



روش‌های سنتز فاز MAX در شکل پودر، توده و فیلم و کاربردهای آن

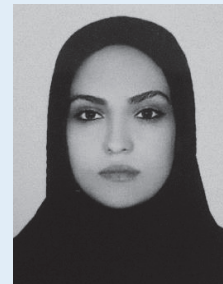
فصلنامه
سرامیک ایران

طیبه محبی^۱، مسعود همدانیان^۲، مجید میرزایی^۳

^۱ دانشجوی دکتری تخصصی، دانشگاه کاشان، گروه شیمی، کاشان، ایران، صندوق پستی: ۸۷۳۱۷-۵۱۱۶۷

^۲ عضو هیات علمی گروه نانوشیمی (دانشیار)، دانشگاه کاشان، گروه شیمی، کاشان، ایران، صندوق پستی: ۸۷۳۱۷-۵۱۱۶۷

^۳ عضو هیات علمی گروه پژوهشی مواد غیرفلزی (استادیار)، پژوهشگاه نیرو، تهران، ایران، صندوق پستی: ۱۴۶۶۵۵۱۷



نویسنده اول:

خانم مهندس طیبه محبی

نویسنده مسئول:

آقای دکتر مسعود همدانیان

دانشگاه کاشان

نوع مقاله: پژوهشی

صفحه‌های: ۷۸ تا ۱۰۵

شاپا چاپی: ۱۷۳۵-۳۳۵۱

شاپا الکترونیکی: ۲۷۸۳-۳۰۹۷

زبان نشریه: فارسی

دسترس پذیر در نشانی:

www.JICERS.ir

تاریخ دریافت:

۱۴۰۲/۰۷/۰۵

تاریخ پذیرش:

۱۴۰۲/۰۹/۲۹

DOR: 20.1001.1.17353351.1402.0.0.2.8

چکیده: مواد فاز مکس^۱ خانواده جدیدی از ترکیبات سه لایه کاربید و نیتريدی است که با فرمول کلی $M_{n+1}AX_n$ نشان داده می‌شود، که در آن $n=1-3$ و M مخفف فلزات انتقالی اولیه، و A نیز عناصر گروه A جدول تناوبی و X نیتروژن یا کربن است. در سال‌های اخیر، تحقیق‌های جدید باعث تمرکز جدی در مورد فاز مکس شده است، زیرا امکان دستیابی به مکسن^۲ از طریق اچ انتخابی آنها و حذف عنصر A فراهم شد. در این بررسی، در ابتدا توسعه فاز مکس و ویژگی‌های آنها معرفی شده است. در مرحله بعد ساختار، مورفولوژی، ساختار الکترونیکی و تنوع مکس فاز شرح داده شده است و در نهایت، روش‌های مختلف آماده‌سازی و کاربردهای مرتبط با فیلم‌های فاز مکس، مواد توده^۳ و مواد پودری با توجه به فناوری‌های آماده‌سازی فعلی معرفی می‌شوند.

کلمات کلیدی: مکس، سنتز، فیلم، توده، پودر.

۱- معرفی مواد فاز مکس

در اوایل دهه ۱۹۶۰، پروفیسور نووتنی^۴ و دیگران مفهوم کاربید یا نیتريد فلزات واسطه سه‌لایه را پیشنهاد کردند (۱). بسیاری از ترکیبات با ساختار مشابه در تحقیقات بعدی یافت شد. در سال ۱۹۹۳، لیس^۵ و همکاران (۲) نمونه‌های Ti_3SiC_2 با خلوص ۷۰-

¹ MAX

² MXene

³ Bulk

⁴ Nowotny

⁵ LIS



۹۰٪ سنتز کردند. بارسوم^۱ و همکاران (۳) ابتدا روش سنتز Ti_3SiC_2 نسبتاً خالص (کمتر از ۱٪ محتوای کاربید دوتایی) را در سال ۱۹۹۶ ارائه کرد. در سال ۲۰۰۰، بارسوم شرح جامعی از این نوع مواد سرامیکی را گزارش کرد و برای اولین بار مفهوم فاز " $M_{n+1}AX_n$ " را معرفی کرد. در $M_{n+1}AX_n$ (جایی که n برابر ۱، ۲ و ۳ است)، فاز M نشان‌دهنده عنصر فلز واسطه، A عنصر گروه A، و X عنصر کربن یا نیتروژن است. موقعیت متناظر عناصر تشکیل‌دهنده A، M، و X در جدول تناوبی مواد فاز $M_{n+1}AX$ در شکل ۱ نشان داده شده است (۴).

IA											VIII														
H	IIA	M	Early transition metal										A	Group A element					X	C and/or N					He
Li	Be																								Ne
Na	Mg	III B	IV B	V B	VIB	VII B	VIII	VIII	VIII	IB	IIB	Al	Si	P	S	Cl	Ar								
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr								
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe								
Cs	Ba	La-Lu	Hf	Ta	W	Re	Os	Lr	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn								
Fr	Ra	Ac-Lr	Unq	Unp	Unh	Uns	Uno	Une																	

La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu
Ac	Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lr

شکل ۱: موقعیت‌های متناظر عناصر فاز مکس در جدول تناوبی عناصر شیمیایی (۴).

فاز مکس یک ماده جدید سرامیکی قابل ماشین‌کاری است که عملکرد برجسته فلز و سرامیک را نشان می‌دهد، و دارای مزایای هدایت حرارتی بالا، رسانایی الکتریکی، پردازش آسان، مقاومت در برابر شوک حرارتی، وزن سبک، مدول الاستیک بالا، مقاومت در برابر اکسیداسیون در دمای بالا و همچنین مقاومت در برابر خوردگی است (۵). برخی از فازهای مکس، مانند Ti_3AlC_2 ، Ti_2AlC ، Cr_2AlC ، مقاومت بسیار خوبی در برابر اکسیداسیون و توانایی خودترمیمی ناشی از اکسیداسیون را نشان می‌دهند، و می‌توانند به عنوان مواد ساختاری با دمای بالا استفاده شوند. شکل ۲ خواص و برخی کاربردهای مواد فاز مکس را نشان می‌دهد. مجموعه‌ای از خواص عالی مواد فاز مکس توجه محققان را در سراسر جهان به دلیل طیف گسترده‌ای از چشم‌انداز و پتانسیل‌های زیاد در آینده جلب می‌کند (۶).

۲- ساختار فاز مکس

۲-۱- ساختار بلوری فاز مکس

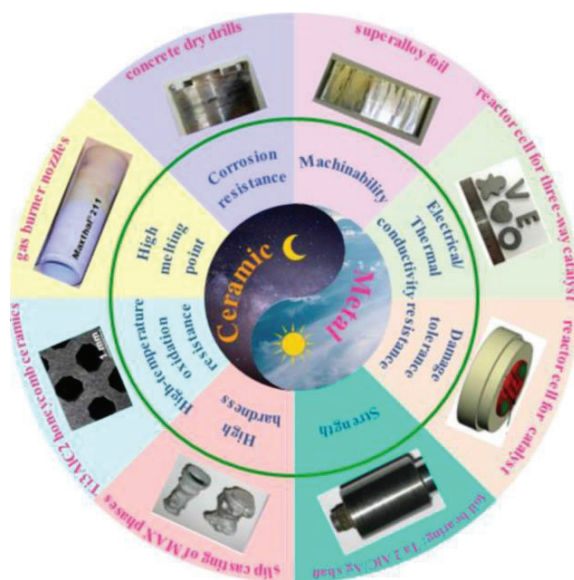
گروه فضایی فاز مکس به صورت $P6_3/mmc$ است و یک ترکیب سه‌تایی نانولایه با ساختار شبکه هگزاگونال است (۷). ساختار Ta_4AlC_3 توسط لین^۲ و همکاران مورد بررسی قرار گرفت و نشان داد که ساختار بلوری Ta_4AlC_3 دارای تقارن هگزاگونال است. علاوه بر این، آرایش اتمی فاز مکس منظم است (۸). فاز مکس از لایه‌های MX_2 و لایه A-اتم تشکیل شده است که به طور

¹ Barsoum

² Lin

³ Lamellae

متناوب در امتداد جهت محور C چیده شده‌اند. علاوه بر این، هر لایه از اتم‌های X بین دو لایه از فلزات واسطه قرار می‌گیرد و هر دو لایه $Mn_{n+1}X_n$ با یک لایه از اتم‌های A درهم می‌آمیزند (۹). ساختار لایه‌ای فاز مکس با اتم‌های مختلف را می‌توان با وضوح بالا در TEM مشخص کرد. ساختار آرایش اتمی مرتب شده فاز Ti_3SiC_2 یا Ti_4SiC_3 به وضوح در شکل ۳ (الف) و (ب) نشان داده شده است، که در آن هر سه یا چهار لایه اتم Ti توسط یک لایه اتم Si از هم جدا شده و به طور متناوب مرتب شده‌اند (۱۰). شکل ۳ (ج) میکروگراف HRTEM برای Ta_2AlC را در جهت [۱۲۱۰] نشان می‌دهد. مشاهده می‌شود که هر لایه اتم C بین دو لایه اتم Ta اضافه می‌شود و هر دو لایه اتم Ta درخشان توسط یک لایه سیاه از اتم‌های Al در Ta_2AlC از هم جدا می‌شوند (۱۱). شکل ۳ (د) مربوط به قانون انباشته شدن اتم‌ها در امتداد محور C است. در ساختار فضای فاز مکس، اتم‌های X در فضای خالی هشت‌وجهی^۱ متشکل از اتم‌های M قرار دارند و هشت‌وجهی M_6X را تشکیل می‌دهند. ساختار فضای اتمی سه فاز مکس در شکل ۴ نشان داده شده است (۱۲).



شکل ۲: خواص و برخی کاربردهای مواد فاز مکس (۶).

۳- تهیه مواد فاز مکس

۳-۱- تهیه فیلم فاز مکس

فیلم‌های فاز مکس به عنوان محافظ الکترومغناطیسی، مواد روکش سوخت هسته‌ای، فیلم‌های میرایی قابل تنظیم، فیلم‌های محافظ ابزار و غیره استفاده می‌شوند. در سال‌های اخیر، با سرمایه‌گذاری بیش‌تر و بیش‌تر منابع تحقیقاتی، فناوری آماده‌سازی فیلم‌های فاز مکس پیشرفت زیادی کرده است. در نتیجه، سه روش اصلی برای تهیه فیلم‌های فاز مکس وجود دارد: رسوب بخار، پاشش، و واکنش حالت جامد (۱۳).

۳-۱-۱- رسوب بخار شیمیایی (CVD)

CVD یک روش مهم برای تهیه سنتز لایه نازک است (۱۴). نیکل^۲ و همکاران برای اولین بار ثابت کردند که CVD می‌تواند برای تهیه لایه‌های نازک Ti_3SiC_2 استفاده شود (۱۵). متعاقباً، گوتو^۳ و راکو^۴ واکنش‌دهنده‌ها را تغییر دادند و لایه‌های نازک Ti_3SiC_2 را با رسوب شیمیایی بخار تهیه کردند (۱۶، ۱۷). شایان ذکر است که پوشش Ti_3SiC_2 تهیه شده توسط CVD به دمای بالاتر (۱۱۰۰-)

¹ Octahedral

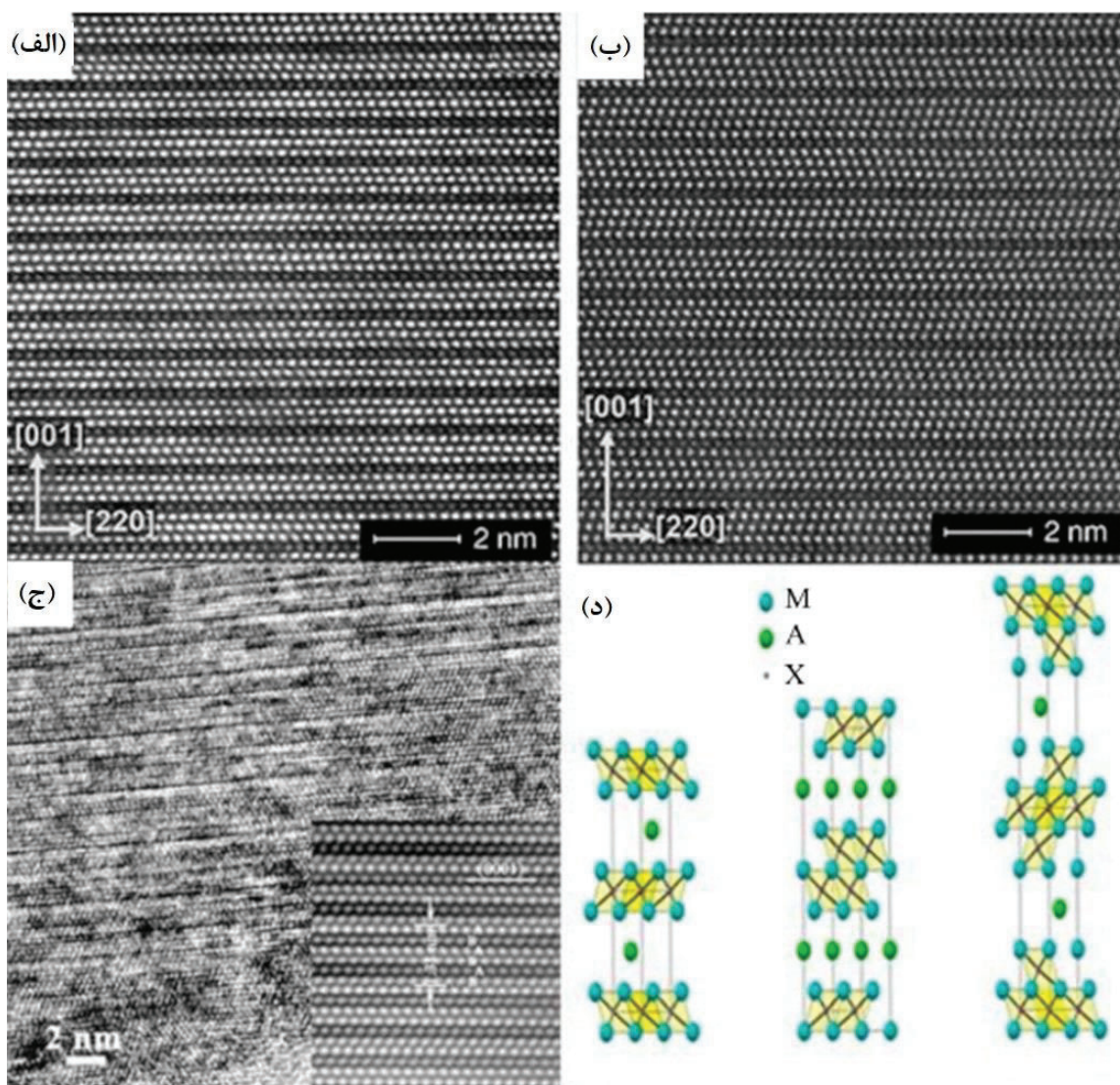
² Nickl

³ Goto

⁴ Racault

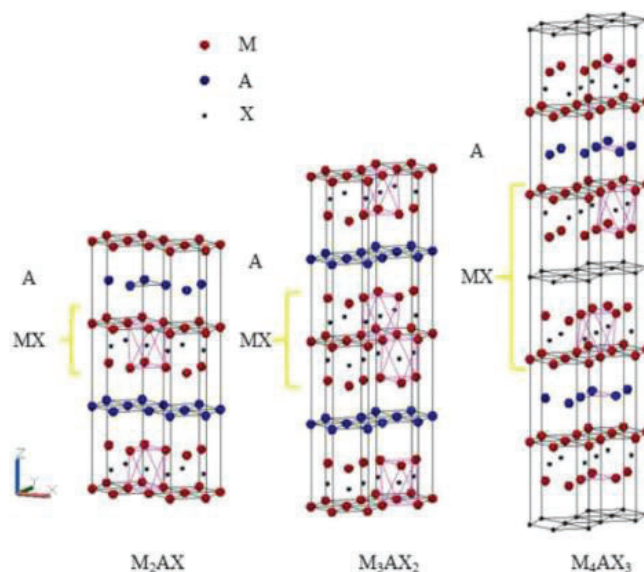


۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد) نیاز دارد. یانگ و همکاران (۱۸)، پوشش Ti-Si-C را با رسوب شیمیایی بخار لایه‌نشانی کردند و ترکیب، ساختار، مورفولوژی و قانون تشکیل پوشش را در دماهای مختلف تجزیه و تحلیل کردند. نتیجه‌گیری شده بود که پوشش TiC بدون حضور فاز Ti_3SiC_2 روی زیرلایه که دمای رسوب ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد بود، تشکیل شد. پوشش کامپوزیت Ti_3SiC_2 و TiC زمانی ایجاد شد که دما به ۱۱۵۰-۱۲۵۰ درجه سانتی‌گراد رسید. پوشش را می‌توان به دو لایه تقسیم کرد، که در آن لایه بیرونی یک ساختار انباشته‌ای متشکل از TiC و Ti_3SiC_2 بود، در حالی که لایه داخلی یک ساختار کریستالی ستونی TiC بود. پیکرینگ^۱ و همکاران (۱۹) لایه‌های نازک Ti_3SiC_2 را با رسوب شیمیایی بخار تهیه کردند. مشخص شد که جهت‌گیری ترجیحی صفحه Ti_3SiC_2 عمود بر بستر است و درجه جهت‌گیری و سایر ویژگی‌های ریزساختار به دما بستگی دارد. فاز جامد TiC و واکنش گاز را می‌توان برای تهیه فیلم‌های Ti_3SiC_2 نیز استفاده کرد و به این روش رسوب بخار شیمیایی واکنشی می‌گویند.



