

**T.C.  
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**BAZALT ESASLI SiC TAKVİYELİ CAM VE  
CAM-SERAMİK KAPLAMALARIN ÖZELLİKLERİ**

**DOKTORA TEZİ**

**Met. Yük. Müh. Ediz ERCENK**

**Enstitü Anabilim Dalı : METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ**

**Tez Danışmanı : Doç. Dr. Şenol YILMAZ**

**Mart 2011**

T.C.  
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**BAZALT ESASLI SiC TAKVİYELİ CAM VE  
CAM-SERAMİK KAPLAMALARIN ÖZELLİKLERİ**

**DOKTORA TEZİ**

**Met. Yük. Müh. Ediz ERCENK**

**Enstitü Anabilim Dalı : METALURJİ ve MALZEME MÜHENDİSLİĞİ**

**Bu tez 24 / 03 /2011 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Oybirliği ile kabul edilmiştir.**



**Prof. Dr.  
Uğur ŞEN  
Jüri Başkanı**



**Prof. Dr.  
Serdar SALMAN  
Üye**



**Doç. Dr.  
H. Özkan GÜLSOY  
Üye**



**Doç. Dr.  
Ramazan YILMAZ  
Üye**



**Doç. Dr.  
Şenol YILMAZ  
Üye**

## ÖNSÖZ

Lisans ve yüksek lisanstan sonra doktora eğitimimde de danışmanım olarak tezimin deneysel ve teorik tüm aşamalarında fikir ve tecrübeleriyle büyük katkı sağlayan ve çalışmalarında beni yönlendiren hocam sayın Doç. Dr. Şenol YILMAZ'a çok teşekkür ederim. Aynı şekilde bilgi ve tecrübeleri ile yolumu aydınlatan ve bu tezin oluşturulmasında her türlü desteği esirgemeyen değerli hocam sayın Prof. Dr. Uğur ŞEN'e teşekkürlerimi sunarım.

Deneysel çalışmalarım sırasında her türlü imkânlarından yararlandığım Sakarya Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölüm Başkanlığına, başta Bölüm Başkanı sayın Prof. Dr. Cuma BİNDAL olmak üzere tüm Bölüm öğretim üyelerine ve araştırma görevlilerine teşekkürü bir borç biliyorum. Plazma spreyci kaplama çalışmalarındaki yardımları nedeniyle Prof. Dr. Fevzi YILMAZ ve Prof. Dr. Fatih ÜSTEL'e teşekkür ederim. Tez izleme jürisinde görev alarak teze katkı sağlayan Doç. Dr. Ramazan YILMAZ'a da teşekkür ederim.

Ayrıca, çalışmalarına katkılarından dolayı Dr. Günhan BAYRAK, teknikerler Ersan DEMİR, Metin GÜNAY, Ebubekir ÇEBECİ ve uzman Fuat KAYIŞ ile SENKRON Metal-Seramik Kaplama San. Tic. Ltd. şirketine teşekkürlerimi sunarım.

Her zaman yanımda olan babam Cengiz ERCENK, annem Nihal ERCENK, ablalarım Güniz ERCENK, Deniz KESKİN ve tüm aileme gönülden minnettirim. Ayrıca manevi desteği ve bana güvendiği için sayın Ayla ÖZSEZGİN'e sevgi ve şükranlarımı sunarım.

## İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ.....	ii
İÇİNDEKİLER .....	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ.....	vii
ŞEKİLLER LİSTESİ .....	ix
TABLolar LİSTESİ.....	xx
ÖZET.....	xxiii
SUMMARY.....	xxiv
BÖLÜM 1.	
GİRİŞ VE AMAÇ .....	1
BÖLÜM 2.	
CAM-SERAMİKLER.....	3
2.1. Cam-Seramiklerin Tanımı.....	3
2.2. Cam-Seramiklerin Tarihçesi.....	4
2.3. Cam-Seramiklerin Üretimi.....	5
2.3.1. Cam oluşumu.....	5
2.3.2. Camlarda faz dönüşümleri.....	8
2.3.2.1. Kristalizasyon.....	8
2.3.2.2. Faz ayrışması.....	15
2.3.3. Klasik cam-seramik üretimi.....	17
2.3.3.1. Cam üretimi.....	18
2.3.3.2. Camın şekillendirilmesi.....	18
2.3.3.3. Camın kontrollü kristallenme ısıl işlemi.....	19
2.3.4. Toz yöntemleri ile cam-seramik üretimi.....	22
2.3.5. Sol-jel metoduyla cam-seramik üretimi.....	22

2.4. Cam-Seramik Sistemleri.....	23
2.4.1. $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ sistemi (LAS).....	23
2.4.2. $\text{MgO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ sistemi (MAS).....	25
2.4.3. $\text{Li}_2\text{O}-\text{MgO}-\text{SiO}_2$ sistemi.....	25
2.4.4. $\text{Li}_2\text{O}-\text{ZnO}-\text{SiO}_2$ sistemi.....	26
2.4.5. $\text{BaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ sistemi.....	26
2.4.6. $\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ sistemi (CAS).....	27
2.5. Atıklardan Üretilen Cam-Seramikler.....	28
2.5.1. Yüksek fırın cüruflarından üretilen cam-seramikler.....	29
2.5.2. Termik santral uçucu küllerinden üretilen cam-seramikler.....	29
2.5.3. Diğer endüstriyel atıklardan üretilen cam-seramikler.....	30
2.6. Doğal Kayaçalardan Üretilen Cam-Seramikler.....	30
2.7. Cam-Seramiklerin Başlıca Özellikleri.....	32
2.8. Cam-seramiklerin Kullanım Alanları.....	35

### BÖLÜM 3.

TERMAL SPREY YÖNTEMLERİ.....	36
3.1. Giriş.....	36
3.2. Alev Spreyleme Yöntemleri .....	37
3.2.1. Düşük hızlı alev spre y yöntemleri (Alev/Tel, Alev/Toz).....	37
3.2.2. Yüksek hızlı alev spre y yöntemleri (HVOF, D-Gun).....	37
3.2.2.1. HVOF (Yüksek hızlı oks i-yakıt).....	37
3.2.2.2. D-gun (Detonasyon tabancası).....	38
3.3. Elektrik Ark Spre y İşlemi.....	39
3.4. Plazma Ark Spre y İşlemi.....	40
3.4.1. Plazma spre y yönteminin prensipleri.....	40
3.4.2. Plazma spre y parametreleri.....	42
3.4.3. Plazma kaplamaların temel özellikleri.....	45
3.4.3.1. Mikroyapı özellikleri.....	45
3.4.3.2. Porozite ve yoğunluk özellikleri.....	46
3.4.3.3. Yapışma ve iç gerilme özellikleri.....	47
3.4.3.4. Mekanik özellikler.....	48
3.4.3.5. Termal genişleme ve termal iletkenlik.....	49

3.4.4. Plazma sprej kaplamaların endüstriyel uygulama alanları...	50
<b>BÖLÜM 4.</b>	
<b>AŞINMA</b> .....	54
4.1. Aşınma Mekanizmaları.....	54
4.1.1. Abrazif aşınma.....	55
4.2.1. Adhesif aşınma.....	57
4.1.3. Korozyon aşınma.....	57
4.1.4. Yorulma aşınması.....	58
4.1.5. Erozyon aşınma.....	59
4.2. Cam-Seramik Malzemelerde Aşınma.....	62
<b>BÖLÜM 5.</b>	
<b>DENEYSEL ÇALIŞMALAR</b> .....	66
5.1. Giriş.....	66
5.2. Deney Programı.....	67
5.3. Deneylerde Kullanılan Hammaddeler.....	69
5.3.1. Bazalt kayalar.....	69
5.3.2. SiC tozları.....	72
5.3.3. Deneylerde kullanılan çelik altlık malzeme.....	73
5.3.4. Kaplamalarda kullanılan ara bağlayıcı.....	74
5.4. Deneylerde Kullanılan Cihazlar.....	75
5.4.1. Plazma sprej kaplama ünitesi.....	75
5.4.2. X-ışınları floresans analizi.....	77
5.4.3. X-ışınları difraksiyon analizi.....	77
5.4.4. Diferansiyel termal analiz.....	78
5.4.5. Kaplamaların kontrollü kristalizasyon ısıl işlemleri.....	79
5.5. Metalografik Çalışmalar.....	80
5.5.1. Optik mikroskop.....	80
5.5.2. Taramalı elektron mikroskobu.....	81
5.6. Kristallenme Kinetiği.....	82
5.7. Yapışma Mukavemeti.....	85

5.8. Sertlik Deneyi.....	87
5.9. Kırılma Tokluğu.....	88
5.10. Aşınma Deneyleri.....	90
5.10.1. Disk üzerinde bilye aşınma deneyi.....	91
5.10.2. Erozif aşınma deneyi.....	92
<b>BÖLÜM 6.</b>	
<b>DENEYSEL SONUÇLAR VE İRDELEME.....</b>	<b>94</b>
6.1. Giriş.....	94
6.2. Kaplama İşlemi Sonrası Yapısal Özelliklerin Tayini.....	94
6.2.1. Mikroyapı.....	94
6.2.2. XRD analizi.....	95
6.2.3. Termal analiz.....	96
6.3. Kristalizasyon Sonrası Kaplama Özelliklerinin Tayini.....	99
6.3.1. XRD analizi.....	99
6.3.2. Kristalizasyon kinetiği.....	106
6.3.3. Metalografik inceleme.....	114
6.3.3.1. Optik mikroyapılar.....	114
6.3.3.2. SEM mikroyapıları.....	116
6.3.4. Kaplamaların yapışma mukavemeti.....	120
6.3.5. Kaplamaların sertlikleri.....	124
6.3.6. Kaplamaların kırılma tokluğu.....	127
6.3.7. Aşınma deneyleri.....	131
6.3.7.1. Disk üzerinde bilye aşınma deneyleri.....	131
6.3.7.2. Erozif aşınma deneyleri.....	190
<b>SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....</b>	<b>205</b>
7.1. Sonuçlar.....	205
7.2. Öneriler.....	209
<b>KAYNAKLAR.....</b>	<b>210</b>
<b>ÖZGEÇMİŞ.....</b>	<b>222</b>

## SİMGELER VE KISALTMALAR

A	: Çekirdeklenme sıcaklığı
a	: Köşegen ortalaması
AISI	: American Steel and Iron Institute
ASTM	: American Society for Testing and Materials
B	: Maksimum kristalizasyon sıcaklığı
c	: Çatlak yarı uzunluğu
CAS	: CaO-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -SiO <sub>2</sub>
CMAS	: CaO-MgO-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -SiO <sub>2</sub>
DSC	: Diferansiyel taramalı kalorimetre
DTA	: Diferansiyel termal analiz
E <sub>a</sub>	: Kristallenme aktivasyon enerjisi
E <sub>c</sub>	: Viskoz akış aktivasyon enerjisi
G	: Sistemin serbest enerjisi
H	: Sistemin entalpisi
HV	: Vicker's sertlik değeri
HVOF	: Yüksek hızlı oksit-yakıt
K	: X ışınları hesaplamalarında kullanılan sabit sayı
k	: Reaksiyon hız sabiti
K <sub>ic</sub>	: Kırılma tokluğu
LAS	: LiO <sub>2</sub> -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -SiO <sub>2</sub>
MAS	: MgO-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -SiO <sub>2</sub>
n	: Kristallenme türünü tanımlayan üssel değer (Avrami parametresi)
ø	: Akıcılık
P	: Yük
R	: Gaz sabiti
S	: Sistemin entropisi
T	: Sıcaklık



$T_g$	: Cam geiş sıcaklıđı
$T_p$	: Kristallenme sıcaklıđı
$T_y$	: Yumuşama sıcaklıđı
$V$	: Frekans faktörü
$V_a$	: Kristallenme frekans faktörü
$V_c$	: Viskoz akış frekans faktörü
$X$	: t zamanından sonra kristallenme hacim oranı
$X_c$	: Kristallenme miktarı
XRD	: X ışını difraksiyonu
$\beta$	: Isıtma hızı
$\eta$	: Viskozite
$L$	: Hasar iz kalınlıđı
$r$	: Aşındırıcı bilye yarıçapı
$S$	: Hasar alanı
$V$	: Hasar hacmi
$R$	: Aşınma iz yarıçapı
$\Theta$	: Kesme açısı
$d$	: Hasar derinliđi
$W$	: Aşınma hızı

## ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1.	Cam oluşumu esnasında hacim-sıcaklık ilişkisi.....	8
Şekil 2.2.	Çekirdeğin büyümesi ile birlikte serbest enerjide meydana gelen değişim.....	9
Şekil 2.3.	Çekirdeklenme ile aşırı soğuma ( $\Delta T$ ) arasındaki ilişki.....	12
Şekil 2.4.	Katı alt tabaka üzerinde kristal demetin oluşumu.....	14
Şekil 2.5.	Camlarda faz ayrışmasının görüldüğü bileşim-sıcaklık-serbest enerji diyagramı.....	16
Şekil 2.6.	Camlarda çekirdeklenme ve kristal büyümesine sıcaklığın etkisi	20
Şekil 2.7.	Cam-seramik oluşumu için gerekli ısı işlem a) tek kademeli ısı işlem b) çift kademeli ısı işlem.....	21
Şekil 2.8.	a) $\text{Li}_2\text{O} - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$ sisteminde cam oluşum bölgesi b) $\text{Li}_2\text{O} - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$ üçlü denge diyagramı .....	24
Şekil 2.9.	a) $\text{MgO} - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$ sisteminde ( % mol) cam oluşum bölgesi b) $\text{MgO} - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$ üçlü denge diyagramı.....	25
Şekil 2.10.	$\text{Li}_2\text{O}-\text{MgO}-\text{SiO}_2$ sisteminde ( % mol) cam oluşum bölgesi.....	25
Şekil 2.11.	$\text{Li}_2\text{O}-\text{ZnO}-\text{SiO}_2$ sisteminde ( % mol) cam oluşum bölgesi.....	26
Şekil 2.12.	$\text{BaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ Cam – cam oluşum bölgesi.....	27
Şekil 2.13.	$\text{CaO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ faz diyagramı.....	28
Şekil 2.14.	a) Plaka, b) Oluk, c) Dirsek, d) Boru şeklinde üretilen bazalt cam-seramikleri.....	32
Şekil 3.1.	Termal sprey işleminin temel şeması.....	36
Şekil 3.2.	Alev sprey sisteminin şematik gösterimi.....	37
Şekil 3.3.	HVOF sprey proses şeması.....	38
Şekil 3.4.	D-Gun kaplama prosesinin şeması.....	39
Şekil 3.5.	Elektrik ark spreyleme prosesi.....	39
Şekil 3.6.	Plazma sprey yönteminin sınıflandırılması.....	40

Şekil 3.7.	Plazma spreyleme işleminin şematik gösterimi.....	41
Şekil 3.8.	Plazma spreylama kaplama parametrelerinin şematik gösterimi.....	43
Şekil 3.9.	a) Gaz atomizasyonu ile üretilmiş metalik tozlar b) SiC tozu.....	44
Şekil 3.10.	Klasik bir plazma kaplama tabakasına ait mikroyapı görüntüleri..	46
Şekil 3.11.	Plazma spreylama tekniği ile zirkonya (YSZ) kaplanmış dizel motor pistonu.....	51
Şekil 3.12.	Atmosferik plazma spreylama yöntemi ile kaplanmış kaplanmış jet motor parçası (basınçlı hava ve yakıtın yanma odasına ait).....	52
Şekil 3.13.	Plazma spreylama yöntemi ile Ti-Co-Cr kaplanmış paslanmaz çelik esaslı kalça implant malzemesi.....	52
Şekil 3.14.	Tekstil endüstrisinde kullanılan plazma spreylama kaplanmış çelik makaralar.....	53
Şekil 4.1.	Bir tribosistemin şematik gösterimi.....	54
Şekil 4.2.	Abrazif aşınma mekanizmaları.....	56
Şekil 4.3.	İki elemanlı ve üç elemanlı abrazif aşınmanın şematik gösterimi.	56
Şekil 4.4.	Adhezyon ile malzeme transferi.....	57
Şekil 4.5.	Korozif aşınma mekanizmasının şematik gösterimi.....	58
Şekil 4.6.	Yüzey çatlak oluşumu ve ilerlemesi sürecinin şematik gösterimi.	59
Şekil 4.7.	Çarpma açısı ve hızına bağlı olarak farklı erozyon mekanizmaları a) düşük çarpma açısında abrazif etki, b) düşük hız yüksek açıda yorulma, c) orta hız yüksek açıda gevrek kırılma yada plastik deformasyon, d) yüksek hızda yüzeyde meydana gelen erime, e) erozyonun ikincil etkileri, f) kristal latisindeki atomsal erozyon.....	60
Şekil 4.8.	Sünek ve gevrek malzemelerin çarpma açılarına bağlı olarak erozif aşınma oranlarının değişimi.....	61
Şekil 4.9.	Yorulma aşınmasına maruz kalan cam-seramik yüzeydeki aşınma izlerinin SEM görüntüleri.....	64
Şekil 4.10.	Cam-seramik malzemenin farklı yüklerdeki aşınma görüntüleri a) 50N b) 100N c) 150N d) 200N.....	65
Şekil 5.1.	Deneysel çalışmalar.....	68
Şekil 5.2.	Bazalt kayacının makro görüntüsü.....	69
Şekil 5.3.	Öğütme işlemi için kullanılan halkalı değirmen .....	70

Şekil 5.4.	Bazalt tozlarının SEM mikro yapısı ve EDS analizleri a) SEM mikroyapısı, b) EDS analizi .....	71
Şekil 5.5.	Bazalt tozunun XRD analizi.....	71
Şekil 5.6.	SiC tozlarının SEM mikro yapısı ve EDS analizleri a) SEM mikroyapısı, b) EDS analizi.....	73
Şekil 5.7.	Deneysel çalışmalarda altlık olarak kullanılan AISI 1040 çelik numunelerin şekil ve boyutları.....	74
Şekil 5.8.	METCO 3M Metco Perkin Elmer, 3MB II atmosferik plazma sprej kaplama ünitesi (Sakarya Üniversitesi).....	76
Şekil 5.9.	X - ışını difraksiyon analiz cihazı.....	78
Şekil 5.10.	Termal analizlerde kullanılan DTA cihazı.....	79
Şekil 5.11.	Isıl işlemden kullanılan Protherm tüp fırını.....	80
Şekil 5.12.	Optik mikroyapı incelemelerinde kullanılan mikroskop.....	81
Şekil 5.13.	Taramalı elektron mikroskobu.....	82
Şekil 5.14.	Yapışma mukavemeti ölçümünün şematik gösterimi.....	86
Şekil 5.15.	Yapışma mukavemeti testlerinin gerçekleştirildiği DARTEC çekme cihazı.....	86
Şekil 5.16.	Vickers sertlik izi ve elmas uç.....	88
Şekil 5.17.	Kırılma tokluğunun ölçümünde kullanılan tipik bir indentasyon çatlakları.....	89
Şekil 5.18.	Sertlik ve kırılma tokluğu ölçümlerinin yapıldığı mikrosertlik cihazı.....	90
Şekil 5.19.	Disk üzerinde bilye aşınma cihazı.....	91
Şekil 5.20.	Erozif Aşınma deney düzeneği.....	92
Şekil 5.21.	Erozif aşınma deneylerinde kullanılan korund tozu a) Tozun SEM görüntüsü b) Tozun EDS analizi.....	93
Şekil 6.1.	%50 SiC katkıli kaplamanın kesitten alınmış SEM ve optik mikroyapıları a) optik mikroyapısı, b) Kaplama tabakasının SEM mikroyapısı.....	95
Şekil 6.2.	Kaplama işlemi sonrası SiC katkısız ve katkıli tüm kaplamaların X ışınları difraksiyon paternleri.....	96

Şekil 6.3.	Plazma sprey kaplanmış bazalt camının 10 °C/dak. Isıtma hızıyla elde edilmiş DTA eğrileri a) SiC katkısız kaplama, b) %10 SiC katkılı kaplama, c) %20 SiC katkılı kaplama, d) %30 SiC katkılı kaplama, e) %40 SiC katkılı kaplama, f) %50 SiC katkılı kaplama.....	97
Şekil 6.4.	800°C sıcaklıkta (a) 1 saat, (b) 4 saat süreyle kontrollü kristalizasyon ısıl işlemine tabii tutulan kaplamaların X-ışınları difraksiyon analizleri.....	100
Şekil 6.5.	900°C sıcaklıkta (a) 1 saat, (b) 4 saat süreyle kontrollü kristalizasyon ısıl işlemine tabii tutulan kaplamaların X-ışınları difraksiyon analizleri.....	101
Şekil 6.6.	1000°C sıcaklıkta (a) 1 saat, (b) 4 saat süreyle kontrollü kristalizasyon ısıl işlemine tabii tutulan kaplamaların X-ışınları difraksiyon analizleri.....	102
Şekil 6.7.	Plazma sprey kaplanmış bazalt camının 5-10-15 °C/dak. Isıtma hızıyla elde edilmiş DTA eğrileri a) SiC katkısız kaplama, b) %10 SiC katkılı kaplama, c) %20 SiC katkılı kaplama, d) %30 SiC katkılı kaplama, e) %40 SiC katkılı kaplama, f) %50 SiC katkılı kaplama.....	107
Şekil 6.8.	SiC katkısız kaplamaya ait $\ln(T_g^2/\beta)-1/T_g$ ve $\ln(T_p^2/\beta)-1/T_p$ eğrileri.....	110
Şekil 6.9.	%10 SiC katkılı kaplamaya ait $\ln(T_g^2/\beta)-1/T_g$ ve $\ln(T_p^2/\beta)-1/T_p$ eğrileri.....	111
Şekil 6.10.	%20 SiC katkılı kaplamaya ait $\ln(T_g^2/\beta)-1/T_g$ ve $\ln(T_p^2/\beta)-1/T_p$ eğrileri.....	111
Şekil 6.11.	%30 SiC katkılı kaplamaya ait $\ln(T_g^2/\beta)-1/T_g$ ve $\ln(T_p^2/\beta)-1/T_p$ eğrileri.....	112
Şekil 6.12.	%40 SiC katkılı kaplamaya ait $\ln(T_g^2/\beta)-1/T_g$ ve $\ln(T_p^2/\beta)-1/T_p$ eğrileri.....	112
Şekil 6.13.	%50 SiC katkılı kaplamaya ait $\ln(T_g^2/\beta)-1/T_g$ ve $\ln(T_p^2/\beta)-1/T_p$ eğrileri.....	113

Şekil 6.14.	%10 SiC katkılı kaplamaların cam ve cam-seramik hallerinin kesitten optik mikroyapıları a) Isıl işlem öncesi, b) 900 °C'de 2 saat ısıtma işlem sonrası.....	115
Şekil 6.15.	900 °C'de 2 saat ısıtma işlem görmüş cam-seramik kaplamaların kesitten alınmış optik mikroyapıları a) SiC katkısız, b) %10 SiC katkılı, c) %20 SiC katkılı, d) %30 SiC katkılı, e) %40 SiC katkılı, f) %50 SiC katkılı.....	115
Şekil 6.16.	Kaplama işleminden sonra alınmış (ısıtma işlem görmemiş) %30 SiC takviyeli kaplamaya ait SEM mikroyapıları a) Kesit görüntüsü, b) Kaplamanın üst kısmından alınan görüntü.....	117
Şekil 6.17.	800°C'de 2 saat süre ile ısıtma işlem görmüş %10 SiC katkılı cam-seramik kaplama tabakasına ait SEM mikroyapıları a) Kesit görüntüsü, b) Kaplamanın üstünden alınan görüntü.....	117
Şekil 6.18.	800 °C'de 2 saat süre ile ısıtma işlem görmüş %10 SiC takviyeli kaplamanın SEM mikroyapıları ve EDS analizleri.....	119
Şekil 6.19.	900 °C'de 2 saat süre ile ısıtma işlem görmüş %30 SiC takviyeli kaplamanın SEM mikroyapıları ve EDS analizleri.....	120
Şekil 6.20.	Isıl işlem öncesi ve sonrası kaplamaların yapışma testi sonrası görüntüleri.....	122
Şekil 6.21.	Isıl işlem uygulanmış ve uygulanmamış kaplamaların yapışma mukavemetlerinin SiC katkısına bağlı olarak değişimi.....	123
Şekil 6.22.	Kaplamaların ısıtma işlem uygulanmış ve uygulanmamış sertlik değerlerinin SiC katkısına bağlı olarak değişimi a) ısıtma işlemsiz kaplamalar, b) 800 °C'de ısıtma işlem görmüş kaplamalar, c) 900 °C'de ısıtma işlem görmüş kaplamalar, d) 1000 °C'de ısıtma işlem görmüş kaplamalar.....	127
Şekil 6.23.	Kaplamaların ısıtma işlem uygulanmış ve uygulanmamış kırılma tokluğu değerlerinin SiC katkısına bağlı olarak değişimi a) ısıtma işlemsiz kaplamalar, b) 800 °C'de ısıtma işlem görmüş kaplamalar, c) 900 °C'de ısıtma işlem görmüş kaplamalar, d) 1000 °C'de ısıtma işlem görmüş kaplamalar.....	131

Şekil 6.24.	Aşınma deneylerine tabi tutulmuş ısıtılmış ve SiC katkısız kaplamalara ait sürtünme katsayısı yol eğrileri a) 5N yük ile, b) 10N yük ile, c) 15N yük ile.....	137
Şekil 6.25.	Aşınma deneylerine tabi tutulmuş ısıtılmış ve %10 SiC katkılı kaplamalara ait sürtünme katsayısı yol eğrileri a) 5N yük ile, b) 10N yük ile, c) 15N yük ile.....	138
Şekil 6.26.	Aşınma deneylerine tabi tutulmuş ısıtılmış ve %20 SiC katkılı kaplamalara ait sürtünme katsayısı yol eğrileri a) 5N yük ile, b) 10N yük ile, c) 15N yük ile.....	139
Şekil 6.27.	Aşınma deneylerine tabi tutulmuş ısıtılmış ve %30 SiC katkılı kaplamalara ait sürtünme katsayısı yol eğrileri a) 5N yük ile, b) 10N yük ile, c) 15N yük ile.....	140
Şekil 6.28.	Aşınma deneylerine tabi tutulmuş ısıtılmış ve %40 SiC katkılı kaplamalara ait sürtünme katsayısı yol eğrileri a) 5N yük ile, b) 10N yük ile, c) 15N yük ile.....	141
Şekil 6.29.	Aşınma deneylerine tabi tutulmuş ısıtılmış ve %50 SiC katkılı kaplamalara ait sürtünme katsayısı yol eğrileri a) 5N yük ile, b) 10N yük ile, c) 15N yük ile.....	142
Şekil 6.30.	Aşınma deneylerine tabi tutulmuş 900 °C'de 2 saat ısıtılmış işlem görmüş SiC katkısız cam-seramik kaplamalara ait sürtünme katsayısı yol eğrileri a) 5N yük ile, b) 10N yük ile, c) 15N yük ile.....	143
Şekil 6.31.	Aşınma deneylerine tabi tutulmuş 900 °C'de 2 saat ısıtılmış işlem görmüş %10 SiC katkılı cam-seramik kaplamalara ait sürtünme katsayısı yol eğrileri a) 5N yük ile, b) 10N yük ile, c) 15N yük ile.....	144
Şekil 6.32.	Aşınma deneylerine tabi tutulmuş 900 °C'de 2 saat ısıtılmış işlem görmüş %20 SiC katkılı cam-seramik kaplamalara ait sürtünme katsayısı yol eğrileri a) 5N yük ile, b) 10N yük ile, c) 15N yük ile.....	145

- Şekil 6.33. Aşınma deneylerine tabi tutulmuş 900 °C’de 2 saat ısıtılmış işlem görmüş %30 SiC katkılı cam-seramik kaplamalara ait sürtünme katsayısı-yük eğrileri a) 5N yük ile, b) 10N yük ile, c) 15N yük ile..... 146
- Şekil 6.34. Aşınma deneylerine tabi tutulmuş 900 °C’de 2 saat ısıtılmış işlem görmüş %40 SiC katkılı cam-seramik kaplamalara ait sürtünme katsayısı-yük eğrileri a) 5N yük ile, b) 10N yük ile, c) 15N yük ile..... 147
- Şekil 6.35. Aşınma deneylerine tabi tutulmuş 900 °C’de 2 saat ısıtılmış işlem görmüş %50 SiC katkılı cam-seramik kaplamalara ait sürtünme katsayısı-yük eğrileri a) 5N yük ile, b) 10N yük ile, c) 15N yük ile..... 148
- Şekil 6.36. Isıtılmamış kaplamalar için disk üzerinde bilye aşınma deneyleri sonucunda elde edilmiş sürtünme katsayılarının %SiC katkısına bağlı olarak değişimi a) 0,1 m/s, b) 0,2 m/s, c) 0,3 m/s 149
- Şekil 6.37. Isıtılmamış kaplamaların sürtünme hızına bağlı olarak sürtünme katsayılarında meydana gelen değişimlerin grafikleri a) SiC katkısız, b) %10 SiC katkılı, c) %20 SiC katkılı, d) %30 SiC katkılı, e) %40 SiC katkılı, f) %50 SiC katkılı kaplamalar 150
- Şekil 6.38. 900 °C’de 2 saat süre ile ısıtılmış işlem görmüş kaplamalar için disk üzerinde bilye aşınma deneyleri sonucunda elde edilmiş sürtünme katsayılarının %SiC katkısına bağlı olarak değişimi a) 0,1 m/s, b) 0,2 m/s, c) 0,3 m/s..... 154
- Şekil 6.39. Isıtılmış işlem görmüş cam-seramik kaplamaların sürtünme hızına bağlı olarak sürtünme katsayılarında meydana gelen değişimlerin grafikleri a) SiC katkısız, b) %10 SiC katkılı, c) %20 SiC katkılı, d) %30 SiC katkılı, e) %40 SiC katkılı, f) %50 SiC katkılı kaplamalar..... 155
- Şekil 6.40. 5 N yük altında aşınma deneylerine tabi tutulmuş ısıtılmamış kaplamaların aşınma oranlarının % SiC miktarı ile değişimi..... 159
- Şekil 6.41. 10 N yük altında aşınma deneylerine tabi tutulmuş ısıtılmamış kaplamaların aşınma oranlarının % SiC miktarı ile değişimi..... 160



Şekil 6.42.	15 N yük altında aşınma deneylerine tabi tutulmuş ısılsız işlemsiz kaplamaların aşınma oranlarının % SiC miktarı ile değişimi.....	160
Şekil 6.43.	5 N yük altında aşınma deneylerine tabi tutulmuş 900 °C'de 2 saat ısılsız işlem görmüş cam-seramik kaplamaların aşınma oranlarının % SiC miktarı ile değişimi.....	161
Şekil 6.44.	10 N yük altında aşınma deneylerine tabi tutulmuş 900 °C'de 2 saat ısılsız işlem görmüş cam-seramik kaplamaların aşınma oranlarının % SiC miktarı ile değişimi.....	161
Şekil 6.45.	15 N yük altında aşınma deneylerine tabi tutulmuş 900 °C'de 2 saat ısılsız işlem görmüş cam-seramik kaplamaların aşınma oranlarının % SiC miktarı ile değişimi.....	162
Şekil 6.46.	0,1 m/s hız ile aşınma deneylerine tabi tutulmuş ısılsız işlem görmemiş kaplamaların aşınma oranlarının % SiC katkısına bağlı olarak değişimi.....	163
Şekil 6.47.	0,2 m/s hız ile aşınma deneylerine tabi tutulmuş ısılsız işlem görmemiş kaplamaların aşınma oranlarının % SiC katkısına bağlı olarak değişimi.....	163
Şekil 6.48.	0,3 m/s hız ile aşınma deneylerine tabi tutulmuş ısılsız işlem görmemiş kaplamaların aşınma oranlarının % SiC katkısına bağlı olarak değişimi.....	164
Şekil 6.49.	0,1 m/s hız ile aşınma deneylerine tabi tutulmuş 900 °C'de 2 saat ısılsız işlem görmüş cam-seramik kaplamaların aşınma oranlarının % SiC katkısına bağlı olarak değişimi.....	164
Şekil 6.50.	0,2 m/s hız ile aşınma deneylerine tabi tutulmuş 900 °C'de 2 saat ısılsız işlem görmüş cam-seramik kaplamaların aşınma oranlarının % SiC katkısına bağlı olarak değişimi.....	165
Şekil 6.51.	0,3 m/s hız ile aşınma deneylerine tabi tutulmuş 900 °C'de 2 saat ısılsız işlem görmüş cam-seramik kaplamaların aşınma oranlarının % SiC katkısına bağlı olarak değişimi.....	165

- Şekil 6.52. Aşınma oranının ısıtılma durumu ve % SiC katkısına bağlı olarak değişimini gösteren eğriler a) 0,1 m/s aşınma hızında 10N yük ile yapılmış deneyler, b) 0,2 m/s aşınma hızında 10N yük ile yapılmış deneyler, c) 0,3 m/s aşınma hızında 10N yük ile yapılmış deneyler..... 166
- Şekil 6.53. Isıl işlem uygulanmamış kaplamalarda aşınma oranlarının yüke bağlı olarak değişim eğrileri a) SiC katkısız kaplama, b) %10 SiC katkılı kaplama, c) %20 SiC katkılı kaplama, d) %30 SiC katkılı kaplama, e) %40 SiC katkılı kaplama, f) %50 SiC katkılı kaplama..... 167
- Şekil 6.54. Isıl işlem uygulanmış kaplamalarda aşınma oranlarının yüke bağlı olarak değişim eğrileri a) SiC katkısız kaplama, b) %10 SiC katkılı kaplama, c) %20 SiC katkılı kaplama, d) %30 SiC katkılı kaplama, e) %40 SiC katkılı kaplama, f) %50 SiC katkılı kaplama..... 172
- Şekil 6.55. Cam ve cam-seramik kaplamaların SiC katkısına bağlı olarak spesifik aşınma hızlarının değişimi a) Cam kaplamalar, b) Cam-seramik kaplamalar..... 178
- Şekil 6.56. Isıl işlem görmemiş kaplamaların 0,1 m/s hız ve 5N yük altında ball on disk aşınma deneyleri sonrası aşınma izlerinin optik görüntüleri a) SiC katkısız, b) %10 SiC katkılı, c) %20 SiC katkılı, d) %30 SiC katkılı, e) %40 SiC katkılı, f) %50 SiC katkılı..... 179
- Şekil 6.57. Isıl işlem görmemiş kaplamaların 0,1 m/s hız ve 15N yük altında ball on disk aşınma deneyleri sonrası aşınma izlerinin optik görüntüleri a) SiC katkısız, b) %10 SiC katkılı, c) %20 SiC katkılı, d) %30 SiC katkılı, e) %40 SiC katkılı, f) %50 SiC katkılı..... 180
- Şekil 6.58. 900 °C'de 2 saat ısıtılma görmüş kaplamaların 0,1 m/s hız ve 5N yük altında ball on disk aşınma deneyleri sonrası aşınma izlerinin optik görüntüleri a) SiC katkısız, b) %10 SiC katkılı, c) %20 SiC katkılı, d) %30 SiC katkılı, e) %40 SiC katkılı, f) %50 SiC katkılı..... 182

Şekil 6.59.	900 °C’de 2 saat ısıtıl işlem görmüş kaplamaların 0,1 m/s hız ve 15N yük altında ball on disk aşınma deneyleri sonrası aşınma izlerinin optik görüntüleri a) SiC katkısız, b) %10 SiC katkılı c) %20 SiC katkılı, d) %30 SiC katkılı, e) %40 SiC katkılı, f) %50 SiC katkılı.....	183
Şekil 6.60.	%30 SiC katkılı kaplamaların farklı hızlarda cam ve cam-seramik hallerinin aşınma izlerinin optik görüntüleri a) ısıtıl işlemsiz 0,1 m/s hız ile aşınmış, b) ısıtıl işlemlı 0,1 m/s ile aşınmış, c) ısıtıl işlemsiz 0,3 m/s hız ile aşınmış, d) ısıtıl işlemlı 0,3 m/s ile aşınmış.....	184
Şekil 6.61.	SiC katkısız ve %50 SiC katkılı kaplamaların ball on disk aşınma izlerinin SEM görüntüleri a) SiC katkısız ısıtıl işlem öncesi, b) SiC katkısız ısıtıl işlem sonrası, c) %50 SiC katkılı ısıtıl işlem öncesi, d) %50 SiC katkılı ısıtıl işlem sonrası.....	185
Şekil 6.62.	Isıtıl işlem görmüş SiC katkısız kaplamanın disk üzerinde bilye aşınma izinden çekilmiş SEM görüntüsü ve EDS analizleri.....	186
Şekil 6.63.	Isıtıl işlem görmüş %40 SiC katkılı kaplamanın disk üzerinde bilye aşınma izinden çekilmiş SEM görüntüsü ve EDS analizleri	187
Şekil 6.64.	Isıtıl işlem görmüş %10 SiC katkılı ve %50 SiC katkılı kaplamaların ball on disk aşınma izinden çekilmiş SEM görüntüsöleri a) %10 SiC katkılı kaplama, b) %50 SiC katkılı kaplama.....	188
Şekil 6.65.	Aşınma deneyi sonrası bilye yüzeyinden alınan SEM görüntüleri ve EDS analizleri.....	189
Şekil 6.66.	100 devir/dk aşınma hızında erozif aşınma deneyine maruz kalan cam kaplamaların temas açısına bağılı olarak aşınma hızları a) Aşınma hızı-temas açısı eğrileri, b) SiC katkısı-temas açısı kontür diyagramı.....	192
Şekil 6.67.	100 devir/dk aşınma hızında erozif aşınma deneyine maruz kalan cam-seramik kaplamaların temas açısına bağılı olarak aşınma hızları a) Aşınma hızı-temas açısı eğrileri, b) SiC katkısı-temas açısı kontür diyagramı.....	193

- Şekil 6.68. 200 devir/dk aşınma hızında erozif aşınma deneyine maruz kalan cam kaplamaların temas açısına bağlı olarak aşınma hızları a) Aşınma hızı-temas açısı eğrileri, b) SiC katkısı-temas açısı kontür diyagramı..... 194
- Şekil 6.69. 200 devir/dk aşınma hızında erozif aşınma deneyine maruz kalan cam-seramik kaplamaların temas açısına bağlı olarak aşınma hızları a) Aşınma hızı-temas açısı eğrileri, b) SiC katkısı-temas açısı kontür diyagramı..... 195
- Şekil 6.70. 300 devir/dk aşınma hızında erozif aşınma deneyine maruz kalan cam kaplamaların temas açısına bağlı olarak aşınma hızları a) Aşınma hızı-temas açısı eğrileri, b) SiC katkısı-temas açısı kontür diyagramı..... 197
- Şekil 6.71. 300 devir/dk aşınma hızında erozif aşınma deneyine maruz kalan cam-seramik kaplamaların temas açısına bağlı olarak aşınma hızları a) Aşınma hızı-temas açısı eğrileri, b) SiC katkısı-temas açısı kontür diyagramı..... 198
- Şekil 6.72. 800°C'de 2 saat ısıtılmış ve ısıtılmamış %10 SiC katkılı kaplamalara ait erozif aşınma işlemi öncesi ve sonrası alınmış SEM görüntüleri a) Isıtılmış ve erozif aşınmaya maruz kalmamış kaplama, b) Isıtılmamış 90° temas açısı ile erozif aşınmaya maruz kalmış kaplama, c) Isıtılmış erozif aşınmaya maruz kalmamış kaplama, d) Isıtılmış ve 90° temas açısı ile erozif aşınmaya maruz kalmış kaplama..... 202
- Şekil 6.73. Farklı temas açılarında aşındırılmış %10 SiC katkılı kaplamaya ait SEM görüntüleri a) 45° temas açısı ile erozif aşınmış kaplama, b) 90° temas açısı ile erozif aşınmış kaplama..... 203
- Şekil 6.74. 800°C'de 2 saat ısıtılmış ve ısıtılmamış %50 SiC katkılı kaplamalara ait erozif aşınma işlemi öncesi ve sonrası alınmış SEM görüntüleri a) Isıtılmış ve erozif aşınmaya maruz kalmamış kaplama, b) Isıtılmamış 90° temas açısı ile erozif aşınmaya maruz kalmış kaplama, c) Isıtılmış erozif aşınmaya maruz kalmamış kaplama, d) Isıtılmış ve 90° temas açısı ile erozif aşınmaya maruz kalmış kaplama..... 204

## TABLolar LİSTESİ

Tablo 2.1.	Ülkemiz bazaltlarının kimyasal bileşimleri (% ağırlıkça).....	31
Tablo 2.2.	Cam-seramiklerin bazı fiziksel özelliklerinin diğer bazı mühendislik malzemeleri ile karşılaştırılması.....	34
Tablo 2.3.	Cam-seramiklerin elastik modüllerinin diğer bazı cam ve seramiklerle karşılaştırılması.....	34
Tablo 2.4.	Cam-seramiklerin eğme mukavemetlerinin diğer bazı seramik ve metallere karşılaştırılması.....	34
Tablo 5.1.	Bazalt tozlarının kimyasal bileşimi.....	70
Tablo 5.2.	Plazma sprej kaplama tekniği ile bazalt esaslı cam-seramik kaplama işleminde kullanılan AISI 1040 çeliğinin kimyasal bileşimi.....	74
Tablo 5.3.	Ara bağlayıcı ve bazalt esaslı toz malzemelerin kaplanmasında kullanılan proses parametreleri.....	76
Tablo 5.4.	n değerine bağlı olarak kristallenme mekanizmalarının değişimi	84
Tablo 6.1.	XRD analizi sonucunda ısıtılma işlem öncesi ve sonrası kaplamalarda tespit edilmiş fazlar ve kart numaraları.....	103
Tablo 6.2.	Plazma sprej kaplanmış bazalt esaslı SiC katkılı ve katkısız camlarının DTA eğrilerinden elde edilen cam geçiş sıcaklığı ve ekzotermik pik sıcaklık değerleri.....	108
Tablo 6.3.	Kinetik çalışmalar sonucunda elde edilen “n” değerleri ve tespit edilen kristallenme mekanizmaları.....	109
Tablo 6.4.	SiC katkısına bağlı olarak aktivasyon enerjisi ve frekans faktörü değerleri.....	113
Tablo 6.5.	Isıtılma işlem sıcaklık ısıtılma işlem uygulanmış ve uygulanmamış kaplamaların yapışma mukavemetleri ve yapışma tipleri.....	123

Tablo 6.6.	Isıl işlem uygulanmış ve uygulanmamış kaplamaların mikrosertlikleri.....	126
Tablo 6.7.	Isıl işlem uygulanmış ve uygulanmamış kaplamaların kırılma toklukları.....	130
Tablo 6.8.	Isıl işlem uygulanmamış SiC katkısız kaplamaların aşınma deneyi sonuçları.....	132
Tablo 6.9.	Isıl işlem uygulanmamış %10 SiC katkılı kaplamaların aşınma deneyi sonuçları.....	132
Tablo 6.10.	Isıl işlem uygulanmamış %20 SiC katkılı kaplamaların aşınma deneyi sonuçları.....	132
Tablo 6.11.	Isıl işlem uygulanmamış %30 SiC katkılı kaplamaların aşınma deneyi sonuçları.....	133
Tablo 6.12.	Isıl işlem uygulanmamış %40 SiC katkılı kaplamaların aşınma deneyi sonuçları.....	133
Tablo 6.13.	Isıl işlem uygulanmamış %50 SiC katkılı kaplamaların aşınma deneyi sonuçları.....	133
Tablo 6.14.	Isıl işlem uygulanmış SiC katkısız kaplamaların aşınma deneyi sonuçları.....	134
Tablo 6.15.	Isıl işlem uygulanmış %10 SiC katkılı kaplamaların aşınma deneyi sonuçları.....	134
Tablo 6.16.	Isıl işlem uygulanmış %20 SiC katkılı kaplamaların aşınma deneyi sonuçları.....	134
Tablo 6.17.	Isıl işlem uygulanmış %30 SiC katkılı kaplamaların aşınma deneyi sonuçları.....	135
Tablo 6.18.	Isıl işlem uygulanmış %40 SiC katkılı kaplamaların aşınma deneyi sonuçları.....	135
Tablo 6.19.	Isıl işlem uygulanmış %50 SiC katkılı kaplamaların aşınma deneyi sonuçları.....	135
Tablo 6.20.	Isıl işlem görmemiş 100 dev/dk hız ile erozif aşınmaya maruz kalmış kaplamaların temas açısına bağlı olarak aşınma hızları	200
Tablo 6.21.	800 °C'de 2 saat ısıl işlem görmüş 100 dev/dk hız ile erozif aşınmaya maruz kalmış kaplamaların temas açısına bağlı olarak aşınma hızları.....	200

Tablo 6.22.	Isıl işlem görmemiş 200 dev/dk hız ile erozif aşınmaya maruz kalmış kaplamaların temas açısına bağlı olarak aşınma hızları....	200
Tablo 6.23.	800 °C’de 2 saat ısıl işlem görmüş 200 dev/dk hız ile erozif aşınmaya maruz kalmış kaplamaların temas açısına bağlı olarak aşınma hızları.....	201
Tablo 6.24.	Isıl işlem görmemiş 300 dev/dk hız ile erozif aşınmaya maruz kalmış kaplamaların temas açısına bağlı olarak aşınma hızları	201
Tablo 6.25.	800 °C’de 2 saat ısıl işlem görmüş 300 dev/dk hız ile erozif aşınmaya maruz kalmış kaplamaların temas açısına bağlı olarak aşınma hızları.....	201

## ÖZET

Anahtar Kelimeler: Bazalt, Kaplama, Takviye, SiC, Cam-Seramik, Kinetik, Aşınma

Bu çalışmada, bazalt kayaçlarının plazma sprej kaplama tozu olarak kullanılabilirliğinin yanı sıra, bazalta ilave edilen SiC tozları ile kompozit karakterli kaplamaların elde edilerek yapısal ve mekanik özelliklerinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Kırılıp öğütülerek  $53 \pm 45$   $\mu\text{m}$  boyutuna getirilen bazalt tozları SiC katkısız ve %10-50 SiC katkılı olmak üzere altı ayrı kaplama tozu hazırlanmıştır. Tozların AISI 1040 çelik altlıklar üzerine kaplanması sonucu elde edilen kaplamalar kaplama sonrası soğuma etkisiyle camlaştırılmıştır. Üretilen kaplamalar kontrollü kristallenme ısı işlemiyle cam seramik kaplamalara dönüştürülmüştür. Elde edilen kaplamaların X ışınları difraksiyon analizi (XRD) ile amorf yapıda olduğu tespit edilmiştir. Kaplamalar, diferansiyel termal analiz (DTA) ölçümlerinden elde edilen sonuçlar yardımıyla, argon atmosferinde kristalizasyon ısı işlemine tabi tutularak cam-seramik elde edilmiştir. DTA sonuçlarından faydalanılarak 800 °C, 900 °C ve 1000 °C sıcaklıklarda direkt ısıtma yöntemiyle kristalizasyon işlemleri yapılmış, sürenin kristallenmeye etkisini görmek amacıyla her bir sıcaklıkta 1-4 saat süre ile ısı işlemler gerçekleştirilmiştir. Gerek plazma sprej kaplama işlemi sonrası gerekse kontrollü kristalizasyon ısı işlemi sonrası kaplamaların kompakt ve fiziksel etkilere karşı dirençli olduğu tespit edilmiştir. Mikro yapısal incelemeler kaplamaların klasik plazma sprej kaplama tabakasına benzer yapıda olduğunu göstermiş olup splatlar, bir miktar porozite, kısmen ergimiş ya da ergimemiş taneler yapı kaplama tabakasında gözlenen başlıca unsurlar olmuştur.

Kaplamaların plazma sprej işlemi sonrası amorf (cam), kontrollü kristalizasyon ısı işlemi sonrası ise kristalin (cam-seramik) olduğu gözlenmiştir. XRD analizleri sonucunda cam-seramik kaplamaların, Ojit, Diopsit, Fe-diopsit, Albit, Andezin ve Moissonit fazlarından oluştuğu tespit edilmiştir.

Kinetik çalışmalardan kristallenme aktivasyon enerjileri SiC katkısına bağlı olarak  $323,4 \text{ kJ mol}^{-1}$  ile  $253,2 \text{ kJ mol}^{-1}$  arasında tespit edilmiştir. Artan SiC katkısı ile kristallenme aktivasyon enerjisi azalmıştır. Disk üzerinde bilye aşınma deneyleri sonucunda spesifik aşınma hızlarının SiC katkısı, yük ve hıza bağlı olarak ısı işlem görmemiş kaplamalarda  $2,978 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  ile  $2,611 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  arasında, ısı işlem görmüş kaplamalarda ise  $3,172 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  ile  $3,337 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  arasında değiştiği görülmüştür. Sertlik değerleri ısı işleme ve SiC ilavesine bağlı olarak artarken kırılma toklukları da cam-seramik dönüşümü ile belirgin oranda artmıştır.

Bu çalışmadan elde edilen sonuçlar, bazaltların plazma sprej kaplama yöntemiyle kaplanabileceğini, kaplama işlemi sonrası amorf karakterli olan tabakanın ısı işlemle kristallendirilerek cam-seramiğe dönüştüğünü, SiC katkısının kompozit etkisi ile kaplamanın mekanik özelliklerinde belirgin iyileşme meydana getirdiğini ve SiC katkısının kristallenmeyi teşvik ettiğini göstermiştir.



## THE PROPERTIES OF BASALT BASED SiC REINFORCED GLASS AND GLASS-CERAMIC COATINGS

### SUMMARY

Key Words: Basalt, Coating, Reinforce, SiC, Glass-ceramic, Kinetic, Wear

In this study, the usability of basalt rocks as plasma spray coating powders as well as determination of structural and mechanical properties of basalt added SiC composites based coatings were aimed. After the crashing and sieving process, basalt powders with particle size of  $53\pm 45\ \mu\text{m}$  were obtained. Six coating powders were prepared as SiC free and 10-50 % wt. SiC added basalt. That powders were coated on AISI 1040 steel substrate by plasma spray technique and vitrified via sudden cooling. The coatings obtained were transformed into glass ceramics by controlled heat treatment. The amorphous structure of coatings was verified by XRD analysis. In order to obtain glass-ceramic, coatings were subjected to crystallization heat treatment in argon atmosphere by using DTA analysis results. Using DTA results crystallization treatments were performed at 800, 900 and 1000 °C by direct heating method and to see effect of heat treatment every heat treatment was performed for 1-4 hours. The compact and having resistance against physical effects coatings were produced by plasma spray coating and heat treatment process. The microstructural analysis showed that the splats, amount of porosity and unmelted particles were determined in coating layers which being characteristics of classical plasma spray coating layer.

Coating were amorphous (glass) after plasma spray process and amorphous structure was transformed to crystalline (glass-ceramic) structure by means of heat treatment process. Augite, ferrian-diopside, albite, andesine, and moissonite phases formed in coating were verified by XRD analysis.

Crystallization and viscous flow activation energies were determined between 323,4  $\text{kJ mol}^{-1}$  and 253,2  $\text{kJ mol}^{-1}$  according to SiC addition. Crystallization activation energies increased with increasing of SiC addition. Ball-on-disc wear tests results showed that specific wear rates were determined changed between  $2,978\times 10^{-7}\ \text{mm}^3/\text{Nm}$  and  $2,611\times 10^{-5}\ \text{mm}^3/\text{Nm}$  for untreated coatings,  $3,172\times 10^{-7}\ \text{mm}^3/\text{Nm}$   $3,337\times 10^{-5}$  and  $5\ \text{mm}^3/\text{Nm}$  for heat treated coatings depending on SiC addition, load and velocity. It was observed that hardness of coatings increases with addition of SiC. Fracture toughness of coatings was increased with glass-ceramic transition.

In the present study, it was found that basalt can be used for glass-ceramic coating by plasma spray coating process, the coating layer which was amorphous after the coating treatment transformed to glass-ceramic thanks to controlled crystallization heat treatment, the effect of SiC added coatings supplied positive effect on mechanical properties and SiC addition promote the crystallization process.

## BÖLÜM 1. GİRİŞ VE AMAÇ

Cam-seramikler, kristallenmeye uygun camların kontrollü kristalizasyonu ile üretilen çok kristalli malzemeler olarak tanımlanır. Kristalizasyon, cam içerisinde kristal fazların çekirdeklenme ve büyümelerini sağlayan uygun ve dikkatli bir ısıl işlem programı ile sağlanır. Cam-seramikler saf oksitlerden üretilmekle birlikte, camlaşabilen farklı bir takım hammadde ya da atıklardan da elde edilebilir. Bunların başlıcaları uçucu küller, yüksek fırın cürüfları, demir-çelik ve çimento sektöründe ortaya çıkan bazı atıklar ve doğal volkanik kayalar olarak sıralanabilir [1].

Doğal kayaların içerisinde cam-seramik elde edilmesine en elverişli olanların başında bazalt gelmektedir. Doğal volkanik kayalar bazaltlar, koyu renkli (gri-siyah) ve ince tanelidir. Jeologlar tarafından kimyasal bileşimine ve mineralojik yapısına göre genellikle üç gruba ayrılmakta olup bunlar, toleitler, olivin bazaltları ve alkali bazaltlardır. Bazaltlar, bazik bileşimli (% 45-52 SiO<sub>2</sub>) olup; bazaltik lavlar çatlaklar, yarıklar veya bir volkan bacası aracılığıyla yeryüzüne çıkarak yayılan mağmatik kayalardır. Yeryüzünün 2,5 milyon km<sup>2</sup>'den fazla yüzeyini bazaltlar örter. Bazaltik lavlar, daha akıcı özellikte olmaları nedeni ile geniş alanlarda yayılım gösterirler [1-3]. Bazalt cam ve cam-seramik üretiminde yaygın olarak kullanılan bir hammaddedir. Genellikle döküm ile şekillendirilerek üretilen ve kristallendirilen bazalt cam-seramikleri endüstriyel uygulamalarda boru, plaka ve dirsek şeklinde pnömatik ve hidrolik sistemlerde, siklon ve separatörlerde, kanallı ve zincir taşıyıcılarda, silolarda, mikserlerde, tanklarda ve küspe makinelerinde kullanılabilir. Bazalt cam-seramiklerin özellikle aşınmaya gösterdikleri üstün dirençleri bu şekilde kullanımlarını ön plana çıkarmıştır [4,5]. Piyasada yaygın olarak kullanılan bu malzemelerin hemen hemen tümü bulk şekilde yekpare üretilmekte olup bazalt esaslı cam-seramiklerin kaplama olarak kullanımı ile ilgili çalışmalar oldukça kısıtlıdır. Bazaltın, termal sprey kaplama yöntemlerinden plazma sprey kaplama prosesinde kaplama tozu olarak kullanılabilirliği ve böylece bazalt

esaslı cam ve cam-seramik kaplamaların elde edilmesi özgün bir çalışma olarak görülmüş ve bu çalışmanın temelini oluşturmuştur.

Termal sprej kaplama metotlarından biri olan plazma sprej metodu son yıllarda giderek talep gören metalik ve seramik esaslı kaplamaların uygulanmasında giderek yaygınlaşan bir yöntemdir. Bu grupta yer alan diğer teknikler; alev sprej, ark sprej, detonasyon tabancası ve HVOF (yüksek hızlı oksijen asetilen) sprej sayılabilir. Bu yöntemlerin içerisinde en fazla kullanılanı ise plazma sprej kaplama yöntemidir. İşlem parametrelerinin esnek ve geniş bir spektrumdaki malzeme ve bileşenlerinin kullanımına izin vermesi bu yöntemi çok kullanılan bir yöntem durumuna getirmiştir [6,7]. Kaplama malzemesinin plazma gazı içerisinde geçirilerek ergimiş halde kaplanacak malzeme üzerine püskürtülmesi plazma tekniğinin temelini oluşturur. Bu teknikte, kaplanacak toz bir gaz eşliğinde gönderilmektedir. Plazma sprej kaplama tekniğinde argon, hidrojen ve azot gibi gazlar kullanıldığından, kaplanacak malzemenin oksitlenmesi en az seviyede olmaktadır. Bu tekniğin en önemli avantajı yüksek plazma sıcaklığı sayesinde ergime sıcaklığı çok yüksek olan malzemelerin kaplamada kullanılmasına imkân vermesidir [8].

Bazalt kayaçlarının plazma sprej kaplamalarda uygulanabilirliğine yönelik çalışmalar Yılmaz ve arkadaşları tarafından yapılmıştır [9-12]. Doğal kayaçların termal sprej yöntemlerinden plazma sprej yöntemi ile kaplanabilirliği ortaya konmuş olup bazaltın gerekli boyutlarda toz haline getirildiğinde kaplama tozu olarak kullanılabilirliği kanıtlanmıştır. Elde edilen sonuçlar olumlu ve umut vericidir.

Bu çalışmada, bazaltın plazma sprej kaplama tozu olarak kullanılabilirliğinin ötesine gidilerek içerisine katılan SiC katkısı ile kompozit karakterli bazalt esaslı cam-seramik kaplamaların elde edilmesi amaçlanmıştır. Elde edilen kaplamaların aşınma, kristallenme ve mekanik özellikleri incelenerek SiC katkısının bazalt esaslı cam ve cam seramik kaplamalar üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Buradan elde edilecek sonuçlar bazalt kayaçlarının plazma sprej kaplama tozu olarak kullanılmasında ve bazalt esaslı cam-seramik kompozit kaplamaların geliştirilmesinde etkili olacaktır.

## BÖLÜM 2. CAM-SERAMİKLER

### 2.1. Cam-Seramiklerin Tanımı

Cam-seramikler, kristallenmeye uygun camların kontrollü kristalizasyonu ile üretilen çok kristalli malzemelerdir. Cam-seramik, kontrollü kristalizasyonla meydana gelen bir veya birden fazla kristalin faz ile başlangıç bileşimine ve işlem sıcaklığına bağlı olarak değişebilen kalıntı cam içerir. Kristalizasyon sırasında malzeme kristalin faza dönüştüğünden dolayı, moleküler yeniden düzenlemeler oluşur. Bu fazlar zaman zaman daha çok ısı altında yarı kararlı fazdan termodinamik olarak daha kararlı olan, kristalin faza dönüşebilecek şekildedirler.

Camdan cam-seramik malzemeye dönüşümü sağlayan kristalizasyon, cam içerisinde kristal fazların çekirdeklenme ve büyümelerini sağlayan uygun ve dikkatli bir ısıtım işlem programı ile elde edilir. Bu malzemelerde genellikle 1µm dolayında ve 1µm'den daha küçük kristaller mevcuttur. Bu küçük kristallerin yanı sıra ısıtım işlem koşullarına ve camın bileşimine bağlı olarak artık kalan fazlar da bulunmaktadır [10,11,13].

İçyapıları cam malzemeden kristalleşme sonucu oluştuğundan cam-seramik olarak isimlendirilirler. Ana cam içinde çökelen kristallerin boyutlarının küçük olması bu tür malzemelerin tokluk, darbe dayanımı, aşınma gibi mekanik özelliklerini iyileştiren etkidir. İstenilen büyüklüklerde ve düzenlerde kristal oluşumunu sağlamak için 1cm<sup>3</sup> hacimde yaklaşık 10<sup>12</sup>-10<sup>15</sup> çekirdek oluşması gerekmektedir. Bu yoğunlukta ve çoklukta çekirdek sıklığı elde etmek için camın ergitilmesi ve şekillendirilmesi süreci sırasında katkılar (çekirdeklendiriciler) kullanılır [13]. En önemlileri TiO<sub>2</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub> ve P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> oksitleri ile platin grubu metalleri, diğer asil metaller ve floritler olan bu katkılar; çekirdeklenme merkezi etkisi göstererek camın kristalizasyon sırasında

bir veya daha fazla sayıda kristal fazın çökmesini sağlar. Bu büyümenin morfolojisi çeşitli biçimlerde (dendritik, çubuk, levha, spiral, lamelar epitaksal) olabilir [1,14,15].

Geleneksel cam-seramik üretiminde amaç kullanılan çekirdeklendiriler ile ısı işlem sıcaklık ve süresinin optimize edilerek amorf yapılı camın yapısında ince taneli ve düzenli dağılmış kristallerin elde edilmesidir [1,16].

## 2.2. Cam-Seramiklerin Tarihçesi

Camların uygun şartlarda kristallenebildiği gerçeği bilinmesine rağmen cam-seramiklerin tarihçesi çok eski değildir. Camlardaki kristallenmeyi ilk ortaya koyan Fransız kimyacı Reaumur 'dur. Reaumur 1739 yılında yaptığı çalışmalarda camın kristallenebildiğini ortaya koymuştur. Ancak camın kristallenmesi, cam-seramik kavramının ortaya çıkışı ve cam seramiğin ticari bir değer kazanması yaklaşık 2 asır sonra gerçekleşmiştir.

A.B.D'de Corning Glass Works şirketinde yapılan araştırmalar günümüz cam-seramik teknolojisinin temeli olmuştur. Buradaki ilk önemli adım, ışığa duyarlı camların keşfidir. Camlara Cu, Ag, ve Au ilave edildiğinde ısı işlem uygulanırsa, bu camlarda çok küçük kristaller yapıda çökmektedir. Bu işlemin hızını arttırmak için, ısı işleme başlamadan önce cama ultraviyole ışık uygulanır. Seçimli uyarım yapılarak camdan maske, negatif ya da fotoğraf imajı üretilmiştir. Bu çalışmalardaki kristallenme bölgesel olduğu için tam olarak günümüz cam seramiği ile eşdeğer kabul edilmemektedir.

S.D. Stookey bu şirketteki çalışmaları esnasında camın ısı işlem sıcaklığının üstündeki sıcaklıklarda ergimeden kristalin opak seramiğe dönüştüğünü ortaya koymuş ve bu şekilde yeni malzemeler üretmiştir. Üretilen bu malzemelerin mekanik özellikleri ve elektrik yalıtkanlığı normal camdan daha üstündür. S.D. Stookeyin ürettiği bu malzeme ilk gerçek cam-seramik olarak tarihteki yerini almıştır. Cam-seramik oluşumunda gerçekleşen ilk kristallenme heterojen kristallenme olup ortamdaki metalik kristaller çekirdeklenme merkezi etkisi yapmıştır. Ortamdaki çok

sayıda çekirdeğin oluşu kristallenmenin tüm hacimde eşit oranda ilerlemesini sağlayarak bir kristal şebekesinin ortaya çıkışını sağlamıştır. Bu durum camın sıcaklığının yükselmesi ile rijitliğinin korunması anlamına gelir. S.D. Stookey çekirdeklendirici olarak  $TiO_2$  kullanmıştır. Bu tip camlarda  $TiO_2$ 'in yanı sıra Cu, Ag ve Au gibi metaller de çekirdeklendirici olarak kullanılmıştır.

Cam-seramiklerin gelişim sürecindeki sonraki adım metalik fosfatların kristalizasyonda kullanımının ortaya konmasıdır. Bu olay İngilterede McMillan ve çalışma arkadaşları tarafından bulunmuştur.

Günümüzde oldukça geniş bir aralıkta cam-seramik elde etmek mümkün olup gün geçtikçe yenileri eklenmektedir. Böylece birçok uygulamada kullanılacak özelliklere sahip malzeme üretimi ve kullanımı mümkün hale gelmiştir. Cam-seramiklerin bulunması, çok kristalli seramik malzeme aralığını genişleterek sinterlenmiş malzemeler gibi diğer seramiklerin uygulanamadığı kullanım alanları ortaya çıkarmayı sağlamıştır [17-21].

### **2.3. Cam-seramik üretimi**

Cam-seramikler, kristallenmeye uygun camların ısı işlemi ile üretilen çok kristalli malzemeler olarak tanımlanmıştır. Cam-seramik oluşumunun anlaşılması için camlardaki faz dönüşümlerinin ve cam oluşumunun anlaşılması gerekir.

#### **2.3.1. Cam Oluşumu**

Cam malzeme üretimi ardışık dört aşamadan oluşmaktadır. Bu aşamalar sırasıyla şöyledir.

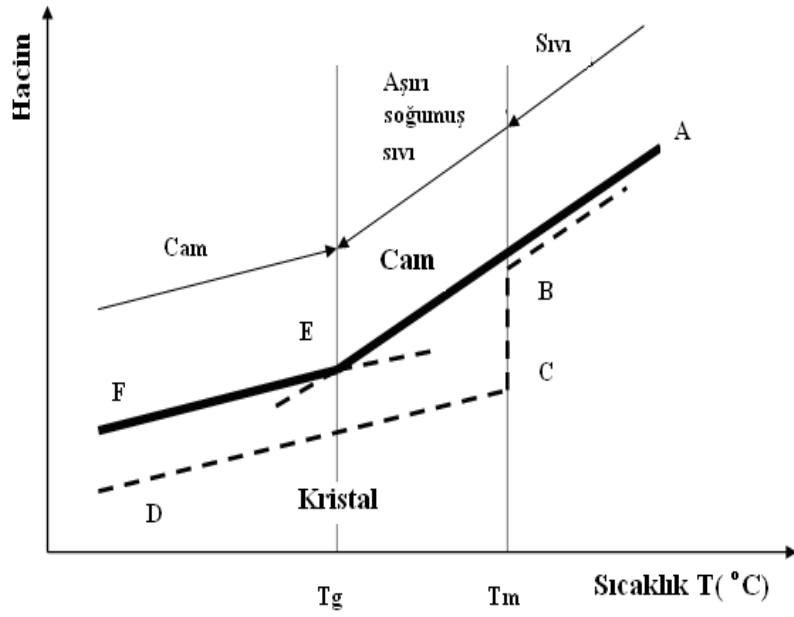
1. Hammaddelerin hazırlanması
2. Ergitme
3. Biçimlendirme
4. Tavlama

Cam genel olarak aşırı soğumuş sıvı ya da oda sıcaklığında vizkozitesi sonsuz olan malzeme olarak tanımlanmaktadır. Hemen hemen her tür ticari camın ana bileşeni silikadır. Silikanın doğal kaynağı ise kuvars kumudur. Doğadaki hali ile kum milyonda 100 kadar az oranda yabancı madde içerebilir. Camın bileşimine girecek ana maddelerin her şeyden önce yabancı maddelerden arındırılıp iyi şekilde öğütülmeleri gerekir. Öğütülecek cam türüne göre belirli miktarlarda (cam bileşimine giren oranlarda) alınıp karıştırıldıktan sonra eritmek üzere fırına sevk edilir. Cam üretiminde potalı veya havuz tipi fırınlar kullanılır. Fırın sıcaklıkları 1500-1600°C civarındadır. Potalı fırınlar 2 tona kadar ergitme yapabilirken havuz tipi fırınların kapasiteleri 1000 tona kadar çıkabilmektedir. Fırınların yapımında kullanılan ateşe dayanıklı malzemeler silika, alümina, zirkon gibi yüksek nitelikli refrakterler olmaktadır. Camın eritilmesinde kullanılacak fırınlar seçilirken işletmenin cam üretim şekli göz önüne alınmaktadır [22-25].

Ergitme sonrası cam uygun vizkozite değerlerinde şekillendirilir. Camın şekillendirilmesi ile ilgili yöntemler farklı şekillerde sınıflandırılabilir. Bu yöntemler yöntemin sürekli yâda parça başı üretim yapabilmesine göre sınıflandırılabilir. Uygulama şekline göre şekillendirme yöntemleri üç ana sınıfa ayrılır. Bunlardan birincisi savurma. Savurma, kalıp içindeki ergimiş camın merkezkaç kuvveti yardımı ile şekillendirilmesidir. Merkezkaç kuvveti ergimiş camın kalıp içinde yayılmasını ve kalıp şeklini almasını sağlar. İkinci şekillendirme yöntemi preslemedir. Presleme ergimiş camın kalıp boşluğuna yerleştirilmesi ile uygulanan basınç sonucu kalıp şeklini alması prensibine dayanır. Bu yöntem pek çok geleneksel seramik ürün için kullanılan bir yöntemdir. Cam şekillendirme yöntemlerinin sonuncusu ise üflemedir. Üfleme, içi boş biçimlerin elde edilmesi için kullanılır. El becerisi gerektiren bir yöntemdir. Bu yöntemlerin dışında yassı cam üretimi için çekme, yüzdürme ve haddeleme gibi yöntemlerde mevcuttur. Cam üretiminin son adımı tavlama işlemidir. Tavlama şekillendirilmiş camın belli sıcaklıklarda tutulması ile uygulanan bir ısıtma işlemidir. Amaç şekillendirme aşamasında oluşan yüzeydeki basma ve iç kısımlardaki çekme gerilmelerini dengelemek ve iç gerilmeleri gidermektir [22].

Cam oluşumunun tam olarak anlaşılması için camlardaki hacim-sıcaklık ilişkisinin anlaşılması gerekir. Cam katı halden sıvı hale geçerken, başka bir deyiş ile ısıtıldıkça hacmi artan bir yapıdır. Tersine durumda ise hacmi küçülür. Cam oluşumu esnasında hacim-sıcaklık ilişkisi Şekil 2.1 'de görülmektedir. Camlaşabilen bir malzeme A noktasından itibaren soğutulduğunda B noktasına kadar sıvı halde olup sıcaklık azaldıkça hacmi de düşmektedir. Hacimdeki bu düşüş C noktasına kadar devam eder. Bu sıcaklık  $T_m$ , yani katılaşmanın başladığı sıcaklıktır. Eğer ortamda kristallenmeyi sağlayacak çekirdekler ve yeterli zaman varsa B–C noktaları arasında kristallenme aşaması gerçekleşip malzeme kristal hale dönüşür. Sıcaklığın düşmeye devam etmesiyle de D noktasına kadar hacim düşmesi gerçekleşir. Ancak sıvı yüksek sıcaklıktan kristallenme olmaksızın soğutulduğunda camlaşabilen malzeme bu defa A–E ve E–F doğrultusunu takip eder. Hem ısıl büzülme, hem de kısmen serbest hareketli atomların daha sık dizilme eğilimi nedeniyle, sıcaklık düştükçe hacim azalır.  $T_g$  sıcaklığına geldiği zaman katılaşma biter. Bu şekilde yüksek soğutma hızıyla malzeme soğutulduğunda kristallenmeye zaman bulamayacağından, atomlar düzensiz olarak oluşturdukları cam yapısını koruyarak, serbest hareket kabiliyetlerini kaybederler. Ayrıca bu durumda, viskozite değerleri de çok yüksek değerlere ulaşacağından ( $10^{12}$  -  $10^{13}$  poise) malzeme katı gibi bir davranış gösterir. A – E ve E – F doğrultularının eğimleri oldukça farklıdır. Buradaki E noktası  $T_g$  yani cam geçiş sıcaklığı veya dönüşüm sıcaklığı olarak adlandırılır.  $T_m$  ve  $T_g$  sıcaklıkları arasındaki cisme aşırı soğumuş sıvı adı verilir [26,27].





Şekil 2.1. Cam oluşumu esnasında hacim-sıcaklık ilişkisi [26]

### 2.3.2. Camlarda faz dönüşümleri

Camlarda 2 temel faz dönüşümü mevcuttur. Bunlar aşağıda verilmiştir:

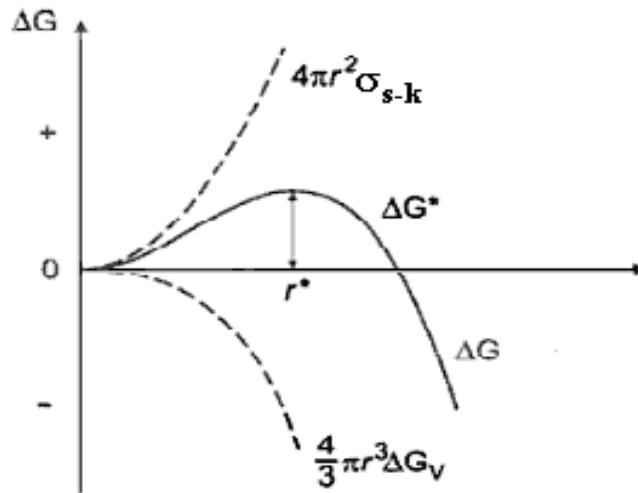
1. Kristalizasyon
2. Faz ayrışması

#### 2.3.2.1. Kristalizasyon

Kristalizasyon, düzensiz sıvı yapısından düzenli latis kristallerinin elde edilmesine dayanan bir prosestir. Kristalizasyon, cam fazından bir veya daha fazla sayıda kristal fazın çekirdeklenip büyümesi olup, oluşan bu fazlar camın başlangıç bileşimi ile aynı veya farklı bileşimde olabilirler [14,28,29]. Kristalizasyon prosesinde dönüşüm, ana cam fazından aynı anda oluşmamaktadır. Dönüşüm, farklı merkezlerden gelişmekte olup ilk oluşan en küçük kristal ya da çekirdek üzerinde malzeme birikimi yoluyla kristal büyümesi gerçekleşir. Bu yüzden kristalizasyon prosesi iki aşamaya ayrılır. Bunlar, çekirdeklenme ve kristal büyümesidir. İlk kısım kararlı bir çekirdeğin oluşumunu ve ikinci kısım ise çekirdeğin büyüyerek kristali oluşturmasını içermektedir [14,19]. Çekirdeklenmeyi başlatan merkezler yabancı maddeler ise

“heterojen çekirdeklenme”, camı oluşturan bileşenlerden biri ise “homojen çekirdeklenme” olarak isimlendirilir. Camlarda kristalizasyon sürelerinin mümkün olduğunca kısa olması tercih edilir. Çekirdeklenmenin oluşması için dışarıdan ilaveler yapılması (heterojen çekirdeklenme) durumunda kristalizasyon süresi kısalmır. Ayrıca modifiye ediciler olarak adlandırılan yapıların kullanımında kristalizasyonu kolaylaştırır. Başlıca modifiye ediciler;  $\text{Li}_2\text{O}$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{BaO}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$  ve  $\text{K}_2\text{O}$ 'dir [14,29].

**Homojen Çekirdeklenme:** Camlarda meydana gelecek kristalizasyon, diğer malzemelerde olduğu gibi çekirdeklerin oluşumu ve oluşan bu çekirdeklerin büyümesi aşamalarından oluşmaktadır. Homojen çekirdeklenmenin meydana gelebilmesi için bu çekirdeklerin belirli bir “kritik boyuta” ulaşmaları gerekir. Bu kritik boyuta ulaşan çekirdekler kararlılık kazanırlar ve kristal büyümesi bu çekirdekler üzerine taşınım sonucu gerçekleşir. Eğer çekirdekler kritik boyutun altında kalırsa “embriyon” olarak isimlendirilir ve embriyonlar kararsız olup tekrar çözünür. Çekirdeği küresel olarak kabul ettiğimizde, embriyonun kararlı büyüyen çekirdeğe dönüştüğü kritik yarıçap değerinde serbest enerjideki artış maksimum değerini alır. Bu andan itibaren çekirdeğin büyümesi ile birlikte bu artış miktarı azalır ve negatife yani serbest enerji düşüşüne doğru gider. Bu durum Şekil 2.2 'de görülmektedir.



Şekil 2.2. Çekirdeğin büyümesi ile birlikte serbest enerjide meydana gelen değişim [29,30]

Kritik çekirdek boyutu sıcaklığa bağlı olup katılaşma noktasında sonsuzdur ve sıcaklık düştüğünde azalır. Homojen çekirdeklenmede  $r$  yarıçapında çekirdeklerin oluşumu ile sıvı-katı faz dönüşümünde serbest enerji değişimi;

$$\Delta G = - 4/3 \pi r^3 \Delta G_v + 4 \pi r^2 \sigma_{s-k} \quad (2.1)$$

ifadesinden bulunabilir. Bu ifadede serbest enerji değişimini meydana getiren iki terim vardır;  $4/3 \pi r^3 \Delta G_v$  terimi,  $4/3 \pi r^3$  hacmindeki çekirdeğin oluşumu (kristal) sonucu meydana gelen serbest enerji değişimidir. İkinci terim ise,  $4\pi r^2$  yüzey alanına sahip çekirdeğin oluşumu ile yüzey gerilimi (sıvı-kristal ara yüzey enerjisi)  $\sigma_{s-k}$  nedeniyle meydana gelen enerji artışını temsil eder. Çekirdek yarıçapı  $r$ 'nin küçük olması durumunda yüzey gerilimi terimi üstün olur ve toplam serbest enerji değişimi ( $\Delta G$ ) pozitif bir değer alır (Şekil 2.2). Bununla birlikte  $r$  arttıkça hacim terimi üstün olacak ve toplam serbest enerji değişimi ( $\Delta G$ ) negatif bir değer alacaktır. Başka bir ifadeyle, (2.1) denkleminde birinci terim ile sağlanan serbest enerjideki azalma ikinci terime göre sağlanan artıştan daha büyük olduğunda (sonuç negatif çıktığında) toplam serbest enerji azalacağından kristallenme gerçekleşecektir. Serbest enerjideki bu değişim  $r$  yarıçapındaki çekirdeğin boyutuna bağlı olduğu için, serbest enerjide düşme meydana getirecek  $r^*$  yarıçapındaki kritik çekirdek boyutu (2.1) denkleminde  $\Delta G_v$ 'nin  $r$ 'ye göre türevi alınarak sıfıra eşitlenmesiyle bulunabilir;

$$d(\Delta G_v)/dr = - 12/3 \pi r^2 \Delta G_v + 8 \pi r \sigma_{s-k} = 0 \quad (2.2a)$$

$$r^* = 2 \sigma_{s-k} / \Delta G_v \quad (2.2b)$$

Böylece, yarıçapı  $r^*$ 'dan daha küçük olan embriyonlar ( $r < r^*$ ) kararsız olup tekrar çözünecek iken, yarıçapı  $r^*$ 'dan daha büyük olanlar ( $r > r^*$ ) kararlı çekirdekleri oluşturacak ve büyüyeceklerdir. Kritik boyutta ( $r^*$  yarıçapında) çekirdekler mevcut olduğunda çekirdeklenmenin olması için aşılması gereken enerji engeli (sistemin toplam serbest enerjisinde meydana gelecek düşme)  $\Delta G^*$  ile gösterilirse, bu değer (2.2b) denklemi ile bulunan kritik boyut değerini (2.1) denkleminde yerine koyarak bulunabilir [29,31];

$$\Delta G^* = -4/3 \pi (2 \sigma_{s-k} / \Delta G_v)^3 \Delta G_v + 4 \pi (2 \sigma_{s-k} / \Delta G_v) \sigma_{s-k} \quad (2.3a)$$

$$\Delta G^* = 16 \pi (\sigma_{s-k})^3 / 3(\Delta G_v)^2 \quad (2.3b)$$

Kristalizasyonun gerçekleşebilmesi için  $r^*$  boyutundaki kritik yarıçaplı çekirdeklerin oluşumu ile serbest enerjide  $\Delta G^*$  değerinde bir düşme sağlanmalıdır. Diğer bir ifadeyle kararlı bir çekirdeğin oluşumu için gerekli minimum enerji “çekirdeklenme için termodinamik engel” olarak da isimlendirilmektedir [14,29,30,32-34].

Homojen çekirdeklenmenin hızının belirlenmesi için, kritik boyutlu çekirdeklerin gelişigüzel düzensiz değişim ile oluştukları kabul edilir. Çekirdeklerin oluşumunun ve boyut dağılımının düzensiz değişimlerle ilişkili olduğu varsayılır. Düzensiz değişimin kritik olduğu olasılık  $\exp(-\Delta G^* / k_B T)$  ile orantılıdır ve dengede her bir birim hacim için kritik yarıçaplı ( $r^*$ ) çekirdeklerin sayısı yaklaşık olarak “ $n \exp(-\Delta G^* / k_B T)$ ”dir [14, 20, 30,32,34].

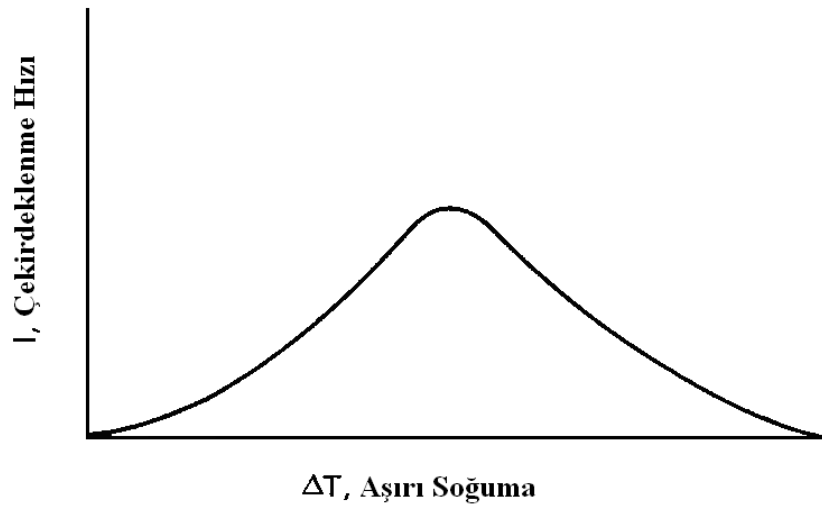
Bir çekirdeğin büyümesi difüzyon mekanizması sayesinde bir veya birkaç birimin ilavesi ile gerçekleşir. Eğer çekirdek-matris ara yüzeyindeki sıçrama, aktivasyon serbest enerjisi ( $\Delta G_a$ ) ile kontrol edilirse; birim hacimde meydana gelen çekirdeklenme hızı,

$$I = B \exp [ - (\Delta G^* + \Delta G_a) / k_B T ] \quad (2.4)$$

denklemleri ile verilir. Bu denklemde  $\Delta G_a$  terimi “çekirdeklenmeye karşı kinetik engel” olarak isimlendirilir. Denklemdeki  $k_B$ , Boltzman sabiti ve B ise genellikle  $10^{41}$ - $10^{42}$   $m^{-3} s^{-1}$  değerleri arasında değişen sabit bir sayıdır.

Çekirdeklenme hızının sıcaklıkla olan ilişkisi Şekil 2.3’de görülmektedir. Eğrinin durumu (2.4) denklemindeki  $\exp$  ifadeleri yardımıyla anlaşılabilir.  $\exp - \Delta G^* / k_B T$  denklemleri likidüs sıcaklığında “0” olacak ve aşırı soğuma miktarı  $\Delta T$  arttıkça artacaktır. Daha fazla aşırı soğumalarda ( $-\Delta G_a / k_B T$ ) denklemleri üstün olur ve bir maksimumdan geçtikten sonra soğumanın artması ile çekirdeklenme hızı azalır [29].

Homojen çekirdeklenme ile kristalizasyonun gerçekleşmesi için termodinamik ve kinetik engellerin aşılması gereklidir. Gerek camlarda ve gerek polimerlerde ergime sıcaklığının altındaki sıcaklıklarda homojen çekirdeklenmenin sağlanması mümkün olmakla birlikte, endüstriyel üretim koşullarında sistemde heterojen çekirdeklenmeye neden olabilecek yabancı partiküller de hemen her zaman mevcuttur [14,33]. Birçok cam yapıcı sıvı aşırı soğutulduğu zaman homojen çekirdeklenme denklemlerine göre kristallenmez. Camlarda kristallerin homojen çekirdeklenmesi ile ilgili örnekler nadirdir. Bununla birlikte, baryum-silikat camları homojen çekirdeklenme gösterirler.  $BaSi_2O_5$  bileşimindeki bir cam kendi kendine ve içten bir çekirdeklendirici ilavesi olmaksızın kristallenir [33]. Cam ve amorf polimerlerde çekirdeklenme ve büyüme hızının düşük olmasında kinetik engelin büyük bir öneme sahip olduğu açıktır. Metal ve alaşımların ve diğer inorganik malzemelerin sıvı durumdaki viskoziteleri düşük olup kolayca kristalleşirler.  $SiO_2$ ,  $GeO_2$ ,  $P_2O_5$ ,  $B_2O_3$  gibi mükemmel cam yapıcı sistemlerde üç boyutlu şebeke yapısı vardır ve bu tür yapının akışkanlık özelliği zayıftır. Cam bileşimine girdiği zaman şebeke yapısını bozan oksitlerin kristalizasyona neden olmaları veya camlaşma özelliğini düşürmeleri bu şekilde açıklanabilir [14,29].



Şekil 2.3. Çekirdeklenme ile aşırı soğuma ( $\Delta T$ ) arasındaki ilişki [29]

Heterojen Çekirdeklenme: Heterojen çekirdeklenmede çekirdek, yabancı bir katı (altlık) yüzeyi üzerinde oluşur. Altlık, kabın duvarı ya da sıvı içinde dağılmış katıdan gelişebilir. Eğer soğumakta olan bir sıvıya uygun bir altlık ilave edilirse çekirdeklenme için enerji bariyeri düşürülebilir. Bununla birlikte uygun altlığın seçimi oldukça önemlidir. Altlık, sıvı tarafından tamamen ıslatılabilirdir. Eğer soğumakta olan bir sıvıya, oluşması istenen kristaldeki atomik boşluk ve düzenlenmeler içeren düşük endeks düzlemine sahip aşırı kristal ilave edilirse sıvı, yabancı çekirdek üzerinde kristallenmeye başlar. Eğer yakın bir uyum yoksa sıvı kristallenmez [19,35].

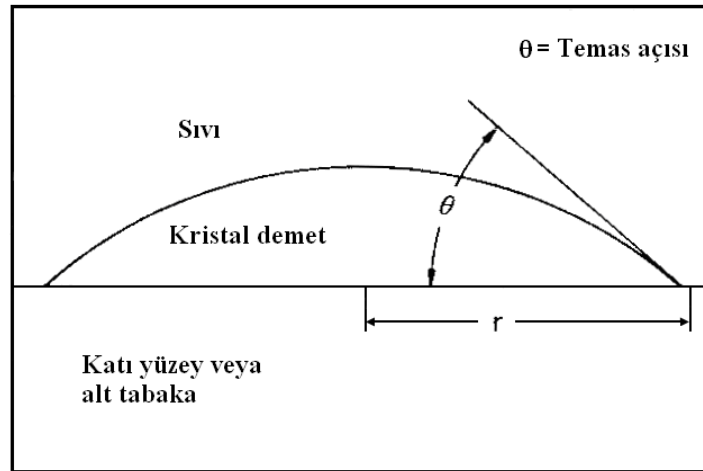
Aşırı doymuş çözelti veya aşırı soğutulmuş eriyik içinde önceden dâhil olan yüzeylerin (koloidal inklüzyonlar, kap duvarı, vb.) etkisi,  $\Delta G$  değerini azaltmak ve ara yüzey enerjisini düşürerek homojen çekirdeklenme için gereken serbest enerjiyi azaltmaktır. Heterojen çekirdeklenmenin önemli özelliği, heterojenlik ve çekirdeklenen faz arasındaki ara yüzey geriliminin düşük olma zorunluluğudur. Böylece, katalizör yüzeyin etkisi, altlık-eriyik-çökelti bağlantısındaki temas açısının belirlenmesidir [14,19].

Camların kristalizasyonu heterojen çekirdeklenme sonucu daha hızlı ve kolay meydana gelmektedir. Bunun da nedeni sistemde hazır çekirdeklenme merkezlerinin (yüzeylerinin) mevcut olmasıdır. Endüstriyel cam üretim koşullarında bu tür empüriteler hemen her zaman mevcut olup, ergimiş cam banyosu, oksit türündeki pek çok yabancı maddeyi çözme özelliğine sahiptir [14,32,33].

Heterojen çekirdeklenmede çekirdekler, yabancı bir katının yüzeyinde oluşurlar. Çekirdeklenmenin meydana geldiği katı madde (alt tabaka), camın konulduğu kabın duvarı veya sıvı içerisinde dağılmış olan bir katı olabilir. Şekil 2.4'de temas açısı  $\theta$  olan ve bir katı yüzeyinde şekillenen kristal demeti görülmektedir. Oluşan bu demetin serbest enerji değişimi için (2.3b) denklemi aşağıdaki gibi olur.

$$\Delta G = V_d / V_m \Delta G_v + S_{s-k} \sigma_{s-k} + S_{k-a} (\sigma_{k-a} - \sigma_{s-a}) \quad (2.5)$$

Burada  $V_d$ , demetin hacmi;  $V_m$ , kristal fazın molar hacmi;  $S_{s-k}$ , sıvı-kristal ara yüzeyinin yüzey enerjisi;  $S_{k-a}$ , kristal-alt tabaka ara yüzeyinin yüzey enerjisidir.  $\sigma_{s-k}$ ,  $\sigma_{k-a}$  ve  $\sigma_{s-a}$  da sırasıyla sıvı-kristal, kristal-alt tabaka ve sıvı-alt tabaka arasındaki ara yüzey enerjileridir.



Şekil 2.4 . Kırtı alt tabaka üzerinde kristal demetin oluşumu [29]

Kristal demeti  $r$  yarıçaplı küresel bir şapkadır. Üç faz arasında statik bir dengenin ve alt tabakanın düzlem olduğunun kabul edilmesi ile aşağıdaki denklemler yazılabilir [29]:

$$\sigma_{s-k} = \sigma_{k-a} + \sigma_{s-k} \cos\theta \quad (2.6)$$

$$V_d = 4/\pi r^3 (2-3\cos\theta + \cos^3\theta) / 4 \quad (2.7)$$

$$S_{s-k} = 2 \pi r^2 (1-\cos\theta) \quad (2.8)$$

$$S_{k-a} = \pi r^2 \sin^2\theta \quad (2.9)$$

$$\Delta G^*_{het} = \Delta G^* f(\theta) \quad (2.10)$$

$$f(\theta) = (2-\cos\theta + \cos^3\theta) / 4 \quad (2.11)$$

$$r^* = 2 \sigma_{s-k} V_m / \Delta G_v \quad (2.12)$$

Burada  $f(\theta)$ , alt tabaka ve kristal çekirdek arasındaki temas açısına ( $\theta$ ) bağılı olan bir fonksiyondur ve  $0 \leq \theta \leq \pi$  için  $f(\theta) \leq 1$ 'dir. Heterojen çekirdeklenme için termodinamik engel, homojen çekirdeklenme için termodinamik engelden daha küçüktür ( $\Delta G^*_{het} < \Delta G^*$ ). Termodinamik engel azalması  $\theta$  değerine bağılıdır.

Tamamen ıslanma durumu için ( $\theta \approx 0$ ),  $\Delta G^*_{het} \rightarrow 0$  olur. Bu, kritik çekirdek boyutunda ve aşırı soğuma bölgesinde önemli bir azalmayla sonuçlanır [20].

