

بررسی رفتار الکترومغناطیسی کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی TiC/Ti_3AlC_2 سنتز شده به روش درجا

خشایار زمانی*، علی قاسمی، مجید طاووسی و غلامرضا گردانی

دانشگاه صنعتی مالک‌اشتر، مجتمع دانشگاهی علم مواد و مواد پیشرفته الکترومغناطیس، اصفهان، شاهین‌شهر، ایران،

صندوق پستی ۱۵-۸۳۱۴۵

(تاریخ دریافت: ۱۴۰۲/۳/۲۱؛ تاریخ پذیرش: ۱۴۰۲/۶/۲۰)

چکیده: هدف از انجام پژوهش حاضر، بررسی تأثیر تقویت‌کننده فاز مکس Ti_3AlC_2 بر رفتار الکترومغناطیس کامپوزیت‌های زمینه TiC است. در این رابطه، از فرایند آسیاب‌کاری و عملیات حرارتی ثانویه برای سنتز کامپوزیت مورد نظر بهره گرفته شد. بررسی ساختارهای حاصل توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی، آنالیز حرارتی افتراقی و دستگاه پراش‌سنج پرتو ایکس انجام شد. بررسی رفتار الکترومغناطیسی توسط دستگاه تحلیلگر شبکه‌ای دنبال شد. بررسی‌های انجام شده نشان داد که امکان ایجاد ساختار کامپوزیتی TiC/Ti_3AlC_2 به صورت درجا پس از آسیاب‌کاری وجود دارد. بررسی‌های الکترومغناطیسی نشان داد، رفتار جذب الکترومغناطیسی کامپوزیت زمینه سرامیکی TiC/Ti_3AlC_2 نسبت به TiC اولیه بهبود یافته است، به صورتی که کمترین اتلاف بازتاب کامپوزیت مذکور آسیاب‌شده برابر با ۱۹/۴۶- دسی‌بل در محدوده بسامدی باند ۱ الی ۱۸ گیگاهرتز بود. پس از عملیات آنیل در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد، مشخص شد فاز Ti_3AlC_2 حاصل از فرایند آسیاب‌کاری پایدار نبوده و به محلول جامد تک‌فاز TiC_x تبدیل شد. بررسی‌های الکترومغناطیسی نمونه آنیل‌شده نشان داد پس از حذف فاز مکس، رفتار جذب الکترومغناطیسی تضعیف می‌شود. بدین‌گونه که کمترین اتلاف بازتاب نمونه آنیل‌شده برابر با ۹/۸۲- دسی‌بل بود.

واژه‌های کلیدی: ترکیب بین‌فلزی Ti_3AlC_2 ، آسیاب‌کاری، عملیات حرارتی، جاذب امواج الکترومغناطیسی.

* مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: zm.khashayar@gmail.com

Evaluation of the Electromagnetic Behavior of TiC/Ti₃AlC₂ Ceramic Matrix Composites Synthesized by in Situ Method

Kh. Zamani*, A. Ghasemi, M. Tavoosi and Gh. Gordani

Department of Materials Science and Advanced Materials of Electromagnetics, Malek-Ashtar University of Technology (MUT), P.O.Box 83145/15, Shahin-Shahr, Isfahan, Iran

ABSTRACT

The present research has aimed to investigate the effect of Ti₃AlC₂ reinforcing MAX phase on the electromagnetic behavior of TiC matrix composites. In this case, the milling process and secondary heat treatment were used for the synthesis of the composite. The resulting structures were examined by scanning electron microscope, differential thermal analysis, and X-ray diffractometer. Electromagnetic behavior was investigated by vector network analyzer. The investigations showed that it is possible to create a TiC/Ti₃AlC₂ composite structure in situ after milling. Electromagnetic investigations revealed that the electromagnetic absorption behavior of TiC/Ti₃AlC₂ ceramic matrix composite was improved compared to the original TiC. So that the lowest reflection loss of the milled composite was equal to -19.46 dB in the frequency range of 1 to 18 GHz band. After annealing at 1400 °C, it was found that the Ti₃AlC₂ phase resulting from the milling process was not stable and turned into the single phase solid solution of TiC_x. Electromagnetic investigations of the annealed sample showed that after removing the MAX phase, the electromagnetic absorption behavior was weakened. Thus, the lowest reflection loss of the annealed sample was equal to -9.82 dB.

Keywords: Ti₃AlC₂ intermetallic compound, Milling, Heat treatment, Electromagnetic absorbing materials.

فهرست علامتها

نفوذپذیری	μ	گذردهی الکتریکی	ϵ
تغییرات انرژی آزاد گیبس	ΔG	بسامد	f
دسی بل	dB	کلوین	K
درجه سانتی گراد	°C	دمای آدیاباتیکی	T _{ad}
نانومتر	nm	امپدانس	Z

۱- مقدمه

رفته و در این شرایط عملکرد جذب امواج الکترومغناطیسی برای کاربردهای دمای بالا تضعیف می‌شود (۳)، بنابراین، تلاش زیادی برای مواد جذب دمای بالا مبتنی بر جاذب دی‌الکتریک انجام شده است. در میان جاذب دی‌الکتریک، TiC به دلیل نقطه ذوب بالا (۳۳۷۳ درجه سانتی‌گراد)، هدایت الکتریکی ($1 \mu\Omega\text{cm}^{-1}$) (۶۱) و حرارتی ($33/2 \text{ Wm}^{-1}\text{C}^{-1}$) بالا به‌طور گسترده در کاربردهای الکترومغناطیسی دما بالا استفاده می‌شوند (۴ و ۵). تاکنون مطالعات متعددی در مورد رفتار جذبی TiC گزارش شده است. به‌عنوان مثال، وانگ و همکاران (۶)، خواص

مواد جاذب امواج الکترومغناطیسی^۱ برای محافظت در برابر تداخل الکترومغناطیسی^۲ و کاهش سطح مقطع راداری کاربرد دارند. معمولاً خواص ماده جاذب امواج تحت تأثیر گذردهی مختلط (ϵ_r) و نفوذپذیری (μ_r)، تطابق امپدانس و ریزساختار جاذب است (۱). البته با توجه به سازوکار اتلاف امواج الکترومغناطیسی، جاذب را می‌توان به دو دسته جاذب دی-الکتریک و جاذب مغناطیسی تقسیم نمود (۲). البته، خواص مغناطیسی مواد با افزایش دما به دلیل دمای کوری پایین از بین

بسامدی باند X بود. در گزارشی رفتار جذب امواج الکترومغناطیسی کامپوزیت $Ti_3AlC_2/mullite$ در محدوده بسامدی باند X مورد بررسی قرار گرفت. کمترین اتلاف بازتاب کامپوزیت تف‌جوشی شده در دمای 1450° درجه سانتی‌گراد برابر با $35/35$ - دسی‌بل با ضخامت $2/65$ میلی‌متر بود (۱۴). در پژوهش دیگری حداقل اتلاف بازتاب $16/4$ - دسی‌بل با ضخامت $1/6$ میلی‌متر در کامپوزیت $Ti_3SiC_2/cordierite$ مشاهده شد (۱۵).

