T.C.

ALANYA ALAADDİN KEYKUBAT ÜNİVERSİTESİ

LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

MAX FAZ ALAŞIMLARININ ÜRETİLMESİ VE FONKSİYONEL KUMAŞ ÜRETİMİNDE KULLANILABİLİRLİĞİNİN ARAŞTIRILMASI

Yüksek Lisans Tezi

Ebru ŞENER

Danışman
Doç. Dr. Derman VATANSEVER BAYRAMOL

ALANYA
2023

T.C.

ALANYA ALAADDİN KEYKUBAT ÜNİVERSİTESİ

LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

MAX FAZ ALAŞIMLARININ ÜRETİLMESİ VE FONKSİYONEL KUMAŞ ÜRETİMİNDE KULLANILABİLİRLİĞİNİN ARAŞTIRILMASI

Yüksek Lisans Tezi

Ebru ŞENER

Anabilim Dalı: Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

Program Adı: Nanobilim ve Nanomühendislik

Danışman

Doç. Dr. Derman VATANSEVER BAYRAMOL

Bu tez çalışması TÜBİTAK 1002 - Hızlı Destek Programı kapsamında desteklenmiştir.

Proje No:221M584

ALANYA

(2023)

ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ

Bu tezin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu; çalışmamın hazırlık, veri toplama, analiz ve bilgilerin sunumu olmak üzere tüm aşamalarında bilimsel etik ilke ve kurallara uygun davrandığımı; bu çalışma kapsamında elde edilemeyen tüm veri ve bilgiler için kaynak gösterdiğimi ve bu kaynaklara kaynakçada yer verdiğimi; bu çalışmanın Alanya Alaaddin Keykubat Üniversitesi tarafından kullanılan "bilimsel intihal tespit programıyla tarandığını ve "intihal içermediğini" beyan ederim. Herhangi bir zamanda, çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun saptanması durumunda, ortaya çıkacak tüm ahlaki ve hukuki sonuçlara razı olduğumu bildiririm.

Ebru ŞENER

TEŞEKKÜR SAYFASI

Tez çalışmam süresince kıymetli fikirlerini benimle paylaşan, tecrübesiyle yönlendirip yol gösteren ve her zaman cesaretlendiren tez danışmanım Doç. Dr. Derman VATANSEVER BAYRAMOL'a

Yüksek lisans çalışmalarım sırasında numunelerin üretimi ve karakterizasyonlarında bana yardımcı olan Arş. Gör. Ercan ŞENER ve Muhammed Tunahan ÜNAL'a

MAX fazlı kumaşların üretimini yapan Tekirdağ Namık Kemal Üniversitesi'nden değerli hocam Öğr. Gör. Dr. Ahmet Özgür AĞIRGAN'a

Marmara Üniversitesi'nde elektromanyetik kalkanlama testlerini yapan değerli hocam Prof. Dr. Erhan SANCAK'a

Çalışmanın hayata geçirilmesi için gerekli finansal kaynağı 221M584 nolu Proje kapsamında sağlayan TÜBİTAK'a
teşekkürlerimi sunarım.

Hayatım boyunca benden desteklerini esirgemeyen ve her zaman yanımda olan aileme, ablama ve eşime sonsuz minnettarım.

Bu tez çalışmamı hayatıma yön veren kızım Akasya'ya ve özlemle yüreğimde sakladığım abim Engin'e ithaf ediyorum.

Hayatıma katkısı olan herkese şükranla...

Ebru ŞENER

ÖZET

MAX FAZ ALAŞIMLARININ ÜRETİLMESİ VE FONKSİYONEL KUMAŞ ÜRETİMİNDE KULLANILABİLİRLİĞİNİN ARAŞTIRILMASI

Ebru ŞENER

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Alanya Alaaddin Keykubat Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü,

Ocak, 2023 (75 Sayfa)

Sürekli gelişen ve değişen dünyada teknolojinin insan yaşamına getirdiği kolaylıkların yanı sıra bu cihazları kullanırken maruz kalınan manyetik alanın insan sağlığı üzerinde olumsuz etkileri olduğu da kaçınılmaz bir gerçektir. Bilgisayar ve cep telefonlarının yaydığı elektromanyetik dalgalar bile uzun süre maruz kalındığında ciddi sağlık sorunlarına neden olabilmektedir. Çalışmada, elektromanyetik radyasyonun olumsuz etkilerini azaltmak amacıyla Ti_3SiC_2 içerikli MAX fazlı yapıların sentezlenmesi, pamuklu kumaşa aplike edilmesi, elektromanyetik kalkanlama ve tutuşma özelliklerinin incelenmesi amaçlanmıştır.

Ti_3SiC_2 MAX fazı 1300, 1350 ve 1350 °C sıcaklıklarında, 1 ve 2 saat süre ile argon atmosferi ve vakum ortamında atmosfer kontrollü fırın ile sentezlenmiştir. Numunelere yoğunluk, tane boyut, XRD, SEM, EDX analizleri yapılmıştır. Sentezlenen numunelerin içerisindeki Ti_3SiC_2 fazı oranları Rietveld Analizi ile belirlenmiştir. En yüksek oranda Ti_3SiC_2 fazı içeren parametrelerdeki numune öğütülerek nano toz haline getirilmiştir. Elde edilen Ti_3SiC_2 nano tozunu pamuklu bezayağı kumaşa kaplama yöntemi ile aplike edilmiştir. Kumaşların yıkama öncesi ve sonrası SEM, EDX ve AFM görüntüleri alınarak karşılaştırmalar yapılmıştır. Kaplanmış kumaşın elektromanyetik kalkanlama özelliğinin yanı sıra tutuşma ve yanmaya karşı direnci de incelenmiştir.

Anahtar Sözcükler: MAX Fazları, Ti_3SiC_2, Elektromanyetik Kalkanlama.

ABSTRACT

PRODUCTION OF MAX PHASE ALLOYS AND INVESTIGATION OF USING IN FUNCTIONAL FABRIC MANUFACTURING

Ebru ŞENER

Department of Metallurgy and Materials Engineering

Graduate School of Alanya Alaaddin Keykubat University,

January, 2023

In addition to the convenience that technology brings to human life in a constantly developing and changing world, it is an inevitable fact that the magnetic field that is exposed to while using these devices has negative effects on human health. Even electromagnetic waves emitted by computers and mobile phones can cause serious health problems when exposed for a long time. In this study, it was aimed to synthesize Ti_3SiC_2-containing MAX phase structures, to apply them to cotton fabric, to investigate electromagnetic shielding and ignition properties in order to reduce the negative effects of electromagnetic radiation.

Ti_3SiC_2 MAX phase was synthesized at 1300, 1350 and 1350 °C temperatures for 1 and 2 hours in an argon atmosphere and an atmosphere controlled furnace in a vacuum environment. Density, particle size, XRD, SEM, EDX analyzes were performed on the samples. Ti_3SiC_2 phase ratios in the synthesized samples were determined by Rietveld Analysis. The sample with the highest amount of Ti3SiC2 phase was ground into nano powder. The obtained Ti_3SiC_2 nano powder was applied to cotton plain fabric by coating method. Comparisons were made by taking SEM, EDX and AFM images of the fabrics before and after washing. In addition to the electromagnetic shielding property of the coated fabric, its resistance to ignition and burning was also investigated.

Keywords: MAX Phases, Ti_3SiC_2, Electromagnetic Shielding.

İÇİNDEKİLER

JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI i
ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ ii
TEŞEKKÜR SAYFASI iii
ÖZET iv
ABSTRACT v
İÇİNDEKİLER vi
TABLOLAR LİSTESİ ix
ŞEKİLLER LİSTESİ x
SİMGELER VE KISALTMALAR xiii
1. GİRİŞ 1
1.1 Tezin Amacı 1
2. LİTERATÜR 4
2.1 MAX Fazları 4
2.1.1 MAX Fazların Genel Özellikleri 5
2.1.2 MAX Fazların Üretiminde Kullanılan Yöntemler 6
2.1.2.1 Elektrik Akımı Destekli Sinterleme (Spark Plasma Sintering, SPS). 6
2.1.2.2 Sıcak Presleme (Hot Pressing, HP) 8
2.1.2.3 Basınçsız sinterleme (Pressureless Sintering, PS) 8
2.1.2.4 Mekanik Alaşımlama (Mechanical Alloying, MA) 8
2.1.2.5 Kendi Kendine Yayılan Yükselen Sıcaklık Sentezi (Self-Propagating High-Temperature Synthesis, SHS) 9
2.1.3 Ti_3SiC_2 9
2.1.3.1 Ti_3SiC_2 Özellikleri 9
2.1.3.2 Ti_3SiC_2 Üretiminde Kullanılan Başlangıç Malzemeleri 12
2.1.3.3 Literatürdeki Ti_3SiC_2 Üretim Yöntem ve Parametreleri 12
2.1.3.4 Ti_3SiC_2 Kullanım Alanları 14
2.2 Kaplamada Kullanılan Zemin Kumaşları 15
2.3 Kumaş Kaplama Teknikleri 16
2.3.1 Kaplama Malzemesinin Sıvı Olduğu Teknikler 17
2.3.1.1 Kaplama maddesinin sonradan dozajlandığı metotlar 17
2.3.1.2 Kaplama malzemesinin önceden dozajlandığı teknikleri 18
2.3.2 Kaplama Malzemesinin Katı Olduğu Teknikler 19
2.3.2.1 Kalandır ile kaplama 19

2.3.2.2 Transfer Kaplama 20
2.3.2.3 Sıcak Eriyik ile Kaplama: 20
2.3.3 Modern Kaplama Teknikleri 21
2.3.3.1 Sol-Jel ile Kaplama 21
2.3.3.2 Plazma ile Kaplama 22
2.3.4 Kaplama Kumaşlara Uygulanan Karakterizasyon Yöntemleri 22
2.4 Elektromanyetik Alanlar ve Kalkanlama 22
2.4.1 Elektromanyetik Spektrum 22
2.4.2 Elektromanyetik Alan 24
2.4.2.1 Elektromanyetik Alanın Etkileri 25
2.4.3 Elektromanyetik Kalkanlama 27
2.4.3.1 Elektromanyetik Ekranlama Etkinliği 27
2.4.3.2 Faraday Kafesi ve İşleyisi 30
2.4.3.3 Elektromanyetik ekranlama özelliği kazandırmak için kullanılan yöntemler 31
2.4.3.4 Ekranlama Etkinliği Ölçüm Metodları 32
2.5 Tutuşma ve yanma 33
3. YÖNTEM 35
3.1 Ti_3SiC_2 Sentezi 35
3.1.1 Kompozisyon tasarımı 35
3.1.2 Ti_3SiC_2 Üretimi 36
3.2 Ti_3SiC_2'nin Kumaşa Aplikasyonu 38
3.3 Karakterizasyon Yöntemleri 38
3.3.1 Ti_3SiC_2 MAX Fazı Bileşiğinin Karakterizasyonu 38
3.3.1.1 Yoğunluk Ölçümü 38
3.3.1.2 X-Işını Difraksiyonu Yöntemi 39
3.3.1.3 Rietveld Analizi Yöntemi 39
3.3.1.4 Taramalı Elektron Mikroskobu 40
3.3.1.5 Tane Boyut Analizi 41
3.3.2 Kumaş Kaplamasına Uygulanan Karakterizasyon Yöntemleri 41
3.3.2.1 Kumaş gramajı 41
3.3.2.2 Kumaş tutumu 41
3.3.2.3 Kumaş yıkama dayanımı 42
3.3.2.4 Taramalı elektron mikroskobu 42
3.3.2.5 Atomik kuvvet mikroskobu 42

3.3.2.6 Elektromanyetik kalkanlama özelliğinin incelenmesi 42
3.3.2.7 Sınırlandırılmış alev sıçraması testi ile yanmaya karşı direncin incelenmesi 43
4. BULGULAR 44
4.1 Numunelerin İsimlendirilmesi 44
4.2 Ti_3SiC_2 Sentezi 44
4.2.1 Yoğunluk Ölçümleri 44
4.2.2 X-ışını Ölçümleri 48
4.2.2.1 XRD Bulguları 48
4.2.2.2 Rietveld Analizi Sonuçları 51
4.2.3 Tane Boyut Analizi Bulguları 53
4.2.4 SEM Analiz Bulguları 56
4.2.5 EDX Analiz Bulguları 57
4.3 Ti_3SiC_2 MAX Fazının Kumaşa Kaplanması 57
4.3.1 Kumaş Gramajı Bulguları 57
4.3.2 Kumaş Tutumu Bulguları 58
4.3.3 SEM Analiz Bulguları 59
4.3.4 EDX Analiz Bulguları 61
4.3.5 AFM Analiz Bulguları 62
4.3.6 Elektromanyetik Kalkanlama Bulguları 63
4.3.7 Tutuşma ve Yanma Davranışına Ait Bulgular 65
5. TARTIŞMA, SONUÇ VE ÖNERİLER 67
6. KAYNAKLAR 69
7. EKLER 74
EK 7.1 - Anket Formu 74
ÖZGEÇMİŞ 75

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 2.1 MAX fazların farklı yükler altında ve farklı tane boyutlarında Vickers sertlik değerleri 5

Tablo 2.2 Ti_3SiC_2 MAX fazının gösterdiği özellikler 10

Tablo 2.3 Elektrikli ev aletlerinin neden oldukları elektrik alan şiddetleri 26

Tablo 2.4 Türkiye ‘de kontrolsüz etkilenme için sınır değerler 26

Tablo 2.5 Elektromanyetik kalkanlamada sıkça kullanılan malzemelerin ve Ti_3SiC_2 MAX fazının iletkenlik değerler 27

Tablo 2.6 Tipik ekranlama değerleri (E:EM alan, P : EM güç) 28

Tablo 2.7 Elektromanyetik koruma etkinliği 28

Tablo 2.8 Elektromanyetik ekranlama elemanı olarak kullanılacak tekstil malzemelerinin sınıflandırılması 29

Tablo 3.1 Ti_3SiC_2 MAX fazı bileşiğinin hazırlanmasındaki toz kompozisyonu oranları 35

Tablo 3.2 Ti_3SiC_2 MAX fazı bileşiğinin hazırlanmasında kullanılan harici Silisyum ve Alüminyum takviyeli toz kompozisyonu oranları 36

Tablo 3.3 Ti_3SiC_2 fazının ve üretim parametreleri 36

Tablo 4.1 Üretilen numunelerin bulk (yığınsal) yoğunluk, su emme, açık porozite değerleri 44

Tablo 4.2 Kumaş tutumu öznel değerlendirme bulguları 58

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1 Periyodik tabloya göre MAX faz bileşiklerini oluşturabilecek elementler 4

Şekil 2.2 (a) 211, (b) 312 ve (c) 413 fazlarının atomik yapıları 5

Şekil 2.3 Elektrik akımı destekli sinterleme (SPS) sisteminin şematik gösterimi 7

Şekil 2.4 SPS yönteminde vurmalı DC akımının numune üzerinden ilerleyişi 7

Şekil 2.5 Sıcak presleme yöntemi şematik gösterimi 8

Şekil 2.6 Ti_3SiC_2 hekzagonal kristal kafes sistemi 9

Şekil 2.7 a) Ti_3SiC_2'ye ait taramalı elektron mikroskobu b) geçirimli elektron mikroskobu görüntüsü 10

Şekil 2.8 MAX faz bileşiklerinde bulunan Kink bantlar 11

Şekil 2.9 a)Bir kuvvetin Ti_3SiC_2 örneğinin yüzeyinden geçtiğinde ortaya çıkan katmanlar b) Mekanik bir girinti ile kasıtlı olarak ortaya çıkan hasar c) Meydana gelen burkulmalar 12

Şekil 2.10 Emdirme yöntemi 17

Şekil 2.11 Tel sarılı rulo ile kaplama 17

Şekil 2.12 Rakle ile kaplama 18

Şekil 2.13 Püskürtme ile kaplama yöntemi 18

Şekil 2.14 Döner şablonla kaplama yöntemi 19

Şekil 2.15 Direk silindir kaplama yöntemi 19

Şekil 2.16 Kalandır ile kaplama yöntemi 19

Şekil 2.17 Transfer kaplama yöntemi 20

Şekil 2.18 Ekstrüzyon ile kaplama 20

Şekil 2.19 Pudralı kaplama metodu 21

Şekil 2.20 Sol-Jel ile Kaplama 21

Şekil 2.21 Vakum Plazma ile kaplama yöntemi şematik görünümü 22

Şekil 2.22 Elektromanyetik Spektrum 23

Şekil 2.23 Elektromanyetik dalganın sahip olduğu özellikler 24

Şekil 2.24 Kalınlığı t olan bir duvarda ekranlama etkinliği bileşenleri 29

Şekil 2.25 Tekstil liflerinde meydana gelen yanma durumunu gösteren yanma döngüsü diyagramı 34

Şekil 3.1 Ti_3SiC_2 MAX fazı bileşiğinin sentezlenmesinde kullanılan hammaddeler 35

Şekil 3.2 Atmosfer kontrollü fırın ile gerçekleştirilen sinterleme sıcaklığı eğrileri a) 1300 °C – 1 saat b) 1300 °C – 2 saat c) 1350 °C – 1 saat d) 1350 °C – 2 saat e) 1400 °C – 1 saat f) 1400 °C – 2 saat. 37

Şekil 3.3 MAX Faz bileşiklerinin kumaşa aplikasyonu a) kumaşın hazırlanması, b) kullanılan kaplama cihazı, c) MAX faz bileşik kaplanmış kumaş 38

Şekil 3.4 Taramalı Elektron mikroskobu 40

Şekil 4.1 Argon atmosferi altında 1300, 1350 ve 1400 °C'de üretilen numunelerin bulk yoğunluk ve yüzde teorik yoğunluk değerleri 45

Şekil 4.2 Vakum ortamında 1300, 1350 ve 1400 °C'de üretilen numunelerin bulk yoğunluk ve yüzde teorik yoğunluk değerleri 46

Şekil 4.3 Argon atmosferi ve vakum ortamı koşullarında üretilen numunelerin su emme değerleri 47

Şekil 4.4 Argon atmosferi ve vakum ortamı koşullarında üretilen numunelerin yüzde açık porozite değerleri 47

Şekil 4.5 Ti_3SiC_2 MAX fazının teorik XRD kırınım desenini 48

Şekil 4.6 Ti_3SiC_2 MAX fazının eldesinde kullanılan hammaddelerin XRD kırınım deseni 49

Şekil 4.7 Hazırlanan Ti_3SiC_2 MAX fazı kompozisyonunun Argon atmosferinde 1300, 1350 ve 1400 °C’de 1 saat süre parametrelerinde üretilen numunelerin XRD kırınım desenleri 49

Şekil 4.8 Hazırlanan Ti_3SiC_2 MAX fazı kompozisyonunun Argon atmosferinde 1300, 1350 ve 1400 °C’de 2 saat süre parametrelerinde üretilen numunelerin XRD kırınım desenleri 50

Şekil 4.9 Hazırlanan Ti3SiC2 MAX fazı kompozisyonunun vakum ortamında 1300, 1350 ve 1400 °C’de 1 saat süre parametrelerinde üretilen numunelerin XRD kırınım desenleri 50

Şekil 4.10 En yüksek oranda elde edilen Ti_3SiC_2 MAX fazının öğütme öncesi ve sonrası XRD kırınım deseni 51

Şekil 4.11 Argon atmosferinde 1300 °C'de 1 saat süre ile sinterlenen MAX-Ar-1300-1h numunesinin Rietveld Analizi sonucu 51

Şekil 4.12 Argon atmosferinde 1300 °C'de 2 saat süre ile sinterlenen MAX-Ar-1300-2h numunesinin Rietveld Analizi sonucu 52

Şekil 4.13 Argon atmosferinde 1350 °C'de 1 saat süre ile sinterlenen MAX-Ar-1350C-1h numunesinin Rietveld Analizi sonucu 52

Şekil 4.14 Argon atmosferinde 1350 °C'de 2 saat süre ile sinterlenen MAX-Ar-1350-2h numunesinin Rietveld Analizi sonucu 53

Şekil 4.15 Ti_3SiC_2 MAX fazını eldesinde kullanılan Silisyum başlangıç hammaddesinin tane boyut analizi sonucu 54

Şekil 4.16 Ti_3SiC_2 MAX fazını eldesinde kullanılan Titanyum başlangıç hammaddesinin tane boyut analizi sonucu 54

Şekil 4.17 Ti_3SiC_2 MAX fazını eldesinde kullanılan Titanyum Karbür başlangıç hammaddesinin tane boyut analizi sonucu 55

Şekil 4.18 Ti_3SiC_2 MAX fazının saf olarak elde edilmesi amacıyla toz kompozisyonuna harici ilave edilen Al başlangıç hammaddesinin tane boyut analizi 55

Şekil 4.19 Ti_3SiC_2 sentezlemek amacıyla uygun stokiyometride hazırlanan hammaddelerin tane boyut analizi sonucu 56

Şekil 4.20 Üretilen MAX Fazlara ait SEM görüntüleri 56

Şekil 4.21 Üretilen MAX faz tozlarına ait EDX sonuçları 57

Şekil 4.22 Kumaş gramaj ölçümü için numune alma aparatı 58

Şekil 4.23 MAX Faz kaplanmış yıkanmamış kumaş SEM görüntüleri a)100 kat büyütülmüş b) 500 kat büyütülmüş c) 2500 kat büyütülmüş d) 5000 kat büyütülmüş .. 59

Şekil 4.24 MAX Faz kaplanmış yıkanmış kumaş SEM görüntüleri a) 100 kat büyütülmüş b) 500 kat büyütülmüş c) 2500 kat büyütülmüş d) 5000 kat büyütülmüş .. 60

Şekil 4.25 MAX Faz kaplanmış yıkanmamış kumaş EDX analiz bulguları 61

Şekil 4.26 MAX Faz kaplanmış yıkanmış kumaş EDX analiz bulguları 61

Şekil 4.27 MAX Faz kaplanmış yıkanmamış kumaş AFM topografyası 62

Şekil 4.28 MAX Faz kaplanmış yıkanmış kumaş AFM topografyası 62

Şekil 4.29 Farklı yüzdelerde Ti_3SiC_2 katkılı yıkanmamış kumaşa ait elektromanyetik kalkanlama değeri 63

Şekil 4.30 Farklı yüzdelerde Ti_3SiC_2 katkılı yıkanmış kumaşa ait elektromanyetik kalkanlama değeri 64

SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

rpm	Dakikadaki Devir sayısı (Rotation Per Minute)
P	Basınç
Ti_3SiC_2	Titanyum Silisyum Karbür
J	Joule
pH	Potansiyel hidrojen
g/cm	Yoğunluk
g	gram
N	Kuvvet
°C	Santigrat derece
dB	Desibel
m	metre
M	Molar
K	Kelvin
j	Joule
Ω	ohm
W/mK	Isıl iletkenlik katsayısı

Kısaltmalar

ALKÜ	Alanya Alaaddin Keykubat Üniversitesi
Ti	Titanyum
Si	Silisyum
TiC	Titanyum Karbür
SiC	Silisyum Karbür
C	Karbon
Ti_3SiC_2	Titanyum Silisyum Karbür
HP	Sıcak Pres (Hot Pressing)
HIP	Sıcak İzostatik Pres (Hot Isostatic Pressing)
SPS (PDS)	Elektrik Akımı Destekli Sinterleme (Spark Plasma Sintering)
PDS (SPS)	Elektrik Akımı Destekli Sinterleme (Pulsed Discharge Sintering)
DC	Doğru akım (Direct Current)

1. GİRİŞ

Sürekli gelişen ve değişen teknolojinin insan yaşamına getirdiği kolaylıkların yanında bu cihazları kullanırken maruz kalınan manyetik alanın insan sağlığı üzerinde olumsuz etkileri olduğu da inkâr edilemez bir gerçektir. Sadece evimizde kullandığımız cihazlar ve hayatımızın neredeyse vazgeçilmezleri haline gelen bilgisayar ve mobil telefonların yaydığı elektromanyetik dalgalar bile uzun süre maruz kalındığında ciddi sağlık sorunlarına neden olabilmektedir. Özellikle mobil telefonların insan sağlığı üzerindeki olumsuz etkileri üzerine araştırmalar yapılmıştır [1]. Bu çalışmalarda, baş ağrısı, yorgunluk, baş dönmesi, tansiyon, dikkat dağınıklığı yanında beynin savunma mekanizmasını zayıflatma ve hatta devre dışı bırakma gibi daha ciddi boyutta rahatsızlıklara yol açabildiğinden bahsedilmektedir. Ayrıca, bazı çalışmalarda, çocukların sinir sisteminin gelişimini henüz tamamlamamış olması nedeniyle daha savunmasız durumda oldukları ve bu nedenle beyin kanserine yakalanma risklerinin, yetişkinlere kıyasla daha yüksek olduğu belirtilmektedir. Bebeklerde bu risk anne karnında başlamaktadır. İnsan, hayatında hiçbir zaman teknolojiden tamamen vazgeçemeyeceğinden, sebep olduğu riskleri mümkün olduğu kadar engellemek ya da en aza indirmek, sağlıklı ve kaliteli yaşam için önemlidir. Bu amaca yönelik çok farklı çalışmalar yapılmaktadır. Bu çalışmada ise MAX faz bileşiklerinin üretilmesi ve kumaşa aplike edilerek kullanılması konu edilmiştir. İlk kez 2000 yılında Michel W. Barsoum tarafından kullanılmaya başlanan MAX fazı terimi, yüksek sıcaklık uygulamaları alanında tercih edilmeye başlanan, kristal yapı özellikleri nedeniyle katmanlı alaşımlar olarak da tanımlanan bir alaşım grubunu temsil etmektedir [2].

1.1 Tezin Amacı

Literatürde Ti_3SiC_2 MAX faz bileşiği genellikle SPS, HP, HIP gibi çeşitli ileri teknoloji yöntemleri ile Ti, Si ve TiC, SiC, C gibi başlangıç tozları kullanılarak üretilmektedir. Bu projenin öncelikli amacı Ti_3SiC_2 MAX faz bileşiğin geleneksel yöntemler ile sentezlenerek üretim maliyetlerini düşürmektir. Kullanılan tozların oksiditasyona uğraması gibi problemler geleneksel yöntemlerle bu bileşiğin eldesini sınırlar iken Ar atmosferi ya da vakum altında koruyucu atmosfer ortamında üretilmesini mümkün kılmaktadır. Sinterleme esnasında ileri teknolojik yöntemlerde basınç kullanılması sebebiyle daha düşük sinterleme sıcaklıklarında üretim yapmak mümkün

olurken bu yöntemler yüksek yatırım maliyetleri gerektirmektedir. Bu nedenle atmosfer kontrollü fırın ile Ar atmosferi ve vakum altında farklı sıcaklık ve sürelerde sentezlenmesi ve yüksek yatırım gerektirmeden $T_{i3}SiC_2$ MAX faz bileşiğinin üretilebilmesi öncelikli olarak amaçlanmakta olup böyle bir çalışmaya literatürde rastlanmamıştır.

Projenin bir diğer amacı ise sentezlenen Ti_3SiC_2 MAX faz bileşiğinin hem seramiklere hem de metallere olan benzerliklerinden yararlanarak, aplike edildiği kumaşa elektromanyetik kalkanlama ve güç tutuşma gibi fonksiyonel özellikler kazandırıp kazandıramayacağının incelenmesidir. Bu bağlamda, $T_{i3}SiC_2$ MAX faz bileşiğinin %100 pamuklu kumaşa kaplama yöntemi ile aplike edilmesi amaçlanmaktadır. Literatür incelendiğinde, MAX faz bileşiklerinin kumaşa aplikasyonları üzerine yapılan çalışmaların çok yeni ve sınırlı olduğu görülmekte olup, bu tez çalışması kapsamında üretilmesi ve çalışılması planlanan Ti_3SiC_2'nin kumaşa aplikasyonu ile ilgili çalışmaya rastlanmamıştır.

Üretilen Ti_3SiC_2 MAX faz aplike edilmiş kumaşın gramaj, kumaş tutumu ve yüzey topografyası incelenerek, kumaşın fiziksel özelliklerini tespit etmek amaçlanmaktadır. Ayrıca fonksiyonel özelliklerinin incelenmesi amacıyla elektromanyetik kalkanlama ve güç tutuşurluk testleri uygulanacaktır. Elde edilecek veriler ve bilgiler ışığında üretilecek olan MAX faz bileşiği kaplanmış kumaşların; otomotiv tekstilleri, döşemelik kumaşlar, koruyucu kıyafetler, tül ve perde vb gibi alanlarda kullanılabilirliği değerlendirilecektir. Bulunduğumuz ortamlardaki elektromanyetik radyasyonun vücudumuza ve çevreye olan olumsuz etkilerini azaltmak amacıyla da Ti_3SiC_2 MAX faz kaplı pamuklu kumaşa elektomanyetik kalkanlama özelliği kazandırılarak manyetik alana maruz kalma seviyesi ya da etkisini azaltması amaçlanmaktadır.

Çalışmanın Amaçları:

1) MAX fazlı bileşiğin (Ti_3SiC_2) atmosfer kontrollü fırın yardımıyla yaklaşık 1500-1650˚C sıcaklıkta farklı sürelerde sinterlenerek üretimi

2) Üretilen numunelerin yüzey morfolojilerinin SEM, AFM ve EDX ile incelenmesi, yapısal karakterizasyonunun XRD ile ölçülmesi ve tane boyutu ve tane boyutu dağılımı bilgilerinin Zetasizer cihazıyla ölçülmesi

3) Yoğunluk ölçümünün yapılması

4) En uygun ölçümlere sahip olan numunenin seçilerek %100 pamuklu bezayağı dokuma kumaşa aplike edilebilmesi için toz haline getirilmesi

5) Üretilen MAX fazların pamuklu kumaşa aplikasyonu

6) MAX faz bileşiği aplike edilmiş kumaşların elektromanyetik kalkanlama ve güç tutuşurluk gibi fonksiyonel özelliklerinin incelenmesidir.

Çalışmanın Hedefleri:

1) Atmosfer kontrollü fırın ile yüksek teorik yoğunluğa sahip Ti_3SiC_2 MAX faz bileşiğinin sentezini gerçekleştirmek (Hedef; en az %98 relatif yoğunluk)

2) Sentezlenen Ti_3SiC_2 MAX faz bileşiğinin toz haline getirilmesi

3) Toz hale getiren Ti_3SiC_2 MAX faz bileşiğinin %100 pamuklu bezayağı dokuma kumaş yüzeyine kaplama yöntemiyle çok iyi tutunması

4) Kumaşın EN ISO 15025 standardında sınırlandırılmış alev sıçraması deneyi ile uygun sonuçlar vermesi

5) Kumaşın elektromanyetik kalkanlama özelliğinin TS EN 50147-1 (2005) standardına gerçekleştirilen elektromanyetik kalkanlama test sonuçlarının, elektromanyetik ekranlama elemanı olarak kullanılacak tekstil malzemeleri için yapılan sınıflandırmada, genel sınıf için kabul edilebilir bir değer aralığında olması [3].

6) Ti_3SiC_2 MAX faz aplike edilmiş%100 pamuklu bezayağı dokuma kumaştan beklenen yanma özellikleri ilgili standartta belirtildiği üzere aşağıdaki gibidir;

Hiçbir numune üste veya herhangi bir yan kenara alev yaymamalı

Hiçbir numunede erime olmamalı

Hiçbir numunede delik olmamalı

Ortalama alevli yanma süresi 2 saniyeye eşit veya daha az olmalıdır

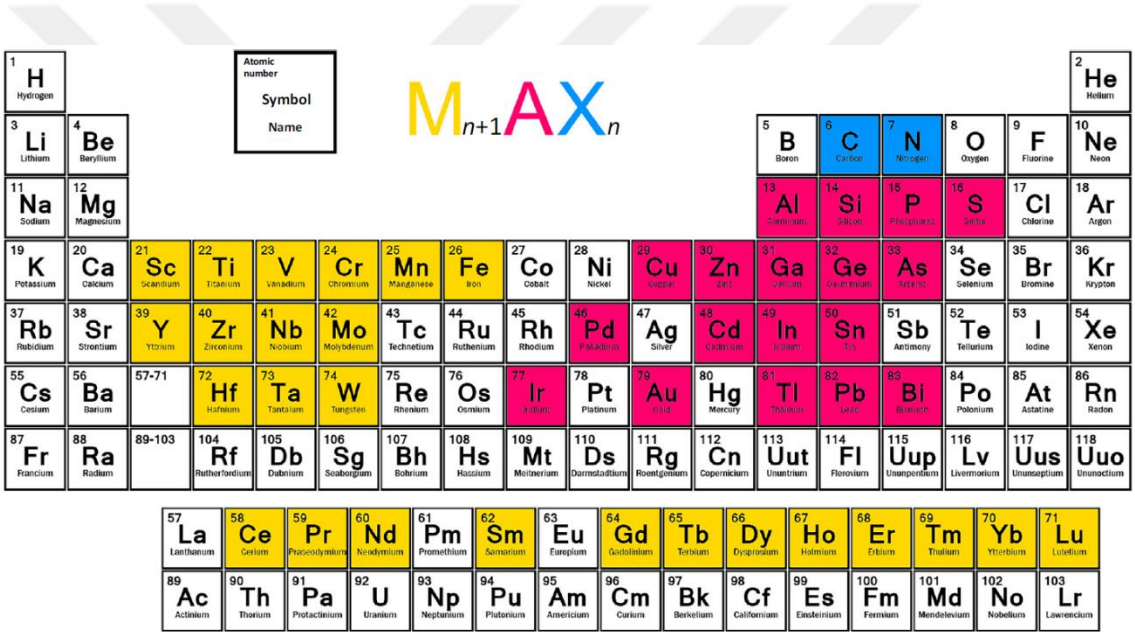
Ortalama korlu yanma süresi 2 saniyeye eşit veya daha az olmalıdır.

7) Kumaşa aplike edilen MAX fazlı bileşiğin en az 5 yıkama sonrası kumaşta varlığını sürdürmesi ve elektromanyetik kalkanlama ve güç tutuşurluk özelliklerini sağlaması hedeflenmektedir.

