

تأثیر افزودن جزئی عنصر سیلیسیم بر رفتار الکترومغناطیسی کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی TiC/Ti_3AlC_2

خشایار زمانی^{*}، مجید طاووسی، علی قاسمی و غلامرضا گردانی

دانشگاه صنعتی مالک اشتر، مجتمع دانشگاهی علم مواد و مواد پیشرفته الکترومغناطیس، اصفهان، شاهین شهر،
صندوق پستی ۸۳۱۴۵-۱۵، ایران

(تاریخ دریافت: ۱۴۰۲/۷/۳؛ تاریخ پذیرش: ۱۴۰۲/۱۰/۱۰)

چکیده: در پژوهش حاضر تأثیر افزودن جزئی سیلیسیم بر رفتار ساختاری و الکترومغناطیس کامپوزیت‌های زمینه سرامیکی TiC/Ti_3AlC_2 مورد بررسی قرار گرفته است. در این راستا، برای سنتز کامپوزیت مورد نظر از فرایند آسیاب‌کاری و عملیات آنیل بهره گرفته شد. بررسی‌های ساختاری و فازی توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی، آنالیز حرارتی افتراقی و دستگاه پراش‌سنج پرتو ایکس و بررسی رفتار الکترومغناطیسی توسط دستگاه تحلیلگر شبکه‌ای صورت گرفت. نتایج نشان داد که امکان سنتز ساختار کامپوزیتی TiC/Ti_3AlC_2 با افزودن جزئی سیلیسیم به صورت درجا وجود دارد. سیستم $2TiC-Al-Ti-0.2Si$ بهترین رفتار جذب امواج الکترومغناطیسی با تلفات انعکاس حدود $30/10$ - دسی‌بل در فرکانس تطبیق $15/1$ گیگاهرتز را نشان داد. پس از عملیات آنیل در دمای 1400 درجه سانتی‌گراد، مشخص شد ساختار کامپوزیتی TiC/Ti_3AlC_2 حاصل از فرایند آسیاب‌کاری پایدار است ولی رفتار جذب الکترومغناطیسی تحت تأثیر قرار می‌گیرد. بدین گونه که کم‌ترین اتلاف بازتاب ترکیبات آنیل شده حدود 1 - دسی‌بل بود.

واژه‌های کلیدی: کامپوزیت TiC/Ti_3AlC_2 ، رشد درجا، تلفات انعکاس، خواص الکترومغناطیسی.

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

The Effect of Partial Addition of Silicon on the Electromagnetic Behavior of TiC/Ti₃AlC₂ Ceramic Matrix Composites

Kh. Zamani*, M. Tavoosi, A. Ghasemi and G. R. 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

In this study, the effect of partial addition of silicon on the structural behavior and electromagnetism of TiC/Ti₃AlC₂ ceramic matrix composites has been investigated. In this regard, the mechanical alloying and annealing processes were used for the synthesis of the desired composite. Structural and phase investigations were performed using scanning electron microscope, differential thermal analysis, and X-ray diffractometer, and electromagnetic behavior was investigated by network analyzer. The results showed that it was possible to synthesize TiC/Ti₃AlC₂ composite structure with in-situ partial addition of silicon. 2TiC-Al-Ti-0.2Si system showed the best absorption behavior of electromagnetic waves with reflection loss of about -30.10 dB at matching frequency of 15.1 GHz. It was found that the TiC/Ti₃AlC₂ composite structure obtained from the mechanical alloying was stable after annealing at 1400 °C. However, the electromagnetic absorption behavior was affected. Thus, the reflection loss of the annealed samples was obtained about -1 dB.

Keywords: TiC/Ti₃AlC₂ composite, In situ growth, Reflection loss, Electromagnetic properties.

فهرست علامتها

کلوین	K	دمای آدیاباتیک	T _{ad}
درجه سانتی گراد	°C	فرکانس	f
تغییرات انرژی آزاد گیبس	ΔG	تغییرات آنتالپی تشکیل	ΔH _f ^o
دسی بل	dB	امپدانس	Z
گذردهی الکتریکی	ε	نفوذپذیری مغناطیسی	μ

۱- مقدمه

مواد جاذب امواج الکترومغناطیسی دما بالا به دلیل کاربردهای گسترده در حوزه‌های نظامی و غیرنظامی مانند وسایل ارتباطی، صنایع هوافضا و تجهیزات الکترونیکی توجه جامعه علمی را به خود جلب کرده است (۱ و ۲). این مواد علاوه بر خاصیت جذب امواج با عملکرد بالا باید ضخامت کم، وزن سبک و پهنای باند گسترده در محدوده فرکانسی وسیع داشته باشند. مواد جاذب امواج سنتی مانند فریت‌ها، پودرهای مغناطیسی فلزی، پلیمر رسانا و غیره دارای محدودیت‌هایی بودند و نیازهای مذکور را برآورده نمی‌کردند (۳ و ۴). از این‌رو تحقیقات بر روی کامپوزیت‌های فاز مکس^۱ با خواص منحصر

به فردی با ویژگی‌های سرامیک و فلز افزایش پیدا کرد. فازهای مکس با فرمول کلی M_{n+1}AX_n شناخته می‌شوند که در این فرمول M یک فلز واسطه، A عنصری از گروه A (اغلب عنصری از گروه‌های ۳، ۴ یا ۵ جدول تناوبی) و X نیتروژن یا کربن است (۵). تاکنون مطالعات متعددی در مورد رفتار جذبی کامپوزیت‌های زمینه فاز مکس گزارش شده است. به عنوان مثال، لی و همکاران (۶) کامپوزیت‌های graphite/TiC/Ti₃AlC₂ را مورد مطالعه قرار دادند. کامپوزیت‌های مذکور ۹۹ درصد از امواج برخوردی را در محدوده باند X جذب می‌کنند. در گزارشی رفتار جذب امواج الکترومغناطیسی کامپوزیت Ti₃SiC₂/Ag در محدوده بسامدی باند X مورد بررسی قرار

تأثیر افزودن جزئی سیلیسیم بر تحولات ساختاری و فازی در سیستم کامپوزیتی 2TiC-Al-Ti-xSi ($x=0.1, 0.2, 0.3$) حین فرایند آسیاب کاری 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 مهم ترین اهداف این تحقیق بوده است.

۲- مواد و روش تحقیق

۲-۱- مواد اولیه

از مواد اولیه پودری به منظور سنتز سیستم کامپوزیتی 2TiC-Al-Ti-xSi ($x=0.1, 0.2, 0.3$) به روش آلیاژسازی مکانیکی و عملیات آنیل استفاده شد. در جدول (۱)، مشخصات مربوط به مواد اولیه مصرفی در فرایند آلیاژسازی مکانیکی ارائه شده است.

