

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

**SIAlON KESİCİ TAKIM ÜRETİMİ VE
KESME PERFORMANSININ İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Serkan KILIÇ

Enstitü Anabilim Dalı : METAL EĞİTİMİ

Tez Danışmanı : Doç. Dr. Zafer TATLI

Aralık 2013

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**SiAION KESİCİ TAKIM ÜRETİMİ VE
KESME PERFORMANSININ İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Serkan KILIÇ

Enstitü Anabilim Dalı : METAL EĞİTİMİ

Bu tez / / tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Oybirliği ile kabul edilmiştir.

**Doç. Dr.
Zafer TATLI**

Jüri Başkanı

**Doç. Dr.
Ahmet ATASOY**

Üye

**Doç. Dr.
Sakıp KÖKSAL**

Üye

TEŐEKKÖR

Tez konusu seçiminde ve tez çalışmalarım süresince değerli katkılarıyla beni yönlendiren danışman hocam Doç. Dr. Zafer TATLI'ya teşekkür ederim. Kesici uç performansı deneylerinde teorik olarak verdiği bilgilerden ve sağladığı atölye imkanlarından dolayı Doç. Dr. Sakıp KÖKSAL'a teşekkür ederim. Deneysel çalışmalarım sırasında bana teorik olarak her konuda yardım eden Yrd. Doç. Dr. Fatih ÇALIŐKAN'a teşekkür ederim. SEM çalışmalarındaki katkılarından dolayı Arş. Gör. Murat ÇOLAK'a teşekkür ederim. Yüksek lisans eğitimimde maddi ve manevi desteğini hiçbir zaman esirgemeyen aileme teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR.....	ii
İÇİNDEKİLER	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ.....	vi
ŞEKİLLER LİSTESİ	vii
TABLolar LİSTESİ	xii
ÖZET	xv
SUMMARY	xvi
1.GİRİŞ	1
2. SİLİSYUM NİTRÜR SERAMİKLERİ (Si ₃ N ₄).....	2
2.1. Silisyum Nitrür'ün Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri.....	2
2.2. Silisyum Nitrürün Yapısı.....	3
2.2.1. α-Si ₃ N ₄ Seramikleri.....	6
2.2.2. β-Si ₃ N ₄ Seramikleri.....	7
2.2.3. α → β Silisyum nitrür faz dönüşümü.....	9
2.3. Silisyum Nitrür Seramiklerin Sinterlenmesi	9
2.4. Sıvı Faz Sinterlemesi	9
2.5. Silisyum Nitrür Sinterleme Metotları	12
2.5.1. Basıncsız sinterleme (PS).....	13
2.5.2. Gaz basıçlı sinterleme (GPS)	14
2.5.3. Reaksiyon bağlamalı silisyum nitrür(RBNS)	14
2.5.4. Sıcak presleme (HPNS)	15
2.5.5. Sıcak izostatik presleme (HIPSN).....	15
2.5.6. Spark plazma sinterleme (SPS).....	16
3. SiAlON SERAMİKLERİ.....	17
3.1. SiAlON Seramiklerinin Özellikleri.....	18
3.2. SiAlON Yapıları	19

3.2.1. α -SiAlON seramikler	20
3.2.2. β - SiAlON Seramikler.....	22
3.2.3. α / β – SiAlON seramikleri	23
3.3. SiAlON Malzemelerin Mekanik Özellikleri	24
3.3.1. Sertlik	24
3.3.2. Kırılma tokluğu	25
3.3.3. Sürünme direnci	26
3.3.4. Oksidasyon.....	26
3.4. Silisyum Nitrür Esaslı (SiAlON, Si ₃ N ₄) Seramiklerinin Kullanım Alanları	27
4. SiALON SERAMİKLERİNİN SİNERLENMESİNDE KATKI MADDELERİNİN ROLÜ	29
4.1. Silisyum Nitrürün ve SiAlON'un Yoğunlaştırılmasında Sinterlemeye Yardımcı Katkılarının Rolü.....	29
4.1.1. MgO etkisi.....	29
4.1.2. Y ₂ O ₃ etkisi.....	30
4.2. Metal Oksit Katkılı SiAlON Sistemleri	31
4.2.1. Mg-Si-Al-O-N sistemi	32
4.2.2. Y-Si-Al-O-N sistemi	33
5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	35
5.1. Toz Kompozisyonlarının Hesaplanması ve Belirlenmesi	35
5.1.1. β -SiAlON (z=1) Seramiği üretimi	38
5.1.2. MgO-SiO ₂ sistemiyle yoğunlaştırma çalışmaları.....	39
5.1.3. Y ₂ O ₃ -MgO-SiO ₂ sistemiyle yoğunlaştırma çalışmaları.....	41
5.2. Toz Hazırlama İşlem Basamakları	42
5.3. Hazırlanan Tozların Şekillendirilmesi İçin Kalıp Dizaynlarının Yapılması	45
5.3.1. Presleme Aşaması (Kuru presleme ve soğuk izostatik presleme (CIP))	45
5.4. Basıncsız Sinterleme Prosesi	50
5.5. Sinterlenmiş Malzemelerin Karakterizasyonu	51
5.5.1. Yoğunluk ölçümü	51
5.5.2. X-Işınları difraktometresiyle faz analizi	52

5.5.3. Taramalı elektron mikroskopuyla mikroyapı analizi (SEM)	54
5.6. Mekanik Özelliklerinin Ölçülmesi	55
5.6.1. Mikro sertlik deneyi	55
5.6.2. Kırılma tokluğu ölçümü (indentasyon tekniği).....	57
5.7. Kesici Uç Formunda Üretilen β -SiAlON Seramiklerinin Performans Testleri.....	58
5.8. SiAlON Kesici Takımın Yüzeylerinin Taşlanarak İşlemeye Hazır Hale Getirilmesi.....	60
6. DENEYSEL SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRİLMESİ	62
6.1. Yoğunluk Karakterizasyonu	62
6.2. Mikro Yapısal Karakterizasyon.....	74
6.3. XRD Analizleri	80
6.4. Mikro Vickers Sertlik Deneyi	87
6.5. Farklı Katkı Oranlarının Sertlik ve Kırılma Tokluğu Üzerine Etkisi...	90
6.6. β -SiAlON Seramiğinin Sertleştirilmiş AISI4140 Çeliğini İşleme Performansı Deneyleri	91
6.6.1. AISI 4140 Islah Çeliğini Sertleştirme İşlemi.....	92
6.6.2. β -SiAlON Takımlarının Sertleştirilmiş AISI4140 Çeliğini İşleme Sırasında Oluşan Aşınma Sonuçları	93
6.7. İşlenen Malzeme Pürüzlülüğü Bakımından β -SiAlON Kesici Takımlarının WC Kesici Takımlarıyla Karşılaştırılması.....	99
7. DENEYSEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	102
7.1. Sonuçlar	102
7.2. Öneriler	103
KAYNAKLAR.....	104
ÖZGEÇMİŞ	109

SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

α -Si ₃ N ₄	: Alfa Silisyum Nitrür
β -Si ₃ N ₄	: Beta Silisyum Nitrür
MgO	: Magnezyum Oksit
Y ₂ O ₃	: Yitriyum Oksit
AlN	: Alüminyum Oksit
CIP	: Soğuk İzostatik Pres
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
MPA	: Megapascal
μ m	: Mikrometre
XRD	: X-Işınları Difraksiyonu
Hv	: Vickers Sertlik
K _{1c}	: Kırılma Tokluğu
BN	: Bor Nitrür

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1. Silisyum nitrürün kristal yapısı	4
Şekil 2.2. Si-N tabakalarının ideal dizilimleri (a) α - Si_3N_4 , (b) β - Si_3N_4	5
Şekil 2.3. Si_3N_4 'deki tabakalı kristal yapılar α - Si_3N_4 (ABCD) β - Si_3N_4 (ABAB)	6
Şekil 2.4. Birbirlerine kenarlardan bağlı Si_3N_4 tetrahedralardan oluşan β - Si_3N_4 yapısı 7	
Şekil 2.5. Si_3N_4 'ün polimorflarının serbest enerji durumu	7
Şekil 2.6. Kingery Modelinin gösterimi.....	10
Şekil 2.7. Kingrey Modelinin şematik gösterimi	12
Şekil 3.1. Si-Al-O-N sisteminin tetrahedral gösterimi	18
Şekil 3.2. 1700-1730°C deki Si-Al-O-N faz diyagramı.....	19
Şekil 3.3. Me-Si-Al-O-N sistemini gösteren Janecke prizması	21
Şekil 4.1. Y_2O_3 ile sinterlenmiş sialon seramiklerinde tane sınırı fazları	31
Şekil 4.2. 1800 C Mg-Si-Al-O-N sisteminin $\text{MgO-Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ görüntüsü.....	32
Şekil 4.3 Silisyum nitrür bazlı seramiklerde kullanılabilir katkı maddeleri	33
Şekil 5.1. $\text{SiO}_2\text{-MgO-Al}_2\text{O}_3$ üçlü faz diyagramı	36
Şekil 5.2. MgO-SiO_2 ikili sisteminin diyagramı	40
Şekil 5.3. Toz hazırlama işlem basamakları diyagramı.....	42
Şekil 5.4. Kamara tipi ısıtma işlem fırını	43
Şekil 5.5. Etüv fırını	43
Şekil 5.6. Toz hazırlamada kullanılan bilyalı değirmen cihazı	44
Şekil 5.7. Rotary evaporatör.....	45
Şekil 5.8. CIP işlemi için havası vakumlanarak hazırlanmış numuneler	46
Şekil 5.9. Manuel hidrolik pres	47
Şekil 5.10. Dairesel kesitli kalıp şekli	47
Şekil 5.11. Dairesel kesitli kalıp.....	48
Şekil 5.12. Eş eksenli kesici uç standartlarında tasarlanan kalıp çizimi	48
Şekil 5.13. Eş eksenli kesici uç standartlarında kalıp	49

Şekil 5.14. Hazırlanan tozların (a) sıkıştırılmadan önce (b) eş eksenli kalıpla sıkıştırıldıktan sonraki hali (c) dairesel kalıpla sıkıştırıldıktan sonraki hali	49
Şekil 5.15. Seramik peletlerin yoğunluklarının artırılmasında kullanılan soğuk izostatik pres.....	50
Şekil 5.16. Yüksek sıcaklık grafit fırını	51
Şekil 5.17. 1/1000 gr hassasiyetli hassas terazi.....	52
Şekil 5.18. XRD cihazının görünümü	54
Şekil 5.19. SEM cihazının genel görünümü	55
Şekil 5.20. Vickers mikro sertlik testinin şematik görüntüsü a) kesit b) üstten görüntüsü.....	56
Şekil 5.21. Sertlik ölçme cihazı.....	57
Şekil 5.22. İndentasyon testi ile oluşturulan çatlaklar a) Palmqvist b) Radyal ve yanal çatlaklar	58
Şekil 5.23. Kesme performansı testleri için ürettiğimiz eş eksenli seramik kesici takımlar	59
Şekil 5.24. Negatif açılı dış tornalama kateri	60
Şekil 5.25. a) Seramik kesici takım bağlama aparatı b) Yüzey taşlama için kullanılan torna tezgâhı	61
Şekil 5.26. Seramik kesici takım taşlamak için kullanılan elmas taşlama diski	61
Şekil 6.1. 1550°C' de basınçsız sinterlenen %5 MgO (MS) ve %3 MgO (S3) katkılı SiAlON toz kompozisyonlarının zamana bağlı yoğunluk grafiği.....	63
Şekil 6.2. 1600°C' de basınçsız sinterlenen %5 MgO (MS) ve %3 MgO (S3) katkılı SiAlON toz kompozisyonlarının zamana bağlı yoğunluk grafiği.....	64
Şekil 6.3. 1650°C' de basınçsız sinterlenen %5 MgO (MS) ve %3 MgO (S3) katkılı SiAlON toz kompozisyonlarının zamana bağlı yoğunluk grafiği.....	64
Şekil 6.4. M1, M3 kompozisyonlarının 1450°C'de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları	67
Şekil 6.5. M1, M3 kompozisyonlarının 1500°C'de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları	68
Şekil 6.6. M1, M3 kompozisyonlarının 1550°C'de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları	69
Şekil 6.7. M1, M3 kompozisyonlarının 1600°C'de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları	70

Şekil 6.8. M1, M3 kompozisyonlarının 1650°C’de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları.....	71
Şekil 6.9 M1, M3 kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları.....	72
Şekil 6.10. M1, M3 kompozisyonlarının 1750°C’de farklı sürelerde (0-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları.....	73
Şekil 6.11. 1450°C’de M1 kodlu [% 91,5 SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y ₂ O ₃ + %1,5MgO] kompozisyonunun 60 dakika süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü.....	74
Şekil 6.12. 1450°C’de M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7 Y ₂ O ₃ + %3MgO] kompozisyonunun 60 dakika süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü.....	75
Şekil 6.13. 1500°C’de M1 kodlu [% 91,5SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y ₂ O ₃ + %1,5MgO] kompozisyonunun 60 dakika süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü.....	75
Şekil 6.14. 1500°C’de M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7 Y ₂ O ₃ + %3MgO] kompozisyonunun 60 dakika süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü.....	76
Şekil 6.15. 1550°C’de M1 kodlu [% 91,5SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y ₂ O ₃ + %1,5MgO] kompozisyonunun 60 dakika süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü.....	76
Şekil 6.16. 1550°C’de M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7 Y ₂ O ₃ + %3MgO] kompozisyonunun 60 dakika süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü.....	77
Şekil 6.17. 1600°C’de M1 kodlu [% 91,5SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y ₂ O ₃ + %1,5MgO] kompozisyonunun 60 dakika süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü.....	77
Şekil 6.18. 1600°C’de M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y ₂ O ₃ + %3MgO] kompozisyonunun 60 dakika süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü.....	78
Şekil 6.19. 1650°C’de M1 kodlu [% 91,5SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y ₂ O ₃ + %1,5MgO] kompozisyonunun 60 dakika süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü.....	78

Şekil 6.20. 1650°C’de M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y ₂ O ₃ + %3MgO] kompozisyonunun 60 dakika süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü.....	79
Şekil 6.21. 1700°C’de M1 kodlu [% 91,5SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y ₂ O ₃ + %1,5MgO] kompozisyonunun 60 dakika süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü.....	79
Şekil 6.22. 1700°C’de M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y ₂ O ₃ + %3MgO] kompozisyonunun 60 dakika süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü.....	80
Şekil 6.23. 1650 °C de değişik sürelerde sinterlenen M1 ve M3 kompozisyonlarının % β dönüşüm grafiği	84
Şekil 6.24. 1700 °C de değişik sürelerde sinterlenen M1 ve M3 kompozisyonlarının % β dönüşüm grafiği	85
Şekil 6.25. 1750 °C de değişik sürelerde sinterlenen M1 ve M3 kompozisyonlarının % β dönüşüm grafiği	86
Şekil 6.26. Farklı sıcaklıklarda M1 ve M3 kompozisyonlarının 60dk sinterlemesi sonucu gerçekleşen β dönüşüm oranları	86
Şekil 6.27. Farklı sıcaklıklarda M1 ve M3 kompozisyonlarının 120dk sinterlemesi sonucu gerçekleşen β dönüşüm oranları	87
Şekil 6.28. M1 ve M3 kompozisyonlarının farklı sıcaklıklarda 90dk süreyle basınçsız sinterlenmesi sonucu elde edilen sertlik değerlerinin grafiksel gösterimi	89
Şekil 6.29. M1 ve M3 kompozisyonlarının farklı sıcaklıklarda 90dk süreyle basınçsız sinterlenmesi sonucu elde edilen kırılma tokluğu değerlerinin grafiksel gösterimi ..	89
Şekil 6.30. Farklı oksit katkı oranlarına sahip M1 ve M3 numunelerinin 90dk süreyle sinterleme sonucu sıcaklığın fonksiyonu olarak sertlik değerlerinin değişimi	90
Şekil 6.31. Farklı oksit katkı oranlarına sahip M1 ve M3 numunelerinin 90dk süreyle sinterleme sonucu sıcaklığın fonksiyonu olarak kırılma tokluğu değerlerinin değişimi	91
Şekil 6.32. AISI 4140 çeliğini değişik kesme ve ilerleme hızı ile 1 mm talaş derinliği verilerek işleyen MgO katkılı SiAlON kesici takımının talaş yüzeyinde meydana gelen krater aşınmaların görüntüsü (50X büyütmede).....	94

Şekil 6.33. AISI 4140 çeliğini değişik kesme ve ilerleme hızı ile 1 mm talaş derinliği verilerek işleyen MgO katkılı SiAlON kesici takımlarının serbest yüzeylerinde meydana gelen yanak aşınmaların görüntüsü (50X büyütmede)	95
Şekil 6.34. MgO+Y ₂ O ₃ katkılı β-SiAlON kesici uçlarının sertleştirilmiş 4140 çeliğini 0,11 mm ilerleme hızında ve değişik kesme hızlarında işleme sonucu yüzeylerinde meydana gelen ortalama aşınma miktarlarının grafiksel gösterimi	96
Şekil 6.35. MgO+Y ₂ O ₃ Katkılı β-SiAlON kesici uçlarının sertleştirilmiş 4140 çeliğini 0,16 mm ilerleme hızında ve değişik kesme hızlarında işleme sonucu yüzeylerinde meydana gelen ortalama aşınma miktarlarının grafiksel gösterimi.....	97
Şekil 6.36. MgO+Y ₂ O ₃ katkılı β-SiAlON kesici uçlarının sertleştirilmiş 4140 çeliğini 0,18mm ilerleme hızında ve değişik kesme hızlarında işleme sonucu yüzeylerinde meydana gelen ortalama aşınma miktarlarının grafiksel gösterimi	98
Şekil 6.37. Tizit Marka WC kesici takımları.....	99
Şekil 6.38. WC kesici takımlarıyla sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğinin işlenmesi sonucu elde edilen yüzey pürüzlülüğü	100
Şekil 6.39. β-SiAlON kesici takımlarıyla sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğinin işlenmesi sonucu elde edilen yüzey	101

TABLolar LİSTESİ

Tablo 2.1. α ve β - Si_3N_4 'ün birim hücre boyutları ve yoğunluk değerleri	2
Tablo 2.2. α ve β - Si_3N_4 yapılarının kristalografik özellikleri.....	6
Tablo 2.3. Silisyum nitrürün kristalinin tipik özellikleri	8
Tablo 2.4. Si_3N_4 seramiklerinin sinterleme yöntemleri ile karşılaştırılması	12
Tablo 2.4. Si_3N_4 seramiklerinin sinterleme yöntemleri ile karşılaştırılması (devam)	13
Tablo 3.1. α ve β -SiAlON seramiklerinin genel karşılaştırılması	18
Tablo 3.2. β -SiAlON' un özellikleri	22
Tablo 3.3. Silisyum nitrür bazlı (SiAlON, Si_3N_4) seramiklerinin uygulama alanları	28
Tablo 4.1. %5 metal oksit ilavesiyle yoğunlaştırılmış silisyum nitrürler için sıvı faz oluşum sıcaklıkları	34
Tablo 5.1. Deneysel çalışmalarda kullanılan malzemeler ve özellikleri	35
Tablo 5.1. Deneysel çalışmalarda kullanılan malzemeler ve özellikleri (devam).....	36
Tablo 5.2. Y_2O_3 -MgO-SiO ₂ sistemi ile hazırlanan farklı katkı oranına sahip toz kompozisyonları (% Ağ.)	37
Tablo 5.3. MgO-SiO ₂ sistemi ile hazırlanan toz kompozisyonları (% Ağ.)	37
Tablo 5.4. MgO-SiO ₂ ikili sisteminden yararlanılarak hazırlanan z=1 değerlikli SiAlON toz kompozisyonlar (% Ağ.)	40
Tablo 5.5. Y_2O_3 -MgO-SiO ₂ üçlü sisteminden yararlanılarak hazırlanan z=1 değerlikli SiAlON toz kompozisyonları (% Ağ)	41
Tablo 5.6. ISO kodlama sistemine göre uç tiplerinin gösterimi.....	59
Tablo 6.1. Grafit fırında sinterlenen %3 MgO katkılı (S3) ve %5 MgO katkılı (MS) SiAlON toz kompozisyonlarının sıcaklık ve zamana bağlı yoğunluk davranışları ...	62
Tablo 6.2 M1, M3 kompozisyonlarının 1450°C'de farklı sürelerde (0-60 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri	67
Tablo 6.3. M1, M3 kompozisyonlarının 1450°C'de farklı sürelerde (90-150dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri	67

Tablo 6.4. M1, M3 kompozisyonlarının 1500°C’de farklı sürelerde (0-60 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri	68
Tablo 6.5. M1, M3 kompozisyonlarının 1500°C’de farklı sürelerde (90-150dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri	68
Tablo 6.6. M1, M3 kompozisyonlarının 1550°C’de farklı sürelerde (0-60dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri	69
Tablo 6.7. M1, M3 kompozisyonlarının 1550°C’de farklı sürelerde (90-150dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri	69
Tablo 6.8. M1, M3 kompozisyonlarının 1600°C’de farklı sürelerde (0-60dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri	70
Tablo 6.9. M1, M3 kompozisyonlarının 1600°C’de farklı sürelerde (90-150dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri	70
Tablo 6.10. M1, M3 kompozisyonlarının 1650°C’de farklı sürelerde (0-60dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri	71
Tablo 6.11. M1, M3 kompozisyonlarının 1650°C’de farklı sürelerde (90-150dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri	71
Tablo 6.12. M1, M3 kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (0-60dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri	72
Tablo 6.13. M1, M3 kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (90-150dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri	72
Tablo 6.14. M1, M3 kompozisyonlarının 1750°C’de farklı sürelerde (0-60dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri	73
Tablo 6.15. M1, M3 kompozisyonlarının 1750°C’de farklı sürelerde (90-120dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri	73
Tablo 6.16. M1 ve M3 kompozisyonlarının 1450°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları	81
Tablo 6.17. M1 ve M3 kompozisyonlarının 1500°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları	82
Tablo 6.18. M1 ve M3 kompozisyonlarının 1550°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları	82
Tablo 6.19. M1 ve M3 kompozisyonlarının 1600°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları	83

Tablo 6.20. M1 ve M3 kompozisyonlarının 1650°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları	83
Tablo 6.21. M1 ve M3 kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları	84
Tablo 6.22. M1 ve M3 kompozisyonlarının 1750°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları	85
Tablo 6.23. M1 ve M3 numunelerinin farklı sıcaklıklarda 90dk süreyle basınçsız sinterlenmesiyle elde edilen mikro sertlik ve kırılma tokluğu sonuçları	88
Tablo 6.24. AISI 4140 ıslah çeliği kimyasal bileşimleri	92
Tablo 6.25. AISI 4140 ıslah çeliğinin ısıtma işlem bilgileri	92
Tablo 6.26. MgO+Y ₂ O ₃ katkılı β-SiAlON kesici uçlarının sertleştirilmiş 4140 çeliğini 0,11 mm ilerleme hızında ve değişik kesme hızlarında işleme sonucu serbest ve talaş yüzeylerinde meydana gelen ortalama aşınma miktarları	95
Tablo 6.27. MgO+Y ₂ O ₃ katkılı β-SiAlON kesici uçlarının sertleştirilmiş 4140 çeliğini 0,16 mm ilerleme hızında ve değişik kesme hızlarında işleme sonucu serbest ve talaş yüzeylerinde meydana gelen ortalama aşınma miktarları	96
Tablo 6.28. MgO+Y ₂ O ₃ Katkılı β-SiAlON kesici uçlarının sertleştirilmiş 4140 çeliğini 0,18 mm ilerleme hızında ve değişik kesme hızlarında işleme sonucu serbest ve talaş yüzeylerinde meydana gelen ortalama aşınma miktarları	97

ÖZET

Anahtar Kelimeler : Si_3N_4 , α - β -SiAlON, kesici takımlar

Silisyum nitrür esaslı silisyum alüminyum oksit-nitrür olarak bilinen SiAlON'lar ileri teknoloji seramik malzemelerinden biridir. Çeşitli olanlarda kullanılabilen teknik olarak önemli seramiklerdendir. Alümina (Al_2O_3), silisyum nitrür (Si_3N_4) ve alüminyum nitrürün (AlN) reaksiyon sinterlemesiyle elde edilebilmektedirler. En önemli özellikleri yüksek sıcaklık mukavemeti, yüksek sıcaklıklardaki korozyon direnci, diğer seramiklerle karşılaştırıldığında düşük termal genleşme katsayılarından dolayı çok iyi termal şok direnci, düşük yoğunluğa sahip olması, yüksek sıcaklıklarda sertliğini korumasıdır. Bu yüzden SiAlON yüksek sertlik ve mukavemet istenen yerlerde (işleme teknolojilerinde kesici takım olarak), yüksek sıcaklık korozyonunun görüldüğü yerlerde (türbin elemanları gibi), rulmanların üretiminde kullanılması olarak sıralanabilir.

Bu çalışmada Si_3N_4 tozlarından üretilen β -SiAlON seramiğinin kesici uç olarak kullanılmasının performansı incelenmiştir. β -SiAlON genel formülündeki $z=1$ değerliliğine göre hesaplanıp hazırlanan sıvı faz sinterlemeyi kolaylaştırıcı oksit katkıları (Y_2O_3 , MgO), kullanılarak toz kompozisyonları hazırlanmıştır. Hazırlanan toz kompozisyonları soğuk preste kesici uç formuna getirildikten sonra soğuk izostatik preste 250 MPa basınçta sinterleme öncesi maksimum ham yoğunluğa ulaştırılmıştır. Daha sonra yüksek sıcaklık grafit fırında koruyucu azot gazı ortamında numuneler 1450–1750°C'de, 30-150 dk bekleme sürelerinde sinterleme işlemleri yapılmıştır. Sinterleme sonrası numunelerin Arşimet prensibine göre yoğunluk ölçümleri yapılmıştır. Taramalı elektron mikroskopuyla (SEM) numunelerin mikroyapı analizleri yapılmıştır. XRD analizleri yapılarak Si_3N_4 faz dönüşümü dönüşümü ve yaklaşık α - β oranları tespit edilmiştir. Malzemelerin mekanik özelliklerini incelemek için sertlik ve kırılma tokluğu değerleri incelenmiştir. Sertlik deneyleri 1 kg yük altında Vickers sertlik cihazında gerçekleştirilmiştir. Kırılma tokluğu deneyleri de yine aynı cihazda Indentasyon tekniğiyle oluşturulan çatlak boyları üzerinden ilgili formül kullanılarak hesaplanmıştır. Daha sonra bu çalışmada üretilen β -SiAlON kesici takımları ve endüstride kullanılan WC kesici takımları aynı deney şartlarında sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğini kesme işlemine tabi tutulmuştur. Sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğini β -SiAlON kesici takımları ile işlenmesinde yüksek ilerleme ve kesme hızlarında pürüzsüz bir yüzey elde edilmiştir.

SUMMARY

Keywords : Si_3N_4 , α - β -SiAlON, cutting tools.

SiAlON's which is known as silicium aluminium oxy nitride based silicium nitride, is one of the high-tech ceramic materials. This, which can be used in different places, is one of the important ceramics technically. It's made of sintering reaction with alumina (Al_2O_3), silicium nitride (Si_3N_4) and aluminium nitride (AlN). The most important features of that are high temperature resistance, corrosion resistance at high temperatures, because of their low thermal expansion coefficients comparing to the other ceramics, very good thermal shock resistance, having low density and protecting hardness at high temperatures. Because of this, SiAlON's can be used at places required high hardness and resistance (as cutting components at processing technologies), at places that high temperature corrosion is occurred (like turbine components), in producing ball bearing.

In this study, it's researched that the performance of using β -SiAlON ceramics that is produced from Si_3N_4 powders, as a cutting point. With using liquid phase sintering facilitative oxide additives which is made with calculating as for the equality of $z=1$ at general formul of β -SiAlON, powder compositions had been made. This powder compositions had been conveyed to maximum pure density after being made to the form of cutting point before sintering at 250 MPa pressure at pressing cold isostatic. After that, sintering process of samples at 1450-1750 C, at 30-150 min. waiting moments in high temperature graphite oven in protecting nitrogen atmosphere, had been made. After sintering, density results of samples had been obtained as for Archimed principle. Micro-structure analyses of samples had been got with scanning electron microscope (SEM). With making XRD analyses, Si_3N_4 phase transformations and approximate α - β rates had been determined. For researching mechanical features of materials, hardness and breaking density rates had been studied. Strength tests had been made under the load of 1 kg at Vickers strength machine. Breaking density tests had been calculated at the same machine with using the formul on crack lengths with technique of Indentation. After that, β -SiAlON cutting tools which is made at this work and WC cutting tools which is used in industry had been subjected to cutting process of AISI 4140 steel which is hardened in the same experiment conditions. High improvement on processing hardened AISI 4140 steel with β -SiAlON cutting tools and a smooth surface had been obtained at cutting forces.

BÖLÜM 1. GİRİŞ

SiAlON seramiği Silisyum nitrür - alümina sistemindeki katı çözelti üzerine yapılan çalışmalar sonucunda 1971'de Japonya'da Kamigaito, Oyama ve 1972'de İngiltere'de Jack ve Milson tarafından birbirlerinden bağımsız olarak bulunmuştur. Yapılan bu ilk çalışmalar genişlemiş bir silisyum nitrür kafes yapısını ortaya çıkarmıştır. Bu genişleyen silisyum nitrür kafes yapısına alüminyum ve oksijen iyonları yerleşmekle birlikte hala silisyum nitrürden istenen özelliklerin kombinasyonu elde edilememektedir. Bu tek fazlı katı çözelti β - SiAlON olarak adlandırılmıştır. Silisyum-Alüminyum-Oksijen ve Azotun ilk harflerinden oluşmaktadır. β -Silisyum nitrürün kafes yapısının modifiye olmasıyla β -SiAlON silisyum nitrüre benzer ve bazı yönlerden daha iyi fiziksel ve mekaniksel özelliklere sahiptir. Ayrıca kimyasal kompozisyonu sonucunda alüminanın özelliklerine benzer kimyasal özelliklere de sahip olmaktadır [1].

Bu çalışmada, çeliklerin işlenmesinde β -SiAlON seramik kesici takımlarının performansları literatürde yapılan çalışmalar incelenerek değerlendirilmiştir. Çalışmanın amacı, makine imalat sektöründe kullanılan AISI 4140 ıslah çeliğinin sertleştirilerek daha zor işleme şartlarında MgO+Y₂O₃ katkısıyla basınçsız sinterlenmiş olan β -SiAlON seramik kesici takımların işlenebilirliğini, takımlardaki aşınma mekanizmalarını ve aşınma miktarlarını değerlendirmektir. Üretilen basınçsız sinterlenmiş yoğun SiAlON seramiklerinin üstün özellikleri bu çalışmada kesici takım olarak performansının incelenmesinde itici güç olmuştur. Piyasada kullanılmaya başlanan bazı farklı SiAlON seramiklerinin (sıcak preslenmiş, GPS SiAlON gibi) yanı sıra bu çalışmada kullanılacak yoğun α -Si₃N₄- β -Si₅AlON₇ seramiğinin kesici takım performansını ortaya koymak için piyasadaki benzer bir malzemeyle karşılaştırma yapılarak torna, freze vb. tezgahlarda kullanım potansiyeli değerlendirilecektir.

BÖLÜM 2. SİLİSYUM NİTRÜR SERAMİKLERİ (Si_3N_4)

Silisyum nitrürden ilk olarak 1857’de Deville ve Wohler tarafından bahsetmiştir. Daha sonra da 1910’da Werss ve Engelhardt tarafından silisyumun azot atmosferinde yaklaşık 1320°C ’nin üzerine ısıtıldığında üzerinde mavimsi beyaz renkle bir kaplama oluşumu gözlenmiştir. 1950’lere kadar araştırmacılar için Si_3N_4 kimyasal açıdan bir merak konusu olmaya devam etmiş 1950’lerde refrakterlik özelliği ortaya çıkmıştır. Aynı zamanda, iyi termal kararlılığa sahip olan silisyum nitrür, termokuple tüpler, eriyik metaller için potalar ve aynı zamanda roket nozülleri için geliştirilmiştir. Kimyasal formülü Si_3N_4 ’tür [1].

Si_3N_4 seramiklerinin sıvı faz sinterlenmesi ile büyük gelişmeler elde edilmiştir. Sinterleme sırasında sinterlemeyi kolaylaştırmak için birçok katkı maddesi (Al_2O_3 , Y_2O_3 , MgO ve BeSiN_2) kullanılmaktadır [2].

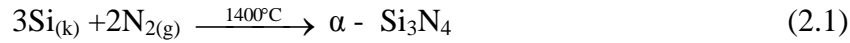
2.1. Silisyum Nitrür'ün Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri

Toz halinde üretilen Si_3N_4 malzemeler α ve β Si_3N_4 olmak üzere iki farklı polimorfik yapıda kristallenmektedir. Her iki yapıda da hegzogonal kristal kafes yapısına sahiptir. α ve β silisyum nitrürün c-ekseninin yönü boyunca olan kafes uzaklığında farklılık gösterirler. α - Si_3N_4 ’ün c eksenindeki tekrar mesafesi β - Si_3N_4 ’ün yaklaşık iki katıdır. α silisyum nitrür artan sıcaklıkla β silisyum nitrüre dönüşen enerji zengini, yarı kararlı bir biçimdir. Hesaplanmış yoğunluklarıyla birlikte α ve β - Si_3N_4 ’ün birim hücrelerinin boyutları Tablo 2.1’de verilmiştir [7]

Tablo 2.1. α ve β - Si_3N_4 ’ün birim hücre boyutları ve yoğunluk değerleri [8]

Yapı	a (Å)	c (Å)	p(g/cm ³)
α - Si_3N_4	7,748	5,617	3.190
β - Si_3N_4	7,608	2,911	3.202

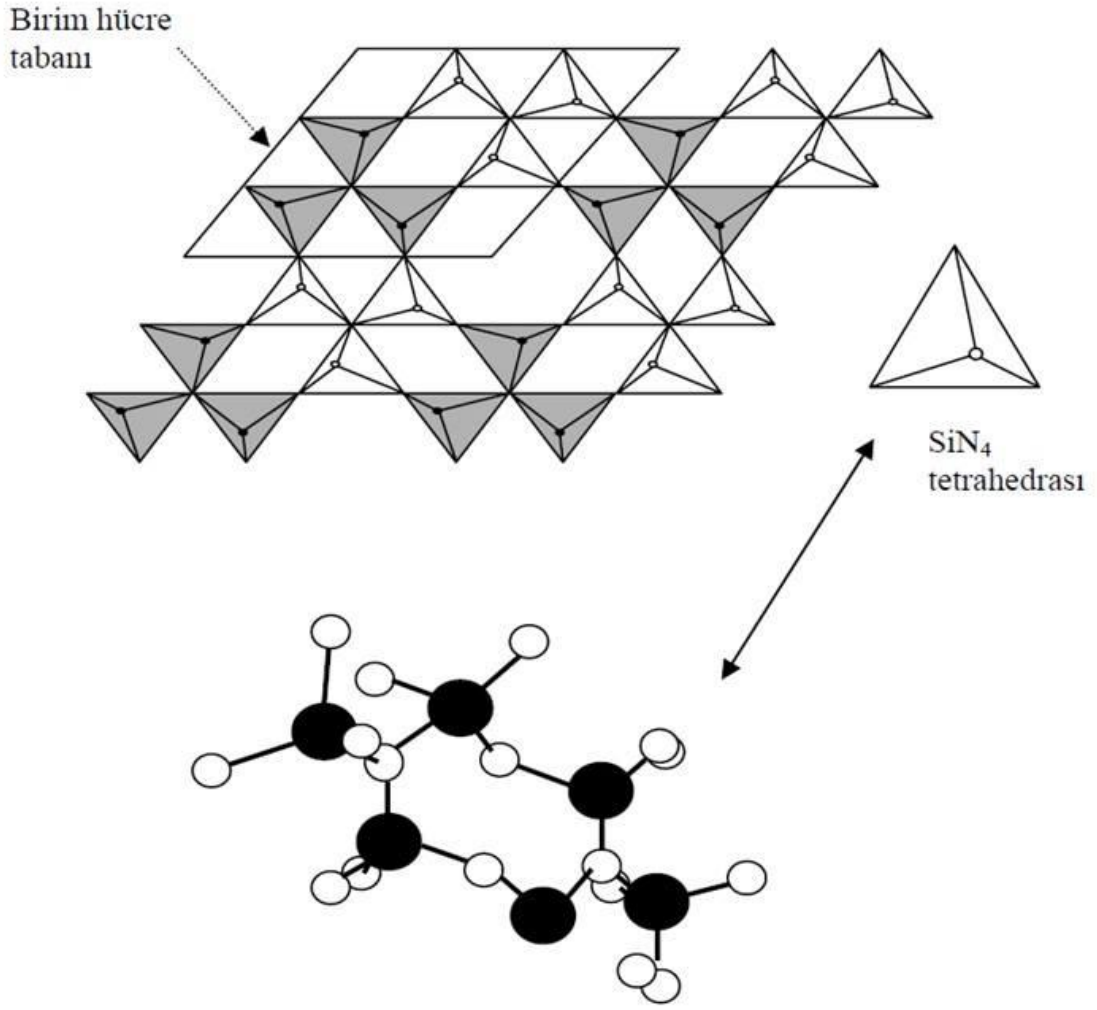
β yapısı α 'nın eriyik veya buharlaşmasıyla meydana gelmektedir. Silisyum nitrür, silisyum ile azotun 1200 °C üzerinde doğrudan reaksiyonu ile üretilmektedir. Nitrürleşme reaksiyonu şiddetli ekzotermik olup prosesin sıcaklığını kontrol etmede güçlük çıkarmaktadır.



Silisyum nitrür normal basınç altında erimemektedir. Fakat azot ile sıvı silisyuma parçalanabilmektedir. Ayrışma hızı 1800 °C'nin üzerinde oldukça şiddetlidir. Bu nedenle saf silisyum nitrürün %100 yoğunlaşması mümkün değildir. Bu konudaki gelişme ancak sinterleme katkı maddelerinin ilavesi ile sağlanmaktadır. [9].

