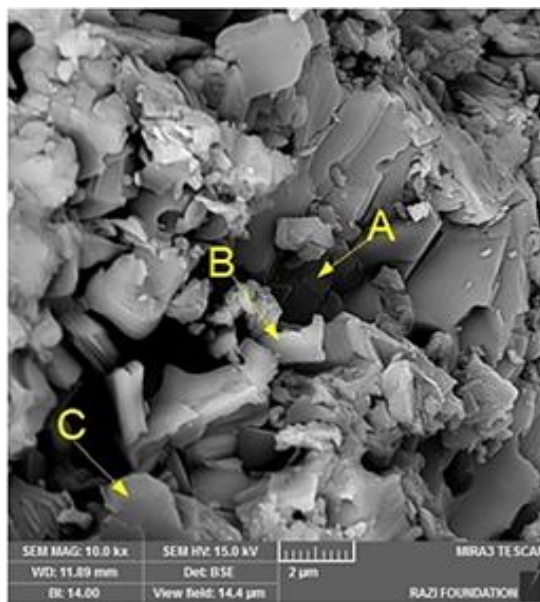
شکل ۴ ریزساختار مربوط به نانولایه‌های Ti_2AlC را برای نمونه‌های دارای ترکیب مولی $2\text{Ti}:2\text{Al}:0.5\text{C}$ در حالتی که از منابع مختلف کربن استفاده شده نشان می‌دهد. در این تصاویر ساختار نانولایه‌ای مکس فازهای تولید شده به وضوح قابل مشاهده است. البته ذرات ریزی نیز در این تصاویر دیده می‌شوند که آنالیز EDS آن‌ها نشان دهنده آن است که این ذرات Ti-Al و TiC هستند (شکل ۵).

تأثیر تغییر ترکیب در میزان سنتز Ti_2AlC

محصولات تولید شده در اثر اعمال فرایند SHS بر ترکیب‌های $2\text{Ti}:2\text{Al}:0.5\text{C}$ و $2\text{Ti}:2\text{Al}:1\text{C}$ به تفکیک منبع تأمین کننده کربن در جدول ۲ آورده شده‌اند. همان‌گونه که مشاهده می‌شود، در ترکیبات حاوی $0.5\text{ mol } \%$ کربن در همهی منابع کربن، مقدار Ti_2AlC سنتز شده به وضوح بیش‌تر است. درحالی‌که وقتی مقدار کربن به ۱ درصد مولی افزایش می‌یابد، مقدار Ti_2AlC در محصولات شدیداً کاهش یافته و به جای آن مکس فاز



شکل ۴- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی مربوط به نانولایه‌های Ti_2AlC با ترکیب مولی $2Ti:2Al:1C$ با استفاده از منبع کربن الف) گرافیت، ب) کربن فعال و ج) کربن سیاه

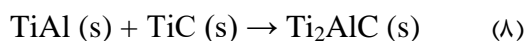


شکل ۵- طیفسنجی توزیع انرژی از نمونه با ترکیب مولی $\text{Au}:\text{Ti}:\text{Al}:\text{O} = 2:2:1:\Delta C$ با استفاده از کربن فعال (الف = EDS A، ب = EDS B و ج = EDS C)

جدول ۲- درصد وزنی فازهای مختلف در هر نمونه پس از انجام فرایند SHS

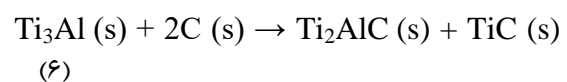
منبع کربن	نسبت مولی Ti:Al:C	Ti ₃ AlC ₂	Ti ₂ AlC	Al ₂ O ₃	TiAl ₃	TiAl	TiC
گرافیت	۲:۲:۰/۵	-	۶۴	-	-	۱۳	۲۲
	۲:۲:۱	۶۷	۵	۵	۱۲	-	۱۲
کربن فعال	۲:۲:۰/۵	-	۷۴	-	-	۱۲	۱۴
	۲:۲:۱	۷۱	۱۴	۱۰	-	-	۵
کربن سیاه	۲:۲:۰/۵	-	۶۰	۱۷	-	۱۳	۱۰
	۲:۲:۱	۵۷/۶	۹	۱۵/۴	-	-	۱۸

