



Ahmet Atasoy

Emre Saka

Abdullah Koşar

Sakarya University, Sakarya-Turkey

aatasoy@sakarya.edu.tr; emresaka41@gmail.com; aabdullahkosar@gmail.com

DOI	http://dx.doi.org/10.12739/NWSA.2018.13.3.1A0409	
ORCID ID	0000-0003-1564-8793	-
	-	
CORRESPONDING AUTHOR	Ahmet Atasoy	

Ti₃SiC₂ MAX FAZININ ELEMENTEL TOZ KULLANILARAK SENTEZİ

ÖZ

MAX seramik ailesinde en dikkat çeken ve üzerinde en fazla araştırma yapılan sistem Ti-Si-C sistemi ve 312 yapısıdır. Ti₃SiC₂ fazı farklı başlangıç malzemeleri kullanılarak üretilmektedir. Kullanılan malzemelere bağlı olarak, üretim parametreleri ve yöntemleri farklılık göstermektedir. Bu çalışmada, titanyum, silisyum ve karbon kullanılarak, hazırlanan stiokiometrik karışımdan yüksek safiyette Ti₃SiC₂ fazının sentezi çalışılmıştır. Kullanılan başlangıç karışımları ve elde edilen reaksiyon ürünleri SEM, XRD, XRF, TG/DTA gibi analiz yöntemleriyle analiz edilmiştir. Deneysel sonuçlara göre, başlangıç karışımında bulunan silisyum miktarı önemlidir. X-ışınları analizi göstermiştir ki; 1350°C'de ve iki saat sinterleme süresinden sonra yapıda 312 MAX fazı oluşmaktadır. Ortamda bulunan karbon kilit role sahiptir ve fazla karbonun bulunması halinde oluşan MAX fazı, yüksek sıcaklıklarda ikili karbür yapısına dönüşmektedir.

Anahtar kelimeler: MAX Fazı, Seramik Sistemler, İşlenebilir Seramikler, Ti₃SiC₂, SEM

SYNTHESIS OF Ti₃SiC₂ MAX PHASE FROM ELEMENTAL POWDERS

ABSTRACT

In MAX phase material family, Ti-Si-C system and especially 312 Ti₃SiC₂ phase is the most attracted and investigated structure. It can be produced from different methods. As expected, each method differs processing methods, experimental conditions and parameters depending on the starting composition. In this article, the processing of high purity Ti₃SiC₂ phase was studied using Ti, Si and C powders. The powders were mixed in stoichiometric ratio to obtain pure Ti₃SiC₂ phase. Both of the initial and the obtained product samples were characterised using SEM, XRD, XRF, TG/DTA methods. The results showed that, the silicon content was important and carbon plays critical role. X-ray diffraction analysis showed that the 312 TiSiC phases was formed after the sintering at temperature of 1350 °C for 2 h. If excess carbon is present in the system, the formed MAX phase was converted into binary carbide phases.

Keywords: MAX Phase, Ceramic Systems, Machinable Ceramics, Ti₃SiC₂, SEM

How to Cite:

Atasoy, A., Saka, E. ve Koşar, A., (2018). Ti₃SiC₂ Max Fazının Elementel Toz Kullanılarak Sentezi, **Engineering Sciences (NWSAENS)**, 13(3):156-166, DOI: 10.12739/NWSA.2018.13.3.1A0409.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

MAX fazlı malzemeler ailesi çok geniş olup, nitrürlü ve karbürüli sistemleri kapsamaktadır. Bu ifade; yeni nesil işlenebilir, katmanlı seramik malzemeler için kullanılan bir tanımdır. Yapıda, M'yi erken geçiş, A'yı A-grubu, X ise karbon/azot elementlerini temsil etmektedir. Tarihsel gelişme süreci iki aşamada incelenebilir;

- **1996 Öncesi:** Nowontny ve arkadaşları 1960 yıllarda 100 den fazla MAX formunda yeni fazlar keşfetmiştir[1]. Bu fazları tanımlamak için D, E G ve H fazlar gibi alfabetik sıraya göre ifadeler kullanılmıştır.
- **1996 Sonrası:** Barsoum ve El-Ragby, Ti_3SiC_2 fazını saf olarak üretmeyi başarmış ve bu tarihten sonra MAX fazlı seramikler tekrar ilgi odağı olmuştur [2 ve 5]. Bu ekip tarafından yapılan çalışmalarda, MAX fazlı malzemeler, yeni nesil katılar, termodinamik olarak kararlı nano laminantlar olarak tanımlanmıştır.

Bu malzemeler, Tablo 1'de verildiği gibi sistemlerine ve oluşan yapıya bağlı olarak iki farklı grupta incelenmektedir. Malzeme sistemlerine göre, günümüzde, 10'dan fazla MAX sistemleri bulunmaktadır [4, 6 ve 8]. Bu sistemler; Ti-Si-C sistemi, Ti-Al-C sistemi, Ti-Sn-C sistemi, V-Al-C sistemi, V-Cr-Al-C sistemi, Ta-Al-Sn-C sistemi, Nb-Al-C sistemi. Bu sistemlere aşağıda kısaca bahsedilmiştir.

