



سنتر و تف جوشی کامپوزیت های Ti_3SiC_2-SiC از طریق پرس گرم واکنشی پیش ماده های TiC و Si

شیدا حاجی امیری^۱، مهدی قاسمی کاکرودی^۲، ناصر پورمحمدی وفا^۳

^۱ دانشجوی دکتری مهندسی مواد، دانشگاه تبریز

^۲ استاد تمام گروه مهندسی مواد، دانشگاه تبریز

^۳ دکتری مهندسی مواد



نویسنده اول و مسئول:

مهندس شیدا حاجی امیری

گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی

دانشگاه تبریز

نوع مقاله: پژوهشی

صفحه های: ۹۴ تا ۱۰۶

شاپا چاپی: ۳۳۵۱-۱۷۳۵

شاپا الکترونیکی: ۳۰۹۷-۲۷۸۳

زبان نشریه: فارسی

دسترس پذیر در نشانی:

www.JICERS.ir

*Sh_hajjamiri@tabrizu.ac.ir

تاریخ دریافت:

۱۴۰۱/۰۸/۰۷

تاریخ پذیرش:

۱۴۰۱/۱۰/۱۱

DOR: 20.1001.1.17353351.1400.17.4.14.1

چکیده: مکس فازها یک کلاس جذاب از جامدات لایه ای هستند که اخیراً به دلیل ترکیب غیرمعمول و منحصر بفرد، توجهات زیادی را به خود جلب کرده اند. ترکیب سه تایی Ti_3SiC_2 یک نمونه از موادی است که ویژگی های سرامیک ها و فلزات را با هم نشان می دهد. به عنوان یک سرامیک، سخت هستند. برخی از آن ها مقاوم در برابر اکسیداسیون، خزش، خستگی، خوردگی هستند. فوق العاده دیرگداز هستند و دمای ذوب بالا دارند. همچنین استحکامشان با دما ثابت می ماند. هنگامی که به عنوان یک فلز مورد توجه قرار می گیرد، این ترکیب یک ماده هادی الکترونیسته و حرارت است و مستعد به شوک حرارتی نیست، دارای قابلیت ماشینکاری آسان با انواع ابزارهای نوین و امروزی می باشد، نسبتاً نرم بوده و همچنین مقاومت شیمیایی بالایی دارند. ترکیب Ti_3SiC_2 با SiC به منظور کامپوزیت سازی، یک راه موثر برای بهبود خواص دما بالا است، زیرا SiC به عنوان فاز تقویت کننده، دارای مقاومت به اکسیداسیون خوب، سختی بالا، مقاومت در برابر سایش است و علاوه بر این، در دماهای بالا با Ti_3SiC_2 سازگار است. کامپوزیت های کاملاً متراکم Ti_3SiC_2-SiC از طریق سنتر درجا و از طریق یک فرآیند پرس گرم واکنشی با استفاده از پودرهای TiC و Si با نسبت های مولی مختلف $3TiC:2Si$ ، $3TiC:3Si$ (ترکیب استوکیومتری) و $3TiC:1.5Si$ ساخته شدند. مشخصه فازی نمونه های پرس گرم شده توسط تجزیه و تحلیل پراش اشعه ایکس (XRD) انجام شد و ریزساختارها با میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) مورد مطالعه قرار گرفتند. خواص مکانیکی کامپوزیت های پرس گرم شده از نظر سختی و یکپارگی چقرمگی شکست و استحکام خمشی سه نقطه ای مورد بررسی قرار گرفت. مشخص شد که ذرات SiC سنتر شده به روش درجا، با مورفولوژی دراز و کشیده، در زمینه ذرات Ti_3SiC_2 تشکیل شده به صورت درجا توزیع شده اند. بالاترین سختی و یکپارگی مربوط به نمونه $3TiC:1.5Si$ با مقدار $14/2 GPa$ مربوط به حضور SiC و فاز TiC باقیمانده در ریزساختار می باشد. استحکام خمشی سه نقطه ای با افزایش مقدار مولی Si به دلیل حضور فاز Ti_3SiC_2 آزاد در نمونه و تشکیل بیش تر فاز SiC افزایش یافت. نمونه $3TiC:3Si$ به بالاترین چقرمگی شکست $10/1 MPa.m^{1/2}$ و بالاترین استحکام خمشی سه نقطه ای معادل $576 MPa$ دست یافت.

کلمات کلیدی: تف جوشی، مکس فاز تیتانیم سیلیکون کاربید، تقویت کننده سیلیکون کاربید، پرس گرم واکنشی، مشخصه یابی، خواص مکانیکی.

۱- مقدمه

مکس فازها یک کلاس خاصی از جامدات لایه ای هستند که اخیراً به دلیل ترکیب خواص غیرمعمول و منحصر به فرد توجهات زیادی را به سمت خود جذب کرده اند. به عنوان مثال، برخی از آن ها سفت، سبک هستند و به راحتی ماشین کاری می شود. از سوی دیگر، برخی از آن ها مقاوم به اکسیداسیون و خزش هستند، در حالی که آن ها رسانای فلزی نیز هستند و در برابر شوک حرارتی