۲-۲- سنتز کامپوزیت های زمینه سرامیکی $\text{TiC/Ti}_3\text{AlC}_2$ به

روش درجا

مخلوط های پودری با ترکیبات 2TiC-Al-Ti-xSi ($x=0.1, 0.2, 0.3$) برای تهیه ساختار کامپوزیتی $\text{TiC/Ti}_3\text{AlC}_2$ به مدت ۲۵ ساعت تحت فرایند آسیاب کاری قرار گرفتند. عملیات آسیاب کاری مکانیکی با سرعت چرخش ۴۰۰ دور در دقیقه و نسبت گلوله به پودر ۱۰:۱ در محفظه ای از جنس کاربید تنگستن با حجم ۲۲۰ میلی لیتر و گلوله هایی از جنس زیرکونیا با قطرهای ۲ الی ۸ میلی متر صورت گرفت. پودرهای حاصل در محفظه هایی از جنس شیشه کوارتز با هدف جلوگیری از اکسایش در فشار ۱۰-۳ پاسکال کپسوله شدند. سپس ترکیبات مذکور تحت عملیات آنیل در محدوده دمایی ۱۴۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۵ ساعت با نرخ گرمایش ۲۰ درجه سانتی گراد بر دقیقه در محیط گاز خنثی قرار گرفتند.

۲-۳- دستگاه های مشخصه یابی

به منظور شناسایی فازهای تشکیل شده در سیستم های ترکیبی از

گرفت. کمترین اتلاف بازتاب^۲ کامپوزیت مذکور برابر با ۲۴- دسی بل در فرکانس ۱۰/۹ گیگاهرتز بود (۷). شایان توجه است، شکل گیری ساختار و خواص الکترومغناطیسی کامپوزیت های بر پایه TiC و فاز مکس با افزودن مقدار جزئی از عناصر تغییر می یابد. به عنوان مثال می توان به پژوهش ژانگ و همکاران (۸) اشاره نمود. آن ها رفتار الکترومغناطیسی کامپوزیت های زمینه Ti_3AlC_2 با حضور افزودنی های فلزی (کروم، مولیبدن، زیرکینیم، آهن و نیکل) مورد تحقیق و پژوهش قرار دادند. کامپوزیت های مذکور اتلاف بازتاب کمتر از ۳۰- دسی بل در محدوده فرکانسی باند C و X نشان دادند و بهترین رفتار جذب امواج الکترومغناطیسی مربوط به سیستم $(\text{Ti}_{0.8}\text{Zr}_{0.2})_3\text{AlC}_2$ با اتلاف ۴۸- دسی بل با ضخامت ۱/۶ میلی متر بود (۸). رفتار الکترومغناطیسی و همچنین پایداری فازی در سیستم Ti-Al-C با افزودن جزئی عناصر شبه فلزی بهبود می یابد. در گزارشات ذکر شده است که افزودن جزئی سیلیسیم به سیستم مذکور از تشکیل ترکیبات بین فلزی دوتایی مانند TiC ، Ti_xAl_y و Al_2O_3 جلوگیری می کند (۹-۱۱). این عنصر به عنوان عنصر جانشین لایه A (آلومینیم) در ترکیب بین فلزی Ti_3AlC_2 قرار می گیرند و باعث افزایش چگالی نابجایی ها می شود (۱۲ و ۱۳). از آنجایی که این دو عنصر الکترونگاتیوی بیشتری نسبت به آلومینیم دارند باعث افزایش استحکام پیوند بین لایه های M-A و A-X می شود. در این راستا، افزایش استحکام پیوند ممکن است بر پایداری ترکیب بین فلزی سه جزئی نقش داشته باشد. لازم به ذکر است، افزودن این عناصر نیز خواص مکانیکی، تریبولوژیکی، حرارتی و الکترومغناطیسی تحت تأثیر قرار می دهند (۱۴ و ۱۵). بنابراین انتظار می رود که افزودن این عنصر، تأثیرگذار بر تشکیل ترکیب بین فلزی سه تایی Ti_3AlC_2 باشد.

در پژوهش قبلی ما اثبات شد امکان سنتز کامپوزیت زمینه سرامیکی $\text{TiC/Ti}_3\text{AlC}_2$ به روش درجا وجود دارد. این کامپوزیت توانایی جذب بیش از ۹۰ درصد امواج الکترومغناطیسی در محدوده فرکانسی ۱ الی ۱۸ گیگاهرتز را داشت (۱۶). در پژوهش حاضر تلاش بر این بوده تا به بررسی

جدول ۱- مشخصات مواد اولیه مورد استفاده در این پژوهش

نام ماده	درصد خلوص	کد تجاری	شرکت تولید کننده
تیتانیم کاربید	۹۹/۹۹٪	۵-۰۸-۱۲۰۷۰	مرک
تیتانیم	۹۹/۹٪	۶-۳۲-۷۴۴۰	مرک
آلومینیم	۹۹/۹۹٪	۵-۹۰-۷۴۲۹	مرک
سیلیسیم	۹۹/۹٪	۳-۲۱-۷۴۴۰	مرک

(۳) تعریف می‌شوند.

$$Z_0 = \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_0}} \quad (۲)$$

در رابطه (۲)، ϵ_0 ثابت گذردهی الکتریکی خلأ است که برابر با $۸/۸۵۴ \times ۱۰^{-۱۲}$ F/m و μ_0 نفوذپذیری مغناطیسی خلأ است.

$$Z_{in} = \sqrt{\frac{\mu_r}{\epsilon_r}} \tanh \left[j \frac{2\pi f t}{c} \sqrt{\mu_r \epsilon_r} \right] \quad (۳)$$

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 (۱۷).

۳- نتایج و بحث

۳-۱- مطالعه تحولات ساختاری

در این پژوهش از انجام واکنش درجا به منظور حصول ساختار کامپوزیتی TiC/Ti_3AlC_2 بهره گرفته شد. از این رو، انتظار می‌رود که فاز TiC_x همراه با فاز ترکیب بین‌فلزی Ti_3AlC_2 پس از انجام واکنش درجا تشکیل شود. الگوهای پراش پرتو ایکس مربوط به مخلوط پودری $2TiC-Al-Ti-xSi$ ($x=0.1, 0.2, 0.3$) پس از انجام فرایند ۲۵ ساعت آسیاب‌کاری در شکل (۱) آورده شده است. با توجه به شکل مذکور، پیک‌های مربوط به عناصر اولیه تیتانیم، آلومینیم و سیلیسیم در کنار پیک‌های فاز TiC_x وجود ندارد و پیک‌های مربوط به ترکیب بین‌فلزی سه‌تایی Ti_3AlC_2 در ساختار شکل گرفته است. وجود پیک‌هایی در در زوایای $۳۴/۱$ ، $۳۶/۸$ ، $۳۸/۹$ ، $۴۱/۹$ و $۷۴/۲$ درجه حاکی از تشکیل فاز Ti_3AlC_2 است (۱۸). قابل مشاهده است که درصد

دستگاه مدل TD-3700 ساخت چین شرکت Tongda بهره گرفته شد. این دستگاه از پرتو تک‌فام $CuK\alpha$ با طول موج $۱/۵۴۰۴$ آنگستروم و فیلتر نیکل استفاده می‌کند. آزمون تحت ولتاژ ۳۰ کیلوولت و جریان $۰/۰۵$ آمپر با اندازه گام $۰/۰۵$ درجه و زمان گام یک ثانیه در محدوده زاویه پراش پرتو (2θ) از ۱۰ الی ۸۰ درجه انجام شد. بررسی‌های ریزساختاری ترکیبات پودری توسط میکروسکوپ الکترونی روبشی^۳ مدل VEGA- Tescan-XMU ساخت جمهوری چک دنبال شد. آنالیز حرارتی افتراقی^۴ ترکیبات با استفاده از دستگاه STA 409 PC /PG ساخت شرکت NETZSCH، در محیط گاز آرگون و با نرخ گرمایش ۲۰ درجه سانتی‌گراد بر دقیقه انجام شد. به منظور بررسی خواص جذب امواج الکترومغناطیسی ترکیبات مورد بحث از دستگاه تحلیلگر شبکه‌ای برداری^۵ مدل PNA-5222A ساخت شرکت Keysight استفاده گردید.

