



**Turgay Tehçi, Fatih Çalışkan**

Sakarya University, Sakarya-Turkey  
turgaytehci@sakarya.edu.tr; fcaliskan@sakarya.edu.tr

**Engin Kocaman**

Bülent Ecevit University, enginkocaman@gmail.com, Zonguldak-Turkey

**Zafer Tatlı**

Sakarya University, ztatli@sakarya.edu.tr, Sakarya-Turkey

DOI	<a href="http://dx.doi.org/10.12739/NWSA.2018.13.3.1A0412">http://dx.doi.org/10.12739/NWSA.2018.13.3.1A0412</a>	
ORCID ID	0000-0003-4831-0668	0000-0002-9568-7049
	0000-0002-0981-7143	0000-0001-5617-3064
CORRESPONDING AUTHOR	Turgay Tehçi	

**Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-BN KOMPOZİT TOZ SENTEZİNDE MEKANİK AKTİVASYONUN Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> FAZ OLUŞUM KİNETİĞİNE ETKİSİ**

**ÖZ**

Silisyum nitrür (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) seramikler, yüksek sertlik, iyi mekanik dayanım, üstün korozyon direnci ve yüksek sıcaklıklara karşı iyi direnç göstermeleri nedeniyle, hem termo mekanik hem de elektronik uygulama alanlarında büyük önem kazanmıştır. Bu çalışmada Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> matrisinin işlenebilirliğini arttırmak amacıyla, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> matrisine dağıtılmış ince bor nitrür (BN) yapıları kombine bir şekilde üretilmiştir. Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> - BN matrisinin konvensiyonel üretim teknikleri ile üretilmesinin maliyetli olması sebebiyle bu çalışmada karbotermal indirgeme ve nitridasyon (KTİN) yöntemi kullanılmıştır. Farklı şartlarda mekanik aktivasyon yapılarak aktive edilen tozlar kullanılarak KTİN reaksiyon sonucu sentezlenen tozlara yapılan XRD analizleri, yapının Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve BN fazlarından müteşekkil olduğunu göstermiştir. Tane morfolojisi belirlemek için yapılan SEM analizi ise ince BN tanelerinin homojen bir şekilde Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> matrisine dağılımının başarılı olduğu ortaya koymuştur.

**Anahtar Kelimeler:** BN, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, Seramik Kompozit, Mekanik Aktivasyon, Karbotermal İndirgeme ve Nitridasyon Yöntemi (KTİN)

**THE EFFECT OF MECHANICAL ACTIVATION ON A-SI<sub>3</sub>N<sub>4</sub> PHASE FORMATION KINETICS IN SYNTHESIS OF SI<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-BN COMPOSITE POWDER**

**ABSTRACT**

Silicon nitride (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) ceramics have gained great importance in both thermo-mechanical and electronic applications due to their high hardness, good mechanical strength, superior corrosion resistance and good resistance to high temperatures. In this study, the ceramic matrix composite which is composed of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> and uniformly distributed fine boron nitride particles were produced in order to increase the machinability of the Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. To synthesis Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> - BN composite powder, Carbothermal reduction and nitridation (CRN) method was used because it is costly to produce Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> - BN matrix by conventional production techniques. XRD analysis of the yield synthesized by CRN reaction using mechanically activated precursor powders under different conditions CRN showed that the structure consists of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> and BN phases. SEM analysis performed to determine grain morphology revealed that the distribution of fine BN grains uniformly in the Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> matrix was achieved.

**Keywords:** BN, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, Ceramic Composite, Mechanical Activation, Carbothermal Reduction and Nitridation Method (KTIN)

**How to Cite:**

Tehçi, T., Çalışkan, F., Kocaman, E. ve Tatlı, Z., (2018). Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-BN Kompozit Toz Sentezinde Mekanik Aktivasyonun Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Faz Oluşum Kinetiğine Etkisi, Engineering Sciences (NWSAENS), 13(3): 190-200, DOI: 10.12739/NWSA.2018.13.3.1A0412.

## 1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Silisyum nitrür ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) seramikler yüksek sıcaklıklarda dahi termal dirençlerini ve mekanik özelliklerini muhafaza etmeleri sebebiyle pek çok kullanım alanına sahiptir [1 ve 2]. Bu durum son on yıldır pek çok çalışmanın  $\text{Si}_3\text{N}_4$  alanında yoğunlaşmasına sebep olmaktadır.  $\text{Si}_3\text{N}_4$  seramiklerin mikro yapılarında yüksek oranda  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$  içermesi sebebiyle yüksek kırılma tokluğuna sahiptirler [3 ve 8]. Yüksek oranda  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$  içeren monolitik seramiklerin üretiminin düşük maliyetli olması sebebiyle elyaf takviyeli seramik matrislerine bir alternatif olma potansiyeline sahiptir [3, 4 ve 8].  $\text{Si}_3\text{N}_4$  seramikler, rulmanlar, ısı emici plakalar, gaz türbini bileşenleri ve nükleer reaktörler için koruyucu duvar gibi çeşitli uygulama alanlarına sahiptir. Hexagonal Bor nitrür (H-BN) seramikler yüzeyinde doğal olarak kendiliğinden oluşan oksit veya hidrat tabakaları sayesinde iyi bir yağlayıcı malzemesidir. H-BN yüksek bir elektrik direnci ve aynı zamanda yüksek ısıl genleşme katsayısına sahip olduğu bilinmektedir [9 ve 12]. H-BN'nin  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'e dahil edilmesi,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  seramiklerinin elektriksel ve mekanik özelliklerini değiştirebilir, termal şok direncini iyileştirebilir ve  $\text{Si}_3\text{N}_4$  seramiklerine işlenebilirlik kazandırabilir [9, 11 ve 12].  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -BN seramik malzemeler düşük dielektrik sabiti özelliğine sahip olmaları sebebiyle günümüzde füze radomlarında kullanılmaktadır [13 ve 14]. Bu çalışmada, mekanik aktivasyonun, homojen olarak karıştırılmış Silika ( $\text{SiO}_2$ )-BN-C başlangıç tozunun  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -BN dönüşüne etkisi araştırılmıştır. BN katkılı üretilen  $\text{Si}_3\text{N}_4$  seramik tozunun işlenebilir seramik malzemelerin imalatında kullanılması amaçlanmaktadır. Deney prosesinde en önemli parametre  $\text{SiO}_2$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  dönüşümüne, mekanik aktivasyon miktarının sabit sıcaklık ve sabit sürede etkisinin incelenmesidir.