- **Ti-Si-C Sistemi:** MAX fazlı seramikler ailesinde en fazla ilgi çeken ve üzerinde en fazla araştırma yapılan malzemedir. Bunun nedeni 1960'lı yıllarda 100'den fazla keşfedilen fazlardan biri olan Ti_3SiC_2 fazının ilk kez ve yüksek saflıkta elde edilmesinden kaynaklanmaktadır [1 ve 7].
- **Ti-Al-C Sistemi:** Ti-Al-C üçlü sisteminde, yeni nesil seramiklere ait birden fazla MAX fazlı malzeme bulunmaktadır. Bunlar; Ti_2AlC , Ti_3AlC_2 ve $Ti_5Al_2C_3$ malzemeleridir [9 ve 10].
- **Ti-Sn-C Sistemi:** Bu sistemde, 312 yapının (Ti_3SnC_2) tespiti Rietveld yöntemi ile gerçekleşmiştir [11]. Bu malzeme çok iyi bir şekilde kristalize olmaktadır ve hacimsel sertlik olarak diğer nitrür ve karbür nano katmanlı malzemelerden daha iyidir, diğer özellikleriyle bu malzeme, yüksek performanslı seramik olduğunu göstermiştir.
- **V-Al-C Sistemi:** 312 yapıllı V_3AlC_2 malzemesi, ince film kaplama yöntemi ile keşfedilmiştir [12 ve 13]. Bu yapının yanında, V_2AlC yapısı ve ince siyah hegzagonal trombosit ve metal parlaklığına sahip olan $V_4AlC_{2.69}$ yapısı da bulunmaktadır.
- **V-Cr-Al-C Sistemi:** Yeni fazların elde edilmesi için; farklı katı malzemelerin birbiriyle karıştırılması sonucu ortaya çıkan yeni karışımların kullanılması; bir yöntem olarak denenebilir. Cr-Al-C sisteminde, 312 yapısı olmamasına rağmen, V ilavesi ile oluşan karışımın sentezlenmesiyle $(V_{0.5}Cr_{0.5})_3AlC_2$, $(V_{0.5}Cr_{0.5})_4AlC_3$ ve $(V_{0.5}Cr_{0.5})_5Al_2C_3$ fazları elde edilmiştir [7 ve 13].
- **Ta-Al-Sn-C Sistemi:** Ta-Al-Sn-C sisteminde, $Ta_3Al_{0.6}Sn_{0.4}C_2$ fazı sentezlenmiştir [14]. Ta-Al-C sistemindeki tek fazlı Ta_3AlC_2 üretimi mümkündür.
- **Nb-Al-C Sistemi:** Yüksek sıcaklıklarda, farklı oranlarda Nb-Al ve C karışımları sentezlenerek Nb_4AlC_3 fazının elde edilebileceği ispatlanmıştır [15]. Oluşan faz yapısına bağlı olarak, MAX Fazlı malzemeler, beş grupta incelenmektedir. Bunlar, 211, 312, 413, 523, 725. Literatürde, 50 den fazla 211 yapıllı MAX fazı bulunmasına rağmen, sadece 3 farklı 312 fazlı malzeme bulunmaktadır.

Tablo 1. MAX fazlı malzemelerinin sınıflandırılması
(Table 1. Classification of MAX-phase materials)

a-Malzeme Sistemleri	b-Stiokiometrik Yapıya Göre				
	1-211	11-312	111-413	1v-523	v-725
1.Ti-Si-C	V ₂ AlC	Ti ₃ SnC ₂	V ₄ AlC _{2.69}	Ti ₅ Al ₂ C ₃	Ti ₇ Si ₂ C ₅
2.Ti-Al-C	Ti ₂ AlC	Ta ₃ AlC ₂	Nb ₄ AlC ₃	Ti ₅ Si ₂ C ₃	
3.Ti-Sn-C		Ta ₃ Al _{0.6} Sn _{0.4} C ₂		(V _{0.5} Cr _{0.5}) ₅	
4.V-Al-C		V ₃ AlC ₂		Al ₂ C ₃	
5.V-Cr-Al-C		Ti ₃ SiC ₂			
6.Ta-Al-Sn-C		Ti ₃ AlC ₂			
....					

Nano katmanlı malzemelerin özellikleriyle kombinasyon oluşturmaları nedeniyle, MAX fazlı malzemelerin kullanım alanının potansiyel olarak çok geniş olması beklenmektedir. MAX malzemeleri, serbest toz formunda, yüksek sıcaklık yapısal parçalarının (elektrik kontakları yatakları, ısıtma elementleri, nozul, ısı eşanjörü, kalıplar, darbeye dayanıklı malzemeler) üretiminde çok ilgi çekici bir malzemedir. Aşağıdaki şekilde, MAX malzemelerinden üretilmiş ve ticari markalaşmış ürünler verilmiştir [5]. Ti₃SiC₂ malzemesinin nükleer reaktörlerde radyasyona dayanıklı kaplama ve elektromanyetik parazit koruyucu malzemesi olarak kullanılabilmesi rapor edilmiştir [7]. Potansiyel kullanım alanı olarak düşük sürtünme yüzeyleri, algılayıcılar, mikro elektrokimyasal sistemler için kaplamalar [18] sıralanabilir. Türbin kanatlarına kaplama malzemesi olarak Cr₂AlC tozu, püskürtme yöntemiyle (Sputter-deposited) kullanılmıştır [5]. MAX malzemelerinin katı hal reaksiyonu ve püskürtme yöntemi ile SiC, AlN veya GaN esaslı yarı iletkenlerde veya sensör uygulamalarında elektrot olarak kullanımı mümkündür [3 ve 4]. Ti₄AlN ve V₄AlC₃ uzay mekiği yüzeyini güneş ısınmasından korumak için kaplama malzemesi olarak kullanılmıştır [16].

