

TiO₂ Tozlarından TiC Tozlarının Karbon Kaplama Metodu ile Üretilirliğinin Araştırılması

Ali Rıza EBEOĞLU^{1*} Ağah AYĞAHOĞLU² Mustafa AYDIN³

¹Dumlupınar Üniversitesi, Teknik Bilimler MYO, Mekatronik Programı, Kütahya, Türkiye

²Dumlupınar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Kütahya, Türkiye

³Celal Bayar Üniversitesi, Hasan Ferdi Turgutlu Teknoloji Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Manisa, Türkiye

Makale Bilgisi

Research article
Received: 30/01/2025
Revision: 25/05/2025
Accepted: 26/05/2025

Anahtar Kelimeler

TiO₂
TiC
Karbon Kaplama
Karbothermal Reaksiyon

Article Info

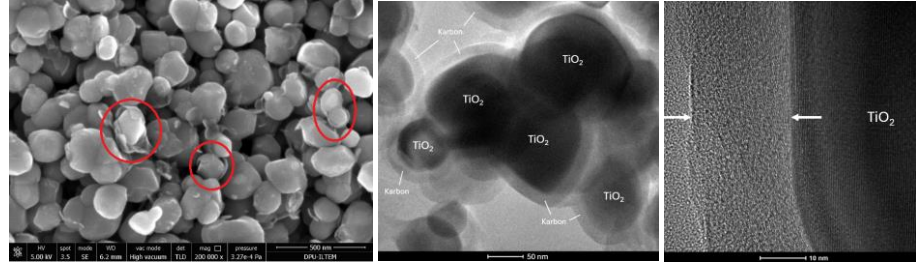
Araştırma makalesi
Başvuru: 30/01/2025
Düzeltilme: 25/05/2025
Kabul: 26/05/2025

Keywords

TiO₂
TiC
Carbon coating
Carbothermal Reaction

Grafik Özet (Graphical/Tabular Abstract)

Bu çalışmada propilen gazının (C₃H₆) parçalanması ile elde edilen karbon, difüzyon yolu ile TiO₂ toz yüzeyine kaplanmıştır. Karbon kaplı TiO₂ tozları katı-gaz karbothermal reaksiyon yöntemiyle üç farklı sinterleme sıcaklığında (1150 °C, 1300 °C, 1450 °C) TiC tozlarının üretilebilirliği araştırılmıştır. / In this study, carbon obtained by decomposition of propylene gas (C₃H₆) was coated on the TiO₂ powder surface by diffusion. The producibility of TiC powders by carbon coated TiO₂ powders at three different sintering temperatures (1150 °C, 1300 °C, 1450 °C) was investigated by solid-gas carbothermal reaction method.



Şekil A: Karbon ile kaplanan TiO₂ tozlarının SEM ve TEM görüntüleri / Figure A: SEM and TEM images of TiO₂ powders coated with carbon

Önemli noktalar (Highlights)

- Katı-gaz karbothermal reaksiyon yöntemi ile TiC üretilmiştir. / TiC was produced by solid-gas carbothermal reaction method.
- C₃H₆ gazının 625 °C parçalanmasıyla oluşan karbon, TiO₂ toz yüzeyine difüze olarak 22 nm kalınlığında katman oluşturmuştur. / Carbon formed by the decomposition of C₃H₆ gas at 625 °C diffused onto the TiO₂ powder surface and formed a 22 nm thick layer.
- TiC oluşumu için termodinamik başlangıç sıcaklığı 1300 °C olmasına rağmen XRD grafiğinden 1150 °C sıcaklıkta oluşmaya başladığı gözlenmiştir. / Although the thermodynamic starting temperature for TiC formation is 1300 °C, it was observed from the XRD graph that it started to form at 1150 °C.

Amaç (Aim): TiO₂ toz yüzeyini C₃H₆ gazını kullanarak karbon ile kaplamak ve karbon kaplı TiO₂ tozundan TiC tozunu üretmektir. / TiO₂ powder surface is coated with carbon using C₃H₆ gas and TiC powder is produced from carbon coated TiO₂ powder.

Özgünlük (Originality): TiO₂ toz yüzeyinin karbon ile kaplanması ve karbon kaplı TiO₂ tozundan farklı sıcaklıklarda TiC tozunun üretilebilirliği ve karakterizasyonu / Coating of TiO₂ powder surface with carbon and manufacturability and characterization of TiC powder from carbon-coated TiO₂ powder at different temperatures

Bulgular (Results): TEM analizinden TiO₂ toz yüzeyinin 22 nm kalınlığında karbon katmanı ile kaplandığı, XRD analizlerinden ise TiC dönüşüm sıcaklığının altındaki bir sıcaklıkta sinterlenmesine rağmen TiC piklerinin oluşmaya başladığı gözlenmiştir. / From TEM analysis, it was observed that the TiO₂ powder surface was covered with a 22 nm thick carbon layer, and from XRD analysis, it was observed that TiC peaks started to form despite being sintered at a temperature below the TiC transformation temperature.

Sonuç (Conclusion): SEM ve TEM analiz sonuçlarından TiO₂ toz yüzeyinin karbon ile kaplandığı, XRD analizinden farklı sıcaklıklarda TiC tozlarının elde edildiği gözlenmiştir. / From the SEM and TEM analysis results, it was observed that the TiO₂ powder surface was coated with carbon, and from the XRD analysis, TiC powders were obtained at different temperatures.



