

# اثر ترکیب اولیه‌ی پودری بر سنتز $Ti_3SiC_2$ به روش سینتر پلاسمای جرقه‌ای

علیرضا پورابراهیم، حمیدرضا بهاروندی، ناصر احسانی

hamidrezabaharvandi.me@gmail.com

دانشگاه صنعتی مالک اشتر

**چکیده:** کاربرد تیتانیوم سیلیسیم ( $Ti_3SiC_2$ ) با ساختار بلوری هگزاگونال لایه‌ای به خانواده‌ای از ترکیبات سه جزئی جدید به نام مکس فاز تعلق داشته که به دلیل دارا بودن خواص مطلوب سرامیک‌ها و فلزات، مورد توجه محققین بسیاری قرار گرفته است. اما سنتز نمونه‌های تکفاز و چگال  $Ti_3SiC_2$  با مشکلاتی همراه بوده و همواره تلاش‌ها برای سنتز این ماده به شکل بالک منجر به تشکیل فازهای ناخواسته‌ی اضافی مانند  $TiC$  و  $SiC$  شده است. با پیشرفت علم، تکنیک‌های مختلفی جهت سنتز بالک  $Ti_3SiC_2$  به کار گرفته شده که یکی از این روش‌ها، سینتر پلاسمای جرقه‌ای می‌باشد. سینتر پلاسمای جرقه‌ای از اثرگذاری بیشتری برخوردار بوده و در زمان‌های کوتاه و دماهای پایین‌تری نسبت به روش‌های دیگر انجام شده که سبب حصول خواص مکانیکی بهتری در محصول نهایی می‌شود. یکی از عوامل مهم و تأثیرگذار بر سنتز مکس فاز  $Ti_3SiC_2$  و مقدار ناخالصی در محصول نهایی به دست آمده از سینتر پلاسمای جرقه‌ای، ترکیب اولیه‌ی پودری با نسبت‌های مولی مختلف بوده که سبب انجام تحقیقات زیادی در این زمینه شده است. در این مقاله اثر ترکیب‌های اولیه‌ی پودری مختلف از جمله  $Ti:Si:C$ ،  $Ti:Si:TiC$ ،  $Ti:SiC:TiC$ ،  $Ti:SiC:C$ ،  $Ti:Si:TiC$  با استفاده از روش سینتر پلاسمای جرقه‌ای بررسی شد. نتایج نشان داد که ترکیب اولیه‌ی پودری  $Ti:Si:TiC$  با نسبت مولی ۲:۲:۳، سینتر شده در  $1300^\circ C$  منجر به سنتز محصولی با ۹۹/۲ درصد وزنی  $Ti_3SiC_2$  و کمترین ناخالصی می‌شود.

**کلمات کلیدی:**  $Ti_3SiC_2$ ، ترکیب اولیه‌ی پودر، سینتر پلاسمای جرقه‌ای، ناخالصی  $TiC$ .

## ۱- مقدمه

کاربید تیتانیوم سیلیسیم ( $Ti_3SiC_2$ ) به خانواده‌ای از ترکیبات سه جزئی جدید به نام مکس فاز با فرمول عمومی  $M_{n+1}AX_n$  تعلق داشته - که M فلز واسطه، A عنصر گروه A (اغلب گروه IIIA و IVA) و X کربن و یا نیتروژن و  $n=5,6,1,2,3,4$  بوده - که به صورت نانولایه‌های پایدار ترمودینامیکی تعریف می‌شوند. بر اساس پیش‌بینی‌های صورت گرفته و نتایج به دست آمده، اثبات شده که جامدات در مقیاس نانو، به خصوص لایه‌ها، باید ویژگی‌های مکانیکی غیرمعمول و استثنایی از خود نشان دهند. ساختار بلوری  $Ti_3SiC_2$  هگزاگونال لایه‌ای بوده که لایه‌های Si توسط سه لایه‌ی فشرده‌ی Ti جدا شده و اتم‌های کربن مکان‌های هشت‌وجهی بین آن‌ها را اشغال کرده‌اند [۱،۲].  $Ti_3SiC_2$  به دلیل دارا بودن خواص مطلوب سرامیک‌ها و فلزات، مورد توجه محققین بسیاری قرار گرفته است. این ترکیب مشابه سرامیک‌ها، استحکام بالا، نقطه‌ی ذوب و پایداری حرارتی بالا و مقاومت به اکسیداسیون مناسبی دارد. به علاوه مانند فلزات، هدایت الکتریکی و حرارتی مناسب، قابلیت ماشین‌کاری با ابزار معمول و مقاومت به شوک حرارتی مطلوبی دارد [۱،۳]. هم‌چنین از آنجاییکه نسبت سفتی به سختی  $Ti_3SiC_2$  مشابه فلزات داکتیل است، به عنوان یک سرامیک داکتیل شناخته می‌شود [۴]. به علاوه ذکر این مطلب خالی از لطف نیست که اگرچه چگالی  $Ti_3SiC_2$  ( $4/53 \text{ g/cm}^3$ ) نصف چگالی سوپراآلیاژهای پایه نیکل بوده اما استحکامی مشابه این سوپراآلیاژها و سفتی‌ای دو برابر آن‌ها دارد [۱،۵]. اولین سنتز  $Ti_3SiC_2$  در سال ۱۹۶۷ توسط جتسکو<sup>۱</sup> و نووتنی<sup>۲</sup> [۶] با استفاده از واکنش شیمیایی بین  $TiH_2$  و Si و گرافیت در  $2000^\circ\text{C}$  انجام شد. از آن به بعد محققین زیادی، تلاش‌های بسیاری را برای سنتز بالک  $Ti_3SiC_2$  تکفاز و خالص با استفاده از روش‌های مختلف مانند پرس ایزواستاتیک گرم [۳،۷]، پرس داغ [۳،۸،۹،۱۰]، سنتز خود احتراقی دما بالا با کمک فشار [۱۱]، رخنه دهی [۱۲،۱۳]، سینتر در خلأ [۱۴] و سینتر پلاسمای جرقه‌ای [۱۵،۱۶] به کار بردند. در میان روش‌های مذکور، سینتر پلاسمای جرقه‌ای یا سینتر دشارژ پالسی از اثرگذاری بیشتری برخوردار بوده و زمان و دمای سینتر پایین‌تری نسبت به روش‌های دیگر داشته و محصول نهایی شامل دانه‌های ریزی می‌باشد. بنابراین خواص مکانیکی مواد تولید شده با استفاده از سینتر پلاسمای جرقه‌ای بهتر از روش‌های موجود دیگر است [۱۷،۱۸]. سنتز  $Ti_3SiC_2$  تک جزئی توسط روش سینتر پلاسمای جرقه‌ای با استفاده از ترکیب‌های اولیه‌ی پودری مختلفی [۱۹-۲۵] انجام شده است. هدف از این پژوهش بررسی اثر ترکیب‌های اولیه‌ی پودری از جمله  $Ti:Si:C$ ،  $Ti:Si:TiC$ ،  $Ti:SiC:C$ ،  $Ti:SiC:TiC$ ،  $Ti:TiSi_2:TiC$  بر سنتز مکس فاز نانولایه‌ای  $Ti_3SiC_2$  و مقدار فاز ثانویه‌ی TiC می‌باشد.

