

SİC-B4C-TİB2 KOMPOZİTİNİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Burak AFŞAR

Yüksek Lisans Tezi

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Servet TURAN

Eskişehir

Eskişehir Teknik Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Ocak 2022

10/01/2022

DANIřMAN ONAYI

Daniřmanlıęını yrttęm Yksek Lisans ęrencisi Burak AFřAR, SİC-B4C-TİB2 KOMPOZİTİNİN RETİMİ VE KARAKTERİZASYONU bařlıklı tez alıřmasını tamamlamıřtır. Hazırlamıř olduęu tez tarafımca incelenmiř ve ęrencinin tez savunma sınavına alınması bilimsel ve etik aıdan uygun grlmřtr.

Tez Daniřmanı

Prof. Dr. Servet TURAN

ÖZET

SiC-B₄C-TiB₂ KOMPOZİTİNİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Burak AFŞAR

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Eskişehir Teknik Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Ocak 2022

Danışman: Prof. Dr. Servet TURAN

Silisyum Karbür, sahip olduğu üstün mekanik özellikler sayesinde havacılık, savunma sanayi, otomotiv ve aşındırıcı sektörleri ön plana çıkmak üzere birçok alanda kullanılır. Yüksek sertliğe sahip B₄C ve yüksek kırılma tokluğuna sahip TiB₂ ilavesi yapılan SiC, balistik zırh malzemesi olarak kullanılmak üzere üretilmiştir. Bu çalışmada, farklı sinterleme parametrelerinin üretilen SiC-B₄C-TiB₂ kompozitinin mekanik özelliklerini nasıl etkilediği ve başlangıç malzemesi olarak TiC kullanmakla TiB₂ kullanmak arasındaki mekanik farkların ne olduğu incelenmiştir. Birlikte öğütülen tozlar SPS yöntemiyle farklı sıcaklık, basınç, sinterleme süresi parametreleriyle sinterlenmiş, sinterlenen ürünlerin karakterizasyon çalışmaları yapılmıştır. Sinterleme sonrası oluşan numunelerin Arşimet yöntemiyle yoğunluk ve relatif yoğunluk değerleri bulunmuş, indentasyon yöntemi ile Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluğu değerleri ölçülmüştür. Sinterleme sonrası oluşan fazların karakterizasyonu X-ışınları Difraksiyonu (XRD) ve Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) kullanarak yapılmıştır. Sonuçlara bakılarak en iyi mekanik özelliklerin yüksek sinterleme sıcaklıkları ve yüksek sinterleme basınçlarında elde edildiği gözlemlenmiştir. Başlangıç tozu olarak TiB₂ kullanılan tozlar, başlangıç tozu olarak TiC kullanan tozlara göre daha iyi sonuçlar elde edilmesini sağlamıştır.

Anahtar Sözcükler: Silisyum Karbür, Bor Karbür, Titanyum Diborür, Balistik uygulama, Seramik Kompozit Zırh

ABSTRACT

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF SiC-B₄C-TiB₂ COMPOSITE

Burak AFŞAR

Department of Materials Science and Engineering Eskişehir Technical University,
Institute of Graduate Programs, January 2022 Supervisor: Prof. Dr. Servet TURAN

Due to superior mechanical properties, Silicon Carbide can be used in aerospace, military defence, automotive and abrasive applications. SiC with addition of high-toughness B₄C and high-fracture toughness TiB₂ is produced to be used as ballistic armor material. This study investigates how different sintering parameters change the mechanical properties of SiC-B₄C-TiB₂ composite. Also, how using TiC and TiB₂ powders as starting material changes the mechanical properties of final product is observed. The powders which grinded together are sintered with different sintering temperature, sintering pressure and sintering time and characterized after sintering. The density and relative density of samples are obtained with Archimedes principle, and the Vickers microtoughness and fracture toughness of samples are obtained with indentation methods. The phases formed after sintering are investigated via X-ray Diffraction (XRD) and Scanning Electron Microscopy (SEM). The results showed that the best mechanical properties obtained with high sintering temperatures and high sintering pressures. Using TiB₂ as starting material gives better results than using TiC as starting material.

Keywords: Silicon Carbide, Boron Carbide, Titanium Diboride, Ballistic Applications, Ceramic Composite Armor

TEŞEKKÜR

Tez çalışmalarım boyunca her zaman beni destekleyen, fikir ve katkılarıyla bana yol gösteren değerli danışman hocam Prof. Dr. Servet TURAN' a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Deneysel çalışmaların ilk gününden son gününe kadar bana yardım eden, sabır ve dikkatle bana yol gösteren Ahmet Furkan BULUÇ'a

Yüksek Lisans sürecinde bana gerek manevi gerek maddi desteklerini esirgemeyen babam Muharrem AFŞAR ve annem Aslı AFŞAR'a, kardeşim Tolga AFŞAR'a

Bu sürecin her aşamasında yanımda olan ve zor durumlarda mantıklı düşünmemi sağlayan Şevval ENGİN'e

Her zaman desteklerini hissettiğim dostlarım Cevahir Tutku BİNGÖL, Bükem ÖZÇERİ, Umut Güngör AVCI, Mert YİĞİT, Batuhan Cem MAKKAK ve Caner ÜLKER'e teşekkür ederim.

Burak AFŞAR

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 ve kurallara uygun davrandığımı; bu çalışma kapsamında elde edilen tüm veri ve bilgiler için kaynak gösterdiğimi ve bu kaynaklara kaynakçada yer verdiğimi; bu çalışmanın Eskişehir Teknik Üniversitesi tarafından kullanılan “bilimsel intihal tespit programı”yla tarandığını ve hiçbir şekilde “intihal içermediğini” beyan ederim. Herhangi bir zamanda, çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun saptanması durumunda, ortaya çıkacak tüm ahlaki ve hukuki sonuçları kabul ettiğimi bildiririm.

Burak AFŞAR

İÇİNDEKİLER

Sayfa

BAŞLIK SAYFASI	i
JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI.....	ii
DANIŞMAN ONAYI	iii
ÖZET	iv
ABSTRACT.....	v
TEŞEKKÜR	vi
ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ.....	vii
İÇİNDEKİLER	viii
TABLolar DİZİNİ	xi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xiii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	xviii
1. GİRİŞ	1
2. İLERİ TEKNOLOJİ SERAMİKLERİ VE SİNTERLEME	7
2.1. Silisyum Karbür (SiC)	7
2.1.1. Silisyum Karbür'ün kristal yapısı.....	7
2.1.3. Silisyum Karbür'ün kullanım alanları.....	9
2.2. Bor Karbür (B ₄ C).....	10
2.2.1. Bor Karbür'ün kristal yapısı	10
2.2.2. Bor Karbür'ün kimyasal, fiziksel ve mekanik özellikleri.....	11
2.2.3. Bor Karbür'ün kullanım alanları.....	11
2.3. Titanyum Diborür (TiB ₂).....	12
2.3.1. Titanyum Diborür'ün kristal yapısı	12
2.3.2. Titanyum Diborür'ün kimyasal, fiziksel ve mekanik özellikleri	13
2.3.3. Titanyum Diborür'ün kullanım alanları	13
2.4. Titanyum Karbür (TiC).....	14
2.4.1. Titanyum Karbür'ün kristal yapısı	14
2.4.2. Titanyum Karbür'ün kimyasal, fiziksel ve mekanik özellikleri	15

2.4.3. Titanyum Karbür'ün kullanım alanları	15
2.5. SİNERLEME	16
2.5.1. Sinterleme aşamaları	17
2.5.1.1. Başlangıç aşaması	17
2.5.1.2. Ara aşama	18
2.5.1.3. Final aşaması	19
2.5.2. Sinterleme mekanizmaları	19
2.5.2.1. Katı hal sinterlemesi	20
2.5.2.2. Sıvı faz sinterlemesi	22
2.5.3. Basınç yardımı ile sinterleme yöntemleri	25
2.5.3.1. Sıcak Presleme (HP)	25
2.5.3.2. Sıcak İzostatik Presleme (HIP)	27
2.5.3.3. Spark Plasma Sinterleme (SPS)	28
2.5.4. Spark Plasma Sinterleme çalışma mekanizması	29
2.6. Problem Tanımı ve Amaç	30
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	31
3.1. SiC-B ₄ C-TiB ₂ Kompozitinin Üretimi	32
3.2. SiC-B ₄ C-TiB ₂ Kompozitlerinin İsimlendirilmesi	34
3.3. Numunelerin Parlatılması ve Karakterizasyon Tekniklerine Hazırlığı	37
3.4. SiC-B ₄ C-TiB ₂ Kompozitinin Karakterizasyonu	39
3.4.1. Yoğunluk ve relatif yoğunluk ölçümleri	39
3.4.2. Sertlik ölçümleri	40
3.4.3. Kırılma tokluğu	41
3.4.4. X Işınları Difraksiyon (XRD) analizleri	41
3.4.5. Mikroyapı analizleri	42
4. SONUÇLAR	43
4.1. Numunelerin Yoğunlaşma Karakterleri	43
4.2. Numunelerin Mekanik Özellikleri	46
4.2.1. Numunelerin sertlik değerleri ve özellikleri	46
4.2.1.1. Sıcaklığın Vickers mikrosertlik üzerine etkisi	46
4.2.1.2. Basıncın Vickers mikrosertlik üzerine etkisi	54

4.2.2. Numunelerin Kırılma Tokluğu Değerleri ve Özellikleri	60
4.2.2.1. Sıcaklığın Kırılma Tokluğu Üzerine Etkisi.....	60
4.2.2.2. Basınç Artışına Göre Numunelerin Kırılma Tokluğu Değerleri.....	68
4.3. SiC-B4C-TiB2 Kompozitlerinin Mikroyapı İncelemeleri	73
4.3.1. Saf su ortamında üretilen numunelerin mikroyapı görüntüleri.....	73
4.3.2. 2-Propanol ortamında üretilen numunelerin mikroyapı görüntüleri	85
4.4. Optimizasyon Çalışmaları	99
4.4.1 Sinterleme sıcaklığına göre optimizasyon çalışmaları	99
4.4.2. Sinterleme süresine göre optimizasyon çalışmaları	103
4.4.3. Sinterleme basıncına göre optimizasyon çalışmaları	106
4.4.4. Tüm optimizasyon numunelerinin karşılaştırılması.....	111
4.4.5. Optimizasyon numunelerinin X-Işınları Difraksiyonu ile faz analizi.....	113
5. GENEL SONUÇLAR.....	115
KAYNAKÇA.....	117
ÖZGEÇMİŞ.....	125

TABLÖLER DİZİNİ

Sayfa

Tablo 2.1. Silisyum Karbürün fiziksel ve mekanik özellikleri [18].....	9
Tablo 2.2. Bor Karbürün fiziksel ve mekanik özellikleri [2]	11
Tablo 2.3. Titanyum diborürün fiziksel ve mekanik özellikleri [34]	13
Tablo 2.4. Titanyum Karbürün fiziksel ve mekanik özellikleri [40]	15
Tablo 2.5. Sinterleme Mekanizmaları [49]	20
Tablo 3.1. Kompoziti oluşturan tozların kütlece oranları	31
Tablo 3.2. Spark Plasma Sinterleme parametreleri	35
Tablo 3.3. Otomatik parlatma parametreleri	38
Tablo 4.1. Numunelerin yoğunluk ve relatif yoğunluk değerleri.....	44
Tablo 4.2. Saf su ortamında üretilen numunelerin Vickers mikrosertlik değerleri.....	46
Tablo 4.3. 2-propanol ortamında üretilmiş numunelerin Vickers mikrosertlik değerleri	49
Tablo 4.4. Tüm numunelerin sıcaklık artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri	51
Tablo 4.5. Saf su ortamında üretilmiş numunelerin basınç artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri.....	54
Tablo 4.6. 2-propanol ortamında üretilmiş numunelerin basınç artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri	56
Tablo 4.7. Tüm numunelerin basınç artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri	58
Tablo 4.8. Saf su ortamında üretilen numunelerin sıcaklık artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri.....	60
Tablo 4.9. 2-propanol ortamında üretilen numunelerin sıcaklık artışına göre kırılma tokluğu değerleri.....	63
Tablo 4.10. Saf su ortamında üretilmiş numunelerin basınç artışına göre kırılma tokluğu değerleri	68
Tablo 4.11. 2-propanol ortamında üretilmiş numunelerin basınç artışına göre kırılma tokluğu değerleri.....	69
Tablo 4.12. Tüm numunelerin basınç artışına göre kırılma tokluğu değerleri.....	71
Tablo 4.13. SiBoTiC-A-9-2115 ve SiBoTiB-A-9-2115 numunelerinin karakteristik özellikleri.	93
Tablo 4.14. SiBoTiC-A-9-2120 ve SiBoTiB-A-9-2120 numunelerinin karakteristik özellikleri.	95

Tablo 4.15. 38 MPa sinterleme basıncı ile yoğunlaştırılan numunelerin karakteristik özellikleri.....	98
Tablo 4.16. Optimum sinterleme sıcaklığı için üretilen numunelerin mekanik değerleri.....	100
Tablo 4.17. Optimum sinterleme sıcaklığı için üretilen numunelerin mekanik değerleri.....	104
Tablo 4.18. Optimum sinterleme sıcaklığı için üretilen numunelerin mekanik değerleri.....	107
Tablo 4.19. Tüm optimizasyon numunelerinin karakteristik özellikleri	111



ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 0.1. B ₄ C-SiC-TiB ₂ sisteminin izotermal diyagramı [15].....	5
Şekil 2.1. β-SiC ve α-SiC yapılarının şematik gösterimi. [20]	8
Şekil 2.2. Bor karbür birim hücresinin şematik gösterimi [24]	10
Şekil 2.3. TiB ₂ birim hücresi (a) ve hegzagonal tabakalı TiB ₂ yapısı [30]	12
Şekil 2.4. TiC kristal yapısı [39].....	14
Şekil 2.5. Sinterleme için itici kuvvetin şematik gösterimi [42]	17
Şekil 2.6. Başlangıç aşamasının şematik gösterimi [44]	17
Şekil 2.7. Taneler arası porozitelerin başlangıç aşaması ve ara aşamada değişimlerinin şematik gösterimi [46]	18
Şekil 2.8. Sinterleme mekanizmalarının şematik gösterimi [48].....	20
Şekil 2.9. Katı hal sinterlemesinde taneler arası temas sonucu boyun oluşumu ve küreselleşmenin şematik gösterimi [47]	21
Şekil 2.10. Sıvı faz-katı taneleri arasındaki temas açısına göre iyi ıslatma- kötü ıslatmanın şematik gösterimi [50].....	22
Şekil 2.11. Sıvı faz sinterlemesi aşamalarının şematik gösterimi. [51].....	23
Şekil 2.12. Sıvı faz sinterlemesindeki yoğunlaşma basamakları [50]	24
Şekil 2.13. Sıcak presleme yönteminin şematik gösterimi [54]	26
Şekil 2.14. Sıcak izostatik presin şematik gösterimi [54].....	27
Şekil 2.15. Spark plasma sinterleme yöntemi ile üretilebilen malzemeler [56]	28
Şekil 2.16. Spark plasma sinterleme cihazının şematik gösterimi [60].....	29
Şekil 3.1. Çalışmaların akım şeması.....	32
Şekil 3.2. FCT Systeme GmbH HPD 25 Spark Plasma Sinterleme cihazı.....	33
Şekil 3.3. Numunelerin isimlendirme yöntemi.....	34
Şekil 3.4. Kalıp ve pançlar.....	36
Şekil 3.5. Spark plasma sinterleme yöntemiyle üretilen numune.....	36
Şekil 3.6. STRUERS TegraPol-25 otomatik parlatma cihazı.....	37
Şekil 3.7. Kalıba alınmış numune.....	38
Şekil 3.8. Vickers mikrosertlik ölçümünün şematik gösterimi. [61].....	40
Şekil 3.9. Rigaku Miniflex 600 XRD cihazı.....	41
Şekil 3.10. Zeiss Supra 50VP Taramalı Elektron Mikroskobu	42
Şekil 4.1. Tüm numunelerin yoğunluk değerleri	45

Şekil 4.2. Tüm numunelerin relatif yoğunluk değerleri	45
Şekil 4.3. Saf su ortamında üretilen numunelerin Vickers mikrosertlik değerleri karşılaştırması.....	47
Şekil 4.4. Saf su ortamında üretilen SiBoTiC ve SiBoTiB numunelerin Vickers mikrosertlik değerleri karşılaştırması.....	48
Şekil 4.5. 2-propanol ortamında üretilen numunelerin Vickers mikrosertlik değerleri karşılaştırması.....	49
Şekil 4.6. 2-propanol ortamında üretilen SiBoTiC ve SiBoTiB numunelerin Vickers mikrosertlik değerleri karşılaştırması.....	50
Şekil 4.7. Tüm numunelerin sıcaklık artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri karşılaştırması.....	52
Şekil 4.8. Aynı koşullarda sinterlenen tüm numunelerin Vickers mikrosertlik değerleri karşılaştırması.....	53
Şekil 4.9. Saf su ortamında üretilen numunelerin basınç artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri karşılaştırması.....	55
Şekil 4.10. 2-propanol ortamında üretilen numunelerin basınç artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri karşılaştırması.....	57
Şekil 4.11. Tüm numunelerin basınç artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri karşılaştırması.....	59
Şekil 4.12. Saf su ortamında üretilen numunelerin sıcaklık artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri karşılaştırması.....	61
Şekil 4.13. Saf su ortamında üretilip aynı koşullarda sinterlenen SiBoTiC ve SiBoTiB numunelerinin kırılma tokluğu değerleri karşılaştırması.....	62
Şekil 4.14. 2-propanol ortamında üretilen numunelerin sıcaklık artışına göre kırılma tokluğu değerleri karşılaştırması.....	64
Şekil 4.15. 2-propanol ortamında üretilip aynı koşullarda sinterlenen SiBoTiC ve SiBoTiB numunelerinin kırılma tokluğu değerleri karşılaştırması.....	65
Şekil 4.16. Tüm numunelerin sıcaklık artışına göre kırılma tokluğu değerleri karşılaştırılması.....	66
Şekil 4.17. Saf su ve 2-propanol ortamlarında üretilip aynı koşullarda sinterlenen SiBoTiC ve SiBoTiB numunelerin kırılma tokluğu değerleri karşılaştırması.....	67

Şekil 4.18. Saf su ortamında üretilmiş numunelerin basınç artışına göre kırılma tokluğu değerleri karşılaştırması.....	68
Şekil 4.19. 2-propanol ortamında üretilmiş numunelerin basınç artışına göre kırılma tokluğu değerleri.....	70
Şekil 4.20. Tüm numunelerin basınç artışına göre kırılma tokluğu değerleri karşılaştırması.....	72
Şekil 4.21. SiBoTiC-S-5-2070 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri.....	74
Şekil 4.22. SiBoTiB-S-5-2070 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri.....	75
Şekil 4.23. SiBoTiC-S-5-2100 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri.....	76
Şekil 4.24. SiBoTiB-S-5-2100 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri.....	77
Şekil 4.25. Saf su ortamında üretilmiş, 16 MPa sinterleme basıncıyla yoğunlaştırılmış numunelerin Geri Yansımali Elektron görüntüleri. (A) =SiBoTiC-S-5-2070 (B) = SiBoTiB-S-5-2070 (C) = SiBoTiC-S-5-2100 (D) =SiBoTiB-S-5-2100.....	78
Şekil 4.26. SiBoTiC-S-9-2130 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri.....	79
Şekil 4.27. SiBoTiB-S-9-2130 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri.....	80
Şekil 4.28. SiBoTiC-S-9-2100 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri.....	81
Şekil 4.29. SiBoTiB-S-9-2100 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri.....	82
Şekil 4.30. SiBoTiC-S-9-2070 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri.....	83
Şekil 4.31. SiBoTiB-S-9-2070 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri.....	84
Şekil 4.32. SiBoTiC-A-9-2030 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri.....	85

Şekil 4.33. SiBoTiB-A-9-2030 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri	86
Şekil 4.34. SiBoTiC-A-9-2070 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri	87
Şekil 4.35. SiBoTiB-A-9-2070 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri	88
Şekil 4.36. SiBoTiB-A-9-2070 numunesinin Geri Yansımali Elektron görüntüsü	89
Şekil 4.37. SiBoTiC-A-9-2100 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A), In-Lens (C) ve A-SiBoTiB-A-9-2100 numunesinin Geri Yansımali Elektron (B), In-Lens (D) görüntüleri	90
Şekil 4.38. SiBoTiB-A-9-2100 numunesindeki çatlak ilerlemesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens görüntüsü	91
Şekil 4.39. SiBoTiC-A-9-2115 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A), In-Lens (C) ve SiBoTiB-A-9-2115 numunesinin Geri Yansımali Elektron (B), In-Lens (D) görüntüleri	92
Şekil 4.40. SiBoTiC-A-9-2115 ve SiBoTiB-A-9-2115 numunelerinin sinterleme rejimi	93
Şekil 4.41. SiBoTiC-A-9-2120 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A), In-Lens (C) ve SiBoTiB-A-9-2120 numunesinin Geri Yansımali Elektron (B), In-Lens (D) görüntüleri	94
Şekil 4.42. SiBoTiC-A-9-2120 ve SiBoTiB-A-9-2120 numunelerinin sinterleme rejimi	95
Şekil 4.43. SiBoTiB-A-9-2115 (A), SiBoTiB-A-9-2120 (B) ve SiBoTiC-A-9-2120 (C) numunelerinin Geri Yansımali Elektron görüntüleri.	96
Şekil 4.44. 12kN sinterleme basıncıyla yoğunlaştırılmış numunelerin Geri Yansımali Elektron görüntüleri. (A) = SiBoTiC-A-12-2050 (B) = SiBoTiB-A-12-2050 (C) = SiBoTiC-A-12-2090 (D) = SiBoTiB-A-12-2090	97
Şekil 4.45. Final numunelerinde sinterleme sıcaklığı artışının Vickers mikrosertlik üzerine etkisi	101
Şekil 4.46. Final numunelerinde sinterleme sıcaklığının kırılma tokluğu üzerine etkisi	102

Şekil 4.47. Sıcalık artışıyla beraber en yüksek Vickers mikrosertlik değerine sahip olan SiBoTiB-A-9-2130 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (C) ve en yüksek kırılma tokluğu değerine sahip olan SiBoTiC-A-9-2115 numunesinin Geri Yansımali Elektron (B) ve In-Lens (D) görüntüleri.....	103
Şekil 4.48. Final numunelerinde sinterleme süresi artışının Vickers mikrosertlik üzerine etkisi.....	105
Şekil 4.49. Final numunelerinde sinterleme süresinin kırılma tokluğu üzerine etkisi.....	106
Şekil 4.50. Final numunelerinde sinterleme basıncı artışının Vickers mikrosertlik üzerine etkisi.....	108
Şekil 4.51. Final numunelerinde sinterleme sıcaklığının kırılma tokluğu üzerine etkisi.....	109
Şekil 4.52. Basıncı artışıyla beraber en yüksek Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluğu değerlerine sahip olan SiBoTiB-A-12-2130 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri.....	110
Şekil 4.53. Tüm optimizasyon numunelerinin Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluğu değerlerinin karşılaştırılması.....	112
Şekil 4.54. SiBoTiC-A-12-2130 ve SiBoTiB-A-12-2130 numunelerinin difraktrometreleri.....	113

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

SiC : Silisyum Karbür

B₄C : Bor Karbür

TiB₂ : Titanyum Diborür

TiC : Titanyum Karbür

GPa : Gigapaskal

MPa : Megapaskal

XRD : X-Işınları Difraksiyonu

SEM : Taramalı Elektron Mikroskopi

BSE : Geri Yansımali Elektron

SPS : Spark Plasma Sinterleme

HP : Sıcak Pres

HIP : Sıcak İzostatik Pres

1. GİRİŞ

Silisyum karbür, sertliği çok yüksek olan (31 GPa), aşındırıcı bir malzemedir. Silisyum karbürün yüksek aşınma direnci, düşük sürtünme katsayısı, yüksek ısıl iletkenlik katsayısı (114 W/m^{°K}) ve uygun ısıl genleşme katsayısı (5x10⁻⁶/°C) gibi özellikleri gaz tribünlerinde, aşınmaya maruz bırakılan otomobil parçalarında ve zımpara taşı gibi aşınma işlemine yönelik uygulamalarda kullanılmasını sağlar. Silisyum karbür bunlara ek olarak 40,1 g molekül ağırlığına, 3.2g/cm³ yoğunluğa, 3,1 MPa.m^{1/2} kırılma tokluğuna ve 415 GPa elastik modülüne sahiptir. [1]

Bilinen en sert üçüncü malzeme olan bor karbür, yüksek mühendislik uygulamalarında kullanılan bir seramik malzemedir. Çok yüksek sertliği (38 GPa), düşük yoğunluğu (2,52 g/cm³), yüksek elastik modülü (460 GPa) ve yüksek nötron absorblama kesit alanı (600 barn) sayesinde hafif zırhlar gibi balistik uygulamalarda, aşındırıcı uygulamalarda ve radyasyon absorblama uygulamalarında kullanılmaktadır. Yüksek ergime sıcaklığı (2450 °C), düşük difüzyon katsayısı, kovalent yapısı, tane sınırında gösterdiği yüksek direnç ve düşük yüzey gerilmesi gibi özellikleri, bor karbürü tek başına sinterlenmesi oldukça güç bir malzeme yapmaktadır. Yüksek sertliğine karşın gösterdiği düşük kırılma tokluğu değeri (2,7-3,7 MPa.m^{1/2}), bor karbürün en büyük dezavantajını oluşturmaktadır. [2]

Titanyum diborür (TiB₂), kovalent bağlı bir geçiş metali borürüdür. TiB sistemine ait, ağırlıkça %31,1 bor içeren bir titanyum borür olan TiB₂, Ti-B sistemindeki en kararlı bileşiktir. [3]

Titanyum borürün sahip olduğu yüksek sertlik (25,5 GPa), yüksek kırılma tokluğu (6,4 MPa.m^{1/2}), yüksek elektriksel iletkenlik, termal kararlılık ve yüksek aşınma direnci gibi özellikler, titanyum diborürü mühendislik uygulamalarında oldukça aranan bir malzeme yapmaktadır. Bu özelliklerin yanı sıra yüksek elastik modülü (541 GPa) ve yüksek ergime sıcaklığına (2920 °C) sahip olan titanyum diborür, ergimiş metallere karşı kimyasal olarak inert bir malzemedir. [4]

Oldukça yüksek bir Vickers mikrosertlik değerine (28-35 GPa) sahip olan titanyum karbür, genellikle kesme takımlarında ve aşınmaya karşı direnç gösteren mühendislik uygulamalarında kullanılan bir seramik malzemedir. Düşük yoğunluğu (4,92 g/cm³), yüksek ergime noktası (3160 °C), yüksek elastik modülü (460-494 GPa) ve yüksek termal

iletkenliđi (33 W/m°K), titanyum karbürü geniş bir kullanım yelpazesine sokan özelliklerden birkaçıdır. Titanyum karbürün başlıca dezavantajları ise düşük termal şok direnci ve düşük kırılma tokluğu (2,8 MPa.m^{1/2}) değerleridir. [5]

Bu çalışmanın amacı, balistik uygulamalarda zırh uygulaması olarak kullanılmak üzere bir SiC-B₄C-TiB₂ kompoziti oluşturmak, oluşturulan bu kompoziti çeşitli karakterizasyon yöntemleriyle incelemek ve bu incelemelerin sonucunda optimum mekanik değerlerdeki SiC-B₄C-TiB₂ kompoziti eldesi için gereken sinterleme parametrelerini bulmaktır. Çalışmalardaki bir diğer amaç, sinterleme sonucu oluşacak TiB₂ fazının sisteme toz halinde eklenmesi ile TiC tozu eklenerek sinterleme sürecinde $2\text{TiC} + \text{B}_4\text{C} \rightarrow 2\text{TiB}_2 + 3\text{C}$ dönüşümünün sağlanması arasındaki farkları mekanik özellikler bakımından incelemek ve hangi uygulamanın daha verimli sonuç vereceğini incelemektir. İncelenecek bir diğer parametre ise tozların karıştırıldığı ortamdır. Hazırlanan toz karışımları saf su ve 2-propanol ortamlarında öğütölmüş ve bu öğütme ortamının son ürüne etkileri araştırılmıştır. SiC matrisine ilave edilen B₄C sayesinde istenilen sertlikte ve sinterlenmesi kolay bir sistem hazırlanmış, TiC ve TiB₂ ilavesiyle son üründe oluşacak TiB₂ fazı sayesinde kırılma tokluğu değeri artırılması planlanmıştır.

Daha önce SiC-B₄C-TiB₂ kompozitinin üretimi ve karakterizasyonu ile ilgili çalışmalar için literatür incelendiğinde, SiC-B₄C-TiB₂ kompozitinin sıcak pres (HP) [52, 12, 13] ve spark plasma sinterleme (SPS) [14] yöntemleriyle üretildiğı görölmüşür.

Literatür taramasında bunlara ek olarak SiC'ün tek başına sinterlendiğı [6], SiC-B₄C kompozitinin spark plasma sinterleme yöntemi ile elde edildiğı [7], SiC'e katkı malzemesi olarak TiC ve TiB₂ eklendiğı [8-10] görölmüşür.

Silisyum karbür katkı malzemesi olmadan sinterlenmesi zor bir malzeme olmasına rağmen, Hayun ve arkadaşları bu çalışmayı gerçekleştirmiştir. Yoğunlaştırılmış SiC eldesi sağlanan bu çalışmada SiC tozu 2050 °C sinterlenme sıcaklığı ve 69 MPa sinterlenme basıncıyla beraber 400 °C/dk sıcaklık hızıyla sinterlenmiştir. Bu çalışmalar sonucunda 32 GPa sertlik ve 6,8 MPa.m^{1/2} kırılma tokluğuna sahip, yoğun bir SiC elde edilmiştir. [6]

B₄C ve SiC tozunun spark plasma sinterleme yöntemi ile yoğunlaştırıldığı bir çalışma, Şahin ve arkadaşları tarafından yapılmıştır. B₄C-SiC kompoziti hem reaktif olarak B₄C-SiO₂-C tozlarının karışımından hem de direkt olarak B₄C-SiC tozlarının

karışımından elde edilmiştir. Elde edilen B₄C-SiC kompoziti 1750 °C sinterleme sıcaklığı ve 40 MPa sinterleme basıncıyla yoğunlaştırılmıştır. B₄C matrisine ilave edilen SiC katkısının ağırlıkça yüzde değişiminin son ürünün yoğunluk ve sertlik değerine etkisi araştırılmıştır. %98 relatif yoğunluk ve 34.4 GPa sertlik, B₄C'e ağırlıkça %10 SiC eklemesiyle elde edilmiştir. [7]

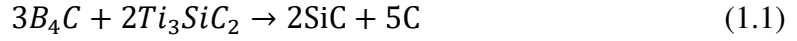
Khodaei ve arkadaşları, tek başına sinterlenmesi güç olan SiC'e hem sinterlenmeyi kolaylaştırmak hem de son ürünün kırılma tokluğunu artırmak üzere TiC ve TiB₂ katkılarını ayrı ayrı yapmışlardır. TiC ve TiB₂ katkısının farklı sinterleme metotlarıyla beraber yaptığı etkiyi araştıran bu çalışmada TiC ve TiB₂ fazlarının ağırlıkça yüzdesi arttıkça hem kırılma tokluğu değerlerinin hem de yoğunluk değerlerinin arttığı gözlemlenmiştir. Araştırma sonucu elde edilen bir diğer bilgi ise, SiC-TiC ve SiC-TiB₂ kompoziti oluştururken spark plasma sinterleme yöntemi, sıcak pres, sıcak izostatik pres ve basınçsız sinterleme yöntemlerine göre daha verimli olduğudur. [8]

Luo ve arkadaşları, SiC-TiC kompozitini spark plasma sinterleme yöntemiyle üretmişlerdir. SiC'e katkı malzemesi olarak eklenen TiC fazının ağırlıkça yüzdesinin son ürünün yoğunluk, sertlik ve kırılma tokluğuna olan etkilerini araştırmışlardır. Bu araştırmalar sonucunda SiC-TiC arasında iyi bir kimyasal uyumluluk olduğunu, ağırlıkça %30 TiC içeren kompozitin teorik yoğunluğa yakın bir değerde olduğunu gözlemlenmiştir. Yapılan karakterizasyon çalışmaları sonucunda 1800 °C sinterleme sıcaklığında %97 teorik yoğunluğa, 28 GPa sertliğe ve 6,3 MPa.m^{1/2} kırılma tokluğuna ulaşmışlardır. [9]

Singlard ve arkadaşları, SiC-TiB₂ kompozitini değişen sinterleme parametreleri ve değişen TiB₂ miktarına göre incelemiş ve bu incelemeler sonucunda optimum sinterleme parametre ve TiB₂ miktarı değerlerine ulaşmışlardır. Spark plasma sinterleme metodu kullanılan bu çalışmalarda uygulanan basıncın sürecin en başından beri mevcut olmasının, son ürünün yoğunluğuna doğrudan pozitif bir etkisi olduğu gözlemlenmiştir. SiC matrisine ağırlıkça %5 TiB₂ katkısının sertliği 23 GPa seviyelerine çıkardığı anlaşılmıştır. [10]

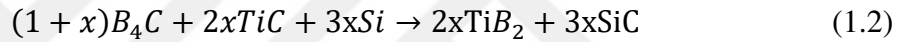
Wen ve arkadaşları, sıcak pres kullanarak düşük sıcaklıkta sinterlenen B₄C-SiC-TiB₂ kompozitlerini üretmiş ve karakterizasyon çalışmalarını yapmışlardır. Matris

malzemesi olarak B₄C kullanılan çalışmalarda artan SiC-TiB₂ oranının son ürüne olan mekanik etkileri araştırılmıştır. SiC ve TiB₂ kaynağı olarak Ti₃SiC₂ kullanılan çalışmada sinterleme sıcaklığı 1200 °C'nin üstüne çıktığında Eşitlik 1.1'de gösterilen reaksiyonun gerçekleştiği gözlemlenmiştir.



Oluşturulan bu sistem sıcak pres metoduyla 1850 °C'de 10 °C/dk sinterleme hızı ve 30 dakika bekleme süresiyle sinterlenmiştir. Hacimce %30 Ti₃SiC₂ içeren kompozitin bu sinterleme parametrelerinde 31,6 GPa sertliğe ve 8 MPa.m^{1/2} kırılma tokluğuna sahip olduğu karakterizasyon çalışmaları sonucunda gözlemlenmiştir. [11]

Zhang ve arkadaşları, reaktif sıcak pres yöntemiyle üretilen B₄C-SiC-TiB₂ kompozitin mekanik davranışlarının, toz karakterleri ve tane boyutlarıyla olan ilişkisini araştırmıştır. Başlangıç tozu olarak B₄C, Si ve TiC kullanılan bu çalışmalarda, sinterleme süresince Eşitlik 1.2'de verilen reaksiyon gerçekleşmiştir.



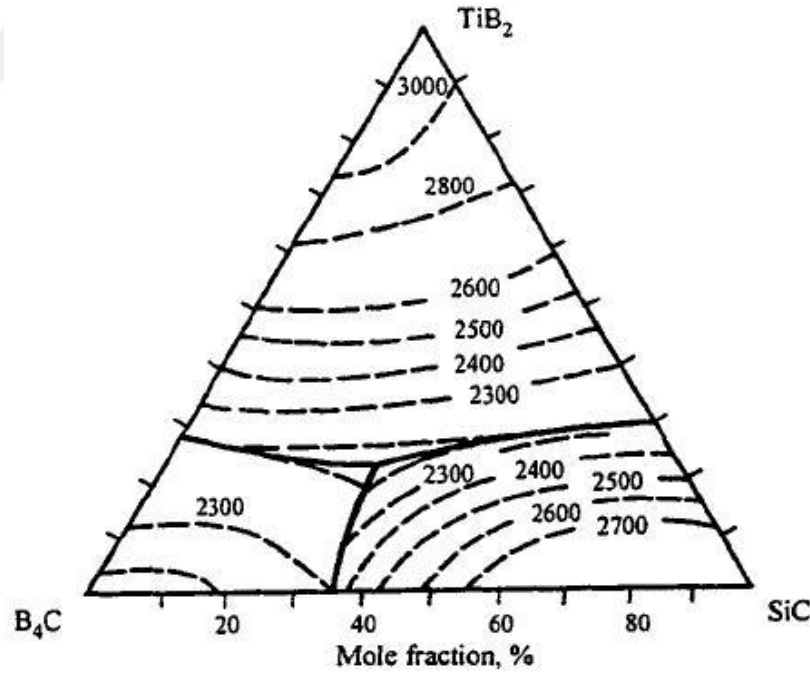
Bu çalışma, tek tip B₄C tozunun farklı tane boyutlarındaki üç farklı TiC ve Si tozlarıyla sinterlenmesiyle oluşturulan sistemlerin karşılaştırılmasını kapsamaktadır. Sıcak pres yöntemiyle 1950 °C sinterleme sıcaklığı, 60 MPa sinterleme basıncı ve 60 dakika bekleme süresi parametreleri kullanılmıştır. Matris malzemesi olarak B₄C tozunun kullanıldığı bu çalışmalarda TiC tozlarının tane boyutu büyüdükçe, sinterleme sırasında oluşan TiB₂-SiC aglomeralarının oluştuğu ve bu aglomeraların kırılma tokluğu üzerinde pozitif bir etkisi olduğu gözlemlenmiştir. Yapılan mekanik testler sonucunda numunelerin sertlik değerinin 34,8-35,6 GPa aralığında, kırılma tokluğu değerinin ise 5,11-6,38 MPa.m^{1/2} aralığında olduğu saptanmıştır. [12]

He ve arkadaşları, sıcak preste sinterlenen B₄C-SiC-TiB₂ kompozitin mekanik özelliklerinin tozları öğütme aşamasıyla olan bağlantısını araştırmıştır. Tozların inceltmesi ve oksit safsızlıkların sistemden uzaklaştırılmasının mekanik özellikler ve yoğunluk üzerinde pozitif bir etkisinin olduğu anlaşılmıştır. Hacimce %60 B₄C %30 TiB₂ ve %10 SiC kullanılan bu kompozit artan öğütme sürelerinde karıştırılmış ve 1950 °C sinterleme sıcaklığı, 30 MPa sinterleme basıncı ve 20 °C/dk sinterleme süresi parametreleriyle sıcak pres metoduyla sinterlenmiştir. En iyi sonuçları 24 saat öğütme

süresinde elde edilmiş bu çalışmada 32,84 GPa sertlik ve 8,21 MPa.m^{1/2} kırılma tokluğu değerlerine ulaşılmıştır. [13]

Liu ve arkadaşları B₄C-SiC-TiB₂ kompozitini spark plasma sinterleme metoduyla elde etmiş ve değişen SiC miktarının kompozitin mekanik özelliklerine etkisini araştırmıştır. B₄C matrisine hacimce %15 TiB₂ ilavesiyle başlatılan çalışmalarda artan SiC miktarının sertlik değerini korurken kırılma tokluğu değerini de artırdığı gözlemlenmiştir. Spark plasma sinterleme metodu 2000 °C sinterleme sıcaklığı, 50 MPa sinterleme basıncı ve 100 °C/dk ısıtma hızı parametreleri ile kullanılmıştır. Kütlece %15 SiC içeren kompozit %98,43 relatif yoğunluğa, 30,07 GPa sertliğe ve 4,17 MPa.m^{1/2} kırılma tokluğuna sahip olmuştur. [14]

Udalov ve arkadaşları, B₄C-SiC-TiB₂ sistemini termodinamik olarak incelemiş ve üçlü faz diyagramını oluşturmuşlardır. Bu sistemin izotermal diyagramı Şekil 1.1.'de verilmiştir. [15]



Şekil 0.1. B₄C-SiC-TiB₂ sisteminin izotermal diyagramı [15]

Yapılan literatür çalışmaları ışığında, SiC-B₄C-TiB₂ kompozitinin hem TiB₂ tozuyla başlanarak hem de TiC tozuyla başlanarak elde edilebilir olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca SiC-B₄C-TiB₂ kompoziti üretimi için sıcak pres ve sıcak izostatik pres gibi

işlemlerin uzun sinterleme sürelerine ihtiyaç duyduğu anlaşılmıştır. Spark plasma sinterleme yöntemi ile daha düşük sürelerde daha yüksek yoğunlaşma oranlarına ulaşılabileceği gözlemlenmiştir. Spark plasma sinterleme yöntemi, hızlı ısıtma, düşük sinterleme süresi ve düşük sinterleme sıcaklığı gibi avantajları sağlayacağı için bu çalışma için tercih edilmiştir.

Yapılan literatür araştırmaları sonucunda SiC-B₄C-TiB₂ kompozitlerinde matris malzemesi olarak SiC kullanılan çalışmalara rastlanmamıştır. Bu çalışma ile bu eksikliğin giderileceği düşünülmüştür. Bu sebeple SiC-B₄C-TiB₂ seramik kompozitinin üretimi için Eskişehir Teknik Üniversitesi bünyesinde bulunan FCT Systeme GmbH HPD 25 Spark Plasma Sinterleme cihazı kullanılmıştır.

Deneysel çalışmalarda SiC (0,8 µm ortalama tane boyutu, %98 saflık) ve B₄C (1,2µm tane boyutu, %95 saflık) tozları, TiC (1µm ortalama tane boyutu, %99,5 saflık) ve TiB₂ tozlarıyla su ve alkol ortamlarında karıştırılıp Spark Plasma Sintering yöntemiyle ilk defa üretilmiştir. Kütlece %92 SiC-B₄C karışımına ayrı kompozitlerde ilave edilen TiC ve TiB₂ tozları katkı malzemesi olarak kullanılmıştır. Spark plasma sinterleme metoduyla üretilen numuneler 2030 °C'den başlayarak artan sıcaklıkta ve 5 kN – 12 kN arası sinterleme basınçlarında yoğunlaştırılmıştır.

Üretilen SiC-B₄C-TiB₂ kompoziti karakterize edilerek TiC ve TiB₂ başlangıç tozunun ve sinterleme parametrelerinin ürünün yoğunluğuna, mekanik özelliklerine ve mikroyapısal özelliklerine etkileri incelenmiştir. Üretilen numunelerin; Arşimet metoduyla yoğunlaşma davranışları, indentasyon yöntemi ile Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluğu değerleri, X-ışınları difraksiyon (XRD) metoduyla sinterleme sonrası faz davranışları ve taramalı elektron mikroskopu (SEM) ile mikroyapıları incelenmiştir.

2. İLERİ TEKNOLOJİ SERAMİKLERİ VE SİNERLEME

Bu bölümde çalışmada kullanılan seramik hammaddelerin özellikleri incelenmiştir. Bu seramik malzemelerin üretilmesini sağlayan yöntem olan sinterleme ve sinterleme yöntemleri incelenmiştir.

2.1. Silisyum Karbür (SiC)

Silisyum karbür, sertliği çok yüksek olan (31 GPa), aşındırıcı bir malzemedir. Silisyum karbürün yüksek aşınma direnci, düşük sürtünme katsayısı, yüksek ısı iletkenlik katsayısı (114 W/m°K) ve uygun ısı genleşme katsayısı ($5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$) gibi özellikleri gaz tribünlerinde, aşınmaya maruz bırakılan otomobil parçalarında ve zımpara taşı gibi aşınma işlemine yönelik uygulamalarda kullanılmasını sağlar. Siliyum karbür bunlara ek olarak 40,1 g molekül ağırlığına, 3.2g/cm^3 yoğunluğa, $3,1\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ kırılma tokluğuna ve 415 GPa elastik modülüne sahiptir. [1]

Silisyum karbürün ilk keşfi, 1891 yılında Edward Acheson tarafından yapılmıştır. Acheson, silisyum karbürü yüksek elektrik akımına sahip bir fırında kil- petrol koku karışımına elektrik akımı uygulayarak elde etmiştir. “Carborundum” adını verdiği bu bileşiği ticarileştiren Acheson, bu ismi karbon- alüminyum oksit karışımından elde ettiği için vermiştir. Daha sonrasında silisyum karbür adını alacak olan ürün, aşındırıcı bir malzeme olarak ticari bir başarı kazanmıştır. [16]

Silisyum karbür, kullanım alanları ve özellikleri açısından oldukça çeşitliliğe sahip bir yapısal seramik malzemedir. 1970’li yıllardan beri birçok yeni mühendislik ve teknolojik uygulama alanlarında kullanılmaktadır. Aşınmaya karşı gösterdiği yüksek direnç, bazı mühendislik uygulamalarında tungsten karbür yerine kullanılmasını sağlamıştır. Oksit olmayan seramik malzemelere göre üretim maliyetinin daha düşük olması, silisyum karbürün rekabetçi olabilmesi için başka bir avantajıdır. [17]

Silisyum karbür, yüksek kovalent bağ özellikleri ve yüksek ergime sıcaklığı sebebiyle tek başına sinterlenmesi oldukça zor bir malzemedir. Arzu edilen yüksek mekanik özellikler, silisyum karbürün yoğun bir şekilde sinterlenmesiyle elde edilebilir. Bu sebeple silisyum karbür, genellikle katkı malzemeleriyle beraber yüksek sıcaklıklarda sinterlenir. [17]

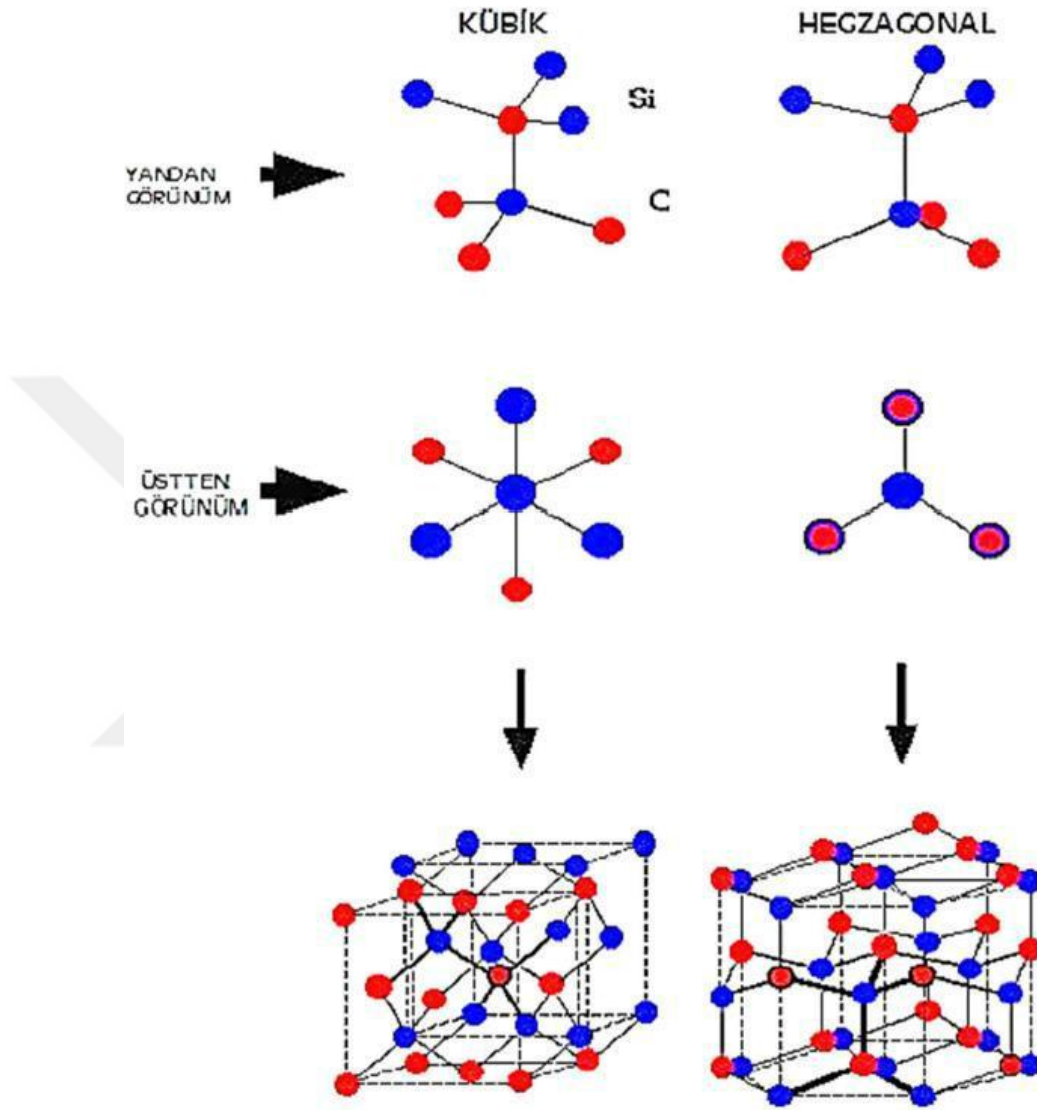
2.1.1. Siliyum Karbür’ün kristal yapısı

Kristal yapısı bakımından izotropik bir malzeme olan silisyum karbür, bütün doğrultularında aynı mekanik özelliklere sahiptir. Bu izotropik özellikler, silisyum karbürün incelenmesini de kolay bir hale getirmektedir.

