

**İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**SICAK PRESLEME İLE SİNERLENMİŞ  $\alpha$ -SiC  
MATRİKSLİ B<sub>4</sub>C KOMPOZİTLERİNİN  
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ  
Met. Müh. Hasan ÖĞÜNÇ**

**Anabilim Dalı : METALURJİ VE MALZEME  
MÜHENDİSLİĞİ**

**Programı : ÜRETİM METALURJİSİ VE  
TEKNOLOJİLERİ MÜHENDİSLİĞİ**

**HAZİRAN 2006**

**SICAK PRESLEME İLE SİNERLENMİŞ  $\alpha$ -SiC  
MATRİKSLİ B<sub>4</sub>C KOMPOZİTLERİNİN  
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ  
Met.Müh. Hasan ÖĞÜNÇ  
(506031203)**

**Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 8 Mayıs 2006  
Tezin Savunulduğu Tarih : 12 Haziran 2006**

**Tez Danışmanı : Prof.Dr. Okan ADDEMİR (İ.T.Ü.)  
Diğer Jüri Üyeleri Prof.Dr. Lütfi ÖVEÇOĞLU (İ.T.Ü.)  
Doç.Dr. Filiz Çınar ŞAHİN (İ.T.Ü.)**

**HAZİRAN 2006**

## ÖNSÖZ

Yüksek lisans çalışmalarında her yönden bana büyük destek veren değerli hocam Sayın Prof. Dr. Okan Addemir'e teşekkürlerimi borç bilirim.

Çalışmalarım sırasında bilgi ve tecrübesiyle değerli yardımlarını benden esirgemeyen Doç. Dr. Filiz Çınar ŞAHİN'e teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarımı yürütmemde büyük desteği olan ve bana her türlü yardımı sağlayan hocam Sayın Prof.Dr.Lütfi ÖVEÇOĞLU'na çok teşekkür ederim.

Deneysel çalışmalarımı yürütmemde desteğini esirgemeyen Prof.Dr. Hüseyin ÇİMENOĞLU'na çok teşekkür ederim.

Çalışmamın her aşamasında bana destek veren araştırma görevlisi Yük. Met. Müh. Tahsin BOYRAZ'a teşekkür ederim.

Deneyselerim sırasında çok büyük yardımları olan Met. Müh. Mehmet Ali Akoy'a, Met.Müh. Hasan Güleriyüz'e, Met.Müh. Hasan Gökçe'ye, Kim.Müh. Mehpare Demirkesen'e, Kim.Müh. İnci Kol'a, Met.Müh. Zeynep Keçeli'ye, Met.Müh. Nil Ünal'a, Çiğdem Çakır'a ve deneyselerimin gerçekleşmesinde büyük emeği olan Hasan Dinçer'e teşekkürlerimi sunarım.

Tüm çalışmalarım esnasında yanımda olan,destek veren ve benden yardımlarını hiçbir zaman esirgemeyen arkadaşlarım Kenan Eke, Ali Ulus, Ahmet Çetin, Ahmet Işık Kunt'a, bana moral vererek çalışma arzumu ayakta tutan Can İleri ve Mehmet Çolakoğlu'na çok teşekkür ederim.

Beni bugünlere getiren ve her zaman büyük destek veren ve yanımda olan aileme minnetarım.

Mayıs, 2006

Hasan Ögünç

## İÇİNDEKİLER

<b>TABLO LİSTESİ</b>	<b>v</b>
<b>ŞEKİL LİSTESİ</b>	<b>vi</b>
<b>ÖZET</b>	<b>ix</b>
<b>1. GİRİŞ ve AMAÇ</b>	<b>1</b>
<b>2. TEORİK BİLGİ</b>	<b>3</b>
2.1 Kompozit Malzemeler	3
2.2 Karbürler	5
2.3 Silisyum Karbür (SiC)	5
2.3.1 Silisyum karbürün özellikleri	6
2.3.2 Silisyum karbürün kristal yapısı	7
2.3.3 Silisyum karbürün şekillendirme ve sinterlenmesi	8
2.3.4 Silisyum karbürün kullanım alanları	10
2.4 Bor Karbür (B <sub>4</sub> C)	11
2.4.3.1 Bor karbürün özellikleri	11
2.4.3.1 Bor karbürün kristal yapısı	12
2.4.3.1 Bor karbürün şekillendirme ve sinterlenmesi	13
2.4.3.1 Bor karbürün sıcak presleme ile şekillendirilmesi	13
2.4.3.2 Bor karbürün sıcak izostatik presleme ile şekillendirilmesi	13
2.4.3.3 Bor karbürün basınçsız sinterlenmesi	14
2.4.4 Bor karbürün kullanım alanları	14
2.5 Silisyum Karbür-Bor Karbür Kompozitler	15
2.5.1 Silisyum karbür-bor karbür kompozitlerin özellikleri	15
2.5.2 Silisyum karbür-bor karbür kompozitlerin kullanım alanları	15
2.5.3 Silisyum karbür-bor karbür kompozitlerin üretim teknolojileri	15
2.5.4 Konuyla ilgili yapılmış çalışmalar	17
2.6 Si-B-C Faz Dengeleri	21
2.7 Sinterleme	23
2.7.1 Katı hal sinterlemesi	25
2.6.2 Sıvı faz sinterlemesi	28
2.6.3 Basınç yardımı ile sinterleme	31
2.6.3.1 Gaz basıncı ile sinterleme	32
2.6.3.2 Dövme	32
2.6.3.3 Toz ekstrüzyonu	33
2.6.3.4 Sıcak presleme	33
2.6.3.5 Sıcak izostatik presleme	35
<b>3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR</b>	<b>37</b>
3.1 Kullanılan Hammaddeler	37
3.2 Kullanılan Alet ve Cihazlar	43
3.3 Deneylerin Yapılışı	45
3.4 Karakterizasyon Çalışmaları	47
3.4.1 Kesme işlemleri	47



3.4.2	Eğme mukavemeti ölçümü	47
3.4.3	Yoğunluk ölçümü	47
3.4.4	Sertlik ölçümü	48
3.4.5	Mikroyapı analizleri	48
3.4.6	Termal genleşme katsayısı tayini	48
<b>4.</b>	<b>DENEY SONUÇLARI VE İRDELEMELER</b>	<b>49</b>
4.1	Sıcaklığın Yoğunluğa Etkisi	49
4.2	Sıcaklığın Sertliğe Etkisi	50
4.3	Sıcaklığın Eğme Mukavemetine Etkisi	52
4.4	B <sub>4</sub> C ilavesinin yoğunluğa etkisi	53
4.5	B <sub>4</sub> C ilavesinin sertliğe etkisi	54
4.6	B <sub>4</sub> C ilavesinin eğme mukavemetine etkisi	57
4.7	Mikroyapılara ait SEM fotoğraflarının İncelenmesi	59
4.8	Numunelerin X-Işınları Analizi	62
4.9	EDS Analizi	63
4.10	Termal Genleşme Katsayısı Analizi	65
4.11	SiC-B <sub>4</sub> C ve B <sub>4</sub> C- SiC kompozitlerinin mikroyapılarının karşılaştırılması	66
<b>5.</b>	<b>SONUÇLAR</b>	<b>69</b>
	<b>KAYNAKLAR</b>	<b>71</b>
	<b>ÖZGEÇMİŞ</b>	<b>74</b>

## TABLO LİSTESİ

	<u>Sayfa No</u>
<b>Tablo 2.1:</b> Silisyum Karbür malzemelerin fiziksel özellikleri [6,8].....	6
<b>Tablo 2.2:</b> Bor Karbürün genel özellikleri [1,5] .....	12
<b>Tablo 2.3:</b> Sinterleme Kademeleri [26].....	24
<b>Tablo 3.1:</b> Sıcak presleme deneylerinde kullanılan, BMBT firmasından temin edilen bor karbür tozunun kimyasal ve fiziksel özellikleri.....	37
<b>Tablo 3.2:</b> Sıcak presleme deneylerinde kullanılan Alman H.C. Starck markalı silisyum karbür tozunun kimyasal ve fiziksel özellikleri .....	39
<b>Tablo 3.3:</b> Deneylerde kullanılan SiC-B <sub>4</sub> C numunelerin hacimce yüzde miktarları.....	40
<b>Tablo 3.4:</b> Deneylerde kullanılacak olan numunelerin kodları .....	41
<b>Tablo 3.5:</b> Deneylerde kullanılan karışımlar ve deney parametreleri.....	46
<b>Tablo 4.1:</b> Dört farklı bileşim için farklı sıcaklıklarda ölçülen yoğunluk değerlerinin teorik değerlerle kıyaslanması .....	49
<b>Tablo 4.2:</b> Dört farklı bileşim için farklı sıcaklıklarda ölçülen sertlik değerleri	51
<b>Tablo 4.3:</b> Dört farklı bileşim için farklı sıcaklıklarda ölçülen eğme mukavemeti değerleri .....	52

## ŞEKİL LİSTESİ

	<u>Sayfa No</u>
Şekil 2.1	: Kompozit Çeşitleri .....4
Şekil 2.2	: Kübik ve hegzagonal SiC yapısı.....8
Şekil 2.3	: Bor Karbür Kristal Yapısı ..... 12
Şekil 2.4	: %95SiC-%5B <sub>4</sub> C Kompozitinde Sinterleme Sıcaklığının Teorik Yoğunluğa Etkisi ..... 18
Şekil 2.5	: %95SiC-%5B <sub>4</sub> C Kompozitinde Sıcaklığın Eğme Mukavemetine Etkisi ..... 19
Şekil 2.6	: 2150°C’de sinterlenmiş %95SiC-%5B <sub>4</sub> C(ağ.) kompozit yüzeyinin SEM fotoğrafı..... 19
Şekil 2.7	: SiC-B <sub>4</sub> C Kompozitlerinde Sıcak Pres Sıcaklığının ve Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ilavesinin Teorik Yoğunluğa Etkisi.....20
Şekil 2.8	: 2000 °C de sıcak preslenmiş SiC – B <sub>4</sub> C kompozitlerinin SEM görüntüleri (katkısız) .....20
Şekil 2.9	: SiC-B <sub>4</sub> C kompozitlerde, B <sub>4</sub> C oranının sertlik ve kırılma tokluğuna etkisi .....21
Şekil 2.10	: Si-C ikili denge diyagramı [27] .....21
Şekil 2.11	: B-C ikili denge diyagramı [5].....22
Şekil 2.12	: SiC-B <sub>4</sub> C ikili denge diyagramı [27].....22
Şekil 2.13	: B-Si-C üçlü denge diyagramı [27].....23
Şekil 2.14	: Sinterleme sırasında por yapısının değişimi.....25
Şekil 2.15	: Sinterleme sırasında partiküller arası bağ oluşumunun iki küre modeliyle açıklanması .....26
Şekil 2.16	: Sinterlemeye bağlı olarak oluşan boyun teşekkülüne ait SEM fotoğrafı .....27
Şekil 2.17	: Klasik sıvı faz sinterlemesinin kademelerine ait şematik diyagram..29
Şekil 2.18	: Sıvı faz sinterlemesinde yoğunluk ile sıvı faz miktarı arasındaki değişim.....30
Şekil 2.19	: Toz ekstrüzyon sisteminin şematik gösterimi .....33
Şekil 2.20	: Sıcak preslemeye ait kesit görüntüsü.....34
Şekil 2.21	: Sıcak izostatik pres sisteminin şematik gösterimi .....35
Şekil 3.1	: Deneylerde kullanılan B <sub>4</sub> C tozunun x ışınları analizi.....37
Şekil 3.2	: Deneylerde kullanılan B <sub>4</sub> C tozunun tane boyut dağılımı.....38
Şekil 3.3	: Deneylerde kullanılan B <sub>4</sub> C tozunun SEM görüntüsü .....38
Şekil 3.4	: Deneylerde kullanılan SiC tozunun x ışınları analizi .....39
Şekil 3.5	: Deneylerde kullanılan SiC tozunun tane boyut dağılımı .....40
Şekil 3.6	: Deneylerde kullanılan SiC tozunun SEM görüntüsü (X3500).....40
Şekil 3.7	: %95 SiC-%5 B <sub>4</sub> C(hacim) içeren toz karışımı tane boyut dağılımı...41
Şekil 3.8	: %95 SiC-%5 B <sub>4</sub> C (hacim) içeren toz karışımının SEM görüntüsü (X3500) .....41
Şekil 3.9	: 90 SiC-%10 B <sub>4</sub> C(hacim) içeren toz karışımı tane boyut dağılımı...42
Şekil 3.10	: %90 SiC-%10B <sub>4</sub> C(hacim) içeren toz karışımının SEM görüntüsü (X3500)..... 42

<b>Şekil 3.11</b>	: %85 SiC-%15 B <sub>4</sub> C(hacim) içeren toz karışımı tane boyut dağılımı .42
<b>Şekil 3.12</b>	: %85 SiC-%15(hacim) B <sub>4</sub> C içeren toz karışımının SEM görüntüsü (X3500).....43
<b>Şekil 3.13</b>	: Szegvari atritör .....43
<b>Şekil 3.14</b>	: Autograph çekme basma cihazı.....44
<b>Şekil 3.15</b>	: Shimadzu sertlik ölçüm cihazı.....44
<b>Şekil 3.16</b>	: Centorr Vacuum Industries marka sıcak pres.....45
<b>Şekil 3.17</b>	: Deneylerin şematik gösterilişi .....45
<b>Şekil 3.18</b>	: Üç nokta eğme testi numunesi boyutları .....47
<b>Şekil 4.1</b>	: SiC-B <sub>4</sub> C kompozitlerinde sıcaklığın rölatif yoğunluğa etkisi.....50
<b>Şekil 4.2</b>	: SiC-B <sub>4</sub> C kompozitlerinde sıcaklığın sertliğe etkisi .....51
<b>Şekil 4.3</b>	: SiC-B <sub>4</sub> C kompozitlerinde sıcaklığın eğme mukavemetine etkisi.....53
<b>Şekil 4.4</b>	: Farklı sıcaklıklar için SiC – B <sub>4</sub> C kompozitindeki % B <sub>4</sub> C (hacim) miktarının rölatif yoğunluğa etkisi .....53
<b>Şekil 4.5</b>	: SiC-B <sub>4</sub> C kompozitlerinde farklı sıcaklıklarda rölatif yoğ.-sertlik - %SiC (hacim) ilişkisi .....54
<b>Şekil 4.6</b>	: Farklı sıcaklıklar için SiC – B <sub>4</sub> C kompozitindeki % B <sub>4</sub> C (hacim) miktarının sertliğe etkisi .....55
<b>Şekil 4.7</b>	: S85B2250 numunesinde elde edilen Vickers Sertlik izi(1 kg yük)...56
<b>Şekil 4.8</b>	: S100B2250 numunesinde elde edilen Vickers Sertlik izi(1kg yük)..56
<b>Şekil 4.10</b>	: Farklı sıcaklıklar için SiC – B <sub>4</sub> C kompozitindeki % B <sub>4</sub> C (hacim) miktarının eğme mukavemetine etkisi.....57
<b>Şekil 4.11</b>	: SiC-B <sub>4</sub> C kompozitlerinde farklı sıcaklıklarda eğme mukavemeti - %SiC (hacim) ilişkisi .....58
<b>Şekil 4.12</b>	: 2100 °C’de yapılan deneye ait % 100 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı(X 1500).....59
<b>Şekil 4.13</b>	: 2200 °C’de yapılan deneye ait % 100 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X 3500).....59
<b>Şekil 4.14</b>	: 2250 °C’de yapılan deneye ait % 100 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X 3500).....59
<b>Şekil 4.15</b>	: 2200 °C’de yapılan deneye ait % 95 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X 3500).....60
<b>Şekil 4.16</b>	: 2250 °C’de yapılan deneye ait % 95 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X 3500).....60
<b>Şekil 4.17</b>	: 2100 °C’de yapılan deneye ait % 95 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X3500).....60
<b>Şekil 4.18</b>	: 2200 °C’de yapılan deneye ait % 90 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X 1500).....60
<b>Şekil 4.19</b>	: 2250 °C’de yapılan deneye ait % 90 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X 50000).....60
<b>Şekil 4.20</b>	: 2100 °C’de yapılan deneye ait % 90 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X 3500).....61
<b>Şekil 4.21</b>	: 2200 °C’de yapılan deneye ait % 85 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X 3500).....61
<b>Şekil 4.22</b>	: 2250 °C’de yapılan deneye ait % 85 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X3500).....61
<b>Şekil 4.23</b>	: 2100 °C’de yapılan deneye ait % 85 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X1500).....62
<b>Şekil 4.24</b>	: 2250°C’de sinterlenen numune grubunun x-ışınları analizi..... 63
<b>Şekil 4.25</b>	: S85B2250 numunesinde EDS analizi yapılan noktalar .....64
<b>Şekil 4.26</b>	: 4 nolu bölgenin EDS analizi.....64

<b>Şekil 4.27</b>	: 1 nolu bölgenin EDS analizi.....	64
<b>Şekil 4.28</b>	: 5 nolu bölgenin EDS analizi.....	64
<b>Şekil 4.29</b>	: S100B2250 numunesinin uzama-sıcaklık eğrisi .....	65
<b>Şekil 4.30</b>	: S85B2250 numunesinin uzama-sıcaklık eğrisi .....	65
<b>Şekil 4.31</b>	: 2250 <sup>0</sup> C’de sıcak pres ile üretilen, %80 B <sub>4</sub> C - % 20 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X 3500) .....	66
<b>Şekil 4.32</b>	: 2250 <sup>0</sup> C’de sıcak pres ile üretilen, %85 SiC - % 15 B <sub>4</sub> C içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X 3500) .....	67
<b>Şekil 4.33</b>	: 2100 <sup>0</sup> C’de sıcak pres ile üretilen, %90 B <sub>4</sub> C - % 10 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X 5000) .....	67
<b>Şekil 4.34</b>	: 2100 <sup>0</sup> C’de sıcak pres ile üretilen, %85 SiC - % 15 B <sub>4</sub> C içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X 3500) .....	68

## SICAK PRESLEME İLE SİNTERLENMİŞ $\alpha$ -SiC MATRİKSLİ B<sub>4</sub>C KOMPOZİTLERİNİN ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

### ÖZET

Silisyum karbür, sahip olduğu yüksek sertlik, düşük yoğunluk, yüksek oksidasyon direnci, termal iletkenlik, termal şok dayanımı ve değişmeyen eğme mukavemeti özellikleri ile günümüzde dikkat çeken ileri teknoloji seramik malzemeleri arasındadır. Son zamanlarda, silisyum karbürün şekillendirilmesinde basınçsız sinterleme yönteminin kullanılmaya başlanması bu malzemeye olan ilgiyi daha da artırmıştır.

Daha önceki çalışmalarda, silisyum karbüre belli miktarlarda yapılan bor karbür ilavesinin, farklı sıcaklıklarda silisyum karbürün yoğunluk ve kırılma tokluğu değerlerine yaptığı etki incelenmiş ve olumlu sonuçlar alınmıştır.

Bu çalışmada SiC içine üç farklı oranda B<sub>4</sub>C ilavesi yapılmış, hazırlanan toz karışımları ve % 100 SiC içeren toz ile beraber üç farklı sıcaklıkta sıcak preste sinterlenmiştir. Basınç ve zaman sabit tutularak sinterlemeler 50MPa basınç altında 1 saat süre ile yapılmıştır. Sinterleme sonucu elde edilen malzemelerin mekanik ve mikroyapı özellikleri incelenmiştir. Bor karbür, hacimce % 5; 10 ve 15 oranlarında ilave edilmiştir. Malzeme, 2100°C, 2200°C ve 2250°C sıcaklıklarda sinterlenmiştir.

Yapılan çalışmalar sonucunda, numunelerde sertlik, artan bor karbür ilavesi ve sıcaklığa bağlı olarak artmaktadır. Bor karbür ilavesi yapılmayan numunelerde sertlik değeri 200 ila 500 Vickers iken %15 B<sub>4</sub>C ilavesi yapılmış malzemedede, 2250<sup>0</sup>C' de 2000 Vickers değerine kadar artmıştır. B<sub>4</sub>C ilavesi ve artan sıcaklık, SiC'ün sinterlenebilme özelliğini olumlu yönde etkilemiş, yapıdaki poroziteler azalmış ve daha yoğun bir kompozit elde edilmiştir. B<sub>4</sub>C gevrek bir malzeme olmasına rağmen, sinterlemeye olan bu olumlu katkısı, sıcaklığın da yükselmesiyle beraber eğme mukavemeti değerlerinde de artışa sebep olmuştur.

## **AN INVESTIGATION OF THE PROPERTIES OF HOT PRESSED $\alpha$ -SiC MATRIXED COMPOSITES CONTAINING B<sub>4</sub>C**

### **SUMMARY**

Silicon Carbide, SiC, has received a special attention as advanced ceramic material recently since it offers superior properties such as high hardness, low bulk density, high oxidation resistance, thermal conductivity, thermal shock resistance. Recently, pressureless sintering has received attention as a most extensively practiced forming method for SiC.

The effect of B<sub>4</sub>C addition on the densification of SiC was investigated as a function of temperature by hot pressing. A fine grained microstructure exhibiting high fracture toughness without formation of undesired discontinuous grain growth was obtained with an optimum B<sub>4</sub>C addition.

In this study, B<sub>4</sub>C is added to SiC system in three different compositions and then powder mixtures and 100% SiC are hot pressed at temperatures of 2100°C, 2200°C and 2250°C. Sintering pressure and time held constant, which are 50MPa and an hour. After sintering, specimens are studied by means of mechanical properties and microstructure. Boron carbide is added in ratios of 5%; 10%, 15% in volume.

After sintering processes, hardness is affected by increasing temperature and addition of B<sub>4</sub>C. Specimens without B<sub>4</sub>C additive had hardness values of between 200–500 Vickers while the specimen with 15% B<sub>4</sub>C addition sintered at 2250°C had hardness value of up to 2000 Vickers. Also, increasing temperature and addition of B<sub>4</sub>C effect the relative density of the specimens too because of the improvement in the sintering ability of SiC. In spite of the boron carbides brittle structure, rupture strength also increases with the addition of B<sub>4</sub>C due to its positive influence to the sintering mechanism.

## 1. GİRİŞ ve AMAÇ

Günümüzde ileri teknoloji kompozitlerinin yönlendirdiği yeni bir devrimin ortasındayız. Bu yeni sınıf malzemeler farklı özelliklere sahip bileşimlerin bir araya gelmesiyle birlikte, tek başına kullanılan elementlerden daha fazla üstün özellikleri sağlayarak radikal bir değişime sebep olmuşlardır. Sahip oldukları üstün özellikler teknolojik gelişmeler için onları vazgeçilmez malzemeler yapmıştır. Endüstri temsilcileri bu malzemelerin 21'inci yüzyılda oluşacak ekonomik ticaret alanında kritik bir role sahip olacaklarına inanmaktadırlar [1].

Silisyum Karbür (SiC), yüksek sıcaklıklarda ulaştığı, iyi mekanik özelliklerle ileri teknoloji seramiklerinin en önemlileri arasında yerini almış bir malzemedir. SiC, düşük termal iletkenliğe, düşük termal genleşme katsayısına, yüksek termal şok dayanımına sahip, sert, yarı iletken ve elmasan daha büyük refraktif indeks değerine sahip bir malzemedir. Aşındırıcı bir toz olarak, aşındırıcı takım malzemelerinde ve parlatma işlemlerinde kullanılmaktadır. Silisyum karbür elmas ve bor karbürden daha düşük sertliğe sahip olmakla beraber, çok geniş bir biçimde metal dışı malzemelerin öğütülmesinde, sert malzemelerin son işleme kademelerinde ve seramik parçalarda üretim maliyetinin önemli olduğu zamanlarda dolgu olarak kullanılır.

Bunların dışında, seramik kaplamalarda, aşınma bileşenlerinde; ısıtma elemanlarında; kaplanmış aşındırıcılarda; seramik pompalarda; seramik ve metal matriks kompozitlerde; seramik conta ve halkalarda ve hafıza disklerinde kullanılmaktadır .

SiC, sahip olduğu kovalent yapıdan dolayı tek başına sinterlenmesi çok zor bir malzemedir. Bu sebeple sinterlenmesi sonucunda yoğun bir yapı elde edilebilmesi için, sisteme sıvı veya katı faz sinterleme mekanizmasını hızlandıracak katkı maddeleri eklenir. Bunlardan ikisi de SiC'ün sinterlenebilme özelliğini katı difüzyon prosesiyle hızlandıran karbon ve bordur [2-6].

Bor karbür (B<sub>4</sub>C), yüksek ergime sıcaklığına, yüksek sertliğe, iyi mekanik özelliklere, düşük yoğunluğa, yüksek nötron absorblama özelliğine sahiptir. Ayrıca, kimyasal maddelere karşı direnci oldukça yüksek bir malzemedir. Bor karbür, elmas ve kübik bor nitrür'den sonra bilinen üçüncü en sert malzemedir [1].



Ekonomik olarak elmasdan daha avantajlı olmasından dolayı bor karbür aşındırıcı ve parlaticı olarak kullanılmaktadır. Bor karbür, yüksek sıcaklıklarda halojenlere karşı reaktivitesinden dolayı birçok oksit olmayan bor kimyasalının üretiminde kullanılmaktadır. Bor karbürün ince toz halinde kullanıldığı bir başka uygulama alanı ise silisyum karbürün sinterlenmesinde sinterlemeye yardımcı olarak kullanılmasıdır.

Genel olarak teorik yoğunluğa yakın bor karbür malzemeleri sıcak presleme, sinterleme ve sıcak izostatik presleme yöntemleriyle elde edilir. Bu işlem vakum veya argon atmosferi altında, grafit kalıplar kullanılarak sıcak presleme yöntemi ile 1900-2200° C sıcaklıkları arasında uygulanmaktadır.

Bor karbürün başlıca kullanım alanları arasında üfleme memeleri, tel çekme işleminde kullanılan kalıp malzemeleri, nükleer reaktörlerde nötron absorblayıcı malzemeler sayılabilir. Ayrıca düşük yoğunluk, yüksek elastik modül ve sertlik gibi birtakım üstün özelliklerinden dolayı zırh malzemesi yapımında kullanılan ve bor karbür esaslı seramik-metal kompozitleri araştırmacıların ilgi odağı haline gelmiştir [1,5,6].

Bor karbür ve silisyum karbür kompozitlerin üretimi 1960'lı yıllarda başlamıştır. Genel olarak bor karbür silisyum kompozitler 2000 °C civarındaki sıcaklıklarda sıcak preslenerek nötron emici plakalarda, hafif zırhlı yapımında ve aşındırıcı malzeme olarak kullanılmaktadır. Bor karbür-silisyum karbür kompozitleri hafif personel zırhı ya da havacılıkta zırh malzemesi olarak kullanılmaktadırlar. Ayrıca üretilen zırh malzemeleri düşük kalibreli, düşük hızdaki silahlara karşı koruyucu olurlar. Kompozit malzemeler ekstrüzyon kalıplarında, kum pişirme memelerinde, kağıt yapımında kullanılan makinaların emme kutusu kapaklarında ve şamandıra toplarında kullanılmaktadır [6].

Bu çalışmanın amacı, silisyum karbürün sinterlenme kabiliyetini ve mekanik özelliklerini tokluk, sertlik, eğme mukavemeti, mikroyapı yönünden karbon yoğunluğu fazla olan bor karbür tozu ilavesi ile yüksek sıcaklık ve yüksek basınçta sıcak presleme tekniği ile geliştirmektir.

## 2. TEORİK BİLGİ

### 2.1 Kompozit Malzemeler

Kompozit malzemeler, iki veya daha fazla farklı özellikte malzemenin makro ölçüde bir araya getirilmesiyle üretilir. Bu tasarım kompozitin mikroyapı bileşenlerinden her birinin arzu edilen en iyi özelliklerini sisteme kazandıracak şekilde yapılmalıdır. Böylece malzemenin mekanik özelliklerinin geliştirilmesi amaçlanır. Örneğin mukavemet, mukavemet/yoğunluk, elektrik ve ısı iletkenlik, yorulma ömrü, aşınma direnci, korozyon direnci, yüksek sıcaklık mekanik özellikleri kompozit malzeme sistemleri kullanılarak geliştirilebilecek özelliklerdir. Kısaca kompozit malzemeler belirli bir amaca en uygun özelliklere sahip malzemeler uygun tekniklerle bir araya getirilirler. Yapı bileşenlerinin farklı karakteristik özellikleri kompozit malzeme yapısında bütünleşir. Bu nedenle kompozitin sahip olduğu özelliklerin tümünü tek bir yapı bileşenlerinde görmek mümkün değildir. Kompozit malzemelerde amaç fiziksel, mekanik veya kimyasal özelliklerden herhangi birinin veya birkaçının geliştirilmesine yönelik olabilir. Kompozit sistem matris fazı ile fiber, visker veya partikül şeklinde olabilecek takviye fazı olmak üzere iki bileşenden ibarettir. Kompozit karakteri, matris fazının polimer, metal veya seramik oluşuna göre isimlendirilir. Kompozit malzemelerin avantajları yüksek dayanım, ağırlık azalması, uzun ömür, yüksek korozyon direnci, azaltılabilen veya arttırılabilen termal ve elektriksel iletkenlikleri olarak özetlenebilir. Bu malzemelerin dezavantajları ise yüksek hammadde ve işleme maliyeti, değişken özelliklerde olası zayıflıklar, düşük tokluk, geri dönüşümünün olmaması ve analiz yapımındaki zorluklar olarak öne çıkmaktadır [7]. Mühendislik malzemelerinin geçerli bir tanımlamayla açıklanması 3 şekilde olur:

1) Elementel veya basit seviye: Bu seviyede tek moleküllerin ve kristal kümelerin ve tüm malzemelerin iki veya daha fazla atomdan oluşmaları kompozit olarak adlandırılabilir. Bunlar bileşimleri, alaşımları, polimerleri ve seramikleri içerir; saf elementler hariç tutulur.