TiO₂ Tozlarından TiC Tozlarının Karbon Kaplama Metodu ile Üretilirliğinin Araştırılması

Ali Rıza EBEOĞLU^{1*} Ağah AYĞAHOĞLU² Mustafa AYDIN³

¹Dumlupınar Üniversitesi, Teknik Bilimler MYO, Mekatronik Programı, Kütahya, Türkiye

²Dumlupınar Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Kütahya, Türkiye

³Celal Bayar Üniversitesi, Hasan Ferdi Turgutlu Teknoloji Fakültesi, Makine Mühendisliği Bölümü, Manisa, Türkiye

Makale Bilgisi

Araştırma makalesi
Başvuru: 30/01/2025
Düzeltilme: 25/05/2025
Kabul: 26/05/2025

Anahtar Kelimeler

TiO₂
TiC
Karbon Kaplama
Karbothermal Reaksiyon

Öz

Bu çalışmada TiO₂ tozlarının katı-gaz karbothermal reaksiyon yöntemiyle karbon kaplanması ve bu süreç sonucunda TiC üretimi ve karakterizasyonu amaçlanmıştır. Bu süreç iki basamaktan oluşmaktadır; ilk olarak TiO₂ tozlarının hidrokarbon gaz olan propilen gazının (C₃H₆) parçalanması (cracking) esnasında karbon ile kaplanması ve ikinci olarak da sinterleme yapılarak TiC tozlarının üretilmesidir. Katı-katı karbothermal yöntemlerinde kullanılan katı fazdaki karbon karışım tozlarına göre, TiO₂ toz yüzeyine kaplanan karbonun yakın temasından ve gerekli olan karbon monoksit (CO) gaz çıkışının sürekli sağlanmasından dolayı reaksiyonun daha düşük sıcaklıkta gerçekleşmesini ve daha yüksek saflıkta toz üretimini sağlamaktadır. Üretim sonrasında numunelerin karakterizasyon işlemleri için taramalı elektron mikroskopu (SEM), geçirirli elektron mikroskopu (TEM) ve X-ışını kırınım (XRD) analizleri uygulanmıştır. Deney sonuçlarından TiO₂ toz yüzeyinin 22 nm karbon ile kaplandığı ve TiC tozlarının üretilirliği tespit edilmiştir.

Investigation of the Feasibility of Producing TiC Powders from TiO₂ Powders Using the Carbon Coating Method

Article Info

Research article
Received: 30/01/2025
Revision: 25/05/2025
Accepted: 26/05/2025

Keywords

TiO₂
TiC
Carbon coating
Karbothermal Reaction

Abstract

In this study, carbon coating of TiO₂ powders by solid-gas carbothermal reaction method and as a result of this process TiC production and characterization was aimed. This process consists of two steps; Firstly, TiO₂ powders are coated with carbon during the cracking of propylene gas (C₃H₆), which is a hydrocarbon gas, and secondly, TiC powders are produced by sintering. Compared to solid-phase carbon mixture powders used in solid-solid carbothermal methods, TiO₂ ensures that the reaction occurs at lower temperatures and produces higher purity powder due to the close contact of the carbon coated on the powder surface and the necessary carbon monoxide (CO) gas release. Scanning electron microscope (SEM), transmission electron microscope (TEM) and X-ray diffraction (XRD) analyzes were applied for the characterization of the samples after production. From the experimental results, it was determined that the TiO₂ powder surface was covered with 22 nm carbon and TiC powders could be produced.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

İleri teknolojik seramik malzemelerin tasarımı ve üretimi, mühendisliğin en karmaşık ve zorlu sorunlarından biridir [1,2]. Borürler, nitrürler ve karbürler gibi refrakter malzemeler, yüksek

sertlikleri ve yüksek sıcaklıklardaki kimyasal ve mekanik kararlılıkları sayesinde bu tür uygulamalar için ideal aday olarak öne çıkmaktadır [2,3,6]. Bu adaylardan biri de yüksek ergime sıcaklığı (3067 °C), yüksek aşınma direnci, yüksek sertlik (28-35 GPa), yüksek ısıl iletkenlik, yüksek elektriksel

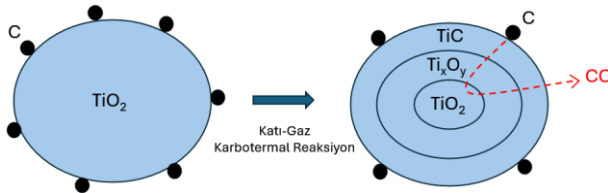
iletkenlik, iyi termal şok direnci, korozif ortamlara direnci ve nispeten düşük sayılabilecek yoğunluk ($4,91 \text{ g/cm}^3$) gibi avantajlara sahip olan ve aşağıda Tablo 1’de özellikleri verilen titanyum karbürdür [4,5]. Bu avantajları sayesinde başta savunma sanayi olmak üzere, kesici takımlar, potalar, aşınmaya dayanıklı kaplamalar, pres takımları ve yüksek gerilim pilleri gibi yapısal ve elektronik alanlarda geniş uygulama alanına sahiptir [4,7,8].