## 2. ÇALIŞMANIN ÖNEMİ (RESEARCH SIGNIFICANCE)

İleri teknoloji seramiklerinden olan Silisyum nitrür ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) seramikler malzeme biliminin ihtiyaç duyduğu pek çok alana hizmet etmektedir. Ancak bu seramik grubunun geliştirilmesi gereken en önemli alan kuşkusuz işlenebilirlik düzeyleridir. Bu çalışmada Bor nitrürün (BN) doğal yağlayıcı özelliği kullanılarak,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  seramiklere BN takviyesi edilmiştir. Çalışmadan elde edilen veriler ışığında işlenebilir  $\text{Si}_3\text{N}_4$  seramik üretimine katkı sağlaması amaçlanmıştır.

## 3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR (EXPERIMENTAL METHODS)

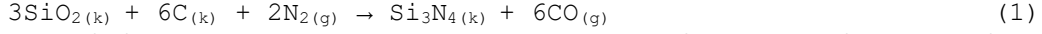
Bu çalışmada silisyum kaynağı olarak "Ege Kimya" firmasından temin edilen ve kimyasal bileşimi tablo 1 de verilen silika ( $\text{SiO}_2$ ) kullanılmıştır.

Tablo 1. Deneyde kullanılan silikanın kimyasal bileşimi  
Table 1. The chemical composition of  $\text{SiO}_2$  used in the experiment

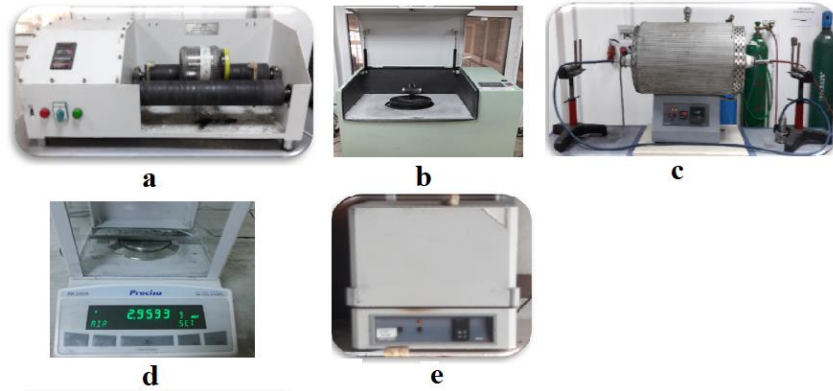
Ana Faz (ağ%)	Empurite (wt%)	Metalik Fe (ağ%)	Yoğunluk ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )
$\text{SiO}_2$ (Min. 98%)	Maks. 2%	Max. 0.05	2.65

$\text{SiO}_2$ 'ye katkı malzemesi olarak %10 oranında hegzagonal BN takviyesi yapılmıştır. İndirgeyici ajan olarak "Vulcan XC72" kodu ile "CABOT CARBON" firmasından temin edilen aktif karbon karası (99.7%) kullanılmıştır. Karbon karasının spesifik yüzey alanı  $110 \text{ m}^2/\text{g}$  ve ortalama tane boyutu ise  $0.5\text{-}1\text{ }\mu\text{m}$  dur. Denklem 1 de ki gibi eşitliğe göre sitokimiyetik oranlarda hazırlanan tozlar öncelikle biyeli öğütücüde karıştırılarak hazırlanmıştır (Şekil 1a). Elde edilen kompozit tozların bir kısmı mekanik aktivasyona tabii tutulmuştur. Böylece mekanik aktivasyonlu ve mekanik aktivasyonsuz olmak üzere iki deney grubu elde edilmiştir. Deneyde mekanik aktivasyon oluşturulması

için "Mertest Laboratuvar Cihazları" firmasından temin edilen "LB200" kodlu halkalı değirmen kullanılmıştır (Şekil 1b). Mekanik aktivasyon için sabit devirde (900 devir), uygun kalıplar yardımı ile deneyde belirtilen sürelerde ve periyotlarda tozlara mekanik aktivasyon işlemi uygulanmıştır.



Her iki deney grubu da azot atmosferinde, sabit reaksiyon sıcaklığı ve süresinde karbotermal indirgenme ve nitrasyon (KTİN) işlemi uygulanarak  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -BN dönüşümünün gerçekleşip gerçekleşmediği incelenmiştir. Bu reaksiyon için "Protherm" marka yatay seramik tüp fırından faydalanılmıştır (Şekil 1c). Elde edilen yapılar X-ışınları (XRD) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılarak incelenmiştir. Nitrasyon öncesinde ve sonrasında ağırlık değişimi "Presisa XB 220A" markalı hassas tartı kullanılarak tüm parametrelerde tespit edilmiştir (Şekil 1d). Deney parametreleri, dönüşüm reaksiyonuna tabii tutulduktan sonra, yapıda kalan fazla karbon "Protherm" marka kül fırınında (Şekil 1e) 900 °C de 2 saat süreyle açık atmosferde yakılarak uzaklaştırılmıştır.