2. LİTERATÜR

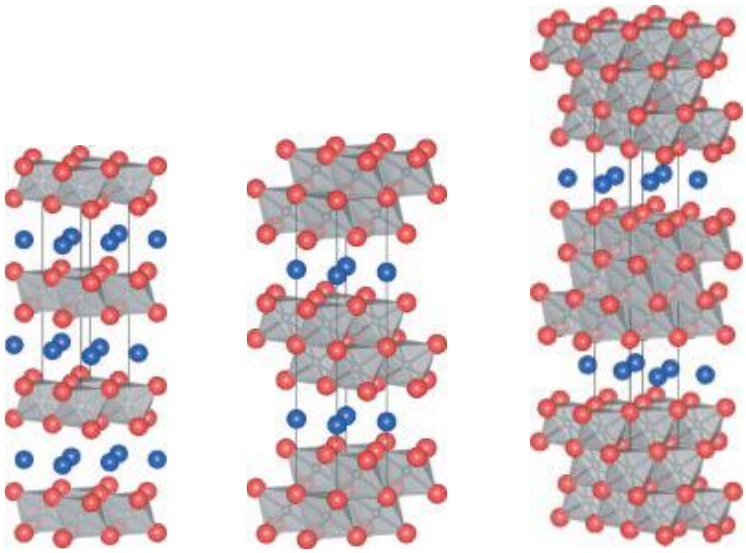
2.1 MAX Fazları

MAX fazların genel kimyasal formülleri $M_{n+1}AX_n$ şeklinde verilmektedir. Formülde belirtilen M; geçiş metallerini (Sc, Ti, V, Cr, Zr, Nb, Mo, Hf ve Ta) A; A grubu metallerini (genellikle Al, Si olmak üzere), X; C (Karbür) ve/veya N (Nitrür) ifade etmektedir. $M_{n+1}AX_n$ fazı bileşiğinde "n" değeri elementlerin stokiyometrik oranını belirtmekte ve 1 ile 5 arasında değer alabilmektedir. n=1 için M_2AX yada 211 fazı, n=2 için M_3AX_2 ya da 312 fazı, n=3 için M_4AX_3 ya da 413 fazı şeklinde yapılar oluşmaktadır [2, 4]. Periyodik cetvelde MAX faz ailesi içerisinde yer alabilecek elementler Şekil 2.1'de verilmiştir [5].



Şekil 2.1 Periyodik tabloya göre MAX faz bileşiklerini oluşturabilecek elementler [5]

211 yapısında A katmanı 2 adet oktehedral M katmanı ile, 312 yapısında A katmanı 3 adet oktehedral M katmanı ile, 413 yapısında A katmanı 4 adet oktehedral M katmanı ile tanımlanmaktadır. Bu üç yapı arasındaki farklılık; A katmanının kaç adet M katmanı ile ayrıldığına bağlıdır. A grubu elementleri trigonal plazmaların merkezinde yer alırken X atomları M ve A tabakaları arasındaki oktahedral boşluklara yerleşmiştir [6].



Şekil 2.2 (a) 211, (b) 312 ve (c) 413 fazlarının atomik yapıları [4]

MAX fazı yapısı sayı olarak yüzden fazla olmasına rağmen, genel olarak karşılaşılan ve endüstriyel uygulamalarda sıklıkla kullanılan türleri Şekil 2.2'de gösterilen 211, 312 ve 413 olmak üzere 3 ayrı hekzagonal kristal kafes sistemidir. Ancak literatürde az sayıda da olsa teorik olarak üretilmiş 514, 615 ve 716 MAX fazları ile yapılan çalışmalar bulunmaktadır.

2.1.1 MAX Fazların Genel Özellikleri

MAX fazların yoğunluk değerlerinin (4-13.5 g/cm^3) düşük olmasına karşılık Young modülü ve bulk modülü değerleri yüksektir. Ti_3GeC_2, Ti_3SiC_2 ve Ti_2AlCN fazlar Young modülü değerleri en yüksek olan MAX fazlar olarak bilinmekte olup Young modülü değerleri sırasıyla 340-347 GPa, 339-343 GPa ve 330 GPa'dır. Bulk modülü değerlerine bakıldığında ise literatürde, ± 4 GPa sapma ile, Ti_3GeC_2 için 179 GPa, Ti_3SiC_2 için 206 GPa ve Ti_2AlCN için 219 GPa olarak verilmiştir [6].

MAX faz bileşikleri 2-8 GPa aralığında Vickers sertlik değerlerine sahiptirler Tablo 2.1'deki değerlere bakıldığında uygulanan yükün azalmasıyla ve tane boyutunun küçültülmesiyle bu bileşiklerin sertlik değerlerinin arttığı tespit edilmiştir [2, 7].

Tablo 2.1 MAX fazların farklı yükler altında ve farklı tane boyutlarında Vickers sertlik değerleri

MAX Faz	Tane Boyutu (µm)	Vickers Sertlik (Hv)	Yük (N)	Referans
Ti_3SiC_2	3-5	4	100	[2, 8]
Ti_3SiC_2	3-5	2	300	[2, 9]
Ti_2AlC	100-300	5.5	10	[2, 10]
Ti_2AlC	25	4.5	10	[2, 11]

MAX faz bileşiklerinin elektriksel iletkenlik değerleri 2-14x10^6 $(\Omega m)^{-1}$ aralığındadır [10].

MAX fazların oda sıcaklığındaki termal iletkenlikleri 12-60 W/mK arasında değer almaktadır. Bazı bileşiklerin termal iletkenlik değerleri sıcaklığın artmasıyla birlikte artarken bazılarının ise azaldığı belirtilmiştir [6, 8].

Termal genleşme katsayıları 7.2x10^{-6}-13.3x10^{-6} K^{-1} aralığında değişmektedir. Bu değer aralıkları bileşiklerin kaplama uygulamalarında kullanılması açısından oldukça uygundur [6, 12]. 2–10 K gibi düşük sıcaklıklarda, MAX faz bileşiklerinin ısı kapasitelerinin (Cp) artan sıcaklık ile arttığı tespit edilmiştir.

MAX faz bileşikleri oda sıcaklığında 5-20 MPa.$m^{1/2}$ aralığında ki kırılma tokluğu değerini almaktadırlar [2, 6].

MAX faz bileşikleri, katmanlı alaşımlar olarak bilinen hem metallere hem de seramiklere benzer özellik gösteren yapılardır. İyi elektriksel ve termal iletkenlikleri, deformasyona dayanımlı olmaları, kolay işlenebilir olmaları, yüksek oksidasyon direnci ve düşük yoğunluk gibi özellikleri nedeniyle termo-fiziksel özellikler bakımından birçok malzemeye göre üstünlük ve avantaj sağlamaktadır [13]. Ayrıca MAX faz alaşımları katmanlı yapılarından dolayı kink bantlar içermektedir ve bu yapılar malzemenin darbelere karşı dayanımını arttırmaktadır.

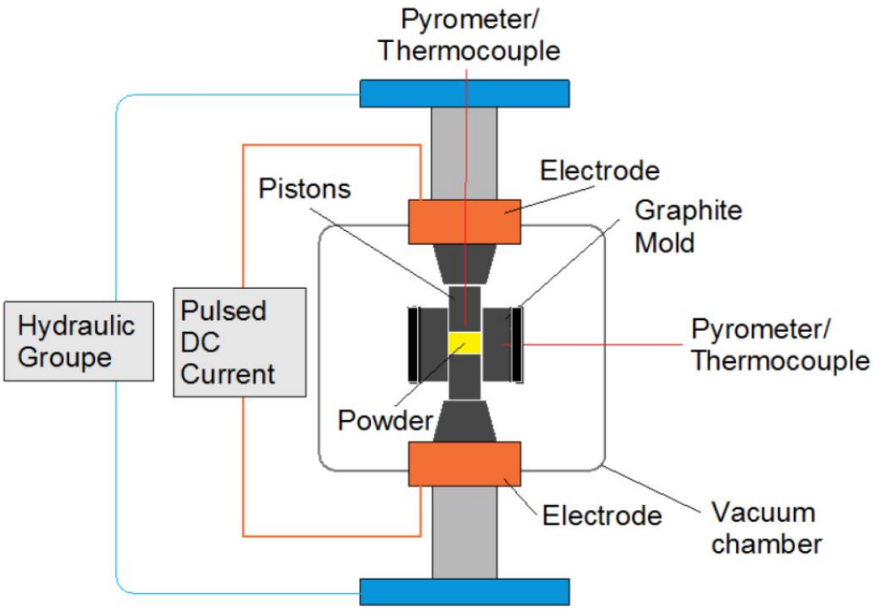
2.1.2 MAX Fazların Üretiminde Kullanılan Yöntemler

MAX faz alaşımlarının üretimi, farklı metal- seramik toz karışımlarının yüksek sıcaklık ve yüksek basınç altında bir seri reaksiyon sonucunda birbirinden farklı üretim yöntemleriyle sentezlenme sonucu gerçekleşmektedir. MAX fazların üretiminde kullanılan yöntemler aşağıda açıklanmıştır.

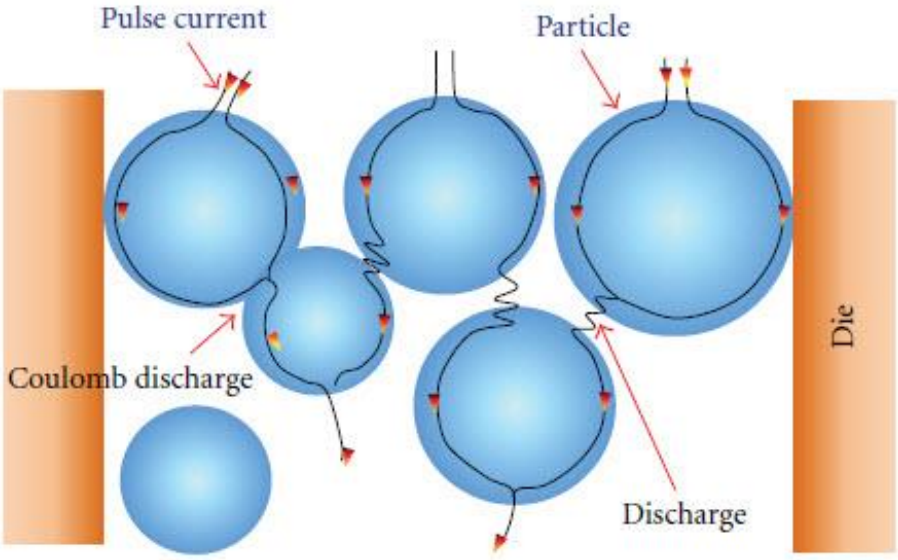
2.1.2.1 Elektrik Akımı Destekli Sinterleme (Spark Plasma Sintering, SPS)

Yüksek akım değerlerinde istenilen basınç parametrelerinde çalışma olanağı sağlayan elektrik akımı destekli sinterleme (SPS) yöntemi, MAX fazların üretiminde gelişen teknolojiyle birlikte tercih edilmektedir. Grafit kalıba koyulan toz partiküllerine belirli periyotlarla elektrik enerjisi ve basınç gönderilerek numunenin verimli bir şekilde hem iç hem de dışarıdan ısınması sağlanır. Akım ve basıncın etkisiyle tanelerin büyümesi bastırılarak yoğunlaşma hızlanmaktadır. Bu durum sinterlenmiş numunenin mekanik özelliklerinin belirlenmesine kolaylık sağlamaktadır [14, 15].

Elektrik akımı destekli sinterleme (SPS) sisteminin şematik gösterimi Şekil 2.3'de, SPS yönteminde vurmalı DC akımının numune üzerinden ilerleyişi ise Şekil 2.4'te verilmiştir.



Şekil 2.3 Elektrik akımı destekli sinterleme (SPS) sisteminin şematik gösterimi [16]



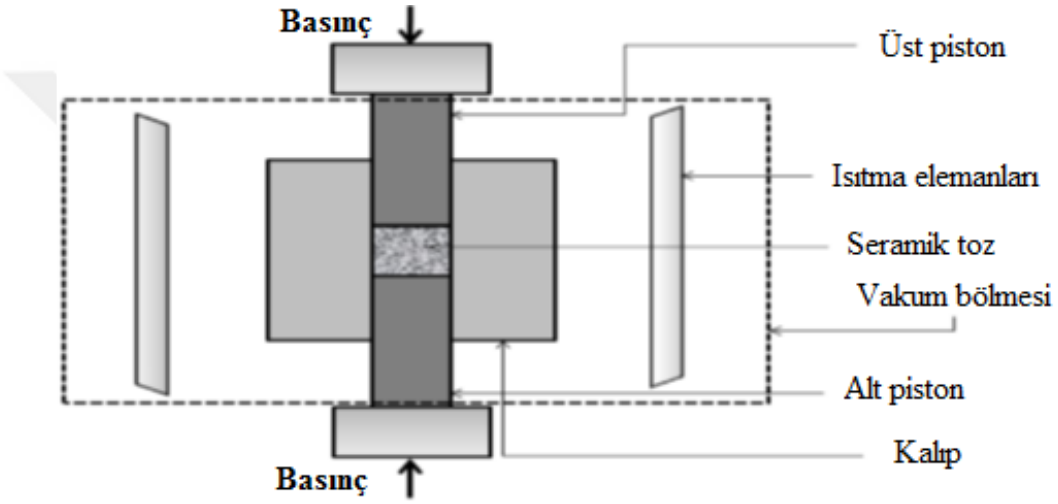
Şekil 2.4 SPS yönteminde vurmalı DC akımının numune üzerinden ilerleyişi [17]

Sıcaklık takibinin kolay yapılması, ısıtmanın homojen olması, zamandan tasarruf sağlanması, tane boyutu ve mekanik özelliklerin kontrollü bir şekilde belirlenmesi, hızlı tekrarlanabilirlik olması, yüksek kalitede sinterlenmiş numunelerin elde edilebilmesi ve geleneksel sinterleme metoduyla üretimi zor olan (metal matriks kompozitler, işlevsel malzemeler, nanokristalin malzemeler gibi) malzemelerin kolay üretimini mümkün kılması diğer yöntemlere göre avantaj sağlamaktadır [18, 19].

2.1.2.2 Sıcak Presleme (Hot Pressing, HP)

Sıcak presleme işlemi uygulanacak numuneler 2 µm den daha küçük tane boyutlarına getirilmek için bilyeli değirmen yardımıyla öğütülerek grafit kalıpların içine koyulur. Koruyucu bir gaz (argon gibi) atmosferinde veya vakum altında istenilen sıcaklığa kadar ısıtılarak 30-40 MPa 'lık tek eksenli basınç uygulaması yapılır.

Prosesin gerçekleştiği sıcaklık, ısıtma hızı, uygulanan basınç, toz tanelerin boyutu, atmosfer ortamı, işleme tabi tutma süresi gibi birçok parametre sıcak presleme yönteminde numunelerin mikro yapısını ve özelliklerini etkilemektedir [20]. Sıcak presleme yöntemine ait şematik gösterim Şekil 2.5'te verilmiştir.



Şekil 2.5 Sıcak presleme yöntemi şematik gösterimi [20]

2.1.2.3 Basınçsız sinterleme (Pressureless Sintering, PS)

Basit ve ekonomik bir üretim yöntemi olan basınçsız sinterleme prosesinde soğuk izostatik presleme ya da tek eksenli kalıp sıkıştırması ile numuneler hazırlandıktan sonra atmosfer kontrollü bir fırında uygun sıcaklıklarda pişirilir [20].

2.1.2.4 Mekanik Alaşımlama (Mechanical Alloying, MA)

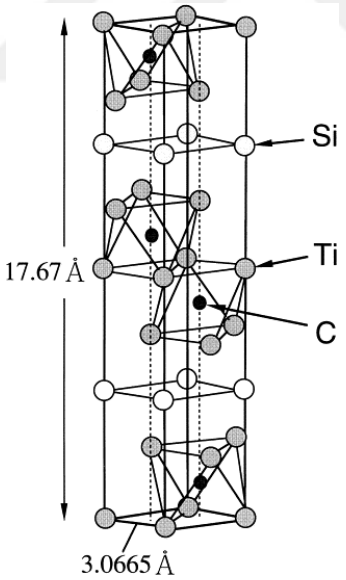
Mekanik alaşımlama, alaşıma konulan tozların bilyalı değirmende yüksek enerjili çarpışmaya maruz bırakıldığı bir işlemdir. İşlem genellikle Ar+ gibi inert bir atmosfer altında gerçekleştirilir. Mekanik alaşımlama, metal ve/veya seramik tozlardan katı halde bir alaşım üretmek istendiğinde uygulanan yöntemdir. Yüksek enerjili çarpışmaya maruz kalan tozlar ısınır ve birbirine kaynar, sonra tekrar kırılır. İşlem sırasında dikkat edilmesi gereken iki önemli husus; toz karışımının tekrar tekrar kaynaklanması ve kırılmasıdır [21].

2.1.2.5 Kendi Kendine Yayılan Yükselen Sıcaklık Sentezi (Self-Propagating High-Temperature Synthesis, SHS)

Başlangıç toz karışımımın bir ateşleyici kullanımıyla tepkimeye girmesi sağlandıktan sonra ekzotermik reaksiyon sonucu açığa cıkan ısının karışımın her yerine yayılarak sentez işleminin gerçekleşmesi prensibine dayanan bir yöntemdir. Enerji ihtiyacının bu şekilde sağlanması ve maliyetinin düşük olması diğer yöntemlere göre avantaj sağlamaktadır. Reaksiyonun yüksek sıcaklıklarda gerçekleşmesi durumunda fırında özel ekipman kullanılması, fosil yakıt tercih edilebilmesi ya da elektrik enerjisinden yararlanılması söz konusu olabilmektedir [9].

2.1.3 Ti_3SiC_2

MAX fazlar arasında en çok tercih edilen 312 yapısına sahip Ti_3SiC_2 olmuştur. Bu bileşik Nowotny ve Jeitschko tarafından 1967 yılında karbür ve nitrürlerin sinterlenmesi esnasında yüksek saflıkta elde edildiğinden dolayı diğer yapılara göre daha çok kullanılmaktadır. Şekil 2.6'da Ti_3SiC_2 hekzagonal kristal kafes sistemi gösterilmektedir.

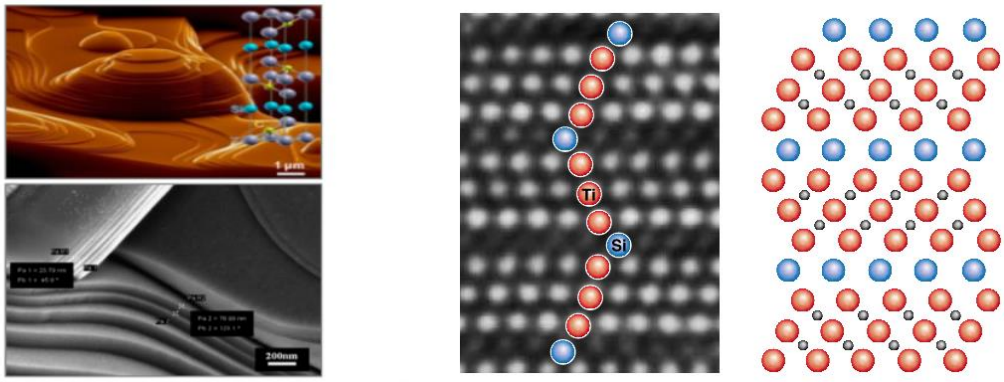


Şekil 2.6 Ti_3SiC_2 hekzagonal kristal kafes sistemi [22]

2.1.3.1 Ti_3SiC_2 Özellikleri

Ti_3SiC_2 de her iki oktahedral titanyum karbür tabakalar arasına silisyum tabakalar yerleşmiştir. Ti-C-Ti-C-Ti tabakaları birbirlerine homojen olmayan metalik bağlarla bağlıyken Ti ile C ve Ti ile Si atomları arasında kovalent bağ bulunmaktadır. Ti-Si ve Ti-C bağı polar karakteristik özellik gösterdiğinden dolayı iyonik bağda bulundurmaktadır.

Ti_3SiC_2'nin aynı anda hem seramik hem metal özelliklerini gösterebilmesinin temel nedeni, kovalent ve iyonik bağların kombinasyonunu içermesi ve özel kristal zincir yapısından oluşmasıdır [23]. Literatürde paylaşılmış olan Ti_3SiC_2'ye ait elektron mikroskopları ile alınan görüntüler Şekil 2.7'de verilmiştir.



a) **b)**

Şekil 2.7 a) Ti_3SiC_2'ye ait taramalı elektron mikroskobu **b)** geçirimli elektron mikroskobu görüntüsü [3]

MAX faz bileşikleri arasında Ti_3SiC_2 Kırılma tokluğu en yüksek olan üyedir Young modülü ve elektriksel iletkenlik değerlerinin diğerlerine oranla yüksek olduğu belirlenmiştir.

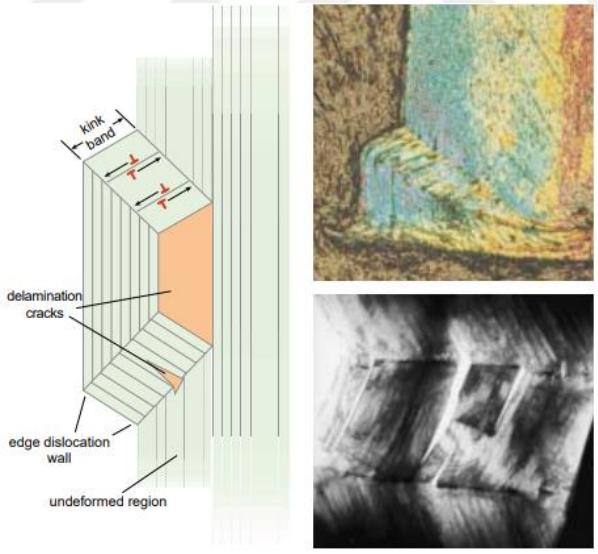
Ti_3SiC_2 tabakalı ve heterojen yapıda olduğundan dolayı yorulma direnci yüksektir. Ayrıca yapısal seramiklerle kıyaslandığında daha yüksek gerilim şiddetine sahiptirler. Bunlardan dolayı yüzeylerinde bir çatlak oluştuğu takdirde, çatlak büyüme hızı düşüktür [24, 25]. Ti_3SiC_2 fazının gösterdiği özellikler Tablo 2.2'de verilmiştir.

Tablo 2.2 Ti_3SiC_2 MAX fazının gösterdiği özellikler [4, 23]

Özellik	**Birim**	**Değer**
Yoğunluk	g/cm^3	4.25
Kayma modülü	GPa	139
Young modülü	GPa	343-339
Bulk modülü	GPa	190-206
Vickers sertlği	GPa	4
Kırılma tokluğu	$MPa.m^{1/2}$	7
Isıl iletkenliği	W/m K)	37
Isıl genleşme katsayısı	k^{-1}	$9.2x10^{-6}$
Elektriksel İletkenlik	$\Omega^{-1} . m^{-1}$	$9,6x10^6$
Isı kapasitesi	J/mol . K	110
Basma mukavemeti	MPa	900 (25 °C) , 300 (1300 °C)
Çekme mukavemeti	MPa	200 (25 °C), 12 (1300 °C)
Bükme mukavemeti	MPa	260±20

Ti_3SiC_2'nin termal iletkenlik değeri oda sıcaklığında 37 W/mK olarak ölçülürken; 1200 °C'de 32 W/mK olarak ölçülmüştür [6, 8]. Oksijen atomlarının içeri difüzyonu, Ti ve C atomlarının dışarı difüzyonu sonucunda Ti_3SiC_2'nin oksitlenme olayı gerçekleşmektedir. Ti_3SiC_2'nin 1173-1673 K sıcaklık aralığında parabolik bir oksidasyon eğrisinin olduğu oksitlenme davranışına bakıldığında görülmüştür [6, 25]. 100 saatten sonra parabolik olan oksitlenme mekanizmasının lineere dönüştüğü ve uzun süreli oksidasyon davranışı gösterdiği tespit edilmiştir. Sonuç olarak, bu değişikliğin nedeninin tam olarak bilinemediği ancak dış kısımdaki TiO_2 tabakasında meydana gelen mikro çatlaklardan kaynaklanabileceği belirtilmiştir [7], 1273 K'de havada kısa süreli oksidasyonuna izin verilen Ti_3SiC_2'nin yüzeyi incelendiğinde ince bir SiO_2 tabakasının bulunduğu tespit edilmiştir [25, 26].

Hem seramik hem de metalik özellikleri bir arada göstermesinden dolayı birçok alanda avantajları ortaya çıkmaktadır. Metaller gibi yüksek ısıl ve elektriksel iletkenlik gösterir. Sahip oldukları katmanlı yapıları ve dislokasyon sebebiyle metaller gibi şekillendirilebilmektedir. İçermiş oldukları kink bantlar sayesinde hasara karşı tolerans göstermektedirler. Kink bantlar Şekil 2.8 ve Şekil 2.9'da gösterilmiştir [4].



Şekil 2.8 MAX faz bileşiklerinde bulunan Kink bantlar [8]

Ti_3SiC_2 MAX fazı rijit ve sert yapıdadırlar. Ayrıca, seramiklerle benzer olarak düşük yoğunluk ve ısıl genleşme katsayısına, yüksek elastik modül ve dayanıma ve yüksek sıcaklıkta yüksek oksitlenme direncine sahiptir [27].

Şekil 2.9 a) Bir kuvvetin Ti_3SiC_2 örneğinin yüzeyinden geçtiğinde ortaya çıkan katmanlar **b)** Mekanik bir girinti ile kasıtlı olarak ortaya çıkan hasar **c)** Meydana gelen burkulmalar [1]

2.1.3.2 Ti_3SiC_2 Üretiminde Kullanılan Başlangıç Malzemeleri

Literatürdeki çalışmalar incelendiğinde Ti/Si/C [28], Ti/Si/TiC [29, 30], Ti/SiC/C [31], Ti/SiC/TiC [32], Ti/$TiSi_2$/TiC [33], TiH_2/SiC/C [34] gibi oksit içermeyen farklı başlangıç malzemeleri ile ve TiO_2, SiO_2 gibi oksitlerin indirgenme reaksiyonları sonucunda Ti_3SiC_2 sentezi yapıldığı görülmüştür.

2.1.3.3 Literatürdeki Ti_3SiC_2 Üretim Yöntem ve Parametreleri

Z. F. Zhang vd. gerçekleştikleri çalışmada Ti/Si/C başlangıç hammaddelerini kullanarak PDS yöntemi ile Ti_3SiC_2 bileşiğini sentezlemiştir. İlgili çalışmada, Ti/Si/C hammaddelerini molce 3:(1/1.05/1.1/1.15):2, 5:2:3, 3:1.5:2 oranlarında 24 saat boyunca karıştırılmıştır. Bu kompozisyonlarda hazırlanan reçeteler PDS yöntemi ile 50-60 °C/dakika ısıtma hızında 1200 °C ile 1500 °C sıcaklıkları arasında 15-60 dakika sürelerde ısıl işlemden geçirilmiştir. Bu çalışmada, molce 3:(1/1.05/1.1/1.15):2, 5:2:3, 3:1,5:2 oranlarında hazırlanan Ti/Si/C hammaddelerinden sırasıyla yüzde <65.4, 91 ve 93.6 saflıkta Ti_3SiC_2 bileşiği sentezlenmiştir [28].

Z. F. Zhang vd. gerçekleştirdikleri başka bir çalışmada Ti/Si/TiC başlangıç hammaddelerini kullanarak Ti_3SiC_2 bileşiğini PDS yöntemi ile sentezlemiştir. Ti/Si/TiC hammaddelerini molce 1:1:2 ve 2:2:3 bilyalı değirmende karıştırdıktan sonra 1200 ile 1400 °C sıcaklık aralığında, 50 MPa basınç ile, 50-60 °C/dakika ısıtma hızında, 8 ile 240 dakika süre ile ısıl işlemden geçirmiştir. Bu çalışmada, molce hazırladıkları 1:1:2 ve 2:2:3 kompozisyonlarda sırasıyla yüzde 96-97 ve 99 oranlarında Ti_3SiC_2 sentezini gerçekleştirmiştir [29].

N.F Gao vd. yaptıkları çalışmada, Ti_3SiC_2 bileşiğini SPS yöntemi ile molce 1:1:2 oranında Ti/Si/TiC başlangıç hammaddeleri ile sentezlemiştir. Hammaddeler etanol ile bilyalı değirmende karıştırılmış ve 1125-1400 °C sinterleme sıcaklığında, 20-60 MPa

basınç, 100°C/dakika ısıtma ve soğutma hızında ve 10 dakika süre ile sinterlemiştir. İlgili çalışmada Ti_3SiC_2 MAX fazı yüzde 98 saflıkta elde edilmiştir [30].

Z. F. Zhang vd., Ti/SiC/C başlangıç hammaddelerini kullandıkları çalışmada molce 3:(1/1.1):1, 5:2:1, 3:1.5:0,5 oranlarında 24 saat süre ile karıştırıp 1200 °C ile 1400°C aralığında sinterlemiştir. Sinterleme 50 MPa basınç 50-60 °C/dakika ısıtma hızı ve 15-60 dakika bekleme süresi ile gerçekleştirilmiştir. Bu çalışmada, molce 3:(1/1,1):1, 5:2:1, 3:1,5:0,5 oranlarında sırasıyla yüzde 50, 93 ve <80 saflık değerlerinde Ti_3SiC_2 bileşiği sentezlenmiştir [31].

Z. F. Zhang vd. tarafından gerçekleştirilen bir diğer çalışmada Ti/SiC/TiC hammaddeleri molce 4:2:1 oranında 24 saat süre ile karıştırılmıştır. Bu kompozisyon oranında 1250-1450 °C aralığında gerçekleştirilen sinterleme esnasında, 50 MPa basınç ve 50-60 °C/dakika ısıtma hızı ve 15-120 dakika sinterleme bekleme süresi uygulanmıştır. Bu çalışmada Ti_3SiC_2 MAX fazının saflık değeri yaklaşık yüzde 92 olarak belirlenmiştir [32].

Z. F. Zhang vd. yaptıkları çalışmada, Ti/$TiSi_2$/TiC başlangıç hammaddesini molce 1:1:4 ve 1:1:3 oranlarında hazırladıkları kompozisyonları 24 saat süre ile karıştırmış ve 1100 °C ile 1325 °C arasında PDS yöntemi ile sinterlemiştir. Sinterleme esnasında 50 MPa basınç, 50-60 °C/dakika sinterleme hızı, 0-60 dakika bekleme süresi uygulamıştır. Bu çalışmada 1:1:4 ve 1:1:3 oranlarında hazırladıkları Ti/$TiSi_2$/TiC kompozisyonlarından sırasıyla yüzde 93 ve yüzde 95 oranlarında Ti_3SiC_2 saflık değerlerine ulaşılmıştır[33].

Y. Zou vd., TiH_2/SiC/C başlangıç hammaddelerini 1:1:1,8 mol oranlarında karıştırıp 900°C ile 1450 °C sinterleme sıcaklığında PDS yöntemi ile ısıl işlemden geçirmiştir. Sinterleme esnasında 50 MPa basınç 50 °C/dakika sinterleme hızı ve 0-20 dakika bekleme süresi uygulamıştır. Bu çalışmada, Y. Zou vd. yüzde 99 saflığında Ti_3SiC_2 sentezi gerçekleştirmiştir [34].

Literatür çalışmaları genel olarak değerlendirildiğinde yüksek saflıkta Ti_3SiC_2 sentezinin gerçekleştirilmesinde sinterleme yöntemi başta olmak üzere sinterleme sıcaklığı, sinterleme esnasında uygulanan basınç ve sinterleme süresi gibi sinterleme parametrelerinin etkili olduğu görülmektedir. Bunun yanında, literatür çalışmaları kullanılan başlangıç hammaddelerinin de Ti_3SiC_2'nin yüksek saflıkta eldesinde etkili olduğunu göstermektedir.

Gerçekleştirdiği çalışmada molce 3:1.2:0:2, ve 3:1:0.2:2 oranlarında Ti/Si/Al/C hammaddelerini kullanarak yüksek saflıkta Ti_3SiC_2 bileşiğinin sentezlendiğini keşfetmiştir [35].

Literatürde başlangıç toz hammaddelerinin oranlarının değiştirilmesiyle ve/veya Al gibi Ti_3SiC_2'nin saf olarak sentezlenmesine yardımcı takviye maddelerin ilavesiyle ve stokiyometriye harici Si takviyesiyle daha yüksek saflıkta Ti_3SiC_2 sentezinin mümkün olduğu belirlenmiştir [36, 37].

2.1.3.4 Ti_3SiC_2 Kullanım Alanları

Ti_3SiC_2 MAX fazlı bileşiği elektrik ve ısıl iletkenliğinin çok iyi olması, aşınma direncinin yüksek olması, yoğunluğunun düşük olması gibi pek çok özelliği nedeniyle birçok sektörde kullanılabilme ihtimali olan potansiyel bir malzemedir.

Ti_3SiC_2'nin korozyon direncinin çok iyi olması asidik ve alkali ortamlarda kullanım avantajı sağlamaktadır. Özellikle yakıt taşınmasında kullanılan tanker ve boruların üretiminde kullanım olanağı sağlamaktadır.

Uzay endüstrisinde Ti_3SiC_2 dikkat çekmeye başlayan bir malzeme olarak karşımıza çıkmaktadır. Uzay aracı yapımında kullanılan seramik malzemeler, ortam koşullarından ciddi anlamda etkilenmekte ve deformasyona uğramaktadır. Ti_3SiC_2'nin termal şoka karşı direnç göstermesi, hasar toleransının yüksek olması, radyasyon ve erozyon direnci ve hafif olması nedeniyle bu sektörde kullanıma uygun bir malzeme olarak karşımıza çıkmaktadır [4, 11, 38].