2.2. Silisyum Nitrürün Yapısı

Silisyum nitrürün alfa ve beta olmak üzere temelde iki formu mevcuttur. Ayrıca amorf ve ince film şeklinde formları da vardır. Bu formların kendine özgü üretim yöntemi, kompozisyon, yapı ve özellikleri vardır. Bu formlar temelde Si_3N_4 'ün fiziksel ve kimyasal özelliklerini taşımaktadırlar. Weiss ve Engelhand 1910 'da Si_3N_4 yapısında Si ve N 3/4 stoikometrik oranında oluştuğunu belirlemişlerdir. Başlangıçta SiO_2 'nin azot ile etkileşiminde SiN_2 , Si_2N_2 ve Si_3N_4 fazları gözlenmiştir. 1950'lerdeki x-ışınları analizlerinde, her ikisi de hegzagonal forma sahip α ve β şeklinde iki formu olduğu ortaya konmuştur. Genel olarak Si_3N_4 seramiklerinin yapısı Şekil 2.1'de verilmektedir. Burada görüldüğü gibi yapı Si_3N_4 tetrahedralarından oluşmaktadır [3].

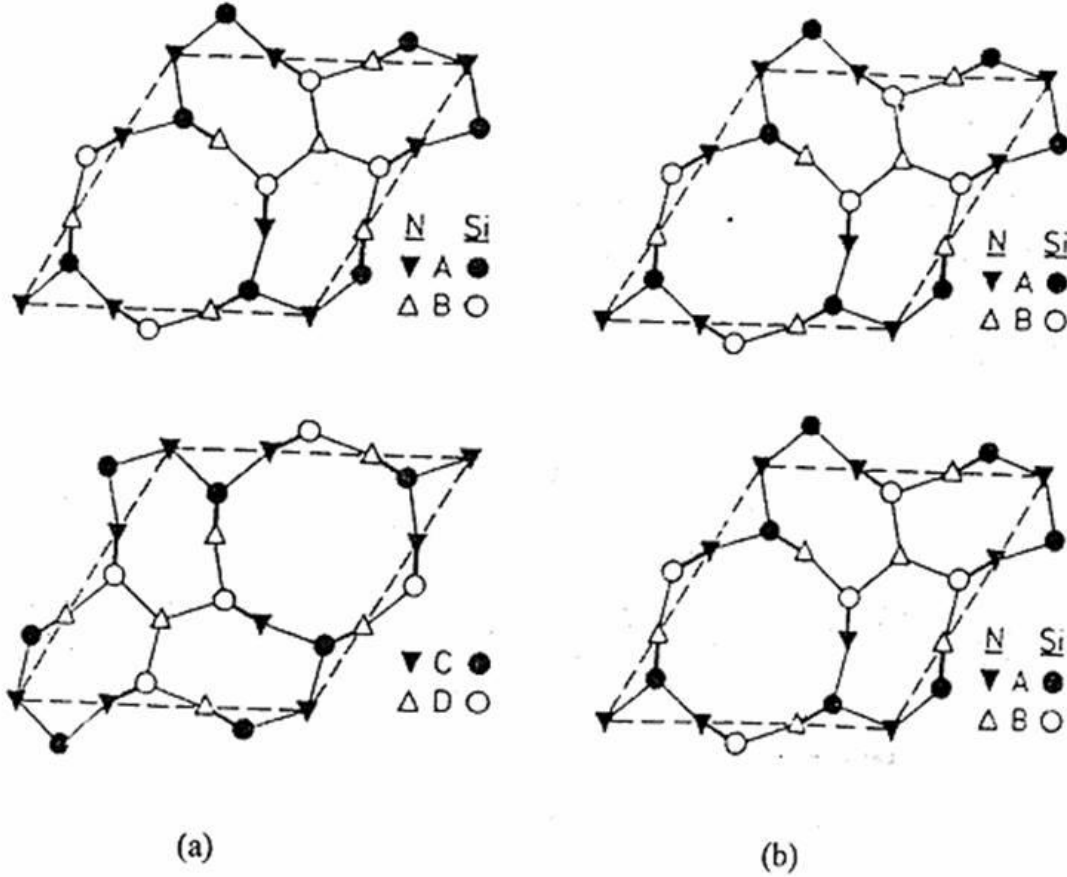


Şekil 2. 1. Silisyum nitrürün kristal yapısı [4]

β -Si₃N₄ fazı, fenasit (Be₂SiO₄) yapısı oluşturmaktadır. Burada Be, Si ile O ile N yer değiştirir. Şekil 2.2' de α ve β -Si₃N₄'ün kristal yapısı görülmektedir. Bu şekilde görüldüğü gibi c-ekseni boyunca β -Si₃N₄ için ABAB.... ve α -Si₃N₄ için ABCDABCD..... şeklinde atomlar sıralanırlar.

α - Si₃N₄ yapısında, her bir silisyum tetrahedralin merkezinde bulunur ve her azot trigonal içinde yer alır. Her üç silisyum ile düzlemsel koordinasyon oluşur ve böylece üç Si₃N₄ tetrahedrası ile bağlanır.

Yapı ayrıca sekiz üyeli Si-N bağları ile bağlanmış plakalardan ve Si-N köprülerinden oluşur. β - Si_3N_4 birim hücresi Si_6N_8 ile P63/m uzay grubundan oluştuğu belirlenmiştir. α - Si_3N_4 , β - Si_3N_4 'ün aynadaki ters görüntüsünü içerir. Ayrıca c-ekseni β - Si_3N_4 'ün iki katıdır. α - Si_3N_4 'ün birim hücresi $\text{Si}_{12}\text{N}_{16}$, (P3,c,) uzay grubu yapısından oluşur.



Şekil 2. 2. Si-N tabakalarının ideal dizilimleri (a) α - Si_3N_4 , (b) β - Si_3N_4 [1, 5]

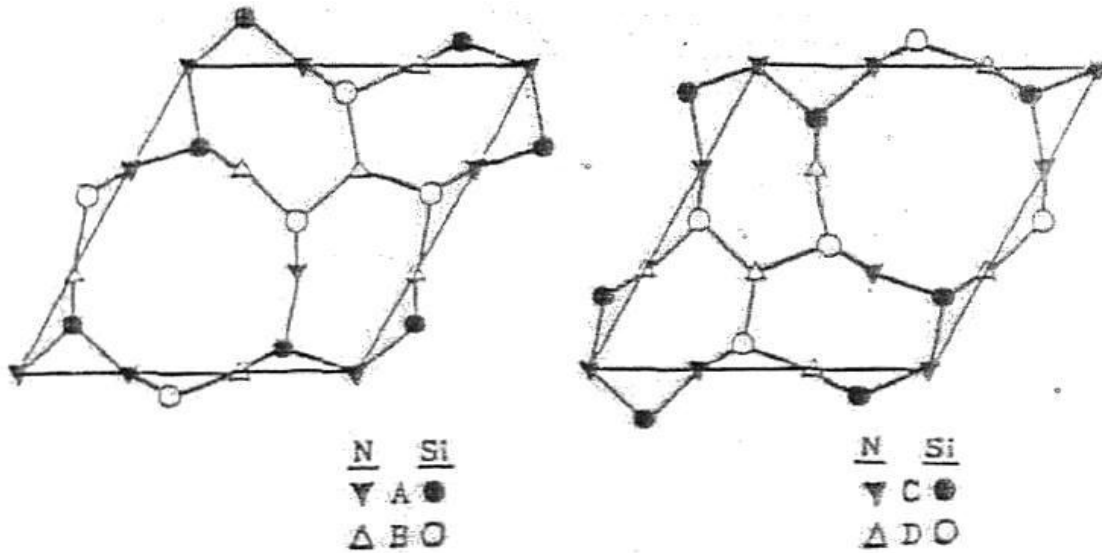
β - Si_3N_4 Yapısında c-ekseninde 300 pm'lik bir boşluk çapı oluşur. α - Si_3N_4 yapısında c-kayma yüzeyinde 140 pm çapında tünellerle bağlanmış büyük arayer atom boşlukları oluşur. X-ışınları çalışmaları α -fazının bağ uzunluğunun β -fazına göre daha değişken olduğunu ortaya koymuştur [3]. Tablo 2.2'de her iki formun özelliklerini ortaya koymaktadır.

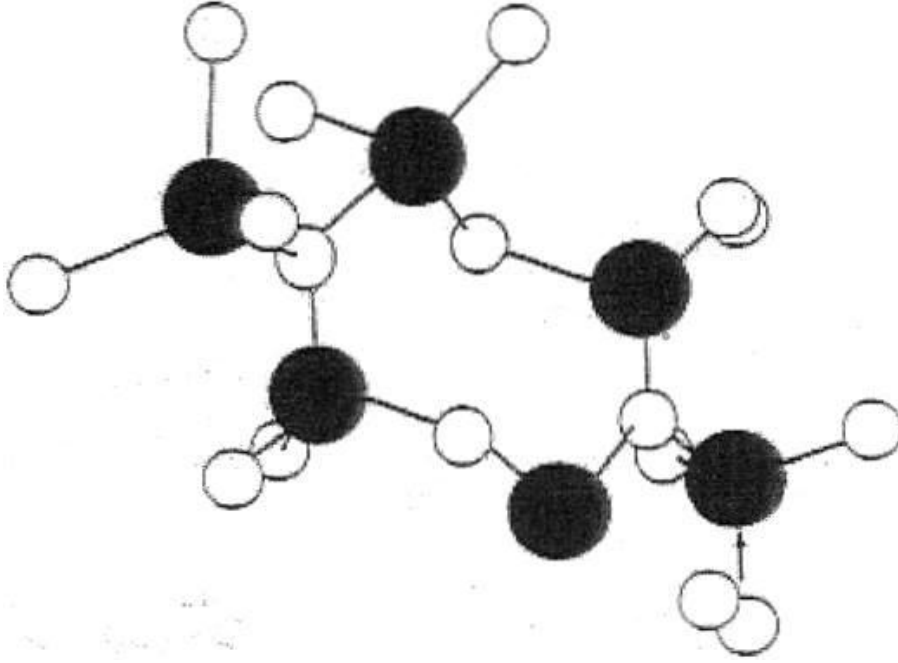
Tablo 2. 2. α ve β - Si_3N_4 yapılarının kristalografik özellikleri [6]

Form	a (Å)	c (Å)	c/a	V(Å ³)	Yoğunluk (g/cm ³)
α - Si_3N_4	7,748	5,617	0,725	292	3,184
β - Si_3N_4	7,608	2,911	0383	145,9	3,187

2.2.1. α - Si_3N_4 Seramikleri

Genel formülü $\text{Si}_{12}\text{N}_{16}$ şeklindedir Silisyum nitrürün 1400°C'ye kadar kararlı olan bu polimorfu düşük sıcaklıklarda kararlıdır. Hegzagonal yapıya sahiptir. 3 boyutlu kovalent paylaşılmış ağ oluşturan Si_3N_4 tetrehedraları içerir. α - Si_3N_4 'de Si-N tabakaları ABCDABCD... şeklinde bir dizilim gösterirler (Şekil 2.3-2.4). β - Si_3N_4 ise ABAB... şeklinde sıralanmaktadır. β - Si_3N_4 'e göre, α - Si_3N_4 'deki ekstra CD tabakasının varlığı, bu tabakanın AB tabakası üzerinde c- kayma düzleminde hareketiyle ilgilidir. α - Si_3N_4 'deki daha uzun dizilim nedeniyle bu polimorf daha sert bir yapıya sahiptir [10].

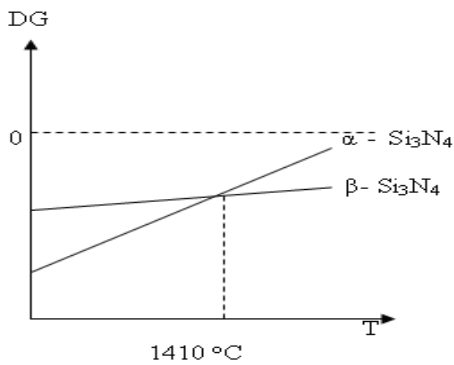
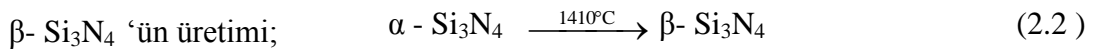
Şekil 2.3. Si_3N_4 'deki tabakalı kristal yapılar α - Si_3N_4 (ABCD) β - Si_3N_4 (ABAB) [7]



Şekil 2.4. Birbirlerine kenarlardan bağlı Si_3N_4 tetrahedralardan oluşan $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ yapısı [7]

2.2.2. $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ Seramikleri

Genel formülü Si_6N_8 şeklindedir. $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ 1400 °C'ye kadar kararlıdır. $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ 1400 °C'nin üzerinde $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 'e dönüşmektedir. $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ tüm sıcaklıklarda kararlı olan bir fazdır. α yapıdaki Si_3N_4 'den $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 'ü elde etmek için $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ 'ü 1410 °C'nin üzerine ısıtılır. Ancak $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ 'den $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 'e dönüşümün tek yanlı yani geri dönüşümsüzdür[9].



Şekil 2.5. Si_3N_4 'ün polimorflarının serbest enerji durumu [9]

Şekil 2.5’de görüldüğü gibi 1410 °C’den sonra β - Si_3N_4 ’nin serbest enerjisi α - Si_3N_4 ’den daha düşüktür. Bu nedenle yüksek sıcaklık uygulamalarında daha kararlı olan β - Si_3N_4 tercih edilmektedir. α - Si_3N_4 oksijence zengin bir polimorf iken, β - Si_3N_4 oksijence zengin değildir. Si ve N atomlarını içeren tabakalar yukarıda da belirtildiği gibi ABAB... şeklinde bir dizilim gösterirler. Her ne kadar α - Si_3N_4 kristal yapısı, β - Si_3N_4 ’e göre daha yüksek sertliğe sahip olsa da mühendislik uygulamalarında β - Si_3N_4 daha fazla tercih edilmektedir. Bunun nedeni β - Si_3N_4 ’ün çubuksu mikro yapısı nedeniyle kendinden takviyelidir ve bu da tokluk ve mukavemet açısından önemlidir [9].

Tablo 2.3. Silisyum nitrürün kristalinin tipik özellikleri [11]

Ayrışma Sıcaklığı	1900°C
Teorik yoğunluk	
α	3.168-3.188
β	3.19-3.202
Yoğunluk (gr/cm ³)	Teorik yoğunluğun %90-%100’ü
Yoğun Si_3N_4	Teorik yoğunluğun %70-%88’i
Reaksiyon bağlı Si_3N_4	
Termal genleşme katsayısı (20–1500)	2.9–3.6
Termal iletkenlik (W/mK)	
Yoğun Si_3N_4	15–50
Reaksiyon bağlı Si_3N_4	4–30
Termal difüzyon katsayısı(cm/sn)	
Yoğun Si_3N_4	0.08–0.29
Reaksiyon bağlı Si_3N_4	0.02–0.22
Spesifik ısı (J/kg°C)	700
Elektriksel direnç (Ωcm)	10^{13}
Mikro sertlik (Vickers, MN/m ²)	1600–2200
Young modülü (GN/ m ²)	
Yoğun Si_3N_4	300–330
Reaksiyon bağlı Si_3N_4	120–220
Eğme mukavemeti (MN/m ²)	
Yoğun Si_3N_4	400–950
Reaksiyon bağlı Si_3N_4	150–350
Kırılma tokluğu (MN/ m ²)	
Yoğun Si_3N_4	3.4–8,2
Reaksiyon bağlı Si_3N_4	1.5–2,8

2.2.3. $\alpha \rightarrow \beta$ Silisyum nitrür faz dönüşümü

Silisyum nitrürdeki $\alpha \rightarrow \beta$ faz dönüşümü kafes yapısının yeniden inşasını gerektirmektedir. Bu tür dönüşüm prosesi genellikle dönüşen malzeme bir çözücü ile temas halinde olduğunda oluşmaktadır. Daha kararsız formun daha büyük çözünürlüğü, onu solüsyonun içine doğru çözülmeye itmekte ve sonra daha kararlı ve daha az çözünürlüklü başka bir faz çökelmektedir. Bu süreç buhar fazında farklıdır. Silisyum nitrürün sıvı faz sinterlemesi sırasında 1400°C ve üzerindeki sıcaklıklarda orijinal α fazının bir metal- silisyum-oksinitrür cam sıvı ile temas halinde olduğu yerlerde dönüşüm gerçekleşmektedir [1].

2.3. Silisyum Nitrür Seramiklerin Sinterlenmesi

Si_3N_4 yüksek derecede kovalent bağ yapısından dolayı yüzeyden sinterlenmesi tane sınırı difüzyonu ve latis difüzyonu ile malzeme taşınımı gerçekleşmesi zordur. Silisyum nitrür güçlü kovalent bağı nedeniyle difüzyon katsayısı düşüktür. Bu sebeple sinterleme başlaması için yüksek sıcaklıklara çıkılması gerekmektedir. Sinterleme sıcaklığı difüzyon oluşacak kadar yükseldiğinde silisyum nitrürün yapısı bozunmaya başlar. Bu nedenle iyi sonuçlar elde etmek için sıvı faz sinterlemesi ile sinterlenmektedir. Sıvı faz sinterlemesinde katılan sinterleme ilaveleri ile sıvı faz sinterleme sıcaklığı düşürülerek sinterlenmeye katkıda bulunmaktadır. Silisyum nitrürün çeşitli sinterleme ilaveleri kullanılarak sıvı fazla sinterlenmesindeki temel amaç, difüzyon katsayısının çok düşük olmasından dolayı kütle taşınımının, bu sinterleme katkıları ve yüzey silikasından oluşan sıvı fazla gerçekleştirilmesine imkân tanımak ve böylece sinterleşmeyi sağlamaktır [12].

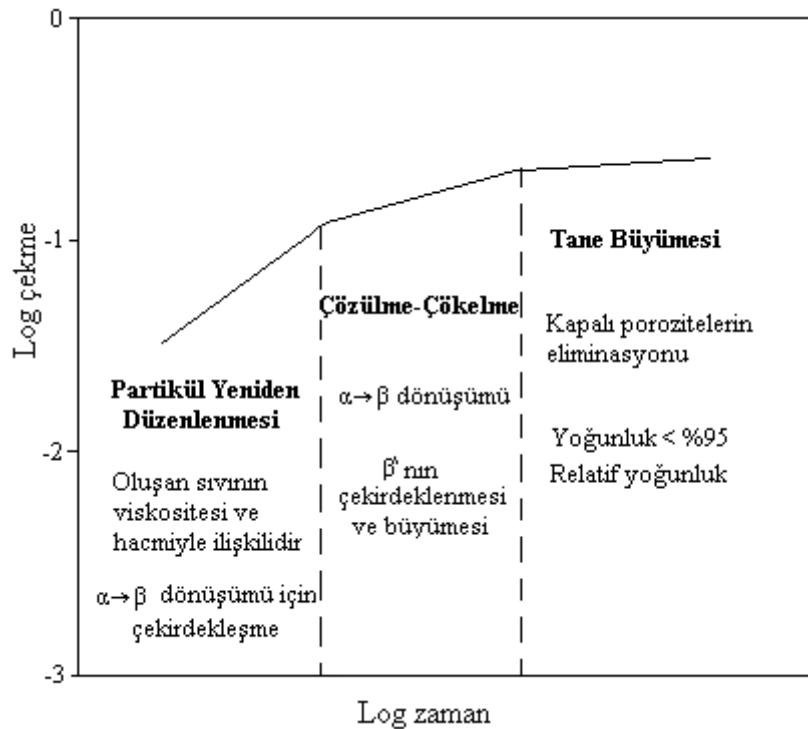
2.4. Sıvı Faz Sinterlemesi

Silisyum nitrür seramikleri, ilk zamanlar çoğunlukla 1400 °C'de azot atmosferinde reaksiyon bağlı sinterleme prosesi ile Si metali kullanılarak üretilmiştir. Bu yöntemin avantajı, nitrürleme işleminde malzeme çekmesinin az olması ve karmaşık şekillerin herhangi bir başka işleme tekniğine gerek kalmadan istenilen ölçülerde üretilebilmesidir. Fakat bu yöntemde malzeme sinterleme işlemi sonrası normal olarak % 20 (hacimce) kalıntı por içermektedir.

Bu da üretilen ürünün mukavemetini düşürmektedir. Malzemede tane sınırı fazının az olmasından dolayı son ürün mekaniksel özelliklerini 1600°C'ye kadar koruyabilmektedir.

Tamamen yoğun bir malzeme elde edebilmek için basınçsız sinterleme veya sıcak presleme yöntemlerinden biri ile Al_2O_3 , MgO , Y_2O_3 ve/veya CaO kullanılarak yapılmaktadır. Fakat, kullanılan katkı malzemesi taneler arası bir amorf camsı faz oluşturduğundan malzemenin yüksek sıcaklık özelliklerini kötü yönde etkilemektedir [13]. Bu olumsuz etkiyi gidermek için yapılan işlem, taneler arası bu fazın bir ısıl işlem ile kristalleştirilerek malzemenin yüksek sıcaklık özelliklerinin iyileştirilmesidir [14-15].

Sıvı faz sinterlemesinin genel amacı, yüzey silikasının ve akışkanlaştırıcı katkıların (özellikle metal oksitlerin) kullanımıyla sinterleme sıcaklığında kütle aktarımına ve Si_3N_4 'ün yoğunlaşmasına izin veren oksinitrür sıvısının ilk başta oluşturulmasıdır. Kingery 1959 yılında yaptığı bir çalışmada sıvı faz sinterlemesinin üç aşamada gerçekleştiğini öne sürmüştür (Şekil 2.6).



Şekil 2.6. Kingery Modelinin gösterimi [16]

Birinci aşama: Partikül yeniden düzenlenmesi

İkinci aşama: Çözünme ve çökme

Üçüncü aşama: Tane büyümesi

$$\Delta v/v_0 \propto t^{1/n} \quad (2.3)$$

Burada

V_0 başlangıçta oluşan sıvı hacmi;

Δv hacimsel değişimi;

t, zaman;

n, sinterleme mekanizmasını belirtmektedir.

Burada prosesin hızını, sıvıdan çökme mekanizması kontrol ediyorsa $n=3$ olmalıdır. Fakat hız sıvıya doğru difüzyon ile kontrol ediliyorsa $n=5$ olmaktadır. Bu aşamada α - Si_3N_4 'den β - Si_3N_4 'e dönüşüm meydana gelmektedir. Sıvı faz sinterlemesinin ikinci aşaması Şekil 2.4'te şematik olarak görülmektedir. Y_2O_3 ve MgO ilaveleri için oksinitrür çözeltilisinde α 'nın çözünmesi, taneler arasındaki birleşme alanlarında meydana gelmektedir. MgO ilavesi ile hızlı malzeme taşınımı, β fazının serbest yüzeylerde yeniden çökmesine ve dolayısıyla da tane merkezleri arasındaki mesafenin çekme ile azalmasına neden olur. Y_2O_3 kullanıldığında difüzyon hızı daha düşük olduğundan yavaş gerçekleşir ve önemli miktarda malzeme transferi olmadığından temas noktalarında β çökmesi meydana gelir. Bu dönüşüm pek fazla yoğunlaşma olmadan gerçekleşir

Son aşamada ise birleşme veya kapalı porların kaybolması olarak tanımlanır. Ayrıca nihai yoğunluk artık teorik yoğunluğun % 95'inden daha büyüktür [17-18].

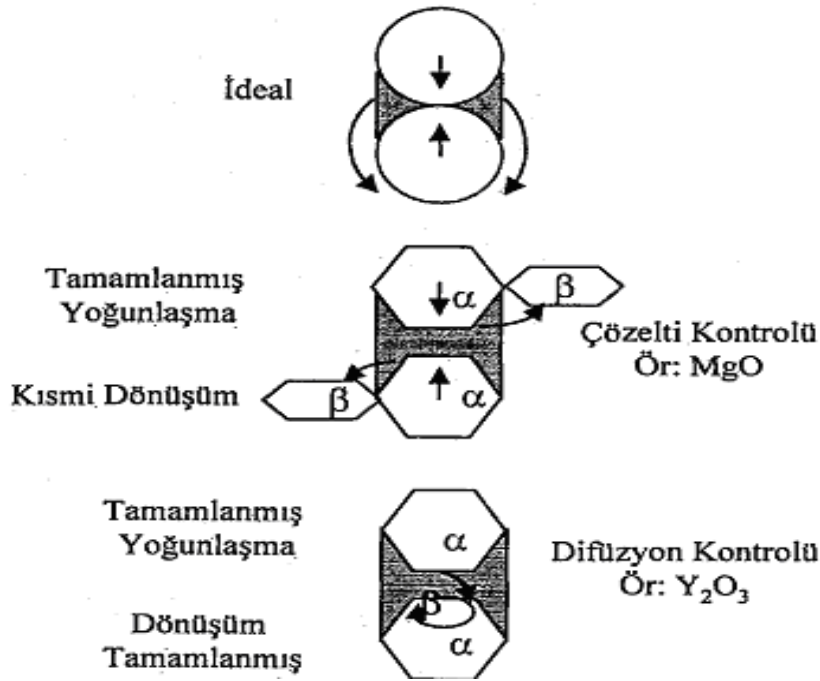
Si_3N_4 'ün sinterlenmesinde etkili parametreler;

-sıvı fazın viskozitesi,

- Si_3N_4 tozunun tane boyutu

- Si_3N_4 tanelerinin sıvı içerisinde çözünmesi,

-sinterleme katkı maddelerinin miktarıdır.



Şekil 2.7. Kingrey Modelinin şematik gösterimi [16]

2.5. Silisyum Nitrür Sinterleme Metotları

Silisyum nitrür seramiklerinin, sıvı faz sinterlemesi ile yoğunlaştırılması Tablo 2.4' de görülen birkaç farklı yolla gerçekleştirilebilir.

Tablo 2. 4. Si_3N_4 seramiklerinin sinterleme yöntemleri ile karşılaştırılması [19]

	Reaksiyon Bağlamalı (RBSN)	Sıcak Presleme (HPSN)	Sinterleme (SSN)	Sıcak İzostatik Presleme (HIPSIN)
Başlangıç Malzemesi	Si-tozu	Si_3N_4 tozu + katkı maddesi	Si_3N_4 tozu + katkı maddesi	Si_3N_4 tozu + katkı maddesi
Üretim Basamakları	Kalıplama Nitrürleme $\leq 1420^\circ\text{C}$ ≥ 72 saat	Sıcak presleme $\geq 1700^\circ\text{C}$ $\geq 0,5$ saat ≈ 30 MPa	Sinterleme $\geq 1750^\circ\text{C}$ ≥ 1 saat $P_{\text{N}_2} \geq 0,1\text{Mpa}$ GPS 'de $P_{\text{N}_2} \geq 30\text{Mpa}$	HIP'de $\geq 1750^\circ\text{C}$ $\geq 0,5$ saat $P_{\text{Ar}} \geq 1000\text{MPa}$

Tablo 2. 4. Si₃N₄ seramiklerinin sinterleme yöntemleri ile karşılaştırılması (devam) [19]

Son Ürün	Sinterlendiği gibi	Son üründe işleme yapılmalı	Sinterlendiği gibi	Preslendiği gibi
Çekme (%)	0	≈10	≈15	≈15
Sinterleme Sonrası İşleme	Gerek yok	Gerek var	Az miktarda gerek var	Az miktarda gerek var
Porozite (%)	≥ % 20	≈0	< %3	≈0
Kırılma Mukavemeti (MPa)	≈300 (Toda=1400°C)	≥700°C (Toda=1000°C)	≥ 700°C (Toda=1000°C)	≥ 700°C (Toda=1000°C)

2.5.1. Basıncsız sinterleme (PS)

Bu teknikte, toz karışımlarına sinterleme öncesi sıkıştırma yoluyla istenen şekil verilir. Ekonomik ve oldukça yaygın kullanılan bir tekniktir. Bu yöntemle, yüksek basınç kullanmadan, yüksek yoğunluktaki malzemelerin üretilebilmesi için diğer sistemlere göre daha fazla miktarda katkı maddeleri kullanılmalıdır. Çünkü en yüksek sinterleme sıcaklığı Si₃N₄'ün bozunmasının başlayacağı, sıcaklıktır. Basınç uygulandığında sinterleme için, yüksek yüzey alanına sahip toz kullanılması önemlidir.

Sinterleme sırasında "toz yatakları" olarak adlandırılan BN ve kendi kompozisyonuna benzer tozlarla ham numunenin parçanın etrafının sarılmasıyla buharlaşmanın azaltılmasının başarılabildiği kanıtlanmıştır. Böylece silisyum nitrür toz kompozisyonuna bitişik hızlı bir şekilde gaz dengesi oluşur. Böylece de buharlaşma minimize olur. Diğer bir yöntemde azot basıncını daha yüksek seviyelere (10MPa) arttırmaktır.

Bu konuda Japonya da yapılan çalışmalar bu metotla ilgili önemli gelişmeler kaydedilmiştir. %97-99 teorik yoğunluk rutin olarak >1000MPa'nın üzerinde eğme mukavemetleri başarılmıştır [17].

2.5.2. Gaz basıçlı sinterleme (GPS)

GPS yüksek sıcaklıklarda kararsız olan ve uçucu olan katkıları içeren silisyum nitrürün sinterlenmesinde kullanılan bir yöntemdir. Ayrıca, bu metot kullanılarak fazla azot basıncı uygulanarak silisyum nitrürün ayrışması minimize edilebilir. GPS, öncelikli olarak çeşitli katkıları içeren silisyum nitrür seramikleri üzerine 1700°C-2000°C sıcaklık ve 0.1–70MPa basınç aralığının kullanılmıştır ve elde edilen tüm sonuçlar oldukça benzerdir [20-21]. İlk olarak 1976 yılında Mitomo tarafından, Si₃N₄'ün bozunumunun yüksek gaz basıncı uygulanarak önlenebileceği azot gazı kullanılarak gösterilmiştir [22].

Bu yöntemle, tane sınır difüzyonunun daha hızlı olduğu yüksek sıcaklıklarda sinterleme yapılabilir. Gazza tarafından yapılan çalışmada sinterlemenin ilk aşamasında düşük basınç (0.1 MPa) uygulanarak açık porozitelerin kapanması sağlanmıştır. İkinci aşamada ise gaz basıncı 2 MPa çıkartılıp yoğunlaşma sağlanmıştır. İlk aşamada porların kapanmasına imkan sağlanmazsa açık porların kapanmamış olması nedeniyle uygulanan yüksek basınçlı gaz porlara girerek yoğunlaşmayı engelleyecektir. Hattori ve ark. tarafından 1986 yılında, Hirosaki ve ark. tarafından yapılan 1990 yılında çalışmalarda da da GPS tekniği ile katkı maddelerinin miktarının önemli oranda azaltılabileceği ispatlanmıştır.

2.5.3. Reaksiyon bağlamalı silisyum nitrür (RBNS)

Reaksiyon bağlamalı silisyum nitrür (RBSN) üzerine çalışmalar ilk olarak 1950'lerde başlamıştır. Basit inorganik bir kimyasal reaksiyona dayanır. Silisyum nitrülenmesi Denklem 2.4'de verilmiştir [23].



Bu metotta, azotlama esnasında silisyum toz kompaktın boyutları değişmez; bu katı-gaz reaksiyonuna göre terstir çünkü yoğunlaşma çekme olmaksızın gerçekleşmektedir.

Ayrıca, bu yöntemle, karmaşık şekiller başka bir ekstra işleme gerek kalmadan üretilebilmektedir. . Bu yüzden RBSN prosesi ekonomik seri üretim için uygundur. Bu metotla üretilen ürünlerde silisyum nitrürün her iki polimorfik formu da mevcuttur. Elde edilen ürünün porozitesi %12-15 arasında hatta %20'lere çıkmaktadır. Sistemdeki porlar mikron altı boyuttadır ancak safsızlıkların eriyerek oluşturdukları porların birleşmesi sonucunda 50µ'un üzerinde büyük porlar da oluşabilir. RBSN için eğme mukavemeti 150-350 MPa arasında değişmektedir. Bunun yanında ürün tekrar sinterlenerek mukavemet değerinde 500 MPa veya üzerine de çıkılabilir. Malzemede oldukça az tane sınır fazı olduğunda, mekaniksel özelliklerini yüksek sıcaklıklarda da korumaktadır. Mevcut olan porozite ise ancak ikinci faz ilavesi ile azaltılabilmektedir.

2.5.4. Sıcak presleme (HPNS)

Grafit kalıpta ham seramik numuneye hem ısı hem de tek eksenli basıncın uygulanmasıyla gerçekleşmektedir. Silisyum nitrürün sıcak preslenmesi, genellikle indüksiyon ve rezistansla ısıtılmasıyla yapılmaktadır. 15-30 MPa uygulanan gerilim altında 1–4 saat arasında 1650-1850°C aralığındaki sıcaklıklarda ısıtılmasıyla yapılmaktadır. Numunenin mevcut karbonla reaksiyondan korumak için kontrollü veya vakum atmosferi gereklidir [24-25].

Sıcak preslenmiş Si_3N_4 hemen hemen tam yoğundur. Bu teknikle yüksek mukavemete sahip ürünler elde edilebilmektedir. Ancak üretimin basit şekillerle sınırlı olması, otomasyona uygun olmaması ve üretim sonrası pahalı bir süreç olan işlemenin gerekliliği uygulama alanını sınırlamaktadır.

2.5.5. Sıcak izostatik presleme (HIPS)

HIPS ile çok yönlü presleme yapılmaktadır. Yüksek yoğunluğa sahip kompleks parçaların üretilebilmesi mümkündür. Toz peletlerin dışında, SSN ya da RBSN de bu yöntemle yoğunlaştırılabilir. Otoklava yerleştirilen numune inert olan azot ya da argon gazı kullanarak yüksek basınç ve sıcaklığa maruz bırakılmaktadır.

Toz peletleri ve RBSN, büyük ve açık porlara sahip oldukları için uygulanan gazın olumsuz etkilerini önlemek amacıyla numune önceden kapsüllenmektedir.

Kontrollü olarak yapılan soğutma esnasında ise cam kapsül kırılır ve kum püskürtülerek yüzey işlemi uygulanmaktadır. SSN'de ise açık porozite olmadığından kapsülleme yapılmaktadır. Burada amaç mevcut olan kapalı porozitenin uzaklaştırılmasıdır [26].

2.5.6. Spark plazma sinterleme (SPS)

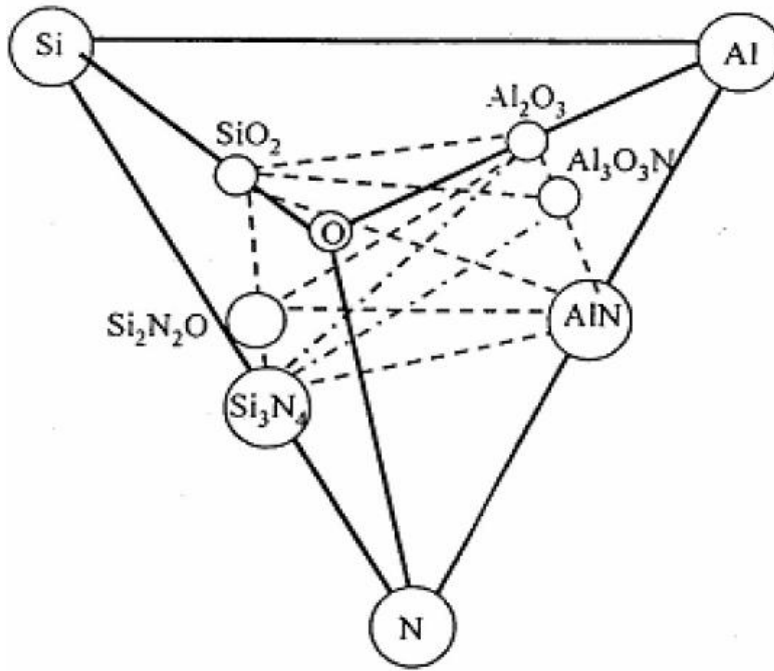
SPS sıcak preslemeye benzerdir. Çünkü sıcak preslemede toz iki grafit zımba arasındaki bir silindirik grafit kalıp içerisine yerleştirilerek yoğunlaştırılır. Ancak SPS'deki ısıtma rezistans ya da indüksiyonla değil Joule etkisiyledir. Böylece yüksek yoğunluktaki akım kalıp ve zımbalar (ve eğer iletken toz) sayesinde akmaktadır. Bu da yüksek ısıtma ve soğutma hızına imkan sağlamaktadır. Bu sırada sinterleme süresi ve maksimum sıcaklıkta bekleme zamanı düşebilir. Bu yüzden, tane büyümesi hızlı soğutma ve daha kısa bekleme süresiyle sınırlanır. Daha kısa bekleme süresi de daha ince taneli bir mikro yapılı malzeme üretimine imkân sağlar [27-29].

BÖLÜM 3. SiAlON SERAMİKLERİ

SiAlON seramiği, Si_3N_4 'ün hegzagonal yapısında meydana gelen Si-Al ve N-O değişimi ile elde edilmekte olup ilk olarak 1971'de Japonya'da Kamigaito, Oyama ve 1972'de İngiltere'de Jack ve Milson tarafından birbirlerinden bağımsız olarak bulunmuştur. İlk bulunan türü β -SiAlON olup $\text{Si}_{6-z}\text{Al}_z\text{O}_z\text{N}_{8-z}$ ($0 \leq z \leq 4.2$) formülüyle gösterilir [30-31].

SiAlON fazları genel olarak: α -SiAlON β -SiAlON, AlN polytypoid fazlar. O'-SiAlON ve bunların dışında birçok polikristalin fazlar, çoğu silikatlar (alüminyum silikatlar) ve oksinitrürler olarak tanımlanabilir. SiAlON seramikler mükemmel yüksek sıcaklık, mekanik, ısı ve kimyasal özellikler sağladıklarından dolayı oldukça büyük ilgi alanı oluşturmuşlardır [31-32].

