

## WC İLAVESİNİN VE SICAK PRESLEMENİN B<sub>4</sub>C-TiB<sub>2</sub> KOMPOZİTLERİNİN YÖNE BAĞLI MİKROYAPI VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNE OLAN ETKİLERİ

Umut SAVACI<sup>1\*</sup>, Servet TURAN<sup>2</sup>

<sup>1,2</sup> Eskişehir Teknik Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü, Eskişehir, Türkiye

<sup>1</sup> ORCID No: <https://orcid.org/0000-0002-5801-9666>

<sup>2</sup> ORCID No: <https://orcid.org/0000-0002-7322-3091>

Anahtar Kelimeler	Öz
Elektron Mikroskopisi Devinimli elektron kırınımı Oryantasyon haritalama Seramik kompozit Bor karbür	Bor karbür (B <sub>4</sub> C), yüksek sertlik ve düşük yoğunluk gibi üstün özellikleri sayesinde kesici takımlar ve zırh gibi alanlarda kullanılan önemli bir seramik malzemedir. Ancak, basınçsız sinterleme ile saf B <sub>4</sub> C'nin yoğunlaştırılması zor olup, ilave edilen katkı maddeleri ile bu süreç iyileştirilmektedir. Ayrıca, elektriksel iletkenliğin artırılmasıyla da tel erozyon gibi işleme yöntemleriyle daha kolay şekillendirilebilir hale getirilebilmesi mümkün olmaktadır. Böylelikle saf B <sub>4</sub> C'nin sahip olduğu dezavantajlar, katkı maddeleriyle elde edilen seramik kompozitlerin üretilmesiyle ortadan kaldırılmaya çalışılmaktadır. B <sub>4</sub> C seramiklerinin yüksek yoğunlukta üretilmesi için ayrıca basınç destekli sinterleme yöntemleri tercih edilmektedir. Ancak bu yöntemler düşük sıcaklıklarda yüksek yoğunluk elde edilebilmesini mümkün kılarsa da mikroyapıda basınç yönüne bağlı olarak kristalografik yönelime sebep olabilmektedir. Bu çalışmada farklı öğütme yöntemlerinin ve WC ilavesinin sıcak presleme yöntemiyle üretilmiş B <sub>4</sub> C-TiB <sub>2</sub> seramik kompozitlerinin mikroyapısına ve mekanik özelliklerine olan etkileri üretim esnasında uygulanan basınç yönüne bağlı olarak araştırılmıştır. Bu amaçla geleneksel mikroyapı karakterizasyon araçlarının yanı sıra gelişmiş mikroskopi teknikleri de kullanılarak mikroyapısal incelemeler gerçekleştirilmiştir. Ayrıca yapılan detaylı analizler ile sıcak presleme sırasında oluşan katı çözelti fazları araştırılmıştır. Elde edilen sonuçlar, toz hazırlama yöntemine ve başlangıç kompozisyonuna bağlı olarak sıcak presleme sonrasında mikroyapıda % 6 ila % 10 arasında değişen oranlarda kristalografik yönelme mevcut olduğunu ve (Ti <sub>0.9</sub> W <sub>0.1</sub> )B <sub>2</sub> katı çözelti fazlarının meydana geldiğini göstermektedir. Mikroyapısal incelemelerin yanı sıra elde edilen örneklerin yöne bağlı mekanik özellikleri araştırılmış olup, meydana gelen yönelme miktarının mekanik özelliklerde anizotropik bir davranışa yol açmadığı tespit edilmiştir.

### EFFECTS OF WC ADDITION AND HOT PRESSING ON THE DIRECTIONAL MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF B<sub>4</sub>C-TiB<sub>2</sub> COMPOSITES

Keywords	Abstract
Electron Microscopy Precession electron diffraction Orientation imaging Ceramic composite Boron carbide	Boron carbide (B <sub>4</sub> C) is an important ceramic material used in applications such as cutting tools and armor due to its superior properties, including high hardness and low density. However, densification of pure B <sub>4</sub> C through pressureless sintering is challenging, and this process is improved by adding dopants. Additionally, increasing electrical conductivity allows for easier shaping using machining methods such as EDM. Thus, the disadvantages of pure B <sub>4</sub> C are mitigated by producing ceramic composites with additive phases. To achieve high-density B <sub>4</sub> C ceramics, pressure-assisted sintering methods are preferred. Although these methods enable high density at lower temperatures, they can also cause crystallographic orientation in the microstructure depending on the direction of applied pressure. In this study, the effects of different milling methods and WC addition on the microstructure and mechanical properties of B <sub>4</sub> C - TiB <sub>2</sub> ceramic composites produced via hot pressing were investigated based on the applied pressure direction during production. For this purpose, in addition to conventional microstructural characterization tools, advanced microscopy techniques were used for microstructural analyses. Furthermore, detailed analyses were conducted to examine the solid solution phases formed during hot pressing. The obtained results indicate that, depending on the powder preparation method and initial composition, crystallographic orientation varies between 6% and 10% in the microstructure after hot pressing, and (Ti <sub>0.9</sub> W <sub>0.1</sub> )B <sub>2</sub> solid solution phases are formed. In addition to microstructural analyses, the direction-dependent mechanical properties of the



Bu eser, Creative Commons Attribution License (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>) hükümlerine göre açık erişimli bir makaledir.

This is an open access article under the terms of the Creative Commons Attribution License (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

*obtained samples were examined, revealing that the degree of orientation did not lead to anisotropic behavior in mechanical properties.*

Araştırma Makalesi	Research Article
Başvuru Tarihi : 24.03.2025	Submission Date : 24.03.2025
Kabul Tarihi : 24.06.2025	Accepted Date : 24.06.2025

\* Sorumlu yazar: [umutsavaci@eskisehir.edu.tr](mailto:umutsavaci@eskisehir.edu.tr)  
<https://doi.org/10.31796/ogummf.1664220>

## 1. Giriş

Bor karbür ( $B_4C$ ) sahip olduğu çok yüksek sertlik ve düşük yoğunluk gibi üstün fiziksel ve kimyasal özelliklerden dolayı oldukça önemli bir oksit dışı seramik malzeme olarak karşımıza çıkmaktadır (Gunjishima, Akashi ve Goto, 2002). En hafif ve en sert seramiklerden biri olan  $B_4C$ , üstün fiziksel ve kimyasal özellikleri nedeniyle kesici takım ve zırh gibi çok sayıda uygulama alanında kullanılmaktadır. Üstün özelliklerinin çoğu bor ve karbon atomları arasında meydana gelen kovalent bağlar sayesinde ortaya çıksa da, aynı zamanda bu durum basınçsız sinterleme yöntemleri ile herhangi bir sinterleme katkısı kullanılmadan saf olarak yoğunlaştırma ve sinterleme zorluğu gibi büyük bir dezavantajı da beraberinde getirmektedir (Sigl, 1998).  $B_4C$ 'nin sinterlenebilirliğini iyileştirmek için literatürde sinterleme katkısı olarak C, Al, silisyum karbür, titanyum diborür ( $TiB_2$ ) gibi fazlarının ilave edildiği görülmekte ve bu katkıların aynı zamanda mekanik özellikleri de iyileştirdiği rapor edilmektedir (Sahin ve diğ., 2012). Saf  $B_4C$  seramiklerinin sinterleme zorluğunun yanı sıra sahip olduğu mekanik özellikler nedeniyle talaşlı imalat gibi yöntemler kullanılarak karmaşık geometrilerin edilmesi de oldukça güç olmaktadır. Bu problemi aşabilmek için  $B_4C$  seramiklerinin elektriksel özelliklerinin, elektriksel iletkenliğe sahip ikincil fazların ilave edilerek iyileştirilmesi sayesinde tel erozyon (EDM) gibi yeni yöntemlerle işlenebilir olmasını mümkün kılmaktadır (Wang ve diğ., 2022).  $TiB_2$  yüksek elektriksel ve ısı iletkenliğinin yanı sıra, yüksek sertliğe sahip olması nedeniyle yüksek yoğunluğa ve işlenebilirliğe sahip  $B_4C$  kompozitlerinin üretimi için uygun bir aday malzeme olarak öne çıkmaktadır. Buna ek olarak  $TiB_2$  fazının,  $B_4C$  seramiklerinin yoğunlaşma davranışını da iyileştirdiği bilinmektedir.

