فصلنامه‌ی علمی پژوهشی

علم و مهندسی سرامیک

دوره‌ی ۵، شماره‌ی ۳، پاییز ۱۳۹۵

بررسی تأثیر زمان آسیاکاری و دما بر سنتز نانوساختار Ti_3SiC_2 به روش آلیاژسازی مکانیکی – عملیات حرارتی

نوید عطازاده[۱]، حمیدرضا بهاروندی[۲]، ناصر احسانی[۲]، مینا سعیدی حیدری[۳*]

[۱] مهندسی مواد مرکب، دانشگاه صنعتی مالک اشتر

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

[۳] باشگاه پژوهشگران جوان و نخبگان، واحد تهران جنوب، دانشگاه آزاد اسلامی

* Minasaeedi85@gmail.com

اطلاعات مقاله:

دریافت: ۲۹ آذر ۱۳۹۵

پذیرش: ۹ اسفند ۱۳۹۵

کلید واژه:

مکس فاز، Ti_3SiC_2، آلیاژسازی مکانیکی – عملیات حرارتی، زمان آسیاکاری

چکیده:

در این پژوهش مکس فاز Ti_3SiC_2 با استفاده از مخلوط پودرهای Ti، Si و C و به روش آلیاژسازی مکانیکی – عملیات حرارتی سنتز شده است. به‌منظور بررسی تأثیر زمان آسیاکاری و همچنین دمای عملیات حرارتی بر میزان سنتز مکس فاز Ti_3SiC_2 از ترکیب ۳Ti:۱/۲Si:۲C استفاده شد. ابتدا توزین پودرهای اولیه صورت گرفت و پس از آن مخلوط پودرها با نسبت گلوله به پودر ۵۰ به ۱ در مدت زمان‌های ۳۰، ۴۰ و ۵۰ ساعت توسط دستگاه آسیاب پر انرژی سایشی تحت اتمسفر آرگون آسیاکاری شدند. سپس مخلوط حاصل با دستگاه پرس و قالب فولادی به قطر ۱/۲ cm، به شکل قرص‌هایی تحت فشار ۲۰۰ MPa تبدیل شدند. پس از عملیات حرارتی (عملیات تکمیلی) نمونه‌ها در دماهای ۱۱۰۰ °C، ۱۲۰۰ °C و ۱۳۰۰ °C به مدت زمان یک ساعت تحت اتمسفر آرگون، آنالیز پراش اشعه ایکس جهت بررسی ترکیب فازی و میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی مجهز به طیف‌سنج EDS به‌منظور مشاهده ریزساختار، به کار گرفته شد. در نهایت مشخص شد که بیش‌ترین مقدار مکس فاز Ti_3SiC_2 سنتز شده معادل ۷۵ درصد وزنی است که مربوط به نمونه ۴۰ ساعت آسیاکاری بوده و در دمای ۱۲۰۰ °C عملیات حرارتی شده است. همچنین مشاهده شد که با افزایش زمان آسیاکاری از ۴۰ به ۵۰ ساعت، درصد وزنی مکس فاز Ti_3SiC_2 در محصولات واکنش کاهش یافته است.

۱- مقدمه

تحقیقات مؤثر از سال ۱۹۹۰ نشان می‌دهد که رفتارهای دوگانه فلز- سرامیک مواد جدیدی به نام مکس فاز[۱]، بسیار حیرت‌انگیز است [۱]. به‌طوری‌که از یکسو رفتارهای فلزی نظیر رسانایی گرما، رسانایی الکتریکی، تغییر فرم در دماهای

[1] MAX Phase

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.2.6]

بالا و قابلیت ماشین‌کاری را از خود بروز داده و از سوی دیگر مانند سرامیک‌ها خواصی مانند مقاومت به شوک حرارتی، دیرگدازی، مقاومت در برابر اکسیداسیون و ضریب انبساط حرارتی پایین دارند [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 نشان‌دهنده‌ی عناصر گروه‌های ۱۲ الی ۱۶ جدول تناوبی شامل Al، Si، P، S، Ca، Ga، Ge، As، Cd، In، Sn، Tl و Pb بوده و حرف X معرف دو عنصر کربن و یا نیتروژن است [۳, ۶, ۷].

ترکیب Ti_3SiC_2 خواص سرامیکی برجسته‌ای مانند مدول الاستیک بالا (۳۲۰ Gpa)، چگالی پایین (مقدار تقریبی $4/53\ g/cm^3$)، مقاومت عالی در برابر حملات خوردگی و شیمیایی و نقطه ذوب بالا (۳۰۰۰ °C) از خود نشان می‌دهد. همچنین دمای پایداری حرارتی آن در اتمسفر گاز خنثی یا در محیط خلأ در حدود ۱۷۰۰ °C می‌باشد. از طرف دیگر Ti_3SiC_2، از خود خواص فلزی مثل هدایت الکتریکی نسبتاً بالا (مقدار تقریبی $9/6 \times 10^6\ \Omega^{-1}m^{-1}$)، هدایت حرارتی مناسب (۳۷ W/mK)، سختی پایین (مقدار تقریبی ۴ Gpa) و مقاومت مناسب در برابر شوک حرارتی را نشان می‌دهد. علاوه بر این Ti_3SiC_2 بعد از اعمال بار فشاری ۱ Gpa کاملاً برگشت‌پذیر است و جالب‌ترین خاصیت Ti_3SiC_2 این است که می‌توان آن را به‌صورت شکل‌های پیچیده ماشین‌کاری نمود [۵]. به‌منظور سنتز این ساختار نانولایه تاکنون از روش‌های مختلفی مانند رسوب شیمیایی فاز بخار[2] [۸]، روش ذوب قوسی[3] [۹]، پرس ایزواستاتیک گرم[4] یا پرس گرم[5] [۱۰]، سینتر جرقه پلاسما[6] [۱۱] و ... استفاده شده است. یکی از برترین روش‌هایی که برای سنتز ترکیبات سرامیکی در دمای اتاق به کار می‌رود، روش آلیاژسازی مکانیکی[7] است [۱۲]. این فرآیند که اولین بار توسط بنجامین[8] [۱۳] در سال ۱۹۷۰ ارائه شده، در دهه‌های اخیر بسیار مورد توجه قرار گرفته است و به‌طور موفقیت‌آمیزی برای سنتز انواع مختلف مواد نظیر محلول‌های جامد، مواد بین فلزی، آلیاژهای آمورف و کامپوزیت‌های سرامیکی استفاده شده است [۱۴]. روش آلیاژسازی مکانیکی یک فرایند متالورژی پودر رایج و مناسب است که دارای مزایایی مانند هزینه تولید کم و کنترل آسان ترکیبات می‌باشد [۱۵, ۱۶]. اخیراً این فرآیند توسط محققان بسیاری برای سنتز مکس فاز Ti_3SiC_2 اعمال شده است و درنهایت پودر Ti_3SiC_2 با خلوص فازی بالا، به شکل موفقیت‌آمیزی سنتز شده است [۱۷]. مکانیسم واکنش‌های صورت گرفته برای تشکیل مکس فاز Ti_3SiC_2 با استفاده از پودرهای عنصری به این صورت است که در آغاز فرایند سنتز، با توجه به اینکه گرمای تشکیل (آنتالپی) واکنش (۱) بیشتر از سایر واکنش‌های ممکن است و همچنین به دلیل میل ترکیبی شدید تیتانیوم و کربن؛ این واکنش در دمای ۸۷۰ °C و در حالت جامد انجام می‌پذیرد.

$$Ti + C \rightarrow TiC \qquad (1$$

[2] Chemical Vapor Deposition
[3] Arc Melting
[4] Hot Isostatic Pressing
[5] Hot Pressing
[6] Spark Plasma Sintering
[7] Mechanical Alloying
[8] Benjamin

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]
[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.2.6]

واکنش (۱) بسیار گرماده است. در ادامه در اثر گرمای آزاد شده از واکنش (۱) در دماهای نزدیک به نقطه یوتکتیک (۱۳۳۰ °C) مطابق واکنش (۲)، مایع یوتکتیک Ti-Si تشکیل می‌گردد.

$$Ti + Si \rightarrow Ti\text{-}Si(l) \qquad (۲$$

در نهایت مطابق واکنش (۳)، Ti_3SiC_2 در فصل مشترک بین فاز مایع یوتکتیک و ذرات TiC تشکیل می‌شود [۲۱].

$$TiC + Ti\text{-}Si(l) \rightarrow Ti_3SiC_2 \qquad (۳$$

در این مقاله تلاش شده است تا ضمن بیان مکانیسم تشکیل Ti_3SiC_2 در فرایند آلیاژسازی مکانیکی- عملیات حرارتی، با استفاده از مواد اولیه عنصری Ti، Si و C، تأثیر تغییرات مدت زمان فرایند آسیاکاری پیش از فرایند عملیات حرارتی (عملیات تکمیلی) و پس از آن و همچنین تأثیر تغییر دمای عملیات حرارتی روی درصد وزنی Ti_3SiC_2 سنتز شده، مورد بررسی قرار گیرد.