با وجود تحقیقات گسترده در حوزه سرامیک‌های الکترومغناطیسی، تحولات و تغییرات ساختاری، فازی و الکترومغناطیسی ترکیبات کامپوزیتی TiC/Ti_3AlC_2 در حین فرایند آسیاب‌کاری و عملیات آنیل به‌خوبی بررسی نشده است. در این راستا، در پژوهش حاضر تلاش بر این بوده تا به بررسی تغییرات ساختاری و فازی در سیستم کامپوزیت زمینه سرامیکی TiC/Ti_3AlC_2 در حین فرایند آسیاب‌کاری و عملیات آنیل پرداخته شود. بررسی رفتار جذب امواج الکترومغناطیسی در محدوده بسامدی ۱ الی ۱۸ گیگاهرتز و همچنین تحلیل عوامل مؤثر بر رفتار جذبی سیستم کامپوزیتی مذکور نیز از مهم‌ترین اهداف این تحقیق بوده است.

۲- مواد و روش تحقیق

در این پژوهش از TiC ، آلومینیم و تیتانیم با خلوص بیش از ۹۹/۸ درصد و متوسط اندازه ذرات کمتر از ۳۰ میکرومتر به‌عنوان مواد اولیه استفاده شد. به‌منظور تهیه ساختار کامپوزیتی مورد نظر، مخلوط پودری با ترکیب استوکیومتری $2TiC-Al-Ti$ تحت فرایند آسیاب‌کاری به‌مدت ۲۵ ساعت قرار گرفت. عملیات آسیاب‌کاری مکانیکی با سرعت چرخش 400 دور در دقیقه و نسبت گلوله به پودر 10 به 1 (۱۰:۱) در محفظه‌ای از جنس کاربید تنگستن با حجم 220 میلی‌لیتر و گلوله‌هایی از جنس زیرکینا با قطرهای ۲ الی ۸ میلی‌متر انجام شد. پودرهای حاصل در محفظه‌هایی از جنس سیلیس گذاشته (فشار 10^{-3} پاسکال) به‌منظور جلوگیری از اکسایش کپسوله شدند سپس

دی‌الکتریک و عملکرد جذب امواج کامپوزیت‌های TiC /پوکسی با بهینه‌سازی ساختار جاذب و ضخامت بررسی کردند. این کامپوزیت دارای اتلاف بازتاب کمتر از 10 - دسی‌بل در محدوده بسامدی باند X بود. لیو و همکاران (۷)، رفتار الکترومغناطیسی سرامیک‌های $TiC/cordierite$ مورد مطالعه قرار دادند. نتایج نشان داد که هر دو بخش واقعی و موهومی گذردهی الکتریکی با افزایش مقدار TiC و دمای تف‌جوشی افزایش می‌یابد. در نتیجه عملکرد جذب امواج الکترومغناطیسی کامپوزیت‌های $TiC/cordierite$ را بهبود می‌یابد. شائو و همکاران (۸)، رفتار جذبی TiC در دمای بالا را مورد بررسی قرار دادند. نتایج نشان داد TiC می‌تواند در دمای کمتر از 800 درجه سانتی‌گراد به‌عنوان جاذب امواج مورد استفاده قرار گیرد و بیش از 90 درصد امواج برخوردی را جذب نماید. با این‌حال، استفاده از TiC به دلیل شکنندگی ذاتی و شکست ناگهانی آن‌ها برای برخی کاربردهای صنعتی محدود شده است. در نتیجه نیاز به مواد با خصوصیات سرامیک‌ها و فاقد محدودیت‌های آن به‌شدت احساس می‌شد (۹-۱۱). سپس تحقیقات بر روی ترکیبات کاربیدی سه‌تایی منجر به پیدایش دسته جدیدی از مواد شد. در این راستا، سرامیک‌های فاز مکس^۳ با ساختار لایه‌ای توسعه یافتند. این مواد با فرمول عمومی کلی $M_{n+1}AX_n$ شناخته می‌شوند که در این فرمول M یک فلز واسطه، A عنصری از گروه A (اغلب عنصری از گروه-های ۳، ۴ یا ۵ جدول تناوبی) و X نیتروژن یا کربن است. البته، ترکیبات غیرمغناطیسی فاز مکس، به‌عنوان گزینه مناسبی به‌عنوان افزودنی یا فاز ثانویه برای کامپوزیت‌های دما بالا معرفی شده است. به‌عنوان مثال، یائو و همکاران (۱۲)، کامپوزیت متخلخل Ti_3AlC_2/SiC را مورد بررسی قرار دادند. کمترین اتلاف جذب این کامپوزیت برابر $42/87$ - دسی‌بل با ضخامت $2/2$ میلی‌متر بود. در پژوهش دیگری، تان و همکاران (۱۳)، رفتار الکترومغناطیسی کامپوزیت دما بالای $Ti_3AlC_2@C@SiO_2$ را مورد مطالعه قرار دادند. کمترین اتلاف بازتاب این کامپوزیت در ضخامت ۲ میلی‌متر برابر با $31/06$ - دسی‌بل در محدوده

$$Z_{in} = \sqrt{\frac{\mu_r}{\epsilon_r}} \tanh \left[j \frac{2\pi f t}{c} \sqrt{\mu_r \epsilon_r} \right] \quad (3)$$

در رابطه مذکور، μ_r و ϵ_r به ترتیب نفوذپذیری مغناطیسی مختلط و گذردهی الکتریکی مختلط ماده هستند. همچنین، c سرعت نور در خلأ و f بسامد موج برخوردی و t ضخامت نمونه است. (۱)

۳- نتایج و بحث

۳-۱- تحولات فازی و ساختاری

در این پژوهش از انجام واکنش درجا به منظور حصول ساختار کامپوزیتی TiC/Ti_3AlC_2 بهره گرفته شد. در این راستا انتظار بر این است که فاز محلول جامد TiC همراه با فاز مکس Ti_3AlC_2 با انجام واکنش درجا در مخلوط پودری تشکیل شود. در این رابطه، الگوی پراش پرتو ایکس مربوط به این مخلوط پودری پس از انجام فرایند آسیاب کاری به مدت زمان ۲۵ ساعت در شکل (۱) آورده شده است. همان گونه که مشخص است، در الگوی پراش مربوط به این نمونه، نشانی از پیک‌های مربوط به عناصر اولیه تیتانیم و آلومینیم وجود ندارد و در کنار پیک‌های فاز TiC ، پیک‌های جدیدی مربوط به فاز Ti_3AlC_2 در ساختار شکل گرفته است. اندازه‌گیری دمای محفظه آسیاب در حین فرایند آسیاب کاری نشان داد که واکنش مربوط به شکل‌گیری فاز یاد شده به صورت خودپیشرونده و پس از حدود ۲۰ ساعت آسیاب کاری انجام شده است. این موضوع با توجه به منفی بودن تغییرات انرژی آزاد گیبس تشکیل فاز Ti_3AlC_2 ($\Delta G^\circ = -54.0 \text{ kJ/mol}$) و دمای آدیباتیک واکنش در حدود 3643 K کلون که بالاتر از مقدار مشخص ($T_{ad} > 1800 \text{ K}$)، قابل توجه است. در این راستا، یاو و همکاران (۱۸)، گزارش کردند که واکنش‌های گرمازا در سیستم $Ti-Al-C$ منجر به افزایش دمای موضعی تا بیش از 1900 درجه سانتی‌گراد می‌شود. بنابراین، نیرو محرکه برای پیشرفت سنتز حاصل شده و واکنش با سرعت بیشتری تا انتها دنبال می‌شود. شایان ذکر است، فاز Ti_3AlC_2 از نظر ترمودینامیکی پایدار نبوده و تشکیل آن تنها در شرایط غیرتعادلی و طی فرایند آسیاب کاری امکان‌پذیر است.