Benzersiz deformasyon davranışları ile MAX malzemeleri;
-tornalama,
-frezeleme,
-delme gibi yöntemlerle işlenebilir,
Buz gibi kesicidir,
Pul veya parçanın yerine toz oluşturur,
Zımparalama ile metalik parlaklık



Şekil 1. MAX Malzemeleri, Metaller Gibi İşlenebilir ve Ti Yoğunlu ile Aynı Olmasına Rağmen Dayanımı Ti'dan Üç Kat Daha Fazladır. Resimler, Drexel Üniversitesi'nden Lisansını Alan Kanthal Şirketi'ne Aittir [5]
(Figure 1. MAX Materials are machinable as Metals and are three times more resistant than Ti to the same degree as the Ti Concentrate)

Max fazlı malzemelerin üretim yöntemleri MAX fazlı malzemeler, şekillendirilebilir özelliğe sahiptir. Bu malzemeler yüksek safiyetteki elementlerin karışımlarından veya karbür-element karışımlarından, farklı üretim yöntemleriyle üretilmektedir. MAX faz ailesinden, projenin de konusu olan Ti₃SiC₂ sentezi konusunda, elementel



Ti-Si-C/Ti-SiC-C/Ti-TiC-Si gibi farklı başlangıç tozları kullanılmıştır. Hava ile temasının oksitlenmeye yol açması sebebiyle, saf Ti tozunun kullanılabilmesi; prosesin inört ortamda gerçekleşmesini gerektirmektedir. Başlangıç tozlarının hazırlanmasındaki deneysel farklılıkların, nihai faz üzerinde etkili olduğu rapor edilmiştir. Harmanlama işlemi farklılıklar göstermekle beraber, hazırlanan kompaktlar yüksek sıcaklık ve basınç altında üretilmektedir. Klasik olarak tozların karıştırılması yerine tozların mekanik aktivasyon işlemine tabii tutulması, nihai üründe farklı fazların oluşmasına neden olmuştur. Yukarıda verilen farklı karışımlardan MAX fazlı ürün (Ti_3SiC_2) elde edebilmenin optimum üretim yöntemleri: basınçsız sinterleme, sıcak presleme, sıcak izostatik presleme, spark plazma, SHS veya Yanma sentezi mekanik alaşımlama, vakum ortamında sinterleme ön plana çıkmaktadır [17 ve 19].

2. ÇALIŞMANIN ÖNEMİ (RESEARCH SIGNIFICANCE)

Akademik ve endüstriyel uygulamalarda, yeni nesil işlenebilir seramik malzemeler üzerine yoğun çalışmalar gözlemlenmektedir. Bundan dolayı, söz konusu alandaki bilgi birikiminin, ülkemiz üniversite ve akademik camiasına aktarılması ve bu malzemelerin özelliklerinin incelenmesi ve araştırılması amacıyla bugüne kadar yoğun çalışmalar yapılmıştır ve süreç halen devam etmektedir. Yeni nesil seramik grubuna ait 312 yapıllı Ti-Si-C sistemini, aşağıdan yukarıya olacak şekilde aşağıda verilen genel reaksiyonlar dikkate alınarak çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Çalışmalarda incelenen reaksiyonlar;



Yukarıda verilen karışımların termal davranışı ve 312 MAX fazı oluşumu araştırılmış ve elde edilen sonuçlar paylaşılmıştır. Bu çalışmada ise 6 nolu reaksiyona göre elde edilen sonuçlar sunulmuştur.

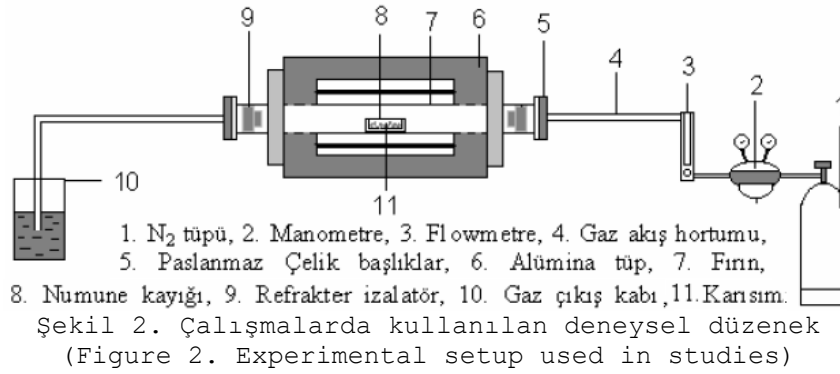
3. DENEYSEL ÇALIŞMA (EXPERIMENTAL STUDY)

312 $TiSiC$ yapısını elde etmek amacıyla yüksek safiyette titanyum, silisyum ve grafit tozları temin edilmiştir. Kullanılan tozların özellikleri Tablo 2'de verilmiştir. Nihai ürün olarak Ti_3SiC_2 fazı olacak şekilde, yukarıda verilen genel reaksiyonlardan, reaksiyon 6'ya göre stokiometrik oranlarda tozlar karıştırılmıştır.