Tablo 1. Titanyum Karbürün Özellikleri [4,5]
(Properties of Titanium Carbide)

Kristal Yapısı	YMK
Molekül Ağırlığı (g/mol)	59,91
Yoğunluk (g/cm^3)	4,91
Ergime Noktası ($^{\circ}\text{C}$)	3067
Özgül Isı (J/mol.K)	33,8
Termal İletkenlik ($\text{W/m.}^{\circ}\text{C}$)	21
Elastisite Modülü (Gpa)	410-510
Kayma Modülü (Gpa)	186
Elektriksel Direnç ($\mu\Omega.\text{cm}$)	68
Oksidasyon Direnci	Havada yavaş oksitlenir
Microsertlik (Vickers)	3200
Renk	Gümüş Gri

TiC’nin üretim yöntemleri arasında karbotermal reaksiyon, kimyasal buhar biriktirme, doğrudan karbürizasyon, kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi ve mekanik alaşımlama yöntemleri yer alır [7,9,10,11].

Karbotermal indirgeme yöntemi karmaşık üretim prosesi olmayıp, ucuz hammaddelerin kullanılmasından dolayı tercih edilen bir yöntemdir. Katı-katı karbotermal yöntemlerinde, oksit tozları katı fazdaki karbon ile karıştırılarak yüksek sıcaklıkta sinterlenmektedir. Karbür tozları üretebilmek için de reaksiyon dönüşümü sırasında Xiang ve ark. çalışmalarında gösterdikleri şematik resimdeki gibi Şekil 1’de görülen karbon monoksit (CO) gaz çıkışının sürekli sağlanması gerekir [12].



Şekil 1. CO gaz çıkışı ile TiC üretiminin şematik gösterimi (Schematic illustration of TiC synthesis with CO gas release)

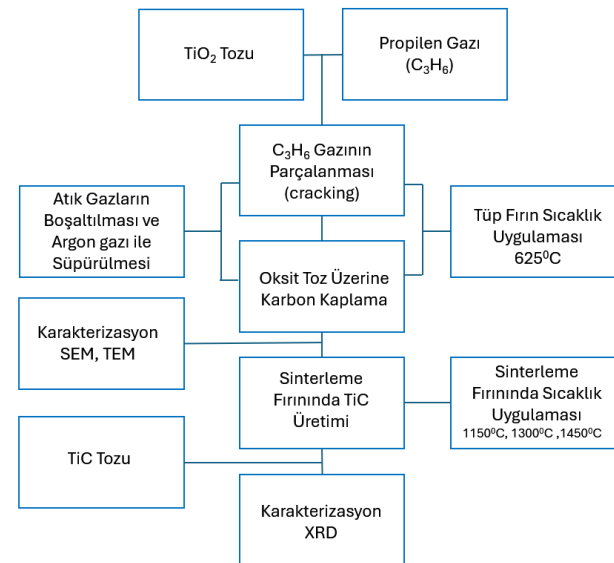
CO gaz çıkışının rahat sağlanabilmesi için de karıştırılarak reaksiyona girecek oksit tozu ile

karbonun temas yüzeyinin fazla olması gerekmektedir [13]. Katı-katı karbotermal reaksiyon yönteminde oksit tozu ile karıştırılan karbonun temas yüzeyi sınırlı olduğundan ve karbonun düzensiz dağılımından dolayı reaksiyonun gerçekleşmesi termodinamik başlangıç sıcaklığından daha yüksek sıcaklıkta gerçekleşmektedir. Bu sınırlamalar ve sıcaklıktaki artıştan dolayı tanelerde büyüme, tane aglomerasyonu, düzgün olmayan tane şekli gibi olumsuzluklardan dolayı üretilecek tozun saflığı azalmaktadır [14].

Bu çalışmada kullanılan ve daha önceden patenti alınmış yöntem olan katı-gaz karbotermal reaksiyon yönteminde gaz formunda olan C₃H₆ bileşimindeki karbon, oksit tozun yüzeyine kaplandığından ve oksit toz ile karbon arasındaki temas yüzeyi fazla olduğundan reaksiyon daha düşük sıcaklık ve sürede gerçekleşmekte, yüksek sıcaklık olmadığından dolayı da tane büyümesi, tane aglomerasyonu, düzgün olmayan tane şekli gibi olumsuzluklar görülmemekte ve bunun sonucunda daha yüksek saflıkta toz üretimi sağlanabilmektedir [15,16].

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR (EXPERIMENTAL METHOD)

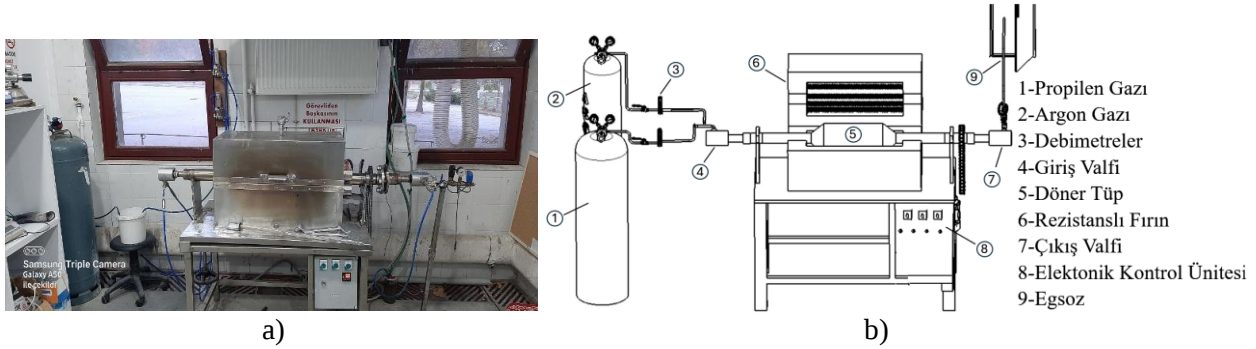
Oksit tozlarından karbotermal reaksiyon yöntemiyle karbür tozlarının üretimi; oksit tozlarının karbon ile kaplaması ve kaplanmış tozların sinterlenerek karbür tozunun oluşturulması olmak üzere iki aşamadan oluşmaktadır. Aşağıda bu aşamalar ayrıntılı olarak açıklanmış ve üretim sırasında kullanılan akış diyagramı Şekil 2’de verilmiştir.