2) Mikroyapısal seviye: Bu seviyedeki kristaller, fazlar ve bileşimlerde, kompozit tanımlaması iki veya daha fazla farklı kristallerin, molekül yapılarının veya fazlarının

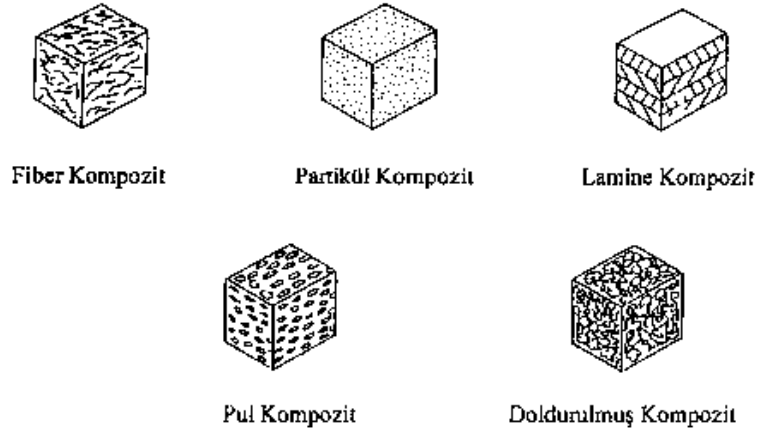
birleşmesiyle oluşmuş bir malzeme diye tanımlanır. Bu tanımlamayla birçok malzeme geleneksel bir biçimde monolitik veya homojen olarak kompozit adıyla tanımlanır. Tek fazlı alaşımlardan örneğin, tunç bu tanımlamayla monolitik, çelik yani karbon ve demirin çok fazlı alaşımı ise kompozit olur.

3) Makroyapısal seviye: Bu seviyede ise farklı makro bileşenlerden oluşmuş malzeme sistemlerinden bahsedilir, bunlar ise matriksler, partiküller ve fiberlerdir.

Sonuç olarak kompozit malzeme, iki veya daha fazla makro bileşenlerin farklı şekil ve oranlarda karıştırılmasından oluşan bir malzeme sistemidir.

Şekil 2.1’de görüldüğü gibi literatürde kompozitler 5 grupta sınıflandırılmaktadır:

- 1- Fiber kompozitler
- 2- Pul kompozitler
- 3- Partikül kompozitler
- 4- Doldurulmuş kompozitler
- 5- Lamine kompozitler [7]



**Şekil 2.1:** Kompozit Çeşitleri

Kompozitler çeşitli avantaj ve dezavantajlara sahiptirler,

Avantajları:

- a- Ağırlık azalması (yüksek dayanım (veya sıklık)/ağırlık oranı),
- b- Çok farklı yükleme koşulları (fiber-fiber),
- c- Uzun ömür (yüksek korozyon direnci),
- d- Düşük üretim maliyetleri,
- e- Arttırılmış (veya azaltılmış) termal veya elektrik iletkenlikleridir.

Dezavantajları ise;

- a- Yüksek hammadde ve işleme maliyeti,
- b- Değişken özelliklerde olası zayıflıklar,
- c- Düşük tokluk,
- d- Geri dönüşümünün olmaması,
- e- Birleştirmede görülen zorluklar,
- f- Analiz, yapımındaki zorluklardır [7].

## 2.2 Karbürler

Karbürler tipik kırılğan seramik malzemelerdir. Metallerin aksine karbürler belirgin bir tokluk göstermezler. Metallerin özellikleri olarak akma mukavemeti, yüksek dayanım ve tokluk verilirken, seramiklerin dayanımları uygulanan yüke bağlı hatanın fonksiyonunun olasılığı olarak Weibull noktası diye gösterilir. Karbürlerin ve diğer seramiklerin mekaniksel özellikleri, mukavemet sınırı hatalarının oluşması ile sınırlanır ve belirlenir.

Seramiklerin etkili olduğu mukavemet seviyelerinde, dayanım sınırı hataları birkaç mikron mertebesindedir. Nitekim karbürün mukavemeti üretim proseslerinin kontrolü ve tozun hazırlanmasıyla belirlenir.

Bu sınırlamalara ilaveten tüm seramik malzemelerin mekaniksel özellikleri, onların yüzeylerine, son işlem ve muhafaza durumlarına bağlıdır.

Üç genel karbür grubu vardır:

- 1- İyonik karbürler (Na, K, Ca, Al ile)
- 2- Kovalent karbürler ( $B_4C$ , SiC)
- 3- Geçiş metallerinden üretilmiş karbürler (Ti, Ta, Cr, Mo, Fe, Co, Ni ile) [7].

## 2.3 Silisyum Karbür (SiC)

Silisyum karbür en çok kullanılan yapısal seramiklerden bir tanesidir. 1970'li yıllardan beri birçok yeni uygulamaları bulunmuştur. Sahip olduğu birçok özellik, karmaşık mühendislik şekillerinde, silisyum karbür, tungsten karbür yerine çekici bir aşınma direnci uygulayıcısı olarak kullanılmaya başlanmıştır. Silisyum nitrürle kıyaslandığı zaman, silisyum karbürü elde etmek için kullanılan hammaddeler daha ucuzdur ve sonuç olarak elde edilen ürünlerdeki maliyetler tungsten karbürden düşük olduğu için rekabet koşulları yüksektir [4,8-10].

### 2.3.1 Silisyum Karbürün Özellikleri

Karbür bileşikler sınıfında yer alan silisyum karbürün, atomik ağırlığı 40,1 g/mol ve yoğunluğu 3,21 g/cm<sup>3</sup> tür. Silisyum karbür kısaca “SiC” olarak da ifade edilmektedir. Doğada bileşik olarak bulunmamasına rağmen, ana bileşenleri olan silisyum ve karbona, oldukça bol miktarda rastlanmaktadır. Bu malzeme çok sert, aşındırıcı bir malzeme olup, yüksek sürünme mukavemetine sahiptir. İndirgeyici atmosferde, erozyon ve kimyasal etkileşimlere karşı mükemmel bir direnç gösterir [6,8]. Tablo 2.1’de silisyum karbürün genel özellikleri belirtilmiştir.

SiC, bu özellikler sonucunda muazzam bir termal şok dayanımı sergiler. Termal iletkenlik kristal yapıda çözünen safsızlıkların varlığından etkilenir. Yüksek saflıkta ticari silisyum karbür elde etmek zordur, çünkü sinterleme için eklenen safsızlıklar veya reaksiyon bağlamada kullanılan silisyumda bulunan safsızlıklar bunu engeller. Sinterlenmiş silisyum karbür, seramik malzemeler içerisinde en dayanıklı olanlardan birisidir. Mukavemetin sınırlanması kristalit aglomeratlara, aşırı büyüme, uzamış tanelere ve porozite gibi hatalara bağlıdır.

**Tablo 2.1:** Silisyum Karbür malzemelerin fiziksel özellikleri [6,8]

SiC malzeme tipi	Yoğunluk (gr/cm <sup>3</sup> )	Sertlik (Vickers)	Young Modülü (GPa)	Genleşme Katsayısı- $\alpha$ 30-1500 °C (10 <sup>-6</sup> /K)	600°C’de termal iletkenlik (W/mK)	Eğme Muk. 20°C (MPa)	Eğme Muk. 1400°C (MPa)
K-SiC	2,55	-	100	5,8	16	30	20
R-SiC	2,60	-	240	5,0	28	100	100
RB-SiC por.	2,60	-	250	5,0	25	250	250
RB-SiC yoğ.	3,18	-	280	4,2	-	350	-
Si-SiC	3,12	-	400	4,3	60	350	200
S-SiC	3,15	-	410	4,9	50	430	450
HP-SiC	3,20	-	450	4,5	55	640	650
HIP-SiC	3,21	3100	450	4,5	75	640	610
HIPS-SiC	3,19	-	430	4,8	50	450	450

K; kristalize, R; rekristalize, RB; Reaksiyon bağlı, S; sinter, HP; sıcak pres, HIP; sıcak izostatik pres, HIPS; sıcak izostatik presle sinterleme

Silisyum karbürün ticarileşmesini sağlamış özelliklerinden birisi sertliğidir. Achosan silisyum karbürün sertliğini keşfettiği zaman elması dahi kesebilecek bir yetenekten bahsetmiştir. Bu yetersiz bir açıklama dahi olsa silisyum karbür en etkili aşındırıcılardan biridir. Bor karbür kadar sert değildir ancak silisyum karbür kabuksal bir bileşim sergileyerek malzeme sıyırma işlemlerinde etkili olmaktadır. Silisyum

karbürün sertliği kristalografik yönlere, varolan safsızlıklara ve parlatılmış yüzeyler gibi farklı durumlara bağlı olarak değişir. Ölçüm ortamı dahi sertliği etkileyebilir [8,9]

Silisyum karbürün değerli bir mücevher taş olması gerektiği söylenmektedir. Çok geniş bir renk dağılımında; renksiz (saf a/hegzagonal), sarı (p/kübik), yeşil (azot veya fosfor daldırılmış), mavi (alüminyum daldırılmış), kahverengi (bor daldırılmış) ve siyah (yoğun bir şekilde alüminyum daldırılmış) hazırlanabilir. Silisyum karbür manyetik özellik göstermemektedir [6].

### 2.3.2 Silisyum Karbürün Kristal Yapısı

Sentetik bir malzeme olan silisyum karbür iki farklı kristal yapıya sahiptir. Bu kristal yapıların biri; 1400-1800°C’de oluşan “β” formundaki kübik yapı, diğeri ise; 2000°C’de oluşan “α” formundaki hegzagonal kristal yapıdır [2].

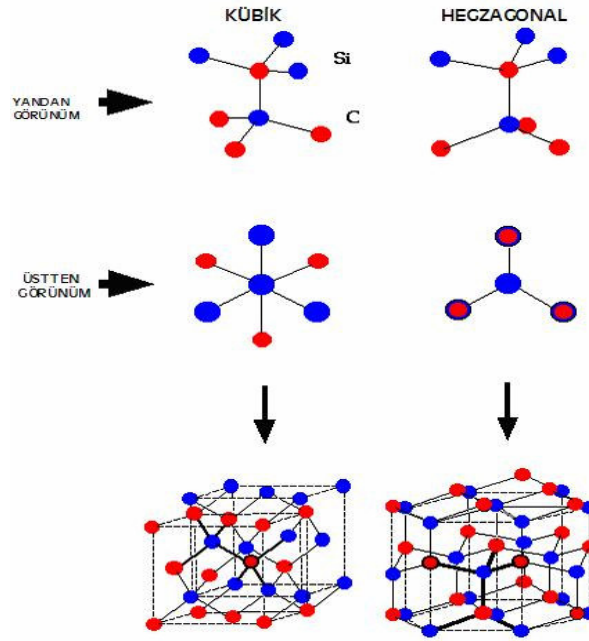
Bu yapılarda görülen farklılıklar aslında kümeleşmede görülen dizilmelerdir. Bütün silisyum karbür yapıları hegzagonal çift katmanlardan meydana gelmiştir ve burada bir hegzagonal düzlemde bulunan bir katman karbon atomları diğeri bir katmanda bulunan hegzagonal silisyum atomlarının üstüne yerleşmişlerdir. Bu silisyum karbür yapısında her karbon atomu 4 silisyum atomu tarafından tetrahedral biçimde çevrelenmiş ve her silisyum atomu ise 4 karbon atomu tarafından yine tetrahedral biçimde çevrelenmiştir.

Kristal simetrideki farklılıklar hegzagonal katmanlardaki farklı dizilmeler sonucu ortaya çıkmaktadır. Kübik silisyum karbürde her çift katman diğeri alt katmandakiyle değişerek dizilirler.

Si ve C valans seviyelerinin yarı dolu olmasından dolayı güçlü kovalent bağ yaparlar. Her iki element de hibrit durumuna ve  $sp^3$  hibritlerine kolay geçmektedir, (her ikisinin de yarı dolu olduğu için) böylece üç boyutlu kovalent bağ oluşur. SiC’ün karakteristik yapı elementi bir düzgün dörtyüzlüdür. Her elementin her atomu, diğeri elementin dört atomuyla çevrilmiştir. Dörtyüzlü her üç Si ve üç C atomu (111) ve (0001)’ e paralel katmanlar şeklinde duran açılanmış altıgenler oluşturacak şekilde düzenlenmiştir. Si ve C atomları baştan başa birbirini takip eder ve katmanlar en yoğun bilge dizilişinin kübik ya da hegzagonal oluşuna göre ABC veya AB ritimlerinde tekrarlanabilir. Kristal şekline bağlı olarak kübik elmas yapısı ve hegzagonal yapıları meydana gelir. Şekil 2.2 birbirine çok yakın olan bu iki yapıyı

göstermektedir. SiC'ün  $\alpha$  formu hegzagonal vurtzit yapıdadır. Beta-formu kübik ham sfalerit yapısındadır [3,4,6].

Silisyum karbürün en yaygın kullanımı ve mühendislik uygulamalarında tavsiye edileni; "3C" kübik yapılı  $\beta$ -SiC dür.4H, 6H, 15R gibi diğer tipleri ise;  $\alpha$ -SiC kristal yapıdadırlar [2].



Şekil 2.2: Kübik ve hegzagonal SiC yapısı

### 2.3.3 Silisyum Karbürün Şekillendirme ve Sinterlenmesi

Silisyum Karbür, erimeden kimyasal bozunmaya uğradığı ve kovalent bağına sahip olduğu için, basınçsız ve katkısız konvansiyonel metotlarla sinterlenmesi oldukça güç bir seramik malzemedir. Procheska düşük oksijen içerikli mikronaltı  $\beta$ -Silisyum Karbürü, %0,5 bor ve % 1 karbon katkılarıyla 1950-2100 °C'de vakum ve inert atmosferde, %96-99 yoğunluğa sinterlemiştir[2,3].

Silisyum karbürün yaygın olarak kullanılanları, silikonize silisyum karbür (SiSiC) ve basınçsız sinterlenmiş silisyum karbürdür. Silisyum karbür seramikleri genel olarak dört ana grupta sınıflandırılırlar. Bunlar;

- 1.Reaksiyonla sinterlenmiş (Silikonize) SiC,
- 2.Sıcak preslenmiş SiC,
- 3.Sıcak izostatik preslenmiş SiC,

4. Basıncısız sinterlenmiş SiC' dir.

Silikonize SiC üretiminde; SiC ve karbon karışımından numune hazırlanır. Karbon içeren bünyeye sinterleme sıcaklığında silikon emdirilir. Numune bünyesinde serbest olarak bulunan karbon, "Si" ile tepkimeye reaksiyona girerek, silisyum karbürü netice verir.

Silisyum karbürün basınçla sinterlenmesinde; mikronaltı SiC tozları, %1'lik katkı maddeleri (Al+karbon veya bor+karbon) ile, inert atmosferde % 95-99'luk yoğunluğa sinterleşmektedir.

Silisyum karbürün basınçla sinterlenmesinde; küçük taneli toz kullanımı ve tozun başlangıçtaki kimyasal yapısı önemli bir unsurdur. Bünyeye bor ilavesi ise; hacimsel difüzyonu hızlandırır. Yapıdaki düzensiz karbon dağılımı ve düzensiz tane büyümesinden kaçınılması gerekmektedir. Kullanılan tozun  $\beta$ -SiC kristal yapıda olması halinde, sinterleme sonucunda bazı kristallerin  $\alpha$ -SiC'ye dönüştüğü tespit edilmiştir [14].

Ticari silisyum karbür ürünleri farklı kullanım koşullarına göre üç farklı şekilde şekillendirilirler. Birinci yöntemde silisyum karbür tozu reçine, cam, silisyum nitrür veya metal gibi bir ikinci malzemeyle karıştırılır. Daha sonra bu kompozit malzeme ikinci fazın yeni bir bağ oluşturması için işleme tabi tutulur.

Silisyum karbür tozu karbon veya silisyum metal tozlarıyla karıştırılarak reaksiyon bağları oluşturulur. Karbon silisyum buharıyla reaksiyona girerek silisyum karbür bağı oluşturur veya silisyum metal tozu azotla reaksiyona girerek silisyum nitrür bağı oluşturabilir. Her iki durumda da bir reaksiyon bağı oluşmaktadır.

1960'lı yılların başlarında çok ince silisyum karbür tozların (<1 $\mu$ m) bor karbür katkısıyla yoğunlaştırılıp sinterlenebileceğini bulmuştu. 1970'li yılların ortalarında ise Prochaska ve arkadaşları prosesi optimize ederek yüksek yoğunluklu sinterlenmiş silisyum karbür elde etmişlerdir.

Her iki işlemde de avantajlar olduğu kadar sınırlamalar da bulunmaktadır. İkinci fazla meydana gelen bağlar birçok aşındırıcı veya çoğu refrakter uygulamalar için standarttır. Bağ fazlarının özelliklerine rağmen ürünler uygulamalarda sınırlı kalmışlardır. Buna rağmen bu tür ürünler en ekonomik olanlardır.

Kendinden bağlı silisyum karbür genellikle boşluklarında bir miktar serbest reaksiyona girmemiş silisyum metali içerir. Bu metal silisyumun ergime noktasının



(1400° C) üzerindeki sıcaklıklarda erir. Reaksiyon bağı oluştuktan sonra vakum ortamında tekrar pişirilerek veya karbon fazlası ortamda giderilebilir. Kendinden bağlı silisyum karbür sinterlenmiş malzemeye oranla daha iyi oksidasyon direnci sergiler. Sinterlenmiş silisyum karbür, özellikle tane büyüme olayını ve diğer mukavemet sınırlayıcı özelliklerini önlemek için özenle hazırlanmış hali, oksidasyonun sınırlayıcı faktör olmadığı durumlarda mekaniksel özellikler için bir seçenektir. Sinterlenmiş silisyum karbür, bor ve serbest karbon içeriğinden dolayı reaksiyona bağlı malzemedan düşük oksidasyon direncine sahiptir. Serbest karbon bünyede oksidasyona ve gözeneklerin gelişmesine yol açar. Oksidasyon sırasında bor, borik asit üretir ve bu da koruyucu silika katmanının akışkanlığını artırır ve dolayısıyla oksidasyon direnci düşer [2,7,12].

#### **2.3.4 Silisyum Karbürün Kullanım Alanları**

Silisyum karbür, ileri teknoloji malzemelerine ihtiyaç duyulan çok yerlerde kullanılmakla birlikte, genel olarak saflık seviyelerine göre; metalürjik, abrazif ve sinter amaçlı olmak üzere, üç ana grupta sınıflandırılmaktadırlar .

Yüksek saflıktaki (yeşil renk) silisyum karbür, mühendislik seramiklerde sinter amaçlı kullanılırken, saflığın % 97.5 veya daha düşük olması durumunda, söz konusu malzeme abrazif ve refrakter amaçlı olarak kullanılırlar. Saflığın % 90'ın altına düşmesi durumunda ise, metalürjik uygulamalarda kullanılırlar.

Yüksek performans seramiklerinde, en çok kullanılan reaksiyon sinterlenmiş ve sinterlenmiş silisyum karbürdür. Bu tür ticari uygulamalarda sertlik, kimyasal saflık ve aşınma dirençli karakteristiklerinden dolayı kullanılır.

Bu uygulamalardan birçoğu, kimyasal işlem endüstrisi için kaplamalar ve valfler, kum boruları için memeler, hidrosiklonlar, lens kalıpları, roket memeleri, sprey kurutma için aşınma plakalarıdır [7,13,14].

Aşınma, erozyon dirençli silisyum karbür uygulamaları ise havacılık endüstrisinde pompa, taşıma, yağ, yakıt deposu, pompa malzemeleri ve kalıplarda kullanılır. Isı dayanımından dolayı uzay teknolojisinde de yüksek sıcaklık roket meme bağlantılarında, ısı değişim tüplerinde, difüzyon fırını parçalarında kullanılır[10].

Ayrıca seramik motorlarda ve turboşarj kısımlarda silisyum karbür uygulamaları deneme aşamasındadır. Türbin motorlarında uygulamaları artmaktadır. Silisyum karbür bilgisayar çiplerinde de kullanılır.

Yüksek termal iletkenliklerinden dolayı uzay teknolojisinde lazer aynaları olarak kullanılmakta ve savunma sanayinde çalışmalar yapılmaktadır. Silisyum karbürün balistik etki dayanımı düşük olmasına rağmen, seramik zırh malzemesi olarak da uygulamaları mevcuttur [7,13,14].

## **2.4 Bor Karbür (B<sub>4</sub>C)**

Bor karbür, günümüzde ilgi çeken metal dışı sert malzemelerin (alumina, silisyum karbür, silisyum nitrür, elmas, kübik bor nitrür) arasında önemli bir yere sahiptir. Sahip olduğu yüksek ergime noktası, yüksek sertlik, iyi mekanik özellikler, düşük özgül ağırlık, kimyasal etkenlere karşı gösterdiği yüksek direnç, yüksek nötron absorblama kabiliyeti gibi özellikleriyle ileri teknoloji uygulamalarında sıklıkla tercih edilen bir malzeme olmuştur. Tüm bu avantajlarına rağmen, bor karbür malzemelerinin sahip olduğu düşük kırılma tokluğu bu tür malzemelerin en büyük dezavantajıdır [5].

İçerik bakımından yaklaşık % 80 bor ihtiva etmesi, bileşiğin yüksek ergime noktası ve iyi kimyasal ve fiziksel kararlılığından dolayı nötronların absorbe edilmesinde bor karbür daha etkin ve daha ekonomiktir. Yüksek bor içeriği, bor karbürü diğer bor bileşikleri üretmede önemli bir kaynak kılmaktadır. Elmastan ekonomik olarak daha avantajlı olmasından dolayı aşındırıcı ve parlaticı olarak da kullanılır .

Bor karbür oldukça sert ve düşük yoğunluklu bir malzemedir. Ancak, bor karbürün yaygın kullanımı, gevrek kırılmaya karşı hassasiyetinden ve tamamen yoğun, hiçbir içyapı kusuru içermeyen uniform bir malzeme elde edilmesindeki zorluklardan, üretiminde kullanılan yöntemlerin hem pahalı hem de seri üretime uygun olmamasından ve bu yöntemlerin karmaşık şekilli parçaların üretimine izin vermemesinden dolayı sınırlanmaktadır [1,5,15].

### **2.4.3.1 Bor Karbürün Özellikleri**

Bor karbür, düşük yoğunluk, çok yüksek mekanik, çok iyi kimyasal direnci ve nükleer özellikleri gibi avantajlarının yanında düşük kırılma tokluğu ve yüksek yoğunluklu malzeme üretimi için sinterleme koşullarının çok zor olması gibi dezavantajları bulunmaktadır.

**Tablo 2.2:** Bor Karbürün genel özellikleri [1,5]

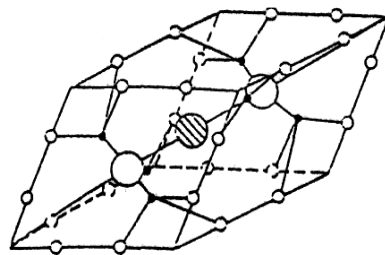
B <sub>4</sub> C malzeme türü	Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	Sertlik (Vickers)	Eğme Muk. (Mpa)	Young Modülü (Gpa)	Termal Genleşme Katsayısı 27-1697°C (10 <sup>-6</sup> /K)	Shear Modülü (Gpa)	Poisson Oranı	Kırılma Tokluğu (Mpa/m <sup>2</sup> )
Sıcak preslenmiş	2,51	-	480±40	441	-	188	0,17	3,6±0,3
Sinterlenmiş (1 % C ağı.)	2,44	3700	351±40	390	5,73	166	0,17	3,3±0,2
Sinterlenmiş (3 % C ağı.)	2,46	-	353±30	372	-	158	0,17	3,2±0,2

Bor karbürün ilgi çeken bazı özellikleri ergime sıcaklığı (2450°C), kaynama noktası (3500°C), sertliği (2900-3580 kg/mm<sup>2</sup>, Knoop, 100g), Young modülü (450-470 GPa), kayma modülü (180 GPa), havada oksidasyon sıcaklığı (875° K'in üzeri), oda sıcaklığında elektrik iletkenliği (140 Ω<sup>-1</sup> m<sup>-1</sup>) ve uzama katsayısıdır (5 x 10<sup>-6</sup> / °K). Nükleer uygulamalar için termal nötron tutma kesiti 600 barn'dır [1,5,6]. Tablo 2.2'de bor karbürün fiziksel özellikleri listelenmiştir

#### 2.4.3.1 Bor Karbürün Kristal Yapısı

Bor karbür bileşimlerinin yapısal dağılımı köşegenlerden birisine paralel olarak uzayan bir küp şeklinde görülür (rombohedron). 3 karbon atomu bu şekilde yerleşmiştir. Köşelerde ise on ikişer adet bor atomu içeren dodekahedronlar bulunur.

İlk bor karbür yapısı 1858 yılında keşfedilmiş olup, daha sonra 1883'te Joly, 1894'te ise Moissan sırasıyla B<sub>3</sub>C ve B<sub>6</sub>C yapılarını tanımlamışlardır. Bor karbürün stokiyometrik olarak B<sub>4</sub>C olarak tanımlanması ise 1934 yılında gerçekleşmiştir. Simge olarak B<sub>4</sub>C olarak gösterilmesine rağmen, bor karbürün gerçekte B<sub>4</sub>C den B<sub>10,5</sub>C ye kadar değişebilen yapıları mevcuttur[7].



- o Bor atomu
- ⊙ Karbon ve diğer bor atomlarıyla bağlı bor
- O Karbon atomu (A tipi)

**Şekil 2.3:** Bor Karbür Kristal Yapısı [6]

B<sub>4</sub>C olarak tarif edilen yapıda, köşegenin iki tarafında bulunan 2 tip karbon bölgesi vardır ve bunlara A-B-A denir. Her A karbon atomu 1 adet yakın karbon komşuya, diğer taraftan B karbon atomu 2 eş yerleşmiş karbon komşulara sahiptir.

B<sub>4</sub>C'de bor konsantrasyonu % 78.25'den % 85 bor'a kadar değişir. En sık kullanılan ticari bor karbür ikinci faz olarak grafit içerir ve bu durum mukavemeti sınırlar. Bir başka mukavemeti sınırlayıcı durum ise bor karbür içinde bulunan ince, uzun ve geniş formdaki lamel grafitir ve bu da yüksek dayanım matrikslerde düzensizliklere ve sonuç olarak gevrek yapılı seramiklere yol açar [5].

#### **2.4.3.1 Bor Karbürün Şekillendirme ve Sinterlenmesi**

Bor karbür ve silisyum karbür gibi kovalent seramik malzemelerin tam olarak yoğunlaştırılması ve saf tek fazlı şekle getirilerek şekillendirilmesi oldukça zordur (Sıcak izostatik presleme HIP dahil). Laboratuvar ölçekli bor karbür yüksek yoğunluklara, aşırı derecede ince öğütülmüş bor karbür tozuna karbon ilavesi ile sinterlenmesiyle ulaşabilmiştir. Daha önceden de belirtildiği gibi karbon fazlası, ideal özelliklerin altında bir kompozite yol açar [6].

Günümüzde bor karbür parçaları genelde sıcak presleme, sıcak izostatik presleme veya basınçsız sinterleme yöntemleriyle üretilmektedir [5].

