

TEK ADIMLI DİNAMİK TERMOKİMYASAL İŞLEM İLE SiC-TiC TOZ SENTEZİ

*Betül ARSLAN** 
*Nuray CANIKOĞLU*** 

Alınma: 12.05.2023; düzeltme: 12.09.2023; kabul: 15.09.2023

Öz: Üstün özelliklere sahip silisyum karbür (SiC) ve titanyum karbürün (TiC) daha iyi özelliklere sahip olması için bir araya getirilerek üretilmesi bu çalışmanın amacını oluşturmaktadır. Bu amaçla, SiC-TiC karışım tozunun tek aşamada dinamik bir termokimyasal yöntem ile sentezlenebilmesi için bazı işlem parametreleri incelenmiştir. Başlangıç hammaddesi olarak silisyum oksit (SiO₂), titanyum oksit (TiO₂) ve karbon (C) kullanılarak farklı reçeteler ve üretim sıcaklıkları (1400, 1450 ve 1500°C) denenmiştir. Deneysel çalışmalara başlamadan önce üretimi planlanan farklı reçeteler termodinamik bir yazılım olan FactSage programı ile incelenmiştir. Bu programa göre belirlenen reçeteler için hammadde karışımları, C/SiO₂/TiO₂ oranları 6:1:1 ve 9:2:1 olarak iki farklı reçetede hazırlanmıştır. Tozlar homojen karıştırılmasından sonra granüle edilmişlerdir. Hazırlanan granüller dinamik termokimyasal işlemlere tabi tutulmuşlar ve XRD, SEM ve EDS analizleri ile karakterize edilmişlerdir. Dolayısıyla SiC-TiC karışım tozu üretiminde optimum sonuç için üretim parametreleri 1450°C'de 1 saat Ar atmosferinde 4 dv/dk dönme hızı olarak belirlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Dinamik termokimyasal yöntem, Titanyum karbür, Silisyum karbür, FactSage

SiC-TiC Powder Synthesis with One Step Dynamic Thermochemical Process

Abstract: The aim of this study is to produce silicon carbide (SiC) and titanium carbide (TiC) with superior properties by combining them to have better properties. For this purpose, some process parameters were investigated in order to synthesis SiC-TiC mixture powder with a dynamic thermochemical method in one step. Different recipes and production temperatures (1400, 1450 and 1500°C) were tried by using silicon oxide (SiO₂), titanium oxide (TiO₂) and carbon (C) as starting raw materials. Before starting the experimental studies, different recipes planned to be produced were examined with the FactSage program, which is a thermodynamic software. Raw material mixtures for the recipes determined according to this program were prepared in two different recipes with C/SiO₂/TiO₂ ratios of 6:1:1 and 9:2:1. The powders were granulated after homogeneous mixing. The prepared granules were subjected to dynamic thermochemical treatments and characterized by XRD, SEM and EDS analyses. Therefore, for the optimum result in the production of SiC-TiC mixed powder, the production parameters were determined as 4 rpm rotational speed in Ar atmosphere for 1 hour at 1450°C.

Keywords: Dynamic thermochemical method, Titanium carbide, Silicon carbide, FactSage

* Sakarya Üniversitesi Araştırma Geliştirme ve Uygulama Merkezi (SARGEM), Esentepe Kampüsü, 54187 Sakarya/ TÜRKİYE

** Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Esentepe Kampüsü, 54187 Sakarya/ TÜRKİYE

İletişim Yazarı: Nuray Canikoğlu (nurayc@sakarya.edu.tr)

1. GİRİŞ

Karbürler metal veya ametal elementlerin yüksek sıcaklıklarda inert atmosferde karbonla reaksiyona girmesiyle elde edilen malzemelerdir. Bu malzemelere örnek olarak silisyum karbür (SiC), bor karbür (B₄C), titanyum karbür (TiC), zirkonyum karbür (ZrC) verilebilir (Pierson 1997). Bu malzemeler sahip oldukları bazı özelliklerden dolayı enerji, savunma sanayi gibi çeşitli alanlarda tercih edilmektedirler (Al-Qutub ve diğ., 2022, Zhang ve diğ., 2022). Kullanım alanına göre bir malzemedan birden fazla özellik beklenebilmektedir. Bu durumda farklı malzemeler bir araya getirilerek istenilen özelliklere sahip malzeme elde edilmektedir.

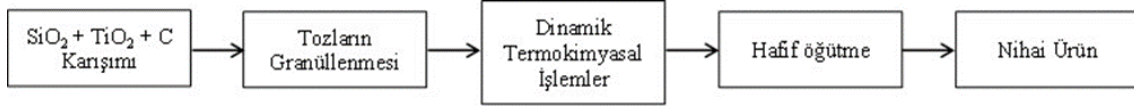
Karbon elementinin Ti ve Si elementleri ile yaptığı bileşiklerden TiC ve SiC yüksek ergime noktası, yüksek sertlik, yüksek sıcaklık dayanımı, korozyon dayanımı, yüksek termal iletkenlik ve yüksek sıcaklıklarda bile yüksek mukavemet gibi ilgi çeken üstün fiziksel, kimyasal ve mekanik özelliklere sahip yapısal seramiklerdir (Khodaei ve diğ., 2018, Noviyanto ve Yoon 2012, Zhou ve diğ., 2014). Özellikle, SiC-TiC kompozit kaplamalar, yüksek oksidasyon direnci ve tokluk gerektiren kesici takımlar için yapısal malzemeler olarak umut verici malzemelerdendir. TiC, SiC'ye kıyasla düşük oksidasyon direncine sahipken, yüksek süneklığe ve metallere, özellikle çeliklerle uyumluluğa sahiptir (Osugi ve diğ., 2012). TiC partiküllerinin ilave edilmesinin SiC seramiğin kırılma tokluğunu arttırmada etkili olduğu bulunmuştur (Chen ve diğ., 2009, Lu ve Li 2005). SiC-TiC tozları farklı yöntemlerle elde edilmektedir. Genellikle nano veya mikron boyutlu TiC ve SiC, toz karışımlarının sıcak preslenmesi ve spark plazma sinterleme (SPS) teknikleri ile üretilmektedir (Cabrero ve diğ., 2011). Ancak literatürde sol-jel (Zhou ve diğ., 2014), mekanik alaşımlama (Lu ve Li 2005), yanma sentezi (Liu ve diğ., 2010), sinterleme (Ahmoye ve diğ., 2018, Shimada ve Onuma 2009) gibi farklı üretim yöntemleri de bulunmaktadır. Ayrıca diğer yöntemlere göre ekonomik ve verimli bir üretim prosesi olan karbotermal indirgeme yöntemi de bu gibi karışım tozlarını üretmede etkili bir yöntemdir (Sen ve diğ., 2010).