<sup>۱</sup> Jeitschko

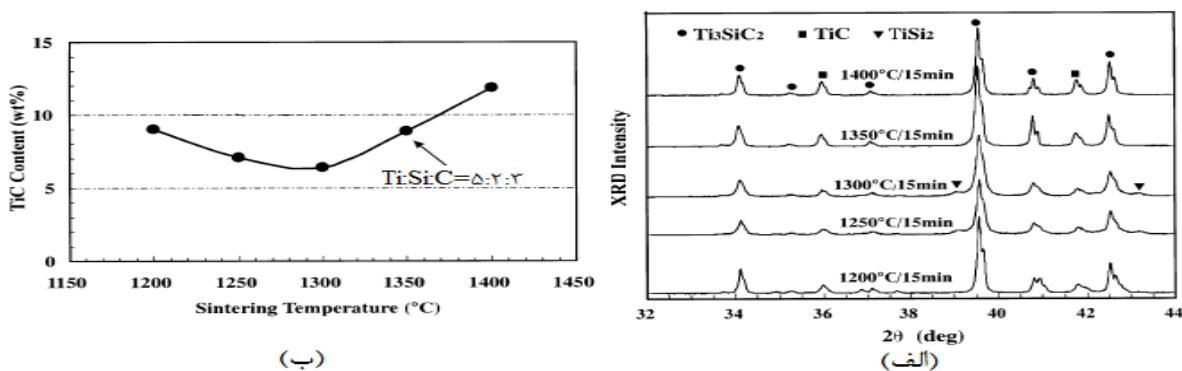
<sup>۲</sup> Nowotny

## ۲- سنتز $Ti_3SiC_2$ به روش سینتر پلاسمای جرقه‌ای

با توجه به دیاگرام فازی سه جزئی  $Ti-Si-C$  و قابلیت دسترسی به پودرهای اولیه، پنج مسیر واکنش برای سنتز ترکیبات سه جزئی و چندبلوری  $Ti_3SiC_2$  به روش سینتر پلاسمای جرقه‌ای وجود دارد که عبارتند از:  $Ti:Si:C$ ,  $Ti:TiSi_2:TiC$ ,  $Ti:SiC:TiC$ ,  $Ti:SiC:C$ ,  $Ti:Si:TiC$  بررسی قرار گرفته است.

### ۲-۱- $Ti:Si:C$

در رابطه با نسبت استوکیومتری  $Ti:Si:C$  (۳:۱:۲) می‌توان گفت که حداکثر درصد  $Ti_3SiC_2$  با سینتر این ترکیب در دمای  $1250^\circ C$  به مدت ۱۵ دقیقه به دست آمده (۶۵/۴ درصد وزنی) و نمی‌توان  $Ti_3SiC_2$  با خلوص بالا را با این نسبت مولی و روش سینتر پلاسمای جرقه‌ای به دست آورد. برای افزایش خلوص محصول و جبران تبخیر  $Si$  طی فرآیند سینتر، مقدار بیشتری  $Si$  به ترکیب اولیه‌ی پودر اضافه شد که افزودن  $Si$  اضافی تا حدود ۱۵ درصد، هیچ اثر قابل توجهی بر روی مقدار  $Ti_3SiC_2$  و  $TiC$  نگذاشت. با استفاده از نسبت مولی ۳:۱/۵:۲، مشاهده شد که حداکثر خلوص  $Ti_3SiC_2$  حدود ۹۰ درصد وزنی بوده و پیک‌های  $TiC$  در الگوی پراش این نمونه نسبت به نمونه‌ی ۳:۲:۱ کاهش یافته‌اند. با افزایش بیشتر مقدار  $Si$ ،  $Si$  اضافی با  $Ti$  واکنش داده و فاز  $TiSi_2$  در طول فرآیند سینتر تشکیل شد. برای بررسی بیشتر اثر  $Si$ ، سینتر نمونه‌ها با نسبت مولی ۵:۲:۳ در دماهایی زیر  $1400^\circ C$  و مدت کوتاهی انجام پذیرفت. با توجه به الگوهای XRD این نمونه‌ها که در شکل ۱ (الف) نشان داده شده، می‌توان گفت که پیک‌های  $TiC$  کم‌تر از پیک‌های  $TiC$  موجود در نمونه‌های قبل بوده و  $Ti_3SiC_2$  پیک اصلی شده است. با توجه به شکل ۱ (ب) که میزان  $TiC$  بر حسب دمای سینتر را در نمونه‌ها با نسبت مولی ۵:۲:۳ نشان می‌دهد، مشخص است که مقدار  $TiC$  تا ۶/۴ درصد وزنی در  $1300^\circ C - 1250^\circ C$  کاهش یافته است. بنابراین استفاده از این نسبت مولی برای سنتز  $Ti_3SiC_2$  با استفاده از روش سینتر پلاسمای جرقه‌ای مناسب‌تر به نظر می‌رسد [۱۹].