۲- فعالیت‌های تجربی

در این تحقیق پودرهای عنصری تیتانیوم و سیلیسیم به همراه پودر گرافیت 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. همچنین با توجه به تحقیقات انجام شده توسط سایر پژوهشگران مشاهده شد که در حین فرایند سنتز، سیلیسیم تبخیر شده و کمبود آن منجر به کاهش خلوص Ti_3SiC_2 می‌شود [۱۸]؛ بنابراین برای جلوگیری از کمبود سیلیسیم در این پژوهش ضریب آن در نسبت مولی اختلاط پودرهای اولیه، ۰/۳ بیشتر از مقدار استوکیومتری انتخاب شد.

جدول ۱- مشخصات مواد اولیه مورد استفاده در آزمایش

نوع پودر	اندازه ذرات (μm)	میزان خلوص (٪)
تیتانیوم	≤ ۲۰	۹۸/۶۵
آلومینیوم	≤ ۴۰۰	≥ ۹۸
گرافیت	≤ ۳۰	≥ ۹۹

به‌منظور انجام آزمایش ابتدا پودرهای اولیه با نسبت مولی ۳Ti:۱/۳Si:۲C مشخصه‌یابی شده و سپس با ترازو توزین پودرها صورت گرفت. در ادامه پودرها توسط یک دستگاه آسیای پر انرژی سایشی مجهز به سیستم خنک‌کننده آبگرد، آلیاژسازی شدند. جنس داخلی محفظه با حجم ml ۱۵۰۰ و گلوله‌ها از نوع فولاد مقاوم به سایش و جنس بیرونی محفظه پلیمری بود. فرایند آسیاکاری با نسبت گلوله به پودر ۵۰ به ۱ و با سرعت rpm ۱۰۰۰ انجام شد. به‌منظور جلوگیری از اکسید شدن نمونه‌ها، عملیات توزین پودرها، شارژ و بستن محفظه در گلاوباکس و همچنین عملیات آسیاکاری نیز تحت اتمسفر آرگون با خلوص ۹۹/۹۹۹ درصد و به‌صورت خشک صورت گرفت. زمان آسیاکاری نیز به ترتیب ۳۰، ۴۰ و ۵۰ ساعت بود. سپس محلول‌های جامد حاصل در یک قالب فولادی قرار گرفتند و تحت فشار Mpa ۲۰۰ فشرده شدند تا قرص‌هایی به قطر mm ۱۲ و ضخامت mm ۶ به دست آید. در ادامه قرص‌ها درون بوته گرافیتی گذاشته شدند و سپس تحت عملیات حرارتی قرار گرفتند و پس از سرد نمودن آن‌ها با هاون به‌خوبی خرد شدند.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.2.6]

جهت سنتز پودر Ti_3SiC_2 فرآیند پخت نمونه‌ها در کوره تیوبی با لوله‌ای از جنس کوارتز به قطر داخلی ۵ cm انجام شد. دمای عملیات حرارتی در بازه ۱۳۰۰ °C–۱۱۰۰، مدت زمان نگهداری یک ساعت، نرخ افزایش دما ۱۴ °C/min و همچنین اتمسفر مورد استفاده در کوره آرگون با خلوص ۹۹/۹۹۹ درصد بود. در ادامه به‌منظور تشخیص فازهای تولید شده، هر یک از نمونه‌ها مورد آنالیز پراش اشعه ایکس (Panalytical-Xpert Pro-MPD) قرار گرفتند. برای محاسبه درصد وزنی مربوط به فازهای تولید شده از دو روش ریتولد[9] [۱۹] و روش ژانگ[10] [۲۰] استفاده شد. با استفاده از رابطه‌های (۴) و (۵) در روش ژانگ می‌توان مقادیر فازهای Ti_3SiC_2 و TiC را محاسبه نمود.

$$W_{TSC} = \frac{1.8}{1.8 + I_{TC}/I_{TSC}} \quad (۴$$

$$W_{TC} = \frac{I_{TC}/I_{TSC}}{1.8 + I_{TC}/I_{TSC}} \quad (۵$$

در این روابط W_{TSC} و W_{TC} به ترتیب نشان‌دهنده درصد وزنی Ti_3SiC_2 و TiC و I_{TSC} و I_{TC}، به ترتیب بیانگر شدت پیک Ti_3SiC_2 در صفحه (۱۰۴) و شدت پیک TiC در صفحه (۲۰۰) می‌باشند.

همچنین جهت مشاهده ریزساختار مربوط به هر یک از نمونه‌ها، تصویربرداری به کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی[11] (FESEM) (MIRA3 TESCAN) و طیف‌سنجی پراش انرژی پرتو ایکس[12] (EDS) صورت گرفت. تعیین اندازه ذرات نیز به‌وسیله نرم‌افزار SEMAFORE نسخه ۵/۲۱ صورت گرفت.

۳- نتایج و بحث

با توجه به اینکه در این مقاله تغییرات مدت زمان آسیاکاری و همچنین دمای عملیات حرارتی در سنتز Ti_3SiC_2 مورد مطالعه قرار گرفته است؛ لذا در این بخش هر یک از موارد بعد از فرایند آسیاکاری (قبل از عملیات حرارتی تکمیلی) و بعد از فرایند عملیات حرارتی (عملیات تکمیلی) به تفکیک بررسی شدند.

۳-۱- تأثیر تغییر زمان آسیاکاری (قبل از عملیات حرارتی تکمیلی) بر میزان سنتز Ti_3SiC_2

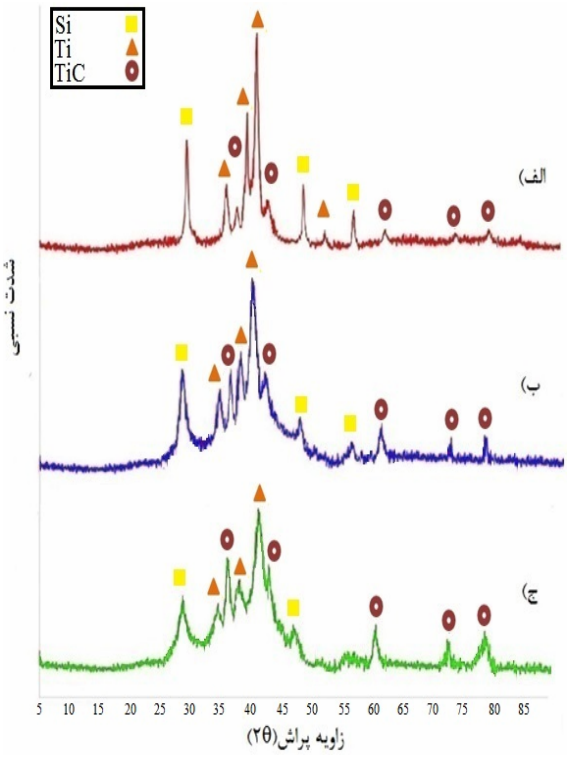
شکل (۱) الگوهای XRD نمونه‌های پودری بعد از فرآیند آسیاکاری در مدت زمان‌های مختلف را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود در هر سه الگوی XRD موجود در شکل (۱) پیک‌های مربوط به Ti، Si و TiC موجود است. به‌طور کلی در مرحله ابتدایی آلیاژسازی مکانیکی، ذرات Si و C، به دلیل اینکه هر دو بسیار شکننده هستند به‌طور قابل توجهی خرد می‌شوند. با گذشت زمان برخی از ذرات خرد شده Si و C در مرز دانه‌های Ti توزیع می‌شوند که منجر به شکنندگی و متعاقباً ریز شدن ذرات Ti می‌شود. همان‌طور که در شکل (۱) مشخص است، با افزایش زمان آسیاکاری به ۴۰ و ۵۰ ساعت پیک‌های Ti و Si پهن و

