

The Phase Investigation of $\text{Mo} + 2(1 - x)\text{Si} + 2x\text{Al}$ Compounds

S. A. Tayebifard, K. Ahmadi, R. Yazdani-Rad, M. Doroudiam

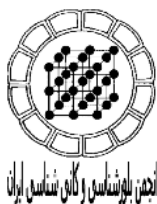
Meshkindashd-Karaj- Materials and Energy Research Center (MERC)- po.Box.1787/316

Email: a-tayebi@merc.ac.ir

(Received: 24/4/2007, in revised form: 23/10/2007)

Abstract: X-ray powder diffraction data for $\text{Mo}_{2.85}\text{Al}_{1.91}\text{Si}_{4.81}$ are presented here. The new $\text{Mo}_{2.85}\text{Al}_{1.91}\text{Si}_{4.81}$ compound was successfully prepared, using the self-propagating high-temperature synthesis (SHS) technique. The starting atomic mixture of reactant powders was $\text{Mo} + 2(1 - x)\text{Si} + 2x\text{Al}$ with $0.2 \leq x \leq 0.5$. The final powder compound obtained by the SHS technique was determined to be in $x = 0.2$; $\text{Mo}(\text{Si}, \text{Al})_2$ and in $0.3 \leq x \leq 0.5$; $\text{Mo}_{2.85}\text{Al}_{1.91}\text{Si}_{4.81}$. respectively X-ray powder diffraction pattern of $\text{Mo}_{2.85}\text{Al}_{1.91}\text{Si}_{4.81}$ was recorded using an X-ray powder diffractometer and $\text{CuK}\alpha$ radiation that have been analyzed by automatic indexing programs. $\text{Mo}_{2.85}\text{Al}_{1.91}\text{Si}_{4.81}$ was found to be hexagonal.

Keywords: $\text{Mo} + 2(1 - x)\text{Si} + 2x\text{Al}$, SHS, $\text{Mo}_{2.85}\text{Al}_{1.91}\text{Si}_{4.81}$.



بررسی فازی ترکیبات $\text{Mo} + 2(1 - x) \text{Si} + 2x\text{Al}$

سید علی طبیبی فرد، کامران احمدی، رحیم یزدانی راد، مسعود درودیان

پژوهشگاه مواد و انرژی، کرج-مشکین دشت

پست الکترونیکی: a-tayebi@merc.ac.ir

(دریافت مقاله ۱۳۸۶/۲/۴، دریافت نسخه نهایی ۱۳۸۶/۸/۱)

چکیده: در این مقاله روی داده‌های پراش پرتو X (XRD) حاصل از آنالیز ترکیبات سیستم $\text{Mo} - \text{Si} - \text{Al}$ سنتز شده به روش SHS بحث شده است. تا به حال فناوری SHS یا سنتز گرمایی برای تهیه انواع سرامیک‌ها، اینترمتالیک‌ها و مواد کامپوزیتی استفاده شده است. در این کار پژوهشی واکنش گرمایی بین Mo و Si به عنوان اجزای اصلی گرما و Al به عنوان افزودنی، مورد بررسی قرار گرفته است. مخلوط استوکیومتری پودرهای مواد اولیه مطابق فرمول $\text{Mo} + 2(1 - x) \text{Si} + 2x\text{Al}$ اگر $0.2 \leq x \leq 0.5$ ، انتخاب شده است. در $x = 0.2$ فاز اصلی $\text{Mo}(\text{Si}, \text{Al})_2$ با ساختار ششگوشی ردیابی شد، ولی با افزایش آلومینیم به مقادیر $0.3 \leq x \leq 0.5$ فاز اصلی به فاز ناشناخته‌ای تغییر کرد. با معرفی این فاز به مرجع شناسایی فازهای جدید (ICDD) این فاز با فرمول $\text{Mo}_{2.85}\text{Al}_{1.91}\text{Si}_{4.81}$ و دارای ساختار ششگوشی به عنوان یک فاز جدید مورد تأیید قرار گرفت.