Aşırı soğumuş sıvılarda düz bir alt tabakadaki kararlı hal heterojen çekirdeklenme hızı,

$$I_{het} = n_s (kt / h) \exp [ - (\Delta G^*_{het} + \Delta Ga) / kT ] \quad (2.13)$$

denklemi ile verilir. Burada  $n_s$ , sıvının her bir birim hacmindeki alt tabaka taneleri ile temastaki sıvı atomlarının toplam sayısı;  $h$ , Planck sabiti;  $k$ , reaksiyon hız sabiti ve  $t$ , zamandır [15,20].

### 2.3.2.1.Faz ayrışması

Cam yapıcı bazı sistemlere uygulanan ısı işlemler kristal olmayan iki faz ayrışmasına neden olabilir. Bu faz ayrışması likidüs sıcaklığının üzerinde olursa “kararlı karışmazlık”, likidüs sıcaklığının altında meydana gelirse “yarı kararlı karışmazlık” veya “cam içinde cam fazı ayrışması” olarak isimlendirilir. Faz ayrışmasının çekirdeklenme ve büyümeden önce meydana gelmesi durumunda kristalizasyon kinetiğinde önemli değişimler görülebilir. Cam-seramik malzemelerin üretimi açısından önem taşıyan cam içinde cam fazı ayrışması iki mekanizma ile meydana gelebilir:

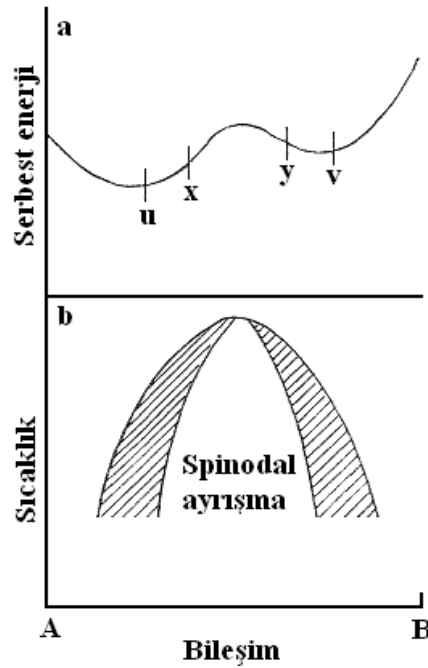
- a) Çekirdeklenme ve büyüme mekanizması
- b) Spinodal faz ayrışması.

Birinci mekanizma kristallerin çekirdeklenme ve büyüme mekanizmasına benzer şekilde gerçekleşir. İkinci mekanizmada ise kristalizasyon için çekirdeklenmeye ihtiyaç duyulmaz. Faz ayrışmasının meydana geldiği bir ikili sistemde serbest enerji-bileşim ve bileşim-sıcaklık diyagramları Şekil 2.5 'de gösterilmiştir.

Serbest enerji-bileşim diyagramında  $u$  ve  $v$  ile temsil edilen iki minimum nokta  $u$ - $v$  bileşim aralığında faz ayrışmasının meydana geleceğini göstermektedir. Zira bu



noktalardan çizilen ortak teğet, serbest enerjide faz ayrışması sonucu düşmenin görüleceğini ifade etmektedir. Sıcaklık-bileşim diyagramında iki kubbe görülmektedir. Bunlardan dıştaki kubbe serbest enerjinin sıcaklıkla değişimi sırasında u ve v noktalarının konumlarının geometrik yerini temsil eder. Sıcaklık düştüğünde iki minimum nokta birbirinden ayrılırken, sıcaklık yükseldikçe bu noktalar birbirine yaklaşır. Böylece u ve v noktalarının konumlarının sıcaklığa bağlı olarak değişmesi sonucu dış kubbe çizilmiş olur.



Şekil 2.5 Camlarda faz ayrışmasının görüldüğü bileşim-sıcaklık-serbest enerji diyagramı [14]

İki minimum noktanın çakıştığı  $T_c$  sıcaklığında kubbenin tepesi oluşur (kritik sıcaklık). Serbest enerji eğrisinde x ve y ile gösterilen noktalar “büküm noktaları”dır. X ve y arasındaki bileşim aralığında serbest enerji-bileşim eğrisinin ikinci mertebeden diferansiyeli  $\partial^2 G / \partial C^2$  negatiftir. Bu nedenle, bu bölgede bileşimdeki küçük değişimler serbest enerjide azalmaya neden olur. x-y aralığındaki bileşim değişimleri serbest enerjide düşme meydana getirdiğinden kararlı olup, büyüme eğilimi gösterirler. Bu bölge içinde meydana gelen faz ayrışması çekirdeklenmeye ihtiyaç göstermez ve “spinodal ayrışma” olarak isimlendirilir. Denge diyagramında içteki kubbe, serbest enerji eğrisinde x ve y büküm noktalarının konumlarının sıcaklıkla değişiminin geometrik yerini oluşturur.  $T_c$  kritik sıcaklığında x ve y noktaları çakışırlar. İçteki kubbenin oluşturduğu spinodal faz ayrışması bölgesindeki

çekirdeklenmeye ihtiyaç duyulmadan kristalizasyon meydana gelir. İç ve dış kubbeler arasında yer alan u-x ve v-y bileşim aralığında  $\partial^2G/\partial C^2$  pozitif olup, bu aralıkta bileşimde meydana gelen değişimler kararsızdırlar ve serbest enerjide artışa neden olurlar. Bu nedenle, u-x ve v-y aralığında bileşim değişimi sonucu oluşan çekirdeklerin kararlılık kazanabilmeleri için çekirdeklerin kritik boyut engelini aşmaları gerekir.

Camlarda kristalizasyondan önce faz ayrışmasının meydana gelmesi camın kristalizasyon davranışını ve mikroyapısını önemli derecede etkileyebilmektedir. Ayrışan fazlar daha sonraki kristalizasyon aşamasında heterojen çekirdeklenme merkezi etkisi gösterirler. Faz ayrışması gösteren camların kontrollü kristalizasyonu ile elde edilen ince mikroyapı kısmen çekirdeklenme yoğunluğundaki artış, kısmen de ayrışan fazların difüzyon aktivasyon enerjilerini yükselterek kristal büyüme hızını düşürmeleri sonucudur [29].

### 2.3.3. Klasik cam-seramik üretimi

Cam-seramik üretiminde kullanılan en yaygın yöntem klasik yöntemdir. Klasik cam-seramik üretimi; homojen bir camın hazırlanması, şekillendirilmesi ve cam-seramiğe dönüştürülmesi için kontrollü ısı işlem prosesinin uygulanması kademelerinden oluşur. Klasik cam üretim yöntemlerinden faydalanılarak cam-seramik malzemeler üretilebileceği gibi alternatif yöntemlerle de cam-seramik malzeme üretilebilmektedir. Cam-seramik üretiminde kullanılan başlıca alternatif malzemeler; termik santral uçucu külleri, yüksek fırın cürufları, bazı doğal kayalar, metallerin hidrometalurjik üretiminden çıkan atıklar olan çamurlar ve bunlar gibi yüksek silika içeren endüstriyel atıklar gelmektedir [1,36,37].

Klasik cam-seramik üretimi üç aşamadan oluşmaktadır. Bunlar, homojen bir camın hazırlanması, istenilen şeklin verilmesi ve cam-seramiğe dönüşmesi için kontrollü kristalizasyon ısı işleminin gerçekleştirilmesidir.

### 2.3.3.1. Cam üretimi

Cam-seramik üretiminin ilk aşaması, cam-seramik üretmeye uygun bileşimde camların üretilmesidir. Cam-seramik üretimi için cam üretiminde aranan başlıca kriterler, hammaddelerin basit bileşimde olması, yüksek saflık ve ekonomik olmalarıdır. Üretilen cam-seramiğin fiziksel ve mekanik özellikleri cam hammaddesiyle doğrudan bağlantılı olduğundan, yapıda bulunacak küçük miktarlardaki empüritelere bile elde edilecek cam-seramik malzemelerin özelliklerini olumsuz yönde etkilemektedir. Bu yüzden cam üretiminde kullanılacak olan hammaddelerin de yüksek saflıkta olması büyük önem taşımaktadır [1].

Camın ana hammaddesi silikadır. Silika yüksek saflıktaki kuvars kumundan üretilmektedir.  $\text{SiO}_2$ 'nin haricinde cam bileşimine giren başlıca oksitler;  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{PbO}$  ve  $\text{MgO}$ 'dir. Alkali oksitlerinde cam üretiminde kullanımı oldukça yaygındır. Örneğin pencere camı olarak kullanılan soda kireç camının bileşimi; % 70  $\text{SiO}_2$ , % 15  $\text{Na}_2\text{O}$ , % 10  $\text{CaO}$ , % 5  $\text{K}_2\text{O}$ 'dir.  $\text{Li}_2\text{O-SiO}_2$ ,  $\text{Na}_2\text{O-SiO}_2$  ve  $\text{K}_2\text{O-SiO}_2$  gibi alkali silika sistemleri mevcuttur. Bunların dışında cam yapısına giren diğer elementler; S, Se, Te, As, Sb ve Ge olarak sıralanabilir. Farklı kullanım amaçlı olan bileşimleri farklı camlarda mevcuttur. Örneğin;  $\text{BeF}_2$ ,  $\text{ZnCl}_2$ ,  $\text{ZrF}_4$ ,  $\text{HfF}_4$ ,  $\text{KCl-BCl}_3$ ,  $\text{AgCl}$ ,  $\text{AgBr}$ ,  $\text{PbBr}$  gibi çeşitli halojen bileşikler de cam oluştururlar. Bu camlar farklı optik özelliklere sahiptir. Cam bileşimlerinin hazırlanmasını takiben ergitme ve şekillendirme işlemlerine geçilir. Ergitme küçük çaplı üretimler için potalarda, büyük çaplı üretimler için ise tank (havuz) fırınlarda cam bileşimine bağlı olarak 1250-1600°C sıcaklıkları arasında yapılmaktadır. Fırın refrakterleri olarak yüksek kaliteli mullit bazlı refrakterler, mullit-zirkon refrakterleri ve bazı özel bileşimler için platin potalar kullanılmaktadır [38, 39].

### 2.3.3.2. Camın şekillendirilmesi

Camdan ürün elde etmek için kullanılan şekillendirme yöntemleri yöntemin sürekliliğine göre ikiye ayrılır:

1. Parça başı üretim için ayrık yöntemler (şişe, kavanoz, tepsi ampul vb.)

2. Düz cam ve cam boru üretmek üzere sürekli yöntemler (cam levha, cam laboratuvar gereçleri, flüoresan ampuller vb)

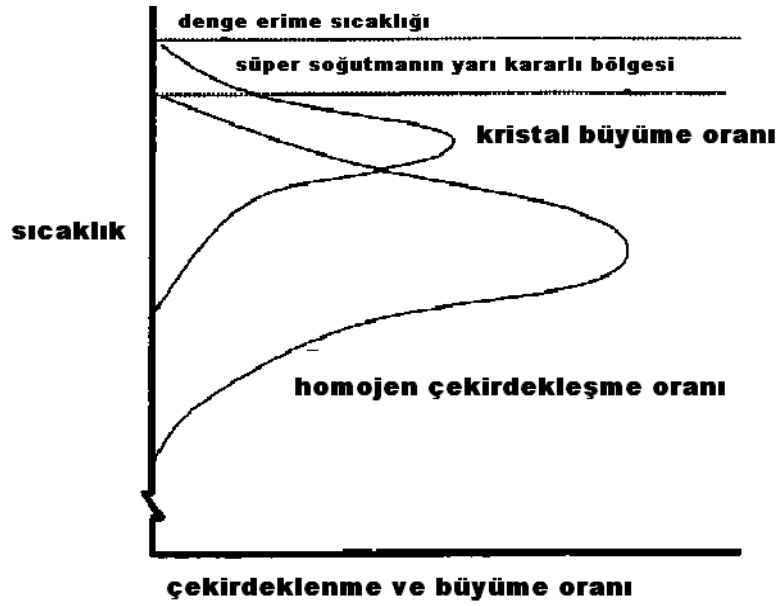
Parça şekillendirme yöntemleri; sıvama, presleme, ezme-üfleme, üfleme ve döküm şeklindedir. Sıvama, metallere uygulanan savurma döküme benzer bir yöntemdir. Presleme, tabak yada TV tüpü gibi ürünlerin seri üretiminde kullanılırken; ezme-üfleme, kavanoz gibi ağzı büyük kapların şekillendirilmesinde kullanılır. Üfleme, içecek şişeleri ya da ampul gibi ağzı küçük kapların şekillendirilmesinde ve döküm yöntemi de astronomik mercekler gibi büyük parçaların şekillendirilmesinde tercih edilen bir şekillendirme yöntemidir.

Levha ve plaka şeklindeki düz camların üretilmesinde düz plaka haddeleme ve yüzdürme yöntemi kullanılırken, cam boruların üretiminde Danner yöntemi kullanılır [40].

### **2.3.3.3. Camın kontrollü kristalleşme ısıl işlemi**

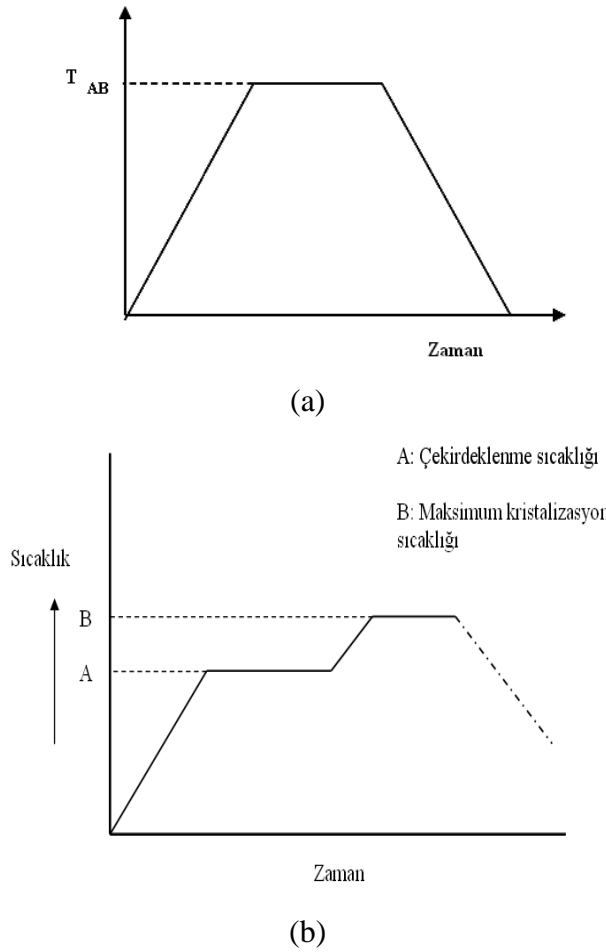
Cam-seramik üretiminin ana kademesi olan kristalleşme ısıl işlemi ya da kontrollü kristalizasyon işleminde amaç amorf yapıdaki camın mikrokristalli seramiğe dönüştürülmesidir. Burada geliştirilmek istenen en önemli özellik, mukavemet ve aşınma özellikleridir [41].

Çekirdeklenme ve kontrollü kristalizasyon işlemi cam-seramik üretiminin en kritik noktasıdır. Diğer yapısal faktörlere ek olarak, camın devitrifikasyonu termodinamik ve kinetik davranışı ile değişip, elde edilen cam-seramik yapısını belirler. Şekil 2.6, homojen çekirdeklenme ve camdaki kristalizasyonu göstermektedir. Herhangi bir camın kristallenmesi, çekirdeklenme ve kristal büyümesi eğilimi bağıntılarıyla açıklanabilir. Denge erime sıcaklığının altında, yeteri kadar çekirdek eğer heterojen çekirdeklenme ile sağlanırsa kristal büyümesinin oluşabileceği yarı kararlı bölge sıcaklık aralığı oluşur [13].



Şekil 2.6. Camlarda çekirdeklenme ve kristal büyümesine sıcaklığın etkisi [38]

Çekirdeklenmiş cam elde etmek için çekirdeklenme üzerinde kristal büyümenin olabilmesi amacıyla sıcaklık yükseltilmelidir. Sıcaklık yükselişinin hızı dikkatlice kontrol edilmelidir. Dikkatli kontrol, cam-seramiğin deformasyondan uzak kalması içindir. Uygulanacak ısıtma hızı çok yüksek olursa, kristal büyüme hızı yeterince hızlı olmayacak ve sert kristal iskeleti oluşacaktır. Çok küçük ısıtma hızı uygulandığında ise deformasyon meydana gelmez ve yüksek oranda cam fazları gözlenir. Bunun yanında, deformasyonun istenmeyen etkilerinden kaçınabilmek için hızlı ısıtmalardan uzak durmak gereklidir. Aksi takdirde, cam-seramiğin çatlamasıyla karşılaşılır. Bu tehlikeli durum, kristallerin farklı yoğunlukta olmalarından kaynaklanır. Sıcaklığın artışı yüksek sıcaklık sınırına kadar devam etmelidir. Bu sınır kristallenme sıcaklığının en üst seviyesidir. Cam-seramik malzemeyi yüksek kristallenme sıcaklığında uygun zaman aralığında bırakarak kristallenmenin tamamlanması sağlanır. Böylece, az oranda kalıntı cam fazları kalır. Çok kademeli ısıl işlem Şekil 2.7' deki gibi uygulanabilir. Uygulanan her kademenin farklı önemi vardır [1].



Şekil 2.7. Cam-seramik oluşumu için gerekli ısıtma işlemi a) Tek kademeli ısıtma işlemi, b) Çift kademeli ısıtma işlemi [1]

Çekirdeklenme ve kristal büyüme sıcaklıklarının birbirine yakın olduğu cam-seramik sistemlerinde Şekil 2.7 a'da görülen tek kademeli ısıtma işlemi uygulanabilmektedir. Şekil 2.7 b'de görüldüğü gibi cam-seramiklerin kristalizasyon ısıtma işlemi, kristal yapının elde edilebilmesi için genellikle iki kademeli bir ısıtma çevriminden oluşmaktadır. Sürecin ilk kısmı camı oda sıcaklığından çekirdeklenme sıcaklığına kadar ısıtmadır. Isıl genişleme katsayısının önemli rol oynamasına rağmen uygulanacak hıza cam malzemenin kalınlığı esas olarak belirler. Düşük genişleme katsayıları camın kırılmadan yüksek sıcaklık gradyanlarına dayanmasını sağlar. İlk başta istenilen malzeme eldesi için gerekli ham maddeler karıştırılıp yeterli sıcaklığa, genelde 1000-1700°C arasında uygun bir potada eritilir (bileşime göre değişiklik gösterir) ve şekillendirilir. Daha sonra cam-seramik dönüşümü için ısıtma işlemi yapılır. Isıtma işlemi genellikle 2°C/dk-5°C/dk arasında ısıtma hızları uygulanır. İnce camlar için 10°C/dk ısıtma hızına çıkılabilir. Çekirdeklenme ısıtma işleminden sonra kristallerin büyümesi

için cam kontrollü bir hızla daha yüksek sıcaklığa ısıtılarak belirli bir süre bu sıcaklıkta tutulur. Kristal büyütme sıcaklığı, yine parçada distorsiyon oluşturmayacak bir hızda yapılmalıdır. İyi bir ısıl işlem prosesi ile bazı durumlarda kristal boyutu 50 – 100 nm arasında olabilmesine karşılık, genelde ortalama 1µm tane boyutlu mikroyapılar elde edilebilmektedir [1,42].

#### **2.3.4. Toz yöntemleri ile cam-seramik üretimi**

Klasik cam ve cam-seramik hazırlamaya alternatif bir üretim yöntemi toz tekniğidir ve tozların preslenip sinterlenmesi ile gerçekleşmektedir. Bu yöntemin geleneksel seramiklere göre farkı başlangıçtaki tozların amorf olmasıdır. Bu yöntemde fırınlarda ergitilmiş olan sıvı cam su içerisine dökülerek hızlı bir şekilde soğutulur. Küçük taneler halinde elde edilen camlar öğütülerek toz haline getirilir. Bu şekilde cam-seramik üretiminde kullanılan tozlar genellikle 1-30 µm arasında değişen tane boyut dağılımına sahiptirler.

Preslenen cam tozlarının sinterlenmesiyle cam-seramik üretiminde iki yol izlenir. Birinci yöntemde preslenen kompakt cam malzeme camsı bir yapı olacak şekilde sinterlenir ve daha sonra ısıl işlem uygulanır. Diğer yöntemde ise, sinterleme adımı için kullanılan aynı pişirme süreci boyunca kontrollü çekirdeklenme ve kristallenme meydana gelir. Tozların direk sıcak preslenmesiyle de bir safhada cam-seramik üretmek mümkündür. Bu, camların akışkanlığı ile gerçekleşir ve sinterleme sıcaklığı camların yumuşama ve oluşum sıcaklıkları arasındadır. Kristallerin oluşumu, cam tanelerinin kırılma yüzeyinde tüm numune boyunca homojen bir şekilde gerçekleşir. Fakat burada, presleme sırasında sinterleme ve kristalizasyonun birlikte gerçekleştirilebilmesi için şartların çok iyi ayarlanması ve kontrol edilmesi gereklidir [41].

#### **2.3.5. Sol-jel metoduyla cam-seramik üretimi**

Camların ve cam-seramiklerin diğer bir üretim yöntemi ise sol-jel tekniğidir. Bu yöntemin geleneksel cam üretiminden farkı; yüksek sıcaklıklarda eriyikten değil, oda sıcaklığında çözeltilerden yola çıkılmasıdır. Bu yüzden, bu yöntem soğuk metod

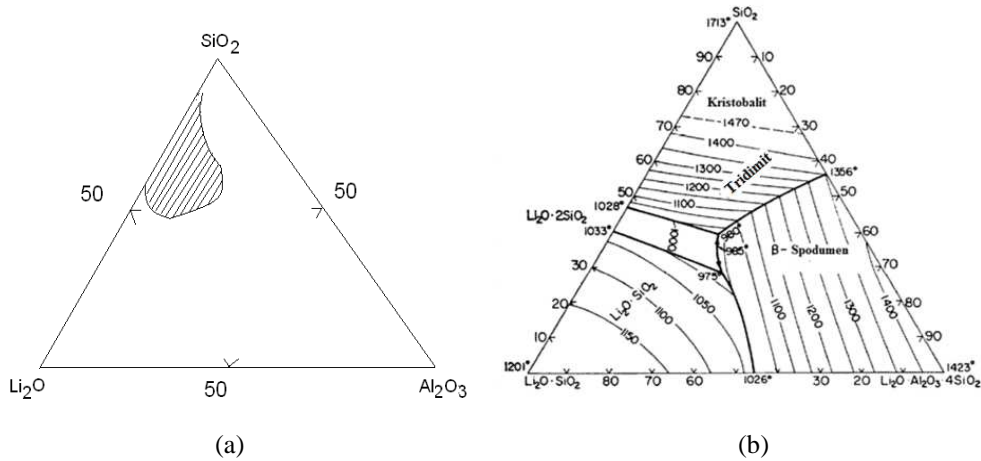
olarak da tanımlanmaktadır. Başlangıç malzemeleri genelde alkooksitler ve metal tuzlarıdır. Su, asit veya alkol ile karıştırılarak hazırlanan çözeltiler hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları sonucu jel haline dönüşür. Daha sonra jeller ısıtılma tabii tutularak cam haline dönüştürülür. Bu yöntem ile büyük boyutlu camların elde edilmesinde zorluklar vardır. Hidroliz ürünlerinin ve organik kalıntıların kurutma ile uzaklaştırılması sırasında numunede çatlaklar oluşabilir. Sol-jel yöntemiyle elde edilen amorf tozların preslenip sinterlenmesiyle cam-seramik üretilir. Sol-jel ile üretilen cam tozlarından cam-seramik üretiminde, yukarıda bahsedilen presleme+sinterleme+ısıtılma işlem, presleme+sinterleme veya sıcak presleme yollarından birisi izlenir. Sol-jel tekniğinin geleneksel klasik cam üretimine karşı en önemli avantajları; başlangıç malzemelerinin çok temiz olmasının yanısıra molekül bazında karıştırılmasından dolayı çok saf ve temiz camların elde edilebilmesiyle, çok daha düşük sıcaklıklarda camların üretilmesidir. Ayrıca, sol-jel tekniği kullanılarak fiber takviyeli cam-seramiklerin üretimi de mümkündür [41].

## 2.4. Cam-Seramik Sistemleri

### 2.4.1. $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ sistemi (LAS)

Bu sistem ticari anlamda en önemli sistemdir. Düşük ısıtılma genişleme katsayısına sahip cam-seramik malzemelerin üretiminde kullanılır. Bu sistemdeki düşük genişleme katsayıları  $\beta$ -spodümen ( $\text{Li}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2$ ) ve  $\beta$ -ökriptit ( $\text{Li}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ) kristal fazlarının varlığı ile ilgilidir [1]. Termal genişleme özelliklerinin üzerinde  $\text{Al}_2\text{O}_3$  miktarının önemli etkisi vardır. Eğer  $\text{Al}_2\text{O}_3$  miktarı düşük ise lityum disilikat veya silika fazları meydana gelir ve yüksek genişleme elde edilir.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  miktarının yüksek olması durumunda ise  $\beta$ -spodümen ve  $\beta$ -ökriptit fazları oluşur ve düşük termal genişleme katsayılı malzeme elde edilir. Bu sistemin ticari uygulanabilirliği olan değişik türleri mevcuttur. Çekirdeklenme katalisti olarak  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$  (yüksek  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 'lü bileşimlerde) veya  $\text{P}_2\text{O}_5$  (düşük  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 'lü bileşimlerde) kullanılır. LAS sisteminde düşük ısıtılma genişleme katsayısına sahip cam-seramik ürünler geliştirilmiş ve bunlar; opak ve saydam mutfak eşyaları, ocak üstü, aynalar, laboratuvar malzemeleri ve ısıtılma değiştiriciler olarak geniş kullanım alanı bulmuşlardır. LAS sisteminin cam oluşumuna uygun bölgesi Şekil 2.8. de gösterilmiştir [1,16].

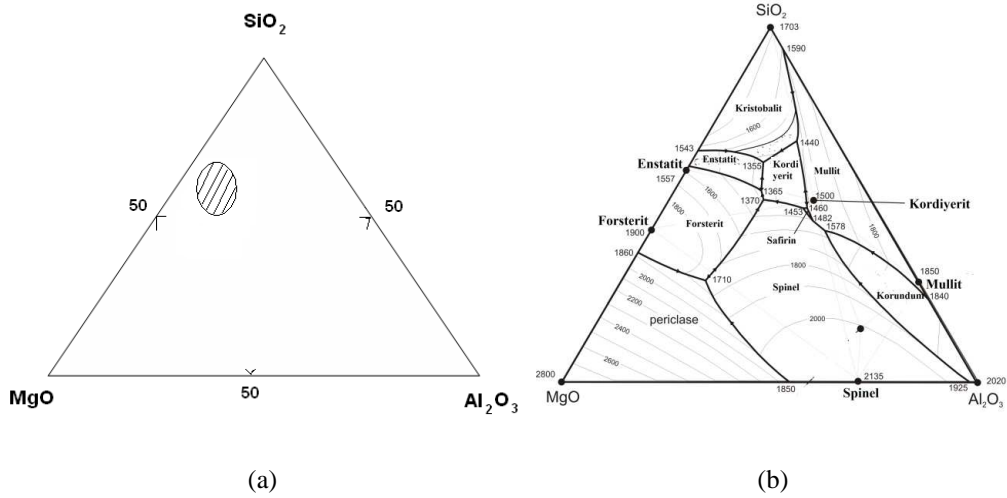




Şekil 2.8. a)  $\text{Li}_2\text{O} - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$  sisteminde cam oluşum bölgesi, b)  $\text{Li}_2\text{O} - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$  üçlü denge diyagramı [1,43]

#### 2.4.2. $\text{MgO}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ sistemi (MAS)

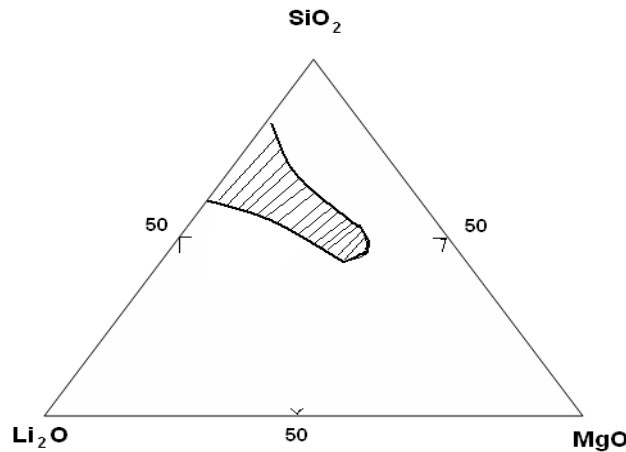
Bu sistemdeki cam-seramiklerin elektriksel direnci ve mekanik mukavemeti alkali metal iyonu içermediklerinden dolayı oldukça yüksektir. Yüksek mekanik mukavemet kordiyerit fazının ( $2\text{MgO}-2\text{Al}_2\text{O}_3-5\text{SiO}_2$ ) var olmasından kaynaklanmaktadır [14,44]. MAS sisteminde kordiyerit fazından başka klinoenstatit ( $\text{MgO}\cdot\text{SiO}_2$ ), kristobalit ( $\text{SiO}_2$ ), forsterit ( $2\text{MgO}\cdot\text{SiO}_2$ ), mullit ( $3\text{Al}_2\text{O}_3\cdot 2\text{SiO}_2$ ), ve spinel ( $\text{MgO}\cdot\text{SiO}_2$ ) fazları da görülmektedir. Cam özelliklerini modifiye etmek için bazen az miktarda alkali ilavesi yapılabilir. Çekirdeklendirici olarak  $\text{TiO}_2$  (% 7–15),  $\text{P}_2\text{O}_5$  (%0,5–6) ve klinoenstatit fazının oluşumu için ise genellikle  $\text{ZrO}_2$  kullanılmaktadır. Şekil 2.9’de  $\text{MgO} - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiO}_2$  sisteminde cam oluşum bölgesi verilmiştir [1].



Şekil 2.9. a) MgO – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – SiO<sub>2</sub> sisteminde (% mol) cam oluşum bölgesi, b) MgO – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – SiO<sub>2</sub> üçlü denge diyagramı [1]

### 2.4.3. Li<sub>2</sub>O-MgO-SiO<sub>2</sub> Sistemi

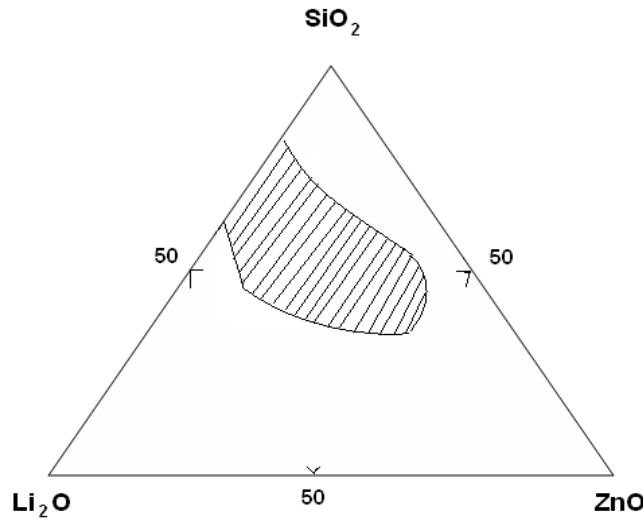
Bu gruptaki bazı cam-seramiklerin bileşimlerinin ısı genleşme katsayıları çok yüksek olup  $140 \times 10^{-7}$ 'ye kadar çıkabilmektedir. Metalik fosfatların kristalizasyon katalisti olarak kullanıldığı camların bileşimi; SiO<sub>2</sub> (51-58), MgO (2-27) Li<sub>2</sub>O (9-27) ve P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (0,5-6) ağırlık yüzdesi arasında değişir. Sistemin cam oluşumuna uygun bileşim bölgesi Şekil 2.10 'de gösterilmiştir [1].



Şekil 2.10. Li<sub>2</sub>O-MgO-SiO<sub>2</sub> sisteminde (% mol) cam oluşum bölgesi [1]

#### 2.4.4. Li<sub>2</sub>O-ZnO-SiO<sub>2</sub> sistemi

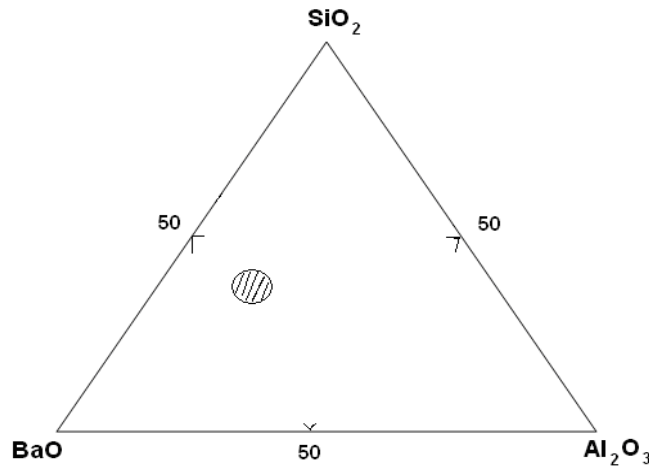
Li<sub>2</sub>O-ZnO-SiO<sub>2</sub> sistemindeki cam-seramikler yüksek mekanik mukavemetle birlikte geniş aralıkta değişebilen termal genleşme özelliklerine sahiptir. Au, Ag ve Cu gibi metaller veya metalik fosfatlar çekirdeklendirici olarak kullanılırlar. Ana bileşenlerinin ağırlık yüzdeleri SiO<sub>2</sub> (%43-81), ZnO (%10-59), Li<sub>2</sub>O (%10-27) arasında değişmektedir. Bu bileşenler % 90'ı geçtiğinden kalan bileşenler alkali metal oksitler (Na<sub>2</sub>O, K<sub>2</sub>O), toprak alkali metal oksitler (MgO, BaO, CaO), Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve PbO olabilmektedir. Çekirdeklendirici olarak P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (% 0,5 – 6), Au (% 0,02 – 0,03), AgCl (% 0,02 – 0,03) veya Cu<sub>2</sub>O (% 0,5 – 1) kullanılabilir. Bu cam sisteminin bileşimine PbO'de girebilmektedir. Bu bileşime sahip yapılar yüksek ısı genleşme katsayısına ve düşük dielektrik kayıp özelliklerine sahiptir. Li<sub>2</sub>O-ZnO-SiO<sub>2</sub> cam-seramik sisteminin cam oluşum bölgesi Şekil 2.11 'de gösterilmiştir [14].



Şekil 2.11. Li<sub>2</sub>O-ZnO-SiO<sub>2</sub> sisteminde (% mol) cam oluşum bölgesi [1]

#### 2.4.5. BaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> cam-seramik sistemi

Bileşimi % 40-42 BaO, % 17-19 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, % 40-42 SiO<sub>2</sub> civarlarında olup genelde çekirdeklendirici olarak TiO<sub>2</sub> tercih edilmektedir. Bu cam-seramik sisteminde yapıda hâkim olan ana fazlar Selsian ve BaTiO<sub>3</sub> olmaktadır. Yüksek mukavemet ve termal şok dirençlerinden dolayı özellikle mutfak eşyalarında tercih edilmektedir. Şekil 2.12 'de BaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> sisteminde cam oluşum bölgesi görülmektedir [1,14].



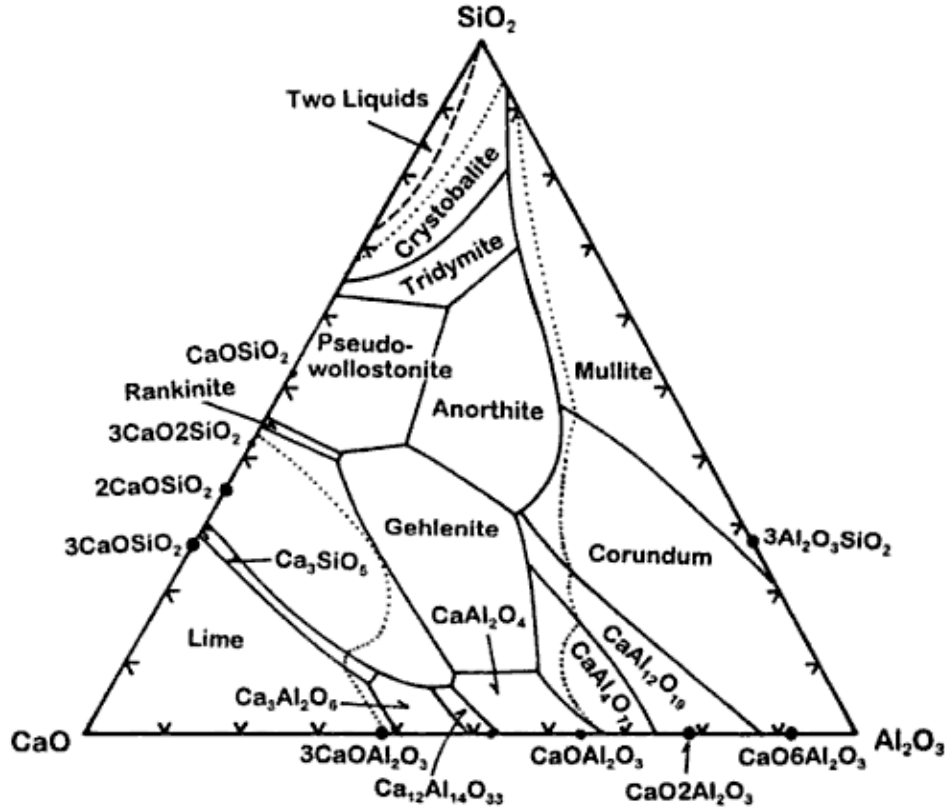
Şekil 2.12. BaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> Cam – cam oluşum bölgesi [1]

#### 2.4.6. CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> sistemi (CAS)

CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> (CAS) sistemi temele silikat sistemlerinden birisidir ve CAS camları yüksek refrakterlik, optik ve mekanik özelliklerinden dolayı endüstrinin birçok alanında yaygın olarak kullanılmaktadır [45,46]. Bu sistemdeki bazı camlar nükleer atıkların depolanması gibi özel uygulamalara da sahiptir [47]. CAS sistemi camları, uygun ısıl işlem şartlarında kristallendirilerek cam-seramiğe dönüştürülmektedir. CAS sistemi camlarının kristallenme özellikleri birçok araştırmacı tarafından incelenmiştir. Monterio ve arkadaşları, CAS sisteminde SiO<sub>2</sub>'nin düşük olması durumunda bütün yapının kristallendiğini tespit etmişlerdir [48]. Kingery'nin araştırmaları ise SiO<sub>2</sub> içeriğinin yüksek olması durumunda yüzey kristallenmesinin gerçekleşmesi ile beraber TiO<sub>2</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> gibi çekirdeklendiricilerin kullanılmasıyla bütün hacimde kristallenmenin oluştuğunu göstermiştir [49].

Şekil 2.13'de CAS faz diyagramı gösterilmiştir [50]. Normal camların aksine CAS cam-seramikleri, camsı fazın içerisinde daha düşük genleşme katsayısına sahip Wollastonit (Wollastonite, CaO.SiO<sub>2</sub>) kristal fazlarını içermesinden dolayı heterojen bir kompozit malzemedir [51]. Saf oksitlerden üretilmekle beraber atıklardan da CAS cam-seramikleri üretilebilmektedir. Birçok metalurjik ve endüstriyel atık yüksek oranda CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> içermektedir ve bunlardan toz veya geleneksel yöntemlerle cam-seramikler üretilebilmektedir. Yüksek sertliğin yanı sıra aşınma ve korozyon direnci iyi olan bu malzemeler pompa, boru gibi endüstriyel uygulamaların yanı sıra

yer karosu ve dış cephe kaplama malzemesi olarak da yapı sektöründe kullanılabilir [1].



Şekil 2.13. CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> faz diyagramı [50]

## 2.5. Atıklardan Üretilen Cam-Seramikler

Çevre bilincinin giderek geliştiği bir dönemde bazı atıkların tekrar üretime sevk edilmesi ve hammadde olarak tekrar endüstrinin hizmetine sunulması giderek ilgi çekmektedir. Bu şekilde hem kısıtlı kaynakların daha verimli kullanımı hem de sanayi faaliyetlerinin daha çevreci olması sağlanmaktadır. Yüksek silika (SiO<sub>2</sub>) içeriğine sahip bazı endüstriyel atıkların cam sektöründe değerlendirilmesi son yıllarda hem bilimsel hem de endüstriyel alanda çalışma sahası bulmuştur. Cam üretiminin uzantısı olarak bu endüstriyel atıklar cam-seramik üretiminde de kullanılmaktadır. Cam-seramik üretiminde en yaygın kullanılan atık malzemeler yüksek fırın curufu ve termik santral uçucu külleridir. Bunların dışında da bir takım atık malzemelerden cam-seramik üretimi gerçekleştirilebilmektedir [1].

### 2.5.1. Yüksek fırın cüruflarından üretilen cam-seramikler

Yüksek fırın cürufları demir üretimi esnasında yüksek sıcaklıkta eriyik üzerinden sıyrılarak alınan atık maddelerdir. Yüksek fırınlarda cüruf; yüksek sıcaklık altında demir cevherlerindeki yabancı oksitlerin, ilave malzemeler ve yanan kokun külü ile birleşerek ergimesi sonucu oluşmaktadır. Yüksek fırın hammaddeleri, gang mineralleri, kok külü ve flakslarla birlikte kireç (CaO) ve magnezya (MgO) içerir. Temel mineral oksitler alümina ve silikadır. Bunlar flaks eklenmesiyle atılmaktadırlar. Sonuçta oluşan sıvı cüruf, ergimiş demirin içinde çözünmez ve daha hafif olduğu için bir katman şeklinde sıvı demirin üzerinde birikir. Yüksek fırın cüruflarının içeriğinde  $\text{SiO}_2$  haricinde, flakslardan gelen CaO, MgO,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ve  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  bulunmaktadır. Bu bileşim pek çok cam sistemine benzerlik göstermektedir. Yüksek fırın cüruflarında kristallenme katalisti olarak  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$  ve  $\text{Co}_2\text{O}_3$  kullanılmaktadır. Yüksek sertlik, aşınma ve korozyon dayanımına sahip olan cüruf esaslı cam-seramik malzemelerden dekoratif amaçlı dış cephe ve yüzey kaplamaları ile kömür gibi abrasif aşındırıcıların nakil ve depolanmasında kullanılan plaka ve borular üretilmektedir [52-56].

### 2.5.2. Termik santral uçucu küllerinden üretilen cam-seramikler

Termik santral uçucu küllerinin geleneksel seramik ve elektro seramik üretiminde kullanımı ile ilgili çalışmalar uzun yıllardır devam etmektedir. Termik santral atıklarında iki tür kül ile karşılaşmaktadır. Bunlar uçucu küller (fly ash) ve dip külleri (bottom ash) olmaktadır. Termik santral atık küllerinin % 80'i uçucu küllerdir. Geriye kalan % 20 'lik dip külleri ise fırının tabanından elde edilmektedir. Uçucu kül, termik santrallerde pülverize kömürün yanması sonucu meydana gelen baca gazları ile taşınarak siklon veya elektro-filtrelerde toplanan önemli bir yan üründür. Kömürün yüksek sıcaklıklarda yanması sonucu meydana gelen ergimiş malzeme soğuyarak gaz akışı ile kısmen veya tamamen küresel şekilli kül taneciklerine dönüşmektedir. Bu kül tanecikleri çok ince olup (0,5-150  $\mu\text{m}$ ), baca gazlarıyla sürüklenmeleri nedeniyle uçucu kül olarak adlandırılırlar. Seyitömer termik santralından elde edilen uçucu küllerin tipik bileşimi % 44,58  $\text{SiO}_2$ , % 22,54  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , % 9,85  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , % 6,76 CaO, % 8,98 MgO şeklinde olmaktadır [36]. Uçucu kül

esaslı cam-seramiklerin yapısını geliştirmek amacıyla  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{B}_2\text{O}_3$ , dolomit, atık cam katkılı cam-seramik malzemelerde üretilmiştir. Uçucu kül esaslı cam-seramik malzemeler daha çok yapı malzemesi olarak yer ve duvar karosu, dış cephe malzemesi olarak kullanılmakla birlikte pompa, boru, valf şeklinde çeşitli endüstriyel uygulamalarda da kullanılabilir [1].

### 2.5.3. Diğer endüstriyel atıklardan elde edilen cam-seramikler

Yüksek fırın cürufu ve termik santral uçucu külünün dışında yapısında silika bulunan bazı atıklarda cam-seramik üretiminde kullanılmaktadır. Bunların bazıları bilimsel araştırma boyutunda kalırken bazıları da endüstriyel boyuttadır. Cam-seramik üretiminde kullanılan diğer başlıca atık malzemeler; çöp yakma tesisi atıkları, elektrik ark ocağı tozları, çimento üretim atık tozları, cevher rafinasyonu kuvars ve feldspat atıkları, kanalizasyon çamuru, çinko hidrometalurji atıkları ve kil rafinasyon atıklarıdır [1].

## 2.6. Doğal Kayaçlardan Üretilen Cam-Seramikler

Doğal kayaçlar, geleneksel seramik üretiminde kullanılan önemli hammaddelerdir. Doğal kayaçlar içerisinde yapılarında bulunan yüksek silika bakımından volkanik kayaçlar farklı bir yere sahiptir. Volkanik kayaçlar yer küredeki aktif volkanik hareketlilik sonucunda oluşan kayaçlardır. Magmatik yapıların atmosfer ortamına çıkıp soğuması ile oluşurlar. Bu yapılar buldukları bölgeye göre farklı bileşimlerde olabildikleri gibi soğuma ve katılma farklılıklarından dolayı da farklı cinslerde oluşurlar. En çok rastlanan volkanik kayaçlar; bazalt, riyolit, andezit, granit, gabro ve diorittir. Volkanik kayaç bileşimleri farklılık göstermekle birlikte yapılarında en çok bulunan oksitler  $\text{SiO}_2$  (genel olarak %45 'in üstünde) ve  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (genel olarak %15'in üstünde)'dir. Bileşimlerinde rastlanan diğer başlıca oksitler;  $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  ve  $\text{FeO}$  'dir.

Cam-seramik üretiminde en çok kullanılan volkanik kayaç bazalttır. Bunun yanı sıra bazalt yerkürede en çok rastlanan volkanik kayaçların başında gelir. Yapılan araştırmalar bazaltın kayaçlarının yer kabuğunun 2,5 milyon  $\text{km}^2$ 'den fazlasını

kapladığını ortaya çıkarmıştır. Bu durum bazaltı kolay elde edilebilen ucuz bir hammadde haline getirmiştir.

Ülkemiz bazalt kaynakları açısından oldukça zengindir. Tablo 2.1’de ülkemizde bulunan bazı bazalt kayaçlarının kimyasal bileşimleri verilmiştir [16, 57].

Tablo 2.1. Ülkemiz bazaltlarının kimyasal bileşimleri (% ağırlıkça) [16]

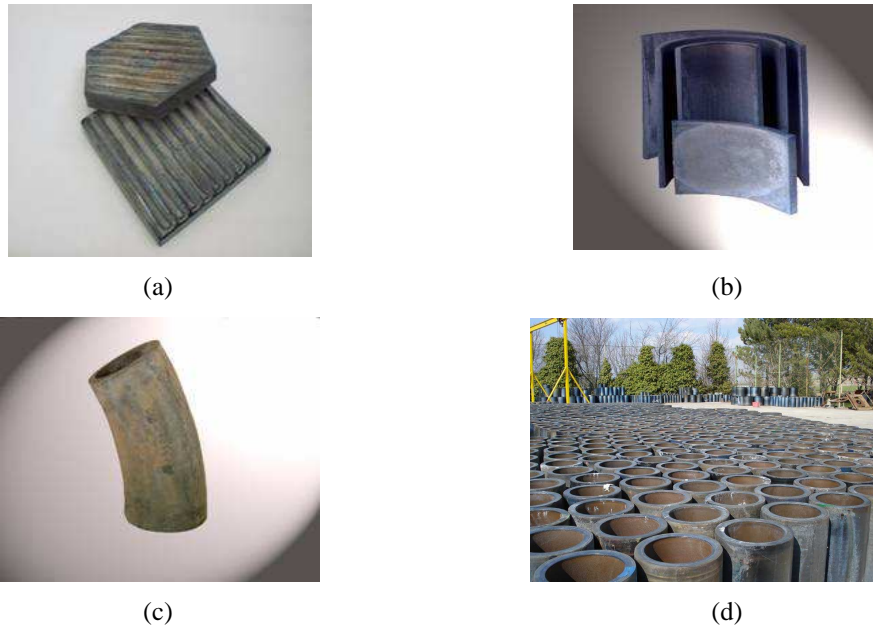
Oksit	Manisa yöresi (Kula)	Konya yöresi (Acıgöl)	Erciyes dağı (Akdere)	Doğu Anadolu (Nemrut Kayaçları)
SiO <sub>2</sub>	47,50 - 48,24	50,13	47,50	46,55
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	18,52 -20,95	17,60	18,04	13,23
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,29 - 4,75	2,49	3,13	1,90
FeO	5,20 - 6,32	5,00	6,41	7,14
CaO	7,56 - 8,37	11,26	10,35	18,90
MgO	4,36 - 5,54	7,09	7,18	7,88
Na <sub>2</sub> O	5,08 - 7,66	4,04	3,50	2,96
K <sub>2</sub> O	0,69 - 2,31	0,91	0,49	1,26
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,13 - 0,97	0,18	0,22	0,22
H <sub>2</sub> O	0,02 - 0,46	0,16	-	0,36
TiO <sub>2</sub>	-	-	1,36	2,29
MnO	-	-	0,14	0,18

Bazalt cam-seramikleri, bazalt kayaçlarının 1300-1500 °C’lerde mullit veya ZAS (ZrO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>) esaslı refrakterlerle kaplı fırınlarda ergitilip kalıplara dökülmesi ve ısı ile işleme kristallendirilmesi ile elde edilir. Yüksek mukavemeti, termal



kararlılığı ile iyi aşınma direnci ve özellikle alkali ortamlardaki kimyasal dayanıklılığı endüstriyel uygulamalar için bazaltı, cam-seramik üretiminde kullanılabilir hale getirmiştir. Bu özellikleri ile bazalt cam-seramikler endüstriyel uygulamalar için ucuz ve potansiyel malzemelerdir [4].

Bazalt cam-seramikleri boru, plaka ve dirsek şeklinde (Şekil 2.13 ) pnömatik ve hidrolik sistemlerde, siklon ve seperatörlerde, kanallı ve zincir taşıyıcılarda, silolarda, mikserlerde ve tanklarda kullanılmaktadır [3].



Şekil 2.14. a) Plaka, b) Oluk, c) Dirsek d) Boru şeklinde üretilen bazalt cam-seramikleri [3, 58]

## 2.7. Cam-Seramiklerin Başlıca Özellikleri

Cam-seramik malzemeler yüksek sertlik, yüksek mukavemet, yüksek aşınma direnci, termal ve kimyasal kararlılık gibi özellikleri ile ön plana çıkmaktadır. Cam-seramiklerin en belirgin özelliği, oldukça ince ve küçük tanecik büyüklüğüne sahip olmalarıdır. Aynı zamanda, ideal polikristal yapılarıdır. Bundan dolayı, çok iyi dokuda ve sertliktedirler. Rastgele yönelmişlerdir. Ortalama kristal büyüklüğü birkaç mikrondan büyük değildir. Bu değer yaklaşık olarak 200–300 Å'dür. Camların kristallenmesiyle oluşan bazı malzemeler daha büyük ortalama tanecik boyutlarına sahiptirler. Bu durumda çekirdeklenme yoğunluğu azdır ve kristal büyüme küresel yapıdadır. Fakat bu tipte oluşan çoğu yapılar iyi mekanik dayanıklılığa sahip

değildir. Düşük genleşmeli cam-seramikler için kristal fazların hacim oranları 0,86 – 0,90 arasındadır. Bu durumda, geri kalan artık cam hacim oranı 0,1 bölgesinde olacaktır [14].

Cam-seramik malzemelerde kristal fazların hacim oranının düşük olması, malzemelerin sıvı fazların etkisinde olduğuna işaret eder. Bu düşük değerler 0,35-0,40 aralığından daha az olması anlamına gelir. Hacim oranlarının eşit olması iki fazın birbirleri içine saçılarak örgü oluşturmalarına neden olur [14].

Kristal fazların oranlarının fazla olması, komşu kristallerin arasında ince bir katman olarak kalmasına veya bazı durumlarda tane sınırlarında izole olmuş cepçikler şeklinde bulunmasına sebep olur. Cam-seramiklerdeki kristaller, homojen sıvı (cam) fazların çökmesi yoluyla olduğundan rastgele yönelmişlerdir. Yönlenmelerin olmaması cam-seramiklerin izotropik olması anlamına gelir. Hatta farklı kristalografik yönlerde kristallerin varlığı, farklı özelliklere sahip olmasını sağlayabilmesine rağmen bunlar cam-seramik içinde ortalama davranış gösterirler [14]. Tablo 2.2’de cam-seramiklerin bazı fiziksel özelliklerinin bazı mühendislik malzemeleri ile karşılaştırılması görülmektedir.

Cam-seramiklerin mukavemet, elastisite, sertlik, aşınma dayanımı gibi özellikleri, partikül boyutu, kristalin faz hacmine, arayüzey bağ kuvvetine, elastik modül ve termal genleşme katsayısına göre değişir. Arttırılmış mukavemet ince tane ve homojen mikro yapının göstergesidir. Cam-seramiklerin bazı özellikleri diğer cam türleri ve bazı malzemeler ile Tablo 2.3 ve Tablo 2.4 ’te karşılaştırılmıştır [59].

Tablo 2.2. Cam-seramiklerin bazı fiziksel özelliklerinin diğer bazı mühendislik malzemeleri ile karşılaştırılması [60]

Malzeme	Yoğunluk (kg/m <sup>3</sup> )	Termal iletkenlik (W/m <sup>o</sup> C)	Termal genişleme katsayısı 20÷100 °C, (10 <sup>-6</sup> m/ m °C)	Elektriksel direnç (Ωm)
Cam	2304	34	1	10 <sup>7</sup>
Cam-seramik	2592	33	9,4	10 <sup>12</sup>
Plastik	1296	0,2	6,7	8.10 <sup>14</sup>
Çelik	8064	47	11,9	20
WC-%6Co	16000	86	7,4	6.10 <sup>-8</sup>

Tablo 2.3. Cam-seramiklerin elastik modüllerinin diğer bazı cam ve seramiklerle karşılaştırılması [13]

Malzeme	Elastik modül (MPa 10 <sup>-4</sup> )	Malzeme	Elastik modül (MPa 10 <sup>-4</sup> )
Cam-seramik	8-14	Yekpare seramik	7
Silika camı	7,4	Elektroporselen	6,7
Sodyum silikat camı	7	Sinter MGK	21
Boro-silikat camı	6,6	Mermer	2,7-8,2
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	28-35	Granit	4,2-6

Tablo 2.4. Cam-seramiklerin eğme mukavemetlerinin diğer bazı seramik ve metallerle karşılaştırılması [13]

Malzeme	Eğme gerilmesi (MPa)
Cam-seramik	70-350
Yüzeyi modifiye edilmiş cam-seramik	1400 üstü
Cam	55-70
Elektroporselen	86-140
Al <sub>3</sub> O <sub>3</sub>	212-350
Dökme demir	140-320
Çelik	300-1400

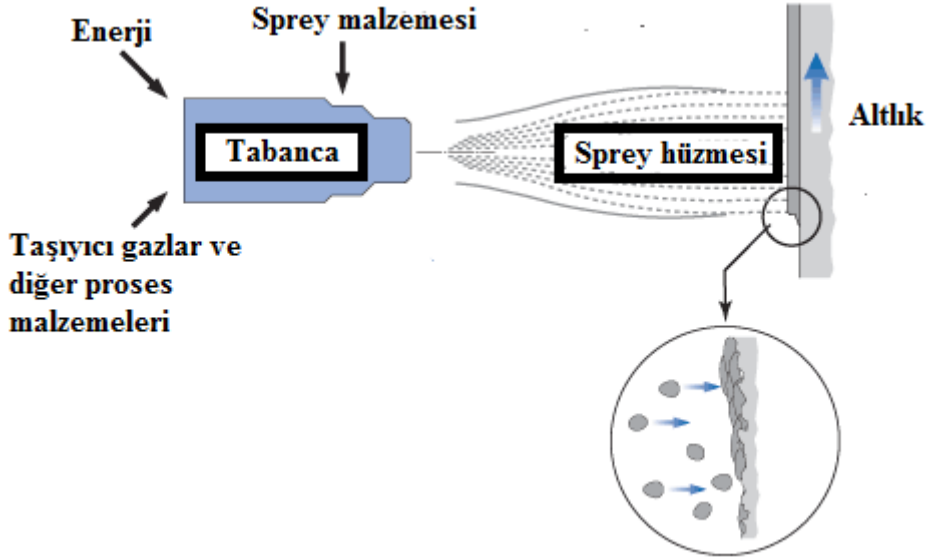
## 2.8. Cam-Seramiklerin Kullanım Alanları

Cam-seramikleri de içerisine alan seramik malzemeler grubu, genellikle mühendislik uygulamalarında kullanılan malzemelerdir. Diğer herhangi bir malzeme grubununkine benzemeyen ve bu malzemelerin karşılayamayacağı sertlik, aşınma direnci, oksidasyona, korozyona ve yüksek sıcaklıklara dayanım, boyutsal kararlılık, optik ve diğer geçirim karakterlerinin yanı sıra elektriksel özelliklerinden dolayı özel birtakım uygulamalarda kullanılırlar. Cam-seramiklerin tümü bu özellikleri taşıyor olsa da her malzeme, her özel ürün, mühendislik performansları yönünden çeşitli avantaj ve dezavantajlara sahiptir. Özel uygulamaların gerekleri doğrultusunda malzeme ve bileşenlerin geliştirilmesi, tasarım mühendisleri ve cam-seramik uzmanlarının ortak çalışmaları ile gerçekleştirilmektedir. Bu anlamda cam-seramiklerin faydalandığı bazı kullanım alanları; motor valf, pompa ve boru uygulamaları, işlenebilir cam-seramikler, refrakter cam-seramikler, yüksek dielektrik sabitine sahip malzemeler, elektronikte altlık uygulamaları, radyoaktif atık depoları, düşük ve sıfır genleşmeli malzemeler, malzeme bağlantıları, süper iletken malzemeler, biyomedikal uygulamalardır [1].

## BÖLÜM 3. TERMAL SPREY YÖNTEMLERİ

### 3.1. Giriş

Termal spreyci işlemleri; alev spreyci, elektrik ark spreyci ve plazma ark spreyci olmak üzere 3 ana gruba ayrılır. Bu enerji kaynakları kaplanacak malzemeyi ısıtarak (toz, tel veya çubuk) ergimiş veya yarı ergimiş hale getirmek için kullanılır. İşlem ısıtılan partiküllerin hızlandırılıp diğerc bir taşıyıcı gaz veya atomizasyon jeti yardımıyla hazırlanmış olan yüzeye çarpması esasına dayanır (Şekil 3.1). Bu partiküllerin yüzeye çarptığında yassılaşıarak yüzeye yapışır. Sonraki gelen partiküllerde üst üste birikerek kalınlaşır ve yüzeyde kaplama tabakasını oluşturur. Partiküllerin kısmen yada tamamen eriyerek yüzeye çarpıp yassılaştıran bu hallerine splat denir [61].



Şekil 3.1. Termal spreyci işleminin temel şeması [62]

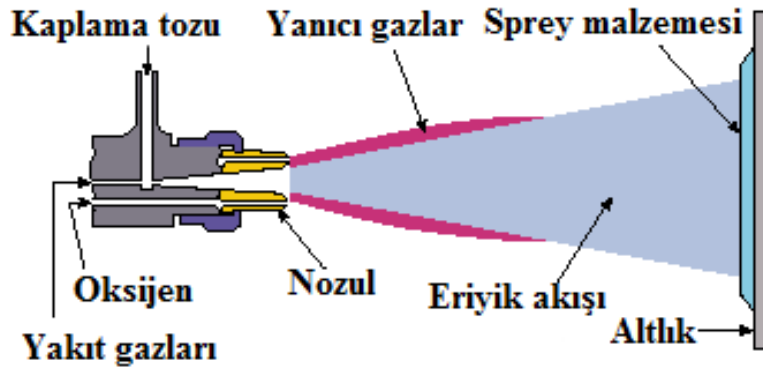
Alev spreyci, elektrik ark spreyci ve plazma ark spreyciden oluşan termal spreyci kaplamalar bu yöntemlerin partikül hızı ve kullanılan atmosfere bağılı olarak çeşitlendiğı alt sınıflara ayrılır [63]. Bu yöntemler aşağıda açıklanmıştır.

### 3.2. Alev Spreyleme Yöntemleri

Alev spreyleme yöntemleri düşük hızda (alev/tel, alev/toz) ve yüksek hızda (HVOF, detonasyon tabancası) olmak üzere 2'ye ayrılır.

#### 3.2.1. Düşük hızlı alev spray yöntemleri (alev/tel, alev/toz)

Bu işlem erime sıcaklığı oksii-asetilenin alev sıcaklığından daha düşük olan tel yada toz halindeki metalin yüzeye püskürtülmesi esasına dayanır. Şekilde şematik olarak gösterilen alev spray işleminde alev sıcaklığı 3300 °C'ye kadar yükselirken iş parçasının sıcaklığı 200 °C'yi geçmez. Partikül hızı genel olarak 100 m/s nin altında olan bu yöntemde kaplamada fazla miktarda porozite olup, bağ mukavemeti de oldukça düşüktür. Şekil 3.2'de alev spray yönteminin şematik gösterimi görülmektedir. Bu yöntem genellikle düşük ergime derecesine sahip malzemeler için kullanılır [63,64,65].



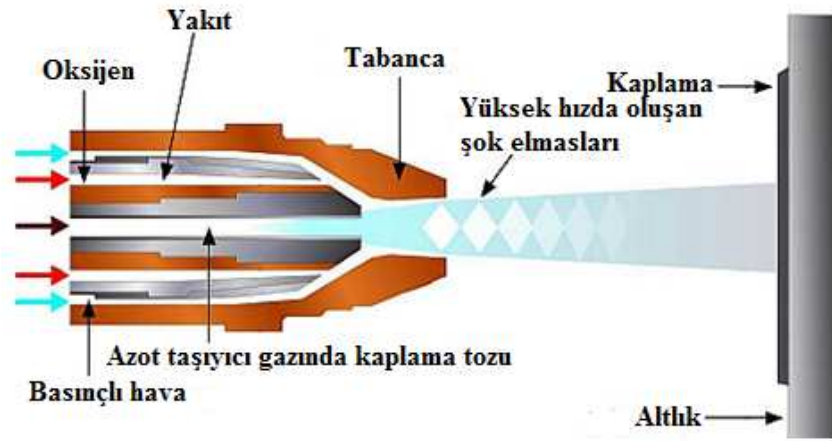
Şekil 3.2. Alev spray sisteminin şematik gösterimi [66]

#### 3.2.2. Yüksek hızlı alev spray yöntemleri (HVOF, D-gun)

##### 3.2.2.1. HVOF (Yüksek hızlı oksii-yakıt)

HVOF' ta bir gaz yakıt (hidrojen, propan veya propilen) ve oksijen 2500–3100 °C sıcaklık aralığındaki yakma ortamının oluşturulması için kullanılır. Yakıt olarak kullanılan propan, propilen, hidrojen ve asetilen gibi gazlar yanma odasında oksijen ile sürekli bir şekilde yanarlar. Bu işlemle elde edilen kaplamalar çok yoğun olup,

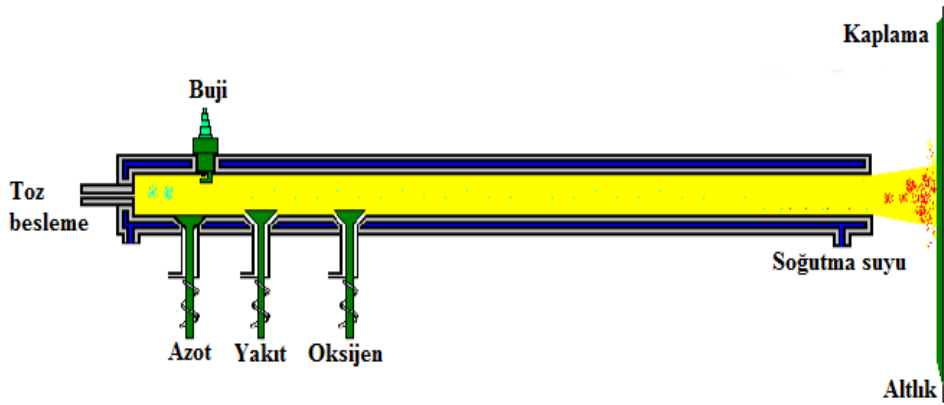
gözenek sayısı da düşük seviyelerdedir. Bu işlem genellikle karbür tozlarının kaplanması için kullanılmakta olup partikül hızının en yüksek olduğu termal sprej kaplama yöntemidir. Öyle ki partiküller 1350 m/s hıza kadar çıkabilirler. Şekil 3.3’de HVOF sprej yönteminin şematik gösterimi görülmektedir. Kaplama yüzeyi daha az pürüzlü olan bu kaplama prosesinde ayrıca bağ mukavemeti de çok yüksek olup işlem esnasında oksitlenme riski daha azdır. Metalik ve seramik kaplamaların uygulanması için uygundur. [63,64].



Şekil 3.3. HVOF sprej proses şeması [67]

### 3.2.2.2. D-Gun (Detonasyon tabancası)

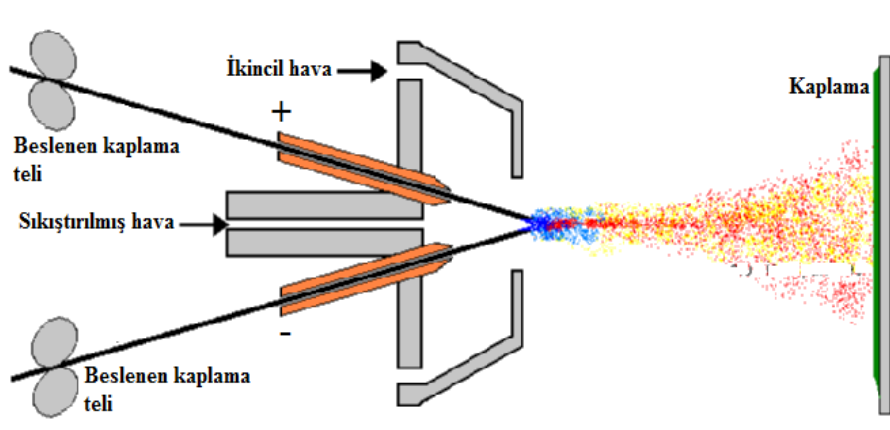
Bu sistemde yakıt olarak asetilen gazı ile oksijen yanma odasında bir buji yardımı ile ateşlenir. Bu ısı ve detonasyon dalgalarıyla, kaplanacak olan toz ergitilerek yüksek hızla (yaklaşık 800 m/s) altlık malzeme yüzeyine çarptırılması sonucu kaplama elde edilmektedir. Bağ mukavemeti oldukça yüksek olan bu işlemde, kaplamalar yoğun olup, gözenek miktarı da çok azdır. Şekil 3.4’de D-gun yönteminin şematik gösterimi görülmektedir. Bu sistemdeki enerji ihtiyacı plazma ve HVOF yöntemlerine göre daha azdır [63,64,68].



Şekil 3.4. D-Gun kaplama prosesinin şeması [64]

### 3.3. Elektrik Ark Sprey İşlemi

Elektrik ark sprej işleminde bir tabanca içinde iki adet tel elektrot mevcuttur. Bu iki elektroda güç kaynağı ile çok yüksek doğru akım uygulanarak ark oluşturulur. Kaplama malzemesi tabanca içerisine tel halinde sürülür. Oluşan ark etkisinde eriyen kaplama teli basınçlı hava etkisi ile altlığa püskürtülür. Partikül hızı yaklaşık 240 m/s civarlarındadır. Genellikle bakır ve çinko gibi sünek malzemelerin kaplanmasında kullanılır. Altlık malzemenin sıcaklığı oldukça düşüktür. Çünkü sıcak gaz jeti altlık üzerine direkt etki etmemektedir. Şekil 3.5’de elektrik ark sprej yönteminin şematik gösterimi görülmektedir. Elektrik ark sprej işleminde korumalı, vakum veya inert ortamlarda çalışmak mümkündür [61,63].

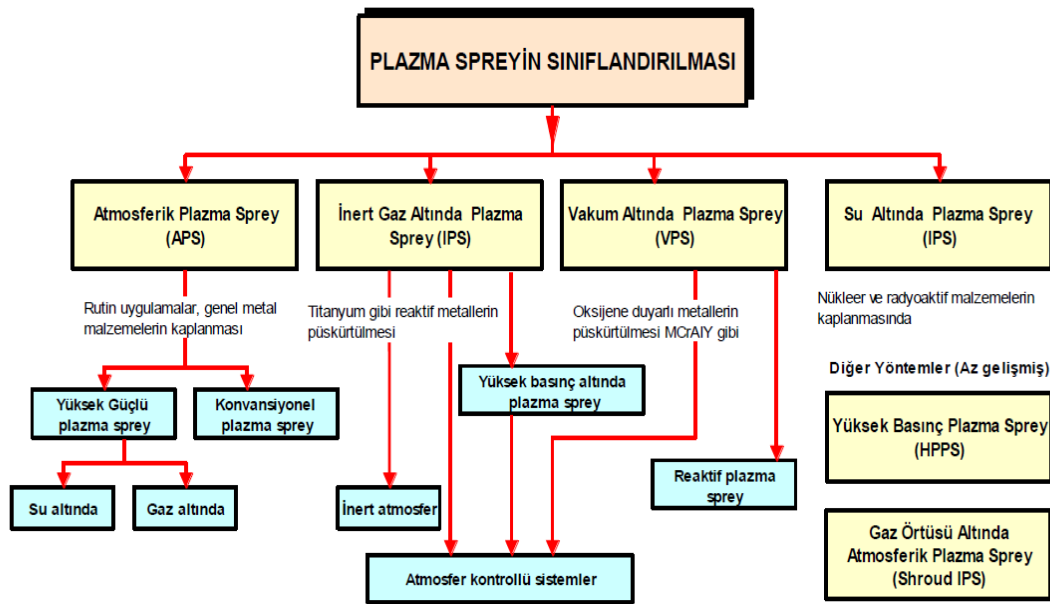


Şekil 3.5. Elektrik ark spreyleme prosesi [69]



### 3.4. Plazma Ark Sprey İşlemi

Toz şeklindeki malzemenin iyonize olmuş bir gaz yani plazma ortamında ergitilip kaplanacak yüzeylere püskürtülmesi esasına dayanır. Plazma sıcaklığı 16000°C 'ye çıkabilir. Bu sıcaklıkta bilinen bütün malzemeler eriyebilir. Plazmayı oluşturmak için bir inert gaz doğru akım arkı ile ısıtılarak elde edilir. Toz beslemesi taşıyıcı gaz ile tabancaya getirilir ve plazma jeti ile iş parçasına hızlandırılır. Altlık malzemenin sıcaklığı 90–200 °C aralığındadır. Ticari plazma sprej tabancaları 20–200 kW aralıklarında çalışmaktadır. Bu yöntem en çok kullanılan termal sprej kaplama işlemi olup özellikle yüksek erime noktasına sahip oksit seramiklerin kaplanmasında kullanılır. Plazma sprej yöntemi kullanılan atmosfere göre farklı şartlar altında uygulanabilir. Plazma sprej kaplama işleminin kullanılan atmosfere göre sınıflandırılması Şekil 3.6 'de görülmektedir [61,63].



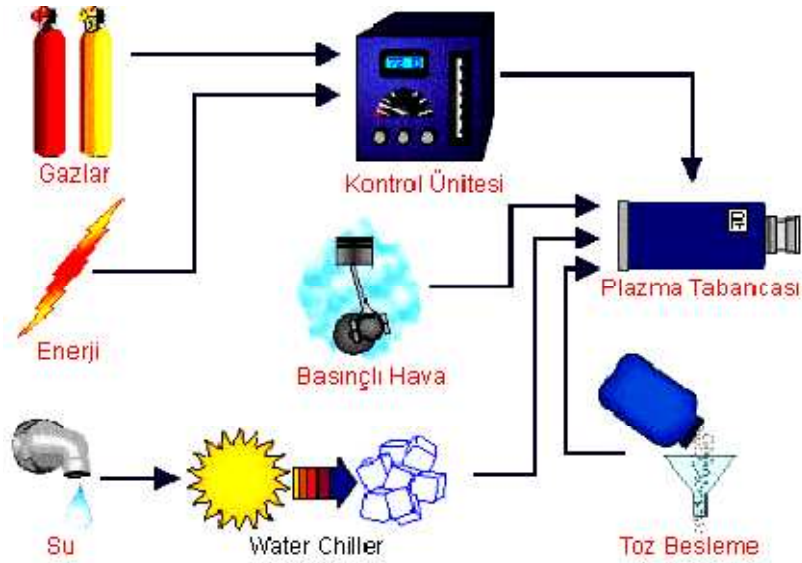
Şekil 3.6. Plazma sprej yönteminin sınıflandırılması[70]

#### 3.4.1. Plazma sprej yönteminin prensipleri

Plazma sprej kaplama işleminin gerçekleştirildiği sistem ve toz püskürtmede kullanılan tabanca ve işlem şematik olarak Şekil 3.7'de gösterilmiştir.

Plazma sprej kaplama sistemi başlıca 6 üniteden oluşmaktadır. Bunlar;

- a – Güç ünitesi
- b – Gaz ünitesi
- c – Toz besleme ünitesi
- d – Soğutma sistemi
- e – Sprey tabancası
- f – Kontrol ünitesi



Şekil 3.7. Plazma spreyleme işleminin şematik gösterimi [70]

Plazma sprej yönteminde gereken enerji için güç ünitesi tarafından sağlanan doğru akım, elektrik arkı nozul ile elektrot arasında oluşur. Plazma püskürtme tabancası, tungsten (katot) ve bakır (anot)'ın bulunduğu iki elektrottan oluşturulmuştur. Anot ve katot arasında oluşturulacak olan elektrik arkı sisteme girecek olan plazma gazlarını 6000 – 16000 °C sıcaklık aralığına kadar ısıtarak iyonize hale (plazma) getirir. Bu iyonize gazlar ile birlikte ergimiş partiküller yüksek hızla tabanca nozulundan altlığa doğru gönderilirler. Buradaki plazma gazları olarak H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>, Ar veya He kullanılabilir [61].

Yüksek sıcaklığın etkisiyle ergiyen tozlar kaplama yapılacak yüzeyin üzerinde hızlı bir şekilde katılaşır. Katılaştıran partiküller üst üste birikerek kaplama tabakasını oluşturur. Tabanca içindeki kanallarda plazma kaplama prosesi boyunca soğutmayı sağlamak için su dolaşmaktadır.

Plazma sprej kaplama sisteminin enerjisini sađlayan g¼c ünitesi ile kaplama kalitesi arasında dođrudan bir iliřki mevcuttur. Plazma sprej iřleminde kullanılan ilk kaynaklar 40 kW'lik g¼c ünitelerine sahip iken son yıllarda 120-200 kW'lik g¼c üniteleri kullanılmaktadır. Böylece plazma sprej üniteleri artan güçleri ile yüksek partik¼l hızlarına ulařarak daha düşük poroziteli, daha yođun ve üst¼n özellikli kaplamalar üretilmeye başlanmıřtır [61].

Plazma sprej kaplama tekniđinin sađlamıř olduđu en büyük avantajlar ařađıda verilmiřtir.

1. Sahip olduđu çok yüksek sıcaklık nedeniyle ergime noktası yüksek olan pek çok malzeme bu yöntemle kaplanabilir.
2. Plazma sprej prosesi malzeme bakımından geniř bir uygulama alanına sahip olup metal, seramik, polimer ve bunların farklı kombinasyonlarının kaplanmasında kullanılabilir.
3. Argon, hidrojen ve azot gibi plazma gazları sayesinde malzemenin oksitlenmesi büyük oranda engellenmektedir.
4. Ergitme, sentezleme ve yođunlařma ařamalarının tek kademedede gerçekleřmesi ađısından pratiktir.
5. Yöntem tüp, boru gibi büyük boyutlu seramik parçaların kaplanmasına imkan tanır.
6. Hava ortamının haricinde koruyucu atmosfer, vakum veya sualtı gibi ortamlarda uygulanabilir [71,72].

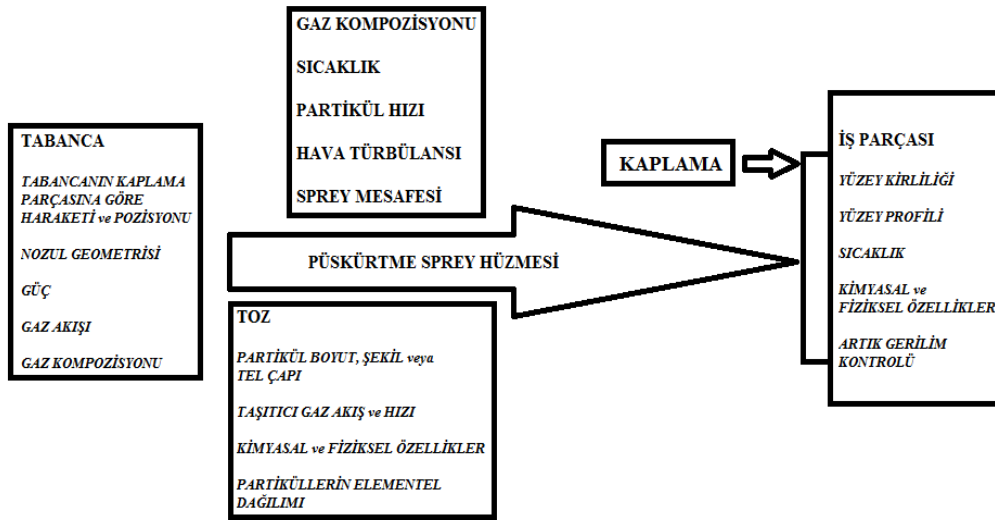
### **3.4.2. Plazma sprej parametreleri**

Plazma sprej kaplama iřlemine etki eden parametreler ařađıda verilmiřtir:

- a.) Güç çıkıřı
- b.) Ark gaz basıncı
- c.) Koruyucu gaz basıncı
- d.) Toz gaz basıncı

- e.) Toz besleme oranı
- f.) Toz boyutu ve şekli
- g.) Kaplama açısı
- h.) Yüzey pürüzlülüğü
- i.) Yüzey sıcaklığı
- j.) Sprey mesafesi
- k.) Sprey atmosferi

Bu parametreler plazma jetindeki gaz kompozisyonu, ısı içeriği ve soğutma oranı gibi ikincil parametreleri kontrol edebilirler. Bu parametreler elde edilen kaplamanın, mikroyapı, porozite, yoğunluk, kaplama kalınlığı gibi özelliklerini doğrudan etkiler. Aşağıdaki şekilde plazma sprej kaplama üzerindeki etkili parametrelerin kaplama ekipman ve bileşenlere (toz, gaz, altlık) bağlı olarak şematik gösterimi mevcuttur (Şekil 3.8).



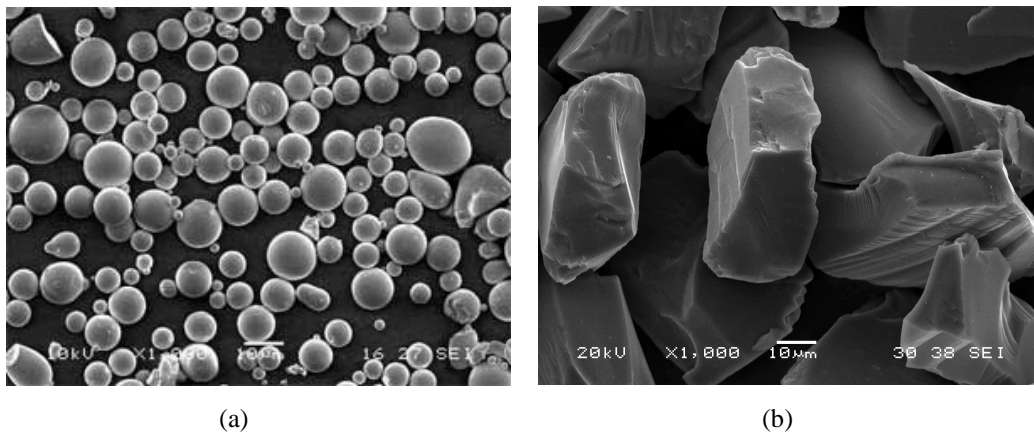
Şekil 3.8. Plazma sprej kaplama parametrelerinin şematik gösterimi [70,71]

Kaplamanın iyi yapılabilmesi için kaplanacak yüzeyin pürüzlü olması; oksit, yağ, kir ve tozlardan arındırılması gerekmektedir. Yüzey pürüzlendirilmesi genellikle kum veya alümina gibi bir aşındırıcı tozun, kaplanacak yüzeye basınçlı hava ile püskürtülmesiyle sağlanmaktadır. Bu işleme “kumlama” adı da verilmektedir. Kumlama haricinde mekanik olarak ta yüzey hazırlama işlemi yapılabilir. Kumlama işlemi genellikle karbür yada oksit esaslı seramik tozların altlığa basınçlı hava kompresörü ile püskürtülmesi şeklinde sağlanır. Bunun haricinde yüzeye ara

kaplama uygulamakta bir çeşit yüzey pürüzlendirme işlemi olarak kabul edilmektedir.

Plazma sprej kaplama işleminde kullanılan tozların boyut dağılımı ve şekli son derece önemlidir. Çünkü bu parametreler tozun akışkanlığını direk olarak etkiler. Plazma kaplama sisteminde kullanılacak kaplama tozunun akışkan olması önemlidir. Aksi halde toz besleme ünitesi tabancaya homojen miktarda toz gönderemez ve kaplama kalınlıkları farklı olur yada tozun akışkanlığı ileri derecede sorunlu ise toz besleme ünitesi tıkanır. Termal sprej uygulamalarında 5-200  $\mu\text{m}$  aralığında toz kullanılabilirse de daha çok tercih edilen boyut 20-100  $\mu\text{m}$  'dur. Atmosferik plazma sprej kaplam için ise tavsiye edilen kaplama tozu ortalama boyutu 50  $\mu\text{m}$  olmaktadır. Kaplama esnasında çok ince tozlar buharlaşarak sistemi terk eder çok kaba tozlar ise porozite oluşumuna sebep olarak kaplama kalitesini bozarlar bu yüzden toz boyut aralığının belirli değerlerde kalması önemlidir [61,64].

Toz şeklinin plazma kaplama işlemine etkisi farklı açılardan ele alınabilir. Küresel tozlar şekilsiz tozlara göre daha iyi akışkanlığa sahip oldukları için kaplama prosesinde tercih edilirler. Diğer yandan ise küresel yapılı tozlar şekilsiz partiküllere göre daha yavaş ergirler. Çünkü yüzey/hacim oranları düşüktür. Bu özellikler dikkate alındığında seramiklere göre kolay ergiyen metalik tozlar küresel formlarda seçilirken zor ergiyen seramik esaslı tozlar genellikle köşeli formlarda seçilir [70]. Şekil 3.9'da farklı toz şekline sahip metalik ve seramik esaslı tozlar görülmektedir.



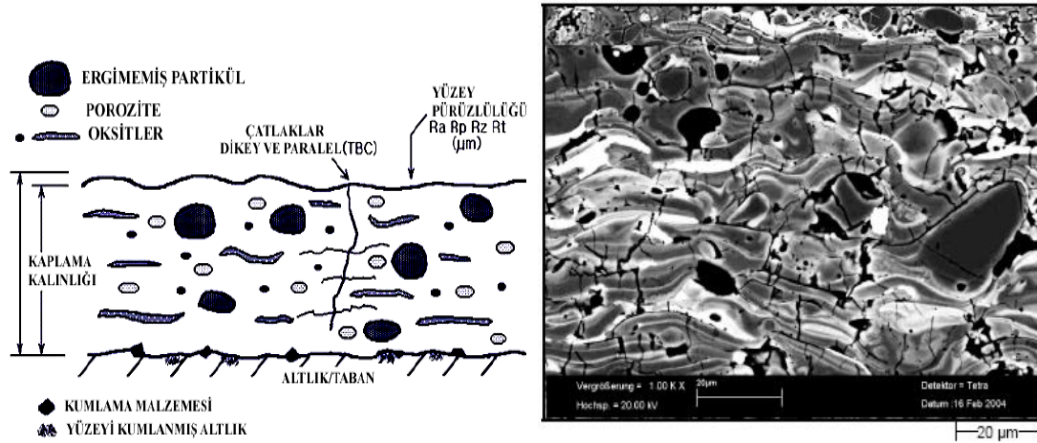
Şekil 3.9. a) Gaz atomizasyonu ile üretilmiş metalik tozlar, b) SiC tozu [73]

### 3.4.3. Plazma kaplamaların temel özellikleri

Herhangi bir uygulamada kullanılacak kaplamaların mekanik özelliklerinin ve yük altında gösterdiği davranışların bilinmesi malzeme seçimi ve kullanımı açısından büyük önem taşımaktadır. Kaplamaların temel özellikleri aşağıda kısaca açıklanmıştır.

#### 3.4.3.1. Mikroyapı özellikleri

Plazma kaplama işlemi esnasında ergitilen partiküller, altlığa ulaşmaya kadar yüzey gerilimlerinin sonucu olarak yağmur damlası veya küresele yakın formda bulunur. Ergiyen yada yarı ergimiş partiküller çok yüksek kinetik enerjiyle, tam sıvı veya yarı ergimiş halde altlık yüzeyine çarptığı anda ince taneli tabaka halinde katılır. Ergimiş damlacıkların katılması oldukça karmaşık bir süreçtir. Katılma 1µs'den daha az bir sürede oluşur. Bu şekilde milyonlarca ergimiş tozların üst üste birikmesiyle lamelli yapıda bir kaplama tabakası meydana gelir. Yüzey çarparak deforme olan her yapıya "splat" denir. Plazma sprej kaplama tabakalarının özellikleri bu splat yapıları ile doğrudan ilgilidir. Splat tabakalarının yapılarını ise partiküllerin sıcaklık, hız ve viskoziteleri belirler. Plazma sprej kaplama tabakaları homojen değildir ve farklı fiziksel ve kimyasal özellikler gösterirler. Ergitilen partiküllerden elde edilen kaplama yapısı yarı kararlı veya amorf faz halinde olabilir. Şekil 3.10'da karakteristik plazma sprej tabaka yapısı görülmektedir. Plazma sprej tabakalarının mikro incelenmesi sonucunda en çok rastlanan yapılar; oksitler, poroziteler, ergimemiş yada yarı ergimiş partiküller, inklüzyonlar ve mikroçatlaklardır [70,71].



Şekil 3.10. Klasik bir plazma kaplama tabakasına ait mikroyapı görüntüleri [70]

### 3.4.3.2. Porozite ve yoğunluk özellikleri

Plazma sprey yönteminde metalik esaslı kaplamalar için neredeyse teorik yoğunluklara ulaşılırken seramik esaslı kaplamalarda %3-20 arasında gözeneklilik görülmektedir. Porozite, püskürtme yoluyla üretilen kaplamaların karakteristik özelliğidir. Bazı durumda poroziteli yapılar tercih edilirken (örneğin termal bariyer uygulamalarındaki düşük termal iletkenlik için) bazı uygulamalarda ise (örneğin yüksek aşınma direnci için) yüksek yoğunluğa ihtiyaç duyulmaktadır. Plazma sprey kaplamalarda, porların geometrisi ve dağılımı üniform değildir. Porların çapları 20 ila 100  $\mu\text{m}$  arasında değişmektedir. Poroziteleri oluşturan çeşitli nedenler vardır. Bunların başlıcaları;

1. Kaplama esnasında ikinci bir partikül aynı bölgeye ulaşmış bir önceki partikülün üstüne ulaştığında boşluk oluşturabilir. Bu olaya gölge etkisi denir.
2. Kaplama esnasında oluşabilen dar delikler ve/veya gaz inklüzyonları poroziteye neden olabilirler.
3. Ergimemiş yada daha büyük partiküllerin ortamda bulunması poroziteye neden olabilir.
4. Aşırı ısınmadan ve yüksek hızdan kaynaklanan partikül patlamaları ve böylece ortaya çıkan yıkıcı şok dalgaları poroziteye neden olabilir.

Kaplamalarda poroziteyi azaltmak için alınabilecek bazı önlemler mevcuttur bunların başlıcaları;

1. Altlık yüzeyini önceden ısıtarak temas sıcaklığını arttırmak ve yüzeye çarpan ergimiş damlacıkların vizkozitelerini azaltmak,
2. Düşük basınçlı (LPPS) plazma sprej sistemi kullanarak partiküllerin çarpma hızlarını dolayısı ile kinetik darbe enerjilerini arttırmak,
3. Kaplama sonrası bazı işlemler uygulamak, (tavlama yaparak katı hal difüzyonu ile mikroporozitelerin azaltılması, kaplamalara sıcak izostatik pres uygulanması, lazer ile yüzey yoğunlaştırma işlemleri, düşük sıcaklık uygulamaları için kaplamaların polimerle infiltrasyonu v.b.)

Plazma sprej kaplamalarda porozite miktarının tayini archimedes metodu, noktasal sayım yada basınçlı porozimetre kullanımı gibi işlemler başta olmak üzere farklı metodlar kullanılarak yapılabilir. Porozite kaplamaların, sertlik, aşınma direnci ve yapışma mukavemetini azaltır ve kullanım ortamına bağlı olarak iş parçasının servis ömrünü kısaltabilir [70,71].