۴-۲- بررسی رفتار جذب امواج الکترومغناطیسی

مخلوط‌هایی از ۷۰ درصد پودرهای سنتز شده و ۳۰ درصد موم پارافین برای ساخت نمونه‌های آزمایش اتلاف بازتاب مورد استفاده قرار گرفتند. سپس مخلوط‌های حاصله را در یک قالب فلزی به صورت واشر تخت با ابعاد استاندارد شکل‌دهی شدند. در ادامه، مقدار اتلاف بازتاب ترکیبات توسط رابطه (۱) محاسبه می‌شدند (۱۷).

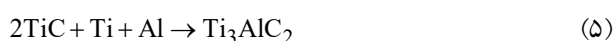
$$RL(dB) = 20 \log \left| \frac{Z_{in} - Z_0}{Z_{in} + Z_0} \right| \quad (۱)$$

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

اساس معادله واکنش‌های (۴) و (۵) منفی است (۲۰). همچنین، دمای آدیباتیک واکنش در حدود ۳۶۴۳ کلوین است که از مقدار مشخص $T_{ad} > 2000 \text{ K}$ بیشتر است. بنابراین، نفوذ عناصر و انجام واکنش‌های گرمازا حین فرایند آسیاب‌کاری علت تشکیل ساختار مذکور در سیستم ترکیبی $2\text{TiC}-\text{Al}-\text{Ti}-0.3\text{Si}$ می‌باشد. باید اشاره شود که فاز $\text{TiC}/\text{Ti}_3\text{AlC}_2$ از نظر ترمودینامیکی ناپایدار بوده و تشکیل آن تنها در شرایط غیرتعادلی (مانند فرایند آسیاب‌کاری) میسر است. البته امکان تشکیل ترکیب تک فاز TiC_x با افزایش زمان آسیاب‌کاری وجود دارد (۲۱).



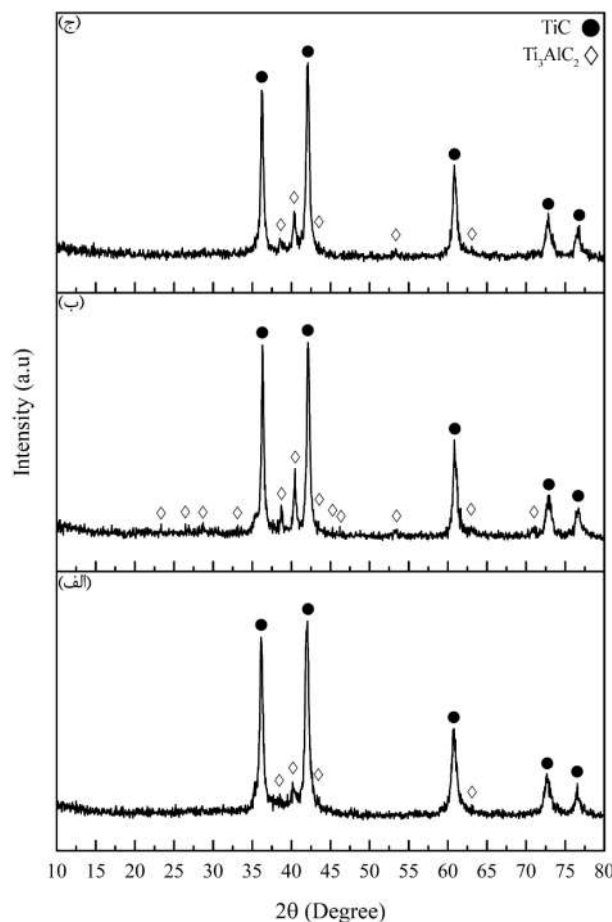
$$\Delta H_f^\circ = -76.98 \frac{\text{kJ}}{\text{mol}}, \Delta G_f^\circ = -180.84 \frac{\text{kJ}}{\text{mol}}$$



$$\Delta H_f^\circ = -549.150 \frac{\text{kJ}}{\text{mol}}, \Delta G_f^\circ = -540 \frac{\text{kJ}}{\text{mol}}$$

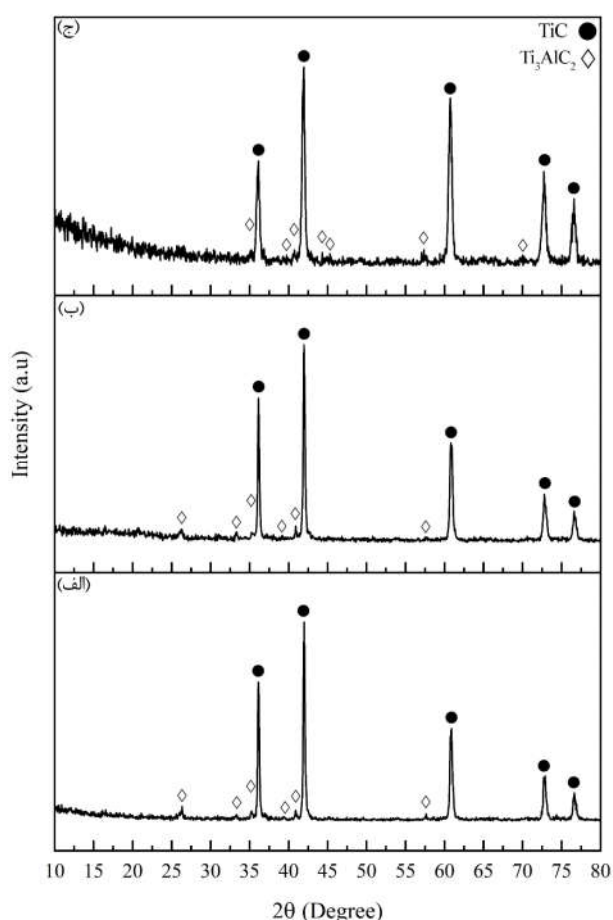
جهت بررسی دقیق‌تر تحولات فازی سیستم‌های ترکیبی $2\text{TiC}-\text{Al}-\text{Ti}-x\text{Si}$ ($x=0.1, 0.2, 0.3$) حین حرارت‌دهی از آزمون گرماسنجی افتراقی بهره گرفته شد. نمودار آزمون گرماسنجی افتراقی مربوط ترکیب $2\text{TiC}-\text{Al}-\text{Ti}-0.1\text{Si}$ آسیاب‌شده در شکل (۲) ارائه شده است. در این نمودار هیچ پیک گرماده یا گرماگیری مشاهده نمی‌شود که نشان‌دهنده واکنش کامل اجزای تشکیل‌دهنده سیستم است. بنابراین، انجام واکنش‌های خود پیش‌رونده حین آسیاب‌کاری باعث تشکیل ساختاری پایدار شده است. شایان ذکر است، منطقه پایداری فاز Ti_3AlC_2 طبق نمودار تعادل فازی سه‌تایی $\text{Ti}-\text{Al}-\text{C}$ بسیار باریک است (۲۲). همچنین، این فاز در محدوده دمایی 1350°C الی 1450°C درجه سانتی‌گراد پایدار بوده و در دماهای دیگر به تدریج به ترکیبات بین‌فلزی دو جزئی تجزیه می‌شود (۲۳). بنابراین، به‌منظور بررسی پایداری ساختاری سیستم‌های کامپوزیتی $2\text{TiC}-\text{Al}-\text{Ti}-x\text{Si}$ ($x=0.1, 0.2, 0.3$) به مدت ۵ ساعت در دمای 1400°C درجه سانتی‌گراد تحت عملیات آنیل قرار گرفتند.