Literatürde daha önce yapılmış çalışmalar incelendiğinde Zhou ve diğ. (2014) yapmış oldukları çalışmada TiC-SiC nano kompozitlerini sol-jel ve spark plazma sinterleme metotları ile ürettiklerini belirtmişlerdir. Öncelikle gözenekli TiC üretimi için sol-jel yöntemi ile hazırlanan Ti-O-C başlangıç hammaddesi argon atmosferinde 1300-1450°C'de 5 saat karbotermal indirgeme işlemine tabi tutulmuştur. Sonrasında SiC için yine sol-jel yöntemi ile hazırlanan Si-O-C başlangıç hammaddesi argon atmosferinde 1350°C'de 2 saat karbotermal indirgeme işlemine tabi tutulmuş ve son olarak elde edilen bu TiC ve SiC 1800°C'de spark plazma sinterleme ile sinterlenerek TiC-SiC nano kompoziti üretildiği raporlanmıştır. Bir başka çalışmada Lu ve Li (2005) Ti, Si ve C hammaddeleri kullanarak mekanik alaşımlama metoduyla TiC-SiC üretimi üzerine araştırma yapmışlardır. Yaptıkları çalışmada Ti ve C, Si ve C arasındaki kimyasal reaksiyonların kademeli bir süreç olduğunu ve 100 saatten daha uzun sürede tamamlandığını raporlamışlardır. Liu ve diğ., (2010) yaptıkları çalışmada ise, Ti, Si ve karbon siyahının yanma sentezi sonucu üretilen TiC-SiC kompoziti ile ilgili araştırma yapılmış ve yanma reaksiyonun kinetiği raporlanmıştır.

Bu çalışmada üstün özelliklere sahip TiC-SiC toz karışımının tek kademede ve nispeten daha ucuz hammaddelerle ekonomik bir şekilde üretilmesi amaçlanmıştır. Bu amaçla, temeli karbotermal indirgeme ve karbürleme yöntemine dayanan dinamik bir termokimyasal yöntem kullanılmıştır. İşlem sırasında oksit ve karbon karışımından oluşan başlangıç tozlarından elde edilen granüllerin fırın içerisinde sürekli olarak hareket halinde olduğu dinamik bir sistemde reaksiyonların gerçekleşmesi ile elde edilen SiC-TiC karışım tozunun üretimi için farklı reçetelerin ve üretim sıcaklıklarının (1400, 1450 ve 1500°C) etkileri incelenmiştir.

2. MATERYAL VE METOT

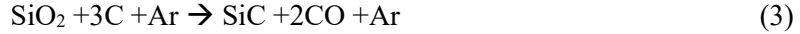
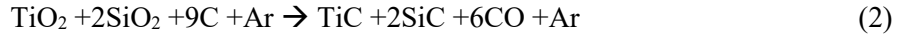
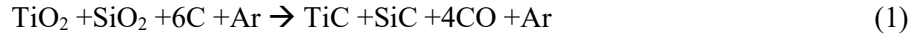
SiC-TiC karışım tozunun üretimi için Si kaynağı olarak EGE Kimya A.S.'den temin edilen %99 saflıkta VN2 kodlu silika tozu ve Ti kaynağı olarak Alfa Aesar'dan temin edilen rutil fazında %99,5 saflıkta TiO₂ tozu kullanılmıştır. Bu oksit tozların indirgenmesi için karbon karası kullanılmış olup, Körfez Petro Kimya'dan temin edilmiştir. Sistemde kullanılan saf argon gazı ise Artok'tan alınmıştır. Tek adımda gerçekleştirilen toz üretimi işlemine ait iş akış şeması Şekil 1'de verilmiştir.



Şekil 1:

Toz üretim işlemlerinin iş akış şeması

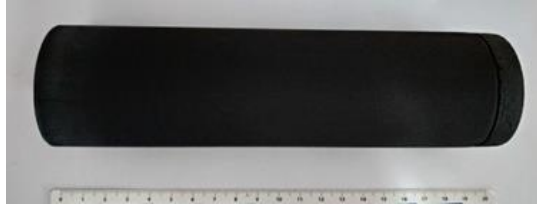
SiC-TiC tozunun üretimi için deneysel çalışmalarda esas alınan eşitlikler aşağıda verilmiştir:



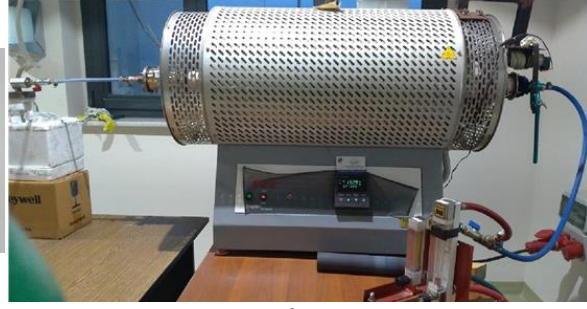
Bu eşitlikler (Sen ve diğ., 2010, Özdemir 2019, Canikoğlu ve diğ., 2018) göz önünde bulundurularak FactSage programı ile reçeteler belirlenmiştir. FactSage yazılımı, çeşitli saf maddelere ve çözelti veri tabanlarına erişen bilgi, veri tabanı ve hesaplama modüllerinden oluşur. FactSage malzeme biliminde, pirometalurji, hidrometalurji ve elektrometalurji gibi alanlarda, ayrıca korozyon, cam teknolojisi, seramik vb. alanlarda kullanılabilir. Bu yazılım sayesinde binlerce bileşiğe ilişkin termodinamik veri tabanlarının yanı sıra yüzlerce metal çözeltisi, sıvı ve katı oksit çözeltileri, matlar, erimiş ve katı tuz çözeltileri, sulu çözeltiler vb. için değerlendirilmiş ve optimize edilmiş veri tabanlarına erişilebilir. FactSage ile çok çeşitli kısıtlamalar altında çok çeşitli tablo ve grafik çıktı modlarıyla çok fazlı, çok bileşenli denge koşulları hesaplanabilir, denge veya denge dışı katılmanın seyri takip edilebilir, karmaşık ısı dengeleri hesaplanabilir.

FactSage yazılımıyla elde edilen bilgiler doğrultusunda C/SiO₂/TiO₂ oranı 6:1:1 ve 9:2:1 olacak şekilde hammadde karışımları hazırlanmıştır. Tozlar alümina bilyeler ile kuru olarak karıştırılmıştır. Bu toz karışımları hacimce %5'lik gliserol- alkol çözeltisi ile manuel olarak granülasyonu. Hazırlanan granüllerden 1-3 mm elekleri arasında kalanlar dinamik termokimyasal işlemlerde kullanılmıştır. Burada granülleme işleminin yapılması dinamik sistemde reaksiyon sırasında toz kaçırlarının engellenmesi amacıyla.

Toz üretiminde atmosfer kontrollü ısıtma hızı ayarlanabilen döner yatay tüp fırın kullanılmıştır. Belirlenen oranlarda hazırlanan toz karışımından elde edilen granüller Şekil 2 (a)'da gösterilen silindirik şeklindeki grafit reaktörün içerisine konulmuştur ve dinamik termokimyasal işlemlerin gerçekleştirilmesi için bu reaktör Şekil 2 (b)'de gösterilen fırının döner hale getirilmiş alümina tüpü içerisine yerleştirilmiştir. Deneysel çalışmalarda kullanılan reaktör özel tasarlanmış ve grafitten yapılmış olup fırının tüpü ile aynı hızda ve yönde dönebilmektedir.



a.



b.

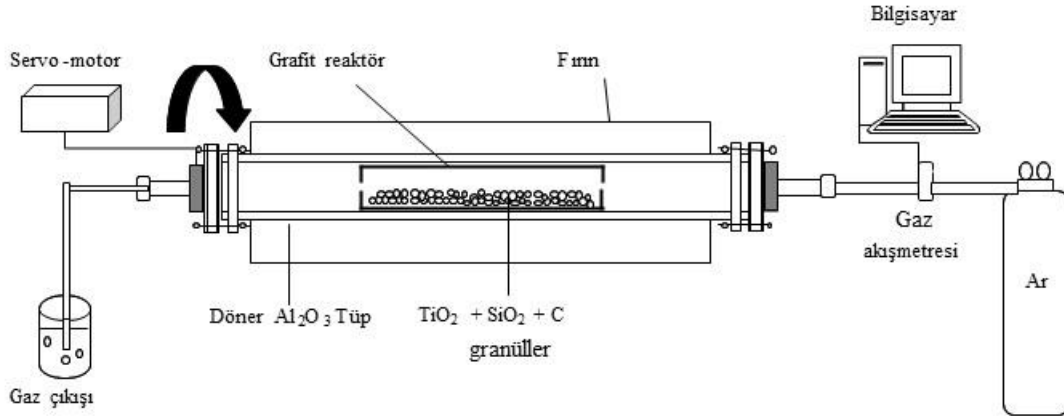
Şekil 2:

Toz üretim işlemlerinde kullanılan ekipmanlar

a. Kullanılan grafit reaktör **b.** Dinamik termokimyasal işlemlerin gerçekleştirildiği fırın

Belirlenen reçetelerden elde edilen granüller silindirik şeklindeki reaktör içine konularak tek adımlı dinamik termokimyasal işleme tabi tutulmuştur. Bu işlem sırasında fırın çalıştırılıp tüp içerisindeki havayı uzaklaştırmak için 1 L/dk akış hızında Ar gazı sisteme verilmiştir. 30 dk sonunda akış hızı yarıya (0.5 L/dk) düşürülmüş ve 900 °C'ye kadar 5 °C/dk ısıtma hızında bu akış hızında sisteme gaz vermeye devam edilmiştir. 900 °C'den sonra ise gaz akışı tekrar 1 L/dk'ya çıkarılmıştır. Bu şartlar altında 2 farklı oranda (6:1:1 ve 9:2:1) hazırlanan reçetelere sahip granüller farklı sıcaklıklarda (1400, 1450 ve 1500°C) tek adımlı işleme tabi tutulmuştur. Bu deneysel çalışmalar esnasında kullanılan, dinamik termokimyasal yöntemin gerçekleştirildiği fırın ve bu fırında bulunan ekipmanlar şematik olarak Şekil 3'de verilmiştir.

Dinamik termokimyasal işlem sonrası elde edilen ürünler, faz analizleri için Rigaku D/Max-2200/PC markalı X-ışını diffraktometre (XRD) cihazı ile, tozların mikroyapı ve elementel analizleri için ise JEOL marka 6060 LV marka Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) cihazı ile karakterize edilmiştir.