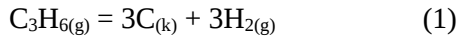
Şekil 2. Kullanılan üretimin akış diyagramı (Flow diagram of the production process used)

Birinci aşama; TiO₂ toz yüzeyinin gaz formundaki karbon ile kaplanmasıdır. Kaplama işlemi Şekil 3a'da görülen deney ünitesinde yapılmaktadır [17]. Şekil 3b'de kısımları görülen deney düzeneğinde bulunan çapı 20 cm ve uzunluğu 40 cm olan paslanmaz çelikten imal edilmiş döner tüp fırının içerisine TiO₂ tozları (Nanokar, CAS No:13463-67-7, %99,99 saflık, ~5 mikron) yerleştirilmiş ve döner fırın 30 devir/dakika dönmekte iken iç kısımda bulunan oksijen ve diğer gazları atmosfere tahliye

etmek ve nötr hale getirmek için 2 dk boyunca argon gazı geçirilerek temizlenmiştir. Paslanmaz çelik tüp fırın sıcaklığı 10 °C/dk hızla 625 °C çıkartılmış ve karbon kaynağı olarak kullanılan propilen gazı (C₃H₆) tüp fırın içerisine salınarak HSC Chemistry (Metso tarafından geliştirilen termokimya yazılımı) bilgisayar programında hesaplanan 1 numaralı reaksiyonda görülen parçalanma (cracking) işlemi ile karbon ve hidrojene ayrışması sağlanmıştır.



Şekil 3. Karbon kaplamada kullanılan deney düzeneğinin; a) fotoğrafı b) kısımları (a) Photograph and b) parts of the experimental setup used in carbon coating)



Katı-gaz karbotermal reaksiyon sonucu elde edilen karbon, TiO₂ tozun afinitesine bağlı olarak difüzyon yoluyla TiO₂ tozunun yüzeyine kaplanmaktadır. Her bir çevrimde propilen gazı tüp fırın içerisine verilerek tüp iç basıncı 3 bar'a çıkana kadar devam edilmekte ve bu durumda 5 dk beklenerek karbonun toz yüzeyine kaplanması sağlanmaktadır. Hidrokarbon gazının parçalanması (cracking) işleminden sonra atık gazlar dışarıya salınmış elde edilen karbon, oksit tozun yüzeyinin kaplanmasını sağlamış ve tüp içi argon gazı ile süpürülmüştür. Sonraki çevrimlerde aynı işlemler ardışık olarak tekrarlanmıştır. Her bir çevrimde 100 g toz yüzeyine yaklaşık 1,4 g karbon kaplandığı hesaplanmıştır. İstenilen karbon miktarı on üç çevrimde elde edilmiştir.

İkinci aşama; TiC elde etmek için bir sonraki aşama sinterlemedir. Tozlar, sinterleme fırınında reaksiyonun (2) gerçekleşmesi için dönüşüm sıcaklığında tutulmalıdır. Şekil 4a'da HSC Chemistry bilgisayar programının reaksiyon için verdiği dönüşüm sıcaklığı minimum 1300 °C olarak verilmektedir.



TiC üretimi için aşağıdaki Şekil 4b'de görülen karbon kaplı TiO₂ tozlarına üç farklı sıcaklıkta

sinterleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Basamak sıcaklıklar 1150 °C, 1300 °C, 1450 °C sıcaklıklarda argon atmosferi (150 mL/dk) altında ısıtma ve

T	deltaH	deltaS	deltaG	K	Log(K)
C	kcal	cal/K	kcal		
0,000	128,788	83,876	105,877	1,904E-085	-84,720
100,000	129,007	84,577	97,447	8,348E-058	-57,078
200,000	128,987	84,540	88,987	7,817E-042	-41,107
300,000	128,791	84,169	80,550	1,917E-031	-30,717
400,000	128,469	83,653	72,158	3,721E-024	-23,429
500,000	128,061	83,088	63,821	9,077E-019	-18,042
600,000	127,599	82,527	55,540	1,250E-014	-13,903
700,000	127,100	81,986	47,315	2,361E-011	-10,627
800,000	126,575	81,473	39,142	1,066E-008	-7,972
900,000	126,030	80,988	31,019	1,663E-006	-5,779
1000,000	125,474	80,533	22,944	1,151E-004	-3,939
1100,000	124,912	80,108	14,912	4,231E-003	-2,374
1200,000	124,346	79,710	6,921	9,400E-002	-1,027
1300,000	123,780	79,339	-1,031	1,391E+000	0,143
1400,000	123,217	78,991	-8,947	1,475E+001	1,169

a)



b)

Şekil 4. a) HSC programının hesapladığı sıcaklık değeri b) Sinterlenecek karbon kaplı TiO₂ tozları (a) Temperature value calculated by HSC program b) Carbon coated TiO₂ powders to be sintered)

soğutma hızı (5 °C/dk) olacak şekilde ikişer saat süre ile dönüşüme tabi tutulmuştur. Sinterleme fırınında kullanılan Al_2O_3 borunun çatlama riskinden dolayı süre 2 saat ile sınırlandırılmıştır.