تحت عملیات آنیل قرار گرفتند. عملیات آنیل نمونه‌ها نیز در محدوده دمایی 350 الی 1400 درجه سانتی‌گراد به مدت 5 ساعت با نرخ گرمایش 20 درجه سانتی‌گراد بر دقیقه در محیط آرگون دنبال شد. برای ساخت نمونه‌های آزمایش اتلاف بازتاب^۴، ابتدا مخلوطی به میزان 70 درصد پودر سنتز شده و 30 درصد موم پارافین ساخته شد. سپس مخلوط حاصله را در یک قالب فلزی به صورت واشر تخت با ابعاد استاندارد شکل-دهی شد.

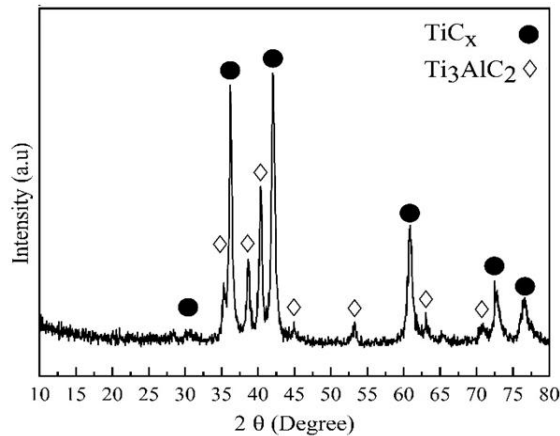
بررسی‌های فازی نمونه‌های حاصل توسط آنالیز پراش-سنجی پرتو ایکس با بهره‌گیری از دستگاه مدل PW3710 ساخت شرکت فیلیپس تحت ولتاژ 30 کیلوولت و جریان $5/0$ آمپر انجام شد. در این روش از پرتو تک‌فام $CuK\alpha$ با طول موج 1.5404 آنگستروم و فیلتر نیکل استفاده شده و زاویه پراش (2θ) در محدوده زاویه 10 تا 80 درجه انتخاب شد. بررسی‌های ریزساختاری نمونه‌های پودری توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی^۵ مدل VEGA-TESCAN-XMU ساخت جمهوری چک دنبال شد. آنالیز حرارتی افتراقی^۶ نمونه‌ها با استفاده از دستگاه STA 409 PC /PG ساخت شرکت NETZSCH، تحت حفاظت گاز آرگون و با نرخ گرمایش 20 درجه سانتی‌گراد بر دقیقه انجام شد. به منظور بررسی خواص جذب امواج الکترومغناطیسی یعنی اتلاف بازتاب بر حسب بسامد نمونه‌های مورد پژوهش از دستگاه تحلیلگر شبکه‌ای برداری^۷ مدل PNA-5222A ساخت شرکت Keysight استفاده گردید. از رابطه (۱) برای محاسبه پارامتر اتلاف بازتاب استفاده می‌شود (۱):

$$RL \text{ (dB)} = 20 \log \left| \frac{Z_{in} - Z_0}{Z_{in} + Z_0} \right| \quad (1)$$

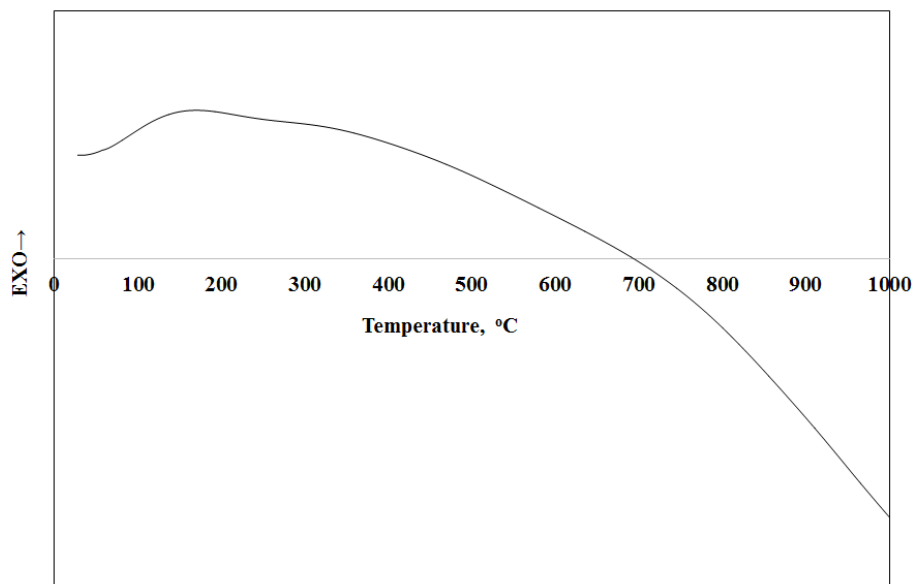
در رابطه (۱)، Z_0 امپدانس مشخصه خلأ است و Z_{in} امپدانس ورودی خلأ و ماده است. این دو پارامتر به صورت روابط (۲) و (۳) تعریف می‌شوند.

$$Z_0 = \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_0}} \quad (2)$$

در رابطه (۲)، ϵ_0 ثابت گذردهی الکتریکی خلأ است که برابر با $10^{-12} \times 8.854 \text{ F/m}$ و μ_0 نفوذپذیری مغناطیسی خلأ است.



شکل ۱- الگوی پراش پرتو ایکس کامپوزیت زمینه سرامیکی TiC/Ti_3AlC_2 پس از انجام فرایند آسیاب کاری به مدت ۲۵ ساعت.

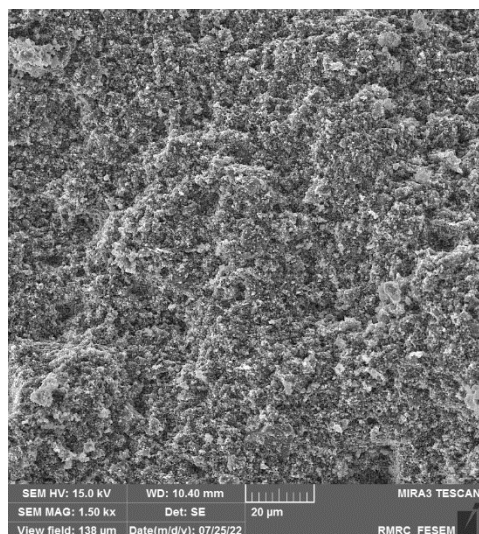


شکل ۲- نمودار آنالیز حرارتی مربوط به کامپوزیت زمینه سرامیکی TiC/Ti_3AlC_2 پس از انجام فرایند آسیاب کاری به مدت ۲۵ ساعت.

