

**T.C.
KASTAMONU ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**MAX FAZLI MALZEMELERİN TOZ METALÜRJİSİ YÖNTEMİ
İLE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

İbtesam Said Shneeb SAİD

**Danışman
Jüri Üyesi
Jüri Üyesi**

**Doç. Dr. Serkan ISLAK
Dr. Öğr. Üyesi Erkan KOÇ
Dr. Öğr. Üyesi Mehmet AKKAŞ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ ANA BİLİM DALI**

KASTAMONU –2020

TEZ ONAYI

İbtesam Said Shneeb SAİD tarafından hazırlanan "**MAX Fazlı Malzemelerin Toz Metalürjisi Yöntemi ile Üretimi ve Karakterizasyonu**" adlı tez çalışması aşağıdaki jüri üyeleri önünde savunulmuş ve **oy birliği** ile Kastamonu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Ana Bilim Dalı**'nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman

Doç. Dr. Serkan ISLAK
Kastamonu Üniversitesi



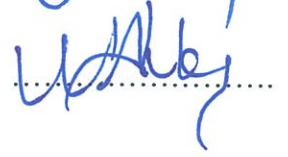
Jüri Üyesi

Dr. Öğr. Üyesi Erkan KOÇ
Karabük Üniversitesi



Jüri Üyesi

Dr. Öğr. Üyesi Mehmet AKKAŞ
Kastamonu Üniversitesi



14/01/2020

Enstitü Müdürü

Doç. Dr. Nur BELKAYALI



TAAHHÜTNAME

Bu belgedeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını beyan ve taahhüt ederim.

Ibtesam Said Shneeb SAİD



ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

MAX FAZLI MALZEMELERİN TOZ METALÜRJİSİ YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

İbtesam Said Shneeb SAİD
Kastamonu Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Ana Bilim Dalı

Danışman: Doç. Dr. Serkan ISLAK

Bu tez çalışmasında, toz metalurjisi yöntemi ile üretilen Ti_3SiC_2 -karbon nanofiber (KNF) malzemelerin mikroyapı ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Bu MAX fazlı kompozit malzemeyi üretmek için başlangıç malzeme olarak, Ti, SiC, C ve KNF tozları kullanılmıştır. Formüle edilmiş tozlar 2 saat bir bilyalı değirmende öğütüldükten sonra, numuneler 500 MPa basınçta preslenmiştir. Daha sonra sinterleme sıcaklığının etkisini belirlemek için 1150 °C, 1300 °C ve 1450 °C gibi farklı sıcaklıklarda sinterleme işlemi yapılmıştır. Oksitlenmeyi önlemek için sinterleme işlemi argon koruyucu gaz atmosferinde yapılmıştır.

Mikro yapı ve kimyasal içerikte oluşan fazları belirlemek için taramalı elektron mikroskobu (SEM-EDS) ve X-ışını difraksiyon (XRD) analizleri kullanılmıştır. Numunelerin sertliği Vickers sertlik test cihazı yardımı ile yapılmıştır. Numunelerin yoğunluğu Arşimet prensibi ile ölçülmüştür. Kırılma tokluğunu belirlemek için üç noktalı eğilme testleri yapılmıştır.

Sinterleme sıcaklığı arttıkça, enine kopma mukavemeti, numunelerin sertliği ve yoğunluğu artmıştır. Kırılma yüzey incelemesi sonuçları, tüm örneklerde, tipik MAX fazına benzer bir katmanlı yapının oluştuğunu göstermiştir. Bu katmanlı yapı artan sinterleme sıcaklığıyla daha belirgin hale gelmiştir.

Anahtar kelimeler: MAX fazı, toz metalurjisi, mikroyapı, mekanik alaşımlama

2020, 48 sayfa

Bilim Kodu: 91

ABSTRACT

MSc. Thesis

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF MAX-PHASE MATERIALS BY POWDER METALLURGY METHOD

Ibtesam Said Shneeb SAİD
Kastamonu University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Materials Science and Engineering

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Serkan ISLAK

Abstract: In this thesis, microstructure and mechanical properties of Ti_3SiC_2 -carbon nanofiber (CNF) materials produced by powder metallurgy were investigated. Ti, SiC, C and CNF powders were used as starting materials to produce this MAX phase composite material. After the formulated powders were milled in a ball mill for 2 hours, the samples were pressed at a pressure of 500 MPa. Then, sintering process was performed at different temperatures such as 1150 °C, 1300 °C and 1450 °C to determine the effect of sintering temperature. To prevent oxidation, sintering was carried out in an argon shielding gas atmosphere.

Scanning electron microscopy (SEM-EDS) and X-ray diffraction (XRD) analyzes were used to determine the microstructure and chemical phases. The hardness of the samples was made with the help of Vickers hardness tester. The density of the samples was measured by the Archimedes principle. Three-point bending tests were performed to determine fracture toughness.

As the sintering temperature increased, transverse shear strength, hardness and density of samples increased. The fracture surface examination results showed that in all samples a layered structure similar to the typical MAX phase was formed. This layered structure became more pronounced with increasing sintering temperature.

Key Words: MAX phase, powder metallurgy, microstructure, mechanical alloying

2020, 48 pages

Science Code: 91

TEŞEKKÜR

Tezim süresince beni yönlendiren, değerli bilgilerini benimle paylaşan ve bana her türlü desteği ve imkanı sağlayan danışmanım Doç. Dr. Serkan ISLAK'a en içten teşekkürlerimi ve saygılarımı sunarım.

Başta eşim Ayad ve sevgili çocuklarım Abdul-Aziz, Issa, Ibtehal ve Abd- Almohaimen olmak üzere aileme, akademik çalışmalarım süresince bana verdikleri manevi ve ruhani destekten ötürü ve bugün olduğum kişi olmamdaki sonsuz katkıları sebebiyle sevgilerimi sunuyorum. Sizlere sahip olduğum için mutluyum.

Ibtesam Said Shneeb SAİD
Kastamonu, Ocak, 2020



İÇİNDEKİLER

	Sayfa
TEZ ONAYI.....	ii
TAAHHÜTNAME.....	iii
ÖZET.....	iv
ABSTRACT.....	v
TEŞEKKÜR.....	vi
İÇİNDEKİLER	vii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	x
FOTOĞRAFLAR DİZİNİ	xi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xii
GRAFİKLER DİZİNİ	xiii
TABLolar DİZİNİ	xiv
1. GİRİŞ	1
2. MAX FAZLARI	3
3. TİTANYUM ESASLI MAX FAZLARI.....	5
3.1. Ti ₃ SiC ₂ 'nin Kristal Yapısı ve Özellikleri	7
3.2. Ti ₃ SiC ₂ Uygulamaları.....	8
3.3. Ti ₃ SiC ₂ Sentezi	10
4. KOMPOZİT MALZEMELER.....	12
5. TOZ METALURJİSİ	16
5.1. Toz Üretimi	16
5.1.1. Mekanik Yöntemlerle Üretim	17
5.1.2. Atomizasyon Teknikleri	17
5.2. Tozu Karıştırma ve Harmanlama	17
5.3. Sıkıştırma.....	18
5.4. Sinterleme.....	18
5.5. Sıcak İzostatik Presleme.....	18
6. LİTERATÜR TARAMASI.....	20
7. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	25
7.1. Kullanılan Malzemeler	25
7.2. Üretim.....	26
7.3. Mikroyapı İncelemesi.....	27
7.4. Sertlik Testi	29
7.5. Yoğunluk Ölçümü	30
7.6. Üç Noktalı Eğme Testi	30
8. BULGULAR VE TARTIŞMA	32
8.1. Mikroyapı Sonuçları.....	32
8.2. Yoğunluk Sonuçları.....	36
8.3. Sertlik Sonuçları	37
8.4. Üç Noktalı Eğme Testi Sonuçları.....	38
9. GENEL SONUÇLAR	41
10. ÖNERİLER.....	43
KAYNAKLAR	44
ÖZGEÇMİŞ	48

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Kısaltmalar

CMCs	Seramik Matrisli Kompozitler
CNF	Karbon Nanofiber
EDS	Enerji Dağılımlı Spektrometre
HIP	Sıcak İzostatik Presleme
MMCs	Metal Matrisli Kompozitler
PMCs	Polimer Matrisli Kompozitler
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
VH	Vickers Sertliği
XRD	X-ışını Difraksiyonu



FOTOĞRAFLAR DİZİNİ

	Sayfa
Fotoğraf 7.1. Bilyeli Öğütücü	26
Fotoğraf 7.2. Soğuk preslemede kullanılan pres	27
Fotoğraf 7.3. Sinterleme fırını	27
Fotoğraf 7.4. Metalografik numune hazırlama cihazları	28
Fotoğraf 7.5. Taramalı elektron mikroskobu	28
Fotoğraf 7.6. XRD cihazı	29
Fotoğraf 7.7. Mikrosertlik cihazı.....	29
Fotoğraf 7.8. Yoğunluk ölçümünde kullanılan yoğunluk kitli hassas terazi	30
Fotoğraf 7.9. Üç noktalı eğme testi düzeneği	31



ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa
Şekil 2.1. MAX fazlarının periyodik tablodaki oluşumu.....	3
Şekil 2.2. MAX fazı uygulamaları: (a) ve (b) ısıtma elemanları, (c) brülör nozulu, (d) yüksek sıcaklık yatakları, (e) elmas/ Ti ₃ SiC ₂ kompozit matkap ucu ve (f) slip-cast ince cidarlı döküm ürünleri.....	4
Şekil 3.1. Ti ₃ SiC ₂ ve Ti ₃ AlC ₂ 'nin kristal yapıları: (a) konvansiyonel hücre ve (b) kusur yapılandırılmalarını modellemek için kullanılan süper hücre	6
Şekil 7.1. Tozların SEM fotoğrafları: (a) Ti, (b) SiC, (c) grafit ve (d) KNF	25
Şekil 8.1. (a, b) Bilyalı öğütülmüş tozun farklı büyütme oranlarında SEM görüntüleri ve (c) XRD deseni.....	32
Şekil 8.2. Sinterlenmiş numunelerin XRD deseni	33
Şekil 8.3. (a) 1150 °C'de sinterlenmiş numunenin SEM fotoğrafı ve (b) A bölgesinin detaylı görünüm.....	35
Şekil 8.4. (a) 1300 °C'de sinterlenmiş numunenin SEM fotoğrafı ve (b) Detaylı görünüm ve EDS analizi	35
Şekil 8.5. (a) 1450 °C'de sinterlenmiş numunenin SEM fotoğrafı ve (b) Detaylı görünüm ve EDS analizi	35
Şekil 8.6. 1373 K sıcaklıktaki Ti-Si-C üçlü faz diyagramı	36
Şekil 8.7. 1150 °C'de sinterlenmiş numunenin kırık yüzeyinin SEM fotoğrafları	40
Şekil 8.8. 1300 °C'de sinterlenmiş numunenin kırık yüzeyinin SEM fotoğrafları	40
Şekil 8.9. 1450 °C'de sinterlenmiş numunenin kırık yüzeyinin SEM fotoğrafları	40

GRAFİKLER DİZİNİ

	Sayfa
Grafik 8.1. Sinterleme sıcaklığının eğme dayanımına etkisi	37
Grafik 8.2. Ti_3SiC_2 -KNF malzemelerin sinterleme sıcaklığına bağlı sertlik grafiği	38



TABLÖLAR DİZİNİ

	Sayfa
Tablo 5.1. Numunelerin deneysel ve bağıl yoğunlukları	37



1. GİRİŞ

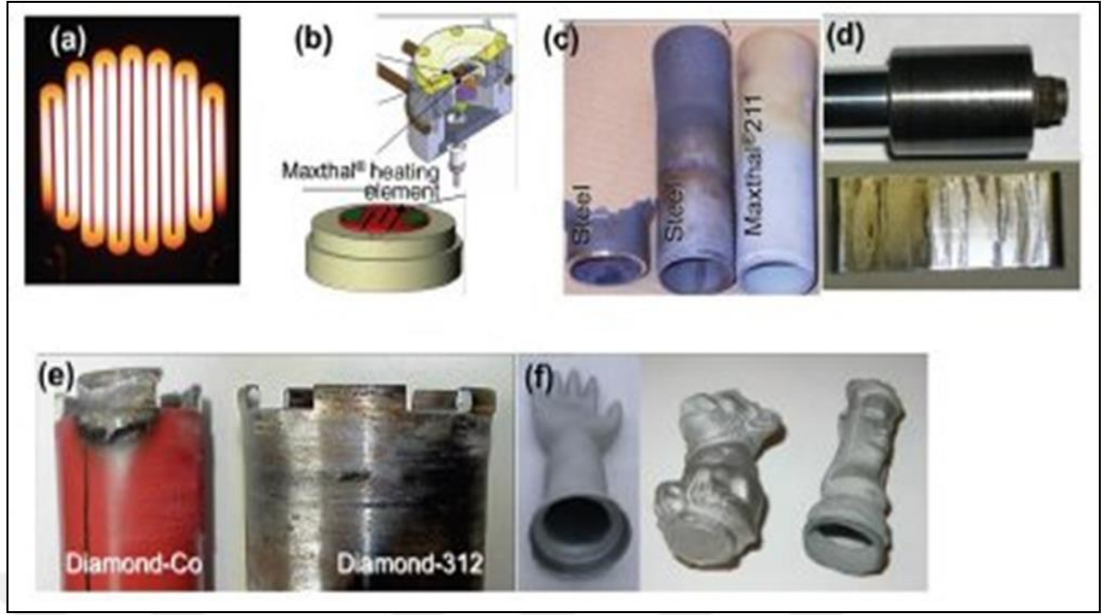
Dünyadaki enerji talebinin yakın gelecekte artmaya devam etmesi beklenirken, geleneksel kaynakların azlığı belirleyici rol oynamaktadır. Doğal gaz ve petrol gibi geleneksel enerji kaynaklarının ömrünü artırmaya yönelik bir yaklaşım, enerji üretimi sırasındaki koşulları sürecin daha verimli olabileceği şekilde değiştirmektir. Bir örnek, CO₂ emisyonlarını azaltırken enerji verimliliğini artıran bir içten yanmalı motorun yanma odasındaki sıcaklığı artırmaktır. Bunu güvenli ve sürdürülebilir bir şekilde başarmak için, yanma odasındaki tüm yapısal bileşenlerin, çalışma sırasında uzun süre boyunca arızasız olarak daha yüksek sıcaklıklara dayanabilmesi gerekir. Diğer bir senaryo, sürdürülebilir kaynaklardan kaynaklanan enerji üretiminin çoğu zaman, bakımın pahalı ve zor olduğu uzak bölgelerde gerçekleşmesi gerektiğinden, kendi zorluklarını ortaya çıkaran sürdürülebilir enerji kaynaklarının kullanılmasıdır. Bu nedenle, ekipman için kullanılan tüm malzemelerin daha verimli çalışmayı sağlamak için yeterince uzun bir ömrü olması gerekir. Bu nedenle yeni malzeme arayışları veya mevcudu geliştirme çabaları dün olduğu gibi bugün de ve gelecekte de devam edecektir.

Metal malzemeler uygun ısıl iletkenlik ve elektrik iletkenliği, plastik deformasyonu, kolaylıkla işlenebilme özelliği, uygun ısıl şok direnci ve kısmen yumuşaklık ile karakterizedir. Ancak erime noktasının düşük olması ve mukavemetteki düşüş sebebiyle metal malzemelerin yüksek sıcaklıkta yük taşıma uygulamalarında kullanımı sınırlıdır. Diğer taraftan, seramik malzemeler yüksek elastikiyet modülü, uygun oksitlenme ve korozyon direnci ve yüksek sıcaklıklarda eşsiz mekanik özellikler ile karakterizedir. Yakın zamanda gelişmiş malzemeler üzerinde yapılan yoğun çalışmalar neticesinde hem metal malzemelerin hem de seramik malzemelerin özelliklerine sahip, MAX fazı isimli yeni malzemeler bulunmuştur (Barsoum, 2000).

Mukavemet, süneklik, tokluk ve işlenebilirlik özelliklerinin uygun bir kombinasyonuna sahip malzemeler, katmanlı üçlü karbür ve nitrür olan MAX fazlı malzemeler keşfedilene kadar mevcut değildi. Elastik olarak esnemez seramikler hafiflik, yorulma ve oksitlenme direnci ve hatta yüksek sıcaklıklarda çok daha

dayanıklı olma gibi farklı nitelikler sunmaktadır. Bütün bu nitelikler, örneğin jet motorları için ideal yüksek performanslı yapı malzemelerinde bulunmalıdır ve bilim adamlarının arařtırmakta olduđu yeni malzeme sınıfı, testleri karřılamakta olup, geçiř metalleri, karbonu ya da azotu ve silisyumu veya ilgili malzemeyi birleřtiren katmanlı malzemeler üretmektedir.

MAX fazlı malzemeler, olađandışı iřlenebilirlik özelliđinin yanı sıra yeni fiziksel özellikler sunan, yeni bir malzeme sınıfı "nano laminat" oluřturmaktadır. Seramikler kuvvetli, yüksek sıcađa dayanıklı ve elastik olarak esnemez malzemelerdir. Ancak seramiđin bu eřsiz özelliklerine dođal gevreklik, yetersiz iřlenebilirlik ve yetersiz ısıl řok direnci eřlik etmektedir. Bazen "sünek seramikler" olarak adlandırılan MAX fazlı malzemeler, metal malzeme özellikleri ile seramik özelliklerinin (mükemmel elektrik iletkenliđi ve ısıl iletkenlik, iřlenebilirlik, ısıl řok direnci, hasar toleransı, esnek esnemezlik, mukavemet ve bazen yorulma, sürünme ve yüksek sıcaklıkta oksitlenme direnci gibi) bir kombinasyonunu sunmaktadır.