Elektrik bağlantılarında ve soketlerde genellikle altın kaplamalar kullanılmaktadır. Altının pahalı olması, mekanik özelliklerinin yetersizliği ve bu tür yüzeylerde zamanla aşınma ihtimaline karşılık olarak Ti_3SiC_2 alternatif bir malzeme olarak kullanımına sunulmaktadır. Elektrik iletkenliğinin çok iyi olması, oksidayona karşı direnç göstermesi, aşınmaya ve sıcaklığa karşı dayanımlı olması bu malzemenin kaplama sektöründe kullanılmasını mümkün kılmaktadır [39].

Hasar toleransının yüksek olması ve yüksek sıcaklıklara dayanımının olması nedeniyle türbin kanatlarının imalatında Ti_3SiC_2 tercih edilebilir. Kanatların hasar görmesi durumunda Ti_3SiC_2 yapısında olan king bantlar sayesinde alınan hasar bölgesel olarak kalır ve ilerlemesi önlenmiş olur. Bu sayede türbin kanatları daha uzun süre kullanılabilir.

Diğer bir uygulama alanı sağlık üzerinedir. İnsan vücudundaki kemikler ya da dişler ile biyo uyumluluk sağlayan bir malzeme olan Kalsiyum fosfat hidroksiapatit ($Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$) (HAp) ile Ti_3SiC_2 karışımlı kompozit malzemeler; sağlık sektöründe umut verici bir malzeme olarak karşımıza çıkmaktadır. Ti_3SiC_2'nin yüksek korozyon direncine sahip olması, işlenebilir olması, eğilme muhavemeti gibi birçok mekanik

özellikleri sayesinde implant ve kemik tamiri gibi vücut implantları alanlarda tercih edilmesine sebep olmaktadır [40-42].

Elektromanyetik dalgaların çevre ve canlılar üzerindeki olumsuz etkilerini azaltmak amacıyla çeşitli yöntemler denenmektedir. Ti_3SiC_2'nin iletkenliğinin çok iyi olması, korozyon direncine sahip olması ve iyi mekanik özelliklerinin olması nedeniyle bu alanda da kullanımını mümkün kılmaktadır. Kaplama şeklinde yüzeye yapıldığı takdirde elektromanyetik kalkanlama yaparak bir Faraday kafesi görevi göreceği düşünülmektedir.

2.2 Kaplamada Kullanılan Zemin Kumaşları

Bir kaplama işleminin başarıyla sonuçlanabilmesi için tercih edilen zemin kumaşından düzgün, pürüzsüz, temiz bir yüzeye ve sık bir yapıya sahip olması, dayanıklı olması, boyutsal stabilitesinin olması, kimyasallara karşı dayanıklı olması, maliyetinin düşük olması gibi özellikler beklenmektedir.

Zemin kumaşlarında en çok kullanılan lifler ve bu liflerden elde edilmiş kumaşların kaplama bakımından sahip oldukları özellikler aşağıda verilmiştir.

Pamuk: ara madde gereksinimi olmadan kumaşa tutunması, kaplama adhezyonunun çok iyi olması ve düşük termal çekme özelliğine sahip olması kaplama açısından avantaj sağlarken; böceklere, küflenmeye ve bozulmaya karşı dayanıksız olması dezavantajlarıdır.

Poliester: aşınma direncinin yüksek olması, bozulmaya, küflenmeye ve sıcaklığa karşı dayanıklı olması, pamukla karıştırılıp kullanıma sunulması, gibi avantajları varken esnekliğinin az olması, maliyetinin yüksek olması ve nem absorbsiyonunun düşük olması dezavantajları arasındadır.

Poliamid: aşınmaya ve yüksek sıcaklıklara dayanıklılık, elastikiyetinin iyi olması, ısıyı iyi absorbe etmesi ve böceklere, küflenmeye ve bozulmaya karşı dayanıklı olması avantajken düşük UV direnci, absorbe ettiği nem miktarına göre sarkma ya da çökme gibi bozuklukların olması dezavantajlarıdır.

Polietilen, polipropilen: kimyasal olarak etkisiz olması, ucuz olması, düşük ağırlıkta olması, böceklere, küflenmeye ve bozulmaya karşı dayanıklı olması kaplama açısından avantajdır. Erime sıcaklığının düşük olması ve adezyon konusunda seçici davranmaları dezavantajlarıdır.

Aramid: gerilme mukavemeti ve erime sıcaklığının yüksek olması aynı zamanda güç tutuşur özelliğinin olması avantajları arasındayken pahalı oluşu, güneş ışığına ve UV ışınlarına karşı dayanıksız olması dezavantaj sağlamaktadır.

Cam lifi: yüksek sıcaklık ve UV dayanımının olması, nemi absorbe etmemesi, güç tutuşuyor olması, böceklere, küflenmeye ve bozulmaya karşı dayanıklı olması avantajlarıyken, adhezon güçlüğü ve kırılgan ve zayıf uzama özelliklerinin olması dezavantajdır [43].

Üretilen kumaşların fiziksel ve fonksiyonel özellikleri incelenecektir. Fiziksel özelliklerinin tespiti için, gramaj, kumaş tutumu ve yüzey topografyası gibi özellikleri yanında fonksiyonel özelliklerin incelenmesi için ise elektromanyetik kalkanlama testi yapılmıştır.

2.3 Kumaş Kaplama Teknikleri

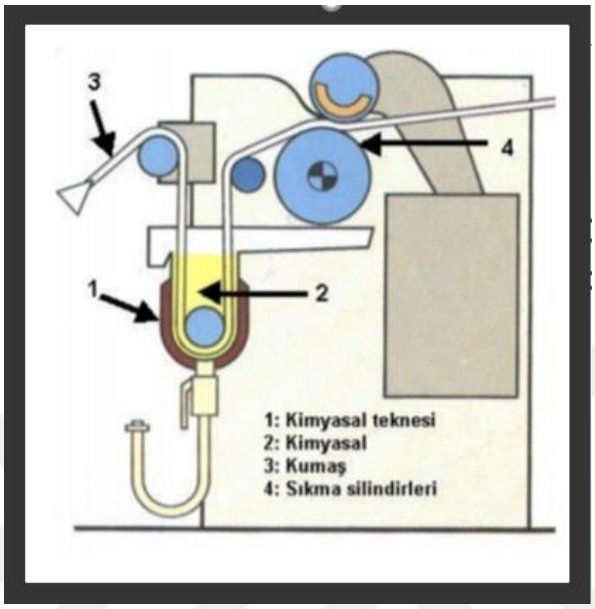
Bir tekstilin dış yüzeyinin polimer bir tabaka ile etkileşmesi sonucu fiziksel ve karakteristik özelliklerinde değişimlerin meydana gelmesiyle birlikte kaplamalı kumaş elde edilir. Kaplama işleminin yapılacağı kumaşın türüne ve istenilen özelliklere bağlı olarak Hamur, toz veya sıvı halde bulunan kimyasallar çeşitli formlarda (pasta, toz, köpük, vb.) Farklı teknikler kullanılarak kumaşa aktarılır. Kaplama teknikleri, tekstil üretiminde kullanılan kumaşların fonksiyonel özelliklerini bazen geliştirirken bazen de komple değiştirdiği için kumaşların kullanım alanlarında çeşitlilik ve avantaj sağlamaktadır.

Kaplama tekniklerinin temelini; emdirme, sonrasında ise sıcak ve kuru hava ortamında germeli kurutucu (ramöz) yardımıyla sabit ende kurutma oluşturmaktadır.

Emdirme yöntemine ait şematik gösterim Şekil 2.10'da verilmiş olup emdirme prosesi için kullanılan en basit ve en yaygın yöntem, içerisinde flottenin bulunduğu bir tekne ile sıkma merdanelerinden oluşmakta olup fulard (tekne) olarak isimlendirilmektedir. Emdirme işleminden sonra kumaştaki fazla flotte, tekne dışında bulunan sıkma silindirleri/merdaneleri vasıtası ile kumaştan uzaklaştırılarak yeniden emdirme teknesine dönmesi sağlanır. Sıkma silindirlerinin basıncı, kumaşın lif cinsi ve doku yapısı, kumaşın gördüğü ön terbiye işlemleri, kumaş geçiş hızı, flotte sıcaklığı, emdirmede kullanılan yardımcı (ıslatıcı) maddeler ve yöntemler, alınan flotte miktarını etkilemektedir. Emdirmede kullanılan yardımcı (ıslatıcı) maddeler ve yöntemlerin özellikleri;

- Kumaştan havayı atarak hızlı bir ıslatma sağlamalı
- Geniş bir pH aralığında etkili olmalı
- Yüksek çalışma hızlarında köpük oluşturmamalı
- Durulama işlemi sırasında kumaştan kolay uzaklaşmalı

şeklindedir [44, 45].



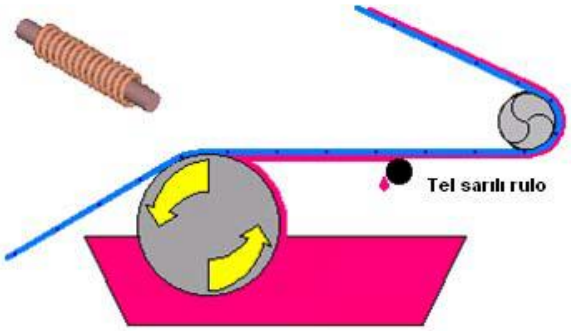
Şekil 2.10 Emdirme yöntemi [44]

Mevcut yöntemlerin yanı sıra kumaş kaplama teknikleri kaplama malzemesinin sıvı olduğu teknikler, kaplama malzemesinin katı olduğu teknikler ve modern kaplama teknikleri olmak üzere 3 ana başlıkta toplanabilir.

2.3.1 Kaplama Malzemesinin Sıvı Olduğu Teknikler

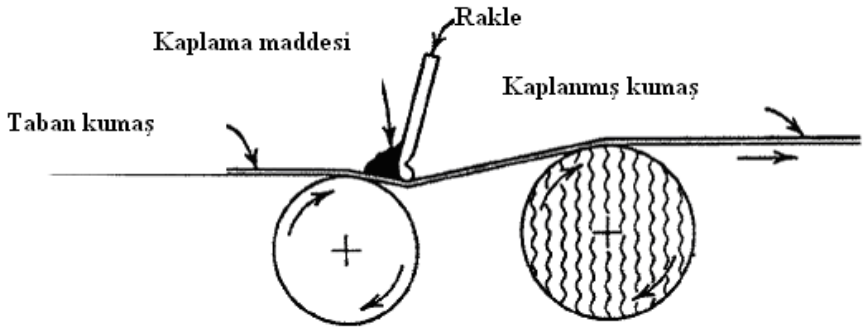
2.3.1.1 Kaplama maddesinin sonradan dozajlandığı metotlar

Tel sarılı rulo ile kaplama: düşük gramajda ve düşük vizkozitede kaplama yapılacağı zaman tercih edilen bir yöntemdir. Tel sarılı rulo ile kaplama yöntemine ait şematik gösterim Şekil 2.11'de verilmiştir.



Şekil 2.11 Tel sarılı rulo ile kaplama [46]

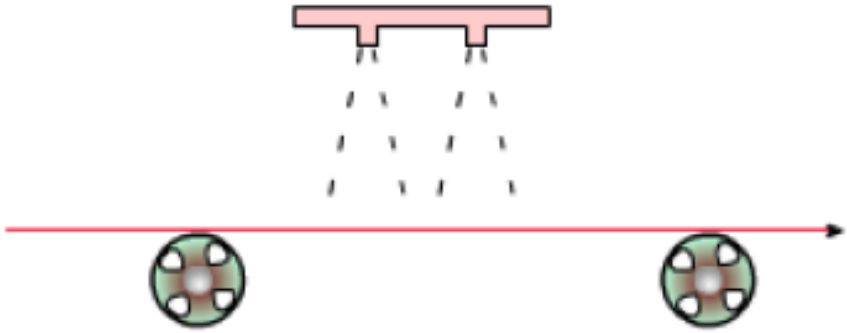
Bıçaklı (rakleli) kaplama: bu yöntem en eski kaplama yöntemidir. Kauçuk veya çelik silindir üzerine sıyırıcı bir bıçak yerleştirilir. Kaplama yapılacak olan kumaş ikisi arasına koyularak bıçak ile silindir arasındaki mesafe ayarlanıp kaplama miktarı istenilen düzeyde yapılır. Kaplama ağırlığı ve penetrasyonu bıçakların silindir üzerine yerleştirilme açılarına ve uçlarının özelliklerine bağlı olarak değişmektedir. Genellikle düzgün ve üniform kumaşlara uygulanmaktadır. Rakle adı verilen bıçaklı kaplama yöntemine ait şematik gösterim Şekil 2.12'de verilmiştir.



Şekil 2.12 Rakle ile kaplama [47]

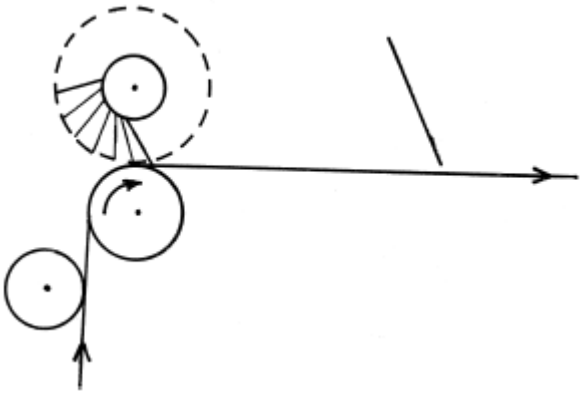
2.3.1.2 Kaplama malzemesinin önceden dozajlandığı teknikleri

Püskürtme ile kaplama: Taşıyıcı silindirler ile yönlendirilen kumaşa, kaplama maddesi püskürtücü jetler yardımıyla aktarılmaktadır. Su bazlı, düşük viskoziteli ve çok ince kaplamalar için uygundur. Püskürtme yöntemi ile kaplamaya ait şematik gösterim Şekil 2.13'te verilmiştir.



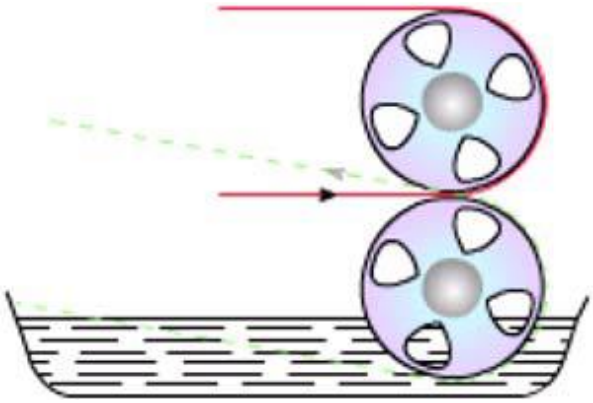
Şekil 2.13 Püskürtme ile kaplama yöntemi [47]

Döner şablon ile kaplama: Rotasyon baskı prosesine benzemektedir. Şematik gösterimi Şekil 2.14'te verilmiş olan bu yöntemde, kaplama maddesi gözenekli silindirik nikel şablonun merkezine gönderilir ve bıçak yardımıyla burada kumaşa aktarılır. Gözenek sayısı kaplama maddesinin vizkozitesi, bıçağın pozisyonuna ve çubuğun basıncına göre kaplama maddesinin miktarı değişkenlik göstermektedir.



Şekil 2.14 Döner şablonla kaplama yöntemi [48]

Silindir kaplama: Viskozitesi düşük kaplamalarda tercih edilen direk silindir kaplama yöntemine ait şematik gösterim Şekil 2.15'de verilmiştir.

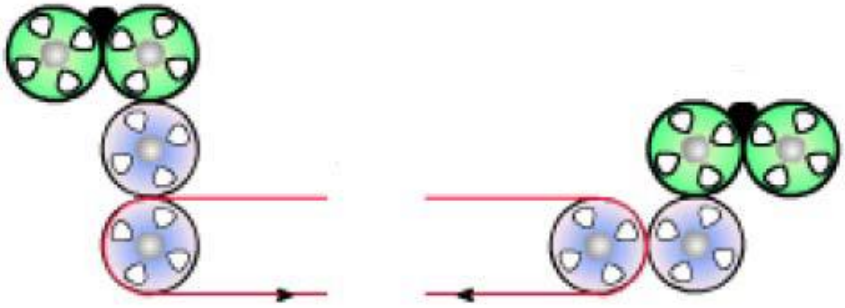


Şekil 2.15 Direk silindir kaplama yöntemi [48]

2.3.2 Kaplama Malzemesinin Katı Olduğu Teknikler

2.3.2.1 Kalandır ile kaplama

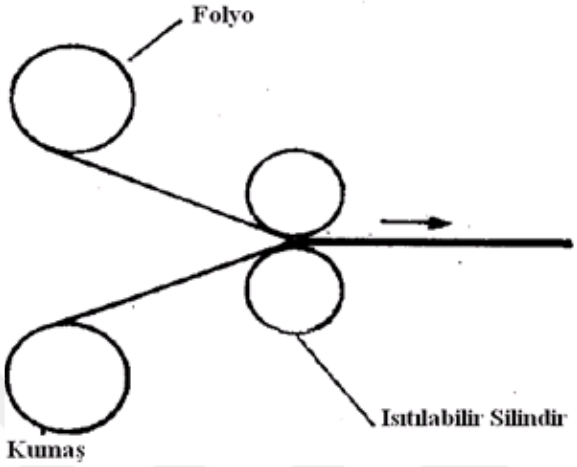
Bu yöntemde, katı haldeki kaplama malzemesi ısıtılmış silindirler arasından geçirilerek akışkan bir hale gelmesi sağlanır ve akışkan hale gelen kaplama malzemesinin kumaşa kaplanmasında dönen silindirler kullanılır. Kalandır ile kaplama adı verilen bu yönteme ait şematik gösterim Şekil 2.16'da verilmiştir.



Şekil 2.16 Kalandır ile kaplama yöntemi [48]

2.3.2.2 Transfer Kaplama

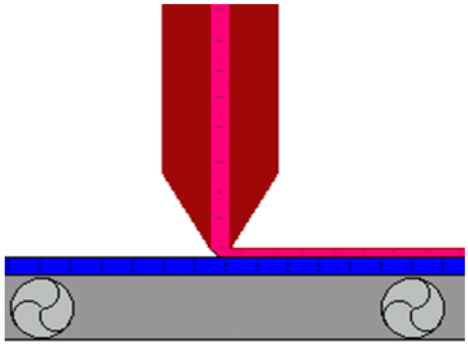
Yapıştırıcı ya da ısı yardımıyla önceden hazırlanmış kesintisiz kaplama filmi kumaşa kaplanır. Likralı, örme ve hassas kumaşların gözeneksiz ve hatasız bir şekilde kaplanabilmesine olanak sağlayan bir yöntem olan transfer kaplama yöntemine ilişkin şematik çizim Şekil 2.17'de verilmiştir.



Şekil 2.17 Transfer kaplama yöntemi [48]

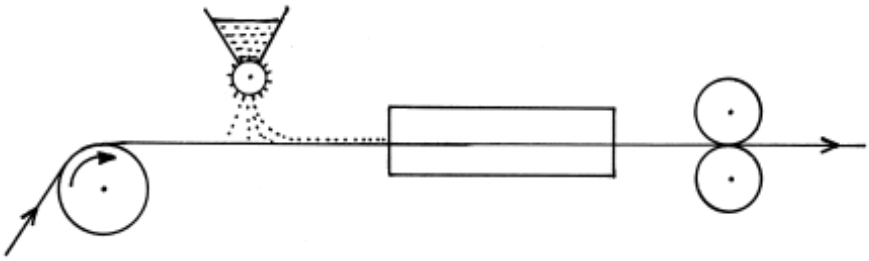
2.3.2.3 Sıcak Eriyik ile Kaplama:

Ekstrüzyon ile kaplama: uygun sıcaklıkta eriyik hale getirilen kaplama malzemesi taşıyıcı silindirler vasıtasıyla kumaş üzerine yapıştırılıp soğutma silindiriyle sabitlenmektedir. Ekstrüzyon ile kaplama yönteminin şematik gösterimi Şekil 2.18'de verilmiştir.



Şekil 2.18 Ekstrüzyon ile kaplama [46]

Pudralı kaplama: Kumaş üzerine serpilen toz polimer madde radyasyon ısıtıcılı sistemde eritilir. Şematik gösterimi Şekil 2.19'da verilmiş olan pudralı kaplama yönteminde, kaplama maddeleri olarak naylon, EVA, polietilen vb. kullanılır.

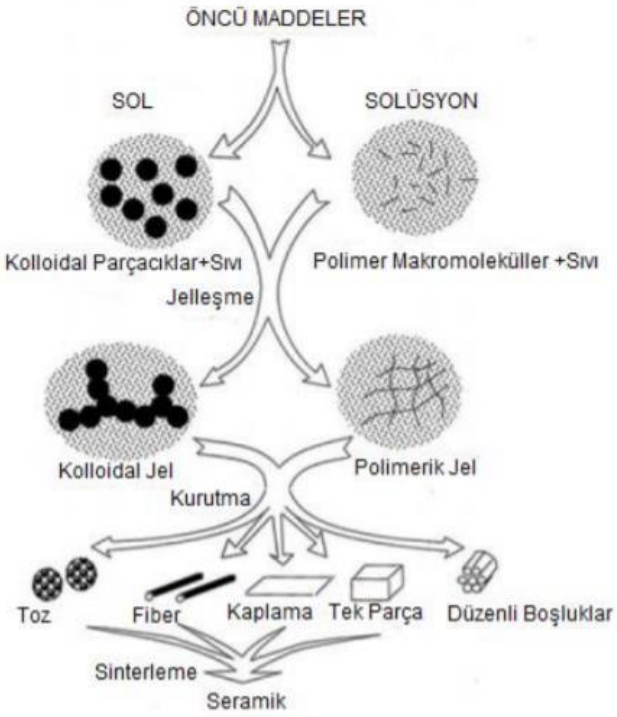


Şekil 2.19 Pudralı kaplama metodu [46]

2.3.3 Modern Kaplama Teknikleri

2.3.3.1 Sol-Jel ile Kaplama

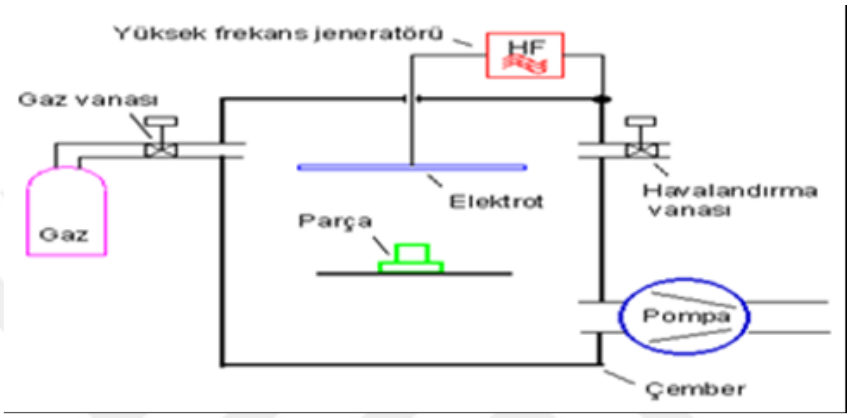
Seramik, cam ve kompozit gibi malzemelerin çözelti formundan yola çıkılarak üretildiği bir kaplama yöntemidir. Düşük sıcaklıklarda saf ve homojen bir kaplamanın yapılabilmesi, çok katlı ince filmlerin hazırlanabilmesi avantajları arasındadır. Daldırma, döndürme, püskürtme, sıçratma, elektroforez, termoforez, yerleştirme ve karışık yöntem olmak üzere 8 türde kaplama şekli vardır [49, 50]. Tipik bir sol-jel yöntemine ait şematik gösterim Şekil 2.20'de verilmiştir.



Şekil 2.20 Sol-Jel ile Kaplama [51]

2.3.3.2 Plazma ile Kaplama

Tekstil malzemelerinin yüzeylerine modifikasyon sonucu çeşitli özellikler (ıslanma, adhezyon, boyanabilme, su absorbsiyonu, yağ ve kir iticilik vb.) kazandıran bir teknolojidir. Vakum Plazma ile kaplama yöntemi şematik görünümü Şekil 2.21'de verilmiştir. Bu yöntemde suya ihtiyaç duyulmaması, kimyasal kullanımının az olması, işlemlerin gaz fazında gerçekleşmesi, malzemelerin temel özelliklerini kaybetmemesi gibi çeşitli avantajları vardır [52].



Şekil 2.21 Vakum Plazma ile kaplama yöntemi şematik görünümü [53]

2.3.4 Kaplama Kumaşlara Uygulanan Karakterizasyon Yöntemleri

Kaplama sonrası kumaşlarda meydana gelen değişimlerin incelenmesi ve değerlendirilmesi için performans testleri uygulanmaktadır. Bu performans testleri kumaşın türüne (pamuk, poliester vb.), yapısına (kumaş kalınlığı, metrekaresi, liflerin sıklığı vb.) ve kullanım amacına göre seçilmektedir. Kaplama kumaşların karakterizasyonunda, kaplamanın uygulanma amacına bağlı olarak değişmekle birlikte, gramaj testi, tutum testi, adhezyon testi, aşınma testi, boyutsal stabilite testi, kumaş eğilme rijitliği testi, patlama veya yırtılma mukavemeti testi, çekme testi ile kopma mukavemeti ve yüzde uzama, su buharı geçirgenliği testi, su geçirmezlik testi, su iticilik testi, yağmur testi/sprey test, su temas açısı ölçümü, hava geçirgenliği testi, iletkenlik testi ve güç tutuşurluk testi gibi daha bir çok karakterizasyon yöntemi kullanılmaktadır.

2.4 Elektromanyetik Alanlar ve Kalkanlama

2.4.1 Elektromanyetik Spektrum

EM ışıma türleri dalga boyu ya da frekanslarına göre sınıflandırılarak gama ışınlardan radyo dalgalarına kadar geniş bir aralığa yayılan elektromanyetik spekturumu oluştururlar. Bu spektrum yüksek frekanstan düşük frekansa doğru sıralandığında; gama

ışınları, X-ışınları, morötesi, görünür ışık, kızılötesi, mikrodalga ve radyo dalgaları olmak üzere 7 temel frekans aralığından oluşmaktadır. Elektromanyetik spektrumu oluşturan ışıma türleri, frekans ve dalga boyları ile ilişkili olarak Şekil 2.22'de verilmiştir.

Gamma ışınları: atom altı parçacıkların etkileşmesiyle gerçekleşen çekirdek tepkimeleri sonucunda oluşurlar. Dalga boyu en küçük (yaklaşık 0.01nm), frekansı ve enerjisi en büyük olan ışımadır.

X-ışınları: X ışınları gama ve mor ötesi ışınları arasında yer alırken dalga boyu yaklaşık olarak 0.01 ile 10 nm aralığındadır. Günümüzde sağlık sektöründe ve birçok X ışını temelli karakterizasyon tekniklerinde yaygın olarak kullanılmaktadır.

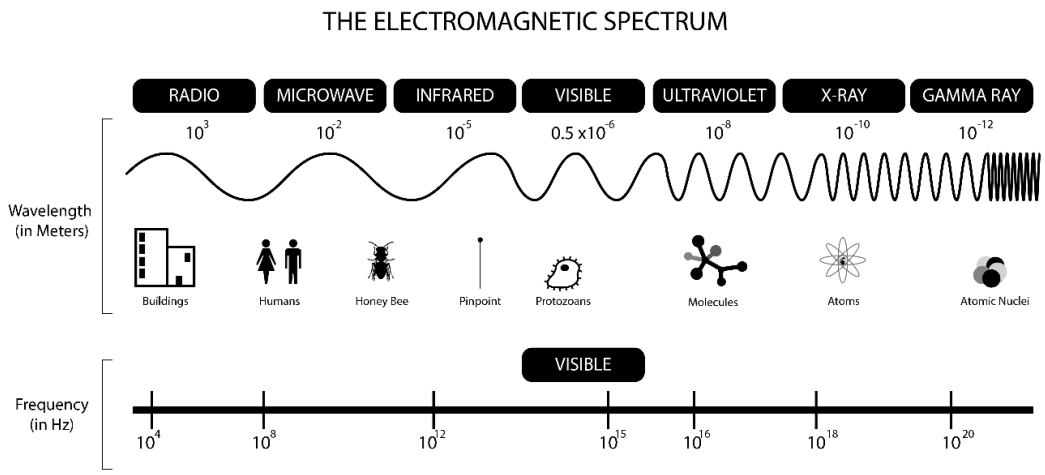
Morötesi (UV):10 ile 310 nm arasında dalga boyuna sahip morötesi ışınları yakın mor ötesi, uzak mor ötesi ve aşırı mor ötesi olmak üzere üç kısma ayrılır. Bu ışınlar yaklaşık olarak bir virüs boyutundadır.

Görünür ışık: EM dalganın çıplak gözle görebildiğimiz 400 ile 700 nm aralığında dalga boyuna sahip kısmıdır. Bu bölgede enerjisine göre kırmızıdan mora kadar olan renkler algılanmaktadır. Prizmadan geçen bir beyaz ışık ya da gökkuşağına bakıldığında renklerin hepsi görülmektedir.

Kızılötesi (IR): 710 nm ve 1 mm arası dalga boylarına sahip ışınlardan oluşur. Uzak, orta ve yakın kızılötesi olmak üzere 3 kısımdır.

Mikrodalga: 1 mm ile 1 metre arası dalga boylarına sahip ışınlardan oluşur. Radar sistemlerinde, kablo gerektirmeyen uzak mesafe iletişimlerde ve ısıtma amaçlı gıda ve sağlık sektöründe kullanılmaktadır.

Radyo dalgaları: Dalga boyu en uzun (1nm den uzun), frekansı ve enerjisi en düşük olan EM dalgadır. Dalgaların kaynağı elektrik titreşimleri olduğu için her yerde bulunabilirler.



Şekil 2.22 Elektromanyetik Spektrum [54]

X ışınları ve gama ışınları iyonlaştırıcı (nükleer) radyasyon türleridir. Bu ışınlar etkileştiği ortamdaki atomlardan elektron kopartarak iyonlaşmalarını sağladığı için alınan doz miktarına bağlı olarak canlılık üzerinde ölüme kadar gidebilen ciddi sorunlara sebebiyet verir. Korunmak için radyasyon kaynağından uzaklaşma, zırhlama yani araya koruyucu engel koyma ve maruz kalınan süreyi azaltma gibi önlemler alınabilir.

Elektrik akımının olduğu yani çalışır vaziyette bulunan bir araç gerecin olduğu ortamda elektromanyetik alan oluşur ve çevrelerine genellikle iyonlaştırıcı olmayan radyasyon yayarlar. TV, bilgisayar, telefon, mikrodalga fırınlar, uydu iletişim sistemleri bunların bir kısmıdır. Bu sistemlerin yaymış olduğu görünmeyen EM radyasyona elektrosmog adı verilir. Alınan radyasyon miktarına bağlı olarak kişilerde baş ağrısı, depresyon, tansiyon bozuklukları, kronik yorgunluk, uyku problemleri gibi şikayetler yaratmaktadır.

2.4.2 Elektromanyetik Alan

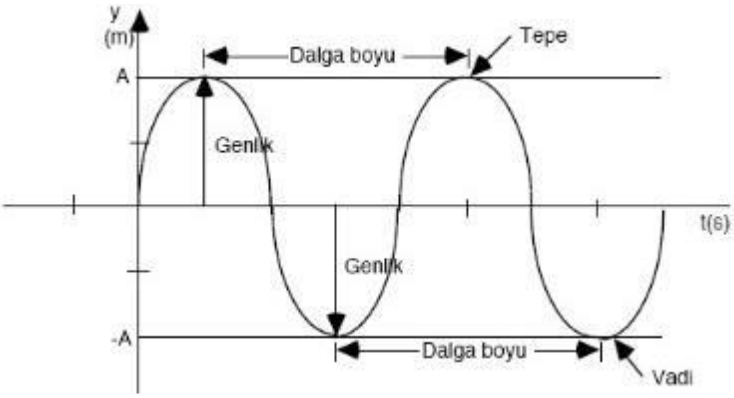
Elektrik yükü olan parçacıkların çevrelerinde oluşan ve diğer yüklü parçacıklar üzerine itme, çekme ya da aradaki doğruya dik bir şekilde kuvvet uygulayan etkiye elektromanyetik alan denir. EM alan (dalga kuramı) elektrik alan (E-V/m) ve manyetik alan (H- A/m) bağımsız değişkenlerinden oluşmaktadır.

Bir elektromanyetik dalgayı tanımlayan özellikler dalga boyu, frekansı ve hızıdır. Dalga boşlukta ve madde içinde yayılırken Şekil 2.23'te gösterildiği gibi bir tepe ve vadi oluşturur. 2 tepe ya da 2 vadi arasındaki mesafeye dalga boyu (λ) denir. Dalganın 1 saniyedeki titreşim sayısı frekans (f -Hz) olarak adlandırılır. Dalga boyu ile frekansın çarpımı bir dalganın hızını vermektedir.

EM dalgalar boşlukta ışık hızıyla (c=3x108 $m.s^{-1}$) yayılmaktadırlar.

$$\mathbf{c = \lambda \cdot f}$$

Hız =Frekans x Dalga Boyu



Şekil 2.23 Elektromanyetik dalganın sahip olduğu özellikler [55]

EM dalgaların taşıdığı enerji (E); frekans değeri ve Planck sabiti ($h=6.6 \times 10^{-34}$ J.s) değerine bağlıdır.

$E = h \times f$

Sonuç olarak EM dalganın frekansı arttıkça ve dalga boyu azaldıkça enerjisi artmaktadır.