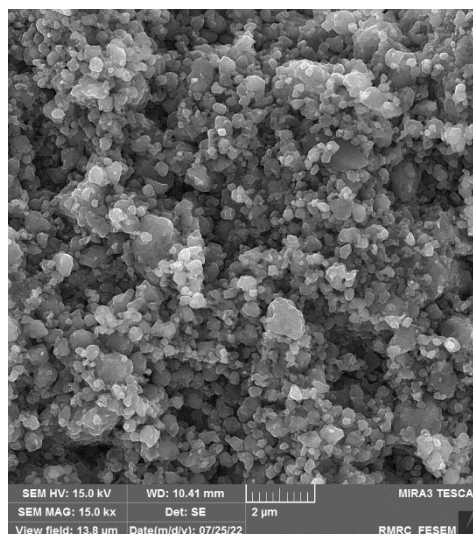
درجه سانتی‌گراد این نمودار وجود ندارد. بنابراین، عدم وجود این پیک تأییدکننده انجام واکنش میان مواد اولیه و تشکیل فاز مورد نظر طی فرایند آسیاب کاری است.

تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از ریزساختار ذرات پودری پس از آسیاب کاری در شکل (۳) ارائه شده است. مشاهده می‌شود که ریزساختار ذرات حاصل شبه‌کروی و یکنواخت بوده، متوسط اندازه ذرات آن در حدود ۴۰۰ نانومتر است. نوع ریزساختار ذرات پودر و عدم وجود ذرات لبه‌دار و خرد شده ناشی از آسیاب کاری، انجام واکنش به صورت

کاهش اندازه دانه‌های بلوری، افزایش چگالی عیوب بلوری مانند نایبایی‌ها، جاهای خالی و مرزدانه‌ها دلایل اصلی ناپایداری ساختارهای حاصل از آسیاب کاری و ایجاد شرایط برای تشکیل فاز Ti_3AlC_2 است (۲۰). در این رابطه، نمودار آنالیز حرارتی مربوط به کامپوزیت زمینه سرامیکی TiC/Ti_3AlC_2 پس از ۲۵ ساعت آسیاب کاری در شکل (۲) قابل مشاهده می‌باشد. همان‌طور که در شکل مشاهده می‌شود، نشانی از انجام واکنش گرمازا و یا گرماگیر در این نمودار موجود نیست. همچنین، پیک ذوب آلومینیم در محدوده دمایی ۶۶۰



(ب)



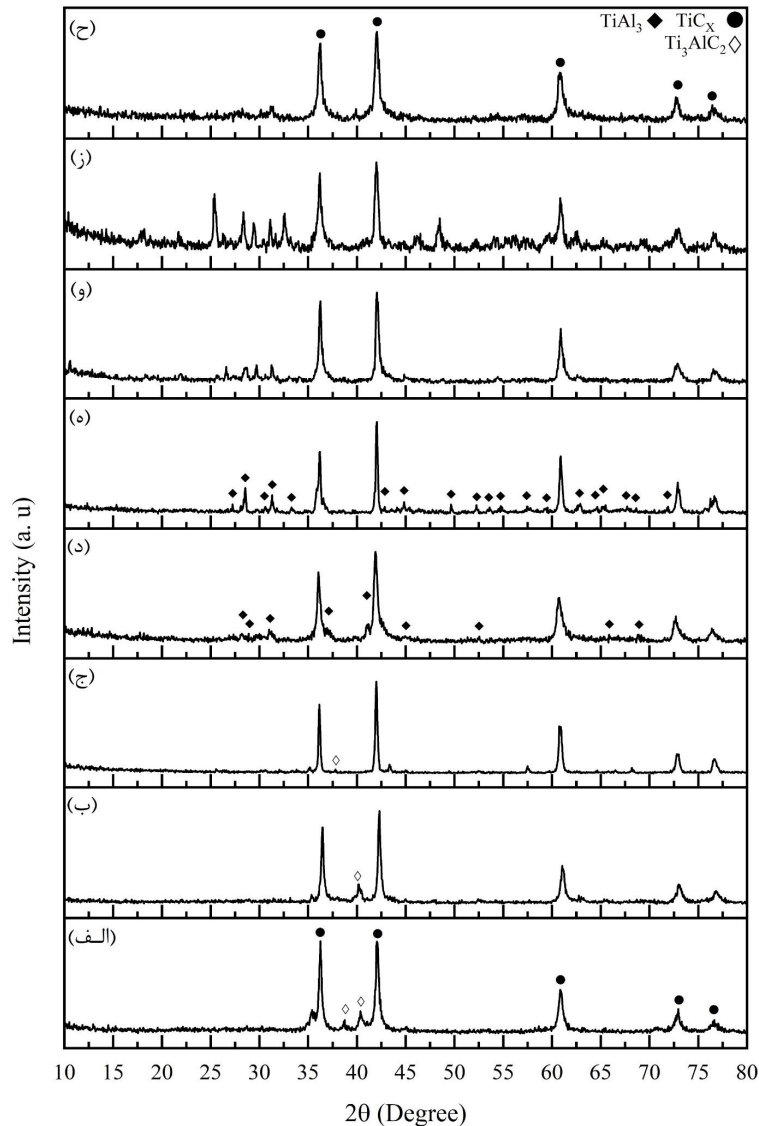
(الف)

شکل ۳- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی کامپوزیت زمینه‌سرامیکی TiC/Ti_3AlC_2 پس از فرایند آسیاب‌کاری به مدت ۲۵ ساعت.