### 3.4.3.3. Yapışma ve iç gerilme özellikleri

Plazma sprej kaplamalarda yapışma üç ana mekanizma tarafından kontrol edilir. Bunlar;

- a) Mekanik bağlanma: Mekanik bağlanmada yüzey pürüzlülüğü önemli rol oynar. Altlıkların kaplanmadan önce mekanik olarak pürüzlendirilmesi işleminin (kumlama) aslı bu mekanizmaya dayanır. Mekanik bağlanmanın etkin olabilmesi için partiküllerin yeterli plastikliğe, yüksek darbe hızlarına, düşük vizkoziteye ve iyi ıslatabilirliğe sahip olması gerekir.
- b) Fiziksel bağlanma: Bu mekanizma Fick kanunlarına göre temas sıcaklığının artması ile artan difüzyonun kontrol ettiği difüzyon kontrollü bir bağlanmadır. Altlıkların ön ısıtma işlemine tabi tutulması ile fiziksel bağlanma etkin halini alır. Ön ısıtma işlemi ayrıca iç gerilmelerin azaltılmasını sağlar. Difüzyon kontrollü bir durum olan fiziksel bağlanma genellikle yapışma mekanizmaları içerisinde küçük bir role sahiptir.



- c) Kimyasal bağlanma: Bu olay ince reaksiyon katmanlarının yapışmayı gerçek bir metalurjik bağ oluşturarak moleküler düzeyde meydana getirmesi ile oluşur.

Kaplamaların bağ/yapışma mukavemeti, kaplama parametrelerine, kaplanması istenen malzeme özelliğine, ve altlığın cinsine (demir veya demir dışı) ve altlık yüzeyinin durumuna (temizliğine, pürüzlülük derecesine ve geometrisine) bağlı olarak değişir. Plazma spreyle üretilen seramik kaplamalar, gevrek ve kırılğan yapıları nedeniyle, metal esaslı kaplamalara nazaran daha düşük yapışma mukavemetine sahiptir. Kaplamaların yapışma mukavemeti artan tabaka kalınlığı nedeniyle azalır. Altlık ile seramik tabaka arasındaki termal genleşme uyumsuzluğunun giderilmesine yönelik uygulanan ara metalik kaplamalar (Ni-Al, Ni-Cr, NiAlCrY), yapışma mukavemetini olumlu yönde geliştirir [70,71].

#### 3.4.3.4. Mekanik özellikleri

Plazma spre kaplamalar aşınma, sertlik gibi mekanik özellikler bakımından üstün kaplamalardır. Kaplamalar, muhtelif tür aşınmalara (abrazif, adhezif, erozif vb.) karşı genel olarak yüksek direnç gösterirler. Karbürler (WC, TiC, Mo<sub>2</sub>C, TaC, NbC, Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>), sert oksitler (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiO<sub>2</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), metaller (W, Mo, Ti, Ta) ve bazı alaşımlar (NiCoCrAlY) aşınmaya dirençli başlıca örneklerdir. Karbürlerin ergime sıcaklıkları oldukça yüksek olduklarından ve oksidasyon, dekarbürzasyon olayları genellikle çok yüksek sıcaklıklarda olduğu için genellikle saf karbür tozları tam olarak ergitilemezler. Bu yüzden bu tozlar Ni, Co, Cr gibi metalik tozlar ile karıştırılarak kolay ergimeleri sağlanır. Oksit esaslı seramikler yüksek sertlikleri ve ergime sıcaklıkları nedeniyle özellikle aşınma uygulamalarına karşı başarıyla kullanılmaktadır. Kaplamaların sertliği; püskürtülen malzemeye, kaplama sistemine ve proses parametrelerine bağlıdır. Artan püskürtme hızı ile sertlik ve yoğunluk artar. Kaplama malzemesinin karbür, metal veya oksit karakterli seramik olması durumuna göre tabakanın sertliği değişir. Örnek olarak kalite bir çeliğin ısıtılma sonrası sertlik değeri yaklaşık 700 Vickers (55 HRC), bir elektrolitik sert krom kaplamanın 800-900

Vickers iken oksit esaslı seramiklerin sertlik değeri 1200 HV<sub>0.3</sub>'den (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) başlayıp 1600 HV<sub>0.3</sub>'e (Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) kadar çıkabilmektedir [70,71].

Kaplamaların mukavemetine etki eden en önemli faktörlerden birisi kaplamanın kalınlığıdır. Kaplama kalınlığı ile kalıntı gerilme adı verilen iç gerilmeler genel olarak doğru orantılı olarak değişir. Mukavemet ise artan kaplama kalınlığı ile ters orantılı olarak düşer. Kalıntı gerilmelerin artışı kaplamanın altlıktan ayrılmasını teşvik eder. Ayrıca, kaplama tabakalarının elastisite modülünde artışlar, yüksek porozite ve oksit içeriği mukavemeti olumsuz yönde etkiler. Tabaka lamelleri arasındaki kohezyon kuvveti, kaplamanın mukavemetini ifade etmektedir [74].

### 3.4.3.5. Termal genleşme ve termal iletkenlik

Kaplamalar için termal genleşme ve termal iletkenlik çok önemli parametrelerdir. Altlık ile kaplama malzemesinin termal olarak uyum içerisinde olması sağlıklı kaplama tabakalarının elde edilmesi açısından çok önemlidir. Öyle ki termal genleşme katsayılarının birbirinden çok farklı olması iş parçasının sıcaklığa maruz kaldığı durumlarda altlık ve kaplama tabakasının farklı oranlarda genleşmesine dolayısı ile kaplamanın zarar görmesine sebep olur. Örneğin; metal altlıklar ile seramik esaslı kaplamalar arasındaki termal uyumsuzluklar kalıntı gerilmelerin oluşmasına ve işlem sonrası kaplamaların dökülmesine sebep olabilir. Bu durumun önlenmesi için genleşme katsayıları birbirine yakın altlık ve kaplama malzemeleri seçmek bütün riski ortadan kaldırmaz. Bu amaçla termal spreycaplamalarda ara bağlayıcı malzeme yada malzemeler kullanılmaktadır. Bağ tabaka adı verilen bu katmanlar tek yada çok tabaka olarak kullanılabilir. Genellikle bağ tabakalar Ni, Cr, Al gibi metalik tozların kombinasyonları şeklindedir. Bağ tabaka kalınlıkları güncel çalışmalarda 75-125 µm arasında değişmektedir [61,74].

Plazma spreycaplama uygulamalarında ana kaplamadan önce kaplanan bağ tabakanın sağladığı avantajlar aşağıda verilmiştir;

1. Farklı termal genleşme katsayılarına sahip malzemeler (altlık metal, kaplama seramik) kaplanması işlemlerinde sağlam kaplama tabakalarının elde edilmesi

2. Altlık malzemeyi korozyon ve oksidasyon problemlerinden korumak,
3. Sert altlık malzemelerin yüzey pürüzlendirilmesi işleminin efektif olarak yapılamaması durumlarında kullanılabilme,
4. Bağlanma hatalarına karşı ilave emniyet sağlamak için pürüzlendirilmiş altlık malzeme yüzeyine ara kaplama uygulanmasının yapılabilmesi,

#### **3.4.4. Plazma sprej kaplamaların endüstriyel uygulama alanları**

İleri teknolojik seramiklerin kullanım alanları yüksek sıcaklık ve yüksek aşınma direncine ihtiyaç duyulan genel olarak metallerin yeterli olmadığı uygulamalar sayesinde her geçen gün artmaktadır. İleri teknolojik seramiklerin üretimleri genel olarak, hammaddelerin fabrika yada laboratuvar ortamlarında hazırlanması ve kompleks bazı prosesler ile mümkün olup zahmetli ve maliyetli işlemlerdir. Bunun yerine kaplama uygulamaları ile malzeme yüzeylerine ileri teknolojik seramik özelliklerinin kazandırılması pratik ve daha az maliyetli işlemler olarak karşımıza çıkar. Seramik esaslı kaplamalar bu gereksinimler doğrultusunda sürekli olarak gelişmektedir. Termal sprej kaplama yöntemleri ile seramik kaplama üretimi günümüzde oldukça geniş uygulama alanına sahiptir. Örneğin; seramik kaplama uygulamalarında uçak ve uzay endüstrisinde kullanılan parçaların yüksek sıcaklık oksidasyonuna karşı korunmasına yönelik ilk çözüm, plazma sprej yöntemiyle mümkün olmuştur. Termal bariyer amaçlı seramik kaplama uygulamaları, uçak ve gaz türbin motorlarında, türbin kanat ve yanma odalarında verimliliği artırmış ve türbin ömrünü arttırmıştır.

Bu sektörde elde edilen sonuçların başarısı plazma püskürtme yönteminin diğer bir çok alana yayılmasına öncülük etmiştir. Endüstrinin çeşitli kollarında halen sürekli veya otomatik-yarı otomatik kontrollü plazma püskürtme sistemleri ile metalik, intermetalik, alaşım, plastik, oksitli, karbürü, nitrürlü seramik veya sermet gibi kompozit esaslı kaplama malzemeleri tek katman ve/ya çok katman olarak altlık malzemeye kaplanabilmektedir. Ayrıca plazma sprej kaplama, parçaların servis ömürlerini tamamladıktan sonra onarımı amacıyla veya çalışmakta olan parçaların üretim anında kaplanmadan servise sunulmuş ancak hasar görmüş parçaların onarımı ve servis ömrünü arttırmak amacıyla da kullanılabilir [61,70,75].

Plazma sprej kaplamaların kullanıldığı başlıca kullanım alanları şunlardır;

a) Otomotiv Endüstrisi : Motorlar yüksek sıcaklık ve yoğun aşınma etkilerinin görüldüğü ortamlardır. Sürekli çalışan bir araç motor ciddi oranda ısınır. Motorların piston ve subap gibi parçaları da sürekli olarak sürtünme ve darbe etkilerine maruz kalır. Şekil 3.11’de plazma sprej kaplama işlemi uygulanmış dizel motor pistonu görülmektedir. Otomotiv endüstrisinde dizel motorların piston başlıkları, subap yüzeyleri ve silindir kapakları yakıtın daha yüksek yanma sıcaklıklarına ulaşması, ısı kayıpların azaltılması ve motor veriminin artırılması için  $ZrO_2$  esaslı malzemelerle kaplanmaktadır [70].



Şekil 3.11. Plazma sprej tekniği ile zirkonya (YSZ) kaplanmış dizel motor pistonu [76]

b) Uzay ve Havacılık Endüstrisi : Gaz türbin motoruna hava kompresörüyle giren toz parçacıklarının oluşturduğu aşınma ve erozyon etkilerine karşı  $Cr_3C_2 + \%25 NiCr$ , WC-Co kaplamalar atmosferik plazma sprej (APS) tekniği ile uygulanmaktadır. Uçakların kalkış ve iniş hareketleri esnasında eğer kıyı şeridindeyseler tuzlu su ortamının etkisi motorlarda ciddi korozyon sorunları ortaya çıkartmaktadır. Ticari uçaklarda yanma odasında gaz sıcaklığı  $1077\text{ }^{\circ}C$  'ın üzerine çıkmaktadır. Yanma odaları genellikle ergime sıcaklığı  $1227-1317\text{ }^{\circ}C$  arasında olan süper alaşımlardan yapılmaktadır. Eğer bir termal bariyer kaplama uygulanmadığı takdirde önemli sürünme, oksidasyon sorunları ortaya çıkarmaktadır. Şekil 3.12’de plazma sprej kaplama işlemi ile kaplanmış jet motor parçası görülmektedir [70].



Şekil 3.12. Atmosferik plazma sprej yöntemi ile kaplanmış jet motor parçası (basınçlı hava ve yakıtın yanma odasına ait) [62]

c) Tıp ve Biyomedikal Uygulamalar : Tıbbi implant malzemeler, paslanmaz çelik, CoCrMo alaşımı ve TiAlV alaşımı gibi biyo-inert malzemelerden üretilmektedir. Ortopedik amaçlı implant malzemeler (örneğin diş sabitleştirici vidalar, diz eklemleri, kalça protezleri) hidroksi apatit olarak tanımlanan ve insan kemiği bileşimindeki malzemeler ile vakum plazma sprej yardımıyla kaplanır. Hidroksiapatit kaplamalar, yoğun trafik kazalarının yaşandığı ülkemiz için büyük bir ekonomik potansiyel oluşturmaktadır. Tıbbi konudaki bir diğer uygulama ise titanyum kaplamalardır. Ortalama tane boyutu 40 µm olan Ti partikülleri plazma sprej yöntemi ile kaplanır. Kaplama kalınlıklarının ortalama 20-30 µm, yüzey pürüzlülüklerinin ise 15 µm olduğu bu kaplamalar kemik dokusu ile oldukça iyi bir biyouyumluluk göstererek ortopedik implant üretimi için uygun bir kaplama oluşturmaktadır. Şekil 3.13’de plazma sprej kaplanmış implant malzeme görülmektedir [70].



Şekil 3.13. Plazma sprej yöntemi ile Ti-Co-Cr kaplanmış paslanmaz çelik esaslı kalça implant malzemesi [62]

d) Tekstil Endüstrisi : Tekstil endüstrisinde iplik çekme ve sarma makinelerinde kullanılan iplik yönlendirme kılavuzları, galetler, domuz kuyrukları gibi aksamlar

sentetik fiberlerin yol açtığı yüksek aşınmaya maruz kalmaktadırlar. Bu aşınma parçaların atmosferik plazma spreyle  $Al_2O_3$ ,  $Al_2O_3-TiO_2$  ve  $Cr_2O_3$  kaplaması uygulamasıyla önlenir. Şekil 3.14’de plazma spre yöntemi ile kaplanmış tekstil makaraları görülmektedir [70].

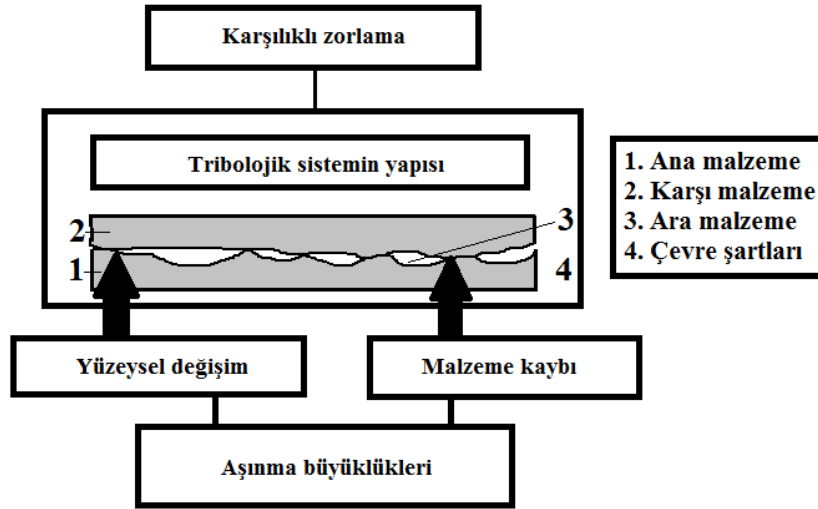


Şekil 3.14. Tekstil endüstrisinde kullanılan plazma spre kaplanmış çelik makaralar [62]

## BÖLÜM 4. AŞINMA

### 4.1. Aşınma Mekanizmaları

Aşınma bağıl hareketteki yüzeylerin karşılıklı etkileşimini inceleyen bilim olarak tanımlanabilir. Aşınmanın esasını temas eden yüzeylerdeki malzeme kaybı oluşturur. Aşınma, sürtünme ve yağlama konularını içine alan bilim ve teknoloji dalına ise triboloji denir. Türkçede sürtünme bilimi olarak da anılır. Aşınma tribolojik olarak bakıldığında şüphesiz en önemli konudur. Ana malzeme (aşınan), karşı malzeme (aşındırıcı), ortam, yük ve hareket unsurlarının tamamı bir tribosistem oluşturur. Şekil 4.1’de bir tribosistemin şematik yapısı görülmektedir.



Şekil 4.1. Bir tribosistemin şematik gösterimi [77]

Tribolojide daima yüzey çiftleri ele alınır. Yani sürtünme ve aşınma davranışları aslında sadece malzeme özelliği olarak ele alınmaz, aynı zamanda kayma yüzey çiftleri içindeki etkileşimleri ve ortam etkisini de içeren sistem özellikleri olarak kabul edilir. Tribolojide önem kazanan diğer başlıca malzeme özellikleri; ısıl iletkenlik, ısıl genleşme, ıslatma kapasitesi, mukavemet, yüzey sertliği ve yorulma

ömrüdür. Tribolojide ısı özelliklerinin önemi sürtünen ve aşınan malzemelerin ısınmasından ileri gelmektedir [77].

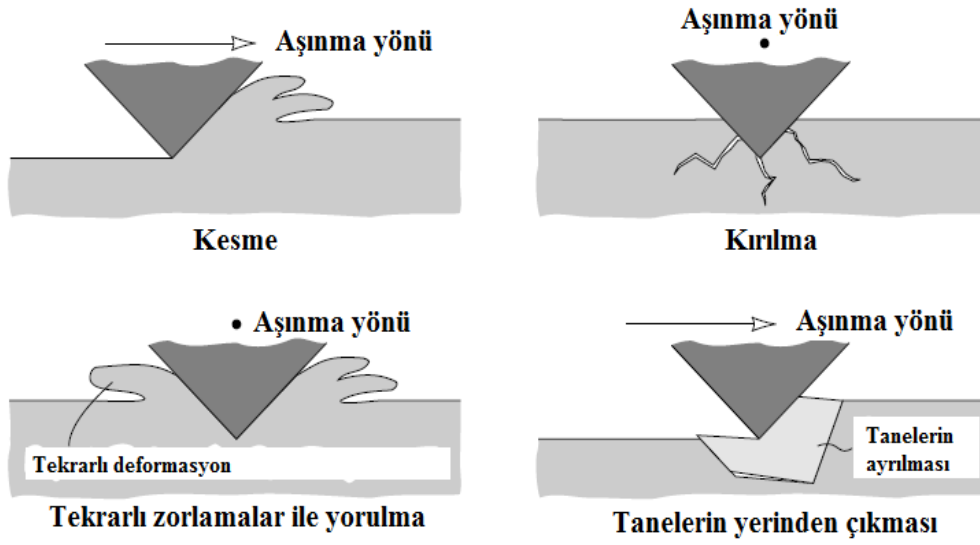
Aşınma genellikle önceden bilinen bir hasar tipidir. Birbiri ile temasta olan malzeme yüzeyleri oksit filmleri veya yağlayıcılar ile korunsalar da mekanik zorlamalar altında oksit tabakasının veya yağlamanın bozulması iki yüzeyin birbirine doğrudan temas etmesine sebep olabilir. Bu koşullarda oluşan sürtünme malzemelerin servis ömrünü kısıtlayan aşınma olayına neden olur. Bu durum yağlama, filtreleme, uygun malzeme seçimi ve uygun tasarım gibi önlemler ile azaltılabilir. Ancak kesinlikle tamamen önlenemez [77].

Bir tribolojik sistemin elemanları arasında çeşitli zorlamalar sebebi ile meydana gelen aşınmanın farklı türleri ve dolayısı ile farklı sınıflandırmaları söz konusudur. Bu mekanizmaların başlıcaları aşağıda verilmiştir.

#### **4.1.1. Abrazif aşınma**

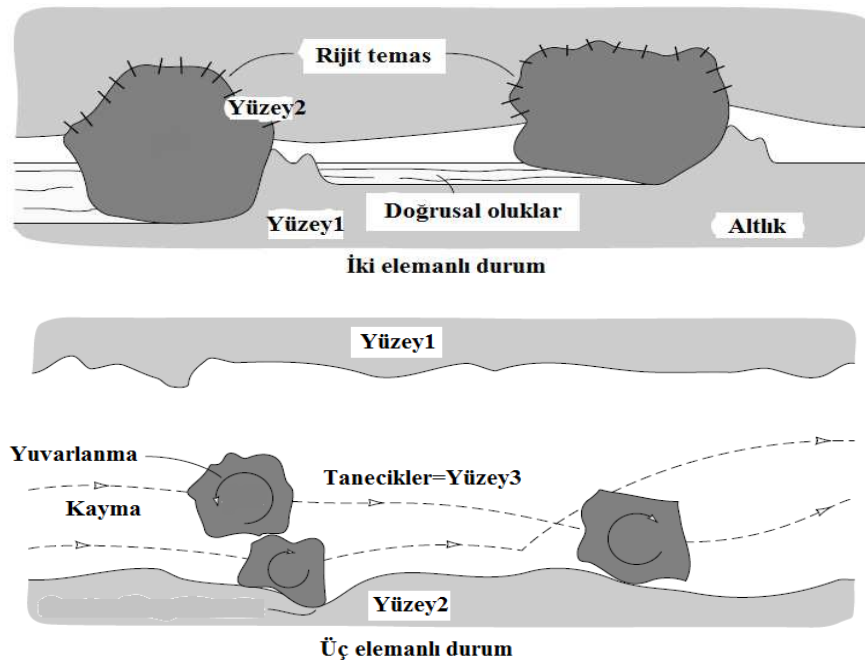
Sert partikül veya sert yüzey kabarıklarının katı yüzeylerde hareket etmesi ile oluşur. Abrazif aşınma katı bir nesnenin yük altında kendi kadar yada kendinden daha sert malzemeler ile karşılaştığı her durumda kaçınılmaz olan bir hadisedir. Çizici kesici yada çarpan zorlamalar sebebi ile meydana gelen bir aşınma mekanizmasıdır. Herhangi bir malzeme yumuşak olsa bile ortamdaki sert partiküller sebebi ile abrazif aşınmaya sebep olabilir. Şekil 4.2’de abrazif aşınmanın meydana getirdiği başlıca hasar mekanizmaları görülmektedir.





Şekil 4.2. Abrazif aşınma mekanizmaları [78].

Abrazif aşınma kendisini iki elemanlı ve üç elemanlı olmak üzere iki farklı şekilde gösterebilir. İki elemanlı aşınma pürüzlü bir yüzeyin yada hareketsiz aşındırıcı taneciklerin yüzeyden malzeme kaldırması ile meydana gelir. Üç elemanlı aşınma ise iki yüzey arasında hareket edebilen tanelerin yüzeyden malzeme kaldırması ile oluşur [78].

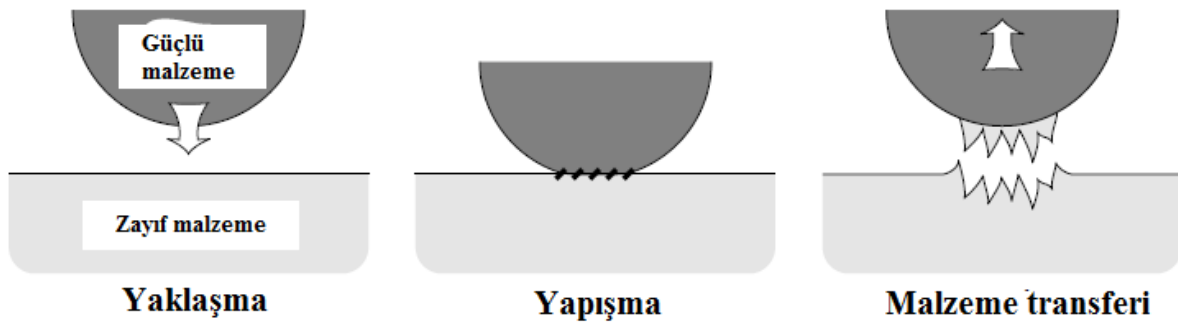


Şekil 4.3. İki elemanlı ve üç elemanlı abrazif aşınmanın şematik gösterimi [78].

#### 4.1.2. Adhesif aşınma

Adhesif aşınma oldukça değişken sürtünme katsayıları ve yüksek aşınma oranları ile kendini gösteren ciddi bir aşınma mekanizmasıdır. Özellikle birbirleri ile kayma sürtünmesi yapan malzemelerde görülen bir olaydır. Birbiri üzerinde kayan yüzeylerin ancak küçük bir kısmı temas halindedir. Bu küçük yüzeylerdeki gerilmeler çok düşük yüklerde dahi akma gerilmesi sınırına ulaşırlar yada geçerler. Böylece moleküler yapışma kuvvetleri etkisini gösterir.

Bir katının diğer bir katı ile teması belli koşullar altında gerekli bir durumdur. Temas eden yüzeylerde yapışma etkisi kendini gösterir. Yapışma etkisi artan yüzey pürüzlülüğü ve yüzey sertliği ile azalan bir etkiye sahiptir. Bu aşınma mekanizmasında, karşılıklı çalışan yüzeylerde yapışma olup, karşılıklı yüzeylerde malzeme film transferine neden olur. Yüzeyler arasındaki yapışmayı gözlemlemek zordur. Adhezyon ve kayma deneyleri yüksek vakum altında atmosfer koşullarında verdiği tribolojik sonuçlardan farklı sonuçlar verir. Şekil 4.4'de adhezyon mekanizması ile malzeme transferi görülmektedir.

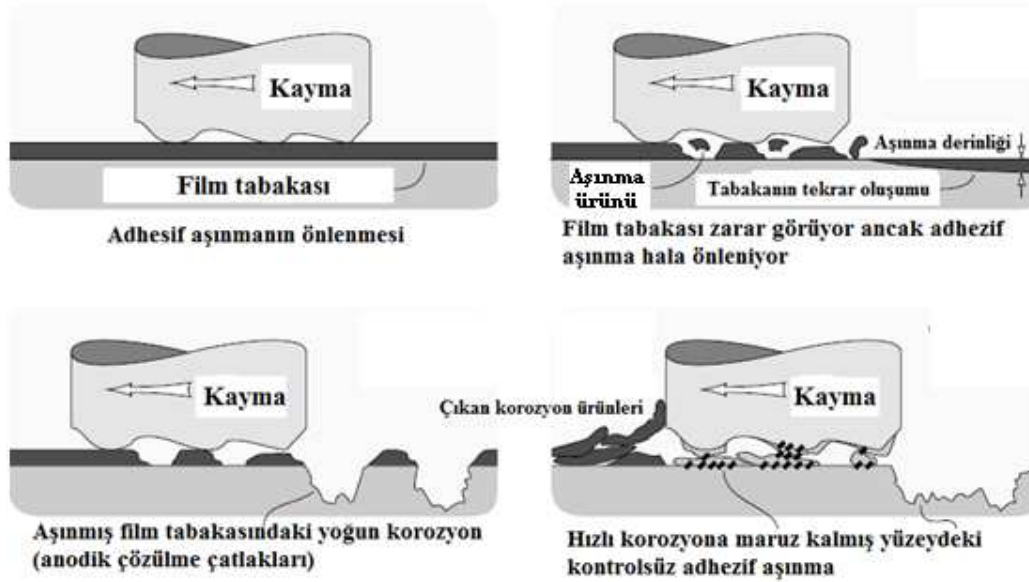


Şekil 4.4. Adhezyon ile malzeme transferi [78]

#### 4.1.3. Korozif aşınma

Malzemenin çevre ile kimyasal ve elektrokimyasal etkileşiminden dolayı oluşan bir aşınma mekanizmasıdır. Yüzeyde korozyona karşı koruyucu bir tabaka oluşmazsa korozif ortamda aşınma kaçınılmazdır. Adhesif aşınmayı önleyen yüzeydeki

kimyasal reaksiyonlar kontrol edilmez ise ciddi malzeme kaybına yol açarlar. Bir malzemenin yüzeyinde korozyon önleyici bir tabaka oluşması şu olayları beraberinde getirir. Oluşan yağlayıcı tabaka korozyon ve aşınmaya karşı dayanıklıdır. Bu film tabakasının deforme olması aşınmayı hızlandırır. Öyle ki aşınmış film tabakası ile alt malzeme bir galvanik çift oluşturabilir. Böylece aşınma hızı artar. Şekil 4.5’de korozif bir aşınma mekanizmasının şematik gösterimi görülmektedir. Şekilde korozyondan koruyucu tabaka oluşumu, tabakanın mekanik etkiler ile zarar görmesi sonucunda malzemenin hala adhezif aşınmaya direnmesi, film tabakasının tamamen aşınması ile yoğun korozif aşınma etkisi ve hızlanan korozif etkiler sonucunda ortaya çıkan adhezif aşınma etkileri net olarak görülmektedir [78].

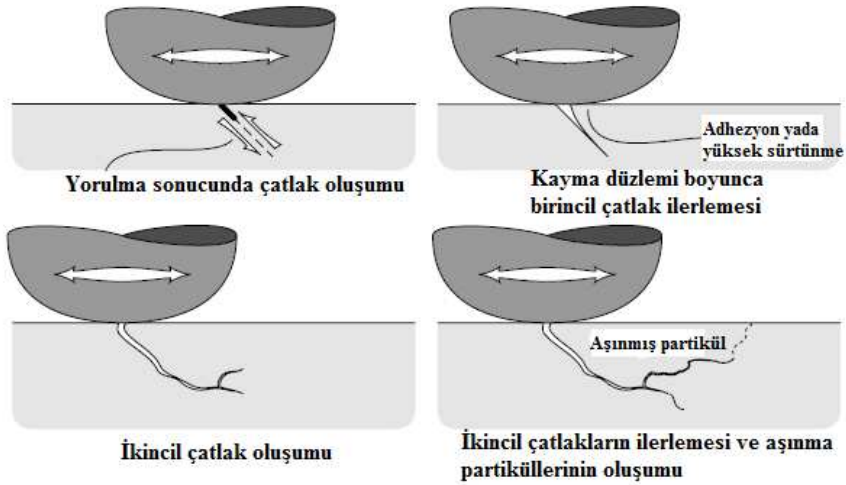


Şekil 4.5. Korozif aşınma mekanizmasının şematik gösterimi [78]

#### 4.1.4. Yorulma aşınması

Yorulma aşınması, genellikle sıcaklık ve mekanik etkilerin bir kombinasyonudur. Sıcaklık ve mekanik etkilerin belli periyotlar ile tekrarlanmaları bünyede çatlak ve kırıkların oluşmasına sebep olur. Tekrarlı yükleme ve deformasyonlar, çatlakların genişlemesine, ilerlemesine ve diğer komşu çatlaklarla birleşmesine neden olur. Çatlaklar yüzeye paralel doğrultuda oluşur ve sonuçta uzun ince aşınmış tabakalar

meydana gelir. Şekilde yorulma ile çatlak oluşumu ve ilerleme mekanizması görülmektedir [79].



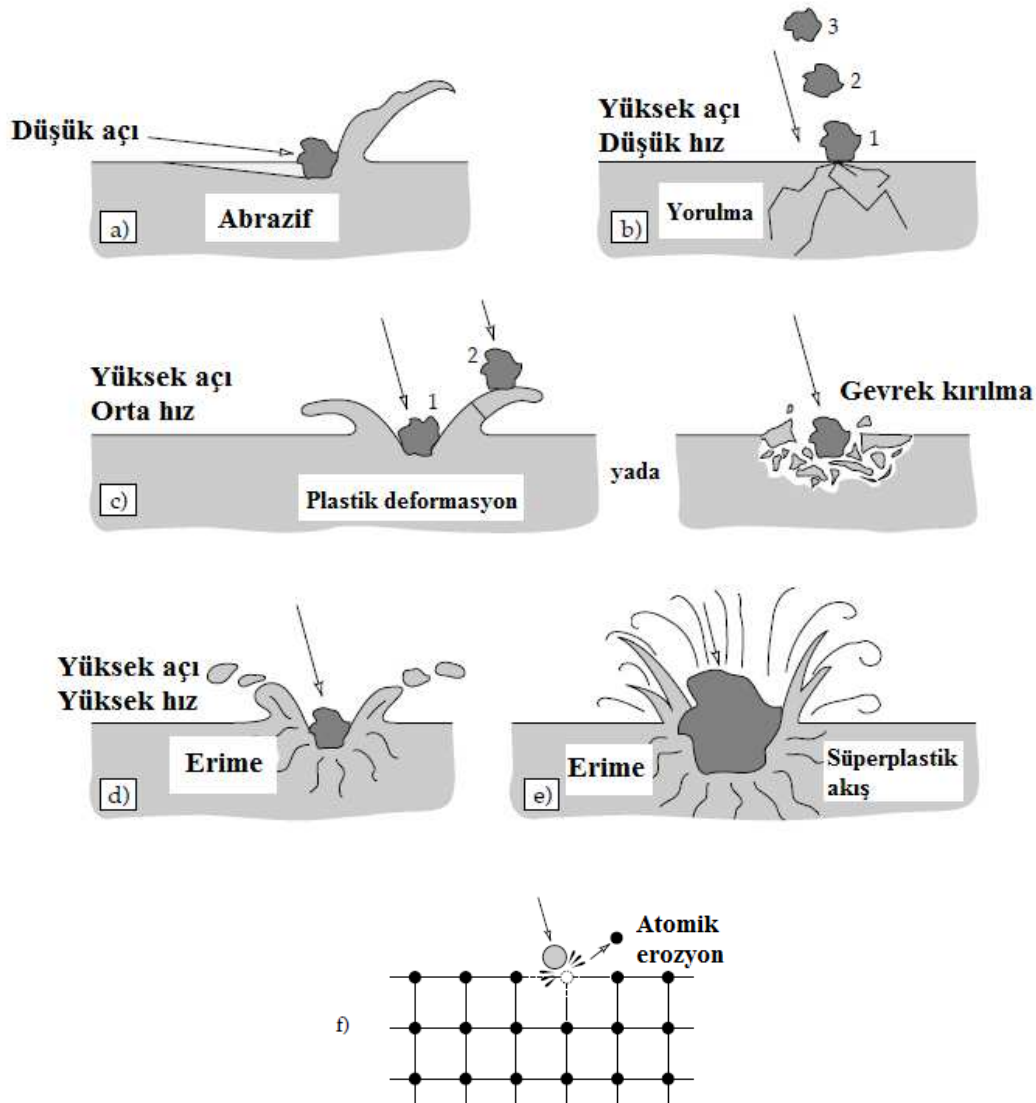
Şekil 4.6. Yüzey çatlak oluşumu ve ilerlemesi sürecinin şematik gösterimi [78]

Birincil çatlaklar yüzeyden başlayarak kayma düzlemleri boyunca yayılırlar. Birincil çatlakların varolan derin çatlaklar ile birleştiğinde ikincil çatlaklar oluşabilir. Gelişmekte olan çatlakların bu şekilde ilerlemesi ile yüzeyden partiküller ayrılır.

#### 4.1.5. Eroziyon aşınma

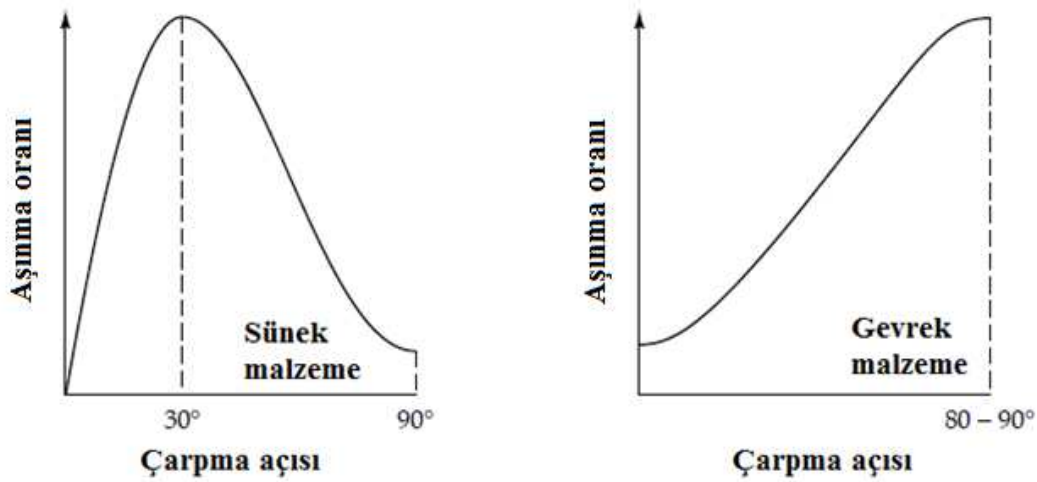
Erozyon bir akışkana karşı malzemenin yüzeyinden madde kaybı olarak tanımlanabilir. Akışkan sıvı veya gaz halde olabileceği gibi katı (toz) halde de olabilir. Yüzeye çarpan malzemenin tipine göre katı yada sıvı partikül erozyonu olarak adlandırılır. Eroziyon aşınma çok rastlanılan bir aşınma türüdür. Örneğin olarak uçakların gaz tribün bıçaklarında uçuş esnasında kum ve benzeri yapıların oluşturduğu aşınmanın neden olduğu hasar söylenebilir. Bu aşınma tipinde erozyona sebep olan partiküllerin özellikleri çok önemlidir. Eroziyon aşınma pek çok aşınma türünü içinde bulunduran geniş bir kavramdır. Aşınma mekanizmalarının tayin eden başlıca parametreler malzeme cinsi, partikülün çarpma açısı, çarpma hızı ve boyutudur. Eğer çarpan partikül sert ve katı bir halde ise aşınma abrazyon karakterlidir. Eğer aşındırıcı ortam sıvı ise olay abrazyondan çok sıvı akışkanın tekrarlayan stresleri ile oluşan bir mekanizma haline gelir.

Şekil 4.7’de çarpma açısının ve partikül hızının erozyona etkileri görülmektedir. Eğer çarpma açısı düşük ise olay abrazif eğilimlidir. Yüksek çarpma açılarında ise tipik erozif aşınma etkileri görülür. Partikül hızının erozif aşınma üzerindeki etkisi büyüktür. Eğer partikül hızı çok düşük ise darbedeki stres plastik deformasyon için yetersiz kalır ve aşınma kendini yorulma olarak gösterir. Partikül hızı arttırıldığında örneğin 20 m/s lik bir hızda plastik deformasyon oluşur. Rejim tekrarlı plastik deformasyonlar olarak kendini belli eder. Eğer partiküller küresel yada küt şekilli ise son derece etkin bir plastik deformasyon oluşur. Çok yüksek partikül hızlarında ise darbe yüzeyinde ergimeye varan sonuçlar oluşabilir [78].



Şekil 4.7. Çarpma açısı ve hızına bağlı olarak farklı erozyon mekanizmaları a) düşük çarpma açısında abrazif etki, b) düşük hız yüksek açıda yorulma, c) orta hız yüksek açıda gevrek kırılma yada plastik deformasyon, d) yüksek hızda yüzeyde meydana gelen erime, e) erozyonun ikincil etkileri, f) kristal latisindeki atomsal erozyon [78]

Çarpma açısı  $0^\circ$  ile  $90^\circ$  arasında olabilir. Bu açının  $0^\circ$  olması durumunda aşınma, partiküller yüzeye tam olarak çarpma etkisi göstermediği için önemsizdir. Düşük çarpma açılarında ( $20^\circ$  'ye kadar) eğer partiküller sert yüzey yumuşak ise ciddi aşınma meydana gelir. Bu koşullarda aşınma mekanizması abrazif karakterlidir. Eğer yüzey gevrek ise çarpma açısının artması ile aşınma artar. Açı  $90^\circ$  'ye yaklaştıkça aşınma oranı belirgin ölçüde artış gösterir. Eroziv aşınmanın düşük açılarda yüksek değerler gösterdiği duruma sünek durum, yüksek açılarda yüksek değerler gösterdiği duruma ise gevrek durum adı verilir. Şekil 4.8'de malzeme karakterinin sünek yada gevrek olmasına göre aşınma oranlarının çarpma açıları ile değişimi görülmektedir.



Şekil 4.8. Sünek ve gevrek malzemelerin çarpma açılarına bağlı olarak eroziv aşınma oranlarının değişimi[78]

Yukarıda anlatılan aşınma mekanizmalarının dışında seramik ve cam-seramik malzemelerde görülen farklı formlarda mevcuttur. Seramiklerde görülen başlıca mekanizmalar; mikrokırılma, tribokimyasal aşınma, termomekanik aşınma ve plastik akıştır.

Mikrokırılma seramik malzemelerde meydana gelen aşınmanın en önemli kaynağıdır. Bu olay iç hacim hataları ile ilgilidir. Seramiklerde hammaddenin ve üretim kaynaklı çatlak, boşluk, inklüzyon ve zayıf tane sınırı gibi hatalar mikroçatlak oluşumunun temelini teşkil ederler. Statik temas şartlarında gerçek temas alanı çok küçük olduğundan yük uygulandığında temas noktalarındaki gerilmeler çok yüksek değerlere ulaşır. Metallerde plastik deformasyona sebep olan bu olay seramiklerde yüksek gevreklikten dolayı kırılma meydana getirir. Dinamik kayma temas

şartlarında ise , temas arayüzeyindeki yüksek gerilmelere ek olarak tanjantsal olarak etkiyen kayma gerilmeleri de üretilir. Yapıdaki bu gerilmeler yüzey çatlaklarının oluşumuna sebep olur.

Statik şartlar altında nispeten yüksek kararlılık gösteren seramikler , dinamik temas durumunda çevredeki maddelerle etkileşim gösterebilir. Oksit seramikler dışında oksit olmayan seramiklerde görülen bu durum malzemenin aşınmasına sebep olur. Kayma ve sürtünme esnasında oluşan bir diğer etki ise ortaya çıkan yüksek ısıdır. Üretilen sürtünme ısısının miktarı; sürtünme katsayısı, uygulanan güç ile doğru orantılı nominal temas alanı ile ters orantılı olarak değişir. Üretilen ısı nedeni ile temas noktalarının sıcaklığı diğer bölgelere göre ciddi oranda yüksektir. Seramiklerdeki ısıl iletkenlik metallere göre düşük olduğundan sürtünme sırasında oluşan bu ısı malzeme bünyesinde dağılamaz. Sonuç olarak malzemede bir sıcaklık gradyenti oluşur. Bu durum ısıl gerilmelerin oluşumuna sebep olur. Bu gerilmeler diğer etkilerle birlikte aşınmaya neden olur. Seramik aşınma mekanizmalarından bir diğeri ise plastik akıştır. Bu olay genellikle kayma yüzeylerinde oluşmakta ve yoğun aşınma kırıntı partikül adacıklarından meydana gelmektedir [77].

#### **4.2. Cam-Seramik Malzemelerde Aşınma**

Camların yada camlaşabilen bazı yapıların kontrollü kristalizasyonu ile elde edilen cam seramikler pek çok açıdan üstün mekanik özelliklere sahiptir. Mukavemet, elastik modül, sertlik gibi mekanik özellikleri partikül boyutu, kristal faz hacmi, elastik modül ve termal genleşme katsayılarına bağlı olarak değişir. Cam seramiklerde ince taneli homojen kristalin yapı daha iyi mekanik özellikleri beraberinde getirir [13].

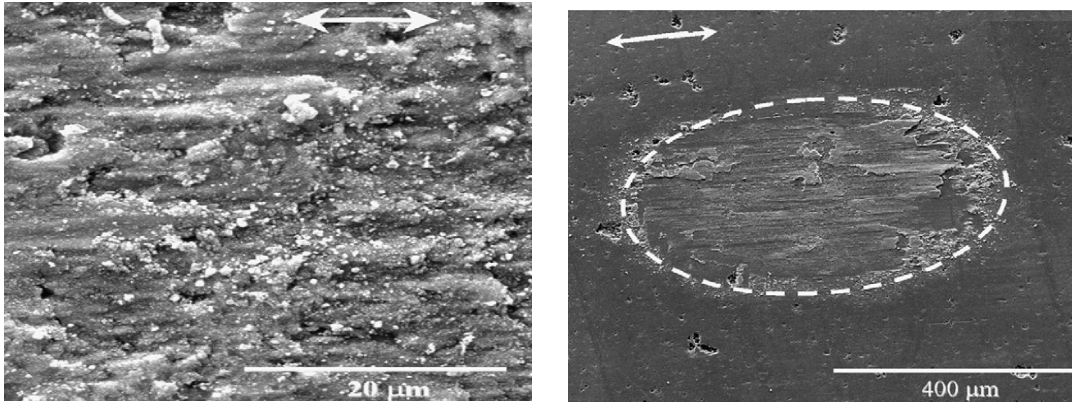
Aşınmaya karşı yüksek dirençleri, yüksek sertlikleri ile cam-seramikler pek çok endüstriyel uygulamada kullanılırlar [60]. Cam-seramik malzemelerde aşınma seramik malzemelere benzer özellikler taşır. Bu malzemelerde cam-seramik üretiminde kullanılan cam yada benzeri hammaddenin kimyasal kompozisyonu ve kristalizasyon süresi, sıcaklığı aşınma sonuçlarını direk etkileyen başlıca parametrelerdir. Cam-seramik malzemelerin aşınması ile ilgili pek çok araştırma yapılmaktadır. Aşağıda

farklı aşınma ortamlarında cam-seramiklerin aşınması ile ilgili bazı örnek çalışmalar verilmiştir.

Cam-seramik malzemeler sahip oldukları üstün aşınma davranışları ve biyouyumlulukları ile implant malzeme üretiminde son dönemlerde tercih edilen malzemeler olmuştur. Bu uygulamaların başında da diş implantları gelmektedir. Ağız korozif ve mekanik aşınma etkilerinin fazla olduğu bir ortam olduğu için cam-seramiklerin dental uygulamalarda kullanımı ile ilgili araştırmalarda aşınma çalışmaları ön plana çıkmaktadır. Park ve arkadaşlarının yaptıkları bir çalışmada MgO-CaO-SiO<sub>2</sub> sistemine P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ve F ilave edilerek bir cam-seramik sistemi elde edilmiş, bu sistemin aşınma özellikleri incelenerek dental uygulamalar için kullanılabilirliği araştırılmıştır. Sistemdeki hakim fazlar Apatit ve Vollastonittir. Aşınma testleri 10 N yük altında, 50 m mesafe ile pin on disk sisteminde gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar bileşimdeki değişimlere göre söz konusu cam-seramik sisteminde 520-650 Hv sertliğe,  $0,75 \cdot 10^{-4}$ - $2,93 \cdot 10^{-4}$  mm<sup>3</sup>/Nm spesifik aşınma hızına ulaşıldığını göstermiştir. Bu değerler pek çok ticari diş implant malzemesi ile benzer olup cam-seramik sisteminin dental uygulamalarda kullanılabilirliği ortaya konmuştur [80].

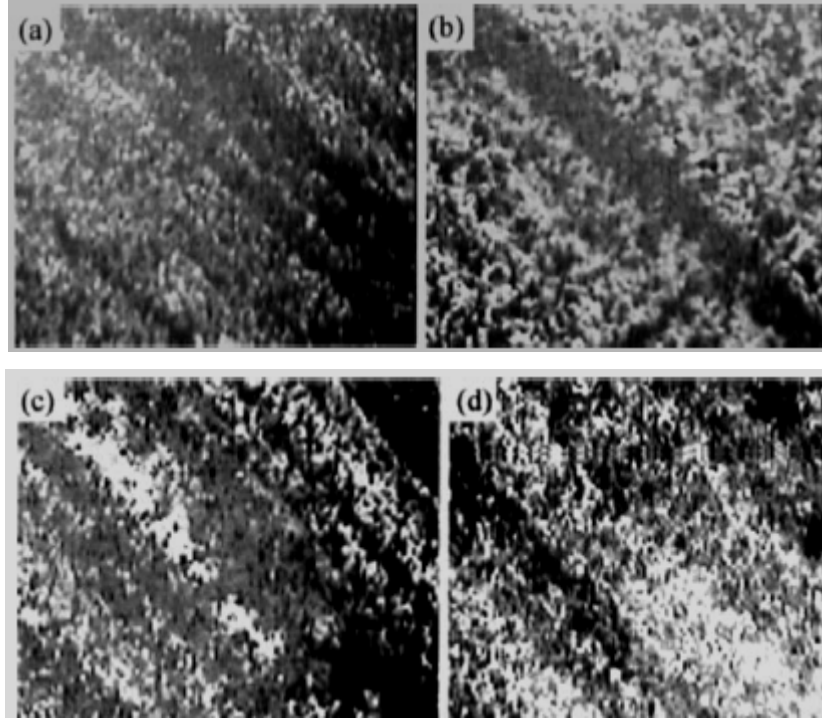
Cam-seramik malzemelerin yorulma ile ilgili aşınma özellikleri de üzerinde çalışılan bir başka konudur. İlgili bir çalışmada K<sub>2</sub>O-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>-MgO-F cam-seramik sisteminin çelik bilyeye karşı yorulma aşınması özellikleri incelenmiştir. 10 mm çapındaki bilye cam-seramik gövde üzerinde 5-100.000 çevrim kadar hareket etmiştir. Çevrim sayısının artışına paralel olarak spesifik aşınma hızları belirgin oranda artmıştır. 100.000 çevrim için  $9 \times 10^{-5}$  mm<sup>3</sup>/Nm lik aşınma hızına ulaşılmıştır. Aşınma yüzeylerinde yapılan SEM ve EDS analizleri çelik bilye üzerinden numuneye malzeme transferi olduğunu göstermiştir. SEM mikroyapıları incelendiğinde tanelerin yerlerinden ayrılması etkisi görülmekte olup artan çevrim sayısı ile sürtünen yüzeylerdeki enkaz miktarının arttığını göstermiştir. Yüzeyde eliptik yorulma aşınması izleri dikkat çekmekte olup adhezif aşınma etkisine benzer yapı görülmektedir bunlar klasik yorulma aşınma izleri karakteristiğidir. Şekil 4.9'da yorulma aşınmasına maruz kalan cam-seramik bünyedeki aşınma izlerinin SEM yapıları görülmektedir [81].





Şekil 4.9. Yorulma aşınmasına maruz kalan cam-seramik yüzeydeki aşınma izlerinin SEM görüntüleri [81].

MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>-F esaslı cam seramik malzeme üzerinde pin on disk aşınma düzeneği ile yapılan bir başka çalışmada ise aşındırıcı disk olarak 39 mm x 5 mm ölçülerinde çelik ve 5 mm x 18 mm ölçülerinde cam-seramik pin numune kullanılmıştır. Aşınma hızı olarak 370 devir/dk ve yük olarak 50-200 N luk yükler kullanılmıştır. Bu şekilde yüksek yükler altında cam-seramik malzemenin aşınma davranışı incelenmiştir. Aşınma hızının farklı aşınma yüklerinde farklı değerler gösterdiği tespit edilmiştir. Şekil 4.10'da farklı yüklerde aşınmış cam-seramik malzemedeki aşınma izleri görülmektedir. Dikkat çeken ilk olay abrazif aşınma etkisi ile yüzeyden malzeme kaybının başlıca mekanizmalarından olan pulluklaşma etkisidir. Yükün artışı ile beraber yüzeyde temas noktalarındaki sıcaklıkta artar [82].



Şekil 4.10. Cam-seramik malzemenin farklı yüklerdeki aşınma görüntüleri a) 50N b) 100N c) 150N d) 200N [82].

Volkanik bir kayaç olan bazalttan cam-seramik üretimi oldukça yaygındır. Bazaltın döküm ile şekillendirildikten sonra cam-seramiğe dönüştürülmesi ile boru ve benzeri ürünler elde edilmektedir. Bazalt cam-seramiklerin bu tür uygulamalarda kullanılması camdan cam-seramiğe dönüşüm esnasındaki artan aşınma dirençleri ile açıklanabilir. Bazalttan cam-seramik üretimi ile ilgili bir çalışmada bazalt kayaçları önce ergitilerek camlaştırılmış sonra farklı sıcaklık ve sürelerde kontrollü kristalizasyon ısıl işlemine tabi tutulmuştur. Elde edilen cam ve cam seramik malzemeler disk üzerinde bilye aşınma testlerine maruz bırakılmıştır. Bazalt kayaçlarının ısıl işlemsiz cam halleri ile aşınması sonucu  $495,10 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{m}$  değerinde bir aşınma hızına ulaşılmıştır. Farklı şartlarda kristallenen bazalt cam-seramik malzemelerde ulaşılan en düşük aşınma hız değeri ise  $3,35 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{m}$  olarak ölçülmüştür. Cam ve cam-seramik halleri arasındaki aşınma hızları arasındaki fark 150 kata yaklaşmaktadır. Aynı çalışmada aşınma hızının kristalizasyon sıcaklığı ile ilişkisi incelendiğinde aşınma hızının genellikle ısıl işlem sıcaklığı ile azaldığı görülmüştür. Bu durum cam-seramik malzemelerde ısıl işlem sıcaklığının aşınma hızında oldukça etkin bir parametre olduğunu kanıtlamaktadır [16].

## BÖLÜM 5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

### 5.1. Giriş

Teknolojinin gelişmesine paralel olarak artan sanayi tesislerinin atıklarının değerlendirilmesi son zamanlarda üzerinde çok çalışılan konuların başında gelmektedir. Cam-seramik malzemeler; hem termik santral uçucu külleri, demir-çelik yüksek fırını ve kupol ocağı curufları, hidrometalurjik tesislerin atıkları, filtre tozları gibi atık malzemelerden hem de doğal volkanik kayalardan (örneğin bazalt) üretilebilmektedir. Bu doğal ve atık malzemelerin birbiri ile değişik oranda kombinasyonu ve çeşitli çekirdeklendiricilerin ilavesi ile hazırlanabilen cam-seramik malzemeler, yeni kristal fazların ve değişik özelliklerde malzemelerin elde edilmesine olanak sağladığı için bilimsel çalışmalar açısından büyük önem taşımaktadır.

Günümüzde cam-seramikler; metallere nazaran üstün aşınma ve korozyon dayanımı, camlara göre üstün tokluk ve darbe direnci özelliklerinden dolayı mutfak malzemesinden yer döşemesine kadar günlük kullanım alanlarının yanı sıra, füze başlığından teleskop aynasına, koruyucu seramik kaplamalardan, uzay araçlarının radar cihazlarındaki kubbelere ve vücut protezlerine kadar sayısız ileri teknoloji alanlarında uygulamaya sahip malzemelerdir.

Bu tez çalışmasında, ülkemiz Konya yöresi doğal volkanik bazalt kayalarına SiC ilave edilerek oluşturulan tozların plazma sprey kaplama yöntemiyle kaplanabilirliği, elde edilen kaplamaların cam-seramiğe dönüşebilirliği ve kaplama özellikleri incelenmiştir. Bazalt gibi doğal hammaddelerin termal sprey yöntemleri ile kaplanabilirliğinin araştırılması ve bazalta ilave edilen SiC tozları ile doğal ve sentetik hammaddelerin birleşmesi sonucunda kompozit karakterli cam-seramik kaplamaların elde edilebilmesi çalışmanın ana amacını oluşturmaktadır. Kaplama

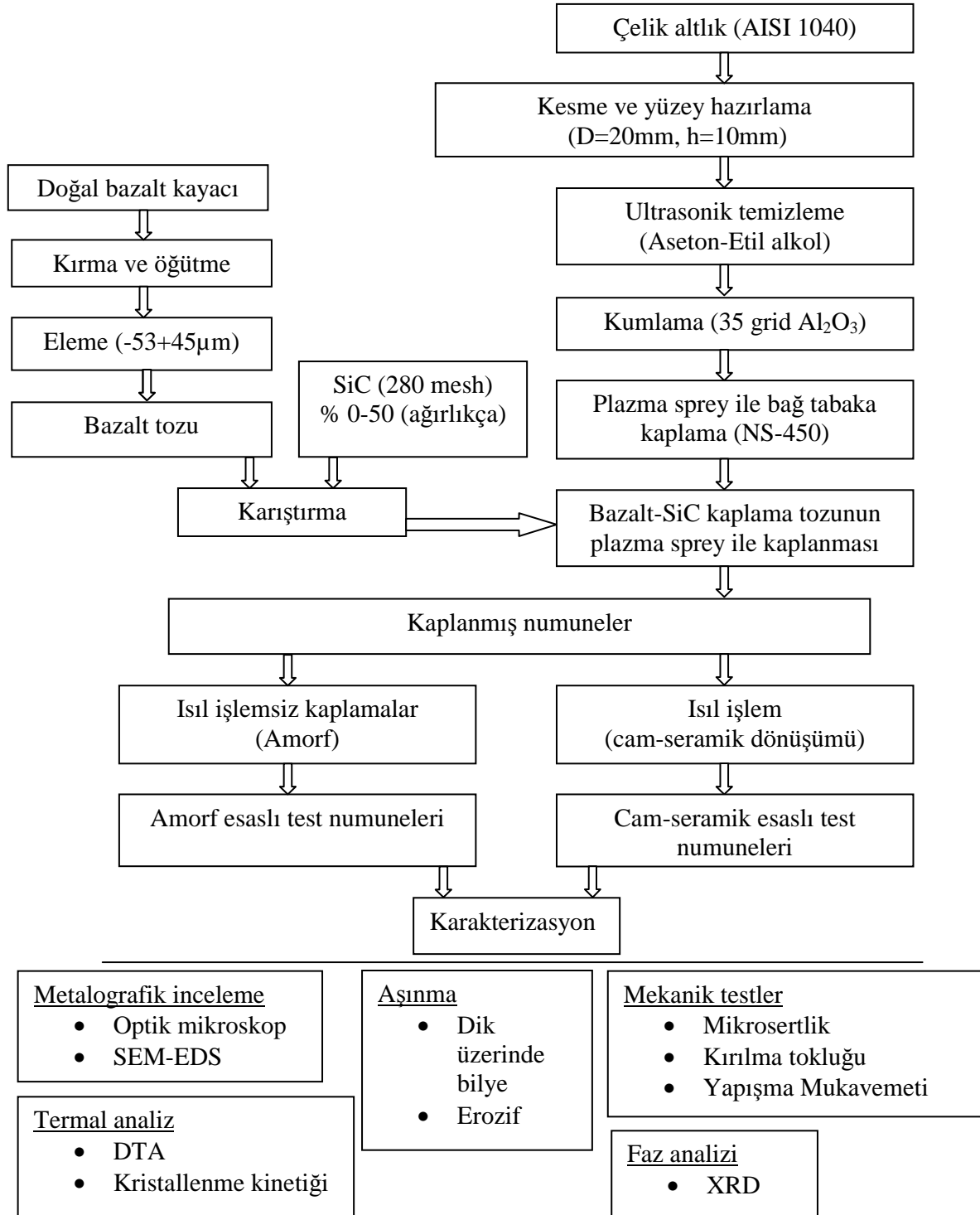
sonrası ısı işlemsiz ve ısı işlem sonrası cam-seramik esaslı kaplamalarda SiC katkısının kaplamaların mekanik, kinetik ve aşınma özelliklerine etkilerinin çeşitli karakterizasyon yöntemleri ile ortaya konulması amaçlanmıştır. Böylece hem cam-seramik dönüşümünün hem de SiC katkısının kaplama özelliklerine olan tüm etkileri araştırılmıştır.

## 5.2. Deney Programı

Bu çalışmada, Konya yöresinden elde edilen bazalt, 280 mesh tane boyutunda SiC tozu ile farklı oranlarda (% 0-50, ağırlıkça) karıştırılmış, elde edilen karışım tozlar AISI 1040 çeliği üzerine atmosferik plazma sprey kaplama tekniği kullanılarak kaplanmıştır. Kaplama işlemi öncesinde bazalt kayaçları önce halkalı değirmende öğütülmüş daha sonra elenerek -53 + 45 µm tane boyutunda plazma sprey kaplamaya uygun tozlar elde edilmiştir. AISI 1040 çeliğinden 20 mm çapında ve 10 mm yüksekliğinde hazırlanan çelik altlıklar, yüzeylerinde kesim sonrası oluşan pürüzlülüğün ve eğriliğin düzeltilmesi için manyetik taşlama işlemine tabi tutulmuştur. Daha sonra altlıklar temiz bir yüzeyin elde edilmesi amacıyla, aseton ve etil alkolle yağ ve organik kir gibi istenmeyen maddelerden temizlendikten sonra mekanik bağlanmanın daha iyi olması için kumlama ile yüzey pürüzlendirme işlemine tabi tutulmuştur. Bu işlem, 35 gritlik Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> aşındırıcı kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Kumlanan altlıklar, altlık-kaplama arasında termal genleşme uyumunun sağlanması için -88 + 45 µm tane boyutuna sahip Ni- % 5 Al (METCO 450 NS) bağ tabaka ile kaplanmıştır. Altlıklar bağ tabaka ile kaplandıktan sonra aynı kaplama parametreleri ile bazalt ve SiC içeren toz karışımları (6 bileşim) bağ tabakası ile ön kaplaması yapılan çelik altlıklar üzerine kaplanmıştır. Kaplama sonrası yapılan X-ışınları difraksiyon (XRD) analizi sonucunda amorf oldukları görülen kaplamalar, Diferansiyel termal analiz (DTA) ölçümlerinden elde edilen sonuçlardan tespit edilen ısı işlem sıcaklıklarında kristalizasyon ısı işlemine tabi tutularak kristallendirilmiş ve cam-seramik dönüşümü sağlanmıştır. Deneysel çalışma planı Şekil 5.1’de verilmiştir.

Üretilen kaplamaların; kristalizasyon kinetiği, kristalizasyon ısı işlem sıcaklığı ve süresine bağlı olarak sertlik, aşınma (disk üzerinde bilye ve erozif ) ve kırılma tokluğu gibi mekanik özellikleri, yapışma mukavemetleri, faz analizleri ve metalografik incelemeleri gerçekleştirilmiştir. Söz konusu tüm deneyler hem plazma kaplama işlemi

sonrası kaplamaların amorf halde olduğu numunelere hem de kristalizasyon ısıl işlemi görmüş ve cam-seramik dönüşümü sağlanmış numunelere ayrı ayrı uygulanmıştır. Böylece cam-seramik dönüşümünün kaplama özellikleri üzerine etkileri araştırılmıştır.



Şekil 5.1. Deneysel çalışmalar

### 5.3. DeneYlerde Kullanılan Hammaddeler

#### 5.3.1. Bazalt kayalar

Bazalt, volkanik hareketlilik sonucunda bazaltik magmanın yeryüzüne çıkması ve atmosfer şartlarında soğuması ile oluşan bir tür volkanik kayadır. Bünyesindeki yüksek SiO<sub>2</sub> sayesinde cam-seramik üretimine uygundur. Koyu renkli (gri-siyah) ve ince taneli bir kayadır olan bazaltları jeologlar kimyasal bileşimine ve mineralojik yapısına göre genellikle toleitler, olivin bazaltları ve alkali bazaltlar olmak üzere üç gruba ayrılmaktadır. Bazaltlar, bazik bileşimli (% 45-52 SiO<sub>2</sub>) olup; yeryüzünün 2,5 milyon km<sup>2</sup>'den fazla yüzeyini örterler. Bazaltik lavlar, daha akıcı özellikte olmaları nedeni ile geniş alanlarda yayılım gösterirler [52,83,84]. Esas olarak SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO, CaO ve demir oksitler (FeO ve Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)'den meydana gelen bazaltlarda bu oksitlerden başka daha az miktarlarda Na<sub>2</sub>O, K<sub>2</sub>O, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, MnO ve TiO<sub>2</sub> de bulunmaktadır. Temel prensip bazaltta bulunan başlıca oksitlere (SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO, CaO) çeşitli çekirdeklendiriciler (TiO<sub>2</sub>, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) katarak cam-seramik oluşturmaktır. Bazalt kayalar sert, mukavemetli ve özellikle alkalilere karşı kimyasal direnci yüksektir. Bu özellikleri ile betonlarda ve karayollarında dolgu malzemesi olarak kullanılmakla beraber, endüstride aşınmaya ve korozyona dirençli cam-seramik malzemelerin üretiminde, mineral yününde, ses ve ısı yalıtımında kullanılmaktadır [ 52,57,84-86].



Şekil 5.2. Bazalt kayasının makro görüntüsü [87]

Çalışmada Konya yöresine ait doğal bazalt kayalar kullanılmıştır. Ortalama 2-5 mm boyutlarında temin edilen bazaltlar Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü laboratuvarlarında bulunan halkalı değirmen yardımı ile öğütülmüştür. Öğütme ile toz haline getirilen bazalt kayalarının plazma spreY kaplama işlemi için gerekli boyut aralığına getirilmesi için elek analizi (-53 + 45 µm )

yapılmıştır. Kırma-öğütme işlemi Rentsch marka halkalı değirmen (Şekil 5.3) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Elek analizi ise Retsch marka sarsıntılı elek seti kullanılarak uygulanmıştır.

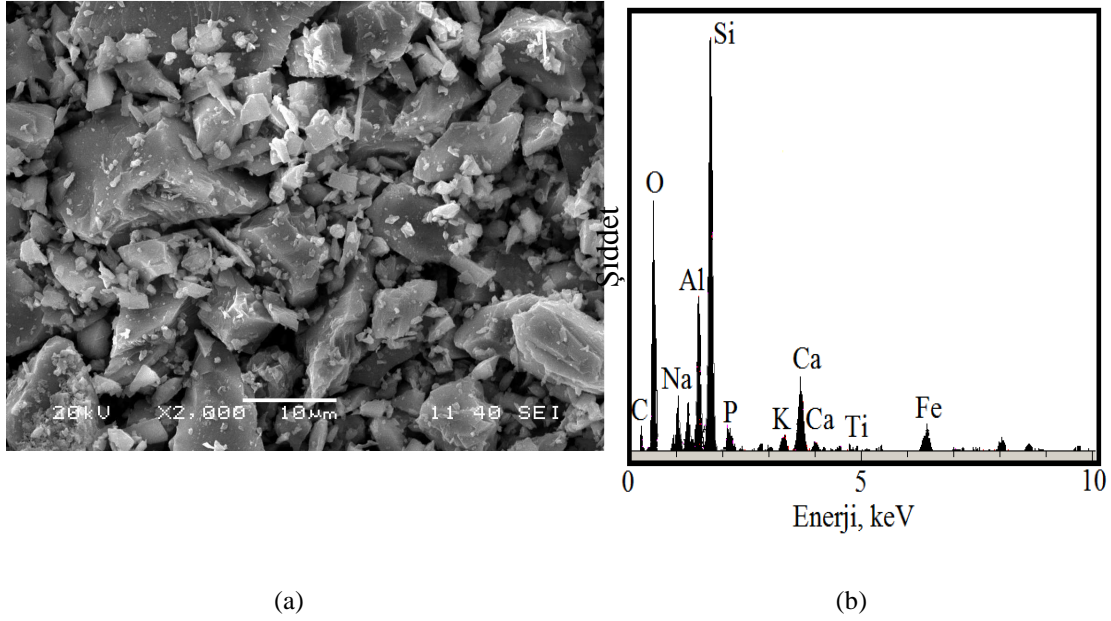


Şekil 5.3. Öğütme işlemleri için kullanılan halkalı değirmen

Kullanılan bazalt tozlarının X-ışınları floresans analizi (XRF) ile kimyasal kompozisyonu belirlenmiş olup aşağıda Tablo 5.1’de verilmiştir. Kaplama tozlarının taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile mikroyapı incelemesi ve enerji dispersif spektrometresi (EDS) analizleri ile elementel analizleri yapılmıştır olup aşağıda Şekil 5.4’de gösterilmiştir.

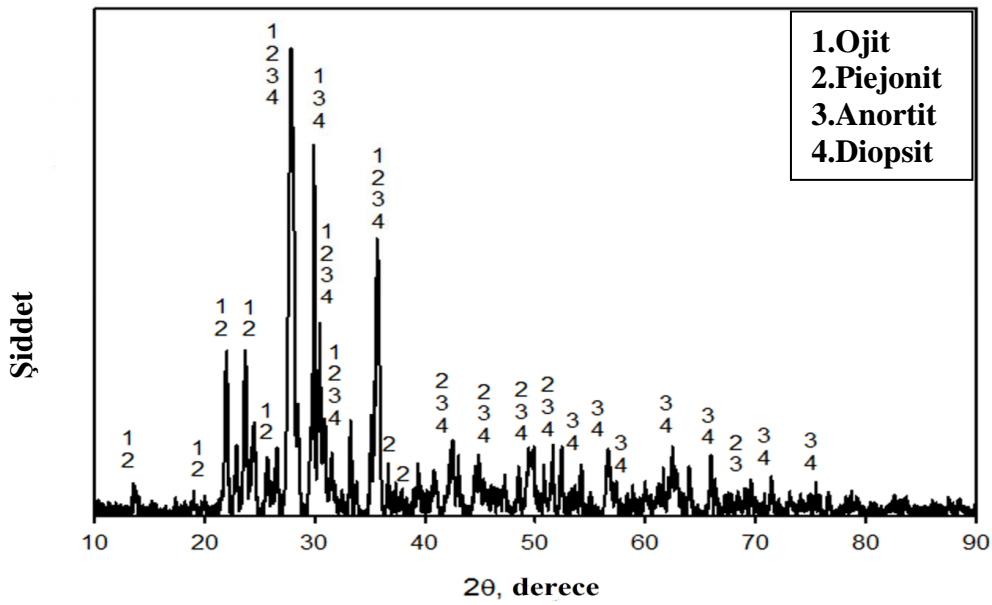
Tablo 5.1 Bazalt tozlarının kimyasal bileşimi

Oksit	% Ağırlıkça
SiO <sub>2</sub>	51,47
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	17
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	9,21
CaO	9
MgO	4,57
K <sub>2</sub> O	1,61
TiO <sub>2</sub>	1,28
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,45
MnO	0,15
K.K.	5,26



Şekil 5.4. Bazalt tozlarının SEM mikro yapısı ve EDS analizleri a) SEM mikroyapısı, b) EDS analizi

Kaplamada kullanılacak bazalt tozlarının kaplama öncesi faz analizlerinin yapılması için x-ışını difraksiyon analizi (XRD) gerçekleştirilmiştir. XRD analiz sonuçları Şekil 5.5' de verilmiştir.



Şekil 5.5. Bazalt tozunun XRD analizi



### 5.3.2. SiC tozları

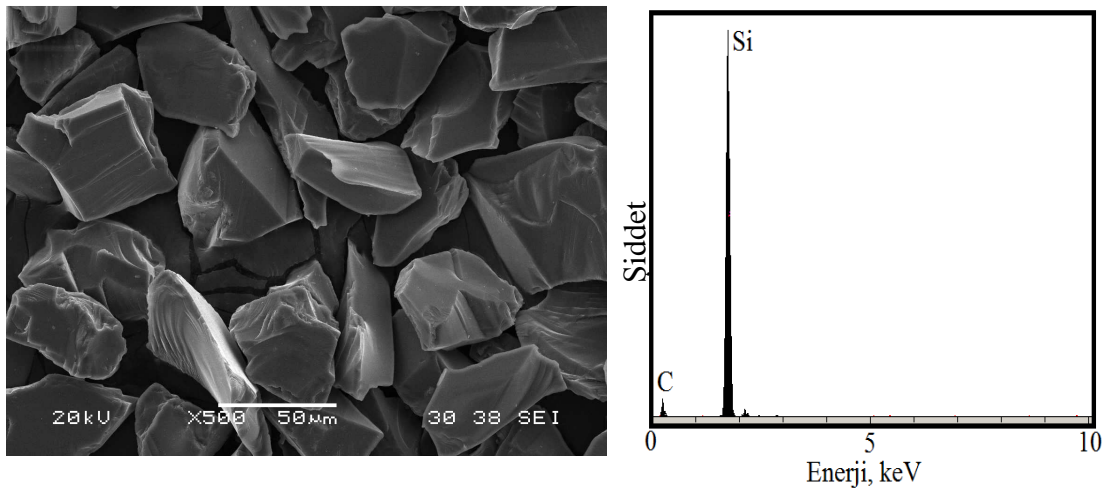
Silisyum karbür Si ve C'nun tek kimyasal bileşimidir. Silisyum karbür çok iyi bir abrasiv malzeme olup yüzyılı aşkın zımpara diskleri ve diğer aşındırıcı ürünler olarak üretilmiştir. Günümüzde bu malzeme çok iyi mekanik özelliklerde teknik olarak yüksek kalitede seramik bir malzeme olarak geliştirilmiştir. Silisyum karbür aşındırıcı, refrakter, seramikler ve daha bir çok yüksek performans uygulamalarında kullanılmaktadır. Bu malzeme ayrıca elektrik iletken yapılabilmekte olup direnç ısıtıcılarda, alev tutuşturucularda ve elektronik bileşen uygulamalarında kullanılabilir. Yapısal ve aşınma uygulamaları sürekli olarak gelişmektedir.

Altıgen sıkı dizilimle veya  $\alpha$ -SiC endüstride büyük ölçeklerde Acheson yöntemi ile üretilir. Bu yöntemde yüksek safiyette silika kumu, düşük kükürt oranlı kok kömürü, tuz ve ahşap talaşı ile karıştırılır. Bu karışımın iki ucuna yerleştirilmiş karbon elektronlardan elektrik geçirilir. Böylece kok kömürünün yüksek sıcaklıklara (2200-2500 °C) çıkması sağlanır. Bu işlem 24-48 saat süreler ile uygulanır. SiO<sub>2</sub> kok kömürü ile aşağıdaki reaksiyonu verir ve SiC ortaya çıkar. Bu reaksiyon endotermik (ısı alan) bir reaksiyondur ve yüksek miktarda enerjiye ihtiyaç duyar. Soğutma işleminden sonra karışımın içinden SiC ayıklanarak alınır. Karışımın merkezinden dış kısmına doğru SiC saflığı giderek düşer. En dış kısımda reaksiyon tam olarak tamamlanmamıştır. Reaksiyonun gerçekleştiği orta kısımdaki SiC tozları yeşilimsi renkte iken merkezden uzaklaştıkça renk siyaha döner. Bu bölümdeki tozlardan SiC elde etmek için asit ve alkalilerle işleme sokmak ve manyetik olarak demiri ayıklamak gereklidir. Bu şekilde elde edilen tozlar biraz daha kabadır. Diğer SiC eldesi yöntemleride yine Si ve C 'un reaksiyonuna dayanır. Fakat bunların kaynakları farklıdır [22].

SiC'ün yüksek sertliği ve mekanik özellikleri onun aşındırıcı toz olarak kullanılmasını sağlamıştır. Bunun dışında refrakter malzemesi olarak elektrikli fırınlarda kullanılabilirler. Sızdırmazlık elemanı olarak, dökme demirin erimesi sırasında SiC ilavesi karbürizasyon ve silikanizasyona yardım eder. Aynı zamanda çekirdeklendirici görevini görerek dökme demirin kalitesini de artırır. SiC'ün yapısındaki karbondan yararlanılan bazı bilimsel alanlarda mevcuttur. Öyle ki SiC'ün cam köpük üretiminde

kullanımı ile ilgili çok sayıda çalışma mevcuttur. Bünyesindeki karbonun yanarak CO<sub>2</sub> gazı oluşturması ve bu gazın cam bünyede boşluk oluşturmaya dayanan sistemde SiC karbon kaynağı olarak kullanılır [88,89].

Deneylerde kullanılan SiC tozları piyasadan ticari olarak temin edilmiştir. Tozlar plazma kaplama işlemi için gerekli olan ve bazalt tozlarının da nihai boyutlarına yakın olan 280 mesh boyutlarında seçilmiştir. Ağırlıkça % 10, 20, 30, 40 ve 50 oranlarında öğütülmüş ve elenmiş bazalt tozuna SiC katılarak hazırlanan karışımlar ZrO<sub>2</sub> bilye içeren değirmende 1 saat kuru karıştırma işlemine tabi tutulmuştur. Böylece SiC içermeyen ve %10-50 aralığında SiC içeren bazalt esaslı tozlardan meydana gelen 6 farklı bileşim kaplama tozu olarak kullanılmıştır. SiC tozlarının SEM ile mikroyapı incelemeleri yapılmış, EDS analizi ile elementel analizi gerçekleştirilmiştir (Şekil 5.6).



(a)

(b)

Şekil 5.6. SiC tozlarının SEM mikro yapısı ve EDS analizleri a) SEM mikroyapısı, b) EDS analizi

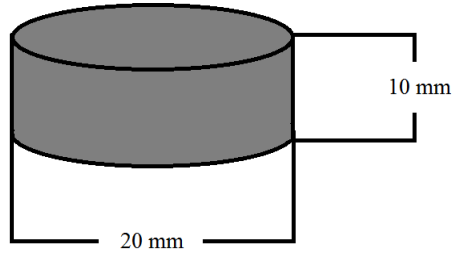
### 5.3.3. Deneylerde kullanılan çelik altlık malzeme

Plazma sprej kaplama tekniği ile bazalt esaslı cam-seramik kaplama işleminde altlık malzeme olarak AISI 1040 çeliği kullanılmıştır. Deneylerde kullanılan çelik malzemenin kimyasal bileşimi Tablo 5.2’de verilmektedir.

Tablo 5.2. Plazma sprej kaplama tekniđi ile bazalt esaslı cam-seramik kaplama işleminde kullanılan AISI 1040 çeliđinin kimyasal bileşimi

Element	% Ađırlıkça
C	0,410
Si	0,200
Mn	0,740
P	0,024
S	0,032
Cr	0,028
Mo	0,019
Ni	0,021
V	0,001

AISI 1040 çeliđinden 20 mm çapında ve 10 mm yüksekliđinde hazırlanan çelik altlıklar (Şekil 5.7) , altlık-kaplama arasında kuvvetli bir mekanik bađ sağlamak amacıyla aseton ve etil alkolle yađ ve kir gibi istenmeyen maddelerden temizlendikten sonra, yüzeyde var olan oksitler temizlenmekte ve pürüzlendirilmektedir. Bu işlem 35 gritlik  $Al_2O_3$  aşındırıcı kullanılarak ve kumlama tabancası metal yüzeyine 90°'lik bir açı ile tutularak gerçekleştirilmiştir.



Şekil 5.7. Deneysel çalışmalarda altlık olarak kullanılan AISI 1040 çelik numunelerin şekil ve boyutları

#### 5.3.4. Kaplamalarda kullanılan ara bađlayıcı

Bazalt esaslı tozların plazma sprej kaplama işleminde altlık malzemeye daha iyi bağlanması, altlık-kaplama termal genleşme uyumu ve ısıl işlemler sırasında kaplamanın altlık malzemeden ayrılmaması için, SULZER-METCO- firmasının ürünü olan METCO NS 450 (Ni-5%Al) ara bađlayıcı tozu kullanılmıştır.

Ara bağlayıcı olarak METCO NS 450 (Ni-5%Al) seçilmesinin nedeni aşağıda açıklanmıştır.

1. AISI 1040 çeliğinin termal genişleme katsayısı  $13,6 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ , bazalt malzemesinin termal genişleme katsayısı  $5,1 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  iken Ni-%5Al ara kaplamanın termal genişleme katsayısı  $16,03 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  dir [9,16]. Ni-%5Al ara kaplamanın termal genişleme katsayısının hem bazalt hem de AISI 1040 çeliği ile uyum içerisinde olması,
2. Oksidasyon direncinin yüksek olması ve  $845^\circ\text{C}$  'ye kadar güvenle kullanılabilmesi,
3. Nikel alaşımlarının tokluk özelliklerinin iyi olması, çelik matris ve seramik esaslı kaplamaların iyi yapışması,
4. Atmosferik plazma sprej kaplamalarda uygulanabilirliğinin kolay ve problemsiz olmasıdır.

## 5.4. Denejlerde Kullanılan Cihazlar

### 5.4.1. Plazma sprej kaplama ünitesi

Kaplama işlemleri, Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Plazma Sprej Kaplama laboratuvarında manuel (yarı robotik) olarak çalışan, 40 kW'lık bir güç ünitesi ve 3 MB tipi bir plazma tabancasına sahip Metco Perkin Elmer, 3MB-II marka atmosferik plazma sprej kaplama sistemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Cihazın görüntüsü Şekil 5.6'da verilmiştir. Üniversitemizde bulunan kaplama cihazının arızalanması sebebi ile bazı kaplamalar aynı özelliklere sahip kaplama ünitesinin bulunduğu SENKRON Metal ve Seramik Kaplama San.Tic. Ltd. Şti.'nde gerçekleştirilmiştir.



Şekil 5.8. METCO 3M Metco Perkin Elmer, 3MB II atmosferik plazma sprey kaplama ünitesi (Sakarya Üniversitesi)

Kaplama işlemi için uygun tane boyutuna getirilen bazalt ve piyasadan hazır halde temin edilen SiC tozları belirtilen oranlarla karıştırılmıştır. Karıştırılan bu tozlar termal uyumsuzluğu azaltmak için önceden bağ tabaka (NS 450) ile kaplanmış olan AISI 1040 çelik altlıklar üzerine tatbik edilmiştir. Ara bağlayıcı (METCO NS 450) ve bazalt-SiC toz karışımlarının kaplanmasında kullanılan proses parametreleri Tablo 5.3'te verilmiştir.

Tablo 5.3. Ara bağlayıcı ve bazalt esaslı toz malzemelerin kaplanmasında kullanılan proses parametreleri

Kaplanacak ana malzeme (altlık)	AISI 1040 çeliği
Kaplama tozu	Bazalt (-53 + 45 $\mu$ m)+ 280 Mesh SiC (%0-50) toz karışımları
Bağ tabaka	Ni- % 5 Al (METCO 450 NS) (-88 + 45 $\mu$ m)
Plazma tipi	Ar + H <sub>2</sub>
Argon akış hızı (lt/dk)	50
Hidrojen akış hızı (lt/dk)	15
Plazma akımı (A)	500
Ark voltajı (V)	64 – 70
Plazma tabanca tipi	METCO 3 MB
Sprey mesafesi (mm)	130
Nozul ve elektrot	W katot – Cu anod
Enjektör açısı	90 °
Toz besleme oranı (gr/dk)	39
Toz Taşıyıcı gaz (lt/dk)	3 – 6

#### 5.4.2. X-ışınları floresans analizi

Çalışmada kullanılan bazaltın x-ışınları floresans (XRF) analizi TÜBİTAK MAM Malzeme Enstitüsünde (PHILIPSPW2404) yapılmıştır.

X-ışını tüpünden veya bir radyoaktif kaynaktan sağlanan x ışını demetinin numuneye uygulanması ile birincil x-ışınları numunedeki elementler tarafından absorblanırlar ve kendi karakteristik x-ışınlarını yayarlar. Bu işlem, XRF yada emisyon yöntemi olarak adlandırılır. Işımanın dalga boyunun saptanmasıyla elementin cinsi (nitel), saptanan bu ışının yoğunluğunun ölçülmesiyle element konsantrasyonu (nicel) belirlenmektedir. Bu yöntem atom numarası oksijenden büyük (>8) olan elementlerin kalitatif analizinde en çok kullanılan analitik yöntemlerden biridir. Ayrıca yarı kantitatif ve kantitatif elementel analiz için sıkça kullanılmaktadır. XRF'in en önemli avantajlarından biri numunenin tahrip edilmeden analiz edilebilmesidir. Üç tip XRF cihazı mevcuttur. Bunlar dalga boyu ayırmalı, enerji ayırmalı ve ayırmaz tip cihazlardır [90,91].

#### 5.4.3. X-ışınları difraksiyon analizi

Plazma sprey kaplama yöntemiyle kaplanan bazalt esaslı SiC takviyeli kompozit kaplamaların amorf veya kristalin yapısını tespit etmek amacıyla x-ışınları difraksiyon analizi (XRD) analizleri yapılmıştır. XRD analizleri, kontrollü kristalizasyon ısıl işlemi sonrası cam-seramik kaplamalarda oluşan fazların tespiti için de yapılmıştır. XRD çalışmalarında, dalga boyu  $\lambda=1.54056$  olan  $\text{CuK}_{\alpha}$  ışın demeti kullanılarak tarama açısı ( $2\theta$ ) 0-90 ° arasında olacak şekilde 2 °/dk. tarama hızında RIGAKU XRD D/MAX/2200/PC marka x-ışınları difraktometresi kullanılmıştır. Difraksiyon diyagramları üzerinde yapılan ölçme ve hesaplamalarda düzlemler arası mesafeden (d değeri) hareket edilerek, kaplama yapısında mevcut fazlar tanınmıştır. Faz analizleri, x-ışınları difraksiyonlarının ASTM kartları ile karşılaştırılması sonucu ve MDI JADE 7.0 bilgisayar programı yardımıyla gerçekleştirilmiştir. Şekil 5.7'de çalışmalarda kullanılan x-ışınları difraktometresinin fotoğrafı görülmektedir [92].



Şekil 5.9. X - ışını difraksiyon analiz cihazı

#### 5.4.4. Diferansiyel termal analiz

Diferansiyel termal analiz (DTA) tekniği numune ile referans madde arasındaki sıcaklık farkını uygulanan sıcaklığın fonksiyonu olarak incelemektedir. Numunenin sıcaklığı zamanla doğrusal olarak artacak şekilde numune ile referans madde ısıtılır. DTA, örnek ısıtılırken, soğutulurken ya da sabit bir sıcaklıkta tutulurken absorblanan ya da adsorblanan enerji miktarını ölçer. Numune ile referans madde arasındaki sıcaklık farkı izlenerek sıcaklık farkı-sıcaklık grafikleri çizilir. Diferansiyel termal analiz düzenekleri numune ile referans odaları, azot veya argon gibi inert bir gazın yada oksijen veya hava gibi aktif bir gazın dolaşımına izin verecek şekilde tasarlanmıştır. Bazı sistemler aynı zamanda düşük veya yüksek basınçlarda çalışabilmektedir. DTA analizi sonucunda çizilen sıcaklık farkı-sıcaklık grafiklerine diferansiyel termogramlar denir. Termogram üzerindeki pikler endotermik veya ekzotermik reaksiyonların varlığını temsil eder. Yukarı doğru olan pikler ekzotermik bir sürecin sonucu olup numuneden açığa çıkan ısı sıcaklığın yükselmesine sebep olur. Aşağıya doğru olan pik ise endotermik bir reaksiyonun göstergesidir. DTA analizleri farklı ısıtma hızlarında uygulanabilir. Isıtma hızlarının değişimi ile oluşan piklerin şekilleri de değişir. Örneğin; kristal oluşumunu temsil eden bir ekzotermik pikin altında kalan alan ısıtma hızının yavaşlaması ile artar. Çünkü ısıtma hızının azalması kristallerin oluşumu ve büyümesi için daha fazla zaman anlamına gelir. Diferansiyel termal analiz doğal ve sentetik ürünlerin bileşimlerini ve termal

özelliklerini tayin etmede yaygın olarak kullanılır. DTA analizi ile kristallenme sıcaklıkları ve cam geçiş sıcaklıkları gibi veriler elde edilebilir [90].

Amorf yapıda üretilen kaplamaların cam seramik kaplamalara dönüştürülebilmesi için gerekli olan kristallenme sıcaklıklarının tespiti ve kristallenme kinetik çalışmalarının gerçekleştirilmesi için DTA analiz işlemi kullanılmıştır. DTA analizi için amorf kaplama altlıktan kaldırılmış ve öğütülerek – 30 µm boyutuna getirilmiştir. Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümünde bulunan TA Q -600 marka DTA cihazı ile 20-1000°C sıcaklık aralığında 5, 10 ve 15 °C/dk ısıtma hızlarında DTA analizleri gerçekleştirilmiştir. Referans madde olarak Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tozu kullanılmış olup analizler argon atmosferinde yapılmıştır. Şekil 5.8’de analizlerde kullanılan termal analiz cihazı görülmektedir.



Şekil 5.10. Termal analizlerde kullanılan DTA cihazı

#### 5.4.5. Kaplamaların kontrollü kristalizasyon ısıl işlemleri

Amorf yapıdaki bazalt esaslı SiC takviyeli kaplamaların kristallenme davranışlarını tespit etmek amacıyla DTA’dan elde edilen sonuçlar kullanılarak, kaplamalara değişik sıcaklık ve sürelerde kristalizasyon ısıl işlemleri uygulanmıştır. DTA eğrileri üzerinde görülen endotermik pik değeri çekirdeklenme sıcaklığı, ekzotermik pik değeri ise kristal büyüme sıcaklığı hakkında bilgi vermektedir [93]. Amorf yapıda üretilen bazalt esaslı cam kaplamaların kontrollü kristalizasyonu DTA eğrilerinden elde edilen sonuçlardan yola çıkılarak, oda sıcaklığından 5°C/dk. ısıtma hızında 800, 900 ve 1000 °C sıcaklıklara kadar ısıtma ve bu sıcaklıkta 1–4 saat süre ile argon atmosferinde bekletilerek gerçekleştirilmiştir. İşlem sonrasında kaplama numuneleri



fırında soğutulmuştur. Kristallenme ısıl işlemleri için Şekil 5.9'da gösterilen Protherm marka ( $1600\pm 1^{\circ}\text{C}$  hassasiyette) tüp fırın kullanılmıştır.



Şekil 5.11. Isıl işlemde kullanılan Protherm tüp fırını

## 5.5. Metalografik Çalışmalar

Sertlik, kırılma tokluğu, optik mikroskop ve SEM incelemeleri için metalografik yöntemlerle numuneler hazırlanmıştır. Metalografik numune hazırlama işlemlerinde öncelikle kaplama tabakalarının kesitten incelenebilmesi için numuneler bakalit kalıplara alınmıştır. Metalografik inceleme amacıyla 60, 120, 240, 400, 600, 800, 1000 ve 1200 mesh'lik zımparalarla bakalite alınan numune yüzeyleri zımparalanmış ve  $0,3\ \mu\text{m}$  'lik alümina pasta ile parlatma işlemine tabi tutulmuştur.

### 5.5.1. Optik mikroskop

Malzemelerin içyapılarını incelemek için optik mikroskoplar kullanılır. Optik mikroskoplar, ışık yansımından yararlanarak malzemelerin incelenmesine yardımcı olur.

Optik mikro yapı incelemelerinde kaplama tabakası, ara bağlayıcı ve matris bölgelerinin tespiti, kaplama kalınlıklarının optik mikrometre vasıtasıyla ölçülmesi ve kaplama matris ara yüzeylerinin incelenmesi amacıyla Şekil 5.10'da görülen Nikon EPIPHOT 200 optik mikroskobu kullanılmıştır. Kalınlık ölçümlerinde en az beş ölçümün ortalaması alınmıştır.