Şekil 1. Deneyde kullanılan ekipmanlar  
(Figure 1. Equipments used in the experiment)

Mekanik aktivasyonun  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -BN dönüşümüne etkisinin incelenmesi amacıyla, deney sabit sıcaklık ve sürede dönüşüme tabii tutulmuştur. Deney sıcaklığı olarak 1420°C ve deney süresi olarak da 4 saat seçilmiştir. Sabit sıcaklık ve süre değerlerinde mekanik aktivasyonun dönüşüme etkisinin belirlenmesi amacıyla iki farklı aktivasyon süresinde, (2.5dk x 3 ve 5 dk x 3), hiç aktivasyona tabii tutulamayan gruba göre dönüşüm oranları incelenmiş olup, elde edilen değerlerin kıyaslaması yapılmıştır.

#### 4. BULGULAR VE TARTIŞMA (FINDINGS AND DISCUSSIONS)

##### 4.1. Ağırlık Kaybının İncelenmesi (Investigation of Weight Loss)

KTİN işleminin etkinliği, Tablo 2'deki ağırlık kaybı ile değerlendirildi. Ağırlık değişimi sonuçları,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -BN dönüşümü ile ilişkili olduğu görülmektedir. Deneyde sabit parametre olarak kullanılan ve mekanik aktivasyona tabii tutulmayan 1 numaralı deneyde fazla karbonun uzaklaştırılması sonrası maksimum ağırlık kaybı oluşmuştur. Bu duruma etki eden faktörün, SEM ve XRD sonuçları ile incelendiğinde dönüşüm oranının etki ettiği görülmektedir.

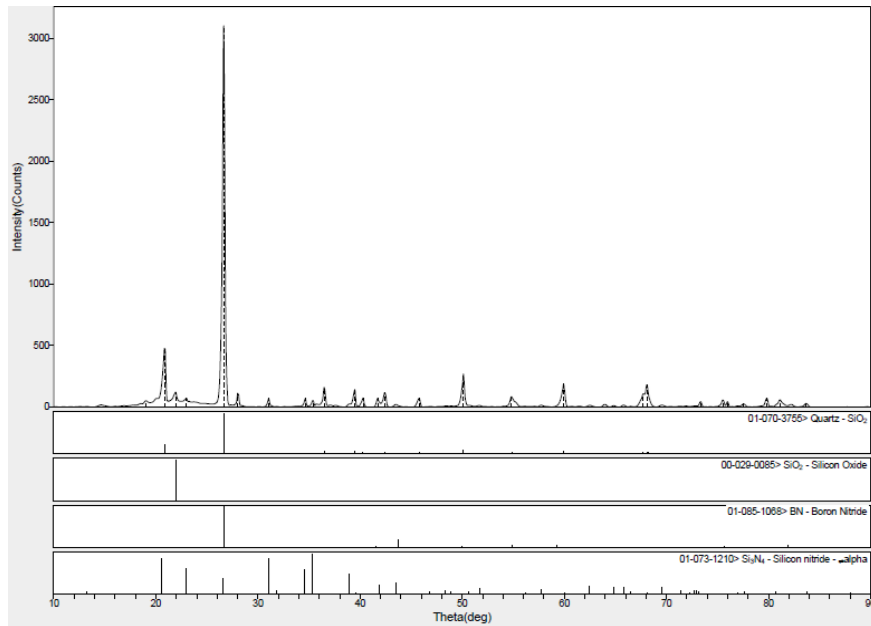
Tablo 2. KTİN tekniğinde,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -BN dönüşüm oranının verimliliğe etkisinin incelenmesi

Table 2. The Change of Efficiency for The CRN Process with BN Ratio

Dene Kodu	Deney Parametresi	Karbon Yakmadan Önce (Ağr.%)	Karbon Yakmadan Sonra (Ağr.%)
1	Mekanik Aktivasyonsuz	41.21	45.79
2	2.5 dk Mekanik Aktivasyonlu	16.00	35.12
3	5 dk Mekanik Aktivasyonlu	36.00	29.38

#### 4.2. XRD ve SEM Analizlerinin İncelenmesi (Investigation of XRD and SEM Analysis)

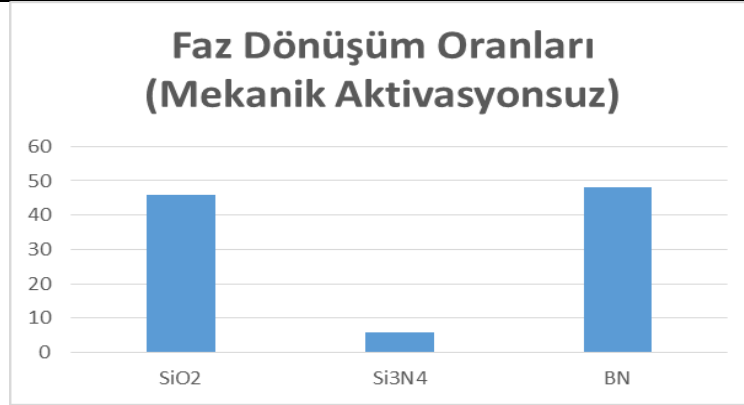
Dönüşüm reaksiyonları azot gazı atmosferinde gerçekleştirilmiştir. Elde edilen tozlardan XRD analizleri alınarak bu değerler aşağıda verilmiştir. Her bir deney parametresi için ayrı ayrı % faz dönüşüm analizleri yapılmıştır. Faz dönüşüm analizleri (%) için XRD relatif değerlerden faydalanılmıştır. Şekil 2'de mekanik aktivasyona tabii olmayan 1 numaralı numunenin XRD analizi verilmiştir. Analiz sonucu incelendiğinde yapının büyük çoğunluğunun  $\text{SiO}_2$  ve BN olduğu görülmektedir.  $\text{Si}_3\text{N}_4$  dönüşümü çok az miktarda gerçekleşmiştir.