ظرفی از ترکیب بین فلزی $TiAl_3$ در ساختار ظاهر می‌شود. با افزایش دمای آنیل تا دمای $1200^\circ C$ درجه سانتی‌گراد بر شدت پیک‌های مربوط به فاز $TiAl_3$ افزوده می‌شود. این نتایج با مطالعه انجام شده توسط یوشیدا (۱۹)، در تشکیل ترکیبات بین-فلزی $TiAl$ و $TiAl_3$ در محدوده دمایی $1100^\circ C$ الی $1200^\circ C$ درجه سانتی‌گراد، در سیستم ترکیبی $Ti-Al-C$ ، مطابقت دارد. بررسی الگوهای پراش ارائه شده در شکل (۴) نشان می‌دهد که فاز $TiAl_3$ نیز پایدار نبوده و با افزایش دما تا $1400^\circ C$ درجه سانتی‌گراد به تدریج حذف شده و در نهایت ساختار تنها شامل پیک‌های مربوط به ترکیب TiC_x می‌شود. این موضوع تأیید می‌کند که فاز پایدار در گروه ترکیبی $2TiC-Al-Ti$ ، فاز TiC_x است. البته این موضوع در تضاد با تحقیق یوشیدا (۱۹) است. این محقق پایداری فازهای سه‌جزئی Ti_3AlC_2 و Ti_2AlC در محدوده دمایی $1200^\circ C$ الی $1400^\circ C$ درجه سانتی‌گراد را گزارش نمودند. در این رابطه، تصاویر میکروسکوپی الکترونی از ذرات پودر حاصل پس از انجام عملیات آنیل در دمای $1400^\circ C$ درجه سانتی‌گراد در شکل (۵) آورده شده است. ریزساختار ذرات پودر حاصل شامل توزیع نسبتاً یکنواخت ذرات شبه‌کروی با متوسط اندازه ذرات 300 نانومتر است. به‌طور کلی، روند

خودپیشرونده در حین فرایند را اثبات می‌کند. البته، با وجود تشکیل فاز مکس Ti_3AlC_2 در حین فرایند آسیاب‌کاری به دلیل تمایل بسیار بالای فاز TiC به انحلال عناصر تیتانیم و آلومینیم و تشکیل محلول جامد TiC_x ، امکان تعیین درصد قطعی فاز مورد نظر در کامپوزیت نهایی وجود ندارد.

به‌منظور بررسی پایداری حرارتی ساختار کامپوزیتی TiC/Ti_3AlC_2 حاصل از فرایند آسیاب‌کاری، نمونه‌های حاصل در دماهای $350^\circ C$ الی $1400^\circ C$ درجه سانتی‌گراد و در محیط آرگون آنیل شدند. الگوهای پراش پرتو ایکس نمونه‌های حاصل در شکل (۴) ارائه شده است. همان‌گونه که مشاهده می‌شود، با افزایش دمای عملیات آنیل به تدریج از شدت پیک‌های مربوط به فاز Ti_3AlC_2 کاسته شده و با رسیدن به دمای $1000^\circ C$ درجه سانتی‌گراد پیک‌های مربوط به این فاز به‌طور کامل از الگوهای پراش حذف می‌شود. بر اساس مراجع و نمودار تعادل فازی سه‌تایی $Ti-Al-C$ ، منطقه پایداری فاز Ti_3AlC_2 بسیار باریک بوده (۱۶)، این فاز در محدوده دمایی $1350^\circ C$ الی $1450^\circ C$ درجه سانتی‌گراد پایدار است و در دماهای دیگر به تدریج به ترکیبات بین‌فلزی TiC_x ، Ti_2AlC ، Ti_xAl_y تجزیه می‌شود (۱۷ و ۱۸). همزمان با حذف پیک‌های مربوط به فاز یاد شده، پیک‌های

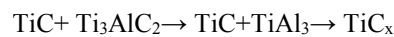


شکل ۴- الگوهای پراش پرتو ایکس کامپوزیت زمینه سرامیکی TiC/Ti_3AlC_2 پس از عملیات آنیل در دماهای: (الف) ۳۵۰، (ب) ۷۰۰، (ج) ۹۰۰، (د) ۱۰۰۰، (ه) ۱۱۰۰، (و) ۱۲۰۰، (ز) ۱۳۰۰ و (ح) ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۵ ساعت.

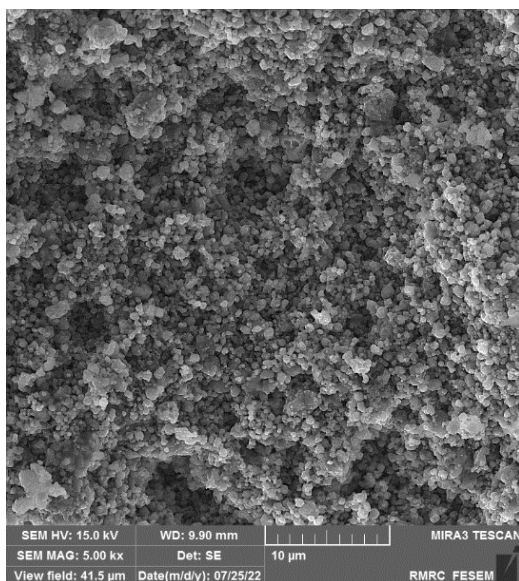
۳-۲- بررسی رفتار الکترومغناطیسی

تغییرات بخش موهومی و حقیقی گذردهی الکتریکی نسبت به بسامد در محدوده ۱ الی ۱۸ گیگاهرتز برای نمونه‌های تیتانیم کاربید و کامپوزیت زمینه سرامیکی TiC/Ti_3AlC_2 آسیاب شده و آنیل شده در شکل (۶- الف و ب) ارائه شده است. لازم به ذکر است، خواص یک ماده جاذب امواج ماکروویو به گذردهی الکتریکی مختلط ($\epsilon'' = \epsilon' - \epsilon''$) و نفوذپذیری مغناطیسی مختلط ($\mu'' = \mu' - \mu''$) بستگی دارد. ذکر این نکته ضروری

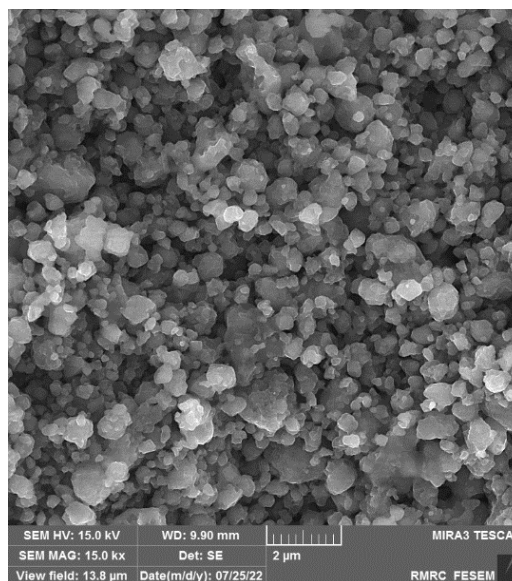
تغییرات فازی در این گروه ترکیبی طی عملیات آنیل به شرح زیر است:



لازم به ذکر است که در برخی مراجع به تشکیل فاز Al_4C_3 در سیستم ترکیبی $Al-Ti-C$ اشاره شده است که البته در این تحقیق نشانه‌هایی از تشکیل این فاز مشاهده نشد (۲۰). در این مورد به نظر می‌رسد آلومینیم قادر به شکستن پیوندهای مستحکم $Ti-C$ و ایجاد پیوندهای $Al-C$ نبوده است.