2.4.2.1 Elektromanyetik Alanın Etkileri

Sürekli gelişen ve değişen teknolojinin insan yaşamına getirdiği kolaylıkların yanında bu cihazları kullanırken maruz kalınan manyetik alan yüksek iletkenlik özelliğine sahip insan bedeni üzerinde olumsuz etkiler yaratmaktadır. Sadece evimizde kullandığımız cihazlar ve hayatımızın neredeyse vazgeçilmezleri haline gelen bilgisayar ve mobil telefonların yaydığı elektromanyetik dalgalar bile uzun süre maruz kalındığında ciddi sağlık sorunlarına neden olabilmektedir. Temel standart olarak "ortalama insan vücut sıcaklığını 1°C arttıran EM enerji yutulmasının zararlı olduğunu" kabul ederek EM etkilere ait limitleri belirleyen International Non-Ionizing Radiation Committe (INIRC) ve International Radiation Protection Agency (IRPA) uluslararası önemli iki kuruluştur. Bahsi geçen standartta, kilogram başına dokuların yutabileceği maksimum güç 4 Watt olarak saptanmıştır. Fakat bu değer fabrika, atölye gibi iş yerlerinde çalışan insanlar için 0.4 W/kg SAR, genel yerlerdeki halk için 0.08 W/kg SAR değerindedir. SAR (Specific Absorbtion Rate), spesifik soğurma hızı değeri olarak verilip dokulara tutunan ve ısıya dönüşebilen gücü ifade etmekte olup kimyasal, fizyolojik, biyolojik etkileri dahil etmemektedir [56].

Elektromanyetik alanlar canlı vücudundaki dokulara kendi frekans aralıklarında etki ederek yapılarında bulunan iyonların titreşmesini sağlayıp vücutta gerilim oluşturup iki farklı biyolojik etkiye sebebiyet verir. Uykusuzluk, migren, kilo alımı, stres gibi kısa süre içinde hissedilen etkilerinin yanı sıra hücre yapısında değişiklik yaratıp lösemi, kalp rahatsızlıkları, kanser, Alzheimer gibi hastalıkların ortaya çıkıp aynı zamanda hamilelerde düşük riskinin artması ve erkeklerde sperm azalmasına sebep olmaktadır. EM alana radyo frekans radyasyonu vasıtasıyla maruz kalmış yetişkinler ve çocuklar kıyaslandığında çocuklarda soğurulmanın yüzde 80 daha fazla olduğu bulgulanmıştır. Çocukların kafatasının yetişkinlerden farklı olması, sinir sisteminin gelişimini henüz tamamlamamış olması nedeniyle EM alanlara karşı daha savunmasız durumda oldukları ve bu nedenle beyin kanserine yakalanma risklerinin, yetişkinlere kıyasla daha yüksek olduğu belirtilmektedir. Bebeklerde bu risk anne karnında başlamaktadır [57].

Tablo 2.3 Elektrikli ev aletlerinin neden oldukları elektrik alan şiddetleri [58]

Elektrikli cihaz Çalışma gerilimi 110-220 V Çalışma frekansı 60Hz uzaklık 30cm	**Elektrik Alan Şiddeti (V/m)**
Mikrodalga Fırın	250
Su ısıtıcısı	130
Müzik Seti	90
Ütü ve Buzdolabı	60
Saç Kurutma Makinesi	40
Televizyon ve kahve makinesi	30
Elektrikli Süpürge	16

Türkiye'de geçerli olan EMA sınır değerleri Türk Standartları Enstitüsü ve Telekomünikasyon Kurumu tarafından belirlenmiş olup aşağıdaki Tablo 2.4'de verilmiştir.

Tablo 2.4 Türkiye 'de kontrolsüz etkilenme için sınır değerler [59]

Frekans	900 MHz		1800 MHz	
	Tek cihaz için sınır değer	Ortamın sınır değeri	Tek cihaz için sınır değer	Ortamın sınır değeri
Elektrik Alan Şiddeti	10.23 V/m	41.25 V/m	14.47 V/m	58.34 V/m
Manyetik Alan Şiddeti	0.027 A/m	0.111 A/m	0.038 A/m	0.157 A/m
Güç Yoğunluğu	0.28 W/m^2	4.5 W/m^2	0.56 W/m^2	9.0 W/m^2

Tüm bunlardan dolayı günlük hayatta sıklıkla kullanılan elektrik-elektronik cihazlar ve sistemlerin olumsuz etkilerinin azaltılması yönünde birçok çalışmalar yapılmaktadır. Giydiğimiz ya da bulunduğumuz ortamdaki bazı tekstil ürünlerinin kalkanlama görevi görerek manyetik alana maruz kalma seviyesini ya da etki seviyesini azaltması yaşam kalitesini önemli ölçüde olumlu etkileyecektir.

Bu çalışma kapsamında üretilen MAX faz bileşiklerin aplike edildiği kumaşa elektromanyetik kalkanlama özelliği kazandırılarak statik elektriklenmeyi önleyici, elektromanyetik radyasyona karşı koruyucu özellikte iletken özellikli teknik kumaş elde edilmesi planlanmıştır.

2.4.3 Elektromanyetik Kalkanlama

Elektromanyetik kalkanlama (ekranlama); elektromanyetik dalgaların yansıtılması ve saçılma yolu ile belirli bir alana girmemesi veya bu dalgaların soğrulması yapı içinde kalması ve belirli bir alandan çıkmaması olarak tanımlanmaktadır. Bir malzemeye ait EM kalkanlama değeri, malzemeye gönderilen EM dalgaların soğurulma ve saçılımı olarak ifade edilmektedir. EM kalkanlama EM dalgaların çevre ve insan sağlığı açısından olumsuz etkilerinin azaltılması amacıyla yapılmakta olup aynı zamanda radyasyon kullanarak yapılan yararlı uygulamaların ilerleyişini aksatmadan, elektronik cihazların verimli ve sorunsuz çalışması açısından da oldukça önemlidir.

Elektromanyetik dalga kaynağı ile alıcı arasına koyulan iletken tanecik içeren polimerik kompozitler veya metal kaplamalarla kalkanlama işlemleri yapılmaktadır. Son yıllarda birçok çalışmada yaygın olarak kullanılan MAX faz alaşımları iyi iletkenlik özelliği gösterdiğinden dolayı manyetik kalkanlama amacıyla da kullanmaya aday malzeme olarak göze çarpmaktadır. Elektromanyetik kalkanlamada sıkça kullanılan malzemelerin ve Ti_3SiC_2 MAX fazının iletkenlik değerleri Tablo 2.5'de verilmiştir [60].

Tablo 2.5 Elektromanyetik kalkanlamada sıkça kullanılan malzemelerin ve Ti_3SiC_2 MAX fazının iletkenlik değerleri [60].

Malzeme	**İletkenlik, σ ($S.m^{-1}$)**
Altın	4.5×10^7
Alüminyum	3.8×10^7
Kurşun	4.8×10^6
Kalay	9.2×10^6
Pirinç	$1.5 \times 10^6 - 3 \times 10^6$
Ti_3SiC_2	9.6×10^6

2.4.3.1 Elektromanyetik Ekranlama Etkinliği

Ekranlama etkinliği (EE, SE veya EMSE) desibel (dB) olarak ifade edilen ve ekranlamanın ne derece etkili olduğunu gösteren bir parametredir. SE değeri aşağıdaki formül ile hesaplanmaktadır.

SEdB= 10 log10 (Eekransız / Eekranlı)

SE : Ekranlama etkinliği

$E_{önce}$: Ekranlama kalkanı yokken ölçülen elektrik alanın genliği

E_{sonra} : Ekranlama kalkanı varken ölçülen elektrik alan genliğini

SE değeri ne kadar yüksek çıkarsa ekranlama işleminin o derece başarılı olduğu, negatif çıkması durumunda ise çınlama yani ekranlamanın başarısız olup işaretin daha da kuvvetlenmesi anlamına gelmektedir.

Tablo 2.6 Tipik ekranlama değerleri (E:EM alan, P : EM güç) [61]

Ekranlama Etkinliği (SE)	**$E_{dış}$ /$E_{iç}$**	**$P_{dış}$ /$P_{iç}$**	**Ekranlama Performansı**
10 dB	% 32	%10	Kötü /ekranlama yok
20 dB	%10	%1	Alt sınır / düşük ekranlama
30 dB	% 3.6	% 0.1	Ortalama / vasat ekranlama
60 dB	% 0.1	% 0.0001	Çok iyi / yeterli ekranlama
90 dB	% 0.0031	% 0.0001 ppm	Çok iyi / mükemmel ekranlama
120 dB	% 0.0001	% 0.000001 ppm	Mükemmel ekranlama / max ekranlama

Tablo 2.6 incelendiğinde ekranlama etkinliğinde 20-40 dB aralığında olan malzemeler standart performanslı malzemeler olarak kabul edilirken metal parçacıklı plastikler ya da iletken metal tabakalar bu gruba örnek malzemelerdir. 40 dB kalkanlama etkinliği birçok sorunu çözmek için yeterli bir değerdir 80-120 dB aralığında ekranlama etkinliği yapan malzemeler yüksek performanslı malzeme grubuna adını alırken bakır, çelik, paslanmaz çelik gibi malzemelerden yapılmış ve tamamen metal kaplı kutu bu grubun örnek malzemeleridir. Telefon kabloları için istenen değer 80-90 dB civarındayken askeri sistemlerde 100-120dB kalkanlama etkinliği istenmektedir. 15-30 dB ekranlama etkinliği zayıf performanslı malzemeler olarak kabul edilmektedir. Metalleştirilmiş kumaş yapılar iletken kağıt malzemeler bu grubun üyeleridir [47, 62].

Tablo 2.7 Elektromanyetik koruma etkinliği [62]

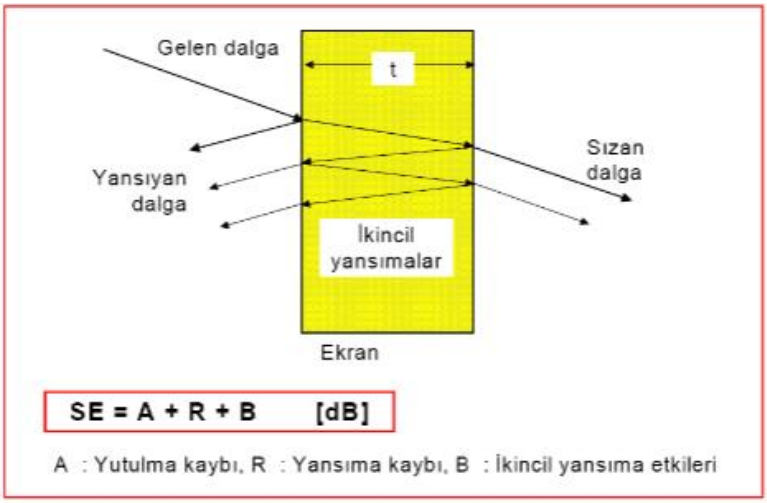
Frekanz (MHz)	Koruma verimliliği (dB)	Azaltma oranı (%)
1	29.6	99.890%
10	29.1	99.899%
100	28.5	99.859%
300	28.0	99.841%
1000	27.7	99.831%
3000	27.3	99.814%

Tekstil malzemelerinin elektromanyetik ekranlama amacıyla kullanılabilmesi için sahip olması gereken özellikler Fonksiyonel ve Teknik Tekstillerin Akreditasyon ve Sertifikasyon Uygunluğunun Değerlendirilmesi Komitesi tarafından belirlenmiş olup Tablo 2.8'de verilmiştir.

Tablo 2.8 Elektromanyetik ekranlama elemanı olarak kullanılacak tekstil malzemelerinin sınıflandırılması [63]

Tip	Derece	Elektromanyetik Ekranlama Etkinliği (dB)	Kategori	Elektromanyetik Ekranlama Etkinliği (%)
Sınıf I Profesyonel Kullanım	AAAAA	SE > 60dB	Mükemmel	ES > 99.9999
	AAAA	60dB ≥ SE >50dB	Çok iyi	99.9999≥ES >99.999
	AAA	50dB ≥ SE >40dB	İyi	99.999≥ES >99.99
	AA	40dB ≥ SE >30dB	Orta	99.99≥ES >99.9
	A	30dB ≥ SE >20dB	Vasat	99.9≥ES >99.0
Sınıf II Genel Kullanım	AAAAA	SE > 30dB	Mükemmel	ES > 99.9
	AAAA	30dB ≥ SE >20dB	Çok iyi	99.9≥ES >99.0
	AAA	20dB ≥ SE >10dB	İyi	99.0≥ES >90
	AA	10dB ≥ SE >7dB	Orta	90≥ES >80
	A	7dB ≥ SE >5dB	Vasat	80≥ES >70

Güvenlik üniformaları, tıbbi ekipmanlar, karantina malzemeleri, elektronik malzemeler ve diğer yeni uygulamalar profesyonel kullanıma uygun sınıf I kategorisine girerken, ofis üniforması, önlük, gündelik giyim, bebek ve hamile elbiseleri, genel kullanıma uygun sınıf II ürünleri olarak karşımıza çıkmaktadır [63].



Şekil 2.24 Kalınlığı t olan bir duvarda ekranlama etkinliği bileşenleri [62]

Şekil 2.24'te t kalınlığına sahip bir duvarda ekranlama etkisi oluşturan bileşenlere bakıldığında EM dalgaların alan şiddetinin azalmasına neden olan 3 mekanizma olduğu görülmektedir. Bunlar;

Emilim ile azalma; duvar içinde yutulma ile

Yansıma ile azalma; duvardan doğrudan yansıma ile
İkincil (iç) yansıma; duvar içinde ardışık yansıma ile azalmadır.

Ekrana gelen dalga frekansının deri kalınlığı ekran kalınlığından (t) çok küçük olursa ekranın ön yüzeyinden giriş yapan dalga arka yüzeye ulaştığında zayıflamış olur. Arka yüzeye geçen dalganın bir kısmı geri yansıma ve soğrulmaya uğrarken diğer kısmı da kalkanlanan bölgeye geçmektedir. Ekran kalınlığının malzemenin gelen alanın frekansındaki deri kalınlığından çok büyük olması ekran içindeki çoklu yansım, soğrulma ve geçişlerin olmasına olanak sağlamaktadır.

Ekranlama manyetik alan ekranlaması, elektriksel alan ekranlaması ve düzlem dalga ekranlaması olmak üzere üç şekilde karşımıza çıkmaktadır:

Manyetik Alan Ekranlama: Manyetik alan düşük frekanslarda (f <30 MHz) yutulur. Frekans ve ekran içindeki direnç arttıkça ekranlama etkisi azalmaktadır. Ekranda delik ve açıklıkların olması ekranlama etkinliğinde az da olsa azalmalar yapabilir. Manyetik alan ekranlaması için kalın ekranlara ihtiyaç duyulur. Kaynakların manyetik alan etkileri daha baskınsa ekrana uzak yerleştirilir. Manyetik geçirgenliğin yüksek olması yansımanın düşük, yutulmanın yüksek olmasını sağlar. Ekranlanacak olan kaynağın frekansı çok düşükse yüksek manyetik geçirgenliğe sahip malzemeler tercih edilir.

Elektriksel alan ekranlama: Elektrik alan düşük frekanslarda yansıtılıp yüksek frekanslarda (f> 30 MHz) yutulur. Havalandırma ya da kablo bağlantısı gibi sebeplerle bırakılan açıklıklar/delikler ekranlamayı frekansa bağlı olarak olumsuz etkilemektedir. Elektrik alan ekranlaması için folyo kalınlığında ince yapılar kullanılabilir. Kaynakların elektrik alan etkileri daha baskınsa ekrana yakın yerleştirilir.

Düzlem dalga ekranlama: 300 MHz'in üzerinde etkili olan ekranlama türüdür. EM dalgalara boşluk kalmayacak şekilde sıkı bağlantı noktalarına sahip bir ekranlı yapının olması gerekir. Havalandırma filtreleri, erişim paneli, kapı dalga kılavuzu vb. unsurların bağlantılarının çok düzgün ve sıkı bir şekilde ekranlı yapıya yapılması gerekir [61, 64].

2.4.3.2 Faraday Kafesi ve İşleyişi

Atomların en dış yörüngelerindeki değerlik valans elektronları çekirdeğin çekim gücünden daha az etkilendiği için diğer yörüngelerdeki elektronlara göre daha rahat hareket etme yeteneğine sahiptirler. Dolayısıyla herhangi bir elektrik alan içine giren bu cismin dış yörüngedeki elektronları, elektrik alan sıfırlanıncaya kadar harekete geçerek

saçılmaya uğrar. Faraday kafesi sayesinde elektrik alan sıfırlanarak ortamda bulunun canlı ya da cansız varlıkların EM dalgalardan korunması amaçlanır.

Faraday kafesi elektriksel gürültüyü, yüksek frekanslı gerilimleri ya da elektromanyetik parazitlerin bir ortamdan giriş ya da çıkışını engelleyen yani elektriği bulunduğu ortamda hapseden iyi iletkenlik özelliğine sahip topraklanmış zırhlı bir kafes olarak nitelendirilmektedir. En iyi performans küre şeklindeki kafeslerden elde edilmekte olup topraklanmış ve iletken tel ile sarılmış bir kafeste EM dalgalardan korumayı sağlayabilmektedir. Topraklama kalitesi ve kafesin ağ sıklığı ne kadar çoksa dışarıdaki elektrik alanın içeri girmesi o kadar zor yani kafesleme işlemi daha çok başarılı olur.

Faraday kafesi yıldırımın etkilerinden korunmak, test laboratuvarlarında doğru sonuçlar almak elektromanyetik dinleme ve güvenlik sistemlerinde (TEMPEST) dışarıya bilgi sızdırılmaması için kullanılmaktadır. Bunların dışında savunma sanayisi, elektrikli ve elektronik ev aletleri, antenler, uydular, hava araçları, televizyon, bilgisayar, yüksek frekansla çalışan aletler (MR cihazları gibi) gibi pek çok sistem ve cihazın elektromanyetik özelliklerinin korunması ve test edilmesi amacıyla da tercih edilmektedir. Anten kablolarında görüntü taşıyan kabloların yüzeyi örgü şeklindeki iletken teller ile sarılarak alınan görüntünün parazitsiz olmasının sağlanması, mikrodalga fırınların kapağındaki metal ağ yapısı sayesinde mikrodalgaların fırının dışına çıkmasını engellenmesi günlük hayattaki kullanım örnekleridir.

Günümüzde yankısız odalar ya da yansımasız odalar olarak isimlendirilen, Faraday kafesi mantığında işleyiş gösteren elektromanyetik uyumluluk ve girişim gibi ölçümlerin yapıldığı test odaları vardır. Bu odaların yan duvarları, tabanı ve tavanı dahil olmak üzere iç yüzeyleri EM dalgaları yutma özelliğine sahip sünger ya da ferrit esaslı malzemeler ile kaplanmaktadır. Genellikle piramit şeklinde olan ve karbon yapılı poliüretan malzemeden yapılan malzemeler sünger esaslıdır. Kimyasal içeriğinde magnezyum oksit ve demir oksit bileşimleri bulunduran yaklaşık 6-7 mm kalınlığındaki plakalar ferrit esaslı malzemelerdir [64].

2.4.3.3 Elektromanyetik ekranlama özelliği kazandırmak için kullanılan yöntemler

Yüzeylerin doğrudan kaplanması

Tekstil yüzeyine; içerisinde nano katkı maddesi bulunan elektrolit bir çözeltinin köpükle kaplanması ya da iletken bir folyonun yüzeye uygulanmasıyla EM kalkanlama özelliği sağlanır. Kaplama, kumaşın lifleri arasında geçit oluşturduğu için bir hareket söz konusu olduğunda kumaşta deformasyonlar meydana gelme ihtimali vardır [65].

Kimyasal polimerizasyon metodu

Çeşitli katkı maddeleri ve iletken bir polimerin kumaş yüzeyinde sentezlenip iletken yüzey elde edilmesiyle oluşur. İletken polimerlerin hava ve neme karşı duyarlı olmaları bu yöntemin dezavantajıdır [66, 67].

Vakum kaplama metodu

Vakum ortamında metaller buharlaştırılıp, kaplanacak numunenin yüzeyinde tekrardan yoğunlaştırılması ile yapılmaktadır. Bu metotta homojen dağılım elde edilmesi ve çözelti özelliklerinin kontrol edilebilmesi avantaj sağlamaktadır [68].

İyon implantasyon metodu

Metal iyonları yüksek vakum ortamında ışın yardımıyla tekstil yüzeyine indirgenerek metallerin yüksüz bir şekilde yüzeye bağlanmasıyla uygulanır. Bu sayede katının yüzeye yakın bölümünün kimyasal ve fiziksel özelliklerinin geliştirilmesi sağlanır. Yöntemin avantajları arasında düşük maliyet gerektirmesi, kıyafet, kumaş, lif gibi her türden tekstile uygulanabilir olması yer almaktadır [65, 69-71].

Plazma tekniği methodu

Plazma tekniği kullanılarak ince bir tabaka yüzeye kaplanır. Basit teknoloji gerektirmesi, daha iyi fiziksel özelliklere sahip olması diğer tekniklere kıyasla uygulamalarda avantaj sağlamaktadır [64].

2.4.3.4 Ekranlama Etkinliği Ölçüm Metodları

Tekstil ve çeşitli kompozitlerin elektromanyetik kalkanlama etkinliği (SE) ölçümleri kontrollü test alanlarında ve serbest uzayda yapılan ölçümler olmak üzere 2 ana grupta incelenmektedir.

Kontrollü Test Alanlarında Ekranlama Etkinliği Ölçümü

Hem EM çevrenin hem de yansımaların kontrol altında tutulabildiği alanlarda yapılan ölçümlerdir. 3 bölümde incelenir.

Koaksiyel Tutucu Metodu (Coaxial Holder Method): vektör devre çözümleyici ve tutucu iletim kablosu kullanılarak alınan ölçümlerdir. Koaksiyel tutucu içine numune yerleştirilerek sabitlenir ve SE değerlerinin ölçümleri yapılır. 90-100 dB dinamik ölçüm aralığı, 2 GHz civarında da çalışma frekansı vardır. Özellikle yüksek frekanslarda çalışıldığında numune boyutunun küçük olması gerekir. Açısal yansımaların belirlenmesi bu metotta zor olmaktadır.

Çift-TEM Hücre Ölçüm Metodu (The Dual-TEM Cell Method): ikiz TEM hücresi, sinyal jenaratörü ve alıcı üniteden oluşur. İlk aşamada dönüştürülmüş sinyal güç seviyesi açıklığın boş olduğu anda kalibrasyon amaçlı ölçüm yapılır. Ardından numune açıklığa yerleştirilerek tekrardan ölçüm alınır. Dinamik ölçüm oranı 80 dB'e frekans 1 GHz'e kadardır. Düşük maliyet, kolay taşınabilirlik, küçük boyut ve ayrıyeten kalkanlama sistemine ihtiyaç duyulmaması TEM hücresinin avantajları arasındadır.

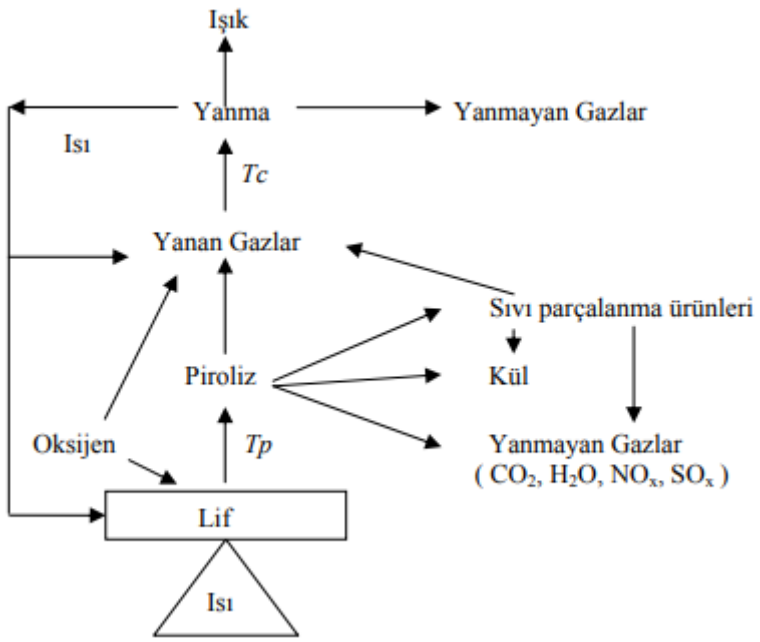
Yankısız Oda Metodu (Anechoic Chamber with Aperture Method): EM kaynaklara karşı koruyucu özellik gösteren tekstillerin ve kompozit malzemelerin SE ölçümleri, daire şeklindeki ekranlanmış odanın kapısında açıklık bırakılarak oluşturulmuş yankısız oda adı verilen test odasında yapılmaktadır.

Serbest Uzayda Ölçüm Metotları

Farklı ekran tipleri kullanarak geniş numune boyutlarında ve frekans aralıklarında ölçümler yapılmaktadır. Frekans bölgesinde serbest uzay ölçüm teknikleri ve zaman bölgesinde serbest uzay ölçüm teknikleri olmak üzere iki şekilde uygulanabilir. Ekranlama etkinliği zaman bölgesi metodunda 50-60 dB civarındayken, frekans bölgesi metodunda 100 dB civarındadır.

2.5 Tutuşma ve yanma

Yanma olayı ortamda bir ısı kaynağı, oksijen ve yanıcı bir madde olduğu durumda meydana gelen ve oksijen veya ısı tüketilinceye kadar devam eden ekzotermik bir durumdur. Schindler ve Hauser (2004) tekstil liflerinin yanmasına ilişkin mekanizmayı Şekil 2.25'deki yanma diyagramı ile özetlemişlerdir.



Şekil 2.25 Tekstil liflerinde meydana gelen yanma durumunu gösteren yanma döngüsü diyagramı [72]

Bu diyagrama göre, ısı kaynağı malzemenin piroliz sıcaklığına kadar uygulandığında lifte kimyasal değişiklikler meydana gelir ve bazı yanıcı gazlar, sıvı parçalanma ürünleri, kül, yanıcı olmayan gazlar oluşur. Isı kaynağı uygulanmaya devam ettikçe, artan sıcaklıkla birlikte sıvı parçalanma ürünleri de yanıcı ve yanıcı olmayan gazlar ile kül üreterek piroliz olur. Yanma sıcaklığına ulaşıldığında, ortamdaki oksijen ile yanıcı gazların birleşmesi ile yanma meydana gelir. Ekzotermik bir reaksiyon olan yanma sırasında yüksek miktarda ısı ve ışık meydana gelir [73]. Malzemenin yanma davranışı ise ısı kaynağı, hava akış hızı, ortam nemi gibi çok farklı faktörlerden etkilenmektedir.

Tekstil ürünlerinde, yanmaya karşı direnç sağlamak daha güç tutuşma özelliğine sahip liflerin yapı içinde kullanılması, liflerin kimyasal yapılarında değişiklik yapılması, lif üretimi sırasında bazı güç tutuşurluk sağlayan kimyasalların yapıya dahil edilmesi ve tekstil ürününün güç tutuşur özelliğe sahip bir kaplama maddesi ile kumaş yüzeyine gibi çeşitli yöntemler kullanılmaktadır [74].

3. YÖNTEM

Bu tez çalışmasında yöntem 3 başlıkta incelenmiştir

3.1 Ti_3SiC_2 Sentezi

3.1.1 Kompozisyon tasarımı

Ti_3SiC_2 MAX fazı bileşiğini hazırlamak için Alfa Aesar marka Titanyum (Ti), Abcr marka silisyum (Si), Alfa Aesar marka titanyum karbür (TiC) başlangıç hammaddeleri kullanılmıştır. Ti_3SiC_2 MAX fazı bileşiğinin sentezlenmesinde kullanılan hammaddeler Şekil 3.1'de verilmiştir. Sentez esnasında kullanılan reçete bileşimi Tablo 3.1'de verilmiştir.

Şekil 3.1 Ti_3SiC_2 MAX fazı bileşiğinin sentezlenmesinde kullanılan hammaddeler

Tablo 3.1 Ti_3SiC_2 MAX fazı bileşiğinin hazırlanmasındaki toz kompozisyonu oranları

	Ti	+	2TiC	+	Si	→	Ti_3SiC_2
Mol Katsayısı	1		2		1		1
Ağırlık (g)	47,867	+	119,754	+	28,086	→	195,708
% ağırlık	24,46	+	61,19	+	14,35	→	100

Ti_3SiC_2 fazının Ti, Si ve TiC hammaddelerinin eldesinde Tablo 3.1'de verilen denklemdeki stokiyometrik mol oranlarından yararlanılmıştır. Literatürde Ti_3SiC_2 MAX fazının saf olarak elde edilmesinde reaksiyonun optimizasyonu için kullanılan Si metalinden 0,1 mol ve Al metalinden 0.2 mol oranında fazladan ilave edilmiştir [17, 37, 75]. Harici ilave edilecek Al (Alfa Aesar marka) ~50 µm ortalama tane boyutlarında temin edilerek Ti_3SiC_2 fazının eldesinde kullanılması kullanılmıştır.

Tablo 3.2 Ti_3SiC_2 MAX fazı bileşiğinin hazırlanmasında kullanılan harici Silisyum ve Alüminyum takviyeli toz kompozisyonu oranları

	Ti	+	2TiC	+	Si	+	Al	→	Ti_3SiC_2
Mol Katsayısı	1		2		1.1		0.2		1
Ağırlık (g)	47.867		119.754		28.086		5.396		195.708
% ağırlık	24.46		61.19		14.35		2.65		100

3.1.2 Ti_3SiC_2 Üretimi

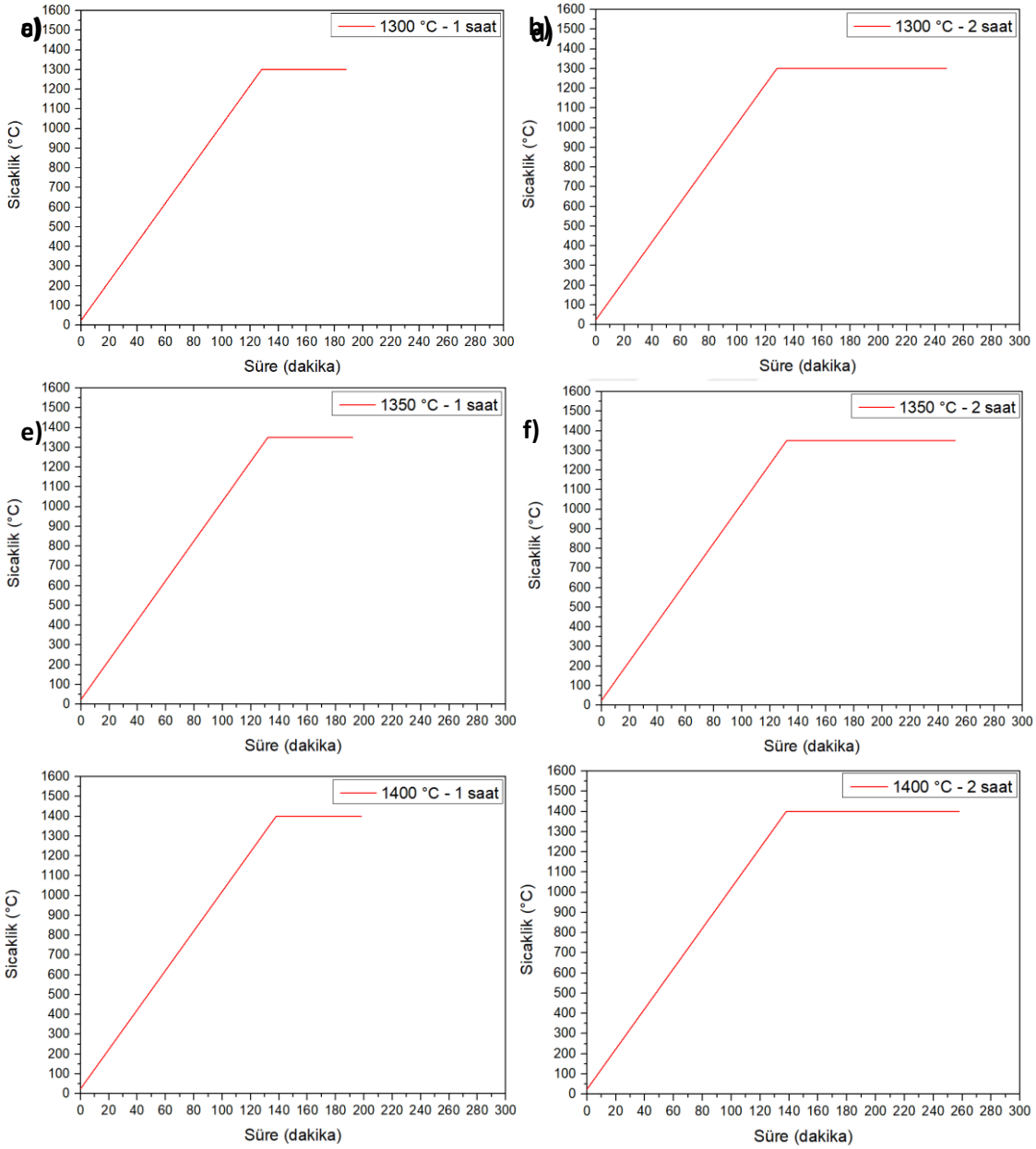
Reçetede belirtilen oranlarda Ti–Si–TiC hammaddeleri ve harici ilave edilecek Al hammaddesi alınarak etil alkol ortamında gezegensel bilyeli değirmen yardımıyla 2 saat süre ve 450 rpm hız ile homojen bir toz karışımı elde etmek amacıyla karıştırılmıştır. Karışımdaki etil alkol rotary evaporator kullanılarak yapıdan uzaklaştırılmış ve geri kazanımı sağlanmıştır. Elde edilen toz karışımı 200 mesh elek numarasına sahip elekten geçirilerek homojen toz karışımı elde edilmiş ve 20 MPa basınç altında preslenerek sinterlemeye hazır hale getirilmiştir. Sinterleme işlemi Tablo 3.3'de belirtilen sıcaklık, süre ve sinterleme ortamında atmosfer kontrollü fırın kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Sinterleme sonrası elde edilen malzeme kumaş uygulaması için öğütülerek toz haline getirilecektir. Öğütme öncesi ve sonrası karakterizasyon işlemleri uygulanacaktır.