Şekil 2. 1420°C de 4 saat bekletilen mekanik aktivasyonsuz deneyin XRD sonucu

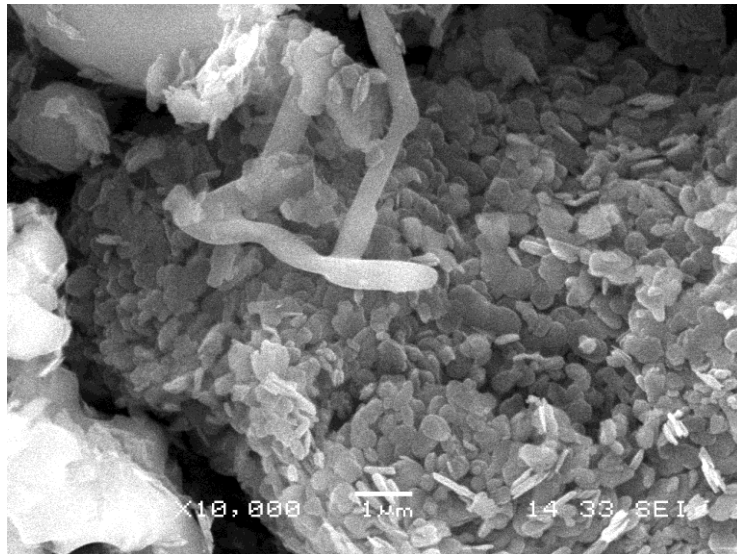
(Figure 2. XRD analysis for the non-mechanically activated powder converted at 1420°C for 4h)

Şekil 3'de mekanik aktivasyona tabii olmayan 1 numaralı numunenin faz dönüşüm oranları, XRD dataları üzerinden hesaplanarak verilmiştir. Grafik incelendiğinde yapının %46'sı  $\text{SiO}_2$ , %48.2'si BN olarak kalırken sadece %5.8'inin  $\text{Si}_3\text{N}_4$  dönüşümünün gerçekleştiği görülmektedir. Şekil 4' de SEM görüntülerinde görüldüğü gibi yapının büyük bir oranı BN ve  $\text{SiO}_2$  den oluşmaktadır. Çok düşük oranda elde edilen çubuksu  $\text{Si}_3\text{N}_4$  tanelerini BN tanelerinin sarmaladığı gözlenmektedir. Elde edilen faz dönüşümü sonuçları (1420°C için) literatürler karşılaştırıldığında uyumlu olup bu sıcaklık dönüşüm için yetersiz kabul edilmektedir [15].



Şekil 3. 1420°C de 4 saat bekletilen mekanik aktivasyonsuz deneyin faz dönüş oranları (% ağı.)

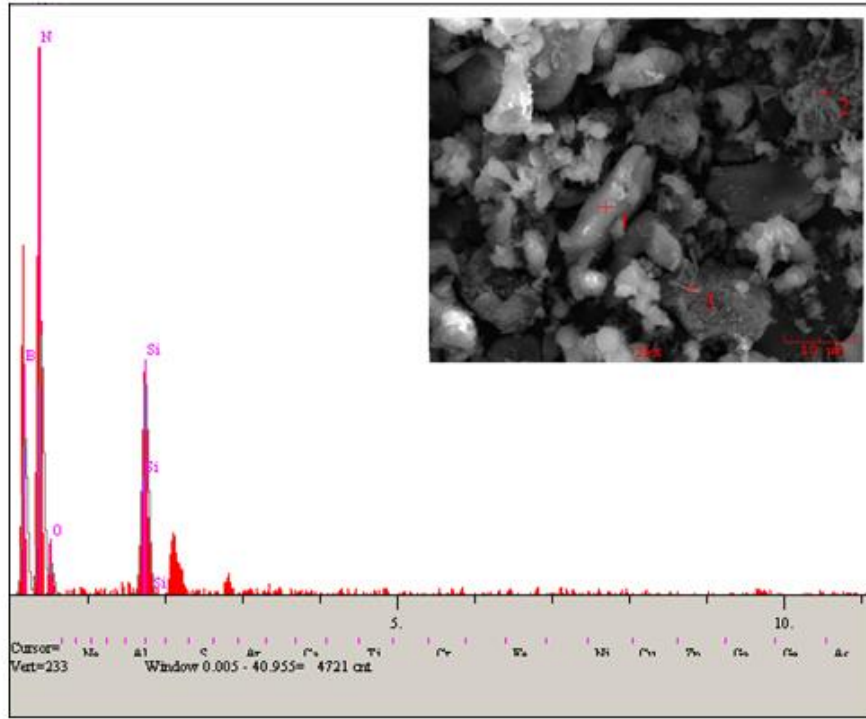
(Figure 3. The change of amount of the nitrated silicon with changing BN ratio for the non-mechanical activated powder converted at 1420°C for 4h)



Şekil 4. 1420°C de 4 saat bekletilen mekanik aktivasyonsuz deneyin SEM görüntüleri

(Figure 4. SEM images for the non-mechanical activated powder converted at 1420°C for 4h)

Şekil 5'de mekanik aktivasyona tabii olmayan 1 numaralı numunenin EDS analizleri verilmiştir. Analiz sonucu incelendiğinde, elde edilen sonuçlar XRD ve SEM analizlerini desteklemektedir. Yapının büyük bir oranı BN ve SiO<sub>2</sub>'den oluşmaktadır.