واژه‌های کلیدی: $\text{Mo}_{2.85}\text{Al}_{1.91}\text{Si}_{4.81}$ ، SHS، $\text{Mo} + 2(1 - x) \text{Si} + 2x\text{Al}$

مقدمه

مولیبدن دی سیلیساید (MoSi_2) یکی از ترکیبات اینترمتالیک با ویژگی‌های خاصی از قبیل؛ رسانندگی گرمایی و الکتریکی قابل مقایسه با فلزات، مقاومت به اکسایش در دماهای بالا، پایداری در محیط‌های خورنده شیمیایی و نیز چگالی نسبتاً پایین در مقایسه با فلزات، در دهه‌های اخیر به عنوان نامزد مناسبی برای کاربردهای دمای بالا در فناوری نوین مطرح شده است [۱، ۲]. ولی علی رغم این قابلیت‌های بی‌نظیر، به دلیل تردی و شکننده بودن در دمای پایین، افت استحکام مکانیکی در دمای بالا، و اکسایش تخریبی در دماهای $400-500^\circ\text{C}$ کاربرد آن به صورت خالص در مواد سازه‌ای با محدودیت زیادی روبرو است. یکی از راهکارهای پیشنهادی برای بهبود خواص MoSi_2 اضافه کردن فلزی مثل Al به ترکیب مواد اولیه است

[۳]. از میان روش‌های گوناگون سنتز ترکیبات MoSi_2 روش SHS با برتری‌هایی چون؛ سادگی فرایند، کاهش مصرف انرژی و زمان، سرعت بالای سنتز، خلوص بالاتر محصول نسبت به مواد اولیه، و ارزانی تجهیزات، برای فرایند سنتز می‌تواند به عنوان گزینه مناسبی باشد [۴]. در این بررسی واکنش گرمایی بین Mo و Si به عنوان اجزای اصلی گرمادهی و Al به عنوان افزودنی مورد مطالعه قرار گرفته است.

روش مطالعه

مخلوط استوکیومتری پودرهای مواد اولیه به صورت فرمول $\text{Mo} + 2(1 - x) \text{Si} + 2x\text{Al}$ و $0.2 \leq x \leq 0.5$ ، انتخاب شد. سپس پودر مخلوط به شکل نمونه‌هایی استوانه‌ای شکل با پرس تک محوری فشرده شده و برای سنتز به راکتور گرما ارسال

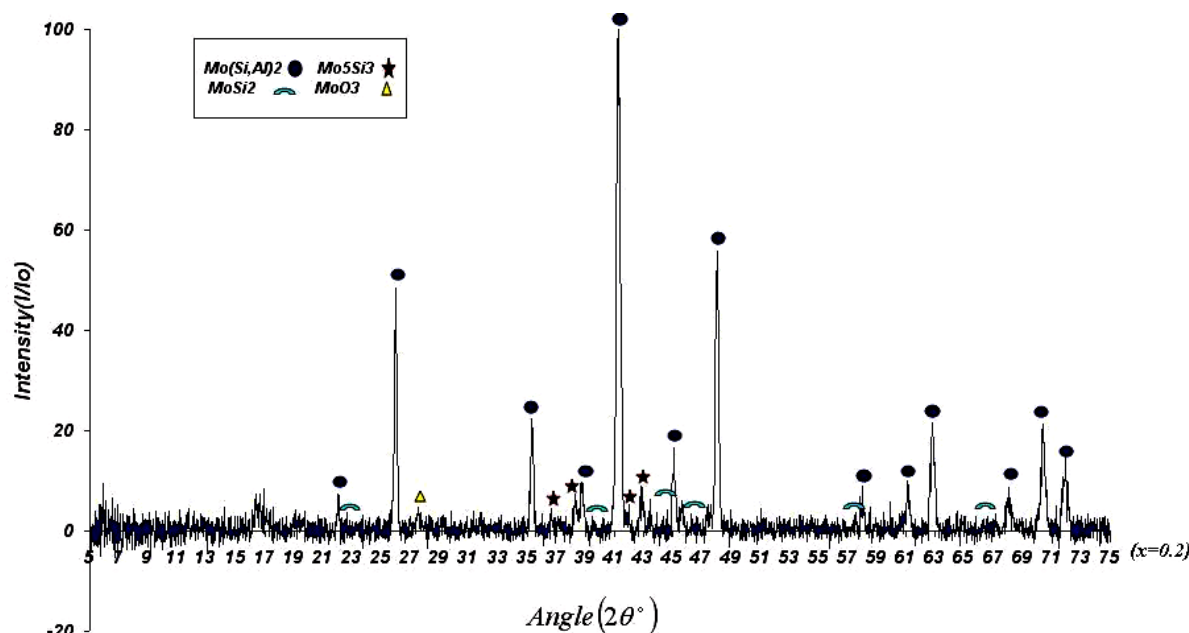
شد. و در نهایت نمونه‌های سنتز شده با استفاده از آنالیز پراش پرتو X مورد بررسی فازی قرار گرفتند.