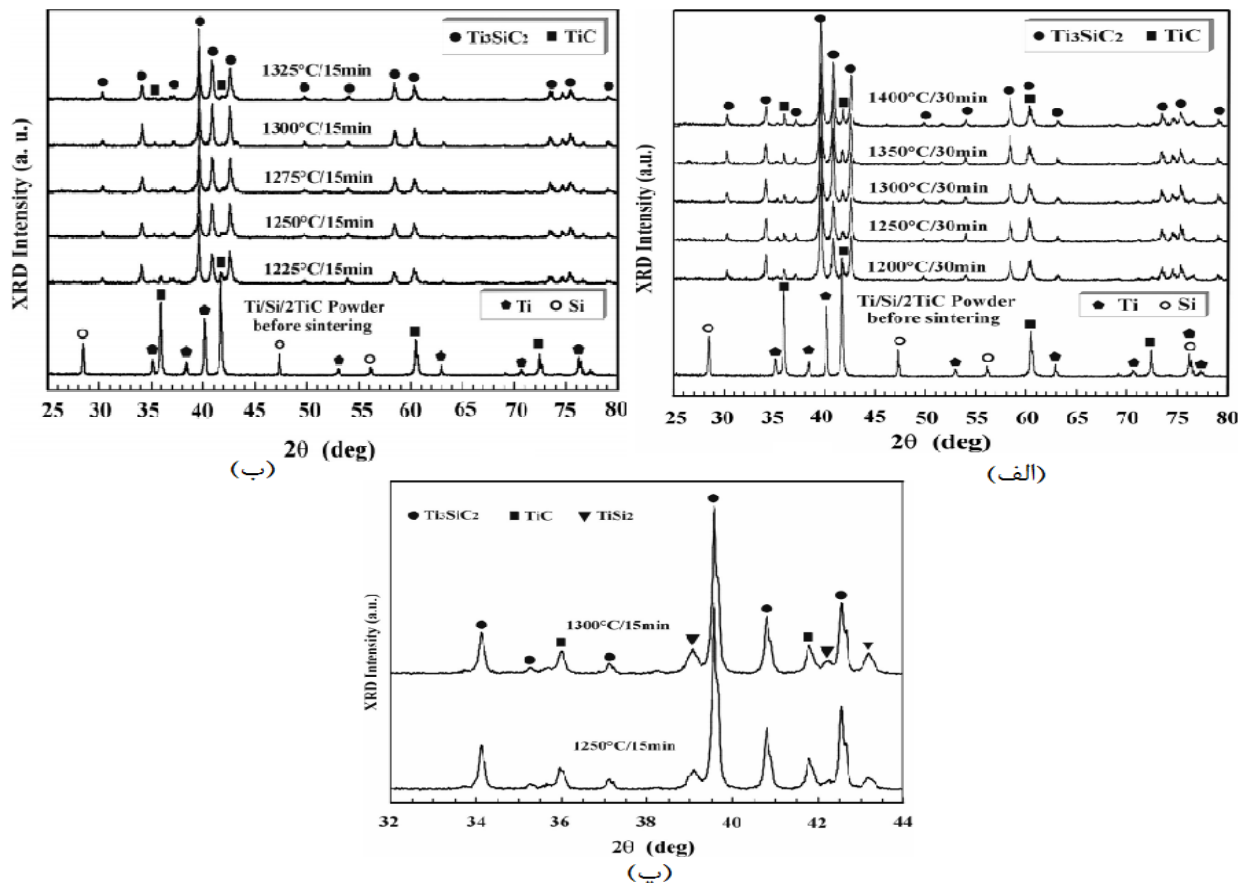
شکل ۱- الف) الگوی XRD و ب) مقدار  $TiC$  در نمونه‌های سینتر شده در  $1200^\circ C - 1400^\circ C$  با ترکیب اولیه‌ی  $Ti:Si:C$  و نسبت مولی ۵:۲:۳ به مدت ۱۵ دقیقه [۱۹].

### ۲-۲ $Ti:Si:TiC$

با استفاده از این ترکیب پودری و با تغییر نسبت مولی از ۱:۱:۲ به نسبت غیراستوکیومتری ۲:۲:۳، مقدار فاز  $Ti_3SiC_2$  از ۹۷ تا ۹۹ درصد وزنی افزایش یافت [۲۰،۲۶]. ژانگ<sup>۱</sup> و همکارانش [۲۰] از ترکیب اولیه پودری  $Ti:Si:TiC$  با سه نسبت مولی شامل ۱:۱:۲ (نسبت استوکیومتری)، ۲:۲:۳ و ۲:۳:۴ برای انجام مطالعات خود استفاده کردند. با توجه به الگوهای XRD نمونه با نسبت مولی ۱:۱:۲، سینتر شده در  $1400-1200^\circ C$  به مدت ۳۰ دقیقه، نشان داده شده در شکل ۲ (الف) می‌توان گفت که با انجام سینتر در دماهای مختلف، پیک‌های  $Ti$  و  $Si$  مربوط به پودرها کاملاً ناپدید شده و پیک‌های  $Ti_3SiC_2$  با شدت زیاد ظاهر شده‌اند. این نتایج بیانگر وجود  $Ti_3SiC_2$  به عنوان فاز اصلی به همراه مقدار کمی  $TiC$  در محصول می‌باشد. در شکل ۲ (ب) الگوهای XRD پودر و نمونه‌ها با نسبت مولی ۲:۲:۳، سینتر شده در دماهای  $1325-1225^\circ C$  به مدت ۱۵ دقیقه آورده شده است. شدت پیک‌های  $TiC$  در نمونه‌ها با نسبت مولی ۲:۲:۳ در  $41/8^\circ$  و  $36^\circ = 2\theta$  آنقدر کم شده که در دمای  $1300^\circ C$  در الگوی XRD ناپدید شده‌اند. برای بررسی  $Si$  اضافی از نسبت مولی ۲:۳:۴ استفاده شد. سینتر این نمونه‌ها در دماهای  $1250^\circ C$  و  $1300^\circ C$  به مدت ۱۵ دقیقه انجام پذیرفت. با توجه به الگوهای XRD این نمونه‌ها که در شکل ۲ (پ) نشان داده شده است، می‌توان گفت که علاوه بر فازهای  $TiC$  و  $Ti_3SiC_2$ ، فاز دیگری در  $43/2^\circ$  و  $39^\circ = 2\theta$  وجود دارد. این پیک‌ها به  $TiSi_2$  مرتبط بوده که نشان دهنده‌ی تشکیل فاز یوتکتیک  $Si-TiSi_2$  در طول سینتر در دماهای مذکور می‌باشد.