Şekil 2.2. MAX fazı uygulamaları: (a) ve (b) ısıtma elemanları, (c) brülör nozulu, (d) yüksek sıcaklık yatakları, (e) elmas/ Ti_3SiC_2 kompozit matkap ucu ve (f) slip-cast ince cidarlı döküm ürünleri (Sun, 2011)

3. TİTANYUM ESASLI MAX FAZLARI

Titanyum esaslı MAX fazlarının, titanyumdan daha üstün özelliklere sahip olduğu rapor edilmiştir. Bu heterodesmik fazlar, hegzagonal kristal yapıda olup, katmanlı yapıdadır ve en az iki kimyasal bağ içerirler. Ayrıca güçlü kovalent bağları ve trigonal prizmaların merkezinde yer alan A atomu katmanları bulunan M_6X oktahedron sıkı istifli katmanlar içermektedir. Oktahedron M_6X , bahsi geçen ikili karbürleri oluşturan katmanlarla benzer şekilde, ortak kenarlarla birbirine bağlanır. Farklı tipteki 211, 312 ya da 413 (ve hatta 514, 615 ve 716 gibi daha yüksek sıralı) MAX fazları bilinmektedir. Bu semboller, MAX fazlı malzemelerin stokiometrisini temsil etmektedir; örneğin; Ti_2AlC , 211 tip fazı; Ti_3AlC_2 312 tip fazı ve Ti_4AlN_3 413 tip fazı göstermektedir.

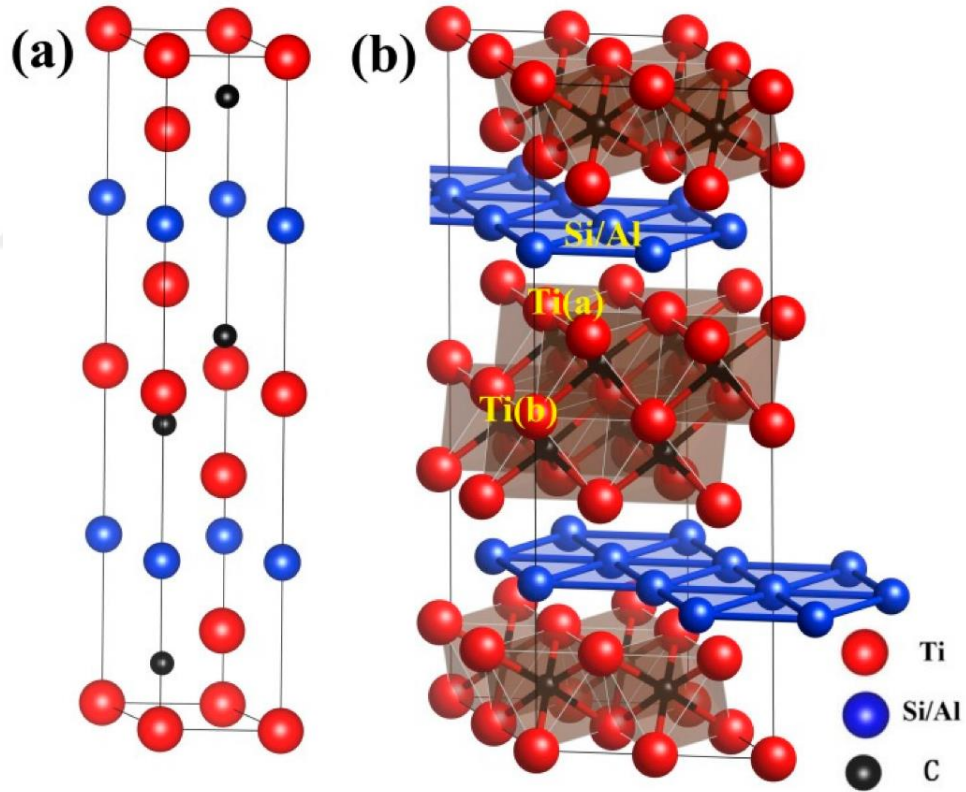
İlgili fazlar, A- katmanlarını ayıran M- katman sayısına göre farklılık göstermektedir: 211 fazında, iki katman; 312 fazında üç M katmanı ve 413 fazında dört katman mevcuttur (Jeitschko vd., 1963). MAX fazlarının bu olağandışı heterodesmik katmanlı yapısı, bu fazların metaller ve seramik arasındaki sınırda olmasını sağlayan benzersiz özellikleri neticesinde, bu iki malzeme türü arasındaki boşluğu doldurmaktadır. Bu fazlar, ayrıca düşük sertlik, iyi basınç dayanımı, yüksek kırılma tokluğu, süneklik davranışı, yüksek esnemezlikle iyi elektrik iletkenliği ve ısı iletkenliği, oldukça düşük ısı genleşme katsayısı, seramiklere özgü mükemmel ısı direnci ve kimyasal direnç gibi bazı metal özelliklerini birleştirmektedir.

MAX fazlı malzemelerin en bilinen temsilcisi, Ti_3SiC_2 'dir. MAX fazları, sahip olduğu özelliklere bağlı olarak birçok potansiyel uygulama alanı bulabilir. Ti_3AlC_2 ve Ti_3SiC_2 izomorf yapıdadır ve Ti-Ti-Ti-Al/Si-Ti-Ti-Ti-Al/Si dizisinde altıgen olarak sıkı istifli Ti ve Al/Si katmanlarına dayalıdır ve C, Ti katmanları arasındaki oktahedral boşlukları doldurmaktadır, dolayısıyla Ti_6C polihedrasına neden olmaktadır (Şekil 3.1).

Sıkı istifli katmanları açıklamak için klasik yöntem kullanıldığında; istifleme sırası birim hücre içinde ABABACACA'dır ve Ti A, B ve C noktaları üzerinde iki benzersiz alan (Ti I ve Ti II) üzerinde bulunur ve Al/Si, A noktasındadır. Bu Al/Si, Ti II ile bağlanır. Karbon, Ti katmanları A-B ile A-C arasındaki oktahedron delikleri doldurur.

Bu yapıyı açıklayan alternatif bir yol da, işlemi tekrar etmeden önce Al/Si atomlarından oluşan ilave bir katmanı olan iki oktahedral Ti_6C ile tekrar edilmesidir (Barsoum vd., 2001).

Ti_3SiC_2 , TiC ile yakın bir kristal yapı ilişkisine sahiptir. Ti_3SiC_2 'nin yapısı, $TiC_{0.67}$ (Ti_3C_2) ikiz sınırına (111) periyodik olarak eklenen iki boyutlu sıkı istifli Si katmanları olarak düşünülebilir. Si'nin Ti_3C_2 'ye eklenmesi, Ti_3SiC_2 oluşumuna yol açarken, benzer şekilde Ti_3SiC_2 'deki Si buharlaşması Ti_3C_2 'de ters dönüşüme neden olur. Ti_3SiC_2 ile TiC arasındaki güçlü kristalografik ilişki, TiC 'nin Ti_3SiC_2 işleminde ana safsızlık fazı olarak bulunma sebebidir ve dolayısıyla monolitik Ti_3SiC_2 'yi sentezlemek için işlem yolunun bulunması açısından çok önemlidir (Zhou ve Sun, 2000).



Şekil 3.1. Ti_3SiC_2 ve Ti_3AlC_2 'nin kristal yapıları: (a) konvansiyonel hücre ve (b) kusur yapılandırmalarını modellemek için kullanılan süper hücre

Ti_3SiC_2 'nin en önemli mühendislik malzemesi olma sebebi, hem metallerin hem de seramiklerin mükemmel özelliklerine sahip olmasıdır. Bu özellikler aşağıdaki gibidir:

1. Yeterli ısı iletkenliđi ve elektrik iletkenliđi,
2. Plastik deformasyonu,
3. Kolay işlenebilirlik,
4. İyi ısı şok direnci
5. Kısmi yumuşaklık,
6. Yüksek elastisite modülü,
7. Uygun oksitlenme ve korozyon direnci,
8. Yüksek sıcaklıklarda mükemmel mekanik özellikler.

3.1. Ti₃SiC₂'nin Kristal Yapısı ve Özellikleri

Ti₃SiC₂'deki bulunan beklenmedik birleştirme özellikleri, üç farklı kimyasal bağlanma türünün var olmasını sağlamıştır. Ti₃SiC₂'de her iki Ti-C-Ti-C-Ti zinciri, Si atomuyla birbirine bağlanır ve Ti-C-Ti-C-Ti-Si zincirinin periyodik olarak tekrarlandığı rapor edilmiştir. Bu zincirler, Ti₃SiC₂'yi yapılandırmak için homojen olmayan metal bağlarla bağlanır. Ti-C ve Ti-Si arasında yapı geređi kovalent bağ mevcut olup, Ti ve C arasındaki atomlararası mesafe 2,13 Å, Ti ve Si arasındaki atomlararası mesafe 2,67 Å'dır.

Ti-C ve T-Si bağının polar özelliđi sergilemesi, kovalent bağın yanı sıra iyonik bağ varlığına işaret etmektedir. Ti ve C atomlarıyla kıyaslandığında, Si atomlarının titreşim amplifikasyonunun anlamlı şekilde daha yüksek olduğu bildirilmiştir ve bu, Ti-Si bağlarının Ti-C bağından oldukça zayıf olduğunu göstermektedir. Yüksek sıcaklıkta nötron kırılımı üzerine yapılan çalışmalarda, Ti₃SiC₂'de bulunan Si-Si arasındaki atomlararası mesafenin 3,068 Å olduğu ve bu mesafenin, element tozundaki Si-Si mesafesinden daha fazla olduğu ve düzlem içi Si-Si bağının olmadığı bildirilmiştir.

Daha yüksek elektrik iletkenliđi gibi metal özelliklerin, bitişik Ti-C-Ti-C-Ti zincirleri arasındaki metalik bağdan kaynaklandığı düşünülmektedir. Her ikisi de Ti-C kovalent bağı paylaştığından; Ti₃SiC₂, benzer bağlanma ortamları sebebiyle ilgili ikili karbürün (TiC) çođu özelliđini paylaşır. Ti₃SiC₂, TiC gibi, elastik olarak serttir, elektriđi ve ısıyı iletir, yüksek sıcaklık oksitlenmesine ve kimyasal saldırıya karşı dirençlidir; düşük

yoğunluğa ve düşük ısıl genişleme katsayısına sahiptir (Barsoum, 2000). Ancak mekanik özellikleri son derece farklıdır (düşük sertlik değeri, grafit gibi işlenebilirlik, mükemmel hasar toleransı ve ısıl şoka duyarsızlık gibi). Ti_3SiC_2 'nin olağandışı mekanik özelliklerinin Ti_3SiC_2 'de, taban kaymasının sadece bir dislokasyon mekanizması olması ve taban düzlemi dislokasyonlarının, (77 K kadar düşük) tüm sıcaklıklarda etkin olmasıyla ilişkili olduğu düşünülmektedir (Farber vd., 1999). Bu nedenle, Ti_3SiC_2 , tipik seramikler ile sünek malzemeler arasındaki orta noktada yer alır. Çünkü sünek malzemelerin seramiklerden daha bağımsız kayma sistemi mevcuttur (seramiklerde etkin kayma sistemi bulunmamaktadır), ancak bu süneklik için gerekli bağımsızlıktan daha azdır.

Yüksek konumlandırılmış iri taneli Ti_3SiC_2 , kısıtlı deformasyon altında hasar toleransı ve daha yüksek sıcaklıkta ısıl şok direnci gibi sünek davranış sergiler (Barsoum vd., 2001). Rastgele konumlandırılmış çok kristalli numune, oda sıcaklığında ve serbest/kısıtsız deformasyon altında daha çok gevrek bir malzeme davranışı gösterir. Dislokasyonlar taban düzlemleriyle sınırlı olduğundan, dislokasyonlar benzer kayma düzlemi üzerinde taban düzlemine paralel diziler halinde ya da (yüksek ya da düşük açılı tane sınırlarına benzer şekilde) taban düzlemine dik duvarlar halinde düzenler. Dolayısıyla, ortogonal yön dışında dislokasyon etkileşimi oluşmaz. Dislokasyonların tersine çevrilebilir ileri geri hareket kabiliyeti, üçlü karbürün (Ti_3SiC_2) tamamen tersine çevrilebilir yarı plastik davranışına katkı sağlar (Raghy and Barsoum, 1999).

3.2. Ti_3SiC_2 Uygulamaları

Ti_3SiC_2 , motor silindirleri ve jet motorları gibi yüksek sıcaklık uygulamalarında kullanılabilir. Nikel veya kobalt esaslı süper alaşımlar, halihazırda bu sektörde kullanılmaktadır çünkü bu alaşımlar, daha yüksek sıcaklıkta ve yüksek gerilme koşulları altında kırılmadan çalışabilmektedir. Ti_3SiC_2 'nin yoğunluğu, Ni esaslı süper alaşımların yoğunluğunun yarısı kadardır. Diğer taraftan, benzer mukavemete sahiptirler ve korozyon direnci açısından tüm süper alaşımları geçmektedirler. En önemlisi, Ti_3SiC_2 'nin yüksek sıcaklıkta uygulanabilme kabiliyeti, silikatleşme ya da karbonlama ile kolaylıkla geliştirilebilir. Ti_3SiC_2 'nin yüzeyi, daha yüksek sıcaklıkta

oluşan SiO₂ katmanının Ti₃SiC₂'nin oksitlenme direncini arttıracak şekilde değiştirilebilir.

Mükemmel ısı iletkenliği ve çok yüksek elektrik iletkenliği, Ti₃SiC₂'yi sıcaklığı belirli bir aralıkta tutmak için hızlı ısı yayılımının gerektiği birçok elektronik cihaz için potansiyel bir malzeme haline getirir. Ti₃SiC₂ ısı iletimin iyi olması, yüksek sıcaklığı ve korozyon ortamını sürdürebilir olması, plastisite ve ısı şok direnci kabiliyeti sebebiyle elektrik kontaklarında kullanılabilir. Elektrik kontakları, normalde altından üretilmektedir. Ancak altının mekanik özellikleri yetersizdir ve aşınmaya karşı duyarlıdır. Ti₃SiC₂, mükemmel mekanik özellikleri ve düşük üretim maliyeti ile altının bu eksikliklerini giderebilir. Ti₃SiC₂'nin aşınma direnci, diğer ikili karbürler eklenerek kolaylıkla iyileştirilebilir. Aşınma dirençli Ti₃SiC₂ kompozitlerin, elektrik motorlarındaki fırçalar gibi döner parçaların kullanıldığı uygulamaları da mevcuttur.

Ti₃SiC₂, eşsiz hasar toleransı özelliği ve yüksek sıcaklık sürdürülebilirliği sebebiyle türbin kanatlarında kullanılabilir. Hasar toleransı özelliği sebebiyle, çatlaklar belirli bir bölgeyle sınırlıdır ve bu durum, kaplamaların ve türbin kanatlarının ömrünü artırır.

Çok yüksek sıcaklıkta yüksek mukavemet, ısı şok direnci, ısı direnç, radyasyon ve erozyon direnci, çok düşük yoğunluk gibi eşsiz özellikleri, Ti₃SiC₂'yi uzay araçları gibi zorlu ortamlar için potansiyel bir malzeme haline getirmiştir (Cruise vd., 2006).

Ti₃SiC₂'nin asit ve alkali ortamındaki çok iyi korozyon direnci, Ti₃SiC₂'yi yakıt sevkiyatında kullanılan gaz boruları, brülör nozulları ve termal püskürtmeli korozyon kaplamalarında kullanım için gelecek vadeden bir malzeme haline getirmiştir.

Elektronik endüstrisi yüksek elektrik iletkenliğine, düşük yoğunluğa, daha iyi mekanik özelliklere ve korozyon direncine sahip yeni elektromanyetik girişimi (EMI) kalkanlama malzeme arayışı içindedir. EMI uygulamalarında eskiden metaller kullanılmaktaydı, ancak düşük yoğunluk ve korozyon hassasiyeti metallerin uygulanmasını kısıtlamaktadır. Seramikler daha düşük yoğunluğa sahiptir; ancak seramiklerin düşük elektrik iletkenliği EMI malzemeleri olarak kullanılmalarını sınırlandırmaktadır. Seramiklere (Al₂O₃) yapılan Ti₃SiC₂ takviyesi, elektrik

iletkenliğini ve dolayısıyla EMI kalkanlama verimliliğini önemli ölçüde iyileştirmektedir ve bu alandaki potansiyel malzemelerden olabilir (Shi vd., 2008).

Mükemmel ısı iletkenliği ve ısı ılık şok direnci sebebiyle, Ti_3SiC_2 ısı eşanjörü uygulamalarında kullanılabilir. Hatta Ti_3SiC_2 'ye, ısı iletkenliğine zarar vermeksizin ısı eşanjörü uygulamalarında kullanılmak üzere TiC ya da SiC gibi diğer seramiklerle de takviye yapılabilir.

