

سنتز ترکیب  $Ti_3SiC_2$  با ساختار فازی MAX توسط فرآیند آلیاژسازی

## مکانیکی با آسیاکاری پودرهای اولیه Ti، Si و C

اکبر حیدرپور<sup>۱</sup>، نصیر شاهین<sup>۲</sup>، سعید احمدی فرد<sup>۲</sup>، شهاب کاظمی<sup>۲</sup><sup>۱</sup> گروه مهندسی مواد دانشگاه صنعتی همدان، <sup>۲</sup> گروه مهندسی مواد دانشکده مهندسی دانشگاه بوعلی سینا همدان

heidarpour@hut.ac.ir

## چکیده:

در این پژوهش سنتز ترکیب  $Ti_3SiC_2$  با ساختار فازی MAX توسط آسیاکاری پودرهای اولیه Ti، Si و C مورد بررسی قرار گرفت. بدین منظور مخلوط پودری تیتانیوم، سیلیسیوم و گرافیت با نسبت‌های استوکیومتری مطابق با ترکیب شیمیایی  $Ti_3SiC_2$ ، به صورت ۳:۱:۲ توسط آسیای سیاره‌ای پرانرژی با نسبت گلوله به پودر ۱۰ به ۱ و سرعت ۴۵۰ دور بر دقیقه، از صفر تا ۲۰ ساعت مورد آسیاکاری قرار گرفت. جهت شناسایی فازی محصولات آسیاکاری در زمان‌های مختلف از الگوی پراش اشعه ایکس (XRD)، همچنین جهت بررسی لایه لایه شدن ترکیب سنتز شده که از آن به منظور اثبات وقوع واکنش و سنتز ترکیب مورد نظر استفاده می‌شود، از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) به همراه طیف‌سنجی پراش انرژی (EDS) استفاده گردید. نتایج الگوهای پراش پرتو ایکس نشان دهنده واکنش مواد اولیه با یکدیگر و تشکیل فازهای  $Ti_3SiC_2$  و TiC پس از ۲۰ ساعت آسیاکاری می‌باشد. نتایج میکروسکوپ الکترونی روبشی نیز تایید کننده تشکیل ترکیب  $Ti_3SiC_2$  پس از ۲۰ ساعت آسیاکاری می‌باشد. اعتقاد بر این است که یک واکنش خود پیش رونده القا شده توسط فرآیندهای مکانیکی (MSR) موجب تشکیل فازهای  $Ti_3SiC_2$  و TiC در حین فرآیند آسیاکاری شده است.

## اطلاعات مقاله:

دریافت: ۱۱ شهریور ۱۳۹۴

پذیرش: ۱ بهمن ۱۳۹۴

## کلید واژه:

سنتز،  $Ti_3SiC_2$ ، ساختار فازی MAX، آسیاکاری پرانرژی، MSR.

## ۱- مقدمه

بودن ترکیبی از خواص فلزات و سرامیک‌ها و اینکه می‌توانند به عنوان یک ماده نوین، پرکننده خلاء بین فلزات و سرامیک‌ها باشند بسیار مورد توجه قرار گرفته‌اند [۱]. یکی از این ترکیبات، ترکیب سه‌تایی  $Ti_3SiC_2$  می‌باشد که مانند اغلب ترکیبات MAX به دلیل دارا بودن ریزساختار نانولایه‌ای منحصر به فرد و همچنین دارا بودن ترکیبی از بهترین خواص فلزات و سرامیک‌ها، توجهات بسیاری را به

اخیرا دسته‌ای از ترکیبات سه‌تایی<sup>۱</sup> لایه‌ای با ترکیب  $M_{n+1}AX_n$  که در آن‌ها M یک فلز واسطه، A عنصری از گروه A (اغلب IVA و IIIA) و X عنصر کربن یا نیتروژن که به اختصار به فازهای MAX معروف هستند به دلیل دارا

<sup>۱</sup> Ternary compounds



شیوه ترکیب آسان و تجهیزات ساده می‌باشد [۱۳]. اخیراً از این روش با موفقیت برای سنتز فازهای MAX از جمله  $Ti_3SiC_2$  استفاده شده است. در سال ۲۰۰۲ لی و همکاران [۱۴]، در سال ۲۰۰۵ لی و ژای [۱۲] و در سال ۲۰۰۷ جین و همکاران [۱۵] از روش آلیاژسازی مکانیکی با موفقیت برای سنتز ترکیب  $Ti_3SiC_2$  استفاده کردند. در این پژوهش سنتز ترکیب  $Ti_3SiC_2$  با ساختار فازی MAX توسط روش آلیاژسازی مکانیکی و همچنین ارائه مکانیزم سنتز این مواد در حین آسیاکاری بررسی شد.

## ۲- فعالیت‌های تجربی

در این پژوهش از پودرهای خالص تجاری تیتانیوم، سیلیسیوم و گرافیت به عنوان مواد اولیه استفاده گردید. مشخصات مواد اولیه مورد استفاده در این پژوهش در جدول ۱ آورده شده است.