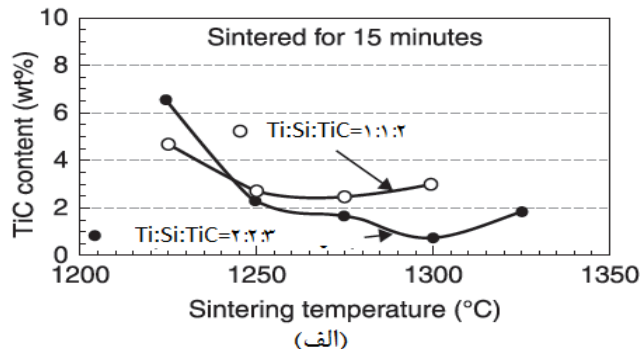
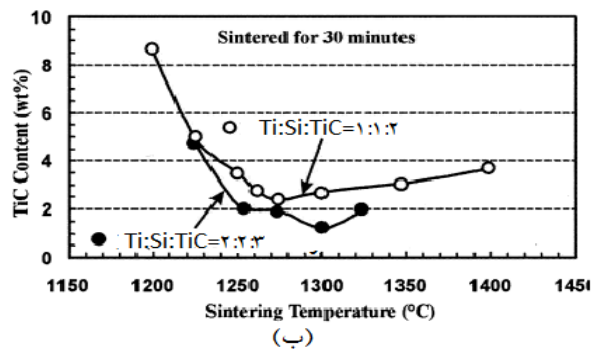
---

<sup>۱</sup> Zhang



شکل ۲- الگوهای XRD پودر و نمونه‌ها با نسبت‌های مولی مختلف، الف) ۱:۱:۲، سینتر شده در  $1400^{\circ}\text{C}$  -  $1200^{\circ}\text{C}$  به مدت ۳۰ دقیقه ب) ۲:۲:۳، سینتر شده در  $1325^{\circ}\text{C}$  -  $1225^{\circ}\text{C}$  به مدت ۱۵ دقیقه و پ) ۲:۳:۴ در دماهای  $1250^{\circ}\text{C}$  و  $1300^{\circ}\text{C}$  به مدت ۱۵ دقیقه [۲۰].

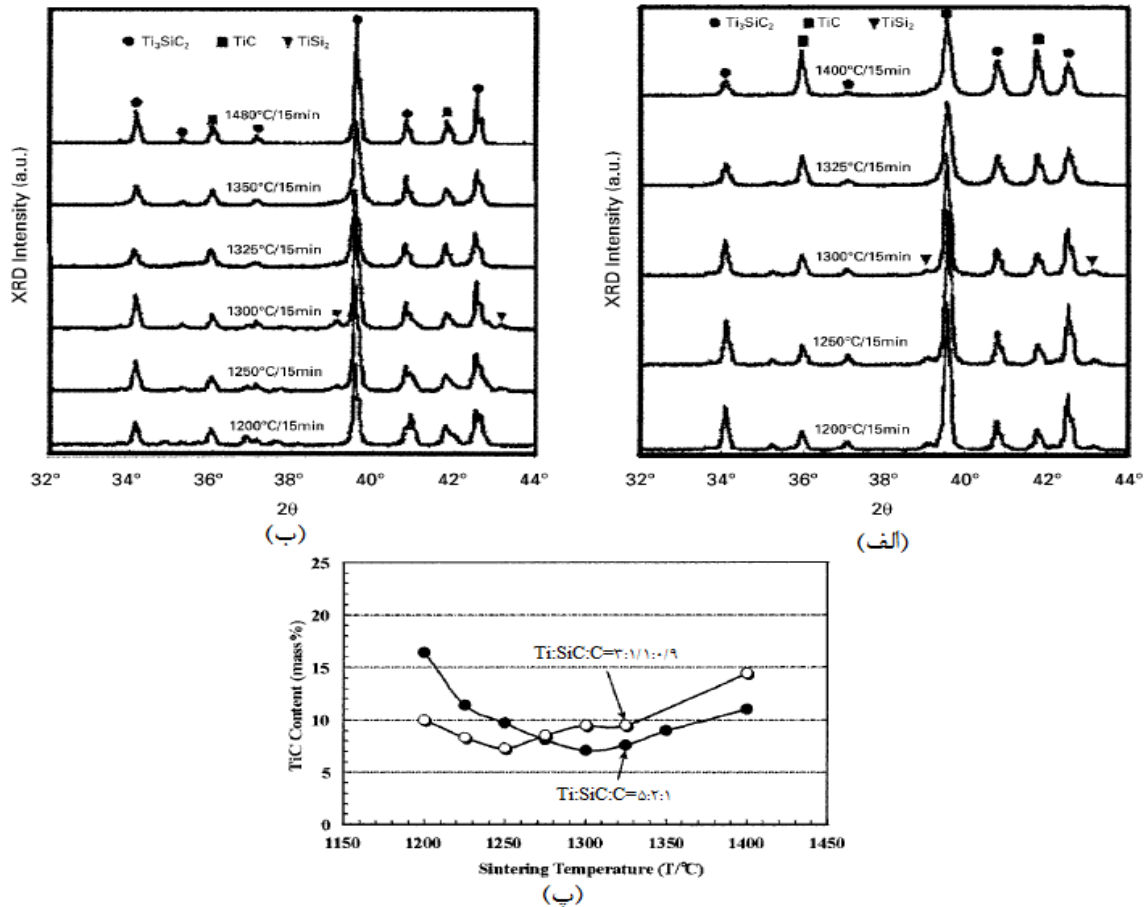
اشکال ۳ نشان‌دهنده مقدار TiC در نمونه‌ها با نسبت مولی ۱:۱:۲ و ۲:۲:۳ در دما و زمان‌های سینتر مختلف هستند. با توجه به شکل ۳ الف) که نشان‌دهنده مقدار TiC برای نمونه‌های سینتر شده در محدوده دمایی  $1325^{\circ}\text{C}$  -  $1225^{\circ}\text{C}$  به مدت ۱۵ دقیقه است، مشاهده می‌شود که مقدار TiC در نمونه‌ها با نسبت مولی ۱:۱:۲ در محدوده  $1300^{\circ}\text{C}$  -  $1250^{\circ}\text{C}$  تقریباً ثابت بوده (حدود ۴-۳ درصد وزنی) و این مقدار در همین محدوده دمایی، در نمونه‌ها با نسبت مولی ۲:۲:۳ کمتر از نمونه‌های ۱:۱:۲ بوده است. در دمای  $1300^{\circ}\text{C}$ ، مقدار TiC در نمونه با نسبت مولی ۲:۲:۳ تا مقدار ۰/۸ درصد وزنی کاهش یافته است. زمانی که سینتر به مدت ۳۰ دقیقه انجام شد (شکل ۳ ب))، باز هم نمونه‌ها با نسبت مولی ۲:۲:۳ مقدار TiC کمتری داشتند [۲۰].