Şekil 3:

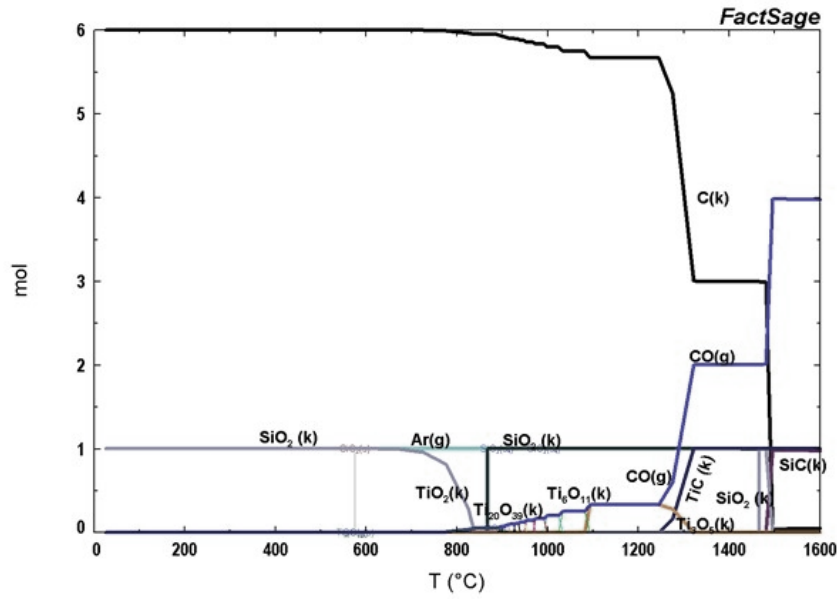
Toz üretim işlemlerinde kullanılan dinamik termokimyasal yöntemin gerçekleştirildiği fırın ve ekipmanların şematik gösterimi

2. BULGULAR VE TARTIŞMA

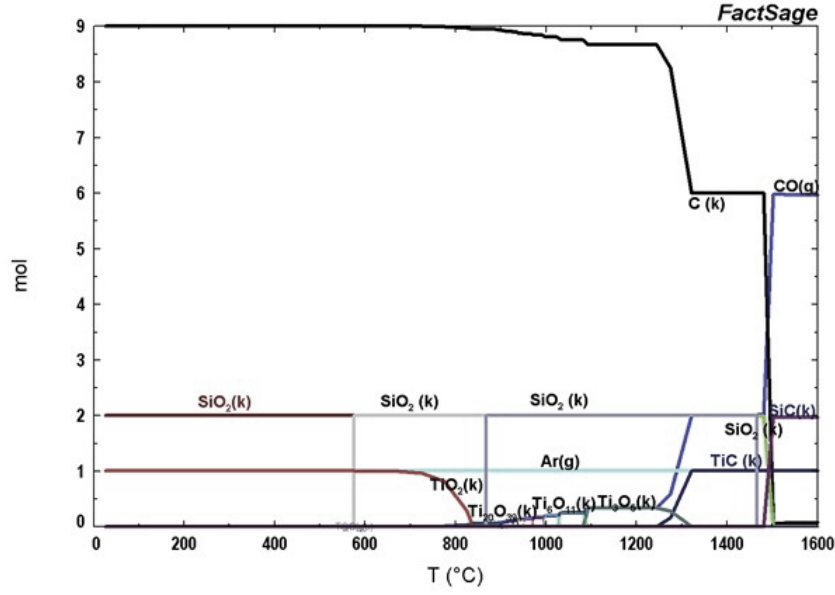
Bu çalışmada dinamik termokimyasal yöntem ile tek kademede SiO₂, TiO₂ ve C hammaddeleri kullanılarak SiC-TiC toz karışımı üretim parametreleri araştırılmıştır. Deneysel çalışmaların planlaması esnasında gerçekleştirilecek kimyasal reaksiyonların Gibbs Serbest

Enerjilerini, reaksiyon sonucu oluşabilecek ürünleri ve bu ürünlerin oluşum miktarlarını, oluşum sıcaklıklarını belirleyebilmek için termodinamik hesaplamalar yapan bir program olan FactSage kullanılarak SiC-TiC karışım tozlarının sentezlenebilmesi için gerekli şartlar incelenmiştir.

Şekil 4'de SiC-TiC karışım tozu üretimi için kullanılan başlangıç hammaddeleri olan silisyum oksit, titanyum oksit ve karbon tozlarından farklı stokiyometrik oranda gerçekleşmesi muhtemel olan reaksiyonların FactSage programı yardımıyla çizilen mol-sıcaklık (mol-T) grafikleri verilmiştir. Oluşum sıcaklıklarına bakıldığında bu iki grafiğin de birbirleriyle benzer olduğu ve sadece madde miktarlarında bir değişiklik olduğu görülmektedir. Grafikte SiO₂'nin yaklaşık olarak 575°C ve 870°C'lerde faz değişimleri gözükmektedir. Artan sıcaklıkla birlikte SiO₂'nin 1350°C üzerinde SiC'e dönüşmeye başladığı görülmektedir. Sıcaklık 1480°C'ye geldiğinde sistemde var olan SiO₂ bir faz değişimi daha geçirmektedir. 1500°C civarında ise SiO₂ sistemden SiO gazı haline dönüşmektedir. Ayrıca TiO₂ ile ilgili olarak yaklaşık 700°C'den itibaren kademeli olarak indirgenmeye başlayacağı gözükmektedir (Ti₂₀O₃₉ → Ti₁₀O₁₉ → Ti₉O₁₇ → Ti₈O₁₅ → Ti₇O₁₃ → Ti₆O₁₁ → Ti₅O₉ → Ti₄O₇ → Ti₃O₅). Yaklaşık 1250°C'de TiC oluşmaya başladığı ve yaklaşık olarak 1350°C'nin üzerinde tam olarak TiC'e dönüşümün gerçekleştiği söylenebilir.



a.