شکل (۳)، الگوی پراش پرتو ایکس سیستم‌های ترکیبی



شکل ۱- الگوهای پراش پرتو ایکس مربوط به سیستم‌های ترکیبی: (الف) $2\text{TiC}-\text{Al}-\text{Ti}-0.1\text{Si}$ ، (ب) $2\text{TiC}-\text{Al}-\text{Ti}-0.2\text{Si}$ و (ج) $2\text{TiC}-\text{Al}-\text{Ti}-0.3\text{Si}$ پس از انجام فرایند آسیاب‌کاری به مدت ۲۵ ساعت.

بیشتری از فاز Ti_3AlC_2 در سیستم $2\text{TiC}-2\text{Al}-\text{Ti}-0.2\text{Si}$ نسبت به بقیه سیستم‌ها وجود دارد. به‌طور کلی، افزودن عنصر سیلیسیم به سیستم $2\text{TiC}-\text{Al}-\text{Ti}$ باعث افزایش تشکیل ترکیب بین‌فلزی Ti_3AlC_2 شده است. زیرا با جانشین شدن این عنصر اعوجاج شبکه افزایش یافته (۱۹) و شرایط برای تشکیل ساختار کامپوزیتی $\text{TiC}/\text{Ti}_3\text{AlC}_2$ فراهم شده است. شایان توجه است، اندازه‌گیری دمای محفظه آسیاب در حین فرایند آسیاب‌کاری نشان داد که فاز $\text{TiC}/\text{Ti}_3\text{AlC}_2$ توسط یک واکنش خود پیش‌رونده القا شده توسط فرایندهای مکانیکی^۶ (MSR) تشکیل شده است. زیرا تغییرات انرژی آزاد گیبس فازها تشکیل شده بر



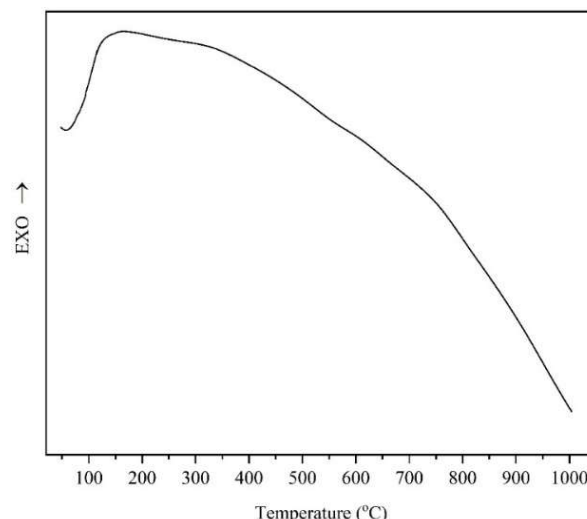
شکل ۳- الگوهای پراش پرتو ایکس مربوط به سیستم‌های ترکیبی: (الف) 2TiC-Al-Ti-0.1Si، (ب) 2TiC-Al-Ti-0.2Si و

(ج) 2TiC-Al-Ti-0.3Si پس از عملیات آنیل به مدت زمان ۵

ساعت در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد.

انحلال عناصر و آزاد شدن تنش‌های ناشی از فرایند آسیاب‌کاری است. البته با انحلال عنصر سیلیسیم در سیستم پایه پارامتر شبکه افزایش یافته و با افزایش پارامتر شبکه، فاصله میان صفحات بلوری نیز بیشتر می‌شود. بنابراین طبق رابطه براگ، افزایش فاصله صفحات بلوری باعث جابه‌جایی زاویه پراش به زاویه کمتری می‌گردد (۲۷).

تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی به‌منظور بررسی مورفولوژی ذرات پودری ترکیب 2TiC-Al-Ti-0.3Si حاصل از فرایند آسیاب‌کاری و عملیات آنیل در شکل (۵) ارائه شده است. همان‌گونه که مشاهده می‌شود، توزیع و ریزساختار ذرات

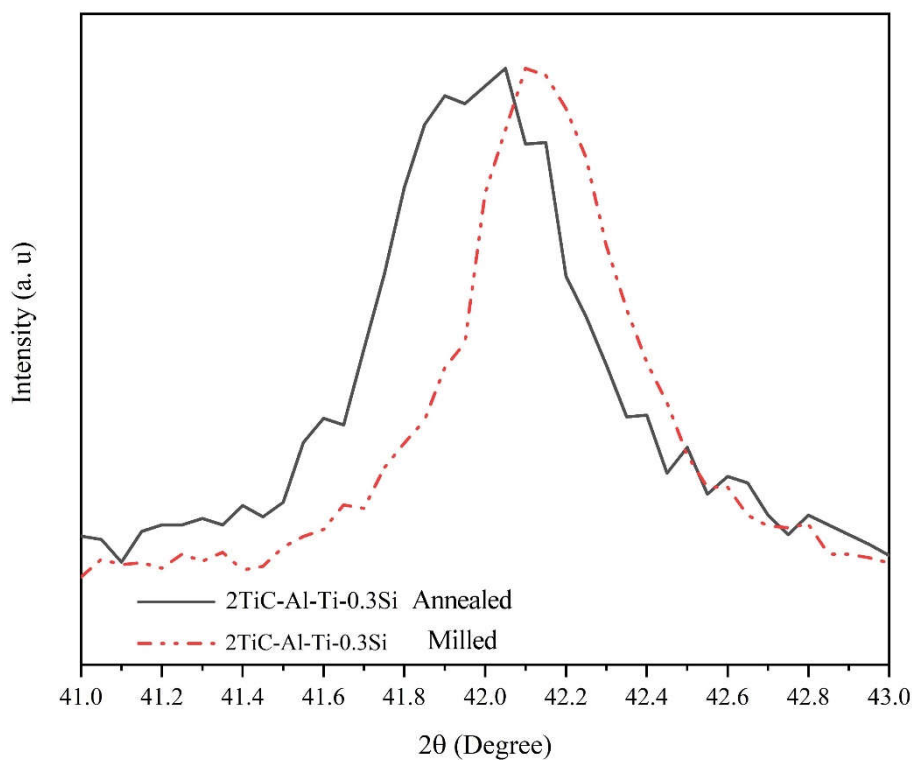


شکل ۲- منحنی گرماسنجی افتراقی سیستم ترکیبی

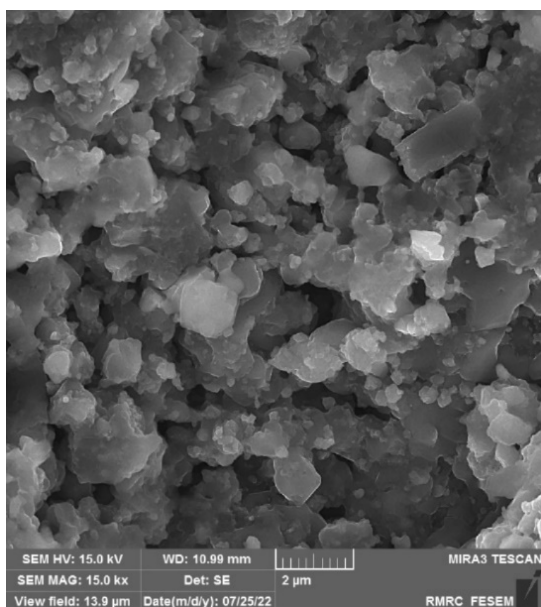
2TiC-Al-Ti-0.1Si پس از انجام آسیاب‌کاری به مدت ۲۵ ساعت.