شکل ۳: (الف) و (ب): تصاویر HR-STEM از Ti_3SiC_2 و Ti_4SiC_3 . نقاط روشن‌تر مربوط به اتم‌های Ti و نقاط تیره‌تر مربوط به اتم‌های Si است (۱۰) (ج) میکروگراف HRTEM برای Ta_2AlC در امتداد جهت [۱۲۱۰] (د) مدل آرایش اتمی مربوطه (۱۱).

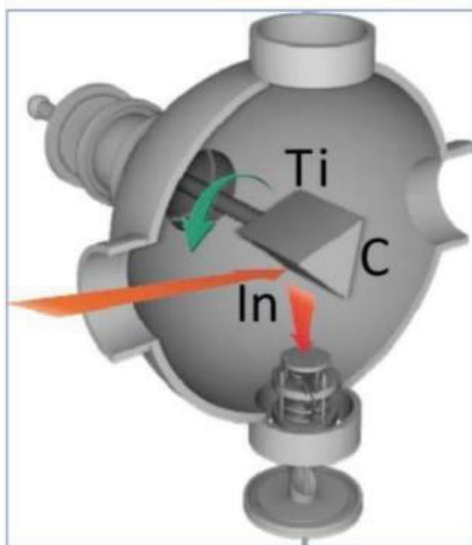
¹ Pickering



شکل ۴: ساختار فضای اتمی سه فاز مکس (۱۲).

۳-۱-۲- رسوب بخار فیزیکی (PVD)

رسوب کندوپاش^۱ DC سه تایی: تارگت M ، A ، X در فاز مکس، عناصر مورد نیاز برای سنتز سیستم مکس با نسبت‌های استوکیومتری متفاوت را ارائه می‌دهد. باکاردجیوا^۲ و همکاران (۲۰)، لایه‌های نازک Ti_3InC_2 را با پرتو یونی کم‌انرژی (۲۵۰-۴۰۰ میکروآمپر، ولتاژ: ۲۵ کیلوولت) با تیتانیوم خالص و فویل گرافیت به عنوان مواد اولیه ساختند. دستگاه کندوپاش پرتو یونی در شکل ۵ نشان داده شده است و بستر مورد استفاده ویفر سیلیکونی است (۲۱). فیلم رسوب‌شده Ti_3InC_2 در دمای ۱۲۰ درجه سانتی‌گراد آنیل شد و ضخامت فیلم ۶۵ نانومتر بود.



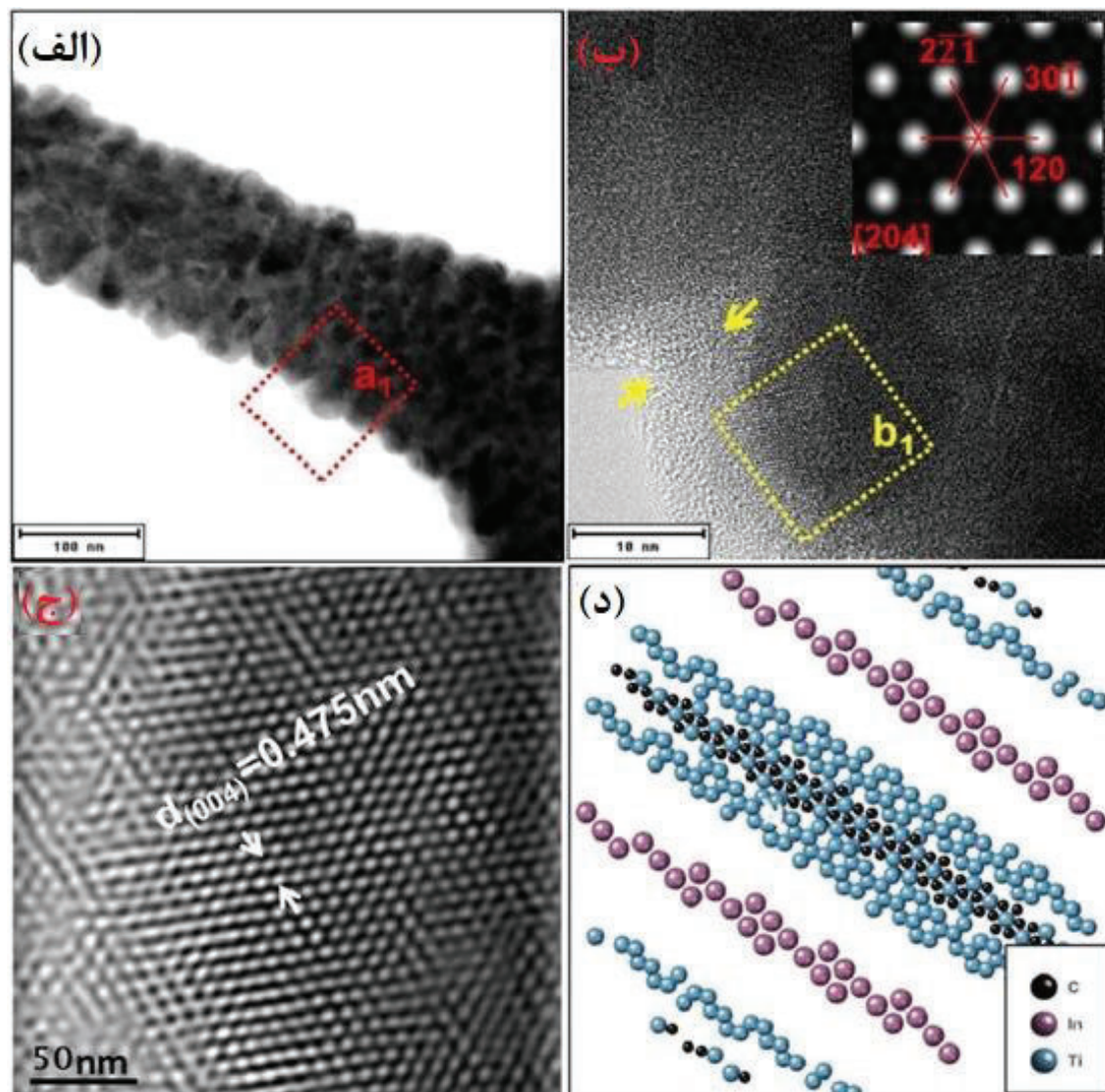
شکل ۵: طراحی از کندوپاش پرتو یونی به کار گرفته شده برای آماده‌سازی نمونه (۲۱).

باکاردجیوا و همکاران همچنین تأثیر تابش یون آرگون را بر Ti_3InC_2 تحت شارهای پرتو یونی مختلف بررسی کردند. نتایج نشان

¹ Sputtering

² Bakardjieva

داد که غلظت کم یون‌های Ar^+ ($1 \times 10^{13} / cm^2$) تأثیر قابل توجهی بر زبری سطح نداشت و ساختار پلی کریستالی حفظ شد. ساختار اتمی لایه لایه فیلم Ti_3InC_2 را می‌توان با تجزیه و تحلیل TEM (شکل ۶) در غلظت یون‌های Ar^+ ($1 \times 10^{13} / cm^2$) به دست آورد. در شار بالا، نقص غلظت در شبکه Ti_3InC_2 تشکیل شد و در سطوح پایین ساختار آمورفی ایجاد شد. فیلم‌های سنتز شده Ti_3InC_2 مقاومت بالایی در برابر تشعشع دارند و برای کاربردهای دمای بالا، خوردگی، راکتور هسته‌ای و سایر شرایط محیطی سخت مناسب هستند.



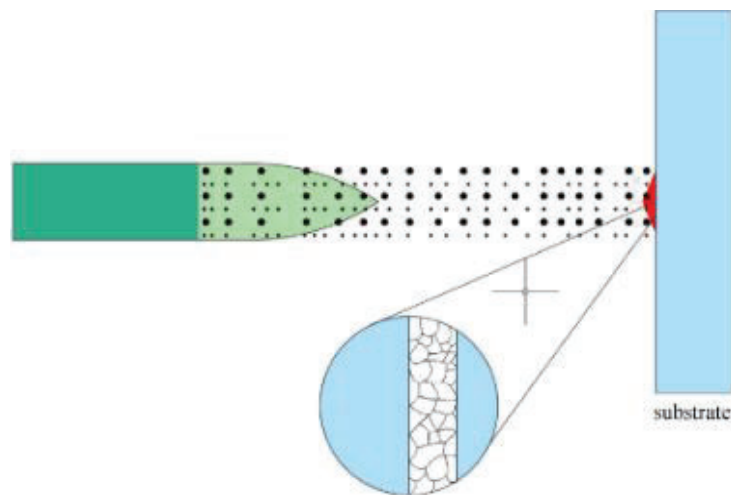
شکل ۶: مشاهدات HRTEM از فیلم Ti_3InC_2 : (الف) بزرگنمایی کم (ب) تصویر با بزرگنمایی بالا که از کادر قرمز خطچین a_1 گرفته شده است، (ج) معکوس منطقه b_1 انتخاب شده در پانل (b) و (د) تجسم ساختار Ti_3InC_2 (21) (e) تجسم ساختار Ti_3InC_2 (21)

۳-۱-۳- روش پاشش

روش پاشش حرارتی: در این روش مواد پاشش مذاب با دمای بالا توسط جریان هوا با سرعت بالا اتمیزه می‌شوند و روی سطح زیرلایه اسپری می‌شوند تا یک پوشش ایجاد شود. پاشش قوس الکتریکی، پاشش شعله، پاشش پلاسما، و اسپری سوخت اکسی با سرعت بالا (HVOF) در محدوده پاشش حرارتی هستند. اصل پاشش حرارتی در شکل ۷ نشان داده شده است (۲۲، ۲۳).



قطرات مذاب یا نیمه ذوب شده بر روی سطح زیرلایه پاشیده می‌شوند تا خنک شوند و یک ریزساختار لایه‌ای تشکیل دهند. روش استفاده از پاشش حرارتی برای رسوب لایه‌های فاز مکس عملی به اثبات رسید. چن^۱ و همکاران (۲۲) از روش پاشش شعله مافوق صوت برای تشکیل پوشش‌های Cr₂AIC با ضخامت بیش از ۲۰۰ میکرومتر با استفاده از Cr₂AIC مذاب به عنوان ماده خام استفاده کردند. فرادلین^۲ و همکاران (۲۴) پوشش Cr₂AIC را بر روی سطح فولاد ضدزنگ با همین روش با ضخامت بیش‌تر از ۱۰۰ میکرومتر تهیه کردند. در روش پاشش حرارتی، بستر باید تا دمای بالاتر گرم شود که در نتیجه انتخاب مواد ماتریس را محدود کند.



شکل ۷: سیستم پاشش سرد فشار بالا (۲۲)

روش پاشش سرد (CS): ذرات پاشش با سرعت ۳۰۰ تا ۱۲۰۰ متر بر ثانیه برای ایجاد تغییر شکل پلاستیکی به سطح زیرلایه برخورد کردند و در نتیجه یک پوشش روی سطح زیرلایه تشکیل شد. شاخص اصلی فناوری CS اطمینان از برخورد ذرات پودر اولیه به بستر با سرعت بحرانی یا فوق بحرانی بود. این فرآیند از طریق تحت فشار قرار دادن و پیش گرم کردن گازهای عامل نیتروژن و هلیوم محقق شد، زیرا گاز با عبور از نازل تبدیل کننده De-Laval سرعت مافوق صوت به دست می‌آورد (۲۵). اصول کاری سیستم پاشش سرد فشار بالا در شکل ۸ نشان داده شده است (۲۵). ماده خام پودر سیال شده تحت عمل گاز پرفشار به نازل فرستاده می‌شود. همچنین گرمایش پودر بین تغذیه کننده پودر و تفنگ پاشش لازم است یا یک محفظه پیش احتراق گسترده در جلوی نازل برای پیش گرم کردن پودر در نظر گرفته شده است که اطمینان حاصل می‌کند که دمای ضربه ذرات به ۱۰۰۰ کلوین یا حتی بالاتر می‌رسد (۲۶). گوتامان^۳ و همکاران (۲۷) Ti₂AIC را با استفاده از روش پاشش سرد بر روی بسترهای مختلف رسوب دهی کردند و دریافتند که پوشش ۱۱۰-۱۱۵ میکرومتر می‌تواند بر روی بستر مس رسوب کند. رج^۴ و همکاران (۲۸) پوشش Ti₂AIC را با ضخامت ۵۰-۸۰ میکرومتر روی آلیاژ Al ۶۰۶۰ و فولاد کربنی از طریق فناوری پاشش سرد سنتز کردند. میر^۵ و همکاران (۲۹) با به کارگیری روش پاشش سرد به پوشش Ti₂AIC با ضخامت ۹۰ میکرومتر بر روی بستر ZrY-4 دست یافتند که از آن در تقویت روکش سوخت هسته‌ای استفاده شد. علاوه بر این، پوشش Cr₂AIC بر روی یک بستر فولاد ضدزنگ از طریق روش پاشش سرد توسط گو^۶ انجام شد (۳۰). مورفولوژی سطح پوشش در دماهای مختلف گازکاری در شکل ۹ نشان داده شده است. از شکل ۹ می‌توان دید که نقص در مرکز پوشش در دمای پایین آشکار بود و پوشش در دمای بالا یکنواخت‌تر از پوشش در دمای پایین بود. این اولین بار بود که پوشش Cr₂AIC با روش پاشش دینامیکی با موفقیت رسوب کرد. پوشش Cr₂AIC به دست آمده می‌تواند

¹ Chen

² Frodelins

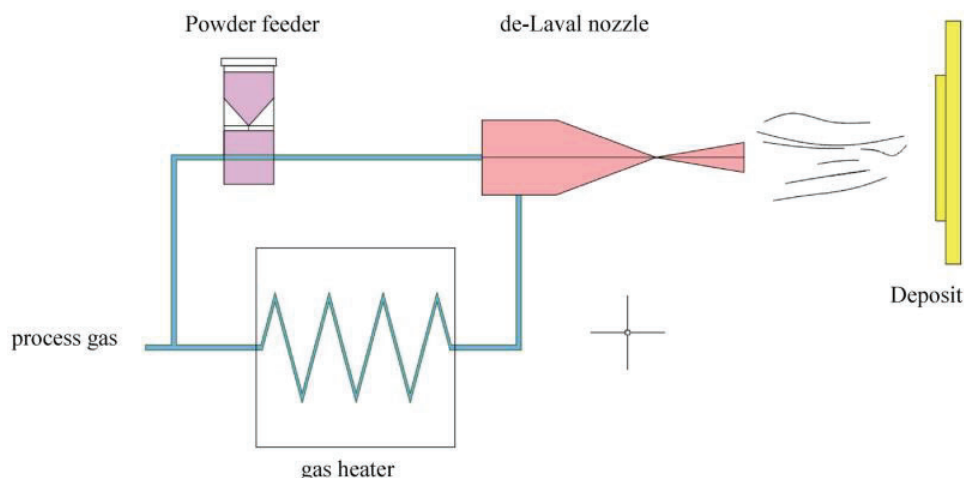
³ Gutamann

⁴ Rech

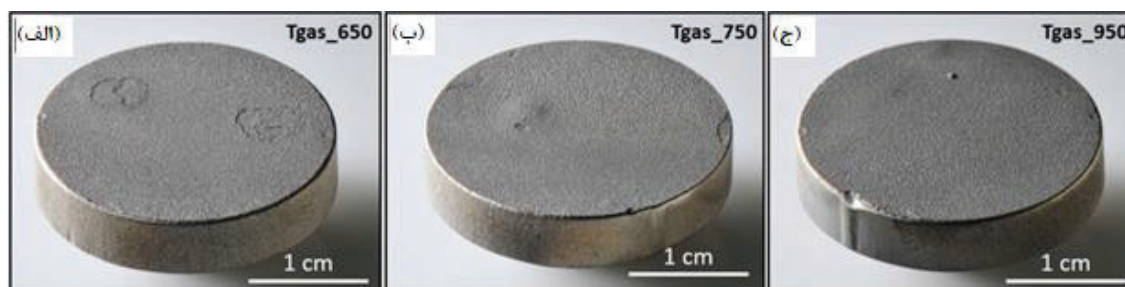
⁵ Maier

⁶ Go

در یک محیط خورنده به کار گرفته شود (۳۱).



شکل ۸: سیستم پاشش سرد فشار بالا (۲۵).



شکل ۹: پوشش‌های Cr_2AlC پس از رسوب اسپری سرد در دمای گاز الف (۶۵۰ ب) و ۷۵۰ (ج) و ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد (۳۱).