بحث و بررسی

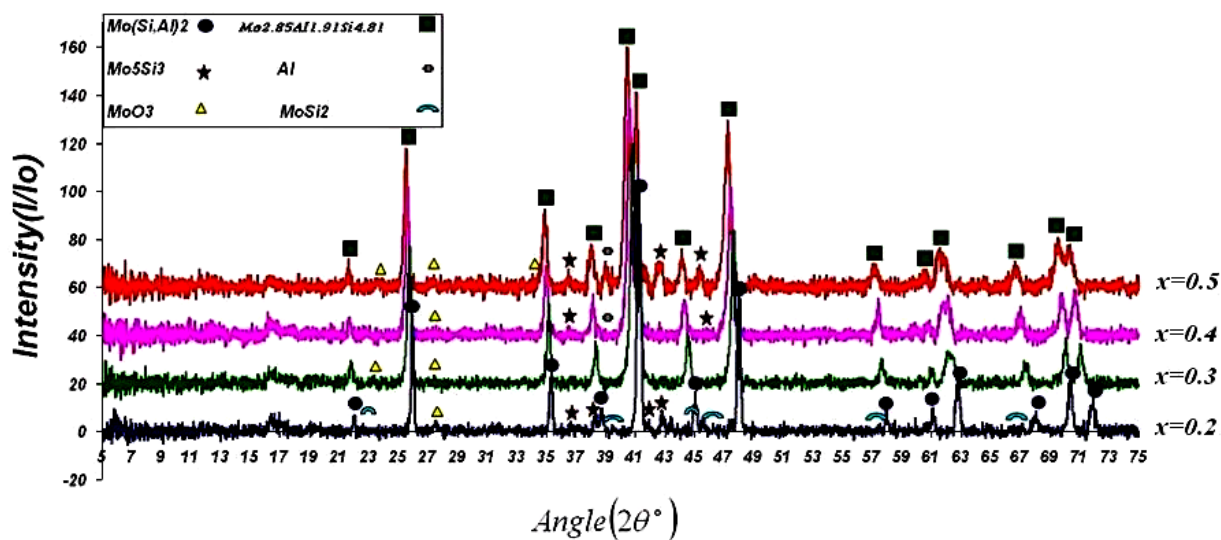
بررسی نمونه‌های سنتز شده با آنالیز پراش پرتو X (XRD) نشان داد که در $x = 0.2$ فاز اصلی $\text{Mo}(\text{Si}, \text{Al})_2$ دارای کارت ICDD-JCPDS Card No.19-0032 و ساختار ششگوشی ردیابی می‌شود. ولی با افزایش آلومینیم به مقادیر $0.3 \leq x \leq 0.5$ فاز اصلی به فاز ناشناخته‌ای تغییر می‌کند. برای شناسایی محل دقیق قله‌ها از نرم افزار اندازه‌گیری و فرآوری، APD-3.6g استفاده شد. شدت خطوط پراش از اندازه‌گیری ارتفاع قله بالای زمینه به دست آمد، و به صورت درصدی از شدیدترین خط بیان شده است. الگوهای پراش پرتو X با استفاده از نرم افزارهای رایانه‌ای شناسایی شدند.

شکل ۱ الگوی پرتو پراش X نمونه با ترکیب $\text{Mo} + 2(1-x)\text{Si} + 2x\text{Al}$ و $x = 0.2$ را نشان می‌دهد. در اینجا فاز اصلی فاز $\text{Mo}(\text{Si}, \text{Al})_2$ و فازهای فرعی MoSi_2 ، Mo_5Si_3 ، MoO_3 ، Mo_3Si_3 ارزیابی شده است. شکل ۲ الگوهای پرتو پراش X نمونه‌های با ترکیب $\text{Mo} + 2(1-x)\text{Si} + 2x\text{Al}$ و $0.3 \leq x \leq 0.5$ را در مقایسه با الگوی نمونه $x = 0.2$ نشان می‌دهد. وجه تمایز چشمگیر الگوی نمونه $x = 0.2$ با بقیه نمونه‌ها، دو قلوبی شدن قله بیشینه ($I/I_0 = 100$) در نمونه‌های با مقدار