بسیار مقاوم هستند [۱-۳]. مکس فازها، شامل نیتریدها، کاربیدهای شش ضلعی^۱ و فلزات واسطه لایه لایه در سمت چپ جدول تناوبی، دارای فرمول کلی $M_{n+1}AX_n$ می‌باشند. در این ساختار، حرف M نمایانگر یک فلز واسطه (گروه ۳ تا ۶)، حرف A یکی از عناصر گروه A (عمدتاً از گروه ۱۳ و ۱۴) و X می‌تواند کربن یا نیتروژن باشد [۴-۵]. رشد چشمگیر سنتز و کاربرد ترکیبات مبتنی بر فلز با ساختار نانو و میکرو در سال‌های اخیر تغییر قابل توجهی در دنیای علم ایجاد کرده است [۶-۱۰]. تیتانیوم سیلیکون کربید، Ti_3SiC_2 ، به دلیل ترکیب متمایزی از خواص مکانیکی، الکتریکی و حرارتی فلزات و سرامیک‌ها، در میان محققان بسیار مورد توجه قرار گرفته است [۱۱]. Ti_3SiC_2 در دماهای بالا عملکرد خوبی دارد زیرا نقطه ذوب بالایی دارد (بیش از $2000^\circ C$) و تقریباً در دمای $2300^\circ C$ تجزیه می‌شود [۱۲]. علاوه بر این، Ti_3SiC_2 دارای مدول الاستیک بالا (320 GPa)، چگالی کم (تقریباً $4/5 \text{ g/cm}^3$)، مقاوم در برابر خوردگی و یک ویژگی شیمیایی پایدار با نسبت بالایی از چقرمگی شکست به استحکام ارائه می‌دهد [۱۳-۱۴]. به دلیل ساختار خاص خود در لایه‌های اتمی، Ti_3SiC_2 به عنوان یک سرامیک مقاوم در برابر آسیب شناخته می‌شود که باعث ایجاد چندین تغییر شکل کوچک برای منحرف کردن مسیر ترک یا جلوگیری از انتشار آن می‌شود. بر این اساس، وسعت مکانی آسیب کاهش می‌یابد [۱۵]. Ti_3SiC_2 مانند فلزات، مقاوم در برابر حرارت، نسبتاً نرم (سختی ویکرز 4 GPa) است و به راحتی می‌توان آن را به اشکال مختلف ماشین کاری کرد. همچنین، دارای هدایت حرارتی (40 W/mK) و الکتریکی ($4/5 \times 10^6 \Omega^{-1} \text{ m}^{-1}$) خوبی نیز می‌باشد [۱۶ و ۱۱-۱۲]. این ویژگی‌ها در مواد دیگر مشاهده نمی‌شود. پلی کریستال Ti_3SiC_2 مانند سایر سرامیک‌ها در دمای اتاق شکننده است، اما تک کریستال تیتانیوم سیلیکون کربید انعطاف پذیر است زیرا با تشکیل نوارهای کینک^۲ تغییر شکل می‌دهد [۱۷]. پایداری حرارتی Ti_3SiC_2 در اتمسفر گاز خنثی یا خلاء حداقل $1700^\circ C$ است [۱۴ و ۱۷]. گروه‌بندی عالی از خواصی مانند استحکام خمشی متوسط ($600-260 \text{ MPa}$)، چقرمگی شکست بالا ($11-6 \text{ MPa.m}^{1/2}$)، مدول یانگ بالا و سختی کم، Ti_3SiC_2 را به عنوان یک کاندید با ارزش برای مهمترین کاربردهای صنعتی معرفی می‌کند [۱۸]. می‌توان آن را به عنوان یک نامزد امیدوارکننده برای کاربردهای ساختاری در دماهای بالا یا محافظت در برابر سایش و خوردگی در نظر گرفت [۱۷-۱۸]. با توجه به مشخصه سختی کم همراه با سفتی کم، ساختار لایه‌ای، استحکام برشی پایین و نسبت کم سفتی به مدول الاستیک، پلی کریستال Ti_3SiC_2 نشان دهنده ضریب اصطکاک و مقاومت در برابر سایش پایین است. مواد ایده‌آل برای این کاربردها موادی هستند که در برابر اکسیداسیون و سایش مقاومت دارند و مقاومت تماسی پایینی را در طیف وسیعی از دماها ارائه می‌دهند. افزودنی‌های ثانویه سخت به زمینه Ti_3SiC_2 ، آن را به انتخابی مناسب برای عملکردهای مکانیکی در دمای بالا تبدیل کنند [۱۹]. SiC به عنوان یک فاز تقویت کننده برای بهبود عملکرد مکانیکی زمینه Ti_3SiC_2 استفاده می‌شود. ترکیب SiC با Ti_3SiC_2 یک راه موثر برای بهبود خواص دما بالا است زیرا SiC به عنوان فاز تقویت کننده دارای مقاومت به اکسیداسیون خوب، سختی بالا، مقاومت در برابر سایش است و علاوه بر این، در دماهای بالا با Ti_3SiC_2 سازگار است [۲۰]. همچنین، افزودن SiC به زمینه از رشد غیرعادی دانه‌های Ti_3SiC_2 جلوگیری می‌کند [۲۱]. کامپوزیت‌های Ti_3SiC_2 -SiC با تکنیک‌های مختلفی مانند پرس گرم ایزواستاتیک (HIP)، تفجوشی پلاسمای جرقه ای (SPS) و پرس گرم (HP) ساخته شده‌اند [۲۲]. چندین کار تحقیقاتی در مورد سنتز Ti_3SiC_2 با استفاده از پیش‌سازهای مختلف مانند Ti، Si، C، SiC و TiC انجام شده است [۲۳-۲۵]. کرو و همکارانش^۳ [۲۶] اثر محتوای Si را بر ارزیابی فازی مخلوط پودر TiC/Si در طی عملیات حرارتی مورد مطالعه قرار دادند. Ti_3SiC_2 و TiC به عنوان فازهای اصلی یافته شدند، اما SiC و $TiSi_2$ به عنوان فازهای ثانویه شناسایی شدند (۳۰-۰ درصد حجمی). بیشترین میزان Ti_3SiC_2 (۵۶ درصد حجمی) با عملیات حرارتی مخلوط پودری با ترکیب اولیه $3TiC/2.2Si$ در دمای $1350^\circ C$ به مدت ۱ ساعت به دست آمد. در تحقیق دیگری، مگنوس^۴ [۲۷] کامپوزیت های مکس فاز Ti_3SiC_2 - $TiSi_2$ -TiC را با تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای (SPS) تحت شرایط خلاء سنتز کرد. TiC به عنوان یک عنصر باربر به وسیله عدم تمرکز بار لغزشی از طریق تغییر شکل پلاستیک و معرفی اثر سنجاق دانه‌های Ti_3SiC_2 برای مهار تغییر شکل و بیرون کشیدن دانه‌ها عمل کرد. لیائو و همکارانش^۵ [۲۸] کامپوزیت‌های TiC - SiC - Ti_3SiC_2 با پرس گرم واکنشی درجا از

¹ hexagonal

² Kink band

³ Kero et al.

⁴ Magnus

⁵ Liao et al.



پودرهای SiC، C (گرافیت) و TiH₂ به عنوان مواد اولیه سنتز کردند. آن‌ها دریافتند که با افزایش محتوای SiC اولیه، مقدار SiC نهایی در کامپوزیت‌ها افزایش می‌یابد. چندین مطالعه در مورد سنتز درجای کامپوزیت‌های SiC-Ti₃SiC₂ از طریق تفجوشی پرس گرم واکنشی انجام شد. از این رو، در این پژوهش، کامپوزیت‌های SiC-Ti₃SiC₂ به روش پرس گرم از طریق واکنش بین Si و TiC با نسبت‌های مختلف ساخته شدند تا تأثیر نسبت TiC:Si بر سنتز و ترکیب فازی کامپوزیت‌های پرس گرم بررسی شود. سه استوکیومتری مختلف برای TiC و Si انتخاب شدند (3TiC:3Si، 3TiC:2Si و 3TiC:1.5Si). ریزساختار و مشخصات مکانیکی مانند سختی ویکرز، چقرمگی شکست و استحکام خمشی سه نقطه‌ای مورد بررسی قرار گرفتند.

۲- مواد و روش تحقیق

۲-۱- آماده‌سازی نمونه

پودر تجاری TiC (اندازه ذرات $\langle 5 \text{ میکرومتر}>$، خلوص 99%، Merck) و Si (اندازه ذرات $\langle 2 \text{ میکرومتر}>$، خلوص 99%، Sigma Aldrich) با نسبت مولی 3TiC:3Si، 3TiC:2Si و 3TiC:1.5Si به عنوان مواد اولیه برای ساخت کامپوزیت‌های SiC-Ti₃SiC₂ بودند. مخلوط‌های پودری به مدت ۱ ساعت با سرعت ۲۵۰ دور در دقیقه در اتانول آسیاب شدند. دوغاب حاصله در خشک‌کن به مدت ۲۴ ساعت با دمای ۷۰°C خشک شد و سپس مخلوط آماده شده تحت فشار ۳۵ MPa در یک قالب گرافیتی پوشیده شده با نیتريد بور تحت پرس گرم قرار گرفت. فرآیند پرس گرم از طریق یک برنامه زمانی-دمایی شامل نگهداری در دمای ۱۳۵۰°C به مدت ۱ ساعت برای جلوگیری از ذوب Si و سپس افزایش دما تا ۱۵۰۰°C به مدت ۳۰ دقیقه در اتمسفر تحت خلاء 10^{-2} pa $\times 5$ برای چگالش کامل انجام شد.

۲-۲- مشخصه‌یابی

تجزیه و تحلیل فازی نمونه‌های کامپوزیتی توسط پراش سنج پرتو ایکس انجام شد. برای مطالعه ریزساختار نمونه‌های کامپوزیتی از میکروسکوپ الکترونی روبشی استفاده شد. تجزیه و تحلیل شیمیایی عناصر توسط طیف‌سنجی پراکنده انرژی انجام شد. روش ارشمیدس برای اندازه‌گیری چگالی ظاهری نمونه‌ها با استفاده از آب مقطر به عنوان محیط غوطه‌ور بر اساس استاندارد ASTM C20 استفاده شد. چگالی نسبی با استفاده از معادله ۱ محاسبه شد:

$$RD = \frac{\rho_t}{\rho_t} \times 100 \quad (1)$$

که در آن RD چگالی نسبی است، ρ_b چگالی ظاهری و ρ_t چگالی نظری است. از قانون مخلوط‌ها برای تخمین چگالی نظری کامپوزیت‌ها استفاده شد. تخلخل کامپوزیت‌ها بر اساس معادله ۲ محاسبه شد:

$$P = 100 - RD \quad (2)$$

که در آن P درصد تخلخل در کامپوزیت‌ها پرس گرم شده است.