Silisyum karbürün kristal yapısı incelendiğinde, temel birim hücresinde her bir atom, diğer elemente ait dört atom içeren tetrahedron tarafından sarmalanmıştır ve her bir element, bir diğeriyle elektron çifti paylaşmaktadır. (Karbonun 4 sp^3 orbitali ile silisyumun 4 sp^3 orbitali) [18]

Doğada bulunmayan bir malzeme olan silisyum karbür, sentetik bir malzemedir. $1400\text{-}1800^{\circ}\text{C}$ ’de “ β ” formundaki kübik yapıya sahipken, 2000°C ’de oluşan “ α ” formunda ise hegzagonal kristal yapıya sahiptir. β kübik yapıya sahipken, sinterleme sırasında

2000°C sıcaklıklara çıkıldığında hegzagonal α yapıya dönmektedir. [19] Silisyum karbürün birim hücresi ve α , β yapıları, Şekil 2.1.'de verilmiştir.



Şekil 2.1. β -SiC ve α -SiC yapılarının şematik gösterimi. [20]

2.1.2. Silisyum Karbür'ün kimyasal, fiziksel ve mekanik özellikleri

Silisyum Karbür, alkali çözeltilere ve birçok aside dayanıklıdır. Dayanımı düşük olduğu kimyasallar ise sıcak NaOH ve KOH çözeltileridir. Silisyum karbürün bir diğer kimyasal avantajı ise üstün oksitlenme direncidir. Oksit olmayan bir seramik malzeme olmasına karşın yüksek sıcaklıklarda oluşturduğu SiO_2 kabuğu, silisyum karbür

malzemeye mükemmele yakın bir oksitlenme direnci verir. Silisyum karbür bu özelliklerin yanı sıra yüksek ısıl şok dayanımına da sahiptir. Isıl şok dayanımı, kristal yapıda çözünen safsızlıkların varlığından etkilenmektedir. Bu özelliğin önündeki en büyük engel, silisyum karbürün sinterlenmesi için eklenen katkı malzemeleri sebebiyle safsızlığın azalmasıdır. [21]

Silisyum karbürün en önem taşıyan özelliklerinden biri oldukça sert bir malzeme olmasıdır. İlk kez üretilmeye başlamasından beri ticari olarak bu kadar revaçta bir malzeme olmasının en önemli sebebi sertlik değeridir. Sertliğin yanı sıra çok yüksek aşınma direnci ve sürünme mukavemetine de sahip olan silisyum karbürün en çok göze çarpan dezavantajı, düşük kırılma tokluğu değeridir. [17]

Silisyum karbürün fiziksel ve mekanik özellikleri, Tablo 2.1’de verilmiştir.

Tablo 2.1. Silisyum Karbürün fiziksel ve mekanik özellikleri [18]

Özellik	Değer
Yoğunluk (g/cm ³)	3,2
Ergime Sıcaklığı (°C)	2545
Vickers Mikrosertlik (GPa)	31
Kırılma Tokluğu (MPa.m ^{1/2})	4,6
Elastik Modülü (GPa)	410
Kayma Modülü (GPa)	192
Poisson Oranı	0,142

2.1.3. Silisyum Karbür’ün kullanım alanları

Birçok mühendislik uygulaması, yüksek mekanik dayanım, korozyon, aşınma, termal şok dayanımı gibi özelliklere sahip malzeme gerekliliğini de beraberinde getirmiştir. Silisyum karbürün mükemmel aşınma ve korozyon direnci, mekanik salmastralar, pompa bileşenleri ve valfler gibi kritik aşınma uygulamalarında kullanılmasını sağlayan özelliklerden biri olmuştur. Bunların yanında silisyum karbür, püskürtme nozulları ve rulman bileşenleri üretimi için de kullanılmaktadır. [22]

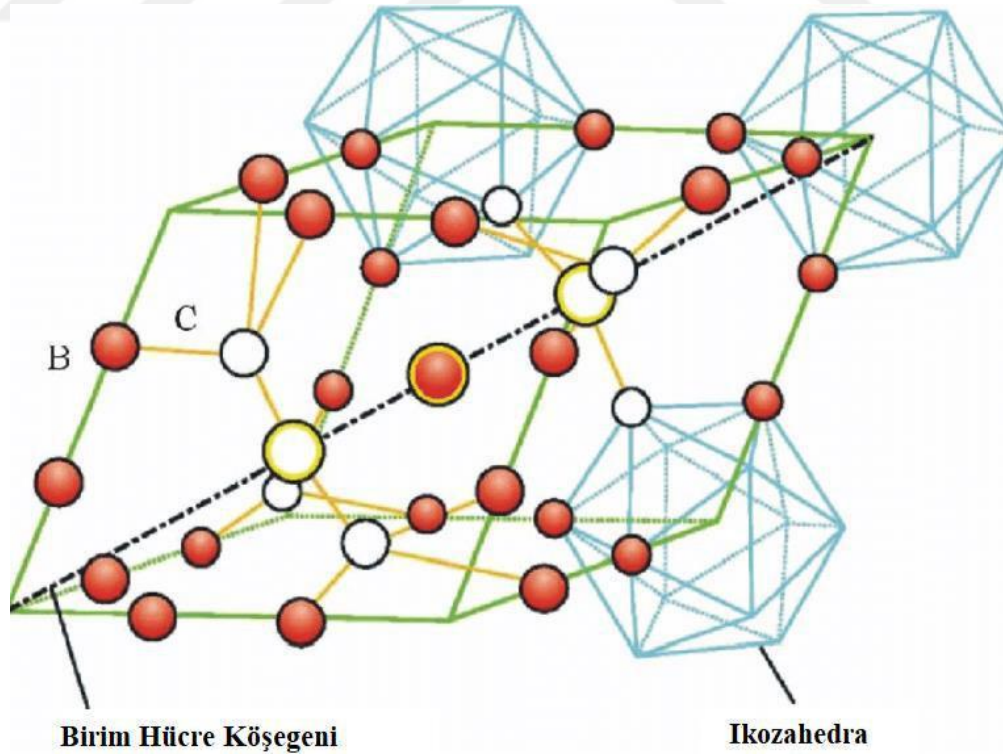
Savaş teknolojilerindeki ilerleme ve gelişmeyle beraber, vücut zırhları ve araç zırhlarında iyileştirme ve geliştirme ihtiyacı da her geçen gün artmaktadır. Silisyum karbürün yüksek sertlik, yüksek elastik modül ve yüksek basma dayanımı gibi özellikleri, takviye malzemeleriyle birlikte kullanıldığında yüksek patlama ve tahribat gücüne sahip mermilere karşı mükemmel direnç gösteren kompozitler elde edilmesine olanak sağlamaktadır. [23]

2.2.Bor Karbür (B₄C)

Bilinen en sert üçüncü malzeme olan bor karbür, yüksek mühendislik uygulamalarında kullanılan bir seramik malzemedir. Çok yüksek sertliği (38 GPa), düşük yoğunluğu (2,52 g/cm³), yüksek elastik modülü (460 GPa) ve yüksek nötron absorblama kesit alanı (600 barn) sayesinde hafif zırhlar gibi balistik uygulamalarda, aşındırıcı uygulamalarda ve radyasyon absorblama uygulamalarında kullanılmaktadır. Yüksek ergime sıcaklığı (2450 °C), düşük difüzyon katsayısı, kovalent yapısı, tane sınırında gösterdiği yüksek direnç ve düşük yüzey gerilmesi gibi özellikleri, bor karbürü tek başına sinterlenmesi oldukça güç bir malzeme yapmaktadır. Yüksek sertliğine karşın gösterdiği düşük kırılma tokluğu değeri (2,7-3,7 MPa.m^{1/2}), bor karbürün en büyük dezavantajını oluşturmaktadır. [2]

2.2.1. Bor Karbür'ün kristal yapısı

Bor Karbürün kristal yapısını rombohedral birim hücreler oluşturur. Köşelerde 12 atomdan oluşan ikozahedra bulunur. Bu ikozahedra yapılarında on bir adet bor, bir adet karbon atomu yer almaktadır. Bor karbürün birim hücresinin şematik gösterimi, şekil 2.2'de verilmiştir.



Şekil 2.2. Bor karbür birim hücresinin şematik gösterimi [24]

2.2.2. Bor Karbür'ün kimyasal, fiziksel ve mekanik özellikleri

Bor karbür, seramik malzemeler arasında kimyasal olarak en dengeli bileşimlerden birisidir. Bunun sebebi düşük standart oluşum entalpisidir (-39,8/-71,5 kJ/mol). Yüksek sıcaklıklara çıkarıldığında HNO_3 , H_2SO_4 ve HClO_4 gibi asitler ile oksitlenmektedir. Oksijen atmosferi olan bir ortamda, 600 °C sıcaklıkların üstüne çıkarıldığında oksitlenmekte ve yüzeyinde ince bir B_2O_3 tabakası oluşmaktadır.

Sahip olduğu mükemmel sertlik sayesinde aşınma direnci de oldukça yüksek olan bor karbür, aşınma direnci olarak elmas ve silisyum karbür arasında bir değere sahiptir. Bu mükemmel mekanik özelliklerin yanında, oldukça düşük olan kırılma tokluğu, bor karbürün en büyük dezavantajıdır. [2]

Bor karbürün fiziksel ve mekanik özellikleri, Tablo 2.2'de verilmiştir.

Tablo 2.2. Bor Karbürün fiziksel ve mekanik özellikleri [2]

Özellik	Değer
Yoğunluk (g/cm^3)	2,52
Ergime Sıcaklığı (°C)	2450
Vickers Mikrosertlik (GPa)	38
Kırılma Tokluğu ($\text{MPa.m}^{1/2}$)	2,9-3,7
Elastik Modülü (GPa)	460
Kayma Modülü (GPa)	188
Poisson Oranı	0,17

2.2.3. Bor Karbür'ün kullanım alanları

Yüksek sertlik, yüksek aşınma değeri ve elmastan ucuz bir malzeme olması, bor karbürün çoğu mekanik uygulamada kullanılan popüler bir malzeme olmasındaki en büyük etkidir. Sert malzemelerin kaplanması, zımparalanmasında ve parlatılmasında kullanıldığı gibi kumlama ve su jeti nozüllerinde de kullanılmaktadır. Yüksek sertliğinin yanı sıra düşük bir yoğunluğa da sahip olması, bor karbürün hafif zırhlar başta olmak üzere çeşitli balistik uygulamalarda da kullanılmasına olanak sağlar. [25]

Yüksek ergime sıcaklığı, bor karbürün refrakter ürünlerin üretiminde de kullanılmasına olanak sağlamaktadır. [26]

2.3.2. Titanyum Diborür'ün kimyasal, fiziksel ve mekanik özellikleri

Kimyasal kararlılığı oldukça yüksek bir malzeme olan titanyum diborür, H_2SO_4 ve HNO_3 ortamlarında oksitlenmektedir. Bunun yanı sıra bakır, çinko, alüminyum gibi ergimiş metaller ile reaksiyona girmemektedir. [31]

Titanyum diborür, borür malzemeler arasında elektriksel iletkenlik özelliği en yüksek olan malzemedir. Elektriksel iletkenliğinin yanı sıra termal iletkenlik değerinin de yüksek olması ($24-26,3 \text{ W/m}^\circ\text{K}$), titanyum diborürün kullanım alanlarını artırmaktadır. [32]

Titanyum diborür, yüksek sertliğe, düşük yoğunluğa, yüksek elastik modülü değerine sahip bir malzemedir. Yüksek aşınma direnci, titanyum diborürü yüksek sıcaklıklarda aşınmaya karşı direnç gösterilmesi gereken uygulamalarda kullanımında oldukça popüler hale getirmiştir. [33]

Titanyum diborürün fiziksel ve mekanik özellikleri, Tablo 2.3'te verilmiştir.

Tablo 2.3. *Titanyum diborürün fiziksel ve mekanik özellikleri* [34]

Özellik	Değer
Yoğunluk (g/cm^3)	4,52
Ergime Sıcaklığı ($^\circ\text{C}$)	2920
Vickers Mikrosertlik (GPa)	25,5
Kırılma Tokluğu ($\text{MPa.m}^{1/2}$)	6,4
Elastik Modülü (GPa)	541
Kayma Modülü (GPa)	185
Poisson Oranı	0,11

2.3.3. Titanyum Diborür'ün kullanım alanları

Monolitik TiB_2 , Hall-Héroult hücrelerinde alüminyum elektrolizinde kullanılmaktadır. Yüksek elektriksel iletkenlik özelliği ve ergimiş metallere karşı inert olma durumu, titanyum diborürün alüminyum metalürjisinde katot, elektrot ve termokapıl kılıfı olarak kullanımının önünü açmaktadır. [35]

TiB_2 , seramik-metal matriks kompozitlerinde dispersan olarak kullanılmaktadır. Fiber optik kabloların koruma kısmı, kesici takımlar, aşınma parçaları, nozüller ve

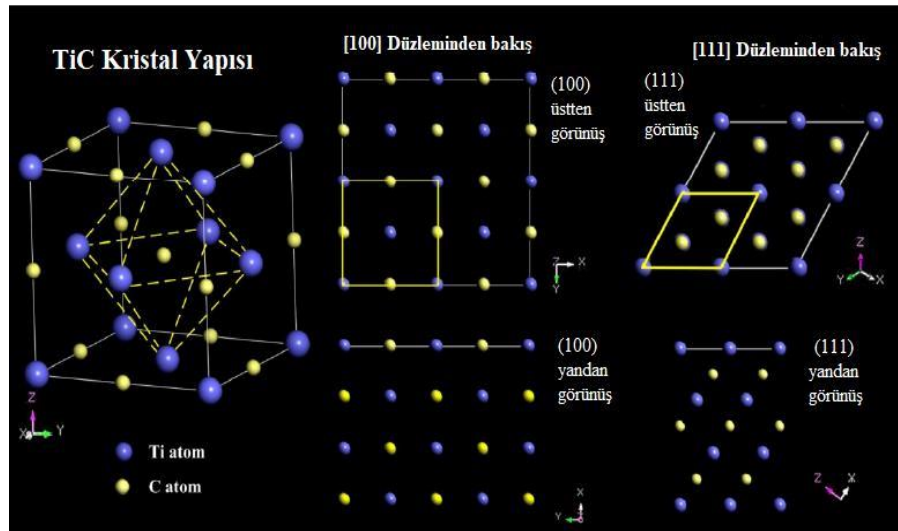
refrakter malzemesi gibi alanlarda da kullanılmaktadır. Üstün mekanik özellikleri, balistik uygulamalarında kullanılmasına sebep olmaktadır. Sinterlenmesi tek başına zor olan SiC sistemlerinde katkı malzemesi olarak da kullanılan titanyum karbür, bu sistemlerin mekanik mukavemetlerinin de artırılmasına yardımcı olmaktadır. [36]

2.4. Titanyum Karbür (TiC)

Oldukça yüksek bir Vickers mikrosertlik değerine (28-35 GPa) sahip olan titanyum karbür, genellikle kesme takımlarında ve aşınmaya karşı direnç gösteren mühendislik uygulamalarında kullanılan bir seramik malzemedir. Düşük yoğunluğu ($4,92 \text{ g/cm}^3$), yüksek ergime noktası ($3160 \text{ }^\circ\text{C}$), yüksek elastik modülü (460-494 GPa) ve yüksek termal iletkenliği ($33 \text{ W/m}^\circ\text{K}$), titanyum karbürü geniş bir kullanım yelpazesine sokan özelliklerden birkaçıdır. Titanyum karbürün başlıca dezavantajları ise düşük termal şok direnci ve düşük kırılma tokluğu ($2,8 \text{ MPa.m}^{1/2}$) değerleridir. [37]

2.4.1. Titanyum Karbür'ün kristal yapısı

Titanyum Karbür bileşiği genel olarak Fm-3m (225) uzay grubuna sahip Yüzey Merkezli Kübik (YMK) yapıda bulunur. Şekil 5.1'de görülebileceği üzere, titanyum atomları her bir köşenin ve her yüzün merkezinde bulunurlar. Karbon atomları ise her köşenin merkez noktasında yer alır. Yüzey merkezli kübik yapıda hâkim olan düşük indeksli düzlemler genelde (100) ve (111) düzlemleridir. (100) ve (111) düzlemleri, yüzey merkezli kübik yapıdaki en kararlı düzlemlerdir. [38]



Şekil 2.4. TiC kristal yapısı [39]

2.4.2. Titanyum Karbür'ün kimyasal, fiziksel ve mekanik özellikleri

Çoğu aside karşı kimyasal direnci yüksek olan titanyum karbür, HNO_3 ve HF ortamlarında oksitlenmektedir. Hava atmosferinde ise $800\text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklığın üzerinde oksitlenmeye başlar. Titanyum karbür, yüksek kimyasal kararlılığa sahiptir.

Titanyum karbür yüksek bir ergime noktasına sahiptir. Düşük yoğunluğu, sert ve rijit bir malzeme olması, yüksek termal ve elektriksel iletkenliği gibi özelliklere sahiptir. Bu avantajları titanyum karbürü yakın tarihte yapılan çalışmalarda oldukça popüler hale getirmiştir.

TiC , yüksek ergime noktası, düşük yoğunluğu, sert ve rijit olması, iyi termal ve elektrik iletkenliği gibi cazip fiziksel özelliklerinden dolayı son zamanlarda sıkça çalışmaları yapılan bir malzeme olmuştur. [2]

Titanyum karbürün fiziksel ve mekanik özellikleri, Tablo 2.4'te verilmiştir.

Tablo 2.4. *Titanyum Karbürün fiziksel ve mekanik özellikleri [40]*

Özellik	Değer
Yoğunluk (g/cm^3)	4,92
Ergime Sıcaklığı ($^\circ\text{C}$)	3160
Vickers Mikrosertlik (GPa)	28-35
Kırılma Tokluğu ($\text{MPa.m}^{1/2}$)	2,8
Elastik Modülü (GPa)	460-494
Kayma Modülü (GPa)	186
Poisson Oranı	0,191

2.4.3. Titanyum Karbür'ün Kullanım Alanları

Titanyum karbür yüksek sertliği ve düşük yoğunluğu sayesinde besleme vidası, kenar destek röleleri aşınma direnci isteyen uygulamalarda ve endüstriyel bıçak ve kesme aleti uygulamalarında kullanılır. Yüksek mekanik özellikleri titanyum karbürün balistik uygulamalarda da kullanılmasının önünü açmıştır. [34-41]

2.5. SİNERLEME

Sinterleme, toz metalürjisinde ve seramiklerde kullanılan başlıca üretim yöntemlerinden biridir. Toz partiküllerinin ergime sıcaklığının altında bir sıcaklığa (yaklaşık 2/3'ü) çıkartılarak aralarında yeni bağlar oluşturma işlemine sinterleme adı verilmektedir. Sinterleme süreci boyunca seramik partiküllerinin yüzey alanları küçülür, birbirleriyle temas ettikleri bölgeler artar ve tanecikler arası boşluklar azalır veya yok olur. Sinterleme, sadece katı partiküllerle (katı hal sinterlemesi) veya sıvı bir fazın varlığıyla (sıvı hal sinterlemesi) gerçekleşir. [42]

Sinterlemenin amacı, yoğunlaştırılmak istenen partiküllerin, sinterleme değişkenleriyle istenilen mikroyapılarda üretilmesini sağlamaktır. Sinterleme değişkenleri, kullanılan malzemeye ve sinterleme koşullarına göre ikiye ayrılabilir. Kullanılan malzemeye göre sinterleme değişkenleri tozların tane şekilleri, tane boyutu, tane boyutu dağılımı ve sinterleme öncesi tozların karıştırılmasını kapsarken sinterleme koşullarına bağlı değişkenler sinterleme sıcaklığı, sinterleme basıncı, sinterleme süresi gibi parametreleri kapsar. [43]

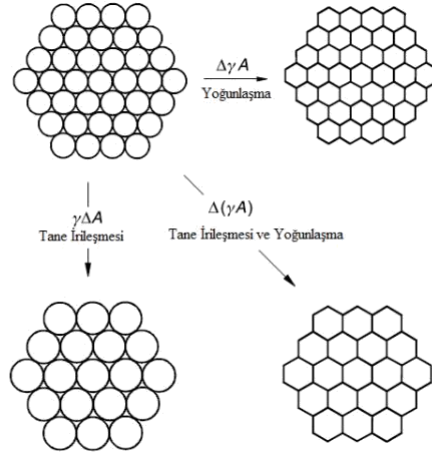
Sinterleme için gerekli itici kuvvet, yüksek enerjili katı-buhar ara yüzünün eliminasyonu ve düşük enerjili katı-katı ara yüzü oluşumudur. Katı-buhar arayüzü, katı-katı ara yüzüne göre daha yüksek yüzey enerjisine sahip olduğu için, sinterlemenin itici kuvveti için, toplam ara yüz enerjisinin azaltılması denilebilir. [42]

Toplam ara yüz enerjisi γA olarak ifade edilir. γ ara yüz enerjisi ve A toplam yüzey alanını belirtir. Sistemdeki toplam enerjideki azalma, Eşitlik 6.1'de verilmiştir.

$$\Delta(\gamma A) = \Delta\gamma A + \gamma \Delta A \quad (6.1)$$

Eşitlik xx'e göre ara yüzey enerjisindeki değişim yoğunlaşma sebebiyle olmaktadır, ara yüzey alanındaki değişim ise tane tane irileşmesi sebebiyle olmaktadır. [42]

Sinterleme ile birlikte ara yüz enerjisinin azalması, Şekil 2.5'te gösterilmiştir.



Şekil 2.5. Sinterleme için itici kuvvetin şematik gösterimi [42]

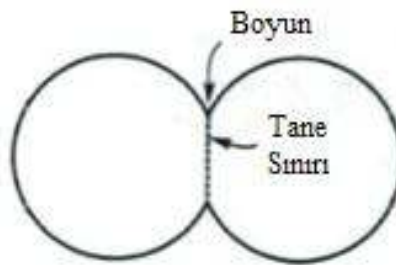
2.5.1. Sinterleme aşamaları

Sinterleme, temelde üç aşamada gerçekleşir. Bu kısımda bu aşamalara değinilmiştir.

2.5.1.1. Başlangıç aşaması

Sinterlemenin birinci aşaması olan başlangıç aşamasında, sinterlenen bünyedeki toz tanelerinin birbirlerine temas ettikleri bölgede madde taşınımı gerçekleşmeye başlar. Temas bölgelerindeki yüksek yüzey enerjisi, madde taşınımının kolay gerçekleşmesini sağlar. Taneler arasında bir boyun bölgesi oluşmaya başlar ve bu boyun bölgesi madde taşınımı devam ettikçe büyür. Taneler başlangıç aşamasında noktasal temas bölgeleri oluşturduğu için taneler arasında oluşan poroziteler genelde köşeli yapıdadırlar.

Sinterlemenin birinci aşaması, taneler arasındaki boyun bölgelerinin yarıçaplarının, tanelerin yarıçaplarının %40-%50'si boyutuna ulaşana kadar devam etmektedir. Bu durum, teorik yoğunluğun %65 seviyelerine ulaşması anlamına gelmektedir. Başlangıç aşamasının şematik gösterimi, Şekil 2.6'da verilmiştir.



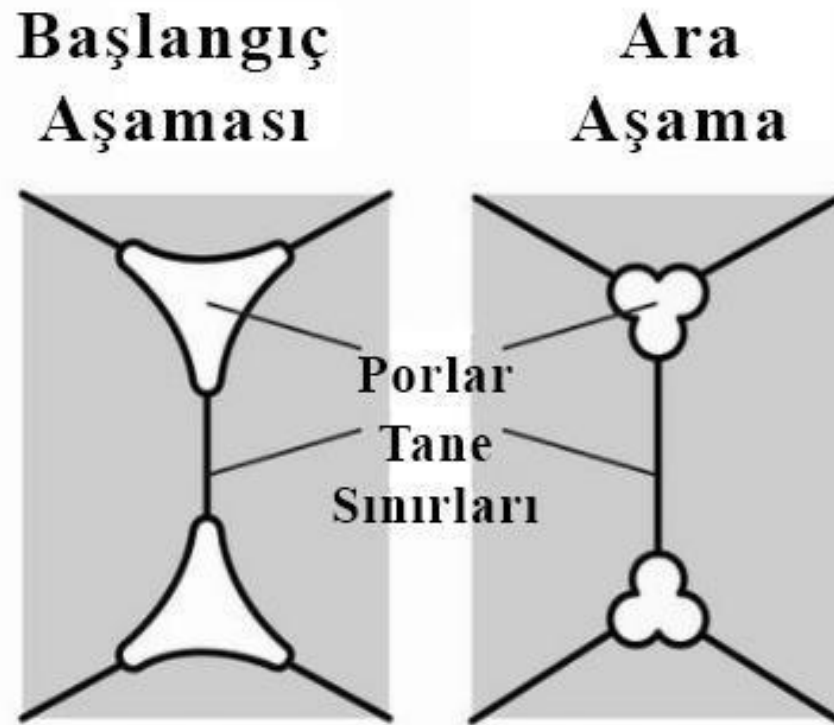
Şekil 2.6. Başlangıç aşamasının şematik gösterimi [44]

2.5.1.2. Ara aşama

Sinterlemenin ikinci aşaması olan ara aşamada madde taşınması boyun bölgelerine doğru devam eder. Köşeli yapıda olan tane arası boşluklar, kesitleri küçülme eğiliminde olan kanallar şeklini alır. Bu aşamanın sonuna gelindiğinde bu kanalların kendi aralarındaki bağlantılar tamamen kesilmiş olur. [45]

Yoğunlaşma davranışındaki en önemli gelişmeler bu aşamada oluşmaktadır. Malzeme bünyesinde bulunan poroziteler tane kenarlarında köşeli yapılarda, uzun ve dar geometrilerde bulunurken bu aşama sırasında poroziteler küresel geometriye gelir. Sinterlemenin ara aşamasının sonlarına doğru kararsız hale gelen porozitelerin birbirlerinden ayrılarak kapalı porozite haline gelirler. [43]

Sinterlemenin en uzun süren aşaması olan ara aşamada teorik yoğunluk %90'a kadar ulaşmaktadır. Tane sınırı ve hacim difüzyonlarının etkili olduğu bu aşamada tane sınırlarında bulunan poroziteler kaybolur, tane büyümesi gerçekleşir. Tane sınırlarında olmayan porozitelerin varlığını sürdürdüğü bu aşamadan sonra üçüncü aşama olan son aşamaya geçilir.



Şekil 2.7. Taneler arası porozitelerin başlangıç aşaması ve ara aşamada değişimlerinin şematik gösterimi [46]

2.5.1.3. Final aşaması

Ara aşamada küçülmekte olan poroziteler, final aşamasıyla beraber tamamen kaybolmakta ve teorik yoğunluğa ulaşmaktadırlar. Bu aşamada kapalı poroziteler, tane büyümesi sırasında tane sınırları ile birlikte hareket ederek sinterlemenin devam etmesini sağlar. Sinterlemenin final adımı diğer adımlara göre daha yavaş devam eder, bunun sebebi azalan yüzey alanıdır. Azalan yüzey alanı, yüzey enerjisinin de azalmasına sebep olur. [43]

Final aşamasıyla birlikte küresel bir şekil alan poroziteler, birbirlerinden ve tane sınırlarından ayrılıp tamamen kapalı porozite haline gelirler. Sinterlemenin son adımlarında poroziteler küresel yapıya sahip olurlar. Hızlanan tane büyümesiyle beraber teorik yoğunluk %99'lara kadar ulaşır. [43]

2.5.2. Sinterleme mekanizmaları

Sinterleme, temas halinde olan partiküllerin, uygulanan enerji sayesinde birbirleriyle birleşmesi ve aralarındaki porozitelerin kapanması ile sağlanmaktadır. Birleşme işlemi iki tanecik arasında köprü görevi gören boyun isimli kısımlarda, yüksek ısı enerjisinin itici güç olduğu bir sistemde, taneler arası malzeme taşınım hareketleri ve kütle taşınım mekanizmalarıyla sağlanır. Tane sınırlarında bulunan porozitelerin küçülmesine de sebep olan bu kütle taşınımları, altı tanedir ve malzemenin içerdiği kimyasal bağlara, ortamda sıvı faz olup olmamasına, sinterlemenin o an bulunduğu aşamaya bağlıdır. Sinterlemede etkin rol oynayan mekanizmaların şematik gösterimi, Şekil 2.8'de verilmiştir.

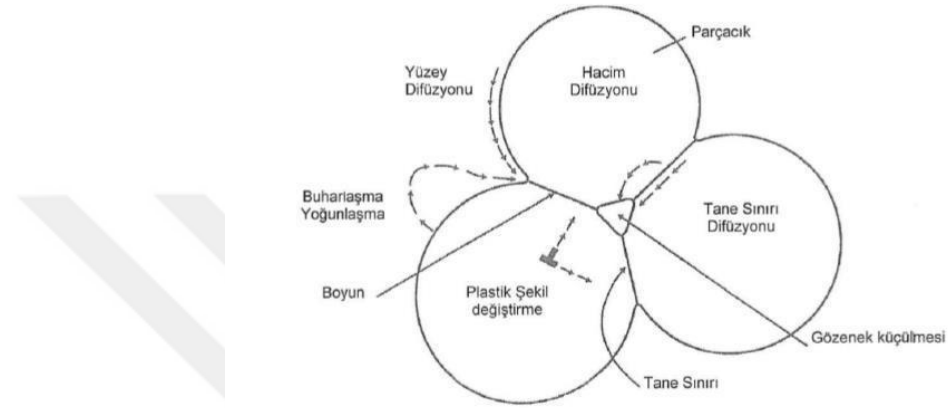
Sinterleme mekanizmaları altı tanedir. Bunlar;

- 1) Yüzeyden Boyun Bölgesine Difüzyon
- 2) Yüzeyden Boyun Bölgesine Hacim Difüzyonu
- 3) Buharlaşma-Yoğunlaşma ile Boyun Bölgesine Difüzyon
- 4) Tane Sınırını Difüzyonu
- 5) Latis Difüzyonu
- 6) Dislokasyonlar Boyunca Difüzyon

Yüzey difüzyonu, yüzeyden hacim difüzyonu ve buharlaşma-yoğunlaşma ile hacim difüzyonu mekanizmaları tanecikler arası boyun oluşumunu sağlar, tane büyümesi ve taneler arası porozitelerin küçülmesinde etken rol oynar, fakat tanelerin yoğunlaşmalarını

sağlamaz. Bunun sebebi bu üç difüzyonun yüzey taşınımı sağlarken kütle taşınımında rol almamasıdır.

Tane sınırı difüzyonu, latis difüzyonu ve dislokasyonlar boyunca difüzyon mekanizmaları ilk üç difüzyon mekanizması gibi taneler arası boyun oluşumunu ve porozitelerin eliminasyonunu sağlarken, kütle taşınımında da etkili oldukları için yoğunlaşmayı sağlarlar. [47]



Şekil 2.8. Sinterleme mekanizmalarının şematik gösterimi [48]

Sinterleme mekanizmaları, malzeme taşınım yöntemi ve sinterleme itici güçleri farklarından dolayı temel olarak katı hal sinterlemesi ve sıvı faz sinterlemesi olarak iki grupta incelenmektedir.

Tablo 2.5. Sinterleme Mekanizmaları [49]

Sinterleme Türü	Taşınım Mekanizması	Sinterleme için İtici Güç
Katı Hal Sinterlemesi	Difüzyon	Serbest Enerji, Kimyasal potansiyeldeki değişim
Sıvı Faz Sinterlemesi	Vizkoz akışı, Difüzyon	Kapılar Basıncı, Yüzey Gerilimi

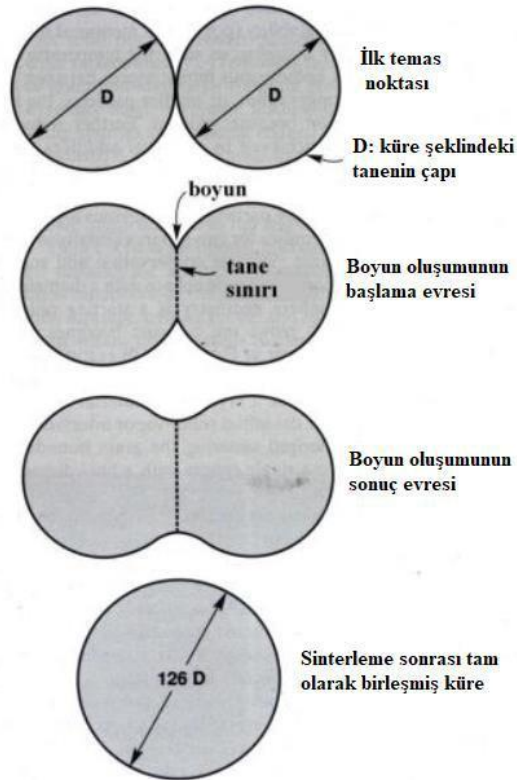
2.5.2.1. Katı hal sinterlemesi

Hem difüzyon hem de yoğunlaşmanın katı halde gerçekleştiği, sinterleme sırasında bünyede sıvı faz oluşmayan sinterleme türüne Katı Hal Sinterlemesi denir. Katı hal sinterlemesinin itici gücü sistemdeki serbest enerjinin azalmasıdır. Bu itici güç sistemdeki yüksek enerjili katı-gaz arayüzlerinin eliminasyonu ve düşük enerjili katı-katı

arayüzlerinin oluşturulmasıyla sağlanır. Sistemdeki serbest enerjinin azalması spesifik yüzey alanının azalmasına, porozitelerin boyutlarının küçülüp şekillerinin giderek küreselleşmelerine ve son olarak sinterleme ortamında bulunan malzemelerdeki atom boşlukları ve dislokasyonlar gibi yapı hatalarının ortadan kaldırılmasına sebep olur. [49]

Katı hal sinterleme sırasında, temas halinde olan iki parçanın temas ettikleri yüzeylerde boyun bölgeleri oluşmaya başlar. Sinterleme ilerledikçe bu temas noktaları büyür ve birleşmeye başlar. Birleşme öncesi tanelerin yüzeylerinde bulunan katı-gaz ara yüzleri yerlerini yeni bir tane sınırına bırakırlar. Sinterleme sürdükçe, birbirleriyle temas halinde olan iki tane birleşir ve teorik olarak başlangıç çaplarının 1,26 katı büyüklükte, küre geometrisinde yeni bir tane oluşur. [47]

Katı hal sinterlemesinde iki tanenin boyun oluşturma ve sonrasında birleşme süreci, Şekil 2.9'da gösterilmiştir.

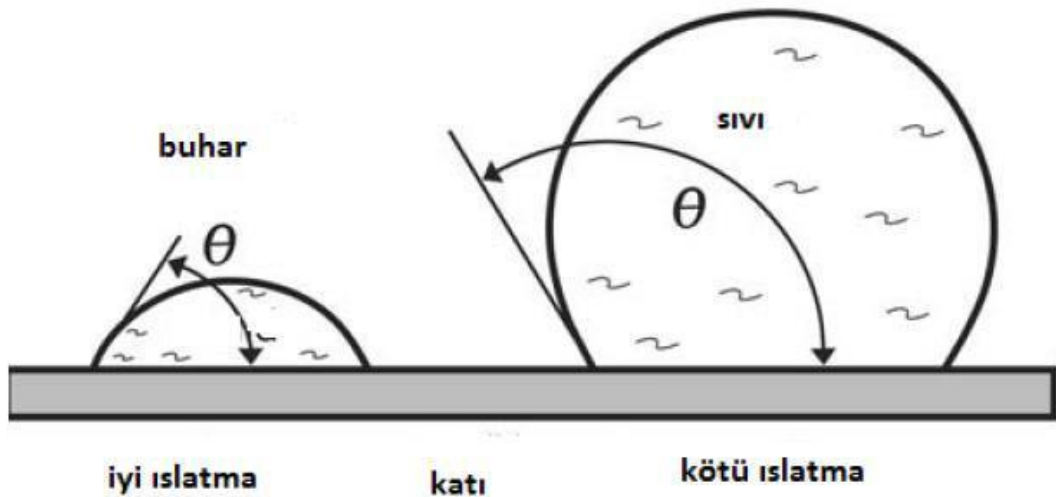


Şekil 2.9. Katı hal sinterlemesinde taneler arası temas sonucu boyun oluşumu ve küreselleşmenin şematik gösterimi [47]

2.5.2.2. Sıvı faz sinterlemesi

İki veya daha fazla bileşenli sistemlerde kullanılabilen bir yoğunlaştırma yöntemi olan Sıvı Faz Sinterlemesi, sinterleme sırasında bileşiklerden ergime sıcaklıkları daha düşük olanın sinterleme sırasında sıvı faza geçmesiyle kapılar kuvveti artırması, dolayısıyla yoğunlaşmayı artırmasını sağlar. Sıvı faz sinterlemesi, ergime noktaları birbirlerine yakın olmayan bileşiklere uygulanmaktadır.

Sinterleme sırasında katı tanelerinin oluşan sıvı fazda çözünmesi, katı tanelerinin ıslanmasıyla taneleri bir arada tutan etki olan kapılar kuvvetinin oluşmasını sağlar. Sıvı faz sinterlemesinde oluşan sıvı fazın, katı tanelerini iyi bir şekilde ıslatması gerekmektedir. Sıvı taneleri arasındaki kohezyon kuvvetinin, sıvı faz ve katı taneler arasında oluşan adezyon kuvvetinden fazla olması, bu sistemde iyi bir ıslanma olmayacağını gösterir. Sıvı faz sinterlemesi için iyi ve kötü ıslatmalara örnek, şekil 2.10'da verilmiştir. Sıvının katıyla temas açısı, ıslatmanın iyi ya da kötü olacağını belirler. Düşük yüzey gerilimine sahip sıvılar iyi ıslatma gösterirken, yüksek yüzey gerilimine sahip sıvılarda iyi ıslatmaya rastlamak mümkün değildir.



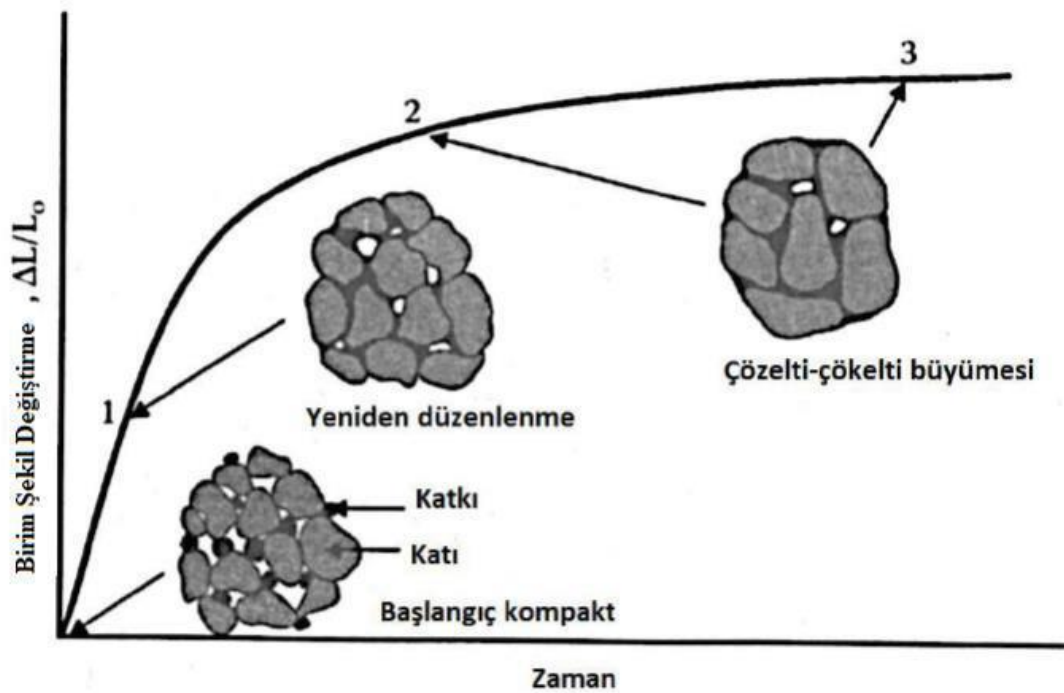
Şekil 2.10. Sıvı faz-katı taneleri arasındaki temas açısına göre iyi ıslatma- kötü ıslatmanın şematik gösterimi [50]

Oluşan sıvı faz sayesinde yüksek difüzyon hızı, hızlı sinterleme ve düşük sinterleme sıcaklığı gibi sonuçlar elde etmek mümkündür. [50]

Sıvı faz sinterlemesi uygulanan kompozit ve bileşiklerde, ısıtma evresinde katı taneler katı hal sinterlemesine maruz kalırlar. Verimli bir sıvı faz sinterlemesi uygulaması

için gerekli olan şart, oluşan sıvı fazın katı tanelerini ıslatmasıdır. Oluşan bu sıvı faz, katı tanelerinin arasına girerek bağların çözülmesine ve katı tanelerin tekrardan düzenlenmesine sebep olur. Katı taneler oluşan sıvıda çözünbildiği için, sıvı faz difüzyon mekanizmalarını hızlandırır. Böylelikle hem tane büyümesi hem de yoğunlaşma hızlanmış olur. Sıvı fazın sinterlenecek katı tanelerin arasına nüfuz edebilmesi, sıvı faz sinterlemesi için hayati önem taşımaktadır. Sinterleme için eklenen katkı maddeleri, katı tanelerin boyutu, dağılımı ve şekilleri, ısıtma hızı, sinterleme sıcaklığı, sinterleme süresi ve soğutma hızı sıvı faz sinterlemeyi etkileyen diğer başlıca parametrelerdir. [51]

Sıvı faz sinterlemesi, üç adımda meydana gelmektedir. Bu adımlar sırasıyla başlangıç, yeniden düzenleme ve çözelti-çökelti büyümesi olarak isimlendirilebilir. Sıvı faz sinterlemesinin adımlarının birim şekil değiştirme eğrisinde gösterimi, Şekil 2.11’de verilmiştir.

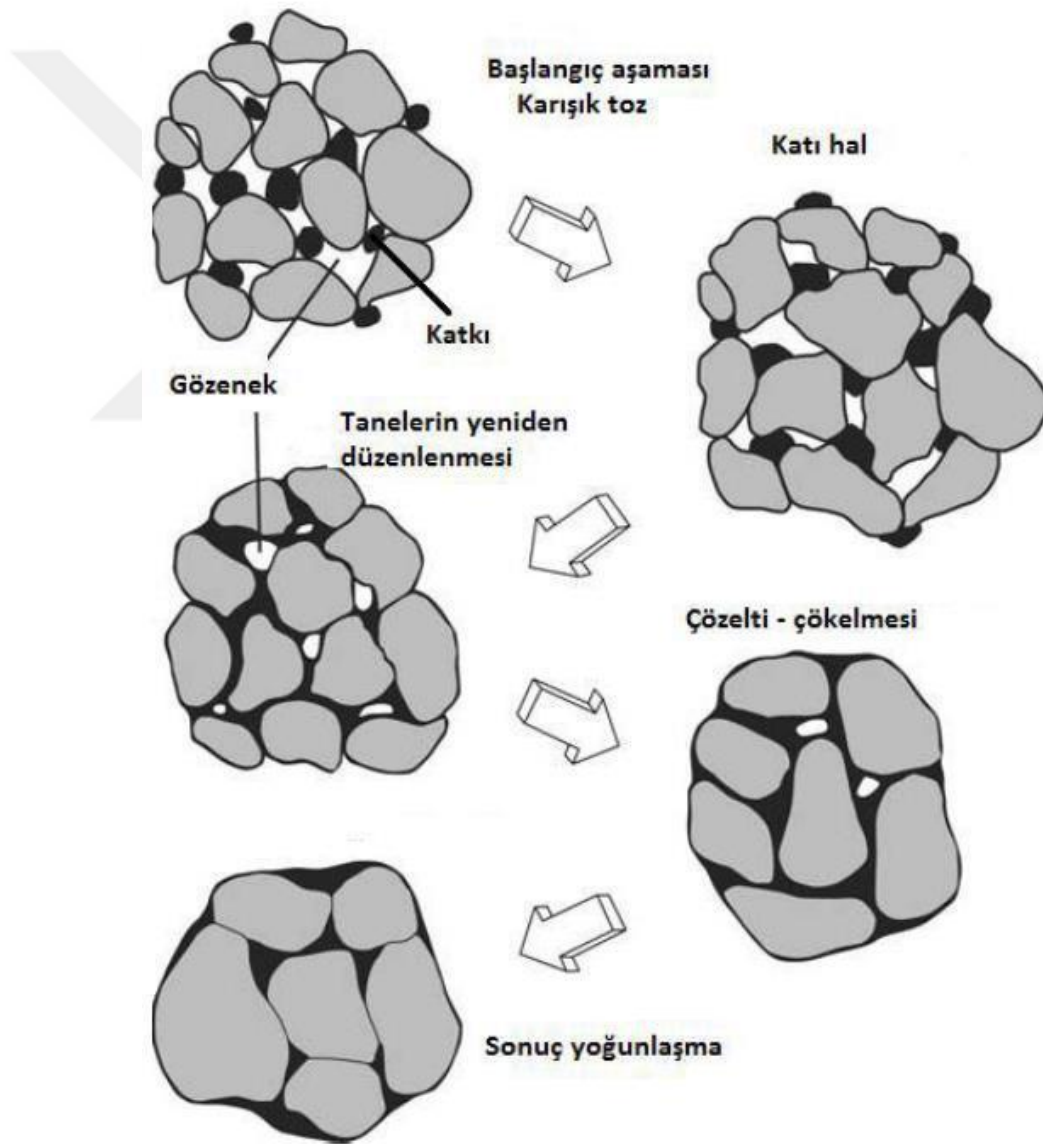


Şekil 2.11. Sıvı faz sinterlemesi aşamalarının şematik gösterimi. [51]

Sinterlemenin ilk aşamalarında yüksek sıcaklık evresinde sıvı faz, bünyede yoğunluğun artmasına ve tanelerin büyümesine sebep olur. Katı tanelerin arasına giren ve katı taneleri ıslatan sıvı faz, katı tanelere uygulanan kapilar kuvvetin artmasıyla birlikte taneleri yeniden düzenler ve bu şekilde yoğunluğun artmasına sebep olur. Yeniden düzenleme evresi sayesinde olan yoğunluk artışı, oluşan sıvı faz miktarına, katı tanelerin boyutuna ve bu tanelerin oluşan sıvı faz içindeki çözünürlüğüne bağlıdır.

Sinterleme ilerledikçe, bünyede bulunan poroziteler azalmaya ve küçülmeye başlar. Porozite miktarının ve boyutlarının küçülmesi, sıvı fazın katı taneleri arasına girmesini zorlaştırır. Sıvı fazın katı taneleri arasına girme hızı yavaşladığı için, yoğunlaşma hızında da düşüş görülür. Bu yavaşlama sonrası difüzyon daha etkili hale gelir ve çözünme-tekrar çökelme aşamasına geçilir. Çözünme – çökelme aşamasında tane büyümesine yardım eden Ostwald büyümesi ve yoğunlaşma, difüzyon kontrolünde olan süreçlerdir.

Sıvı faz sinterlemesinde oluşan yoğunlaşma basamakları, Şekil 2.12’de gösterilmiştir.



Şekil 2.12. Sıvı faz sinterlemesindeki yoğunlaşma basamakları [50]

2.5.3. Basınç yardımı ile sinterleme yöntemleri

Sinterleme uygulamalarında basınç, zor yoğunlaşan veya yüksek performans beklentisi olan sistemlerde kullanılır. Tane boyutu küçük olan toz sistemlerinde sinterleme kolay bir şekilde yapılabilmektedir, çünkü yüzey alanının fazla olması sinterleme için itici bir güç oluşturmaktadır. Bu tür sistemlerde basınç yardımı ile sinterleme yapmaya gerek duyulmamaktadır.