(ب)



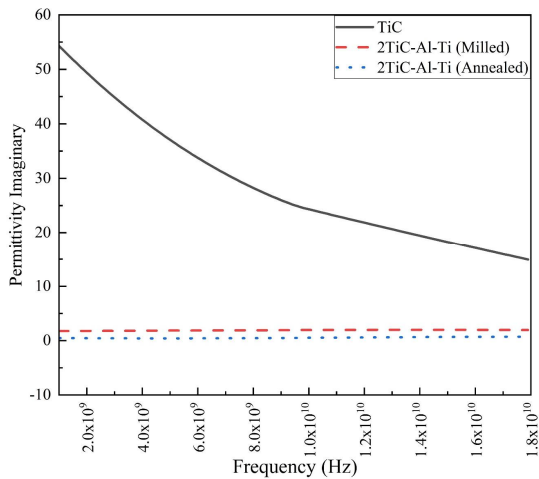
(الف)

شکل ۵- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نمونه کامپوزیت زمینه سرامیکی TiC/Ti_3AlC_2 پس از عملیات آنیل در دمای $1400^\circ C$ درجه سانتی‌گراد به مدت ۵ ساعت.

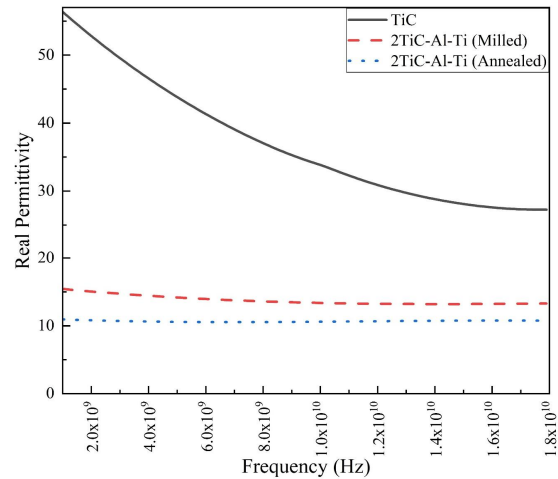
زمینه سرامیکی TiC/Ti_3AlC_2 آسیاب شده و آنیل شده در محدوده بسامد ۱ الی ۱۸ گیگاهرتز برای ضخامت‌های ۱ الی ۵ میلی‌متر را نشان می‌دهد. ویژگی‌های جذب موج الکترومغناطیسی حاصل از شکل مذکور در جدول (۱) ارائه شده است. مشاهده می‌شود، بسامدهای تطبیق نمونه خالص TiC با بیشتر شدن ضخامت لایه‌ها به بسامدهای کمتری منتقل شده است. علت این امر تطبیق اسپینی در بسامدهای بالا نسبت داده شده است. در واقع این سرامیک از قانون تضعیف یک چهارم طول موج پیروی می‌کند (۲۲). خواص الکترومغناطیسی TiC قابل مقایسه با گرافن اکسید کاهش یافته با اتلاف بازتاب $6/9-$ در بسامد ۷ گیگاهرتز است (۲۳). باید اشاره نمود، زمانی بیش از 90° درصد امواج الکترومغناطیسی جذب می‌شود که اتلاف بازتاب حدود $10-$ دسی‌بل باشد (۲۴). نظر به اینکه اتلاف بازتاب TiC کمتر از $10-$ دسی‌بل است، این ماده برای جذب امواج الکترومغناطیسی مناسب نیست. اما به دلیل کاربردهای دما بالایی که این ماده دارد برای بهبود رفتار الکترومغناطیسی آن تلاش شده است. لازم به ذکر است، افزودن

است که گذردهی حقیقی (ϵ') و نفوذپذیری حقیقی (μ') نماد توانایی ذخیره انرژی ماکروویو هستند، درحالی که گذردهی موهومی (ϵ'') و نفوذپذیری موهومی (μ'') نشان‌دهنده توانایی اتلاف انرژی ماکروویو می‌باشند (۲۱). از این رو، عدم وجود مؤلفه‌های مغناطیسی در این نمونه‌ها باعث می‌شود بخش حقیقی (μ') و بخش موهومی (μ'') نفوذپذیری به ترتیب تقریباً ۱ و 0 باشد و بر رفتار الکترومغناطیسی سیستم تأثیر بگذارد. اولین نکته‌ای که از شکل مذکور مشاهده می‌شود این است که گذردهی الکتریکی نمونه‌های کامپوزیت زمینه سرامیکی TiC/Ti_3AlC_2 تقریباً مستقل از بسامد است و نمونه آسیاب شده گذردهی الکتریکی بیشتری دارد. در واقع، با افزایش بسامد گذردهی الکتریکی این دو نمونه ثابت می‌ماند. همچنین مشاهده می‌شود، بخش حقیقی و موهومی گذردهی الکتریکی نمونه TiC روند نزولی را طی می‌کند. کاهش مقدار نفوذپذیری در این ماده نشان‌دهنده محدودیت استفاده از این ماده در بسامدهای بالا است.

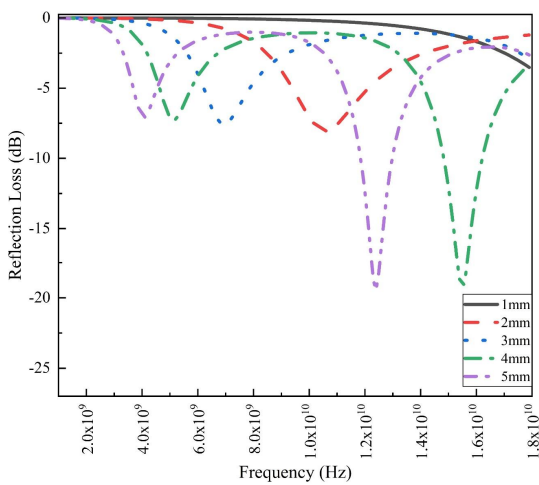
شکل (۶-ج-ه)، رفتار تلفات بازتاب TiC و کامپوزیت



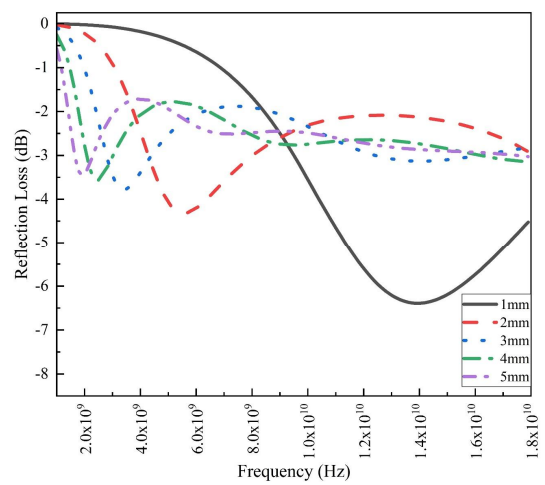
(ب)



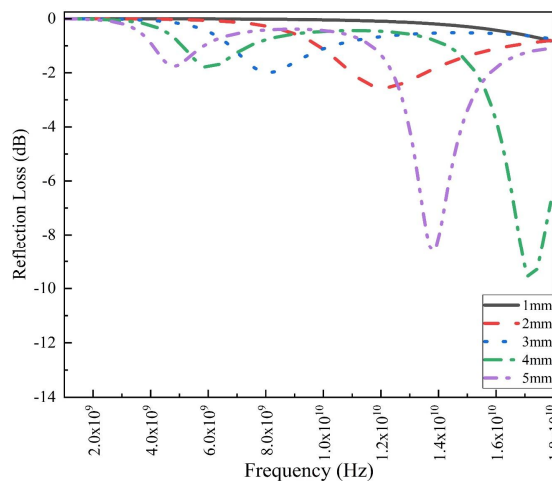
(ف)