Tablo 3.3 Ti_3SiC_2 fazının ve üretim parametreleri

Sıcaklık	**Süre**	**Sinterleme Ortamı**
1300 ˚C	60 dakika	Azot gazı
		Vakum
	120 dakika	Azot gazı
		Vakum
1350 ˚C	60 dakika	Azot gazı
		Vakum
	120 dakika	Azot gazı
		Vakum
1400 ˚C	60 dakika	Azot gazı
		Vakum
	120 dakika	Azot gazı
		Vakum

Bu tez çalışmasında kullanılan atmosfer kontrollü fırın ısıtıcı elemanları ve fırın ekipmanları yüksek hızda ısıtma-soğutma yapılmasına karşı dirençli değildir. Bu nedenle, fırının zarar görmesini engellemek adına sinterleme işlemlerinde ısıtma hızı 10 °C/dakika hızında gerçekleştirilmiştir. Oda sıcaklığından sinterleme sıcaklığına

ulaşıncaya dek 10 °C/dakika hızda sıcaklık artırılmış, ilgili sinterleme sıcaklığında sinterleme koşuluna bağlı olarak 60 ya da 120 dakika boyunca sıcaklık bu sıcaklıkta sabit tutulmuştur. Bu sürenin sonunda fırın elektriği kesilmiş, kendiliğinden soğumaya bırakılmıştır. Fırın 100 °C'nin altına düşmeden açılmamış atmosferine müdahale edilmemiştir. Fırın ısıtma sıcaklık eğrileri Şekil 3.2'de verilmiştir.

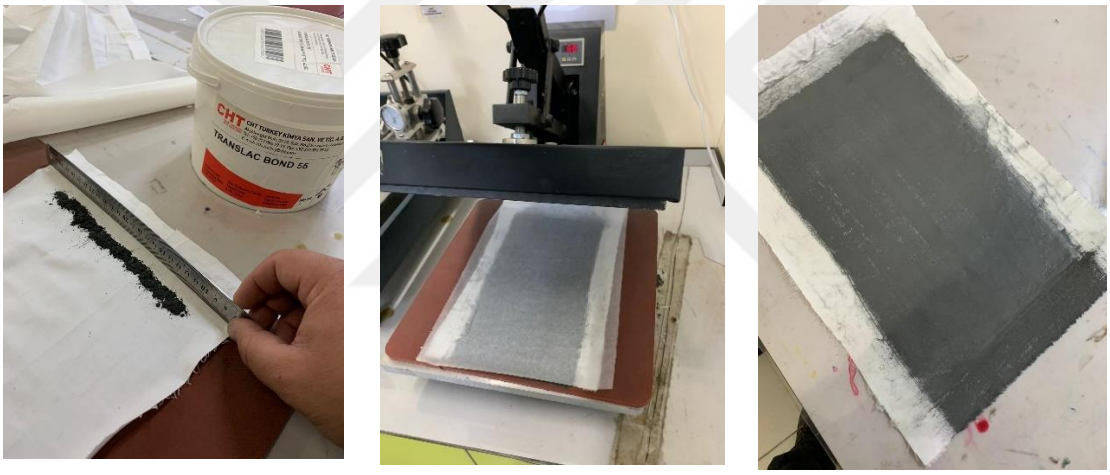


Şekil 3.2 Atmosfer kontrollü fırın ile gerçekleştirilen sinterleme sıcaklığı eğrileri **a)** 1300 °C – 1 saat **b)** 1300 °C – 2 saat **c)** 1350 °C – 1 saat **d)** 1350 °C – 2 saat **e)** 1400 °C – 1 saat **f)** 1400 °C – 2 saat.

3.2 Ti_3SiC_2'nin Kumaşa Aplikasyonu

Üretilen Ti_3SiC_2 MAX faz bileşiklerinin kumaşa aplikasyonu, Ti3SiC2 MAX fazlı bileşiklerin kumaşa aplikasyonu için %100 pamuklu bezayağı dokuma kumaş kullanılmıştır. MAX fazı bileşiğinin kumaşa aplikasyonu, bileşiğin %100 pamuklu bezayağı dokuma kumaş üzerine, Atac marka RGK-40 model laboratuvar tipi kaplama cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Pamuklu kumaş, kullanılan kaplama cihazı ve kaplanmış kumaşa ait görseller Şekil 3.3'de verilmiştir.

Kaplama macununu hazırlamak için, 10 gram varak baskı tutkalı içerisine 1.5 gram MAX faz bileşiği ilave edilmiştir. Kaplama macunu içerisindeki bileşenlerin homojen dağılım göstermesi için mikser ile 1 saat süre ile 300 rpm hızında karıştırma işlemine tabi tutulmuştur. Macun kumaşın yüzeyine eşit bir şekilde yayılması sağlanmış ve kumaş üzerine fiksasyonu 160 °C 'de bir dakika süreyle gerçekleştirilmiştir.



a) **b)** **c)**

Şekil 3.3 MAX Faz bileşiklerinin kumaşa aplikasyonu **a)** kumaşın hazırlanması, **b)** kullanılan kaplama cihazı, **c)** MAX faz bileşik kaplanmış kumaş

3.3 Karakterizasyon Yöntemleri

3.3.1 Ti_3SiC_2 MAX Fazı Bileşiğinin Karakterizasyonu

3.3.1.1 Yoğunluk Ölçümü

Sinterlenen numunenin bulk (yığınsal) yoğunluk, su emme, açık porozite ve yüzde deneysel teorik yoğunluk değerleri hesaplanmıştır.

Numunelerin bulk yoğunluk değerleri Arsimet prensibine göre aşağıda verilen denklemden yararlanarak hesaplanmıştır.

$$\boldsymbol{d} = \frac{(\boldsymbol{A})\boldsymbol{x}(\boldsymbol{d_s})}{\boldsymbol{A}-\boldsymbol{B}} \qquad 3.1$$

% Su Emme Oranı = 100 x (Yaş Ağırlık - Kuru Ağırlık) / (Kuru Ağırlık)

% Görünür Porozite Oranı = 100 x (Yaş Ağırlık - Kuru Ağırlık) / (Yaş Ağırlık – Askıda Ağırlık)

Bu denklemde;

d=Numunenin yoğunluğu (gr/cm^3)

A=Numunenin havadaki ağırlığı (gr)

B=Numunenin su içerisindeki ağırlığı (gr)

d_s= Ölçümün yapıldığı sıcaklıktaki suyun yoğunluğu (gr/cm^3)

ifade etmektedir.

3.3.1.2 X-Işını Difraksiyonu Yöntemi

X-Işını Difraksiyonu Yöntemi (XRD) malzemenin içerdiği fazları belirlemekte, nicel faz analizinde, sıcaklık, basınç v.s. fiziksel parametrelere bağlı faz değişimlerinde, tanecik boyutu belirlemede, tanecik yönelimi belirlemede, kimyasal komposizyonu belirlemede ve örgü sabitlerini bulmada oldukça fazla kullanılan bir yöntemdir. Yüksek enerjili elektron demeti çekirdeğe yakın kabuktaki bir elektrona çarparak onu yerinden çıkartırsa, elektron kaybından dolayı atom kararsız hale geçer ve boş kalan elektronun yeri daha yüksek enerjili kabuktaki bir elektron tarafından doldurulur. Bu elektron geçişinden kaynaklanan enerji farkı, karakteristik x-ışını fotonu olarak yayınlanır [76]. Belirli bir dalga boyuna sahip x-ışını (genellikle Cu Kα) numune yüzeyine gönderilir ve $2d.\sin\theta=n.\lambda$ denkleminin sağlandığı koşullarda sinyal dedektörde toplanarak θ açısına bağlı olarak X-ışını şiddeti grafiği elde edilir. Her bir kristalin faz için bu kırınım desenleri o faz için bir nevi genetik kod şeklinde düşünülebilir. XRD yönteminde kristal yapı içerisinde bulunan fazlar, kafes yapısı, Scherrer yöntemi ile tane boyutu gibi özellikler belirlenebilir [77].

Üretilen Ti_3SiC_2 MAX kompozitlerin faz analizleri, X-Işını Difraktometresi (XRD) ile 2θ:10-80° arasında, 2°/dk tarama hızında Cu-Kα radyasyonu kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

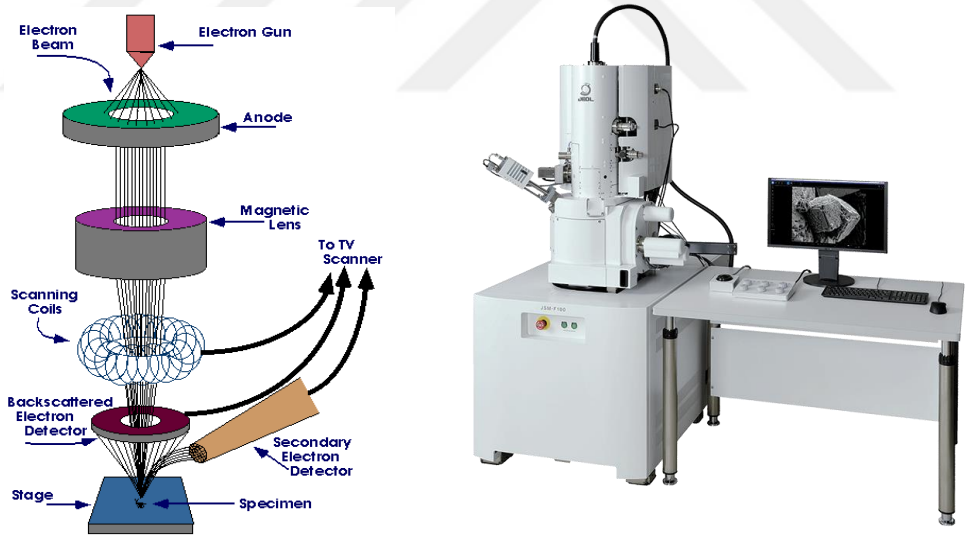
3.3.1.3 Rietveld Analizi Yöntemi

Yapıda bulunun safsızlıkların kantitatif analizleri Rietveld analizi ile MAUD programı kullanılarak yapılmıştır. Ti–Si–TiC Ti_3SiC_2 fazlarının kristalografik dataları için “Crystallography Open Database” açık kaynağı kullanılmıştır. Analiz sonuçlarında incelenerek, elde edilen patternler, teorik XRD patternleri ile karşılaştırılarak yapının değerlendirilmesi ve saflığı ile ilgili bilgi edinilmiştir.

Rietveld analizinin gerçekleştirirken Crystallography Open Database sisteminde yer alan sırasıyla 1526339, 9013103, 120018, 1011320, 9011602, 2310933 ve 1532210 COD ID nolu Ti_3SiC_2, Si, C (grafit), TiC, Al, SiC, $TiSi_2$ fazlarına ait CIF dosyalarından yararlanılmıştır.

3.3.1.4 Taramalı Elektron Mikroskobu

Bir numunenin yüzeyinin ayrıntılı 3 boyutlu görüntüsünü oluşturmak için kullanılan bir mikroskoptur. Elektron ışık demetleri bir tarama ucuna odaklanarak elektron bombardımanı ile numune yüzeyiyle etkileşir. Elektron veya fotonların bir kısmı numune yüzeyinden saçılıma uğrarken bir kısmı da numune yüzeyine absorbe olur. Bir dedektör yardımıyla toplanan saçılan elektronlar numune hakkında karakteristik bilgiler verir. Elektron demetlerinin yüzeyde tarama yapabilmesi için örneğin veya örnek yüzeyinin iletken özellikte olması gerekir. İletken olmayan ya da iletkenliği az bir numuneyle çalışılacak olduğunda, bu örnekler altın, karbon vb. ince bir iletken tabaka ile kaplanmaktadır. Taramalı elektron mikrobu şematik gösterimi ve görüntüsü Şekil 3.4'de verilmiştir.



Şekil 3.4 Taramalı Elektron mikroskobu [78]

Elde edilen Ti_3SiC_2 MAX fazlı yapıların yüzey morfolojisi taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenecek olup iletkenliği artırmak amacıyla vakum ortamında altın-paladyum alasımı ile kaplama işlemi uygulanmıştır. Üretilen numunelerin tane boyutlarının ve oluşan kink bantların incelenmesi de yapılmıştır.

Ayrıca SEM bünyesinde bulunan Enerji Dağılım Spektrometresi (EDS) ile de elementel analiz yapılarak mikroyapı karakterizasyonu incelenmiştir. EDS ile X ışınlarının hem enerjisi hesaplanır hem de gelen ışın miktarı tespit edilmektedir.

3.3.1.5 Tane Boyut Analizi

Kolloidal bir sıvının içinde aynı yüklerin birbirini itmesi zıt yüklerin birbirini çekmesi sonucunda güçlü bir bağ yüzeyi oluşmaktadır. Bu yüzey dışa doğru bir yayılma gösterir ve kayma yüzeyi olarak adlandırılır. Kayma yüzeyindeki potansiyele zeta potansiyeli denir. Zeta potansiyeli Doppler prensibi kullanılarak elektrik alanda kalan parçacıkların hareket hızının ölçümünü sağlamaktadır.

Bu tez çalışmasında gerçekleştirilen tane boyut analizleri Mastersizer 2000 marka lazer tane boyut ölçüm cihazı ile yapılmıştır. Bu analiz, Ti_3SiC_2 MAX faz bileşiğinin eldesinde kullanılan hammaddelerin ve en yüksek oranda sentezlenen Ti_3SiC_2 fazını içeren parametrelerdeki numunenin, öğütülüp toz haline getirildikten sonra toz tane boyut dağılımını analiz etmek amacıyla kullanılmıştır.

3.3.2 Kumaş Kaplamasına Uygulanan Karakterizasyon Yöntemleri

3.3.2.1 Kumaş gramajı

1 metrekare kumaşın gram olarak ağırlığını ifade etmektedir. Kaplanmamış pamuklu kumaş ile kaplanmış kumaşın gramajı alınarak kıyaslanmıştır. Çünkü, kumaş gramajı bazı diğer özellikleri etkilemekte ve kullanım alanı içinde belirleyici olabilmektedir. Kumaş gramajı TS EN ISO 2286-1 standartlarına göre yapılmıştır.

3.3.2.2 Kumaş tutumu

Öznel yöntem ile değerlendirilmiştir. 10 kişilik bir grubun laboratuvar ortamında kumaşlara dokunarak 1 ile 10 arasında (1 çok sert, 10 çok yumuşak) bir değer vermeleri istenmiştir. Kumaşları test edecek kişilerin kumaşları görmeden sadece dokunarak bir değer vermeleri için delikli bir kutu içerisine kumaş yerleştirilip, kişinin kutu içerisine ellerini sokarak kumaşı görmeden değerlendirmesi sağlanmıştır. Kaplanmamış kumaş da kontrol numunesi olarak aynı şekilde tutum testine tabi olmuş ve gerekli kıyaslama ve yorumlar yapılmıştır.

3.3.2.3 Kumaş yıkama dayanımı

Ti_3SiC_2 MAX fazlı bileşiklerin aplike edildiği kumaşların elektromanyetik kalkanlama ve tutuşma özelliklerinde yıkama sonra bir değişim olup olmadığının tespit edilebilmesi için üretilen kumaşlar tekrarlı olarak 5 yıkamaya tabi tutulmuştur.

3.3.2.4 Taramalı elektron mikroskobu

Ti_3SiC_2 MAX fazlı bileşiklerin kaplandığı kumaşların yüzey morfolojisi, hem yıkama öncesi hem 5 yıkama sonrası taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir. Ayrıca SEM bünyesinde bulunan Enerji Dağılım X Işını Spektrometresi (EDX) ile de elementel analiz yapılarak mikroyapı karakterizasyonu incelenmiştir. SEM ve EDX analizleri, Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi (ÇOBİLTUM)'dan hizmet alımı olarak gerçekleştirilmiştir.

3.3.2.5 Atomik kuvvet mikroskobu

Ti_3SiC_2 MAX fazlı bileşiklerin kaplandığı kumaşların yüzey topografyası, hem yıkama öncesi hem 5 yıkama sonrası atomik kuvvet mikroskobu (AFM) ile incelenmiştir. AFM analizi, Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi Bilim ve Teknoloji Uygulama ve Araştırma Merkezi (ÇOBİLTUM)'dan hizmet alımı olarak gerçekleştirilmiştir.

3.3.2.6 Elektromanyetik kalkanlama özelliğinin incelenmesi

TS EN 50147-1 (2005) standardına göre, 9 KHz-40 GHz frekans aralığında kalkanlanmış odaların ekranlama zayıflama etkisini ölçmekte kullanılmaktadır. Kumaşların elektromanyetik kalkanlama özellikleri incelemek için elde edilen veriler hem elektro manyetik etkinlik sınırlarının düzeyleri hem profesyonel sınıf hem de genel sınıf olarak değerlendirilecektir.

Elektro manyetik kalkanlama etkinliği profesyonel sınıf için; SE > 60 dB (5, Mükemmel), 60 dB > SE > 50 dB (4, Çok İyi), 50 dB > SE > 40 dB (3, İyi), 40 dB > SE > 30 dB (2, Orta), 30 dB > SE > 20 dB (1, Vasat) olarak değerlendirilirken; elektro manyetik kalkanlama etkinliği değerlendirildiğinde elektro manyetik etkinlik sınırlarının düzeyleri genel sınıf olarak; SE > 30 dB (5, Mükemmel), 30 dB > SE > 20 dB (4, Çok İyi), 20 dB > SE > 10 dB (3, İyi), 10 dB > SE > 7 dB (2, Orta), 7 dB > SE > 5 dB (1, Vasat) olarak değerlendirilmektedir [3].

Elektromanyetik kalkanlama etkinliği (EMSE) ölçümleri kontrol numunesi ve üç farklı konsantrasyonda MAX faz içeren numunelere yapılmış olup Marmara Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Tekstil Mühendisliği Bölümü'nde gerçekleştirilmiştir.

3.3.2.7 Sınırlandırılmış alev sıçraması testi ile yanmaya karşı direncin incelenmesi

MAX fazlı bileşiklerin aplike edildiği kumaşların yanma özelliğinin tespiti için kullanılmıştır. Bu analiz 20,5x16 cm ebatlarındaki numunelere, EN ISO 15025 standardında sınırlandırılmış alev sıçraması için deney metoduna göre gerçekleştirilmiştir.

İlgili standartta güç tutuşurluk özelliği için beklenen olaylar şu şekildedir:

- Hiçbir numune üste veya herhangi bir yan kenara alev yaymamalı
- Hiçbir numunede erime olmamalı
- Hiçbir numunede delik olmamalı
- Ortalama alevli yanma süresi 2 saniyeye eşit veya daha az olmalıdır
- Ortalama korlu yanma süresi 2 saniyeye eşit veya daha az olmalıdır

Alev sıçraması deney metoduna göre gerçekleştirilen analiz kontrol numunesi, seçilen Ti_3SiC_2 tozu aplike edilmiş yıkanmamış numune ve 5 yıkama uygulanmış numune olmak üzere üç farklı kumaşa uygulanmıştır. İlgili analiz, Ege Üniversitesi Tekstil ve Konfeksiyon Araştırma Uygulama Merkezi'nden hizmet alımı yoluyla yapılmıştır.

4. BULGULAR

4.1 Numunelerin İsimlendirilmesi

Bu tez çalışması kapsamında üretilen numunelerin isimlendirmelerinde kodlama yapılmıştır. Numunelerin isimlendirilmesinde Ti_3SiC_2 MAX fazını ifade etmek için MAX kısaltması kullanılmıştır. Numuneyi ifade eden parametreler arasına "-" işareti konularak numune isimleri belirgin hale getirilmiş sırasıyla MAX kodu, sinterleme ortamı, sinterleme sıcaklığı ve sinterleme süresi yazılarak ifade edilmiştir. Numunelerin isimlendirilmesi; "MAX-Sinterleme Ortamı-Sinterleme Sıcaklığı-Sinterleme Süresi" şeklindedir. Örneğin; MAX-Ar-1350-1h kodlu numune Ti_3SiC_2 fazını oluşturmak üzere hazırlanan kompozisyonda argon atmosferi altında, 1350 °C'de 1 saat süre ile gerçekleştirilen üretimde elde edilen numuneyi ifade etmektedir.

4.2 Ti_3SiC_2 Sentezi

Ti_3SiC_2 sentezi çalışmalarında elde edilen deneysel bulgular bu bölüm altında verilmiştir. Ti_3SiC_2 fazını sinterlemek amacıyla hazırlanan reçete kompozisyonu argon atmosferi altında ve vakum ortamında, 1300, 1350 ve 1400 °C'de, 1 saat ve 2 saat süre ile sinterlenmiştir.

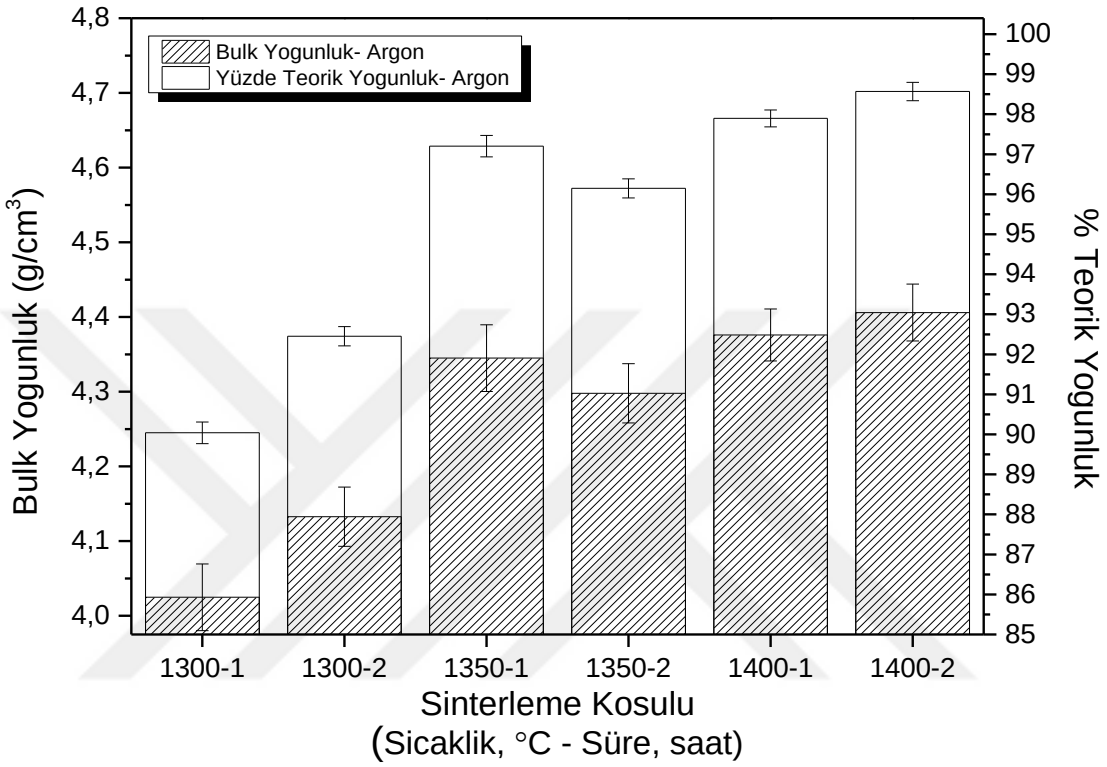
4.2.1 Yoğunluk Ölçümleri

Argon atmosferi altında ve vakum ortamında, 1300, 1350 ve 1400 °C'de, 1 saat ve 2 saat sürelerde üretilen numunelerin bulk (yığınsal) yoğunluk, su emme, açık porozite ve yüzde teorik yoğunluk değerleri Tablo 4.1'de verilmiştir.

Tablo 4.1 Üretilen numunelerin bulk (yığınsal) yoğunluk, su emme, açık porozite değerleri

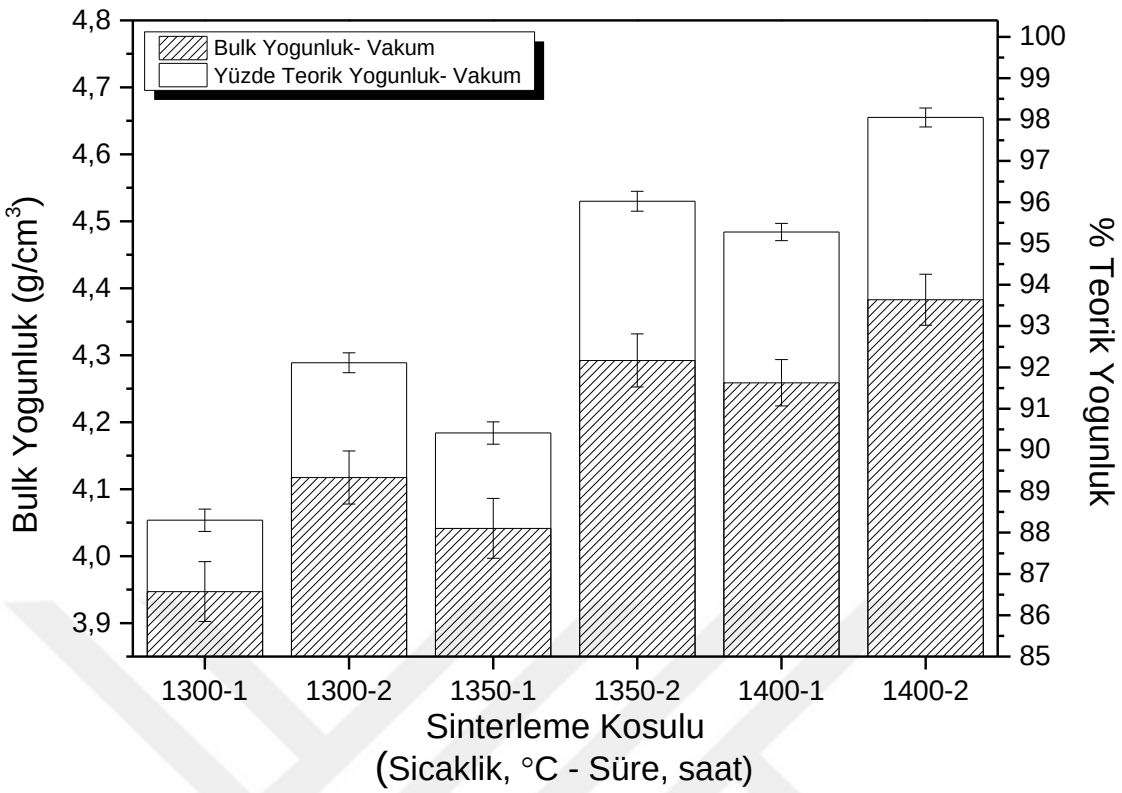
Numune Adı	Bulk Yoğunluk	Açık Porozite	Su Emme	% Teorik Yoğunluk
MAX-Ar-1300-1h	4.02	8.43	2.09	90.04
MAX-Ar-1350-1h	4.34	2.79	0.64	97.20
MAX-Ar-1400-1h	4.38	1.98	0.45	97.90
MAX-Ar-1300-2h	4.13	6.35	1.54	92.45
MAX-Ar-1350-2h	4.30	3.68	0.86	96.15
MAX-Ar-1400-2h	4.41	1.39	0.32	98.57
MAX-Vak-1300-1h	3.95	11.53	2.92	88.30
MAX-Vak-1350-1h	4.04	8.73	2.16	90.41
MAX-Vak-1400-1h	4.26	4.61	1.08	95.28
MAX-Vak-1300-2h	4.12	7.72	1.87	92.11
MAX-Vak-1350-2h	4.29	3.79	0.88	96.02
MAX-Vak-1400-2h	4.38	1.91	0.44	98.05

Argon atmosferi altında 1300, 1350 ve 1400 °C'de üretilen numunelerin bulk yoğunluk ve yüzde teorik yoğunluk değerleri Şekil 4.1'de verilmiştir. Artan sinterleme sıcaklığı ve süresine bağlı olarak numunenin bulk yoğunluk değerlerinde genel irtibari ile artış gözlemlenmiştir. Bulk yoğunluk değerlerinin artışı ile numunelerin yoğunluğunun teorik yoğunluğa yaklaştığı görülmüştür.



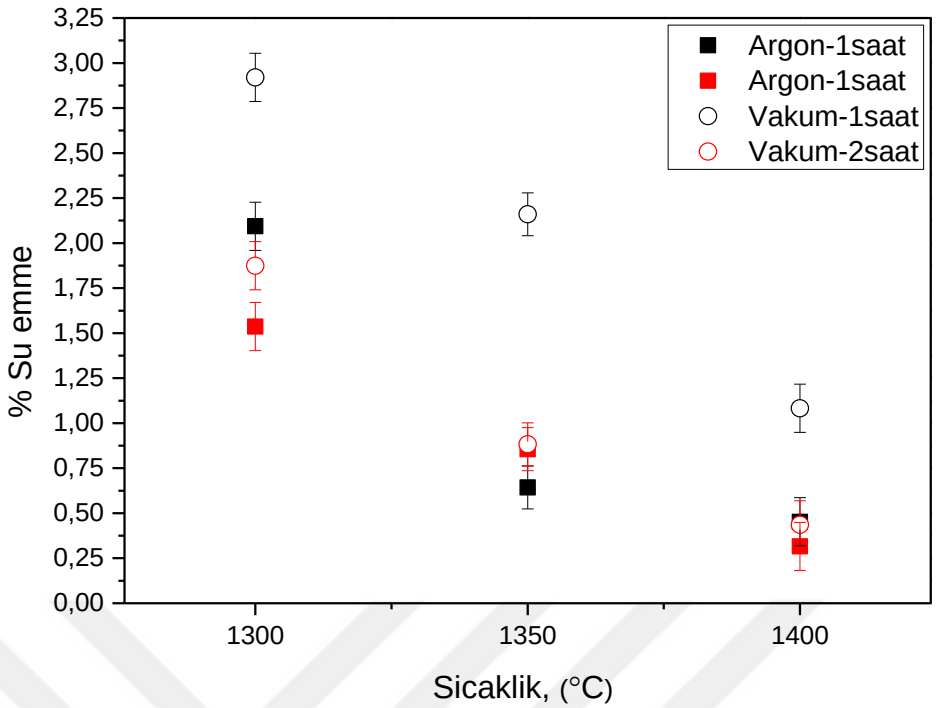
Şekil 4.1 Argon atmosferi altında 1300, 1350 ve 1400 °C'de üretilen numunelerin bulk yoğunluk ve yüzde teorik yoğunluk değerleri

Vakum ortamında 1300, 1350 ve 1400 °C'de üretilen numunelerin bulk yoğunluk ve yüzde teorik yoğunluk değerleri Şekil 4.2'de verilmiştir. Artan sinterleme sıcaklığı ve süresine bağlı olarak numunenin bulk yoğunluk değerlerinde artış eğilimi görülmüştür.



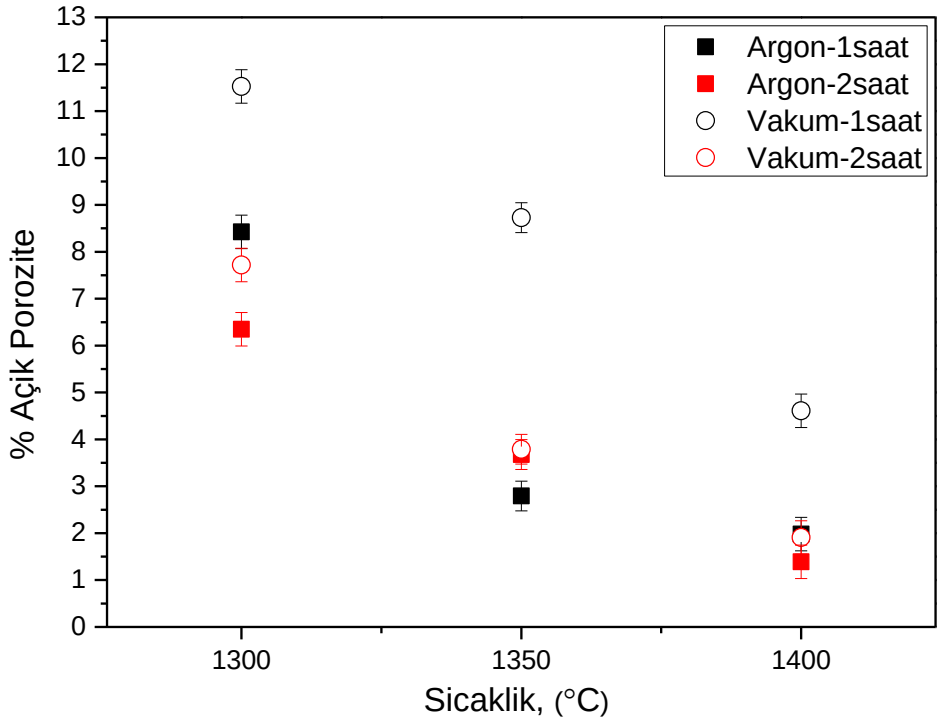
Şekil 4.2 Vakum ortamında 1300, 1350 ve 1400 °C'de üretilen numunelerin bulk yoğunluk ve yüzde teorik yoğunluk değerleri

Argon atmosferi ve vakum ortamında 1300, 1350 ve 1400 °C'de 1 ve 2 saat sürelerde üretilen numunelerin % su emme değerlerine bakıldığında artan sinterleme sıcaklığı ve süresine bağlı olarak azalma görülmüştür.



Şekil 4.3 Argon atmosferi ve vakum ortamı koşullarında üretilen numunelerin su emme değerleri

Argon atmosferi ve vakum ortamında 1300, 1350 ve 1400 °C'de 1 ve 2 saat sürelerde üretilen numunelerin yüzde açık porozite değerleri bakıldığında artan sinterleme sıcaklığı ve süresine bağlı olarak azalma eğilimi görülmüştür. Bu da numunelerin artan sıcaklık ve süreyle beraber teorik yoğunluğa ulaştığını göstermektedir.