[9] Rietveld
[10] Zhang
[11] Field Emission Scanning Electron Microscopy
[12] Energy-dispersive X-ray spectroscopy

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]
[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.2.6]

از شدت آن‌ها کاسته شده‌است که نشان‌دهنده کاهش متوسط اندازه کریستالیت، ایجاد عیوب و نواقص و همچنین تشکیل کرنش‌های داخلی می‌باشد [۱۰ و ۱۷]. وجود فاز TiC در شکل (۱) نشان‌دهنده آن است که در حین فرآیند آسیاکاری، هم عمل خردایش و آلیاژسازی ذرات صورت می‌پذیرد و هم بین مواد اولیه واکنش انجام می‌گیرد. میل ترکیبی Ti با C برای تشکیل TiC شدید و واکنش به‌صورت گرمازا بوده است [۱۷]. در اثر فرآیند آسیاکاری که برخورد میان گلوله‌ها و پودر و فعال‌سازی مواد اولیه انجام می‌گیرد، این برخوردها انرژی لازم برای انجام واکنش (۱) را فراهم می‌کند و TiC تشکیل می‌شود. در شکل (۱) همچنین به جز درصدی از پودر گرافیت اولیه که برای تشکیل ترکیب TiC مصرف می‌شود اثری از پیک‌های گرافیت مشاهده نمی‌شود. احتمالاً گرافیت بعد از ۳۰ ساعت آسیاکاری آمورف شده است و بالا بودن زمینه الگوی پراش اشعه ایکس در محدوده ۲۷ درجه نیز به همین دلیل است. همچنین با توجه به شکل (۱) پیک مربوط به فاز Ti_3SiC_2 در الگوهای پراش اشعه ایکس مشاهده نمی‌شود. تشکیل TiC به‌جای Ti_3SiC_2 بدان معنی است که TiC از لحاظ ترمودینامیکی و سینتیکی شرایط مطلوب‌تری دارد یعنی انرژی آزاد گیبس تشکیل TiC نسبت به Ti_3SiC_2 منفی‌تر است [۲۲].

نتایج تحقیقات ذاکری و همکارانش [۲۳] که اثر مواد اولیه Ti، Si، C و TiO را بر روی سنتز Ti_3SiC_2 مورد بررسی قرار دادند نیز نشان دهنده این است که سنتز Ti_3SiC_2 تنها با آسیاکاری مکانیکی غیر قابل اجرا است؛ بنابراین این محققان نیز پودرهای آسیاکاری شده را در دماهای مختلف عملیات حرارتی نمودند.

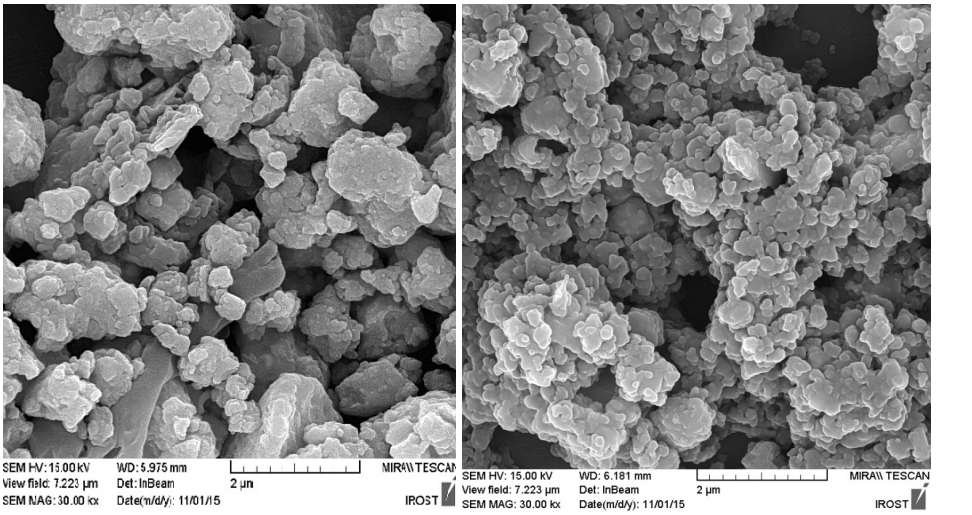


شکل ۱- الگوهای پراش پرتو ایکس پس از فرآیند آسیاکاری:
الف) ۳۰ ساعت، ب) ۴۰ ساعت و ج) ۵۰ ساعت.

شکل (۲) تصاویر میکروسکوپ الکترونی از نمونه‌های آسیاکاری شده در مدت زمان‌های ۳۰، ۴۰ و ۵۰ ساعت را نشان می‌دهد. در شکل (۲، الف) می‌توان مشاهده نمود که ذرات، شکل و اندازه بسیار ناهموار و نامنظمی دارند که این تفاوت‌ها در مرحله اولیه آسیاکاری (۳۰ ساعت آسیاکاری)، به دلیل عدم تشابه مواد اولیه است که با یکدیگر مخلوط شده بودند. داکتیلیته پودرهای فلزی باعث ایجاد تغییر شکل پلاستیک شدید و آگلومره شدن حین آسیاکاری شده است. با افزایش زمان آسیاکاری تا ۴۰ ساعت، نقش جوش سرد کاهش یافته است. در مقابل، اثر کارسختی و شکست افزایش یافته است. در شکل (۲، ب) این تحول قابل

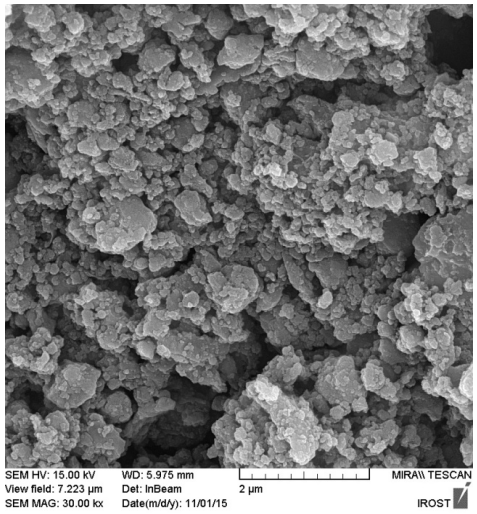
[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]
[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.2.6]

مشاهده است که ذرات جوش سرد یافته در مرحله پیشین شکسته شده و ذرات کوچک‌تر و آگلومره‌ها تشکیل شده‌اند؛ به عبارت دیگر، تعادلی بین جوش سرد و کارسختی برقرار شده است [۱ و ۲]. این تعادل منجر به تشکیل ذرات بسیار مشابه با توزیع اندازه بسیار باریک و شکل کروی شده است. تأثیر دیگر این فرایند کاهش در متوسط اندازه ذرات بوده است. با توجه به شکل (۲، ج) مشاهده می‌شود که با افزایش زمان آسیاکاری به مدت ۵۰ ساعت، توزیع اندازه ذرات پودری در تمام مناطق به‌صورت همگن و یکسان شده است. به‌طور میانگین برای مدت زمان‌های ۳۰، ۴۰ و ۵۰ ساعت، اندازه ذرات به ترتیب برابر با ۹۰۰nm، ۶۵۰nm و ۵۰۰nm است. این ذرات ریز مساحت‌های بزرگ‌تری از مرز دانه‌ها و همچنین مسیر نفوذ کوتاه‌تری دارند که به‌منظور سرعت بخشیدن در فرایند سینتر مفید است.