Öte yandan tane boyutu büyük veya birden fazla bileşen içeren katı hal sinterleme sistemlerinde poroziteler, son ürünün yoğunluğu ve buna bağlı olarak mekanik özellikleri üzerinde olumsuz etkiler yaratmaktadır. Basınç uygulanmayan sistemlerde sinterleme süresinin uzun olması, bünyede bulunan porozitelerin yapı içinde kararlı hale geçmesini sağlar ve porozitelerin eliminasyonu oldukça zorlaşır. [50]

Bünyede bulunan porozitelerin eliminasyonu, dolayısıyla bünyenin yoğunlaşması, sinterleme sırasında basınç uygulanarak sağlanır. Basınç kullanılan sinterleme uygulamalarında, daha düşük sıcaklık ve sinterleme sürelerinde daha yüksek yoğunlaşma elde edilir. Sinterleme uygulanan basınç, tane büyüme hızını değiştirmeden katı taneleri arasındaki temas noktalarını artıracak için yoğunlaşmaya itici güç uygular. [45]

Basınç yardımı ile sinterleme uygulamasını yapabilmek için, yüksek sıcaklıklara dayanıklı ekipmanlara ek olarak basınç uygulama kapasitesi olan ekipmanlara sahip cihazların varlığı hayati önem taşımaktadır. [47]

2.5.3.1. Sıcak Presleme (HP)

Seramik üretiminde yaygın bir işlem olan sıcak presleme, sabit bir kalıp içerisinde sinterleme yapılan, basıncın tek ekseninde uygulandığı bir işlemdir. Kalıp malzemesi olarak genellikle grafit kullanılır. Grafit kalıp, yüksek sıcaklık ve basınç altında yüksek mukavemet gösterir. Uygulanan basınç genelde üst pançtan hidrolik bir şekilde sisteme aktarılmaktadır. Sıcak preslemede aksenal bir basınç uygulanıyor olsa da kalıp yüzeylerinde oluşan sürtünme sebebiyle kuvvet, merkez noktasından kenarlara geldikçe değişen bir dağılım gösterir.

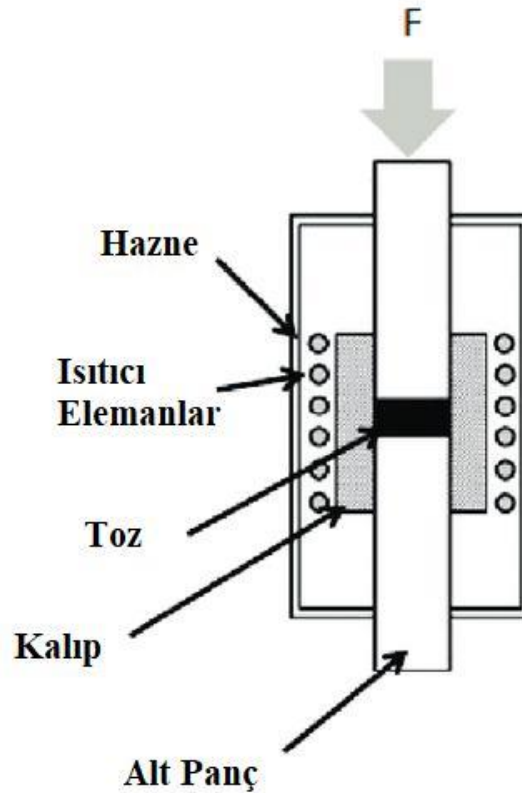
Sıcak preslemede kalıp, önceden soğuk şekillendirme ile şekillendirilmiş veya toz malzeme ile doldurulur. Doldurulan kalıba arzu edilen değerlerde sıcaklık ve basınç uygulanır. Sıcak presin azami sıcaklık ve basınç değerleri sırasıyla 2200 °C ve 50-60

MPa'dır. Sinterleme sırasında etkili olan mekanizmalar tane büyümesi ve hacim difüzyondur. [52]

Sıcak presleme işleminde kullanılacak tozun küçük tane boyutuna sahip olması gerekmemektedir. Yoğunlaşma, geleneksel basınçsız sinterleme yöntemlerine göre daha düşük sıcaklıklarda gerçekleşmektedir. Sinterleme işlemi, vakum altında yapılmaktadır. Vakum uygulanması, fırın içi ekipmanların ve sinterlenecek malzemenin korunmasında etkilidir. Vakum uygulamasının bir diğer amacı ise sinterlenen bünyedeki porozitelerin ortadan kaldırılmasıdır. Sıcak pres uygulaması, kullanılan malzeme ve arzu edilen son ürüne göre azot, argon gibi farklı inert atmosferlerde yapılabilmektedir. [53]

Oluşacak son ürünün kısıtlı geometrilerde olması, sinterleme işleminin uzun sürmesi ve maliyetli olması, sıcak presleme işleminin başlıca dezavantajlarıdır.

Sıcak pres, kalıp çevresine yerleştirilmiş ısıtıcı elemanlar, basıncı sinterlenecek bünyeye ileten hidrolik sistemler ve bunlara yardımcı olan ekipmanlardan oluşmaktadır. Sıcak pres işleminin şematik gösterimi, Şekil 2.13'te verilmiştir.



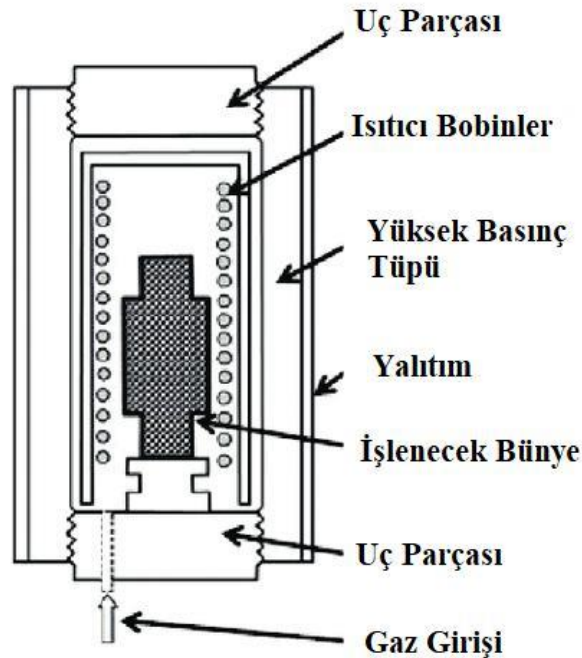
Şekil 2.13. Sıcak presleme yönteminin şematik gösterimi [54]

2.5.3.2. Sıcak İzostatik Presleme (HIP)

Sıcak izostatik preslemenin sıcak presleme ve Spark Plasma Sinterlemeden en büyük farkı, sinterlenecek bünyeye uygulanan basınç kuvvetinin tek bir yönden değil, her yönden aynı anda uygulanmasıdır. Sinterlenecek bünyenin içinde bulunduğu kaba üç eksenden gaz basıncı uygulanır. Basınç uygulanırken sinterlenecek bünye, kalıbın içinde bulunduğu ısıtılmalı hazne ile ısıtılır ve sinterleme işlemi bu şekilde gerçekleşir. Argon ve helyum gazı, sinterlenecek bünyeye uygulanan basıncı sağlamaktadır. Sıcak izostatik preslemede toz, genelde cam veya metalik malzemelerden üretilmiş bir kalıba koyulur. Sinterleme işlemi devam ederken bu cam kalıp, viskoz akma göstererek sinterlenecek bünye ile birlikte deforme olur.

Sinterleme sonrası oluşan bünyelerin tane büyümesi maruz kalmadan yoğun bir şekilde oluşmaları, sıcak izostatik presin en önemli avantajlarından biridir. Yüksek maliyet işe bu yöntemin yaygın olarak kullanılması önündeki en büyük engeli oluşturmaktadır. [55]

Sıcak izostatik pres işleminin şematik gösterimi, şekil 2.14’te verilmiştir.



Şekil 2.14. Sıcak izostatik presin şematik gösterimi [54]

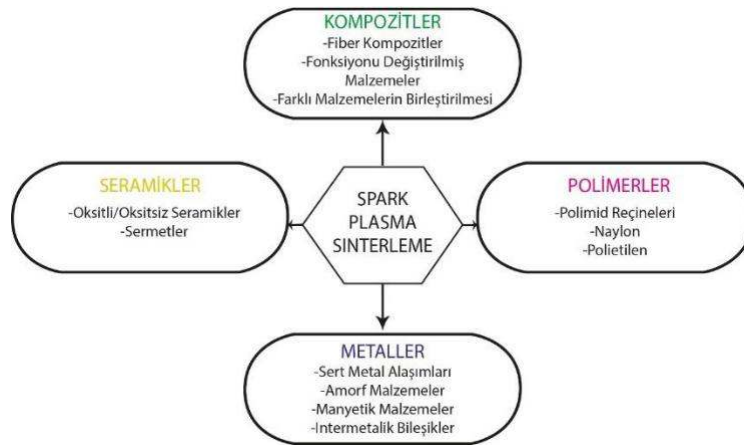
2.5.3.3. Spark Plasma Sinterleme (SPS)

Diğer basınçlı sinterleme metotlarına göre daha güncel ve yenilikçi bir metot olan spark plasma sinterleme, sinterlenecek bünyeye belli aralıklarla elektrik enerjisinin verilmesi ve anlık yüksek sıcaklık spark plasma oluşturma ile yapılan bir sinterleme işlemidir. Spark plasma sinterleme yöntemi, sıcak presleme ve sıcak izostatik preslemeye göre daha üstün özelliklere sahiptir. Yöntemin diğer sinterleme yöntemlerine göre daha kolay bir işlem olması, sinterleme parametrelerinin ve hızının daha kolay kontrol edilebilmesi, yüksek üretilebilirlik, güvenlik ve güvenilirlik spark plasma sinterlemeyi sıcak presleme ve sıcak izostatik preslemenin önüne koyan özelliklerden bir kaçıdır. [56]

Spark plasma sinterleme ile üretilebilen malzemeler geniş bir yelpazeye sahiptir. İleri teknoloji seramikler, amorf ve nano malzemeler, seramik-metal kompozitleri, seramik-seramik kompozitleri, termoelektrik malzemeler spark plasma sinterleme yöntemiyle üretilen başlıca malzemelerdir. [57]

Spark plasma sinterleme yöntemi ile, neredeyse teorik yoğunlukta, ince taneli malzemeler üretilir. Diğer sinterleme yöntemlerine göre düşük sıcaklık ve kısa sinterleme süreleri, tozların tane büyümesini engeller ve teorik yoğunluğa yakın değerlerde sinterlenmelerine imkan oluşturur. Yüksek ısıtma ve soğutma hızı, işlem süresinin kısa olması, atmosfer kontrolü gibi avantajlar, yeni malzemelerin üretilmesi ve geliştirilmesinde, aynı zamanda üretilen malzemenin mikroyapı kontrolünde ciddi avantajlar sağlamaktadır. [58]

Spark plasma sinterleme yöntemiyle üretilebilen malzemeler, Şekil 2.15'te verilmiştir.



Şekil 2.15. Spark plasma sinterleme yöntemi ile üretilebilen malzemeler [56]

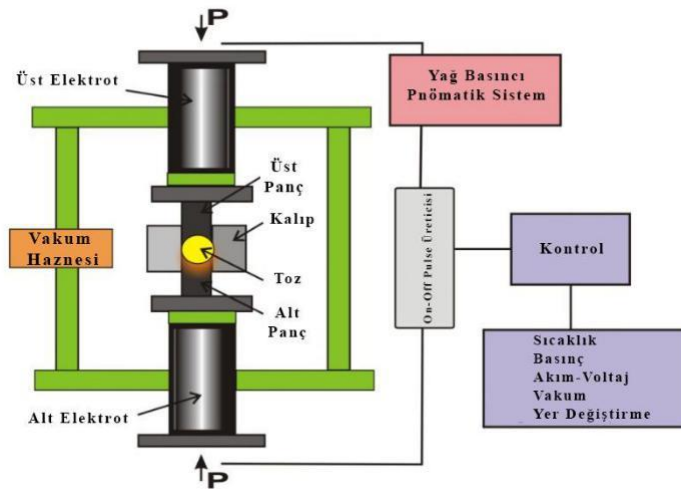
2.5.4. Spark Plasma Sinterleme çalışma mekanizması

Elektrik akımının ve basıncın beraber uygulanması ile tozların sinterlenmesi gerçekleşir. Sinterlenecek bünye, yüksek sıcaklık ve basınç altında yüksek mukavemet gösterme özelliğine sahip olduğu için grafit kalıbın içine yerleştirilir. Aralıklı olarak bünyeye gönderilen doğru akım ile elektrik enerjisi hem kalıbın hem de sinterlenecek bünyenin içinden geçer. Elektrik akımıyla beraber kalıp, ısıtıcı kaynağı olarak da görev almaya başlar. Kalıbın bu davranışı sayesinde sinterlenecek bünye hem içerden hem de dışardan ısınmaya başlar. Bu ısı transferi, difüzyon hızını da etkiler ve işlem, hızlı bir şekilde gelişir. Bu esnada sinterlenecek bünyeye basınç, tek eksenli hidrolik presler sayesinde uygulanır. [57]

Darbeli spark akımı ile doğrudan ısıtılan grafit kalıp ve toz, yüksek termal verimliliğe sahip olur. Fazların homojen dağıldığı ve mekanik, termal özelliklerin yüksek olduğu son ürünler elde edilir. Homojen ısıtma, yüzey saflaşması ve spark dağılması ile oluşturulan aktivasyon enerjisi bu yüksek değerlerin sebebidir.

Sıcak pres ve sıcak izostatik pres gibi sinterleme yöntemlerinde görülen tane büyümesi, oluşacak son ürünün mikroyapı özelliklerini olumsuz bir yönde etkilemektedir. Öte yandan spark plasma sinterleme yöntemi ile üretilen ürünlerde tane büyümesi görülmeden, daha kısa sürede daha yüksek mekanik özelliklere sahip ürünler elde etmek mümkündür. [59]

Spark plasma sinterleme cihazı, birçok farklı bileşenden oluşmaktadır. Spark plasma sinterleme cihazının şematik gösterimi, Şekil 2.16'da verilmiştir.



Şekil 2.16. Spark plasma sinterleme cihazının şematik gösterimi [60]

2.6. Problem Tanımı ve Amaç

Seramik zırhlar, balistik uygulamalarda mermilerin gövdeye nüfuz etmesini engellemek ve patlama sonucu oluşacak parçaların tutulmasını sağlamak amacıyla kullanılır. Metal zırh malzemelerine göre en büyük avantajları, düşük yoğunlukları sayesinde hafif olmalarıdır. Bu hafiflik seramik zırhların mobilitesi yüksek uygulamalarda kullanılmasını sağlar.

Bu çalışmanın amacı, seramik zırh malzemesi olarak kullanılmak üzere yeni bir kompozit geliştirmek ve bu kompozitin karakterizasyon çalışmalarını yapmaktır. Bu yeni malzemeyi geliştirirken SiC-B₄C matrisine ayrı ayrı ilave edilen TiC ve TiB₂ fazlarının son ürünün mekanik özelliklerine etkisi araştırılmıştır. Toz karışımları sinterleme öncesi öğütme aşamasında 2 farklı ortam (su ve 2-propanol) kullanılmış, ortam farkının son ürüne etkisi araştırılmıştır. Sinterleme parametrelerindeki değişikliklerin kompozite etkisi araştırılmıştır. Sertlik ve kırılma tokluğu değerleri yüksek, yüksek relatif yoğunluğa sahip SiC-B₄C-TiB₂ kompozitini oluşturmak bu çalışmanın ana amacıdır.

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Deneysel çalışmaların üretim ve karakterizasyon kısımları, Eskişehir Teknik Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği laboratuvarlarında gerçekleştirilmiştir.

Deneysel çalışmalarda SiC (0,8 µm ortalama tane boyutu, %98 saflık) ve B₄C (1,2µm tane boyutu, %95 saflık) tozları, TiC (1µm ortalama tane boyutu, %99,5 saflık) ve TiB₂ tozlarıyla su ve alkol ortamlarında karıştırılıp Spark Plasma Sintering yöntemiyle ilk defa üretilmiştir. Üretilen kompozitin kütlece oranları Tablo 3.1’de verilmiştir.

Tablo 3.1. Kompoziti oluşturan tozların kütlece oranları

İsmi	Kütlece Yüzdesi (%)
SiC	75
B ₄ C	17
TiC	8

İsmi	Kütlece Yüzdesi (%)
SiC	75
B ₄ C	17
TiB ₂	8

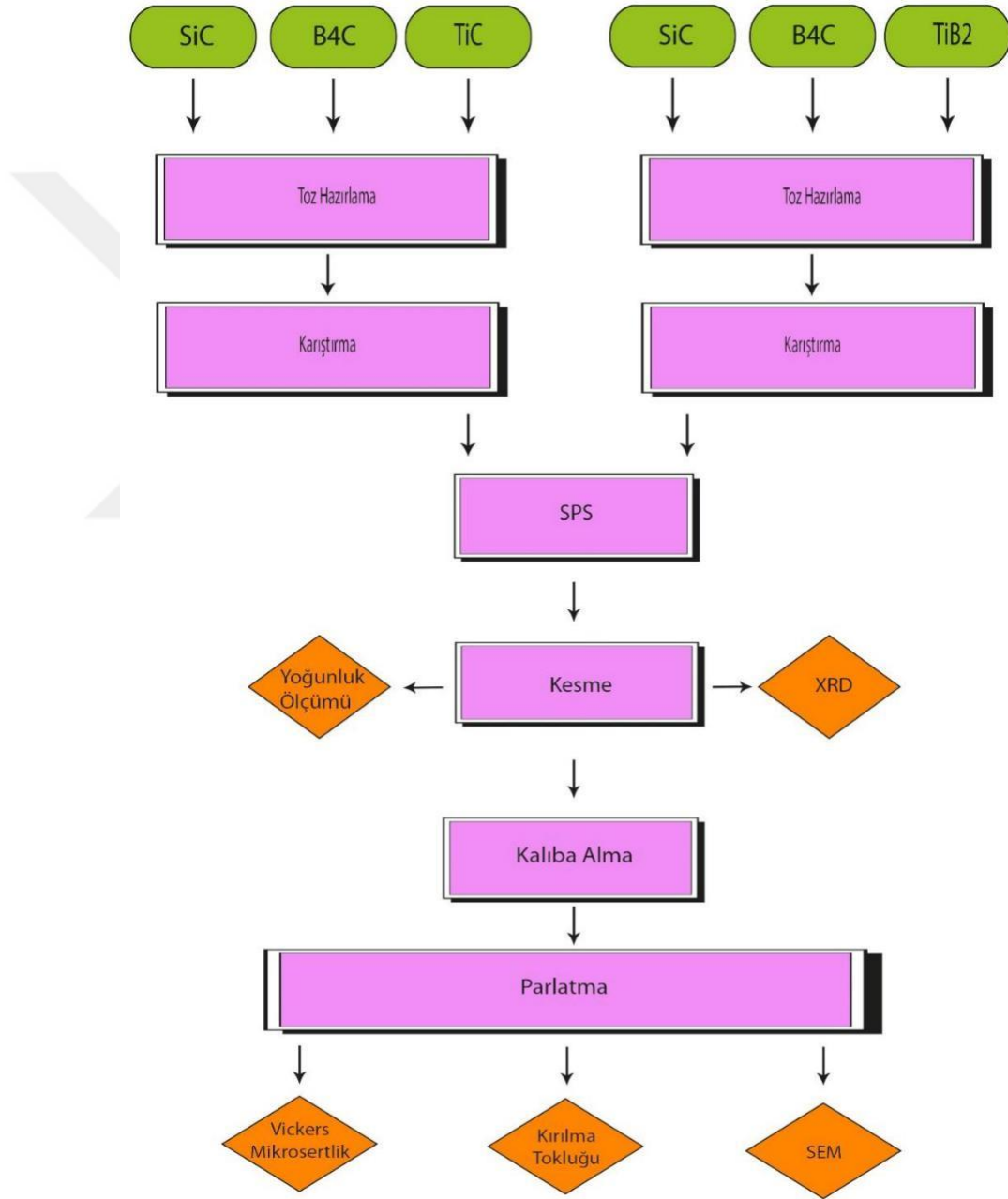
Üretilen SiC-B₄C-TiC ve SiC-B₄C-TiB₂ kompozitinin XRD ile sinterleme sonrası oluşan faz dönüşümü davranışları, indentasyon yöntemi ile Vickers sertlik ve kırılma tokluğu değerleri, SEM ile mikroyapıları ve çatlak ilerlemeleri, Arşimet Yöntemi ile yoğunlaşma davranışları özellikleri değerlendirilmiştir.

Kompozitin üretilmesi için, Eskişehir Teknik Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği bölümünde bulunan FCT Systeme GmbH HPD 25 Spark Plasma Sinterleme cihazı kullanılmıştır. Kompozitin üretimi için 100 °C/dk ısıtma hızı, tepe noktasında 10 dakika bekleme ve değişen sıcaklık ve basınç değerleri kullanılmıştır.

3.1. SiC-B₄C-TiB₂ Kompozitinin Üretimi

Bu çalışmalarda Saint-Gobain firmasından temin edilen ArmTec 15H SiC tozu, CRS Chemicals firmasından temin edilen F2000 B₄C tozu, HC Starek firmasından temin edilen TiC tozu ve TiB₂ tozu kullanılmıştır.

Çalışmalar boyunca izlenen yol haritası, Şekil 3.1’de akım şeması halinde verilmiştir.



Şekil 3.1. Çalışmaların akım şeması

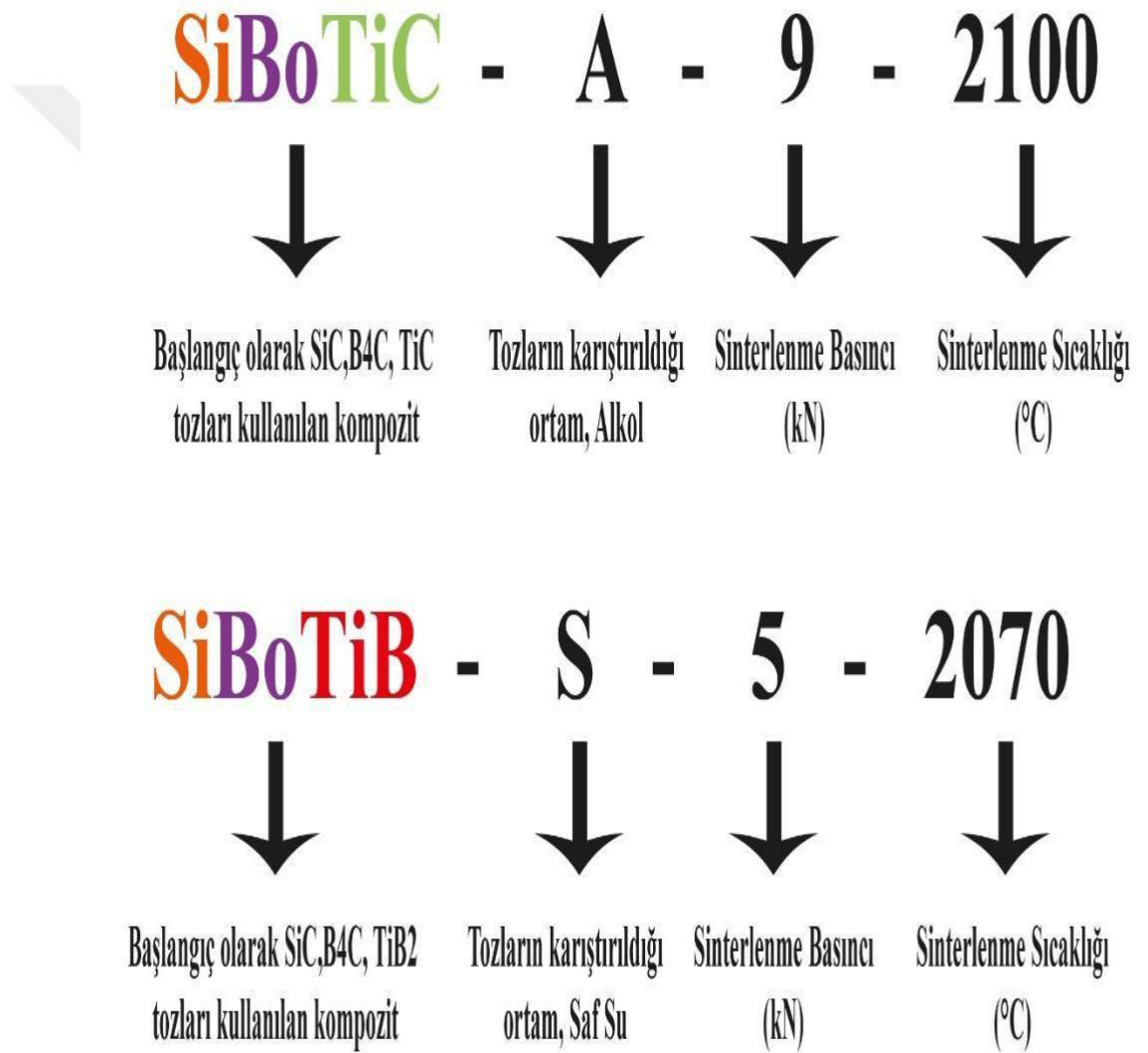
ortamında toplam 2 saat boyunca 300 rpm'de karıştırılmıştır. Başlangıç tozlarından B₄C-TiC ve B₄C-TiB₂ ilk olarak tek başına 1 saat 300 rpm'de karıştırılmış, daha sonra SiC tozu eklenerek 1 saat 300 rpm'de tekrar karıştırılmıştır. İlk olarak TiC-B₄C ve TiB₂-B₄C tozlarının birbiri içerisinde dağılmaları sağlanmış, SiC tozları düzenli dağılmaları için sonraki aşamada eklenmiştir. Daha sonra su ortamında üretilen karışım manyetik karıştırıcılarda 150 rpm, 300 °C'de kuruyana kadar karıştırılmış, 24 saat boyunca 80 °C'lik etüvde bekletilmiştir. 24 saatin ardından kuru havanda 15 dakika boyunca öğütülen karışım 100 µm'lik elekten geçirilmiş ve granülide edilerek kullanıma hazır hale getirilmiştir. Alkol ortamında hazırlanan numuneler ise karıştırma işleminden sonra evaporator yardımıyla alkolden arındırılmış ve kuru havanda 15 dakika boyunca öğütüldükten sonra 100 µm'lik elekten geçirilmiş ve granülide edilerek kullanıma hazır hale getirilmiştir.



Şekil 3.2. FCT Systeme GmbH HPD 25 Spark Plasma Sinterleme cihazı

3.2. SiC-B₄C-TiB₂ Kompozitlerinin İsimlendirilmesi

Spark Plasma Sinterleme yöntemiyle üretilen kompozitler, birbirleriyle karıştırılmaması için farklı şekilde isimlendirilmiştir. Başlangıç tozu, karıştırılma ortamı ve sinterleme parametrelerinin yer aldığı isimlendirmenin açıklamaları Şekil 3.3'te verilmiştir. Numunelerin tümü 10 dakika sinterlenme süresi ile üretildiği için zaman parametresi isimlendirme yöntemine eklenmemiştir.



Şekil 3.3. Numunelerin isimlendirme yöntemi

Tablo 3.2. *Spark Plasma Sinterleme parametreleri*

Bileşim	Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Basınç (MPa)	Sinterleme Süresi (dk)	Isıtma Hızı (°C/dk)
SiBoTiC-S SiBoTiB-S	2075	16	10	100
	2100			
	2070	28		
	2100			
	2130			
2030				
SiBoTiC-A SiBoTiB-A	2070	38		
	2100			
	2115			
	2120			
	2050			
	2090			

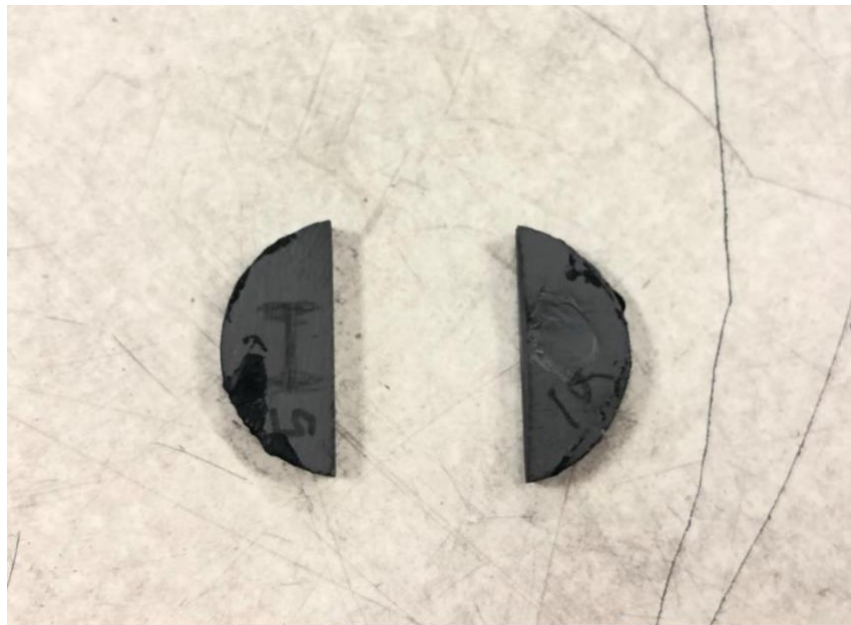
Numunelerin üretimi için, Şekil 3.4’te görülen grafit silindir kalıp ve 20 mm iç çap boyutlarına sahip grafit pançlar kullanılmıştır. Numunelerdeki ısı kaybını minimize etmek için grafit kalıp, grafit battaniye ile sarılmıştır. Numunelerin kalıp duvarına yapışmasını engellemek amacıyla grafit kağıt, numune ve kalıp arasında eklenmiştir. Çalışmanın amacı aynı sinterleme parametrelerinde TiC ve TiB₂ tozlarıyla oluşturulan kompozitlerin davranışını incelemek olduğu için, TiC ve TiB₂ içeren karışımlar aynı kalıba, aralarında grafit kağıt sınır oluşturacak şekilde yerleştirilmiştir. Sırasıyla alt panç ve grafik kağıdı, aralarında grafit kağıt olacak şekilde ayarlanan tozlar ve üst punch kalıba yerleştirildikten sonra, kalıba el presi yardımıyla 1 saniye boyunca 18 MPa basınç uygulanmış ve sıkıştırılmıştır. Kalıp daha sonra SPS cihazına yerleştirilmiştir.



Şekil 3.4. Kalıp ve pançlar

Alkol ve saf su ortamında üretilen toz karışımları, 100 °C/dk ısıtma hızı sabit tutularak, değişen sıcaklık, basınç ve sinterleme süresi parametreleriyle sinterlenmiştir. Kullanılan tozlar, sıcaklık değerleri, basınç, sinterleme süresi ve ısıtma hızı değerleri Tablo 3.2’de verilmiştir.

Spark Plasma Sintering yöntemiyle üretilen örnek numune Şekil 3.5’te görülmektedir. Çıkan numuneler üst ve alt tarafı TiC ve TiB₂ içeren 2 farklı tozdan oluştuğu için, SPS sonrası Struers Labotom-5 kesme cihazı ile iki numune birbirinden ayrılmıştır. Ayrılan numuneler daha sonra karakterizasyon işlemleri için bakalit ile sıcak kalıba alınmış, daha sonra parlatma işlemleri yapılmıştır.



Şekil 3.5. Spark plasma sinterleme yöntemiyle üretilen numune

3.3. Numunelerin Parlatılması ve Karakterizasyon Tekniklerine Hazırlığı

Numuneler sinterlendikten sonra, Mikroyapı, sertlik ve kırılma tokluğu analizlerinin düzgün yapılabilmesi için parlatılmıştır. Bu işlem, numunelerin yüzeylerinin pürüzsüz ve düz olmalarını sağlar. Parlatma işlemi için STRUERS TegraPol-25 otomatik parlatma cihazı kullanılmıştır. Numunelerin yüzeylerinin düzgün ve pürüzsüz şekilde parlatılabilmesi için kabadan inceye giden parlatma keçeleri, ve bu matlara uygun yağlayıcılar kullanılmıştır. Tablo 7.3'te otomatik parlatmada kullanılan keçeler, çözeltiler ve diğer parametreler verilmiştir. Kullanılan parlatma cihazı, Şekil 3.6'da verilmiştir.



Şekil 3.6. STRUERS TegraPol-25 otomatik parlatma cihazı

Otomatik parlatma işleminden sonra numuneler karakterizasyon testlerine uygun hale getirilmiştir.

Tablo 3.3. *Otomatik parlatma parametreleri*

Kullanılan Keçe	Kullanılan Çözelti	Süre (dk)	Dönme Hızı (devir/dk)	Kuvvet (N)
Piano 220	Su	5	150	10
Piano 1200	Su	4		
Largo	9µm'lik elmas çözelti	6		
Ultrapad	6µm'lik elmas çözelti	6		
Dac	3µm'lik elmas çözelti	6		
Nap	1µm'lik elmas çözelti	5		



Şekil 3.7. *Kalıba alınmış numune*

3.4. SiC-B₄C-TiB₂ Kompozitinin Karakterizasyonu

Numunelerin gerekli karakterizasyon tekniklerine uygun hale gelmesi için, numunelere sırasıyla kaba kesme, bakalite alma ve parlatma işlemleri uygulanmıştır. Sinterleme sonrası mekanik davranışlarını belirlemek üzere yoğunluk ölçümü ve porozite tayini yapılmış, numunelerin sertlik ve kırılma tokluğu ölçülmüş, sinterleme sonrası oluşan fazları gözlemlemek üzere XRD testleri yapılmış, son olarak da sinterleme sonrası oluşan taneleri, tane boyutlarını, dağılımlarını ve çatlakların nasıl ilerlediğini saptamak üzere SEM testleri yapılmıştır.

3.4.1. Yoğunluk ve relatif yoğunluk ölçümleri

Sinterlenmiş numunelere, ilk olarak birbirlerinden ayrılmaları için kaba kesme uygulanmış, daha sonra kesilen parçalara Arşimet Prensibi uygulanarak Radwag AS220-R2 marka analitik yoğunluk ölçüm cihazıyla yoğunlukları ölçülmüş ve relatif yoğunlukları hesaplanmıştır. Yoğunluk değerleri, Eşitlik 3.1, Eşitlik 3.2 ve Eşitlik 3.3 ile ölçülmüştür.

$$F_{net} = m_b \cdot g - B \quad (3.1)$$

$$B = \rho V_f g \quad (3.2)$$

$$R = V_f / V_b \quad (3.3)$$

F_{net} = Efektif Yer Çekimi

m_b = Numune Kütlesi

g = Yer çekimi ivmesi

B = Sıvıdaki Kaldırma Kuvveti

ρ = Sıvı Yoğunluğu

V_f = Yer Değiştiren Sıvının Hacmi

V_b = Numune Hacmi

R = Sıvı Üstünde Kalan Kısımın Oranı

Relatif yoğunluk değerleri, numunelerin ölçülen yoğunluk değerlerinin teorik yoğunluk değerlerine oranlanmasıyla hesaplanmıştır.

3.4.2. Sertlik ölçümleri

Sinterlenmiş ve daha sonrasında parlatma uygulanmış kompozit numunelerin sertlik ölçümleri, marka model marka model cihazıyla yapılmıştır. Ölçümler, Vickers mikrosertlik standartlarıyla yapılmıştır. Sertlik ölçümünde kullanılan çentik açıcı uç parlatılmış, ucu sivri, tabanı kare olan ve 136° açığa sahip olan elmas bir uçtur. Elmas uç numunenin yüzeyine 12 saniye bekleme süresi ile 10N kuvvetle bir yük uygulamıştır. Bu yük sonrasında, numunelerin yüzeyinde oluşan kare şeklindeki çentiğin boyutları, Vickers Sertlik Değerini (Hv) bulmamızı sağlar. Her bir numuneye 5 farklı bölgeden sertlik testi uygulanmış, çıkan sonuçların ortalama değerleri ve standart sapmaları alınmıştır.

Numunelerin mikrosertlik değeri bulunurken, Eşitlik 3.4'ten yararlanılır

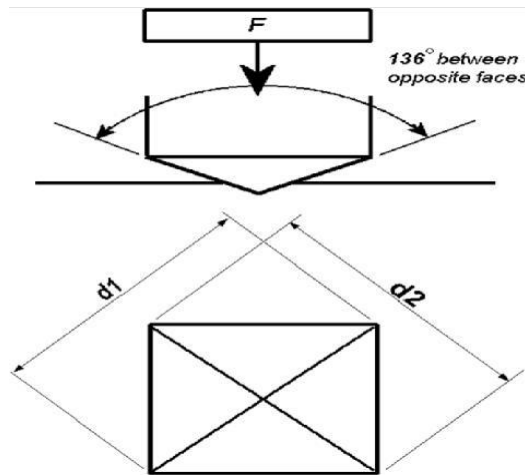
$$H_v = \frac{(1,854) \cdot F}{d_1 d_2} \quad (3.4)$$

Hv= Vickers Mikrosertlik Değeri

F= Uygulanan Yük

d₁= Oluşan Çentiğin Bir Köşegen Uzunluğu

d₂= Oluşan Çentiğin Bir Köşegen Uzunluğu



Şekil 3.8. Vickers mikrosertlik ölçümünün şematik gösterimi. [61]

3.4.3. Kırılma Tokluğu

Sinterleme sonrası üretilen numunelerin kırılma tokluğu testleri, indentasyon tekniği kullanılarak yapılmıştır. Kırılma tokluğu değerleri, Eşitlik 3.5'te yer alan Palmqvist yaklaşımı ile elde edilmiştir. Vickers mikrosertlik ölçümü yapılırken oluşturulan çatlakların her bir ucunda oluşan ve yüzey boyunca devam eden çatlakların uzunluğu, kırılma tokluğu değerleri bulunurken kullanılan parametrelerden biridir.

$$K_c = 0,0264(H_v a) \left(\frac{E}{H_v} \right)^{0,4} l^{-0,5} \quad (3.5)$$

K_c: Kırılma Tokluğu

H_v: Vickers Sertliği

a: Köşegen Uzunluğunun

Yarısı E: Elastik Modül

l: Palmqvist Çatlak Uzunluğu

3.4.4. X Işınları Difraksiyon (XRD) analizleri

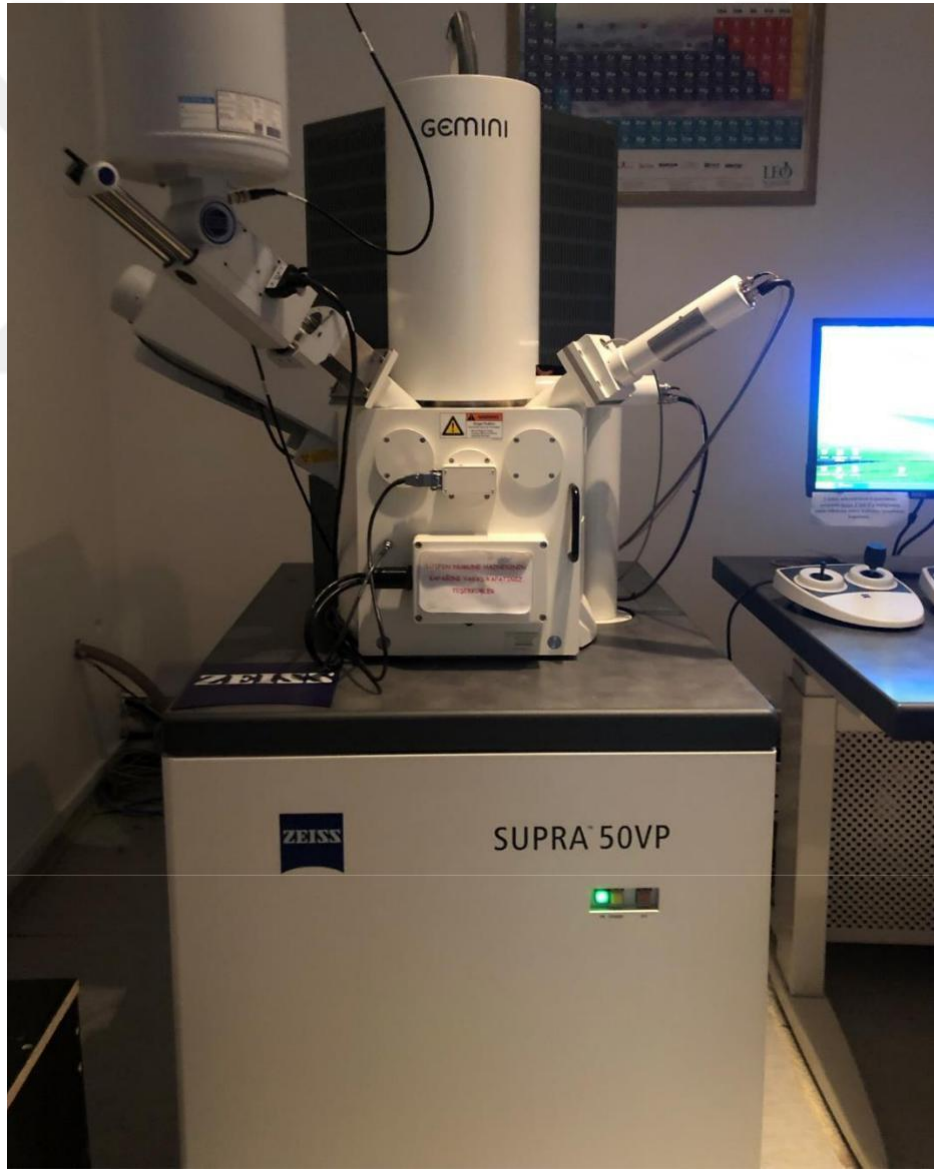
Sinterlenme sonrası numunelerin faz analizleri Rigaku Miniflex 600 cihazı yardımıyla Cu-Kalfa ışınları kullanılarak, 20°-70° arasında, 1dk/° tarama hızıyla gerçekleştirilmiştir. X-ışınları difraksiyonu (XRD), x-ışınlarını kullanarak malzemenin kristal yapılarını incelemeye, içerdiği fazları belirlemeye yarar. Bu çalışmada sinterleme sonrası oluşan yeni fazları gözlemlemek üzere uygulanmıştır.



Şekil 3.9. Rigaku Miniflex 600 XRD cihazı

3.4.5. Mikroyapı analizleri

Spark Plasma Sintering yöntemiyle üretilen ve parlatma işlemi uygulanan numunelerin mikroyapı incelemeleri, Eskişehir Teknik Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği bölümü laboratuvarlarında bulunan Zeiss Supra 50VP Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) cihazıyla gerçekleştirilmiştir. Numunelere mikroyapı analizi yapılarak kompozitteki fazların dağılımları, yoğunlukları, tane boyutları ve porozitelerin yüzeydeki dağılımları incelenmiş, sertlik ve kırılma tokluğu testlerinde oluşan çatlaklar ve bu çatlakların tane sınırları ve tane içerlerinde nasıl yayıldıkları gözlemlenmiştir. SEM analizinde Geri Yansıyan Elektron (Back Scattered Electron) ve In Lens yöntemleri kullanılmıştır.



Şekil 3.10. Zeiss Supra 50VP Taramalı Elektron Mikroskobu

4. SONUÇLAR

Spark Plasma Sinterleme metoduyla üretilen SiBoTiC ve SiBoTiB kompozitleri üzerine yapılan deneysel çalışmalar ve bu çalışmaların sonuçları bu bölümde değerlendirilmiştir.

Bu çalışmalardaki ana amaç, balistik uygulamalarda kullanılmak üzere tasarlanan ve sertlik, kırılma tokluğu gibi mekanik özelliklerin, daha önceki çalışmalarda üretilmiş olan kompozitlerden daha yüksek olan bir kompozit üretmek ve bu kompozitin karakterizasyon incelemelerini yapmaktır. Spark Plasma Sintering sonrası oluşan TiB₂ fazı, iki farklı şekilde elde edilebilmektedir. Bunlardan birincisi, başlangıç tozu olarak TiB₂ kullanmak, ikincisi ise TiC tozu ile başlayıp spark plasma sinterleme sırasında 1800° C’de $2\text{TiC} + \text{B}_4\text{C} \rightarrow 2\text{TiB}_2 + 3\text{C}$ dönüşümünü sağlamaktır. Bu iki yöntemden hangisinin mekanik özellikleri daha çok iyileştirdiği çalışmalarda incelenmiştir.

Spark Plasma Sintering metoduyla üretilmek üzere kalıba koyulan SiC-B₄C-TiC ve SiC-B₄C-TiB₂ tozları, aynı koşullarda sinterlenmek istendiği için sıcaklık, basınç, sinterleme süresi gibi üretim parametrelerinin eşit olması gerekmektedir. Bu eşitliği sağlamak üzere SiC-B₄C-TiC ve SiC-B₄C-TiB₂ tozları, aynı kalıp içinde aralarına grafit kağıt koyularak sinterlenmiştir.

Spark Plasma Sintering metoduyla üretilen SiC-B₄C-TiC kompozitleri, çeşitli karakterizasyon testlerine tabi tutulmuştur.

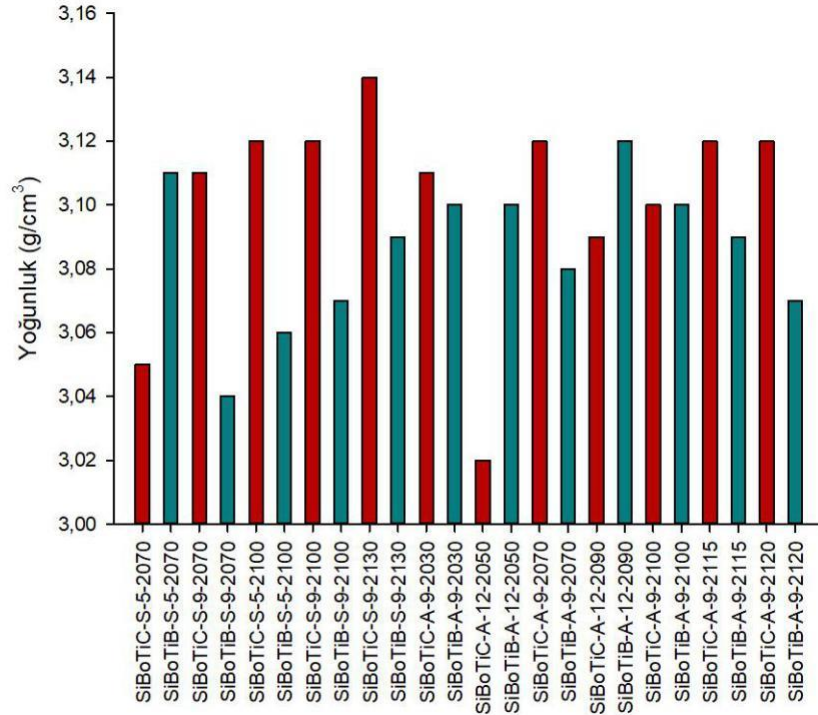
4.1. Numunelerin Yoğunlaşma Karakterleri

Farklı sinterlenme rejimlerinde yoğunlaştırılan kompozit numunelerin yoğunlaşma davranışları ve relatif yoğunlukları, Arşimet prensibi kullanılarak ölçülmüştür. Sinterleme sonrası birbirine yapışık olan SiBoTiC ve SiBoTiB numuneleri ilk olarak Struers Labotom-5 kesme cihazı ile birbirlerinden ayrılmış, daha sonra saf su içinde 2 saat boyunca 350 °C ile ısıtılıp içerlerindeki gazların çıkışı sağlanmıştır. Bu aşamanın ardından Radwag AS220-R2 marka analitik terazi ile suyun içindeki ve su dışındaki ağırlıkları ölçülmüştür. Bu ölçümlerden sonra 80 °C’lik etüvlerde 24 saat bekletilen numunelerin kuru ağırlıkları ölçülmüştür. Saf su veya 2-propanol ortamında üretilen, başlangıç tozları TiC veya TiB₂ içeren, sinterleme rejimleri farklı olan numunelerin özkütle ve relatif yoğunluk değerleri, Tabo 4.1’de verilmiştir.