Karbon kaplama deneyleri sonrası, kaplama miktarının tespitinde kullanılan SEM görüntüleri ve EDX analizleri, Dumlupınar Üniversitesi İLTEM Laboratuvarındaki SEM (FEI Nova NanoSEM 650 HV-15kV) ile, kaplama kalınlığının tespitinde kullanılan TEM görüntüleri ise Bayburt Üniversitesi Bumer Araştırma merkezinde bulunan TEM (FEI Talos F200S 200 kV) kullanılarak analiz edilmiştir.

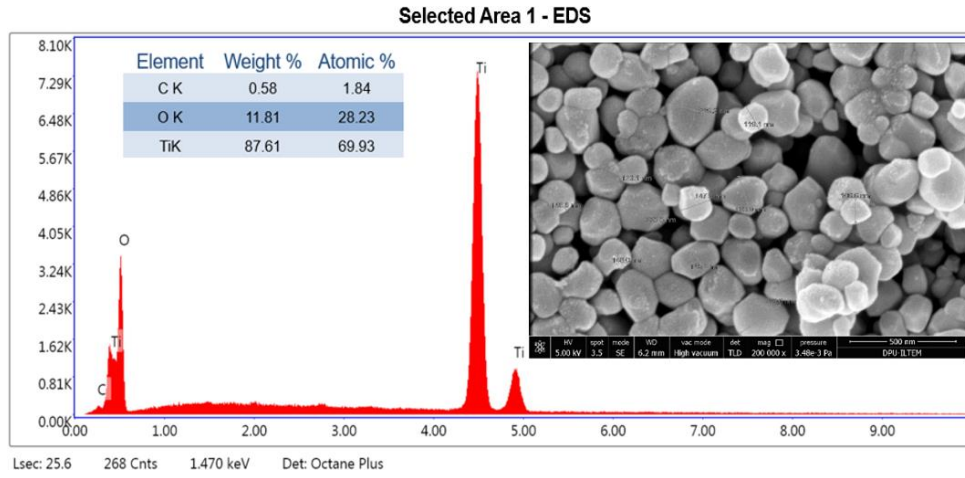
Sinterleme sonrası elde edilen TiC tozlarının XRD analizleri Dumlupınar Üniversitesi İLTEM Laboratuvarındaki Panalytical Empyrean marka cihaz ile dalga boyu $\lambda=0,131303$ nm olan, 45 kV, 40 mA $CuK\alpha$ ışını kullanılarak 0,02 °/s hızında $2\theta=20^\circ-70^\circ$ aralığında ölçümler alındı. Bileşiklerin tespitinde 98-018-1681 (TiC), 98-002-5779 (TiO_2), 98-007-6767 (C) PDF numaraları ve HighScore Plus yazılımı kullanılmıştır.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSIONS)

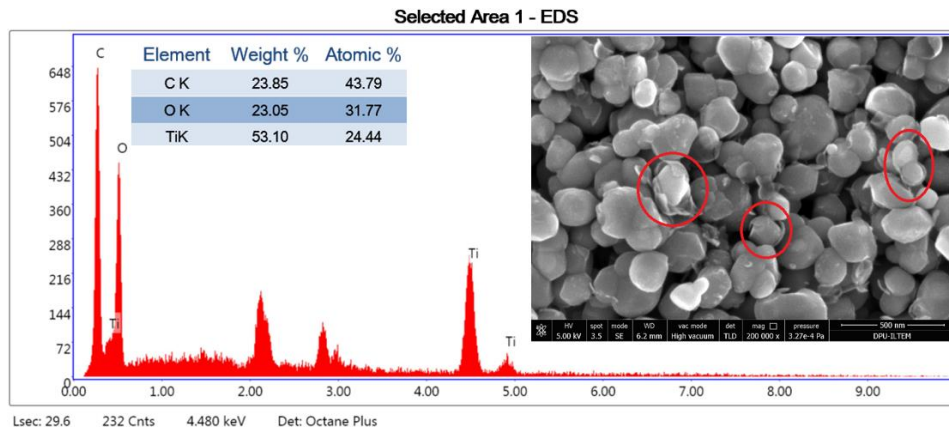
Karbon kaplama deneyleri sonrası TiO_2 tozlarının yüzeyine kaplanan karbon miktarı ve karbon kalınlığı SEM ve TEM analizleri ile, üretilen TiC tozları ise XRD analizi ile karakterize edilmiştir.

3.1. Karbon Kaplı TiO_2 Tozunun SEM İncelemesi ve EDX Analizi (SEM Analysis and EDX Analysis of Carbon Coated TiO_2 Powder)

SEM çekilirken tozlar karbon bant üzerine konularak çekildiğinden, saf haldeki TiO_2 ile karbon kaplı TiO_2 tozlarının EDX analizlerini karşılaştırma yoluna gidilmiş ve Şekil 5'deki saf TiO_2 'nin EDX analizinde hacimce %2 olan karbon oranının Şekil 6'daki karbon kaplı TiO_2 'nin EDX analizinde %43'e çıktığı görülmektedir. Bu artış miktarı toz yüzeyine kaplanan karbonun varlığını göstermekte, yine Şekil 6'daki SEM görüntüsünde tozların üzerindeki açılmış karbon kabuklanmaları görülmektedir.