الف

ب



ج

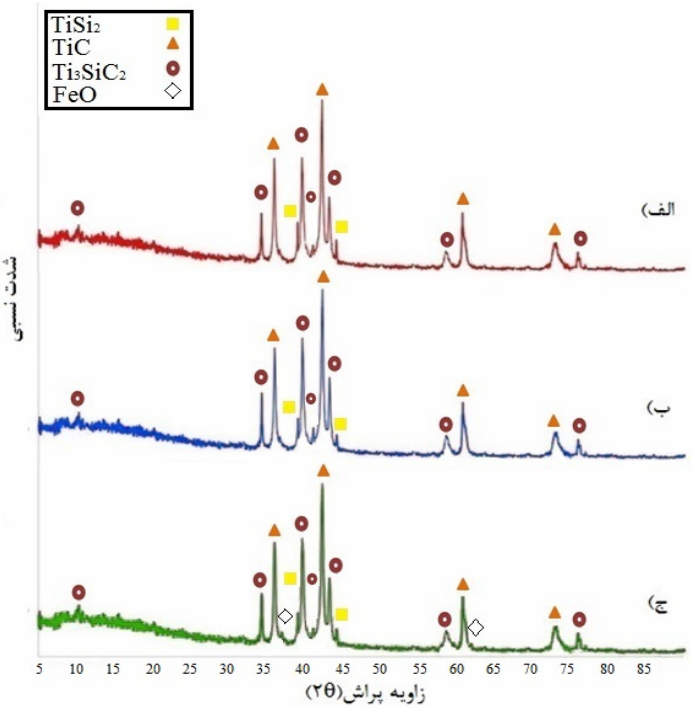
شکل ۲- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه‌های آسیاکاری شده در مدت زمان‌های مختلف: الف) ۳۰ ساعت، ب) ۴۰ ساعت و ج) ۵۰ ساعت.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.2.6]

۳-۲- تأثیر تغییر زمان آسیاکاری (بعد از فرآیند عملیات حرارتی تکمیلی) بر میزان سنتز Ti_3SiC_2

منحنی‌های الف، ب و ج در شکل (۳) به ترتیب الگوهای پراش پرتو ایکس نمونه‌های عملیات حرارتی شده در دمای ۱۱۰۰ °C به مدت زمان یک ساعت در اتمسفر آرگون از پودرهای آسیاکاری شده در مدت زمان‌های ۳۰، ۴۰ و ۵۰ ساعت را نشان می‌دهند. از مشاهده شکل (۳، الف و ب) می‌توان دریافت که در هر سه نمونه پیک اصلی مربوط به ماده‌ی TiC بوده و پیک‌های مربوط به مکس فاز Ti_3SiC_2 و $TiSi_2$ نیز مشاهده می‌شود. همان‌طور که مشاهده می‌شود با افزایش زمان آسیاکاری از ۳۰ ساعت به ۴۰ ساعت، شدت پیک مربوط به فاز Ti_3SiC_2 (مخصوصاً زاویه ۳۹/۵) افزایش پیدا کرده و از شدت پیک‌های TiC (مخصوصاً زاویه ۴۱/۸) کاسته شده است. از این موضوع می‌توان نتیجه گرفت که با افزایش زمان آسیاکاری، درصد تشکیل فاز Ti_3SiC_2 افزایش یافته است.



شکل ۳- الگوهای XRD برای نمونه‌های عملیات حرارتی شده در دمای ۱۱۰۰ °C به مدت یک ساعت از نمونه‌های پودری آسیاکاری شده در مدت زمان‌های الف) ۳۰ ساعت، ب) ۴۰ ساعت و ج) ۵۰ ساعت.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.2.6]

جدول ۲- زوایای پراش به همراه اندیس صفحات کریستالوگرافی متناظر با آن برای فازهای موجود در نمونه

اندیس‌های صفحه کریستالوگرافی	θ۲ (°)	اندیس‌های صفحه کریستالوگرافی	θ۲ (°)
(۲۰۰) ▲	۴۱/۸۰۸	(۰۰۲) ●	۱۰
(۰۰۸) ●	۴۲/۵۳۴	(۱۰۱) ●	۳۴/۰۹۶
(۰۲۲) ■	۴۳/۲	(۱۱۱) ▲	۳۶/۰۹
(۱۰۹) ●	۵۸/۳۹۷	(۱۰۳) ●	۳۷/۰۹۰
(۲۲۰) ▲	۶۰/۶۰۹	(۳۱۱) ■	۳۹/۱۰۱
(۳۱۱) ▲	۷۲/۵۵۴	(۱۰۴) ●	۳۹/۵۴۹
(۱۱۸) ●	۷۵/۳۷۸	(۱۰۵) ●	۴۰/۸۲۲

به نظر می‌رسد افزایش میزان Ti_3SiC_2 با بالا رفتن زمان آسیاکاری از ۳۰ ساعت به ۴۰ ساعت، در نتیجه‌ی تشکیل بیشتر فاز TiC و مایع یوتکتیک با توجه به واکنش‌های (۱) و (۲) پس از عملیات حرارتی در دمای ۱۱۰۰ °C می‌باشد. برای بسط بیشتر این مطلب می‌توان گفت، همان‌طور که در قسمت قبلی نیز به آن اشاره شد، به دلیل اثرات کمکی آلیاژسازی مکانیکی با افزایش زمان آسیاکاری، سطح پودرها بیشتر فعال گردیده و همچنین اندازه ذرات تقریباً به‌طور یکنواخت کاهش یافتند و به یک مقدار معینی رسیدند. همچنین در اثر عملیات حرارتی در دمای ۱۱۰۰ °C، در ابتدا فاز TiC به دلیل میل ترکیبی زیاد عناصر Ti و C و انجام واکنش (۱) تشکیل شده است. با توجه به اینکه این واکنش، یک واکنش گرمازا است، گرمای آزاد شده از آن منجر به ذوب موضعی شده و در نتیجه مایع یوتکتیک طبق واکنش (۲) تشکیل می‌شود. در ادامه در اثر انجام واکنش (۳) نیز مقداری از فاز اصلی Ti_3SiC_2 تشکیل شده است. حضور فاز $TiSi_2$ به دلیل وجود سیلیسیم اضافی می‌باشد که در این حالت مقداری از مایع یوتکتیک باقیمانده به‌جای واکنش با TiC در ترکیب نهایی رسوب کرده است [۲۴].

همان‌طور که مشاهده می‌شود با افزایش زمان آسیاکاری از ۳۰ ساعت به ۴۰ ساعت، درصد تشکیل ترکیب Ti_3SiC_2 افزایش یافته است ولی با توجه به شکل (۳، ج) با افزایش بیشتر زمان آسیاکاری به ۵۰ ساعت از شدت پیک‌های Ti_3SiC_2 کم شده است و فازهای ناخالصی دیگری مانند FeO وارد سیستم شده است که احتمالاً در مرحله آلیاژسازی مکانیکی پیش از فرآیند عملیات حرارتی به دلیل اینکه جنس محفظه و گلوله آسیای سایشی از نوع فولاد مقاوم به سایش بوده است مقدار ناچیزی آهن پس از مدت زمان طولانی آسیاکاری وارد سیستم شده و در مرحله عملیات حرارتی با اکسیژن (که ناشی از عدم خلوص ۱۰۰ درصدی مواد خام اولیه است) واکنش داده است. به همین دلیل پیک مربوط به فاز ناخالصی FeO در نمودار XRD مربوط به نمونه عملیات حرارتی شده از پودر ۵۰ ساعت آسیاکاری شده در شکل (۳، ج) قابل مشاهده است.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.2.6]