2TiC-Al-Ti-xSi ($x=0.1, 0.2, 0.3$) را پس از عملیات آنیل را نشان می‌دهد. نتایج نشان می‌دهد، ساختار کامپوزیتی TiC/Ti₃AlC₂ بعد از فرایند آنیل نیز پایدار است. این نتایج با یافته‌های زو (۲۴) و همکاران در تضاد است آن‌ها با افزودن ۰/۲ درصد مولی سیلیسیم به سیستم TiC-Al-Ti و عملیات آنیل در محدوده دمایی ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد به تک فاز Ti₃AlC₂ دست یافتند. لازم به ذکر است، زیاد بودن زمان عملیات آنیل علت تفاوت درصد ترکیب بین‌فلزی سه‌تایی نسبت به تحقیقات پیشین است. علت این موضوع را می‌توان این‌گونه توجیه نمود که عنصر آلومینیم نقطه ذوب پایینی دارد و در دمای بالا تبخیر می‌شود. در این راستا، کاهش مقدار آلومینیم باعث تغییر استوکیومتری ترکیب Ti₃AlC₂ شده و این ترکیب بین‌فلزی سه‌جرئی به مقدار کمتری در سیستم تشکیل می‌شود (۲۵ و ۲۶).

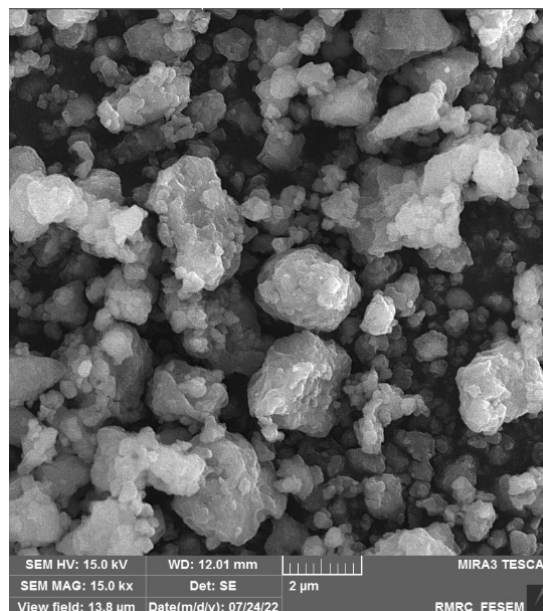
به‌منظور مشاهده هرچه بهتر تأثیر عملیات آنیل بر روی انحلال عناصر، الگوی پراش مربوط به پر شدت‌ترین پیک سیستم ترکیبی 2TiC-Al-Ti-0.3Si آسیاب‌شده و آنیل‌شده در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد در شکل (۴) ارائه شده است. نکته‌ای که از این شکل حاصل می‌شود جابه‌جایی مکان پیک‌ها حین فرایند آنیل می‌باشد. می‌توان گفت جابه‌جایی پیک‌های الگوی پراش پرتو ایکس سیستم‌های ترکیبی آنیل شده به علت



شکل ۴- الگوهای پراش پرتو ایکس مربوط به پر شدت‌ترین پیک ایکس سیستم ترکیبی 2TiC-Al-Ti-0.3Si پس از انجام عملیات آسیاب کاری به مدت ۲۵ ساعت و انجام عملیات آنیل در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۵ ساعت.

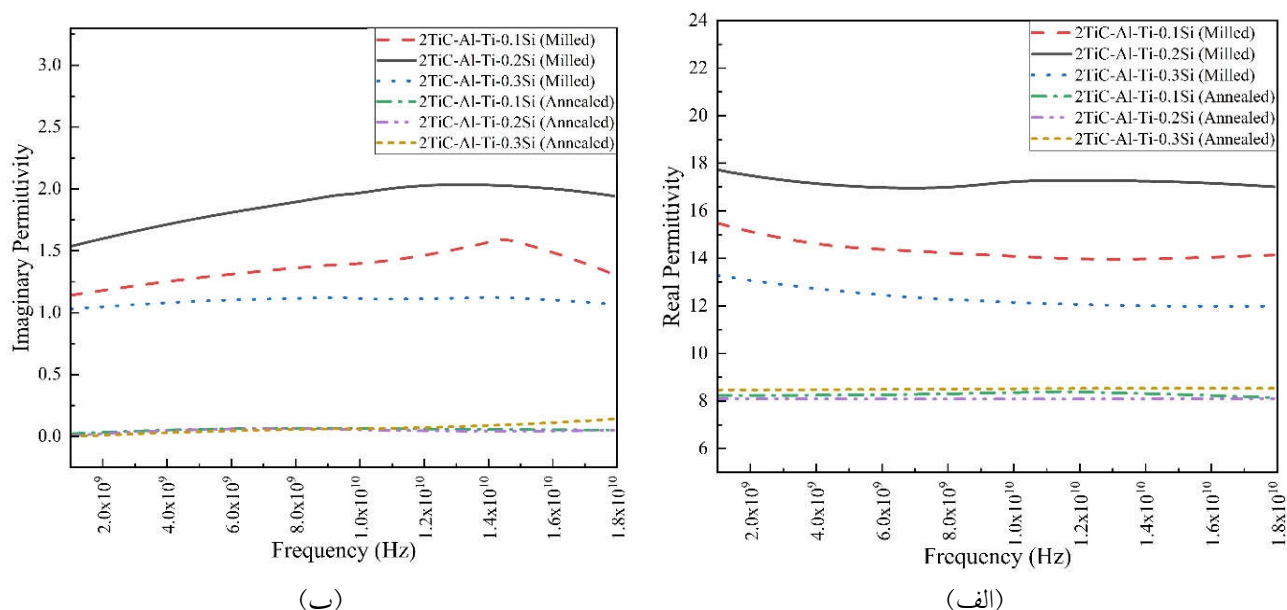


(ب)



(الف)

شکل ۵- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی مربوط به سیستم‌های ترکیبی 2TiC+Al+Ti+0.3Si (الف) پس از آسیاب کاری به مدت ۲۵ ساعت و (ب) پس از آنیل در دمای ۱۴۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۵ ساعت.