#### **2.4.3.1 Bor Karbürün Sıcak Presleme İle Şekillendirilmesi**

Sıcak presleme yöntemi endüstride basit parçalar hazırlamak için tercih edilir. Bu proseste optimum yoğunlukta ürün elde edebilmek için; kullanılan tozun tane boyutu 2µm nin altında olmalı, 2373-2473° K sıcaklığına çıkılmalı ve toza 15-45 dak. süreyle 30-40 MPa basınç uygulanmalıdır.

Sıcak presleme yönteminde, yüksek yoğunluğa ulaşabilmek için çıkılması gereken sıcaklığı düşürmek, malzemenin oksidasyon ve termal şok dayanımını arttırmak ve tane büyümesini engelleyip, daha iyi mekanik özellikler elde edebilmek için sisteme Mg, Al, V, Cr, Fe, Co, Ni, Cu, Si ve Ti ilaveleri yapılır. Fakat bu ilaveler üründe safsızlığa yol açacağından, elde edilen bor karbür malzeme nükleer uygulamalarda kullanılamaz [5].

#### **2.4.3.2 Bor Karbürün Sıcak İzostatik Presleme İle Şekillendirilmesi**

Sıcak izostatik presleme, basınçsız olarak sinterlenerek %93-97 teorik yoğunluğa ulaşmış numunelere uygulanır. %1-3 C ilavesi yapılmış numuneler 2000°C de, Ar

atmosferinde, 200 MPa basınçla, 2 saat süreyle HIP lenir. Bu proses sonunda %99 un üzerinde teorik yoğunluğa erişildiği gibi, porozitelerde azalma meydana gelir, mekanik özellikler iyileşir ve aşınma direnci gelişir [5].

#### **2.4.3.3 Bor Karbürün Basıncsız Sinterlenmesi**

Bor karbürün, güçlü bağlara, düşük platisiteye sahip bir malzeme olması, tane sınırında meydana gelecek kaymalara karşı yüksek direnç göstermesi, bu malzemenin sinterlenmesini zorlaştıran etkenlerdir. Bu yöntemle teorik yoğunluğa yakın değerlere ulaşabilmek için; kullanılan bor karbür tozlarının 3µm den küçük boyutta olması ve bor karbürün ergime sıcaklığına yakın değerlerde (2523-2553°K) çalışılması gereklidir.

Sinterleme esnasında, 2073°K de malzemede yeniden kristalleşme meydana gelir ve 2273°K in üzerinde taneler hızlı bir büyüme gösterir. Sinterleme sonunda mikroyapıda oluşan bantlaşma, malzemenin yüksek sıcaklıkta tavlanmasıyla giderilebilir. Bor karbürün basıncsız olarak sinterlenmesi, bir takım katkı maddeleri (SiC+Al, B+C, B+Si, W<sub>2</sub>B<sub>5</sub>, TiB<sub>2</sub>+C) kullanılarak da denenmiştir. Sisteme yapılan bu ilaveler sonuç olarak daha yoğun bir ürün elde edilmesini sağlamış, fakat meydana gelen aşırı tane büyümeleri malzemenin mekanik özelliklerini olumsuz yönde etkilemiştir [5].

#### **2.4.4 Bor Karbürün Kullanım Alanları**

Bor karbürün en yaygın endüstriyel uygulaması aşındırıcı olarak kullanılmasıdır. Boyutları 1µm den 10 mm ye kadar değişen bor karbür tozları, semente karbürler gibi sert malzemelerin zımpara ve parlatma işlemlerinde kullanılır. Ayrıca bor karbür bu işlemler için kullanılan bir başka malzeme olan elmaştan daha ekonomiktir.

Bor karbürün bir başka uygulama alanı ise, yüksek aşınma direncinden yola çıkılarak kum üfleme nozüllerinin üretiminde kullanılmasıdır. Su jetiyle yapılan kesme işlemlerinde de bor karbür nozüller kullanılır. Bu işlemler için kullanılacak bor karbür, sıcak presleme ile üretilir.

Bor karbürün yaygın bir diğer üretim alanı ise, düşük yoğunluğundan dolayı zırh malzemesi yapımında kullanılmasıdır. Seramik zırh malzemeler genellikle savaş uçaklarında ağırlığın azaltılması yönündeki katkılarından dolayı tercih edilmektedir [5].

Bor karbür bunların dışında refrakter endüstrisinde kullanılan Mg-C tuğlalarında antioksidan malzeme, nükleer endüstride nötron absorblayıcı, uzay roketlerinde katı yakıt ve kaynak teknolojisinde elektrot olarak, bilgisayar diskleri, yapay bağlantılar gibi medikal uygulamalarda, bisiklet gövdesi, golf sopası sapı gibi tüketici ürünlerinde ve SiC'ün yoğunlaştırılması sırasında sinterlemeye yardımcı malzeme olarak kullanılmaktadır [1,16].

## **2.5 Silisyum Karbür-Bor Karbür Kompozitler**

### **2.5.1 Silisyum Karbür-Bor Karbür Kompozitlerin Özellikleri**

Silisyum karbürün özellikle mükemmel termal şok dayanımı, oksidasyon dayanımı, yüksek kırılma tokluğunun; bor karbürün sertlik, aşınma dayanımı ve düşük yoğunluk gibi özelliklerin birleşmesiyle silisyum karbür ve bor karbür tozları farklı oranlarda karıştırılarak arzulanan özelliklerde değişik amaçlar için kullanılmaktadır [17]. Bor karbür bu tip uygulamalar için uygun bir malzemedir ancak gevrek olması, düşük ısı dayanımı, yüksek sıcaklıklarda mukavemet azalması ve düşük termal şok dayanımı bor karbürün negatif yönleridir[18]. Bor karbürün kompozitteki varlığı elde edilen ürünün özelliklerini etkilemektedir. Kompozitteki bor karbür miktarının artması sinterlenmiş üründe yoğunluğun düşmesine, oksidasyon dayanımının azalmasına ancak daha hafif bir kompozit oluşmasına yol açar [19]. Ayrıca bu tür kompozitler yüksek ısı dayanımı ve çarpmaya karşı mukavemet sergilemektedir [18].

### **2.5.2 Silisyum Karbür-Bor Karbür Kompozitlerin Kullanım Alanları**

Bu tür kompozitler bazı tip memelerde, türbin motorlarında, ısı ileten tüplerde ve potalarda olduğu gibi çok farklı uygulamalarda kullanılabilir [18].

### **2.5.3 Silisyum Karbür-Bor Karbür Kompozitlerin Üretim Teknolojileri**

Bor karbür silisyum karbür kompozitlerin üretimi 1962 yıllarında başlamıştır. İlk çalışmalarda % 10-90 arası değişen bor karbür-silisyum karbür tozları grafit kalıplarda 48.2 MPa basınç altında 2100°C'de sıcak preslenmiştir. Benzer bir çalışmada ise % 20-50 arası bor karbür içeren bor karbür-silisyum karbür plakaları 5 µm silisyum karbür ve 2 µm bor karbür tozlarının grafit kalıplarda 34.5 MPa basınç altında 2200°C'de sıcak preslenmesiyle elde edilmiştir. Basıncılı sinterleme tekniğiyle üretilen kompozitlerde karmaşık şekilli parçaların üretimi kısıtlıdır. Sadece küçük ve basit şekilli parçalar bu yöntemle üretilebilir. Ayrıca bu işlem çok yüksek enerji

kullanımı ve kalıplama malzemesi gerektirmektedir. Kompozit malzemeler çok sert olduğundan elmas takımlarla yüzey işlemine tabi tutulması gerekmektedir ve bu da pahalı ve zaman alıcı bir yöntemdir. Yapılan çalışmalar sonucu pahalı sıcak presleme işlemlerinden basınçsız sinterleme proseslerine geçiş olmuştur [17].

Bor karbürün düşük oksidasyon dayanımı oksitleyici atmosferlerde 600°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda kullanılamamasına yol açar. Silisyum karbürün ilavesi, bor karbür seramiklerinin oksidasyon dayanımını geliştirmektedir. Talmy ve arkadaşları yapmış oldukları çalışmada gelişmiş oksidasyon dayanımı ve tokluğuna sahip bir bor karbür - silisyum karbür kompoziti elde etmeye, ayrıca yeni bir üretim metodu geliştirmeye çalışmışlardır. Bu çalışmada silisyum karbür kaplanmış bor karbürün ve ardından silisyum karbür tanelerinin, silisyum karbür kaplanmış bor karbüre eşit olarak dağılımı gerçekleştirilmiştir. Bu kompozitin üretimi ise silisyum karbür tozunun karbonla reaksiyonu ile oluşur. Kullanılan silisyum borür SiB<sub>4</sub>, SiB<sub>6</sub> veya her ikisinin karışımından; karbon tozu ise tercihen karbon isi, grafit tozu veya karışımlarından oluşmaktadır.

Reaksiyonlar aşağıda verildiği gibi oluşur:



Birinci denklemin sonucunda % 64 bor karbür ve % 36 silisyum karbür içeren (porozitesiz), ikinci denklemin sonucunda ise % 73 bor karbür ve % 27 silisyum karbür içeren (porozitesiz) bor karbür silisyum karbür kompoziti oluşur. Üretimin ilk aşamasında silisyum borür ve karbon karışımının inert ortamda ısıtılması tercihen 1600-1850 °C arası, daha çok 1750-1825 °C'de ve en çok da 1800 °C'de yapılır. 1800 °C'de bir saatlik işlemden sonra reaksiyon tamamlanır. Daha düşük sıcaklıklarda yapılan işlemlerde ise reaksiyon süresi uzamaktadır. Reaksiyonlar 0-10 MPa basınç altında uygulanır. Basınçsız üretilen bor karbür-silisyum karbür kompoziti ise % 25 poroziteye sahiptir. Bu kompozit yapı ise uygun bir metalin veya seramik malzemenin infiltrasyonu için seramik ön yapı olarak kullanılabilir [20]. Şekil 2.9 da Si-B-C üçlü denge diyagramı verilmiştir.

Üretimin ikinci aşamasında ise birinci aşamada oluşan bor karbür silisyum karbür kompoziti yoğunlaştırmak için sıcak presleme 1900-2300 °C arası inert atmosferde yapılır. Presleme sıcaklıkları 2000-2200 °C arası iyi, 2050-2150 °C arası çok iyi

sonuç verir. Tam yoğunlaşmış kompozit ise 2100 °C'de 20 MPa basınç altında 30 dakika süreyle presleme sonucu elde edilir [20].

#### 2.5.4 Konuyla İlgili Yapılmış Çalışmalar

Tane boyutu 0,45 µm olan SiC tozun içerisine tane boyutu 0,15 µm ve yüzey alanı 16 m<sup>2</sup>/g olan B<sub>4</sub>C tozundan ağırlıkça %10 – 30 oranında olan kullanılarak 2080 °C sıcaklıkta 20 dakika süreyle 200 mm. argon basıncı altında yapılan sıcak presleme işleminde % 97 mertebesinde rölatif yoğunluk değerine ulaşılmıştır.

Elde edilen nihai malzemelere uygulanan üç noktadan eğme mukavemeti testlerinde ise 74000 psi ± 15000 psi değerlerine (yaklaşık olarak 510 MPa) ulaşılmıştır. Çalışma sıcaklık aralığı olarak ise optimum bölge 2050 °C - 2180 °C olarak seçilmiştir; maksimum değer olarak ise, herhangi bir ergimeye ve sıvı faz oluşumuna sebebiyet vermemek maksadıyla, SiC-B<sub>4</sub>C ötektik sıcaklığı olan 2250 °C'nin hemen altı olan 2200 °C'dir.

2000 °C'nin altındaki çalışma sıcaklıklarında % 85 mertebesindeki rölatif yoğunluk değerleri elde edilememiştir.

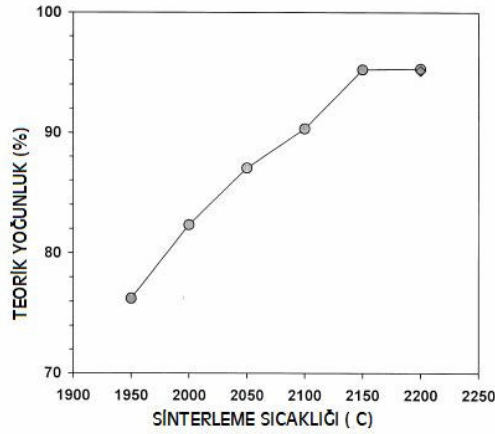
B<sub>4</sub>C-SiC bileşimi kullanılarak yapılmış diğer bir çalışma ise, tane boyutu 0,25 µm olan B<sub>4</sub>C ve SiC tozları B<sub>4</sub>C bilyelerle polietilen şişede asetonla 48 saat süreyle karıştırılmışlardır. B<sub>4</sub>C-%30 SiC ağ.- B<sub>4</sub>C olacak bir biçimde 3 katman halinde ve yine aynı B<sub>4</sub>C-%30 SiC ağ. -B<sub>4</sub>C bileşiminde 9 katman halinde, 2150 °C sıcaklıkta 50 – 60 dakika süreyle 30 MPa basınç altında 100 °C/dak. ısıtma hızıyla sinterlenmiştir. Elde edilen eğme mukavemeti değerleri ise, 3 katmanlı bileşim için 632 MPa ve 9 katmanlı bileşim içinse 662 MPa olarak saptanmıştır. Sinterleme esnasında herhangi bir sıvı faz oluşumu söz konusu olmamıştır.

Bir başka çalışma ise, B<sub>4</sub>C-SiC bileşiminde % 0 ila 30 B<sub>4</sub>C içeren kompozisyonlarla yapılmış olan çalışmadır. Tane boyutu 15 µm'dan küçük ve yüzey alanı 15 m<sup>2</sup>/g olan B<sub>4</sub>C tozundan ağırlıkça %10 – 30 oranında olan kullanılarak 2050 °C sıcaklıkta 60 dakika süreyle argon basıncı altında yapılan sıcak presleme yöntemi kullanılmıştır. Silisyum karbür matrisi içerisindeki bor karbür oranları değiştirilerek (% 2-8, %16-19 ve %20-30) mikroyapıda meydana gelen değişimler potasyum tuzlarıyla yapılan parlatma ve dağlama işlemleri sonucunda incelenmiştir [6].

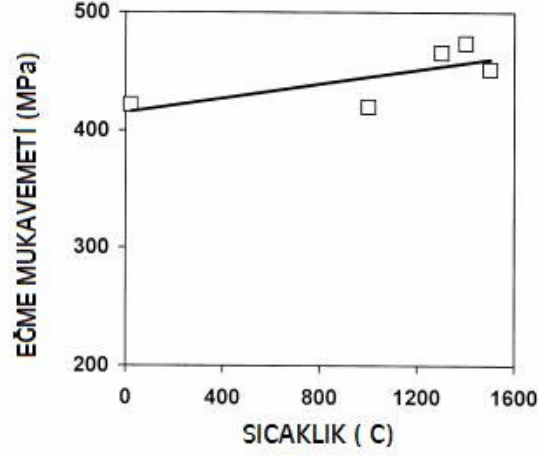
2000 yılında Magnani ve arkadaşları tarafından yapılan bir çalışmada ise tane boyutu 0,6 µm, yüzey alanı ise 20 m<sup>2</sup>/g olan SiC, 0,7 µm tane boyutu ve 17 m<sup>2</sup>/g yüzey



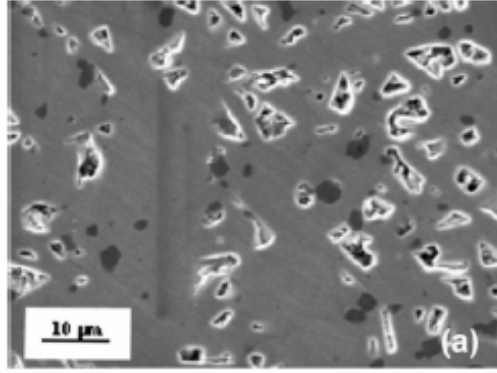
alanına sahip  $B_4C$  tozuyla ağırlıkça % 5 oranında karıştırılmış, bu karışıma ayrıca yine ağırlıkça % 1 oranında karbon siyahı ilave edilmiştir. Elde edilen malzemeye önce soğuk preste tek eksenli olarak 67 MPa basınç uygulanmış, elde edilen kompakt 300 MPa basınçta soğuk izostatik preslenmiştir. Preslenen malzeme 1950-2200°C aralığında farklı sıcaklıklarda Ar atmosferinde, 1 atm basınç altında 30 dak. süreyle, 22°C/dak ısıtma hızıyla sinterlenmiş ve elde edilen numunelerin yoğunluk, sertlik ve eğme mukavemeti değerleri belirlenmiş, mikroyapıdaki değişimler incelenmiştir. Elde edilen değerler sonucunda,  $B_4C$  varlığının SiC ün sinterlenme kabiliyetini geliştirdiği görülmüş, sinterleme sıcaklığındaki artışın ise, yoğunluk ve eğme mukavemeti değerlerini olumlu yönde etkilediği gözlemlenmiştir[21]. Çalışmada elde edilen mekanik deney sonuçlarının grafikleri Şekil 2.4 ve 2.5'te, parlatılmış  $B_4C$ -SiC numunesinin SEM görüntüsü ise Şekil 2.6'da verilmiştir.



**Şekil 2.4:** %95SiC-%5 $B_4C$  Kompozitinde Sinterleme Sıcaklığının Teorik Yoğunluğa Etkisi [21]

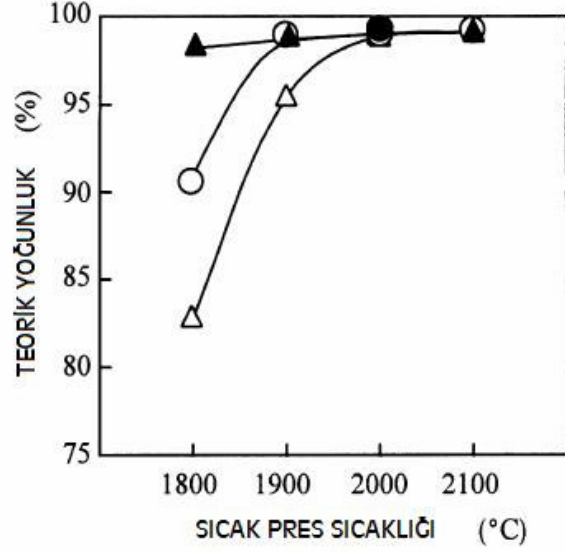


**Şekil 2.5:** %95SiC-%5B<sub>4</sub>C Kompozitinde Sıcaklığın Eğme Mukavemetine Etkisi [21]



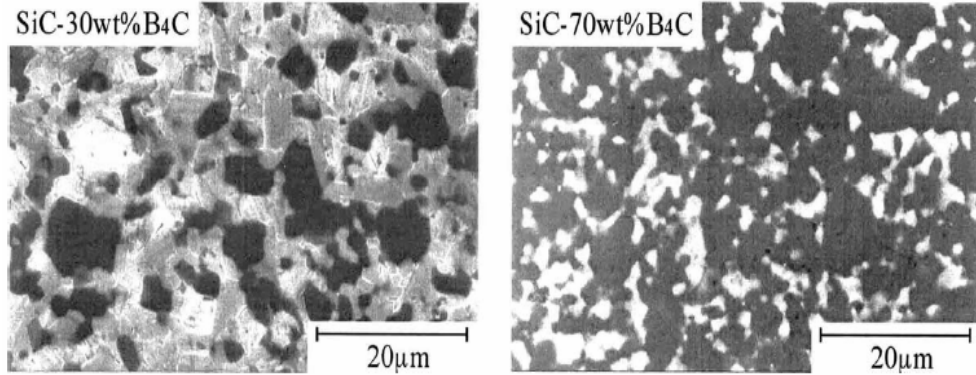
**Şekil 2.6:**2150°C'de sinterlenmiş %95SiC-%5B<sub>4</sub>C(ağ.) kompozit yüzeyinin SEM fotoğrafı [21]

2003 yılında Uehara ve arkadaşlarının yaptıkları bir çalışmada ise tane boyutları sırasıyla 0,3 µm ve 1,3 µm olan SiC ve B<sub>4</sub>C tozları farklı oranlarda karıştırılmış, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilavesinin karışımın sinterlenme kabiliyetine ve mekanik özelliklerine olan katkıları incelenmiştir [22].



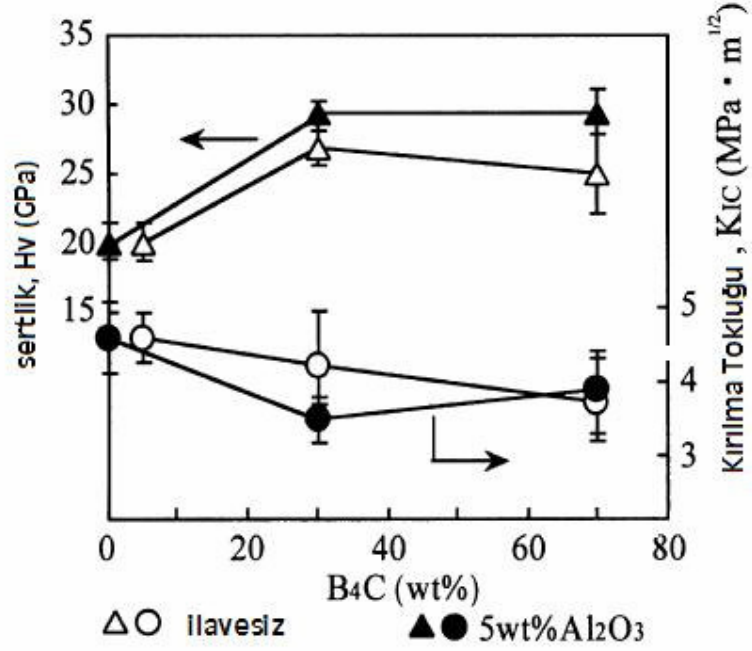
○ 30wt%B<sub>4</sub>C                      △ 70wt%B<sub>4</sub>C  
● 30wt%B<sub>4</sub>C (5wt%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)    ▲ 70wt%B<sub>4</sub>C (5wt%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

**Şekil 2.7:** SiC-B<sub>4</sub>C Kompozitlerinde Sıcak Pres Sıcaklığının ve Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilavesinin Teorik Yoğunluğa Etkisi [22]



**Şekil 2.8:** 2000OC de sıcak preslenmiş SiC – B<sub>4</sub>C kompozitlerinin SEM görüntüleri (katkısız) [22]

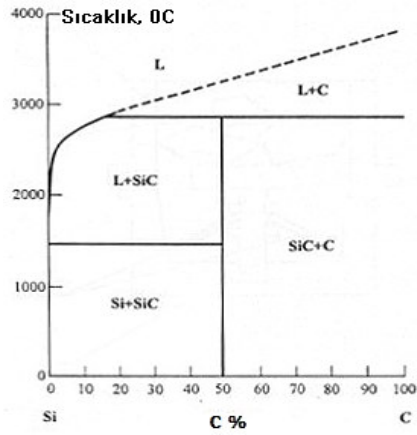
Elde edilen sonuçlar çerçevesinde, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilavesi yapılan numunelerde, yüksek teorik yoğunluklara daha erken sıcaklıklarda erişildiği görülmektedir. Çalışma sonucunda B<sub>4</sub>C ilavesinin, SiC ün sertliğini olumlu yönde etkilediği, ancak kırılma tokluğunu düşürdüğü anlaşılmaktadır. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilavesi ise sertliği arttırırken, kırılma tokluğuna da olumlu etki etmiştir [22].



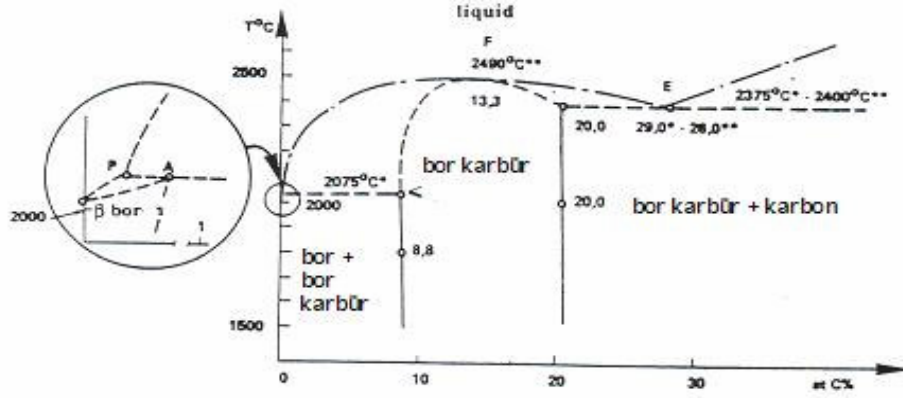
Şekil 2.9: SiC-B<sub>4</sub>C kompozitlerde, B<sub>4</sub>C oranının sertlik ve kırılma tokluğuna etkisi [22]

## 2.6 Si-B-C Faz Dengeleri

Şekil 2.4. ve Şekil 2.7’de Si-C ve B-C ikili denge diyagramları görülmektedir.

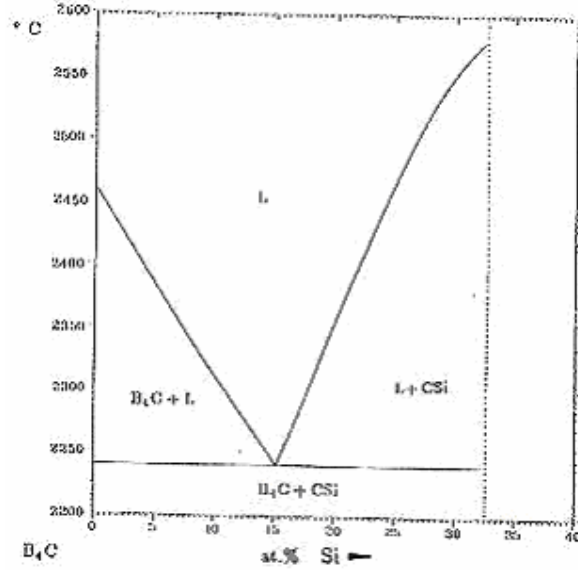


Şekil 2.10: Si-C ikili denge diyagram [27]

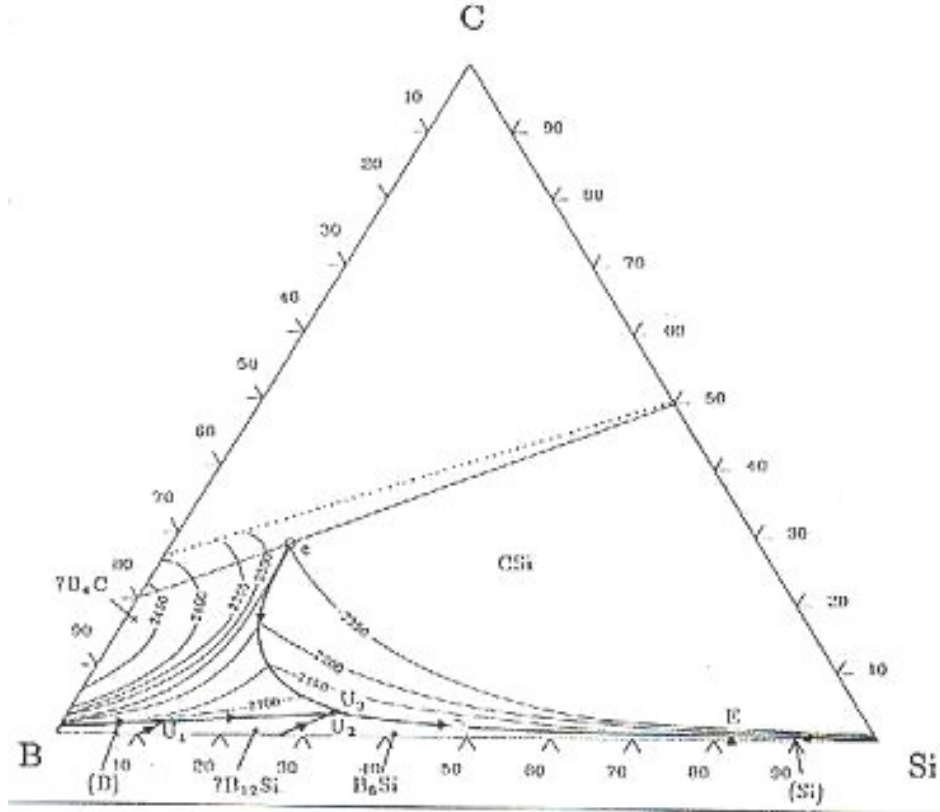


Şekil 2.11: B-C ikili denge diyagramı [5]

Şekil 2.12’de verilen  $B_4C$ -SiC ikili denge diyagramı incelendiğinde, % 15 (mol yüzdesi) oranında SiC içeren bir  $B_4C$ -SiC kompoziti,  $2250^{\circ}C$ ’de ötektik noktaya sahiptir. Bu sıcaklık üzerinde  $B_4C$  ve SiC nin birbiri içinde çözünerek bir sıvı faz oluşturdukları görülmektedir. Yapılan çalışmalarda bu sıcaklıkta, iki bileşenin birbiri içinde çözülmesiyle oluşan fazın, kompozitin rölatif yoğunluğunu arttırdığı görülmüştür [6].