۳-۱-۴- روکش لیزری

عمدتاً فیلم‌های فاز مکس با روش‌های رسوب‌دهی بخار شیمیایی (CVD) و رسوب فیزیکی بخار (PVD) به دست می‌آیند. با این حال، محدودیت‌های اندازه عملکردی و انتخاب بستر این دو فناوری هنوز وجود داشت. مسیر جدیدی برای تولید پوشش فاز مکس با توجه به لایه روکش لیزری به دلیل برتری‌های آن مانند استحکام اتصال بالا، پوشش متراکم، استحکام و چقرمگی خوب و منطقه کوچک تحت تاثیر حرارتی (HAZ) باز شد (۳۲). روکش لیزری یک فناوری اصلاح سطح بود که در آن واکنش‌دهنده‌ها به زیرلایه اضافه می‌شد، و مواد واکنش همراه با سطح زیرلایه ذوب شده و به سرعت توسط پرتو لیزر با چگالی بالا مورد عملیات قرار گرفته تا یک پوشش پیوندی کاملاً متالورژیکی ایجاد شود. علی‌رغم اینکه قبلاً هیچ مطالعه‌ای در مورد تهیه پوشش فاز مکس با خلوص بالا با روکش لیزری انجام نشده بود، اما پیتر ریچاردسون^۱ اخیراً با توجه به نسبت پودر استوکیومتری عناصر، پوشش $Ti-Al-C$ را روی بستر تیتانیوم خالص سنتز کرده است. ضخامت روکش لیزری پوشش کامپوزیت 0.2 ± 0.033 میلی‌متر بود. فاز اصلی پوشش کامپوزیت از Ti_2AlC ، $TiC_{0.64}$ و Ti_3Al تشکیل شده است. مشخص شد که مقدار سختی سطح پوشش بالاترین (HV811 ± 11) بود. این اولین تحقیق در مورد سنتز و رسوب همزمان پوشش‌های فاز مکس بر روی بسترها با روکش لیزری با استفاده از پودرهای عنصری است. ارزش کاوش در فناوری روکش لیزری بسیار است. اول از همه، به دلیل تنوع و سازگاری انتخاب پودر با فرآیند روکش لیزری و انتخاب تقریباً نامحدود خواص مواد است که نشان‌دهنده پتانسیل بالا در تهیه مواد فاز مکس جدید است. دلیل دوم، کنترل کامل فرآیند روش روکش لیزری است (۳۳). از یک طرف، کنترل خودکار فرآیند، نتایج پایدار، قابل اعتماد

¹ Peter Richardson



و تکرارپذیر برای پارامترها فراهم می‌کند. از سوی دیگر، با استفاده از روکش‌های متعدد می‌توان ضخامت فیلم دلخواه را به دست آورد. در نهایت، متفاوت از روش پلاسما یا پاشش حرارتی، برای پوشش متراکم با تخلخل بسیار کم لایه روکش لیزری مناسب است؛ روکش لیزری دارای مزایای سرعت سریع، چگالی توان بالا و منطقه کوچک متاثر از حرارت در مقایسه با روش متالورژی پودر است. پوشش تولید شده به این روش کیفیت سایش و مقاومت در برابر خوردگی بالاتری دارد (۳۴).

۳-۱-۵- روش نفوذ افزایشی

دستیابی به فیلم‌های فاز مکس در دماهای پایین هنوز یک چالش است. ژو^۱ و رایلی^۲ و همکاران روش جدیدی برای سنتز در دمای پایین پیشنهاد کردند که در آن Si یا Al در ساختار کریستالی هگزاگونال TiC_x برای به دست آوردن فاز مکس قرار داده شد (۳۵، ۳۶). دمای سنتز فاز Ti_۳AlC_۲، ۶۰۰-۴۰۰ درجه سانتی‌گراد کم‌تر از یک روش مرسوم بود. بنابراین انگیزه جدیدی برای تهیه فیلم‌های فاز مکس از این مسیر تحقیقاتی ایجاد شد. روش نفوذ افزایشی در درجه اول برای تهیه یک ساختار آلیاژی چند لایه مورد نیاز بود، و سپس عملیات بازپخت برای پخش شدن اتم در چند لایه انجام شد تا ساختاری که فاز مکس را با آرایش لایه‌های دوره‌ای منظم تشکیل می‌دهد تغییر دهد. وانگ^۳ و همکاران (۳۷) با روش قوس کاتدی/کندوپاش یک فاز چندلایه Ti-Al-N را رسوب داده و متعاقباً با عملیات حرارتی لایه Ti_۲AlN متراکم با پایداری بالا تشکیل داده که ساختار چند لایه با رشد متناوب لایه‌های غنی از (Ti, N) و غنی از Al تشکیل شد. ترکیب فاز چندلایه پس از آنیل خلاء در دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱/۵ ساعت TiAl_x و TiN بود. نفوذ داخلی آلومینیوم منجر به محو شدن و ناپدید شدن فصل مشترک چند لایه شد و ضخامت لایه غنی از Al نیز کاهش یافت. علاوه بر این، تجزیه و تحلیل حرارتی خلاء نشان داد که فیلم مکس Ti_۲AlN پایداری بالایی به عنوان یک لایه محافظ در برابر خوردگی و اکسیداسیون دارد.

۳-۲- تهیه مواد توده مکس

۳-۲-۱- SHS و آلیاژ مکانیکی

فاز مکس توده را می‌توان با روش سنتز خودانتشاری (SHS) و آلیاژسازی مکانیکی تهیه کرد. وانگ و همکاران (۳۸) دریافتند که Ti_۳AlC_۲ پس از آسیاب گلوله‌ای در طول آلیاژسازی مکانیکی مخلوط پودرهای Ti، Al و C سنتز شد. واکنش خود انتشاری (SHS) برای تشکیل فاز مایع TiC، Ti، Al در فرآیند آلیاژسازی مکانیکی استفاده شد. در نهایت، Ti_۳AlC_۲ در فصل مشترک جامد TiC و فاز مایع Ti-Al رسوب داده شد. لو^۴ و همکاران بیان کردند که می‌توان با استفاده از روش SHS، توده Ti_۳AlC_۲ با کسر جرمی ۹۶/۷۶ و تخلخل ۹/۴۵ درصد را سنتز کرد و دریافتند که افزودنی‌های TiC با محتوای بیش از حد باعث کاهش دما شده و تشکیل Ti_۳AlC_۲ را محدود می‌کند. بنابراین، خلوص Ti_۳AlC_۲ تولید شده با افزایش محتوای TiC کاهش می‌یابد.

۳-۲-۲- فرآیند تفجوشی

تفجوشی یکی از روش‌های اصلی آماده‌سازی فاز مکس هستند، از جمله تفجوشی واکنشی، تفجوشی با پرس داغ، تفجوشی بدون فشار، تفجوشی با میکروویو، تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای، تفجوشی با تخلیه پالس و غیره. با استفاده از تفجوشی میکروویو، فاز مکس V-Al-C از مخلوط پودر V-Al-C با نسبت مولی ۱:۱/۵:۲ توسط محسن و همکاران تشکیل شد (۳۹). ریزساختار و خواص مکانیکی محصولات در دماهای ۱۲۰۰، ۱۳۰۰ و ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد بررسی شد. در این کار، می‌توان نتیجه گرفت که (الف) فاز V_۲AlC مکس با مقدار کمی Al_۲O_۳ و VC می‌تواند در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد تشکیل شود. با این حال، فاز V_۲AlC در دمای ۱۴۰۰ تجزیه می‌شود. (ب) فاز مکس زمانی که دمای تفجوشی ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد و کم‌ترین تخلخل ۱/۴۲ درصد بود، ساختار یکنواختی داشت. بالاترین مقاومت خمشی نمونه ۲۱ ± ۱۸۹ مگاپاسکال بود. (ج) محتوای Al_۲O_۳ به دلیل واکنش اکسیداسیون فاز مکس در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد بیش‌ترین مقدار را در محصول داشت، بنابراین سختی نمونه

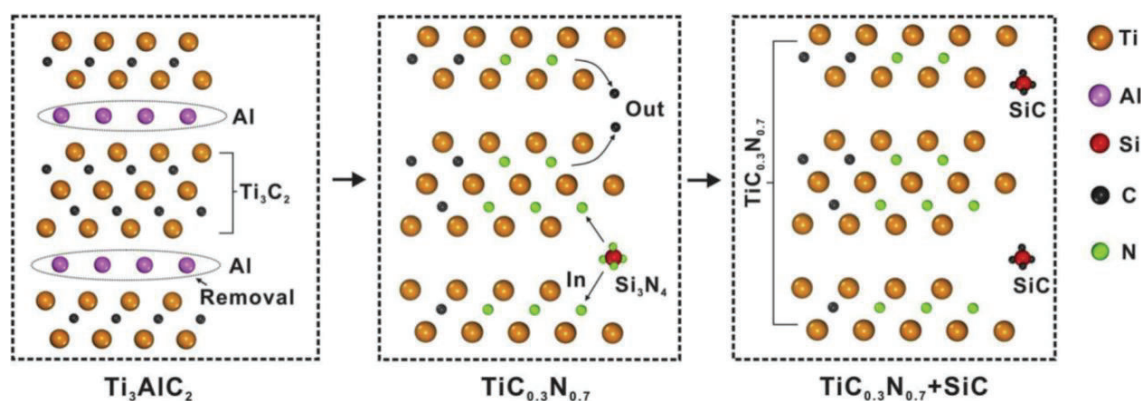
¹ Zhou

² Riley

³ Wang

⁴ Lu

۱۵ ± ۸۹۲ ویکرز بود. Ti_3AlC_2 به مقدار ۳۰ درصد وزنی، به عنوان پیش ماده توسط لی^۱ (۴۰) برای تشکیل کامپوزیت‌های Ti_3AlC_2 مبتنی بر سیلیکون نیتریدی چگال از طریق تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای ایجاد شد و اثر اکسیداسیون دمای بالا بر نیتريد سیلیکون Ti_3AlC_2 بررسی شد. نتایج تجربی نشان داد که Ti_3AlC_2 پس از پخت در دمای ۱۷۰۰ درجه سانتی‌گراد به طور کامل تجزیه می‌شود و $TiC_{0.3}N_{0.7}$ و SiC تولید می‌کند. مکانیسم واکنش در شکل ۱۰ نشان داده شده است و چگالی نسبی ماده کامپوزیت به ۹۹/۵۸٪ رسیده است. چقرمگی کامپوزیت ماتریس با $9/97 \text{ MPa/m}^2$ بالاترین میزان بود. اثر پینینگ $TiC_{0.3}N_{0.7}$ و تشکیل لایه اکسیدی دلایل اصلی مقاومت در برابر سایش عالی کامپوزیت بود. نتایج تحقیقات برای کاربرد کامپوزیت‌های Si_3N_4 پر شده با ذرات Ti_3AlC_2 در دمای بالا اهمیت زیادی داشت. کارل^۲ و همکاران (۴۱) نوع جدیدی از مواد کامپوزیت فاز دوگانه $Ti_3AlC_2-Ti_2AlC$ را از طریق روش تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای (SPS) تهیه کردند (فرایند آماده‌سازی در شکل ۱۱)، که در آن Ti_3AlC_2 فاز کریستالی اصلی بود. ریزساختار یک ساختار کاربید و نیتريد لایه‌ای معمولی را نشان داد (شکل ۱۱). همچنین، کامپوزیت اساساً دارای خواص روانکاری بود که به فیلم انتقال اکسیداسیون اصطکاکی تشکیل شده بر روی سطح لغزنده نسبت داده شد. محققان همچنین بر مقاومت سایشی کامپوزیت‌های فاز مکس دوتایی تمرکز کرده و دریافتند که مقاومت سایشی نمونه را می‌توان با پر کردن حفره‌ها و شکاف‌های ماتریس و در نظر گرفتن ترکیب فصل مشترک مناسب و تقویت کردن با ترکیبات بین فلزی بهبود بخشید. برخی از محققان تأثیر فرآیند تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای را بر خواص ماده فاز مکس گزارش کرده‌اند. شمس‌پور و همکاران (۴۲) با استفاده از تکنیک تفجوشی پلاسمای جرقه‌ای به فاز مکس Cr_2AlC دست یافتند و اثر زمان آسیاب و دمای تفجوشی ماده خام را بر روی ساختار و خواص سایش آن بررسی کرد. مشخص شد که: (الف) مشخص شد که در آسیاب گلوله‌ای ۲ ساعته، زمانی که دمای SPS از ۱۰۰۰ به ۱۳۰۰ درجه سانتیگراد افزایش یافت، درصد وزنی فاز Cr_2AlC فقط اندکی از ۶۴/۱۷ به ۶۸/۰۵ درصد افزایش یافت. نمونه تحت عملیات شده با روش SPS در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد عملکرد سایش بهبود یافته‌ای داشت و این دما را می‌توان به عنوان بهترین دمای تفجوشی تنظیم کرد. (ب) در آسیاب گلوله‌ای به مدت ۲ ساعت، فاصله انتشار بین ذرات طولانی بود، که منجر به باقی ماندن مقدار زیادی کاربید Cr_7C_3 نامطلوب در سیستم می‌شود. هنگامی که زمان آسیاب گلوله‌ای به ترتیب به ۴ و ۸ ساعت افزایش یافت، محتوای کاربید Cr_7C_3 کاهش یافت و محتوای فاز Cr_2AlC در نمونه افزایش یافت. (ج) مقاومت به سایش نمونه مستقیماً با محتوای فاز Cr_2AlC مرتبط بود و دمای پخت ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد بود. نمونه فاز Cr_2AlC با بالاترین محتوای ۹۷/۲۴ درصد در زمان ۸ ساعت حاصل شد و عملکرد سایش آن بسیار عالی بود.



شکل ۱۰: مسیر واکنش احتمالی کامپوزیت در طول تفجوشی (۴۲)

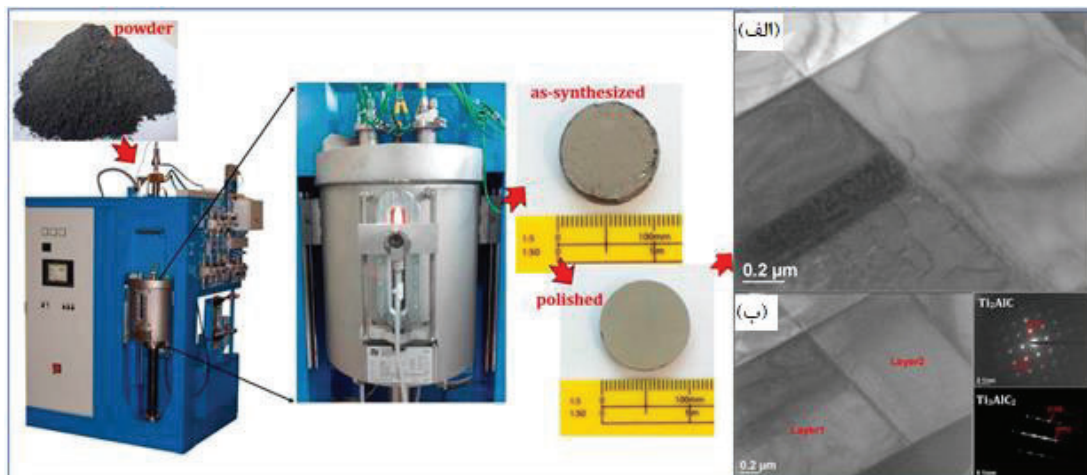
تفجوشی پرس داغ برای ساخت توده Ti_3SiC_2 با Ti، Si و TiC به عنوان مواد خام توسط ژیا^۳ و همکاران (۴۳) استفاده شد. هر چه

¹ Liu

² Carl

³ Xia

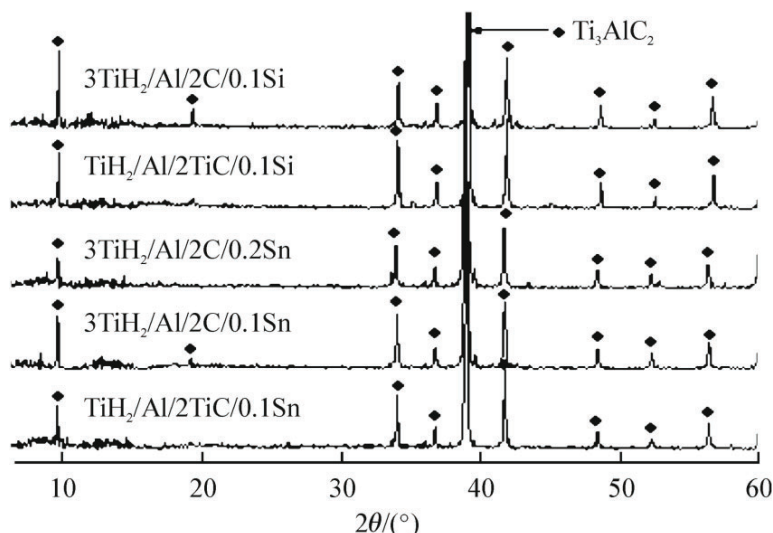
دما بالاتر باشد، فعالیت اتمی قوی تر و واکنش مناسب تر است. همچنین بلوک های Ti_3AlC_2 با دانه های ریز و توزیع ساختار یکنواخت با استفاده از روش تفجوشی پرس گرم خلاء سنتز شد. نشان داده شد که استفاده از TiC برای جایگزینی پودر Ti و C از واکنش پودرهای Ti و C جلوگیری کرده و دمای واکنش را کاهش می دهد که برای واکنش مفید بود. در همین حال مشخص شد که بهترین دما برای تهیه Ti_3AlC_2 به روش تفجوشی پرس گرم خلاء $1450^\circ C$ درجه سانتی گراد است.