نمونه‌ها با ابعاد $3 \times 4 \times 25$ mm³، ابتدا از نمونه‌های اولیه برای مطالعه خواص مکانیکی نمونه‌های ساخته شده برش داده شدند. سپس نمونه با خمیر الماسه صیقل داده شدند و تست استحکام خمشی سه نقطه‌ای^۱ بر اساس استاندارد ASTM C1161 انجام شد. استحکام خمشی سه نقطه‌ای با معادله ۳ ارزیابی شد:

$$S = \frac{3}{2} \frac{PL}{bh^2} \quad (3)$$

که در آن S استحکام خمشی سه نقطه‌ای (MPa)، h برابر ارتفاع (mm)، P بار اعمال شده (N)، b عرض نمونه (mm)، L فاصله باربری است که ۲۰ میلی‌متر است و سرعت بارگذاری ۰/۱ میلی‌متر بر دقیقه است. چهار برش از هر نمونه برای اندازه‌گیری استحکام خمشی مورد آزمایش قرار گرفتند. علاوه بر این، سختی ویکرز نمونه‌ها همانطور که در معادله ۴ داده شده است، طبق استاندارد ASTM E92 با استفاده از نیروی ۴۹ نیوتونی فرورونده ویکرز با زمان نگهداری ۱۵ ثانیه اندازه‌گیری شد.

$$H_V = 1.854 \frac{P}{d^2} \quad (4)$$

¹ Zwick Roell

که در آن H_v سختی ویکرز است، d میانگین طول خطوط ایجاد شده توسط فرورونده و P بار اعمال شده است. چقرمگی شکست نمونه‌ها با اندازه‌گیری مستقیم طول ترک محاسبه شد. پس از اندازه‌گیری سختی ویکرز توسط فرورفتگی روی سطوح صیقلی، چقرمگی شکست نمونه‌ها محاسبه شد. اگر نیروی فرورفتگی کافی باشد، ترک‌های شعاعی در گوشه‌های سطوح صیقلی ایجاد می‌شود. با اندازه‌گیری طول ترک‌ها توسط میکروسکوپ نوری^۱، چقرمگی شکست نمونه‌ها با استفاده از معادله ۵ به دست می‌آید:

$$K_{IC} = 0.016 \left[\frac{E}{H_v} \right]^{0.5} \left[\frac{P}{C^{1.5}} \right] \quad (5)$$

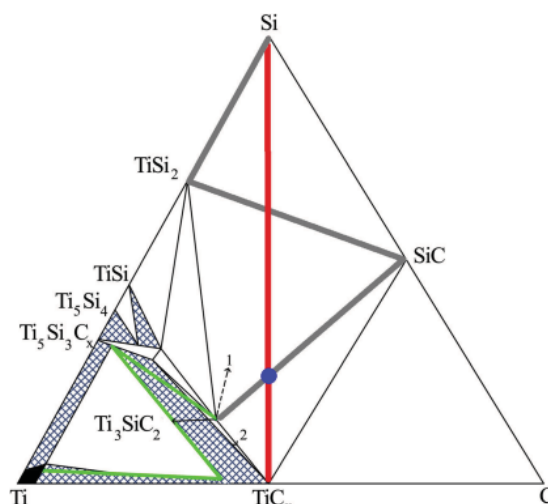
که در آن K_{IC} چقرمگی شکست، H_v سختی ویکرز، E مدول الاستیک، P بار فرورفتگی و C میانگین طول ترک‌ها است.

۳- نتایج و بحث

چگالی نسبی همه نمونه‌ها با مقدار ۱۰۰ درصد به دست آمد و تمام ۳ نمونه به طور کامل متراکم شدند، که نشان‌دهنده متراکم شدن عالی در طی پخت و سنتز درجای کامپوزیت‌ها با فرآیند پرس گرم واکنشی می‌باشد. وقتی که نمونه Ti_3SiC_2-SiC با روش درجا سنتز می‌شود، واکنش جابجایی بین کاربید تیتانیوم و سیلیکون طبق معادله ۶ دنبال می‌شود [۲۹]:



شکل ۱ نمودار فازی سه تایی $Ti-Si-C$ را نشان می‌دهد. خط قرمز، خط اتصال بین واکنش‌دهنده‌های Si و TiC است و نقطه آبی، نقطه اتصال واکنش‌دهنده‌های Si و TiC با ترکیبات Ti_3SiC_2 و Ti_3SiC_2 می‌باشد. اگر واکنش‌دهنده‌ها به صورت کامل مطابق با معادله ۶ مصرف شوند، ترکیبی از محصولات Ti_3SiC_2 و SiC به دلیل تعادل جرم، روی نقطه آبی قرار خواهد گرفت و ترکیب حاصله، ترکیب استوکیومتری است که در شکل ۱ نشان داده شده است.



شکل ۱: یک بخش همدم در نمودار فازی سه تایی $Ti-Si-C$.

الگوهای پراش اشعه ایکس از کامپوزیت‌های سنتز شده درجای Ti_3SiC_2-SiC ، با نسبت‌های مولی مختلف از پیش‌سازهای Si و TiC به روش پرس گرم در دمای $1500^\circ C$ در شکل ۲ نشان داده شده است. الگوی پراش نمونه با نسبت مولی اولیه $3TiC:1.5Si$ (شکل ۲a) حضور فازهای Ti_3SiC_2 ، SiC ، TiC و Ti_5Si_3 را نشان می‌دهد. پیک‌های غالب در این نمونه مربوط به ترکیبات TiC و SiC است. اگرچه فاز Ti_3SiC_2 نیز تشکیل شده است، مقدار آن کم است زیرا نسبت $3TiC:1.5Si$ استوکیومتری نیست. فاز TiC نه تنها به دلیل نسبت غیراستوکیومتری ذکر شده، بلکه به دلیل تجزیه جزئی Ti_3SiC_2 در ریزساختار نهایی باقی می‌ماند. طبق شکل ۲b، فازهای Ti_3SiC_2 ، SiC ، TiC و Ti_5Si_3 در طیف پراش اشعه ایکس نمونه $3TiC:2Si$ شناسایی شدند. عنصر Si در الگوی پراش مربوطه

¹ Eclips MA10

دیده نمی‌شود، که نشان‌دهنده آن است که Si به طور کامل در طول فرآیند پرس گرم مصرف شده است و کامپوزیت Ti_3SiC_2-SiC در نتیجه انتخاب نسبت استوکیومتری $3TiC:2Si$ تشکیل می‌شود.

با این وجود، ردیابی فاز TiC به عنوان یک فاز جانبی را می‌توان به تجزیه جزئی Ti_3SiC_2 مرتبط دانست. وجود TiC در ریزساختار کامپوزیت‌های پرس گرم شده را می‌توان به (الف) TiC واکنش نداده و (ب) TiC ناشی از تجزیه Ti_3SiC_2 نسبت داد. در برخی تحقیقات گزارش شده است که تحت شرایط خاص در قالب گرافیتی، Ti_3SiC_2 می‌تواند طبق واکنش زیر به TiC و SiC تجزیه شود (معادل ۷) [۱۸]:

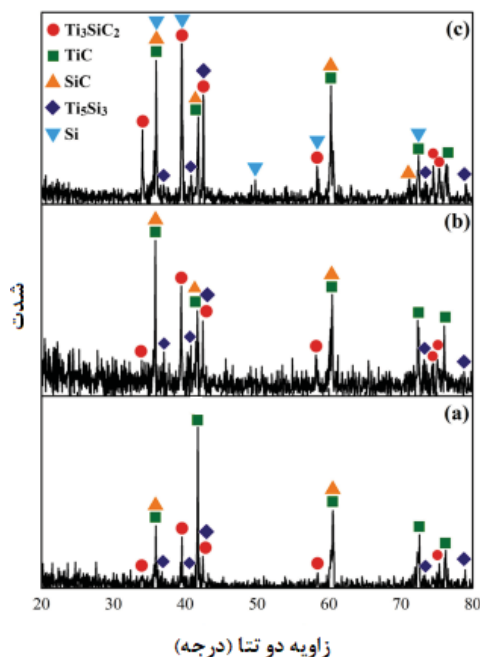


هناگر و همکارانش [۳۰-۳۱] تحقیقی در مورد سنتز درجای سرامیک‌های $MoSi_2-SiC$ از طریق یک واکنش جابجایی حالت جامد بین Si و Mo_2C انجام دادند. آن‌ها نشان دادند که Si به سرعت در داخل Mo_2C نفوذ می‌کند و Mo_5Si_3C و به دنبال آن $MoSi_2$ را تشکیل می‌دهد. در نهایت، مقدار کافی کربن در فصل مشترک $MoSi_2/Mo_5Si_3C$ نفوذ می‌کند. از این رو، SiC شروع به جوانه‌زنی و رشد می‌کند. مکانیسم واکنش بین Si و TiC ، در پروژه حاضر، شبیه به Si و Mo_2C است. در مورد واکنش TiC با Si ، واکنش‌های زیر ممکن است رخ دهد:



مقادیر انرژی آزاد گیبس استاندارد در دمای $1600^\circ K$ محاسبه شده است [۲۹]. همانطور که مشاهده می‌کنید مقدار انرژی در معادله ۱۳ کم‌ترین مقدار است و این واکنش غالب خواهد بود. بنابراین فازهای SiC و Ti_5Si_3 با اولویت در میان واکنش‌های بین TiC و Si ظاهر می‌شوند. در نهایت، Ti_5Si_3 توسط TiC یا Si مصرف می‌شود و فاز Ti_3SiC_2 تشکیل می‌شود [۲۹]. واکنش‌های ذکر شده در بالا نشان می‌دهد که سنتز فاز Ti_5Si_3 نقش اساسی در تشکیل ترکیبات سه‌تایی Ti_3SiC_2 ایفا می‌کند. بارسوم و الرافی [۳۲] پیشنهاد کردند که جوانه‌زنی و رشد Ti_3SiC_2 در فاز Ti_5Si_3 رخ می‌دهد. این فرض به درک مکانیسم تشکیل Ti_3SiC_2 و SiC کمک می‌کند. بر اساس طیف پراش اشعه ایکس نشان داده شده در شکل ۲c، نمونه $3TiC:3Si$ شامل فازهای Ti_3SiC_2 ، SiC ، Si ، Ti_5Si_3 و TiC است. بر اساس این الگو، کامپوزیت Ti_3SiC_2-SiC حاصل از نسبت $3TiC:3Si$ شامل Si آزاد است که نشان می‌دهد که تمام Si در طول فرآیند مصرف نشده است. فاز TiC نیز به عنوان یک فاز ناخواسته وجود دارد، یا از طریق کمبود Si به دلیل تبخیر و یا وجود TiC واکنش نداده پس از فرآیند پرس گرم حاصل شده است [۲۹]. بر اساس این فرض، ۵۰ درصد مولی Si اضافی به پودر اولیه قبل از پرس گرم اضافه شد، در شرایط مشابهی که برای نمونه $3TiC:2Si$ انتخاب شده است. این Si اضافی ممکن است TiC را مصرف کند و کمبود Si را اگر به دلیل ذوب شدن تبخیر شود، در فرآیند واکنشی جبران کند. با این حال، با توجه به تجزیه و تحلیل پراش اشعه ایکس، فاز TiC ناخواسته هنوز در ترکیب نهایی یافت می‌شود، نه به دلیل کمبود Si ، بلکه به دلیل تجزیه جزئی Ti_3SiC_2 [۲۹].

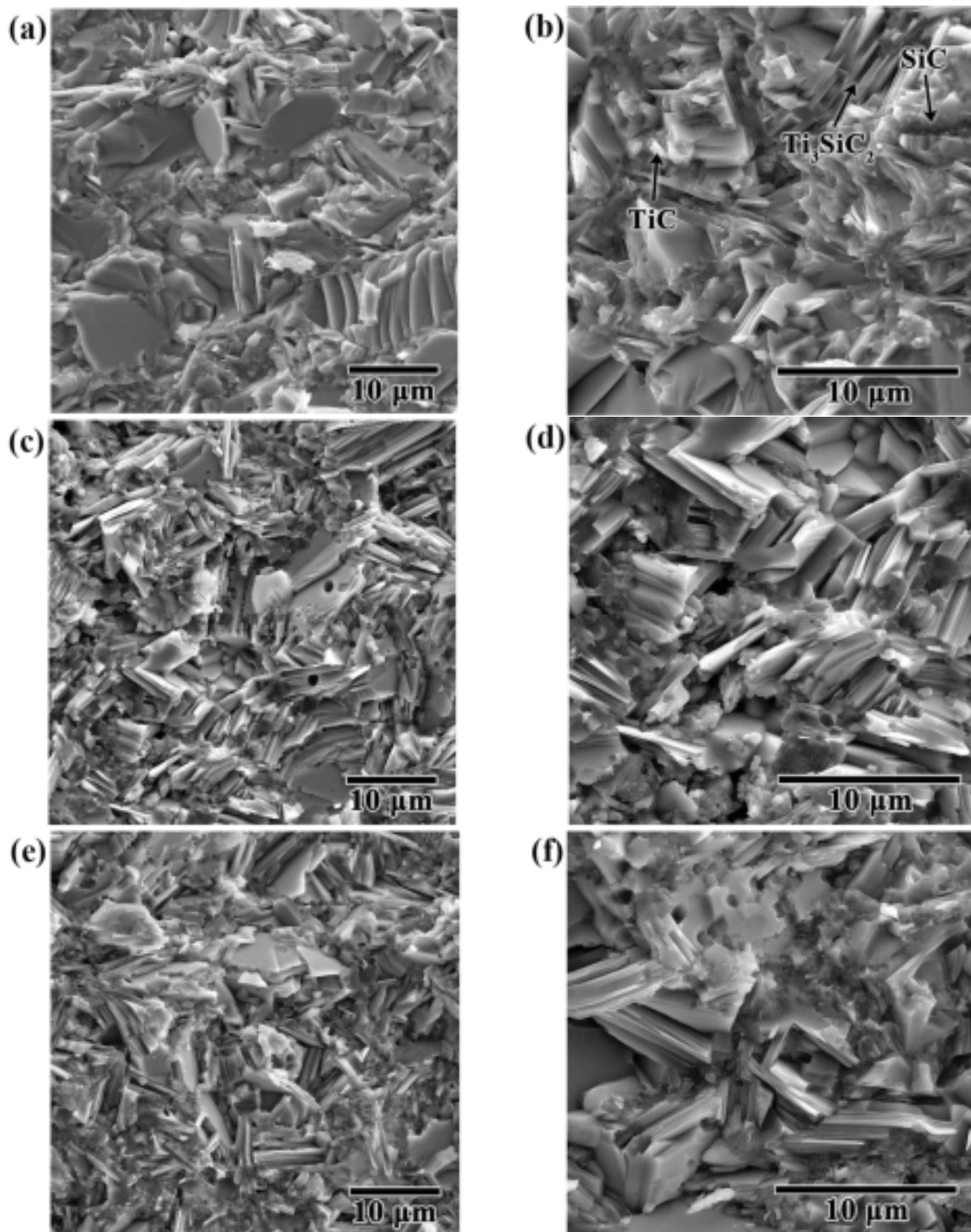
برای مطالعه ریزساختار نمونه‌های سنتز شده و متراکم، سطح شکست کامپوزیت‌ها با نسبت‌های مولی مختلف TiC و Si توسط SEM بررسی شده است (شکل ۳). همانطور که در شکل b و ۲a مشاهده می‌شود، Ti_3SiC_2 به عنوان یک ساختار کشیده و لایه لایه در نمونه $3TiC:1.5Si$ ، در میان ذرات SiC به عنوان فاز تقویت کننده و TiC باقی مانده قابل شناسایی است. بر اساس الگوی پراش اشعه ایکس مربوط به این نمونه، به دلیل کمبود Si (ترکیب غیراستوکیومتری)، محتوای فازهای Ti_3SiC_2 و SiC تشکیل شده در این نمونه کم است. بنابراین تعداد فازهای کشیده در این ریزساختار کم است. همچنین TiC باقیمانده بیش‌تری در این کامپوزیت مشاهده می‌شود.