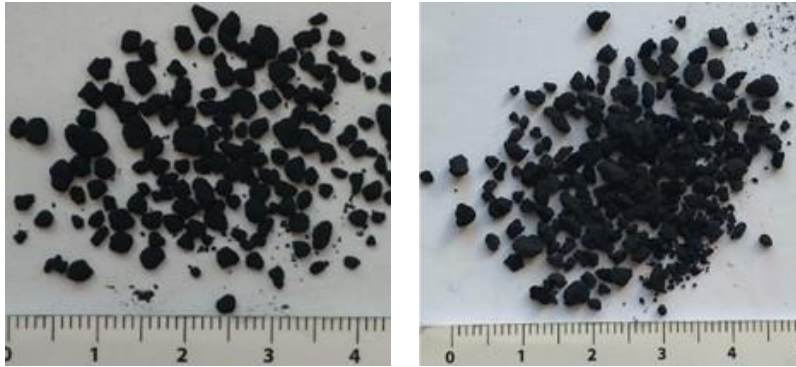
b.

Şekil 4:

SiC-TiC karışım tozu üretimi için farklı C/SiO₂/TiO₂ oranlarında FactSage programından elde edilen Mol-Sıcaklık grafikleri

a. C/SiO₂/TiO₂ = 6:1:1 b. C/SiO₂/TiO₂ = 9:2:1

Tozlarının üretimi için hammadde karışımlarından hazırlanan granüllerin dinamik termokimyasal işlem öncesi ve sonrası makro görünüşleri Şekil 5’de verilmiştir. Buradan da görüldüğü gibi yapılan termokimyasal işlem öncesi ve sonrası granüller şeklini korumaktadır. Hazırlanan toz karışımlarının yapılan işlem öncesinde granüllemesiyle, dönme hareketi sırasında sisteme verilen gazın da etkisiyle tozların sistemden kaçması engellenmiştir. İşlem sonrasında elde edilen granüllerin agat havanda hafif öğütülmesi ile nihai ürün elde edilmektedir.



a.

b.

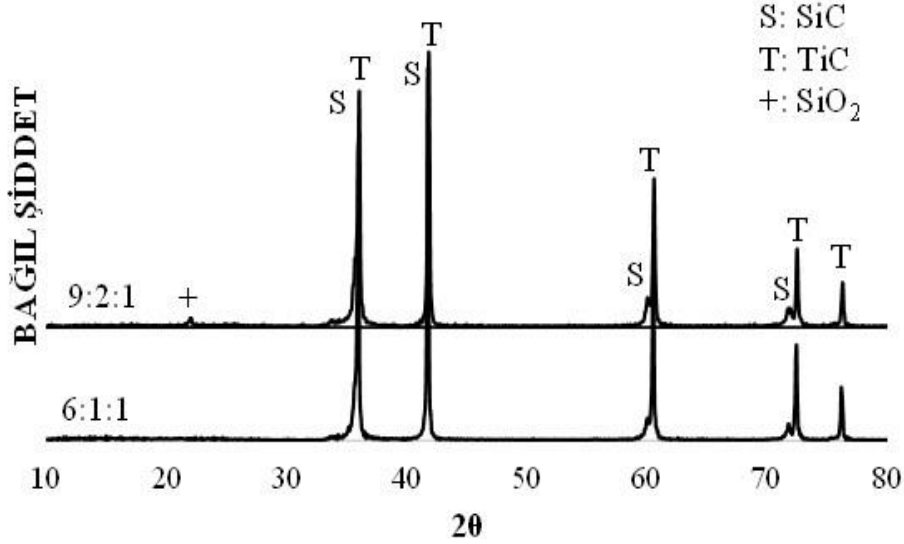
Şekil 5:

Hazırlanan SiO₂ + TiO₂ + C karışımından elde edilen granüller

a. işlem öncesi b. işlem sonrası

Farklı C/SiO₂/TiO₂ oranı (6:1:1 ve 9:2:1) olan karışımların Ar atmosferinde 4 dv/dk dönme hızında 1450°C’de 1 saat dinamik termokimyasal işlem sonrası elde edilen XRD analizleri Şekil 6’da verilmiştir. C/SiO₂/TiO₂ oranı 9:2:1 olan reçete ile hazırlanan karışımdan elde edilen ürünlere ait XRD analizinde yapı içerisinde SiC ve TiC fazlarının oluştuğu ancak dönüşmemiş SiO₂ fazının kaldığı saptanmıştır. Dolayısıyla karışımda fazla SiO₂ ve C olmasının dönüşümü

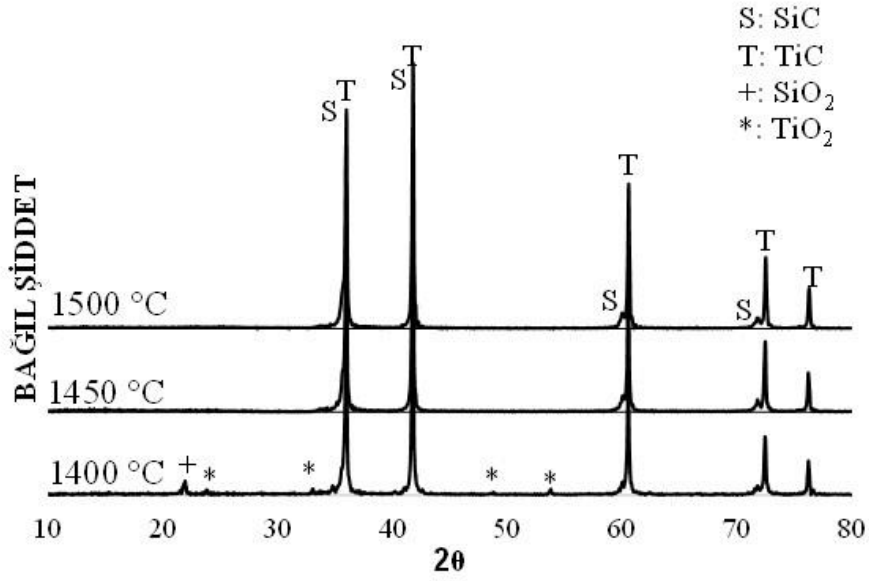
olumlu şekilde etkilemediği görülmüş ve bundan sonraki çalışmalarda dönüşümün tam olarak gerçekleştiği 6:1:1 şeklinde hazırlanan reçete kullanılmıştır. Daha önce üretilen nitrür ve karbür tozların (B_4C , TiN , ZrN) proses parametrelerinin belirlenmesi sırasında en iyi sonucu veren dönme hızının 4 dv/dk olarak belirlenmesinden dolayı (Özkan 2005, Özdemir 2019, Canikoğlu ve diğ., 2018), bu çalışmada fırının dönme hızı 4 dv/dk olacak şekilde ayarlanmış ve farklı bir dönme hızı denenmemiştir.