SiAlON seramikleri α ve β - Si_3N_4 üzerine kurulu α ve β -SiAlON olmak üzere iki temel formu içerir. α -SiAlON birim hücresi dört tane Si_3N_4 hücresini içerir ve Me-Si-Al-O-N faz diyagramında Si_3N_4 $4/3(\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{AlN}) - \text{MeN} \cdot 3\text{AlN}$ iki boyutlu faz aralığında bulunur. Denge diyagramında α -SiAlON, Me iyonları ile stabilize olur. α -SiAlON'un homojenlik bölgesi $\text{Me}_x\text{Si}_{12-(pm+n)}\text{Al}_{(pm+n)}\text{O}_n\text{N}_{16-n}$ formülü ile metal iyonu, Me^{p+} yi içerir. Bu durumda iki değişim mekanizması gerçekleşir. Birincisi n (Si+N) ile n(Al+O) yer değiştirmesi ve ikincisi pm(Al^{3+}) ile pm(Si^{4+})'ün yer değişimidir. Şekil 3.1.'de Si-Al-O-N sistemini tetrahedral olarak göstermektedir. Şekil 3.1'de görüldüğü gibi α -SiAlON faz bölgesi Y-Si-Al-O-N sistemi içinde bulunur. Bir başka açıdan iki boyutlu faz alanında $\text{Y}_x\text{Si}_3-(3x+n)\text{Al}_{(3x+n)}\text{O}_n\text{N}_{(y-n)}$ (burada $0.08 < x < 0.17$ ve $0.13 < n < 0.31$) bölgesinde α -SiAlON bulunur [7, 33]



Şekil 3. 1. Si-Al-O-N sisteminin tetrahedral gösterimi [7]

Tablo 3.1. α ve β -SiAlON seramiklerinin genel karşılaştırılması [34]

	Avantajlar	Dezavantajlar
α -SiAlON	<ul style="list-style-type: none"> • Minimum tane sınır fazına sahip tek fazlı SiAlON üretimini sağlar. 	<ul style="list-style-type: none"> • Basıncsız sin terlemeyle zor sinterlenir. • Sahip olduğu eşeksensli mikro yapı nedeniyle kısmen düşük tokluk
β -SiAlON	<ul style="list-style-type: none"> • Ucuz ve kolay sinterleme tekniği olan basıncsız sinterlenebilir 	<ul style="list-style-type: none"> • Daima camsı ya da kristalin tane sınır fazı mevcuttur. • Kısmen düşük sertlik

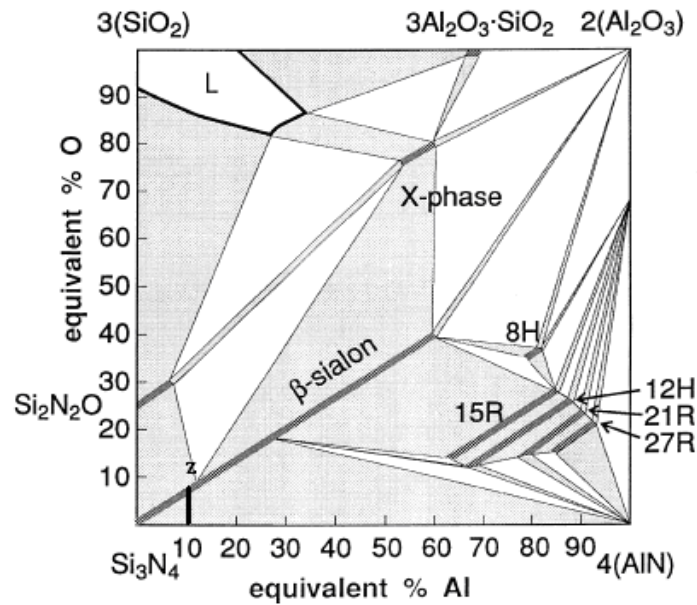
3.1. SiAlON Seramiklerinin Özellikleri

β -Si₃N₄ çubuksu taneli mikro yapısı sebebiyle mükemmel kırılma tokluğuna sahiptir. β -Si₃N₄, yalnızca yüksek sıcaklıklarda sıvı fazı oluşturan sinterleme ilaveleri kullanılarak yoğunlaştırılabilirler. α -SiAlON'larda ise bu katkıların kısmen de olsa kafes yapısına girmesidir. Böylece ikincil fazın miktarı azalır ve yüksek sıcaklık mekanik özelliği gelişir.

Ayrıca SiAlONlar saf Si_3N_4 'den daha yüksek oksidasyon direncine sahiptir. α -SiAlONlar, β -seramiklerinden daha büyük sertlik gösterir ancak α -SiAlONlar kırılabilirliği sebebiyle kullanılmazlar. α -SiAlONların diğer bir problemi ise daha yumuşak β -SiAlON'lara dönüşümü $1400\text{ }^\circ\text{C}$ civarında oluşur. $\alpha \leftrightarrow \beta$ geri dönüşümlü geçiş, sıcaklık ve kompozisyona bağlı olup $\text{Ca-}\alpha$ -SiAlON'lar için çok yavaş, daha büyük iyon çapı olan nadir toprak elementleri için daha hızlı bir dönüşümdür. Si_3N_4 seramiklerinin dezavantajları α - veya β -SiAlON'larla veya α ve β karışımıyla ortadan kaldırılabilir [35]

3.2. Si-Al-O-N Yapıları

SiAlON sistemleri mineral silikatların (SiO_4) tetrahedra yapısının bir türevi olan $(\text{Si, Al})(\text{O, N})$ tetrahedralarının birbiri üzerine inşasıyla kurulmuşlardır. Şekil 3.2' de gösterildiği üzere $1700\text{ }^\circ\text{C}$ 'deki M-Si-Al-O-N faz diyagramında eşdeğer miktar olarak alüminyum içeriği x-düzleminde (silisyumla dengede olarak) ve oksijen içeriği de y-düzleminde (azotla dengede) belirtilerek çizilmiştir.



Şekil 3. 2. $1700\text{-}1730\text{ }^\circ\text{C}$ deki Si-Al-O-N faz diyagramı [36]

Şekil 3.2' de gösterildiği üzere $1700\text{ }^\circ\text{C}$ 'deki bu fazlardan, β -SiAlON 'un oluşumu, β - Si_3N_4 'deki silisyumun alüminyum atomuyla yer değiştirmesine bağlı olarak azotun da oksijen atomuyla yer değiştirmesiyle gerçekleşir.

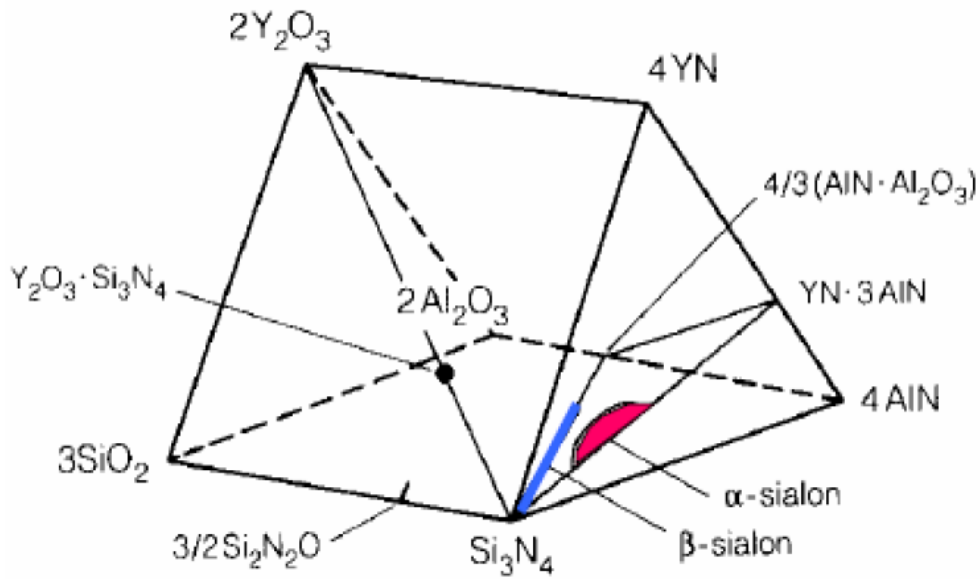
Bu işlem atomlar arası bağlarda kovalent ve iyonik bağların oranlarında değişikliklere yol açtığından dolayı malzemenin özelliklerinde değişikliklere izin verebilmektedir. Bu malzeme başarılı bir şekilde yaygın olarak kesici uçlarda kullanılmaktadır. Kaynak ve ekstrüzyon, ergimiş metali taşımak için pota, yatak malzemesi olarak ve aşındırıcı olarak kullanılması da diğer uygulamalarıdır. Silisyum oksit nitrürden, $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$, Si ve N 'in ayrılıp Al ve O ile yer değiştirmesi oldukça sınırlıdır ama bu işlemin sonucunda basınçsız sinterlemeyle yoğunlaştırılan ürün olan β - SiAlON seramikleri (Genel formülü: $\text{Si}_{2-x}\text{Al}_x\text{O}_{1-x}\text{N}_{2-x}$ 'dir ve $0 < x < 0,2$ 'dir) oksitleyici atmosferlerde oldukça kullanışlıdır.

Si-Al-O-N sisteminde AlN kösesine yakın altı önemli faz daha vardır. Bunların yapıları, birbirlerine çok benzemekle beraber, AlN bileşiklerinde sıkça görülen Wurtzite tipindeki yapıdır (Thompson ve ark.). Ramsdell sembolleriyle anılan bu altı faz sırasıyla; 8H, 15R, 12H, 21R ve 2H'dir. Politip fazlar serisi olarak belirtilen bu fazlardan her biri belirli bir katı çözelti aralığı gösterir ve sistemde aynı çizgi üzerinde sabit metal/metal-dışı oranıyla, yani $(\text{Si}, \text{Al})_m(\text{O}, \text{N})_{m+1}$ tipinde ($4 < m < 9$) yer alır.

SiAlON X-fazı "yüksek" ve "düşük" modifikasyonları olarak bulunur. Her biri triklitik birim hücrelerine sahiptirler ve kompozisyonları $\text{Si}_3\text{Al}_6\text{O}_{12}\text{N}_2$ 'a yakındır. Buna ek olarak kristal yapıları müllitinkine benzerdir.

3.2.1. α -SiAlON seramikler

Genel gösterimi M-Si-Al-O-N şeklindedir. α -SiAlON, α - Si_3N_4 birim hücresi üzerine kurulu bir katı çözeltilidir. Burada M: Mg, Li, Ca, Y, ve Ce 'dan Lu 'ya kadar diğer bütün nadir toprak elementlerini kapsamaktadır. α -SiAlON 'un birim hücresinde iki atomlar arası boşluk vardır. Bu boşluklara ilave atomlar girebilmektedir. α -SiAlON'un oluşumunda iki türlü yer değiştirme mekanizması görülür. İlk yer değiştirme, β -SiAlON'a benzer olarak Si ve N atomları eşit miktarda Al ve O atomları ile yer değiştirmesidir. İkinci mekanizmada ise, $\text{pm}(\text{Si}^{+4})$ iyonu ile $\text{pm}(\text{Al}^{+3})$ iyonu yer değiştirir Hampshire [37].



Şekil 3. 3. Me-Si-Al-O-N sistemini gösteren Janecke prizması [4]

Bu kısmı yer değiştirme sonucunda oluşan yük dengesizliği yapıya giren ve formülde M ile gösterilen katyon ile korunur. α -SiAlON'un genel formülü aşağıda görüldüğü gibidir.

$$M_x Si_{12-(m+n)} Al_{m+n} O_n N_{16-n} \quad (3.1)$$

Burada x, yapıya ne kadar metal atomunun girdiğini m ve n değerleri Si_3N_4 yapısında meydana gelen yer değişiminin miktarını belirtir. X değeri m değerinin katyonun valansına bölünmesi ile elde edilir.

α -SiAlON da sıvı faz sinterlemesi ile yoğunlaşır, ancak α -SiAlON'un basınçsız sinterlenmesi β -SiAlON dan daha zordur ve çoğu zaman sıcak presleme gerektirir. α -SiAlON'un oluşumu sırasında metal katyonları yapıya girdiğinden, sıvı faz miktarında azalma görülür. Bu durumdan dolayı yoğunlaşma zor olmaktadır. Ancak bu özellik tane sınır fazını hemen ortadan kaldırdığı için yüksek sıcaklık mekanik özellikleri açısından çok önemlidir [4]

3.2.2. β -SiAlON seramikler

β -SiAlON'lar genel olarak $Si_{6-4z}^{24-4z} Al_z^{3z} O_z^{2z} N_{8-z}^{24-4z}$ ($0 \leq z \leq 4.2$) formülü ile gösterilmektedirler. Bu formüllerde $z = 0$ olduğundan yapı Si_3N_4 'dür. β -SiAlON fazının bileşiminde z değeri 0 ile 4,2 arasında değişebilmektedir. Formüldeki z silisyum atomları ile yer değiştirebilen alüminyum atomlarının sayısını göstermektedir. β -SiAlON yapısındaki seramik malzeme genellikle Si_3N_4 , Al_2O_3 ve AlN veya Si_3N_4 , SiO_2 ve AlN tozların karışımından üretilmektedir [38].

z değerinin artması ile katı çözültide daha fazla Al ve O bulunur ve latis genişler. Sonuçta yapının yoğunluğu düşer. Sinterlenmiş β -SiAlON'un mikroyapısına bakıldığında iki farklı yapı görülebilmektedir [39].

- β -SiAlON taneleri + camsı faz,
- β -SiAlON taneleri + kristalin YAG fazı.

Oluşan bu camsı faz yüksek sıcaklıkta ($>1000^\circ C$) sürünme özelliklerinin kötüleşmesine neden olur. Yapıda kristal fazın bulunduğu durumda ise oda sıcaklığındaki mukavemet düşük olmasına rağmen halen bu mukavemeti koruyabilmektedir [14]

β -SiAlON' un bazı özellikleri Tablo 3.2'da verilmiştir

Tablo 3.2. β -SiAlON' un özellikleri [40]

Üç nokta eğme mukavemeti, (20 °C)	945 MPa
Çekme mukavemeti, (20 °C)	450 MPa
Basma mukavemeti, (20 °C)	3500 MPa
Young modülü, (20 °C)	300 GPa
Sertlik (20°C)	1800 HV 0.5
Kırılma tokluğu (K_{Ic})	7.7 MPa m ^{1/2}
Poisson oranı	0.23
Yoğunluk	3.25 gr/cm ³
Termal genişleme katsayısı	3.06x10 ⁻⁶ /°C
Termal iletkenlik (20 °C)	22 Wm ⁻¹ K ⁻¹
Elektrik direnci (20 °C)	10 ¹⁰
Isıl şok direnci (soğutulmuş suda)	900 °C
Sürtünme katsayısı (SiAlON-SiAlON)	0.04

3.2.3. α / β – SiAlON seramikleri

α ve β sialon fazları birbiriyle tamamen uyumludur. α/β -sialon kompozitleri uygun nitrür ve oksit karışımlarının tek aşamada sinterlenmesiyle hazırlanabilir. Son zamanlarda, α - β malzemeleri Si_3N_4 ile karşılaştırıldığında daha kolay üretim yöntemi sebebiyle yoğun ilgi çekmiştir. β SiAlON'un tokluğu ve iyi mukavemeti ve α 'nın yüksek sertliği sebebiyle α/β -sialon kompozitlerinde iyi mekanik özellikler elde edilebilir [41]. Bununla birlikte, α - β SiAlON kompozitlerinin tokluk ve sertliği benzer monolitik SiAlON'ların mekanik özellikleri kadar yüksek değildir. α ve $\alpha - \beta$ kompozitlerinin mikro yapısı ve faz kompozisyonu, nadir toprak elementi kullanıldığında büyük oranda daha düşük sıcaklıktaki (1300-1600°C) son sinterleme işleminden etkilenir. α sialon sadece yüksek sıcaklıklarda kararlıdır ve β -SiAlON ek olarak diğer kristalin veya camı fazlara dönüşür. Bu dönüşümün ilerlemesi nadir toprak katyonlarının atom numaralarının artışıyla azalır. Aslında yapıda β SiAlON çekirdekleri yoksa o zaman Yb- α - SiAlON kompozisyonlarında β 'ya dönüşüm olmaz. Hatta yapıda yüksek seviyede sıvı faz olsa bile dönüşüm gerçekleşmez [42-43].

Bu dönüşüm nihai malzemenin mekanik özelliklerinin kontrolü için uygun bir mekanizma sunar. Bununla birlikte, kullanım yerinin maksimum servis sıcaklığı tane sınır camı fazının dönüşüm sıcaklığının (1000°C) altında olan yerlerde uygun şekilde kullanılabilir. Yüksek sıcaklık özellikleri özellikle oksidasyon ve sürünme direnci bu sıcaklığın üzerinde önemli ölçüde kötüleşir [44]. $\beta - \text{SiAlON}$ fazları $\text{Si}_{6-z}\text{Al}_z\text{O}_z\text{N}_{8-z}$ ($0 \leq z \leq 4.2$) çizgisiyle gösterilir. Y- α -SiAlON Si_3N_4 -YN.3AlN- $\frac{4}{3}(\text{AlN}.\text{Al}_2\text{O}_3)$ düzleminde iki boyutlu olarak genişliğe sahiptir. Fazlar uyumludur ve tek aşamalı fırınlama da 1825°C'ye kadar basınçsız sinterlemeyle uygun oksitler ve nitrürler kompozisyonundan hazırlanır. α ve β oluşum oranları farklıdır ve böylece maksimum sinterleme sıcaklığını, ısıtma oranını ve kompozisyonu değiştirilerek mikro yapı istenen arzu edilen karakteristiklerde üretimi için çeşitlendirilebilir[45].

Metal kesici takımlar gibi yüksek sıcaklıklarda sertliğini ve mukavemetini koruması önemlidir.

Sertlik, sinterlenmiş silisyum nitürlerin sertliğinden (1350-1600 Hv) ve HPSN malzemelerinkine (1600-1800 Hv) karıştırıldığında hem α hem β fazlarını içeren sinterlenmiş SiAlON'larda 1800 Hv'lere kadar yüksek sertlik değeri elde edilebilir. Sertlik değişimi SiAlON kompozitlerinde α 'ın varlığı sebebiyle yüksek sıcaklıklara kadar sertliği korunmaktadır. 1000°C'de bu malzemeler alümina seramiklerinden çok daha serttir [45].

3.3. SiAlON Malzemelerin Mekanik Özellikleri

3.3.1. Sertlik

İleri teknoloji seramikleri olan kesici uçlarda ve aşındırıcılarda malzeme seçiminde sertlik en önemli kriterdir. Sertlik plastik deformasyonla yani sertlik cihazının ucunun malzeme üzerinde bıraktığı izin alanıyla ters orantılıdır. Bu da uygulanan gerilime paralel bir dislokasyon hareketi direnci olmasından kaynaklanmaktadır. Bundan dolayı direnç ne kadar arttırılırsa uca verilen yükten etkilenen hacim o kadar azaltılabilir ve sertlik arttırılabilir. Silisyum nitür bazlı seramiklerin sertlikleri üretim teknikleriyle değişmektedir. CVD (Kimyasal buhar çöktürme) yöntemiyle hazırlanmış saf, yoğun β -Si₃N₄ malzemesinin ölçülen sertliği 100g yükte ve oda sıcaklığında 3000-4000 kg/mm²'dir [46].

SiAlON seramiklerinin sertliği, faz içeriklerine ve mikroyapıya (porozite, tane büyüklüğü, dağılımı, ikincil faz vs.) bağlıdır. Sahip oldukları kristal yapı nedeni ile SiAlON seramikleri içinde α -SiAlON β -SiAlON'a göre daha sert polimorfik formudur. Tane sınırı fazı içermeyen, yoğun, çok kristalli tek faz β -SiAlON seramiklerinde oda sıcaklığındaki sertlik formüldeki (Si_{6-z}Al_zO_zN_{8-z}) artan z değeriyle azalmaktadır. α -SiAlON seramiklerinde ise sıcak presleme ile hazırlanmış numunelerin ise sertlikleri Hv10 değerinde 1800-1900 kg/mm² olarak belirlenir. Bu değer yaklaşık olarak M_xSi_{3-(3x+n)}O_nN_{4-n} formülündeki x değerinin 0,08≤x≤0,25 aralığında yaklaşık olarak sabittir.

Sertliđi belirleyen, c eksenine dođru dislokasyon hareketi ile ilgili olan Burgers vektörü ile belirlendiđi için malzemede α -SiAlON miktarının artmasıyla sertlik de artmaktadır.

Dolayısıyla yüksek sertlik gereken uygulamalar için ya sadece α -SiAlON ya da α/β -SiAlON seramikleri tercih edilmektedir. Çünkü α/β -SiAlON seramiklerinde de β -SiAlON'a kıyasla ortalama Burgers vektörü daha büyüktür.

3.3.2. Kırılma tokluđu

Seramiklerin kırılması kararlı olmayan çatlak büyümesiyle meydana gelir. Poroziteler, büyük taneler, yüzey yarıkları gibi hataların varlığı bölgesel gerinim konsantrasyonlarına neden olur.

Düşük sıcaklıklarda Si_3N_4 bazlı seramikler kırılğan yapıya sahiptirler ve kırılmaya sebebiyet verecek hataların oluşturduđu çatlakların ilerlemesi çok hızlı olur. Çatlak ilerlemesine karşı göstermiş oldukları direnç malzemenin tokluđudur (K_{Ic}). Bundan dolayı ileri teknoloji seramiklerinde yüksek kırılma tokluđu, bu seramiklerin kırılğan yapıları problemini aşmak için şarttır [47].

Lange ve arkadaşları 1973'te yüksek uzunluk ve en oranlarında (anizotropik tane) yüksek kırılma tokluđu değerlerine ulaşıldığını belirtmişlerdir. Si_3N_4 tozunun artışıyla dođru orantı gösterir.

Silisyum nitrür bazlı seramikler için çeşitli kırılma tokluđu mekanizmaları önerilmiştir. Bunlar: mikro çatlaklar, çatlak köprüsü ve çatlađın yön deđiştirmesidir. Mikro Çatlaklar, uygulanan gerilimden dolayı oluşan ana çatlađın taneler ve tanelerin ara yüzeylerinde ayrışmasıdır.

Çatlak köprüsü, uzamış tanelerin çatlađın ilerlemesini zorlaştırmasıyla, çatlađın tanenin üzerinden geçerek ilerlemesidir. Bu sayede kırılmaya karşı olan direnç oldukça artar.

Çatlağın yön deęiřtirmesi, çatlak ilerlerken, yönü uygulanan gerilmenin yönüne doęru deęiřtikçe, çatlağın ilerlemesi zorlařır. Si_3N_4 bazlı seramiklerde uzamıř β - Si_3N_4 tanelerinin varlıęı, çatlağın yönünü deęiřtirebildięinden dolayı, kırılma tokluęunu arttırır.

3.3.3. Sürünme direnci

Yüksek sıcaklıklarda zamana baęlı sürünme deformasyonu ve sürünme kopması malzemelerin uygulanan yüke karřı dayanımlarında en etkili faktörlerdendir. SiAlON seramiklerinin sürünmesi arada camsı fazın akıřkanlıęıyla kontrol edilir. Sürünme davranıřı üç basamakta gerçekteřir.

Bunlar:

- 1.) Birincil sürünme veya geçiř sürünmesi: Viskoelastik olarak düzeltilbilir bir bileřendir. Akıcı tane sınırlarının hareketiyle elastik deformasyon oluřur.
- 2.) Tane sınırları difüzyonu veya Coble sürünmesi: Az miktardaki camsı tane sınırlarının varlıęıyla difüzyon artar. Bu süreç uygulanan gerinim, kırılma sınırının altındaysa uzun zaman aralıklarında devam eder.
- 3.) Üçüncül sürünme: Camsı fazın bulunduęu tane aralarının kanallarında yüksek gerilmelerden ve/veya sıcaklıklardan kaynaklanan tane sınırı kaymaları sırasında, porozitelerin oluřmasıdır.

İkinci basamaktaki sürünme hızı, en uzun basamak bu olduęu için oldukça önemlidir ve genellikle sürünme davranıřının toplam süresini yaklaşık olarak bu basamak belirler.

3.3.4. Oksidasyon

Si_3N_4 malzemeleri, kullanıldıęı pek çok uygulamada, genellikle oksitleyici řartlarda, çok yüksek sıcaklıklara (kayma yüzeyleri de çok yüksek bölgesel sıcaklıklar doęurabilir) maruz kalma durumundadır. Si_3N_4 , oksidasyon ağıısından termodinamik olarak kararsızdır ancak bu, nitrür yüzeye oksijen tařınımının engelleyici oksit tabakasıyla oksidasyona karřı korumalıdır.

Pasif oksidasyon ve daha fazla oksidasyon olmaksızın oksitleyici şartlar altında yüksek sıcaklıklara karşı dayanıklı olabilmesi bu nedenle yüzey oksit tabakasının kararlılığı ve sürekliliğine bağlıdır [48].

Saf Si_3N_4 'ün pasif oksidasyonunun, oksijenin yüzey SiO_2 tabakasından yavaş gerçekleşen difüzyonuyla kontrol edildiği yaygın olan görüştür. Ancak Si_3N_4 ve silisyumun (ve SiC 'un) oksidasyon oranlarında büyük farklar vardır. Si_3N_4 , 1000-1400°C sıcaklık aralığında yaklaşık 486 kJmol^{-1} 'lik bir aktivasyon enerjisiyle çok daha yavaş oksitlenir. Detaylı analizler bu olayın, silisyumun yüzeyinde amorf SiO_3 film tabakası bulunurken, Si_3N_4 'ün yüzeyinde ise dışta SiO_2 , iç yüzeyde ise amorf silisyum oksinitrür ($\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$)'den oluşan azot içeren çift katlı filmden kaynaklandığını göstermiştir.

Aktif oksidasyon üzerine daha az çalışma yapılmıştır fakat bunun önemi Si_3N_4 yüksek sıcaklıklarda daha düşük oksijen basıncı veya CO_2 ya da H_2O gibi oksijen içerikli numunelerin içerilmesi durumunda redükleyici şartlar altında kullanıldığında ortaya çıkmaktadır.

3.4. Silisyum Nitrür Esaslı (SiAlON , Si_3N_4) Seramiklerinin Kullanım Alanları

Oksit dışı nitrür seramikler içerisinde yer alan silisyum nitrür (Si_3N_4), üstün mekanik ve termo-mekanik özellikleri olan bir teknolojik seramik malzemedir. Sahip olduğu sertlik, aşınma direnci, düşük ısıl genişleme katsayısı mükemmel ısıl şok direnci gibi özelliklerinden dolayı özellikle yüksek sıcaklıklarda yüksek performans gerektiren uygulamalar için kullanılan bir malzemedir. Si_3N_4 esaslı seramikler demir dışı metaller tarafından kolayca ıslatılamazlar. Bu nedenle endüstride refrakter olarak alüminyum endüstrisinde, çeşitli tüplerin ve termokulp kılıflarının imalatında kullanılmaktadır. Yüksek sıcaklıklardaki uygulamalar için demir çelik sektöründe kullanılmaktadır. Alüminyum dökümünde, alüminyum ile temas eden yerlerde kullanılabilir [49].

Geliştirilen β - SiAlON seramikler kaynak torçlarındaki nozul olarak ve direnç kaynağı için sabitleme parçaları olarak ve direnç kaynağında kaynak somun pinleri olarak kullanımında ise sertleştirilmiş çelik pinlere göre 700 kez daha uzun kullanım ömrüne sahiptir.

Gaz türbin parçaları, dizel motor parçaları, ekstrüzyon kalıpları, sızdırmazlık elemanı, hadde yönlendirme pleytleri, yüksek sıcaklık ve korozyon özellikleri özellikle demirdışı metallere karşı direnci sebebiyle refrakter olarak önemli kullanım potansiyelinin yanı sıra β -SiAlON'lar yüksek sertlik aşınma dirençleri sebebiyle aşınma parçalarında kullanım potansiyeline sahiptir. Bununla birlikte β -SiAlON seramiğinin yine sertlik aşınma direnci ve tokluk özellikleri sebebiyle kesici takım olarak kullanımını en başarılı olduğu alanlardan biridir [50].

Tablo 3. 3. Silisyum nitrür bazlı (SiAlON, Si₃N₄) seramiklerinin uygulama alanları [51]

Motor Parçaları	Piston, Silindir astarı, Bujiler, Ateşleyiciler, Pervaneler, Vanalar
Aşınmaya ve Korozyona Dayanıklı Parçalar	Yataklar, Patlama memeleri, Nozullar, Kimyasal Sıvı Pompalama Parçaları
Metal İşleme Bileşenleri	Tel Çekme Hadde Makaraları, Çelik İşleme Parçaları, Metal Ergitme Kılavuzları
Aletler	Kesici Aletler Isı Kalkan Plakaları, Isı İzoleli Seramik Tuğlalar.

BÖLÜM 4. SiAlON SERAMİKLERİN SİNERLENMESİNDE KATKI MADDELERİNİN ROLÜ

Silisyum nitrürün güçlü kovalent bağa sahip olması sebebiyle difüzyon katsayısı düşüktür. Bu sebeple sinterleme başlaması için yüksek sıcaklıklara çıkılması gerekmektedir. Ancak sinterleme sıcaklığı difüzyon oluşacak kadar yükseldiğinde ise silisyum nitrürün yapısı bozunmaya başlamaktadır. Bu yüzden iyi sonuçlar elde etmek için sıvı faz sinterlemesi ile sinterlenmektedir. Sıvı faz sinterlemesinde katılan sinterleme ilaveleri ile oluşan sıvı faz sinterleme sıcaklığını düşürerek sinterlenmeye katkıda bulunmaktadır.

Silisyum nitrürün çeşitli sinterleme ilaveleri kullanılarak sıvı fazla sinterlenmesindeki amaç, difüzyon katsayısının çok düşük olmasından dolayı kütle taşınımının ilave katkılarıyla ve yüzey silikasından oluşan sıvı fazla gerçekleştirilmesini sağlamaktır. Böylece silisyum nitrür başarılı bir şekilde sinterlenebilecektir [12].

4.1. Silisyum Nitrürün ve SiAlON'un Yoğunlaştırılmasında Sinterlemeye Yardımcı Katkılarının Rolü

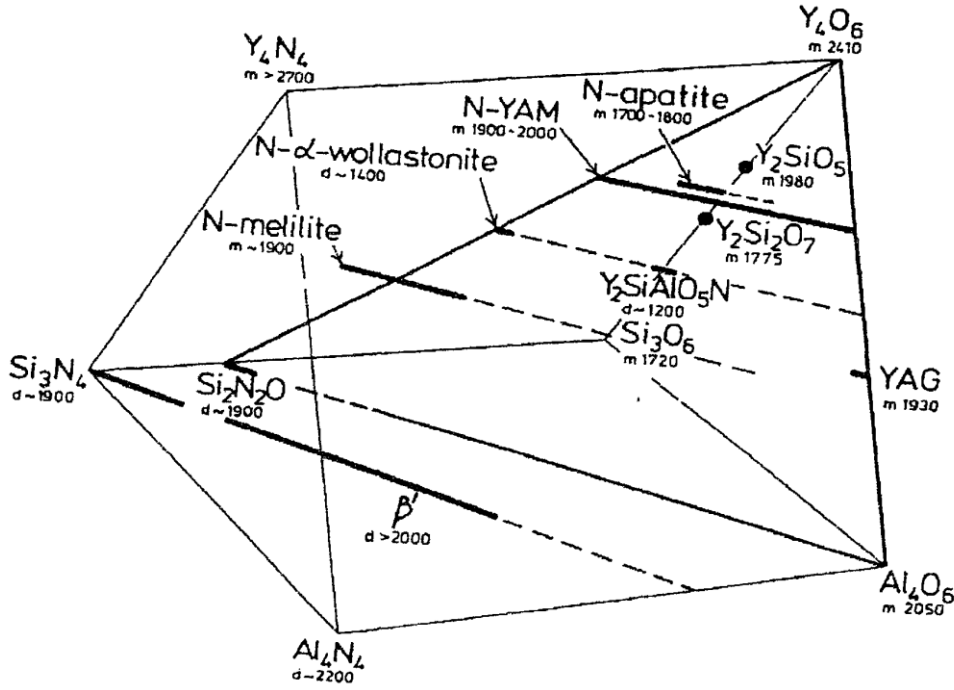
4.1.1. MgO etkisi

Magnezyum oksit ile sıvı faz 1390 °C'de oluşmaktadır(MgO-SiO₂ 1515 °C). Bu metal oksit ilaveleriyle silisyum nitrür yüzeyindeki %4'lük silikanın ilk sıvı oluşum sıcaklığı fark edilebilir şekilde ilgili benzer metal oksit - silika sistemindeki en düşük solidüs sıcaklığından daha düşüktür. Nitrojen bir ilave bileşen gibi ötektik sıcaklığını düşürmektedir. Sinterleme sırasındaki çekme ise genellikle sıvı oluşum sıcaklığında başlar ve $\alpha \rightarrow \beta$ dönüşümü gerçekleşmektedir.

MgO ile sıcak presleme sırasında tam yoğunlaşma $\alpha \rightarrow \beta$ dönüşümü olmadan önce sıvı silikat oluşumu sayesinde başarılmaktadır. Magzezya ile sıcak presleme sırasında kısmi β dönüşümüyle neredeyse tamamen yoğunlaşma sağlanmaktadır. Fakat yitriya ile yoğunlaşmada sınırlı yoğunlaşma oluşmaktadır. Farklı katkıların davranışı yorum gerektirir. Dönüşüm kinetikleri bu yüzden önemlidir [52].

4.1.2. Y_2O_3 etkisi

Yitriya ile yoğunlaştırılan β -SiAlON'lar yüksek sıcaklık mühendislik uygulamaları için ümit veren nitrojen seramikleridir. β -SiAlONun yitrium ile yoğunlaştırılması halinde iyi yüksek sıcaklık mukavemeti için yitrium kristalin tane sınırı fazı olarak Y-Si-Al-O-N sisteminde bileşikler arasında en uygun faz olarak yerleşmektedir. Bu sistemde de en uygun faz olarak YAG (Yitrium-Alüminyum-Garnet) fazı bulunmaktadır. İki fazlı β -SiAlON –YAG malzemesinin hazırlanması başlangıç tozunun ve proses şartlarının dikkatlice kontrolünü gerektirmektedir. Bununla birlikte, yinede nihai az miktarda cam veya başka kristalin fazlar kalabilmektedir. Bu işlemi takip eden bir ısıl işlem veya kullanım sırasında cam daha fazla kristalin faz oluşacak şekilde uzaklaşabilmektedir. Fakat bu yüksek sıcaklık özelliklerini kötü etkilemektedir. Cam içeriği başlangıç tozunda daha az silika kullanılarak minimize edilebilmektedir. Fakat o zaman da yoğunlaştırma daha zor olmaktadır. β -SiAlON ve YAG arasındaki faz ilişkilerini tamamen gösterebilmek için Janeck Prizması Y-Si-Al-O-N davranış diyagramını kullanmak gereklidir. Bu diyagram bu sistemdeki tüm sıvı alanlarını göstermektedir [18, 53-55].



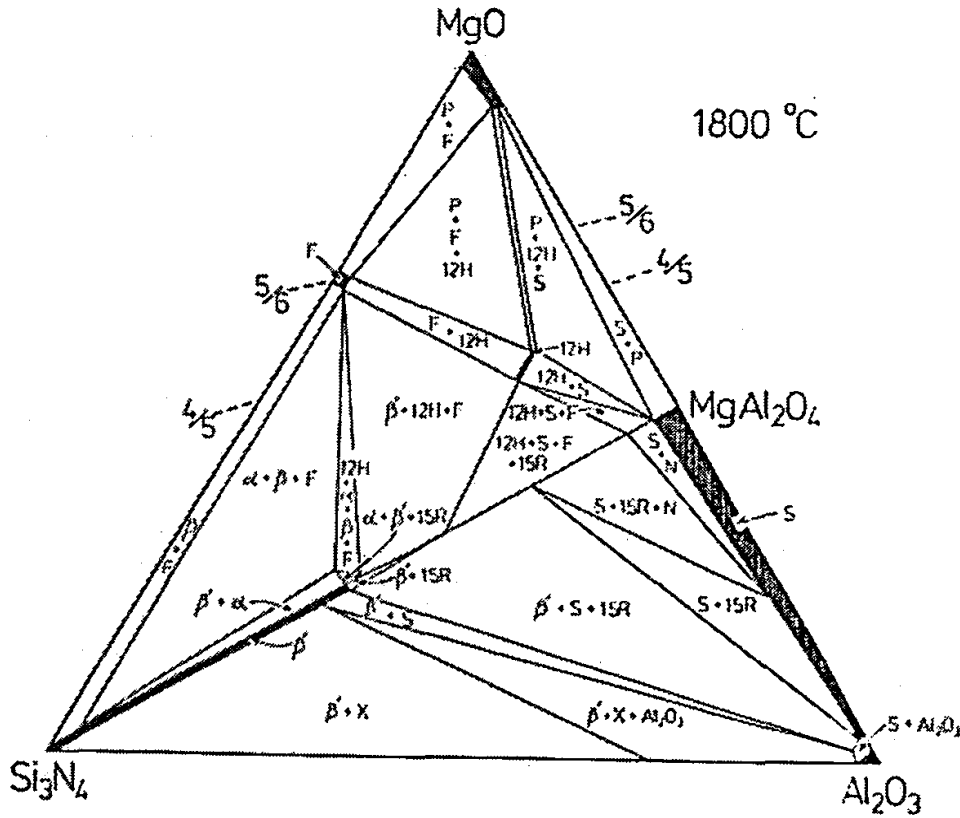
Şekil 4.1. Y_2O_3 ile sinterlenmiş sialon seramiklerinde tane sınırı fazları [56]

4.2. Metal Oksit Katkılı SiAlON Sistemleri

SiAlON seramiklerde Al_2O_3 'ün yanı sıra metal oksitlerin de sinterleme katkı maddesi olarak ilavesi beş bileşenli bir sistemi ortaya koymuştur. Bu sistemin gösterildiği faz diyagramı Janecke prizması olarak tanımlanmaktadır. Şekil 3.3'de verilen Janecke prizması, Y-SiAlON sisteminde şematik olarak α - ve β -SiAlON fazlarını göstermektedir. Bu sistemde kullanılan sinterleme katkı maddeleri genel olarak; Yb_2O_3 , Y_2O_3 , Nd_2O_3 , Sm_2O_3 , Dy_2O_3 , Gd_2O_3 , Er_2O_3 , MgO , Li_2O , BeO , CaO , BaO , Sc_2O_3 , $SrCO_3$, La_2O_3 kullanılır. Bunların arasından en yüksek refrakterlik özelliği gösteren camsı fazı oluşturan katkı maddeleri Y_2O_3 veya La_2O_3 olarak bulunmuştur. Ayrıca, hem diğerlerine göre daha ucuz olması hem de iyi mekanik özelliklere sahip SiAlON oluşumunu arttırması nedeniyle Nd_2O_3 veya CeO_2 daha çok kullanımı arttırılmaya çalışılan oksit grubudur [19].