Monolitik  $B_4C$  seramiklerinin basınçsız olarak sinterlenmesi çok zor olmakla birlikte %93 bağıl yoğunluğa sahip seramiklerin elde edilebilmesi için oldukça yüksek (>2300°C) sıcaklıklara ihtiyaç duyulmaktadır (Ji ve diğ., 2015).  $TiB_2$  gibi sinterleme katkıları kullanılarak basınçsız sinterleme ile elde edilebilen bağıl yoğunluk değerleri %98,5'e kadar iyileştirilebilse de yine de 2150°C gibi çok yüksek sıcaklıklar gerekmektedir (Baharvandi ve Hadian, 2008). Literatürde  $B_4C$  seramiklerinin kıvılcım basınçlı sinterleme (SPS) (Ji ve diğ., 2015) veya sıcak presleme

(Yamada, Hirao, Yamauchi ve Kanzaki, 2003) gibi basınç destekli sinterleme yöntemleri kullanılarak hem yüksek bağıl yoğunluğa (>%99,5) hem de görece düşük sinterleme sıcaklıkları ile üretilmesinin mümkün olduğu görülmektedir. Basınç destekli sinterleme yöntemleri yoğunlaşma üzerinde büyük bir avantaja sahip olsa da bu yöntemler mikroyapıda tercihli yönelime veya yönlenmiş mikroyapıya sahip seramiklerin elde edilmesine yol açabildiği bilinmektedir (Cinar, Baskut, Seyhan ve Turan, 2018; Xue, Liu, Xie ve Zhang, 2011).

Bu çalışmada, tungsten karbür (WC) ilave edilmiş ve edilmemiş farklı  $B_4C$ - $TiB_2$  kompozitlerinin sıcak presleme sonrasında sahip olduğu mikroyapı ve mekanik özellikler detaylı bir şekilde incelenmiştir. İlk olarak, farklı üretim koşulları ve kompozisyonlara sahip  $B_4C$ - $TiB_2$  kompozitlerinin sinterleme sonrası sahip oldukları mikroyapısal özellikleri sıcak presleme esnasında uygulanan basınç yönüne bağlı olarak detaylı bir şekilde incelenmiştir. Ayrıca sinterleme esnasındaki basınç yönünden bağımsız olarak farklı toz hazırlama yöntemlerinin ve WC katkısının sinterleme sonrası mikroyapılara ve meydana gelen katı çözelti fazları üzerindeki etkileri devinimli elektron kırınımı (DEK) gibi çeşitli geçirimli elektron mikroskopi (TEM) yöntemleri kullanılarak detaylı bir şekilde araştırılmıştır. Detaylı mikroyapısal incelemelerin yanı sıra sıcak presleme yönüne bağlı olarak farklılaşan mikroyapının, mekanik özellikler üzerindeki etkileri de çalışma kapsamında incelenmiştir.

## 2. Yöntem

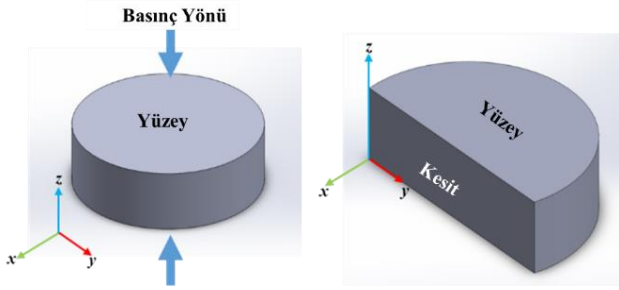
Bu çalışmada kullanılan örnekler İtalya'da yer alan Seramik Bilimi ve Teknoloji Enstitüsü'nde (CNR-ISSMC, Faenza)  $B_4C$ ,  $TiB_2$  ve WC tozları kullanılarak sıcak presleme yöntemi ile üretilmiş olup, üretim yöntemi ile ilgili detaylar literatürde yer almaktadır (Failla, Melandri, Zoli, Zucca ve Sciti, 2018). Kısaca, bu çalışmada 3 farklı seramik kompozit kullanılmış olup bunlar;

i. 50/50-BD: Hacimce %50 oranında  $B_4C$  ve  $TiB_2$  tozlarının WC bilyeler kullanılarak geleneksel bilyeli değirmen (BD) ile,

ii. 50/45/5-BD: Hacimce %50  $B_4C$ , %45  $TiB_2$  ve %5 WC oranlarında toz karışımının WC bilyeler kullanılarak geleneksel bilyeli değirmen (BD) ile,

iii. 50/50-YEBD: Hacimce %50 oranında B<sub>4</sub>C ve TiB<sub>2</sub> tozlarının WC-Co bilyeler ile birlikte yüksek enerjili bilyeli değirmen (YEBD) ile, toz karışımlarının etil alkol ortamında hazırlanması sonrasında kurutulup elendikten sonra sırasıyla 1920°C, 1930°C ve 1860°C sıcaklıkta 20 dakika süre ile 30 MPa basınç uygulanarak vakum atmosferinde sıcak preslenmesi ile üretilmiştir.

Elde edilen seramik kompozitlerin mikroyapısında yer alan fazlar ve mikroyapısal yönelme analizleri X-ışını kırınımı yöntemi (XRD, Rigaku MiniFlex 600) kullanılarak belirlenmiştir. Mikroyapısal yönelme analizleri, elde edilen seramik kompozit örneklerin Şekil 1'de şematik olarak belirtildiği üzere hem yüzey hem de kesit bölgelerinden elde edilen kırınım desenleri kullanılarak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 1. Sıcak Presleme Yönünü ve Örnekler Ait Analizleri Gerçekleştirilen Kesit ve Yüzey Bölgelerini İfade Eden Şematik Çizim.

Mikroyapısal karakterizasyon çalışmaları taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve geçirimli elektron mikroskobu (TEM) teknikleri kullanılarak gerçekleştirilmiştir. SEM ile genel mikroyapı ve kimyasal analiz incelemeleri gerçekleştirilmiş ve bu amaçla Enerji Dağılımlı X-ışını (EDX) dedektörüne sahip Zeiss Supra 50VP SEM kullanılmış olup mikroyapı görüntüleri 15keV hızlandırma voltajı ile geri yansıyan elektron dedektörü (BSE) kullanılarak elde edilmiştir. SEM analizi öncesinde, kompozit örnekleri sıcak kalıplama sonrasında parlatma keçeleri ve elmas solüsyonlar kullanılarak geleneksel mekanik parlatma yöntemi ile hazırlanmıştır. Mikroyapıda yer alan bileşenlerin detaylı incelemeleri ve kimyasal analizlerini yüksek çözünürlükte gerçekleştirmek amacıyla, geleneksel TEM örnek hazırlama tekniklerinin yanı sıra odaklamalı iyon inceltme (FIB) yöntemi ile hazırlanmış elektron geçirgen ince örneklerin TEM mikroyapı analizleri, Fischione 3000 taramalı geçirimli elektron mikroskobu (STEM) yüksek açılı dairesel karanlık alan (HAADF), Gatan aydınlık alan (BF) görüntüleme dedektörlerine ve JEOL JED2300T EDX dedektörüne sahip JEOL JEM2100F (200keV) TEM/STEM kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Geleneksel TEM görüntüleme ve kimyasal analizlerine ek olarak TEM-DEK yöntemi kullanılarak da

oryantasyon haritalama ve faz analizlerini gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla, elektron kırınım desenleri 0,7° devinim açısıyla NanoMEGAS (Brüksel) tarafından geliştirilmiş olan Digistar P1000 tarama jeneratörü ile elde edilmiş ve ASTAR yazılımı kullanılarak verilerin analizi gerçekleştirilmiştir.

Sıcak presleme yönüne bağlı olarak Vickers indentasyon sertliği ve indentasyon tokluğu değerleri hem yüzey hem de kesit bölgelerinden EmcoTest M1C sertlik ölçüm cihazı kullanılarak Vickers sertlik ucunun, her bölgeden en az üç tekrar olacak şekilde, 15 saniye süreyle 10 kg yük uygulanmasıyla elde edilmiştir. Vickers sertlik değerleri girinti köşegen uzunlukları kullanılarak hesaplanmış olup, indentasyon tokluğu ( $K_C$ ) ise girinti uçlarında meydana gelen çatlak uzunlukları ( $l$ ) ölçüldükten sonra Vickers sertliği ( $H_v$ ), girinti köşegen uzunluğu ( $a$ ) ve Elastik modül ( $E$ ) kullanılarak Eşitlik (1)'de verilmiş olan Niihara eşitliği yardımıyla hesaplanmıştır (Hayun, Paris, Dariel, Frage ve Zaretzky, 2009). Bu çalışmada, araştırma ve yayın etiğine uyulmuştur.