جدول ۱- مشخصات مواد اولیه مورد استفاده.

مواد اولیه	درصد خلوص	متوسط اندازه ذرات
تیتانیوم	۹۹/۷	زیر ۱۰۰ میکرون
سیلیسیوم	۹۹/۷	زیر ۵ میکرون
گرافیت	۹۹/۷	زیر ۲۰۰ میکرون

به منظور فرآیند آسیاکاری پودرهای اولیه تیتانیوم، سیلیسیوم و گرافیت با نسبت‌های استوکیومتری مطابق با ترکیب شیمیایی  $Ti_3SiC_2$ ، به صورت ۳:۱:۲ با یکدیگر مخلوط گردیدند. سپس مخلوط پودری درون محفظه‌های استوانه‌ای فولادی و با گلوله‌های ساینده به قطر ۱۰ میلی‌متر قرار داده شد. فرآیند آسیاکاری با سرعت ۴۵۰ دور بر دقیقه و با نسبت گلوله به پودر ۱۰ به ۱، در زمان‌های مختلف از صفر تا ۲۰

خود جلب کرده است [۲]. این ترکیب در حقیقت مشابه با فلزات رسانای الکتروسیسته و حرارت می‌باشد، دارای قابلیت ماشین‌کاری آسان، نسبتاً نرم و در برابر شوک‌های حرارتی بسیار مقاوم است. مشابه با سرامیک‌ها بسیار سخت و مقاوم در برابر اکسیداسیون و پایدار در دماهای بالای ۱۷۰۰ درجه سیلیسیوس می‌باشد [۳]. علاوه بر این  $Ti_3SiC_2$  دارای ترکیب منحصر به فردی از استحکام و شکل‌پذیری می‌باشد که هرگز در ماده دیگری مشاهده نشده است [۴]. این ترکیب خواص فوق‌العاده  $Ti_3SiC_2$  را به یک ماده امید بخش برای بسیاری از کاربردهای صنعتی مهم تبدیل کرده است [۳].

روش‌های مختلفی از جمله رسوب شیمیایی بخار<sup>۱</sup> [۵]، پرس ایزواستاتیک گرم [۶]، پرس گرم [۷]، زینترینگ فعال<sup>۴</sup> [۸]، عملیات حرارتی در خلاء<sup>۵</sup> [۹]، زینترینگ پلاسما<sup>۶</sup> [۱۰] و سنتز احتراقی خودپیش‌رونده دما بالا<sup>۷</sup> [۱۱] برای سنتز این فاز مورد استفاده قرار گرفته می‌شوند. هرچند  $Ti_3SiC_2$  توسط روش‌های فوق سنتز می‌شود، ولی سنتز در دما و فشار بالا و در زمان‌های طولانی موجب استفاده از روش‌های کم‌هزینه‌تر و در دمای محیط از جمله آلیاژسازی مکانیکی گردیده است [۱۲]. آسیاکاری پر انرژی<sup>۸</sup> یا آلیاژسازی مکانیکی یکی از امید بخش‌ترین فرآیندها برای دستیابی به انواع ترکیبات در دمای محیط می‌باشد. این روش دارای مزیت‌های فراوانی از جمله هزینه پایین تولید،

<sup>1</sup> Chemical vapor deposition (CVD)

<sup>2</sup> Hot isostatic pressing (HIP)

<sup>3</sup> Hot pressing

<sup>4</sup> Reactive sintering

<sup>5</sup> Heat treatments in vacuum

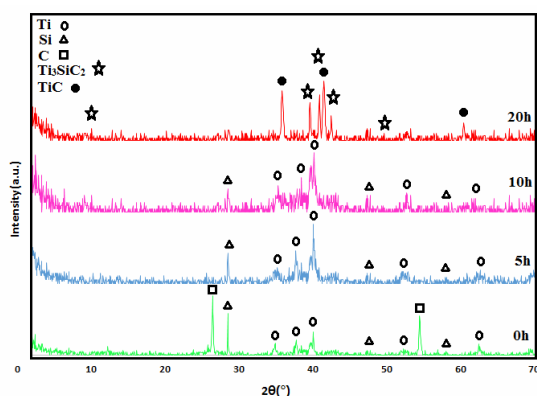
<sup>6</sup> Spark plasma sintering (SPS)

<sup>7</sup> Selfpropagation high-temperature synthesis (SHS)

<sup>8</sup> High energy ball milling

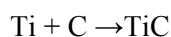


کربن و یا توزیع آن‌ها در مرزدانه‌های تیتانیوم باشد [۱۲]. پس از ۱۰ ساعت آسیاکاری نیز واکنش خاصی بین مواد اولیه رخ نداد و فاز جدیدی تشکیل نشد و فقط پیک‌های سیلیسیوم و تیتانیوم پهن شده و شدتشان کاهش یافت که نشان دهنده کاهش میانگین اندازه بلوری و افزایش عیوب مختلف در ساختار و شکل‌گیری تنش‌های داخلی می‌باشد. سرانجام پس از ۲۰ ساعت آسیاکاری پیک‌های مربوط به مواد اولیه ناپدید و پیک‌های مربوط به فازهای  $Ti_3SiC_2$  و  $TiC$  ظاهر شدند. فاز  $Ti_3SiC_2$  در این الگوی پراش فاز عمده می‌باشد.