Son dönemlerde, Ti_3SiC_2 'nin pompa çarkı gibi kurşun soğutmalı hızlı reaktörler ile yüksek sıcaklıkta ve yüksek hızda çalışan yatakların primer devrelerinde kullanım için ziyadesiyle gelecek vadeden bir malzeme olduğu görülmüştür.

Ti_3SiC_2 , kurşunlu ortamda çok yüksek korozyon direnci göstermiş olup, 2000 saat için 500 °C akışkan kurşunda yaklaşık 1 m/s'de Ti_3SiC_2 'nin içinde herhangi bir kurşun penetrasyonu tespit edilmemiştir (Utili vd., 2011).

Kolay işlenebilme kabiliyetinin yanı sıra yüksek sıcaklıktaki eşsiz mekanik özellikleri, Ti_3SiC_2 'yi gelişmiş nükleer reaktörü uygulamaları için iyi bir aday malzeme haline getirmiştir (Hoffman vd., 2012).

3.3. Ti_3SiC_2 Sentezi

Nowotny grubu, Haggs fazları olarak adlandırılan karbür ve nitrür grubunun sentezlenmesi üzerinde çalışırken 1967 yılında ilk kez Ti_3SiC_2 'yi keşfetmiştir. Ti_3SiC_2 , TiH_2 , grafit ve silisyum arasındaki reaksiyonla sentezlenmiştir, ancak numune yoğunluğunun olmaması ve numune saflığı sebebiyle mekanik özellikleri hala açığa çıkarılamamıştır. Nickl vd. (1972) $TiCl_4$, $SiCl_4$, CCl_4 ve H_2 için kimyasal buhar biriktirme (CVD) yöntemini uygulamış olup, $Ti_5Si_3C_x$ yardımcı fazıyla birlikte Ti_3SiC_2 'nin ince filmlerini de çöktürmüştür.

Karbürün olağandışı yumuşak davranışını, ilk kez Nickl vd. (1972) bildirmiştir. Daha sonra, Racault vd. (1994) reaktif sinterleme yöntemiyle Ti_3SiC_2 'yi sentezlemeyi denemişler, ancak tekli faz elde edememişlerdir.

1967'lerden günümüzde Ti_3SiC_2 sentezi için magnetron püskürtme (MS) (Emmerlich vd., 2004), arkla eritme ve sonra tavlama (Arunajatesan ve Carim, 1995),

kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (SHS) (Lis ve Pampuch, 1997), darbeli lazer yığıma (PLD) (Hu vd., 2004), mekanik alaşımlama (MA), sıcak izostatik preslemeli yanmalı sentez (Lis vd., 1995) gibi bir çok yöntem kullanılmıştır. Ancak bu işlemler, çoğunlukla TiC, SiC, Ti₅Si₃ ve TiSi₂ gibi yardımcı fazları olan Ti₃SiC₂ oluşumuyla sonuçlanmaktadır. TiC, bunlar arasındaki en yaygın ikincil fazdır ve Ti₃SiC₂ ile olan yakın yapısal ilişkileri sebebiyle TiC'nin tamamen giderilmesinin zor olduğu kanıtlanmıştır (Zhou ve Sun, 2000).

En iyi sentezlenmiş Ti₃SiC₂ bile eşsiz özelliklerinden bazılarını bozan yaklaşık %10-20 safsızlık fazı içermektedir. Barsoum vd. (1997), sıcak izostatik presleme (HIP) yöntemini kullanarak Ti, grafit ve SiC tozlarından neredeyse tek fazlı Ti₃SiC₂ sentezlemiştir. HIP işlemi aynı grupta M₂SnC (M=Ti, Zr, Hf ve Nb) (Barsoum vd., 1997), Ti₄AlN₃ (Procopio vd., 2000), Ti₃GeC₂, M₂AlC (M=Ti, V, Ta, Nb) (J. Emmerlich vd., 2004) gibi diğer MAX fazlarını sentezlemek için başarıyla uygulanmıştır.

Son yıllarda, yığın MAX fazlarının sentezlenmesinde kıvılcım plazma sinterleme (SPS) işlemi uygulanmaya başlanmıştır. SPS, geleneksel sıcak izostatik presleme ve diğer yoğunlaştırma işlemleriyle kıyaslandığında, oldukça kısa sürede, daha düşük sıcaklıkta ve iyileştirilmiş mekanik özellikler ile tek fazlı tamamen yoğun numuneleri işlemek için büyük potansiyeli sunmaktadır. SPS'nin bu bölümdeki kısa açıklamasının ardından, ilk bileşimin ve SPS işleme parametrelerinin mikroyapı ve sinterlenen maddelerin özellikleri üzerindeki etkisi vurgulanarak Ti₃SiC₂'nin sentezlenmesine ilişkin yapılan önceki çalışmalar hakkında genel bilgiler verilmiştir.

4. KOMPOZİT MALZEMELER

Kompozit malzeme, birleştirildiğinde kendini oluşturan bileşenlerden farklı özelliklere sahip, iki ya da daha fazla bileşenden oluşan yeni malzemedir. Yeni malzeme birçok sebeple tercih edilebilir. Yaygın örnekleri şunlardır: geleneksel malzemelerle kıyaslandığında, daha kuvvetli, daha hafif, veya daha az pahalı olan malzemelerdir. Araştırmacılar, yakın zamanda robotik malzemeler olarak bilinen algılama aktüasyonu, hesaplama ve iletişimi de kompozitlere aktif olarak dahil etmeye başlamıştır. Tasarlanan genel kompozit malzemeler şunları içerir: çimento, beton, fiber takviyeli polimer gibi kompozit yapı malzemeleri, takviyeli plastikler, metal kompozitler, seramik kompozitler. Kompozit malzemeler, genellikle binalarda, köprülerde ve bot gövdeleri, yüzme havuzu panelleri, gövdeler, duş tekneleri, küvetler, depolama tankları, imitasyon granit yarış arabaları, mermer lavabolar ve tezgahlar gibi yapılarda kullanılmaktadır. En gelişmiş örnekleri, rutin olarak uzay araçları ile hava taşıtlarında kullanılmaktadır. Kompozitler, zorlu ortamlarda, genellikle tek bir malzeme bulunmayan birçok özelliği birleştirme avantajına sahiptir. Özellikle yüksek mukavemet ve düşük ağırlığı birleştiren kompozit malzemeler korozyona uğramaz, ısı ve elektrik yalıtım özelliğine sahiptir ve elmaslı takımlar kullanılarak ahşap gibi işlenebilir. Çelik gibi geleneksel malzemelerden ziyade kompozit kullanımı, ağırlıktan önemli ölçüde tasarruf yapılmasını sağlar. Bu durum, kısmen tekli bileşenlerin özel özelliklerinden ve ağırlıklarının hafif olmasından kaynaklanırken, kısmen de kompozitlerin belirli amaçlar için üretilmesinden kaynaklanmaktadır. Örneğin, kompozit bileşen belirli bir yük tipi için belirlenip tasarlanabilir. Kompozit malzeme, geleneksel malzemelere nazaran birçok avantaja sahiptir. Örneğin, kimyasal madde direnci, termal ve elektrik yalıtım özellikleri. Kompozit malzemeler, sıklıkla belirli bir uygulamayla eşleştirilir. Kompozitleri bir araya getiren takviye, matris ve proses dikkatlice seçildiğinde kompozitlerin özellikleri belirli gereklilikleri karşılayacak şekilde uyarlanabilir. Kompozit malzemeler, karmaşık şekillerde kalıplanabilme avantajına sahiptir. Bu; sörf tahtaları, bot gövdeleri veya bisiklet iskeleti/gövdesi gibi ürünler imal edilirken büyük bir avantajdır.

Modern kompozit malzemelerin en büyük avantajı, hafif ve kuvvetli olmasıdır. Uygun matris ve takviye malzemesi kombinasyonu seçilerek, belirli bir uygulamanın gerekliliklerini tamamen karşılayan yeni bir malzeme üretilebilir. Çoğu kompozitin karmaşık şekillerde kalıplanabilme özelliği sebebiyle kompozitler tasarım esnekliği de sağlar. Ortaya çıkan ürün daha etkili olmasına ve ham maddelerin genellikle pahalı olmasına rağmen, maliyet kompozitin dezavantajıdır. Kompozit malzeme matrisi ile takviyedeki bileşenler titanyum silikon karbür (matris) olduğunda, matris fiber kompozit sistemin dahil edildiği homojen ve monolitik bir malzemedir ve tamamen sürekli dir.

Matris, takviyelerin katı maddeye bağlanması ve tutunması için bir ortam sağlar. Ayrıca takviye maddelerin çevre hasarından korunmasını sağlar, yükü transfer eder ve yüzey, doku, renk, dayanıklılık ve işlevsellik sunar.

Kompozit matrisli malzemelerin üç ana türü vardır. Bunlar seramik matrisli kompozitler, metal matrisli kompozitler ve polimer matrisli kompozitlerdir.

Seramik matrisli kompozitler (CMC'ler), kompozit malzemelerin bir alt grubudur. CMC'ler, seramik matrise gömülü seramik fiber içerir ve dolayısıyla seramik fiber takviyeli seramik (CFRC) malzeme oluşturur. Matris ve fiberler, seramik malzeme içerebilir. CMC malzemeler, geleneksel teknik seramiklerde karşılaşılan düşük kırılma tokluğu, gevreklik ve sınırlı ısıl şok direnci gibi temel dezavantajları ortadan kaldırmak üzere tasarlanmıştır.

Metal matrisli kompozitler (MMC'ler), en az iki bileşen parça (metal ve diğer malzeme ya da farklı metal) içeren kompozit malzemelerdir. Mukavemeti ve aşınmayı iyileştirmek için metal matrise diğer malzemelerle takviye yapılır. Üç ya da daha fazla bileşenin olduğu hallerde, buna hibrit kompozit adı verilir. Yapısal uygulamalarda, matris genellikle magnezyum, titanyum ya da alüminyum gibi daha hafif metallerden oluşur. Yüksek sıcaklık uygulamalarında, kobalt ve kobalt-nikel alaşımlı matrisler yaygındır.

Tipik MMC üretimi katı, sıvı ve buhar olmak üzere üç gruba ayrılır. Metal matrisli malzemenin içine gömülen bazı malzemeler kesintisiz karbon, silisyum karbür veya seramik fiberdir. Ateşe dayanıklı MMC'ler, geniş bir sıcaklık aralığında çalışır, nemi emmez ve daha iyi elektrik ve ısı iletkenliğe sahiptir. MMC'ler, aynı zamanda radyasyon hasarına dayanıklı olan ve gaz giderme gerektirmeyen işlemlerde kendine uygulama alanı bulmuştur. Çoğu metal ve alaşım, kompozit uygulamaları için iyi matrisler üretir.

Polimer matrisli kompozitler (PMC'ler), üç alt türe ayrılabilir: termoset, termoplastik ve kauçuk. Polimer, kovalent bağlarla bağlı tekrarlanan yapısal birimlerden oluşan büyük bir moleküldür. PMC'ler, fiber takviyeli dağınık fazla birleştirilmiş bir polimer matristen oluşur ve kolay üretim yöntemini yanı sıra ucuzdur. PMC'lerin yoğunluğu metallerin ya da seramiklerin yoğunluğundan daha azdır. PMC'ler atmosfer korozyonuna ve diğer korozyon türlerine dayanabilir ve elektrik akımı iletimine karşı mükemmel direnç gösterir. İlk modern kompozit malzeme olan fiberglas, hala bot gövdelerinde, spor ekipmanlarında, yapı panellerinde ve çoğu araç gövdesinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Matris plastiktir ve takviye malzemesi, ince iplikler halinde üretilen ve sıklıkla kumaş türünde dokunan camdır. Cam, tek başına çok kuvvetli olmakla birlikte, gevrek ve hızla büküldüğünde kırılır. Plastik matris, cam elyafları bir arada tutar ve ayrıca üzerindeki kuvveti paylaşarak cam elyafları hasara karşı korur.

Gelişmiş bazı kompozitler, günümüzde cam yerine karbon fiberler kullanılarak üretilmektedir. Bu malzemeler, fiberglastan daha hafif ve kuvvetlidir, ancak üretimi daha pahalıdır ve hava taşıtı yapılarında ve golf kulüpleri gibi pahalı spor ekipmanlarında kullanılmaktadır. Karbon nanotüpler, yeni kompozit üretiminde başarılı bir şekilde kullanılmaktadır. Matrisin işlevi, fiberleri bir arada tutmak, fiberi çevreden korumak, fiberlerin birbirlerine yapışmasını önlemek, fiber dağılımını sürdürmeye yardımcı olmak, yükü fiberler arasında eşit bir şekilde dağıtmak, ortaya çıkan malzemenin ve yapı bileşenlerinin bazı özelliklerini iyileştirmek ve daha iyi yüzeye sahip nihai ürün sağlamaktır. Takviye malzemeye mukavemet, esnemezlik ve yük taşıma kabiliyeti sağlar. Cam fiberler, en yaygın takviye malzemesidir. Ancak çoğu gelişmiş kompozit, saf karbon fiberleri kullanılmaktadır. Karbon fiberler, cam fiberlerden daha kuvvetlidir, ancak üretimleri daha pahalıdır.

Karbon fiberli kompozitler (kısaca "karbon fiber" olarak adlandırılır), hafif ve kuvvetlidir. Karbon fiberler hava araçları, lüks bisiklet gövdeleri, golf kulüpleri ve hatta kemik ve eklem replasmanı dahil olmak üzere çeşitli ürünlerde kullanılır. Takviye malzemesi karbon nanofiberdir (CNF); burada, karbon nanofiberi (takviye malzemesi) titanyum silikon karbüre (matris) ekledik. Çünkü takviye malzemesinin işlevleri istenen özelliklere, yük taşınmasına ve mukavemetin matrisine aktarılmasına katkı sağlamaktadır.

Modern seramik malzemeler, kristalografik yapısı ve güçlü atom bağları sayesinde, oldukça yüksek sertlik, mukavemet, yüksek ısı ve kimyasal kararlılık, yüksek korozyon direnci ve aşınma direnci gibi birçok eşsiz özelliğe sahiptir. Bu malzemelerin dezavantajı düşük kırılma tokluğu ve çatlak büyüme dayanımı, dolayısıyla yüksek kırılma ve daha düşük güvenirlidir. Bu eksiklikleri giderme yöntemlerinden biri, taban seramik matrisine parçacık/ kıl ve yakın zamanda artış gösteren fiber yapı formundaki ikincil faz takviyesinin yapıldığı kompozit malzemeler hazırlamaktır.

Gelişmiş ince taneli seramikler, bunlar genellikle nanofiber ve/veya nanotüp formunu/şeklini alır. Eşsiz mekanik özellikleri, mükemmel termal performans ve faydalı elektrik özellikleri (yüksek elektrik iletkenliği) sebebiyle dikkat çeken karbon nano tüpler (CNT'ler) ve karbon nanofiberler (CNF'ler) gibi karbon esaslı lifli nano malzemeler, gelecek vadeden malzemeler arasında yer almaktadır.

Günümüzde, yeni seramik/ karbon nanotüp kompozitler çoğunlukla iki amaçla geliştirilmektedir: karbon nanofiber takviyesi yaparak seramik malzemelerin mekanik özelliklerini iyileştirmek ve iyileştirilmiş manyetik ve elektrik özelliklerine sahip işlevsel seramikler geliştirmek (Hahn ve Tsai, 1980; Barbero, 2017).

5. TOZ METALURJİSİ

Toz metalürjisi (PM), rafine ve tek biçimli mikroyapıdan kaynaklanan üstün özelliklere sahip metal üretmek amacıyla ince metal parçacık üretme, işleme ve birleştirme prosesidir. Olağan PM üretim sırasında, tozlar istenen şekilde sıkıştırılır ve ardından parçacıkları sert bir şekilde bağlamak için ısıtılır (sinterlenir). PM prosesinde çok az malzeme israf edilir - başlangıç tozlarının yaklaşık %97'si ürüne dönüştürülür.

Klasik PM üretim sırası, üç ana aşamadan oluşur:

- (1) tozların karıştırılması,
- (2) sıkıştırma ve
- (3) sinterleme ve bir dizi isteye bağlı ve nihai ikincil işlemler

5.1. Toz Üretimi

Toz üretim yöntemi üretilen tozun saflığı, miktarı, boyutu, şekli ve maliyeti gibi diğer özelliklerini belirler. Toz üretiminin bir avantajı, tozların boyutunu ve şeklini belirlemesidir ve tabii ki, toz üretiminin avantajları olduğu gibi dezavantajları da mevcuttur. Toz üretiminin dezavantajlarından birisi, yüksek araç ve ekipman maliyetidir.

Toz, ticari olarak aşağıdaki temel şekillerde üretilmektedir:

- (1) Atomizasyon teknikleri
- (2) Kimyasal üretim
- (3) Zaman zaman toz boyutunu azaltmada elektrolitik üretim ve mekanik yöntemler kullanılmakta olup, buharlaştırma yöntemleri de toz üretiminde kullanılan yöntemler arasındadır.

5.1.1. Mekanik Yöntemlerle Üretim

En ucuz toz üretim yöntemleri: bu yöntemlerde yığın malzemenin parçacık boyutunu azaltan sıkıştırıcı kuvvet, kesme veya darbe gibi mekanik kuvvetler kullanılmaktadır (ör. frezeleme).