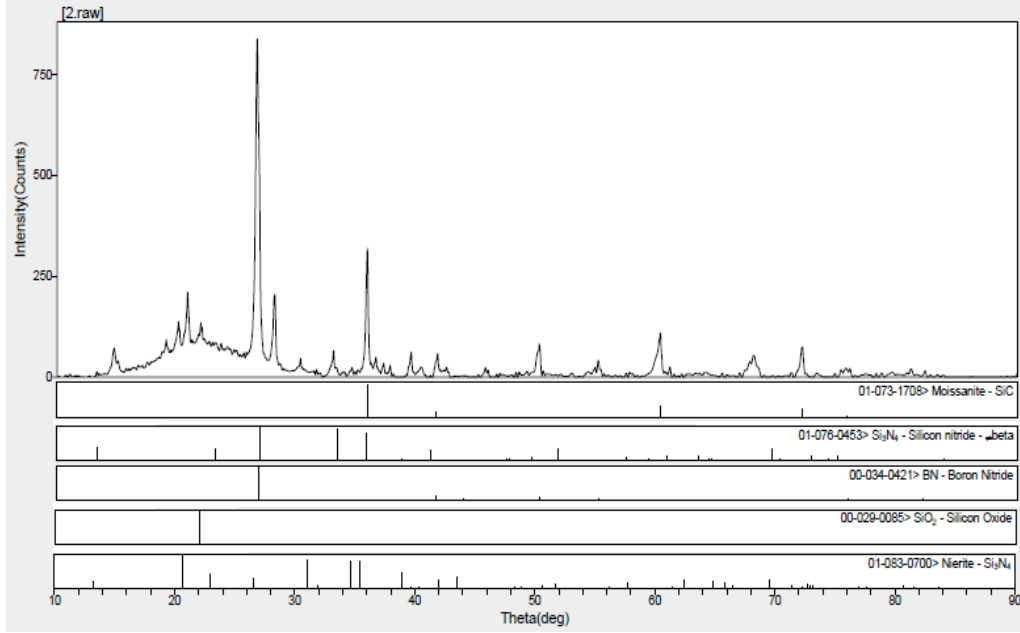


Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units	
B	Ka	54.27	4.658	0.000	wt.%	
N	Ka	88.47	5.947	63.097	wt.%	
O	Ka	10.12	2.011	22.988	wt.%	
Si	Ka	88.51	5.948	13.915	wt.%	
				100.000	wt.%	Total

Şekil 5. 1420°C de 4 saat bekletilen mekanik aktivasyonsuz deneyin EDS analizleri

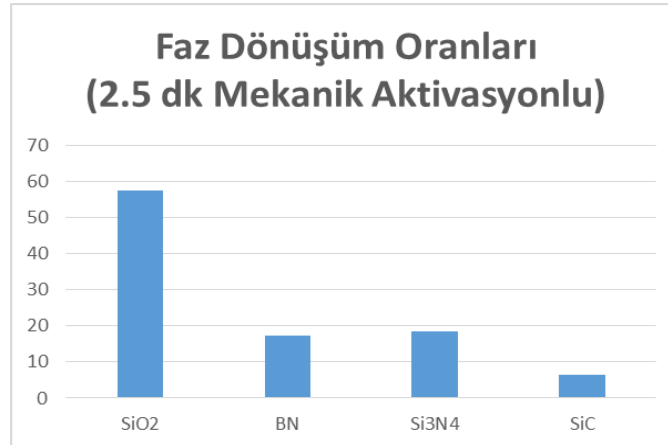
(Figure 5. EDS analysis for the non-mechanical activated powder converted at 1420°C for 4h)

İki numaralı deney parametresinde hazırlanan toz karışımına 2.5x3(dkxperiyot) olacak şekilde mekanik aktivasyona tabi tutulmuştur. Şekil 6'teki XRD analizine göre sentezlenen deney numunesi 1 nolu numune ile benzerlik gösterirken SiO<sub>2</sub> oranında bir miktar düşüş görülmüştür. Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> dönüşümünde ise bir miktar artış gerçekleşmektedir. Kararsız hale getirilen tozların düşük bir kısmı SiC'e dönüşme eğiliminde olduğu tespit edilmiştir. Mekanik aktive edilen tozların absorbe edilen enerjiyi dönüşümde kullanması ve böylelikle dönüşüm için gerekli enerjinin bir miktarını bu yolla sağlandığı düşünülmektedir.



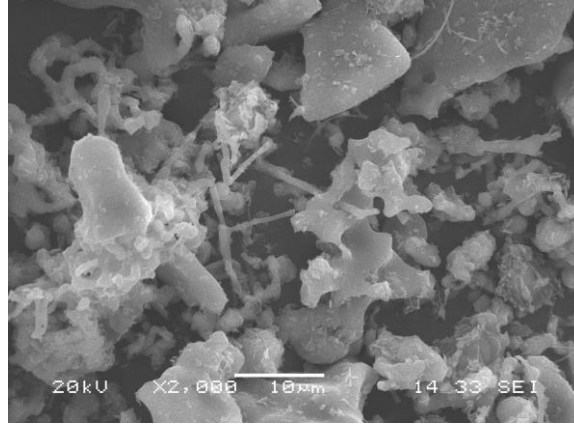
Şekil 6. 1420°C de 4 saat bekletilen ve 2.5dkx3 mekanik aktivasyon uygulanan deneyin XRD analizi  
(Figure 6. XRD analysis for mechanical activation (2.5x3)at 1420°C for 4h)

Şekil 7’de 2.5dkx3 mekanik aktivasyona tabii olan iki numaralı numunenin faz dönüşüm oranları, XRD dataları üzerinden hesaplanarak verilmiştir. Faz dönüşüm oranları incelendiğinde yapının %57.5’i SiO<sub>2</sub>, %17.4’ü BN olarak kalırken, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> dönüşümü %18.6’ya yükselmektedir. Kararsız hale getirilen tozlardan %6.5 oranı da SiC yapısına dönüşüm eğilimi göstermiştir.