شکل ۲: الگوی پراش اشعه ایکس نمونه‌های پرس گرم شده 3TiC:1.5Si (a)، 3TiC:2Si (b) و 3TiC:3Si (c) در دمای ۱۵۰۰°C.

شکل d و c مربوط به نمونه 3TiC:2Si، سطح مقطع ناهموار نمونه را نشان می‌دهد که در آن دانه‌های Ti_3SiC_2 با ساختار کشیده و لایه لایه به راحتی شناسایی می‌شوند. در مقایسه با شکل b و a، مقدار فاز Ti_3SiC_2 در این کامپوزیت افزایش یافته است (تایید شده توسط الگوی پراش اشعه ایکس). علاوه بر این، به دلیل تشکیل بیش‌تر فاز SiC که رشد دانه‌های Ti_3SiC_2 را مهار می‌کند، اندازه دانه نمونه 3TiC:2Si کم‌تر از نمونه 3TiC:1.5Si است. اندازه دانه کامپوزیت‌ها توسط روش تجزیه و تحلیل تصویر ۱ تخمین زده شد که با استفاده از این نرم‌افزار مجاز به محاسبه اندازه دانه کامپوزیت‌ها به کمک تصاویر SEM نمونه‌ها می‌باشد. اندازه دانه کامپوزیت‌ها در جدول ۱ گزارش شده است. بیرون کشیدگی ذرات Ti_3SiC_2 نیز قابل مشاهده است. ذرات SiC در سطح شکست، به طور یکنواخت در زمینه Ti_3SiC_2 توزیع شدند و برخی از ذرات TiC ناشی از تجزیه جزئی فاز زمینه حاصل شدند. همانطور که در تصویر گرفته شده توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی برگشتی که از سطح صیقلی نمونه 3TiC:2Si (نشان داده شده در شکل ۴) مشاهده می‌کنید، دانه‌های Ti_3SiC_2 ناحیه سفید را تشکیل می‌دهند. فازهای سیاه رنگ با شکل هم‌محور یا کشیده SiC و ذرات خاکستری کوچک‌تر TiC هستند. همانطور که در شکل ۴ نشان داده شده است، شناسایی SiC به عنوان فاز سیاه رنگ و TiC به عنوان ذرات خاکستری نیز با تجزیه و تحلیل عنصری ثابت شد. ریزساختار نمونه 3TiC:3Si نشان داده شده در شکل f و e نشان می‌دهد که ذرات سیاه SiC و خاکستری TiC در زمینه Ti_3SiC_2 با ساختار کشیده و لایه لایه توزیع شده‌اند. این کامپوزیت (3TiC:3Si) در مقایسه با سایر کامپوزیت‌ها (3TiC:1.5Si و 3TiC:2Si) ریزساختار ریزدانه‌ای را نشان می‌دهد. چنین کاهش در اندازه دانه به حضور Si آزاد در ریزساختار در کنار فازهای SiC و TiC نسبت داده می‌شود. Si آزاد در الگوی پراش اشعه ایکس نمونه مربوطه، به دلیل مقدار اضافی در پودر Si اولیه به میزان ۵۰ درصد مولی (نسبت 3TiC:3Si) شناسایی می‌شود. هر دو حالت شکست درون دانه‌ای و بین دانه‌ای در همه کامپوزیت‌ها با نسبت‌های مولی مختلف پودرهای TiC و Si مشاهده می‌شود. مقادیر سختی و یکرز نمونه‌های کامپوزیتی 3TiC:1.5Si، 3TiC:2Si و 3TiC:3Si در شکل ۵ ارائه شده است. مقادیر سختی اندازه‌گیری شده در این تحقیق بالاتر از مقدار گزارش شده برای مکس فاز Ti_3SiC_2 (حدود ۴ GPa) می‌باشد [۱۶]. در نمونه 3TiC:1.5Si، با توجه به باقی‌مانده فاز TiC در نمونه به دلیل ترکیب غیراستوکیومتری و سختی بالای این فاز (۲۸–۳۵ GPa) [۳۳–۳۶] و همچنین تجزیه جزئی Ti_3SiC_2 ، سختی نمونه بالا است (حدود ۱۴ GPa).

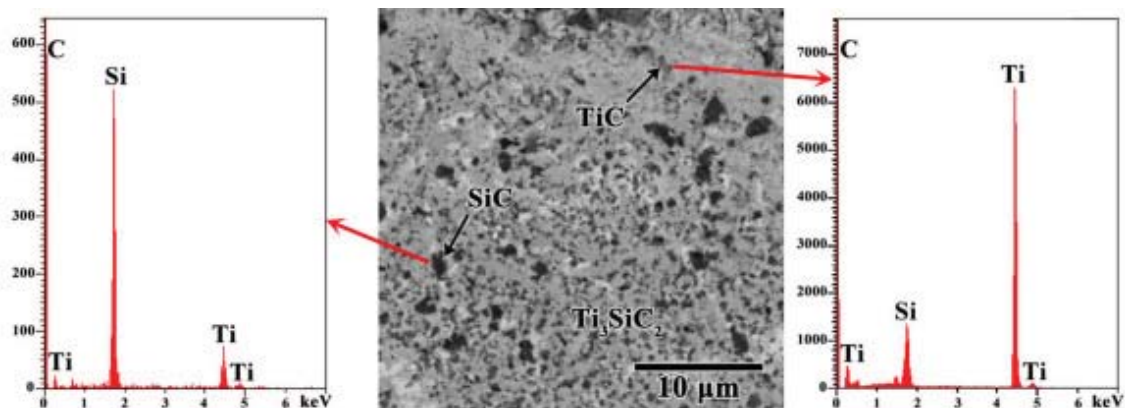
¹ ImageJ software (version 1.44)



شکل ۳: تصاویر SEM از سطح مقطع شکست نمونه‌های پرس گرم شده (a,b) 3TiC:1.5Si، (c,d) 3TiC:2Si و (e,f) 3TiC:3Si در دمای ۱۵۰۰ °C.

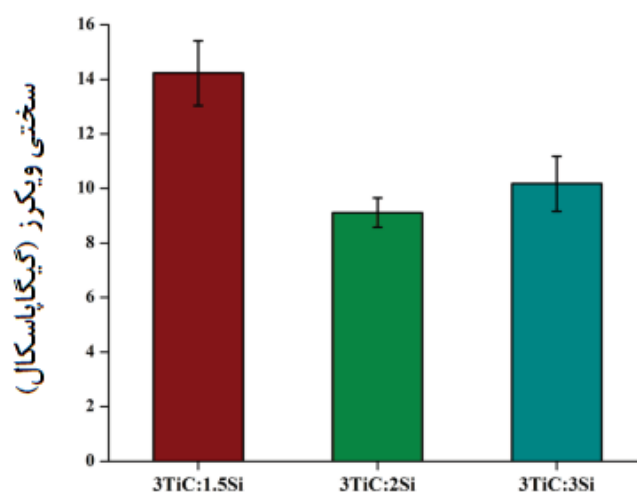
جدول ۱: اندازه دانه کامپوزیت‌های پرس گرم شده.