شکل ۱- الگوی پراش اشعه ایکس (XRD) مخلوط پودر در زمان‌های مختلف آسیاکاری.

واکنش‌های کلی برای تشکیل این محصولات از مواد اولیه پس از ۲۰ ساعت آسیاکاری مطابق با واکنش‌های زیر می‌باشد:



همانطور که از واکنش‌های فوق قابل مشاهده می‌باشد، توازی بین نسبت‌های استوکیومتری مواد اولیه آسیا شده و محصولات فرآیند آسیاکاری وجود ندارد. بنابراین ممکن

ساعت انجام گردید. عملیات آسیاکاری توسط آسیای سیاره‌ای پر انرژی انجام گردید. جهت شناسایی فاز محصولات آسیاکاری در زمان‌های مختلف از پراش اشعه ایکس (XRD) و به منظور بررسی‌های ریز ساختاری، از میکروسکوپ الکترونی روبشی<sup>۱</sup> (SEM) به همراه طیف سنجی پراش انرژی<sup>۲</sup> (EDS) استفاده گردید. به منظور بررسی مکانیزم سنتز ترکیب  $Ti_3SiC_2$  در حین فرآیند آسیاکاری نیاز به محاسبه دمای محفظه‌های آسیا در حین فرآیند می‌باشد. از آنجایی که اندازه‌گیری دمای مخلوط پودری در حین آسیاکاری امکان پذیر نمی‌باشد، بنابراین به منظور اندازه‌گیری دمای محفظه آسیا، دستگاه هر ۵۰ دقیقه یک بار، به مدت ۵ دقیقه متوقف شده و درب دستگاه باز شده و دمای محفظه‌های آسیا توسط ترموکوپل، با دقت اندازه‌گیری در حد صدم درجه اندازه‌گیری گردید.

### ۳- نتایج و بحث

#### ۳-۱- آنالیز فازی

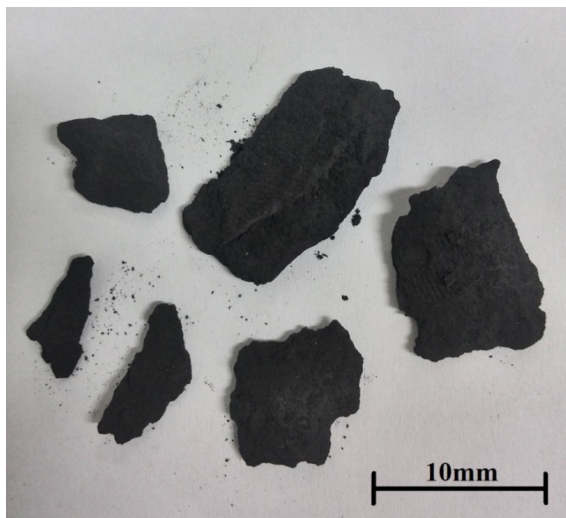
شکل ۱ نشان دهنده الگوهای پراش اشعه ایکس (XRD) مخلوط پودرهای اولیه در زمان‌های مختلف آسیاکاری می‌باشد. همانطور که در این شکل مشاهده می‌شود، الگوی پراش نمونه شاهد یا آسیاکاری نشده مطابق انتظار شامل پیک‌های مربوط به مواد اولیه مورد استفاده می‌باشد. پس از ۵ ساعت آسیاکاری پیک‌های مربوط به کربن از الگوی پراش حذف شده، که می‌تواند به دلیل آمورف شدن ذرات

<sup>۱</sup> Scanning electron microscope (SEM)

<sup>۲</sup> Energy-dispersive spectroscopy (EDS)



فرآیندهای مکانیکی<sup>۱</sup> (MSR) می‌باشد. در این پژوهش نیز از وقوع این پدیده پس از ۲۰ ساعت آسیاکاری نتیجه گرفته شد که سنتز فازهای  $Ti_3SiC_2$  و TiC به علت وقوع یک واکنش خود پیش رونده القا شده توسط فرآیندهای مکانیکی (MSR) می‌باشد. مکانیزم تشکیل محصولات پس از ۲۰ ساعت آسیاکاری در قسمت مکانیزم سنتز به تفصیل بیان خواهد شد.



شکل ۲- محصول ۲۰ ساعت آسیاکاری پس از جدا کردن از محفظه‌های آسیا.