Şekil 5. Saf TiO_2 'nin SEM görüntüsü ve EDX analizi (SEM image and EDX analysis of pure TiO_2)

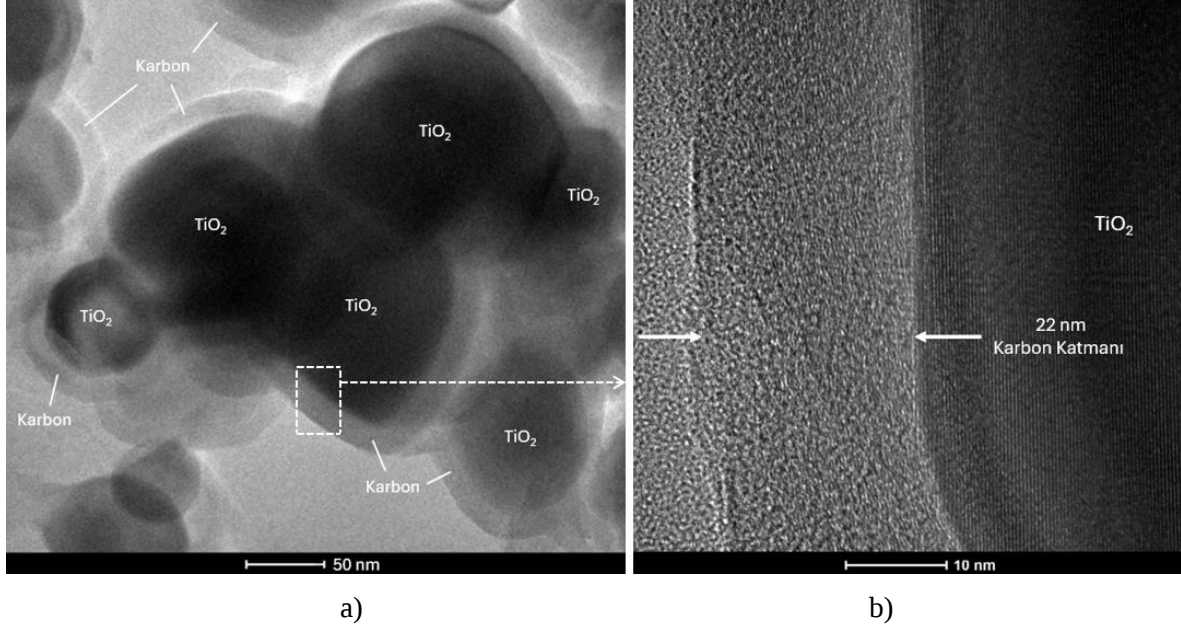


Şekil 6. Karbon kaplı TiO_2 'nin SEM görüntüsü ve EDX analizi (SEM image and EDX analysis of carbon-coated TiO_2)

3.2. Karbon kaplı TiO₂ tozunun TEM İncelemesi (TEM Analysis of Carbon-Coated TiO₂ Powder)

Şekil 7a'daki TEM görüntüsü incelendiğinde koyu gri renkte görülen TiO₂ toz tanelerinin yüzeyinde açık gri renkte görülen karbon ile kaplandığı ve

Şekil 7b'deki TEM görüntüsü incelendiğinde bu kaplama kalınlığının 22 nm olduğu görülmektedir. Bu kaplanan karbon katmanı TiO₂ tozuna yakın temas ederek, sürekli ve hızlı bir karbon kaynağı sağlamaktadır.



Şekil 7. Karbon kaplı TiO₂'nin a) TEM görüntüsü b) Karbon tabakası kalınlığı (a) TEM image of carbon-coated TiO₂ b) Carbon layer thickness)

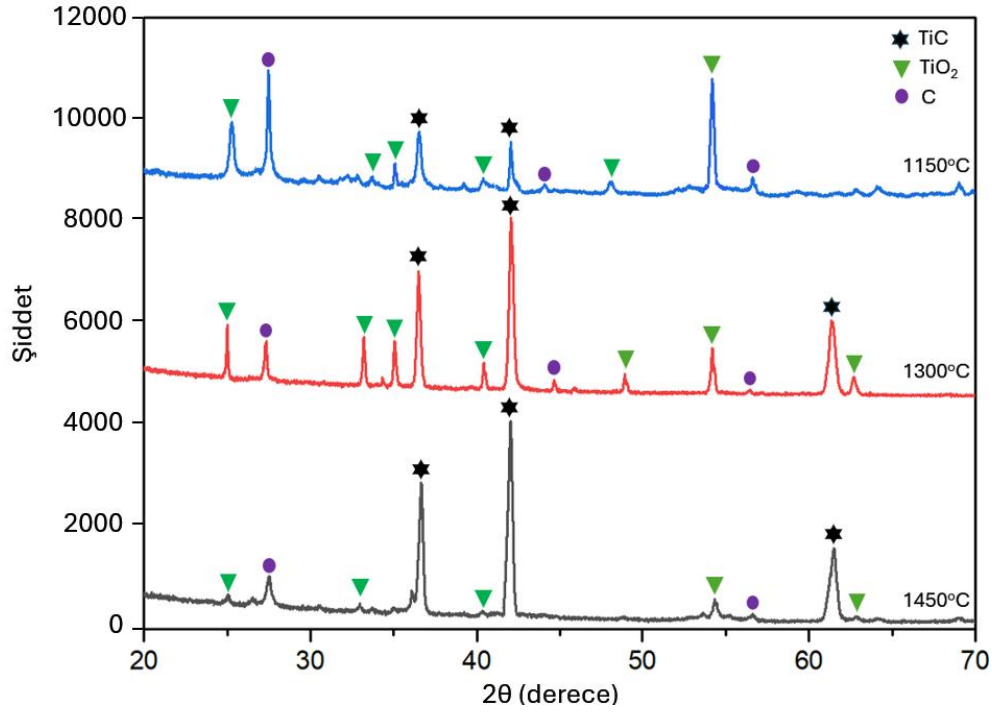
Karbon kaplama deneyleri sonrası yapılan SEM ve TEM analizlerinde elde edilen görüntüler incelendiğinde TiO₂ tozlarının karbon ile kaplanması çalışmalarının başarı ile sonuçlandığını göstermektedir.