Şekil 2.12: SiC- $B_4C$  ikili denge diyagramı [27]



Şekil 2.13: B-Si-C üçlü denge diyagramı [27]

## 2.7 Sinterleme

Partikül halindeki malzemelerin esaslı olan tozlar çok geniş basınç dağılımlarında şekillendirilmelerine olanak sağlayan, akışkan benzeri bir karakteristik gösterir. Bu karakteristik, otomobil parçalarından geleneksel sofraya seramiklerine kadar geniş bir yelpazede birçok malzemenin şekillendirilmesi için elverişlidir. Çeşitli şekil verme prosesleri amaçlanan son ürüne bağlı olarak tozlar için uygulanabilir niteliktedir. Metal kalıpta kompaktlama, slip döküm, bant döküm, ekstrüzyon, enjeksiyon kalıplama, izostatik presleme ve haddeleme bu proseslerin en yaygın olanlarıdır [23]. Tüm bu yöntemler için ortak olan gereklilik, şekillenmiş parçaya belirli bir mukavemet kazandırmak için ısı işlem uygulama zorunluluğudur. Seramik esaslı malzemelere uygulanan bu ısı işlemi sinterleme olarak bilinir. Sinterleme, ısıtma ile beraber, bir partikülün bir diğerine bağlanarak yapıya daha yüksek bir dayanım kazandırmasıdır.

Sinterlemenin genellikle meydana geldiği sıcaklık, kabaca mutlak ergime sıcaklığının bir buçuk katıdır. Malzemelerin ergime sıcaklıkları gibi sinterlenme sıcaklıkları da

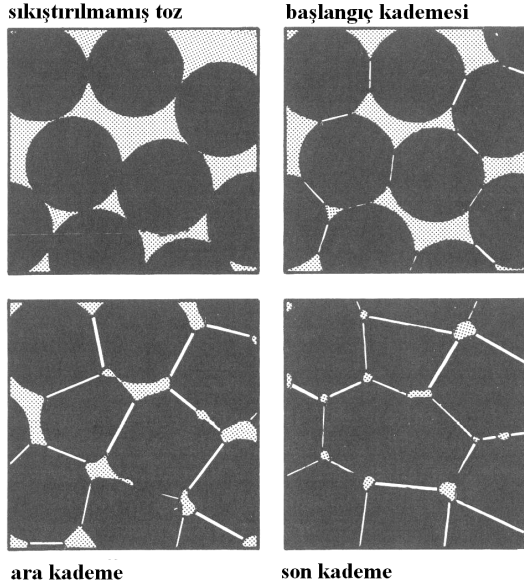
oldukça geniş bir dağılım gösterir. Düşük sıcaklıkta sinterlenmeye en iyi örnek, buz kalıplarının buzdolabında bir kaç gün içinde birbirlerine bağlanarak rijit bir kütleyle dönüşmeleri olarak verilebilir. Sinterleme, aktive edilmiş atom sayısının fazlalığı ve boş alanların çokluğu nedeniyle yüksek sıcaklıklarda daha hızlı gerçekleşir. Buradan hareketle sinterleme işleminde en önemli parametrenin sıcaklık olduğu söylenebilir. Diğer önemli parametreler ise; partikül boyutu, uygulanan basınç, sıvı faz oluşumu, sinterleme süresi, ısıtma hızı ve proses atmosferi olarak sayılabilir [24-26]. Tablo 2.3’de sinterleme işleminin kademeleri verilmiştir

**Tablo 2.3:** Sinterleme Kademeleri [26]

Kademe	Proses	Yüzey alanı kaybı	Yoğunlaşma	Tane büyümesi
Adhezyon	Kontakt oluşumu	Çok düşük	Yok	Yok
Başlangıç	Boyun büyümesi	Belirgin, %50’ye varan kayıp	Başlangıçta az	Çok az
Gelişme	Porların yuvarlaklaşması ve büyümesi	Açık porozitenin neredeyse tamamen yok olması	Oldukça fazla	Tane ve por boyutunda artış
Final	Por kapanması ve son yoğunlaşma	Önemsiz kayıp	Yavaş ve en az	Çok fazla tane ve por büyümesi

Birçok durum için başlangıç noktası birbirine temas eden partiküllerin bileşimi biçimindedir. Partikül kompaktının üretimine bağlı olarak ilk oluşan bağlar nokta temaslardan ileri seviyede deforme edilmiş ara yüzeylere çeşitlilik gösterir. Sinterleme ile temaslar boyutça büyüme gösterir ve başlangıç aşamasında yüzey alanında oldukça büyük bir azalma meydana gelir. Şekil 2.14’te görüldüğü gibi bir sonraki adım porların taneler tarafından sarılmasıdır ve bunun sonucunda malzeme yüzeyine doğru uzanan tüp benzeri bir yapı meydana gelir.

Bunu takip eden olay ise daha birçok sinterlenmiş yapının bu kademedeki sinterlenerek benzer yapılar oluşturmasıdır. Kristalin katılarda tane sınırları genellikle açık por yapısına bitişiktir.



**Şekil 2.14:** Sinterleme sırasında por yapısının değişimi

Porlar büzülür ve sinterlemede son kademe gerçekleşir. Bu noktada yoğunluk artmasıyla porlar küreselleşir ve yüzeyle bağlantıları kalmaz. Bunlara kapalı por denir ve içlerine hapsolan gazı çıkarmak oldukça zordur. Açık porlar tane büyümesini geciktirmekte daha etkin olduğundan son kademeye geçiş daha az tane sınırı pinning oluşumu verir ve genellikle hızlı tane büyümesi ile sonuçlanır. Tam yoğunluğa yaklaştıkça kompakt tane büyümesi göstermeye devam eder. Bu temel proses için birçok farklı mekanizma ortaya konabilir ancak söz konusu 3 adım morfolojideki değişimi etkin biçimde ifade etmektedir [24-26].

Genel bir bakış açısıyla ele alındığında sinterleme üretilen malzemenin şeklini, mekanik ve fiziksel özelliklerini, kullanılabilirliğini elinde tutan önemli bir prostestir. Sinterlenmiş malzemeler, döküm ürünlerinden daha değerli ancak işlenmiş malzemelere göre daha az değerlidir. Buna karşın düşük üretim maliyetleri sinterlenmiş malzemelerin yaygın olarak kullanılmasına neden olmuştur.

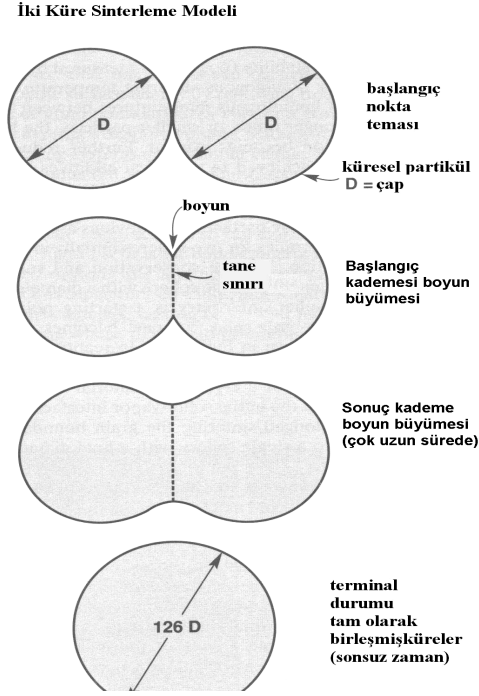
Semente karbürlerin sinterlenmesi genellikle sıvı faz sinterleme prosesiyle gerçekleştirilir ancak bir çok sinterleme işleminin katı fazda oluştuğu da bilinmektedir [24-26].

### 2.7.1 Katı Hal Sinterlemesi

Katı faz sinterlemesinde bütün prensip, yayılma esasına dayanmaktadır. Bu proses için gerekli olan güç, boyun bölgesi ile tozun yüzeyi arasında meydana gelen serbest

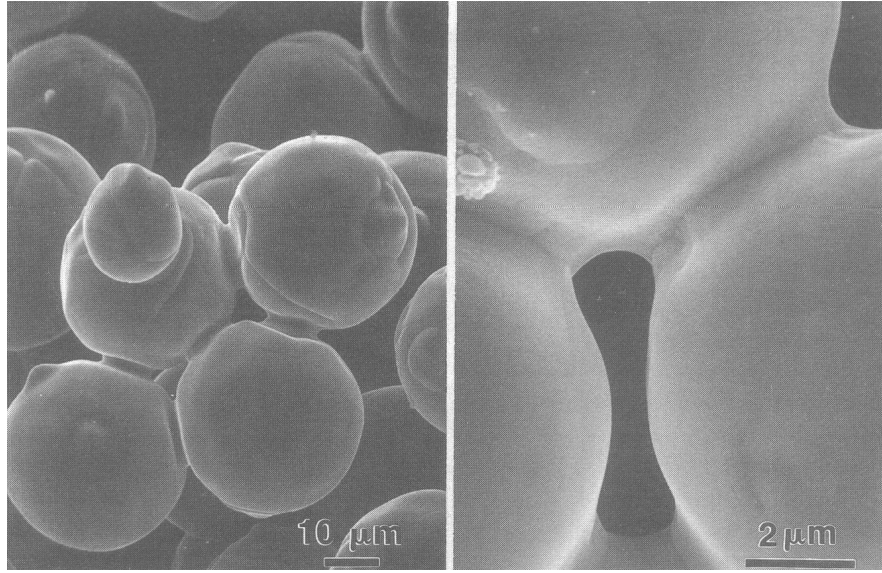


enerji veya kimyasal potansiyel farkı sonucunda ortaya çıkmaktadır. Meydana gelen difüzyonun etkisiyle oluşumları ve değişimleri Şekil 2.15 göstermektedir. Tozların birbirine difüzyonu sonucu oluşan boyun bölgesindeki buhar basıncı düşük olmakta ve bu bölgeye doğru yayınma hızlanmaktadır.



**Şekil 2.15:** Sinterleme sırasında partiküller arası bağ oluşumunun iki küre modeliyle açıklanması

Boyun oluşmaya başladıktan ve ilerledikten sonra yapı, Şekil 2.16'da görüldüğü gibi bağlardan oluşan bir ağ yapısına erişir ve mukavemet kazanır. Gerçekte her partikül üzerinde birçok temas noktası mevcuttur ve bu temas noktalarının tümü genişleyerek sonunda izole porları oluşturur. Kristalin bir malzeme için her temas noktasında bir tane sınırı büyüyerek daha önce orada varolan katı-buhar ara yüzeyinin yerini alır. İki küre teorisi için uzun süre devam eden sinterlemede tane sınırları ötelenir ve taneler birleşerek çapı orijinal çapın  $2^{1/3}$  katı olan bir küre meydana getirir[24-26].



**Şekil 2.16:** Sinterlemeye bağlı olarak oluşan boyun teşekkülüne ait SEM fotoğrafı

Sinterlemeyi açıklamak için çeşitli adımlar ve kütle taşınım mekanizmaları ortaya konmuştur. Bu taşınım mekanizmaları kütle hareketinin izlediği yolu tayin eder. Katı hal sinterlemesi için izlenen yol; yüzey difüzyonu, hacim difüzyonu, tane sınırı difüzyonu, viskoz akış, plastik akış yada katı yüzeyinden buhar taşınımı şeklinde olabilir. Bu olası yollardan herhangi biri kütle transferi ile bir araya geldiğinde sinterleme esnasında çeşitli geometrik kademeler ortaya çıkar. İlk kademe kohesif bağların zayıf olduğu, partiküllerin birbirleriyle temas etmesi sonucunda temas noktalarında meydana gelir. Sinterlemenin ilk kademesi genellikle ısıtma esnasında ortaya çıkar ve partiküller arası boyunun ani büyümesi ile karakterize edilir. Burada belirgin bir boyun büyümesi söz konusudur ancak oluşan boyunun hacmi küçüktür ve bir boyun oluşumu için gerekli kütle de azdır. Sinterlemenin bir sonraki aşamasında por yapısı daha düzgün bir hal alır ve birbirine bağlı, silindiriğe yakın bir biçim kazanır. Yüzey alanında ve eğrilikte meydana gelen azalma yavaş sinterlenmeye neden olur. Genel olarak tane büyümesi sinterlemenin ara kademesinin sonlarına doğru meydana gelir ve daha az tane ile daha büyük ortalama tane boyutu verir [24-26].

Porozite yaklaşık %8'e ulaştığında açık por ağı yapısı geometrik olarak dengesiz hale gelir. Buna neden olan olay porların büzülen bir çapa oranla daha uzun olmasıdır. Bu olay ince akmakta olan suyun aniden engellenmesiyle bağımsız damlacıklara dönüşmesine benzemektedir. Geometrideki bu değişim sonucunda silindirik porlar merceksi yada küresel bir yapı halini alır ancak bu geometri tane büyümesini

yavaşlatmada yeterince etkili değildir. İzole porların görünmesi sinterleme prosesinin sonuna gelindiğini ve yoğunlaşmanın yavaşladığını ifade eder. Porların içerisine hapsolan gazlar ulaşılabilecek en yüksek yoğunluğa ulaşmayı engelleyecektir, buna bağlı olarak vakum altında yapılan sinterleme işlemlerinde, malzeme içerisinde porları dolduracak buhar kalmayacağı için yüksek son yoğunluk değerleri elde edilebilir.

### **2.6.2 Sıvı Faz Sinterlemesi**

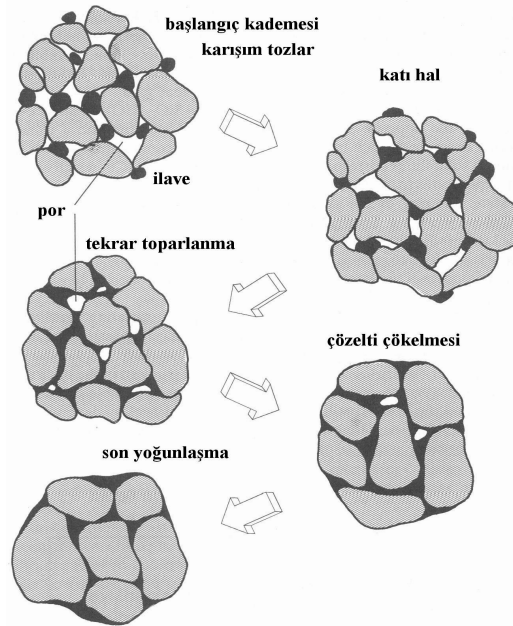
Bu proseste; karışımdaki fazlardan en az birisi sinterleme sıcaklığında sıvılaştığı için elde edilen malzemenin kullanım sıcaklığı sinterleme sıcaklığının altında olmak zorundadır. Sinterleme sıcaklığına erişince, sıvı faz, tozları ıslatır ve tozlar arasındaki ince kanallarda kapiler etkisi meydana gelerek tozların kolayca sinterlenmesi sağlanır. Teknik açıdan bakıldığında, hızlı sinterleme ve basınç gerektirmeden yoğunlaşmanın mümkün olması sebebiyle sıvı faz sinterlemesi oldukça tercih edilen bir sinterleme prosesidir. Oluşan sıvı faz, atomik difüzyonun gelişmesine elverişli olması nedeniyle sinterleme hızını genellikle artırır. Farklı birçok sıvı faz sinterleme biçiminin kullanımı, yaklaşık M.Ö.4000 tarihine, porselen ve çömlek üretiminin oldukça yaygın biçimde bu yöntemle sinterlenmesine kadar dayanır. Modern sıvı faz sinterleme uygulamalarının gelişimi ile semente karbürler, bronz yataklar ve manyetik alaşımlar 1920ler'de üretilebilmiş, 1930lar'da tungsten ağır alaşımları üzerinde yoğunlaşan çalışmalar ile sıvı faz sinterlemesine dair önemli bir teorik temel oluşturulmuştur. Günümüzde porselen dişçilik malzemeleri, kesici takım uçları, otomotiv bağlantı elemanları ve refrakter seramikler gibi bir çok malzeme bu teknik ile üretilmektedir.

Bu yöntemin kullanımı, bileşenleri arasındaki kimyasal reaksiyonlar zayıf olan sistemler üzerinde yoğunlaşmıştır. Sıvı fazdan gelen yüzey gerilme kuvveti sinterleme hızını belirlemede önemli rol oynar. Bu gibi durumlar için üç temel kavram; sıvı içerisindeki katı çözünürlüğü, sıvının katı tanelerini ıslatması ve sıvı içerisindeki katı faz difüzyonudur. WC-Co sistemi incelendiğinde bu üç koşulun sağlandığı görülür. Semente karbürler için en yaygın kullanılan bağlayıcı metal kobalttır. Tungsten karbürü iyi ıslatması ve çözebilmesi bu seçimin başlıca nedenidir [24-26]. Proseste ait önemli bir diğer karakteristik de düşük sıcaklıktır. Bu, sinterlenmesi çok yüksek sıcaklıklarda gerçekleşebilen hatta basınç uygulanması gerektiren malzemelerin, sisteme yapılacak modifikasyonlar ile oluşturulacak sıvı faz

sayesinde düşük sıcaklıklarda ekonomik ve daha zahmetsiz olarak sinterlenebilmesini sağlamaktadır.

Birçok durumda sıvının katıyı ıslattığı ve katı içinde çözünürlüğünün mevcut olduğu bilinmektedir. Katıyı ıslatan sıvının meydana getirdiği kapiler kuvvetler, katı partiküllere ait ara yüzey alanlarını indirgeyerek poroziteyi azaltır. Başka bir deyişle yüzey enerjisinin indirgenmesi yoğunlaşma için itici kuvveti teşkil eder. Sıvılardaki difüzyon hızlarının daha fazla olması nedeniyle, katı hal sinterlemesine kıyasla daha hızlı bir bağlanma ve yoğunlaşma söz konusudur. Ancak sıvılaşmanın yüksek sıcaklıklarda olduğu durumlarda mikroyapıda kontrolsüz bir kabalaşma meydana gelebilmektedir. Sıvı faz sinterlemesi özellikle sinterleme sonucunda yoğunlaşma meydana gelen, W-Ni, WC-Co,  $Si_3N_4$ - $Y_2O_3$ ,  $Al_2O_3$ - $SiO_2$ , TiC-Ni, ve Fe-Cu gibi sistemlerde oldukça geniş biçimde kullanılmaktadır. Katı ve sıvı çözünürlüklerinin düşük olduğu, W-Cu gibi sistemlerde ise katı hal sinterlemesi daha iyi sonuçlar vermektedir [23-26].

Sıvı faz sinterlemesinde, yüzey enerjilerinin baskın olduğu durumlarda, sinterleme esnasında meydana gelen yoğunlaşma Şekil 2.17'deki gibi meydana gelir.



**Şekil 2.17:** Klasik sıvı faz sinterlemesinin kademelerine ait şematik diyagram

Başlangıçta karışım tozlar sıvının oluşacağı bir sıcaklığa ısıtılır. Isıtma sırasında, mikroyapıda mevcut olan kimyasal konsantrasyon gradyanının da etkisiyle, bir katı

hal sinterlenmesi meydana gelir. Yine birçok sistemde katı hal difüzyonu, sıvının ilk oluştuğu ana kadar önemli miktarda yoğunlaşma meydana gelmesine neden olur. Yoğunlaşmanın daha fazla olması bir sonraki adıma yani meydana gelen sıvı miktarına bağlıdır. Bağlayıcı metal sıvı faza geçtikten sonra, sıvı faz sinterlemesi ile yoğunlaşma üç temel kademede meydana gelir: (i) sıvı akışının başladığı ve partiküllerin tekrar düzenlendiği başlangıç kademesi, (ii) daha sık bir paketlenmeyi sağlayan çözelti çökmesinin geliştiği ara kademe ve (iii) yoğunlaşma hızının katı hal sinterlemesi ile eşitlenerek nihai birleşmenin meydana geldiği son kademe. Bu kademe anlayışı içinde semente karpürlerde yoğunlaşmanın ilk iki kademede meydana gelmektedir. Bu kademeler değişen sıvı miktarına bağlı olarak Şekil 2.18’de görülmektedir. Kompaktlar ısıtma sırasında ham yoğunluklarından katı hal difüzyonu ile yoğunlaşır, sıvı oluşumu ile yeniden düzenlenir ve son olarak tane büyümesine maruz kalır. Sıvı miktarının yüksek olması durumunda yeniden toparlanma sırasında tam yoğunluğa ulaşılabilir. Sıvı miktarının az olduğu durumlarda ise yoğunlaşma katı iskelet tarafından, sıvı içerisinde katı taşınımı ile gerçekleştirilir ve kalıntı porozite de katı hal difüzyonu ile ortadan kaldırılır. Bunun gerçekleşmediği bir durum sistemde hiç sıvının oluşmaması ve tüm yoğunlaşmanın katı hal sinterlemesiyle gerçekleşmesi ile ortaya çıkar [23,26].



**Şekil 2.18:** Sıvı faz sinterlemesinde yoğunluk ile sıvı faz miktarı arasındaki değişim. Sıvı oluşumu ile beraber, katı partiküller üzerinde meydana gelen kapiler kuvvetlerin etkisiyle yoğunlaşma miktarında ani bir artış olur. Katı sıvı içinde çözüldükçe tanelerde çekme meydana gelir ve hızlı bir biçimde, sıvının porları doldurmasına izin

vererek daha yüksek bir yoğunluğa paketlenir. Islatma özelliği iyi olan sıvılar için katı-sıvı yüzey enerjisi, katı-buhar yüzey enerjisine göre daha düşüktür ve bu da düşük sistem enerjisi anlamına gelir. Tekrar düzenlenme sırasında taneler, kapiler etkiye karşılık olarak viskoz bir özellik gösterir. Porozitenin azalması da bu kompakt viskozitesini arttıran unsurdur. Buna bağlı olarak yoğunlaşma hızında belirgin ve ani bir düşüş meydana gelir. Diğer yandan, gerekli miktarda sıvı oluşması durumunda teorik yoğunluğa ulaşmak mümkündür [23,26].

### **2.6.3 Basınç Yardımı ile Sinterleme**

Yoğunlaşma ve düzgün geometri sinterlenen bir malzemede işlem bittikten sonra beklenen özelliklerdir. Amaç, partiküllerin bir araya gelip sağlam bir yapıya kavuşmalarından sonra kütle kaybını azaltmaktır. Yüksek özellikli malzemelerin üretiminde, özellikle kuvvetli bileşik ve alaşımların sinterlenmelerinde sinterleme esnasında gerilim uygulamak gerekir. Bu olay kaba taneli yapılar, düşük sinterleme sıcaklıkları ve kompozit malzemeler için kısmen doğrudur. Eğer kompakt kütleli şekillendirme kademesinde iyi hesaplanıp ayarlanırsa ve sinterleme sonucunda tam yoğunluğa ulaşırsa, son boyutlar ve istenen özellikler beklendiği gibi olur.

Küçük tane boyutuna sahip tozlar, dışarıdan basınç uygulanmasına gerek kalmadan sinterleme sonucunda yoğunlaşmaya elverişlidir. Özellikle sıvı faz sinterlemesi uygulamalarında kaba tozlar dahi yüksek sinterleme yoğunlukları verir. Diğer yandan katı hal sinterlemesinde porozitenin ortadan kaldırılması bir sorundur. Sinterleme süresinin fazla olduğu uygulamalarda porlar kararlı hale gelir ve özellikle içlerinde gaz kalmış ise difüzyon ile yok edilmeleri çok zor olur. Sinterleme kuvveti porozite ortadan kaldırıldıktan sonra sıfıra iner ve kompozit malzemeler için yardımcı faz yoğunlaşmaya engel teşkil eder. Tam yoğunluğa ulaşmayı engelleyici bu durum sinterlenen kompakta basınç uygulanarak ortadan kaldırılabilir. Uygulanan basınç sinterleme ile ilgili bazı sorunlara da çözüm getirir; kaba tanelerin kullanımı, düşük sıcaklıkta sinterleme ve düşük sinterleme süreleri ile yüksek yoğunlukta malzeme üretimi mümkün olur. Özetlenecek olursa basınç yardımı ile sinterleme yüksek performans beklenen sistemlerin sinterlenmesinde kullanılan bir yöntemdir.

Kullanım alanlarına baktığımızda, ilk örneklerini nükleer yakıt olarak kullanılan uranyum dioksit üzerine zirkon alaşımları kaplanması, metal-seramik (cermet) kompozitlerinin üretimi ve kesici uçlarda kalıntı porozitenin giderilmesi işlemlerinde görürüz. Günümüzde uygulama alanları, hafif kompozitler, manyetik kayıt başları,

aşınmaya dirençli malzemeler, optik seramikler, titanyum havacılık yapıları, yüksek performans manyetikleri, yarı iletken kaplama hedef malzemeleri, yapay implantlar, zırh delici malzemeler gibi örneklerle genişlemiştir. Başka bir deyişle sinterleme ile üretilen her malzeme basınç yardımı ile sinterleme porsesi ile üretilebilir niteliktedir. Verilen bu örneklerde, basınç yardımı ile sinterleme sayesinde malzemelerin son özelliklerinin geliştirilmesi hedeflenirken bazı malzemeler ise sadece sinterleme esnasında basınç kullanılarak üretilebilir. Bu malzemeler karbon-karbon, elmas-metal, seramik-metal, intermetalik-seramik ve seramik-seramik kombinasyonundaki kompozitlerdir [26].

#### **2.6.3.1 Gaz Basıncı ile Sinterleme**

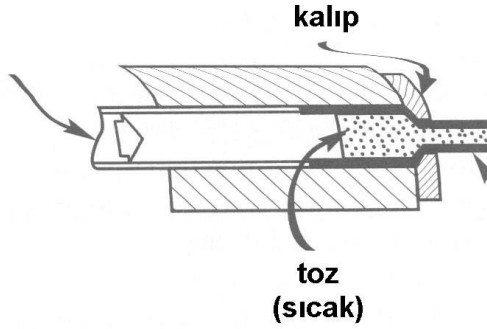
Sinterleme ile ilgili temel kavramlara bakılacak olursa, kapalı porların mevcut olduğu duruma, birçok malzemenin sinterlenmesinde yüksek sıcaklıklara çıkılarak ulaşılır. Pratikte sorun tam yoğunluğa çıkabilmektir. Kısıtlayıcı etkenler porların ortadan kalkmasıyla yoğunlaşmada meydana gelen gerileme ve tanelerin zamanla büyümesidir. Bu sorun için bir çözüm fırın atmosferini basınçlı bir gaz ile doldurularak porların ortadan kalkmasına yardımcı olmaktır. Başlangıçta sinterleme vakum altında devam eder ve porların içerisine hapsolan gazlar alınarak kapalı por durumu oluşturulur. Porların kapanması meydana geldikten sonra fırın atmosferinde basınç oluşturularak geriye kalan porlar ortadan kaldırılır. Bu iki kademe iki ayrı fırında yapılabileceği gibi tek fırında yapmak ideal olanıdır [26].

#### **2.6.3.2 Dövme**

Dövme, yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilen, düşük mukavemetli yüksek tokluğa sahip malzemelere uygulanan yüksek şekil değiştirme hızlarına çıkılan bir deformasyon prosesidir. Bu terim, düşük deformasyon hızlarında plastik akış gösteren ince taneli seramiklerin sıcak süperplastik preslenmesinde de kullanılır. Sinterleme prosesi de göz önüne alınırsa iki farklı türü ortaya çıkar. Yüksek gerilim hızlarında uygulanan dövme malzemenin akma mukavemetine ulaşarak ani yoğunlaşmaya neden olur, genellikle metalik malzemelere uygulanır. Düşük gerilim hızlarında uygulanan dövme ise ince taneli bir seramiği deforme etmek için, viskoz akış ile düşük gerilimler kullanır [26].

### 2.6.3.3 Toz Ekstrüzyonu

Ekstrüzyon, tozların yüksek şekil değiştirme hızı ve yüksek gerilim altında sinter yoğunlaştırma işlemidir. Yoğunlaşmayı sağlamak için yüksek ekstrüzyon deformasyon oranı gereklidir. Sabit kesit alanına sahip uzun şekilli parçalar bu yöntemin temel ürünleridir. Şekil 2.19’da görüldüğü gibi ekstrüzyon başlığının içerisinde bir penetretör tozu bükülmeyi önleyecek biçimde, doğrusal olarak itmektedir. Diğer sinterleme işlemlerinde olduğu gibi bu işlemde de ürünün asıl özelliklerini belirleyen yüksek sıcaklıktır ancak sıcaklığın çok fazla olması ürün mikroyapısını olumsuz etkiler ve ömrünü kısaltır. Diğer yandan çok düşük sıcaklıklarda mevcut gerilmeler fazla olacağı için işlemi zorlaştırır. İdeal sıcaklık ergime sıcaklığının üçte ikisi kadardır. Küçük tane boyutu akışı kolaylaştıran bir diğer unsurdur. Bu yöntem özellikle oda sıcaklığında plastisiteli kısıtlı olan berilyum, metal matrisli kompozitler zirkonyum, süperiletkenler ve yüksek sıcaklık alaşımları için kullanışlıdır [26].