Şekil 5.12. Optik mikroyapı incelemelerinde kullanılan mikroskop

### 5.5.2. Taramalı elektron mikroskobu

Taramalı elektron mikroskobunda (SEM), katı numune yüzeyi raster düzeninde yüksek enerjili bir elektron demeti ile taranır. Bu teknikte yüzeyde çeşitli tür sinyaller oluşturulur. Bunlar; geri saçılmış elektronlar, ikincil elektronlar, auger elektronları, x-ışınının floresans fotonları ve diğer tür fotonlardır. Büyütme oranları 5-500.000 büyütme arasında değişebilir. SEM ile tarama, objektif merceklerin arasına yerleştirilmiş iki çift elektromanyetik sarım ile sağlanır. Sarım çiftlerinden biri demeti numune boyunca x yönüne kaydırırken, diğer çift y yönüne saptırır. Taramanın yapılabilmesi için sarım çiftlerinden birine elektrik sinyali uygulanır. Elektron demeti mercek sisteminin merkez ekseninin bir yönünden numuneye çarpar. Bu sarım çiftlerine uygulanan elektrik sinyalini zamanın bir fonksiyonu olarak değiştirmek sureti ile elektron demetinin düz bir doğru boyunca numune üzerinde hareket ettirilmesi ve daha sonra tekrar başlangıç pozisyonuna dönmesi sağlanır. Çizgi taraması tamamlandıktan sonra diğer sarım çifti kullanılarak demet y yönüne bir miktar kaydırılır ve x sarımlarını kullanarak demetin kaydırılması işlemi devam eder. Tarama sarımlarına uygulanan sinyaller analog yada dijital olabilir. Dijital tarama analog taramaya göre daha üstündür. Bunun başlıca nedeni elektron demetinin incelenecek bölgeyi bu şekilde bularak işlemi tekrar edebilmesinin daha iyi olmasıdır. SEM ile metal malzemelerde yapılabilecek her türlü katkı ve faz değişiklikleri, metal-metal, iletken-yarı iletken, yarı iletken-yarı iletken tabakaların temas özellikleri, kristal yapıların temas özellikleri, bio-teknolojik numunelerin

incelenmesi, faz haritaları ve renkli kompozisyon görüntüleri de yapılabilmektedir. Malzemeler toz yada bulk halde yüzey veya kesitten yüksek büyütme oranlarında analiz edilebilir. Ayrıca cihaza entegre edilebilen EDX sistemi ile elektron mikroskobu noktasal element analizi de yapabilmektedir [90].

Kaplamada kullanılan bazalt tozlarının ve bazalt esaslı SiC takviyeli cam seramik kaplamaların mikro yapılarının incelenmesinde, kaplamaların yapışma mukavemetlerinin belirlenmesi sırasında kaplamaların hasar yüzeylerinin incelenmesinde ve aşınma deneyleri sonrasında yüzey topoğrafyasında meydana gelen değişimlerin tespitinde Şekil 5.11.'de gösterilen taramalı elektron mikroskobu (JEOL 6060 LV) cihazı kullanılmıştır.



Şekil 5.13. Taramalı elektron mikroskobu

## 5.6. Kristallenme Kinetiği

Plazma sprey kaplama işlemi sonrası ile amorf hale gelen bazalt esaslı SiC katkılı kaplamalar kristallenme ısıl işlemi ile kristalin hale dönüştürülmeden önce kristalizasyon işlem sıcaklığının belirlenmesi için diferansiyel termal analiz (DTA) işlemine tabi tutulmuşlardır. Bu işlem sonucunda elde edilen sıcaklık farkı-sıcaklık eğrilerindeki egzotermik pikler yorumlanarak kristallenme sıcaklıkları tespit edilmiştir. Çalışmanın kinetik açıdan irdelenmesi içinde yine aynı eğrilerden faydalanılmıştır. Bu amaçla 5°C/dk, 10°C/dk ve 15°C/dk ısıtma hızlarında elde edilen DTA eğrileri kullanılmıştır. Kinetik çalışmalarda temel olarak Johnson-Mehl-Avrami (JMA) eşitliğine dayanan [85,94] eşitlik 5.2 ile 5.8 arasında verilen formüller kullanılarak camsı amorf yapıda elde edilen kaplamaların cam-seramiğe

dönüşebilmeleri için gerekli aktivasyon enerjileri hesaplanmıştır. Aktivasyon enerjisinin tespitinde kullanılan Johnson-Mehl-Avrami (JMA) eşitlik 5.1'te verilmiştir;

$$X = 1 - \exp[-(kt)^n] \quad (5.1)$$

Denklemin logaritmasının alınması ve yeniden düzenlenmesi ile de,

$$\ln[-\ln(1 - X)] = n \ln k + n \ln t \quad (5.2)$$

denklemini elde edilir. Bu denklemlerde,

X = t zamanından sonra kristallenme hacim oranı

n = kristallenme türünü tanımlayan üssel değer (Avrami parametresi)

k = reaksiyon hız sabiti'dir.

Reaksiyon hız sabiti k'nın sıcaklıkla olan ilişkisi genellikle Arrhenius denklemi ile ifade edilir:

$$k = V \exp\left(\frac{-E_a}{RT}\right) \quad (5.3)$$

Bu denklemin logaritmasının alınmasıyla da,

$$\ln k = \ln V - \left(\frac{E_a}{RT}\right) \quad (5.4)$$

Denklemini elde edilir. Burada,

V = frekans faktörü

E<sub>a</sub> = kristallenme aktivasyon enerjisi

R = Gaz sabiti (8,314 j/mol K)

T = Sıcaklık (K)'dir.

DTA ile elde edilen grafikleri kullanarak Avrami parametresi olarakta isimlendirilen kristallenme türünü tanımlayan üssel değer (n) aşağıdaki denklem yardımıyla hesaplanabilmektedir [95,96,97].

$$n = \left( \frac{2,5}{\Delta T} \right) \left( \frac{T_p^2}{E_a/R} \right) \quad (5.5)$$

Burada  $\Delta T$ , maksimum kristallenme sıcaklığının yarısındaki genişliği ifade etmektedir.  $T_p$  ise kristallenme pik sıcaklığıdır [85, 98,99]. Ayrıca keskin ve sivri  $T_p$  piki hacim kristallenmesini işaret ederken, geniş pik ise yüzey kristallenmesinin olacağını göstermektedir [97]. Tablo 5.4'de de çeşitli kristalizasyon mekanizmaları için Avrami parametresi (n) değerleri verilmiştir. n değerine bağlı olarak büyüme mekanizması ile çekirdeklenme türü değişmektedir [85,100, 101].

Tablo 5.4. n değerine bağlı olarak kristallenme mekanizmalarının değişimi [96,99]

Kristallenme mekanizması		n
Hacim Kristallenmesi	- Üç boyutlu büyüme	4
	- İki boyutlu büyüme	3
	- Tek boyutlu büyüme	2
Yüzey kristallenmesi		1

Amorf yapının kristallenme aktivasyon enerjisi JMA denkleminin geliştirilmiş bir hali kullanılarak hesaplanmıştır. Kissenger, JMA denkleminde yola çıkarak termal analizlerden elde edilen farklı ısıtma hızları ( $\beta$ ) ile bu hızlardan elde edilen DTA eğrilerinden tespit edilen kristallenme pik sıcaklıkları ( $T_p$ )' nı kullanarak kristallenme aktivasyon enerjisinin ( $E_a$ ) tespitini yeni bir eşitlik ile hesaplanmıştır [94]. Bu eşitlik aşağıda verilmiştir.

$$\ln \left[ \frac{T_p^2}{\beta} \right] = \ln \left[ \frac{E_a}{R} \right] - \ln V_a + \frac{E_a}{RT_p} \quad (5.6)$$

Mahadevan ve arkadaşları tarafından viskoz akış aktivasyon enerjisinin ( $E_c$ ) elde edilmesi için, Eşitlik 5.7 denklemini uyarlanmıştır [94].

$$\ln\left[\frac{Tg^2}{\beta}\right] = \ln\left[\frac{E_c}{R}\right] - \ln V_c + \frac{E_c}{RT_g} \quad (5.7)$$

Eşitlik 5.6 ve 5.7 denklemlerinde,

$T_g$  = cam geçiş sıcaklığı

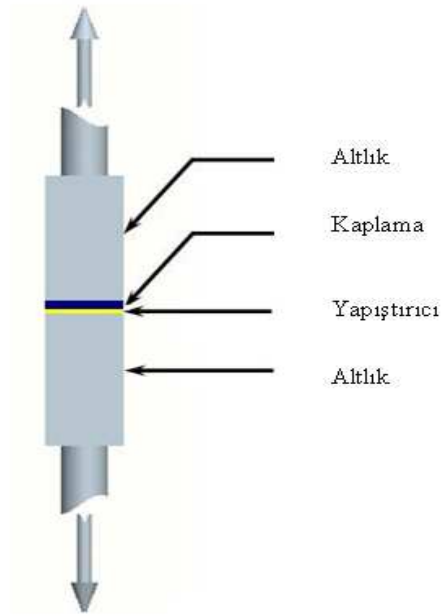
$V_a$  = kristallenme frekans faktörü

$V_c$  = viskoz akış frekans faktörü'dür.

Kissenger ve Mahadevan tarafından geliştirilen denklemlerden yararlanarak  $\ln(T_p^2/\beta) - 1/T_p$  ve  $\ln(T_g^2/\beta) - 1/T_g$  ilişkileri grafik olarak çizildiğinde; çizilen lineer eğrilerin eğimleri  $E_a/R$  ve  $E_c/R$  değerlerini, eğrilerin eksenini kesme noktaları ise  $[\ln(E_a/R) - \ln V_a]$  ve  $[\ln(E_c/R) - \ln V_c]$  değerlerini vermektedir. Böylece çizilen lineer eğrilerin eğimleri olan  $E_a/R$  ve  $E_c/R$  yardımıyla,  $E_a$  ve  $E_c$  değerlerinin yanısıra  $V_a$  ve  $V_c$  'de hesaplanabilmektedir [96,99].

### 5.7. Yapışma Mukavemeti

Plazma sprej kaplama işleminde kaplama tabakası altlık malzemeye mekanik bağlanmayla yapışmaktadır. Seramik kaplamaların altlık malzemeye yapışması ve üzerinde delemantasyona uğramadan kalabilmesine kohezyon adı verilmektedir. Mekanik bağlanmadaki kohezyon kuvveti ne kadar yükseğe altlık malzemedan ayrılması da o kadar zordur. Yapışma testi bu sebeple kaplamanın performansını ölçme açısından çok önemlidir. Bazalt esaslı SiC takviyeli cam ve cam seramik kaplamalar ASTM C-633 standardına göre yapışma testine tabii tutulmuştur [102]. Şekil 5.14'de görüldüğü gibi, kaplanmış numuneler polimer esaslı yapıştırıcı ile yapıştırılmıştır.



Şekil 5.14. Yapışma mukavemeti ölçümünün şematik gösterimi [102]

Yapıştırılan numuneler çekme cihazında (Şekil 5.15) 0.5 mm/dk hız ile çekilmiş ve kaplamanın koptuğu gerilme değeri kaydedilmiştir. Kaplamalar cam halleri (ısı işlemsiz) ve cam-seramik (ısı işlemlili) olarak yapışma mukavemet testlerine tabi tutulmuştur.



Şekil 5.15. Yapışma mukavemeti testlerinin gerçekleştirildiği DARTEC çekme cihazı

DARTEC çekme cihazında çene şekli numuneleri çekmeye uygun hale getirildikten sonra, çekme deneyi ile yapışma mukavemeti testleri gerçekleştirilmiştir. Çekme esnasında uygulanan kuvvet cihaza bağlı bilgisayarla tespit edilmiş ve elde edilen veriler kullanılarak cam-seramik kaplamaların kopma mukavemetleri ölçülmüştür. Test sonrası kaplama yüzeyindeki adhesif ve kohesif etkiler tespit edilmiştir. Ayrıca

SEM ile cam-seramik kaplamaların kopma yüzeyleri incelenmiştir. Yapışma testi sonrasında kaplama yüzeylerinde kalan ve ayrılan kaplama miktarları milimetrik kâğıt yardımıyla tespit edilerek adhesyon ve kohezyon yüzdeleri hesaplanmıştır [102].

### 5.8. Sertlik Deneyi

Sertlik ölçüm deneyleri makro ve mikrosertlik olarak sınıflandırılır. Tüm sertlik ölçümleri elmas gibi sert bir ucun ölçüm yapılacak yüzeye batırılması ve elde edilen izin ölçülmesi prensibine dayanır. Kullanılan ucun şekline göre farklı ölçüm yöntemleri vardır. Metalik ve seramik malzemelerde kullanılan sertlik yöntemleri; brinell, rockwell ve vickers sertlik yöntemleridir. Bunların dışında polimer esaslı malzemelerin sertlik ölçümleri için knoop sertlik yöntemi mevcuttur. Bu farklı yöntemlerde elde edilen değerler dönüşüm tablolarından birbirlerine dönüştürülebilir. Bu çalışmada sertlik ölçümleri için vickers yöntemi kullanılmıştır.

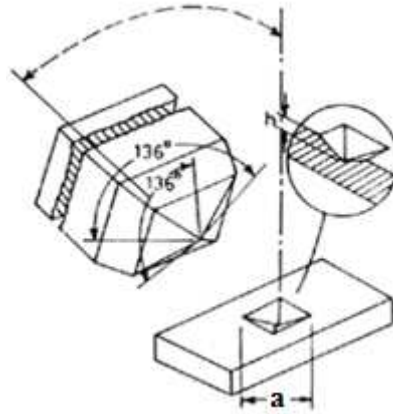
Vickers sertlik değeri, malzemeye piramit elmas ucun belirli bir yük altında belirli bir süre uygulanması ile malzeme yüzeyinde oluşan izin büyüklüğünün ölçülmesi ile elde edilen bir değerdir. Elmas uç malzemeye yük etkisiyle batırıldığında, yüzeyde eşkenar dörtgen, piramit şeklinde bir iz kalmaktadır. Sertlik uca uygulanan kuvvetin, meydana gelen iz alanına bölümü ile elde edilmektedir. Meydana gelen iz taban köşegeni (a) olan kare bir piramittir. Tepe açısı dalıcı ucun tepe açısının aynıdır (136°). Geometrik bağıntılardan yararlanıldığında Eşitlik 5.9 elde edilir. Bu izin köşegenlerinin ortalaması, ilgili formüle yerleştirildiğinde, malzemenin Vickers cinsinden sertlik değeri elde edilir [103].

$$\text{Vickers sertlik değeri, } VSD = \frac{1.8544 \times P}{a^2} \quad \left( \frac{\text{Kg}}{\text{mm}^2} \right) \quad (5.8)$$

Burada P, kgf cinsinden yük, a izin taban köşegenini temsil etmektedir. Deneyden sonra vickers sertlik değerini bulmak için kare şeklindeki izin köşegenlerini hassas bir şekilde ölçmek gerekir. Bu ölçüm alet üzerindeki optik mikroskop yardımı ile yapılır. İzin yatay ve dikey uzunlukları hassas cetveller vasıtası ile mikroskop



görüntüsü üzerinden ölçülür (Şekil 5.16). Elde edilen ölçümlerin ortalaması alınır. Şekilde vickers sertlik izi ve elmas ucun temsili malzemeye batması görülmektedir [103].



Şekil 5.16. Vickers sertlik izi ve elmas uç [104]

Bazalt esaslı SiC takviyeli cam ve cam-seramik kaplamaların sertlik ölçümleri FutureTech FM 700 marka mikrosertlik cihazında Vickers sertlik ucu kullanılarak, 10 gr yükün 10 sn uygulanması ile gerçekleştirilmiştir. Kaplama numuneleri ortadan 2'ye bölünerek kesitleri metalografik olarak hazırlanmıştır. Kaplama kesitinden yapılan sertlik ölçümleri en az beş noktadan alınmış olup elde edilen değerler bu ölçüm değerlerinin ortalamalarının alınması ile hesaplanmıştır.

### 5.9. Kırılma Tokluğu

Kırılma tokluğu, malzemelerin çatlak ilerlemesine karşı gösterdiği direnç olarak ifade edilir ve “ $K_{ic}$ ” simgesi ile gösterilir. Kırılma tokluğu deneylerinde deneyi yapılacak malzemenin şekli ve miktarı numune boyutlarını etkiler. Numune boyutu da kırılma tokluğu deney sonuçlarını etkileyen faktörlerin başındadır. Kırılma tokluğu değerinin hesaplanmasında kullanılan numune şekline bağlı olan denklem;

$$Kc = Y \sigma \sqrt{a} \quad (5.9)$$

şeklinde yazılır.

Burada;

$Y$  = Numune boyutları ile ilgili geometrik faktör;

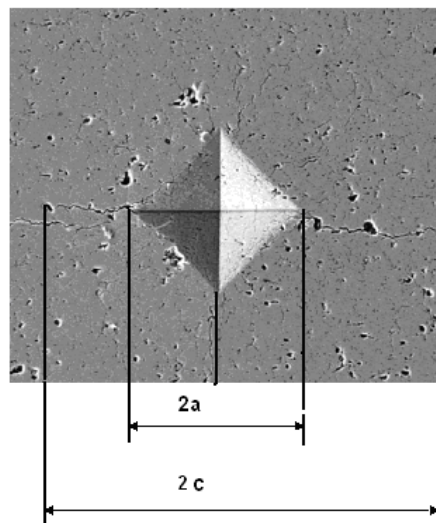
$\sigma$  = Kırılma gerilmesi;

$a$  = Çatlak boyu'dur.

Kırılma tokluğu değeri numune boyutlarına bağlı olarak değişmekle birlikte genel olarak artan numune kalınlığı ile kırılma tokluğu değeri azalır. Numune kalınlığı bir limit değerinden sonra (yaklaşık 2 mm ) numune yüzeyine etkisi kalmamaktadır.

Kırılma tokluk değerini etkileyen bir başka faktör plastik deformasyon alanının boyutudur. Numunede oluşan çatlakın ucunda yükleme durumunda plastik deformasyona uğramış bir bölge bulunur. Bu bölge malzemenin akma gerilmesini etkiler. Malzemenin akma gerilmesi azalırsa bu bölge büyür. Bu bölgenin küçülmesi ise kırılma tokluğunun azalması anlamına gelir. Kırılma tokluk değerine akma gerilmesinin dışında etki eden diğer başlıca iki faktör sıcaklık ve deformasyon hızıdır. Deformasyon hızı arttıkça kırılma tokluğu değeri azalır. Sıcaklık ise kırılma tokluk değerini arttıran bir unsurdur [103].

Vickers sertlik ucu ile  $P$  yükü uygulandığı zaman, Şekil 5.15'de görüldüğü gibi malzeme üzerinde  $2a$  boyutunda bir iz bırakırken,  $2c$  uzunluğunda da çatlak oluşumuna neden olmaktadır [105].



Şekil 5.17. Kırılma tokluğunun ölçümünde kullanılan tipik bir indentasyon çatlakı [9]

Bazalt esaslı SiC takviyeli cam ve cam-seramik kaplamaların sertlik ve kırılma tokluğu ölçümlerinde Şekil 5.16’da görülen Future-Tech FM 700 Vickers sertlik ölçüm cihazı kullanılmıştır. Cihazda, indentasyon yöntemi ile 100 gf yük ve 10 sn sürede yapılan testlerle kırılma toklukları belirlenmiştir.



Şekil 5.18. Sertlik ve kırılma tokluğu ölçümlerinin yapıldığı mikrosertlik cihazı

İndentasyon yöntemiyle kırılma tokluğu ölçümü, Vickers sertlik deneylerine tabii tutulan numunelerde vickers izinin yanında çatlaklar oluşturularak çatlağın boyu ölçülmesi ve uygun formülde yerine konulması esasına dayanmaktadır.

Evans-Charles yaklaşımına göre malzemeye uygulanan P yükü malzeme yüzeyinde  $2c$  boyutunda çatlak oluşturmuş ve ( $c \gg a$ ) ise, bu malzemenin kırılma tokluğu bulmak için Eşitlik 5.10’dan yararlanılabilmektedir. Buna göre Kırılma tokluğu,

( $K_{ic}$ );

$$K_{ic} = 0,0824 \frac{P}{c^{3/2}} \quad (5.10)$$

bağıntısından hesaplanabilmektedir [106].

### 5.10. Aşınma Deneyleri

Aşınma deneyleri malzemelerin aşınma şartlarındaki direncini ölçmeye dayalı testlerdir. Bu testlerde meydana gelen hasar kendisini çeşitli aşınma mekanizmaları şeklinde gösterir. Abrasif ve adhezif aşınma mekanizmaları en çok rastlanan aşınma

türleridir. Sert partikül veya sert yüzey kabarıklıklarının katı yüzeylerde hareket etmesi sonucu abrazyon aşınma etkisi oluşur. Adhesif aşınma ise kaba bir yaklaşımla sürtünmeli aşınma olarak da isimlendirilir. Bu tür aşınma olayında malzemeler belli noktalardan birbirlerine kısmen yapışarak sürtünürler. Diğer başlıca aşınma mekanizmaları yorulma, korozyon ve erozif aşınma mekanizmalarıdır. [107,108,109]. Bu çalışmada bazalt esaslı SiC takviyeli kaplamaların aşınma dirençlerini ölçmek için disk üzerinde bilye ve erozif aşınma deneyleri uygulanmıştır.

### 5.10.1. Disk üzerinde bilye aşınma deneyi

Bazalt cam ve cam-seramik kaplamaların aşınma deneyi ASTM G-99 standardına uygun olarak disk üzerinde bilye aşınma cihazında 0.1 m/s, 0.2 m/s ve 0.3 m/s sürtünme hızlarında, 5 N, 10 N ve 15 N yükler altında oda sıcaklığında (20-24 °C) ve % 32-41 Rh bağıl nemli ortamda gerçekleştirilmiştir. Şekil 5.17’de aşınma deneylerinde kullanılan disk üzerinde bilye aşınma cihazının fotoğrafı görülmektedir.

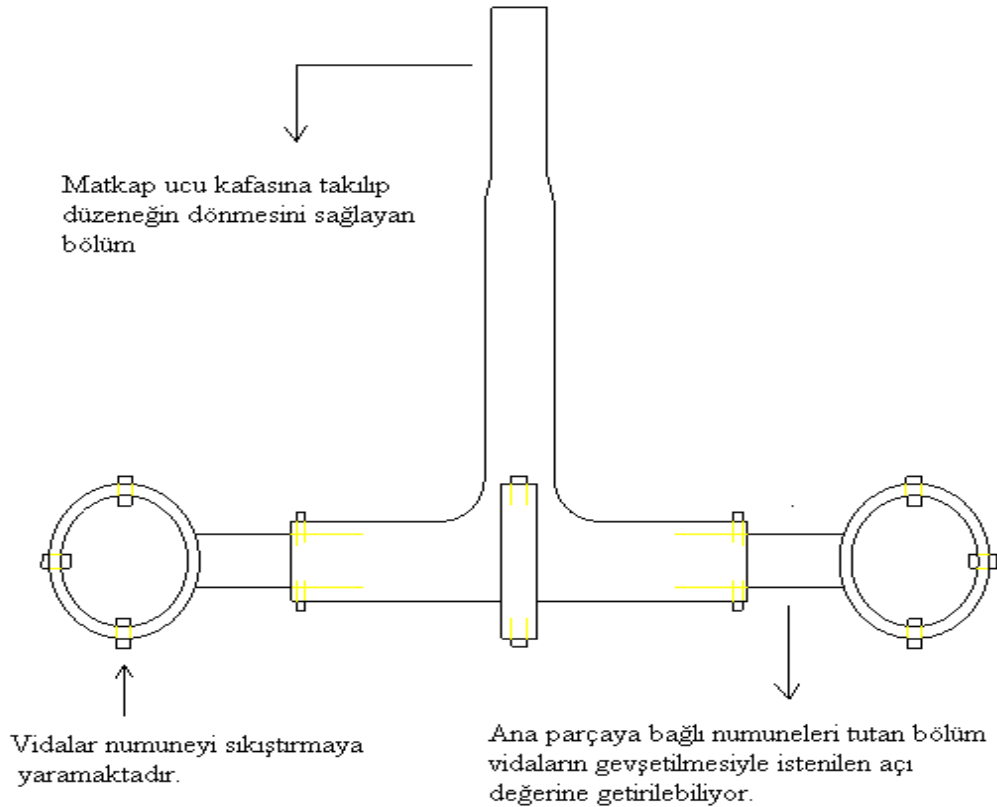


Şekil 5.19. Disk üzerinde bilye aşınma cihazı

Aşınma deneylerinde, aşındırıcı bilye olarak 8 mm çapında  $Al_2O_3$  bilye kullanılmıştır. Aşınma deneylerine başlamadan önce numune yüzeyleri 1500 grid’lik zımpara kağıdı ile pürüzleri giderilerek etil alkolle temizlenip kurutulmuştur. Daha sonra ASTM G99 standardına göre deneyler gerçekleştirilmiştir.

### 5.10.2. Eroziyon aşınma deneyi

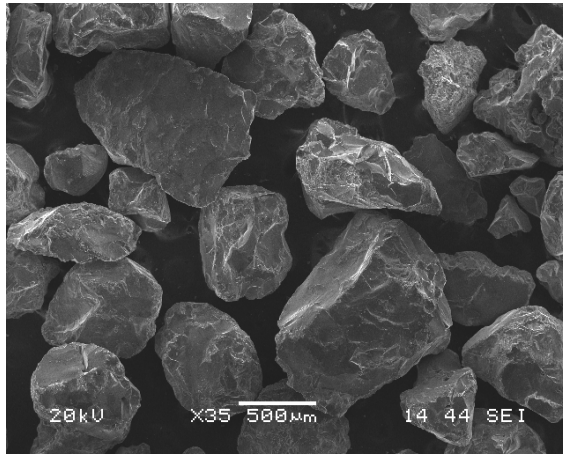
Aşınma deneyleri aşağıda (Şekil 5.20) şematik olarak gösterilen düzenek ile gerçekleştirilmiştir. Bu düzenek metalden birbirine geçme, vidalama ve kaynak yöntemleri ile yapılmış olup numuneler bilezik biçimindeki tutuculara vidalanmak sureti ile sabitlenmektedir. Numune tutucular ana gövdeye geçme, vidalama şeklinde tutunduğu için aynı zamanda kendi etraflarında dönebilmektedir. Kullanılan bu düzenek, sabit bir motora bağlanarak numunelerin aşındırıcı ortamda dönme hareketi ile aşınmaya maruz kalması sağlanmaktadır.



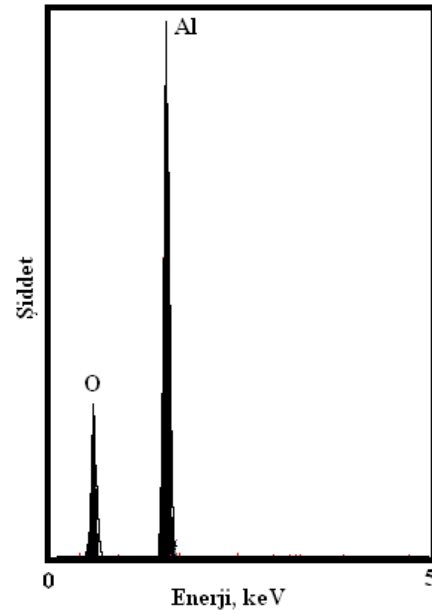
Şekil 5.20. Eroziyon Aşınma deney düzenegi

Bu şekilde söz konusu düzenek ile darbe açısı, aşındırma ortamı, dönme hızı, alınan yol gibi parametrelerin farklı kombinasyonlarda kullanılması ile kaplamalar için değişken aşınma ortamları oluşturulabilmektedir.

Aşınma deneyleri, özel tasarlanmış deney düzeneği ile 30, 60 ve 90 dakika sürelerle katkısız ve % 10-20-30-40-50 SiC içeren bazalt esaslı cam-seramik kaplamalara uygulanmıştır. Deneylerde aşındırıcı olarak 36 meshlik korund kullanılmıştır. Deneyler, aşındırıcı toz-numune temas açıları  $15^\circ$ ,  $30^\circ$ ,  $45^\circ$ ,  $60^\circ$ ,  $75^\circ$  ve  $90^\circ$  olacak şekilde yapılmıştır. Aşınma hızı olarak 100, 200 ve 300 devir/dk. hızlarda çalışılmıştır. Aşınma miktarları, ağırlık kaybından gidilerek hesaplanmıştır. Deney öncesi ve sonrası numunelerin ağırlıkları ölçülmüştür. Ağırlık kaybı ölçümleri için 0.0001 g hassasiyette bir terazi kullanılmıştır. Şekil 5.21'de erozif aşınma deneylerinde kullanılan korund ( $Al_2O_3$ ) tozunun SEM görüntüsü ve EDS analizi görülmektedir. Şekildende görüldüğü üzere tozlar köşeli, keskin şekilli olup toz boyutu yaklaşık 400-600  $\mu m$  dir. EDS analizinde de korund tozunun oldukça saf olduğu görülmektedir.



(a)



(b)

Şekil 5.21. Erozif aşınma deneylerinde kullanılan korund tozu a) Tozun SEM görüntüsü, b) Tozun EDS analizi

## **BÖLÜM 6. DENEYSEL SONUÇLAR VE İRDELEME**

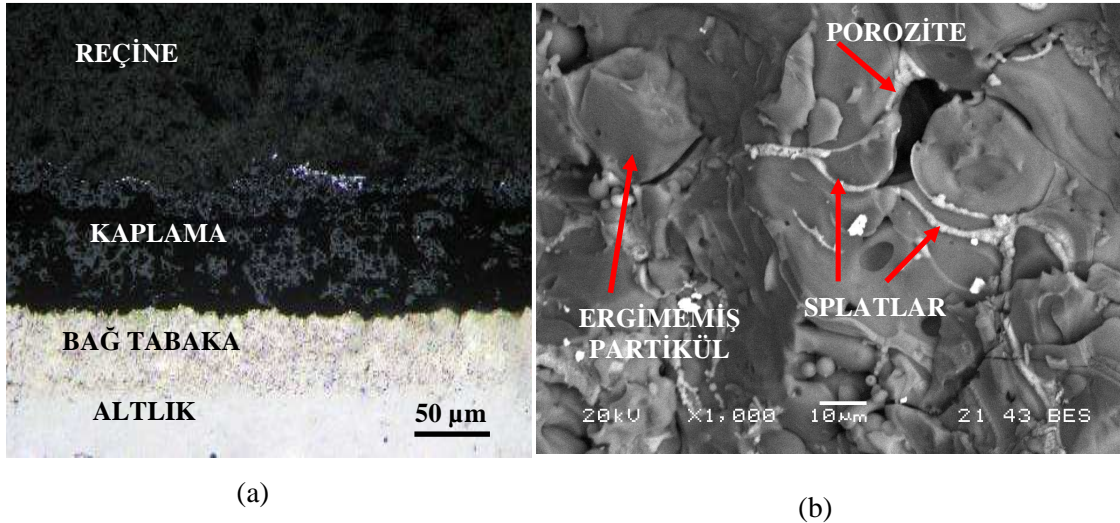
### **6.1. Giriş**

Bu çalışmada, Konya yöresinden temin edilen bazaltlar cam-seramik kaplama amacıyla kullanılmıştır. Bazalt kayaları kırma, öğütme, eleme işlemlerini takiben farklı oranlarda SiC tozu ile karıştırılmıştır. Elde edilen karışım tozlar atmosferik plazma sprej kaplama tekniği ile çelik malzemeler üzerine kaplanmıştır. Kaplanmış haliyle amorf yapıda olan bazalt kaplamalar kristalizasyon ısıl işlemleriyle cam-seramiğe dönüştürülmüştür. Böylece, SiC katkısı ile bazalt esaslı cam-seramik kaplamalar kompozit karakteri kazanmıştır. Kaplamaların karakterizasyonları, kaplama sonrası amorf ve ısıl işlem sonrası cam-seramik halleri ile ayrı ayrı gerçekleştirilmiştir. Çalışmanın amacı, cam-seramik dönüşümünün ve kaplama tozundaki SiC ilavesinin kaplama özelliklerine etkisinin araştırılmasıdır. Yapılan deneyler ile SiC katkısının cam-seramik dönüşüm kinetiğine ve mekanik özelliklere etkileri araştırılmıştır.

### **6.2. Kaplama İşlemi sonrası Yapısal Özelliklerin Tayini**

#### **6.2.1. Mikroyapı**

Elde edilen, bazalt esaslı %50 SiC katkılı cam kaplama tabakasının kesitten optik ve SEM mikroyapı fotoğrafları Şekil 6.1' de gösterilmiştir.



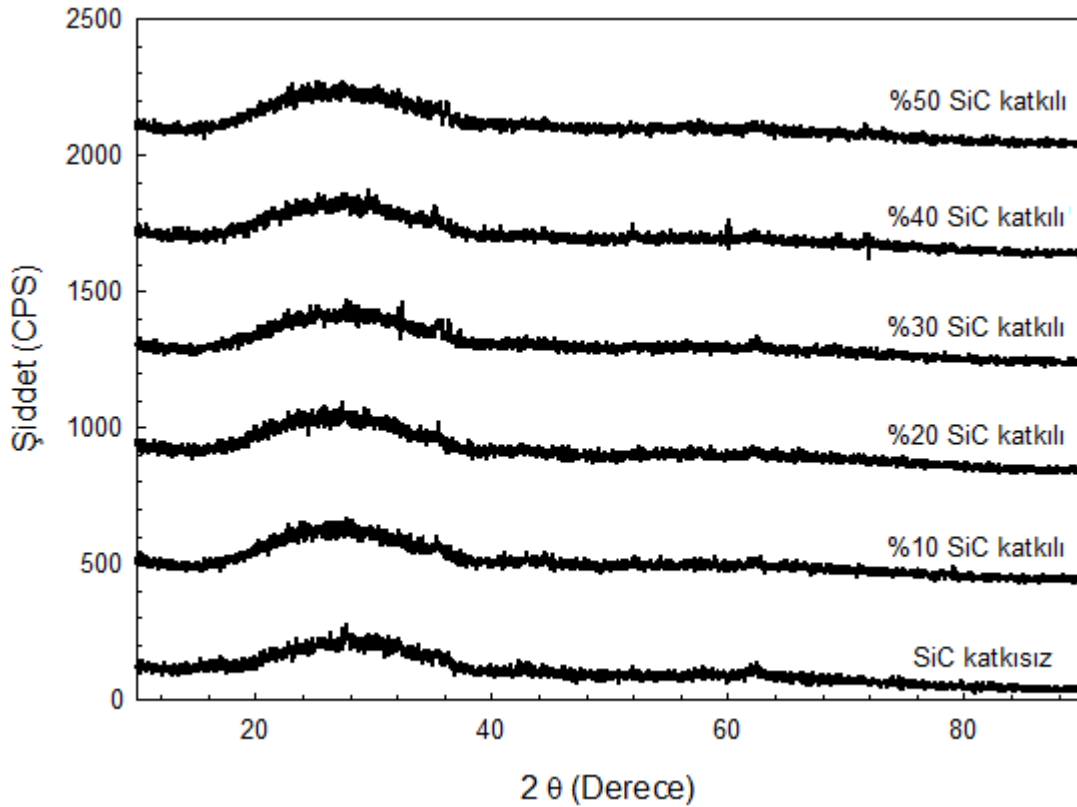
Şekil 6.1. %50 SiC katkılı kaplamanın kesitten alınmış SEM ve optik mikroyapıları (a) optik mikroyapısı, (b) Kaplama tabakasının SEM mikroyapısı

Optik mikroskopta gerçekleştirilen incelemelerinde kaplama tabakasının altlığa iyi bağlandığı ve kaplama-altlık ara yüzeyinde herhangi bir ayrılmanın görülmediği tespit edilmiştir (Şekil 6.1.). Kesitten yapılan mikroyapı incelemelerinde plazma sprej kaplamanın tipik özelliklerinden olan splat yapıları, ergimemiş partiküller ve porozite görülmektedir. Ayrıca kaplama tabakasında ergimemiş yada kısmen ergimiş toz partiküllerinin varlığı dikkat çekmektedir. Plazma sprej kaplamalarla ilgili yapılan çalışmalarda da kaplama yapısının splat yapısından meydana geldiği, bir miktar porozite ile birlikte ergimeden kalan toz partiküllerinin de olduğu ifade edilmiştir [102, 110, 111, 112]. Kaplamanın kompakt, makro seviyede homojen ve iyi bağlanmış olduğu gözlenmiştir. Ortalama tabaka kalınlıkları ana tabaka için yaklaşık  $218 \pm 37 \mu\text{m}$  ve bağ tabaka için ise  $51 \pm 9 \mu\text{m}$  olarak ölçülmüştür.

### 6.2.2. XRD analizi

Plazma sprej kaplama sonrası kaplama tabakası üzerinde yapılan x-ışınları çalışmasında elde edilen x-ışınları difraksiyon analizleri kaplamanın genel olarak amorf yapıda olduğunu göstermektedir. Şekil 6.2’de kaplama sonrası tüm bileşimlerin XRD paternleri görülmektedir.





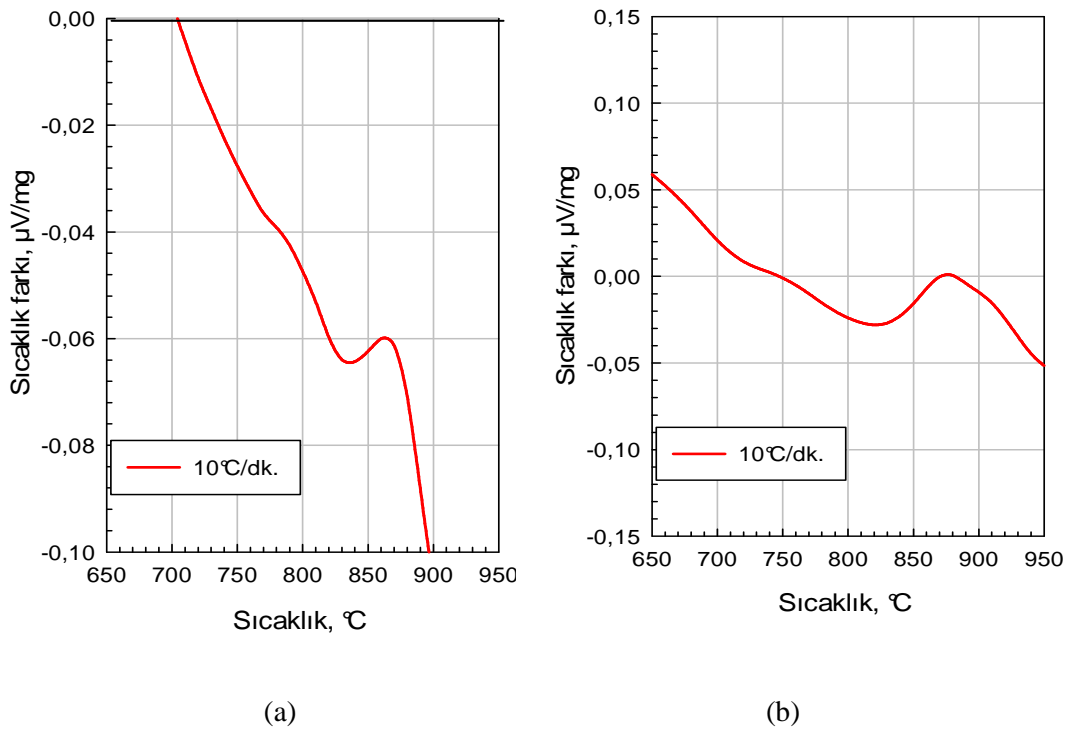
Şekil 6.2. Kaplama işlemi sonrası SiC katkısız ve katkılı tüm kaplamaların X ışınları difraksiyon paternleri

Şekil 6.2' den de görüldüğü gibi, kaplama işlemi sonrası tüm kaplamalarda amorf yapının hâkim olduğu ve böylece kaplama tabakasının camsı yapıda olduğu tespit edilmiştir. Bu durum, SiC katkılı ve katkısız tüm kaplama tozlarının kaplama işlemi gerçekleşirken ergidiğini ve altlık yüzeyine ulaştıklarında aniden katılaşıp camsı faz oluşturduklarını göstermektedir.

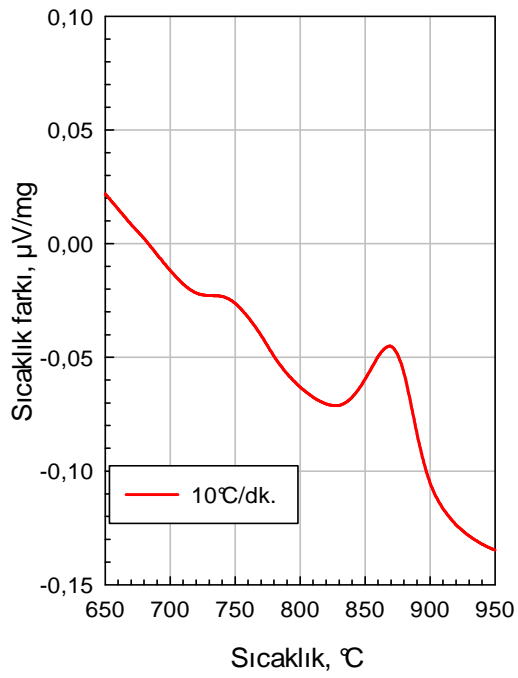
### 6.2.3. Termal analiz

Cam-seramik malzeme üretiminde ilk adım cam üretimi olup, ikinci adım ise, üretilen camın kontrollü ısıtma işlemi yapılarak kristalizasyonunun gerçekleştirilmesidir. Bazalt esaslı kaplama tozlarının atmosferik plazma sprey kaplama tekniği ile kaplama işlemi sonrasında, camsı yapıda elde edilen kaplama tabakasının kristalizasyon sıcaklığını tespit etmek amacıyla, Diferansiyel Termal Analiz (DTA) ölçümü gerçekleştirilmiştir. Şekil 6.3'de 10°C/dk ısıtma hızı ile

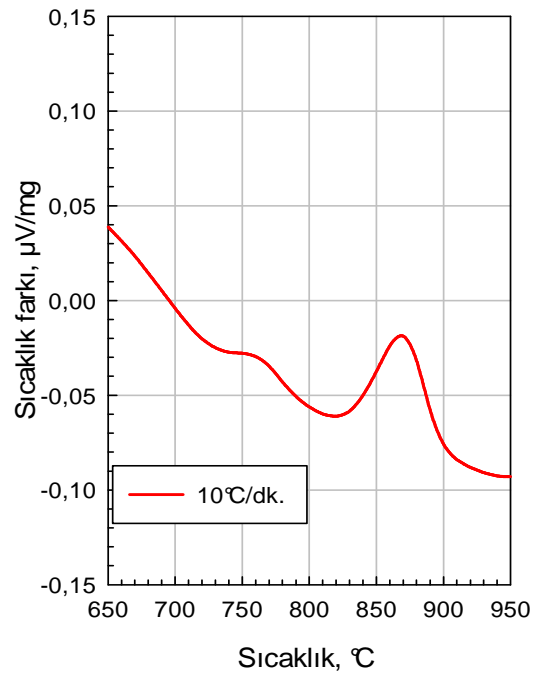
taranan DTA eğrileri görülmektedir. DTA analiz sonuçları üzerinden tespit edilen endotermik ve ekzotermik pikler vasıtasıyla cam geçiş ve kristallenme sıcaklıkları belirlenmiştir. Cam geçiş sıcaklıkları SiC katkısız kaplamadan başlayarak %50 SiC içeren kaplamaya kadar sırası ile 774, 720, 714, 733, 721 ve 725 °C olarak ölçülmüştür. Kristallenme sıcaklıkları ise yine SiC katkısız kaplamadan başlayarak %50 SiC içeren kaplamaya kadar sırası ile 861, 874, 868, 868, 861 ve 874 °C olarak tespit edilmiştir. Cam geçiş ve kristallenme sıcaklıkları birbirine yakın olduğu için, kristalizasyon ısıl işleminde bu gibi durumlarda uygulanan [1] tek kademeli ısıl işlemler yapılmıştır. Cam-seramik dönüşümü için gerekli olan kristalizasyon ısıl işlem sıcaklıkları 800 °C, 900 °C ve 1000 °C olarak belirlenmiş ve bu sıcaklıklarda direkt ısıtma yöntemiyle tek kademeli kristalizasyon ısıl işlemleri gerçekleştirilmiştir. Kristalizasyon ısıl işlemlerinin yapılmasında sürenin kristallenmeye etkisini görmek amacıyla her bir sıcaklıkta 1-4 saat süre ile ısıl işlemler uygulanmıştır.



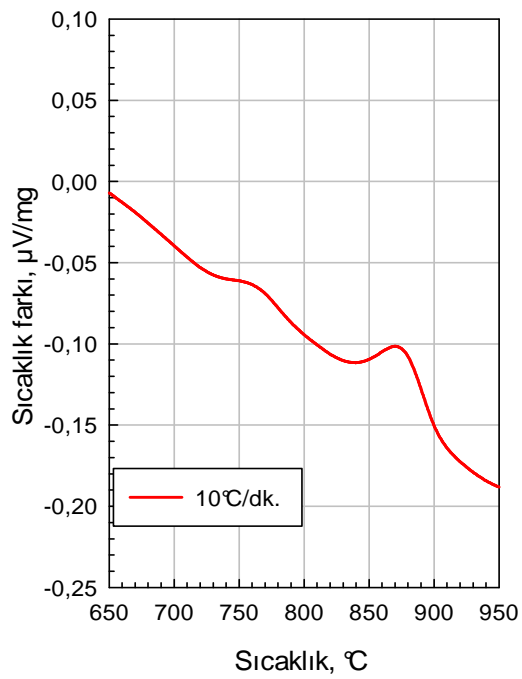
Şekil 6.3. Plazma spreyle kaplanmış bazalt camının 10 °C/dak. ısıtma hızıyla elde edilmiş DTA eğrileri a) SiC katkısız kaplama, b) %10 SiC katkılı kaplama, c) %20 SiC katkılı kaplama, d) %30 SiC katkılı kaplama, e) %40 SiC katkılı kaplama, f) %50 SiC katkılı kaplama



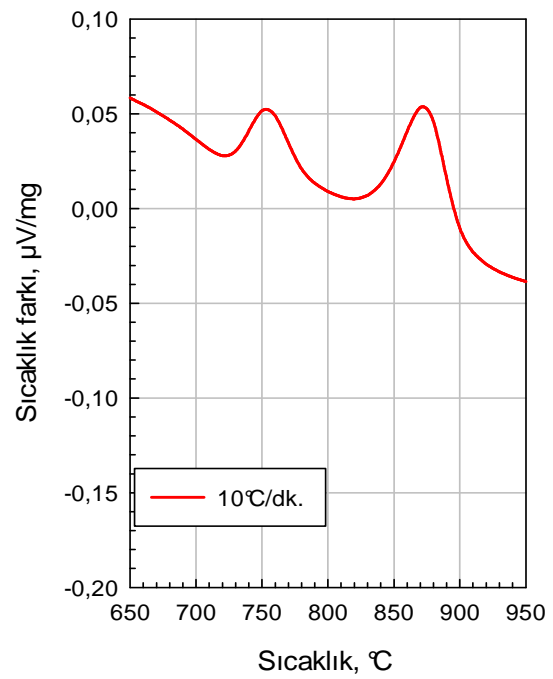
(c)



(d)



(e)



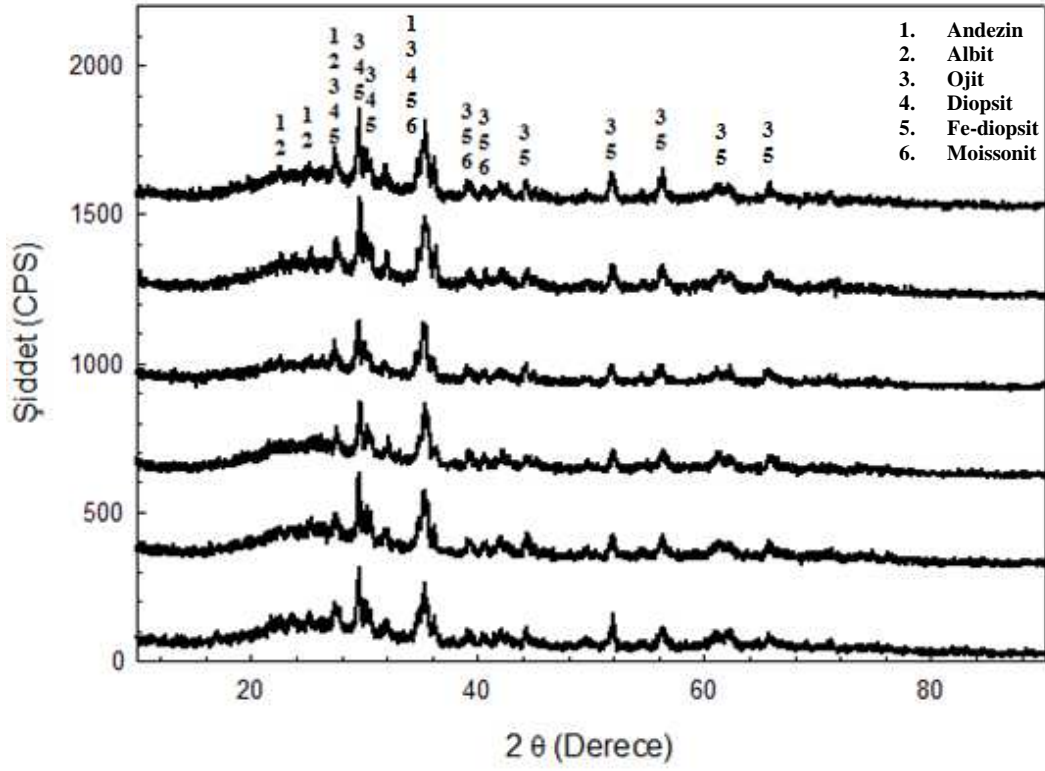
(f)

Şekil 6.3. (Devamı)

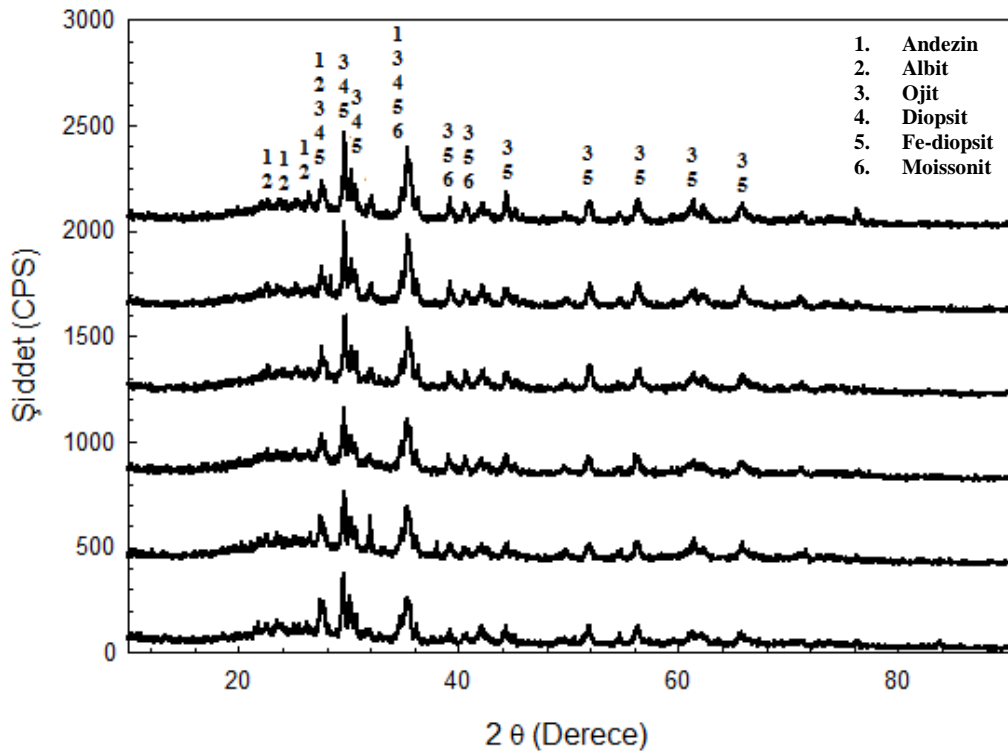
### **6.3. Kristalizasyon sonrası kaplama özelliklerinin tayini**

#### **6.3.1. XRD Analizi**

Şekil 6.4, Şekil 6.5 ve Şekil 6.6 'da sırası ile 800°C, 900 °C ve 1000°C sıcaklıklarda ve 1 ve 4 saat sürelerde kristalizasyon ısıl işlemi görmüş kaplamalara ait XRD analiz sonuçları görülmektedir. Tespit edilen kristalin fazların kimyasal formülleri ve ASTM kart numaraları ise Tablo 6.1'de verilmiştir.

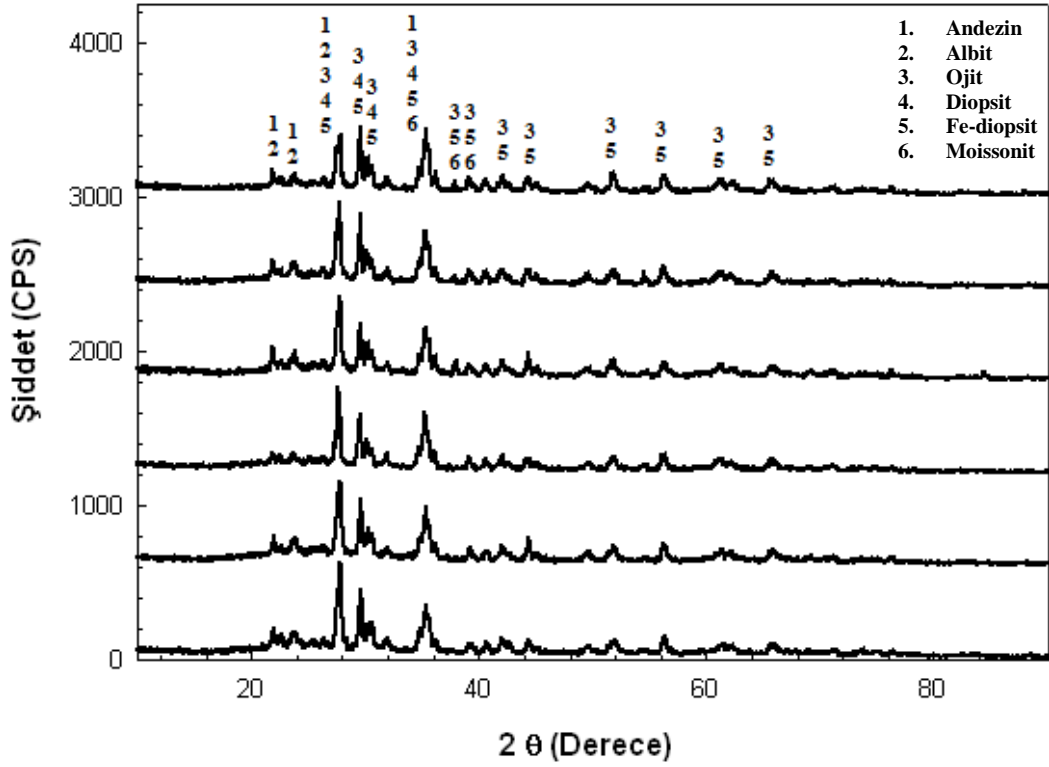


(a)

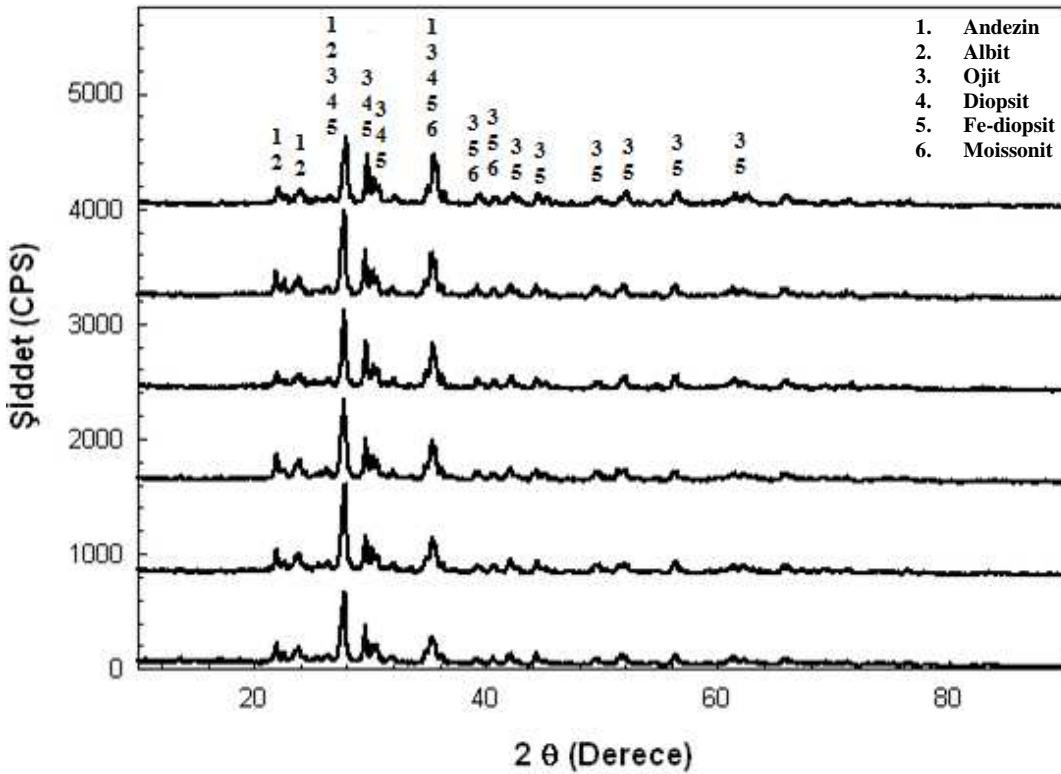


(b)

Şekil 6.4. 800°C sıcaklıkta (a) 1 saat, (b) 4 saat süreyle kontrollü kristalizasyon ısıl işlemine tabii tutulan kaplamaların X-ışınları difraksiyon analizleri

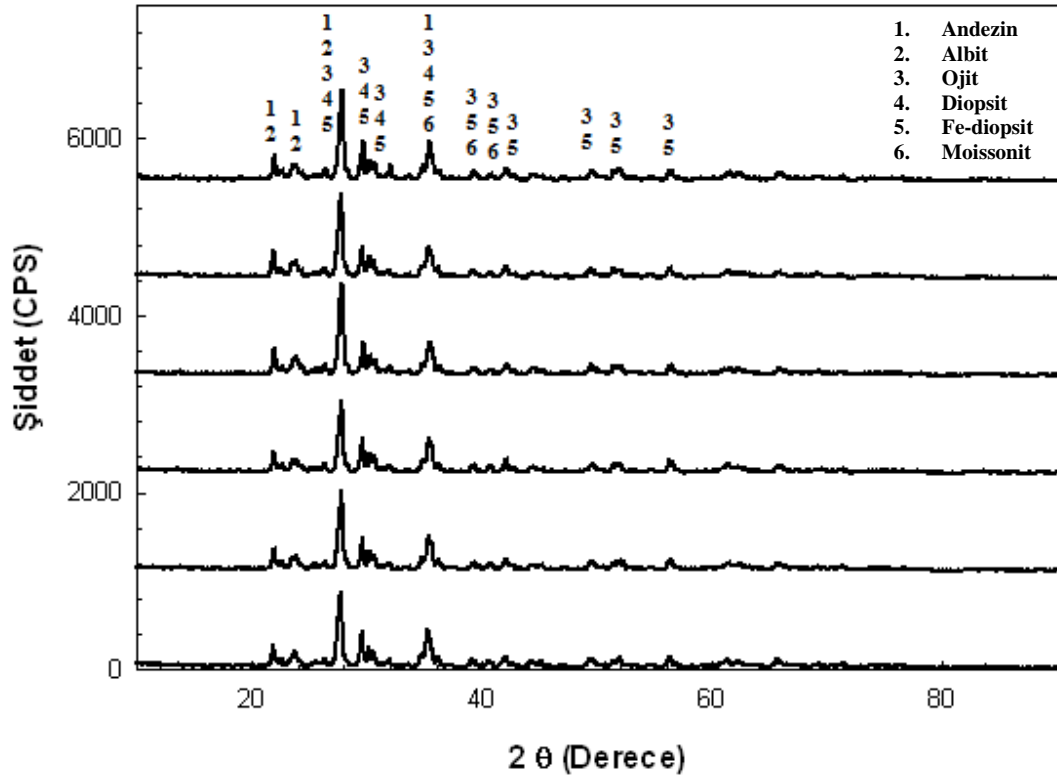


(a)

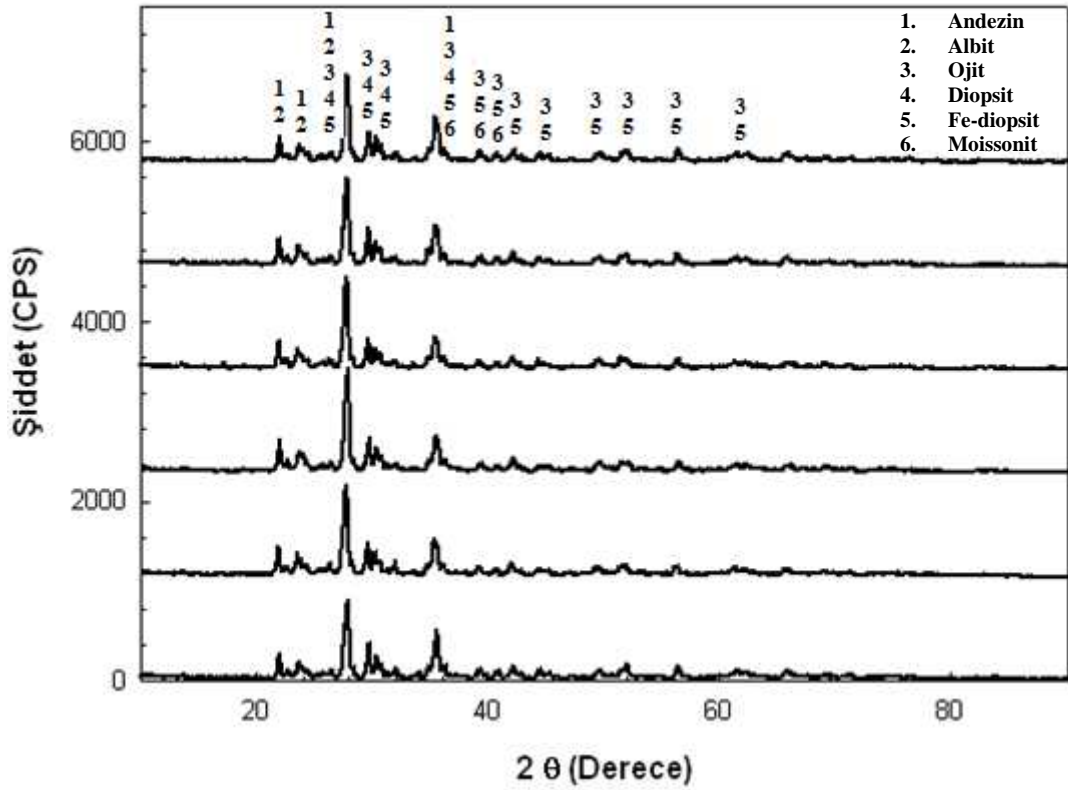


(b)

Şekil 6.5. 900°C sıcaklıkta (a) 1 saat, (b) 4 saat süreyle kontrollü kristalizasyon ısı işleminde tabii tutulan kaplamaların X-ışınları difraksiyon analizleri



(a)



(b)

Şekil 6.6. 1000°C sıcaklıkta (a) 1 saat, (b) 4 saat süreyle kontrollü kristalizasyon ısıl işlemine tabii tutulan kaplamaların X-ışınları difraksiyon analizleri

Tablo 6.1. XRD analizi sonucunda ısıt işlem öncesi ve sonrası kaplamalarda tespit edilmiş fazlar ve kart numaraları

Isıl işlem sıcaklık ve süresi	Kristal fazlar	ASTM kart no
Cam (ısıt işlemsiz)	Camsı amorf yapı	-
800 °C – 1 saat	Ojit [Ca(MgFe)Si <sub>2</sub> O <sub>6</sub> ]	24-0203
	Fe-diopsit [(Mg <sub>0,992</sub> Fe <sub>0,008</sub> )(Ca <sub>0,97</sub> Mg <sub>0,022</sub> Fe <sub>0,008</sub> )(Si <sub>2</sub> O <sub>6</sub> )]	83-0100
	Albit [(NaCa)Al(SiAl) <sub>3</sub> O <sub>8</sub> ]	41-1480
	Andezin [Na <sub>0,499</sub> Ca <sub>0,491</sub> (Al <sub>1,488</sub> Si <sub>2,508</sub> O <sub>8</sub> )]	79-1148
	Moissonit [24R SiC]	72-1625
	Diopsit [CaMgSi <sub>2</sub> O <sub>6</sub> ]	86-0932
800 °C – 4 saat	Ojit [Ca(MgFe)Si <sub>2</sub> O <sub>6</sub> ]	24-0203
	Fe-diopsit [(Mg <sub>0,992</sub> Fe <sub>0,008</sub> )(Ca <sub>0,97</sub> Mg <sub>0,022</sub> Fe <sub>0,008</sub> )(Si <sub>2</sub> O <sub>6</sub> )]	83-0100
	Albit [(NaCa)Al(SiAl) <sub>3</sub> O <sub>8</sub> ]	41-1480
	Andezin [Na <sub>0,499</sub> Ca <sub>0,491</sub> (Al <sub>1,488</sub> Si <sub>2,508</sub> O <sub>8</sub> )]	79-1148
	Moissonit [24R SiC]	72-1625
	Diopsit [CaMgSi <sub>2</sub> O <sub>6</sub> ]	86-0932
900 °C – 1 saat	Ojit [Ca(MgFe)Si <sub>2</sub> O <sub>6</sub> ]	24-0203
	Fe-diopsit [(Mg <sub>0,992</sub> Fe <sub>0,008</sub> )(Ca <sub>0,97</sub> Mg <sub>0,022</sub> Fe <sub>0,008</sub> )(Si <sub>2</sub> O <sub>6</sub> )]	83-0100
	Albit [(NaCa)Al(SiAl) <sub>3</sub> O <sub>8</sub> ]	41-1480
	Andezin [Na <sub>0,499</sub> Ca <sub>0,491</sub> (Al <sub>1,488</sub> Si <sub>2,508</sub> O <sub>8</sub> )]	79-1148
	Moissonit [24R SiC]	72-1625
	Diopsit [CaMgSi <sub>2</sub> O <sub>6</sub> ]	86-0932
900 °C – 4 saat	Ojit [Ca(MgFe)Si <sub>2</sub> O <sub>6</sub> ]	24-0203
	Fe-diopsit [(Mg <sub>0,992</sub> Fe <sub>0,008</sub> )(Ca <sub>0,97</sub> Mg <sub>0,022</sub> Fe <sub>0,008</sub> )(Si <sub>2</sub> O <sub>6</sub> )]	83-0100
	Albit [(NaCa)Al(SiAl) <sub>3</sub> O <sub>8</sub> ]	41-1480
	Andezin [Na <sub>0,499</sub> Ca <sub>0,491</sub> (Al <sub>1,488</sub> Si <sub>2,508</sub> O <sub>8</sub> )]	79-1148
	Moissonit [24R SiC]	72-1625
	Diopsit [CaMgSi <sub>2</sub> O <sub>6</sub> ]	86-0932
1000 °C – 1 saat	Ojit [Ca(MgFe)Si <sub>2</sub> O <sub>6</sub> ]	24-0203
	Fe-diopsit [(Mg <sub>0,992</sub> Fe <sub>0,008</sub> )(Ca <sub>0,97</sub> Mg <sub>0,022</sub> Fe <sub>0,008</sub> )(Si <sub>2</sub> O <sub>6</sub> )]	83-0100
	Albit [(NaCa)Al(SiAl) <sub>3</sub> O <sub>8</sub> ]	41-1480
	Andezin [Na <sub>0,499</sub> Ca <sub>0,491</sub> (Al <sub>1,488</sub> Si <sub>2,508</sub> O <sub>8</sub> )]	79-1148
	Moissonit [24R SiC]	72-1625
	Diopsit [CaMgSi <sub>2</sub> O <sub>6</sub> ]	86-0932
1000 °C – 4 saat	Ojit [Ca(MgFe)Si <sub>2</sub> O <sub>6</sub> ]	24-0203
	Fe-diopsit [(Mg <sub>0,992</sub> Fe <sub>0,008</sub> )(Ca <sub>0,97</sub> Mg <sub>0,022</sub> Fe <sub>0,008</sub> )(Si <sub>2</sub> O <sub>6</sub> )]	83-0100
	Albit [(NaCa)Al(SiAl) <sub>3</sub> O <sub>8</sub> ]	41-1480
	Andezin [Na <sub>0,499</sub> Ca <sub>0,491</sub> (Al <sub>1,488</sub> Si <sub>2,508</sub> O <sub>8</sub> )]	79-1148
	Moissonit [24R SiC]	72-1625
	Diopsit [CaMgSi <sub>2</sub> O <sub>6</sub> ]	86-0932



Şekil 6.2’de ısı işlem öncesi tüm kaplamaların XRD analiz sonucu görülmektedir. Söz konusu şekilde, XRD paternlerinde yapıların amorf olduğu tespit edilmiş olup ayrıca, çok düşük seviyelerde tamamen ergimeyen bazalt tozlarından ve SiC partiküllerinden kaynaklanan kristalin piklerin varlığı da görülmektedir. Isıl işlem sonrası elde edilen x-ışınları difraksiyon paternlerinde, Ojit  $[\text{Ca}(\text{MgFe})\text{Si}_2\text{O}_6]$  (ASTM kart no: 24-0203), Fe-diopsit  $[(\text{Mg}_{0,992}\text{Fe}_{0,008})(\text{Ca}_{0,97}\text{Mg}_{0,022}\text{Fe}_{0,008})(\text{Si}_2\text{O}_6)]$  (ASTM kart no: 83-0100), diopsit  $[\text{CaMgSi}_2\text{O}_6]$  (ASTM kart no: 86-932 ) Albit  $[(\text{NaCa})\text{Al}(\text{SiAl})_3\text{O}_8]$  (ASTM kart no: 41-1480), Andezin  $[\text{Na}_{0,499}\text{Ca}_{0,491}(\text{Al}_{1,488}\text{Si}_{2,508}\text{O}_8)]$  (ASTM kart no: 79-1148) ve Moissonit  $[24\text{R SiC}]$  (ASTM kart no: 72-1625 ) fazları tespit edilmiştir. Bu kristal fazlar, bazalt esaslı cam-seramiklerde görülen karakteristik fazlardır [9, 10, 12, 16].

XRD sonuçlarında dikkat çeken ilk durum  $10^\circ - 25^\circ$ ’lik açıları arasında görülen ve literatürdeki bazı çalışmalarda [113] amorf hale olarak adlandırılan bölgenin artan ısı işlem sıcaklık ve süresi ile azalmasıdır. Bu bölgenin daralması yapının daha iyi kristallendiğini göstermektedir. Cam-seramiklerde ısı işlem sıcaklık ve süresinin artışına bağlı olarak kristallenmenin artışı beklenen bir durumdur [1, 9, 14, 16, 96].  $800^\circ\text{C}$  ‘de 1 saat ısı işlem görmüş kaplamaların XRD paternlerinde bu bölge genişken aynı sıcaklıkta 4 saat işlem görmüş kaplamada bu bölge daralmaktadır.  $900^\circ\text{C}$  ve  $1000^\circ\text{C}$  sıcaklıklarda ısı işlem görmüş kaplamalarda elde edilen XRD paternleri amorf karakteri simgeleyen bu bölgenin daha da daralmasının yanında pik oluşumu ile kristallenmenin artan sıcaklık ile ciddi miktarda arttığını göstermektedir.

Tüm sıcaklık ve sürelerde tespit edilen fazlar aynıdır. Bu durum ısı işlem sıcaklık ve süresinin farklı fazların oluşumuna neden olmadığını ancak sıcaklık ve süre parametrelerinin mevcut fazların miktarlarının değişiminde etkili olduğunu göstermektedir. Pik şiddetlerinin sıcaklık ve sürenin artışına bağlı olarak değişim göstermesi bu fikri desteklemektedir. Aynı şekilde SiC katkısındaki artışta herhangi bir farklı fazın oluşumuna sebep olmamıştır. SiC katkısının artışı moissonit fazının pik şiddetinin artmasına sebep olmakta olup bu fazın en şiddetli pikleri ojit ve diopsit pikleri ile çakışmaktadır.

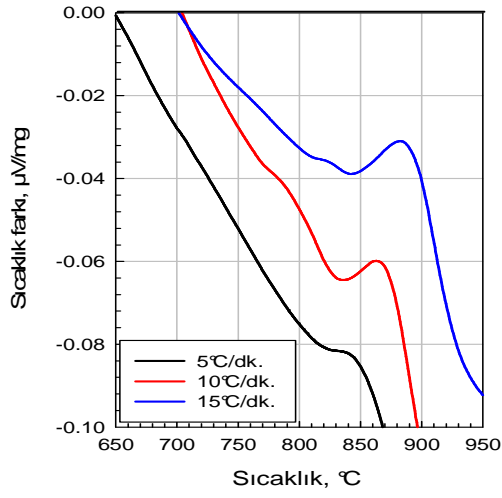
Dikkat çeken bir diğer durum ise elde edilen fazların 2-theta açılarının birbirine oldukça yakın olmasıdır. Tespit edilen fazların en şiddetli piklerinin 2-theta açıları sırası ile; andezin fazı için 27,777 derece, albit fazı için 28,022 derece, ojit fazı için 29,813 derece, diopsit fazı için 29,732 derece, Fe-diopsit fazı için 29,732 derece ve moissonit fazı için 35,514 derecedir. Bütün pikler birden fazla fazın açıları ile eşleşmekte olup her pik birden fazla faz ihtiva etmektedir. Kaplama tabakasında ısı işlem sonrası oluşan başlıca fazlar olan ojit ve diopsit pikleri bu duruma en iyi örneklerden birini teşkil etmektedir. Bu fazların açılarının birbirine çok yakın oluşu bazı çalışmalarda elde edilen pikin diopsidik ojit gibi tek isimle anılmasına sebep olmuştur. Ojit ve diopsit fazları bazalt esaslı cam-seramiklerde görülen karakteristik fazlardandır [1, 9, 12, 14, 16, 114, 115]. Yine çalışmada tespit edilen andezin ve albit fazlarının pik açıları birbirine çok yakındır.

XRD analiz sonuçlarına ısı işlem süresi ve sıcaklığının etkileri incelendiğinde; 800 °C'de ısı işlem görmüş kaplamalarda ısı işlem süresinin artışı ile birlikte pik şiddetlerinde belirgin artışlar gözlenmiştir. 800 °C'de ısı işlem gören kaplamalarda, XRD paternlerinin başlarında bahsedilen amorf hole bölgesi 1 saat ısı işlem görmüş kaplamalarda çok belirgin iken 800 °C'de 4 saat ısı işlem görmüş kaplamalarda bu bölge kristallenmenin etkisi ile daralmış ve küçülmüştür. 900 °C'de ısı işlem görmüş kaplamaların XRD sonuçları incelendiğinde süre etkisi ile pik şiddetlerinde meydana gelen değişimin 800 °C'de ısı işlem görmüş kaplamalardaki kadar bariz olmadığı tespit edilmiştir. Bu durumun, 900 °C'de kristallenmenin büyük ölçüde gerçekleşmesi ve sürenin kristallenme üzerindeki etkisinin azalmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. 900 °C'de ısı işlem görmüş kaplamalarda %30 SiC katkısından itibaren moissonit pik şiddetlerinin arttığı görülmüştür. Bunun sebebinin %30 SiC katkısına kadar ilave edilen SiC'ün bir kısmının SiO<sub>2</sub> 'e dönüşümünün gerçekleşmesi sonucu moissonit pik şiddetlerini etkisinin olmaması ile ilgili olduğu düşünülmektedir. İlave miktarı %30 'un üzerine çıkınca dönüşmeyen SiC miktarının artışı ile moissonit pikleri şiddetlenmiştir. Moissonit piklerindeki artış 900 °C'de ısı işlem görmüş %40 ve %50 SiC katkılı kaplamalarda da net olarak görülmüştür. 1000 °C'de ısı işlem görmüş kaplamalarda ise SiC katkısız kaplamalar için ısı işlem sürelerindeki artış ile pik şiddetlerinde artış belirlenmiştir. Ancak bu artış diğer sıcaklıklarda olduğu kadar belirgin değildir.

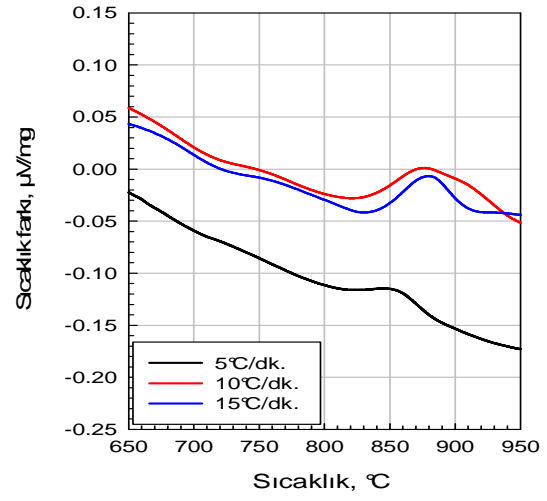
SiC katkısının XRD sonuçlarına etkileri incelendiğinde; 800 °C’de ısıl işlem görmüş kaplamalarda özellikle %30 ‘un üzerindeki SiC katkısı ile moissonit piklerinde artış olduğu göze çarpmaktadır. 900 °C ‘de ısıl işlem görmüş kaplamalarda da benzer olan bu durumun yukarıda açıklanan SiO<sub>2</sub> dönüşümü ile ilgili olduğu düşünülmektedir. 1000 °C ‘de ısıl işlem görmüş kaplamalarda ise SiC miktarının artışı ile birlikte albit ve andezin pik şiddetlerinde belirgin artışlar meydana gelmektedir. Genel olarak SiC ilavesi, ısıl işlem sıcaklık ve süresinin artışıyla pik şiddetlerinde artma eğilimi gözlenmektedir. Bu durumun SiC katkısının heterojen çekirdeklenme etkisi göstererek kristallenmeyi kolaylaştırması ile açıklanabilir. Sonuçlar SiC katkısının artışının XRD pik şiddetlerinin artışına ve XRD paternlerinin altında kalan amorf yapıyı karakterize eden bölgenin azalmasına sebep olduğunu göstermiştir. Bu durum muhtemelen SiC partiküllerinin heterojen çekirdeklenme için çekirdeklenme merkezi etkisi yapması ile açıklanabilir. Bilindiği üzere yabancı cisimler camın içinde çözünmedikleri takdirde heterojen çekirdeklenme için öncü olabilirler. Cam-seramiklerde sisteme katılan çekirdeklendiriciler cam-seramiğin kristallenme miktarını arttırmaktadırlar [12, 116, 117, 118].

### 6.3.2. Kristalizasyon kinetiği

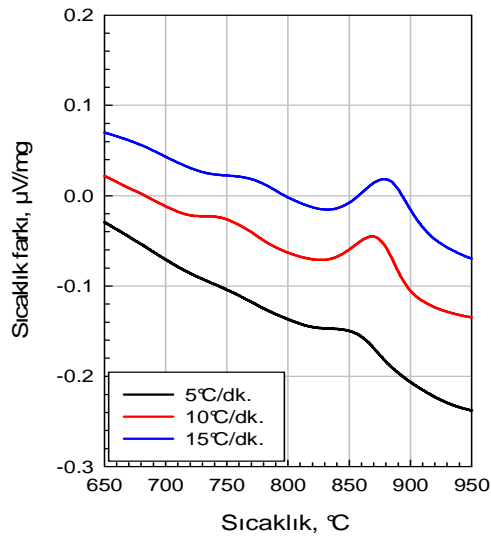
Plazma sprey kaplama işlemi sonrası bazalt esaslı SiC takviyeli ve takviyesiz kaplamaların XRD analizinde, tüm kaplamaların camsı amorf yapıda olduğu görülmektedir. Cam-seramik dönüşümü için uygulanacak ısıl işlem sıcaklıklarının belirlenmesi için amorf kaplamalara DTA cihazında analiz yapılmış, böylece cam geçiş ( $T_g$ ) ve kristallenme ( $T_p$ ) pik sıcaklıkları belirlenmiştir. Şekil 6.7’de bazalt esaslı kaplamaların DTA eğrileri görülmektedir. Kinetik çalışmalarda kaplamaların cam-seramiğe dönüşümü için gerekli aktivasyon enerjilerinin hesaplanmasında Bölüm 5’de bahsedilen eşitlikler (Eşitlik 5.5-5.11) kullanılmıştır. DTA eğrilerinden elde edilen cam geçiş ( $T_g$ ) ve kristallenme pik sıcaklıkları ( $T_p$ ) Tablo 6.2’de verilmektedir.



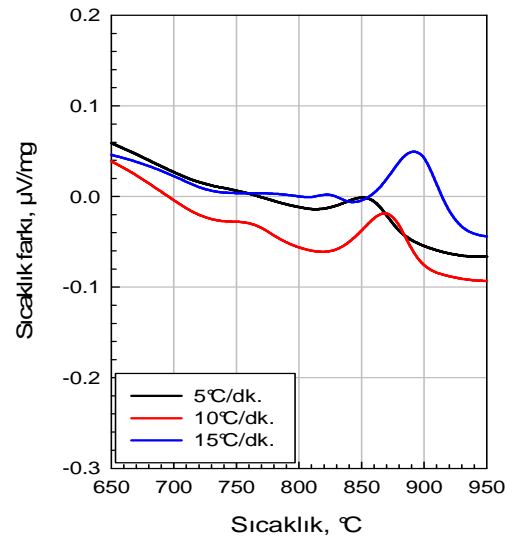
(a)



(b)

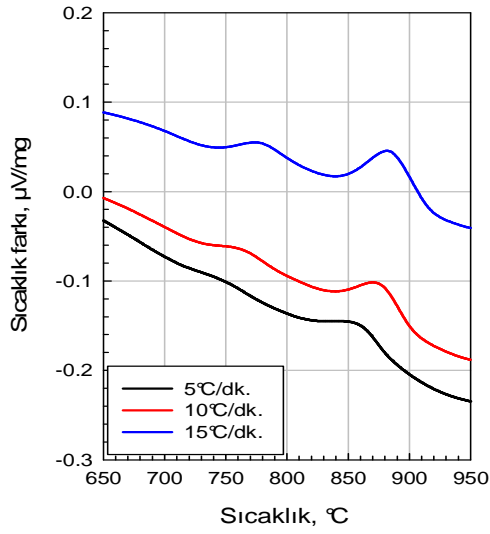


(c)

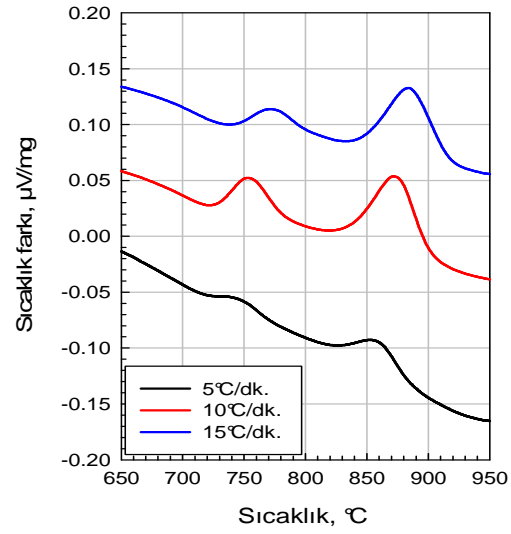


(d)

Şekil 6.7. Plazma spreyle kaplanmış bazalt camının 5-10-15 °C/dak. ısıtma hızıyla elde edilmiş DTA eğrileri a) SiC katkısız kaplama, b) %10 SiC katkılı kaplama, c) %20 SiC katkılı kaplama, d) %30 SiC katkılı kaplama, e) %40 SiC katkılı kaplama, f) %50 SiC katkılı kaplama



(e)



(f)

Şekil 6.7. (Devamı)

Tablo 6.2. Plazma sprey kaplanmış bazalt esaslı SiC katkı ve katkısız camlarının DTA eğrilerinden elde edilen cam geçiş sıcaklığı ve ekzotermik pik sıcaklık değerleri

Numune cinsi	Isıtma hızı, $\beta$ (C°/dak)	Pik sıcaklıkları (K)		K( $\Delta T$ )
		T <sub>g</sub>	T <sub>p</sub>	
SiC katkısız kaplama	5	1004	1119	31
	10	1047	1134	35
	15	1079	1154	33
% 10 SiC katkıli kaplama	5	972	1119	41
	10	993	1147	55
	15	1004	1151	44
% 20 SiC katkıli kaplama	5	973	1119	45
	10	987	1141	33
	15	1006	1155	40
% 30 SiC katkıli kaplama	5	1000	1125	43
	10	1006	1141	39
	15	1008	1165	42
% 40 SiC katkıli kaplama	5	990	1120	43
	10	994	1134	35
	15	1009	1160	36
% 50 SiC katkıli kaplama	5	991	1121	31
	10	998	1147	33
	15	1004	1165	45

Augis-Bennet eşitliği kullanılarak hesaplanan n değerleri Tablo 6.3'de verilmektedir.

Tablo 6.2'deki değerleri kullanarak  $\ln T_p^2/\beta$  ile  $1/T_p$  ve  $\ln T_g^2/\beta$  ile  $1/T_g$  arasında

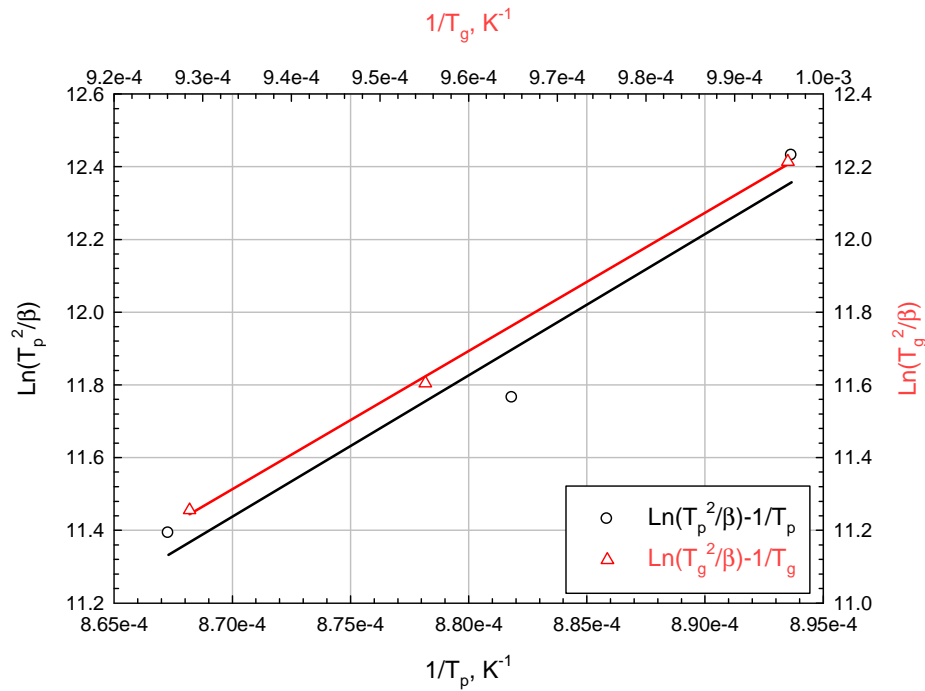
grafik çizildiğinde lineer bir doğru elde edilmektedir. Şekil 6.8-6.13’ deki grafikteki eğrinin eğimi  $E_a/R$  değerini ve ordinatı kestiği nokta ( $V_a$ ) değerini vermektedir. Yine Şekil 6.8-6.13 ‘de grafiklerdeki lineer doğruların eğimi ( $E_c/R$ ) değerini, y eksenini kestiği nokta da ( $V_c$ ) değerini vermektedir. Bu değerler Augis–Bennet eşitliğinde yerine koyularak avrami parametresi yani “n” değerleri hesaplanmaktadır. Tablo 6.4’de SiC katkısına bağlı olarak avtivasyon enerjisi ve frekans faktörü değerleri görülmektedir.