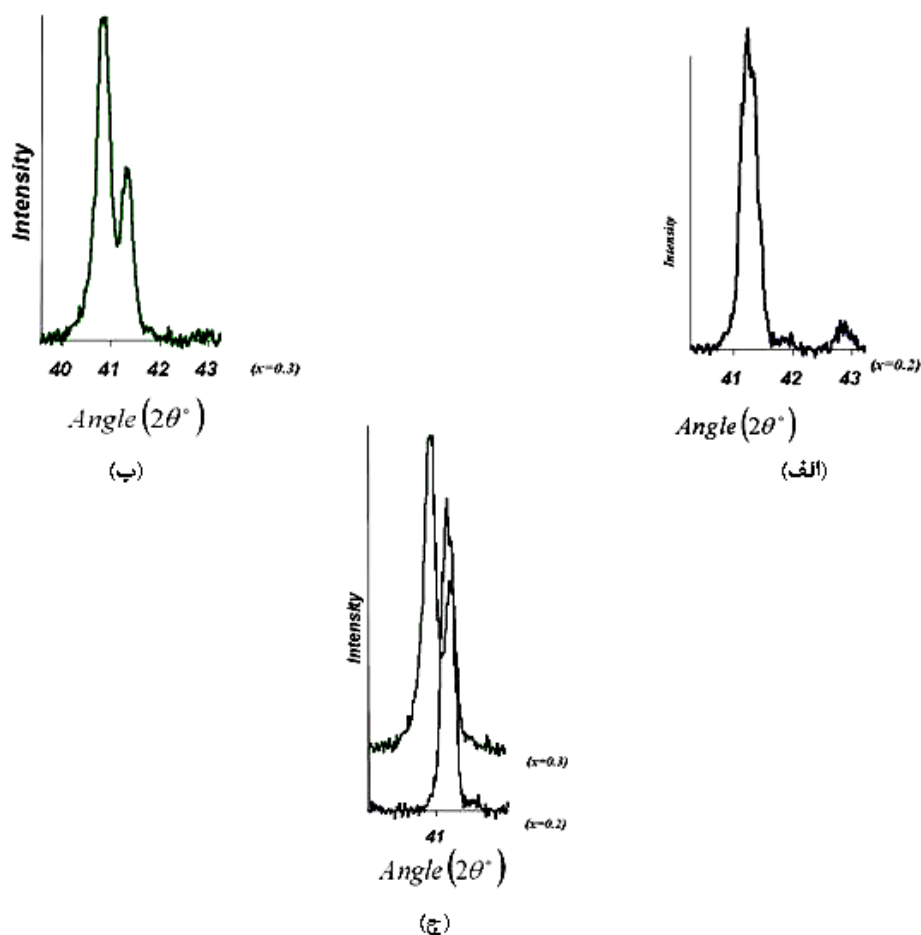
Al $0.3 \leq x \leq 0.5$ است. شکل ۳ قله‌های بیشینه نمونه‌های با ترکیب $x = 0.2$ ، $x = 0.3$ را با بزرگنمایی بیشتر برای تشخیص بهتر نشان می‌دهد. در این نمونه‌ها ($0.3 \leq x \leq 0.5$) فاز اصلی فاز جدید $\text{Mo}_{2.85}\text{Al}_{1.91}\text{Si}_{4.81}$ ارزیابی شده است که در گستره اعلام شده از درصد Al پایدار است. برای تعیین فاز جدید؛ از مشابهت یکرختی داده‌های پراش پرتو X نمونه‌های $0.3 \leq x \leq 0.5$ با فاز $\text{Mo}_{2.85}\text{Ga}_2\text{Si}_{4.15}$ دارای کارت ICDD-JCPDS Card No. 40-0888 و اصلاح فرمول با استفاده از آنالیز ICP-AES استفاده شد. پارامترهای یاخته یک به حداقل مجذورات ۲۹ بازتاب از جدول ۱ و با استفاده از نرم افزار Dicvol 91 بدین صورت به دست آمدند [۵]: $a = 4.6929(2) \text{ \AA}$ ، $c = 6.5515(4) \text{ \AA}$ پارامترهای شبکه $x = 0.2$ یا فاز $\text{Mo}(\text{Si}, \text{Al})_2$ ICDD - JCPDS Card No. 19 - 0032 عبارتند از: $a = 4.645 \text{ \AA}$ و $c = 6.547 \text{ \AA}$ به طور کلی در اینجا اختلاف بین مشاهدات و محاسبات زوایای 2θ کمتر از 0.032 درجه است. شکل ۳ قله ۱۰۰ نمونه‌های با ترکیب $x = 0.2$ ، $x = 0.3$ را با بزرگنمایی بیشتر و جدول ۲ داده‌های پراش پرتو X برای تشخیص این دو قله را نشان می‌دهد.