$$K_C = 0,0264(H_v a) \left(\frac{E}{H_v}\right)^{0,4} (l^{-0,5}) \quad (1)$$

### 3. Bulgular ve Tartışma

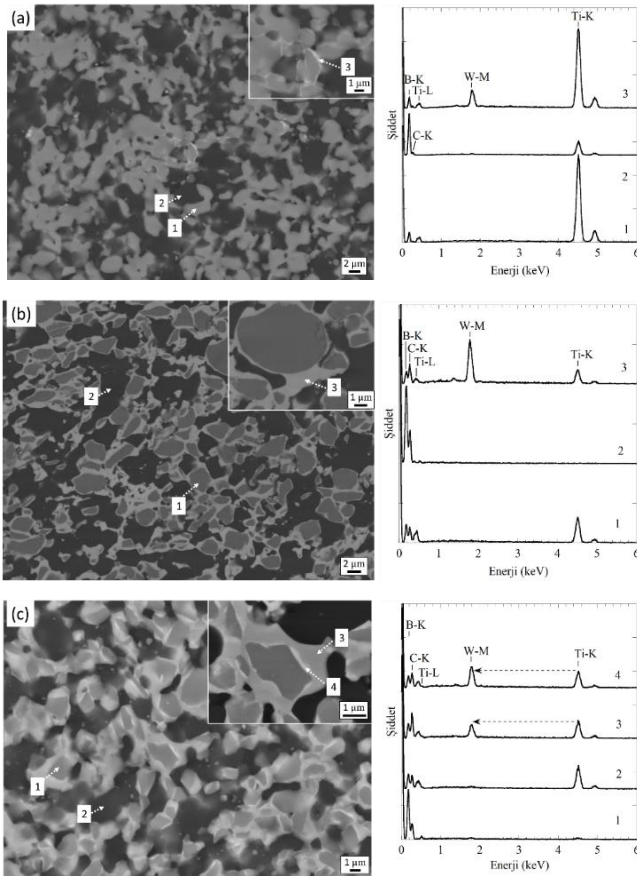
#### 3.1. Mikroyapı Analizi

Sıcak preslenmiş örneklerde öncelikle SEM ile mikroyapı analizi gerçekleştirilmiş olup, Şekil 2'de verilmiş olan SEM-BSE görüntüleri, başlangıç kompozisyonuna ve öğütme koşullarına bağlı olarak sıcak presleme sonrası meydana gelen mikroyapı farklılıklarını ortaya koymaktadır. Elde edilen SEM-BSE görüntülerinde B<sub>4</sub>C partikülleri düşük atom numarasından ötürü koyu kontrasta sahip iken, W içeren fazlar yüksek atom numarasından ötürü parlak olarak görünmekte ve değişen W oranına bağlı olarak da ilgili faza ait kontrast değişkenlik göstermektedir. TiB<sub>2</sub> fazı ise SEM-BSE görüntülerinde gri kontrasta sahip olarak yer almaktadır. SEM-BSE görüntüleri incelendiğinde elde edilen en önemli bulgu örneklerin sahip olduğu fazlardaki farklılıklar olarak öne çıkmaktadır. Şekil 2 (a)'da verilmiş olan 50/50-BD örneğine ait SEM-BSE görüntüleri incelendiğinde mikroyapının büyük oranda B<sub>4</sub>C ve TiB<sub>2</sub> fazlarından meydana geldiği ve bu fazlara ilave olarak da öğütme esnasında kullanılan WC bilyelerin aşınmasından kaynaklanan W içeren bir kirliliğin mikroyapıda TiB<sub>2</sub> partiküllerinin etrafında yer aldığı görülmektedir. Sinterleme öncesinde başlangıç toz karışımına hacimce %5 oranında WC ilave edilerek üretilmiş olan 50/45/5-BD örneğine ait Şekil 2 (b)'de verilmiş olan mikroyapı görüntüleri incelendiğinde B<sub>4</sub>C ve TiB<sub>2</sub> partikülleri arasında daha yüksek kontrasta sahip bir faz olduğu görülmüş olup, gerçekleştirilen EDX analizleri bu fazın Ti-W-B elementlerini içeren ve sinterleme esnasında

toz karışımında yer alan WC partiküllerinin  $TiB_2$  partikülleri ile reaksiyonu sonucunda meydana gelmiş bir katı çözeltisi olduğunu göstermektedir. Şekil 2 (c)'de verilmiş olan 50/50-YEBD örneğine ait mikroyapı görüntüleri incelendiğinde ise öncelikle yüksek enerjili öğütme yönteminin etkisiyle başlangıç hammadde tane boyutunun küçülmesinden dolayı diğer örneklerle kıyasla mikroyapıda yer alan  $B_4C$  ve  $TiB_2$  fazlarının daha küçük tane boyutuna sahip olduğu görülmektedir. Ayrıca 50/50-YEBD örneğinde tane boyut değişimine ek olarak öğütme sürecinde kullanılan bilyelerin aşınması nedeniyle başlangıç toz karışımına katılan partiküllerin,  $TiB_2$  partikülleri etrafında Ti-W-B içeren katı çözelti oluşumuna neden olduğu görülmektedir. Diğer örneklerden farklı olarak 50/50-YEBD örneğinde Şekil 2 (c)'de 3 ve 4 noktaları ile işaretlenmiş bölgelerden elde edilen EDX analizleri katı çözeltinin farklı oranlarda W içeren iki farklı kimyasal kompozisyona sahip olduğunu göstermektedir.

alırken, bu fazların etrafında da tungstence fakir katı çözelti (dış-kabuk) tarafından çevrenmesi ile elde edilmiş bir çekirdek/iç-kabuk/dış-kabuk yapısının meydana geldiğini göstermektedir. Kabuk bölgelerinden elde edilmiş EDX spektrumlarında yer alan  $W_M$  pik şiddetleri incelendiğinde iç kabuk bölgesinin dış kabuk bölgesine oranla daha yüksek W elementi içerdiği anlaşılmaktadır. EDX kimyasal analizleri esnasında elektron-katı etkileşim hacminin katı çözeltilerin boyutlarından büyük olması nedeniyle, gönderilen elektronların katı çözelti fazının etrafında yer alan  $B_4C$  partiküllerinden de X-ışını oluşmasına yol açtığı ve spektrumlarda bu elementlere ait piklerin de mevcut olduğu görülmektedir. Bu nedenle katı çözeltilerin kimyasal kompozisyonlarının belirlenmesi amacıyla gerçekleştirilecek SEM-EDX analizlerinin çevre partiküllerde yer alan elementlere ait X-ışınlarını içermesi nedeniyle yanıltıcı olacağından ötürü katı çözeltinin kimyasal kompozisyon ve faz analizleri doğrulanması için destekleyici bulgulara ihtiyaç duyulmaktadır.

Literatürde, görüntü analizi teknikleri kullanılarak mikroyapı içerisinde yer alan bileşenlerin kontrast farklarından yola çıkarak miktarlarının hesaplandığı çeşitli çalışmalar yer almaktadır (Baskut, Ozer ve Turan, 2022; Skorokhod ve Krstic, 2000). Bu çalışmada da mikroyapı görüntülerinde yer alan fazlar arasındaki keskin kontrast farklarından faydalanılarak sıcak presleme sonrasında mikroyapı içerisinde yer alan fazların miktarlarının hesaplanabilmesi için SEM-BSE görüntüleri kullanılmıştır. Bu amaçla farklı fazlara ait kontrastlardan faydalanılarak ImageJ bilgisayar yazılımı kullanılarak istatistiksel olarak doğru olması amacıyla hem kesit hem de yüzey bölgelerinden alınan düşük büyütme SEM görüntüleri üzerinden kontrast eşiği yöntemi uygulanarak mevcut fazların hacimsel oranlarının hesaplanması gerçekleştirilmiş ve elde edilen sonuçlar Tablo 1'de verilmiştir. Elde edilen sonuçlar WC içeren örneklerin sıcak presleme sonrasında  $TiB_2$  faz miktarında önemli bir düşüş meydana geldiğini göstermektedir. Bu sonuçlar da WC ile  $TiB_2$  fazlarının reaksiyonu neticesinde Ti-W-B elementlerini içeren katı çözelti oluşumuna işaret etmektedir. Elde edilen katı çözelti miktarları incelendiğinde ise artan W miktarı ile katı çözelti miktarında artış olduğu görülmektedir. 50/50-BD örneğinde  $B_4C$  ve  $TiB_2$  faz oranlarında olması gereken değerden bir miktar sapma olduğu görülmüş olup, bu durumun katı çözeltinin miktarının çok az olması nedeniyle kontrast eşiğinin katı çözelti fazını ayırtmaya yeterli gelmemesinden ötürü katı çözelti miktarının hesaplanamamasından meydana geldiği düşünülmektedir. Kesit ve yüzey bölgelerinden elde edilen faz oranları incelendiğinde ise kontrast eşiği yönteminin hassasiyeti de göz önünde bulundurulduğunda anlamlı bir farkın ortaya çıkmadığı görülmektedir.



Şekil 2. (a) 50/50-BD, (b) 50/45/5-BD ve (c) 50/50-YEBD Örneklerine Ait SEM-BSE Mikroyapı Görüntüleri ve Görüntü Üzerindeki İşaretli Bölgelerden Elde Edilen EDX Spektrumları.