Tablo 6.3. Kinetik çalışmalar sonucunda elde edilen “n” değerleri ve tespit edilen kristallenme mekanizmaları

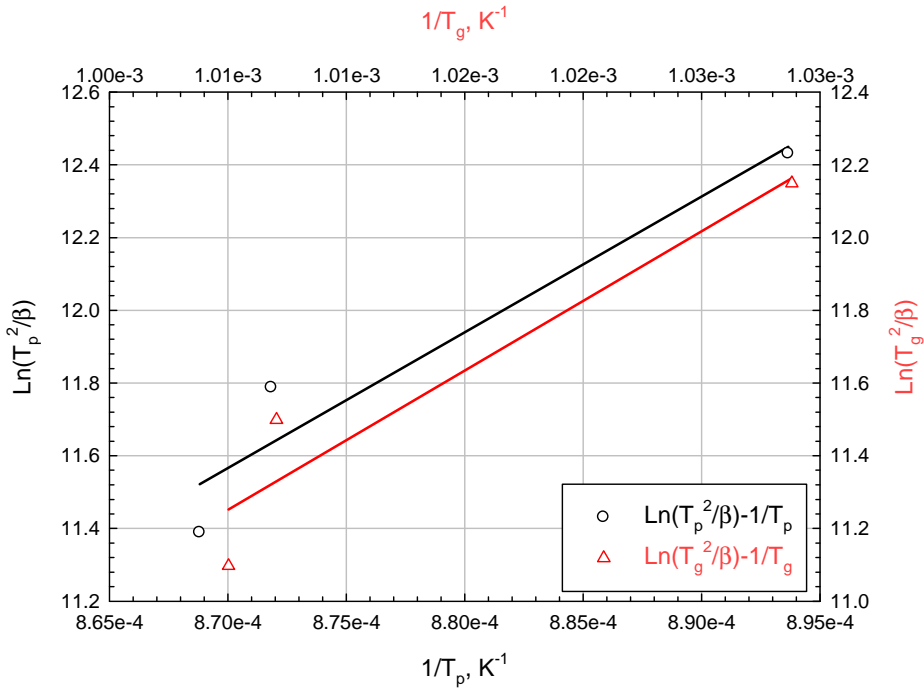
Numune cinsi	Isıtma hızı (C°/dk)	n	Mekanizma
SiC katkısız kaplama	5	2,60	Hacim kristallenmesi
	10	2,36	Hacim kristallenmesi
	15	2,59	Hacim kristallenmesi
%10 SiC katkılı kaplama	5	2,05	Hacim kristallenmesi
	10	1,60	Hacim kristallenmesi
	15	2,02	Hacim kristallenmesi
%20 SiC katkılı kaplama	5	1,97	Hacim kristallenmesi
	10	2,79	Hacim kristallenmesi
	15	2,37	Hacim kristallenmesi
%30 SiC katkılı kaplama	5	2,25	Hacim kristallenmesi
	10	2,55	Hacim kristallenmesi
	15	2,47	Hacim kristallenmesi
%40 SiC katkılı kaplama	5	2,31	Hacim kristallenmesi
	10	2,91	Hacim kristallenmesi
	15	2,96	Hacim kristallenmesi
%50 SiC katkılı kaplama	5	3,33	Hacim kristallenmesi
	10	3,27	Hacim kristallenmesi
	15	2,48	Hacim kristallenmesi

Tablo 6.3’den görüldüğü üzere kinetik çalışmalar sonucunda tüm bileşimlerde ve tüm ısıtma hızlarında elde edilmiş “n” değerleri birin üzerindedir. Bu durum kristallenme mekanizmasının tamamen hacim kristallenmesi olduğunu göstermektedir [96]. Cam-seramik sistemlerde hacim kristallenmesinin dışında yüzey kristallenmeside görülebilmektedir. Ancak hacim kristallenmesi, homojen kristal

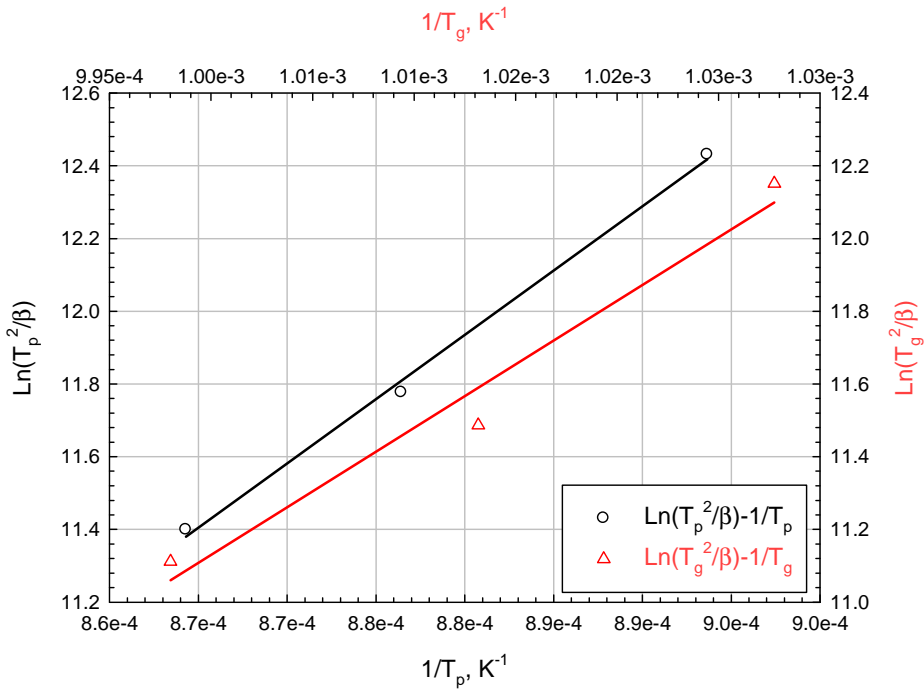
yapının elde edilmesi için tercih edilir. Homojen çekirdeklenme ve hacim kristallenmesi için genellikle  $P_2O_5$ ,  $TiO_2$ ,  $Cr_2O_3$  gibi dışarıdan ilave edilen çekirdeklendiricilere ihtiyaç duyulur [119, 120]. Bu çalışmada elde edilen kristallenmenin hacim kristallenmesi olması SiC katkısının heterojen çekirdeklenme etkisi yaptığını doğrular niteliktedir. Asıl çekirdeklenme etkisi bazaltın bileşiminde bulunan  $Fe_2O_3$ 'den sağlanırken SiC 'de kristallenmeye katkı sağlamaktadır.



Şekil 6.8. SiC katkısız kaplamaya ait  $\ln(T_g^2/\beta)-1/T_g$  ve  $\ln(T_p^2/\beta)-1/T_p$  eğrileri

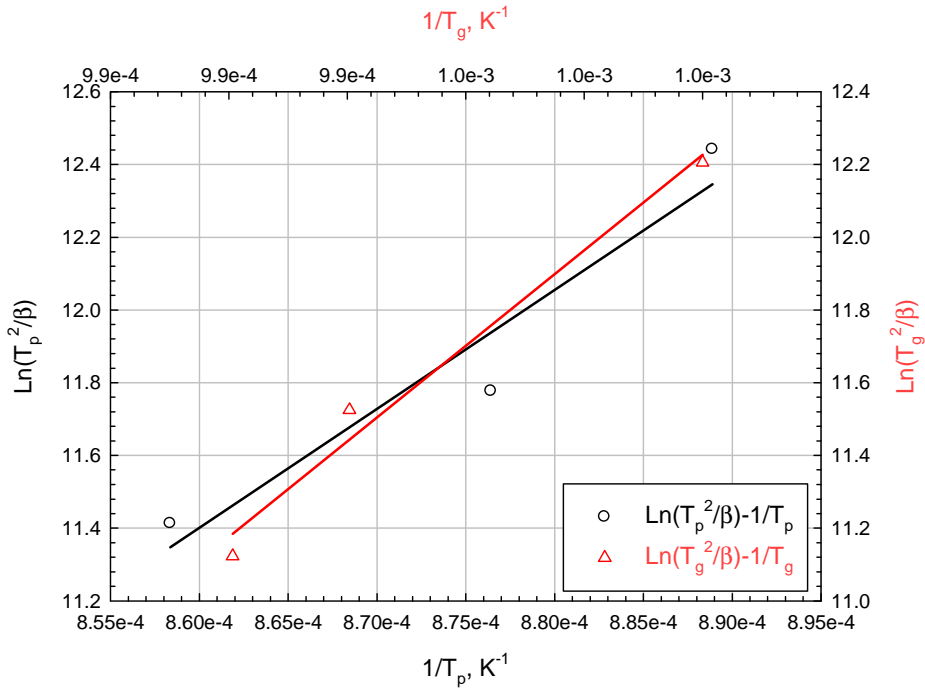


Şekil 6.9. %10 SiC katkıli kaplamaya ait  $\ln(T_g^2/\beta)-1/T_g$  ve  $\ln(T_p^2/\beta)-1/T_p$  eğrileri

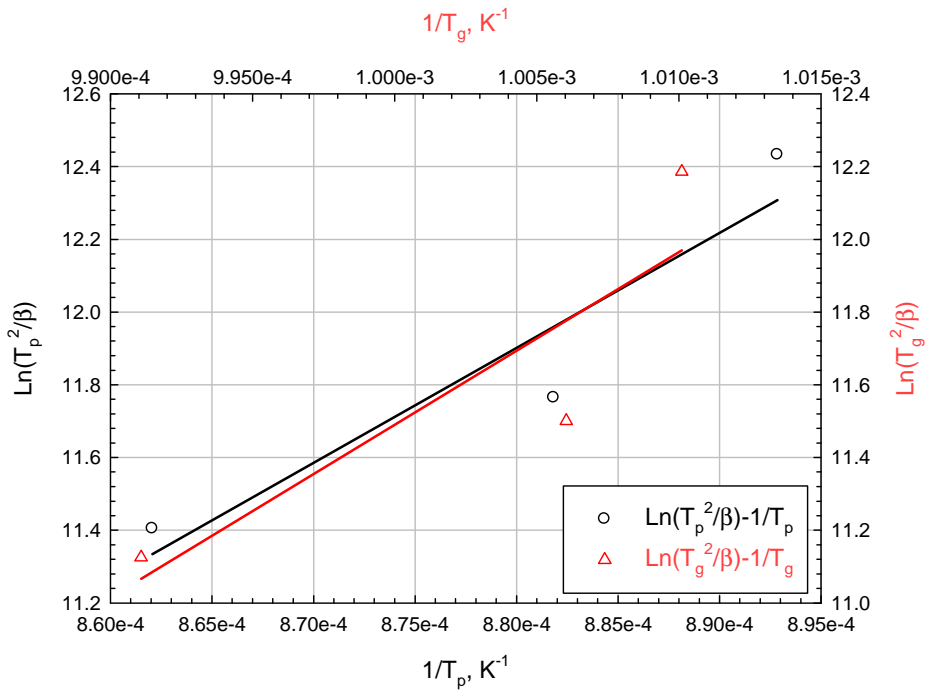


Şekil 6.10. %20 SiC katkıli kaplamaya ait  $\ln(T_g^2/\beta)-1/T_g$  ve  $\ln(T_p^2/\beta)-1/T_p$  eğrileri

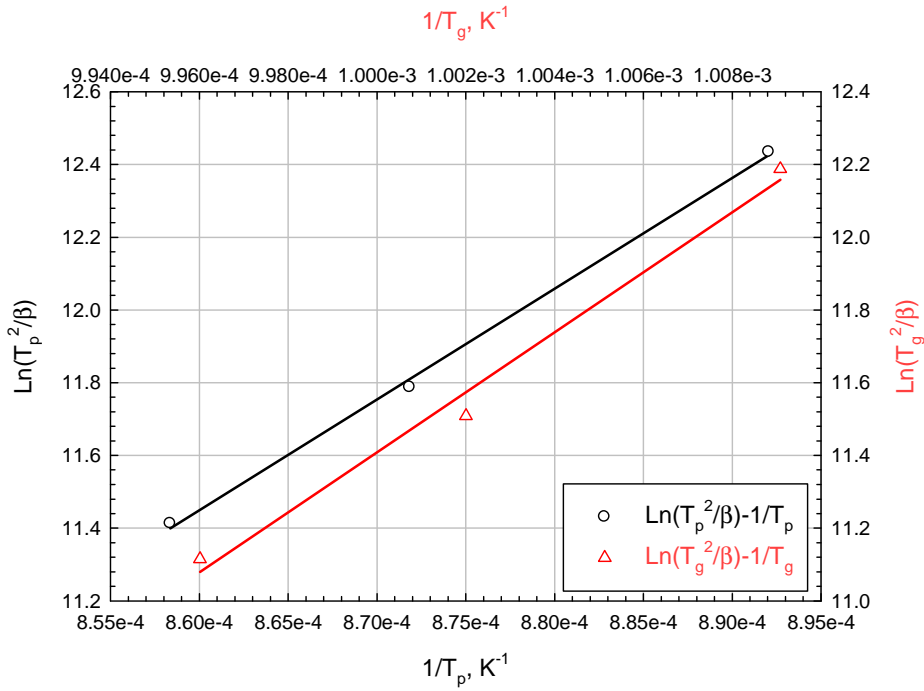




Şekil 6.11. %30 SiC katkıli kaplamaya ait  $\ln(T_g^2/\beta)-1/T_g$  ve  $\ln(T_p^2/\beta)-1/T_p$  eğrileri



Şekil 6.12. %40 SiC katkıli kaplamaya ait  $\ln(T_g^2/\beta)-1/T_g$  ve  $\ln(T_p^2/\beta)-1/T_p$  eğrileri



Şekil 6.13. %50 SiC katkılı kaplamaya ait  $\text{Ln}(T_g^2/\beta)-1/T_g$  ve  $\text{Ln}(T_p^2/\beta)-1/T_p$  eğrileri

Tablo 6.4. SiC katkısına bağlı olarak aktivasyon enerjisi ve frekans faktörü değerleri

Numune cinsi	Aktivasyon enerjisi (kJ/mol)		Frekans faktörü ( $\text{s}^{-1}$ )	
	$E_a$	$E_c$	$V_a$	$V_c$
SiC katkısız	323,4	118,5	$3,59 \times 10^{10}$	$1,26 \times 10^{10}$
% 10 SiC katkılı	310,3	318,6	$3,43 \times 10^{10}$	$3,56 \times 10^{10}$
% 20 SiC katkılı	293,8	290,1	$3,22 \times 10^{10}$	$3,12 \times 10^{10}$
% 30 SiC katkılı	272,2	1091,2	$2,97 \times 10^{10}$	$11,88 \times 10^{10}$
% 40 SiC katkılı	262,8	394,6	$2,81 \times 10^{10}$	$4,30 \times 10^{10}$
% 50 SiC katkılı	253,2	685,9	$2,74 \times 10^{10}$	$7,41 \times 10^{10}$

DTA'da uygulanan ısıtma hızına bağlı olarak elde edilen grafiklerden  $n$  değerinin 1,60–3,33 değerleri arasında değiştiği bulunmuştur. Bulunan bu sonuçlar, amorf olarak elde edilen camlı kaplamada, ısıl işlemler sonucunda bir ve iki boyutlu kristal büyümesi ile hacim kristallenmesinin olduğunu göstermektedir.

Bazaltın kristallenme kinetiği ile ilgili çalışmalarda elde edilen kristallenme aktivasyon enerjisi değerleri benzer çalışmalar ile uyum göstermektedir. Yılmaz [16] farklı bazalt kayaçlarının ergitilip suya dökülmesi ile elde edilen camlar üzerinde yaptığı kristallenme kinetiği çalışmalarında aktivasyon enerjisi değerlerini 238-265 kJ/mol olarak tespit etmiştir. Bazaltın plazma sprey kaplama tozu olarak kullanımı

ile ilgili bir diğerk çalıřmada ise Bayrak [9] kaplama iřlemi sonrası amorf karakterli kaplama tabakasının kristallenme aktivasyon enerjisi deęerini 324 kJ/mol olarak bulmuřtur. Bu çalıřmada elde edilen deęerler önceki çalıřmalara benzerlik arz etmektedir.

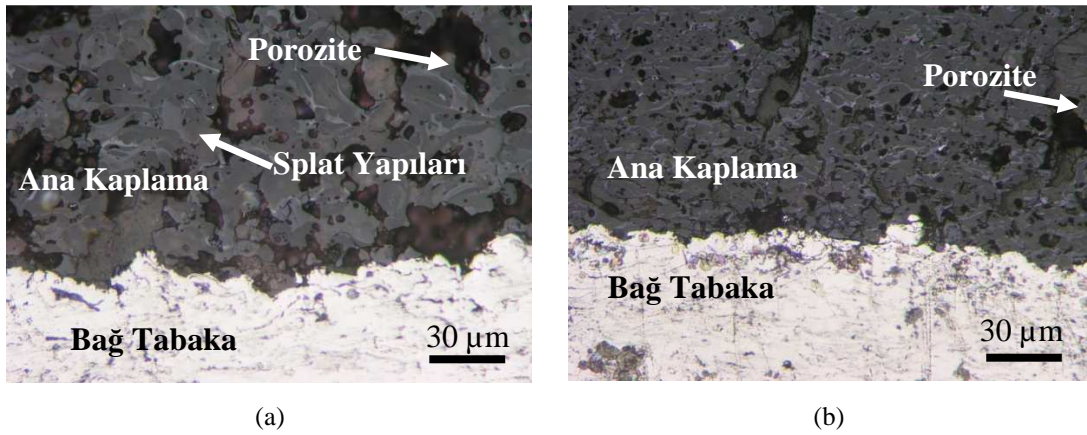
Kristallenme ve vizkoz akıř aktivasyon enerjilerine bakıldıęında ilk dikkat çeken durum SiC katkısının artıřına baęlı olarak kristallenme aktivasyon enerjilerinde belirgin azalmalar meydana gelmesidir. Bu durum kullanılan SiC'ün çekirdeklenme merkezi olarak davranarak heterojen çekirdeklenme etkisi yaptıęı tezini doęrulamaktadır [12, 118, 121, 122]. SiC katkısız kaplama için kristallenme aktivasyon enerjisi deęeri 323,4 kJ/mol olarak hesaplanırken %50 SiC ilaveli kaplamada 253,3 kJ/mol deęerine kadar dūřmūřtur.

### **6.3.3. Metalografik İnceleme**

#### **6.3.3.1. Optik mikro yapılar**

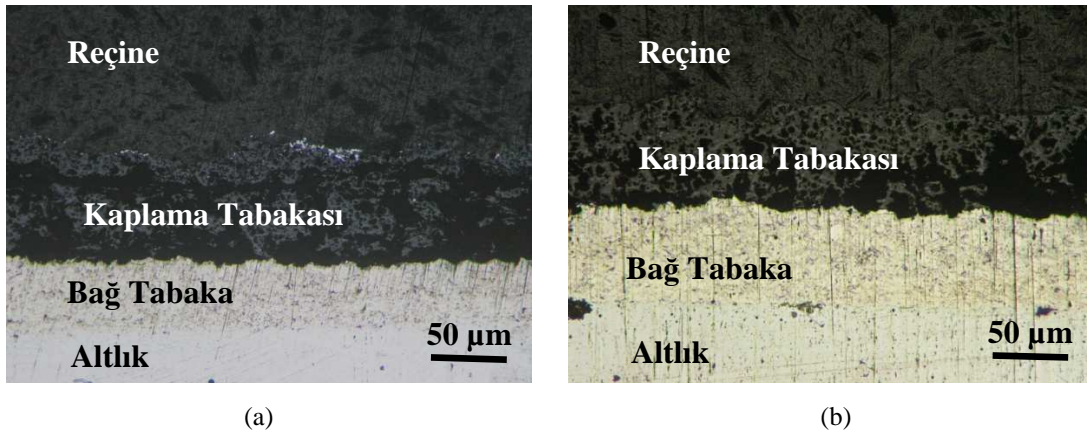
Bazalt esaslı SiC takviyeli kaplamaların cam-seramięe dönüşümü için sırasıyla 800°C, 900°C ve 1000°C sıcaklıklarda, 1–4 saat süreyle argon atmosferinde kontrollü kristalizasyon iřlemi gerçekleştirilmiřtir. Bazalt esaslı SiC takviyeli kaplamaların cam ve cam-seramik durumlarındaki optik ve SEM mikroyapı görüntüleri Őekil 6.14 ile Őekil 6.19 arasında görülmektedir.

Őekil 6.14'de bazalt esaslı %10 SiC takviyeli kaplamaya ait kesitten alınmıř optik mikroyapılar görülmektedir. Őekil 6.14.(a)'da ısıl iřlem görmemiř kaplamanın Őekil 6.14 (b)'de ise 900 °C'de 2 saat süre ile kontrollü kristalizasyon ısıl iřlemine tabi tutulmuř kaplama yapıları görülmektedir. Őekiller incelendięinde splat yapılardan meydana gelen poroziteli kaplama tabakaları görülmektedir. Bu yapı, klasik plazma spreycaplama yapısıdır [111, 112, 123, 124]. Őekilden de görülebileceęi gibi kaplama iřlemi sonrası cam yapının cam-seramięe dönüşümü için uygulanan ısıl iřlem prosesi kaplamada herhangi bir kalkma yada benzeri olumsuz bir duruma sebep olmamıřtır.

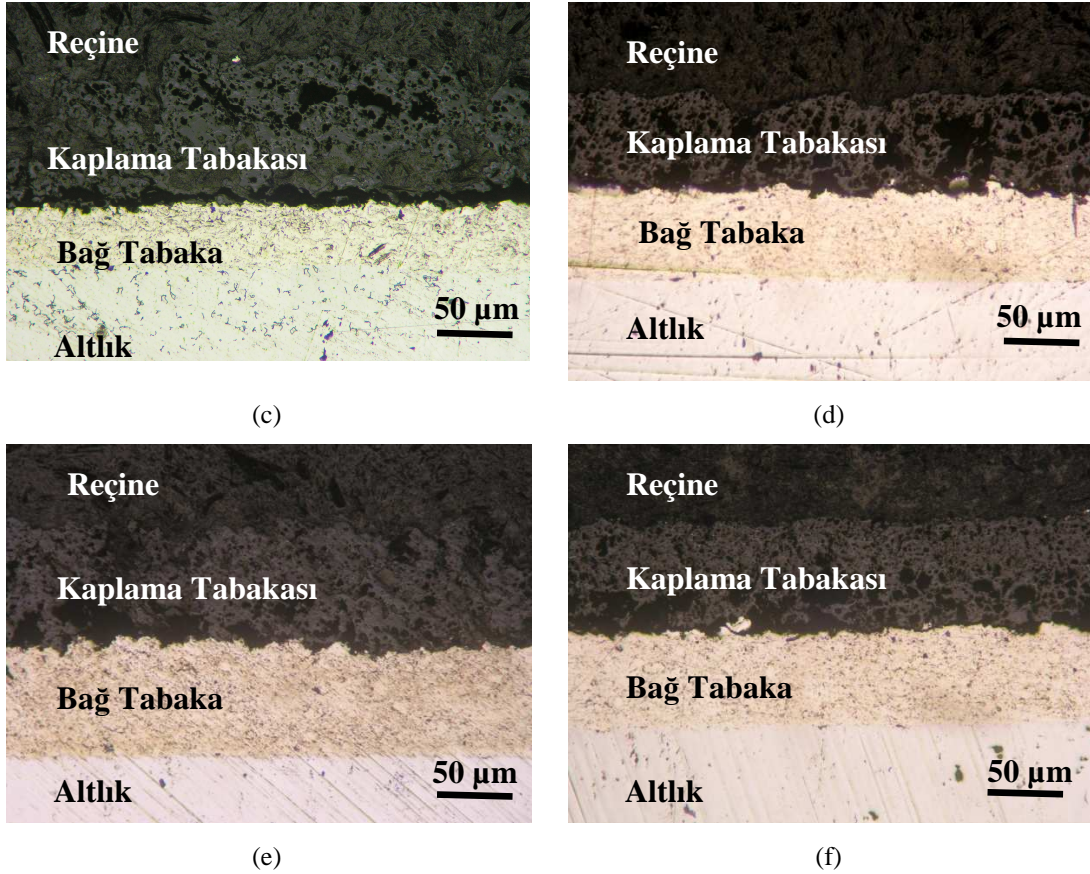


Şekil 6.14. % 10 SiC katkılı kaplamaların cam ve cam-seramik hallerinin kesitten optik mikroyapıları a) Isıl işlem öncesi, b) 900 °C'de 2 saat ısıl işlem sonrası

Şekil 6.15'de ise 900 °C'de 2 saat süre ile kontrollü kristalizasyon ısıl işlemi görmüş kaplamaların SiC katkısızdan başlayarak %50 SiC içeren kaplamaya kadar tamamı görülmektedir. Optik incelemelerde ısıl işlem öncesi ve sonrası kaplamalarda fark oluşmadığı görülmüştür. Kaplamalar hem cam, hem de cam-seramik halleri ile altlık yüzeyine başarılı şekilde yapışmıştır. Optik mikroskop görüntülerinden kaplamaların başarılı bir şekilde gerçekleştiği görülmekle birlikte, SiC içeriğine ve ısıl işlem süresine bağlı olarak belirgin bir değişimin olmadığı göze çarpmaktadır.



Şekil 6.15. 900 °C'de 2 saat ısıl işlem görmüş cam-seramik kaplamaların kesitten alınmış optik mikroyapıları a) SiC katkısız, b) % 10 SiC katkılı, c) % 20 SiC katkılı, d) % 30 SiC katkılı, e) % 40 SiC katkılı, f) % 50 SiC katkılı

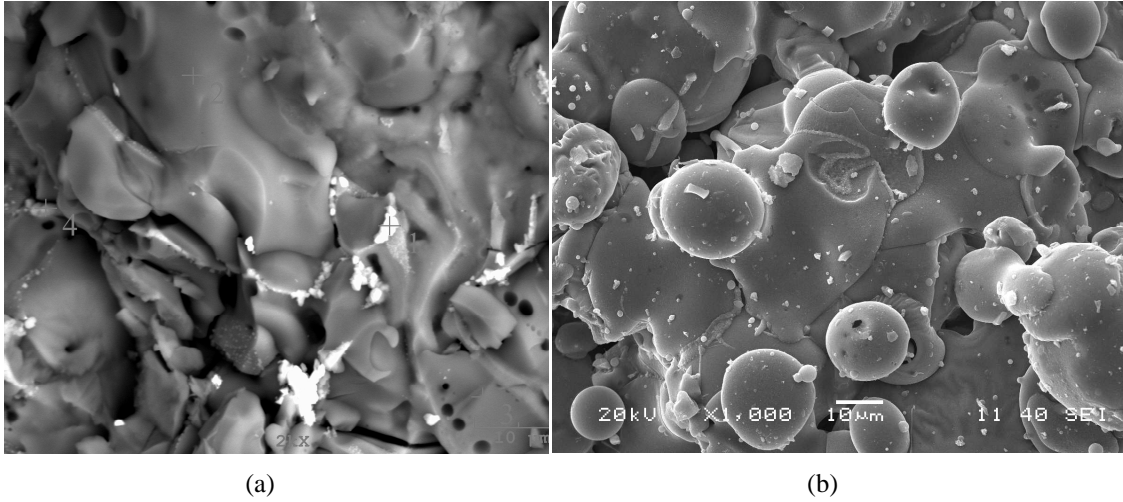


Şekil 6.15. (Devamı)

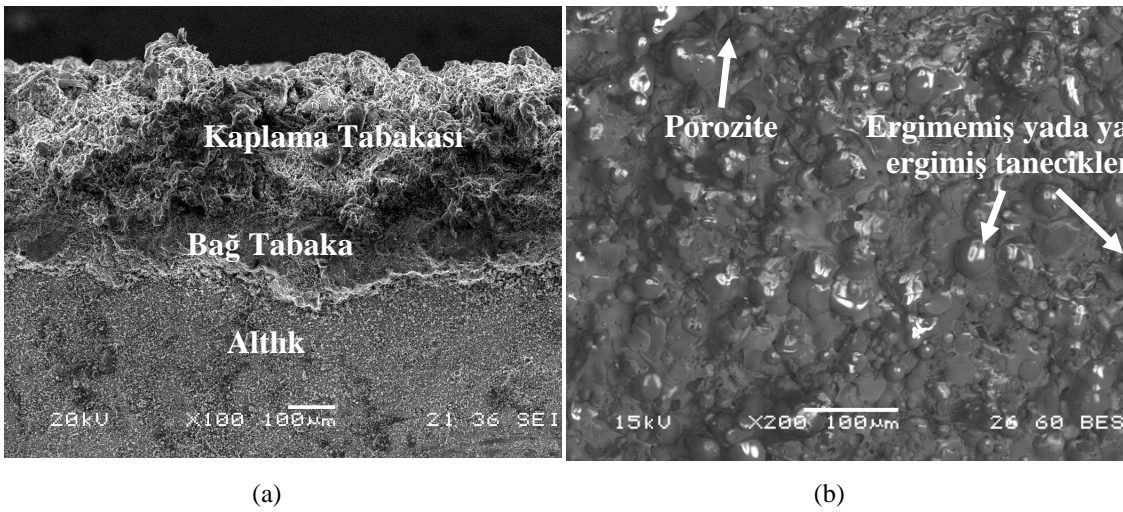
### 6.3.3.2. SEM mikro yapıları

Şekil 6.16'de kaplama sonrası ısıl işlem görmemiş kaplamaların cam halleri ile kesitten ve cepheden SEM mikroyapıları görülmektedir. Kesitten alınan SEM mikroyapısında (Şekil 6.16 a) klasik plazma kaplama tabakasına benzer bir kaplama tabakası görülmektedir. Termal spreycaplama proseslerinde partiküllerin yumuşayarak yada ergiyerek altlık yüzeyine sıvanması söz konusudur. Bu yapıyı yansıtan splotlar Şekil 6.16 (a)'da net olarak gözlenmiştir. Ayrıca yapıda porozite ve ergimemiş tanelerin varlığı da söz konusudur. Şekil 6.16 (b) incelendiğinde ise boyutları çok farklı tanecikler göze çarpmaktadır. Görüldüğü üzere yapıda 1-2 µm tane boyutundan 40-50 µm tane boyutuna kadar değişen boyutlarda taneler mevcuttur. Bu durum plazma spreycaplama esnasında oluşan mekanik etkinin bir sonucu olduğu düşünülmektedir. Yumuşayan yada yarı ergimiş taneciklerin bir kısmı altlık yüzeyine çarptığında sıvanır bir kısmı ise (nispeten daha mukavim tanecikler) çarpma etkisi ile parçalanır. Parçalanma sonucunda ise çok farklı boyutlarda

tanecikler ortaya çıkar. Şekil 6.16 (b)'de ortaya çıkan taneciklerin bu etki ile oluştuğu düşünülmektedir. Kaplama işlemi sonrasında tanecikler soğurken küresel yapıda katlaşıp Şekil 6.16 (b)'de ki gibi bir tabaka meydana getirmişlerdir.



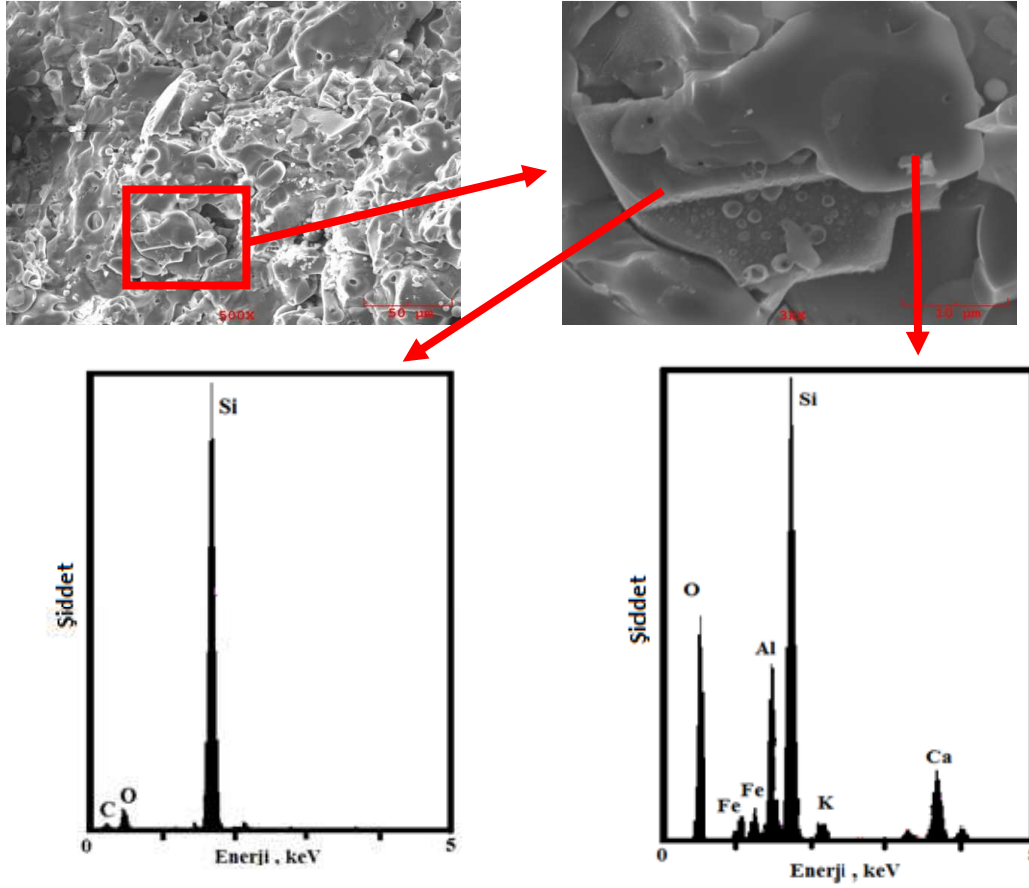
Şekil 6.16. Kaplama işleminden sonra alınmış (ısı işlem görmemiş) %30 SiC takviyeli kaplamaya ait SEM mikroyapıları a) Kesit görüntüsü b) kaplamanın üst kısmından alınan görüntü



Şekil 6.17. 800°C'de 2 saat süre ile ısı işlem görmüş %10 SiC katkılı cam-seramik kaplama tabakasına ait SEM mikroyapıları a) Kesit görüntüsü b) Kaplamanın üstünden alınan görüntü

Şekil 6.17'de 800 °C'de 2 saat süre ile kontrollü kristalizasyon ısı işlemi görmüş kaplamaya ait SEM görüntüleri görülmektedir. Şekil 6.17 (a)'da kaplama kesitinden alınan SEM mikroyapısında ana kaplama tabakası (cam-seramik), bağ tabaka (Ni-%5Al) ve çelik altlık (AISI 1040) net olarak görülmektedir. Gözlenen kaplama tabakasının oldukça kompakt olduğu ve bağ tabakanın çelik altlık ile kaplama

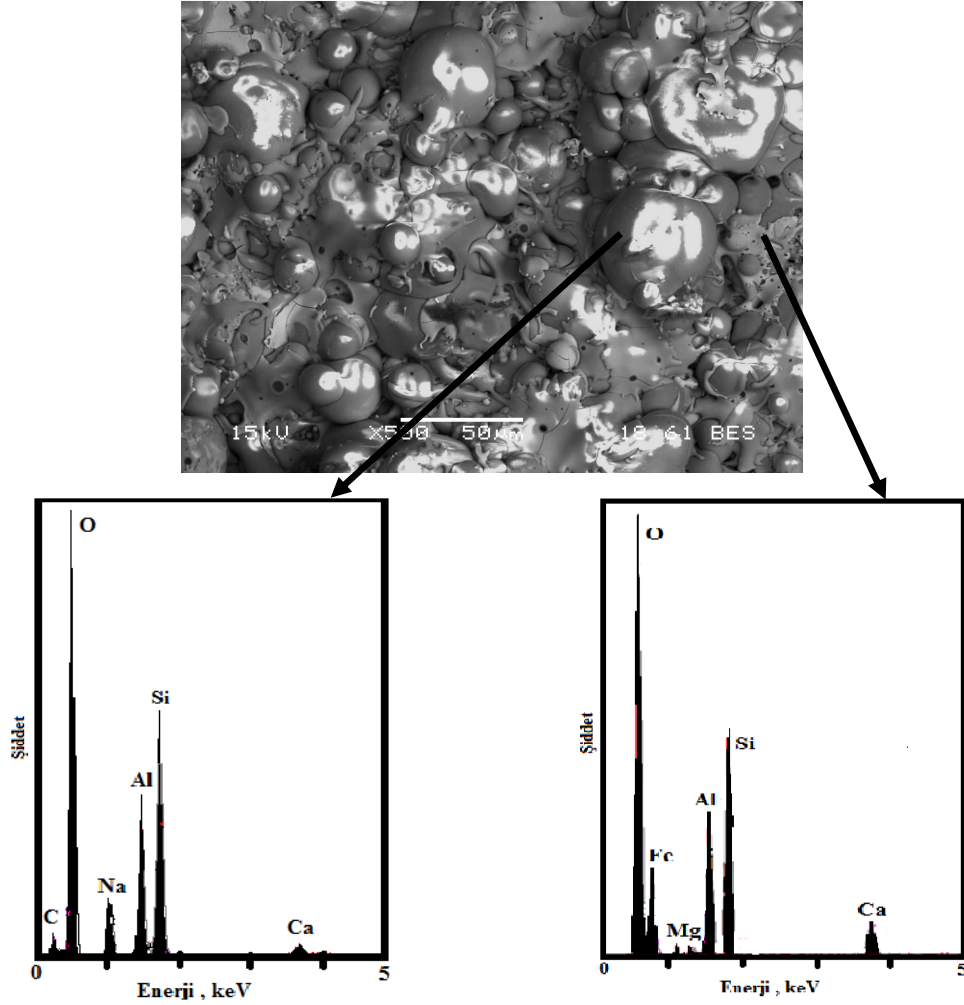
arasında oldukça iyi bir bağlanma sağladığı gözlenmiştir. Şekil 6.17 (b)'de ise kaplama tabakasının cepheden alınmış SEM görüntüsü görülmektedir. Bu görüntüde ise tabakanın tam olarak homojen olmadığı, bazı ergimemiş ve yarı ergimiş taneciklerin ortamda var olduğu gözlenmiştir. Ayrıca yapıda bir miktar porozite mevcuttur. Şekil 6.18'de cam-seramik kaplamanın kırık yüzeyinden alınmış SEM görüntüleri ve görüntülere ait EDS analizleri görülmektedir. Bu şekil ve analizde kaplamalarda kullanılan SiC yapısı tespit edilmiştir. Bazalt esaslı SiC takviyeli kaplama tabakalarında yapılan mikro yapısal incelemelerin çoğunda SiC partiküllerine rastlamak oldukça zor olmuştur. Bu durumun SiC partiküllerinin bir kısmının kaplama prosesi esnasında plazma alevinde erimesi ve eriyen taneciklerin oksitlenerek bazalt matris içine karışmaları ile ilgili olduğu düşünülmektedir. Kullanılan kaplama prosesinin atmosferik olması yani herhangi bir koruyucu kaplama atmosferinin kullanılmaması oksitlenme fikrini desteklemektedir. SiC partiküllerinin ergimeden yada bozulmadan kalan kısmının ise camsı yapı ( $\text{SiO}_2$ ) ve bazalt matris tarafından çevrelenmekte olduğu Şekil 6.18'de tespit edilmiştir. Bartuli ve Sevostyanov'un elde ettiği sonuçlar durumu desteklemektedir [121, 125].



Şekil 6.18. 800 °C'de 2 saat süre ile ısıtılmış %10 SiC takviyeli kaplamanın SEM mikroyapıları ve EDS analizleri

Şekil 6.19'da 900°C sıcaklıkta 2 saat süre ile ısıtılmış kaplamaya ait SEM görüntüsü ve noktasal EDS analizleri görülmektedir. Cepheden alınmış kaplamaya ait bu SEM görüntüsünde kaplama sonrası ani soğuma ile oluşan küresel camsı yapı dikkat çekmektedir. Soldaki EDS analizi camsı yapının hakim olduğu küreleri karakterize ederken sağdaki EDS analizi Fe-diopsit ve ojit yapılarının hakim olduğu kristallenmiş cam-seramik matrisi karakterize etmektedir.





Şekil 6.19. 900 °C’de 2 saat süre ile ısıl işlem görmüş %30 SiC takviyeli kaplamanın SEM mikroyapıları ve EDS analizleri

#### 6.3.4. Kaplamaların yapışma mukavemeti

Atmosferik plazma sprej kaplama yöntemiyle bazalt esaslı SiC ilaveli cam ve cam-seramik kaplamalar ASTM C-633 standardına göre yapışma testine tabii tutularak yapışma mukavemetleri tespit edilmiştir. Şekil 6.20 de, ısıl işlemsiz ve 900 °C’de 2 saat kristallendirilen cam-seramik kaplamaların yapışma testi sonrası makro fotoğrafları verilmiştir. Şekilden görüldüğü gibi numunelerde kopmalar genellikle kaplamadan gerçekleşmiş olup, kısmen küçük kaplama parçaları kalmıştır. Test sonrası kaplama yüzeylerinde yapılan incelemede kaplamanın en fazla yüzeyde kaldığı test numunesinin %50 SiC takviyeli cam-seramik kaplama olduğu görülmüştür.

Kaplamanın yapışma tipi olarak numune yüzeyinde tutunan kohezyon, numune yüzeyinden kaldırılan ise adhezyon olarak isimlendirilmektedir [102]. Yapışma mukavemeti arttıkça numune yüzeyinde kalan kaplama miktarı ve kohezyon yüzdesi artmaktadır.

Yapışma testi sonrasında milimetrik kağıt yardımıyla numune yüzeyinde kalan kaplamanın adezyon ve kohezyon miktarları belirlenmiştir. Kaplamaların yapışma tipi ve yapışma mukavemeti Tablo 6.5 ve Şekil 6.21' de verilmiştir.

Cam-seramik dönüşümü ile yapışma mukavemeti azalmaktadır. Argon atmosferi altında ısı işlem gerçekleştirilmesine rağmen kısmen oksitlenme olduğu ve bünyedeki oksijenin SiC 'ün içindeki karbonu yakarak SiO<sub>2</sub> dönüşümüne sebep olduğu düşünülmektedir. Yapışma mukavemet değerlerinin cam-seramik dönüşümü ile azalmasının bir diğer nedeni de muhtemelen kaplama ve altlık malzemenin termal genişleme özelliklerindeki farklılıklardır.

En yüksek yapışma mukavemeti değeri cam kaplamalar için 8,962 MPa ile %50 SiC katkılı kaplamada, cam-seramik kaplamalar için ise 7,619 MPa ile yine %50 SiC katkılı kaplamalarda elde edilmiştir. Kinetik çalışmalarda elde edilen kristallenme aktivasyon enerjisi değerleri göz önüne alındığında en düşük aktivasyon enerjisine sahip olan kaplama grubunun %50 SiC katkılı kaplamalar olduğu belirlenmiştir. Bu durum SiC katkısının kristallenmeyi teşvik ettiğinin ve daha kolay kristallenmenin oluşumuna zemin hazırladığının bir göstergesidir. Dolayısı ile %50 SiC katkılı numunelerde yüksek yapışma mukavemetinin elde edilmesi ile bu durum arasında ilişki olduğu düşünülmektedir. Muhtemelen yüksek kristalizasyon yapışmayı teşvik etmektedir.

Literatür incelemelerinde, Yang ve arkadaşları [126] tarafından yapılan hidroksiapatit esaslı tozların plazma sprey yöntemiyle kaplanması ile elde edilen kaplamalarda yapışma mukavemetleri ısı işlem ve kaplama şartlarına bağlı olarak 13 MPa ile 21 MPa arasında değişmektedir. Zheng ve arkadaşlarının [127] yaptığı bir başka çalışmada ise hidroksiapatite Ti ilave edilerek kompozit karakterli tozlar elde edilmiş bu tozların plazma sprey ile kaplanması ile kaplamalar üretilmiştir. Söz

konusu kaplamaların yapışma mukavemeti değerleri Ti ilavesine bağlı olarak 12,9 MPa ile 17,3 MPa arasında ölçülmüştür. Ti ilavesi ile yapışma mukavemetlerinin arttığı bildirilmiştir. Liu ve arkadaşlarının [128] yaptığı bir diğer çalışmada ise vollastonit/TiO<sub>2</sub> kompozit tozları plazma sprej yöntemi ile kaplanarak yapışma mukavemetleri ölçülmüştür. Elde edilen sonuçlar bileşime bağlı olarak 32 MPa ile 48 MPa arasında değişmektedir. Görüldüğü üzere konu ile ilgili benzer çalışmalar plazma sprej kaplamaların ASTM-C633 standardına göre yapışma testi deneylerinde oldukça farklı sonuçlar alındığını göstermektedir. Bu çalışmada elde edilen yapışma mukavemeti değerleri 6,026 MPa ile 8,962 MPa arasında değişmektedir.



Isıl işlemsiz-SiC katkısız



Isıl işlemsiz-%10 SiC katkılı



Isıl işlemsiz-%20 SiC katkılı



Isıl işlemsiz-%30 SiC katkılı



Isıl işlemsiz-%40 SiC katkılı



Isıl işlemsiz-%50 SiC katkılı



SiC katkısız (900°C-2 saat)



%10 SiC katkılı (900°C-2 saat)



%20 SiC katkılı (900°C-2 saat)



%30 SiC katkılı (900°C-2 saat)



%40 SiC katkılı (900°C-2 saat)

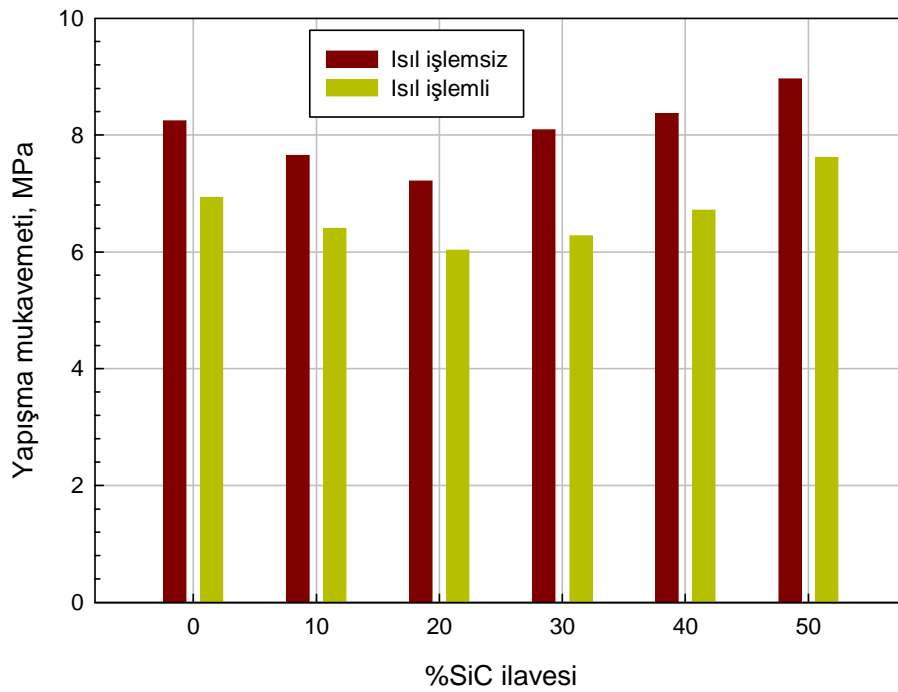


%50 SiC katkılı (900°C-2 saat)

Şekil 6.20. Isıl işlem uygulanmış ve uygulanmamış kaplamaların yapışma testi sonrası görüntüleri

Tablo 6.5. Isıl işlem sıcaklık ısıtılmış ve uygulanmamış kaplamaların yapışma mukavemetleri ve yapışma tipleri

Isıl işlem	SiC katkısı (%ağ.)	Yapışma Tipi		Yapışma Mukavemeti (MPa)
		% Adhezyon	% Kohezyon	
Isıl işlemsiz	0	98,41	1,59	8,243
Isıl işlemsiz	10	96,78	3,22	7,650
Isıl işlemsiz	20	96,14	3,86	7,213
Isıl işlemsiz	30	95,24	4,76	8,087
Isıl işlemsiz	40	92,86	7,14	8,368
Isıl işlemsiz	50	97,45	2,55	8,962
900°C-2saat	0	98,84	1,16	6,932
900°C-2saat	10	97,78	2,22	6,401
900°C-2saat	20	95,88	4,12	6,026
900°C-2saat	30	97,46	2,54	6,276
900°C-2saat	40	97,14	2,86	6,713
900°C-2saat	50	85,54	14,46	7,619
Yapıştırıcı				38,70



Şekil 6.21. Isıl işlem uygulanmış ve uygulanmamış kaplamaların yapışma mukavemetlerinin SiC katkısına bağlı olarak değişimi

### 6.3.5. Kaplamaların sertlikleri

Bazalt esaslı cam ve cam-seramik kaplama tabakalarının sertlik değerleri vickers indentasyon tekniği kullanılarak 10 gr yük altında ölçülmüştür. Kaplamaların plazma spreylere kaplama sonrası camsı yapıları ile 800, 900 ve 1000 °C 'de 1-4 saat sürelerle kristalizasyon ısıl işlemi görmüş cam-seramik halleri ile sertlik ölçümleri yapılmıştır. Yapılan bu ölçümlerin sonuçları Tablo 6.6'da gösterilmiştir.

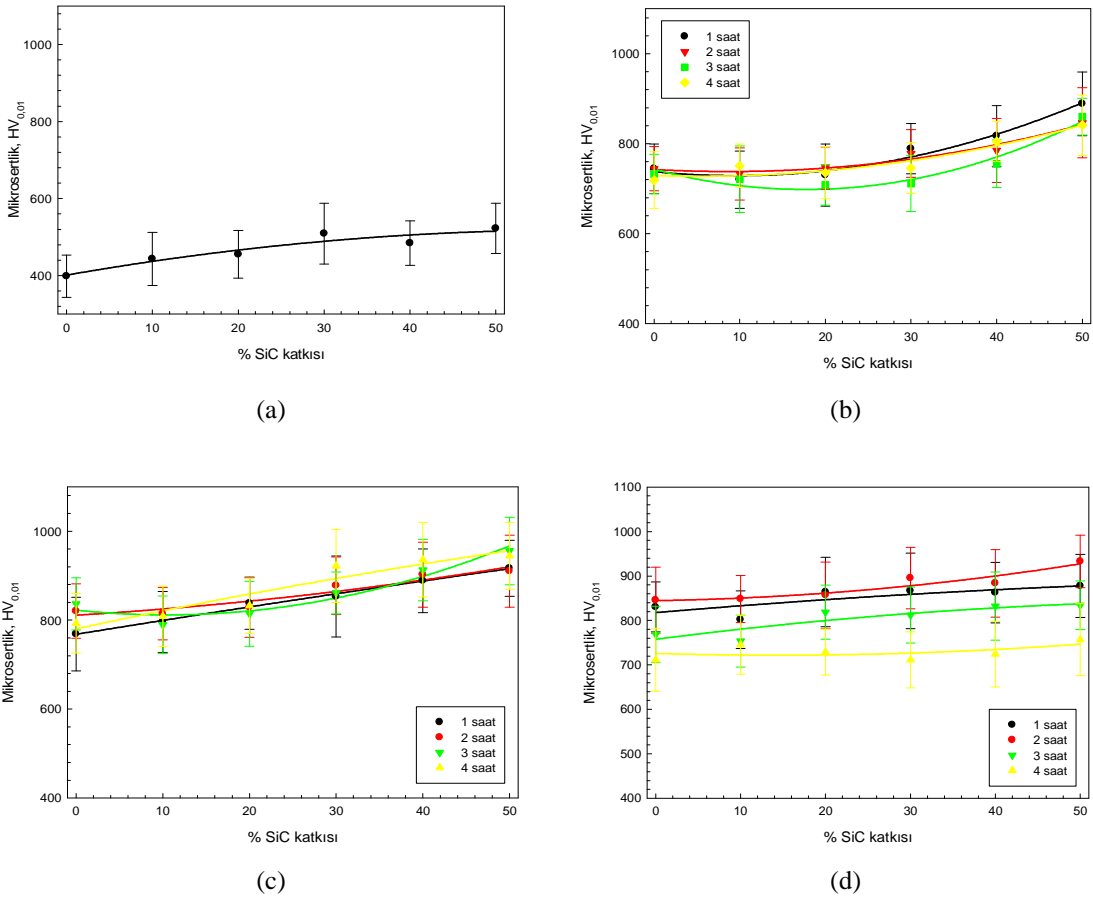
Kaplamaların cam hallerinin sertlik değerlerinin 398,4 HV<sub>0,01</sub> ile 522,8 HV<sub>0,01</sub> arasında tespit edilmiş olup SiC yüzdesinin değişimine bağlı olarak sertlik değerlerinin değişimi Şekil 6.22 (a)'da görülmektedir. Sertlik değerleri genel olarak artan SiC katkısı ile artmaktadır. Bu durum SiC katkısının bazalt içerisinde kompozit etkisi yapması ile açıklanabilir. Cam-seramik dönüşümü için uygulanan kontrollü kristalizasyon ısıl işlemi sıcaklık ve süresine bağlı olarak 708,5 HV<sub>0,01</sub> ve 955,6 HV<sub>0,01</sub> arasında değişen sertlik değerleri tespit edilmiştir. Şekil 6.22 (b), Şekil 6.22 (c) ve Şekil 6.22 (d)'de farklı kristalizasyon sıcaklığı ve sürelerinde işlem görmüş cam-seramik kaplamaların %SiC ilavesine bağlı olarak sertlik değerlerindeki değişim eğrileri görülmektedir. Eğrilerden görüldüğü üzere kaplamanın cam halden cam-seramik hale dönüşü sırasında sertliklerinde büyük oranda artış olduğu görülmektedir. Camdan cam-seramik malzemeye dönüşümle meydana gelen kristallenme nedeni ile cam-seramik malzemelerin sertlikleri cam hallerine göre daha yüksektir. Bu durum amorf yapıdaki camlarda kristallenme sonucu kristal yapının oluşması ile ilgili bir durumdur. Kristal yapıdaki fazların sertlikleri cam durumlarına göre daha yüksek olduğundan cam-seramiklerin sertlikleri camlardan yüksektir. Isıl işlem sıcaklık ve süresine bağlı olarak XRD paternlerindeki pik şiddetleri değiştikçe yani kristal fazların miktarları değiştikçe, cam-seramik malzemelerin sertliklerinde de değişim gözlenir. Genel olarak SiC katkısının ve kristalizasyon süresinin artışı ile sertliklerin bir miktar arttığını söylemek mümkündür. Sertlikle ilgili şekil (Şekil 6.22) ve Tablo (Tablo 6.6) incelendiğinde SiC katkısı ile sertliklerde görülen artış göze çarpmaktadır. Cam-seramik dönüşümü ve kristalizasyon süresinin artışı ile sertliklerin artması benzer çalışmalarda görülmektedir [9, 16, 129, 130]. Kristallenme sıcaklığı da mekanik özellikler üzerinde etkilidir. Cam-seramik malzeme içindeki kristallenme kinetiği sıcaklık artışı ile hız kazanmaktadır. Kristallenme sıcaklığındaki

artışın doğal sonucu olarak cam-seramik malzemelerin mekanik özelliklerinde belirgin iyileşmeler gerçekleşmektedir [131].

Şekilden de görüldüğü gibi 800 °C'den 900 °C'ye geçilirken sertlik değerlerinde bir miktar artış gözlenmiştir. Bu durumun 900°C'de kristallenmenin daha iyi olması ile ilgili olduğu düşünülmektedir. DTA eğrilerinde tespit edilen ve kristallenme sıcaklıklarını işaret eden egzotermik piklerde bu fikri desteklemektedir. 1000 °C sıcaklıkta yapılan kristalizasyon ısıl işlemlerinde elde edilen sertlik değerleri daha düşük çıkmıştır. Bu durumun 1000 °C'deki ısıl işlemlerde tane büyümesinin ve deformasyonun meydana gelmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir [52]. Sertlik değerleri 800 °C'de 708,5 HV<sub>0,01</sub> ila 888,6 HV<sub>0,01</sub>, 900 °C'de 768,5 HV<sub>0,01</sub> ila 955,6 HV<sub>0,01</sub> değerleri arasında değişirken, 1000 °C'de yapılan kristalizasyon ısıl işlemine tabii tutulan bazalt esaslı cam-seramik kaplamalar da ise, 711,5 HV<sub>0,01</sub> ila 932,6 HV<sub>0,01</sub> arasında değiştiği görülmektedir. Literatür çalışmaları incelendiğinde cam-seramik malzemelerde rastlanan sertlik değerleri geniş yelpazede dağılım göstermektedir. Örneğin Khater, endüstriyel atıklardan elde ettiği CaO–MgO–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–SiO<sub>2</sub> esaslı cam-seramik çalışmasında [130] malzemenin cam halleri için 801-815 HV<sub>0,1</sub> sertlik elde ederken cam-seramik durumu için 1017-1031 HV<sub>0,1</sub> sertlik değerlerini elde etmiştir. Erol ve arkadaşlarının yaptığı bir diğer çalışmada [132] ise kimyasal kompozisyon olarak bazalta benzerlik gösteren termik santral uçucu küllerinden elde edilmiş cam-seramiklerde 907 HV<sub>0,5</sub> sertlik değerlerine ulaşılmıştır. Bolelli ve arkadaşlarının [133] CMAS cam-seramik sisteminin kaplama olarak üretimi ile yaptıkları bir çalışmada ise CMAS sisteminin kaplama sonrası camsı yapısında sertlik değerleri yaklaşık 350 HV<sub>0,25</sub> tespit edilmiş iken aynı kaplamanın kristallenmesi ile sertlik değeri yaklaşık 880 HV<sub>0,25</sub> 'e kadar ulaşmıştır. Genel olarak diopsit fazının hakim olduğu cam-seramik sistemlerinde sertlik değerleri 440-1020 HV arasında olup [36, 134] çalışmada elde edilen sertlik değerleri literatür ile benzerdir.

Tablo 6.6. Isıl işlem uygulanmış ve uygulanmamış kaplamaların mikrosertlikleri

Kaplama cinsi	Isıl işlemsiz	Mikrosertlik değerleri (HV <sub>0,01</sub> )											
		800°C				900°C				1000°C			
		1 Saat	2 Saat	3 Saat	4 Saat	1 Saat	2 Saat	3 Saat	4 Saat	1 Saat	2 Saat	3 Saat	4 Saat
Katkısız	398,4±42	744,3 ±55	744,7 ±49	732,9 ±54	719 ±53	768,5 ±89	820,3 ±61	836,6 ±59	793 ±69	830,3 ±56	845,5 ±75	768,6 ±63	711,5 ±71
%10 SiC katkılı	443,6±45	720 ±64	733 ±58	721 ±74	751 ±65	795,6 ±69	814,5 ±59	789,5 ±55	808,5 ±52	801,8 ±75	848,4 ±53	753,4 ±58	745,5 ±66
%20 SiC katkılı	455,5±66	730 ±69	745,6 ±49	708,5 ±55	735,5 ±72	838 ±59	828,6 ±67	814,6 ±73	832,3 ±62	864 ±78	856,6 ±73	818,5 ±61	728,8 ±52
%30 SiC katkılı	509,2±59	789 ±58	778,2 ±46	711,5 ±55	746 ±71	853 ±91	877,5 ±65	861,3 ±55	921,8 ±82	866,6 ±85	895,2 ±69	812,2 ±63	711,5 ±63
%40 SiC katkılı	484,5±38	817 ±61	785 ±79	755,2 ±57	804,8 ±75	888 ±72	902,3 ±73	912,5 ±69	936 ±84	862,5 ±68	883,5 ±56	832,3 ±77	724,5 ±74
%50 SiC katkılı	522,8±61	888,6 ±68	846,5 ±83	860,2 ±75	841 ±59	916,5 ±69	910 ±85	955,6 ±76	944,5 ±79	877,5 ±71	932,6 ±79	834,1 ±55	756,8 ±81



Şekil 6.22. Kaplamaların ısıtılma işlem öncesi ve sonrası sertlik değerlerinin SiC katkısına bağlı olarak değişimi a) ısıtılmamış kaplamalar, b) 800 °C'de ısıtılma işlem görmüş kaplamalar, c) 900 °C'de ısıtılma işlem görmüş kaplamalar, d) 1000 °C'de ısıtılma işlem görmüş kaplamalar

### 6.3.6. Kaplamaların kırılma tokluğu

Bazalt esaslı SiC katkılı cam ve cam-seramik kaplamaların kontrollü kristalizasyon ısıtılma işlem sıcaklık ve süresine göre, kırılma tokluğu değerleri Tablo 6.7'de gösterilmektedir. Kırılma tokluğu değerlerinin %SiC katkısına bağlı olarak çizilen grafikleri Şekil 6.23'de gösterilmektedir. Şekil 6.23 (a)'de görülen cam kaplamaların kırılma tokluğu değerleri 1-2 MPa.m<sup>1/2</sup> arasında değerler gösterirken Şekil 6.23 (b) (c) ve (d)'de görülen kaplamaların cam-seramik hallerinin kırılma tokluğu değerleri 2-4 MPa.m<sup>1/2</sup> arasında değerler göstermiştir. Kaplamalar cam halinden cam-seramiğe dönüşürken kırılma toklukları artmaktadır. 800 °C, 900 °C ve 1000 °C'de sıcaklıklarda yapılan kristalizasyon ısıtılma işlemi sonucunda işlem süresinin artışına bağlı olarak kırılma tokluğu değerlerinde oldukça belirgin artışlar tespit edilmiştir. Bazalt esaslı SiC katkılı cam-seramik kaplamalarda kırılma tokluğu değerleri 800 °C, 900 °C ve



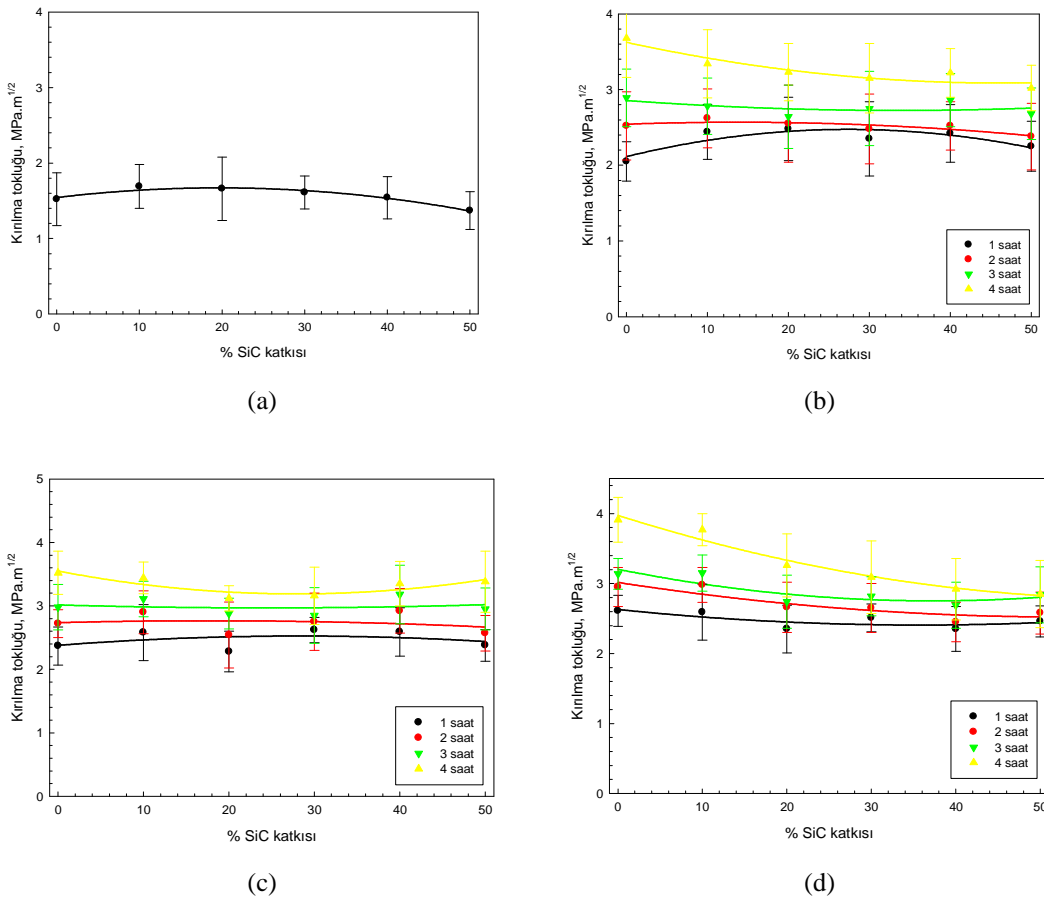
1000°C sıcaklıklarda gerçekleştirilen kristalizasyon işlemlerinin süresine bağlı olarak sırasıyla 2,05 MPa.m<sup>1/2</sup> ile 3,34 MPa.m<sup>1/2</sup> ve 2,28 MPa.m<sup>1/2</sup> ile 3,52 MPa.m<sup>1/2</sup> ve 2,35 MPa.m<sup>1/2</sup> ile 3,91 MPa.m<sup>1/2</sup> değerleri arasında değişmektedir. Yapılan literatür incelemelerinde camsı amorf yapıların kırılma toklukları değerleri 1–2 MPa.m<sup>1/2</sup> değerleri arasında değişirken cam-seramik malzemelerin kırılma tokluğu değerlerinin 2,5–4 MPa.m<sup>1/2</sup> değerleri arasında değiştiği görülmüştür[135, 136]. Örneğin; Bolelli [136] ve arkadaşları CaO–ZrO<sub>2</sub>–SiO<sub>2</sub> sisteminin seramik altlıklara kaplanarak cam-seramiğe dönüştürülmesi ile ilgili bir çalışmada yapının cam halinin kırılma tokluğu değerini yaklaşık 1,6 MPa.m<sup>1/2</sup> olarak tespit etmişlerdir. Cam-seramik dönüşümü sonrası ise bu değer parametrelere bağlı olarak 2 MPa.m<sup>1/2</sup> nin üzerine çıkmıştır. Bolelli ve arkadaşlarının yaptığı bir başka çalışmada [133] CMAS cam-seramik sisteminde cam yapının kırılma tokluğu değeri 1,65 MPa.m<sup>1/2</sup> iken cam-seramik dönüşümü ile 2,15 MPa.m<sup>1/2</sup> 'ye çıkmıştır. Bolelli ve arkadaşlarının yaptığı bir diğer çalışmada [137] cam tozunun farklı oranlarda Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile karıştırılması ile üretilen karışımların plazma sprej ile kaplanması ve aşınma testlerine tabi tutulması sağlanmıştır. Kaplama sonrası cam yapının kırılma tokluğu değerleri 0,75 ile 1,8 MPa.m<sup>1/2</sup> arasında değiştiği tespit edilmiştir. Isıl işlem sonrası cam-seramik hallerinin kırılma toklukları ise 1,6 ile 2,25 MPa.m<sup>1/2</sup> arasında elde edilmiştir. Tüm bu örnek çalışmalarda yapının cam halden cam seramik hale geçişi ile kırılma toklukları artmıştır. SiC katkılı ve katkısız bazalt esaslı cam ve cam-seramik kaplamaların kırılma tokluğu değerleri literatür ile uyum göstermektedir.

XRD çalışmalarında 800 °C, 900°C ve 1000 °C'de yapılan ısıl işlemlere bağlı olarak kristal pik şiddetlerinin ve buna bağlı olarak kristallenme miktarının arttığı, böylece amorf yapının azaldığı gözlemlenmiştir. Kristallenme miktarı arttıkça kırılma tokluğu değerleri artış göstermiştir. SiC katkısının kırılma tokluklarına olan etkisi incelendiğinde, genel olarak düşük ısıl işlem sürelerinde kırılma tokluğu değerlerinde artışa yol açtığı sürenin artması ile de azalma eğiliminde olduğu görülmüştür. Bu durum muhtemelen kristallenmenin tamamlanarak tanelerin büyüme göstermesinden kaynaklanmaktadır. Isıl işlem sıcaklığının kırılma tokluğunun artışına sebep olmasının yanısıra 1000 °C'deki ısıl işlemlerde sertlik değerlerindeki azalmaya paralel olarak nispeten daha yüksek kırılma tokluğu değerleri elde edilmiştir. 800 °C ve 900 °C'de işlem görmüş kaplamalarda SiC katkısı ile kırılma tokluklarının bir

miktar artışından söz etmek mümkündür. Rouxel ve arkadaşlarının cama SiC katkısı yaparak yaptıkları bir çalışmada [138] cam-seramik yapının kırılma tokluğu değerleri cam yapıya göre daha yüksek çıkarken SiC katkısı hem cam hem de cam-seramik bünyede kırılma tokluklarının artışına sebep olmuştur. Yapının %50 SiC katkılı cam-seramik hali için ulaşılan kırılma tokluğu değeri  $5,4 \text{ MPa.m}^{1/2}$  'e kadar yükselmiştir. Bu çalışmada ise aynı SiC katkısında  $900 \text{ }^\circ\text{C}$ 'de 4 saat ısıtılma işlemi gören kaplamada  $3,38 \text{ MPa.m}^{1/2}$  'ye kadar ulaşılmıştır. Baron ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada [139] ise SiC partikül takviyeli cam tozları sıcak preslenerek şekillendirilmiştir. Elde edilen elde edilen numunelerin kırılma toklukları SiC katkısı ile artmaktadır. %40 SiC katkılı numune için  $2,8 \text{ MPa.m}^{1/2}$  değerine ulaşılmıştır. Bu çalışmada %40 SiC katkılı kaplamalarda kırılma toklukları ısıtılma işlemi süresi ve sıcaklığına bağlı olarak  $2,35$  ile  $3,35 \text{ MPa.m}^{1/2}$  arasında değişmektedir. Bir diğer çalışmada Rawlings [140] CMAS cam-seramik sistemine %20 SiC katarak ürettiği cam-seramik matrisli kompozit malzeme için tokluk değerini  $2,7 \text{ MPa.m}^{1/2}$  olarak bildirmiştir. Elde edilen sonuçlar literatür ile uyumludur.

Tablo 6.7. Isıl işlem uygulanmış ve uygulanmamış kaplamaların kırılma toklukları

Kaplama cinsi	Isıl işlemsiz	Kırılma toklukları (MPa.m <sup>1/2</sup> )																	
		800°C						900°C						1000°C					
		1 Saat	2 Saat	3 Saat	4 Saat	1 Saat	2 Saat	3 Saat	4 Saat	1 Saat	2 Saat	3 Saat	4 Saat						
Katkısız	1,52±0,35	2,05± 0,26	2,52± 0,45	2,89± 0,38	3,68± 0,52	2,37± 0,30	2,72± 0,22	2,98± 0,36	3,52± 0,34	2,61± 0,22	2,95± 0,28	3,14± 0,22	3,91± 0,32						
%10 SiC katkılı	1,69±0,29	2,44± 0,36	2,62± 0,39	2,78± 0,37	3,34± 0,35	2,58± 0,44	2,90± 0,34	3,11± 0,28	3,44± 0,25	2,59± 0,40	2,98± 0,25	3,15± 0,26	3,77± 0,23						
%20 SiC katkılı	1,66±0,42	2,48± 0,42	2,55± 0,51	2,64± 0,42	3,23± 0,38	2,28± 0,32	2,54± 0,52	2,88± 0,24	3,12± 0,20	2,35± 0,34	2,66± 0,36	2,74± 0,38	3,26± 0,45						
%30 SiC katkılı	1,61±0,22	2,35± 0,49	2,48± 0,46	2,75± 0,29	3,15± 0,46	2,62± 0,20	2,75± 0,45	2,85± 0,44	3,16± 0,45	2,51± 0,20	2,65± 0,35	2,82± 0,28	3,09± 0,52						
%40 SiC katkılı	1,54±0,28	2,42± 0,38	2,52± 0,32	2,86± 0,35	3,22± 0,32	2,59± 0,38	2,92± 0,35	3,18± 0,46	3,35± 0,35	2,35± 0,32	2,45± 0,28	2,69± 0,33	2,92± 0,44						
%50 SiC katkılı	1,37±0,25	2,25± 0,33	2,38± 0,44	2,68± 0,34	3,02± 0,30	2,38± 0,25	2,57± 0,28	2,95± 0,33	3,38± 0,48	2,46± 0,22	2,58± 0,30	2,84± 0,40	2,85± 0,48						



Şekil 6.23. Kaplamaların ısıtılma işlem öncesi ve sonrası kırılma tokluğu değerlerinin SiC katkısına bağlı olarak değişimi a) ısıtılmamış kaplamalar, b) 800 °C'de ısıtılma işlem görmüş kaplamalar, c) 900 °C'de ısıtılma işlem görmüş kaplamalar, d) 1000 °C'de ısıtılma işlem görmüş kaplamalar

### 6.3.7. Aşınma Deneyleri

#### 6.3.7.1. Disk üzerinde bilye aşınma deneyleri

Plazma sprey kaplama tekniği ile üretilen %0-50 SiC takviyeli bazalt esaslı kaplamalar 0,1 m/s, 0,2 m/s ve 0,3 m/s sürtünme hızlarında; 5N, 10N ve 15N yükler altında 20-23 °C sıcaklık aralığında % 35-37 nem içeren atmosferik şartlarda aşınma deneylerine tabii tutulmuştur. Atmosferik plazma sprey kaplama tekniği ile kaplanmış, ısıtılma işlem uygulanmamış amorf camsı yapıdaki ve 900 °C sıcaklıkta 2 saat süre ile kristalizasyon ısıtılma işlemine tabii tutularak üretilen kristalin cam-seramik yapıdaki kaplamalara disk üzerinde bilye yöntemi uygulanarak aşınma deneyleri gerçekleştirilmiştir. Deneylerden elde edilen değerler Tablo 6.8 -6.19'de gösterilmiştir.

Tablo 6.8. Isıl işlem uygulanmamış SiC katkısız kaplamaların aşınma deneyi sonuçları

Numune	Hız (m/s)	Yük (N)	Sürtünme katsayısı (Ortalama)	Aşınma hızı (mm <sup>3</sup> /m)	Spesifik aşınma hızı (mm <sup>3</sup> /Nm)	
SiC katkısız	0,1	5	0,4492±0,0106	1,83x10 <sup>-5</sup>	6,116x10 <sup>-6</sup>	
	0,1	10	0,5206±0,0114	4,44 x10 <sup>-5</sup>		
	0,1	15	0,5240±0,0083	10,7 x10 <sup>-5</sup>		
	SiC katkısız	0,2	5	0,5060±0,0038	3,49 x10 <sup>-5</sup>	4,717x10 <sup>-6</sup>
		0,2	10	0,4811±0,0054	4,62 x10 <sup>-5</sup>	
		0,2	15	0,4715±0,0057	7,14 x10 <sup>-5</sup>	
	SiC katkısız	0,3	5	0,5037±0,0097	11,7 x10 <sup>-5</sup>	2,611x10 <sup>-5</sup>
		0,3	10	0,3986±0,0053	24,8 x10 <sup>-5</sup>	
		0,3	15	0,5233±0,0577	40,5 x10 <sup>-5</sup>	

Tablo 6.9. Isıl işlem uygulanmamış %10 SiC katkılı kaplamaların aşınma deneyi sonuçları

Numune	Hız (m/s)	Yük (N)	Sürtünme katsayısı (Ortalama)	Aşınma hızı (mm <sup>3</sup> /m)	Spesifik aşınma hızı (mm <sup>3</sup> /Nm)	
%10 SiC katkılı	0,1	5	0,4324±0,0055	1,5x10 <sup>-6</sup>	3,170x10 <sup>-6</sup>	
	0,1	10	0,4996±0,0028	3,37x10 <sup>-5</sup>		
	0,1	15	0,5236±0,0041	5,1 x10 <sup>-5</sup>		
	%10 SiC katkılı	0,2	5	0,5281±0,0107	2 x10 <sup>-5</sup>	3,694x10 <sup>-6</sup>
		0,2	10	0,4833±0,0036	2,9 x10 <sup>-5</sup>	
		0,2	15	0,4880±0,0074	5,02 x10 <sup>-5</sup>	
	%10 SiC katkılı	0,3	5	0,4969±0,0069	2,55 x10 <sup>-5</sup>	1,567x10 <sup>-5</sup>
		0,3	10	0,4035±0,0035	10,7 x10 <sup>-5</sup>	
		0,3	15	0,4869±0,0093	28,6 x10 <sup>-5</sup>	

Tablo 6.10. Isıl işlem uygulanmamış %20 SiC katkılı kaplamaların aşınma deneyi sonuçları

Numune	Hız (m/s)	Yük (N)	Sürtünme katsayısı (Ortalama)	Aşınma hızı (mm <sup>3</sup> /m)	Spesifik aşınma hızı (mm <sup>3</sup> /Nm)	
%20 SiC katkılı	0,1	5	0,4275±0,0097	1,23x10 <sup>-5</sup>	2,077x10 <sup>-6</sup>	
	0,1	10	0,5001±0,0043	2,86 x10 <sup>-5</sup>		
	0,1	15	0,3291±0,0025	2,53 x10 <sup>-5</sup>		
	%20 SiC katkılı	0,2	5	0,4829±0,0039	8,45 x10 <sup>-6</sup>	1,792x10 <sup>-6</sup>
		0,2	10	0,4838±0,0030	1,56 x10 <sup>-5</sup>	
		0,2	15	0,4747±0,0073	2,86 x10 <sup>-5</sup>	
	%20 SiC katkılı	0,3	5	0,5105±0,0062	3,31 x10 <sup>-5</sup>	9,561x10 <sup>-6</sup>
		0,3	10	0,4046±0,0051	7,21 x10 <sup>-5</sup>	
		0,3	15	0,4443±0,0224	16,4 x10 <sup>-5</sup>	

Tablo 6.11. Isıl işlem uygulanmamış %30 SiC katkıli kaplamaların aşınma deneyi sonuçları

Numune	Hız (m/s)	Yük (N)	Sürtünme katsayısı (Ortalama)	Aşınma hızı (mm <sup>3</sup> /m)	Spesifik aşınma hızı (mm <sup>3</sup> /Nm)
%30 SiC katkıli	0,1	5	0,4480±0,0057	1,49x10 <sup>-6</sup>	1,038x10 <sup>-6</sup>
	0,1	10	0,4981±0,0036	1,08x10 <sup>-5</sup>	
	0,1	15	0,3913±0,0047	1,59 x10 <sup>-5</sup>	
	0,2	5	0,5401±0,0034	5,66 x10 <sup>-5</sup>	2,428x10 <sup>-6</sup>
	0,2	10	0,4842±0,0046	1,08 x10 <sup>-5</sup>	
	0,2	15	0,4885±0,0023	3,06 x10 <sup>-5</sup>	
	0,3	5	0,5060±0,0040	2,32 x10 <sup>-5</sup>	7,768x10 <sup>-6</sup>
	0,3	10	0,4066±0,0069	3,68 x10 <sup>-5</sup>	
	0,3	15	0,5474±0,0075	14,9 x10 <sup>-5</sup>	

Tablo 6.12. Isıl işlem uygulanmamış %40 SiC katkıli kaplamaların aşınma deneyi sonuçları

Numune	Hız (m/s)	Yük (N)	Sürtünme katsayısı (Ortalama)	Aşınma hızı (mm <sup>3</sup> /m)	Spesifik aşınma hızı (mm <sup>3</sup> /Nm)
%40 SiC katkıli	0,1	5	0,4458±0,0060	3,4x10 <sup>-5</sup>	3,181x10 <sup>-6</sup>
	0,1	10	0,4570±0,0105	7,93 x10 <sup>-5</sup>	
	0,1	15	0,3820±0,0050	1,64 x10 <sup>-5</sup>	
	0,2	5	0,4969±0,0026	3,97x10 <sup>-6</sup>	1,060x10 <sup>-6</sup>
	0,2	10	0,4808±0,0047	6,94x10 <sup>-6</sup>	
	0,2	15	0,4508±0,0089	1,88x10 <sup>-5</sup>	
	0,3	5	0,5382±0,0022	9,91x10 <sup>-6</sup>	1,571x10 <sup>-6</sup>
	0,3	10	0,4169±0,0033	2,92x10 <sup>-5</sup>	
	0,3	15	0,5392±0,0093	5,65x10 <sup>-5</sup>	

Tablo 6.13. Isıl işlem uygulanmamış %50 SiC katkıli kaplamaların aşınma deneyi sonuçları

Numune	Hız (m/s)	Yük (N)	Sürtünme katsayısı (Ortalama)	Aşınma hızı (mm <sup>3</sup> /m)	Spesifik aşınma hızı (mm <sup>3</sup> /Nm)
%50 SiC katkıli	0,1	5	0,4500±0,0048	4,79x10 <sup>-6</sup>	2,975x10 <sup>-7</sup>
	0,1	10	0,5105±0,0037	4,36 x10 <sup>-6</sup>	
	0,1	15	0,3820±0,0050	2,44 x10 <sup>-6</sup>	
	0,2	5	0,5389±0,0061	2,18 x10 <sup>-6</sup>	5,851x10 <sup>-7</sup>
	0,2	10	0,5026±0,0052	6,97 x10 <sup>-6</sup>	
	0,2	15	0,4865±0,0048	8,28 x10 <sup>-6</sup>	
	0,3	5	0,5502±0,0025	4,79 x10 <sup>-6</sup>	1,012x10 <sup>-6</sup>
	0,3	10	0,4095±0,0049	1,22 x10 <sup>-5</sup>	
	0,3	15	0,5351±0,0162	1,39 x10 <sup>-5</sup>	

Tablo 6.14. Isıl işlem uygulanmış SiC katkısız kaplamaların aşınma deneyi sonuçları

Numune	Hız (m/s)	Yük (N)	Sürtünme katsayısı (Ortalama)	Aşınma hızı (mm <sup>3</sup> /m)	Spesifik aşınma hızı (mm <sup>3</sup> /Nm)	
SiC katkısız	0,1	5	0,2361±0,0108	3,4x10 <sup>-5</sup>	4,094x10 <sup>-6</sup>	
	0,1	10	0,3741±0,0100	3,75 x10 <sup>-5</sup>		
	0,1	15	0,6839±0,0093	5,92 x10 <sup>-5</sup>		
	SiC katkısız	0,2	5	0,1414±0,0079	5,17 x10 <sup>-5</sup>	1,234x10 <sup>-5</sup>
		0,2	10	0,3792±0,0090	9,44 x10 <sup>-5</sup>	
		0,2	15	0,6302±0,0066	24,3 x10 <sup>-5</sup>	
	SiC katkısız	0,3	5	0,1517±0,0117	6,44 x10 <sup>-5</sup>	3,337x10 <sup>-5</sup>
		0,3	10	0,3680±0,0061	2,18 x10 <sup>-5</sup>	
		0,3	15	0,6377±0,0055	71,5 x10 <sup>-5</sup>	

Tablo 6.15. Isıl işlem uygulanmış %10 SiC katkılı kaplamaların aşınma deneyi sonuçları

Numune	Hız (m/s)	Yük (N)	Sürtünme katsayısı (Ortalama)	Aşınma hızı (mm <sup>3</sup> /m)	Spesifik aşınma hızı (mm <sup>3</sup> /Nm)	
%10 SiC katkılı	0,1	5	0,1758±0,0127	9x10 <sup>-6</sup>	2,357x10 <sup>-6</sup>	
	0,1	10	0,4034±0,0118	1,95 x10 <sup>-5</sup>		
	0,1	15	0,4261±0,1566	3,9 x10 <sup>-5</sup>		
	%10 SiC katkılı	0,2	5	0,1615±0,0068	2,02 x10 <sup>-5</sup>	5,545x10 <sup>-6</sup>
		0,2	10	0,3706±0,0114	6,37 x10 <sup>-5</sup>	
		0,2	15	0,6149±0,0629	8,02 x10 <sup>-5</sup>	
	%10 SiC katkılı	0,3	5	0,1740±0,0092	2,399 x10 <sup>-5</sup>	1,833x10 <sup>-5</sup>
		0,3	10	0,3815±0,338	8,62x10 <sup>-5</sup>	
		0,3	15	0,5172±0,1119	38,3 x10 <sup>-5</sup>	

Tablo 6.16. Isıl işlem uygulanmış %20 SiC katkılı kaplamaların aşınma deneyi sonuçları

Numune	Hız (m/s)	Yük (N)	Sürtünme katsayısı (Ortalama)	Aşınma hızı (mm <sup>3</sup> /m)	Spesifik aşınma hızı (mm <sup>3</sup> /Nm)	
%20 SiC katkılı	0,1	5	0,1151±0,0116	5,2x10 <sup>-6</sup>	9,657x10 <sup>-7</sup>	
	0,1	10	0,3908±0,0062	5,85 x10 <sup>-6</sup>		
	0,1	15	0,6824±0,0084	1,69 x10 <sup>-5</sup>		
	%20 SiC katkılı	0,2	5	0,1595±0,0053	1,75 x10 <sup>-5</sup>	4,008x10 <sup>-6</sup>
		0,2	10	0,3914±0,0059	3,51 x10 <sup>-5</sup>	
		0,2	15	0,6554±0,0067	6,43 x10 <sup>-5</sup>	
	%20 SiC katkılı	0,3	5	0,1747±0,0061	1,56 x10 <sup>-5</sup>	1,036x10 <sup>-5</sup>
		0,3	10	0,3748±0,0040	6,28 x10 <sup>-5</sup>	
		0,3	15	0,6486±0,0147	22 x10 <sup>-5</sup>	

Tablo 6.17. Isıl işlem uygulanmış %30 SiC katkılı kaplamaların aşınma deneyi sonuçları

Numune	Hız (m/s)	Yük (N)	Sürtünme katsayısı (Ortalama)	Aşınma hızı (mm <sup>3</sup> /m)	Spesifik aşınma hızı (mm <sup>3</sup> /Nm)
%30 SiC katkılı	0,1	5	0,2686±0,0135	6,23x10 <sup>-6</sup>	7,687x10 <sup>-7</sup>
	0,1	10	0,3774±0,0082	8,49 x10 <sup>-6</sup>	
	0,1	15	0,6994±0,0071	1,02 x10 <sup>-5</sup>	
	0,2	5	0,1688±0,0035	9,06 x10 <sup>-6</sup>	2.100x10 <sup>-6</sup>
	0,2	10	0,3958±0,0014	1,47 x10 <sup>-5</sup>	
	0,2	15	0,6728±0,0102	3,62 x10 <sup>-5</sup>	
	0,3	5	0,1742±0,0059	1,77 x10 <sup>-5</sup>	9.518x10 <sup>-6</sup>
	0,3	10	0,3820±0,0080	3,44 x10 <sup>-5</sup>	
	0,3	15	0,6497±0,0118	17,1 x10 <sup>-5</sup>	

Tablo 6.18. Isıl işlem uygulanmış %40 SiC katkılı kaplamaların aşınma deneyi sonuçları

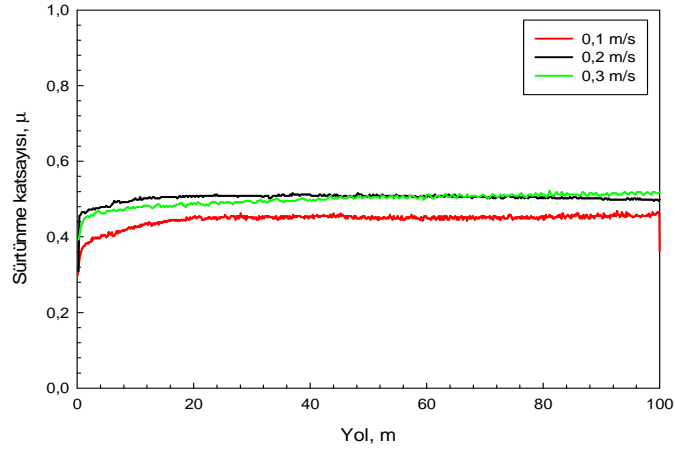
Numune	Hız (m/s)	Yük (N)	Sürtünme katsayısı (Ortalama)	Aşınma hızı (mm <sup>3</sup> /m)	Spesifik aşınma hızı (mm <sup>3</sup> /Nm)
%40 SiC katkılı	0,1	5	0,2585±0,0194	4,46x10 <sup>-6</sup>	6,017x10 <sup>-7</sup>
	0,1	10	0,3461±0,0151	5,45 x10 <sup>-6</sup>	
	0,1	15	0,6698±0,0156	8,92 x10 <sup>-6</sup>	
	0,2	5	0,1940±0,0048	4,46 x10 <sup>-6</sup>	1,719x10 <sup>-6</sup>
	0,2	10	0,3778±0,0060	1,04 x10 <sup>-5</sup>	
	0,2	15	0,6401±0,0111	3,17 x10 <sup>-5</sup>	
	0,3	5	0,1680±0,0074	1,49 x10 <sup>-5</sup>	5,205x10 <sup>-6</sup>
	0,3	10	0,3815±0,0071	3,87 x10 <sup>-5</sup>	
	0,3	15	0,6561±0,0142	9,07 x10 <sup>-5</sup>	

Tablo 6.19. Isıl işlem uygulanmış %50 SiC katkılı kaplamaların aşınma deneyi sonuçları

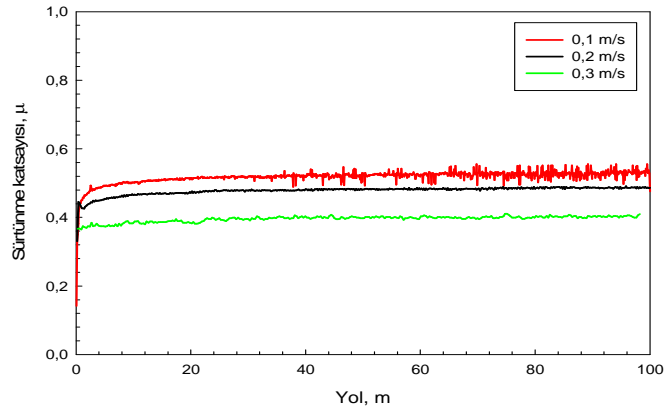
Numune	Hız (m/s)	Yük (N)	Sürtünme katsayısı (Ortalama)	Aşınma hızı (mm <sup>3</sup> /m)	Spesifik aşınma hızı (mm <sup>3</sup> /Nm)
%50 SiC katkılı	0,1	5	0,2808±0,0229	2,61x10 <sup>-6</sup>	3,172x10 <sup>-7</sup>
	0,1	10	0,3822±0,0159	3,92 x10 <sup>-6</sup>	
	0,1	15	0,6961±0,0127	3,92 x10 <sup>-6</sup>	
	0,2	5	0,1568±0,0042	3,92 x10 <sup>-6</sup>	1,234x10 <sup>-6</sup>
	0,2	10	0,3948±0,0048	9,15 x10 <sup>-6</sup>	
	0,2	15	0,6429±0,0082	2,14 x10 <sup>-5</sup>	
	0,3	5	0,1821±0,0059	1,35 x10 <sup>-5</sup>	3,684x10 <sup>-6</sup>
	0,3	10	0,3802±0,0055	3,4 x10 <sup>-5</sup>	
	0,3	15	0,6493±0,0173	5,88 x10 <sup>-5</sup>	



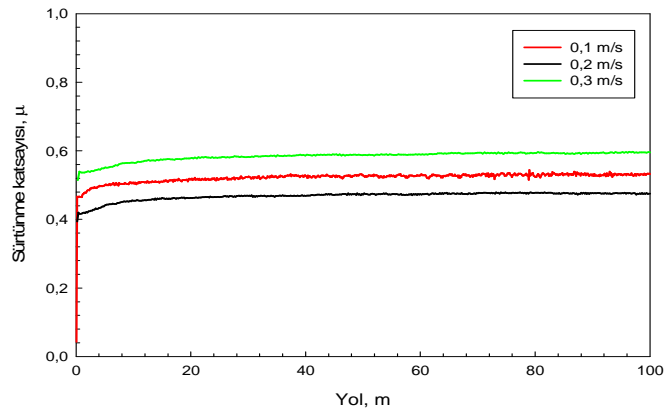
Aşınma deneylerinden elde edilen sürtünme katsayısı ile aşınma mesafesine bağlı olarak değişimini gösteren eğriler Şekil 6.24-6.35 arasında verilmiştir. Şekiller incelendiğinde sürtünme mesafesine bağlı olarak, saf bazalt kaplamalarda ve SiC takviyeli bazalt esaslı kaplamalarda ısıl işlem uygulanmamış ve uygulanmış olarak yapılan aşınma deneylerinde; ilk 10m içerisinde kaplama bilye arasında gerçekleşen sürtünme katsayısı değerleri azalan bir ivmeyle arttığı ve kararlı hale geldiği görülmektedir. Yüksek yüklerde yapılan aşınma deneylerinde nadiren kararlı hale gelme 50m sürtünme mesafelerine kadar çıkabilmektedir.