اندازه دانه (میکرومتر)	کامپوزیت
4.356 ± 0.284	3TiC:1.5Si
3.705 ± 0.269	3TiC:2Si
3.126 ± 0.302	3TiC:3Si



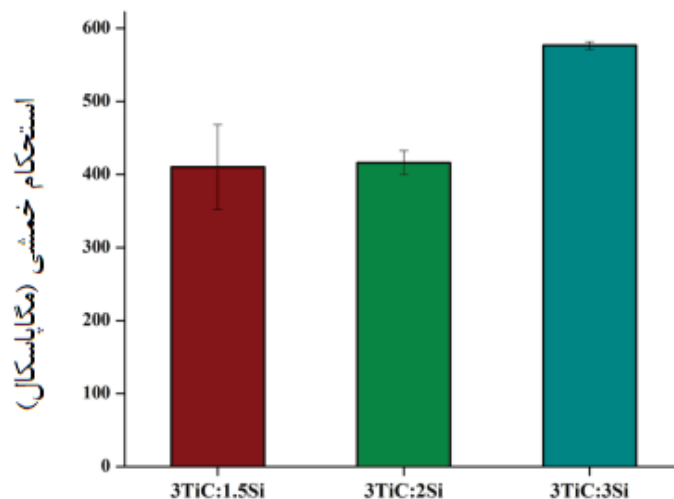
شکل ۴: تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی برگشتی و طیف EDS از سطح صیقلی نمونه 3TiC:2Si.

در مورد نمونه 3TiC:2Si، با توجه به الگوی پراش اشعه ایکس مربوطه، دلیل افزایش سختی را می‌توان به تشکیل فاز سخت SiC با سختی ذاتی ۲۸-۲۴ [۳۷-۴۱] همراه با فاز TiC مرتبط دانست. در نمونه 3TiC:3Si به دلیل باقی ماندن فاز Si همراه با کاربیدهای سخت SiC و TiC، سختی افزایش یافته و به ۱۰ GPa رسیده است. افزودن Si بیش‌تر باعث تشکیل فاز SiC با سختی ذاتی بالا شد. با افزودن Si بیش‌تر به کامپوزیت، دو پدیده رخ می‌دهد: (۱) تشکیل فاز SiC بیش‌تر و (۲) دستیابی به یک ریزساختار ریزدانه. شکل ۶ مقادیر استحکام خمشی سه نقطه‌ای نمونه‌های سنتز شده به صورت درجا / سینتر شده در دمای ۱۵۰۰°C را نشان می‌دهد. براساس این شکل، استحکام خمشی سه نقطه‌ای کامپوزیت‌های سنتز شده به صورت درجا ۴۱۰ MPa برای 3TiC:1.5Si، ۴۱۶ MPa برای نمونه 3TiC:2Si و ۵۷۶ MPa برای نمونه‌های 3TiC:3Si می‌باشد. با افزایش مقدار مولی Si، استحکام خمشی سه نقطه‌ای افزایش می‌یابد. این به دلیل حضور فاز Si آزاد در نمونه و تشکیل بیش‌تر فاز SiC، که مانع از رشد دانه‌های زمینه شده و منجر به ایجاد ریزساختار ریزتر می‌شود. شکل ۷ چقرمگی شکست کامپوزیت‌های سنتز شده را با نسبت‌های مولی مختلف Si و TiC نشان می‌دهد. مقادیر چقرمگی شکست کامپوزیت‌ها برابر $7/2 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ برای 3TiC:1.5Si، $7/7 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ برای 3TiC:2Si و $10/1 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ برای 3TiC:3Si اندازه‌گیری شد. لازم به ذکر است که مکس فاز یکپارچه Ti_3SiC_2 دارای چقرمگی شکست حدود $6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ است [۱]. از این رو، چقرمگی شکست کامپوزیت‌ها بیش‌تر از Ti_3SiC_2 تقویت نشده است. به نظر می‌رسد که اندازه دانه تاثیر قابل توجهی بر افزایش خواص مکانیکی مانند چقرمگی شکست و استحکام خمشی سه نقطه‌ای دارد.

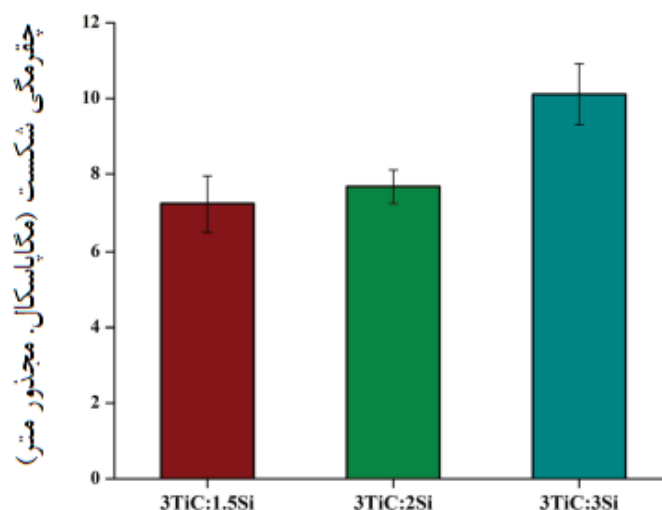


شکل ۵: سختی ویکرز نمونه‌های پرس گرم شده 3TiC:1.5Si، 3TiC:2Si و 3TiC:3Si در دمای ۱۵۰۰°C.

بیرون کشیدگی دانه‌ها، ترک خوردگی، لایه لایه شدن، پل زدن و انشعاب، مکانیزم‌های اساسی برای افزایش چقرمگی شکست کامپوزیت های Ti_3SiC_2-SiC هستند. افزایش مقدار Si منجر به افزایش استحکام خمشی سه نقطه‌ای و دستیابی به زمینه Ti_3SiC_2 با دانه بندی ریزتر بر اساس مشاهدات ریزساختاری در شکل ۳ و اندازه دانه‌های گزارش شده در جدول ۱ می‌شود. با توجه به چگالش کامل هر سه کامپوزیت، هر چه مقدار Si افزایش یابد، چقرمگی شکست بیشتری در کامپوزیت‌های سنتز شده به صورت درجا انتظار می‌رود. با افزودن Si بیشتر، SiC بیشتری در ریزساختار تشکیل می‌شود که باعث کاهش اندازه دانه ریزتر باعث بهبود چقرمگی شکست می‌شود. همچنین، وجود فازهای سخت مانند SiC و TiC در ریزساختار کامپوزیت منجر به برخی مکانیسم‌های تافنس مانند انشعاب ترک، انحراف ترک و مهار ترک می‌شود.



شکل ۶: استحکام خمشی سه نقطه‌ای نمونه‌های پرس گرم شده $3TiC:1.5Si$ ، $3TiC:2Si$ و $3TiC:3Si$ در دمای $1500^\circ C$.



شکل ۷: چقرمگی شکست نمونه‌های پرس گرم شده $3TiC:1.5Si$ ، $3TiC:2Si$ و $3TiC:3Si$ در دمای $1500^\circ C$.

۴- نتیجه‌گیری

کامپوزیت‌های Ti_3SiC_2-SiC به صورت درجا سنتز و با روش پرس گرم واکنشی از پودرهای اولیه TiC و Si زینتر شدند. پودر TiC و Si در نسبت‌های مولی $3TiC:1.5Si$ ، $3TiC:2Si$ ، $3TiC:3Si$ و مخلوط شده و در دمای $1500^\circ C$ تحت فشار $35 MPa$ به مدت 30 دقیقه



دقیقه پرس گرم شدند. چگالی نسبی تمام نمونه‌های کامپوزیتی SiC مقدار ۱۰۰ درصد همراه با خواص مکانیکی عالی بود. حداکثر سختی ویکرز متعلق به نمونه 3TiC:1.5Si (ترکیب غیراستوکیومتری) با مقدار ۱۴/۲ GPa است که توسط TiC باقی‌مانده در نمونه و تجزیه جزئی فاز Ti_3SiC_2 توضیح داده شده است. برای نمونه 3TiC:3Si، با حضور فاز SiC بیش‌تر در ریزساختار، یک کامپوزیت ریزدانه با زمینه Ti_3SiC_2 به دست آمد که استحکام خمشی و چقرمگی شکست را افزایش داد.