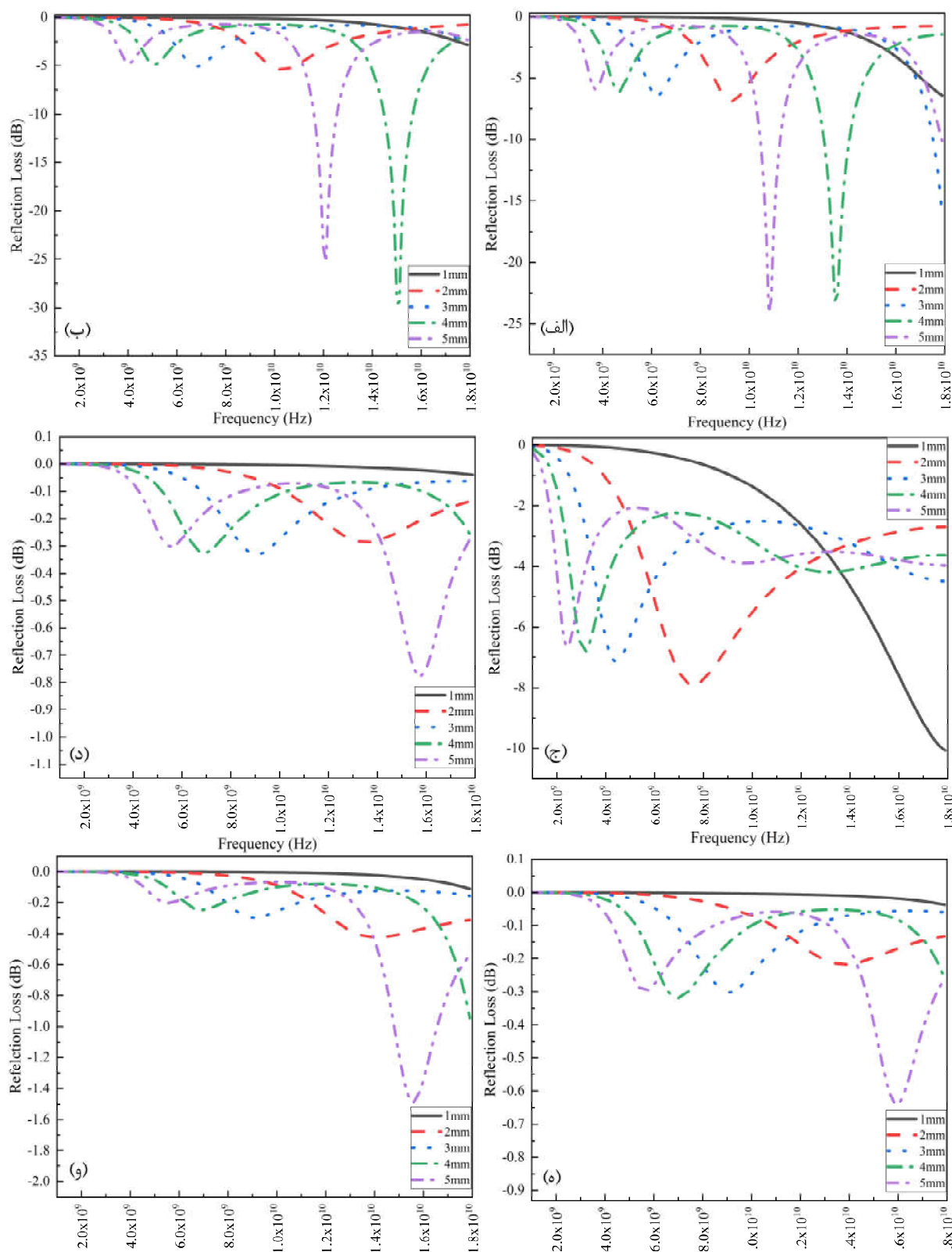
شکل ۶- نمودار گذردهی الکتریکی (الف) حقیقی (ϵ')، (ب) موهومی (ϵ'') مربوط به سیستم‌های ترکیبی 2TiC-Al-Ti-xSi ($x=0.1, 0.2, 0.3$) آسیاب‌شده و آنیل‌شده.

شکل (۷- الف الی و)، منحنی‌های تلفات انعکاس سیستم‌های ترکیبی 2TiC-Al-Ti-xSi ($x=0.1, 0.2, 0.3$) آسیاب‌شده و آنیل‌شده در محدوده فرکانسی ۱ الی ۱۸ گیگاهرتز برای ضخامت‌های ۱ الی ۵ میلی‌متر را نشان می‌دهد. همچنین، اطلاعات استخراج شده از نمودارهای اتلاف بازتاب در جدول (۲) آورده شده است. از آنجایی که عناصر شبه‌فلزی جاذب امواج الکترومغناطیسی هستند، تلفات بازتاب با افزودن یک شبه‌فلزات جاذب خواص بهبود می‌یابد. پس، افزایش درصد سیلیسیم تا ۲ درصد مولی باعث کاهش میزان تلفات الکترومغناطیسی از ۲۴/۰۸- به ۳۰/۱- دسی‌بل شده است. به عبارت دیگر، بهترین رفتار جذب الکترومغناطیسی مربوط به ترکیب 2TiC-Al-Ti-0.2Si است و بیش از ۹۹ درصد امواج برخوردی را جذب می‌کند. از آنجایی که تلفات دی‌الکتریکی سیستم 2TiC-Al-Ti-0.3Si نسبت به بقیه سیستم‌های آسیاب‌شده مقدار کمتری داشت، بدیهی است که ضعیف‌ترین رفتار الکترومغناطیسی را نشان دهد. رفتار جذب امواج الکترومغناطیسی این سیستم برابر با ۷/۹۲- در فرکانس تطبیق ۷/۶ گیگاهرتز است. بنابراین، مقدار بیشینه سیلیسیم برای کاربردهای حفاظتی برابر ۰/۲ درصد مولی

نمونه‌های آسیاب‌شده و آنیل‌شده غیریکنواخت و نامنظم است. همچنین، تشکیل ساختارهای لایه‌ای که مشخصه ترکیبات بین-فلزی سه‌تایی Ti-Al-C هستند در نمونه آسیاب‌شده قابل مشاهده است.

۳-۲- مطالعه خواص الکترومغناطیسی

تغییرات بخش موهومی و حقیقی گذردهی الکتریکی نسبت به فرکانس در محدوده فرکانسی ۱ الی ۱۸ گیگاهرتز برای سیستم‌های ترکیبی 2TiC-Al-Ti-xSi ($x=0.1, 0.2, 0.3$) آسیاب‌شده و آنیل‌شده در شکل (۶- الف و ب) ارائه شده است. عدم وجود مولفه‌های مغناطیسی در این ترکیبات باعث می‌شود که قسمت حقیقی (μ') و قسمت موهومی (μ'') نفوذپذیری به ترتیب تقریباً ۱ و ۰ باشد و بر رفتار الکترومغناطیسی سیستم تأثیر بگذارد (۲۸). نتایج حاصل از گذردهی الکتریکی نشان می‌دهد که سیستم‌های مذکور تقریباً مستقل از فرکانس هستند. البته گذردهی الکتریکی (ϵ' و ϵ'') ترکیب 2TiC-Al-Ti-0.2Si نسبت به بقیه ترکیبات بیشتر است که این امر توانایی تضعیف امواج الکترومغناطیسی این سیستم را نشان می‌دهد.



شکل ۷- نمودار تلفات انعکاس مربوط به سیستم‌های ترکیبی (الف) 2TiC-Al-Ti-0.1Si ، (ب) 2TiC-Al-Ti-0.2Si ، (ج) 2TiC-Al-Ti-0.3Si و سیستم‌های ترکیبی (د) 2TiC-Al-Ti-0.1Si ، (ه) 2TiC-Al-Ti-0.2Si و (و) 2TiC-Al-Ti-0.3Si آنیل شده در دمای 1400°C درجه سانتی‌گراد به مدت ۵ ساعت.