(a)

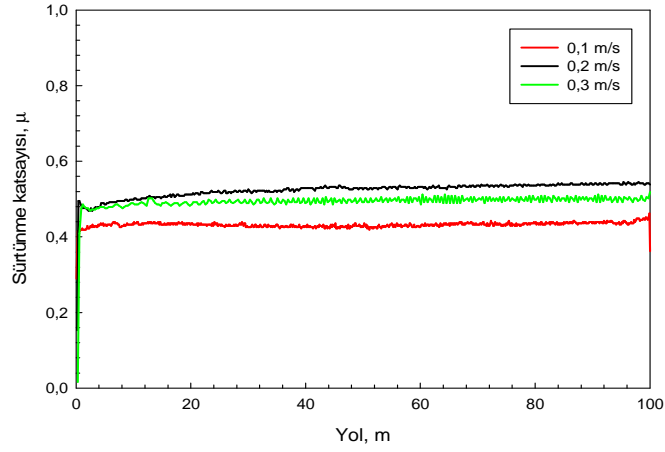


(b)

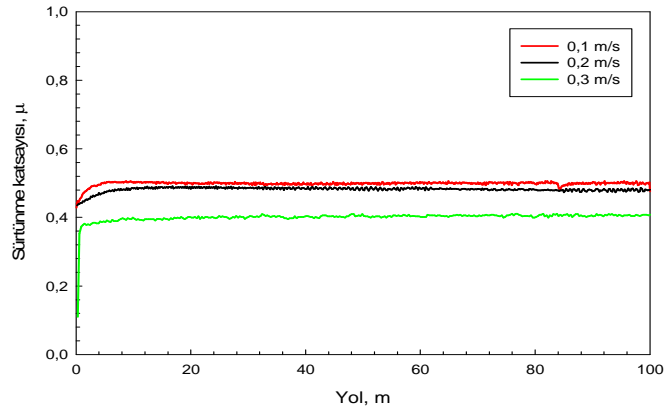


(c)

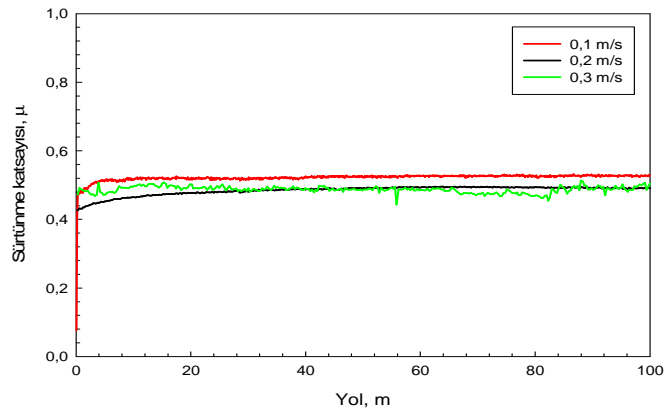
Şekil 6.24. Aşınma deneylerine tabi tutulmuş ısıtılmış ve SiC katkısız kaplamalara ait sürtünme katsayısı yol eğrileri a) 5N yük ile, b) 10N yük ile, c) 15N yük ile



(a)

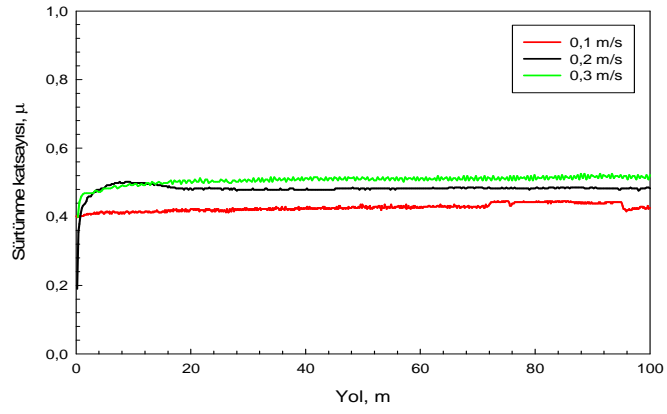


(b)

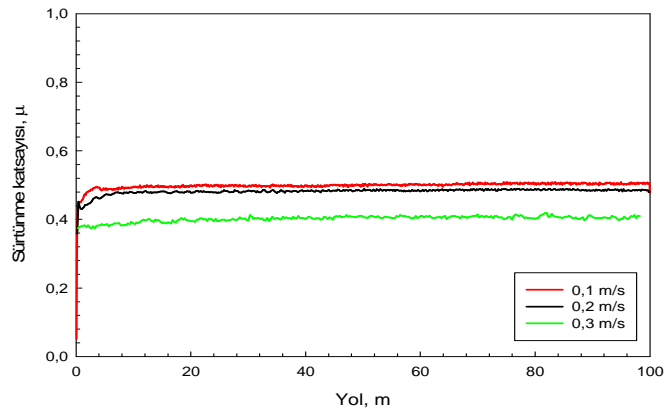


(c)

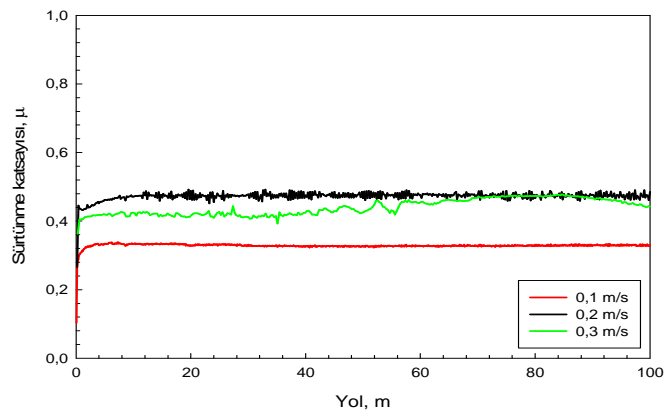
Şekil 6.25. Aşınma deneylerine tabi tutulmuş ısı işlemsiz ve %10 SiC katkı kaplamalara ait sürtünme katsayısı yol eğrileri a) 5N yük ile, b) 10N yük ile, c) 15N yük ile



(a)

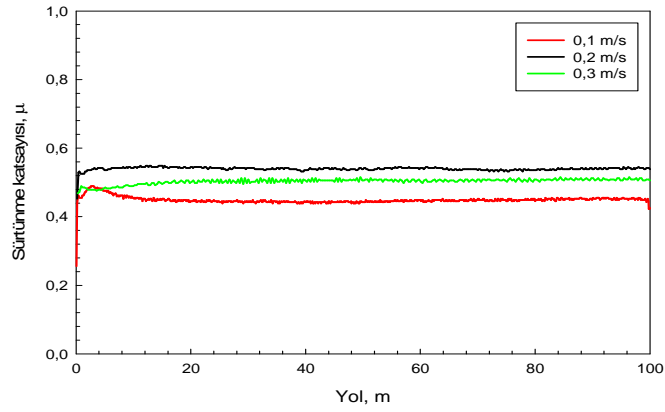


(b)

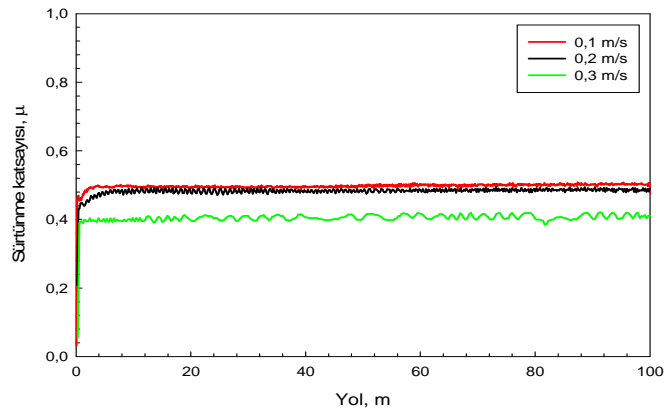


(c)

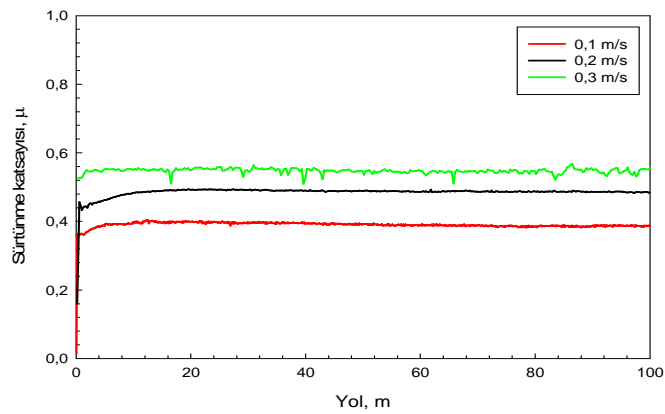
Şekil 6.26. Aşınma deneylerine tabi tutulmuş ısılsız işlemsiz ve %20 SiC katkı kaplamalara ait sürtünme katsayısı yol eğrileri a) 5N yük ile, b) 10N yük ile, c) 15N yük ile



(a)

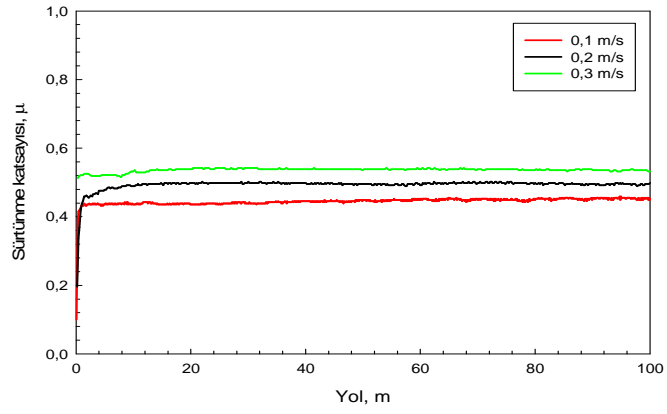


(b)

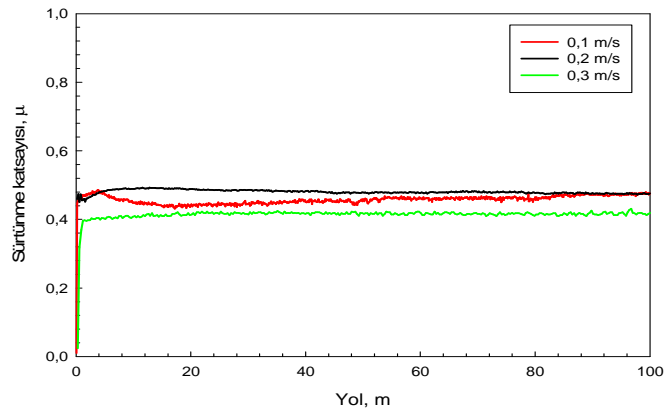


(c)

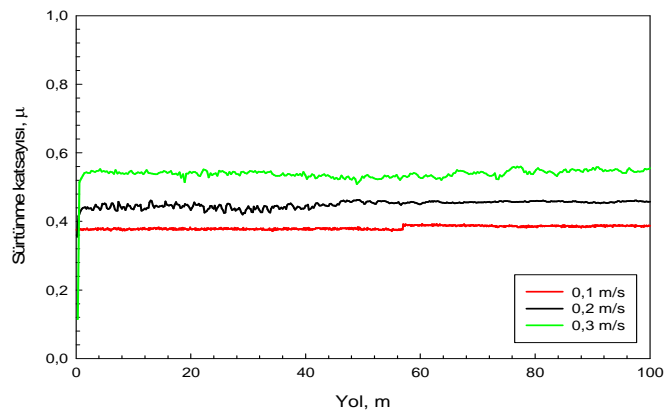
Şekil 6.27. Aşınma deneylerine tabi tutulmuş ısıl işlemsiz ve %30 SiC katkılı kaplamalara ait sürtünme katsayısı yol eğrileri a) 5N yük ile, b) 10N yük ile, c) 15N yük ile



(a)

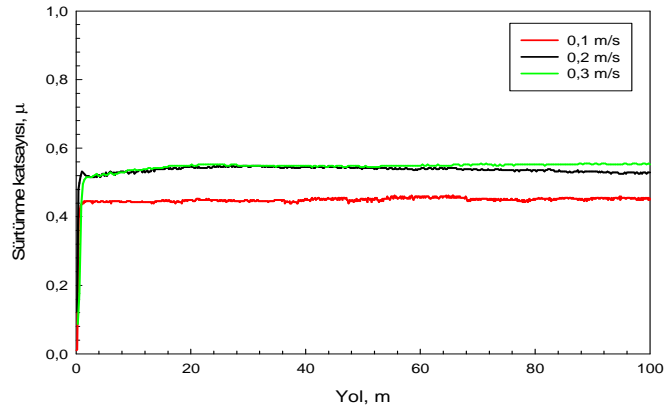


(b)

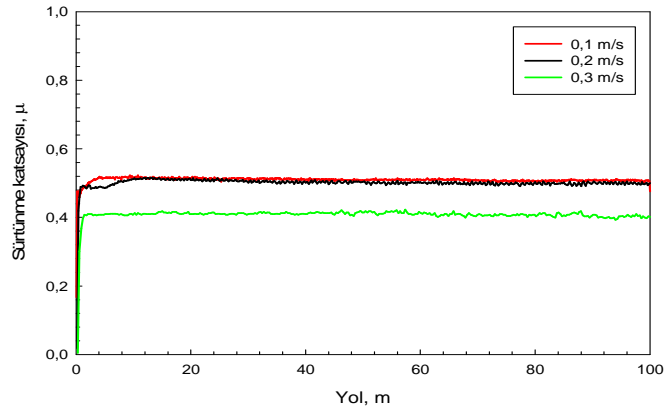


(c)

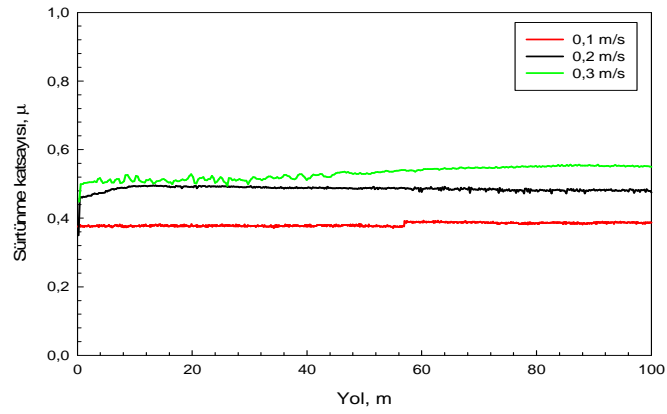
Şekil 6.28. Aşınma deneylerine tabi tutulmuş ısıls işlemsiz ve %40 SiC katkı kaplamalara ait sürtünme katsayısı yol eğrileri a) 5N yük ile, b) 10N yük ile, c) 15N yük ile



(a)

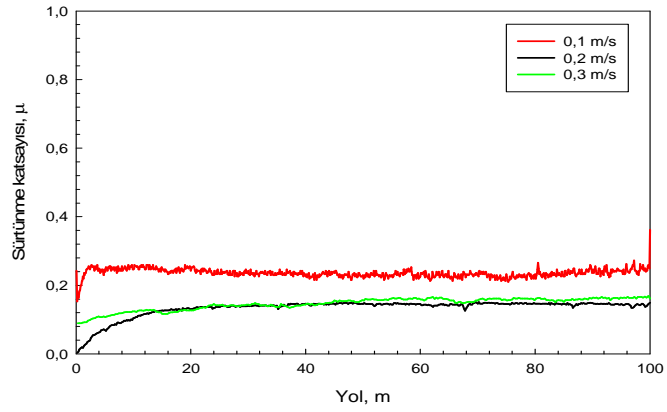


(b)

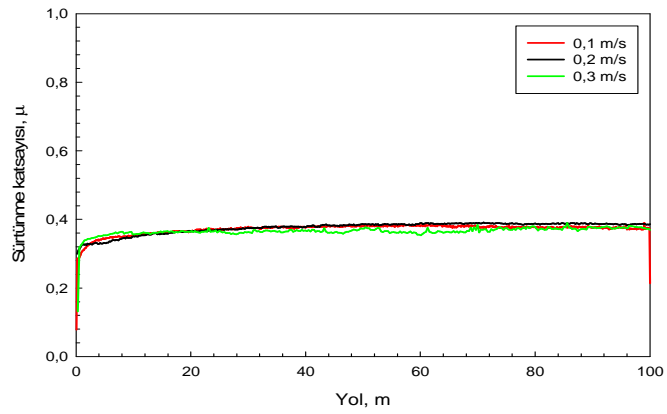


(c)

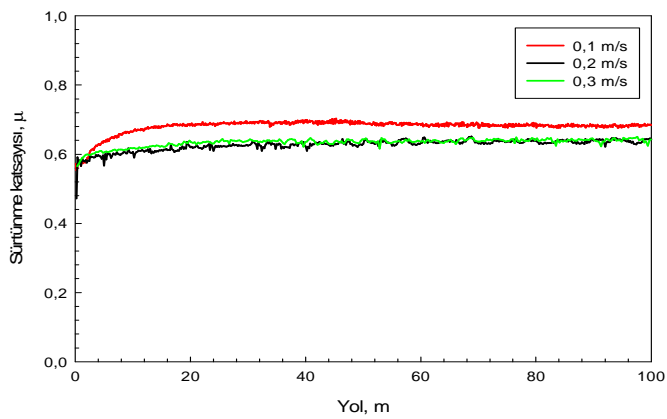
Şekil 6.29. Aşınma deneylerine tabi tutulmuş ısılsız ve %50 SiC katkı kaplamalara ait sürtünme katsayısı yol eğrileri a) 5N yük ile, b) 10N yük ile, c) 15N yük ile



(a)



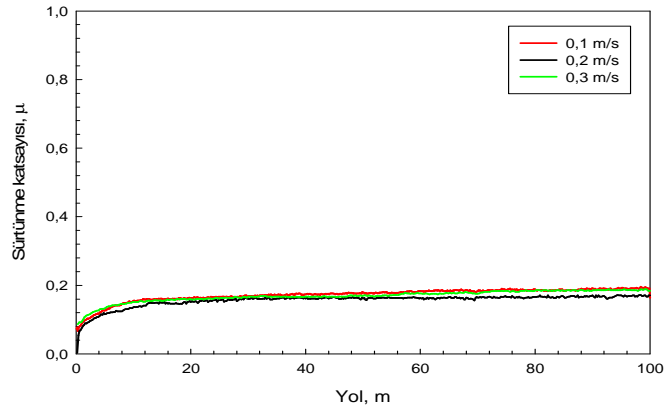
(b)



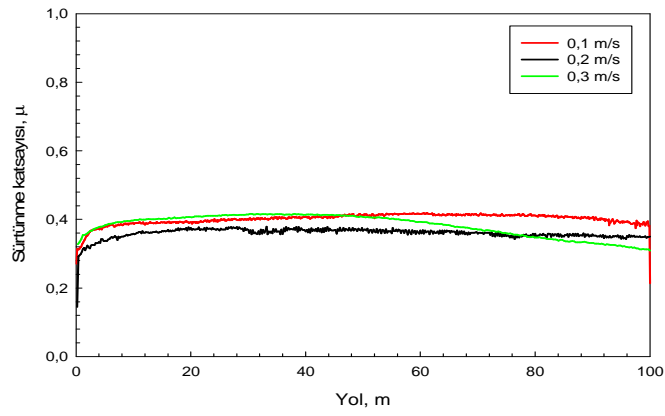
(c)

Şekil 6.30. Aşınma deneylerine tabi tutulmuş 900 °C'de 2 saat ısıtılmış SiC katkısız cam-seramik kaplamalara ait sürtünme katsayısı yol eğrileri a) 5N yük ile, b) 10N yük ile, c) 15N yük ile

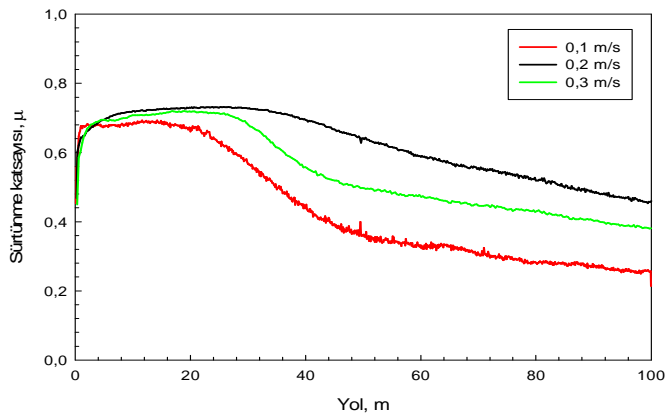




(a)

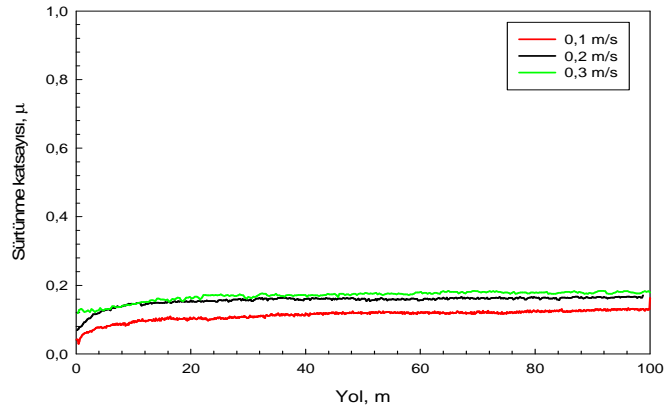


(b)

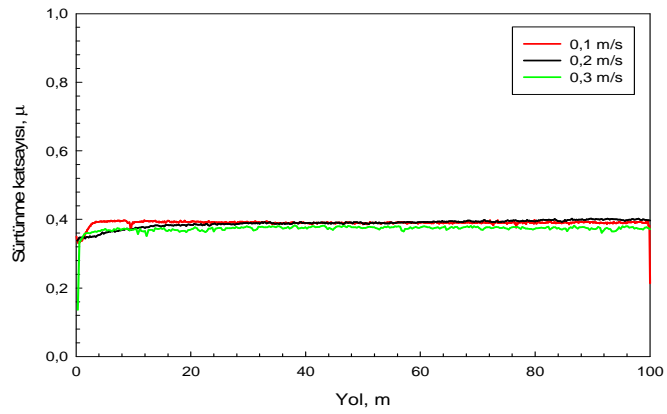


(c)

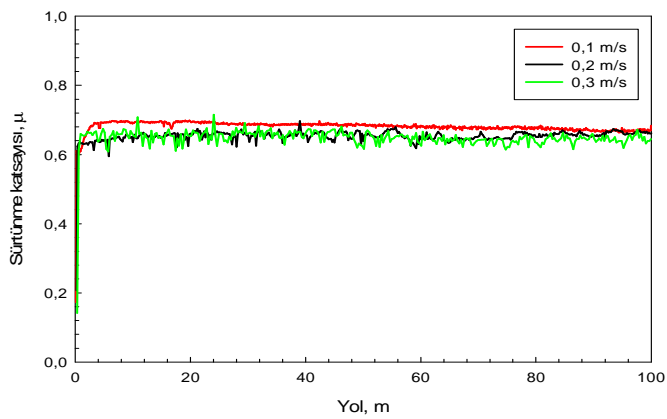
Şekil 6.31. Aşınma deneylerine tabi tutulmuş  $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de 2 saat ısıtılmış  $\%10\text{ SiC}$  katkılı cam-seramik kaplamalara ait sürtünme katsayısı yol eğrileri a) 5N yük ile, b) 10N yük ile, c) 15N yük ile



(a)

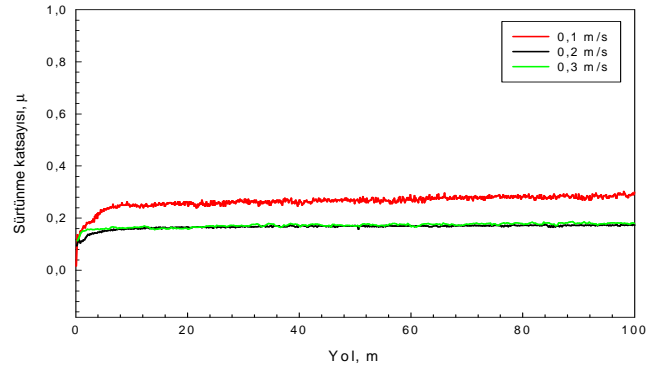


(b)

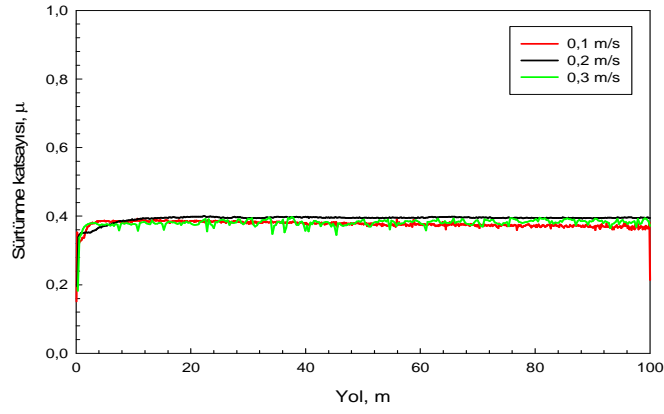


(c)

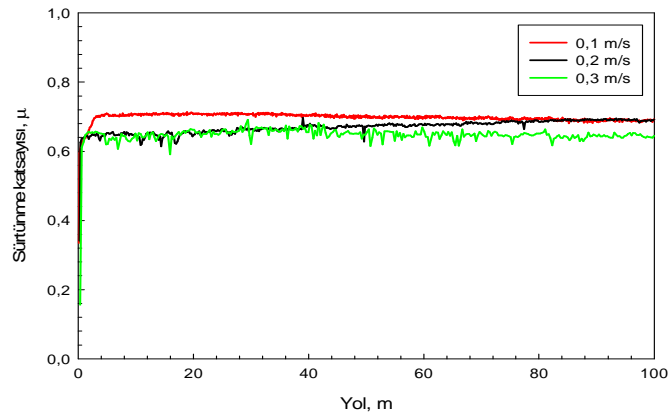
Şekil 6.32. Aşınma deneylerine tabi tutulmuş 900 °C'de 2 saat ısıl işlem görmüş %20 SiC katkılı cam-seramik kaplamalara ait sürtünme katsayısı yol eğrileri a) 5N yük ile, b) 10N yük ile, c) 15N yük ile



(a)

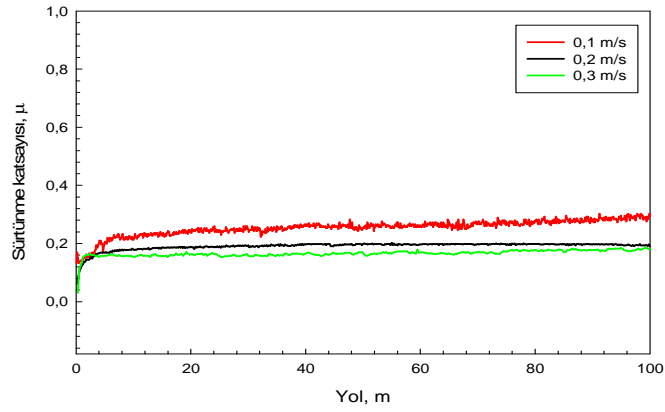


(b)

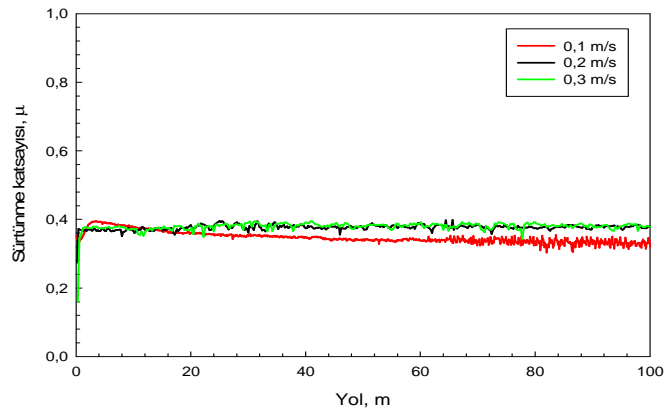


(c)

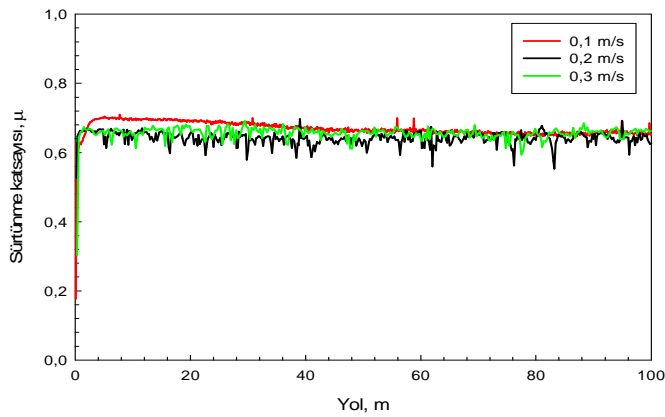
Şekil 6.33. Aşınma deneylerine tabi tutulmuş 900 °C'de 2 saat ısıtılmış %30 SiC katkıli cam-seramik kaplamalara ait sürtünme katsayısı yol eğrileri a) 5N yük ile, b) 10N yük ile, c) 15N yük ile



(a)

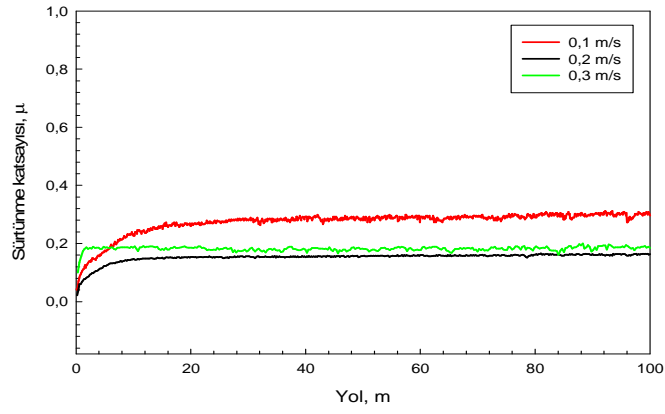


(b)

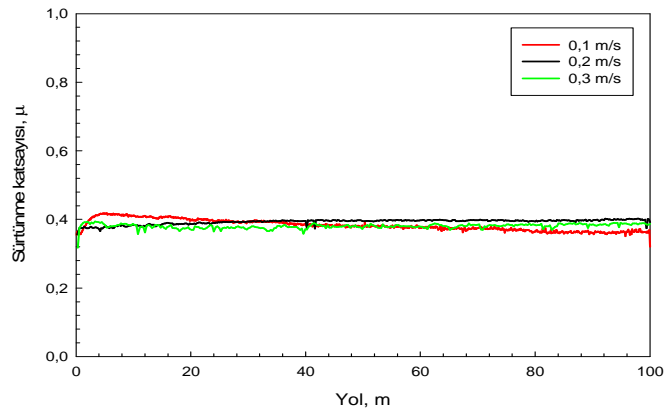


(c)

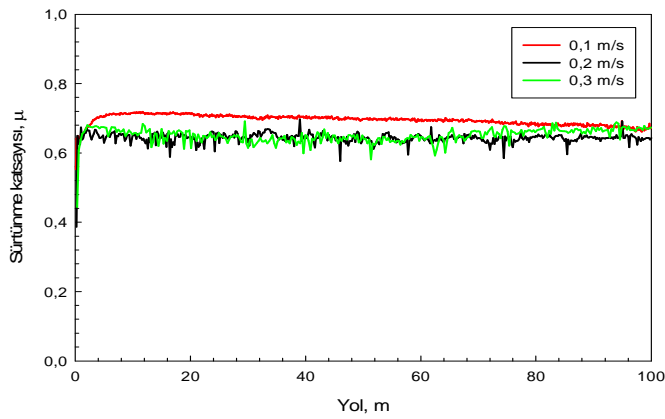
Şekil 6.34. Aşınma deneylerine tabi tutulmuş 900 °C'de 2 saat ısıl işlem görmüş %40 SiC katkılı cam-seramik kaplamalara ait sürtünme katsayısı yol eğrileri a) 5N yük ile, b) 10N yük ile, c) 15N yük ile



(a)

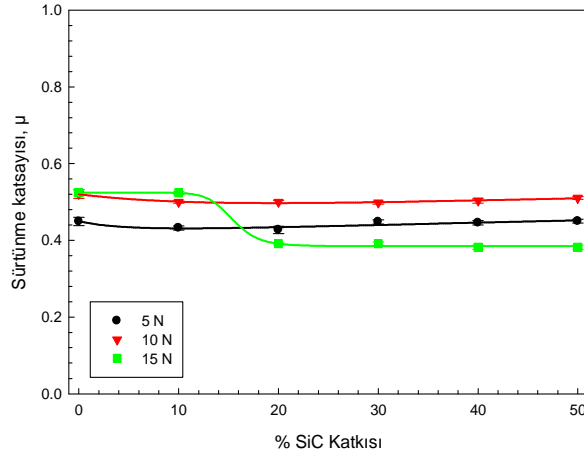


(b)

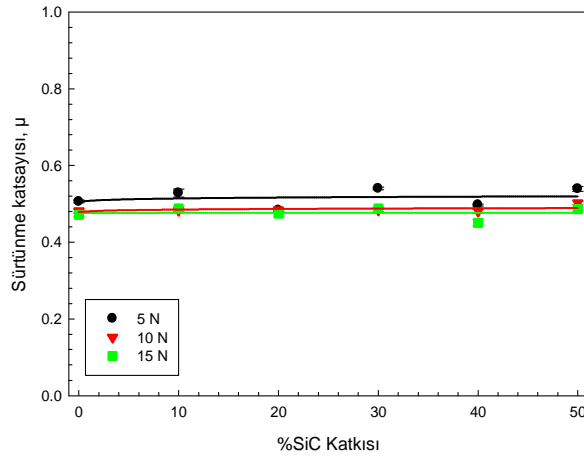


(c)

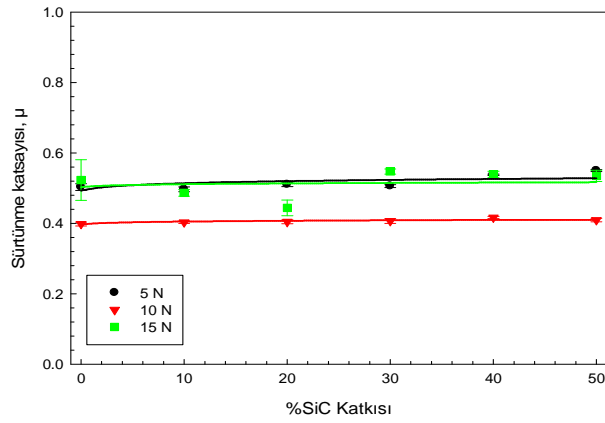
Şekil 6.35. Aşınma deneylerine tabi tutulmuş 900 °C'de 2 saat ısıl işlem görmüş %50 SiC katkılı cam-seramik kaplamalara ait sürtünme katsayısı yol eğrileri a) 5N yük ile, b) 10N yük ile, c) 15N yük ile



(a)

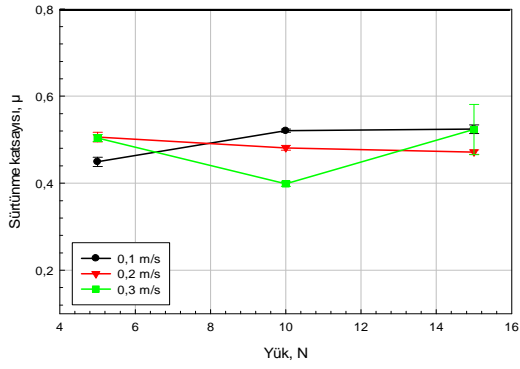


(b)

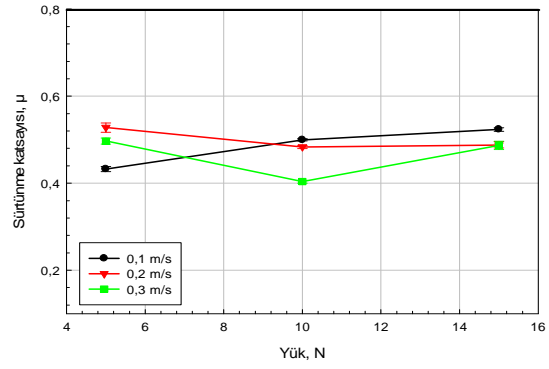


(c)

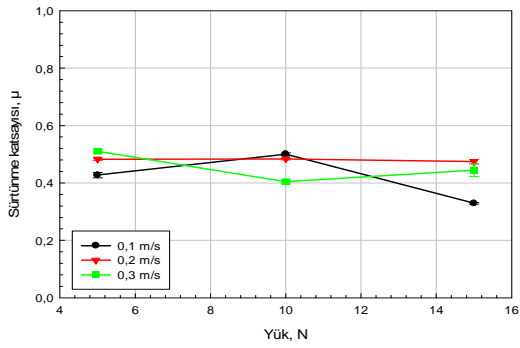
Şekil 6.36. Isıl işlem görmemiş kaplamalar için disk üzerinde bilye aşınma deneyleri sonucunda elde edilmiş sürtünme katsayılarının %SiC katkısına bağlı olarak değişimi a) 0,1 m/s, b) 0,2 m/s, c) 0,3 m/s



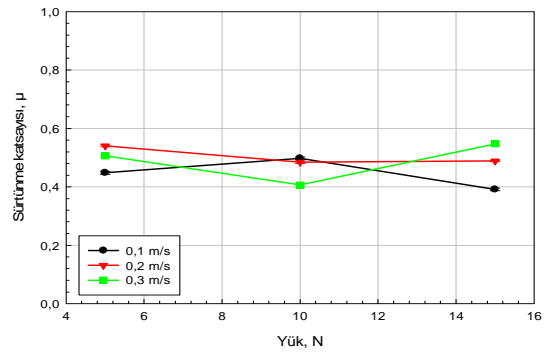
(a)



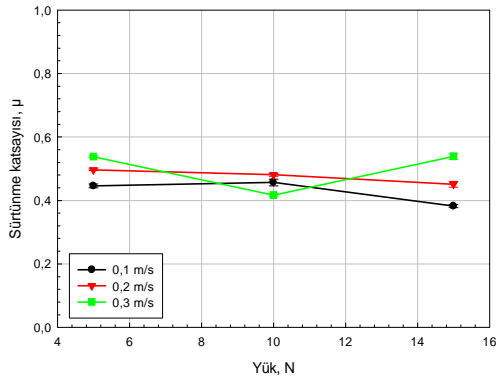
(b)



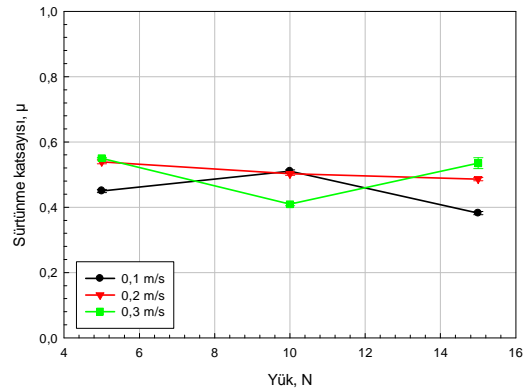
(c)



(d)



(e)



(f)

Şekil 6.37. Isıl işlem görmemiş kaplamaların sürtünme hızına bağlı olarak sürtünme katsayılarında meydana gelen değişimlerin grafikleri a) SiC katkısız, b) %10 SiC katkılı, c) %20 SiC katkılı, d) %30 SiC katkılı, e) %40 SiC katkılı, f) %50 SiC katkılı kaplamalar

Sürtünme katsayısına SiC ilavesinin etkisi Şekil 6.36'da verilmiştir. 0.1 m/s, 0.2 m/s ve 0.3 m/s aşınma hızlarında gerçekleştirilen aşınma deneylerinden elde edilen sonuçlar grafik olarak Şekil 6.37'de verilmiştir. Şekiller incelendiğinde, ısı işlemsiz numunelerde genel olarak sürtünme katsayısı değerlerinin % SiC katkısı ile değişmediği görülmektedir. Üç farklı aşınma hızında SiC katkılı/katkısız cam ve cam-seramik numuneler üzerinde gerçekleştirilen aşınma deneylerinde aşınma yükünün artışına bağlı olarak sürtünme katsayısının bir miktar arttığı görülmektedir. 5N, 10N ve 15N yük altında gerçekleştirilen aşınma deneylerinde elde edilen sürtünme katsayısı değerlerinin sürtünme hızlarına bağlı olarak değişimi incelendiğinde, katkısız bazalt esaslı kaplamalar için: 0.1 m/s sürtünme hızına göre sürtünme hızındaki %100'lük ve %200 lük bir artış, 5N yük için %12,64 ile %12,13 artışa sebep olurken, 10N ve 15N yükler için sırasıyla sürtünme katsayısı değerleri; %7,59 ile %23,43 ve %10,02 ile %0,13 azalmalara sebep olmuştur. Bu sonuçlar 5N yük altında sürtünme katsayısını düşürecek olan aşınma ürünlerinin oluşmadığını, buna karşılık hızın etkisi ile sürtünme katsayısının bir miktar arttığını göstermektedir. Oysa, 10 N ve 15 N yükler altında aşınma ürünlerinin sürtünme katsayısını düşürücü etkisinin olduğu görülmüştür. 10N yük altında yapılan aşınma deneyinde sürtünme hızındaki artışa bağlı olarak sürtünme katsayısındaki düşüşün arttığı tespit edilirken, 15 N yük altında yapılan aşınma deneyinde sürtünme katsayısındaki düşüş azalma göstermiştir. Ancak yükün ve hızın etkisine bağlı olarak sürtünme katsayısı değerlerinin 0.40 ile 0.52 arasında değiştiği, yani sürtünme katsayısının yük ve hıza bağlı olarak gerçekte çok az etkilendiği görülmektedir.

%10 SiC katkılı bazalt esaslı kaplamalar için (ısı işlemsiz) yapılan aşınma deneylerinde: 0,1 m/s sürtünme hızına göre sürtünme hızındaki %100'lük ve %200 lük bir artış, 5N yük için %15.54 ile %21.09 artışa sebep olurken, 10N ve 15N yükler için sırasıyla sürtünme katsayısı değerleri; %8.48 ile %7.59 ve %18.80 ile %2.01 azalmalara sebep olmuştur. Bu durum 5N yük altında sürtünme katsayısını düşürecek olan aşınma ürünlerinin oluşmadığı göstermektedir. Oysa 10 N ve 15 N yükler altında aşınma ürünlerinin sürtünme katsayısını düşürücü etki gösterdiği görülmüştür. 10N yük altında yapılan aşınma deneyinde sürtünme hızındaki artışa bağlı olarak sürtünme katsayısındaki düşüşün bir miktar azaldığı tespit edilirken, 15 N yük altında yapılan aşınma deneyinde sürtünme katsayısındaki düşüş de azalma



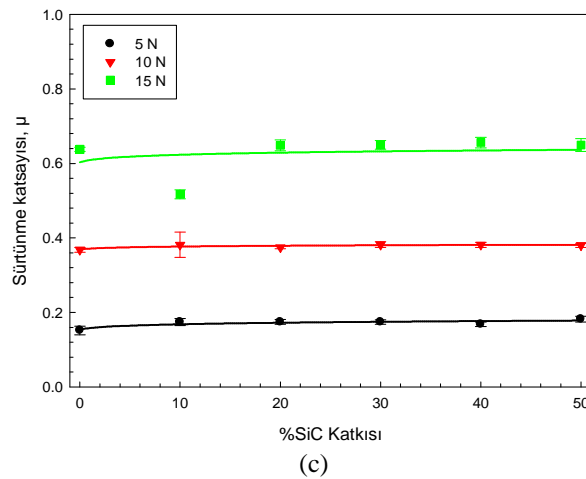
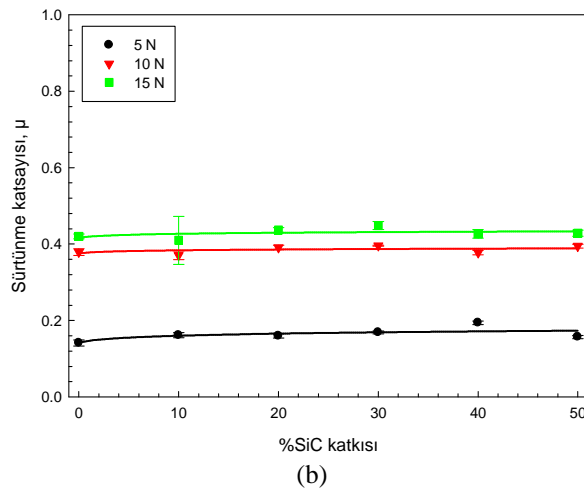
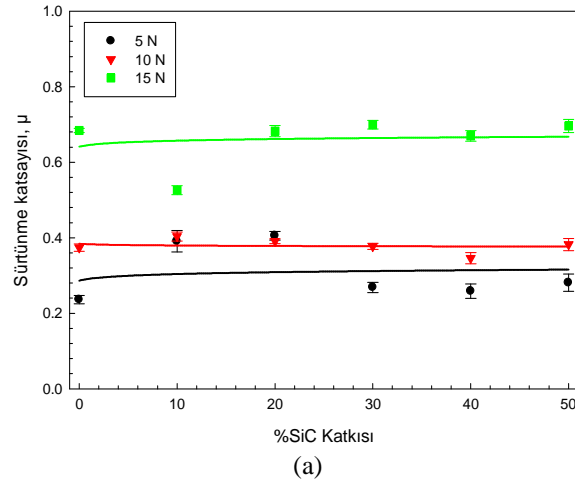
göstermiştir. Ancak, hem yükün, hem de hızın etkisine bağlı olarak sürtünme katsayısı değerlerinin 0.40 ile 0.53 arasında dağılım gösterdiği, yani sürtünme katsayısının yük ve hıza bağlı olarak gerçekte çok az etkilendiği görülmektedir.

%20 SiC katkılı bazalt esaslı kaplamalar için (ısııl işlemsiz) yapılan aşınma deneylerinde ise: 0.1 m/s sürtünme hızına göre sürtünme hızındaki %100'lük ve %200 lük bir artış, 5N yük için önce %16.98 'lik artışa daha sonra %23.02 azalmaya sebep olurken, 10N ve 15N yükler için sırasıyla sürtünme katsayısı değerleri; %0.19 ile %1.70 ve %20.74 ile %12.97 azalmalara sebep olmuştur. Buradan da anlaşılacağı üzere 5N yük altında sürtünme katsayısını düşürecek olan aşınma ürünlerinin önce oluşmadığı daha sonra artan hız ile oluştuğu görülmüştür. 10 N ve 15 N yüklerde ise aşınma ürünlerinin sürtünme katsayısını düşürücü etki gösterdiği görülmüştür. 10N yük altında yapılan aşınma deneyinde sürtünme hızındaki artışa bağlı olarak sürtünme katsayısındaki düşüşün çok düşük değerlerde olduğu tespit edilirken, 15 N yük altında yapılan aşınma deneyinde sürtünme katsayısındaki düşüş miktarının arttığı görülmüştür. Ancak, hem yükün, hem de hızın etkisine bağlı olarak sürtünme katsayısı değerlerinin 0.32 ile 0.51 arasında dağılım gösterdiği, yani sürtünme katsayısının yük ve hıza bağlı olarak gerçekte çok az etkilendiği görülmektedir.

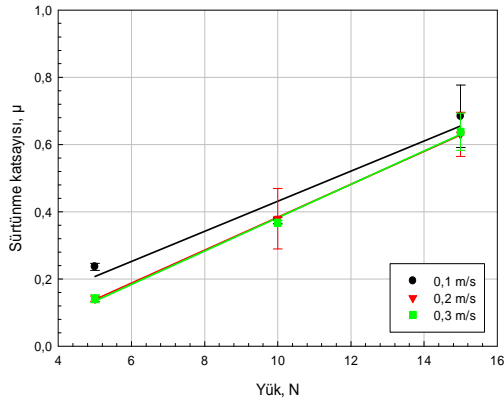
%30 SiC katkılı bazalt esaslı kaplamalar için (ısııl işlemsiz) yapılan aşınma deneylerinde ise: 0.1 m/s sürtünme hızına göre sürtünme hızındaki %100'lük ve %200 lük bir artış, 5N yük için önce %11.18 'lik artışa daha sonra %12.66 azalmaya sebep olmaktadır, Ayrıca 10N yük için sürtünme katsayısı değerleride %10.35 ile %9.55 azalmalara sebep olurken 15N yük için önce %19.64'lük bir düşüş sonra %8.18'lik bir artış tespit edilmiştir. Muhtemelen 5N yük altında sürtünme katsayısını düşürecek olan aşınma ürünlerinin önce oluşmadığı daha sonra artan hız ile oluştuğu düşünülmektedir. 10N yük altında yapılan aşınma deneyinde sürtünme hızındaki artışa bağlı olarak sürtünme katsayısındaki düşüşün belirgin değerlerde olduğu tespit edilirken, 15 N yük altında yapılan aşınma deneyinde sürtünme katsayısındaki önce düşüş daha sonraki yükseliş eğilimi bu yük altında aşınma ürünlerinin önce oluşmadığını artan hız ile oluştuğunu göstermektedir. Ancak, hem yükün, hem de hızın etkisine bağlı olarak sürtünme katsayısı değerlerinin 0.39 ile

0.54 arasında dağılım gösterdiği, yani sürtünme katsayısının yük ve hıza bağlı olarak gerçekte çok az etkilendiği görülmektedir.

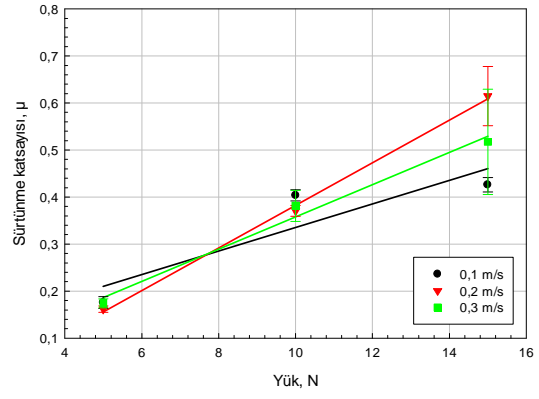
%40 SiC katkılı bazalt esaslı kaplamalar için (ısı işlemsiz) yapılan aşınma deneylerinde ise: 0.1 m/s sürtünme hızına göre sürtünme hızındaki %100'lük ve %200 lük bir artış, 5N yük için önce %2.51 'lik artışa daha sonra %14.31 azalmaya sebep olurken, 10N ve 15N yükler için sırasıyla sürtünme katsayısı değerleri; %3.24 ile %9.28 ve %22.54 ile %0.19 azalmaya sebep olmaktadır. Yine burada 5N yük altında sürtünme katsayısını düşürecek olan aşınma ürünlerinin önce oluşmadığı daha sonra artan hız ile oluştuğu görülmüştür. 10 N ve 15 N yüklerde ise aşınma ürünlerinin sürtünme katsayısını düşürücü etki gösterdiği göze çarpmaktadır. 10N yük altında yapılan aşınma deneyinde sürtünme hızındaki artışa bağlı olarak sürtünme katsayısındaki düşüşün belirgin değerlerde olduğu tespit edilirken, 15 N yük altında yapılan aşınma deneyinde sürtünme katsayısındaki düşüş miktarının arttığı görülmüştür. Ancak, hem yükün, hem de hızın etkisine bağlı olarak sürtünme katsayısı değerlerinin 0.38 ile 0.53 arasında dağılım gösterdiği, yani sürtünme katsayısının yük ve hıza bağlı olarak gerçekte çok az etkilendiği görülmektedir. %50 SiC katkılı bazalt esaslı kaplamalar için (ısı işlemsiz) yapılan aşınma deneylerinde ise: 0.1 m/s sürtünme hızına göre sürtünme hızındaki %100'lük ve %200 lük bir artış, 5N yük için önce %13.44 'lik artışa daha sonra %15.11 azalmaya sebep olurken, 10N ve 15N yükler için sırasıyla sürtünme katsayısı değerleri; %6.74 ile %9.72 ve %25.57 ile %2.74 azalmalara sebep olmuştur. Buradan da anlaşılacağı üzere 5N yük altında sürtünme katsayısını düşürecek olan aşınma ürünlerinin önce oluşmadığı daha sonra artan hız ile oluştuğu görülmüştür. 10 N ve 15 N yüklerde ise aşınma ürünlerinin sürtünme katsayısını düşürücü etki gösterdiği görülmüştür. Ancak, hem yükün, hem de hızın etkisine bağlı olarak sürtünme katsayısı değerlerinin 0.38 ile 0.55 arasında dağılım gösterdiği, yani sürtünme katsayısının yük ve hıza bağlı olarak gerçekte çok az etkilendiği görülmektedir. Cam kaplamaların sürtünme katsayıları genel olarak incelendiğinde değerlerin yük, hız ve SiC katkısına bağlı olarak 0,32 ile 0,55 arasında değiştiği gözlenmiştir. Torres ve arkadaşlarının yaptığı bir çalışmada [141] termal spreyle üretilmiş Al/SiC kompozit kaplamaların disk üzerinde bilye yöntemi ile aşınması sonucunda elde edilen sürtünme katsayısı değerleri 0,32 ile 0,35 arasında değişmektedir.



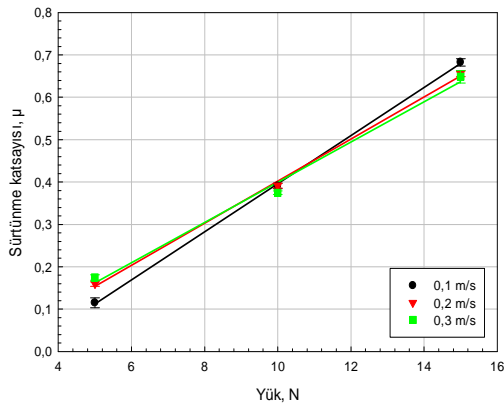
Şekil 6.38. 900 °C’de 2 saat süre ile ısıtılmış kaplamalar için disk üzerinde bilye aşınma deneyleri sonucunda elde edilmiş sürtünme katsayılarının %SiC katkısına bağlı olarak değişimi a) 0,1 m/s, b) 0,2 m/s, c) 0,3 m/s



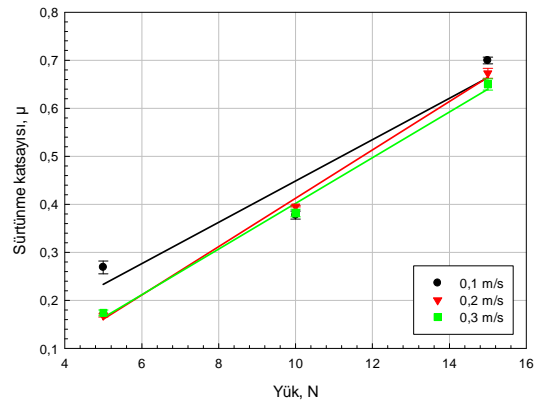
(a)



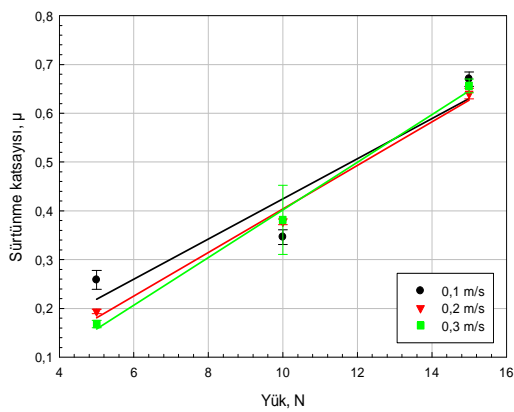
(b)



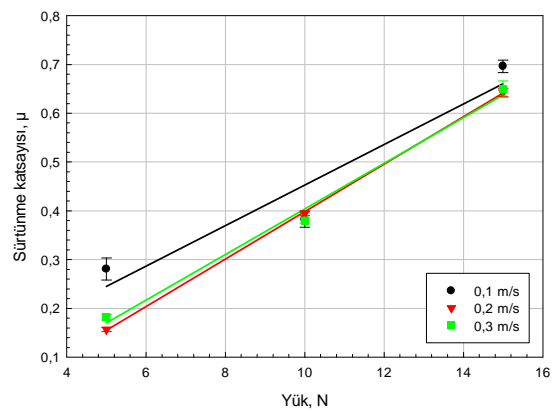
(c)



(d)



(e)



(f)

Şekil 6.39. Isıl işlem görmüş cam-seramik kaplamaların sürtünme hızına bağlı olarak sürtünme katsayılarında meydana gelen değişimlerin grafikleri a) SiC katkısız, b) %10 SiC katkılı, c) %20 SiC katkılı, d) %30 SiC katkılı, e) %40 SiC katkılı, f) %50 SiC katkılı kaplamalar

Şekil 6.38’de cam-seramik kaplamaların sürtünme katsayılarının SiC katkısına bağlı olarak değişimi görülmektedir. Şekil 6.39’da ise cam-seramik kaplamaların sürtünme katsayılarının yük ve hız ile ilişkisi görülmektedir. Katkısız bazalt esaslı cam-seramik kaplamalar için: 0,1 m/s sürtünme hızına göre sürtünme hızındaki %100’lük ve %200 lük bir artış, 5N, 10N ve 15N yükler için sırasıyla sürtünme katsayısı değerlerinin; %58.45 ile %189.67, %168.18 ile %197.10 ve %142.58 ile %320.37 artışına sebep olmuştur. Buradan da anlaşılacağı üzere 5N, 10 N ve 15 N yük altında sürtünme katsayısını artıran abrasif karakterli aşınma ürünlerinin aşınma deneyi sırasında oluştuğu ve yüke bağlı olarak sürtünme katsayısının artmasına sebep olduğu görülmüştür. Yükün ve hızın etkisine bağlı olarak, sürtünme katsayısı değerlerinin 0.23 ile 0.68 arasında dağılım gösterdiği, sürtünme katsayısının yük ve hızla bağlı olarak belirgin şekilde değiştiği görülmektedir.

%10 SiC katkılı bazalt esaslı cam-seramik kaplamalar için: 0.1 m/s sürtünme hızına göre sürtünme hızındaki %100’lük ve %200 lük bir artış, 5N, 10N ve 15N yükler için sırasıyla sürtünme katsayısı değerleri; %3.25 ile %9.06, %129.47 ile %153.81 ve %119.25 ile %197.24 artışa sebep olmuştur. Buradan elde edilen sonuçlar 5N, 10 N ve 15 N yük altında sürtünme katsayısını düşürecek olan aşınma ürünlerinin oluşarak sürtünme katsayısını ciddi oranda arttırdığını göstermiştir. Yükün ve hızın etkisine bağlı olarak sürtünme katsayısı değerlerinin 0.16 ile 0.51 arasında dağılım gösterdiği, sürtünme katsayısının yük ve hızla bağlı olarak belirgin olarak değiştiği görülmektedir.

%20 SiC katkılı bazalt esaslı cam-seramik kaplamalar için: 5N, 10N ve 15N yükler için yapılan aşınma deneylerinde sabit yük için sürtünme hızının değişimi ile grafiklerden de görülebileceği gibi pek etkilenmemektedir. Ancak, 0.1 m/s, 0.2 m/s ve 0.3 m/s sürtünme hızlarında gerçekleştirilen aşınma deneylerinde 5N yüke göre, yükteki %100’lük (10 N) ve %200’lük (15 N) artışlar için sırasıyla sürtünme katsayısı değerleri; %239.53 ile %492.88, %145.39 ile %173.92 ve %114.54 ile %271.27 artışa sebep olmuştur. Buradan elde edilen sonuçlar 5N, 10N ve 15N yük altında yükün artışına bağlı olarak sürtünme katsayısını yükselten abrasif karakterli aşınma ürünlerinin oluştuğunu göstermektedir. Yükün ve hızın etkisine bağlı olarak

sürtünme katsayısı değerlerinin 0.11 ile 0.68 arasında dağılım gösterdiği, sürtünme katsayısının özellikle yük'e bağlı olarak büyük oranda değiştiği görülmektedir.

%30 SiC katkılı bazalt esaslı cam-seramik kaplamalar için: 0.1 m/s sürtünme hızına göre sürtünme hızındaki %100'lük ve %200 lük bir artış, 5N, 10N ve 15N yükler için sırasıyla sürtünme katsayısı değerleri; %40.51 ile %160.39, %134.48 ile %165.70 ve %119.29 ile %272.96 artışa sebep olmuştur. Buradan elde edilen sonuçlar 5N, 10 N ve 15 N yük altında sürtünme katsayısını düşürecek olan aşınma ürünlerinin oluştuğunu göstermiştir. Yükün ve hızın etkisine bağlı olarak sürtünme katsayısı değerlerinin 0.16 ile 0.69 arasında dağılım gösterdiği, sürtünme katsayısının yük ve hıza bağlı olarak büyük oranda değiştiği görülmektedir.

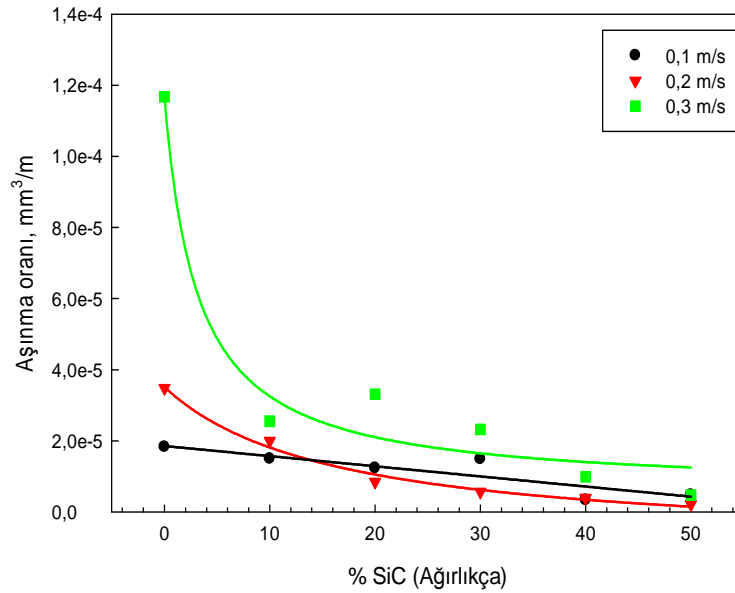
%40 SiC katkılı bazalt esaslı cam-seramik kaplamalar için: 0.1 m/s sürtünme hızına göre sürtünme hızındaki %100'lük ve %200 lük bir artış, 5N, 10N ve 15N yükler için sırasıyla sürtünme katsayısı değerleri; %33.89 ile %159.11, %94.74 ile %119.95 ve %127.08 ile %290.54 artışa sebep olmuştur. Buradan elde edilen sonuçlar 5N, 10 N ve 15 N yük altında sürtünme katsayısını düşürecek olan aşınma ürünlerinin oluştuğunu göstermiştir. Yükün ve hızın etkisine bağlı olarak sürtünme katsayısı değerlerinin 0.16 ile 0.66 arasında dağılım gösterdiği, sürtünme katsayısının yük ve hıza bağlı olarak büyük oranda değiştiği görülmektedir.

%50 SiC katkılı bazalt esaslı cam-seramik kaplamalar için: 0.1 m/s sürtünme hızına göre sürtünme hızındaki %100'lük ve %200 lük bir artış, 5N, 10N ve 15N yükler için sırasıyla sürtünme katsayısı değerleri; %36.11 ile %147.90, %151.79 ile %173.34 ve %108.79 ile %256.56 artışa sebep olmuştur. Buradan elde edilen sonuçlar 5N, 10 N ve 15 N yük altında sürtünme katsayısını düşürecek olan aşınma ürünlerinin oluştuğunu göstermiştir. Yükün ve hızın etkisine bağlı olarak sürtünme katsayısı değerlerinin 0.15 ile 0.69 arasında dağılım gösterdiği, sürtünme katsayısının yük ve hıza bağlı olarak büyük oranda değiştiği görülmektedir. Literatürde tapılan benzer çalışmalar incelendiğinde molla ve arkadaşları [142] CaO–MgO–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–SiO<sub>2</sub> cam-seramik sisteminin disk üzerinde bilye aşınması ile yaptıkları testlerde sürtünme katsayılarını 0,05 ile 0,65 arasında bulmuşlardır. Elde edilen değerler literatür ile benzerlik göstermektedir.

Genel olarak, ısıtılmış ve ısıtılmamış olarak üretilen SiC katkılı ve katkısız numunelerin aşınma deneylerinde sürtünme katsayısı değerleri SiC katkısına bağlı olarak belirgin bir değişiklik sergilememiştir. Gene yük ve hızın etkisi de benzer şekilde sürtünme katsayısı üzerinde önemli bir değişikliğe sebep olmamıştır. Ancak ısıtılmış ve cam-seramik haline dönüştürülmüş numuneler üzerinde yapılan aşınma deneyleri sonucunda sürtünme katsayısının aşınma yüküne bağlı olarak önemli ölçüde değiştiği ve aşınma yükünün artmasına bağlı olarak sürtünme katsayısı değerlerinin arttığı görülmüştür. Isıtılmamış numunelerle benzer şekilde SiC katkısı ve sürtünme hızının değişimi sürtünme katsayısı üzerinde önemli bir değişikliğe sebep olamamıştır. Isıtılmış numunelerin sürtünme katsayısı değerleri ısıtılmamış numunelere göre düşük yüklerde daha düşük sürtünme katsayısı sergilerken, yükün artışıyla sürtünme katsayısının daha yüksek seviyelere çıktığı tespit edilmiştir. Burada daha çok ısıtılmış sonrasında oluşan sert ojit, diopsit, andesin ve anortit fazlarının kaplama sertliklerini artırması, buna karşılık aşınma deneyleri sırasında bu fazların abrasif aşınmalara karşı direnç göstermesini sağlamıştır. Bu fazlar sayesinde sürtünme katsayısının düşüşüne sebep olduğu, ancak yükün artışıyla aşınma ürünlerinin oluşması abrasif karakterli aşınmanın oluşmasına yardımcı olarak sürtünme katsayısının artmasına sebep olduğu düşünülmektedir.

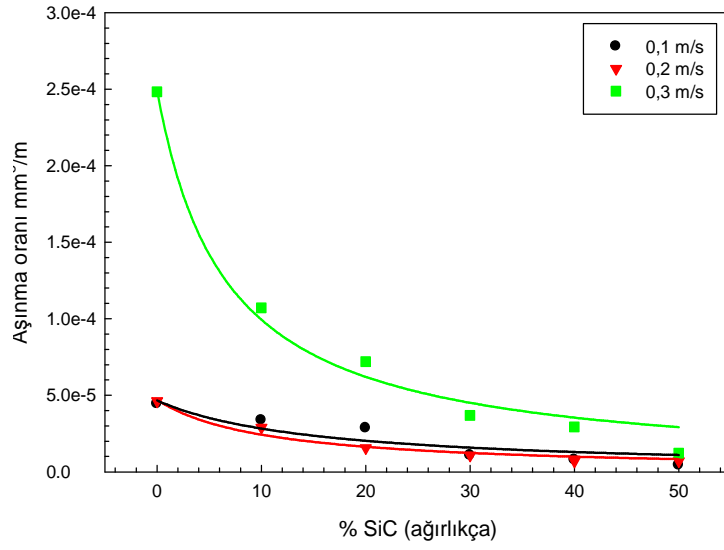
Şekil 6.40-6.45 ve Tablo 6.8-6.19 arasında ısıtılmış uygulanmamış ve ısıtılmış uygulanmış numunelerin içerdikleri SiC yüzdelere bağlı olarak 0,1m/s, 0,2m/s ve 0,3m/s hızlarda yapılan aşınma deneylerinde 5N, 10N ve 15N yükler altında elde edilen aşınma oranlarının değişimi görülmektedir. Grafikler incelendiğinde katkısız kaplamalarda aşınma oranlarının maksimum değerlerde olduğu, SiC ilavesinin artmasına bağlı olarak aşınma oranlarının düştüğü ve aynı kimyasal bileşimler için sürtünme hızının artışıyla aşınma oranlarının arttığı tespit edilmiştir. Grafiklerden de görüldüğü üzere, SiC yüzdesi arttıkça sürtünme hızının aşınmayı hızlandırıcı etkisi azalarak aşınma oranını minimum seviyeye düşürmektedir. SiC ilavesinin kompozit etkisi, aşınma oranlarının SiC miktarının artışıyla azalma eğilimine geçmesinde etkin olmuştur. Bilindiği gibi partikül esaslı sert maddelerin katkı maddesi olarak kompozit malzemelere ilavesi aşınma direncini ve kompozit sertliğini artırıcı rol oynamaktadır [141]. SiC bir miktar oksitlenerek SiO<sub>2</sub>'ye dönüşse de dönüşmeden kalan miktarı aşınma direncini arttırmaktadır.

Genel olarak SiC katkısının aşınma oranlarını kaplamaların hem cam hem de cam-seramik halleri için belirgin oranda azalttığı görülmektedir. Örneğin ısılsız kaplamaların cam halleri için SiC katkısı %10 olduğunda aşınma oranı değeri %18,04 azalırken SiC katkısı %50 'ye yükseltildiğinde aşınma oranı değeri %73,80 azalmıştır. Kaplamaların ısılsız cam-seramik hallerinde de aynı etkiyi görmek mümkündür. Örneğin ısılsız kaplamaların cam-seramik halleri için SiC katkısı %10 olduğunda aşınma oranı değeri %73,52 azalırken SiC katkısı %50 'ye yükseltildiğinde aşınma oranı değeri %92,30 azalmıştır. Bu değerlerden de görüldüğü üzere SiC katkısı tüm kaplamaların aşınma direncini belirgin olarak arttırmaktadır.

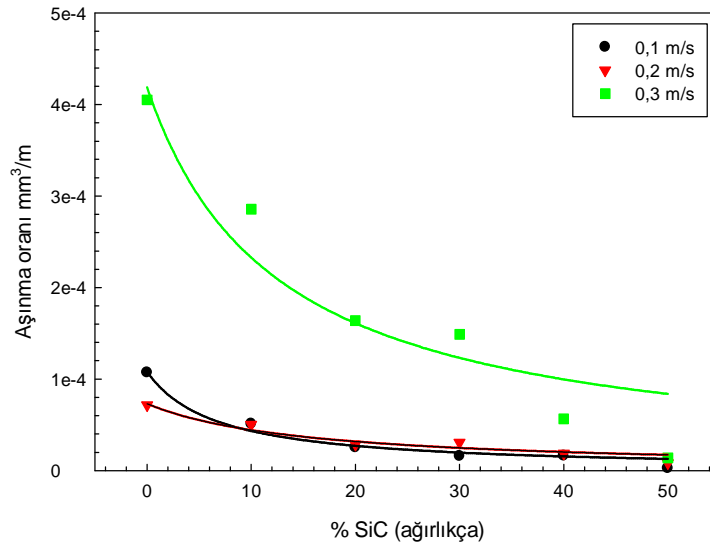


Şekil 6.40. 5 N yük altında aşınma deneylerine tabi tutulmuş ısılsız kaplamaların aşınma oranlarının % SiC miktarı ile değişimi

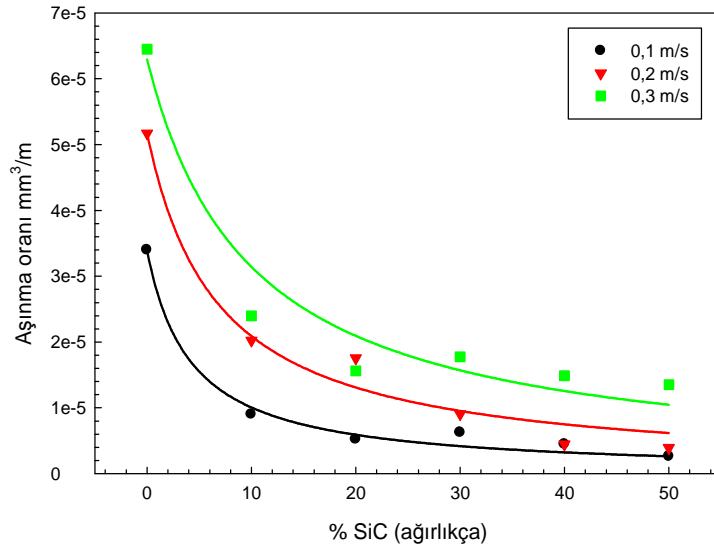




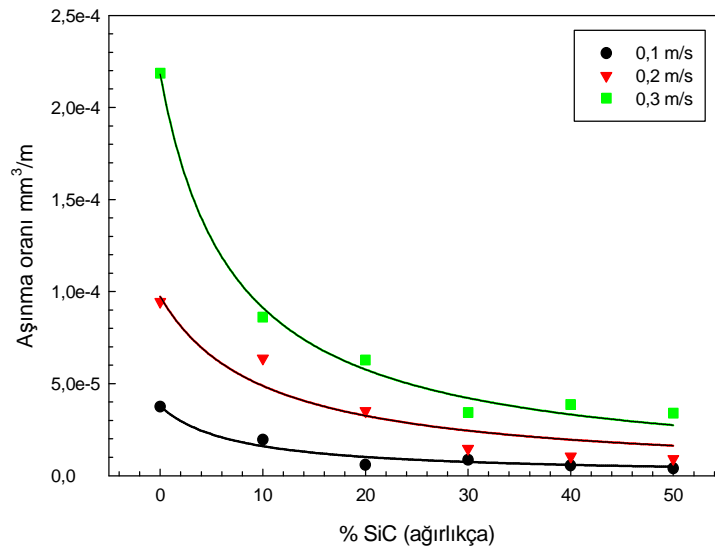
Şekil 6.41. 10 N yük altında aşınma deneylerine tabi tutulmuş ısılsı işlemsiz kaplamaların aşınma oranlarının % SiC miktarı ile değişimi



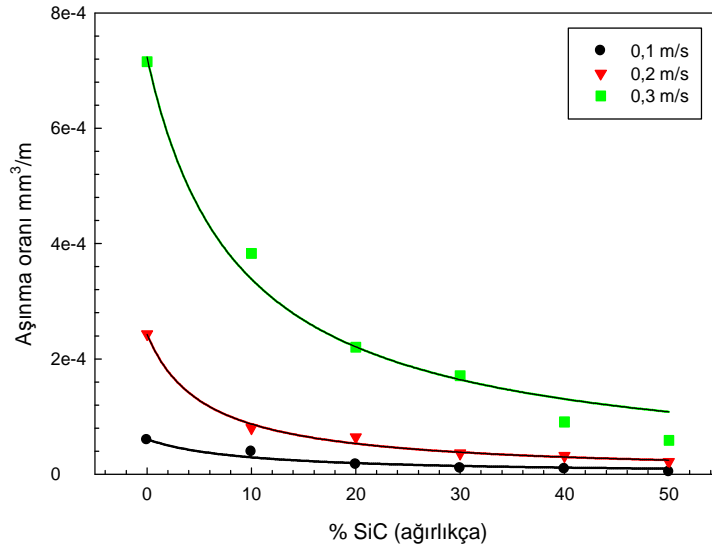
Şekil 6.42. 15 N yük altında aşınma deneylerine tabi tutulmuş ısılsı işlemsiz kaplamaların aşınma oranlarının % SiC miktarı ile değişimi



Şekil 6.43. 5 N yük altında aşınma deneylerine tabi tutulmuş 900 °C'de 2 saat ısıtılmış cam-seramik kaplamaların aşınma oranlarının % SiC miktarı ile değişimi

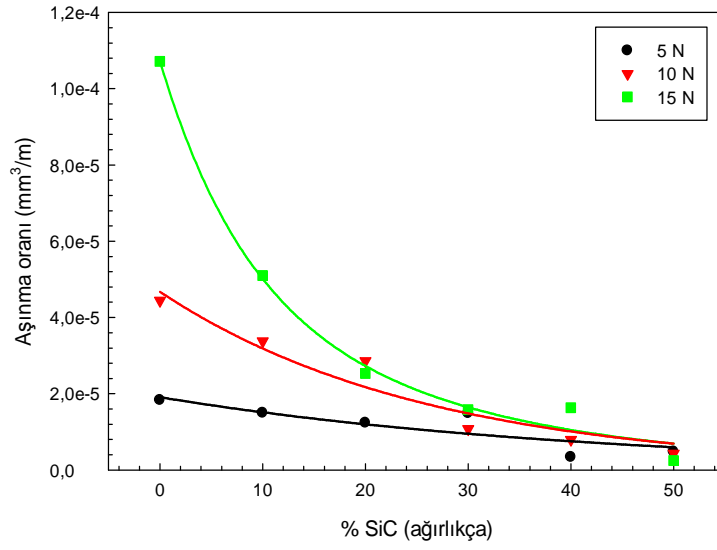


Şekil 6.44. 10 N yük altında aşınma deneylerine tabi tutulmuş 900 °C'de 2 saat ısıtılmış cam-seramik kaplamaların aşınma oranlarının % SiC miktarı ile değişimi

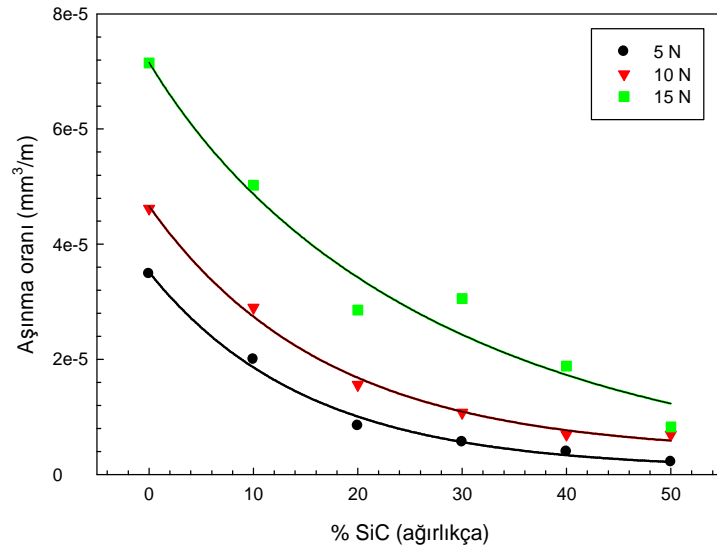


Şekil 6.45. 15 N yük altında aşınma deneylerine tabi tutulmuş 900 °C'de 2 saat ısıtılmış cam-seramik kaplamaların aşınma oranlarının % SiC miktarı ile değişimi

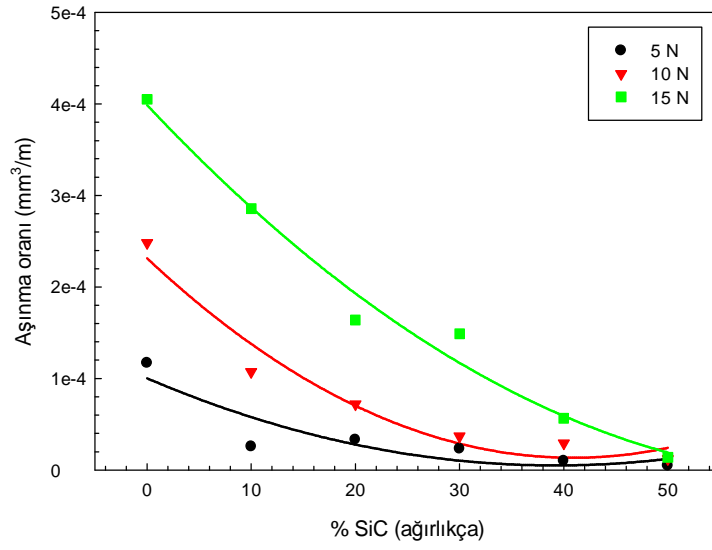
Şekil 6.46-6.51 arasında ısıtılmış işlem uygulanmamış ve ısıtılmış işlem uygulanmış numunelerin içerdikleri SiC yüzdelere bağlı olarak 5N, 10N ve 15N yükler altında yapılan aşınma deneylerinde elde edilen 0,1m/s, 0,2m/s ve 0,3m/s hızlarda aşınma oranlarının değişimi verilmiştir. Şekillerden görüldüğü gibi SiC katkısız kaplamalarda aşınma oranları daha yüksek olup, SiC ilavesinin artmasına bağlı olarak aşınma oranları düşmektedir. Ayrıca, aşınma yükü arttıkça aşınma oranları da artmaktadır. SiC katkısı açısından bakıldığında aşınma yükünün ve aşınma hızının benzer şekilde olduğu tespit edilmiştir. En yüksek aşınma yükü olan 15N ve en yüksek aşınma hızı olan 0,3 m/sn şartlarında aşınma oranlarının azalan bir ivme ile kararlı hale geldiği, diğer hız ve yüklerde ise daha kararlı davrandığı belirlenmiştir.



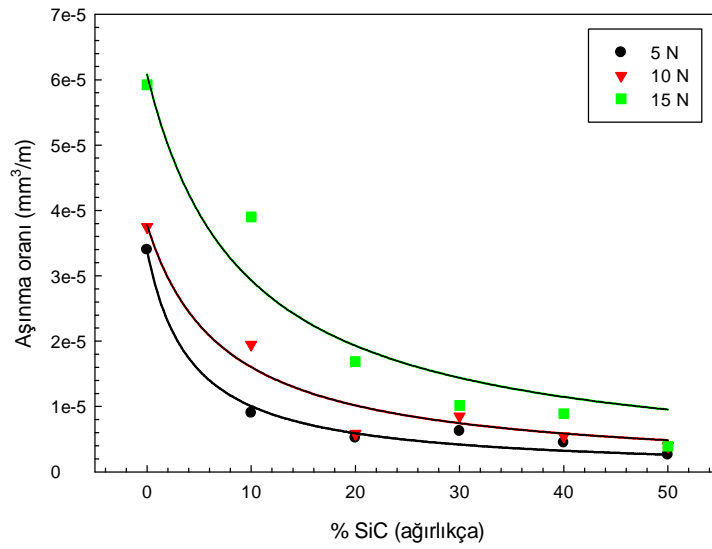
Şekil 6.46. 0,1 m/s hız ile aşınma deneylerine tabi tutulmuş ısıl işlem görmemiş kaplamaların aşınma oranlarının % SiC katkısına bağlı olarak değişimi



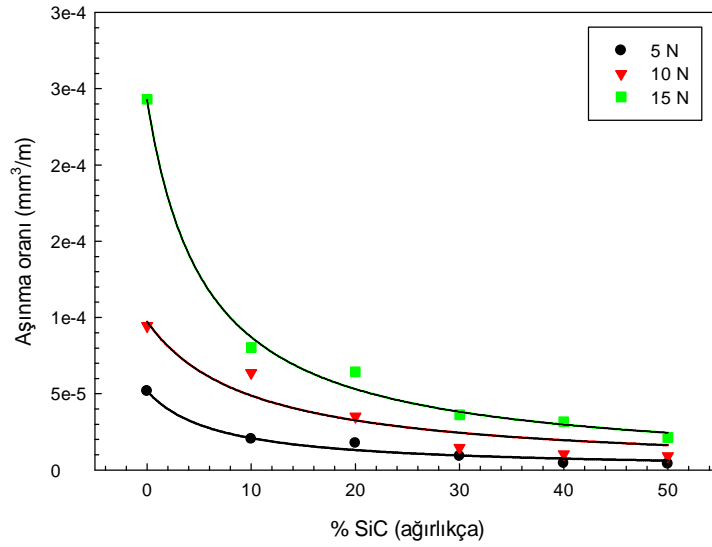
Şekil 6.47. 0,2 m/s hız ile aşınma deneylerine tabi tutulmuş ısıl işlem görmemiş kaplamaların aşınma oranlarının % SiC katkısına bağlı olarak değişimi



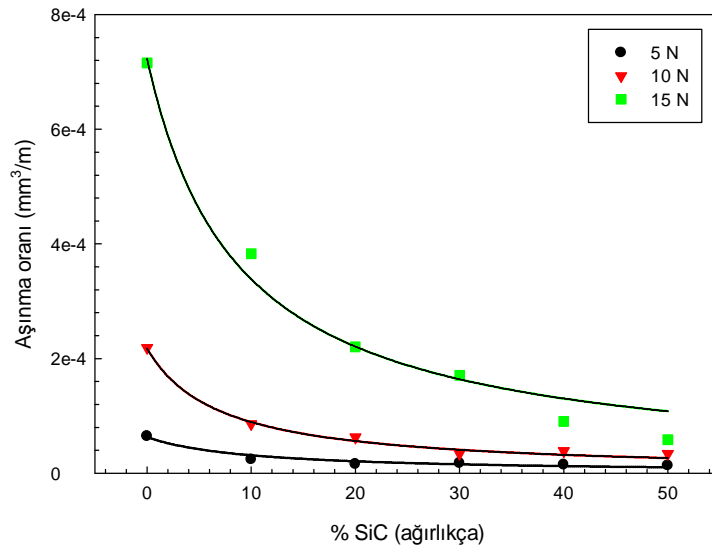
Şekil 6.48. 0,3 m/s hız ile aşınma deneylerine tabi tutulmuş ısıl işlem görmemiş kaplamaların aşınma oranlarının % SiC katkısına bağlı olarak değişimi



Şekil 6.49. 0,1 m/s hız ile aşınma deneylerine tabi tutulmuş 900 °C'de 2 saat ısıl işlem görmüş cam-seramik kaplamaların aşınma oranlarının % SiC katkısına bağlı olarak değişimi



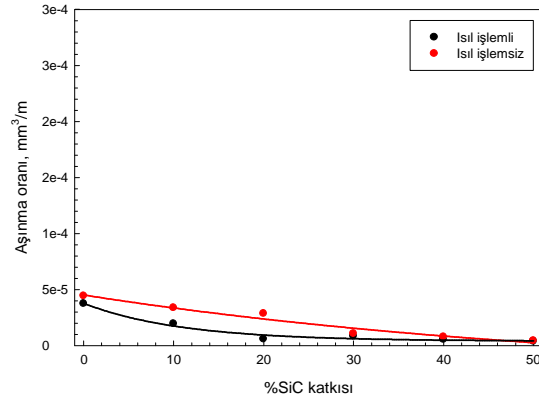
Şekil 6.50. 0,2 m/s hız ile aşınma deneylerine tabi tutulmuş 900 °C'de 2 saat ısıtılmış cam-seramik kaplamaların aşınma oranlarının % SiC katkısına bağlı olarak değişimi



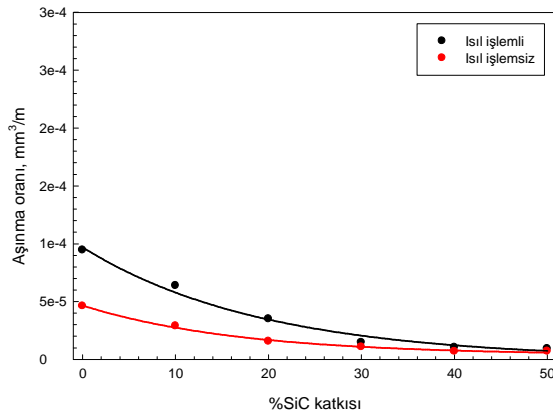
Şekil 6.51. 0,3 m/s hız ile aşınma deneylerine tabi tutulmuş 900 °C'de 2 saat ısıtılmış cam-seramik kaplamaların aşınma oranlarının % SiC katkısına bağlı olarak değişimi

Şekil 6.52 'de farklı hızlarda 10N yük altında aşınma oranının ısıtılmış duruma göre değişimi görülmektedir. 0,1 m/s sürtünme hızı ile gerçekleştirilmiş deneylerde ısıtılmış kaplamaların ısıtılmamış kaplamalara göre daha az aşındığı görülmektedir. Aşınma hızı 0,2 ve 0,3 m/s 'ye çıktığında ısıtılmışlerin aşınma oranlarının hızla artarak ısıtılmamışların üzerine çıktığı görülmüştür. Bu durum

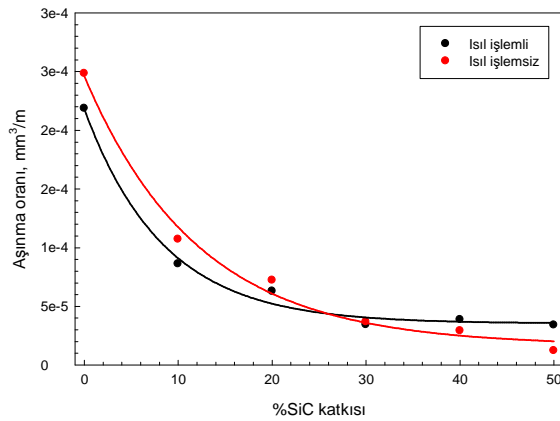
düşük aşınma hızlarında cam-seramik kaplamaların yüksek aşınma hızlarında ise cam kaplamaların aşınmaya karşı daha dirençli olduğunu göstermektedir.