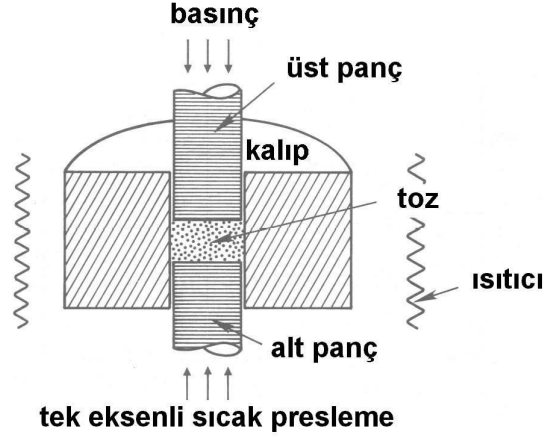


Şekil 2.19: Toz ekstrüzyon sisteminin şematik gösterimi

### 2.6.3.4 Sıcak Presleme

Sıcak presleme, Şekil 2.20’de gösterildiği gibi rijit bir kalıp içerisinde eşksenel basınç kullanılarak yapılır.





**Şekil 2.20:** Sıcak preslemeye ait kesit görüntüsü

Sistemde alt panç sabit olabilir. Kuvvet genellikle üst panç ile hidrolik bir sistem tarafından uygulanır. Uygulanan kuvvet her ne kadar eşksenel ise de kalıp yüzeylerinde meydana gelen sürtünme nedeniyle merkezden yanlara doğru değişen bir dağılım gösterir. Buna bağlı olarak meydana gelen aksel ve radyal yönler arasındaki gerilim farkı, toz yüzeylerinin bozulmasına neden olan bir kayma bölgesi oluşturur. Sistemde kullanılan kalıp malzemesi genellikle yüksek sıcaklıktaki mukavemeti fazla olan grafitir. Sıcaklık kalıp vasıtasıyla ya da dikeçler ile verilebilir. Grafit dışında kullanılan kalıp malzemeleri tungsten karbür ve bor nitürdür. Proses esnasında tane büyümesi ve hacim difüzyonu basın mekanizmalarıdır. Sıcaklık yine kritik rol oynar ve küçük taneler yoğunlaşmayı olumlu etkiler [26].

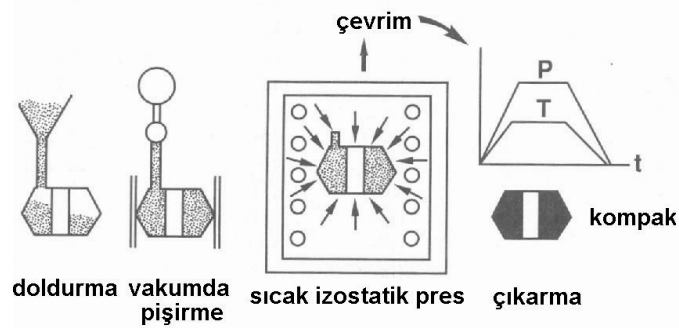
Sıcak presleme yavaş bir prosestir. Kullanılan kalıp aksamı nedeniyle sıcaklık kontrolü zordur. Maksimum sıcaklık olan  $2200^{\circ}\text{C}$ 'ye grafit dirençler kullanılarak çıkılabilir. Diğer alternatifler SiC, molibden ve tungsten dirençlerdir, sıcaklık daha düşüktür. Ulaşılan basınç değerleri uygulanan yüke olduğu kadar kalıp dizaynı ve parça geometrisine de bağlı olarak değişkenlik gösterir. Sinterleme sırasında tercih edilen atmosfer şartı genellikle vakum altında çalışmaktır. Vakumun önemli getirileri fırın dirençlerinin ve sinterlenen malzemenin korunmasıdır. Prosesin amacına göre koruyucu gaz atmosferinde de sinterleme işlemi yapılabilir ancak kapalı por yapısında geçildiğinde vakum ile poroziteyi tamamen ortadan kaldırmak mümkün olabilir. Karşılaşılan bir problem sinterlenen malzemenin kalıp yüzeyine yapışmasıdır. Sinterleme işleminin bitimyle ürünü kalıptan ayırırken numune yada kalıp zarar görebilir. Ürünlerin kalıp malzeme ile kirlenmesi ve bileşimlerinin zarar görmesi de mümkündür. Bunun önüne geçmek için özellikle grafit kalıp sistemlerinde kalıp iç

çeperlerine hegzagonal bor nitrür uygulanmalıdır. Bor nitrür uçucu bir sıvı ile karıştırılarak kalıp iç yüzeylerine püskürtülür. Oluşan tabakanın çok kalın olmaması gerekir [26].

Sıcak presleme özellikle kalıp maliyeti nedeniyle pahalı bir prosestir. Vakum altında yapılan işlemlerde maliyet daha da fazladır. Maliyetinin yanında sinterleme sırasında getirdiği avantajlar nedeniyle de nadide parçaların üretiminde tercih sebebidir. Çok uzun ömürlü kalıp yada takım bileşenleri gibi üretim maliyeti göze alınabilecek ürünler için uygundur. Sıcak preslemenin bir diğer kullanım alanı da başka üretim alternatifinin olmadığı, sinterlenmesi çok zor olan özellikle kompozit yapıların üretimidir. Özellikle düşük plastisiteye sahip malzemelerin sinterlenmesi için elverişlidir. Sıcak preslemenin önemli bir kullanımı elmas-metal kompozit takım uçlarının üretimidir. Örneğin tipik bir yapı hac. % 10 elmas ve 1.5µm kobalt içerir. Böyle bir sistem 900°C'de ve 35 MPa basınç altında 2 saat bekletilir [26].

### 2.6.3.5 Sıcak İzostatik Presleme

Sıcak izostatik presleme prosesleri, çok uzun ömür istenen kalıp yada takım ucu malzemelerinden havacılık komponentlerine kadar birçok malzeme için vazgeçilmez bir üretim tekniğidir. Bu yöntemde basınç gaz vasıtasıyla üç eksenden eşksenel olarak malzemeye uygulanır (Şekil 2.21).



Şekil 2.21: Sıcak izostatik pres sisteminin şematik gösterimi

Basınç, basınç odasına yollanan gazın miktarı ile belirlenir. Kontrol parametreleri zaman, sıcaklık ve basınçtır. Sinterlenmek istenen malzeme sisteme iki türlü beslenebilir; toz olarak ve ön sinterlenerek. Kapalı por yapısına ön sinterlenmiş malzemelerin sonradan sıcak izostatik preslenmeleri (HIPing) sinter-hip olarak da bilinir. Amaç malzemenin kendini taşıyacak bir mukavemete eriştikten sonra HIP'lenmesidir. Doğrudan tozların beslendiği diğer yöntemde ise metal yada cam kalıplar kullanılır. Kalıp malzemesi seçiminde en önemli parametre etkin sinterleme

sıcaklığında kalıbın basıncı iletecek deformasyonu gösterebilmesidir. Camlar, çelik, paslanmaz çelik, titanyum, tantalyum en çok kullanılan kalıp malzemeleridir. Proses esnasında kalıp, sinterlenecek malzeme ile doldurulur. Vakuma alınan sistem degazing işlemine tabi tutularak buharlaşan ürünler uzaklaştırılır. Vakum ve gaz boşaltım işlemlerinden sonraki adım sistemin vakum ile sızdırmaz hale getirilmesidir. Ortamda gaz kalmaması çok önemlidir çünkü ortamda kalacak istenmeyen gazlar sinterlenen malzemede porozite anlamına gelir. Tozların içerisinde bulunduğu kap, içten ısıtmalı bir haznenin içerisindeydir. Yoğunlaşma için gerekli olan ısı ve basınç transferi için yüksek basınca sahip gaz kullanılır. Bu amaç için genellikle argon yada azot kullanılır. Bu sistem için tipik maksimum sıcaklık 2200°C'dir, basınç çok fazla değişkenlik gösterir. Bu yöntem; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub>, Si<sub>2</sub>N<sub>3</sub> gibi seramik malzemelerin; WC-Co, TiC-Fe, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub> gibi kesici takım uçlarının; nikel ve titanyum alaşımları gibi havacılık malzemelerinin, alaşım çeliklerinin, kompozitlerin ve elektronik seramiklerin üretiminde kullanılmaktadır. Örneklerde de görüldüğü gibi, bu prosesin amacının ne olduğu oldukça önemli bir noktadır. Çok yüksek ömür ve performans beklenen malzemeler için kullanışlıdır. Özellikle sinter-hip sistemlerinde üretim hattında zaman çok fazladır. Zahmeti ve maliyeti fazla olan bir sistemdir [26].

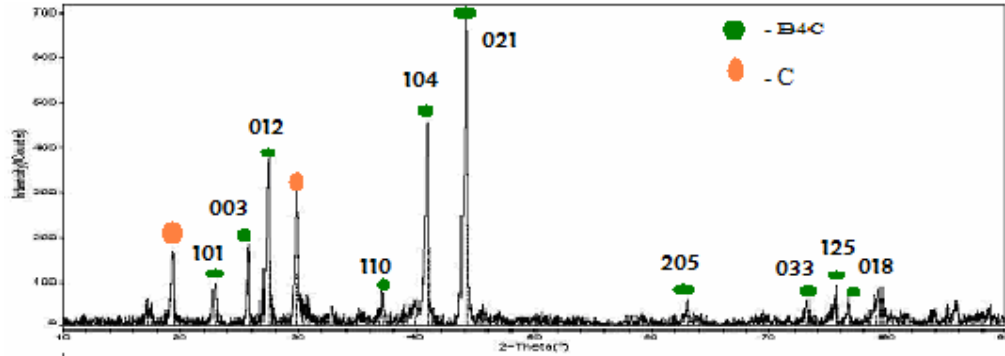
### 3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

#### 3.1 Kullanılan Hammaddeler

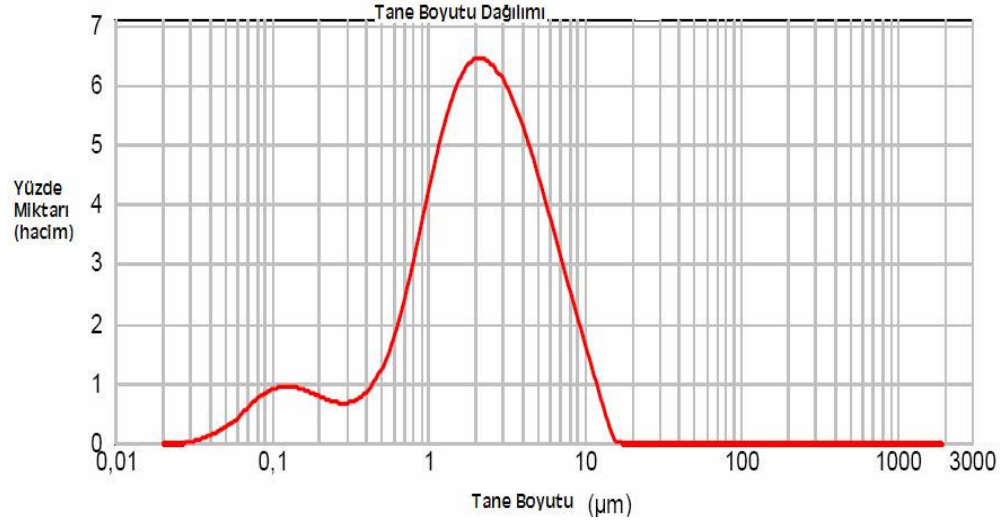
Deneylerde kullanılan tozların detaylı özellikleri, x ışını analizleri ve tane boyut dağılım grafikleri Tablo 3.1 ve 3.2, Şekil 3.1, 3.2, 3.3, 3.4, 3.5 ve 3.6'da verilmiştir.

**Tablo 3.1:** Sıcak presleme deneylerinde kullanılan, BMBT firmasından temin edilen bor karbür tozunun kimyasal ve fiziksel özellikleri

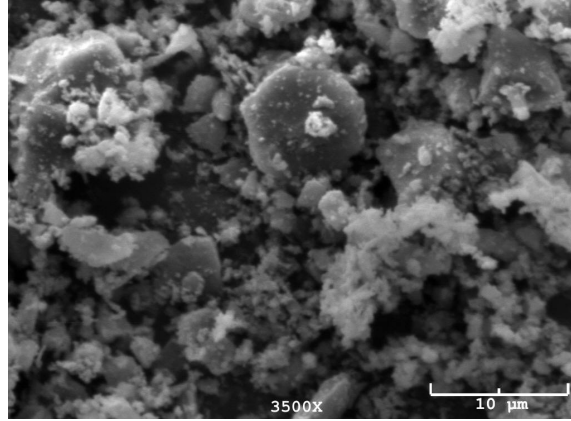
B	% ağı. 64,56
C	% ağı. 18,31 (B <sub>4</sub> C'ye bağlı) %14,63 (serbest)
Fe	% ağı. 0,54
Si	% ağı. 1,21
Al	% ağı. 0,75
Spesifik Yüzey Alanı	8 m <sup>2</sup> /g
yoğunluk	2,51 g/cm <sup>3</sup>
Boyut dağılımı : % 10	0,376 µm
% 50	2,068 µm
% 90	6,434 µm



**Şekil 3.1:** Deneylerde kullanılan B<sub>4</sub>C tozunun x ışınları analizi



Şekil 3.2: Deneilerde kullanılan B<sub>4</sub>C tozunun tane boyut dağılımı

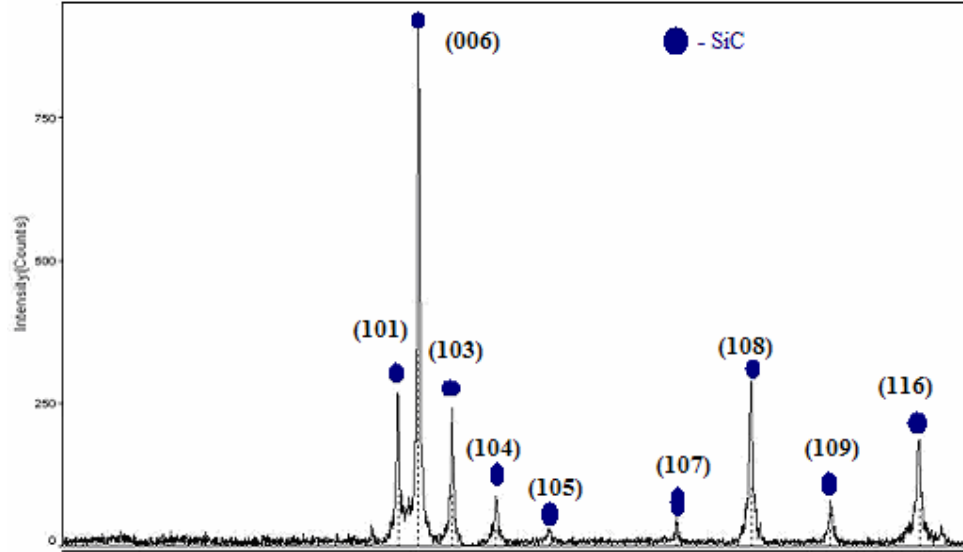


Şekil 3.3: Deneilerde kullanılan B<sub>4</sub>C tozunun SEM görüntüsü

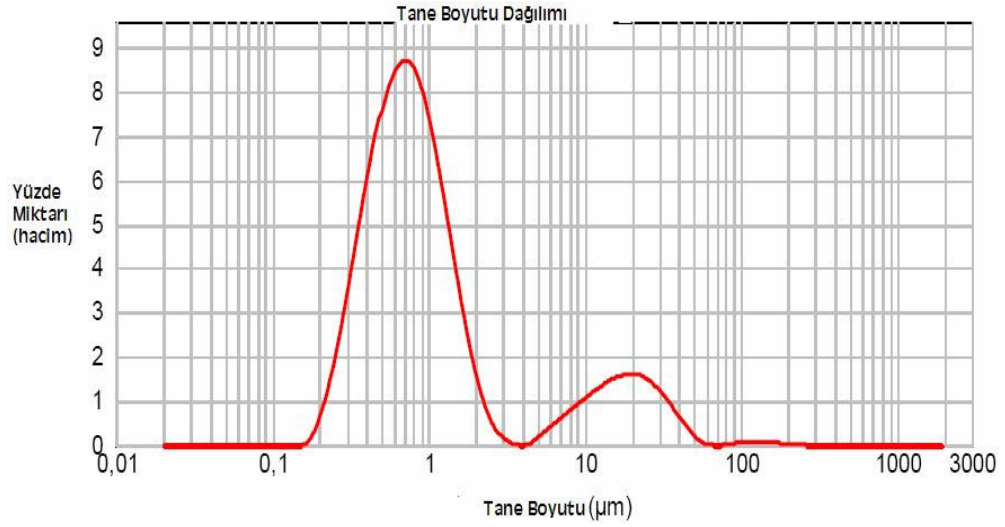
Deneilerde kullanılan, BMBT firmasınca üretilen, karbon yoğunluğu yüksek B<sub>4</sub>C tozundan bundan sonraki bölümlerde B<sub>4</sub>C olarak bahsedilecektir.

**Tablo 3.2:** Sıcak presleme deneylerinde kullanılan Alman H.C. Starck markalı silisyum karbür tozunun kimyasal ve fiziksel özellikleri

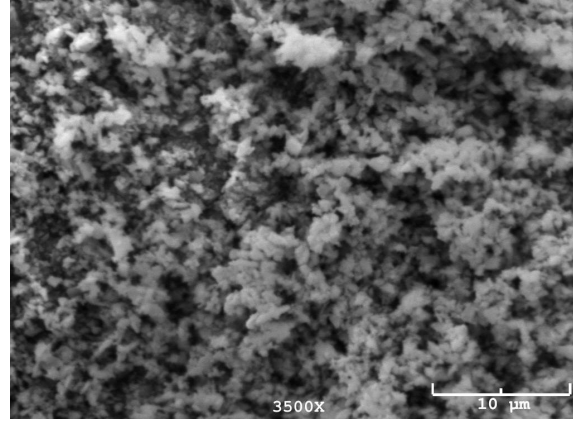
Si	% ağı. 68,4
C	% ağı. 29,3
O	% ağı. 1,5
Al	% ağı. 0,03
Ca	% ağı. 0,01
Fe	% ağı. 0,05
Diğer	% ağı. 0,5
Spesifik Yüzey Alanı	8,4 m <sup>2</sup> /g
Ham yoğunluk	3,1 g/cm <sup>3</sup>
Boyut dağılımı : % 10	0,358 µm
% 50	0,804 µm
% 90	14,698 µm



**Şekil 3.4:** Deneylerde kullanılan SiC tozunun x ışınları analizi



**Şekil 3.5:** Deneylerde kullanılan SiC tozunun tane boyut dağılımı



**Şekil 3.6:** Deneylerde kullanılan SiC tozunun SEM görüntüsü (X3500)

Deneylerde kullanılan bor karbür - silisyum karbür bileşenlerinin yüzde miktarları Tablo 3.3'te verilmiştir. Ayrıca tüm numuneler, yapılacak deneylerde değişken parametreler olan sinterleme sıcaklığı ve toz bileşimleri baz alınarak kodlandırılmıştır. Tablo 3.4'te ise numunelere verilen kodlar görülmektedir.

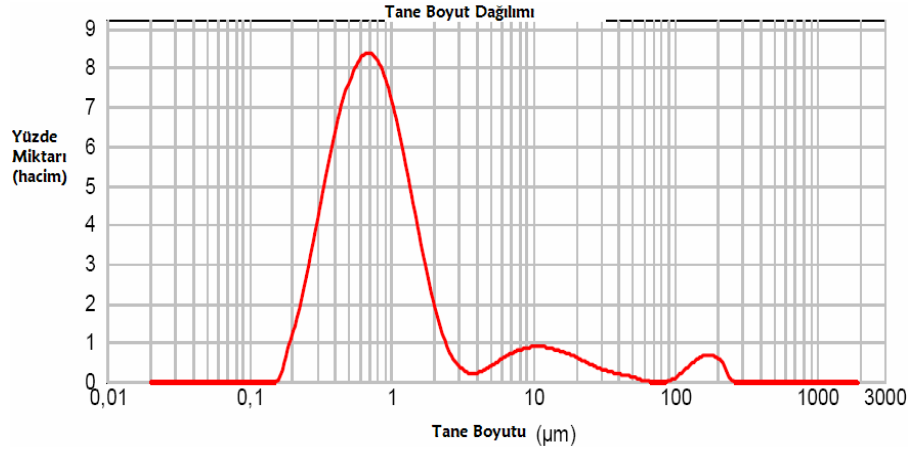
**Tablo 3.3:** Deneylerde kullanılan SiC-B<sub>4</sub>C numunelerin hacimce yüzde miktarları

	Toz bileşenlerinin % miktarı (hacim)			
	Numune 1	Numune 2	Numune 3	Numune 4
<b>SiC</b>	100	95	90	85
<b>B<sub>4</sub>C</b>	-	5	10	15

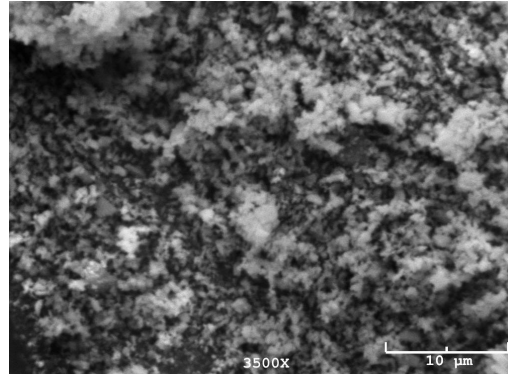
**Tablo 3.4:** Deneyleerde kullanılacak olan numunelerin kodları

	2100 °C	2200 °C	2250 °C
Numune 1	S100B2100	S100B2200	S100B2250
Numune 2	S95B2100	S95B2200	S95B2250
Numune 3	S90B2100	S90B2200	S90B2250
Numune 4	S85B2100	S85B2200	S85B2250

Deneyleerde kullanılan toz karışımlarının tane boyutu analizleri ve SEM fotoğrafları Şekil 3.7,8,9,10,11 ve 12’de verilmiştir.

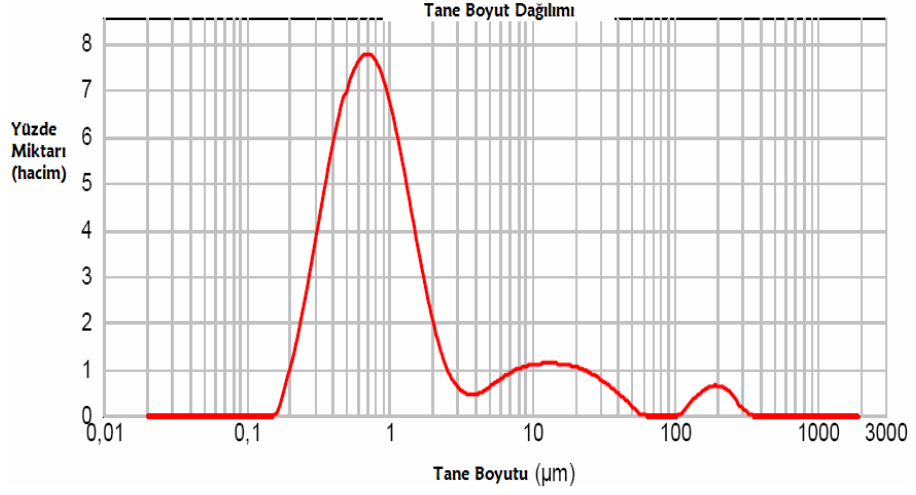


**Şekil 3.7:** %95 SiC-%5 B<sub>4</sub>C (hacim) içeren toz karışımının tane boyut dağılımı

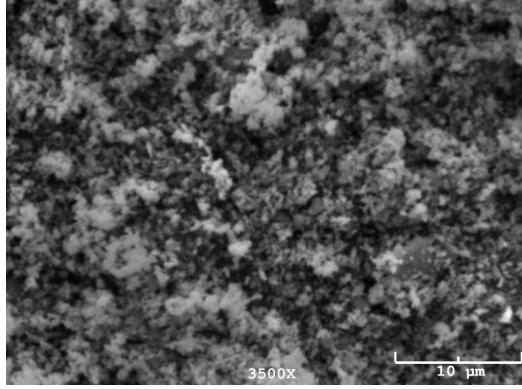


**Şekil 3.8:** %95 SiC-%5 B<sub>4</sub>C (hacim) içeren toz karışımının SEM görüntüsü (X3500)

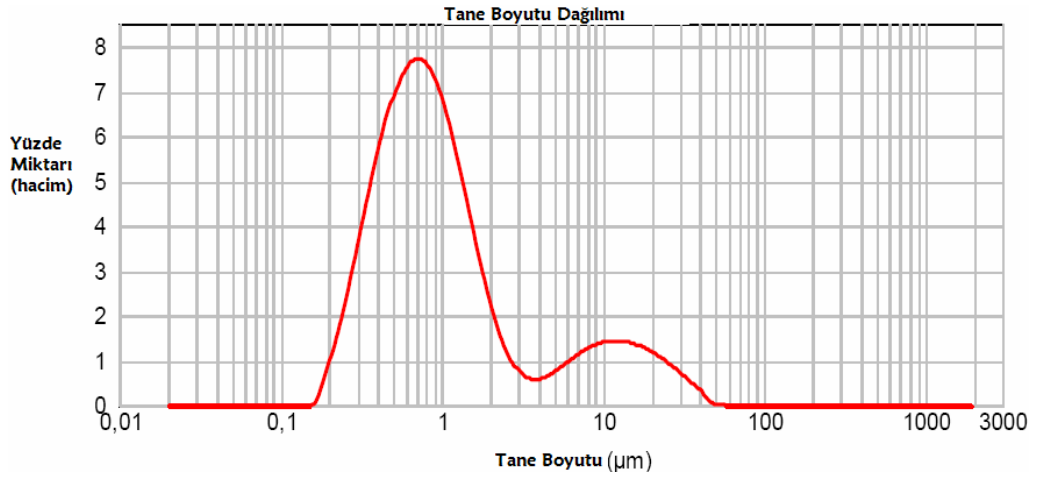




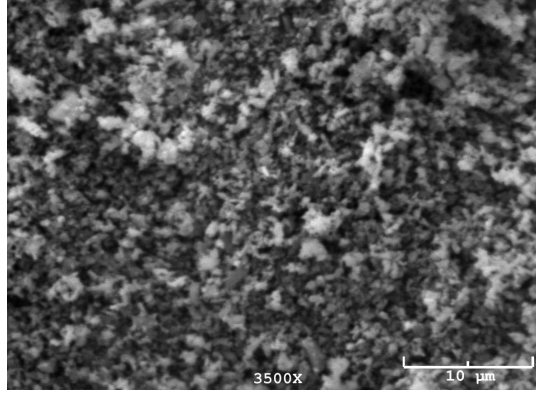
**Şekil 3.9:** %90 SiC-%10 B<sub>4</sub>C (hacim) içeren toz karışımının tane boyut dağılımı



**Şekil 3.10:** %90 SiC-%10B<sub>4</sub>C(hacim) içeren toz karışımının SEM görüntüsü (X3500)



**Şekil 3.11:** %85 SiC-%15 B<sub>4</sub>C(hacim) içeren toz karışımının tane boyut dağılımı



**Şekil 3.12:** %85 SiC-%15(hacim) B<sub>4</sub>C içeren toz karışımının SEM görüntüsü (X3500)

Deneyleerde kullanılan toz karışımalarında, hacimce B<sub>4</sub>C miktarı arttıkça tane boyutlarında da artış gözlenmiştir.

### 3.2 Kullanılan Alet ve Cihazlar

Bor karbür ve silisyum karbür tozlarının tartımları 0.001g hassasiyetli Sartorius marka otomatik terazi ile yapılmıştır. Homojen bir karışım sağlamak amacıyla bilyeli karıştırıcıda bor karbür - silisyum karbür tozları aynı ortamda karıştırıcı olarak silisyum karbür bilyelerin varlığında Szegvari marka atritörde (Şekil 3.13) 8 er saat süreyle karıştırılmışlardır.