Öğütme: Öğütme işlemi esnasında darbe, sürtünmeli aşınma, kesme ve sıkıştırıcı kuvvetler parçacıkları etkiler. Darbe sırasında, bir toz parçacığı diğer toz parçacıklarıyla çarpışır. Sürtünmeli aşınma, iki parçacık arasındaki sürtünme sebebiyle aşınma kalıntısı üretimi anlamına gelir. Kesme, yapıda meydana gelen parçacıkların kesilmesidir. Parçacıklar, sıkıştırıcı kuvvet türündeki sıkma işlemiyle ince parçacıklara ayrılır. Öğütmenin ana hedefi: parçacık boyutunu azaltma (ana amaç), parçacık boyutunu büyütme, şekil değişikliği, aglomerasyon (parçacıkları bir araya getirme), katı halde alaşımlama, mekanik ya da katı halde karıştırma, malzeme özelliklerini değiştirme.

5.1.2. Atomizasyon Teknikleri

Yüksek basınçlı akışkan jetlerin kullanıldığı bu yöntemde, erimiş metal daha sonra ince parçacıklar halinde katılaştıran çok ince damlacıklara ayrılır. Türleri: su atomizasyonu, gaz atomizasyonu, çözünür gaz ya da vakum atomizasyonu, santrifüj atomizasyonu, döner disk atomizasyonu, ultra hızlı katılaşma prosesi, ultrasonik atomizasyon. Atomizasyon mekanizması: Geleneksel (gaz veya su) atomizasyonunda, erimiş metal tabandaki nozulla döküm teknesine dökülerek sıvı metal üretilir. Sıvı akışı, daha sonra yüksek basınçlı gaz veya su çarpmasıyla damlacıklara ayrılır.

5.2. Tozu Karıştırma ve Harmanlama

Karıştırma: farklı kimyasal özelliklere sahip tozları ya da metal- metal olmayan tozları karıştırma prosedir. Bu işlem, kuru ya da ıslak şartta yapılabilir. Alkol, aseton, benzen ya da damıtık su gibi sıvı ortamlar, yağ öğütme yönteminde frezeleme ortamı olarak kullanılabilir. Karbür gibi sert metalleri karıştırmak için bilyeli öğütücü ya da çubuklu öğütücü kullanılır. Nihai üründe istenen özellikleri elde etmek için tozların büyük çoğunluğu diğer tozlarla, bağlayıcılar ve yağlayıcılar ile karıştırılır. Sinterleme

sırasında tek biçimli kimya ve yapı elde etmek için yeterli difüzyon oluşması gerekir. Harmanlama: Aynı nominal bileşime ancak farklı parçacık boyutuna sahip tozların birbirine karıştırıldığı işlemdir.

5.3. Sıkıştırma

Gevşek tozlar, sıkıştırılarak "yeşil kompakt" olarak bilinen bir şekilde yoğunlaştırılır. Çoğu sıkıştırma işlemi, mekanik presler ve rijit aletler ile yapılmaktadır. Hidrolik ve pnömatik presler de kullanılmaktadır. "Yeşil" terimi, tam olarak işlenmemiş tozu ifade eder. Tozlar, sıvı gibi akmaz; tozlar, eşit ve karşı kuvvet üretilene kadar preslenir. Bu karşı kuvveti, parçacıklar ve kalıp yüzeyi arasındaki sürtünme ve alt zımba direncinin birleşimi ile oluşur. Dezavantajlarından birisi, parçacıklar ve aletler arasındaki sürtünmenin tozda eşit olmayan yük dağılımı oluşturmasıdır. Bu dezavantaj, numunedeki yoğunluk değişimine yol açar ve bu da, çatlama veya boyutsal çarpılmaya neden olabilir.

5.4. Sinterleme

Sinterleme, toz metalürjisinde önemli bir işlemdir. Sinterleme işlemi, sıkıştırılan mekanik bağları daha güçlü metal bağlara dönüştürür. Sıkıştırma işlemi sonrası elde edilen yeşil kompakt, gevrek ve mukavemeti düşüktür. Bu nedenle, sinterleme işlemini kullanmaktayız. Yeşil kompakt, istifli metal tozların birbirine bağlanmasını sağlamak amacıyla kontrollü atmosfer fırınında ısıtılır. Sinterleme işlemi sırasındaki bağlanma polimer yanması, boyut değişimi ve mikroyapının irileşmesi gibi önemli olayları içerir. Katı hal difüzyonu ve bağlanma, yüksek sıcaklıklarda meydana gelir. Soğutma süresi, kontrollü atmosferde ürünlerin sıcaklığını düşürür. Bu işlem, her aşamada oksijensiz koşulda yapılmalıdır.

5.5. Sıcak İzostatik Presleme

Sıcak İzostatik Presleme (HIP), malzeme özelliklerini iyileştirmek için malzemelerin sıkıştırıldığı bir malzeme işlemi yöntemidir. Burada, inert gaz kullanılır ve en yaygın kullanılan gaz ise, argon gazıdır.

Sıcak izostatik presleme yöntemi sinterlenen elemanlarda kalan gözenekleri ve dökümün içindeki kusurları gidermek ve yorulmadan veya sürünmeden zarar gören parçaları yenilemek için uygulanır.

HIP, iki ya da daha fazla malzemenin katı ya da toz halde birbirine bağlanmasını ya da kaplanmasını sağlar. HIP yöntemi kullanıldığında, katı haldeki toz tamamen yoğun parçacıklara dönüşür ve böylece, geleneksel olanlara nazaran daha iyi fiziki özellikler elde edilir. Bu işlemde, toz sac levhaya yerleştirilir ve HIP işlemine tabi tutularak net şekle çok yakın parçalar üretilir.



6. LİTERATÜR TARAMASI

Ti₃SiC₂ MAX fazlı malzemelerle ilgili yapılmış birçok çalışma mevcuttur. M_{n+1}AX_n fazı terimi, ilk kez 2000 yılında Michel W. Barsoum tarafından kullanılmıştır. M_{n+1}AX_n olarak kısaltılan fazın genel formülünde; n=1-3, M= geçiş metalini, A genellikle IIIA ve IVA grubu elementlerini ve son olarak X ise karbonu (C) ya da azotu (N) temsil eder. Barsoum'dan önce MAX fazları ile ilgili çalışmalar yapılmış olsa da MAX fazların miladı Michel W. Barsoum'la başlamıştır.

MAX fazları, soğuk presleme (CP)+ sinterleme, sıcak presleme (HP), sıcak izostatik presleme (HIP), kimyasal buhar biriktirme (CVD), kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (SHS), termal püskürtme, mekanik alaşımlama, magnetron püskürtme ve yanmalı reaksiyon yöntemleri kullanılarak birçok çalışma yapılmıştır (Zhou ve Sun, 2000; Wu vd., 2002; Zhang vd., 2003; Li vd., 2004).

Barsoum vd. (1997), ısıtma işleminin öğütme işlemiyle hazırlanan TiC/Si tozlarındaki faz reaksiyonları üzerindeki bazı etkilerini ele almıştır. Tozları öğütme yöntemiyle hazırlayarak ve toz hazırlığının bazı etkilerini incelemişlerdir. $3TiC+2Si \rightarrow Ti_3SiC_2+SiC$ 'ye göre, ısıtma işlemi esnasında katı halde yer değiştirme tepkimesi gerçekleşmesi beklenmiştir. Öğütme prosedürü, ısıtma süresi ile sıcaklığının üretilen fazlar (bilhassa Ti₃SiC₂) üzerindeki etkisi açısından incelenmiştir. Numuneler grafit kaplı fırında ısıtma işlemine tabi tutuldu, ısıtma işlemine tabi tutulan numuneler X-ray difraksiyonu, taramalı elektron mikroskobu ve enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi yöntemiyle analiz edildi. Nihai ürünlerde Ti₃SiC₂, TiC ve SiC baskındı. Yüksek sıcaklıkta (1350-1400 °C) kısa tutma süresinde en yüksek miktarda Ti₃SiC₂ elde edildi. Ti₃SiC₂'nin $Ti_3SiC_2 \rightarrow TiC + Si(g)$ tip tepkime vasıtasıyla yüksek sıcaklıkta veya uzatılmış sürelerde ayrıştığı görüldü. Mehl-Avrami-Johnson model kullanılarak Ti₃SiC₂ faz oluşumundaki aktifleşme enerjisinin 289 kJ/mol olduğu tespit edildi. Orthner vd. (2002), yüksek enerjili öğütme esnasında SHS yöntemiyle az miktarda Ti₃SiC₂ oluştuğunu bildirmiş olup, Ti₃SiC₂ miktarı öğütülmüş tozda düşük olmasına rağmen, reaksiyonlu sinterleme vasıtasıyla Ti₃SiC₂ üretimi için iyi bir başlangıç tozu oluşturduğu sonucuna ulaşmışlardır.

Rester vd. (2006), faz kararlılığı ve tribolojik performans açısından nanokompozit Ti-Si-C ince filmlerin tavlama çalışmalarını yapmışlardır. Nanokompozit Ti-Si-C ince filmler, Ti_3SiC_2 hedefinden Si (100) ve yüksek hızlı çelik substratlar üzerine 300 °C'de dc magnetron püskürterek üretilmiştir. Biriktirilen filmler, X-ışını kırınımı (XRD) ve X-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS) ile belirlenmiş olup, nanokristal (nc-) $TiCx$ ve amorf (a-) $SiCx$ 'den oluşmuştur. Vakumda 1450 °C'ye kadar tavlama, kristalinitenin artması ve amorf fazın hacim hacminin azalması ile sonuçlanmıştır. Ek olarak, kristalin $TiCx$ 'in tane büyümesine atfedilen geniş bir ekzotermik pikin ortaya çıktığı, Ti_3SiC_2 oluşumu ile ilgili ekzotermik bir reaksiyonun tespit edilmediği, malzemedeği ilgili reaksiyonlara bağlı ısı akışlarını izlemek için diferansiyel tarama kalorimetrisi (DSC) kullanılmıştır. Bir pin on disk düzeneğinde tribolojik test, bir alümina aşındırıcı malzemesine karşı oda sıcaklığında, 500 ve 700 °C'de gerçekleştirilmiştir. Yazarlar oda sıcaklığında ölçülen sürtünme katsayısının 0.8, yüksek sıcaklıklarda sürtünme katsayısı 0,4'e düştüğünü rapor etmişlerdir.

Eklund vd. (2007), Ti_3SiC_2 substratları üzerinde Ti-Si-C MAX-fazlı ince filmlerin homoepitaksiyal büyümesini incelemişlerdir. Ti_3SiC_2 filmleri, DC magnetron püskürtme kullanılarak polikristalli Ti_3SiC_2 bulk substratları üzerinde üretilmiştir. Film tanelerinin kristalografik yönünün, homoepitaksiyal MAX-faz büyümesi yoluyla ilgili alt-tabaka-tanecik yönelimiyle belirlendiği gösterilmiştir. Ti:Si:C= 3:1:2'ye yakın bir film bileşimi için, filmler ağırlıklı olarak hem Ti_3SiC_2 hem de metastabil Ti_4SiC_3 olmak üzere MAX fazlarından oluşmaktadır. Düşük Si içeriği, azınlık fazı olarak TiC'ün Ti_3SiC_2 ile büyümesine neden olmuştur. Böylece, tercih edilen kristalografik ilişkileri olan MAX-fazlı hetero-yapılar da gerçekleştirileceği yazarlar tarafından belirtilmiştir.

Gupta vd. (2008) yüksek sıcaklıklarda MAX fazlarının Al_2O_3 'e karşı tribolojik davranışını araştırmışlardır. Katmanlı $M_{n+1}AC_n$ üçlü karbürlerden olan Ta_2AlC , Ti_2AlC , Cr_2AlC ve Ti_3SiC_2 MAX fazlı malzemeler pin on disk yöntemi ile aşınma testine tabi tutulmuştur. Ta_2AlC ve Ti_2AlC düşük spesifik aşınma oranları ($\leq 1 \times 10^{-6}$ mm³/Nm) sergilerken, sürtünme katsayısı sırasıyla 0.9 ve ~0.6'dır. Ti_3SiC_2 için ölçülen sürtünme katsayısı 0.4 iken, aşınma oranı $\approx 2 \times 10^{-4}$ mm³/Nm'dir. Temas yüzeylerinde esas olarak M ve A elementlerinin X-ışını amorf oksitlerinden ve bazı

durumlarda karşılık gelen MAX fazlarının oksitlenmemiş tanelerinden oluşan tribofilmler oluşturulmuştur. Gözlenen tribolojik özellikler ile tribofilm özellikleri arasındaki korelasyonlar yazarlar tarafından tartışılmaktadır.

El Saeed vd. (2012), kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (SHS) ve basınçsız argon kalkanlama sentezi ile Ti_3SiC_2 MAX fazını sentezleyerek, Ti/Si/C, Ti/SiC/C ve Ti/TiC/Si reaktant sistemleriyle ilgili aşağıdaki farklı yolları incelemişlerdir. Esas olarak Ti_3SiC_2 'den oluşan toz elde etmek için %10 ila 50 mol aralığında değişen silisyum kullanıldı. Fazla silisyum optimize edilerek ve presleme tekniği kullanılarak elde edilen tozların Ti_3SiC_2 içeriği %100 olmuştur. SHS yöntemiyle daha düşük oranlı (sırasıyla $3Ti+1,2SiC+0,8C$ 'den %88, $3Ti+1,3Si+2C$ 'den %86 oranında) Ti_3SiC_2 elde edilmiştir. XRD modellerinden elde edilen bu sonuçlar, FESEM gözlemleri ve EDAX analizleriyle yazarlar tarafından teyit edilmiştir.

Fan vd. (2012), Ti_3SiC_2 içeren C/C-SiC kompozitlerinin sürtünme ve aşınma davranışlarını incelemişlerdir. Üretilen numunelerin özelliklerini C/C-SiC kompozitlerinin özellikleri ile karşılaştırmışlardır. Ti_3SiC_2 içeren kompozitler, sadece daha yüksek sürtünme katsayısına değil, aynı zamanda C/C-SiC kompozitlerinden çok daha yüksek aşınma direncine sahip olduğu, 0.8 MPa basınç altında 28 m/s'lik bir başlangıç frenleme hızında, hacimce % 5 Ti_3SiC_2 içeren kompozitlerin ağırlık aşınma oranı, C/C-SiC kompozitlerinin sadece üçte biri kadar olduğu yazarlarca tespit edilmiştir. Ti_3SiC_2 içeren kompozitlerde kendinden yağlamalı film benzeri döküntüler oluşarak sürtünme ve aşınma özelliklerinin iyileştirilmesine yol açmıştır. Frenleme hızı ve frenleme basıncının değiştirilmiş kompozitlerin tribolojik özelliklerine etkisi araştırılmıştır. Ortalama sürtünme katsayısı frenleme hızı ve frenleme basıncından önemli ölçüde etkilenmiştir, ancak aşınma oranı frenleme basıncından daha az etkilenmiştir.

Istomin vd. (2013), tozsuz SHS tekniği ile Ti_3SiC_2 bazlı seramik matris kompozitleri üretmişlerdir. Yöntemin özü, çok katmanlı bir istifin SHS sıkıştırmasının, mikro boyutlu silikon karbür parçacıkları veya kömür parçacıkları ile karıştırılmış mikro boyutlu silikon karbür parçacıkları ile doldurulmuş alternatif titanyum folyo

katmanları ve polimer filmleri içermesidir. Toz olmayan malzemelerin SHS sıkıştırmasının, Ti_3SiC_2 - $TiSi_2$ - $SiCp$ 'nin yoğun partikül takviyeli seramik matris kompozitlerini sentezlemek için kullanılabilmesi gösterilmiştir. Başlangıç reaktan kompozisyonunun ve sentez koşullarının hazırlanan materyallerin mikro yapısı üzerindeki etkileri tartışılmıştır. Ti_3SiC_2 bazlı materyallerin sentezi için önerilen pudrasız teknik bilinen yöntemlere çekici ve etkili bir alternatif gibi görünmektedir.

Ghosh vd. (2013), spark plazma sinterleme (SPS) ile üretilmiş Ti_3SiC_2 ve Ti_3SiC_2 - TiC kompozitlerinin mikroyapısını ve aşınma davranışını araştırmışlardır. Başlangıç tozu karışımındaki TiC içeriği, sonuçta meydana gelen Ti_3SiC_2 - TiC kompozitleri olacak şekilde optimize edilmiştir. Takviye olarak TiC hacimce % 30'a kadar tutulmuştur. Xrd ile faz tespiti yapılmıştır. Sonuçlar, SPS sinterlenmiş Ti_3SiC_2 - TiC kompozitlerinin kompozisyonunun (Ti_3SiC_2 matrisinin ve TiC takviye içeriğinin nispi yüzdeleri), başlangıç toz karışımının kompozisyonunun optimum tasarımı ile etkili bir şekilde uyarlanabileceğini göstermektedir. TiC takviye içeriğinin Ti_3SiC_2 ve $Ti_3SiC_2 - TiC$ kompozitlerinin nispi yoğunluk, faz gelişimi, mikroyapı, sertlik ve sürtünme ve aşınma davranışı üzerindeki etkisi tartışılmıştır.