جدول ۲- ویژگی‌های جذب ماکروویو سیستم‌های ترکیبی 2TiC-Al-Ti-xSi ($x=0.1, 0.2, 0.3$) در محدوده فرکانسی ۱ الی ۱۸ گیگاهرتز

سیستم ترکیبی	ضخامت (mm)	مقدار کمینه اتلاف جذب (dB)	فرکانس تطبیق (GHz)
2TiC-Al-Ti-0.1Si (آسیاب شده)	۵	-۲۴/۰۸	۱۰/۸
2TiC-Al-Ti-0.2Si (آسیاب شده)	۴	-۳۰/۱۰	۱۵/۱
2TiC-Al-Ti-0.3Si (آسیاب شده)	۴	-۷/۹	۷/۶
2TiC-Al-Ti-0.1Si (آنیل شده)	۵	-۰/۶۴	۱۶
2TiC-Al-Ti-0.2Si (آنیل شده)	۵	-۱/۱۴۸	۱۵/۶
2TiC-Al-Ti-0.3Si (آنیل شده)	۵	-۰/۷۷۱	۱۵/۷

جدول ۳- مقایسه رفتار الکترومغناطیسی برخی سیستم‌های ترکیبی سرامیکی در محدوده بسامدی K_u و X

ترکیب	ضخامت (mm)	مقدار کمینه اتلاف جذب (dB)	منبع
$\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{AgNWs}$	۲	-۳۱/۲	(۲۹)
$\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{Cordierite}$	۲	-۱۶/۴	(۳۰)
$\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$	۱/۳	-۲۴/۴	(۳۱)
$\text{Ti}_3\text{AlC}_2/\text{xFe}$	۱/۵	-۳۳/۳	(۳۲)

در سیستم ترکیبی پایه است و بیش از این مقدار رفتار الکترومغناطیسی تضعیف می‌شود.

با عنایت به شکل (۷- د الی و) مشاهده می‌شود که رفتار جذب امواج الکترومغناطیسی بعد از عملیات آنیل تضعیف شد. زیرا، ثابت دی الکتریک کاهش یافته است. همچنین، عواملی که باعث پراکندگی امواج می‌شدند (مانند عیوب و فصل مشترک-ها) کمتر شده است. از آنجایی که اتلاف بازتاب سیستم‌های آنیل شده کمتر از ۱۰- دسی بل است، این ترکیبات برای کاربردهای جذب امواج مناسب نیستند.

اطلاعات موجود در جدول (۳) برای مقایسه‌ای میان سیستم‌های سنتز شده و برخی سرامیک‌های پیشرفته ارائه شده است. بدیهی است که پارامترهای الکترومغناطیسی عمیقاً تحت تأثیر ترکیب شیمیایی و ریزساختار قرار دارند. شایان توجه است، دو سیستم آسیاب شده 2TiC-Al-Ti-0.2Si و 2TiC-Al-Ti-0.2Si قابل مقایسه با کامپوزیت $\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{AgNWs}$ هستند. اما رفتار جذب امواج الکترومغناطیسی این دو سیستم مورد پژوهش نسبت به کامپوزیت‌های $\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{Cordierite}$

$\text{Ti}_3\text{SiC}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ بهتر است (۳۰). شایان توجه است، کامپوزیت-های مغناطیسی مانند $\text{Ti}_3\text{AlC}_2/\text{xFe}$ رفتار جذب امواج الکترومغناطیسی بهتری نسبت به سیستم‌های مورد پژوهش دارند. زیرا مؤلفه‌های مغناطیسی (μ' , μ'') در کامپوزیت $\text{Ti}_3\text{AlC}_2/\text{xFe}$ باعث شده رفتار جذب امواج الکترومغناطیسی بهبود یابد (۳۲).

۴- نتیجه‌گیری

تحولات ساختاری و رفتار الکترومغناطیسی سیستم‌های ترکیبی 2TiC-Al-Ti-xSi ($x=0.1, 0.2, 0.3$) حین فرایند آسیاب کاری و عملیات آنیل مورد بررسی قرار گرفت. نتایج نشان داد که ساختار کامپوزیتی $\text{TiC}/\text{Ti}_3\text{AlC}_2$ پس از انجام واکنش خودپیشرونده در حین فرایند آسیاب کاری سیستم ترکیبی مورد بحث تشکیل می‌شود. با مطالعه رفتار الکترومغناطیسی مشخص شد که بهترین رفتار جذب امواج الکترومغناطیسی سیستم‌های ترکیبی مذکور مربوط به سیستم ترکیبی 2TiC-Al-Ti-0.2Si با اتلاف بازتاب ۳۰/۱۰- دسی بل در فرکانس تطبیق ۱۵/۱

تشکر و سپاسگزاری

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

تضاد منافع

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

گیگاهرتز است. ترکیب مذکور بیش از ۹۹ درصد امواج را در محدوده فرکانسی ۱ الی ۱۸ گیگاهرتز جذب می‌کند. در ادامه پس از انجام عملیات آنیل سیستم‌های ترکیبی مذکور در محدوده دمایی حدود ۱۴۰۰ درجه سانتی‌گراد، پایداری ساختار کامپوزیتی $\text{TiC/Ti}_3\text{AlC}_2$ ثابت شد. اما، رفتار جذب امواج الکترومغناطیسی این ترکیبات پس از عملیات آنیل تضعیف شد و به حدود ۱- دسی‌بل رسید. ضعیف‌ترین رفتار الکترومغناطیسی مربوط به سیستم ترکیبی 2TiC-Al-Ti-0.3Si آنیل شده با تلفات بازتاب ۰/۶۴- دسی‌بل در فرکانس تشدید ۱۶ گیگاهرتز بود. بنابراین، ترکیبات آنیل شده برای کاربردهای جذب امواج الکترومغناطیسی مناسب نیستند.

واژه‌نامه

1. MAX phases
2. reflection loss
3. scanning electron microscopy (SEM)
4. differential scanning calorimetry
5. vector network analyzer (VNA)
6. mechanically induced self-propagating reaction