**Şekil 3.13:** Szegvari atritör

Numuneler Buehler Isomet 2000 marka kesme cihazında elmas disk ile kesilmiştir. Toz karışımlarının yapısında bulunan ethanol, elektro-mag marka etüv kullanılarak uçurulmuştur. Shimadzu-Autograph (Şekil 3.14) marka çekme basma cihazında eğme mukavemeti ölçümleri yapılmıştır.



**Şekil 3.14:** Autograph çekme basma cihazı



**Şekil 3.15:** Shimadzu sertlik ölçüm cihazı

Shimadzu (Şekil 3.15) marka sertlik ölçüm cihazında Vickers sertlik ölçümü yapılmıştır. Yoğunluk ölçümleri ise Mettler Toledo PG 503-S marka cihazda belirlenmiştir.

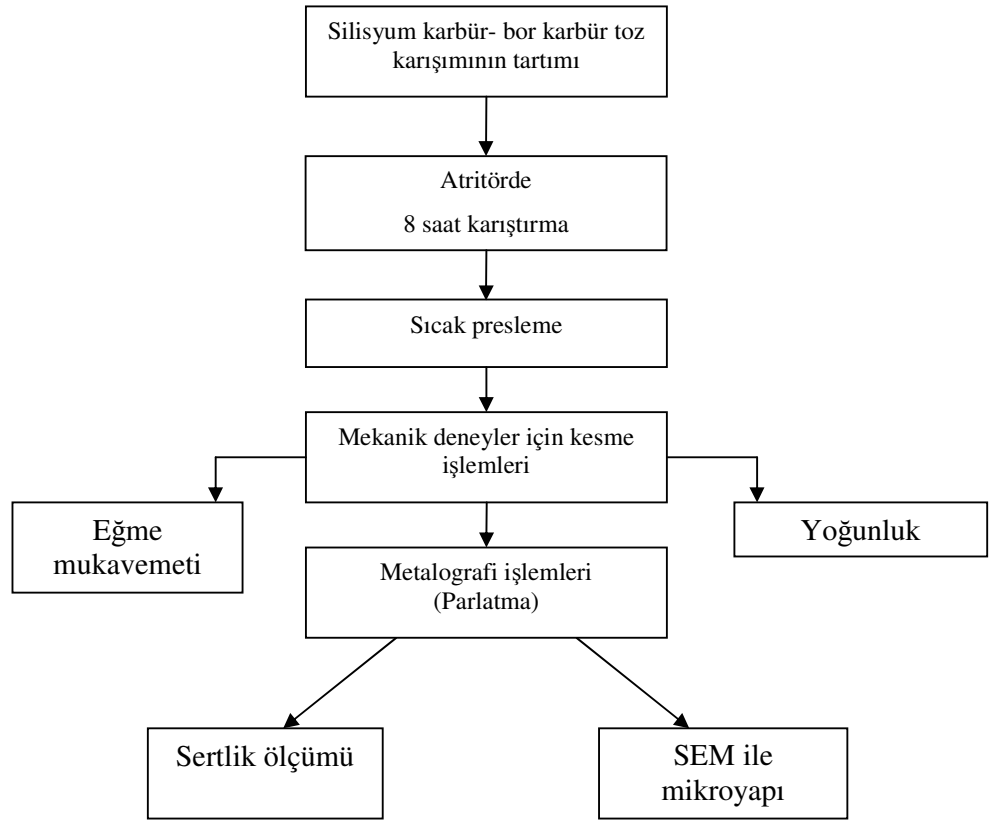
Kompozit üretimi için elde edilen homojen bir karışım haline gelen tozlar sıcak presleme işlemi için grafit dirençler ile kontrollü ısıtma sağlanabilen, difüzyon pompası ile yüksek vakum uygulanabilen 2300<sup>0</sup>C maksimum sıcaklık, 100 ton maksimum yük uygulanabilen inert atmosfer altında sinterleme yapılabilen Centorr Vacuum Industries (şekil 3.16) marka sıcak pres kullanılmıştır.



**Şekil 3.16:** Centorr Vacuum Industries marka sıcak pres

### 3.3 Deneylerin Yapılışı

Bor karbür ve silisyum karbür tozlarının karışımından kompozit malzeme üretimi Şekil 3.17’de verilen akış şeması takip edilerek yapılmıştır.



**Şekil 3.17:** Deneylerin şematik gösterilişi

Deneyler üç seri halinde yapılmıştır. Her deney grubu için tozlar, silisyum karbür bilyelerle atritörde 8'er saat süreyle polietilen kabın içerisinde 30 ml.'lik ethanol ilavesiyle, 330 rpm hızla karıştırılmışlardır. Her bir karışım için bilye/toz oranı

ağırlıkça 10:1 olacak şekilde SiC bilye konulmuş, bilyeden karışım içine geçen SiC miktarını değerlendirmek amacıyla karıştırmanın ardından bilyeler tekrar tartılmış, ancak aradaki ağırlık farkı çok küçük olduğundan bu değer hesaplamalar esnasında ihmal edilmiştir. Daha sonra karışımın yapısında bulunan ethanol, elektro-mag marka etüvde 125<sup>0</sup>C'lik sıcaklıkta 2'şer saat bekletilerek uçurulmuştur. Presleme işlemi sonrası nihai ürün olarak elde edilmek istenen boyutlar 5 x 5 x 0,5 cm. ölçülerinde plakalar olduğundan, karışımlar için kullanılan toz malzeme miktarı tablo 3.5'te detaylarıyla görüldüğü gibi, karışımın teorik yoğunluğu baz alınarak belirtilen hacme göre hesaplanarak tartılmıştır. Toz karışımları daha sonra, sıcak preste, vakum altında, 25 <sup>0</sup>C/dak ısıtma hızıyla, her deney için sırasıyla 2100, 2200 ve 2250 <sup>0</sup>C'ye çıkılarak, 50 MPa. basınç altında 1 saat süreyle tutulmuştur. Toz hazırlama, karıştırma ve sıcak presleme esnasında uygulanan parametreler Tablo 3.5'te verilmiştir.

**Tablo 3.5:** Deneylerde kullanılan karışımlar ve deney parametreleri

		SiC (%hacim)	B4C+C (%hacim)	Karışt. Süresi (Saat)	Bilye	ilk ve sonraki bilye ağ.(g.)	Sinter. Sic. (°C)	Isıtma Hızı (°C/dak)	Sinter. Süresi (Saat)	Uyg. Basınç (MPa)
1. Deney Grubu	S100B2100	100	0	8	SiC	387/387	2100	25	1	50
	S95B2100	95	5	8	SiC	381/381	2100	25	1	50
	S90B2100	90	10	8	SiC	380/380	2100	25	1	50
	S85B2100	85	15	8	SiC	375/375	2100	25	1	50
2. Deney Grubu	S100B2200	100	0	8	SiC	387/387	2200	25	1	50
	S95B2200	95	5	8	SiC	382/382	2200	25	1	50
	S90B2200	90	10	8	SiC	379/379	2200	25	1	50
	S85B2200	85	15	8	SiC	375/375	2200	25	1	50
3. Deney Grubu	S100B2250	100	0	8	SiC	387/387	2250	25	1	50
	S95B2250	95	5	8	SiC	382/382	2250	25	1	50
	S90B2250	90	10	8	SiC	379/379	2250	25	1	50
	S85B2250	85	15	8	SiC	375/375	2250	25	1	50

### 3.4 Karakterizasyon Çalışmaları

#### 3.4.1 Kesme İşlemleri

Bütün deneylerde, preslenmiş numuneler tamamen soğuduktan sonra mekanik deneyler için uygun olacak şekilde kesilmiştir. Kesme işlemleri elmas disk ile Buehler kesicide gerçekleştirilmiştir.

#### 3.4.2 Eğme Mukavemeti Ölçümü

Kesilen numunelere daha sonra Autograph cihazında 3 noktalı eğme mukavemeti testi yapılmıştır ve elde edilen değerler 3.1 no'lu formülde yerlerine yerleştirilerek eğme mukavemeti değerleri hesaplanmıştır. Eğme numunesinin boyutları Şekil 3.18'de verilmiştir.

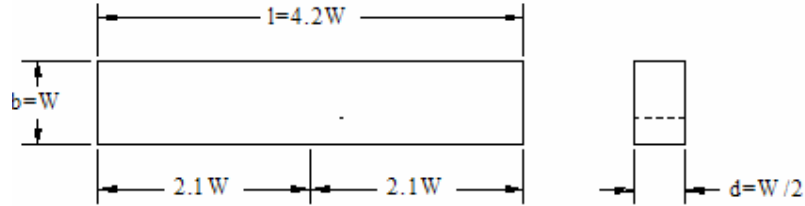
$$\sigma_{\max} = 3/2 \times (P_{\max} \times l) / (b \times d^2) \quad (3.1)$$

b= Numune genişliği (mm)

d= Kalınlık (mm)

l= Mesnet mesafesi (mm)

P= Yük (kg)



Şekil 3.18: Üç nokta eğme testi numunesi boyutları

#### 3.4.3 Yoğunluk Ölçümü

Yoğunluk; gerçek özgül ağırlık (True Specific Density), görünür kütle yoğunluğu (Apparent Solid Density) ve katı cisim yoğunluğu (Bulk Density) gibi değişik şekillerde tanımlanmaktadır. Seramik sektöründe en çok kullanılanı olan özgül ağırlık, Arşimet prensibine göre, "3.2" no'lu eşitlik yardımı ile hesaplanır.

Numunelerin yoğunluk ölçümleri Metler-Toledo PG 503-S marka cihazda yapılmıştır. Numunelerin yoğunluk ölçümleri için ilk başta kuru ağırlıkları daha sonra

sudaki ağırlıkları ölçülmüştür. Suyun sıcaklığı ölçülüp buna karşılık gelen katsayı da hesaba katılarak 3.2 no'lu formülde yoğunluklar hesaplanmıştır.

$$\rho = \rho_0 \times A / (A - B) \quad (3.2)$$

A= Katının havadaki ağırlığı

B= Katının sıvıdaki ağırlığı

$\rho_0$ = Sıvının (su) sıcaklığa bağlı yoğunluğu ("1" alınmıştır)

Elde edilen bu değerlerden sonra 3.3 formülüne göre numunelerin rölatif yoğunlukları hesaplanmıştır.

$$d_T = d_1 / d_2 \times 100 \quad (3.3)$$

$d_1$ = numunenin ölçümler sonunda ortaya çıkan yoğunlukların ortalaması

$d_2$ = numunenin toz karışım oranları baz alınarak teorik yoğunluğu

$d_T$ = elde edilen rölatif yoğunluk

#### 3.4.4 Sertlik Ölçümü

Parlatma işleminin kolay yapılabilmesi amacıyla bakalite alma işleminden geçirilen numuneler sırasıyla 14, 9, 6 ve 3  $\mu\text{m}$  elmas pastalar ile parlatılmıştır. Parlatılan numuneler daha sonra sertlik ölçümleri için Shimadzu sertlik ölçüm cihazında (şekil 3.15) 1000 g yük uygulanarak sertlik ölçümüne tabi tutulmuştur.

#### 3.4.5 Mikroyapı Analizleri

Numunelerin mikroyapı incelemesi JEOL JSM-840 marka elektron cihazında (SEM) gerçekleştirilmiştir.

#### 3.4.6 Termal Genleşme Katsayısı Tayini

Numunelerin termal genleşme davranışları dilatometrede incelenmiştir. Bulunan değerler formül 3.4.'te yerlerine yazılarak numunelerin termal genleşme katsayısı bulunmuştur.

$$\alpha = 0,01 P / T_2 - T_1 \quad (3.4)$$

$\alpha$ =termal genleşme katsayısı,

P=numunenin % uzama miktarı,

$T_2$ =son sıcaklık,  $T_1$ =ilk sıcaklık

## 4. DENEY SONUÇLARI VE İRDELEMELER

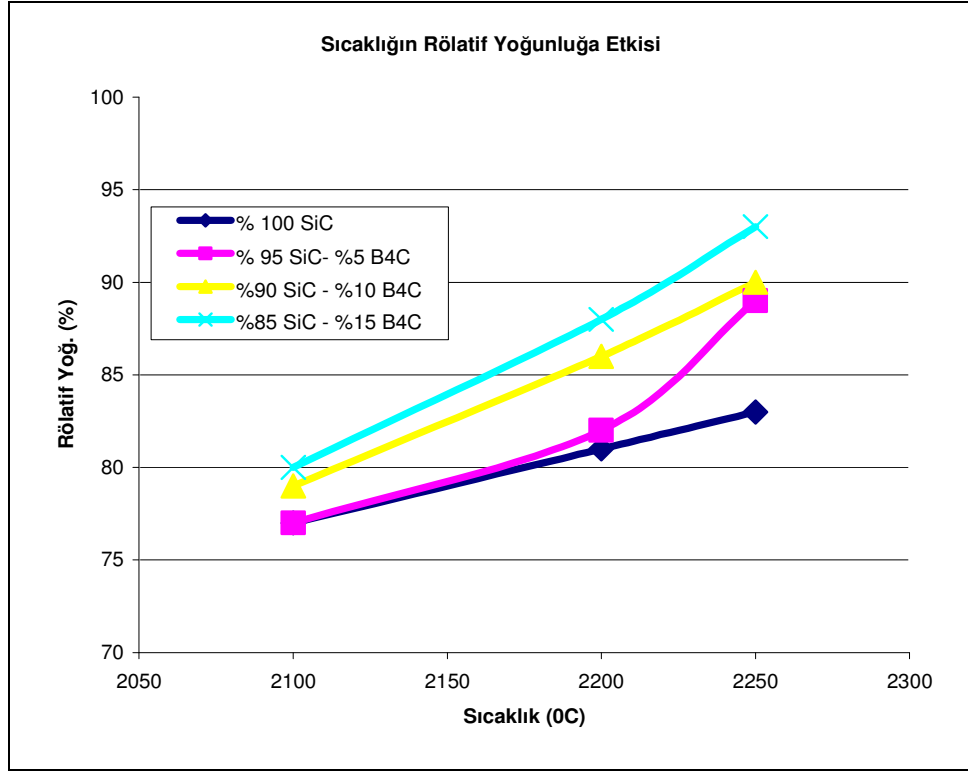
### 4.1 Sıcaklığın Yoğunluğa Etkisi

Üç ayrı sıcaklıkta; 2100 °C, 2200 °C ve 2250 °C’da yapılmış olan deneyler sonucunda elde edilmiş yoğunluk değerleri tablo 4.1’de verilmiştir. Numunelerin önce havadaki ve sudaki ağırlıkları hesaplanmış, sonra 3.2 formülünde yerlerine konularak yoğunlukları hesaplanmıştır; daha sonra ise 3.3 formülünde yerine konularak elde edilen rölatif yoğunluklar bulunmuştur. İlgili standart sapma değerleri hesaplanmış, ancak elde edilen değerlerin birbirlerine çok yakın oluşlarından ötürü sıfır çıkmış oldukları için tabloda belirtilmemişlerdir. Şekil 4.1’de her bir bileşim için, yoğunluk değerlerinin sıcaklık ile değişimini gösteren grafik görülmektedir.

**Tablo 4. 1:** Dört farklı bileşim için farklı sıcaklıklarda ölçülen yoğunluk değerlerinin teorik değerlerle kıyaslanması

		Elde Edilen Yoğunluk	Teorik Yoğunluk	Rölatif Yoğunluk (%)
1. Deney Grubu	S100B2100	2,38	3,1	77
	S95B2100	2,36	3,07	77
	S90B2100	2,39	3,04	79
	S85B2100	2,40	3,01	80
2. Deney Grubu	S100B2200	2,52	3,1	81
	S95B2200	2,53	3,07	82
	S90B2200	2,62	3,04	86
	S85B2200	2,64	3,01	88
3. Deney Grubu	S100B2250	2,57	3,1	83
	S95B2250	2,74	3,07	89
	S90B2250	2,75	3,04	90
	S85B2250	2,80	3,01	93





**Şekil 4.1:** SiC-B<sub>4</sub>C kompozitlerinde sıcaklığın rölatif yoğunluğa etkisi

Elde edilen sonuçlar çerçevesinde, sıcaklığın artmasıyla, malzemenin yoğunluğunun da arttığı görülmektedir. Artan sıcaklık, sinterleme sırasında partiküller arasında katı bağ oluşumunu arttırmış, toz partiküllerinin birbirlerine olan difüzyonu hızlandırmıştır. S85B2250 numunesinde elde edilen değer, Magnani [21] tarafından soğuk izostatik preslemenin ardında sinterleme ile 2150<sup>0</sup>C’de üretilmiş SiC-B<sub>4</sub>C kompozitinin yoğunluk değerine yakındır.

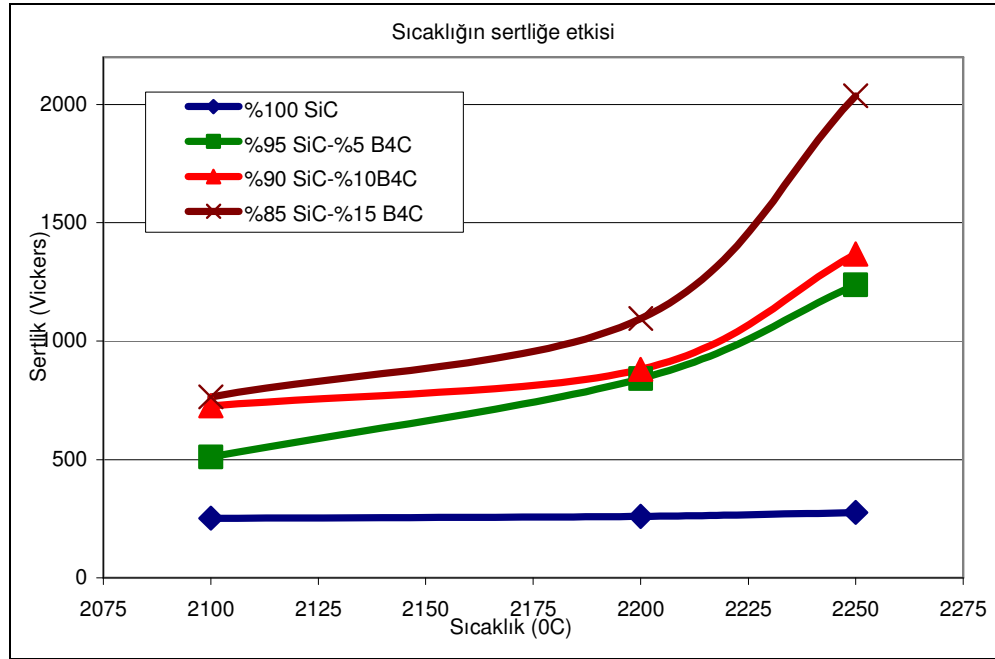
#### 4.2 Sıcaklığın Sertliğe Etkisi

Sertlik ölçümleri, 1 kg’lık yük kullanılarak yapılmıştır. Sıcak preste, vakum altında, 25 <sup>0</sup>C/dak ısıtma hızıyla 50 MPa. basınç altında 1 saat süreyle 2100 <sup>0</sup>C’de tutulmuş olan hacimce % 100 SiC, % 95 SiC, % 90 SiC ve % 85 SiC içeren bileşimlere, sıcak preste, vakum altında, 25 <sup>0</sup>C/dak ısıtma hızıyla 50 MPa. basınç altında 1 saat süreyle 2200<sup>0</sup>C’de tutulmuş olan hacimce % 100 SiC, % 95 SiC, % 90 SiC ve % 85 SiC içeren bileşimlere ve yine sıcak preste, vakum altında, 25 <sup>0</sup>C/dak ısıtma hızıyla 50 MPa. basınç altında 1 saat süreyle 2250<sup>0</sup>C’de tutulmuş olan hacimce % 100 SiC, % 95 SiC, % 90 SiC ve % 85 SiC içeren bileşimlere yapılmış olan deneyler sonucunda elde edilmiş olan mikro sertlik değerleri standart sapma değerleri hesaplanarak tablo

4.2’de verilmiştir. Şekil 4.2’ de dört farklı bileşim için sıcaklığın sertliğe etkisi görülmektedir.

**Tablo 4.2:** Dört farklı bileşim için farklı sıcaklıklarda ölçülen sertlik değerleri

		Sertlik (Vickers 1ka)	Standart Sanma
1. Deneş Grubu	S100B2100	252	$\pm 12$
	S95B2100	511	$\pm 70$
	S90B2100	726	$\pm 154$
	S85B2100	764	$\pm 166$
2. Deneş Grubu	S100B2200	260	$\pm 16$
	S95B2200	842	$\pm 40$
	S90B2200	881	$\pm 82$
	S85B2200	1096	$\pm 198$
3. Deneş Grubu	S100B2250	277	$\pm 20$
	S95B2250	1237	$\pm 76$
	S90B2250	1368	$\pm 154$
	S85B2250	2036	$\pm 188$



**Şekil 4.2:** SiC-B<sub>4</sub>C kompozitlerinde sıcaklığın sertliğe etkisi

Elde edilen sonuçlar çerçevesinde, SiC-B<sub>4</sub>C kompozitlerinde sıcaklığın artmasıyla malzemenin sertliğinde de artış gerçekleştiği görülmektedir. Sıcaklığın artışıyla beraber malzemenin yoğunluğunun da artarak porozitenin azalması, sıcaklığın

sertliğe olan pozitif etkisinin sebebidir. % 100 SiC içeren numunenin ise sertliğinde sıcaklık artışıyla belirgin bir artış gözlenmemiştir.

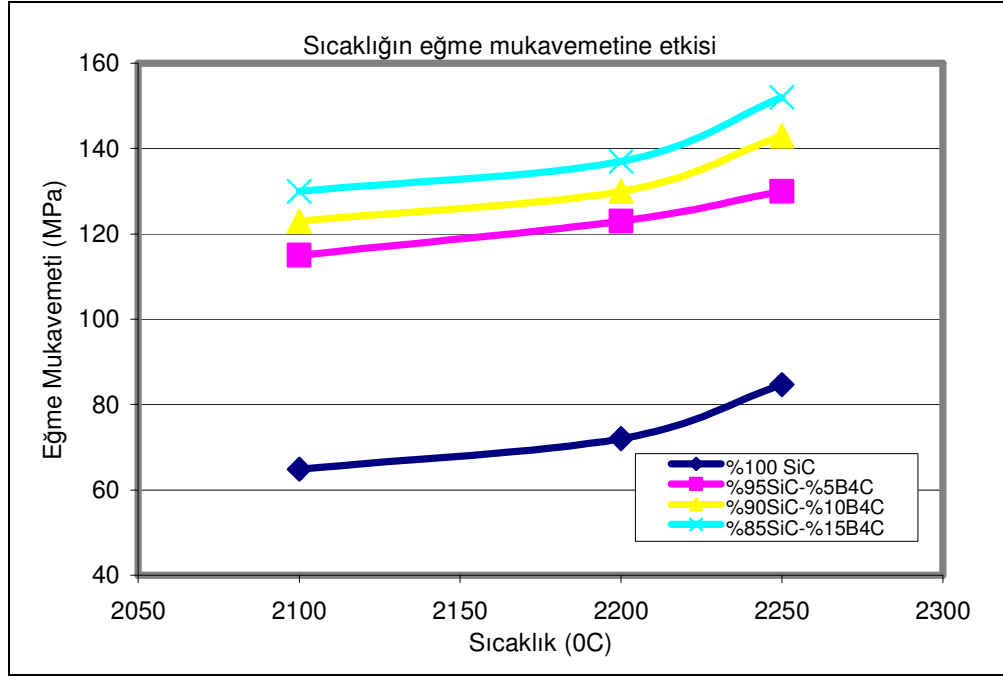
### 4.3 Sıcaklığın Eğme Mukavemetine Etkisi

Eğme mukavemeti testleri, şekil 3.14’de gösterilmiş olan Autograph marka çekme basma cihazında yapılmıştır. Sırasıyla 2100 °C, 2200 °C ve 2250 °C sıcaklıklarda sıcak preste, vakum altında, 25 °C/dak ısıtma hızıyla 50 MPa. basınç altında 1 saat süreyle tutulmuş olan hacimce % 100 SiC, % 95 SiC, % 90 SiC ve % 85 SiC içeren bileşimlere yapılmış olan deneyler sonucunda elde edilmiş olan değerler tablo 4.3’de verilmiştir. Şekil 4.3’te dört farklı bileşim için sıcaklığın eğme mukavemetine etkisi görülmektedir.

**Tablo 4.3:** Dört farklı bileşim için farklı sıcaklıklarda ölçülen eğme mukavemeti değerleri

		Eğme Mukavemeti (MPa)	Standart Sapma
1. Deneysel Grubu	S100B2100	64,8	$\pm 7,97$
	S95B2100	115	$\pm 14,13$
	S90B2100	123	$\pm 17,66$
	S85B2100	130	$\pm 39,61$
2. Deneysel Grubu	S100B2200	72	$\pm 26,43$
	S95B2200	123	$\pm 7,21$
	S90B2200	130	$\pm 25,68$
	S85B2200	137	$\pm 25,42$
3. Deneysel Grubu	S100B2250	84,7	$\pm 33,65$
	S95B2250	130	$\pm 16,44$
	S90B2250	143	$\pm 35,59$
	S85B2250	152	$\pm 17,69$

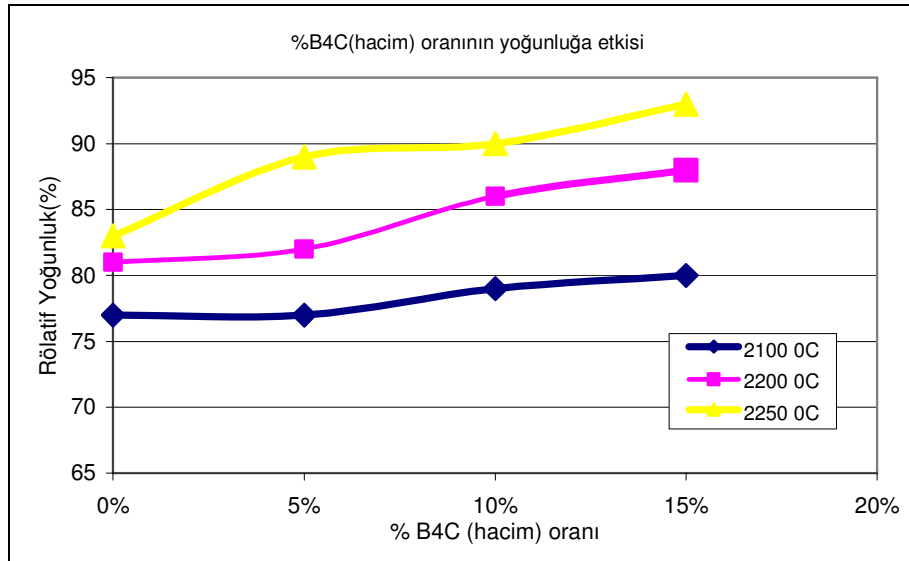
Deney sonuçlarından görüldüğü üzere, sıcaklık ile eğme mukavemeti paralel bir artış göstermiştir. Bu da sıcaklığın yükselmesiyle, malzemenin porozitesinin azalması ve tokluğunun artmasından kaynaklanmaktadır.



Şekil 4.3: SiC-B<sub>4</sub>C kompozitlerinde sıcaklığın eğme mukavemetine etkisi

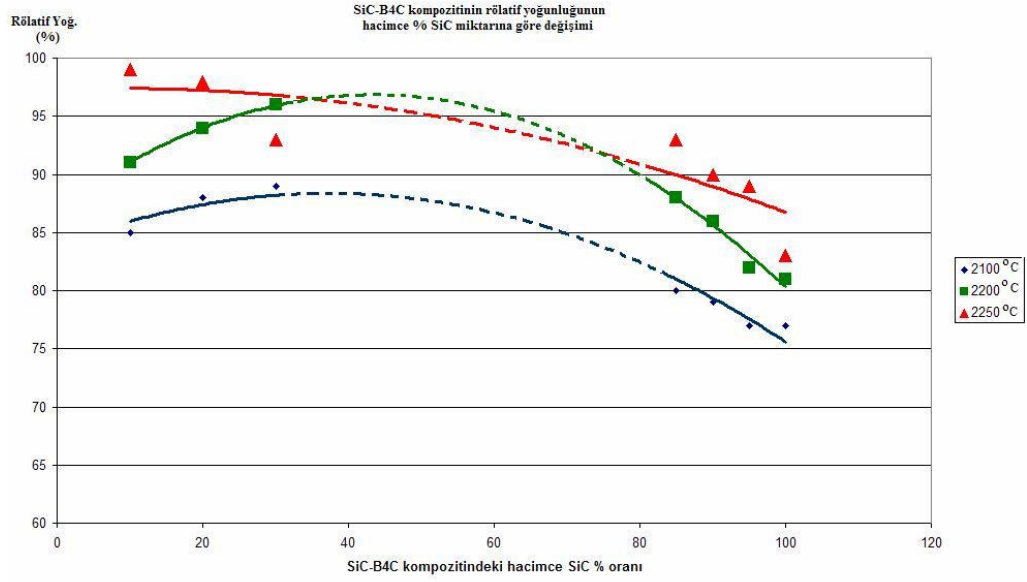
#### 4.4 B<sub>4</sub>C ilavesinin yoğunluğa etkisi

Üç ayrı sıcaklıkta; 2100 °C, 2200 °C ve 2250 °C’da yapılmış olan deneyler sonucunda elde edilmiş değerler tablo 4.1’de verilmiştir. Şekil 4.4’te her bir sıcaklık için, yoğunluk değerlerinin toz karışımındaki B<sub>4</sub>C oranının hacimce artması ile değişimini gösteren grafik görülmektedir.