شکل ۳- مقدار TiC در نمونه‌های سینتر شده در دماها و زمان‌های مختلف؛ الف) سینتر شده در  $1325^{\circ}\text{C}$  -  $1225^{\circ}\text{C}$  به مدت ۱۵ دقیقه و ب) نمونه‌های سینتر شده در  $1400^{\circ}\text{C}$  -  $1200^{\circ}\text{C}$  به مدت ۳۰ دقیقه [۲۰].

### ۳-۲- Ti:Si:C

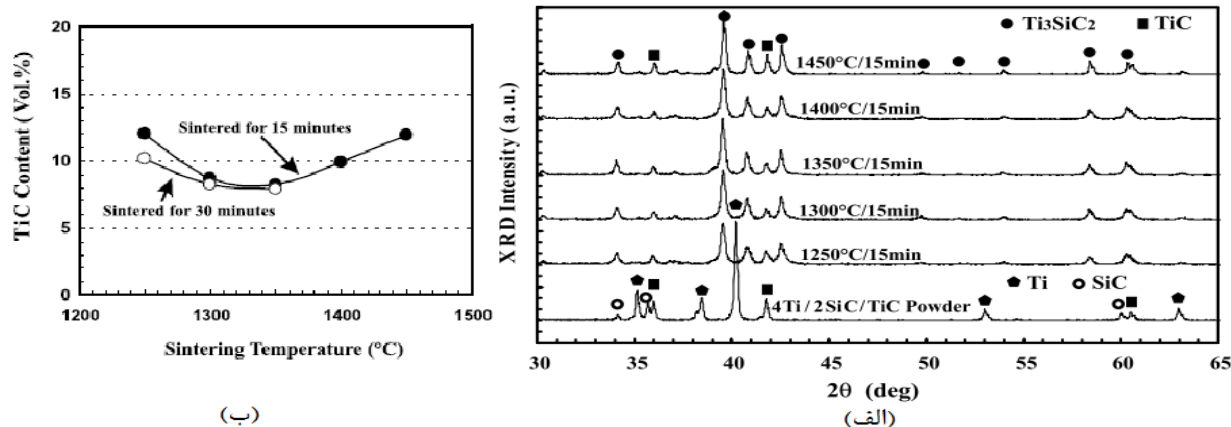
ژانگ و همکارانش [۲۲] سنتز  $\text{Ti}_3\text{SiC}_2$  را با نسبت‌های مولی ۳:۱:۱، ۳:۱:۰/۹، ۳:۱/۱:۰/۹، ۵:۲:۱ و ۳:۱/۵:۰/۵ با استفاده از ترکیب اولیه‌ی پودری Ti:Si:C انجام دادند. آن‌ها دریافتند که با انتخاب نسبت‌های مولی ۳:۱/۱:۰/۹ یا ۵:۲:۱، خلوص  $\text{Ti}_3\text{SiC}_2$  تا ۹۳ درصد وزنی بهبود خواهد یافت. با توجه به شکل ۴ (الف) که الگوی XRD نمونه‌ی سینتر شده با نسبت مولی ۳:۱/۱:۰/۹ را در محدوده‌ی  $1400^{\circ}\text{C}$  -  $1200^{\circ}\text{C}$  به مدت ۱۵ دقیقه نشان می‌دهد، می‌توان گفت که پیک اصلی در تمام نمونه‌ها،  $\text{Ti}_3\text{SiC}_2$  بوده و فاز ثانویه‌ی TiC، شدت نسبتاً کمی داشته است. همچنین پیک‌های  $\text{TiSi}_2$  با شدت کم‌تر در نمونه‌های سینتر شده در محدوده‌ی دمایی  $1300^{\circ}\text{C}$  -  $1200^{\circ}\text{C}$  در  $39^{\circ}$  و  $43/2^{\circ}$   $2\theta =$  مشاهده شده‌اند. الگوهای XRD نمونه‌ی سینتر شده با نسبت مولی ۵:۲:۱ در محدوده‌ی دمایی  $1400^{\circ}\text{C}$  -  $1200^{\circ}\text{C}$  به مدت ۱۵ دقیقه، ویژگی‌هایی مانند نمونه با نسبت مولی ۳:۱/۱:۰/۹ دارد (شکل ۴ (ب)). با توجه به شکل ۴ (پ) که مقدار TiC را در نمونه‌های سینتر شده در  $1400^{\circ}\text{C}$  -  $1200^{\circ}\text{C}$  به مدت ۱۵ دقیقه نشان می‌دهد، می‌توان گفت که با افزایش دمای سینتر، مقدار TiC در نمونه‌ها کاهش یافته و به کم‌ترین مقدار خود، حدود ۷ درصد وزنی، در دماهای  $1250^{\circ}\text{C}$  و  $1300^{\circ}\text{C}$  به ترتیب برای نمونه‌ها با نسبت مولی ۳:۱/۱:۰/۹ و ۵:۲:۱ رسیده است. با افزایش بیشتر دمای سینتر، مقدار TiC افزایش یافته است.