Tablo 2. Kullanılan malzemelerin özellikleri
(Table 2. Properties of used materials)

Malzeme	Ergime Noktası (°C)	Yoğunluk (g.cm ⁻³)	Tane Boyutu (µm)	Safsızlık Oranı (%)
Titanyum	1668	4.50	5-7	99.9
Silisyum	1412	2.33	2-5	99.5
Grafit	950 (süb.)	0.95	2	93

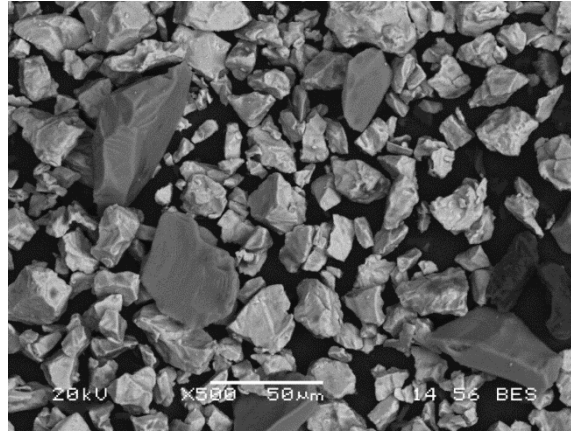
Temin edilen tozların tane boyutunu ve yüzey alanını artırmak ve homojen karışım elde etmek için, SiC bilyeleri ile 8 saat harmanlama işlemine tabii tutulmuştur. Hazırlanan karışımlara, Şekil 2'de verilen fırın düzeneğinde farklı sıcaklık ve bekletme sürelerinde, sinterleme işlemi uygulanmıştır.



Deneysel çalışmalarda, başlangıç ve sinterlenmiş ürünlerin faz analizleri XRD yöntemi ile belirlenmiştir. Tozların mikro yapıları taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile görüntülenmiştir. Numunelerin, kimyasal analizi için EDAX yöntemi kullanılmıştır. Ortamda bulunan ve reaksiyon sırasında oluşabilecek gazları minimize etmek ve inört ortam sağlamak amacıyla %99 saflıkta argon gazı kullanılmıştır.

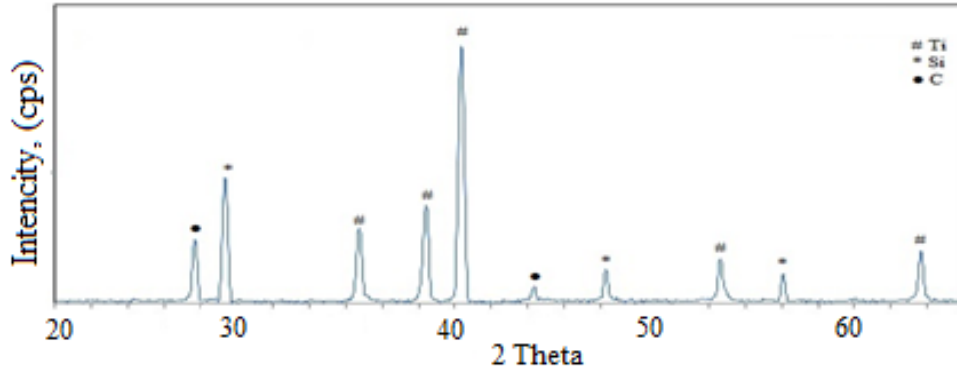
4. BULGULAR VE TARTIŞMA (FINDINGS AND DISCUSSION)

Bu çalışmada başlangıç tozları olarak Ti, Si ve karbon kullanılmıştır. Tozlar stokiometrik oranlarda hazırlanmıştır. Öğütme öncesi karışımın SEM görüntüleri Şekil 3'de verilmiştir. Şekilden de görüleceği gibi resim kontrastına bağlı olarak, üç farklı tane görülebilmektedir.



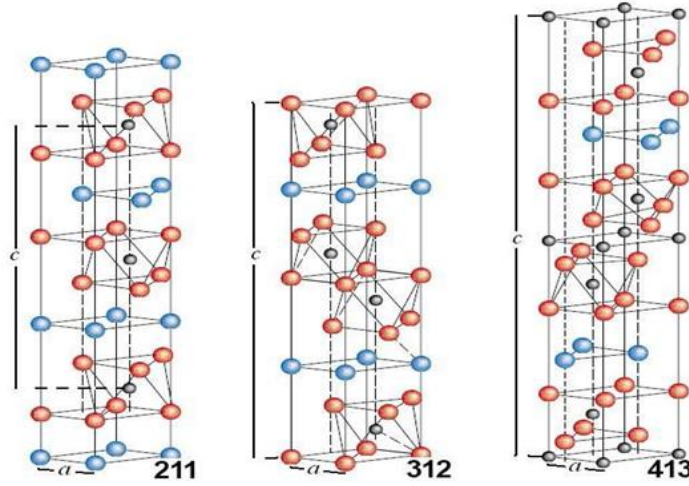
Şekil 3. Öğütme öncesi başlangıç tozlarının SEM görüntüsü
(Figur 3. SEM image of initial powders before grinding)

Hazırlanan karışım, sinterleme öncesi, X-ışınları analizine tabii tutulmuş, elde edilen XRD deseni Şekil 4'de verilmiştir. Var olan tüm piklerin hangi faza ait olduğu belirlenmiş ve etiketlenmiştir. Tespit edilen fazlar kullanılan Ti, Si ve grafit aittir ve ortamda kirlenmeye bağlı bir faz tespit edilmemiştir.



Şekil 4. Başlangıç karışımın XRD deseni
(Figure 4. XRD pattern of starting mixture)

Geleneksel seramik malzemeler ile kıyaslandığı zaman, MAX fazlı malzemeler yeni nesil seramikler olarak tanımlanmaktadır. Bu malzemelerin reaksiyon mekanizmalarının anlaşılabilmesi için farklı üretim yöntemleri ve tozları kullanılarak çalışmalar devam etmektedir. Şekil 5'de görüldüğü gibi 312 TiSiC fazı, kenar paylaşımlı çiftli TiC ve katmanlı heksagonal kristal yapısına sahiptir. TiC çiftini, Si blok katmanları ayırmaktadır. Başlangıç karışımlarına bağlı olarak, ideal MAX fazı oluşumu, oktahedral TiC kristal yapısı üzerinde oluşmaktadır.