Şekil 4.4: Farklı sıcaklıklar için SiC – B<sub>4</sub>C kompozitindeki % B<sub>4</sub>C (hacim) miktarının rölatif yoğunluğa etkisi

Elde edilen deney sonuçlarından, SiC – B<sub>4</sub>C kompozitlerinde, bor karbürün, silisyum karbürün sinterlenmesine, özellikle 2100<sup>0</sup>C'nin üzerindeki sıcaklıklarda olumlu etki ettiği görülmektedir. 2100<sup>0</sup>C koşullarında B<sub>4</sub>C miktarının artması ile rölatif yoğunlukta artış görülmüş fakat bu değerler %77-80 arasında sınırlı kalmıştır. Diğer iki deney grubunda ise, yoğunluk değerlerinde B<sub>4</sub>C ilavesi ile daha belirgin yoğunluk artışları kaydedilmiştir. Bu değerler göz önüne alınarak, artan B<sub>4</sub>C miktarının SiC – B<sub>4</sub>C kompozitinin sinterleme özelliğini iyileştirdiği anlaşılmaktadır.



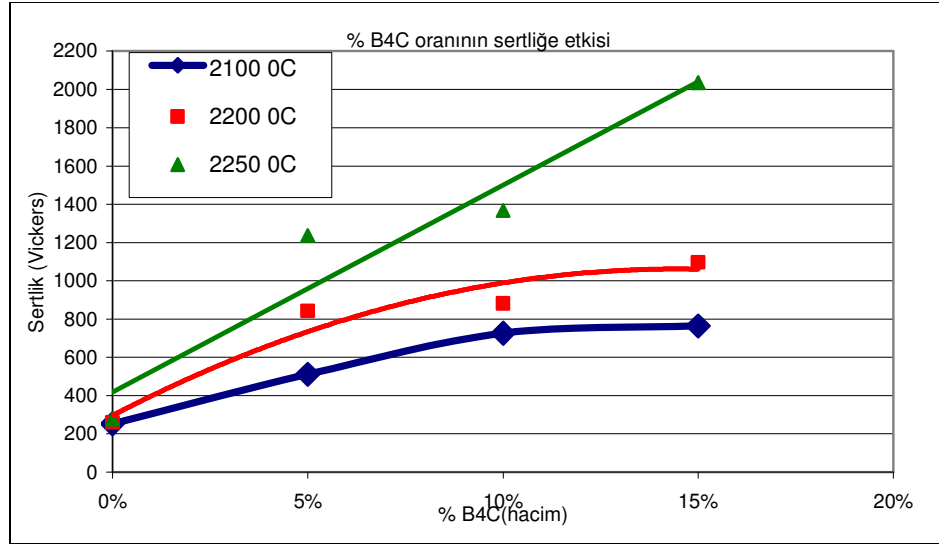
**Şekil 4.5:** SiC-B<sub>4</sub>C kompozitlerinde farklı sıcaklıklarda rölatif yoğunluk - %SiC (hacim) ilişkisi

Yoğunluk sonuçları, E.Turan'ın yapmış olduğu "B<sub>4</sub>C-SiC kompozitlerinin sıcak pres yöntemiyle üretimi" isimli tez çalışmasıyla beraber incelendiğinde, SiC ve B<sub>4</sub>C'ün birbirlerinin sinterlenmesini kolaylaştırıcı malzemeler olduğu anlaşılmaktadır [6]. Yanlıca 2250<sup>0</sup>C'de yapılan B<sub>4</sub>C matriksli B<sub>4</sub>C-SiC üretiminde, SiC miktarının artmasıyla yoğunlukta bir düşüş gözlenmiştir. Bu da bu sıcaklıktaki ötektik noktadan dolayı oluşan camı fazdan kaynaklanmaktadır.

#### 4.5 B<sub>4</sub>C ilavesinin sertliğe etkisi

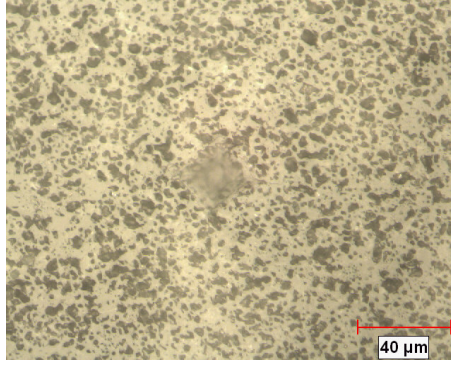
Sıcak preste, vakum altında, 25<sup>0</sup>C/dak ısıtma hızıyla 50 MPa. basınç altında 1 saat süreyle 2100<sup>0</sup>C'de tutulmuş olan hacimce % 100 SiC, % 95 SiC, % 90 SiC ve % 85 SiC içeren bileşimlere, sıcak preste, vakum altında, 25<sup>0</sup>C/dak ısıtma hızıyla 50 MPa. basınç altında 1 saat süreyle 2200<sup>0</sup>C'de tutulmuş olan hacimce % 100 SiC, % 95 SiC,

% 90 SiC ve % 85 SiC içeren bileşimlere ve yine sıcak preste, vakum altında, 25 °C/dak ısıtma hızıyla 50 MPa. basınç altında 1 saat süreyle 2250°C'de tutulmuş olan hacimce % 100 SiC, % 95 SiC, % 90 SiC ve % 85 SiC içeren bileşimlere yapılmış olan deneyler sonucunda elde edilmiş olan mikro sertlik değerleri, standart sapma değerleri de hesaplanarak tablo 4.2'de verilmiştir. Şekil 4.6'da her bir sıcaklık için, sertlik değerlerinin toz karışımındaki B<sub>4</sub>C oranının hacimce artması ile değişimini gösteren grafik görülmektedir.

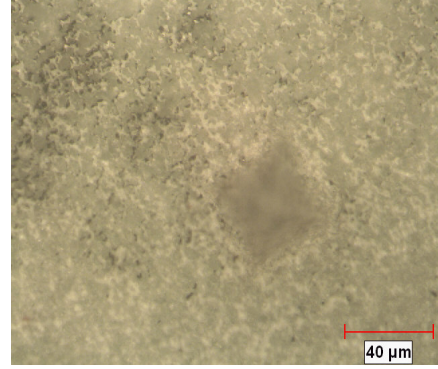


**Şekil 4.6:** Farklı sıcaklıklar için SiC – B<sub>4</sub>C kompozitindeki % B<sub>4</sub>C (hacim) miktarının sertliğe etkisi

Elde edilen sertlik testi sonuçları incelendiğinde, B<sub>4</sub>C ilavesinin, SiC-B<sub>4</sub>C kompozitinin sertliğini olumlu etkilediği görülmektedir. Çok sert bir malzeme olan B<sub>4</sub>C'ün belli oranlarda ilavesi her üç sıcaklık için de malzemenin sertliğinde artışa neden olmuştur. S85B2250 numunesinde elde edilen sertlik değeri, Uehara ve arkadaşlarının yapmış olduğu çalışmadaki sonuçla uygunluk göstermektedir [22]. Şekil 4.7. ve 4.8'de S85B2250 ve S100B2250 numunelerinde elde edilen sertlik izleri verilmiştir.

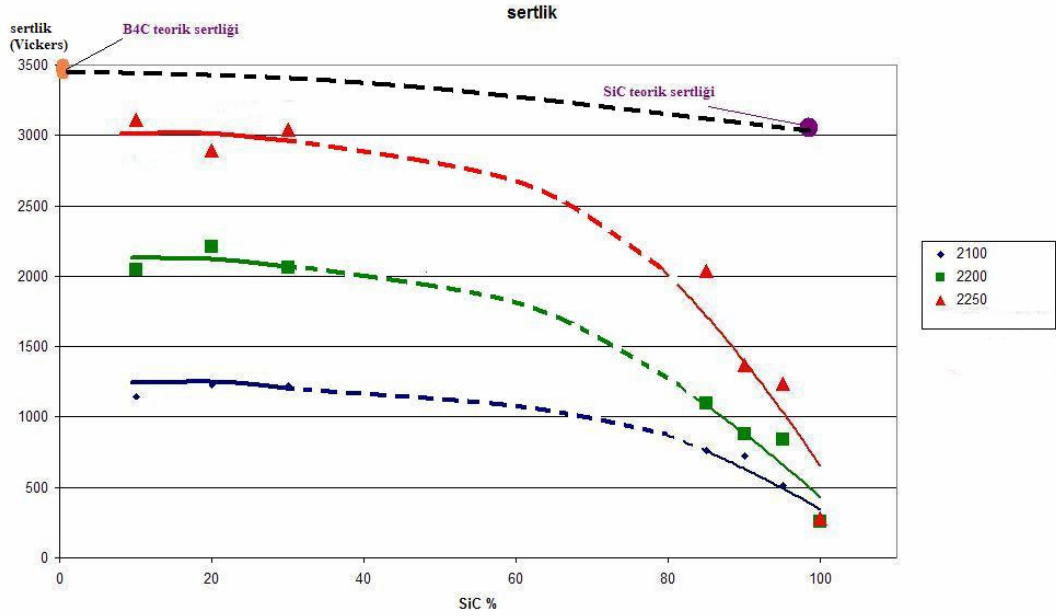


**Şekil 4.7:** S85B2250 numunesinde elde edilen Vickers Sertlik izi (1 kg yük)



**Şekil 4.8:** S100B2250 numunesinde elde edilen Vickers Sertlik izi (1kg yük)

Daha önce yapılmış, E. Turan'ın yüksek lisans tez çalışmasında,  $B_4C$  içine farklı oranlarda SiC ilave edilmiş ve elde edilen kompozitlerin mekanik özellikleri incelenmiştir [6]. Yapılan değerlendirmeler sonucunda, bu çalışmada ilave edilen SiC miktarındaki değişim sertlik değerlerinde önemli farklar yaratmamış, sıcaklığın bu özellikte çok daha etkili bir parametre olduğu görülmüştür. Şekil 4.9'da 6 nolu referans çalışması ve bu çalışmada elde edilen sertlik-sıcaklık sonuçları bir arada görülmektedir.

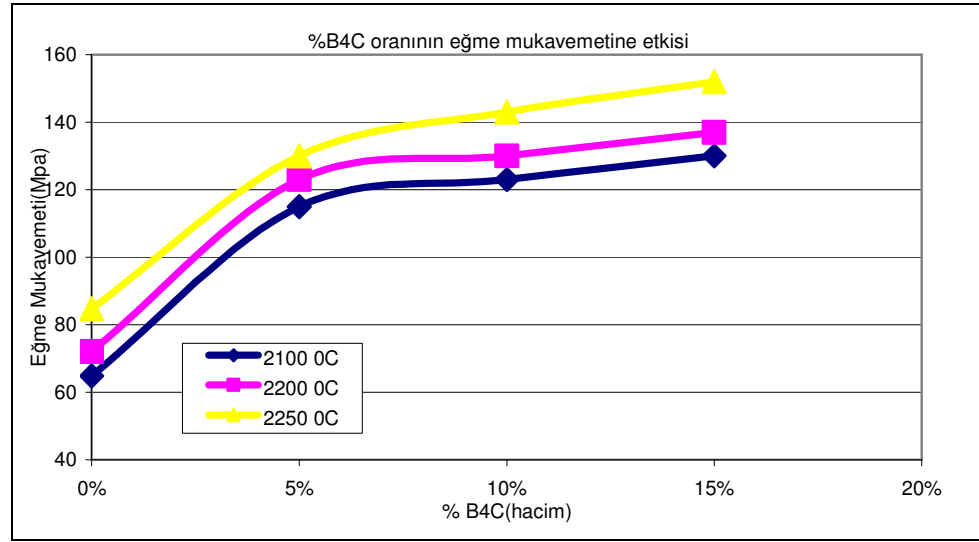


**Şekil 4.9:** SiC-B4C kompozitlerinde farklı sıcaklıklarda sertlik - %SiC (hacim) ilişkisi

Görüldüğü üzere yapıdaki B<sub>4</sub>C miktarı arttıkça kompozitin sertlik değerinde de artış meydana gelmektedir. Hacimce % 5-15 B<sub>4</sub>C ilavesinde, sistemdeki B<sub>4</sub>C oranı, sertlik gelişiminde çok etkili bir parametre iken, bu oran %70 lere ulaştığında meydana gelen bir değişim sertliğe etki etmemektedir. Sıcaklık ise her iki çalışma için sertliğin artmasında önemli bir parametre olarak göze çarpmaktadır.

#### 4.6 B<sub>4</sub>C ilavesinin eğme mukavemetine etkisi

Sırasıyla 2100 °C, 2200 °C ve 2250 °C sıcaklıklarda sıcak preste, vakum altında, 25°C/dak ısıtma hızıyla 50 MPa. basınç altında 1 saat süreyle tutulmuş olan hacimce % 100 SiC, % 95 SiC, % 90 SiC ve % 85 SiC içeren bileşimlere yapılmış olan deneyler sonucunda elde edilmiş olan değerler tablo 4.3’de verilmiştir. Şekil 4.10’da her bir sıcaklık için, eğme mukavemeti değerlerinin toz karışımındaki B<sub>4</sub>C oranının hacimce artması ile değişimini gösteren grafik görülmektedir.

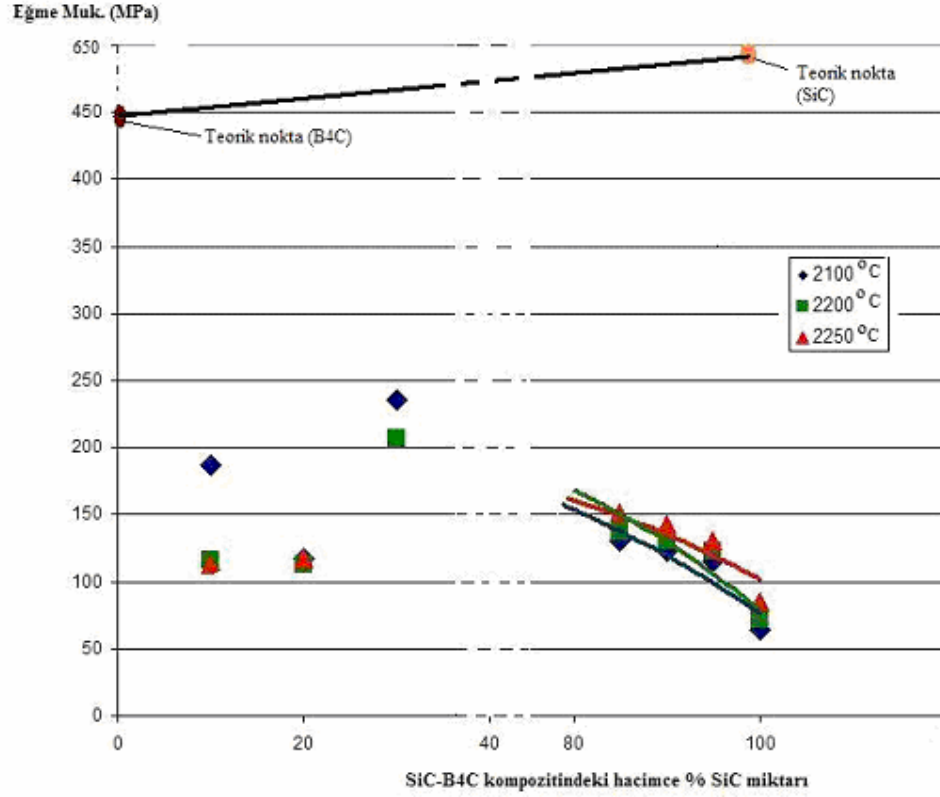


**Şekil 4.10:** Farklı sıcaklıklar için SiC – B<sub>4</sub>C kompozitindeki % B<sub>4</sub>C (hacim) miktarının eğme mukavemetine etkisi

Elde edilen eğme mukavemeti değerlerine bakıldığında B<sub>4</sub>C ilavesinin, sonuçları olumlu etkilediği görülmektedir. B<sub>4</sub>C'nin gevrek bir malzeme olduğu düşünüldüğünde, eğme mukavemetindeki bu artışın, B<sub>4</sub>C'nin sinterlemeye olan olumlu etkisinden kaynaklandığı ve yapının tokluğunun bu sebeple arttığı sonucu çıkarılabilir.

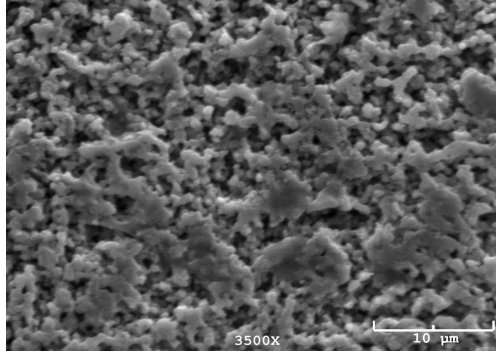


Deney sonuçları, Şekil 4.11’de, E.Turan’ın çalışmasıyla beraber değerlendirildiğinde her iki çalışma için de teorik değerlere ulaşamadığı görülmektedir [6]. Bunun başlıca sebebi, yapıdaki porozitenin malzemenin mukavemetini olumsuz yönde etkilemesidir.

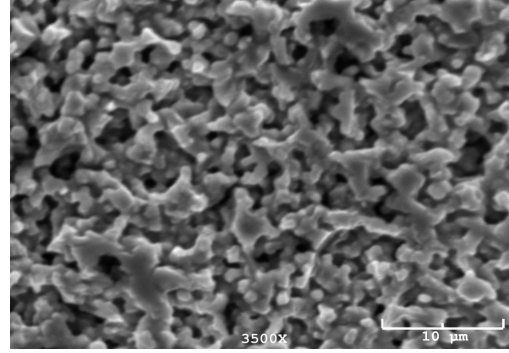


**Şekil 4.11:** SiC-B<sub>4</sub>C kompozitlerinde farklı sıcaklıklarda eğme mukavemeti - %SiC (hacim) ilişkisi

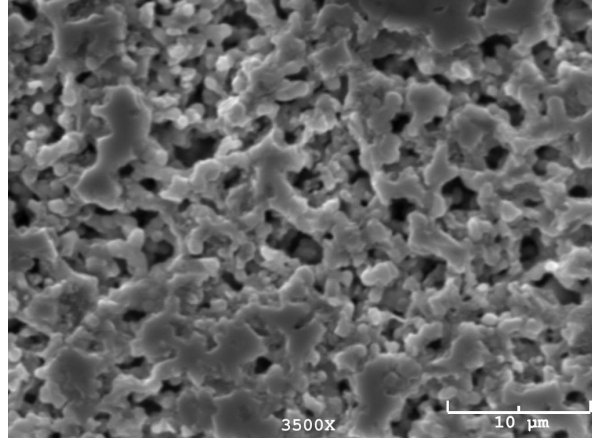
#### 4.7 Mikroyapılara ait SEM fotoğraflarının İncelenmesi



**Şekil 4.12:** 2100 °C'de yapılan deneye ait % 100 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X 1500)

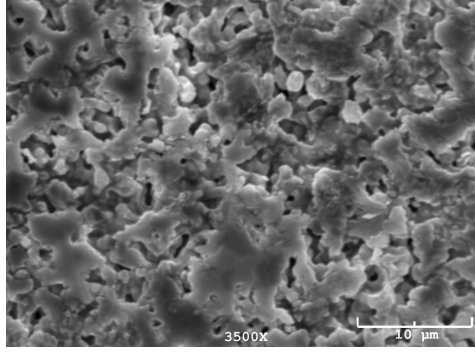


**Şekil 4.13:** 2200 °C'de yapılan deneye ait % 100 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X 3500)

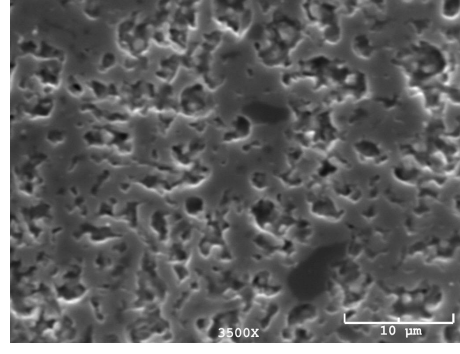


**Şekil 4.14:** 2250 °C'de yapılan deneye ait % 100 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X 3500)

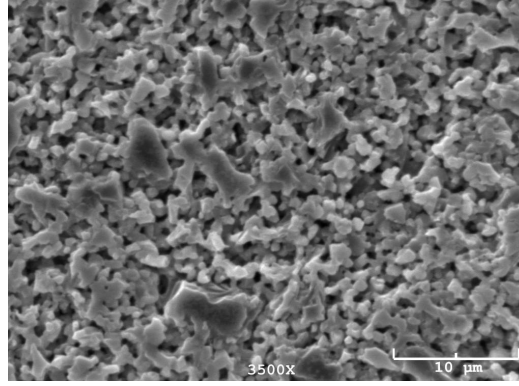
2100 °C'de sinterlenen %100 SiC'de (Şekil 4.12) tam sinterlenme sağlanamamıştır. 2200°C ve 2250°C'de yapılan deneyde, SiC tanelerinin birbirlerine difüze olarak boyun vermeye başladığı ve porozitede azalma olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 4.13-14).



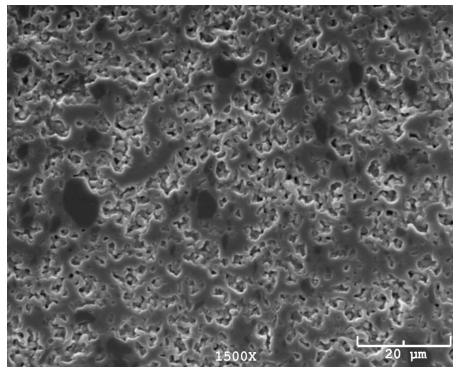
**Şekil 4.15:** 2200 °C’de yapılan deneye ait % 95 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X 3500)



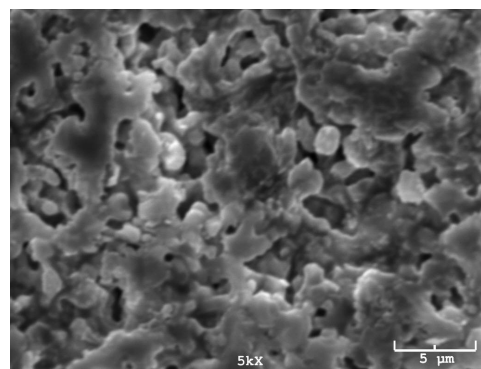
**Şekil 4.16:** 2250 °C’de yapılan deneye ait % 95 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X 3500)



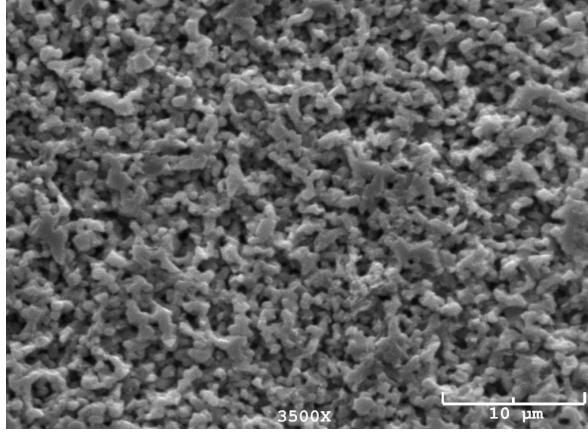
**Şekil 4.17:** 2100 °C’de yapılan deneye ait % 95 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X3500)



**Şekil 4.18:** 2200 °C’de yapılan deneye ait % 90 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X 1500)

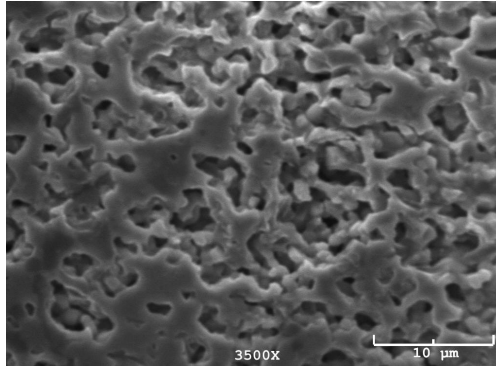


**Şekil 4.19:** 2250 °C’de yapılan deneye ait % 90 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X 50000)

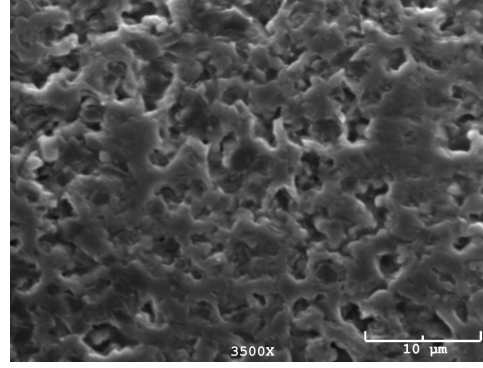


**Şekil 4.20:** 2100<sup>0</sup>C'de yapılan deneye ait % 90 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X 3500)

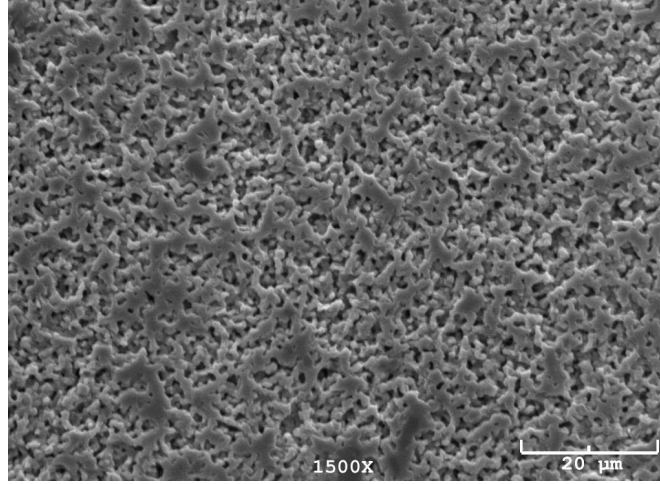
% 5 ve % 10 B<sub>4</sub>C içeren SiC kompozitlerinde ise malzemenin, saf SiC ile kıyaslandığında daha kompakt bir yapı oluşturduğu görülmektedir. Resim üzerinde koyu siyah bölgeler üzerinde yapılan EDS analizinde, bu alanlarda B<sub>4</sub>C ün yoğunlaştığı anlaşılmıştır. Gri renkli bölgeler ise SiC fazının bulunduğu alanlardır. Şekil 4.15 ve Şekil 4.16 incelendiğinde, sıcaklık arttıkça partiküller arasındaki bağların arttığı görülebilir.