شکل ۴- الگوهای XRD نمونه‌ها با نسبت مولی الف) ۳:۱/۱:۰/۱ و ب) ۵:۲:۱ مقدار TiC در این نمونه‌ها؛ سینتر شده در ۱۲۰۰-۱۴۰۰ °C به مدت ۱۵ دقیقه [۲۲].

#### Ti:SiC:TiC - ۲-۴

ژانگ و همکارانش [۲۴] با انتخاب نسبت مولی ۴:۲:۱ برای ترکیب پودری Ti:SiC:TiC که مطابق با نسبت مولی ۲:۲:۳ برای ترکیب Ti:Si:TiC و ۵:۲:۳ برای ترکیب Ti:Si:C بود، سنتز  $Ti_3SiC_2$  را انجام دادند. با توجه به الگوهای XRD پودر و نمونه‌های سینتر شده در ۱۲۵۰-۱۴۵۰ °C به مدت ۱۵ دقیقه که در شکل ۵ الف) نشان داده شده‌اند، می‌توان گفت که با انجام سینتر، پیک‌های Ti و SiC ناپدید شده و پیک‌های TiC در  $2\theta = 36^\circ$  و  $41/8^\circ$  با شدت‌های کم پدیدار شده و مابقی پیک‌ها به  $Ti_3SiC_2$  نسبت داده می‌شوند. با سینتر ترکیب پودری در ۱۳۵۰ °C، پیک‌های TiC به کم‌ترین مقدار خود در تمامی نمونه‌ها رسیده‌اند. شکل ۵ ب) نشان‌دهنده خلوص  $Ti_3SiC_2$  در نمونه‌های سینتر شده در دما و زمان‌های مختلف است. مقدار TiC با افزایش دمای سینتر، کاهش یافته و به کم‌ترین مقدار خود، حدود ۸ درصد حجمی، در ۱۳۵۰ °C رسیده و با افزایش بیشتر زمان سینتر، مقدار TiC کاهش یافته است. زمانی که سینتر نمونه‌ها به مدت ۳۰ دقیقه انجام شد، مقدار TiC کم‌تر از نمونه‌های سینتر شده به مدت ۱۵ دقیقه در دماهای پایین بود.