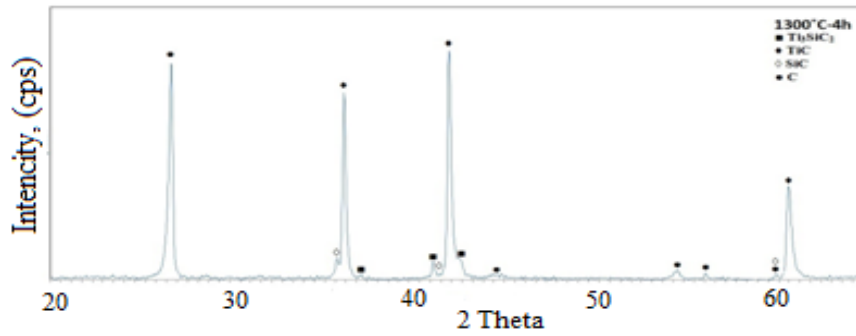
Şekil 5. MAX fazlı malzemelerin kafes yapıları (M kırmızı; A mavi ve X siyah)

(Figure 5. Cage structures of MAX-phase materials (M red, A blue and X black))

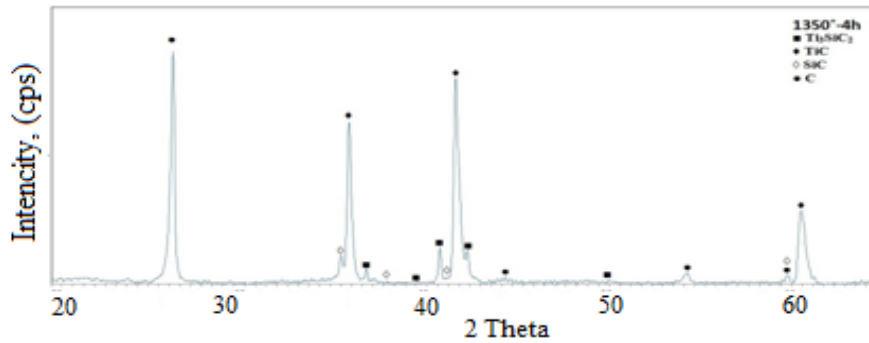
Hazırlanan karışımlar basınçsız sinterleme işlemine tabi tutulmuştur. Deneysel şartlar altında, kullanılan metalik tozların katı-katı reaksiyon davranışı gösterdiği kabul edilmektedir. Ti-Si-C faz diyagramına göre, sıvı faz oluşumu yaklaşık 1500°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda gerçekleşmektedir. Fakat deneysel şartlarda silisyumun ergime derecesine bağlı olarak, yüksek sıcaklıklarda yapılan sinterleme prosesinde kısmı olarak sıvı faz oluşumu varsayılmaktadır. Ortamda bulunan tozların genel reaksiyondan farklı olarak birden fazla reaksiyon oluşabilmektedir.



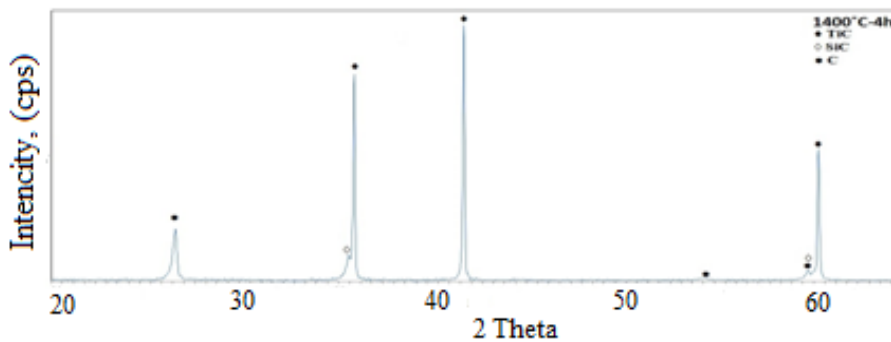
Özellikle 6, 8 ve 11 nolu reaksiyonların termodinamik olarak kararlı ve serbest enerjileri çok büyük olduğu bilinmektedir. Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenmiş numunelerin X-ışınları analizleri, Şekil 6-9'de ve Tablo 3'de verilmiştir. Elde edilen fazlar incelendiğinde, öncelikli olarak reaksiyon 7 göre titanyum ve silisyum reaksiyonu gerçekleşmektedir. Reaksiyon 7 göre farklı ara fazlar oluştuğu tespit edilmiştir. Bu fazlar kararlılık sırası ile TiSi, Ti₃Si₂, Ti₅Si₃ gibi fazlardır. 1300°C de yapılan sinterleme işlemine bağlı olarak istenilen fazların oluştuğu görülmüştür. Sıcaklığın yükselmesine bağlı olarak silisyum karbür ve titanyum karbür fazları tespit edilmiştir. Deneysel şartlar ve u başlangıç tozlarına kullanılmasına bağlı olarak 1350°C ve 4 s. sinterleme süresinde MAX fazı oluşumu optimum şartlar olduğu tespit edilmiştir.