Şekil 6:

C/SiO₂/TiO₂ oranı 6:1:1 ve 9:2:1 olan karışımların Ar atmosferinde 4 dv/dk dönme hızında 1450°C'de 1 saat dinamik termokimyasal işlem sonrası XRD analizleri

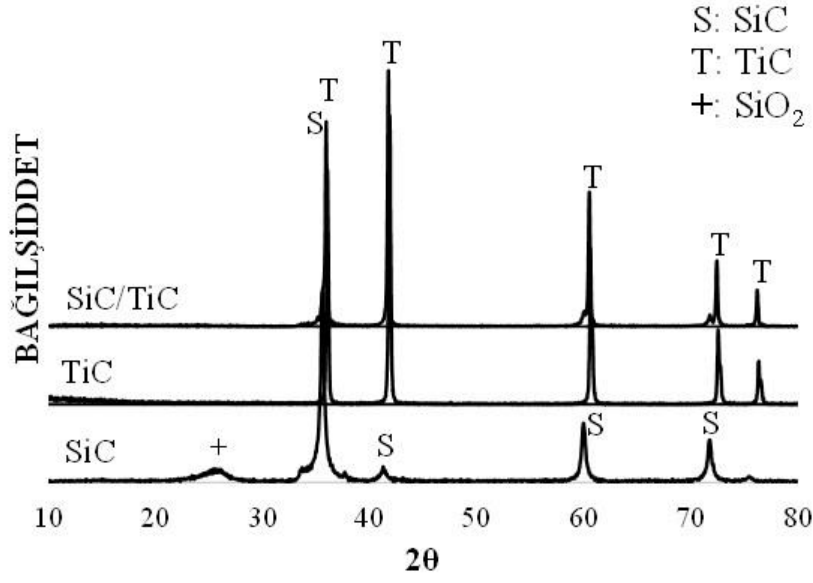
6:1:1 oranına göre hazırlanan $C+SiO_2+TiO_2$ toz karışımına 1400, 1450 ve 1500°C sıcaklıklarda 1'er saat Ar atmosferinde 4 dv/dk dönme hızında dinamik termokimyasal işlem uygulanmış ve elde edilen XRD analizleri Şekil 7'de verilmiştir. Burada görüldüğü gibi düşük sıcaklıkta (1400°C) yapı içerisinde dönüşmemiş TiO_2 ve SiO_2 fazları bulunmaktadır. Dolayısıyla bu sıcaklık karbür toz karışımının üretimi için yeterli gelmemiştir. Sıcaklık yükseltildiğinde ise yapı içerisinde dönüşmemiş oksit fazı bulunmamakta yapıda sadece SiC ve TiC fazlarının oluşmasıyla tam dönüşümün gerçekleştiği görülmektedir. Buradaki XRD analizlerine göre SiC-TiC toz karışımının 1450°C gibi düşük bir sıcaklıkta 1 saat gibi kısa bir sürede tek adımlı dinamik termokimyasal yöntem ile üretilbildiği görülmüştür.



Şekil 7:

Farklı sıcaklıklarda (1400, 1450 ve 1500°C) 1 saat Ar atmosferinde 4 dv/dk dönme hızında dinamik termokimyasal işlem sonrasında elde edilen XRD analizleri

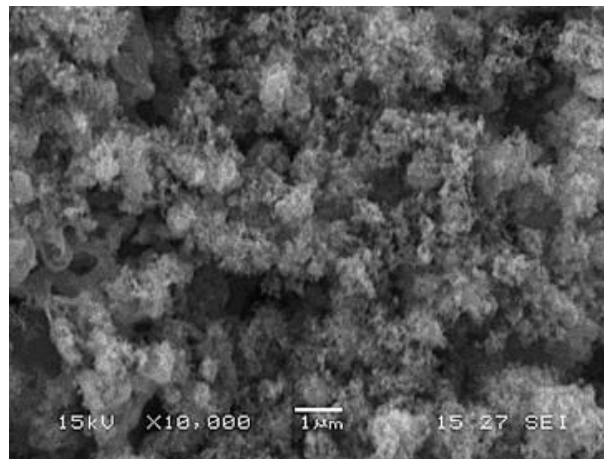
Dinamik termokimyasal yöntem ile SiC-TiC toz karışımı üretimine ilave olarak aynı yöntem ile sadece SiC ve sadece TiC üretimleri de gerçekleştirilmiş olup elde edilen XRD analizleri karşılaştırmalı olarak Şekil 8'de verilmiştir. Burada üretim için belirlenen reçeteler, eşitlik (3) ve (4)'de verilmiştir. Bu reaksiyonlara göre stokiometrik olarak hazırlanan toz karışımları önceki çalışmalarımız ve literatür göz önünde bulundurularak, SiC üretimi için 1500°C ve TiC üretimi için ise 1400°C sıcaklıklarda 1 saat Ar atmosferinde 4 dv/dk dönme hızında dinamik termokimyasal işlemlere tabi tutulmuşlardır. Buradan 1500°C'nin SiC üretimi için yeterli gelmediği yapıda dönüşmemiş oksit kaldığı görülmektedir. TiC ise 1400°C gibi nispeten daha düşük sıcaklıkta üretilebilmiştir. Yukarıda da açıklandığı gibi, SiC-TiC toz karışımı ise 1450°C'de tek adımlı dinamik yöntem ile elde edilmiştir. Bu durumda prosesin ekonomik olması, çevreye karşı herhangi kimyasal çıkışının bulunmayışı, ucuz oksit hammaddelerden düşük sıcaklık ve kısa sürede üretilebiliyor oluşu gibi nedenlerden ötürü oldukça avantajlı olduğu söylenebilir. Proses sırasında granüllerin sürekli hareket halinde oluşunun kinetik nedenlerden ötürü daha düşük sıcaklıkta veya daha düşük sürede reaksiyonların gerçekleşmesini sağladığı düşünülmektedir.