3.3. Üretilen TiC Tozlarının XRD Analizi (XRD Analysis of the Synthesized TiC Powders)

1150 °C, 1300 °C ve 1450 °C sıcaklıklarda sinterlenen tozların XRD analizleri Şekil 8'de verilen grafikte görülmektedir.

HSC programında TiC üretimi başlangıç sıcaklığı 1300 °C'de başladığı hesaplanmıştı. Şekil 8'de verilen XRD grafiği incelendiğinde 1150 °C'de sinterlenen TiC tozlarının az da olsa pik oluşturduğu, büyük oranda dönüşüme uğramamış TiO₂ tozlarından oluştuğu gözlenmiştir. Dönüşüm sıcaklığının altındaki bir sıcaklıkta sinterlenmesine rağmen TiC piklerinin oluşumunu, TiO₂ tozu ile tozun yüzeyine kaplanan karbonun temas yüzeyini artırarak daha kolay reaksiyona girmesi ve dönüşüm reaksiyon sıcaklığını düşürmesi yani daha düşük bir sıcaklıkta oluşmaya başlaması olarak açıklanabilir. Sinterleme süresinin artırılmasıyla TiC piklerinin bu sıcaklıkta daha da artacağı düşünülmektedir.

Ayrıca Şekil 8'deki 1300 °C ve 1450 °C'de sinterlenen TiC tozlarının XRD pikleri incelendiğinde 1450 °C'de sinterlenen TiC tozlarının 1300 °C'de sinterlenen tozlara göre daha fazla pik oluşturduğu, yapıda dönüşüme uğramamış TiO₂ tozlarının daha az bulunduğu ve bunun da sıcaklığın artmasıyla dönüşüm reaksiyonlarının hızlanması olarak açıklanabilir. Şekil 8'deki 1300 °C ve 1450 °C'de sinterlenen XRD grafikleri incelendiğinde yapıda henüz dönüşüme uğramamış TiO₂ tozlarının bulunduğu gözlenmiştir. Bunların da sinterleme süresi artırılarak TiC tozuna dönüşeceğini düşündürmektedir. Burada önemli olan kriterin sıcaklıktan ziyade verilen sürenin daha önemli olduğunu göstermektedir. Sıcaklık gerekli olan değerden düşük bile olsa yeterli süre verildiğinde dönüşüme uğrayan tozların pik şiddetinin ve sayısının artacağı öngörülmektedir. Ayrıca XRD grafiği incelendiğinde, karbon gaz halinde oksit toz yüzeyine kaplandığından katı-katı karbotermal reaksiyon yöntemindeki gibi dışarıdan katılan öncül madde bulunmadığından kirlenme olmamakta ve daha saf toz elde edilebildiği gözlenmektedir.



Şekil 8. 1150 °C, 1300 °C ve 1450 °C sıcaklıklarda sinterlenen TiC tozlarının XRD analizleri (XRD analysis of TiC powders sintered at 1150 °C, 1300 °C and 1450 °C)

4. SONUÇLAR (CONCLUSIONS)

Elde edilen sonuçlar ve öneriler aşağıda verilmektedir;

- TiO₂ tozunun yüzeyine 625 °C sıcaklık ve on üç çevrimde karbon kaplama işlemi başarıyla yapılmıştır. Kaplama sonrası elde edilen SEM ve TEM analiz sonuçları da bunu desteklemektedir.
- Kaplanan karbon kalınlığının 22 nm olduğu gözlenmiştir.
- Karbon kaplanmış tozlara 1150 °C sıcaklıkta sinterleme yapıldığında TiC piklerinin dönüşüm sıcaklığının altında olmasına rağmen oluşmaya başladığı gözlenmiş, yeterli süre verildiği takdirde TiC piklerinin artacağı düşünülmektedir. 1300 °C ve 1450 °C sıcaklıkta sinterlenen tozlar karşılaştırıldığında 1450 °C sıcaklıkta sinterlenen TiC piklerinin daha fazla olduğu bunun da sıcaklık artışıyla dönüşüm reaksiyonunun hızlandığı, yapıda dönüşüme uğramadan kalan TiO₂ tozlarının da yeterli süre verildiğinde TiC tozlarına dönüşeceği öngörülmektedir.
- Katı-gaz karbotermal reaksiyon yönteminde oksit tozlarının yüzeyinin karbon ile kaplanabildiği ve bu kaplı karbon ile oksit toz

arasındaki temas yüzeyi arttığından reaksiyon daha hızlı gerçekleşmekte ve bu da reaksiyon sıcaklığını düşürmektedir.