مراجع

1. Wang Z, Cheng Z, Fang C, Hou X, Xie L. Recent advances in MXenes composites for electromagnetic interference shielding and microwave absorption. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2020; 136: 105956-105966. <https://doi.org/10.1016/j.compositesa.2020.105956>
2. Wang C, Murugadoss V, Kong J, He Z, Mai X, Shao Q. Overview of carbon nanostructures and nanocomposites for electromagnetic wave shielding. *Carbon*. 2018; 140: 696-733. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2018.09.006>
3. Zhang Z, Cai Z, Zhang Y, Peng Y, Wang Z, Xia L, et al. The recent progress of MXene-Based microwave absorption materials. *Carbon*. 2021; 174: 484-99. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2020.12.060>
4. Ansori B, Gogotsi Y. 2D metal carbides and nitrides (MXenes): structure, properties and applications: Springer Nature Switzerland AG; 2019. <https://doi.org/10.1002/aelm.201700617>
5. Barsoum MW. MAX phases: properties of machinable ternary carbides and nitrides: John Wiley & Sons; 2013.
6. Li M, Han M, Zhou J, Deng Q, Zhou X, Xue J. Novel scale-like structures of graphite/TiC/Ti₃C₂ hybrids for electromagnetic absorption. *Advanced Electronic Materials*. 2018; 4(5): 1700617-1700624. <https://doi.org/10.1002/aelm.201700617>
7. Liu Y, Ji C, Su X, Xu J, He X. Electromagnetic and microwave absorption properties of Ti₃SiC₂ powders decorated with Ag particles. *Journal of Alloys and Compounds*. 2020; 820: 153154-153164. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.153154>
8. Zhang Z, Wang W, Zhang J, Chen J, Sun X, Sun G. Influence of elements (Zr, Mo, Cr, Fe, and Ni) doping on the electromagnetic wave absorption performance of Ti₃AlC₂-based ceramics. *Ceramics International*; 2023. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2023.06.121>
9. Gao H, Benitez R, Son W, Arroyave R, Radovic M. Structural, physical and mechanical properties of Ti₃(Al_{1-x}Si_x)C₂ solid solution with x= 0-1. *Materials Science and Engineering: A*. 2016; 676: 197-208. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.08.098>
10. Cai L, Huang Z, Hu W, Hao S, Zhai H, Zhou Y. Fabrication, mechanical properties, and tribological behaviors of Ti₂AlC and Ti₂AlSn_{0.2} C solid solutions. *Journal of Advanced Ceramics*. 2017; 6: 90-9. <https://doi.org/10.1007/s40145-017-0221-9>
11. Krotkevich D, Kashkarov E, Syrtanov M, Murashkina T, Lider A, Schmiedeke S, et al. Preceramic paper-derived Ti₃Al(Si)C₂-based composites obtained by spark plasma sintering. *Ceramics International*. 2021; 47(9): 12221-12227. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.01.070>

12. Cai L, Huang Z, Hu W, Lei C, Wo S, Li X, et al. Fabrication and microstructure of a new ternary solid solution of $Ti_3Al_{0.8}Si_{0.2}Sn_{0.2}C_2$ with high solid solution strengthening effect. *Ceramics International*. 2018; 44(8): 9593-600. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.02.183>
13. Mu YC, Liang BY, Guo JF. Effect of Sn and Si on the Synthesis of $Ti_3Al(Sn/Si)C_2$ by Self-Propagating High-Temperature Sintering. *Advanced Materials Research*. 2012; 531: 342-5. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.531.342>
14. Xu H, Huang Z, Zhai H, Li M, Liu X, Zhou Y. Fabrication, mechanical properties, and tribological behaviors of $Ti_3Al_{0.8}Sn_{0.4}C_2$ solid solution by two-time hot-pressing method. *International Journal of Applied Ceramic Technology*. 2015; 12(4): 783-9. <https://doi.org/10.1111/ijac.12265>
15. Cai L, Huang Z, Hu W, Chen Y, Tan Z, Radovic M. Effects of Al substitution with Si and Sn on tribological performance of Ti_3AlC_2 . *Ceramics International*. 2021; 47(5): 6352-61. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.10.214>
16. Zamani Kh, Ghasemi A, Tavoosi M, Gordani Gh. Evaluation of the Electromagnetic Behavior of TiC/Ti_3AlC_2 Ceramic Matrix Composites Synthesized by in Situ Method. *Journal of Advanced Materials in Engineering (Esteghlal)*. 2023; 42(1): 33-44. (In Persian)
17. Ghasemi A. *Magnetic Ferrites and Related Nanocomposites*: Elsevier; 2022.
18. Zhou A, Wang C-a, Huang Y. A possible mechanism on synthesis of Ti_3AlC_2 . *Materials Science and Engineering: A*. 2003; 352(2): 333-339. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(02\)00937-1](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00937-1)
19. Low I-M. MAX phases and ultra-high temperature ceramics for extreme environments: IGI Global; 2013.
20. Ye L, Liu Z, Li S, Quan M, Hu Z. Thermochemistry of combustion reaction in Al-Ti-C system during mechanical alloying. *Journal of Materials research*. 1997; 12(3): 616-8. <https://doi.org/10.1557/JMR.1997.0093>
21. Li S-B, Zhai H-X, Bei G, Zhou Y, Zhang Z. Formation of Ti_3AlC_2 by mechanically induced self-propagating reaction in Ti-Al-C system at room temperature. *Materials science and technology*. 2006; 22(6): 667-72. <https://doi.org/10.1179/174328406X91050>
22. Bandayopadhyay D, Sharma R, Chakraborti N. The Ti-Al-C (titanium-aluminium-carbon) system. *J Phase Equilib*. 2000; 21(2): 195-8.
23. Yao L, Zhu C-C, Jiang J-X, Zhou B-B. Mechanical properties of Ti_3AlC_2 ceramics before and after heat treatment. *Rare Metals*. 2015; 1: 1-6. <https://doi.org/10.1007/s12598-015-0609-z>
24. Zhu J, Mei B, Xu X, Liu J. Synthesis of single-phase polycrystalline Ti_3SiC_2 and Ti_3AlC_2 by hot pressing with the assistance of metallic Al or Si. *Materials Letters*. 2004; 58(5): 588-92. [https://doi.org/10.1016/S0167-577X\(03\)00567-6](https://doi.org/10.1016/S0167-577X(03)00567-6)
25. Lei X, Lin N. Structure and synthesis of MAX phase materials: a brief review. *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*. 2021; 1: 1-36. <https://doi.org/10.1080/10408436.2021.1966384>
26. Li MQ, Zhai HX, Huang ZY, editors. Single Phase Ti_2AlC Powder Synthesized from Ti-Al-0.6-0.9Ti-0.1Sn Mixture. *Key Engineering Materials*. 2012; 512: 28-31. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.512-515.28>
27. Waseda Y, Matsubara E, Shinoda K. X-ray diffraction crystallography: introduction, examples and solved problems: Springer Science & Business Media; 2011.
28. Dai B, Zhao B, Xie X, Su T, Fan B, Zhang R, et al. Novel two-dimensional Ti_3C_2Tx MXenes/nano-carbon sphere hybrids for high-performance microwave absorption. *Journal of Materials Chemistry C*. 2018; 6(21): 5690-5697. <https://doi.org/10.1039/C8TC01404C>
29. Liu Y, Yang J, Xu J, Lu L, Su X. Electromagnetic and microwave absorption properties of $Ti_3SiC_2/AgNWs$ /acrylic acid resin composite coatings with FSS incorporation. *Journal of Alloys and Compounds*. 2022; 899: 163327-163334. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2021.163327>
30. 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 Ti_3SiC_2 powders. *Journal of Alloys and Compounds*. 2015; 619: 854-60. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2014.08.238>
31. Zhao D, Xia S, Wang Y, Wang M. High-performance microwave absorption properties of Ti_3SiC_2/Al_2O_3 coatings prepared by plasma spraying. *Applied Physics A*. 2020; 126: 1-9. <https://doi.org/10.1007/s00339-019-3236-y>
32. Li J, Xu T, Bai H, Shen Z, Huang Y, Xing W, et al. Structural modifications and electromagnetic property regulations of Ti_3AlC_2 MAX for enhancing microwave absorption through the strategy of Fe doping. *Advanced Materials Interfaces*. 2022; 9(6): 2101510-2101518. <https://doi.org/10.1002/admi.202101510>