### ۲-۳- بررسی‌های ریزساختاری

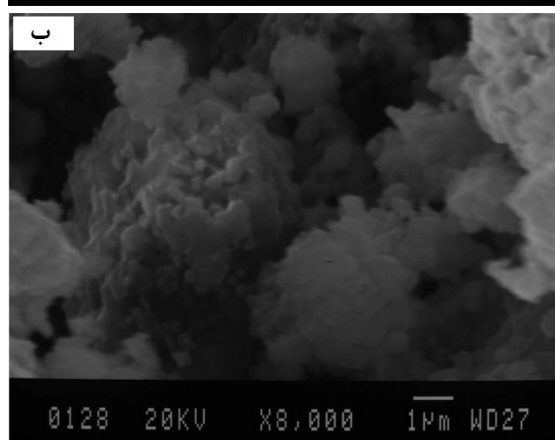
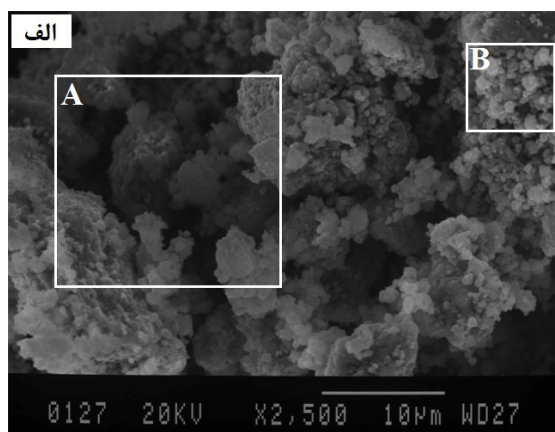
ماهیت لایه‌ای ریزساختار این ترکیبات موجب تغییر شکل پودر سنتز شده به شکل لایه لایه می‌گردد، که از این موضوع به منظور اثبات تشکیل ترکیبات با ساختار فازی MAX استفاده می‌گردد. در ادامه ضمن ارائه تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از پودرهای آسیاب شده در زمان‌های مختلف به بررسی این تصاویر پرداخته خواهد شد.

است مقداری سیلیسیوم باقی مانده در پودر سنتز شده باقی مانده باشد، هرچند پیک‌های مربوط به سیلیسیوم باقی مانده در الگوی پراش پودر ۲۰ ساعت آسیا شده وجود ندارد. در این رابطه یانگ و همکاران [۱۳]، معتقدند که عیب و نقص‌های فراوانی از جمله نابجایی‌ها، جاهای خالی، تعداد زیادی مرزهای دانه در ترکیب تشکیل شده از آسیاکاری وجود دارد. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که سیلیسیوم باقی مانده درون شبکه ترکیب آسیا شده حل شده باشد و یا اینکه ممکن است تحت تنش بالای ناشی از فرآیند آسیاکاری، آمورف شده باشد.

همچنین پس از ۲۰ ساعت آسیاکاری مخلوط پودری به شکل یکنواخت و بسیار سخت به محفظه آسیا چسبید و محصول آسیاکاری پس از ۲۰ ساعت توده به هم چسبیده‌ای بود که به شدت به محفظه آسیا چسبیده بود. این پدیده نشان دهنده واکنش بین عناصر موجود در محفظه آسیا می‌باشد که در قسمت مکانیزم سنتز به آن خواهیم پرداخت و پس از آن ادامه آسیاکاری غیرممکن می‌باشد.

شکل ۲ نشان دهنده محصول ۲۰ ساعت آسیاکاری مخلوط پودر، پس از جدا کردن آن از محفظه آسیا می‌باشد. این گونه از محصول آسیاکاری بسیار مشابه با نتایج حاصل از سنتز  $Ti_3SiC_2$  توسط لی و همکارانش در سال ۲۰۰۲ [۱۴]، توسط لی و ژای در سال ۲۰۰۵ [۱۲] و توسط جین و همکارانش در سال ۲۰۰۷ [۱۵] و همچنین سنتز  $Ti_3AlC_2$  توسط یانگ و همکارانش [۱۳] در سال ۲۰۰۹ می‌باشد. این محققین معتقد بودند که وقوع این پدیده در حین سنتز فازهای  $Ti_3SiC_2$  و  $Ti_3AlC_2$  به وسیله آسیاکاری به دلیل وقوع یک واکنش خود پیش رونده القا شده توسط