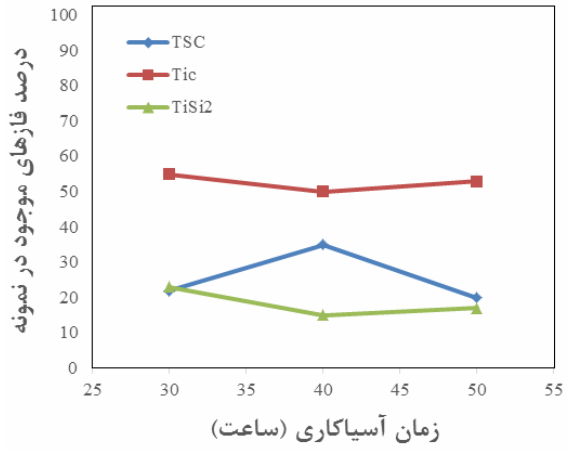
علت تشکیل اکسید آهن به‌جای اکسید تیتانیوم یا اکسید سیلیسیم در الگوی XRD شکل (۳، ج) می‌تواند به دو دلیل باشد. دلیل اول این است که بر اساس ترمودینامیک واکنش‌های (۶)، (۷) و (۸) که در ادامه آورده شده است؛ مشاهده می‌شود که قدر مطلق مقدار ΔG واکنش تشکیل اکسید تیتانیوم نسبت به اکسید سیلیسیم بیشتر و اکسید سیلیسیم نسبت به اکسید آهن بیشتر است اما احتمالاً به علت مصرف تیتانیوم و سیلیسیم (انحراف کم سیلیسیم نهایی نسبت به حالت اولیه) در واکنش (بر اساس محاسبات درصد وزنی محصولات نسبت به مواد اولیه مصرفی) و عدم شرکت آهن در هیچ واکنشی، آهن وارد شده به سیستم از طریق سایش گلوله و محفظه آسیا، با اکسیژن وارد شده به سیستم (بنا به دلایل ذکر شده در بالا) واکنش داده و به همین جهت در محصولات نهایی، اکسید آهن نیز حاصل شده است. علت دوم این است که ممکن است اکسید سیلیسیم تشکیل شده باشد اما به جهت اینکه مقدارش خیلی کم بوده یا آمورف شده که در الگوی XRD قابل مشاهده نیست.

$$Ti + O_2 \rightarrow TiO_2 \quad \Delta G = -679.251\ Kj \qquad (۶$$

$$2Fe + O_2 \rightarrow FeO \quad \Delta G = -338.571\ Kj \qquad (۷$$

$$Si + O_2 \rightarrow SiO_2 \quad \Delta G = -649.125\ Kj \qquad (۸$$

در مقایسه با کار ساتو[13] و همکارانش [۲۱] به دلیل آنکه مخلوط‌های پودری عنصری به‌صورت دستی و همچنین به‌صورت تر توسط دستگاه آسیای گلوله‌ای آماده‌سازی شدند، پس از عملیات حرارتی فاز Ti_3SiC_2 با مکانیسمی متفاوت بالاتر از دمای ۱۶۰۳ کلوین تشکیل شده است. در این پژوهش و با توجه به نتایج به دست آمده از شکل (۳) بیشترین درصد مکس فاز Ti_3SiC_2 و کمترین درصد TiC مربوط به نمونه عملیات حرارتی شده از پودر ۴۰ ساعت آسیاکاری شده می‌باشد. در شکل (۴) با استفاده از روش ریتولد میزان فازهای موجود در نمونه برحسب تغییر مدت زمان آسیاکاری نشان داده شده است. همچنین مقادیر فازهای حاصل در جدول (۳) آورده شده است. در جدول (۴) درصد فازهای Ti_3SiC_2 و TiC نمونه‌های سری الف با فرض کامپوزیت دو فازی Ti_3SiC_2 - TiC ذکر شده است. آنالیز فازی مطابق با روشی که در انتهای بخش ۲ توسط ژانگ ذکر شد محاسبه شده است. همان‌طور که در این جدول مشاهده می‌شود با فرض کامپوزیت دو فازی Ti_3SiC_2 - TiC بیشترین خلوص Ti_3SiC_2 برای نمونه‌های سری الف ۴۲ درصد وزنی می‌باشد.



شکل ۴- درصد فازهای موجود در نمونه‌های عملیات حرارتی شده در دمای ۱۱۰۰ °C به مدت یک ساعت برحسب تغییرات زمان آسیاکاری بر اساس روش ریتولد.

[13] Sato

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.2.6]

جدول ۳- نتایج آنالیز فازی نمونه‌ها بر اساس روش ریتولد

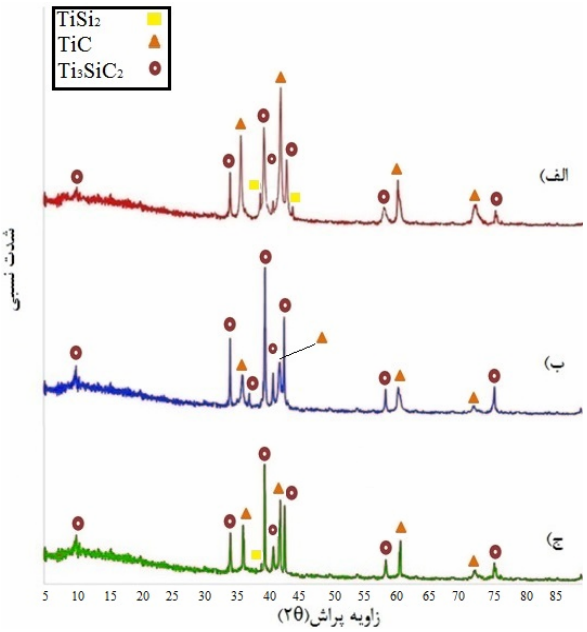
سری آزمایش	زمان آسیاکاری (ساعت)	دمای عملیات حرارتی (°C)	درصد فاز موجود در نمونه (wt.%)		
			$TiSi_2$	TiC	Ti_3SiC_2
الف	۳۰	۱۱۰۰	۲۳	۵۵	۲۲
	۴۰		۱۵	۵۰	۳۵
	۵۰		۱۷	۵۳	۲۰

جدول ۴- نتایج آنالیز فازی با فرض کامپوزیت دو فازی بر اساس روش ژانگ

سری آزمایش	زمان آسیاکاری (ساعت)	دمای عملیات حرارتی (°C)	میزان فازهای موجود در نمونه (wt.%)	
			TiC	Ti_3SiC_2
الف	۳۰	۱۱۰۰	۷۰	۳۰
	۴۰		۵۸	۴۲
	۵۰		۷۵	۲۵

۳-۳- بررسی تأثیر دمای عملیات حرارتی بر میزان تشکیل فاز Ti_3SiC_2

شکل (۵) تصویر الگوهای XRD نمونه‌های عملیات حرارتی شده در محدوده دمایی ۱۳۰۰ °C- ۱۱۰۰ به مدت زمان ۱ ساعت را نشان می‌دهد. نتایج حاصل از الگوهای XRD شکل (۵، الف) نشان می‌دهد که در دمای ۱۱۰۰ °C همان‌طور که در بخش قبلی به‌منظور بهینه کردن زمان آسیاکاری مشاهده شد، بر اساس واکنش‌های (۱) و (۲) فازهای TiC و $TiSi_2$ در ترکیب وجود دارد. همچنین پیک مربوط به مکس فاز Ti_3SiC_2 نشان می‌دهد که واکنش (۳) در دمای ۱۱۰۰ °C رخ داده و مکس فاز Ti_3SiC_2 در این دما تشکیل شده ولی فاز غالب در این دما TiC است. وجود بارز ناخالصی TiC نشان دهنده این است که دمای ۱۱۰۰°C جهت تولید مکس فاز Ti_3SiC_2 با خلوص بالا کافی نمی‌باشد.



شکل ۵- الگوهای XRD برای نمونه‌های عملیات حرارتی شده در دماهای
الف) ۱۱۰۰°C، ب) ۱۲۰۰°C و ج) ۱۳۰۰°C.