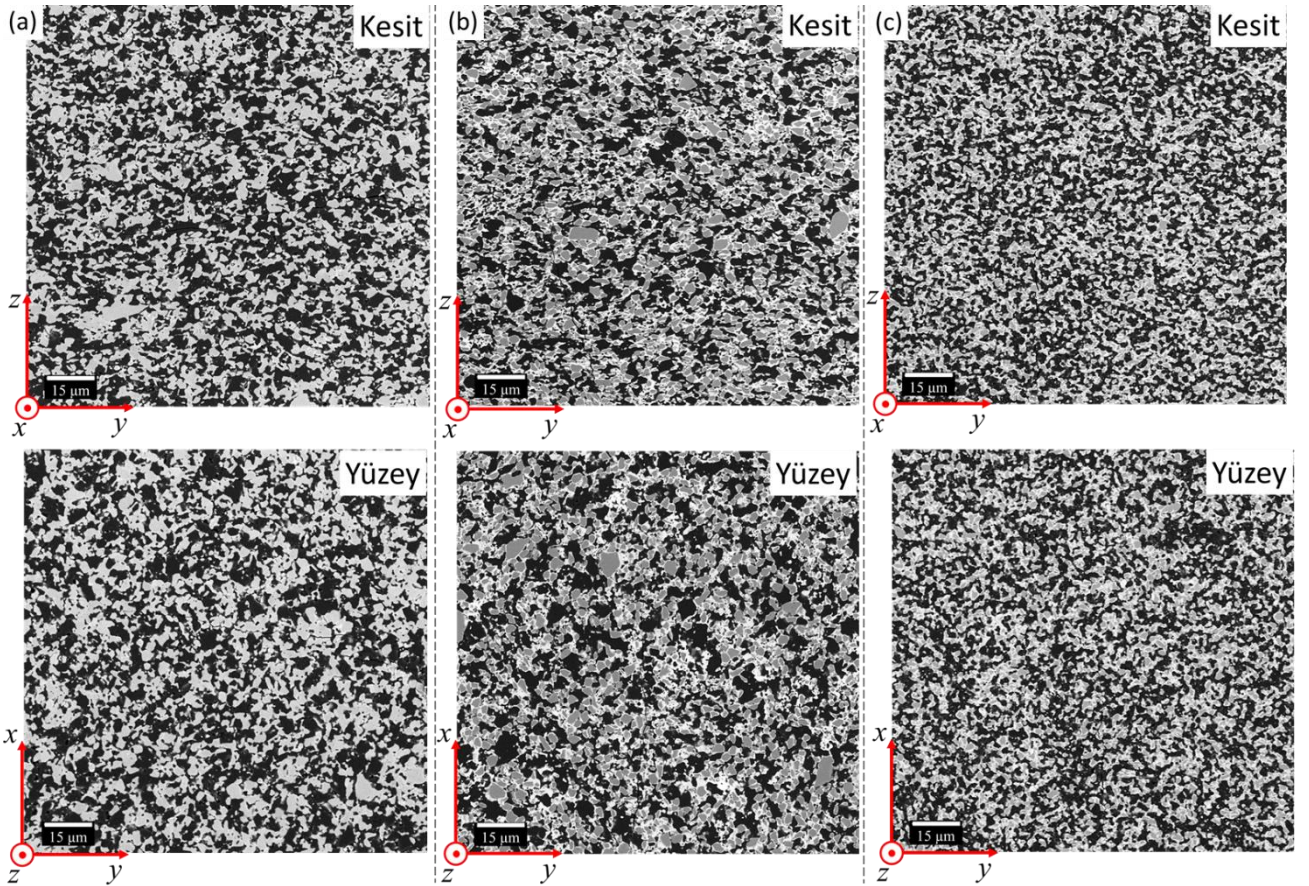
Elde edilen bulgular  $TiB_2$  çekirdek partikülünün etrafında tungstence zengin katı çözelti (iç-kabuk) yer

Tablo 1. SEM Görüntüleri Kullanılarak Hesaplanmış Faz Oranları

Örnek	B <sub>4</sub> C (%)	TiB <sub>2</sub> (%)	Katı Çözelti (%)
50/50-BD Yüzey	51,3	48,7	-
50/50-BD Kesit	51,1	48,9	-
50/45/5-BD Yüzey	44,6	26,8	28,6
50/45/5-BD Kesit	44,2	27,6	28,2
50/50-YEBD Yüzey	50,1	27,8	22,1
50/50-YEBD Kesit	51,5	26,5	22,0

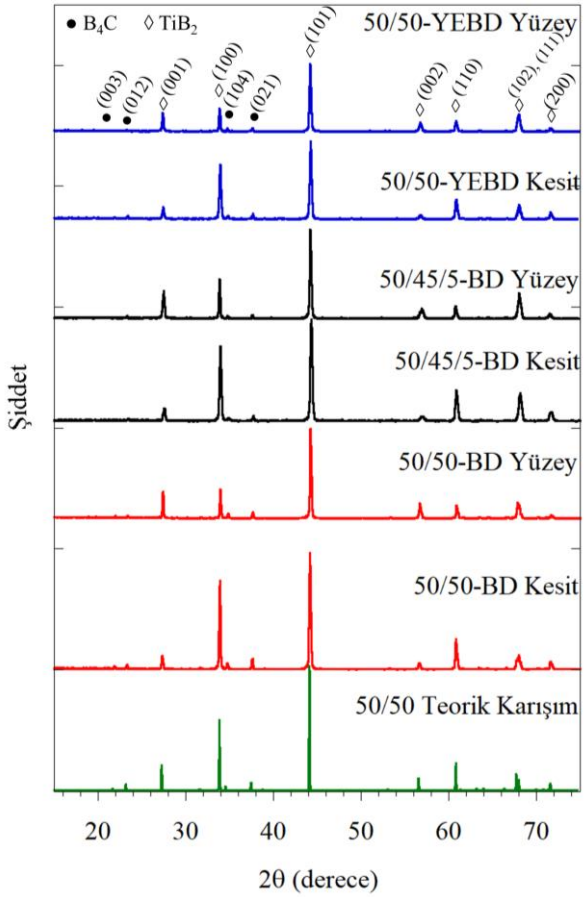
Daha önce de belirtildiği gibi, ısıtmaya ek olarak tek eksenli basınç uygulanan herhangi bir sinterleme işleminde uygulanan sıcaklık, basınç ve süre parametrelerine bağlı olarak tane yönelmesi nedeniyle anizotropik mikroyapı meydana gelebilmektedir. Bu nedenle B<sub>4</sub>C-TiB<sub>2</sub> kompozit örneklerinde sinterleme esnasında uygulanan basınç mikroyapı üzerindeki etkilerini araştırmak amacıyla örneklerin hem yüzey hem de kesit bölgelerinden XRD analizleri gerçekleştirilmiştir. Birbirine eşit büyütme ve ölçekte elde edilen SEM-BSE görüntüleri Şekil 3'de verilmiş olup aynı örneğe ait yüzey ve kesit mikroyapıları kıyaslandığında, kesit bölgesinden alınan görüntülerde TiB<sub>2</sub> ve B<sub>4</sub>C partiküllerinin sıcak presleme sonrasında y-ekseninde (z-ekseni boyunca

uygulanan presleme basıncına dik yönde) bir miktar yönelmeye sahip olduğu görülmektedir. SEM görüntüleri kullanılarak elde edilen yönelmeye dair bulguyu doğrulamak amacıyla XRD ile yönelme analizi gerçekleştirilmiş olup, kesit ve yüzey bölgelerinden elde edilen kırınım desenleri Şekil 4'de verilmiştir. XRD analizi ile bütün örneklerin yüzey ve kesit bölgelerinden elde edilen kırınım desenlerinde yer alan TiB<sub>2</sub> fazına ait farklı düzlemlerden elde edilen pik şiddetleri incelendiğinde; kesit bölgesinde (100), (110) ve (200) düzlemlerine ait pik şiddetlerinde artış meydana gelirken, (001) ve (002) düzlemlerine ait pik şiddetlerinde ise düşüş meydana geldiği görülmüş olup, yüzey bölgesinden elde edilen kırınım desenlerinde ise tam tersi durum gözlemlenmiştir. Elde edilen bulgular, bütün örneklerde sıcak presleme esnasında uygulanan basınç, hegzagonal kristal yapıya sahip olan TiB<sub>2</sub> kristallerine ait (001) düzlemlerinin basınç yönüne dik olacak şekilde yönelmesine yol açtığını göstermektedir. Yönelme miktarını kantitatif olarak irdelenebilmesi amacıyla (001) düzlemine ait Lotgering Faktörü (LF) (Lotgering, 1959) hesaplanmış olup, elde edilen sonuçlar Tablo 2'de verilmiştir. Elde edilen LF değerleri incelendiğinde, 50/50-BD, 50/45/5-BD ve 50/50-YEBD örneklerinin sırasıyla %10, %6 ve %6 oranlarında yönelmeye sahip olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 3. (a) 50/50-BD, (b) 50/45/5-BD ve (c) 50/50-YEBD Örneklerine Ait Kesit ve Yüzey Bölgelerinden Aynı Büyütmede Elde Edilmiş SEM-BSE Mikroyapı Görüntüleri