در مرحله‌ی بعد TiC نیز می‌تواند طبق واکنش ۸ با فازهای بین فلزی واکنش داده و باعث تولید Ti₂AlC شود؛ اما از آنجا که این واکنش در دمای ۱۳۵۰ °C اتفاق می‌افتد [۲۴] و با توجه به اینکه فرایند SHS یک فرایند سریع است، دمای نمونه پس از چند ثانیه افت کرده و این واکنش نمی‌تواند به‌طور کامل انجام شود. لذا همواره مقداری TiC باقیمانده در نمونه مشاهده می‌شود. وجود مقداری TiC باقیمانده در تحقیقاتی که از فرایند SHS برای سنتز Ti₂AlC استفاده کرده‌اند نیز گزارش شده است [۱۷، ۱۸، ۲۴]. با توجه به اینکه در تحلیل آنالیز XRD نمونه‌های دارای ۰/۵ درصد مولی کربن علاوه بر فاز TiC، فازهای بین فلزی تیتانیوم-آلومینیوم نیز مشاهده می‌شود، می‌توان نتیجه گرفت که واکنش‌های مربوط به تشکیل Ti₂AlC به‌طور کامل انجام نشده است و انتظار می‌رود در صورتی که زمان ماندگاری در فرایند SHS بیش‌تر شود، مقدار Ti₂AlC سنتز شده نیز افزایش یابد.



از آنجا که واکنش‌های ۲، ۳ و ۴ همگی گرمازا هستند، دمای نمونه سریعاً افزایش می‌یابد [۱۴] و این امر می‌تواند باعث افزایش تبخیر آلومینیوم و کاهش مقدار آن شود [۲۹]. لذا باید درصد مولی اولیه را افزایش داد تا در صورت تبخیر آن در حین فرایند SHS کمبود آن جبران شود.

در مرحله بعد و درحالی‌که دمای نمونه بیش‌تر از دمای محیط است کربن به سمت فازهای بین فلزی تشکیل شده در مرحله قبل نفوذ کرده و بر اساس واکنش‌های ۵، ۶ و ۷ منجر به تشکیل فازهای TiC و Ti₂AlC می‌گردد.



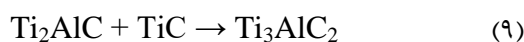
نتیجه گیری

در این پژوهش سنتز مکس فاز Ti_2AlC با استفاده از پودرهای عنصری Ti ، Al و C به روش سنتز خود احتراقی دما بالا با موفقیت انجام شد. بررسی تأثیر درصد مولی و نوع منبع کربن هدف اصلی این تحقیق بود و در پایان مشخص شد که در نمونه‌هایی که از کربن فعال به‌عنوان منبع تأمین کننده کربن استفاده شده است، بیشترین مقدار Ti_2AlC سنتز شده است. افزایش کربن از ۰/۵ به ۱ درصد مولی در مواد اولیه، درصد وزنی مکس فاز Ti_2AlC در محصولات واکنش را به شدت کاهش داده و سیستم را به سمت تولید مکس فاز Ti_3AlC_2 هدایت می‌کند. براساس بررسی‌های انجام شده روی سیستم سه تایی Ti-Al-C و مکانیزم تولید مکس فازهای Ti_2AlC و Ti_3AlC_2 مشخص شد که هنگام سنتز Ti_2AlC ، افزایش کربن در مواد اولیه منجر به افزایش تولید TiC می‌شود و در مرحله بعد TiC باقیمانده مجدداً با Ti_2AlC وارد واکنش شده و باعث به وجود آمدن Ti_3AlC_2 می‌گردد. بر این اساس بیشترین مقدار Ti_2AlC سنتز شده در این آزمایش ۷۴٪ وزنی است که مربوط به نمونه‌ای با نسبت مولی $0/5\text{C}:\text{Ti}:\text{Al}$ و با استفاده از کربن فعال به‌عنوان منبع تأمین کننده‌ی کربن می‌باشد.

References:

- 1- P. Eklund, M. Beckers, U. Jansson, H. Högberg and L. Hultman, The $M_{n+1}AX_n$ phases: Materials science and thin-film processing, *Thin Solid Films*, 518 1851-1878(2010).
- [2] M. Barsoum, Physical properties of the MAX phases, *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, (2006) 1.
- [3] M.W. Barsoum, D. Brodtkin and T. El-Raghy, Layered machinable ceramics for high temperature applications, *Scripta*

بر اساس مکانیزم ارائه شده، TiC یک فاز میانی کلیدی در سنتز Ti_2AlC است [۲۹] و چنانچه پس از پایان واکنش‌های مربوط به تشکیل Ti_2AlC باز هم TiC در نمونه باقی بماند بر اساس واکنش (۹)، TiC می‌تواند با Ti_2AlC وارد واکنش شده و باعث تشکیل مکس فاز Ti_3AlC_2 شود. در این شرایط می‌توان Ti_2AlC را یک فاز واسطه برای سنتز Ti_3AlC_2 دانست.



به همین دلیل در نمونه‌هایی که دارای ۱٪ درصد مولی کربن هستند، مستقل از اینکه از چه منبعی برای تأمین کربن در آن‌ها استفاده شده است، همواره مکس فاز Ti_3AlC_2 تشکیل می‌شود. کاهش میزان TiC محتوی در نمونه‌های با منبع کربن گرافیت و کربن فعال نیز مؤید این مطلب است. البته در نمونه‌هایی که از کربن سیاه به‌عنوان منبع کربن استفاده شده است مقدار فاز TiC کاهش نمی‌یابد که علت آن را می‌توان وجود اکسیژن در سیستم دانست. همان‌طور که در نتایج آنالیز XRD هم دیده می‌شود وجود این ناخالصی باعث اکسید شدن آلومینیوم شده که می‌تواند واکنش‌های مربوط به تشکیل فازهای بین فلزی تیتانیوم - آلومینیوم را مختل کرده و در نهایت منجر به کاهش تولید مکس فاز شود.

Materialia, 36 (1997) 535-541.

[4] M. Radovic and M.W. Barsoum, MAX phases: Bridging the gap between metals and ceramics, *American Ceramics Society Bulletin*, 92 (2013) 20-27.

[5] M.W. Barsoum and M. Radovic, Elastic and mechanical properties of the MAX phases, *Annual review of materials research*, 41 (2011) 195-227.

[6] S. Basu, N. Obando, A. Gowdy, I. Karaman, and M. Radovic, Long-Term Oxidation of Ti_2AlC in Air and Water

Vapor at 1000–1300° C Temperature Range, *Journal of the Electrochemical Society*, 159 (2011) C90-C96.

[7] J. Lis, L. Chlubny, M. Łopaciński, L. Stobierski, and M.M. Bućko, Ceramic nanolaminates—Processing and application, *Journal of the European Ceramic Society*, 28 (2008) 1009-1014.

[8] Z. Lin, M. Zhuo, Y. Zhou, M. Li, and J. Wang, Microstructural characterization of layered ternary Ti₂AlC, *Acta materialia*, 54 (2006) 1009-1015.

[9] Z. Sun, Progress in research and development on MAX phases: A family of layered ternary compounds, *International Materials Reviews*, 56 (2011) 143-166.

[10] Y. Zhou, and X. Wang, Deformation of polycrystalline Ti₂AlC under compression, *Material Research Innovations*, 5 (2001) 87-93.

[11] W. Zhou, B. Mei, J. Zhu, and X. Hong, Rapid synthesis of Ti₂AlC by spark plasma sintering technique, *Materials Letters*, 59 (2005) 131-134.

[12] B. Mei, W. Zhou, J. Zhu, and X. Hong, Synthesis of high-purity Ti₂AlC by spark plasma sintering (SPS) of the elemental powders, *Journal of materials science*, 39 (2004) 1471-1472.

[13] X. Wang, and Y. Zhou, Solid-liquid reaction synthesis and simultaneous densification of polycrystalline Ti₂AlC, *Zeitschrift für Metallkunde*, 93 (2002) 66-71.

[14] Y. Khoptiar, and I. Gotman, Ti₂AlC ternary carbide synthesized by thermal explosion, *Materials Letters*, 57 (2002) 72-76.

[15] J. Zhu, J. Gao, J. Yang, F. Wang, and K. Niihara, Synthesis and microstructure of layered-ternary Ti₂AlC ceramic by high energy milling and hot pressing, *Materials Science and Engineering: A*, 490 (2008) 62-65.

[16] Y. Bai, X. He, C. Zhu, and G. Chen, Microstructures, Electrical, Thermal, and Mechanical Properties of Bulk Ti₂AlC Synthesized by Self-Propagating High-Temperature Combustion Synthesis with Pseudo Hot Isostatic Pressing, *Journal of the American Ceramic Society*, 95 (2012) 358-364.

[17] S. Hashimoto, N. Nishina, K. Hirao, Y. Zhou, H. Hyuga, S. Honda, and Y. Iwamoto, Formation mechanism of Ti₂AlC under the self-propagating high-temperature synthesis (SHS) mode, *Materials Research Bulletin*, 47 (2012) 1164-1168.

[18] L. Chlubny, J. Lis, and M.M. Bućko, Sintering and Hot-Pressing of Ti₂AlC Obtained by SHS Process, *Advances in Science and Technology*, Trans Tech Publ, 2011, pp. 282-286.

[19] C. Yeh, and Y. Shen, Effects of TiC and Al₄C₃ addition on combustion synthesis of Ti₂AlC, *Journal of Alloys and Compounds*, 470 (2009) 424-428.

[20] A. Stolin, D. Vrel, S. Galyshev, A. Hendaoui, P. Bazhin, and A. Sytshev, Hot forging of MAX compounds SHS-produced in the Ti-Al-C system, *International Journal of self-propagating high-temperature synthesis*, 18 (2009) 194-199.

[21] R. Pampuch, and J. Lis, Advanced methods for SHS of powders developed in Krakow, *International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis*, 17 (2008) 85-91.

- [۲۲] ب. امینی کیا و ص. فیروزی، بررسی تاثیر پارامتر زمان آسیاب کاری بر ریزساختار نهایی پودر $\text{TiB}_2\text{-TiC}$ نانو کریستالی تولیدی به روش سنتز احتراقی تحت مایکروویو، مجله مواد نوین، (۱۳۹۳)، ۲۹-۱۵.
- [23] A. Rogachev, and F. Baras, Models of SHS: An overview, *International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis*, 16 (2007) 141-153.
- [24] A. Hendaoui, D. Vrel, A. Amara, P. Langlois, M. Andasmas, and M. Guerioune, Synthesis of high-purity polycrystalline MAX phases in Ti-Al-C system through Mechanically Activated Self-propagating High-temperature Synthesis, *Journal of the European Ceramic Society*, 30 (2010) 1049-1057.
- [25] C.-A. Wang, A. Zhou, L. Qi, and Y. Huang, Quantitative phase analysis in the Ti-Al-C ternary system by X-ray diffraction, *Powder Diffr.*, 20 (2005) 218-223.
- [26] A. Mohammad-Khah, and R. Ansari, Activated charcoal; preparation, characterization and applications: a review article, *Int J Chem Tech Res*, 1 (2009) 2745-2788.
- [27] X. Hong, B. Mei, J. Zhu and, W. Zhou, Fabrication of Ti_2AlC by hot pressing of Ti, TiC, Al and active carbon powder mixtures, *Journal of materials science*, 39 (2004) 1589-1592.
- [28] Y. Bai, X. He, Y. Li, C. Zhu, and S. Zhang, Rapid synthesis of bulk Ti_2AlC by self-propagating high temperature combustion synthesis with a pseudo-hot isostatic pressing process, *Journal of Materials Research*, 24 (2009) 2528-2535.
- [29] W. Ping, B.-c. MEI, X.-l. HONG, and W.-b. ZHOU, Synthesis of Ti_2AlC by hot pressing and its mechanical and electrical properties, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 17 (2007) 1001-1004.