4.2.1. Mg-Si-Al-O-N sistemi

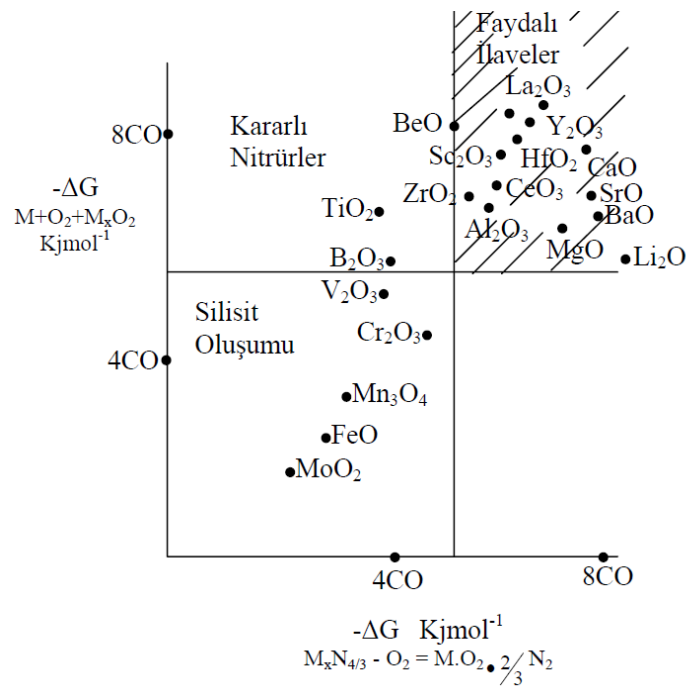
İlk çalışmalar, magnezyum spinel, $MgAl_2O_4$, ve ya eşit mol oranlarında MgO ve Al_2O_3 'ün Si_3N_4 ile reaksiyonu sonucunda M/X oranı $3/4$ olan β -Mg-SiAlON'un oluşturduğunu göstermiştir. Ancak, daha sonraki çalışmalar ışığında bu sonuçlar tekrar gözden geçirilmiştir. Örneğin, daha önceleri "Y" ve "Q" olarak tanımlanan fazların 15R ve 12H politipleri olduğu bulunmuştur. Şekil 3.3' te görülen Jânecke prizmasında Y_2O_3 yerine katkı maddesi olarak MgO konulduğunda oluşacak faz diyagramının üç bileşenli $MgO-Si_3N_4-Al_2O_3$ bölümü Şekil 4.2'de verilmektedir. Faz diyagramında $Si_3N_4-MgAl_2O_4$ çizgisi üzerinde oluşan β -SiAlON fazının yanı sıra, α -SiAlON, X, 12H, 15R ve azot spinel fazları da görülmektedir [57].



Şekil 4. 2. 1800 °C Mg-Si-Al-O-N sisteminin $MgO-Si_3N_4-Al_2O_3$ görüntüsü [7]

4.2.2. Y-Si-Al-O-N sistemi

Si_3N_4 'ün MgO katkısı ile sıcak preslenmesinde tane sınırlarında oluşan magnezyum silisyum oksinitrür camının ergime sıcaklığına bağlı olarak yüksek sıcaklıkta mukavemet ve sürünme direnci kötüleşmektedir [25]. Magnezyum yerine itriyum kullanarak daha refrakter bir tane sınır fazının oluşacağını göstermiştir. Y_2O_3 - SiO_2 sisteminde minimum sıvı sıcaklığı 1660°C 'dir. % 5'e kadar Y_2O_3 ilavesi ile itriyum silikatlar oluşurken, % 15 Y_2O_3 ilavesi ile Si_3N_4 'ün yüzeyindeki tüm SiO_2 reaksiyona sokularak yüksek sıcaklık mukavemeti geliştirilmiştir. Tek başına Y_2O_3 'ün katkı maddesi olarak kullanıldığı çalışmalar Newcastle grubu tarafından yapılarak Y-Si-O-N ve Y-SiAlON sistemleri hakkında geniş bilgi elde edilmiştir [22]. Tamamen yoğun bir malzeme eldesi, basınçsız sinterleme veya sıcak presleme yöntemlerinden biri ile MgO, CaO, Ln_2O_3 , Ga_2O_3 , BeO Al_2O_3 ve Y_2O_3 kullanılarak yapılmaktadır (Şekil 4.3).



Şekil 4. 3. Silisyum nitrür bazlı seramiklerde kullanılabilecek katkı maddeleri

Tablo 4.1’de %5 metal oksit ilavesiyle yoğunlaştırılmış silisyum nitrürler için sıvı faz oluşum sıcaklıkları verilmiştir.

Tablo 4. 1. %5 metal oksit ilavesiyle yoğunlaştırılmış silisyum nitrürler için sıvı faz oluşum sıcaklıkları [37]

İlave Oksitler	Sıvı Oluşum Sıcaklığı (°C)
Li_2O	1050
MgO	1390
CaO	1485
La_2O_3	1480
CeO_2	1470
Nd_2O_3	1460
Sm_2O_3	1370
Gd_2O_3	1510
Dy_2O_3	1500
Y_2O_3	1500
Yb_2O_3	1460

BÖLÜM 5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

5.1. Toz Kompozisyonlarının Hesaplanması ve Belirlenmesi

Si_3N_4 kuvvetli kovalent bağ yapısına sahiptir. Bu yüzden tek başına katı faz sinterlemesi şeklinde sinterlenemezler. Çünkü sinterlenme işlemi için gereken yüksek sıcaklıklara çıkıldığında (özellikle 1800°C 'nin üzerinde) Si ve N ayrışmaktadır. Böylece yoğunluk değerleri düşmektedir. Bu yüzden silisyum nitrürün sinterlenmesi için sıvı faz sinterlemesi yönteminin kullanılmasını zorunludur. Oksit katkıları sayesinde sinterleme işlemi sırasında Si_3N_4 'ün ayrışmadan çözünebileceği düşük ötektiğe sahip bir sıvı faz oluşturulur. Oluşturulacak sıvı fazın hangi sıcaklıklarda oluşacağı silisyum nitrür çözünürlüğü, viskozitesi, önemlidir. Bu sebepten farklı katkı malzemeleri ve farklı bileşimler denenmektedir. İlave katkıların daha ince taneler halinde uniform olarak dağılması ve silisyum nitrür tanelerinin etrafını sarabilmesi çok önemlidir.

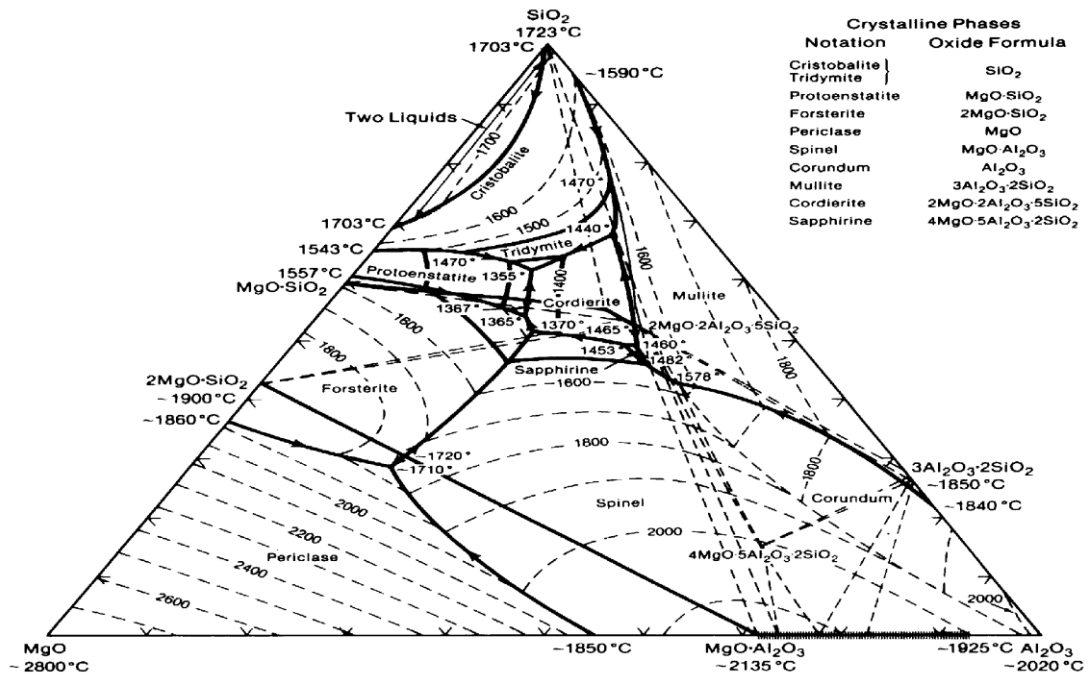
Tablo 5. 1. Deneysel çalışmalarda kullanılan malzemeler ve özellikleri

Malzeme	Kaynak	Ana empürüteler	Özellik veya XRD
Si_3N_4	UBE (BET: $9\text{-}13\text{m}^2/\text{g}$)	O < %2, C < %0.2, Cl < 100 ppm, Fe < 100ppm, Al, Ca < 50 ppm	%95 $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ 5% $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$
MgO	Alfa Easer Company	%95 < MgO 0,02 Ca, 0,2 w/o Na, 0,05 ağ/o K	CAS: 1309-48-4
Al_2O_3	Alfa Easer Company	%99.5 (metal bazlı) 0,8 w/o Na_2O , 0,03 w/o SiO_2 , 0,03 w/o CaO	CAS: 1344-28-1
Y_2O_3	N.toprak elementleri	İz miktarda Si, Ca, Pb, Cu, Mg	% 100 Y_2O_3

Tablo 5. 2. Deneysel çalışmalarda kullanılan malzemeler ve özellikleri (devam)

AlN	Alfa Easer Company	%32 min. N İz miktarda C, Te, Ti, Ca, Si, Zr, Mg 0,1 ağ/o	% 100 AlN
Izopropanol Alkol	Kimeks	(20°C'de) d=0.786 g/cm ³ molar kütle=60.10 g/mol	C3H7OH
BN	Henze Hegzagonal	Partikül boyutu <10µm Bulk d= 0.4 moleküler w=24.82 g/mol	HHebaFill 400 LOT:116050

Si₃N₄ ve SiAlON'un sinterlenmesinde sistemde MgO, Al₂O₃ ve yüzey silikası ve bazen de ilave silika ile birlikte düşük sıcaklıklarda (~1500°C) reaksiyona girmesiyle düşük sıcaklıklı ötektik oluşur. Bu katkılarla çalışılacak sistemlerde sıvı fazın oluşacağı minimum sıcaklıkları ve kompozisyonun % değerleri Şekil 5.1'te görülen diyagram kullanılarak yapılan hesaplamalara göre belirlenir. Daha sonra bu yüzdeler katyonların valans değerlerine bölünerek atomik yüzde değerleri elde edilir.

Şekil 5. 1. SiO₂-MgO-Al₂O₃ üçlü faz diyagramı [58]

Gerekli literatur çalışmaları yapıldıktan sonra SiAlON seramiklerinin üretimi için kompozisyonların belirlenme ve hazırlanma sürecine geçilmiştir. Y_2O_3 -MgO-SiO₂ Sistemi ve ile hazırlanan yüksek katkı oranına sahip toz kompozisyonlarının karışım yüzdeleri Tablo 5.2’de verilmiştir.

Tablo 5. 3. Y_2O_3 -MgO-SiO₂ sistemi ile hazırlanan farklı katkı oranına sahip toz kompozisyonları (% Ağı.)

Malzemeler	Y ₂ O ₃ -MgO-SiO ₂ Sistemi ile Kompozisyon Hazırlama	
	M1	M3
Si ₃ N ₄	73,92	72,71
Al ₂ O ₃	8,06	7,93
AlN	6,83	6,71
SiO ₂	2,68	2,64
MgO	1,5	3
Y ₂ O ₃	7	7

MgO-SiO₂ sistemi ile hazırlanan toz kompozisyonlarının karışım yüzdeleri Tablo 5.3’te verilmiştir. Burada katkı malzemesi olarak yalnızca MgO kullanılmıştır.

Tablo 5. 4. MgO-SiO₂ sistemi ile hazırlanan toz kompozisyonları (% Ağı.)

SiAlON	Kodlar	Si ₃ N ₄	Al ₂ O ₃	AlN	SiO ₂	MgO
MgO-SiO ₂ Sistemi ile Kompozisyon Hazırlama	MS	76,75	8,37	7,09	2,78	5
	S3	78,36	8,54	7,23	2,84	3

Seramik üretiminde α - Si_3N_4 seramik tozlarının β -SiAlON seramiğine dönüşmesi ve yoğunlaşmanın artırılabilmesi için α - Si_3N_4 içerisine Al_2O_3 , AlN ana bileşenler ve MgO, Li_2O , Y_2O_3 gibi ilave katkı tozları karıştırılır. Silisyum nitrür tanecikleri arasına giren bu katkı maddeleri sinterleme sırasında Kingery modelinde açıklandığı üzere 1700°C ve üzerinde ötektik reaksiyona girerek sıvı faz içerisinde çözünme-çökme reaksiyonu ile hem yoğunlaşma hemde α - Si_3N_4 'den β -SiAlON'a dönüşüm gerçekleşir.

MgO, SiO_2 , Y_2O_3 ve Li_2O gibi katkı maddeleri sıvı faz oluşumuna ve α - β dönüşümüne yardımcı olur. Si_3N_4 esaslı tozların sinterlenmesinde en önemli katkı maddeleri MgO ve Y_2O_3 ' tür.

Bu çalışmada β -SiAlON üretimi için çeşitli oksit katkıları içeren (MgO- SiO_2 , Y_2O_3 -MgO- SiO_2) kompozisyonlar seçilmiştir. Bu kompozisyonlarla sinterleme çalışmaları yapılmış ve elde edilen ürünler çeşitli yöntemlerle karakterize edilmiştir. Kompozisyonlardaki SiO_2 , Si_3N_4 tanecik yüzeyinde bulunan \sim % 3,5 oksit tabakasından sağlanmaktadır.

5.1.1. β -SiAlON (z=1) Seramiği üretimi

Yoğun β -SiAlON seramik üretimi için silisyum nitrür tozları (yüzey silikasıyla birlikte), alüminyum nitrür tozu ve alüminyum oksit tozları yitriya, magnezyum oksit gibi sinterlemeye yardımcı katkı maddeleri ile birlikte yüksek sıcaklıkta reaksiyona girmesiyle elde edilir. Elde edilen β -SiAlON'un özellikleri β -SiAlON genel formülündeki ($\text{Si}_{6-z}\text{Al}_z\text{O}_z\text{N}_{8-z}$) z değerine göre değişmektedir. Formüldeki z değeri 0-4.2'ye kadar değişebilmekte olup "z" değeri arttığında Si_3N_4 yapısına daha fazla alüminyum girmektedir. Böylece malzemenin oksidasyon direnci, yüksek sıcaklık korozyon direnci artar. Ancak alüminyumun yapıya girmesiyle Si_3N_4 'ün baskın özellikleri azalmaktadır. Alüminyumun diğer temel etkisi ise z değerinin değişmesiyle birlikte (fiberimsi uzamış β taneciklerin) aspekt oranının değişimidir.

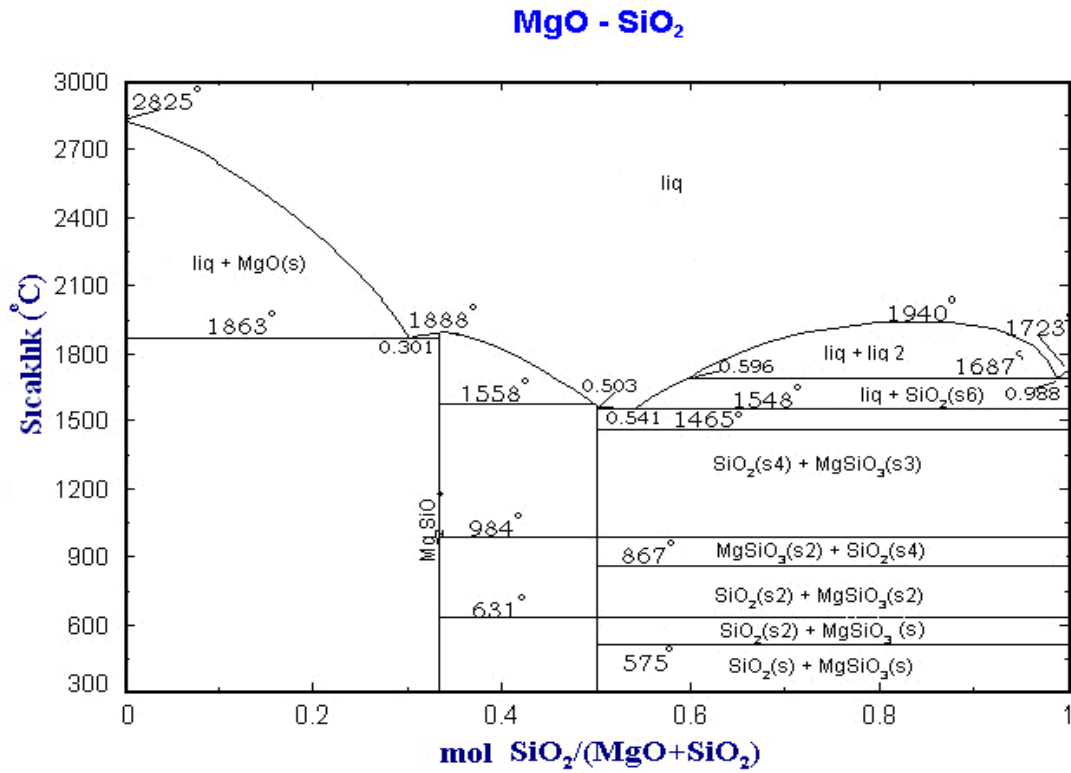
Z değeri arttıkça aspekt oranı azalırken z değerinin azalmasıyla aspekt oranı artar, böylece kırılma tokluğu ve mukavemet artar. Bu sebeplerden ötürü mevcut literatür bilgileri ışığında $z=1$ değerlikli kompozisyonun daha yüksek mukavemet ve kırılma tokluğu vermesi sebebiyle optimum bir değer olarak düşünülmüştür.

Bu çalışma kapsamında Şekil 3.2’de görülen diyagrama göre β çizgisinde $z=1$ ’e göre hesaplanmış olan oranlarda Si_3N_4 , Al_2O_3 ve AlN karışımına sinterlemeye yardımcı sıvı faz oluşturucu katkıları (MgO ve/veya Y_2O_3) koyularak daha düşük sıcaklıklarda sıvı faz sinterlemeyle yüksek yoğunluklu β - SiAlON elde edilmesine çalışılmaktadır. Burada AlN tozlarının yüzeyin %4 Al_2O_3 ve Si_3N_4 ’ün yüzeyinde bulunan %3,5 olduğu kabul edilen yüzey silikaları da hesaba katılmıştır [59].

5.1.2. MgO-SiO_2 sistemiyle yoğunlaştırma çalışmaları

MgO ilavesiyle sıvı faz oluşumu 1390°C ‘de gerçekleşirken Y_2O_3 ile 1450°C ’de ve Al_2O_3 ile ise en düşük ötektik 1470°C olarak bulunmuştur. Sinterleme sırasında, çekme genellikle, sıvı oluşum sıcaklığındaki başları ve $\alpha \rightarrow \beta$ faz dönüşümüyle eşlik edilir. MgO düşük viskoziteli bir sıvı faz vermesiyle yoğunlaşmayı Y_2O_3 ve Al_2O_3 ’ten daha fazla desteklemektedir.

MgO katkısının kompozisyonda farklı oranlarda kullanılmasının sebebi sistemdeki en düşük ötektik noktayı yakalayabilmektir. Kesin bir miktar belirtilememesinin sebebi ise Mg metalinin forsterit, enstatite gibi reaksiyonlar sonucu açığa çıkması ve yüksek buhar basıncı sebebiyle sistemden uzaklaşmasıdır. Bu da Mg oranının sistemde artık aynı oranda kalmaması demektir. Bu sebeple farklı oranlar kullanılarak en düşük ötektik noktaya yaklaşılmaya çalışılmıştır[26].



Şekil 5. 2. MgO-SiO₂ ikili sisteminin diyagramı [26].

$z=1$ değerliliğine göre hazırlanan iki farklı MgO katkılı SiAlON toz kompozisyonları Tablo 5.4'te verilmiştir. Basıncsız sinterleme yöntemi kullanılarak değişik sıcaklık ve sürelerde sinterleme çalışmaları yapılmıştır.

Tablo 5. 5. MgO-SiO₂ ikili sisteminden yararlanılarak hazırlanan $z=1$ değerlikli SiAlON toz kompozisyonlar (% Ağı.)

SiALON	Kodlar	Si ₃ N ₄	Al ₂ O ₃	AlN	SiO ₂	MgO
MgO-SiO₂ Sistemi ile Kompozisyon Hazırlama	MS	76,75	8,37	7,09	2,78	5
	S3	78,36	8,54	7,23	2,84	3

5.1.3. Y_2O_3 -MgO-SiO₂ sistemiyle yoğunlaştırma çalışmaları

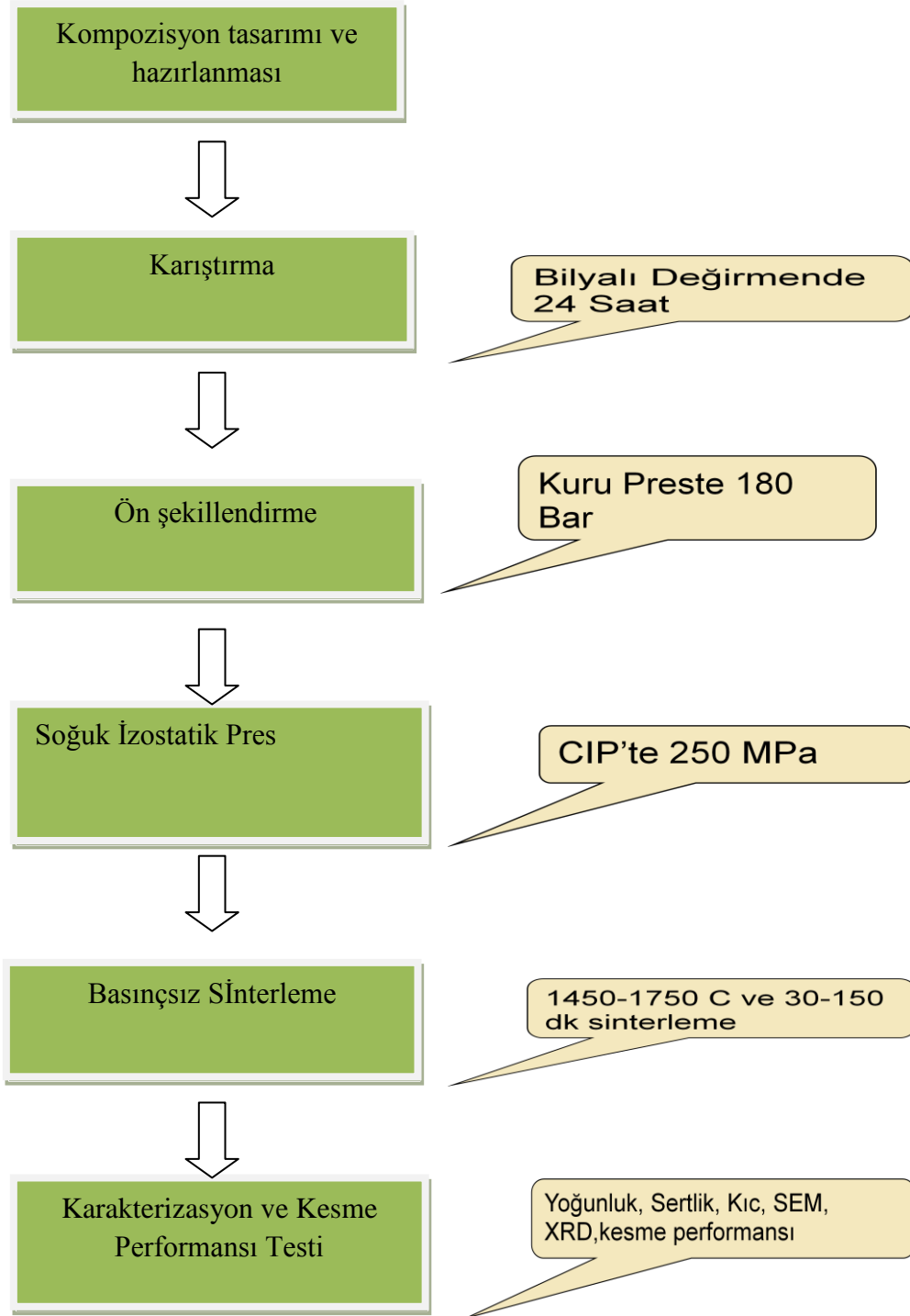
Giachello ve arkadaşları Si₃N₄ seramiklerinin yoğunlaştırılmasında sinterleme katkısı olarak yitriya ve magnezyum oksit kombinasyonu denemişlerdir. Tane sınırları camı fazi Mg₅Y₆Si₅O₂₄, oluşturarak kristallendirilebilir ve nihai malzemenin yüksek sıcaklık mukavemeti (1000°C'deki) gelişir. MgO'le birlikte $\alpha \rightarrow \beta$ dönüşümünde neredeyse bir artış olmazken yoğunlaşmada önemli bir artış olmuştur. z=1 değerliliğine göre hazırlanan Y₂O₃ ve MgO katkılı SiAlON toz kompozisyonu Tablo 5.5'da verilmiştir. Basıncısız sinterleme yöntemi kullanılarak değişik sıcaklık ve sürelerde sinterleme çalışmaları yapılmıştır.

Tablo 5. 5. Y_2O_3 -MgO-SiO₂ üçlü sisteminden yararlanılarak hazırlanan z=1 değerlikli SiAlON toz kompozisyonları (% Ağı.)

Kodlar	Si ₃ N ₄	Al ₂ O ₃	AlN	SiO ₂	MgO	Y ₂ O ₃
M1	73,92	8,06	6,83	2,68	1,5	7
M3	72,71	7,93	6,71	2,64	3	7

5.2. Toz Hazırlama İşlem Basamakları

Hesaplanan toz kompozisyonlarının hazırlanmasından sinterlenme sürecine kadar gerçekleştirilen işlem sırası Şekil 5.3’de gösterilmiştir.



Şekil 5. 3. Toz hazırlama işlem basamakları diyagramı

Kalsinasyon; maddelerin ergime sıcaklığının altındaki yüksek sıcaklıklara ısıtıldığı bir prosestir. Tozlara uygulanan kalsinasyon işlemiyle uçucu maddeler ve nem uzaklaştırılır. Oksitler 5 saat boyunca 900°C kamara tipi ısıtma fırınlarında diğer malzemeler ise etüv fırınında yaklaşık 3 saat süreyle 100°C'de bekletilerek gerçekleştirilmiştir. Şekil 5.4'de kamara tipi ısıtma fırını ve Şekil 5.5'de etüv fırını görülmektedir.



Şekil 5.4. Kamara tipi ısıtma fırını

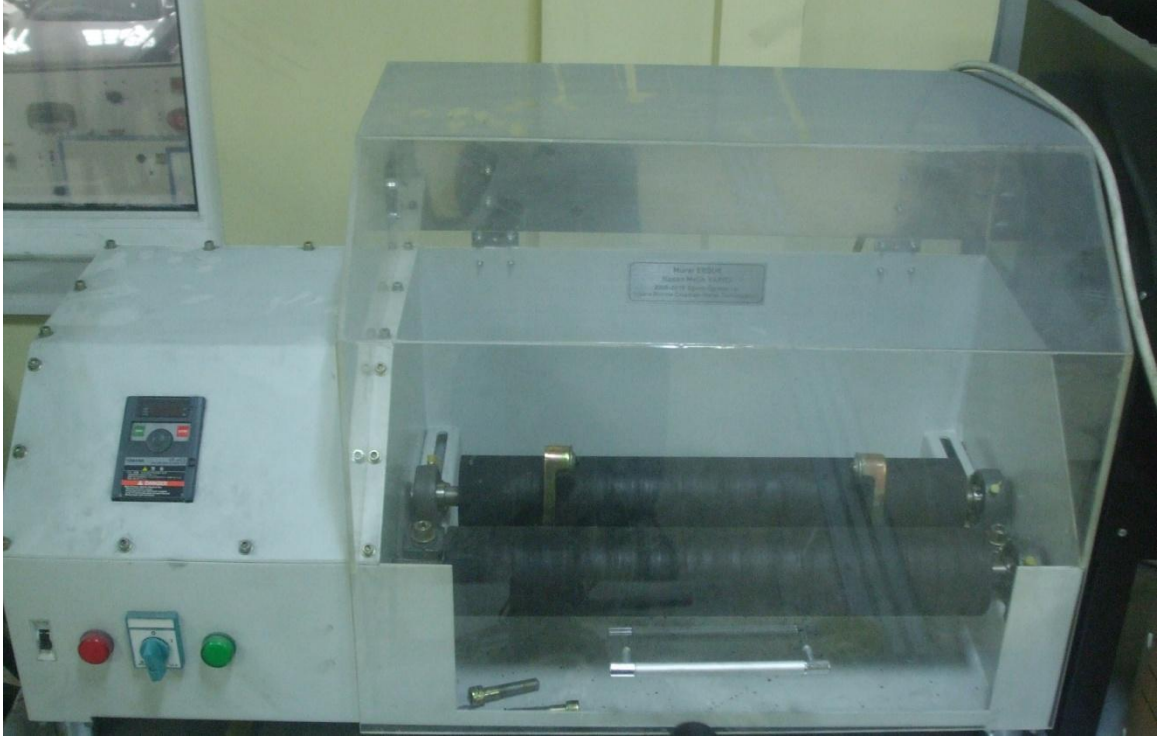


Şekil 5.5. Etüv fırını

Bilyalı Değirmende Karıştırma; Önceden belirlenen kompozisyonlarda tartılan seramik tozları daha sonra plastik şişelere konulup sıvı olarak izopropil alkol kullanılmasıyla Şekil 5.6'da görülen bilyalı değirmende homojen bir karışım elde etmek için 24 saat karıştırma işlemine tabi tutuldu. Bu işlem öncesi önemli parametrelerden biri olan bilya-sıvı-toz oranına dikkat edilmiştir. Bu oran optimum olarak hacimsel açıdan 1/3 toz karışımı, 1/3 isopropanol alkol ve 1/3 bilya olacak şekilde ayarlanmıştır. Yine kullanılan bir diğer oran ağırlık olarak tozun 6 katı ağırlığında bilya kullanmaktır. Her iki yöntemde yaklaşık olarak aynı miktarlarda bilyaya tekabül etmektedir.

Sistemde kontaminasyon olmaması için SiAlON ve Si₃N₄ bilyalar kullanılmıştır. Burada dikkat edilmesi gereken başka bir hususta bilyalı değirmenin devir hızıdır. Bu hız ne çok yüksek olmalı ne de yavaş olmalıdır.

Toz kompozisyonun homojen olarak karıştırılabilmek için dönüşü hızı bilyaların santrifüj etkisiyle yukarı çıkıp serbest düşme yapabileceği seviyede olmalıdır. Daha hızlı olması durumunda yine santrifüj etkisiyle bilyalar savrulacak gereken karıştırma ve/veya öğütme işlemi yeterince başarılamayacaktır. Daha düşük devirlerde ise bilyeler serbest düşme yapabilecek yüksekliğe ulaşamadıklarından yine karıştırma ve/veya öğütme işlemi yeterince başarılamayacaktır.



Şekil 5. 6. Toz hazırlamada kullanılan bilyalı değirmen cihazı

Bilyalı değirmenden alınan seramik tozları ve izopropil alkolden oluşan solüsyondan bilyaları ayırmak için süzek ve cam balonlar kullanıldı. Cam balonların içerisine süzülerek bilyalarda ayrıştırılan solüsyon daha sonra Şekil 5.7'de görülen rotary evaporatör cihazıyla 92°C sıcaklıkta yaklaşık 1 saat 30 dk sürede izopropilden ayrıştırıldı. Daha sonra içerisindeki kalan az miktarda izopropil alkolünde uzaklaştırılması için standart etüv fırınında 100°C'de yaklaşık 3 saat bekletilir.



Şekil 5. 7. Rotary evaporatör

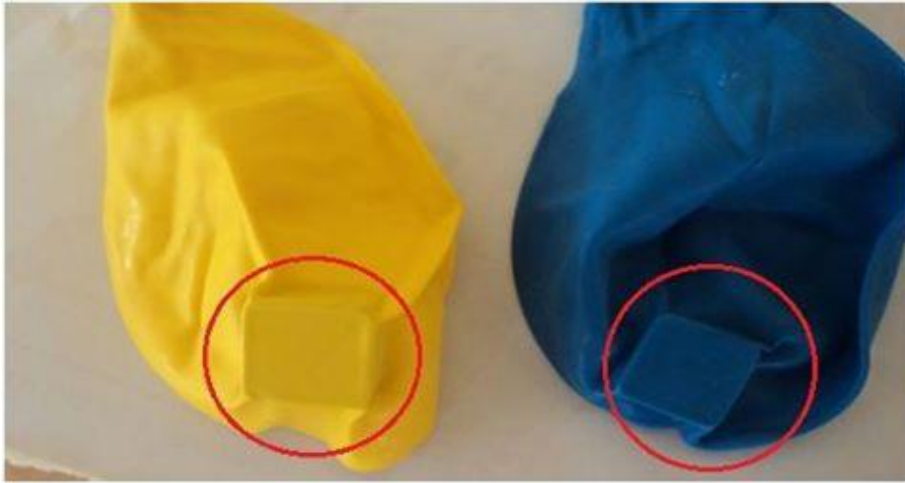
5.3. Hazırlanan Tozların Şekillendirilmesi İçin Kalıp Dizaynlarının Yapılması

5.3.1. Presleme Aşaması (Kuru presleme ve soğuk izostatik presleme (CIP))

Geleneksel olarak hazırlanan toz kompozisyonları kompakt hale getirilebilmek için ilk adım Şekil 5.9’de görülen hidrolik preste manuel olarak yüzeyi sertleştirilmiş metal kalıplar kullanılarak şekillendirilecektir. Daha sonraki adım olan soğuk izostatik preste şekillendirme için ilk şeklinin verilmiş olması gerekmektedir. Kalıp tasarımlarında üretilecek β -SiAlON malzemelerin muhtemel önemli kullanım alanlarından birisi olan metal işleme endüstrisinde kullanılan kesici takım şekilleri baz alınarak iki farklı kalıp tasarımı yapılmıştır. Bunlar, dairesel kesitli ENGN130704 T02025 tanımlı ve kare SNGN 060300 T01525 tanımlı kesici uç standart şekilleridir. Şekil 5.10’da dairesel kesitli ve Şekil 5.12’de kare kesici uç standartlarında kalıp şekilleri tasarımları gösterilmiştir. Delaminasyon olmadan ne kadar yüksek basınçlarda preslenebilirse ham yoğunluk o kadar yüksek olacak ki buda nihai yoğunluğu önemli bir şekilde etkileyecektir.

Bu yüzden ham numuneler Şekil 5.15’de görülen soğuk izostatik preste (CIP) 250 MPa basınçta eş aksel olarak 200 sn boyunca sıkıştırılarak sinterleme öncesi maksimum ham yoğunluğa ulaştırılır.

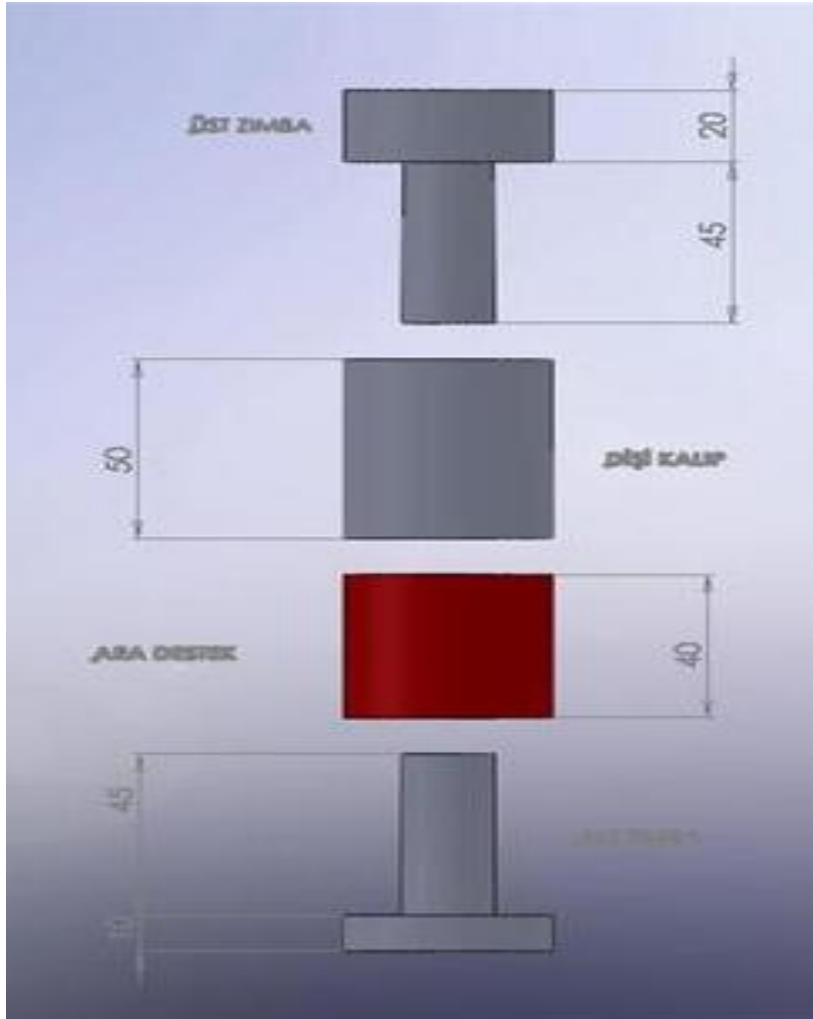
Soğuk izostatik preslemede basıncın uygulandığı basınç odasındaki hidrolik sıvının seramik toz kompaktının içine girmesini engellemek için Şekil 5.8’de görülen esnek hava sızdırmaz (balon gibi) bir koruyucu içine konulur. CIP “pascal prensibi” göre çalışır. Soğuk izostatik presleme sırasında, “Pascal prensibi” uyarınca toz kompaktını her doğrultuda eşit basınç uygulayarak sıkıştırır. Tek eksenli preslerin aksine kalıp duvarı ile pres arasında sürtünmeden doğan kalıcı gerilmeler oluşmamaktadır. Bu yöntemde sadece basit şekiller değil kompleks şekilli parçalar da kolaylıkla sıkıştırılarak ham yoğunlukları arttırılabilir. Soğuk presleme işleminden sonra her yönden eşit olarak sıkıştırılarak yoğunluğu arttırılan numunenin istenen nihai özellikleri (mekanik özellikler, yoğunluk gibi) vermesi için her hangi bir sinterleme metoduyla (basıncsız sinterleme, sıcak presleme vb.) sinterlenmesi gerekir.