(د)



(ج)



(ه)

شکل ۶- نمودار گذردهی الکتریکی (الف) حقیقی (ϵ')، (ب) موهومی (ϵ'') مربوط به TiC و سیستم کامپوزیت زمینه سرامیکی $\text{TiC}/\text{Ti}_3\text{AlC}_2$ آسیاب شده و آنیل شده. نمودار اتلاف بازتاب مربوط به (ج) TiC، (د) کامپوزیت زمینه سرامیکی $\text{TiC}/\text{Ti}_3\text{AlC}_2$ آسیاب شده به مدت ۲۵ ساعت و (ه) کامپوزیت زمینه سرامیکی $\text{TiC}/\text{Ti}_3\text{AlC}_2$ آنیل شده در دمای 1400°C درجه سانتی گراد به مدت ۵ ساعت.

جدول ۱- کمینه جذب امواج الکترومغناطیسی نمونه‌های TiC اولیه و کامپوزیت TiC/Ti₃AlC₂ در محدوده بسامدی ۱ الی ۱۸ گیگاهرتز

ترکیب	ضخامت (میلی‌متر)	مقدار کمینه اتلاف بازتاب (دسی‌بل)	بسامد تطبیق (گیگاهرتز)
TiC	۱	-۶/۳۹	۱۳/۹
TiC/Ti ₃ AlC ₂ (آسیاب‌شده)	۵	-۱۹/۴۶	۱۲/۲
TiC/Ti ₃ AlC ₂ (آنیل‌شده)	۴	-۹/۸۲	۱۶/۶

حاصله بر خلاف نتایج مائو و همکاران (۱۴) و ون و همکاران (۲۹) است. علت این تفاوت، تشکیل فاز مکس پایدار و بهبود خواص دی‌الکتریکی کامپوزیت حاوی فاز مکس پس از عملیات حرارتی بود.

۴- نتیجه‌گیری

در این پژوهش به بررسی تحولات ساختاری و فازی در سیستم کامپوزیت زمینه سرامیکی TiC/Ti₃AlC₂ در حین فرایند آسیاب‌کاری و عملیات آنیل بر تشکیل و پایداری فاز Ti₃AlC₂ پرداخته شد. بررسی‌های صورت گرفته نشان داد که امکان ایجاد ساختار تک‌فاز Ti₃AlC₂ با انجام فرایند آسیاب‌کاری وجود ندارد و ساختار حاصل پس از انجام واکنش خودپیش-رونده در حین آسیاب‌کاری به صورت کامپوزیتی TiC/Ti₃AlC₂ است. بررسی‌های الکترومغناطیسی نشان داد، کمترین اتلاف بازتاب نمونه سیستم کامپوزیت زمینه سرامیکی TiC/Ti₃AlC₂ آسیاب‌شده برابر با مقدار ۱۹/۴۶- دسی‌بل در بسامد تطبیق ۱۲/۲ گیگاهرتز برای ضخامت ۵ میلی‌متر بود. در ادامه پس از انجام عملیات آنیل سیستم کامپوزیت زمینه سرامیکی TiC/Ti₃AlC₂ تا حدود ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد منجر به تجزیه فاز Ti₃AlC₂ شده و در نهایت فاز محلول جامد TiC_x، فاز پایدار در گروه ترکیبی سیستم کامپوزیتی مذکور گردید. البته، رفتار جذب این نمونه پس از عملیات آنیل تضعیف شده و به مقدار آن برابر با ۹/۸۲- در بسامد تطبیق ۱۶/۶ گیگاهرتز گردید. باید اشاره شود، علت این امر کاهش ثابت دی‌الکتریک و تجزیه فاز مکس است.

TiC به بیشتر سیستم‌های جاذب امواج باعث افزایش پهنای باند بسامدی می‌شود (۲۵). نکته دیگری که از شکل حاصل می‌شود، هیچ‌گونه پیک تشدیددی در نمونه‌های کامپوزیت زمینه سرامیکی TiC/Ti₃AlC₂ با ضخامت ۱ میلی‌متر وجود ندارد و به همین دلیل اتلاف بازتاب آن‌ها در این محدوده ثابت است. بیشترین اتلاف بازتاب مربوط به نمونه آسیاب‌شده سیستم کامپوزیت زمینه سرامیکی TiC/Ti₃AlC₂ با مقدار ۱۹/۴۶- دسی‌بل برای ضخامت ۵ میلی‌متر است. بنابراین، پس افزودن عناصر آلومینیم و تیتانیم به TiC به علت افزایش میزان اتلاف الکتریکی می‌تواند این میزان از جذب را به نمایش بگذارد. از آنجایی که اتلاف بازتاب یک ماده جاذب امواج الکترومغناطیس باید کمتر از ۱۰- دسی‌بل باشد، نمونه آسیاب‌شده جزء مواد جاذب امواج ماکروویو مطلوب است. شایان توجه است، اتلاف بازتاب نمونه آسیاب‌شده قابل مقایسه با کامپوزیت گرافن/پلی‌وینل‌الکل به ضخامت ۱ میلی‌متر است با اتلاف بازتاب ۱۹/۵- دسی‌بل (۲۶) و کامپوزیت اپوکسی پر شده با ۸/۸ درصد حجمی گرافن عامل‌دار با اتلاف بازتاب ۲۱- دسی‌بل در محدوده بسامدی باند X است (۲۷). نمونه آسیاب‌شده نیز با برخی جاذب‌های غیرکربنی قابل مقایسه است. به‌عنوان مثال، کامپوزیت Fe₃O₄/TiO₂ با ضخامت ۵ میلی‌متر دارای اتلاف بازتاب حدود ۲۰- دسی‌بل در همین محدوده بسامدی است (۲۸). نکته قابل توجه دیگر این است که رفتار جذبی امواج الکترومغناطیسی پس از عملیات آنیل تضعیف شده است. زیرا، ثابت دی‌الکتریک کاهش یافته است که این امر به دلیل کاهش رسانایی است. همچنین، پس از عملیات آنیل عیوب و فصل مشترک‌ها که باعث پراکندگی امواج می‌شوند، کاهش یافته است. نتایج

تشکر و سپاسگزاری

مطالعه حاضر با حمایت فنی کارکنان مجتمع دانشگاهی علم مواد و مواد پیشرفته الکترومغناطیس دانشگاه صنعتی مالک اشتر به انجام رسیده است. بدین وسیله از کلیه کارکنان آن مجتمع بابت حمایت‌های فکری و فنی تقدیر و تشکر می‌شود.

تضاد منافع

نویسندگان مقاله اذعان دارند هیچ نوع تضاد منفعی با شخص، شرکت یا سازمانی برای این پژوهش ندارند.