**Şekil 4.21:** 2200<sup>0</sup>C'de yapılan deneye ait % 85 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X 3500)



**Şekil 4.22:** 2250<sup>0</sup>C'de yapılan deneye ait % 85 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X3500)

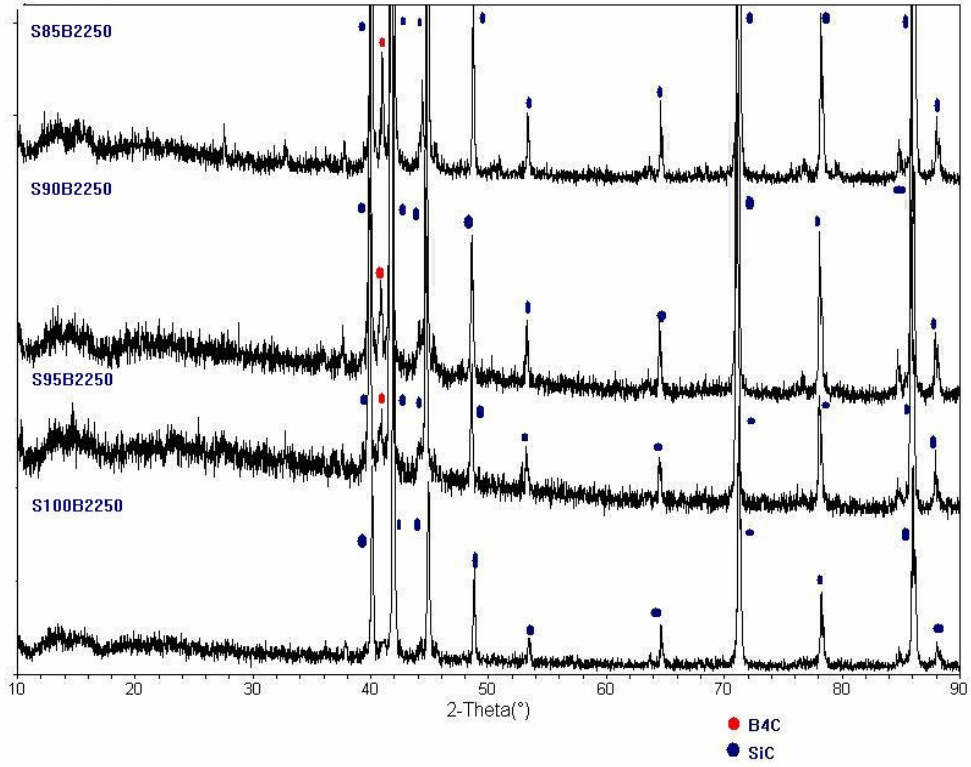


**Şekil 4.23:** 2100 °C’de yapılan deneye ait % 85 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X1500)

% 85 B<sub>4</sub>C içeren numune, en yüksek yoğunluk ve mekanik değerlere ulaşılan numunedir. Şekil 4.22 incelendiğinde, malzemenin porozitesinde gözle görülür bir azalma olduğu, ayrıca B<sub>4</sub>C’ün yapı içinde daha homojen dağıldığı görülmektedir. Bor karbür, silisyum karbürün sinterlenmesi esnasında hacimsel difüzyonu hızlandırmış ve ortaya daha yoğun bir yapı çıkmıştır.

#### **4.8 Numunelerin X-Işınları Analizi**

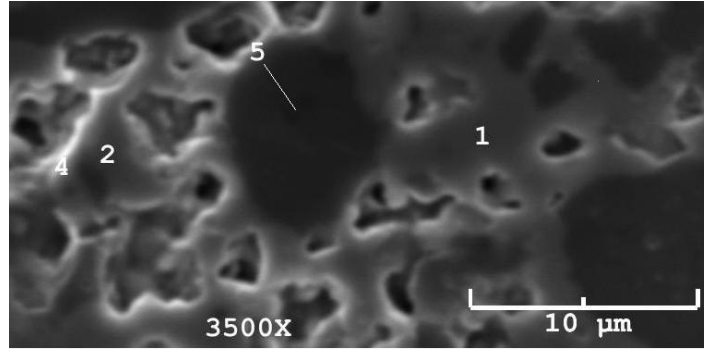
Numunelerin Rigaku marka X-Işınları cihazında, x-ışınları analizi yapılmıştır. Elde edilen sonuçlarda kompozit içindeki B<sub>4</sub>C oranı arttıkça, gözlenen B<sub>4</sub>C piklerinin şiddetinde de artış görülmektedir. Şekil 4.24’te 2250°C sıcaklıkta sıcak preslenen dört adet numunenin x-ışınları analiz sonuçları karşılaştırılmıştır. B<sub>4</sub>C’nin karışım içindeki hacimsel yüzdesi arttıkça, verdiği pikin şiddeti de artmaktadır.



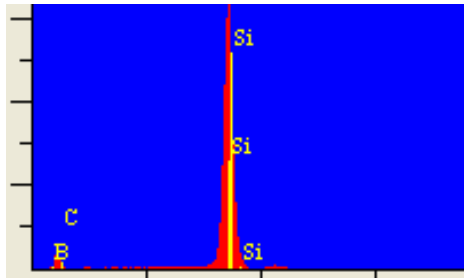
Şekil 4.24: 2250 °C’de sinterlenen numune grubunun x-ışınları analizi sonuçları

#### 4.9 EDS Analizi

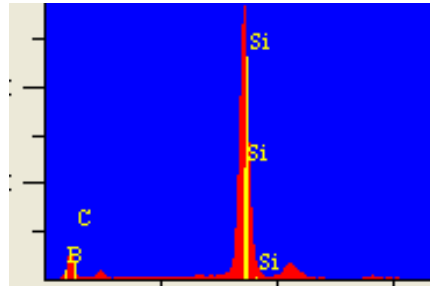
S85B2250 numunesi üzerindeki farklı noktalar üzerinde yapılan EDS analizlerinde, SiC ve B<sub>4</sub>C ün sistemdeki dağılımı incelenmiştir. Elde edilen sonuçlar ışığında açık renkli bölgelerde SiC ün yoğun olarak bulunduğu, koyu olan bölgelerde ise B<sub>4</sub>C miktarında artma olduğu gözlemlenmiştir. Bu bilgiler ışığında 2250°C’de SiC ve B<sub>4</sub>C ün birbirinin içinde kısmen çözüldüğü sonucuna varılmıştır. SiC-B<sub>4</sub>C ikili denge diyagramı incelendiğinde SiC ve B<sub>4</sub>C nin kendi aralarında çözünebildikleri görülmektedir (Şekil 2.12).



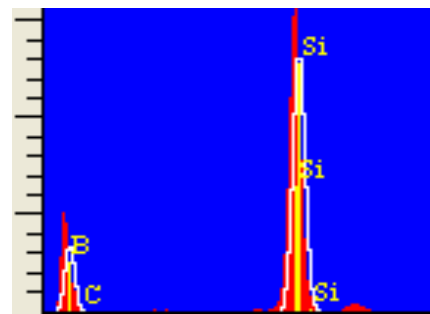
Şekil 4.25: S85B2250 numunesinde EDS analizi yapılan noktalar



Şekil 4.26: 4 nolu bölgenin EDS analizi



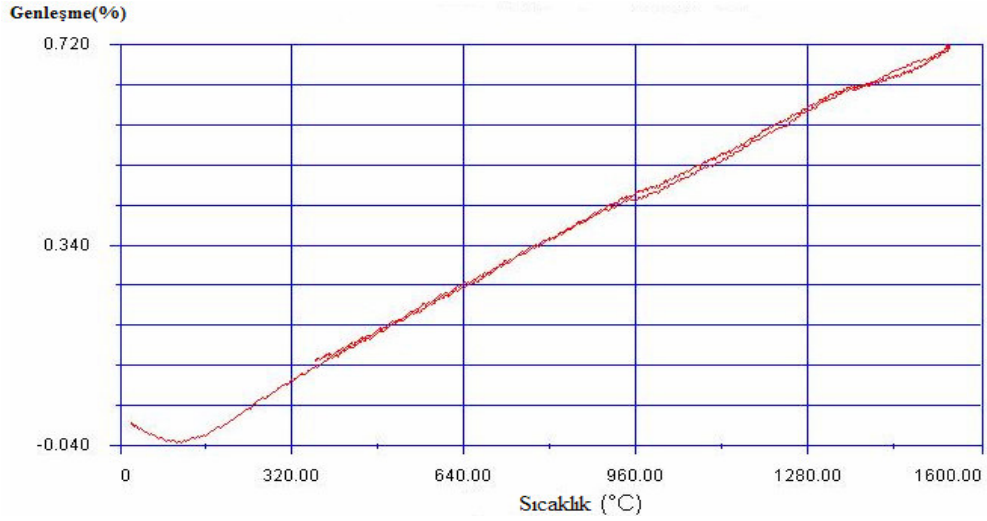
Şekil 4.27: 1 nolu bölgenin EDS analizi



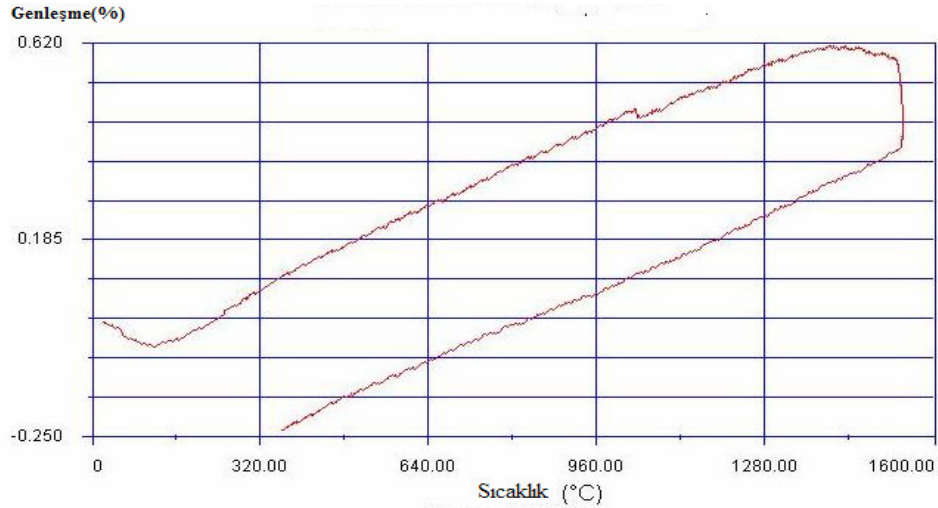
Şekil 4.28: 5 nolu bölgenin EDS analizi

#### 4.10 Termal Genleşme Katsayısı Analizi

S100B2250 ve S85B2250 numunelerinin dilatometrede termal genleşme davranışları incelenmiştir. Bunun için numuneler, termal genleşme deneyine uygun boyutlarda hazırlanarak, dilatometrede  $5^{\circ}\text{C}/\text{dak}$  hızla  $1540^{\circ}\text{C}$ 'ye kadar ısıtılmış, bu sıcaklıkta 1 saat beklenmiş ve aynı hızla soğumaya bırakılmıştır. Deney sonucu elde edilen uzama-sıcaklık eğrileri Şekil 4.29 ve Şekil 4.30'da verilmiştir.



Şekil 4.29: S100B2250 numunesinin uzama-sıcaklık eğrisi



Şekil 4.30: S85B2250 numunesinin uzama-sıcaklık eğrisi

S100B2250 numunesinde elde edilen uzama-sıcaklık grafiğine bakıldığında numunenin deney sonrasında orijinal boyunu koruduğu görülmektedir (Şekil 4.29). S85B2250 numunesinde ise,  $1540^{\circ}\text{C}$ 'de 1 saat bekleme sırasında numunede

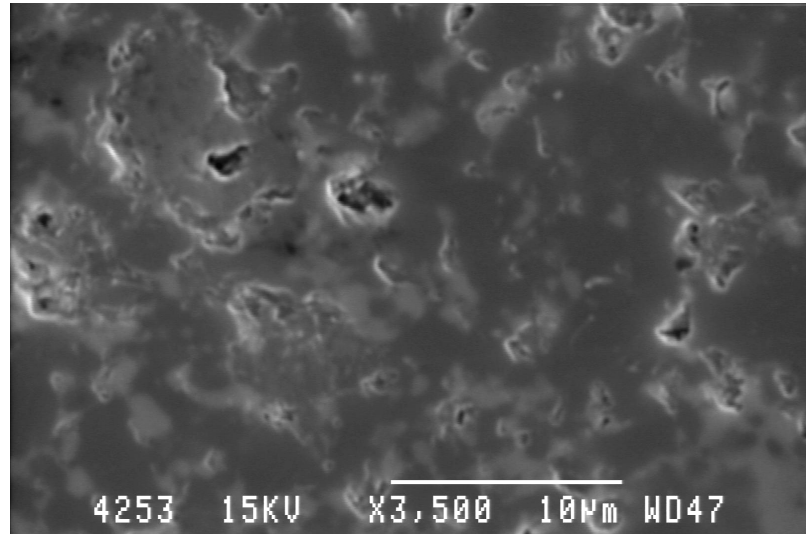


büzülme gözlenmiştir (Şekil 4.30). Buradan S85B2250 numunesinde sinterleme mekanizmasının henüz tam olarak tamamlanmadığı sonucu çıkarılabilir. Bu bekleme esnasında malzemede sinterleme devam etmiş ve boyda büzülme meydana gelmiştir.

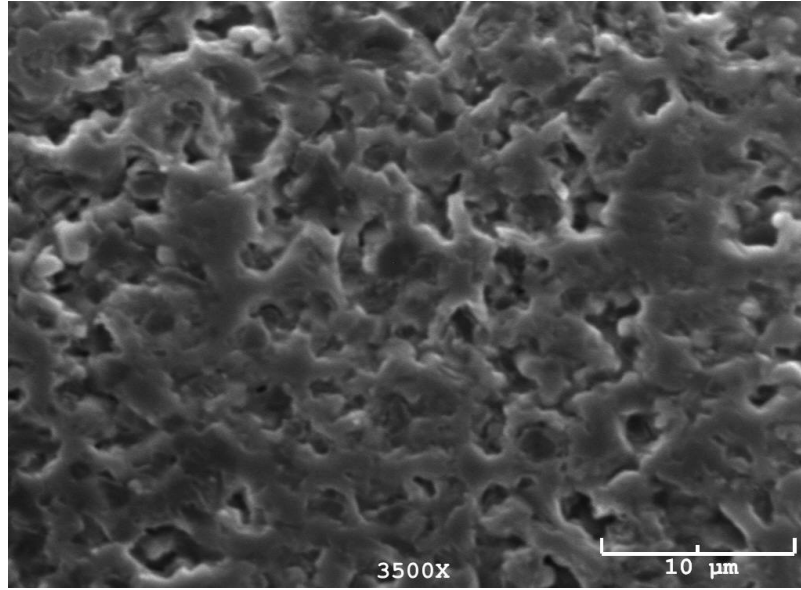
Elde edilen değerler formül 3.4'te yerine yazıldığında S100B2250 numunesinin termal genleşme katsayısı( $\alpha$ ),  $4,73 \times 10^{-4}/K$  bulunmuştur. Elde edilen değer literatürdeki değerlere göre yüksektir. S85B2250 numunesinin termal genleşme katsayısı( $\alpha$ ) ise  $4,08 \times 10^{-4}/K$  olarak bulunmuştur. Bu numunede elde edilen  $\alpha$  değeri literatürle uyumludur.

#### 4.11 SiC-B<sub>4</sub>C ve B<sub>4</sub>C- SiC kompozitlerinin mikroyapılarının karşılaştırılması

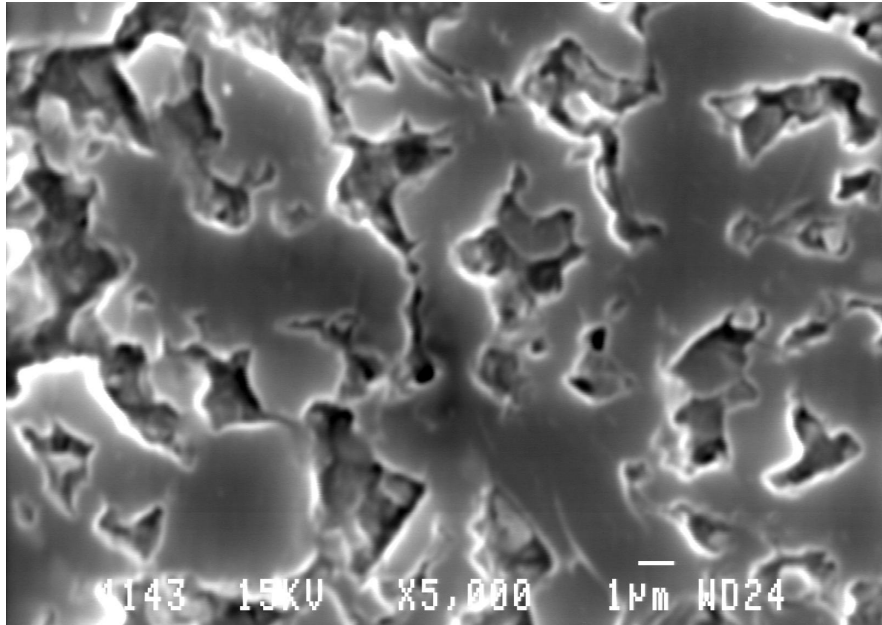
Daha önce yapılmış olan “B<sub>4</sub>C matriksli B<sub>4</sub>C – SiC kompozitlerinin sıcak pres ile üretimi” konulu çalışmanın mikro yapı çalışmaları ile bu çalışmadaki mikroyapı sonuçları karşılaştırıldığında, B<sub>4</sub>C matriksli kompozitlerde, sistemin sahip olduğu ötektik noktadan dolayı, 2250<sup>0</sup>C’de yapılan deneylerde sinterleme esnasında ergimiş bir faz oluştuğu ve porozitenin de azaldığı görülmektedir (Şekil 4.31-32),[6]. SiC matriksli kompozitlerde ise SiC’ün çok zor sinterlenebilen bir malzeme olmasından dolayı daha poröz bir yapı elde edilebilmiştir. Ayrıca SiC matriksli kompozitlerde sinterleme mekanizması henüz boyun oluşumu aşamasındadır (Şekil 4.33-34).



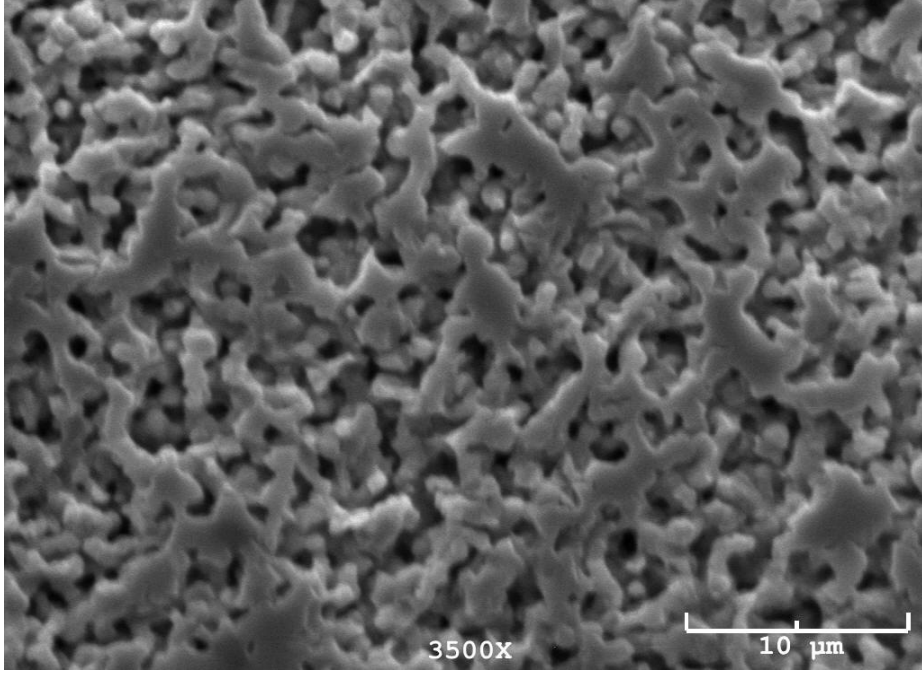
**Şekil 4.31:** 2250<sup>0</sup>C’de sıcak pres ile üretilen, %80 B<sub>4</sub>C - % 20 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X 3500)



**Şekil 4.32:** 2250 °C'de sıcak pres ile üretilen, %85 SiC - % 15 B<sub>4</sub>C içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X 3500)



**Şekil 4.33:** 2100 °C'de sıcak pres ile üretilen, %90 B<sub>4</sub>C - % 10 SiC içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X 5000)



**Şekil 4.34:** 2100 °C'de sıcak pres ile üretilen, %85 SiC - % 15 B<sub>4</sub>C içeren numunenin basma yüzeyinin SEM fotoğrafı (X 3500)

## 5. SONUÇLAR

1. Bu çalışmada Alman H.C.Starck firmasından temin edilen SiC tozlarına, Türk BMBT firmasından temin edilen, %10 serbest C barındıran B<sub>4</sub>C tozundan hacimce %5, %10 ve %15 oranlarında katılmış, elde edilen toz karışımlarına ilaveten % 100 SiC, 2100, 2200 ve 2250<sup>0</sup>C'de, 50 MPa basınç altında 1 saat süreyle sıcak preslenerek üretilmiştir.

2. Sıcaklığın, sinterleme proseslerinde çok önemli bir etkisi olduğu literatürle uyumlu olarak bu çalışmada da görülmüştür. Sıcaklık arttıkça, kompozitin sinterlenme kabiliyeti, dolayısıyla da yoğunluğu artmaktadır. 2250<sup>0</sup>C'de, 50 MPa altında, 1 saat süreyle sinterlenen %85 SiC-%B<sub>4</sub>C numunesinde % 93 yoğunluk değerine ulaşılmıştır.

3. Bor Karbür katkısı, silisyum karbürün sinterlenme özelliğini olumlu yönde etkilemektedir. Kompozit içindeki B<sub>4</sub>C oranı arttıkça, elde edilen rölatif yoğunluk değerleri artmıştır.

4. Kompozit içindeki bor karbür miktarı arttıkça, malzemenin sertliğinde artış görülmüştür. Çok sert bir malzeme olan B<sub>4</sub>C'nin sisteme katkısı, SiC – B<sub>4</sub>C kompozitinin sertliğini de yüksek değerlere taşımıştır. 2250<sup>0</sup>C'de, 50 MPa altında, 1 saat süreyle sinterlenen %85 SiC - %15 B<sub>4</sub>C numunesinde 2036 Vickers ortalama sertlik değerine ulaşılmıştır.

5. Kompozit içindeki bor karbür miktarı arttıkça, malzemenin eğme mukavemetinde artış görülmüştür. B<sub>4</sub>C gevrek bir malzeme olmasına rağmen, SiC matriksin sinterlenebilirliğini arttırdığından ortaya daha tok bir yapı çıkmıştır.

6. Sıcaklığın artışıyla, sinterleme esnasında oluşan katı bağ sayısı artmış, porozite azalmış ve bu da malzemenin mekanik özelliklerine olumlu yönde etki etmiştir.

7. Mikroyapı çalışmalarında artan sıcaklıkla düşen porozite gözlemlenmiştir.
8. Literatürdeki diğer çalışmalarda, düşük sıcaklıklarda elde edilen yüksek mekanik özelliklerin, bu çalışmalarda tane boyutu daha düşük tozlar kullanılmış olmasıyla ilişkilendirilebilir [21,22].
9. Evren Turan'ın çalışmasında, yine sıcak pres yöntemiyle üretilen B<sub>4</sub>C matriksli B<sub>4</sub>C-SiC kompozitlerinde daha yoğun yapılara ulaşılmasının nedeni sistemin 2250<sup>0</sup>C oluşturduğu ötektik noktadır. Bu sıcaklıkta meydana gelen sıvı faz dolayısıyla yapıdaki porozitede azalma görülmüştür [6]. Ayrıca Evren Turan'ın çalışmasında kullanılan B<sub>4</sub>C tozu H. Starck firmasından temin edilmişken, bu çalışmada kullanılan B<sub>4</sub>C tozu BMBT firmasından sağlanmıştır.
10. B<sub>4</sub>C ile kıyaslandığında daha az sert bir malzeme olan SiC, B<sub>4</sub>C matriks içine ilave edildiğinde sertlik değerinde önemli bir değişiklik yaratmazken, SiC içine B<sub>4</sub>C ilavesi sertlik değerlerinde çok olumlu gelişmelere yol açmıştır.

## KAYNAKLAR

- [1] **Mary T.Spohn**, 1994. Boron Carbide, *Minerals Review*, 6, 113-115.
- [2] **Zawrah, M.F. and Shaw, L.**, 2003. Liquid-phase sintering of SiC in presence of CaO, *Ceramics International*, **30**, 721-725.
- [3] **Munro, R.G.**, 1997. Material properties of a sintered  $\alpha$ -SiC, *J.Phys.*,**26 (5)**, 1195-1203
- [4] **Tanaka, H.**, 1991. Silicon Carbide Ceramics – 1, *Elsevier Applied Science, New York*, 231-238
- [5] **Thevenot, F.**, 1990. Boron Carbide-A Comprehensive Review, *Journal of European Ceramic Society*, 205-225
- [6] **Turan, E.**, 2004. Bor-Karbür-Silisyum karbür kompozitlerinin sıcak presleme ile elde edilmesi, *Yüksek Lisans Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [7] **Büyükuncu, G.**, 2000. Bor karbür/silisyum karbür kompozitlerinin üretimi, *Yüksek Lisans Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [8] **Mingü, K.**, 2002, Alümina Esaslı Dökülebilir Refrakterlerin SiC ve C ilavesi ile geliştirilmesi, *Yüksek Lisans Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [9] **Weimer, A.W.**, 1997. Carbide, nitride, and boride materials synthesis and processing, Chapman and Hall, London.
- [10] [http://www.dynacer.com/silicon\\_carbide.htm](http://www.dynacer.com/silicon_carbide.htm)
- [11] **Shinohara, Y.**, 1998. Refractories Handbook, Technical Association of Refractories,Japan.
- [12] **Prochazka, S.** 1976. Sintering of silicon carbide, *Mass Transport Phenomena in Ceramics*, , 421-431.

- [13] **Prochazka, S. and Charles, R.J.**, 1973. Strength of boron doped, hot pressed silicon carbide, *Am.Ceram.Soc.Bull.*, 54, 885-892
- [14] **Yıldırım, İ.**, 2003. Alumina ve silisyum karbür'ün mukavemet özellikleri üzerine üretim şartları ve bileşimin etkisi, *Doktora Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [15] **Pyzik, A.J., and Aksay, I.A.**, 1987. Multipurpose boron carbide-aluminum composite and its manufacture via the control of the microstructure, *United States Patent*, No:4702770 dated 27.10.1987
- [16] <http://sites.securemgr.com/folder39/index.cfm?id=23&fuseaction=browse&pageid=44>
- [17] **Schwetz, K.A., Reinmuth, K., Hunold, K., Isemann, F.**, 1983, Substantially pore-free sintered polycrystalline articles of alpha-silicon carbide, boron carbide and free carbon and process for their manufacture, *Us Patent*, No: 4,524,138 dated 12.06.1985
- [18] **Kondakov; S.F.**, 1994, Method of making heat and impact resistant composite ceramic material, *US Patent*, No: 5,554,328 dated 10.09.1996
- [19] **Prochazka, S.,Coblentz, W.S.**, Silicon Carbide-Boron Carbide sintered body, *US Patent*, No: 4081284 dated 28.03.1978
- [20] **Talmy, I.G.**, 1998, Boron Carbide-Silicon Carbide Ceramics , *US Patent*, No:5894066 dated 13.04.1999
- [21] **Magnani G., Beltrami G., Minocari, G.L., Pilotti, L.**, 2000. Pressureless Sintering and properties of SiC-B<sub>4</sub>C composite, *Journal of European Ceramic Society*, **21**, 633-638
- [22] **Uehara, M., Shiraishi, R., Nogami, A., Enomoto, N., Hojo, J.**, 2003. SiC-B<sub>4</sub>C composites for synergistic enhancement of thermoelectric property, *Journal of European Ceramic Society*, **24**, 409-412
- [23] **German, R. M.**, 1996. Sintering Theory and Practice, John Wiley and Sons, Inc., New York.
- [24] **Upadhyaya, G. S.**, 1998. Cemented Tungsten Carbides: Production, Properties, and Testing, Noyes Publications, New Jersey.

- [25] **Upadhyaya, G. S.**, 2000. Sintered Metallic and Ceramic Materials, Preparation, Properties and Applications, John Wiley and Sons, Inc., New York.
- [26] **Cura, M.E.**, 2002. Sıcak preslenmiş WC-Co/B<sub>4</sub>C kompozitlerinin mekanik, manyetik ve mikroyapısal incelenmesi, *Yüksek Lisans Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [27] **Villars P., Prince A., Okamoto H.**, 1995. Handbook of ternary alloy phase diagrams, Materials Park, OH : ASM International



## ÖZGEÇMİŞ

1980 yılında İstanbul'da doğdu. 1991 yılında Özel Yunus Emre Koleji'nden, 1998 yılında Üsküdar Anadolu Lisesi'nden mezun oldu. Aynı sene girdiği, İstanbul Teknik Üniversitesi Kimya-Metalurji Fakültesi Metalurji ve Malzeme Müh. Bölümü'nden 2003 yılında mezun oldu. Aynı yıl İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Malzeme ve Metalurji Müh. A.B.D. Üretim Metalurjisi ve Teknolojileri Mühendisliği Programı'nda yüksek lisans yapmaya hak kazandı. Üretim metalurjisi yüksek lisans programının yanı sıra, 2004 Haziran ayında yine İstanbul Teknik Üniversitesi'nde İngilizce İşletme Programı'ndan mezun oldu. 2004 – 2005 yıllarında Denizbank A.Ş. firmasında çalıştı.