Elde edilen sonuçlar örneklerin yüksek oranda bir yönlenmeye sahip olmadığını göstermekte olup bu durumun, sıcak presleme yapılan fazlara ait bağların kuvveti ile sinterleme esnasındaki atomların difüzyon hızının ters orantılı olması nedeniyle sinterleme esnasında yeterince uzun süre veya yüksek sıcaklık olmamasından kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 4. Seramik Kompozitlere Ait XRD Analizi Sonuçları

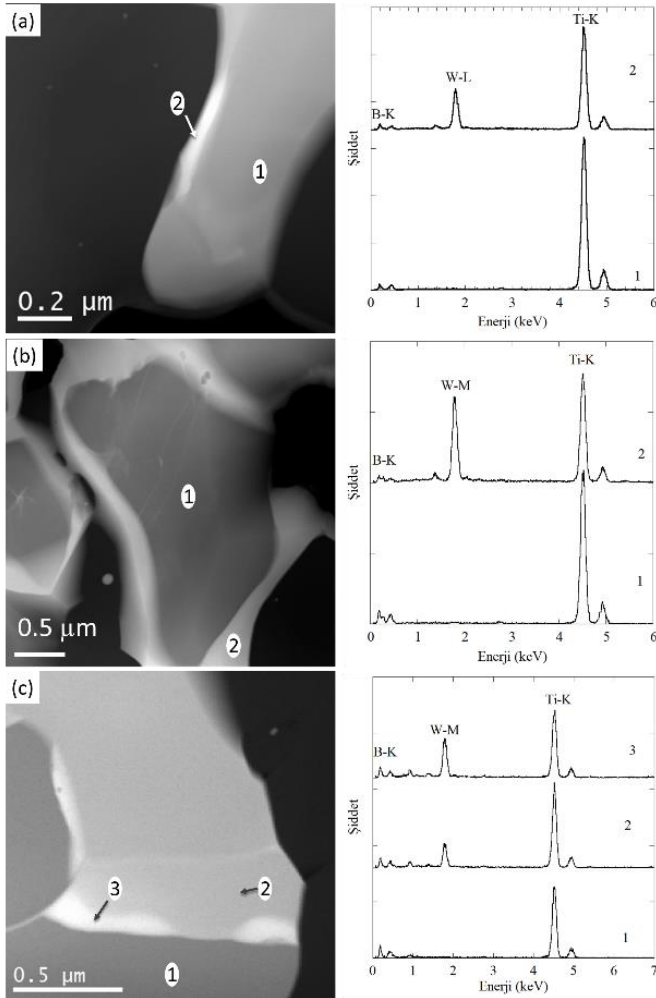
Üretilen örneklere ait yönlenme oranları incelendiğinde en yüksek sıcak presleme sıcaklığına sahip 50/50-BD örneğinin beklenildiği gibi en yüksek yönlenme oranına sahip olduğu görülürken, TiB<sub>2</sub> faz oranının 50/45/5-BD örneğinde azalmasıyla birlikte yönlenme oranının azaldığı tespit edilmiştir. Sıcak presleme sıcaklığının en düşük olduğu 50/50-YEBD örneğinin ise 50/50-BD örneğine kıyasla daha düşük yönlenme oranına sahip olduğu görülmektedir. XRD analizi sonuçları incelendiğinde analiz sonuçlarında TiB<sub>2</sub> ve B<sub>4</sub>C fazlarına ait piklerin olduğu ancak katı çözeltilere ait başka herhangi bir pikin sonuçlarda yer almadığı görülmüştür. Bu durum katı çözeltilerin amorf olması ya da ilgili faza ait piklerin mevcut fazlar ile çakışması neticesinde mümkün olabilmektedir. Analiz sonuçlarında katı çözeltilerin miktarı göz önüne alındığında herhangi bir amorf pike rastlanmaması, bu

fazın düzenli bir kristal yapıya sahip olduğunu ancak mevcut fazlar ile pik çakışması olduğuna işaret etmektedir. Elde edilen veriler ışığında gerçekleştirilen kalitatif faz analizi sonuçları ile katı çözeltilerin hangi faza ait olduğu net bir şekilde tespit edilememesinden ötürü TEM teknikleri ile tanımlanmasına ihtiyaç duyulmaktadır.

### 3.2. Geçirimli Elektron Mikroskobu ile Katı Çözelti Karakterizasyonu

Sıcak presleme sonrasında elde edilen katı çözeltilerin tanımlanabilmesi amacıyla çeşitli geleneksel TEM analizleri kullanılarak elde edilen görüntüler, kimyasal analiz sonuçlarının yanı sıra ileri seviye TEM-DEK analizi ile katı çözeltilere ait oryantasyon ilişkisi ve faz tanımlaması analizleri gerçekleştirilmiştir. Örneklerden elde edilen STEM-HAADF görüntüleri Şekil 5'te verilmiş olup, SEM analizlerinde elde edilmiş çekirdek/kabuk(lar) yapısını meydana getiren TiB<sub>2</sub> ve katı çözeltilere ait mikroyapılar yüksek çözünürlükte görüntülenmiş ve kalitatif/kantitatif kimyasal analizleri gerçekleştirilmiştir. 50/50-BD örneğine ait STEM-HAADF görüntüsü Şekil 5 (a)'da verilmiş olup, öğütme kaynaklı W kirliliği nedeniyle meydana gelen katı çözeltilere ait bölge TiB<sub>2</sub> partikülüne bitişik olarak gözlemlenmiş ve gerçekleştirilen EDX kimyasal analizi ile elde edilen Ti-W-B elementlerini içeren katı çözeltilere ait kantitatif kimyasal analiz sonuçları Tablo 2'de verilmiştir. STEM-HAADF görüntülerine göre 50/45/5-BD örneğinde ise başlangıçta ilave edilen WC partiküllerinin etkisiyle katı çözeltilerin miktarının artış gösterdiği ve TiB<sub>2</sub> partikülünü tamamen sardığı görülmektedir. 50/50-YEBD örneğinde ise yüksek enerjili öğütmenin etkisiyle başlangıç karışımında yer alan WC partiküllerinin TiB<sub>2</sub> fazı etrafında iki farklı kontrasta sahip kabuk bölgelerinin oluşumuna neden olduğu net bir şekilde gözlemlenmiştir. Örneklerde yer alan katı çözeltilere ait EDX analizi ile elde edilmiş kantitatif kimyasal analiz sonuçları Tablo 2'de verilmiştir. Kantitatif analiz sonuçları incelendiğinde 50/50-BD örneğinde yer alan katı çözeltilerin fazının kimyasal kompozisyonunun, TiB<sub>2</sub> fazının sahip olduğu Ti ve B elementi oranına çok yakın olduğu ancak bu elementlere ek olarak az miktarda W elementini de içerdiği tespit edilmiştir. 50/45/5-BD örneğinde gözlemlenen ve TiB<sub>2</sub> partikülünü sararak homojen olarak meydana gelen katı çözeltilere ait kantitatif kimyasal analiz sonuçları incelendiğinde ise sıcak presleme öncesi başlangıç toz karışımına ilave edilen WC ile birlikte katı çözeltilerin sahip olduğu W oranında artış olduğu tespit edilmiştir. 50/50-YEBD örneğinde yer alan ve çift kabuk şeklinde meydana gelen katı çözeltilere ait kimyasal kompozisyonlar incelendiğinde, TiB<sub>2</sub> çekirdeğine bitişik olan iç kabuk bölgesinin, dış kabuk bölgesine kıyasla daha yüksek oranda W elementi içerdiği tespit edilmiştir. Bu durum

literatürde WC-Co partiküllerinin sebep olduğu daha düşük sıvı faz oluşma sıcaklığı ve buna bağlı değişen W çözünürlüğü ile açıklanmaktadır (Silvestroni ve diğ., 2021). Kantitatif kimyasal analiz sonuçları bütün örneklerde yer alan katı çözelti bölgelerinin Ti-W-B elementlerinden meydana geldiğini ancak her örnekte katı çözeltinin farklı oranlarda W elementi içermesi nedeniyle katı çözeltinin hangi faz olduğu kimyasal kompozisyonlar kullanılarak tespit edilememesinden ötürü kristal yapıdan faydalanılarak tanımlanması gerekmekte olup, bu amaçla TEM-DEK tekniği kullanılmıştır.