Dang vd. (2016) Cu'nun Ti_3SiC_2 'nin mekanik ve tribolojik özellikleri üzerindeki etkisini araştırmışlardır. Farklı Cu içeriklerine sahip Ti_3SiC_2/Cu kompozitleri, mekanik alaşımlama ve SPS yöntemiyle üretilmiştir. Kompozitlerin faz kompozisyonu ve yapısı, XRD ve SEM-EDS ile analiz edilmiştir. Ti_3SiC_2/Cu kompozitlerinin mekanik ve tribolojik özellikleri, monolitik Ti_3SiC_2 ile karşılaştırılmıştır. Sonuçlar Cu'nun TiC_x , $Ti_5Si_3C_y$, Cu_3Si ve $TiSi_2C_z$ üretmek için Ti_3SiC_2 'nin ayrışmasına yol açtığını göstermektedir. Kompozitlerin sürtünme katsayısı ve aşınma oranı, aşındırıcı sürtünmeyi ve aşınmayı önlemek için sert TiC_x , $Ti_5Si_3C_y$ ve Cu_3Si 'nin sabitleme etkisine atfedilen monolitik Ti_3SiC_2 'den daha düşüktür. Bununla birlikte, yüksek sıcaklıklarda (oda sıcaklığından 600 °C'ye kadar), kompozitlerin sürtünmesi ve aşınması oda sıcaklığından daha yüksek olduğu, malzeme transferi ile birlikte plastik akış ve tribo-oksidasyon aşınması, yüksek sıcaklıklarda artan sürtünmeye ve aşınmaya katkıda bulunduğu yazarlar tarafından rapor edilmiştir.

Patel vd. (2018), Ti ara katmanı kullanılarak C-SiC/C-SiC kompozitinin difüzyon kaynağı sırasında mikroyapısal değerlendirme yapmıştır. C-SiC kompozitinin

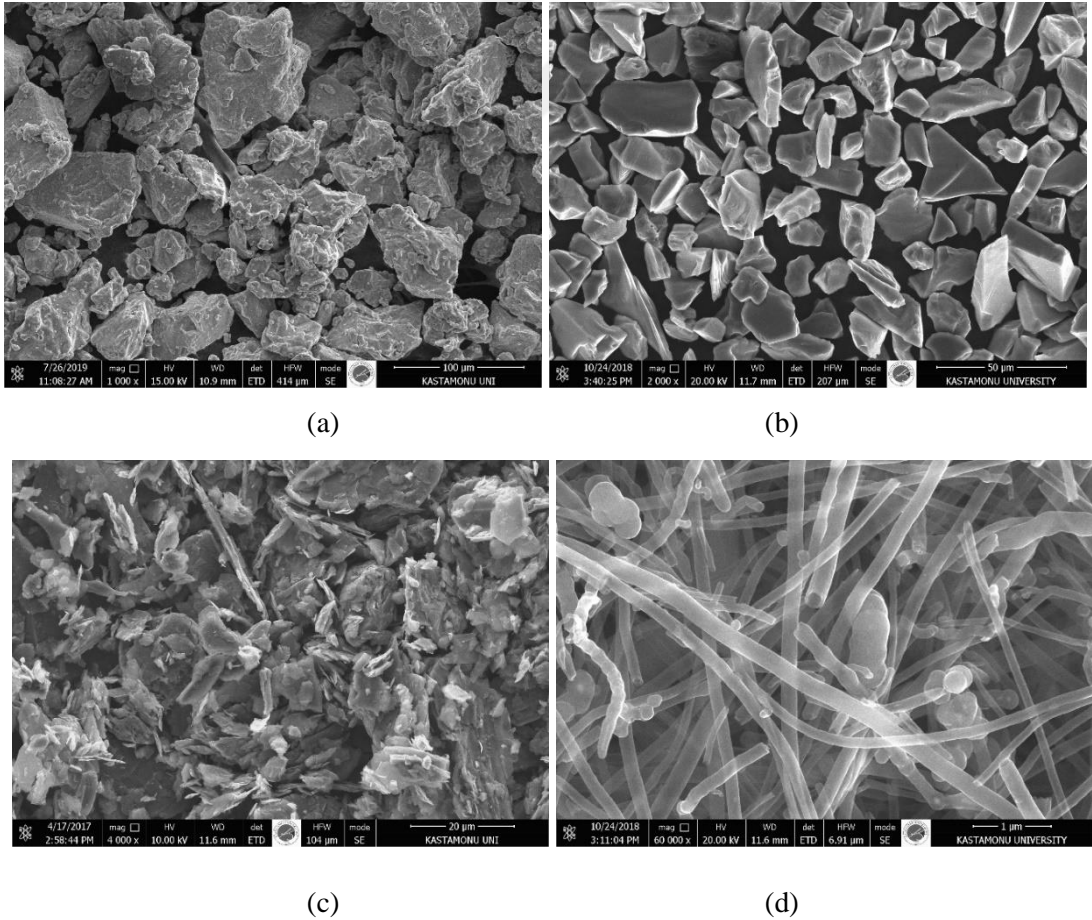
difüzyon kaynağı, Ti ara katmanı ile 1500 °C'de 3 saat boyunca uygulanan 20 MPa basınçla gerçekleştirilmiştir. Birleştirilen C-SiC kompoziti, 19 MPa'nın görünür kayma mukavemetini gösterdi ve numune, birleştirilen bölgeden ayrıldı. Birleştirmenin mikro yapısı Ti_3SiC_2 MAX fazı, $TiSi_2$ ve TiC'den oluşmuş olup ana faz Ti_3SiC_2 'dir. Birleşmenin mikroyapısındaki faz dağılımı, elektron geri saçılmış kırınım (EBSD) sonuçlarına göre üç farklı bölgeye ayrılmıştır. Birinci bölge ince bir sürekli $TiSi_2$ fazından oluşur, bunu kalın bir Ti_3SiC_2 MAX fazı takip etmiştir. Numunenin ortasında bir karışım faz bölgesi bulunmuştur. Reaksiyon mekanizması, birleştirilen C-SiC kompozitinin mikro yapısının üzerindeki dönüşüm için kurulmuştur.

Huang vd. (2019) in-situ ile hazırlanan $(Ti_5Si_3+TiC_{0.67})/TC4$ kompozitlerinin mikroyapısını, mekanik özelliklerini ve mukavemetlendirme mekanizmalarını araştırmıştır. Hibrid $(Ti_5Si_3+TiC_x)$ ($x=0.67$) parçacıkları takviyeli TC4 matris kompozitleri, Ti_3SiC_2 ve Ti arasındaki reaksiyonlara dayanarak sıcak pres sinterleme ile in situ edilmiştir. Ti_3SiC_2 içeriğinin mikro yapılar ve mekanik özellikler üzerindeki etkilerini araştırmak için, ağırlıkça% 1-10 Ti_3SiC_2 seçilmiştir. Ti_3SiC_2 içeriği ağırlıkça % 5'ten az olduğunda, Si elemanı matriste çözülmüştür ve TiC_x matriste homojen olarak dağıtılmıştır. İçerik ağırlıkça % 5'i aşarken, Si TiC_x partiküllerine yapışırken Ti_5Si_3 olarak çökelmiştir, bu da takviye agregasyonları ile sonuçlanmıştır. Matrisin mikro sertliği, matristeki Si'nin katı çözünlülüğü arttıkça iyileştirilmiş ve Ti_3SiC_2 içeriği arttıkça basınç dayanımı geliştirilmiştir. Sertlik esas olarak katı çözeltili kuvvetlendirmesinden etkilenmiştir. Basma mukavemeti, katı çözeltili güçlendirmesi, ince taneli kuvvetlendirme ve takviyelerin iyileştirme etkisinden etkilenmiştir. Teorik hesaplama ile katı çözeltili güçlendirmesinin en önemli rolü oynadığı belirlenmiştir.

7. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

7.1. Kullanılan Malzemeler

Ti₃SiC₂-CNF kompozit malzemesi, toz metalurjisi (PM) kullanılarak dört farklı başlangıç tozundan üretilmiştir. Bu tozlar Ti, SiC, grafit ve KNF (karbon nanofiber) olarak seçilmiştir. Tiitanyum tozu Sigma-Aldrich marka, partikül büyüklüğü -325 mesh, saflık % 99.5, silisyum karbür tozu Sigma-Aldrich marka, partikül büyüklüğü -325 mesh, saflık % 99, grafit tozu Sigma-Aldrich marka, partikül büyüklüğü <2 µm saflık % 99.5 ve son olarak karbon nano fiber Sigma-Aldrich marka, D x L 100 nm x 20-200 µm özelliklere sahiptirler. Tozların SEM fotoğrafları Şekil 7.1'de gösterilmektedir. Ti, grafit ve SiC tozları karmaşık morfolojiye sahipken, KNF fiberli morfolojiye sahiptir.



Şekil 7.1. Tozların SEM fotoğrafları: (a) Ti, (b) SiC, (c) grafit ve (d) KNF

7.2. Üretim

Ti_3SiC_2 -CNF kompozitini elde etmek için Ti +% 25 SiC +% 4.5 C ve % 0.5 KNF toz karışımı kullanılmıştır. Tozların karıştırılması, 10 mm çapında on adet paslanmaz çelik bilya içeren bir kap içinde bir bilyeli öğütme cihazı kullanılarak yapılmıştır. Bilyanın toza ağırlık oranı 10:1 olarak ayarlanmıştır. Kabın dönme hızı 450 rpm olarak seçilmiştir. Bilyalı öğütme süresi 2 saat belirlenmiştir.



Fotoğraf 7.1. Bilyeli Öğütücü

Karıştırılan tozlar Fotoğraf 7.2'deki soğuk presleme presinde preslenmiştir. Presleme basıncı olarak 500 MPa'lık bir basınç uygulanmıştır. Sinterleme işlemi, argon atmosferinde 1150 °C, 1300 °C ve 1450 °C'de 2 saat boyunca Fotoğraf 7.3'de verilen tüp fırında gerçekleştirilmiştir. Hem mikroyapısal inceleme hem de üç noktalı bükme testi için örnekler 40 mm x 10 mm x 10 mm'de üretilmiştir.



Fotoğraf 7.2. Soğuk preslemede kullanılan pres



Fotoğraf 7.3. Sinterleme fırını

7.3. Mikroyapı İncelemesi

Metalografik incelemeler için numuneler, 10 mm x 10 mm x 10 mm ölçülerinde kesilmiştir. Elde edilen metalografi numuneleri 400-1200 mesh'lik zımpara kağıdına tutularak yüzeyleri temizlenmiştir. Daha sonra 1 ve 6 mm'lik elmas pasta ve inceltici yardımıyla numunelerin yüzeyleri parlatılmıştır (Fotoğraf 7.4). Mikroyapı incelemeleri için numuneler 20 saniye süreyle 5 gr. $FeCl_3$ + 50 ml HCl + 100 ml H_2O çözeltisinde dağlanmıştır. Numunelerin mikroyapısının üretim koşullarına bağlı olarak nasıl değiştiğini ve faz yapılarını tayin etmek ve kırık yüzeylerini yorumlamak için taramalı elektron mikroskobu (FEI QUANTA 250 FEG marka), enerji dispersive

spektrograph (EDS) (Fotoğraf 7.5), X- ışını difraksiyonu (XRD- Bruker AXS Inc., D8 Advance model) analizlerden yararlanılmıştır. XRD analizleri 30 kV ve 15 mA'de CuK α radyasyonu kullanılarak Rigaku Geigerflex X-ışını difraktometresi ile elde edilmiştir (Fotoğraf 7.6).



Fotoğraf 7.4. Metalografik numune hazırlama cihazları



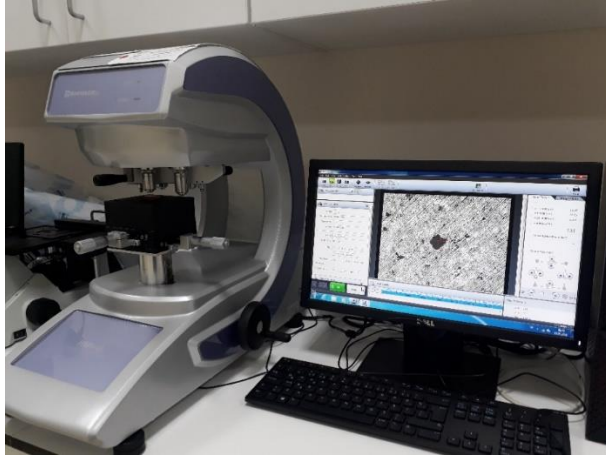
Fotoğraf 7.5. Taramalı elektron mikroskobu



Fotoğraf 7.6. XRD cihazı

7.4. Sertlik Testi

Toz metalurjisiyle üretilen numunelerin sertliğini belirlemek için Vickers sertlik testi cihazı kullanılarak numunelerin sertliği ölçüldü. Vickers sertlik değerleri, otomatik olarak hesaplandı. Sertlikler, SHIMADZU HMV-G21 model mikro sertlik cihazı kullanılarak, 200 gram yük altında ve 15 saniyelik bekleme süresiyle ölçüldü (Fotoğraf 7.7).



Fotoğraf 7.7. Mikrosertlik cihazı

7.5. Yoğunluk Ölçümü

Numune yoğunluklarının 10^{-4} hassasiyetindeki bir terazi ile ASTM B 311-08 standardında belirtildiği gibi Archimedes prensibine göre ölçülmüştür. Fotoğraf 7.8'de yoğunluk ölçümünde kullanılan hassas terazi görülmektedir. Bu yönteme göre

öncelikle numunelerin havada kuru ağırlıkları ölçülmüş daha sonra numuneler darası alınan metal bir sepet içine konarak sıcaklığı ölçülen saf su dolu ölçüm kabına batırılmıştır. Numuneler suyun içerisinde tekrar tartıldıktan sonra yoğunluk değerleri aşağıdaki denkleme göre hesaplanmıştır.

$$d = \frac{(A) \times (d_s)}{A - B} \quad (7.1)$$

Bu denklemdede;

d=Numunenin yoğunluğu (gr/cm³)

A=Numunenin havadaki ağırlığı (gr)

B=Numunenin su içerisindeki ağırlığı (gr)

d_s= Ölçümün yapıldığı sıcaklıktaki suyun yoğunluğu (gr/cm³)



Fotoğraf 7.8. Yoğunluk ölçümünde kullanılan yoğunluk kitli hassas terazi

Sinterleme sonucu elde edilen kompozitlerin ne oranda sinterlenebildiklerini anlayabilmek amacıyla aşağıdaki formüle göre numunelerin bağıl yoğunlukları hesaplanmıştır.

$$\rho_b = \frac{\rho}{\rho_k} \times 100 \quad (7.2)$$

Burada;

ρ_b = Bağıl yoğunluk (%)

ρ = Deneysel olarak ölçülmüş yoğunluk (gr/cm³)

ρ_k = Toz karışım oranları esas alınarak hesaplanan teorik yoğunluğu (gr/cm³).

7.6. Üç Noktalı Eğme Testi

Kırılma tokluğunu belirlemek için yapılan üç noktalı eğme testi (Fotoğraf 7.9) 50 kN kapasiteli üniversal çekme cihazında ASTM B 528-83a standardına göre ve 1 mm/dk test hızında yapılmıştır. Üç noktalı eğme testi için 40 mm x 10 mm x 10 mm ölçülerindeki numuneler kullanılmıştır.