تشکر و قدردانی

بر خود واجب می‌دانم که مراتب تشکر و قدردانی خویش را از جناب آقای دکتر مهدی قاسمی کارودی به پاس زحمات دلسوزانه ایشان در طول این دوره و حمایت‌ها و راهنمایی‌های ارزشمندشان در مراحل انجام این پروژه کمال تشکر و قدردانی را اعلام فرمایم. امیدوارم بتوانم با ارائه این مجموعه بخش کوچکی از زحمات ایشان را جبران کرده باشم.

مراجع

- [1]. Barsoum MW (2013) MAX phases, properties of Machinable ternary carbides and nitrides. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.KGaa, Weinheim
- [2]. Akhlaghi M, Tayebifard SA, Salahi E, Shahedi Asl M, Schmidt G (2018) Self-propagating high-temperature synthesis of Ti_3AlC_2 MAX phase from mechanically-activated Ti/Al/graphite powder mixture. *Ceram Int* 44:9671–9678. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.02.195>
- [3]. Haji Amiri S, Ghassemi Kakroudi M, Rabizadeh T, Shahedi Asl M (2020) Characterization of hot-pressed Ti_3SiC_2 -SiC composites. *Int J Refract Met Hard Mater* 90:105232. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2020.105232>
- [4]. Qin J, He D (2013) Phase stability of Ti_3SiC_2 at high pressure and high temperature. *Ceram Int* 39:9361–9367. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2013.04.111>
- [5]. Akhlaghi M, Tayebifard SA, Salahi E, Shahedi Asl M (2018) Spark plasma sintering of TiAl– Ti_3AlC_2 composite. *Ceram Int* 44: 21759–21764. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.08.272>
- [6]. Karimi-Maleh H, Alizadeh M, Orooji Y, Karimi F, Baghayeri M, Rouhi J, Tajik S, Beitollahi H, Agarwal S, Gupta VK, Rajendran S, Rostamnia S, Fu L, Saberi-Movahed F, Malekmohammadi S (2021) Guanine-based DNA biosensor amplified with Pt/ SWCNTs nanocomposite as analytical tool for Nanomolar determination of Daunorubicin as an anticancer drug: a docking/ experimental investigation. *Ind Eng Chem Res* 60:816–823. <https://doi.org/10.1021/acs.iecr.0c04698>
- [7]. Karimi-Maleh H, Kumar BG, Rajendran S, Qin J, Vadivel S, Durgalakshmi D, Gracia F, Soto-Moscoco M, Orooji Y, Karimi F (2020) Tuning of metal oxides photocatalytic performance using ag nanoparticles integration. *J Mol Liq* 314:113588. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2020.113588>
- [8]. Karimi-Maleh H, Cellat K, Arkan K, Savk A, Karimi F, Şen F (2020) Palladium–nickel nanoparticles decorated on functionalized-MWCNT for high precision non-enzymatic glucose sensing. *Mater Chem Phys* 250:123042. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2020.123042>
- [9]. Karimi-Maleh H, Karimi F, Orooji Y, Mansouri G, Razmjou A, Aygun A, Sen F (2020) A new nickel-based co-crystal complex electrocatalyst amplified by NiO dope Pt nanostructure hybrid; a highly sensitive approach for determination of cysteamine in the presence of serotonin. *Sci Rep* 10:11699. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-68663-2>
- [10]. Karimi-Maleh H, Karimi F, Malekmohammadi S, Zakariae N, Esmaeili R, Rostamnia S, Yola ML, Atar N, Movaghgharnezhad S, Rajendran S, Razmjou A, Orooji Y, Agarwal S, Gupta VK (2020) An amplified voltammetric sensor based on platinum nanoparticle/polyoxometalate/two-dimensional hexagonal boron nitride nanosheets composite and ionic liquid for determination of Nhydroxysuccinimide in water samples. *J Mol Liq* 310:113185. <https://doi.org/10.1016/j.molliq.2020.113185>
- [11]. Carrijo MMM, Lorenz H, Filbert-Demut I, de Oliveira Barra GM, Hotza D, Yin X, Greil P, Travitzky N (2016) Fabrication of Ti_3SiC_2 -based composites via three-dimensional printing: influence of processing on the final properties. *Ceram Int* 42:9557–9564. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.03.036>
- [12]. Liu X, Zhang H, Jiang Y, He Y (2015) Characterization and application of porous Ti_3SiC_2 ceramic prepared through reactive synthesis. *Mater Des* 79:94–98. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.03.061>
- [13]. Dezellus O, Gardiola B, Andrieux J, Lay S (2015) Experimental evidence of copper insertion in a crystallographic structure of Ti_3SiC_2 MAX phase. *Scr Mater* 104:17–20. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2015.03.015>
- [14]. Atazadeh N, Saeedi Heydari M, Baharvandi HR, Ehsani N (2016) Reviewing the effects of different additives on the synthesis of the Ti_3SiC_2 MAX phase by mechanical alloying technique. *Int J Refract Met Hard Mater* 61:67–78. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2016.08.003>
- [15]. Fan X, Yin X, Cao X, Chen L, Cheng L, Zhang L (2015) Improvement of the mechanical and thermophysical properties of C/SiC composites fabricated by liquid silicon infiltration. *Compos Sci Technol* 115:21–27. <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2015.04.019>