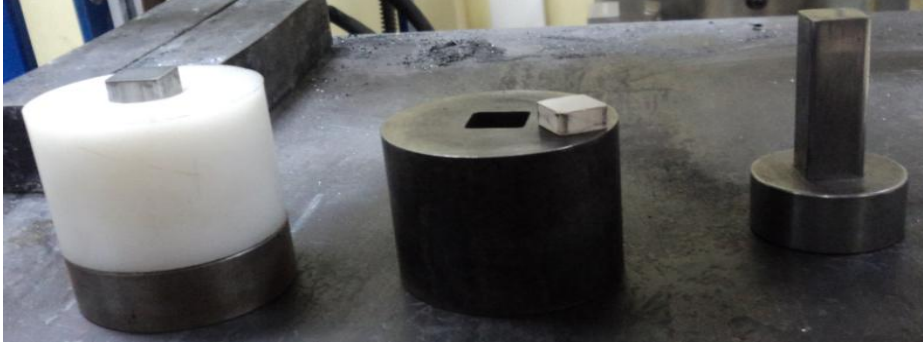
Şekil 5.8. CIP işlemi için havası vakumlanarak hazırlanmış numuneler



Şekil 5.9. Manuel hidrolik pres

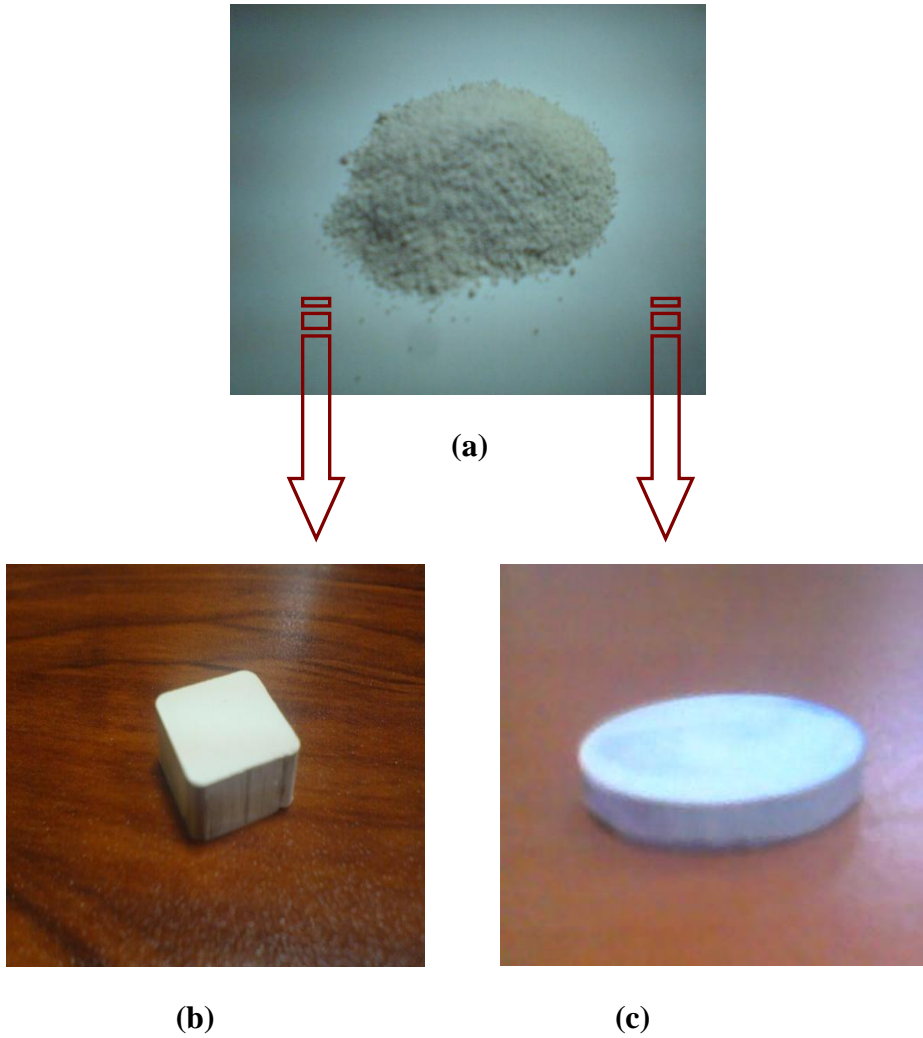


Şekil 5. 1. Dairesel kesitli kalıp şekli



Şekil 5. 13. Eş eksenli kesici uç standartlarında kalıp

Hazırlanan tozların (a) sıkıştırılmadan önce (b) eş eksenli kalıpla sıkıştırıldıktan sonraki hali (c) dairesel kalıpla sıkıştırıldıktan sonraki hali görülmektedir.



Şekil 5. 14. Hazırlanan tozların (a) sıkıştırılmadan önce (b) eş eksenli kalıpla sıkıştırıldıktan sonraki hali (c) dairesel kalıpla sıkıştırıldıktan sonraki hali



Şekil 5. 15. Seramik peletlerin yoğunluklarının artırılmasında kullanılan soğuk izostatik pres

5.4. Basıncsız Sinterleme Prosesi

Basıncsız sinterleme için Şekil 5.16'da görülen yüksek sıcaklık grafit fırın kullanılmıştır. Peletlerin birbirinden ve ısıtıcı elemanın neden olabileceği karbon bileşiklerinden etkilenmemesi için BN tozuyla kaplanmıştır. Daha sonra grafit bir potaya yerleştirilmişlerdir. Nitrür seramiklerinin sinterlenmesinde havanın menfi etkilerinden hem numuneleri hem fırını korumak için koruyucu atmosfer olarak azot gazı kullanılmaktadır. Sinterleme işlemleri 1550–1750 °C'de 30-240 dk bekleme sürelerinde yapılmıştır. Fırın saatte 800 °C ile istenilen sıcaklığa çıkmış ve bekleme süresinden sonra aynı hızla 30 °C ye soğutulmuştur. Sinterleme atmosferi olarak kullanılan azot gazı grafit fırının vakum pompasıyla havası alındıktan sonra fırın içerisine verilmiş ve grafit fırının içersine hava girişine engel olacak seviyede akışı sağlanmıştır.



Şekil 5. 16. Yüksek sıcaklık grafit fırını

5.5. Sinterlenmiş Malzemelerin Karakterizasyonu

5.5.1. Yoğunluk ölçümü

Sinterlemeden sonra nihai yoğunluğun ölçülmesi için Şekil 5.17’de görülen Precisa marka 1/1000 gr hassasiyetli hassas terazi kullanılarak Arşimet prensibine göre yoğunluk ölçümleri yapılmıştır. Malzemenin mekanik özelliklerini ve termal iletkenliğini porozite miktarı belirlemektedir. Dolayısıyla farklı malzemelerin iletkenliklerinin karşılaştırılabilmesi için hazırlanan numunelerin tam yoğun olmaları gerekmektedir. Bu amaçla sinterlenen numunelerin yığınsal yoğunluk ölçümü Arşimet su ile yer değiştirme prensibine göre yapılmıştır. Bunun için iki ayrı ağırlık tartılmaktadır: kuru ağırlık ve askıda ağırlık.

Hesaplama da şu şekilde yapılmaktadır:

Yoğunluk hesaplaması aşağıdaki gibidir;

$$\text{Yığınsal yoğunluk} = \frac{\text{Numune Kütlesi}}{\text{Yığınsal Hacim}} = \frac{W1}{W1 - W2}$$

W1= Kuru numune ağırlığı

W2= Sıvı içinde asılı haldeki ağırlık



Şekil 5. 17. 1/1000 gr hassasiyetli hassas terazi

5.5.2. X-Işınları difraktometresiyle faz analizi

Yöntemde prensip olarak numune yüzeyine düşük enerjili (uzun dalga boylu, söz konusu x-ışınları atom yapısını etkilemez) x- ışınları gönderilerek kristal fazların atom düzlemlerinde geri yansıttıkları (Difraksiyon - Beugung) ışınların açıları dedektörle tespit edilmektedir. Difraksiyonun oluşması için ışınların aynı fazda olmaları gerekmektedir.

Bunun içinde ışınların Bragg açısı θ olarak ifade edilen bir açı ile atom düzlemine gelmesi gerekir. Bragg bağıntısı yardımı ile atom düzlemleri arasındaki mesafe d_{hkl} değerleri hesaplanarak kristal fazlar tespit edilmektedir.

$$d_{hkl} = \lambda / 2 \sin \theta \quad 2d \sin \theta = n \cdot \lambda,$$

Şekil 5.18’de görülen Rıgaku D/MAX/2200/PC marka X-ışınları difraktometresi yardımıyla yapılan faz analizinde $\text{CuK}_{\alpha 1}$ ışınması kullanılmıştır. Bragg kanununa göre işleyen bu sistemde, açı sapmalarına ve dolayısıyla hatalı sonuçlara engel olmak için numune yüzeyinin düzgün olmasına dikkat edilmiştir, bunun için numuneler elde kaba parlatmaya tabi tutulmuşlardır. 2θ açıları 20-60 arasında tutulmuş ve elde edilen desenler JCPDS indeksindekilerle karşılaştırılarak faz analizi yapılmıştır. SiAlON sistemine ait dört temel tip 32-38 2θ açılarında oluşmaktadır. Ancak tarama açısının geniş tutulmasıyla politip oluşumunun kontrolü sağlanmıştır. α ve β -SiAlON fazlarının yaklaşık oranı pik şiddetlerinden hesaplanmıştır. α -SiAlON’un (102) ve (210) düzlemlerinden ve β - SiAlON’un (101) ve (210) düzlemlerinden gelen yansımalar bütünleştirilmiş şiddetleri aşağıdaki formül kullanılarak hesaplanmıştır:

$$\frac{I_{\beta}}{I_{\beta} + I_{\alpha}} = \frac{1}{1 + K \times [(1/W_{\beta}) - 1]}$$

I_{α} ve I_{β} sırasıyla elde edilmiş olan α ve β -SiAlON piklerinin şiddetlerini göstermektedir. W_{β} , β -SiAlON’un sistemdeki ağırlıkça oranını ifade etmektedir K , β (101) - α (102) yansımaları için 0.518, β (210) - α (210) yansımaları için ise 0.544 değerinde eşitlik sabitleridir. XRD çekimlerinde yönlenmenin etkisini azaltmak ve piklerinin kayma oranlarını belirlemek amacıyla numuneler halkalı değirmende kırılarak toz haline getirilmiş ve % 20 oranında metalik Si ilave edilmiş ve bu karışım agat havanda homojenleştirilerek ölçüm yapılmıştır [4].



Şekil 5. 18. XRD cihazının görünümü

5.5.3. Taramalı elektron mikroskopuyla mikroyapı analizi (SEM)

SEM cihazı tozların, seramik ve diğer malzemelerin yüzey ve kesitlerinin, yüksek büyütme (50.000 kata kadar) morfolojik ve kimyasal analizi için kullanılmaktadır. Malzeme yüzeyi ve kesitinde bulunan her türlü hatalar (örneğin sırt yüzeyinde bulunan siyah nokta, pinhole ve diğer hatalar) rahatlıkla incelenebilir ve mikron boyutunda bölgelerin kimyasal analizleri, faz haritalaması, renkli kompozisyon görüntülemesi ve benzeri analizler yapılabilir [60]. Bu çalışmada numunelerin SEM mikro yapı fotoğraflarının çekilmesinde 5.19' da görülen elektron mikroskobu kullanılmıştır.



Şekil 5.19. SEM cihazının genel görünümü

5.6. Mekanik Özelliklerinin Ölçülmesi

5.6.1. Mikro sertlik deneyi

Seramik malzemelerin mikro sertlik deneyi için iki standart uç kullanılmaktadır. Bunlardan biri 136°'lik tabanı kare olan piramit uç (mikro Vickers), diğeri ise National Bureau of Standarts tarafından geliştirilen ve Knoop diye bilinen iki farklı tepe açısına sahip 130° ve 172°30' elmas piramit ucu kullanır. Vickers ya da Knoop sertlik değeri, batıcı ucun belirli bir yük altında, belirli bir süre uygulanması ile malzeme yüzeyinde meydana getirdiği izin büyüklüğü ile ilgili bir değerdir. Vickers sertlik değeri H_V Denklem 5.1, Knoop sertlik değeri H_K ise Denklem 5.2 ile kgf/mm^2 olarak hesaplanır. Şekil 5.20'de Vickers sertlik ölçümünde kullanılan uç ve izin şematik resmi verilmiştir.

Vickers sertlik ölçme metodu birkaç gramdan birkaç kilograma kadar değişebilen yüklerde test yapılabilir. Her bir numuneye bir yükte genellikle toplam on iz yapılarak bu değerlerin ortalaması alınır. Oluşan çatlağın çapraz uzunluğu d_1 ve d_2 mikroskop kullanılarak ölçülür ve iki çapraz uzunluğun ortalaması bulunur. Daha sonra aşağıdaki formül kullanılarak Mikro Vickers sertlik değeri hesaplanır [61].

F = Uygulanan kuvvet (kgf)

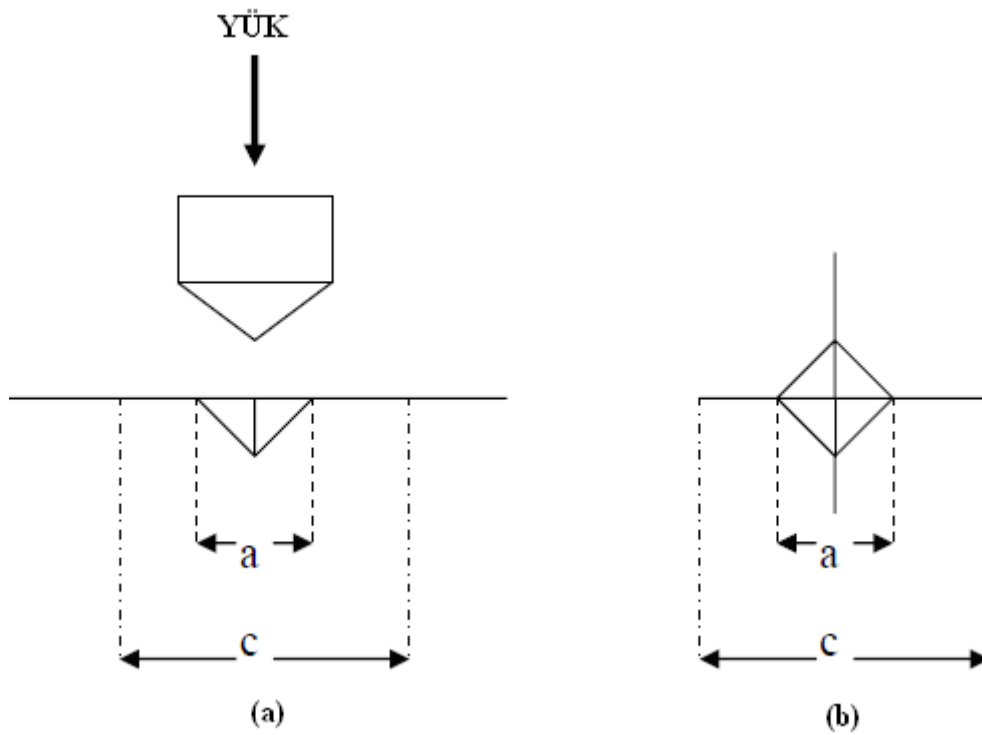
H_V = Vickers sertlik

S = Oluşan izin yüzey alanı (mm^2)

$d = (d_1 + d_2) / 2$ (mm)

$$H_V = \frac{1,854P}{a^2}, \quad a = (a_1 + a_2) / 2 \quad (5.1)$$

$$HK = \frac{14,229P}{a^2}, \quad a = \text{uzun köşegen} \quad (5.2)$$



Şekil 5.10. Vickers mikro sertlik testinin şematik görüntüsü a) kesit b) üstten görüntüsü



Şekil 5. 21. Sertlik ölçme cihazı

5.6.2. Kırılma tokluğu ölçümü (indentasyon tekniği)

Seramiklerde en genel kullanılan kırılma tokluğu ölçüm yöntemi Vickers veya Knoop sertlik deneylerinde elde edilen sertlik değerleri ve oluşturulan çatlak boyları (ortalama c değeri) kullanılarak aşağıdaki formül (Denklem 5.3) yardımıyla seramiklerde kırılma tokluğu hesaplanır [62].

$$\frac{Kc\Phi}{Hv\sqrt{a}} = 0,15kx(c/a)^{-3/2} \quad (5.3)$$

Kc : Kırılma Tokluğu ($MPa^{1/2}$)

Φ : Sabit (≈ 3)

Hv : Vickers Sertliği (GPa)

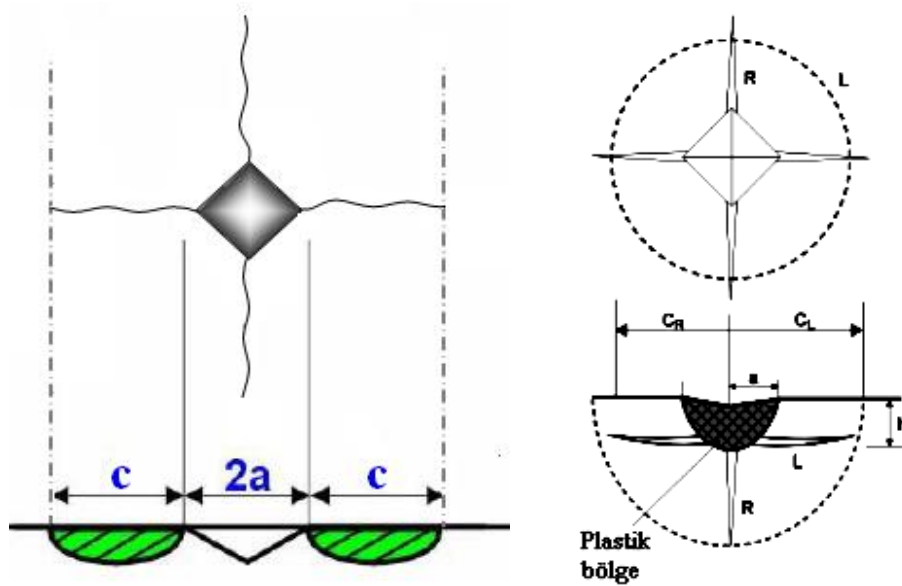
k : Düzeltme faktörü (yüksek c/a değerleri için

$\approx 3,2$)

c : Çatlağın ortalama uzunluğu (m)

a : Diagonalın yatay uzunluğunun yarısı (m)

Mikro sertlik ile kırılma tokluğu belirlenmesinde genellikle Mikro Vickers uç kullanılır. Ucun bıraktığı iz bölgesinde malzeme türüne bağlı olarak farklı çatlak türleri ortaya çıkar (Şekil 5.22). Bunlardan birisi Şekil 5.22 (a)'da görülen düşük yüklerde ve tok malzemelere batırılan ucun izinin köşe noktalarından başlayarak yüzeye yakın bir şekilde radyal olarak çoğalan Palmqvist çatlakları, diğeri ise Şekil 5.22 (b)'de görülen daha yüksek yüklerde ucun battığı yerin hemen altında alt yüzey çekme gerilmeleri ile başlayan radyal ve yanal çatlaklardır [63].



Şekil 5. 22.İndentasyon testi ile oluşturulan çatlaklar a) Palmqvist b) Radyal ve yanal çatlaklar. [63]

Evans ve Charles, Lawn, Anstis indentasyon metodu ile oluşturulan çatlaklarla ve uygulanan yükü hesaba katarak kırılma tokluğunu belirlemişlerdir. Bununla birlikte, Sergejev günümüzde kullanılan tüm kırılma tokluğu hesaplarını derlemiştir [62].

5.7. Kesici Uç Formunda Üretilen β -SiAlON Seramiklerinin Performans Testleri

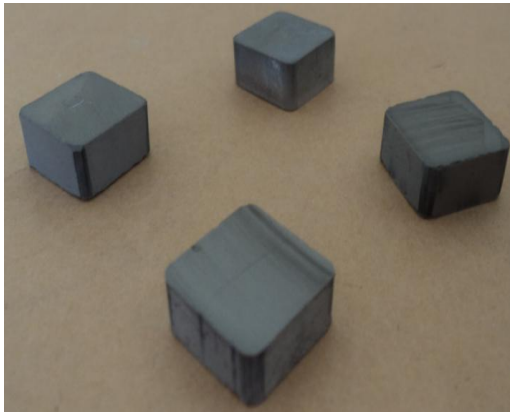
Çalışmalarımızın sağlıklı yürütülebilmesi ilk olarak SiAlON kesici uçlarının hangi kesici uç formunda üretileceğine karar vererek başlamamız gereklidir. ISO tarafından takım tutucular ve kartuşlar için standart kodlar oluşturulmuştur.

Bu kodlar ISO 5609'a dayalı olarak hazırlanmaktadır. Takım tutucu ise geleneksel tornalama işlemleri için kullanılır. Kartuj ise genelde birçok kesme işlemini aynı anda yapmak için özel amaçlı gövdedir. Kesici takım üretici firmasının takımlar ve tutucular için kendi gösterimleri mevcuttur. Bu gösterimlerin büyük bir çoğunluğu ISO kodlama sistemine göre yapılmaktadır. ISO kodlama sistemine göre uç tiplerinin gösterimi Tablo 5.6 'da görülmektedir.

Çalışmamızda tüm kenarlarının aynı açıda olması ve sekiz yüzeyinin de kullanılabilmesi amacıyla ISO 5609 tarafından belirtilen S kodlu kesici uç formatına göre kalıp tasarlanarak sinterleme öncesi gerekli ön şekil manuel preste verilmiştir. Kesme performansı testleri için ürettiğimiz eş eksenli seramik kesici takımlar Şekil 5.23'de görülmektedir.

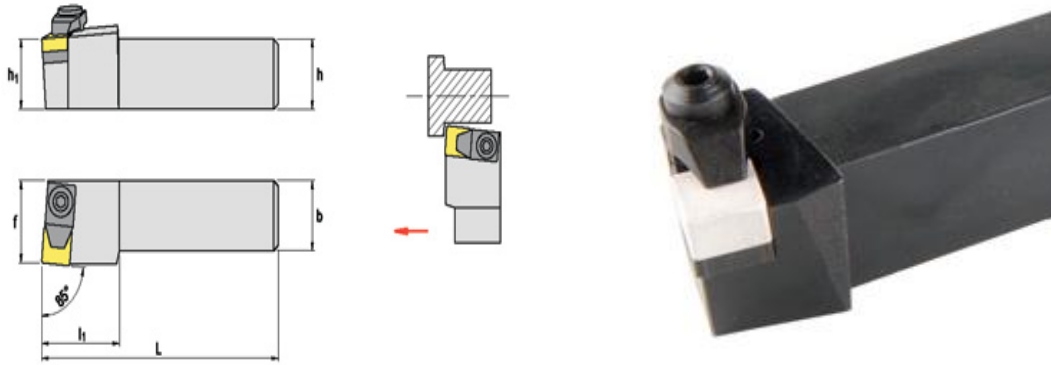
Tablo 5. 6. ISO kodlama sistemine göre uç tiplerinin gösterimi

ISO Kodu	A	B	C	D	E	H	K	L
Şematik Gösterimi								
Uç Açısı	85°	82°	80°	55°	75°	120°	55°	90°
ISO Kodu	M	O	P	R	S	T	V	W
Şematik Gösterimi								
Uç açısı	86°	135°	108°	-	90°	60°	35°	80°



Şekil 5. 23. Kesme performansı testleri için ürettiğimiz eş eksenli seramik kesici takımlar

Seçilen uç formuna göre kesici takımın tornaya bağlama aparatı olarak Şekil 5.24’de görülen negatif açılı dış tornalama kateri kullanılmıştır.



Şekil 5. 2. Negatif açılı dış tornalama kateri

5.8. SiAlON Kesici Takımın Yüzeylerinin Taşlanarak İşlemeye Hazır Hale Getirilmesi

Sinterleme sonrası elde edilen SiAlON kesici takımların kesme performansını etkileyecek hatalar ;

- yatak malzemesi olarak kullanılan BN tozu ve/veya packing powder tozunun parça yüzeyinde bir miktar bulunması,
- parça yüzeylerinde kalıptan kaynaklanan bazı hatalar,
- sinterleme esnasında oksit katkılarının bir miktar uçması sebebiyle parçada çarpılmalar görülmesi,

Yukarıda sayılan pürüzlülüklerini ortadan kaldırmak ve kusursuz bir yüzey elde etmek için elmas taşlama diski ile kesici takımların yüzeyleri % 0,2 hassasiyetle Şekil 5.25(a)’da aparat yardımıyla, Şekil 5.25(b)’de görülen torna tezgâhında 1400 devir/dakika hızla işlenmiştir. Sert seramik malzemelerin ince taşlamasını yapmak ve kuru taşlama işlemi gerçekleştirmek için Şekil 5.26’da görülen (FEPA standartlarına göre D54 Tane iriliğine sahip) Resinoid (reçine) bağlantılı sentetik elmas taşlama diski kullanılmıştır.



(a)

(b)

Şekil 5.25. a) Seramik kesici takım bağlama aparatı b) Yüzey taşlama için kullanılan torna tezgâhı



Şekil 5. 26. Seramik kesici takım taşlamak için kullanılan elmas taşlama diski

BÖLÜM 6. DENEYSEL SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRİLMESİ

6.1. Yoğunluk Karakterizasyonu

S3-MS Kompozisyonları Yoğunlukları

S3 : %93 β - SiAlON z=1 kompozisyonu + %3 MgO (% ag.)

MS : %95 β - SiAlON z=1 kompozisyonu + %5 MgO (% ag.)

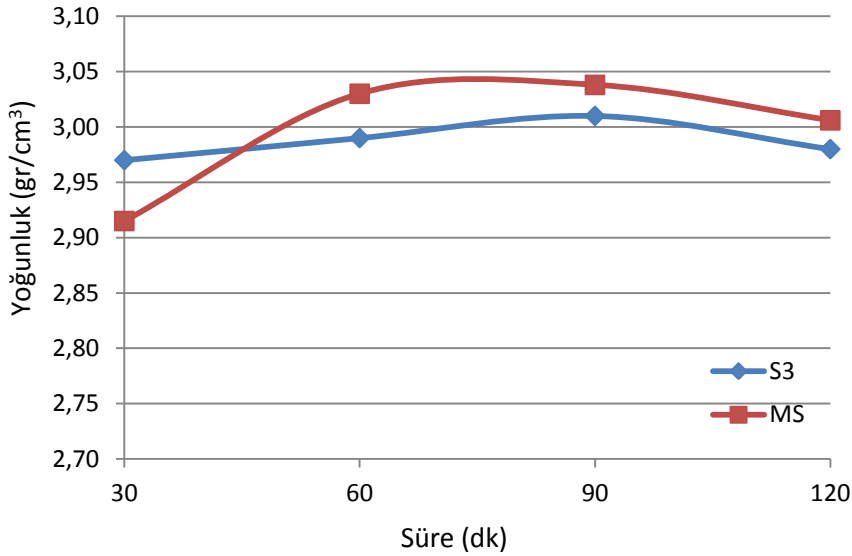
MgO-SiO₂ sisteminden yararlanılarak hazırlanmış olan Z=1 değerlikli SiAlON üretiminde S3 ve MS kompozisyonların yoğunluk değerleri Tablo 6.1' de verilmiştir.

Tablo 6. 1. Grafit fırında sinterlenen %3 MgO katkılı (S3) ve %5 MgO katkılı (MS) SiAlON toz kompozisyonlarının sıcaklık ve zamana bağlı yoğunluk davranışları

Kod	Sıcaklık (°C)	30dk		60dk		90dk		120dk	
		d(g/cm ³)	T.Y (%)	d(g/cm ³)	T.Y (%)	d(g/cm ³)	T.Y (%)	d(g/cm ³)	T.Y (%)
S3 MS	1550 °C	2,97	93,97	2,99	94,60	3,01	95,23	2,98	94,28
		2,915	92,05	3,030	95,68	3,038	95,93	3,006	94,92
S3 MS	1600 °C	2,99	94,48	3,02	95,42	2,98	94,16	2,96	93,53
		2,945	93,01	3,109	98,18	3,097	97,81	3,036	95,88
S3 MS	1650 °C	3,00	94,87	3,07	97,08	3,09	97,71	2,99	94,55
		3,015	95,01	3,123	98,41	3,075	96,90	3,064	96,55

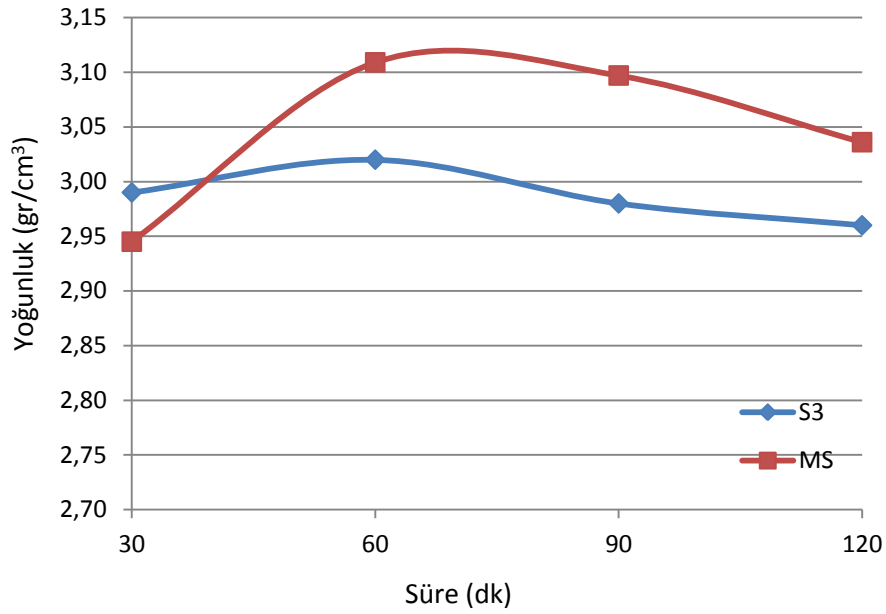
S3 kompozisyonunda sıvı faz oluşumunu sağlayacak katkı maddesi oranı (%3) düşük tutulmuştur. S3 kompozisyonunda sıvı faz oluşumunu sağlayacak katkı maddesinin düşük olması sebebiyle düşük sıcaklıklarda (1550 ve 1600°C) yoğunlaşma değerleri beklenenin altında gerçekleşmiştir. Çünkü sinterleme için yeterli sıvı faz oluşumu gerçekleşmemiştir. Fakat 1650 °C’de mevcut sıvı fazın miktarı artmış ve temelde viskozitenin düşük olması sebebiyle daha yüksek yoğunlaşma değerlerine ulaşılmıştır. Sinterleme sıcaklığının artışıyla birlikte yoğunluk değerleri artış göstermektedir. Yoğunluk sonuçlarına bakıldığında sinterleme sonrası en iyi yoğunlaşma $3,09 \text{ g/cm}^3$ ile 1650 °C 90 dk’da gerçekleşmiştir.

MS kompozisyonunda ise sıvı faz oluşumunu sağlayacak katkı maddesi oranı (%5) olarak arttırılmıştır. Katkı maddesinin artışıyla yoğunluk değerleri de artmıştır. Yoğunluk sonuçlarına bakıldığında sinterleme sonrası en iyi yoğunlaşma $3,123 \text{ g/cm}^3$ ile 1650 °C 60 dk da gerçekleşmiştir.



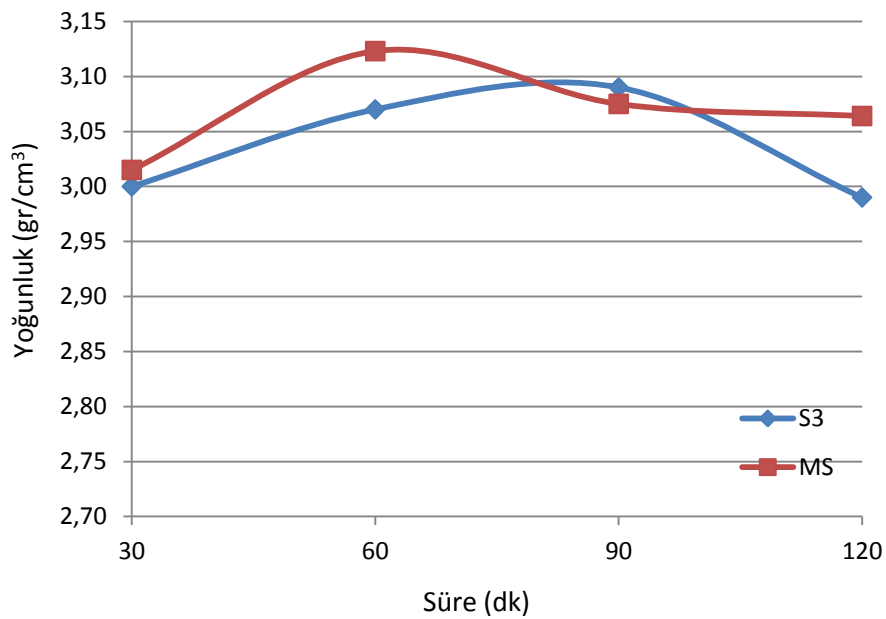
Şekil 6. 1. 1550°C’ de basınçsız sinterlenen %5 MgO (MS) ve %3 MgO (S3) katkıli SiAlON toz kompozisyonlarının zamana bağlı yoğunluk grafiği

% 3 MgO katkıli S3 kompozisyonunun 1550 °C’de 90 dk süresince basınçsız sinterlenmesinde en iyi yoğunlaşmayı $3,01 \text{ g/cm}^3$ ile sağladığı % 5 MgO katkıli olan MS kompozisyonu ise 90 dk süresince sinterlenmesinde en iyi yoğunlaşmayı $3,038 \text{ g/cm}^3$ ile sağladığı görülmektedir.



Şekil 6. 2. 1600°C’ de basınçsız sinterlenen %5 MgO (MS) ve %3 MgO (S3) katkıli SiAlON toz kompozisyonlarının zamana bağlı yoğunluk grafiği

% 3 MgO katkıli S3 kompozisyonunun 1600 °C’de 60 dk süresince basınçsız sinterlenmesinde en iyi yoğunlaşmayı $3,02 \text{ g/cm}^3$ ile sağladığı ve % 5 MgO katkıli olan MS kompozisyonu ise aynı sıcaklıkta 90 dk süresince sinterlenmesinde en iyi yoğunlaşmayı $3,109 \text{ g/cm}^3$ ile sağladığı görülmektedir.



Şekil 6. 3. 1650°C’ de basınçsız sinterlenen %5 MgO (MS) ve %3 MgO (S3) katkıli SiAlON toz kompozisyonlarının zamana bağlı yoğunluk grafiği

% 3 MgO katkılı S3 kompozisyonunun 1650 °C’de 90 dk süresince basınçsız sinterlenmesinde en iyi yoğunlaşmayı $3,09 \text{ g/cm}^3$ ile sağladığı % 5 MgO katkılı olan MS kompozisyonu ise aynı sıcaklıkta 60 dk süresince sinterlenmesinde en iyi yoğunlaşmayı $3,123 \text{ g/cm}^3$ ile sağladığı görülmektedir.

M1 ve M3 Kompozisyonlarının Yoğunlukları

M1 : %91,5 β - SiAlON z=1 kompozisyonu + %7 Y_2O_3 +%1,5 MgO

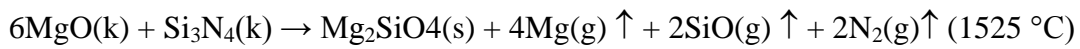
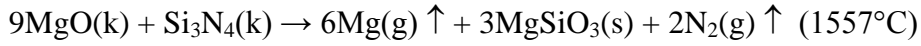
M3 : %90 β - SiAlON z=1 kompozisyonu + %7 Y_2O_3 +%3 MgO

M1 ve M3 kompozisyonlarının 1450 °C’de 30-150 dk süreyle yapılan basınçsız sinterleme sonucu elde edilen yoğunluklar tablo 6.2’de görülmektedir. Yoğunluk değerleri 1450 °C için 2,91 – 3,07 aralığındadır. Relatif yoğunlukları ise %88-93 aralığındadır. Y_2O_3 -MgO-SiO₂-Si₃N₄ sisteminde ötektik yaklaşık 1350-1400 °C ‘dir. Sıvı fazın oluşması, viskozitesinin azalması ve böylece silisyum nitrür tanelerini sarması için ötektik sıcaklığına ulaşması yetmez. Bunun için daha yüksek sıcaklıklara ihtiyaç vardır. 1350-1400°C civarı ötektik sıvı oluşmaya başlayarak sinterlemeye başlaması beklenir.