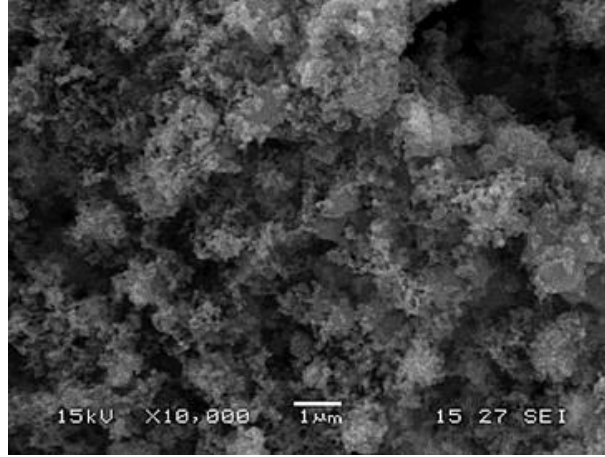
Şekil 8:

SiO₂+C karışımının 1500°C'de, TiO₂+C karışımının 1400°C'de ve SiO₂+TiO₂+C karışımının 1450°C'de 1 saat Ar atmosferinde 4 dv/dk dönme hızında dinamik termokimyasal işlem sonrası XRD analizleri

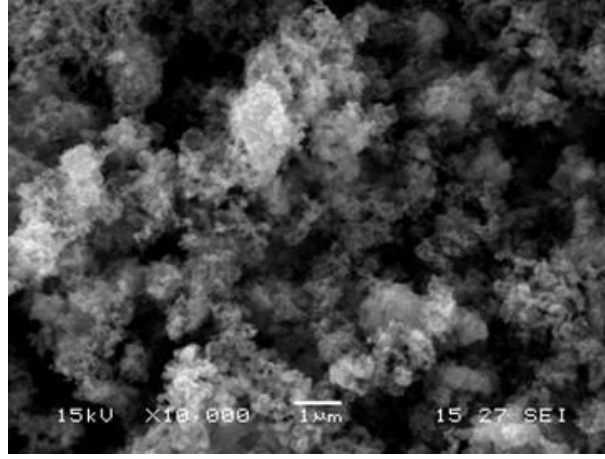
Ayrıca dönme hareketinin toz boyutu açısından da oldukça avantajlı olduğu, oldukça ince tane boyutuna sahip toz üretimini desteklediği de daha önceki çalışmalarda görülmüştür (Özkan 2005, Özdemir 2019, Canikoğlu ve diğ., 2018). Bu çalışmada en iyi sonuç olarak değerlendirebileceğimiz, dinamik termokimyasal yöntem ile 4 dv/dk dönme hızında Ar atmosferinde 1 saat süre ile 1450°C sıcaklıkta üretilen SiC-TiC toz karışımının SEM analizleri Şekil 9'da verilmiştir. Ürünlerin oldukça ince tane boyutuna sahip olduğu hatta nano boyutta oldukları görülmektedir. Ayrıca yapının oldukça homojen bir görünüş sergilediği de söylenebilir.



a.



b.

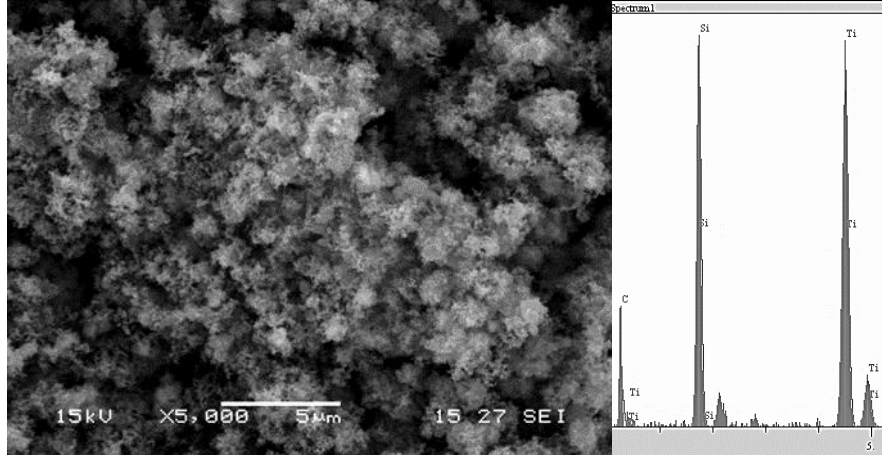


c.

Şekil 9:

*SiO₂+TiO₂+C karışımından farklı sıcaklıklarda 1saat Ar atmosferinde 4 dv/dk dönme hızında dinamik termokimyasal işlem sonrasında elde edilen SEM görüntüleri
a. 1400°C b. 1450°C c.1500°C*

Şekil 10'da SiO₂+TiO₂+C karışımından 4 dv/dk dönme hızında dinamik termokimyasal işlem ile Ar atmosferinde 1450°C'de 1 saat elde edilen toza ait EDS analizi verilmiştir. Genel görüntüden alınan analiz sonuçlarına göre SiC ve TiC oluşumlarına ait silisyum, titanyum ve karbon elementleri belirlenmiştir. Yapıda oksijenin tespit edilmemiş olması Şekil 7'de verilen XRD sonucu ile uyumludur.