Şekil 5. (a) 50/50-BD, (b) 50/45/5-BD ve (c) 50/50-YEBD Örneklerine Ait STEM-HAADF Görüntüleri

Tablo 2. Katı Çözeltilere Ait STEM-EDX Kantitatif Kimyasal Analiz Sonuçları

Örnek	Bölge	B (atom%)	Ti (atom%)	W (atom%)
50/50-BD	W-kirliliği	63,98	31,01	5,01
50/45/5-BD	Kabuk	45,54	41,94	12,52
50/50-YEBD	İç kabuk	74,48	20,60	4,51
	Dış kabuk	74,26	23,04	2,69

### 3.3. Katı Çözelti Karakterizasyonu

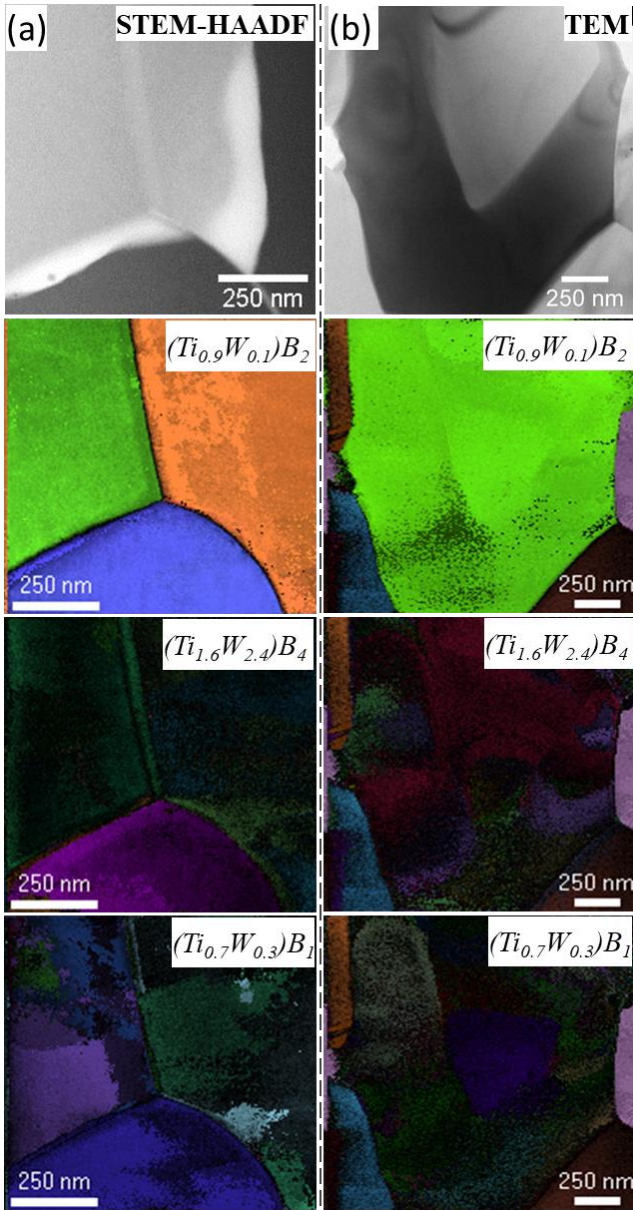
Katı çözelti fazının kristalografik olarak tanımlanabilmesi amacıyla ICSD inorganik kristal yapı veritabanı incelenmiş olup, veri tabanına göre (Ti-W-B) elementlerini içeren olası kristal fazlar  $(Ti_{0,9}W_{0,1})B_2$ ,  $(Ti_{0,7}W_{0,3})B_1$  ve  $(Ti_{1,6}W_{2,4})B_4$  olarak tespit edilmiş ve bu fazların sahip olduğu kristal yapılara ait kafes parametreleri Tablo 3'de verilmiştir. Olası fazlara ait kristal yapılar incelendiğinde ise  $(Ti_{0,9}W_{0,1})B_2$  fazının  $TiB_2$  fazı ile kristalografik olarak oldukça benzer kafes parametrelerine sahip olduğu ancak  $(Ti_{0,7}W_{0,3})B_1$  ve  $(Ti_{1,6}W_{2,4})B_4$  fazlarının farklı kristal yapıda olduğu görülmektedir.

Tablo 3. ICSD Veri Tabanında Yer Alan Olası Kristal Katı Çözelti Fazlarına Ait Kafes Parametreleri

Faz	ICSD No	Kristal Yapı	a (Å)	b (Å)	c (Å)	$\alpha$ (°)	$\beta$ (°)	$\gamma$ (°)
$TiB_2$	190893	Hekzagonal	3,031	3,031	3,237	90	90	120
$(Ti_{0,9}W_{0,1})B_2$	108088	Hekzagonal	3,026	3,026	3,213	90	90	120
$(Ti_{0,7}W_{0,3})B_1$	615603	Ortorombik	5,984	3,049	4,532	90	90	90
$(Ti_{1,6}W_{2,4})B_4$	615602	Ortorombik	3,187	8,395	3,075	90	90	90

Kristal fazın bir elektron difraksiyonu tekniği olan TEM-DEK yöntemi uygulanarak tespit edilebilmesi amacıyla  $0,7^\circ$  devinim açısı ile elektron kırınım desenleri elde edilmiştir. Bu yöntemde mikroyapı üzerinde belirlenen bir alan içerisinde elektron demeti sabit bir devinim açısı ile örnek üzerinde tarama gerçekleştirirken, her bir piksel üzerinde yer alan ve kristal yapıdaki bölgelerden yarı-kinematik devinimli elektron kırınımı desenleri toplanarak, elde edilen deneysel kırınım desenleri, aday fazların teorik kırınım desenlerini içeren veri bankaları ile ASTAR yazılımı yardımıyla kıyaslanarak şablon eşleştirmesi yapılması sonucunda elde edilen yönlenme haritalarından faydalanılarak kristal yapı tanımlaması gerçekleştirilmiştir. Bu amaçla 50/45/5-BD ve 50/50-YEBD örnekleri kullanılmış olup elde edilen sonuçlar Şekil 6'da verilmiştir. 50/45/5-BD örneğinde  $(Ti_{0,9}W_{0,1})B_2$ ,  $(Ti_{0,7}W_{0,3})B_1$  ve  $(Ti_{1,6}W_{2,4})B_4$  fazlarına ait veri tabanları kullanılarak elde edilen yönlenme haritaları sırasıyla Şekil 6 (a)'da verilmektedir. Elde edilen yönlenme haritalarında, kullanılan teorik faza ait her bir pikselde gerçekleştirilen eşleşmenin doğruluğunu veren güvenilirlik haritaları ile yönlenme haritaları matematiksel olarak toplanarak (oryantasyon haritası + güvenilirlik haritası) Şekil 6'da verilmiş olan yönlenme haritaları elde edilmiştir. Güvenilirlik haritalarında; düşük güvenilirlik siyah ile ifade edilirken, yüksek güvenilirlik skoru ( $>15$ ) artan güvenilirlik değerine göre griden beyaza doğru değişen tonlar ile ifade edilmektedir (Rauch ve Duft, 2005). Bu bilgiler doğrultusunda  $(Ti_{0,9}W_{0,1})B_2$  fazına ait veri tabanı kullanılarak elde edilen yönlenme haritalarında yüksek eşleşme doğruluğu elde edildiği,  $(Ti_{0,7}W_{0,3})B_1$  ve  $(Ti_{1,6}W_{2,4})B_4$  fazlarına ait kırınım desenleri ile eşleşme sağlanamamasından ötürü düşük güvenilirlikte

yönlenme haritalarının elde edilmesi, katı çözelti bölgesinin kristal yapısının  $(Ti_{0,9}W_{0,1})B_2$  fazına ait olduğunu göstermekte ve bu sayede kesin olarak katı çözelti fazın tanımlanması sağlanabilmektedir. Benzer sonuçlar 50/50-YEBD örneğinde de elde edilmiş olup, yönlenme ve güvenilirlik haritaları göz önünde bulundurulduğunda iç ve dış kabuk bölgelerini meydana getiren katı çözelti fazlarının  $(Ti_{0,9}W_{0,1})B_2$  kristal yapısında olduğu sonucuna ulaşılmaktadır. Her iki fazın hekzagonal kristal yapıya ve benzer kristal kafes parametrelerine sahip olması nedeniyle kırınım pikleri arasında  $0,2^\circ$  fark yaratması, XRD sonuçlarında yaşanan pik çakışmasından dolayı katı çözelti fazın XRD analizi ile tespit edilememesini açıklamaktadır.