Eğilme mukavemetini belirlemek için;

$$P = \frac{3FL}{2bh^2} \quad (7.3)$$

formülünden yararlanılmıştır. Burada;

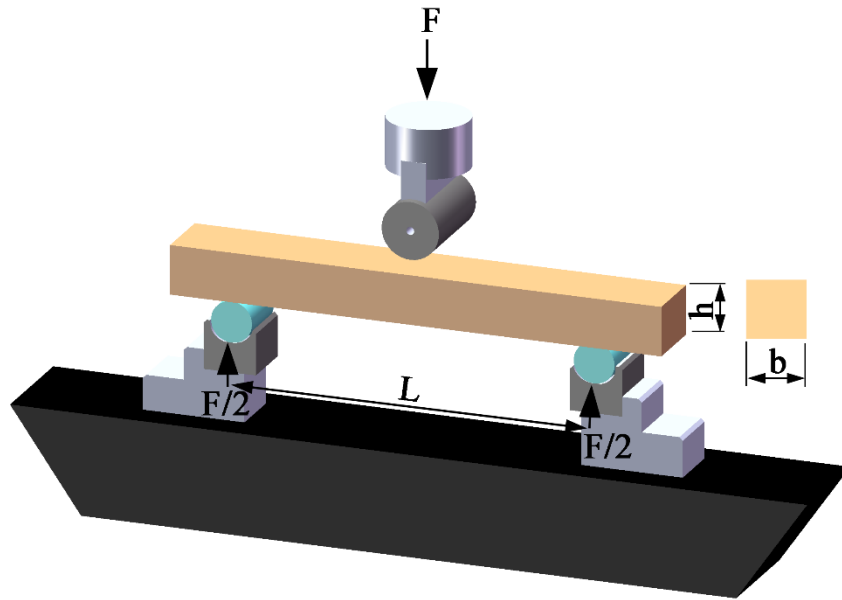
P= Eğme mukavemeti (MPa)

F= Kırılma anında numuneye uygulanan kuvvet (N)

L= Destek noktaları arasındaki mesafe (mm)

b= Numune genişliği (mm)

h= Numune yüksekliği (mm)

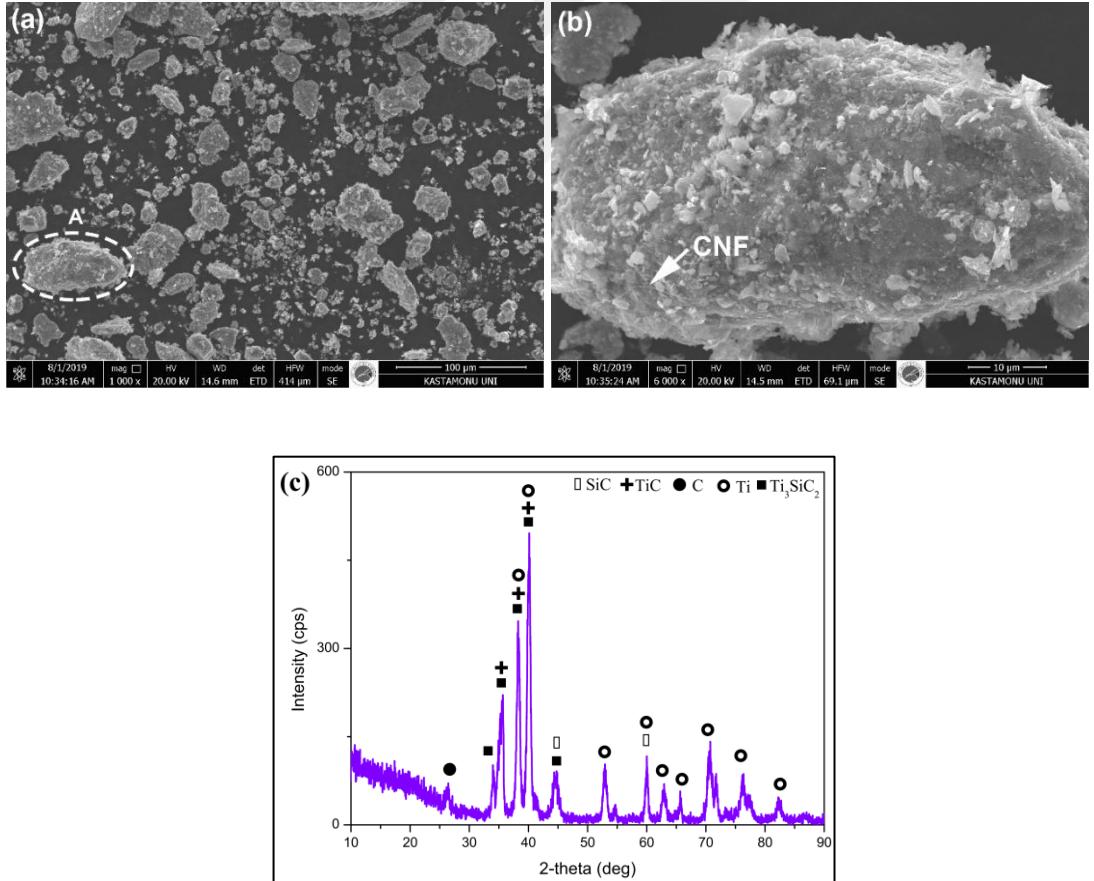


Fotoğraf 7.9. Üç noktalı eğme testi düzeneği

8. BULGULAR VE TARTIŞMA

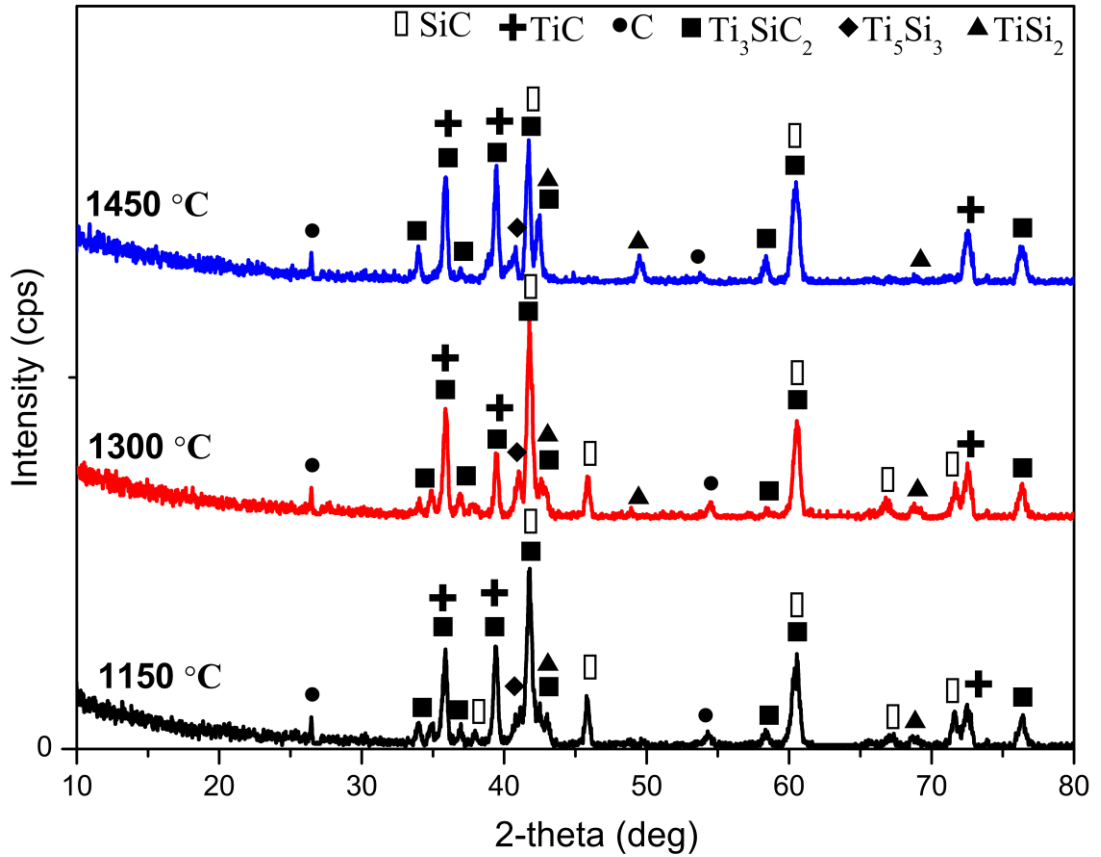
8.1. Mikroyapı Sonuçları

Bilyalı öğütme işleminden sonra üretilen alaşımlı tozun SEM fotoğrafı ve XRD analizi, Şekil 8.1'de verilmiştir. Bilyalı öğütme işleminden sonra, tozların küresel, köşeli ve çubukumsu gibi farklı morfolojilere sahip oldukları Şekil 8.1a'da görülmektedir. Bilyalı öğütme işlemi sonucunda başlangıç tozları tamamen farklı bir morfolojiye sahiptir. KNF, A bölgesinde toz tanesinde açıkça görülür (Şekil 8.1b). Şekil 8.1c'de verilen XRD şablonunda, sentezlenmiş tozda oluşan fazlar tespit edildi. Mikroyapıda Ti, TiC, SiC, C, Ti_3SiC_2 fazları oluştu. TiC ve Ti_3SiC_2 yeni oluşturulmuş fazlardır. Ti_3SiC_2 fazının varlığı, MAX fazının tozda elde edildiğini gösterir.



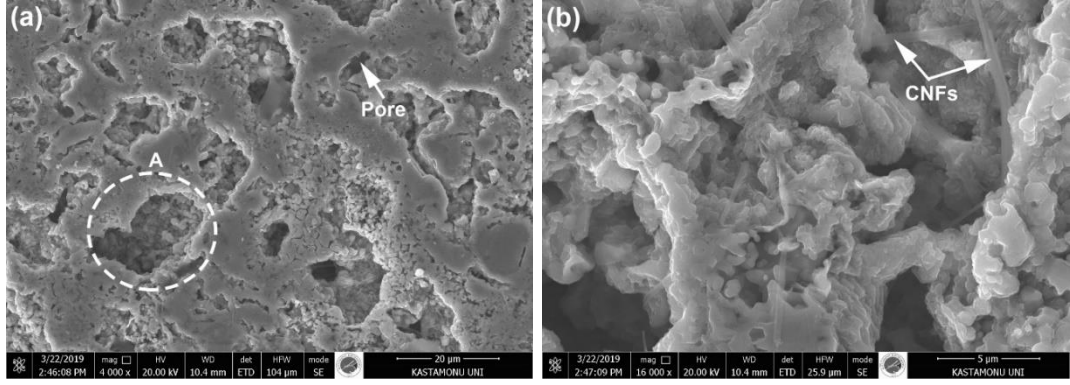
Şekil 8.1. (a, b) Bilyalı öğütülmüş tozun farklı büyütme oranlarında SEM görüntüleri ve (c) XRD deseni

Soğuk preslenmiş ve daha sonra 1150 °C, 1300 °C ve 1450 °C'de sinterlenmiş numunelerin XRD desenleri Şekil 8.2'de gösterilmektedir. Üç sıcaklıkta da benzer fazlar tespit edilmiş olup, bu fazlar SiC, TiC, C, Ti₃SiC₂, Ti₅Si₃ ve TiSi₂'dir. Bu fazların pikleri Şekil 8.2'de kolaylıkla tanımlanabilmektedir. XRD paternleri ayrıca başlangıç tozundaki tüm Ti'nin farklı fazlar oluşturmak için reaksiyona girdiğini göstermektedir. Sinterleme sıcaklığının artmasıyla TiC, Ti₃SiC₂, Ti₅Si₃ ve TiSi₂ fazlarına ait piklerin şiddetlerinde de artış meydana gelmiştir. Bu durum sıcaklık artışıyla reaktifliğin artması ile ilişkilendirilebilir (Ortiz vd., 2000; Singh vd., 2011). Öğütülmüş fakat sinterlenmemiş tozdan farklı olarak sinterlenmiş numunelerde Ti₅Si₃ ve TiSi₂ fazları meydana gelmiştir. Bunun yanında Ti tamamen kaybolmuştur. Bu durum yukarıda vurgulanmıştır. Ayrıca grafikten SiC fazının piklerinde azalmada görülmektedir. Bu, SiC'un yüksek sıcaklıklarda bozulması ile açıklanabilir. Bozulma ürünleri Ti ile birleşerek diğer ikili (TiC, Ti₅Si₃ ve TiSi₂) ve üçlü fazları (Ti₃SiC₂) oluşturmuştur (Bale vd., 2002).

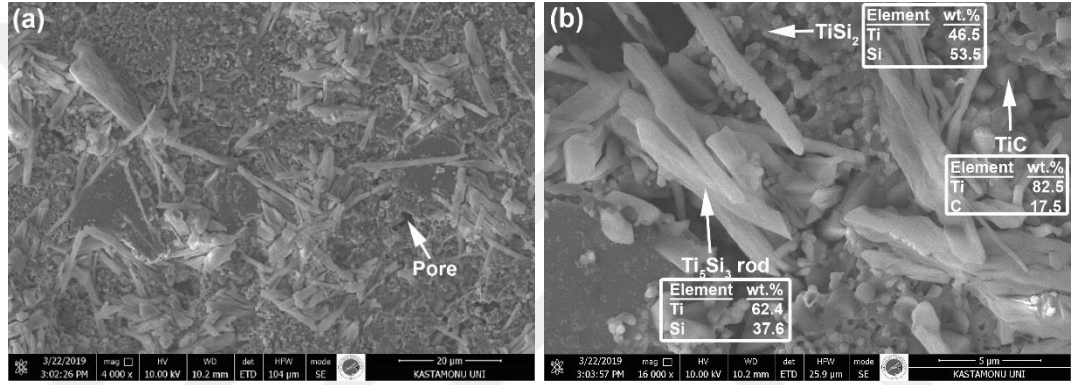


Şekil 8.2. Sinterlenmiş numunelerin XRD deseni

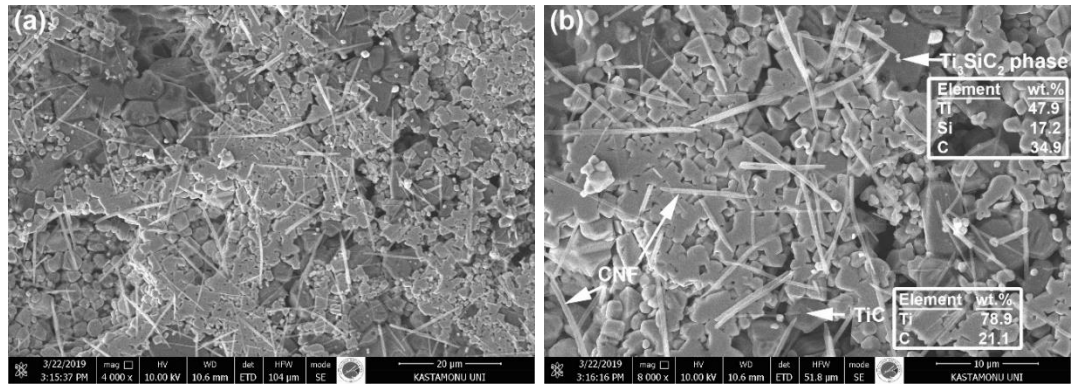
1150 °C, 1300 °C ve 1450 °C'de sinterlenmiş numunelerin SEM fotoğrafları ve bazı bölgelerin EDS analizi Şekil 8.3-Şekil 8.5'de detaylı bir şekilde görülmektedir. Şekil 8.3'de, yani 1150 °C'de sinterlenmiş numunenin fotoğrafından numunenin kısmen gözenekli olduğu görülmektedir. Yine aynı fotoğrafta karbon nano fiberlerde belirgin bir şekilde görülmektedir. Sinterleme sıcaklığının 1150 °C'den 1300 °C'ye çıkmasıyla mikroyapı değişimleri göze çarpmaktadır (Şekil 8.4). Özellikle dikkat çekici yapılar, rodlu yapılardır. Bu rodlu yapıların EDS analizi ve morfolojisi dikkate alınarak Ti_5Si_3 fazlı yapılar olduğu sanılmaktadır. Ding vd. (2019) Ti-C-Si sistemleri ve oluşum mekanizmaları konulu çalışmasında Ti_5Si_3 rodlu yapıyı tespit etmişlerdir. $Ti+Si \rightarrow Ti_5Si_3$ reaksiyonuna göre bu yapının oluşumunu rapor etmişlerdir. Bizim tez çalışmamızda bu fazın EDS analizi Şekil 8.4b'de verilmiştir. Fazın bileşimi ağırlıkça % 62.4 Ti ve % 37.6 Si şeklindedir. Yine Şekil 8.4'den TiC ve $TiSi_2$ fazlı yapıların varlığında görülmektedir. Yüksek sıcaklıkta yüksek miktarda Si'nin Ti ile reaksiyonu sonucunda $TiSi_2$ fazı oluşmuştur. Bu fazın EDS analiz ise ağırlıkça % 46.5 Ti ve % 53.5 Si'dir. Bu fazlar Şekil 8.6'daki Ti-Si-C üçlü faz diyagramında da görülmektedir. Diyagramda Si köşesine gidildikçe $TiSi_2$ fazının oluşumu desteklenmektedir. Sinterleme sıcaklığı 1450 °C'ye ulaştığında mikroyapıda karbon nanofiber, TiC ve Ti_3SiC_2 yapı ve fazları görülmektedir (Şekil 8.5). TiC miktarının artmasıyla Ti_5Si_3 rodlu yapının kaybolduğu mikroyapıdan anlaşılmaktadır. TiC ağının oluşması, Ti_5Si_3 fazının oluşumunu engellemektedir şeklinde açıklanabilmektedir (Ding vd., 2019). 1450 °C'de sinterlenen numune için Ti_3SiC_2 fazı, parlatılmış ve dağlanmış numunenin mikroyapısında belirgin olarak görülmektedir. Bu fazın EDS analizi ağırlıkça % 47.9 Ti, % 17.2 Si ve % 34.9 C'dir. Ti_3SiC_2 fazı, Ti-Si-C üçlü faz diyagramında T1 fazı olarak görülmektedir. Kimyasal bileşimde faz diyagramındaki değerlere yakın bir değerdedir. TiC partikülleri Ti-Si ile reaksiyona girer ve karbon varlığında Ti_3SiC_2 fazı TiC partiküllerinden çekirdeklenir ve katmanlı bir yapıya dönüşür (Yaghobizadeh vd., 2018).