Sistemde Si-Al-O-N’u oluşturan komponentlerden biri olan Al_2O_3 sıvı faz oluşumunda geçici olarak sıvı faz oluşumuna yardımcı olabilir. Çözünme ve çökme aşamasında yeni tane oluşumuna kristal yapıya girecektir. M1 ve M3 kompozisyonlarının yoğunluk değerlerinin sürenin artmasıyla doğru orantılı olarak arttığı söylenebilir. 1500°C’de yapılan sinterleme işlemlerinde zamanın bir fonksiyonu olarak M1 ve M3 kompozisyonlarının yoğunluk değerleri 120dk’ya kadar artmış sonrasında biraz düşüş görülmüştür 1550°C’deki sinterleme sonucu elde edilen yoğunluklara değerlerine bakıldığında sürenin artmasıyla yoğunluk değerleri de artmıştır.

Yoğunluk değerleri zamanın bir fonksiyonu olarak daha az katkı içeren M1 kompozisyonu için artış gösterirken daha yüksek miktarda katkı içeren M3 kompozisyonunda 120dk’dan sonra düşüşe geçmiştir.

Bunun sebebi daha yüksek miktarda içerdiği Mg metalinin ve SiO'in reaksiyonlar sonucu yapıdan uzaklaşmaya başlaması sebebiyledir. M1 numunelerindeki kayıp ise daha az olduğu için yoğunluktaki düşüşte çok hafif olmuştur. Mg ve SiO kaybı çeşitli reaksiyonlarla meydana gelmekle birlikte en olası kayıp reaksiyonları aşağıdaki denklemlerle verilmiştir.



Bu reaksiyonlarla birlikte cam fazı içerisinde serbest kalan Mg metali düşük ergime sıcaklığı (1107°C), yüksek buhar basıncı sebebiyle sistemden uzaklaşabilmektedir. 1650°C 'deki sinteleme işleminde en yüksek yoğunluk M1 numunesi için 150 dk'da $3,242 \text{ g cm}^{-3}$ 'tür. M3 numunesinde ise en yüksek yoğunluk 120 dk'da $3,245$ olduğu görülmektedir. Sinterleme sıcaklığı 1700°C 'ye arttırıldığında yoğunluk değerleri 3.2 g cm^{-3} 'nin üzerine çıkmaya başlamıştır ki buda %98-99 teorik yoğunluk değerlerine tekabül etmektedir. %98-99 ve üzeri yoğunluklar fonksiyonel parça üretimi için kabul edilebilir değerlerdir. 1750°C 'de yapılan sinterlemelerde ise sıcaklığın atmasıyla kayıp miktarı da artmıştır ve yoğunluk değerleri düşmüştür. Bu nedenle M1 ve M3 numuneleri için sıcaklık ve sürenin artmasıyla yoğunluk sistematik bir şekilde düşmüştür.

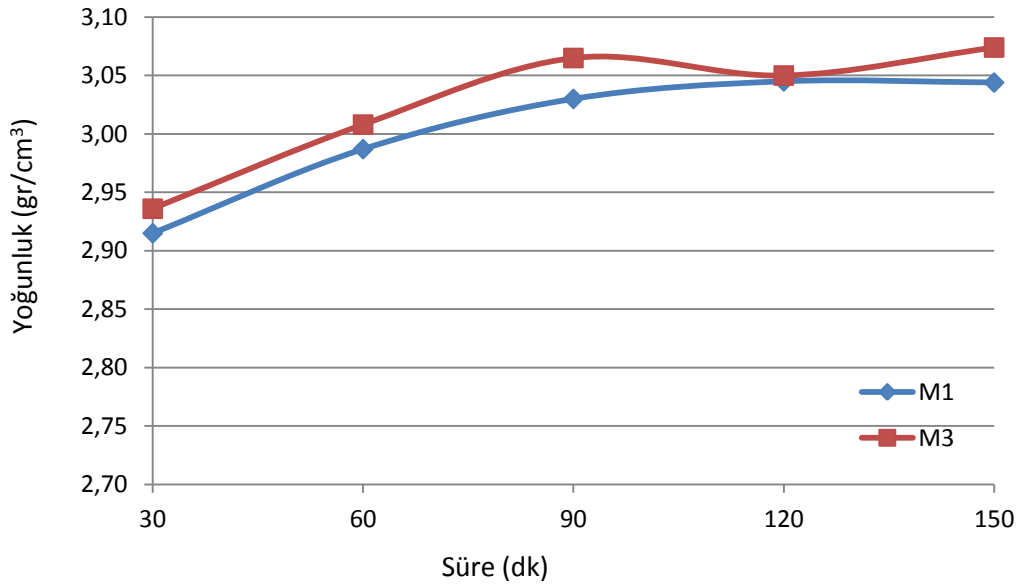
Yoğunluk sonuçlarını özetleyecek olursak M1 ve M3 kompozisyonlarının her ikisi için de sıcaklık arttırıldığında doğrusal bir yoğunluk artışı görülmüştür. Yüksek yoğunluk değerlerine 1650°C 'lerde ulaşılmıştır. Genel olarak yoğunluğun artması sıcaklık ve sürenin artmasıyla doğru orantılıdır. 1700°C 'de her iki kompozisyon için tam yoğunluk elde edilebilmiştir. Her iki katkı sistemi için 1650°C ve üzerideki sinterleme sıcaklığında ise yoğunluk sonuçları genel olarak benzerdir. M1 ve M3 kompozisyonları için yüksek sıcaklıklarda ($>1700^\circ\text{C}$) ve uzun sürelerde Mg elementinin sistemden kaybı ve yapıda geriye gözenek bırakması nedeniyle yoğunluk değerleri sistematik olarak düşmüştür.

Tablo 6. 2. M1, M3 kompozisyonlarının 1450°C’de farklı sürelerde (0-60 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

1450°C	0dk		30dk		60dk	
Kodu	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)
M1	1,8	56	2,915	88,54	2,987	90,72
M3	1,8	56	2,936	89,44	3,008	91,63

Tablo 6. 3. M1, M3 kompozisyonlarının 1450°C’de farklı sürelerde (90-150dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

1450°C	90dk		120dk		150dk	
Kodu	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)
M1	3,030	92,03	3,045	92,48	3,044	92,54
M3	3,065	93,36	3,050	93,91	3,074	93,64



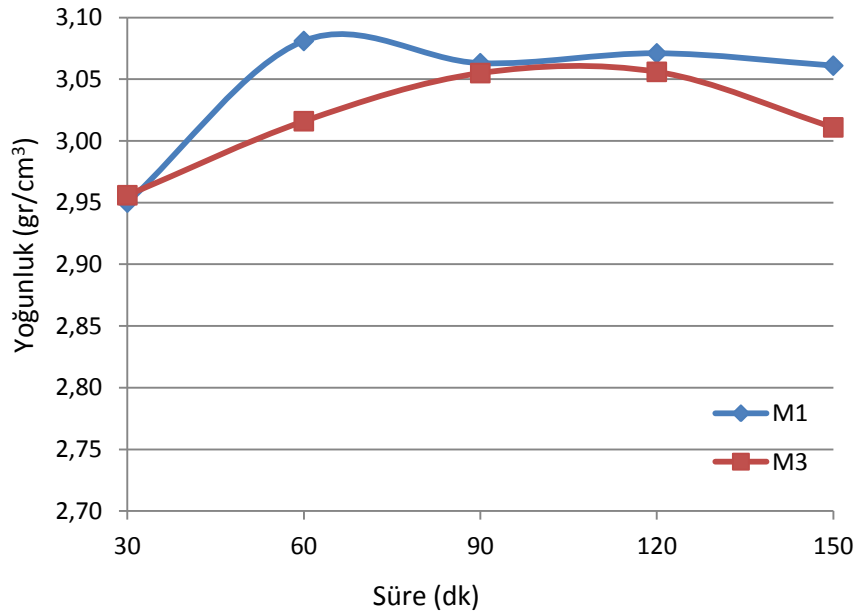
Şekil 6. 4. M1, M3 kompozisyonlarının 1450°C’de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları

Tablo 6. 4. M1, M3 kompozisyonlarının 1500°C’de farklı sürelerde (0-60 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

1500°C	0dk		30dk		60dk	
Kodu	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)
M1	1,8	56	2,950	89,60	3,081	93,57
M3	1,8	56	2,956	90,07	3,016	91,89

Tablo 6. 5. M1, M3 kompozisyonlarının 1500°C’de farklı sürelerde (90-150dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

1500°C	90dk		120dk		150dk	
Kodu	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)
M1	3,063	93,03	3,071	93,27	3,061	92,97
M3	3,055	93,08	3,056	93,11	3,011	91,74



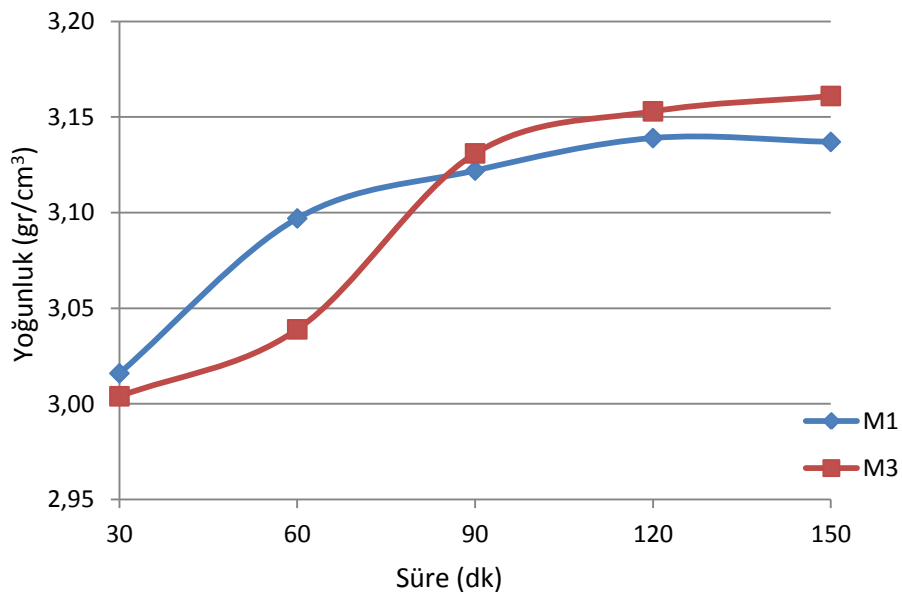
Şekil 6. 5. M1, M3 kompozisyonlarının 1500°C’de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları

Tablo 6. 6. M1, M3 kompozisyonlarının 1550°C’de farklı sürelerde (0-60dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

1550°C	0dk		30dk		60dk	
Kodu	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)
M1	1,8	56	3,016	91,67	3,097	94,13
M3	1,8	56	3,004	91,50	3,039	94,21

Tablo 6. 7. M1, M3 kompozisyonlarının 1550°C’de farklı sürelerde (90-150dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

1550°C	90dk		120dk		150dk	
Kodu	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)
M1	3,122	94,89	3,139	95,40	3,137	95,34
M3	3,131	95,36	3,153	96,03	3,161	96,28



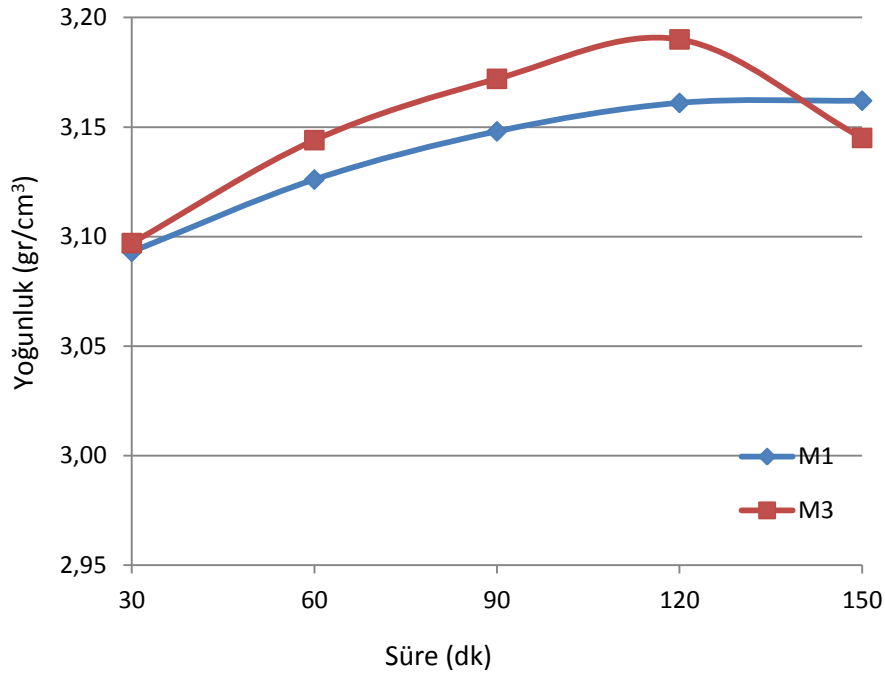
Şekil 6. 6. M1, M3 kompozisyonlarının 1550°C’de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları

Tablo 6. 8. M1, M3 kompozisyonlarının 1600°C’de farklı sürelerde (0-60dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

1600°C	0dk		30dk		60dk	
Kodu	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)
M1	1,8	56	3,093	94,00	3,126	95,00
M3	1,8	56	3,097	94,40	3,144	95,83

Tablo 6. 9. M1, M3 kompozisyonlarının 1600°C’de farklı sürelerde (90-150dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

1600°C	90dk		120dk		150dk	
Kodu	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)
M1	3,148	95,67	3,161	96,06	3,162	96,09
M3	3,172	96,68	3,190	97,23	3,145	95,86



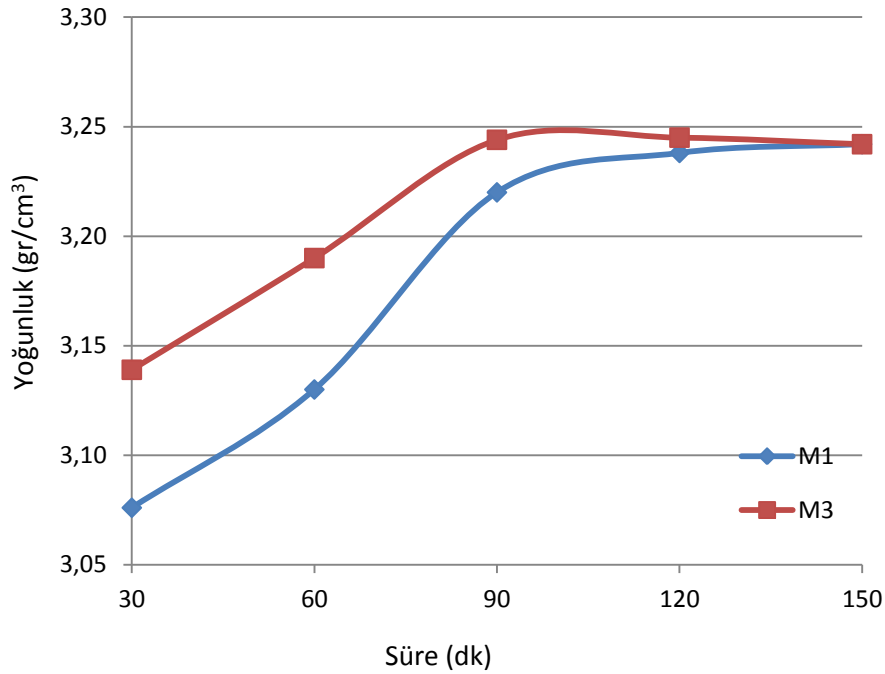
Şekil 6. 7. M1, M3 kompozisyonlarının 1600°C’de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları

Tablo 6. 10. M1, M3 kompozisyonlarının 1650°C'de farklı sürelerde (0-60dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

1650°C	0dk		30dk		60dk	
Kodu	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)
M1	1,8	56	3,076	93,47	3,130	95,11
M3	1,8	56	3,139	95,67	3,190	97,22

Tablo 6. 11. M1, M3 kompozisyonlarının 1650°C'de farklı sürelerde (90-150dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

1650°C	90dk		120dk		150dk	
Kodu	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)
M1	3,220	97,84	3,238	98,39	3,242	98,51
M3	3,244	98,87	3,245	98,90	3,242	98,80



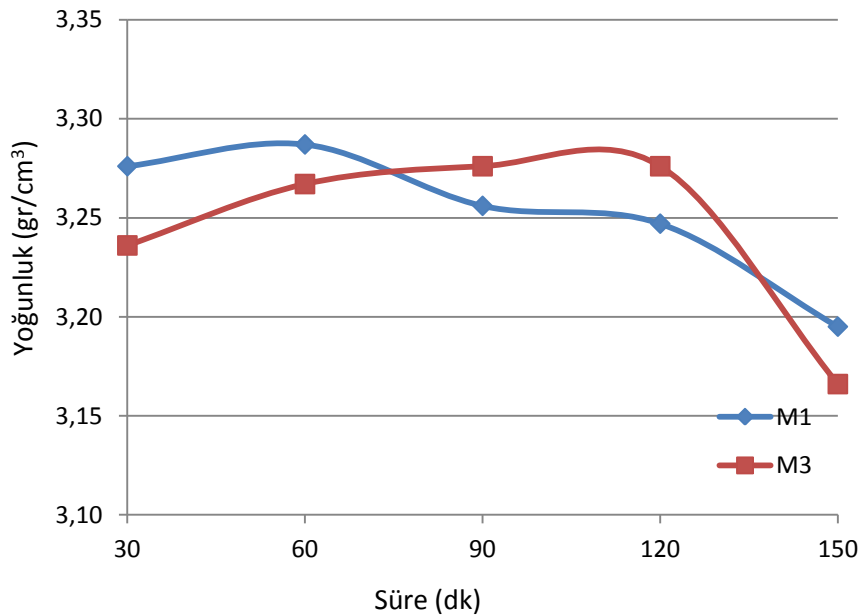
Şekil 6. 8. M1, M3 kompozisyonlarının 1650°C'de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları

Tablo 6. 12. M1, M3 kompozisyonlarının 1700°C'de farklı sürelerde (0-60dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

1700°C	0dk		30dk		60dk	
Kodu	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)
M1	1,8	56	3,276	99,57	3,287	99,90
M3	1,8	56	3,236	98,67	3,267	99,61

Tablo 6. 13. M1, M3 kompozisyonlarının 1700°C'de farklı sürelerde (90-150dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

1700°C	90dk		120dk		150dk	
Kodu	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)
M1	3,256	98,96	3,247	98,68	3,195	97,10
M3	3,276	99,88	3,276	99,88	3,166	96,53



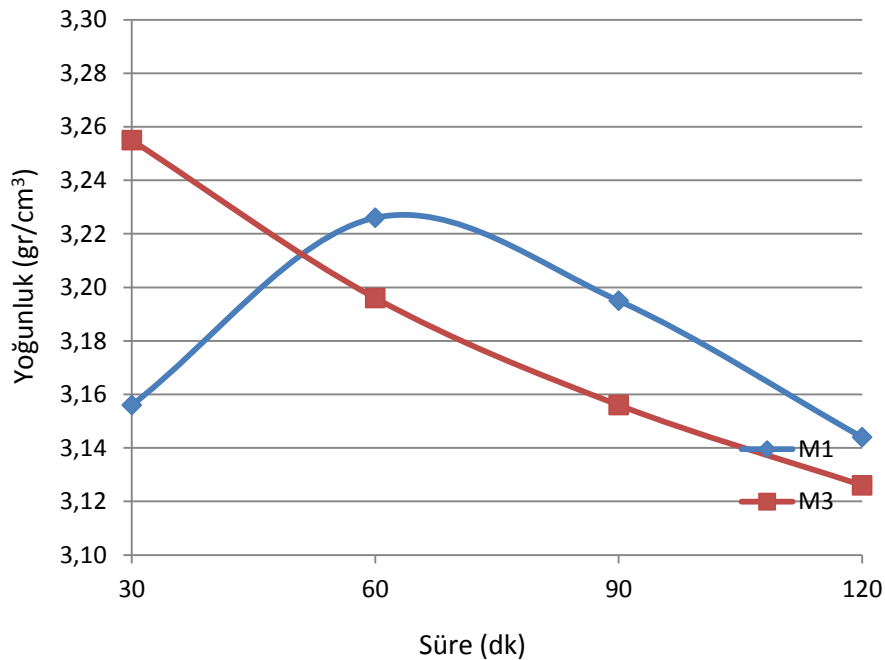
Şekil 6. 9. M1, M3 kompozisyonlarının 1700°C'de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları

Tablo 6. 14. M1, M3 kompozisyonlarının 1750°C'de farklı sürelerde (0-60dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

1750°C	0dk		30dk		60dk	
Kodu	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)
M1	1,8	56	3,156	95,93	3,226	98,05
M3	1,8	56	3,255	99,24	3,196	97,44

Tablo 6. 15. M1, M3 kompozisyonlarının 1750°C'de farklı sürelerde (90-120dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

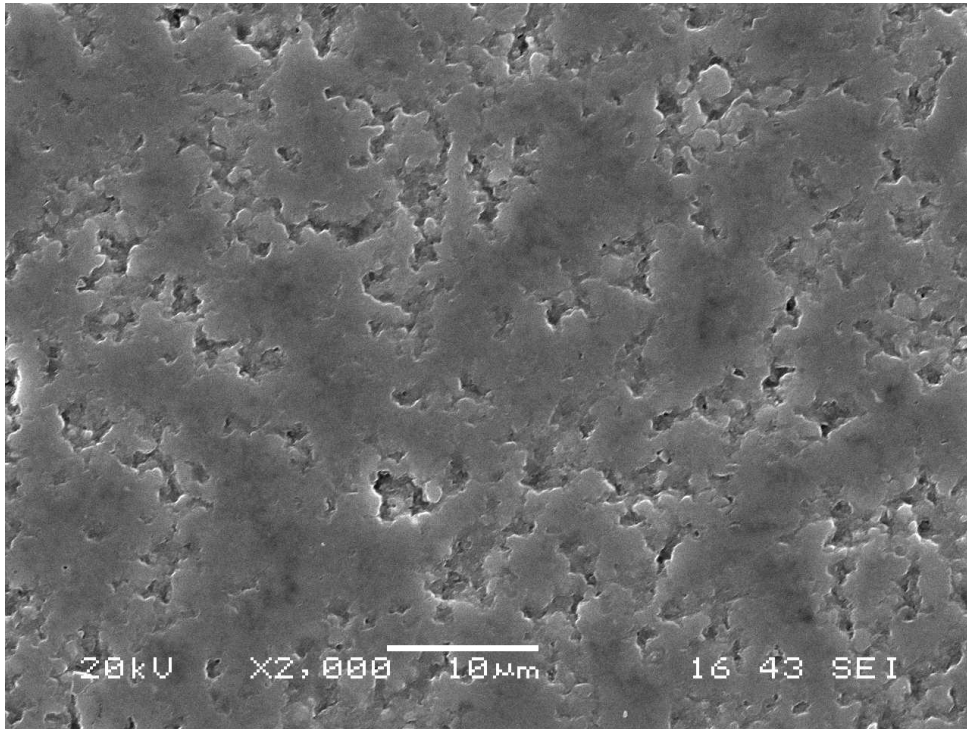
1750°C	90dk		120dk	
Kodu	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm ⁻³)	R.Y. (%)
M1	3,195	97,11	3,144	95,56
M3	3,156	96,22	3,126	95,30



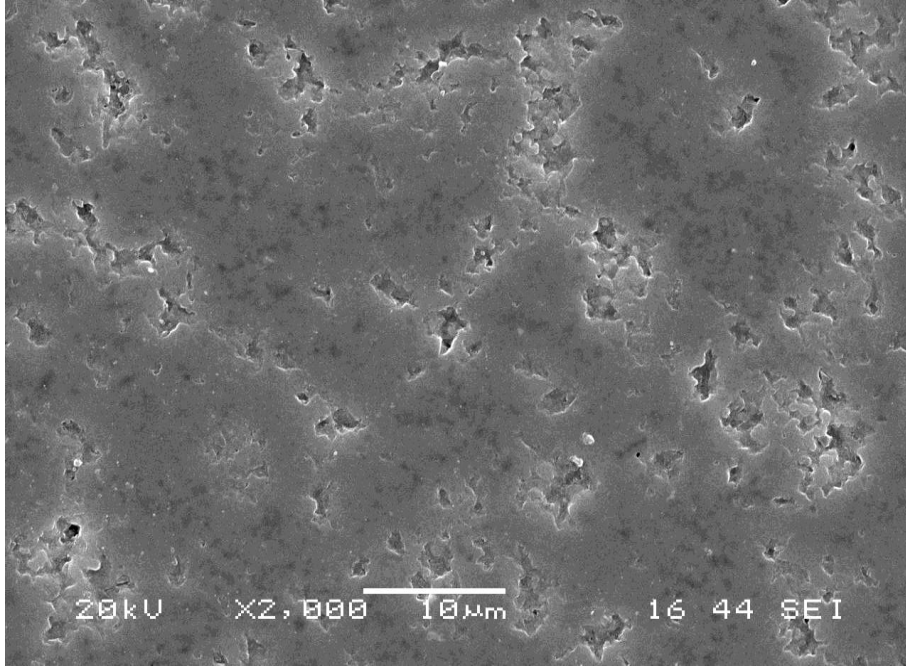
Şekil 6. 10. M1, M3 kompozisyonlarının 1750°C'de farklı sürelerde (0-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları

6.2. Mikro Yapısal Karakterizasyon

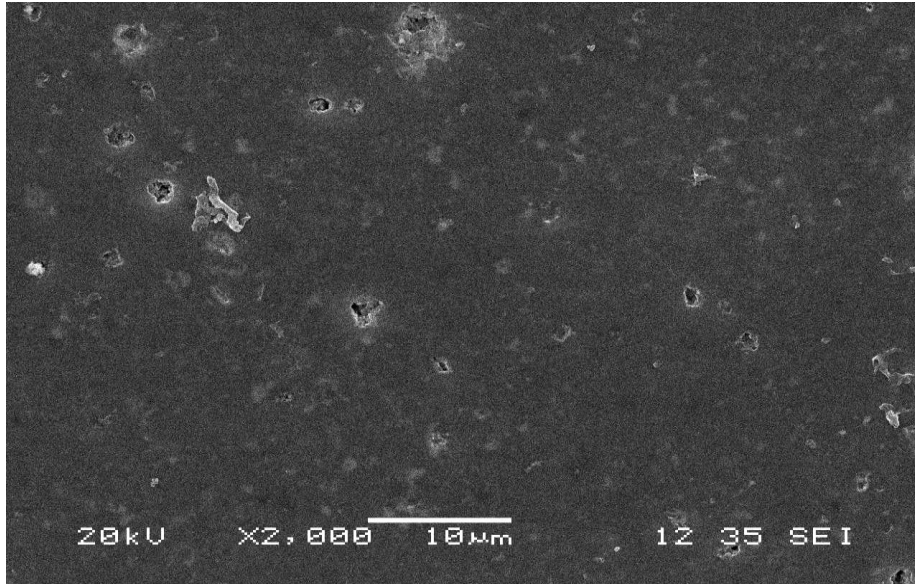
1450°C'de Şekil 6.11 ve 6.12'de görülen M1 ve M3 numunelerinde henüz yeterli yoğunlaşmanın olmadığı görülmektedir (%92 R.Y.) Bu da Si_3N_4 tanelerinin daha yeterince ıslatılmaması demektir. Şekil 6.13 ve 6.14'de görülen 1500'de sinterlenen M1 ve m3 numunesinde yoğunlaşma artsa da yapıda halen gözenekler görülmektedir. 1500 ve 1600 de ise sıcaklığın artmasıyla yoğunlaşma artmaya devam etmiştir ancak halen gözenekler mevcuttur. Sinterleme sıcaklığı 1650 artırıldığında M1 ve M3 numuneleri yüksek yoğunluk oranlarına ulaşmıştır ancak halen kapalı poroziteler tamamen kaybolmamıştır. Sinterleme sıcaklığı 1700 ye artırıldığında tam yoğunluk %99 elde edilmiştir.



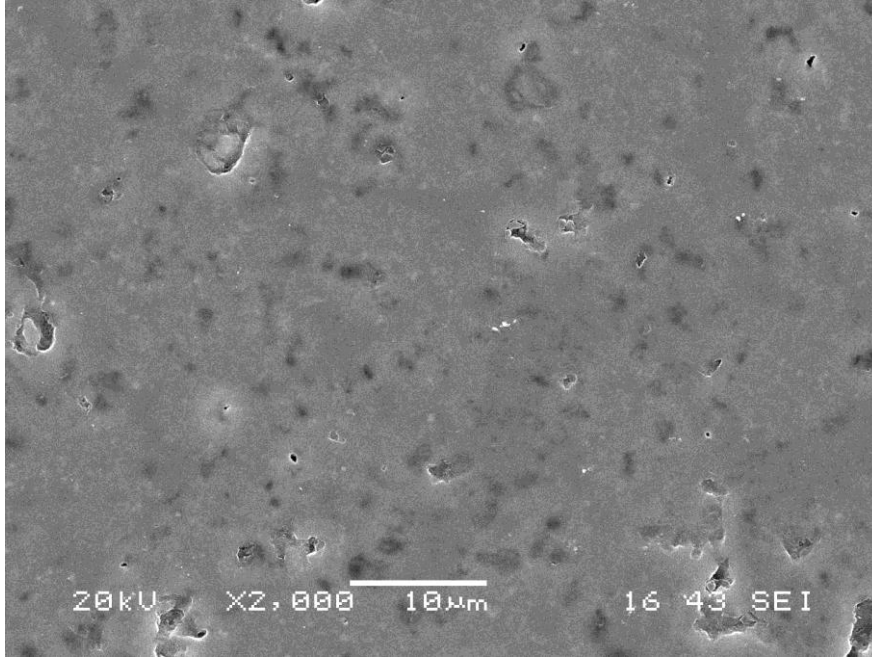
Şekil 6. 11. 1450°C'de M1 kodlu [% 91,5 SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y₂O₃ + %1,5MgO] kompozisyonunun 60 dakika süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



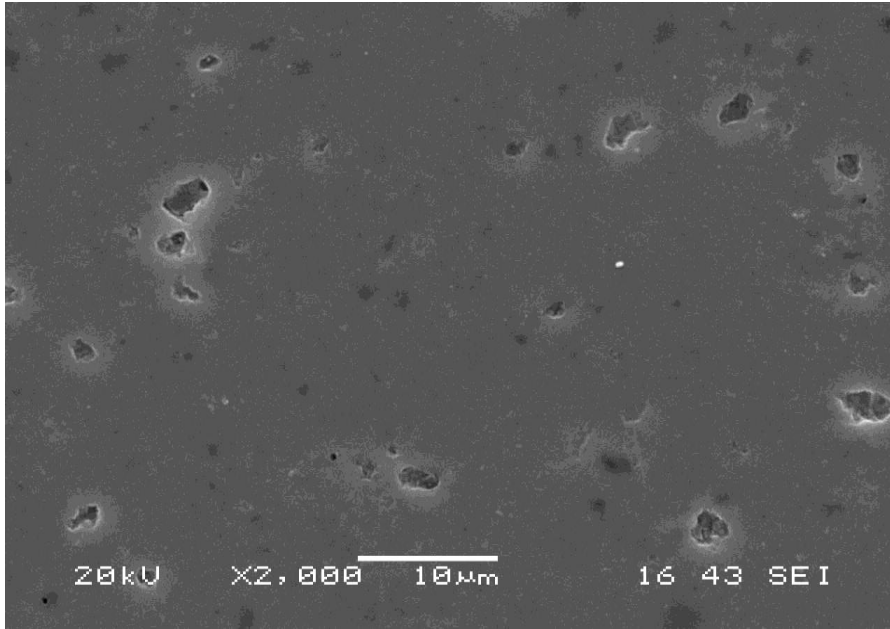
Şekil 6. 12. 1450°C'de M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7 Y₂O₃ + %3MgO] kompozisyonunun 60 dakika süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



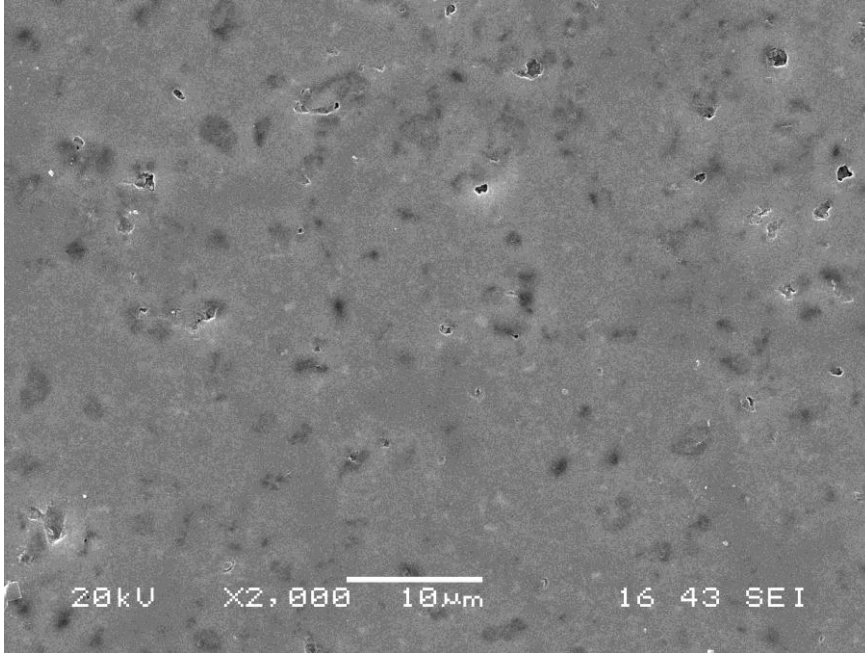
Şekil 6. 13. 1500°C'de M1 kodlu [% 91,5SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y₂O₃ + %1,5MgO] kompozisyonunun 60 dakika süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



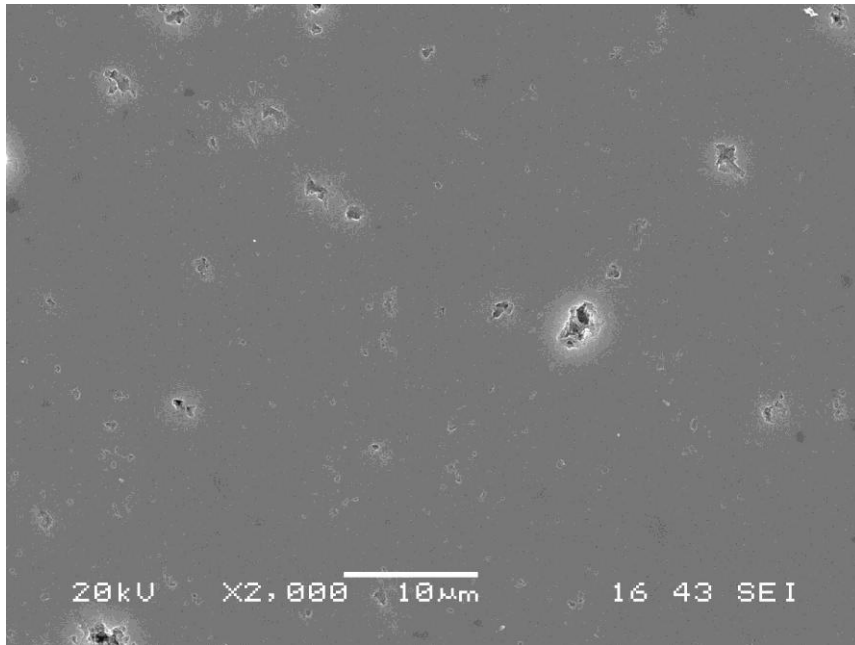
Şekil 6. 14. 1500°C'de M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7 Y₂O₃+ %3MgO] kompozisyonunun 60 dakika süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



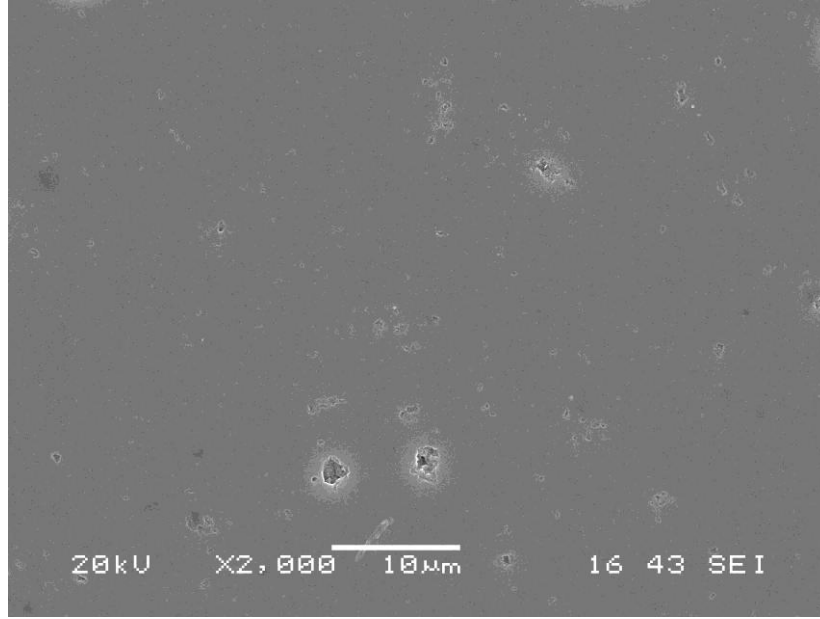
Şekil 6. 15. 1550°C'de M1 kodlu [% 91,5SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y₂O₃ + %1,5MgO] kompozisyonunun 60 dakika süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