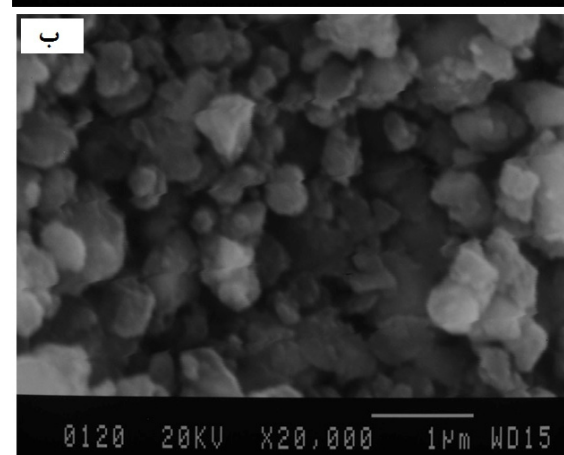
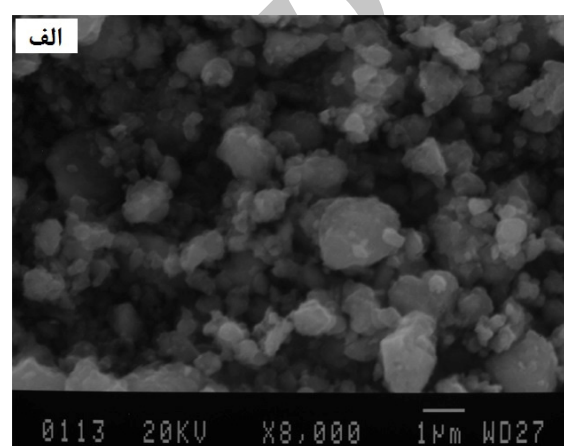
<sup>۱</sup> Mechanically induced self-propagating reaction (MSR)



شکل ۴- الف) تصویر میکروسکوپ الکترونی مخلوط پودر پس از ۲۰ ساعت آسیاکاری  
ب) تصویر منطقه A در بزرگنمایی بالاتر.

در این شکل مناطق لایه لایه مربوط به ترکیب  $Ti_3SiC_2$ ، به همراه ساختار دانه‌ای مربوط به فاز  $TiC$  قابل مشاهده می‌باشد. در شکل (۴-ب) که تصویر منطقه A در شکل (۴-الف) در بزرگنمایی بالاتر می‌باشد، مناطق لایه لایه مربوط به ترکیب  $Ti_3SiC_2$  به عنوان ماده‌ای با ساختار فازی MAX به وضوح قابل مشاهده می‌باشد. مشخصه‌یابی ترکیب شیمیایی مناطق A و B توسط طیف سنجی پراش انرژی (EDS)، در شکل ۵ ارائه شده است. همانطور که در این شکل مشاهده می‌شود ترکیب شیمیایی قسمت B فقط شامل تیتانیوم می‌باشد که نشان می‌دهد ساختار دانه‌ای

شکل ۳ نشان دهنده تصویر میکروسکوپ الکترونی (SEM) مخلوط پودر پس از ۱۰ ساعت آسیاکاری می‌باشد. همانطور که در این شکل مشاهده می‌شود اندازه ذرات پودر پس از ۱۰ ساعت آسیاکاری کاهش یافته ولی ساختار لایه لایه که نشان دهنده تشکیل فازهای MAX می‌باشد در این تصویر دیده نمی‌شود که تایید کننده الگوی XRD پودر ۱۰ ساعت آسیاکاری شده در شکل ۱ می‌باشد.



شکل ۳- الف) تصویر میکروسکوپ الکترونی مخلوط پودر پس از ۱۰ ساعت آسیاکاری  
ب) تصویر در بزرگنمایی بالاتر.

شکل (۴-الف) تصویر میکروسکوپ الکترونی (SEM) محصول نهایی آسیاکاری پس از ۲۰ ساعت می‌باشد.



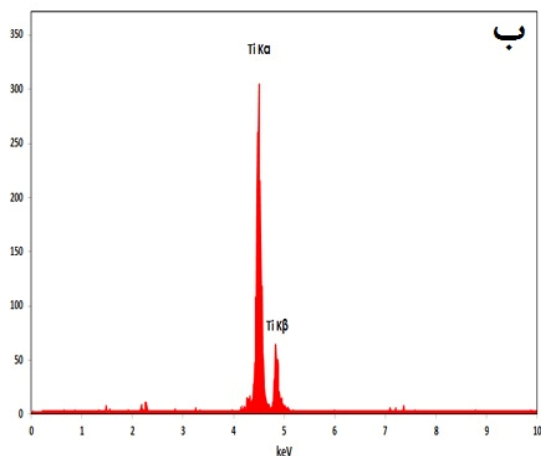
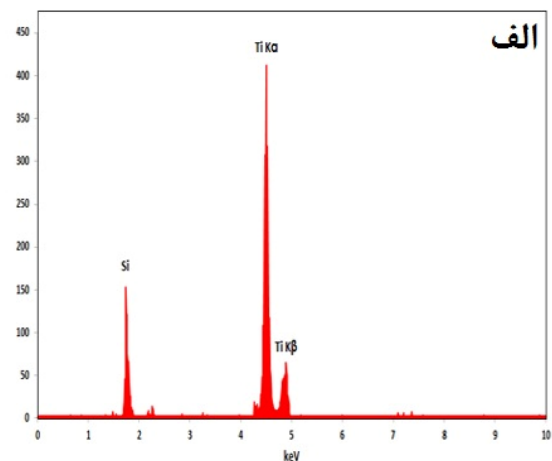