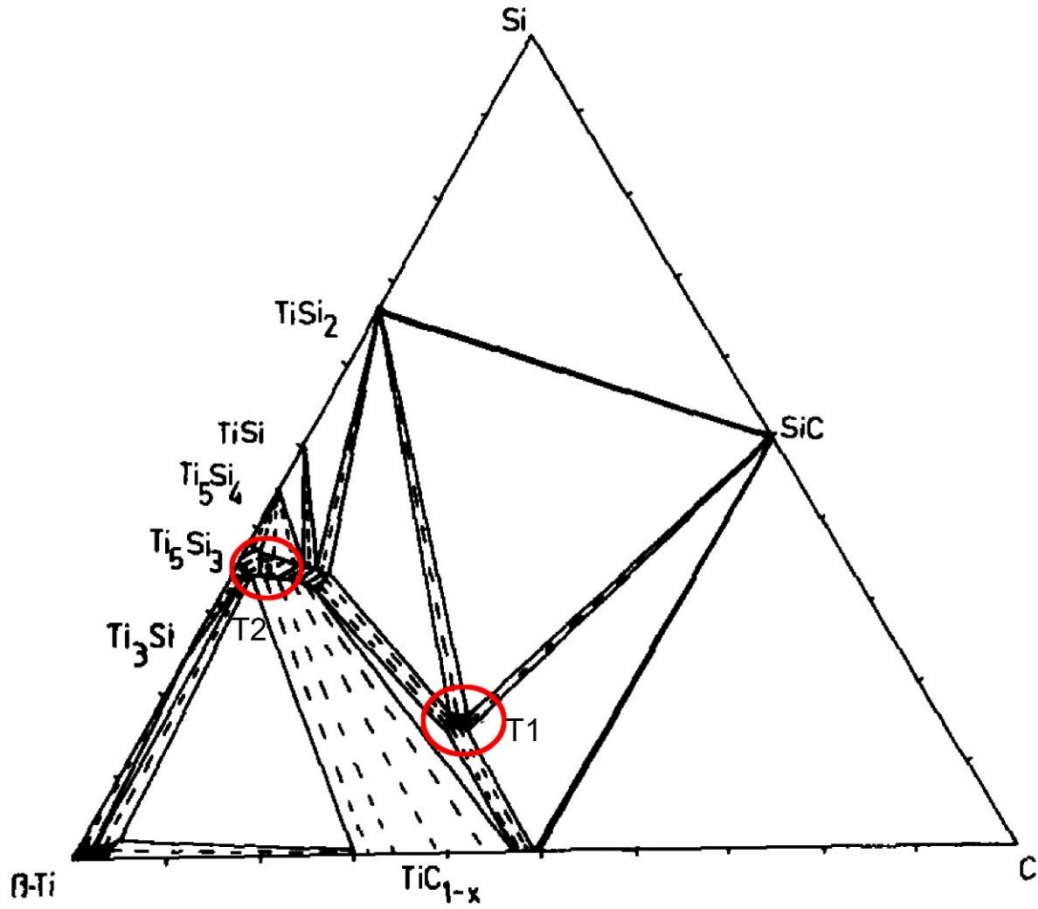
Şekil 8.3. (a) 1150 °C’de sinterlenmiş numunenin SEM fotoğrafı ve (b) A bölgesinin detaylı görünümü



Şekil 8.4. (a) 1300 °C’de sinterlenmiş numunenin SEM fotoğrafı ve (b) Detaylı görünüm ve EDS analizi



Şekil 8.5. (a) 1450 °C’de sinterlenmiş numunenin SEM fotoğrafı ve (b) Detaylı görünüm ve EDS analizi



Şekil 8.6. 1373 K sıcaklıktaki Ti-Si-C üçlü faz diyagramı (Wakelkamp vd., 1991)

8.2. Yoğunluk Sonuçları

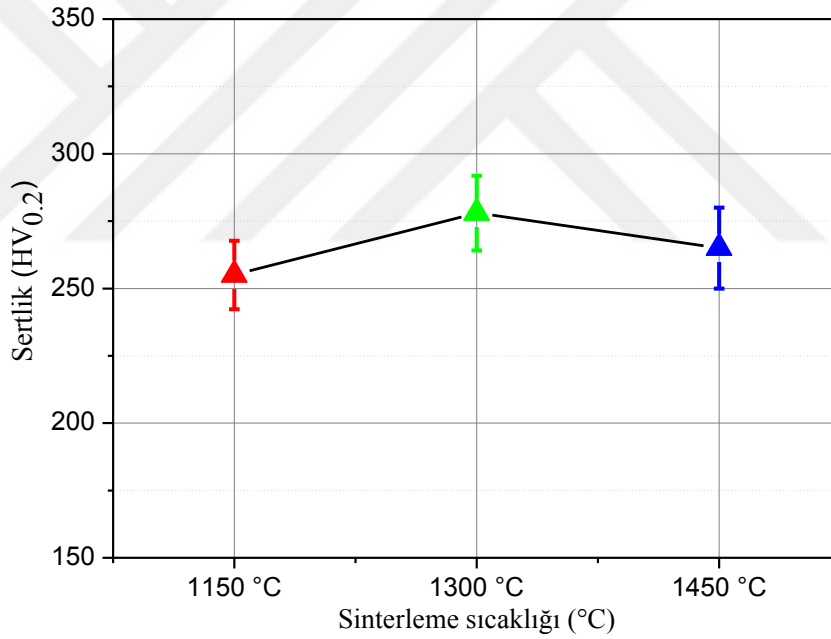
Tablo 8.1, Ti_3SiC_2 -KNF malzemelerinin deneysel ve bağıl yoğunluklarını göstermektedir. Deneysel yoğunlukları 3.4294 ila 3.7542 g/cm^3 arasında değişmektedir. Bağıl yoğunluklar % 84.39 ile % 92.38 arasında değişmektedir. Sinterleme sıcaklığını artırarak, numunelerin hem deneysel hem de bağıl yoğunlukları önemli ölçüde artmıştır. Daha yüksek sinterleme sıcaklıklarında, daha yüksek difüzyon oranları nedeniyle daha yoğun bir yapı oluşmuştur (Min vd., 2007).

Tablo 8.1. Numunelerin deneysel ve bağıl yoğunlukları

Sinterleme sıcaklığı (°C)	Deneysel yoğunluk (g/cm^3)	Bağıl yoğunluk (%)
1150	3,4294	84,39
1300	3,5159	86,52
1450	3,7542	92,38

8.3. Sertlik Sonuçları

Ti_3SiC_2 -KNF malzemelerinin sertlik grafiği Grafik 8.1'de verilmektedir. Mikro sertlik değerleri artan sinterleme sıcaklığı ile 255 $HV_{0.2}$ ila 278 $HV_{0.2}$ arasında değişmiştir. Numunelerin sertliği, sırasıyla 1150 °C, 1300 °C ve 1450 °C'de sinterlenen numuneler için 255 $HV_{0.2}$, 278 $HV_{0.2}$ ve 268 $HV_{0.2}$ 'dir. Sertlik, sinterleme sıcaklığı 1150 °C'den 1300 °C'a artarken artmış, sıcaklığın 1300 °C'den, 1450 °C'ye artmasıyla sertlik kısmen azalmıştır. 1100 °C'de kısmen gözenek bulunması sertliğin azda olsa düşük olmasına neden olmuştur. 1300 °C'deki yüksek mikro sertlik esas olarak TiC ve Ti_5Si_3 gibi sert fazların varlığından kaynaklanmaktadır. 1450 °C'de sertliğin düşmesi artan Ti_3SiC_2 fazının varlığıdır. Liu vd. (2009) bunu yumuşak ve monolitik Ti_3SiC_2 'in olmasına dayandırmaktadır.

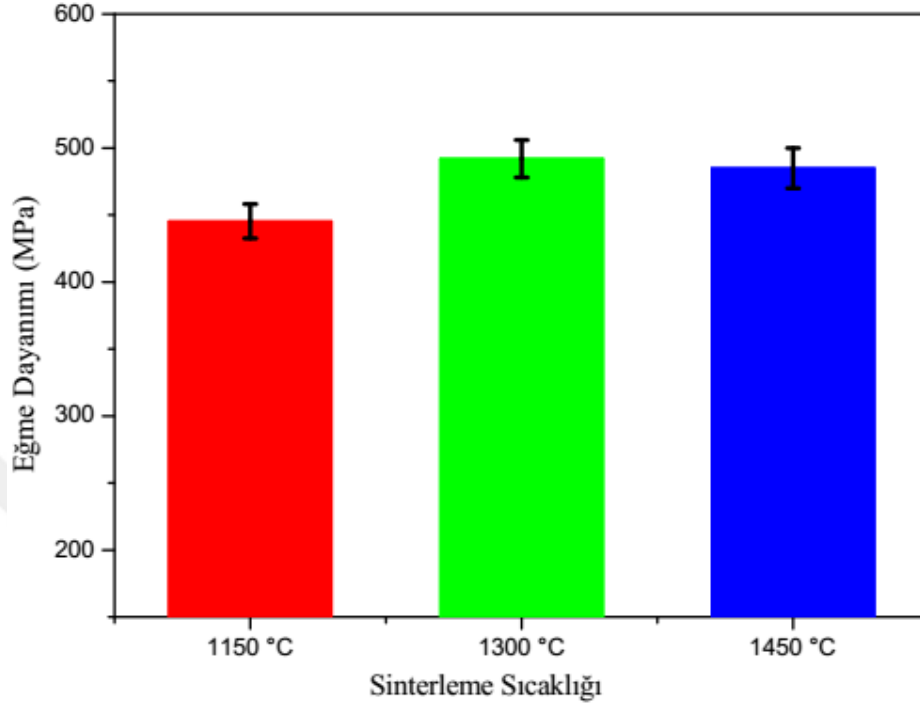


Grafik 8.1. Ti_3SiC_2 -KNF malzemelerin sinterleme sıcaklığına bağlı sertlik grafiği

8.4. Üç Noktalı Eğme Testi Sonuçları

Kırılma tokluğunu belirlemek için yapılan üç noktalı eğme testi 50 kN kapasiteli üniversal tip çekme cihazında ASTM B 528-83a standardına göre ve 1 mm/dk test hızında yapılmıştır. Üç noktalı eğme testi için 40 mm x 10 mm x 10 mm ölçülerindeki numuneler kullanılmıştır. Her bir numune için üç noktalı eğme testi üçer defa

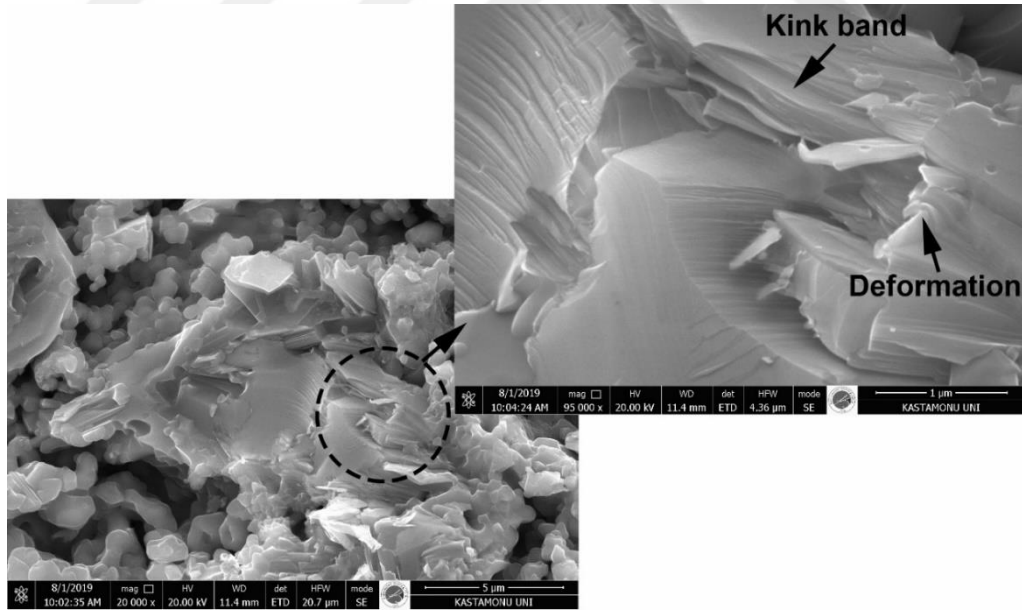
tekrarlanmıştır. Elde edilen değerlerin ortalaması alınarak sinterleme sıcaklığının etkisi tartışılmaya çalışılmıştır.



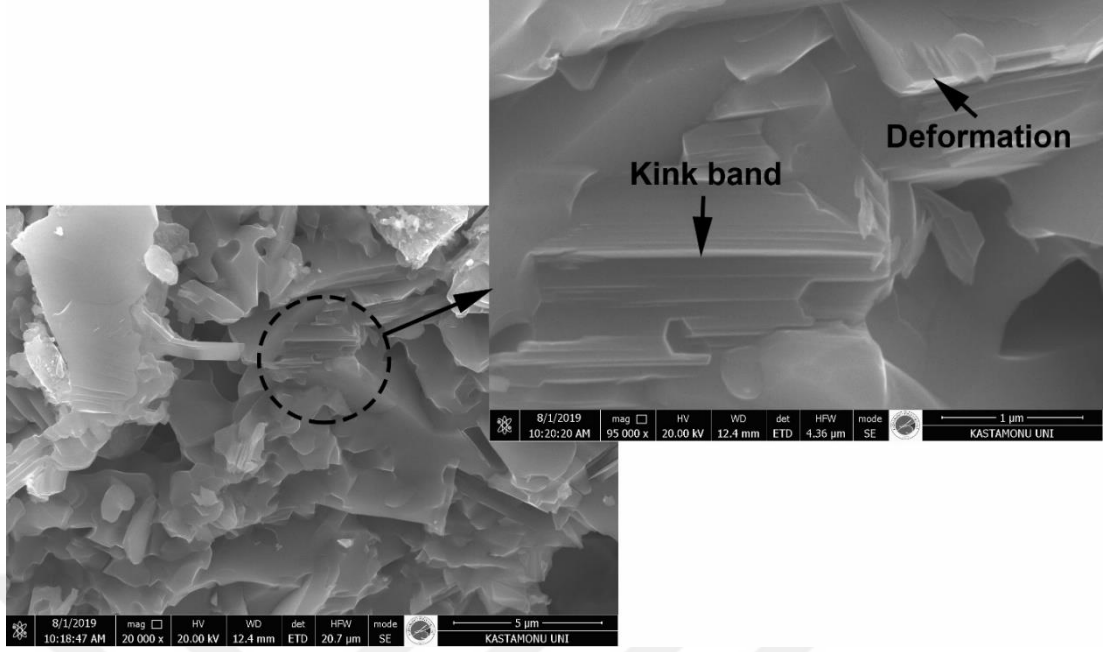
Grafik 8.2. Sinterleme sıcaklığının eğme dayanımına etkisi

Eğme mukavemeti üzerine sinterleme sıcaklığının etkisi Grafik 8.2’de görülmektedir. Sinterleme sıcaklığı arttıkça numunelerin eğme dayanımlarında artış olmuştur. Fakat 1300 °C ve 1450 °C sinterleme sıcaklıkları için benzer eğme mukavemeti değeri tespit edilmiştir. Numuneler için 1150, 1300 ve 1450 °C’deki eğme mukavemetleri sırasıyla 445 MPa, 490 MPa ve 485 MPa’dır. İlk numunedeki (1150 °C) mukavemetin düşük olmasının nedeni yapıda var olan gözeneklerin çentik etkisi oluşturarak zayıflama etkisi meydana getirmesidir. Sıcaklığın etkisi ile gözenekler katı hal difüzyonundan dolayı kapanmıştır ve bu yüzden dayanımda artış meydana gelmiştir. Ancak 1450 °C’deki dayanımın çok az düşüş göstermesi, yapıda yumuşak seramik fazının (Ti_3SiC_2) varlığıdır. Yine numunelerin uzama değerlerinde de farklılıklar meydana gelmiştir. 1150, 1300 ve 1450 °C’deki % uzama miktarları sırasıyla 1.1, 1.3 ve 1.6 olarak ölçülmüştür. Bu sonuçlar yine eğme dayanımı değerleriyle uyumludur.

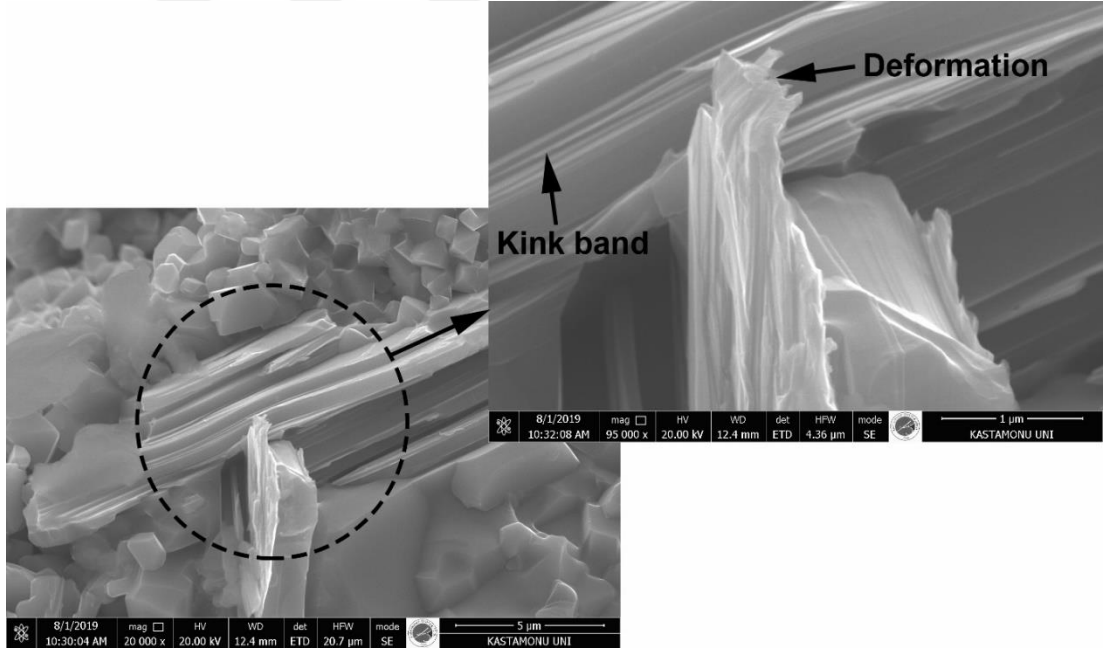
Üç noktalı eğme testi sonrasında kırılma yüzeylerinin durumu hakkında bilgi sahibi olmak için numunelerin yüzeyleri taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir. Numunelerin yüzeylerin SEM incelemeleri Şekil 8.7, Şekil 8.8 ve Şekil 8.9'da verilmiştir. Her üç numunede de kırılma şeklinin gevrek olmadığı görülmektedir. Bu numunelerdeki tokluk mekanizmaları, fiberler boyunca çatlak sapması, fiberin ayrılması ve fiberin dışarı çekilmesidir. MAX fazının kompozitlere dahil edilmesi sadece matrisin sertleştirme mekanizmasını güçlendirmekle kalmaz, aynı zamanda matrisin kendisi de tokluğun artırılmasında önemli bir rol oynayabilir. Tipik kırılğan seramik malzemelerle karşılaştırıldığında, Ti_3SiC_2 gerilimle karşı karşıya kaldıklarında farklı mikro deformasyon mekanizmalarını tolere edebilen özel bir katmanlı yapıya özel katmanlı bir yapısı (kink band) vardır (yapılarında aynı anda güçlü metalik bağ ve nispeten zayıf kovalent bağ bulunur). Bu mekanizmalar hasarın sınırlanmasına yol açar, bu nedenle gerilmenin homojen dağılımı gerilim konsantrasyonlarına karşı matris hassasiyetini azaltır (Curtin, 1991; Pompidou ve Lamon, 2007; Ly vd., 2001; Yaghobizadeh vd., 2018).