همان‌طور که در شکل (۵، الف و ب) مشاهده می‌شود شدت پیک اصلی Ti_3SiC_2 (زاویه ۳۹/۵) و درصد تشکیل فاز Ti_3SiC_2 با بالا رفتن دما تا ۱۲۰۰ °C افزایش یافته و با توجه به جدول (۵) که نتایج آنالیز فازی نمونه‌ها با فرض کامپوزیت دو فازی بر اساس روش ژانگ را نشان می‌دهد به ۷۵ درصد رسیده است. همچنین از درصد فازهای ناخالصی کاسته شده است. شکل (۵، ب) تصویر الگوی پراش برای نمونه حرارت داده شده در دمای ۱۲۰۰ °C را نشان می‌دهد؛ همان‌طور که مشخص است در این حالت مقدار فاز Ti_3SiC_2 نسبت به دمای ۱۱۰۰ °C بیشتر است و می‌توان گفت هنگامی‌که دما به ۱۲۰۰ °C می‌رسد به دلیل اینکه

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]
[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.2.6]

ذرات بیشتری با هم واکنش داده و فاز مایع یوتکتیک بیشتری ایجاد شده است واکنش (۳) به‌صورت کامل‌تری انجام شده و در نتیجه فاز Ti_3SiC_2 بیشتری حاصل شده است. از این موضوع می‌توان نتیجه گرفت که با افزایش دمای حرارت‌دهی از ۱۱۰۰ °C به ۱۲۰۰ °C، درصد تشکیل فاز Ti_3SiC_2 افزایش یافته است. شکل (۵، ج) تصویر الگوی پراش برای نمونه عملیات حرارتی شده در دمای ۱۳۰۰°C را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود در این دما میزان تشکیل فاز Ti_3SiC_2 با توجه به جدول (۵) به مقدار ۶۴ درصد کاهش یافته و بر شدت فازهای ناخالصی از قبیل TiC و $TiSi_2$ افزوده شده است.

جدول ۵- نتایج آنالیز فازی با فرض کامپوزیت دو فازی نمونه‌ها بر اساس روش ژانگ

سری آزمایش	زمان آسیاکاری (ساعت)	دمای عملیات حرارتی (°C)	میزان فازهای موجود در نمونه (wt.%)	
			TiC	Ti_3SiC_2
ب	۴۰	۱۱۰۰	۵۸	۴۲
		۱۲۰۰	۲۵	۷۵
		۱۳۰۰	۳۶	۶۴

به‌طور کلی نتایج حاصل از الگوهای XRD شکل (۵) نشان دهنده این است که TiC اصلی‌ترین ناخالصی موجود در همه نمونه‌ها است. همان‌طور که در ابتدای این بخش گفته شد، ترکیب Ti_3SiC_2 از واکنش بین مایع یوتکتیک و TiC حاصل می‌شود. اجتناب از تشکیل ناخالصی‌ها به‌ویژه TiC بنابر دلایلی مانند کم بودن دمای سنتز، از دست رفتن مایع یوتکتیک (به‌ویژه سیلیسیم)، خالص نبودن مواد اولیه و یا حضور ناخالصی‌ها به‌ویژه کربن ناشی از شرایط کاری (المنت کوره، بوته گرافیتی و ...) بسیار سخت است. این موضوع نه‌تنها در این مقاله که از بوته گرافیتی استفاده شد بلکه در اکثر مقالات گزارش شده است [۲۴]. محققان واکنش گرماگیر (۹) را که عموماً در چنین شرایط کاری و یا در دماها و مدت زمان‌های بالا رخ می‌دهد پیشنهاد کرده‌اند (واکنش ۹) [۲۵].

$$Ti_3SiC_2 + C \rightarrow 3TiC + Si\ (g) \qquad (۹$$

بنابراین TiC از طریق واکنش‌های (۱) و (۹) تشکیل می‌شود. به نظر می‌رسد TiC تشکیل شده در دماهای کمتر از ۱۲۰۰ °C ناشی از انجام واکنش (۱) و در دماهای بالاتر در نتیجه انجام واکنش (۹) حاصل شده است. راکولت[14] و همکارانش [۲۵] نیز گزارش کرده‌اند که حرارت‌دهی پودرهای Ti_3SiC_2 در بوته‌های گرافیتی در ۱۳۰۰ °C منجر به تجزیه Ti_3SiC_2 با تشکیل TiC_x و Si گازی شده است. ساتو و همکارانش [۲۱] پودرهای عنصری Ti، Si و C با اندازه ذرات میکرون را به روش دستی مخلوط نموده و در دماهای ۱۳۰۰–۱۱۰۰ °C و به مدت زمان ۱ ساعت قرار دادند. این پژوهشگران گزارش نموده‌اند که تحت این شرایط، فاز Ti_3SiC_2 تشکیل نشده است؛ اما در این پژوهش فاز Ti_3SiC_2 در دمای ۱۱۰۰ °C قابل مشاهده است و این نتیجه تأیید می‌کند که استفاده از پودرهایی با ساختار ریزدانه منجر به کاهش دمای سنتز می‌شود. دلیل اصلی برای تشکیل Ti_3SiC_2 در دمای نسبتاً کم با استفاده از پودرهای آلیاژسازی مکانیکی شده می‌تواند به این واقعیت نسبت داده شود که در فرایند آلیاژسازی مکانیکی با کوچک شدن اندازه ذرات پودر، سطح آزاد ذرات افزایش یافته و در نتیجه امکان

[14] Racault

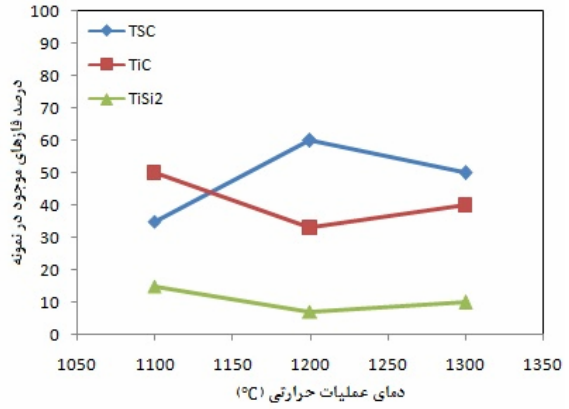
[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.2.6]

تماس و بر هم کنش میان ذرات بیشتر می‌شود که در نهایت به تسهیل و تسریع واکنش‌های منجر به تشکیل مکس فاز Ti_3SiC_2 کمک شایانی خواهد کرد. عامل مهم دیگر را می‌توان به کوچک شدن اندازه کریستالیت‌ها نسبت داد که باعث تسریع فرایند نفوذ می‌شود. همچنین ایجاد کرنش و افزایش ناپایداری شبکه به نوبه خود می‌تواند بر کاهش دمای سنتز اثرگذار باشد [۱۷].

با توجه به نتایج به دست آمده بیشترین درصد مکس فاز Ti_3SiC_2 و کمترین درصد TiC مربوط به نمونه حرارت داده شده در دمای ۱۲۰۰ °C می‌باشد. درصد فازهای موجود در نمونه‌ها برحسب دماهای عملیات حرارتی مختلف با استفاده از روش ریتولد در شکل (۶) و جدول (۶) آورده شده است.

شکل (۷) تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه‌های عملیات حرارتی شده در دماهای ۱۱۰۰ °C، ۱۲۰۰°C و ۱۳۰۰ °C را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود وجود مورفولوژی لایه‌ای شکل در تصاویر نشان‌دهنده حضور مکس فاز Ti_3SiC_2 است که به صورت نانو لایه است. یک نوع مورفولوژی دیگر نیز در تصاویر مشاهده می‌شود که بر اساس منابع مطالعاتی [۲۶] و همچنین آنالیز XRD گرفته شده از این نمونه‌ها نشان دهنده این است که این نوع مورفولوژی مربوط به فاز TiC است.