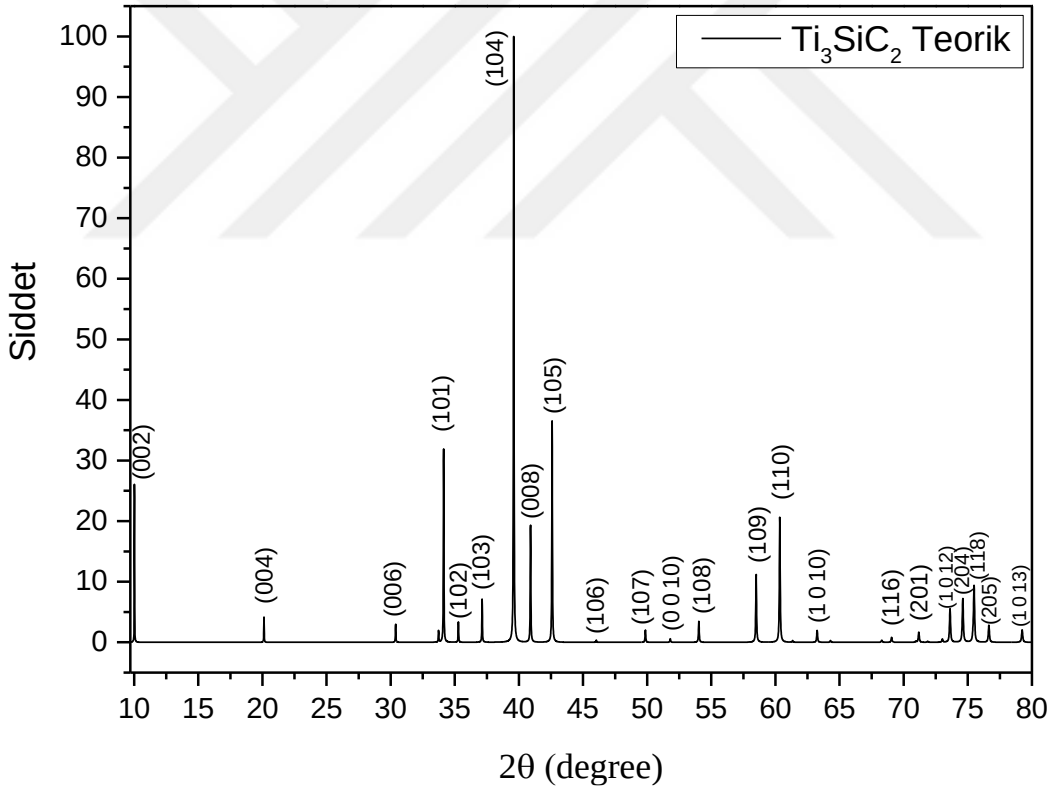
Şekil 4.4 Argon atmosferi ve vakum ortamı koşullarında üretilen numunelerin yüzde açık porozite değerleri

4.2.2 X-ışını Ölçümleri

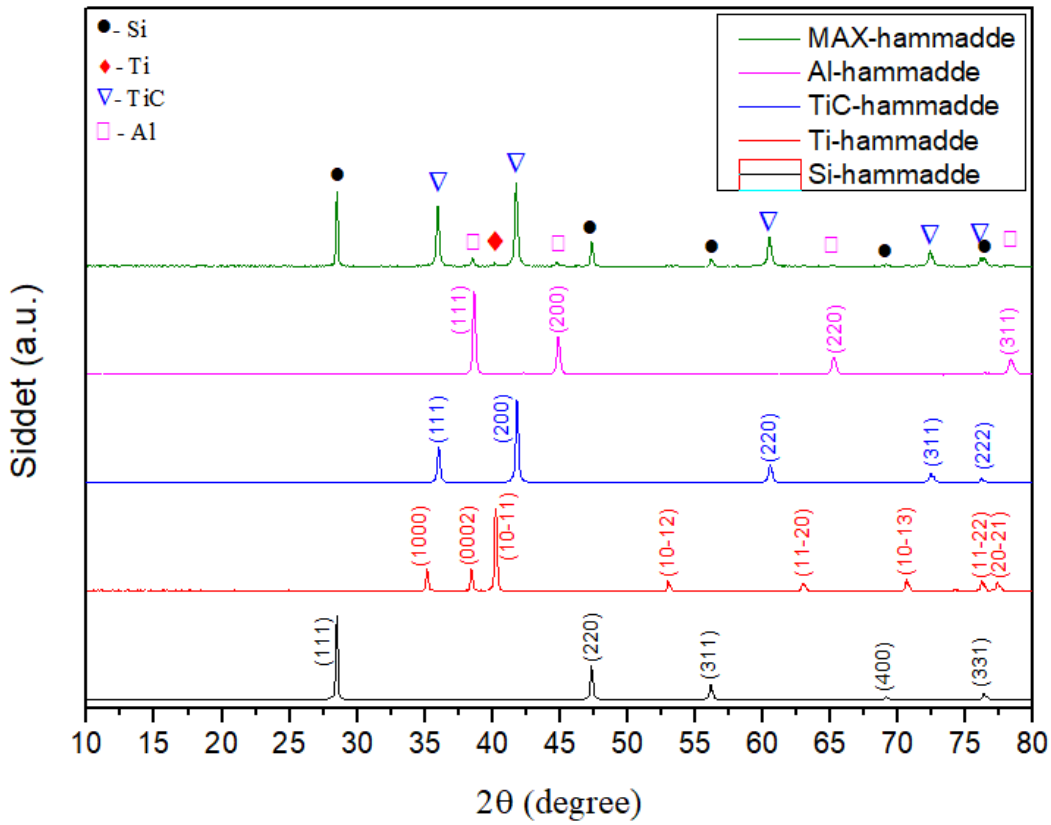
Bu tez çalışmasında X ışını kaynaklı elde edilen bulgular XRD bulguları ve Rietveld bulguları altında verilmiştir.

4.2.2.1 XRD Bulguları

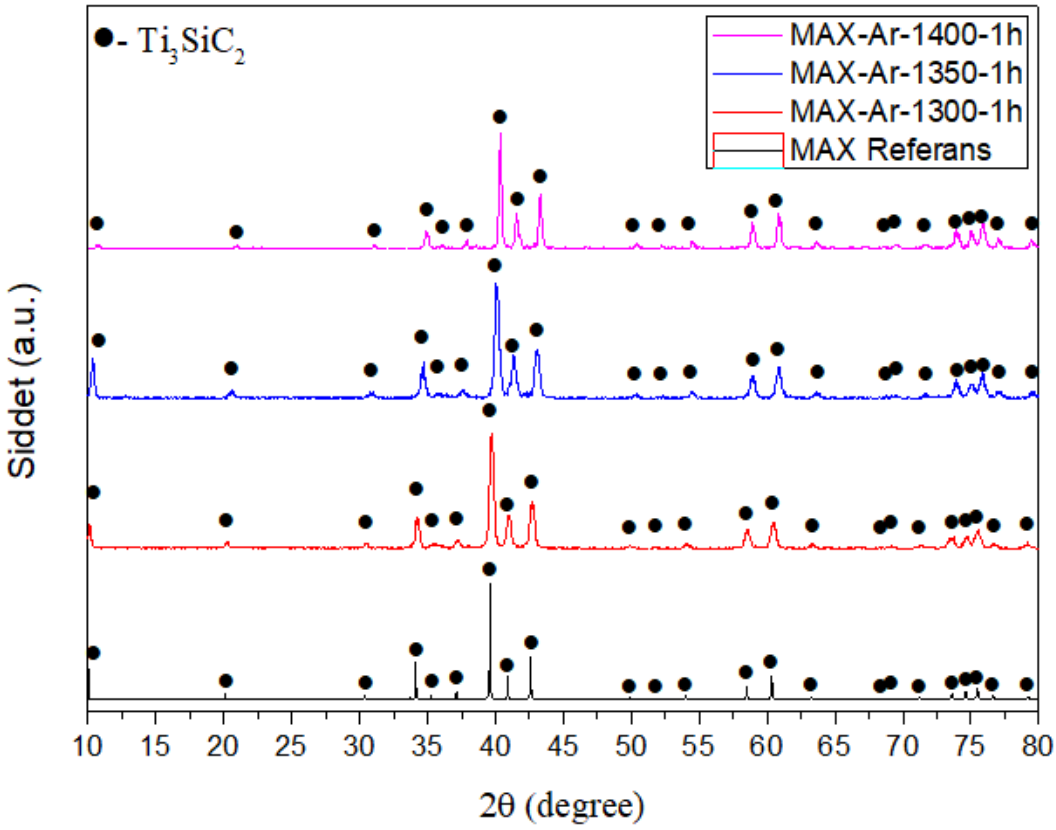
Ti_3SiC_2 MAX fazının teorik XRD kırınım deseninin çiziminde Crystallograpy Open Database açık kaynak erişimininde bulunan 1526339 COD ID'sine ait Ti_3SiC_2 kristal parametrelerinden yararlanılmıştır. İlgili çalışmadaki kafes hücresi parametreleri "VESTA" programı ile "Powder Diffraction Pattern" (toz kırınım deseni) modellemesi yapılarak kırınımın gerçekleştiği 2θ değerleri ve bu düzlemlerdeki şiddet oranları belirlenmiştir. En yüksek pik şiddetini veren (104) düzlemindeki şiddet 100 birim alınmış buna karşılık gelen diğer şiddetler bu pik şiddetine oranlanarak hesaplanmıştır. Ti_3SiC_2 MAX fazının teorik XRD kırınım desenini Şekil 4.5'de verilmiştir.



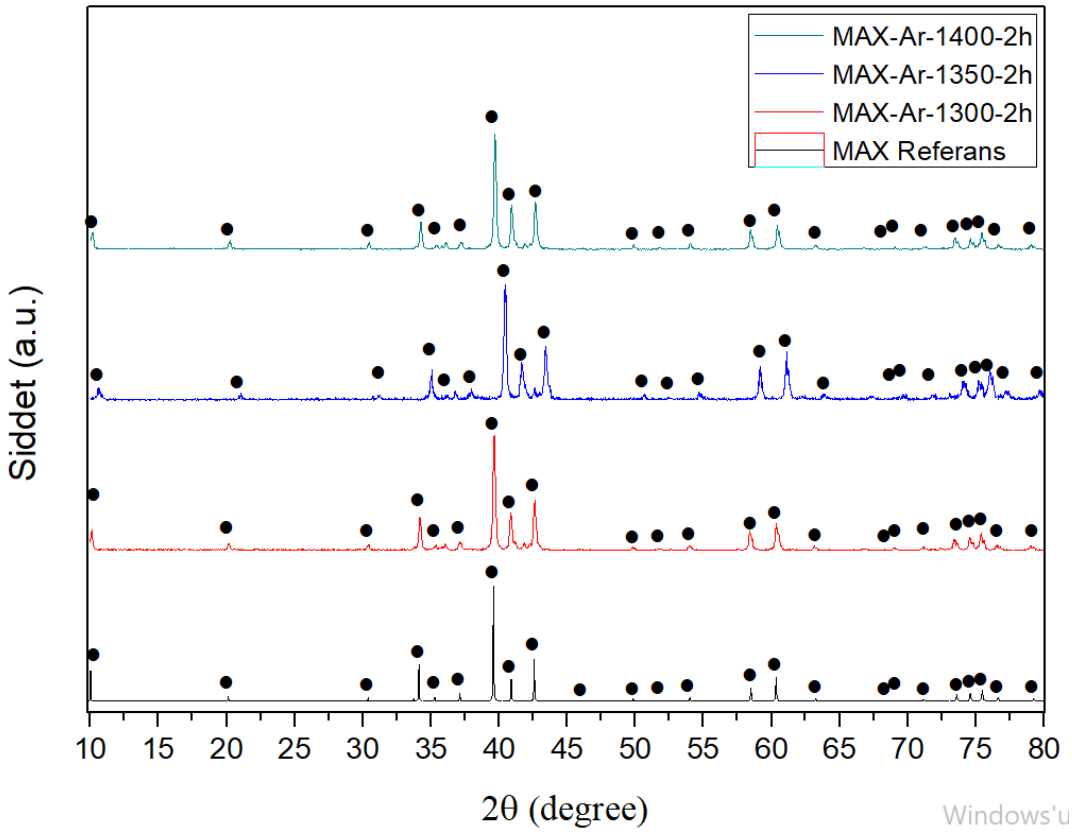
Şekil 4.5 Ti_3SiC_2 MAX fazının teorik XRD kırınım desenini



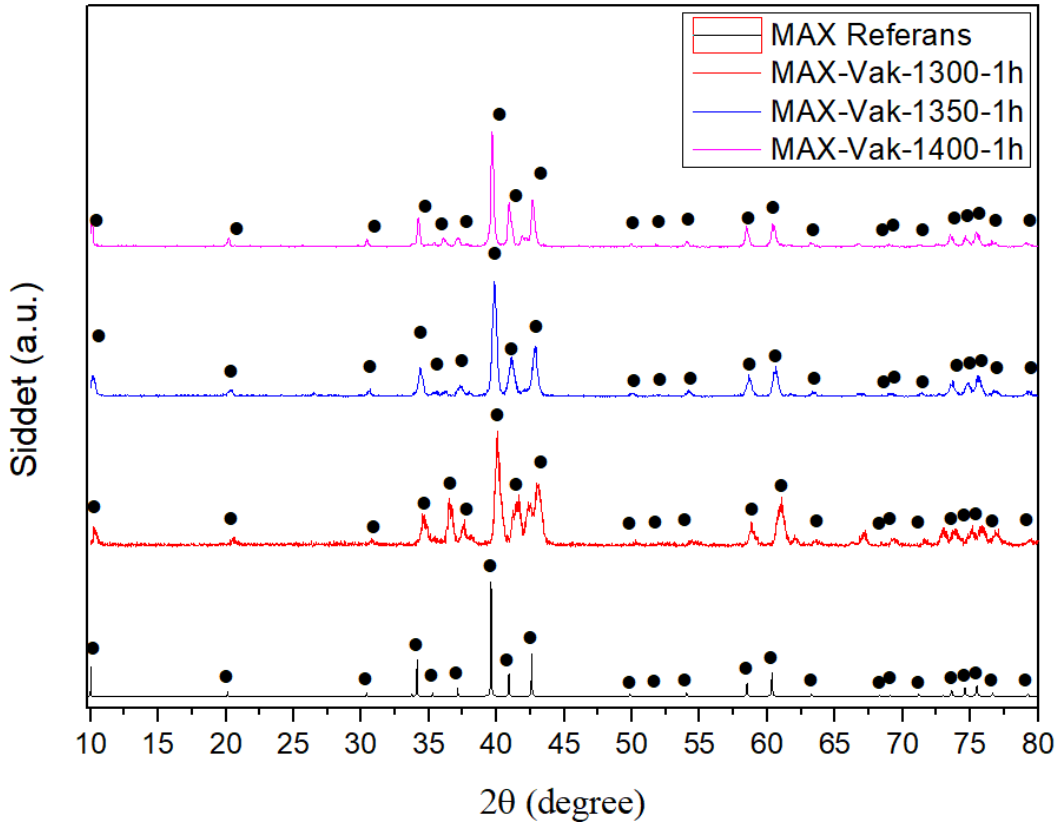
Şekil 4.6 Ti_3SiC_2 MAX fazının eldesinde kullanılan hammaddelerin XRD kırınım deseni



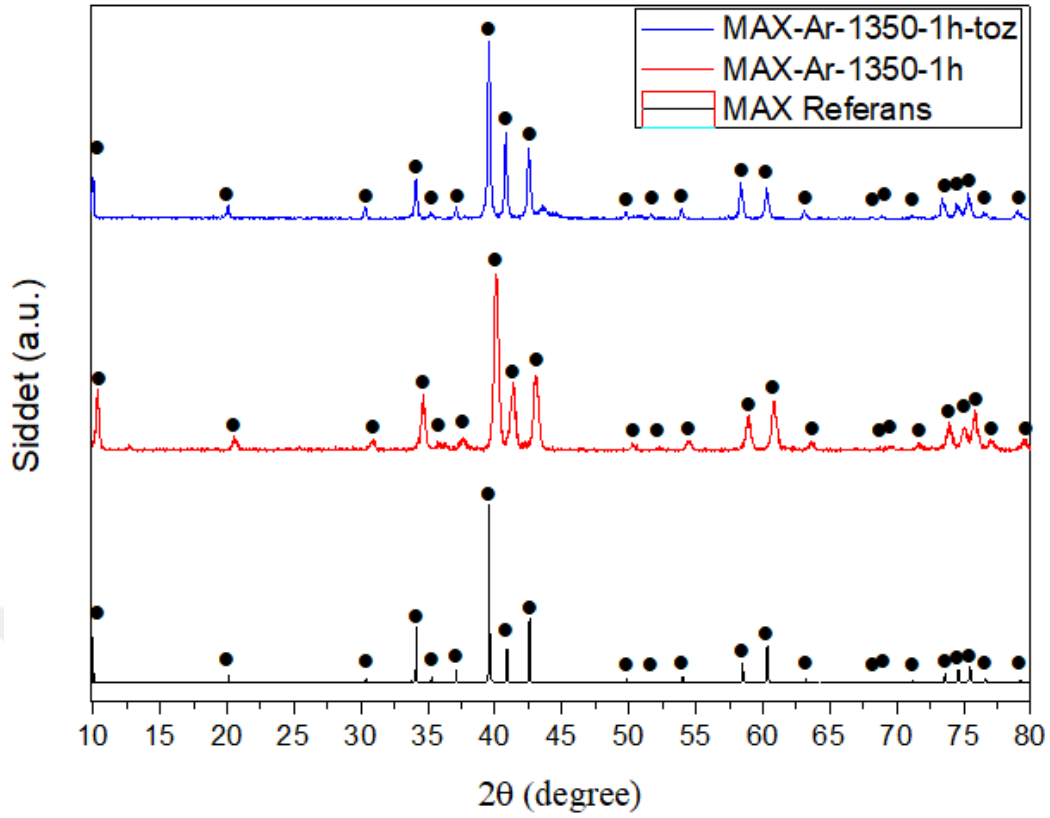
Şekil 4.7 Hazırlanan Ti_3SiC_2 MAX fazı kompozisyonunun Argon atmosferinde 1300, 1350 ve 1400 °C'de 1 saat süre parametrelerinde üretilen numunelerin XRD kırınım desenleri



Şekil 4.8 Hazırlanan Ti_3SiC_2 MAX fazı kompozisyonunun Argon atmosferinde 1300, 1350 ve 1400 °C'de 2 saat süre parametrelerinde üretilen numunelerin XRD kırınım desenleri



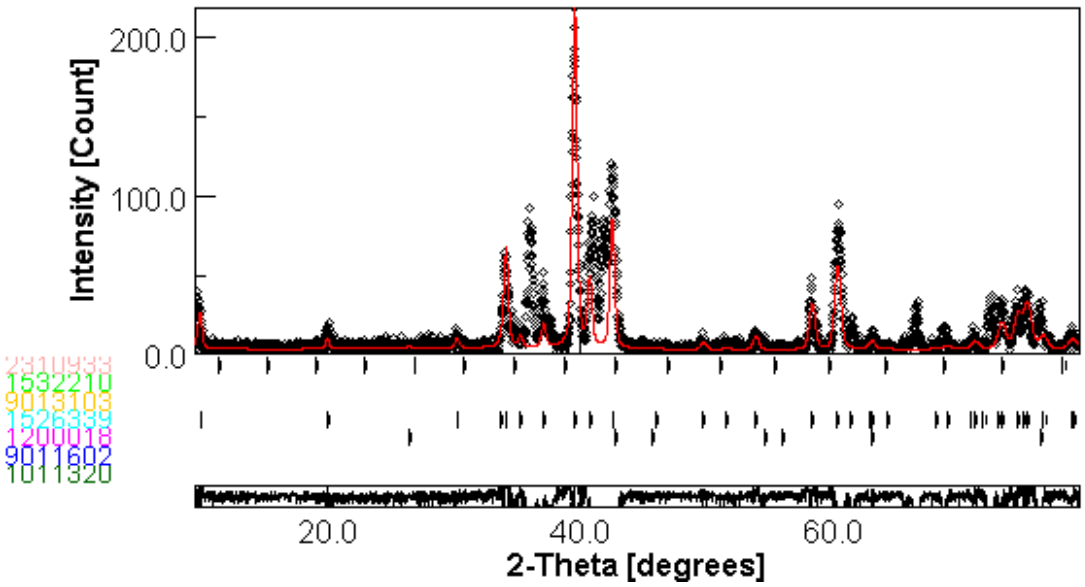
Şekil 4.9 Hazırlanan Ti3SiC2 MAX fazı kompozisyonunun vakum ortamında 1300, 1350 ve 1400 °C'de 1 saat süre parametrelerinde üretilen numunelerin XRD kırınım desenleri



Şekil 4.10 En yüksek oranda elde edilen Ti_3SiC_2 MAX fazının öğütme öncesi ve sonrası XRD kırınım deseni

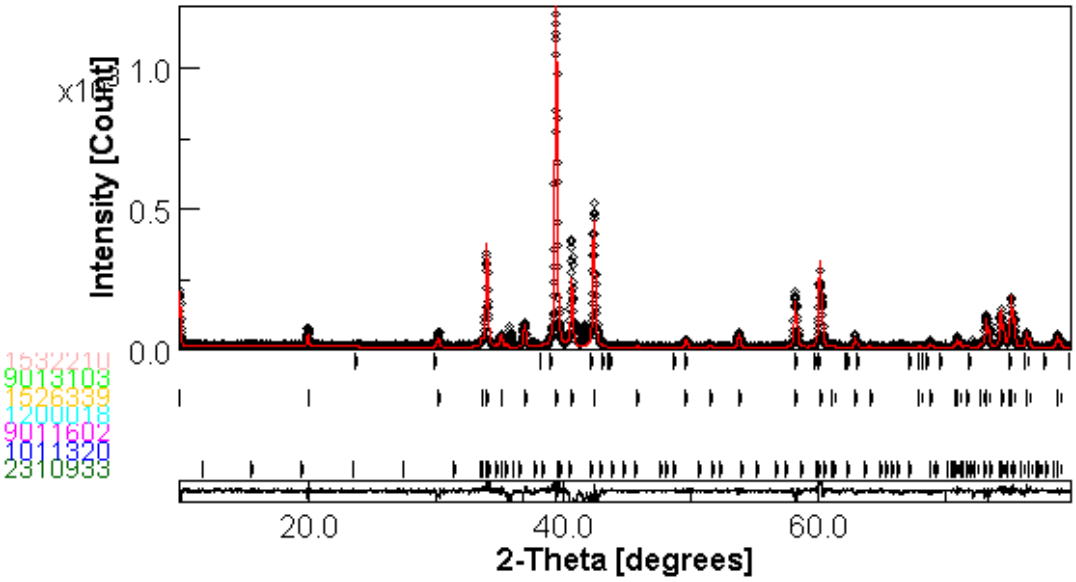
4.2.2.2 Rietveld Analizi Sonuçları

Bu tez çalışması kapsamında argon atmosferi ve vakum ortamında üretilen numunelerin Rietveld Analizi sonuçları aşağıda sırasıyla verilmiştir.



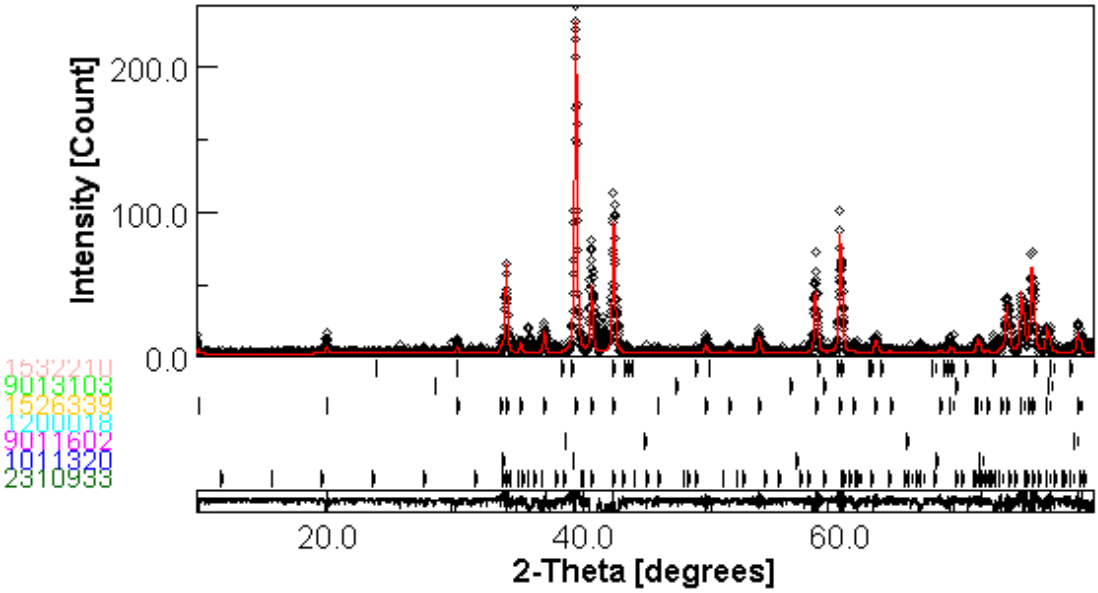
Şekil 4.11 Argon atmosferinde 1300 °C'de 1 saat süre ile sinterlenen MAX-Ar-1300-1h numunesinin Rietveld Analizi sonucu

Argon atmosferinde 1300 °C'de 1 saat süre ile sinterlenen MAX-Ar-1300-1h numunesinin Rietveld Analizi sonucunda numune yapısında ağırlıkça yüzde 91.81 oranında Ti_3SiC_2 fazı, yüzde 7.51 oranında SiC ve yüzde 0.68 oranında grafit tespit edilmiştir.



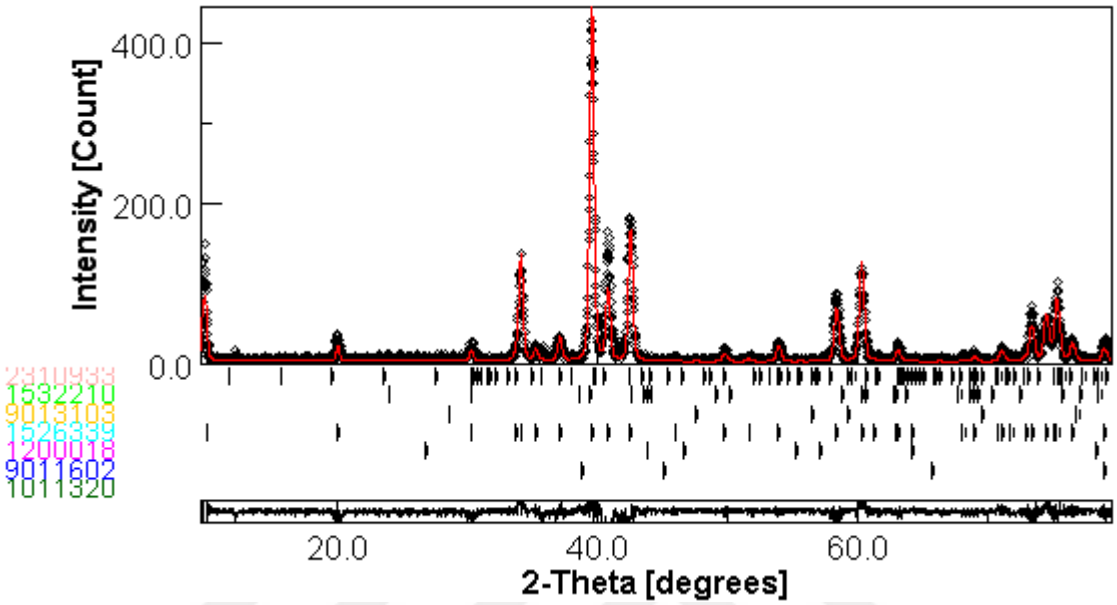
Şekil 4.12 Argon atmosferinde 1300 °C'de 2 saat süre ile sinterlenen MAX-Ar-1300-2h numunesinin Rietveld Analizi sonucu

Argon atmosferinde 1300 °C'de 2 saat süre ile sinterlenen MAX-Ar-1300-2h numunesinin Rietveld Analizi sonucunda numune yapısında ağırlıkça yüzde 96.51 oranında Ti_3SiC_2 fazı, yüzde 3.08 oranında SiC ve yüzde 0.41 oranında grafit tespit edilmiştir.



Şekil 4.13 Argon atmosferinde 1350 °C'de 1 saat süre ile sinterlenen MAX-Ar-1350C-1h numunesinin Rietveld Analizi sonucu

Argon atmosferinde 1350 °C'de 1 saat süre ile sinterlenen MAX-Ar-1350-1h numunesinin Rietveld Analizi sonucunda numune yapısında ağırlıkça yüzde 99.63 oranında Ti_3SiC_2 fazı ve yüzde <0.37 oranında yapıda bulunan diğer fazlar tespit edilmiştir.



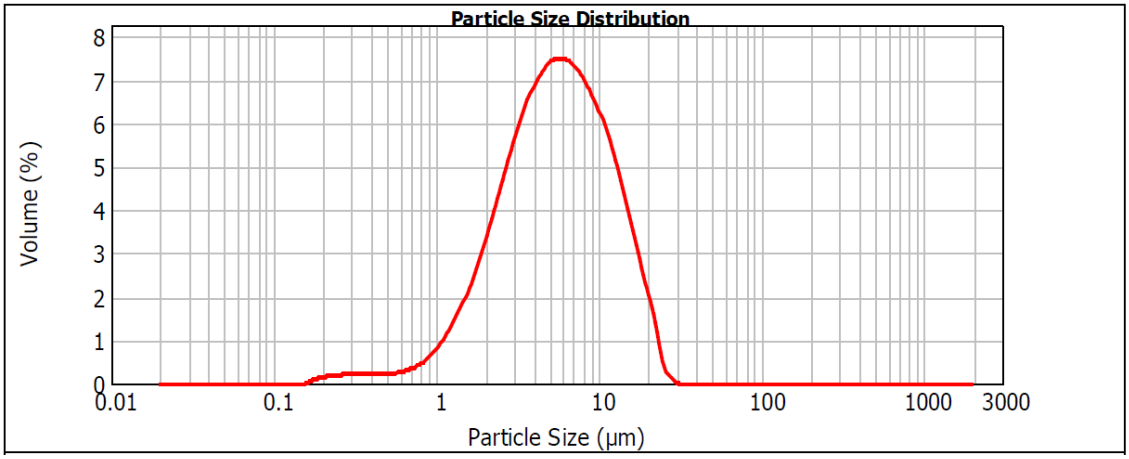
Şekil 4.14 Argon atmosferinde 1350 °C'de 2 saat süre ile sinterlenen MAX-Ar-1350-2h numunesinin Rietveld Analizi sonucu

Argon atmosferinde 1350 °C'de 2 saat süre ile sinterlenen MAX-Ar-1350-2h numunesinin Rietveld Analizi sonucunda numune yapısında ağırlıkça yüzde 99.06 oranında Ti_3SiC_2 fazı, yüzde 0,68 oranında grafit ve yüzde <0.26 oranında yapıda bulunan diğer fazlar tespit edilmiştir.

4.2.3 Tane Boyut Analizi Bulguları

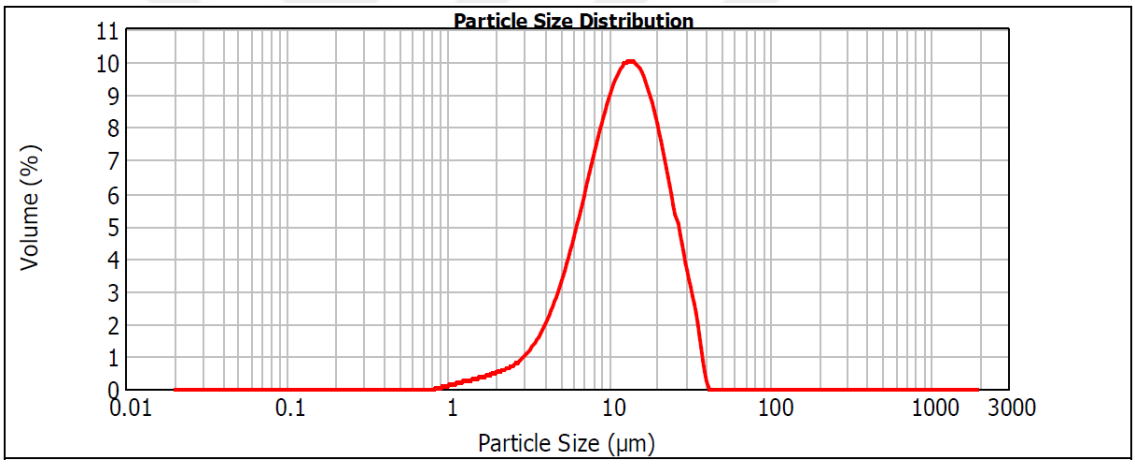
Ti_3SiC_2 sentezinde kullanılan silisyum, titanyum, titanyum karbür ve alüminyum başlangıç hammaddelerinin ve en yüksek oranda sentezlenip kumaşa aplike etmek amacıyla toz hale getirilen Ti_3SiC_2 MAX fazının tane boyut analiz sonuçları aşağıda sırası ile verilmiştir.

Ti_3SiC_2 MAX fazının eldesinde kullanılan silisyum başlangıç hammaddesinin tane boyut analizi sonucu Şekil 4.15 verilmiştir. Silisyum başlangıç hammaddesinin d10, d50 ve d90 değerleri sırasıyla 1.853, 5.466 ve 13.920 µm olarak belirlenmiştir.