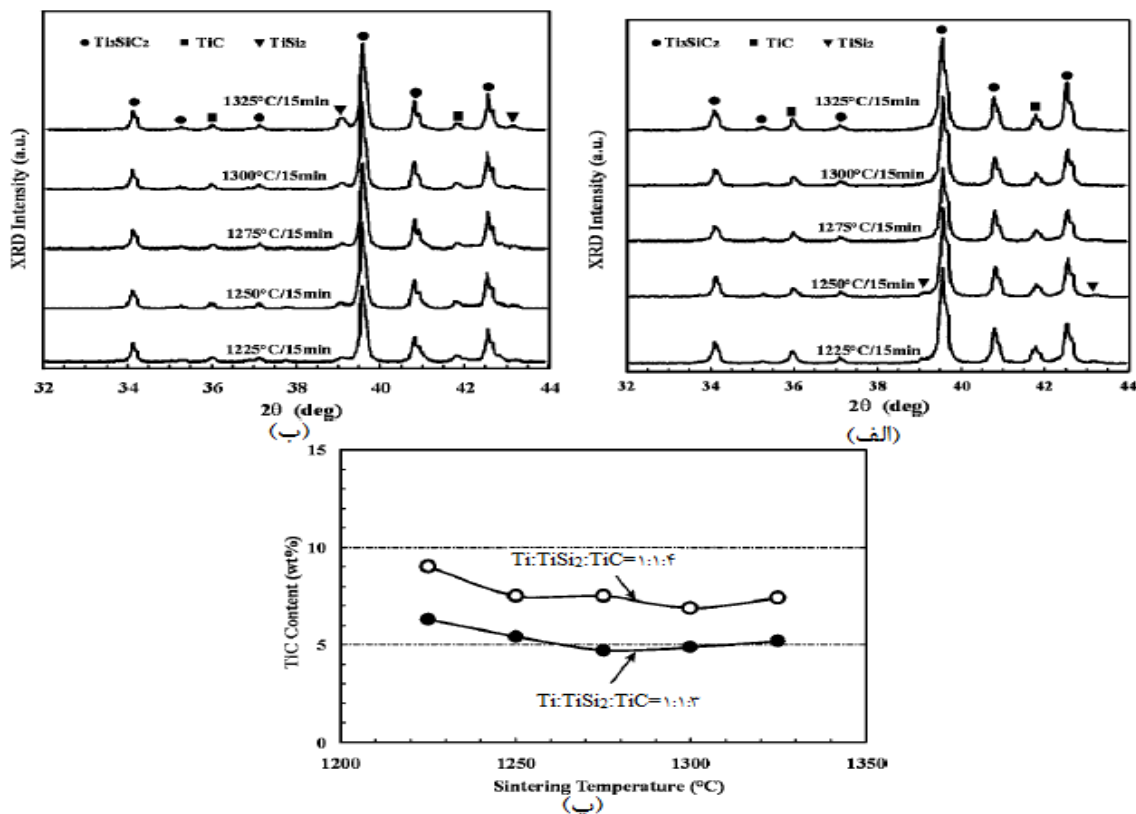


شکل ۵- الف) الگوهای XRD و ب) مقدار TiC پودر و نمونه‌ها با ترکیب پودری Ti:SiC:TiC و نسبت مولی ۲:۱:۴ سینتر شده در ۱۴۵۰-۱۲۵۰°C [۲۴].

### ۵-۲- Ti:TiSi<sub>2</sub>:TiC

ژانگ و همکارانش [۲۵] با توجه به حضور فاز TiSi<sub>2</sub> به همراه TiC در طول سنتز Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> و انجام واکنش جامد-مذاب بین ذرات TiC و فاز مذاب یوتکتیک Ti-TiSi<sub>2</sub> برای تشکیل Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub>، از این ترکیب پودری با دو نسبت مولی مختلف، ۱:۱:۴ و ۱:۱:۳، برای سنتز Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> استفاده کردند. شکل ۶ الگوهای XRD این نمونه‌ها را در دماهای مختلف نشان می‌دهد. با توجه به الگوهای XRD نمونه‌های سینتر شده در ۱۳۲۵-۱۲۲۵ °C به مدت ۱۵ دقیقه که در شکل‌های ۶ (الف) و (ب) نشان داده شده، می‌توان گفت که Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> همواره فاز اصلی بوده است. در نمونه‌های دارای نسبت مولی ۱:۱:۴، پیک TiSi<sub>2</sub> تنها در دماهای ۱۲۲۵ °C و ۱۲۵۰ °C مشاهده شده اما در نمونه‌ها با نسبت مولی ۱:۱:۳ همواره در الگوهای پراش وجود داشته و شدت پیک‌های TiC در نمونه‌های ۱:۱:۳ تا حدی کمتر از نمونه‌های ۱:۱:۴ بوده است. مقدار TiC هم بر حسب دمای سینتر برای این نمونه‌ها در شکل ۶ (پ) آورده شده است. طبق این شکل می‌توان گفت که مقدار TiC در نمونه‌های ۱:۱:۴ در محدوده‌ی دمای سینتر ۱۳۲۵-۱۲۲۵ °C تقریباً ثابت، ۷-۹ درصد وزنی، بوده اما در نمونه‌های ۱:۱:۳ - که از فاز ناخالصی TiSi<sub>2</sub> در این محدوده‌ی دمایی صرف‌نظر شده است - مقدار TiC وابستگی کمی به دمای سینتر داشته و از ۵ تا ۷ درصد وزنی تغییر کرده است. در صورت در نظر گرفتن TiSi<sub>2</sub> در نمونه‌های ۱:۱:۳، خلوص Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> در دو نمونه تقریباً برابر خواهد بود.





شکل ۶- الگوهای XRD نمونه‌ها با ترکیب پودری  $Ti_3SiC_2:TiC$  و نسبت‌های مولی الف) ۱:۱:۴، ب) ۱:۱:۳ و پ) مقدار  $TiC$  در این نمونه‌ها؛ سینتر شده در  $1225-1325^\circ C$  به مدت ۱۵ دقیقه [۲۵].

### ۳- نتیجه‌گیری

تاکنون از ترکیب‌های پودری مختلفی برای سنتز  $Ti_3SiC_2$  با استفاده از روش سینتر پلاسمای جرقه‌ای استفاده شده که هر کدام منتج به محصولی با مقادیر مختلف  $Ti_3SiC_2$  شده است. این مطالب بیانگر حساسیت زیاد خلوص  $Ti_3SiC_2$  به ترکیب اولیه و نسبت مولی پودرهای مورد استفاده در این روش می‌باشد. محققین بسیاری از ترکیب‌های پودری مختلف برای سنتز مکس فاز نانولایه‌ای  $Ti_3SiC_2$  استفاده کرده‌اند که در میان آن‌ها ترکیب پودری  $Ti:Si:TiC$  با نسبت مولی ۲:۲:۳ سینتر شده در  $1300^\circ C$  منجر به سنتز محصولی با کمترین ناخالصی، ۰/۸ درصد وزنی  $TiC$ ، شده است. در این ترکیب پودری، فاز مذاب بوتکتیکی  $Ti-Si$  تشکیل شده که سبب انگیزش فرآیند واکنشی کنترل شده با نفوذ در مقایسه با دیگر پودرهای اولیه شده است.

### ۴- مراجع

۱. Michel W. Barsoum, "The  $MN+1AX_n$  Phases: A New Class of Solids," *Progress in Solid State Chemistry*, vol. 28, pp. 201-281, 2000.
۲. X.K. Qian, "Methods of MAX-phase synthesis and densification – I," in *Advances in science and technology of  $Mn+1AX_n$  Phases*, Xi'an University of Architecture and Technology, P.R. China, Woodhead Publishing, 2012, pp. 1-19.