واژه‌نامه

1. electromagnetic waves
2. electromagnetic interference
3. MAX phases
4. reflection loss
5. scanning electron microscopy (SEM)
6. differential scanning calorimetry (DSC)
7. vector network analyzer (VNA)

مراجع

1. Ghasemi A. Magnetic Ferrites and Related Nanocomposites: Elsevier; 2022.
2. Han M-G. Electromagnetic Materials and Devices: Intech Open; 2020.
3. Joseph K, Wilson R, Gejo G. Materials for potential EMI shielding applications: processing, properties and current trends: Elsevier; 2019.
4. Baviera P, Harel S, Garem H, Grosbras M. Elaboration and structure of nanostructured TiC: a XRD and HRTEM study. Journal of Scripta Materialia 2001;44(12):2721-7.
5. Jia H, Zhang Z, Qi Z, Liu G, Bian X. Formation of nanocrystalline TiC from titanium and different carbon sources by mechanical alloying. Journal of Alloys and Compounds 2009;472(1-2):97-103.
6. Wang Y, Luo F, Zhou W, Zhu D. Dielectric and electromagnetic wave absorbing properties of TiC/epoxy composites in the GHz range. Journal of Ceramics International 2014;40(7):10749-54.
7. Liu Y, Li Y, Luo F, Su X, Xu J, Wang J, Qu Y, Yimin S. Mechanical, dielectric and microwave absorption properties of TiC/cordierite composite ceramics. Journal of Materials Science: Materials in Electronics 2017;28:12115-21.
8. Shao T, Ma H, Wang J, Feng M, Yan M, Wang J, Yang Z, Zhou Q, Luo H, Qu S. High temperature absorbing coatings with excellent performance combined Al₂O₃ and TiC material. Journal of the European Ceramic Society 2020;40(5):2013-9.
9. Zhang Z, Duan X, Jia D, Zhou Y, van der Zwaag S. On the formation mechanisms and properties of MAX phases: A review. Journal of the European Ceramic Society 2021;41(7):3851-78.
10. Kumar JA, Prakash P, Krithiga T, Amarnath DJ, Premkumar J, Rajamohan N, Vasseghian Y, Saravanan P, Rajasimman M. Methods of synthesis, characteristics, and environmental applications of Mxene: A comprehensive review. Journal of Chemosphere 2022;286(1):131607-12.
11. Sokol M, Natu V, Kota S, Barsoum MW. On the chemical diversity of the MAX phases. Trends in Chemistry 2019;1(2):210-23.
12. Yao P, Li X, Zhang Y, Ma K, Zhang X, Li M, Zuo J, Li T, Lin L, Li C, Xu J. Electromagnetic Wave Absorption and Shielding Performances and Mechanisms of a Porous Ti₃AlC₂/SiC Gradient Composite. Journal of ACS Applied Electronic Materials 2023;5(3):1558-65.
13. Guo Y, Guo X, Jian X. High-temperature stability core-shell engineered Ti₃AlC₂@C@SiO₂ for excellent microwave absorbing properties. Journal of Vacuum 2023;212(1):112049-52
14. Mao F, Long L, Pi W, Li Y, Zhou W. X-band electromagnetic absorption and mechanical properties of mullite/Ti₃AlC₂ composites. Journal of Materials Chemistry and Physics 2022;292(1):126819-25.
15. Liu Y, Luo F, Su J, Zhou W, Zhu D, Li Z. Enhanced mechanical, dielectric and microwave absorption properties of cordierite based ceramics by adding Ti₃SiC₂ powders. Journal of Alloys and Compounds 2015;619(1):854-60.
16. Bandyopadhyay D, Sharma R, Chakraborti N. The Ti-Al-C system (titanium-aluminum-carbon). Journal of phase equilibria 2000;21(2):195-8.
17. Pang WK, Low I-M, O'connor B, Studer AJ, Peterson V, Sun Z, Palmquist J. Comparison of thermal stability in MAX 211 and 312 phases. Journal of Physics: Conference Series 2010;251(1):12025-32.
18. Yao L, Zhu C-C, Jiang J-X, Zhou B-B. Mechanical properties of Ti₃AlC₂ ceramics before and after heat

- treatment. *Journal of Rare Metals* 2015;1(1):1-6.
19. Yoshida M. Microstructural examination during the formation of Ti_3AlC_2 from mixtures of Ti/Al/C and Ti/Al/TiC. *Advances in Science and Technology of $M_{n+1}AX_n$ Phases: Journal of Advances in Science and Technology of $M_{n+1}AX_n$ Phases* 2012;1(1):81-101.
20. Zou Y, Sun Z, Tada S, Hashimoto H. Synthesis reactions for Ti_3AlC_2 through pulse discharge sintering Ti/Al₄C₃/TiC powder mixture. *Journal of Scripta materialia* 2006;55(9):767-70.
21. Dai B, Zhao B, Xie X, Su T, Fan B, Zhang R, Yang R. Novel two-dimensional $Ti_3C_2T_x$ MXenes/nano-carbon sphere hybrids for high-performance microwave absorption. *Journal of Materials Chemistry C* 2018;6(21):5690-7.
22. Tong XC. *Advanced materials and design for electromagnetic interference shielding*: CRC press; 2016.
23. Wang C, Han X, Xu P, Zhang X, Du Y, Hu S, Wang J, Wang X. The electromagnetic property of chemically reduced graphene oxide and its application as microwave absorbing material. *Journal of Applied Physics Letters* 2011;98(7):72906-12.
24. Chen N, Yang K, Gu M. Microwave absorption properties of La-substituted M-type strontium ferrites. *Journal of Alloys and Compounds* 2010;490(2):609-12.
25. Koo CM, Sambyal P, Iqbal A, Shahzad F, Hong J. *Two-Dimensional Materials for Electromagnetic Shielding*: John Wiley & Sons; 2021.
26. Marka SK, Sindam B, Raju KJ, Srikanth VV. Flexible few-layered graphene/poly vinyl alcohol composite sheets: synthesis, characterization and EMI shielding in X-band through the absorption mechanism. *Journal of RSC Advances* 2015;5(46):36498-506.
27. Liang J, Wang Y, Huang Y, Ma Y, Liu Z, Cai J, Zhang C, Gao H, Chen Y. Electromagnetic interference shielding of graphene/epoxy composites. *Journal of Carbon* 2009;47(3):922-5.
28. Zhu C-L, Zhang M-L, Qiao Y-J, Xiao G, Zhang F, Chen Y-J. Fe_3O_4/TiO_2 core/shell nanotubes: synthesis and magnetic and electromagnetic wave absorption characteristics. *The Journal of Physical Chemistry C* 2010;114(39):16229-35.
29. Wen Q, Zhou W, Wang Y, Qing Y, Luo F, Zhu D, Huang Z. Enhanced microwave absorption of plasma-sprayed Ti_3SiC_2 /glass composite coatings. *Journal of Materials Science* 2017;52(1):832-4.