- [16]. SUN Z, MURUGAIAH A, ZHEN T, ZHOU A, BARSOUM M (2005) Microstructure and mechanical properties of porous TiSiC. *Acta Mater* 53:4359–4366. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.05.034>
- [17]. Abderrazak H, Turki F, Schoenstein F, Abdellaoui M, Jouini N (2013) Influence of mechanical alloying on Ti₃SiC₂ formation via spark plasma sintering technique from Ti/SiC/C powders. *Ceram Int* 39:5365–5372. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2012.12.042>
- [18]. Li S-B, Xie J-X, Zhang L-T, Cheng L-F (2003) Mechanical properties and oxidation resistance of Ti₃SiC₂/SiC composite synthesized by in situ displacement reaction of Si and TiC. *Mater Lett* 57: 3048–3056. [https://doi.org/10.1016/S0167-577X\(02\)01429-5](https://doi.org/10.1016/S0167-577X(02)01429-5)
- [19]. Wan DT, Hu CF, Bao YW, Zhou YC (2007) Effect of SiC particles on the friction and wear behavior of Ti₃Si(Al)C₂-based composites. *Wear* 262:826–832. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2006.08.014>
- [20]. Li S, Song G-M, Zhou Y (2012) A dense and fine-grained SiC/ Ti₃Si(Al)C₂ composite and its high-temperature oxidation behavior. *J Eur Ceram Soc* 32:3435–3444. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2012.04.029>
- [21]. Tong X, Okano T, Iseki T, Yano T (1995) Synthesis and high temperature mechanical properties of Ti₃SiC₂/SiC composite. *J Mater Sci* 30:3087–3090. <https://doi.org/10.1007/BF01209221>
- [22]. Liang B, Wang M, Li X, Mu Y (2011) Fabrication and characterization of Ti₃SiC₂-SiC nanocomposite by in situ reaction synthesis of TiC/Si/Al powders. *Bull Mater Sci* 34:1309–1311. <https://doi.org/10.1007/s12034-011-0320-0>
- [23]. Islak BY, Ayas E (2019) Evaluation of properties of spark plasma sintered Ti₃SiC₂ and Ti₃SiC₂/SiC composites. *Ceram Int* 45: 12297–12306. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.03.144>
- [24]. Tabares E, Jiménez-Morales A, Tsipas SA (2021) Study of the synthesis of MAX phase Ti₃SiC₂ powders by pressureless sintering. *Boletín la Soc Española Cerámica y Vidr* 60:41–52.
- [25]. Benamor A, Hadji Y, Chiker N, Haddad A, Guedouar B, Labaiz M, Hakem M, Tricoteaux A, Nivot C, Erauw JP, Badji R, Hadji M (2019) Spark plasma sintering and tribological behavior of Ti₃SiC₂-Ti₅Si₃-TiC composites. *Ceram Int* 45:21781–21792. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.07.181>
- [26]. Kero I, Tegman R, Antti M-L (2010) Effect of the amounts of silicon on the in situ synthesis of Ti₃SiC₂ based composites made from TiC/Si powder mixtures. *Ceram Int* 36:375–379. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2009.07.029>
- [27]. Magnus C, Cooper D, Ma L, Rainforth WM (2020) Microstructures and intrinsic lubricity of in situ Ti₃SiC₂-TiSi₂-TiC MAX phase composite fabricated by reactive spark plasma sintering (SPS). *Wear* 448–449:203169. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2019.203169>
- [28]. Liao N, Xu L, Jin Y, Xiao Y, Grasso S, Hu C (2020) Synthesis, microstructure, and mechanical properties of TiC-SiC-Ti₃SiC₂ composites prepared by in situ reactive hot pressing. *Int J Appl Ceram Technol* 17:1601–1607. <https://doi.org/10.1111/ijac.13497>
- [29]. Li S-B, Xie J-X, Zhang L-T, Cheng L-F (2004) In situ synthesis of Ti₃SiC₂/SiC composite by displacement reaction of Si and TiC. *Mater Sci Eng A* 381:51–56. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.03.046>
- [30]. Henager CH, Brimhall JL, Hirth JP (1992) Synthesis of a MoSi₂- SiC composite in situ using a solid state displacement reaction. *Mater Sci Eng A* 155:109–114. [https://doi.org/10.1016/0921-5093\(92\)90318-U](https://doi.org/10.1016/0921-5093(92)90318-U)
- [31]. Henager CH, Brimhall JL, Brush LN (1995) Tailoring structure and properties of composites synthesized in situ using displacement reactions. *Mater Sci Eng A* 195:65–74. [https://doi.org/10.1016/0921-5093\(94\)06506-3](https://doi.org/10.1016/0921-5093(94)06506-3)
- [32]. Ho-Duc LH, El-Raghy T, Barsoum MW (2003) Synthesis and characterization of 0.3 Vf TiC-Ti₃SiC₂ and 0.3 Vf SiC-Ti₃SiC₂ composites. *J Alloys Compd* 350:303–312. [https://doi.org/10.1016/S0925-8388\(02\)00985-4](https://doi.org/10.1016/S0925-8388(02)00985-4)
- [33]. Nguyen TP, Pazhouhanfar Y, Delbari SA, Sabahi Namini A, Babapoor A, Mohammadpourderakhshi Y, Shaddel S, le QV, Shokouhimehr M, Shahedi Asl M (2020) Physical, mechanical and microstructural characterization of TiC-ZrN ceramics. *Ceram Int* 46:22154–22163. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.05.292>
- [34]. Fattahi M, Mohammadzadeh A, Pazhouhanfar Y, Shaddel S, Shahedi Asl M, Sabahi Namini A (2020) Influence of SPS temperature on the properties of TiC-SiCw composites. *Ceram Int* 46: 11735–11742. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.01.206>
- [35]. Nguyen V-H, Pazhouhanfar Y, Delbari SA, Shaddel S, Babapoor A, Mohammadpourderakhshi Y, le QV, Shokouhimehr M, Shahedi Asl M, Sabahi Namini A (2020) Beneficial role of carbon black on the properties of TiC ceramics. *Ceram Int* 46:23544–23555. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.06.125>
- [36]. Pazhouhanfar Y, Sabahi Namini A, Delbari SA, Nguyen TP, le QV, Shaddel S, Pazhouhanfar M, Shokouhimehr M, Shahedi Asl M (2020) Microstructural and mechanical characterization of spark plasma sintered TiC ceramics with TiN additive. *Ceram Int* 46: 18924–18932. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.04.215>
- [37]. Shahedi Asl M, Ghassemi Kakroudi M (2015) A processing microstructure correlation in ZrB₂-SiC composites hot-pressed under a load of 10 MPa. *Univers J Mater Sci* 3:14–21. <https://doi.org/10.13189/ujms.2015.030103>
- [38]. Nguyen TP, Ghassemi Kakroudi M, Shahedi Asl M, Ahmadi Z, Sabahi Namini A, Delbari SA, van le Q, Shokouhimehr M (2020) Influence of SiAlON addition on the microstructure development of hot-pressed ZrB₂-SiC composites. *Ceram Int* 46:19209–19216. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.04.258>
- [39]. Shahedi Asl M, Delbari SA, Shayesteh F, Ahmadi Z, Motallebzadeh A (2019) Reactive spark plasma sintering of TiB₂-SiC-TiN novel composite. *Int J Refract Met Hard Mater* 81:119–126.



- [40]. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2019.02.022>
Sadegh Moghanlou F, Nekahi S, Vajdi M, Ahmadi Z, Motalebzadeh A, Shokouhimehr A, Shokouhimehr M, Jafargholinejad S, Shahedi Asl M (2020) Effects of graphite nano-flakes on thermal and microstructural properties of TiB₂- SiC composites. Ceram Int 46:11622–11630. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.01.192>
- [41]. Pazhouhanfar Y, Sabahi Namini A, Shaddel S, Ahmadi Z, Shahedi Asl M (2020) Combined role of SiC particles and SiC whiskers on the characteristics of spark plasma sintered ZrB₂ ceramics. Ceram Int 46:5773–5778. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.11.027>



Synthesis and Sintering of Ti_3SiC_2 -SiC Composites through Reactive Hot-Pressing of TiC and Si Precursors

Sheida Haji Amiri^{1*}, Mahdi Ghassemi Kakroudi², Nasser Pourmohammadi Vafa³

Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Mechanical Engineering,
University of Tabriz, Tabriz, Iran

* Sh_hajiamiri@tabrizu.ac.ir

Abstract: MAX phases are an attractive class of layered solids that have recently attracted a great deal of attention due to their unusual and unique composition. The ternary compound Ti_3SiC_2 is an example of a material that combines the properties of ceramics and metals. As a ceramic, they are high stiff. Some of them are resistant to oxidation, creep, fatigue, corrosion. They are extremely refractory and have a high melting temperature. Also, their strength remains stable with temperature. When considered as a metal, this compound is a conductor of electricity and thermal and is not prone to thermal shock, has easy machining with a variety of modern tools, is relatively soft and also has high chemical resistance. Combining SiC with Ti_3SiC_2 for fabrication the composite is an effective way to improve the high temperature properties, because SiC as a reinforcing phase has good oxidation resistance, high hardness, abrasion resistance, and in addition, it is compatible with Ti_3SiC_2 at high temperatures. Fully-dense Ti_3SiC_2 -SiC composites were in-situ synthesized and sintered through a reactive hot-pressing process using TiC and Si powders with different molar ratios of 3TiC:3Si, 3TiC:2Si (stoichiometric composition), and 3TiC:1.5Si. Phase characterization of the hot-pressed specimens was performed by X-ray diffraction (XRD) analysis, and the microstructures were studied by scanning electron microscope (SEM). The mechanical properties of the hot-pressed composites were investigated in terms of Vickers hardness, fracture toughness, and flexural strength. It was found that the in-situ synthesized SiC particles, with platelet morphology, have been distributed in the in-situ formed Ti_3SiC_2 matrix. The highest Vickers hardness belonged to the 3TiC:1.5Si sample with a value of 14.2 GPa, related to the presence of SiC and residual TiC phase in the microstructure. The flexural strength enhanced with increasing the molar value of Si, due to the presence of the free Si phase in the sample and the further formation of the SiC phase. The 3TiC:3Si sample achieved the highest fracture toughness of $10.1 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ and the highest flexural strength of 576 MPa.

Keywords: Sintering, Ti_3SiC_2 MAX phase, SiC reinforcement, Reactive hot-pressing, Characterization, Mechanical properties.