شکل ۱۱: راه اندازی تفجوشی پلاسمای جرقه ای HP D25 SPS و نمونه توده سنتز شده. تصاویر میدان روشن TEM (BF) که (الف) لایه های $Ti_3AlC_2-Ti_2AlC$ و (ب) لایه های $Ti_3AlC_2-Ti_2AlC$ و همچنین الگوهای مربوط به پراش الکترون ناحیه انتخاب شده (SAED) که به ترتیب لایه ۱ (Ti_2AlC) و لایه ۲ (Ti_3AlC_2) را نشان می دهد (۴۳).

۳-۲-۳- روش واکنش جامد-مایع یا روش واکنش جامد

ژو و همکاران (۴۴) اولین کسانی بودند که یک ماده توده Ti_3SiC_2 با کسر جرمی ۹۳٪ را با روش واکنش جامد-مایع پرس داغ تهیه کردند. لی و همکاران (۴۵) TiC ، Al ، TiH_2 ، Si و Sn را به Ti_3AlC_2 تک فاز با ریزساختار چگال، شکل پذیری خوب در دمای اتاق به دست بیاورند، که کسر جرمی Ti_3AlC_2 برابر ۹۵٪ بود. همانطور که در شکل ۱۲ نشان داده شده است، اگر پودرهای Si یا Sn به عنوان مواد افزودنی استفاده شود، دمای تفجوشی به $1200^\circ C$ درجه سانتی گراد و زمان غوطه وری را به ۶۰ دقیقه کاهش می یابد.

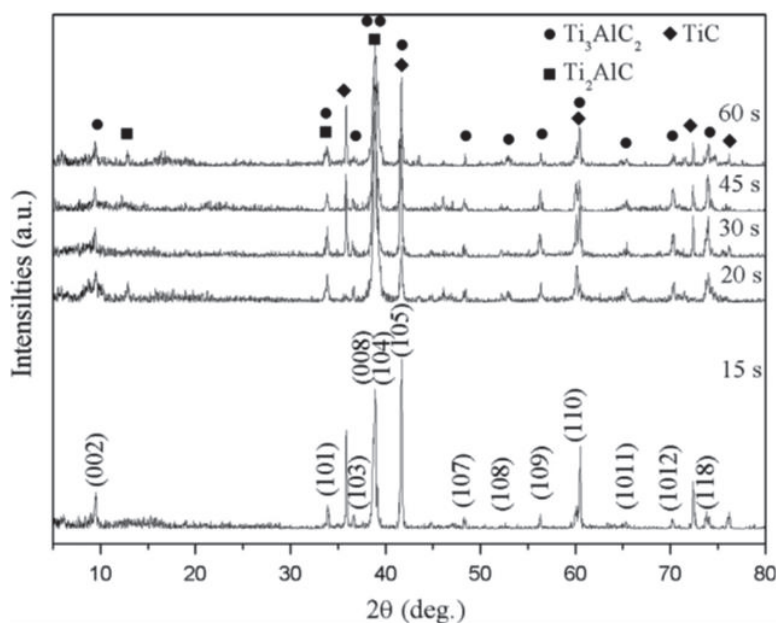


شکل ۱۲: الگوی XRD از $TiH_2/Al/2TiC/Sn$ در دمای $1200^\circ C$ درجه سانتی گراد به مدت ۶۰ دقیقه (۴۵)

تویاس راکل^۱ (۴۶) و همکاران از واکنش حالت جامد برای سنتز Zr_2SB و Hf_2SB در محدوده دمایی ۱۶۰۰-۱۴۰۰ استفاده کردند. تحقیقات بیشتر در مورد خواص آن مشخص شد که ساختار شبکه Zr_2SB و Hf_2SB هگزاگونال بود. شایان ذکر است که این بررسی ساختار الکترونیکی دقیق تری از M-X در Zr_2SB و Hf_2SB ارائه داد. چهار اتم زیرکونیوم اتم X (B یا C) را در مرکز احاطه کرده‌اند. بزرگ‌ترین دایره‌ها اتم‌های گوگرد با بیش‌ترین شدت موضعی بودند. اتم X در مرکز هشت‌وجهی متشکل از Zr یا Hf قرار داشت و ساختار M_6X خاصی را تشکیل می‌داد. علاوه بر این، محاسبه ثابت الاستیک نشان داد که Zr_2SB و Hf_2SB شکننده‌تر از سایر فازهای مکس هستند.

۳-۲-۴- روش سنتز ذوب لیزری

چن و همکاران (۴۷) پودر Ti، Al و TiC را با نسبت مولی ۲:۱/۲:۱ به عنوان مواد اولیه مخلوط کرده و بلوک Ti_3AlC_2 را با روش سنتز ذوب لیزری با توان لیزر ۵ کیلووات سنتز کردند. الگوهای XRD نمونه های Ti_3AlC_2 ذوب لیزر در شکل ۱۳ نشان داده شده است و مشخص شد که فاز کریستالی Ti_3AlC_2 در همه نمونه‌ها است و Ti_2AlC و/یا TiC به عنوان فازهای فرعی وجود دارند و این نشان داد که Ti_3AlC_2 با استفاده از فرآیند ذوب لیزری از مخلوط پودر Ti-Al-TiC با موفقیت سنتز شده است. با این حال، محتوای هر فاز برآورد شده از نسبت شدت قله‌های پراش Ti_3AlC_2 ، Ti_2AlC و TiC، به سادگی با افزایش زمان ذوب کاهش یا افزایش پیدا نکرد. این روش سریع‌تر از روش تفجوشی سنتی بود. با این حال، اگر حوضچه مذاب برای مدت طولانی وجود داشته باشد، Ti_3AlC_2 به TiC و Ti_2AlC تجزیه می‌شود (۴۸).



شکل ۱۳: الگوهای پراش اشعه ایکس از ذوب Ti_3AlC_2 در ۵ کیلووات (۴۷).

۳-۲-۵- تکنولوژی ذوب قوس الکتریکی

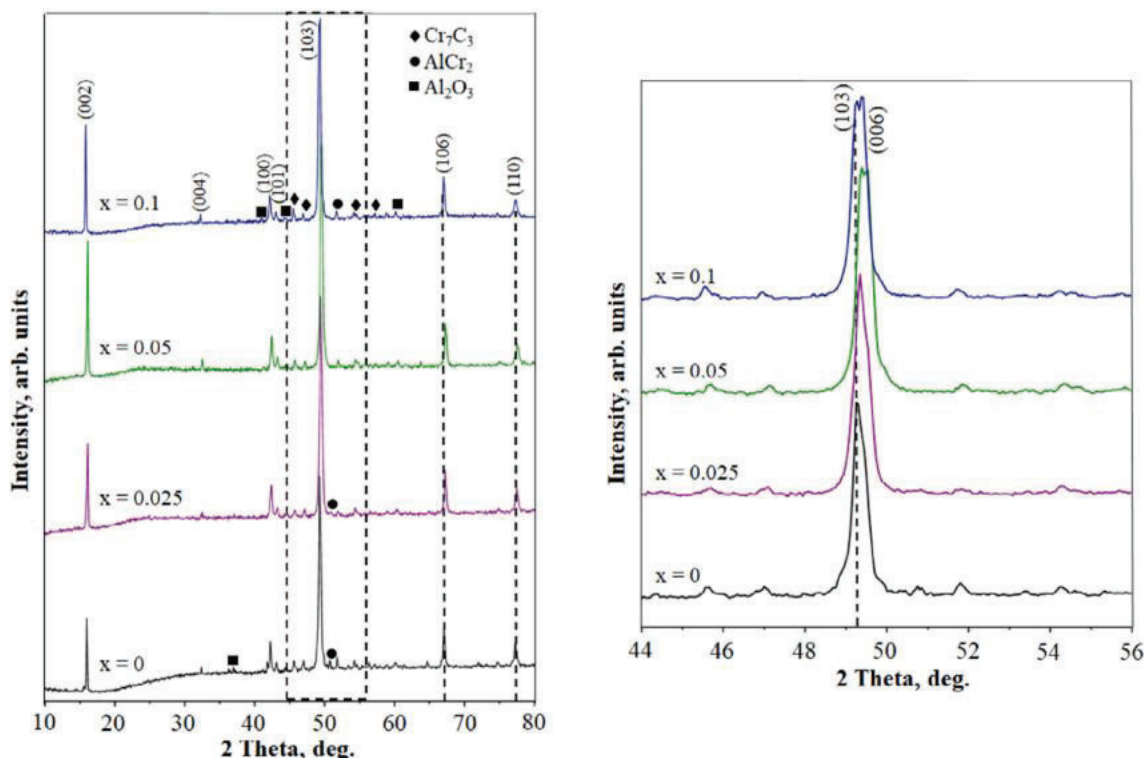
سوبله^۲ و همکاران (۴۹) فاز $(Cr_{1-x}Mn_x)_2AlC$ را با ۰، ۰/۰۲۵، ۰/۰۵ و ۰/۱ توسط فناوری ذوب قوس الکتریکی سنتز کردند و خواص مغناطیسی و انتقال مواد فاز مکس را بررسی کردند. مشاهده شد که مقدار کمی از فازهای دوم مانند Cr_7C_3 ، $AlCr_2$ و Al_2O_3 در محصولات بوده و نسبت آن مربوط به غلظت منگنز است. این ماده دارای خواص مغناطیسی، FM در دمای پایین و AFM در دمای بالا بود. محتوای منگنز به عنوان ناخالصی حدود ۰/۰۷۳۵ بود و گشتاور مغناطیسی خالص با محتوای منگنز افزایش یافت. رفتار

¹ Tobias Rackl

² Sobolev

FM در دماهای پایین مربوط به حضور فاز حاوی منگنز در FM بود. در همین حال، نمونه‌های با دوپ بالا مولفه منفی مگنون‌ها را در دماهای پایین نشان دادند و عملکرد انتقال نمونه‌ها مطلوب بود. علاوه بر فن‌آوری‌هایی که در بالا توضیح داده شد، از فرآیند ذوب قوس آنیل برای تهیه مواد توده مکس استفاده شد.

شکل ۱۴ منحنی‌های XRD نمونه‌های $(Cr_{1-x}Mn_x)_2AlC$ برحسب غلظت منگنز x را نشان می‌دهد. فاز Cr_2AlC مکس فاز غالب در نمونه‌ها است. علاوه بر این، پراش‌ها، پیک‌های مربوط به فازهای ثانویه $AlCr_2$ ، Cr_7C_3 و Al_2O_3 را نشان می‌دهند. همانطور که منگنز به شبکه کریستالی Cr_2AlC جایگزین می‌شود، پارامترهای شبکه تغییر می‌کنند که منجر به جابجایی متناظر قله‌های hkl می‌شود.



شکل ۱۴: الگوهای اشعه ایکس $(Cr_{1-x}Mn_x)_2AlC$ که منطقه بزرگ شده قله (103) ، نشان‌دهنده تغییر آن با افزایش غلظت منگنز است.

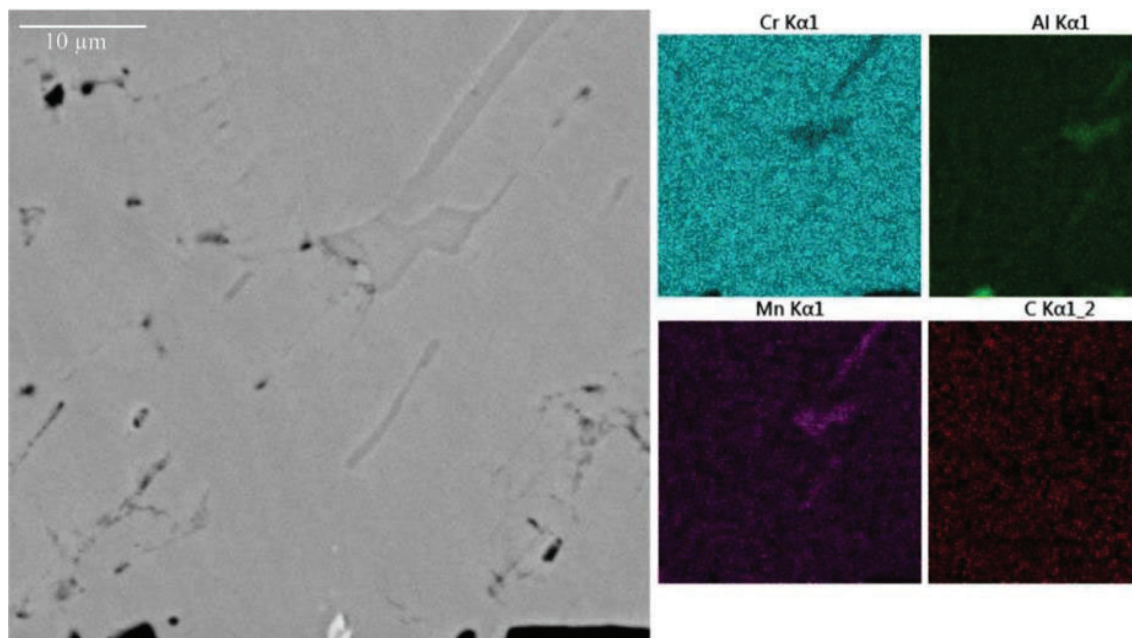
EDS برای نمونه با حداکثر غلظت منگنز در شکل ۱۵ ارائه شده است. نقشه‌برداری EDS نشان داد که کروم، آلومینیوم، کربن و منگنز کاملاً به طور یکنواخت در حجم نمونه‌های سنتز شده توزیع شده‌اند. این شواهدی از ادغام منگنز در ساختار Cr_2AlC است. با این حال، منطقه غنی از Al-Mn با ترکیب کروم جزئی (شکل ۱۵) را می‌توان از نقشه Al، Mn و Cr مشاهده کرد. یک فرآیند ذوب قوس آنیل برای سنتز توده Ti_3SiC_2 با کسر جرمی ۹۸ درصد توسط آرانجاستان^۱ و همکاران (۵۰) استفاده شد. علاوه بر این، مشابه مقالات دیگر (۵۱) روش سنتز احتراق به کمک فشار فعال شده با میدان الکتریکی اتخاذ شد و پودر مخلوط با Si، Ti و C به عنوان مواد اولیه در دمای ۱۵۲۵ درجه سانتی‌گراد به مدت ۲ ساعت نگهداری شد تا توده Ti_3SiC_2 با خلوص بالا و فشردگی خوب آماده شود.

۳-۳-۳- تهیه مواد پودر فاز مکس

۳-۳-۱- روش تف‌جوشی

متداول‌ترین فناوری مورد استفاده برای تهیه مواد پودر فاز مکس، روش تف‌جوشی است.

¹ Arunajatesan



شکل ۱۵: نقشه EDS از نمونه $Cr_{1.9266}Mn_{0.0734}AlC$ که جایگزینی منگنز را در ساختار فاز مکس 211 نشان می‌دهد.

در کار تابارس^۱، فاز Ti_3SiC_2 ، با روش تفجوشی بدون فشار سنتز شد و این مطالعه شرایط سنتز ترکیب اولیه (نسبت مولی، پودر اولیه، ذرات اولیه) و فرآیند عملیات حرارتی (اتمسفر، دما و زمان) را در خلوص Ti_3SiC_2 بررسی کرد. نشان داده شد که افزایش خلوص فاز Ti_3SiC_2 از طریق پودرهای Ti، SiC و C با نسبت‌های بهینه ۵/۰:۱/۵:۳ به بالاترین مقدار می‌رسد. استفاده از اندازه ذرات C مناسب، می‌تواند به سنتز Ti_3SiC_2 با خلوص بالا منجر شود، به طوری که برای مخلوط انتخابی و عملیات حرارتی در شرایط خلاء در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۶ ساعت فاز Ti_3SiC_2 با خلوص ۹۴ درصد حاصل می‌شود. در بیش‌تر فرآیند تفجوشی پودر سرامیکی، نفوذ حجمی و مرزدانه‌ای حاکم است و مکانیسم نفوذ با قانون رشد آن مرتبط است. به عنوان مثال، روند گردنی شدن نمونه و چگال شدن پودر همگی توسط مکانیسم نفوذ کنترل می‌شود. محققان همچنین مکانیسم‌های نفوذ و واکنش بسیار پیچیده‌ای را که در فرآیند تفجوشی فاز مکس دخیل هستند را بررسی کرده‌اند. راج کومار^۲ و همکاران (۵۳) از Al و CrC_x فعال شده با نسبت مولی ۴/۱:۲ برای تهیه پودرهای بسیار ریز Cr_2AlC با تفجوشی بدون فشار استفاده کردند. مکانیسم تفجوشی مورد بررسی قرار گرفت و مشخص شد که دمای شروع تفجوشی پودر ۱۰۲۵ درجه سانتی‌گراد بود و سرعت تفجوشی زمانی که دما بیش از ۱۱۵۰ درجه سانتی‌گراد بود، افزایش یافت. مکانیسم انتشار غالب در فرآیند تفجوشی پودر Cr_2AlC ، نفوذ حجمی بود، علاوه بر این، کروم با توجه به نتایج برآورد ضریب نفوذ و انرژی فعال‌سازی نقش کمی ایفا کرد. پودر فاز مکس با کیفیت بالا را می‌توان با تفجوشی با پرس داغ نیز به دست آورد. مین^۳ و همکارانش (۵۴) پودر Ti_3GeC_2 با خلوص بالا را با روش واکنش پرس گرم مخلوط تهیه کردند و پودرهای Ti، Ge و C را با نسبت مولی ۲:۱:۳ برای آسیاب و هم‌زدن مخلوط کردند. سپس، پودر واکنش دهنده مخلوط بکنواخت تحت فشار قرار داده شد و فشار ۲۵۰ MPa برای تشکیل گلوله‌های کوچک اعمال شد. پودر مخلوط در نهایت در یک کوره خلاء با دمای بالا به مدت ۲ ساعت با دمای عملیات حرارتی ۱۵۰۰-۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد حرارت داده شد تا محصول Ti_3GeC_2 تشکیل شود. این محصول برای دستیابی به اندازه ذرات به اندازه کافی ریز به آسیاب بیش‌تر نیاز داشت. پودر Ti_3GeC_2 تهیه شده توسط تفجوشی با پرس داغ، چگالی بالایی داشت، اما فرآیند چگالش کند بود و تحقیقات بیش‌تری برای بهبود فرآیند چگالش ضروری بود.