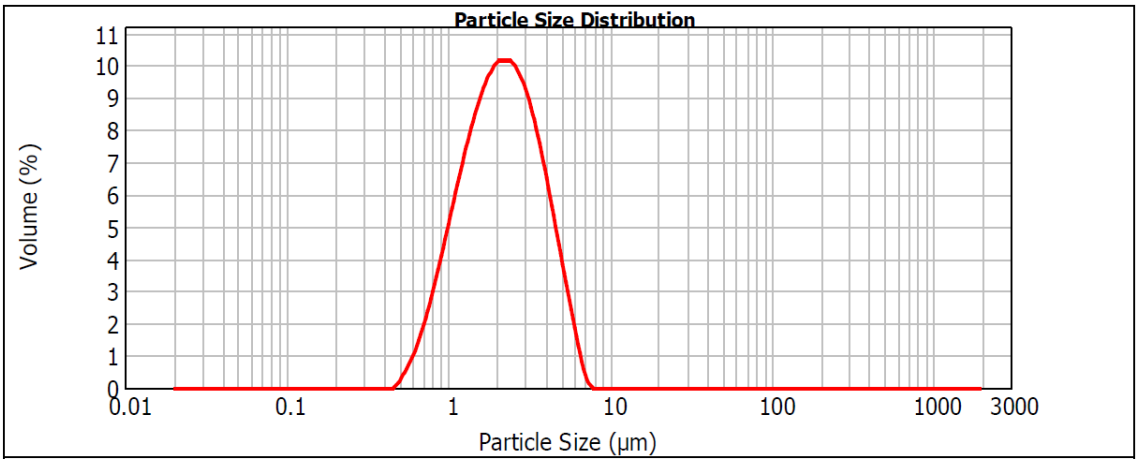
Şekil 4.15 Ti_3SiC_2 MAX fazını eldesinde kullanılan Silisyum başlangıç hammaddesinin tane boyut analizi sonucu

Ti_3SiC_2 MAX fazının eldesinde kullanılan titanyum başlangıç hammaddesinin tane boyut analizi sonucu Şekil 4.16 verilmiştir. Titanyum başlangıç hammaddesinin d10, d50 ve d90 değerleri sırasıyla 5.080, 12.363, 24.748 µm olarak tespit edilmiştir.



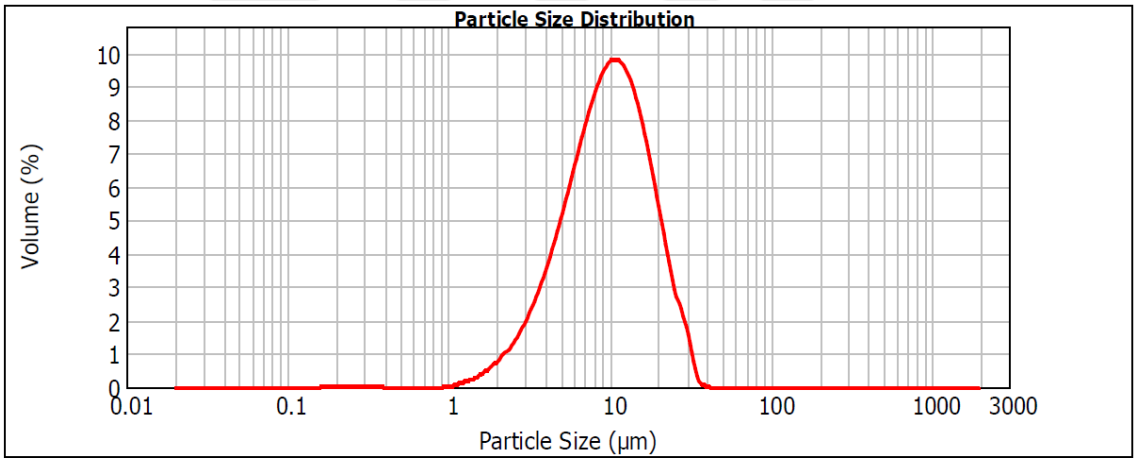
Şekil 4.16 Ti_3SiC_2 MAX fazını eldesinde kullanılan Titanyum başlangıç hammaddesinin tane boyut analizi sonucu

Ti_3SiC_2 MAX fazının eldesinde kullanılan titanyum karbür başlangıç hammaddesinin tane boyut analizi sonucu Şekil 4.17 verilmiştir. Titanyum Karbür başlangıç hammaddesinin d10, d50 ve d90 değerleri sırasıyla 1.00, 2.12, 4.249 µm olarak belirlenmiştir.



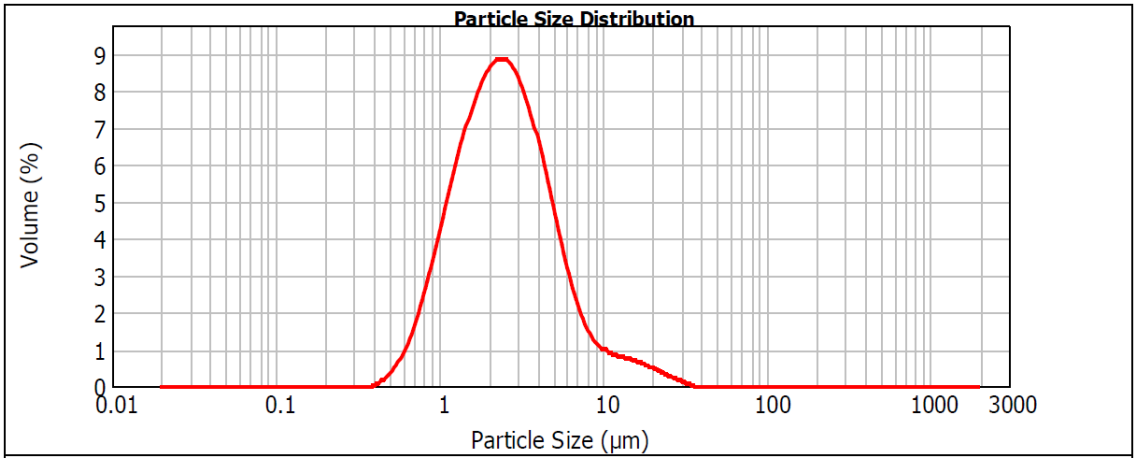
Şekil 4.17 Ti_3SiC_2 MAX fazını eldesinde kullanılan Titanyum Karbür başlangıç hammaddesinin tane boyut analizi sonucu

Ti_3SiC_2 MAX fazının saf olarak elde edilmesi amacıyla toz kompozisyonuna harici ilave edilen Al başlangıç hammaddesinin tane boyut analizi sonucu Şekil 4.17 verilmiştir. Tane boyut analizinde harici ilave edilen Al başlangıç hammaddesinin d10, d50 ve d90 değerleri sırasıyla 3.98, 9.769, 20.045 µm olarak belirlenmiştir.



Şekil 4.18 Ti_3SiC_2 MAX fazının saf olarak elde edilmesi amacıyla toz kompozisyonuna harici ilave edilen Al başlangıç hammaddesinin tane boyut analizi

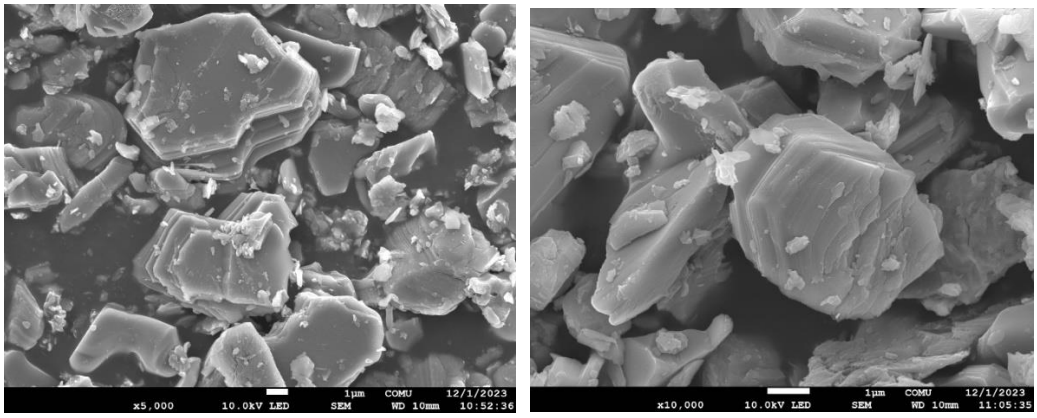
Ti_3SiC_2 MAX fazı bileşiğini sentezlemek üzere uygun stokiyometride hazırlanan titanyum, silisyum ve titanyum karbür hammaddelerinin tane boyut analizi sonucu Şekil 4.19 verilmiştir. Hazırlanan kompozisyonun d10, d50 ve d90 değerleri sırasıyla 1.049, 2.43 ve 6.139 µm olarak tespit edilmiştir. Titanyum, silisyum ve titanyum karbür hammaddelerinin ağırlıkça oranları Bölüm 3.1.1'de verilmiştir.



Şekil 4.19 Ti_3SiC_2 sentezlemek amacıyla uygun stokiyometride hazırlanan hammaddelerin tane boyut analizi sonucu

Argon atmosferi altında 1350 °C de 1 saat süre gerçekleştirilen üretim parametrelerinde en yüksek saflıkta Ti_3SiC_2 sentezlendiği Rietveld Analizi'nde belirlenmiştir (Bkz Bölüm 4.2.2.2). Bu şartlar altında üretilen numune kırılıp 200 mesh elek numarasına sahip olan elekten geçirildikten sonra gezegensel değirmen ile 450 rpm hızında 24 saat süre ile öğütülmüştür.

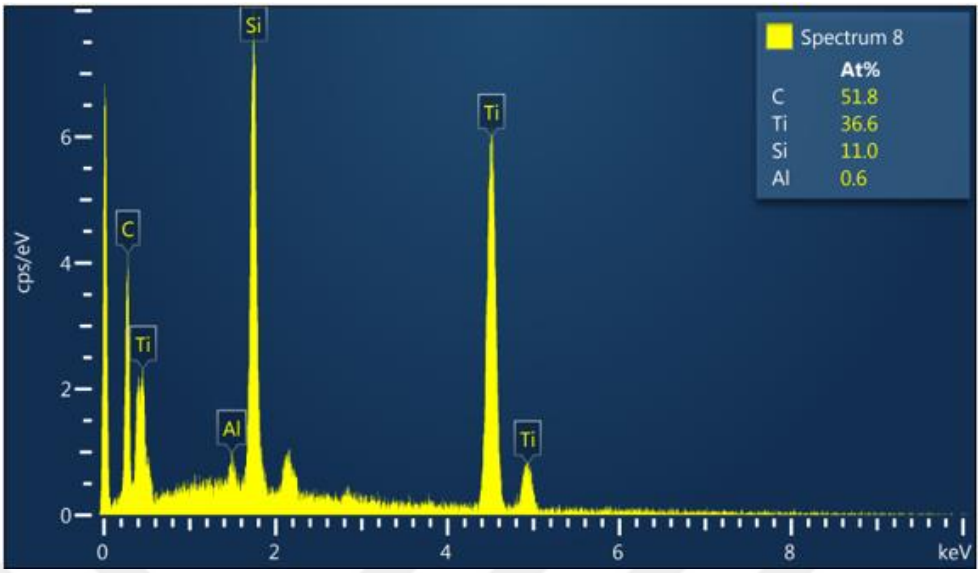
4.2.4 SEM Analiz Bulguları



Şekil 4.20 Üretilen MAX Fazlara ait SEM görüntüleri

Şekil 4.20'de üretilen MAX faz tozlarına ait alınan SEM görüntüleri paylaşılmıştır. Bu görüntülerde oluşması beklenen katmanlı yapının oluştuğu rahatlıkla gözlemlenmektedir. SEM analiz bulguları tozlara uygulanan diğer analizleri destekler nitelikte olup katmanlı MAX faz yapısının oluştuğunu göstermektedir.

4.2.5 EDX Analiz Bulguları



Şekil 4.21 Üretilen MAX faz tozlarına ait EDX sonuçları

Üretilen MAX faz tozlarına ait EDX analiz sonuçlarında, yapıda Ti, Si, C ve Al elementlerinin olduğu tespit edilmiştir. Şekil 4.21' de görüleceği üzere, yapıdaki Al elementi varlığı eser miktarda olup üretim sırasındaki işlemlerde kullanılan Al kaynaklı yapıda kaldığı ancak miktar olarak göz ardı edilebilir olduğunu söylemek mümkündür. Diğer elementler, stokiyometrik olarak incelendiğinde ise yapıda fazla miktarda C çıktığı görülmüştür. Üretimin grafit potalarda yapılmasından dolayı C miktarında artış olduğu söylenebilir.

4.3 Ti_3SiC_2 MAX Fazının Kumaşa Kaplanması

Ti_3SiC_2 MAX Fazının Kumaşa Kaplanması prosesinde elde edilen kumaş gramajı, kumaş tutumu ve Elektromanyetik Kalkanlama bulguları aşağıdaki alt başlıklarda sırası ile verilmiştir.

4.3.1 Kumaş Gramajı Bulguları

Kaplama işlemi görmemiş pamuklu kumaş ile MAX faz bileşiği kaplanmış pamuklu kumaşa ait gramaj ölçümleri için Şekil 4.22'de gösterilen aparat kullanılmıştır. Kumaşlardan 10cm çapında parçalar kesmek için kullanılan cihaz ile alınan numuneler hassas terazide tartılarak gramaj değerleri tespit edilmiştir.

Şekil 4.22 Kumaş gramaj ölçümü için numune alma aparatı

Yapılan ölçümler 5 tekrarlı olarak gerçekleştirilmiş ve ortalamaları alınmıştır. Yapılan ölçümlerde gramaj değerlerinde kayda değer bir sapma olmadığı ve buradan yola çıkarak, yapılan kaplama işleminin her numunede aynı şekilde uygulandığı söylenebilir. Yapılan ölçümler sonucunda ham kumaş gramajı 125 g/m^2, MAZ faz bileşiği kaplanmış kumaş gramajı ise 215 g/m^2 olarak tespit edilmiştir. 5 yıkama sonrası gramaj tayinleri yapılan kumaşlarda ise ağırlık kaybını <%1 olduğu tespit edilmiştir.

4.3.2 Kumaş Tutumu Bulguları

Öznel yöntem ile değerlendirilmiştir. 10 kişilik bir grubun laboratuvar ortamında kumaşlara dokunarak 1 ile 10 arasında (1 çok sert, 10 çok yumuşak) bir değer vermeleri istenmiştir. Kumaşları test edecek kişilerin kumaşları görmeden sadece dokunarak bir değer vermeleri için delikli bir kutu içerisine kumaş yerleştirilip, kişinin kutu içerisine ellerini sokarak kumaşı görmeden değerlendirmesi sağlanmıştır. Kaplanmamış kumaş da kontrol numunesi olarak aynı şekilde tutum testine tabi olmuş ve gerekli kıyaslama ve yorumlar yapılmıştır.

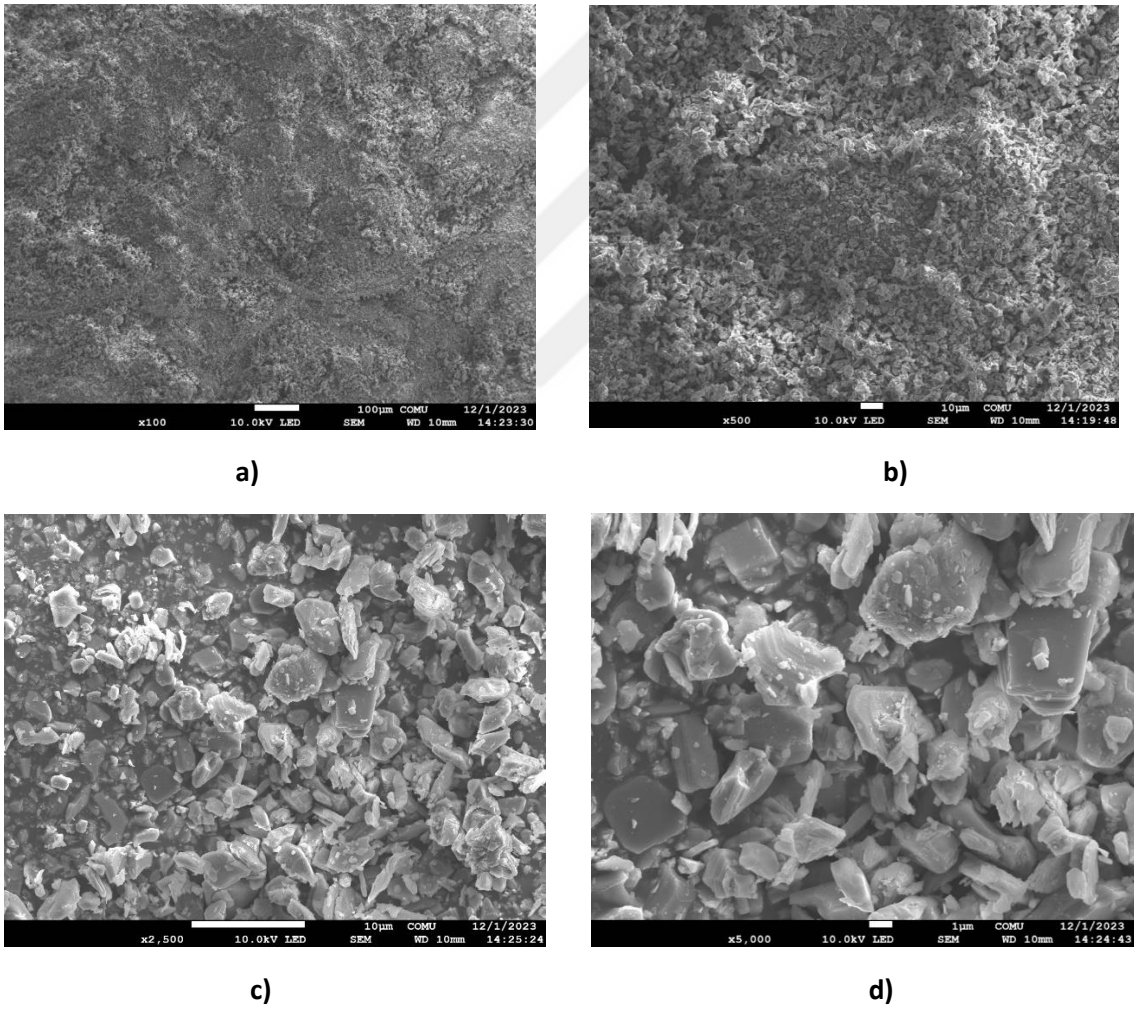
Genelleme yapıldığında, örgü konstrüksiyonu gereği dokuma kumaşlar örme kumaşlardan daha sert bir tutuma sahiptir. Bu çalışmada MAX fazın aplike edildiği kumaş 28 tel/cm atkı sıklığı ve 32 tel/cm çözgü sıklığına sahip %100 pamuk bezayağı dokuma kumaş olduğundan öznel değerlendirmede, hiçbir değerlendirici tarafından çok yumuşak olarak değerlendirilmemiştir. Kumaşlara ait verilen değerlendirici puanları Tablo 4.2'de verilmiştir.

Tablo 4.2 Kumaş tutumu öznel değerlendirme bulguları

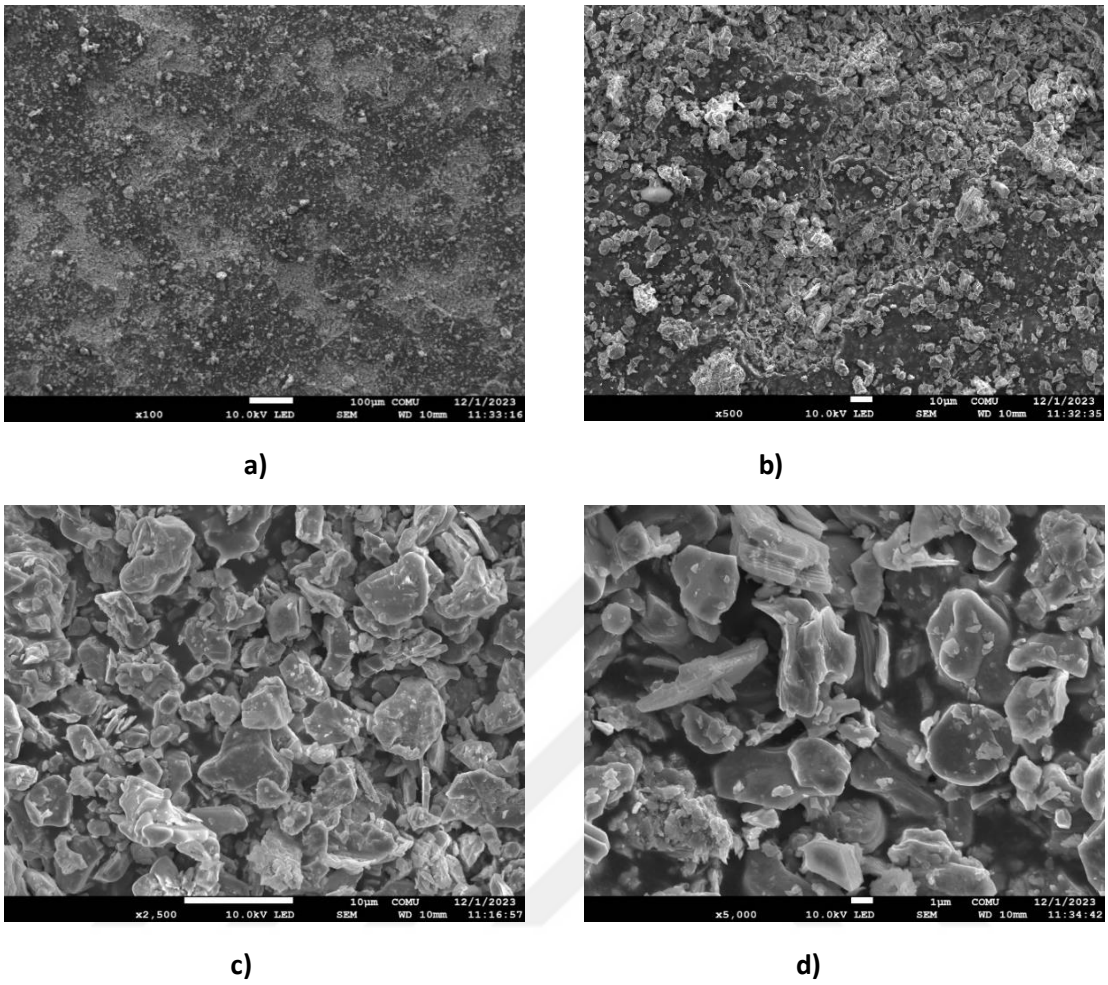
Değerlendirici No	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**	**7**	**8**	**9**	**10**
İşlem Görmemiş Kumaş	7	7	8	7	6	7	6	7	8	6
MAX Faz Kaplanmış Kumaş	4	5	5	4	4	5	4	5	6	4

Tablo 4.2'ye bakıldığında, işlem örmemiş kumaşın 6 ila 8 arasında değerlendirildiğini, MAX faz aplike edilmiş kumaşın ise 4 ila 6 arasında değerlendirildiğini görmekteyiz. İşlem görmüş ve işlem görmemiş kumaş arasındaki farkın ise değerlendiriciye göre değişmekle birlikte en fazla 3 puan en az 1 puan olduğu görülmektedir. Ortalama bir değer belirlenmesi gerekirse işlem görmemiş kumaş için 6.9 iken işlem görmüş kumaş için 4.6 olmuştur. Gerçekleştirilen öznel tutum testi verileri ışığında MAX faz kaplanmış kumaşın, kaplanmamış kumaşa göre tutumunda bir miktar sertleşme olduğunu söylemek mümkündür.

4.3.3 SEM Analiz Bulguları



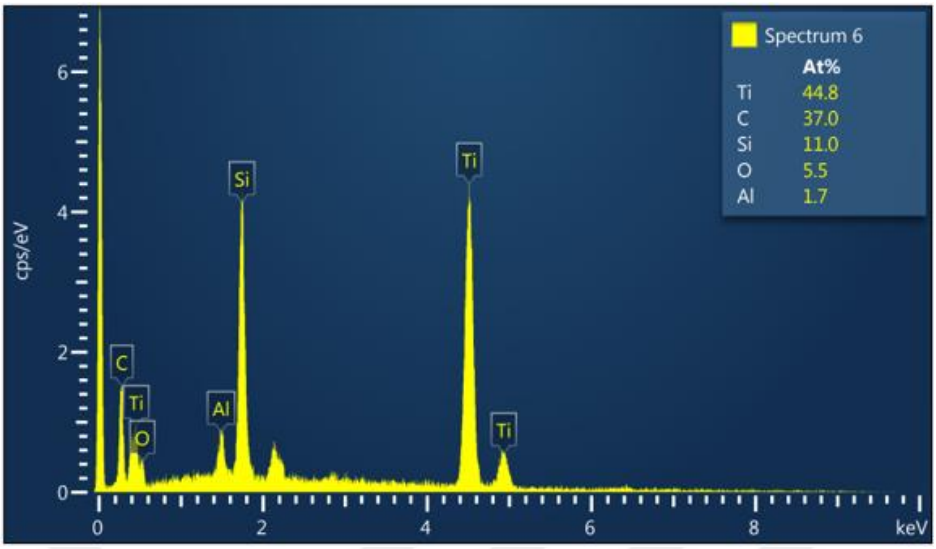
Şekil 4.23 MAX Faz kaplanmış yıkanmamış kumaş SEM görüntüleri **a)**100 kat büyütülmüş **b)** 500 kat büyütülmüş **c)** 2500 kat büyütülmüş **d)** 5000 kat büyütülmüş



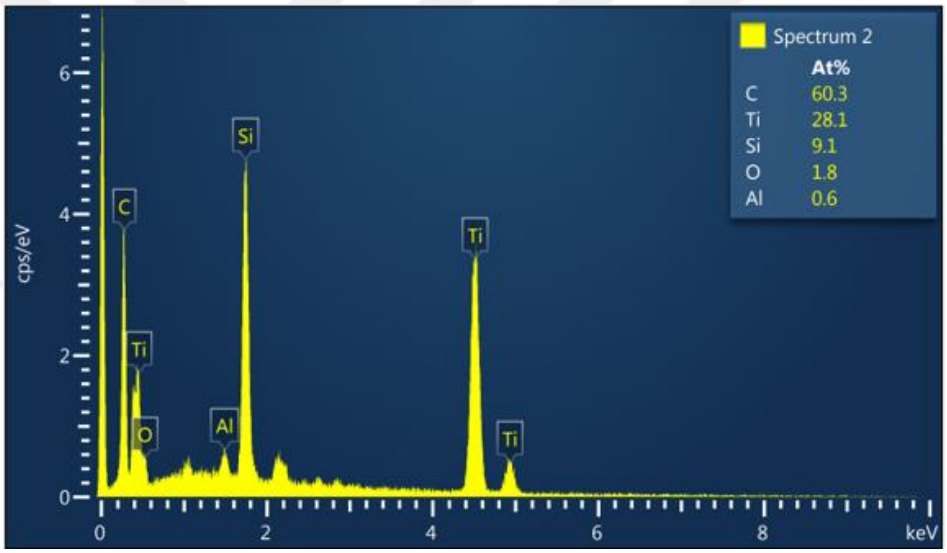
Şekil 4.24 MAX Faz kaplanmış yıkanmış kumaş SEM görüntüleri **a)** 100 kat büyütülmüş **b)** 500 kat büyütülmüş **c)** 2500 kat büyütülmüş **d)** 5000 kat büyütülmüş

Şekil 4.23'de MAX faz tozları kaplanmış kumaşlara ait 100x, 500x, 2500x ve 5000x büyütme ile alınan SEM görüntüleri, Şekil 4.24'de ise MAX faz tozları kaplanmış kumaşlara ait 100x, 500x, 2500x ve 5000x büyütme ile alınan SEM görüntülerine yer verilmiştir. SEM görüntülerinde hem yıkanmamış hem de 5 yıkama işlemi görmüş numunelerde, MAX faz tozlarının kumaş yüzeyindeki varlığı görsel olarak kanıtlanmıştır. Yüksek büyütme oranlarında alınan görüntülerde MAX faz yapıların karakteristik katmanlı yapısını ayırt etmek mümkündür.

4.3.4 EDX Analiz Bulguları



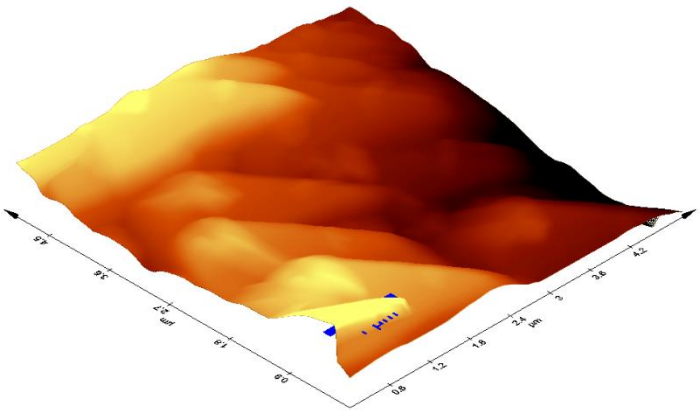
Şekil 4.25 MAX Faz kaplanmış yıkanmamış kumaş EDX analiz bulguları



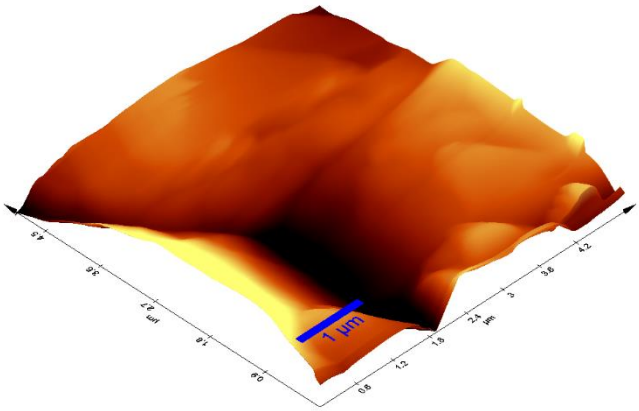
Şekil 4.26 MAX Faz kaplanmış yıkanmış kumaş EDX analiz bulguları

Üretilen MAX faz tozları kaplanmış kumaş numunesine ait EDX sonucu ile MAX faz tozları kaplanmış ve sonrasında 5 tekrarlı yıkamaya tabi tutulmuş kumaş numunesine ait EDX sonucu sırasıyla Şekil 4.25 ve Şekil 4.26'da verilmiştir. Burada da MAX faz tozlarına uygulanan EDX analizinde rastladığımız çok düşük yüzdedeki Al elementinin varlığı görülmektedir. İşlemler sırasında kullanılan az miktardaki Al elementinin eser miktarda yapıda kaldığı söylenebilir. MAX faz tozlarına ait EDX'de olmayan ancak kumaşa kapladıktan sonraki EDX analizlerinde gördüğümüz O elementi varlığı ile stokiyometrik oranların dışındaki C fazlalığının MAX faz tozlarının kaplandığı pamuklu kumaştan kaynaklı olduğu düşünülmektedir. AFM analizlerinden elde edilen topografik görüntüler bu görüşü desteklemektedir.

4.3.5 AFM Analiz Bulguları



Şekil 4.27 MAX Faz kaplanmış yıkanmamış kumaş AFM topografyası

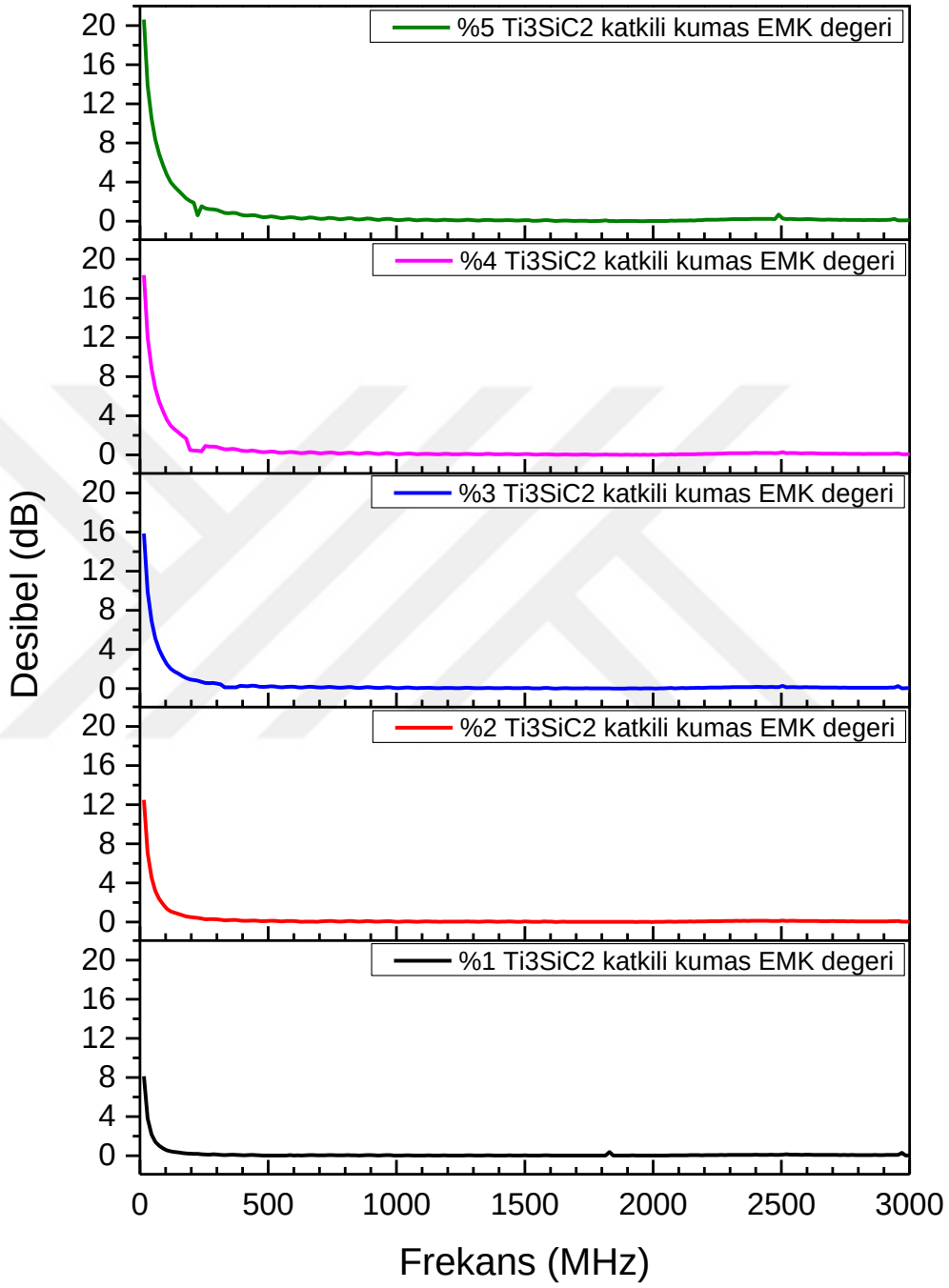


Şekil 4.28 MAX Faz kaplanmış yıkanmış kumaş AFM topografyası

Üretilen MAX faz tozları ile kaplanmış kumaşlar yıkama öncesi ve 5 yıkama sonrası yüzey pürüzlülüğünün değerlendirilmesi için atomik kuvvet mikroskobu ile yüzey topografyaları alınmış ve Şekil 4.27 ile Şekil 4.28'de verilmiştir. Görüntülerdeki açıklık ve koyuluk farkı arttıkça pürüzlülüğün arttığını söylemek mümkündür. Yapılan ölçümlerde, Şekil 4.27'de verilen MAX faz tozları aplike edilmiş ancak yıkanmamış kumaş numunesi için RMS pürüzlülük değerinin 320 nm civarında olduğu, Şekil 4.28'de verilen MAX faz tozları aplike edildikten sonra 5 yıkama uygulanmış kumaş numunesi için RMS pürüzlülük değerinin 361 nm civarında olduğu görülmüştür. 5 yıkama sonrası toplam ağırlığın sadece <%1 olsa da kumaşa tam olarak aplike olamayan ve yapıdan uzaklaşan az miktardaki MAX faz tozundan kaynaklı olarak pürüzlülüğün bir miktar arttığı yönünde yorumlanmıştır.