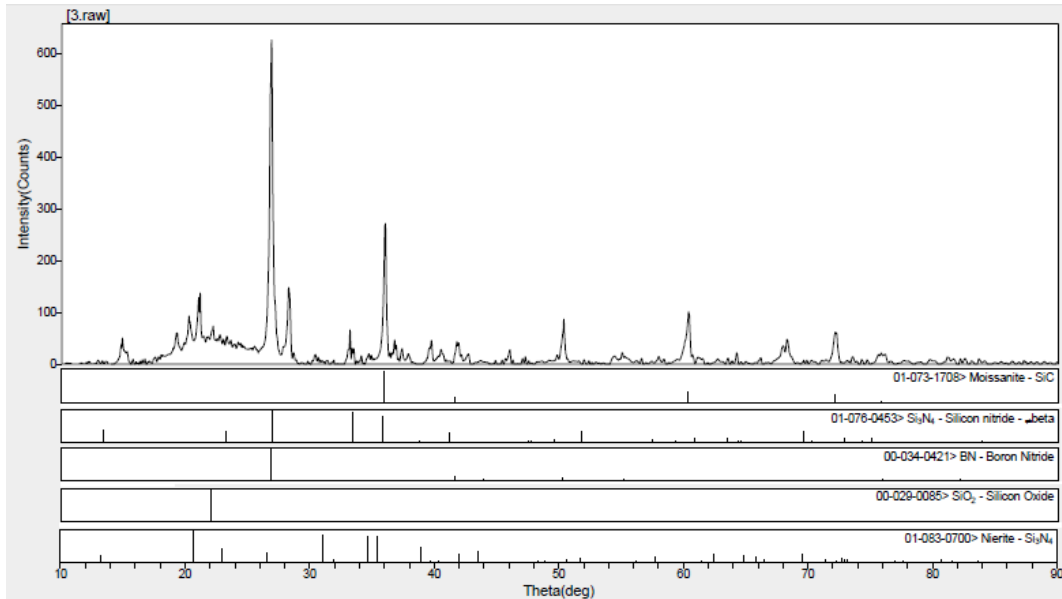
Şekil 7. 1420°C de 4 saat bekletilen 2.5dkx3 mekanik aktivasyonlu deneyin faz dönüş oranları  
(Figure 7. The change of amount of the nitrided silicon with changing BN ratio for the mechanical activated powder (2.5x3) at 1420°C for 4h)

Şekil 8’de SEM görüntülerinde görüldüğü gibi yapının büyük bir oranı SiO<sub>2</sub> olarak kalmasına karşı dönüşümü gerçekleştiren çubuksu Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> tanelerinin miktarında bir miktar artış olduğu görülmektedir. Elde edilen Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> tanelerini yoğun bir şekilde BN taneleri ile sarıldıği tespit edilmiştir.



Şekil 8. 1420°C'de 4 saat bekletilen 2.5dkx3 mekanik aktivasyonlu deneyin SEM görüntüleri  
(Figure 8. SEM images at 1420°C for 4h for mechanical activation (2.5x3))

3 numaralı deney parametresinde ise hazırlanan toz karışımı, 5dkx3 olacak şekilde mekanik aktivasyona tabii tutulmuştur. Şekil 9'de ki XRD analizleri incelendiğinde mekanik aktivasyon işlemi dönüşüm kinetiğine etki ettiği ve Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-BN dönüşüm oranında ciddi bir artış olduğu görülmektedir. Kararsız hale getirilen tozlardan düşük bir miktarı yine SiC'e dönüşüm eğilimi göstermiştir. Deney sonuçları (XRD, SEM, EDS) detaylı bir şekilde incelendiğinde, mekanik aktivasyon kabul edilebilir oranda dönüşümün gerçekleşmesine etki ettiği görülmektedir. Ancak %100 dönüşüm gerçekleşmediği görülmektedir. Bu durumun reaksiyon sıcaklığının optimum değerde seçilmediğinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Deneyde kullanılan 5dkx3 mekanik aktivasyon değeri sabit tutularak, sıcaklık faktörünün artışının dönüşüm kinetiğinin etkisinin incelenmesi faydalı olacaktır.

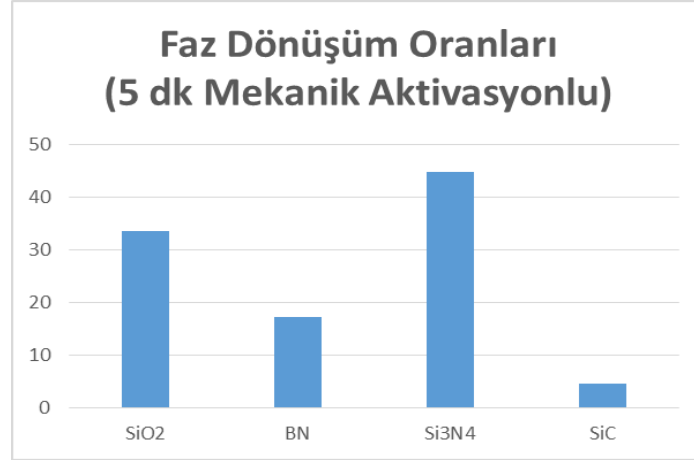


Şekil 9. 1420°C de 4 saat bekletilen ve 5dkx3 mekanik aktivasyon uygulanan deneyin XRD analizi  
(Figure 9. XRD analysis for mechanical activation (5x3) at 1420°C for 4h)