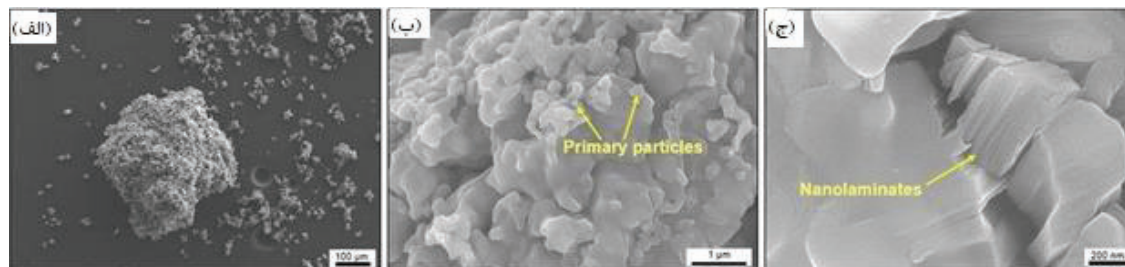
¹ Tabares

² Rajkumar

³ Mane

۳-۳-۲- روش نمک مذاب

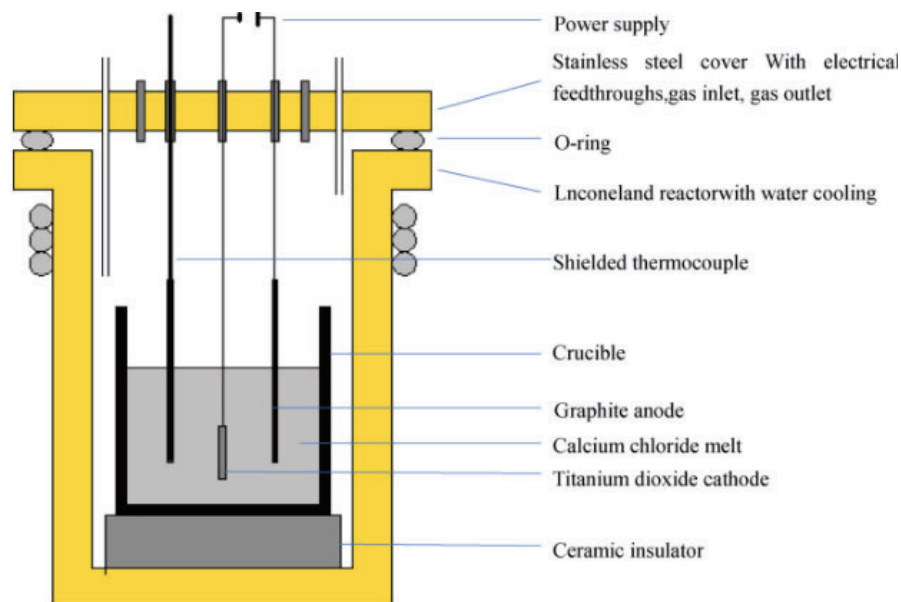
سنتز نمک مذاب روشی پیشگام برای تهیه پودر فاز مکس است. تاکنون بسیاری از محققین از این روش برای تهیه فازهای مکس مختلف مانند Ti_2AlN ، Ti_3SiC_2 و $MoAlB$ استفاده کرده‌اند. محیط‌های نمک مذاب شامل کلرید و سولفات معمولاً در روش سنتز نمک مذاب استفاده می‌شوند. واکنش‌دهنده‌ها ابتدا به محیط نمک مخلوط اضافه شدند و درجه حرارت بالاتر از نقطه ذوب نمک قرار گرفت به طوری که اکسید واکنش در محیط نمک مذاب حل شد تا یک فاز مایع همگن تشکیل شود. سپس، ذرات جامد جوانه زده و در فرآیند کاهش دما تا دمایی محیط رسوب می‌کنند. در نهایت محصول را با یک حلال مناسب (معمولاً آب) شستشو دادند تا نمک از بین برود. هرچه هسته‌های کریستالی بیش‌تر در نمک مذاب تشکیل شود، ذرات پودر یکنواخت‌تر می‌شوند (۵۵). نقش نمک مذاب در فرآیند آماده‌سازی (۱) به عنوان یک حلال برای افزایش سرعت واکنش عمل می‌کند، (۲) اندازه و شکل دانه‌های کریستال را کنترل می‌کند، (۳) بر وضعیت دانسیته تاثیر می‌گذارد، (۴) یکنواختی ذرات را بهبود می‌بخشد. استفاده از روش نمک مذاب برای سنتز فاز مکس نیاز به یک اتمسفر بی‌اثر مانند آرگون برای جلوگیری از اکسیداسیون پیش‌سازهای فلزی با میل ترکیبی اکسیژن بالاتر دارد. باید به انتخاب نمک توجه کرد، در مرحله اول، نقطه ذوب نمک باید کم‌تر از دمایی اکسیدهای پیش‌ساز فلزی باشد، که می‌تواند به طور موثری از اکسیداسیون نمونه در حین گرم شدن جلوگیری کند. در مرحله دوم، مقرون به صرفه بودن در دسترس بودن آسان و حلالیت در آب است. عوامل دیگری که باید در نظر گرفته شوند عبارتند از فشار بخار، نفوذ واکنش‌دهنده‌ها در نمک مذاب، و واکنش‌پذیری نمک با مواد است. تایید شده است که فاز مکس تهیه شده به روش نمک مذاب دارای خلوص بسیار بالایی است و نمک مخلوط قابل استفاده مجدد است. این روش سازگار با محیط زیست، پایدار و صرفه‌جویی در انرژی است و می‌تواند تا صنعتی شدن گسترش یابد (۵۶). پودر فاز مکس Ti_2AlC توسط سنتز محافظت شده با نمک مذاب با استفاده از نسبت مولی $Ti:Al:C$ ، ۱:۲:۰/۹ در دمایی فرآیند ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۵ ساعت سنتز شد (۵۷). پودر سنتز شده میانگین اندازه ذرات ۰/۹ میکرومتر و خلوص ۹۱٪ Ti_2AlC و ۶٪ وزنی Ti_3AlC_2 را ارائه می‌دهد. تصاویر SEM (شکل ۱۶) ویژگی‌های Ti_2AlC سنتز شده را نشان می‌دهد. شکل ۱۶ الف یکی از این آگلومراهای موجود در پودر Ti_2AlC سنتز شده را نشان می‌دهد. مورفولوژی Ti_2AlC سنتز شده توسط روش نمک مذاب نسبتاً کروی بود و مانند Ti_3AlC_2 سوزنی نبود (شکل ۱۶ ب). برای شناسایی لایه‌های منفرد به بزرگنمایی‌های بالاتری نیاز بود (شکل ۱۶ ج).



شکل ۱۶: ویژگی‌های پودر Ti_2AlC تولید شده توسط روش نمک مذاب: (الف) وجود آگلومراهای خرد نشده، (ب) مورفولوژی سطح، و (ج) ساختار نانولایه لایه (۵۷).

۳-۳-۳- الکترولیز نمک مذاب

در محیط نمک مذاب، مواد پودر فاز مکس را نه تنها می‌توان از طریق واکنش‌های تغییر فاز شیمیایی تهیه کرد، بلکه پودرهای فاز مکس را نیز می‌توان با روش‌های الکتروشیمیایی سنتز کرد. نوع جدیدی از فناوری الکتروشیمیایی توسط محققان دانشگاه کمبریج پیشنهاد شد (۵۸). برای به دست آوردن فلز یا آلیاژ مربوطه، از عملیات احیای کاتدی اکسیدهای فلزی در الکترولیت نمک مذاب (هالید) استفاده شده است. این فرآیند را اکسیدزدایی الکتروشیمیایی نمک مذاب می‌نامیدند. نمودار شماتیک سلول الکتروشیمیایی برای آزمایش الکترو دی‌اکسیداسیون در شکل ۱۷ نشان داده شده است. از آن زمان، این فناوری برای تهیه و توسعه آلیاژهای مختلف، فلزات، نیمه فلزات و ترکیبات بین فلزی استفاده شد.



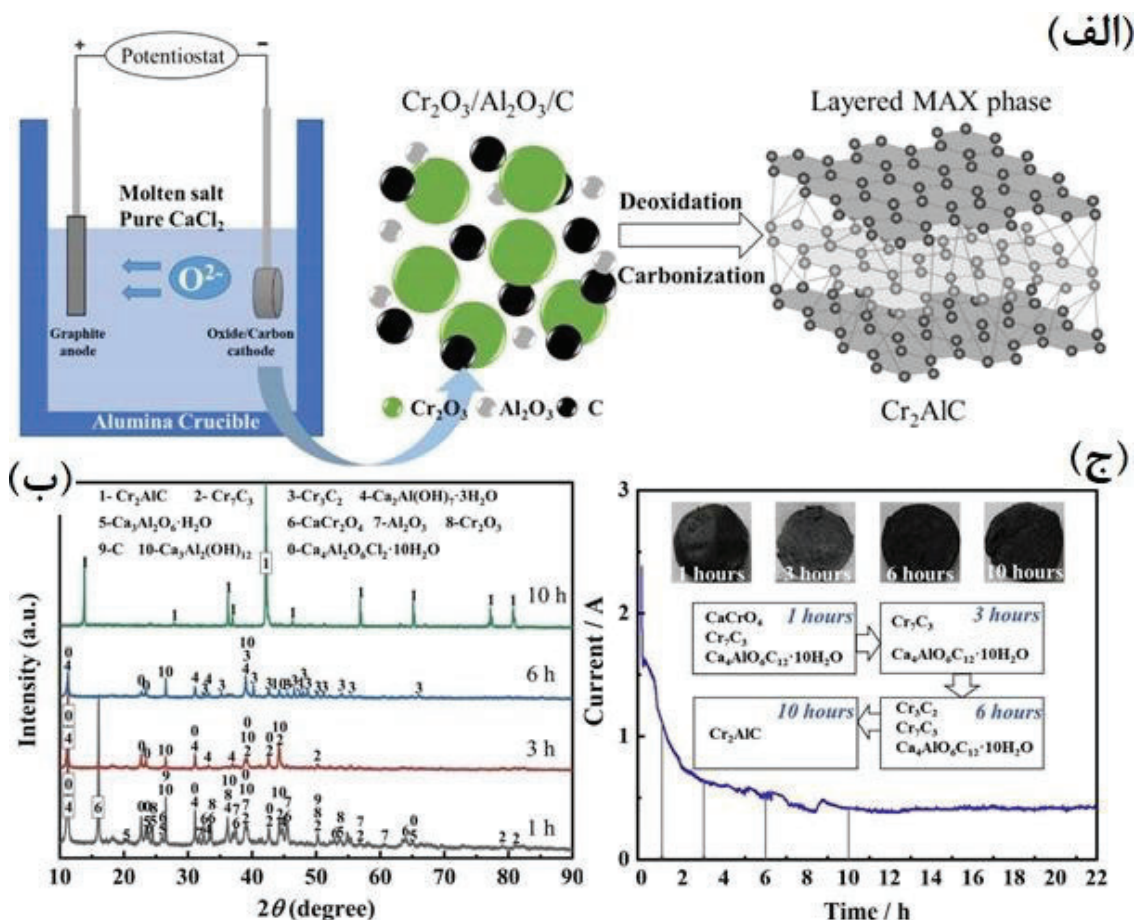
شکل ۱۷: نمودار شماتیک سلول الکتروشیمیایی برای آزمایش الکترودی اکسیداسیون (۵۸).

لئو (۵۹) از این فرآیند الهام گرفته و ذرات Cr_2AlC در اندازه میکرون را با روش احیای الکتروشیمیایی اکسید فلز/کربن با موفقیت آماده کرد. فرآیند آماده‌سازی به شرح زیر بود (شکل ۱۸ الف)). ابتدا نسبت‌های مولی مختلف Cr_2O_3 ، Al_2O_3 و پودر گرافیت مخلوط و آسیاب شد و ۰/۵ گرم از مواد خام مخلوط شده آسیاب شده و فشار ۱۰ مگاپاسکال برای نگهداری به مدت ۱۰ دقیقه استفاده شد. پودر مخلوط را به یک استوانه کوچک به قطر ۱۰ میلی‌متر تبدیل کردند. سپس، سیلندر آماده شده با شبکه فولادی ضدزنگ به عنوان الکترود کاتد پیچیده شد. ماده آند یک میله گرافیتی خالص با قطر ۱۰ میلی‌متر بود و از $CaCl_2$ خالص بی‌آب عملیات شده به عنوان الکترولیت استفاده شد. در نهایت، دستگاه الکترولیز در فشار ثابت (۳/۱ ولت) در دمای ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد الکترولیز شد و در طول فرآیند الکترولیز به طور مداوم آرگون برای جلوگیری از اکسیداسیون عرضه شد. نتیجه‌گیری زیر از تجزیه و تحلیل آزمایش گرفته شد: (۱) وقتی نسبت مولی $Cr_2O_3/Al_2O_3/C$ ۱:۷۵:۱ بود، پودر Cr_2AlC خالص و یکنواخت به دست آمد (۲) نتایج تجزیه و تحلیل XRD (شکل ۱۸ ب) و منحنی جریان-زمان در طول فرآیند الکترولیز (شکل ۱۸ ج) می‌توانند تشکیل Cr_2AlC را توضیح دهند: ابتدا Cr_2O_3 ابتدا با یونیزاسیون و اکسیدزدایی در کاتد به کروم کاهش یافت. واکنش بین کروم و کربن باید CRM را ایجاد کند. همزمان، Al_2O_3 نیز کاهش یافت تا Al را تشکیل دهد. Cr_2AlC را می‌توان با واکنش ترکیب با Al به دست آورد. لازم به ذکر است که یون‌های اکسیژن حل شده در الکترولیت نمک مذاب در طی فرآیند اکسیدزدایی الکتریکی بر روی آند جذب شده و تخلیه می‌شوند، و با کربن واکنش داده و گاز CO یا CO_2 تولید می‌کنند. این روش ساده و اقتصادی برای سنتز کلرید کربن با کیفیت بالا و یکنواخت در اندازه میکرون بود.

۴- کاربردها

۴-۱- مواد ساختاری با دمای بالا

محمتم‌ترین کاربرد بالقوه برای فازهای مکس به عنوان اجزایی است که در محیط‌های تهاجمی در دمای بین ۱۱۰۰ تا ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد در مدت زمان طولانی کار می‌کنند. Ti_2AlC ، Ti_3AlC_2 و Cr_2AlC انتخاب‌های بالقوه‌ای برای جایگزینی سوپراآلیاژهای Ni/Co در گرم‌ترین بخش موتور توربین گازی برای فعال کردن کار در دماهای بالاتر و در نتیجه افزایش راندمان هستند.



شکل ۱۳: (الف) نمودار شماتیک سلول الکتروشیمیایی نمک مذاب و مکانیسم احیای الکتروشیمیایی. (ب) الگوی XRD محصول سنتز شده با استفاده از $Cr_2O_3/0.75Al_2O_3/C$ به عنوان پیش‌ماده پس از الکترولیز به ترتیب برای ۱، ۳، ۶ و ۱۰ ساعت. (ج) منحنی جریان-زمان نمونه S-1 در طول احیای الکتروشیمیایی در $CaCl_2$ (۵۹)

خلاصه‌ای از روش‌های ارائه شده برای سنتز فاز مکس در شکل توده، پودر و فیلم با روش‌های مختلف در جدول ۱ آمده است.