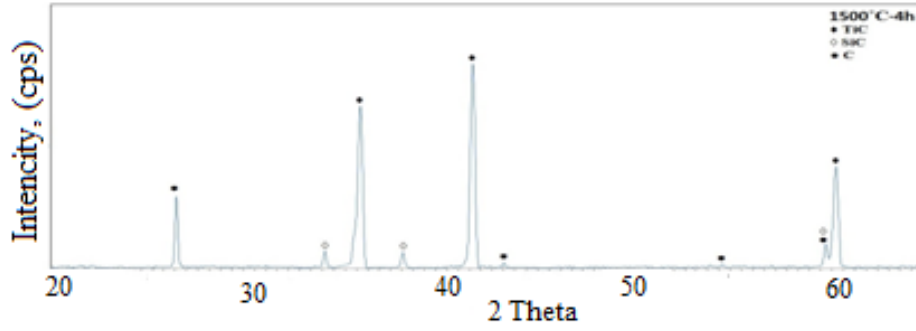
Şekil 6. 1300°C'de 4 saat süreyle sinterlenmiş numunenin XRD deseni
(Figure 6. The XRD pattern of the sintered sample at 1300°C for 4 hours)



Şekil 7. 1350°C 4 saat süreyle sinterlenmiş numunenin XRD deseni
(Figure 7. The XRD pattern of the sintered sample at 1350°C for 4 hours)



Şekil 8. 1400°C 4 saat süreyle sinterlenmiş numunenin XRD deseni
(Figure 8. The XRD pattern of the sintered sample at 1400°C for 4 hours)



Şekil 9. 1500°C 4 saat süreyle sinterlenmiş numunenin XRD deseni
(Figure 9. The XRD pattern of the sintered sample at 1500°C for 4 hours)

Tablo 3. Sinterlenmiş ürünlerde tespit edilen fazlar
(Table 3. The phases detected in sintered products)

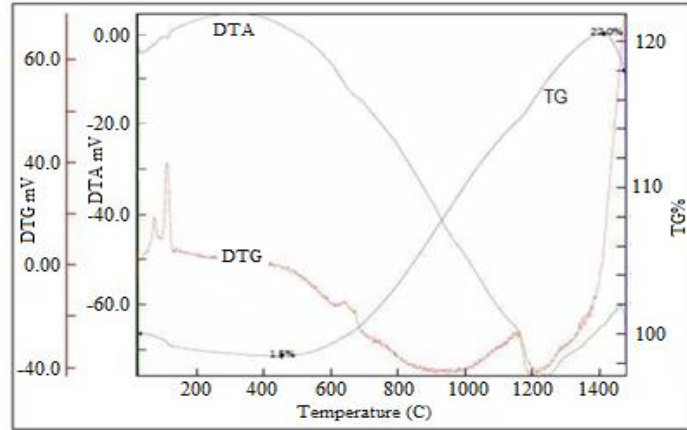
Sıcaklık (°C)	Sinterleme Süresi (s.)	Belirlenmiş Fazlar
1300	2	C, TiSi, TiC, SiC, Ti ₃ SiC ₂
	4	C, TiSi, TiC, SiC, Ti ₃ SiC ₂
1350	4	C, TiC, SiC, Ti ₃ SiC ₂
1400	2	C, TiC, SiC
	4	C, TiC, SiC
1450	4	C, TiC, SiC
1500	2	C, TiC, SiC
	4	C, TiC, SiC

Karşılaştırmanın kolay yapılabilmesi amacıyla nihai ürünlerin fazları Tablo 3'de verilmiştir. Metalik tozların kullanılmasına bağlı olarak, deneysel sonuçlardan elde edilen verilere göre, 312 MAX fazı oluşum mekanizması üç aşamada değerlendirilmiştir;

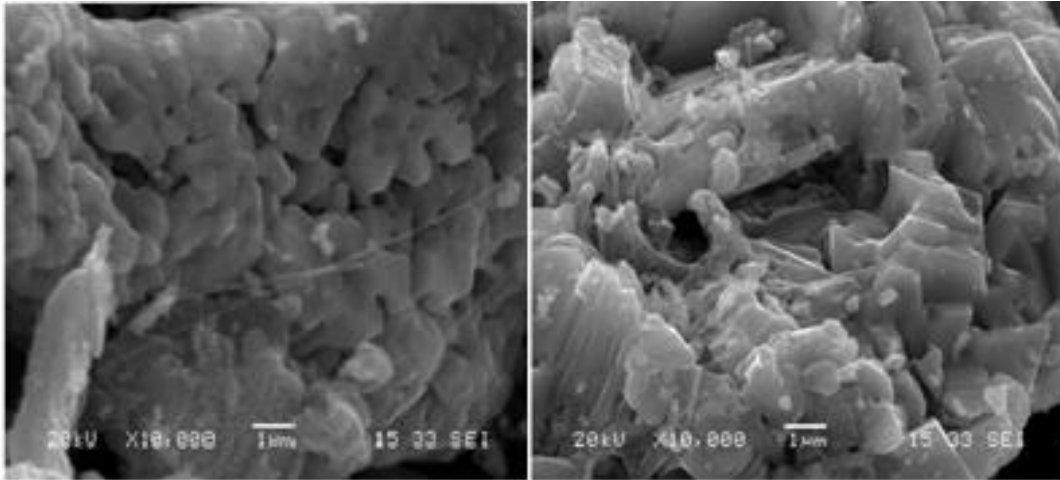
- **İkili Ara Fazların Oluşumu:** Karışımda kullanılan kimyasal kompozisyona bağlı olarak ortamda bulunan metalik Ti ve Si reaksiyona girerek iki Ti-Si fazları oluşmaktadır. Bu fazlar TiSi, Ti₃Si₂, Ti₅Si₃ olduğu tespit edilmiştir,
- **Karbür Fazlarının Oluşumu:** Birinci aşamada oluşan fazlar, sinterleme süre ve sıcaklığına bağlı olarak daha kararlı olan SiC, TiC ve TiSiC_x fazlarına dönüşmektedir.
- **MAX Fazı Oluşumu:** Oluşan karbürlerin katmanlı yapıya dönüşmesi ve büyümesi bu aşamada gerçekleşmektedir. Deneysel şartlarda, 1400°C altında istenilen fazların oluşumu gerçekleşmiştir.