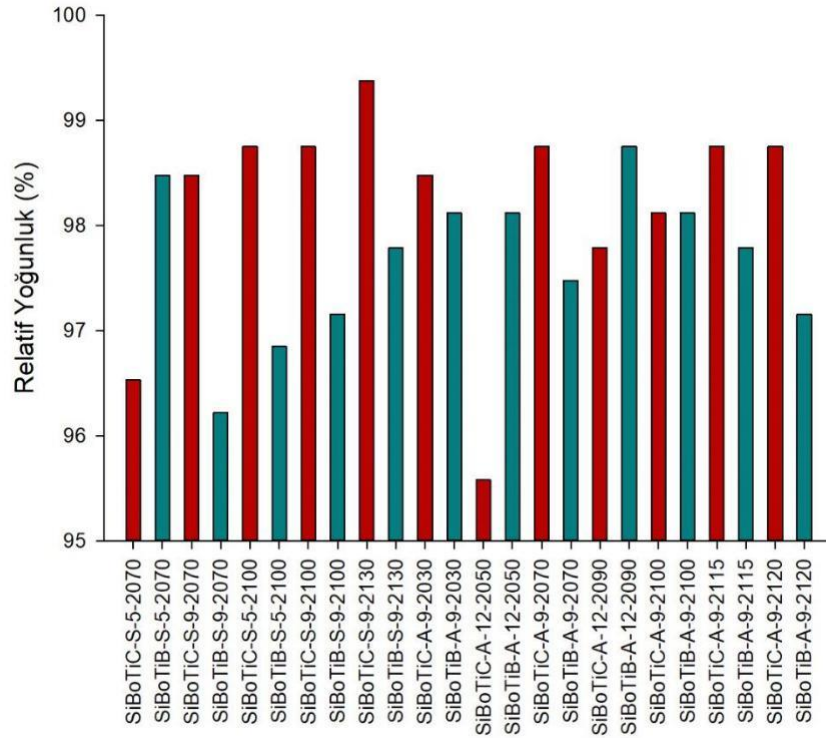
Tablo 4.1. *Numunelerin yoğunluk ve relatif yoğunluk değerleri*

Numune Adı	Sıcaklık (°C)	Basınç (MPa)	Yoğunluk (g/cm³)	Relatif Yoğunluk (%)
SiBoTiC-A-9-2030	2030	16	3,11	98,48
SiBoTiB-A-9-2030			3,10	98,12
SiBoTiC-A-9-2070	2070		3,12	98,75
SiBoTiB-A-9-2070			3,08	97,48
SiBoTiC-A-9-2100	2100		3,10	98,12
SiBoTiB-A-9-2100			3,10	98,12
SiBoTiC-A-12-2050	2050	28	3,02	95,58
SiBoTiB-A-12-2050			3,10	98,12
SiBoTiC-A-12-2090	2090		3,09	97,79
SiBoTiB-A-12-2090			3,12	98,75
SiBoTiC-A-9-2115	2115	28	3,12	98,75
SiBoTiB-A-9-2115			3,09	97,79
SiBoTiC-A-9-2120	2120		3,12	98,75
SiBoTiB-A-9-2120			3,07	97,16
SiBoTiC-S-5-2100	2100	16	3,12	98,75
SiBoTiB-S-5-2100			3,06	96,85
SiBoTiC-S-5-2070	2070		3,05	96,53
SiBoTiB-S-5-2070			3,11	98,48
SiBoTiC-S-9-2130	2130	28	3,14	99,38
SiBoTiB-S-9-2130			3,09	97,79
SiBoTiC-S-9-2100	2100		3,12	98,75
SiBoTiB-S-9-2100			3,07	97,16
SiBoTiC-S-9-2070	2070		3,11	98,48
SiBoTiB-S-9-2070			3,04	96,22

Tüm numunelere ait yoğunluk ve relatif yoğunluk grafikleri, Şekil 4.1 ve Şekil 4.2’de verilmiştir.



Şekil 4.1. Tüm numunelerin yoğunluk değerleri



Şekil 4.2. Tüm numunelerin relatif yoğunluk değerleri

4.2. Numunelerin Mekanik Özellikleri

Bu bölümde, farklı sıvı ortamlarında üretilen, farklı sinterleme parametrelerine (sinterleme sıcaklığı, sinterleme basıncı, sinterleme süresi) sahip SiBoTiC ve SiBoTiB numunelerinin mekanik özellikleri, Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluğu değerleri olmak üzere iki farklı başlıkta incelenmiştir.

4.2.1. Numunelerin sertlik değerleri ve özellikleri

Bu çalışmalarda karakterizasyon incelemeleri yapılan numuneler, temelde saf su veya 2-propanol ortamında üretilmelerine göre iki ayrı kategoride incelenmiştir. Saf su ortamında üretilen numunelerin kod adları “S” harfiyle başlarken, 2- propanol ortamında üretilen numunelerin kod adları “A” harfiyle başlamaktadır. Üretim ortamının mekanik özelliklere etkisi incelendikten sonra, numunelerin sinterleme sonrası performansları sıcaklık artışı ve basınç artışı olmak üzere değişen iki parametreyle incelenmiştir. Bu incelemelerin ardından, TiC ve TiB₂ tozları kullanarak üretilen numunelerin mekanik özellikleri karşılaştırılmıştır.

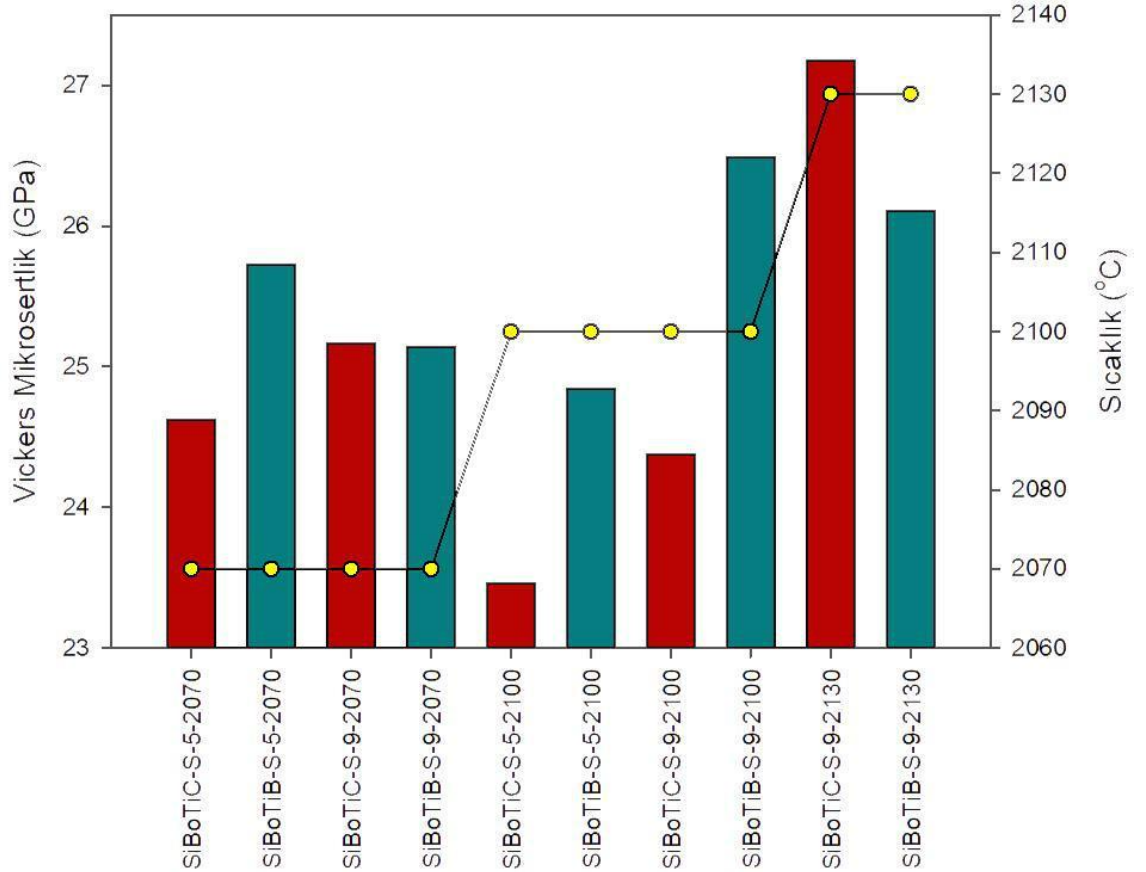
4.2.1.1. Sıcaklığın Vickers mikrosertlik üzerine etkisi

Saf su ortamında üretilen tüm numunelerin sıcaklık artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri, Tablo 4.2’de gösterilmiştir.

Tablo 4.2. Saf su ortamında üretilen numunelerin Vickers mikrosertlik değerleri

Numune Adı	Sıcaklık (°C)	Basınç (MPa)	Sertlik (GPa)
SiBoTiC-S-5-2070	2070	16	24,62 ±0,6
SiBoTiB-S-5-2070			25,73 ±0,2
SiBoTiC-S-9-2070		28	25,17 ±0,4
SiBoTiB-S-9-2070			25,14 ±0,5
SiBoTiC-S-5-2100	2100	16	23,46 ±1,2
SiBoTiB-S-5-2100			24,84 ±0,7
SiBoTiC-S-9-2100		28	24,38 ±0,7
SiBoTiB-S-9-2100			26,49 ±0,4
SiBoTiC-S-9-2130	2130	28	27,18 ±0,4
SiBoTiB-S-9-2130			26,11 ±0,6

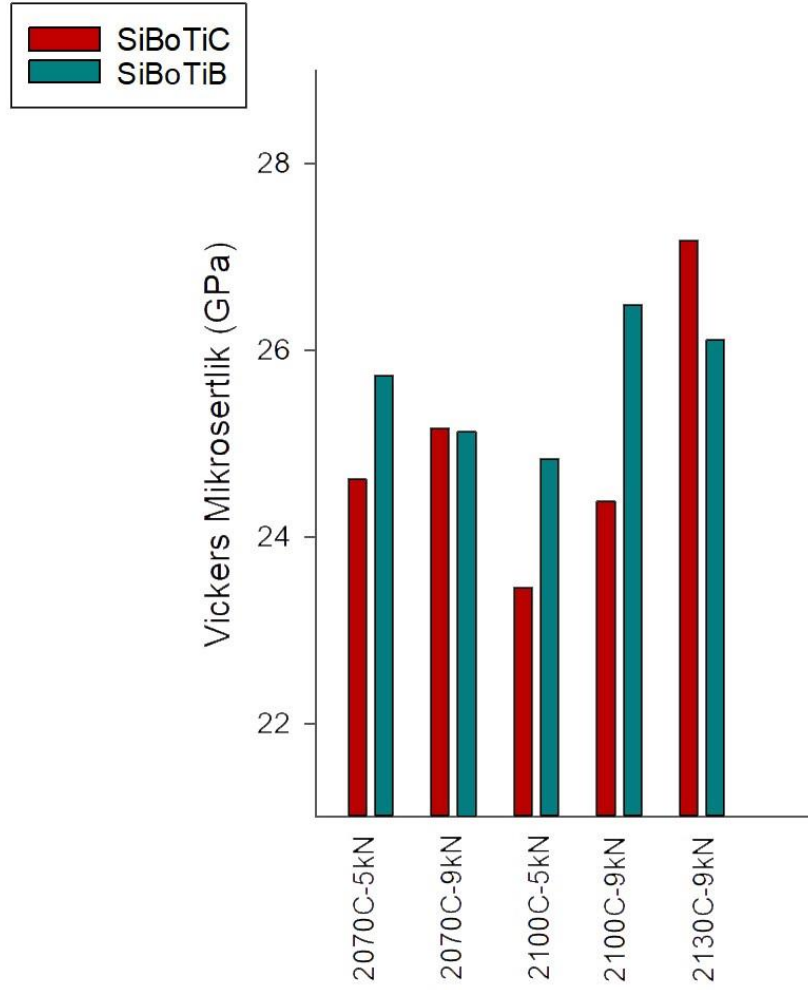
Saf su ortamında hazırlanan numunelerin Vickers mikrosertlik değerlerine ait grafik, Şekil 4.3'te gösterilmiştir.



Şekil 4.3. Saf su ortamında üretilen numunelerin Vickers mikrosertlik değerleri karşılaştırması

Grafikten de görüldüğü üzere, Vickers mikrosertlik değerleri artan sıcaklıkla beraber artmaktadır. Bunun sebebi sinterleme sıcaklığı arttıkça yoğunlaşmanın da artması, porozitelerin azalmasıdır. Sinterleme sıcaklığı sabit tutulup sinterleme basıncı artırıldığında, Vickers mikrosertlik değerlerinin de arttığı gözlemlenmiştir.

Saf su ortamında üretilen, aynı koşullarda sinterlenen SiBoTiC ve SiBoTiB numunelerin sıcaklık artışına göre Vickers mikrosertlik değerlerinin karşılaştırılması, Şekil 4.4'te verilmiştir.



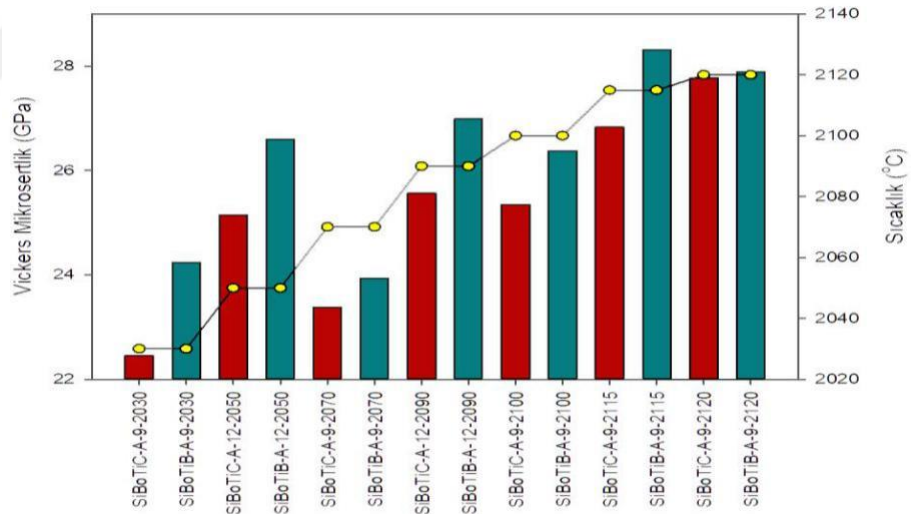
Şekil 4.4. *Saf su ortamında üretilen SiBoTiC ve SiBoTiB numunelerin Vickers mikrosertlik değerleri karşılaştırması*

Saf su ortamında üretilen kompozitlerde, SiBoTiC numunelerinin en yüksek Vickers mikrosertlik değeri 2130 °C 28 MPa'da 27,18 MPa, en düşük ise 2100 °C 16 MPa'da 23,46 MPa iken, SiBoTiB numunelerindeki en yüksek Vickers mikrosertlik değeri 2100 °C 28 MPa'da 26,49 MPa, en düşük ise 2100 °C 16 MPa'da 24,84 MPa olduğu gözlemlenmiştir. Sıcaklık arttıkça Vickers mikrosertlik değerlerinin de arttığı gözlemlenmiştir. Buradaki tek istisna, 2100 °C sinterleme sıcaklığı ve 16 MPa sinterleme basıncı ile üretilen numunelerdedir, bunun sebebi azalan basıncın yoğunlaşma davranışını yeterince artıramamasıdır. Aynı koşullarda üretilen numuneler ele alındığında, TiB₂ içeren başlangıç tozlarının, düşük sıcaklıklarda TiC içeren başlangıç tozlarına göre daha yüksek sertlik değerlerine ulaştığı gözlemlenmiştir. Ancak sinterleme sıcaklığı arttığında, SiBoTiC numunesinin daha yüksek Vickers mikrosertlik değerine ulaştığı gözlemlenmiştir.

2-propanol ortamında üretilen tüm numunelerin sıcaklık artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri, Tablo 4.3'te gösterilmiştir.

Tablo 4.3. 2-propanol ortamında üretilmiş numunelerin Vickers mikrosertlik değerleri

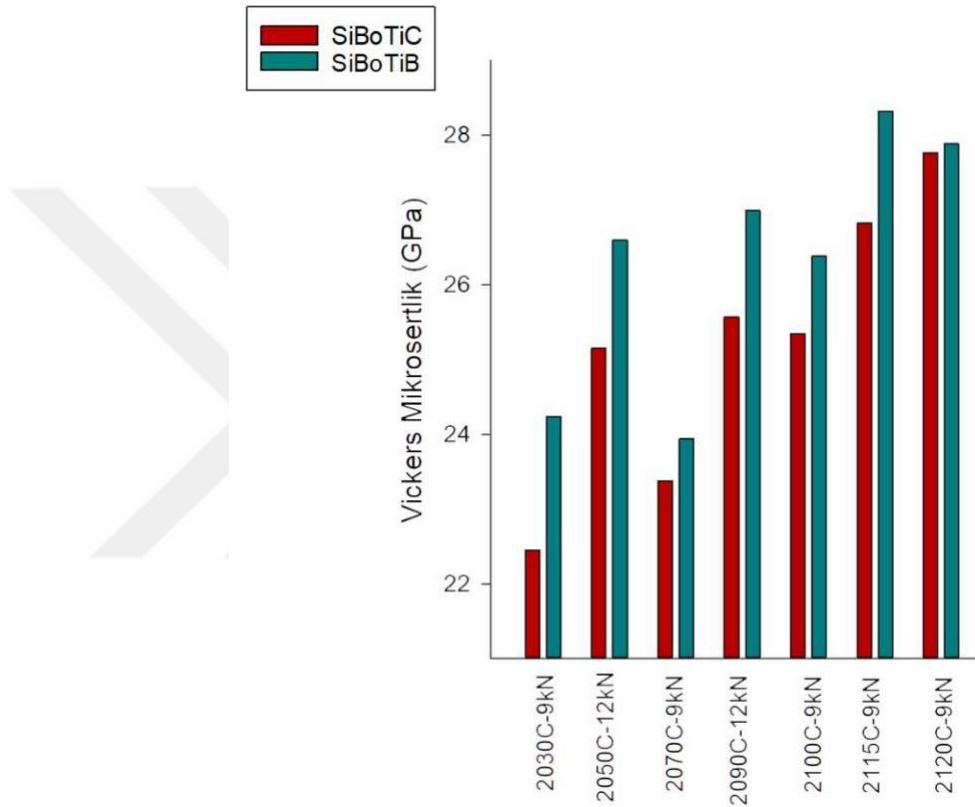
Numune Adı	Sıcaklık (°C)	Basınç (MPa)	Sertlik (GPa)
SiBoTiC-A-9-2030	2030	28	22,45 ±1,2
SiBoTiB-A-9-2030			24,24 ±0,6
SiBoTiC-A-12-2050	2050	38	25,15 ±0,7
SiBoTiB-A-12-2050			26,6 ±0,6
SiBoTiC-A-9-2070	2070	28	23,38 ±0,6
SiBoTiB-A-9-2070			23,94 ±0,8
SiBoTiC-A-12-2090	2090	38	25,57 ±0,7
SiBoTiB-A-12-2090			26,99 ±1,1
SiBoTiC-A-9-2100	2100	28	25,35 ±0,8
SiBoTiB-A-9-2100			26,38 ±0,7
SiBoTiC-A-9-2115	2115		26,83 ±1,1
SiBoTiB-A-9-2115			28,32 ±0,9
SiBoTiC-A-9-2120	2120		27,77 ±0,8
SiBoTiB-A-9-2120			27,89 ±0,9



Şekil 4.5. 2-propanol ortamında üretilen numunelerin Vickers mikrosertlik değerleri karşılaştırması

2-propanol ortamında hazırlanan numunelerde, sıcaklık artışıyla beraber Vickers mikrosertlik değerlerinde artış olduğu gözlemlenmiştir. Sinterleme basıncının sinterleme sıcaklığı kadar etkili olduğu gözlemlenen bir diğer durumdur.

2-propanol ortamında üretilen, aynı koşullarda sinterlenen, başlangıç tozları TiC ve TiB₂ olan numunelerin sıcaklık artışına göre Vickers mikrosertlik değerlerinin karşılaştırılması, Şekil 4.6’da verilmiştir.



Şekil 4.6. 2-propanol ortamında üretilen SiBoTiC ve SiBoTiB numunelerin Vickers mikrosertlik değerleri karşılaştırması

2-propanol ortamında üretilen kompozitlerde, SiBoTiC numunelerin en yüksek Vickers mikrosertlik değeri sinterleme sıcaklığı olan 2130 °C 28 MPa’da 27,77 GPa, en düşük ise 2030°C 9kN’da 22,45 GPa iken, SiBoTiB numunelerdeki en yüksek Vickers mikrosertlik değeri 2115 °C 28 MPa’da 28,32 GPa, en düşük ise 2070 °C 28 MPa’da 23,94 GPa olduğu gözlemlenmiştir. Aynı koşullarda üretilen numuneler ele alındığında, TiB₂ içeren başlangıç tozlarının, düşük sıcaklıklarda TiC içeren başlangıç tozlarına göre daha yüksek sertlik değerlerine ulaştığı gözlemlenmiştir.

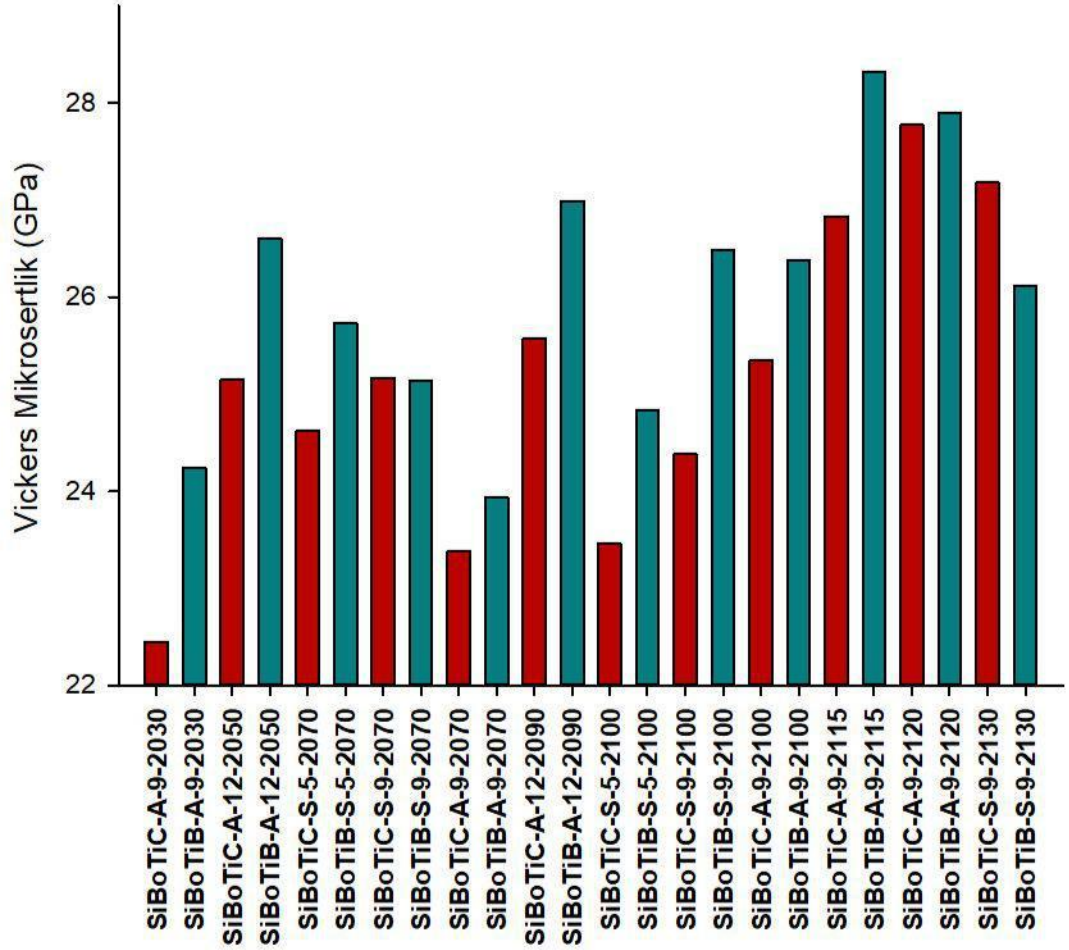
Üretilen tüm numunelerin sıcaklık artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri, Tablo 4.4'te verilmiştir.

Tablo 4.4. *Tüm numunelerin sıcaklık artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri*

Numune Adı	Sıcaklık (°C)	Basınç (MPa)	Sertlik (Gpa)
SiBoTiC-A-9-2030	2030	28	22,45 ±1,2
SiBoTiB-A-9-2030			24,24 ±0,6
SiBoTiC-A-12-2050	2050	38	25,15 ±0,7
SiBoTiB-A-12-2050			26,6 ±0,6
SiBoTiC-S-5-2070	2070	16	24,62 ±0,6
SiBoTiB-S-5-2070			25,73 ±0,2
SiBoTiC-S-9-2070		28	25,17 ±0,4
SiBoTiB-S-9-2070			25,14 ±0,5
SiBoTiC-A-9-2070			23,38 ±0,6
SiBoTiB-A-9-2070			23,94 ±0,8
SiBoTiC-A-12-2090	2090	38	25,57 ±0,7
SiBoTiB-A-12-2090			26,99 ±1,1
SiBoTiC-S-5-2100	2100	16	23,46 ±1,2
SiBoTiB-S-5-2100			24,84 ±0,7
SiBoTiC-S-9-2100		38	24,38 ±0,7
SiBoTiB-S-9-2100			26,49 ±0,4
SiBoTiC-A-9-2100			25,35 ±0,8
SiBoTiB-A-9-2100			26,38 ±0,7
SiBoTiC-A-9-2115	2115		26,83 ±1,1
SiBoTiB-A-9-2115			28,32 ±0,9
SiBoTiC-A-9-2120	2120		27,77 ±0,8
SiBoTiB-A-9-2120			27,89 ±0,9
SiBoTiC-S-9-2130	2130		27,18 ±0,4
SiBoTiB-S-9-2130			26,11 ±0,6

2-propanol ve saf suda üretilen numuneler ele alındığında, 2-propanol ortamında üretilen numunelerin saf su ortamında üretilen numunelere göre daha yüksek Vickers mikrosertlik değerlerine ulaştığı gözlemlenmiştir.

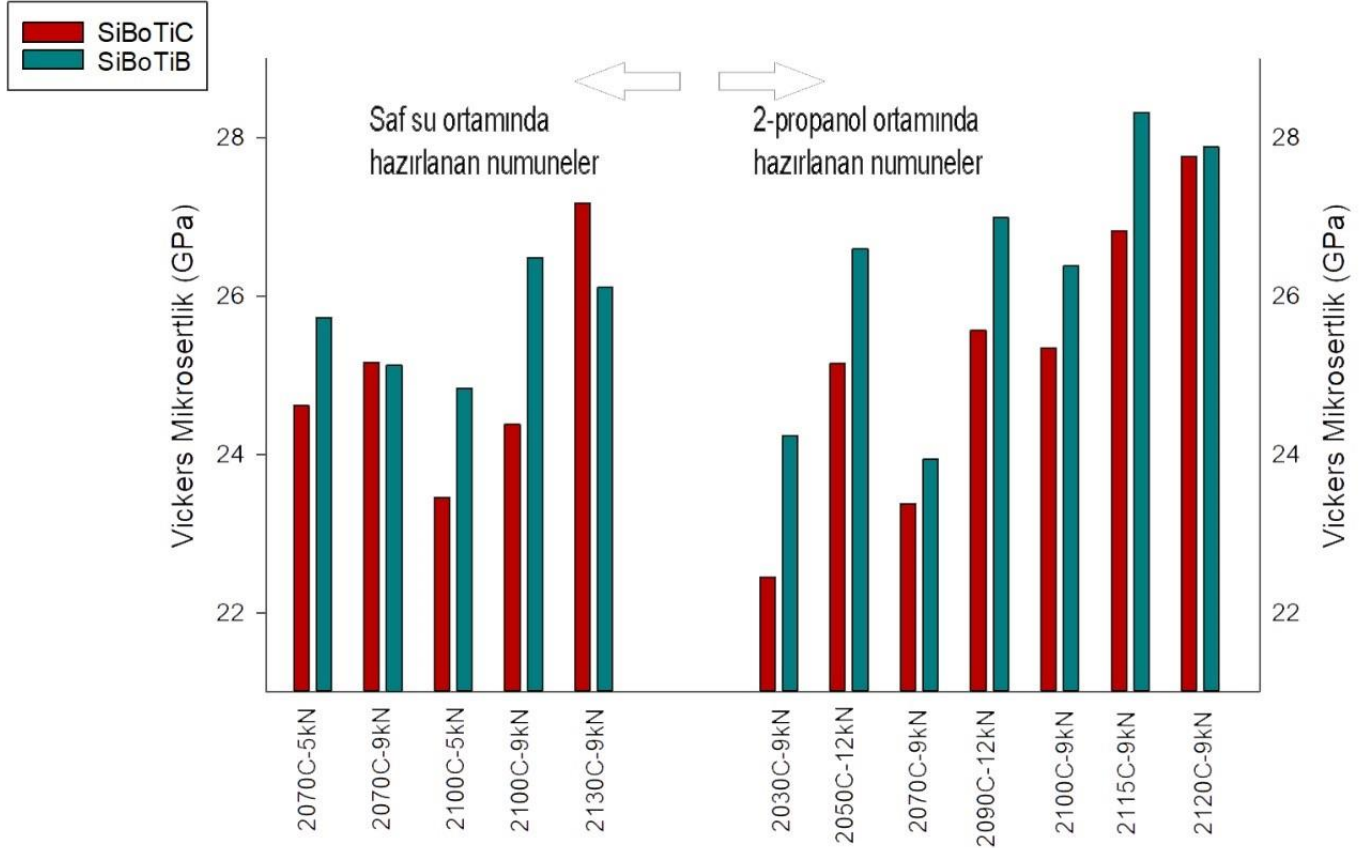
Tüm numunelerin sıcaklık artışına bağlı olarak Vickers mikrosertlik değerleri, Şekil 4.7’de verilmiştir.



Şekil 4.7. Tüm numunelerin sıcaklık artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri karşılaştırması

Tüm numuneler ele alındığında, SiBoTiC numuneleri arasında en yüksek Vickers mikrosertlik değeri 2-propanol ortamında üretilmiş 2130 °C 9kN’da 27,77 GPa, en düşük Vickers mikrosertlik değeri ise 2-propanol ortamında üretilmiş, 2030°C 28 MPa’da 22,45 GPa olduğu gözlemlenmiştir. SiBoTiB numuneleri arasında en yüksek Vickers mikrosertlik değeri 2-propanol ortamında üretilmiş 2115 °C 28 MPa’da 28,32 GPa, en düşük Vickers mikrosertlik değeri ise 2-propanol ortamında üretilmiş 2070 °C 28 MPa’da 23,94 GPa olduğu gözlemlenmiştir.

Saf su ve 2-propanol ortamlarında üretilen, aynı koşullarda sinterlenen, başlangıç tozları TiC ve TiB₂ olan tüm numunelerin Vickers mikrosertlik değerlerinin karşılaştırılması, Şekil 4.8’de verilmiştir.



Şekil 4.8. Aynı koşullarda sinterlenen tüm numunelerin Vickers mikrosertlik değerleri karşılaştırması

SiBoTiB numunelerinde gözlemlenen Vickers mikrosertlik değerlerinin, SiBoTiC numunelerine oranla daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir. Çalışmada ulaşılmak istenen mekanik özellikler için TiB₂ fazının üretim aşamasının en başında eklenmesi, TiC tozuyla başlayan ve sinterleme esnasında $2\text{TiC} + \text{B}_4\text{C} \rightarrow 2\text{TiB}_2 + 3\text{C}$ dönüşümüne uğrayan kompozite göre daha olumlu mekanik değerler vermektedir. Artan sinterleme sıcaklığı ve sinterleme basınçları, oluşan kompozitteki Vickers mikrosertlik değerlerini artırmaktadır.

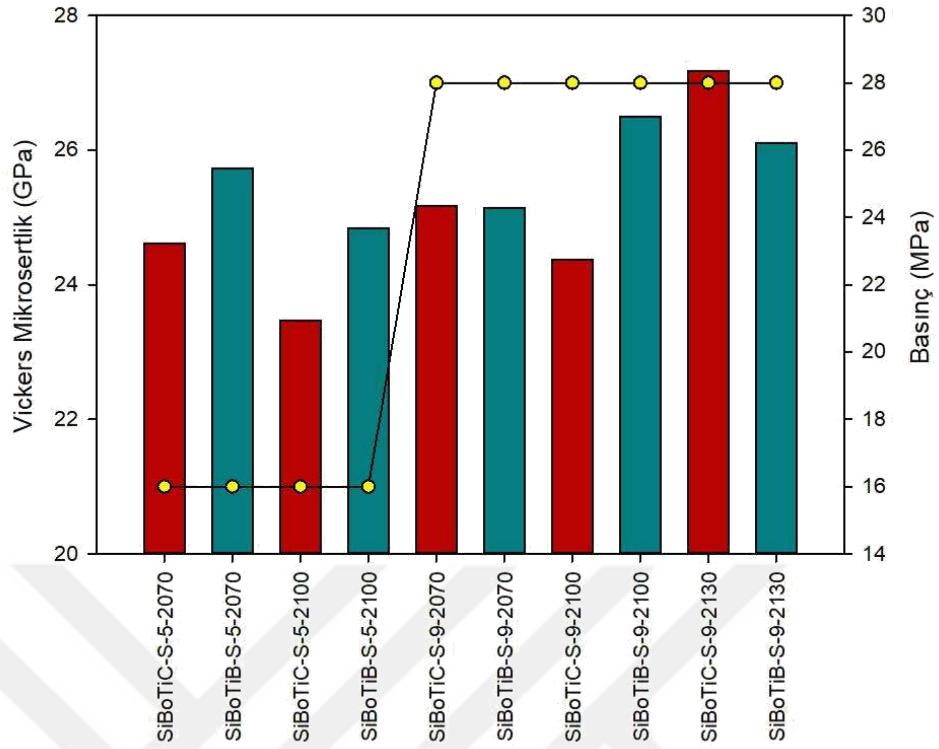
4.2.1.2. Basıncın vickers mikrosertlik üzerine etkisi

Saf su ortamında üretilen tüm numunelerin basınç artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri, Tablo 4.5'te gösterilmiştir.

Tablo 4.5. Saf su ortamında üretilmiş numunelerin basınç artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri

Numune Adı	Sıcaklık (°C)	Basınç (MPa)	Sertlik (Gpa)
SiBoTiC-S-5-2070	2070	16	24,62 ±0,6
SiBoTiB-S-5-2070			25,73 ±0,2
SiBoTiC-S-5-2100	2100		23,46 ±1,2
SiBoTiB-S-5-2100			24,84 ±0,7
SiBoTiC-S-9-2070	2070	28	25,17 ±0,4
SiBoTiB-S-9-2070			25,14 ±0,5
SiBoTiC-S-9-2100	2100		24,38 ±0,7
SiBoTiB-S-9-2100			26,49 ±0,4
SiBoTiC-S-9-2130	2130		27,18 ±0,4
SiBoTiB-S-9-2130			26,11 ±0,6

Saf su ortamında üretilen tüm numunelerin basınç artışına göre Vickers mikrosertlik değerlerinin karşılaştırılması, Şekil 4.9'da gösterilmiştir.



Şekil 4.9. Saf su ortamında üretilen numunelerin basınç artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri karşılaştırması

Grafikten de görülebileceği üzere, Sinterleme basıncı arttıkça numunelerin Vickers mikrosertlik değerleri de artmaktadır. Bunun sebebi basınç arttıkça yoğunlaşmanın da artması, porozitelerin kapanmasıdır.

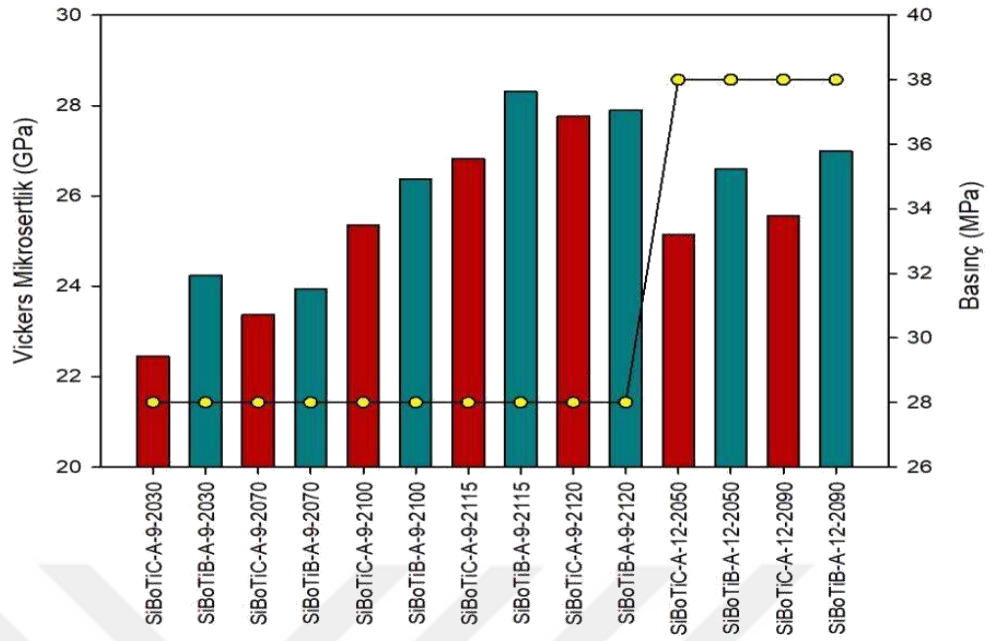
Saf su ortamında üretilen kompozitlerde, SiBoTiC numunelerinin en yüksek Vickers mikrosertlik değeri 2130 °C 28 MPa'da 27,18 GPa, en düşük ise 2100 °C 16 MPa'da 23,46 GPa iken, SiBoTiB numunelerindeki en yüksek Vickers mikrosertlik değeri 2100 °C 28 MPa'da 26,49 GPa, en düşük ise 2100 °C 16 MPa'da 24,84 GPa olduğu gözlemlenmiştir.

2-propanol ortamında üretilen tüm numunelerin basınç artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri, Tablo 4.6'da gösterilmiştir.

Tablo 4.6. 2-propanol ortamında üretilmiş numunelerin basınç artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri

Numune Adı	Sıcaklık (°C)	Basınç (kN)	Sertlik (GPa)
SiBoTiC-A-9-2030	2030	28	22,45 ±1,2
SiBoTiB-A-9-2030			24,24 ±0,6
SiBoTiC-A-9-2070	2070		23,38 ±0,6
SiBoTiB-A-9-2070			23,94 ±0,8
SiBoTiC-A-9-2100	2100		25,35 ±0,8
SiBoTiB-A-9-2100			26,38 ±0,7
SiBoTiC-A-9-2115	2115		26,83 ±1,1
SiBoTiB-A-9-2115			28,32 ±0,9
SiBoTiC-A-9-2120	2120		27,77 ±0,8
SiBoTiB-A-9-2120			27,89 ±0,9
SiBoTiC-A-12-2050	2050	38	25,15 ±0,7
SiBoTiB-A-12-2050			26,6 ±0,6
SiBoTiC-A-12-2090	2090		25,57 ±0,7
SiBoTiB-A-12-2090			26,99 ±1,1

2-propanol ortamında üretilen tüm numunelerin basınç artışına göre Vickers mikrosertlik değerlerinin karşılaştırılması, Şekil 4.10'da gösterilmiştir.



Şekil 4.10. 2-propanol ortamında üretilen numunelerin basınç artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri karşılaştırması

28 MPa sinterleme basıncı ile çalışılan denemelerde, sıcaklık artışıyla beraber Vickers mikrosertlik değerlerinin de arttığı görülmektedir. 38 MPa sinterleme basıncına çıkıldığında, düşük sıcaklıklarda yüksek Vickers mikrosertlik değerlerine çıkıldığı gözlemlenmiştir.

2-propanol ortamında üretilen kompozitlerde, SiBoTiC numunelerinin en yüksek Vickers mikrosertlik değeri sinterleme sıcaklığı olan 2130 °C 28 MPa’da 27,77 GPa, en düşük ise 2030°C 28 MPa’da 22,45 GPa iken, SiBoTiB numunelerindeki en yüksek Vickers mikrosertlik değeri 2115 °C 28 MPa’da 28,32 GPa, en düşük ise 2070 °C 28 MPa’da 23,94 GPa olduğu gözlemlenmiştir.

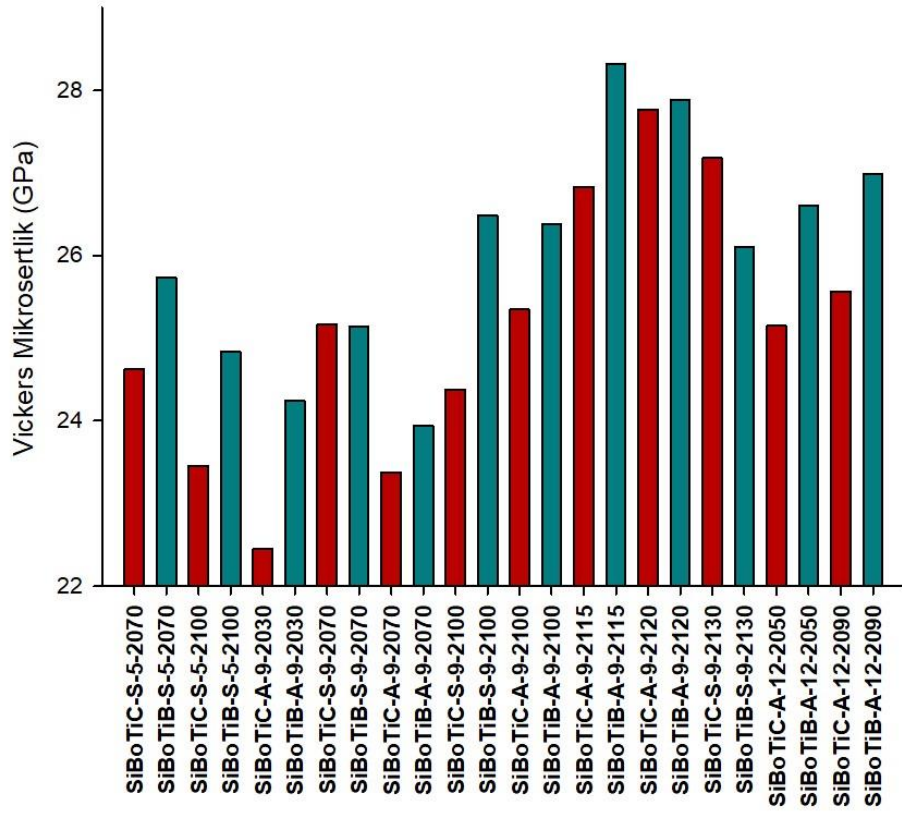
Üretilen tüm numunelerin basınç artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri, Tablo 4.7’de verilmiştir.

Tablo 4.7. Tüm numunelerin basınç artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri

Numune Adı	Sıcaklık (°C)	Basınç (MPa)	Sertlik (Gpa)
SiBoTiC-S-5-2070	2070	16	24,62 ±0,6
SiBoTiB-S-5-2070			25,73 ±0,2
SiBoTiC-S-5-2100	2100		23,46 ±1,2
SiBoTiB-S-5-2100			24,84 ±0,7
SiBoTiC-A-9-2030	2030	28	22,45 ±1,2
SiBoTiB-A-9-2030			24,24 ±0,6
SiBoTiC-S-9-2070	2070		25,17 ±0,4
SiBoTiB-S-9-2070			25,14 ±0,5
SiBoTiC-A-9-2070			23,38 ±0,6
SiBoTiB-A-9-2070			23,94 ±0,8
SiBoTiC-S-9-2100	2100		24,38 ±0,7
SiBoTiB-S-9-2100			26,49 ±0,4
SiBoTiC-A-9-2100			25,35 ±0,8
SiBoTiB-A-9-2100			26,38 ±0,7
SiBoTiC-A-9-2115	2115		26,83 ±1,1
SiBoTiB-A-9-2115			28,32 ±0,9
SiBoTiC-A-9-2120	2120		27,77 ±0,8
SiBoTiB-A-9-2120			27,89 ±0,9
SiBoTiC-S-9-2130	2130		27,18 ±0,4
SiBoTiB-S-9-2130			26,11 ±0,6
SiBoTiC-A-12-2050	2050	38	25,15 ±0,7
SiBoTiB-A-12-2050			26,6 ±0,6
SiBoTiC-A-12-2090	2090		25,57 ±0,7
SiBoTiB-A-12-2090			26,99 ±1,1

2-propanol ve saf suda üretilen numuneler ele alındığında, 2-propanol ortamında üretilen numunelerin saf su ortamında üretilen numunelere göre daha yüksek Vickers mikrosertlik değerlerine ulaştığı gözlemlenmiştir.

Tüm numunelerin basınç artışına bağlı olarak Vickers mikrosertlik değerleri Şekil 4.11’de verilmiştir.



Şekil 4.11. Tüm numunelerin basınç artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri karşılaştırması

Üretilen tüm numunelere bakıldığında, sinterleme sıcaklığı ve sinterleme basıncındaki artış sinterleme sırasında yoğunlaşmayı artırdığından Vickers mikrosertlik değerini de artırmaktadır, ancak bu yükseliş lineer olmadığı gibi sıcaklığın yüksek, basıncın düşük olduğu veya sıcaklığın düşük, basıncın yüksek olduğu çalışmalarda daha düşük Vickers mikrosertlik değerlerine ulaşılmıştır. Hem basıncın hem de sıcaklığın yüksek olduğu denemelerde daha yüksek Vickers mikrosertlik değerlerine ulaşılmıştır. Sinterleme basıncı 28 MPa'dan 38 MPa'a çıktığı denemelerde düşük sıcaklıklarda yüksek Vickers mikrosertlik değerlerinin elde edildiği gözlemlenmiştir.

Tüm numuneler ele alındığında, SiBoTiC numuneleri arasında en yüksek Vickers mikrosertlik değeri 2-propanol ortamında üretilmiş 2130 °C 28 MPa'da 27,77 GPa, en düşük Vickers mikrosertlik değeri ise 2-propanol ortamında üretilmiş, 2030°C 28 MPa'da 22,45 GPa olduğu gözlemlenmiştir. SiBoTiB numuneleri arasında en yüksek Vickers mikrosertlik değeri 2-propanol ortamında üretilmiş 2115 °C 28 MPa'da 28,32 GPa, en düşük Vickers mikrosertlik değeri ise 2-propanol ortamında üretilmiş 2070 °C 28 MPa'da 23,94 GPa olduğu gözlemlenmiştir.

4.2.2. Numunelerin kırılma tokluğu değerleri ve özellikleri

Spark Plasma Sintering metoduyla üretilen tüm numunelerin Vickers mikrosertliği ile beraber kırılma toklukları da ölçülmüş ve karşılaştırılmıştır. Balistik uygulamalarda kullanılma amacıyla üretilen bu kompozitin kırılma tokluğu değerleri uygulama açısından hayati önem taşımaktadır.

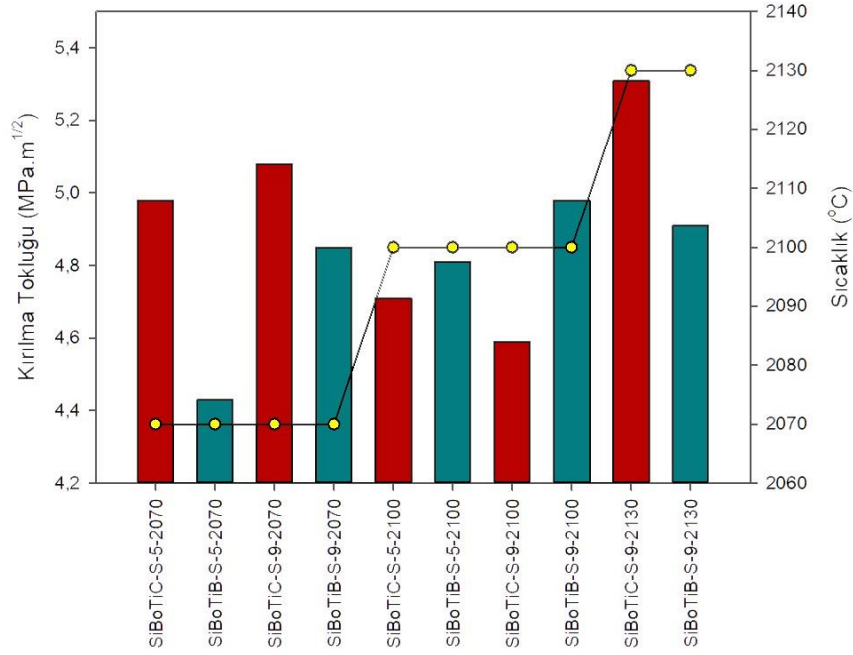
4.2.2.1. Sıcaklığın kırılma tokluğu üzerine etkisi

Saf su ortamında üretilen tüm numunelerin sıcaklık artışına göre kırılma tokluğu değerleri, Tablo 4.8’de gösterilmiştir.