جدول ۱: روش‌های سنتز فازهای مکس

مرجع	فاز حاصله	پارامترها	مواد خام (پودر)	فاز مکس	روش سنتز
(۶۰)	در دمای $1450 = (V_xCr_{1-x})_2AlC$ مقدار جزئی $(V_{1-x}Cr_xC)$ در دمای بالاتر از ۱۵۰۰ = مخلوط فازهای ۲۱۱، ۳۱۲ و ۴۱۳	$T=1400-1600^{\circ}C$ $t=1h$ $P=30MPa$ اتمسفر- شار آرگون	Al, C Cr, V,	$(V_{0.5}Cr_{0.5})_3AlC_2$ $(V_{0.5}Cr_{0.5})_4AlC_3$ توده	HP
(۶۱)	در دمای زیر $1300 = Cr-Al$ و $Zr-Al$ ترکیبات بین فلزی در دمای بالاتر از ۱۳۰۰ = $(Cr_{2/3}Zr_{1/3})_2AlC$ در دمای $AlZrC_2=1400$	$-1100^{\circ}C$ $T=1400$ $t=30Min$ $P=30MPa$ اتمسفر- خلا (زیر ۱۰ پاسکال)	Cr, ZrH ₂ , Al, graphite	$(Cr_{2/3}Zr_{1/3})_2AlC$ توده	HP



(۳)	هیچ پیکی غیر از آنهایی که با Ti_3SiC_2 در الگوی XRD مرتبط هستند دیده نشد.	$T=1600^{\circ}C$ $t=4h$ $P=30MPa$	SiC, Ti, C	Ti_3SiC_2 توده	HP
(۶۲)	$(Cr_{2/3}Ti_{1/3})_2AlC_2$ و مقدار کمی ناخالصی $(Ti,Cr)C$	$T=1500^{\circ}C$ $t=30min$ اتمسفر- شار آرگون	Cr_2AlC و TiC با نسبت مولی ۱:۱	$(Cr_{2/3}Ti_{1/3})_2AlC_2$ توده	HP
(۶۳)	Ti_3SnC_2 (حدود ۷۸ درصد وزنی)، و TiC و Fe_xSn_y به عنوان ناخالصی	$T=1350^{\circ}C$ $t=4h$ $P=120MPa$ اتمسفر- شار آرگون	Sn, Ti, C	Ti_3SnC_2 توده	HIP
(۶۴)	$Ti_3(Al_{0.8}Sn_{0.2})C_2$ (97.82%), Ti_xAl_y (2.18%)	$T=1450^{\circ}C$ $t=2h$ $P=50MPa$ اتمسفر- شار آرگون	C, Al, Ti, Sn, TiC	$Ti_3(Al_{0.8}Sn_{0.2})C_2$ توده	HIP
(۶۵)	هنگامی که V استفاده می شود: V_2AlC به همراه Al_2O_3 غالب است. زمانی که V_2O_5 است استفاده می شود، V_2AlC غالب است، همراه با Al_2O_3 ، V_2C و VC.	$T=1350^{\circ}C$ $P=30MPa$ اتمسفر- خلا (۲۱ پاسکال)	V_2O_5 , V, C	V_2AlC توده	SPS
(۴۲)	Cr_2AlC ، با Cr_7C_3 به عنوان ناخالصی. افزایش دمای تفجوشی به طور قابل توجهی بر ترکیب فاز تأثیر نمی گذارد، اما چگالی فازهای مکس را افزایش می دهد.	$T=1300-1000^{\circ}C$ $t=30min$ $P=30MPa$ اتمسفر- خلا (زیر ۱۰ پاسکال)	Al, Cr, C	Cr_2AlC توده	SPS
(۵۴)	در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد، مقدار کمی از Ti_3GeC_2 و مقدار زیادی از Ge، TiC واکنش نداده وجود دارد. در دمای ۱۵۰۰ درجه سانتی گراد، Ti_3GeC_2 فاز اصلی با مقدار کمی ناخالصی است.	$T=1500-1200^{\circ}C$ $t=2h$ $P=30MPa$ اتمسفر- خلا (10^{-5} میلی بار)	Ge, Ti, C	Ti_3GeC_2 پودر	PLS
(۶۶)	پودر فاز Ti_3SiC_2 مکس با خلوص بالا (۹۶ درصد وزنی)، بدون هیچ گونه اکسیدی به عنوان فاز ثانویه تشکیل شد.	پودرهای عنصری با نمک KBr با فشار بالا کپسوله شدند. نمونه کپسوله شده و بستر نمک KBr تا دمای ۱۲۵۰ درجه سانتی گراد حرارت داده شد و به مدت ۱ ساعت در آب غوطه ور شد.	Al, Si, Ti, KBr	Ti_3SiC_2 پودر	MS
(۵۹)	هنگامی که نسبت مولی Al_2O_3 ، Cr_2O_3 و	از مخلوط مواد خام	Al_2O_3 , C, Cr_2O_3 , PVB	Cr_2AlC پودر	MSE

	C برابر ۱:۰۰/۷۵:۱ بود، فاز تقریباً خالص Cr_2AlC مکس را می توان به دست آورد. Cr_2AlC دارای توزیع اندازه یکنواخت، با اندازه متوسط حدود ۲ میکرومتر است.	و چسب PVB به عنوان کاتد استفاده شد. CaCl_2 بی آب و گرافیت به ترتیب به عنوان الکترولیت و آند استفاده شد. الکترولیز در دمای ۸۵۰ درجه سانتی گراد انجام شد.			
(۶۷)	در دمای ۷۰۰ درجه سانتی گراد، فیلم دارای استوکیومتری ۰٫۹:۰٫۸:۰٫۲ برای $\text{Ti}:\text{Al}:\text{C}$ ، با مقدار ناچیزی TiC_x است.	کندوپاش مگنترونی اهداف Ti_2AlC و Ti بر روی بستر Al_2O_3 (۰۰۰۱) از دمای محیط تا ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد.	تارگت Ti و Ti_2AlC	Ti_2AlC لایه نازک	PVD
(۶۸)	فیلم های رسوب شده آمورف هستند. بازپخت فیلم در خلاء در دمای ۷۰۰ درجه سانتی گراد منجر به تبلور با اندازه کریستالیت های ۳۹/۲ نانومتر می شود.	پرتو یونی بر روی زیرلایه های Si پراکنده، و پس از آنیل کردن انجام می شود	تارگت کامپوزیت ساخته شده از ورقه های عنصری کروم، گرافیت و Al	Cr_2AlC لایه نازک	PVD
(۱۹)	مشکل در به دست آوردن تک فاز Ti_3SiC_2 ، تقریباً Ti_3SiC_2 خالص در دمای ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد رسوب کرد، در حالی که TiC و TiSi_2 به صورت ناخالصی زیر ۱۳۰۰ درجه سانتی گراد نشان داده شدند.	فشار: ۴۰ کیلو پاسکال تا ۱۰۱ کیلو پاسکال دما: ۱۱۰۰ تا ۱۵۰۰ درجه سانتی گراد نسبت به معرف: $1:10:1$ ، $1:30:1$ ، $20:1$	TiCl_4 (g), SiCl_4 (g), CCl_4 (g), H_2 (g)	Ti_3SiC_2 فیلم	CVD
(۶۹)	تشکیل Ti_3SiC_2 تک فاز از نظر ترمودینامیکی امکان پذیر است، رسوب یک فیلم SiC به تشکیل Ti_3SiC_2 کمک می کند.	فشار: ۵۰ کیلو پاسکال دما: ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد نسبت رقیق سازی: ۱/۵، ۴، یا ۸.	بستر SiC (s) و مخلوط گازی $\{\text{H}_2/\text{TiCl}_4\}$	Ti_3SiC_2 فیلم	RCVD
(۷۰)	فاز توده Ti_2AlC مکس صفحه مانند با خلوص بالا را می توان با نسبت مولی 2.9:2:1:Ti/Al/C سنتز کرد. مقدار کمی از TiAl به عنوان محصول جانبی وجود دارد.	پودرهای مخلوط به صورت گلوله فشرده شدند. یک سیم پیچ گرم شده گلوله را مشتعل کرد و موج احتراق از انتهای گرم شده به کل نمونه منتشر شد.	Al, Ti, C	Ti_2AlC توده	SHS/PHIP
(۷۱)	اتم های طلا تا حدی در بین لایه های	پوشش طلا (۲۰۰)	Ti_3SiC_2 , Au (فیلم)	Ti_3AuC_2 لایه نازک	SSSR

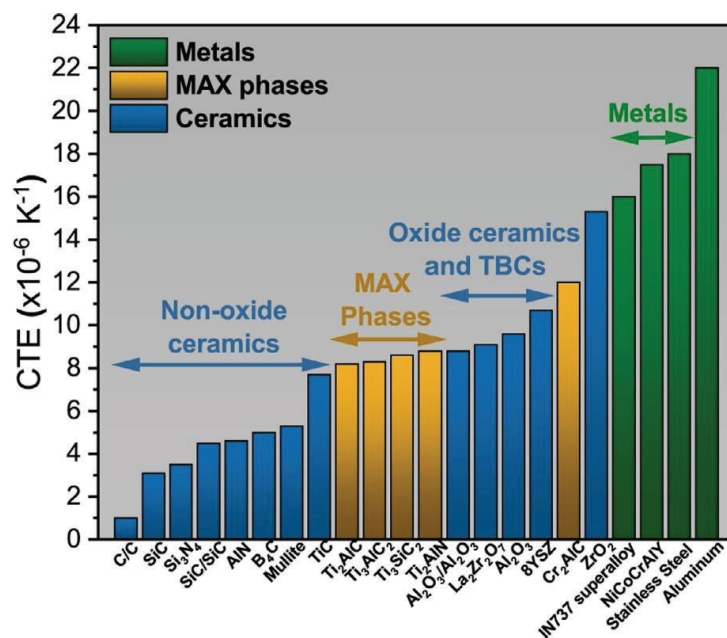


	Si Ti ₃ C ₂ پخش شده و جایگزین اتم‌های Si شدند و Ti ₃ AuC ₂ را تشکیل دادند.	نانومتر) روی فیلم Ti ₃ SiC ₂ (۶۰ نانومتر). بازپخت در دمای ۶۷۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۲ ساعت در اتمسفر گاز N ₂ .	SiC (زیرلایه)		
(۷۲)	پودر Ti ₃ ZnC ₂ با خلوص بالا با مقدار کمی روی به دست می‌آید.	پیش‌ساز Ti ₃ AlC ₂ با نمک ZnCl ₂ با نسبت مولی ۱:۱٫۵ مخلوط شد و تحت گاز Ar به مدت ۵ ساعت در دمای ۵۵۰ درجه سانتی‌گراد قرار گرفت.	Ti ₃ AlC ₂ , ZnCl ₂	Ti ₃ ZnC ₂ پودر	SSLR
(۷۳)	Ti ₂ (Al _x Cu _{1-x})N فاز اصلی در محصول نهایی بود. مقدار کمی از TiN و فاز ناشناخته وجود دارد.	CuCl ₂ با Ti ₂ AlN در نسبت مولی ۲:۳ مخلوط شد. مخلوط به مدت ۷ ساعت در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد تحت حفاظت آرگون حرارت داده شد.	Ti ₂ AlN, CuCl ₂	Ti ₂ (Al _x Cu _{1-x})N پودر	SSLR
(۷۴)	محصولات احتراقی به دو لایه تقسیم می‌شوند: توده Nb ₂ AlC و لایه Al ₂ O ₃ . حداکثر محتوای فاز Nb ₂ AlC مکس (۶۷٪) به دست آمد.	پس از اختلاط، ۲۰ گرم از مخلوط در یک ظرف سیلیسی قرار داده شد که در یک راکتور SHS تحت فشار Ar بالا (۵ مگاپاسکال) مشتعل شد.	پودرهای Al, Nb ₂ O ₅ و C، افزودنی ترکیب CaO ₂ + Al به عنوان یک عامل مولد گرما.	Nb ₂ AlC توده	CTR
(۷۵)	با محتوای C اضافی (۱۱۰٪) از استوکیومتری، Cr ₂ GeC با خلوص بالا را می‌توان به دست آورد.	پودر مخلوط به صورت گلوله فشرده شده و تا دمای ۱۲۲۵ درجه سانتی‌گراد با دمای ۵ درجه سانتی‌گراد در دقیقه تحت جریان آرگون حرارت داده شد و به مدت ۱۲ ساعت نگهداری شد.	Cr ₂ O ₃ , Ge, C	Cr ₂ GeC پودر	CTR

*HP: پرس داغ، HIP: پرس ایزواستاتیک داغ، SPS: تف‌جوشی پلاسمای جرقه‌ای، PLS: تف‌جوشی بدون فشار، MS: سنتز نمک مذاب محافظ شده، MSE: الکترولیز نمک مذاب، PVD: رسوب فیزیکی بخار، CVD: رسوب بخار شیمیایی، RCVD: واکنش رسوب شیمیایی بخار، SHS: سنتز خود تکثیرشده در دمای بالا، SHS/PHIP: سنتز خود تکثیرشونده در دمای بالا با فرآیند پرس ایزواستاتیک شبه‌گرم، CTR: احیای کربوترمال،

SSSR: واکنش حالت جامد جایگزینی، SSLR: واکنش جامد-مایع جایگزین.

سوپرآلیاژهای Ni/Co دارای حداکثر دمای عملیاتی در حدود ۱۱۰۰-۱۱۵۰ درجه سانتی‌گراد هستند که با استفاده از فازهای مکس تا ۱۰۰ درجه سانتی‌گراد قابل افزایش است. تیغه‌ها و پره‌های احتراق در شرایط دمای بالای ۱۶۰۰ درجه سانتی‌گراد، اتمسفر اکسید کننده، ورود ذرات خورنده مانند CMAS و اجسام خارجی و تنش‌های حرارتی و مکانیکی بالا هستند. سوپرآلیاژها توسط TBCها که بر پایه یک لایه اکسید متخلخل خارجی و یک پوشش باند میانی هستند از این شرایط محافظت می‌شوند. فازهای مکس یک تطابق ضریب انبساط عالی (شکل ۱۹) با مواد پوشش سد حرارتی استاندارد و اکسید رشد یافته حرارتی $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (TGO) در دمای بالا دارند. در نتیجه، تنش‌های حرارتی در مقایسه با آلیاژهای معمولی با دمای بالا (CMSX-4، CMSX-10، Rene 80 یا Inconel 738) تقریباً یک مرتبه کاهش می‌یابد که می‌تواند عمر کل سیستم را افزایش دهد (۷۶، ۷۷). علاوه بر این، سوپرآلیاژهای Ni/Co از عناصر استراتژیک که دارای منابع محدود و/یا در معرض تهدید جدی هستند، تشکیل شده، که همچنین می‌تواند برای محیط زیست و سلامت انسان سمی باشد. در همین حال، عناصری مانند Ti، Al و C که فازهای مکس را تشکیل می‌دهند، در مقادیر زیاد، غیرسمی و ارزان هستند.



شکل ۱۹: ضریب انبساط حرارتی (CTE) سرامیک، فازهای مکس و فلزات (۷۸).

پوشش‌های فاز مکس به عنوان پوشش‌های محافظ برای آلیاژهای نسوز و به عنوان لایه‌های پوشش پیوندی در سیستم‌های TBC در نظر گرفته می‌شوند. در هر دو کاربرد، ضریب انبساط حرارتی برای کاهش تنش‌ها و جلوگیری از پوسته پوسته شدن پوشش بسیار مهم است. Cr_2AlC به دلیل ضریب انبساط حرارتی بزرگ‌تر برای سیستم‌های فلزی مناسب‌تر است، در عین حال Ti_3AlC_2 و با ترکیبات TBC مطابقت بهتری دارند. به عنوان مثال، دیسک‌های توربین پیشرفته را می‌توان در برابر خوردگی نمک داغ با دمای پایین نوع I و II محافظت کرد (۷۹). پوشش‌های Cr_2AlC که به عنوان LSHR معرفی شده و در ناسا توسعه داده شده است، از خوردگی داغ و ایجاد حفره جلوگیری می‌کند و موجب بهبود مقاومت در برابر خستگی چرخه پایین تا ۹۰ درصد می‌شود. اخیراً، روکش‌های باند Cr_2AlC بر روی بسترهای Inconel 738 رسوب کرده‌اند و به دنبال آن یک زیرکونیای متخلخل تثبیت شده با ایتریا به عنوان پوشش سد حرارتی خارجی رسوب داده شده است. این سیستم تحت شرایط بارگذاری حرارتی مشابه محیط توربین گاز آزمایش شد و دمای سطح و زیرلایه به ترتیب ۱۴۰۰ و ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد بود. این سیستم پس از ۷۴۵ سیکل دچار شکست شد که علت مقاومت به سیکل بالای آن به دلیل: (۱) تخلخل باز لایه باند-پوش Cr_2AlC ، (ب) اکسیداسیون فازهای



ثانویه، و (۳) نفوذ بین لایه‌ای است. علاوه بر این، چالش‌های آینده برای انتقال فاز مکس به عنوان پوشش‌های پیوندی بوده که در این مورد، Cr_2AlC مورد آزمایش قرار گرفت، اما Ti_2AlC به دلیل تطابق بهتر CTE، پتانسیل بیش‌تری را نشان می‌دهد (۸۰).