### ۳-۳- مکانیزم سنتز

سنتز فاز  $Ti_3SiC_2$  مشابه با  $Ti_3AlC_2$  توسط فرآیند آسیاکاری به واکنش خود پیش رونده القا شده توسط فرآیندهای مکانیکی (MSR) نسبت داده می‌شود [۱۶]. آزمایشات پیشین [۱۷-۱۹] گزارش داده‌اند که دمای تشکیل  $Ti_3AlC_2$  توسط فرآیندهای سنتز خود احتراقی (SHS)، پرس گرم (HP) و زینترینگ پلاسما (SPS) در گستره دمایی ۱۳۰۰ تا ۱۷۰۰ درجه سلسیوس می‌باشد. دمای تشکیل ترکیب  $Ti_3SiC_2$  با روش‌های فوق نیز بالای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس می‌باشد [۱۲]. در این پژوهش نیز که فاز  $Ti_3SiC_2$  توسط آسیاکاری مخلوط پودر با آسیای پر انرژی با موفقیت سنتز گردید، می‌توان نتیجه گرفت که دمای موضعی مخلوط پودر موجود در محفظه آسیا برای سنتز فاز  $Ti_3SiC_2$  به اندازه کافی بالا بوده است. تولید محصول بالک و یکپارچه پس از ۲۰ ساعت آسیاکاری نیز می‌تواند به دلیل زینتر شدن مخلوط پودر در اثر تولید همین حرارت می‌باشد.

همانطور که در بالا ذکر گردید، اعتقاد بر این است که در این آزمایش، سنتز فازهای  $Ti_3SiC_2$  و  $TiC$  به وسیله واکنش خود پیش رونده القا شده توسط فرآیندهای مکانیکی (MSR) رخ داده است. وقوع واکنش MSR با یک مدت زمان مشخص فعال سازی تحت عنوان زمان افروزش، شروع می‌شود و در طی این مدت عمل کاهش اندازه ذرات، مخلوط شدن و تشکیل نواقص ساختاری تا رسیدن به یک کمپلکس فعال ادامه می‌یابد. واکنش وقتی شروع می‌شود که پودر به یک حالت بحرانی مشخص رسیده باشد. وقتی که واکنش شروع شد می‌تواند با / بدون آسیاکاری تا مرحله

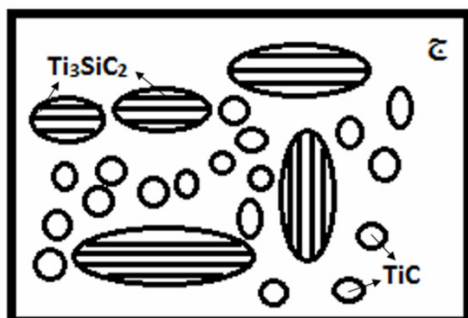
موجود در این قسمت مربوط به  $TiC$  می‌باشد ولی ترکیب شیمیایی قسمت A شامل عناصر تیتانیوم و سیلیسیوم می‌باشد که نشان می‌دهد ساختار لایه لایه موجود در قسمت A مربوط به ترکیب  $Ti_3SiC_2$  می‌باشد. قابل ذکر است که با توجه به اینکه آنالیز EDS میکروسکوپ الکترونی مورد استفاده در این پژوهش قابلیت تشخیص عناصر با عدد جرمی زیر ۱۲ را ندارد، لذا عنصر کربن در این آنالیز قابل مشاهده نمی‌باشد.



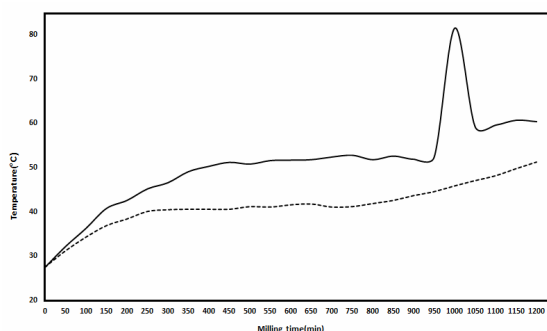
شکل ۵- نتایج طیف سنجی پراش انرژی (EDS)

الف) منطقه A در شکل (۴-الف) و

ب) منطقه B در شکل (۴-الف).



شکل ۶- طرح‌واره مکانیزم واکنش خود پیش رونده القا شده توسط فرآیندهای مکانیکی در حین آسیاکاری (الف) مخلوط پودر اولیه (ب) نفوذ اتم‌های کربن در مرزخانه‌های تیتانیوم و تشکیل TiC به صورت تدریجی در حین آسیاکاری (ج) تشکیل ناگهانی  $Ti_3SiC_2$  در کنار TiC پس از وقوع واکنش خود پیش رونده.