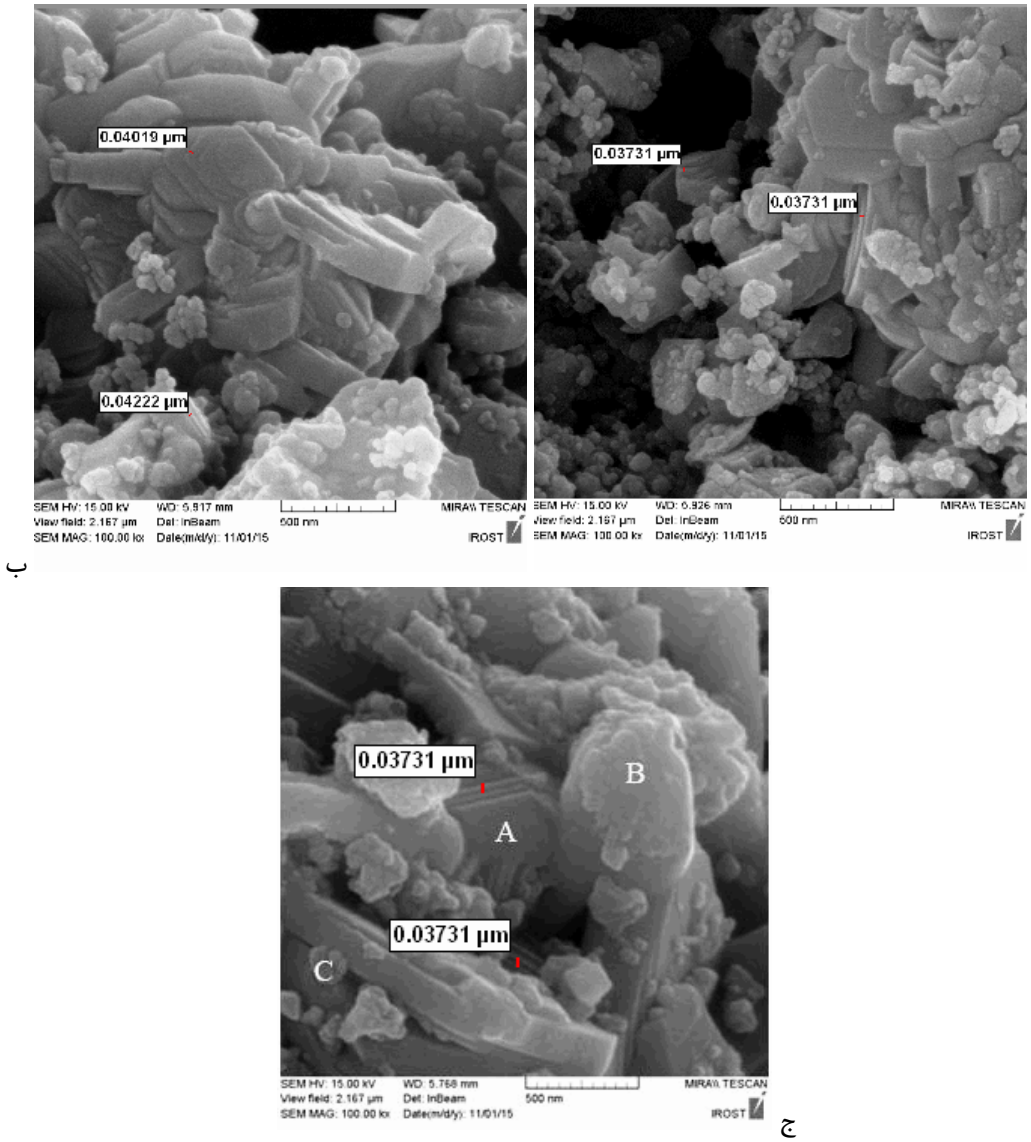
شکل ۶- درصد فازهای موجود در نمونه‌های عملیات حرارتی شده برحسب تغییرات دمای عملیات حرارتی بر اساس روش ریتولد.

جدول ۶- نتایج آنالیز فازی نمونه‌ها بر اساس روش ریتولد

سری آزمایش	زمان آسیاکاری (ساعت)	دمای عملیات حرارتی (°C)	میزان فازهای موجود در نمونه (wt.%)		
			Ti_3SiC_2	TiC	$TiSi_2$
ب	۴۰	۱۱۰۰	۳۵	۵۰	۱۵
		۱۲۰۰	۶۰	۳۳	۷
		۱۳۰۰	۵۰	۴۰	۱۰

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.2.6]



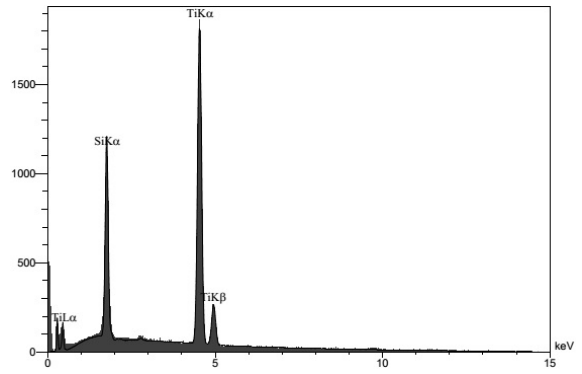
الف ب ج

شکل ۷- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه‌های عملیات حرارتی شده در دماهای الف) ۱۱۰۰ °C، ب) ۱۲۰۰ °C و ج) ۱۳۰۰ °C.

آنالیز EDS گرفته شده از شکل (۷، ج) نیز ادعای ذکر شده را اثبات می‌کند (شکل ۸). از طرف دیگر مشاهده می‌شود که با افزایش دمای عملیات حرارتی، اندازه ذرات افزایش یافته است. به‌طور میانگین برای دماهای عملیات حرارتی ۱۱۰۰ °C، ۱۲۰۰ °C و ۱۳۰۰ °C، اندازه ذرات TiC به ترتیب برابر با ۲۸۰، ۴۷۰ و ۸۰۰ نانومتر است. شکل (۸) و جدول (۷) آنالیز عنصری نقطه A مشخص شده در شکل (۷، ج) را نشان می‌دهند. لازم به ذکر است در تصاویر مربوط به آنالیز EDS، پیک عنصر کربن به علت نزدیکی به صفر، در تصاویر مشاهده نمی‌شود اما در جداول آنالیز مقداری درصد وزنی آن ذکر شده است.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.2.6]



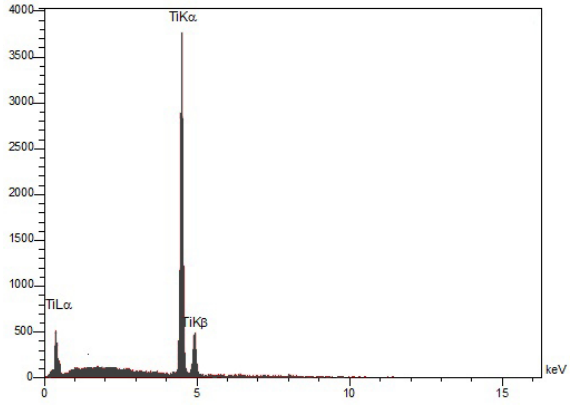
شکل ۸- آنالیز EDS نقطه A مشخص شده در شکل (۷،ج).

جدول ۷- آنالیز مقداری نمونه A مشخص شده در شکل (۷، ج)

شکل	عنصر	نقطه A	
		درصد مولی	درصد وزنی
۸	Ti	۵۰	۷۳/۳۸۸۴
	Si	۱۶/۶۷	۱۴/۳۴۳۴
	C	۳۳/۳۳	۱۲/۲۶۸۲

با توجه به آنالیز EDS در نقطه A و حضور تیتانیوم و سیلیسیم، مشخص است که مکس فاز Ti_3SiC_2 تشکیل شده است. شکل (۹) و جدول (۸) آنالیز EDS نقطه B مشخص شده در شکل (۷، ج) را نشان می‌دهند که با توجه به آن‌ها می‌توان فاز ذره مشخص شده را TiC دانست.

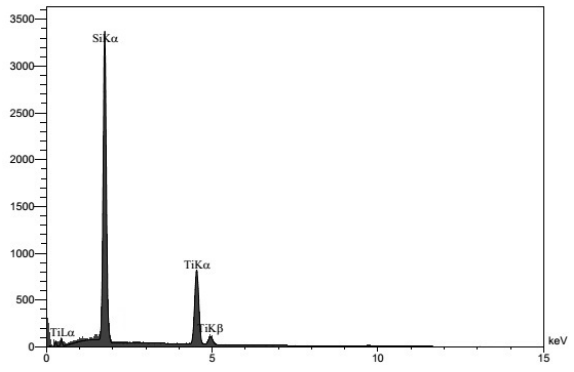
شکل (۱۰) و جدول (۹) آنالیز EDS نقطه C مشخص شده در شکل (۷، ج) را نشان می‌دهند که با توجه به آن‌ها می‌توان ذره مشخص شده در شکل را به‌صورت ترکیبی از فازهای TiC و $TiSi_2$ دانست.