- Barsoum M W, El-Raghy T, "Synthesis and characterization of a remarkable ceramic:  $Ti_3SiC_2$ ," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 79, pp. 1953- 1956, 1996. .3
- J. Morgiel, J. Lis and R. Pampuch, "Microstructure of  $Ti_3SiC_2$ -based Ceramics," *Materials Letters*, vol. 27, pp. 85- 89, 1996. .4
- Michel W. Barsoum, Tamer El-Raghy, "The MAX Phases: Unique New Carbide and Nitride Materials," *American Scientist*, vol. 89, pp. 334-343, 2001. .5
- H. Nowotny, W. Jeitsdhko, "Die Kristallstruktur von  $Ti_3SiC_2$  - Ein Neuer Komplexcarbidge Typ," *Monatshefte fuer Chemie*, vol. 98, pp. 329- 337, 1967. .6
- N.F. Gao, Y. Miyamoto and K. Tanihata, "Dense  $Ti_3SiC_2$  prepared by reactive HIP," *Journal of Materials Science*, vol. 34, p. 4385– 4392, 1999. .7
- Zhou Y, Sun Z, Chen S, Zhang Y, "In-situ hot pressing/solid–liquid reaction synthesis of dense titanium silicon carbide bulk ceramics," *Materials Research Innovations*, vol. 2, pp. 142-146, 1998. .8
- T. El-Raghy and M.W. Barsoum, "Processing and Mechanical Properties of  $Ti_3SiC_2$ . Part I: Reaction Path and Microstructure Evolution," *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 82, pp. 2849- 2854, 1999. .9
- Z. M. Sun and Y. C. Zhou, "Synthesis of  $Ti_3SiC_2$  powders by a solid-liquid method," *Scripta Materialia*, vol. 41, pp. 61- 66, 1999. .10
- Y. L. Bai, X. D. He, C. C. Zhu, X. K. Qian, "Preparation of ternary layered  $Ti_3SiC_2$  ceramic by SHS/PHIP," *Key Engineering Materials*, Vols. 368- 372, pp. 1851- 1854, 2008. .11
- LU Cui-Ying, YIN Xiao-Wei, LI Xiang-Ming, "A Novel in-situ Synthesis Route of  $Ti_3SiC_2$ -SiC Composite by Liquid Silicon Infiltration," *Journal of Inorganic Materials*, vol. 25, pp. 1003-1008, 2010. .12
- Sung Sic Hwang, JaeHo Han, Dongyun Lee, Sang-Whan Park, "Synthesis of  $Ti_3SiC_2$  by infiltration of molten Si," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 509, pp. 336- 339, 2011. .13
- Li H, Peng LM, Gong M, Zhao JH, He LH, Guo CY, "Preparation and characterization of  $Ti_3SiC_2$  powder," *Ceramics International*, vol. 30, pp. 2289- 2294, 2004. .14
- Gao N F, Li J T, Zhang D, Miyamoto Y, "Rapid synthesis of dense  $Ti_3SiC_2$  by spark plasma sintering," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 22, pp. 2365- 2370, 2002. .15
- Zhu J Q, Mei B C, "Effect of aluminum on synthesis of  $Ti_3SiC_2$  by spark plasma sintering (SPS) from elemental powders," *Journal of Materials Synthesis and Processing*, vol. 10, pp. 353- 358, 2002. .16
- C. F. Hu, Y. Sakka, S. Grasso, H. Tanaka, T. Nishimura, "Spark Plasma Sintering (SPS), or Pulse Discharge Sintering (PDS) of MAX PHASES," in *MAX phases: microstructure, properties, and applications*, New York, Nova Science Publishers, Inc., 2012. .17
- N. C. Ghosh and S. P. Harimkar, "Consolidation and synthesis of MAX-phases by Spark Plasma Sintering ( SPS ): a review," in *Advances in science and technology of Mn+1AXn Phases*, Oklahoma State University, USA, Woodhead Publishing, 2012, pp. 47- 80. .18
- Z. F. Zhang, Z. M. Sun, H. Hashimoto, and T. Abe, "Application of Pulse Discharge Sintering (PDS) Technique to Rapid Synthesis of  $Ti_3SiC_2$  from Ti/Si/C Powders," *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 22, p. 2957– 2961, 2002. .19

- Z. F. Zhang, Z. M. Sun, and H. Hashimoto, "Rapid Synthesis of Ternary Carbide  $Ti_3SiC_2$  Through Pulse-Discharge Sintering Technique from Ti/Si/TiC Powders," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 33, p. 3321– 3328, 2002. ۲۰
- Z. F. Zhang, Z. M. Sun, H. Hashimoto, and T. Abe, "Effects of Sintering Temperature and Si Content on the Purity of  $Ti_3SiC_2$  Synthesized from Ti/Si/TiC Powders," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 352, p. 283– 289, 2003. ۲۱
- Z. F. Zhang, Z. M. Sun, and H. Hashimoto, "Low Temperature Synthesis of  $Ti_3SiC_2$  from Ti/SiC/C Powders," *Materials Science and Technology*, vol. 20, pp. 1252- 1256, 2004. ۲۲
- Z. M. Sun, Z. F. Zhang, H. Hashimoto, and T. Abe, "Ternary Compound  $Ti_3SiC_2$  : Part I. Pulse Discharge Sintering Synthesis," *Materials Transactions*, vol. 43, pp. 428- 431, 2002. ۲۳
- Z. F. Zhang, Z. M. Sun, H. Hashimoto, and T. Abe, "A New Synthesis Reaction of  $Ti_3SiC_2$  Through Pulse Discharge Sintering Ti/SiC/TiC Powder," *Scripta Materialia*, vol. 45, pp. 1461- 1467, 2001. ۲۴
- Z. F. Zhang, Z. M. Sun, H. Hashimoto, and T. Abe, "A New Synthesis Reaction of  $Ti_3SiC_2$  from Ti/TiSi<sub>2</sub>/TiC Powder Mixtures Through Pulse Discharge Sintering (PDS) Technique," *Materials Research Innovations*, vol. 5, pp. 185- 189, 2002. ۲۵
- Z. M. Sun, H. Hashimoto , Z. F. Zhang, S. L. Yang and S. Tada, "Synthesis and Characterization of a Metallic Ceramic Material– $Ti_3SiC_2$ ," *Materials Transactions*, vol. 47, pp. 170- 174, 2006. ۲۶