۴-۲- کاربرد هسته‌ای

فازهایی مانند Ti_3SiC_2 ، Ti_2AlC ، Ti_3AlC_2 ، Cr_2AlC ، V_2AlC ، Zr_2AlC ، Zr_3AlC_2 و Nb_4AlC_3 ، که ترکیبی از تحمل عالی در برابر تشعشع با مقاومت در برابر اکسیداسیون و خوردگی، خواص مکانیکی و پایداری شیمیایی هستند، توجه قابل توجهی را به عنوان یک سوخت بالقوه در راکتورهای نسل سوم آب سبک (LWR) و نیروگاه‌های شکافت نسل چهارم آینده جلب کرده‌اند (۸۱). آلیاژهای زیرکونیوم دارای ویژگی‌هایی هستند که به عنوان مواد پوششی در نیروگاه‌های هسته‌ای عمل می‌کنند، اما در صورت از دست دادن حوادث خنک‌کننده^۱ (LOCAS) مانند چرنوبیل و فوکوشیما عملکرد ضعیفی دارند. فازهای مکس می‌توانند روکش‌های آلیاژ زیرکونیوم را به دلیل مقاومت در برابر اکسیداسیون و خوردگی جایگزین یا پوشش دهند. تحمل تابش خوب، مقاومت در برابر اکسیداسیون و خوردگی، پایداری مکانیکی و سازگاری عالی با خنک‌کننده‌های آلیاژ سرب برخی از فازهای مکس بسیار امیدوارکننده است (۸۲).

۴-۳- مبدل حرارتی

یکی دیگر از کاربردهایی که مورد توجه قرار گرفته است، استفاده از فازهای مکس به عنوان مبدل حرارتی برای دماهای بالاتر (۸۵۰~ درجه سانتی‌گراد) نسبت به سیستم‌های فلزی معمولی است. متأسفانه، خواص مکانیکی ضعیف، ماشین‌کاری دشوار، هدایت حرارتی کم، استفاده از آن‌ها را محدود کرده است. فازهای مکس نسبت به SiC و سایر سرامیک‌های پیشرفته می‌توانند در دمای بالا کار کنند و شوک حرارتی، خواص مکانیکی، پایداری شیمیایی و ماشین‌کاری بهتری دارند. با این حال، محدودیت اصلی آن‌ها هدایت حرارتی متوسط بوده که قابل قبول است (۸۳).

۴-۴- انرژی متمرکز خورشیدی^۲ (CSP)

سیستم‌های CSP انرژی خورشیدی را بدون انتشار گلخانه‌ای به انرژی الکتریکی تبدیل می‌کنند و امکان ذخیره انرژی حرارتی را ارائه می‌دهند. CSP تابش خورشیدی را با استفاده از آینه‌ها به یک گیرنده متمرکز می‌کند و گرما توسط یک سیال انتقال حرارت^۳ (HTF) به یک توربین بخار برای تولید برق منتقل می‌شود. همانطور که برای تمام فرآیندهای حرارتی، بازده تبدیل انرژی با دماهای بالاتر و سیستم‌های سیکل ترکیبی افزایش می‌یابد. دمای سیکل‌های ترکیبی CSP باید در محدوده ۱۵۰۰-۱۰۰۰ کلوین باشد و گرما توسط HTFها مانند هوا، نمک‌های مذاب، مواد معدنی یا روغن‌های مصنوعی حمل می‌شود (۸۴). سرامیک‌های غیراکسیدی دیگری مانند SiC و ZrB_2 نیز به دلیل دمای تخریب بالاتر به عنوان گیرنده‌های خورشیدی پیشنهاد شده‌اند. به ویژه، گیرنده‌های حجمی SiC متخلخل، به دلیل افزایش انتقال حرارت در واحد حجم همراه با افت کم فشار، توجه زیادی را به خود جلب کرده‌اند. فازهای مکس پتانسیل به کارگیری در دو بخش مختلف CSP شامل گیرنده خورشیدی و مخزن ذخیره را دارند. گیرنده خورشیدی باید دارای مقاومت عالی در برابر اکسیداسیون و ویژگی‌هایی مانند جذب بالا (α_s) در ناحیه فرابنفش - مرئی-نزدیک مادون قرمز (UV-vis-NIR) و انتشار حرارتی کم در ناحیه مادون قرمز (IR) باشد (۸۵). متأسفانه، تحقیقات کافی برای تایید پتانسیل Ti_2AlC و Cr_2AlC برای کاربردهای CSP انجام نشده است. هر دو فاز مکس مقاومت بسیار خوبی در برابر شار متمرکز بالا دارند، اگرچه Ti_2AlC به دلیل اکسیداسیون سطحی، پراکندگی نور بیش‌تری را نشان می‌دهد. در مورد گیرنده‌های حجمی با تخلخل باز و کنترل‌شده، فوم‌های فاز مکس به دلیل اکسیداسیون کم و مقاومت عالی در برابر شوک حرارتی در مقایسه با SiC دارای پتانسیل بالایی هستند، اما تاکنون آزمایش نشده‌اند. علاوه بر این، به دلیل سازگاری عالی با نمک‌های مذاب خورشیدی، پتانسیل به کارگیری به عنوان ماده ساختاری مخازن ذخیره‌سازی را دارند. در تحقیقی سازگاری فازهای مکس مختلف، انواع ترکیبات SiC و مواد فلزی با نمک مذاب (۴۰ درصد وزنی KNO_3 و ۶۰ درصد وزنی $NaNO_3$) به مدت ۱۰۰۰ ساعت در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد گزارش

¹ Loss of Coolant Accidents

² Concentrated solar power

³ heat transfer fluid

و آزمایش کرده‌اند (۸۶). در این مطالعه Cr_2AlC به دلیل تشکیل یک لایه نازک میکرومتریکی و محافظ Cr_2C_3 مقاومت به خوردگی خوبی را نشان داد.

۴-۵- کاتالیست‌ها

کاربرد مکس در عملکرد کاتالیزور کم‌تر مورد بررسی قرار گرفته است، اما به دلیل تعداد زیاد ترکیبات و محلول‌های جامد در سایت‌های M ، A و X پتانسیل بالایی دارد. فازهای مکس می‌توانند هم به عنوان کاتالیزور و هم به عنوان پشتیبان عمل کنند. پودرهای Cr_2AlC به عنوان کاتالیزور جامد برای کاهش تشکیل مونوکسیدکربن در فرآیندهای اکسیداسیون پراکسید مرطوب کاتالیزوری ($CWPO^1$) آزمایش شده‌اند (۸۷). غلظت CO در فرآیند فنتون به حداکثر 6651 mg/Nm^3 می‌رسد که به طور قابل توجهی با حضور Cr_2AlC به 187 g/Nm^3 کاهش می‌یابد و به ویژه در مقایسه با مقادیر CO (2454 g/Nm^3) کاتالیزور آهن-کربن فعال معمولی قابل توجه است. Ti_3AlC_2 خاصیت ذخیره هیدروژن برگشت‌پذیر MgH_2 و همچنین هیدروژن‌زدایی اکسیداتیو n -بوتان را افزایش می‌دهد. علاوه بر این، Ti_2AlC ، Ti_3SiC_2 و Ti_3AlC_2 انتخاب شیمیایی عالی با انتخاب 10% برای هیدروژناسیون ترکیبات آلی با محتوای کم پالادیوم (0.005% درصد وزنی) را نشان می‌دهند (۸۸). به عنوان بستر کاتالیزور، Ti_3AlC_2 متخلخل مشبک با نانوکریستال CeO_2 برای دستگاه‌های خروجی گاز پوشش داده شد. حدود 50 تا 90 درصد از کل انتشار هیدروکربن‌ها از خودروهایی مدرن با کاتالیزورها، در هنگام شروع کارکرد موتور که هنوز دمای آن پایین است آزاد می‌شود که علت آن زمانی که فعالیت کم کاتالیزور کم در این بازه زمانی است. یکی از راه‌حل‌ها گرمایش الکتریکی اولیه سیستم است که استفاده از فوم‌های سرامیکی را محدود می‌کند، اما امکان به کارگیری فازهای مکس به دلیل هدایت الکتریکی خوب، پایداری حرارتی و استحکام مکانیکی بالا در این جا بسیار به صرفه است.

۵- خلاصه و چشم‌انداز

این گزارش ابتدا توسعه و کاربرد مواد فاز مکس را مورد بحث قرار داد. در مرحله دوم، ساختار بلوری، ساختار الکترونیکی و مورفولوژی مواد فاز مکس را معرفی کرد و در نهایت روش‌های تهیه مواد لایه نازک فاز مکس، توده و پودر تشریح شد. در حال حاضر فرآیند آماده‌سازی مواد فاز مکس هنوز به بلوغ نرسیده است و تهیه مکس تک فاز هنوز دشوارتر است. عیوب مواد فاز مکس و روش‌های آماده‌سازی مشتقات آن‌ها هنوز نیاز به مطالعه عمیق دارند.

(۱) نقص‌های زیادی در مواد فاز مکس وجود دارد. عیوب ماهیت ذاتی خود ماده است که هم مزایا و هم معایبی دارد. همانطور که در فازهای مکس جاهای خالی A و M وجود دارد و خواص فیزیکی آن‌ها مستقیماً تحت تأثیر قرار می‌گیرد، خانواده فاز مکس نیز با محلول جامد موقعیت M غنی شده است. علاوه بر این، نابجایی‌ها، نقص در چیده شدن، و مرزهای دانه تأثیر عمیقی بر رفتار تغییر شکل دارند. بنابراین، درک و بررسی عیوب در مواد فاز مکس ضروری است. فقط از این طریق می‌توان به دنبال مزایا بود و از معایب جلوگیری و مواد را به طور موثر تقویت کرد. به عنوان مثال، سختی و ویکرز، مقاومت خمشی و مقاومت فشاری را می‌توان با تقویت ذرات فاز دوم، تقویت محلول جامد و تقویت بافت با جهت‌گیری زیاد بهبود بخشید و مدول الاستیک و مدول برشی بالاتر را می‌توان به دست آورد.

(۲) توسعه مشتقات مواد مکسن دو بعدی نیز در سال‌های اخیر با ظهور تعداد زیادی از مواد فاز مکس توجه زیادی را به خود جلب کرده است. سنتز مواد مکسن چالش برانگیزتر از مواد فاز مکس است و تحقیق در مورد فناوری آماده‌سازی هنوز کامل نشده است. علاوه بر این، بسیاری از خواص مواد دو بعدی، مانند خواص سطح، فروالکترونیک، پیزوالکترونیک، ترموالکترونیک، ابررسانایی، فوتوکاتالیز، پایداری و غیره ارزش تحقیق و بررسی دارند.

(۳) جدای از تحقیقات نظری، مسائلی مانند مدل‌های مکانیسم رشد، سینتیک، ترمودینامیک و محاسبات اصول اولیه نیاز به مطالعه عمیق دارند. بررسی اینکه آیا تعداد زیادی از فلزات واسطه می‌توانند مکان A را اشغال کنند و فاز مکس پایدار را تنها با سنتز تجربی تشکیل دهند، زمانبر است. سیستم فاز مکس ناشناخته را می‌توان به سرعت کشف کرد و پایداری آن را نیز با روش

1 Catalytic wet peroxide oxidation



محاسبه نظری هدایت‌کننده سنتز تجربی به دست آورد. بهینه‌سازی ساختار فاز مکس و محاسبه آنتالپی تشکیل فاز مکس جدید همه متعلق به اولین محاسبه اصلی است. ارزیابی ترمودینامیک سیستم تحقیقاتی و ایجاد منابع داده ترمودینامیکی سیستم ضروری است و همچنین آنتالپی تشکیل فاز مکس در محاسبه نمودار فازی جایگزین پایگاه داده ترمودینامیکی می‌شود. نمودار فاز سیستم فاز مکس با روش محاسبه نمودار فازی CALPHAD به دست می‌آید و پایداری ترمودینامیکی فاز مکس جدید در دماهای مختلف بر اساس نمودار فاز بررسی می‌شود. بنابراین توسعه و استقرار تحقیقات بین‌رشته‌ای در راستای روند تحقیقات آینده است.

تعارض منافع

هیچ گونه تعارض منافع توسط نویسندگان بیان نشده است.

منابع

- [1]. Nowotny VH. Strukturchemie einiger verbindungen der übergangsmetalle mit den elementen C, Si, Ge, Sn. Progress in Solid State Chemistry. 1971; 5:27-70.
- [2]. Lis J, Pampuch R, Piekarczyk J, Stobierski L. New ceramics based on Ti_3SiC_2 . Ceramics International. 1993; 19(4):219-22.
- [3]. Barsoum MW, El-Raghy T. Synthesis and characterization of a remarkable ceramic: Ti_3SiC_2 . Journal of the American Ceramic Society. 1996; 79(7):1953-6.
- [4]. Hu W, Huang Z, Wang Y, Li X, Zhai H, Zhou Y, Chen L. Layered ternary MAX phases and their MX particulate derivative reinforced metal matrix composite: A review. Journal of Alloys and Compounds. 2021; 856:157313.
- [5]. Sun Z. Progress in research and development on MAX phases: a family of layered ternary compounds. International Materials Reviews. 2011; 56(3):143-66.
- [6]. Hanson WA, Patel MK, Crespiello ML, Zhang F, Zinkle SJ, Zhang Y, Weber WJ. Ionizing vs collisional radiation damage in materials: Separated, competing, and synergistic effects in Ti_3SiC_2 . Acta Materialia. 2019; 173:195-205.
- [7]. Goossens N, Tunca B, Lapauw T, Lambrinou K, Vleugels J. MAX phases, structure, processing, and properties. Encyclopedia of Materials: Technical Ceramics and Glasses: Elsevier; 2021. p. 182-99.
- [8]. Lin Z, Zhuo M, Zhou Y, Li M, Wang J. Structural characterization of a new layered-ternary Ta_4AlC_3 ceramic. Journal of materials research. 2006; 21(10):2587-92.
- [9]. Zheng L, Zhou Y, Feng Z. Preparation, Structural Features, Properties and Prospective of MAX Phases. Aerosp Mater Technol. 2013; 43(6):1-23.
- [10]. Istomin P, Istomina E, Nadutkin A, Grass V, Leonov A, Kaplan M, Presniakov M. Fabrication of Ti_3SiC_2 and Ti_4SiC_3 MAX phase ceramics through reduction of TiO_2 with SiC. Ceramics International. 2017; 43(18):16128-35.
- [11]. Hu C, He L, Zhang J, Bao Y, Wang J, Li M, Zhou Y. Microstructure and properties of bulk Ta_2AlC ceramic synthesized by an in situ reaction/hot pressing method. Journal of the European Ceramic Society. 2008; 28(8):1679-85.
- [12]. Zhang H, Hu T, Wang X, Zhou Y. Structural defects in MAX phases and their derivative MXenes: A look forward. Journal of Materials Science & Technology. 2020; 38:205-20.
- [13]. Haemers J, Gusmão R, Sofer Z. Synthesis protocols of the most common layered carbide and nitride MAX phases. Small Methods. 2020; 4(3):1900780.
- [14]. قضاتلو ا. تأثیر مورفولوژی گرافن بر غنی‌سازی هیدرات گاز طبیعی. مهندسی شیمی ایران. 2019; 26-17:(102)18
- [15]. Nickl J, Schweitzer K, Luxenberg P. Gasphasenabscheidung im system Ti- Si- C. Journal of the Less Common Metals. 1972; 26(3):335-53.
- [16]. Goto T, Hirai T. Chemically vapor deposited Ti_3SiC_2 . Materials Research Bulletin. 1987; 22(9):1195-201.
- [17]. Racault C, Langlais F, Naslain R, Kihn Y. On the chemical vapour deposition of Ti 3 SiC 2 from $TiCl_4-SiCl_4-CH_4-H_2$ gas mixtures: Part II An experimental approach. Journal of materials science. 1994; 29:3941-8.
- [18]. Yang G, Li G, Xiong X. Effect of temperature on formation law of Ti_3SiC_2 in CVD prepared Ti-Si-C codeposited coating. J Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy. 2014; 19(5):797-804.
- [19]. Pickering E, Lackey WJ, Crain S. CVD of Ti_3SiC_2 . Chemical Vapor Deposition. 2000; 6(6):289-95.
- [20]. Bakardjieva S, Horak P, Vacik J, Cannavo A, Lavrentiev V, Torrisi A, et al. Effect of Ar+ irradiation of Ti_3InC_2 at different ion beam fluences. Surface and Coatings Technology. 2020; 394:125834.
- [21]. Eklund P, Murugaiah A, Emmerlich J, Czigány Z, Frodelius J, Barsoum MW, et al. Homoepitaxial growth of Ti-Si-C MAX-phase thin films on bulk Ti_3SiC_2 substrates. Journal of crystal growth. 2007; 304(1):264-9.
- [22]. Chen Y, Chu M, Wang L, Shi Z, Wang X, Zhang B. Microstructure and performance of Cr (2) AlC coatings deposited by HVOF spraying. Xiyou Jinshu(Chinese Journal of Rare Metals). 2012; 36(4):568-73.