Şekil 10'de 5dkx3 mekanik aktivasyona tabii olan 3 numaralı deney parametresinin faz dönüşüm oranları, XRD dataları üzerinden



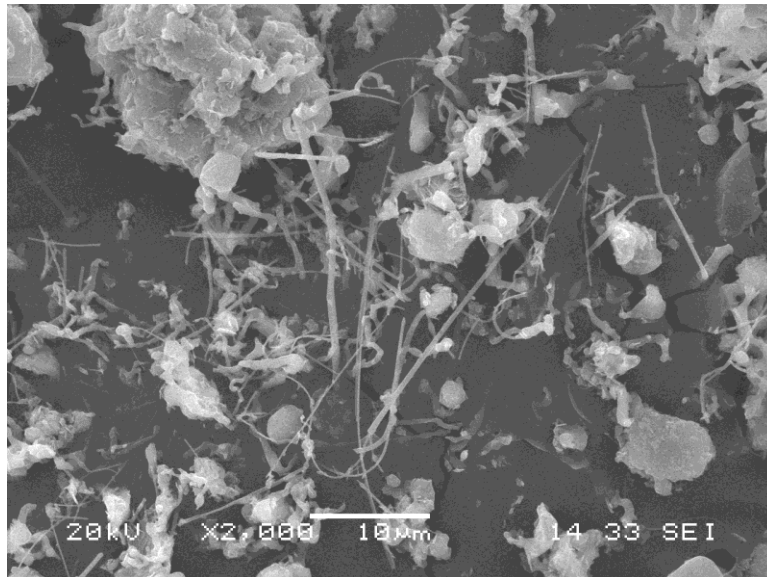
hesaplanarak verilmiştir. Faz dönüşüm oranları incelendiğinde yapının %44.8'i  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -BN dönüşümü olduğu görülmektedir.  $\text{SiO}_2$  oranında büyük bir miktar düşüş gerçekleştiği görülmektedir. Bu oran %33.5 değerlerine kadar düşmektedir. BN nitrür oranın da bir değişim görülmeyle %17.2'de kalmıştır. İki numaralı deney parametresinde görüldüğü gibi %4.5 gibi düşük bir oranda SiC dönüşüm eğilimi görülmüştür.



Şekil 10. 1420°C de 4 saat bekletilen 5dkx3 mekanik aktivasyonlu deneyin faz dönüş oranları

(Figure 10. The change of amount of the nitrated silicon with changing BN ratio at 1420°C for 4h for mechanical activation (5x3))

Şekil 11'de SEM görüntüleri incelendiğinde çubuksu  $\text{Si}_3\text{N}_4$  yapının arttığı görülmektedir. Çubuksu  $\text{Si}_3\text{N}_4$  taneleri de BN taneleri ile sarılarak  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -BN yapısı elde edilmiştir.

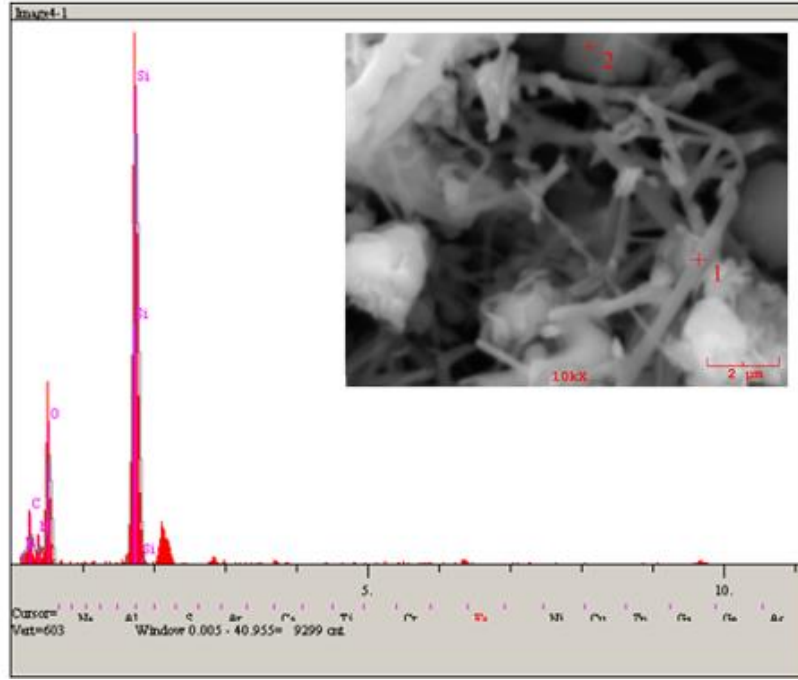


Şekil 11. 1420°C de 4 saat bekletilen 5dkx3 mekanik aktivasyonlu deneyin SEM görüntüleri

(Figure 11. SEM images at 1420°C for 4h for mechanical activation (5x3))

Şekil 12'de EDS analizleri incelendiğinde XRD ve SEM analizlerini desteklemektedir. Elde edilen yapının içerisinde de  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -BN dönüşüm oranının arttığı görülmektedir. Yapı içerisinde bir miktar

dönüşmemiş  $\text{SiO}_2$  tespit edilmiştir. Mekanik aktivasyon etkisi sonrası daha kararsız hale getirilen tozların düşük bir kısmı SiC'e dönüşme eğiliminde olduğu XRD ve EDS analizlerinde tespit edilmiştir.



Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units
B	Ka	12.39	2.225	0.000	wt.%
C	Ka	29.81	3.452	18.176	wt.%
N	Ka	18.96	2.753	14.640	wt.%
O	Ka	105.15	6.483	40.227	wt.%
Si	Ka	506.88	14.235	26.958	wt.%
				100.000	wt.% Total

kV 20.0  
Takeoff Angle 35.0°  
Elapsed Livetime 10.0

Şekil 12. 1420°C de 4 saat bekletilen 5dkx3 mekanik aktivasyonlu deneyin EDS analizleri  
(Figure 12. EDS analysis for the mechanical activated powder (5x3) at 1420°C for 4h)

##### 5. SONUÇ VE ÖNERİLER (CONCLUSION AND RECOMMENDATIONS)

Mekanik aktivasyon  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -BN dönüşümünde önemli etkiye sahip olduğu görülmüştür. Geleneksel KTiN prosesiyle 1420°C'de %5.8  $\text{Si}_3\text{N}_4$  dönüşümü elde edilirken bu çalışmada modifiye edilen toz hazırlanma sistemi ile %44.8 oranları elde edilebilmiştir. Sadece 3 setlik bir öğütme bile %40 civarında dönüşüm farkı ortaya koymuştur. Mekanik aktivasyon uygulanmayan deney grubunda çok az dönüşüm gerçekleşirken, aktivasyon süresi artışıyla dönüşümde de artış gözlenmektedir. Empürite faz olan SiC amorf silika fazının ortamdaki aktif karbonla etkileşiminden oluştuğu düşünülmektedir. Hem XRD hem de SEM analizleri,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  taneciklerinin kararlı BN parçacıkları ile sarılmış morfolojilerin elde edildiğini desteklemektedir. Kayda değer oranda düşük sıcaklıkta elde edilen  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -BN yapısı kuru kayma özelliklerinden dolayı kompozit seramik üretiminde kullanılabilir.  $\text{Si}_3\text{N}_4$  yapısına BN takviyesi sayesinde işlenebilir seramik üretimine olanak sağlayacağı düşünülmektedir.



#### NOT (NOTICE)

Bu çalışma, 21-23 Eylül 2017 tarihinde Bayburt'ta düzenlenen International Conference on Advanced Engineering Technologies (ICADET) Konferansında sözlü bildiri olarak sunulmuş ve yeniden yapılandırılmıştır.

#### KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Dongxu, Y., Huanbei, C., Kai-hui, Z., Yongfeng, X., Jinwei, Y., Hanqin, L., and Yu-Ping, Z., (2018). High Temperature Mechanical Properties of Porous Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Prepared via SRBSN. *Ceramics International*. In Press, Accepted Manuscript–Note to users.
- [2] Kawai, C. and Yamakawa, A., (1997). Effect of Porosity and Microstructure on the Strength of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>: Designed Microstructure for High Strength, High Thermal Shock Resistance, and Facile Machining, *J. Am. Ceram. Soc.*, 80:2705-2708.
- [3] Çalışkan, F., Tehçi, T., Demir, A., and Tatlı, Z., (2017). Obtaining Homogeneous Distributed BN<sub>p</sub> in Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Matrix Synthesised by CRN Process. *International Conference on Advances and Innovations in Engineering (ICAIE)*, Elazığ, 1092-1094.
- [4] Chen, W., Gao, Y., Ju, F., and Wang, Y., (2010). Tribochemical Behavior of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-hBN Ceramic Materials with Water Lubrication, *Tribol Lett.*, 229-238.
- [5] Haffmann, M.J. and Petzow, G., (1994). Tailored Microstructures of Silicon Nitride Ceramics *Pure & Appl. Chem*, Vol:66 No:9, pp:1807-1814.
- [6] Lange, F.F., (1979). Fracture Toughness of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> as a Function of the Initial  $\beta$ -contents. *J. Am. Ceram. Soc.*, 62:428-430.
- [7] Genova, L.A., Izhevskiy, V.A., and Bressiani, J.C., (2008). Effect of Processing Variables on Synthesis of  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Particles, *Journal of the European Ceramic Society* 28, 295-301.
- [8] Hoffmann, M.J. and Petzow, G., (1994). Tailored Microstructures of Silicon Nitride Ceramics. *Pure Appl. Chem.*, 66, 1807-1814.
- [9] Kim, K.J., Cho, T.J., and Kim, Y.T., (2015). Electrical and Thermal Properties of Silicon Carbide-Boron Nitride Composites Prepared without Sintering Additives. *Journal of the European Ceramic Society* 35, 4423-4429.
- [10] Sinclair, W. and Simmons, H., (1987). Microstructure and Thermal Shock Behavior of BN Composites, *J. Mater. Sci. Lett.* 6, 627-629.
- [11] Gangopadhyay, A., Jahanmir, S., and Peterson, M.B., (1997). Self-lubricating Ceramic Matrix Composites, in: S. Jahanmir (Ed.), *Friction and Wear of Ceramics*, Marcel Dekker, New York, pp:163-197.
- [12] Carrapichano, J.M., Gomes, J.R., and Silva, R.F., (2002). Tribological Behaviour of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-BN Ceramic Materials for Dry Sliding Applications, *Wear* 253, 1070-1076.
- [13] Mingxu, L., Liu, C.F., Zhang, J., Tao, R., Zhang, Q., and Qi, Q., (2018). Microstructure and Mechanical Properties of BN-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> and ALON Joints Brazed with Ag-Cu-Ti Filler Alloy. *Journal of the European Ceramic Society* 38, 1265-1270
- [14] Wang, S., Jia, D., Yang, Z., et al. (2013). Effect of BN Content on Microstructures, Mechanical and Dielectric Properties of Porous BN/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Composite Ceramics Prepared by Gel Casting, *Ceram. Int.* 39, 4231-4237.
- [15] Demir, A., Tatlı, Z., Çalışkan, F., and Kurt, A.O., (2007). Carbothermal Reduction and Nitridation of Quartz Mineral for the Production of Alpha Silicon Nitride Powders, *Materials Science Forum* 554, 163-168.