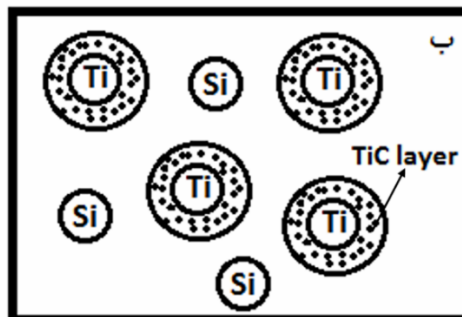
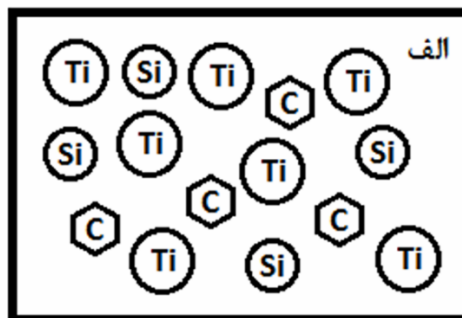


شکل ۷- دمای محفظه آسیا بر حسب زمان آسیاکاری. خط چین) دمای محفظه آسیا فقط حاوی گلوله‌های ساینده. خط کامل) دمای محفظه آسیا حاوی مخلوط پودر و گلوله‌های ساینده.

همانطور که در این شکل مشاهده می‌شود، دمای محفظه آسیا با افزایش زمان آسیاکاری به طور آهسته افزایش یافته و پس از ۳۵۰ دقیقه آسیاکاری به حدود ۵۰ درجه سلسیوس می‌رسد، که عمدتاً به دلیل تصادم و برخورد و اصطکاک گلوله‌ها با محفظه‌های آسیا می‌باشد که منجر به تولید انرژی مکانیکی و افزایش دمای محفظه آسیا می‌شود. با

تکمیل شدن ادامه یابد. همانطور که در شکل ۳ نیز مشاهده گردید، میانگین اندازه ذرات مخلوط پودری به تدریج در حین آسیاکاری کم می‌شود. مخلوط پودر متحمل شکست و جوش سردهای پیاپی می‌شود. همچنین در حین فرآیند آسیاکاری همانطور که در بخش آنالیز فازی با توجه به الگوی XRD مخلوط پودر ۵ ساعت آسیا شده و همچنین استناد به فعالیت‌های انجام گرفته در پژوهش‌های پیشین [۱۲] اشاره گردید، اتم‌های کربن به طور تدریجی در مرزخانه‌های تیتانیوم نفوذ کرده و TiC تشکیل می‌گردد. این فرآیند به طور شماتیک در شکل ۶ نیز نشان داده شده است. این اتفاقات تا زمانی که مخلوط پودری به یک اندازه بحرانی مشخص برسد ادامه خواهد داشت و پس از آن واکنش احتراقی آغاز خواهد شد [۱۶].

وقوع واکنش MSR در حین فرآیند آسیاکاری توسط افزایش دمای محفظه‌های آسیا تایید می‌شود. شکل ۷ نشان دهنده دمای محفظه آسیا به عنوان تابعی از زمان می‌باشد.





- Kong, "Effect of transition metal (M) and M-C slabs on equilibrium properties of Al-containing MAX carbides: An ab initio study", *Computational Materials Science*, Vol 91, pp 28-37, (2014).
- [2] L. Liu, L. Wang, L. Shi, W. Jiang, "Microstructure evolution of  $Ti_3SiC_2$  powder during high-energy ball milling", *Ceramics International*, Vol 36, pp 2227-2230, (2010).
- [3] H. Abderrazaka, F. Turkia, F. Schoensteinb, M. Abdellaouia, N. Jouinib, "Influence of mechanical alloying on  $Ti_3SiC_2$  formation via spark plasma sintering technique from Ti/SiC/C powders", *Ceramics International*, Vol 39, pp 5365-5372, (2013).
- [4] M. W. Barsoum, D. Brodtkin, T. El-Raghy, "Layered machinable ceramics for high temperature applications", *Scripta Materialia*, Vol 36, pp 535-541, (1997).
- [5] J. J. Nickl, K. K. Schweitzer, P. Luxemberg, "Gas phasenabscheidungim system Ti-Si-C", *Journal of Less Common Metals*, Vol 26, pp 335-353, (1972).
- [6] M. W. Barsoum, T. El-Raghy, "Synthesis and characterization of remarkable ceramic:  $Ti_3SiC_2$ ", *Journal of the American Ceramic Society* 79 (1996) 1953-1956.
- [7] L. Yongming, P. Wei, L. Shuqin, C. Jian, W. Ruigang, L. Jianqiang, "Synthesis of high-purity  $Ti_3SiC_2$  polycrystals by hot pressing of elemental powders", *Materials Letters*, Vol 52, pp 245-247, (2002).
- [8] J. T. Li, Y. Miyamoto, "Fabrication of monolithic  $Ti_3SiC_2$  ceramic through reactive sintering of Ti/Si/2TiC", *Journal of Materials Synthesis and Processing*, Vol 7(2), pp 91-96, (1999).
- [9] S. Yang, Z. M. Sun, H. Hashimoto, T. Abe, " $Ti_3SiC_2$  powders synthesis from Ti/Si/TiC powder mixtures", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol 358, pp