Şekil 6. (a) 50/50-YEBD ve (b) 50/45/5-BD Örneklerine Ait Sırasıyla  $(Ti_{0,9}W_{0,1})B_2$ ,  $(Ti_{1,6}W_{2,4})B_4$  ve  $(Ti_{0,7}W_{0,3})B_1$  Fazlarına Ait Veri Tabanları Kullanılarak Elde Edilmiş Yönlenme Haritaları

Elde edilmiş olan yönlenme haritaları incelendiğinde her iki örnekte yer alan  $TiB_2$  çekirdek ve katı çözelti kabuk bölgelerinin aynı oryantasyonda olduğu, dolayısıyla da çekirdek ve kabuk bölgelerinin benzer kristal kafes parametrelerine sahip olmaları sayesinde heteroepitaksiyel ilişkiye sahip olduğu sonucuna ulaşılmaktadır. Çekirdek ve kabuk bölgelerine ait tane sınırlarında herhangi bir fasetli yüzey olmaması, buna bağlı olarak düzensiz tane sınırlarının mevcudiyeti ve oryantasyon haritaları ile elde edilen fazlar arası heteroepitaksiyel ilişki; katı çözelti fazının, çekirdek  $TiB_2$  tanesi üzerinde sıvı faz sinterlemesi esnasında meydana gelen çözünme ve çökeltme mekanizması ile birlikte epitaksiyel sıvı faz büyümesi gerçekleştirerek oluştuğunu göstermektedir. Elde edilen veriler ile, literatürde (Hu ve diğ., 2007; Silvestroni ve diğ., 2021; Sun-Yong ve Shinhoo, 2000) detayları verilmiş olan katı çözelti oluşum mekanizması doğrulanmaktadır.

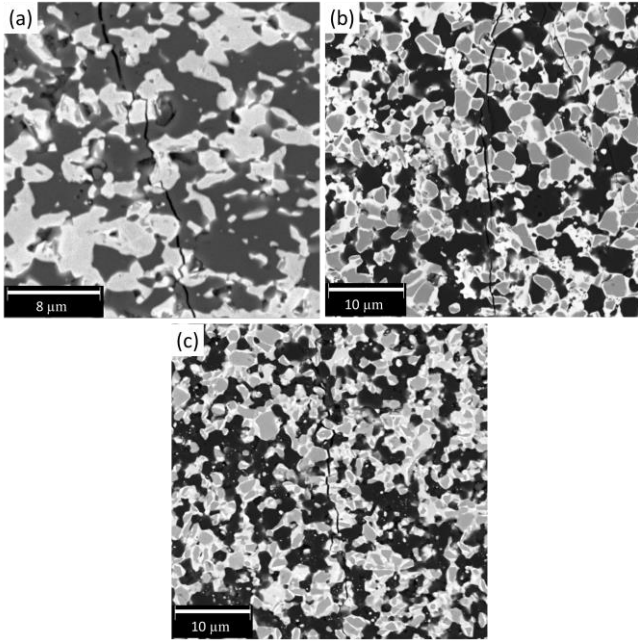
### 3.4. Yöne Bağlı Mekanik Özellikler

SEM görüntüleri ve XRD analizi ile birlikte gerçekleştirilen LF hesaplamaları sıcak presleme sonrasında mikroyapıda kısmi olarak yönlenme meydana geldiğini ortaya koymuş ve meydana gelen yönlenmenin sıcak presleme basınç yönüne bağlı olarak mekanik özelliklere olan etkileri araştırılmıştır. Bu amaçla elde edilen seramik kompozitlerin hem yüzey hem de kesit bölgelerinden indentasyon sertliği ve indentasyon tokluğu ölçümleri gerçekleştirilmiş ve elde edilen sonuçlar Tablo 4'de verilmiştir. Elde edilen sonuçlar iki farklı yönden elde edilen indentasyon sertliği ve tokluğu değerlerinin birbirlerine yakın olduğunu, dolayısıyla da üretilen örneklerin sahip oldukları yönlenme oranlarının mekanik özelliklerde anizotropik bir davranışa sebep olmadığını ortaya koymuştur. Elde edilen sertlik değerleri incelendiğinde, sıcak presleme öncesi toz karışımına ilave edilen WC partiküllerinin etkisiyle meydana gelen katı çözeltinin sertlik değerlerinde kayda değer bir fark oluşmasına yol açmadığı ancak yüksek enerjili öğütme sebebiyle meydana gelen ve SEM görüntülerinde de gözlemlenmiş olan tane boyut küçülmesinin etkisiyle sertlik değerlerinde artış meydana geldiği gözlemlenmiştir.

Tablo 4. Farklı Yönlere Ait Mekanik Özellikler

Örnek	Sertlik (HV10, GPa)		Young Modülü (E, GPa) (Failla ve diğ., 2018)
	Kesit	Yüzey	
50/50-BD	18,8±0,8	18,4±0,7	460
50/45/5-BD	18,9±1,2	18,6±1,1	406
50/50-YEBD	21,6±1,2	21,0±1,3	407
İndentasyon Tokluğu (MPa.m <sup>0.5</sup> )			
Örnek	Kesit	Yüzey	
50/50-BD	4,36±0,05	4,34±0,05	
50/45/5-BD	4,45±0,07	4,48±0,09	
50/50-YEBD	4,52±0,05	4,54±0,07	

Sıcak presleme sonrasında elde edilen kompozit örneklerin indentasyon toklukları incelendiğinde,  $TiB_2$  fazının varlığı ile birlikte monolitik  $B_4C$  fazının sahip olduğu kırılma tokluğunun ( $\sim 2 \text{ MPa.m}^{0.5}$  (Failla ve diğ., 2018)) artış gösterdiği gözlemlenmiştir.  $TiB_2$  ilavesi ile elde edilen kırılma tokluğundaki artış, literatürde  $B_4C$  ve  $TiB_2$  fazlarının sahip oldukları ısıl genleşme katsayıları, sırasıyla  $4,5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  ve  $7,4 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$  (Aygüzer Yaşar, Celik ve Haber, 2022), arasındaki fark sebebiyle meydana gelen kalıntı gerilmelerin sebep olduğu ve çatlak ilerlemesi esnasında enerji sönmülmesini sağlayan çatlak köprülemesi ve çatlak sapması mekanizmaları ile açıklanmaktadır (He, Dong, Kan, Zhang ve Ding, 2016; Rubink ve diğ., 2021). Üretilen seramik kompozitlerin tokluk artışını sağlayan kırılma mekanizmalarını araştırmak için çatlak bölgelerinden SEM kullanılarak elde edilen mikroyapı görüntüleri Şekil 7'de verilmiştir. SEM görüntüleri incelendiğinde, tane içi kırılma davranışına ek olarak sıcak presleme sonrasında oluşan kalıntı gerilmelerin etkisiyle oluşan çatlak saptırma, çatlak dallanması ve çatlak köprüleme mekanizmalarının kırılma tokluğunu artırıcı etkin mekanizmalar oldukları tespit edilmiştir.



Şekil 7. (a) 50/50-BD, (b) 50/45/5-BD ve (c) 50/50-YEBD Örneklerine Ait Çatlak İlerleme Mekanizmalarını Gösterir SEM Görüntüleri

#### 4. Sonuçlar

Bu çalışmada WC katkı ve katkısız farklı  $B_4C$ - $TiB_2$  seramik kompozitlerinin yöne bağlı mikroyapıları ve mekanik özellikleri araştırılmıştır. SEM kullanılarak gerçekleştirilen mikroyapı incelemeleri, farklı karıştırma yöntemleri ve başlangıç kimyasal kompozisyonlarına bağlı olarak sıcak presleme sonrasında  $TiB_2$  ve  $B_4C$  fazlarına ilaveten  $TiB_2$

partiküllerinin etrafında W elementini de içeren ve XRD ile gerçekleştirilen kalitatif faz analizlerinde tespit edilemeyen katı çözelti fazlarının oluştuğunu göstermektedir. W elementi içeren katı çözeltinin 50/50-BD örneğinde çok az miktarda olduğu ancak artan WC ilavesi ile 50/45/5-BD örneğinde katı çözelti oranının arttığı gözlemlenmiştir. 50/50-YEBD örneğinde ise yüksek enerjili öğütme nedeniyle aşınan bilyelerden kaynaklı olarak da değişen W elementi oranlarına sahip katı çözelti bölgelerinin meydana geldiği ve ayrıca tane boyutlarının öğütmenin etkisiyle küçüldüğü tespit edilmiştir. Sıcak presleme esnasında uygulanan tek eksenli basınca bağlı olarak mikroyapıda meydana gelen değişiklikleri incelemek amacıyla SEM ve XRD analizleri gerçekleştirilmiş ve elde edilen sonuçlar % 6 ila % 10 arasında değişen oranlarda yönlenme meydana geldiğini göstermiştir.