4.3.6 Elektromanyetik Kalkanlama Bulguları

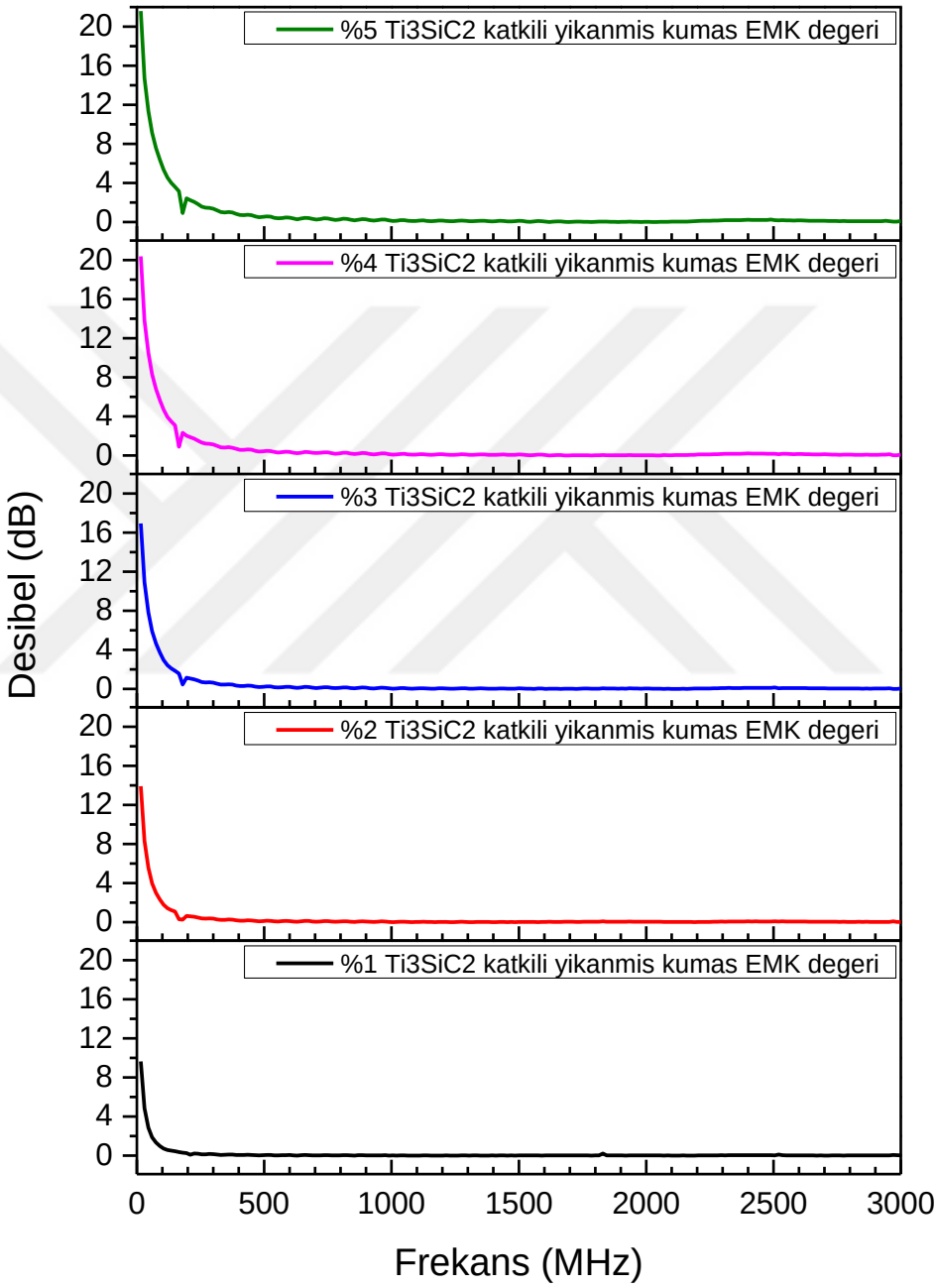
Ti_3SiC_2 MAX faz bileşenin aplike edildiği bezayağı pamuklu kumaşa ait gerçekleştirilen elektromanyetik kalkanlama test sonucu Şekil 4.29'da verilmiştir.



Şekil 4.29 Farklı yüzdelerde Ti_3SiC_2 katkılı yıkanmamış kumaşa ait elektromanyetik kalkanlama değeri

Çalışma kapsamında üretilen, Ti_3SiC_2 MAX faz tozlarının aplike edildiği kumaş numunelerinin elektromanyetik kalkanlama özellikleri 0-3000 MHz frekans aralığında analiz edilmiştir. Yapıdaki MAX faz tozunun elektromanyetik kalkanlama özelliği üzerine etkisini görebilmek için farklı miktarlarda MAX faz tozu aplike edilmiş kumaşlar

elektromanyetik kalkanlama testine tabi tutulmuştur. Şekil 4.29'de verilen Ti_3SiC_2 katkılı yıkanmamış kumaşa ait elektromanyetik kalkanlama değerleri incelendiğinde, artan MAX faz miktarı ile düşük frekanslardaki elektromanyetik kalkanlama etkinliğinin arttığı ve %5 Ti_3SiC_2 MAX faz tozu aplike edilmiş kumaş için > 20 dB kalkanlama değeri tespit edilmiştir.



Şekil 4.30 Farklı yüzdelerde Ti_3SiC_2 katkılı yıkanmış kumaşa ait elektromanyetik kalkanlama değeri

Benzer trend, üretilen Ti_3SiC_2 MAX faz tozlarının aplike edildiği ve sonrasında 5 yıkama uygulanmış olan kumaş numunelerinin elektromanyetik kalkanlama test sonuçlarında da görülmüştür. Yapıdaki MAX faz tozunun elektromanyetik kalkanlama

özelliği üzerine etkisini görebilmek için farklı miktarlarda MAX faz tozu aplike edilmiş yıkanmış kumaşlar elektromanyetik kalkanlama testine tabi tutulmuştur. Şekil 4.30'de verilen Ti_3SiC_2 katkılı yıkanmış kumaşa ait elektromanyetik kalkanlama değerleri incelendiğinde, artan MAX faz miktarı ile düşük frekanslardaki elektromanyetik kalkanlama etkinliğinin arttığı, frekansın yükselmesi ile elektromanyetik kalkanlama özelliğinin azaldığı tespit edilmiştir. 5 yıkama uygulanmış numunelerde de >20 dB'lik bir kalkanlama değerine ulaşılmıştır. MAX faz miktarının daha da artırılması ile daha yüksek kalkanlama değerlerine ulaşılması mümkün olabilecektir.

Elde edilen sonuçlar, elektromanyetik ekranlama elemanı olarak kullanılacak tekstil malzemelerinin sınıflandırılması kapsamında değerlendirildiğinde, profesyonel kullanım için yeterli kalkanlama değerine sahip olmadığı ancak genel kullanım için belirlenen sınıfta, ekranlama etkinliği "ÇOK İYİ" olarak değerlendirilen sınıfta yer aldığı görülmüştür. Bu durumda, genel amaçlı sınıfta elektromanyetik kalkanlama tekstilleri için düşük frekanslarda kullanıma uygun olarak değerlendirmek mümkündür.

4.3.7 Tutuşma ve Yanma Davranışına Ait Bulgular

Üretilen MAX faz tozlarının aplike edildiği kumaşlara, tutuşma ve yanma davranışlarını incelemek üzere, EN ISO 15025 sınırlandırılmış alev sıçraması standart test yöntemi uygulanmıştır. Değerlendirme yapabilmek için test işlem görmemiş yani kaplanmamış kumaşa, MAX faz kaplanmış kumaşa ve 5 yıkamaya tabi tutulmuş kumaşa uygulanmıştır.

Bu analizde olması beklenen durumlar; işlem sırasında hiçbir numunenin üste veya herhangi bir yan kenara alev yaymaması, hiçbir numunede erime olmaması, hiçbir numunede delik olmaması; ortalama alevli yanma ile ortalama korlu yanma sürelerinin 2 saniyeden daha uzun olmaması önemlidir.

MAX faz kaplanmamış, kontrol numunesi olmak üzere analizi yapılan %100 pamuk bezayağı dokuma kumaşın üste ve yan kenarlara alev yaydığı, bir miktar erime meydana geldiği, numunede delik oluştuğu ve hem ortalama alevli yanma süresinin hem de ortalama korlu yanma süresinin 2 saniyenin altında olduğu tespit edilmiştir.

MAX faz kaplanmış kumaşlarda ise alevli yanma ve ortalama korlu yanma sürelerinin 2 saniyenin üzerinde olduğu ancak tutuştuktan sonra bir miktar erime meydana geldiği ve delik oluştuğu, alevin üste ve yan kenarlara yayıldığı tespit edilmiştir. Sıcaklık dayanımı 1500 °C'de olan MAX faz ile kaplanmış kumaşta meydana gelen beklenmedik tutuşmanın nedeni araştırılmıştır. Bu amaçla, MAX faz tozları temiz bir cam

üzerine konulmuş ve yakın mesafeden aleve maruz bırakılmıştır. MAX faz tozlarının tutuşmadığı rapora eklenen videoda görülmektedir. Bu nedenle, tutuşmaya sebebiyet verenin MAX faz tozlarının kumaşa aplikasyonunda kullanılan varak baskı tutkalı olduğunu söylemek mümkündür. Bu durumda, afinitesi olmadığı için emdirme yöntemi ile uygulayamadığımız MAX faz tozlarını kaplama ile kumaşa aplike etme işlemi başarılıdır ancak bağlayıcı kaynaklı sorun yaşanmıştır.

5. TARTIŞMA, SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında Si, Ti, TiC ve Al başlangıç hammaddelerinden atmosfer kontrollü fırın kullanarak Ti_3SiC_2 sentezlenmiştir. Literatürde daha önce yapılan çalışmalar incelendiğinde Ti_3SiC_2 MAX fazının yüksek saflıkta eldesinin Ti, Si ve C faz diyagramına göre çok dar bir aralıkta elde edilmektedir. Bunun yanında, silisyumun Ti_3SiC_2 sentez sıcaklıklarında uçucu hale gelmesi yapıdan uzaklaşmasına sebep olmakta Ti_3SiC_2'ün stokiyometrisinin bozulmasına neden olmaktadır. Bu nedenle, Ti_3SiC_2 MAX fazının sentezinin oldukça zor ve karmaşık bir proses olduğu görülmektedir. Literatürde yapılan çalışmalarda SiC, TiC ve $TiSi_2$ gibi fazlar Ti_3SiC_2 sentezi esnasında bu fazın yanında kendiliğinden kompozit yapı olacak şekilde ortaya çıkmaktadır.

Numunelerin genelinde artan sinterleme sıcaklığı ve süresine bağlı olarak bulk yoğunluk ve yüzde teorik yoğunluk değerleri artış gözlemlenmiştir. Tez çalışması kapsamında hazırlanan numunelerde en düşük yüzde 88.30, en yüksek yüzde 98.57 oranında teorik yoğunluğa erişildiği sonucu elde edilmiştir.

Rietveld Analizi sonucunda, en yüksek Ti_3SiC_2 MAX fazının Argon atmosferinde 1350 °C'de 1 saat süre ile sinterlenen numuneden elde edildiği belirlenmiştir. MAX-Ar-1350-1h numunesinin yapısında ağırlıkça yüzde 99.63 oranında Ti_3SiC_2 fazı tespit edilmiştir. Oluşan MAX faz yapıları SEM görüntüleri ve EDX elemental analizi ile de desteklenmiştir.

MAX faz tozlarının EDX analiz sonuçlarında yapıda Ti_3SiC_2 stokiyometrisinden daha yüksek miktarda karbon tespit edilmiştir. Grafit pota ile gerçekleştirilen üretim sonucunda karbonun MAX yapısı içerisine difüze olması sonucunda stokiyometride artışa sebep olduğu değerlendirilmiştir. Kalıntı karbonun ikincil bir ısıl işlemle (600 °C) yapıdan uzaklaştırılması mümkündür. Ayrıca, yıkanmış ve yıkanmamış kumaşların SEM-EDX analizlerinde karbon içeriğinin daha yüksek olduğu belirlenmiştir. Bu durum, pamuklu kumaş malzemesinin karbon içerikli olmasından kaynaklanmaktadır. Yıkanmış kumaşta daha yüksek karbon görülmesi de yıkama sonrasında MAX kaplamasının bir miktar yapıdan uzaklaşması sonucu kaplama kalınlığının azalarak pamuklu kumaştan gelen karbon sinyal miktarının artması sonucu oluştuğu şeklinde değerlendirilmiştir. Benzer şekilde, MAX fazın yapısında olmayıp, yıkanmış ve yıkanmamış kumaşların EDX sonuçlarında görülen oksijen piklerinin de pamuklu kumaştan geldiği belirlenmiştir.

MAX faz tozları başarılı bir şekilde %100 pamuk bezayağı dokuma kumaşa aplike edilmiştir. SEM görüntülerinde katmanlı karakteristik yapısı ile bilinen MAX faz yapıları

görülmüştür. Ti, Si ve C elementlerinin varlığı EDX analizi ile kanıtlanmıştır. Yıkanmış ve yıkanmamış kumaşların yüzey topografyaları AFM ile alınmıştır. Yıkanmış kumaşların pürüzlülük değerinin yıkama sırasında az da olsa meydana gelen toz kaybı nedeniyle yıkanmamış kumaşlara göre bir miktar arttığı tespit edilmiştir.

Elektromanyetik kalkanlama ve sınırlandırılmış alev sıçrama testi sonuçlarına bakıldığında MAX faz aplike edilmiş kumaşlarda yıkanmış ve yıkanmamış kumaşların değerlerinde kayda değer farklara rastlanmamıştır. MAX faz miktarının artması ile kumaşta elektromanyetik kalkanlama etkinliğinin arttığı tespit edilmiş, alev testinde ise MAX faz tozlarının kumaşa aplikasyonu sırasında kullanılan varak baskı tutkalından kaynaklı tutuşma meydana geldiği tespit edilmiştir. Kumaşların güç tutuşurluk için kullanılabilmeleri için MAX faz tozlarının farklı bir yöntem ile kumaşa aplike edilmesi ya da tutuşmaya sebebiyet vermeyecek bir bağlayıcı kullanılmasına dikkat edilmesi gerekmektedir.

Sonuç olarak, genel amaçlı elektromanyetik kalkanlama uygulamaları için yapılan sınıflandırmaya göre iyi bir kalkanlama etkinliğine sahip olduğu tespit edilen MAX faz aplike edilmiş kumaşlar belirli uygulama alanları için kullanılabileceği ancak öznel tutum değerlendirmeleri sonucunda tespit edilen kumaş tutumda meydana gelen değişiklik göz önünde bulundurulduğunda, uygulama alanlarının giyilebilir tekstillerden çok döşemelik ve fon perdelik kumaşlar gibi kullanım alanları için daha uygun olacağı kanaati oluşmuştur.

6. KAYNAKLAR

[1] Z. Naeem, Health risks associated with mobile phones use, International journal of health sciences 237(3122) (2014) 1-2.

[2] M.W. Barsoum, MAX phases: properties of machinable ternary carbides and nitrides, John Wiley & Sons2013.

[3] R. Yılmaz, Elektromanyetik kalkanlama özelliği olan malzemeler, Ejovoc (Electronic Journal of Vocational Colleges) 4(1) (2014) 136-150.

[4] M. Barsoum, T. El-Raghy, The MAX Phases: Unique New Carbide and Nitride Materials, American Scientist 89(4) (2001).

[5] M. Sokol, V. Natu, S. Kota, M.W. Barsoum, On the chemical diversity of the MAX phases, Trends in Chemistry 1(2) (2019) 210-223.

[6] E. Altuncu, S. Türkan, E. Saka, A. Atasoy, Max fazi alaşimlari ve termo-fiziksel özellikleri, Journal of Aeronautics and Space Technologies (Havacilik ve Uzay Teknolojileri Dergisi) 8(1) (2015) 1-12.

[7] M.W. Barsoum, T. Zhen, S.R. Kalidindi, M. Radovic, A. Murugaiah, Fully reversible, dislocation-based compressive deformation of Ti3SiC2 to 1 GPa, Nat Mater 2(2) (2003) 107-11.

[8] M. Barsoum, T. El-Raghy, C. Rawn, W. Porter, H. Wang, E. Payzant, C. Hubbard, Thermal properties of Ti3SiC2, Journal of Physics and Chemistry of Solids 60(4) (1999) 429-439.

[9] I.-M. Low, Advances in Science and Technology of Mn+ 1AXn phases, (2012).

[10] M. Barsoum, G. Yaroschuk, S. Tyagi, Fabrication and characterization of M2SnC (M= Ti, Zr, Hf and Nb), Scripta Mater 37(10) (1997) 1583-1591.

[11] M.W. Barsoum, The MN+ 1AXN phases: A new class of solids: Thermodynamically stable nanolaminates, Progress in solid state chemistry 28(1-4) (2000) 201-281.

[12] M. Barsoum, J. Golczewski, H. Seifert, F. Aldinger, Fabrication and electrical and thermal properties of Ti2InC, Hf2InC and (Ti, Hf) 2InC, J Alloy Compd 340(1-2) (2002) 173-179.

[13] B.Y. Islak, E. Ayas, Evaluation of properties of spark plasma sintered Ti3SiC2 and Ti3SiC2/SiC composites, Ceram Int 45(9) (2019) 12297-12306.

[14] N. Vicente, A. Fedrizzi, N. Bazzanella, F. Casari, F. Buccioti, A. Molinari, Microstructure of interface of SPS co-sintered and sinter bonded cp2-Ti and Co–28Cr–6Mo, Powder metallurgy 56(2) (2013) 143-148.

[15] E. Olevsky, L. Froyen, Constitutive modeling of spark-plasma sintering of conductive materials, Scripta Mater 55(12) (2006) 1175-1178.

[16] D.I. Yushin, A.V. Smirnov, N.W. Solis Pinargote, P.Y. Peretyagin, R. Torrecillas San Millan, Modeling process of spark plasma sintering of powder materials by finite element method, Materials Science Forum, Trans Tech Publ, 2015, pp. 41-50.

[17] N. Saheb, Z. Iqbal, A. Khalil, A.S. Hakeem, N. Al Aqeeli, T. Laoui, A. Al-Qutub, R. Kirchner, Spark plasma sintering of metals and metal matrix nanocomposites: a review, Journal of Nanomaterials 2012 (2012).

[18] M. Tokita, Progress of spark plasma sintering (SPS) method, systems, ceramics applications and industrialization, Ceramics 4(2) (2021) 160-198.

[19] R. Dobedoe, Spark plasma sintering of ceramics, Bulletin ECerS 1 (2003) 19-24.

[20] I.-M. Low, MAX phases and ultra-high temperature ceramics for extreme environments, IGI Global2013.

[21] L. Lü, M. Lai, L. Lü, M. Lai, Introduction to mechanical alloying, Mechanical Alloying (1998) 1-9.

[22] J.-F. Li, W. Pan, F. Sato, R. Watanabe, Mechanical properties of polycrystalline Ti3SiC2 at ambient and elevated temperatures, Acta Materialia 49(6) (2001) 937-945.

[23] N.C. Ghosh, S.P. Harimkar, Microstructure and wear behavior of spark plasma sintered Ti3SiC2 and Ti3SiC2–TiC composites, Ceram Int 39(4) (2013) 4597-4607.

[24] J. Zhang, L. Wang, W. Jiang, L. Chen, Effect of TiC content on the microstructure and properties of Ti3SiC2–TiC composites in situ fabricated by spark plasma sintering, Materials Science and Engineering: A 487(1-2) (2008) 137-143.

[25] Z. Sun, Progress in research and development on MAX phases: a family of layered ternary compounds, International Materials Reviews 56(3) (2011) 143-166.

[26] S. Yang, Z.-M. Sun, H. Hashimoto, Formation of Ti3SiC2 from Ti-Si-TiC powders by pulse discharge sintering (PDS) technique, Materials Research Innovations 7(4) (2003) 225-230.

[27] N.C. Ghosh, Synthesis and Tribological Characterization of in-situ Spark Plasma Sintered Ti3SiC2 and Ti3SIC2-TiC Composites: Degree of Master of Science.-Dhaka, Bangladesh, 2009, (2009).

[28] Z. Zhang, Z. Sun, H. Hashimoto, T. Abe, Application of pulse discharge sintering (PDS) technique to rapid synthesis of Ti3SiC2 from Ti/Si/C powders, J Eur Ceram Soc 22(16) (2002) 2957-2961.

[29] Z. Zhang, Z. Sun, H. Hashimoto, Rapid synthesis of ternary carbide Ti3SiC2 through pulse-discharge sintering technique from Ti/Si/TiC powders, Metallurgical and Materials Transactions A 33(11) (2002) 3321-3328.

[30] N. Gao, J. Li, D. Zhang, Y. Miyamoto, Rapid synthesis of dense Ti3SiC2 by spark plasma sintering, J Eur Ceram Soc 22(13) (2002) 2365-2370.

[31] Z. Zhang, Z. Sun, H. Hashimoto, Low temperature synthesis of Ti3 SiC2 from Ti/SiC/C powders, Materials science and technology 20(10) (2004) 1252-1256.

[32] Z. Zhang, Z. Sun, H. Hashimoto, T. Abe, A new synthesis reaction of Ti3SiC2 through pulse discharge sintering Ti/SiC/TiC powder, Scripta Mater 45(12) (2001) 1461-1467.

[33] Z.-F. Zhang, Z.-M. Sun, H. Hashimoto, T. Abe, A new synthesis reaction of Ti3SiC2 from Ti/TiSi2/TiC powder mixtures through pulse discharge sintering (PDS) technique, Materials Research Innovations 5(3-4) (2002) 185-189.

[34] Y. Zou, Z.M. Sun, S. Tada, H. Hashimoto, Synthesis reactions for Ti3SiC2 through pulse discharge sintering TiH2/Si/TiC powder mixture, Materials Research Bulletin 43(4) (2008) 968-975.

[35] J. Zhu, Effect of aluminum on the reaction synthesis of ternary carbide Ti3SiC2, Scripta Mater 49(7) (2003) 693-697.

[36] J.Q. Zhu, B.C. Mei, Effect of aluminum on synthesis of Ti3SiC2 by spark plasma sintering (SPS) from elemental powders, J Mater Synth Proces 10(6) (2002) 353-358.

[37] J. Zhang, L. Wang, W. Jiang, L. Chen, Fabrication of high purity Ti3SiC2 from Ti/Si/C with the aids of Al by spark plasma sintering, J Alloy Compd 437(1-2) (2007) 203-207.

[38] A.M. Cruise, J. Bowles, Principles of space instrument design(Book), Cambridge, United Kingdom and New York: Cambridge University Press(Cambridge Aerospace Series. 9 (1998).

[39] P. Isberg, T. Hultman, L. Liljenberg, U. Jansson, A new compound reduces contact wear, ABB review (1) (2004) 64-66.

[40] X. Yin, S. He, L. Zhang, S. Fan, L. Cheng, G. Tian, T. Li, Fabrication and characterization of a carbon fibre reinforced carbon–silicon carbide–titanium silicon carbide hybrid matrix composite, Materials Science and Engineering: A 527(3) (2010) 835-841.

[41] S.L. Shi, W. Pan, M.H. Fang, Z.Y. Fang, Reinforcement of hydroxyapatite bioceramic by addition of Ti3SiC2, Journal of the American Ceramic Society 89(2) (2006) 743-745.

[42] S.L. Shi, W. Pan, Machinable Ti3SiC2/hydroxyapatite bioceramic composites by spark plasma sintering, Journal of the American Ceramic Society 90(10) (2007) 3331-3333.

[43] W. Fung, Coated and laminated textiles, Woodhead Publishing2002.

[44] M. Kıroğlu, Levent boyama kalitesinin iyileştirilmesi yöntemleri, Bartın Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 2018.

[45] Ş.S. Uğur, M. Sarıışık, Çok Tabakalı Kaplama Yönteminin Emdirme Metoduna Göre Uygulanabilirliğinin Araştırılması, Journal of Textiles & Engineers/Tekstil ve Mühendis 23(103) (2016).

[46] www.tciinc.com/coating (Erişim tarihi: 22.01.2023).

[47] D.V. Rosato, D.V. Rosato, M. v Rosato, Plastic product material and process selection handbook, Elsevier2004.

[48] A.K. Sen, Coated textiles: principles and applications, Crc Press2007.

[49] J. Puetz, M. Aegerter, Dip coating technique, Sol-gel technologies for glass producers and users (2004) 37-48.

[50] A. Goldschmidt, H.-J. Streitberger, BASF handbook on basics of coating technology, William Andrew2003.

[51]https://silo.tips/queue/profdrulvi-avciata?&queue_id=-1&v=1681221438&u=MTYxLjkuMjAwLjQ= (Erişim Tarihi 17.12.2022).

[52] S.M. Gökalp, A. Aslan, L. Öksüz, Plazma Teknolojisi ve Kullanım Alanları, Deri Bilim 6(1) (2012) 8-16.

[53] D. Kut, C. Güneşoğlu, Poliüretan ve Poliakrilat Kaplanmış Kumaşların Performans Özelliklerinin Karşılaştırılması, Tekstil-Maraton Dergisi 5 (2005) 62-65.

[54] https://www.forbes.com/sites/lorenthompson/2015/04/16/deft-jam-electronic-warfare-is-the-face-of-future-combat/?sh=544de8cb591e (Erişim Tarihi: 11.11.2022).

[55] https://tua.gov.tr/tr/blog/havacilik-ve-teknoloji/dalgalar-ve-elektromanyetik-tayf-spektrum (Erişim Tarihi: 25.12.2022).

[56] N. Dağ, İletken tekstil yüzeylerinde elektromanyetik kalkanlama özelliğinin araştırılması, Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 2010.

[57] O. Çerezci, Elektromanyetik Kirlilik Ölçüm Çalışmaları, Elektromanyetik Alan ve Sağlık Etkileri (2012) 27.

[58] W.P. Kodali, V.P. Kodali, Engineering electromagnetic compatibility: principles, measurements, technologies, and computer models, Wiley-IEEE Press2001.

[59] https://www.resmigazete.gov.tr/eskiler/2011/04/20110421-4.htm (Erişim Tarihi: 05.12.2022).

[60] S. Celozzi, R. Araneo, G. Lovat, Electromagnetic shielding, John Wiley & Sons2008.

[61] L. Sevgi, EMC ve Korunma yöntemleri:(I) Ekranlama, Endüstriyel & (2004).

[62] S. Palamutcu, N. Dağ, Fonksiyonel tekstiller I: elektromanyetik kalkanlama amaçlı tekstil yüzeyleri, Tekstil Teknolojileri Elektronik Dergisi 3(1) (2009) 87-101.

[63] T.T. Federation, Specified Requirements of Electromagnetic Shielding Textiles, Document No, FTTS-FA-003, 2005.

[64] G. Kılıç, G. Örtlek, G. Saraçoğlu, Elektromanyetik çevre kirliliği ve bu kirlilikten korunmada tekstil çözümleri, Tekstil ve Mühendis 14 (2007).

[65] D. Akbarov, B. Baymuratov, R. Akbarov, P. Westbroek, K. De Clerck, P. Kiekens, Optimizing process parameters in polyacrylonitrile production for metallization with nickel, Textile research journal 75(3) (2005) 197-202.

[66] C. Lee, D. Lee, C. Jeong, Y. Hong, J. Shim, J. Joo, M. Kim, J. Lee, S. Jeong, S. Byun, Electromagnetic interference shielding by using conductive polypyrrole and metal compound coated on fabrics, Polymers for Advanced Technologies 13(8) (2002) 577-583.

[67] R. Lochtman, N. Wagner, J. Kaczun, J. Pfister, A.R. Addamo, R. Nörenberg, Method for producing metallised textile surfaces using electricity-generating or electricity-consuming elements, Google Patents, 2014.

[68] S. Jiang, E. Newton, C. Yuen, C.W. Kan, Chemical silver plating on cotton and polyester fabrics and its application on fabric design, Textile research journal 76(1) (2006) 57-65.

[69] S. Jiang, R. Guo, Electromagnetic shielding and corrosion resistance of electroless Ni–P/Cu–Ni multilayer plated polyester fabric, Surface and Coatings Technology 205(17-18) (2011) 4274-4279.

[70] C. Yuen, S. Jiang, C.W. Kan, W. Tung, Influence of surface treatment on the electroless nickel plating of textile fabric, Appl Surf Sci 253(12) (2007) 5250-5257.

[71] D. Chen, H.Z. Gu, A. Huang, H.W. Ni, Mechanical performance and oxidation resistance of SiC castables with lamellar Ti3SiC2 coatings on SiC aggregates prepared by SPS, J Alloy Compd 791 (2019) 461-468.

[72] B. Kutlu, Plazma teknolojisi kullanılarak çeşitli doğal ve sentetik liflerin buruşmazlık ve güç tutuşurluk özelliklerinin geliştirilmesi, DEÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, 2008.

[73] W. Schindler, P. Hauser, Flame-retardant finishes, Chemical finishing of textiles (2004) 98-116.

[74] Z. Ömeroğulları, D. Kut, Tekstilde güç tutuşurluk, (2012).

[75] J.Q. Zhu, B.C. Mei, Y.L. Chen, Synthesis of Ti3SiC2 by spark plasma sintering (SPS) with the addition of aluminium, J Inorg Mater 18(3) (2003) 700-704.

[76] P. Dutta, Grazing incidence X-ray diffraction, Current Science (2000) 1478-1483.

[77] Y. Dağlıoğlu, Nanopartikül karakterizasyon yöntemleri ve ekotoksisite deneylerindeki önemi, Marmara Fen Bilimleri Dergisi 30(1) (2018) 1-17.

[78] N.K. Singh, Investigation on Transport Properties and Structural Characterization of Some Nanomaterials for Fabrication of Hybrid Supercapacitors, Thesis, Chhattisgarh Swami Vivekanand Technical University, 2014.

7. EKLER

EK 7.1 - Anket Formu

TÜBİTAK 1002 – Hızlı Destek Programı

Proje No: 221M584

Proje Adı: MAX Faz Alaşımlarının Üretilmesi ve Fonksiyonel Kumaş Üretiminde Kullanılabilirliğinin Araştırılması

Anket Sorusu

1- Size verilen 1. kumaşa dokunduğunuzda hissettiğiniz hissi nasıl tanımlarsınız?

A. Çok sert – pürüzlü
B. Çok sert – pürüzsüz
C. Sert – pürüzlü
D. Sert – pürüzsüz
E. Yumuşak – pürüzlü
F. Yumuşak – pürüzsüz
G. Çok yumuşak – pürüzlü
H. Çok yumuşak – pürüzsüz

2- Size verilen 2. kumaşa dokunduğunuzda hissettiğiniz hissi nasıl tanımlarsınız?

A. Çok sert – pürüzlü
B. Çok sert – pürüzsüz
C. Sert – pürüzlü
D. Sert – pürüzsüz
E. Yumuşak – pürüzlü
F. Yumuşak – pürüzsüz
G. Çok yumuşak – pürüzlü
H. Çok yumuşak – pürüzsüz

3- Size verilen 2. Kumaşı, 1. Kumaşa göre tutum bakımından kıyaslarsanız aşağıdakilerden hangisi ile tanımlarsınız?

A. 2. kumaş 1. kumaşa göre daha sert ve daha pürüzlü
B. 2. kumaş 1. kumaşa göre daha sert ve daha pürüzsüz
C. 2. kumaş 1. kumaşa göre daha yumuşak ve daha pürüzlü
D. 2. kumaş 1. kumaşa göre daha yumuşak ve daha pürüzsüz

ÖZGEÇMİŞ

Adı-Soyadı : Ebru ŞENER

Eğitim ve Mesleki Geçmişi:

- 2022, TÜBİTAK 1002 Projesi, Bursiyer
- 2020-2022, Bahçeşehir Okulları Koleji, Kimya Öğretmeni
- 2019-2020, Kampüs Özel Öğretim Kurumları, Kimya Öğretmeni
- 2018-2019, Alanya Özel Fen Bilimleri Lisesi, Kimya Öğretmeni
- 2017-2018, Eskişehir Özel Final Temel Lisesi, Kimya Öğretmeni
- 2015, Akalın Emaye, Emaye Hattı Üretim ve Kalite Kontrol Sorumlusu
- 2014, Anadolu Üniversitesi, Fen Fakültesi, Kimya Bölümü (Lisans)

Yayınları ve Bilimsel/Sanatsal Faaliyetleri:

Yabancı Dil Bilgisi:

İngilizce