- Katı-gaz karbotermal reaksiyon yönteminde oksit toz yüzeyine gaz halinde karbon kaplandığından, katı-katı karbotermal reaksiyon yöntemindeki gibi dışardan öncül madde katılmadığından kirlenme olmamakta ve bunun sonucu olarak daha saf toz elde edilmektedir.

TEŞEKKÜR (ACKNOWLEDGMENTS)

Bu çalışma Dumlupınar Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından desteklenen 2021-04 numaralı proje kapsamında gerçekleştirilmiştir. / This study was carried out within the scope of project number 2021-04 supported by Dumlupınar University Scientific Research Projects Unit.

ETİK STANDARTLARIN BEYANI (DECLARATION OF ETHICAL STANDARDS)

Bu makalenin yazarı çalışmalarında kullandıkları materyal ve yöntemlerin etik kurul izni ve/veya yasal-özel bir izin gerektirmediğini beyan ederler.

The author of this article declares that the materials and methods they use in their work do not require ethical committee approval and/or legal-specific permission.

YAZARLARIN KATKILARI (AUTHORS' CONTRIBUTIONS)

Ali Rıza EBEOĞLU: Deneyleri yapmış, sonuçlarını analiz etmiş ve makalenin yazım işlemini gerçekleştirmiştir.

He conducted the experiments, analyzed the results and performed the writing process of the article.

Ağah AYGAHOĞLU: Deneylerin planlanması, sonuçların değerlendirilmesi ve makalenin kontrolünü sağlamıştır.

He provided planning of experiments, evaluation of results and control of the article.

Mustafa AYDIN: Deneylerin planlanması, sonuçların değerlendirilmesi ve makalenin kontrolünü sağlamıştır.

He provided planning of experiments, evaluation of results and control of the article.

ÇIKAR ÇATIŞMASI (CONFLICT OF INTEREST)

Bu çalışmada herhangi bir çıkar çatışması yoktur.

There is no conflict of interest in this study.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Timuçin, Muharrem. İleri teknolojik seramik üretimi elektronik ve mekanik seramikler. 1995.
- [2] Akkurt, F., Kalender, E., & Yörükoğlu, A., Üstün özelliklere sahip ileri teknoloji seramiği: Titanyum diborür. Journal of Boron. 2019; 4.4: 203-208.
- [3] Y. G. Gogtsi, R. A. Andrievski, "Materials Science of carbides, nitrides and borides", Proceedings of NATO Advanced Study Institute on Materials Science of carbides, nitrides and borides. 1998; 68: 273
- [4] Karaduman, B. Titanyum matrisli titanyum karbür takviyeli kompozit üretimi ve karakterizasyonu. 2010.
- [5] Duman, D. Titanyum talaşından titanyum karbür üretimi ve sert metal üretiminde kullanımı (Yüksek Lisans Tezi). İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü. 2010.
- [6] Özbelge, Ö. H., Katırcıoğlu, B., Atılğan, İ., Özkol, E., Anutgan, T. A., & Anutgan, M. Bor nitrür üretimi. 2008.
- [7] Ergül, T. Kendiliğinden-İlerleyen Yüksek-Sıcaklık Sentezi (SHS) Yöntemi ile Titanyum

Karbür (TiC) Üretimi [Yüksek Lisans Tezi]. Yalova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. 2001.

- [8] Bae, S. T., Shin, H., Jung, H. S. & Hong, K. S. Synthesis of titanium carbide nanoparticles with a high specific surface area from a TiO₂ core-sucrose shell precursor. J. Am. Ceram. Soc. 2009; 92: 2512–2516
- [9] Ye, L. L., & Quan, M. X. Synthesis of nanocrystalline TiC powders by mechanical alloying. Nanostructured materials. 1995; 5.1: 25-31.
- [10] İpek, M. Kutu sementasyon yöntemiyle çelik yüzeylerin TiC kaplanması. 1996.
- [11] Wolfe, D. E., Singh, J., & Narasimhan, K. Synthesis of titanium carbide/chromium carbide multilayers by the co-evaporation of multiple ingots by electron beam physical vapor deposition. Surface and Coatings Technology. 2002; 160.2-3: 206-218.
- [12] Xiang, M., Ding, W., Dong, Q., & Zhu, Q. Synthesis methods and powder quality of titanium monocarbide. Chinese Journal of Chemical Engineering. 2024; 72: 10-18.
- [13] Fu, Z., & Koc, R. Synthesis of TiB₂ from a carbon-coated precursors method. Journal of the American Ceramic Society. 2017; 100.6: 2471-2481.
- [14] Weimer, A.W., Carbide, Nitride and Boride Materials Synthesis and Processing, Chapman and Hall, London. 1997; 333
- [15] R. KOC and G. GLATZMAIER, US Patent 5417952. 1995.
- [16] Siddiqui, N., Koc, R., Mawdsley, J., & Carter, D. Synthesis of submicron/nano sized CaB₆ from carbon coated precursors. Nanostructured Materials and Nanotechnology V: Ceramic Engineering and Science Proceedings. 2011; 32: 137-149.
- [17] Kadioğlu, M. Hidrokarbon Gazlar ile Karbür Tozu Üretim Fırını Tasarım ve Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Kütahya Dumlupınar Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Makine Eğitimi Anabilim Dalı, Kütahya. 2019.