Tablo 4.8. Saf su ortamında üretilen numunelerin sıcaklık artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri

Numune Adı	Sıcaklık (°C)	Basınç (MPa)	Kırılma Tokluğu (MPa.m ^{1/2})
SiBoTiC-S-5-2070	2070	16	4,98 ±0,9
SiBoTiB-S-5-2070			4,43 ±0,8
SiBoTiC-S-9-2070		28	5,08 ±0,9
SiBoTiB-S-9-2070			4,85 ±1,1
SiBoTiC-S-5-2100	2100	16	4,71 ±1,3
SiBoTiB-S-5-2100			4,81 ±0,6
SiBoTiC-S-9-2100		28	4,59 ±0,7
SiBoTiB-S-9-2100			4,98 ±1,1
SiBoTiC-S-9-2130	2130	28	5,31 ±0,8
SiBoTiB-S-9-2130			4,91 ±0,7

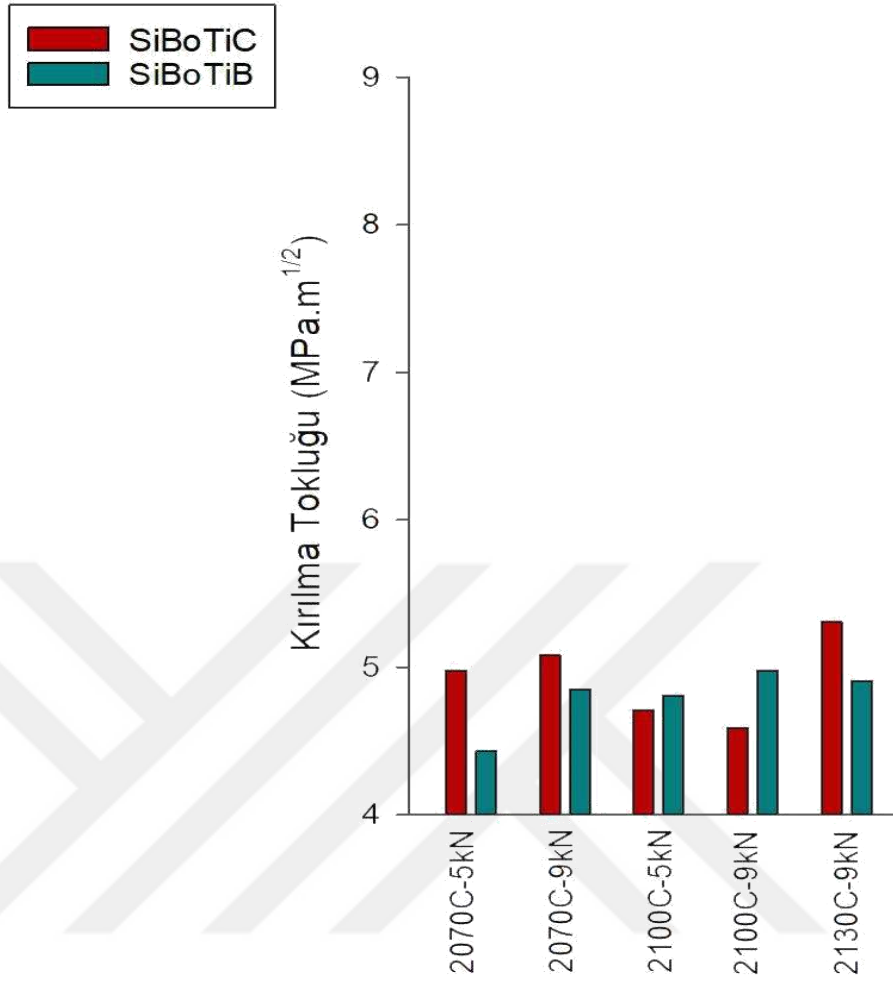
Saf su ortamında hazırlanan numunelerin kırılma tokluğu değerleri, Şekil 4.12’de gösterilmiştir.



Şekil 4.12. Saf su ortamında üretilen numunelerin sıcaklık artışına göre Vickers mikrosertlik değerleri karşılaştırması

Saf su ortamında üretilen numunelerin kırılma tokluğu değerleri incelendiğinde, aynı sinterleme basıncı değerlerine sahip olan numuneler arasında, sinterleme sıcaklığı artıkcça kırılma tokluğu değerlerinin de artığı gözlemlenmektedir. SiBoTiC numuneleri, aynı koşullardaki SiBoTiB numunelerine göre daha yüksek kırılma tokluğu değerlerine sahiptir.

Saf su ortamında üretilen, aynı koşullarda sinterlenen, başlangıç tozları TiC ve TiB₂ olan numunelerin sıcaklık artışına göre kırılma tokluğu değerlerinin karşılaştırılması, Şekil 4.13'te verilmiştir.



Şekil 4.13. Saf su ortamında üretilip aynı koşullarda sinterlenen SiBoTiC ve SiBoTiB numunelerinin kırılma tokluğu değerleri karşılaştırması

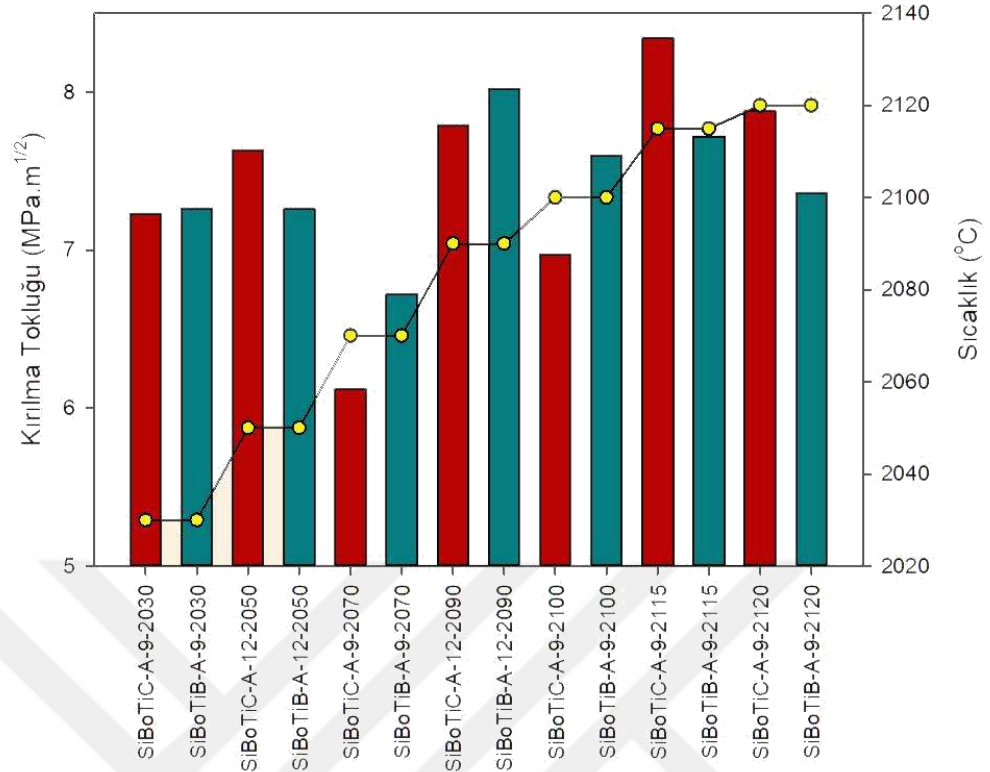
Saf su ortamında üretilen kompozitlerde, SiBoTiC numunelerinin en yüksek kırılma tokluğu değeri 2130 °C 28 MPa’da 5,31 MPa.m^{1/2}, en düşük ise 2100 °C 28 MPa’da 4,59 MPa.m^{1/2} iken, SiBoTiB numunelerindeki en yüksek kırılma tokluğu değeri 2100 °C 28 MPa’da 4,98 MPa.m^{1/2}, en düşük ise 2075 °C 16 MPa’da 4,43 MPa.m^{1/2} olduğu gözlemlenmiştir.

2-propanol ortamında üretilen tüm numunelerin sıcaklık artışına göre kırılma tokluğu değerleri, Tablo 4.9’da gösterilmiştir.

Tablo 4.9. 2-propanol ortamında üretilen numunelerin sıcaklık artışına göre kırılma tokluğu değerleri

Numune Adı	Sıcaklık (°C)	Basınç (MPa)	Kırılma Tokluğu (MPa.m ^{1/2})
SiBoTiC-A-9-2030	2030	28	7,23 ±1,2
SiBoTiB-A-9-2030			7,26 ±0,7
SiBoTiC-A-12-2050	2050	38	7,63 ±0,7
SiBoTiB-A-12-2050			7,26 ±0,7
SiBoTiC-A-9-2070	2070	28	6,12 ±0,9
SiBoTiB-A-9-2070			6,72 ±0,2
SiBoTiC-A-12-2090	2090	38	7,79 ±0,4
SiBoTiB-A-12-2090			8,02 ±0,4
SiBoTiC-A-9-2100	2100	28	6,97 ±0,4
SiBoTiB-A-9-2100			7,6 ±0,8
SiBoTiC-A-9-2115	2115		8,34 ±0,6
SiBoTiB-A-9-2115			7,72 ±0,3
SiBoTiC-A-9-2120	2120		7,88 ±0,5
SiBoTiB-A-9-2120			7,36 ±1,0

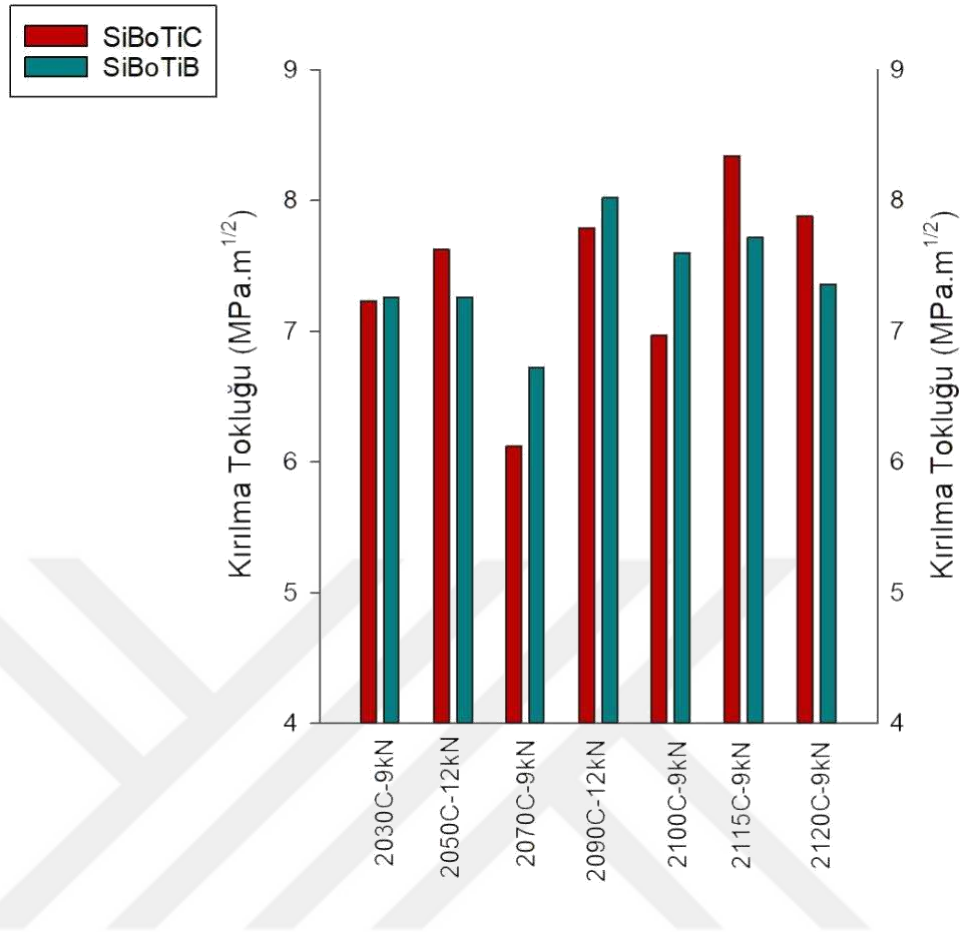
2-propanol ortamında hazırlanan numunelerin sıcaklık artışına göre kırılma tokluğu değerler, Şekil 4.14’te verilmiştir.



Şekil 4.14. 2-propanol ortamında üretilen numunelerin sıcaklık artışına göre kırılma tokluğu değerleri karşılaştırması

2-propanol ortamında üretilen numuneler incelendiğinde, sinterleme sıcaklığı ve basıncı artışında kırılma tokluğu değerlerinde lineer bir artış gözlemlenmemiştir.

2-propanol ortamında üretilen, aynı koşullarda sinterlenen, başlangıç tozları TiC TiB₂ ve olan numunelerin sıcaklık artışına göre kırılma tokluğu değerlerinin karşılaştırılması, Şekil 4.15'te verilmiştir.

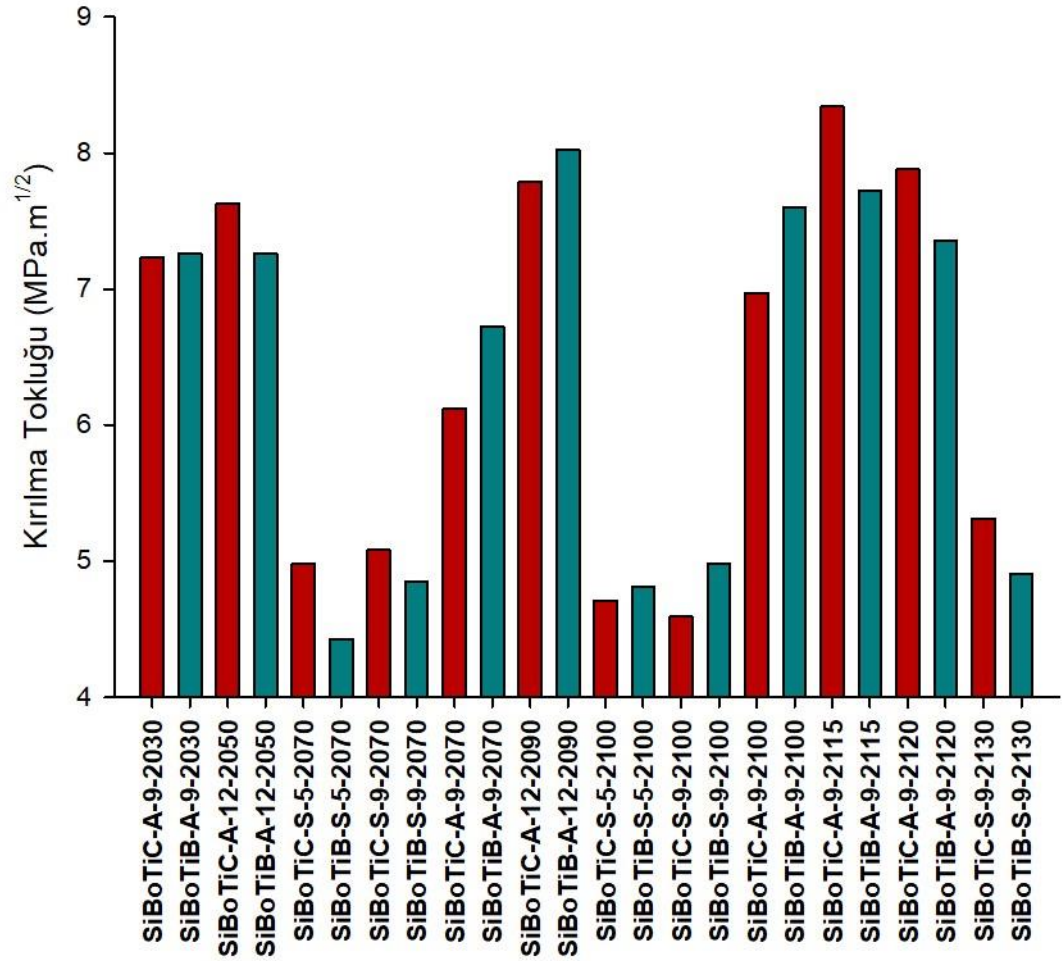


Şekil 4.15. 2-propanol ortamında üretilip aynı koşullarda sinterlenen SiBoTiC ve SiBoTiB numunelerinin kırılma tokluğu değerleri karşılaştırması

2-propanol ortamında üretilen kompozitlerde, SiBoTiC numunelerinin en yüksek kırılma tokluğu değeri 2115 °C 28 MPa’da 8,34 MPa.m^{1/2}, en düşük ise 2070 °C 28 MPa’da 6,12 MPa.m^{1/2} iken, SiBoTiB numunelerdeki en yüksek kırılma tokluğu değeri 2090 °C 12kN’da 8,02 MPa.m^{1/2}, en düşük ise 2070 °C 28 MPa’da 6,72 MPa.m^{1/2} olduğu gözlemlenmiştir.

2-propanol ortamında üretilmiş numunelerin kırılma tokluğu değerleri hem SiBoTiC hem de SiBoTiB numunelerinde saf su ortamında üretilmiş numunelerden daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir.

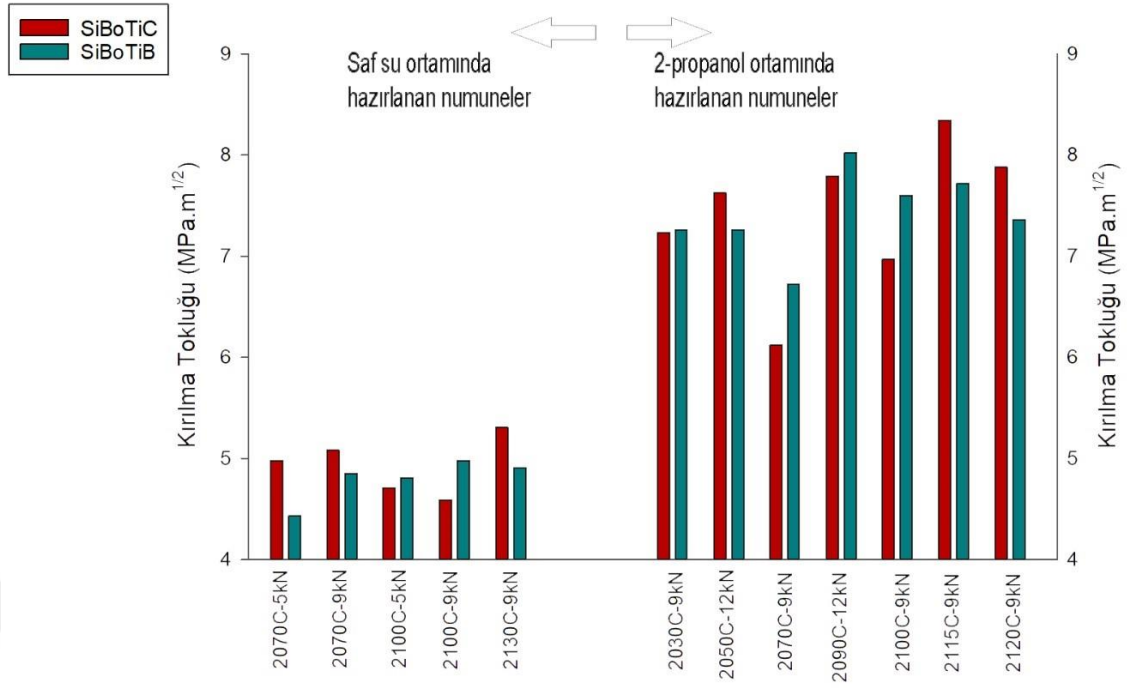
Tüm numunelerin sıcaklık artışına bağlı olarak kırılma tokluğu değerleri, Şekil 4.16’da verilmiştir.



Şekil 4.16. Tüm numunelerin sıcaklık artışına göre kırılma tokluğu değerleri karşılaştırılması

Tüm numuneler ele alındığında, SiBoTiC numuneleri arasında en yüksek kırılma tokluğu değeri 2-propanol ortamında üretilmiş sinterleme sıcaklığı olan 2115 °C’de 28 MPa’da 8,34 MPa.m^{1/2}, en düşük kırılma değeri ise saf su ortamında üretilmiş, 2100°C 28 MPa’da 4,59 MPa.m^{1/2} olduğu gözlemlenmiştir. SiBoTiB numuneleri arasında en yüksek kırılma tokluğu değeri 2-propanol ortamında üretilmiş 2090 °C 38 MPa’da 8,02 MPa.m^{1/2}, en düşük kırılma tokluğu değeri ise saf su ortamında üretilmiş 2075 °C 16 MPa’da 4,43 MPa.m^{1/2} olduğu gözlemlenmiştir.

Saf su ve 2-propanol ortamlarında üretilen, aynı koşullarda sinterlenen, başlangıç tozları TiC ve TiB₂ olan tüm numunelerin kırılma tokluğu değerlerinin karşılaştırılması, Şekil 4.17’de verilmiştir.



Şekil 4.17. Saf su ve 2-propanol ortamlarında üretilip aynı koşullarda sinterlenen SiBoTiC ve SiBoTiB numunelerin kırılma tokluğu değerleri karşılaştırması

Grafikteki ilk 5 değer saf su ortamında üretilen numuneleri, kalanlar ise 2-propanol ortamında üretilmiş numunelerin değerleridir. 2-propanol ortamında üretilen numunelerin, saf su ortamında üretilen numunelere göre çok daha yüksek kırılma tokluğu değerlerine sahip oldukları gözlemlenmiştir.

Tüm numunelerin Vickers mikrosertlik değerleri incelendiğinde SiBoTiB numunelerinin SiBoTiC numuneler göre aynı koşullarda daha yüksek sertlik değerlerine ulaştığı gözlemlenmiştir, ancak kırılma tokluğu göz önüne alındığında yüksek sıcaklık ve basınçla üretilen numunelerde TiC tozuyla başlayan numunelerin daha yüksek kırılma tokluğuna sahip olduğu görülmüştür. Bunun sebebi $2\text{TiC} + \text{B}_4\text{C} \rightarrow 2\text{TiB}_2 + 3\text{C}$ dönüşümü sırasında açığa çıkan C fazı olduğu düşünülmektedir.

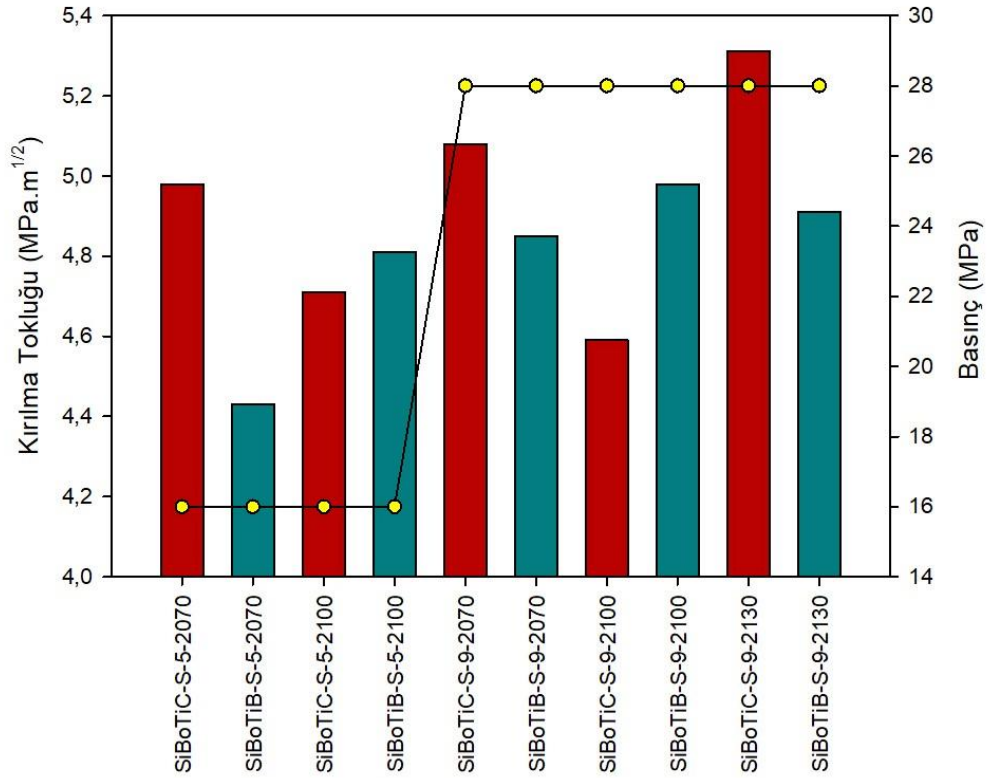
4.2.2.2. Basınç Artışına Göre Numunelerin Kırılma Tokluğu Değerleri

Saf su ortamında üretilen tüm numunelerin basınç artışına göre kırılma tokluğu değerleri, Tablo 4.10'da gösterilmiştir.

Tablo 4.10. Saf su ortamında üretilmiş numunelerin basınç artışına göre kırılma tokluğu değerleri

Numune Adı	Sıcaklık (°C)	Basınç (MPa)	Kırılma Tokluğu (MPa.m ^{1/2})
SiBoTiC-S-5-2070	2070	16	4,98 ±0,9
SiBoTiB-S-5-2070			4,43 ±0,8
SiBoTiC-S-5-2100	2100		4,71 ±1,3
SiBoTiB-S-5-2100			4,81 ±0,6
SiBoTiC-S-9-2070	2070	28	5,08 ±0,9
SiBoTiB-S-9-2070			4,85 ±1,1
SiBoTiC-S-9-2100	2100		4,59 ±0,7
SiBoTiB-S-9-2100			4,98 ±1,1
SiBoTiC-S-9-2130	2130		5,31 ±0,8
SiBoTiB-S-9-2130			4,91 ±0,7

Saf su ortamında üretilen tüm numunelerin basınç artışına göre kırılma tokluğu değerlerinin karşılaştırılması, Şekil 4.18'de gösterilmiştir.



Şekil 4.18. Saf su ortamında üretilmiş numunelerin basınç artışına göre kırılma tokluğu değerleri karşılaştırması

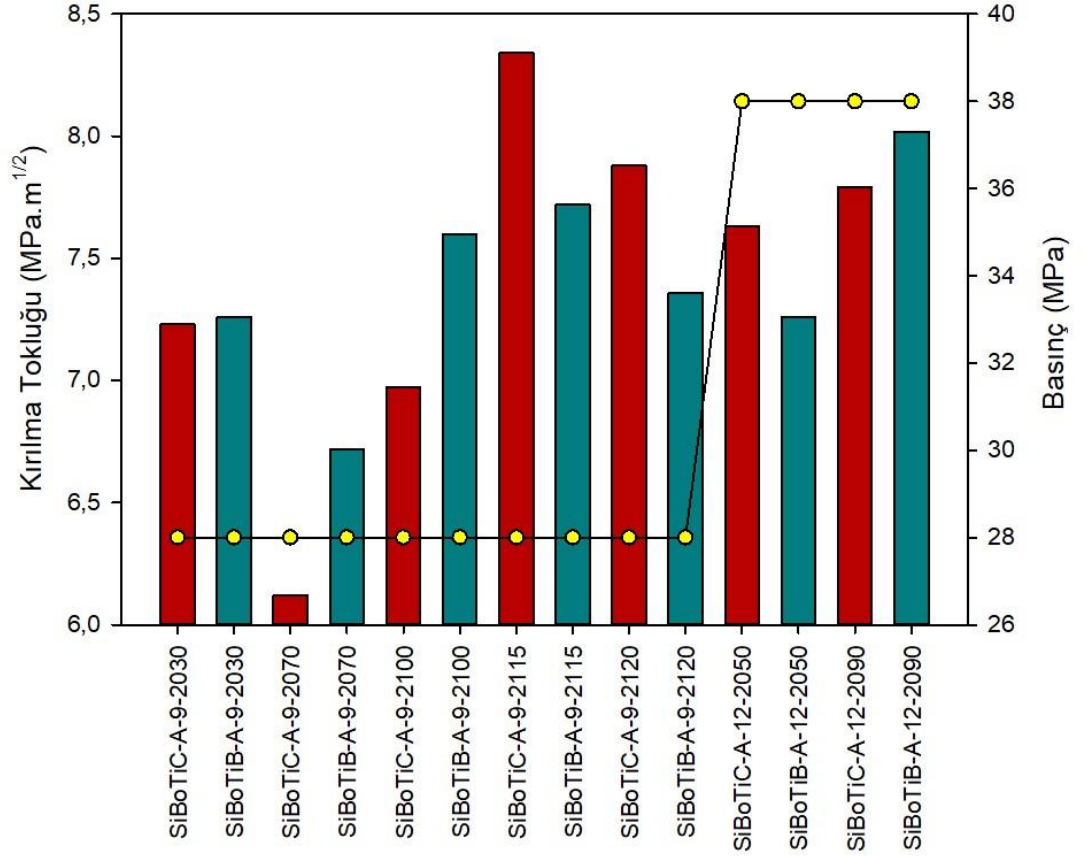
Saf su ortamında üretilen kompozitlerde, SiBoTiC numunelerinin en yüksek kırılma tokluğu değeri 2130 °C 9kN’da 5,31 MPa.m^{1/2}, en düşük ise 2100 °C 9kN’da 4,59 MPa.m^{1/2} iken, SiBoTiB numunelerindeki en yüksek kırılma tokluğu değeri 2100 °C 9kN’da 4,98 MPa.m^{1/2}, en düşük ise 2075 °C 5kN’da 4,43 MPa.m^{1/2} olduğu gözlemlenmiştir.

2-propanol ortamında üretilen tüm numunelerin basınç artışına göre kırılma tokluğu değerleri, Tablo 4.11’de gösterilmiştir.

Tablo 4.11. 2-propanol ortamında üretilmiş numunelerin basınç artışına göre kırılma tokluğu değerleri

Numune Adı	Sıcaklık (°C)	Basınç (MPa)	Kırılma Tokluğu (MPa.m ^{1/2})
SiBoTiC-A-9-2030	2030	28	7,23 ±1,2
SiBoTiB-A-9-2030			7,26 ±0,8
SiBoTiC-A-9-2070	2070		6,12 ±0,9
SiBoTiB-A-9-2070			6,72 ±0,2
SiBoTiC-A-9-2100	2100		6,97 ±0,4
SiBoTiB-A-9-2100			7,6 ±0,8
SiBoTiC-A-9-2115	2115		8,34 ±0,6
SiBoTiB-A-9-2115			7,72 ±0,3
SiBoTiC-A-9-2120	2120		7,88 ±0,5
SiBoTiB-A-9-2120			7,36 ±1,0
SiBoTiC-A-12-2050	2050	38	7,63 ±0,7
SiBoTiB-A-12-2050			7,26 ±0,7
SiBoTiC-A-12-2090	2090		7,79 ±0,4
SiBoTiB-A-12-2090			8,02 ±0,4

2-propanol ortamında üretilen tüm numunelerin basınç artışına göre kırılma tokluğu değerlerinin karşılaştırılması, Şekil 4.19'da gösterilmiştir.



Şekil 4.19. 2-propanol ortamında üretilmiş numunelerin basınç artışına göre kırılma tokluğu değerleri

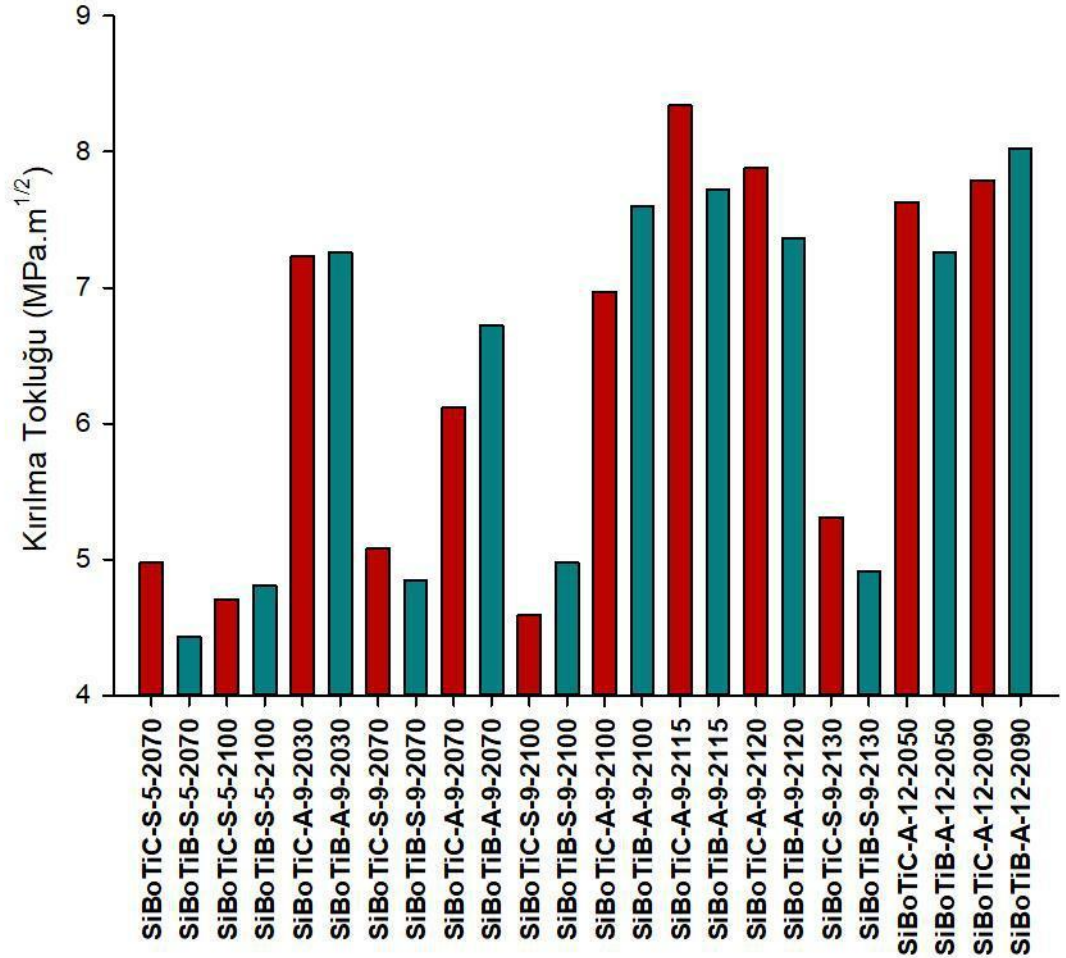
2-propanol ortamında üretilen kompozitlerde, SiBoTiC numunelerinin en yüksek kırılma tokluğu değeri 2115 °C 9kN'da 8,34 MPa.m^{1/2}, en düşük ise 2070 °C 28 MPa'da 6,12 MPa.m^{1/2} iken, SiBoTiB numunelerindeki en yüksek kırılma tokluğu değeri 2090 °C 38 MPa'da 8,02 MPa.m^{1/2}, en düşük ise 2070 °C 28 MPa'da 6,72 MPa.m^{1/2} olduğu gözlemlenmiştir.

Üretilen tüm numunelerin basınç artışına göre kırılma tokluğu değerleri, Tablo 4.12'de verilmiştir.

Tablo 4.12. Tüm numunelerin basınç artışına göre kırılma tokluğu değerleri

Numune Adı	Sıcaklık (°C)	Basınç (MPa)	Kırılma Tokluğu (MPa.m ^{1/2})
SiBoTiC-S-5-2070	2070	16	4,98 ±0,9
SiBoTiB-S-5-2070			4,43 ±0,8
SiBoTiC-S-5-2100	2100		4,71 ±1,3
SiBoTiB-S-5-2100			4,81 ±0,6
SiBoTiC-A-9-2030	2030	28	7,23 ±1,2
SiBoTiB-A-9-2030			7,26 ±0,7
SiBoTiC-S-9-2070	2070		5,08 ±0,9
SiBoTiB-S-9-2070			4,85 ±1,1
SiBoTiC-A-9-2070			6,12 ±0,9
SiBoTiB-A-9-2070			6,72 ±0,2
SiBoTiC-S-9-2100	2100		4,59 ±0,7
SiBoTiB-S-9-2100			4,98 ±0,9
SiBoTiC-A-9-2100			6,97 ±0,4
SiBoTiB-A-9-2100			7,6 ±0,8
SiBoTiC-A-9-2115	2115		8,34 ±0,6
SiBoTiB-A-9-2115			7,72 ±0,3
SiBoTiC-A-9-2120	2120		7,88 ±0,5
SiBoTiB-A-9-2120			7,36 ±1,0
SiBoTiC-S-9-2130	2130		5,31 ±0,8
SiBoTiB-S-9-2130			4,91 ±0,7
SiBoTiC-A-12-2050	2050	38	7,63 ±0,7
SiBoTiB-A-12-2050			7,26 ±0,7
SiBoTiC-A-12-2090	2090		7,79 ±0,4
SiBoTiB-A-12-2090			8,02 ±0,4

Tüm numunelerin basınç artışına bağlı olarak kırılma tokluğu değerleri, Şekil 4.20’de verilmiştir.



Şekil 4.20. Tüm numunelerin basınç artışına göre kırılma tokluğu değerleri karşılaştırması

2-propanol ve saf suda üretilen numuneler ele alındığında, 2-propanol ortamında üretilen numunelerin saf su ortamında üretilen numunelere göre daha yüksek kırılma tokluğu değerlerine ulaştığı gözlemlenmiştir.

Üretilen tüm numunelere bakıldığında, sinterleme sıcaklığındaki ve sinterleme basıncındaki artışlar, numunelerin kırılma tokluğu değerlerini olumlu yönde etkilemektedir. Elde edilen yüksek kırılma tokluğu değerleri, başlangıç tozları 2-propanol ortamında karıştırıldığında ve sinterleme sırasında 28 MPa basınçta çalışıldığında elde edilmiştir. Sinterleme basıncı 38 MPa’a çıkarıldığında, elde edilen yüksek kırılma tokluğu değerleri 25 °C daha düşük sinterleme sıcaklığında da elde edilmiştir.

38 MPa sinterleme basıncı ile çalışırken daha yüksek sinterleme sıcaklıkları da denenmiştir, fakat grafit kalıplar bu uygulamalara uygun olmadığı için kırılmıştır.

Tüm numuneler ele alındığında, SiBoTiC numuneleri arasında en yüksek kırılma tokluğu değeri 2-propanol ortamında üretilmiş sinterleme koşulları 2115 °C 28 MPa'da 8,34 MPa.m^{1/2}, en düşük kırılma tokluğu değeri ise saf su ortamında üretilmiş sinterleme koşulları 2100 °C 28 MPa'da 4,59 MPa.m^{1/2} olduğu gözlemlenmiştir. SiBoTiB numuneleri arasında en yüksek kırılma tokluğu değeri 2-propanol ortamında üretilmiş sinterleme koşulları 2090 °C 38 MPa'da 8,02 MPa.m^{1/2}, en düşük kırılma tokluğu değeri ise saf su ortamında üretilmiş sinterleme koşulları 2075 °C 16 MPa'da 4,43 MPa.m^{1/2} olduğu gözlemlenmiştir.

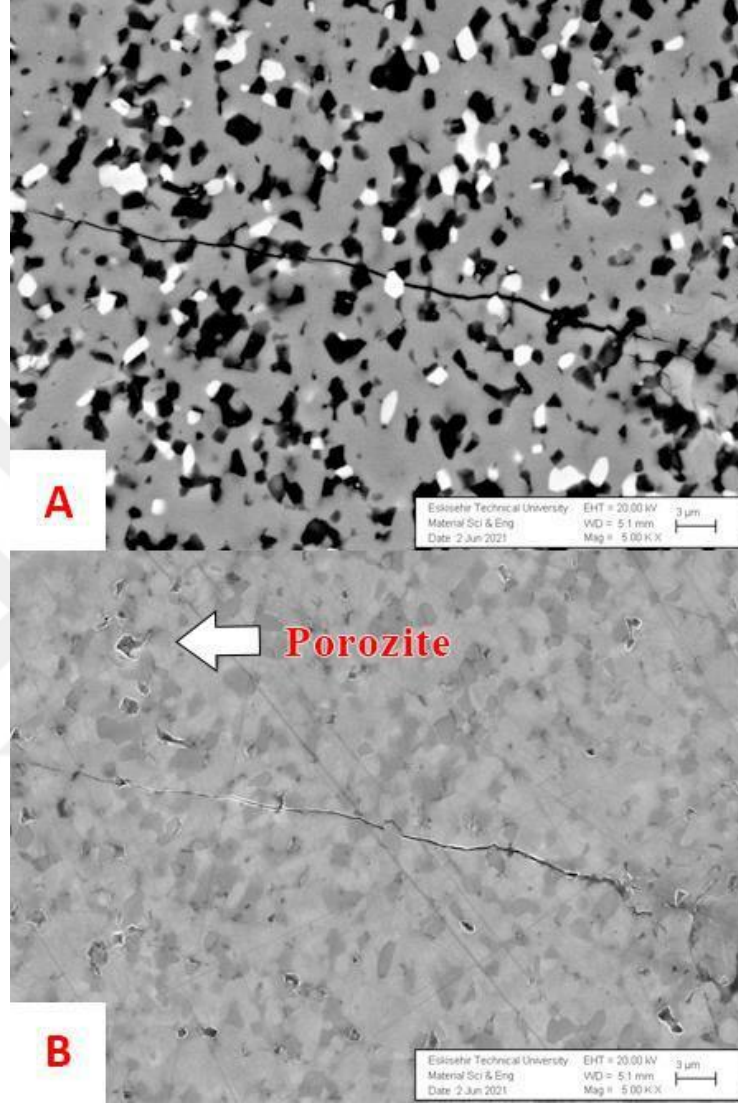
4.3. SiC-B₄C-TiB₂ Kompozitlerinin Mikroyapı İncelemeleri

Spark Plasma Sintering metoduyla üretilen SiC-B₄C-TiB₂ kompozitlerinin mikroyapı incelemeleri Zeiss Supra 50VP taramalı elektron mikroskopu ile yapılmıştır. Bu incelemelerde Geri Yansımali Elektron (Back Scattered Electron-BSE) ve In-Lens teknikleri kullanılmıştır.

4.3.1. Saf su ortamında üretilen numunelerin mikroyapı görüntüleri

Bu bölümde saf su ortamında karıştırılmış, daha sonra farklı sinterleme rejimlerinde yoğunlaşması sağlanmış, başlangıç tozu olarak TiC ve TiB₂ kullanılmış numunelerin Geri Yansımali Elektron ve In-Lens teknikleri kullanılarak alınan görüntüleri incelenmiştir.

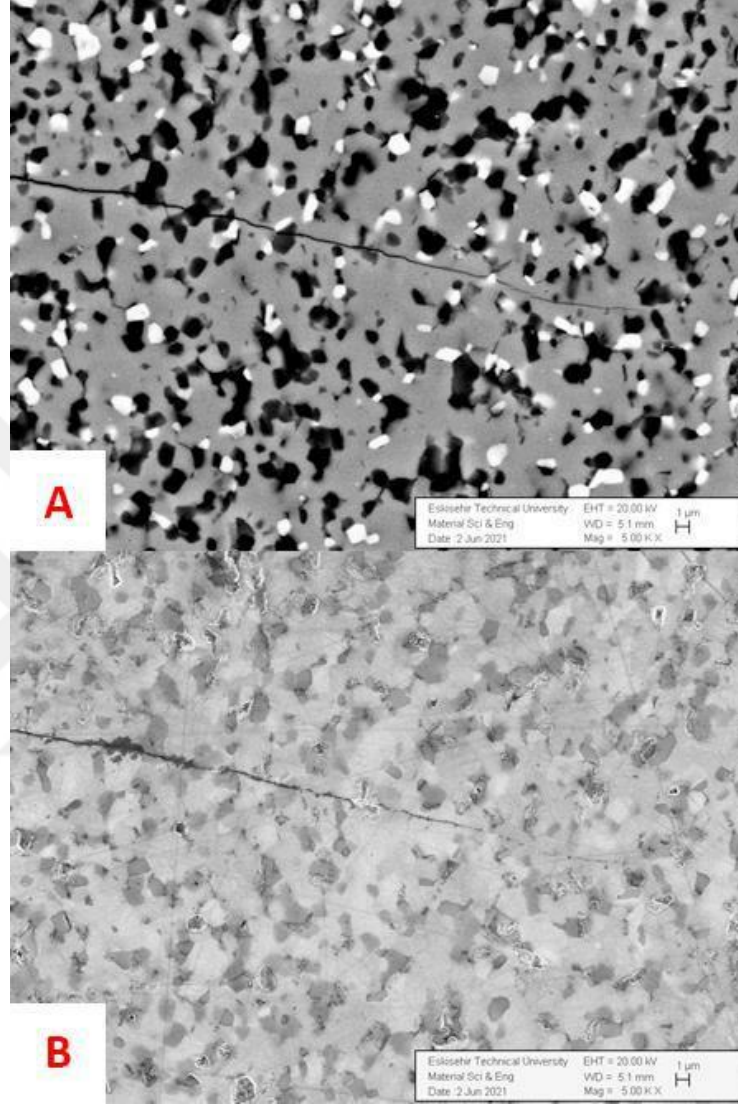
Şekil 4.21’de saf su ortamında üretilen, başlangıç tozu olarak TiC kullanılan, 2070 °C 16 MPa sinterleme parametrelerinde yoğunlaştırılan numunenin yüzey geri yansımali elektron (A) ve In-Lens görüntüleri (B) verilmiştir.



Şekil 4.21. SiBoTiC-S-5-2070 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri

Daha düşük sinterleme sıcaklığında yoğunlaşma davranışını gözlemlemek üzere yapılan bu denemelerin Taramalı Elektron Mikroskopu görüntüleri çatlağın ilerlemesini de içermektedir. B₄C ve TiB₂ fazlarının homojen olarak dağılmamış olmaları ve görünür poroziteler, Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluğu değerlerinin görece olarak düşük çıkmasına sebep olmuştur.

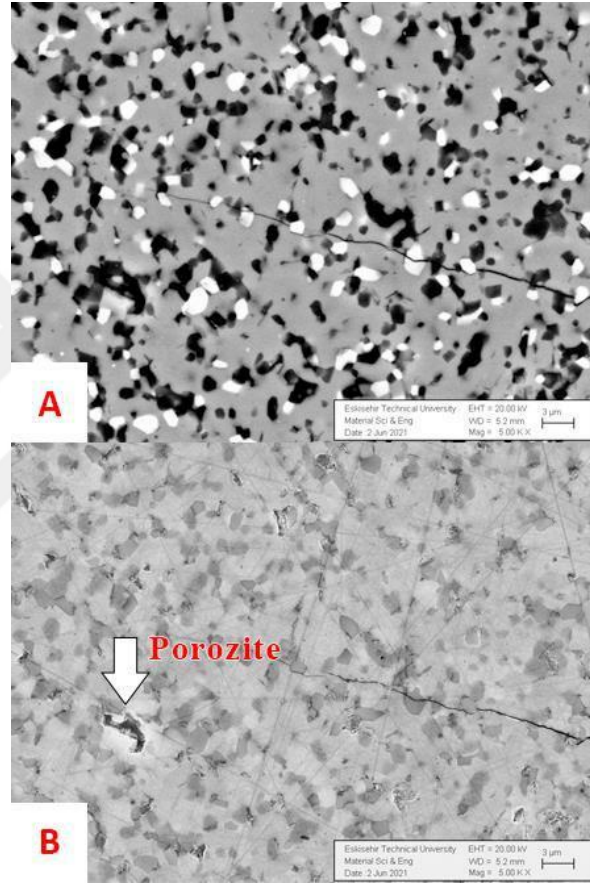
Şekil 4.22’de saf su ortamında üretilen, başlangıç tozu olarak TiB_2 kullanılan, 2070 °C 16 MPa sinterleme parametrelerinde yoğunlaştırılan numunenin yüzey geri yansımali elektron (A) ve In-Lens görüntüleri (B) verilmiştir.



Şekil 4.22. $Si_3N_4/TiB_2-S-5-2070$ numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri

TiB_2 başlangıç tozuyla başlayan numuneler, aynı şartlarda sinterlenen TiC numunelerine yakın mekanik özelliklere sahiptir. Çatlağın ilerlemesini engelleyen fazların (B_4C ve TiB_2) homojen dağılmaması ve tane boyutlarının büyük olması, çatlağın SiC matrisinde kolayca ilerlemesine yol açmıştır.

Şekil 4.23'te saf su ortamında üretilen, başlangıç tozu olarak TiC kullanılan, 2100 °C 16 MPa sinterleme parametrelerinde yoğunlaştırılan numunenin yüzey geri yansımali elektron (A) ve In-Lens görüntüleri (B) verilmiştir. Görüntüdeki gri bölgeler SiC matrisini göstermektedir. Geri Yansımali Elektron görüntüsündeki siyah bölgeler B₄C, beyaz bölgeler ise TiB₂ fazından oluşmaktadır. Geri yansımali elektron yöntemiyle görüntü alındığında ağır elementler daha açık renklerde görüntülenirken, daha hafif elementler ise daha koyu renklerde görüntülenmektedir.