Şekil 8.7. 1150 °C'de sinterlenmiş numunenin kırık yüzeyinin SEM fotoğrafları



Şekil 8.8. 1300 °C’de sinterlenmiş numunenin kırık yüzeyinin SEM fotoğrafları



Şekil 8.9. 1450 °C’de sinterlenmiş numunenin kırık yüzeyinin SEM fotoğrafları

9. GENEL SONUÇLAR

MAX fazlı malzemelerin toz metalürjisi yöntemi ile üretimi ve karakterizasyonun araştırılması amaçlanan bu çalışmada aşağıdaki bilgi, bulgu ve sonuçlara ulaşılmıştır.

- Ti_3SiC_2 -KNF kompozit malzemeler toz metalürjisi yöntemi kullanılarak başarılı bir şekilde üretilmiştir. Üretim parametresi olarak sinterleme sıcaklığı tercih edilmiştir ve bu sinterleme sıcaklığının bazı özellikler üzerine etkileri tespit edilmiştir.
- XRD analizine göre her üç sinterleme sıcaklığında (1150, 1300 ve 1450 °C) SiC, TiC, C, Ti_3SiC_2 , Ti_5Si_3 ve $TiSi_2$ fazları tespit edilmiştir. Sinterleme sıcaklığının artmasıyla Ti_3SiC_2 MAX fazının şiddetinin daha da arttığı belirlenmiştir.
- SEM fotoğraflarından mikroyapıda düşük sinterleme sıcaklığında gözenekli yapının oluştuğu görülmüştür. Sinterleme sıcaklığının 1150 °C'den 1300 °C'ye çıkmasıyla mikroyapı değişimleri göze çarpmaktadır. Rodlu yapılar oluşmuştur. Sinterleme sıcaklığı 1450 °C'ye ulaştığında mikroyapıda karbon nanofiber, TiC ve Ti_3SiC_2 yapı ve fazları görülmektedir. TiC miktarının artmasıyla Ti_5Si_3 rodlu yapının kaybolduğu mikroyapıdan anlaşılmaktadır.
- Sinterleme sıcaklığının artmasıyla, numunelerin hem deneysel hem de bağlı yoğunlukları önemli ölçüde artmıştır. Daha yüksek sinterleme sıcaklıklarında, daha yüksek difüzyon oranları nedeniyle daha yoğun bir yapı oluşmuştur.
- Mikro sertlik değerleri artan sinterleme sıcaklığı ile oldukça değişmiştir. Numunelerin sertliği, sırasıyla 1150 °C, 1300 °C ve 1450 °C'de sinterlenen numuneler için 255 HV0.2, 278 HV0.2 ve 268 HV0.2'dir. Sertlik, sinterleme sıcaklığı 1150 °C'den 1300 °C'a artarken artmış, sıcaklığın 1300 °C'den, 1450 °C'ye artmasıyla sertlik kısmen azalmıştır.

- Sinterleme sıcaklığı arttıkça numunelerin eğme dayanımlarında artış olmuştur. Numuneler için 1150, 1300 ve 1450 °C'deki eğme mukavemetleri sırasıyla 445 MPa, 490 MPa ve 485 MPa'dır. 1150 °C'de mukavemetin düşük olmasının nedeni yapıda var olan gözeneklerin çentik etkisi oluşturarak zayıflama etkisi meydana getirmesidir. Sıcaklığın etkisi ile gözenekler katı hal difüzyonundan dolayı kapanmıştır. 1450 °C'deki dayanımın düşüşü yapıda yumuşak seramik fazının (Ti_3SiC_2) varlığıdır. Tipik kırılğan seramik malzemelerle karşılaştırıldığında, Ti_3SiC_2 gerilimle karşı karşıya kaldıklarında farklı mikro-deformasyon mekanizmalarını tolere edebilen özel bir katmanlı yapıya özel katmanlı bir yapısı (kink band) vardır.



10. ÖNERİLER

Bu çalışmanın neticesinde aşağıdaki önerilerde bulunulabilir:

- Aşınma ve korozyon dayanımı, numuneler üzerinde aşınma ve korozyon testi yapılarak incelenebilir.
- Farklı üretim yöntemleri kullanılarak üretim yöntemlerinin özelliklere etkisi kıyaslanabilir.



KAYNAKLAR

- Amini, S., Ni, C., & Barsoum, M. W. (2009). Processing, microstructural characterization and mechanical properties of a Ti₂AlC/nanocrystalline Mg-matrix composite. *Composites Science and Technology*, 69(3-4), 414-420.
- Arunajatesan, S., & Carim, A. H. (1995). Synthesis of titanium silicon carbide. *Journal of the American Ceramic Society*, 78(3), 667-672.
- Bale, C. W., Chartrand, P., Degterov, S. A., Eriksson, G., Hack, K., Mahfoud, R. B., Melançon, J., Pelton, A. D., & Petersen, S. (2002). FactSage thermochemical software and databases. *Calphad*, 26(2), 189-228.
- Barsoum, M. W., Yaroshuk, G., & Tyagi, S. (1997). Fabrication and characterization of M₂SnC (M= Ti, Zr, Hf and Nb). *Scripta materialia*, 37(10), 1583-1591.
- Barsoum, M. W. (2000). The MN+ 1AXN phases: A new class of solids: Thermodynamically stable nanolaminates. *Progress in Solid State Chemistry*, 28(1-4), 201-281.
- Barsoum, M. W., & El-Raghy, T. (2001). The MAX phases: Unique new carbide and nitride materials: Ternary ceramics turn out to be surprisingly soft and machinable, yet also heat-tolerant, strong and lightweight. *American Scientist*, 89(4), 334-343.
- Bouhemadou, A. (2009). Structural, electronic and elastic properties of MAX phases M₂GaN (M= Ti, V and Cr). *Solid State Sciences*, 11(11), 1875-1881.
- Barbero, E. J. (2017). Introduction to composite materials design. *CRC press*.
- Curtin, W. A. (1991). Theory of mechanical properties of ceramic- matrix composites. *Journal of the American Ceramic Society*, 74(11), 2837-2845.
- Cruise, A. M., Bowles, J. A., Patrick, T. J., & Goodall, C. V. (2006). Principles of space instrument design (Vol. 9). *Cambridge university press*.
- Dang, W., Ren, S., Zhou, J., Yu, Y., Li, Z., & Wang, L. (2016). Influence of Cu on the mechanical and tribological properties of Ti₃SiC₂. *Ceramics International*, 42(8), 9972-9980.
- Ding, H., Chu, W., Wang, Q., Miao, W., Wang, H., Liu, Q., Glandut, N. & Li, C. (2019). The in-situ synthesis of TiC in Cu melts based on Ti–Si–C system and its mechanism. *Materials & Design*, 182, 108007.
- Eklund, P., Murugaiah, A., Emmerlich, J., Czigiány, Z., Frodelius, J., Barsoum, M. W., Högberg, H. & Hultman, L. (2007). Homoepitaxial growth of Ti–Si–C MAX-phase thin films on bulk Ti₃SiC₂ substrates. *Journal of crystal growth*, 304(1), 264-269.

- El-Raghy, T., & Barsoum, M. W. (1999). Processing and mechanical properties of Ti_3SiC_2 : I, reaction path and microstructure evolution. *Journal of the American Ceramic Society*, 82(10), 2849-2854.
- El Saeed, M. A., Deorsola, F. A., & Rashad, R. M. (2012). Optimization of the Ti_3SiC_2 MAX phase synthesis. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 35, 127-131.
- Emmerlich, J., Högberg, H., Sasvári, S., Persson, P. O. & Hultman, L. (2004). Growth of Ti_3SiC_2 thin films by elemental target magnetron sputtering. *Journal of Applied Physics*, 96(9), 4817-4826.
- Fan, X., Yin, X., He, S., Zhang, L., & Cheng, L. (2012). Friction and wear behaviors of C/C-SiC composites containing Ti_3SiC_2 . *Wear*, 274, 188-195.
- Farber, L. (1999). Transmission electron microscopy study of a low-angle boundary in plastically deformed Ti_3SiC_2 . *Philosophical magazine letters*, 79(4), 163-170.
- Ghosh, N. C., & Harimkar, S. P. (2013). Microstructure and wear behavior of spark plasma sintered Ti_3SiC_2 and Ti_3SiC_2 -TiC composites. *Ceramics International*, 39(4), 4597-4607.
- Gupta, S., Filimonov, D., Palanisamy, T., & Barsoum, M. W. (2008). Tribological behavior of select MAX phases against Al_2O_3 at elevated temperatures. *Wear*, 265(3-4), 560-565.
- Hahn, H. T., & Tsai, S. W. (1980). Introduction to composite materials. CRC Press.
- Hoffman, E. N., Vinson, D. W., Sindelar, R. L., Tallman, D. J., Kohse, G., & Barsoum, M. W. (2012). MAX phase carbides and nitrides: Properties for future nuclear power plant in-core applications and neutron transmutation analysis. *Nuclear Engineering and Design*, 244, 17-24.
- Hu, J. J., Bultman, J. E., Patton, S., & Zabinski, J. S. (2004). Pulsed laser deposition and properties of $M_{n+1}AX_n$ phase formulated Ti_3SiC_2 thin films. *Tribology Letters*, 16(1-2), 113-122.
- Huang, X., Gao, Y., Wang, Z., Yi, Y., & Wang, Y. (2019). Microstructure, mechanical properties and strengthening mechanisms of in-situ prepared $(Ti_5Si_3+TiC_{0.67})/TC4$ composites. *Journal of Alloys and Compounds*, 792, 907-917.
- Hug, G., Eklund, P., & Orchowski, A. (2010). Orientation dependence of electron energy loss spectra and dielectric functions of Ti_3SiC_2 and Ti_3AlC_2 . *Ultramicroscopy*, 110(8), 1054-1058.
- Istomin, P., Nadutkin, A., & Grass, V. (2013). Fabrication of Ti_3SiC_2 -based ceramic matrix composites by a powder-free SHS technique. *Ceramics International*, 39(4), 3663-3667.

- Jeitschko, W., Nowotny, H., & Benesovsky, F. (1963). Ti_2AlN , eine stickstoffhaltige H-phase. *Monatshefte für Chemie/Chemical Monthly*, 94(6), 1198-1200.
- Kero, I., Tegman, R., & Antti, M. L. (2011). Phase reactions associated with the formation of Ti_3SiC_2 from TiC/Si powders. *Ceramics International*, 37(7), 2615-2619.
- Lis, J., Miyamoto, Y., Pampuch, R., & Tanihata, K. (1995). Ti_3SiC -based materials prepared by HIP-SHS techniques. *Materials Letters*, 22(3-4), 163-168.
- Lis, J., Pampuch, R., Rudnik, T., & Węgrzyn, Z. (1997). Reaction sintering phenomena of self-propagating high-temperature synthesis-derived ceramic powders in the Ti-Si-C system. *Solid State Ionics*, 101, 59-64.
- Liu, Y., Chen, J., & Zhou, Y. (2009). Effect of Ti_5Si_3 on wear properties of $Ti_3Si(Al)C_2$. *Journal of the European Ceramic Society*, 29(16), 3379-3385.
- Liu, X. M., Le Flem, M., Béchade, J. L., & Monnet, I. (2010). Nanoindentation investigation of heavy ion irradiated $Ti_3(Si,Al)C_2$. *Journal of Nuclear Materials*, 401(1-3), 149-153.
- Ly, H. Q., Taylor, R., Day, R. J., & Heatley, F. (2001). Conversion of polycarbosilane (PCS) to SiC-based ceramic Part 1. Characterisation of PCS and curing products. *Journal of Materials science*, 36(16), 4037-4043.
- Min, K. H., Lee, B. H., Chang, S. Y., & Do Kim, Y. (2007). Mechanical properties of sintered 7xxx series Al/SiC_p composites. *Materials Letters*, 61(11-12), 2544-2546.
- Nickl, J. J., Schweitzer, K. K., & Luxenberg, P. (1972). Gasphasenabscheidung im system Ti-Si-C. *Journal of the Less Common Metals*, 26(3), 335-353.
- Ortiz, A. L., Cumbreira, F. L., Sánchez-Bajo, F., Guiberteau, F., Xu, H., & Padture, N. P. (2000). Quantitative phase-composition analysis of liquid- phase-sintered silicon carbide using the rietveld method. *Journal of the American Ceramic Society*, 83(9), 2282-2286.
- Palmquist, J. P., Li, S., Persson, P. Å., Emmerlich, J., Wilhelmsson, O., Högberg, Katsnelson, M.I., Johansson, B., Ahuja, R., Eriksson, O., Hultman, L. & Jansson, U. (2004). $M_{n+1}AX_n$ phases in the Ti- Si- C system studied by thin-film synthesis and ab initio calculations. *Physical Review B*, 70(16), 165401.
- Patel, M., Singh, V., Singh, S., & Prasad, V. B. (2018). Micro-structural evolution during diffusion bonding of C-SiC/C-SiC composite using Ti interlayer. *Materials Characterization*, 135, 71-75.
- Pompidou, S., & Lamon, J. (2007). Analysis of crack deviation in ceramic matrix composites and multilayers based on the Cook and Gordon mechanism. *Composites science and technology*, 67(10), 2052-2060.

- Rester, M., Neidhardt, J., Eklund, P., Emmerlich, J., Ljungcrantz, H., Hultman, L., & Mitterer, C. (2006). Annealing studies of nanocomposite Ti–Si–C thin films with respect to phase stability and tribological performance. *Materials Science and Engineering: A*, 429(1-2), 90-95.
- Shi, S., Zhang, L., & Li, J. (2008). Ti₃SiC₂ material: an application for electromagnetic interference shielding. *Applied Physics Letters*, 93(17), 172903.
- Singh, A., Bakshi, S. R., Virzi, D. A., Keshri, A. K., Agarwal, A., & Harimkar, S. P. (2011). In-situ synthesis of TiC/SiC/Ti₃SiC₂ composite coatings by spark plasma sintering. *Surface and Coatings Technology*, 205(13-14), 3840-3846.
- Sun, Z. M. (2011). Progress in research and development on MAX phases: a family of layered ternary compounds. *International Materials Reviews*, 56(3), 143-166.
- Utili, M., Agostini, M., Coccoluto, G., & Lorenzini, E. (2011). Ti₃SiC₂ as a candidate material for lead cooled fast reactor. *Nuclear Engineering and design*, 241(5), 1295-1300.
- Yaghobizadeh, O., Sedghi, A., & Baharvandi, H. R. (2018). Mechanical properties and microstructure of the CC-SiC, CC-SiC-Ti₃SiC₂ and CC-SiC-Ti₃Si(Al)C₂ composites. *Materials Science and Engineering: A*, 731, 446-453.
- Wakelkamp, W. J. J., Van Loo, F. J. J., & Metselaar, R. (1991). Phase relations in the Ti-Si-C system. *Journal of the European Ceramic Society*, 8(3), 135-139.
- Wu, E., Kisi, E. H., Riley, D. P., & Smith, R. I. (2002). Intermediate Phases in Ti₃SiC₂ Synthesis from Ti/SiC/C Mixtures Studied by Time- Resolved Neutron Diffraction. *Journal of the American Ceramic Society*, 85(12), 3084-3086.
- Zhang, Z. F., Sun, Z. M., Hashimoto, H., & Abe, T. (2003). Effects of sintering temperature and Si content on the purity of Ti₃SiC₂ synthesized from Ti/Si/TiC powders. *Journal of Alloys and Compounds*, 352(1-2), 283-289.
- Zhou, Y., & Sun, Z. (2000). Electronic structure and bonding properties of layered machinable Ti₂AlC and Ti₂AlN ceramics. *Physical Review B*, 61(19), 12570.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Ibtesam Said Shneeb SAİD
Doğum Yeri ve Yılı : Libya 18/01/1971
Medeni Hali : Evli
Cinsiyet : Bayan
Yabancı Dili : İngilizce
E-mail : ibtesamsaid46@gmail.com



Eğitim Durumu

Lisans : Kimya Mühendisliği Bölümü-Mühendislik Fakültesi
Tripoli Üniversitesi, 1995
Lise : 24 March Lisesi, 1989