شکل ۹- آنالیز طیف‌سنجی پراش انرژی پرتو ایکس نقطه B مشخص شده در شکل (۷، ج).

جدول ۸- آنالیز مقداری نمونه B مشخص شده در شکل (۷، ج)

شکل	عنصر	نقطه B	
		درصد مولی	درصد وزنی
۹	Ti	۵۰	۷۹/۹۵۱۹
	Si	-	-
	C	۵۰	۲۰/۰۴۸۱



شکل ۱۰- آنالیز طیف‌سنجی پراش انرژی پرتو ایکس نقطه C مشخص شده در شکل (۷، ج).

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.2.6]

جدول ۹- آنالیز مقداری نمونه C مشخص شده در شکل (۷، ج)

شکل	عنصر	نقطه C	
		درصد مولی	درصد وزنی
۱۰	Ti	۳۵/۱۸۵۲	۴۸/۹۰۵۳
	Si	۶۱/۱۱۱۱	۴۹/۸۰۳۸
	C	۳/۷۰۳۷	۱/۲۹۰۹

۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش سنتز مکس فاز Ti_3SiC_2 با استفاده از پودرهای عنصری Ti، Si و C به روش آلیاژسازی مکانیکی-عملیات حرارتی با موفقیت انجام شد. بیش‌ترین مقدار Ti_3SiC_2 سنتز شده برابر با ۷۵ درصد وزنی می‌باشد که مربوط به نمونه ۴۰ ساعت آسیاکاری بوده و در دمای ۱۲۰۰ °C عملیات حرارتی شده است. با افزایش زمان آسیاکاری از ۳۰ ساعت به ۴۰ ساعت، مقدار فاز Ti_3SiC_2 تشکیل شده در دمای عملیات حرارتی ۱۱۰۰ °C از ۲۲ درصد به ۳۰ درصد افزایش یافته و با افزایش بیشتر زمان آسیاکاری این مقدار به ۲۰ درصد کاهش یافته است. همچنین با افزایش دما از ۱۱۰۰ °C به ۱۲۰۰ °C، میزان تولید فاز Ti_3SiC_2 در محصولات پودری از ۴۰ درصد به ۷۵ درصد افزایش یافته و با افزایش بیشتر دما تا ۱۳۰۰ °C به جهت تجزیه فاز Ti_3SiC_2، مقدار فاز Ti_3SiC_2 سنتز شده به ۶۰ درصد کاهش یافته است.

مراجع

[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, vol. 518, pp. 1851-1878, 2010.

[2] M. Barsoum, "Physical properties of the MAX phases," Encyclopedia of Materials: Science and Technology, p. 1, 2006.

[3] M. W. Barsoum, D. Brodkin, and T. El-Raghy, "Layered machinable ceramics for high temperature applications," Scripta Materialia, vol. 36, pp. 535-541, 1997.

[4] M. Radovic and M. W. Barsoum, "MAX phases: bridging the gap between metals and ceramics," American Ceramics Society Bulletin, vol. 92, pp. 20-27, 2013.

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

[6] S. Basu, N. Obando, A. Gowdy, I. Karaman, and M. Radovic, "Long-Term Oxidation of Ti2AlC in Air and Water Vapor at 1000–1300° C Temperature Range," Journal of the Electrochemical Society, vol. 159, pp. C90-C96, 2011.

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

[8] T. Goto and T. Hirai, "Chemically vapor deposited Ti3SiC2," Materials Research Bulletin, vol. 22, pp. 1195-1201, 1987.

[9] M. J. Abu, J. J. Mohamed, and Z. A. Ahmad, "Effect of Excess Silicon on the Formation of Ti 3 SiC 2 Using Free Ti/Si/C Powders Synthesized via Arc Melting," ISRN Ceramics, vol. 2012, 2012.

[10] J.-F. Li, F. Sato, and R. Watanabe, "Synthesis of Ti3SiC2 polycrystals by hot-isostatic pressing of the elemental powders," Journal of materials science letters, vol. 18, pp. 1595-1597, 1999.

[11] Z. Jiaoqun and M. Bingchu, "Effect of aluminum on synthesis of Ti3SiC2 by

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.2.6]

spark plasma sintering (SPS) from elemental powders," Journal of Materials Synthesis and Processing, vol. 10, pp. 353-358, 2002.
[12] H. Abderrazak and M. Abdellaoui, "Synthesis and characterization of nanostructured silicon carbide," Materials Letters, vol. 62, pp. 3839-3841, 2008.
[13] J. S. Benjamin, "Dispersion strengthened superalloys by mechanical alloying," Metallurgical transactions, vol. 1, pp. 2943-2951, 1970.
[14] J. Xue, D. Wan, S. E. Lee, and J. Wang, "Mechanochemical synthesis of lead zirconate titanate from mixed oxides," Journal of the American Ceramic Society, vol. 82, pp. 1687-1692, 1999.
[15] A. Teber, F. Schoenstein, F. Têtard, M. Abdellaoui, and N. Jouini, "Effect of SPS process sintering on the microstructure and mechanical properties of nanocrystalline TiC for tools application," International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, vol. 30, pp. 64-70, 2012.
[16] H. Abderrazak, F. Schoenstein, M. Abdellaoui, and N. Jouini, "Spark plasma sintering consolidation of nanostructured TiC prepared by mechanical alloying," International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, vol. 29, pp. 170-176, 2011.
[17] J. F. Li, T. Matsuki, and R. Watanabe, "Mechanical-Alloying-Assisted Synthesis of Ti3SiC2 Powder," Journal of the American Ceramic Society, vol. 85, pp. 1004-1006, 2002.
[18] S.-B. Li, H.-X. Zhai, Y. Zhou, and Z.-L. Zhang, "Synthesis of Ti 3 SiC 2 powders by mechanically activated sintering of elemental powders of Ti, Si and C," Materials Science and Engineering: A, vol. 407, pp. 315-321, 2005.
[19] H. Rietveld, "A profile refinement method for nuclear and magnetic structures," Journal of applied Crystallography, vol. 2, pp. 65-71, 1969.
[20] Z. Zhang, Z. Sun, and H. Hashimoto, "Rapid synthesis of ternary carbide Ti3SiC2 through pulse-discharge sintering technique from Ti/Si/TiC powders," Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 33, pp. 3321-3328, 2002.
[21] F. Sato, J.-F. Li, and R. Watanabe, "Reaction synthesis of Ti 3 SiC 2 from mixture of elemental powders," Materials Transactions, JIM, vol. 41, pp. 605-608, 2000.
[22] O. Kubaschewski, C. Alcock, and P. Spencer, "Mater thermochemistry," ed: Oxford Pergamon Press, 1993.
[23] M. Zakeri, M. Rahimipour, and A. Khanmohammadian, "Effect of the starting materials on the reaction synthesis of Ti 3 SiC 2," Ceramics International, vol. 35, pp. 1553-1557, 2009.
[24] S. B. Li and H. X. Zhai, "Synthesis and reaction mechanism of Ti3SiC2 by mechanical alloying of elemental Ti, Si, and C powders," Journal of the American Ceramic Society, vol. 88, pp. 2092-2098, 2005.
[25] C. Racault, F. Langlais, and R. Naslain, "Solid-state synthesis and characterization of the ternary phase Ti3SiC2," Journal of materials Science, vol. 29, pp. 3384-3392, 1994.
[26] Z. Sun, "Progress in research and development on MAX phases: a family of layered ternary compounds," International Materials Reviews, vol. 56, pp. 143-166, 2011.

[Downloaded from ijcse.ir on 2026-11-01]

[DOR: 20.1001.1.23222352.1395.5.3.2.6]