شکل ۱ الگوی پراش پرتو X از نمونه با ترکیب $\text{Mo} + 2(1-x)\text{Si} + 2x\text{Al}$ ، $x = 0.2$ (فاز اصلی $\text{Mo}(\text{Si}, \text{Al})_2$).



شکل ۲ الگوی پراش پرتو X؛ از نمونه‌های با ترکیب $\text{Mo} + 2(1-x)\text{Si} + 2x\text{Al}$ در $x = 0.5$ تا $x = 0.2$ در یک نمودار به همراه با معرفی فازهای اصلی و فرعی سنتز شده



شکل ۳ الگوی پراش پرتو X (در گستره قله ۱۰۰) از نمونه‌های با ترکیب $\text{Mo} + 2(1-x)\text{Si} + 2x\text{Al}$ ؛ الف- $x = 0.2$ ، $x = 0.3$ و ج- $x = 0.2$ و $x = 0.3$ در یک نمودار.

جدول ۱ داده‌های پراش پرتو X (مشاهده و محاسبه شده) فاز جدید $\text{Mo}_{2.85}\text{Al}_{1.91}\text{Si}_{4.81}$.

h	k	l	dobs	dcal	dif.d	2 θ obs	2 θ cal	θ 2.dif	100*I/I ₀
۱	۰	۰	۴,۰۶۵۳۱	۴,۰۶۳۷۳	۰,۰۰۱۵۸	۲۱,۸۴۵	۲۱,۸۵۴	-۰,۰۰۹	۸,۱
۱	۰	۱	۳,۴۵۳۰۲	۳,۴۵۳۳۰	-۰,۰۰۰۲۸	۲۵,۷۸۰	۲۵,۷۷۸	۰,۰۰۲	۶۷,۸
۱	۰	۲	۲,۵۴۹۹۹	۲,۵۵۰۲۶	-۰,۰۰۰۲۷	۳۵,۱۶۵	۳۵,۱۱۱	۰,۰۰۴	۲۹,۱
۱	۱	۰	۲,۳۴۶۹۹	۲,۳۴۶۳۱	۰,۰۰۰۶۸	۳۸,۳۲۰	۳۸,۳۳۲	-۰,۰۱۲	۱۲,۸
۱	۱	۱	۲,۲۰۹۳۵	۲,۲۰۸۹۲	۰,۰۰۰۴۳	۴۰,۸۱۰	۴۰,۸۱۸	-۰,۰۰۸	۱۰۰
۰	۰	۳	۲,۱۸۳۵۱	۲,۱۸۳۷۰	-۰,۰۰۰۱۹	۴۱,۳۱۵	۴۱,۳۱۱	۰,۰۰۴	۳۳,۴
۲	۰	۰	۲,۰۳۱۵۲	۲,۰۳۱۹۸	-۰,۰۰۰۴۶	۴۴,۵۶۵	۴۴,۵۵۴	۰,۰۱۱	۱۲,۱
۱	۱	۲	۱,۹۰۷۵۱	۱,۹۰۷۴۷	۰,۰۰۰۰۴	۴۷,۶۳۵	۴۷,۶۳۶	-۰,۰۰۶	۶۵,۷
۱	۱	۳	۱,۵۹۸۶۹	۱,۵۹۸۵۴	۰,۰۰۰۱۵	۵۷,۶۱۰	۵۷,۶۱۶	-۰,۰۰۶	۶,۹
۲	۱	۰	۱,۵۳۵۴۹	۱,۵۳۶۰۶	-۰,۰۰۰۵۷	۶۰,۲۲۰	۶۰,۱۹۶	۰,۰۲۴	۱,۸
۱	۰	۴	۱,۵۱۹۱۸	۱,۵۱۹۰۹	۰,۰۰۰۰۹	۶۰,۹۳۵	۶۰,۹۳۹	-۰,۰۰۴	۶,۰
۲	۱	۱	۱,۴۹۵۶۲	۱,۴۹۵۵۰	۰,۰۰۰۱۱	۶۲,۰۰۰	۶۲,۰۰۵	-۰,۰۰۵	۱۰,۰
۲	۰	۳	۱,۴۸۷۶۳	۱,۴۸۷۶۰	۰,۰۰۰۰۲	۶۲,۳۷۰	۶۲,۳۷۱	-۰,۰۰۱	۱۶,۳
۲	۱	۲	۱,۳۹۰۶۸	۱,۳۹۰۷۵	-۰,۰۰۰۰۶	۶۷,۲۷۰	۶۷,۲۷۶	-۰,۰۰۳	۵,۸
۳	۰	۰	۱,۳۵۴۲۲	۱,۳۵۴۶۹	-۰,۰۰۰۴۶	۶۹,۳۳۵	۶۹,۳۰۸	۰,۰۲۷	۱,۸
۱	۱	۴	۱,۳۴۲۹۸	۱,۳۴۳۰۰	-۰,۰۰۰۰۳	۷۰,۰۰۰	۶۹,۹۹۸	۰,۰۰۲	۱۹,۲
۳	۰	۱	۱,۳۲۶۶۶	۱,۳۲۶۶۲	۰,۰۰۰۰۳	۷۰,۹۹۰	۷۰,۹۹۲	-۰,۰۰۲	۱۳,۷
۳	۰	۲	۱,۲۵۲۰۱	۱,۲۵۱۸۶	۰,۰۰۰۱۵	۷۵,۹۴۰	۷۵,۹۵۱	-۰,۰۱۱	۱۳,۳

جدول ۲ مقایسه داده‌های پراش پرتو X فاز $\text{Mo}(\text{Si}, \text{Al})_2$ و فاز جدید $\text{Mo}_{2.85}\text{Al}_{1.91}\text{Si}_{4.81}$.

	۲ θ	d	100*I/I ₀	h	k	l
$\text{Mo}(\text{Si}, \text{Al})_2$ (19-0032)	۴۱,۱۸	۲,۱۹	۱۰۰	۱	۱	۱
$\text{Mo}_{2.85}\text{Al}_{1.91}\text{Si}_{4.81}$	۴۰,۱۸	۲,۱۹	۱۰۰	۱	۱	۱
	۴۱,۳۱۵	۲,۱۸	۳۳,۴	۰	۰	۳

برداشت

در این کار پژوهشی، نمونه‌هایی در سیستم $\text{Si} - \text{Al} - \text{Mo}$ به روش SHS سنتز شدند. بسته به افزایش جانشینی Al در Si در ترکیب $\text{Mo} + 2(1 - x)\text{Si} + 2x\text{Al}$ فاز اصلی از $\text{Mo}(\text{Si}, \text{Al})_2$ در $x = 0.2$ به فاز جدید $\text{Mo}_{2.85}\text{Al}_{1.91}\text{Si}_{4.81}$ در $0.3 \leq x \leq 0.5$ تغییر داده است که با آنالیز XRD

شناسایی و از طرف مرجع ICDD مورد تأیید قرار گرفته است [۶].

مراجع

[1] Yazdani-Rad R., Tayebifard S.A., Doroudian M., "Influence of Compaction Pressure and Atmosphere on SHS of Molybdenum Disilicide", International J. of Engineering Science, 14, 2 (2003) 51-63.

powders", J. Solid State Chemistry, 177 (2004) 251–256.

[5] Boutif A., Louer D., "Indexing of powder diffraction patterns for low symmetry lattices by the successive dichotomy method", J. Appl. Crystallogr., 24 (1991) 987-993.

[6] Tayebifard S.A., Ahmadi K., Yazdani-Rad R., Doroudian M., "New X-ray powder diffraction data for $Mo_{2.85}Al_{1.91}Si_{4.81}$ ", Powder Diffraction, 21, 3 (2006) 238-240.

[2] Yazdani-Rad R., Tayebifard S.A., Doroudian M., "Effect of preheating on SHS of $MoSi_2$ ", International J. of Engineering Science, 13, 2 (2002) 73-78.

[3] Ramberg C. E., Worrell W. L., "Oxidation Kinetics and Composite Scale Formation in the System $Mo (Si,Al)_2$ ", J. Am. Ceram. Soc., 85, 2 (2002) 444-452.

[4] Lee J.H., Nersisyan H.H., Won C.W., "The combustion synthesis of iron group metal fine