Katı çözelti fazının kristalografik olarak tanımlanabilmesi amacıyla detaylı TEM analizleri gerçekleştirilmiş olup yapılan analizler neticesinde mevcut fazın  $(Ti_{0,9}W_{0,1})B_2$  fazı olduğu, buna ek olarak da  $TiB_2$  çekirdek etrafında kabuk formunda yer alan katı çözelti fazı ile çekirdek  $TiB_2$  fazları arasında heteroepitaksiyel yönlenme ilişkisi olduğu ilk defa TEM-DEK yöntemi kullanılarak tespit edilmiştir. Gerçekleştirilen EDX kimyasal analizleri ile katı çözelti fazlarının içerdikleri W elementi oranları tespit edilmiştir. Elde edilen bulgular, literatürde önerilen çözünme çökeltme mekanizmasıyla sıcak presleme esnasında katı çözelti oluşumunu doğrulamaktadır.

Elde edilen örneklerin sahip olduğu yönlenme miktarlarının mekanik özellikler üzerindeki etkilerini incelemek amacıyla kesit ve yüzey bölgelerinden Vickers indentasyon sertliği ve indentasyon tokluğu ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar mevcut üretim koşulları altında gerçekleşen düşük yönlenme oranının mekanik özelliklerde basınç yönüne bağlı olarak önemli bir farklılığa yol açmadığını göstermiştir.

#### Teşekkür

Bu çalışma Anadolu Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu tarafından kabul edilen 1504F168 nolu proje kapsamında desteklenmiştir. Yazarlar ayrıca örneklerin temini için Prof. Dr. Diletta Sciti'ye, FIB ile örnek hazırlama sürecindeki desteği için Doç. Dr. Meltem Sezen Özkoç'a ve Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK), Bilim İnsanı Destek Programları Başkanlığı'na (BİDEB) sağlamış oldukları 2211 Yurt İçi Doktora Burs programından ötürü teşekkür eder. Bu çalışma Umut SAVACI'nın doktora tezi kapsamında ortaya çıkmıştır.

#### Araştırmacıların Katkısı

Bu çalışmada; Umut SAVACI literatür araştırması, deneysel çalışmaların yürütülmesi, sonuçların elde

edilmesi ve değerlendirilmesi, verilerin yorumlanması ve makale yazımı; Servet TURAN çalışma fikrinin ortaya çıkması, fon sağlanması, proje yönetimi ve sonuçların değerlendirilmesi konularında katkı sağlamışlardır.

### Çıkar Çatışması

Yazarlar tarafından herhangi bir çıkar çatışması beyan edilmemiştir.

### Kaynaklar

- Aygüzer Yaşar, Z., Celik, A. M. ve Haber, R. A. (2022). Improving fracture toughness of B<sub>4</sub>C - SiC composites by TiB<sub>2</sub> addition. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 108. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2022.105930>
- Baharvandi, H. R. ve Hadian, A. M. (2008). Pressureless sintering of TiB<sub>2</sub>-B<sub>4</sub>C ceramic matrix composite. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 17 (6), 838-841. doi: <https://doi.org/10.1007/s11665-007-9182-4>
- Baskut, S., Ozer, S. C. ve Turan, S. (2022). The effects of in-situ formed phases on the microstructure, mechanical properties and electrical conductivity of spark plasma sintered B<sub>4</sub>C containing Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. *Journal of the European Ceramic Society*, 42 (4), 1272-1281. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2021.11.054>
- Cinar, A., Baskut, S., Seyhan, A. T. ve Turan, S. (2018). Tailoring the properties of spark plasma sintered sialon containing graphene nanoplatelets by using different exfoliation and size reduction techniques: Anisotropic mechanical and thermal properties. *Journal of the European Ceramic Society*, 38 (4), 1299-1310. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2017.10.004>
- Failla, S., Melandri, C., Zoli, L., Zucca, G. ve Sciti, D. (2018). Hard and easy sinterable B<sub>4</sub>C-TiB<sub>2</sub>-based composites doped with wc. *Journal of the European Ceramic Society*, 38 (9), 3089-3095. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2018.02.041>
- Gunjishima, I., Akashi, T. ve Goto, T. (2002). Characterization of directionally solidified B<sub>4</sub>C-TiB<sub>2</sub> composites prepared by a floating zone method. *MATERIALS TRANSACTIONS*, 43 (4), 712-720. doi: <https://doi.org/10.2320/matertrans.43.712>
- Hayun, S., Paris, V., Dariel, M. P., Frage, N. ve Zaretzky, E. (2009). Static and dynamic mechanical properties of boron carbide processed by spark plasma

sintering. *Journal of the European Ceramic Society*, 29 (16), 3395-3400. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2009.07.007>

- He, P., Dong, S., Kan, Y., Zhang, X. ve Ding, Y. (2016). Microstructure and mechanical properties of B<sub>4</sub>C - TiB<sub>2</sub> composites prepared by reaction hot pressing using Ti<sub>3</sub>SiC<sub>2</sub> as additive. *Ceramics International*, 42 (1), 650-656. doi: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2015.08.160>
- Hu, J., Gu, H., Chen, Z., Tan, S., Jiang, D. ve Rühle, M. (2007). Core-shell structure from the solution-precipitation process in hot-pressed aln-doped sic ceramics. *Acta Materialia*, 55 (16), 5666-5673. doi: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.06.037>
- Ji, W., Rehman, S. S., Wang, W., Wang, H., Wang, Y., Zhang, J., . . . Fu, Z. (2015). Sintering boron carbide ceramics without grain growth by plastic deformation as the dominant densification mechanism. *Scientific Reports*, 5, 15827. doi: <https://doi.org/10.1038/srep15827>
- Lotgering, F. K. (1959). Topotactical reactions with ferrimagnetic oxides having hexagonal crystal structures—i. *Journal of Inorganic and Nuclear Chemistry*, 9 (2), 113-123. doi: [https://doi.org/10.1016/0022-1902\(59\)80070-1](https://doi.org/10.1016/0022-1902(59)80070-1)
- Rauch, E. F. ve Duft, A. (2005). Orientation maps derived from tem diffraction patterns collected with an external ccd camera. *Materials Science Forum*, 495-497, 197-202. doi: <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.495-497.197>
- Rubink, W. S., Ageh, V., Lide, H., Ley, N. A., Young, M. L., Casem, D. T., . . . Scharf, T. W. (2021). Spark plasma sintering of B<sub>4</sub>C and B<sub>4</sub>C-TiB<sub>2</sub> composites: Deformation and failure mechanisms under quasistatic and dynamic loading. *Journal of the European Ceramic Society*, 41 (6), 3321-3332. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2021.01.044>
- Sahin, F. C., Apak, B., Akin, I., Kanbur, H. E., Genckan, D. H., Turan, A., . . . Yucel, O. (2012). Spark plasma sintering of B<sub>4</sub>C-SiC composites. *Solid State Sciences*, 14 (11-12), 1660-1663. doi: <https://doi.org/10.1016/j.solidstatesciences.2012.05.037>
- Sigl, L. S. (1998). Processing and mechanical properties of boron carbide sintered with tic. *Journal of the European Ceramic Society*, 18 (11), 1521-1529. doi: [https://doi.org/10.1016/S0955-2219\(98\)00071-5](https://doi.org/10.1016/S0955-2219(98)00071-5)

- Silvestroni, L., Failla, S., Gilli, N., Melandri, C., Savacı, U., Turan, S. ve Sciti, D. (2021). Disclosing small scale length properties in core-shell structured B<sub>4</sub>C-TiB<sub>2</sub> composites. *Materials & Design*, 197. doi: <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.109204>
- Skorokhod, V. ve Krstic, V. D. (2000). High strength-high toughness B<sub>4</sub>C-TiB<sub>2</sub> composites. *Journal of Materials Science Letters*, 19 (3), 237-239. doi: <https://doi.org/10.1023/a:1006766910536>
- Sun-Yong, A. ve Shinhoo, K. (2000). Formation of core/rim structures in Ti(C,N)-WC-Ni cermets via a dissolution and precipitation process. *Journal of the American Ceramic Society*, 83 (6), 1489-1494. doi: <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.2000.tb01415.x>
- Wang, A., Hu, L., He, Q., Liu, C., Tian, T., Zhang, Z., . . . Fu, Z. (2022). Electrical discharge machining of boron carbide-graphene nanoplatelets composites. *Journal of the European Ceramic Society*, 42 (3), 850-859. doi: <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2021.11.018>
- Xue, J.-X., Liu, J.-X., Xie, B.-H. ve Zhang, G.-J. (2011). Pressure-induced preferential grain growth, texture development and anisotropic properties of hot pressed hexagonal boron nitride ceramics. *Scripta Materialia*, 65 (11), 966-969. doi: <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2011.08.025>
- Yamada, S., Hirao, K., Yamauchi, Y. ve Kanzaki, S. (2003). High strength B<sub>4</sub>C-TiB<sub>2</sub> composites fabricated by reaction hot-pressing. *Journal of the European Ceramic Society*, 23 (7), 1123-1130. doi: [https://doi.org/10.1016/S0955-2219\(02\)00274-1](https://doi.org/10.1016/S0955-2219(02)00274-1)