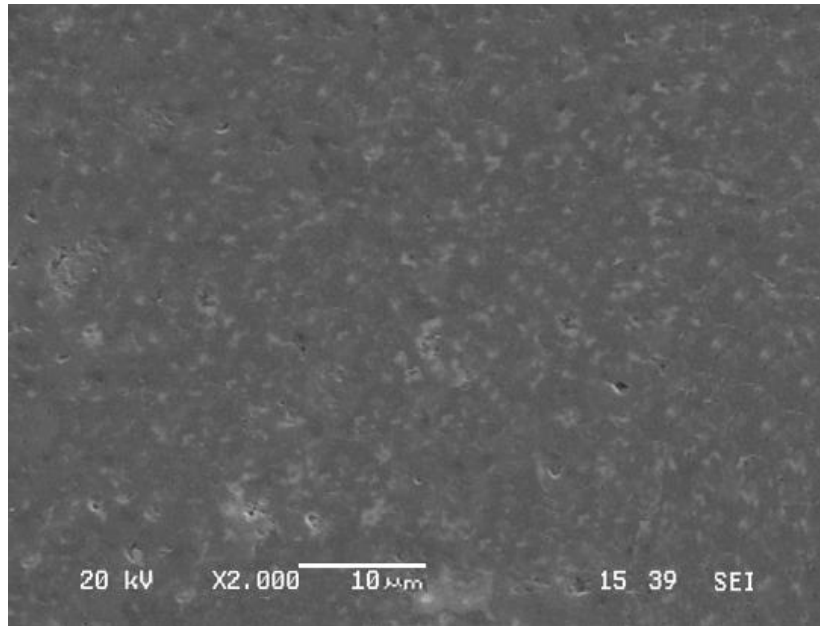
Şekil 6. 16. 1550°C'de M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7 Y₂O₃ + %3MgO] kompozisyonunun 60 dakika süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



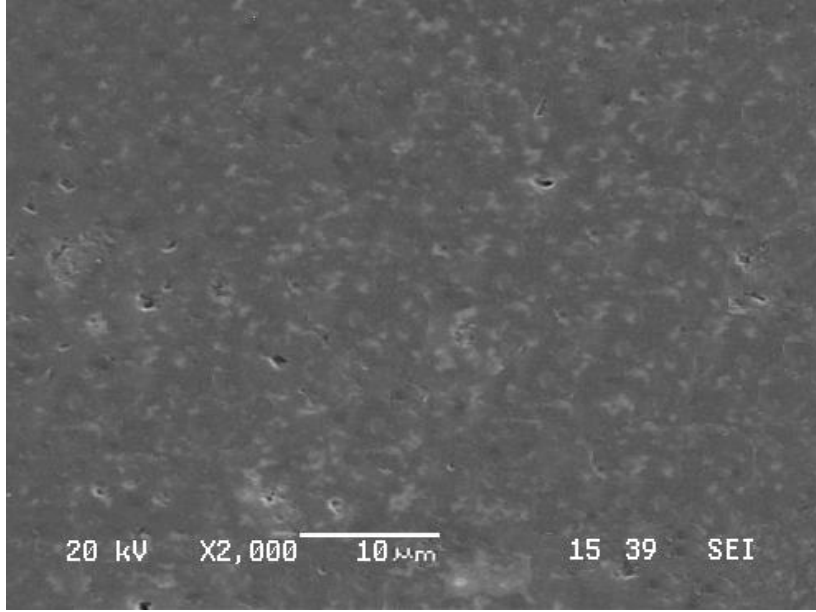
Şekil 6. 17. 1600°C'de M1 kodlu [% 91,5SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y₂O₃ + %1,5MgO] kompozisyonunun 60 dakika süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



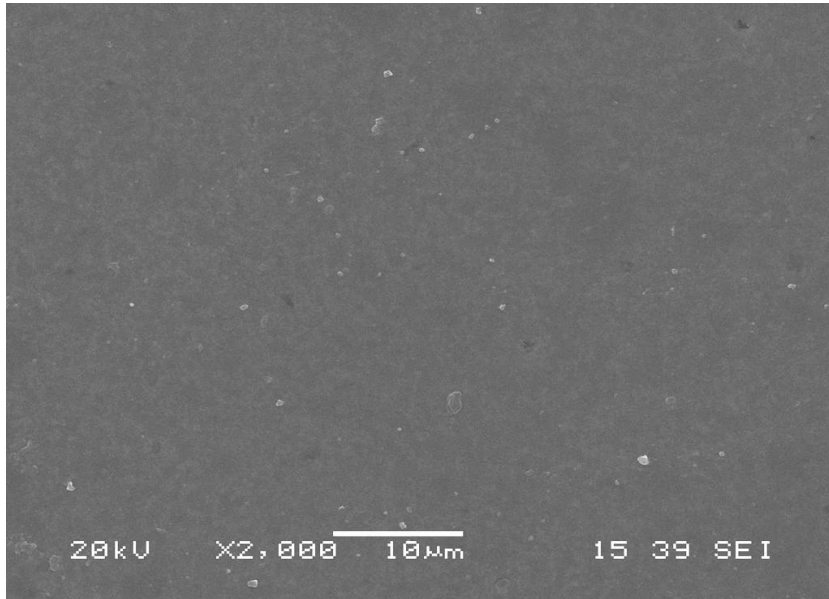
Şekil 6. 18. 1600°C'de M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y₂O₃ + %3MgO] kompozisyonunun 60 dakika süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



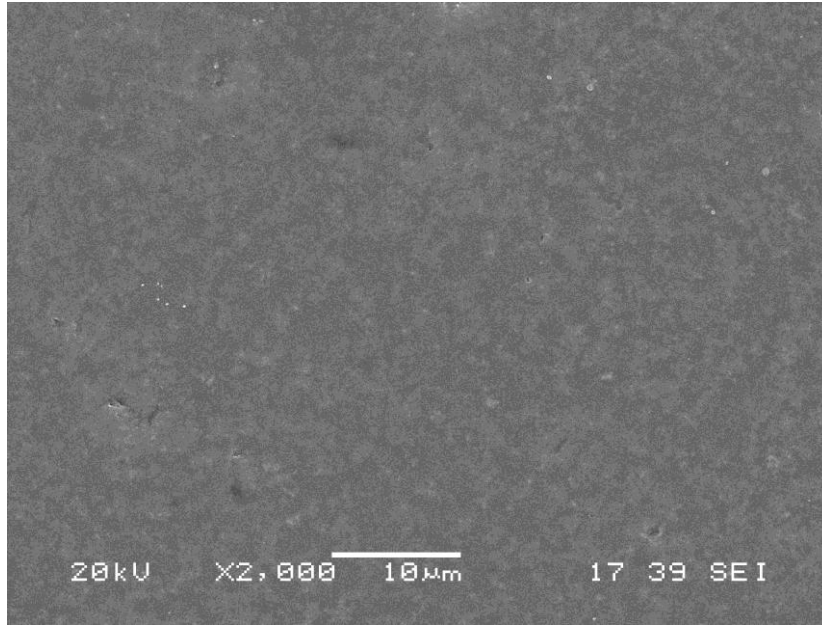
Şekil 6. 19. 1650°C'de M1 kodlu [% 91,5SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y₂O₃ + %1,5MgO] kompozisyonunun 60 dakika süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



Şekil 6. 20. 1650°C'de M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y₂O₃ + %3MgO] kompozisyonunun 60 dakika süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



Şekil 6. 21. 1700°C'de M1 kodlu [% 91,5SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y₂O₃ + %1,5MgO] kompozisyonunun 60 dakika süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



Şekil 6. 22. 1700°C’de M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y₂O₃ + %3MgO] kompozisyonunun 60 dakika süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü

Kompozisyonlardaki katkı oranı düşürüldükçe yoğunlaşmayı ve sinterlemeyi sağlayacak sıvı fazın miktarı da düşecektir. Sıvı faz miktarının düşük olması sinterlemenin zayıf olmasına sebep olacaktır. Kakı maddesi hiç kullanılmadığında ise sinteleme işlemi basınçsız sinterlemeyle mümkün değildir Kompozisyonlardaki katkı miktarı yeterli veya yoğun olduğu bölgelerde silisyum nitrür matriks yağunlaşmaya devam edecektir. Böylece poroziteler kapanarak yüksek yoğunluklara ulaşılacaktır. Ancak katkı miktarı yetersiz olduğu bölgelerde yoğunlaşma düşük olacağından bu bölgeler poroziteli kalacaktır. Bu da malzemenin mekanik özelliklerini kötü yönde etkileyerek kullanım alanını daraltacaktır.

6.3. XRD Analizleri

z=1 değerine göre hazırlanan β -Si_{6-z}Al_zO_zN_{8-z} formülündeki kompozisyonların farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenmiştir. Daha sonra nihai ürünlerdeki fazların karakterizasyon işlemi X-Ray analiziyle gerçekleştirilmiştir. M1 ve M3 kompozisyonları için düşük sıcaklıklarda (1450-1600°C) sinterleme sonunda dönüşüm oranı sıcaklıkla birlikte bir miktar artmış ancak henüz yeterli β dönüşümü olmamıştır.

Sinterleme süresinin artmasıyla dönüşüm miktarı da artmıştır. M1 ve M3 kompozisyonları için maksimum 1600°C’de en yüksek %25’lerde (M3 için 150dk’da) dönüşüm elde edilmiştir. Bu sıcaklıklardan sonra dönüşüm giderek hızlı bir hal almaktadır. M1 ve M3 kompozisyonları için 1600 °C’nin üzerinde hızlı bir dönüşüm gerçekleşmiştir. En yüksek olarak 1650°C’de M1 için 150dk’da %47 M3 için 150dk’da %55 oranında dönüşüm elde edilmiştir. 1700 °C’ sıcaklıkta 150dk’da M1 için %57 β , M3 için %64 β dönüşümü gerçekleşmiştir. 1750°C’de M3 kompozisyonu için 90dk’da tam dönüşüm gerçekleşmiştir. M1 kompozisyonu için tam dönüşüm 120dk’da gerçekleşmiştir.

1450 °C

Tablo 6. 16. M1 ve M3 kompozisyonlarının 1450°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları

	M1	M3
	% $\alpha / (\alpha + \beta)$	% $\alpha / (\alpha + \beta)$
30dk	3	3
60dk	4	4
90dk	6	7
120dk	8	9
150dk	10	11

1500°C

Tablo 6.17. M1 ve M3 kompozisyonlarının 1500°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları

	M1	M3
	% α / ($\alpha+\beta$)	% α / ($\alpha+\beta$)
30dk	4	5
60dk	6	7
90dk	9	10
120dk	10	13
150dk	14	15

1550°C

Tablo 6.18. M1 ve M3 kompozisyonlarının 1550°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları

	M1	M3
	% β / ($\alpha+\beta$)	% β / ($\alpha+\beta$)
30dk	6	7
60dk	10	11
90dk	9	17
120dk	19	19
150dk	20	20

1600°C

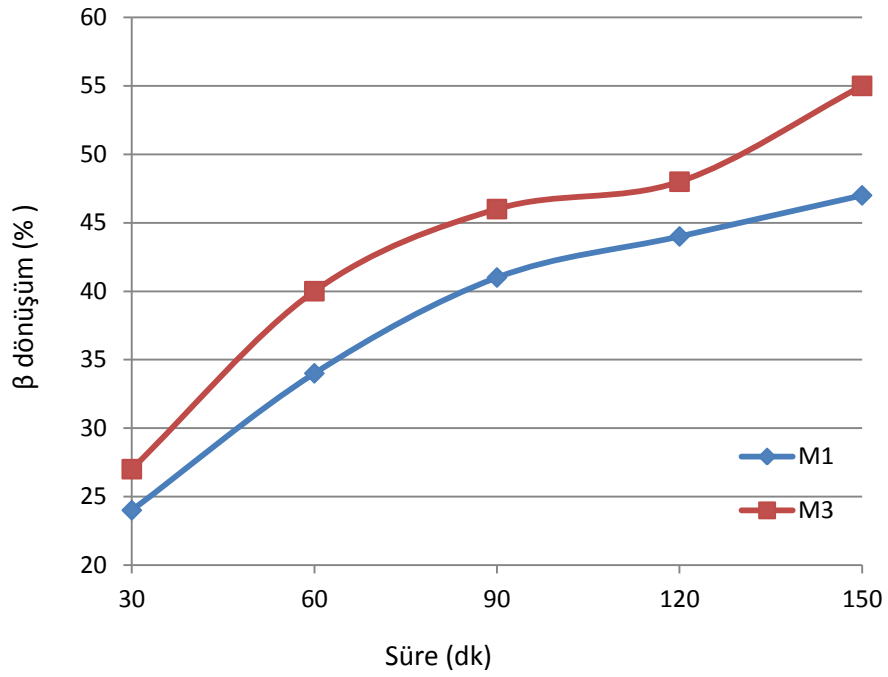
Tablo 6. 2. M1 ve M3 kompozisyonlarının 1600°C'de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları

	M1	M3
	% β / ($\alpha+\beta$)	% β / ($\alpha+\beta$)
30dk	8	11
60dk	13	17
90dk	19	22
120dk	23	24
150dk	24	25

1650°C

Tablo 6. 3. M1 ve M3 kompozisyonlarının 1650°C'de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları

	M1	M3
	% β / ($\alpha+\beta$)	% β / ($\alpha+\beta$)
30dk	24	27
60dk	34	40
90dk	41	46
120dk	44	48
150dk	47	55

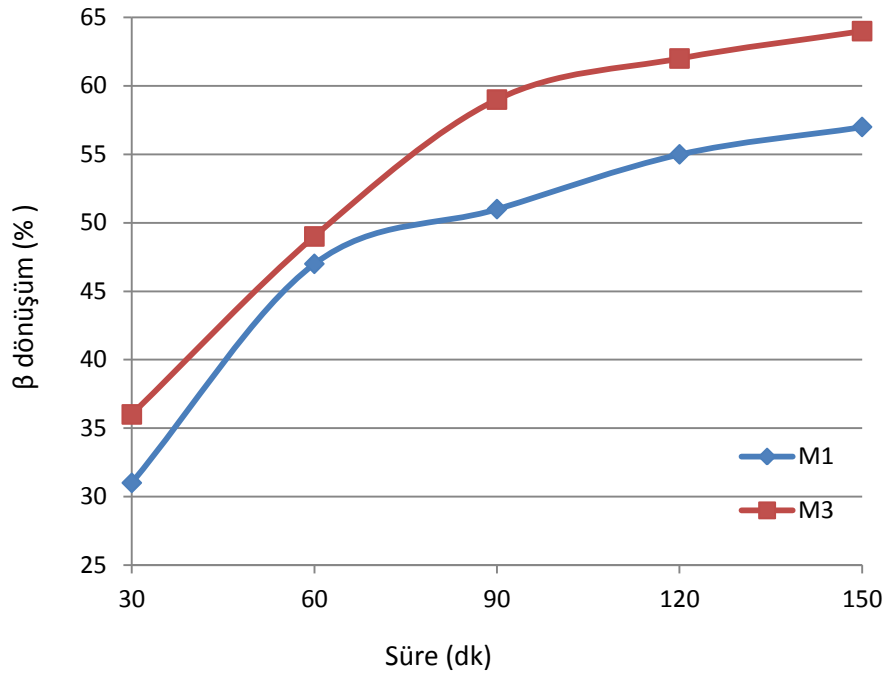


Şekil 6. 23. 1650 °C de değişik sürelerde sinterlenen M1 ve M3 kompozisyonlarının % β dönüşüm grafiği

1700 °C

Tablo 6. 21. M1 ve M3 kompozisyonlarının 1700°C'de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları

	M1	M3
	% $\beta / (\alpha + \beta)$	% $\beta / (\alpha + \beta)$
30dk	31	36
60dk	47	49
90dk	51	59
120dk	55	62
150dk	57	64

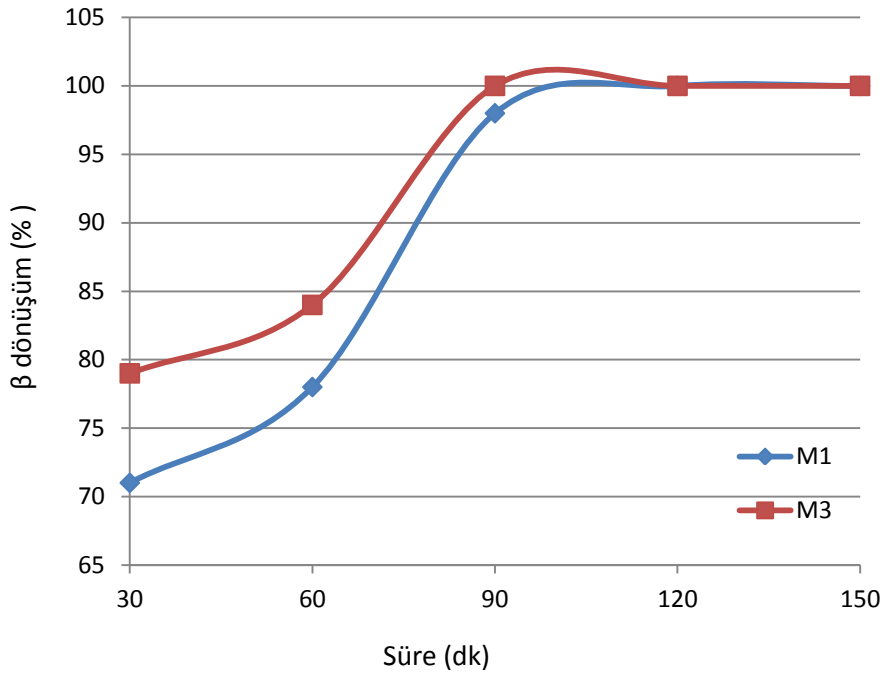


Şekil 6.24. 1700 °C de değişik sürelerde sinterlenen M1 ve M3 kompozisyonlarının % β dönüşüm grafiği

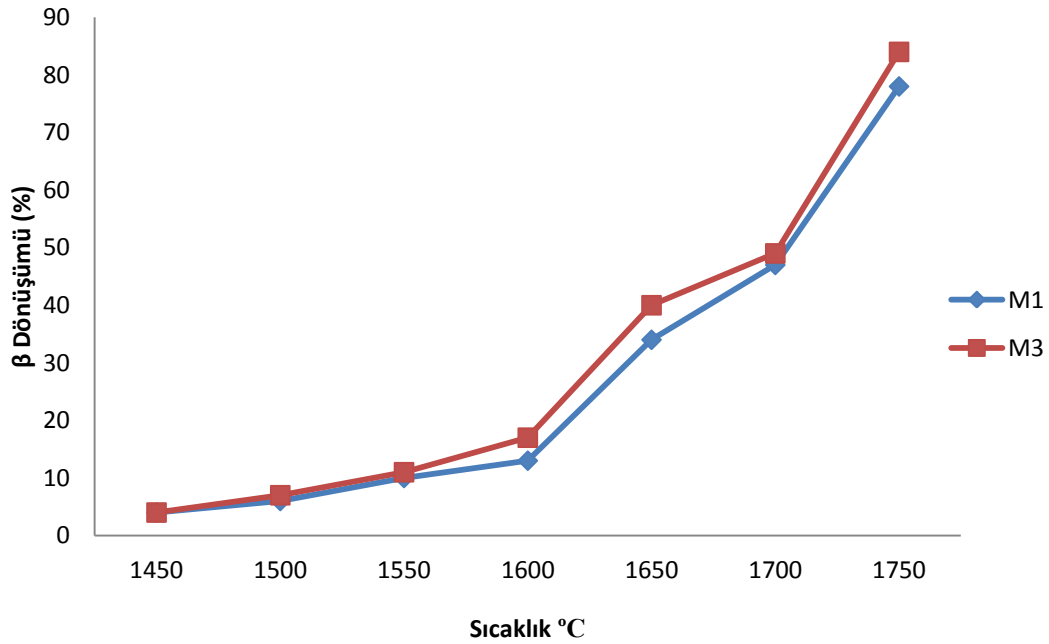
1750°C

Tablo 6.22. M1 ve M3 kompozisyonlarının 1750°C'de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları

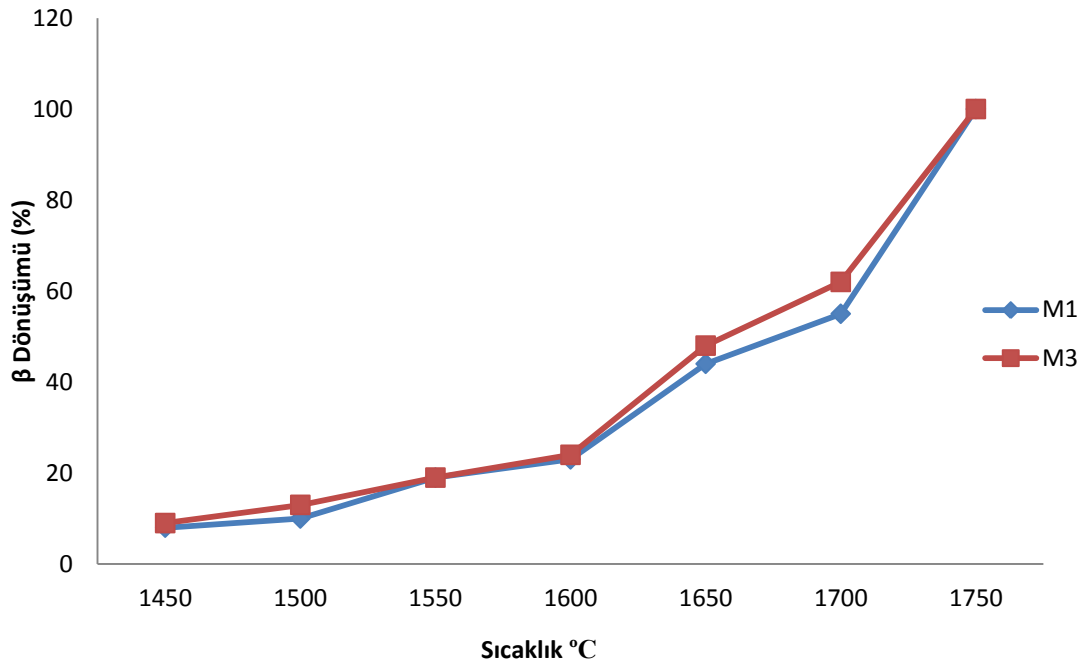
	M1	M3
	$\% \beta / (\alpha + \beta)$	$\% \beta / (\alpha + \beta)$
30dk	71	79
60dk	78	84
90dk	98	100
120dk	100	100
150dk	100	100



Şekil 6.25. 1750 °C de değişik sürelerde sinterlenen M1 ve M3 kompozisyonlarının % β dönüşüm grafiği



Şekil 6. 26. Farklı sıcaklıklarda M1 ve M3 kompozisyonlarının 60dk sinterlemesi sonucu gerçekleşen β dönüşüm oranları



Şekil 6. 27. Farklı sıcaklıklarda M1 ve M3 kompozisyonlarının 120dk sinterlemesi sonucu gerçekleşen β dönüşüm oranları

6.4. Mikro Vickers Sertlik Deneyi

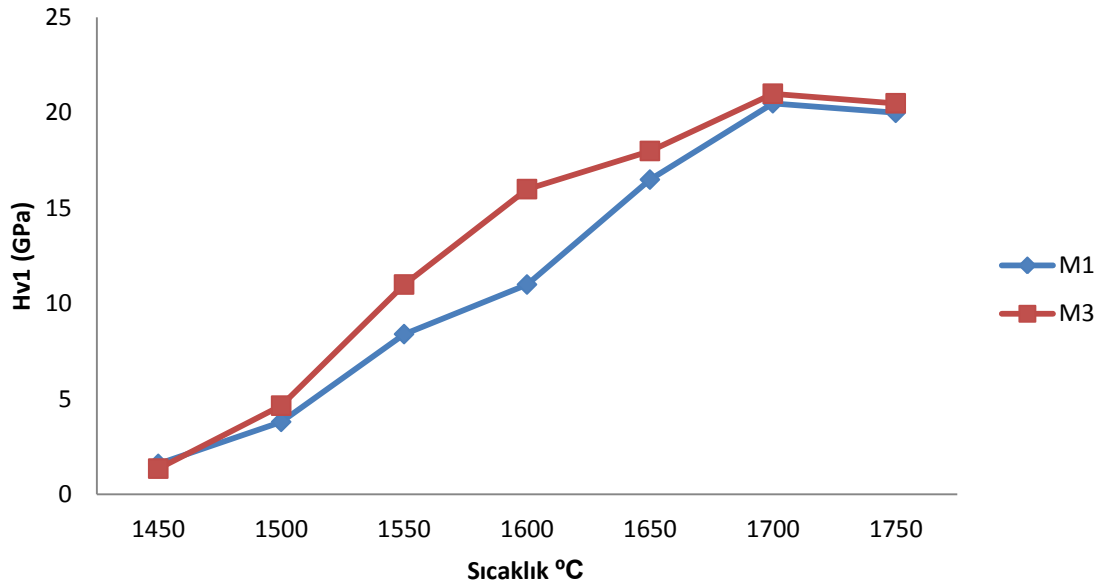
M1 ve M3 kompozisyonlarından farklı sıcaklıklarda (1450-1750°C) sinterlenmesiyle elde edilen bulk numunelerin mekanik özellikleri incelenmiştir. Sertlik deneyleri 1 kg yük altında Vickers sertlik cihazında gerçekleştirilmiştir. Kırılma tokluğu deneyleri de yine aynı cihazda Indentasyon tekniğiyle oluşturulan çatlak boyları üzerinden ilgili formül kullanılarak hesaplanmıştır. M1 ve M3 numunelerinin sertlik ve tokluk sonuçları Tablo 6.23'te verilmiştir. Sıcaklığın artışıyla birlikte genel olarak bütün numuneler için kırılma tokluğu ve sertlik değerlerinde bir miktar artış görülmüştür. Bununla birlikte, her kompozisyon için maksimum sertlik ve tokluk sonraki düşüş eğilimi gösterdiği sıcaklık farklı olmuştur. En yüksek sertlik ve tokluk değerleri 1700-1750°C aralığında elde edilmiştir. Sıcaklığın artışıyla yoğunlaşma arttığından kırılma tokluğu değerleri de yükselmiştir. Kırılma tokluğunu arttıran asıl sebep ise $\alpha \rightarrow \beta$ dönüşümünün gerçekleşmesiyle yüksek aspekt oranlarına sahip fiberimsi β tanelerinin oluşmasıdır. Düşük katkılı M1 numuneleri için yüksek sıcaklıklarda (>1700°C) sertlik değerleri durağanlığa geçmiştir.

Yüksek katkılı M3 numunelerinde ise bir miktar sertlik değerlerinde düşüş görülmüştür. Bunun nedeni tane sınırlarında bulunan camsı faz içerisindeki bileşenlerden bazılarının yapıdan uzaklaşması ve geriye poroziteler bırakmasıdır. Katkı miktarı arttıkça yüksek sıcaklıklarda yapıda gözenek artacağı için sertlik değerleri yüksek katkılılarda bir miktar düşmüştür. Fakat kırılma tokluğu değerleri bir miktar daha artmaya devam etmiştir. Bunun nedeni ise dönüşümün halen devam etmesi ve böylece boylemsal uzamış tanelerin oranının artmasıdır.

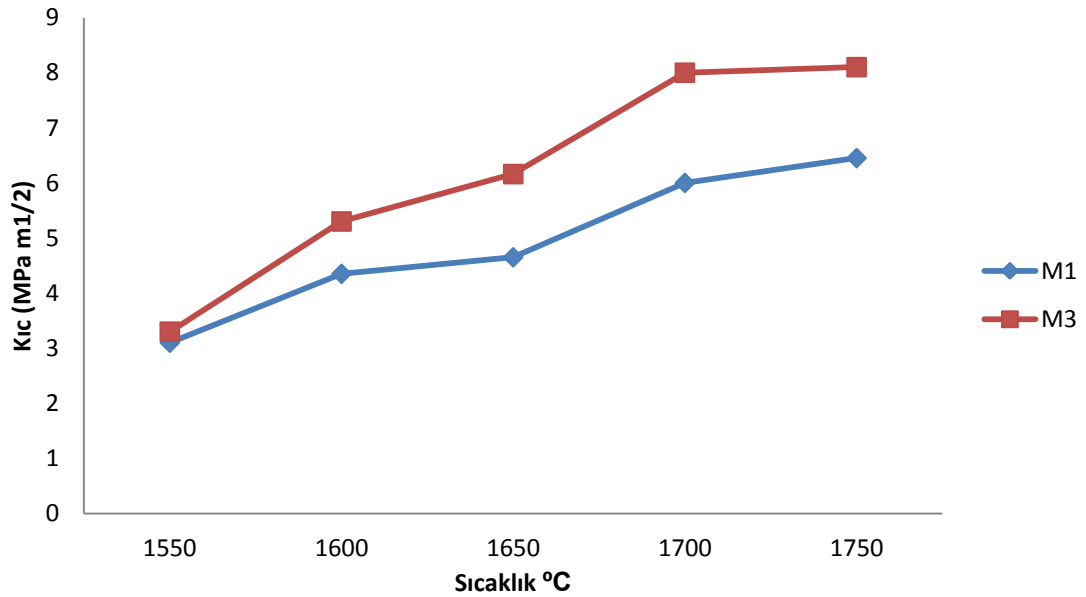
Yoğunluk sonuçlarından ve XRD sonuçlarından da görüldüğü gibi yüksek katkı içeren kompozisyonlar düşük katkılı kompozisyonlara göre daha yüksek sertlik ve kırılma tokluğu değerleri vermiştir. Bunun sebebi daha yüksek oranda yoğunlaşma sağlama ve daha yüksek oranda dönüşümü sağlamalarıdır. Çubuksu β -SiAlON tanelerinin daha kolay oluşumunu katkı içeriğindeki artış desteklemiştir. En yüksek kırılma tokluğu değerleri (M1: 6,45 MPa m^{1/2}, M3: 8,1 MPa m^{1/2}) Mg-Y-Si-Al-O-N katkı sistemiyle sinterlenen numunelerde en yüksek sertlik değerleri M1 için elde edilen maksimum Vickers sertlik değerleri 1700°C'de 20 GPa, M3 için 20,5 GPa olarak elde edilmiştir.

Tablo 6. 23. M1 ve M3 numunelerinin farklı sıcaklıklarda 90dk süreyle basınçsız sinterlenmesiyle elde edilen mikro sertlik ve kırılma tokluğu sonuçları

Sıcaklık (°C)	M1		M3	
	Hv 1 (GPa)	Kıc (MPa m ^{1/2})	Hv 1 (GPa)	Kıc (MPa m ^{1/2})
1450	1,60	-	1,35	-
1500	3,80	-	4,65	-
1550	8,4	3,1	11	3,3
1600	11	4,35	16	5,3
1650	16,5	4,65	18	6,16
1700	20,5	6	21	8
1750	20	6,45	20,5	8,1



Şekil 6. 28. M1 ve M3 kompozisyonlarının farklı sıcaklıklarda 90dk süreyle basınçsız sinterlenmesi sonucu elde edilen sertlik değerlerinin grafiksel gösterimi

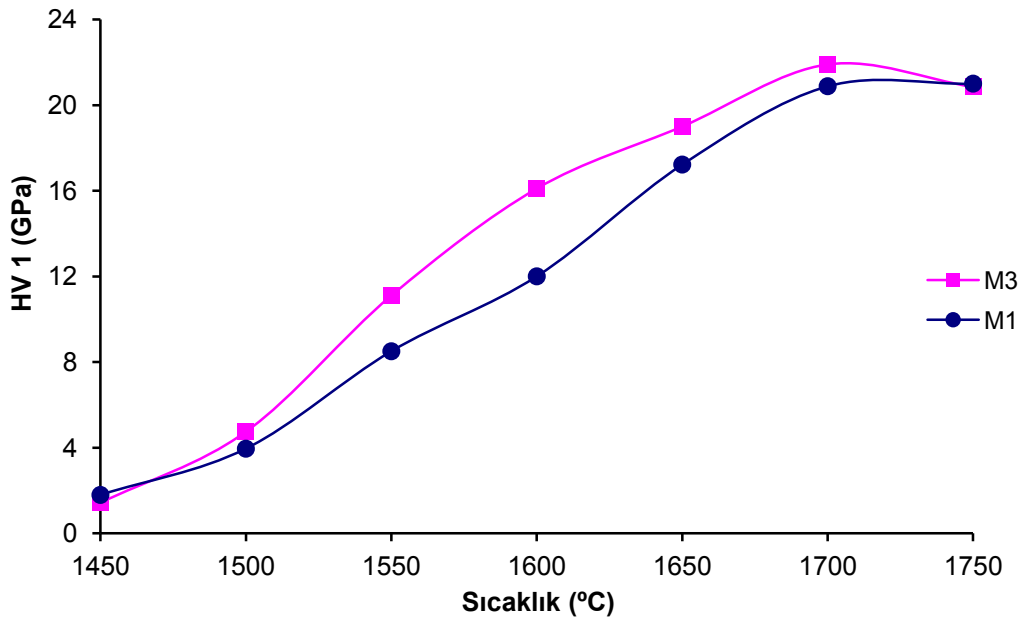


Şekil 6. 29. M1 ve M3 kompozisyonlarının farklı sıcaklıklarda 90dk süreyle basınçsız sinterlenmesi sonucu elde edilen kırılma tokluğu değerlerinin grafiksel gösterimi

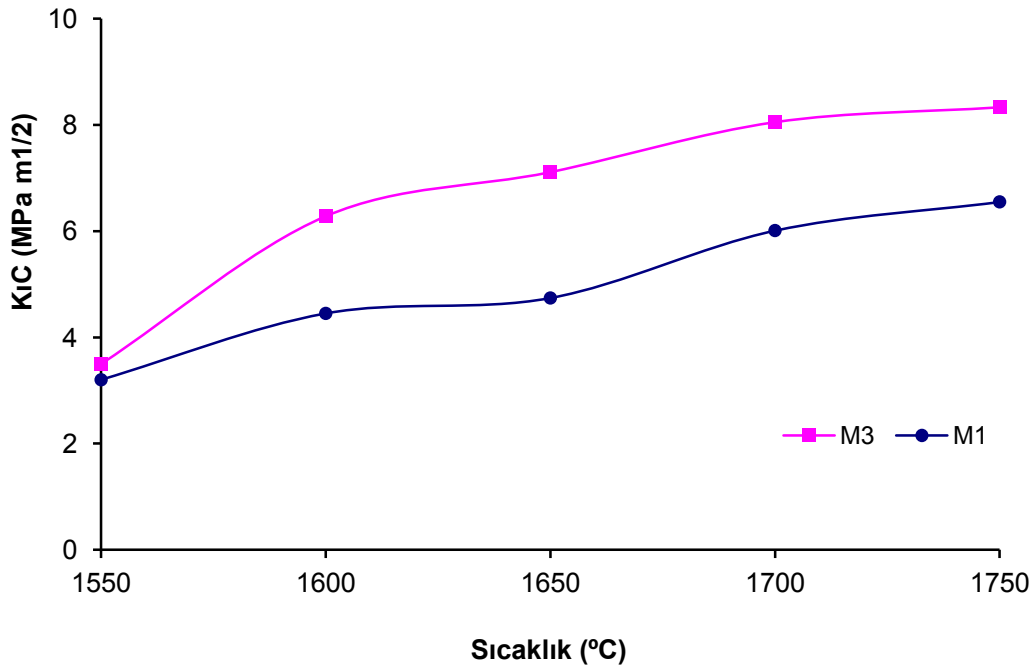
6.5. Farklı Katkı Oranlarının Sertlik ve Kırılma Tokluğu Üzerine Etkisi

Şekil 6.30’da görüldüğü gibi M1 ve M3 kompozisyonlarında da sertlik ve tokluk değerlerindeki değişime bakıldığında yüksek katkılı olan M3 numunelerinde başlarda önemli ölçüde daha yüksek sertlik değeri vermiştir. Düşük katkılı olan M1 numunesinde ise sıcaklığın artışına bağlı olarak daha yavaş bir sertlik artışı görülmüştür. 1700°C’den sonra M3 numunesinin içerdiği camsı fazın yüksekliğinden dolayı sertlik değerleri düşmeye başlamıştır.

Şekil 6.31’de görülebileceği gibi M1 ve M3 numunelerinin kırılma tokluğu değerlerinde ise genel olarak katkı miktarı oranı arttıkça kırılma tokluğu artış göstermiştir. Her iki katkı sistemi içinde sinterleme sıcaklığının 1750°C’ye artırılmasıyla daha fazla camsı faz içeren kompozisyonlarda daha fazla madde kaybı olmaktadır. Bu da yapının daha fazla gözenek içermesine sebep olacaktır. Bu nedenle malzemenin mekanik özellikleri olumsuz yönde etkilenmektedir. Düşük katkı oranlarına sahip olan kompozisyonlarda ise daha az madde kaybı olacağından malzemenin mekanik özellikleri daha az etkilenmektedir.



Şekil 6. 30. Farklı oksit katkı oranlarına sahip M1 ve M3 numunelerinin 90dk süreyle sinterleme sonucu sıcaklığın fonksiyonu olarak sertlik değerlerinin değişimi



Şekil 6. 31. Farklı oksit katkı oranlarına sahip M1 ve M3 numunelerinin 90dk süreyle sinterleme sonucu sıcaklığın fonksiyonu olarak kırılma tokluğu değerlerinin değişimi

6.6. β -SiAlON Seramiğinin Sertleştirilmiş AISI4140 Çeliğini İşleme Performansı Deneyleri

Bu çalışmanın amacı, makine imalat sektöründe kullanılan AISI 4140 ıslah çeliğinin MgO+Y₂O₃ katkıli SiAlON takımlarla işlenebilirliğini değerlendirmek, takımlardaki aşınma mekanizmalarını ve aşınma miktarlarını değerlendirmektir. Bu çalışmada, çeliklerin işlenmesinde SiAlON seramik kesici takımlarının performansları literatürde yapılan çalışmalar incelenerek değerlendirilmiştir.

6.6.1. AISI 4140 İslah Çeliğini Sertleştirme İşlemi

AISI 4140 İslah Çeliği Mekanik Özellikleri:

Tablo 6.24 'de malzemenin kimyasal bileşimi verilmiştir. AISI 4140 ıslah çeliği kimyasal bileşimleri karbon miktarı bakımından sertleştirilmeye elverişli olan ve ıslah işlemi sonunda belirli yükler altında yüksek tokluk özelliği gösteren alaşımlı yapı çelikleridir.