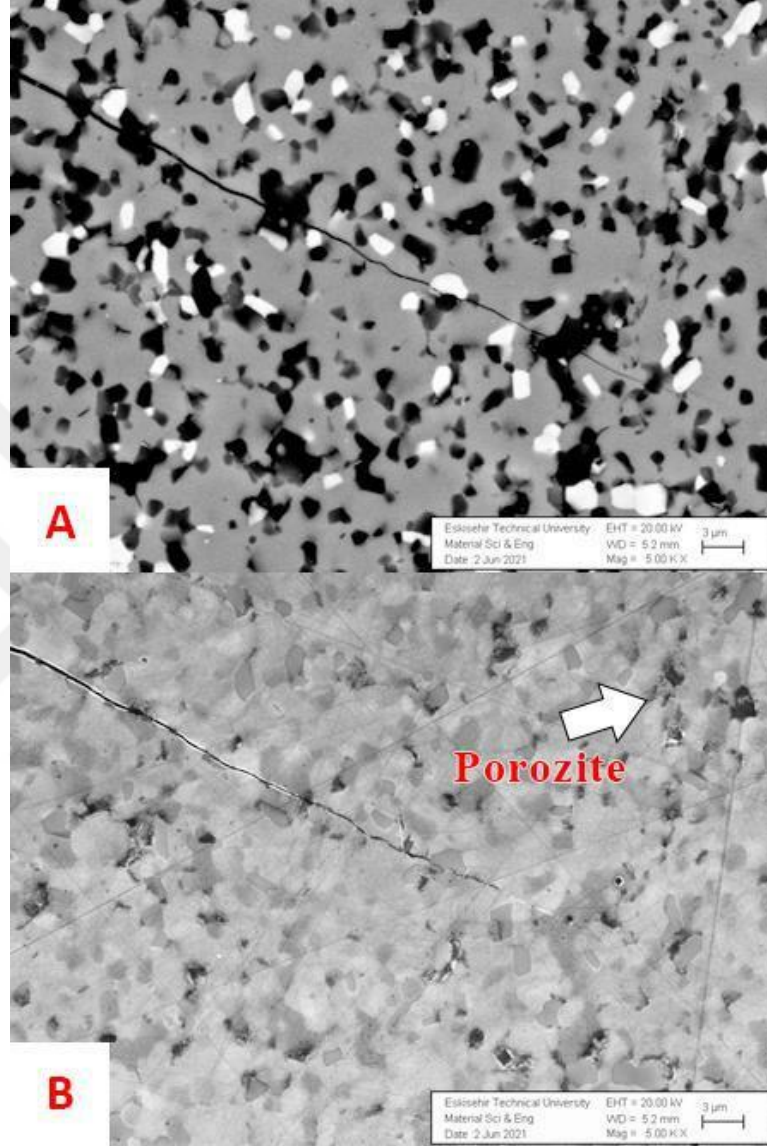


Şekil 4.23. SiBoTiC-S-5-2100 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri

SiBoTiC-S-5-2100 numunesinde sinterleme sonrası oluşmuş açık poroziteler In-Lens görüntüsünde (B) açık bir şekilde görülmektedir.

Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluğu ölçümleri için numune üzerinde oluşturulan çatlak, Şekil 4.23'te görülmektedir. B₄C ve TiB₂ fazlarının homojen bir şekilde dağılmamış, açık poroziteler oluşmuş ve tane boyutları yeteri kadar küçülmemiştir. Bu da sertliğin ve kırılma tokluğunun düşük değerlerde çıkmasını sağlamıştır.

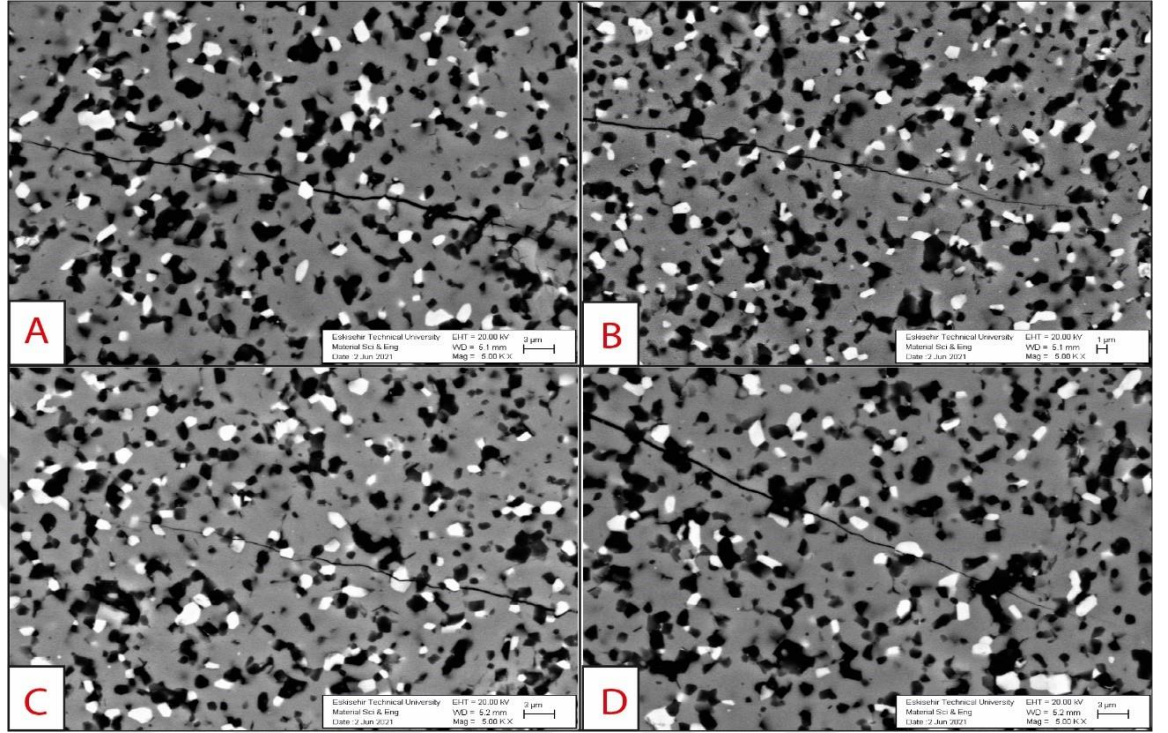
Şekil 4.24'te saf su ortamında üretilen, başlangıç tozu olarak TiB_2 kullanılan, 2100 °C 16 MPa sinterleme parametrelerinde yoğunlaştırılan numunenin yüzey geri yansımali elektron (A) ve In-Lens görüntüleri (B) verilmiştir.



Şekil 4.24. *SiBoTiB-S-5-2100 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri*

Aynı koşullarda üretilen TiC numunesine benzer mekanik özelliklere sahip SiBoTiB-S-5-2100 numunesinde oluşan poroziteler, In-Lens görüntüsünde (B) görülmektedir. Çatlak ilerlemesi, aynı koşullarda üretilen TiC numunesine benzer şekildedir.

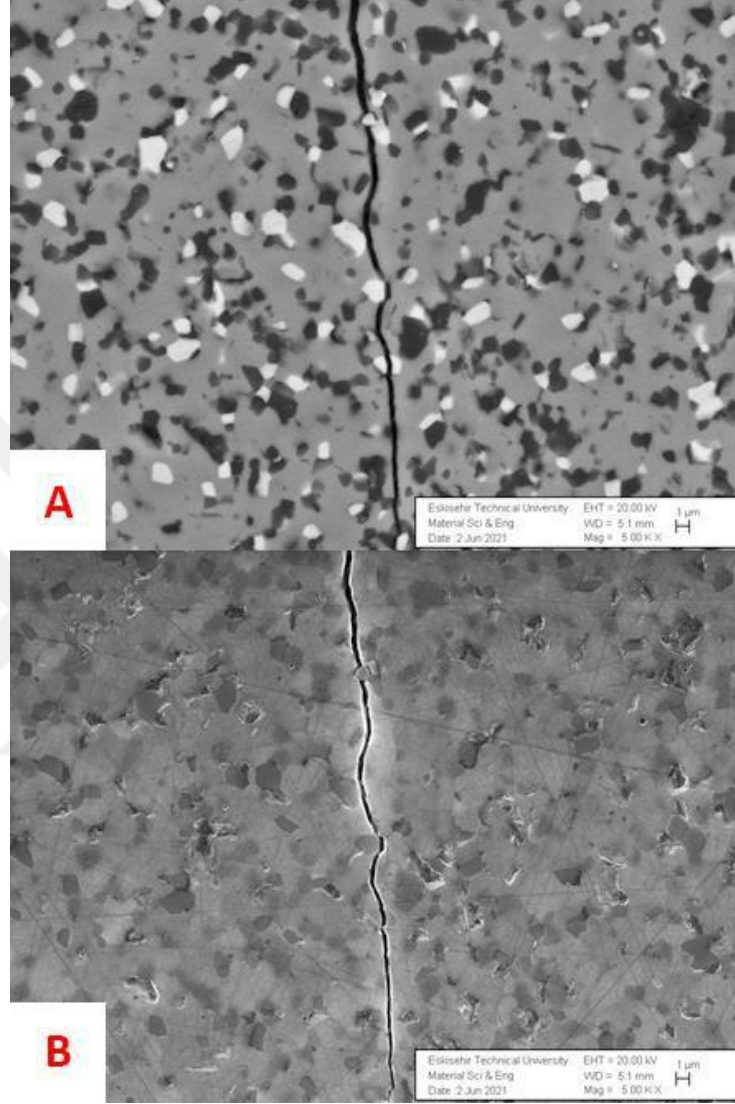
5kN sinterleme basıncıyla üretilmiş numunelerin mikroyapılarının karşılaştırılması, Şekil 4.25'te verilmiştir.



Şekil 4.25. Saf su ortamında üretilmiş, 16 MPa sinterleme basıncıyla yoğunlaştırılmış numunelerin Geri Yansımali Elektron görüntüleri. (A) =SiBoTiC-S-5-2070 (B) = SiBoTiB-S-5-2070 (C) = SiBoTiC-S-5-2100 (D) =SiBoTiB-S-5-2100

16 MPa sinterleme basıncı ile üretilmiş numuneler arasında en yüksek kırılma tokluğuna sahip SiBoTiC-S-5-2070 numunesi (A) incelendiğinde, çatlakın TiB₂ fazlarının etrafından saptığı gözlemlenmiştir. SiBoTiC-S-5-2100 numunesi incelendiğinde (C) çatlakın, TiB₂ fazının içinden geçtiği, böylece enerjisinin soğurulmadığı görülmüştür.

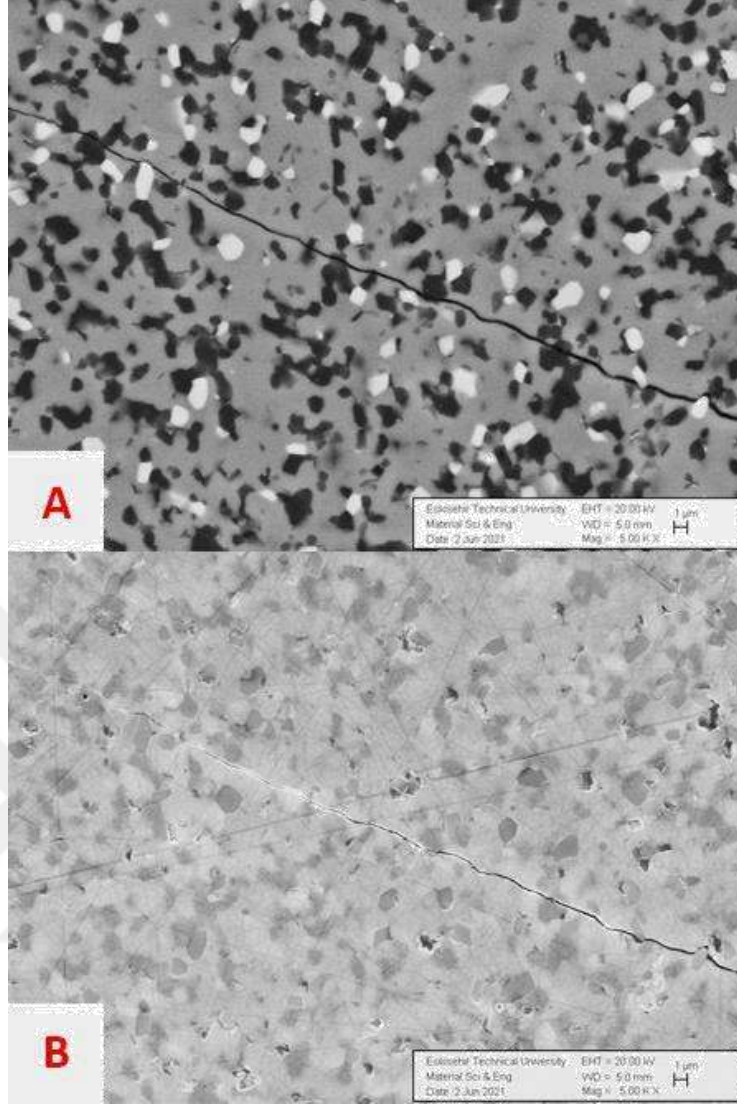
Şekil 4.26’da saf su ortamında üretilen, başlangıç tozu olarak TiC kullanılan, 2130 °C 28 MPa sinterleme parametrelerinde yoğunlaştırılan numunenin yüzey geri yansımali elektron (A) ve In-Lens görüntüleri (B) verilmiştir.



Şekil 4.26. SiBoTiC-S-9-2130 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri

Hem sinterleme sıcaklığı hem de sinterleme basıncının önceki numunelere göre daha yüksek olması, SiBoTiC-S-9-2130 numunesinin Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluğu değerlerini artırmıştır. TiB₂ ve B₄C fazlarının daha homojen dağıldığı bu numunede çatlakın enerjisi TiB₂ fazları etrafından geçerken soğurulmuştur.

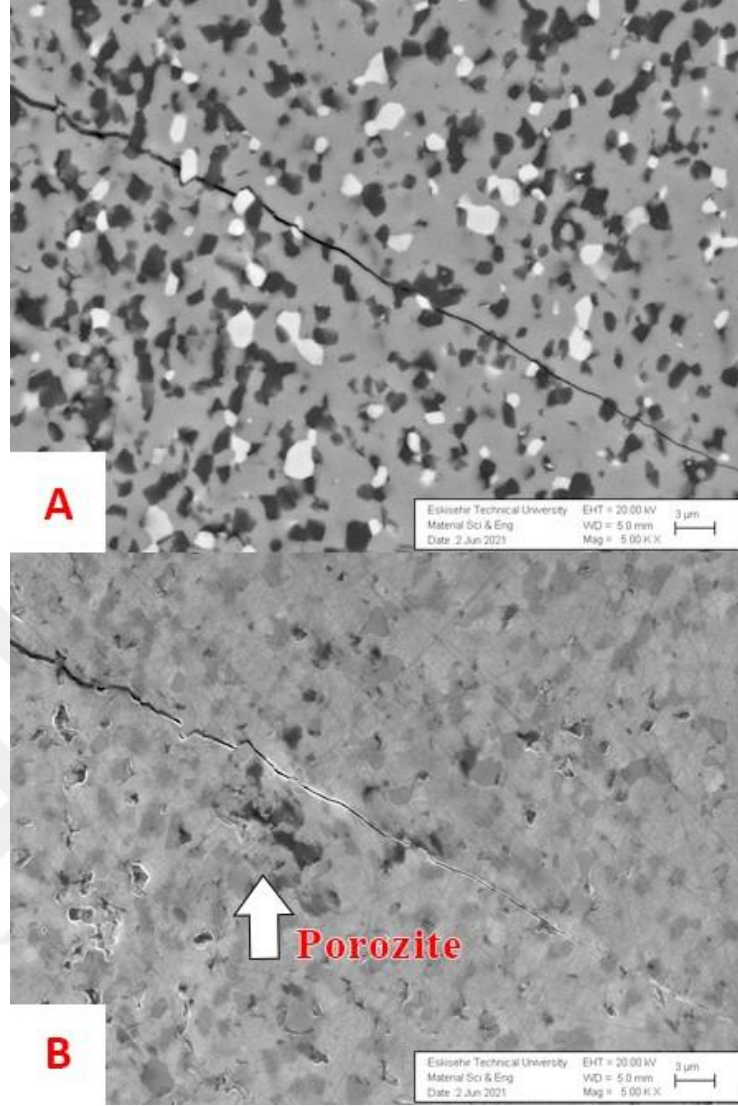
Şekil 4.27’de saf su ortamında üretilen, başlangıç tozu olarak TiB₂ kullanılan, 2130 °C 28 MPa sinterleme parametrelerinde yoğunlaştırılan numunenin yüzey geri yansımali elektron (A) ve In-Lens görüntüleri (B) verilmiştir.



Şekil 4.27. *SiBoTiB-S-9-2130 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri*

Aynı sinterleme parametrelerinde üretilmiş olan SiBoTiC-S-9-2130 ile çok yakın mekanik özelliklere sahip SiBoTiB-S-9-2130 numunesi daha düşük sinterleme sıcaklığı ve sinterleme basıncı kullanılmış numunelere göre daha yüksek Vickers mikrosertliği ve kırılma tokluğu değerlerine sahiptir. Çatlağın ilerleme enerjisi, B₄C ve TiB₂ fazları sayesinde azaltılmıştır.

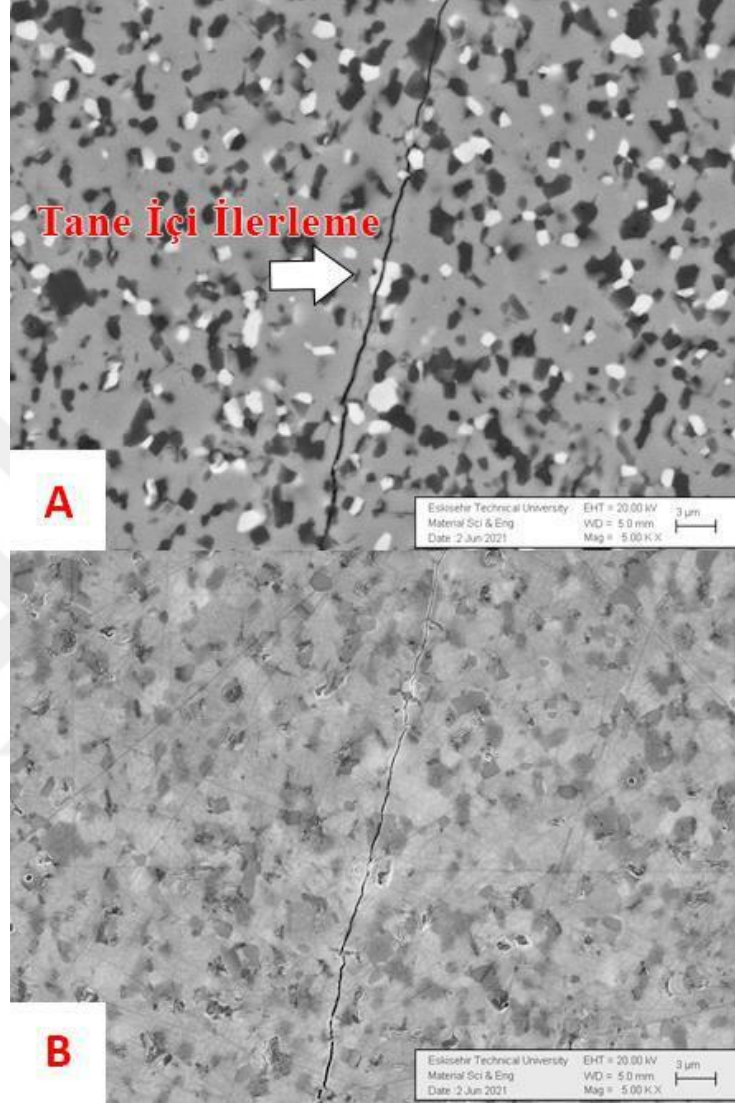
Şekil 4.28’de saf su ortamında üretilen, başlangıç tozu olarak TiC kullanılan, 2100 °C 28 MPa sinterleme parametrelerinde yoğunlaştırılan numunenin yüzey geri yansımali elektron (A) ve In-Lens görüntüleri (B) verilmiştir.



Şekil 4.28. *SiBoTiC-S-9-2100 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri*

28 MPa basınç ile 2100 °C sinterleme parametreleriyle üretilen numunelerden sonra, daha düşük sinterleme basıncı ile yoğunlaştırılmış SiBoTiC-S-9-2100 numuneleri için mikroyapı incelemesi yapılmıştır. Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluğu değerleri 2100 °C, 16 MPa parametreleri kullanarak üretilen numunelerden daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir, ancak 2130 °C 16 MPa parametreleriyle üretilen numunelere göre daha düşük mekanik özelliklere sahiptir. Açık porozitelerin belli olduğu yüzeyde çatlak ilerlemesi önemli ölçüde azaltılmıştır.

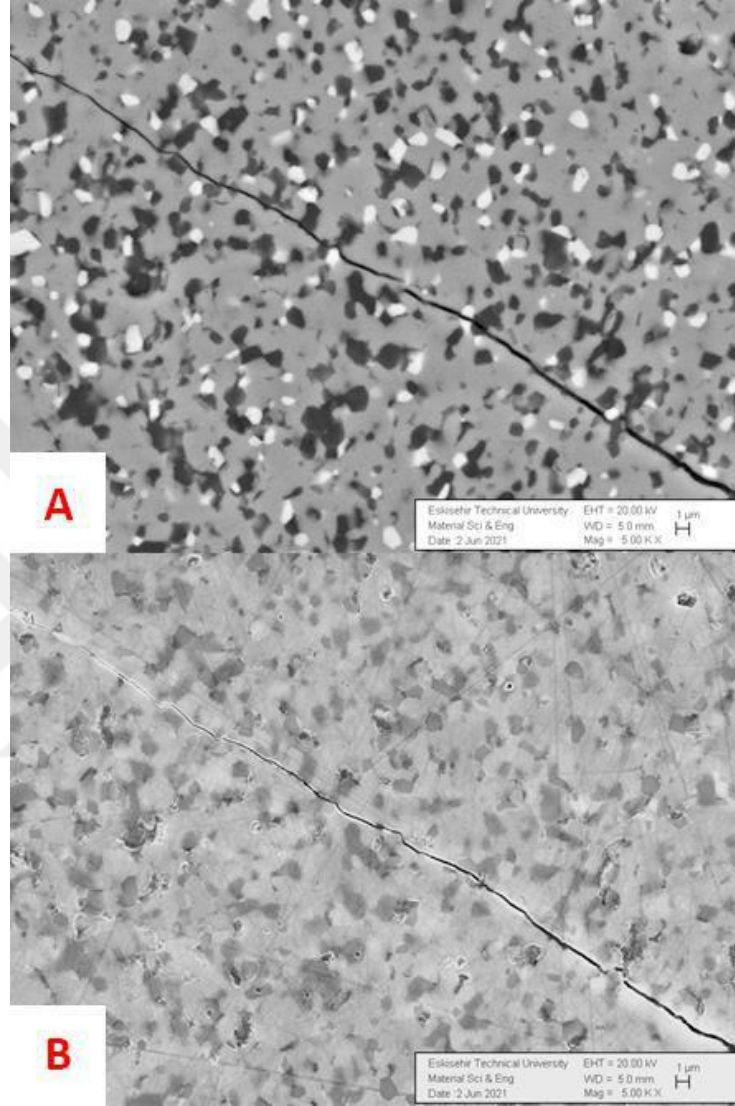
Şekil 4.29’da saf su ortamında üretilen, başlangıç tozu olarak TiB_2 kullanılan, 2100 °C 16 MPa sinterleme parametrelerinde yoğunlaştırılan numunenin yüzey geri yansımali elektron (A) ve In-Lens görüntüleri (B) verilmiştir.



Şekil 4.29. *SiBoTiB-S-9-2100 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri*

SiBoTiC-S-9-2100 numunesine benzer mekanik özelliklere sahip SiBoTiB-S-9-2100 numunesi, aynı sinterleme sıcaklığına sahip fakat 16 MPa sinterleme basıncı uygulanmış numunelere göre daha yüksek Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluğu değerlerine sahiptir. Numunenin Geri Yansımali Elektron görüntüsünde görüldüğü üzere, çatlağın ilerlemesi TiB_2 tane sınırları yerine tanenin içinden olmuştur.

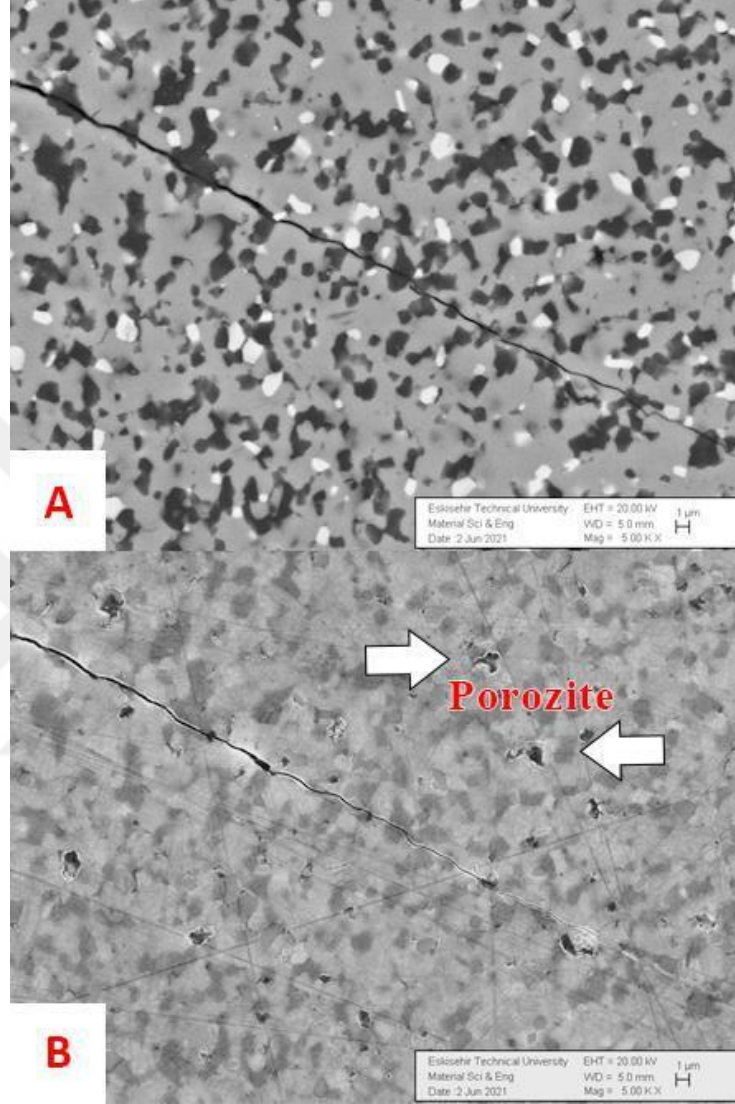
Şekil 4.30'da saf su ortamında üretilen, başlangıç tozu olarak TiC kullanılan, 2070 °C 28 MPa sinterleme parametrelerinde yoğunlaştırılan numunenin yüzey geri yansımali elektron (A) ve In-Lens görüntüleri (B) verilmiştir.



Şekil 4.30. SiBoTiC-S-9-2070 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri

Saf su ortamında hazırlanan numuneler arasında, 28 MPa sinterleme basıncıyla yoğunlaştırılan SiBoTiC-S-9-2070 numunesi, bu sinterleme basıncı değerinde en düşük sıcaklık kullanılarak sinterlenen iki numuneden biridir. Sinterleme sıcaklığı aynı basınca sahip diğer numunelerden düşük olsa da Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluğu değerleri diğer numunelerle yakındır. Homojen dağılmamış B₄C fazları, çatlağın ilerlemesini durdurma konusunda yeterli olmamıştır.

Şekil 4.31’de saf su ortamında üretilen, başlangıç tozu olarak TiB_2 kullanılan, 2070 °C 28 MPa sinterleme parametrelerinde yoğunlaştırılan numunenin yüzey geri yansımali elektron (A) ve In-Lens görüntüleri (B) verilmiştir.



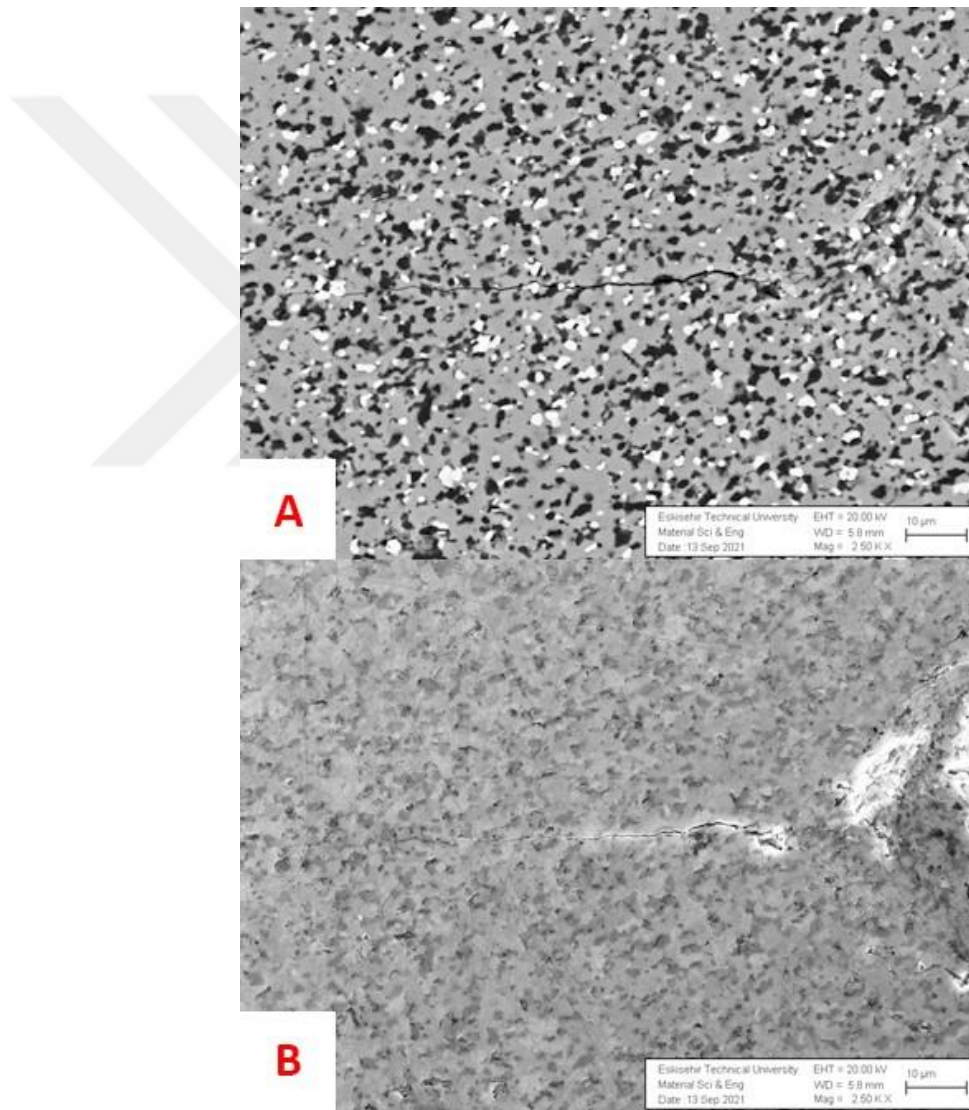
Şekil 4.31. SiBoTiB-S-9-2070 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri

Saf su ortamında üretilmiş, başlangıç tozu TiB_2 olan numuneler arasında Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluğu değerleri karşılaştırıldığında, SiBoTiB-S-9-2070 numunesi 16 MPa sinterleme basıncıyla üretilmiş numunelerden daha yüksek değerlere sahipken, 28 MPa sinterleme basıncıyla üretilmiş numuneler arasında en düşük Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluğu değerlerine sahiptir. Bunun sebebi sinterleme sıcaklığının daha düşük olmasıdır. Yüzeyde oluşan açık poroziteler, In-Lens görüntüsünde (B) açıkça görülmektedir.

4.3.2. 2-Propanol ortamında üretilen numunelerin mikroyapı görüntüleri

Bu bölümde 2-propanol ortamında karıştırılmış, daha sonra farklı sinterleme rejimlerinde yoğunlaşması sağlanmış, başlangıç tozu olarak TiC ve TiB₂ kullanılmış numunelerin Geri Yansımali Elektron ve In-Lens teknikleri kullanılarak alınan görüntüleri incelenmiştir.

Şekil 4.32’de 2-propanol ortamında üretilen, başlangıç tozu olarak TiC kullanılan, 2030 °C 28 MPa sinterleme parametlerinde yoğunlaştırılan numunenin yüzey geri yansımali elektron (A) ve In-Lens görüntüleri (B) verilmiştir.

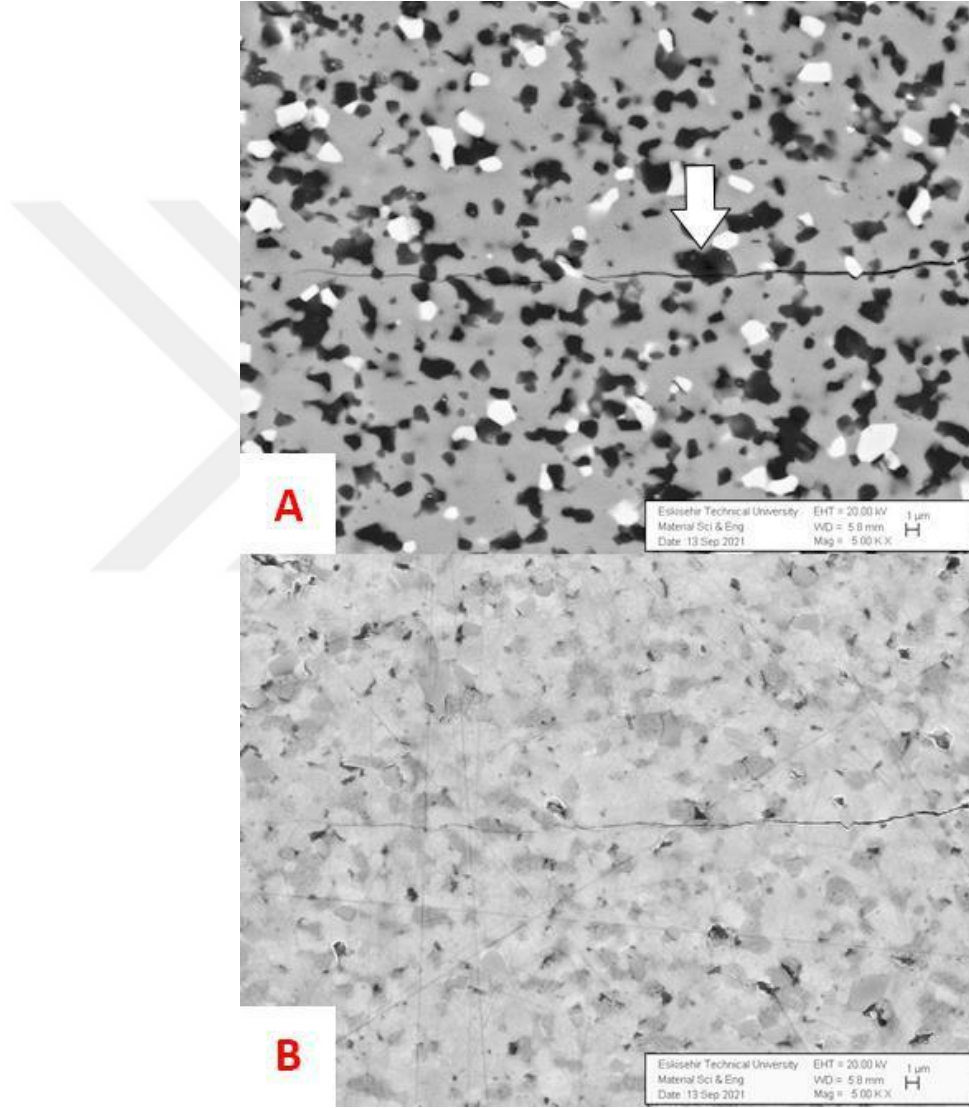


Şekil 4.32. SiBoTiC-A-9-2030 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri

2-Propanol ortamında üretilmiş numuneler arasında en düşük sinterleme sıcaklığıyla yoğunlaştırılan SiBoTiC-A-9-2030 numunesi, beklendiği üzere diğer

numunelere göre daha düşük Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluğu değerlerine sahiptir. Saf su ortamında üretilmiş numunelerle karşılaştırıldığında, B₄C ve TiB₂ fazlarının SiC matrisinde daha homojen dağıldıkları gözlemlenmiştir.

Şekil 4.33'te 2-propanol ortamında üretilen, başlangıç tozu olarak TiB₂ kullanılan, 2030 °C 28 MPa sinterleme parametrelerinde yoğunlaştırılan numunenin yüzey geri yansımali elektron (A) ve In-Lens görüntüleri (B) verilmiştir.

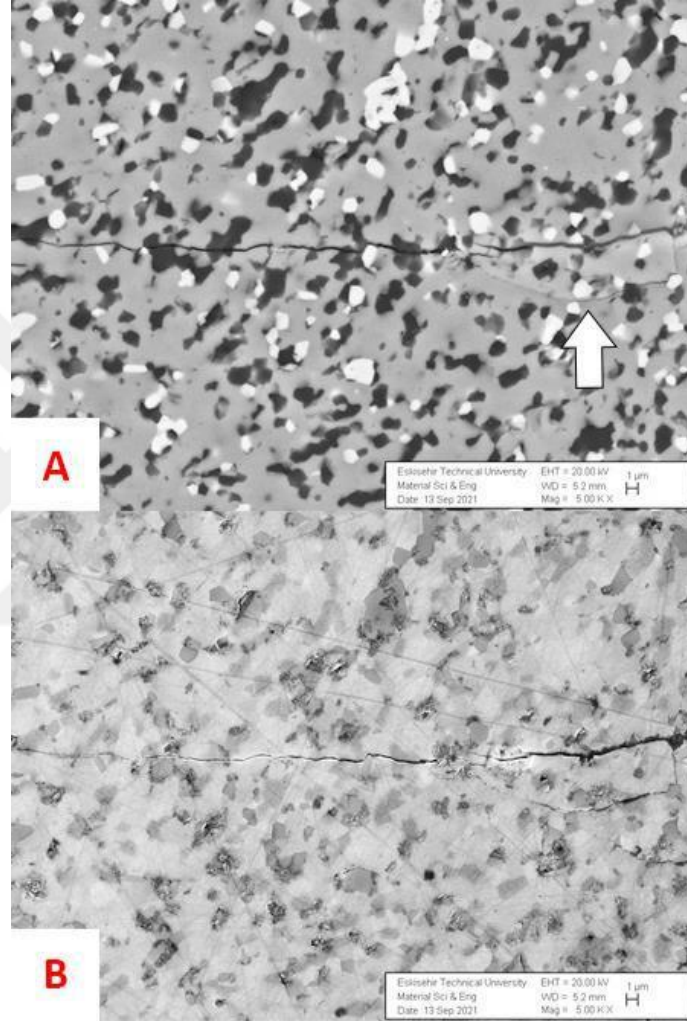


Şekil 4.33. SiBoTiB-A-9-2030 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri

SiBoTiC-A-9-2030 ve SiBoTiB-A-9-2030 karşılaştırıldığında, TiB₂ başlangıç tozu kullanılan numuneni Vickers mikrosertlik değeri, TiC başlangıç tozlu numuneye göre daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir. Geri Yansımali Elektron görüntüsünde (A)

gözlemlenen çatlak, beyaz ok ile gösterilen B₄C faz bölgesinde tane içi ilerleme göstermiştir.

Şekil 4.34'te 2-propanol ortamında üretilen, başlangıç tozu olarak TiC kullanılan, 2070 °C 28 MPa sinterleme parametrelerinde yoğunlaştırılan numunenin yüzey geri yansımali elektron (A) ve In-Lens görüntüleri (B) verilmiştir.



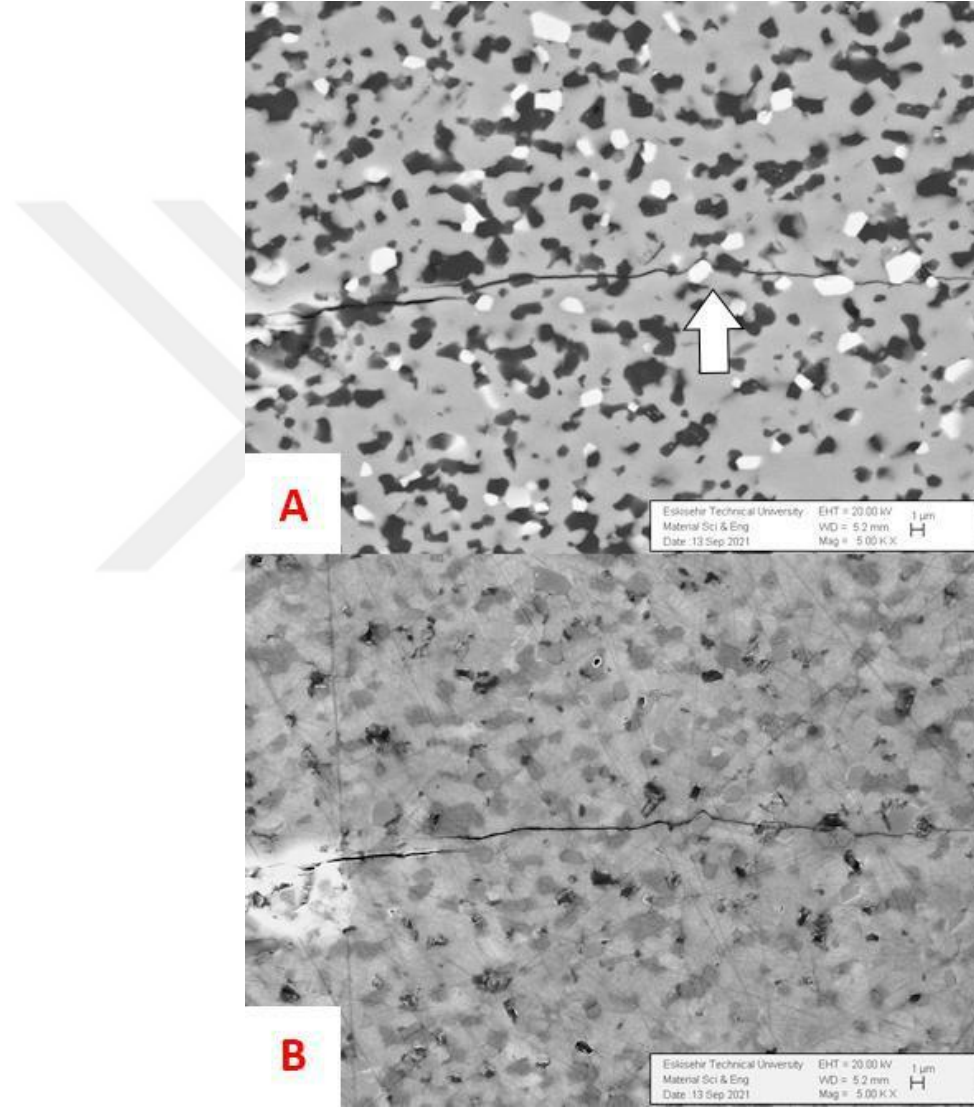
Şekil 4.34. SiBoTiC-A-9-2070 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri

SiBoTiC-A-9-2070 numunesi diğer numunelerle karşılaştırıldığında, farklı bulgular elde edilmiştir. SiBoTiC-A-9-2070 numunesi, aynı sinterleme koşullarına sahip fakat saf su ortamında üretilen SiBoTiC-S-9-2070 numunesine göre daha düşük Vickers mikrosertlik değerine sahipken, kırılma tokluğu değeri daha yüksektir.

Alkol ortamında üretilen ve TiC başlangıç tozu olan diğer numunelerle karşılaştırıldığında daha düşük bir kırılma tokluğuna sahiptir. Geri Yansımali Elektron görüntüsünde (A) ok ile gösterilen bölge, Vickers mikrosertlik değeri ölçülürken

oluşturulmuş çatlağın başlangıç bölgesidir. Bu bölgede yüzeye göre yükselti farkı olması, kırılma tokluğu değerinin düşük olduğunu gösteren bir diğer göstergedir. B₄C fazının homojen olarak dağılmaması, bu durumu tetiklemiştir.

Şekil 4.35'te 2-propanol ortamında üretilen, başlangıç tozu olarak TiB₂ kullanılan, 2070 °C 28 MPa sinterleme parametrelerinde yoğunlaştırılan numunenin yüzey geri yansımali elektron (A) ve In-Lens görüntüleri (B) verilmiştir.

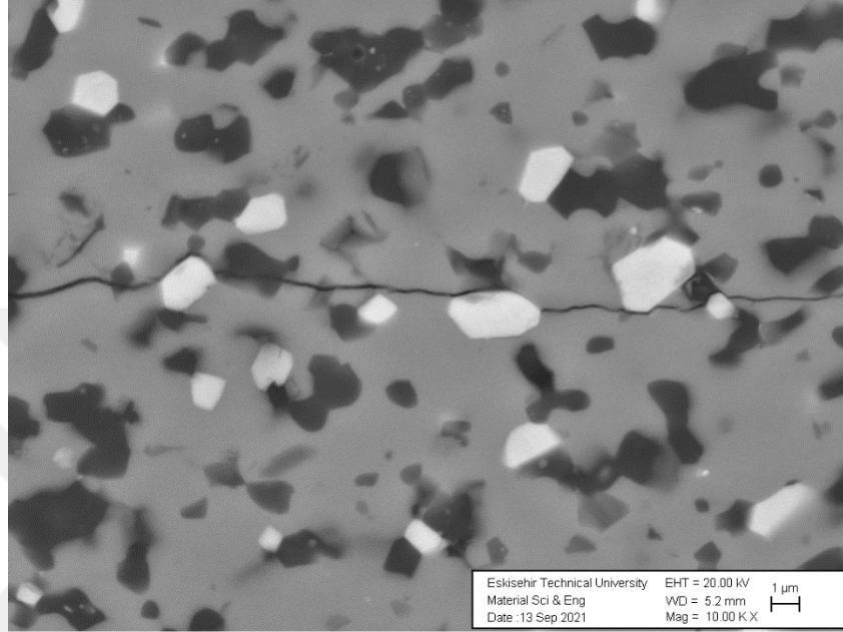


Şekil 4.35. SiBoTiB-A-9-2070 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri

SiBoTiC-A-9-2070 numunesine göre daha yüksek kırılma tokluğuna sahip olan SiBoTiB-A-9-2070 numunesi, Geri Yansımali Elektron görüntüsündeki (A) ok ile gösterilen çatlak saptırma mekanizması sayesinde bu özelliği elde etmiştir. B₄C fazının

homojen dağılmamış olması, Vickers mikrosertlik değerinin 2-Propanol ortamında hazırlanan diğer numunelere göre daha düşük olmasını sağlamıştır.

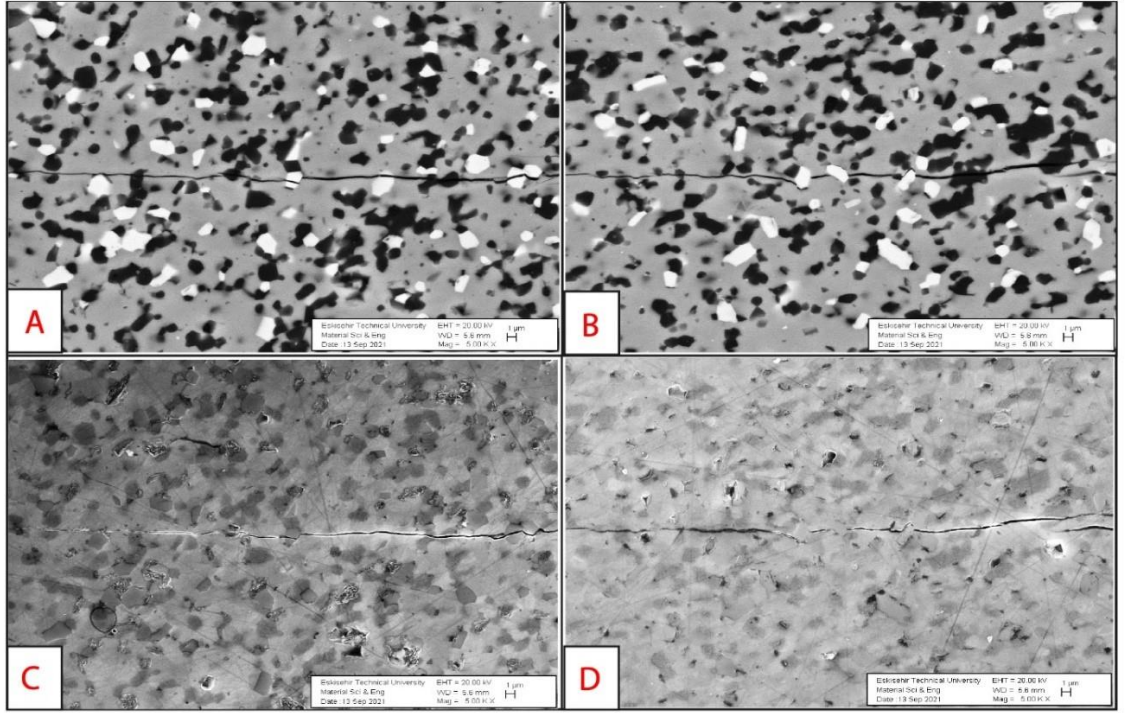
Şekil 4.36’da SiBoTiB-A-9-2070 numunesinin 10.000 büyütmede Geri Yansımali Elektron görüntüsü verilmiştir.



Şekil 4.36. SiBoTiB-A-9-2070 numunesinin Geri Yansımali Elektron görüntüsü

Çatlak sapmasının TiB₂ tane sınırı boyunca olması, bu numunenin kırılma tokluğu değerinin yüksek olmasının bir sebebidir.