- [23]. مقدمدیمه ح، صمیمی ع. مروری بر هیدرودینامیک تولید قطرات مایع به روش پاشش الکتریکی. مهندسی شیمی ایران. 2011; 10(58).
- [24]. Frodelius J, Sonestedt M, Björklund S, Palmquist J-P, Stiller K, Högberg H, Hultman L. Ti₂AlC coatings deposited by high velocity oxy-fuel spraying. Surface and coatings technology. 2008; 202(24):5976-81.
- [25]. Pu Y, Guo B, Zhou J, Zhang S, Zhou H, Chen J. Microstructure and tribological properties of in situ synthesized TiC, TiN, and SiC reinforced Ti₃Al intermetallic matrix composite coatings on pure Ti by laser cladding. Applied Surface Science. 2008; 255 (5):2697-2703.
- [26]. Assadi H, Kreye H, Gärtner F, Klassen T. Cold spraying—A materials perspective. Acta Materialia. 2016; 116:382-407.
- [27]. Gutzmann H, Gärtner F, Höche D, Blawert C, Klassen T. Cold spraying of Ti₂AlC MAX-phase coatings. Journal of thermal spray technology. 2013; 22:406-12.
- [28]. Rech S, Surpi A, Vezzù S, Patelli A, Trentin A, Glor J, et al. Cold-spray deposition of Ti₂AlC coatings. Vacuum. 2013; 94:69-73.
- [29]. Maier BR, Garcia-Diaz BL, Hauch B, Olson LC, Sindelar RL, Sridharan K. Cold spray deposition of Ti₂AlC coatings for improved nuclear fuel cladding. Journal of Nuclear Materials. 2015; 466:712-7.
- [30]. Go T, Sohn Y, Mauer G, Vaßen R, Gonzalez-Julian J. Cold spray deposition of Cr₂AlC MAX phase for coatings and bond-coat layers. Journal of the European Ceramic Society. 2019; 39(4):860-7.
- [31]. Smith M. Comparing cold spray with thermal spray coating technologies. The cold spray materials deposition process: Elsevier; 2007. p. 43-61.
- [32]. Iqbal N, Ghani U, Liao W, He X, Lu Y, Wang Z, Li T. Materials Today Advances. 2022.
- [33]. Li B, Zhu H, Qiu C, Gong X. Laser cladding and in-situ nitriding of martensitic stainless steel coating with striking performance. Materials Letters. 2020; 259:126829.
- [34]. Li B, Zhu H, Qiu C, Zhang D. Development of high strength and ductile martensitic stainless steel coatings with Nb addition fabricated by laser cladding. Journal of Alloys and Compounds. 2020; 832:154985.
- [35]. Zhou Y, Sun Z. Crystallographic relations between Ti₃SiC₂ and TiC. Material Research Innovations .2000; 3:286-91.
- [36]. Hu J, Bultman J, Patton S, Zabinski J. Pulsed laser deposition and properties of M n+ 1 AX n phase formulated Ti₃SiC₂ thin films. Tribology Letters. 2004; 16:113-22.
- [37]. Wang Z, Liu J, Wang L, Li X, Ke P, Wang A. Dense and high-stability Ti₂AlN MAX phase coatings prepared by the combined cathodic arc/sputter technique. Applied Surface Science. 2017; 396:1435-42.
- [38]. Li S-B, Zhai H-X, Bei G, Zhou Y, Zhang Z. Formation of Ti₃AlC₂ by mechanically induced self-propagating reaction in Ti–Al–C system at room temperature. Materials science and technology. 2006; 22(6):667-72.
- [39]. Hossein-Zadeh M, Ghasali E, Mirzaee O, Mohammadian-Semnani H, Alizadeh M, Orooji Y, Ebadzadeh T. An investigation into the microstructure and mechanical properties of V₂AlC MAX phase prepared by microwave sintering. Journal of Alloys and Compounds. 2019; 795:291-303.
- [40]. Liu J, Yang J, Yi G, Ma J, Yu Y, Qiao Z, et al. Effect of high-temperature oxidation on Si₃N₄ containing Ti₃AlC₂. Ceramics International. 2020; 46(10):14697-705.
- [41]. Magnus C, Cooper D, Sharp J, Rainforth WM. Microstructural evolution and wear mechanism of Ti₃AlC₂–Ti₂AlC dual MAX phase composite consolidated by spark plasma sintering (SPS). Wear. 2019; 438:203013.
- [42]. Shamsipoor A, Farvizi M, Razavi M, Keyvani A. Influences of processing parameters on the microstructure and wear performance of Cr₂AlC MAX phase prepared by spark plasma sintering method. Journal of Alloys and Compounds. 2020; 815:152345.
- [43]. Ngai TL, Zheng W, Li Y. Effect of sintering temperature on the preparation of Cu–Ti₃SiC₂ metal matrix composite. Progress in Natural Science: Materials International. 2013; 23(1):70-6.
- [44]. Zhou Y, Sun Z, Chen S, Zhang Y. In-situ hot pressing/solid-liquid reaction synthesis of dense titanium silicon carbide bulk ceramics. Material Research Innovations. 1998; 2:142-6.
- [45]. Li L, Zhou A, Xu L, Li Z, Wang L. Synthesis of high pure Ti₃AlC₂ and Ti₂AlC powders from TiH₂ powders as Ti source by tube furnace. Journal of Wuhan University of Technology-Mater Sci Ed. 2013; 28(5)882-7.
- [46]. Rackl T, Johrendt D. The MAX phase borides Zr₂SB and Hf₂SB. Solid State Sciences. 2020; 106:106316.
- [47]. Chen D, Tian X, Wang H, Huang Z. Rapid synthesis of bulk Ti₃AlC₂ by laser melting. Materials Letters. 2014; 129:98-100.
- [48]. سبحانیان ف، موحدی‌راد س، صادقی م. اندازه‌گیری غیرتداخلی غلظت در فرایندهای شیمیایی به روش فلوروسانسی القایی با لیزر. مهندسی شیمی ایران. 2015; 14(81):85-103.
- [49]. Sobolev KV, Kolincio KK, Emelyanov A, Mielewczyk-Gryń A, Gazda M, Roman M, et al. Evolution of magnetic and transport properties in (Cr_{1-x}Mn_x)₂AlC MAX-phase synthesized by arc melting technique. Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 2020; 493:165642.
- [50]. Arunajatesan S, Carim AH. Synthesis of titanium silicon carbide. Journal of the American Ceramic Society. 1995; 78(3):667-72.
- [51]. حلمی م، همتی ع. آبرومند آذر پ، تحویل‌داری ک، سیف کردی عا. بهینه‌سازی فرآیند تولید سوخت بیودیزل از روغن بازیافت سرخ‌کردنی در حضور کاتالیز پلکسومتالات به روش الکترولیز بر مبنای سطح پاسخ. مهندسی شیمی ایران. 2021; 20(114):37-48.
- [52]. Tabares E, Jiménez-Morales A, Tsipias SA. Study of the synthesis of MAX phase Ti₃SiC₂ powders by pressureless sintering. Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio. 2021; 60(1):41-52.
- [53]. Rajkumar Y, Panigrahi BB. Sintering mechanisms of ultrafine Cr₂AlC MAX phase powder. Materials Today Communications. 2016; 8:46-52.
- [54]. Mane RB, Haribabu A, Panigrahi BB. Synthesis and sintering of Ti₃GeC₂ MAX phase powders. Ceramics International. 2018; 44(1):890-3.
- [55]. Kimura T. Molten salt synthesis of ceramic powders. Advances in ceramics-synthesis and characterization,



- processing and specific applications. 2011:75-100.
- [56]. عسکری ح، خراشه ف، سلطانی س، شفقت ا. بررسی روش‌های گوگردزدایی از کک‌نفتی به منظور استفاده در صنایع تولید آلومینیم. مهندسی شیمی ایران. 2018; 17(99):88-98.
- [57]. Badie S, Dash A, Sohn YJ, Vaßen R, Guillon O, Gonzalez-Julian J. Synthesis, sintering, and effect of surface roughness on oxidation of submicron Ti_2AlC ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*. 2021; 104(4):1669-88.
- [58]. Schwandt C, Doughty GR, Fray DJ. The FFC-Cambridge process for titanium metal winning. *Key Engineering Materials*. 2010; 436:13-25.
- [59]. Liu P, Hu M, Hu L, Yin M, Wu H, Hu M. Fabrication of Cr_2AlC powder by molten salt electrolysis at $850^\circ C$ with good oxidation resistance. *Journal of Alloys and Compounds*. 2020; 826:154003.
- [60]. Zhou Y, Meng F, Zhang J. New MAX-phase compounds in the V-Cr-Al-C system. *Journal of the American Ceramic Society*. 2008; 91(4):1357-60.
- [61]. Chen L, Dahlqvist M, Lapauw T, Tunca B, Wang F, Lu J, et al. Theoretical prediction and synthesis of $(Cr_2/3Zr_1/3)2AlC$ i-MAX phase. *Inorganic Chemistry*. 2018; 57(11):6237-44.
- [62]. Liu Z, Wu E, Wang J, Qian Y, Xiang H, Li X, et al. Crystal structure and formation mechanism of $(Cr_2/3Ti_1/3)3AlC_2$ MAX phase. *Acta Materialia*. 2014; 73:186-93.
- [63]. Dubois S, Cabioch T, Chartier P, Gauthier V, Jaouen M. A new ternary nanolaminate carbide: Ti_3SnC_2 . *Journal of the American Ceramic Society*. 2007; 90(8):2642-4.
- [64]. Bei G, Gauthier-Brunet V, Tromas C, Dubois S. Synthesis, characterization, and intrinsic hardness of layered nanolaminate Ti_3AlC_2 and $Ti_3Al_{0.8}Sn_{0.2}C_2$ solid solution. *Journal of the American Ceramic Society*. 2012; 95(1):102-7.
- [65]. Hossein-Zadeh M, Mirzaee O, Mohammadian-Semnani H, Razavi M. Microstructure investigation of V_2AlC MAX phase synthesized through spark plasma sintering using two various sources V and V_2O_5 as the starting materials. *Ceramics International*. 2019; 45(18):23902-16.
- [66]. Dash A, Vaßen R, Guillon O, Gonzalez-Julian J. Molten salt shielded synthesis of oxidation prone materials in air. *Nature materials*. 2019; 18(5):465-70.
- [67]. Frodelius J, Eklund P, Beckers M, Persson PÅ, Högberg H, Hultman L. Sputter deposition from a Ti_2AlC target: Process characterization and conditions for growth of Ti_2AlC . *Thin Solid Films*. 2010; 518(6):1621-6.
- [68]. Vishnyakov V, Crisan O, Dobrosz P, Colligon J. Ion sputter-deposition and in-air crystallisation of Cr_2AlC films. *Vacuum*. 2014; 100:61-5.
- [69]. Jacques S, Di-Murro H, Berthet M-P, Vincent H. Pulsed reactive chemical vapor deposition in the C-Ti-Si system from $H_2/TiCl_4/SiCl_4$. *Thin Solid Films*. 2005; 478(1-2):13-20.
- [70]. Bai Y, He X, Li Y, Zhu C, Zhang S. Rapid synthesis of bulk Ti_2AlC by self-propagating high temperature combustion synthesis with a pseudo-hot isostatic pressing process. *Journal of Materials Research*. 2009; 24(8):2528-35.
- [71]. Fashandi H, Dahlqvist M, Lu J, Palisaitis J, Simak SI, Abrikosov IA, et al. Synthesis of Ti_3AuC_2 , $Ti_3Au_2C_2$ and Ti_3IrC_2 by noble metal substitution reaction in Ti_3SiC_2 for high-temperature-stable Ohmic contacts to SiC. *Nature materials*. 2017; 16(8):814-8.
- [72]. Li M, Lu J, Luo K, Li Y, Chang K, Chen K, et al. Element replacement approach by reaction with Lewis acidic molten salts to synthesize nanolaminated MAX phases and MXenes. *Journal of the American Ceramic Society*. 2019; 141(11):4730-7.
- [73]. Ding H, Li Y, Lu J, Luo K, Chen K, Li M, et al. Synthesis of MAX phases Nb_2CuC and $Ti_2(Al_{0.1}Cu_{0.9})N$ by A-site replacement reaction in molten salts. *Materials Research Letters*. 2019; 7(12):510-6.
- [74]. Miloserdov PA, Gorshkov VA, Kovalev ID, Kovalev DY. High-temperature synthesis of cast materials based on Nb_2AlC MAX phase. *Ceramics International*. 2019; 45(2):2689-91.
- [75]. Cuskelly DT, Kisi EH. Single-Step Carbothermal Synthesis of High-Purity MAX Phase Powders. *Journal of the American Ceramic Society*. 2016; 99(4):1137-40.
- [76]. Smialek JL, Harder BJ, Garg A. Oxidative durability of TBCs on Ti_2AlC MAX phase substrates. *Surface and Coatings Technology*. 2016; 285:77-86.
- [77]. Gonzalez-Julian J, Go T, Mack D, Vaßen R. Thermal cycling testing of TBCs on Cr_2AlC MAX phase substrates. *Surface and coatings technology*. 2018; 340:17-24.
- [78]. Gonzalez-Julian J. Processing of MAX phases: From synthesis to applications. *Journal of the American Ceramic Society*. 2021; 104(2):659-90.
- [79]. Smialek J, Nesbitt J, Gabb T, Garg A, Miller R. Hot corrosion and low cycle fatigue of a Cr_2AlC -coated superalloy. *Materials Science and Engineering: A*. 2018; 711:119-29.
- [80]. Gonzalez-Julian J, Mauer G, Sebold D, Mack DE, Vassen R. Cr_2AlC MAX phase as bond coat for thermal barrier coatings: Processing, testing under thermal gradient loading, and future challenges. *Journal of the American Ceramic Society*. 2020; 103(4):2362-75.
- [81]. Murty KL, Charit I. Structural materials for Gen-IV nuclear reactors: Challenges and opportunities. *Journal of nuclear materials*. 2008; 383(1-2):189-95.
- [82]. Van den Bosch J, Bosch R, Sapundjiev D, Almazouzi A. Liquid metal embrittlement susceptibility of ferritic-martensitic steel in liquid lead alloys. *Journal of Nuclear Materials*. 2008; 376(3):322-9.
- [83]. Sommers A, Wang Q, Han X, T'Joene C, Park Y, Jacobi A. Ceramics and ceramic matrix composites for heat exchangers in advanced thermal systems—A review. *Applied Thermal Engineering*. 2010; 30(11-12):1277-



- 91.
- [84]. Licheri R, Musa C, Locci A, Montinaro S, Orrù R, Cao G, et al. Ultra-high temperature porous graded ceramics for solar energy applications. *Journal of the European Ceramic Society*. 2019; 39(1):72-8.
- [85]. Mastai Y, Polarz S, Antonietti M. Silica-carbon nanocomposites—a new concept for the design of solar absorbers. *Advanced Functional Materials*. 2002; 12(3):197-202.
- [86]. Van Loo K, Lapauw T, Ozalp N, Ström E, Lambrinou K, Vleugels J. Compatibility of SiC--and MAX phase-based ceramics with a $\text{KNO}_3\text{-NaNO}_3$ molten solar salt. *Solar Energy Materials and Solar Cells*. 2019; 195:228-40.
- [87]. Carbajo J, Quintanilla A, Garcia-Costa A, González-Julián J, Belmonte M, Miranzo P, et al. The influence of the catalyst on the CO formation during catalytic wet peroxide oxidation process. *Catalysis today*. 2021; 361:30-6.
- [88]. Trandafir MM, Neațu F, Chirica IM, Neațu St, Kuncser AC, Cucolea EI, et al. Highly efficient ultralow Pd loading supported on MAX phases for chemoselective hydrogenation. *ACS Catalysis*. 2020; 10(10):5899-908.



MAX Phase Synthesis Methods in the Form of Powder, Bulk, and Film and Its Applications

Tayyebeh Mohebbi¹, Majid Mirzaee^{2*}, Masoud Hamdani^{3*}

¹ Ph.D Student, Chemistry Department, Kashan University, P.O. Box: 87317-51167, Kashan, Iran

² Assistant professor, Non-metallic Materials Research Group, Nirop Research Institute, P.O. Box 14665517, Tehran, Iran

³ Associate Professor, Chemistry Department, Kashan University, P.O. Box: 87317-51167, Kashan, Iran

* mjmirzaei@nri.ac.ir

Abstract: MAX phase materials are a new family of three-layer carbide and nitride compounds, represented by the general formula $M_{n+1}A_nX_n$, where $n=1-3$, M stands for primary transition metals, and A is the element of group A of the periodic table and X is nitrogen or carbon. In recent years, new research has focused on the MAX phase, as it became possible to obtain MXene through their selective etching and removal of the A element. In this review, the development of the MAX phase and its characteristics are introduced. In the next step, the structure, morphology, electronic structure, and diversity of the MAX phase are described and finally, different preparation methods and applications related to MAX phase films, bulk, and powder materials are introduced according to current preparation technologies.

Keywords: MAX, Synthesis, Film, Bulk, Powder.