(a)



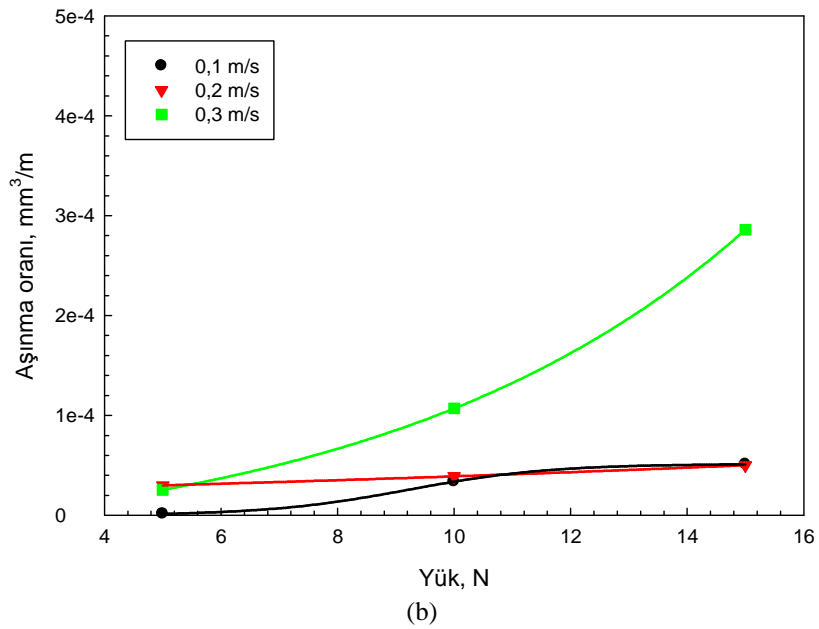
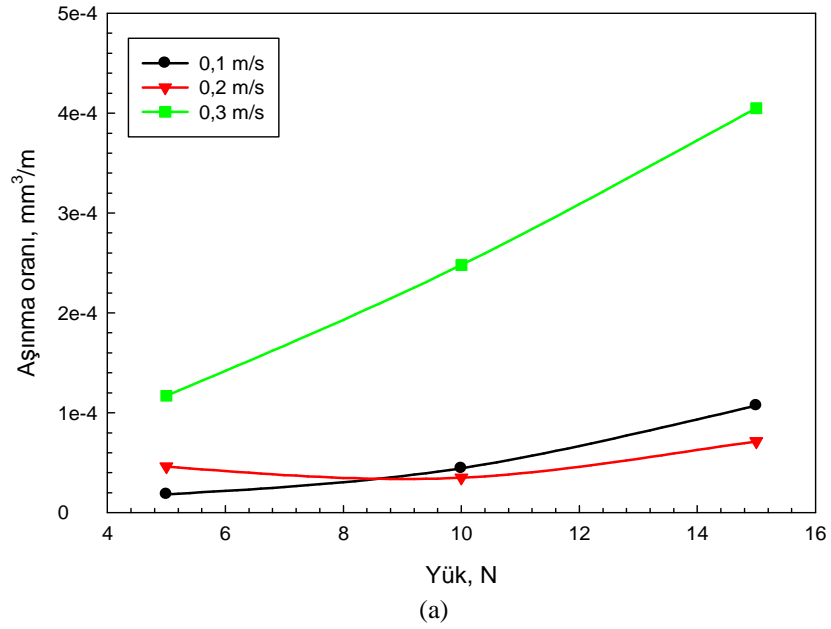
(b)



(c)

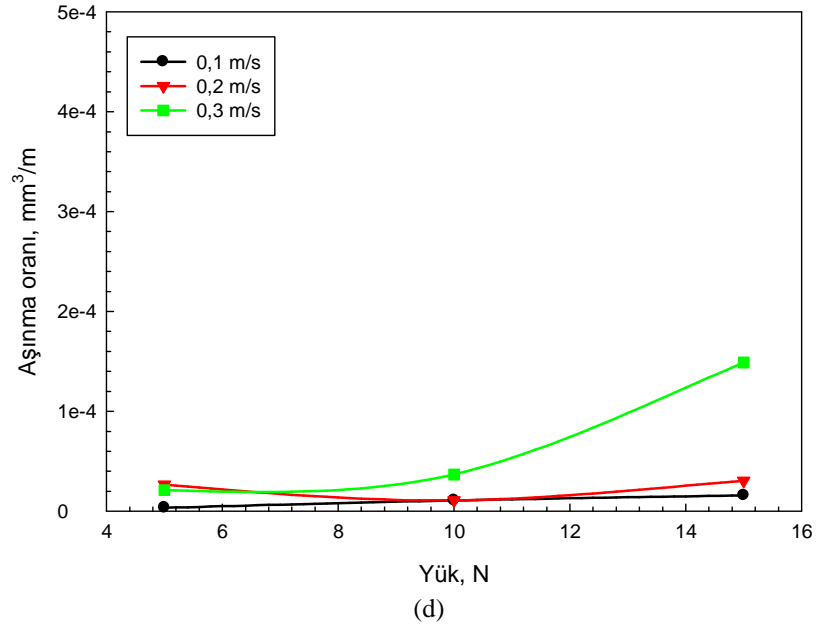
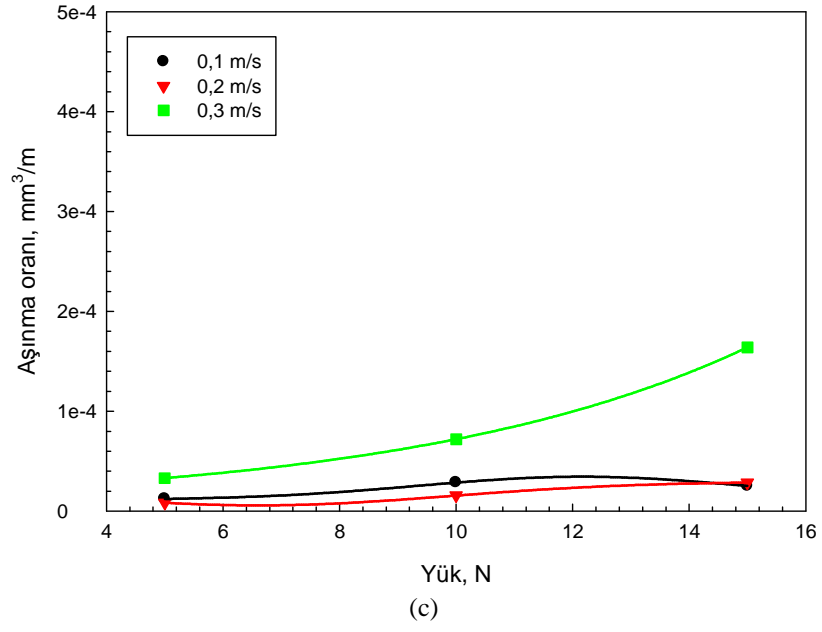
Şekil 6.52. Aşınma oranının ısıtma işlem durumu ve % SiC katkısına bağlı olarak değişimini gösteren eğriler a) 0,1 m/s aşınma hızında 10N yük ile yapılmış deneyler, b) 0,2 m/s aşınma hızında 10N yük ile yapılmış deneyler, c) 0,3 m/s aşınma hızında 10N yük ile yapılmış deneyler

Şekil 6.53’de kaplamaların cam yapılarının aşınma oranlarının aşınma yüküne ve hıza bağlı olarak değişimi görülmektedir.

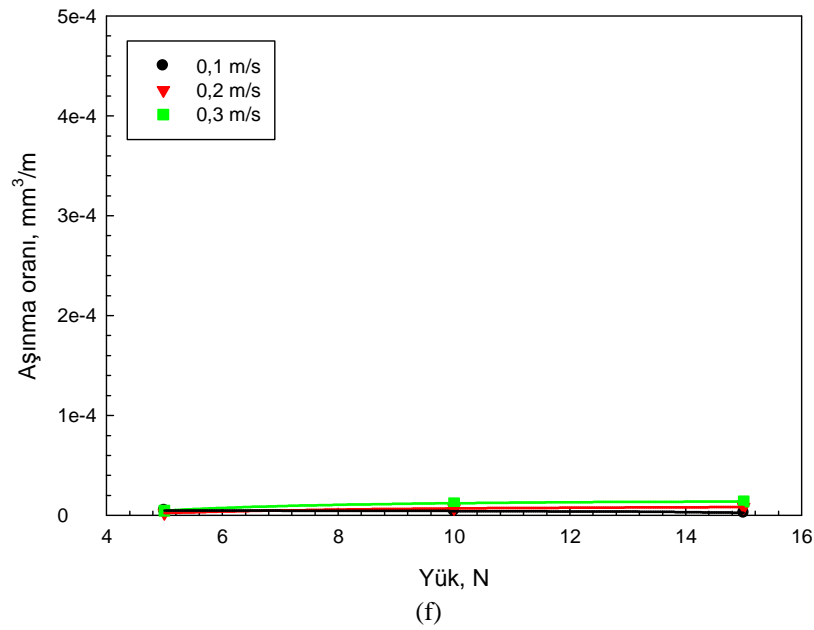
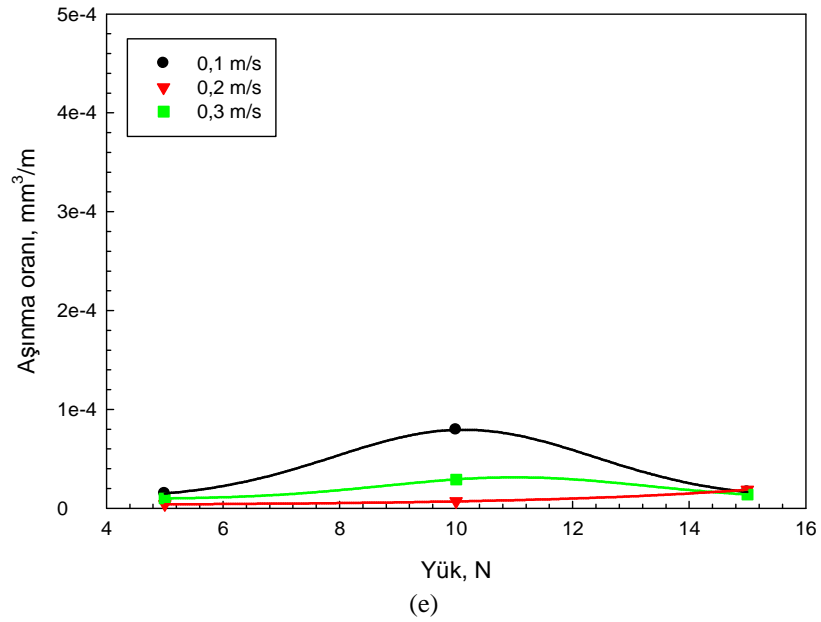


Şekil 6.53. Isıl işlem uygulanmamış kaplamalarda aşınma oranlarının yüke bağlı olarak değişim eğrileri a) SiC katkısız kaplama, b) %10 SiC katkılı kaplama, c) %20 SiC katkılı kaplama, d) %30 SiC katkılı kaplama, e) %40 SiC katkılı kaplama, f) %50 SiC katkılı kaplama





Şekil 6.53. (Devamı)



Şekil 6.53. (Devamı)

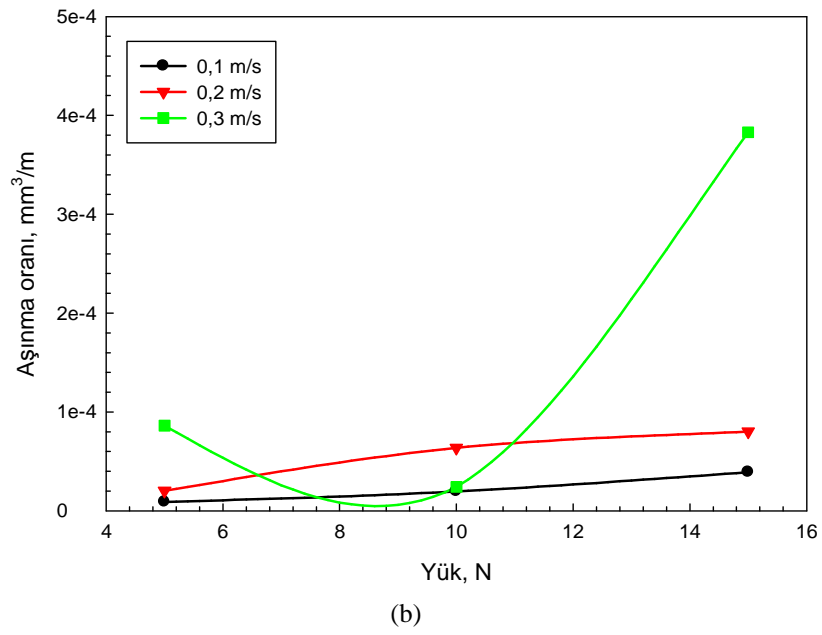
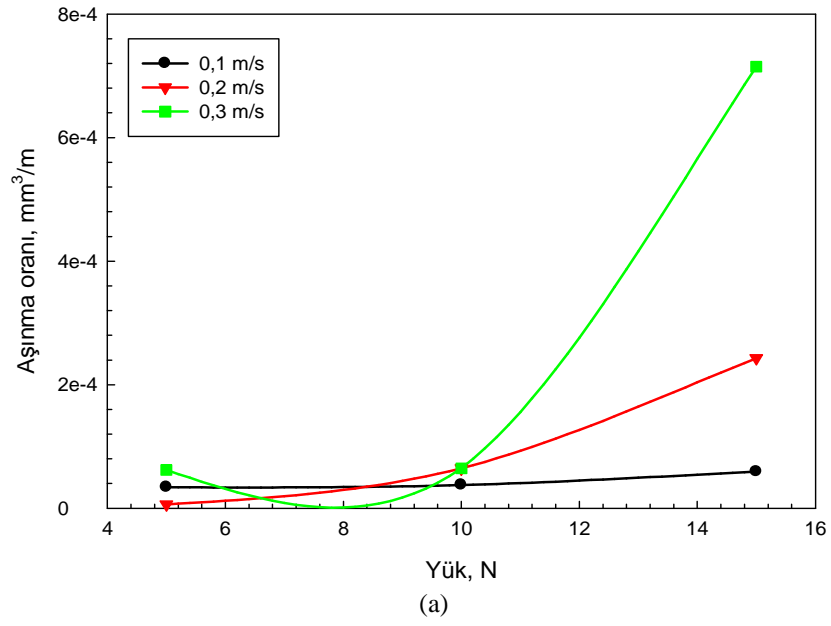
Şekil 6.53'de SiC katkısız ısıtılmış işlem görmemiş kaplamaların aşınma oranlarının %SiC katkısına bağlı olarak değişim eğrileri incelendiğinde; genel olarak artan yük ve sürtünme hızı ile aşınma oranlarının arttığı görülmektedir. 0.1 m/s sürtünme hızına göre sürtünme hızındaki %100'lük ve %200 lük bir artış, 5N, 10N ve 15N yükler için sırasıyla aşınma oranı değerleri; %142.62 ile %484.70, %32.38 ile %104.55, %111.97 ile %246.15 artışa sebep olmuştur. Yükün ve hızın etkisine bağlı

olarak aşınma oranı değerlerinin  $1,83 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{m}$  ile  $40,5 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{m}$  arasında dağılım gösterdiği, sürtünme katsayısının yük ve hıza bağlı olarak büyük oranda değiştiği görülmektedir. %10 SiC katkılı Kaplamaların ısılsız cam halleri ile gerçekleştirilen aşınma deney sonuçları incelendiğinde (Şekil 6.53 b) 0.1 m/s sürtünme hızına göre sürtünme hızındaki %100'lük ve %200 lük bir artış, 5N, 10N ve 15N yükler için sırasıyla aşınma oranı değerleride; %2146.67 ile %3300.00, %45.00 ile %151.00 ve %319.61 ile %1021.57 artışa sebep olmuştur. Buradan elde edilen sonuçlar 5N, 10 N ve 15 N yük altında sürtünme katsayısını düşürecek olan aşınma ürünlerinin oluşmadığı göstermiştir. Yükün ve hızın etkisine bağlı olarak aşınma oranı değerlerinin  $1,5 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{m}$  ile  $28,6 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{m}$  arasında dağılım gösterdiği, sürtünme katsayısının yük ve hıza bağlı olarak büyük oranda değiştiği görülmektedir. %20 katkılı ısılsız cam kaplamaların aşınma deney sonuçları (Şekil 6.53 c); 0.1 m/s sürtünme hızına göre sürtünme hızındaki %100'lük ve %200 lük bir artış, 5N, 10N ve 15N yükler için sırasıyla aşınma oranı değerleri; %132.52 ile %105.69, %84.62 ile %238.46 ve %117.82 ile %395.47 artış meydana getirdiğini göstermektedir. Buradan elde edilen sonuçlar 5N, 10 N ve 15 N yük altında sürtünme katsayısını düşürecek olan aşınma ürünlerinin oluşmadığına işaret etmektedir. Yükün ve hızın etkisine bağlı olarak aşınma oranı değerlerinin  $8,45 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{m}$  ile  $16,4 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{m}$  arasında dağılım gösterdiği, sürtünme katsayısının yük ve hıza bağlı olarak büyük oranda değiştiği görülmektedir. %30 SiC katkılı ısılsız cam kaplamaların aşınma deney sonuçlarında (Şekil 6.53 d); 0.1 m/s sürtünme hızına göre sürtünme hızındaki %100'lük ve %200 lük bir artış, 5N yük için önce %27.52 azalmaya sonra %6.71 artışa, 15N yük için ise sırasıyla aşınma oranı değerleri; %58.62 ile %542.24 artışa sebep olmuştur. 10N yük altında ise sürtünme hızının %100 ve %200 artması ile aşınma oranında sırası ile %80.92 ile %45.94'lük düşüşe sebep olduğu tespit edilmiştir. Yükün ve hızın etkisine bağlı olarak aşınma oranı değerlerinin  $3,4 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{m}$  ile  $14,9 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{m}$  arasında dağılım gösterdiği, sürtünme katsayısının yük ve hıza bağlı olarak büyük oranda değiştiği görülmektedir. %40 SiC katkılı ısılsız cam kaplamaların aşınma deney sonuçları incelendiğinde (Şekil 6.53 e); 0.1 m/s sürtünme hızına göre sürtünme hızındaki %100'lük ve %200 lük bir artış, 5N, 10N ve 15N yükler için sırasıyla aşınma oranı değerleri; %2232.35 ile %382.35, %74.81 ile %373.55 ve %194.65 ile %470.13 artışa sebep olduğunu göstermiştir. Buradan elde edilen sonuçlar 5N, 10 N

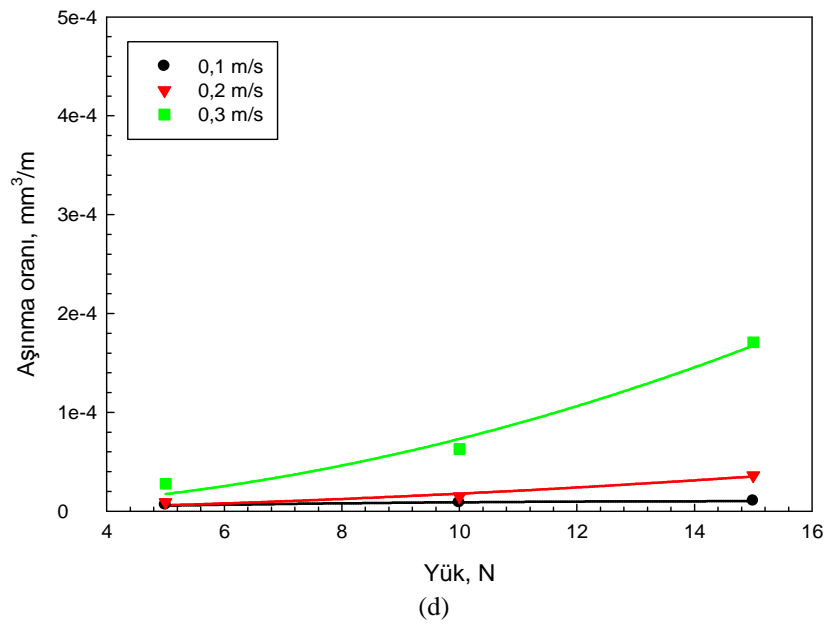
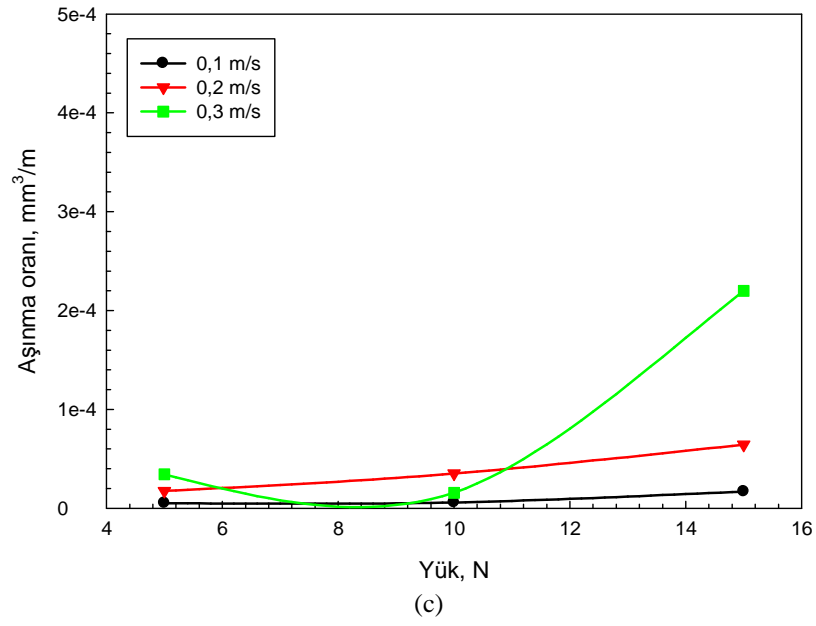
ve 15 N yük altında sürtünme katsayısını düşürecek olan aşınma ürünlerinin oluşmadığı göstermiştir. Yükün ve hızın etkisine bağlı olarak aşınma oranı değerlerinin  $3,97 \times 10^{-6}$  mm<sup>3</sup>/m ile  $7,93 \times 10^{-5}$  mm<sup>3</sup>/m arasında dağılım gösterdiği, sürtünme katsayısının yük ve hıza bağlı olarak büyük oranda değiştiği görülmektedir. Son olarak %50 SiC katkılı ısıtılmış cam kaplamaların aşınma deney sonuçları göstermiştir (Şekil 6.54 f); 0.1 m/s sürtünme hızına göre sürtünme hızındaki %100'lük ve %200 lük bir artış, 10N ve 15N yükler için sırasıyla aşınma oranı değerleri; %219.72 ile %279.82, %154.70 ile %190.19 artışa sebep olmuştur. 5N yük altında ise sürtünme hızının %100 ve %200 artması ile aşınma oranında sırası ile %8.98 ile %49.06'lık düşüşe sebep olduğu tespit edilmiştir. Yükün ve hızın etkisine bağlı olarak aşınma oranı değerlerinin  $2,18 \times 10^{-6}$  mm<sup>3</sup>/m ile  $1,39 \times 10^{-5}$  mm<sup>3</sup>/m arasında dağılım gösterdiği, sürtünme katsayısının yük ve hıza bağlı olarak büyük oranda değiştiği görülmektedir.

Isıl işlem görmemiş kaplamaların aşınma deney sonuçları genel olarak değerlendirildiğinde SiC katkısının artması ile aşınma oranlarının belirgin olarak azaldığı görülmüştür. SiC katkısız ısıtılmış cam kaplamalarda aşınma oranları  $40,5 \times 10^{-5}$  mm<sup>3</sup>/m değerine ulaşabilirken SiC katkılı kaplamalarda bu değer en fazla  $28,6 \times 10^{-5}$  mm<sup>3</sup>/m olarak %10 SiC katkılı kaplamada elde edilmiştir. %50 SiC katkılı ısıtılmış cam kaplamalarda elde edilen en yüksek aşınma oranı değeri ise  $1,39 \times 10^{-5}$  mm<sup>3</sup>/m olarak tespit edilmiştir. Sonuçlar SiC katkısının ısıtılmış cam kaplamalar için aşınma oranını düşürdüğünü göstermiştir. SiC katkılı kaplamaların aşınma deneyleri sonuçları sürtünme hızına ve yüke bağlı olarak kendi aralarında değerlendirildiğinde artan sürtünme hızı ve yük ile aşınma oranlarının genel olarak arttığı görülmüştür. SiC katkısının aşınma oranlarını düşürmesi kaplamaya ilave edilen SiC 'ün kompozit karakterli yapı oluşturması ile açıklanabilir.

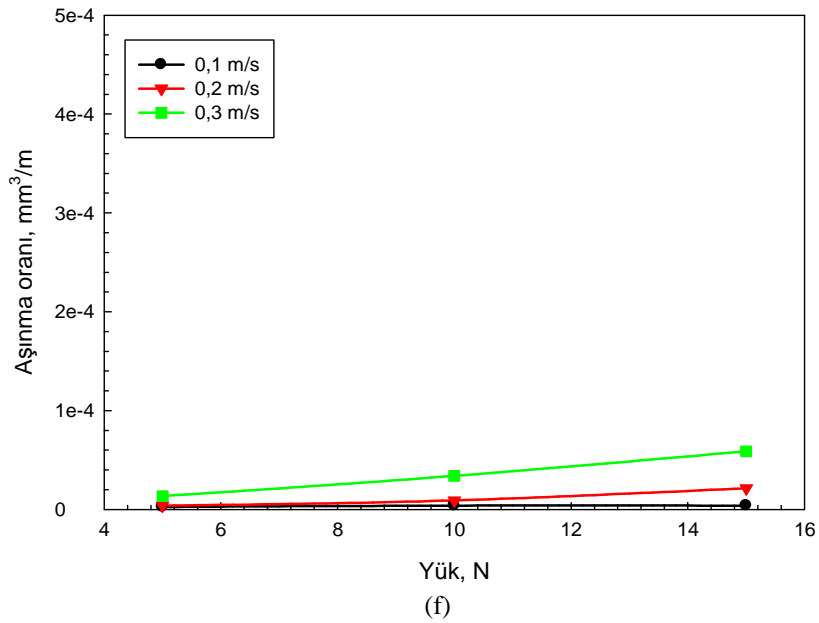
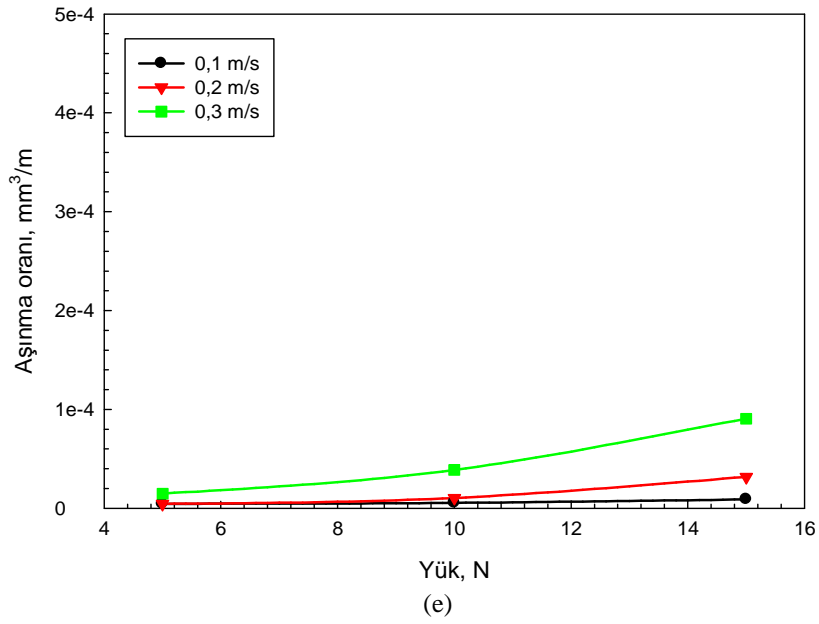
Şekil 6.54'de kaplamaların cam-seramik hallerinin aşınma oranlarının aşınma yüküne ve hıza bağlı olarak değişimi görülmektedir.



Şekil 6.54. Isıl işlem uygulanmış kaplamalarda aşınma oranlarının yüke bağlı olarak değişim eğrileri  
a) SiC katkısız kaplama, b) %10 SiC katkılı kaplama, c) %20 SiC katkılı kaplama, d) %30 SiC katkılı kaplama, e) %40 SiC katkılı kaplama, f) %50 SiC katkılı kaplama



Şekil 6.54. (Devamı)



Şekil 6.54. (Devamı)

900 °C'de 2 saat süre ile kristalizasyon ısıl işlemi görmüş kaplamalara ait aşınma oranı-%SiC katkısı grafikleri incelendiğinde kaplamaların cam hallerine benzer olarak SiC katkısı ile aşınma oranlarının azaldığı, artan sürtünme hızı ve yük miktarları ile aşınma oranlarının arttığı görülmüştür. SiC katkısız cam-seramik kaplamaların aşınma deney sonuçları (Şekil 6.54 a); 0.1 m/s sürtünme hızına göre sürtünme hızındaki %100'lük ve %200 lük bir artış, 5N, 10N ve 15N yükler için

sırasıyla aşınma oranı değerleri; %10.29 ile %74.12, %82.59 ile %370.02 ve %238.51 ile %1010.25 artışa sebep olduğunu göstermiştir. Buradan elde edilen sonuçlar 5N, 10 N ve 15 N yük altında sürtünme katsayısını düşürecek olan aşınma ürünlerinin oluşmadığı göstermiştir. Yükün ve hızın etkisine bağlı olarak aşınma oranı değerlerinin  $6,1 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{m}$  ile  $71,5 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{m}$  arasında dağılım gösterdiği, aşınma oranının yük ve hıza bağlı olarak büyük oranda değiştiği görülmektedir. %10 SiC katkılı cam-seramik kaplamaların aşınma deney sonuçları; 0.1 m/s sürtünme hızına göre sürtünme hızındaki %100'lük ve %200 lük bir artış, 5N, 10N ve 15N yükler için sırasıyla aşınma oranı değerleri (Şekil 6.54 b); %116.67 ile %333.33, %215.35 ile %297.03 ve %259.32 ile %1496.50 artışa sebep olduğunu göstermiştir. Buradan elde edilen sonuçlar 5N, 10 N ve 15 N yük altında sürtünme katsayısını düşürecek olan aşınma ürünlerinin oluşmadığı göstermiştir. Yükün ve hızın etkisine bağlı olarak aşınma oranı değerlerinin  $9 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{m}$  ile  $38,3 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{m}$  arasında dağılım gösterdiği, aşınma oranının yük ve hıza bağlı olarak büyük oranda değiştiği görülmektedir. %20 SiC katkılı cam-seramik kaplamaların aşınma oranlarının %SiC katkısına bağlı olarak değişim eğrileri göstermektedir. 0.1 m/s sürtünme hızına göre sürtünme hızındaki %100'lük ve %200 lük bir artış, 5N, 10N ve 15N yükler için sırasıyla aşınma oranı değerleri (Şekil 6.54 c); %12.50 ile %225.00, %100.57 ile %267.43, %302.56 ile %1310.26 artışa sebep olmuştur. Yükün ve hızın etkisine bağlı olarak aşınma oranı değerlerinin  $5,2 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{m}$  ile  $22 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{m}$  arasında dağılım gösterdiği, aşınma oranının yük ve hıza bağlı olarak büyük oranda değiştiği görülmektedir. %30 SiC katkılı cam-seramik kaplamaların aşınma deney sonuçları; 0.1 m/s sürtünme hızına göre sürtünme hızındaki %100'lük ve %200 lük bir artış, 5N, 10N ve 15N yükler için sırasıyla aşınma oranı değerleri (Şekil 6.54 d); %36.28 ile %63.72, %62.25 ile %299.56 ve %94.35 ile %866.10 artışa sebep olduğunu göstermiştir. Yükün ve hızın etkisine bağlı olarak aşınma oranı değerlerinin  $6,23 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{m}$  ile  $17,1 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{m}$  arasında dağılım gösterdiği, aşınma oranının yük ve hıza bağlı olarak büyük oranda değiştiği görülmektedir. %40 SiC katkılı cam-seramik kaplamaların aşınma deney sonuçları incelendiğinde (Şekil 6.54 e); 0.1 m/s sürtünme hızına göre sürtünme hızındaki %100'lük ve %200 lük bir artış, 5N, 10N ve 15N yükler için sırasıyla aşınma oranı değerleri; %22.20 ile %100.00, %133.18 ile %610.76 ve %159.73 ile %508.72 artışa sebep olduğunu göstermiştir. Yükün ve hızın etkisine bağlı olarak aşınma oranı değerlerinin  $4,46 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{m}$  ile  $9,07 \times 10^{-5}$

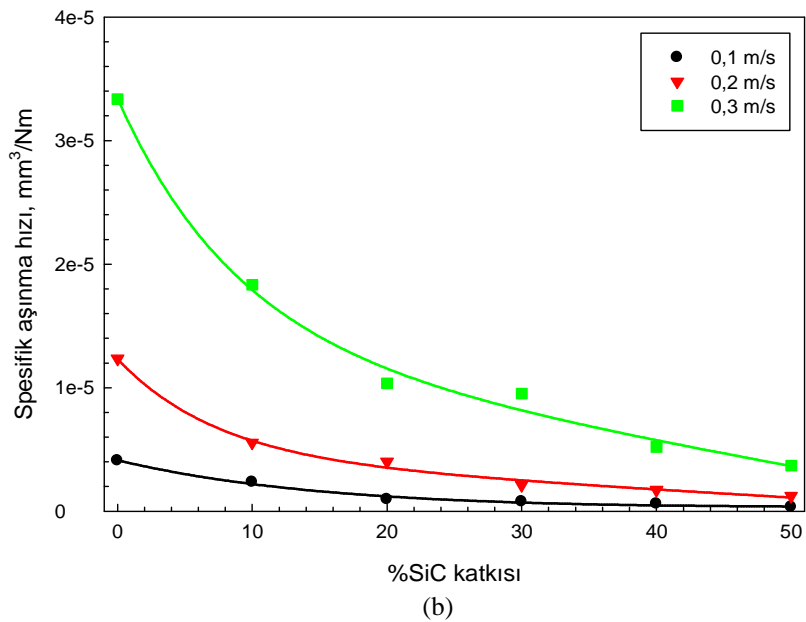
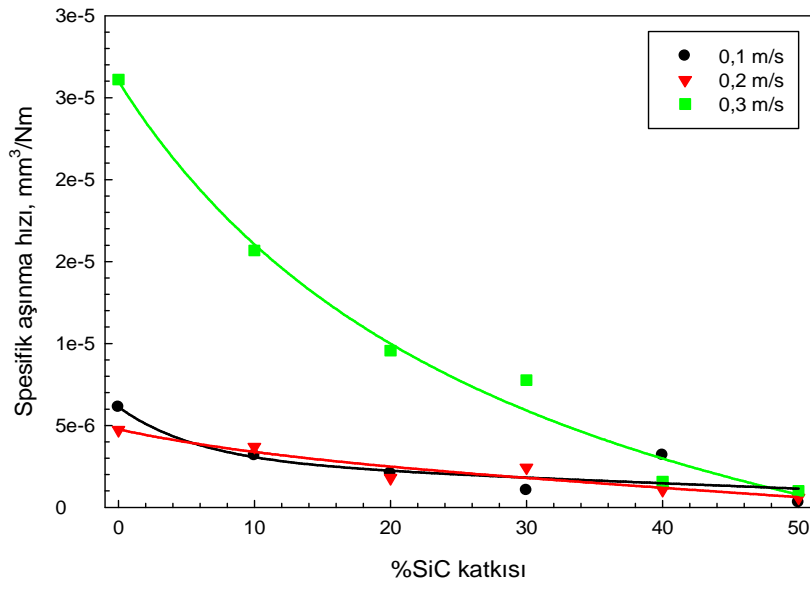


$\text{mm}^3/\text{m}$  arasında dağılım gösterdiği, aşınma oranının yük ve hıza bağlı olarak büyük oranda değiştiği görülmektedir. %50 SiC katkılı cam-seramik kaplamaların aşınma deney sonuçları (Şekil 6.54 f); 0.1 m/s sürtünme hızına göre sürtünme hızındaki %100'lük ve %200 lük bir artış, 5N, 10N ve 15N yükler için sırasıyla aşınma oranı değerleri; %50.19 ile %50.19, %133.42 ile %445.92 ve %151.85 ile %335.56 artışa sebep olduğunu göstermiştir. Yükün ve hızın etkisine bağlı olarak aşınma oranı değerlerinin  $2,61 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{m}$  ile  $5,88 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{m}$  arasında dağılım gösterdiği, aşınma oranının yük ve hıza bağlı olarak büyük oranda değiştiği görülmektedir.

Cam-seramik kaplamaların aşınma oranlarının SiC katkısına bağlı olarak giderek azaldığı tespit edilmiştir. Bünyeye katılan SiC kompozit etkisi yaparak kaplamanın aşınma direncini belirgin şekilde arttırmıştır. SiC katkısız cam-seramik kaplamalarda elde edilen en düşük aşınma oranı değeri  $6,1 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{m}$ , en yüksek aşınma oranı değeri ise  $71,5 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{m}$  olarak tespit edilmiştir.

SiC katkısının %50 olduğu kaplamalarda ise en düşük ve en yüksek değerler olan  $2,61 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{m}$  ve  $5,88 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{m}$  olarak elde edilmiştir. Sonuçlar SiC katkısı ile en yüksek aşınma oranı değerlerinde yaklaşık 12 kat azalma meydana geldiğini göstermiştir. Cam-seramik dönüşümü ise kaplamaların aşınma oranı değerlerinde bir miktar artışa neden olmuştur. SiC katkısız cam kaplamalarda elde edilen aşınma oranı değerleri  $1,83 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{m}$  ile  $40,5 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{m}$  arasında değişirken SiC katkısız cam-seramik kaplamalarda bu değerler  $6,1 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{m}$  ile  $71,5 \times 10^{-5}$  arasında olduğu görülmüştür. Elde edilen değerler genel olarak kaplamaların cam-seramik hallerinin cam hallerine göre daha fazla aşındığını göstermiştir. Bu durum muhtemelen cam-seramik dönüşümü ile sertliklerde meydana gelen artış ile ilgilidir. Torres ve arkadaşlarının [141] Al/SiC kompozit termal sprey kaplamalara yaptıkları disk üzerinde bilye aşınma testlerinde SiC takviyeli kaplamaların Al kaplamalara göre daha az aşındığını ve SiC katkısının aşınma oranlarını belirgin ölçüde düşürdüğünü göstermiştir.

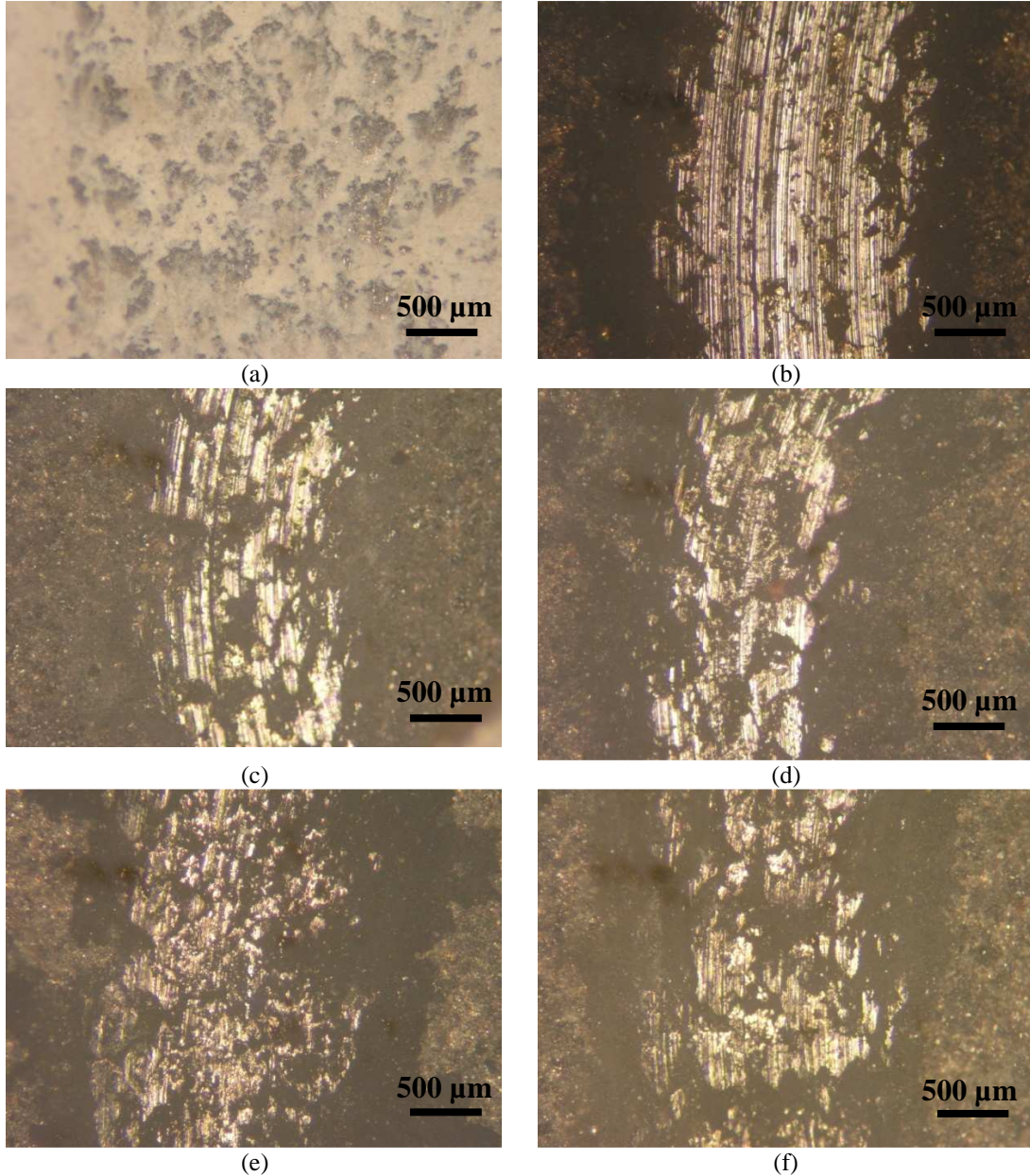
Şekil 6.55’de plazma sprey kaplama tekniği kullanılarak üretilen SiC katkılı bazalt esaslı kaplamaların içerdikleri SiC miktarlarına ve sürtünme hızına bağlı olarak spesifik aşınma hızlarının değişimi cam ve cam-seramik hali ile sırası ile verilmektedir. Şekil 6.55’den görüleceği üzere SiC katkısı arttıkça spesifik aşınma hızı düşmektedir. Artan sürtünme hızının etkisi düşük SiC yüzdesinde çok belirgin olarak spesifik aşınma hızını artırırken, SiC yüzdesinin artışına bağlı olarak azalan bir ivme ile spesifik aşınma hızı düşmekte ve %50 SiC katkısında sürtünme hızının spesifik aşınma hızı üzerindeki etkisi minimum seviyeye inmektedir. Spesifik aşınma hızı üzerine ısı işlemin önemli bir etkisinin olmadığı ve SiC yüzdesine bağlı olarak spesifik aşınma hızının değişiminin cam ve cam-seramik kaplamalarda benzer bir eğilim sergilediği tespit edilmiştir. SiC katkısız cam kaplamalar için spesifik aşınma hızları  $6,116 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  ile  $2,611 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  arasında tespit edilmiştir. SiC katkısı ile birlikte azalan spesifik aşınma hızları %50 SiC katkılı cam kaplamalarda  $2,975 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  ile  $1,012 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  değerlerine kadar inmiştir. Kaplamaların cam-seramiğe dönüşümü sonrasında benzer eğilimler gözlenmiştir. SiC katkısız cam-seramik kaplamalarda spesifik aşınma hızları  $4,094 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  ile  $3,337 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  değerlerinin arasında tespit edilmişken %50 SiC katkılı cam-seramik kaplamalarda bu değerler  $3,172 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  ile  $3,684 \times 10^{-6}$  değerlerine kadar azalmıştır. Literatürde seramiklerin ve cam-seramiklerin aşınması ile ilgili benzer çalışmalar mevcuttur. Örneğin; Bolelli ve arkadaşları [143] oksit seramikleri termal sprey ile kaplayarak pin on disk düzeneği ile gerçekleştirdikleri çalışmada ortalama aşınma hızları;  $\text{Al}_2\text{O}_3$  kaplama için  $10,14 \times 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$  kaplama için  $13,73 \times 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  ve  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  kaplamalar için  $14,93 \times 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  olarak belirlemişlerdir. Sonuçlardan da görüldüğü üzere, üretilen cam ve cam-seramiklerin aşınma hızları bu çalışmada elde edilen oksit seramiklerin aşınma hızlarından oldukça düşüktür.



Şekil 6.55. Cam ve cam-seramik kaplamaların SiC katkısına bağlı olarak spesifik aşınma hızlarının değişimi a) Cam kaplamalar, b) Cam-seramik kaplamalar

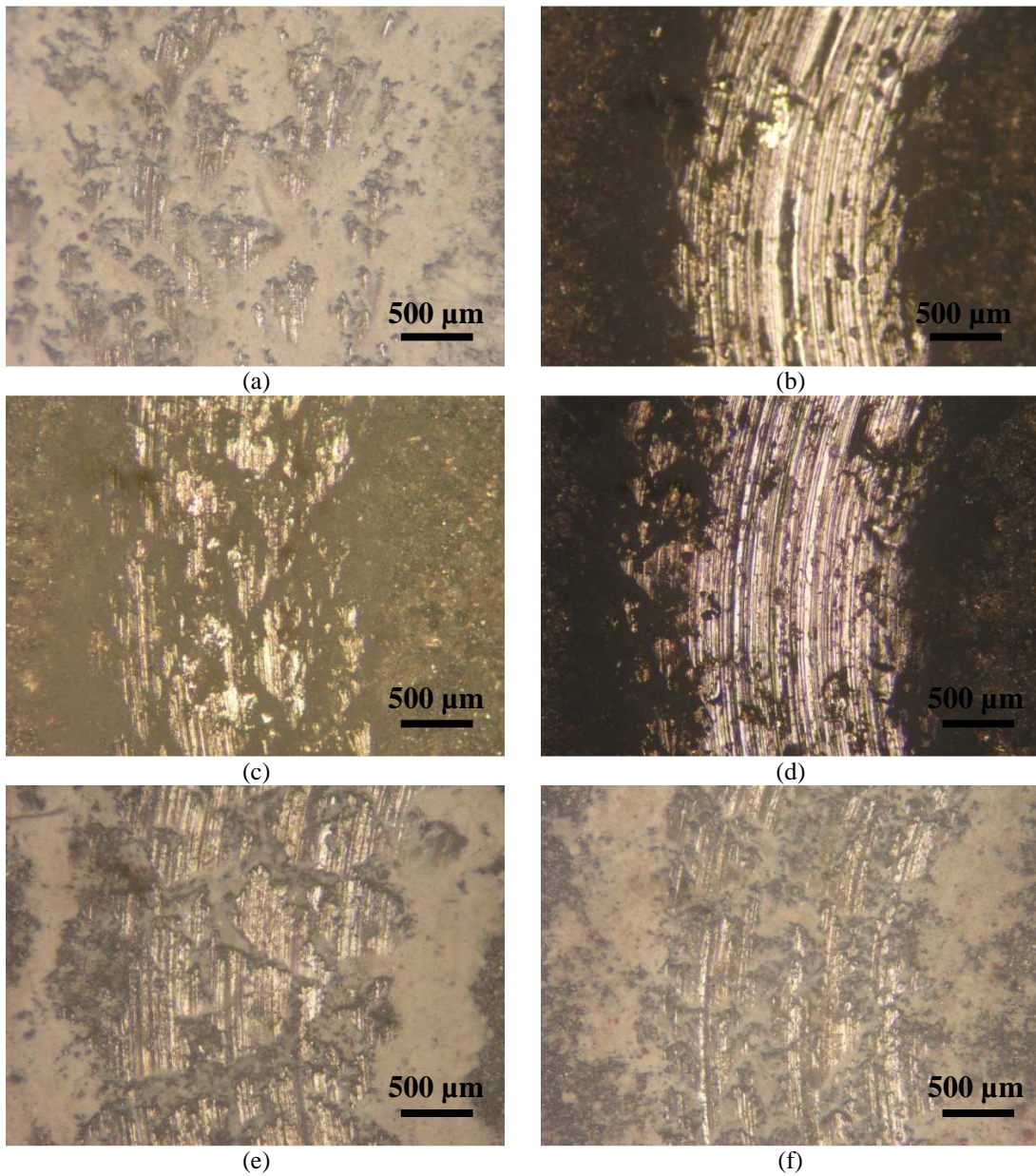
Şekil 6.56 ve 6.57’de ısıtım işlemi uygulanmamış sırasıyla %0, %10, %20, %30, %40 ve %50 SiC içeren cam kaplamalarda 0,1 m/s hız ve 5N ile 15N yük altında  $\text{Al}_2\text{O}_3$  bilyeye karşı gerçekleştirilen aşınma deneyleri sonucunda oluşan aşınma izlerinin optik mikroyapıları görülmektedir. Şekil 6.56’da görüldüğü gibi aşınma izlerinin genişliği genel olarak %30 SiC katkılı kaplamaya kadar belirgin bir şekilde azalmaktadır. SiC yüzdesinin artışına bağlı olarak aşınma izlerinde görülen abrazyon

karakterli belirgin aşınma izleri (çizikler) azalmakta ve daha çok parlak yüzeyli daha az abrazif çiziklerin olduğu parlatmaya dayalı aşınma izlerine doğru değiştiği görülmektedir. Aşınma hızları da dikkate alındığında SiC yüzdesinin artışı aşınma hızını düşürmekte olduğunu görmekteyiz. Buradan hareketle hem mikroyapısal inceleme sonucunda hem de aşınma hızları dikkate alındığında abrazif karakterli aşınmadan parlatma (polishing) etkisine doğru bir geçişin olduğu belirlenmiştir.



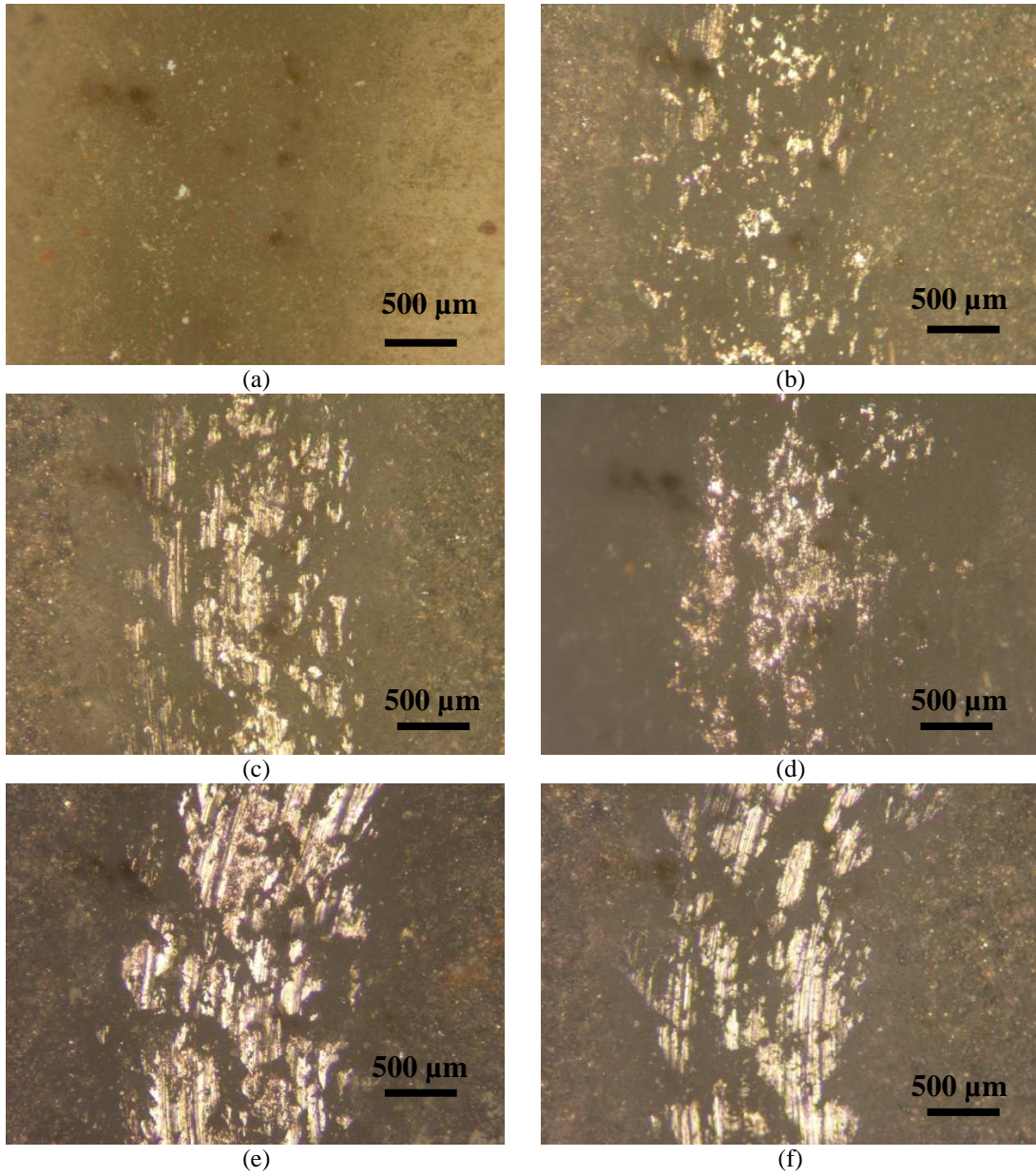
Şekil 6.56. Isıl işlem görmemiş kaplamaların 0,1 m/s hız ve 5N yük altında disk üzerinde bilye aşınma deneyleri sonrası aşınma izlerinin optik görüntüleri a) SiC katkısız, b) %10 SiC katkılı, c) %20 SiC katkılı, d) %30 SiC katkılı, e) %40 SiC katkılı, f) %50 SiC katkılı

Şekil 6.57 incelendiğinde ise aşınma yükünün artmasına bağlı olarak iz genişliklerinin arttığı yine SiC yüzdesinin artmasına bağlı olarak iz genişliklerinin azaldığı görülmektedir. Ancak 5N yüke göre 15N yük altında gerçekleştirilen aşınma deneylerinde aşınma izleri daha derin abrazif karakterli çizikler içermektedir. SiC yüzdesinin artışı abrazif karakterli çiziklerin miktar ve derinliklerini azaltsada baskın mekanizmanın abrazif karakterli aşınma olduğu görülmektedir. Yukarıda da tartışıldığı gibi yükün artmasına bağlı olarak aşınma hızı artmıştır. Bilindiği gibi abrazif karakterli aşınmalarda aşınma hızı oldukça fazladır.

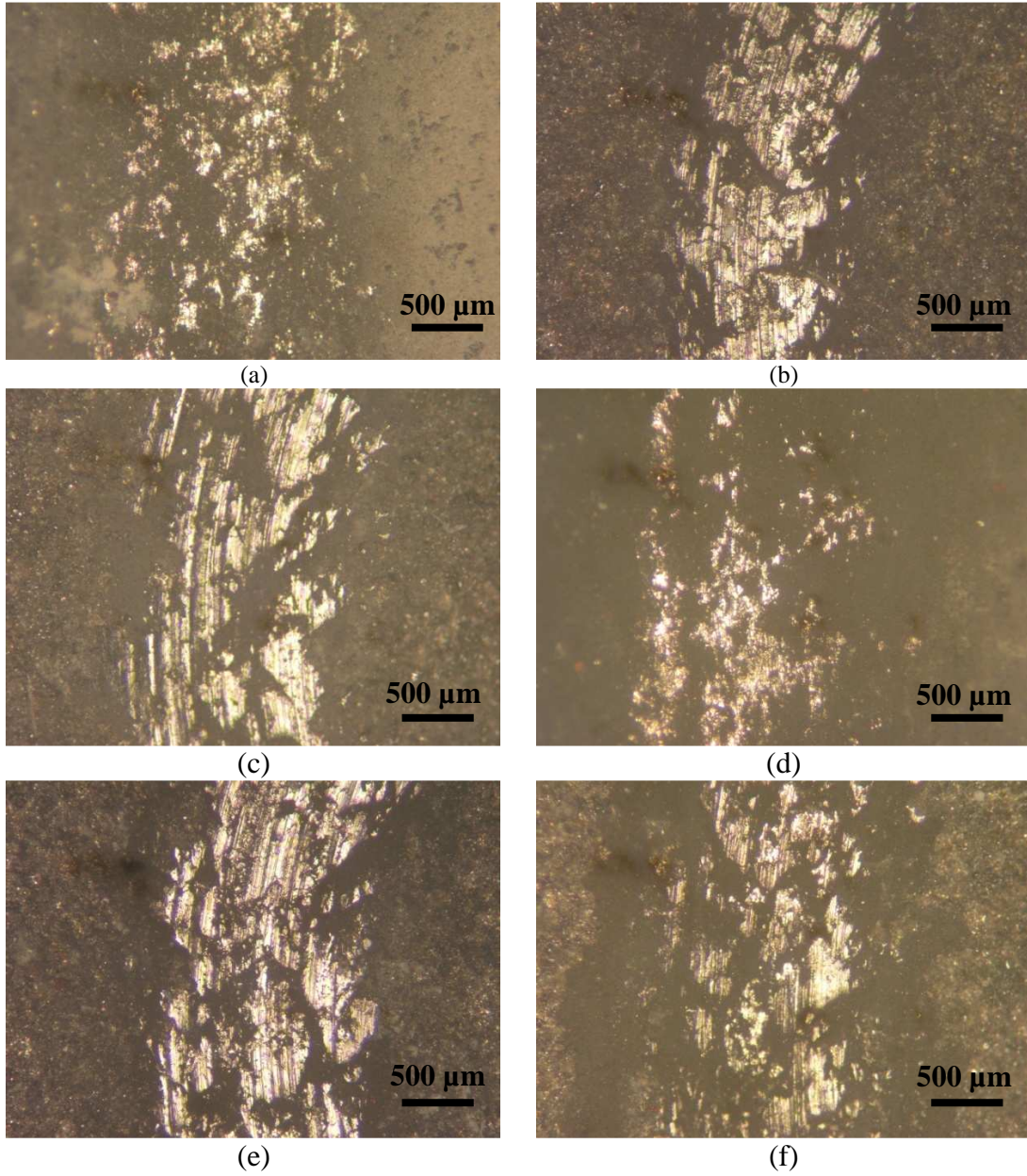


Şekil 6.57. Isıl işlem görmemiş kaplamaların 0,1 m/s hız ve 15N yük altında disk üzerinde bilye aşınma deneyleri sonrası aşınma izlerinin optik görüntüleri a) SiC katkısız b) %10 SiC katkılı, c) %20 SiC katkılı, d) %30 SiC katkılı, e) %40 SiC katkılı, f) %50 SiC katkılı

Şekil 6.58 ve 6.59 'da 900°C 'de 2 saat ısıtma işlemi uygulanmış sırası ile %0, %10, %20, %30, %40 ve %50 SiC içeren cam kaplamalarda 0,1 m/s hız ve 5N ile 15N yük altında Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bilyeye karşı gerçekleştirilen aşınma deneyleri sonucunda oluşan aşınma izlerinin optik mikroyapıları görülmektedir. Aşınma izlerinin genişliği genel olarak SiC katkısının artmasına bağlı olarak belirgin bir şekilde azalmaktadır. SiC yüzdesinin azalmasına bağlı olarak aşınma izlerinde görülen abrazyon karakterli belirgin aşınma izleri (çizikler) azalmakta ve daha çok parlak yüzeyli daha az abrazyon çiziklerin olduğu parlatmaya dayalı aşınma izlerine doğru değiştiği görülmektedir. Aşınma hızları da dikkate alındığında SiC yüzdesinin artışı aşınma hızını düşürmekte olduğunu görmekteyiz. Buradan hareketle hem mikroyapısal inceleme sonucunda hem de aşınma hızları dikkate alındığında abrazyon karakterli bir aşınmaya doğru geçişin olduğu görülmektedir. Ancak aşınma izlerinin genişlik ve derinlikleri belirgin şekilde farklılık göstermemektedir. Cam kaplamaya göre cam-seramik kaplamalar daha az abrazyon aşınma ve daha dar aşınma izleri sergilemiştir. Genel olarak katkısız kaplamalarda aşınma izleri çok geniş olup aşınma hızları çok yüksektir. Bununla birlikte ısıtma işlemi katkısız kaplamalarda da aşınma izlerinde belirgin azalma ve daha çok parlatma (polishing) etkisi meydana getirecek şekilde bir eğilim göstermiştir.

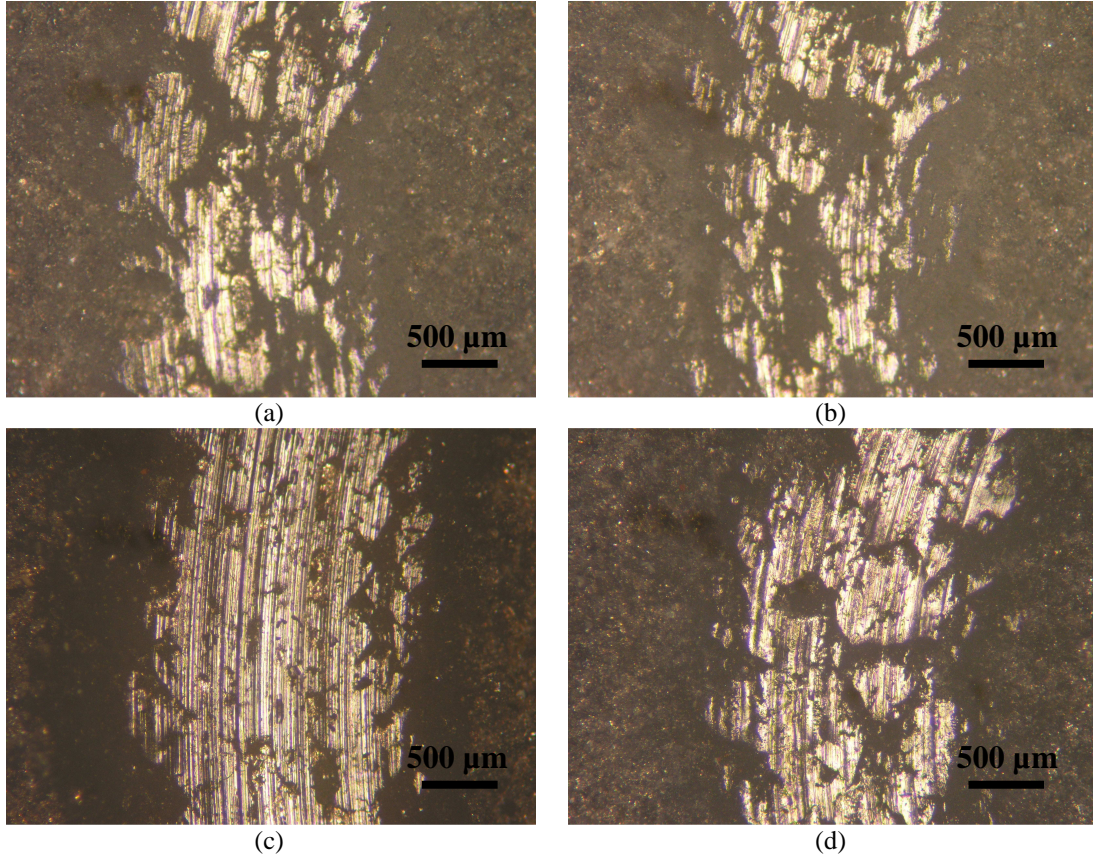


Şekil 6.58. 900 °C'de 2 saat ısıtılmış kaplamaların 0,1 m/s hız ve 5N yük altında disk üzerinde bilye aşınma deneyleri sonrası aşınma izlerinin optik görüntüleri a) SiC katkısız b) %10 SiC katkılı c) %20 SiC katkılı d) %30 SiC katkılı e) %40 SiC katkılı f) %50 SiC katkılı



Şekil 6.59. 900 °C'de 2 saat ısıtılmış kaplamaların 0,1 m/s hız ve 15N yük altında disk üzerinde bilye aşınma deneyleri sonrası aşınma izlerinin optik görüntüleri a) SiC katkısız b) %10 SiC katkılı c) %20 SiC katkılı d) %30 SiC katkılı e) %40 SiC katkılı f) %50 SiC katkılı

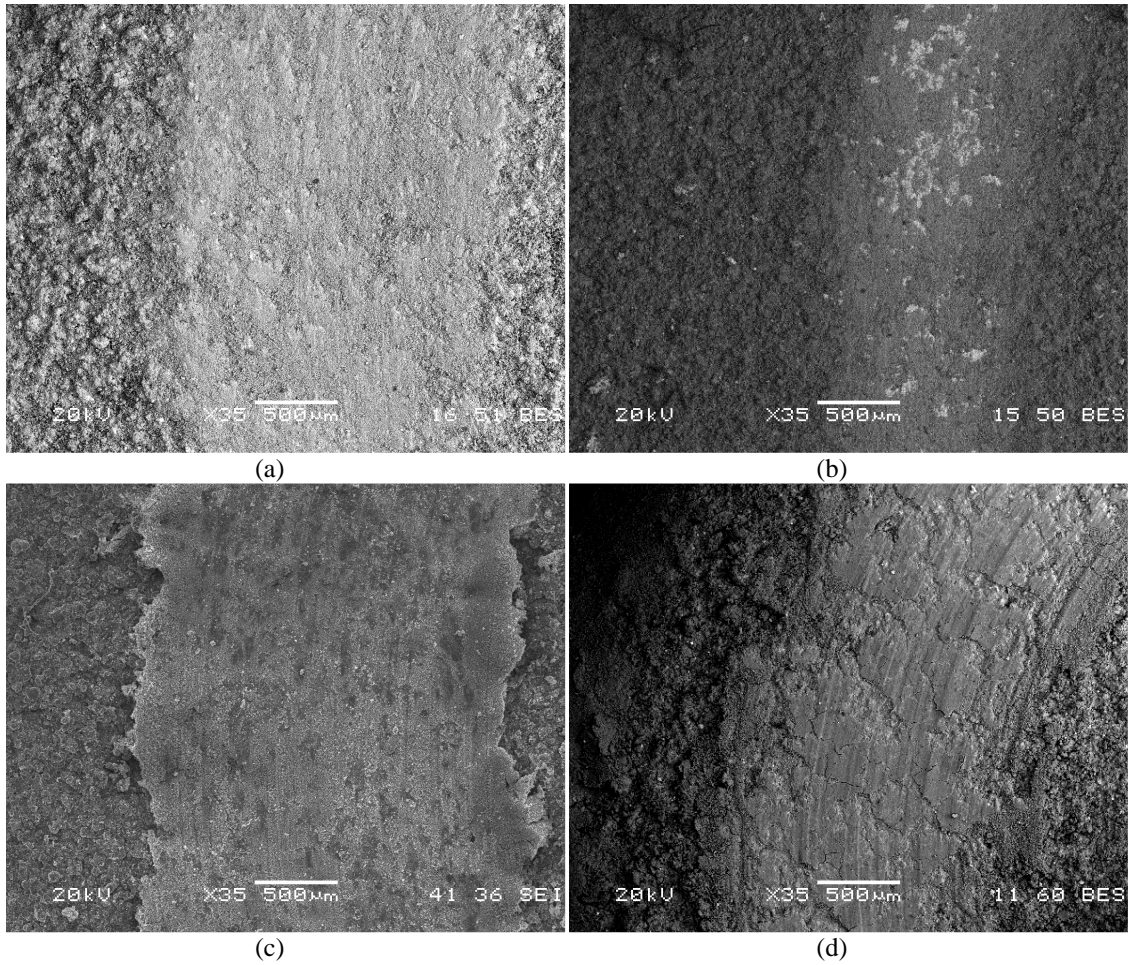




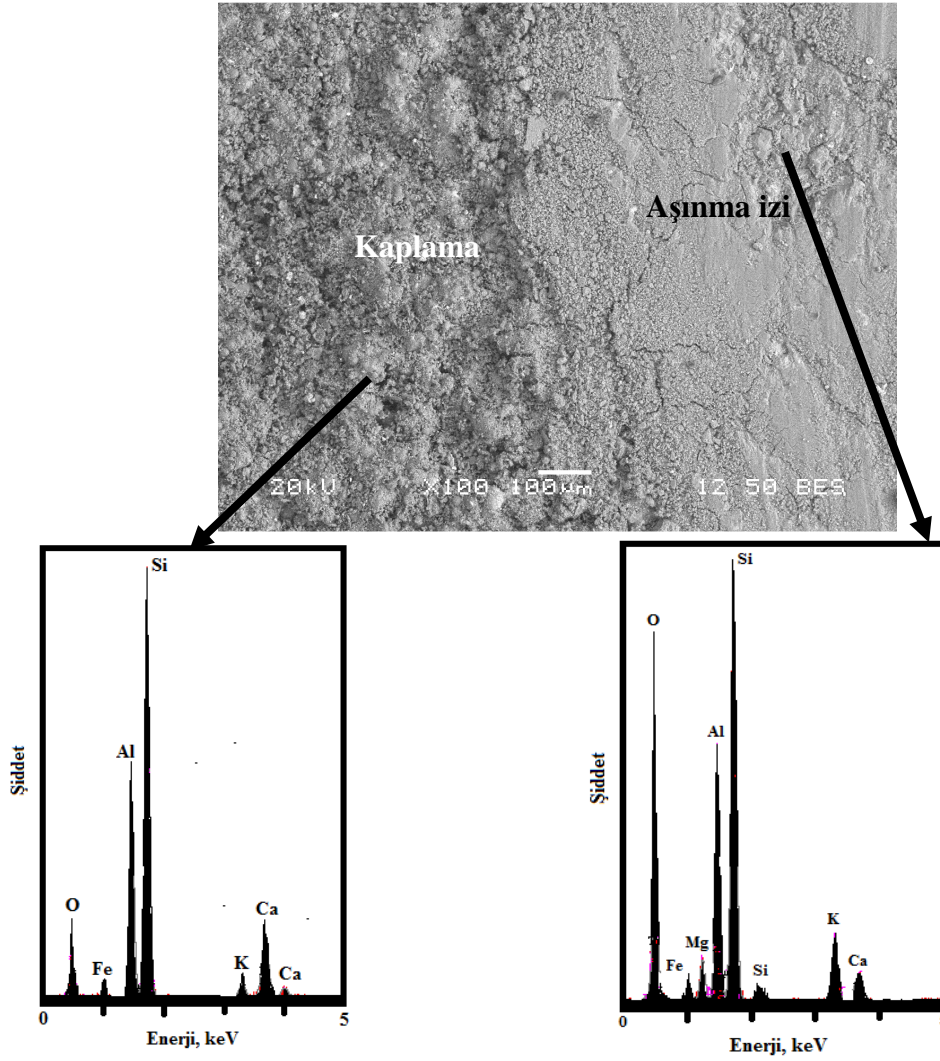
Şekil 6.60. %30 SiC katkıli kaplamaların farklı hızlarda cam ve cam-seramik hallerinin aşınma izlerinin optik görüntüleri a) ısılsı işlemsiz 0,1 m/s hız ile aşınmış b) ısılsı işlemlı 0,1 m/s ile aşınmış c) ısılsı işlemsiz 0,3 m/s hız ile aşınmış d) ısılsı işlemlı 0,3 m/s ile aşınmış

Şekil 6.60'da %30 SiC katkıli kaplamaların cam ve cam-seramik hallerinin farklı sürtünme hızlarındaki aşınma izlerinin optik görüntüleri görülmektedir. Görüntülerden görüldüğü üzere aşınma hızının artışı ile aşınma izlerinin genişlikleri belirgin şekilde artmıştır. Isıl işlem etkisinin aşınmaya olan etkisinin tartışıldığı bölümde düşük sürtünme hızlarında (0,1 m/s) kaplamaların cam-seramik halleri belirgin olarak daha az aşınırken aşınma hızının 0,3 m/s 'ye değerine çıkıldığında ısılsı işlemin etkisinin azaldığı tespit edilmiştir. Burda da aynı etkiyi görmek mümkündür. Kaplamaların cam ve cam-seramik hallerinin aşınma izleri birbirine benzerlik gösterirken aşınma hızının artışı ile özellikle 0,3 m/s lik aşınma hızlarında aşınma izlerinin daha geniş ve daha derin çizikler ile kendini gösterdiği görülmektedir.

Şekil 6.61 'de cam ve cam –seramik kaplamaların SiC katkısız ve %50 SiC katkılı olarak aşınma izlerinin SEM görüntüleri görülmektedir. Şekilden de görüldüğü üzere ısıtılma işlem uygulanmamış kaplamalarda aşınma izleri daha geniş olup ısıtılma işlem uygulanmamış kaplamalarda izler ısıtılma işlemlisiz kaplamalara göre daha dardır. SiC katkısız kaplamalarda abrazyif karakterli aşınma izlerini karakterize eden çiziklerin daha az ve ince oldukları, buna karşılık %50 SiC katkılı kaplamalarda SiC'ün aşındırıcı etkisinin rol oynaması ile aşınma izlerinde abrazyif karakterli çiziklerin varlığı tespit edilmiştir. Özellikle ısıtılma işlem görmüş numunede bu izler daha belirgin olup ayrıca mikroçatlaklarında varlığı belirgin bir şekilde görülmektedir. Buradan da anlaşılacağı üzere SiC katkılı bazalt esaslı cam-seramik kaplamalarda birden fazla aşınma mekanizmasının bir arada bulunduğu abrazyif aşınma, parlatma (polishing) ve yorulma çatlaklarının teşekkül ettiği mikroyapılar görülmektedir.



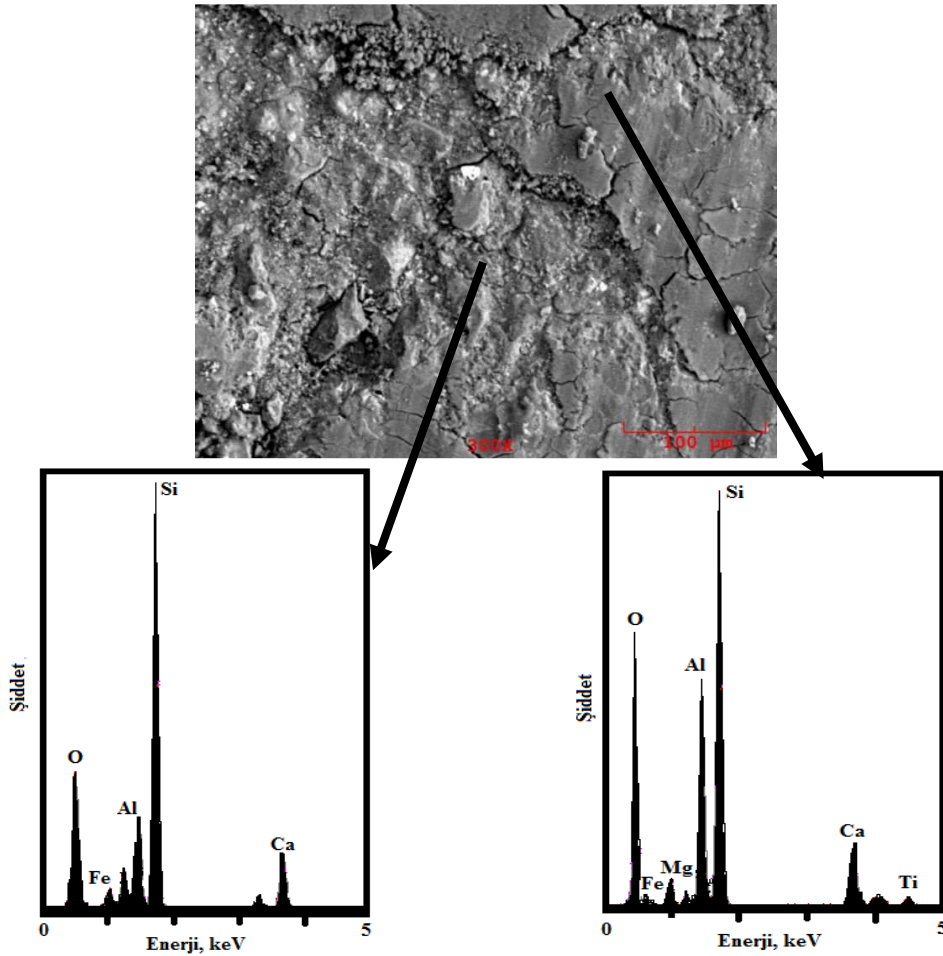
Şekil 6.61. SiC katkısız ve %50 SiC katkılı kaplamaların disk üzerinde bilye aşınma izlerinin SEM görüntüleri a) SiC katkısız ısıtılma işlem öncesi b) SiC katkısız ısıtılma işlem sonrası c) %50 SiC katkılı ısıtılma işlem öncesi d) %50 SiC katkılı ısıtılma işlem sonrası



Şekil 6.62. Isıl işlem görmüş SiC katkısız kaplamanın disk üzerinde bilye aşınma izinden çekilmiş SEM görüntüsü ve EDS analizleri

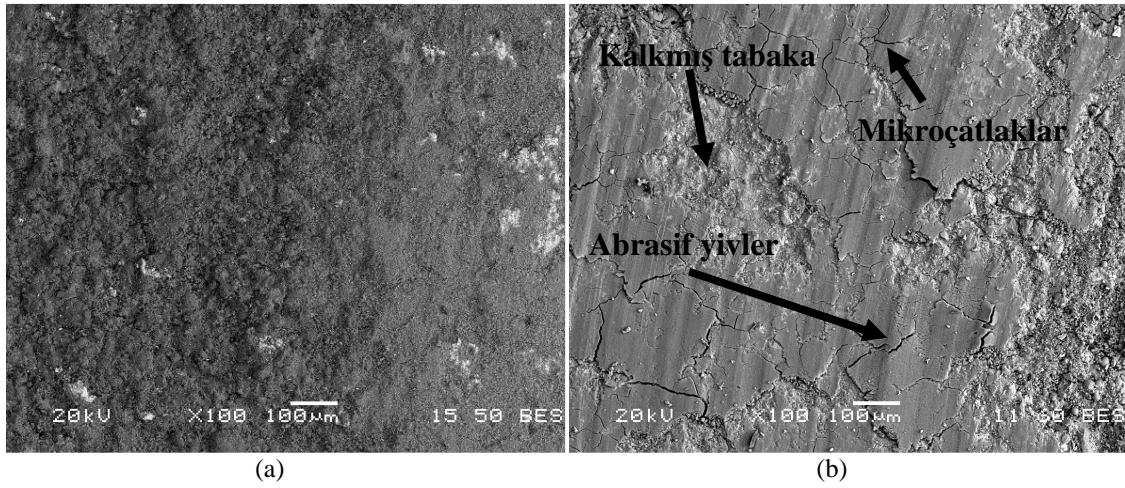
Isıl işlem görmüş kaplamaların disk üzerinde bilye aşınma deneyi sonucunda elde edilen aşınma izlerinin SEM görüntüleri ve EDS analizleri Şekil 6.62 'de görülmektedir. SiC katkısız kaplamaya ait aşınma izleri incelendiğinde aşınmanın daha çok parlatma (polishing) karakterli olduğu göze çarpmaktadır. Bununla birlikte mikroçatlakların varlığı yorulma mekanizmasının da etkili olduğunu göstermektedir. EDS analizleri incelendiğinde aşınma izi ile kaplama arasındaki elementel dağılım benzer değerlerdedir. Aşınma izi ile aşınmamış kaplama arasında oluşan çatlaklar ise klasik seramik aşınma mekanizmalarından olan mikrokırılma olayına örnek teşkil etmektedir [77].

Şekil 6.63'de %40 SiC katkıli kaplamaya ait SEM görüntüsü ve EDS analizleri görülmektedir. Mikroyapı incelendiğinde yüzeyde ciddi oranda çatlak oluşumu ve tabakasal olarak kalkmalar görülmektedir. Seramikler gibi özellikle sert yüzeylerde görülen mikroçatlak oluşumu aşınmanın ilerlemesi ile çatlakların birleşip tabaka olarak malzeme kaybına yol açmaktadır. Bu durum SiC katkısına bağlı olarak artan sertlikler ile birlikte kompozit karakterli yapının belirgin etkisi olarak görülmektedir. %30 SiC katkısından itibaren aşınma yüzeylerinde oldukça belirgin çatlak oluşumu ve tabakasal malzeme kaybı görülmektedir. SiC partiküllerinin bazalt matris tarafından çevrenmesi kaplama üzerinde gerçekleştirilen SEM ve EDS analizlerinde de saptanmıştır. Özellikle %30 un üzerinde SiC ihtiva eden kaplamalarda çok sayıda benzer oluşuma rastlanmıştır. Aşınma izinde Al ve O pik boylarının artışı aşınma sırasında  $Al_2O_3$  bilyeden aşınma yüzeyine  $Al_2O_3$ ' ün transfer olabileceği fikrini desteklemektedir.

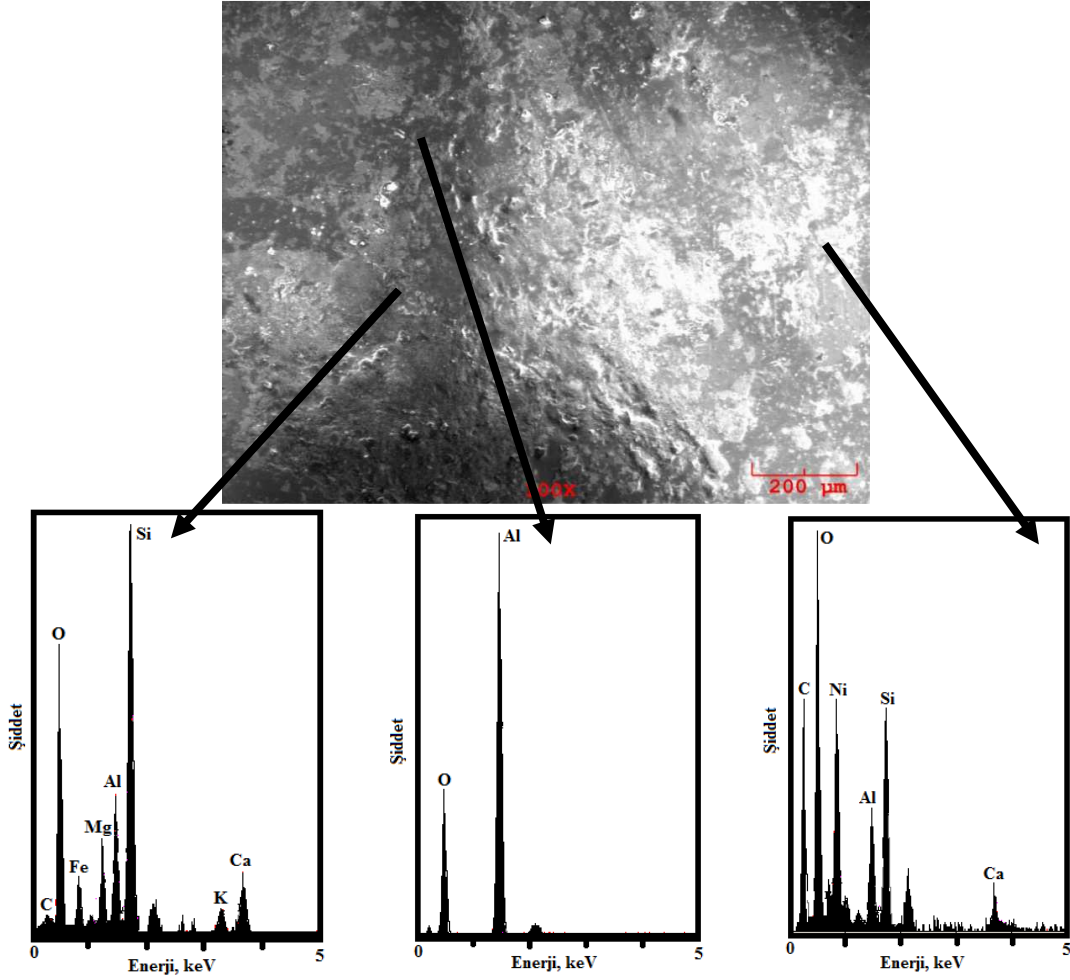


Şekil 6.63. Isıl işlem görmüş %40 SiC katkıli kaplamanın disk üzerinde bilye aşınma izinden çekilmiş SEM görüntüsü ve EDS analizleri (0,3 m/s hız, 15N yük)

Şekil 6.64’de ısıtılmış işlem görmüş %10 SiC katkı ve %50 SiC katkı kaplamaların disk üzerinde bilye aşınma izinden çekilmiş SEM görüntüsülerinden de anlaşılacağı üzere %10 SiC katkı cam-seramik kaplamalarda oluşan aşınma izlerinde belirgin mikroçatlakların olmadığı yine abrazif karakterli aşınma çiziklerinin baskın olarak varlıklarının tespit edilememesi buna karşılık parlatma (polishing) etkisinin baskın olduğu görülürken aksine %50 SiC katkı cam-seramik kaplama üzerinde belirgin çatlak ağlarının varlığı, yine belirgin abrazif karakterli aşınma çiziklerinin varlığı aşınmada farklı mekanizmaların etkili olduğunu SiC katkısının mekanizmayı değiştirdiğini göstermektedir.



Şekil 6.64. Isıl işlem görmüş %10 SiC katkı ve %50 SiC katkı kaplamaların disk üzerinde bilye aşınma izinden çekilmiş SEM görüntüsülerini a) %10 SiC katkı kaplama, b) %50 SiC katkı kaplama (0,1 m/s hız, 5N yük)



Şekil 6.65. Aşınma deneyi sonrası bilye yüzeyinden alınan SEM görüntüleri ve EDS analizleri (0,3 m/s hız, 15N yük)

Şekil 6.65’de  $Al_2O_3$  bilye yüzeyindeki aşınma izinden alınan SEM görüntüsü ve bu görüntüye ait EDS analizleri görülmektedir. Bilye üzerinde yapılan SEM ve EDS analiz incelemelerinde bilye üzerindeki aşınma izinin kenar bölgelerinde Si, Al, Mg ve O’ce zengin birikintilerin olduğu (bazalt bileşimi ile özdeş) aşınma izinde daha çok Al ve O’in varlığı bilye yüzeyini ( $Al_2O_3$ ) ve iç kesimlerde Si, C, Ni, Al ve O’ce zengin bölgelere rastlanmıştır. Buradanda anlaşılacağı üzere kaplamanın önemli ölçüde aşındırıldığı ara bağlayıcıdan bu bölgelere Ni transferinin olabildiği C’un ise SiC partiküllerinden gelebileceği yani bu bölgelerde SiC’de Ni ile beraber sıvandığı fikrini desteklemektedir.

### 6.3.7.2. Erozif aşınma deneyleri

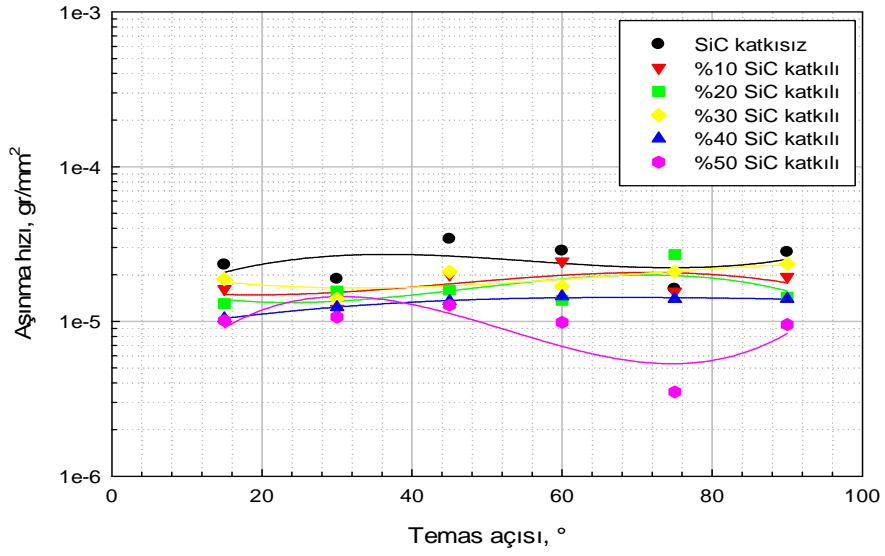
Bazalt esaslı SiC katkılı cam ve cam-seramik kaplamaların erozif aşınma deneyleri 15°, 30°, 45°, 60°, 75° ve 90° olmak üzere altı farklı temas açısı ile Şekil 5.19'da verilen düzenekte gerçekleştirilmiştir. Aşındırıcı ortam olarak 400-600 µm boyutunda korund kullanılmıştır. Aşındırıcı ortamda numunenin dönme hızları 100 dev/dk (1,047 m/s), 200 dev/dk (2,094 m/s), 300 dev/dk (3,141 m/s) olarak seçilmiştir. Ağırlık kayıpları esas alınarak yapılan aşınma ölçümleri, 15'er dakika aralıklarla 3 farklı ölçüm alınarak gerçekleştirilmiştir. Birim alandaki ağırlık kayıpları bulunarak erozif aşınma hızları hesaplanmıştır. Kaplamalar hem plazma sprey kaplama sonrası cam halleri ile hem de kristalizasyon işlemi gördükten sonra cam-seramik halleri ile erozif aşınma deneylerine tabi tutulmuştur. Elde edilen aşınma hızlarının temas açısına bağlı olarak grafikleri Şekil 6.66-6.71'de görülmektedir.

Şekil 6.66 ve 6.67'de 100 dev/dk hız ile erozif aşınmış cam ve cam seramik kaplamaların temas açısına bağlı olarak aşınma eğrileri görülmektedir. Eğriler incelendiğinde SiC katkısız kaplamaların en yüksek aşınma hızına sahip olduğu, SiC katkısının kaplamanın aşınma hızını düşürdüğü görülmektedir. En düşük erozif aşınma hızı değerleri %50 SiC katkılı kaplamalarda elde edilmiştir. SiC katkılı numunelerin katkısız kaplamalara göre daha az aşınması SiC 'ün bazalt esaslı kaplamalarda meydana getirdiği kompozit etkisi ile açıklanabilir. SiC katkısının artması kaplama tabakasının sertliğini genel olarak artırmaktadır. Artan kaplama sertliğine bağlı olarak kaplamaların aşınma dirençlerinde de bir artış görülmektedir. Ancak, 100 dev/dk hızda yapılan erozif aşınma deneylerinde artan temas açısı ile genel olarak düşük SiC katkılı kaplamalarda daha yüksek aşınma hızlarına çıkıldığı tespit edilmiştir.