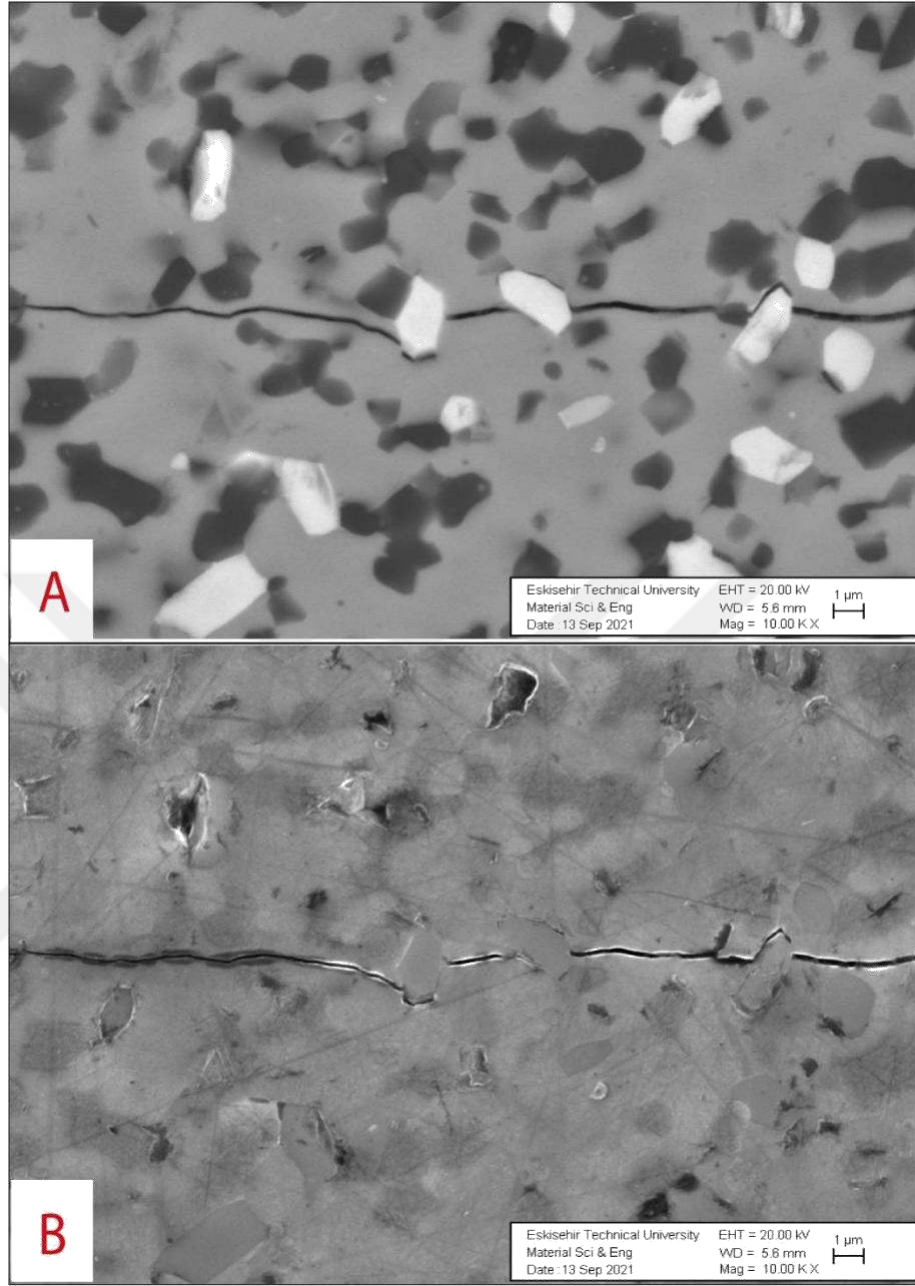
SiBoTiC-A-9-2100 ve SiBoTiB-A-9-2100 numunelerinin mikroyapı karşılaştırmaları, Şekil 4.37’de verilmiştir.



Şekil 4.37. *SiBoTiC-A-9-2100 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A), In-Lens (C) ve A-SiBoTiB-A-9-2100 numunesinin Geri Yansımali Elektron (B), In-Lens (D) görüntüleri*

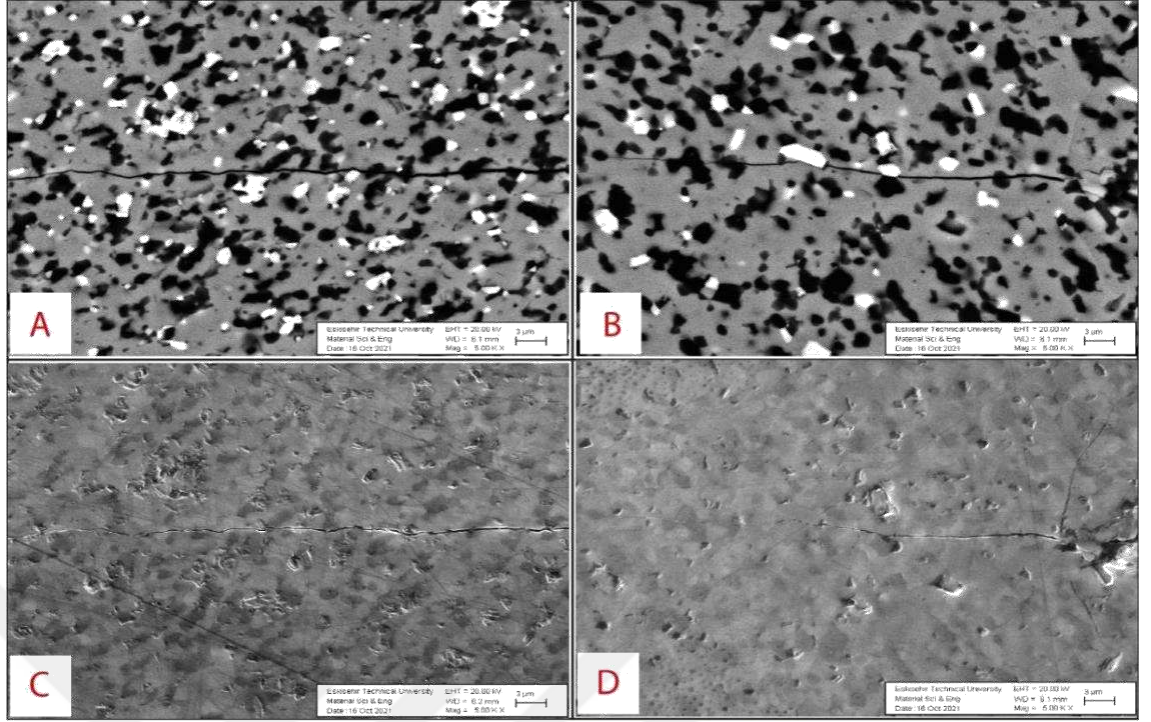
Aynı kalıp içinde, aynı sinterleme parametreleriyle sinterlenen bu iki numuneden başlangıç tozu TiB_2 olan SiBoTiB-A-9-2100 numunesi, başlangıç tozu TiC olan SiBoTiC-A-9-2100 numunesine göre daha yüksek mekanik özelliklere sahiptir. İki numune arasında çatlak ilerlemeleri karşılaştırıldığında, SiBoTiB-A-9-2100 numunesindeki çatlak ilerlemesi (B) TiB_2 tane sınırları etrafından dolaşmış ve enerjisini kaybetmiştir. SiBoTiC-A-9-2100 numunesinde ise çatlak (A) TiB_2 taneleri içinden geçerek enerjisini kaybetmemiştir.

SiBoTiB-A-9-2100 numunesindeki çatlak ilerlemesi, Şekil 4.38’de 10.000 büyütmede gösterilmiştir.



Şekil 4.38. *SiBoTiB-A-9-2100 numunesindeki çatlak ilerlemesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens görüntüsü*

Yapılan çalışmalarda elde edilen en yüksek kırılma tokluğuna sahip SiBoTiC-A-9-2115 ve en yüksek Vickers mikrosertlik değerine sahip SiBoTiB-A-9-2115 numunelerine ait Geri Yansımali Elektron ve In-Lens görüntüleri, Şekil 4.39’da verilmiştir.



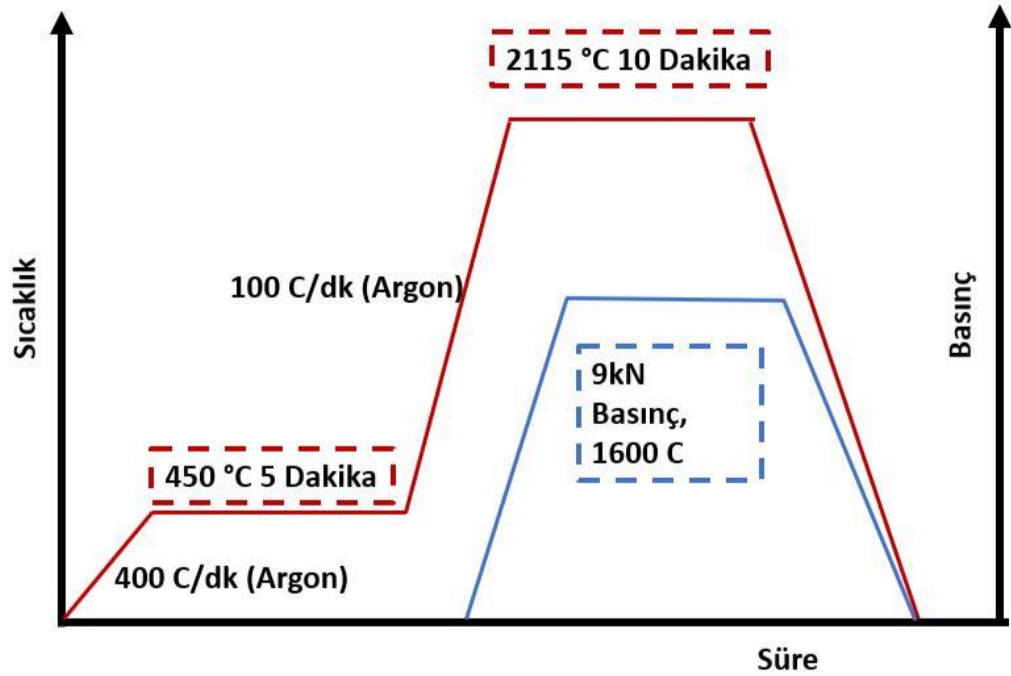
Şekil 4.39. *SiBoTiC-A-9-2115 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A), In-Lens (C) ve SiBoTiB-A-9-2115 numunesinin Geri Yansımali Elektron (B), In-Lens (D) görüntüleri*

Yapılan tüm çalışmalardaki en optimum değerler, SiBoTiC-A-9-2115 ve SiBoTiB-A-9-2115 numunelerinde elde edilmiştir. 2-propanol ortamında üretilmiş, TiB₂ başlangıç tozuyla başlanmış numuneler, yüksek sinterleme sıcaklığı ve sinterleme basınçlarında SiBoTiC numunelerine göre daha yüksek Vickers mikrosertlik değerlerine sahipken, aynı koşullardaki TiC numuneleri genellikle TiB₂ numunelerine göre daha yüksek kırılma tokluğuna sahip oldukları gözlemlenmiştir. $2\text{TiC} + \text{B}_4\text{C} \rightarrow 2\text{TiB}_2 + 3\text{C}$ dönüşümü sonrası ortaya çıkan serbest C fazları, Vickers mikrosertlik değerini düşürmektedir.

SiBoTiC-A-9-2115 ve SiBoTiB-A-9-2115 numunelerinin karakteristik özellikleri ve sinterleme parametreleri, Tablo 4.13'te ve Şekil 4.40'ta verilmiştir.

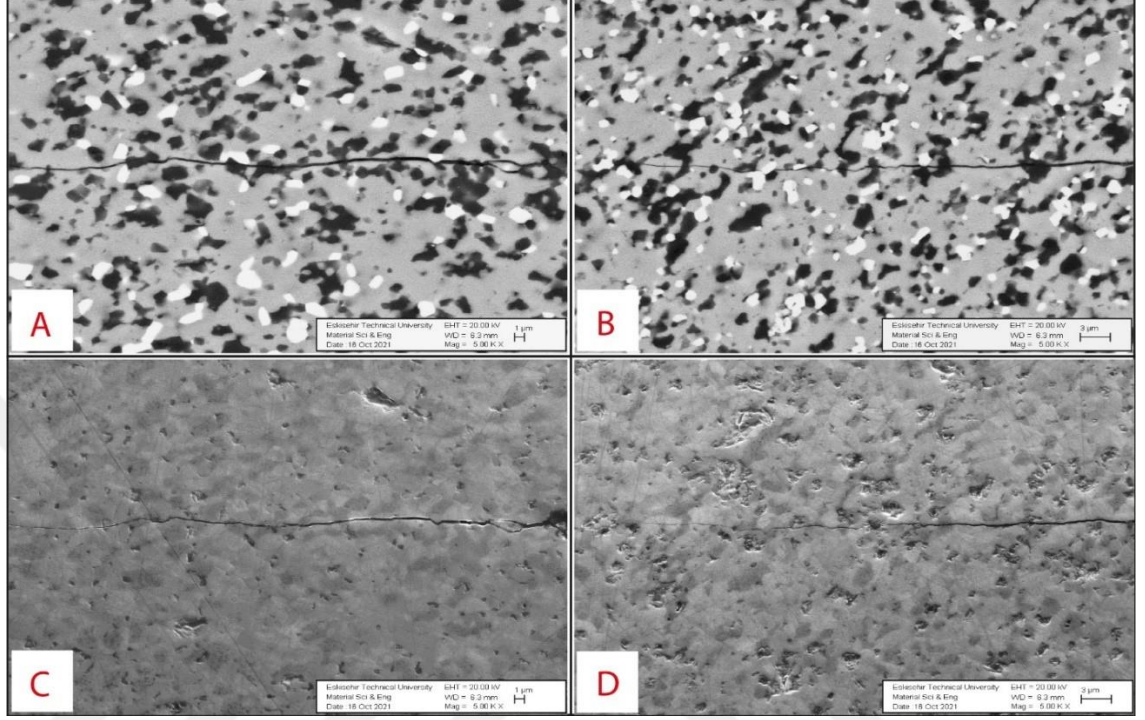
Tablo 4.13. SiBoTiC-A-9-2115 ve SiBoTiB-A-9-2115 numunelerinin karakteristik özellikleri.

Numune Adı	Sıcaklık (°C)	Basınç (MPa)	Özkütle (g/cm ³)	Relatif Yoğunluk (%)	Sertlik (GPa)	Kırılma Tokluğu (MPa.m ^{1/2})
SiBoTiC-A-9-2115	2115	28	3,12	98,75	26,83 ±1,1	8,34 ±0,6
SiBoTiB-A-9-2115			3,09	97,79	28,32 ±0,9	7,72 ±0,3



Şekil 4.40. SiBoTiC-A-9-2115 ve SiBoTiB-A-9-2115 numunelerinin sinterleme rejimi

Yapılan alıřmalardaki en yksek sinterleme sıcaklıęına sahip olan SiBoTiC-A-9-2120 ve SiBoTiB-A-9-2120 numunelerinin Geri Yansımali Elektron ve In-Lens grntleri, řekil 4.41’de verilmiřtir.



řekil 4.41. SiBoTiC-A-9-2120 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A), In-Lens (C) ve SiBoTiB-A-9-2120 numunesinin Geri Yansımali Elektron (B), In-Lens (D) grntleri

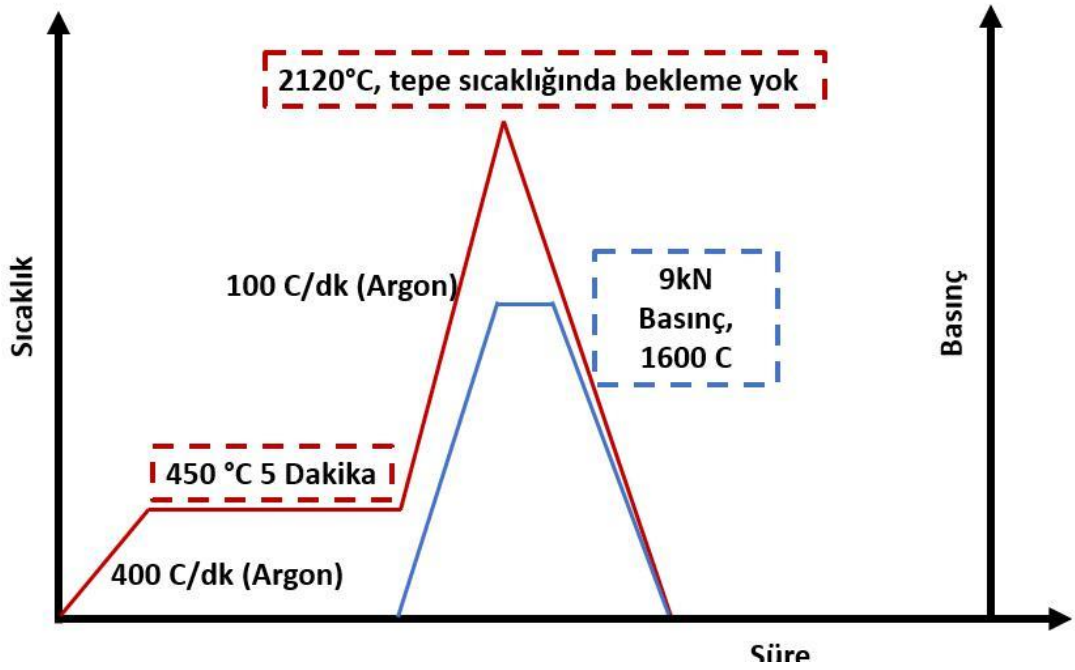
SiBoTiC-A-9-2120 ve SiBoTiB-A-9-2120 numuneleri, sinterleme sırasında 2120 °C sıcaklıęına ıkarılmıřtır. Dięer tm numunelerde sıcaklık tepe noktasında 10 dakika bekleme sresi varken, bu iki numunede bu ařama es geilmiřtir. Tepe sıcaklıęından sonra hızlı bir řekilde soęuyan numunelerde tane boyutu bymesi evresi es geilmiř, bylelikle dięer numunelere gre daha kk tane boyutlarına ulařılmıřtır. TiB₂ ve B₄C fazlarının kk tane boyutlarında olması sebebiyle yksek Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluęu deęerlerine ulařılmıřtır.

Tıpkı SiBoTiC-A-9-2115 ve SiBoTiB-A-9-2115 numunelerinde olduęu gibi, bařlangı tozu TiC olan numune yksek kırılma tokluęu deęeri verirken, TiB₂ ile bařlayan numune yksek Vickers mikrosertlik deęerine sahiptir.

SiBoTiC-A-9-2120 ve SiBoTiB-A-9-2120 numunelerinin karakteristik özellikleri ve sinterleme parametreleri, Tablo 4.14'te ve Şekil 4.42'de verilmiştir.

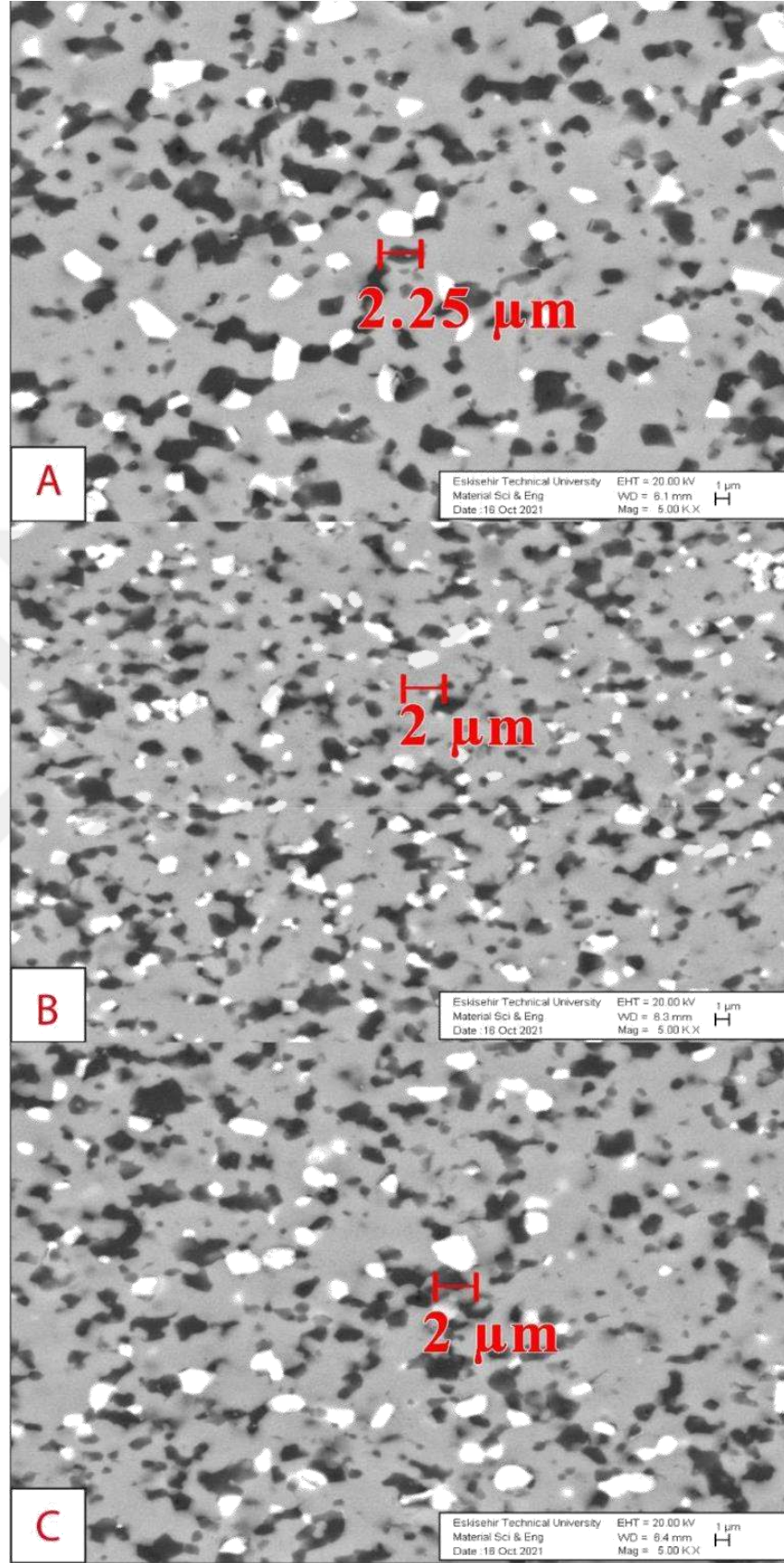
Tablo 4.14. SiBoTiC-A-9-2120 ve SiBoTiB-A-9-2120 numunelerinin karakteristik özellikleri.

Numune Adı	Sıcaklık (°C)	Basınç (MPa)	Özkütle (g/cm ³)	Relatif Yoğunluk (%)	Sertlik (GPa)	Kırılma Tokluğu (MPa.m ^{1/2})
SiBoTiC-A-9-2120	2120	28	3,12	98,75	27,77 ±0,8	7,88 ±0,5
SiBoTiB-A-9-2120			3,07	97,16	27,89 ±0,9	7,36 ±1,0



Şekil 4.42. SiBoTiC-A-9-2120 ve SiBoTiB-A-9-2120 numunelerinin sinterleme rejimi

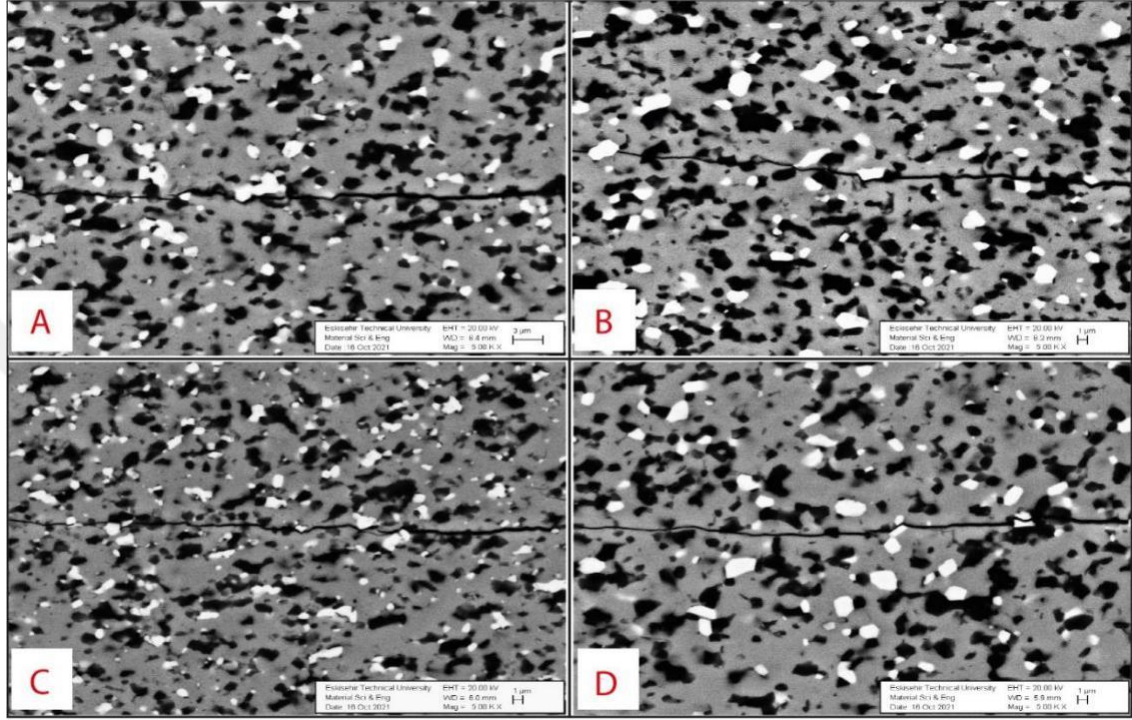
En yüksek 3 Vickers mikrosertlik değerine sahip olan 3 numunenin (SiBoTiB-A-9-2115, SiBoTiB-A-9-2120 ve SiBoTiC-A-9-2120) tane boyutu karşılaştırmaları, Şekil 4.43'te verilmiştir.



Şekil 4.43. SiBoTiB-A-9-2115 (A), SiBoTiB-A-9-2120 (B) ve SiBoTiC-A-9-2120 (C) numunelerinin Geri Yansımali Elektron görüntüleri.

Tepe sıcaklığında bekleme aşaması es geçilen SiBoTiB-A-9-2120 ve SiBoTiC-A-9-2120 numunelerinde tane büyümesi yeterince gerçekleşmemiştir.

2-propanol ortamında üretilen ve 38 MPa sinterleme basıncıyla yoğunlaştırılan numunelerin Geri Yansımali Elektron görüntüleri, Şekil 4.44'te verilmiştir.



Şekil 4.44. 12kN sinterleme basıncıyla yoğunlaştırılmış numunelerin Geri Yansımali Elektron görüntüleri. (A) = SiBoTiC-A-12-2050 (B) = SiBoTiB-A-12-2050 (C) = SiBoTiC-A-12-2090 (D) = SiBoTiB-A-12-2090

12kN sinterleme basıncı ile yoğunlaştırılan numuneler incelendiğinde, SiBoTiB-A-12-2050 ve SiBoTiB-A-12-2090 numuneleri, aynı koşullarda sinterlenen SiBoTiC-A-12-2050 ve SiBoTiC-A-12-2090 numunelerine göre daha yüksek Vickers mikrosertlik değerine sahip oldukları gözlemlenmiştir. 2-propanol ile hazırlanan numuneler arasında yüksek sertlik ve kırılma tokluğu değerlerine sahip olan bu numuneler yüksek basınç altında yoğunlaştıkları için 28 MPa ve 16 MPa sinterleme basıncı kullanılan numunelere göre daha küçük tane boyutlarına sahiptirler.

38 MPa sinterleme basıncıyla yoğunlaştırılan numunelerin karakteristik özellikleri, Tablo 4.15'te verilmiştir.

Tablo 4.15. 38 MPa sinterleme basıncı ile yoğunlaştırılan numunelerin karakteristik özellikleri

Numune Adı	Sıcaklık (°C)	Basınc (MPa)	Özkütle (g/cm³)	Relatif Yoğunluk (%)	Sertlik (GPa)	Kırılma Tokluğu (MPa.m ^{1/2})
SiBoTiC-A-12-2050	2050	38	3,02	95,58	25,15 ±0,7	7,63 ±0,7
SiBoTiB-A-12-2050			3,1	98,12	26,6 ±0,6	7,26 ±0,7
SiBoTiC-A-12-2090	2090		3,09	97,79	25,57 ±0,7	7,79 ±0,4
SiBoTiB-A-12-2090			3,12	98,75	26,99 ±1,1	8,02 ±0,4

4.4. Optimizasyon Çalışmaları

Balistik uygulamalarda kullanılmak üzere yüksek kırılma tokluğu ve yüksek Vickers mikrosertlik değerlerine sahip SiC-B₄C-TiB₂ kompozitlerinin Spark Plasma Sinterleme tekniği ile üretildiği ve çeşitli karakterizasyon incelemelerinin yapıldığı bu çalışmaların ardından elde edilen sonuçlar değerlendirilmiş ve sinterleme sıcaklığı, sinterleme basıncı ve sinterleme süresi parametreleri ayrı ayrı değiştirilerek optimum değerler elde edilmeye çalışılmıştır. Final çalışmaları olarak yapılan bu denemeler, optimizasyon çalışmaları başlığında incelenmiştir.

Sinterleme sıcaklığı, sinterleme basıncı ve sinterleme süresi bu çalışmalarda odaklanılan parametreler olmuştur. Diğer iki parametre sabit tutulurken değişen tek parametrenin son ürünlerin mekanik özellikleri üzerine etkisi araştırılmış ve SiC-B₄C-TiB₂ kompozitinin Spark Plasma Sinterleme yöntemiyle üretilirken uygulanabilecek en uygun sinterleme koşulları saptanmıştır.

4.4.1 Sinterleme sıcaklığına göre optimizasyon çalışmaları

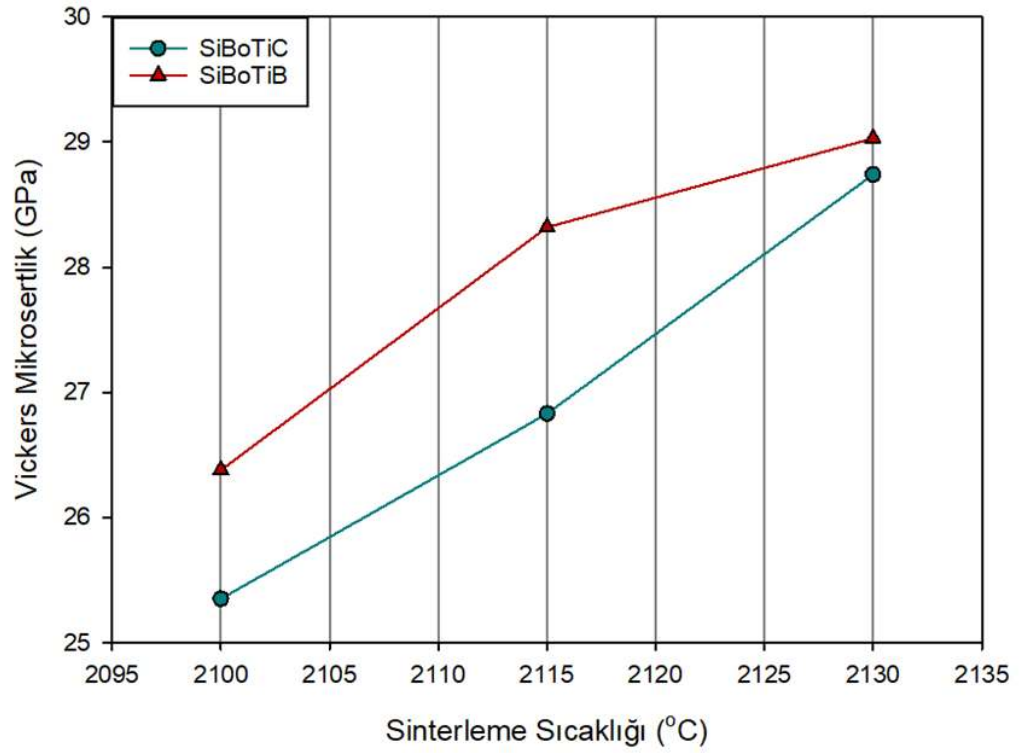
Sinterleme sıcaklığı artışının mekanik özelliklere ve yoğunluğa etkisini araştırmak üzere, 3 numuneden oluşan bir deney grubu kullanılmıştır. 2-propanol ortamında üretilmiş, başlangıç tozları TiC ve TiB₂ içeren toz karışımları, sinterleme basınçları ve sinterleme süreleri sırasıyla 28 MPa ve 10 dakika değerlerinde sabitken artan sinterleme sıcaklıklarında yoğunlaştırılmış ve yoğunluk, relatif yoğunluk, Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluğu değerleri ölçülmüştür. Taramalı Elektron Mikroskopu kullanılarak Geri Yansımali Elektron ve In-Lens görüntüleri alınmıştır.

Sinterleme sıcaklığının optimum değerini incelemek üzere üretilen kompozitlerin karakteristik özellikleri, Tablo 4.16’da verilmiştir.

Tablo 4.16. Optimum sinterleme sıcaklığı için üretilen numunelerin mekanik değerleri

Numune Adı	Sıcaklık (°C)	Basınç (MPa)	Yoğunluk (g/cm³)	Relatif Yoğunluk (%)	Sertlik (GPa)	Kırılma Tokluğu (MPa.m ^{1/2})
SiBoTiC-A-9-2100	2100	28	3,1	98,12	25,35 ±0,9	6,97 ±0,8
SiBoTiB-A-9-2100			3,1	98,12	26,38 ±0,8	7,6 ±0,6
SiBoTiC-A-9-2115	2115		3,12	98,75	26,83 ±0,65	8,34 ±0,6
SiBoTiB-A-9-2115			3,09	97,79	28,32 ±0,7	7,72 ±0,6
SiBoTiC-A-9-2130	2130		3,08	97,48	28,74 ±0,8	7,63 ±0,3
SiBoTiB-A-9-2130			3,1	98,12	29,03 ±0,6	8,22 ±0,2

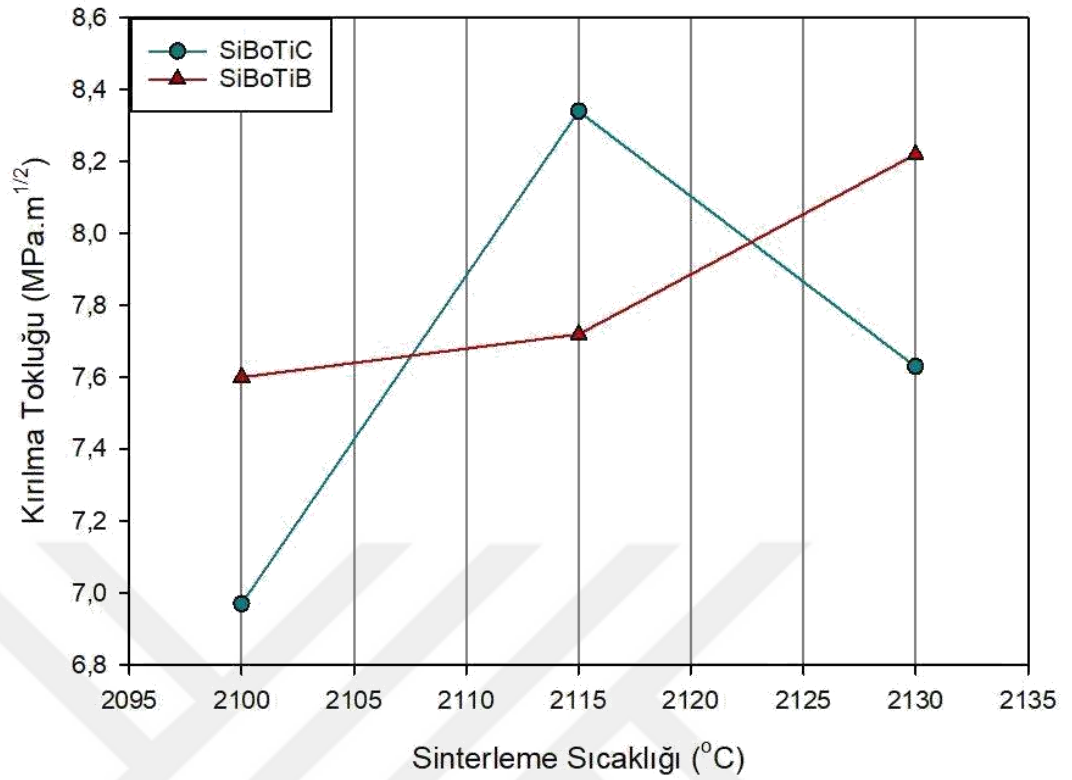
2-propanol ortamında karıştırılmış ve başlangıç olarak TiC ve TiB₂ içeren tozlar, sinterleme basıncı ve sinterleme süreleri sabit tutulurken, 2100 °C, 2115 °C ve 2130 °C tepe sıcaklıklarında yoğunlaştırılmıştır. Sıcaklık artışının Vickers mikrosertlik değerine olan etkisi, Şekil 4.45’te verilmiştir.



Şekil 4.45. Final numunelerinde sinterleme sıcaklığı artışının Vickers mikrosertlik üzerine etkisi

Sinterleme sıcaklığı artışı, tüm numunelerde Vickers mikrosertlik değerinin de artmasına sebep olmuştur. Her üç sinterleme sıcaklığında da SiBoTiB numuneleri, SiBoTiC numunelerine göre daha yüksek Vickers mikrosertlik değerlerine sahiptir. En yüksek Vickers mikrosertlik değeri 29,03 GPa ile SiBoTiB-A-9-2130 numunesinde elde edilirken, en düşük Vickers mikrosertlik değeri 25,35 GPa ile SiBoTiC-A-9-2100 numunesinde elde edilmiştir.

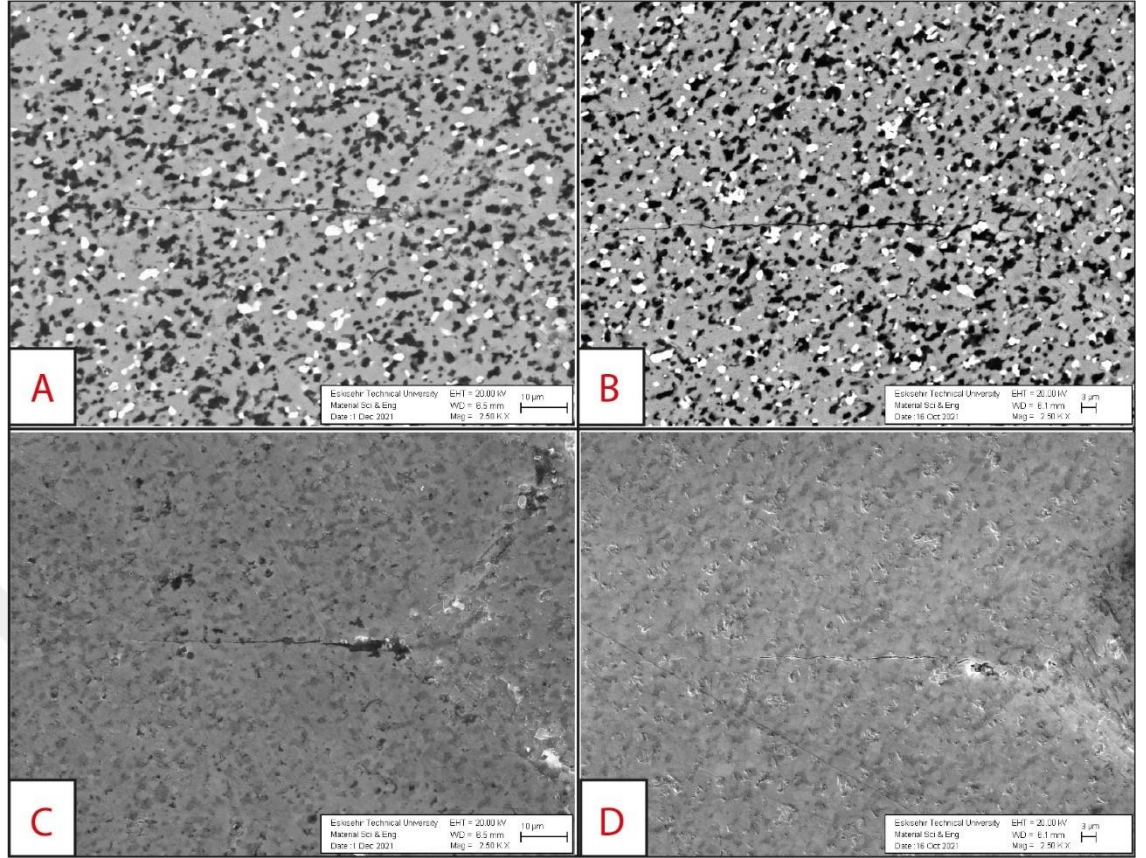
Final numunelerinde sinterleme sıcaklığının kırılma tokluğu değerine etkisi, Şekil 4.46’da verilmiştir.



Şekil 4.46. Final numunelerinde sinterleme sıcaklığının kırılma tokluğu üzerine etkisi

Artan sinterleme sıcaklığının kırılma tokluğu üzerindeki etkisi incelendiğinde, Vickers mikrosertlik değerindeki gibi bir sürekli artış olmadığı görülmüştür. En yüksek kırılma tokluğu değer 8,34 MPa.m^{1/2} ile SiBoTiC-A-9-2115 numunesinde elde edilmişken en düşük kırılma tokluğu değerine sahip numune 6,97 MPa.m^{1/2} ile SiBoTiC-A-9-2100 olmuştur.

En yüksek Vickers mikrosertlik değerine sahip SiBoTiB-A-9-2130 numunesi ile en yüksek kırılma tokluğu değerine sahip SiBoTiC-A-9-2115 numunelerinin Taramalı Elektron Mikroskopi görüntüleri Şekil 4.47’de verilmiştir.



Şekil 4.47. Sıcaklık artışıyla beraber en yüksek Vickers mikrosertlik değerine sahip olan SiBoTiB-A-9-2130 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (C) ve en yüksek kırılma tokluğu değerine sahip olan SiBoTiC-A-9-2115 numunesinin Geri Yansımali Elektron (B) ve In-Lens (D) görüntüleri

Yüksek sinterleme sıcaklığının etkisiyle küçük tane boyutları ve homojen tane dağılımı gözlemlenen numuneler, yüksek mekanik değerlere ulaşmıştır.

4.4.2. Sinterleme süresine göre optimizasyon çalışmaları

Sinterleme süresi artışının mekanik özelliklere ve yoğunluğa etkisini araştırmak üzere, 3 numuneden oluşan bir deney grubu kullanılmıştır. 2-propanol ortamında üretilmiş, başlangıç tozları TiC ve TiB₂ içeren toz karışımları, sinterleme sıcaklıkları ve sinterleme basınçları sırasıyla 2130 C ve 28 MPa değerlerinde sabitken artan tepe noktasında bekleme süreleriyle yoğunlaştırılmış ve yoğunluk, relatif yoğunluk, Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluğu değerleri ölçülmüştür. Taramalı Elektron Mikroskopi kullanılarak Geri Yansımali Elektron ve In-Lens görüntüleri alınmıştır.

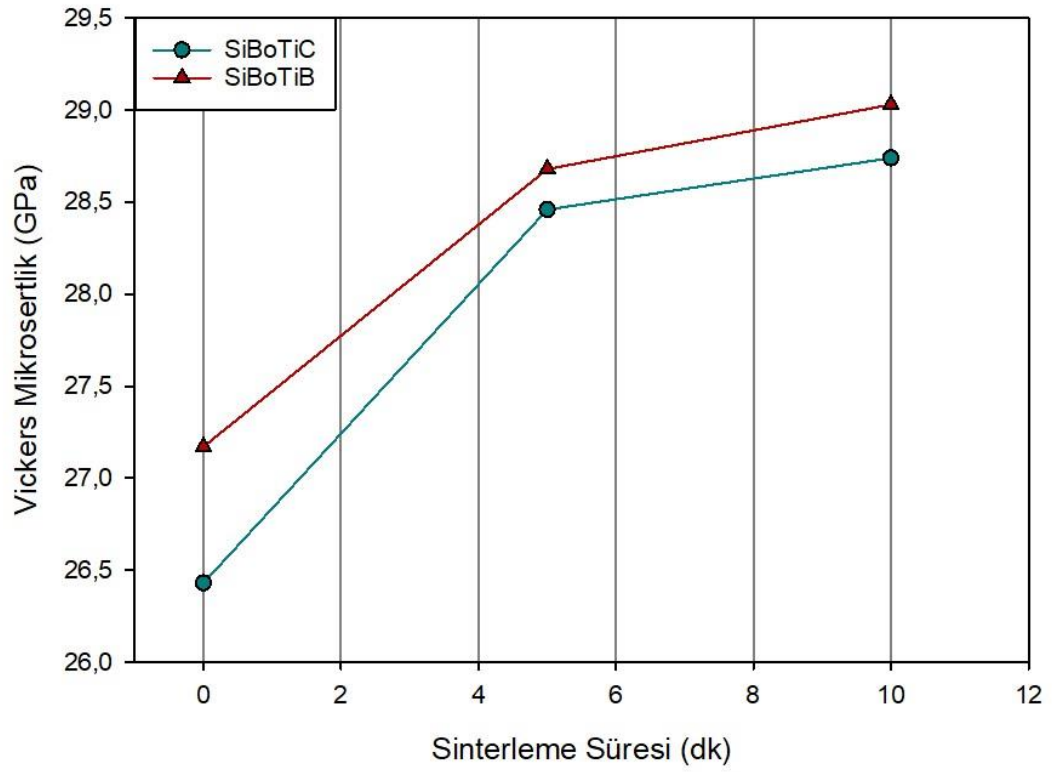
Numuneler adlandırılırken sinterlenme süresi isimlendirme içinde yer almadığı için, sinterlenme süresi ile optimizasyon çalışmalarında numune isimlerinin sonlarına sinterlenme süresini dakika cinsinden belirten 0, 5 ve 10 değerleri eklenmiştir. Sinterleme

süresinin optimum değerini incelemek üzere üretilen kompozitlerin karakteristik özellikleri, Tablo 4.17’de verilmiştir.

Tablo 4.17. *Optimum sinterleme sıcaklığı için üretilen numunelerin mekanik değerleri*

Numune Adı	Sıcaklık (°C)	Basınç (MPa)	Sinterleme Süresi (dk)	Yoğunluk (g/cm ³)	Relatif Yoğunluk (%)	Sertlik (GPa)	Kırılma Tokluğu (MPa.m ^{1/2})
SiBoTiC-A-9-2130-0	2130	28	0	3,12	98,75	26,43 ±0,6	7,67 ±0,8
SiBoTiB-A-9-2130-0			0	3,07	97,16	27,17 ±0,6	7,93 ±0,65
SiBoTiC-A-9-2130-5			5	3,11	98,48	28,46 ±0,7	7,72 ±0,8
SiBoTiB-A-9-2130-5			5	3,09	97,79	28,68 ±0,8	8,22 ±0,6
SiBoTiC-A-9-2130-10			10	3,08	97,48	28,74 ±0,8	8,58 ±0,3
SiBoTiB-A-9-2130-10			10	3,1	98,12	29,03 ±0,6	8,96 ±0,2

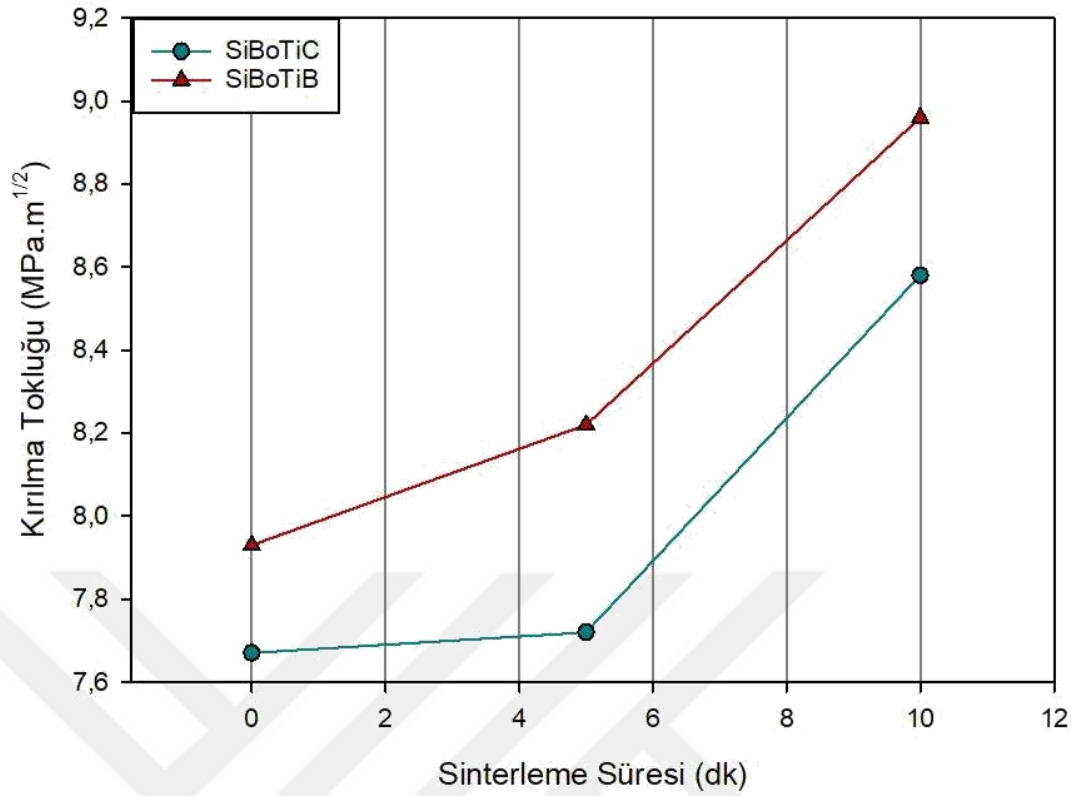
2-propanol ortamında karıştırılmış ve başlangıç olarak TiC ve TiB₂ içeren tozlar, sinterleme sıcaklığı ve sinterleme basınçları sabit tutulurken, 0 dakika, 5 dakika ve 10 dakika tepe sıcaklığında bekleme süreleriyle yoğunlaştırılmıştır. Sıcaklık artışının Vickers mikrosertlik değerine olan etkisi, Şekil 4.48’de verilmiştir.