افزایش زمان آسیاکاری و رسیدن آن به ۱۰۰۰ دقیقه، دمای محفظه آسیا به طور ناگهانی به حدود ۸۰ درجه سلسیوس می‌رسد و سپس به سرعت کاهش می‌یابد، که نشان دهنده وقوع یک واکنش گرمازا درون محفظه آسیا در این زمان می‌باشد. وقوع واکنش‌های گرمازا در سیستم Si-Ti-C همانطور که در الگوی XRD محصول ۲۰ ساعت آسیاکاری در شکل ۱ دیده می‌شود می‌تواند به دلیل تشکیل فاز  $Ti_3SiC_2$  باشد. بی و همکاران در سال ۱۹۹۷ [۲۰] گزارش دادند که واکنش‌های گرمازا در حین آسیاکاری در سیستم Ti-Al-C منجر به افزایش دما تا ۱۷۰۰ درجه سلسیوس در نواحی موضعی در حین آسیاکاری می‌شود که همزمان منجر به افزایش دمای سطح محفظه‌های آسیا به ۷۰ درجه سلسیوس خواهد شد.

#### ۴- نتیجه‌گیری

- ترکیب  $Ti_3SiC_2$  با ساختار فازی MAX توسط آسیاکاری پراثری مخلوط پودر تیتانیوم، سلیسیوم و کربن پس از ۲۰ ساعت با موفقیت سنتز گردید.
- آنالیز فازی توسط پراش پرتو ایکس و همچنین مشاهدات ریز ساختاری توسط میکروسکوپ الکترونی نشان دهنده تشکیل دو فاز  $Ti_3SiC_2$  و TiC پس از ۲۰ ساعت آسیاکاری می‌باشند.
- تشکیل فازهای  $Ti_3SiC_2$  و TiC به یک واکنش خود پیش رونده القا شده توسط فرآیندهای مکانیکی (MSR) در حین فرآیند آسیاکاری نسبت داده می‌شوند.

#### مراجع

- [1] Y. Bai, X. He, R. Wang, S. Wang, F.





- [18] X. H. Wang, Y. C. Zhou, "Microstructure and properties of  $Ti_3AlC_2$  prepared by the solid-liquid reaction synthesis and simultaneous in-situ hot pressing process", *Acta Materiala*, Vol 50, pp 3141–3149, (2002).
- [19] Z. B. Ge, K. X. Chen, J. M. Guo, H. P. Zhou, J. M. F, Ferreira, "Combustion synthesis of ternary carbide  $Ti_3AlC_2$  in Ti–Al–C system", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol 23, pp 567–574, (2003).
- [20] L. L. Ye, Z. G. Liu, S. D. Li, M.X. Quan, Z.Q. Hu, "Thermochemistry of combustion reaction in Al–Ti–C system during mechanical alloying", *Journal of Materials Research*, Vol 12 (3), pp 616–618, (1997).
- [10] Z. Jianfeng, W. Lianjun, J. Wan, C. Lidong, "Effect of TiC content on the microstructure and properties of  $Ti_3SiC_2$ –TiC composites in situ fabricated by spark plasma sintering", *Material Science and Engineering*, Vol 487(1), pp 137–43, (2008).
- [11] A. Feng, T. Orling, Z. A. Munir, "Field-Activated Pressure-Assisted Combustion Synthesis of Polycrystalline  $Ti_3SiC_2$ ," *Journal of Materials Research*, Vol 14, pp 925–39, (1999).
- [12] S. B. Li, H. X. Zhai, "Synthesis and Reaction Mechanism of  $Ti_3SiC_2$  by Mechanical Alloying of Elemental Ti, Si, and C Powders", *Journal of the American Ceramic Society*, Vol 88, pp 2092–2098, (2005).
- [13] C. Yang, S. Z. Jin, B. Y. Liang, G. J. Liu, S. S. Jia, "Synthesis of  $Ti_3AlC_2$  ceramic by high-energy ball milling of elemental powders of Ti, Al and C", *journal of materials processing technology*, Vol 209, pp 871–875, (2009).
- [14] J. F. Li, T. Matsuki, R. Watanabe, "Mechanical- Alloying- Assisted Synthesis of  $Ti_3SiC_2$  Powder", *Journal of the American Ceramic Society*, Vol 85, pp 1004–1006, (2002).
- [15] S. Jin, B. Liang, J. F. Li, L. Ren, "Effect of Al addition on phase purity of  $Ti_3Si(Al)C_2$  synthesized by mechanical alloying", *Journal of Materials Processing Technology*, Vol 182, pp 445–449, (2007).
- [16] J. Zhu, G. Qib, H. Yangc, F. Wang, "Synthesis of  $Ti_3AlC_2$  Powder by High Energy Ball Milling and High Temperature Heat Treatment", *Materials Science Forum*, Vol 658, pp 181-184, (2010).
- [17] M. Lopacinski, J. Puszynski, J. Lis, "Synthesis of ternary titanium aluminum carbides using self-propagating high-temperature synthesis technique", *Journal of the American Ceramic Society*, Vol 84(12), pp 3051–3053, (2001).