Şekil 10:

SiO₂+TiO₂+C karışımından 4 dv/dk dönme hızında dinamik termokimyasal işlem ile Ar atmosferinde 1450°C'de 1 saat elde edilen toza ait EDS analizi

3. SONUÇ

Bu çalışmada, SiC-TiC karışım tozu, tek adımlı dinamik termokimyasal yöntem ile TiO₂, SiO₂ ve C karışımından üretilmiş ve bazı işlem parametreleri incelenmiştir. Hazırlanan karışımlardan elde edilen granüllere uygulanan dinamik termokimyasal işlemler sonrasında en iyi sonuç, C/SiO₂/TiO₂ = 6:1:1 olan karışımla, 1450°C'de 1 saat Ar atmosferinde 4 dv/dk dönme hızında elde edilmiştir. Yapılan XRD analizlerine göre yapıda dönüşmemiş oksit kalmadığı ve yapının tamamen TiC ve SiC'den meydana geldiği görülmüştür. Bu durum EDS analiziyle de desteklenmiştir. Ayrıca, SEM görüntülerine göre elde edilen SiC-TiC toz karışımının nano boyutta olduğu belirlenmiştir.

TEŞEKKÜR

Yazarlardan Betül Arslan, YÖK 100/2000 Doktora Bursu ile destek verdiği için YÖK'e teşekkür eder.

ÇIKAR ÇATIŞMASI

Yazarlar, bilinen herhangi bir çıkar çatışması veya herhangi bir kurum/kuruluş ya da kişi ile ortak çıkar bulunmadığını onaylamaktadırlar.

YAZAR KATKISI

Betül Arslan çalışmanın kavramsal ve/veya tasarım süreçlerinin uygulanması, makale taslağının oluşturulması, veri analizi ve yorumlama, son onay ve tam sorumluluk, Nuray Canikoğlu çalışmanın kavramsal ve/veya tasarım süreçlerinin belirlenmesi ve yönetimi, fikrinsel içeriğin eleştirel incelemesi, son onay ve tam sorumluluk.

KAYNAKLAR

1. Ahmoye, D., Bucevac, D., Krstic, V. D. (2018) Mechanical properties of reaction sintered SiC-TiC composite, *Ceramics International*, 44, 14401-14407. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2018.05.050>.

2. Al-Qutub, A., Laoui, T., Zuhazmi, G., Samad, M.A. (2022) Evaluation of durability of alumina, silicon carbide and siliconized silicon carbide foams as absorber materials for concentrated solar power applications, *Solar Energy*, 242, 45-55. doi: <https://doi.org/10.1016/j.solener.2022.07.008>.
3. Cabrero, J., Audubert, F., Pailler, R. (2011) Fabrication and characterization of sintered TiC–SiC composites, *Journal of the European Ceramic Society*, 31, 313-320. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2010.10.010>.
4. Canikoğlu, N., Özdemir, B., Yaralı Özbek, Y., Kurt, A.O. (2018) Synthesis of TiN powders using dynamic CRN method, *Sakarya University Journal of Science*, 22 (5), 1438-1443. doi: <https://doi.org/10.16984/saufenbilder.384247>.
5. Chen, J., Li, W.J., Jiang, W. (2009) Characterization of sintered TiC–SiC composites, *Ceramics International*, 35, 3125-3129. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2009.04.022>.
6. H. Pierson (1997) *Hve book Of Refractory Carbides and Nitrides*, Noye Yayıncılık, 1 baskı, New Jersey, A.B.D.
7. Khodaei, M., Yaghobizadeh, O., Baharvve i, H.R., Dashti, A. (2018) Effects of different sintering methods on the properties of SiC-TiC, SiC-TiB₂ composites, *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, 70,19-31. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2017.09.005>.
8. Liu, G., Li, J., Chen, K., Zhou, H. (2010) Combustion synthesis of (TiC + SiC) composite powders by coupling strong and weak exothermic reactions, *Journal of Alloys and Compounds*, 492, L82-L86. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2009.12.033>.
9. Lu, C. J. ve Li, Z. Q. (2005) Structural evolution of the Ti–Si–C system during mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds*, 395, 88-92. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2004.11.046>.
10. Noviyanto, A. ve Yoon, D.H. (2012) One component metal oxide sintering additive for β -SiC based on thermodynamic calculation and experimental observations, *Metals and Materials International*, 18, 63-68. doi: <https://doi.org/10.1007/s12540-012-0008-z>.
11. Osugi, G., Ito, A., Hotta, M., Goto, T. (2012) Microstructure and hardness of SiC–TiC nanocomposite thin films prepared by radiofrequency magnetron sputtering, *Thin Solid Films*, 520, 5851-5855. doi: <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2012.05.021>.
12. Özdemir, B. (2019) Dinamik karbotermal indirgeme yöntemi ile TiN ve ZrN tozu üretimi, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi, 111.
13. Özkan, A. (2019) Dinamik karbotermal indirgeme ile bor karbür tozu üretim parametrelerinin incelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi, 86.
14. Sen, W., Sun, H., Yang, B., Xu, B., Ma, W., Liu, D., Dai, Y. (2010) Preparation of titanium carbide powders by carbothermal reduction of titania/charcoal at vacuum condition, *Int. Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 28, 628-632. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2010.06.005>.
15. Shimada, S. ve Onuma, A. (2009) Reaction of TiC with SiCl₄ vapor with formation of SiC–TiC composites, *Journal of the European Ceramic Society*, 29, 2403-2409. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2009.01.010>.
16. Zhang, F.G., Jin, Q.S., Shui, W.J., Li, Y.J. (2022) The preparation of transition-metal-carbides membrane and its promising application in solar steam generation, *Chemical Physics Letters*, 801, 139712. doi: <https://doi.org/10.1016/j.cplett.2022.139712>.

17. Zhou, M., Don P., Rodrigo, D., Wang, X., Hu, J., Dong, S., Cheng, Y.B. (2014) A novel approach for preparation of dense TiC–SiC nanocomposites by sol–gel infiltration and spark plasma sintering, *Journal of the European Ceramic Society*, 34,1949-1954. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2014.01.028>.