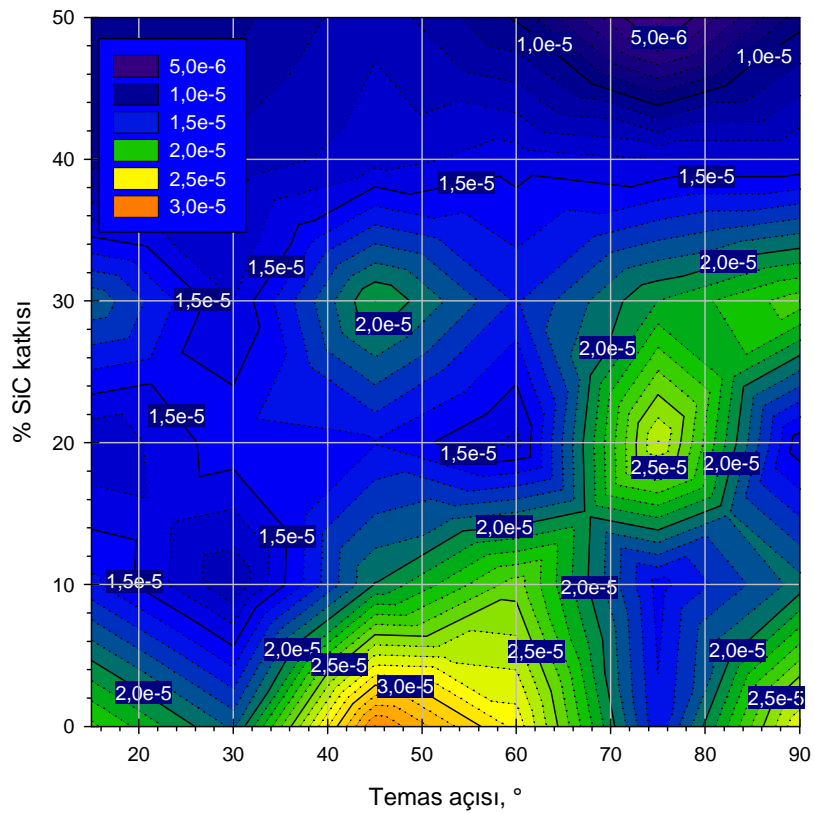
100 dev/dk lık aşınma hızı ile aşınmış cam-seramik kaplamalara ait aşınma hızı-temas açısı eğrileri ile şekil b de SiC katkı oranı ve temas açısına bağlı olarak erozif aşınma hızlarını gösteren kontur diyagramı görülmektedir. Diyagramdan anlaşılacağı üzere yüksek silisyum karbür katkılarında temas açısından bağımsız olarak oldukça düşük aşınma oranlarına sahip olduğu görülürken, düşük silisyum karbür katkılı

kaplamalarda temas açısına bađlı olarak aşınma oranları önemli ölçüde etkilenmektedir. Özellikle 45° temas açısının altında ve 75° temas açısının üzerinde aşınma oranları önemli ölçüde artış göstermektedir. 100 dev/dk lık dönme hızında yapılan erozif aşınma deneylerinde cam seramik kaplamalar cam kaplamalara göre SiC ilavesinin artışıyla çok daha düşük aşınma oranları sergilemektedir. Burada sertliđin artması, yani kristalizasyon işleminde SiC partiküllerinin heterojen çekirdek görevi görerek ve bunun yanında kompozit etkisiyle kütleli sertliđi artırıcı rolünün birlikte etki etmesi sonucunda erozif aşınma oranlarında önemli düşüşlere neden olmuştur.



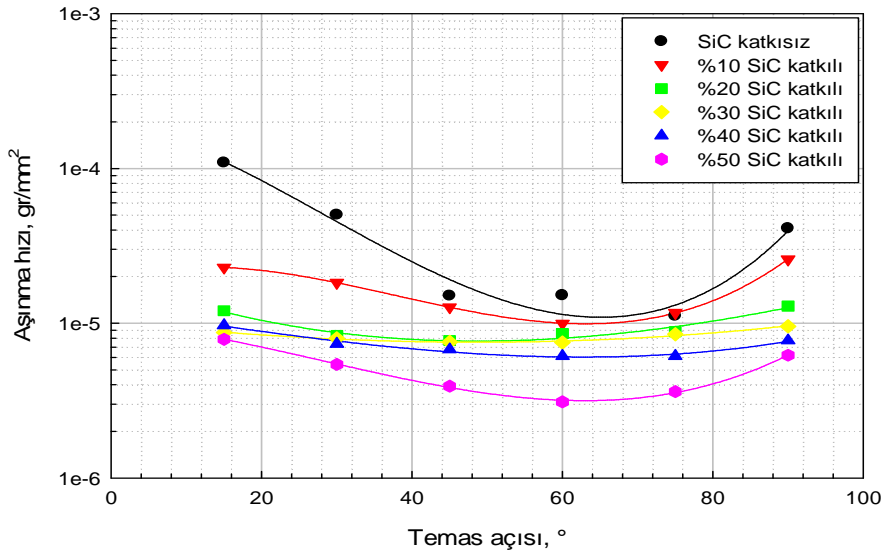


(a)

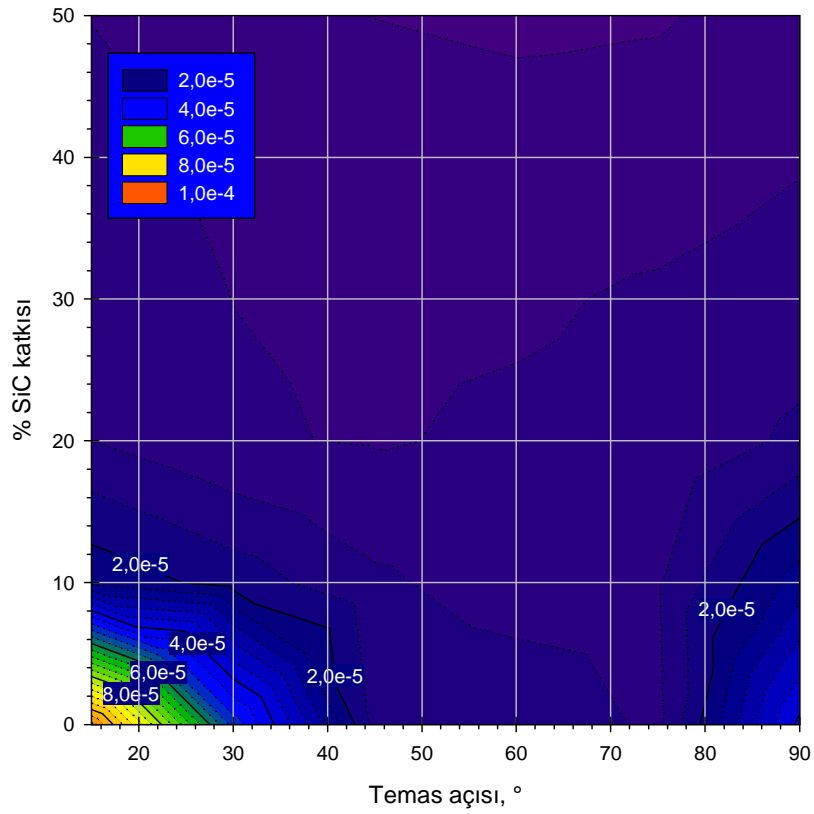


(b)

Şekil 6.66. 100 devir/dk aşınma hızında eroziv aşınma deneyine maruz kalan cam kaplamaların temas açısına bağlı olarak aşınma hızları a) Aşınma hızı-temas açısı eğrileri, b) SiC katkısı-temas açısı kontür diyagramı

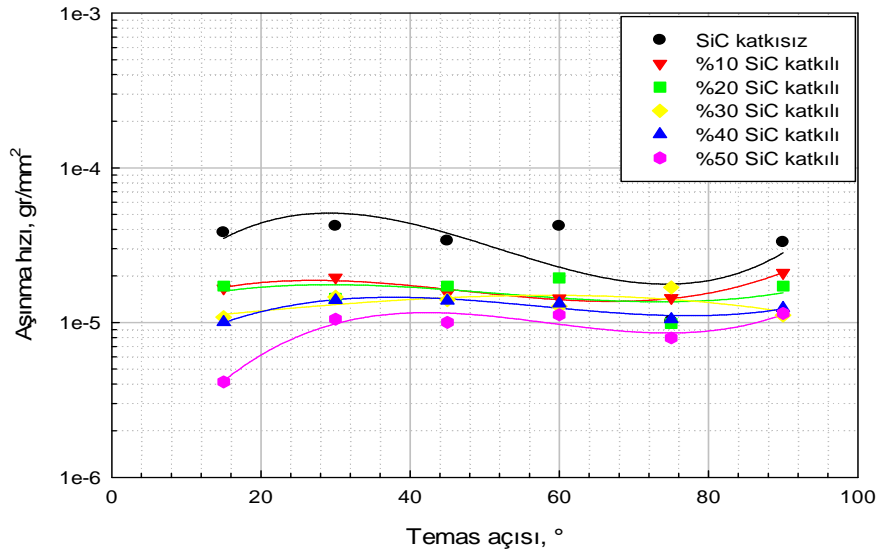


(a)

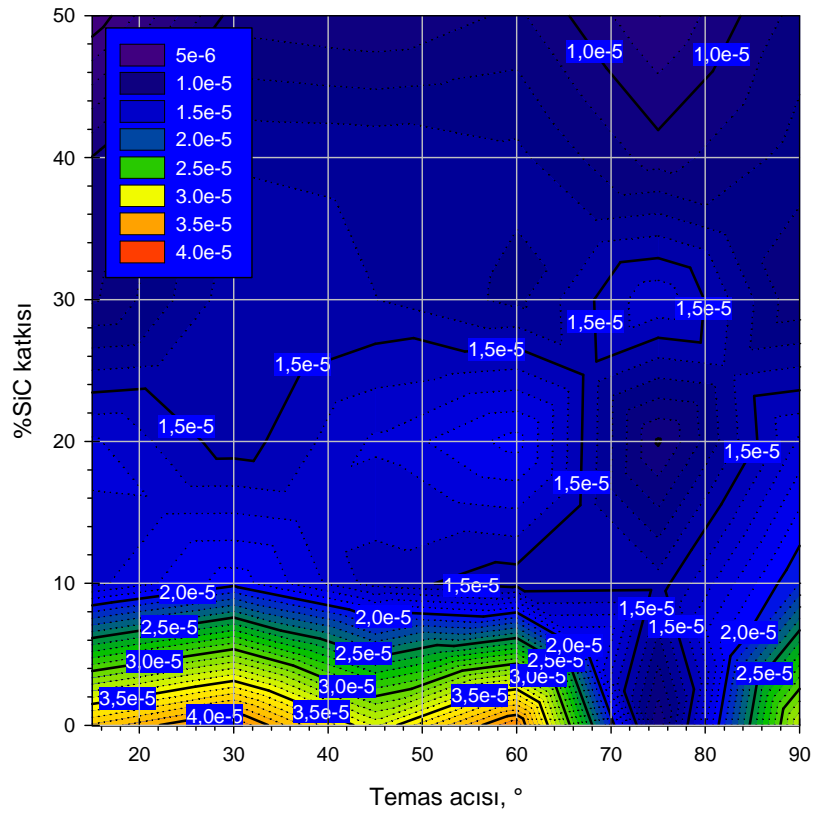


(b)

Şekil 6.67. 100 devir/dk aşınma hızında eroziv aşınma deneyine maruz kalan cam-seramik kaplamaların temas açısına bağlı olarak aşınma hızları a) Aşınma hızı-temas açısı eğrileri, b) SiC katkısı-temas açısı kontür diyagramı

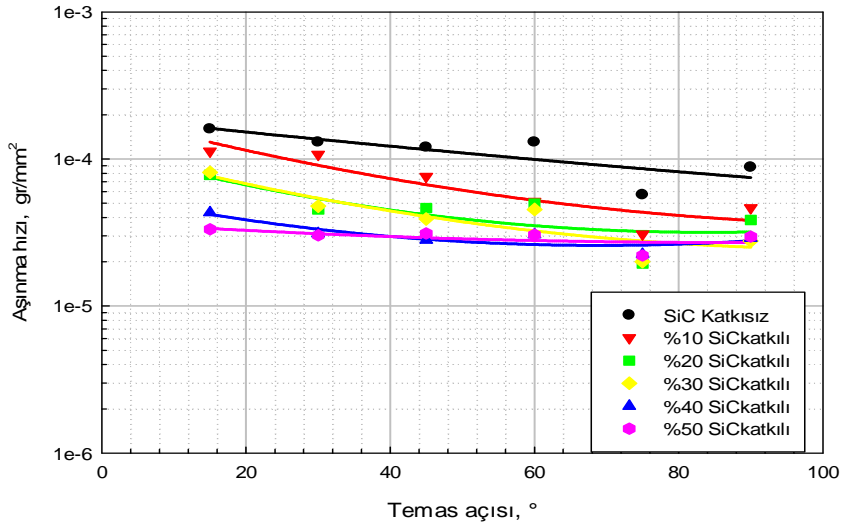


(a)

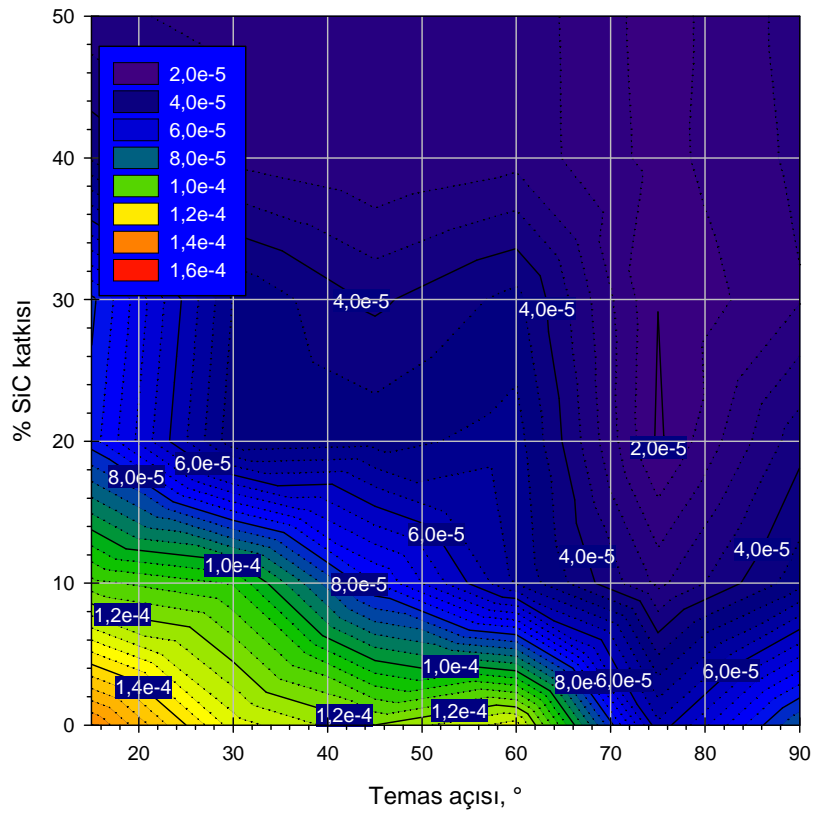


(b)

Şekil 6.68. 200 devir/dk aşınma hızında eroziv aşınma deneyine maruz kalan cam kaplamaların temas açısına bağlı olarak aşınma hızları a) Aşınma hızı-temas açısı eğrileri b) SiC katkısı-temas açısı kontür diyagramı



(a)

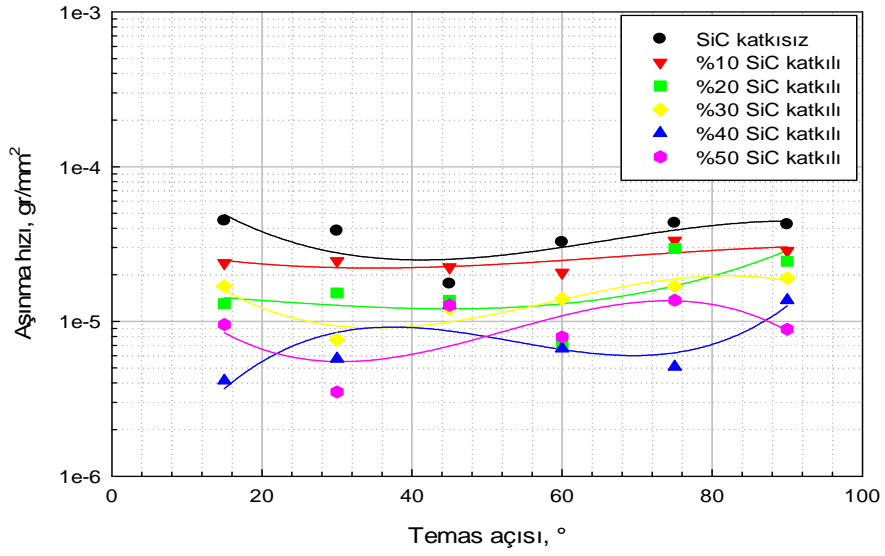


(b)

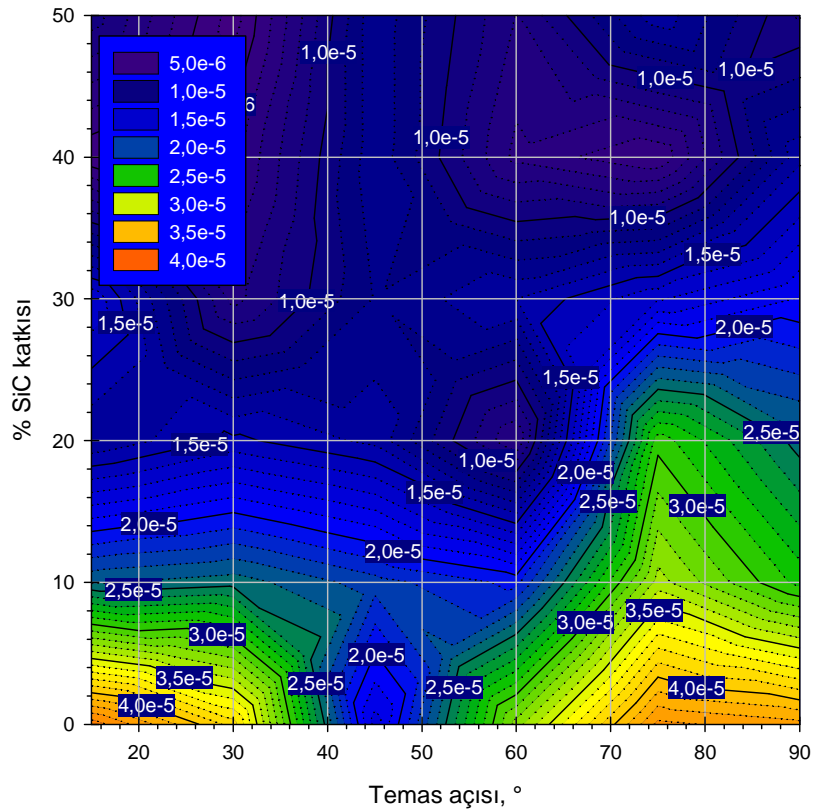
Şekil 6.69. 200 devir/dk aşınma hızında erozif aşınma deneyine maruz kalan cam-seramik kaplamaların temas açısına bağlı olarak aşınma hızları a) Aşınma hızı-temas açısı eğrileri b) SiC katkısı-temas açısı kontür diyagramı

Şekil 6.68 ve 6.69 'da 200 dev/dk hızda yapılmış cam ve cam-seramik kaplamaların erozif aşınma hızlarının temas açısına bağlı olarak değişimi görülmektedir. 200 dev/dk hızlarda yapılan erozif aşınma deneylerinde ısı işlemsiz SiC katkılı ve katkısız kaplamalarda aşınma oranı değerleri bir birine çok yalın çıkmakla birlikte, SiC katkısı %10'un üzerine çıktığında aşınma oranı bütün temas açıları için önemli oranda düşüş göstermektedir. 75° temas açısında düşük SiC katkılarında da düşük aşınma oranına sahip çıktığı görülmektedir. Ancak, cam seramik kaplamalarda 100 dev./dk hızda görülen aşınma oranlarının aksine, 200 dev./dk hızda aşınma oranları önemli ölçüde artış göstermiştir. Özellikle %30 SiC katkılarının üzerinde aşınma oranlarının cam kaplamalara benzer olarak düşüş gösterdiği bu karşılık katkı oranının azalmasına bağlı olarak aşınma hızındaki artışın cam kaplamalara göre çok daha şiddetli olduğu görülmüştür. Temas açısı 75° civarında olunca aşınma oranları hem cam hem de cam seramik kaplamalarda önemli oranda düşüş göstermektedir.

Şekil 6.70 ve 6.71 'de 300 dev/dk hızda yapılmış cam ve cam-seramik kaplamaların erozif aşınma hızlarının temas açısına bağlı olarak değişimi görülmektedir. 300 dev/dk hızlarda yapılan erozif aşınma deneylerinde cam ve cam-seramik kaplamalarda aşınma oranı değerleri bir birine çok yakın çıkmakla birlikte, SiC katkısı düşük temas açılarında %10'un üzerine çıktığında aşınma oranı önemli oranda düşüş göstermektedir. Ancak temas açısının özellikle 60°'nin üzerine çıkması ile hem cam hem de cam-seramik kaplamalarda aşınma oranlarının ciddi şekilde arttığı görülmüştür. Bu artış %30 SiC katkısına kadar devam etmekte olup SiC katkısının %30 'un üzerine çıkması ile aşınma hızları tekrar düşüş göstermektedir.

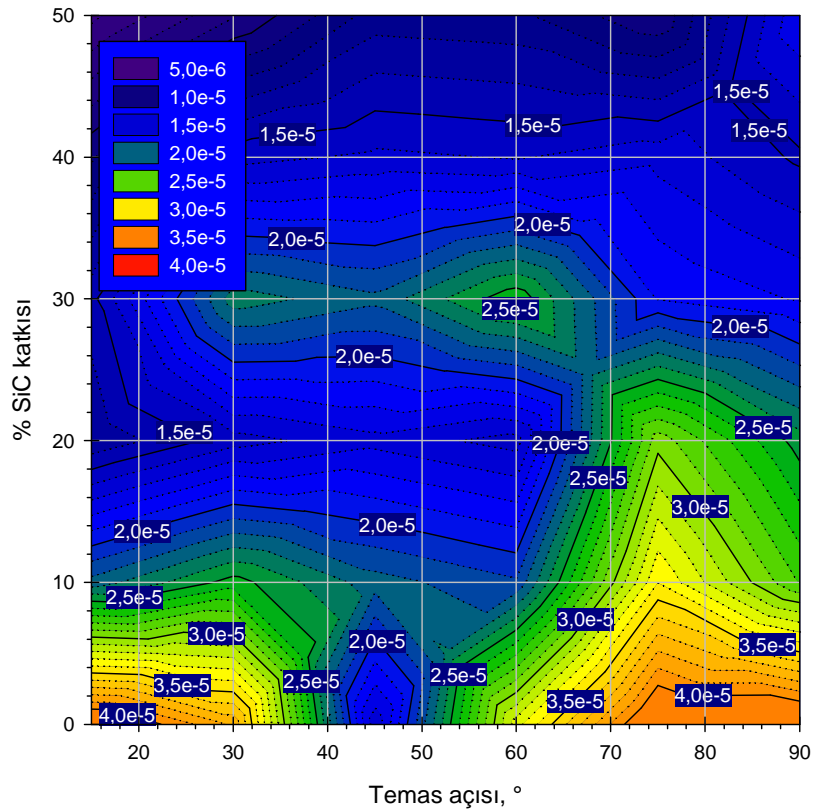
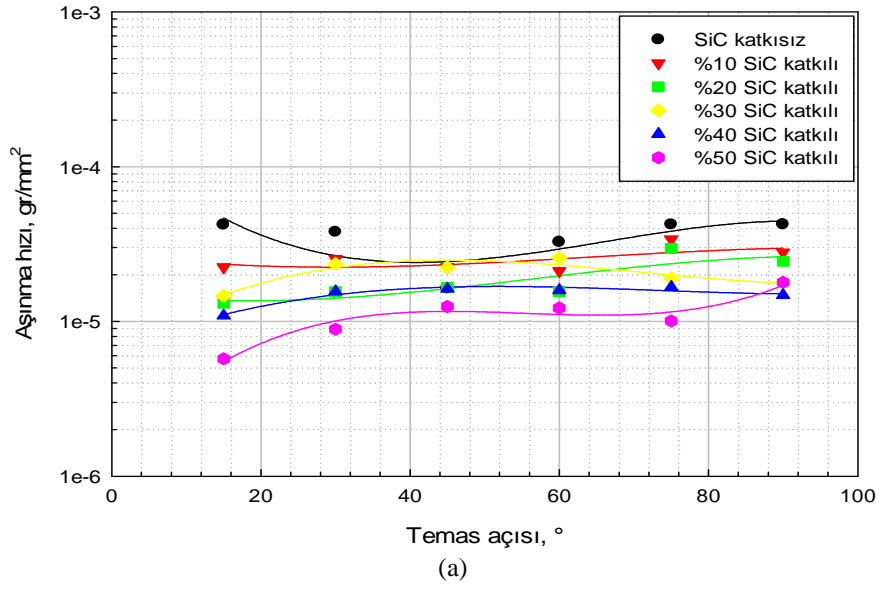


(a)



(b)

Şekil 6.70. 300 devir/dk aşınma hızında eroziv aşınma deneyine maruz kalan cam kaplamaların temas açısına bağlı olarak aşınma hızları a) Aşınma hızı-temas açısı eğrileri b) SiC katkısı-temas açısı kontür diyagramı



Şekil 6.71. 300 devir/dk aşınma hızında eroziv aşınma deneyine maruz kalan cam-seramik kaplamaların temas açısına bağlı olarak aşınma hızları a) Aşınma hızı-temas açısı eğrileri b) SiC katkısı-temas açısı kontür diyagramı

Cam esaslı kaplamaların 100, 200 ve 300 dev./dk. Hızlarda yapılan erozif aşınma deneylerinde dönme hızının aşınma oranına etkisinin pek olmadığı yani dönme hızı ile erozif aşınma hızının tek tek kimyasal bileşimlere bağlı olarak belirgin bir farklılık göstermediği tespit edilmiştir. Cam-seramik kaplamalarda ise 100 dev/dk hızda yapılan erozif aşınma deneyinde elde edilen aşınma oranı değerleri hem cam hem de cam-seramik kaplamalar için yapılan erozif aşınma deneylerinde en düşük aşınma hızı değerlerini sergilemiştir. Ancak cam-seramik kaplamalar yüksek dönme hızlarında genel olarak özellikle düşük SiC katkılarında hem cam kaplamaların bütün dönme hızlarında yapılan aşınma deneylerinden hem de cam-seramik esaslı kaplamaların 100 dev/dk hızda yapılan erozif aşınma deneyi sonuçlarından daha yüksek aşınma hızı sergilemektedirler. Yüksek SiC yüzdelerinde bu etki minimum seviyeye inmektedir. Burada önemli olan faktörün kaplamaların kırılma tokluğu değerleri olduğu düşünülmektedir. 100 dev/dk hızlarda yapılan aşınma deneylerinde kaplamanın kırılması için gerekli olan basıncın tam oluşmadığı buna karşılık 200 ve 300 dev/dk dönme hızlarında gerçekleştirilen deneylerde oluşan basınç ve çarpma etkisi kaplamaların çatlamasına hasara uğramasına sebep olabilmıştır. Bilindiği üzere ısı işlem parametrelerine bağlı olarak kaplamalarda oluşan kırılma tokluğu değerleri SiC katkısına da bağlı olarak düşüş göstermekte sertlikte belirgin bir şekilde artış göstermektedir. Bu durum kaplamalarda kırılma tokluğu artırıcı sebep olarak karşımıza çıkmaktadır.

Literatürde erozif aşınma ile ilgili çalışmalar incelemesinde, Wang ve arkadaşları [144] SiC seramikler üzerinde yaptıkları erozif aşınma deneylerinde erozif aşınma oranlarının artan temas açısı ile giderek arttığını tespit etmişlerdir. 15° ile 90° arasında gerçekleştirilen deneylerde 90°'lik temas açısında en yüksek aşınma oranları elde edilmiştir. Bu çalışmada da SiC katkılı bazalt esaslı cam ve cam-seramik kaplamaların erozif aşınma dirençleri özellikle 300 dev/dk lık aşınma hızlarında yüksek temas açılarında yüksek değerler sergilemiştir. Hejwowski metalik esaslı farklı kaplama türlerinde yaptığı çalışma sonrası [145] elde ettiği erozif aşınma dirençleri artan kaplama sertliği ile azalmaktadır. Bu çalışmada da benzer olarak bazalt esaslı cam ve cam-seramik kaplamalara katılan SiC ile sertliklerde ve erozif aşınma dirençlerinde artış meydana gelmiştir. Erozif aşınma deneyleri sonucunda elde edilen değerler Tablo 6.20-6.25'de görülmektedir.



Tablo 6.20. Isıl işlem görmemiş 100 dev/dk hız ile erozif aşınmaya maruz kalmış kaplamaların temas açısına bağlı olarak aşınma hızları

Temas açısı, °	Aşınma hızı, gr/mm <sup>2</sup> (x10 <sup>-5</sup> )					
	SiC katkısız	%10 SiC katkılı	%20 SiC katkılı	%30 SiC katkılı	%40 SiC katkılı	%50 SiC katkılı
15	2,3237	1,6234	1,3051	1,8781	1,0460	1,0121
30	1,8781	1,2096	1,5667	1,4006	1,2345	1,0676
45	3,4060	2,0054	1,5916	2,1009	1,3545	1,2757
60	2,8649	2,4511	1,3678	1,6871	1,4536	0,98679
75	1,6234	1,5598	2,7057	2,1009	1,3989	0,35015
90	2,8012	1,9417	1,4324	2,3556	1,4006	0,95496

Tablo 6.21. 800 °C'de 2 saat ısıl işlem görmüş 100 dev/dk hız ile erozif aşınmaya maruz kalmış kaplamaların temas açısına bağlı olarak aşınma hızları

Temas açısı, °	Aşınma hızı, gr/mm <sup>2</sup> (x10 <sup>-5</sup> )					
	SiC katkısız	%10 SiC katkılı	%20 SiC katkılı	%30 SiC katkılı	%40 SiC katkılı	%50 SiC katkılı
15	10,894	2,2919	1,2017	0,87140	0,97087	0,78784
30	5,0135	1,8300	0,83559	0,79800	0,73600	0,54114
45	1,5041	1,2700	0,77192	0,75601	0,67643	0,39200
60	1,5120	0,99475	0,86000	0,75000	0,61276	0,31036
75	1,1141	1,1698	0,88200	0,85000	0,61300	0,36100
90	4,0984	2,5943	1,2892	0,95496	0,77192	0,62072

Tablo 6.22. Isıl işlem görmemiş 200 dev/dk hız ile erozif aşınmaya maruz kalmış kaplamaların temas açısına bağlı olarak aşınma hızları

Temas açısı, °	Aşınma hızı, gr/mm <sup>2</sup> (x10 <sup>-5</sup> )					
	SiC katkısız	%10 SiC katkılı	%20 SiC katkılı	%30 SiC katkılı	%40 SiC katkılı	%50 SiC katkılı
15	3,8198	1,6645	1,7189	1,0823	1,0045	0,41382
30	4,2018	1,9567	1,4369	1,4643	1,3956	1,0505
45	3,3742	1,5489	1,7189	1,4006	1,3845	1,0034
60	4,2018	1,4324	1,9417	1,2733	1,3278	1,1223
75	1,0186	1,4444	0,98679	1,6871	1,0505	0,79580
90	3,3105	2,1009	1,7189	1,1141	1,2439	1,1459

Tablo 6.23. 800 °C'de 2 saat ısıtılmış 200 dev/dk hız ile erozif aşınmaya maruz kalmış kaplamaların temas açısına bağlı olarak aşınma hızları

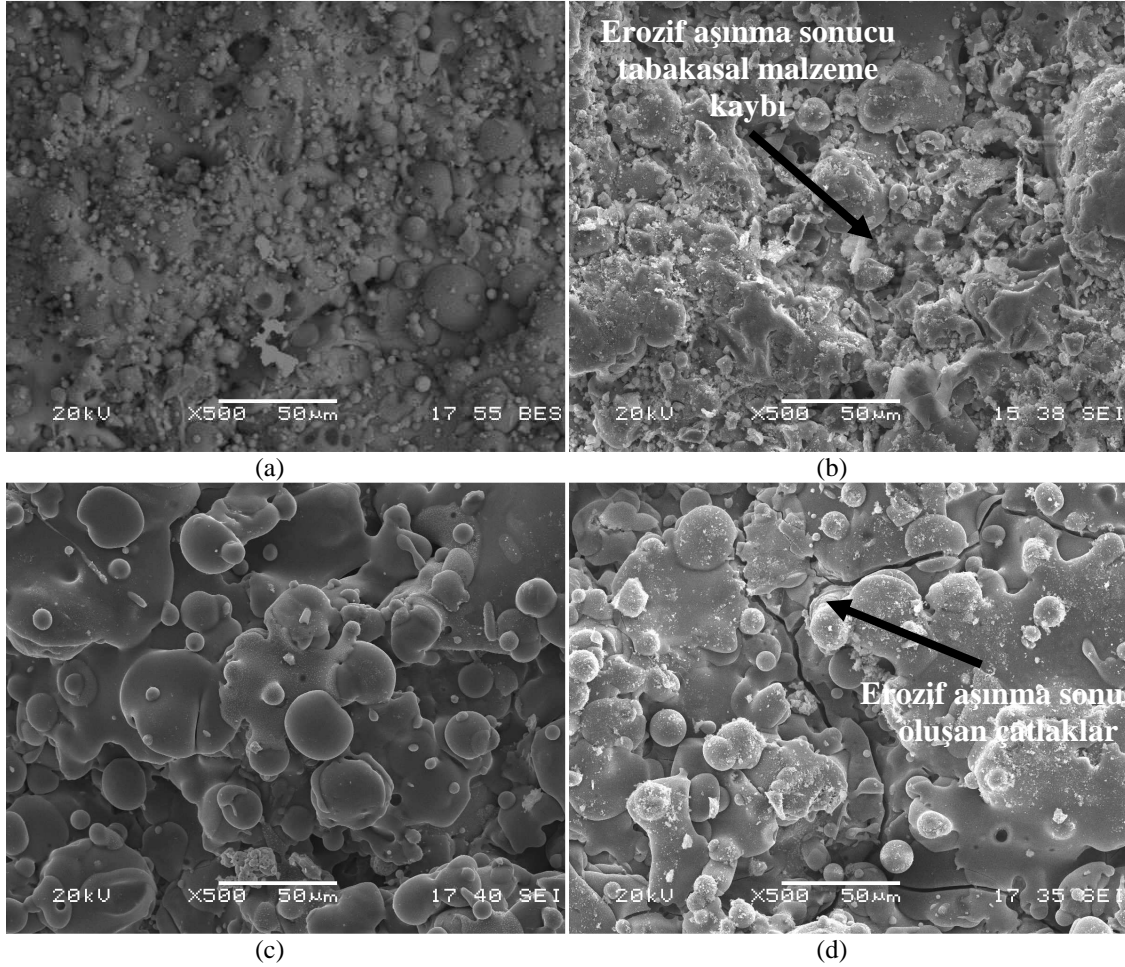
Temas açısı, °	Aşınma hızı, gr/mm <sup>2</sup> (x10 <sup>-5</sup> )					
	SiC katkısız	%10 SiC katkılı	%20 SiC katkılı	%30 SiC katkılı	%40 SiC katkılı	%50 SiC katkılı
15	16,000	11,315	7,7988	8,1000	4,3291	3,3291
30	13,000	10,759	4,5201	4,7748	3,1122	3,0218
45	12,000	7,6078	4,6475	3,9153	2,8099	3,1099
60	13,000	5,1568	4,9760	4,5330	3,0559	3,0559
75	5,6979	3,0877	1,9417	2,0054	2,2511	2,2111
90	8,7856	4,6475	3,8517	2,7694	2,8967	2,9671

Tablo 6.24. Isıtılmamış 300 dev/dk hız ile erozif aşınmaya maruz kalmış kaplamaların temas açısına bağlı olarak aşınma hızları

Temas açısı, °	Aşınma hızı, gr/mm <sup>2</sup> (x10 <sup>-5</sup> )					
	SiC katkısız	%10 SiC katkılı	%20 SiC katkılı	%30 SiC katkılı	%40 SiC katkılı	%50 SiC katkılı
15	4,4634	2,3874	1,3051	1,6871	0,41382	0,95496
30	3,8517	2,4567	1,5279	0,76397	0,57297	0,35015
45	1,7508	2,2445	1,3688	1,2096	1,2733	1,2733
60	3,2469	2,0691	0,70030	1,4006	0,66847	0,79580
75	4,3291	3,3424	2,9604	1,6871	0,50931	1,3688
90	4,2336	2,8649	2,4511	1,9099	1,3688	0,89129

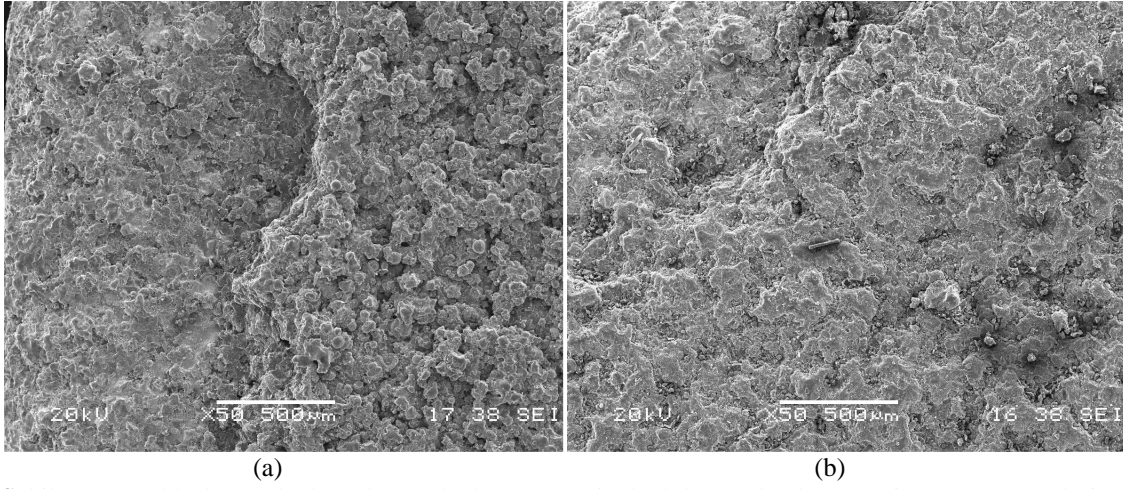
Tablo 6.25. 800 °C'de 2 saat ısıtılmış 300 dev/dk hız ile erozif aşınmaya maruz kalmış kaplamaların temas açısına bağlı olarak aşınma hızları

Temas açısı, °	Aşınma hızı, gr/mm <sup>2</sup> (x10 <sup>-5</sup> )					
	SiC katkısız	%10 SiC katkılı	%20 SiC katkılı	%30 SiC katkılı	%40 SiC katkılı	%50 SiC katkılı
15	4,2116	2,2389	1,3124	1,4643	1,0881	0,57297
30	3,7817	2,5437	1,5578	2,3556	1,5598	0,89129
45	1,6268	2,2445	1,6645	2,2284	1,6234	1,2475
60	3,2567	2,1166	1,5567	2,5784	1,5916	1,2237
75	4,2278	3,3982	2,9604	1,8943	1,6688	1,0062
90	4,2338	2,7943	2,4511	1,7891	1,4798	1,7895



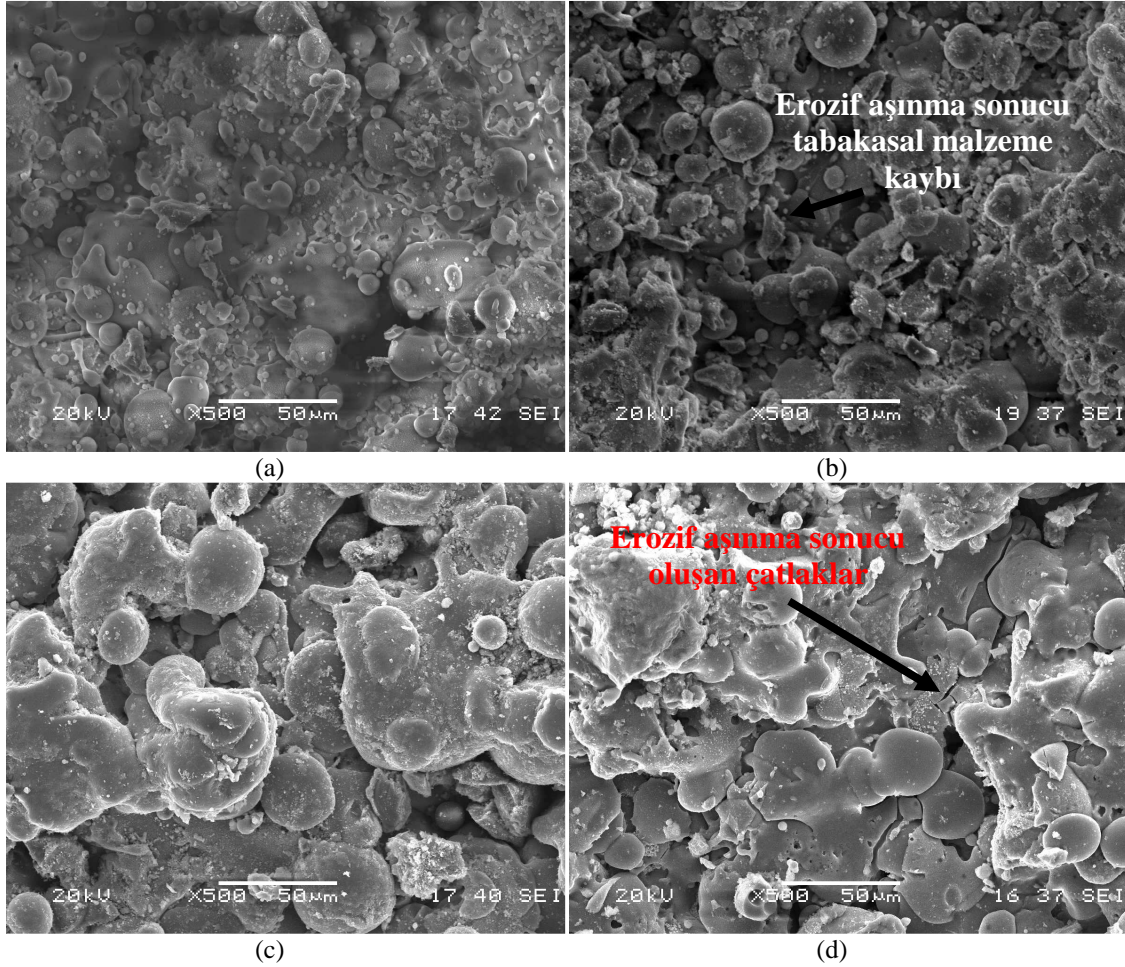
Şekil 6.72. 800°C'de 2 saat ısıtılmış ve ısıtılmamış %10 SiC katkılı kaplamalara ait erozif aşınma işlemi öncesi ve sonrası alınmış SEM görüntüleri a) Isıtılmış ve erozif aşınmaya maruz kalmamış kaplama, b) Isıtılmamış 90° temas açısı ile erozif aşınmaya maruz kalmış kaplama, c) Isıtılmış erozif aşınmaya maruz kalmamış kaplama, d) Isıtılmış ve 90° temas açısı ile erozif aşınmaya maruz kalmış kaplama

Şekil 6.72'de %10 SiC içeren cam ve cam-seramik malzemelerin 100dev/dk hız ile yapılan erozif aşınma deneyleri öncesi ve sonrası mikroyapıları görülmektedir. Cam kaplamalarda aşınmanın daha çok tabakasal kalkmalar şeklinde kendini gösterdiği ve aşınmanın yüzeyin tamamında kalkmalara sebep olduğu görülmektedir. Oysa cam-seramik kaplamada kalkmaların pek görülmediği buna karşılık kaplama tabakasında erozif aşınma etkisi ile birbiri ile bağlantılı çatlakların oluştuğu ve bu çatlaklar neticesinde yüzeyden malzeme kaybının gerçekleşebileceği görülmüştür. Normalde düşük oranlarda erozif aşınma öncesinde bir takım kılcal çatlakların kaplama tabakası üzerinde varlığı da görülmektedir ancak aşınma deneyi sonrasında çatlak miktarı çok artmış yüzeysel olarak mikro erozif aşınmalar gerçekleşmiş ve bu sayede malzeme kaybı meydana gelmiştir.



Şekil 6.73. Farklı dönme hızlarında aşındırılmış %10 SiC katkılı cam kaplamaya ait SEM görüntüleri  
a) 100 dev/dk b) 300 dev/dk

Şekil 6.73 'de 100 dev/dk hız ile yapılan eroziv aşınma deneyinde tabakasal kalkmanın olduğu lokal bölgeler mevcut olup kaplama prosesinden gelen taneler henüz kaybolmamış durumdayken 300 dev/dk 'da yapılan aşınma deneylerinde kaplamanın tüm yüzeyinde mikroabrazif aşınma gerçekleşmiş taneler kaybolmuş bununla birlikte lokal kalkmalar oluşmuştur.



Şekil 6.74. 800°C'de 2 saat ısıtılmış ve ısıtılmış görmemiş %50 SiC katkı kaplamalara ait erozif aşınma işlemi öncesi ve sonrası alınmış SEM görüntüleri a) Isıtılmış ve erozif aşınmaya maruz kalmamış kaplama b) Isıtılmış görmemiş 90° temas açısı ile erozif aşınmaya maruz kalmış kaplama c) Isıtılmış görmüş erozif aşınmaya maruz kalmamış kaplama d) Isıtılmış ve 90° temas açısı ile erozif aşınmaya maruz kalmış kaplama

Şekil 6.74'de %50 SiC içeren cam ve cam-seramik kaplamaların 90°'de yapılan 100 dev/dk'daki erozif aşınma deneylerinde malzeme yüzeyinde önemli bir kaybın olmadığı, mikroçatlakların oluşmadığı buna karşılık yüzeydeki mikroabrazif aşınma şartları sebebi ile Splat tanelerinin daha belirgin olarak ortaya çıktığı kısmi kalkmaların görüldüğü saptanmıştır. Cam-seramik kaplamada ise yine önemli bir aşınmanın görülmeyen ancak düşük miktarlarda yüzeysel mikroçatlakların oluştuğu görülmüştür. Cam-seramik malzemelerde SiC oranının artışı ile erozif aşınma deneyleri sonucunda yüzeyde oluşan mikroçatlakların miktarlarının azaldığı düşük SiC yüzdelerinde çatlaklar birbiri ile bağlantılı iken yüksek SiC yüzdelerinde daha çok birbirinden bağımsız çatlakların oluştuğu görülmüştür.

## BÖLÜM 7. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

### 7.1. Sonuçlar

Bu çalışmada, doğal volkanik kayalık olan bazalta SiC takviye ederek plazma spreyl kaplama tekniđi ile kaplama tozu olarak kullanılabilirliđi arařtırılarak cam-seramik matrisli kaplamaların üretimi amaçlanmıřtır. Bazalt esaslı SiC katkılı cam ve cam-seramik kaplamaların kristallenme kinetiđi, cam-seramik dönüşümü için yapılan ısıll işlem sıcaklıđı ve süresine bađlı olarak yapışma mukavemeti sertlik, kırılma tokluđu gibi mekanik özellikleri, disk üzerinde bilye ile aşınma, erozif aşınma, faz analizleri ve metalografik incelemeleri gerçekleştirilmiştir. Yapılan deneysel çalışmalar sonucunda bulunan sonuçlar ařađda sırasıyla verilmiştir:

1. Bu çalışmada % 0-50 SiC katkılı bazalt esaslı cam ve cam-seramik kaplamalar gerçekleştirilmiştir. Elde edilen kaplamalar kısmen poroziteli bir yapı sergilemekte olup kaplama tabakası içerisinde plazma spreyl kaplamanın tipik özelliklerinden olan splat yapıları belirgin olarak görülmüřtür. Bunun yanında, bir miktar porozite ile birlikte ergimemiř yada kısmen ergimiř toz partiküllerinin kaplama tabakasındaki varlıđı da tespit edilmiştir.
2. Bazalt esaslı kaplama tabakası üzerinde yapılan x-ışınları çalışmasında elde edilen XRD analizleri, kaplamanın genel olarak camsı amorf yapıda olduđunu göstermektedir. Kaplama işlemi sonrası alınan XRD analiz sonuçlarında amorf yapı içerisindeki küçük pikler ergimemiř tanelerin yapıdaki varlıđını ispatlamaktadır.
3. 10°C/dk ısıtma hızı ile taranan DTA analiz sonuçları üzerinden tespit edilen endotermik ve ekzotermik pikler vasıtasıyla cam geçiř ve kristallenme sıcaklıkları belirlenmiştir. Cam geçiř sıcaklıkları SiC katkısız kaplamadan

başlayarak %50 SiC içeren kaplamaya kadar sırası ile 774, 720, 714, 733, 721 ve 725 °C olarak ölçülmüştür. Kristallenme sıcaklıkları ise yine SiC katkısız kaplamadan başlayarak %50 SiC içeren kaplamaya kadar sırası ile 861, 874, 868, 868, 861 ve 874 °C olarak tespit edilmiştir. Belirlenen sıcaklıklar doğrultusunda karar verilen ısıtma sıcaklıkları kullanılarak 1, 2, 3 ve 4 saat süreler ile argon atmosferinde kontrollü kristalizasyon işlemleri gerçekleştirilmiştir.

4. Kaplama işlemi sonrası XRD analiz sonucunda amorf olarak karakterize edilen kaplamaların kristalizasyon işlemi sonrası elde edilen XRD paternlerinde kristallendikleri belirlenmiştir. Isıtma işlemi sonrası elde edilen x-ışınları difraksiyon paternlerinde Ojit  $[\text{Ca}(\text{MgFe})\text{Si}_2\text{O}_6]$ , Fe-diopsit  $[(\text{Mg}_{0,992}\text{Fe}_{0,008})(\text{Ca}_{0,97}\text{Mg}_{0,022}\text{Fe}_{0,008})(\text{Si}_2\text{O}_6)]$ , diopsit  $[\text{CaMgSi}_2\text{O}_6]$ , Albit  $[(\text{NaCa})\text{Al}(\text{SiAl})_3\text{O}_8]$ , Andezin  $[\text{Na}_{0,499}\text{Ca}_{0,491}(\text{Al}_{1,488}\text{Si}_{2,508}\text{O}_8)]$  ve Moissonit  $[24\text{R SiC}]$  fazları tespit edilmiştir.
5. DTA analizinde uygulanan ısıtma hızına ve SiC katkısına bağlı olarak elde edilen grafiklerden n değeri tespit edilmiş olup n değerinin 1,60–3,33 değerleri arasında değiştiği bulunmuştur. Sonuçlar, amorf olarak elde edilen camsı kaplamada, ısıtma işlemleri sonucunda hacim kristallenmesinin olduğunu göstermektedir.
6. Kristallenme aktivasyon enerjileri SiC katkısına bağlı olarak  $253,2 \text{ kJ mol}^{-1}$  ile  $323,4 \text{ kJ mol}^{-1}$  değerleri arasında tespit edilmiştir. Artan SiC katkısı ile birlikte kristallenme aktivasyon enerjileri belirgin olarak azalmaktadır. Bu durum SiC'ün heterojen çekirdeklenme etkisi göstermesinin ile ilgilidir. Vizkoz akış aktivasyon enerjileri ise yine SiC katkısına bağlı olarak  $118,5 \text{ kJ mol}^{-1}$  ile  $685,9 \text{ kJ mol}^{-1}$  değerlerinin arasında değiştiği tespit edilmiştir.
7. Kaplama tabakalarının makro incelemelerinde homojen ve kompakt yapıda oldukları görülmüştür. Mikro incelemelerde ise klasik plazma sprey kaplama

tabakasının karakteristiği olan splat, bir miktar porozite, ergimemiş yada yarı ergimiş taneler dikkat çekmektedir.

8. Plazma kaplama tekniği ile üretilen SiC takviyeli kaplamaların yapışma mukavemeti değerleri 6,026 MPa ile 8,962 MPa arasında değişmektedir. Hem cam hem cam-seramik kaplamalar için en yüksek yapışma mukavemeti değerleri %50 SiC katkılı kaplamalarda elde edilmiştir. Özellikle %30 SiC katkısından itibaren kaplamalarda ısıl işlem öncesi ve sonrası yapışma mukavemetlerinde belirgin bir artış gözlenmiştir. Ayrıca kaplamaların cam halden cam-seramik hale geçiş sonrası yapışma mukavemetleri düşüş göstermektedir.
9. Kaplamaların cam hallerinin sertlik değerleri 398,4 HV<sub>0,01</sub> ile 522,8 HV<sub>0,01</sub> arasında tespit edilmiştir. Cam-seramik halleri ise uygulanan kontrollü kristalizasyon ısıl işlemi sıcaklık ve süresine bağlı olarak 708,5 HV<sub>0,01</sub> ve 955,6 HV<sub>0,01</sub> arasında değişmektedir. Kaplamanın cam halden cam-seramik hale dönüşü sırasında sertliklerinde büyük oranda artış olmuştur. Cam'dan cam-seramik malzemeye dönüşümle meydana gelen kristallenme sonuç olarak sertliklerin belirgin şekilde artmasını sağlamaktadır.
10. Kaplamaların cam hallerinin kırılma tokluk değerleri SiC katkısına bağlı olarak 1,37 MPa.m<sup>1/2</sup> ile 1,69 MPa.m<sup>1/2</sup> arasında tespit edilmiştir. Kaplamalar cam halinden cam-seramiğe dönüşürken kırılma toklukları önemli ölçüde artmıştır. Cam-seramik dönüşümü sonrası kırılma tokluğu değerleri SiC katkısı, ısıl işlem süresi ve ısıl işlem sıcaklığı parametrelerine bağlı olarak 2,05 MPa.m<sup>1/2</sup> ile 3,91 MPa.m<sup>1/2</sup> değerleri arasında ölçülmüştür.
11. Kaplamaların cam hallerinin alümina bilyeye karşı yapılan disk üzerinde bilye aşınma deneylerinde sürtünme katsayılarının yük, hız ve SiC katkısına bağlı olarak 0,32 ile 0,55 arasında değiştiği gözlenmiştir. Kaplamaların cam-seramiğe dönüşümü sonrası yapılan aşınma deneylerinde elde edilen sürtünme katsayıları ise 0,11 ile 0,65 arasında değişiklik göstermektedir.



12. Disk üzerinde bilye deneyleri sonucunda elde edilen aşınma oranı değerleri kaplamaların cam halleri için en yüksek  $40,5 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{m}$ , en düşük  $1,49 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{m}$  olarak ölçülmüştür. Cam-seramik kaplamalarda ise bu değerler en yüksek  $71,5 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{m}$ , en düşük  $2,61 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{m}$  olarak tespit edilmiştir. Isıl işlem görmemiş kaplamaların aşınma deney sonuçları genel olarak değerlendirildiğinde SiC katkısının artması ile aşınma oranlarının belirgin olarak düştüğü görülmüştür. Bu etki kaplamaların ısıl işlem ile cam-seramiğe dönüşümü sonrası da devam etmektedir. SiC katkısı kaplamaların hem cam hem de cam-seramik halleri için aşınma direncini artırıcı rol oynamıştır. Isıl işlemin aşınma direncine etkisi incelendiğinde, düşük aşınma hızlarında cam-seramik kaplamaların yüksek aşınma hızlarında ise cam kaplamaların aşınmaya karşı daha dirençli olduğunu söylemek mümkündür. Bununla birlikte 0,3 m/s hızlarda yapılan deneylerde cam ve cam-seramik kaplamalarda elde edilen aşınma deneyleri birbirine oldukça yakındır.
13. Spesifik aşınma hızlarının hem cam hem de cam-seramik kaplamalar için SiC katkısı ile belirgin olarak azaldığı tespit edilmiştir. SiC katkısız cam kaplamalar için spesifik aşınma hızları  $6,116 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  ile  $2,611 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  arasında tespit edilmiştir. SiC katkısı ile birlikte cam kaplamalarda spesifik aşınma hızları %50 SiC katkılı cam kaplamalarda  $2,975 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  ile  $1,012 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  değerlerinde ölçülmüştür. SiC katkısız cam-seramik kaplamalarda spesifik aşınma hızları  $4,094 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  ile  $3,337 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  değerlerinin arasında tespit edilmişken %50 SiC katkılı cam-seramik kaplamalarda bu değerler  $3,172 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/\text{Nm}$  ile  $3,684 \times 10^{-6}$  değerleri arasında ölçülmüştür.
14. Aşınma mikroyapılarında genel olarak artan yük ve aşınma hızı ile aşınma iz genişliklerinin arttığı görülmüştür. SiC katkısı açısından incelendiğinde ise artan SiC katkısı ile aşınma iz genişliklerinin azaldığından söz etmek mümkündür.
15. Aşınma mikroyapıları yorumlandığında ortaya çıkan temel aşınma mekanizmaları abrazyif aşınma, parlatma (polishing) ve yorulma aşınmasıdır.

Abrazif çizikler, mikroçatlaklar, kalkmış tabakalar ve parlatma etkileri görüntülerde tespit edilen başlıca unsurlardır.

16. Eroziyon aşınma deney sonuçları incelendiğinde SiC katkısının aşınma direncini belirgin oranda arttırdığı görülmüştür. En yüksek aşınma hızları tüm şartlar için SiC katkısız ve %10 SiC katkılı kaplamalarda ölçülmüştür. SiC katkısının %20 'nin üzerine çıkması ile eroziyon aşınma hızları belirgin olarak düşmüştür.
17. Eroziyon aşınma deneylerinde temas açılarının aşınmaya etkisinin dönme hızına bağlı olarak değiştiği görülmüştür. Örneğin; dönme hızının 300dev/dk 'ya ulaştığı deneylerde düşük ve yüksek temas açılarında aşınma direnci düşerken orta temas açılarındaki aşınma direnci artmıştır.
18. Eroziyon aşınma deneyleri sonucunda aşınmış yüzeylerden alınan mikro yapı görüntülerinde kalkmış tabakalar ve mikro çatlaklar net olarak görülmektedir. Aşındırıcı tozun dönme hızına ve temas açısına bağlı olarak yüzeye farklı şekillerde çarpması sonucu farklı hasar mekanizmaları ortaya çıkmıştır. Yüksek hızlarda hasarın çatlama ve tabakasal kalkmalar şeklinde kendini gösterdiği görülmektedir.

## 7.2. Öneriler

1. Bazalt esaslı SiC katkılı cam ve cam-seramik kaplı çeliklerin korozyon ve oksidasyon özellikleri araştırılabilir.
2. Farklı altlıklar ve ara bağlayıcılar ile kaplama yapılarak ara yüzey karakteristikleri incelenebilir.
3. Ülkemizde bulunan farklı yörelerdeki bazalt esaslı ve diğer volkanik esaslı kayalar üzerinde de benzer çalışmalar yapılabilir.
4. SiC yerine farklı takviye elemanlar ile desteklenmiş kompozit kaplamalar yapılarak, kaplama özellikleri üzerine etkileri incelenebilir.

## KAYNAKLAR

- [1] GÜNAY, V., YILMAZ, Ş., Cam-Seramikler Bilim ve Teknolojisi, Tübitak-MAM, Malzeme Enstitüsü, 2010.
- [2] TANOĞLU, M., KARA, H., ÖVEÇOĞLU, M. L., Çeşitli Hammadde Katkılı Atık Demir-Çelik Curuflarından Geliştirilen , Cam-Seramikler 1: Doğal Kromit Katkılı Curuf Bazlı Cam-Seramiklerin Karakterizasyonu, Uluslararası Seramik Kongresi Bildiriler Kitabı, İstanbul, sf. 127-137, 1992.
- [3] ERCENK, E., BAYRAK, G., ŞEN U., YILMAZ, Ş., “Volkanik Bazalt Kayaçları ve Seramik Sektöründe Kullanımı”, VI. Uluslararası Katılımlı Seramik Kongresi, Bildiriler Kitabı, 37-42, Türk Seramik Derneği & Sakarya Üniversitesi, Sakarya, 30 Ekim –1 Kasım 2006.
- [4] KALENBORN TECHNICAL BROUCHURE, Schmelzbasaltwerk Kalenborn Dr.-Ing. Mauritz GmbH and Co. KG D-5467 Vettelschoss 2, Germany.
- [5] BEALL, G.H., RITTLER, H.L., Process For Forming a Basaltic Glass-Ceramic Product, United States Patent Office, 3, pp. 557-575,1971.
- [6] SAMUR R., ÖKSÜZ M. , YILDIRIM H., KOZ M., Plazma Püskürtme Yöntemi ile Kaplanan Alüminyum- Silisyum Poliester Esaslı Plastik Kaplamanın Aşınma Dayanımının İncelenmesi, 7. Denizli Malzeme Sempozyumu, Pamukkale Üniversitesi, Denizli, sf. 346-353, 1997.
- [7] YILMAZ, R., Isıl Püskürtme Yöntemleriyle Kaplanan Malzemelerin Mikroyapı ve Mikrosertlik Karakterizasyonu, 10. Denizli Malzeme Sempozyumu, Pamukkale Üniversitesi, Denizli, sf. 256-263, 2004.
- [8] URTEKİN, L., SALMAN, S., KÖSE, R., Seramik Kaplamaların Otomotiv Sanayinde Aşınmaya Direnç Amaçlı Uygulanabilirliği, Uluslararası Katılımlı 5. Seramik Kongresi Bildiriler Kitabı, Türk Seramik Derneği, İstanbul, sf. 284- 289, 2001.
- [9] BAYRAK, G., Yerli Bazaltlardan Üretilen Cam-Seramik Esaslı Tozların Plazma Sprey Kaplamalarda Kullanılabilirliğinin Araştırılması, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 2009.

- [10] YILMAZ, Ş., BAYRAK, G., ŞEN, Ş., ŞEN, U. , Characterization of Basalt-Based Glass-Ceramic Coatings, *Materials and Design*, 27, 10, pp. 1092-1096, 2006.
- [11] BAYRAK, G., YILMAZ, Ş., Crystallization Kinetics of Plasma Sprayed Basalt Coatings , *Ceramic International*, 32, 4, pp. 441-446, 2006.
- [12] ERCENK, E., ŞEN, U., YILMAZ, S., Structural characterization of plasma sprayed basalt-SiC glass-ceramic coatings, *Ceramics International*, 37-3, pp. 883-889, 2011.
- [13] SIVASUNDARAM, M., Glass Ceramics from pulp and paper waste ash, Department of Mining and Metallurgical Engineering McGill University Montreal, Quebec, March 2000.
- [14] McMILLAN, P. W., *Glass-Ceramics*, Second Edition, Academic Press, London, 1979.
- [15] HEADLEY, T. J., LOEHMAN, R. E., Crystallization of a Glass-Ceramic by Epitaxial Growth, *Journal of the American Ceramic Society*, 67 , pp.620-625, 1984.
- [16] YILMAZ, Ş., Volkanik Bazalt Kayaçlarından Cam-Seramik Malzeme Üretim Koşullarının Araştırılması ve Özelliklerinin İncelenmesi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 1997.
- [17] STANTON, K. T., O'FLYNN, K. P., NAKAHARA, S., VANHUMBEECK, J. F., DELUCCA, J. M., HOOGHAM, B., Study of The Interfacial Reactions Between a Bioactive Apatite-Mullite Glass-Ceramic Coating and Titanium Substrates Using High Angle Annular Dark Field Transmission Electronmicroscopy, *Journal of Material Science (Mater. Med.)* 20, pp.851-857, 2009.
- [18] PARTRIDGE, G., An Overview of Glass-Ceramics. Part 1. Development and Principal Bulk Applications, *Glass Technology*, 35 (3), pp.116-127, 1994.
- [19] EROL, M., Glass, Glass Ceramic and Sintered Materials Produced From Industrial Wastes, Ph.D. Thesis, Istanbul Technical University, Institute of Science and Technology, 2006.
- [20] ZARZYCKI, J., *Glasses and the Vitreous State*, Cambridge Solid State Science Series, Cambridge, 1991.
- [21] DAVID, E.C., BRUCE, K.Z., Noyes Publications, *Corrosion of Glass, Ceramics and Ceramic Superconductors (Principles, Testing, Characterization and Applications)*, New Jersey 1992.

- [22] BENGİSU, M., Seramik Bilimi ve Mühendisliği, Nobel Yayın Dağıtım, Ankara, 2006.
- [23] YILMAZ, Ş., ERCENK, E., Cam mükemmel bir malzeme, TSE dergisi, Sayı 46/546, Ankara, Sf. 36-41, 2007.
- [24] TÜRKİYE ŞİŞE VE CAM FABRİKALARI A.Ş., Cam teknolojisinin temel ilkeleri, Araştırma Müdürlüğü Teknik Yayınları, İstanbul, 1983.
- [25] TOYDEMİR, N., Cam Yapı Malzemeleri, Sakarya Gazetecilik ve Matbaacılık Tic. A. Ş., Eskişehir, 1990.
- [26] KINGERY, W. D., BOWEN, H. K., UHLMANN, D. R., Introduction to Ceramics, John Wiley And Sons, New York, 1976.
- [27] SMITH, F. W., ÇEV. KINIKOĞLU, N. G., Malzeme bilimine giriş, Kipaş Yayıncılık, İstanbul, 2005.
- [28] LEWIS, M. H., Glasses and Glass-Ceramics, Chapman and Hall, London, 1989.
- [29] PAUL, A., Chemistry of Glasses, Second Edition, Chapman and Hall, London, 1990.
- [30] JACKSON, K. A., Kinetic Processes (Crystal Growth, Diffusion and Phase Transitions in Materials), WILEY-VCG Verlag GmbH&Co. KGaA, Weinheim, 2004.
- [31] SCHUBERT, U., HUSING N., Synthesis of Inorganic Materials, Second (Revized and Updated) Edition, WILEY-VCG Verlag GmbH&Co. KGaA, Weinheim, 2005.
- [32] BARSOU, M. W., Fundamentals of Ceramics, Institute of Physics Publishing Ltd, Bristol and Philadelphia, 2003.
- [33] UHLMANN, D. R., KREIDL, N. J., Glass: Science and Technology, Vol.1, Glass-Forming Systems, Academic Press, New York, 1983.
- [34] GANGULI D., KUMAR S., Elements of Ceramic Science, Vol.2, Indian Institute of Ceramics, Calcutta, 1984.
- [35] JONES, G. O., Glass, Pitman Press, London, 1956.
- [36] RAWLINGS, R. D., WU J. P., BOCCACINI, A. R., Glass-ceramics: Their production from wastes-A Review, Journal of Material Science, 41, pp. 733–761, 2006.

- [37] LIU, C.-J., SHI, P.Y, ZHANG, D.Y., JIANG, M. F., Development of Glass Ceramics Made From Ferrous Tailings and Slag in China, *Journal of Iron and Steel Research International*, 14, 2, pp. 73-78, 2007.
- [38] RAWSON, H., *Properties and Application of Glass*, Elsevier, Amsterdam Oxford New York, 1980.
- [39] YILMAZ, Ş., Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Cam ve Cam-seramik Malzemeler ders notları, Sakarya, 2008.
- [40] GROOVER, M. P., *Fundamentals of Modern Manufacturing*, John Wiley, Third Edition, 2007.
- [41] YILMAZ, Ş., GÜNAY, V., Cam-seramik Malzemeler, *Metalurji dergisi*, Cilt:23, Sayı:121.
- [42] SHELBY, J. E., *Introduction to Glass Science and Technology*, Second Edition, The Royal Society and Chemistry, Cambridge, 2005.
- [43] [www.ghi.rwth-aachen.de](http://www.ghi.rwth-aachen.de) (Kasım 2010).
- [44] SCHREYER, W., SCHAIRER, J. F., Compositions and Structural States of Anhydrous Mg-Cordierites: a Reinvestigation of the Central Part of the System MgO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>, *Journal of Petrology*, 2, pp. 324-406, 1961.
- [45] DUAN, R. G., LIANG K. M., Study on the Crystallization of CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> System Glasses, *Journal of Materials Processing Technology*, 75, pp. 235-239, 1998.
- [46] NEUVILLE, D. R., CORMIER, L., FLANK, A. M., BRIOIS, V., MASSIOT D., Al Speciation and Ca Environment in Calcium Aluminosilicate Glasses and Crystals by Al and Ca K-edge X-ray Absorbtion Spectroscopy, *Chemical Geology*, 213, pp. 153-163, 2004.
- [47] NEUVILLE, D. R., CORMIER, L., BOIZOT, B., FLANK, A. M., Structure of H-Irradiated Glasses Studied by X-ray Absorbtion and Raman Spectroscopies, *Journal of the Non-Crystalline Solids*, 323, pp. 207-213, 2003.
- [48] MONTERIO, R. C. C., GLASSER, F. P., LACHOWSKI, E. E., Crystallization of CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> and CaO-MO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> (M-Mg,Zn) Glasses, *Journal of Materials Science*, 24, pp.2839-2844, 1989.
- [49] KINGERY W. D., VANDIVER P. B., HUANG I. W., Liquid-liquid Immiscibility and Phase Separation in the Quaternary Systems K<sub>2</sub>O-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CaO-SiO<sub>2</sub> and Na<sub>2</sub>O-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CaO-SiO<sub>2</sub>, *Journal of the Non-Crystalline Solids*, 54, pp. 163-171, 1983.

- [50] WESEDA, Y., TOGURI, J. M., The Structure and Properties of Oxide Melts: Application of Basic Science to Metallurgical Processing, World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd., Singapore, 1998.
- [51] JUN, X., CHENG, J. S., LONG, X. J., YANG, S. Z., Effect of CaO Content on Residual Stress of CAS Glass-Ceramic, Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 16, pp.101-104, 2006.
- [52] BEALL, G. H., RITTLER, H. L., Basalt Glass-Ceramics, American Ceramic Society Bull., 55, pp.579-582, 1976.
- [53] CIOFFI, R., PERNICE, P., ARONNE, A., CATAURO, M., QUATTRONI G., Glass-Ceramics From Fly Ash with Added MgO and TiO<sub>2</sub>, Journal of the European Ceramic Society, 14, pp.517-521, 1994.
- [54] ERDOĞAN, T. Y., Atık Malzemelerin İnşaat Endüstrisinde Kullanımı: Uçucu Kül ve Yüksek Fırın Curufu, Endüstriyel Atıkların İnşaat Sektöründe Kullanımı Sempozyumu, s.1-8, Ankara, 1993.
- [55] Yüksek Fırın Prosesi, Ereğli Demir ve Çelik Fabrikaları T.A.Ş., Eğitim Müdürlüğü Yayınları, 1991.
- [56] FRANCIS, A. A., Conversion of Blast Furnace Slag into New Glass-Ceramic Material, Journal of the European Ceramic Society, 24, pp.2819-2824, 2004.
- [57] ERÇİN, KAHVECİ, A., Diyarbakır Yöresinde Bazalt Taşının Yapı Malzemesi Olarak Kullanımının İncelenmesi Üzerine Bir Araştırma, Süleyman Demirel Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 2008.
- [58] www.matasmaden.com (Ocak 2011).
- [59] BOURHIS, E. L., Glass (Mechanics and Technology), Wiley-Vcg, Weinheim, 2008.
- [60] AXINTE, E., GLASSES AS ENGINEERING MATERIALS. A review, Materials Desing, 32, pp. 1717-1732, 2011.
- [61] EDITOR DAVIS, J. R , Handbook of Thermal Spray Technology , ASM International, New York, USA, 2004.
- [62] www.sulzernetco.com (Kasım 2010).
- [63] KARAKAŞ, Y., SOYKAN, H. Ş., MAHMUTOĞLU, M. Z., ASLANOĞLU Z., (Editörler), Çelik Yüzeylerin Kaplanması, Erdemir Bilim ve Teknoloji Serisi, Kdz. Ereğli, 2006.

- [64] SARIKAYA, Ö. , Aşınmaya karşı yüzey mühendisliği yöntemleri, ISBN-978-9944-62-417-6, Sakarya, 2007.
- [65] DAS, S., MUKHOPADHYAY, A.K., DATTA, S , DAS, G.C., BASU, D., Hard glass-ceramic coating by microwave processing, Journal of the European Ceramic Society, 28, pp. 729–738, 2007.
- [66] [www.twi.co.uk/content/ksrdh001](http://www.twi.co.uk/content/ksrdh001) (Kasım 2010).
- [67] [www.fst.nl/en/page00042.asp](http://www.fst.nl/en/page00042.asp) (Kasım 2010).
- [68] ERKMEN, Z., E. , KAHRUMAN, C., Patlamalı sprej yöntemiyle kaplanmış HA kristallenme kinetiği, 10. Metalurji ve Malzeme Kongresi Bildiri Kitabı cilt 3, İstanbul, sf. 1561 – 1569 , , 2000.
- [69] [www.gordonengland.co.uk/aws.htm](http://www.gordonengland.co.uk/aws.htm) (Kasım 2010).
- [70] YÜKSEK, E., ALTUNCU, E., ŞEKER, İ. Y., ÜSTEL, F., Plazma Sprej Kaplama Yöntemi ve Teknolojik Uygulamaları, Galvanoteknik Dergisi, 06, 2006.
- [71] HEIMANN, R. B., Plasma-Spray Coating, VCH Verlagsgesellschaft, 1996.
- [72] SALMAN, S., KÖSE, R., URTEKİN, L., FINDIK, F., An investigation of different ceramic coating thermal properties, Materials and Design, 27, pp. 585–590, 2006.
- [73] [www.ourpromise.com/Service.aspx](http://www.ourpromise.com/Service.aspx) (Kasım 2010).
- [74] DEMİRKIRAN, A. Ş., MgZrO<sub>3</sub> Esaslı Fonksiyonel Değişken Kaplamaların İncelenmesi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya, 1997.
- [75] KULKARNI, A. , VAIDYA, A., GOLAND, A., SAMPATH, S., HERMAN, H. , Processing effects on porosity-property correlations in plasma sprayed yttria-stabilized zirconia coatings, Materials and Engineering, A359, pp. 100-111, 2003.
- [76] [www.engineering.purdue.edu/~kokini/HTMLIndex.html](http://www.engineering.purdue.edu/~kokini/HTMLIndex.html) (Kasım 2010).
- [77] SOYKAN, Ş., Seramik Kaplanmış Malzemelerin Aşınma Özelliklerinin İncelenmesi, Araştırma Notları, Sakarya Üniversitesi, 1994.
- [78] STACHOWIAK, G. W., BATCHELOR, A. W., Engineering Tribology, Butterworth Heinemann, Avustralya.



- [79] ÖZDİN, K., Alüminyum Esaslı SiC Takviyeli Kompozitlerin Üretimi ve Aşınma Özelliklerinin Araştırılması, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Ankara, 2006.
- [80] PARK, J., PEKKAN, G., ÖZTÜRK, A., Wear of MgO-CaO-SiO<sub>2</sub>-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-F based glass ceramic compared to selected dental ceramic, Research Letters in Materials Science, 2007.
- [81] Friction and wear mechanisms of K<sub>2</sub>O-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub>-MgO-F glass-ceramics, Journal of the European Ceramic Society, 29, pp. 2481-2489, 2009.
- [82] CHUNFU, G., WUEGING, B., SHIJU, E., Wear Experiments of Glass Ceramics and Bearing Steel, Journal of Rare Earths, 25, pp.327, 2007.
- [83] UZ, B., Petrografi Ders Notları, İ.T.Ü. Matbaası, İstanbul, 1991.
- [84] ŞAHİN, A., Uçucu Kül Esaslı Camsı Köpük Malzemelerin Üretim İmkanlarının Araştırılması, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, 2010.
- [85] ZNIDARSIC, V., KOLAR, D., The Crystalization of Diabase Glass, Journal of Materials Science, 26, pp. 2490-2494, 1991.
- [86] DAVIES, M. W., KERRISON, B., GROSS W. E., ROBSON M. J., WITCHALL D. F., Slag Ceramics: A Glass-Ceramic from Blast Furnace Slag, Journal of the Iron and Steel Institute, 208, pp.348-370, 1973.
- [87] [www.ekoloji.biz/kayaclar](http://www.ekoloji.biz/kayaclar) (Kasım 2010).
- [88] SMITH, W. F., Malzeme bilimi ve Mühendisliği, İstanbul, Çeviren N.G.Kınikoğlu. pp.579-580, 2001.
- [89] ŞAHİN A., ERCENK E., YILMAZ Ş., GÜNAY V., Perlit Tozlarının Sinterlenme Davranışları, 15. Uluslar arası Metalurji ve Malzeme Kongresi, 11-13 Kasım 2010.
- [90] SKOOG, D. A., HOLLER, F. J., NIEMAN T. A., Principles of Instrumental Analysis, Bilim Yayıncılık, Ankara.
- [91] [www.maluyam.pau.edu.tr/?sayfa\\_no=65](http://www.maluyam.pau.edu.tr/?sayfa_no=65) (Aralık 2010).
- [92] NUNES, C., MAHENDRASİNGAM, A., SURYANARAYANAN, R., Quantification of crystallinity in substantially amorphous materials by synchrotron X-ray powder diffractometry, Pharmaceutical Research, 22, 11, pp. 1942-1953, 2005.

- [93] ABDEL-HAMEED, S.A.M., EL-KHESHEN, A.A. , Thermal and chemical properties of diopside-wollastonite glassceramics in the  $\text{SiO}_2$ – $\text{CaO}$ – $\text{MgO}$  system from raw materials , *Ceramics International*, 29, pp. 265–269, 2003.
- [94] ARORA, A., GOEL, A., SHAABAN, E.R., SINGH, K., PANDEY, O.P., FERREIRA, J.M.F , Crystallization kinetics of  $\text{BaO}$ – $\text{ZnO}$ – $\text{Al}_2\text{O}_3$ – $\text{B}_2\text{O}_3$ – $\text{SiO}_2$  glass, *Physica B*, 403, pp, 1738–1746, 2007.
- [95] ÖZER, H., ÖVEÇOĞLU, M. L., KUBAN, B., Diopsit Esaslı Cam-seramiklerin Mikroyapısal ve Kimyasal Özellikleri, II. Uluslar arası Seramik kongresi Bildiriler Kitabı, pp. 414-427, 1994.
- [96] FRANCIS, A. A., Crystallization Kinetics of Mafnetic Glass-Ceramics Prepared by Processing of Waste Materials, *Materials Research Bulletin*, 41, pp. 1146-1154, 2006.
- [97] RAY, C. S., HUANG, W., DAY, D. E., Crystallization Kinetics of a Lithia-Silica Glass: Effect of Sample Characteristic and Thermal Analysis Measurement Techniques, *Journal of the American Ceramic Society*, 74-1, pp.60-66, 1991.
- [98] ARORA, A., SHAABAN, E. R., SINGH, K., PANDEY, O. P., Non-isothermal Crystallization Kinetics of  $\text{ZnO}$ – $\text{BaO}$ – $\text{B}_2\text{O}_3$ – $\text{SiO}_2$  Glass, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 354, pp. 3944–3951, 2008.
- [99] YILMAZ, Ş., GÜNAY, V., Crystallization Kinetics of the  $\text{SiO}_2$ – $\text{MgO}$ – $3\text{CaO}$ – $\text{P}_2\text{O}_5$ – $\text{Al}_2\text{O}_3$ – $\text{ZrO}_2$  Glass”, *Journal of Materials Science (Poland)*, 25 (3), 609-617, 2007.
- [100] CLUPPER, D. C., HENCH, L. L., Cryszation Kinetics of Tape Cast Bioactive Glass 45S5, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 318, pp. 43-48, 2003.
- [101] KARAMANOV, A., PELINO, M., Crystallization Phenomena in Iron-RichGlass, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 281, pp.139–151, 2001.
- [102] YILMAZ, Ş., İPEK M, CELEBİ, G. F., BİNDAL, C., The effect of bond coat on mechanical properties of plasma-sprayed  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and  $\text{Al}_2\text{O}_3$ –13wt%  $\text{TiO}_2$  coatings on AISI 316L stainless steel, *Vacuum*, 77, pp. 315–321, 2005.
- [103] KAYALI, E. S., ENSARİ, C., DİKEÇ, F., Metalik Malzemelerin Mekanik Deneyleri, İ.T.Ü. Kimya-Metalurji Ofset Atölyesi, İstanbul, 1996.
- [104] [http://www.calce.umd.edu/TSFA/Hardness\\_ad\\_.htm](http://www.calce.umd.edu/TSFA/Hardness_ad_.htm) Kasım 2010.

- [105] KAYALI, E. S., Seramik malzemelerin mekanik davranışları, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek lisans Ders Notları, İstanbul, 1994.
- [106] GÜNAY, V, HAMPSHIRE, S., Processing and Properties of Pressureless-sintered  $\text{Si}_3\text{N}_4$  –  $\text{SiC}$  Composites, Journal of Material Processing Technology, pp. 348-354,1995.
- [107] AKKURT, M., Makina Elemanları, Birsen Yayınevi, İstanbul, 1990.
- [108] ÖVEÇOĞLU, M. L., Preliminary Tribological Investigations of Glass Ceramics and Alumina Based Ceramics at Marmara Research Center, Tübitak-MAM, Malzeme Bölümü, 1991-1992 Seminerler Dizisi Bilgileri, Gebze, 1992.
- [109] TOPARLI, M., ŞEN S., Karbonlu Çeliklerde Aşınma, 5. Malzeme Sempozyumu Bildiriler Kitabı, Denizli, 1993.
- [110] YIN, Z., TAO, S., ZHOUA, X., DING C., Particle in-flight behavior and its influence on the microstructure and mechanical properties of plasma-sprayed  $\text{Al}_2\text{O}_3$  coatings, Journal of the European Ceramic Society, 28, pp. 1143–1148, 2008.
- [111] JAFARZADEH, K., ZALEFI, Z., GHAVIDEL, B., The effect of plasma spray parameters on the cavitation erosion of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ – $\text{TiO}_2$  coatings, Surface & Coatings Technology, 205, pp. 1850–1855, 2010.
- [112] BROSSARD, S., MUNROE, P. R., TRAN, A. T. T., HYLAND, M. M., Study of the splat formation for plasma sprayed NiCr on aluminum substrate as a function of substrate condition, Surface & Coatings Technology, 204, pp. 2647–2656, 2010.
- [113] LIU, X., DING, C., Plasma-sprayed wollastonite  $2\text{MgZrO}_2$  composite coating, Surface and Coatings Technology, 172, pp. 270–278, 2003.
- [114] GOEL, A., TULYAGANOV, D. U., PASCUAL, M. J., SHAABAN, E. R., LÜ, F. Z., FERREIRA, J. M. F., Development and performance of diopside based glass-ceramic sealants for solid oxide fuel cells, Journal of Non-Crystalline Solids, 356, pp. 1070–1080, 2010.
- [115] VASILOPOULOS, K. C., TULYAGANOV, D. U., AGATHOPOULOS, S., KARAKASSIDES, M. A., FERREIRA, J. M. F., TSIPAS, D., Bulk nucleated fine grained mono-mineral glass-ceramics from low-silica fly ash, Ceramics International, 35, pp. 555–558, 2009.
- [116] HU, A., MING, L., MAO, D., Controlled crystallization of glass-ceramics with two nucleating agents, Materials Characterization, 60, pp. 1529 – 1533, 2009.

- [117] AL-HARBI, O. A., Effect of different nucleation catalysts on the crystallization of  $\text{Li}_2\text{O-ZnO-MgO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  glasses, *Ceramics International*, 35, pp. 1121–1128, 2009.
- [118] UHLMANN, E. V., WEINBERG, M. C., KREIDL, N. J., GÖKTAŞ, A. A., Glass Forming Ability In Calcium Aluminate Based Systems, *Journal of the American Ceramic Society*, 76 (2), pp.449-455, 1993.
- [119] SHELESTAK, L. J., CHAVEZ, R. A., MACKENZIE, J. D., DUNN B., Glasses and Glass-Ceramics from Naturally Occurring  $\text{CaO-MgO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  Materials (II) Crystallization Behaviour, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 27, pp. 83-97, 1978.
- [120] KARAMANOV, A., PISCIELLA, P., PELINO, M., The Effect of  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  as a Nucleating Agent in Iron-rich Glass-ceramics, *Journal of the European Ceramic Society*, 19, pp. 2641-2645, 1999.
- [121] SEVOSYANOV, V.G., SIMONENKO, E.P., KUZNETSOV, N.T., EZHOV, Y.S., Thermodynamic Analysis of the Production of SiC Ceramic Via Silicon Dioxide and Carbon, *The Amer. Ceram. Soc. Proceedings of the 5th International Conference on High Temperature Ceramic Matrix Composites*, pp.75-80, 2002.
- [122] WEAVER, D.T., AKEN, D.C., SMITH, J.D., The role of bulk nucleation in the formation of crystalline cordierite coatings produced by air plasma spraying. *Mater. Sci. Eng. A.*, 102, pp. 339-96, 2003.
- [123] SABIRUDDIN, K., BANDYOPADYAY, P. P., BOLELLI, G., LUSVARGHI L., Variation of splat shape with processing conditions in plasma sprayed alumina coatings, *Journal of Materials Processing Technology*, 211, pp. 450–462, 2011.
- [124] MAUER, G., VABEN, R., STÖVER, D., Atmospheric plasma spraying of yttria-stabilized zirconia coatings with specific porosity, *Surface & Coatings Technology*, 204, pp. 172–179, 2009.
- [125] BARTULI, C., VALENTE, T., TULUI, M., Plasma spray deposition and high temperature characterization of  $\text{ZrB}_2\text{-SiC}$  protective coatings, *Surface & Coatings Technology*, 155, pp. 260-273, 2002.
- [126] YANG, Y. C., CHOU, B. Y., Bonding strength investigation of plasma-sprayed HA coatings on alumina substrate with porcelain intermediate layer, *Materials Chemistry and Physics*, 104, pp. 312–319, 2007.
- [127] ZHENG, X., HUANG, M., DING, C., Bond strength of plasma-sprayed hydroxyapatite/Ti composite coatings, *Biomaterials*, 21, pp. 841-849, 2000.

- [128] LIU, X., DING, C., Plasma sprayed wollastonite/TiO<sub>2</sub> composite coatings on titanium alloys, *Biomaterials*, 23, pp. 4065–4077, 2002.
- [129] BARTULI, C. , LUSVARGHI, L., MANFREDINI, T., VALENTE, T., Thermal spraying to coat traditional ceramic substrates: Case studies, *Journal of the European Ceramic Society*, 27, pp. 1615–1622, 2007.
- [130] KHATER, G. A., Glass-ceramics in the CaO–MgO–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–SiO<sub>2</sub> system based on industrial waste materials, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 356, pp. 3066–3070, 2010.
- [131] ÖVEÇOĞLU, M. L., Karabük Yüksek Fırın Curuflarında Geliştirilen Cam-Seramiklerin Fiziksel Özellikleri, II. Uluslar arası Seramik Kongresi Bildiriler Kitabı, Cilt 1, pp. 393-404, 1994.
- [132] EROL, M., GENÇ, A., M. L., YÜCELEN, E., KÜÇÜKBAYRAK, S., TAPTIK, Y., Characterization of a glass-ceramic produced from thermal power plant fly ashes, *Journal of the European Ceramic Society*, 20, pp. 2209-2214, 2000.
- [133] BOLELLI, G., LUSVARGHI, L., MANFREDINI, T., PARSINI, E., SILIGARDI C., BAS, CMAS and CZAS glass coatings deposited by plasma spraying, *Journal of the European Ceramic Society*, 27, pp. 4575–4588, 2007.
- [134] EROL, M., , KÜÇÜKBAYRAK, S., ERSOY-MERİÇBOYU, A., Production of glass-ceramics obtained from industrial wastes by means of controlled nucleation and crystallization, *Chemical Engineering Journal*, 132, pp. 335–343, 2007.
- [135] İPEK, M., İki Farklı Yolla Üretilmiş Alumina-Zirkonya Kompozitlerin Sinterlenme ve Kırılma Davranışlarının İncelenmesi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 2005.
- [136] BOLELLI, G., CANNILLO, V., LUSVARGHI, L., MANFREDINI, T., SILIGARDI, C., BARTULI, C., LORETO, A., VALENTE, T., Plasma-sprayed glass-ceramic coatings on ceramic tiles: microstructure, chemical resistance and mechanical properties, *Journal of the European Ceramic Society*, 25, pp. 1835–1853, 2005.
- [137] BOLELLI, G., CANNILLO, V., LUSVARGHI, L., MANFREDINI, T., Glass-alumina composite coatings by plasma spraying. Part I: Microstructural and mechanical characterization, *Surface & Coatings Technology*, 201, pp. 458–473, 2006.
- [138] ROUXEL, T., LAVELLE, C., GARNIER, C., VERDIER, P., LAURENT, Y., Mechanical Evolution of SiC Particle Reinforced Oxynitride Glass and Glass-Ceramic Composites, *Scripta Metallurgica Materialia*, 31, No. 1, pp. 15-20, 1994.

- [139] BARON, B., CHARTIER, T., ROUXEL, T., VERDIER, P., LAURENT, Y., SiC Particle Reinforced Oxynitride Glass: Processing and Mechanical Properties, *Journal of the European Ceramic Society*, 17, pp. 773-780, 1997.
- [140] RAWLINGS, R. D., *Glass Ceramics Matrix Composites*, Composites, 25-5, 1994.
- [141] TORRES, B., GARRIDO, M. A., RICO, A., RODRIGO, P., CAMPO, M., RAMS, J., Wear behaviour of thermal spray Al/SiCp coatings, *Wear*, 268, pp. 828–836, 2010.
- [142] MOLLA, A. R., KUMAR, B. V. M., BASU, B., Friction and wear mechanisms of  $K_2O-B_2O_3-Al_2O_3-SiO_2-MgO-F$  glass-ceramics, *Journal of the European Ceramic Society*, 29, pp.2481–2489, 2009.
- [143] BOLELLI, G., CANNILLO, V., LUSVARGHI, L., MANFREDINI, T., Wear behaviour of thermally sprayed ceramic oxide coatings, *Wear*, 261, pp. 1298–1315, 2006.
- [144] WANG, D. F., SHE, J. H., MA, Z. Y., Effect of Microstructure on Erosive Wear Behaviour Of SiC Ceramics, *Wear*, 180, pp. 35-41, 1995.
- [145] HEJWOWSKI, T., Erosive and abrasive wear resistance of overlay coatings, *Vacuum*, pp. 1–5, 2008.

## ÖZGEÇMİŞ

Ediz ERCENK, 23.06.1979'da Sakarya'da doğdu. İlk ve orta öğrenimini Gölcük/Kocaeli'nde tamamladıktan sonra Gölcük Barbaros Hayrettin lisesinden mezun oldu. 1998 yılında Sakarya Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümünü kazandı. 2002 yılında bu bölümde lisans eğitimini tamamladı. Aynı yıl Sakarya üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Anabilim dalında yüksek lisans eğitimine başladı. 2003 yılında Sakarya Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümüne araştırma görevlisi olarak atandı. 2005 yılında yüksek lisans eğitimini tamamladı. Aynı yıl aynı bilim dalında doktora eğitimine başladı. Halen araştırma görevlisi olarak görevine devam etmektedir.