Tablo 6. 24. AISI 4140 ıslah çeliği kimyasal bileşimleri

Malzemenin Kimyasal Bileşimi						
Pmax	Smax	Mn	Si	C	Mo	Cr
0,35	0,35	0,50-0,80	0,15-0,40	0,38-0,45	0,15-0,30	0,90-1,20

AISI 4140 İslah Çeliğinin Isıl İşlemi:

İşlenecek parça olarak seçilen AISI 4140 ıslah çeliğinin Tablo 25'de ısıl işlem bilgileri verilmiş olup gerekli sertleştirme işlemleri ısıl işlem laboratuvarlarında yapılmıştır. Deney malzemesi olarak kullanılan 4140 ıslah çeliği 30mm çapında 300 mm uzunluğunda kesilmiştir. Daha sonra 860°C 'deki küp fırında 60 dakika bekletilmiş ve suda su verilerek sertleştirilmiştir. Yapılan işlemde sonra 4140 çeliğinin sertlik ölçme cihazı ile sertliği ölçülmüş ve yaklaşık sertliği 52 HRc olarak hesaplanmıştır.

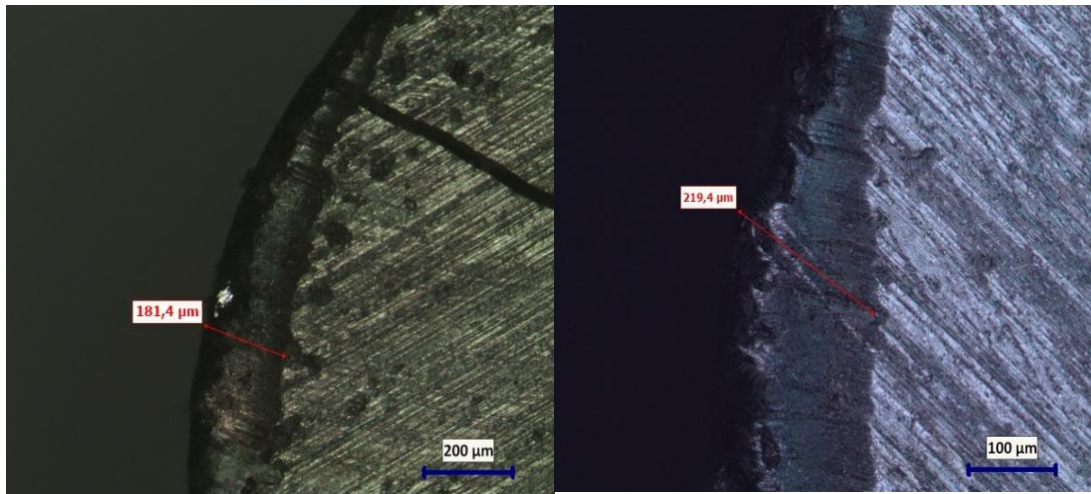
Tablo 6.25. AISI 4140 ıslah çeliğinin ısıl işlem bilgileri

Isıl İşlem Bilgileri							
Normal tavlama sıcaklığı °C	Sıcak şekil verme sıcaklığı °C	Yumuşak tavlama sıcaklığı °C	Yumuşak tavlama sertlik > BSD 30	Meneviş Sıcaklığı °C	Sertleştirme		
						Su	Yağ
840-880	850-1050	680-720	241	540-680	Sıcaklık	820-850	830-860
					Sertlik (HRc)	54-56	54-56

6.6.2. β -SiAlON Takımlarının Sertleştirilmiş AISI4140 Çeliğini İşleme Sırasında Oluşan Aşınma Sonuçları

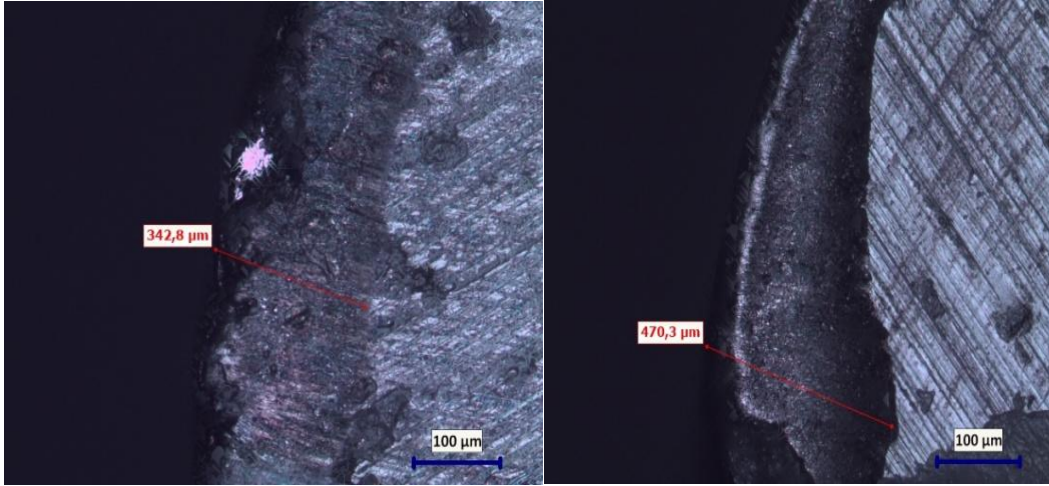
AISI 4140 çeliğini kesme işlemi sonucu MgO+Y₂O₃ katkılı α -Si₃N₄/ β -Si₅AlON₇ kesici takımlarında meydana gelen uç aşınmalarının mikroskop görüntüleri Şekil 6.32 ve 6.33'de gösterilmiş olup yine mikroskop yardımıyla ölçülen aşınma miktarları tablo 6.26-6.27 ve 6.28'de ve şekil 6.34-6.35 ve 6.36'daki grafiklerle gösterilmiştir. Kesme işlemi torna tezgahında 36-49-73 m/dk kesme hızlarında ve 0,11-0,16-0,18 mm ilerleme hızlarında ayrı ayrı gerçekleştirilmiştir. İşleme sırasında çapı 27mm olan iş parçasına 1 mm talaş derinliği verilerek her seferinde 45mm boyunca kesme işlemi uygulanmıştır. Her deney üç kez tekrarlanıp ortalama sonuçlar alınmıştır.

Aşınma miktarları incelendiğinde ise düşük ilerleme hızı ve düşük kesme hızlarında ortalama 200 μ m'ye yakın aşınma gözlenirken daha yüksek ilerleme ve kesme hızlarında ise ortalama 300 μ m ye yakın aşınma olduğu gözlenmektedir. Bu sonuçlara bakarak kesme parametrelerini düşük seçmemiz daha uygun olacaktır. Çünkü yüksek kesme ve ilerleme hızlarında kesici takım çok aşınmaktadır. Bu da kesici takımın işlevini yerine getirmesini engellemekte ve takım ömrünü düşürmektedir. İşleme zamanı da göz önünde bulundurularak en iyi ilerleme hızı 0.11 mm ve en iyi kesme hızı 36 m/dk olduğu söylenebilir.



a) V:36 m/dk , f: 0,18 mm

b) V:49 m/dk , f: 0,16 mm



c) V:73 m/dk , f: 0,16mm

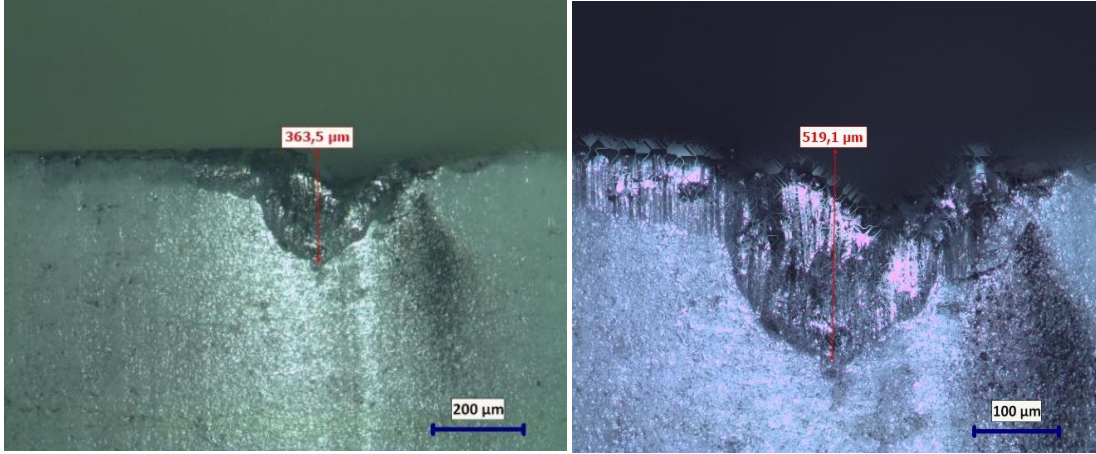
d) V:73 m/dk , f: 0,18 mm

Şekil 6. 32. AISI 4140 çeliğini değişik kesme ve ilerleme hızı ile 1 mm talaş derinliği verilerek işleyen MgO katkılı SiAlON kesici takımının talaş yüzeyinde meydana gelen krater aşınmalarının görüntüsü (50X büyütmede)



a) V:36 m/dk , f: 0,18 mm

b) V:49 m/dk , f: 0,16 mm



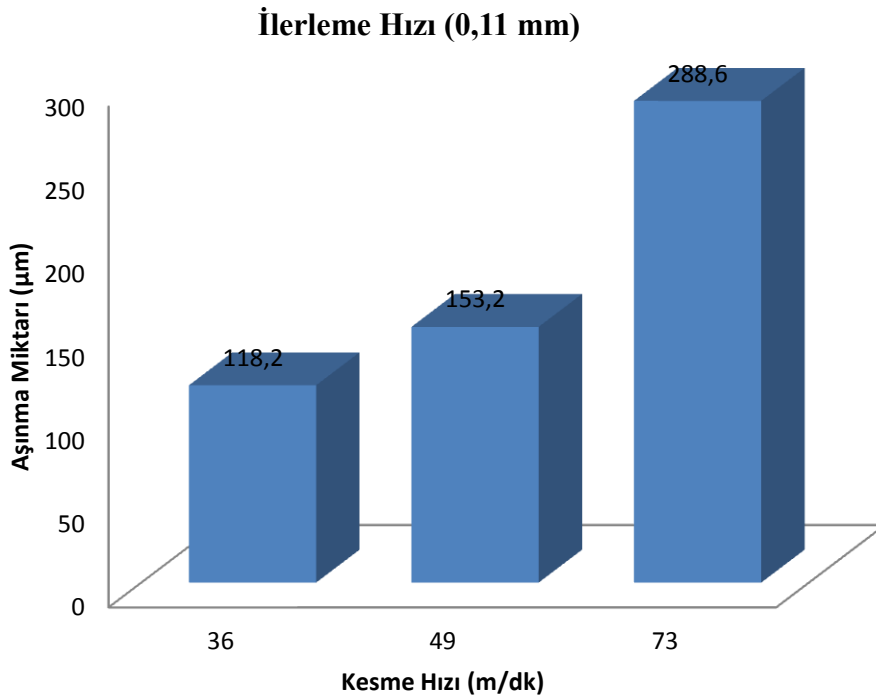
c) V:73 m/dk , f: 0,16 mm

d) V:73 m/dk , f: 0,18 mm

Şekil 6. 33. AISI 4140 çeliğini değişik kesme ve ilerleme hızı ile 1 mm talaş derinliği verilerek işleyen MgO katkılı SiAlON kesici takımlarının serbest yüzeylerinde meydana gelen yanak aşınmalarının görüntüsü (50X büyütmede)

Tablo 6. 26. MgO+Y₂O₃ katkılı β-SiAlON kesici uçlarının sertleştirilmiş 4140 çeliğini 0,11 mm ilerleme hızında ve değişik kesme hızlarında işleme sonucu serbest ve talaş yüzeylerinde meydana gelen ortalama aşınma miktarları

Kesme Hızı (m/dk)	İlerleme Hızı (mm)	Aşınma Miktarı (µm)	
		SerbestYüzey (Yanak)	Talaş Yüzeyi (Krater)
36	0,11	118,2	174
49		153,2	196,2
73		288,6	284,3

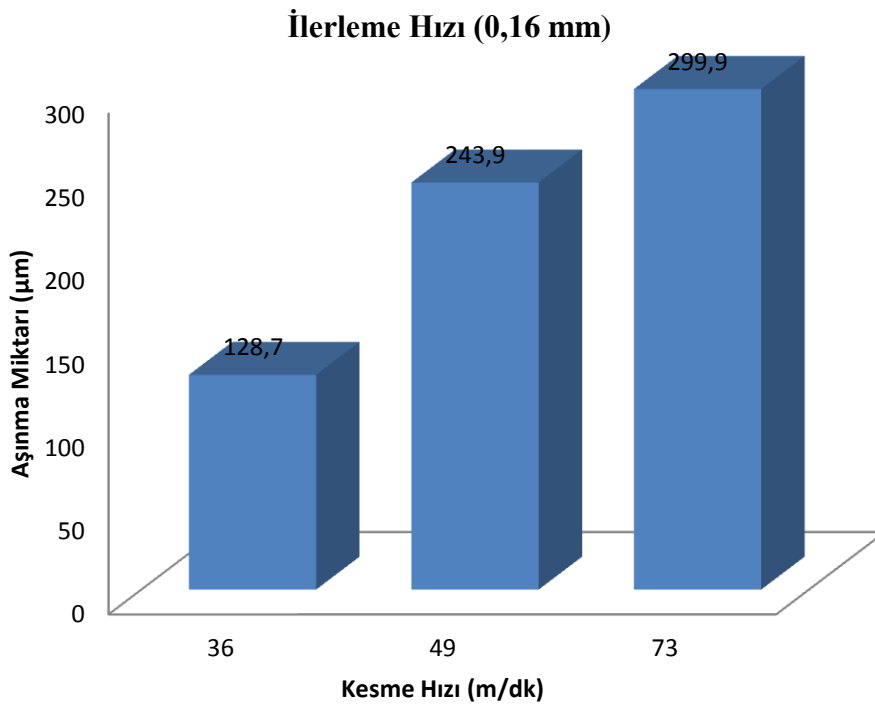


Şekil 6.34. MgO+Y₂O₃ katkılı β-SiAlON kesici uçlarının sertleştirilmiş 4140 çeliğini 0,11 mm ilerleme hızında ve değişik kesme hızlarında işleme sonucu yüzeylerinde meydana gelen ortalama aşınma miktarlarının grafiksel gösterimi

MgO +Y₂O₃ Katkılı β-SiAlON kesici takımının 0,11 mm ilerleme hızında Sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğinin işlenmesindeki kesici takım aşınması incelendiğinde 36 m/dk kesme hızında yapılan deneyde aşınma miktarı ortalama 118,2 µm , 49 m/dk kesme hızında 153,2 µm, 73 m/dk kesme hızında 288,6 µm dur.

Tablo 6. 27. MgO+Y₂O₃ katkılı β-SiAlON kesici uçlarının sertleştirilmiş 4140 çeliğini 0,16 mm ilerleme hızında ve değişik kesme hızlarında işleme sonucu serbest ve talaş yüzeylerinde meydana gelen ortalama aşınma miktarları

Kesme Hızı (m/dk)	İlerleme Hızı (mm)	Aşınma Miktarı (µm)	
		Serbest Yüzey (Yanak)	Talaş Yüzeyi (Krater)
36	0,16	128,7	185
49		243,9	210
73		299,9	323

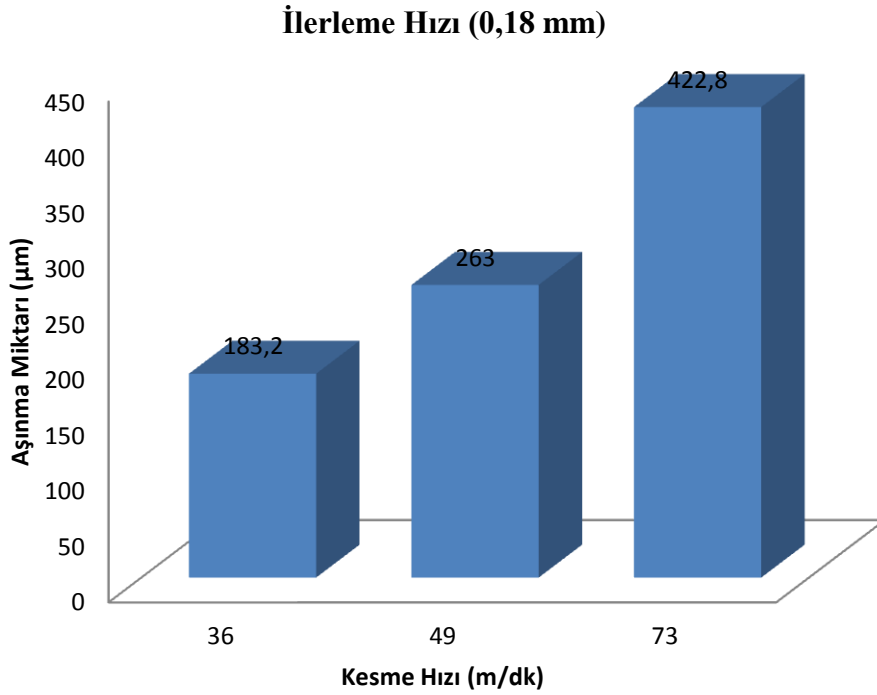


Şekil 6. 35. MgO+Y₂O₃ Katkılı β-SiAlON kesici uçlarının sertleştirilmiş 4140 çeliğini 0,16 mm ilerleme hızında ve değişik kesme hızlarında işleme sonucu yüzeylerinde meydana gelen ortalama aşınma miktarlarının grafiksel gösterimi

MgO +Y₂O₃ Katkılı β-SiAlON kesici takımının 0,16 mm ilerleme hızında Sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğinin işlenmesindeki kesici takım aşınması incelendiğinde 36 m/dk kesme hızında yapılan deneyde aşınma miktarı ortalama 128,7 µm , 49 m/dk kesme hızında 243,9 µm, 73 m/dk kesme hızında 299,9 µm dur.

Tablo 6. 28. MgO+Y₂O₃ Katkılı β-SiAlON kesici uçlarının sertleştirilmiş 4140 çeliğini 0,18 mm ilerleme hızında ve değişik kesme hızlarında işleme sonucu serbest ve talaş yüzeylerinde meydana gelen ortalama aşınma miktarları

Kesme Hızı (m/dk)	İlerleme Hızı (mm)	Aşınma Miktarı (µm)	
		Serbest Yüzey (Yanak)	Talaş Yüzeyi (Krater)
36	0,18	183,2	212,7
49		263	226,8
73		422,8	524,7



Şekil 6. 36. MgO+Y₂O₃ katkılı β-SiAlON kesici uçlarının sertleştirilmiş 4140 çeliğini 0,18mm ilerleme hızında ve değişik kesme hızlarında işleme sonucu yüzeylerinde meydana gelen ortalama aşınma miktarlarının grafiksel gösterimi

MgO +Y₂O₃ Katkılı β-SiAlON kesici takımının 0,16 mm ilerleme hızında Sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğinin işlenmesindeki kesici takım aşınması incelendiğinde 36 m/dk kesme hızında yapılan deneyde aşınma miktarı ortalama 183,2 µm , 49 m/dk kesme hızında 263 µm, 73 m/dk kesme hızında 422,8 µm dur.

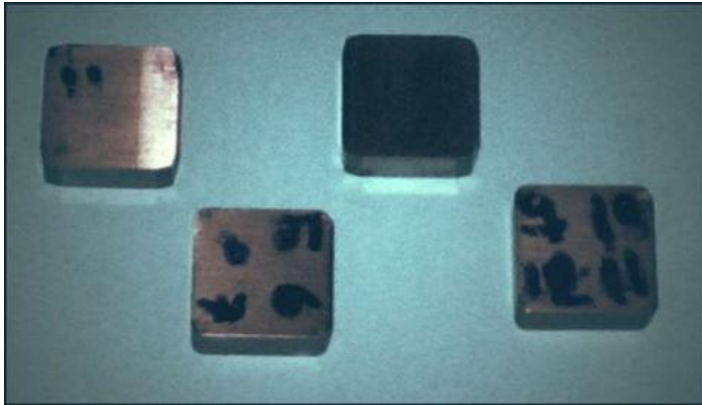
Aşınma sonuçlarına genel olarak bakıldığında, basınçsız sinterleme yöntemi ile üretilen α-Si₃N₄/β-Si₅AlON₇ kesici takımları için bu kesme ve ilerleme hızlarında bir miktar talaş ve serbest yüzeylerinde aşınmalar meydana gelebilmektedir. Bunun muhtemel sebebi üretilen parçaların içerdiği yüksek sertlik ve düşük kırılma tokluğuna sahip kalıntı α- Si₃N₄ fazıdır. Bu çalışmada, α fazı yapı içerisinde aşınma direncini desteklediği için özellikle istenmiş ve tamamen dönüşüm tamamlanmadan yoğunlaşma tamamlanır tamamlanmaz sinterleme işlemi bitirilmiştir. Ancak bu nispette yüksek sertliğe sahip bir parçanın işlenmesinde bile iyi bir işleme performansı ortaya koyması yapıyı sertlik açısından desteklendiğini göstermiştir.

Bununla birlikte, dominant şekilde yapıya hakim olan ve bu sistem için hem mukavemet hem de yoğunlaşmayı sağlayan β -SiAlON tanelerinin oluşumu β tanelerinin yüksek aspekt oranı sebebiyle kırılma tokluğunda artışa neden olmaktadır. Bu sebepten kesici kenar bölgelerindeki/yanaklardaki kayıplar β -SiAlON takım ömrüne göre beklenen aralığın üzerindedir. Ancak eş eksenli sert α tanelerinin yapıdaki varlığı parçanın sertliğini dolayısıyla aşındırma kabiliyetini geliştirmiştir.

6.7. İşlenen Malzeme Pürüzlülüğü Bakımından β -SiAlON Kesici Takımlarının WC Kesici Takımlarıyla Karşılaştırılması

Metal kesme endüstrisinde en çok kullanılan kesici takımlar tungsten karbürlerdir. Tungsten karbürlerin yoğunlukları çeliklerin yaklaşık iki katıdır. Bu çalışmamızda ISO sınıflamasına göre P30 grubuna ait SNUN uç formuna sahip Şekil 6.37 'de görülen TIZIT marka WC kesici takımı kullanılmıştır. WC kesici takımlarının ortalama sertlik değeri 2000 Hv' dir.

Bu çalışmada üretilen sialon kesici takımları ve endüstride kullanılan WC kesici kesici takımları aynı deney şartlarında sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğini kesme işlemine tabi tutulmuştur.



Şekil 6. 37. Tizit Marka WC kesici takımları

WC kesici takımlarıyla sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğini işlemede düşük kesme ve ilerleme hızlarında pürüzsüz bir yüzey elde edilmiştir.

Fakat yüksek kesme ve ilerleme hızlarında işlenen AISI 4140 çeliğinin yüzeylerinde Şekil 6.38’ de görüldüğü gibi pürüzler oluşmaktadır. Bu çalışmada üretilen seramik kesici uçlarla yapılan kesme işlemlerinde ise şekil 6.39’ da görüleceği üzere işlenen çeliğin yüzeyleri pürüzsüzdür.



Şekil 6. 38. WC kesici takımlarıyla sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğinin işlenmesi sonucu elde edilen yüzey pürüzlülüğü

Bu çalışmada üretilen β -SiAlON kesici uçlarını kullanmanın avantajlarını şu şekilde özetleyebiliriz

- WC kesici takımlarıyla işlenen çeliğin yüzey pürüzlülüğünü önlemek,
- Yüksek kesme ve ilerleme hızlarında kullanabilmek ve zamandan tasarruf sağlamak,
- β -SiAlON kesici uçlarıyla işlenen çeliğin yüzey temizleme işlemine gerek kalmadığı için enerji ve zamandan tasarruf sağlamak şeklinde özetlenebilir.



Şekil 6. 39. β -SiAlON kesici takımlarıyla sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğinin işlenmesi sonucu elde edilen yüzey

BÖLÜM 7. DENEYSEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER

7.1. Sonuçlar

Bu çalışmada üretilen β -sialon seramik kesici ucun sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğini işlemedeki performansı değerlendirilmiştir. Yapılan deneyler sonucu önemli sonuçlar elde edilmiştir. Bu sonuçları aşağıdaki gibi sıralayabiliriz.

- $z=1$ değerine göre hazırlanan β - $\text{Si}_{6-z}\text{Al}_z\text{O}_z\text{N}_{8-z}$ formülündeki kompozisyonların farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenmiştir. Senteleme sırasında en iyi yoğunlaşma $1700\text{ }^\circ\text{C}$ 'de gerçekleşmiştir.
- XRD analizlerine bakıldığında $z=1$ değerine göre hazırlanan kompozisyonlar da $1750\text{ }^\circ\text{C}$ de tam β dönüşümü sağlanmıştır.
- Üretilen β -sialon seramik kesici uçla sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğini kesme işlemi sonucunda en iyi ilerleme hızı 0.11 mm ve en iyi kesme hızı 36 m/dk olduğu söylenebilir.
- Bu çalışmada üretilen β -sialon seramik kesici takımlarıyla metal kesme endüstrisinde kullanılan Tizit marka WC kesici takımlarının 65HRC değerine sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğini üzerinde yapılan karşılaştırmalarda bariz kesme performansı üstünlüğü göstermiştir.
- β -sialon seramik kesici takımları WC kesici takımlarıyla karşılaştırıldığında daha az esnemesi ve yüksek sertliğine bağlı olarak daha pürüzsüz bir finiş yüzeyi vermektedir. Bu nedenle enerji ve zamandan kazanç sağlanmaktadır.

7.2. Öneriler

- Sinterleme sıcaklığı ve süreleri değiştirilerek daha yoğun numune üretimi gerçekleştirilebilir.
- İlave katkıların oranları değiştirilerek değişik kompozisyonlarla yeni çalışmalar yapılabilir.
- Kesici ucun her yerini kullanabilmek için değişik formlarda uç üretilebilir.
- Fiberimsi yapılı α -sialon seramikler üretilip bunların kesici takım performansı incelenebilir.
- Özel alaşımlı çeliklerin kesilmesi deneyleri yapılabilir.

KAYNAKLAR

- [1] ROBERT, W. C., Materials Science and Technology: Structure and Properties of Ceramics, Volume III, 1999, Cahn, R. W., Haasen, P., Kramer, E. J. (ed), published by VCH, Michigan University
- [2] LEE, W.E., ve RAINFORTH, W.M., Ceramic microstructure and processing, Chapman and Hall, London, 338, 1994
- [3] JACK, K.H., SiAlONs and related nitrogen ceramics for industrial Application, Printed in the chemical industry, Published by Ellis Horwood Limited, Chichester, 1982
- [4] KUŞHAN, Ş.R., Si₃N₄ Başlangıç tozlarının α-SiAlON seramiklerinin mikroyapısına etkisi, Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, 2000
- [5] YAN, D. S., Enhancing materials design capability through understanding multicomponent phase relationships, Pure & Appl. Chem., Vol. 70, No. 2, pp. 509–515, 1998
- [6] GRUN, R., The Growth of β-Si₃N₄ single crystals, ACTA Crystallogr, B35, 800, 1979
- [7] JACK, K.H., Review SiAlONs and related nitrogen ceramics, J. Mater. Sci.,11, 1135, 1976
- [8] HARDIE, D., AND JACK, K.H., Nature s.180-192, 1957
- [9] H. MANDAL, "Ders Notları" Dumlupınar Üniversitesi Seramik Mühendisliği Bölümü, 2002
- [10] WILD, S., GRIEVESON, P. AND JACK, K.H., "Special Ceramics 5", Ed. By Popper, 1972, p. 271
- [11] ZIEGLER, G., HEINRICH, J. AND WÖTTING, G., J. Mater. Sci., 1987, p.22, 3041
- [12] KUŞHAN, Ş.R., SiAlON seramiklerinde ısı iletkenliğinin incelenmesi, Doktora Tezi, Anadolu Üniversitesi, Eylül 2006

- [13] MATSUDĪ M., ve MASUDE, M., Tailoring of Mechanical Properties of Si₃N₄ Ceramics, (Eds: Hoffmann, M. J. and Petzow, G.), Kluwer Academic Press, 403, 1994
- [14] LEWIS, M. H., ve LUMBY, R.J., Microstructural engineering of ceramics for high temperature application, Powder Met., 26, 73,1983
- [15] FALK, L.K.L., ve DUNLOP, G.L., Crystallisation of the Glassy Phase in α -Si₃N₄ Material by Post-Sintering Heat Treatments, J. Mater. Sci-, 22, 4367, 1987
- [16] KINGERY, W.D., Densification during sintering in the presence of a liquid phase, *J. Appl. Phys.*, 30: 301-306, 1959
- [17] WÖTTING, G., RILEY, F.L., (ed.), Progress in Nitrogen Ceramics, p. 211-218, Martinus Nijhoff Publishers, Boston, 1983
- [18] HAMPSHIRE, S., JACK, K., H., The Kinetics of Densification and Phase Transformation of Nitrogen Ceramics, Proc. Br. Ceram. Soc., 1981b
- [19] KURAMA, S., α - SiAlON faz bölgesinin tespiti ve mikroyapısının karakterizasyonu, Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ocak 2003
- [20] WÖTTING, G., ZIEGLER, G., Gas Pressure Sintering of Silicon Nitride Part I. Ceramic Forum International, 65-10: p.365-368, 1988a
- [21] WÖTTING, G., ZIEGLER, G., Gas Pressure Sintering of Silicon Nitride Part II. Ceramic Forum International, 65-11/12: p.471-475, 1988b
- [22] MITOMO, M., Pressure sintering of Si₃N₄, J.Mater.Sci. 11, 1107, 1976
- [23] PULLUM, O.J., LEWIS, M.H., The effect of process atmosphere on the intergranular phase in silicon nitride ceramics. Journal of the European Ceramics Society, 16: p.1271–1275, 1996
- [24] DAS, G., MENDIRATTA, M.G., CORNISH, G.R., Microstructures and sub-critical crack growth in oxidized hot-pressed Si₃N₄. Journal of Material Science, 17: p.2486–2494, 1982
- [25] GAZZA, G.E., Hot Pressed Si₃N₄, Journal of the American Ceramics Society, 56: p.662, 1973
- [26] HAMPSHIRE, S., Engineering Properties of Nitrides, Ceramics and Glasses, Engineered Materials Handbook 4, ASM International. 812, 1991
- [27] OMORI, M., Sintering, consolidation, reaction and crystal growth by spark plasma sintering. Materials Science and Engineering A. 287: pp.183-188, 2000

- [28] MAMEDOV, V., Spark Plasma Sintering as advanced PM sintering method. *Powder Metallurgy*, 45-4: p.322-328, 2002
- [29] ZHANG, D., FU, Z., YUAN, R., GUO, J., Spark Plasma Sintering: A promising new technique and its mechanism. *Multiphased ceramic materials: Processing and Potential*, 66: pp.65-75, 2004
- [30] Chihara K., et al. High-temperature compressive deformation of β -SiAlON polycrystals containing minimum amount of intergranular glass phase, *Materials Science and Engineering B* 148 (2008) 203–206
- [31] IZHEVSKIY, V.A. GENOVA, L.A. BRESSIANI, J.C., ALDINGER, F., Progress in SiAlON ceramics, *Journal of the European Ceramic Society* 20 (2000) 2275±2295
- [32] JACK, K.H., The characterization of α -SiAlONs and the α - β relationships in SiAlONs and silicon nitrides, *Progress in Nitrogen Ceramics* (Ed: Riley,F.L), Nato ASI Series, Series E, Applied Science - no 65, Martinus Nijhofi Publishers, The Hauge, The Netherlands, 45, 1983
- [33] HAMPHIRE. S., PARK, H.K., THOMPSON. D.P. ve JACK, K.H., α -SiAlON ceramics, *Nature*. 274, 880, 1978
- [34] ROBERT, F., D., PALMOUR, H., RICHARD L., P., “Emergent Process Methods For High-Technology Ceramics”, *Materials Science Research Volume-17*, 1982
- [35] ROSENFLANZ, A., Silicon nitride and sialon ceramics, *Current Opinion in Solid State Materials Science*, 4 (1999b) 453-459
- [36] MANDAL, H., Heat Treatment of SiAlON Ceramics, PhD. Thesis. University of Newcastle upon Tyne, Department of Mechanical, Materials and Manufacturing Engineering, 1992
- [37] HAMPSHIRE, S., DREW, R.A.L., ve JACK, K.H., Glass Properties and Crystallization, *Physics and Chemistry of Glasses*, 26, 184, 1985
- [38] JACK, K.H., AND WILSON, W.I., *Nature* 238, 1972, p.28
- [39] HAYAMA, S., TAKAKUNI, N., OZAWA, M., ve SUZUKI, S., Mechanical properties and microstructure of reaction sintered β -SiAlON ceramics prepared by slip casting method, *J. Mater. Sci.* 32, 4973, 1997
- [40] GEÇKİNLİ, E., “İleri Teknoloji Malzemeleri” İ.T.Ü. Kimya- Metalurji Fakültesi Teknik Üniversite Matbaası, İstanbul,1992, 1-9, 121-126

- [41] EKSTRÖM, T., INGELSTRÖM, I., Characterization and properties of sialon ceramics. In proc. of the Inter. Conf. Non-Oxide Technical and Engineering Ceram, ed. by S. Hampshire. Elsevier Applied Science Publishers. London, pp.231, 1986
- [42] ROSENFLANZ, A., CHEN, I-WEI, Phase relations and stability of α -SiAlON. J. Am. Ceram. Soc., 1999a, 82, 1025
- [43] SHEN, Z., PENG, H., PETERSON, P., NYGREN, M., Self-reinforced α -SiAlON ceramics with improved damage tolerance developed by a new processing strategy. J. Am. Ceram. Soc., 85, 2876, 2002
- [44] CAO, G. Z., METSELAAR, R., ZIEGLER, G., Microstructure and properties of mixed α - β sialons. In 4th international Symposium on Ceramic Materials and Components for Engines, ed.E. Carlsson, T, Johansson and L, Kahlman. Elsevier Applied Science Publishers, London, 1992, pp.188
- [45] MANDAL, H. New Developments in α -SiAlON Ceramics, Journal of European Ceramic Society, 19, 2349–2357, 1999
- [46] NIIHARA, K., and HIRAI. T., Hot Hardness of CVD-Si₃N₄ to 1500 C. Powder Metall. Int. 16. 223, 1984
- [47] FABER, K.T., ve EVANS, A.G., The Crack Growth Resistance of Microcracking Brittle Materials , J.Am.Ceram.Soc. 67,255, 1984
- [48] RILEY, F.L., Silicon Nitride and Related Materials, J.Am.Ceram.Soc. 83[2]. 245., 2000
- [49] ARIK, H., Sepiyolitten karbo-termal indirgeme ve nitrürleme yoluyla silisyum nitrür (Si₃N₄) seramik tozu üretimi parametrelerinin araştırılması, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 1996
- [50] SORRELL, C.C., MCCARTNEY, E.R., Engineering Nitrogen Ceramics: Silicon Nitride, β -SiAlON and Cubic Boron Nitride, Materials Forum, 1986, pp. 148–161
- [51] ATASOY, A., “Silisyum Nitrür Tozunun üretimi ve Elde edilen tozun İncelenmesi” Sakarya Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projesi Sonuç Raporu, 2000 Sakarya Üniversitesi, s.3-9
- [52] LENG-WARD, G., Wild, S., Diffraction studies of β -magnesium sialon, Journal of materials science, 19, 1726-1736, 1984
- [53] SPACIE, C. J., JAMEEL, N. S., THOMPSON, D. P., “The Fabrication of two phase β -SiAlON-YAG Ceramics” Proc. of International Symposium on Ceramic Components for Engine, 1983, Japan

- [54] POPPER, P., Sintering of Silicon Nitride, Progress in Nitrogen Ceramics, Riley F.L. (ed 1983
- [55] LING, G., YANG, H., Pressureless sintering of silicon nitride with Magnesia and Yttria, Mater. Chem. and Phy., 90, p 31-34, 2005
- [56] Jakc, K. H., Science of ceramics 11,p.125, 1981
- [57] HENDRY, A., PERERA, D.S., THOMPSON, D.P., ve JACK, K.H., Special Ceramics 6, Brit. Ceram. R.A., Stoke-on Trent, 321, 1975
- [58] LEVIN, E. M., ROBBİNS, C.R., Phase Diagram for ceramics, American Ceramic Society, Ohio., 1964
- [59] THOMPSON, D.P., KORGUL, P., HENDRY, A., The structural characterization of SiAlON polytypoids, in Progress in nitrogen ceramics, ed. F. Riley, Martinus Nijhof Publ. , Boston, , p. 61, 1983
- [60] www.mmf.anadolu.edu.tr
- [61] KAYALI, S., ENSARİ, C., DIKEÇ, F., Mekanik Malzemelerin Mekanik Deneyleri, İTÜ Kimya Met. Fak. Ofset Atölyesi, 1996
- [62] SERGEJEV, F., Antonov, M., Comparative study on indentation fracture toughness measurements of cemented carbides Proc. Estonian Acad. Sci. Eng., 12, 4, pp.388-398, 2006
- [63] SZUTKOWSKA, M., Modified indentation methods for fracture toughness determination of alumina Ceramics, 13th International Scientific Conference on Achievements in Mechanical and Materials Engineering, Gliwice, Polonya, p.651-654, 2005

ÖZGEÇMİŞ

Serkan KILIÇ, 03.06.1983 yılında Düzce’de doğdu. İlk ve orta öğrenimini Sakarya’da tamamladı. 1999 yılında Sakarya I. Endüstri Meslek Lisesi Metal İşleri bölümünü bitirdi. 2004 yılında girdiği Sakarya Üniversitesi Metal Öğretmenliği bölümünden 2009 yılında mezun oldu. Aynı yıl Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metal Eğitimi Bölümünde yüksek lisans eğitimine başladı ve eğitimine halen devam etmektedir.