Karışımın termal davranışını görmek amacıyla TG/DTA analizi yapılmış ve elde edilen eğriler Şekil 10'de verilmiştir. Termo gravimetrik analiz, reaksiyonların sıcaklığa bağlı olarak kütlelerinde olabilecek değişimleri vermektedir. Karışımın TG eğrisinden de (Şekil 10) görüldüğü gibi, 25-1450°C sıcaklık aralığında, toplam olarak %20'lik bir kütle artışı meydana gelmiştir. Kullanılan başlangıç tozları oksijene karşı reaktif metalik tozlardır. Düşük sıcaklıklarda meydana gelen kütle azalmasının karışımda bulunan nem rutubete bağlı olarak gerçekleşen kütle azalmasının sonucu oluştuğu düşünülmüştür. Bu tozlar, öğütme ve homojen karışım hazırlama aşamasında ortamdan gaz adsorpsiyonu maruz kaldığı, bu durumun TG eğrisinde yaklaşık olarak 400°C kadar kütle kabı olarak görülmektedir. 500°C den sonra, karışımın kütleindeki artış 1450°C kadar devam ettiği görülmektedir. Özellikle 1200°C den sonra gerçekleşen kütle artışının istenilen faz oluşumuna bağlı olarak oluştuğu düşünülmektedir. Karışımda olabilecek endotermik veya ekzotermik reaksiyonlar, DTA eğrisi ile tespit

edilebilmektedir. Elde edilen DTA eğrisinde iki adet endotermik pik tespit edilmiştir. Birinci pik yaklaşık olarak 180°C'nin altında oluşmuş küçük bir endotermik reaksiyonu işaret etmektedir. Oluşan bu reaksiyonun, ortamdan uzaklaşan nem rutubet ve suya bağlı olarak gerçekleştiği tahmin edilmektedir. En belirgin ve en büyük endotermik pik, eğri üzerinde 1250°C'de tespit edilmiştir. Bu pikin MAX fazı oluşumu için gerekli en düşük sıcaklığı ifade ettiği düşünülmektedir.



Şekil 10. Başlangıç karışımının TG/DTA analizi
(Figure 10.)



Şekil 11. Elde edilmiş 312 TiSiC fazlı yapının sem görüntüleri
(Figure 11.)

Ti-Si-C başlangıç tozlarının sinterlenmesi sonucu elde edilen ürünlerin, mikro yapı ve morfolojisi taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiş ve elde edilen görüntüler Şekil 11'de verilmiştir. Şekil 11'den de görüleceği gibi oluşan yapı katmanlı ve bir kaç mikron boyutlarında olduğu anlaşılmaktadır.

4. SONUÇ VE ÖNERİLER (CONCLUSION AND RECOMMENDATIONS)

Çalışmalarda elde edilen en ilginç sonuç, 1400°C ve daha yüksek sıcaklıklarda Ti_3SiC_2 MAX fazının tespit edilememesidir. Geleneksel olarak, oluşan fazların reaksiyon süre ve sıcaklığına bağlı olarak artış gösterdiği bilinmesine rağmen elde edilen veriler tersini göstermektedir. Bu sonucun deneysel çalışmalarda kullanılan pota ile ilişkili oluşu düşünülmektedir. Çalışmalarda grafit pota



kullanılmıştır. Bu durumun, ortamda gereğinden fazla karbon bulunmasından ya da pota içindeki ham kompaktların, grafit pota yüzeyi ile temas etmesi ve özellikle 1400°C ve üzerindeki sıcaklıklarda ortamdaki silisyumun sıvı hale geçerek pota yüzeyindeki karbonun temas yüzeyini artırması sonucu, düşük sıcaklarda oluşmuş olan MAX fazının karbon ile tepkimeye girerek dekompoze olması nedeniyle meydana geldiği düşünülmektedir. Düşük sıcaklıklarda oluşan nano katmanlı MAX fazı yapısı SEM görüntüsü Şekil 11'de verilmiştir. Elde edilen tane boyutunun çok küçük ve yapının katmanlı olduğu açık bir şekilde görülmektedir. SEM görüntülerinin literatürde elde edilen görüntüler ile uyumluluk gösterdiği tespit edilmiştir. İlerleyen çalışmalarda, düşük sıcaklıklarda ve daha uzun sinterleme sürelerinde, başlangıçta kullanılan Ti ve Si bileşenlerin tamamen MAX fazına dönüşmesi için optimum koşulların ve termo-mekanik özelliklerinin belirlenmesi amaçlanmaktadır.

NOT (NOTICE)

Bu çalışma, 21-23 Eylül 2017 tarihinde Bayburt'ta düzenlenen International Conference on Advanced Engineering Technologies (ICADET) Konferansında sözlü bildiri olarak sunulmuş ve yeniden yapılandırılmıştır.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Noonny, H., (1970). Strukturu chemite einiger verbindungen der ubergangs metallemite den elementen C Si Ge Sn. Prog Solid State Chem, vol:2, pp:27-62.
- [2] Noonny, H., Schuster, J.C., Rogl, P., (1982). Structural chemistry of complex carbides and related compounds, J Solis State Chem, vol:44, pp:126-133.
- [3] Barsoum, M.W. and El-Raghy, T., (1996). Synthesis and characterization of a remarkable Ceramic: Ti_3SiC_2 . J Amer Cer Soc. Vol:79, pp:1953-1956.
- [4] Hu, C., Xhang, H., Li, F., Huang, Q., and Bao, Y., (2013). New phases discovery in MAX family. Int J Ref Metals Hard Mat, vol:36, pp:300-312.
- [5] Rodovic, M. and Barsoum, M.W., (2013). Max phases: Bridging the gap between metals and ceramics. Amer Ceram Soc, vol:92, no:3, pp:20-27.
- [6] Barsoum, M.W. and El-Raghy, T., (2001). The max phases: unique new carbides and nitride materials. Amer Scientific, vol:89, pp:334-343.
- [7] Chen, D., Shirato, K., Barsoum, M.W., El-Raghy, T., and Ritchie, R.O., (2001). Cyclic fatigue-crack growth and fracture properties in Ti_3SiC_2 ceramics at elevated temperatures, J Amer Ceram Soc vol:84, no:12, pp:2914-2920.
- [8] Sunberg, M., Malamgvist, G., Magnusson, A., and El-Raghy, T., (2004). Alumina forming high temperature silicides-carbides, Ceram Inter, vol:30, pp:899-1904.
- [9] Wang, X. and ark., (2012). $Ti_5Al_2C_3$: A new ternary carbide belonging to MAX phases in the Ti-Al-C system. J Amer Cer Soc. Vol:95, pp:1508-1510.
- [10] Lin, Z.J., and ark., (2006). Microstructure and theoretical bulk modulus of layered ternary tantalum aluminum carbides, J Amer Cer Soc. 89:3765-376.
- [11] Dubois, S., Cabioch, T., Chartier, P., Gauthier, V., and Jaouen, M., (2007). A new ternary nano laminate carbide: Ti_3SnC_2 . J Amer Cer Soc. 90:2642-2644.
- [12] Etzkorn, J., Ade, M., and Hillebrecht, H., (2007). V_2AlC , V_4AlC_{3-x} ($x \approx 0.31$), and $V_{12}Al_3C_8$: synthesis, crystal growth, structure, and



- superstructure, *Inorganic Chemistry* 46:7646-7653.
- [13] Zhou, Y.C. Meng, F.L., and Zhang, J., (2008). New MAX-phase compounds in the V-Cr-Al-C system. *J Amer Cer Soc.* 91:1357-1360.
- [14] Etzkorn, J., Ade, M., and Hillebrecht, H., (2007). Ta₃AlC₂ and Ta₄AlC₃-single-crystal investigations of two new ternary carbides of tantalum synthesized by the molten metal technique', *Inorganic Chemistry* 46: 1410-1418.
- [15] Hu, C.F, Li, F.Z., Zhang, J., Wang, J.M., Wang, J.Y., and Zhou, Y.C., (2007). Nb₄AlC₃: A new compound belonging to the MAX phases, *Scripta Materialia*, 57:893-896.
- [16] Procopio, A.T., El-Raghy, T., and Barsoum M.W., (2000). Synthesis of Ti₄AlN₃ and phase equilibria in the Ti-Al-N system. *Metallurgy and Material Transactions A* 1:373-378.
- [17] Raoult, C., Langlais, F., and Naslain, R., (1994). Solid state synthesis and obtain and characterization of the ternary phase Ti₃SiC₂. *J Mat Sci.* Vol:29, pp:3384-3394.
- [18] Gulbinski, W., Gilewicz, A., Suszko, T., Warcholinski, B., and Kuklinski, Z., (2004). Ti-Si-C sputter deposited thin film coatings. *Surface and Coatings Tech.* Vol:180-181, pp:341-346.
- [19] Luo, Y.M., Pan, W., Li, S.Q., and Chen, J., (2002). Synthesis and mechanical properties of in-situ hot-pressed Ti₃SiC₂ poly crystals. *Ceram Int.* Vol:28, pp:227-230.
- [20] Atasoy, A., (2014). Effect of Al powder addition on the formation of MAX phase. 10th Inter. Conference on the Science of Hard Materials. Cancun-Mexico.
- [21] Atasoy, A. and Saka, E., (2016). Synthesis of the MAX phase of Ti₃SiC₂ ceramic from oxide. 18. Int. Metallurgy and Materials Congress. Istanbul, ss:71-74.
- [22] Atasoy, A. and Saka, E., (2017). Ti₃SiC₂ Max phase from TiC-Si-Ti mixture. 5th Int. Symp on Innv. Techn. in Eng. Scn. Baku University, will be presented.
- [23] Atasoy, A., Saka, E., and Koşar, A., (2017). An investigation on processing of Ti₃SiC₂ Max phase materials from bottom to up under the laboratory conditions: from TiC-Si-C powders. 8. Inter. Advanced Technologies Symposium. Elazığ-Turkey.
- [24] Atasoy, A. and Koşar, A., (2017). Ti-Si-C MAX phase system. 5th Int. Symp on Innv. Techn. In Eng. Scn. Baku University, will be presented.
- [25] Atasoy, A., (2013). Max fazlı (katmanlı) seramikler. II. Ulusal Ege Kompozit Malzemeler Sempozyumu. Kuşadası-Muğla-Turkey.
- [26] Altuncu, E., Vardar, S., Saka, E. ve Atasoy, A., (2015), MAX fazı alaşımları ve termo-fiziksel özellikleri. *J Aeronautics and Space Tech.* 8(1):75-86.