Şekil 4.48. Final numunelerinde sinterleme süresi artışının Vickers mikrosertlik üzerine etkisi

Sinterleme tepe sıcaklığında bekleme süresi artışı, Vickers mikrosertlik değerlerinin de artışına sebep olmuştur. 0 dakika ile 5 dakika bekleme arasında Vickers mikrosertlik değerindeki artış, 5 dakika ile 10 dakika bekleme arasındaki artıştan daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir. Her üç sinterleme sıcaklığında da SiBoTiB numuneleri, SiBoTiC numunelerine göre daha yüksek Vickers mikrosertlik değerlerine sahiptir. En yüksek Vickers mikrosertlik değeri 29,03 GPa ile SiBoTiB-A-9-2130-10 numunesinde elde edilirken, en düşük Vickers mikrosertlik değeri 26,43 GPa ile SiBoTiC-A-9-2130-0 numunesinde elde edilmiştir.

Final numunelerinde sinterleme süresinin kırılma tokluğu değerine etkisi, Şekil 4.49'da verilmiştir.



Şekil 4.49. Final numunelerinde sinterleme süresinin kırılma tokluğu üzerine etkisi

Artan sinterleme süresinin kırılma tokluğu üzerindeki etkisi incelendiğinde, Vickers mikrosertlik değerindeki gibi düzenli artış olduğu gözlemlenmiştir. En yüksek kırılma tokluğu değer 8,96 MPa.m^{1/2} ile SiBoTiB-A-9-2130-10 numunesinde elde edilmişken en düşük kırılma tokluğu değerine sahip numune 7,67 MPa.m^{1/2} ile SiBoTiC-A-9-2130-0 olmuştur.

Optimizasyon çalışmaları bu denemeler doğrultusunda tepe sıcaklığında 10 dakika bekleme süresiyle yapılmaya devam etmiştir.

4.4.3. Sinterleme basıncına göre optimizasyon çalışmaları

Sinterleme basıncı artışının mekanik özelliklere ve yoğunluğa etkisini araştırmak üzere, 3 numuneden oluşan bir deney grubu kullanılmıştır. 2-propanol ortamında üretilmiş, başlangıç tozları TiC ve TiB₂ içeren toz karışımları, sinterleme sıcaklıkları ve sinterleme süreleri sırasıyla 2130 C ve 10 dakika değerlerinde sabitken artan sinterleme basınçlarında yoğunlaştırılmış ve yoğunluk, relatif yoğunluk, Vickers mikrosertlik ve

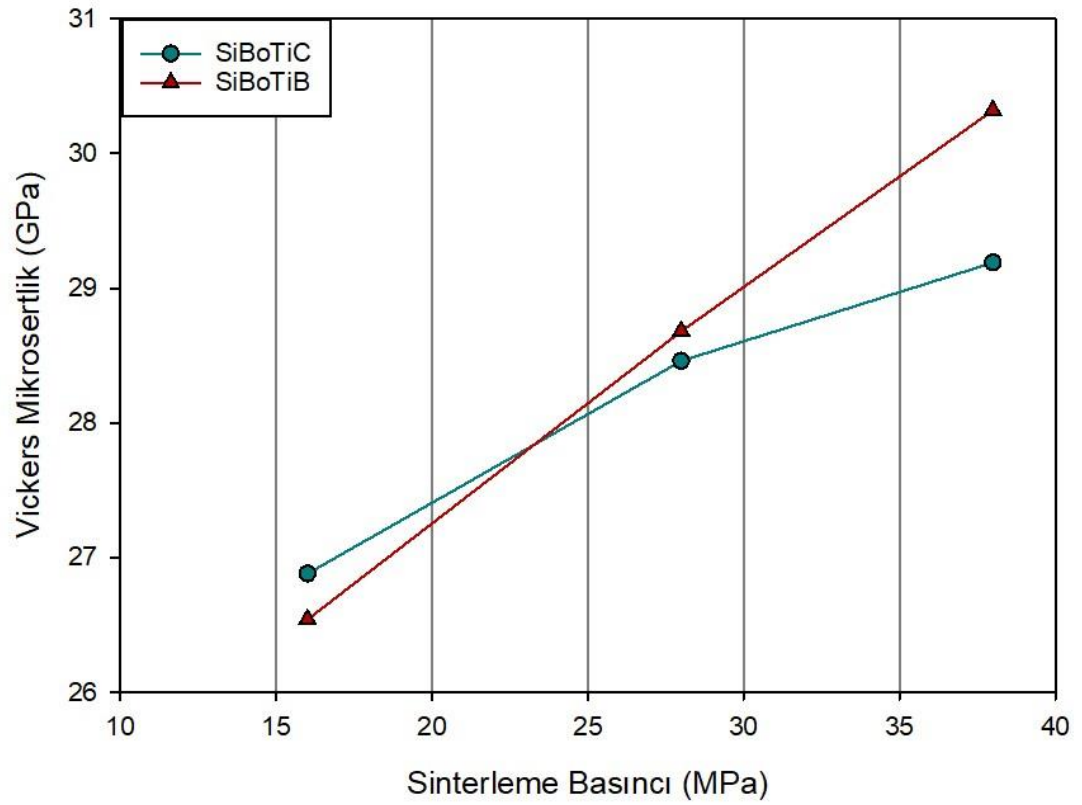
kırılma tokluğu değerleri ölçülmüştür. Taramalı Elektron Mikroskopu kullanılarak Geri Yansımali Elektron ve In-Lens görüntüleri alınmıştır.

Sinterleme sıcaklığının optimum değerini incelemek üzere üretilen kompozitlerin karakteristik özellikleri, Tablo 4.18’de verilmiştir.

Tablo 4.18. *Optimum sinterleme sıcaklığı için üretilen numunelerin mekanik değerleri*

Numune Adı	Sıcaklık (°C)	Basınç (MPa)	Yoğunluk (g/cm ³)	Relatif Yoğunluk (%)	Sertlik (GPa)	Kırılma Tokluğu (MPa.m ^{1/2})
SiBoTiC-A-5-2130	2130	16	3,09	97,79	26,88 ±1,5	7,63 ±0,8
SiBoTiB-A-5-2130			3,13	99,06	26,54 ±1,1	7,79 ±0,4
SiBoTiC-A-9-2130		28	3,11	98,48	28,46 ±0,4	8,58 ±0,8
SiBoTiB-A-9-2130			3,09	97,79	28,68 ±0,7	8,96 ±0,6
SiBoTiC-A-12-2130		38	3,14	99,38	29,19 ±1,1	9,09 ±0,7
SiBoTiB-A-12-2130			3,16	99,98	30,32 ±0,5	9,13 ±0,8

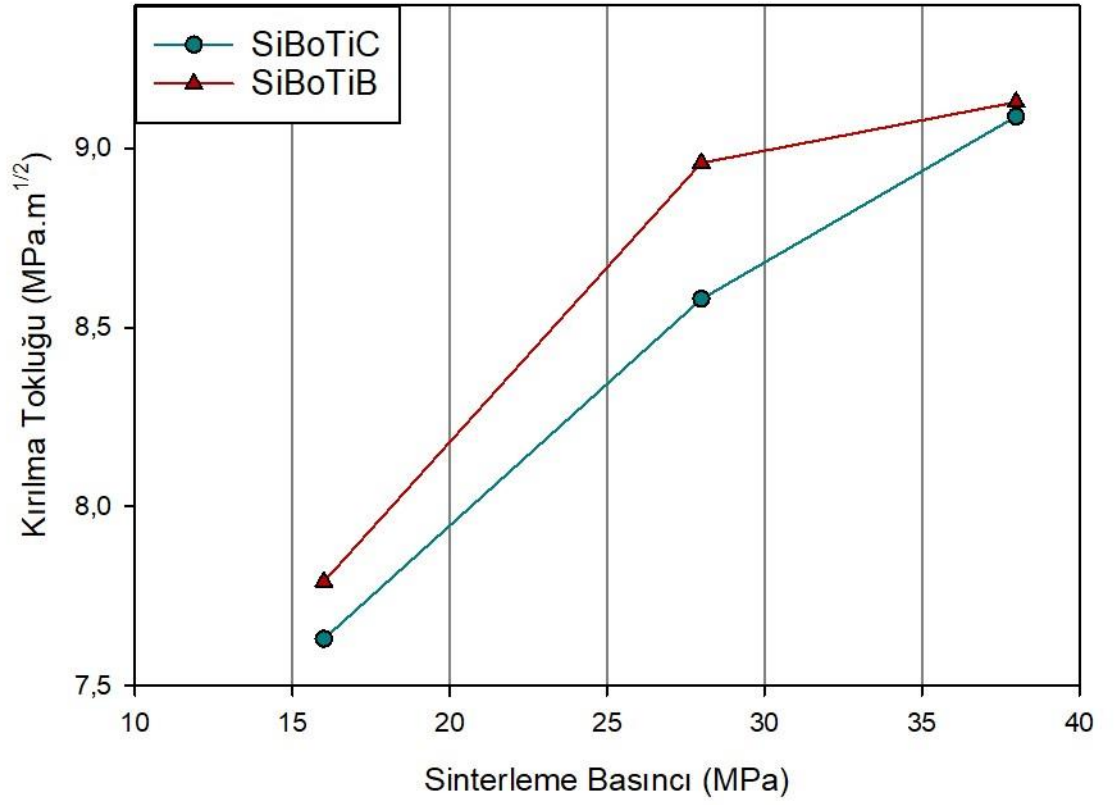
2-propanol ortamında öğütülmüş ve başlangıç olarak TiC ve TiB₂ içeren tozlar, sinterleme sıcaklıkları ve sinterleme süreleri sabit tutulurken, 16 MPa, 28 MPa ve 38 MPa basınçlarında yoğunlaştırılmıştır. Basınç artışının Vickers mikrosertlik değerine olan etkisi, Şekil 4.50’de verilmiştir.



Şekil 4.50. Final numunelerinde sinterleme basıncı artışının Vickers mikrosertlik üzerine etkisi

Sinterleme basıncı artışı, tüm numunelerde Vickers mikrosertlik değerinin de artmasına sebep olmuştur. 16 MPa sinterleme basıncı kullanılan denemelerde SiBoTiC numunesi SiBoTiB numunesine göre daha yüksek Vickers mikrosertlik değerine sahipken, 28 MPa ve 38 MPa sinterleme basınçlarında SiBoTiB numunelerinin, SiBoTiC numunelerine göre daha yüksek Vickers mikrosertlik değerine sahip oldukları gözlemlenmiştir. En yüksek Vickers mikrosertlik değeri 30,32 GPa ile SiBoTiB-A-12-2130 numunesinde elde edilirken, en düşük Vickers mikrosertlik değeri 26,54 GPa ile SiBoTiB-A-5-2100 numunesinde elde edilmiştir.

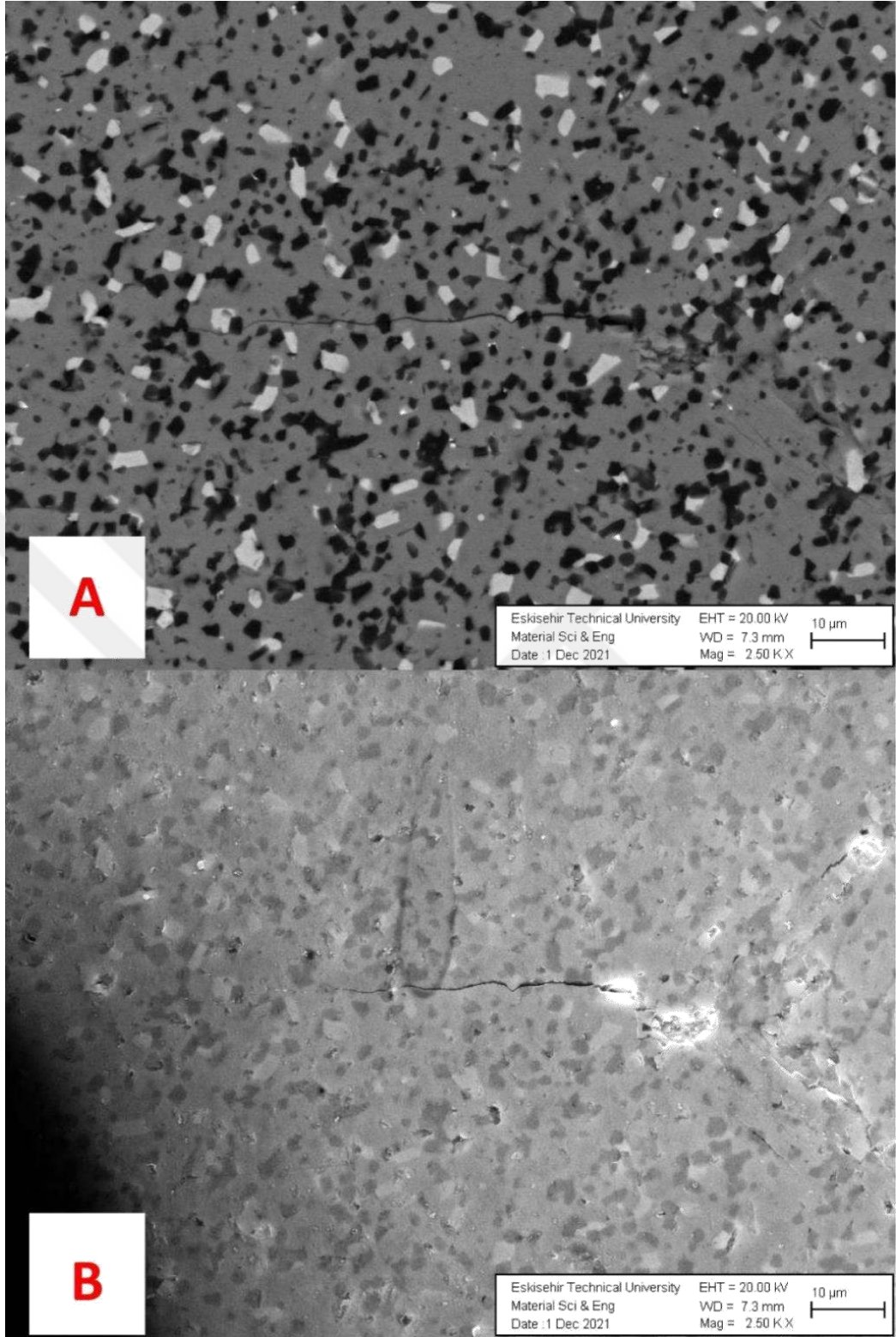
Final numunelerinde sinterleme basıncının kırılma tokluğu değerine etkisi, Şekil 4.51’de verilmiştir.



Şekil 4.51. Final numunelerinde sinterleme sıcaklığının kırılma tokluğu üzerine etkisi

Sinterleme basıncı artışı, numunelerin kırılma tokluğu değerlerinin de artışına sebep olmuştur. Daha önceki numunelerde elde edilemeyen yüksek kırılma tokluklarına bu çalışmalarda ulaşılmıştır. En yüksek kırılma tokluğu değer 9,13 MPa.m^{1/2} ile SiBoTiB-A-12-2130 numunesinde elde edilmişken en düşük kırılma tokluğu değerine sahip numune 7,63 MPa.m^{1/2} ile SiBoTiC-A-5-2130 olmuştur.

En yüksek Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluğu değerine sahip SiBoTiB-A-12-2130 numunesinin Taramalı Elektron Mikroskopu görüntüleri, Şekil 4.52’de verilmiştir.



Şekil 4.52. Basınç artışıyla beraber en yüksek Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluğu değerlerine sahip olan SiBoTiB-A-12-2130 numunesinin Geri Yansımali Elektron (A) ve In-Lens (B) görüntüleri

Yapılan tüm numuneler arasında en yüksek Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluğu değerlerine sahip olan numune, 2130 °C sinterleme sıcaklığı ve 38 MPa sinterleme basıncı kullanılmış, tepe noktasında bekleme süresi 5 dakika olan SiBoTiB-A-12-2130 numunesi olmuştur. 2-propanol ortamında karıştırıldığı için daha homojen tane dağılımına sahip, yüksek sinterleme sıcaklığı ve sinterleme basıncı sayesinde küçük tane boyutlarına sahip SiBoTiB-A-12-2130 numunesinde çatlak ilerlemesi, SiC matrisinde bulunan TiB₂ taneleri sayesinde sönümlenmiştir.

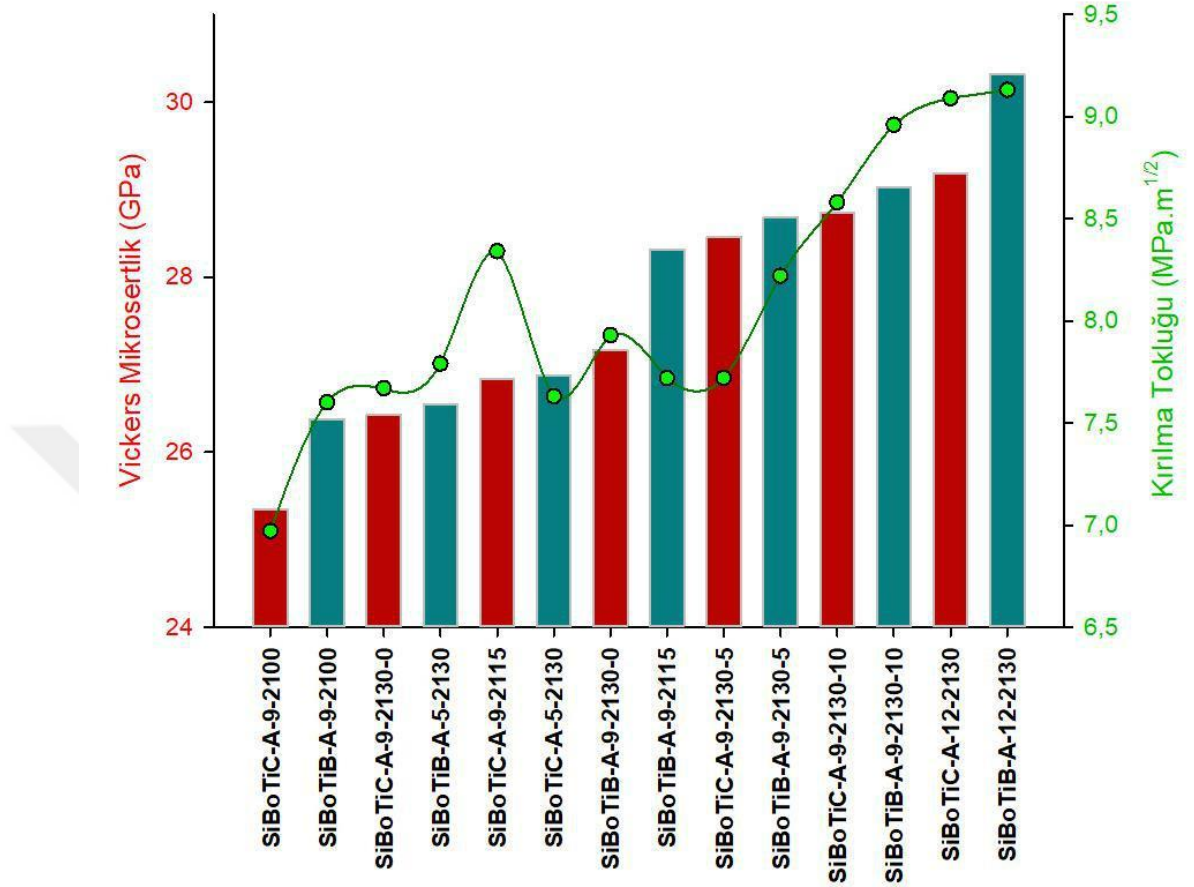
4.4.4. Tüm optimizasyon numunelerinin karşılaştırılması

Yapılan tüm optimizasyon numunelerinin yoğunluk, relatif yoğunluk, Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluğu değerleri, Tablo 4.19’da gösterilmiştir.

Tablo 4.19. Tüm optimizasyon numunelerinin karakteristik özellikleri

Numune Adı	Sıcaklık (°C)	Basınc (MPa)	Yoğunluk (g/cm ³)	Relatif Yoğunluk (%)	Sertlik (GPa)	Kırılma Tokluğu (MPa.m ^{1/2})
SiBoTiC-A-9-2100	2100	28	3,1	98,12	25,35 ±0,9	6,97 ±0,8
SiBoTiB-A-9-2100			3,1	98,12	26,38 ±0,8	7,6 ±0,6
SiBoTiC-A-9-2115	2115		3,12	98,75	26,83 ±0,65	8,34 ±0,6
SiBoTiB-A-9-2115			3,09	97,79	28,32 ±0,7	7,72 ±0,6
SiBoTiC-A-9-2130	2130		3,08	97,48	28,74 ±0,8	7,63 ±0,3
SiBoTiB-A-9-2130			3,1	98,12	29,03 ±0,6	8,22 ±0,2
SiBoTiC-A-9-2130-0			3,12	98,75	26,43 ±0,6	7,67 ±0,8
SiBoTiB-A-9-2130-0			3,07	97,16	27,17 ±0,6	7,93 ±0,65
SiBoTiC-A-9-2130-5			3,11	98,48	28,46 ±0,7	7,72 ±0,8
SiBoTiB-A-9-2130-5			3,09	97,79	28,68 ±0,8	8,22 ±0,6
SiBoTiC-A-9-2130-10			3,08	97,48	28,74 ±0,8	8,58 ±0,3
SiBoTiB-A-9-2130-10			3,1	98,12	29,03 ±0,6	8,96 ±0,2
SiBoTiC-A-5-2130	16	3,09	97,79	26,88 ±1,5	7,63 ±0,8	
SiBoTiB-A-5-2130		3,13	99,06	26,54 ±1,1	7,79 ±0,4	
SiBoTiC-A-9-2130	28	3,11	98,48	28,46 ±0,4	8,58 ±0,8	
SiBoTiB-A-9-2130		3,09	97,79	28,68 ±0,7	8,96 ±0,6	
SiBoTiC-A-12-2130	38	3,14	99,38	29,19 ±1,1	9,09 ±0,7	
SiBoTiB-A-12-2130		3,16	99,98	30,32 ±0,5	9,13 ±0,8	

Yapılan tüm optimizasyon numunelerinin Vickers sertlik ve kırılma tokluğu değerlerinin karşılaştırılması, Şekil 4.53'te verilmiştir.



Şekil 4.53. Tüm optimizasyon numunelerinin Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluğu değerlerinin karşılaştırılması

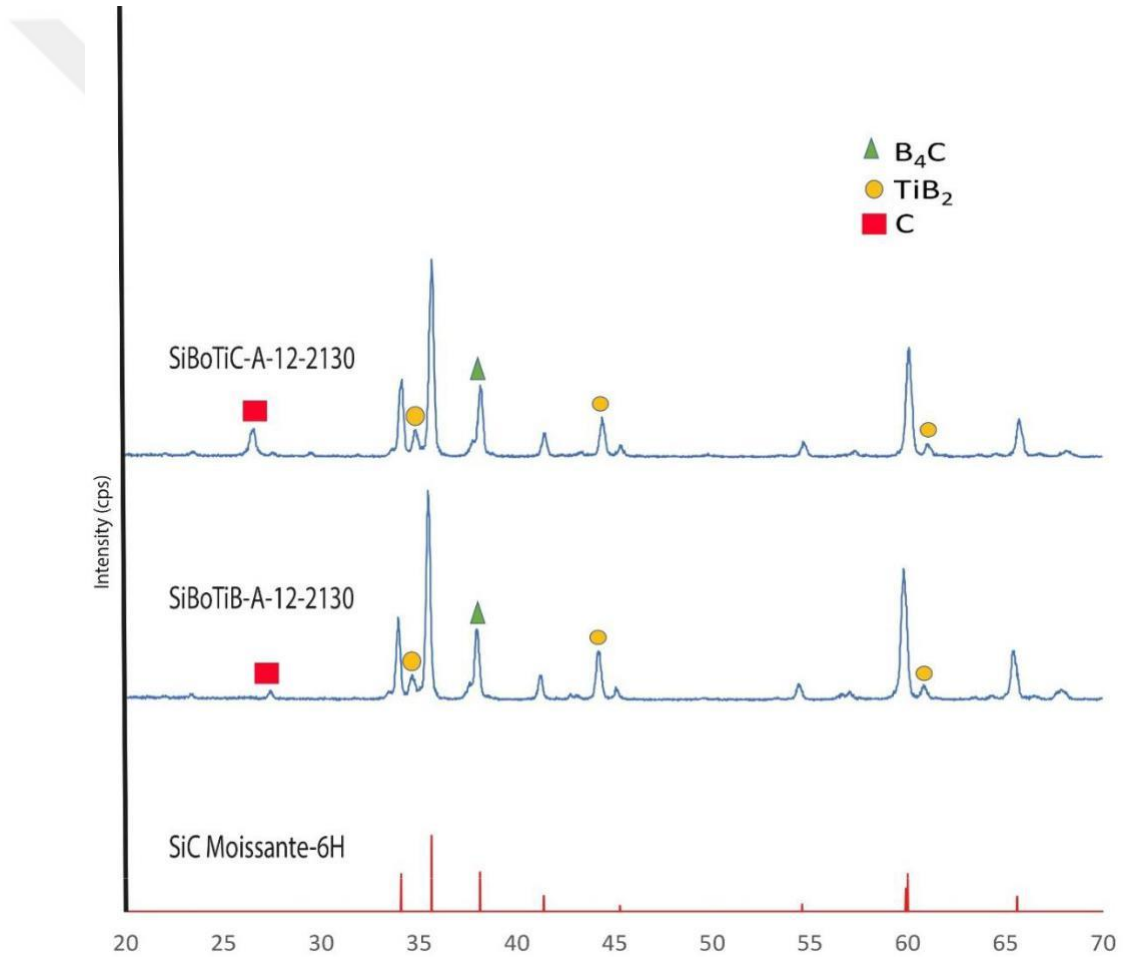
Şekil 4.53'ten de görülebileceği üzere, yapılan tüm optimizasyon çalışmalarında elde edilen en yüksek Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluğu değerleri SiBoTiB-A-12-2130 ve SiBoTiC-A-12-2130 numunelerinde elde edilmiştir. SiBoTiB-A-12-2130 numunesi 30,32 GPa sertlik ve 9,13 MPa.m^{1/2} kırılma tokluğu değerlerine sahipten SiBoTiC-A-12-2130 numunesi 29,19 GPa sertlik ve 9,09 MPa.m^{1/2} kırılma tokluğu değerlerine sahiptir.

Sinterleme sıcaklığı, sinterleme basıncı ve sinterleme süresi parametrelerinin sinterlenme davranışına etkilerinin araştırıldığı optimizasyon bölümünde elde edilen değerlere bakıldığında sinterleme basıncı parametresi artışının, sinterleme sıcaklığı ve sinterleme süresi parametreleri artışlarına göre mekanik özellikler açısından daha etkili olduğu gözlemlenmiştir.

Aynı koşullarda sinterlenen SiBoTiC ve SiBoTiB numuneleri karşılaştırıldığında, aynı koşullarda TiB₂ başlangıç tozuyla başlanan SiBoTiB numunelerinin, TiC başlangıç tozuyla başlayan SiBoTiC numunelerine göre daha yüksek mekanik özelliklere sahip olduğu gözlemlenmiştir.

4.4.5. Optimizasyon numunelerinin x-ışınları difraksiyonu ile faz analizi

2-propanol ortamında öğütülen, 2130 °C sinterleme sıcaklığı ve 38 MPa sinterleme basıncı ile yoğunlaştırılan SiBoTiC-A-12-2130 ve SiBoTiB-A-12-2130 numunelerinin X-ışınları difraktometresi Şekil 4.54'te verilmiştir.



Şekil 4.54. SiBoTiC-A-12-2130 ve SiBoTiB-A-12-2130 numunelerinin difraktometreleri

SiBoTiC ve SiBoTiB numunelerinin X-ışınları difraktometreleri neredeyse birbirlerinin aynısıdır. İki numune arasındaki en büyük fark, C fazının kompozisyonundaki

oranının deęiřmesidir. Tm SiBoTiC numunelerinde C piki, SiBoTiB numunelerine gre daha gldr. Bunun sebebi sinterleme esnasında $2\text{TiC} + \text{B}_4\text{C} \rightarrow 2\text{TiB}_2 + 3\text{C}$ dnřmnn gerekleřmesidir. SiBoTiB numunelerinde TiB_2 fazı sabit kalırken, SiBoTiC numunelerinde TiB_2 oluřumu olduęu kanıtlanmıřtır.

Tm numunelerin faz analizleri Rigaku Miniflex 600 cihazı yardımıyla Cu-Kalfa ıřınları kullanılarak, 20° - 70° arasında, $1\text{dk}/^\circ$ tarama hızıyla gerekleřtirilmiřtir.



5. GENEL SONUÇLAR

Deneysel çalışmalar kapsamında spark plasma sinterleme yöntemi ile SiC-B₄C-TiB₂ esaslı kompozitler üretilmiştir. Bu numunelerin yoğunlaşma davranışları incelenmiş, Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluğu değerleri ölçülmüş, mikroyapı ve faz analizleri yapılmıştır.

TiC ve TiB₂, B₄C ilaveli SiC matrisine kütlece %8 oranında eklenmiştir. SiBoTiC ve SiBoTiB numuneleri, saf su ve 2-propanol ortamlarında ayrı ayrı öğütülmüştür. Sinterleme parametrelerinden sıcaklık, basınç ve sinterleme süresi değerleri değiştirilmiş, bu parametre değişikliklerine göre optimizasyon çalışmaları yapılmıştır. Tüm çalışmaların sonucunda aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır.

- 1) Bu çalışmalarda ilk kez SiC matrisli B₄C-TiB₂ katkılı seramik kompozitler spark plasma sinterleme metoduyla üretilmiştir.
- 2) Saf su ortamında öğütülen numunelerde %99,38 relatif yoğunluğa SiBoTiC-S-9-2130 numunesiyle, 2-propanol ortamında ise %98,75 relatif yoğunluğa SiBoTiC-A-9-2120 numunesinde ulaşılmıştır.
- 3) Saf su ortamında öğütülmüş numuneler arasında en yüksek Vickers mikrosertlik değerine sahip numune olan SiBoTiC-S-9-2130 27,18 GPa değerine sahipken 2-propanol ortamında öğütülmüş numunelerden SiBoTiB-A-9-2115 28,32 GPa değerine sahiptir. Numunelerin Vickers mikrosertlik değerleri karşılaştırıldığında 2-propanol ortamında üretilen numunelerin saf su ortamında üretilen numunelere göre daha yüksek Vickers mikrosertlik değerlerine sahip olduğu gözlemlenmiştir. Sinterleme esnasında sıcaklık ve basınç artımı, numunelerin sertlik değerlerinde artışa sebep olmuştur. Aynı koşullarda üretilen numuneler ele alındığında, SiBoTiB numunelerinin, SiBoTiC numunelerine göre daha yüksek sertlik değerlerine ulaştığı gözlemlenmiştir.
- 4) Saf su ortamında öğütülmüş numuneler arasında en yüksek kırılma tokluğu değerine sahip numune olan SiBoTiC-S-2130-9-2130 5,31 MPa.m^{1/2} değerine sahipken 2-propanol ortamında öğütülmüş numunelerden SiBoTiB-A-9-2115 8,34 MPa.m^{1/2} değerine sahiptir. Numunelerin kırılma tokluğu değerleri karşılaştırıldığında 2-propanol ortamında üretilen numunelerin saf su ortamında üretilen numunelere göre daha yüksek kırılma tokluğu değerlerine sahip olduğu gözlemlenmiştir. Sinterleme esnasında sıcaklık ve basınç artımı, numunelerin sertlik değerlerinde artışa sebep olmuştur. 2-propanol

ortamında üretilen numunelerin, saf su ortamında üretilen numunelere göre çok daha yüksek kırılma tokluğu değerlerine sahip oldukları gözlemlenmiştir. Tüm numunelerin Vickers mikrosertlik değerleri incelendiğinde, TiB₂ tozuyla başlayan numunelerin TiC tozuyla başlayan numunelere göre aynı koşullarda daha yüksek sertlik değerlerine ulaştığı gözlemlenmiştir, ancak kırılma tokluğu göz önüne alındığında yüksek sıcaklık ve basınçla üretilen numunelerde TiC tozuyla başlayan numunelerin daha yüksek kırılma tokluğuna sahip olduğu görülmüştür. Bunun sebebi $2\text{TiC} + \text{B}_4\text{C} \rightarrow 2\text{TiB}_2 + 3\text{C}$ dönüşümü sırasında açığa çıkan C fazı olduğu düşünülmektedir.

5) Optimizasyon çalışmaları için en uygun sinterleme parametreleri kullanılmış, sıcaklık, basınç ve sinterleme süresi artışlarına göre numunelerin mekanik özellikleri incelenmiştir. Optimizasyon numunelerinin relatif yoğunluk değerlerinin %97,16 ile %99,98 arasında olduğu görülmüştür. Bu incelemeler sonucunda sıcaklık, basınç ve sinterleme sürelerindeki artışın, numunelerin Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluğu değerlerini artırdığı gözlemlenmiştir. Vickers mikrosertlik değeri en yüksek olan numune 30,32 GPa ile SiBoTiB-A-12-2130 olurken kırılma tokluğu değeri en yüksek olan numune 9,13 MPa.m^{1/2} ile yine SiBoTiB-A-12-2130 olmuştur. Ulaşılan en yüksek Vickers mikrosertlik ve kırılma tokluğu değerlerine optimizasyon çalışmalarında ulaşılmıştır.

6) Numunelerin X-ışını difraktometrelerine bakıldığında, SiBoTiC ve SiBoTiB numunelerinin birbirlerine çok yakın difraksiyonlara sahip oldukları gözlemlenmiştir. SiC, TiB₂ ve B₄C fazlarının görüldüğü bu difraktometrelerde C fazı da yer almıştır. SiBoTiC numunelerinde artan bu C fazı, $2\text{TiC} + \text{B}_4\text{C} \rightarrow 2\text{TiB}_2 + 3\text{C}$ dönüşümünden kaynaklı arttığı düşünülmektedir.

7) Numunelerin taramalı elektron mikroskopu görüntüleri incelendiğinde, 2-propanol ortamında üretilmiş numunelerde SiC matrisine B₄C ve TiB₂ fazlarının daha homojen bir şekilde dağıldığı gözlemlenmiştir. Sinterleme sırasında sıcaklık ve basınç artışının, tane boyutlarını küçülttüğü gözlemlenmiştir. Matriste yer alan TiB₂ fazlarının çatlak ilerleme enejisini sönmlediği ve daha tok bir yapı oluşturduğu gözlemlenmiştir.

KAYNAKÇA

- [1] Munro, R., G. (1997). Material Properties of sintered α -SiC, Ceramics Divisions, National Institute of Standards and Technology, 20899
- [2] Thévenot, F. (1990). Boron carbide – A comprehensive review, Journal of the European Ceramic Society, 6, 205-225.
- [3] Habashi, F., 1997, Boron, in Handbook of extractive metallurgy, Vol. 4 pp. 1985-2028, Wiley-VCH.
- [4] Anal A., Bandyopadhyay T. K., Karabi D., 2006. Synthesis and Characterization of TiB₂ Reinforced Iron Based Composites, Journal of Materials Processing Technology, 172, s70-76
- [5] Mhadhbi, M. and Driss, M., Titanium carbide: Synthesis, properties and applications, Brilliant Engineering, 2 (2021), 1-11.
- [6] Hayun, S. & Paris, V. & Mitrani, R. & Kalabukhov, Sergey & Dariel, M.P. & Zaretsky, Eugene & Frage, Nachum. (2012). Microstructure and mechanical properties of silicon carbide processed by Spark Plasma Sintering (SPS). Ceramics International. 38. 6335–6340. 10.1016/j.ceramint.2012.05.003.
- [7] Sahin, F., Apak, B., Akin, I, Spark plasma sintering of B₄C–SiC composites, Solid State Sciences, Volume 14, Issues 11–12, 2012, 1660-1663.
- [8] Khodaei, Mahdi & Yaghobizadeh, Omid & Baharvandi, Hamid & Dashti, Alireza. (2017). Effects of different sintering methods on the properties of SiC–TiC, SiC–TiB₂ composites. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 70. 10.1016/j.ijrmhm.2017.09.005.
- [9] Luo, Y., Li, S., Pan, W., Li, L., Fabrication and mechanical evaluation of SiC–TiC nanocomposites by SPS, Materials Letters, Volume 58, Issues 1–2, 2004, 150-153
- [10] Singlard, M., Tessier-Doyen, N., Chevallier, G., Oriol, S., Fiore, G., Vieille, B., Estournès, C., Vardelle, M., Rossignol, S., Spark plasma sintering and mechanical properties of compounds in TiB₂–SiC pseudo-diagram, Ceramics International, Volume 44, Issue 18, 2018, 22357-22364

[11] Wen, Q., Tan, Y., Zhong, Z., Zhang, H., Zhou, X., High toughness and electrical discharge machinable B₄C-TiB₂-SiC composites fabricated at low sintering temperature, *Materials Science and Engineering: A*, Volume 701, 2017, 338-343

[12] Zhang, X., Zhang, Z., Liu, Y., Wang, A., Tian, S., Wang, W., High-performance B₄C-TiB₂-SiC composites with tuneable properties fabricated by reactive hot pressing, *Journal of the European Ceramic Society*, Volume 39, Issue 10, 2019, 2995-3002

[13] He, Q., Wang, A., Liu, C., Wang, W., Wang, H., Fu, Z., Microstructures and mechanical properties of B₄C-TiB₂-SiC composites fabricated by ball milling and hot pressing, *Journal of the European Ceramic Society*, Volume 38, Issue 7, 2018, 2832-2840

[14] Liu, Y., Wu, X., Microstructure and mechanical properties of B₄C-TiB₂-SiC composites fabricated by spark plasma sintering, *Ceramics International*, Volume 46, Issue 3, 2020, 3793-3800

[15] Udalov, Y.P., Valova, E.E. & Ordan'yan, S.S. Preparation and abrasive properties of eutectic compositions in the system B₄C-SiC-TiB₂. *Refractories* 36, 1995, 233-234

[16] Shaffer, P.T. (1991). *Handbook of Advanced Ceramic Materials*, Advanced Refractory Technologies Inc., New York.

[17] Feng, Z.C., Zhao, J.H. (2000). *Silicon Carbide Materials, Processing and Devices*, Taylor&Francis Books Inc., New York.

[18] Pierson, H.O. (1996). *Handbook of Refractory Carbides and Nitrides*, Noyes Publications, New Jersey

[19] Pandey, D., Krishna, P. (1982). *Polytypism in Close-Packed Structures*, Current Topics in Materials, North Holland Pub. Co., Amsterdam

[20] Zawrah, M.F. & Shaw, L. (2003). Liquid-phase sintering of SiC in presence of CaO, *Ceramics International*, 30, 721-725

[21] Urtekin L.,(2008), Toz Enjeksiyon Kalıplanmış Steatit Seramiklerin Özelliklerine Kalıplama ve Sinterleme Parametrelerinin Etkisinin İncelenmesi", Gazi Üniversitesi Makine Müh.Doktora Tezi

[22] Yamada, K., Mohri, M. (1991). Properties and applications of silicon carbide ceramics, in *Silicon Carbide Ceramics – 1: Fundamental and solid reaction.*, Edited by S. Sōmiya and Y. Inomata. Elsevier Science Publishers Ltd., 13- 44pp., Barking, UK

[23] Ray, D., Flinders, M., Anderson, A., Cutler, R.A. (2005). Hardness/toughness relationship for SiC armor, 27th Annual Conference on Composites, Advanced Ceramics, Materials, and Structures: A: Ceramic Engineering and Science Proceedings, 24(3), 401-410pp.

[24] Kovziridze, Z. & Mestvirishvili, Zviad & Tabatadze, G. & Nizharadze, N. & Mshvildadze, M. & Nikoleishvili, Elza. (2013). Improvement of Boron Carbide Mechanical Properties in B₄C-TiB₂ and B₄C-ZrB₂ Systems. *Journal of Electronics Cooling and Thermal Control*. 3. 43-48. 10.4236/jectc.2013.32006.

[25] Lee, H., ve Speyer, R. F. (2003). Pressureless Sintering of Boron Carbide, *Journal of the American Ceramic Society*, 86, 1468-1473.

[26] Suri, A. K., Subramanian, C., Sonber, J. K., ve Murty, T. S. R. Ch. (2010). Synthesis and consolidation of boron carbide: A review, *International Materials Reviews*, 55, 4-40.

[27] Habashi, F., 1997, Boron, in *Handbook of extractive metallurgy*, Vol. 4 pp. 1985-2028, Wiley-VCH.

[28] Anal A., Bandyopadhyay T. K., Karabi D., 2006. Synthesis and Characterization of TiB₂ Reinforced Iron Based Composites, *Journal of Materials Processing Technology*, 172, s66-70

[29] Akarsu C., 2009. *Titanyum Diborür Katkılı Sıcak Preslenmiş Bor Karbür-Silisyum Karbür Kompozitlerinin Özelliklerinin İncelenmesi*, Yüksek Lisans Tezi, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul

[30] German R. M., 1994. *Powder Metallurgy Science*, 2nd Ed., Metal Powder Industries Federation, Princeton.

[31] Shim K. B., Kwiencinski J., Edirisinghe M. J., Ralph B., 1993. Microstructural Characterization of Titanium Dioboride, *Materials Characterization*, 31, s39-46.

[32] Hausner H. H., 1960. *Modern Materials Vol.2*, Academic Press, New York.

- [33] Mroz C., 1995. Titanium Diboride, American Ceramic Society Bulletin, 74, s158-159.
- [34] Weimer A. W., 1997. Carbide, Nitride and Boride Materials Synthesis and Processing, Chapman&Hall, Colorado.
- [35] Jiang Z., Rhine W. E., 1993. Preparation of Titanium Diboride from the Borothermic Reduction of TiO_2 , $\text{TiO}_x(\text{OH})_y$, or $\text{Ti}(\text{O-n-Bu})_4$ – Derived Polymers, Journal of European Ceramic Society, 12
- [36] Richerson D. W., 1992. Modern Ceramic Engineering: Properties, Processing and Use in Design, Second Ed.
- [37] Mhadhbi, M. and Driss, M., Titanium carbide: Synthesis, properties and applications, Brilliant Engineering, 2 (2021), 1-11.
- [38] Jin, S.B.; Shen, P.; Lin, Q.L.; Zhan, L.; Jiang, Q.C. Growth mechanism of TiC_x during self-propagating high-temperature synthesis in an Al-Ti-C System. Crys. Growth Des. 2010, 10, 1590–1597
- [39] Dong, B.-X.; Qiu, F.; Li, Q.; Shu, S.-L.; Yang, H.-Y.; Jiang, Q.-C. The Synthesis, Structure, Morphology Characterizations and Evolution Mechanisms of Nanosized Titanium Carbides and Their Further Applications. *Nanomaterials* 2019, 9, 1152.
- [40] C. Leyens, and M. Peters, Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications, Wiley-VCH, Weinheim. 2003.
- [41] S. Niyomwas, Synthesis and Characterization of TiC and TiC- Al_2O_3 Composite from Wood Dust by Self-Propagating High Temperature Synthesis, Energy Procedia, 9 (2011) 522 – 531.
- [42] Kang, P. C., Cao, Z. W., Wu, G. H., Zhang, J. H., Wei, D. J., ve Lin, L. T. (2010). Phase identification of Al– B_4C ceramic composites synthesized by reaction hot-press sintering, International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 28, 297-300
- [43] Rahaman, M.R. (2003). Ceramic Processing and Sintering. Marcel Dekker Inc. New York.

[44] Zheng, Hanguang. (2012). Processing and Properties of Die-attachment on Copper Surface by Low-temperature Sintering of Nanosilver Paste Processing and Properties of Die-attachment on Copper Surface by Low- temperature Sintering of Nanosilver Paste. 10.13140/RG.2.2.20828.39040.

[45] Aybers, M.T. (1999). Sinterleme ve birinci safha sinterleme kinetiği. 1. Ulusal Nükleer Yakıt Teknolojisi Sempozyumu. İstanbul, Türkiye.

[46] Blaine, Deborah. (2004). The micromechanical influences on the constitutive laws of sintering for continuum model.

[47] Carter, C.B., ve Norton, M.G. (2007). Ceramic Materials Science and Engineering. Springer, New York

[48] Boch, P., ve Niepe, J. (2007). Ceramic Materials Processes, Properties and Applications, ISTE Ltd., Londra.

[49] Akın, İ. (2010). ZrB₂ Esaslı Kompozitlerin Spark Plazma Sinterleme (SPS) Yöntemi ile Üretimi ve Karakterizasyonu, Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul

[50] German, R.M., Suri, P., ve Park, S.Y. (2009). Review: liquid phase sintering, Journal of the Materials Science, 44, 1-39.

[51] Rice, R.W. (2003). Ceramic Fabrication Technology. Marcel Dekker Inc. New York.

[52] Wen, G., Li, S. B., Zhang, B. S. and Guo, Z. X. (2000). Processing of in situ toughened B-W-C composites by reaction hot pressing of B₄C and WC, Scripta Materialia, 43, 853-857.]

[53] Haglund, S., ve Argen, J. (1998). Solid State sintering of cemented carbides; an experimental study. Zeitschrift fur metallkunde, 89, 316-322.

[54] Dobrzanski, Leszek & Dobrzańska-Danikiewicz, Anna & Achtelik-Franczak, Anna & Dobrzański, L.B. & Hajduczek, Eugeniusz & Matula, Grzegorz. (2017). Fabrication Technologies of the Sintered Materials Including Materials for Medical and Dental Application. 10.5772/65376

[55] Peelen, J.G.J. (1979). Transparent hot-pressed alumina, I: hot pressing of alumina. *Ceramic International.*, 5, 70-75.

[56] Tokita, M. (n.d.). Mechanism of Spark Plasma Sintering. Sumitomo Coal Mining Company, Japonya

[57] Munir, Z.A., Anselmi-Tamburini, U. & Ohyanagi, M. The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials: A review of the spark plasma sintering method. *J Mater Sci* 41, 763–777 (2006).

[58] B. Yaman, H. Mandal, Spark plasma sintering of Co-WC cubic boron nitride composites, *Mater. Lett.* 63 (2009) 1041–1043.

[59] Dobedoe, R.S., West, G.D., ve Lewis, M.H. (2003). Spark plasma sintering of ceramics. *Bulletin of Ecers*, 1, 19-24.

[60] Iwona Sulima (April 1st 2015). Consolidation of AISI316L Austenitic Steel — TiB₂ Composites by SPS and HP-HT Technology, *Sintering Techniques of Materials*, Arunachalam Lakshmanan, IntechOpen,

[61] Mohamed, Gouda & Hegazy, R.. (2017). Comparison of GUM and Monte Carlo methods for the uncertainty estimation in hardness measurements. *International Journal of Metrology and Quality Engineering*. 8.

ÖZGEÇMİŞ

ORCID NO:

Ad Soyad :

Doğum Yeri ve Tarihi :

E-Posta :

Yabancı Dil:

ÖĞRENİM DURUMU:

