

T.C.  
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**MgO VE MgF<sub>2</sub> KATKILI  $\beta$ -SiAlON SERAMİK  
ÜRETİMİ VE KESİCİ UÇ PERFORMANSLARININ  
İNCELENMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Teknik Öğrt. Hakkı SÖNMEZ**

**Enstitü Anabilim Dalı : METAL EĞİTİMİ**

**Tez Danışmanı : Yrd. Doç. Dr. Zafer TATLI**

**Haziran 2011**

T.C.  
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**MgO VE MgF<sub>2</sub> KATKILI  $\beta$ -SiAlON SERAMİK  
ÜRETİMİ VE KESİCİ UÇ PERFORMANSLARININ  
İNCELENMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Teknik Öğrt. Hakkı SÖNMEZ**

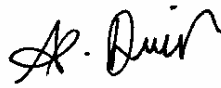
Enstitü Anabilim Dalı : METAL EĞİTİMİ

Enstitü Bilim Dalı : METAL EĞİTİMİ

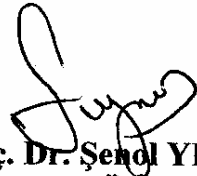
Bu tez 24/06/2011 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Oybirliği ile kabul edilmiştir.



Yrd. Doç. Dr. Zafer TATLI  
Jüri Başkanı



Prof. Dr. Adem DEMİR  
Üye



Doç. Dr. Şenol YILMAZ  
Üye

## TEŞEKKÜR

Öncelikle eğitim hayatım boyunca her türlü fedakarlığı gösteren aileme sonsuz şükranlarımı sunarım. Kendisiyle mutlu bir aile kurmayı planladığım nişanlım Özlem SARIOĞLU'na tez çalışmam sırasında göstermiş olduğu sabır ve yardım için teşekkür ederim.

Tez çalışmamda bana yol gösteren değerli hocalarım Yrd. Doç. Dr. Zafer TATLI, Yrd. Doç. Dr. Fatih ÇALIŞKAN ve Doç. Dr. Sakıp KÖKSAL' a teşekkür ederim. Tez yazım çalışmalarında benimle birlikte sabahlayan değerli kardeşim Semih TURNA ya sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Son sınıf bitirme öğrencileri; İlyas SEVİM ve Mehmet ATA 'ya deneysel çalışmalarım sırasında göstermiş oldukları yardımlardan dolayı teşekkür ederim. Son olarakta tüm arkadaşlarıma vermiş oldukları manevi destekten dolayı teşekkür ederim.

Bu tez çalışması Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurulu (TÜBİTAK) Mühendislik Araştırma Grubu 1001 Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Projelerini Destekleme Programı tarafından 108M461 nolu proje kapsamında ve Sakarya Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu 2009-50-01-032 nolu projesi kapsamında desteklenmiştir.

# İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR.....	ii
İÇİNDEKİLER.....	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ.....	vii
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	viii
TABLolar LİSTESİ.....	xix
ÖZET.....	xxv
SUMMARY.....	xxvii
BÖLÜM 1. GİRİŞ.....	1
BÖLÜM 2. SİLİSYUM NİTRÜR ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) SERAMİKLERİ.....	3
2.1. Silisyum Nitrürün Yapısı.....	3
2.1.1. $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ seramikleri.....	6
2.1.2. $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ seramikleri.....	6
2.1.3. Silisyum nitrürde $\alpha \rightarrow \beta$ faz dönüşümü.....	7
2.2. Silisyum Nitrür Seramiklerin Sinterlenmesi.....	8
2.3. Sıvı Faz Sinterlemesi.....	8
2.4. Silisyum Nitrür Sinterleme Metotları.....	12
2.4.1. Basınçsız sinterleme (PS).....	12
2.4.2. Gaz basıçlı sinterleme (GPS).....	13
2.4.3. Reaksiyon bağlamalı silisyum nitrür(RBNS).....	14
2.4.4. Sıcak presleme(HPNS).....	14
2.4.5. Sıcak izostatik presleme(HIPSN).....	15
2.5.6. Spark plazma sinterleme (SPS).....	16
BÖLÜM 3. $\text{SiAlON}$ SERAMİKLERİ.....	17
3.1. Si-Al-O-N Yapıları.....	18
3.1.1. $\alpha$ - $\text{SiAlON}$ seramikler.....	20

3.1.2. $\beta$ -SiAlON seramikler .....	21
3.1.3. $\alpha$ / $\beta$ -SiAlON kompozit seramikler .....	22
3.2. SiAlON Malzemelerin Mekanik Özellikleri .....	23
3.2.1. Sertlik .....	23
3.2.2. Kırılma tokluğu .....	24
3.2.3. Sürünme direnci .....	25
3.2.4. Oksidasyon .....	26
3.3. Silisyum Nitrür Esaslı (Sialon, $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) Seramiklerinin Kullanım Alanları .....	27
3.3.1. Gaz türbinleri .....	28
3.3.2. Dizel motorlar .....	30
3.3.3. Rulmanlar ve contalar .....	31
3.3.4. Talaşlı işleme takımları .....	32
3.3.5. Silisyum nitrür işleme takımlarının kullanmanın avantajları .....	32
3.3.6. Refrakterler .....	34
BÖLÜM 4. SiAlON SERAMİKLERİN SİNTERLENMESİNDE KATKI	
MADDELERİNİN ROLÜ .....	35
4.1. Metal oksit katkılı SiAlON sistemleri .....	35
4.1.1. Mg-Si-Al-O-N sistemi .....	36
4.1.2. Y-Si-Al-O-N sistemi .....	37
4.2. Yeni Bir Katkı Malzemesi Olarak Florürün $\text{Si}_3\text{N}_4$ Bazlı Seramiklerin	
Sinterlenmesine Etkisi .....	38
BÖLÜM 5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR .....	42
5.1. Deneylerde Kullanılan Sarf Malzemeler .....	42
5.2. Toz Kompozisyonlarının Belirlenmesi .....	44
5.2.1. $Z=1$ değerlikli $\beta$ -SiAlON seramiği üretimi .....	48
5.2.2. MgO-SiO <sub>2</sub> sistemiyle yoğunlaştırma çalışmaları .....	49
5.2.3. MgO-SiO <sub>2</sub> sisteminin florür ilavesiyle modifiye edilmesi .....	50
5.2.4. Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -MgO-SiO <sub>2</sub> sistemiyle yoğunlaştırma çalışmaları .....	52
5.2.5. Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -MgO-SiO <sub>2</sub> sisteminin florür ilavesiyle modifiye edilmesi .....	52
5.2.6. Düşük katkı oranıyla Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -MgO-SiO <sub>2</sub> sisteminde yoğunlaştırma	
çalışmaları .....	53

5.2.7. Düşük Katkı Oranıyla $Y_2O_3$ -MgO-SiO <sub>2</sub> Sisteminin Florür İlavesiyle Modifiye Edilmesi .....	54
5.3. Toz Hazırlama İşlem Basamakları.....	55
5.4. Hazırlanan Tozların Şekillendirilmesi İçin Kalıp Dizaynlarının Yapılması.....	58
5.5. Tozların Kalıplarda Ön Şekillerinin Verilmesi .....	61
5.6. Soğuk İsostatik Presleme (CIP) Çalışmalarının Yapılması.....	62
5.7. Basıncsız Sinterleme Çalışmaları .....	63
5.8. Sinterleme Parametreleri.....	64
5.9. Sinterlenmiş Malzemelerin Karakterizasyonu .....	65
5.9.1. Yoğunluk ölçümü .....	65
5.9.2. X-Işınları difraktometresiyle faz analizi .....	66
5.9.3. Metalografik numune hazırlık işlemleri.....	68
5.9.4. Taramalı elektron mikroskopuyla mikroyapı analizi.....	69
5.10. Mekanik Özelliklerinin Ölçülmesi.....	71
5.10.1. Mikro sertlik deneyi .....	71
5.10.2. Kırılma tokluğu ölçümü (indentasyon tekniği).....	73
5.11. Kesici Uç Formunda Üretilen $\beta$ -SiAlON Seramiklerinin Performans Testleri.....	74
5.11.1. Performans testi öncesi kesme parametrelerinin belirlenmesi .....	76
5.11.1.1. Kesme parametreleri.....	76
5.11.1.2. Kesme hızı.....	77
5.11.1.3. Talaş derinliği.....	78
5.11.1.4. Kesici takım ömrü .....	78
5.11.1.5. İşleme zamanı.....	81
5.11.2. Takım aşınması.....	82
5.11.2.1. Aşınma mekanizmaları .....	82
5.11.2.2. Takım aşınma tiplerinin sınıflandırılması.....	84
5.11.3. Seramik Kesici Uç Formlarının Seçimi .....	87
5.12. SiAlON Kesici Takımın Yüzeylerinin Taşlanarak İşlemeye Hazır Hale Getirilmesi .....	89
<b>BÖLÜM 6. DENEYSEL SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRİLMESİ.....</b>	<b>91</b>
6.1. Yoğunluk Karakterizasyonu.....	91
6.2. Mikro Yapısal Karakterizasyon.....	120

6.3. XRD Analizleri.....	146
6.4. Mikro Vickers Sertlik Deneyi .....	156
6.5. Farklı Katkı Oranlarının Sertlik Ve Kırılma Tokluğu Üzerine Etkisi .....	161
6.6. $\beta$ -SiAlON Seramiğinin Sertleştirilmiş AISI4140 Çeliğini İşleme Performansı Deneyleri .....	164
6.6.1. AISI 4140 ıslah çeliğini sertleştirme işlemi .....	164
6.6.2. $\beta$ -SiAlON takımlarının sertleştirilmiş AISI4140 çeliğini işleme sırasında oluşan aşınma sonuçları .....	165
6.7. İşlenen Malzeme Pürüzlülüğü Bakımından $\beta$ -SiAlON Kesici Takımlarının WC Kesici Takımlarıyla Karşılaştırılması .....	178
BÖLÜM 7. DENEYSEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	181
7.1. Genel Sonuçlar .....	181
7.2. Öneriler .....	185
KAYNAKLAR.....	188
ÖZGEÇMİŞ .....	197

## SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

CIP	: Soğuk İzostatik Pres
EDS	: Element Tarama Sistemi
GPS	: Gaz Basıçlı Sinterleme
HIP	: Sıcak İzostatik Pres
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
SiAlON	: Silisyum Alüminyum Oksi Mitrür
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	: Silisyum Nitrür
SPS	: Kıvılcım Plazma Sinterleme
XRD	: X Işınları Kırınımı
YAG	: İtiryum Alüminyum Garnet



## ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2. 1. Silisyum nitrürün kristal yapısı Kuşhan (2000).....	4
Şekil 2. 2. Si-N tabakalarının (a) $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ , (b) $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ .....	5
Şekil 2. 3. $\text{Si}_3\text{N}_4$ fazının sıvı faz sinterleme aşamaları. Hampshire, Jack, (1981).....	9
Şekil 2. 4. $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'ün sıvı faz sinterlemesindeki çözünme-yeniden çökelme aşamasının şematik gösterimi Hampshire, Jack (1981) .....	11
Şekil 3. 1. Si-Al-O-N sisteminin tetrahedral gösterimi Jack (1976).....	18
Şekil 3. 2. 1700-1730°C deki Si-Al-O-N faz diyagramı Mandal (1992).....	19
Şekil 3. 3. Me-Si-Al-O-N sistemini gösteren Janecke prizması Kuşhan ( 2000)....	20
Şekil 3. 4. SiAlON Seramiğinden yapılmış turbo motor pervanesi .....	30
Şekil 3. 5. SiAlON seramiklerinden yapılmış çeşitli rulmanlar ve aşındırıcı bilyeler .....	32
Şekil 3. 6. Havacılık malzemelerinin artan aşınma direnciyle yüksek hızlı işlenmesi için yeni bir SiAlON sınıfı olan SX5 ve SX9 .....	33
Şekil 3. 7. Alüminyum endüstrisinde refrakter malzeme olarak çeşitli tüplerin ve termokupların kılıf malzemesi olarak SiAlON kullanılmıştır .....	34
Şekil 4. 1. 1800 C Mg-Si-Al-O-N sisteminin $\text{MgO-Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ görüntüsü Jack (1976).....	36
Şekil 4. 2. Silisyum nitrür bazlı seramiklerde kullanılacak katkı maddeleri Harkıns (1982) .....	37
Şekil 4. 3. Silikat camlarda; (a) Mg'un yapısal rolü (b) şebeke modifiye edici olarak $\text{F}_2$ 'ün yapısal rolü .....	40
Şekil 4. 4. Alümina-silikat camında florürün rolü.....	41
Şekil 5. 1. (a) Bor Nitrür tozu (b) UBE firmasından Silisyum Nitrür .....	42
Şekil 5. 2. (a) Sinterleme Katkı Maddeleri ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ , MgO, $\text{Y}_2\text{O}_3$ , AlN) (b) İzopropil Alkol .....	43
Şekil 5. 3. (a)Agat Havan (b) 100 $\mu$ 300 $\mu$ ' luk elekler .....	43
Şekil 5. 4. Beher ve pipet .....	43

Şekil 5. 5. SiO <sub>2</sub> -MgO-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> üçlü faz diyagramı.....	45
Şekil 5. 6. MgO-SiO <sub>2</sub> ikili sisteminin diyagramı Hampshire (1981) .....	50
Şekil 5. 7. Toz hazırlama işlem basamakları diyagramı .....	56
Şekil 5. 8. Toz hazırlamada kullanılan bilyalı değirmen cihazı ve Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> bilyalar ....	57
Şekil 5. 9. Rotary evaporater .....	58
Şekil 5. 10. Dairesel kesitli kalıp şekli.....	59
Şekil 5. 11. Eş eksenli kesici uç standartlarında tasarlanan kalıp çizimi.....	60
Şekil 5. 12. Hazırlanan tozların (a) sıkıştırılmadan önce (b)dairesele kalıpla sıkıştırıldıktan sonraki hali (c) eş eksenli kalıpla sıkıştırıldıktan sonraki hali .....	61
Şekil 5. 13. Seramik peletlerin yoğunluklarının artırılmasında kullanılan soğuk izostatik pres .....	62
Şekil 5. 14. 250MPa basınçta sıkıştırılan kompaktların zamana bağlı ham yoğunluk değerindeki artış .....	63
Şekil 5. 15. Yüksek sıcaklık grafit fırını .....	65
Şekil 5. 16. 1/1000 gr hassasiyetli hassas terazi.....	66
Şekil 5. 17. XRD cihazının genel görünümü .....	68
Şekil 5. 18. Struers Labopol-25 parlatma ve zımparalama cihazı.....	69
Şekil 5. 19. Taramalı elektron mikroskopunun şematik görünümü Tatlı (2008).....	70
Şekil 5. 20. SEM cihazının genel görünümü .....	71
Şekil 5. 21. Vickers mikro sertlik testinin şematik görüntüsü a) kesit b) üstten görüntüsü .....	72
Şekil 5. 22. Future-tech corp. FM-700 mikrosertlik ölçme cihazı .....	73
Şekil 5. 23. İndentasyon testi ile oluşturulan çatlaklar a) Palmqvist b) Radyal ve yanal çatlaklar. Szutkowska (2005).....	74
Şekil 5. 24. Bir kesici takımında meydana gelen yan yüzey yanak aşınması Ding et al. (2005).....	79
Şekil 5. 25. Kesme işlemine etki eden faktörler (Şahin 2003).....	80
Şekil 5. 26. Takım ömrü – Kesme parametreleri ilişkisi(Gök,2006) .....	81
Şekil 5. 27. Yan yüzey yanak aşınması .....	84
Şekil 5. 28. Krater aşınması Nouari and Molinari (2005).....	85
Şekil 5. 29. Kesici takım üzerindeki aşınmaların şematik gösterimi, (a) Yanak ve çentik aşınması, (b) Krater aşınması, (c) Yığılma kenar (BUE) Talaş	

yığılması, (d) Küçük tanecik kopması, (e) Termal çatlaklar, (f) Ucun kırılması, (g) Plastik deformasyon (Gök, 2006) .....	86
Şekil 5. 30. SiAlON kesici uç formları.....	87
Şekil 5. 31. Kesme performansı testleri için ürettiğimiz eş eksenli seramik kesici takımlar .....	88
Şekil 5. 32. Negatif açılı dış tornalama kateri.....	89
Şekil 5. 33. a) Seramik kesici takım bağlama aparatı b) Yüzey taşlama için kullanılan torna tezgâhı .....	90
Şekil 5. 34. Seramik kesici takım taşlamak için kullanılan elmas taşlama diski .....	90
Şekil 6. 1. 1550°C’ de basınçsız sinterlenen %3 MgO (O3) ve %3(4,65) MgF <sub>2</sub> (O3F)katkılı SiAlON toz kompozisyonlarının zamana bağlı yoğunluk grafiği.....	92
Şekil 6. 2. 1600°C’ de basınçsız sinterlenen %3 MgO (O3) ve %3(4,65) MgF <sub>2</sub> (O3F)katkılı SiAlON toz kompozisyonlarının zamana bağlı yoğunluk grafiği.....	92
Şekil 6. 3. 1650°C’ de basınçsız sinterlenen %3 MgO (O3) ve %3(4,65) MgF <sub>2</sub> (O3F)katkılı SiAlON toz kompozisyonlarının zamana bağlı yoğunluk grafiği.....	93
Şekil 6. 4. 1550°C’ de basınçsız sinterlenen %5 MgO (OS) ve %5(7,75) MgF <sub>2</sub> (OSF)katkılı SiAlON toz kompozisyonlarının zamana bağlı yoğunluk grafiği.....	95
Şekil 6. 5. 1600°C’ de basınçsız sinterlenen %5 MgO (OS) ve %5(7,75) MgF <sub>2</sub> (OSF)katkılı SiAlON toz kompozisyonlarının zamana bağlı yoğunluk grafiği.....	95
Şekil 6. 6. 1650°C’ de basınçsız sinterlenen %5 MgO (OS) ve %5(7,75) MgF <sub>2</sub> (OSF) katkılı SiAlON toz kompozisyonlarının zamana bağlı yoğunluk grafiği.....	96
Şekil 6. 7. M1, MF2 kompozisyonlarının 1450°C’ de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları.....	103
Şekil 6. 8. M3, MF4 kompozisyonlarının 1450°C’ de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları.....	104
Şekil 6. 9. M1, MF2 kompozisyonlarının 1500°C’ de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları.....	105

Şekil 6. 10. M3, MF4 kompozisyonlarının 1500°C’de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları.....	105
Şekil 6. 11. M1, MF2 kompozisyonlarının 1550°C’de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları.....	106
Şekil 6. 12. M3, MF4 kompozisyonlarının 1550°C’de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları.....	107
Şekil 6. 13. M1, MF2 kompozisyonlarının 1600°C’de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları.....	108
Şekil 6. 14. M3, MF4 kompozisyonlarının 1600°C’de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları.....	108
Şekil 6. 15. M1, MF2 kompozisyonlarının 1650°C’de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları.....	109
Şekil 6. 16. M3, MF4 kompozisyonlarının 1650°C’de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları.....	110
Şekil 6. 17. M1, MF2 kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları.....	111
Şekil 6. 18. M3, MF4 kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları.....	111
Şekil 6. 19. M1, MF2 kompozisyonlarının 1750°C’de farklı sürelerde (0-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları.....	112
Şekil 6. 20. M3, MF4 kompozisyonlarının 1750°C’de farklı sürelerde (0-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları.....	113
Şekil 6. 21. A, AF kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (0-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları.....	115
Şekil 6. 22. B, BF kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (0-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları.....	116
Şekil 6. 23. D, DF kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (0-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları.....	116
Şekil 6. 24. A, AF kompozisyonlarının 1750°C’de farklı sürelerde (0-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları.....	118
Şekil 6. 25. B, BF kompozisyonlarının 1750°C’de farklı sürelerde (0-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları.....	119

- Şekil 6. 26. D, DF kompozisyonlarının 1750°C’de farklı sürelerde (0-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları..... 119
- Şekil 6. 27. M1 [% 91,5 SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %1,5MgO)] kompozisyonunun 1450°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 122
- Şekil 6. 28. MF2 kodlu [% 91,5 SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %2,32 ağ. MgF<sub>2</sub> (= %1,5MgO)] kompozisyonunun 1450°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 123
- Şekil 6. 29. M1 kodlu [% 91,5SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %1,5MgO)] kompozisyonunun 1500°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 123
- Şekil 6. 30. MF2 kodlu [% 91,5 SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %2,32 ağ. MgF<sub>2</sub> (= %1,5MgO)] kompozisyonunun 1500°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 124
- Şekil 6. 31. M1 kodlu [% 91,5SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %1,5MgO)] kompozisyonunun 1550°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 124
- Şekil 6. 32. MF2 kodlu [% 91,5 SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %2,32 ağ. MgF<sub>2</sub> (= %1,5MgO)] kompozisyonunun 1550°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 125
- Şekil 6. 33. M1 kodlu [% 91,5SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %1,5MgO)] kompozisyonunun 1600°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 125
- Şekil 6. 34. MF2 kodlu [% 91,5 SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %4,65 ağ. MgF<sub>2</sub> (= %1,5MgO)] kompozisyonunun 1600°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 126
- Şekil 6. 35. M1 kodlu [% 91,5SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %1,5MgO)] kompozisyonunun 1650°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 126

- Şekil 6. 36. MF2 kodlu [% 91,5 SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> +%2,32 ağ.% MgF<sub>2</sub> (= %1,5MgO)] kompozisyonunun 1650°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 127
- Şekil 6. 37. M1 kodlu [% 91,5SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %1,5MgO)] kompozisyonunun 1700°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 128
- Şekil 6. 38. M1 kodlu [% 91,5SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %1,5MgO)] kompozisyonunun 1700°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin line EDS analizi..... 129
- Şekil 6. 39. M1 kodlu [% 91,5SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %1,5MgO)] kompozisyonunun 1700°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin noktasal EDS analizi..... 129
- Şekil 6. 40. MF2 kodlu [% 91,5 SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> +%2,32 ağ.MgF<sub>2</sub> (= %1,5MgO) kompozisyonunun 1700°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 130
- Şekil 6. 41. MF2 kodlu [% 91,5 SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> +%2,32 ağ.% MgF<sub>2</sub> (= %1,5MgO)] kompozisyonunun 1650°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin genel EDS analizi..... 130
- Şekil 6. 42. MF2 kodlu [% 91,5 SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> +%2,32 ağ.% MgF<sub>2</sub> (= %1,5MgO)] kompozisyonunun 1650°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin noktasal EDS analizi ... 131
- Şekil 6. 43. M1 kodlu [% 91,5SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %1,5MgO)] kompozisyonunun 1750°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 131
- Şekil 6. 44. MF2 kodlu [% 91,5 SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> +%2,32 ağ. MgF<sub>2</sub> (= %1,5MgO)] kompozisyonunun 1750°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 132
- Şekil 6. 45. M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %3MgO] kompozisyonunun 1450°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 132

- Şekil 6. 46. MF4 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %4,65 ağ. MgF<sub>2</sub> (= %3MgO)] kompozisyonunun 1450°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 133
- Şekil 6. 47. M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %3MgO] kompozisyonunun 1500°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 133
- Şekil 6. 48. MF4 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %4,65 ağ. MgF<sub>2</sub> (= %3MgO)] kompozisyonunun 1500°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 134
- Şekil 6. 49. M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %3MgO] kompozisyonunun 1550°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 134
- Şekil 6. 50. MF4 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %4,65 ağ. MgF<sub>2</sub> (= %3MgO)] kompozisyonunun 1550°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 135
- Şekil 6. 51. M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %3MgO] kompozisyonunun 1600°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 135
- Şekil 6. 52. MF4 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %4,65 ağ. MgF<sub>2</sub> (= %3MgO)] kompozisyonunun 1600°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 136
- Şekil 6. 53. M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %3MgO] kompozisyonunun 1650°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 136
- Şekil 6. 54. MF4 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %4,65 ağ. MgF<sub>2</sub> (= %3MgO)] kompozisyonunun 1650°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 137

- Şekil 6. 55. M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %3MgO] kompozisyonunun 1700°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 138
- Şekil 6. 56. M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %3MgO] kompozisyonunun 1700°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin line EDS analizi ..... 138
- Şekil 6. 57. M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %3MgO] kompozisyonunun 1700°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin noktasal EDS analizi ..... 139
- Şekil 6. 58. MF4 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %4,65 ağ. MgF<sub>2</sub> (= %3MgO)] kompozisyonunun 1700°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 139
- Şekil 6. 59. MF4 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %4,65 ağ. MgF<sub>2</sub> (= %3MgO)] kompozisyonunun 1700°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin line EDS analizi ..... 140
- Şekil 6. 60. MF4 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %4,65 ağ. MgF<sub>2</sub> (= %3MgO)] kompozisyonunun 1700°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin noktasal EDS analizi ... 140
- Şekil 6. 61. M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %3MgO] kompozisyonunun 1700°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 141
- Şekil 6. 62. MF4 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %4,65 ağ. MgF<sub>2</sub> (= %3MgO)] kompozisyonunun 1750°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü ..... 141
- Şekil 6. 63. %3 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %1 MgO katkılı z=1 değerlikli β-SiAlON kompozisyonunun 1750°C’de 90dk basınçsız sinterlenmesiyle elde edilen numunenin parlatılmış yüzeyinin SEM resimleri ..... 143
- Şekil 6. 64. %3 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %(1=) 1,55 MgF<sub>2</sub> katkılı z=1 değerlikli β-SiAlON kompozisyonunun 1750°C’de 90dk basınçsız sinterlenmesiyle elde edilen numunenin parlatılmış yüzeyinin SEM resimleri ..... 144



Şekil 6. 65. %2 Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +%1 MgO katkılı z=1 değerlikli β-SiAlON kompozisyonunun 1750°C’de 90dk basınçsız sinterlenmesiyle elde edilen numunenin parlatılmış yüzeyinin SEM resimleri.....	144
Şekil 6. 66. %2 Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + %(1=) 1,55MgF <sub>2</sub> katkılı z=1 değerlikli β-SiAlON kompozisyonunun 1750°C’de 90dk basınçsız sinterlenmesiyle elde edilen numunenin parlatılmış yüzeyinin SEM resimleri .....	145
Şekil 6. 67. %2 Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + %0,5 MgO katkılı z=1 değerlikli β-SiAlON kompozisyonunun 1750°C’de 90dk basınçsız sinterlenmesiyle elde edilen numunenin parlatılmış yüzeyinin SEM resimleri .....	145
Şekil 6. 68. %2 Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + %(0,5=) 0,775MgF <sub>2</sub> katkılı z=1 değerlikli β-SiAlON kompozisyonunun 1750°C’de 90dk basınçsız sinterlenmesiyle elde edilen numunenin parlatılmış yüzeyinin SEM resimleri .....	146
Şekil 6. 69. 1650 °C de değişik sürelerde sinterlenen M1 ve MF2 kompozisyonlarının % β dönüşüm grafiği.....	150
Şekil 6. 70. 1650 °C de değişik sürelerde sinterlenen M3 ve MF4 kompozisyonlarının % β dönüşüm grafiği.....	151
Şekil 6. 71. 1700 °C de değişik sürelerde sinterlenen M1 ve MF2 kompozisyonlarının % β dönüşüm grafiği.....	152
Şekil 6. 72. 1700 °C de değişik sürelerde sinterlenen M3 ve MF4 kompozisyonlarının % β dönüşüm grafiği.....	152
Şekil 6. 73. 1750 °C de değişik sürelerde sinterlenen M1 ve MF2 kompozisyonlarının % β dönüşüm grafiği .....	153
Şekil 6. 74. 1750 °C de değişik sürelerde sinterlenen M3 ve MF4 kompozisyonlarının % β dönüşüm grafiği.....	154
Şekil 6. 75. Farklı sıcaklıklarda M1 ve MF2 kompozisyonlarının 60dk sinterlemesi sonucu gerçekleşen β dönüşüm oranları.....	154
Şekil 6. 76. Farklı sıcaklıklarda M1 ve MF2 kompozisyonlarının 120dk sinterlemesi sonucu gerçekleşen β dönüşüm oranları.....	155
Şekil 6. 77. Farklı sıcaklıklarda M3 ve MF4 kompozisyonlarının 60dk sinterlemesi sonucu gerçekleşen β dönüşüm oranları.....	155
Şekil 6. 78. Farklı sıcaklıklarda M3 ve MF4 kompozisyonlarının 120dk sinterlemesi sonucu gerçekleşen β dönüşüm oranları.....	156

Şekil 6. 79. M1 ve MF2 kompozisyonlarının farklı sıcaklıklarda 90dk süreyle basınçsız sinterlenmesi sonucu elde edilen sertlik değerlerinin grafiksel gösterimi .....	159
Şekil 6. 80. M1 ve MF2 kompozisyonlarının farklı sıcaklıklarda 90dk süreyle basınçsız sinterlenmesi sonucu elde edilen kırılma tokluğu değerlerinin grafiksel gösterimi.....	159
Şekil 6. 81. M3 ve MF4 kompozisyonlarının farklı sıcaklıklarda 90dk süreyle basınçsız sinterlenmesi sonucu elde edilen sertlik değerlerinin grafiksel gösterimi .....	160
Şekil 6. 82. M3 ve MF4 kompozisyonlarının farklı sıcaklıklarda 90dk süreyle basınçsız sinterlenmesi sonucu elde edilen kırılma tokluğu değerlerinin grafiksel gösterimi.....	161
Şekil 6. 83. Farklı oksit katkı oranlarına sahip M1 ve M3 numunelerinin 90dk süreyle sinterleme sonucu sıcaklığın fonksiyonu olarak sertlik değerlerinin değişimi .....	162
Şekil 6. 84. Farklı oksit + florür katkı oranlarına sahip MF2 ve MF4 numunelerinin 90dk süreyle sinterleme sonucu sıcaklığın fonksiyonu olarak sertlik değerlerinin değişimi .....	162
Şekil 6. 85. Farklı oksit katkı oranlarına sahip M1 ve M3 numunelerinin 90dk süreyle sinterleme sonucu sıcaklığın fonksiyonu olarak kırılma tokluğu değerlerinin değişimi .....	163
Şekil 6. 86. Farklı oksit + florür katkı oranlarına sahip MF1 ve MF3 numunelerinin 90dk süreyle sinterleme sonucu sıcaklığın fonksiyonu olarak kırılma tokluğu değerlerinin değişimi .....	163
Şekil 6. 87. AISI 4140 çeliğini Seramik kesici uç ile işlenmesi .....	166
Şekil 6. 88. AISI 4140 çeliğini değişik kesme ve ilerleme hızı ile 1 mm talaş derinliği verilerek işleyen MgF <sub>2</sub> katkılı SiAlON kesici takımının talaş yüzeyinde meydana gelen krater aşınmaların görüntüsü (50X büyütmede) .....	167
Şekil 6. 89. AISI 4140 çeliğini değişik kesme ve ilerleme hızı ile 1 mm talaş derinliği verilerek işleyen MgF <sub>2</sub> katkılı SiAlON kesici takımlarının serbest yüzeylerinde meydana gelen yanak aşınmaların görüntüsü (50X büyütmede) .....	168

Şekil 6. 90. 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) .....	169
Şekil 6. 91. 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) .....	170
Şekil 6. 92. MgF <sub>2</sub> +Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 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.....	171
Şekil 6. 93. MgF <sub>2</sub> +Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 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.....	172
Şekil 6. 94. MgF <sub>2</sub> +Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> katkılı β-SiAlON kesici uçlarının sertleştirilmiş 4140 çeliğini 0,18 mm ilerleme hızında ve değişik kesme hızlarında işleme sonucu yüzeylerinde meydana gelen ortalama aşınma miktarlarının grafiksel gösterimi.....	173
Şekil 6. 95. MgO+Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 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.....	174
Şekil 6. 96. MgO+Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 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.....	175
Şekil 6. 97. MgO+Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 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.....	176
Şekil 6. 98. Tizit Marka WC kesici takımları .....	178

Şekil 6. 99. Sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğinin WC kesici takımlarıyla işlenmesi sonucu elde edilen yüzey pürüzlülüğü .....	179
Şekil 6. 100. Sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğinin $\beta$ -SiAlON kesici takımlarıyla işlenmesi sonucu elde edilen yüzey.....	180

## TABLolar LİSTESİ

Tablo 2. 1. $\alpha$ ve $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ yapılarının kristalografik özellikleri Grun (1979).....	6
Tablo 2. 2. $\text{Si}_3\text{N}_4$ seramiklerinin sinterleme yöntemleri ile karşılaştırılması Kurama (2003).....	12
Tablo 3. 1. Silisyum nitrür bazlı ( $\text{SiAlON}$ , $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) seramiklerinin uygulama alanları .....	28
Tablo 4. 1. %5 metal oksit ilavesiyle yoğunlaştırılmış silisyum nitrürler için sıvı faz oluşum .....	38
Tablo 5. 1. Deneysel çalışmalarda kullanılan malzemeler ve özellikleri .....	44
Tablo 5. 2. $\text{Y}_2\text{O}_3$ - $\text{MgO}$ - $\text{SiO}_2$ sistemi ile hazırlanan düşük ve yüksek katkı oranına sahip toz kompozisyonları .....	46
Tablo 5. 3. $\text{MgO}$ - $\text{SiO}_2$ sistemi ile hazırlanan toz kompozisyonları.....	46
Tablo 5. 4. $\text{MgO}$ - $\text{SiO}_2$ ikili sisteminden yararlanılarak hazırlanan $z=1$ değerlikli $\text{SiAlON}$ toz kompozisyonlar .....	50
Tablo 5. 5. $\text{MgO}$ - $\text{SiO}_2$ sisteminin florür ilavesiyle modifiye edilmesi ile hazırlanan $z=1$ değerlikli $\text{SiAlON}$ toz kompozisyonları .....	52
Tablo 5. 6. $\text{Y}_2\text{O}_3$ - $\text{MgO}$ - $\text{SiO}_2$ üçlü sisteminden yararlanılarak hazırlanan $z=1$ değerlikli $\text{SiAlON}$ toz kompozisyonları .....	52
Tablo 5. 7. $\text{Y}_2\text{O}_3$ - $\text{MgO}$ - $\text{SiO}_2$ Sisteminin florür ilavesiyle modifiye edilmesi ile hazırlanan $z=1$ değerlikli $\text{SiAlON}$ toz kompozisyonu .....	53
Tablo 5. 8. $\text{Y}_2\text{O}_3$ - $\text{MgO}$ - $\text{SiO}_2$ üçlü sisteminden yararlanılarak hazırlanan $z=1$ değerlikli $\beta$ - $\text{SiAlON}$ toz kompozisyonları (% ağı.) .....	54
Tablo 5. 9. $\text{Y}_2\text{O}_3$ - $\text{MgO}$ - $\text{SiO}_2$ Sisteminin florür ilavesiyle modifiye edilmesi ile hazırlanan $z=1$ değerlikli $\beta$ - $\text{SiAlON}$ toz kompozisyonu (% ağı.).....	55
Tablo 5. 10. Soğuk izostatik presin (CIP) verimliliği üzerine zaman ve basıncın etkisi .....	63
Tablo 5. 11. ISO kodlama sistemine göre uç tiplerinin gösterimi.....	88

Tablo 6. 1. Grafit fırında sinterlenen %3 MgO katkılı (O3) ve %4,65 MgF <sub>2</sub> katkılı (O3F) SiAlON toz kompozisyonlarının sıcaklık ve zamana bağlı yoğunluk davranışları.....	91
Tablo 6. 2. Grafit fırında sinterlenen %5 MgO katkılı (OS) ve %7,75 MgF <sub>2</sub> katkılı (OSF) SiAlON toz kompozisyonlarının sıcaklık ve zamana bağlı yoğunluk davranışları.....	94
Tablo 6. 3. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1450°C’de farklı sürelerde (0-60dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri.....	102
Tablo 6. 4. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1450°C’de farklı sürelerde (90-150dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri.....	103
Tablo 6. 5. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1500°C’de farklı sürelerde (0-60 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri.....	104
Tablo 6. 6. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1500°C’de farklı sürelerde (90-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri.....	104
Tablo 6. 7. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1550°C’de farklı sürelerde (0-60 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri.....	106
Tablo 6. 8. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1550°C’de farklı sürelerde (90-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri.....	106
Tablo 6. 9. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1600°C’de farklı sürelerde (0-60 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri.....	107
Tablo 6. 10. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1600°C’de farklı sürelerde (90-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri ....	107
Tablo 6. 11. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1650°C’de farklı sürelerde (0-60 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri.....	109
Tablo 6. 12. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1650°C’de farklı sürelerde (90-120 dk).....	109
Tablo 6. 13. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (0-60 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri.....	110
Tablo 6. 14. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (90-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri ....	110
Tablo 6. 15. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1750°C’de farklı sürelerde (0-60 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri.....	112

Tablo 6. 16. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1750°C’de farklı sürelerde (90-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri ....	112
Tablo 6. 17. A, B, D, AF, BF, DF kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (0-60 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları.....	114
Tablo 6. 18. A, B, D, AF, BF, DF kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (90-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları....	114
Tablo 6. 19. A, B, D, AF, BF, DF kompozisyonlarının 1750°C’de farklı sürelerde (0-60 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları.....	117
Tablo 6. 20. A, B, D, AF, BF, DF kompozisyonlarının 1750°C’de farklı sürelerde (90-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları....	117
Tablo 6. 21. M1 ve MF2 kompozisyonlarının 1450°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları .....	148
Tablo 6. 22. M3 ve MF4 kompozisyonlarının 1450°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları .....	148
Tablo 6. 23. M1 ve MF2 kompozisyonlarının 1500°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları .....	148
Tablo 6. 24. M3 ve MF4 kompozisyonlarının 1500°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları .....	148
Tablo 6. 25. M1 ve MF2 kompozisyonlarının 1550°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları .....	149
Tablo 6. 26. M3 ve MF4 kompozisyonlarının 1550°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları .....	149
Tablo 6. 27. M1 ve MF2 kompozisyonlarının 1600°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları .....	149
Tablo 6. 28. M3 ve MF4 kompozisyonlarının 1600°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları .....	149
Tablo 6. 29. M1 ve MF2 kompozisyonlarının 1650°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları .....	150
Tablo 6. 30. M3 ve MF4 kompozisyonlarının 1650°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları .....	150
Tablo 6. 31. M1 ve MF2 kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları .....	151

Tablo 6. 32. M3 ve MF4 kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları .....	152
Tablo 6. 33. M1 ve MF2 kompozisyonlarının 1750°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları .....	153
Tablo 6. 34. M3 ve MF4 kompozisyonlarının 1750°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları .....	153
Tablo 6. 35. M1 ve MF2 numunelerinin farklı sıcaklıklarda 90dk süreyle basınçsız sinterlenmesiyle elde edilen mikro sertlik ve kırılma tokluğu sonuçları .....	158
Tablo 6. 36. M3 ve MF4 numunelerinin farklı sıcaklıklarda 90dk süreyle basınçsız sinterlenmesiyle elde edilen mikro sertlik ve kırılma tokluğu sonuçları .....	160
Tablo 6. 37. AISI 4140 ıslah çeliği kimyasal bileşimleri .....	164
Tablo 6. 38. AISI 4140 ıslah çeliğinin ısıl işlem bilgileri.....	165
Tablo 6. 39. MgF <sub>2</sub> +Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 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.....	170
Tablo 6. 40. MgF <sub>2</sub> +Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 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.....	171
Tablo 6. 41. MgF <sub>2</sub> +Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 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.....	172
Tablo 6. 42. MgO+Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 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.....	173
Tablo 6. 43. MgO+Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 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.....	174
Tablo 6. 44. MgO+Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 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.....	175
Tablo 6. 45. β-SiAlON Kesici takım kompozisyonlarının 1650°C’de farklı sürelerde (30-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri ....	177
Tablo 6. 46. β-SiAlON Kesici takım kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (30-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri ....	177

## ÖZET

Anahtar Kelimeler:  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\beta$ -SiAlON, Sıvı Faz Sinterleme, Magnezyum Florür

SiAlON'lar mukavemet, sertlik, yüksek sıcaklığa dayanıklılık, tokluk ve sinterlenebilme özelliklerini bir arada içerirler.  $\text{Si}_3\text{N}_4$  güçlü kovalent bağ yapısına sahip olduğu için saf halde sinterlenmesi mümkün değildir.  $\beta$ - SiAlON'un sıvı faz sinterlemesi ile üretimi mümkündür. Bu yüzden, sinterlemeyi kolaylaştırıcı sıvı faz oluşturmak için oksit katkıları eklenir.  $\beta$ -SiAlON seramiklerinde sinteleme esnasında meydana gelen cam fazı, herhangi bir basınç uygulamadan yoğunlaşmayı sağlayabilmektedir.

MgO,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  esaslı tozların sinterlenmesinde en önemli katkı maddelerinden birisidir. Bu çalışmada kompozisyona eklenen MgO yerine  $\text{MgF}_2$  katkı maddesi kullanılarak sinterleme sıcaklığı 100-200°C aşağı çekilerek  $\beta$ -SiAlON seramiklerinin daha düşük sıcaklıklarda üretimi amaçlanmaktadır. Böylece, tam yoğun  $\beta$ -SiAlON seramiğini düşük sıcaklıkta sinterleme gerçekleştirilebilir ve dolayısı ile enerji ve zaman tasarrufu sağlanabilir.

Bu çalışma MgO ve  $\text{MgF}_2$  katkılı  $\beta$ -SiAlON seramikleri basınçsız sinterleme yöntemiyle sistematik olarak 1450- 1750°C aralığında 0,5-2,5 saat sürelerde kesici uç formunda sinterlenerek üretilmiştir. Üretimi gerçekleştirilen kesici uçlarının yoğunluk, SEM, XRD, EDS gibi karakteristik özellikleri ve sertlik, kırılma tokluğu gibi mekanik özellikleri incelenmiştir.

MgO ve  $\text{MgF}_2$  katkılı  $\beta$ -SiAlON kesici uçlarının sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğini işleme performansları karşılaştırılmıştır. Daha sonra  $\beta$ -SiAlON kesici uçlarının piyasada çelik kesmede kullanılan WC uçlarına göre kesme performansı incelenmiştir.

## SUMMARY

Keywords:  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\beta$ -SiAlON, Liquid Phase Sintering, Magnesium Fluoride

$\text{Si}_3\text{N}_4$  based SiAlON ceramics are obtained by respectively replacing silicon and nitrogen in  $\text{Si}_3\text{N}_4$  by aluminium and oxygen. SiAlON ceramics offer advantages of easier fabrication compared with  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ceramics because of the lower viscosity and melting temperature of the liquid phase (LP) which facilitates easier densification at sintering temperatures. Another advantage is that the amount of intergranular phase can be reduced because the transient liquid phase can be absorbed into the matrix phase(s)

In this study,  $\text{MgF}_2$  was added into composition instead of using  $\text{MgO}$  additive to reduce (100-200 °C) sintering temperature for production of  $\beta$ -SiAlON ceramics.  $\text{MgO}$  is one of the well known sintering additives for  $\text{Si}_3\text{N}_4$  powders. Fluorine as a non-bridging anion in glasses acts as a powerful network disrupter which oxygen ions. Thus, full dense  $\beta$ -SiAlON materials can be produced at lower temperature which means time and energy savings.

This study were produced sintering  $\beta$ -SiAlON ceramics, alloy  $\text{MgO}$  and  $\text{MgF}_2$  as a systematic method of pressureless sintering from 1450 to 1750 °C in the range 0.5 to 2.5 hour periods in the form of cutting ends made of sintering. Production of cutting the ends of the density, SEM, XRD, EDS and characteristics such as hardness, mechanical properties such as fracture toughness were examined.

$\beta$ -SiAlON, alloy  $\text{MgO}$  and  $\text{MgF}_2$ , cutting the ends processing performance were compared with toughened AISI 4140 steel and  $\beta$ -SiAlON cutting ends of market, according to the ends of WC is used for cutting steel cutting performance were examined.

## BÖLÜM 1. GİRİŞ

Teknolojinin gelişimiyle rekabet şartları da gittikçe zorlaşmakta yeni gelişmeleri gerektirmektedir. Seramikler son 100 yılda gittikçe artan bir önem kazanmakla birlikte son yıllarda üstün özelliklere sahip ileri teknoloji seramiklerinin önemi gittikçe daha iyi anlaşılmaktadır. Yüksek sıcaklık mukavemeti, üstün aşınma direnci, yüksek sertliği ve kırılma tokluğu özellikleri sebebiyle öne çıkan bir ileri teknoloji seramiği ise 1971'de Japonya'da Kamigaito ve Oyama tarafından ve 1972'de İngiltere'de Jack ve Milson tarafından keşfedilen SiAlON seramikleridir. İlk gelişen grup  $\beta$ -SiAlON seramikleri olup daha sonra ise teknolojik öneme sahip diğer bir SiAlON grubu olan yüksek sertliğe sahip  $\alpha$ -SiAlON bulunmuştur. Fakat  $\beta$  yapısının  $\alpha$  yapısına göre nispeten düşük sertliğe sahip olmasına rağmen üstün kırılma tokluğu sebebiyle tercih sebebi olmuştur. Son zamanda keşfedilen  $\alpha + \beta$  yapısı ise iki yapının arasında özellikler sunmaktadır.

Silisyum nitrür kafes yapısı temelli olan SiAlON'lar güçlü kovalent bağları sebebiyle silisyum nitrürünkine benzer şekilde sıvı faz sinterleme metoduyla üretimi gerçekleştirilebilmektedir. Fakat silisyum nitrürden farklı olarak basınçsız sintelemeye yüksek yoğunluklara daha kolay sinterlenmesiyle birlikte, silisyum nitrüre göre daha üstün özelliklere sahiptir. Silisyum nitrür bazlı seramikler alanında, oksitler daha nispeten düşük sıcaklıklarda sinterleme şartlarını sağlamak amacıyla sıklıkla kullanılır. Bu oksitler,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  başlangıç tozu, yüzey silikası ve oksit katkıların reaksiyonuyla bir sıvı faz oluşmasına sebep olur. Bu sıvı  $\alpha$ -fazı silisyum nitrür tozlarının çözünmesini sağlayacak bir ortam sağlar. Bu  $\alpha$ -fazı silisyum nitrür fazı yoğunlaşma prosesi boyunca  $\beta$ - fazı olarak yeniden çökelecektir. Burada kullanılan sıvı fazın türü, viskozitesi, hacmi, oluşacak cam sisteminin ötektik sıcaklığı gibi özellikler malzemenin nihai özelliklerini, üretim prosesini etkileyecektir. Bu yüzden katkı kimyası, oksit nitrür fazın yapısının değiştirilmesi silisyum nitrür bazlı seramiklerin nihai özelliklerini, daha düşük sıcaklık sinterlenmesi dolayısıyla daha

ekonomik üretim imkânı gibi üretim şartlarının geliştirilmesini önemli şekilde etkileyecektir.

## **BÖLÜM 2. SİLİSYUM NİTRÜR (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>) SERAMİKLERİ**

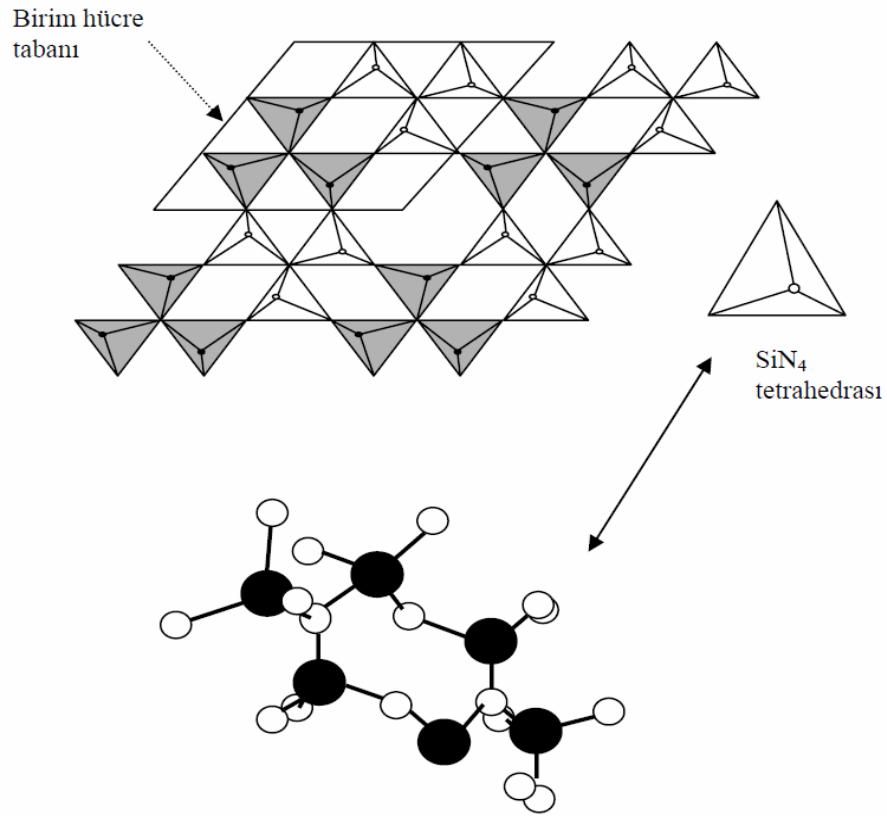
Silisyum nitrür, azot seramikleri içerisinde en yaygın kullanım alanı olan mühendislik malzemelerinden biridir. Yaklaşık 50 yıldır üzerinde yoğun çalışmalar yapılan bu malzemeyi mühendislik amaçlı uygulamalarda kullanılabilir kılan, mükemmel mekaniksel ve termal özelliklerdir. Si ve N atomları arasında kuvvetli kovalent bağ mevcuttur. Sert ortam şartlarına ve ağır yüklere karşı, metallerin ve polimerlerin kötü sonuç verdiği sıcaklıklarda dayanıklıdır. Silisyum nitrür seramiklerin yüksek sertlik, aşınma ve korozyon dirençleri onları kesici uç, öğütme bilyesi, yanma ve kaynak ağızlıkları gibi parçaların yapımında kullanılmaya yöneltmiştir Akin (2006).

Saf Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> seramiklerinin sıvı faz sinterlenmesi ile çok büyük gelişmeler elde edilmiştir. Sinterleme sırasında birçok katkı maddesi sinterlemeyi kolaylaştırmak için (MgO, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve BeSiN<sub>2</sub>) kullanılmaktadır Lee (1994).

### **2.1. Silisyum Nitrürün Yapısı**

Silisyum nitrürün sinterlenmiş ve reaksiyon bağlı olmak üzere temelde iki formu mevcuttur. Ayrıca ince film şeklinde ve amorf formları da vardır. Her bir form kendine özgü üretim yöntemi, kompozisyon, yapı ve özellikler göstermektedir. Bu formlar temelde Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>'ün fiziksel ve kimyasal özelliklerini taşımaktadırlar. Yer kabuğunun oluşumu sırasında atmosfer kimyasal olarak indirgeyici olduğundan büyük oranda silisyum ve diğer nitrürler bulunmakta idi. Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> üzerinde yapılan ilk çalışmalar α-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (nitrit) oluşumunu ortaya koymuştur. Deville ve Wöhler 1859 yılında dünyanın oluşumu sırasında silisyum ve azotun reaksiyona girdiğini savunmuşlardır. 1896 yılında SiO<sub>2</sub>'nin karbotermal indirgenmesi ile Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> üretimi konusunda bir alman patenti ortaya konulmuştur. Weiss ve Engelhand 1910 yılında

$\text{Si}_3\text{N}_4$  yapısında Si ve N 3/4 stoikometrik oranında oluştuğunu belirlemişlerdir. Başlangıçta  $\text{SiO}_2$ 'nin azot ile etkileşiminde  $\text{SiN}_2$ ,  $\text{Si}_2\text{N}_2$  ve  $\text{Si}_3\text{N}_4$  fazları gözlenmiştir. 1950'lerdeki x-ışınları analizlerinde, her ikisi de hegzagonal forma sahip  $\alpha$  ve  $\beta$  şeklinde iki formu olduğu ortaya konmuştur. Genel olarak  $\text{Si}_3\text{N}_4$  seramiklerinin yapısı Şekil 2.1'de verilmektedir. Buradan görüldüğü gibi yapı  $\text{Si}_3\text{N}_4$  tetrahedralarından oluşmaktadır Jack (1982).

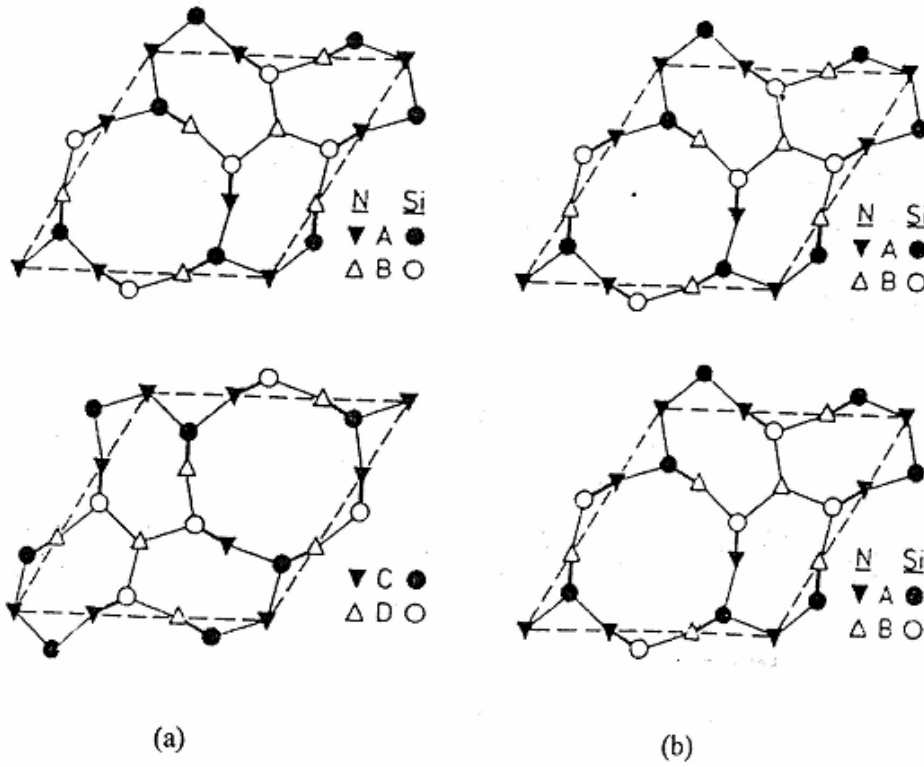


Şekil 2. 1. Silisyum nitürün kristal yapısı Kuşhan (2000)

$\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  fazı, fenasit ( $\text{Be}_2\text{SiO}_4$ ) yapısını oluşturmaktadır. Burada Be, Si ile O ile N yer değiştirir. Bu yüzden oksit dışı bir seramiğin böyle bir oksit yapısında bulunması o kadar tanımlanması zor olan bir olay değildir. Şekil 2.2' de  $\alpha$  ve  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'ün kristal yapısını göstermektedir. Buradan görüldüğü gibi c-ekseni boyunca  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  için ABAB.... ve  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  için ABCDABCD..... şeklinde atomlar sıralanırlar.

$\alpha$ -  $\text{Si}_3\text{N}_4$  yapısında, her bir silisyum tetrahedralin merkezinde bulunur ve her azot trigonal içinde yer alır. Her üç silisyum ile düzlemsel koordinasyon oluşur ve böylece üç  $\text{Si}_3\text{N}_4$  tetrahedrası ile bağlanır.

Yapı ayrıca sekiz üyeli Si-N bağları ile bağlanmış plakalardan ve Si-N köprülerinden oluşur.  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  birim hücresi  $\text{Si}_6\text{N}_8$  ile P63/m uzay grubundan oluştuğu belirlenmiştir.  $\alpha$ -  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'ün aynadaki ters görüntüsünü içerir. Ayrıca c-ekseni  $\beta$ -  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'ün iki katıdır.  $\alpha$ -  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'ün birim hücresi  $\text{Si}_{12}\text{N}_{16}$  , (P3,c, ) uzay grubu yapısından oluşur.



Şekil 2. 2. Si-N tabakalarının (a)  $\alpha$ -  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , (b)  $\beta$ -  $\text{Si}_3\text{N}_4$

$\beta$ -  $\text{Si}_3\text{N}_4$  Yapısında c-ekseninde 300 pm'lik bir boşluk çapı oluşur.  $\alpha$ -  $\text{Si}_3\text{N}_4$  yapısında c-kayma yüzeyinde 140 pm çapında tünellerle bağlanmış büyük arayer atom boşlukları oluşur. X-ışınları çalışmaları  $\alpha$ -fazının bağ uzunluğunun  $\beta$ 'ya göre daha değişken olduğunu ortaya koymuştur (Jack, 1982). Tablo 2.1'de her iki formun özelliklerini ortaya koymaktadır.



Tablo 2. 1.  $\alpha$  ve  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  yapılarının kristalografik özellikleri Grun (1979)

Form	a (Å)	c (Å)	c/a	V(Å <sup>3</sup> )	Yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )
$\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$	7,748	5,617	0,725	292	3,184
$\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$	7,608	2,911	0,383	145,9	3,187

### 2.1.1. $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ Seramikleri

Genel formülü  $\text{Si}_{12}\text{N}_{16}$  şeklindedir. Düşük sıcaklık polimorfu olan bu faz  $1400^\circ\text{C}$ ' ye kadar kararlı yapıdadır. Karakteristik (001) düzlemlerli hekzagonal yapıya sahip, 3 boyutlu, köşeleri paylaşılmış ağ oluşturan  $\text{Si}_3\text{N}_4$  tetrahedraları içerir. Si – N tabakaları ABCDABCD..... şeklinde bir dizilim gösterirler.  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  ise ABAB..... şeklinde bir dizilim göstermektedir. Her iki polimorfda da ab tabakası aynı olmakla beraber,  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'deki fazlardan CD tabakasının varlığı, bu tabakanın AB tabakası üzerinde c – kayma düzleminde hareketi ile ilgilidir.  $\alpha$ -  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'teki daha uzun dizilim nedeni ile bu polimorf daha sert bir yapıya sahiptir Akın (2006). Çünkü kayma dislokasyonları için daha uzun Burgers vektörü gereklidir. 1970'lerde toplanan deneysel kanıtların büyük bir kısmı,  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  fazının oksijen ile kararlı kılındığını öne sürmüştür. Ancak, her ne kadar taneler üzerinde bir miktar silika yüzey tabakası olsa da şu andaki görüş  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'ün yapısal kararlılığı için oksijen içeriğine gerek olmadığı yönündedir.  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  her ne kadar yüksek sertliğe sahip olsa da eş eksenli mikroyapısı nedeni ile  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'e nazaran daha düşük kırılma tokluğuna sahiptir.

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

Genel formülü  $\text{Si}_6\text{N}_8$  şeklindedir.  $1400^\circ\text{C}$ ' ye kadar kararlı yapıda olan  $\alpha$ -  $\text{Si}_3\text{N}_4$  bu sıcaklığın üzerinde  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'e dönüşmektedir.  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ , tüm sıcaklıklarda kararlı olan bir fazdır. Si ve N atomlarını içeren tabakalar yukarıda da belirlendiği gibi ABAB... şeklinde bir dizilim gösterirler.

Her ne kadar  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  kristal yapısı,  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'e göre daha yüksek sertliğe sahip olsa da,  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  mühendislik uygulamalarında daha fazla tercih edilmektedir. Çünkü bu

form çubuksu mikroyapısı nedeni ile kendinden takviyelidir ki bu tokluk ve mukavemet açısından önemlidir Lee (1994).

Eğer başlangıç tozu olarak  $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> kullanılırsa ve bir sinterleyici, bağlayıcı oksinitrür sıvısı mevcudiyetinde yavaşça  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>'e dönüştürülürse, matrisi tüketen ve yeni oluşan kristaller, jeolojik oluşumlarda bulunan kristaller gibi uzun, iğnemi bir şekil alma eğiliminde alırlar.  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> birkaç mikrometre inceliğinde hegzagonal tek çubuklar içerir ve eğer tane büyümesini engelleyen bir durum yoksa viskerlere benzer en / boy oranına sahip tanelerden oluşur. Bunlar bir araya bağlanıp birbirini takviye ederler. Bu  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>'ün kırılmasını zorlaştırarak daha yüksek mukavemet ve tokluğa sahip olmasını sağlar.  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>'ün başlangıç tozu olarak kullanılması durumunda ise yukarıda bahsedildiği gibi bir mikroyapı ve dolayısı ile de yüksek mukavemet ve tokluk elde etmek zor olur.

Yapılmış olan çalışmalarda farklı  $\alpha$  /  $\beta$  oranına sahip Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> başlangıç tozlarının kullanımı ile faz dönüşüm sonundaki  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> tanelerinin ortalama en / boy oranlarının etkilenebildiği görülmüştür Lange (1979).Yapılan sinterleme ilavelerinin, tane büyümesine etkileri de araştırılmıştır Hampshire (1983), Ziegler (1987).

### 2.1.3. Silisyum Nitrürde $\alpha \rightarrow \beta$ Faz Dönüşümü

$\alpha \rightarrow \beta$  faz dönüşümü silisyum nitrürde yeniden latis yapılanmasını gerektiren bir işlemdir. Bu tip bir işlem, taşınacak malzeme çözücü ile temas ettiğinde gerçekleşir. Kararsız haldeki malzeme çözünerek daha kararlı partiküller halinde çökler. Dönüşüm, silisyum nitrürün sıvı faz sinterlemesinde 1400°C üzerindeki sıcaklıklarda,  $\alpha$  fazının metal-silisyum-oksinitrür sıvısı ile teması sonucunda görülmektedir. Termodinamik olarak bu reaksiyon Wild ve arkadaşları (1972) tarafından 1400°C için aşağıdaki şekilde açıklanmıştır Wild, Grieveson (1972).



## 2.2. Silisyum Nitrür Seramiklerin Sinterlenmesi

Silisyum nitrür güçlü kovalent bağı olması sebebiyle yüzeyden sinterlenmesi latis difüzyonu ve tane sınırı difüzyonu ile malzeme taşınımı gerçekleşmesi zordur. Silisyum nitrür güçlü kovalent bağı nedeniyle düşük difüzyon katsayısı demektir. Bu nedenle sinterleme başlaması için yüksek sıcaklıklara çıkılması gerekmektedir. Sinterleme sıcaklığı difüzyon oluşacak kadar yükseldiğinde ise silisyum nitrürün yapısı bozunmaya başladığından 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 sinterlenmesinin deki temel amaç, difüzyon katsayısını çok düşük olmasından dolayı kütle taşınımının, bu sinterleme katkıları ve yüzey silikasından oluşan sıvı fazla gerçekleştirilmesine imkân tanımak ve böylece sinterleşmeyi sağlamaktır Kuşhan (2006).

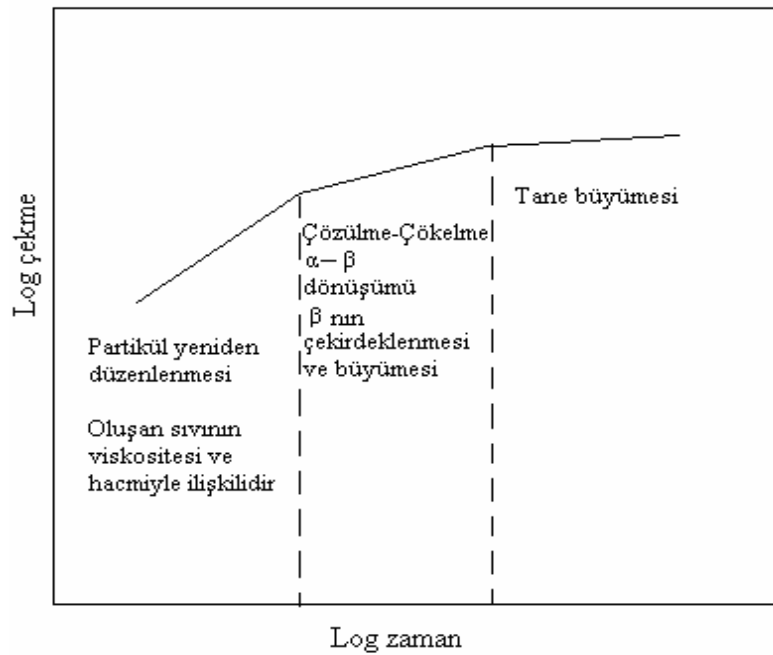
## 2.3. Sıvı Faz Sinterlemesi

Silisyum nitrür seramikleri, ilk zamanlar çoğunlukla azot atmosferinde reaksiyon bağı sinterleme prosesi ile Si metali kullanılarak 1400°C'de üretilmiştir. Bu yöntemin avantajı, nitrüleme işleminde malzemenin çekmesinin az olması ve karmaşık şekillerin herhangi bir işleme tekniğine gerek kalmadan kabul edilebilir ölçülerde üretilebilmesidir. Ancak bu yöntemde malzeme sinterleme işlemi sonrası normal olarak % 20 (hacimce) kalıntı por içermektedir, bu da son ürünün mukavemetini düşürmektedir. Malzemede tane sınırı fazının az olmasından dolayı son ürün mekaniksel özelliklerini 1600°C'ye kadar koruyabilmektedir.

Tamamen yoğun bir malzeme eldesi, basınçsız sinterleme veya sıcak presleme yöntemlerinden biri ile MgO, CaO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve/veya Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kullanılarak yapılmaktadır. Ancak, kullanılan katkı malzemesi taneler arası bir amorf camsı faz oluşturduğundan malzemenin yüksek sıcaklık özelliklerini kötüleştirmektedir (Matsudi, Masuda, 1994). Bu olumsuz etkiyi gidermek için yapılan işlem, taneler arası bu fazın bir ısı

işlem ile kristalleştirilerek malzemenin yüksek sıcaklık özelliklerinin iyileştirilmesidir Lewis, Lumby (1983), Falk, Dunlop (1987).

Sıvı faz sinterlemesinin altında yatan genel düşünce, yüzey silikasının ve akışkanlaştırıcı katkıların (özellikle metal oksitlerin) kullanımıyla sinterleme sıcaklığında kütle aktarımına ve  $Si_3N_4$ 'ün yoğunlaşmasına izin veren oksinitrür sıvısının ilk olarak oluşturulmasıdır. Bu amaçla Kingery 1959 yılında yaptığı bir çalışmada sıvı faz sinterlemesinin üç aşama içerdiğini öne sürmüştür (Şekil 2.3).



Şekil 2. 3.  $Si_3N_4$  fazının sıvı faz sinterleme aşamaları. Hampshire, Jack, (1981)

Birinci aşama: Parçaların düzenlenmesi

İkinci aşama: Çözünme ve çökme

Son aşama: Tane büyümesi

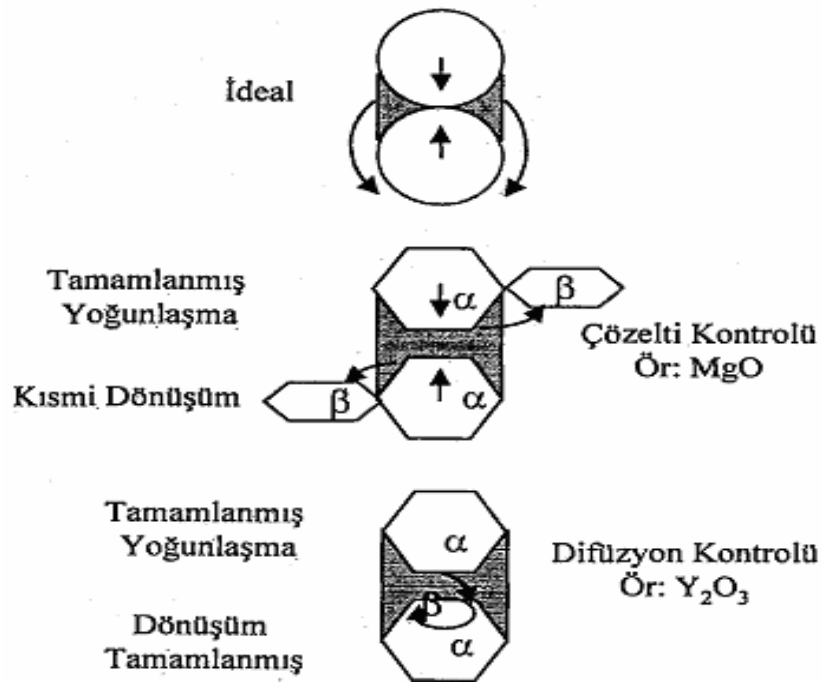
Burada  $V_0$  başlangıçta oluşan sıvı hacmi;  $\Delta v$  hacimsel değişimi;  $t$ , zaman;  $n$ , sinterleme mekanizmasını belirtmektedir.

$$\Delta v/v_0 \propto t^{1/n}$$

Burada prosesin hızını, sıvıdan çökme mekanizması kontrol ediyorsa  $n=3$ , hız sıvıya doğru difüzyon ile kontrol ediliyorsa  $n=5$  olmaktadır  $\alpha$ -  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'den  $\beta$ -  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'e dönüşüm bu aşamada meydana gelmektedir. Şekil 2.4'te şematik olarak sıvı faz sinterlemesinin ikinci aşaması görülmektedir. MgO ve  $\text{Y}_2\text{O}_3$  ilaveleri için oksinitrür çözeltisinde  $\alpha$ 'nın çözünmesi, taneler arasındaki birleşme alanların meydana gelmektedir. MgO ilavesi yapıldığında hızlı malzeme taşınımı,  $\beta$  fazının serbest yüzeylerde yeniden çökmesine ve dolayısıyla da tane merkezleri arasındaki mesafenin çekme ile azalmasına neden olur.  $\text{Y}_2\text{O}_3$  kullanıldığında difüzyon hızı daha düşük olduğundan yavaş gerçekleşir ve önemli miktarda malzeme transferi olmadığından temas noktalarında  $\beta$  çökmesi meydana gelir ki dönüşüm pek fazla yoğunlaşma olmadan gerçekleşir Wötting (1983).

Birleşme veya kapalı porların giderilmesi olarak tanımlanan son aşamada ise, yeniden çökme (kristallenme) ve tane büyümesi sonucunda katı iskelet oluşur. Bu esnada yoğunlaşma süreci yavaşlar.

$\text{Si}_3\text{N}_4$ 'ün sinterlenmesinde etkili parametreler;  $\text{Si}_3\text{N}_4$  tanelerinin sıvı içerisinde çözünmesi, sıvı fazın viskozitesi, sinterleme katkı maddelerinin miktarı ve  $\text{Si}_3\text{N}_4$  tozunun tane boyutudur.



Şekil 2. 4.  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'ün sıvı faz sinterlemedeki çözünme-yeniden çökeltme aşamasının şematik gösterimi Hampshire, Jack (1981)

Sıvı fazdan difüzyon hızı, kompozisyona ve sıcaklığa bağlıdır. Ayrıca sıcaklık, silisyum nitrürün sıvı içerisinde çözünmesini, sıvının viskozitesini ve ıslatma miktarını da etkiler. Sıvı fazın viskozitesinin azalması ve düşük ıslatma açıları sıvının katı taneler arasında ilerlemesini, yani yayılımını hızlandırır. Böylece çözünme ve tanelerin yeniden düzenlenmesi desteklenmiş olur.

Sıvı faz sinterlemede kullanılan birçok katkı maddesi tane sınırlarında camsı faz veya kristalin faz olarak kalmaktadır. Bu tane sınır fazı da malzemenin yüksek sıcaklık özelliklerini (sürünme, oksidasyon) kötüleştirir. Fakat  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ve  $\text{BeO}$  gibi bazı katkı maddeleri sinterleme sırasında silisyum nitrür içerisinde çözünmektedir. Sinterleme davranışındaki bu değişiklik sinterlenmiş malzemelerin mekaniksel ve termal özelliklerini önemli ölçüde etkilemektedir.

## 2.4. Silisyum Nitrür Sinterleme Metotları

Silisyum nitrür seramiklerinin, sıvı faz sinterlemesi ile yoğunlaştırılmasında değişik sinterleme yöntemleri kullanılmaktadır. Tablo 2.2' de görülen birkaç farklı yolla gerçekleştirilebilir.

Tablo 2. 2. Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> seramiklerinin sinterleme yöntemleri ile karşılaştırılması Kurama (2003)

	<b>Reaksiyon Bağlamalı (RBSN)</b>	<b>Sıcak presleme (HPSN)</b>	<b>Sinterleme (SSN)</b>	<b>Sıcak İzostatik Presleme (HIPS)</b>
<b>Başlangıç Malzemesi</b>	Si-tozu	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> -tozu + katkı maddesi	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> -tozu + katkı maddesi	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> -tozu + katkı maddesi
<b>Üretim basamakları</b>	Kalıplama Nitrürleme ≤ 1420°C ≥72 saat	Sıcak presleme ≥ 1700°C ≥0,5 saat ≈ 30 MPa	Sinterleme ≥ 1750°C ≥1 saat $P_{N_2} \geq 0,1\text{MPa}$ GPS'te, $P_{N_2} \geq 30\text{MPa}$	HIP'de ≥ 1750°C ≥0,5 saat $P_{Ar} \geq 100\text{MPa}$
<b>Son Ürün</b>	Sinterlendiği gibi	Son üründe işleme yapılmalı	Sinterlendiği gibi	Preslendiği gibi
<b>Çekme (%)</b>	0	≈10	≈15	≈15
<b>Sinterleme sonrası işleme</b>	Gerek yok	Gerek var	Az miktarda gerek var	Az miktarda gerek var
<b>Porozite (%)</b>	≥ %20	≈0	<%3	≈0
<b>Kırılma Mukavemeti (MPa)</b>	≈300 (T <sub>oda</sub> -1400°C)	≥700°C (T <sub>oda</sub> -1000°C)	≥700°C (T <sub>oda</sub> -1000°C)	≥700°C (T <sub>oda</sub> -1000°C)

### 2.4.1. Basıncsız Sinterleme (PS)

Bu metot, ucuz bir teknik olması, otomasyona uygunluğu ve kompleks parça üretimine imkan vermesi nedeniyle ilgi çekmektedir. Bu teknikte, toz karışımlarına sıkıştırma yoluyla, sinterleme öncesi istenen şekil verilir. Bu metodu da kendi içinde iki grupta toplamak mümkündür.

Ekonomik ve oldukça yaygın kullanım potansiyeli olan bir tekniktir. Bu yöntemle, yüksek basınç kullanmadan, yüksek yoğunluktaki malzemelerin üretilebilmesi için diğer sistemlere göre oldukça fazla miktarda katkı maddeleri kullanılmalıdır. Çünkü

en yüksek sinterleme sıcaklığı  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'ün bozunmasının başlayacağı, sıcaklıktır. Yoğunlaşma süreci sıcak preslemeyle aynıdır. 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 başarılabilirdiği 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'ın üzerinde eğme mukavemetleri başarılmıştır Wötting (1983).

Bu proje kapsamında yapılacak çalışmalarda basınçsız sinterleme metodunun yukarıda bahsedilen karmaşık parça üretimi, ekonomikli gibi temel avantajları sebebiyle basınçsız sinterleme metodu kullanılacaktır.

#### **2.4.2. Gaz Basıçlı Sinterleme (GPS)**

$\text{Si}_3\text{N}_4$ 'ün bozunumunun, yüksek gaz basıncı uygulanarak önlenebileceği, ilk olarak 1976 yılında Mitomo tarafından, azot gazı kullanılarak gösterilmiştir Mitomo (1976). Bu teknikle, 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 kapanmasına imkan verilmiş, ikinci basamakta ise gaz basıncı 2 MPa çıkartılıp yoğunlaşma sağlanmıştır. İlk aşamada, porlarm kapanmasına imkan sağlanmazsa, açık porlarm kapanmamış olması nedeniyle, uygulanan yüksek basınçlı gaz porlara girerek yoğunlaşmayı engelliye çektir. 1986 yılında Hattori ve ark. tarafından, 1990 yılında da Hirosaki ve ark. yapılan çalışmalarda da GPS tekniği ile, katkı maddelerinin miktarının önemli oranda azaltılabileceği ispatlanmıştır.



### 2.4.3. Reaksiyon Bağlamalı Silisyum Nitrür(RBNS)

Reaksiyon bağlamalı silisyum nitrür (RBSN) üzerine 1950'den belli çalışmalar sürdürülmektedir. Bu metot genelde, izostatik preslenmiş, enjeksiyon kalıplanmış ve alçı dökümle şekillendirilmiş yaş peletlerin 1200-1450°C arasında azot gazı atmosferinde nitrülenmesiyle üretilmektedir. Başlangıç malzemesi olarak silisyum tozu kullanılır.

Bu metotta, azotlama esnasında silisyum toz kompaktın boyutları değişmez; bu, katı-gaz reaksiyonuna göre terstir çünkü yoğunlaşma, çekme olmaksızın gerçekleşmektedir, bu da prosesin en büyük avantajlarından biri olarak kabul edilmektedir. Ayrıca, bu yöntemle, karmaşık şekiller herhangi bir ekstra pahalı işleme gerek kalmadan üretilebilmektedir. 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.

Fate ve Milberg'in bu teknik üzerindeki gözlemleri, yüksek saflıktaki (%99.999) Si tozunun vakumdan önce işlenmesi durumunda azotlama işlemi bir saat gibi kısa bir sürede gerçekleşebilmektedir. Azotlama süresi üzerine Mangels tarafından yapılan diğer bir çalışmada da atmosferin ısı iletkenliğinin etkisi incelenmiştir.

### 2.4.4. Sıcak Presleme(HPNS)

Yüksek mukavemet ve yoğunluk elde etmek için uygulanan bir yöntemdir Silisyum nitrür tozu ve sinterlemeye yardımcı olacak oksit, bir grafit kalıp içinde, hem ısı hem de tek yönlü basınç uygulanarak şekillendirilir. 15-40 MPa arasında basınç uygulanır ve bir indüksiyon fırınında 1600-1800°C ye kadar ısıtılır. Kalıp ve piston bor nitrürle kaplanarak silisyum nitrürün bunlarla reaksiyonunu önler ve böylece sinterleme

sonrası malzeme kalıptan kolayca çıkartılabilir. Sinterleme, yüzeyindeki silikat tabakası ile reaksiyona girerek sıvı fazı oluşturur. Yoğunlaşma sadece birkaç dakikada gerçekleşir presleme ise yaklaşık 1 saat devam eder.

Sıcak preslenmiş  $Si_3N_4$  hemen hemen tam yoğundur ve yukarıda da belirtildiği gibi yüksek mukavemete sahip ürünler bu teknikle elde edilebilmektedir. Ancak üretimin basit şekillerle sınırlı olması, otomasyona uygun olmaması ve üretim sonrası pahalı bir süreç olan işlemenin gerekliliği uygulama alanını sınırlamaktadır. Bu tekniğin diğer bir dezavantajı da katılan metal oksit katkı maddelerinden dolayı, cam yumuşama sıcaklığına gelindiğinde mekanik ve kimyasal özelliklerin kötüleşmesidir. Ancak 1975 yılında Tsuge ve ark. tarafından yapılan bir çalışmada, çok az miktarda ilave oksit kullanarak sıcak preslemeyle yüksek mukavemete sahip seramiklerin üretilebileceğini açıklanmıştır.

#### **2.4.5. Sıcak İzostatik Presleme(HIPSN)**

Sıcak preslemeden tek farkı çok yönlü presleme olan bu teknik her ne kadar yüksek maliyet getirirse de yüksek yoğunluğa sahip kompleks parçaların üretilebilmesi açısından önemlidir. Toz peletlerin dışında, SSN ya da RBSN de bu yöntemle yoğunlaştırılabilir. Otoklava yerleştirilen numune inert olan argon ya da azot gazı kullanarak yüksek basınç ve sıcaklığa maruz bırakılır. Toz peletleri ve RBSN, büyük ve açık porlara sahip oldukları için, uygulanan gazın olumsuz etkilerini önlemek amacıyla numune önceden kapsülendir. Kontrollü olarak yapılan soğutma esnasında ise, cam kapsül kırılır ve kum püskürtülerek yüzey işlemi uygulanır. SSN'de ise açık porozite olmadığından kapsülleme yapılmaz. Burada amaç, mevcut olan kapalı porozitenin uzaklaştırılmasıdır Hampshire, (1991).

1986 yılında Miyamoto ve hemen arkasından da Ingelström ve Ekström tarafından yapılan çalışmalarda çok küçük mertebede ilave katkı maddesiyle yoğunlaşmanın gerçekleştirilebileceğini göstermişlerdir. Dolayısıyla bu teknik pahalı olmasına rağmen, yüksek sıcaklık mekaniksel özellikleri açısından yüksek performans gerektiren malzemelerin üretimi için çok avantajlıdır.

### 2.5.6. Spark plazma sinterleme (SPS)

SPS yeni hızlı sinterleme metodu olan SPS son on yılda bir çok araştırmacının büyük ilgisini çekmiştir. SPS sıcak preslemeye benzerdir. Çünkü sıcak preslemede toz iki grafit zımba arasındaki bir silindirik grafit kalıp içerisine yerleştirilerek yoğunlaştırılır. Halbuki SPS'deki ısıtma ne rezistans ne de indüksiyon değil Joule etkisiyledir. Böylece yüksek yoğunluktaki akım kalıp ve zımbalar (ve eğer iletken toz) sayesinde akar. Buda yüksek ısıtma ve soğutma hızına imkan sağlar. Bu esnada 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 imkan sağlar Omori (2000), Mamedov (2002), Zhang (2004).

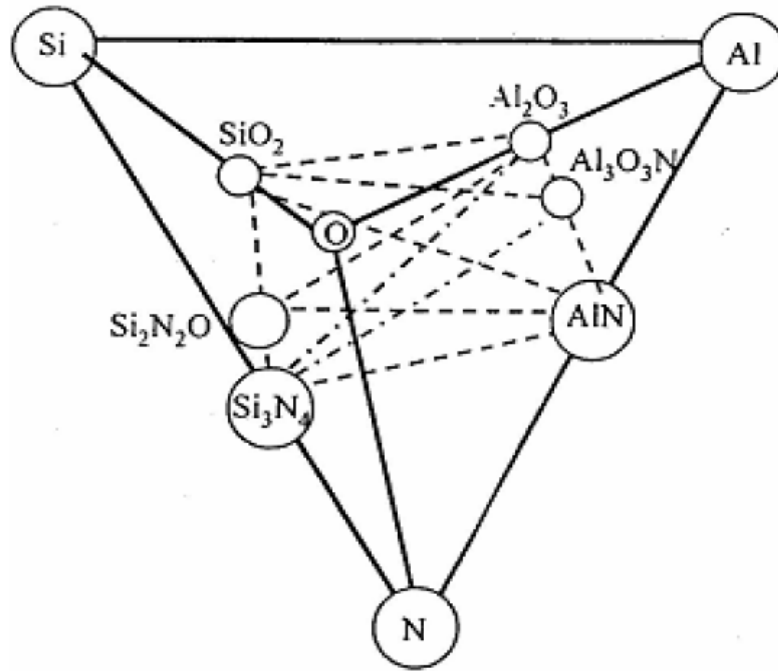
Bu yöntem spark plazma sinterleme olarak bilinse de darbeleri elektrik akım sinterleme ve alan yardımcı sinterleme tekniği olarak da bilinir. Çünkü sinterleme çevrimi sırasında plazma oluşumu ve kıvılcımın gerçek bir kanıtı yoktur. Bu yeni sinterleme tekniği son on yılda Japonya'da geliştirildi ve bu tekniğin dünya etrafında geniş bir malzeme aralığının katılaştırılması için kullanılması kararlı bir şekilde artan bir ilgi çekmiştir.

### BÖLÜM 3. SiAlON SERAMİKLERİ

SiAlON seramikleri Japonya'da Oyama ve Kamigato ile İngiltere de ise Jack ve Wilson tarafından birbirinden bağımsız olarak keşfedilmiştir.

SiAlON, silisyum nitrür üzerine kurulmuş geniş bir seramik alaşım sistemidir. Çok kristalli bünyeler basınçsız sinterleme tekniği ile üretilmiştir. SiAlON fazlarının çoğunluğu ortaya konmuş ve incelenmiştir. SiAlON fazları genel olarak:  $\alpha$ -SiAlON  $\beta$ -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 Izhevskiy (2000), Jack (1983).

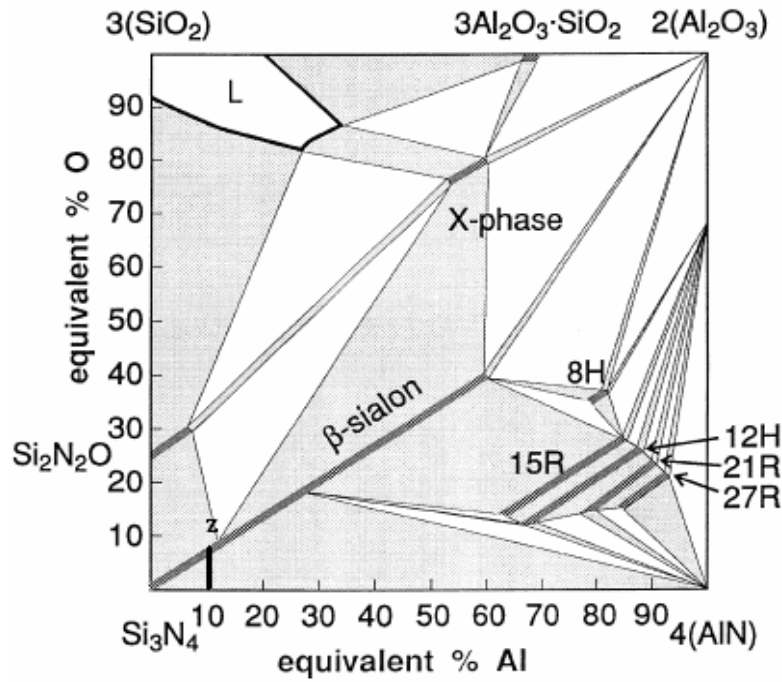
SiAlON seramikleri  $\alpha$  ve  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> üzerine kurulu  $\alpha$  ve  $\beta$ -SiAlON olmak üzere iki temel formu içerir.  $\alpha$ -SiAlON birim hücresi dört tane Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> hücresini içerir ve Me-Si-Al-O-N faz diyagramında Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 4/3(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.AlN)-MeN.3AlN iki boyutlu faz aralığında bulunur. Denge diyagramında  $\alpha$ -SiAlON, Me iyonları ile stabilize olur.  $\alpha$ -SiAlON'un homojenlik bölgesi Me<sub>x</sub>Si<sub>12-(pm+n)</sub>Al<sub>(pm+n)</sub>O<sub>n</sub>N<sub>16-n</sub> formülü ile metal iyonu, Me<sup>p+</sup> yi içerir. Bu durumda iki değişim mekanizması gerçekleşir. Birincisi n (Si+N) ile n(Al+O) yer değiştirmesi ve ikincisi pm(Al<sup>3+</sup>) ile pm(Si<sup>4+</sup>)'ün yer değişimidir. Şekil 3.1.'de Si-Al-O-N sistemini tetrahedral olarak göstermektedir. Şekil 3.1'de görüldüğü gibi  $\alpha$ -SiAlON faz bölgesi Y-Si-Al-O-N sistemi içinde bulunur. Bir başka açıdan iki boyutlu faz alanında Y<sub>x</sub>Si<sub>3-(3x+n)</sub>Al<sub>(3x+n)</sub>O<sub>n</sub>N<sub>(y-n)</sub> (burada 0.08 < x < 0.17 ve 0.13 < n < 0.31) bölgesinde  $\alpha$ -SiAlON bulunur Hampshire (1978), Jack (1976).



Şekil 3. 1. Si-Al-O-N sisteminin tetrahedral gösterimi Jack (1976)

### 3.1. Si-Al-O-N Yapıları

SiAlON sistemleri mineral silikatların ( $\text{SiO}_4$ ) 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. 1700-1730°C deki Si-Al-O-N faz diyagramı Mandal (1992)

Şekil 3.2'de gösterildiği üzere 1700 °C 'deki bu fazlardan, β-SiAlON 'un oluşumu, β-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>'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, Si<sub>2</sub>N<sub>2</sub>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: Si<sub>2-x</sub>Al<sub>x</sub>O<sub>1-x</sub>N<sub>2-x</sub>'dir ve 0<x<0,2'dir) oksitleyici atmosferlerde oldukça kullanışlıdır.

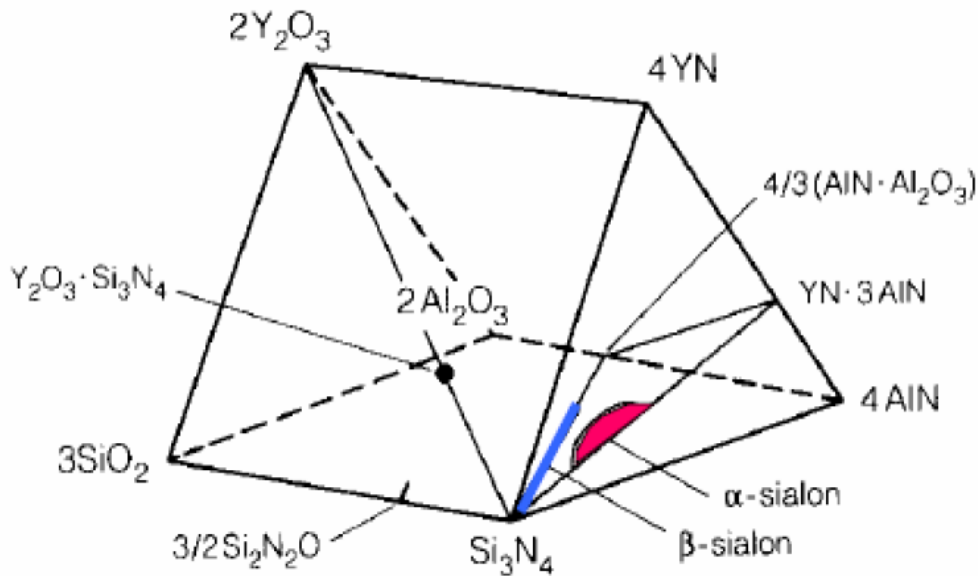
Si-Al-O-N sisteminde AlN kösesine yakın altı önemli faz daha vardır. Bunların yapıları, birbirlerine çok benzemekle beraber, AlN bileşiklerinde sıkça görülen Wurtzite tipindeki yapıdır (Thompson ve ark.). Ramsdell sembolleriyle anılan bu altı faz sırasıyla; 8H, 15R, 12H, 21R ve 2H'dir. Politip fazlar serisi olarak belirtilen bu fazlardan her biri belirli bir katı çözelti aralığı gösterir ve sistemde aynı çizgi

üzerinde sabit metal/metal-dışı oranıyla, yani  $(\text{Si,Al})_m(\text{O,N})_{m+1}$  tipinde ( $4 < m < 9$ ) yer alır.

SiAlON X-fazı "yüksek" ve "düşük" modifikasyonları olarak bulunur. Her biri triklirik 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 .

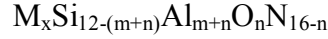
### 3.1.1. $\alpha$ -SiAlON seramikler

$\alpha$ -SiAlON,  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  birim hücresi üzerine kumlu bir katı çözeltilidir. Genel gösterimi M-Si-Al-O-N şeklindedir. Burada M: Mg, Li, Ca, Y, ve Ce 'dan Lu 'ya kadar diğer bütün nadir toprak elementlerini kapsamaktadır.  $\alpha$ -SiAlON 'un birim hücresinde iki atomlar arası boşluk vardır, bu boşluklara ilave atomlar girebilmektedir.  $\alpha$ -SiAlON'un oluşumunda iki türlü yerdeğiştirme mekanizması görülür. İlk yer değiştirme,  $\beta$ -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 (1985).



Şekil 3. 3. Me-Si-Al-O-N sistemini gösteren Janecke prizması Kuşhan ( 2000)

Bu kısmı yer deęiřtirme sonucunda oluřan yk dengesizlięi yapıya giren ve formlde M ile gsterilen katyon ile korunur.  $\alpha$  -SiAlON'un genel forml:



řeklinde dir. Burada x, yapıya ne kadar metal atomunun girdięini m ve n deęerleri ise  $Si_3N_4$  yapısında meydana gelen yer deęiřiminin miktarını belirtir. X deęeri m deęerinin katyonun valansına blnmesi ile elde edilir Kuřhan (2000).

$\alpha$ -SiAlON'da sıvı faz sinterlemesi ile yoęunlařır, ancak  $\alpha$ -SiAlON'un basınçsız sinterlenmesi  $\beta$  -SiAlON'dan daha zordur, ve çoęu zaman sıcak presleme gerektirir.  $\alpha$  -SiAlON' un oluřumu sırasında metal katyonları yapıya girdięinden, sıvı faz miktarında azalma grlr. Bu durum yoęunlařmanın zorluęunun bir sebebidir. Ayrıca bu özellik yksek sıcaklık mekanik özellikleri aısından önemlidir, ancak çok fazla oranda katyon ilavesinde yksek sıcaklık özellikleri oluřan sıvı fazdan dolayı kt ynde etkilenir Kuřhan (2000).

$\alpha$  -SiAlON geleneksel olarak eř eksenli tanelerden oluřur. Bu yapıdan dolayı çubuksu tanelerden oluřan  $\beta$  -SiAlON' a gre daha dřk kırılma tokluęuna sahiptir. te yandan farklı boyuttaki atomlardan oluřtuklarından ısıl iletkenlikleri dřktr. Bu sebepten ısıl Őok dayanımları  $\beta$  -SiAlON' lara gre daha ktdr.

### 3.1.2. $\beta$ -SiAlON seramikler

$\beta$ - $Si_3N_4$  yapısında eřit miktarda Al-O ile Si-N yer deęiřtirmesi sonucu oluřan katkı katı çzeltiye  $\beta$  -SiAlON denilmektedir. Bu yer deęiřtirme sonucu hegzagonal yapı oluřur ve birim hcre boyutu artar. Al ve O 'un  $Si_3N_4$ 'n kristal yapısına girmesi ile kristal kafesi geniřleyerek  $\beta$  -SiAlON yapısı oluřur. Bařlangıta,  $\beta$  -SiAlON'ların  $Si_3N_4$ 'ten bařlangıta  $Al_2O_3$ 'e kadar uzanan bir grup olduęu dřnlmř fakat Lumby ve ark.  $Si_3N_4$  ve  $Al_3O_3N_2$  kompozisyonuna kadar bir grup ierdięini ispatlamıřlardır Gnay (1993).

$\beta$ -SiAlON'lar genel olarak  $Si_{6-z}^{24-4z} Al_z^{3z} O_z^{2z} N_{8-z}^{24-4z}$  ( $0 \leq z \leq 4.2$ ) forml ile gsterilmektedirler. Bu formllerde  $z = 0$  olduęundan yapı  $Si_3N_4$ 'dr. z deęerinin



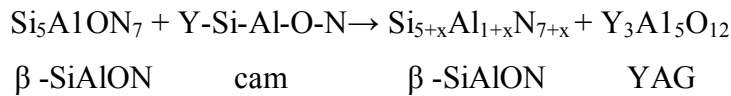
artması ile katı çözeltilerde daha fazla Al ve O bulunur ve latis genişler. Sonuçta yapının yoğunluğu düşer. Sinterlenmiş  $\beta$ -SiAlON'un mikroyapısına bakıldığında iki farklı yapı görülebilmektedir Hayama (1997).

- $\beta$ -SiAlON taneleri + camsı faz,
- $\beta$ -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 Lewis (1983).

Ayrıca tüm katı-katı çözeltilerinde olduğu gibi,  $\beta$ -SiAlON'un buhar basıncı  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>'den daha düşüktür. Bu nedenle sistemde düşük sıcaklıklarda ergiyebilen camsı faz oluşturma eğilimleri  $\beta$ -SiAlON'a göre daha fazladır. Bu özellikle SiAlON seramikler için çok önemli bir avantaj sağlamaktadır Lewis (1983).

$\beta$ -SiAlON yapısında oluşan oksinitrür cam fazı uygulanan ısıl işleme ile kristalin hale dönüştürülmektedir. Camsı fazın kristalle sürmesi ile itriyum alüminyum garnet kristal (YAG) fazı oluşturulmaktadır. Oluşan camsı faz ve kristalin fazın oluşumu aşağıdaki şekilde verilmektedir Ekstrom (1989).



### 3.1.3. $\alpha$ / $\beta$ -SiAlON kompozit seramikler

$\alpha$  ve  $\beta$ -SiAlON seramiklerinin üstün özelliklerini birleştirmek amacıyla  $\alpha/\beta$ -SiAlON kompozitleri geliştirilmiştir,  $\alpha/\beta$ -SiAlON kompozitler  $\alpha$ -SiAlON katı çözeltileri ile  $\beta$ -SiAlON fazı arasındaki bütün kompozisyonlardan oluşan toz karışımının sinterlenmesi ile oluşur.  $\beta$ -SiAlON fazı Si<sub>6-z</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>2</sub>N<sub>8-z</sub> z ≤ 0.8 olduğunda oluşurken,  $\alpha$ -SiAlON fazı ise M<sub>x</sub>Si<sub>12(m+n)</sub>Al<sub>(m+n)</sub>O<sub>n</sub>N<sub>(16-n)</sub> ve x ≈ 0.35 ve n ≤ 1.3 değerlerinde daha kararlıdır,  $\alpha/\beta$ -SiAlON yapısının oluşturulması camsı fazın miktarını

azaltmaktadır.  $\alpha/\beta$ -SiAlON kompozitlerin oluşumu  $\alpha/\beta$  ve N/O oranına ve kararlılığı sağlayan katyona bağlıdır Klemm (1998).

$\alpha/\beta$ -SiAlON kompozitler bileşenlerine göre daha kolay sinterlenirler.  $\alpha/\beta$ -SiAlON kompozitlerin oluşumu için  $\beta$  -SiAlON oluşumundan daha yüksek sıcaklık gerekir. Uzamış  $\beta$ -SiAlON taneleri mukavemet ve kırılma tokluğunu artırırken  $\alpha$  -SiAlON taneleri sertliği belirler.  $\alpha/\beta$ -SiAlON seramiklerin yüksek sıcaklık mukavemetleri oldukça iyidir.  $\alpha$  -SiAlON fazı sadece yüksek sıcaklıklarda kararlıdır ve düşük sıcaklıklarda  $\beta$  -SiAlON veya camsı fazlara dönüşür. Bu dönüşüm küçük yarıçaplı katyon ilavesi ile engellenir bu dönüşümün sonucunda elde edilen ürün mekanik özellikleri belirler Klemm (1998).

Birçok iyi özelliklere rağmen  $\alpha/\beta$ -SiAlON, malzemelerinin 1400°C üzerindeki özelliklerinde sorunlar oluşmaktadır. Sistemdeki tane sınırı fazı sürünme ve oksidasyon davranışlarını etkilemektedir.  $\beta$  -SiAlON yapısında Al-O ve Si-N yer değiştirmesi sonucu  $\alpha$ -SiAlON'da metal oksit ilavesi ile iki büyük boşluğun doldurularak,  $\alpha$ -SiAlON'ların kararlı yapılması ile  $\alpha/\beta$  -SiAlON'lar üretilebilmektedir Klemm (1998).

Değişik kompozisyonlar da malzeme üretiminin sebebi Mandal ve ark. tarafından ~1450°C'den sonraki ısıtma işlemi ile  $\alpha$  -SiAlON  $\rightarrow$   $\beta$  -SiAlON faz dönüşümü ile açıklanmıştır. Bu araştırmacılar özellikle oksijen zengin SiAlON malzemelerinde sinterleme sıcaklığında  $\alpha$ -SiAlON oluştuğunu ve kararlı hale geldiğini 1450°C'deki ısıtma işlemi boyunca artan z değeri ile  $\beta$  -SiAlON 'a dönüştüğünü belirtmişlerdir. Hızlı soğuma ile  $\alpha$ 'ca zengin bir faz oluşurken, yavaş soğuma ile  $\alpha$  içeriğinin azaldığı gözlenmiştir Niihara (1984).

## 3.2. SiAlON Malzemelerin Mekanik Özellikleri

### 3.2.1. Sertlik

Sertlik, ileri teknoloji seramikleri olan kesici uçlarda ve aşındırıcılarda malzeme seçiminde en önemli kriteri oluşturmaktadır. Sertlik plastik de formasyonla, yani sertlik cihazının ucunun malzeme üzerinde bıraktığı izin alanıyla ters orantılıdır. Bu

da, uygulanan gerilime paralel bir dislokasyon hareketi direnci olmasından kaynaklanmaktadır. Bundan dolayı, direnci ne kadar arttırırsak, uca verilen yükten etkilenen hacmi o kadar azaltabiliriz ve sertliği arttırırız. Silisyum nitrür bazlı seramiklerin sertlikleri üretim teknikleriyle değişmektedir. CVD(Kimyasal buhar çöktürme) yöntemiyle hazırlanmış saf, yoğun  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  malzemesinin ölçülen sertliği 100g yükte ve oda sıcaklığında  $3000\text{-}4000 \text{ kg/mm}^2$ 'dir Niihara (1984).

$\text{SiAlON}$  seramiklerinin sertliği, faz içeriklerine ve mikroyapıya (porozite, tane büyüklüğü, dağılımı, ikincil faz vs.) bağlıdır. Sahip oldukları kristal yapı nedeni ile  $\text{SiAlON}$  seramikleri içinde  $\alpha$ - $\text{SiAlON}$   $\beta$ - $\text{SiAlON}$ 'a göre daha sert polimorfik fonudur. Tane sınırı fazı içermeyen, yoğun, çok kristalli tek faz  $\beta$ - $\text{SiAlON}$  seramiklerinde oda sıcaklığındaki sertlik formüldeki ( $\text{Si}_{6-z}\text{Al}_z\text{O}_z\text{N}_{8-z}$ ) artan z değeriyle azalmaktadır.  $\alpha$ - $\text{SiAlON}$  seramiklerinde ise sıcak presleme ile hazırlanmış numunelerin ise sertlikleri  $\text{Hv}10$  değerinde  $1800\text{-}1900 \text{ kg/mm}^2$  olarak belirlenir. Bu değer yaklaşık olarak  $\text{M}_x\text{Si}_{3-(3x+n)}\text{O}_n\text{N}_{4-n}$  formülündeki x değerinin  $0,08 \leq x \leq 0,25$  aralığında yaklaşık olarak sabittir.

Sertliği belirleyen, c eksenine doğru dislokasyon hareketi ile ilgili olan Burgers vektörü ile belirlendiği için malzemede  $\alpha$ - $\text{SiAlON}$  miktarının artmasıyla sertlik de artmaktadır. Dolayısıyla yüksek sertlik gereken uygulamalar için ya sadece  $\alpha$  -  $\text{SiAlON}$  ya da  $\alpha/\beta$ - $\text{SiAlON}$  seramikleri tercih edilmektedir. Çünkü  $\alpha/\beta$ - $\text{SiAlON}$  seramiklerinde de  $\beta$  - $\text{SiAlON}$ 'a kıyasla ortalama burgers vektörü daha büyüktür.

### 3.2.2. Kırılma tokluğu

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

Düşük sıcaklıklarda  $\text{Si}_3\text{N}_4$  bazlı seramikler kırılğan yapıya sahiptirler ve kırılmaya sebebiyet verecek hataların oluşturduğu çatlakların ilerlemesi çok hızlı olur. Çatlak ilerlemesine karşı göstermiş oldukları direnç malzemenin  $K_{Ic}$ 'dir. Bundan dolayı ilen

teknoloji seramiklerinde yüksek kırılma tokluğu, bu seramiklerin kırılma yapıları problemini aşmak için şarttır Faber (1984).

Lange ve ark.ları 1973' te yüksek uzunluk ve en oranlarında ( anizotropik tane) yüksek kırılma tokluğu değerlerine ulaşıldığını belirtmişlerdir.  $Si_3N_4$  tozunun artışıyla doğru orantı gösterir.

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

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

Çatlağın yön değiştirmesi, çatlak ilerlerken, yönü uygulanan gerilmenin yönüne doğru değıştikçe, çatlağın ilerlemesi zorlaşır.  $Si_3N_4$  bazlı seramiklerde uzamış  $\beta$ - $Si_3N_4$  tanelerinin varlığı, çatlağın yönünü değıştirebildiğinden dolayı, kırılma tokluğunu arttırır.

### 3.2.3. Sürünme direnci

Yüksek sıcaklıklarda zamana bağlı sürünme deformasyonu ve sürünme kopması malzemelerin uygulanan yüke karşı dayanımlarında en etkili faktörlerdendir. SiAlON seramiklerinin sürünmesi arada camsı fazın akışkanlığıyla kontrol edilir. Sürünme davranışı üç basamakta gerçekleşir.

Bunlar:

1.) Birincil sürünme veya geçiş sürünmesi: Viskoelastik olarak düzeltilebilir bir bileşendir. Akıcı tane sınırlarının hareketiyle elastik deformasyon oluşur.

2.) Tane sınırları difüzyonu veya Coble sürünmesi: Az miktardaki camsı tane sınırlarının varlığıyla difüzyon artar. Bu süreç uygulanan gerinim, kırılma sınırının altındaysa uzun zaman aralıklarında devam eder.

3.) Üçüncül sürünme: Camsı fazın bulunduğu tane aralarının kanallarında yüksek gerilmelerden ve/veya sıcaklıklardan kaynaklanan tane sınırı kaymaları sırasında, porozitelerin oluşmasıdır.

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

### 3.2.4. Oksidasyon

$Si_3N_4$  malzemeleri, kullanıldığı pek çok uygulamada, genellikle oksitleyici şartlarda, çok yüksek sıcaklıklara (kayma yüzeyleri de çok yüksek bölgesel sıcaklıklar doğurabilir) maruz kalma durumundadır.  $Si_3N_4$ , oksidasyon açısından termodinamik olarak kararsızdır ancak bu, nitrür yüzeye oksijen taşınımının engelleyici oksit tabakasıyla oksidasyona karşı 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 Riley (2000).

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  $486 \text{ kJmol}^{-1}$ '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 ( $Si_2N_2O$ )'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  $CO_2$  yada  $H_2O$  gibi oksijen

içerikli numunelerin içerilmesi durumunda redükleyici şartlar altında kullanıldığında ortaya çıkmaktadır.

### 3.3. Silisyum Nitrür Esaslı (Sialon, $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) Seramiklerinin Kullanım Alanları

Silisyum nitrür ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ), oksit dışı nitrür seramikler içerisinde yer alan üstün mekanik ve termo-mekanik özellikleri olan bir teknolojik seramik malzemedir. Sahip olduğu sertlik, aşınma direnci, düşük ısıl genişleme katsayısından dolayı mükemmel ısıl şok direnci gibi özelliklerinden dolayı özellikle yüksek sıcaklıklarda yüksek performans gerektiren uygulamalar için aranan bir malzeme konumundadır.  $\text{Si}_3\text{N}_4$  esaslı seramikler demir dışı metaller tarafından kolayca ıslatılamazlar. Bu nedenle endüstride çok faydalı bir refrakter olarak alüminyum endüstrisinde, çeşitli tüplerin ve termokulp kılıflarının imalatında kullanılmaktadır. Yüksek sıcaklıklardaki uygulamalar için demir çelik sektöründe belli alanlarda kullanılmaktadır. Alüminyum dökümünde, alüminyum ile temas eden yerlerde kullanılabilir Arik (1996).

$\text{Si}_3\text{N}_4$ , son 20–25 yıldır üzerinde en fazla araştırma yapılan malzemelerden biridir. Tablo 3.1’de uygulama alanları görülmektedir. 1971 yılında A.B.D. savunma bakanlığı tarafından geliştirilmesi istenen seramik motor programı için yukarıda belirtilen özellikleri nedeni ile uygun malzeme olarak seçilmiştir. Çalışmaların önemli bir kısmı, silisyum nitrür valfler, aşınma tamponları, piston pimleri, turbo-charger pervaneleri üzerinde yoğunlaşmıştır. Dizel motorlarda yoğun  $\text{Si}_3\text{N}_4$  esaslı seramik malzemeler fazla aşınmaya maruz kalan klasik çelik parçaların yerini almaya başlamıştır. Motorda düşük ısı kaybı için silindir gömleği ve piston başlığı gibi alanlarda denemeleri aktif olarak devam etmektedir. Yüksek performans gerektiren türbin kanatlarında düşük sürtünme katsayısından dolayı bilyeli rulmanlarda kullanılmaya başlanmıştır. Metal işleme bileşenlerinde, tel çekme hadde makaraları, takım uçları, demir dışı ve kompozit malzemelerin işlenmesinde ve metal ergitme parçaları olarak kullanılmaktadır. Ayrıca ısı kalkan plakaları ve ısı izoleli seramik tuğlalarda da kullanım alanı bulunmaktadır.

Tablo 3. 1. Silisyum nitrür bazlı ( $\text{SiAlON}$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) seramiklerinin uygulama alanları

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.

$\beta$ - $\text{SiAlON}$ 'ların en başarılı uygulaması, yüksek sertlik, mukavemet, aşınma direnci, termal şok direnci ve termal stabilitesi nedeniyle metallerin işlenmesinde kullanılan kesici uçlardır. Refrakter endüstrisinde yüksek sıcaklıkta çeşitli korozif ortamlara dayanıklı ve termal kararlılıkları yüksek malzemelere olan ihtiyacın artması, ergimiş demir ve demir dışı esaslı metallerle dirençli ve termal şok direnci oksit seramiklere nazaran çok daha yüksek olan  $\beta$ - $\text{SiAlON}$ 'ların refrakter malzeme olarak geliştirilmesine ve kullanımına neden olmuştur.  $\text{SiAlON}$ 'lar çelik dahil birçok ergimiş metale karşı dirençlidirler. Fakat cürüflardan etkilenirler.  $\text{SiAlON}$ 'lar döküm ve metal püskürtme işlemlerinde kullanılan döküm kalıbı ve vakum kalıbı altında yapılan hassas dökümlerde kullanılan potaların üretiminde kullanılırlar.

### 3.3.1. Gaz türbinleri

Son zamanlarda, seramikler, metallerin verimli şekilde kullanılmadığı yüksek sürtünme, korozif artanlar, yüksek sıcaklıklar, elektrik izolasyonu gibi özel alanları içeren uygulamalar sınırlıydı. Bununla birlikte son zamanlarda yapılan gelişmeler ham malzemelerin safiyetindeki ve toz preslerindeki daha önce uygun olmayan alanlarda silisyum nitrür gibi seramiklerin kullanımına imkan olmuştur. Gaz türbinlerindeki araştırmanın temel vurguları silisyum nitrürün otomobillerde kullanımına yönlendirilmiştir. Bunun birkaç sebebi vardır:

- Daha yüksek verimlilik, gelişmiş yakıt tasarruf ve daha düşük emisyonlar daha yüksek çalışma sıcaklıklarında çalışma, soğutma sistemlerinin kaldırılması ve daha az yakıt kullanımıyla başarılabilir.
- Daha düşük termal genleşme katsayısı daha düşük toleranslara ve daha yüksek verimliliklere imkan verir.
- Düşük sürtünme katsayısı ve yüksek sertlik aşınma direncini ve ömrünü arttırır.
- Kobalt, krom, nikel ve tungsten gibi stratejik malzemelerin kullanımı, bol bulunan seramik ham maddelerinin kullanılmasıyla çözülür
- Yüksek korozyon direnci koruyucu kaplama ihtiyacını ortadan kaldırır.

Bu avantajlar, düşük elastikle, düşük kırılma tokluğu kalite kontrol ve yükleme şokuna duyarlı hassas problemleriyle dengelenir. Üstelik seramiklerin mevcut prosesler, üretim ve işleme maliyetleri yüksektir. Kompleks şekil üretimi ve ürünün yeniden üretimi zordur. Bu dezavantajlara rağmen, 1970'lerde değişen çevresel ve ekonomik şartlara rağmen seramik gaz türbin motorunun uygunluk çalışmalarının hala haklı olduğunu düşündürmektedir.

Silisyum nitrür, gaz türbinlerindeki termal ve mekanik gereksinimlerin çoğuyla başa çıkabilmektedir. Gaz türbin motor parçaları olarak kullanılmasında yapılan performans testleri önemli sonuçlar vermektedir. Bununla birlikte, silisyum nitrürün gerçek türbin motorlarında kullanımı biraz sınırlıdır. 1980'de Garrett Corporation, %7 yakıt harcamasında düşüş sağlayan aynı zamanda %30 güç artışı sergileyen 100 seramik parçayı içeren iyileştirilmiş Garrett T76 motoru üretmişlerdir. 1982'de United Turbin, sıcak preslenmiş silisyum nitrür seramik türbin çarkı yolda başarıyla çalıştırıldı. Benzer testleri Daimler Benz şirketi de rapor etmiştir.

Bu çalışmalar seramik gaz türbinlerinin uygunluğunu göstermesine rağmen o tarihlerde hemen uygulanması pek olası değildi. Daimler Benz firması ticari otomobillerde seramik gaz türbinlerinin kullanımı için ilk hedef olarak 1990'ları göstermişti.

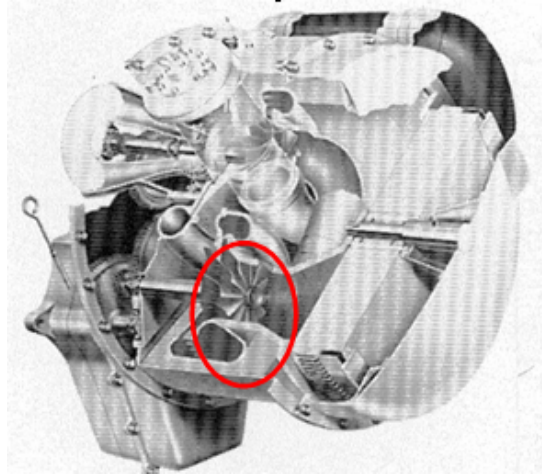
Bir malzemenin gaz türbin motorlarında ticari anlamda kullanıma başlamadan önce yüksek güvenilirli sağlaması ve yenisinin üretilebilirliği gibi özellikleri sağlaması



gerekir. Bu da mekanik ve termal gerilimler altında minimum hasar riskiyle parçaların üretimine imkan tanıyan bir proses ve gelişmiş malzemeleri gerektirir.

### 3.3.2. Dizel Motorlar

Piston motorlarında silisyum nitrürün kullanımı uzun zamandır düşünülmeye rağmen nispeten son zamanlara doğru geliştirilmiştir. 1977'den sonra Cummins/TACOM adiabetic Motor Programı çalışmaları sonucunda yapılan yayınlar dizel motorlarda seramiklerin kullanımlarının uygunluğunu açıkça göstermiştir. Silisyum nitrür seramiklerinin piston başları, valfler, silindirler sıcak pleytler, piston motorlardaki manifoldlarda kullanım ihtiyacı gaz türbinlerinde kullanım durumunda daha az zorunlu olmakla birlikte sunduğu avantajlar sebebiyle tercih edilebilme potansiyeline sahiptir. Silisyum nitrür ve SiAlON seramiklerinin değişik alanlarda kullanımı üzerine araştırma ve geliştirmeler hızlı bir şekilde devam etmektedir. Şekil 3.4'te SiAlON Seramiğinden yapılmış turbo motor pervanesi görülmektedir.



Şekil 3. 4. SiAlON Seramiğinden yapılmış turbo motor pervanesi

Yaygın kullanılan dizeller, %30-35 arasında termal verimliliğe sahiptir. Fakat aslında adiabetic dizellerin teorik verimliliği %48 olarak tahmin edilmiştir. Yanma sırasındaki enerjinin yarısından fazlasının soğuma sırasında ve egzoz gazlarının 600-700 C çıkması sebebiyle enerji kayıpları oluşmaktadır.

Silisyum nitrür izolasyon yanma odasından oluşan adiabatik ısı motorlarının konsepti, su ve hava soğutma sistemleri ortadan kaldırmak ve egzoz borularını izole ederek ısı kayıplarını minimize etmektir. Silisyum nitrürün çok düşük termal genişleme katsayısına sahip olması sebebiyle piston ve silindir arasındaki açıklık piston ringlerinin kullanımını ortadan kaldıracak kadar yeterince küçük olabilir. Mevcut kullanılan yağlar ve yağlayıcılar bu motorların daha yüksek çalışma sıcaklıklarında yetersiz olacağı için bu özellik önemli bir avantajdır.

- 1) Su/hava soğutma sistemlerinin ve ilave yağ soğutma sistemlerinin ortadan kaldırılması sebebiyle termal verimlilik gelişir.
- 2) Turbo bileşikler ve gelişmiş termal verimlilik sayesinde yakıt harcaması azalır
- 3) Motor ağırlığı ve ebadı azalır
- 4) Daha düşük sıkıştırma oranı kullanılabilir
- 5) Daha küçük parçalar, tamir ve bakım ihtiyacını azaltır
- 6) Gürültü seviyeleri düşür
- 7) Farklı türde yakıt kullanılabilir
- 8) Beyaz duman, koku ve partikül emisyonu azalır

### 3.3.3. Rulmanlar ve Contalar

Metal rulmanların kontrol edilmesi zor problemlerinden biri sıcaklığın artışıyla sertlik düşüşüdür. Rulmanların kabul edilebilir sertlik alt sınırı 55 HRC (595HV) Bisson (1964). Geleneksel rulman çelikler (SAE 52100 gibi) 240C'deki bu gereksinimi karşılamakta başarısızdır. Takım çelikleri ve Ni/ Co/ Cr süper alaşımlar 540C'ye kadar kullanılabilir. Diğer önemli problem ise ani bölgesel ergime, oksidasyon, uygun yağlayıcı eksikliğidir. Önceden seramik malzemeler, kırılabilirlikleri sebebiyle rulman alanında küçük uygulama alanına sahiptir Gugel (1974). Günümüzde ise birçok önemli avantajlarından dolayı kullanım alanı yaygınlaşmaya başlamıştır. Şekil 3.5'te çeşitli rulmanlar, contalar ve aşındırıcı bilyeler görülmektedir.



Çeşitli rulmanlar ve contalar



Seramik Bilyeler

Şekil 3. 5. SiAlON seramiklerinden yapılmış çeşitli rulmanlar ve aşındırıcı bilyeler

### 3.3.4. Talaşlı İşleme Takımları

Kesici takım malzemelerinin gelişimi 80'lerde oldukça hızla olmuştur. Bunun temel sebebi metal kesme teknolojilerindeki gereksinimlerin artışı, proses ve malzemedeki gelişmelerdir Harkins (1982). İşleme makinelerindeki daha yüksek mil ve tabla hızları ve bilgisayar kontrolü sıklıkla özel kesme hızları ve takım malzemeleri ihtiyacını doğurur. Birçok seramik ve seramik temelli takım malzemeleri vardır Burden (1982).  $\beta$ -SiAlON, silisyum nitrür, tungsten karbür, titanyum karbür, alümina, alümina - titanyum karbür en kullanılan takımlardan bazılarıdır.

### 3.3.5. Silisyum Nitrür İşleme Takımlarının Kullanmanın Avantajları

- 1) Yüksek kesme hızları ve bunun sonucunda kısalan işleme süreleri
- 2) Yüksek talaş kaldırma oranları
- 3) Daha uzun takım ömrü
- 4) Yüksek sıcaklıklarda mukavemetini koruması
- 5) Kimyasal inertliği
- 6) Daha yüksek aşınma direnci oranlarından kaynaklanan gelişmiş boyut kontrolü
- 7) Daha hassas yüzey işleme kabiliyeti
- 8) Isıl işleme sertleştirilmiş malzemeleri işleme kabiliyeti

Yüksek sıcaklıklarda ve sıcaklık artış/azalışları, yüksek stresler, erozyon ve korozyon şartlarında bir kesici takımın görevini yerine getirebilmesi için bir malzemenin sert ve kimyasal olarak inert olan güçlü bir malzeme olması gerekir. Bir takım kırılma, aşınma ve deformasyon direncine sahip olmalıdır. Çapraz kırılma mukavemeti, sertliğin bir fonksiyonu olarak tipik işleme malzemelerinin dağılımını göstermektedir.

Silisyum nitrür bazlı seramikler, yüksek sertlik kimyasal inertlik ve termal ve mekanik şok direnci sebebiyle uygulanabilir bir işleme malzemesidir. Bu özelliklerden ötürü silisyum nitrür ve  $\beta$ -SiAlON kesici takımlar başarıyla pazarlanmaktadır. Sıcak preslenmiş silisyum nitrür, yaklaşık 1200°C'ye kadar mukavemetini önemli bir şekilde kaybetmez Messier (1981). Şekil 3.6'da çok sayıda kesici takım malzemesi ve metallerin nispi verimlilikleri gösterilmektedir. Bu şekilde görüldüğü gibi elmas ve tungsten karbürün yaklaşık 700°C uygulama sıcaklığı sınırı vardır. Kübük bor nitrür ise 1000°C'ye kadar verimlidir. Bu şekilde gösterilememesine rağmen alümina ve alümina-titanyum karbürde kübük bor nitrüre yakın sıcaklık sınırlamalarına sahiptir. Fakat bu malzemelerin kübük bor nitrürden farklı olarak zayıf termal ve mekanik şok dirençleri olduğu bilinmektedir. Üstelik alümina bazlı takımlar reaktif metallerin işlenmesinde tavsiye edilmezler Burden (1982).



Sialon - SX5 Grade



SX9 Sialon Grade

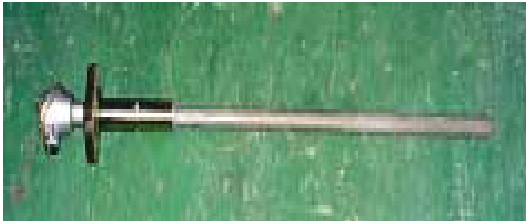
Şekil 3. 6. Havacılık malzemelerinin artan aşınma direnciyle yüksek hızlı işlenmesi için yeni bir SiAlON sınıfı olan SX5 ve SX9

### 3.3.6. Refrakterler

Silisyum nitrür, birkaç özelliğinden dolayı önemli bir potansiyel refrakter malzemedir. Bu özellikler:

- a) Yüksek çözünürlük sıcaklığı
- b) İyi oksidasyon direnci(yüzeyde silikanın oluşturduğu pasif tabaka sebebiyle)
- c) Mükemmel termal şok direnci ( $\Delta T_c=1000^\circ\text{C}$ ;  $\alpha= 3 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ ) Anzai (1977) Katz (1980) dir.

TYK firması üretimi termokopul kılıfları yüksek sıcaklık uygulamalarının tümünde mevcut kullanılmakta olan grafit esaslı kılıflara göre çok daha yüksek performans göstermekte ve kararlı yapıları sayesinde doğru ölçümler yapılmasını sağlamaktadırlar. (Şekil 3.7). SiAlON, granür yapılı, geçirgen olmayan teknik mühendislik malzemeleridir ve  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ve  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 'ün özel bir birleşiminden oluşur. SiAlON, demir dışı ergimiş metalle de mükemmel temas özelliğine sahiptir. Yüksek termal şok direnci ve fiziksel mukavemeti ile alüminyum ve benzeri demir dışı metaller tarafından ısıtılmaz ya da aşındırılmaz.



(a) S-tipi(düz) termokuple kılıfı



(b)L-tipi(sağa açılı) termokuple kılıfı

Şekil 3. 7. Alüminyum endüstrisinde refrakter malzeme olarak çeşitli tüplerin ve termokupların kılıf malzemesi olarak SiAlON kullanılmıştır

## **BÖLÜM 4. SiAlON SERAMİKLERİN SİNERLENMESİNDE KATKI MADDELERİNİN ROLÜ**

Silisyum nitrür güçlü kovalent bağı olması sebebiyle yüzeyden sinterlenmesi latis difüzyonu ve tane sınırı difüzyonu ile malzeme taşınımı gerçekleşmesi zordur. Silisyum nitrür güçlü kovalent bağı nedeniyle düşük difüzyon katsayısı demektir. Bu nedenle sinterleme başlaması için yüksek sıcaklıklara çıkılması gerekmektedir. Sinterleme sıcaklığı difüzyon oluşacak kadar yükseldiğinde ise silisyum nitrürün yapısı bozunmaya başladığından 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 sinterlenmesin deki temel amaç, difüzyon katsayısını çok düşük olmasından dolayı kütle taşınımının, bu sinterleme katkıları ve yüzey silikasından oluşan sıvı fazla gerçekleştirilmesine imkân tanımak ve böylece sinterlenmeyi sağlamaktır Kuşhan (2006).

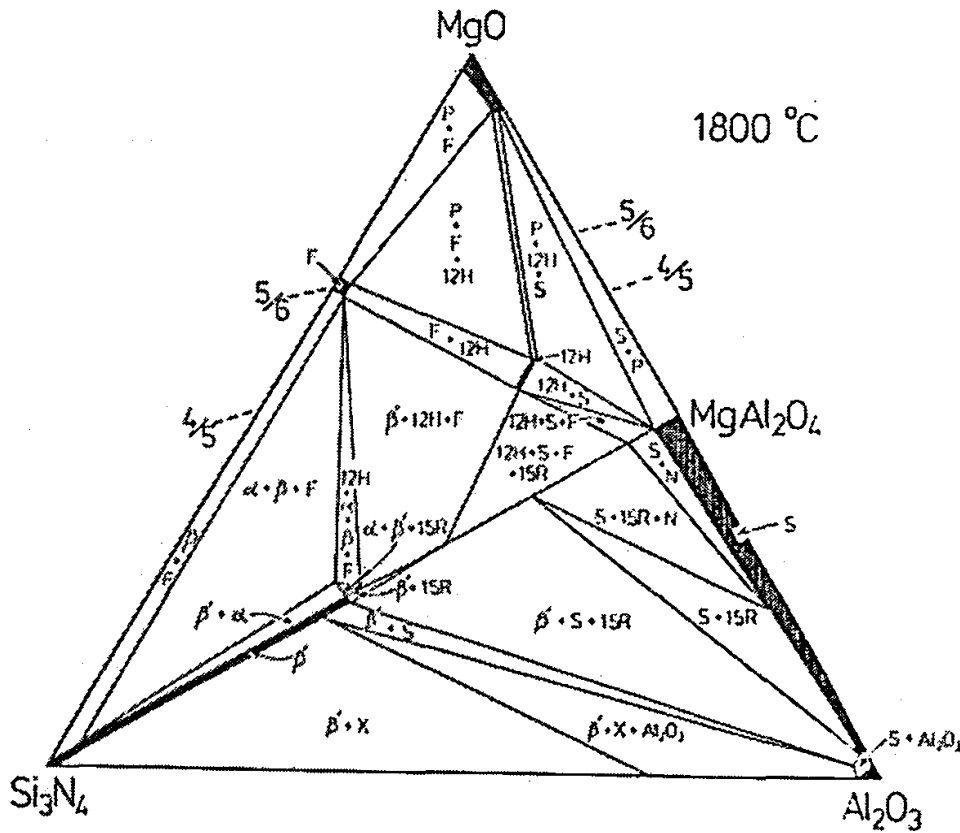
### **4.1. Metal Oksit Katkılı SiAlON Sistemleri**

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  $\alpha$ - ve  $\beta$ -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  $\text{Nd}_2\text{O}_3$  veya  $\text{CeO}_2$  daha çok kullanımı arttırılmaya çalışılan oksit grubudur Kurama (2003).

#### 4.1.1. Mg-Si-Al-O-N sistemi

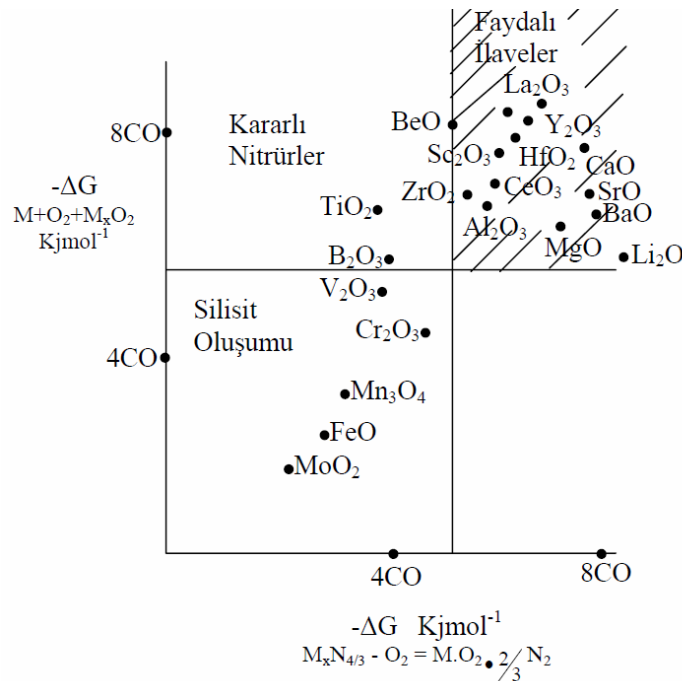
İlk çalışmalar, magnezyum spinel,  $\text{MgAl}_2\text{O}_4$ , ve ya eşit mol oranlarında  $\text{MgO}$  ve  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 'ün  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ile reaksiyonu sonucunda M/X oranı 3/4 olan  $\beta$ -Mg-SiAlON'un oluşturduğunu göstermiştir. Ancak, daha sonraki çalışmalar ışığında bu sonuçlar tekrar gözden geçirilmiştir. Örneğin, daha önceleri "Y" ve "Q" olarak tanımlanan fazların 15R ve 12H politipleri olduğu bulunmuştur. Şekil 3.3'te görülen Jänecke prizmasında  $\text{Y}_2\text{O}_3$  yerine katkı maddesi olarak  $\text{MgO}$  konulduğunda oluşacak faz diyagramının üç bileşenli  $\text{MgO-Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$  bölümü Şekil 4.1'de verilmektedir. Faz diyagramında  $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-MgAl}_2\text{O}_4$  çizgisi üzerinde oluşan  $\beta$ -SiAlON fazının yanı sıra,  $\alpha$ -SiAlON, X, 12H, 15R ve azot spinel fazları da görülmektedir Hendry (1975).



Şekil 4. 1. 1800 C Mg-Si-Al-O-N sisteminin  $\text{MgO-Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$  görüntüsü Jack (1976)

#### 4.1.2. Y-Si-Al-O-N sistemi

$\text{Si}_3\text{N}_4$ 'ün MgO katkısı ile sıcak preslenmesinde tane sınırlarında oluşan magnezyum silisyum oksinitrür camının ergime sıcaklığına bağlı olarak yüksek sıcaklıkta mukavemet ve sürünme direnci kötüleşmektedir, Gazza (1973) magnezyum yerine itriyum kullanarak daha refrakter bir tane sınır fazının oluşacağını göstermiştir.  $\text{Y}_2\text{O}_3$ - $\text{SiO}_2$  sisteminde minimum sıvı sıcaklığı  $1660^\circ\text{C}$ 'dir. % 5'e kadar  $\text{Y}_2\text{O}_3$  ilavesi ile itriyum silikatlar oluşurken, % 15  $\text{Y}_2\text{O}_3$  ilavesi ile  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'ün yüzeyindeki tüm  $\text{SiO}_2$  reaksiyona sokularak yüksek sıcaklık mukavemeti geliştirilmiştir. Tek başına  $\text{Y}_2\text{O}_3$ 'ün katkı maddesi olarak kullanıldığı çalışmalar Newcastle grubu tarafından yapılarak Y-Si-O-N ve Y-SiAlON sistemleri hakkında geniş bilgi elde edilmiştir Mitomo (1976). Tamamen yoğun bir malzeme eldesi, basınçsız sinterleme veya sıcak presleme yöntemlerinden biri ile MgO, CaO,  $\text{Ln}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Ga}_2\text{O}_3$ , BeO  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ve  $\text{Y}_2\text{O}_3$  kullanılarak yapılmaktadır (Şekil 4.2).



Şekil 4. 2. Silisyum nitrür bazlı seramiklerde kullanılacak katkı maddeleri Harkins (1982)

Hampshire ve ark. 1985 yılında, metal katyonların viskoziteye etkilerini %28 eşdeğer M (M=Mg,Ca,Y,Nd). %56 eşdeğer Si. %16 eşdeğer Al. %82 eşdeğer N kompozisyonuna sahip cam kullanarak ortaya çıkarmışlardır. Sonuç olarak,



950°C'nin üzerinde itriyum SiAlON camının viskozitesinin büyüklük olarak neodmiyum SiAlON camının viskozitesinden bir kat, kalsiyum camından 2,5 kat yüksek viskozitede olduğunu ve son olarak da, magnezyum SiAlON camının viskozite büyüklüğünden 4 kat fazla olduğunu bulmuşlardır. Bu yazarlar ayrıca, cam geçiş sıcaklığı, TG'nin de aynı dizilimle yani Y>Nd>Ca>Mg olarak değiştiğini göstermişlerdir. Hampshire ve Patel yapmış oldukları çalışmalarla, %4 yüzey silikası ihtiva eden silisyum nitrürle değişik metal oksitleri karıştırıp, sıvı faz oluşum başlangıç sıcaklıklarını gözlemlemişlerdir. Bunun sonucunda, (Y,Ln)<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-SiO<sub>2</sub> sisteminin ötektik sıcaklığının (Te) diğer Metal oksit-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-SiO<sub>2</sub> sistemlerinden daha yüksek olduğunu göstermişlerdir. Tablo 4.1'de %5 metal oksit ilavesiyle yoğunlaştırılmış silisyum nitrürler için sıvı faz oluşum sıcaklıkları verilmiştir Hampshire (1981).

Tablo 4. 1. %5 metal oksit ilavesiyle yoğunlaştırılmış silisyum nitrürler için sıvı faz oluşum sıcaklıkları Hampshire (1985)

İlave Oksitler	Sıvı Oluşum Sıcaklığı (°C)
Li <sub>2</sub> O	1050
MgO	1390
CaO	1485
La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1480
CeO <sub>2</sub>	1470
Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1460
Sm <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1370
Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1510
Dy <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1500
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1500
Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1460

#### 4.2. Yeni Bir Katkı Malzemesi Olarak Florürün Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Bazlı Seramiklerin Sinterlenmesine Etkisi

Silisyum nitrürün sinterlenmesin de en çok kullanılan katkıları Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaO gibi oksitlerdir. Bununla birlikte yakın zamanda çalışmaya başlanan katkı olarak florlu bileşiklerin kullanılmasının da β-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>'de de sinterlemeyi kolaylaştırıcı,

ve sinterleme sıcaklığını aşağı çekici bir etki yapacağı düşünülmektedir. Literatürde bu tezi destekleyen bazı çalışmalar görülmüştür. Hanifi ve ark. yaptığı çalışmada oksinitrür yapısına florür katkısı yapıldığında florürün ergime noktasını düşürdüğü ve azotun oluşan sıvı faz içerisindeki çözünürlüğünü de arttırdığı rapor edilmiştir. Ayrıca florürün alümino silikat yapı içerisinde hem Al'a hem de Si'a bağlanabildiği ayrıca oksijeninde yerini alabildiği ve böylece şebeke yapısının kararlılığını düşürdüğü belirtilmiştir Hanifi (2007).

Oksinitrür camlar silikat sistemlerinde oluşmakta olup 1600°C'nin altında sıvıdır ve silisyum nitrür ayrışma olmaksızın çözünebilir. Bağlar arası bağlantı yoğunluğunun artışı sebebiyle nitrojen bu camların geçiş sıcaklığını, sertliği, elastik modülü ve kırılma tokluğunu arttırırken termal genişleme katsayısını azaltır. Aynı zamanda nitrojen ergime sıcaklığını aşağı çekerken eriyiğin viskositesini arttırır.

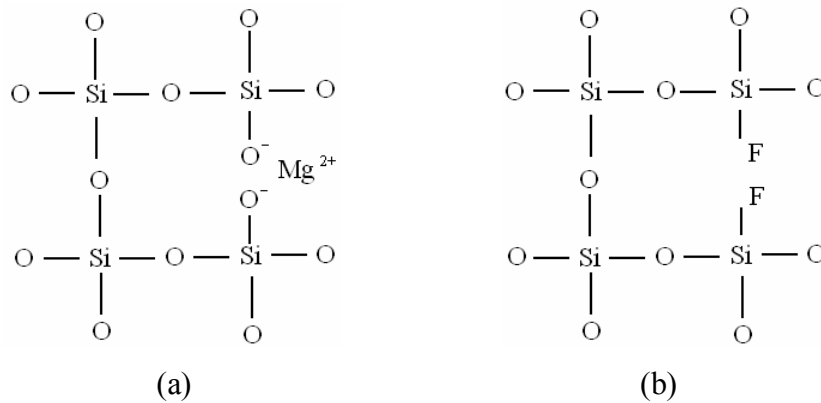
Bu camlarda alüminyumun rolü cam oluşum kompozisyon aralığını genişletici, ergime sıcaklığını düşürücü, nitrojen çözünürlüğünü arttırıcı olarak bilinir. Bununla birlikte yalnızca birkaç atomik yüzde miktarında faz ayrışmasını sınırladığı gözlenmiştir. Ca ilavesiyle birlikte viskosite yeterli miktarda düşer öyle ki silisyum nitrür veya diğer nitrür kaynakları ayrışma olmaksızın çözünebilir Hanifi (2007).

Stuart ve ark. florür içeren oksinitrür ilavesiyle oluşan oksifloronitrür sıvısının içerisinde silisyum nitrürün ayrışma olmaksızın çözünebildiği kaydedilmiştir. Florürün oksinitrür yapısına girdiğinde hem Al hem de Si bağlanarak oksijenin yerine geçerek bağ koparıcı bir etki gösterdiği böylece daha kararsız olan bu yapının daha düşük sıcaklıkta ergiyebildiği belirtilmiştir Stuart (2007).

Konuyla ilgili yapılan bir çalışmada  $Si_3N_4$ ,  $SiO_2$ ,  $Al_2O_3$ ,  $AlN$ , or  $Y_2O_3$  tozları ve florür kaynağı olarak  $AlF_3$  ve topaz  $(Al_2SiO_4(F,OH)_2)$ 'ın kullanılarak SiAlON'un 1500–1800°C'de sıcak izostatik preste sinterlemesi çalışılmıştır. HİP(sıcak izostatik pres) cihazında basınç ve sıcaklık şartlarında yapılan sinterleme sonucunda bu sıcaklık değerlerinde çok az miktarda müllitle birlikte  $\beta$ -SiAlON elde edilebilmiştir. Bununla birlikte Florün SiAlON'un yapısına değil camsı fazın içine girdiğini ve Florür katkısının çubuksu yapıya sahip  $\beta$ -SiAlON tanelerinin aspekt oranını artmasını destekleyici bir etkisi de rapor edilmiştir Shimada (2001).

Bu çalışmada sıvı faz oluşturucu katkı olarak Mg-Si-Al-O-F sistemlerinde oksifloronitrür camlarının oluşturulması hedeflenmektedir. Silikat camlarda, Si daima tetrahedral olarak 4 oksijen atomuyla koordinelidir ve cam yapısının temelini oluşturur. Bu yüzden şebeke yapıcıdır. Cam yapısında şebeke modifiye edicileri silisyumdan daha büyük katyonlardır ve daha küçük yükler taşırlar ( $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Pb}^{2+}$  gibi).  $\text{SiO}_4$  yapısına girince doğrudan oksijenle kovalent bağ oluşturmazlar. Ağ modifiye edicileri Si-O-Si arasındaki köprüyü kırarlar. Ağ modifiye ediciler-oksitlerin birleşiminin etkisi, cam geçiş sıcaklığının azalması ergime sıcaklığının azalması ve camın viskozitesinin azalması şeklinde olacaktır. Ayrıca, çözünürlük, hacim, termal genleşme katsayısı artacaktır. Mg-Si-Al-O-F sistemlerinde MgO katkının silikat yapıdaki rolü Şekil 4.3 (a)'da görülmektedir Stanton (2001) Hill (1999).

Silikat camlarda florürün yapısal rolü ise Şekil 4.3 (b)'de görülmektedir. Şekilde de görülebileceği gibi 2 F- iyonu ile 1  $\text{O}^{2-}$  yer değiştirebilir. Buda camın şebeke yapısını önemli şekilde bozmaktadır ve  $\text{Mg}^{2+}$  gibi şebeke modifiye edici katyonlarınkine benzer etkilere sahiptir Rabinovitch (1983) Maeda (1998).



Şekil 4. 3. Silikat camlarda; (a) Mg<sup>2+</sup>'un yapısal rolü (b) şebeke modifiye edici olarak F<sub>2</sub><sup>-</sup>'ün yapısal rolü

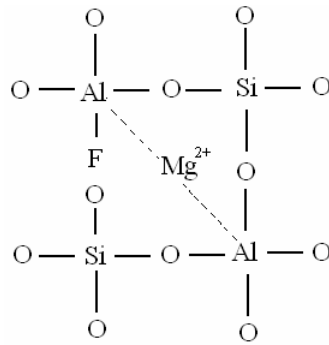
Silikat camlarda florür genel olarak üç şekilde sınıflandırılabilir;

- Mg<sup>2+</sup> veya Ca<sup>2+</sup> gibi modifiye edici katyonlarla kombine olur,
- Şebeke modifiye edici olarak,

c) Serbest florür iyonu olarak bulunur.

Florürün davranışı, camdaki modifiye edici oksitlerin içeriğine bağlıdır. Düşük modifiye edici içeriğinde, florür iyonları silisyum atomlarıyla kombine olur. Bununla birlikte, yüksek oksit içeriğinde ise florür daha çok serbest halde bulunma eğilimindedir. Bu yüzden, bu camlarda Si-F bağı bulunmaz.

Florür ilavesi, cam şebekesinde köprüleme oksijenlerinin miktarında bir artışa sebep olur.  $Mg^{2+}$ 'in şebeke modifiye edici olarak rolü florür ile bağlanması sonucunda zayıflar. Floro-alümina-silikat camların silikat yapısı, cam şebekesinde florür silisyum atomlarına bağlanmadığının göstergesidir. Fakat Al atomlarına bağlanmaktadır. Şekil 4.4'te Alümina-silikat camında florürün rolü görülmektedir Maeda (1998), Wood (1991).



Şekil 4. 4. Alümina-silikat camında florürün rolü

## BÖLÜM 5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

### 5.1. Deneylerde Kullanılacak Sarf Malzeme Temini

Şekil 5.1-5.4' te deneysel çalışmalar için gerekli olan kimyevi ve temrinlik malzemelerin bir kısmı yer almaktadır. Malzemeler şunlardır:

Silisyum nitrür ve bor nitrür, azot ve argon gazı, sinterleme öncesi numune hazırlama (agat, havan, çeşitli ebatlarda beher, kaplar, pipetler, ısı ölçer ve glove bag, isoporanol alkol) metalografik sarf malzemeleri.



(a)



(b)

Şekil 5. 1. (a) Bor Nitrür tozu (b) UBE firmasından Silisyum Nitrür



(a)



(b)

Şekil 5. 2. (a) Sinterleme Katkı Maddeleri ( $Al_2O_3$ ,  $MgO$ ,  $Y_2O_3$ ,  $AlN$ ) (b) İzopropil Alkol



(a)



(b)

Şekil 5. 3. (a)Agat Havan (b) 100 $\mu$  300 $\mu$ ' luk elekler



Şekil 5. 4. Beher ve pipet

## 5.2. Toz Kompozisyonlarının Hesaplanması ve Belirlenmesi

Silisyum nitrürün kuvvetli kovalent bağa sahip olması sebebiyle tek başına katı faz sinterlemesi şeklinde sinterlenmesi mümkün değildir. Çünkü sinterlenmesi için gereken yüksek sıcaklıklara çıkıldığında (özellikle 1800°C'nin üzerinde) Si ve N ayrışmaktadır. Böylece yoğunluk daha düşük yoğunluk değerlerine düşmektedir. Bu sebeplerden ötürü  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'ün sinterlenmesi için sıvı faz sinterlemesi yönteminin kullanılmasını zorunlu kılmaktadır. Sinterleme esnasında genellikle oksit katkıları sayesinde düşük ötektığe sahip bir sıvı faz oluşturularak  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'ün ayrışmadan çözünebileceği bir sıvı oluşur. Oluşturulacak sıvı fazın hangi sıcaklıklarda oluşacağı, viskozitesi, silisyum nitrür çözünürlüğü önemli faktörlerdendir. Bu yüzden farklı katkı malzemeleri ve farklı bileşimler denenmektedir. Bu 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
$\text{Si}_3\text{N}_4$	UBE (BET: 9-13m <sup>2</sup> /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 ađ/o K	CAS: 1309-48-4
$\text{Al}_2\text{O}_3$	Alfa Easer Company	%99.5 (metal bazlı) 0,8 w/o Na <sub>2</sub> O, 0,03 w/o SiO <sub>2</sub> , 0,03 w/o CaO	CAS: 1344-28-1
$\text{Y}_2\text{O}_3$	Nadir toprak elementleri	İz miktarda Si, Ca, Pb, Cu, Mg	%100 $\text{Y}_2\text{O}_3$
AlN	Alfa Easer Company	%32 min. N İz miktarda C, Te, Ti, Ca, Si, Zr, Mg 0,1 ađ/o	%100 AlN
MgF <sub>2</sub>	Sigma Aldrich	3.15 g/ml	CAS: 77.83-40-6
Izopropanol Alkol	Kimeks	(20°C'de) d=0.786 g/cm <sup>3</sup> molar kütle=60.10 g/mol	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> OH
BN	Henze Hegzagonal	Partikül boyutu <10µm Bulk d= 0.4 moleküler w=24.82 g/mol	HebaFill 400 LOT:116050





çalışacak olduğumuz toz kompozisyonlarının kısa özeti aşağıdaki talbolarda görülmektedir. Tablo 5.2’de  $Y_2O_3$ -MgO-SiO<sub>2</sub> Sistemi ve  $Y_2O_3$ -MgO-SiO<sub>2</sub> Sisteminin florür ilavesiyle modifiye edilmesi ile hazırlanan düşük ve yüksek katkı oranına sahip toz kompozisyonlarının karışım yüzdeleri verilmiştir.

Tablo 5. 2. $Y_2O_3$ -MgO-SiO<sub>2</sub> sistemi ile hazırlanan düşük ve yüksek katkı oranına sahip toz kompozisyonları

SiAlON	Düşük Katkılı Kompozisyonlar						Yüksek Katkılı Kompozisyonlar			
	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -MgO-SiO <sub>2</sub> Sistemi ile Kompozisyon Hazırlama			Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -MgO-SiO <sub>2</sub> Sisteminin florür ilavesiyle modifiye edilmesi			Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -MgO-SiO <sub>2</sub> Sistemi ile Kompozisyon Hazırlama		Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -MgO-SiO <sub>2</sub> Sisteminin florür ilavesiyle modifiye edilmesi	
Kodlar	A	B	D	AF	BF	DF	M1	M3	MF2	MF4
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	77,02	78,22	77,81	77,02	78,22	77,81	73,92	72,71	73,26	71,38
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	8,16	8,28	8,24	8,16	8,28	8,24	8,06	7,93	7,98	7,78
AlN	7,45	7,57	7,53	7,45	7,57	7,53	6,83	6,71	6,76	6,58
SiO <sub>2</sub>	3,36	3,41	3,39	3,36	3,41	3,39	2,68	2,64	2,65	2,58
MgO	1	0,5	1	----	----	----	1,5	3	----	----
MgF <sub>2</sub>	----	----	----	1,55	0,775	1,55	----	----	2,32	4,65
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3	2	2	3	2	2	7	7	7	7

Tablo 5.3’te MgO-SiO<sub>2</sub> Sistemi ve MgO-SiO<sub>2</sub> Sisteminin florür ilavesiyle modifiye edilmesi ile hazırlanan toz Kompozisyonlarının karışım yüzdeleri verilmiştir. Burada katkı malzemesi olarak yalnızca MgO ve eş değerliğinde MgF<sub>2</sub> kullanılmıştır.

Tablo 5. 3. MgO-SiO<sub>2</sub> sistemi ile hazırlanan toz kompozisyonları

SiAlON	Kodlar	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	AlN	SiO <sub>2</sub>	MgO	MgF <sub>2</sub>
MgO-SiO <sub>2</sub> Sistemi ile Kompozisyon Hazırlama	OS	76,75%	8,37%	7,09%	2,78%	5%	----
	O3	78,36%	8,54%	7,23%	2,84%	3%	----
MgO-SiO <sub>2</sub> Sisteminin florür ilavesiyle modifiye edilmesi	OSF	76,75%	8,37%	7,09%	2,78%	----	5=(7,75)%
	O3F	78,36%	8,54%	7,23%	2,84%	----	3=(4,65)%

Bu çalışmada üretimi gerçekleştirilecek olan  $\beta$ -SiAlON (silisyum-alüminyum-oksi-nitrür), sinterlenebilen silisyum nitrür'ün bir türevidir. SiAlON'larda mukavemet, sertlik, yüksek sıcaklığa dayanıklılık, tokluk ve sinterlenebilme özelliklerini bir arada içerirler.  $\text{Si}_3\text{N}_4$  güçlü kovalent bağ yapısına sahip olduğu için saf halde sinterlenmesi mümkün değildir.  $\beta$ - SiAlON'un silisyum nitrür, alüminyum nitrür ve alümina karışımının sıvı faz sinterlemesi ile üretimi mümkündür. Bu yüzden, sinterlemeyi kolaylaştırıcı sıvı faz oluşturmak için oksit ilave katkıları eklenir.  $\beta$ -SiAlON seramiklerinde sinteleme esnasında meydana gelen camsı faz, herhangi bir basınç uygulamadan yoğunlaşmayı sağlayabilmektedir Jack (1983).

Seramik üretiminde  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  seramik tozlarının  $\beta$ -SiAlON seramiğine dönüşmesi ve yoğunlaşmanın artırılabilmesi için  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  içerisine  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , AlN ana bileşenler ve MgO,  $\text{Li}_2\text{O}$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$  gibi ilave katkı tozları karıştırılır. Silisyum nitrür tanecikleri arasına giren bu katkı maddeleri sinterleme sırasında Kingery modelinde açıklandığı üzere  $1700^\circ\text{C}$  ve üzerinde ötektik reaksiyona girerek sıvı faz içerisinde çözünme-çökme reaksiyonu ile hem yoğunlaşma hemde  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'den  $\beta$ -SiAlON'a dönüşüm gerçekleşir.

MgO,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Li}_2\text{O}$  ve  $\text{Y}_2\text{O}_3$  gibi katkı maddeleri sıvı faz oluşumu ve  $\alpha$ - $\beta$  transformasyonuna yardımcı olur. MgO ve  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  esaslı tozların sinterlenmesinde en önemli katkı maddelerindedir. Bu proje kapsamında yapılan çalışmalarda sıvı faz sinterlemeyi sağlamak için seçilen oksit katkı kompozisyonlarına florür ilavesiyle  $\beta$ -SiAlON'un üretim şartları geliştirilmesi hedeflenmektedir. Kompozisyona eklenen MgO yerine  $\text{MgF}_2$  katkı maddesi kullanılarak sinterleme sıcaklığı  $100$ - $150^\circ\text{C}$  aşağı çekilerek  $\beta$ -SiAlON seramiklerinin daha düşük sıcaklıklarda yoğunlaşması, dönüşümü sağlanmasıyla proses şartları geliştirilerek üretimi amaçlanmaktadır.

$\beta$ -SiAlON seramiklerinin üretiminde iki temel hususa göre kompozisyon tasarımları yapılmaktadır. Bunlardan birincisi, nihai faz tahmini üzerinden başlangıç toz kompozisyonunun belirlenmesi, ikincisi ise sıvı faz oluşturarak yoğunlaşmayı sağlayacak tekli veya çoklu oksit katkı sisteminin ve oranlarının tasarımıdır. Bu

çalışmada da bu iki hususa göre kompozisyonlar seçilerek toz hazırlama işlemlerine geçilmiştir.

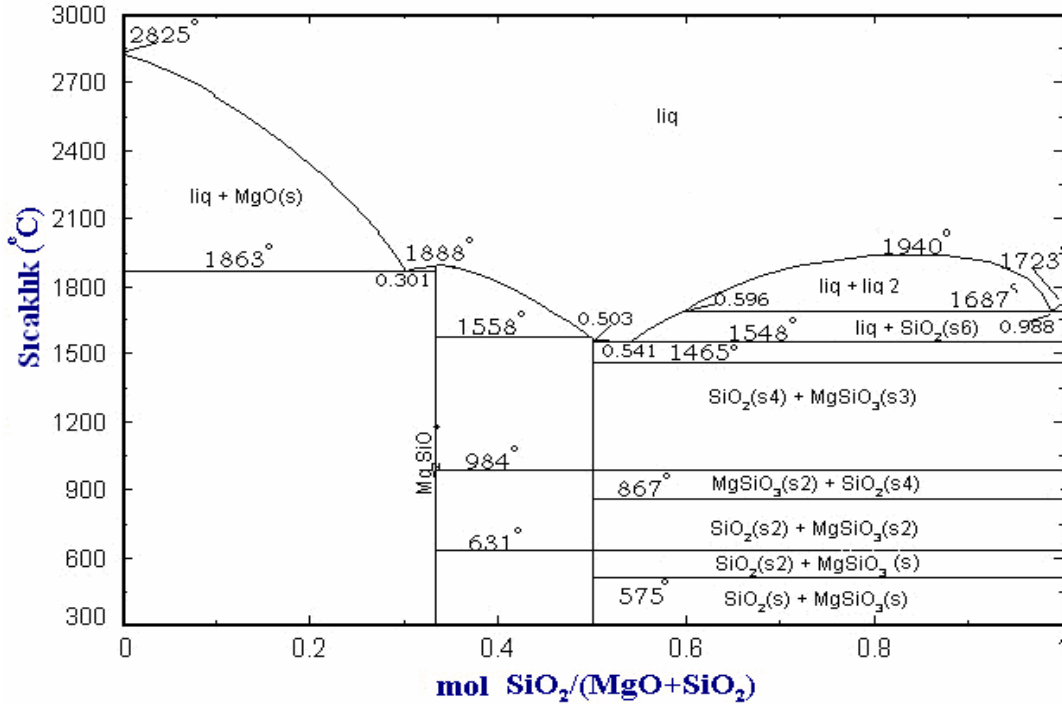
Bu çalışmada  $\beta$ -SiAlON üretimi için çeşitli oksit katkıları içeren kompozisyonlar seçilmiş ( $\text{MgO-SiO}_2$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-MgO-SiO}_2$ ) daha sonra bu kompozisyonların eş değerliğinde (1 mol  $\text{MgO} = 1.55 \text{MgF}_2$  ile eş değeriğe sahiptir) florür katkılı kompozisyonlar ( $\text{MgF}_2\text{-SiO}_2$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-MgF}_2\text{-SiO}_2$ ) belirlenerek sinterleme çalışmaları yapılmış elde edilen ürünler çeşitli yöntemlerle karakterize edilmiştir. Kompozisyonlardaki  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Si}_3\text{N}_4$  tanecik yüzeyinde bulunan  $\sim \% 3,5$  oksit tabakasından sağlanmaktadır.

### 5.2.1. Z=1 değerlikli $\beta$ -SiAlON seramiği üretimi

Yoğun  $\beta$ -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  $\beta$ -SiAlON'un özellikleri  $\beta$ -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  $\text{Si}_3\text{N}_4$  yapısına daha fazla alüminyum girmektedir. Böylece, malzemenin oksidasyon direnci, yüksek sıcaklık korozyon direncine artar. Ancak alüminyumun yapıya girmesiyle  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'ün baskın özellikleri azalmaktadır. Alüminyumun diğer temel etkisi ise z değerinin değiş(mes)iyile birlikte (fiberimsi uzamış  $\beta$  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  $\beta$  çizgisinde z=1'e göre hesaplanmış olan oranlarda  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ve AlN karışımına sinterlemeye yardımcı sıvı faz oluşturuvcu katkıları ( $\text{MgO}$  ve/veya  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ) koyularak daha düşük sıcaklıklarda sıvı faz sinterlemeyle yüksek yoğunluklu  $\beta$ - SiAlON elde edilmesine çalışılmaktadır. Burada AlN tozlarının yüzeyin %4  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ve  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'ün yüzeyinde bulunan %3,5 olduğu kabul edilen yüzey silikaları da hesaba katılmıştır Thompson (1983).

### 5.2.2. MgO-SiO<sub>2</sub> sistemiyle yoğunlaştırma çalışmaları

MgO katkısının silisyum nitrürün yüzey silikası ile reaksiyona girmesi ve bu reaksiyona yaklaşık %1 oranında Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>'ünde katılmasıyla 1390°C'de sıvı faz oluşumuyla yoğunlaşma teorik olarak başlayabilmektedir. N ise ilave bir komponent olarak ötektik sıcaklığını düşürür. MgO ilavesiyle sıvı faz oluşumu 1390°C 'de gerçekleşirken Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile 1450°C'de ve Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 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<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'ten daha fazla desteklediği Hampshire ve Jack'in yaptığı çalışmalarda ortaya koyulmuştur Frank (2000), Hampshire (1981). Bu sebeplerden ötürü MgO iyi bir katkı maddesi olarak düşünüldüğünden SiAlON üretiminde bu çalışmada kullanılacaktır. Kompozisyonda farklı oranlarda MgO katkısının kullanılmasının sebebi sistemdeki en düşük ötektik noktayı yakalayabilmektir. Kesin bir miktar belirtilememesinin sebebi Mg metalinin forsterit, enstatite gibi reaksiyonlar sonucu açığa çıkması ve yüksek buhar basıncı sebebiyle sistemden uzaklaşma eğilimi göstermektedir. Buda başta tasarlanan Mg oranının sistemde artık aynı oranda kalmaması demektir. Bu yüzden farklı oranlar kullanılarak en düşük ötektik noktaya yaklaşılmaya çalışılmıştır Hampshire (1981).

MgO - SiO<sub>2</sub>Şekil 5. 6. MgO-SiO<sub>2</sub> ikili sisteminin diyagramı Hampshire (1981)

Şekil 5.6'da görülen MgO-SiO<sub>2</sub> ikili sistemide göz önünde bulundurularak Tablo 5.4'te iki farklı MgO katkılı z=1 değerliliğine göre hazırlanan SiAlON toz kompozisyonları verilmiştir. Basıncısız sinterleme yöntemi kullanılarak değişik sıcaklık ve sürelerde sinterleme çalışmaları yapılmıştır.

Tablo 5. 4. MgO-SiO<sub>2</sub> ikili sisteminden yararlanılarak hazırlanan z=1 değerlikli SiAlON toz kompozisyonları

Kodlar	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	AlN	MgO	SiO <sub>2</sub>
OS	76,75%	8,37%	7,09%	5%	2,78%
O3	78,36%	8,54%	7,23%	3%	2,84%

5.2.3. MgO-SiO<sub>2</sub> sisteminin florür ilavesiyle modifiye edilmesi

Silisyum nitrürün sinterlenmesinde yeni denenen bir katkı sistemi ise oksit (MgO) yerine Florür (MgF<sub>2</sub>) kullanılarak yüzey silikasıyla birlikte başka oksitlerde ekleyerek veya eklemeyen oluşacak olan oksinitrür ile sıvı faz sinterlemesidir.

Florür içeren camsı sıvısının şebeke (ağ) yapısını bozarak böylece daha düşük sıcaklıklarda sıvı faz oluşumu sağlanarak silisyum nitrür ve SiAlON seramiklerinde daha düşük sıcaklıklarda (yaklaşık 100-150°C daha düşük) sinterlenmesine imkan sağlanması beklenmektedir. Floride ( $MgF_2$  formunda) tek başına 1263°C civarında ergirken  $Si_3N_4$  bileşiminde 1400°C civarı ergir.

$Si_3N_4$ ,  $Al_2O_3$ , AlN, MgO,  $SiO_2$  sisteminde MgO çıkarılarak yerine  $MgF_2$  ilavesiyle oluşacak camsı faza florür ilavesi sağlanmıştır. Böylece yoğunlaşma, dolayısıyla üretim şartlarının geliştirmeye çalışılacaktır. Sıvı faz sırasında oluşan cam sisteminin florür ilavesiyle modifiye edilerek Mg-Si-O-N-F sistemi haline getirilmesiyle ilk amaç olarak yoğunlaştırılması ikinci amaç olarak yoğunlaşma sıcaklığını daha düşük sıcaklıklara çekebilmesinin başarılmasıdır. Bu çalışmada sıvı faz oluşturucu katkı olarak Mg-Si-Al-O-F sistemlerinde oksifloronitrür camlarının oluşturulması hedeflenmektedir. Silikat camlarda, Si daima tetrahedral olarak 4 oksijen atomuyla koordinelidir ve cam yapısının temelini oluşturur. Bu yüzden şebeke yapıcıdır. Cam yapısında şebeke modifiye edicileri silisyumdan daha büyük katyonlardır ve daha küçük yükler taşırlar ( $Na^+$ ,  $K^+$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Ba^{2+}$ ,  $Pb^{2+}$  gibi).  $SiO_4$  yapısına girince doğrudan oksijenle kovalent bağ oluşturmazlar. Ağ modifiye edicileri Si-O-Si arasındaki köprüyü kırarlar. Ağ modifiye ediciler-oksitlerin birleşiminin etkisi, cam geçiş sıcaklığının azalması ergime sıcaklığının azalması ve camın viskozitesinin azalması şeklinde olacaktır. Ayrıca, çözünürlük, hacim, termal genleşme katsayısı artacaktır. Mg-Si-Al-O-F sistemlerinde MgO katkının silikat yapıdaki rolü Şekil 4.3(a)'da görülmektedir. Silikat camlarda florürün yapısal rolü ise Şekil 4.3(b)'de görülmektedir. Şekilde de görülebileceği gibi 2  $F^-$  iyonu ile 1  $O^{2+}$  yer değiştirebilir. Buda camın şebeke yapısını önemli şekilde bozmaktadır ve  $Mg^{2+}$  gibi şebeke modifiye edici katyonlarınkine benzer etkilere sahiptir.

Tablo 5.5'te MgO katkı ilavesi yerine aynı eş değeriğe sahip florür katkı ilavesi kullanılarak  $z=1$  değerliliğine göre hazırlanan SiAlON toz kompozisyonları verilmiştir. Basıncısız sinterleme yöntemi kullanılarak değişik sıcaklık ve sürelerde sinterleme çalışmalar yapılarak florür katkısının yoğunlaşma ve faz dönüşümü üzerine etkileri araştırılacaktır.

Tablo 5. 5. MgO-SiO<sub>2</sub> sisteminin florür ilavesiyle modifiye edilmesi ile hazırlanan z=1 değerlikli SiAlON toz kompozisyonları

Kodlar	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	AlN	MgO/MgF <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>
OS / OSF	76,75%	8,37%	7,09%	5=(7,75)%	2,78%
O3 / O3F	78,36%	8,54%	7,23%	3=(4,65)%	2,84%

#### 5.2.4. Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO-SiO<sub>2</sub> sistemiyle yoğunlaştırma çalışmaları

Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve MgO katkılarının tek başalarına SiAlON sistemine ilave edilmesi durumunda üstün özelliklerinin yanı sıra dönüşüm, yoğunlaşma üzerine olan farklı özellikleri sebebiyle bir ara kullanımı ise son zamanlarda denenilen fakat cam sistemi ve oluşan ikinci fazlar açısından henüz yeterince açıklığa kavuşmamış bir konudur. Giachello ve arkadaşları sinterleme katkısı olarak yitriya ve magnezyum oksit kombinasyonu kullanarak Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> seramiklerinin yoğunlaştırılmasında denemişlerdir. Tane sınırları camsı fazı Mg<sub>5</sub>Y<sub>6</sub>Si<sub>5</sub>O<sub>24</sub>, oluşturarak kristallendirilebilir ve nihai malzemenin yüksek sıcaklık mukavemeti (1000°C'deki) gelişir. MgO'le birlikte α→β dönüşümünde neredeyse bir artış olmazken yoğunlaşmada önemli bir artış olmuştur. Kristallendirilebilir ikincil faz gerekliliğine ek olarak, β-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> tanelerinin morfolojileri yüksek sıcaklık mukavemetinin belirlenmesinde önemlidir.

Tablo 5.6'da Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve MgO katkılı z=1 değerliliğine göre hazırlanan SiAlON toz kompozisyonu verilmiştir. Basınçsız sinterleme yöntemi kullanılarak değişik sıcaklık ve sürelerde sinterleme çalışmaları yapılmıştır.

Tablo 5. 6. Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO-SiO<sub>2</sub> üçlü sisteminden yararlanılarak hazırlanan z=1 değerlikli SiAlON toz kompozisyonları

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

#### 5.2.5. Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO-SiO<sub>2</sub> sisteminin florür ilavesiyle modifiye edilmesi

Sıvı faz sırasında oluşan cam sisteminin florür ilavesiyle modifiye edilerek Mg-Y-Si-O-N-F sistemi haline getirilmesiyle ilk amaç olarak yoğunlaştırılması ikinci amaç

olarak yoğunlaşma sıcaklığını daha düşük sıcaklıklara çekebilmesinin başarılmasıdır. Aşağıdaki tabloda MgO katkı ilavesinin eş değerliğinde sisteme MgF<sub>2</sub> katkısı ilave edilerek sinterleme çalışmaları yapılmıştır.

Florürün davranışı, camdaki modifiye edici oksitlerin içeriğine bağlıdır. Düşük modifiye edici içeriğinde, florür iyonları silisyum atomlarıyla kombine olur. Bununla birlikte, yüksek oksit içeriğinde ise florür daha çok serbest halde bulunma eğilimindedir. Bu yüzden, bu camlarda Si-F bağı bulunmaz. Florür ilavesi, cam şebekesinde köprüleme oksijenlerinin miktarında bir artışa sebep olur. Mg<sup>2+</sup>'in şebeke modifiye edici olarak rolü florür ile bağlanması sonucunda zayıflar. Floro-alümina-silikat camların silikat yapısı, cam şebekesinde florür silisyum atomlarına bağlanmadığının göstergesidir. Fakat Al atomlarına bağlanmaktadır. Şekil 4.4'te Alümino-silikat camında florürün rolü görülmektedir.

Tablo 5.7'de MgO katkı ilavesi yerine aynı eş değeriğe sahip florür katkı ilavesi kullanılarak z=1 değerliliğine göre hazırlanan SiAlON toz kompozisyonları verilmiştir. Basıncısız sinterleme yöntemi kullanılarak değişik sıcaklık ve sürelerde sinterleme çalışmaları yapılarak florür katkısının yoğunlaşma ve faz dönüşümü üzerine etkileri araştırılacaktır.

Tablo 5. 7. Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO-SiO<sub>2</sub> Sisteminin florür ilavesiyle modifiye edilmesi ile hazırlanan z=1 değerlikli SiAlON toz kompozisyonu

Kodlar	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	AlN	MgF <sub>2</sub>	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>
MF2	73,26%	7,98%	6,76%	1,5=(2,32)%	7%	2,65%
MF4	71,38%	7,78%	6,58%	3=(4,65)%	7%	2,58%

### 5.2.6. Düşük katkı oranıyla Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO-SiO<sub>2</sub> sisteminde yoğunlaştırma çalışmaları

Silisyum nitrür esaslı seramiklerin sinterleme prosesinde yoğunlaştırma ve dönüşüm gerçekleşebilmesi için gereken sıvı fazın oluşumu için seçilen katkı kompozisyonu türü ve oranı oldukça önem taşımaktadır. Bu yüzden silisyum nitrür tanelerini iyi bir şekilde ıslatacak yani ıslatma açısı düşük olan,  $\alpha \rightarrow \beta$  dönüşümü yüksek oranda



destekleyecek, oluşan  $\beta$  tanelerinin morfolojilerinin nispeten daha yüksek aspekt oranlı olacak şekilde gelişmesini destekleyen, sinterleme sonrası yapıda kalan kalıntı tane sınırı camsı fazı mümkünse kristallendirilebilme potansiyeline sahip olan ve sıvı fazın ötektik sıcaklığı düşük olan bir katkı kompozisyonu seçilmelidir. Bu çalışmada bu özellikleri içeren katkı maddeleri olarak  $Y_2O_3$  ve  $MgO$  katkıları seçilmiştir.  $Y_2O_3$  ve  $MgO$  katkılarının tek başlarına SiAlON sistemine ilave edilmesi durumunda üstün özelliklerinin yanı sıra dönüşüm, yoğunlaşma üzerine olan farklı özellikleri sebebiyle bir ara kullanımı ise son zamanlarda denenen fakat cam sistemi ve oluşan ikinci fazlar açısından henüz yeterince açıklığa kavuşmamış bir konudur.

Tablo 5.8'de daha düşük  $Y_2O_3$  ve  $MgO$  katkı oranlarıyla  $z=1$  değerliliğine göre hazırlanan SiAlON toz kompozisyonu verilmiştir. Hazırlanan bu kompozisyonlar daha sonra basınçsız sinterleme yöntemi kullanılarak değişik sıcaklık ve sürelerde sinterleme çalışmaları yapılmıştır.

Tablo 5. 8.  $Y_2O_3$ - $MgO$ - $SiO_2$  üçlü sisteminden yararlanılarak hazırlanan  $z=1$  değerlikli  $\beta$ -SiAlON toz kompozisyonları (% ağırlık)

Kodlar	$Si_3N_4$	$Al_2O_3$	AlN	MgO	$Y_2O_3$	$SiO_2$
A	77,02	8,16	7,45	1	3	3,36
B	78,22	8,28	7,57	0,5	2	3,41
D	77,81	8,24	7,53	1	2	3,39

### 5.2.7. Düşük katkı oranıyla $Y_2O_3$ - $MgO$ - $SiO_2$ sisteminin florür ilavesiyle modifiye edilmesi

Diğer bölümlerde ayrıntısıyla verildiği üzere florürün  $Mg^{+2}$  veya  $Ca^{2+}$  gibi modifiye edici katyonlarla kombine olması, şebeke modifiye edici olması, serbest florür iyonu olarak sistemde bulunabilmesi, cam oluşum bölgesini genişletmesi, oluşan sıvı fazın hacmini arttırması, viskoziteyi düşürmesi, refraktif indeksi arttırması, tane sınırı camsı fazının kristalizasyonuna yardım etmesi, faz ayrışma potansiyelini arttırması, ötektik oluşum sıcaklığını aşağı çekebilmesi Hill (1999) Maeda (1998), Genson (2007) dolayısıyla sinterlemeyi daha kısa sürelerde ve sıcaklıklarda daha düşük miktarlarda sağlayabilme potansiyeli bununla birlikte sertlik ve elastik modül gibi mekanik özellikleri olumsuz yönde etkilemeden bunu başarabilme potansiyeli

sebebiyle daha düşük katkı oranlarıyla yapılan çalışmalarda oksit katkıli kompozisyonların eş değeri olan florür katkıli kompozisyonlar çalışılmıştır. Bu kompozisyonlar Tablo 5.9'da verilmiştir.

Tablo 5.9'da MgO katkı ilavesi yerine aynı eş değeriğe sahip florür katkı ilavesi kullanılarak  $z=1$  değerliliğine göre hazırlanan SiAlON toz kompozisyonları verilmiştir. Basıncısız sinterleme yöntemi kullanılarak değişik sıcaklık ve sürelerde sinterleme çalışmaları yapılarak florür katkısının yoğunlaşma ve faz dönüşümü üzerine etkileri araştırılacaktır.

Tablo 5. 9.  $Y_2O_3$ -MgO-SiO<sub>2</sub> Sisteminin florür ilavesiyle modifiye edilmesi ile hazırlanan  $z=1$  değerlikli  $\beta$ -SiAlON toz kompozisyonu (% ağı.)

Kodlar	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	AlN	MgF <sub>2</sub>	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	SiO <sub>2</sub>
AF	77,02	8,16	7,45	1,55	3	3,36
BF	78,22	8,28	7,57	0,775	2	3,41
DF	77,81	8,24	7,53	1,55	2	3,39

### 5.3. Toz Hazırlama İşlem Basamakları

Şekil 5.7'deki diyagramda önceki bölümlerde anlatıldığı gibi hesaplanan toz kompozisyonlarının hazırlanmasından sinterlenme sürecine kadar gerçekleştirilen işlem sırası gösterilmiştir. Sinterleme prosesini başarılı bir şekilde gerçekleştirmek, yani yüksek yoğunluklu bulk malzemeler elde edebilmek için buradaki her bir işlem basamağının yüksek hassasiyetle gerçekleştirilmesi büyük öneme sahiptir. Sinterleme öncesi toz hazırlama yoğun bulk malzemelerin üretimi için yüksek öneme sahip olmakla birlikte aynı zamanda nihai malzemenin mekanik özelliklerindeki önemli bir şekilde etkileyebilmektedir.



Şekil 5. 7. 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 ısıtım fırınlarında diğer malzemeler ise etüv fırınında yaklaşık 3 saat süreyle 100°C’de bekletilerek gerçekleştirilmiştir.

Bilyalı Değirmende Karıştırma; Önceden belirlenen kompozisyonlarda tartılan seramik tozları daha sonra plastik şişelere konulup sıvı olarak isopropanol alkol kullanılmasıyla Şekil 5.8’de 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 Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> bilyalar kullanılmıştır. Burada dikkat edilmesi gereken başka bir hususta ball

millin 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. 8. Toz hazırlamada kullanılan bilyalı değirmen cihazı ve  $\text{Si}_3\text{N}_4$  bilyalar

Ball milden alınan seramik tozları ve isopropanol alkolden oluşan solüsyondan bilyaları ayırmak için süzek ve cam balonlar kullanıldı. Cam balonların içerisine süzülerek bilyalarda ayrıştırılan solüsyon daha sonra Şekil 5.9'da görülen rotary evaporater cihazıyla  $92^\circ\text{C}$  sıcaklıkta yaklaşık 1 saat 30 dk sürede isopropanolden ayrıştırıldı. Daha sonra içerisindeki kalan az miktarda isopropanol alkolünde uzaklaştırılması için standart etüv fırınında  $100^\circ\text{C}$ 'de yaklaşık 3 saat bekletilir.

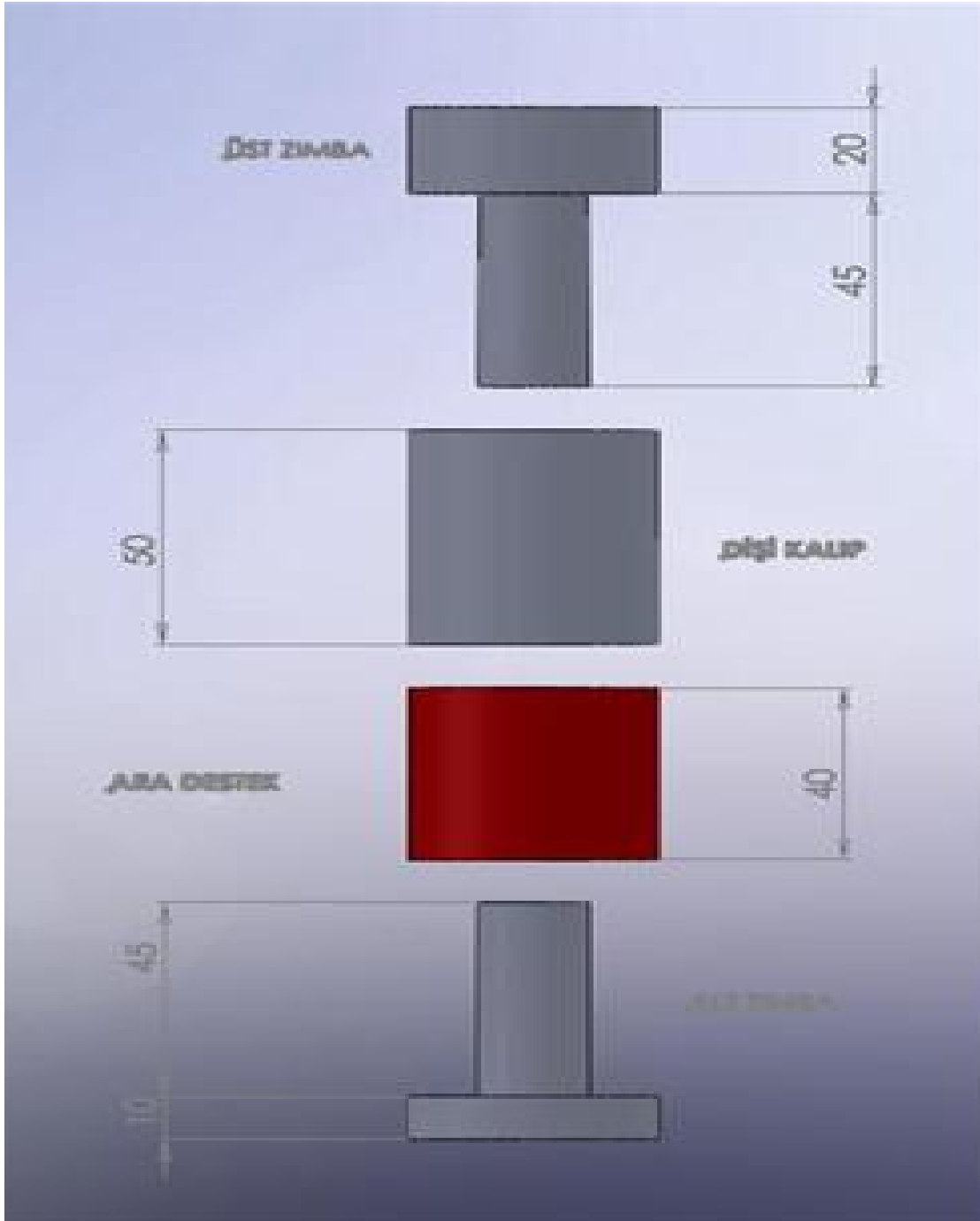


Şekil 5. 9. Rotary evaporater

#### 5.4. Hazırlanan Tozların Şekillendirilmesi İçin Kalıp Dizaynlarının Yapılması

Önceki kısımlarda da anlatıldığı üzere hazırlanan toz kompozisyonları kompakt hale getirilebilmek için ilk adım olan 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  $\beta$ -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 eş eksenli SNGN 060300 T01525 tanımlı kesici uç standart şekilleridir.

Şekil 5.10'da dairesel kesitli ve Şekil 5.11'de eş eksenli kesici uç standartlarında kalıp şekilleri tasarımları gösterilmiştir.

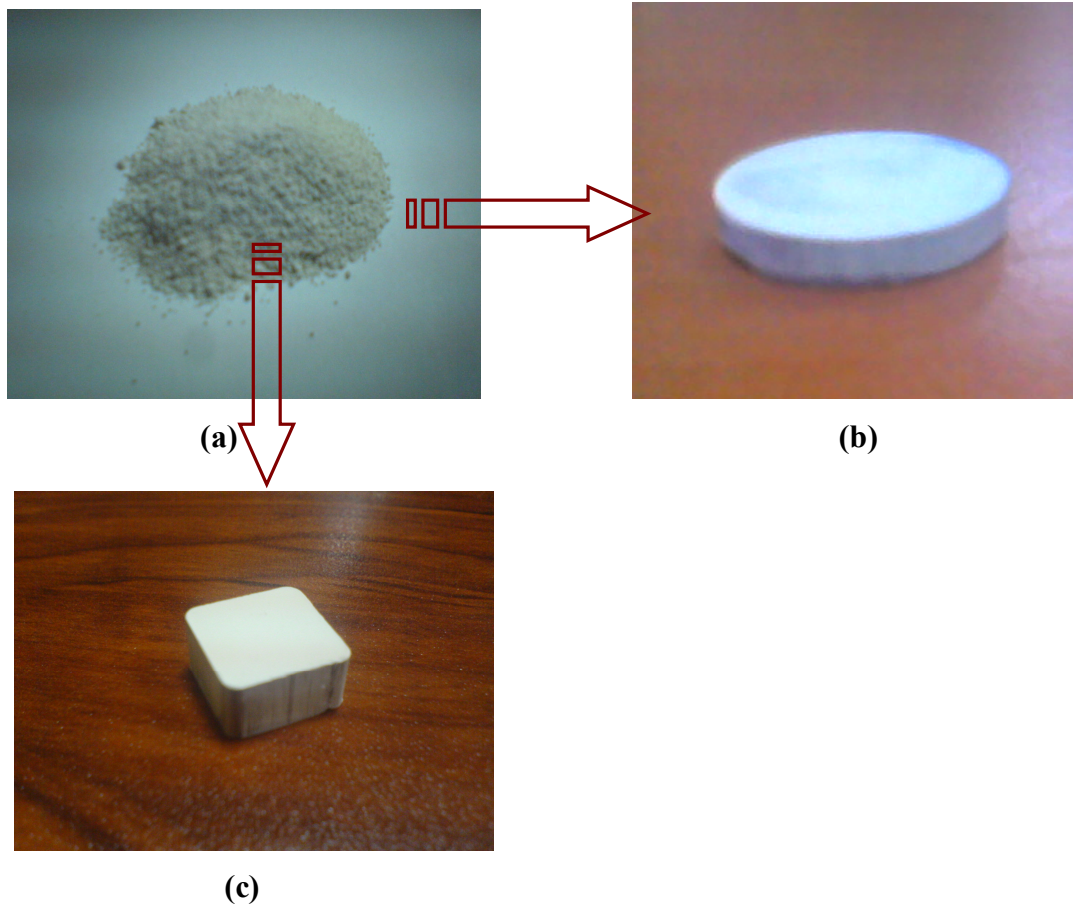


Şekil 5. 10. Dairesel kesitli kalıp şekli



### 5.5. Tozların Kalıplarda İlk Şekillerinin Verilmesi

Şekil 5.10-5.11’de verilen kalıplar kullanılarak kompozisyonlar kompakt hale getirilmiştir. Toz kompozisyonlarına ilk şekillerinin verilmesinde optimum sıkıştırma basıncı yapılan presleme işlemleri sonucunda belirlenmiştir. Düşük basınçlarda seramik partiküllerin sıkıştırma özelliklerinin kötü olmasından dolayı tozlar dağılmış, yüksek basınçlarda ise çok zayıf plastik şekil verilebilme sebebiyle sıkışma sırasında delaminasyon olarak parçalara ayrılmıştır. Optimum bir değere çok sayıda presleme işlemi sonunda ulaşılabilmektedir. Aşağıda hazırlanan tozların (a) sıkıştırılmadan önce (b) dairesel kalıpla sıkıştırıldıktan sonraki hali (c) eş eksenli kalıpla sıkıştırıldıktan sonraki hali görülmektedir.

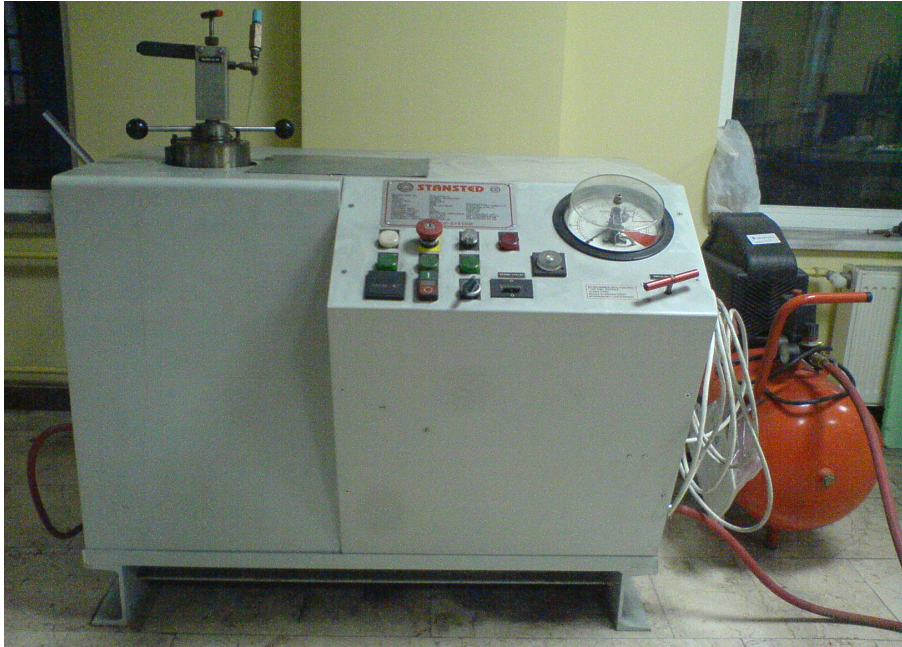


Şekil 5. 12. Hazırlanan tozların (a) sıkıştırılmadan önce (b) dairesel kalıpla sıkıştırıldıktan sonraki hali (c) eş eksenli kalıpla sıkıştırıldıktan sonraki hali



### 5.6. Soğuk İsostatik Presleme (CIP) Çalışmalarının Yapılması

Ham kompaktların tek yönlü presle şekillendirilmesinden sonra, (geleneksel olarak hazırlanan tozlar şekillendirilmesi için 200 bar basınç altında Şekil 5.10'de görülen 18 mm çapındaki dairesel kalıp kullanılarak manuel preste sıkıştırıldı) yaş yoğunluğu arttırmak ve homojen bir basınç dağılımı sağlamak için yapılan bu işlemde Şekil 5.13'te görülen Stansted Fluid Power firmasına ait FPG2330A-40 model soğuk isostatik kullanılmıştır. Buradaki sıvının basınç iletim sistemi, Pascal kanununa göre çalışmaktadır ve buna göre sıvı, uygulanan basıncı numuneye aynen ve homojen olarak iletmektedir.



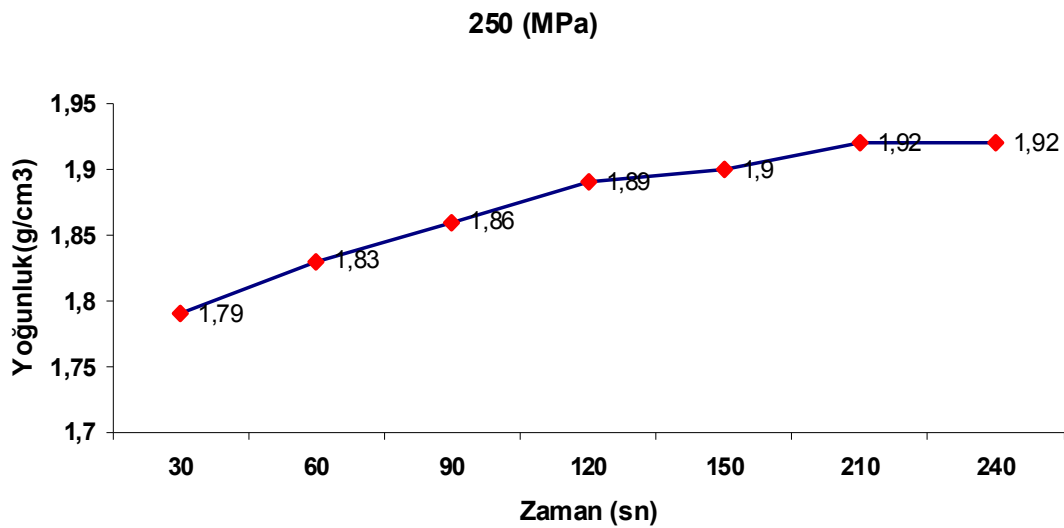
Şekil 5. 13. Seramik peletlerin yoğunluklarının artırılmasında kullanılan soğuk izostatik pres

Sinterleme öncesi ham yoğunluğu artırmak için Tablo 5.10'da görülen basınç zaman ilişkisi incelenmiştir. Bunun sonucunda hem ham yoğunluğu en yüksek seviyede tutmak hemde CIP cihazına zarar vermemek için en uygun basınç olarak 250 MPa seçilmiş olup süre ise 210 sn olarak belirlenmiştir. 250 MPa üzeri basınlarda CIP cihazının ömrü kısaldığı ve 210 sn süreden sonra ham yoğunlukta önemli ölçüde bir değişim olmadığı için bu aralık uygun görülmüştür.

Tablo 5. 10. Soğuk izostatik presin (CIP) verimliliği üzerine zaman ve basıncın etkisi

Basıncı(MPa)	Yoğunluk(g/cm <sup>3</sup> )						
	30 sn	60 sn	90 sn	120 sn	150 sn	210 sn	240 sn
50	1,70	1,70	1,71	1,72	1,72	1,74	1,74
100	1,70	1,72	1,73	1,73	1,74	1,75	1,75
150	1,72	1,75	1,76	1,77	1,78	1,79	1,80
200	1,74	1,80	1,80	1,82	1,86	1,88	1,90
250	1,75	1,81	1,85	1,89	1,91	<b>1,92</b>	1,92
250 ve üzeri	1,76	1,88	1,90	1,91	1,92	1,93	1,94

Şekil 5.14'te sinterleme öncesi ham yoğunluk 250 MPa basınçta zamana göre artış göstermiştir. 210 sn sıkıştırma sonunda ham yoğunluk 1,7 g/cm<sup>3</sup> den 1,92 g/cm<sup>3</sup> e çıkartılmıştır. Bu yoğunluk sinterleme sonrası yoğunluğu önemli derecede etkilemiştir.



Şekil 5. 14. 250MPa basınçta sıkıştırılan kompaktların zamana bağlı ham yoğunluk değerindeki artış

### 5.7. Basıncız Sinterleme Çalışmaları

Bu metot, ucuz bir teknik olması, otomasyona uygunluğu ve kompleks parça üretimine imkan vermesi nedeniyle ilgi çekmektedir. Ayrıca bu yöntemle kontinyüs

üretime uygundur. Bu teknikte, toz karışımlarına sıkıştırma yoluyla, sinterleme öncesi istenen şekil verilir.

Basınçsız sinterleme yöntemi, ekonomik ve oldukça yaygın kullanım potansiyeli olan bir tekniktir. Basınçsız sinterlemenin öne çıkan diğer avantajları ise geometri sınırı olmaması, yatırım maliyetinin ve üretim maliyetinin düşük olmasıdır. Sinterlemede kullanılacak üst sıcaklık  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'ün bozunmasının başlayacağı sıcaklıktır. Yoğunlaşma süreci sıcak preslemeyle aynıdır. Sıcak preslemedeki gibi katkı malzemeleri sıvı faz yoğunlaşma için gereken şartları sağlar. Sinterleme için itici güç yüzey enerjisindeki azalmadır. Bu yüzden de yüksek yüzey enerjili tozların kullanılması gereklidir. Tane boyutundaki azalma oksijen içeriğinin artmasına sebep olur.  $\text{Si}_3\text{N}_4$  tanelerinin içerdiği bu yüzey silikası da daha sonra sıvı faz oluşumunda önemli bir rol üstlenmektedir Lee (2004).

Bu proje kapsamında yapılacak çalışmalarda basınçsız sinterleme metodunun yukarıda bahsedilen karmaşık parça üretimi, ekonomikli gibi temel avantajları sebebiyle basınçsız sinterleme metodu kullanılmıştır.

### 5.8. Sinterleme Parametreleri

Basınçsız sinterleme için Şekil 5.15'te görülen Thermal Technology firmasına ait 1000–4560-FP200 kodlu atmosfer kontrollü yüksek sıcaklık fırını 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 30-240dk 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. 15. Yüksek sıcaklık grafit fırını

## 5.9. Sinterlenmiş Malzemelerin Karakterizasyonu

### 5.9.1. Yoğunluk ölçümü

Sinterlemeden sonra nihai yoğunluğun ölçülmesi için Şekil 5.16'da 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. Bir maddenin bir sıvı içindeki ağırlığının, o maddenin kuru ağırlığı ile batmaya karşı gösterdiği direnç kuvvetinin farkına (ya da yer değiştiren sıvı miktarına) eşit olduğu prensibine dayanan bu yöntem, ASTM standartlarında C373 olarak geçmektedir Kuşhan (2000). Bunun için iki ayrı ağırlık tartılmaktadır: kuru ağırlık ve askıda ağırlık. Hesaplama da şu şekilde yapılmaktadır:

Yoğunluk hesaplaması aşağıdaki gibidir;

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

W1= Kuru numune ağırlığı

W2= Sıvı içinde asılı haldeki ağırlık



Şekil 5. 16. 1/1000 gr hassasiyetli hassas terazi

### 5.9.2. 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 yansıtıkları (Difraksiyon - Beugung) ışınların açıları dedektörle tespit edilmektedir. Difraksiyonun oluşması için ışınların aynı fazda olmaları gerekmektedir. Bunun içinde ışınların Bragg açısı  $\theta$  olarak ifade edilen bir açı ile atom düzlemine gelmesi gerekir. Bragg bağıntısı yardımı ile atom düzlemleri arasındaki mesafe dhkl değerleri hesaplanarak kristal fazlar tespit edilmektedir.

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

Şekil 5.17’de görülen Rigaku 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.  $2\theta$  açıları 20-60 arasında tutulmuş ve elde edilen desenler JCPDS indeksindekilerle karşılaştırılarak faz analizi yapılmıştır. SiAlON sistemine ait dört temel tip 32-38  $2\theta$  açılarında oluşmaktadır. Ancak tarama açısının geniş tutulmasıyla politip oluşumunun kontrolü sağlanmıştır.  $\alpha$  ve  $\beta$ -SiAlON fazlarının yaklaşık oranı pik şiddetlerinden hesaplanmıştır.  $\alpha$ -SiAlON’un (102) ve (210) düzlemlerinden ve  $\beta$ - SiAlON’un (101) ve (210) düzlemlerinden gelen yansımalar bütünleştirilmiş şiddetleri aşağıdaki formül kullanılarak hesaplanmıştır:

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

$I_{\alpha}$  ve  $I_{\beta}$  sırasıyla elde edilmiş olan  $\alpha$  ve  $\beta$ -SiAlON piklerinin şiddetlerini göstermektedir.  $W_{\beta}$ ,  $\beta$ -SiAlON’un sistemdeki ağırlıkça oranını ifade etmektedir  $K$ ,  $\beta$  (101) -  $\alpha$  (102) yansımaları için 0.518,  $\beta$  (210) -  $\alpha$  (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 Kuşhan (2000).



Şekil 5. 17. XRD cihazının genel görünümü

### 5.9.3. Metalografik numune hazırlık işlemleri

Numuneler, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile mikro yapı analizi için standart zımparalama ve elmas solüsyonlarıyla parlatma işlemlerine tabi tutulmuşlar sonrasında ultrasonik cleaner ile temizlenerek incelemeye hazır hale getirilmişlerdir. Parlatma işleminin kolay yapılabilmesi için numuneler bakalite alınmışlardır. Kaba parlatmalar elde yapıldıktan sonra sırasıyla metale ve polimere gömülü düzgün bir yüzey elde edilmiştir. Parlatma işlemi sırasıyla 180, 320 ve 1000  $\mu\text{m}$ 'lik zımparalama disklerinde, 10 $\mu\text{m}$ 'luk ve 3  $\mu\text{m}$ 'luk elmas pastalarla yapılmıştır. Daha sonra parlatma işlemi biten numuneler altın kaplama işlemine tabi tutulmuştur. Bunu yapmadaki amaç, iletken olmayan seramik malzemenin yüzey iletkenliğini sağlamak ve böylece elektronların yüzeye şarj olmasını engellemektir. Şekil 5.18'de Struers Labopol-25 marka numune hazırlama ve parlatma cihazı görülmektedir.



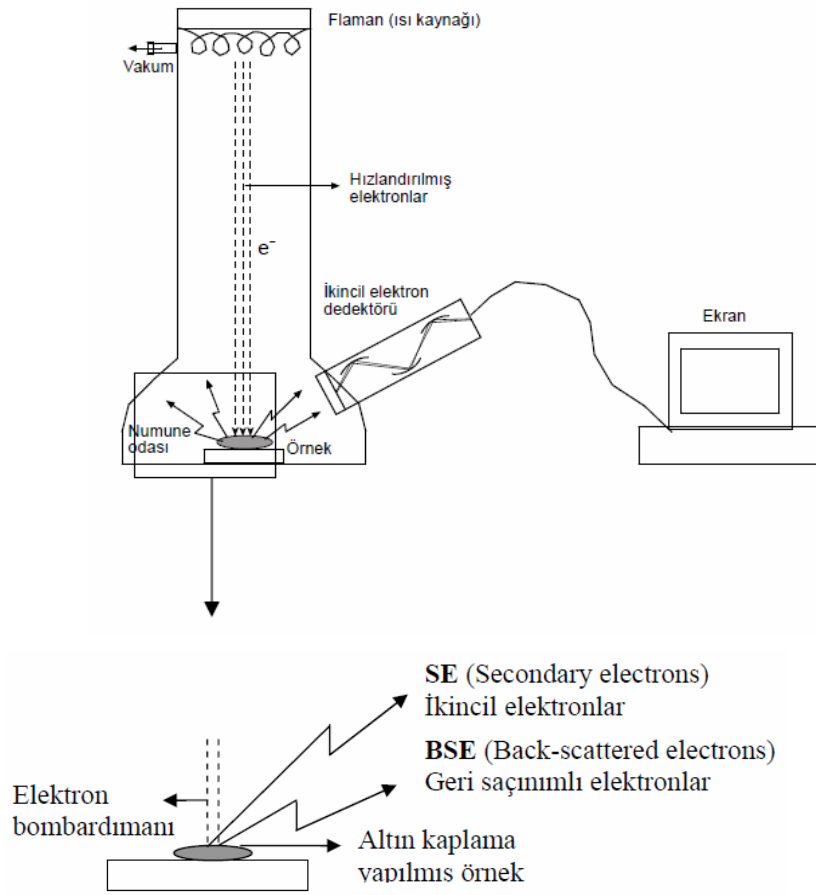
Şekil 5. 18. Struers Labopol-25 parlatma ve zımparalama cihazı

#### 5.9.4. Taramalı elektron mikroskopuyla mikroyapı analizi

Optik mikroskopun yetersiz kaldığı büyütmelerde doğrudan başvuru alan inceleme yöntemidir. Şekil 5.19’ da şematik resmi görülen taramalı elektron mikroskopunda numune üzerine gönderilen elektron demeti numune ile etkileşime girerek değişik sinyaller oluşturur. Bu sinyaller (ikincil elektronlar, geri yansıyan elektronlar, x ışınları v.b.) Uygun dedektörlerle toplanarak görüntü eldesinin yanında elementel bilgi de sağlanabilmektedir.

Bir ısı kaynağı (flaman) tarafından hızlandırılmış elektronlar numuneye çarptırılarak geri saçınımlı elektronlar (BSE) ve ikincil elektronlar (SE) elde edilir. İkincil elektronlar numunenin yüzeyinden koparılan elektronlar olup, numunenin yüzeyi (morfolojisi) hakkında bilgi verir. Geri saçınan elektronlar ise, numuneden yansıyan elektronlar olup, atom numarasına göre farklı yansımalara sahiptir. Atom numarası yüksek olan atomlar daha fazla elektron yansıtır ve daha açık renkli görürlüdürler. Bu özellikleri nedeniyle BSE numunenin kimyası hakkında bilgi verir. SEM yönteminde numune altın veya karbonla kaplandıktan sonra incelenmektedir. Bunun nedeni elektron iletmek (gelen elektronları gönderip, yeni elektronlar alma) iletken bir madde kullanılmasından kaynaklanmaktadır Tatlı (2008).





Şekil 5. 19. Taramalı elektron mikroskobunun şematik görünümü Tatlı (2008)

Şekil 5.20’de JEOL JSM 6060LV serisi taramalı elektron mikroskobuyla, mikroyapı analizi dışında mikroskoba bağlı olarak çalışan IXRF systems Inc. 500 Processing model enerji saçılımlı x-ışınları (EDX) cihazıyla da elementel analizler yapılmıştır. Mikroyapı görüntüleri geri yansıyan elektronlarla (BEI) görüntüleme yöntemi uygulanmıştır.



Şekil 5. 20. SEM cihazının genel görünümü

## 5.10. Mekanik Özelliklerinin Ölçülmesi

### 5.10.1. Mikro sertlik deneyi

Seramik malzemelerin mikro sertlik deneyi için iki standart uç kullanılmaktadır. Bunlardan biri 136°'lik tabanı kare olan elmas 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  $\text{kgf/mm}^2$  olarak hesaplanır Kayalı (1996). Şekil 5.21'de Vickers sertlik ölçümünde kullanılan uç ve izin şematik resmi verilmiştir.

Vickers sertlik ölçme metodu birkaç gramdan birkaç kilograma kadar değişebilen yüklerde (P) test yapılabilir. Her bir numuneye bir yükte genellikle toplam on iz yapılarak bu değerlerin ortalaması alınır. Oluşan izin çapraz uzunluğu  $d_1$  ve  $d_2$

mikroskop kullanılarak ölçülür ve iki çapraz uzunluğun ortalaması alınır. Daha sonra Denklem 5.1 kullanılarak mikro vickers sertlik değeri hesaplanır. Sertlik ve kırılma tokluğu ölçümleri 10-1000gr arası yük uygulayabilen ASTM E384 normuna göre ölçüm yapabilen Future Tech. – Corp. marka FM-700 model mikro sertlik cihazında yapılmıştır (Şekil 5.22). Kırılma tokluğu oluşturulan çatlak boyu kullanılarak 5.3 Denkleminde göre hesaplanmıştır Evans (1976).

P = Uygulanan kuvvet (kgf)

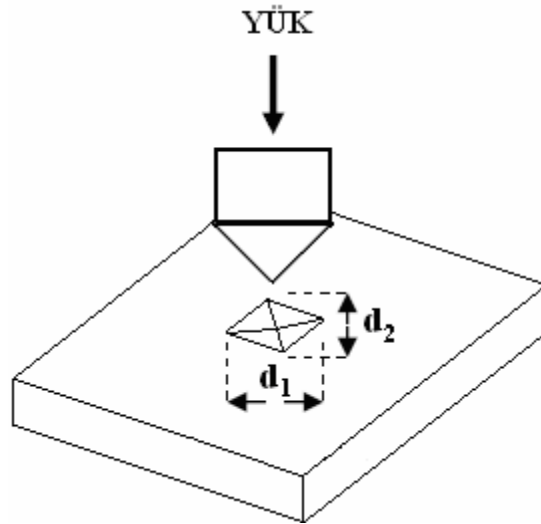
H<sub>v</sub> = Vickers sertlik

S = Oluşan izin yüzey alanı (mm<sup>2</sup>)

d = (d<sub>1</sub>+d<sub>2</sub>) / 2 (mm)

$$HV = \frac{1,854 P}{a^2}, \quad d = (d_1 + d_2) / 2 \quad (5.1)$$

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



Şekil 5. 21. Vickers mikro sertlik testinin şematik görüntüsü a) kesit b) üstten görüntüsü



Şekil 5. 22. Future-tech corp. FM-700 mikrosertlik ölçme cihazı

### 5.10.2. 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 Sergejev (2006).

$$\frac{K_c \Phi}{H_v \sqrt{a}} = 0,15 \times k \times (c/a)^{-3/2} \quad (5.3)$$

$K_c$ : Kırılma Tokluğu ( $\text{MPa}^{1/2}$ )

$\Phi$ : Sabit ( $\approx 3$ )

$H_v$ : Vickers Sertliği (GPa)

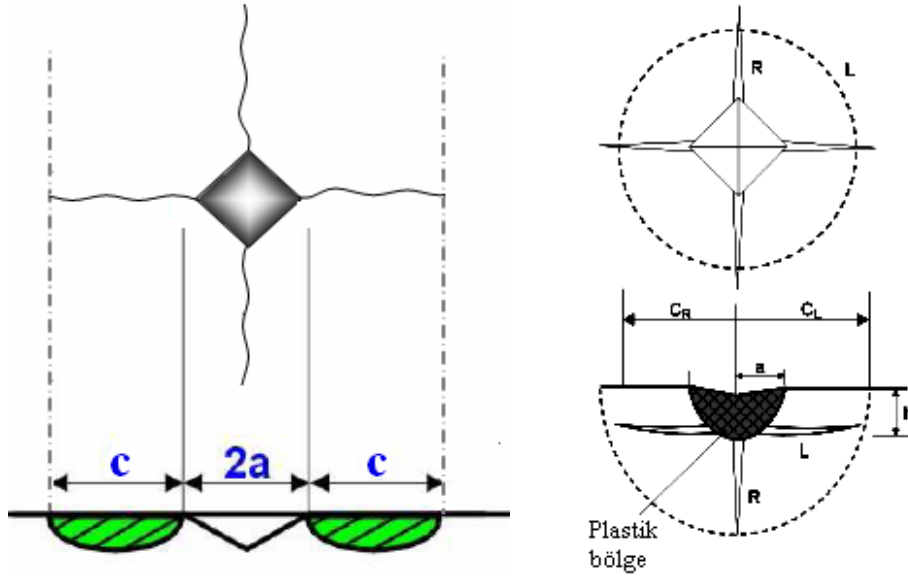
$k$ : Düzeltme faktörü (yüksek  $c/a$  değerleri için  $\approx 3,2$ )

$c$ : Çatlağın ortalama uzunluğu (m)

$a$ : Diagonalın yatay uzunluğunun yarısı (m)

Mikro sertlik ile kırılma tokluğu belirlenmesinde genellikle Mikro Vickers uç kullanılır. Ucu bıraktığı iz bölgesinde malzeme türüne bağlı olarak farklı çatlak türleri ortaya çıkar (Şekil 5.23). Bunlardan birisi Şekil 5.23 (a)'da görülen düşük yüklerde ve tok malzemelere batırılan ucu izinin köşe noktalarından başlayarak yüzeye yakın bir şekilde radyal olarak çoğalan Palmqvist çatlakları, diğeri ise Şekil

5.23 (b)'de görülen daha yüksek yüklerde ucun battığı yerin hemen altında altyüzey çekme gerilmeleri ile başlayan radyal ve yanal çatlaklardır Szutkowska (2005).



Şekil 5. 23. İndantasyon testi ile oluşturulan çatlaklar a) Palmqvist b) Radyal ve yanal çatlaklar. Szutkowska (2005)

Evans ve Charles, Lawn, Anstis indantasyon metodu ile oluşturulan çatlaklarla ve uygulanan yükü hesaba katarak kırılma tokluğunu belirlemişlerdir. Bununla birlikte, Sergejev günümüzde kullanılan tüm kırılma tokluğu hesaplarını derlemiştir Sergejev (2006).

### 5.11. Kesici Uç Formunda Üretilen $\beta$ -SiAlON Seramiklerinin Performans Testleri

Takım tezgahlarında kullanılan kesici takımlar, kesme performansına ve birim parça maliyetine doğrudan etki etmektedir. Doğal olarak bu konu, yıllardan beri araştırmacıların ilgisini çekmiş, hakkında yüzlerce araştırma yapılmış ve halende yapılmaktadır. İş parçasının geometrik yapısı ve iş parçası malzemesinin özellikleri çok sayıda kesici takım çeşidinin ortaya çıkmasına neden olmuştur. Torna tezgâhlarındaki her kesici takım kendi şekil ve yapısına göre talaş kaldırdığı için çok sayıda kesici kullanılmasını ve her kesicinin yerinde kullanılmasını zorunlu kılmaktadır. Torna tezgâhları ile makine parçaları imalatında kesici ömrünün maliyet ve işleme süresi bakımından mümkün olduğunca uzun olması istenmektedir. Bu

amaçla işlenen malzemeye göre en uygun kesici malzemesi, en uygun kesici geometrisi ve kesme parametrelerinin seçilmesi gerekmektedir. Kesici maliyetinin düşürülmesi, işleme sürelerinin kısaltılması ve güvenli ve sağlıklı çalışma açısından son derece önem arz etmektedir.

Metalik malzemelerin şekillendirilmesinde yaygın olarak kullanılan kesici takımlarda en önemli husus, işlemin mümkün olan en düşük maliyetle, gerekli kalite beklentilerine en uygun şekilde gerçekleştirilmesidir. Bunu gerçekleştirebilmek için ise işlenecek metalik malzemenin özelliklerine ve kesme hızına bağlı olarak, kesici takım malzemesi doğru seçilmelidir. Metal esaslı takımlar, maliyeti düşük fakat daha düşük sıcaklıklarda ve hızlarda kullanılmaktadır. Karbür esaslı takımlar, yüksek kızıl sertlikleri ve yüksek kesme hızları ile karakterize edilmektedir. Seramik malzemeler ise tokluk dezavantajlarına ve maliyetlerine karşın yüksek sıcaklıklardaki mekanik ve kimyasal kararlılıkları sayesinde iş parçası ile takım malzemesi arasındaki etkileşimi minimize etmektedir.

Nihai takım seçimi ise malzemenin kolay temin edilebilirliği ve ekonomikliğine bağlıdır. Hız çelikleri sinterlenmiş karbürlere göre iki kat, sinterlenmiş karbürler ise seramiklere göre üç kat daha tok malzemelerdir. Çok kristalli elmas çok kırılğan ancak çok sert bir malzemedir. Seramik sinterlenmiş karbüre göre daha serttir ve daha iyi bir ısı ve kimyasal kararlılığa sahiptir. İdeal takım malzemesi su özelliklere sahip olmalıdır (Baykasoğlu,1995).

- 1) Sert olmalı, serbest yüzey aşınmasına ve deformasyona dayanmalıdır.
- 2) Yüksek tokluğa sahip olmalı, çatlaklara ve kırılmaya direnç göstermelidir.
- 3) İş parçası ile kimyasal reaksiyona girmemelidir.
- 4) Kimyasal açıdan kararlı olmalı, oksidasyona mukavemeti yüksek olmalıdır.
- 5) Isıl şoklara karşı iyi bir dirence sahip olmalıdır.

### 5.11.1. Performans testi öncesi kesme parametrelerinin belirlenmesi

Kesici takımlar bir takım tezgahına tespit edilerek iş malzemesine şekil veren aletler olduklarından bu şekil verme işlemi, genellikle, malzemedan talaş kaldırılarak gerçekleştirilir. Talaş kaldırma işlemlerinde ya tornalama işleminde olduğu gibi tek noktali takımlarla sürekli kesme işlemi yapılır. Sürekli kesme işleminde kesici uçta yüksek sıcaklıklar oluşurken süreksiz kesme işleminde ise kesici uçlar darbeli yüklere maruz kaldığından daha büyük kuvvet ve sıcaklık değişimleri meydana gelir. İşlenen malzemelerin iç yapısına ve istenilen yüzey kalitesine göre uygun kesme ve ilerleme hızlarında çalışması gereklidir.

#### 5.11.1.1. Kesme parametreleri

İşlem için tüm fiziksel faktörlerin belirlenmesinden sonra kesme parametrelerinin belirlenmesi işlemi gerçekleştirilir. Bir tezgahın etkili çalıştırılması; kesme hızı, ilerleme miktarı ve talaş derinliğine bağlıdır. Tornalama işleminde uygun fener mili hızı ve uygun ilerleme miktarı seçilmezse çok zaman kaybedilebilir, işleme maliyeti artabilir ve yüzey kalitesi bozulabilir. Bu nedenle iş parçasının devir sayısı, talaş hacmi, talaş derinliği hesaplanmalıdır. Kaba ve finiş işlem için uygun ilerleme miktarının belirlenmesi, güç gereksinimi ve parçanın işleme zamanının hesap edilmesi gerekir (Çakır, 1999).

Kesme parametrelerine bağlı olarak işlemlerin başarısı, belirlenmiş olan uygun kesici takımlara ve operasyonlara bağlıdır. Kesme parametreleri, istenilen performansı elde edecek şekilde seçilmelidir. İstenilen yüzey kalitesi, boyutsal doğruluk ve kolay talaş kaldırmaya ilave olarak minimum fiyat ve maksimum üretim oranı göz önünde bulundurulmalıdır. Tornalama işlemi için kesme parametreleri; talaş derinliği, ilerleme miktarı ve fener milinin dönme sayısı, devir sayısı olup, devir sayısının değeri kesme hızının seçimine bağlıdır. Kesme hızı ise ilerleme ve talaş derinliği yanında diğer birçok faktöre bağlı olup en iyi kombinasyonu belirlemek için daha fazla tecrübe veya deney gereklidir. Uygun değerler için çizelgeler oluşturulabilir. Bu çizelgelerde kullanılan işleme parametreleri; işlenecek malzeme, sertlik, işleme kalitesi, uç kalitesi ve kesici takım malzemelerine göre düzenlenir. Kesme hızı ve

ilerleme miktarı optimum kesme şartlarını elde etmek için operatör tarafından ayarlanabilen çok önemli iki parametredir. Talaş derinliği parçanın ilk boyutu ve istenen ölçüye göre tespit edilir (Kayacan,1997).

### 5.11.1.2. Kesme hızı

Her türlü üretim şeklinde olduğu gibi talaşlı üretim şekillerinde de en önemli nokta, işin maliyetini düşürmektir. Bu işin yapım zamanını kısaltmak ve işi en uygun ekonomik şartlarda yapmakla mümkün olur. Bir işin yapım zamanını kısaltırken aynı şekilde çalışma şartlarının da teknik ve ekonomik kurallara uygun olmasına dikkat edilir. Bunu yaparken kesme hızı en önemli değişkendir. Kesme hızı, sabit bir kesici takıma göre iş parçasının dönme hızı ile ilgili hareketi olup parça üzerindeki bir noktadan takımın dakikada metre cinsinden aldığı yol olarak tanımlanır. Kesme hızı,  $V$ , ile gösterilir ve birimi m/min dir. Kesme hızı aşağıdaki yaygın formülle ifade bulur. Formülde  $D$ , mm cinsinden tornada iş parçası çapını, frezede çakı çapını,  $N$  ise rev /min cinsinden devir sayısını ifade eder (Mendi,1999).

$$V = \frac{D \cdot \pi \cdot N}{1000}$$

Formülden de anlaşılacağı gibi kesme hızı iş parçası çapından ve devir sayısından doğru orantılı olarak etkilenir. Bunun dışında kesme hızı parça malzemesi, takım malzemesi, ilerleme miktarı, kesme sıvısı ve tezgah rijitliği v.b. faktörlerden etkilenir. Pratikte genellikle kesme hızı teknik ve ekonomik koşullara göre belirlenir veya bu hususta hazırlanmış cetvellerden seçilir. Kesme hızı, kesme zamanını ve dolayısıyla işleme zamanını belirler. Üreticiler kesme işleminin mümkün olduğunca çabuk yapılmasını isterler. Bu nedenle de işlenecek malzeme cinsleri için doğru kesme hızları kullanılmalıdır. Kesme hızı çok yüksek seçilirse kesici takım ucu hızlı aşınarak bozulur, kesici takımı tekrar eski konumuna getirmek için ya bilemek ya da yeni kesici takım hazırlamak gerekir ki bunlarda zaman kaybına yol açar ve maliyeti arttırır. Kesme hızı çok düşük seçilir ise kesme işlemi için daha çok zaman harcanır. Bunun sonucu olarak da parça üretim miktarı düşer (Kandemir,1998).



### 5.11.1.3. Talaş derinliği

Talaş derinliği, talaş kaldırma işleminde üçüncü boyutu göstermekte olup takımın iş parçası içine dikey olarak aldığı mesafedir. İlk çap ile son çap arasındaki farkın yarısına eşittir mm olarak ifade edilir ve genellikle  $a_p$  ile gösterilir. Başka bir ifadeyle kaldırılan malzemenin kalınlığı olarak da tarif edilebilir. Kesmeyi etkileyen faktörlerden, kesme hızı ve ilerleme miktarının herhangi biri değiştirildiği zaman, bunun sonucu olarak talaş kaldırma miktarı da değişir. Yapılan deneysel çalışmalara göre; talaş derinliğinin normalden %50 oranında artırılması halinde takım ömrünü %15 oranında azaltmaktadır. İlerleme miktarının normalden %50 oranında artırılması halinde, takım ömrünü %60 oranında azaltmaktadır. Kesme hızının %50 oranında artırılması ise takım ömrünün %90 oranında azalmasına neden olmaktadır. İmalatçı firmaların iş parçası malzemelerinin kalitelerini arttırması ve bu iş parçalarının talaşlı imalatı yüksek rijitliğe ve üretim hızına sahip yüksek hızlı CNC takım tezgahları tarafından gerçekleştirilebilir. Yüksek hızlı CNC takım tezgahlarında ise, yüksek ilerleme hızlarında ve düşük talaş derinliklerinde talaş kaldırma işlemi yapılır (Avuncan, 1998).

### 5.11.1.4. Kesici Takım Ömrü

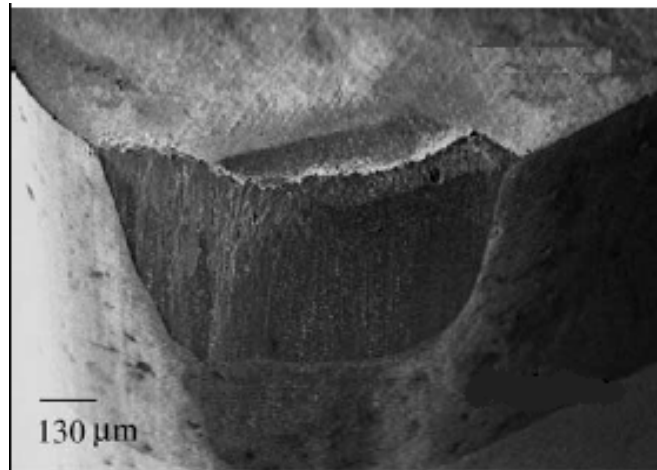
Takım ömrü, kesici kenarın iş parçasını, iş parçasına ait sınırlar içerisinde kalması koşuluyla, işlemesi için gerekli olan zamandır. Çünkü bu durum işleme zamanını ve tezgahın gereğinden fazla çalışmasından kaynaklanan amortisman ve enerji maliyetini arttırmaktadır. Bu değer dakika olarak ifade edilir ve T ile gösterilir. Kesici bir kenar için takım ömrü, takımın gerçekleştirmesi gereken bir işlemede belirlenen şartları yerine getiremeyecek derecede aşınması ile sınırlıdır. Bir takımın ömrü genellikle kesici kenarın veya ucun kırılması ile sona erer. Ya da belirleyici unsur olarak, bir kenar istenilen yüzey kalitesini sağlayamıyorsa veya ölçüyü belirli bir tolerans aralığında tutamıyorsa artık bu işte kullanılamaz (Akkurt,1996).

Takım ömrü, işleme şartlarının belirlenmesinde çok önemli bir rol oynar. Özellikle kaba talaş işlemede, takımın kesme açıları, kesme hızı, ilerleme, talaş derinliği,

soğutma şartları, iş parçasının geometrisi vb. gibi temel faktörler dikkate alınarak özgül bir takım ömrünün kesici takım üretimi yapan firmalar tarafından belirlenmesi gerekir. Talaşlı imalatta kullanılan kesici takımların ömrü ve maliyeti gerek üretilen parçanın kalitesi, gerekse toplam üretim maliyeti açısından büyük önem taşır. Talaşlı imalat alanında en önemli hususlardan biri, en ekonomik imalat ve en ideal takım ömrü için en uygun kesme parametrelerinin belirlenmesi işlemidir. Firmalar tarafından belirlenen kesme parametreleri, belirli bir takım ömrü süresi içindir ve bu değer üzerinde yapılacak bir değişiklik temel faktörleri de direk etkileyecektir (Akkurt,1996).

Dakika cinsinden günümüz şartlarında ortalama bir takım ömrü 15 dakika olarak kabul edilir. Fakat bu, daha uzun ömürlü takımlar yoktur anlamına gelmez. Bu anlatımdan hareketle özellikle kesme parametrelerinin takım ömrüne ne ölçüde etkidigi daha iyi anlaşılmaktadır. İyileştirilmiş kesme parametreleri, uygun takım, malzeme, ilerleme, kesme hızı ve talaş derinliği verileri uzun bir takım ömrü, hassas bir işleme ve ekonomik bir imalat için en önemli etkendir (İlkaz, 2002).

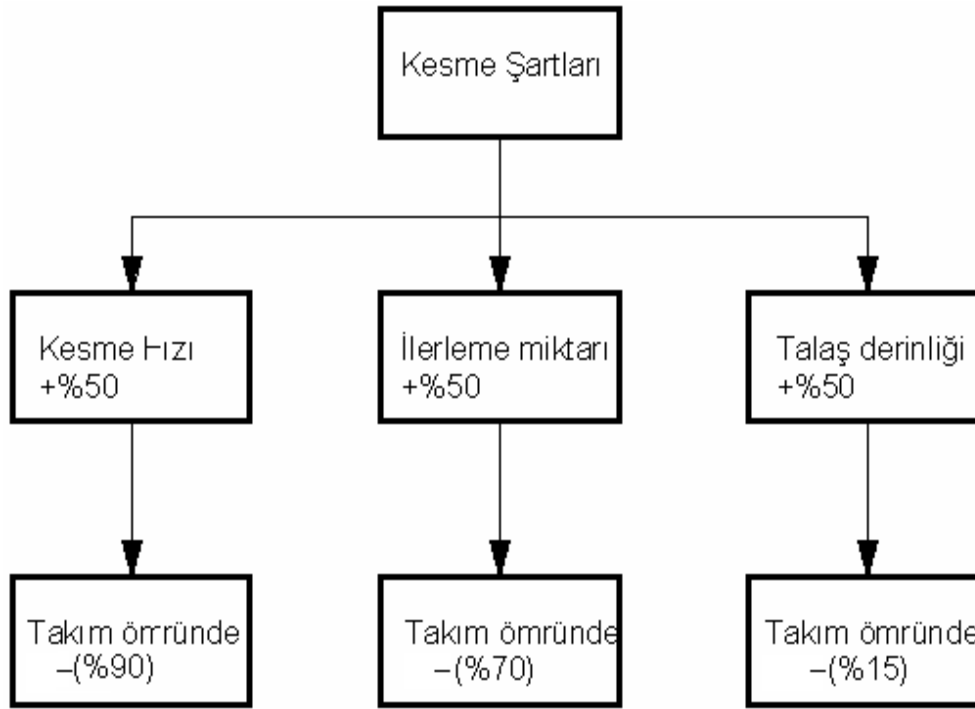
Kullanılan kesici ucun cinsinin de işlenebilirlik üzerine çok etkisi bulunmaktadır. Orta sertlikteki bir malzemedan talaş kaldırma yapmak için çok pahalı bir uç seçilmesi akıl işi değildir. Kesme deneylerinde takımın aşınma cinsinin ve miktarının da belirlenmesi gerekmektedir. Bu takım ömrü açısından çok önemli bir kriterdir. Takım ömrü açısından flank wear ismi verilen yanak aşınması çok önemlidir. Şekil 5.24 'te bir kesici takımda meydana gelen yan yüzey yanak aşınması gösterilmiştir.



Şekil 5. 24. Bir kesici takımda meydana gelen yan yüzey yanak aşınması Ding et al. (2005).

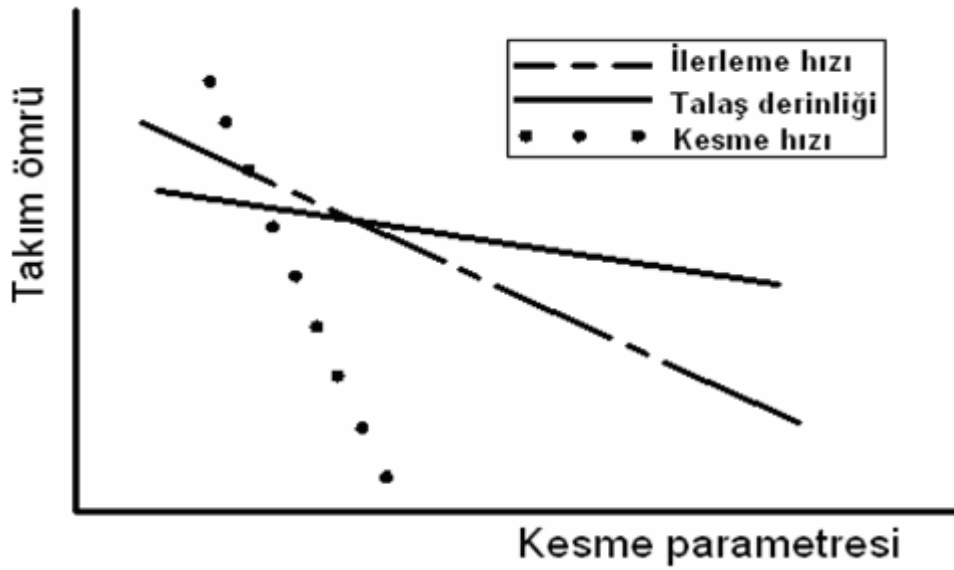
Kesici takım performansı ve maliyet bakımından en önemlisi takım ömrüdür. Kesme işlemine etki eden faktörlerin etkisi Şekil 5.25 'te özetlenmiştir. Verilen bu grafiğe göre;

- 1) Talaş derinliğinin % 50 oranında arttırılması halinde takım ömrünü %15 oranında azaltmaktadır.
- 2) İlerleme miktarının % 50 oranında arttırılması halinde takım ömrünü % 70 oranında azaltmaktadır.
- 3) Kesme hızının % 50 oranında arttırılması da takım ömrünü % 90 kadar azaltmaktadır.



Şekil 5. 25. Kesme işlemine etki eden faktörler (Şahin 2003)

Büyük talaş, yüksek ilerleme hızı ve orta kesme hızı kullanarak verim optimize edilebilir. Eğer güç sınırlayıcı bir faktör ise, kesme hızı, operasyonu tezgah işleme kabiliyet sınırlarına sokacak şekilde, düşürülmelidir. Şekil 5.26'da kesme parametrelerinin takım ömrüne olan etkileri görülmektedir. Grafikte kesme parametreleri arttıkça takım ömründe bir azalma meydana gelmektedir. Kesme parametrelerinin artması takım talaş ara yüzünde meydana gelen ısının artmasına sebep olacaktır. Bu durumda takım ömründe azalma meydana gelmektedir.



Şekil 5. 26. Takım ömrü – Kesme parametreleri ilişkisi(Gök,2006)

#### 5.11.1.5. İşleme zamanı

Esas işleme zamanı, operatörün direkt katkısı olmadan sadece tezgah enerjisi ile kesici takımın talaş kaldırmak için harcadığı zamandır. Tornalama işleminde genel olarak işleme zamanı; Takımın ilerleme  $f$  yönünde yol aldığı mesafe  $L$  ile ifade edilirse, esas işleme zamanı devir sayısına yani kesme hızına bağlı olacak şekilde aşağıdaki formüldeki gibi ifade edilebilir. Görüldüğü gibi kesme hızının artması ile işleme zamanı azalmaktadır. Kesme hızının büyümesi ile, takımı daha çabuk aşındığı ve belirli bir zaman içerisinde daha çok değiştirileceği düşünülürse, kesme hızının artması ile takımın değiştirme zamanının artacağı söylenebilir.

$$T = \frac{L}{f \cdot N}$$

Bu çalışmamızda kesme parametresi olarak, 0,11-0,16-0,18 mm torna ilerleme hızları kullanılmıştır. Aynı zamanda 500-710-1000 devir/dakika torna devir sayısına ve parça çapına ( $R=26$  mm) bağlı olarak bulunan 39-52-76 m/dk kesme hızları uygulanmıştır. Takım ömrünü uzatmak için parçaya talaş derinliği 1 mm olarak verilmiştir. Kesme parçasına her seferinde 50 mm boyunca kesme işlemi

uygulanmıştır. İşleme zamanı kesme ve ilerleme hızına bağlı olarak 30 ila 60 dakika arasında değişmektedir.

### **5.11.2. Takım aşınması**

Talaş kaldırma esnasında kesici takım ile iş parçası malzemesi sürekli olarak temas halindedir. İki cismin sürekli temas halinde olması sonucu cisimler arasında sürtünme meydana gelmektedir. Bu sürtünme sonucu takım üzerinde bir takım aşınmalar meydana gelir.

Aşınma kesme hızıyla doğrudan ilişkilidir. İşleme esnasında bir ucun kesici kenarı aşınır. Bu durum iş parçasının yüzey kalitesini etkiler. Bu duruma aşınma ismi verilmektedir. Uygun seçilmemiş kesme parametreleri, takım geometrisi, takım malzemesi ve çalışma şartları takım aşınmasına davetiye çıkaracaktır.

Takım aşınması, hassasiyet, yüzey kalitesi, verimlilik ve maliyete olan etkisinden dolayı; talaşlı imalatta göz önünde bulundurulması gereken en önemli kriterlerden birisidir. Takım ömrü analizlerinde en sık kullanılan modelleme Taylor tarafından önerilmiştir. Takım üzerinde meydana gelen aşınma türlerinde biri olan yanak aşınması ile Taylor' ın takım ömrü denklemi kullanılmaktadır.

#### **5.11.2.1. Aşınma mekanizmaları**

a) Abrasiv Aşınma: En yaygın aşınma tiplerinden birisidir. Genellikle iş malzemesine ait sert parçacıklar nedeniyle ortaya çıkar. Bu durum, iş parçası yüzeyi ile takım arasına giren sert parçacıkların neden olduğu taşlama işlemine benzer bir durumdur. Bu aşınma tipi kesici ucun serbest yüzeyinin aşınmasına yol açar Çakır (2006).

b) Difüzyon Aşınması: Bu aşınma tipi kesme işlemi esnasında daha çok kimyasal yükten etkilenir. Takım malzemesinin kimyasal özellikleri ile takım-iş parçası malzemesi arasındaki etkileşim difüzyon aşınması mekanizmasının ortaya çıkmasına neden olur. Malzemeler arasındaki metalürjik ilişkiler aşınma miktarını belirler. Örneğin tungsten karbür ile çelik arasında bir etkileşim söz konusudur. Bu ise difüzyon aşınması mekanizmasının ortaya çıkmasına neden olur ve aşınma sonucu kesici ucun talaş yüzeyi üzerinde bir krater aşınma meydana gelir. Bu aşınma mekanizması önemli ölçüde sıcaklığa bağlıdır. Aşınma yüksek kesme hızlarında en büyük değer ulaşır Çakır (2006).

c) Yorulma Aşınması: Termo-mekanik bir kombinasyonun sonucudur. Sıcaklıktaki dalgalanmalar ve takıma etkiyen kesme kuvvetlerinin sıfır ile maksimum değerler arasında değişmesi kesici kenarın çatlamasına ve kırılmasına yol açar. Aralıklı kesme işlemi ucun sürekli olarak ısınıp soğumasına ve talaş ile temasta olan kesici kenarda şok etkisine neden olur. Mekanik yorulma kesme kuvvetlerinin kesici takım mukavemetinden yüksek olduğu durumlarda görülmektedir Çakır (2006).

d) Adheziv Aşınma: Genellikle takımın talaş yüzeyindeki düşük işleme sıcaklıklarından dolayı ortaya çıkar. Çelik, alüminyum ve dökme demir gibi uzun ve kısa talaş oluşumunun söz konusu olduğu malzemelerde görülür. Bu aşınma mekanizması genellikle kenar ile talaş arasında yığılma kenar oluşumuna neden olur. Yığılma kenar oluşumu talaş tabakalarının sürekli olarak kesici kenar üzerine kaynak olup kenarın bir parçası haline gelmeleri işlemidir Çakır (2006).

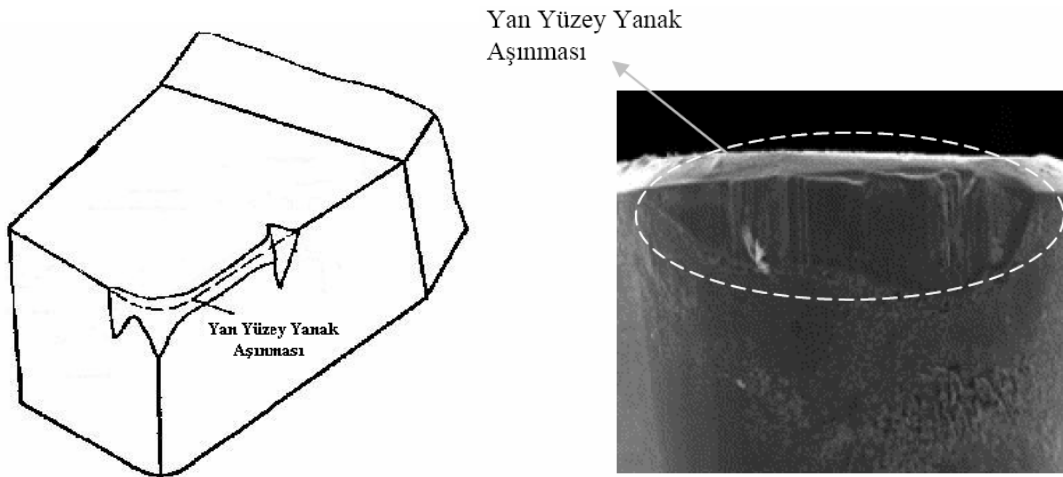
Yukarıda verilen aşınma mekanizmalarına bağlı olarak kesici uçta farklı aşınma tipleri meydana gelmektedir. Bunlardan en başlıcaları; yan yüzey yanak aşınması, krater aşınması, çentik oluşumudur.

### 5.11.2.2. Takım aşınma tiplerinin sınıflandırılması

a) Yanak ve çentik aşınması: Takım talaş yüzeyinde sürekli bir kesmeden dolayı takım-talaş ara yüzündeki sürtünme artacaktır. Sürtünmenin artması ile takımda yan serbest yüzeyinde aşınmalar görülecektir. Şekil 5.27 'de Yan yüzey yanak aşınması görülmektedir.

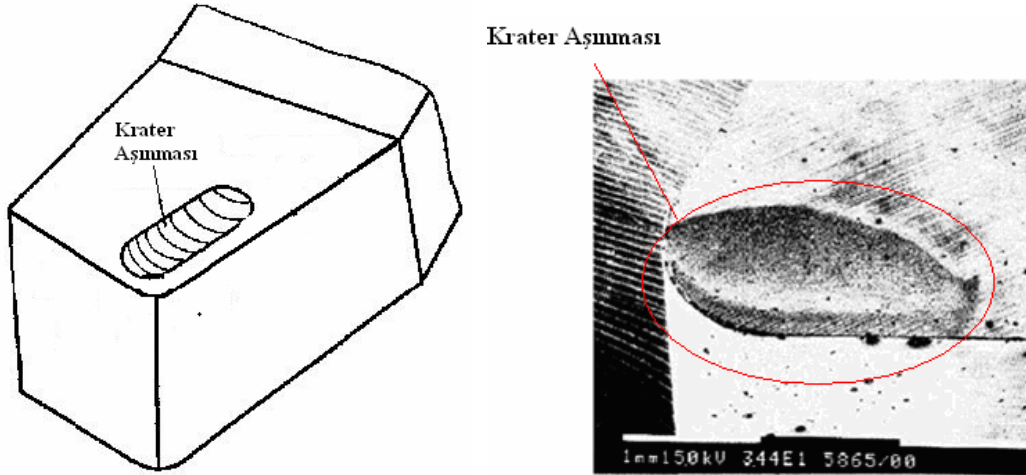
a- Hızlı serbest yüzey aşınması kötü yüzey kalitesi veya tolerans dışı üretime neden olur.

b- Çentik aşınması kötü yüzey kalitesi ve kenar kırılma riskini ortaya çıkarır.



Şekil 5. 27. Yan yüzey yanak aşınması

b) Krater aşınması: Yüksek sıcaklık artışlarında ve kesme gerilmeleri talaş yüzeyinde bir süre sonra krater oluşmasına sebep olmaktadır. Aşınma, kesme kenarına dik olarak kraterin kesit alanının ölçümü ile değerlendirilebilir. Krater aşınması aşınma, difüzyon veya ısı yumuşama ve plastik deformasyonun etkisi altında sürekli bir şekilde artarak devam ederek zayıflamış kenara yol açar. Şekil 5.28 'de bir krater aşınması görülmektedir.



Şekil 5. 28. Krater aşınması Nouari and Molinari (2005)

c) Küçük tanecik kopması: Küçük kesme kenarı çatlakları kötü yüzey kalitesi ve aşırı serbest yüzey aşınmasına yol açar. Takım ömrü çok çabuk azalmaktadır. Uç geometrisinin uygun seçilmemesi durumlarında ortaya çıkmaktadır

d) Termal çatlaklar: Isıl yorulma kırılğan takımlarda kesici kenara paralel ve dik yönlerde çatlak teşekkülüne sebep olabilir. Kesme kenarına dik küçük çatlaklar küçük tanecik kopmasına ve kötü yüzey kalitesine sebep olur.

e) Ucu kırılması: Kırılğan malzemelerden imal edilen takımlar ani kırılma riski taşırlar.Bu olaya özellikle seramik ve sinter karbür gibi kırılğan malzemelerden imal edilen kesici takımlarla gerçekleştirilen süreksiz kesme tipi operasyonlarda sıkça rastlanır. Yalnızca kesici uca değil aynı zamanda altlık ve is parçasına da zarar verir Gök (2006).

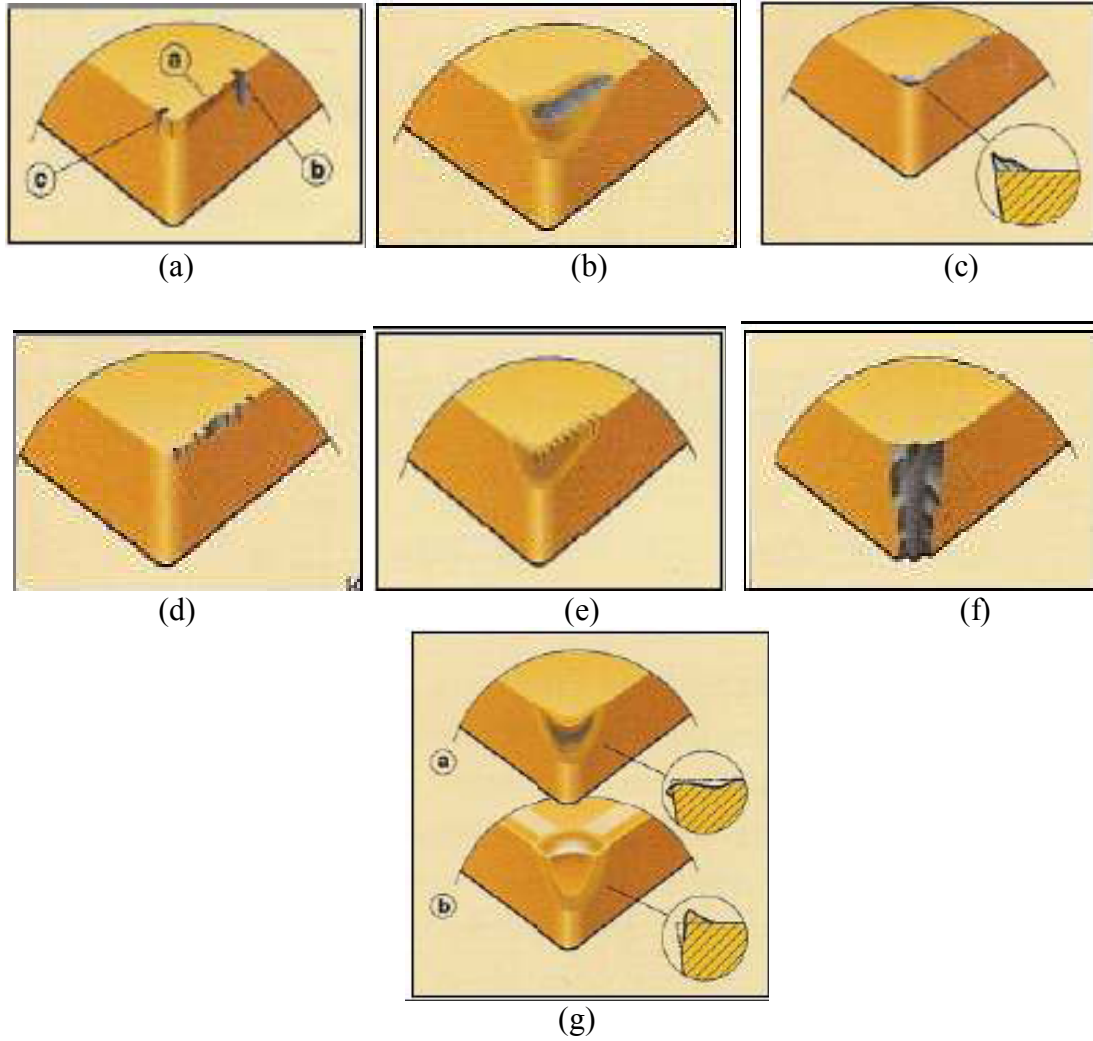
f) Plastik deformasyon: Aşınma sonucu kesici kenar yuvarlak hale gelir ve kesme giderek artan negatif bir talaş açısı ile kesmenin köküne kadar devam eder. Deformasyona uğramayan talaş kalınlığı azaldığı zaman enerjinin tümü plastik ve elastik deformasyona harcanır.

a. - kenar çökmesi

b. - serbest yüzey baskısı



Bu durumlar, kötü talaş kontrolüne ve kötü yüzey kalitesine yol açar. Asin serbest yüzey aşınma riski kesici uç kırılmasına yol açar. Şekil 5.29 'da bu aşınmalar görülmektedir.

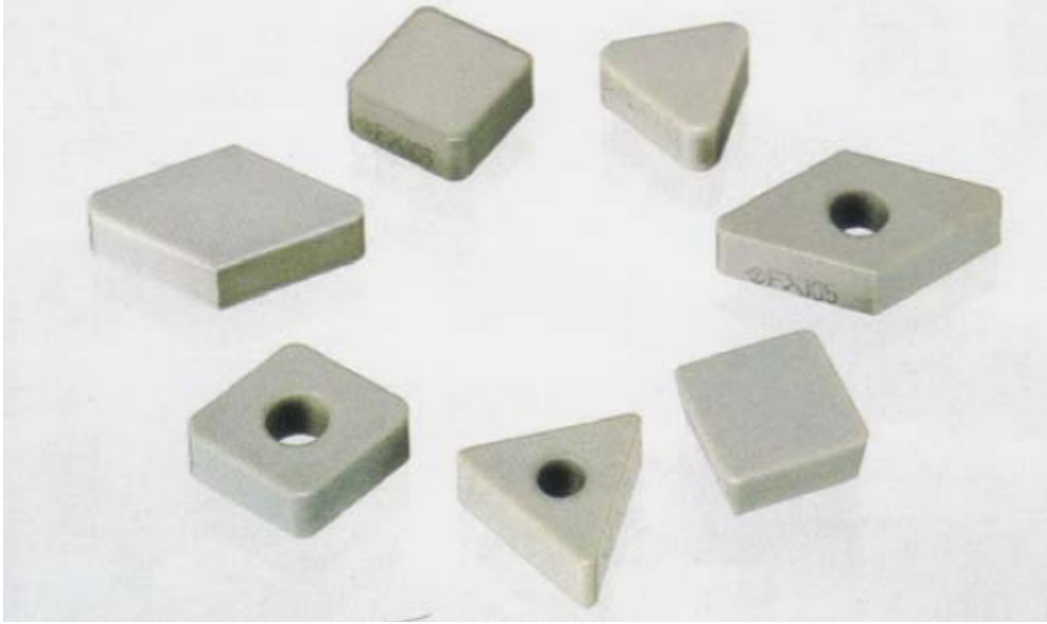


Şekil 5. 29. Kesici takım üzerindeki aşınmaların şematik gösterimi, (a) Yanak ve çentik aşınması, (b) Krater aşınması, (c) Yığılma kenar (BUE) Talaş yığılması, (d) Küçük tanecik kopması, (e) Termal çatlaklar, (f) Uçun kırılması, (g) Plastik deformasyon (Gök, 2006)

### 5.11.3. Seramik kesici uç formlarının seçimi

Seramik takımlar sert, yüksek sıcak sertliğe sahip, iş parçası malzemesi ile reaksiyona girmeyen takımlardır. Uzun bir takım ömrüne sahiptirler ve yüksek kesme hızlarında talaş kaldıracırlar. Doğru uygulamalarda çok yüksek talaş debilerine erişebilirler. Seramiklerle bütün malzemeler işlenmez, en belli başlı

uygulama alanları: gri dökme demir, ısıl dirençli alaşımlar, sertleştirilmiş çelikler, sfero dökme demir ve bazı durumlarda çeliktir. Seramik kesme takımı kullanırken iş parçasını soğutmakta başka soğutucuya ihtiyaç yoktur. Seramik kullanarak, sert madenlere göre 2-3 misli daha fazla kesme hızları kolayca elde edilir. Şekil 5.30' da değişik formlarda üretilen seramik kesici uçları görülmektedir.



















Şekil 5. 30 SiAlON kesici uç formları

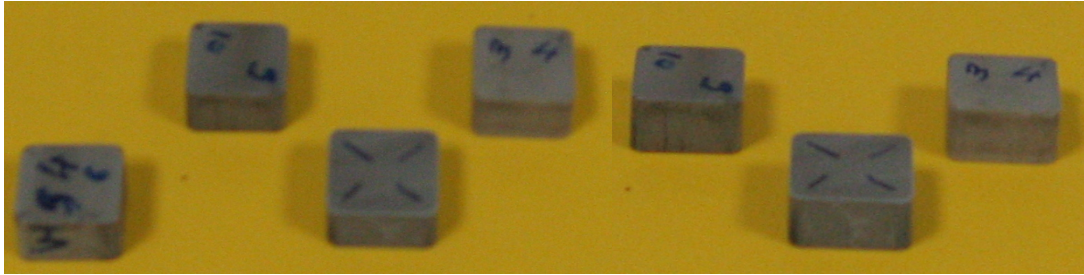
Çalışmalarımıza ilk olarak SiAlON kesici uçlarının hangi kesici uç formunda üretileceğine karar vererek başlamamız çalışmalarımızın daha sağlıklı yürütülebilmesi için gereklidir. Takım tutucular ve kartuşlar için ISO tarafından standart kodlar oluşturulmuştur. Bu kodlar ISO 5609'a dayalı olarak hazırlanmaktadır. Kartuj genelde birçok kesme işlemini aynı anda yapmak için özel amaçlı gövde iken takım tutucu ise geleneksel tornalama işlemleri için kullanılır. Hemen hemen her kesici takım üretici firmasının takımlar ve tutucular için kendi gösterimleri mevcuttur. Ancak bu gösterimlerin büyük bir çoğunluğu hafif farklılıklarda olsa ISO kodlama sistemine göre yapılmaktadır. (Tablo 5.11 'de ISO kodlama sistemine göre uç tiplerinin gösterimi görülmektedir.)

Yukarıdaki bilgilerden de faydalanılarak hangi takım seçileceği, hangi kesiciden maksimum faydalanılacağı ve aynı zamanda bos işlem zamanının azaltılması için

mümkün olan oldukça geniş işleme şartlarını içerecek şekilde takımlar seçilmelidir. Bu çalışmamızda hem tüm kenarlarının aynı açıda olması hem de sekiz yüzeyinin de kullanılabilmesi sebebiyle ISO 5609 tarafından belirtilen S kodlu kesici uç formatına göre kalıp tasarlanarak sinterleme öncesi gerekli ön şekil manuel preste verilmiştir. Piyasada kullanılan uç formlarına göre kodlayacak olursak SNGN veya SNGA tipi uçlarla aynı geometriye sahip uç formu seçilmiştir Böhler (2005). Şekil 5.31 'de kesme performansı testleri için ürettiğimiz eş eksenli seramik kesici takımlar görülmektedir.

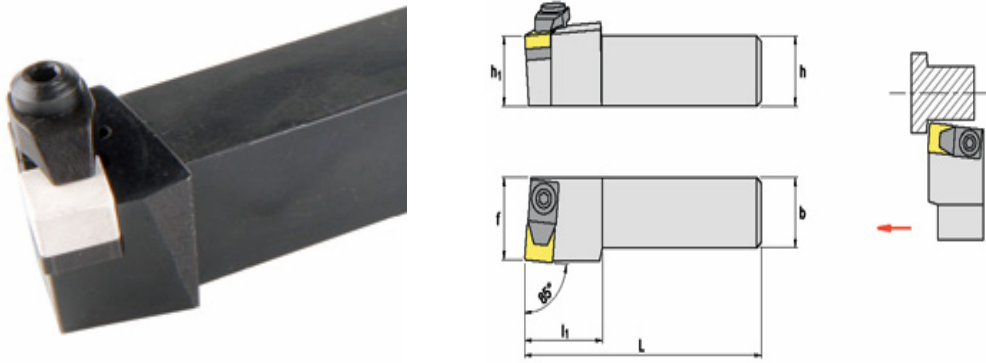
Tablo 5. 11. ISO kodlama sistemine göre uç tiplerinin gösterimi

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. 31. Kesme performansı testleri için ürettiğimiz eş eksenli seramik kesici takımlar

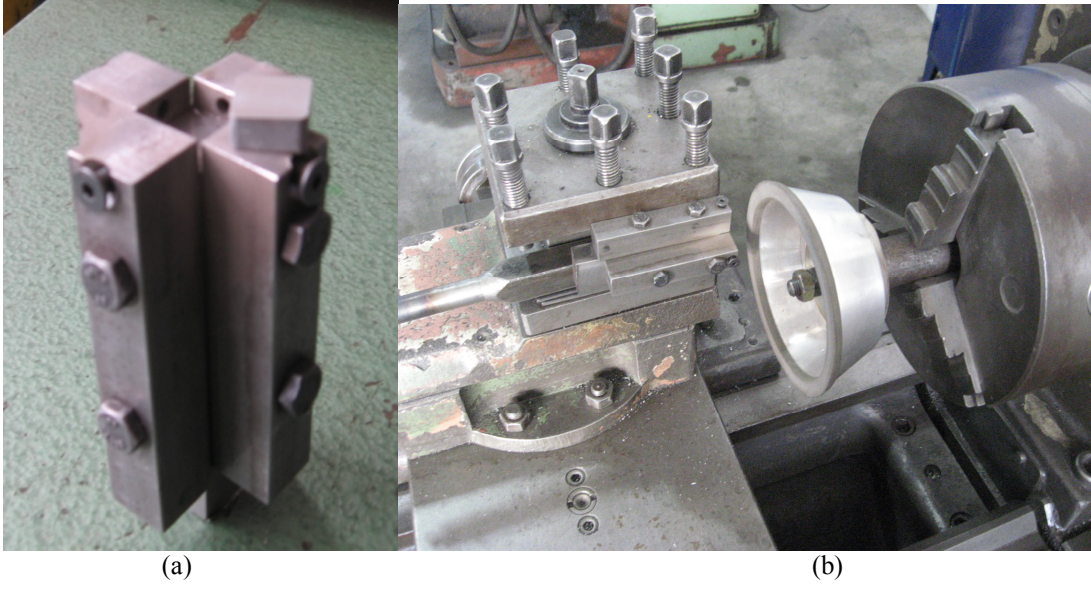
Seçilen uç formuna göre kesici takımın tornaya bağlama aparatı olarak Şekil 5.32 'de görülen negatif açılı dış tormalama kateri kullanılmıştır.



Şekil 5. 32. Negatif açılı dış tornalama kateri

### 5.12. SiAlON Kesici Takımın Yüzeylerinin Taşlanarak İşlemeye Hazır Hale Getirilmesi

Sinterleme sonrası elde edilen SiAlON kesici takımların; sinterleme esnasında oksit katkılarının bir miktar uçması sebebiyle parçada çarpılmalar görülmesi, yatak malzemesi olarak kullanılan BN tozu ve/veya packing powder tozunun parça yüzeyinde bir miktar bulunması ve parça yüzeylerinde kalıptan kaynaklanan bazı hatalar kesici takımların kesme performansını etkileyecektir. Bu yüzey pürüzlülüklerini ortadan kaldırmak kusursuz bir yüzey elde etmek için elmas taşlama diskisi ile kesici takımların yüzeyleri % 0,2 hassasiyetle Şekil 5.33(a)'da aparat yardımıyla, Şekil 5.33(b)'de görülen torna tezgâhında 1400 devir/dakika hızla işlenmiştir. Diabor firmasından sert seramik malzemelerin ince taşlamasını yapmak (FEPA standartlarına göre D54 Tane iriliğine sahip) ve kuru taşlama işlemi gerçekleştirmek için Resinoid (reçine) bağlantılı sentetik elmas taşlama diskisi temin edilmiştir (Şekil 5.34).



Şekil 5. 33. a) Seramik kesici takım bağlama aparatı b) Yüzey taşlama için kullanılan torna tezgâhı



Şekil 5. 34. Seramik kesici takım taşlamak için kullanılan elmas taşlama diski

## BÖLÜM 6. DENEYSEL SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRİLMESİ

### 6.1. Yoğunluk Karakterizasyonu

O3-O3F Kompozisyonları Yoğunlukları

O3 : %93  $\beta$ - SiAlON z=1 kompozisyonu + %3 MgO

O3F : %93  $\beta$ - SiAlON z=1 kompozisyonu + %(3=) 4,65 MgF<sub>2</sub>

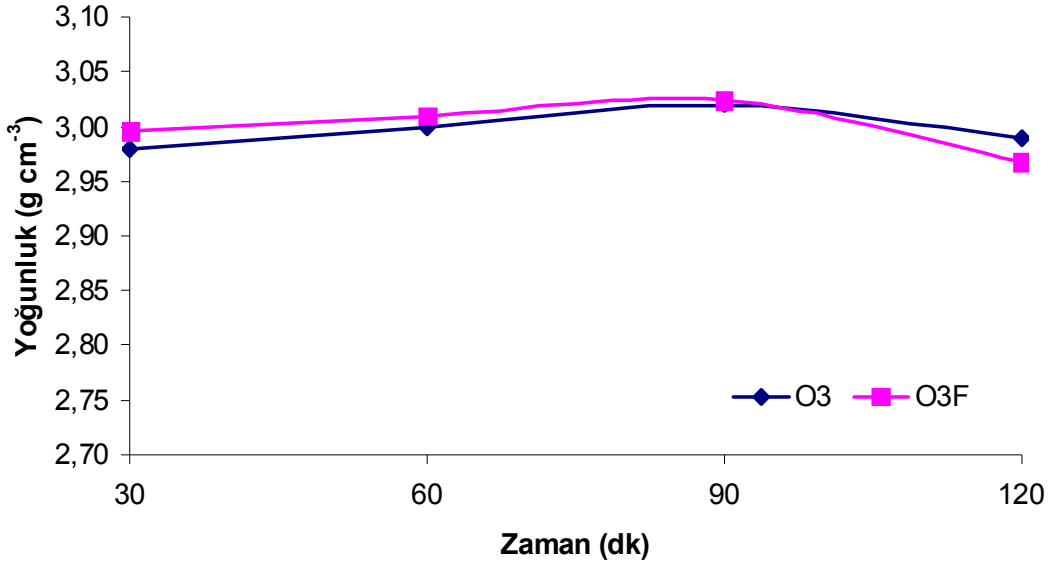
Z=1 değerlikli SiAlON üretiminde MgO-SiO<sub>2</sub> sisteminden yararlanılarak hazırlanmış olan kompozisyonların yoğunluk değerleri Tablo 6.1' de verilmiştir. Burada sıvı faz oluşumunu sağlayacak katkı maddesi oranı (%3) düşük tutulmuştur. Bunun sonucu olarak düşük sıcaklıklarda (1550 ve 1600°C) yoğunlaşma değerleri beklenenin altında gerçekleşmiştir. Çünkü sinterleme için yeterli sıvı faz oluşumu gerçekleşmemiştir. Ancak 1650°C'de mevcut sıvı fazın miktarı bir miktar daha artmış ancak temelde viskositenin daha da düşmesi sebebiyle daha yüksek yoğunlaşma değerlerine ulaşılmıştır.

Tablo 6. 1. Grafit fırında sinterlenen %3 MgO katkılı (O3) ve %4,65 MgF<sub>2</sub> katkılı (O3F) SiAlON toz kompozisyonlarının sıcaklık ve zamana bağlı yoğunluk davranışları

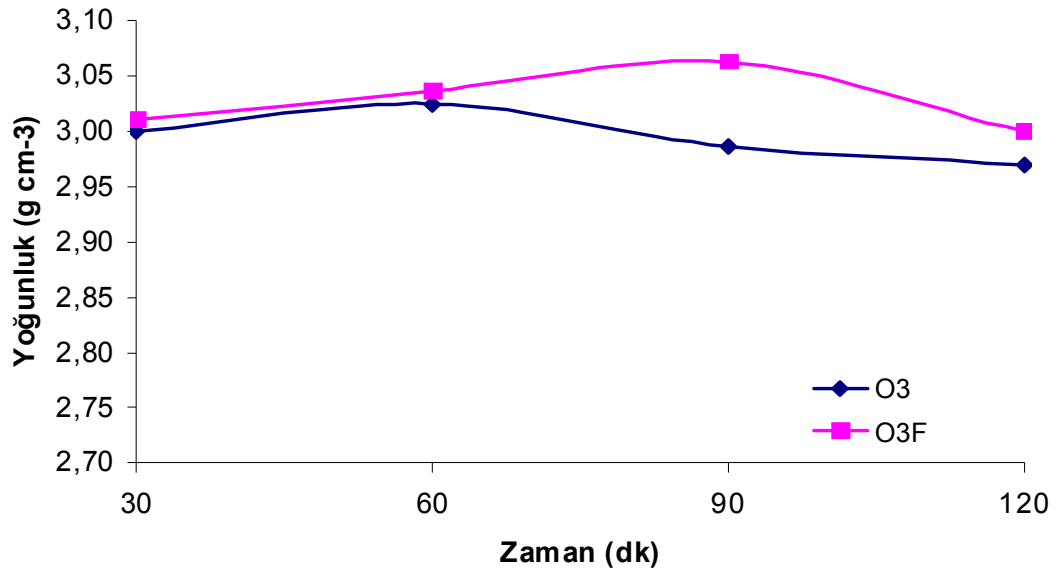
Kod	Sıcaklık (°C)	30dk		60dk		90dk		120dk	
		d(g/cm <sup>3</sup> )	T.Y (%)	d(g/cm <sup>3</sup> )	T.Y (%)	d(g/cm <sup>3</sup> )	T.Y (%)	d(g/cm <sup>3</sup> )	T.Y (%)
O3	1550°C	2,98	94,01	3,00	94,64	3,02	95,27	2,99	94,32
O3F		3,00	94,32	3,01	94,64	3,02	95,02	2,97	93,06
O3	1600°C	3,00	94,64	3,03	95,43	2,99	93,47	2,97	93,38
O3F		3,01	94,95	3,04	95,80	3,06	96,62	3,00	94,64
O3	1650°C	3,01	94,95	3,08	97,10	3,10	97,79	3,00	94,64
O3F		3,02	95,39	3,12	98,42	3,09	97,48	3,00	94,64

Sinterleme sıcaklığının artışıyla birlikte yoğunluk değerleri artış göstermekte olup MgF<sub>2</sub> katkılı toz kompozisyonunu MgO katkılı toz kompozisyonuyla hemen hemen

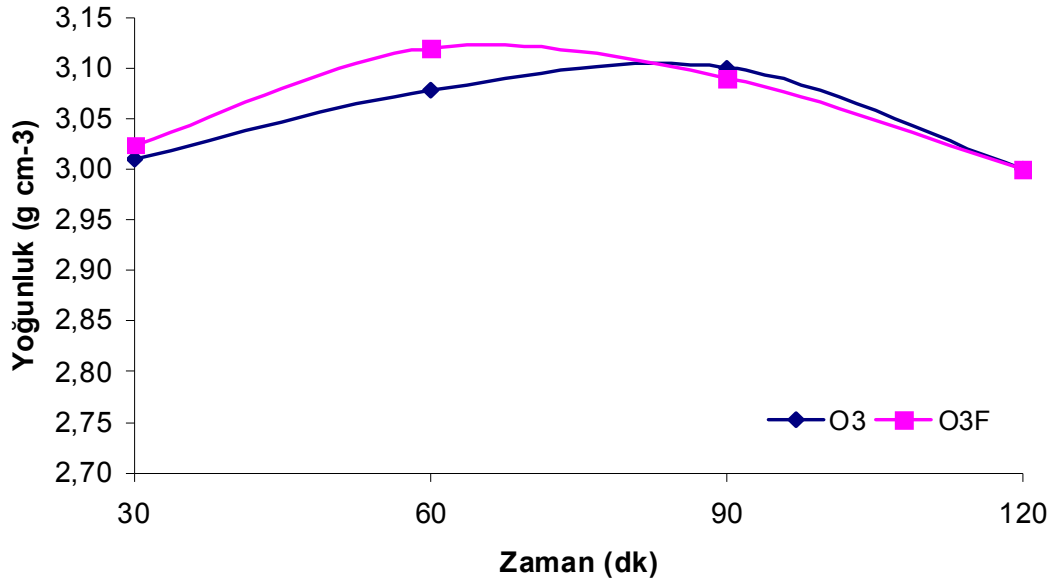
benzer sonuçlar verdiği görülmektedir. Yoğunluk sonuçlarına bakıldığında en iyi yoğunlaşma  $3,12 \text{ g/cm}^3$  ile  $1650 \text{ }^\circ\text{C}$  60 dk'da gerçekleşmiştir. Yoğunlaşma grafiklerine bakıldığında (Şekil 6.1–6.3) genel olarak florür katkısının yoğunlaşma üzerine etkisi belirgin şekilde görülmektedir.



Şekil 6. 1.  $1550^\circ\text{C}$ ' de basınçsız sinterlenen %3 MgO (O3) ve %3(4,65)  $\text{MgF}_2$  (O3F)katkılı SiAlON toz kompozisyonlarının zamana bağlı yoğunluk grafiği



Şekil 6. 2.  $1600^\circ\text{C}$ ' de basınçsız sinterlenen %3 MgO (O3) ve %3(4,65)  $\text{MgF}_2$  (O3F)katkılı SiAlON toz kompozisyonlarının zamana bağlı yoğunluk grafiği



Şekil 6. 3. 1650°C’ de basınçsız sinterlenen %3 MgO (O3) ve %3(4,65) MgF<sub>2</sub> (O3F)katkılı SiAlON toz kompozisyonlarının zamana bağlı yoğunluk grafiği



## OS-OSF Kompozisyonlarının Yoğunlukları

OS : %95  $\beta$ - SiAlON z=1 kompozisyonu + %5 MgO

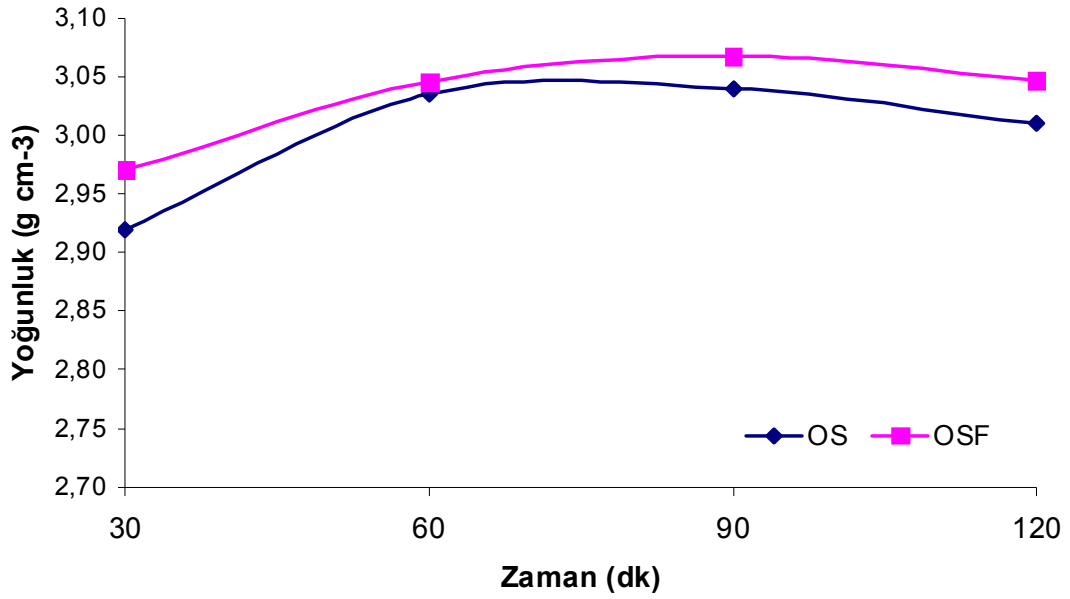
OSF : %95  $\beta$ - SiAlON z=1 kompozisyonu + %(5=)7.75MgF<sub>2</sub>

Z=1 değerlikli SiAlON üretiminde MgO-SiO<sub>2</sub> sisteminden yararlanılarak hazırlanmış olan kompozisyonların yoğunluk değerleri Tablo 6.2'de verilmiştir. Burada sıvı faz oluşumunu gerçekleştirecek olan katkı maddesi (%5) biraz daha arttırılmıştır.

Tablo 6. 2. Grafit fırında sinterlenen %5 MgO katkılı (OS) ve %7,75 MgF<sub>2</sub> katkılı (OSF) SiAlON toz kompozisyonlarının sıcaklık ve zamana bağlı yoğunluk davranışları

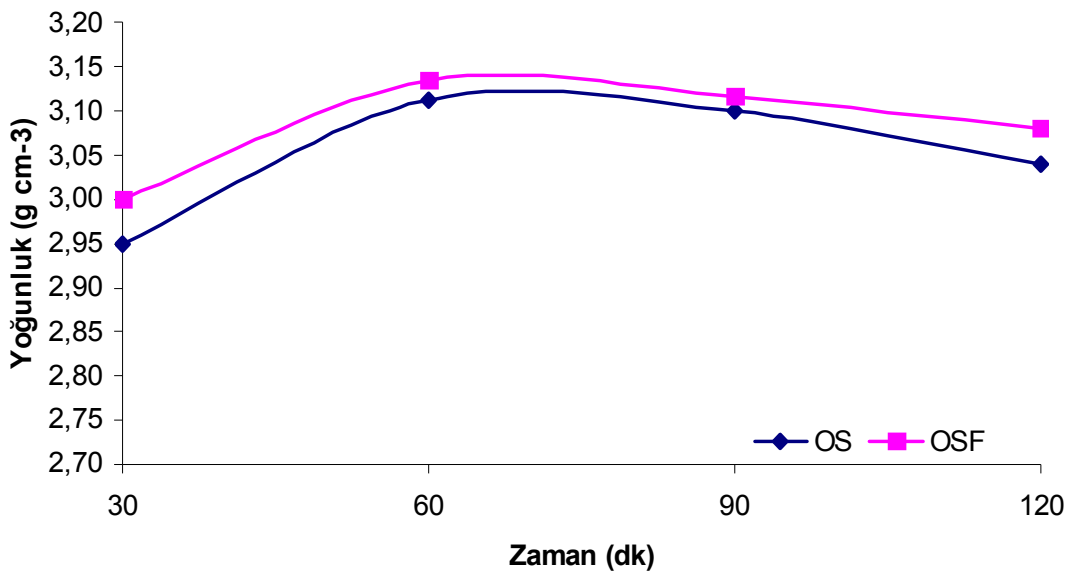
Kod	Sıcaklık (°C)	30dk		60dk		90dk		120dk	
		d(g/cm <sup>3</sup> )	T.Y (%)	d(g/cm <sup>3</sup> )	T.Y (%)	d(g/cm <sup>3</sup> )	T.Y (%)	d(g/cm <sup>3</sup> )	T.Y (%)
OS	1550°C	2,920	92,11	3,035	95,74	3,040	95,90	3,010	94,95
OSF		2,970	93,69	3,046	96,09	3,068	96,78	3,047	96,12
OS	1600°C	2,950	93,06	3,113	98,20	3,100	97,79	3,040	95,90
OSF		3,000	94,64	3,135	98,90	3,116	98,30	3,080	97,16
OS	1650°C	3,013	95,05	3,120	98,42	3,080	97,16	3,068	96,78
OSF		3,062	96,59	3,140	99,05	<b>3,160</b>	99,68	3,070	96,85

Yoğunluk değerlerindeki artışta bunu desteklemektedir. Sinterleme sıcaklığının artışıyla birlikte yoğunluk değerleri artış göstermekte olup MgF<sub>2</sub> katkılı toz kompozisyonunu MgO katkılı toz kompozisyonundan daha iyi sonuçlar verdiği görülmektedir. Sinterleme sonucu en iyi yoğunlaşma 3,16 g/cm<sup>3</sup> ile 1650 °C 90 dk da gerçekleşmiştir.



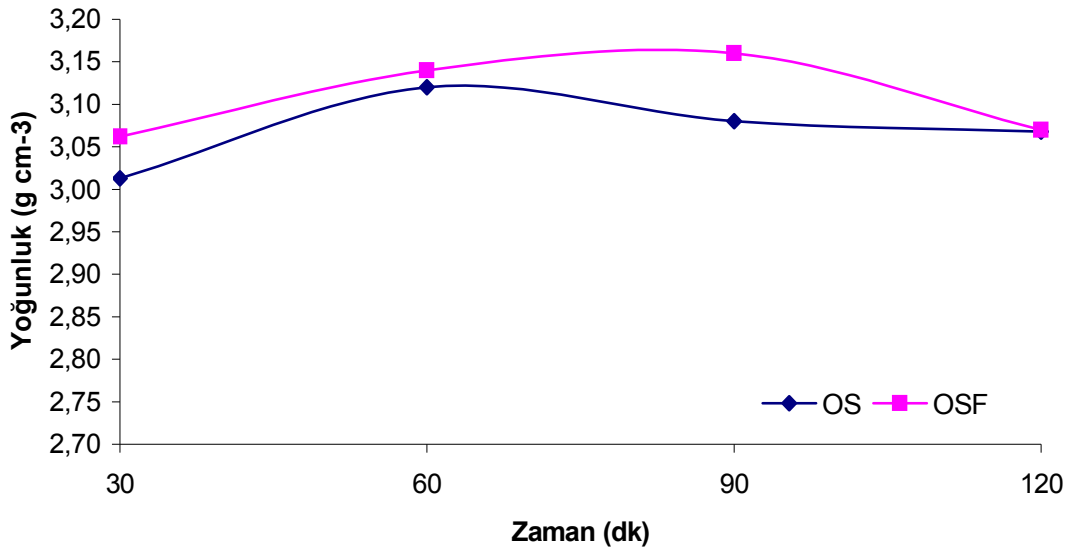
Şekil 6. 4. 1550°C’de basınçsız sinterlenen %5 MgO (OS) ve %5(7,75) MgF<sub>2</sub> (OSF)katkılı SiAlON toz kompozisyonlarının zamana bağlı yoğunluk grafiği

1550°C’de basınçsız sinterlenen MgF<sub>2</sub> katkıli OSF kompozisyonunun 90 dk süresince sinterlenmesinde en iyi yoğunlaşmayı 3,068 g/cm<sup>3</sup> ile sağladığı görülmektedir. MgO katkıli olan OS kompozisyonu ise düşük sıcaklıklarda daha az sıvı faz oluşumu gerçekleştirdiği için yoğunlaşma tam sağlanamamıştır.



Şekil 6. 5. 1600°C’de basınçsız sinterlenen %5 MgO (OS) ve %5(7,75) MgF<sub>2</sub> (OSF)katkılı SiAlON toz kompozisyonlarının zamana bağlı yoğunluk grafiği

1600°C’de basınçsız sinterlenen MgF<sub>2</sub> katkılı OSF kompozisyonunun 60 dk süresince sinterlenmesinde en iyi yoğunlaşmayı 3,135 g/cm<sup>3</sup> ile sağladığı görülmektedir. Aynı sıcaklık ve sürede MgO katkılı olan OS kompozisyonu ise düşük sıcaklıklarda daha az sıvı faz oluşumu gerçekleştirdiği için yoğunlaşma tam sağlanamamıştır.



Şekil 6. 6. 1650°C’de basınçsız sinterlenen %5 MgO (OS) ve %5(7,75) MgF<sub>2</sub> (OSF) katkılı SiAlON toz kompozisyonlarının zamana bağlı yoğunluk grafiği

1650°C’de basınçsız sinterlenen MgF<sub>2</sub> katkılı OSF kompozisyonunun 90 dk süresince sinterlenmesinde en iyi yoğunlaşmayı 3,16g/cm<sup>3</sup> ile sağladığı görülmektedir. Aynı sıcaklık ve sürede MgO katkılı olan OS kompozisyonu ise düşük sıcaklıklarda daha az sıvı faz oluşumu gerçekleştirdiği için yoğunlaşma tam sağlanamamıştır.

#### M1-MF2 ve M3-MF4 Kompozisyonlarının Yoğunlukları

- M1 : %93 β- SiAlON z=1 kompozisyonu + %7 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> +%1,5 MgO  
 MF2 : %93 β- SiAlON z=1 kompozisyonu + %7 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %(1,5=)2,32 MgF<sub>2</sub>  
 M3 : %90 β- SiAlON z=1 kompozisyonu + %7 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> +%3 MgO  
 MF4 : %90 β- SiAlON z=1 kompozisyonu + %7 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %(3=)4,65MgF<sub>2</sub>

Tablo 6.3-6.4’te 1450°C’de 30-150dk süreyle yapılan basınçsız sinterleme sonucu elde edilen yoğunluklar görülmektedir. Yoğunluk değerlerinin bu sıcaklık için 2.92–

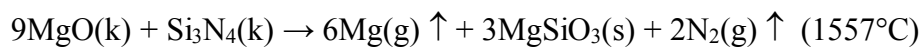
3.09g cm<sup>-3</sup> aralığında olduğu relatif yoğunluklarına bakıldığında ise %88-94 arasında teorik yoğunluğun başarıldığı görülmektedir. Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgO-SiO<sub>2</sub>-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> sisteminde ötektik yaklaşık 1350°C civarında olduğu rapor edilmiştir. Buna göre sıvı fazın oluşması, viskositesinin 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<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sıvı faz oluşumunda geçici olarak sıvı faz oluşumuna yardımcı olabilir. Çözünme ve çökeltme aşamasında yeni tane oluşumuna kristal yapıya girecektir.

1450°C için genel olarak sıcaklıkla yalnız oksit katkılı olan sistemler için sürenin bir fonksiyonu olarak yoğunluk değerlerinde artış olduğu söylenebilir. Ancak en yüksek değerler florür katkılı sistemler için elde edilmiştir (MF2 için 3,093 g cm<sup>-3</sup>, MF4 için 3,1 g cm<sup>-3</sup>). MF2 ve MF4 kompozisyonları karşılaştırıldığında ise florür katkısı yüksek olan MF4 kompozisyonu daha yüksek yoğunluk değerleri vermiştir. Bununla birlikte, florür katkılı sistemler için 120dk sonra yoğunluk değerlerinin artışında bir miktar duraklama görülmüştür. Florürün sıvı faz sisteminde ön görülen ötektiği düşürme etkisi sonucu beklenen daha önce yoğunlaşmaya başlama etkisi bu sıcaklık için Şekil 6.7-6.8'deki yoğunluk grafiklerinde de görüleceği üzere oldukça nettir. SiAlON kompozisyonlarının sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk eğrileri yalnız oksit katkıları olan kompozisyonlardan elde edilen yoğunluk eğrilerinden daha yüksek değerler vermiştir.

1500°C'de yapılan sinterleme işlemlerinde de Mg-Si-Al-O-N-F katkı sistemiyle sinterlenen kompozisyonlar Şekil 6.9-6.10'da görüleceği gibi daha yüksek yoğunluk değeri vermiştir. Zamanın bir fonksiyonu olarak yoğunluk değerleri 120dk'ya kadar artmış sonrasında biraz düşüş görülmüştür. 1500°C için en yüksek değerler yine florür katkılı sistemler için elde edilmiştir (MF2 için 3,126 g cm<sup>-3</sup>, MF4 için 3,09 g cm<sup>-3</sup>). Şekil 6.44-6.45'te SEM resimlerinde ötektik oluştuktan sonra viskositeninde bir miktar azalarak yoğunlaşmanın önemli miktarlara ulaşmasına yardımcı olduğu görülmüştür.

Tablo 6.7-6.8’de 1550°C’deki sinterleme sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları verilmiştir. Şekil 6.14-6.15’te daha açık şekilde anlaşılacağı üzere 1550°C yoğunluk 3.169 g cm<sup>-3</sup> (MF4 için) değerlerine ulaşmıştır. Benzer yoğunluklara eş değer oksit kompozisyonuyla ancak daha uzun sürelerde ulaşılabilmiştir (MF4 için 1550°C’de 90dk 3,169 g cm<sup>-3</sup>, M3 için 3,167 g cm<sup>-3</sup>). Buda florür katkı sistemiyle sinterleme süresinin kısaltmayı başarılabilmişinin göstergesidir. Yoğunluklar sinterleme süresiyle genel olarak artış göstermiştir. Ancak daha yüksek oranda florür içeren MF4 kompozisyonunun yoğunluk eğrisi 90dk sonrası düşüş eğilimindedir. Bu da sistemden florür katkısının kaybının başladığını göstermektedir. MF2 kompozisyonunda florür miktarı az olduğu için kayıp hacimsel çekme ile dengelendiğinden yoğunlukta belirgin bir düşüş olmamıştır.

Sinterleme sıcaklığı 1600°C’ye artırıldığında yoğunluk değerleri 3.2 g cm<sup>-3</sup>’nin üzerine çıkmaya başlamıştır ki buda %98-99 teorik yoğunluk değerlerine tekabül etmektedir. %99 ve üzeri yoğunluklar fonksiyonel parça üretimi için kabul edilebilir değerlerdir. Yoğunluk değerleri zamanın bir fonksiyonu olarak daha az katkı içeren M1 ve MF2 kompozisyonları için artış gösterirken daha yüksek miktarda katkı içeren M3 ve MF4 kompozisyonlarında 120dk’dan sonra düşüşe geçmiştir. Bunun sebebi daha yüksek miktarda içerdikleri Mg metalinin ve SiO’in reaksiyonlar sonucu yapıdan uzaklaşmaya başlaması sebebiyledir. MF2 ve M1 numunelerindeki kayıp ise daha az olduğu için yoğunlukta düşüşte çok hafif olmuştur. Bu sıcaklık için yine en yüksek değerler MgF<sub>2</sub> içeren numunelerde elde edilmiştir (MF2 için 90dk’da 3,207 g cm<sup>-3</sup>, MF4 için 90dk’da 3,247 g cm<sup>-3</sup>). 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.

Sinterleme sıcaklığı 1650°C'ye arttırıldığında ise MF2 numunesi için 90dk ve 150 dk'da ful yoğunluklar başarılabilmiştir. MF4 için de 120dk'da neredeyse ful yoğunluk elde edilebilmiştir. (%99.6) Oksit katkılı numunelerde ise M1 için en yüksek 150dk'da  $3.245 \text{ g cm}^{-3}$ 'e ulaşırken M3 numunesi için 120dk'da  $3.248 \text{ g cm}^{-3}$  değerine ulaşılabilmiştir. Sıcaklık artışıyla birlikte ilk olarak MF2 katkılı sistemde sinterlenen numuneler ful yoğunluğa ulaşabilmiştir. Sıcaklığın artışıyla birlikte her iki kompozisyon için geçerli olan Mg kaybının yanı sıra florür kaybı da söz konusu olduğu için florürlü numunelerde sıcaklık artışıyla uzun sürelerde oksit katkılı numunelere göre hafif daha fazla yoğunluk düşüşleri kaydedilmiştir. Ancak yoğunlaşmaya olan kuvvetli katkısı sebebiyle yüksek sıcaklıklara kadar bu kaybı önemli ölçüde karşılayabilmiştir.

Şekil 6.17-6.18'de ise 1700°C'de oksit ve florür katkılı sistemdeki yoğunlaşma eğrileri üzerine etkisi görülmektedir. MF2 kompozisyonu 60dk'da ve MF4 kompozisyonu ise 90dk'da tam yoğunluğa ulaşmayı başarmıştır. Bu sıcaklıkta da genel olarak florür katkılı numuneler daha yüksek yoğunluk değerleri vermiştir. Bununla birlikte, tüm kompozisyonlar içinde içerikteki artan Mg miktarı aynı zamanda daha fazla Mg kaybı anlamına geldiğinden sinterleme süresiyle birlikte sistematik bir yoğunluk düşüş eğilim ortaya çıkmıştır.

1750°C'de yapılan sinterlemelerde ise kayıp sıcaklığın bir fonksiyonu olarak şiddetlendiğinden kayıp mikyarı artarak yoğunluk değerleri düşmüştür. Bu sebepten ötürü M1, MF2, M3 ve MF4 numuneleri için sürenin artmasıyla sistematik bir yoğunluk düşüşü söz konusudur. Mg kaybının yanı sıra SiO veya SiO<sub>2</sub> olası kayıp maddelerindedir. Bununla birlikte Mg-Si-Al-O-N-F katkı sistemiyle sinterlenen numunelerde Mg kaybına ek olarak florür kaybıda olduğu için ve bu sıcaklıkta artık şiddetlenerek yapıdan kaybı daha yüksek olmuş yoğunluk değerleri Mg-Si-Al-O-N katkı sistemiyle sinterlenen kompozisyonlardan daha düşük değerler vermiştir. Ancak Mg-Si-Al-O-N-F katkı sistemine sahip kompozisyonlarda ful yoğunluk değerleri zaten 1650 °C ve 1700°C'lerde elde edilebilmiştir. Florürün cam sistemine katılmasıyla camın viskozitesi düşürerek, hacmini arttırarak, ara bağlantıları zayıflatmasıyla ötektik noktasını daha aşağılara çektiği Hanifi (2007), Stuart (2007), Hill (1999), Maeda (1998) yaptıkları çalışmalarda cam ergime sıcaklığını 100-150°C

aşağı düşürebildiği ve aynı zamanda cam bölgesini genişlettiği ortaya koyulmuştur. Bu çalışmada florür katkıli kompozisyonlar oksit katkıli olanlarla karşılaştırıldığında florür katkıli sistemlerde MF2 kompozisyonunda 1450°C'de 90dk sinterleme süresinde ulaşılması başarılan  $3,093 \text{ g cm}^{-3}$  (>%93 T.Y.) yoğunluk değerine oksitli eş değer olan M1 kompozisyonunda ancak 1550°C'de ulaşılabilmiştir. Bu katkı miktarında sinterleme sıcaklığı yaklaşık 100°C aşağı çekilebildiği görülmüştür.

MF4 kompozisyonunda 1450°C'de 90dk sinterleme süresinde ulaşılması başarılan  $3,1 \text{ g cm}^{-3}$  (>%94 T.Y.) yoğunluk değerine oksitli eş değer olan M3 kompozisyonunda ancak 1600°C'de ulaşılabilmiştir. Florür katkısının arttırıldığı MF4 kompozisyonunda ise sinterleme sıcaklığı yaklaşık olarak 150°C aşağı çekilmesi başarılmıştır. Bu sonuçlarda literatürde cam sisteminde florürün etkisini  $\beta$ -SiAlON'un sinterlenmesinde kullanarak literatürle uyumlu bir şekilde ilk defa  $\text{MgF}_2$  ilavesiyle  $\beta$ -SiAlON 100-150°C kadar daha düşük sıcaklıklarda sinterlenmesi başarılabilmektedir.

Florür kaybının Mg kaybından daha şiddetli olması bununla birlikte ötektiği düşürmedeki başarılı etkisi yoğunlaşma davranışına daha kuvvetli bir etki sağlamıştır. Kayıp ve yoğunlaşma dengesinde her sıcaklık için optimum parametreler tespit edilmesiyle en iyi yoğunluk değerleri elde edilmiştir.

Florür katkısıyla  $\text{Y}_2\text{O}_3$ -MgO-SiO<sub>2</sub>-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> katkıları Mg-Y-Si-Al-O-N-F cam sistemini oluşturup aynı zamanda Mg-Y-Si-Al-O-N sisteminin cam oluşum bölgesini genişletmiştir. Hanifi ve ark. yaptığı çalışmada oksinitrür yapısına florür katkısı yapıldığında florürün ergime noktasını düşürdüğü ve azotun oluşan sıvı faz içerisindeki çözünürlüğünü de arttırdığı rapor edilmiştir. Silisyum ile Si-F, alüminyum ile Al-F şeklinde bağlanmaktadır. Fakat Si ile bağlanması durumunda sistemden uzaklaşabilmektedir. Böylece yapıdan malzeme kaybı gerçekleşmektedir Hanifi (2007), Hampshire (2008). Stuart ve ark. florür içeren oksinitrür ilavesiyle oluşan oksifloronitrür sıvısının içerisinde silisyum nitrürün ayrışma olmaksızın çözünebildiği kaydedilmiştir. Florürün oksinitrür yapısına girdiğinde hem Al hem de Si bağlanarak oksijenin yerine geçerek bağ koparıcı bir etki gösterdiği böylece daha kararsız olan bu yapının daha düşük sıcaklıkta ergiyebildiği belirtilmiştir. Stuart

(2007) Hanefi (2007). Bu çalışmada bu literatür bilgileriyle benzer olarak  $\text{Si}_3\text{N}_4$  tanelerinin katkı sistemi olarak kullanılan oksifloronitrür sıvısında çözündüğü ve böylece yoğunlaşma ve dönüşümün başarılabilirdiği yoğunluk, SEM, XRD sonuçlarıyla desteklenmiştir.

Yoğunluk sonuçlarını özetleyecek olursak florür ve oksit katkılı sistemler her ikisi için sıcaklık arttırıldığında lineer bir yoğunluk artışı sergilemiştir. Sıcaklık  $1600^\circ\text{C}$ 'lere arttırıldığında yüksek yoğunluk değerlerine ulaşılmıştır. Sıcaklık ve sürenin artışı genel olarak sistematik artan bir yoğunlaşma sağlamıştır.  $1650^\circ\text{C}$ 'de her iki kompozisyon için tam yoğunluk elde edilebilmiştir. Bununla birlikte, özellikle düşük sıcaklıklarda dominant şekilde florür katkı sisteminin daha yüksek yoğunlaşma davranışı sergilediği görülmüştür. Ötektik reaksiyonun daha düşük sıcaklıkta oluşarak  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{AlN}$  ve  $\text{Al}_2\text{O}_3$  tanelerinin etrafını saracaktır. Böylece Kingery modeline göre ilk aşama olan lineer hacimsel çekme gerçekleşerek önemli miktarda yoğunlaşma gerçekleşecektir. Yüksek sıcaklıklara çıkıldığında ise oksit katkılı kompozisyonlarla karşılaştırıldığında bu daha önce başlayan yoğunlaşma yüksek yoğunluklara daha kısa sürelerde ulaşılmasına ve XRD çalışmalarında da görüleceği gibi daha yüksek dönüşüm oranlarına sebep olmuştur. Bununla birlikte  $\text{Al}_2\text{O}_3$  aynı zamanda sıvı faza da destek olmaktadır. Çözünen  $\text{Si}_3\text{N}_4$  tanelerinin Si ve N olarak ayrışması ve sıvı fazda yeni SiAlON yapısının oluşumunda kafes yapısına girerek SiAlON'u oluşturan temel bileşenlerden olur. Daha erken Sinterleme sıcaklığı  $1650^\circ\text{C}$  ve üzeri olduğunda ise her iki katkı sistemi için yoğunluk sonuçları genel olarak benzer kabul edilebilir. Yüksek sıcaklıklarda ( $>1700^\circ\text{C}$ ) ve uzun sürelerde her iki sıvı faz sistemi için sıvı içerisinde Mg elementinin sistemden kaybı yapıda geriye gözenek bırakması sebebiyle yoğunluk değerlerinde sistematik bir düşüş davranışı sergilemiştir.

Bu çalışma kapsamında oksit katkı sistemleriyle elde edilen yoğunluk değerleri genel olarak literatürde ulaşılan yüksek yoğunluklara benzerdir Demir (2000), Hampshire (1981).

Flüorür kayıp olmasından korunmak için alüminyumun flüorürle bağlanması gerekir. Si-F bağı oluşumunun desteklendiği şartlar altında florür kaybı oluşmaktadır.



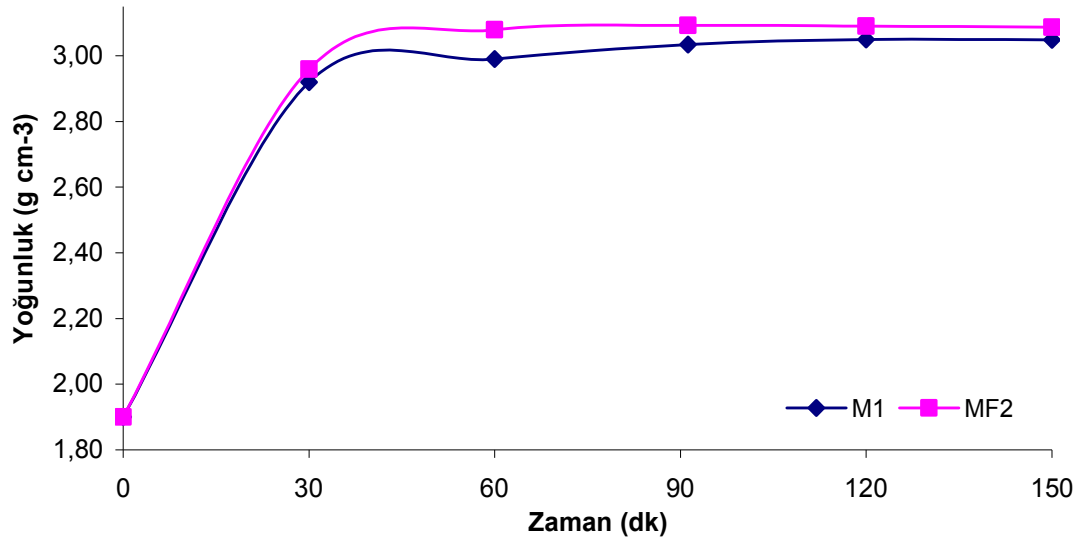
Florürün alüminyuma bağlanması cam eriyiğinden  $\text{SiF}_4$  olarak florür kaybını engelleyebilir. Si-F yerine Al-F bağı desteklemek için Al:F oranı 1'den daha büyük olmalıdır (Greene, 2003).  $\text{MgF}_2$  bir oksit olmayıp ve bir silikat şebekeye eklendiğinde,  $\text{MgF}_2$  bir şebekeye yerleşecek katyon ve iki köprüleme yapmayan florür vermekte olup F şebeke modifiye edici gibi olarak davranır. Böylece, yapılan deneysel çalışmalarda düşük sıcaklıklarda ötektik sıvı oluşarak yoğunlaşma başlaması sağlandığından  $1500^\circ\text{C}$ 'de  $3.12 \text{ g/cm}^3$  gibi yoğunlaşma değerleri elde edilmesi başarılabilmiştir. Florürlü numunelerdeki Mg kaybına ek olarak florür kaybı düşük sıcaklıklarda ve daha erken ve daha hızlı yoğunlaşma sebebiyle poroziteler daha çabuk kapanacak, daha düşük açık gözenek oranı sebebiyle yapıdan malzeme kaybı da sınırlanacaktır. Böylece kayıp oranları deneylerin geneline bakıldığında oksit katkılı sistemle yaklaşık olmakla birlikte biraz daha yüksektir. Bu çalışmada kullanılan Mg-Y-Si-Al-O-N-F cam kompozisyonundaki Al:F oranları yaklaşık 1 olduğu için F, stabil Al-F bağı oluşturma eğilimi olmasının yanı sıra Si-F bağıda oluşabileceği için uçarak uzaklaşma bir miktar olacaktır. Sinterleme işlemleri sonunda özellikle yüksek sıcaklıklarda ve uzun sürelerde florürün yapıdan uçtuğu yoğunluk değerlerindeki düşüş ( $1650^\circ\text{C}$  150dk  $3.235 \text{ gcm}^{-3}$ ,  $1700^\circ\text{C}$  150dk  $3.10 \text{ gcm}^{-3}$ ,  $1750^\circ\text{C}$  150dk  $3.08 \text{ gcm}^{-3}$ ) ve EDS'lerdeki F pikleri ve oranıyla kanıtlanabilmiştir. Florür  $\beta\text{-SiAlON}$  yapısına girmemektedir. Buda zaten sadece camsı fazı oluşturan elementlerin gözüktüğü EDS'lerde özellikle Mg, Y olduğu yerlerde (özellikle "line EDS" elementel piklerin çakıştığı yerlerde) artmakta olup buda tane sınırında olduğunu gösterir.

Tablo 6. 3. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının  $1450^\circ\text{C}$ 'de farklı sürelerde (0-60dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

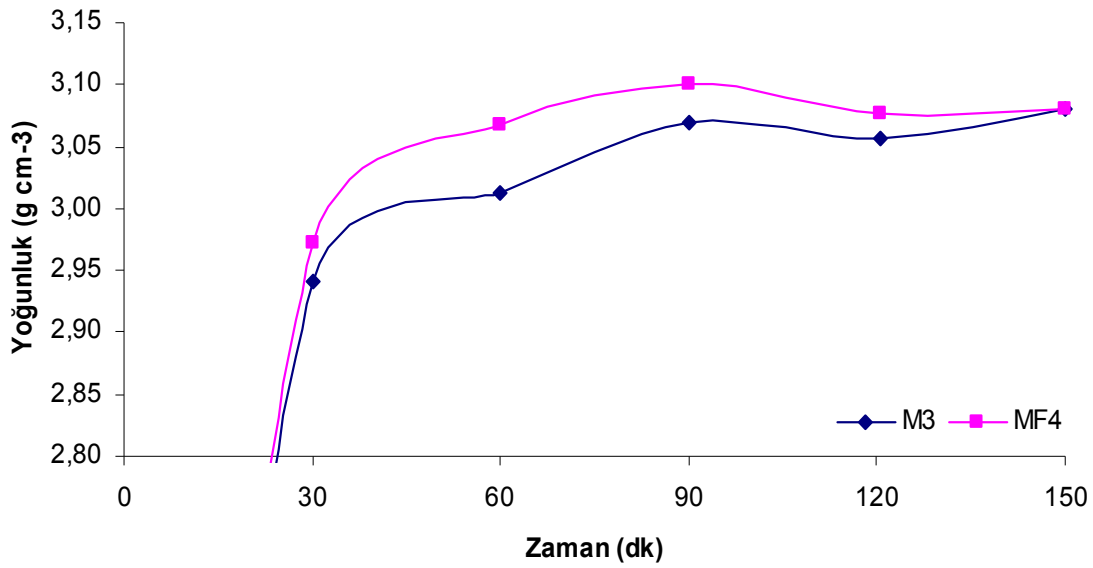
1450°C	0dk		30dk		60dk		
	Kodu	Yoğunluk ( $\text{g cm}^{-3}$ )	R.Y. (%)	Yoğunluk ( $\text{g cm}^{-3}$ )	R.Y. (%)	Yoğunluk ( $\text{g cm}^{-3}$ )	R.Y. (%)
	M1	1,9	60	2,920	88,7	2,990	90,8
	MF2	1,9	60	2,960	89,9	3,079	93,6
	M3	1,9	60	2,941	89,6	3,012	91,8
	MF4	1,9	60	2,973	90,6	3,068	93,5

Tablo 6. 4. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1450°C’de farklı sürelerde (90-150dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

1450°C	90dk		120dk		150dk		
	Kodu	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)
	M1	3,034	92,2	3,050	92,7	3,049	92,7
	MF2	3,093	94,0	3,090	93,4	3,087	93,8
	M3	3,069	93,5	3,056	93,2	3,080	93,9
	MF4	3,100	94,5	3,077	93,8	3,081	93,9



Şekil 6. 7. M1, MF2 kompozisyonlarının 1450°C’de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları



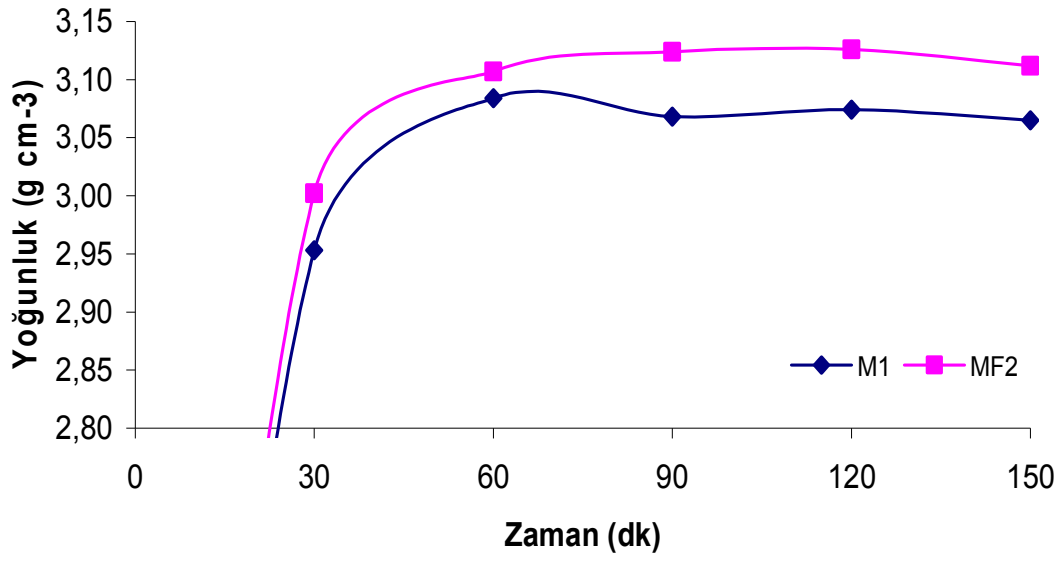
Şekil 6. 8. M3, MF4 kompozisyonlarının 1450°C’de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları

Tablo 6. 5. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1500°C’de farklı sürelerde (0-60 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

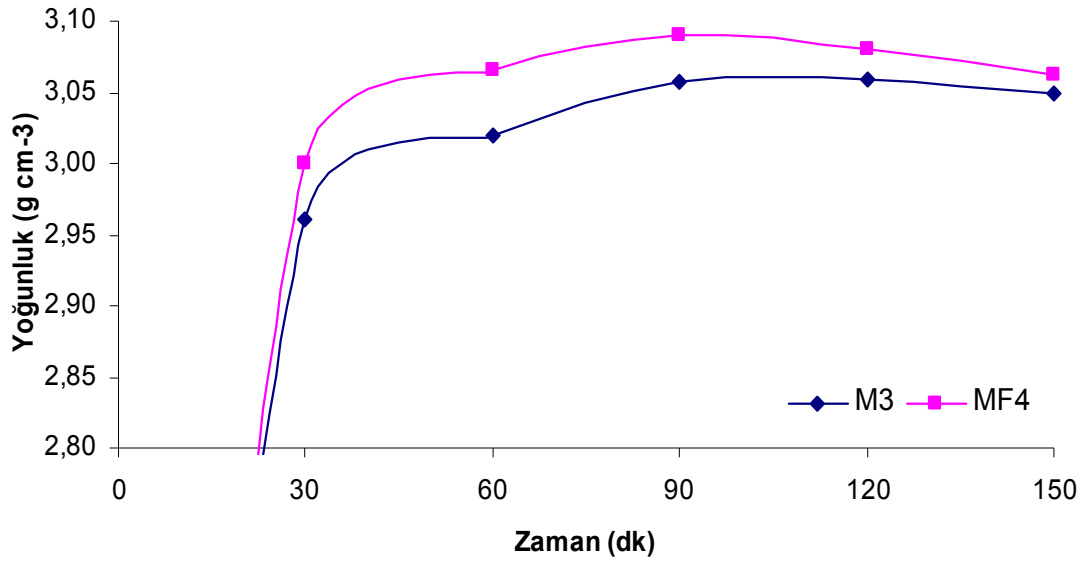
1500°C	0dk		30dk		60dk	
	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)
M1	1,9	60	2,953	89,7	3,084	93,7
MF2	1,9	60	3,002	91,2	3,107	94,4
M3	1,9	60	2,960	90,2	3,019	92,0
MF4	1,9	60	3,000	91,4	3,066	93,4

Tablo 6. 6. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1500°C’de farklı sürelerde (90-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

1500°C	90dk		120dk		150dk	
	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)
M1	3,068	93,25	3,074	93,4	3,065	93,1
MF2	3,124	94,9	3,126	95,0	3,112	94,5
M3	3,058	93,2	3,059	93,2	3,015	91,9
MF4	3,090	94,2	3,080	93,9	3,024	92,2



Şekil 6. 9. M1, MF2 kompozisyonlarının 1500°C’de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları



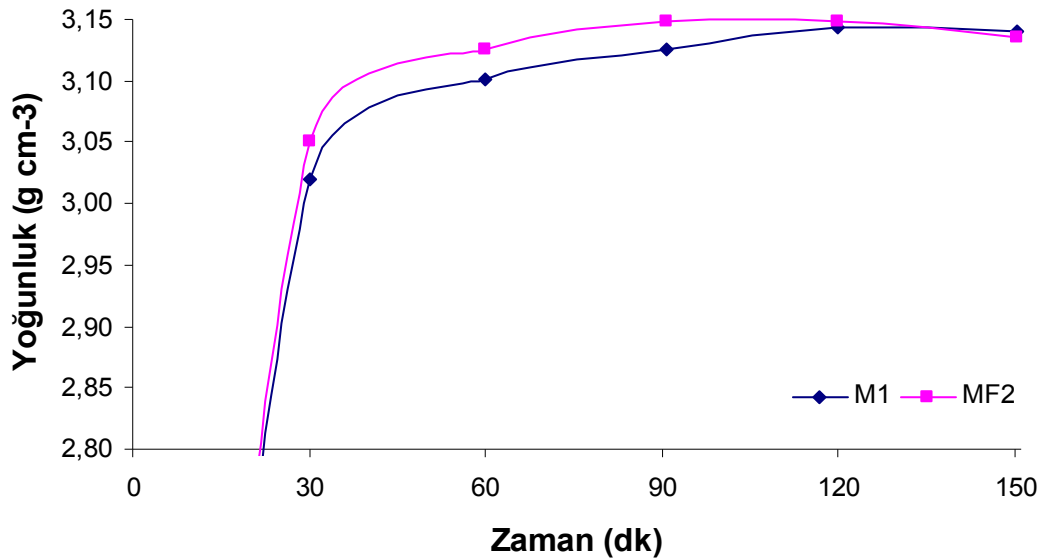
Şekil 6. 10. M3, MF4 kompozisyonlarının 1500°C’de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları

Tablo 6. 7. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1550°C’de farklı sürelerde (0-60 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

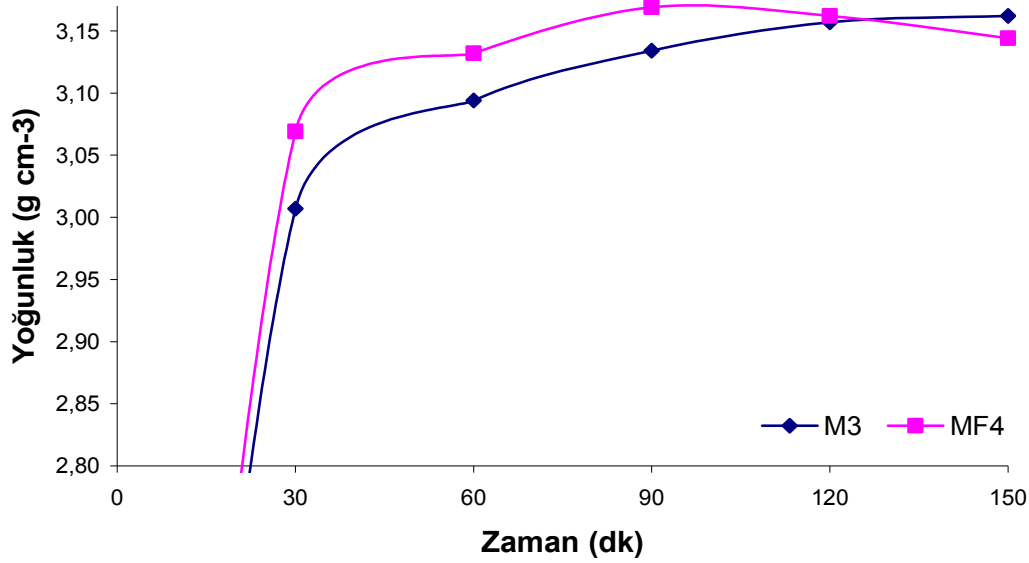
1550°C	0dk		30dk		60dk	
Kodu	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)
M1	1,9	60	3,020	91,8	3,101	94,2
MF2	1,9	60	3,050	92,7	3,125	95,0
M3	1,9	60	3,007	91,6	3,094	94,3
MF4	1,9	60	3,069	93,5	3,132	95,5

Tablo 6. 8. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1550°C’de farklı sürelerde (90-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

1550°C	90dk		120dk		150dk	
Kodu	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)
M1	3,125	60	3,143	95,5	3,141	95,4
MF2	3,149	60	3,149	95,7	3,136	95,3
M3	3,134	60	3,157	96,2	3,162	96,4
MF4	3,169	60	3,162	96,4	3,144	95,8



Şekil 6. 11. M1, MF2 kompozisyonlarının 1550°C’de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları



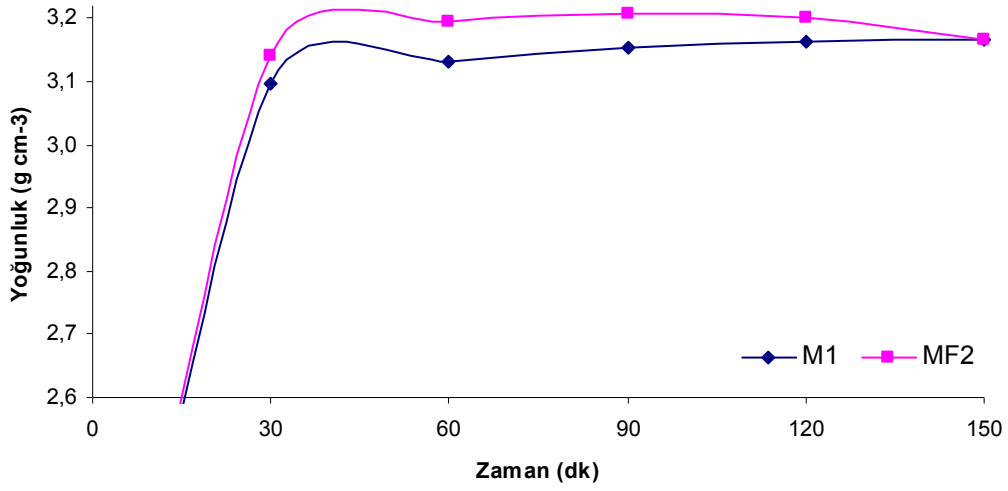
Şekil 6. 12. M3, MF4 kompozisyonlarının 1550°C'de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları

Tablo 6. 9. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1600°C'de farklı sürelerde (0-60 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

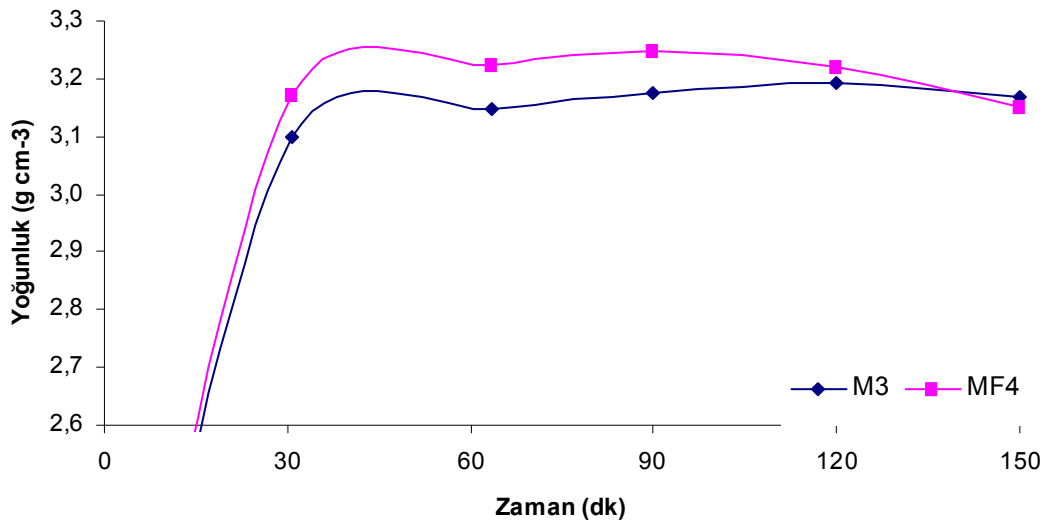
1600°C	0dk		30dk		60dk		
	Kodu	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)
	M1	1,9	60	3,096	94,1	3,13	95,1
	MF2	1,9	60	3,142	95,5	3,196	97,1
	M3	1,9	60	3,10	94,5	3,147	95,9
	MF4	1,9	60	3,172	96,7	3,224	98,3

Tablo 6. 10. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1600°C'de farklı sürelerde (90-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

1600°C	90dk		120dk		150dk		
	Kodu	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)
	M1	3,152	95,8	3,164	96,2	3,165	96,2
	MF2	3,207	97,5	3,200	97,2	3,165	96,2
	M3	3,175	96,8	3,194	97,4	3,150	96,0
	MF4	3,247	99,0	3,219	98,1	3,167	96,5



Şekil 6. 13. M1, MF2 kompozisyonlarının 1600°C'de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları



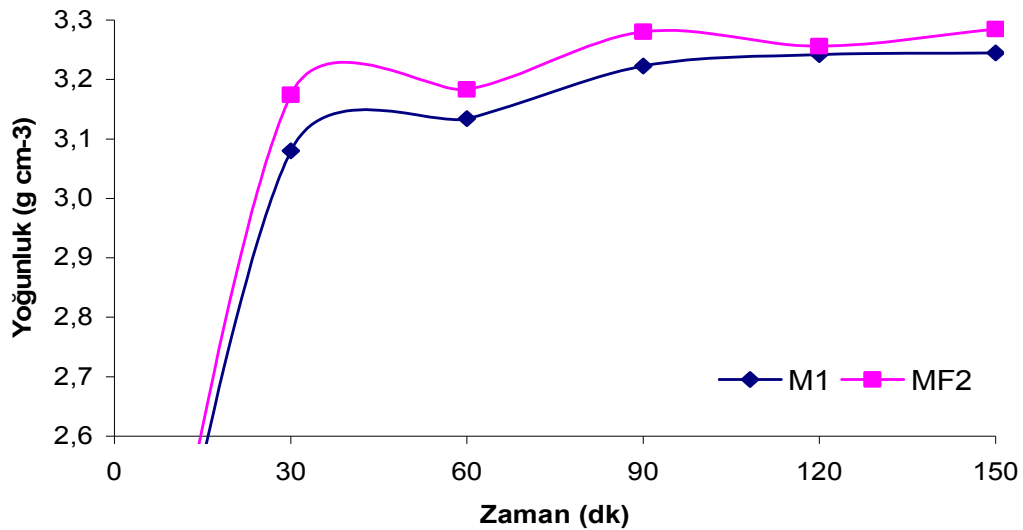
Şekil 6. 14. M3, MF4 kompozisyonlarının 1600°C'de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları

Tablo 6. 11. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1650°C'de farklı sürelerde (0-60 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

1650°C	0dk		30dk		60dk	
Kodu	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)
M1	1,9	60	3,080	93,6	3,134	95,2
MF2	1,9	60	3,183	96,7	3,149	95,7
M3	1,9	60	3,143	95,8	3,194	97,4
MF4	1,9	60	3,177	96,8	3,227	98,4

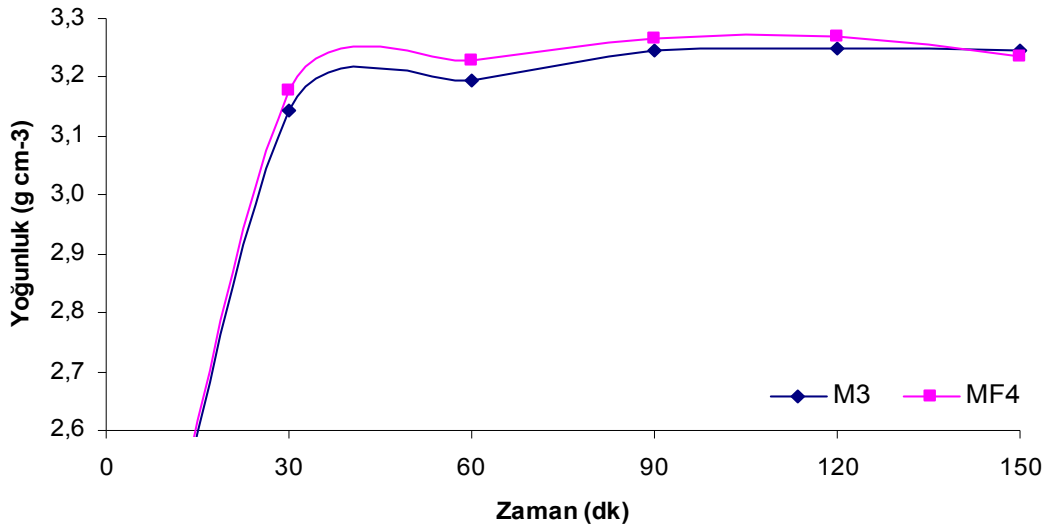
Tablo 6. 12. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1650°C'de farklı sürelerde (90-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

1650°C	90dk		120dk		150dk	
Kodu	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)
M1	3,223	97,9	3,242	98,5	3,245	98,6
MF2	3,280	99,7	3,256	98,9	3,285	99,8
M3	3,247	99,0	3,248	99,0	3,245	98,9
MF4	3,265	99,5	3,270	99,7	3,235	98,6



Şekil 6. 15. M1, MF2 kompozisyonlarının 1650°C'de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları





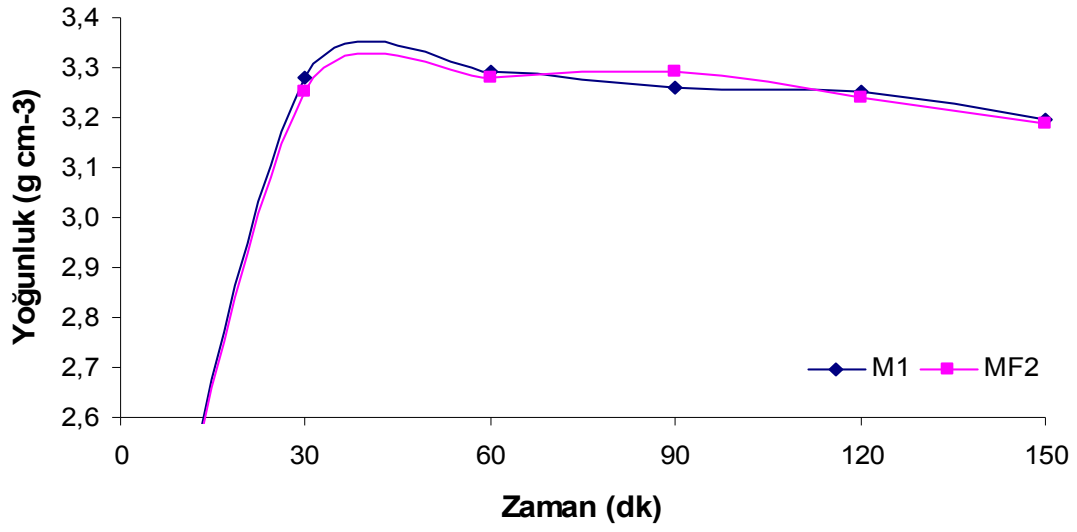
Şekil 6. 16. M3, MF4 kompozisyonlarının 1650°C’de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları

Tablo 6. 13. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (0-60 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

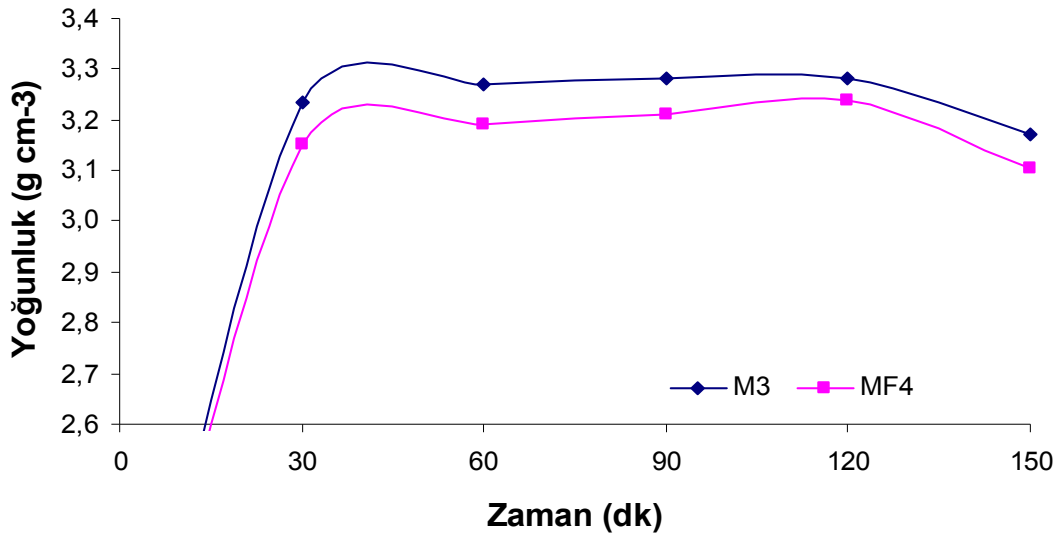
1700°C	0dk		30dk		60dk	
	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)
M1	1,9	60	3,28	99,7	3,29	100
MF2	1,9	60	3,25	98,8	3,28	99,7
M3	1,9	60	3,24	98,8	3,27	99,7
MF4	1,9	60	3,15	96,0	3,19	97,2

Tablo 6. 14. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (90-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

1700°C	90dk		120dk		150dk	
	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)
M1	3,26	99,1	3,25	98,8	3,20	97,3
MF2	3,29	100	3,24	98,5	3,19	97,0
M3	3,28	100	3,28	100	3,17	96,6
MF4	3,21	97,9	3,24	98,8	3,10	94,5



Şekil 6. 17. M1, MF2 kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları



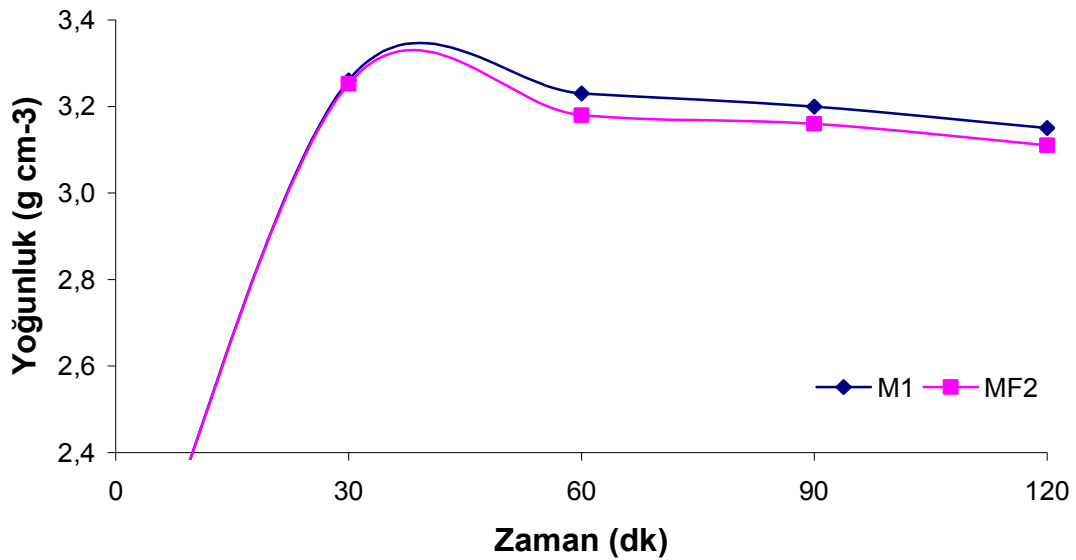
Şekil 6. 18. M3, MF4 kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (0-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları

Tablo 6. 15. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1750°C'de farklı sürelerde (0-60 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

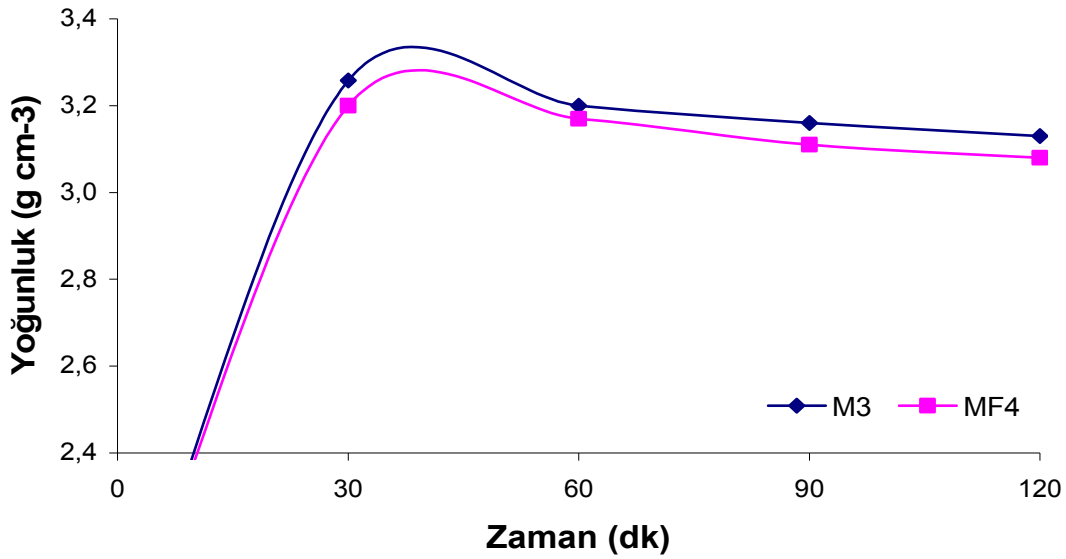
1750°C	0dk		30dk		60dk	
Kodu	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)
M1	1,9	60	3,26	99,1	3,23	98,2
MF2	1,9	60	3,25	98,8	3,18	96,6
M3	1,9	60	3,26	99,4	3,20	97,5
MF4	1,9	60	3,20	97,5	3,17	96,6

Tablo 6. 16. M1, MF2, M3, MF4 kompozisyonlarının 1750°C'de farklı sürelerde (90-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

1750°C	90dk		120dk	
Kodu	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)
M1	3,20	97,3	3,15	95,7
MF2	3,16	96,0	3,11	94,5
M3	3,16	96,3	3,13	95,4
MF4	3,11	94,8	3,08	93,9



Şekil 6. 19. M1, MF2 kompozisyonlarının 1750°C'de farklı sürelerde (0-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları



Şekil 6. 20. M3, MF4 kompozisyonlarının 1750°C'de farklı sürelerde (0-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları

#### A-B-D ve AF-BF-DF Kompozisyonlarının Yoğunlukları

- A : %96  $\beta$ - SiAlON z=1 kompozisyonu +%3 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> +%1 MgO  
 AF : %96  $\beta$ - SiAlON z=1 kompozisyonu +%3 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %(1=) 1,55 MgF<sub>2</sub>  
 B : %97  $\beta$ - SiAlON z=1 kompozisyonu +%2 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> +%1 MgO  
 BF : %97  $\beta$ - SiAlON z=1 kompozisyonu +%2 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %(1=) 1,55MgF<sub>2</sub>  
 D : %97,5  $\beta$ - SiAlON z=1 kompozisyonu +%2 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> +%0,5 MgO  
 DF : %97,5  $\beta$ - SiAlON z=1 kompozisyonu +%2 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %(0,5=) 0,775MgF<sub>2</sub>

Düşük katkı oranlarıyla z=1  $\beta$ -SiAlON kompozisyonlarının 1700-1750°C aralığında sinterlenmesi sonucunda elde edilen bulk numunelerin yoğunlukları ölçülerek katkı kompozisyonlarının ve farklı katkı miktarlarının yoğunlaşma davranışlarına etkisi incelenmiştir.

Şekil 6.22-6.24'te 1700°C'de düşük katkılı oksit ve florür sistemlerindeki yoğunlaşma eğrileri üzerine etkisi görülmektedir. AF BF DF kompozisyonlarında 90dk'da en yüksek yoğunluğa teorik olarak %95,6 ile ulaşılmıştır. Bu sıcaklıkta da genel olarak florür katkılı numuneler daha yüksek yoğunluk değerleri vermiştir. Bununla birlikte, tüm kompozisyonlar içinde içerikteki artan Mg ve florür miktarı

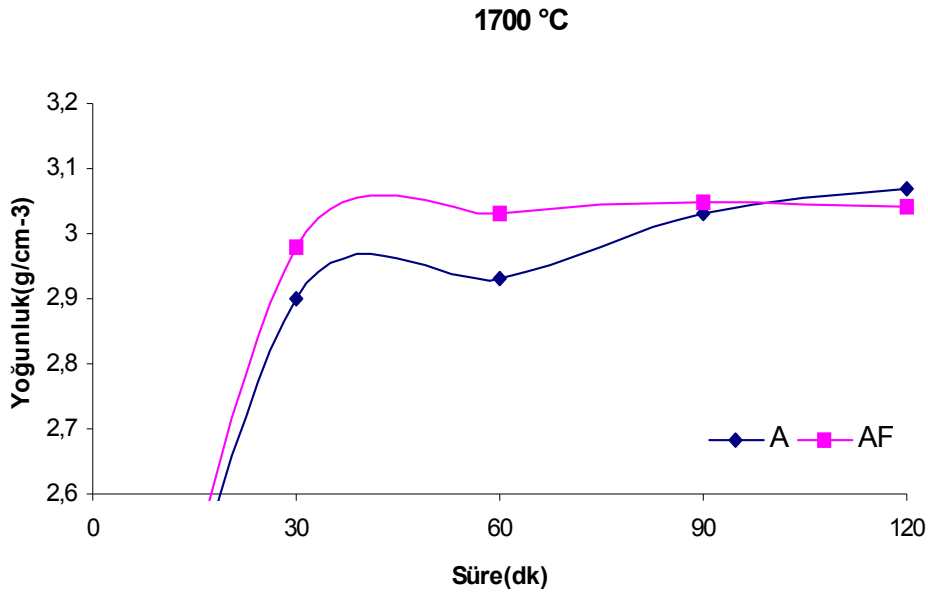
aynı zamanda daha fazla Mg ve florür kaybı anlamına geldiğinden sinterleme süresiyle birlikte sistematik bir yoğunluk düşüş eğilim ortaya çıkmıştır.

Tablo 6. 17. A, B, D, AF, BF, DF kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (0-60 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları

1700°C	0dk		30dk		60dk		
	Kodu	Yoğ (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğ (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğ (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)
	A	1,9	60	2,90	90,6	2,93	91,6
	AF	1,9	60	2,98	93,1	3,03	94,7
	B	1,9	60	2,88	90,0	2,92	91,1
	BF	1,9	60	2,95	92,2	3,02	94,4
	D	1,9	60	2,84	88,8	2,90	90,6
	DF	1,9	60	2,95	92,2	2,99	93,4

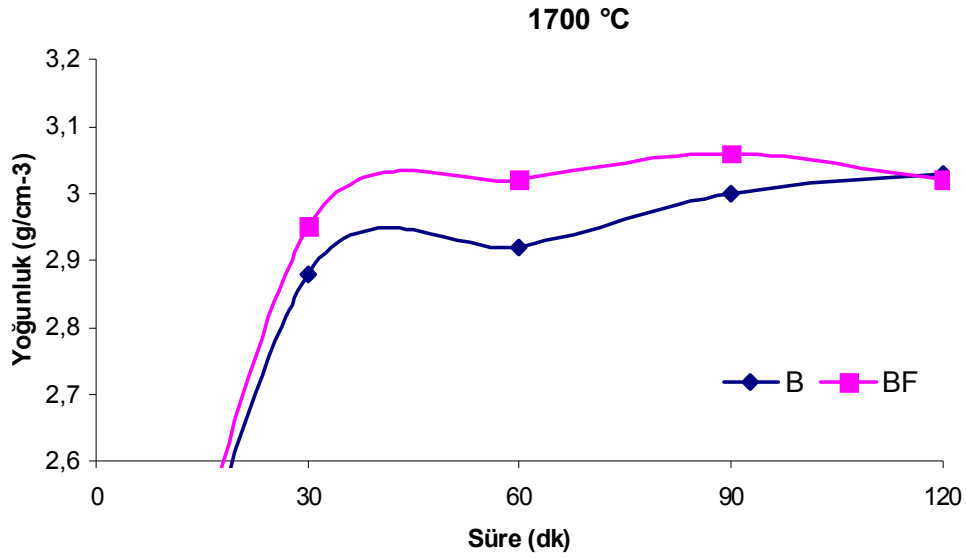
Tablo 6. 18. A, B, D, AF, BF, DF kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (90-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları

1700°C	90dk		120dk		
	Kodu	Yoğ (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğ (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)
	A	3,03	94,7	3,07	95,9
	AF	3,05	95,3	3,04	95,0
	B	3,00	93,4	3,03	94,7
	BF	3,06	95,6	3,02	94,4
	D	2,95	92,2	3,00	93,4
	DF	3,04	95,0	3,01	94,1

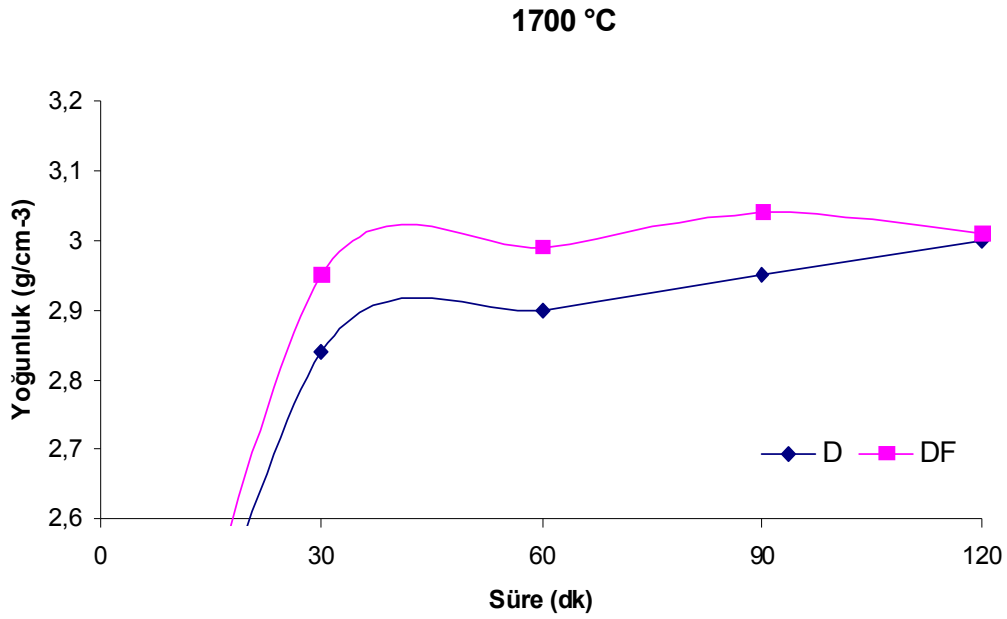


Şekil 6. 21. A, AF kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (0-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları

Düşük katkı oranları kullanılarak hazırlanan toz kompozisyonlarında 1700 C de 30-120 dk süreyle sinterleme çalışmaları yapılmıştır. En iyi yoğunluk değeri A kompozisyonunun 120 dk süre sinterlenmesiyle 3,07 g/cm<sup>3</sup>, AF kompozisyonu için ise 90 dk süre sonunda 3,05 g/cm<sup>3</sup> olarak gerçekleşmiştir. Şekil 6.22’deki grafikte te görüldüğü gibi florür katkılı AF kompozisyonunun 30 -90 dk sinterlenmesi sonucunda yoğunluk değerleri artış göstermiş fakat 120 dk sinterlenmesi sonucunda bu değer düşme eğilimine geçmiştir. Bunun sebebi florür katkısının 90 dk dan sonraki sürelerde uçarak sistemi terk etmesinden kaynaklanmaktadır.



Şekil 6. 22. B, BF kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (0-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları



Şekil 6. 23. D, DF kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (0-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları

Oksit katkı A kompozisyonunda ise 30- 90 dk arasında bir yoğunluk artışı gözlenmekte fakat yoğunluk değerleri florür katkıli kompozisyona göre daha az bir seviyede gerçekleşmiştir. 120 dk sonunda ise oksit katkısının florüre göre daha az uçma eğilimi göstermesinden dolayı yoğunluk değeri florür katkıli kompozisyonun

üzerinde bir artış göstermiştir. Bu da bize basınçsız sinterleme tekniği kullanılarak yapılan çalışmalarda düşük sıcaklık ve sinterleme sürelerinde florür katkısının oksit katkısına göre daha iyi sonuçlar verdiğini göstermektedir. Bu sonuç üretimde ekonomik açıdan pek çok avantajı beraberinde getirmektedir.

Tablo 6. 19. A, B, D, AF, BF, DF kompozisyonlarının 1750°C’de farklı sürelerde (0-60 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları

1750°C	0dk		30dk		60dk		
	Kodu	Yoğ (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğ (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğ (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)
	A	1,9	60	2,95	92,2	3,03	94,7
	AF	1,9	60	2,98	93,1	3,07	95,9
	B	1,9	60	2,99	93,4	3,04	95,0
	BF	1,9	60	3,01	94,1	3,08	96,3
	D	1,9	60	2,94	91,2	2,99	93,4
	DF	1,9	60	2,97	92,8	3,03	94,7

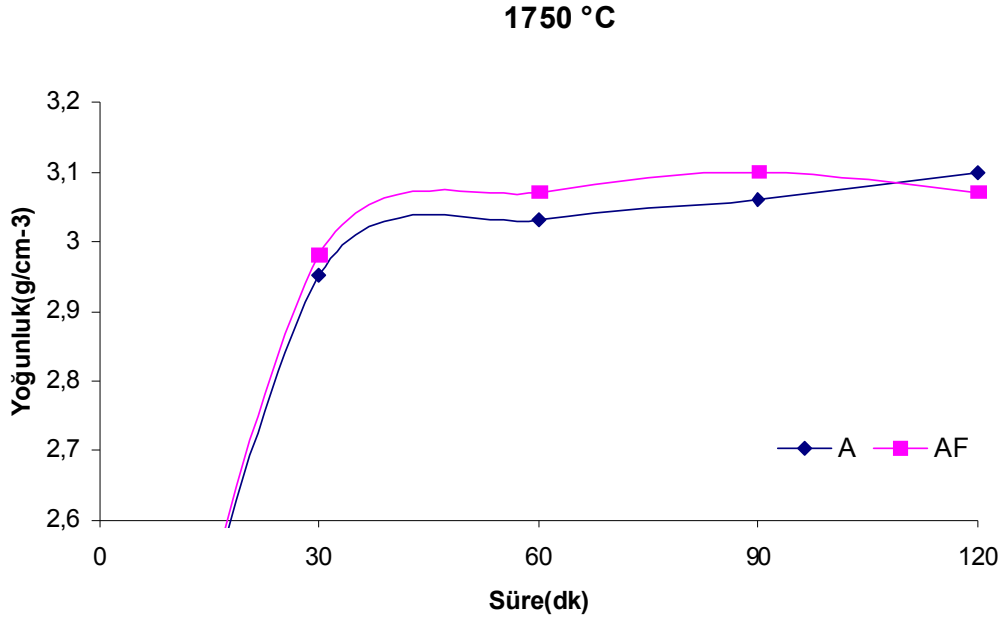
Tablo 6. 20. A, B, D, AF, BF, DF kompozisyonlarının 1750°C’de farklı sürelerde (90-150 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları

1750°C	90dk		120dk		
	Kodu	Yoğ (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğ (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)
	A	3,06	95,6	3,10	96,9
	AF	3,10	96,9	3,07	95,9
	B	3,10	96,9	3,09	96,6
	BF	3,12	97,5	3,08	96,3
	D	3,05	95,3	3,06	95,6
	DF	3,07	95,9	3,04	95,0

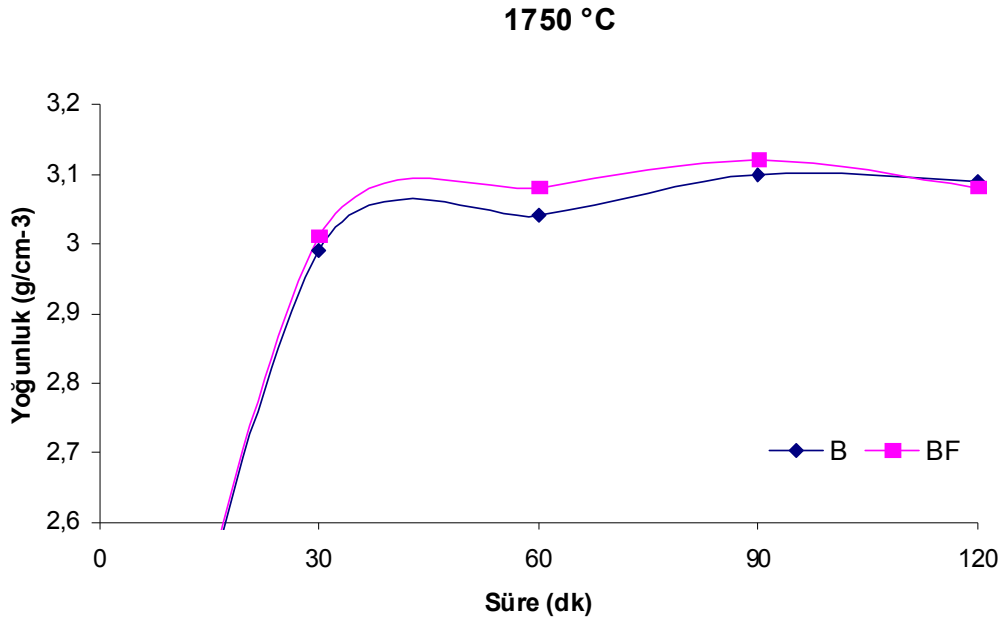
1750°C’de yapılan sinterlemelerde ise kayıp sıcaklığın bir fonksiyonu olarak şiddetlendiğinden kayıp miktarı artarak yoğunluk değerleri düşmüştür(Tablo6.19-6.20). Bu sebepten ötürü A, AF, B, BF, D, DF numuneleri için sürenin artmasıyla sistematik bir yoğunluk düşüşü söz konusudur. Mg kaybının yanı sıra SiO veya SiO<sub>2</sub> olası kayıp maddelerindedir. Bununla birlikte Mg-Si-Al-O-N-F katkı sistemiyle sinterlenen numunelerde Mg kaybına ek olarak florür kaybıda olduğu için ve bu



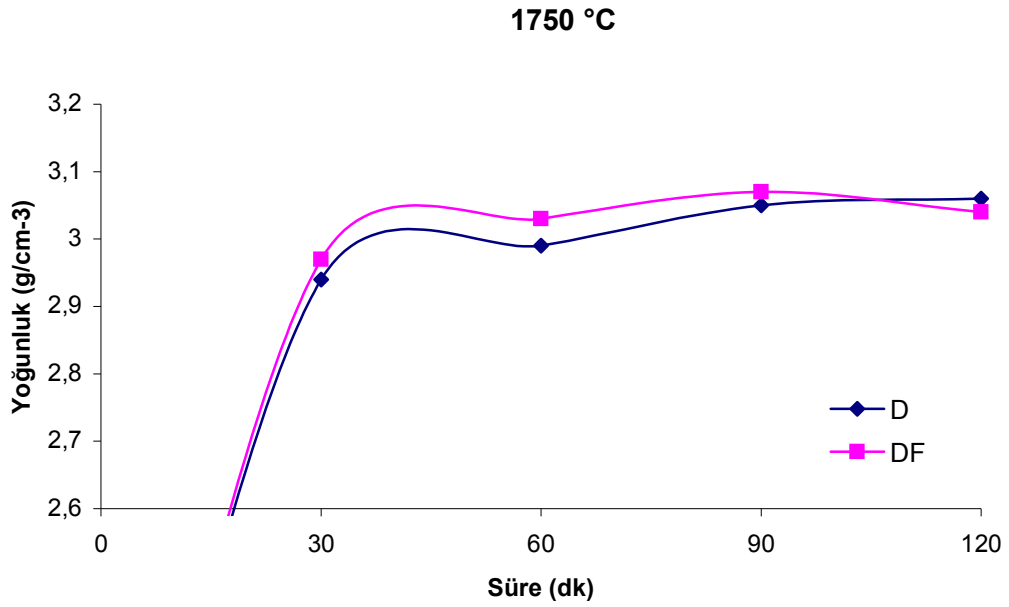
sıcaklıkta artık şiddetlenerek yapıdan kaybı daha yüksek olmuş yoğunluk değerleri Mg-Si-Al-O-N katkı sistemiyle sinterlenen kompozisyonlardan daha düşük değerler vermiştir.



Şekil 6. 24. A, AF kompozisyonlarının 1750°C’de farklı sürelerde (0-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları



Şekil 6. 25. B, BF kompozisyonlarının 1750°C’de farklı sürelerde (0-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları



Şekil 6. 26. D, DF kompozisyonlarının 1750°C’de farklı sürelerde (0-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk sonuçları

## 6.2. Mikro Yapısal Karakterizasyon

### M1-MF2 Kompozisyonlarının SEM Çalışmaları

Sıvı faz sinterlemesi için Y-Mg-Si-Al-O-N-F ve Y-Mg-Si-Al-O-N sistemleri kullanılarak  $\beta$ -SiAlON teşekkül ettirecek kompozisyonun sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunlaşmış bulk numuneneler standart metalografik işlemlerle hazırlanıp hassas bir şekilde parlatılmıştır. Yapılan hesaplamalar elde edilen yoğunluk sonuçları ve SEM resimleri iyi bir uyum göstermiştir. Elde edilen numunelerin mikro yapısal incelemeleri yoğunlaşma davranışlarına açıklama sağlamıştır. SEM cihazında mikro yapının elementel karakterizasyonu için yapılan EDS yapının çözülmesine yardımcı olarak farklı tekniklerle (line EDS, noktasal EDS, genel EDS) gerçekleştirilmiştir.

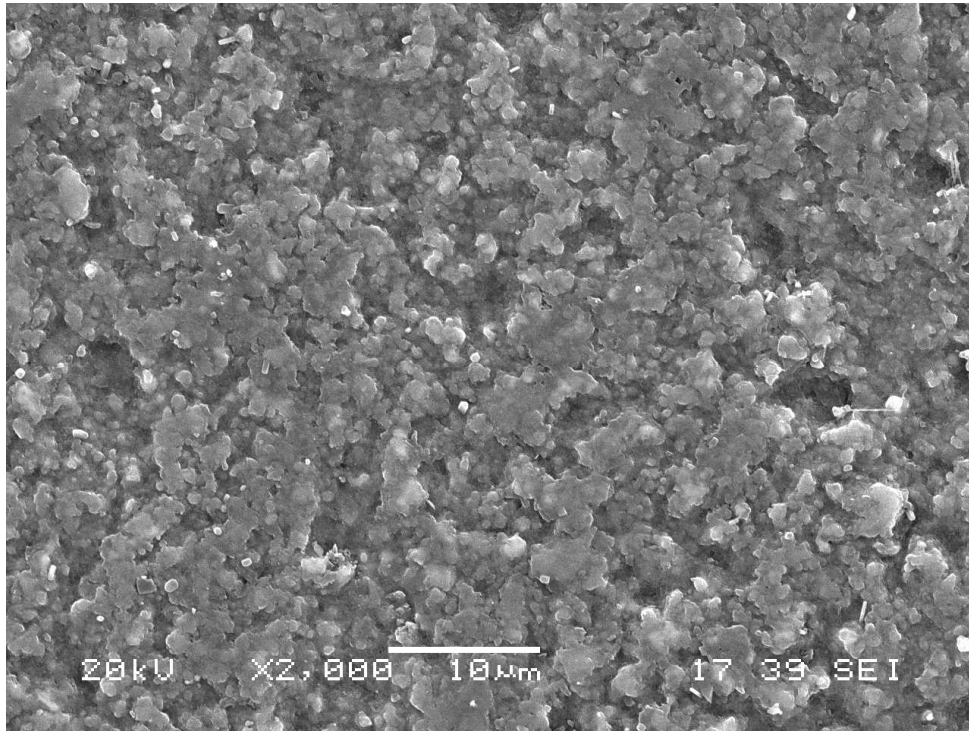
Camdaki florür içeriğindeki artış sıvının molar hacminde, termal genişleme katsayısında artışa sebep olduğu K. Grene ve ark yapmış olduğu çalışmada ortaya çıkarılmıştır. Buna paralel olarak bu çalışmada da artan florür katkısı içeriğiyle birlikte (MF2→MF4) özellikle düşük sıcaklıklarda (1450-1500°C) SEM fotoğraflarından da görüleceği üzere daha yoğunlaşma sıcaklığı daha aşağılara düşerek daha erken yoğunlaşma başlamış ve böylece daha yoğun yapı elde edilmiştir. Bu camın ötektik sıcaklığındaki düşüş temelde Al-O-Si bağlarının Al-F bağlarıyla yer değiştirmesi sebebiyle cam şebeke bağlantısındaki zayıflama sebebiyle olduğu bunun aynı zamanda cam yapısının rijitliğini de düşürdüğü K. Grene ve ark., Hanefi ve ark., Hampshire ve ark., Annaik ve ark.'nın Si-Al-O-N cam sisteminde florür ilavesinin etkisi üzerine yaptıkları çalışmalarda ortaya koymuşlardır. Bu çalışmada da elde edilen yoğunluk sonuçları, SEM resimleriyle yapının yoğunlaşmasının incelenmesiyle literatür çalışmalarıyla paralelinde sonuçlar elde edilmiş olup bu sistem  $MgF_2$  sayesinde ilk defa  $Si_3N_4$  ve SiAlON sistemi için bu çalışmada da denenmiş ve florür olmadan elde edilen cam sisteminin ara bağlantılarını değiştirip viskozitesini düşürerek sıvı faz sisteminde daha düşük sıcaklıklarda yoğunlaşma başarılabilmiştir.

1450°C'de Şekil 6.27'de görülen oksit katkı numunede henüz yeterli yoğunlaşmanın olmadığı (%92 R.Y.) Şekil 6.28'teki florür katkı olan numunede ise florürün camsı sıvı hacmini arttırması, viskositeyi düşürmesi sebebiyle yoğunlaşma oranının net bir şekilde daha yüksek (%94,5 R.Y.) olduğu görülmekte buda  $Si_3N_4$  tanelerinin daha yüksek oranda ıslatılması demektir. Bununla birlikte henüz yeterli yoğunluk seviyelerine her iki kompozisyon içinde ulaşılmamıştır. Sıcaklığın artmasıyla azalan camsı faz viskositesiyle sıvı faz bu bölgelere kapiler etkisiyle yayılarak bu alanlarda da yoğunlaşmanın başlamasına ve ardından da dönüşüme imkan sağlayacaktır. 1500°C yapılan sinterleme sonucunda Şekil 6.29'daki oksitli numunede yoğunlaşmanın arttığı ancak sıcaklığında etkisiyle florür katkı numunelerde viskosite daha da düşerek daha yüksek yoğunlaşma sağlamakta ve açık porozitelerin olmadığı yoğunluk sonuçlarından anlaşılmaktadır. Oksit katkı için matriks yapısı halen poroziteler sergilemektedir. 1550°C–1600°C'de ise florür katkı sistemde porozitelerin minimize olduğu yapının yüksek yoğunlaşma değerlerine ulaştığı görülmektedir (Şekil 6.31-6.34). Oksit katkı numunede ise hala gözenekler mevcuttur. Sinterleme sıcaklığı olarak 1650°C'ye ulaşıldığında florür katkı numune artık ful yoğunluğa ulaşmış kapalı yapıdaki kapalı gözeneklerde neredeyse tamamen kaybolmuştur (Şekil 6.36). Oksit katkı numune ise yüksek yoğunlaşma oranlarına ulaşsa da henüz kapalı porozitelerin kaybolması tamamen gerçekleşmemiştir. Florür için ful yoğunluk değerleri 1700°C'de de stabil kalmıştır. Oksit katkı numune için ise ancak 1700°C'de %99 yoğunluğa ulaşılabilmiştir.

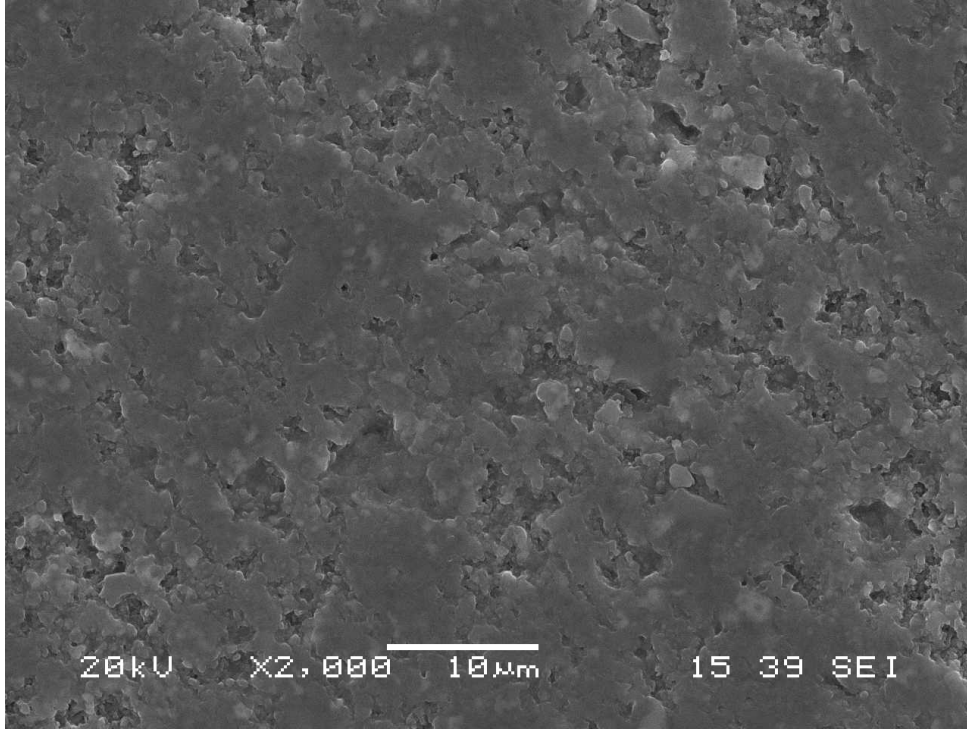
Y-Mg-Si-Al-O-N-F sisteminin ötektik sıcaklığı Y-Mg-Si-Al-O-N sisteminden daha düşük olması beklendiğinden düşük sıcaklıklarda (1450–1500°C) kapiler etkiyle daha fazla alana yayılarak daha fazla alanda yoğunlaşmayı başlatmıştır. Ancak oksit katkı sistemde daha geç başlayan sıvı faz oluşumu sebebiyle kuru alan daha faz kalmış yoğunlaşma katkı konsantrasyonunun yoğun olduğu bölgelerde başlamıştır. Katkı konsantrasyonu yeterli veya yoğun olduğu bölgelerde  $Si_3N_4$  matriks yoğunlaşmaya devam ederek poroziteler kapanacak ve yüksek yoğunluklara ulaşacaktır. Bununla birlikte katkı konsantrasyonunun zayıf olduğu bölgelerde yoğunlaşma düşük olacak ve böylece bu bölgeler poroziteli olarak kalacaktır. 1500°C'de oksit katkı numunede gözenek büyüklüğü  $\approx 4\mu m$  civarıyken florür katkı numune de gözenek büyüklüğü  $\approx 1-2\mu m$  civarındadır.

1650-1700°C'de görülen mikro yapılar yoğunluk sonuçlarının paralelinde olup neredeyse ful yoğun bir yapı sergilemektedir. 1700°C'de her iki numune de yeterince yoğun bir yapı sergilemektedir. Florür düşük viskoziteli bir sıvı faz verdiğiinden sinterleme daha erken başlamakta ve sıvı fazın daha hızlı olarak Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> tanelerinin etrafını sarmasıyla birlikte daha az kuru bölge olacak yani daha fazla ıslatılmış tane ve daha iyi yoğunlaşmış mikro yapı verecektir. 1600–1650°C'de oksit katkılı kompozisyon sistemine göre daha yüksek yoğunluklu florür katkı sisteminden elde edilen SEM resimlerinde daha küçük çaplı ve daha az porozite içeren mikro yapı görülmektedir.

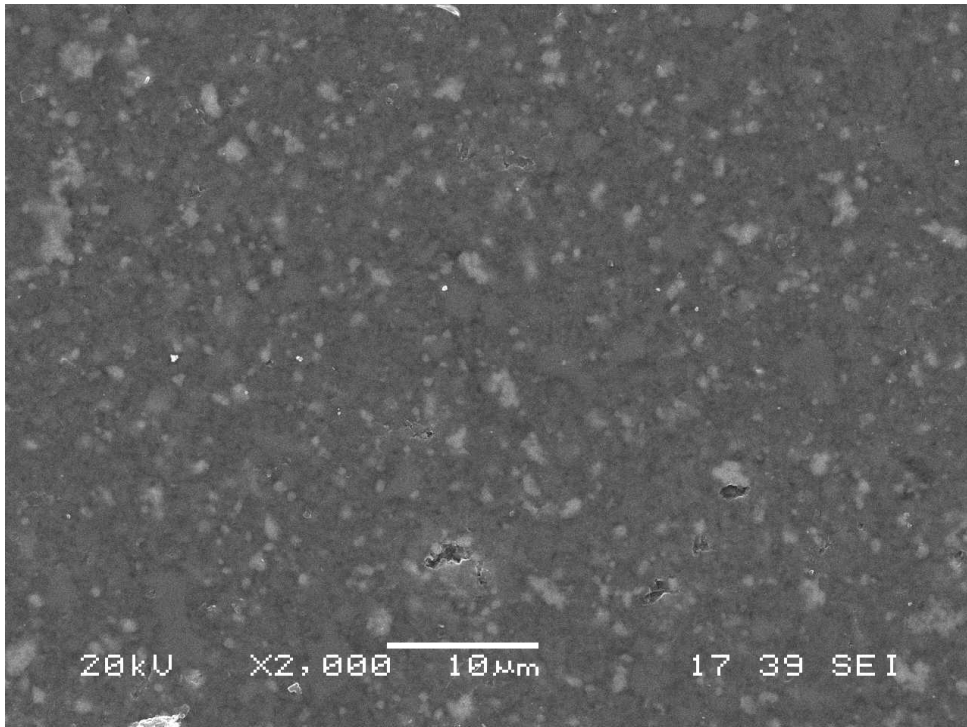
Florür katkılı numunelerin SEM resimlerinde düşük sıcaklıklarda daha az porozite, daha az sıvı faz tarafından ıslatılmamış kuru bölge dolayısıyla daha yüksek yoğunluk elde edilmiştir.



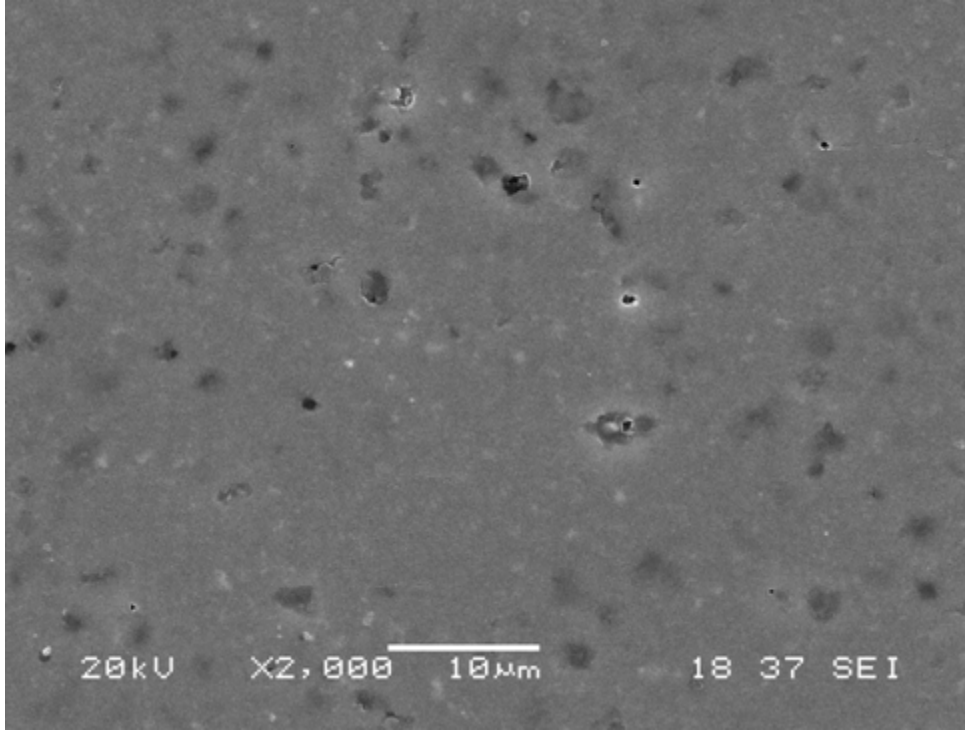
Şekil 6. 27. M1 [% 91,5 SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %1,5MgO] kompozisyonunun 1450°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



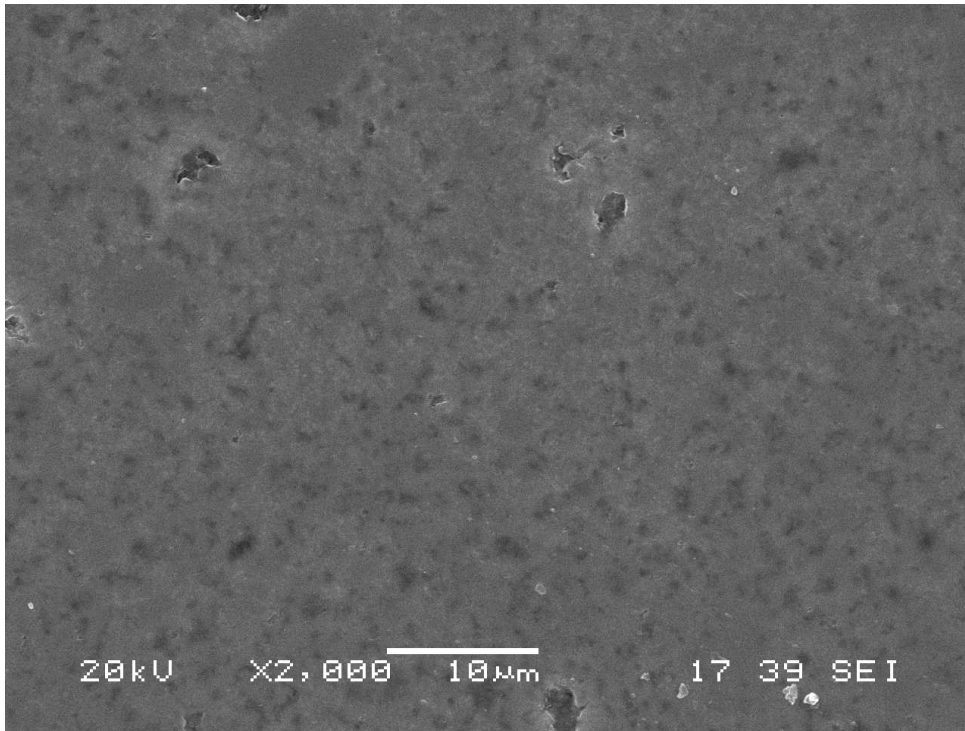
Şekil 6. 28. MF2 kodlu [% 91,5 SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %2,32 ađ. MgF<sub>2</sub> (= %1,5MgO)] kompozisyonunun 1450°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



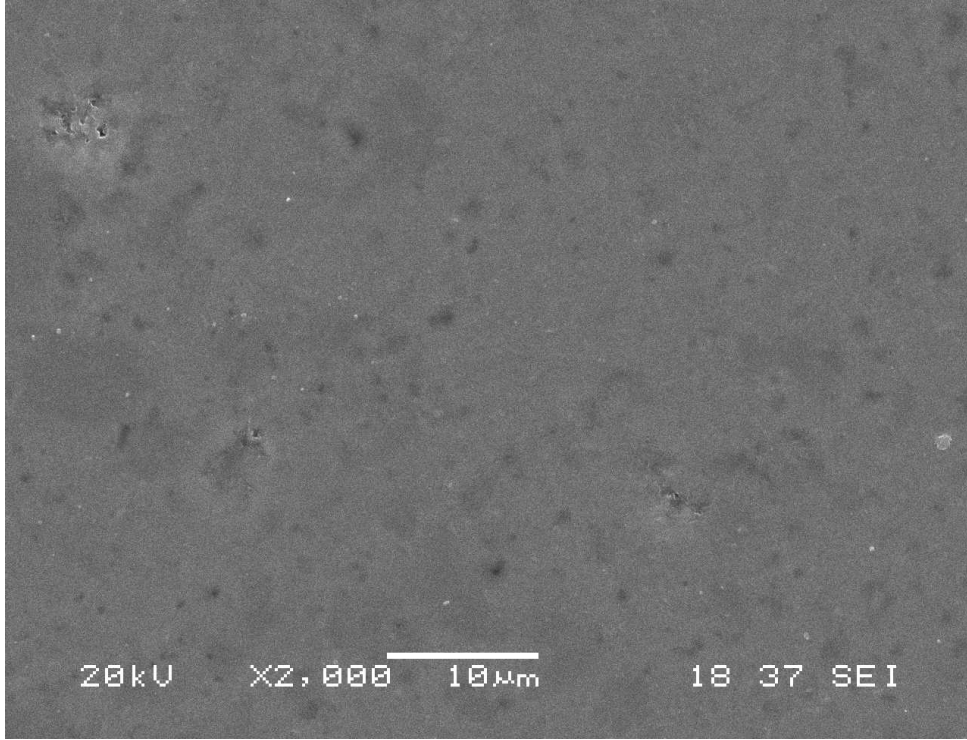
Şekil 6. 29. M1 kodlu [% 91,5SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %1,5MgO)] kompozisyonunun 1500°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



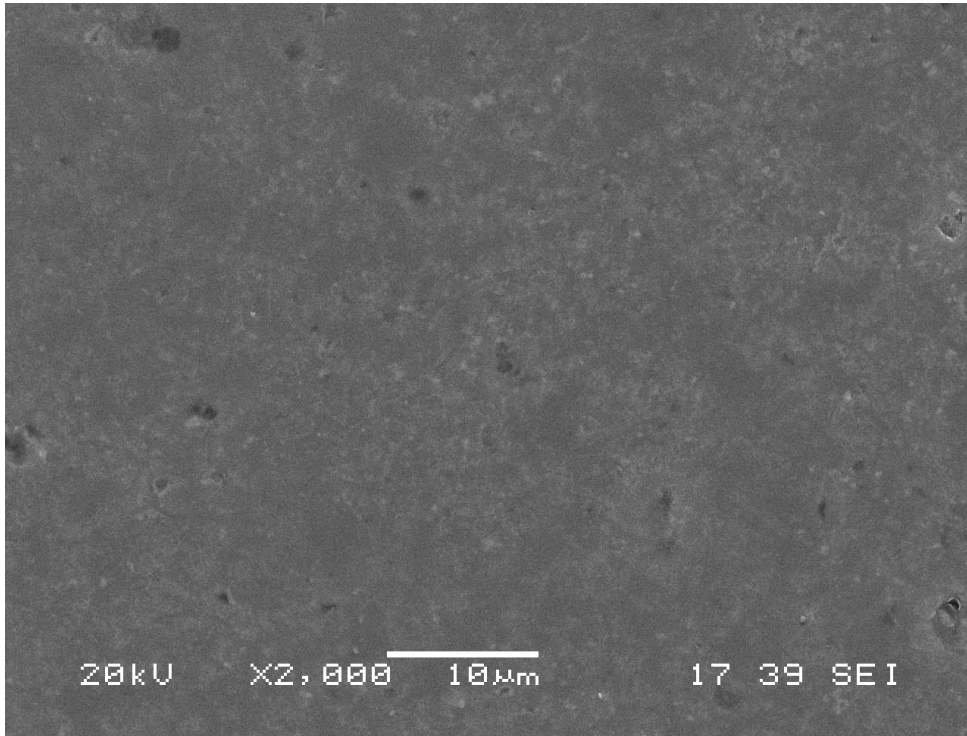
Şekil 6. 30. MF2 kodlu [% 91,5 SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> +%2,32 ađ. MgF<sub>2</sub> (= %1,5MgO)] kompozisyonunun 1500°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



Şekil 6. 31. M1 kodlu [% 91,5SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %1,5MgO)] kompozisyonunun 1550°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü

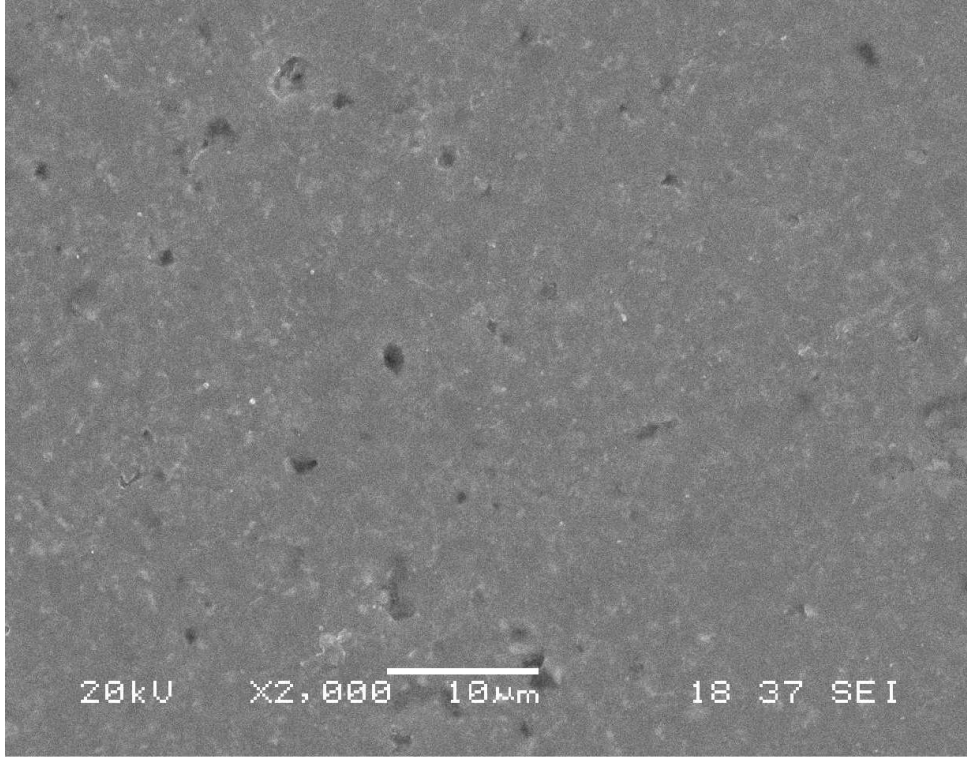


Şekil 6. 32. MF2 kodlu [% 91,5 SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> +%2,32 ağırlık MgF<sub>2</sub> (= %1,5MgO)] kompozisyonunun 1550°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü

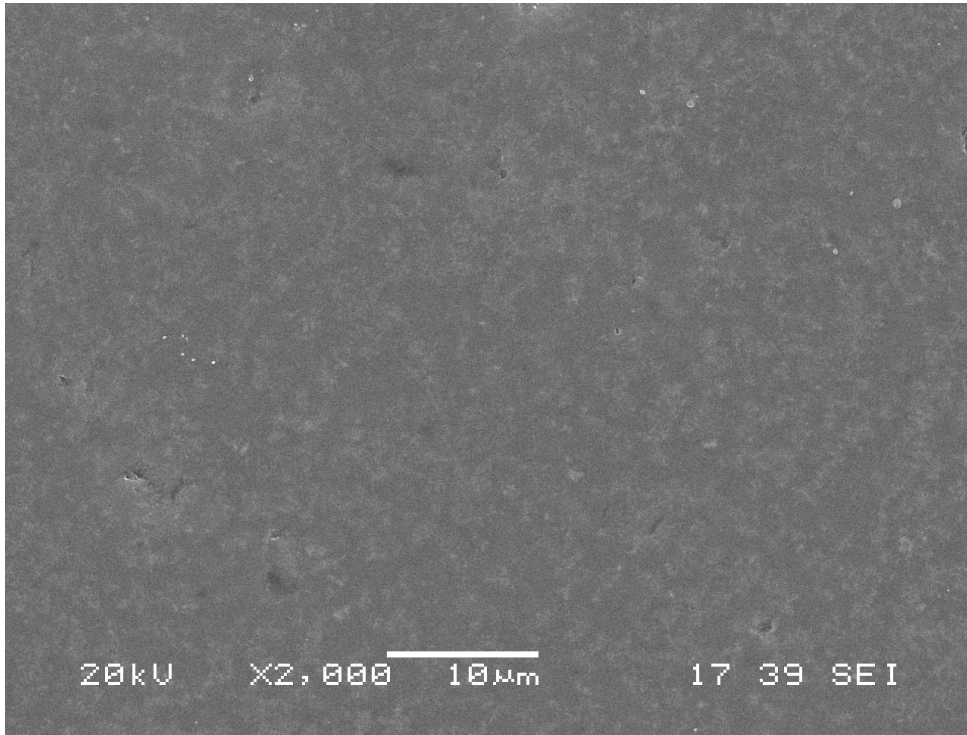


Şekil 6. 33. M1 kodlu [% 91,5SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %1,5MgO)] kompozisyonunun 1600°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü

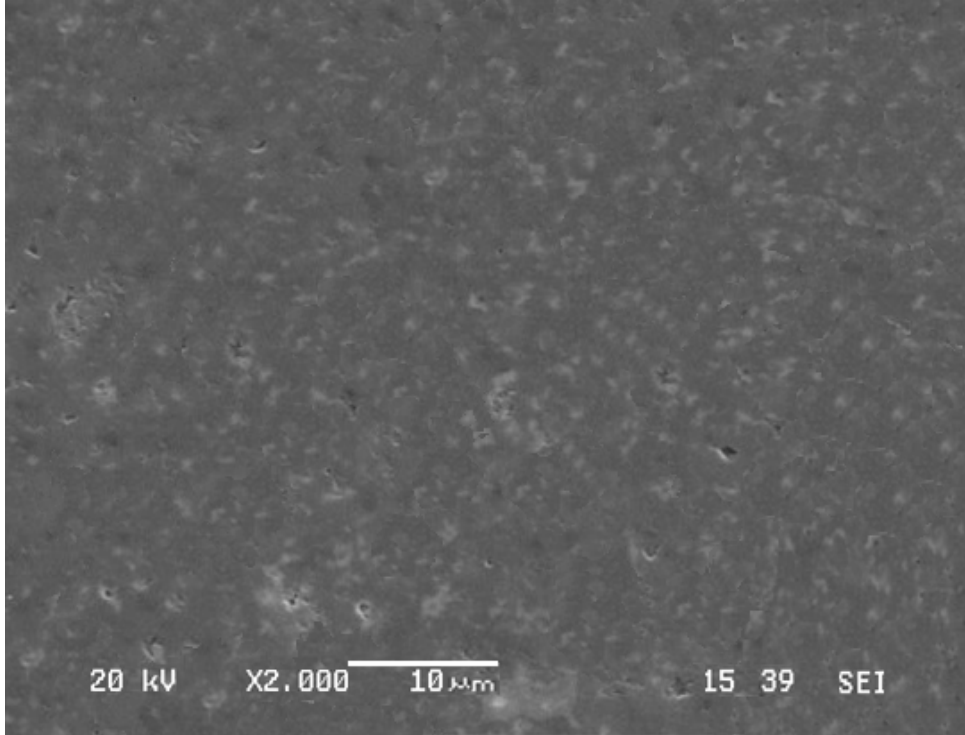




Şekil 6. 34. MF2 kodlu [% 91,5 SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> +%4,65 ağırlık MgF<sub>2</sub> (= %1,5MgO)] kompozisyonunun 1600°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



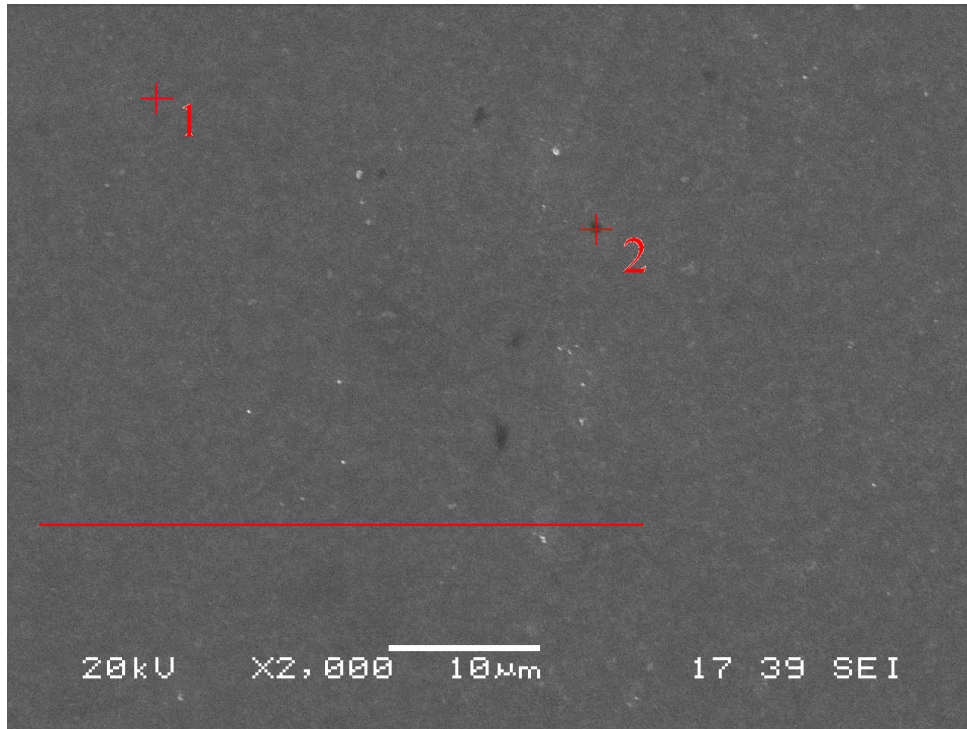
Şekil 6. 35. M1 kodlu [% 91,5SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %1,5MgO)] kompozisyonunun 1650°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



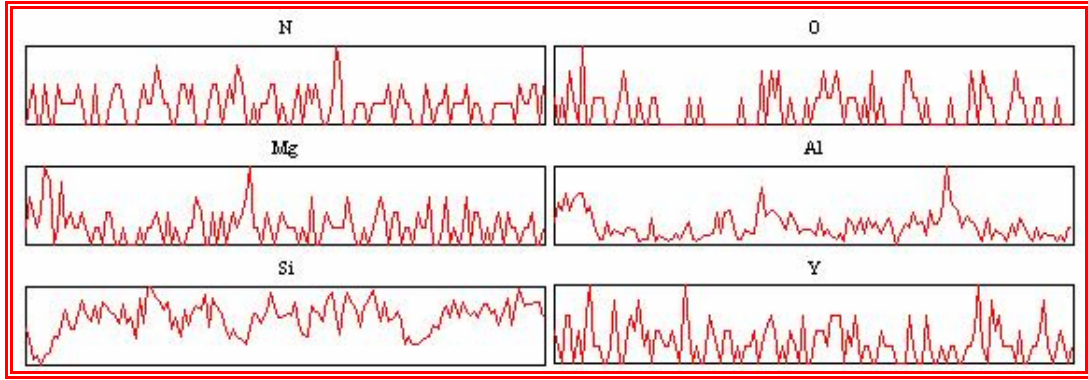
Şekil 6. 36. MF2 kodlu [% 91,5 SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> +%2,32 ağırlık % MgF<sub>2</sub> (=1,5MgO)] kompozisyonunun 1650°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü

1700°C M1 ve MF2 numunelerin line EDS lerinde Si, Al, O ve N elementlerinin taneleri oluşturan ana bileşenler olduğu için genel olarak çizgi boyunca vardır. Ancak bazı yerlerde bu elementlerin pikleri zayıflamış veya kaybolmuş olduğu yerlerde Mg, O, F, Y elementlerinin pikleri şiddetlenmiştir. Bu dar pik bölgelerinin camsı faz olduğu düşünülmektedir. 1700°C'de daha yüksek katkı içeren M3 ve MF4 numunelerinden alınan line EDSlerde de belirgin olarak ta sıvı fazı oluşturan elementlerden olan Mg'un şiddetlendiği yerlerde SiAlON'u oluşturan ana elementlerden olan Si'un pik şiddetinin azalmıştır. Camsı fazı oluşturan elementlerle ana yapıyı oluşturan elementlerin pikler tamamen ters orantılı değildir. Çünkü ana yapıyı oluşturan Si camsı fazda da az da olsa vardır. Dolayısıyla Mg'un pik şiddetinin arttığı yerlerde Si tamamen kaybolmamaktadır. Mg ve Y sadece camsı fazda olduğu için daha ayırt edilebilirdir. Bununla birlikte, florürün piklerinin oldukça zayıf olması bir miktar florürün SiF<sub>4</sub> bileşiği oluşturarak yapıdan uzaklaştığını desteklemektedir Gren (2003), Hampshire (2007), Hanefi (2009).

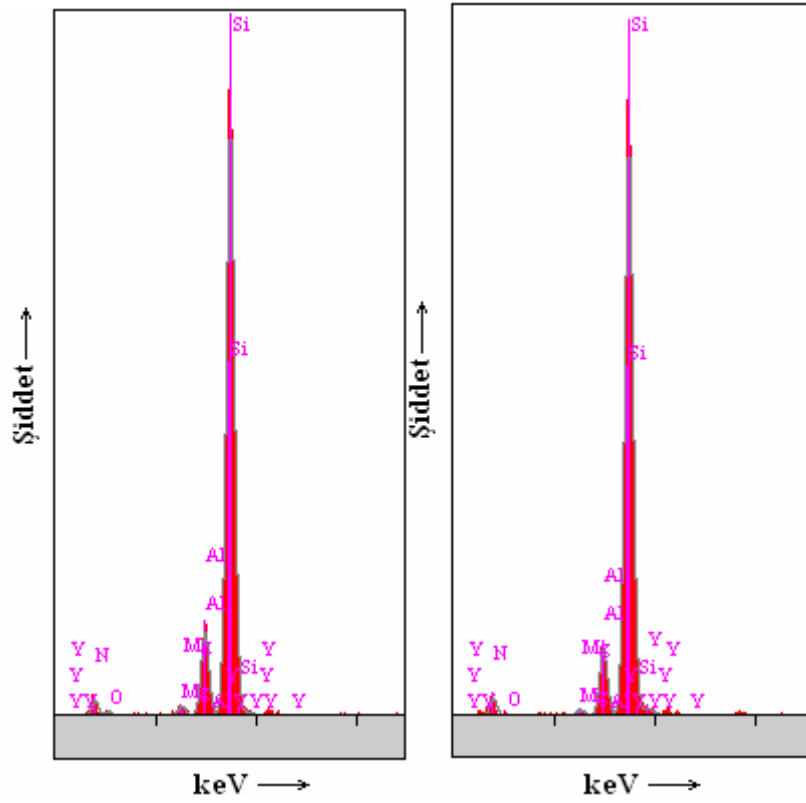
M1 numunesinin 1700°C’de sinterlenmesi sonunda elde edilen mikro yapıdan alınan Şekil 6.37-6.39’da görülen SEM, line EDS’ler ve 1 ve 2 nolu noktalardan alınan noktasal EDS’lerde de ana SiAlON’u oluşturan ana elementlerden oluştuğu için bu noktanın SiAlON tanesi olduğunu göstermektedir. Şekil 6.40-6.42’de görülen MF2 SEM ve EDS analizleri verilmiştir. Bu numunede 1 ile gösterilen nokta Si,Al,O ve N elementlerinden oluştuğunda bu noktada SiAlON tanesi vardır. Beyaz görünüşe sahip 2 noktasında alınan noktasal EDS’te ise bu noktada çıkan yüksek özellikle Y, Mg gibi elementler SiAlON’un kristal kafesine giremeyip camsı faz olarak tane sınırlarında kalan camsı faz komponentleri olduğu için beyaz olarak görülen bu nokta taneler arasında kalan yüksek sıcaklık refrakterlik özelliklerini etkileyen kalıntı camsı faz olduğunu anlaşılmaktadır.



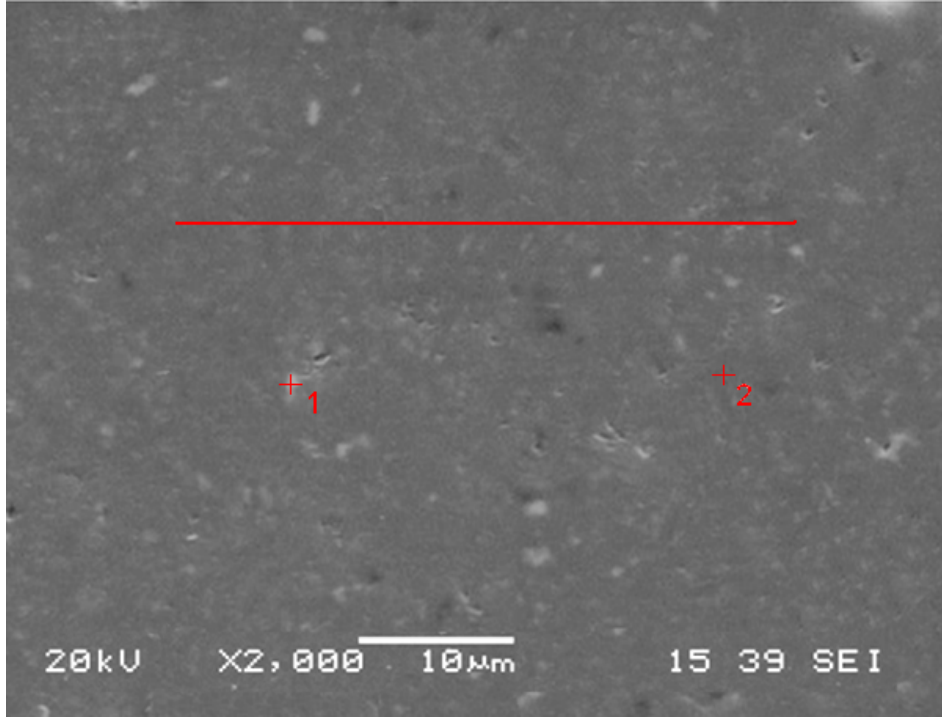
Şekil 6. 37. M1 kodlu [% 91,5SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %1,5MgO] kompozisyonunun 1700°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



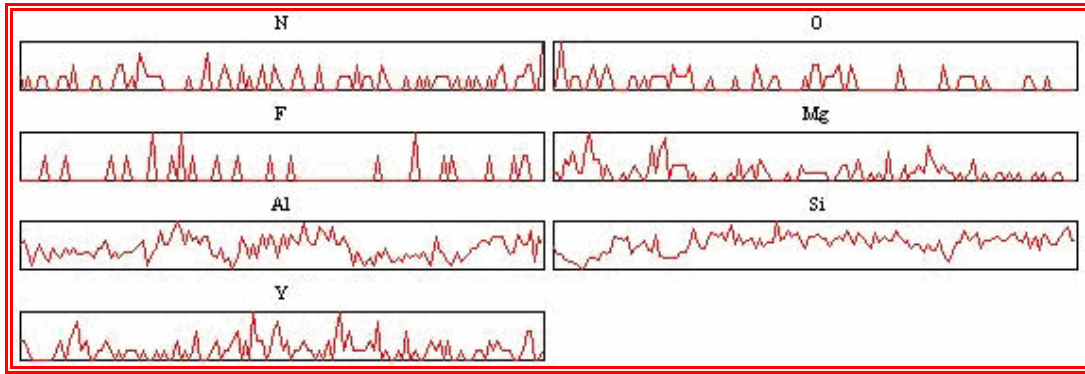
Şekil 6. 38. M1 kodlu [% 91,5SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %1,5MgO] kompozisyonunun 1700°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin line EDS analizi



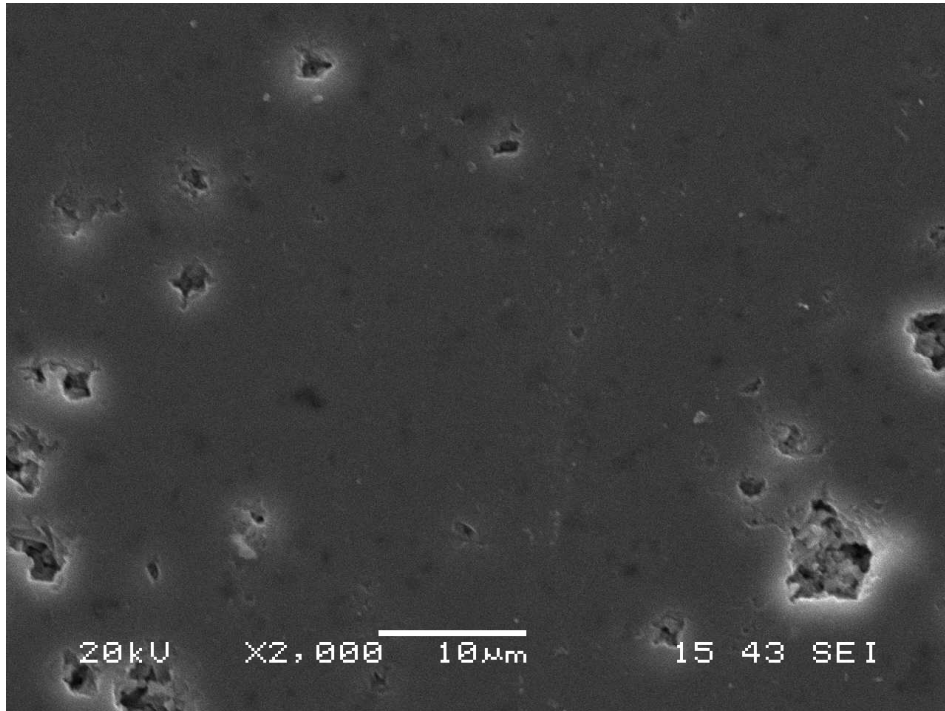
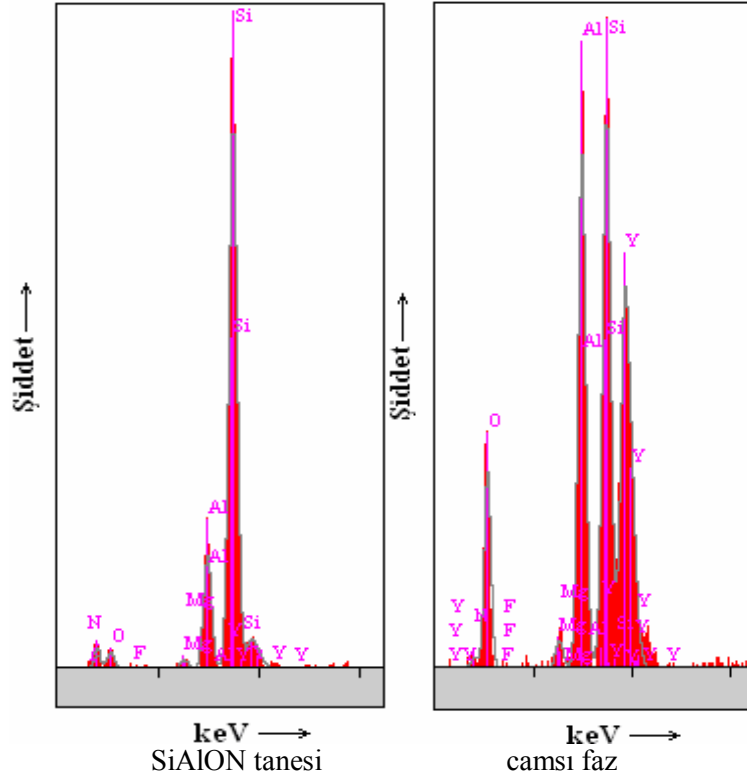
Şekil 6. 39. M1 kodlu [% 91,5SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %1,5MgO] kompozisyonunun 1700°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin noktasal EDS analizi

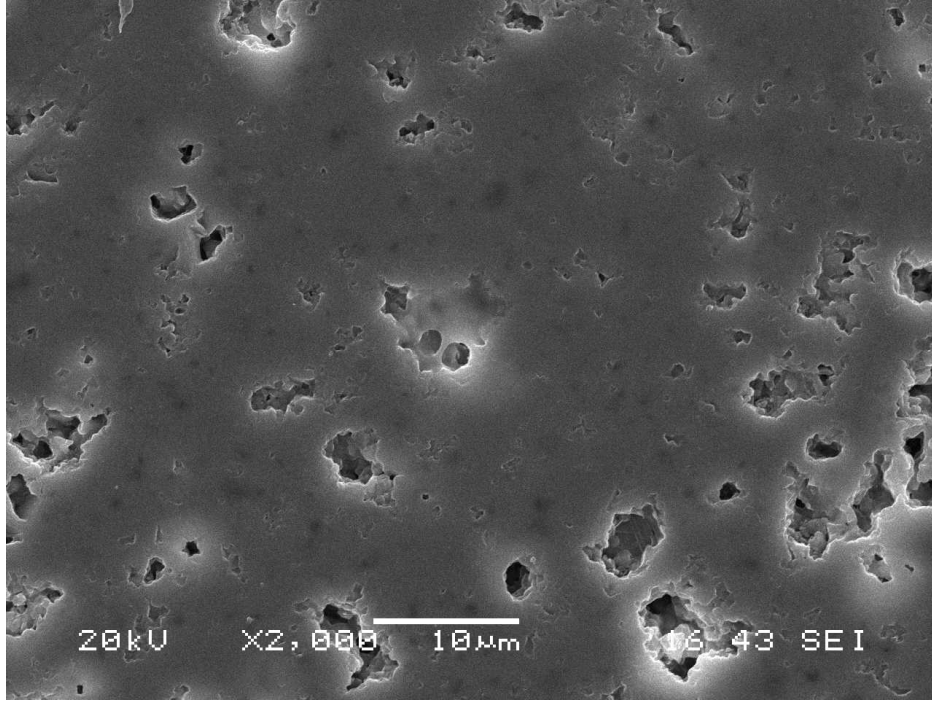


Şekil 6. 40. MF2 kodlu [% 91,5 SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> +%2,32 ağırlıkça MgF<sub>2</sub> (=1,5MgO) kompozisyonunun 1700°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



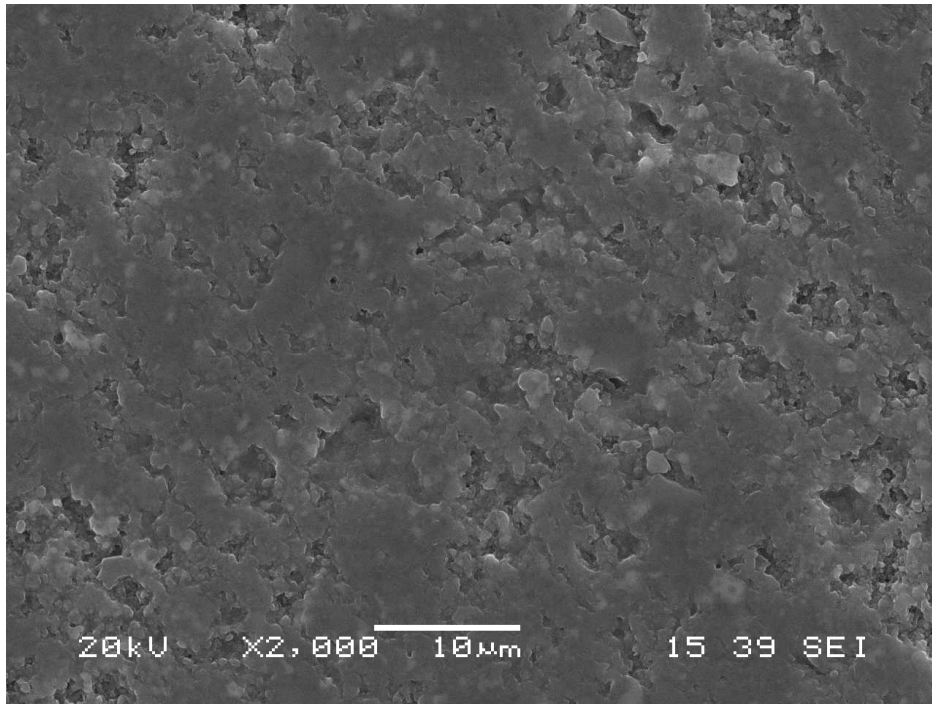
Şekil 6. 41. MF2 kodlu [% 91,5 SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> +%2,32 ağırlıkça MgF<sub>2</sub> (=1,5MgO)] kompozisyonunun 1650°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin genel EDS analizi



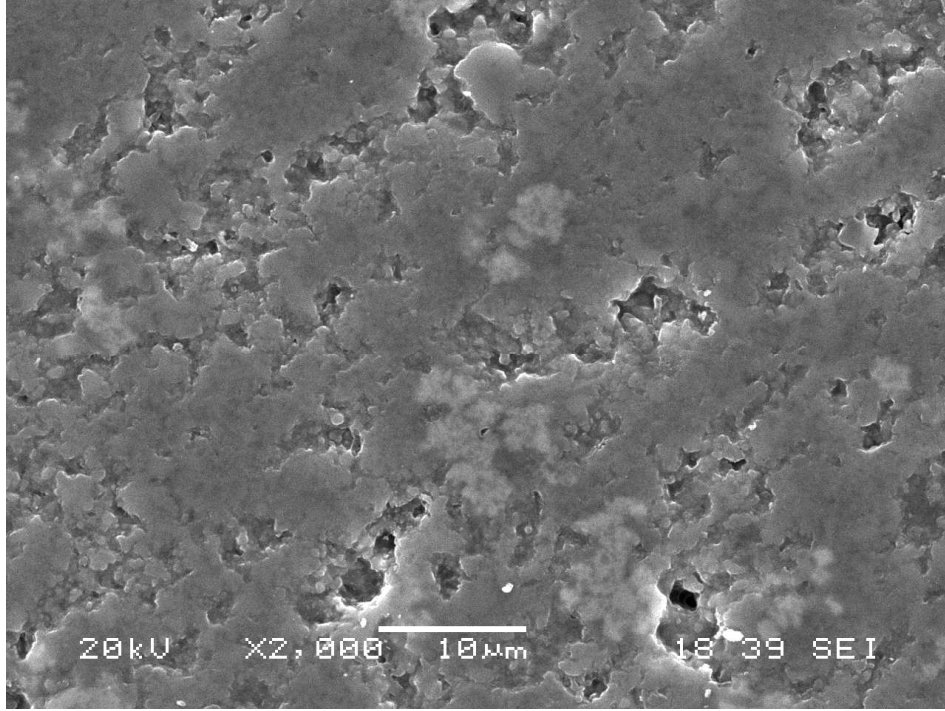


Şekil 6. 44. MF2 kodlu [% 91,5 SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> +%2,32 ağ. MgF<sub>2</sub> (= %1,5MgO)] kompozisyonunun 1750°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü

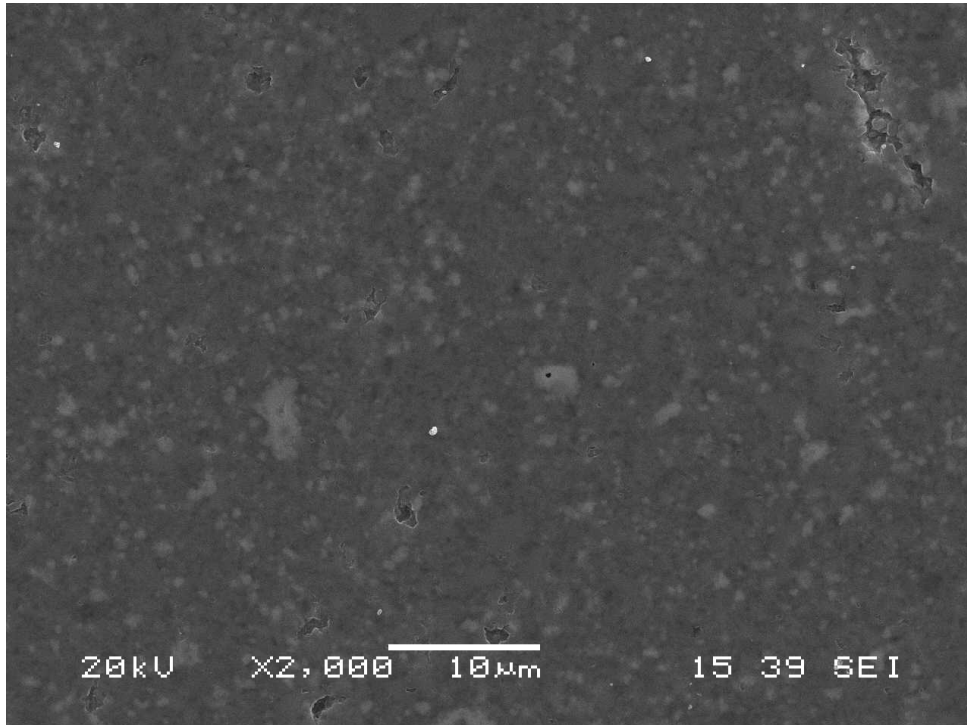
### M3- MF4 Kompozisyonlarının SEM Resimleri



Şekil 6. 45. M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %3MgO] kompozisyonunun 1450°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü

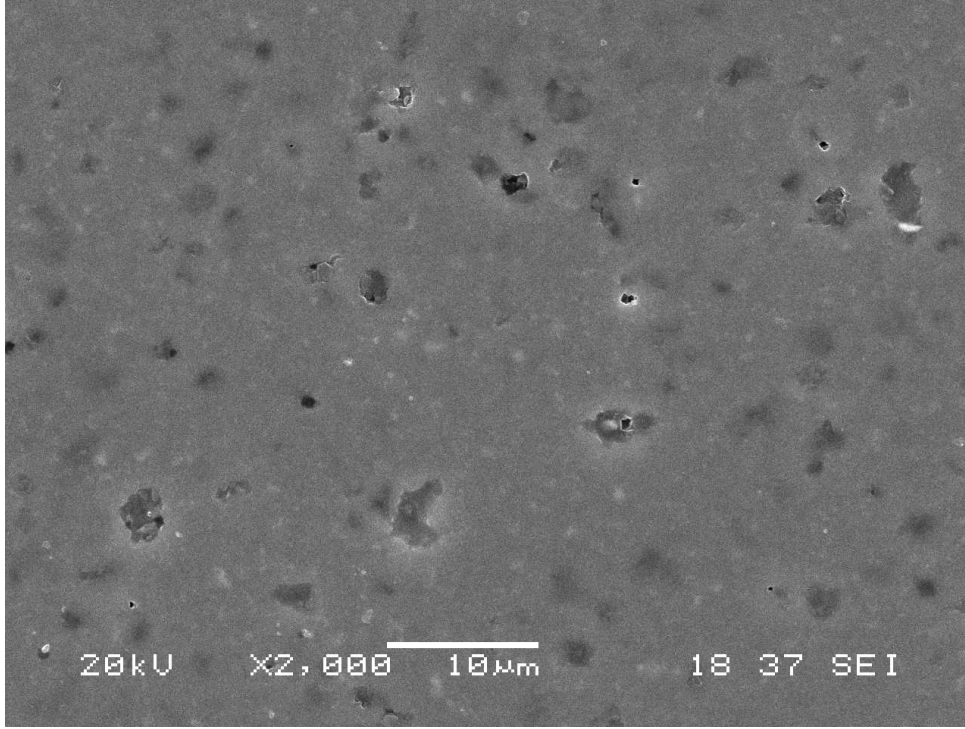


Şekil 6. 46. MF4 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %4,65 ađ. MgF<sub>2</sub> (= %3MgO)] kompozisyonunun 1450°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü

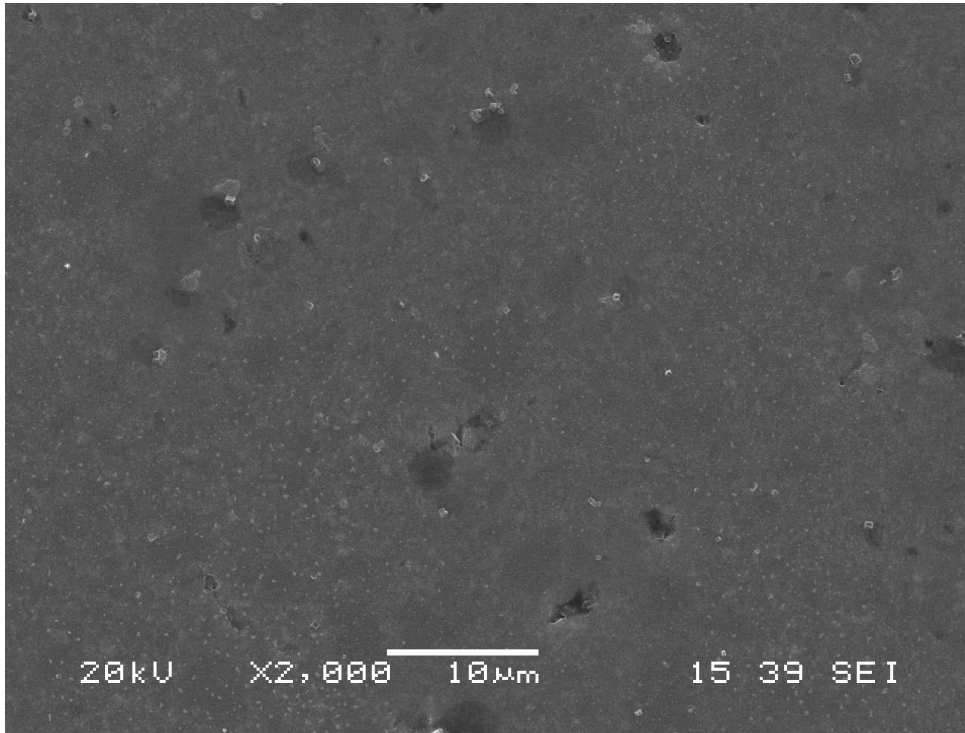


Şekil 6. 47. M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+ %3MgO] kompozisyonunun 1500°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü

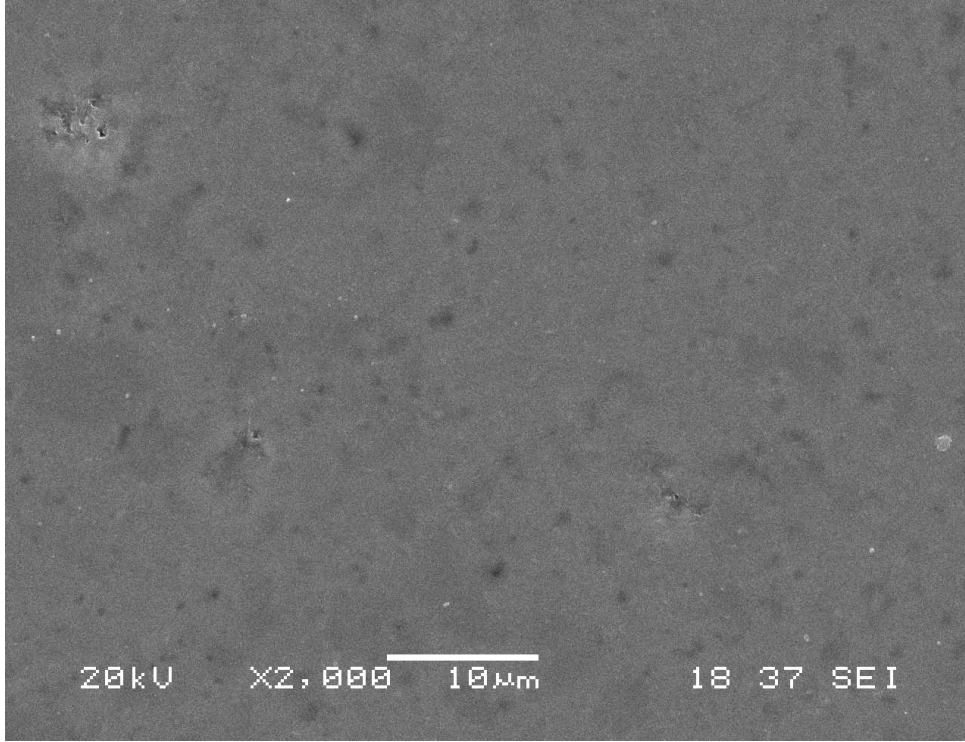




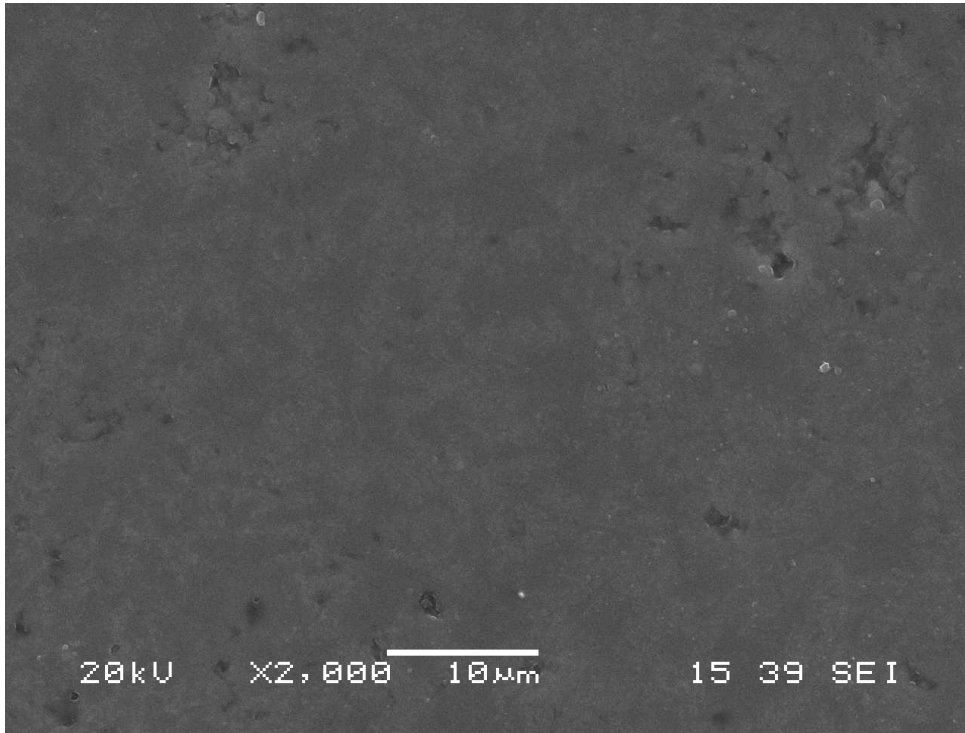
Şekil 6. 48. MF4 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %4,65 ađ. MgF<sub>2</sub> (= %3MgO)] kompozisyonunun 1500°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



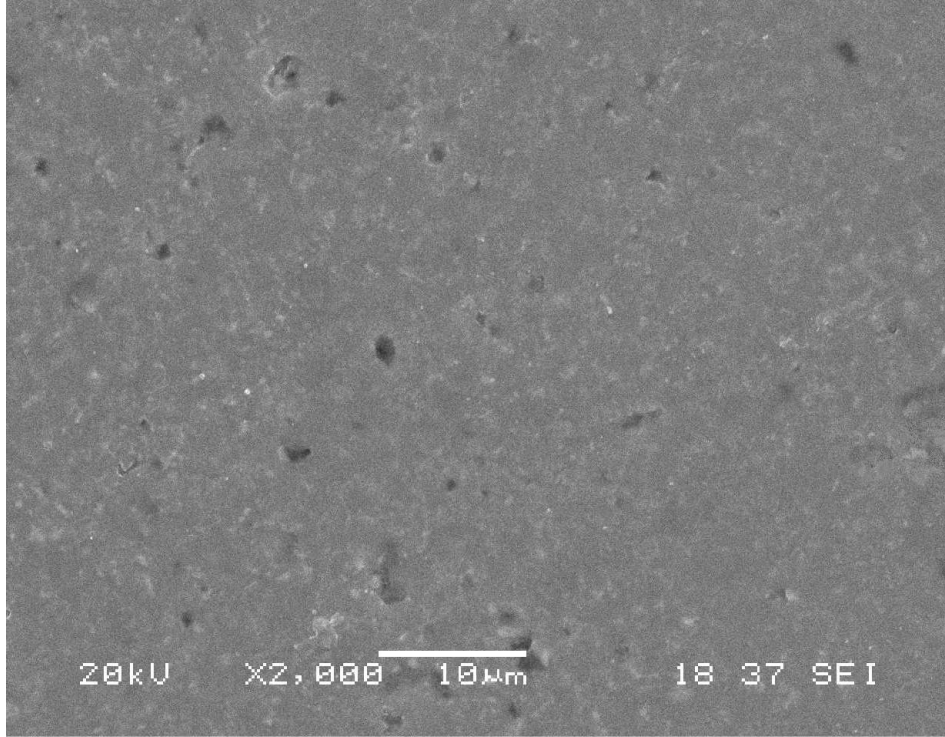
Şekil 6. 49. M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %3MgO] kompozisyonunun 1550°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



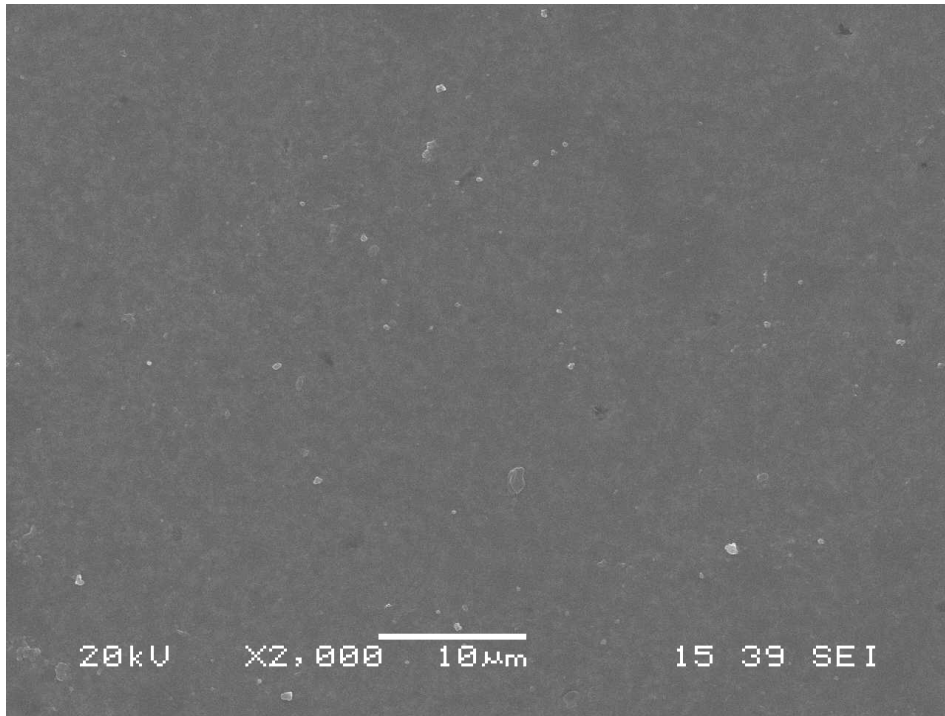
Şekil 6. 50. MF4 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %4,65 ađ. MgF<sub>2</sub> (= %3MgO)] kompozisyonunun 1550°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



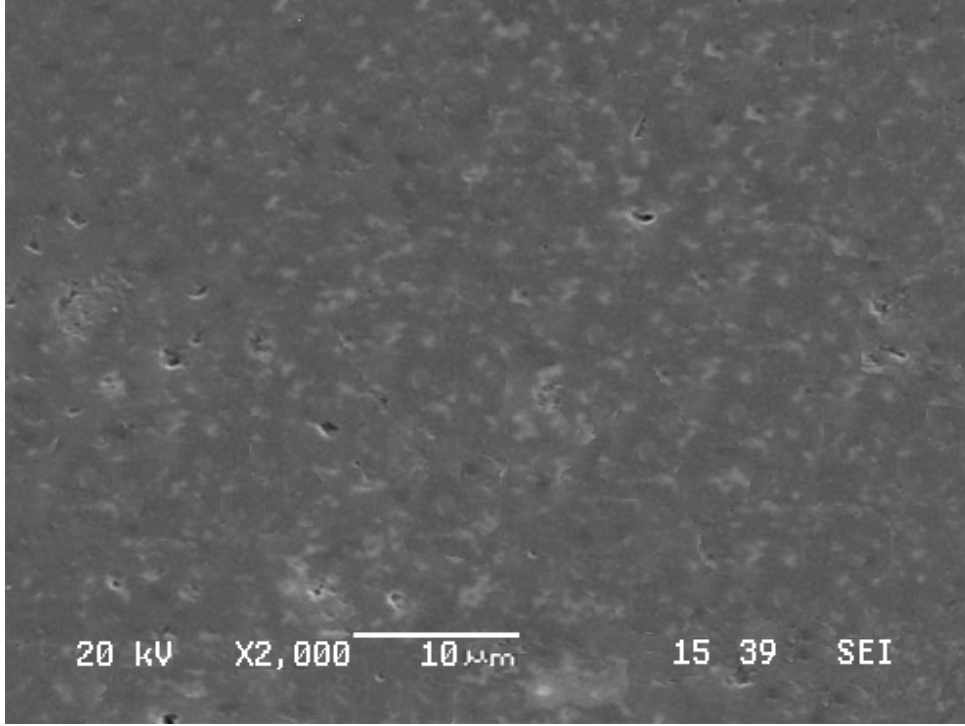
Şekil 6. 51. M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %3MgO] kompozisyonunun 1600°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



Şekil 6. 52. MF4 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %4,65 ađ. MgF<sub>2</sub> (= %3MgO)] kompozisyonunun 1600°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü

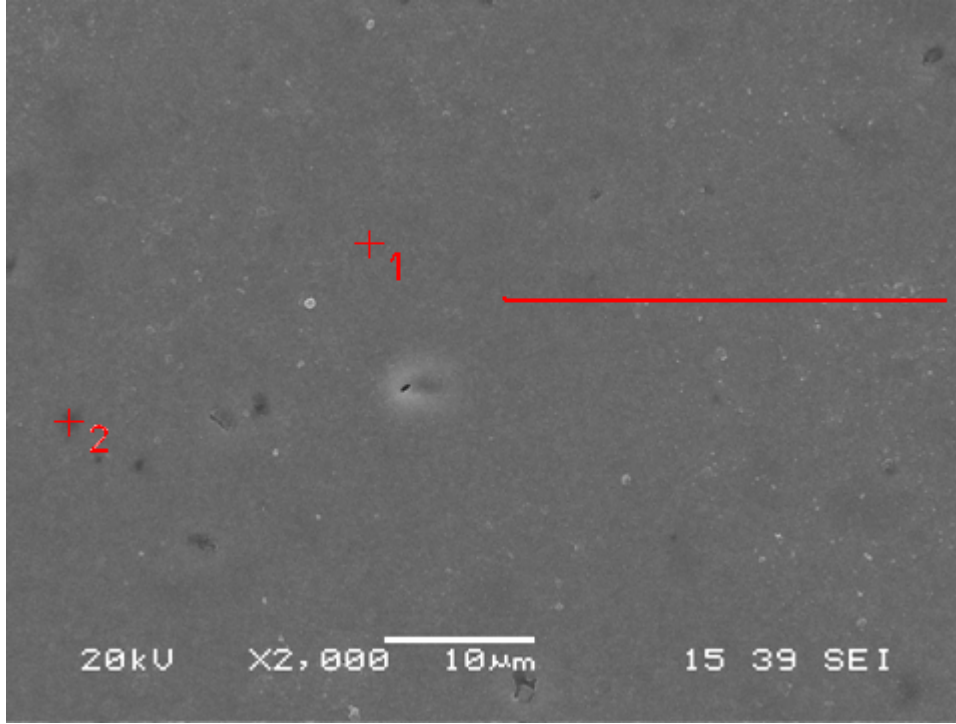


Şekil 6. 53. M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %3MgO] kompozisyonunun 1650°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü

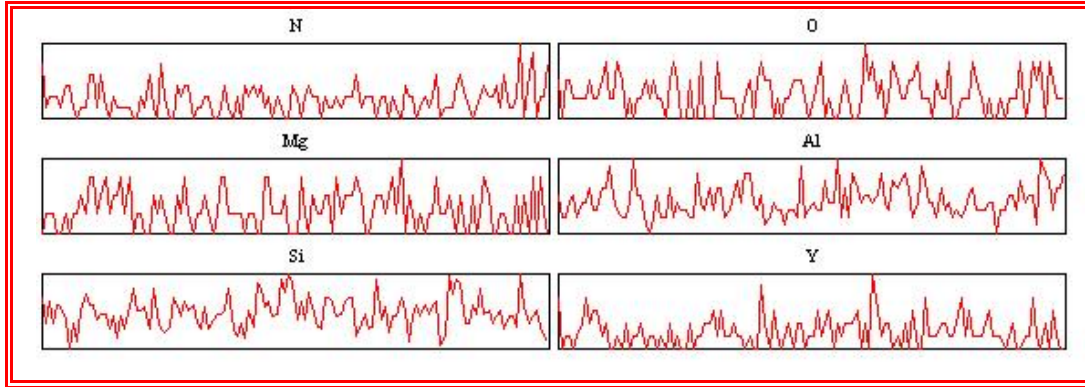


Şekil 6. 54. MF4 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %4,65 ağ. MgF<sub>2</sub> (= %3MgO)] kompozisyonunun 1650°C’de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü

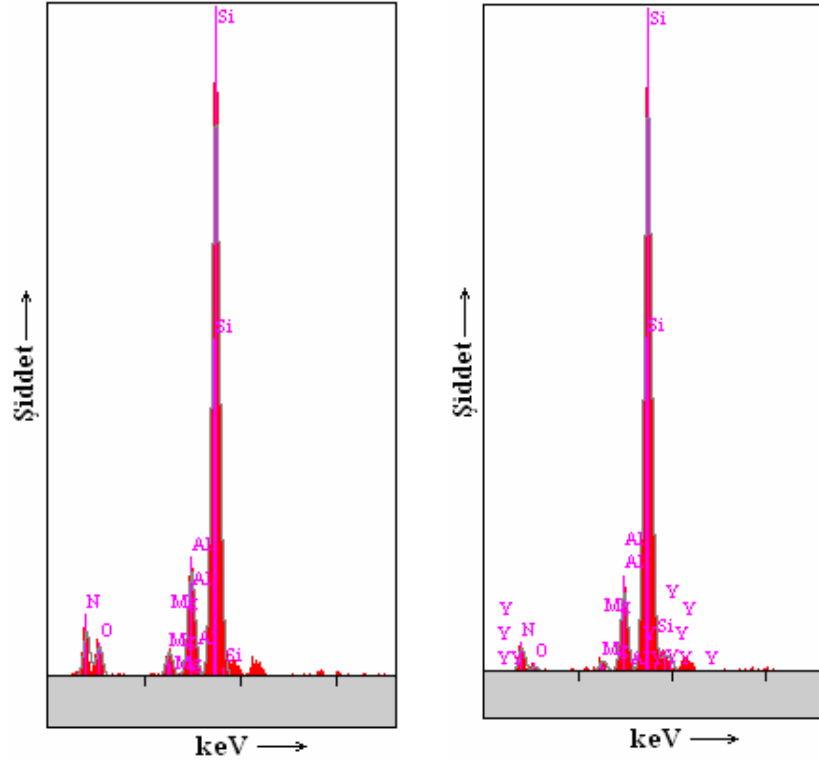
M3 numunesinin 1700°C’de sinterlenmesi sonunda elde edilen mikro yapıdan alınan Şekil 6.55-6.57’de görülen SEM, line EDS’ler ve 1 ve 2 nolu noktalardan alınan noktasal EDS’lerde de ana SiAlON’u oluşturan ana elementlerden oluştuğu için bu noktanın SiAlON tanesi olduğunu göstermektedir. 2 noktasının daha koyu gözükmemesinin sebebi muhtemelen bu bölgenin yeni kapanmış bir kapalı porozite olmasından kaynaklanmıştır. Şekil 6.58-6.61’de görülen MF4 bu numunesinde ise 1 ile gösterilen nokta Si, Al, O ve N elementlerinden oluştuğundan bu noktada SiAlON tanesi vardır. Mg, F, Y gibi elementlerin çok az miktarda da olsa EDS’te gözükmeleri muhtemeldir ki EDS alınan nokta tane sınırına yakın olduğundandır. MF4 numunesinde elde edilen EDS’lerde 1 noktasıyla gösterilen beyaz bölgenin camsı fazın ana bileşenleri olan Y, Mg elementlerinin yüksek pikleri bu noktanın “triple point” olarak adlandırılan taneler tarafından sarılmış kalıntı camsı faz olduğu anlaşılmaktadır. 2 noktasında alınan noktasal EDS’te ise SiAlON tanelerine denk geldiğini göstermektedir. Herhangi diğer fazlardan çıkmaması (Mg, Y) EDS’in tanenin ortasına doğru alındığını göstermektedir.



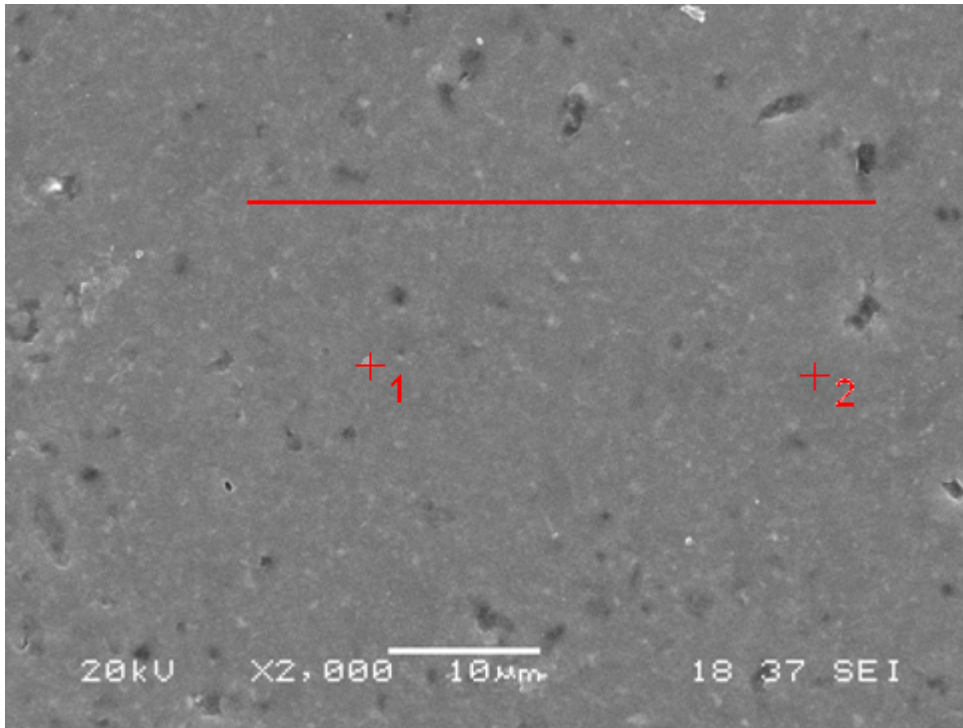
Şekil 6. 55. M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %3MgO] kompozisyonunun 1700°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



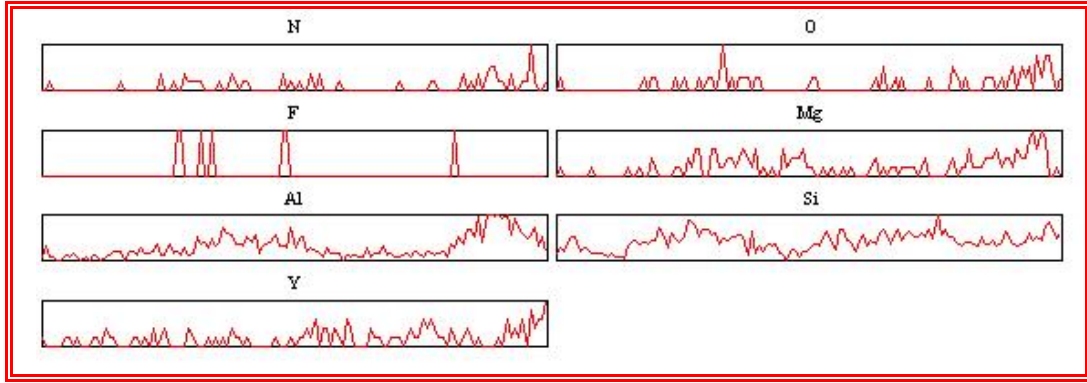
Şekil 6. 56. M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %3MgO] kompozisyonunun 1700°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin line EDS analizi



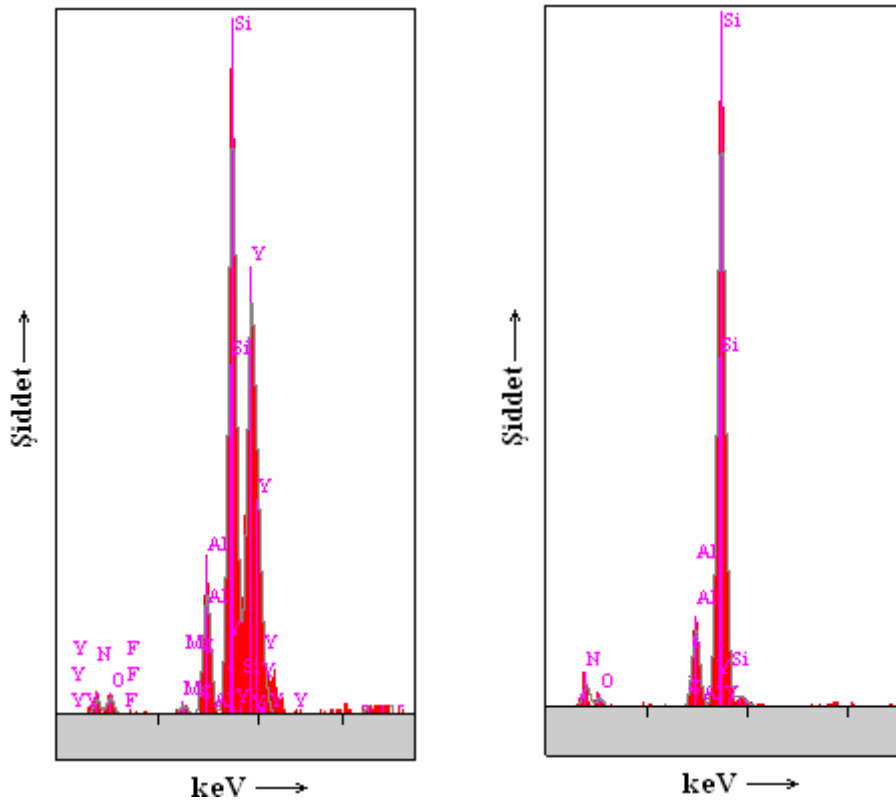
Şekil 6. 57. M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %3MgO] kompozisyonunun 1700°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin noktasal EDS analizi



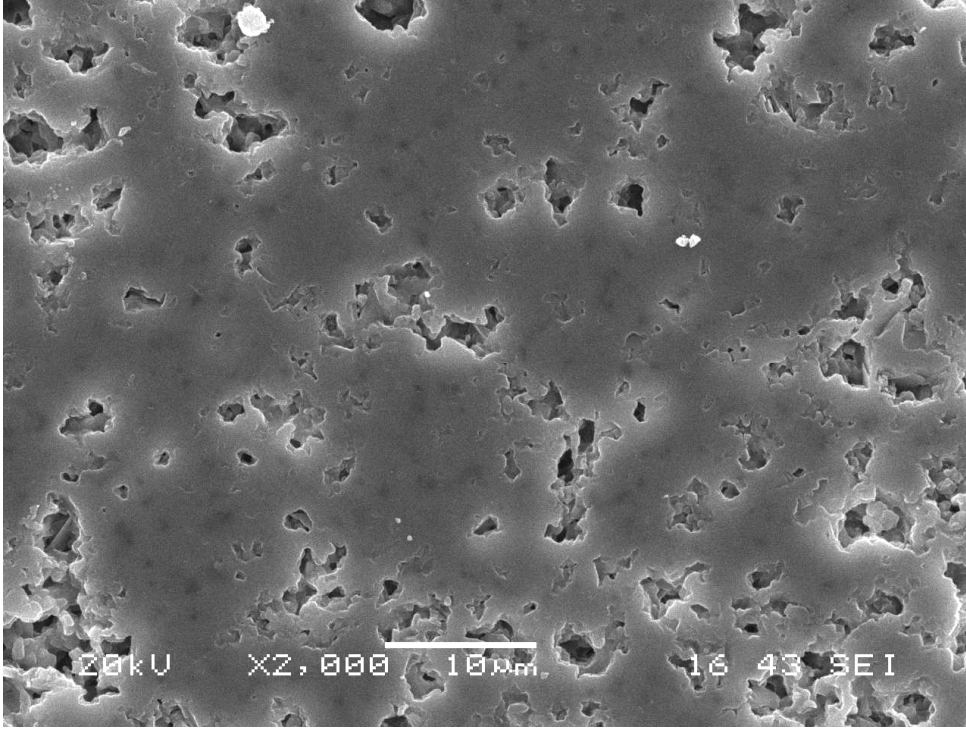
Şekil 6. 58. MF4 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %4,65 ağırlıkta MgF<sub>2</sub> (= %3MgO)] kompozisyonunun 1700°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



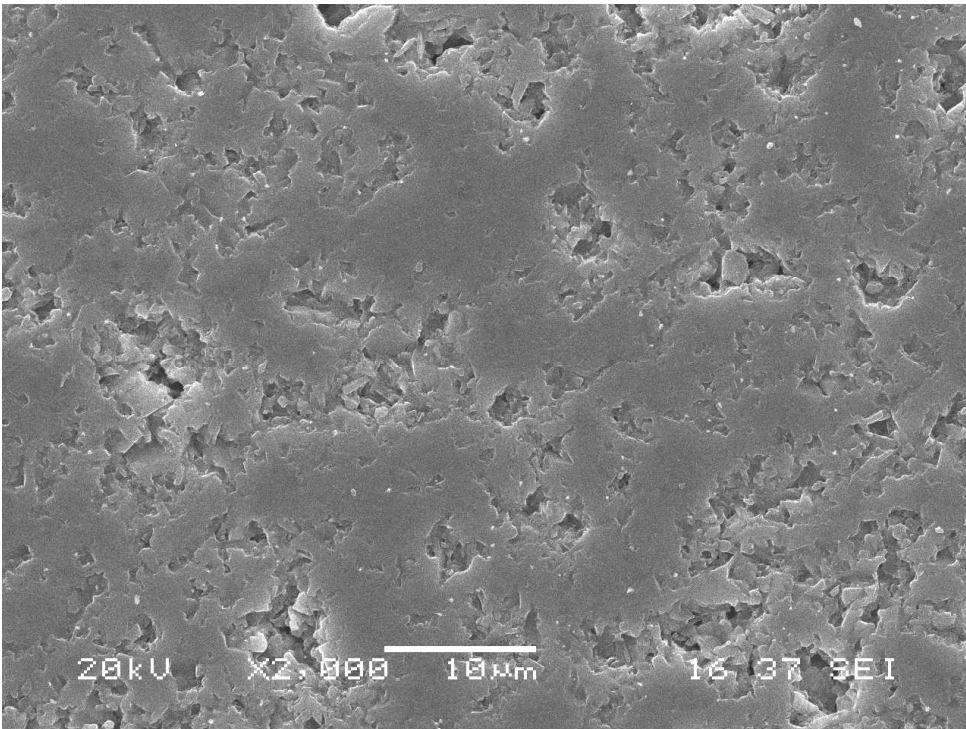
Şekil 6. 59. MF4 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %4,65 ağırlık MgF<sub>2</sub> (=3MgO)] kompozisyonunun 1700°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin line EDS analizi



Şekil 6. 60. MF4 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %4,65 ağırlık MgF<sub>2</sub> (=3MgO)] kompozisyonunun 1700°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin noktasal EDS analizi



Şekil 6. 61. M3 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %3MgO] kompozisyonunun 1700°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



Şekil 6. 62. MF4 kodlu [% 90SiAlON (z=1 kompozisyon) + %7Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %4,65 ağırlıkta MgF<sub>2</sub> (= %3MgO)] kompozisyonunun 1750°C'de 1 saat süreyle sinterlenmesi sonucu elde edilen numunenin X2000 büyütmedeki SEM görüntüsü



### A-AF, B-BF, C-CF Kompozisyonlarının SEM Çalışmaları

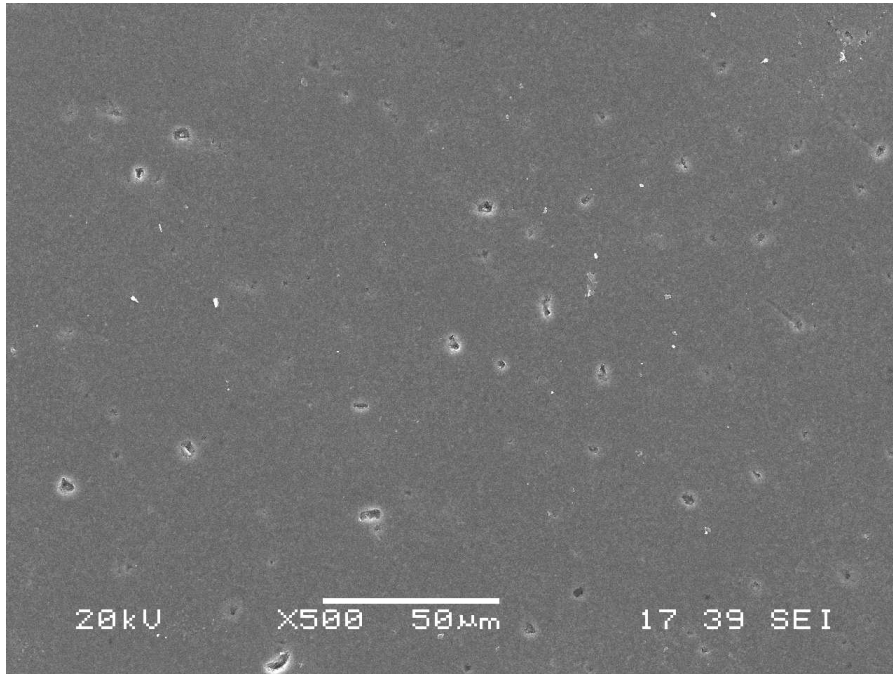
Sıvı faz sinterlemesi için Y-Mg-Si-Al-O-N-F ve Y-Mg-Si-Al-O-N sistemleri kullanılarak  $\beta$ -SiAlON teşekkül ettirecek kompozisyonun sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunlaşmış bulk numuneler standart metalografik işlemlerle hazırlanıp hassas bir şekilde parlatılmıştır. Yapılan hesaplamalar elde edilen yoğunluk sonuçları ve SEM resimleri iyi bir uyum göstermiştir. Elde edilen numunelerin mikro yapısal incelemeleri yoğunlaşma davranışlarına açıklama sağlamıştır.

Kompozisyonlardaki katkı miktarları aşağı çekildiğinde yoğunlaşmayı dolayısıyla sinterlemeyi sağlayacak sıvı fazın miktarı da aşağıya çekilecek buda sinterlemenin daha zayıf bir şekilde gerçekleşmesine sebep olacaktır. Hiç katkı kullanılmadığında ise sinterleme özellikle basınçsız sinterleme yöntemiyle mümkün olmamaktadır. Ayrıca MgO=F sinterleme sıcaklığı daha düşük olan viskozitesi düşük bir sıvı faz oluşumunu desteklerken uçuculuğu sebebiyle yüksek sıcaklıklarda özellikle uzun süreli çalışmalarda tek katkı sistemi olarak uygun değildir. Yitriya ise daha yüksek sıvı faz oluşum sıcaklığının yanında dönüşümü daha fazla desteklemesi sebebiyle kullanılmış ancak kullanılan katkı oranlarının da düşük olması sebebiyle oluşacak sıvı fazın viskozitesinin düşerek akışkanlığının artacağı daha yüksek sıcaklıklar gerekecektir.

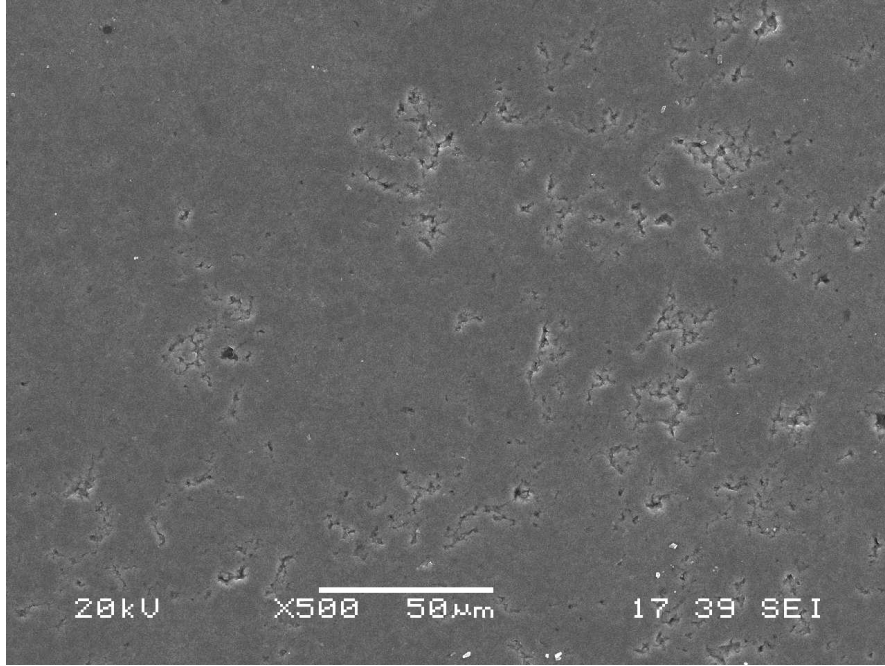
Katkı miktarı toplamda %2,5-4 civarında çalışılmıştır. Şekil 6.63-6.69'daki SEM resimlerine bakıldığında florür katkı sisteminde olan numunelerin farklı katkı oranlarında da aynı şekilde oksit katkılı olan katkı sisteminden daha iyi yoğunlaşma davranışı sergilediği görülmektedir. Oksit katkılı olan numuneler daha büyük daha heterojen gözenek dağılımı varken, florür katkılı sistemlerde daha az miktarda ve daha küçük boyutlu porozite dağılımı sergilemektedir. Buda katkı miktarı düşürüldüğünde bile florür katkısının sıvı faz oluşum sıcaklığını düşürücü, sıvı faz hacmini arttırıcı vb. etkilerini güçlü bir şekilde sürdürdüğünü ve böylece silisyum nitrür tanelerini daha çok ıslattığını, daha fazla merkezden merkeze çekme sağlayarak daha iyi yoğunlaşma sağladığını göstermektedir.

Genel olarak katkı miktarlarının değişimiyle yoğunlaşma davranışı değerlendirildiğinde ise daha yüksek katkı içeren A ve AF kompozisyonlarının daha yüksek yoğunluk ve daha yoğun mikro yapı verdiği görülmüş bununla birlikte katkı miktarı azaldığında D ve DF kompozisyonlarında ise en çok porozite içerdiği, en az yoğunlaşmanın gerçekleştiği görülmektedir. Buradan da anlaşılacağı üzere basınçsız sinterleme ile katkı miktarları belli bir değer altına inmesi halinde yoğunlaşma davranışı zayıflamakta ve daha poroziteli bir mikro yapı vermektedir. Böyle bir mikro yapıya sahip malzemenin de mekanik özellikleri kötüleştiği için kullanım alanı oldukça daralmaktadır. Dolayısıyla bu çalışmada da görüldüğü üzere %4'ün altındaki katkı oranlarında sıvı faz yetersiz olup yoğunlaşma tam gerçekleşmemektedir. Literatürde bu değer altında yoğunlaşma sağlanan çalışmalar ancak basıncın eşlik ettiği proseslerden pahalı bir yöntem olan sıcak izostatik presleme gibi yöntemlerle mümkün olabilmektedir. Bu yöntemlerde zaten oldukça pahalıdır.

#### A-AF Kompozisyonlarının SEM Çalışmaları

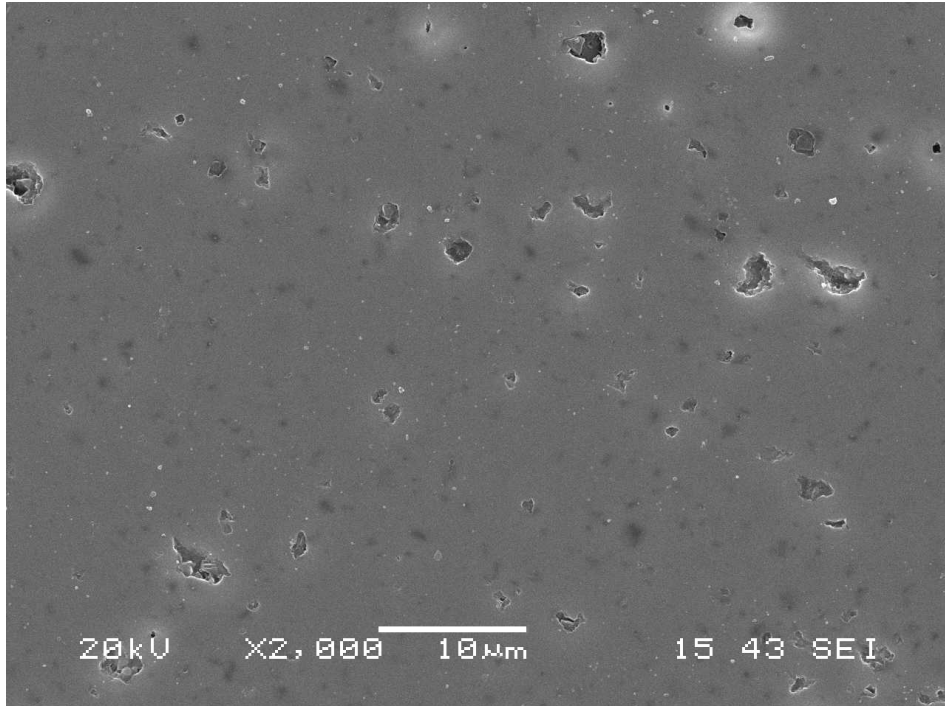


Şekil 6. 63. %3  $Y_2O_3$  +%1 MgO katkılı  $z=1$  değerlikli  $\beta$ -SiAlON kompozisyonunun 1750°C'de 90dk basınçsız sinterlenmesiyle elde edilen numunenin parlatılmış yüzeyinin SEM resimleri

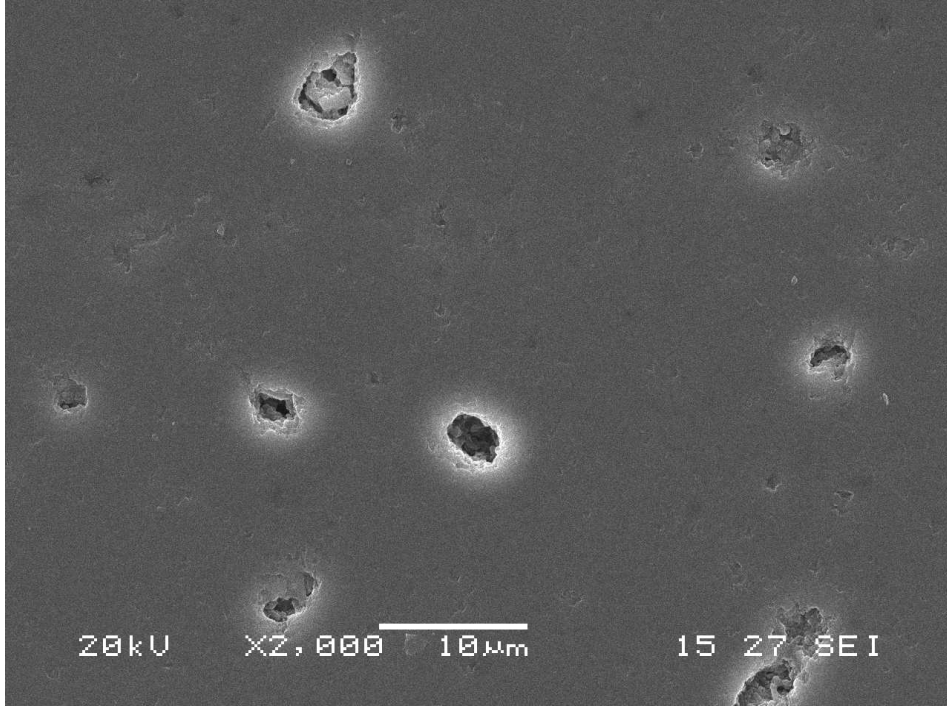


Şekil 6. 64. %3  $Y_2O_3$  + %(1=) 1,55  $MgF_2$  katkılı  $z=1$  değerlikli  $\beta$ -SiAlON kompozisyonunun  $1750^\circ C$ 'de 90dk basınçsız sinterlenmesiyle elde edilen numunenin parlatılmış yüzeyinin SEM resimleri

#### B-BF Kompozisyonlarının SEM Çalışmaları

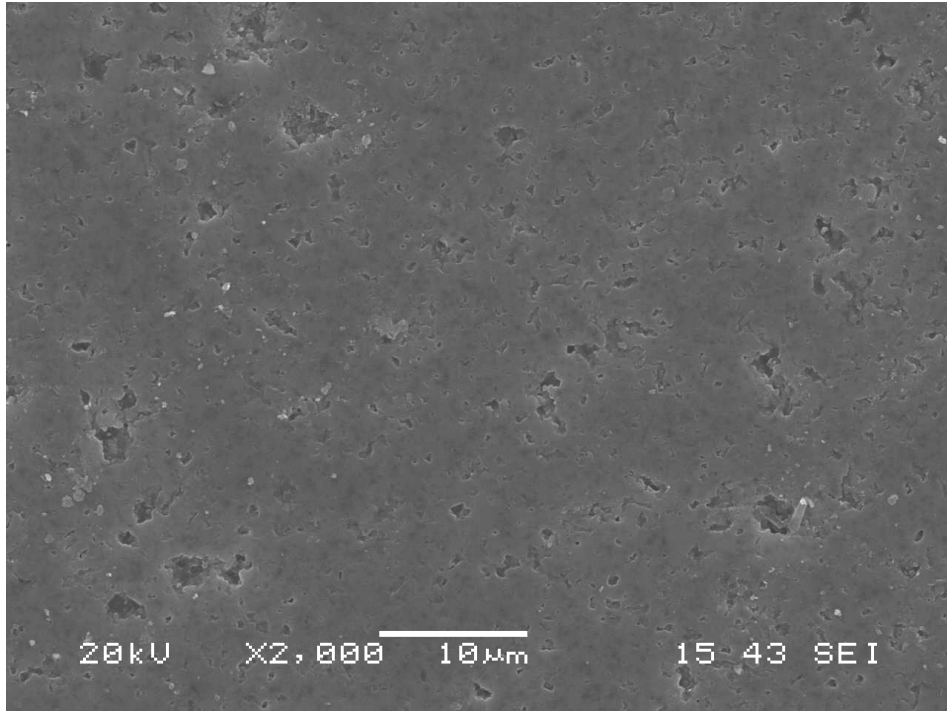


Şekil 6. 65. %2  $Y_2O_3$  +%1  $MgO$  katkılı  $z=1$  değerlikli  $\beta$ -SiAlON kompozisyonunun  $1750^\circ C$ 'de 90dk basınçsız sinterlenmesiyle elde edilen numunenin parlatılmış yüzeyinin SEM resimleri

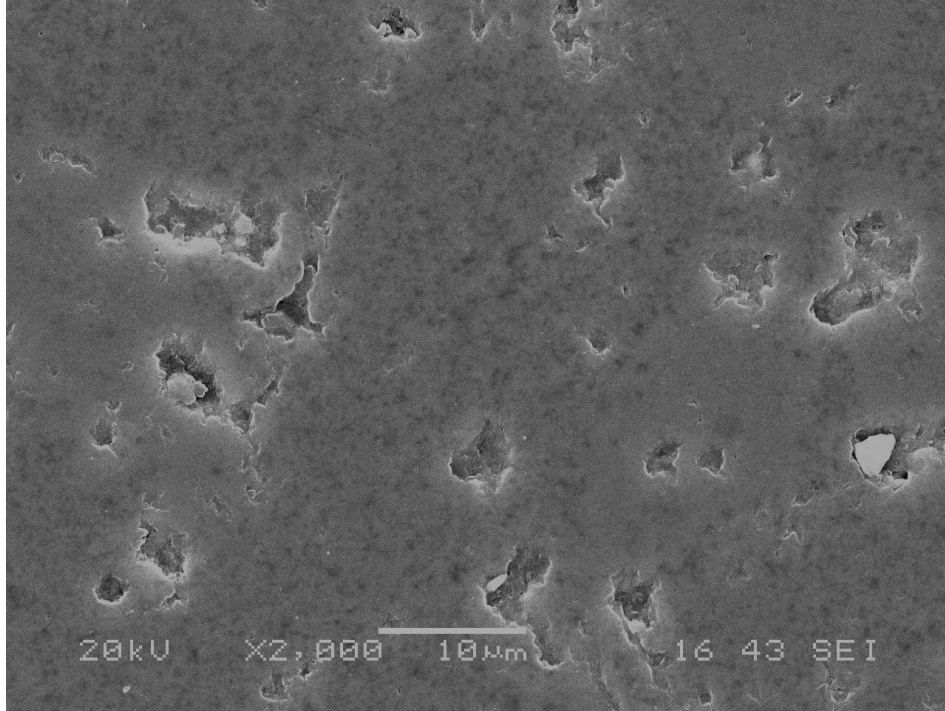


Şekil 6. 66. %2  $Y_2O_3$  + %(1=) 1,55MgF<sub>2</sub> katkılı z=1 değerlikli  $\beta$ -SiAlON kompozisyonunun 1750°C'de 90dk basınçsız sinterlenmesiyle elde edilen numunenin parlatılmış yüzeyinin SEM resimleri

#### D-DF Kompozisyonlarının SEM Çalışmaları



Şekil 6. 67. %2  $Y_2O_3$  + %0,5 MgO katkılı z=1 değerlikli  $\beta$ -SiAlON kompozisyonunun 1750°C'de 90dk basınçsız sinterlenmesiyle elde edilen numunenin parlatılmış yüzeyinin SEM resimleri



Şekil 6. 68. %2  $Y_2O_3$  + %(0,5=)  $0,775MgF_2$  katkı  $z=1$  değerlikli  $\beta$ -SiAlON kompozisyonunun  $1750^\circ C$ 'de 90dk basınçsız sinterlenmesiyle elde edilen numunenin parlatılmış yüzeyinin SEM resimleri

### 6.3. XRD Analizleri

#### M1-MF2, M3-MF4 Kompozisyonlarının XRD Analizi

$\beta$ - $Si_{6-z}Al_zO_zN_{8-z}$  formülündeki  $z=1$  değerine göre hazırlanan kompozisyonların farklı oksit ve eş değerliği florür katkı kompozisyonlarıyla farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenmesi sonucunda X-Ray analiziyle nihai ürünlerdeki fazların karakterizasyon işlemi gerçekleştirilmiştir. Tüm kompozisyonlar için düşük sıcaklıklarda ( $1450$ - $1600^\circ C$ ) sinterleme sonunda dönüşüm oranı sıcaklıkla birlikte bir miktar artsa da henüz yetersiz  $\beta$  dönüşümü olmuş bununla birlikte sistemde ikincil fazlar teşekkül etmiştir. Sinterleme süresinin artmasıyla dönüşüm miktarı artmıştır. Tüm kompozisyonlar için maksimum  $1600^\circ C$ 'de en yüksek %32'lerde (MF4 için 150dk'da) dönüşüm elde edilirken bu sıcaklıklardan sonra dönüşüm giderek hızlı bir hal almaktadır. Bunun sebebi Kingery Modelinde de açıklandığı üzere yoğunlaşmanın sinterlemenin ilk aşamasında temel fenomene sıvı fazın oluşması ve tanelerin merkezsel yaklaşmasıdır. Bu aşamada çözülme çökelme

gerçekleşmemektedir. İkinci aşamada ise yoğunlaşma devam etse de çözülme ve çökelme gerçekleşmeye başladığı için dönüşüm artmaya başlar. Üçüncü kısımda yoğunlaşma neredeyse tamamlanırken dönüşüm ise hala devam etmektedir. Dolayısıyla yoğunluk sonuçlarında ve SEM incelemelerinde bu sıcaklıklarda önemli ölçüde yoğunlaşma olduğu görülse de dönüşüm için henüz daha yüksek sıcaklıklara ve daha uzun süreye ihtiyaç olduğu görülmektedir. İkincil fazların oluşumu bu sistemde SiAlON sisteminin ve sıvı faz oluşturucu katkı sisteminin kompleks olması sebebiyle olası ara fazlardır. Literatürde Kuang (1994), Sreekumar (2009) ve Izevsky (2000) yaptığı çalışmalarda da benzer fazlar bu sistemde görülmüştür. Bu fazlar O, 12H, 21R gibi SiAlON fazlarıyla forsterit, müllit gibi ara fazlardır. Ayrıca florür katkılı kompozisyonlarda  $AlF_2$  bileşiği de ara faz olarak sistemde oluşmuştur.

1600°C'nin üzerinde tüm kompozisyonlar için hızlı bir dönüşüm gerçekleşmiş en yüksek olarka 1650°C'de MF2 için 150dk'da %55 MF4 için 150dk'da %59 oranında dönüşüm elde edilmiştir. Sıcaklığın artışıyla 1700°C'de 150dk'da MF2 için %67β, MF4 için %73β dönüşümü gerçekleşmiştir. 1750°C'de florür katkılı MF2 kompozisyonu için 90dk'da tam dönüşüm gerçekleşirken oksit katkılı M1 kompozisyonu için bu 120dk'da gerçekleşmiştir. Tüm kompozisyonlarda maksimum 1750°C 120dk sinterleme süresinde tam dönüşüm gerçekleşirken genel olarak bakıldığında tüm sıcaklık ve sürelerde florür katkılı numuneler daha öncene ve hızlı yoğunlaşmasının yanı sıra bunun bir getirisi olarak daha hızlı dönüşüm oranları verdiği, dönüşümü olumlu anlamda desteklediği bulunmuştur. Tam dönüşümün sağlandığı 1750°C sıcaklığında sistemde ikincil faz oluşmamış olması monolitik bir β-SiAlON üretildiğinin göstermektedir.

β-SiAlON sisteminde oluşan ara fazlar ve kısaltmaları:

21R:  $SiAl_6O_2N_6$ , O:  $Si_{1.8}Al_{0.2}O_{1.2}N_{1.8(O-SiAlON)}$  T:  $SiAlO_2$  12H:  $SiAl_5O_2N_5$

C:  $Al_6O_3N_4$  E:  $Al_5Y_3O_{12}$  K:  $Al_2O_3$  M:  $Al_6Si_2O_{13}$  (mullit) L:  $AlF_2$  Qz:  $SiO_2$

D:  $Y_2Si_2O_7$  G:  $Y_3Al_2(AlO_4)_3$  Y:  $YAlO_3$  H:  $Y_2(SiAlO_5N)$  P:  $Y_3Al_2(AlO_4)_3$

X:  $Y_5(Si_{9.75}Al_{2.25}O_{0.75}N_{15.25})$  F:  $Mg_2SiO_4$  (Forsterite) N:  $Mg_5Y_6Si_5O_{24}$  H:  $MgSiN_2$

1450 °C

Tablo 6. 21. M1 ve MF2 kompozisyonlarının 1450°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları

	M1		MF2	
	% $\alpha / (\alpha+\beta)$	İkincil faz	% $\alpha / (\alpha+\beta)$	İkincil faz
30dk	3	21R, O <sup>1</sup>	4	21R, O <sup>1</sup>
60dk	4	21R, Q	5	21R, Q
90dk	7	Q, O <sup>1</sup>	8	Q, O <sup>1</sup>
120dk	9	Q, O <sup>1</sup>	11	Q, O <sup>1</sup>
150dk	11	Q, O <sup>1</sup>	13	Q, O <sup>1</sup>

Tablo 6. 22. M3 ve MF4 kompozisyonlarının 1450°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları

	M3		MF4	
	% $\alpha / (\alpha+\beta)$	İkincil faz	% $\alpha / (\alpha+\beta)$	İkincil faz
30dk	3	21R, O <sup>1</sup>	5	21R, O <sup>1</sup>
60dk	4	21R, O <sup>1</sup>	6	21R, O <sup>1</sup>
90dk	8	C, Q, O <sup>1</sup>	8	C, Q, O <sup>1</sup>
120dk	10	Q, 21R	12	Q, 21R
150dk	11	Q, 21R, O <sup>1</sup>	14	Q, 21R, O <sup>1</sup>

1500°C

Tablo 6. 23. M1 ve MF2 kompozisyonlarının 1500°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları

	M1		MF2	
	% $\alpha / (\alpha+\beta)$	İkincil faz	% $\alpha / (\alpha+\beta)$	İkincil faz
30dk	5	T, Q	8	T, Q
60dk	7	T	9	T
90dk	10	Q, F	12	Q, F
120dk	10,9	F, M	14,9	F, H
150dk	15	-	21	M

Tablo 6. 24. M3 ve MF4 kompozisyonlarının 1500°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları

	M3		MF4	
	% $\alpha / (\alpha+\beta)$	İkincil faz	% $\alpha / (\alpha+\beta)$	İkincil faz
30dk	6	T	7	T
60dk	8	21R	10	21R
90dk	11	Q, 21R	14	Q, 21R
120dk	14	O <sup>1</sup> , 21R	16	O <sup>1</sup> , 21R
150dk	16		20	

1550°C

Tablo 6. 25. M1 ve MF2 kompozisyonlarının 1550°C'de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları

	M1		MF2	
	$\% \beta / (\alpha + \beta)$	<i>İkincil faz</i>	$\% \beta / (\alpha + \beta)$	<i>İkincil faz</i>
30dk	7	Q	9,2	Q
60dk	11	F, H	12	F, H
90dk	10,9	E	17	E
120dk	20,6	E	24	E
150dk	21,6	T	25,6	T

Tablo 6. 26. M3 ve MF4 kompozisyonlarının 1550°C'de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları

	M3		MF4	
	$\% \beta / (\alpha + \beta)$	<i>İkincil faz</i>	$\% \beta / (\alpha + \beta)$	<i>İkincil faz</i>
30dk	8	Q	9	Q
60dk	12	Y	16	Y, L
90dk	18	D, Q	18	D, Q
120dk	20	K	25	L
150dk	21	Q	25	Q

1600°C

Tablo 6. 27. M1 ve MF2 kompozisyonlarının 1600°C'de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları

	M1		MF2	
	$\% \beta / (\alpha + \beta)$	<i>İkincil faz</i>	$\% \beta / (\alpha + \beta)$	<i>İkincil faz</i>
30dk	9	Q	12	Q
60dk	14	M	16	M
90dk	20	M	23	M
120dk	24	21R	26,9	21R
150dk	26	-	29	-

Tablo 6. 28. M3 ve MF4 kompozisyonlarının 1600°C'de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları

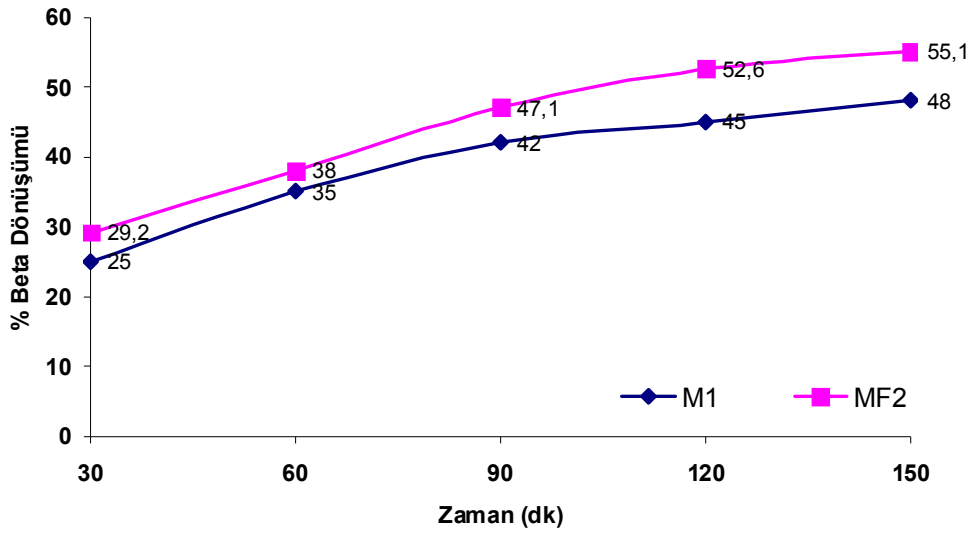
	M3		MF4	
	$\% \beta / (\alpha + \beta)$	<i>İkincil faz</i>	$\% \beta / (\alpha + \beta)$	<i>İkincil faz</i>
30dk	12	Q	13	H
60dk	18	H, K	22	G, F
90dk	23	K	27,4	Y, N
120dk	25	Q	31,3	Y
150dk	26	G	32	Y



1650°C

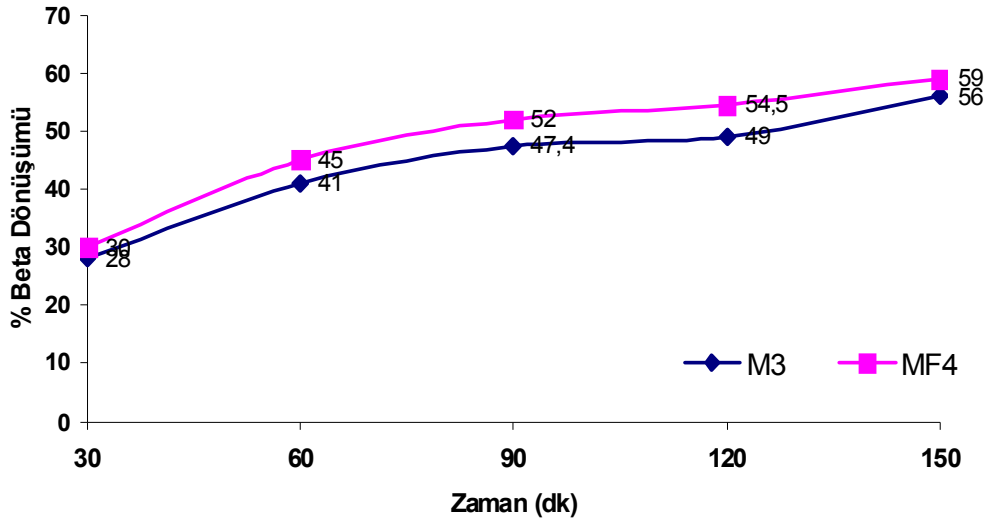
Tablo 6. 29. M1 ve MF2 kompozisyonlarının 1650°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları

	M1		MF2	
	% $\beta$ / ( $\alpha+\beta$ )	İkincil faz	% $\beta$ / ( $\alpha+\beta$ )	İkincil faz
30dk	25	C	29,2	C
60dk	35	12H	38	L
90dk	42	T, Q	47,1	-
120dk	45	-	52,6	L
150dk	48	X	55,1	G

Şekil 6. 69. 1650 °C de değişik sürelerde sinterlenen M1 ve MF2 kompozisyonlarının %  $\beta$  dönüşüm grafiği

Tablo 6. 30. M3 ve MF4 kompozisyonlarının 1650°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları

	M3		MF4	
	% $\beta$ / ( $\alpha+\beta$ )	İkincil faz	% $\beta$ / ( $\alpha+\beta$ )	İkincil faz
30dk	28	Q	30	Q
60dk	41	E	45	L, E
90dk	47,4	M	52	M
120dk	49	-	54,5	Q, L
150dk	56	N	59	N

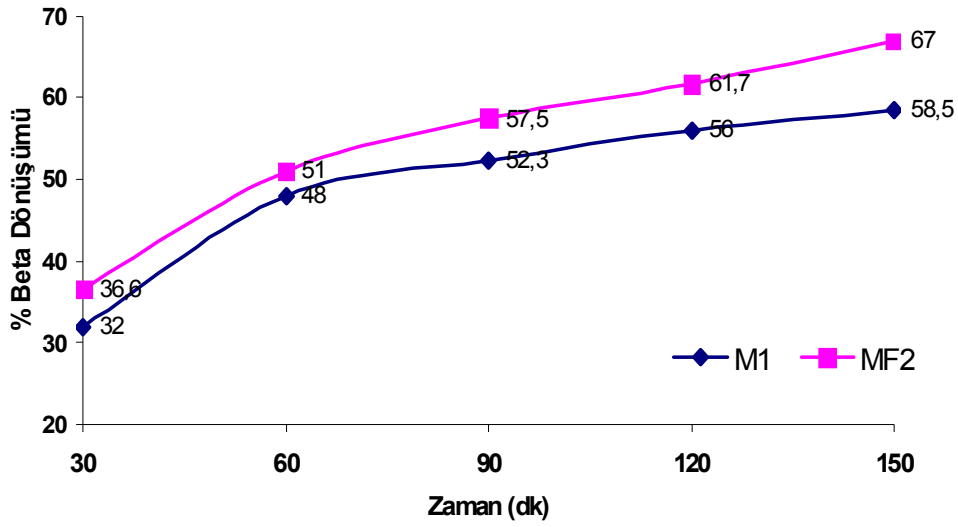


Şekil 6. 70. 1650 °C de değişik sürelerde sinterlenen M3 ve MF4 kompozisyonlarının %  $\beta$  dönüşüm grafiği

1700 °C

Tablo 6. 31. M1 ve MF2 kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları

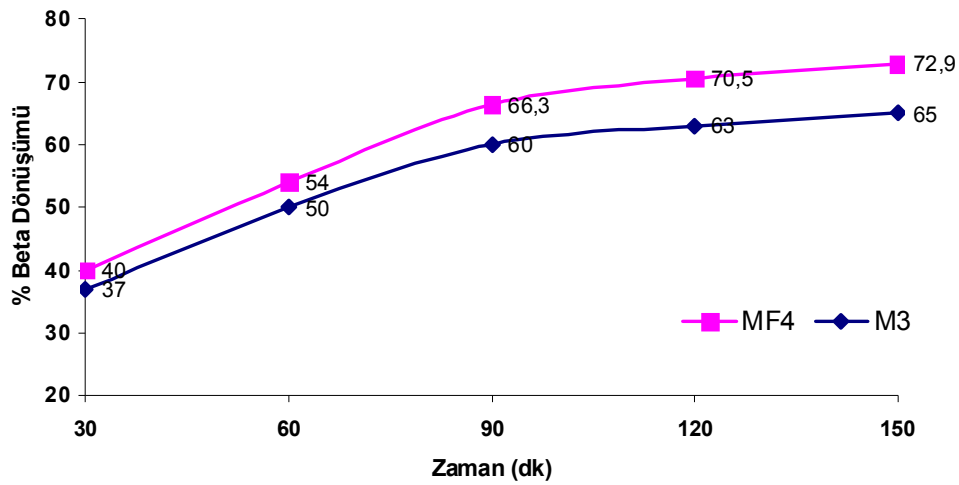
	M1		MF2	
	% $\beta$ / ( $\alpha+\beta$ )	İkincil faz	% $\beta$ / ( $\alpha+\beta$ )	İkincil faz
30dk	32	12H	36,6	12H
60dk	48	T	51	T, L
90dk	52,3	K	57,5	K
120dk	56	T	61,7	T
150dk	58,5	21R	67	21R



Şekil 6. 71. 1700 °C de değişik sürelerde sinterlenen M1 ve MF2 kompozisyonlarının %  $\beta$  dönüşüm grafiği

Tablo 6. 32. M3 ve MF4 kompozisyonlarının 1700°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları

	M3		MF4	
	% $\beta$ / ( $\alpha+\beta$ )	İkincil faz	% $\beta$ / ( $\alpha+\beta$ )	İkincil faz
30dk	37	Q	40	Q
60dk	50	C, Q	54	C, Q
90dk	60	X, Q	66,3	X, Q
120dk	63	Q	70,5	Q
150dk	65	K, Q	72,9	K, Q

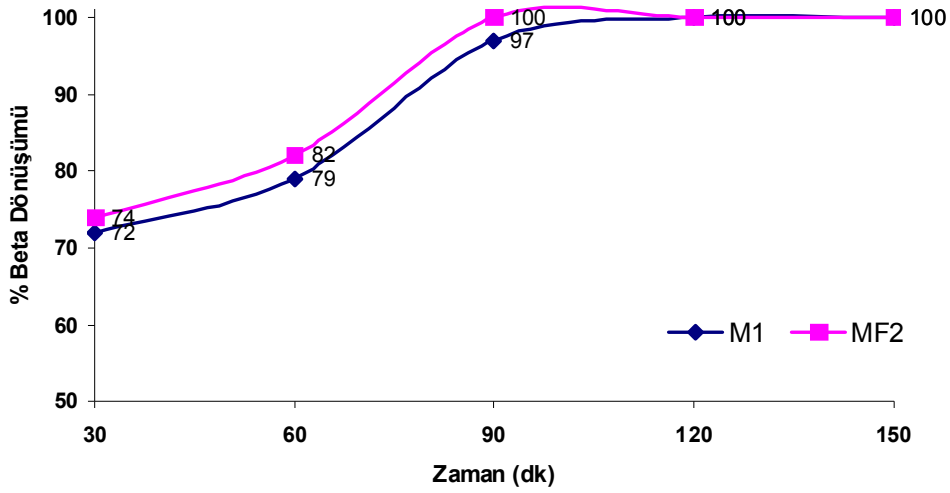


Şekil 6. 72. 1700 °C de değişik sürelerde sinterlenen M3 ve MF4 kompozisyonlarının %  $\beta$  dönüşüm grafiği

1750°C

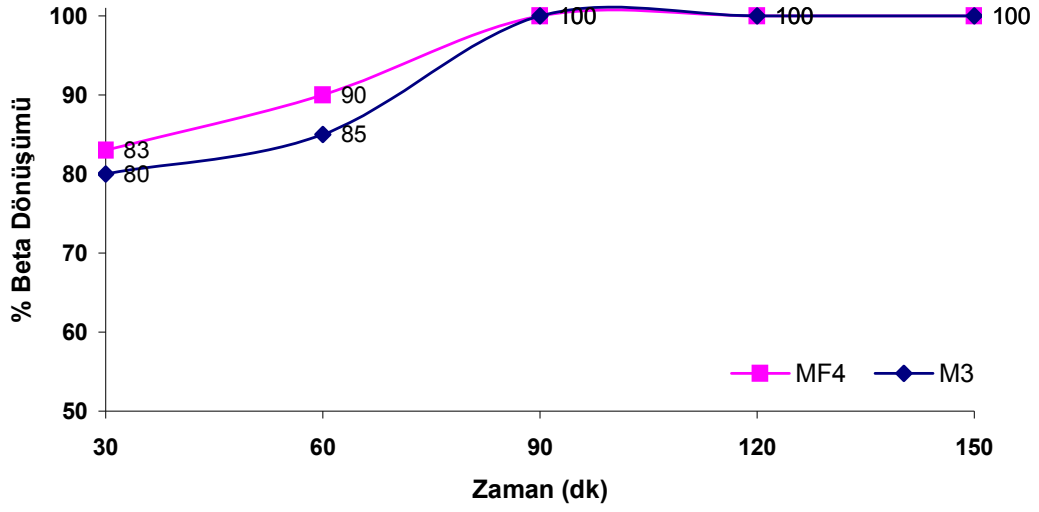
Tablo 6. 33. M1 ve MF2 kompozisyonlarının 1750°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları

	M1		MF2	
	% $\beta$ / ( $\alpha+\beta$ )	İkincil faz	% $\beta$ / ( $\alpha+\beta$ )	İkincil faz
30dk	72	Q	74	Q
60dk	79	-	82	-
90dk	97	-	100	-
120dk	100	21R	100	-
150dk	100	-	100	12H

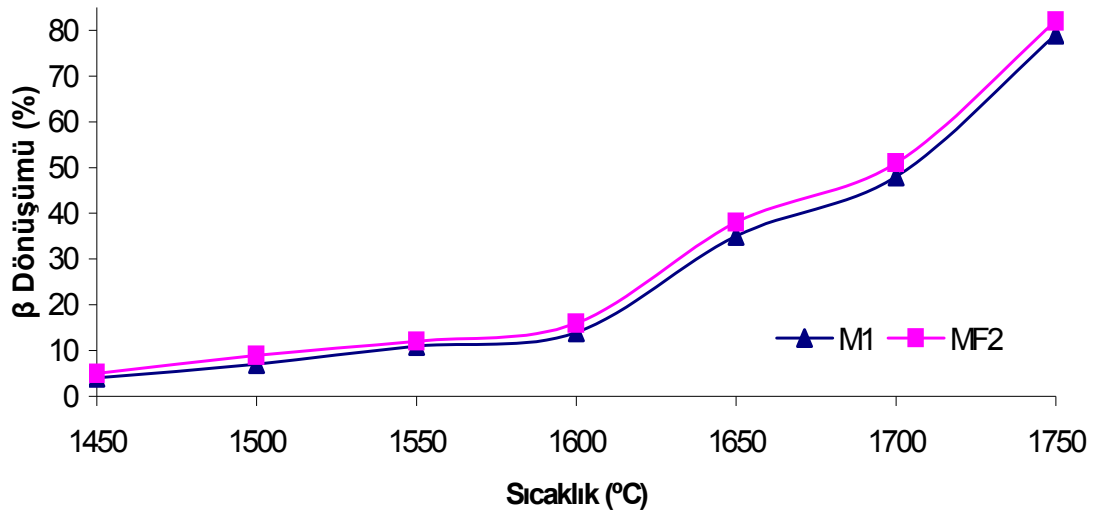
Şekil 6. 73. 1750 °C de değişik sürelerde sinterlenen M1 ve MF2 kompozisyonlarının %  $\beta$  dönüşüm grafiği

Tablo 6. 34. M3 ve MF4 kompozisyonlarının 1750°C’de farklı sürelerde (30-150dk) sinterlenmesiyle elde edilen numunelerin XRD analiz sonuçları

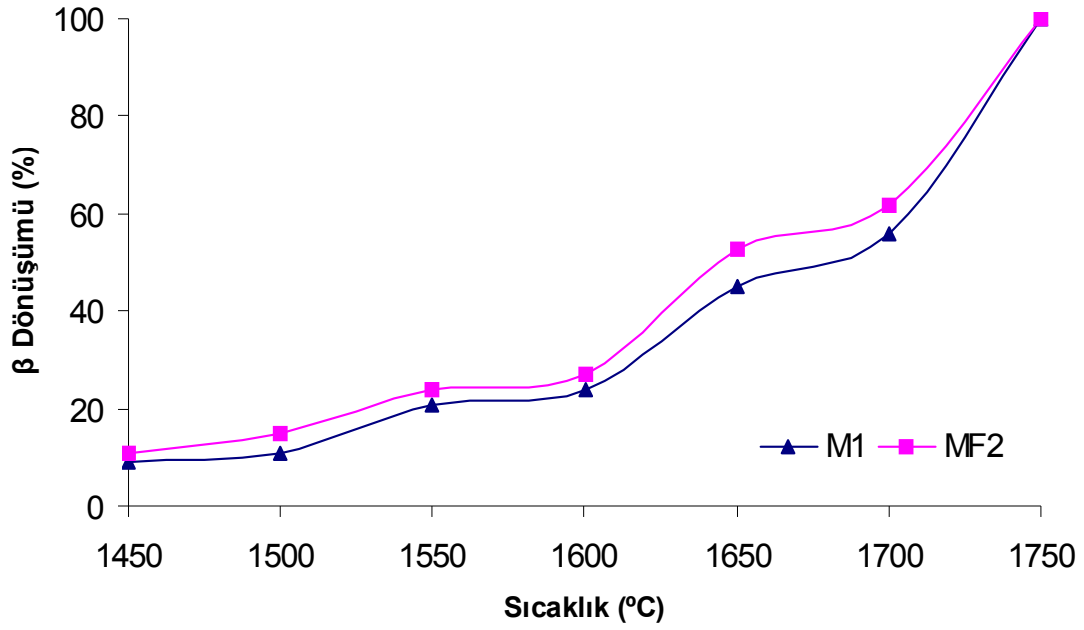
	M3		MF4	
	% $\beta$ / ( $\alpha+\beta$ )	İkincil faz	% $\beta$ / ( $\alpha+\beta$ )	İkincil faz
30dk	80	-	83	-
60dk	85	-	90	-
90dk	100	-	100	-
120dk	100	12H	100	12H
150dk	100	-	100	-



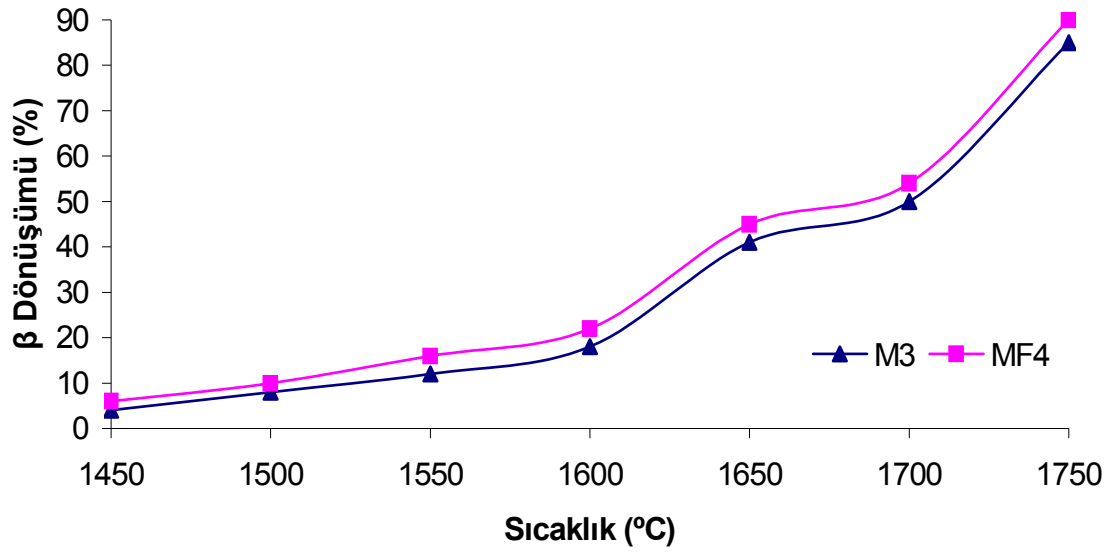
Şekil 6. 74. 1750 °C de değişik sürelerde sinterlenen M3 ve MF4 kompozisyonlarının %  $\beta$  dönüşüm grafiği



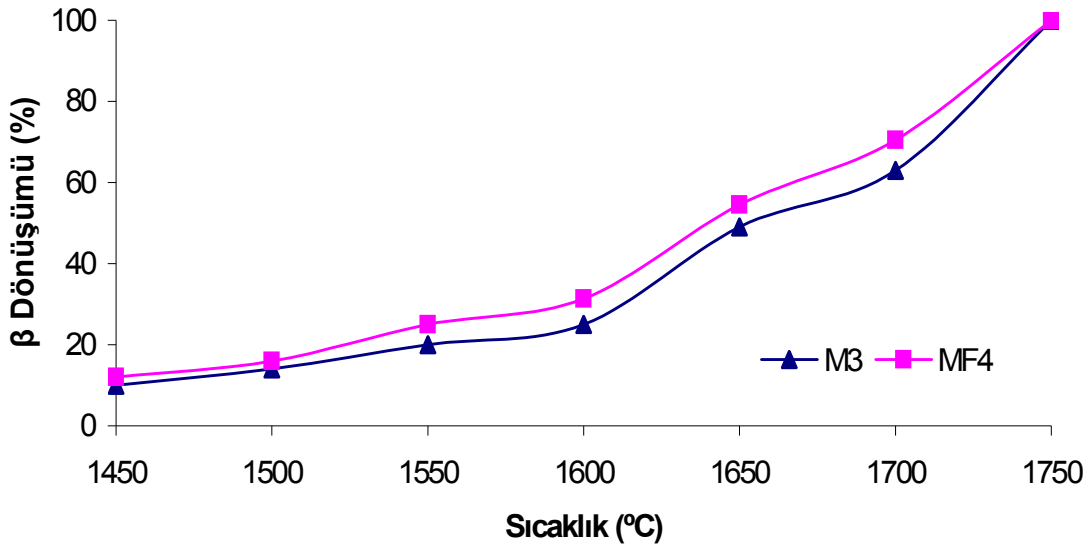
Şekil 6. 75. Farklı sıcaklıklarda M1 ve MF2 kompozisyonlarının 60dk sinterlemesi sonucu gerçekleşen  $\beta$  dönüşüm oranları



Şekil 6. 76. Farklı sıcaklıklarda M1 ve MF2 kompozisyonlarının 120dk sinterlemesi sonucu gerçekleşen  $\beta$  dönüşüm oranları



Şekil 6. 77. Farklı sıcaklıklarda M3 ve MF4 kompozisyonlarının 60dk sinterlemesi sonucu gerçekleşen  $\beta$  dönüşüm oranları



Şekil 6. 78. Farklı sıcaklıklarda M3 ve MF4 kompozisyonlarının 120dk sinterlemesi sonucu gerçekleşen  $\beta$  dönüşüm oranları

#### 6.4. Mikro Vickers Sertlik Deneyi

$\beta$ -SiAlON( $z=1$ ) formülüne göre hazırlanan farklı katkı oranlarındaki kompozisyonlar farklı sıcaklıklarda (1450-1750°C) sinterlenmesiyle elde edilen bulk numunelerin mekanik özelliklerini belirlemek ve yeni geliştirilen Mg-Y-Si-Al-O-N-F katkı sisteminin yoğunlaşma ve dönüşüm üzerine olan önemli etkisine ek olarak üretilen  $\beta$ -SiAlON seramiğinin mekanik özelliklerine etkisi incelenmiştir. Sertlik deneyleri Vickers sertlik cihazında 1 kg yük altında gerçekleştirilmiştir. Kırılma tokluğu deneyleri ise aynı cihazda Indentasyon tekniğiyle oluşturulan çatlak boyları üzerinden ilgili formül kullanılarak hesaplanmıştır.

M1 ve MF2 numunelerinin sertlik ve tokluk sonuçları Tablo 6.35'te M3 ve MF4 numunelerinininki ise Tablo 6.36'da verilmiştir. Genel olarak tüm numuneler için sıcaklığın artışıyla sertlik ve kırılma tokluğu değerlerinde sistematik bir artış eğilimi görülmüştür. Bununla birlikte, her kompozisyon için maksimum sertlik ve toklukta sonraki düşüş eğilimi gösterdiği sıcaklık farklı olmuştur (Şekil 6.79-6.82). 1700-1750°C aralığında en yüksek sertlik ve kırılma tokluğu değerleri elde edilmiştir. Sıcaklığın artmasıyla özellikle kırılma tokluğunda elde edilen aşamalı yükselişin bir

sebebi yapının gittikçe yoğunlaşması iken asıl sebebi  $\alpha \rightarrow \beta$  dönüşümünün gerçekleşmesiyle yüksek aspekt oranlarına sahip fiberimsi  $\beta$  tanelerinin oluşmasıyla in situ kompozit gibi kendinden takviyeli bir sistem gibi bu taneler yapıyı destekleyeceklerdir. Sıcaklığın artışıyla dönüşüm oranı arttığından kırılma tokluğu değerleri Şekil 6.80 ve Şekil 6.82’de gözüktüğü gibi gittikçe yükselmiştir. Bununla birlikte sertlik değerleri düşük katkı M1 ve MF2 numuneleri için yüksek sıcaklıklarda ( $>1700^\circ\text{C}$ ) durağanlığa geçmiş, yüksek katkı M3 ve MF4 numunelerinde ise bir miktar düşüş görülmüştür. Bunun sebebi tane sınırlarında bulunan camsı faz içerisindeki komponentlerden bazılarının yapıdan uzaklaşmasının şiddetlenerek geriye poroziteler bırakmasıdır. Yoğunluk ve SEM çalışmalarında bu açıkça görülmüştür. Katkı miktarı arttıkça yüksek sıcaklıklarda yapıda gözenek artacağı için yüksek katkılılarda düşüş beklenen bir sonuçtur. Bu sıvı faz sinterlemenin bilinen bir dezavantajıdır. Bununla birlikte, kırılma tokluğunun bir miktar daha artmaya devam etmesinin sebebi ise dönüşümün halen devam etmesi ve böylece boylamsal uzamış tanelerin oranının artmasıdır. Yüksek katkı içeren kompozisyonlar düşük katkı olanlara göre daha yüksek sertlik ve kırılma tokluk değerleri vermesinin sebebi ise SEM çalışmaları ve yoğunluk sonuçlarından da görüleceği gibi daha yüksek orandan yoğunlaşma sağlama ve XRD sonuçlarından da görüleceği üzere daha yüksek oranda dönüşümü sağlamaları sebebiyledir. Katkı içeriğindeki artış çubuksu  $\beta$ -SiAlON tanelerinin daha kolay oluşumunu desteklemiştir. XRD sonuçlarından, EDS (SEI) çalışmalarından da görüleceği üzere florür katkıli sistemde bu destek daha etkindir. Bu çalışma kapsamında ilk defa  $\text{MgF}_2$  ilave edilerek cam sisteminde yapılan değişikliklerle avantajlar sunduğu belirlenen florür katkısının aynı zamanda kırılma tokluğunda artış sağladığı yapılan indentasyon ölçümleriyle belirlenmiştir. Elde edilen değerler (M1:  $6,55 \text{ MPa m}^{1/2}$ , MF1:  $6,9 \text{ MPa m}^{1/2}$ , M3:  $8,2 \text{ MPa m}^{1/2}$ , MF3:  $8,33 \text{ MPa m}^{1/2}$ ) literatür çalışmalarıyla uyumlu olup daha da geliştirilmiştir [Jansen (2001) ( $4,5 \text{ MPa m}^{1/2}$ ); Lin (2003) ( $6 \text{ MPa m}^{1/2}$ ), Pettersson (2006) ( $4-5 \text{ MPa m}^{1/2}$ )].

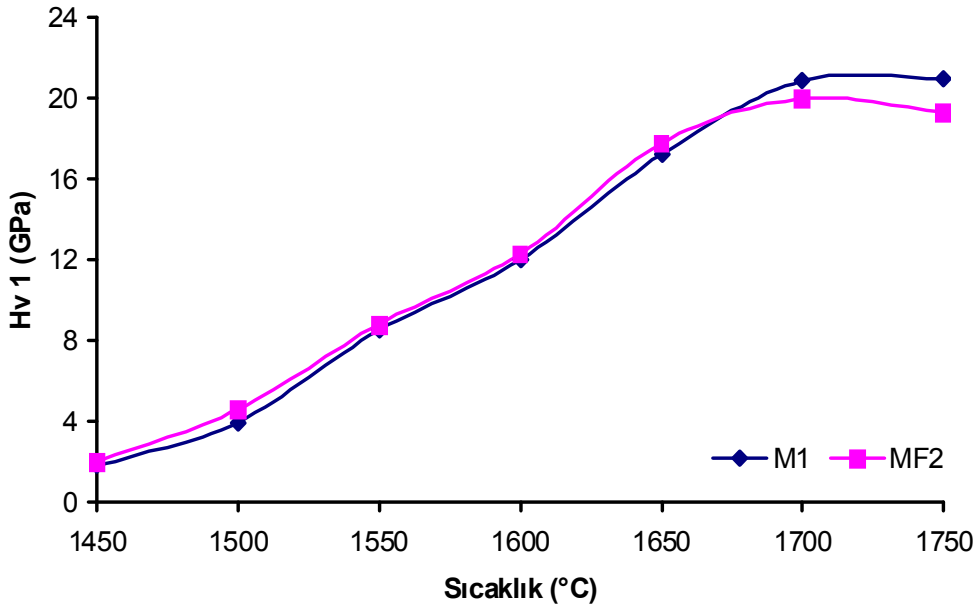
Mg-Y-Si-Al-O-N katkı sistemiyle sinterlenen numunelerde en yüksek sertlik değerleri M1 için elde edilen maksimum Vickers sertlik değerleri  $1750^\circ\text{C}$ ’de 21 GPa, M3 için  $\approx 22$  GPa, Mg-Y-Si-Al-O-N-F katkı sistemi kullanılarak yoğunlaştırılan eş değer kompozisyondaki numunelerde ise bir miktar daha düşük sertlik değerleriyle



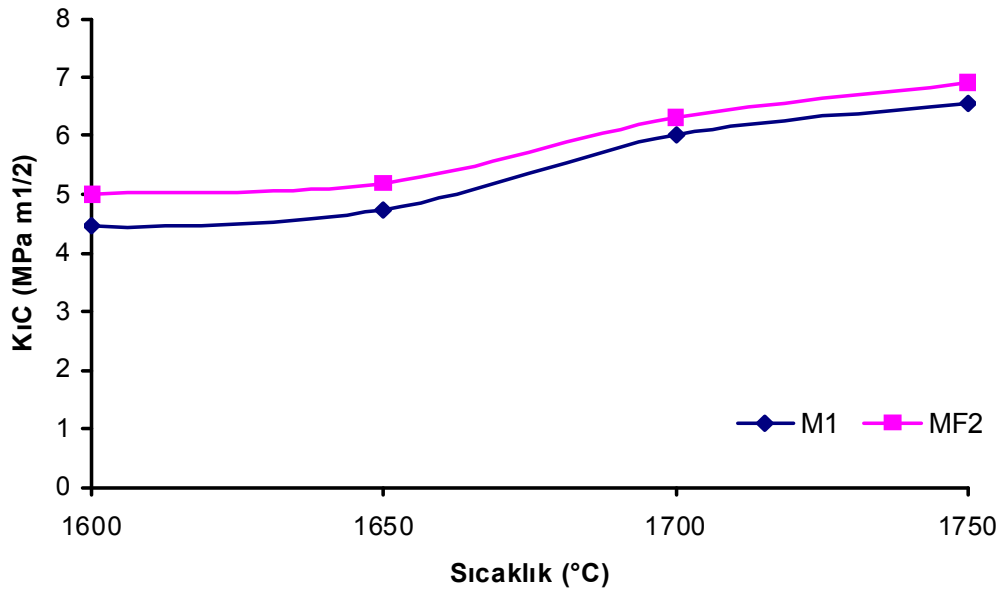
birlikte MF2 için 20 GPa, MF4 numunesi için ise  $\approx 20,6$  GPa olarak elde edilmiştir. Bununla birlikte, literatürle florür katkılı sistemde elde edilen değerler karşılaştırıldığında elde edilen yoğunluk sonuçlarına göre bu değer  $\beta$ -SiAlON seramikleri için orta-iyi bir değer olduğu söylenebilir. Oksit katkılı sisteme göre bir miktar daha düşük olan sertliğin sebebi florürün bir etkisi olan cam yapısının hacmini arttırması sebebiyle daha fazla camsı faz içermesi sertlikte düşüğe sebep olabilmektedir. Her iki sistem için elde edilen değerler Chatfield,(1986) (16-17 GPa), Ekstrom, (1992) ( $\approx 18$ GPa), Pettersson (2006) (15-17GPa), Ziegler (1987) (18-19GPa), yaptığı çalışmalarda elde edilen değerlere göre uyumlu olup aynı zaman bu çalışmada daha da geliştirilmiştir. Bunun en önemli sebeplerin birisi toz hazırlama prosesinde oldukça hassas davranılması, en son toz hazırlama proseslerinin kullanılmış olması ve böylece daha homojen bir karışım elde edilmesi olduğu düşünülmektedir. SEM çalışmalarında da gözleendiği gibi florür içeren numunelerde camsı faz miktarı nispeten daha yüksektir.

Tablo 6. 35. M1 ve MF2 numunelerinin farklı sıcaklıklarda 90dk süreyle basınçsız sinterlenmesiyle elde edilen mikro sertlik ve kırılma tokluğu sonuçları

Sıcaklık (°C)	M1		MF2	
	Hv 1 (GPa)	Kıc (MPa m <sup>1/2</sup> )	Hv 1 (GPa)	Kıc (MPa m <sup>1/2</sup> )
1750	21	6,55	19,2	6,9
1700	20,88	6,01	20	6,3
1650	17,22	4,74	17,8	5,19
1600	12	4,45	12,3	5,01
1550	8,5	3,2	8,8	3,5
1500	3,95	-	4,6	-
1450	1,79	-	2	-



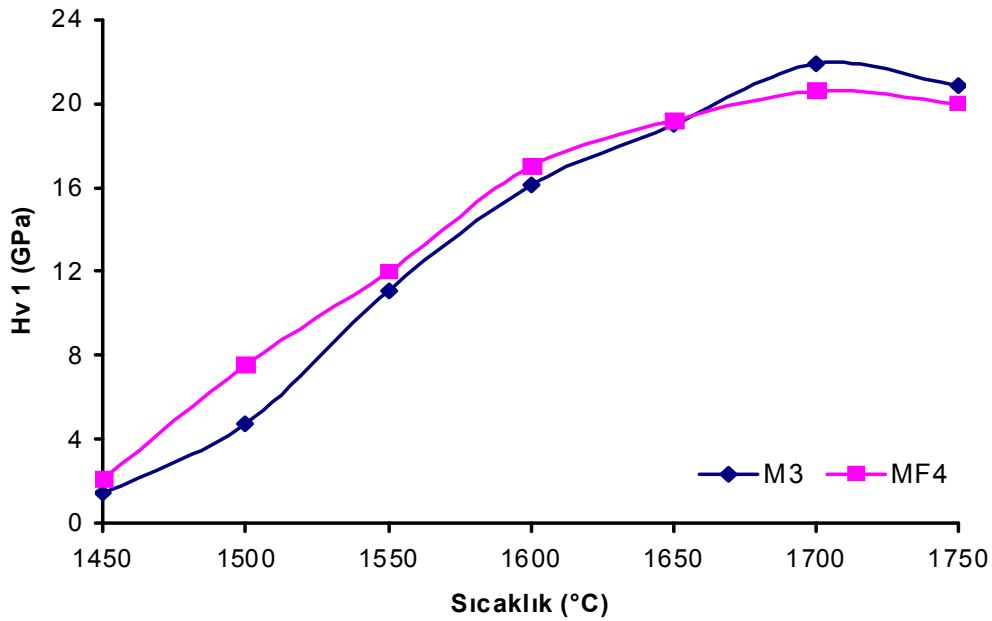
Şekil 6. 79. M1 ve MF2 kompozisyonlarının farklı sıcaklıklarda 90dk süreyle basınçsız sinterlenmesi sonucu elde edilen sertlik değerlerinin grafiksel gösterimi



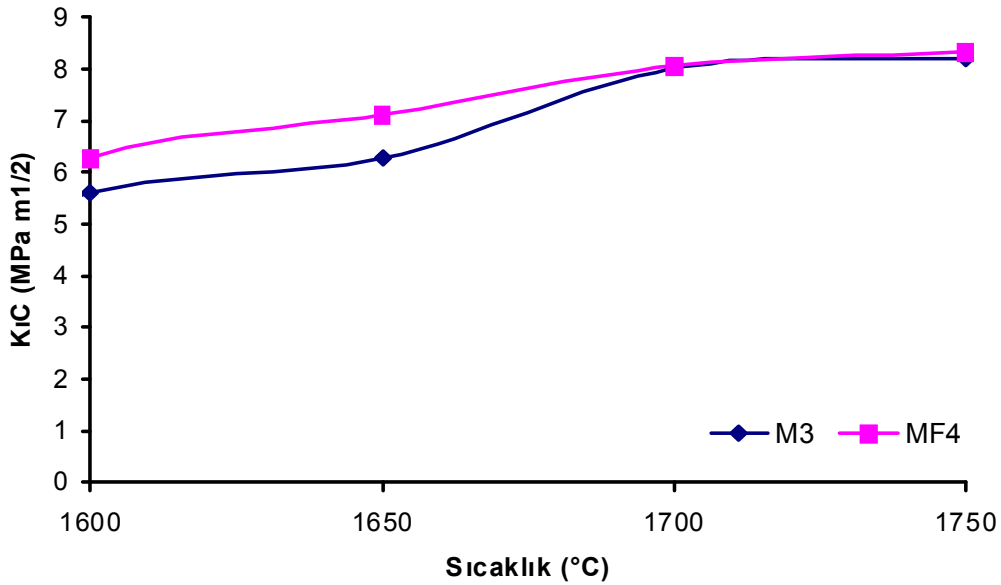
Şekil 6. 80. M1 ve MF2 kompozisyonlarının farklı sıcaklıklarda 90dk süreyle basınçsız sinterlenmesi sonucu elde edilen kırılma tokluğu değerlerinin grafiksel gösterimi

Tablo 6. 36. M3 ve MF4 numunelerinin farklı sıcaklıklarda 90dk süreyle basınçsız sinterlenmesiyle elde edilen mikro sertlik ve kırılma tokluğu sonuçları

Sıcaklık (°C)	M3		MF4	
	Hv 1 (GPa)	Kıc (MPa m <sup>1/2</sup> )	Hv 1 (GPa)	Kıc (MPa m <sup>1/2</sup> )
1750	20,85	8,20	20	8,33
1700	21,9	8,01	20,6	8,05
1650	19	6,26	19,2	7,11
1600	16,1	5,6	17,0	6,28
1550	11,1	3,4	12	3,7
1500	4,74	-	6,58	-
1450	1,42	-	2,1	-



Şekil 6. 81. M3 ve MF4 kompozisyonlarının farklı sıcaklıklarda 90dk süreyle basınçsız sinterlenmesi sonucu elde edilen sertlik değerlerinin grafiksel gösterimi

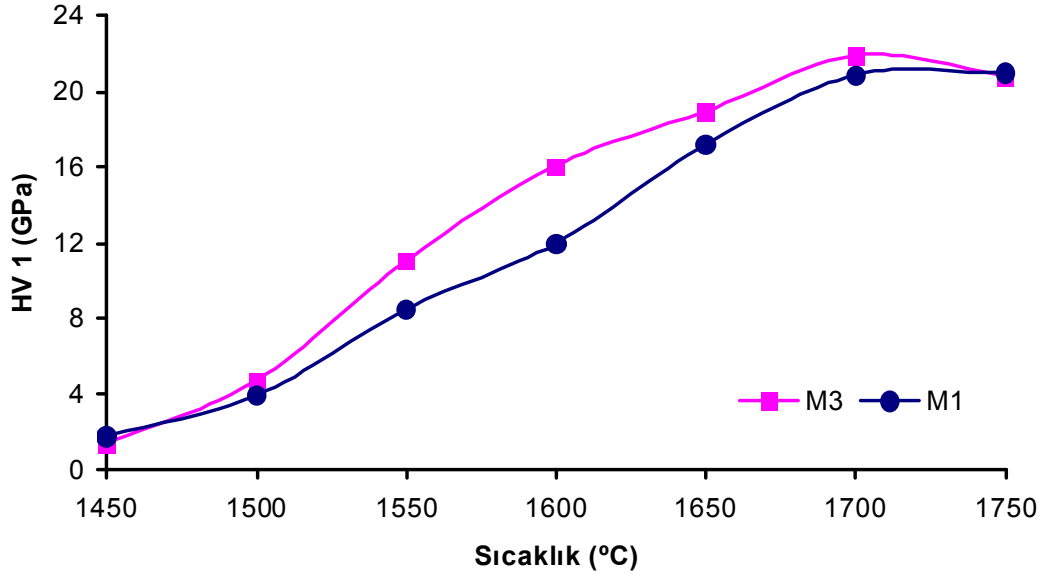


Şekil 6. 82. M3 ve MF4 kompozisyonlarının farklı sıcaklıklarda 90dk süreyle basınçsız sinterlenmesi sonucu elde edilen kırılma tokluğu değerlerinin grafiksel gösterimi

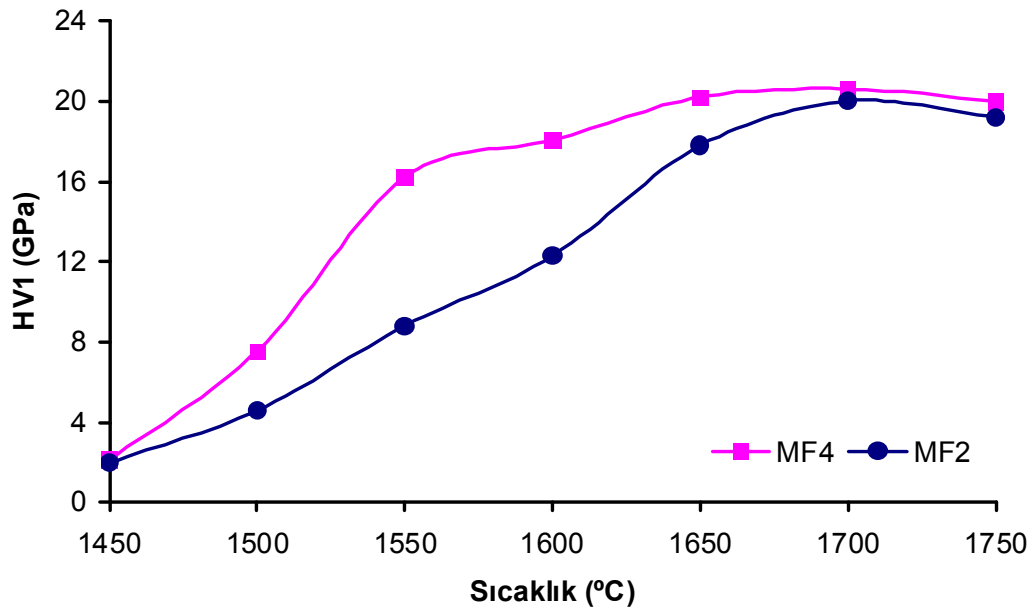
### 6.5. Farklı Katkı Oranlarının Sertlik Ve Kırılma Tokluğu Üzerine Etkisi

Katkı miktarına göre sertlik ve tokluk değerlerindeki değişimine bakıldığında Şekil 6.83-6.84'de sadece oksit katkılı olan sistemde sıvı faz oluşturucu katkı miktarı arttıkça başlarda önemli ölçüde yüksek katkılı olan sistem daha yüksek sertlik değeri vermiş düşük katkılı olan ise sıcaklığın artışıyla ise daha yavaş fakat stabil bir şekilde sertlik artışı göstermiştir. M3 numunesi 1700°C'den sonra içerdiği camsı fazın yüksekliğinden dolayı düşüğe geçmiştir. Bununla birlikte daha yüksek sertlik değeri yoğunlaşmayı ve dönüşümü kolaylaştıran, arttıran daha yüksek katkı içeriğine sahip numunede elde edilmiştir. Benzer etkiler florür katkılı sistem içinde geçerlidir. Yüksek katkılı olan numunede özellikle düşük sıcaklıklarda hızlı bir sertlik artışı görülürken düşük katkılı olan numunede sıcaklığa bağlı olarak daha yavaş bir sertlik artışı görülmüştür. Kırılma tokluğu değerlerinde ise Şekil 6.85-6.186'da görülebileceği gibi genel olarak katkı miktarı arttıkça kırılma tokluğu net bir şekilde artış göstermiştir. Bununla birlikte, her iki katkı sistemi içinde sıcaklığın 1750°C'ye ulaşmasıyla daha fazla camsı faz içeren kompozisyonlar daha fazla madde kaybı yaşamakta ve bu yüzden daha fazla gözenek içeren bir yapıya sahip olmaktadır. Buda mekanik özellikleri olumsuz yönde etkilemektedir. Bu yüzden, daha düşük katkı

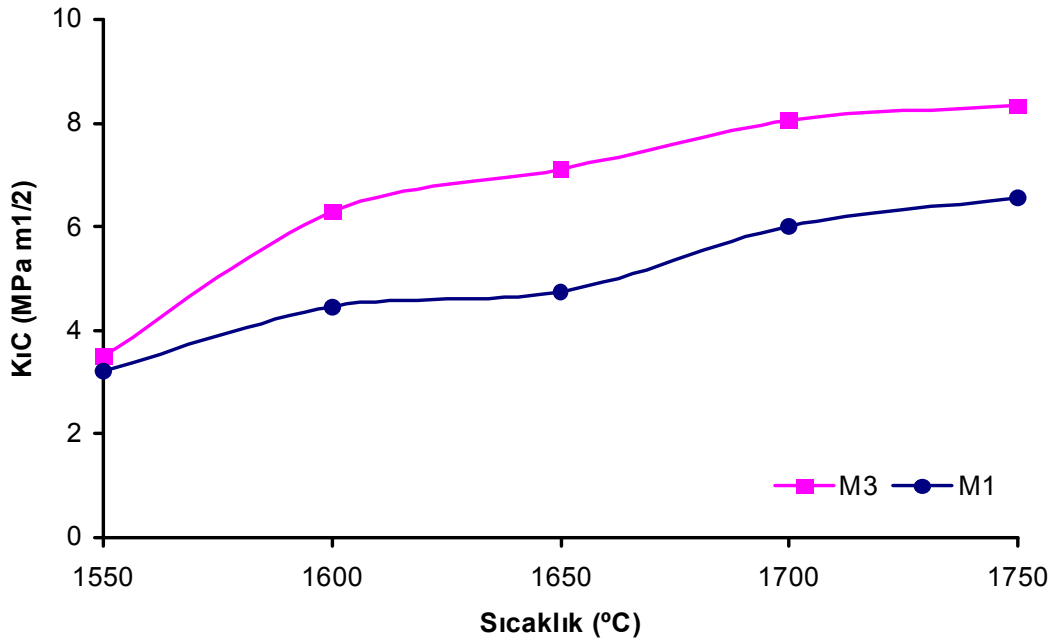
oranlarına sahip olan sistemler daha az madde kaybı sebebiyle mekanik özelliklerini nispeten daha fazla koruyacak hatta bir miktar daha geliştirmeye devam etmiştir.



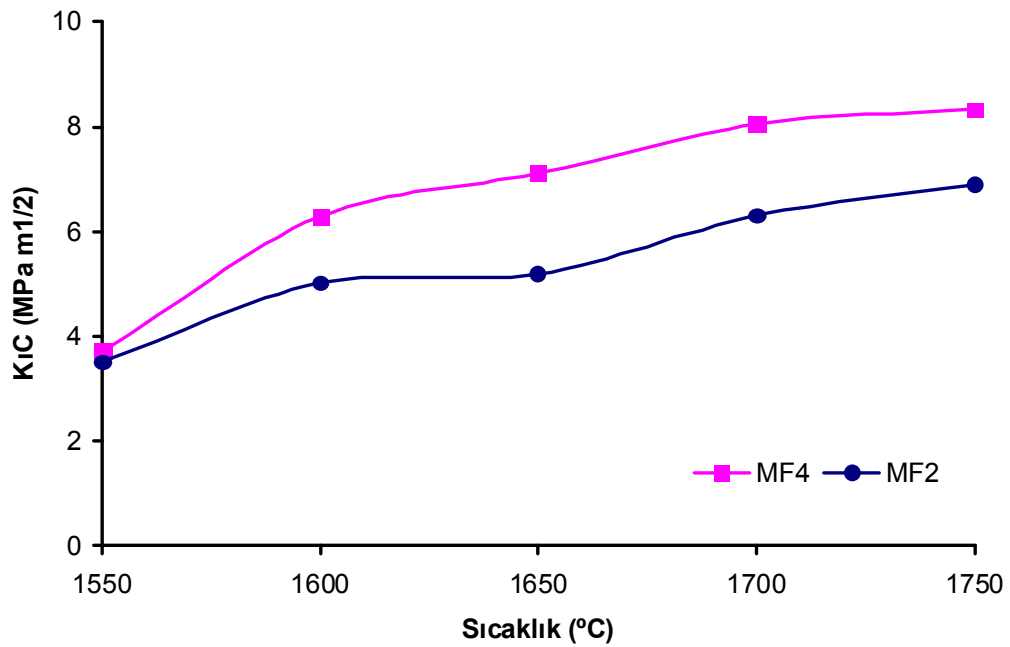
Şekil 6. 83. Farklı oksit katkı oranlarına sahip M1 ve M3 numunelerinin 90dk süreyle sinterleme sonucu sıcaklığın fonksiyonu olarak sertlik değerlerinin değişimi



Şekil 6. 84. Farklı oksit + florür katkı oranlarına sahip MF2 ve MF4 numunelerinin 90dk süreyle sinterleme sonucu sıcaklığın fonksiyonu olarak sertlik değerlerinin değişimi



Şekil 6. 85. Farklı oksit katkı oranlarına sahip M1 ve M3 numunelerinin 90dk süreyle sinterleme sonucu sıcaklığın fonksiyonu olarak kırılma tokluğu değerlerinin değişimi



Şekil 6. 86. Farklı oksit + florür katkı oranlarına sahip MF1 ve MF3 numunelerinin 90dk süreyle sinterleme sonucu sıcaklığın fonksiyonu olarak kırılma tokluğu değerlerinin değişimi

## 6.6. $\beta$ -SiAlON Seramiğinin Sertleştirilmiş AISI4140 Çeliğini İşleme Performansı Deneyleri

Bu çalışmada, çeliklerin işlenmesinde SiAlON seramik kesici takımlarının performansları literatürde yapılan çalışmalar incelenerek değerlendirilmiştir. Çalışmanın amacı, makine imalat sektöründe kullanılan AISI 4140 ıslah çeliğinin  $MgF_2+Y_2O_3$  ve  $MgO+Y_2O_3$  katkılı SiAlON takımlarla işlenebilirliğini değerlendirmek, takımlardaki aşınma mekanizmalarını ve aşınma miktarlarını değerlendirmektir. Literatürde farklı araştırmacılar tarafından yapılmış çalışmaların incelenmesi ile varılan değerlendirmelerin ve sonuçların bu alanda yapılacak bilimsel çalışmalara katkı sağlayacağı ve özellikle imalat sektöründe doğru takım, doğru işleme operasyonu ve doğru kesme parametresi seçiminde yardımcı olacağı düşünülmektedir.

### 6.6.1. AISI 4140 Islah Çeliğini Sertleştirme İşlemi

AISI 4140 Islah Çeliği Mekanik Özellikleri:

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. Malzemenin kimyasal bileşimi Tablo 6.37 'de verilmiştir. Malzemenin kullanım alanları otomobil ve uçak yapımında, krank mili, aks mili ve kovanı, yivli mil, bazı dişli ve çark yapımında kullanılır.

Tablo 6. 37. AISI 4140 ıslah çeliği kimyasal bileşimleri

MALZEMENİN KİMYASAL BİLEŞİMİ							
C	Si	Mn	P <sub>max</sub>	S <sub>max</sub>	Cr	Mo	V
0,38-0,45	0,15-0,40	0,50-0,80	0,035	0,035	0,90-1,20	0,15-0,30	-

### AISI 4140 Islah Çeliğinin Isıl İşlemi:

Deney malzemesi olarak kullanılan 4140 ıslah çeliği 30mm çapında 300 mm uzunluğunda kesilerek 860 °C 'deki küp fırında 60 dakika bekletilmiş daha sonra suda su verilerek sertleştirilmiştir. Yapılan işlemden sonra 4140 çeliğinin sertlik ölçme cihazı ile sertliği ölçülmüş ve yaklaşık sertliği 52 HRc olarak hesaplanmıştır.

Tablo 6.38 'de AISI 4140 ıslah çeliğinin ıslıl işlem bilgileri verilmiş olup gerekli sertleştirme işlemleri ıslıl işlem laboratuvarlarında yapılmıştır.

Tablo 6. 38. AISI 4140 ıslah çeliğinin ıslıl işlem bilgileri

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

### 6.6.2. $\beta$ -SiAlON Takımlarının Sertleştirilmiş AISI4140 Çeliğini İşleme Sırasında Oluşan Aşınma Sonuçları

Bu çalışmamızda basınçsız sinterleme metodu kullanılarak 1700 °C' de 60 dk boyunca sinterleyerek elde ettiğimiz  $MgF_2+Y_2O_3$  katkılı  $\beta$ -SiAlON kesici takımı ile yine aynı şartlarda elde ettiğimiz  $MgO+Y_2O_3$  katkılı  $\beta$ -SiAlON kesici takımlarının, sertleştirilmiş AISI 4140 ıslah çeliğini işleme performansları incelenmiştir. Şekil 6.87 'de tornalama kateri ile tutturulan seramik kesici takımımızın AISI 4140 çeliğini işleme sırasındaki görüntüsü görülmektedir.





Şekil 6. 87. AISI 4140 çeliğini Seramik kesici uç ile işlenmesi

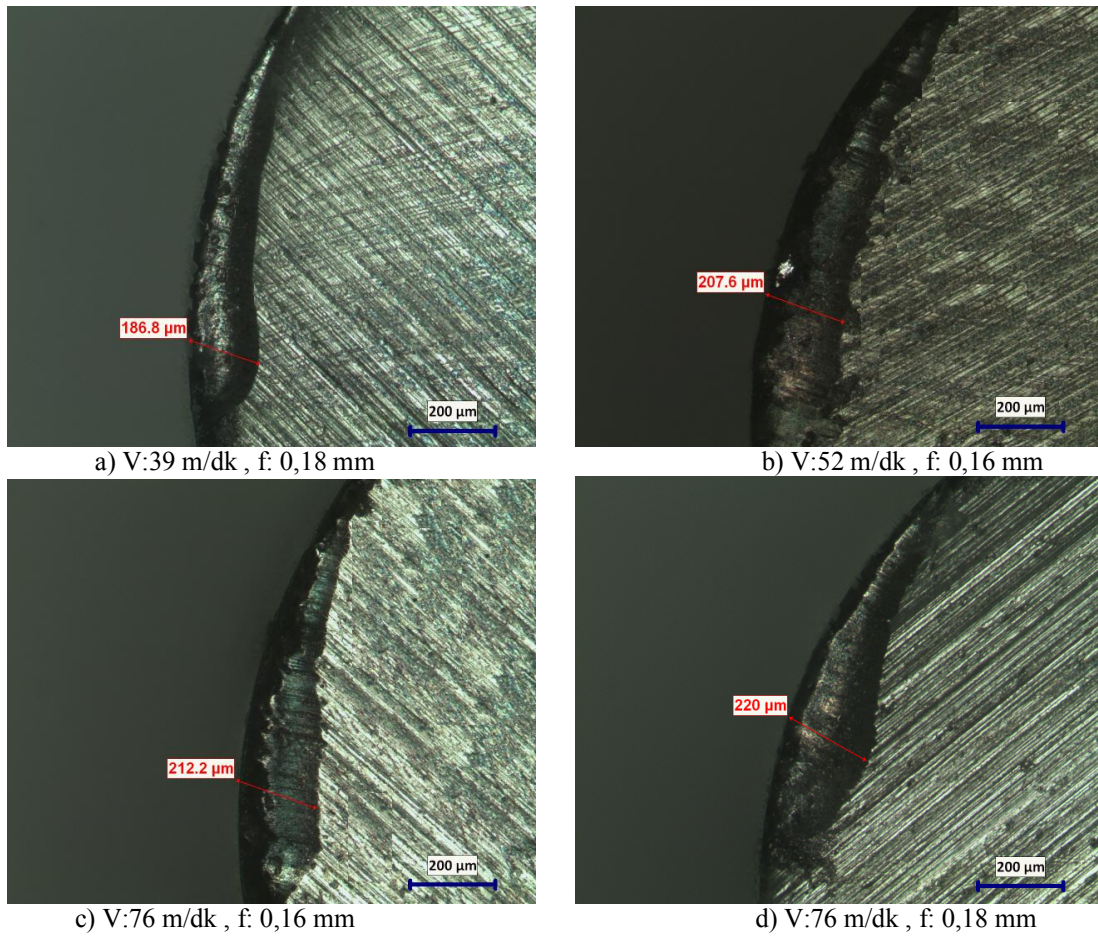
Torna tezgahlarında gerçekleştirilen bu işlem 0,11-0,16-0,18 mm ilerleme hızlarında ve 39-52-76 m/dk kesme hızlarında ayrı ayrı gerçekleştirilmiştir. İşleme esnasında çapı 26 mm olan iş parçasına 1 mm talaş derinliği verilerek her seferinde 50 mm boyunca kesme işlemi uygulanmıştır. Her bir deney üç kez gerçekleştirilmiş ortalama sonuçlar baz alınmıştır.

İşleme sonucunda  $MgF_2+Y_2O_3$  katkılı  $\beta$ -SiAlON kesici takımlarında meydana gelen uç aşınmalarının mikroskop görüntüleri Şekil 6.88-6.89 'da gösterilmiş olup yine mikroskop yardımıyla ölçülen aşınma miktarları Tablo 6.39-6.41'de ve Şekil 6.92-6.94'teki grafiklerle gösterilmiştir. Kesici uçlarda düşük ilerleme hızı ve düşük kesme hızlarında ortalama 150  $\mu m$  ye yakın aşınma olduğu gözlenirken daha yüksek ilerleme ve kesme hızlarında ise ortalama 200  $\mu m$  ye yakın aşınma olduğu gözlenmektedir. AISI 4140 çeliğini kesme işlemi sonucu  $MgO+Y_2O_3$  katkılı  $\beta$ -SiAlON kesici takımlarında meydana gelen uç aşınmalarının mikroskop görüntüleri Şekil 6.90-6.91 'de gösterilmiş olup yine mikroskop yardımıyla ölçülen aşınma miktarları Tablo 6.42-6.44 'te ve Şekil 6.95-6.97 'deki grafiklerle gösterilmiştir. Bu takıma ait aşınma miktarları incelendiğinde ise düşük ilerleme hızı ve düşük kesme hızlarında ortalama 200  $\mu m$  ye yakın aşınma gözlenirken daha yüksek ilerleme ve kesme hızlarında ise ortalama 300  $\mu m$  ye yakın aşınma olduğu gözlenmektedir.

Bu iki farklı  $\beta$ -SiAlON kesici takımlarını işleme performansı bakımından kıyasladığımızda  $MgF_2+Y_2O_3$  katkılı  $\beta$ -SiAlON kesici takımlarının,  $MgO+Y_2O_3$

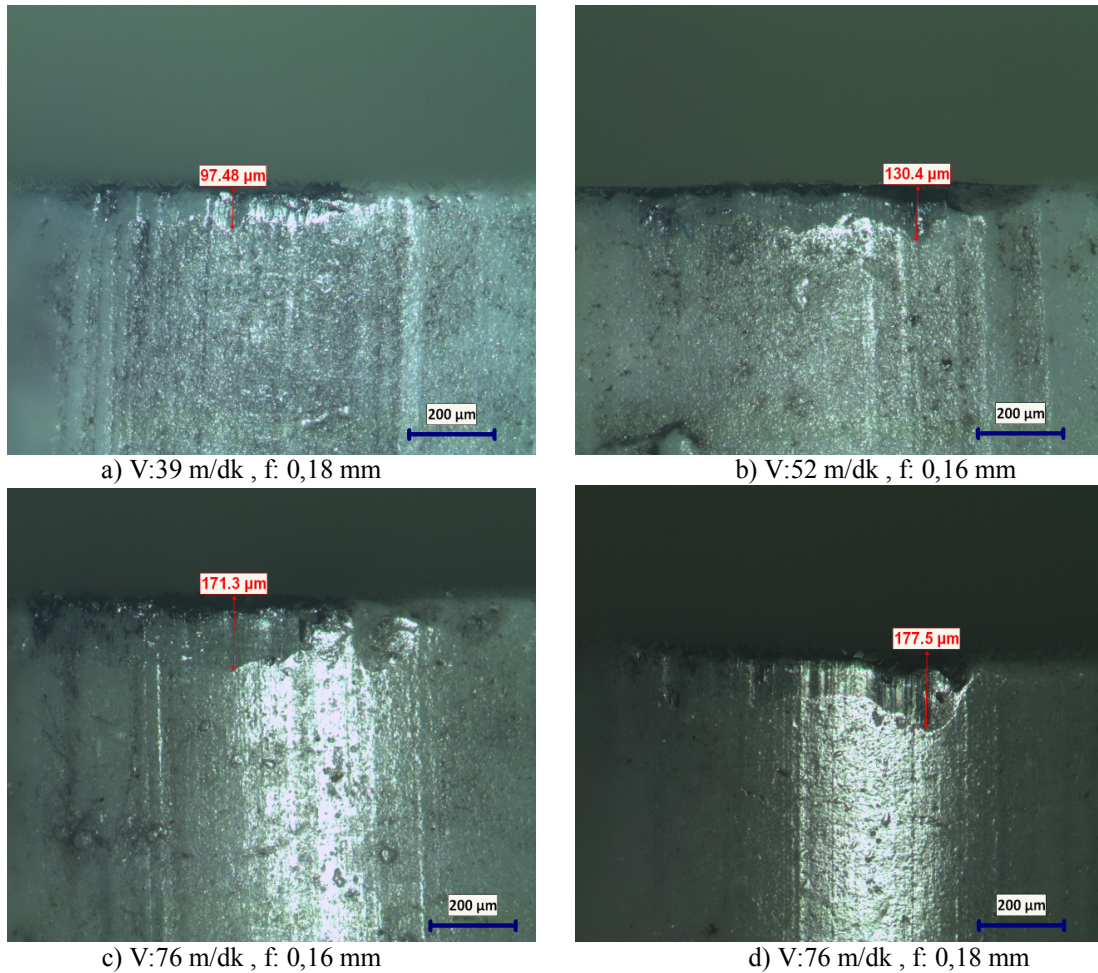
katkılı  $\beta$ -SiAlON kesici takımlarına göre daha az aşındığı görülmektedir. Bunun temel sebebi, daha önceki çalışmalarımızda da vurguladığımız üzere,  $MgF_2+Y_2O_3$  katkıli  $\beta$ -SiAlON takımlarının düşük sıcaklıklarda  $MgO+Y_2O_3$  katkıli  $\beta$ -SiAlON takımlarına göre daha iyi yoğunlaşma davranışı sergilemeleridir. Yoğunluk sonuçları daha önceki çalışmalarımızda tablolar ve grafikler halinde verilmiş olup SEM görüntüleriyle de yoğunlaşma sonuçları desteklenmiştir.

AISI 4140 çeliğini katkıli SiAlON kesici takım ile değişik kesme(39-52-76 m/dk) ve ilerleme(0,11-0,16-0,18 mm) hızlarıyla işlememiz sonucu takım yüzeyinde krater aşınmaları görülmektedir. Burada dikkat edilmesi gereken düşük kesme parametrelerinde aşınmanın az yüksek kesme parametrelerinde ise daha fazla aşınma olmasıdır. Yalnız seramikler belli bir aşınma miktarından sonra kararlı hale geçmekte ve daha uzun kesme şartlarına karşı daha iyi performans sergileyebilmektedirler.

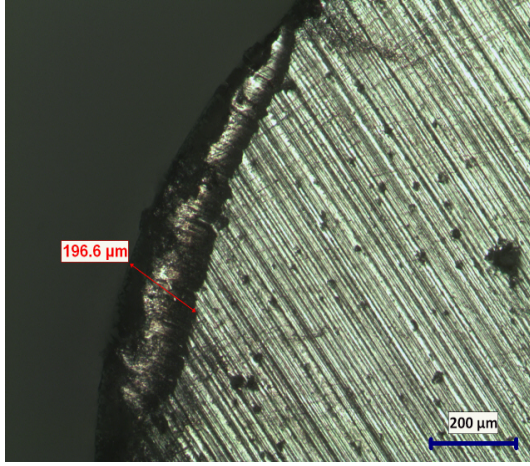


Şekil 6. 88. AISI 4140 çeliğini değişik kesme ve ilerleme hızı ile 1 mm talaş derinliği verilerek işleyen  $MgF_2$  katkıli SiAlON kesici takımının talaş yüzeyinde meydana gelen krater aşınmalarının görüntüsü (50X büyütmede)

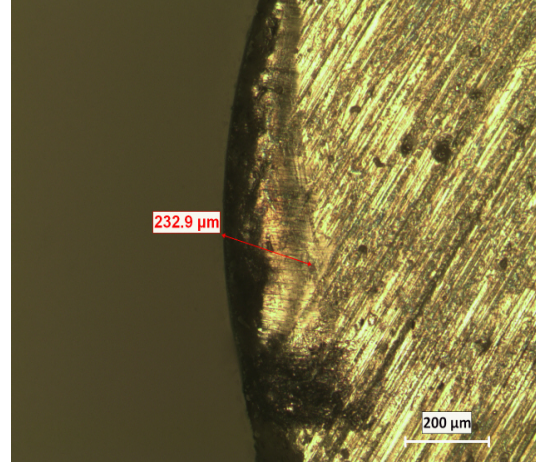
MgF<sub>2</sub> katkılı SiAlON kesici takımının AISI 4140 çeliğini işlemesi sonrası talaş yüzeyinde meydana gelen krater aşınma miktarları ve serbest yüzeyinde meydana gelen yanak aşınma miktarları Şekil 6.88-6.89 'da görülmektedir. Düşük kesme ve ilerleme hızlarında aşınma miktarı az iken(yaklaşık 150 µm), yüksek kesme ve ilerleme hızlarında aşınma miktarı daha fazladır(yaklaşık 200 µm). Bu sonuçlara bakarak florür katkılı kesici takımın daha yüksek ilerleme ve kesme hızlarında rahatlıkla kullanılabilceği anlaşılmaktadır. İşleme zamanı da göz önünde bulundurularak en iyi ilerleme hızı 0,16 mm ve en iyi kesme hızı 76 m/dk olduğu söylenebilir.



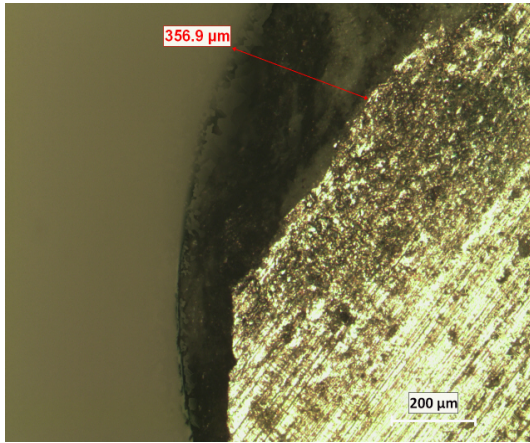
Şekil 6. 89. AISI 4140 çeliğini değişik kesme ve ilerleme hızı ile 1 mm talaş derinliği verilerek işleyen MgF<sub>2</sub> katkılı SiAlON kesici takımlarının serbest yüzeylerinde meydana gelen yanak aşınmaların görüntüsü (50X büyütmede)



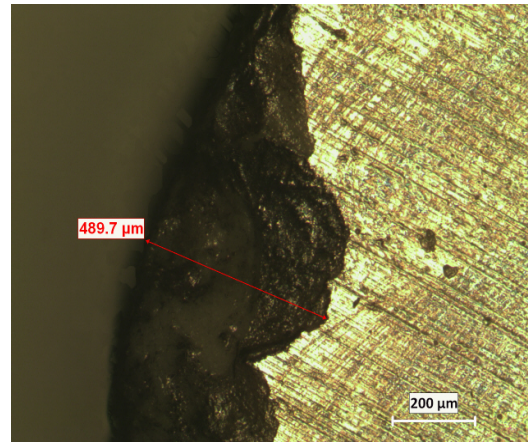
a) V:39 m/dk , f: 0,18 mm



b) V:52 m/dk , f: 0,16 mm

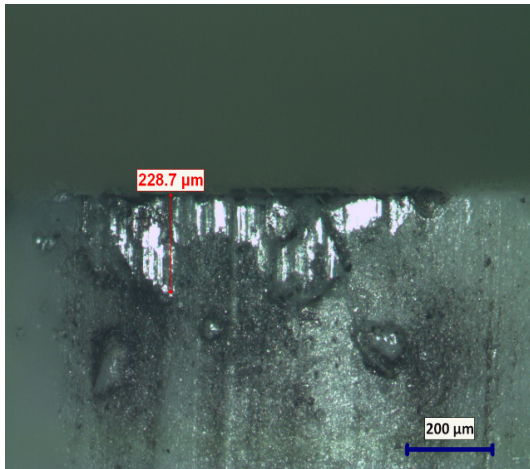


c) V:76 m/dk , f: 0,16 mm

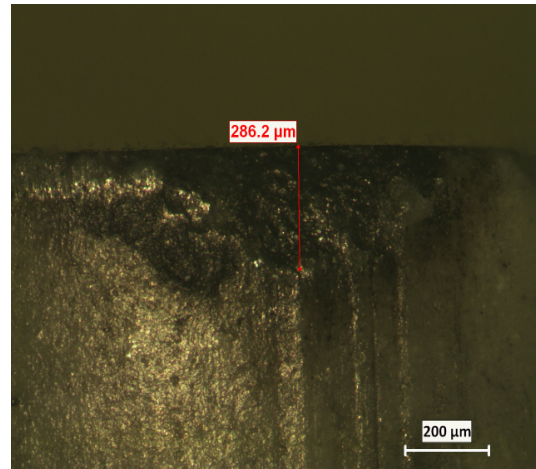


d) V:76 m/dk , f: 0,18 mm

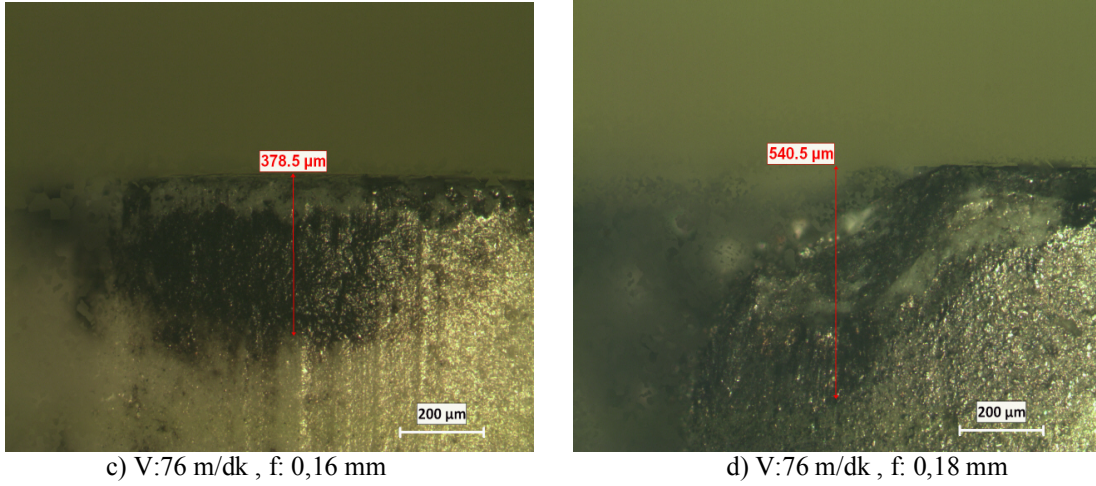
Şekil 6. 90. AISI 4140 çeliğini değişik kesme ve ilerleme hızı ile 1 mm talaş derinliği verilerek işleyen MgO katkılı SiAlON kesici takımının talaş yüzeyinde meydana gelen krater aşınmalarının görüntüsü (50X büyütmede)



a) V:39 m/dk , f: 0,18 mm



b) V:52 m/dk , f: 0,16 mm

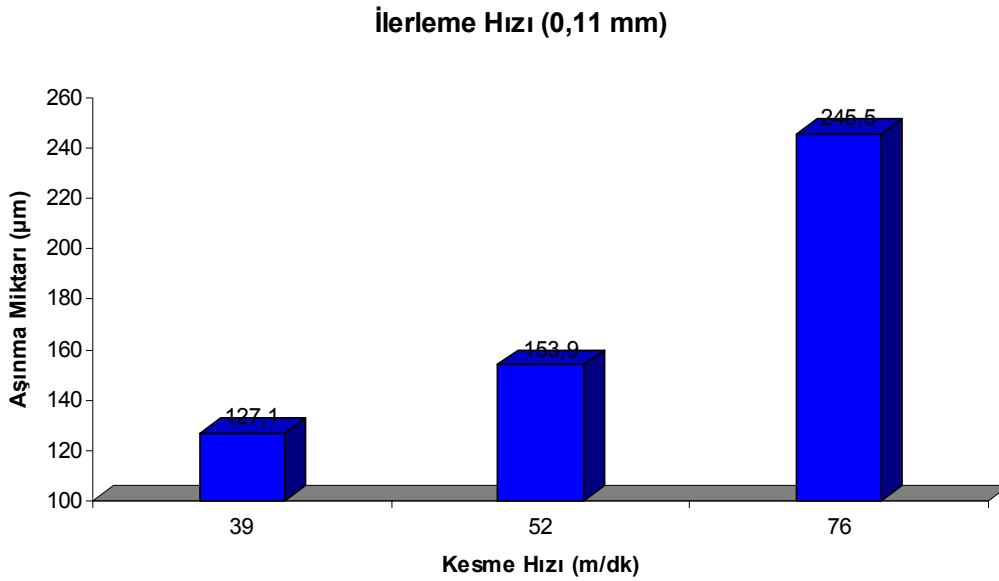


Şekil 6. 91. AISI 4140 çeliğini değişik kesme ve ilerleme hızı ile 1 mm talaş derinliği verilerek işleyen MgO katkılı SiAlON kesici takımlarının serbest yüzeylerinde meydana gelen yanak aşınmalarının görüntüsü (50X büyütmede)

Oksit katkılı SiAlON kesici takımının sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğini işlerken talaş yüzeyinde meydana gelen krater aşınma miktarları ve serbest yüzeyinde meydana gelen yanak aşınma miktarları Şekil 6.90-6.91 'de görülmektedir. Düşük kesme ve ilerleme hızlarında aşınma miktarı az iken(yaklaşık 150  $\mu\text{m}$ ), yüksek kesme ve ilerleme hızlarında aşınma miktarı daha fazladır(yaklaşık 200  $\mu\text{m}$ ). Bu sonuçlara bakarak oksit katkılı takımın kesme parametrelerini düşük seçmemiz daha uygun olacaktır. Çünkü yüksek kesme ve ilerleme hızlarında kesici takım çok aşınmaktadır. Bu da takım ömrünü düşürmekte kesici takımın işlevini yerine getirmesini engellemektedir. Bu takım için işleme zamanı da göz önünde bulundurularak en iyi ilerleme hızı 0,11 mm ve en iyi kesme hızı 39 m/dk olduğu söylenebilir.

Tablo 6. 39.  $\text{MgF}_2+\text{Y}_2\text{O}_3$  Katkılı  $\beta$ -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 ( $\mu\text{m}$ )	
		SerbestYüzey (Yanak)	Talaş Yüzeyi (Krater)
39	0,11	127,1	198,5
52		153,9	200
76		245,5	256,3

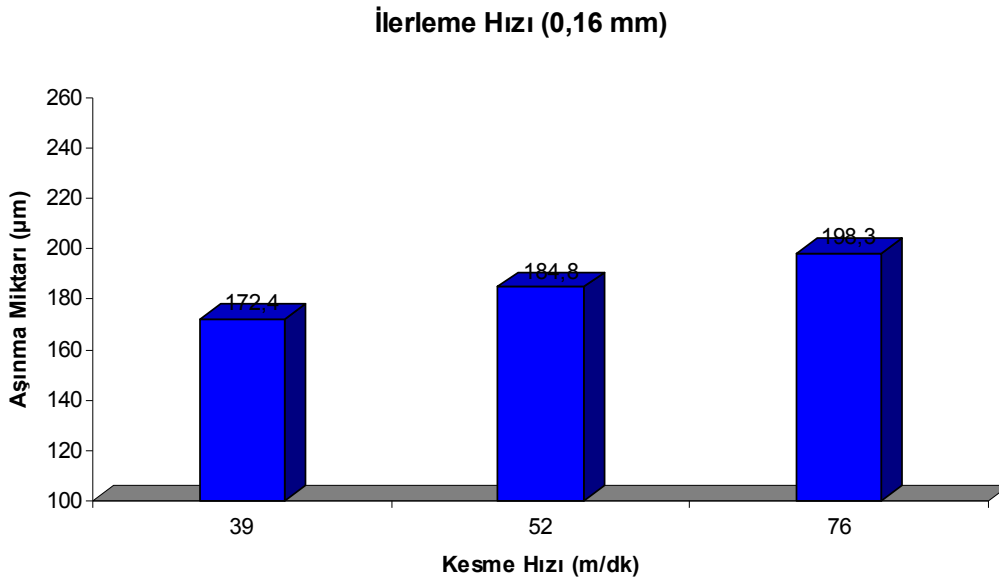


Şekil 6. 92. MgF<sub>2</sub>+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Katkılı β-SiAlON kesici uçlarının sertleştirilmiş 4140 çeliğini 0,11 mm ilerleme hızında ve değişik kesme hızlarında işleme sonucu yüzeylerinde meydana gelen ortalama aşınma miktarlarının grafiksel gösterimi

Sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğini işlemede MgF<sub>2</sub>+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Katkılı β-SiAlON kesici takımının 0,11 mm ilerleme hızına göre kesici takım aşınması incelendiğinde 39 m/dk kesme hızında yapılan deneyde aşınma miktarı ortalama 127,1 µm , 52 m/dk kesme hızında 153,9 µm, 76 m/dk kesme hızında 245,5 µm dur.

Tablo 6. 40. MgF<sub>2</sub>+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 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)
39	0,16	172,4	183,4
52		184,8	187,3
76		198,3	215,7

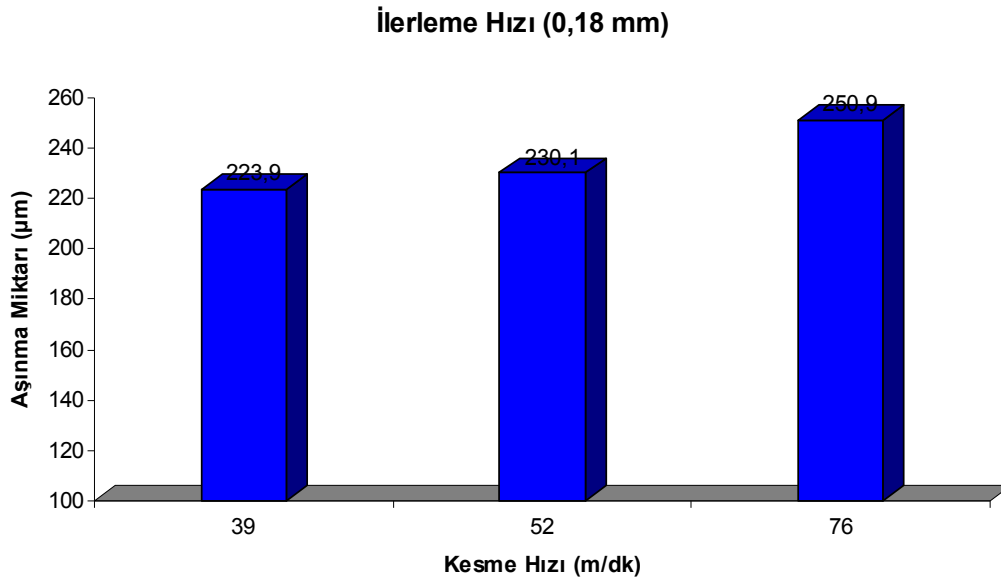


Şekil 6. 93. MgF<sub>2</sub>+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Katkılı β-SiAlON kesici uçlarının sertleştirilmiş 4140 çeliğini 0,16 mm ilerleme hızında ve değişik kesme hızlarında işleme sonucu yüzeylerinde meydana gelen ortalama aşınma miktarlarının grafiksel gösterimi

Sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğini işlemede MgF<sub>2</sub>+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Katkılı β-SiAlON kesici takımının 0,16 mm ilerleme hızına göre kesici takım aşınması incelendiğinde 39 m/dk kesme hızında yapılan deneyde aşınma miktarı ortalama 172,4 µm, 52 m/dk kesme hızında 184,8 µm, 76 m/dk kesme hızında 198,3 µm dur.

Tablo 6. 41. MgF<sub>2</sub>+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 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)
39	0,18	223,9	170,1
52		230,1	149,7
76		250,9	213,5



Şekil 6. 94.  $MgF_2+Y_2O_3$  katkılı  $\beta$ -SiAlON kesici uçlarının sertleştirilmiş 4140 çeliğini 0,18 mm ilerleme hızında ve değişik kesme hızlarında işleme sonucu yüzeylerinde meydana gelen ortalama aşınma miktarlarının grafiksel gösterimi

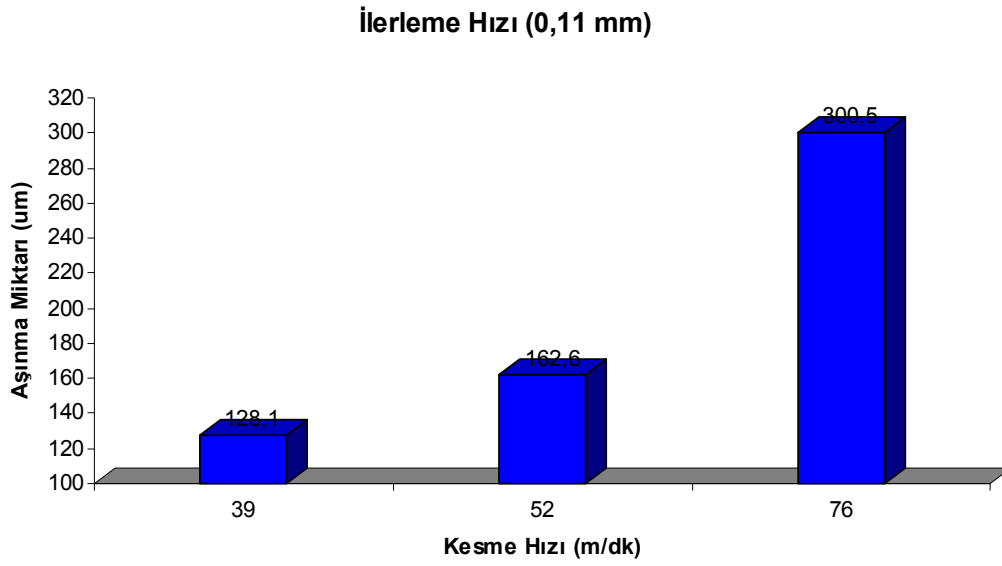
Sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğini işlemede  $MgF_2+Y_2O_3$  Katkılı  $\beta$ -SiAlON kesici takımının 0,18 mm ilerleme hızına göre kesici takım aşınması incelendiğinde 39 m/dk kesme hızında yapılan deneyde aşınma miktarı ortalama 223,9  $\mu$ m, 52 m/dk kesme hızında 230,4  $\mu$ m, 76 m/dk kesme hızında 250,9  $\mu$ m dur.

MgO katkılı

Tablo 6. 42.  $MgO+Y_2O_3$  katkılı  $\beta$ -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 ( $\mu$ m)	
		Serbest Yüzey(Yanak)	Talaş Yüzeyi(Krater)
39	0,11	128,1	188,5
52		162,6	208,3
76		300,5	296,3



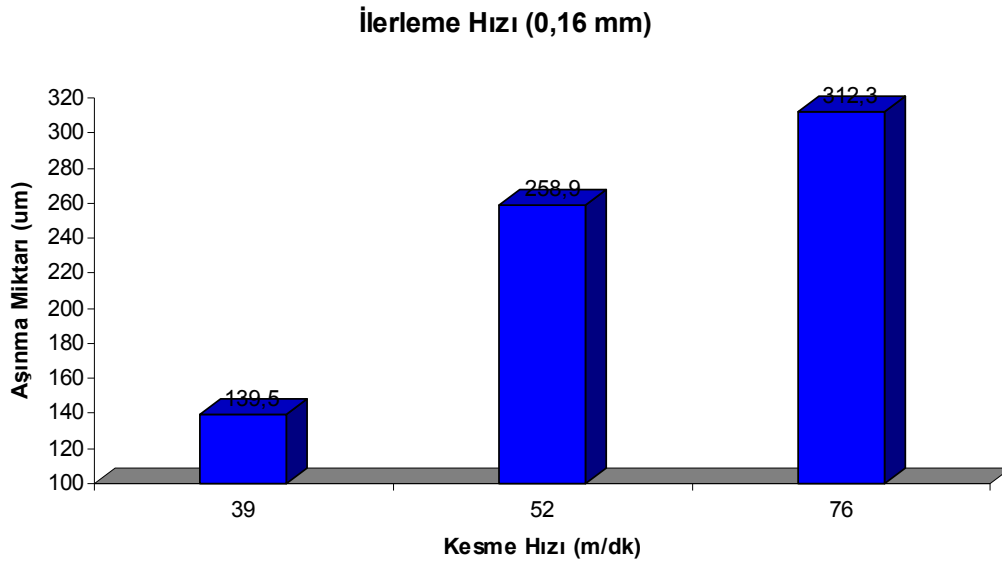


Şekil 6. 95. MgO+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> katkılı β-SiAlON kesici uçlarının sertleştirilmiş 4140 çeliğini 0,11 mm ilerleme hızında ve değişik kesme hızlarında işleme sonucu yüzeylerinde meydana gelen ortalama aşınma miktarlarının grafiksel gösterimi

Sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğini işlemede MgO+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Katkılı β-SiAlON kesici takımının 0,11 mm ilerleme hızına göre kesici takım aşınması incelendiğinde 39 m/dk kesme hızında yapılan deneyde aşınma miktarı ortalama 128,1 µm , 52 m/dk kesme hızında 162,6 µm, 76 m/dk kesme hızında 300,5 µm dur.

Tablo 6. 43. MgO+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 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)
39	0,16	139,5	200,5
52		258,9	222,9
76		312,3	336,3

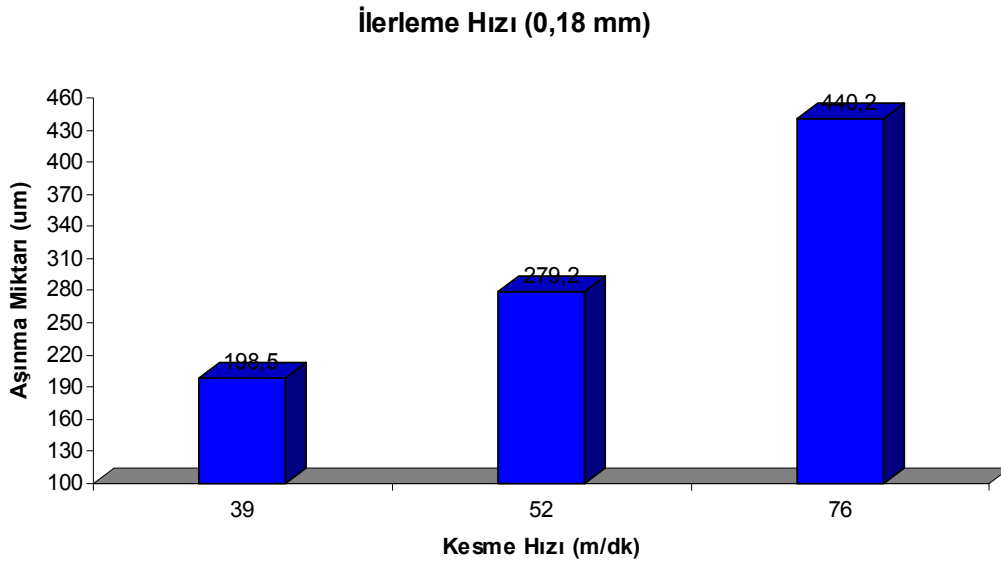


Şekil 6. 96. MgO+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Katkılı β-SiAlON kesici uçlarının sertleştirilmiş 4140 çeliğini 0,16 mm ilerleme hızında ve değişik kesme hızlarında işleme sonucu yüzeylerinde meydana gelen ortalama aşınma miktarlarının grafiksel gösterimi

Sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğini işlemede MgO+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Katkılı β-SiAlON kesici takımının 0,16 mm ilerleme hızına göre kesici takım aşınması incelendiğinde 39 m/dk kesme hızında yapılan deneyde aşınma miktarı ortalama 139,5 µm , 52 m/dk kesme hızında 258,9 µm, 76 m/dk kesme hızında 312,3 µm dur.

Tablo 6. 44. MgO+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 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)
39	0,18	198,5	230,5
52		279,2	240,7
76		440,2	546,3



Şekil 6. 97. MgO+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 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

Sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğini işlemede MgO+Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Katkılı β-SiAlON kesici takımının 0,18 mm ilerleme hızına göre kesici takım aşınması incelendiğinde 39 m/dk kesme hızında yapılan deneyde aşınma miktarı ortalama 198,5 µm, 52 m/dk kesme hızında 279,2 µm, 76 m/dk kesme hızında 440,2 µm dur.

Aşınma sonuçlarına genel olarak bakıldığında, basınçsız sinterleme yöntemi ile üretilen β-SiAlON kesici takımları için bu kesme ve ilerleme hızlarında talaş ve serbest yüzeylerinde aşınmalar meydana gelmektedir. Bunun sebebi, toz kompozisyonlarımızın endüstriyel kullanım için tasarlanmış olduğumuz eş eksenli kalıpta, manuel presle sıkıştırılmasında dairesel kalıplarda elde edilen yüksek ham yoğunluklar elde edilememektedir. Tasarlanmış olduğumuz eş eksenli kalıpta toz kompozisyonlarımız manuel presle yeterince sıkıştırılmamış ve sinterleme öncesi ham yoğunluklar istenilen düzeye çıkartılamamıştır. Ham yoğunlukların düşük olması da sinterleme sonrası yoğunlukları doğru orantılı olarak etkilemektedir. Yani ham yoğunluğu düşük olan numunelerin sinterleme sonrası yoğunluğu da düşük olmaktadır.

Kesme performansı için kompakt hale getirilen takımların, sinterleme sonrası elde edilen yoğunluk sonuçları Tablo 6.45-6.46 'da görülmektedir. Yoğunluk değerleri her iki kesici takım için düşük olup 1700 °C de en iyi yoğunlaşmayı 60 dak. sinterlenme sonucu  $MgF_2+Y_2O_3$  Katkılı  $\beta$ -SiAlON kesici takım %95,6 olarak vermiştir.  $MgO+Y_2O_3$  Katkılı  $\beta$ -SiAlON kesici takımların yoğunluk değerleri genel olarak bu sıcaklık ve sinterleme sürelerinde  $MgF_2+Y_2O_3$  Katkılı  $\beta$ -SiAlON kesici takımlara göre daha düşüktür.

Sonuç olarak kesme performansında kullandığımız kesici uçların düşük yoğunluğa sahip olmaları sebebiyle, poroziteli yapılar oluşmuş ve belirlemiş olduğumuz kesme ve ilerleme hızlarında beklenenin üstünde bir aşınma davranışı sergilemişlerdir.

Tablo 6. 45.  $\beta$ -SiAlON Kesici takım kompozisyonlarının 1650°C'de farklı sürelerde (30-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

1650°C	MgF <sub>2</sub> +Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Katkılı $\beta$ -SiAlON Kesici Takım		MgO+Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Katkılı $\beta$ -SiAlON Kesici Takım	
	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)
30	3,068	93,25	3,020	91,8
60	3,124	94,9	3,050	92,7
90	3,058	93,2	3,007	91,6
120	3,090	94,2	3,069	93,5

Tablo 6. 46.  $\beta$ -SiAlON Kesici takım kompozisyonlarının 1700°C'de farklı sürelerde (30-120 dk) sinterlenmesi sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

1700°C	MgF <sub>2</sub> +Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Katkılı $\beta$ -SiAlON Kesici Takım		MgO+Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Katkılı $\beta$ -SiAlON Kesici Takım	
	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)	Yoğunluk (g cm <sup>-3</sup> )	R.Y. (%)
30	3,097	94,2	3,021	91,8
60	3,143	95,6	3,052	92,7
90	3,102	94,6	3,007	91,6
120	3,141	95,5	3,071	93,6

### 6.7. İşlenilen Malzeme Pürüzlülüğü Bakımından $\beta$ -SiAlON Kesici Takımlarının WC Kesici Takımlarıyla Karşılaştırılması

Sementit karbürler demir dışı alaşımlar olup toz metalurjisi metodu ile üretilirler. Bu malzemelerin ilk tiplerinde ana faz olarak tungsten karbür bulunmuştur. Bu ilk tiplerde tungsten karbür % 3 ilâ 13 arasında kobalt birleştirici ile birlikte kesici takımı oluşturmuştur. WC kesici takımlarının ortalama sertlik değeri 2000 HV' dir.

Metallerle (örneğin çeliklerle) karşılaştırıldığında, tungsten karbür daha sert, basma dayanımı daha yüksek ancak çekme dayanımı düşüktür. Yoğunluğu yaklaşık olarak çeliğin iki katıdır. Elastikiyet modülü çeliğinkinden iki kat daha yüksektir (bu nedenle, tungsten karbürler delik içlerinin tornalanmasında daha uzun kesici takımlar olarak kullanılır). Isıl genleşme katsayıları yaklaşık olarak çeliğin yarısıdır.

Kaplanmamış ve kaplanmış Tungsten karbürler metal kesme endüstrisinde en çok kullanılan kesici takımlar olduğu için çok geniş bir uygulama alanına sahiptir. Dolayısıyla, çok çeşitli kalitelere üretilirler. Bu çalışmamızda ISO sınıflamasına göre P30 grubuna ait SNUN uç formuna sahip TIZIT marka WC kesici takımı kullanılmıştır. Şekil 6.98 'de kesme performansı için kullanılan WC kesici takımlar görülmektedir. SiAlON kesici takımlarında olduğu gibi endüstride kullanılan WC kesici takımlarında sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğini aynı deney şartlarında kesme işlemine tabi tutulmuştur.



Şekil 6. 98. Tizit Marka WC kesici takımları

Sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğini WC kesici takımlarıyla işlemede, düşük kesme ve düşük ilerleme hızları kullanıldığında pürüzsüz yüzey elde edilebilmekte ancak yüksek kesme hızları ve yüksek ilerleme hızlarında işlediğimizde çeliğimizin işlenen yüzüleri pürüzlü bir yapıya dönüşmektedir. Seramik kesici uçlarla yapılan kesme işlemleri yüksek devirlerde dahi pürüzsüz yüzey elde edilebilmektedir. Şekil 6.99 'da makina imalat sektöründe kullanılan sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğinin WC kesici takımlarıyla işlenmesi sonucu elde edilen yüzey pürüzlülüğü görülmektedir. Şekil 6.100 'de ise sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğinin  $\beta$ -SiAlON kesici takımlarıyla işlenmesi sonucu elde edilen yüzey pürüzlülüğü görülmektedir.



Şekil 6. 99. Sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğinin WC kesici takımlarıyla işlenmesi sonucu elde edilen yüzey pürüzlülüğü

WC kesici takımlarıyla malzeme işlemede oluşan pürüzlülüğü önlemek ve yüksek kesme ve ilerleme hızları kullanarak zaman ve maliyetten tasarruf etmek için  $\beta$ -SiAlON kesici takımlarını kullanmak büyük avantaj sağlayacaktır. Çünkü;  $\beta$ -SiAlON kesici takımları hem düşük kesme ve ilerleme hızlarında hem de yüksek kesme ve ilerleme hızlarında mükemmel bir yüzey kalitesi oluşturmaktadır. Böylelikle ekstra bir yüzey temizleme işlemine gerek kalmamakta enerji ve zaman tasarrufuna imkan vermektedir.



Şekil 6. 100. Sertleştirilmiş AISI 4140 çeliğinin  $\beta$ -SiAlON kesici takımlarıyla işlenmesi sonucu elde edilen yüzey

## BÖLÜM 7. DENEYSEL SONUÇLAR VE ÖNERİLER

### 7.1. Genel Sonuçlar

$\beta$ -SiAlON seramiklerinin üretiminde  $\text{Si}_3\text{N}_4$  tozları uygun oranlarda  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ve AlN seramik tozlarının ve sıvı faz oluşturucu katkı olarak çeşitli kombinasyonlarda  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , MgO ve eş değerliğinde  $\text{MgF}_2$  katkı maddelerinin ilavesiyle  $\beta$ -SiAlON seramiklerinin yoğunlaşma ve  $\alpha \rightarrow \beta$  dönüşümü açısından incelenmiştir. Bunun için öncelikli olarak “kompozisyon hazırlama ve belirleme çalışmaları” gerçekleştirilmiş belirlenen kompozisyonlar şekillendirme için tasarlanan dairesel ve kesici uç formundaki eş eksenli kalıplarda sıkıştırılarak ön şekilleri verilmiştir. Daha sonra soğuk isostatik presle (CIP) sinterleme öncesi ham yoğunluğu artırma çalışmaları yapılmış ve bu çalışma sonucu CIP’te  $\text{Si}_3\text{N}_4$  tozları için optimum sıkıştırma basıncı olarak 250MPa’da 3dk tutma süresi belirlenmiştir.  $\beta$ -SiAlON yapısını elde etmek için  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , AlN ve  $\text{SiO}_2$  dörtlü sistemleri kullanarak  $\text{Si}_{6-z}\text{Al}_z\text{O}_z\text{N}_{8-z}$  diyagram üzerindeki  $\beta$  çizgisindeki  $z=1$  değerlikli kompozisyonla çalışılmıştır.  $\beta$ -SiAlON toz kompozisyonlarının sinterlenmesinde ilk defa oksit (MgO) yerine Florür ( $\text{MgF}_2$ ) kullanılmıştır.  $\beta$ -SiAlON’un sinterlenmesinde sistemde MgO,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ve yüzey silikası ve bazen de ilave silika ile birlikte düşük sıcaklıklarda ( $\sim 1500^\circ\text{C}$ ) reaksiyona girmesiyle düşük sıcaklıklı ötektik oluşur.  $\text{Y}_2\text{O}_3$ -MgO-SiO<sub>2</sub>- $\text{Si}_3\text{N}_4$  sisteminde düşük ötektik sıcaklığı sebebiyle iyi bir katkı sistemi olarak bu çalışmada kullanılmıştır.

Çalışmamızın ilk kısmında MgO-SiO<sub>2</sub> Sistemi ile OS-OSF, O3-O3F kompozisyonları,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ -MgO-SiO<sub>2</sub> Sistemi ile M1-MF2 ve M3-MF4 kompozisyonları ve  $\text{Si}_3\text{N}_4$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ -MgO Sistemiyle S2-FS2, S3-FS3, S4-FS4 kompozisyonları hazırlanmış ve sinterleme çalışmaları gerçekleştirilmiştir.

M1, MF2 ve M3, MF4 kompozisyonları yoğunluk açısından incelendiğinde florür katkılı numuneler daha yüksek yoğunlaşma değerleri, daha hızlı yoğunlaşma



vermiştir. Florür katkısının yoğunlaşma üzerine olan bu etkisi SEM çalışmalarıyla da desteklenmiş, alınan SEM resimlerinde özellikle düşük sıcaklıklarda florür katkılı numunelerin daha az porozite içerdiği ve daha yoğun yapı sergilediği görülürken oksit katkılı numunelerde daha fazla sıvı faz tarafından ıslatılmayan kuru alanların olduğu daha yüksek porozite içerdiği görülmüştür. Bunun sebebi olarak florür katkısının camsı faz oluşumunu modifiye etmesiyle daha düşük sıcaklıkta ötektik oluşumuna sebep olması, sıvı faz oluşum alanını genişletmesi ve oluşan sıvı fazın viskozitesini düşürmesine bağlanabilir. Kaktı miktarının artışıyla düşük sıcaklıkta daha yüksek yoğunlaşma ve dönüşüm elde edilirken yüksek sıcaklıklarda florür ve Mg kaybı sebebiyle daha az katkılı numuneler daha iyi sonuçlar vermiştir. Yapılan SEM çalışmalarıyla ise yoğunluk sonuçları mikro yapısal açıdan desteklenmiştir. Bununla birlikte yapılan EDS çalışmalarıyla elementel açıdan genel mikro yapı ve tane sınır fazları karakterize edilmiş sonuçlar XRD sonuçlarıyla da örtüşmüştür. Tam dönüşüm 1750°C'de tüm numuneler için başarılabilmiştir. Florür katkılı numuneler daha kısa sürelerde daha yüksek yoğunluk ve dönüşüm oranları sağlamışlardır.

M1, MF2 ve M3, MF4 kompozisyonlarının farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenmesiyle düşük sıcaklıklarda dönüşüm yetersiz olsa da 1550°C'den sonra Mg- $\alpha$  SiAlON oluşmuş fakat sıcaklığın artışıyla bu fazın termal kararsız olması sebebiyle oluşabilecek uçucu katkı kayıplarını baskılayacak bir mekanizması olmayan basınçsız sinterleme metodunda özellikle kayıpların şiddetlendiği 1700°C üzerinde termal olarak kararsızlaşacak 21R gibi fazın oluşması da sıvı fazdaki Al miktarını azalttığından artık yapıda daha kararlı olarak  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> oluşmuştur. Bu kompozisyonlar için kararlı  $\alpha$  veya  $\beta$  SiAlON üretimi basınçsız sinterleme metodu ile mümkün olmamıştır. Bununla birlikte, nihai ürün olarak  $\beta$ -SiAlON'a benzer üstün mekanik, termal, kimyasal özellikleri sebebiyle teknolojik öneme sahip olan  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> seramikleri %100 dönüşümle elde edilmiştir. Yine florür ilavesi ise genel olarak sistemde  $\beta$  yapısının oluşumunu desteklemiş, yoğunlaşma üzerine olan etkisi gibi oksit katkılı olanlara göre daha yüksek  $\beta$  oranı vermiştir.

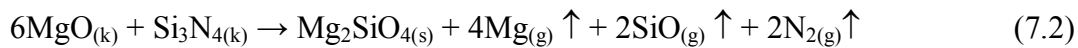
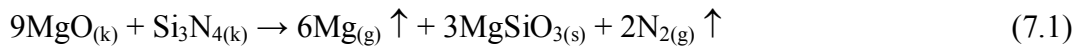
Ancak düşük sıcaklıklarda yapılan sinterleme çalışmalarında bazı kompozisyonların yoğunluk değerleri ve  $\beta$  dönüşüm oranları düşük seviyelerde bir dönüşüm vermiştir. Bu problemlerin aşılabilmesi veya minimize edilebilmesi için "toz yatağı" veya

“paketleme toz sistemi” (packing powder) kullanılarak bu kompozisyonlar sinterleme işlemleri gerçekleştirilmiştir.

Yüksek sıcaklıklarda özellikle yüksek sinterleme sürelerinde ve yüksek katkı oranlarını içeren kompozisyonlarda buharlaşma kaybının nispeten yüksek olmasıdır. Sıcaklığın etkisiyle oluşan muhtemel faz ve reaksiyonlar Denklem 7.1-7.4’te verilmiştir. Ayrıca bu reaksiyon sonucu serbest halde bulunan Mg metali, Florür ve N gazı yapıdan uzaklaşarak yoğunluğun düşmesine sebep olabilir. Bu kayıp katkı maddeleri hâlihazırda sinterlemeyi sağlayan sıvı faz oluşturucu elementler olduğu için bu da yoğunlaşma prosesi için gerekli sıvı fazın yeterince oluşmamasına veya görevini tamamen yerine getiremeden uzaklaşmasına neden olmaktadır. Bundan dolayı sinterleme tam gerçekleşmemekte ve yoğunluğu düşük,  $\alpha \rightarrow \beta$  dönüşümü beklenenden daha düşük oranlarda tamamlamış numunelerin elde edilmesine sebebiyet vermektedir. Burada yaşanan problemin nispeten ortadan kaldırılması içinde yüksek sıcaklıklarda katkı malzemesinin bünyeden kaybı problemi hazırlanan  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , BN ve  $\text{MgO}/\text{MgF}_2$ ’den oluşan özel toz yatak kompozisyonları ile büyük oranda minimize edilmiştir. Böylece yoğunluk değerleri daha yüksek sıcaklıklara ve sürelerle kadar korunabilmiştir.

Ayrıca bu reaksiyon sonucu serbest halde bulunan Mg metali ve N gazı yapıdan uzaklaşarak hem yoğunluğun düşmesine sebep olacak hem de Mg- $\alpha$  SiAlON yapısını stabilize ettiği için Mg kaybı  $\alpha$  yapısının termal kararlılığını tamamen etkileyecektir.

Bu aşamada aşağıdaki reaksiyonlar gereğince forsterite, enstatite geçici ara fazlar oluş reaksiyonlar denklem 7.1 ve 7.2’de verilmiştir Fathi (2008), Tatlı (2002), Zen (1976), Binnewies (1999).



Katkı miktarlarını azaltma üzerine yapılan çalışmalarda ise düşük katkı oranları kullanılarak hazırlanan bu yeni kompozisyonların değişik sinterleme sürelerinde ve 1700–1750°C sıcaklıklarda sinterleme çalışmaları tamamlanmış olup yoğunluk tabloları ve grafikleri deneysel çalışmalar kısmında verilmiştir. Yoğunlaşma açısından en iyi sonucu veren minimum katkı oranı olarak %3Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + %1MgO katkısıyla belirlenmiştir. Yoğunluk sonuçları taramalı elektron mikroskopuyla yapılan mikro yapısal incelemelerle desteklenmiştir. Düşük katkı kompozisyonlu numunelerin karakterizasyon çalışmaları gerçekleştirilmiştir.

Yapılan bir diğer çalışma ise sinterlenmiş olan numunelerimizin faz analizleri yapılmış, SEM ile mikro yapısal incelenerek karakterize edilmiş yüksek yoğunluklu veya tam yoğun numunelerin mekanik özellikleri incelenmiştir. Genel olarak tüm numuneler için sıcaklığın artışıyla sertlik ve kırılma tokluğu değerlerinde sistematik bir artış eğilimi görülmüştür. 1700-1750°C aralığında en yüksek sertlik ve kırılma tokluğu değerleri elde edilmiştir. Sıcaklığın artmasıyla kırılma tokluğundaki artışın sebebi gittikçe yoğunlaşmanın artması ve  $\alpha \rightarrow \beta$  dönüşümünün gerçekleşmesidir. MgF<sub>2</sub> ilave edilerek cam sisteminde yapılan değişikliklerle avantajlar sunduğu belirlenen florür katkısı kırılma tokluğunda da artış sağlamıştır. Elde edilen değerler (M1: 6,55 MPa m<sup>1/2</sup> MF1: 6,9 MPa m<sup>1/2</sup> M3: 8,2 MPa m<sup>1/2</sup>, MF3: 8,33 MPa m<sup>1/2</sup>) literatür çalışmalarıyla uyumlu olup daha da geliştirilmiştir [Jansen, 2001 (4,5 MPa m<sup>1/2</sup>); Lin, 2003 (6 MPa m<sup>1/2</sup>), Pettersson, 2006 (4-5 MPa m<sup>1/2</sup>)].

Mg-Y-Si-Al-O-N katkı sistemiyle en yüksek sertlik değerleri M1 için 1750°C'de 21 GPa, M3 için  $\approx 22$  GPa, Mg-Y-Si-Al-O-N-F katkı sistemi için eş değer kompozisyondaki numunelerde ise bir miktar daha düşük sertlik değerleriyle birlikte MF1 için 20 GPa, MF3 numunesi için ise  $\approx 20,6$  GPa olarak elde edilmiştir. Bununla birlikte, literatürle florür katkılı sistemde elde edilen değerler karşılaştırıldığında Chatfield (1986) (16-17 GPa), Ekstrom (1992) ( $\approx 18$  GPa), Pettersson (2006) (15-17 GPa), Ziegler (1987) (18-19 GPa)  $\beta$ -SiAlON seramikleri için iyi bir değer olup, oksit katkılılar için ise daha da geliştirilmiştir. Katkı miktarına arttıkça yüksek katkılı olan sistem daha yüksek sertlik değeri vermiş düşük katkılı olan ise sıcaklığın artışıyla daha yavaş fakat stabil bir şekilde sertlik artışı göstermiştir.

Basınçsız sinterleme yöntemiyle, düşük sinterleme sıcaklıklarında gerçekleştirdiğimiz çalışmalarımız sonucu kesici uç formunda üretilen  $MgO+Y_2O_3$  katkılı  $\beta$ -SiAlON ve eş değerliğindeki  $MgF_2+Y_2O_3$  katkılı  $\beta$ -SiAlON takımlar, literatürde belirtilen bir malzemeyi işleyebilmesi için yüzey taşlama işlemlerinden geçirilerek işlemeye hazır hale getirilmiştir. Daha sonra sertleştirilmiş AISI 4140 çeliği üzerinde kesme performansı testleri yapılmıştır. Bu iki farklı  $\beta$ -SiAlON kesici takımlarını işleme performansı bakımından kıyasladığımızda  $MgF_2+Y_2O_3$  katkılı  $\beta$ -SiAlON kesici takımlarının,  $MgO+Y_2O_3$  katkılı  $\beta$ -SiAlON kesici takımlarına göre daha az aşındığı görülmektedir. Bunun temel sebebi,  $MgF_2+Y_2O_3$  katkılı  $\beta$ -SiAlON takımlarının düşük sıcaklıklarda  $MgO+Y_2O_3$  katkılı  $\beta$ -SiAlON takımlarına göre daha iyi yoğunlaşma davranışı sergilemeleridir.

## 7.2. Öneriler

1. Bu çalışmada üretilen  $\beta$ -SiAlON seramikleri ekonomik bir yöntem olan basınçsız sinterlemeyle üretilmesi ve florür katkısıyla daha düşük sıcaklıklarda ve daha kısa sürelerde yani daha ekonomik olarak üretilmiştir. Bu sebepten  $Al_2O_3$ 'ya göre üstün özellikleriyle (daha yüksek kırılma tokluğu, sertlik vb) birlikte ekonomik olarak ta alternatif malzeme olarak kullanılabilir.
2. Yüksek tokluk ve sertlik gibi önemli üstün teknolojik özelliklere sahip olan florür + oksit katkılarıyla sinterlenmiş  $\beta$ - $Si_3N_4$  ve  $\beta$ -SiAlON seramikleri düşük birim üretim maliyetleriyle öne çıkmaktadır. İçerdiği tane sınırı amorf fazından dolayı  $1100^\circ C$ 'nin altındaki uygulamalar için kullanımı önerilebilir.
3. Farklı florür kaynaklarının ayrı ayrı veya birlikte kullanılmasıyla ( $CaF_2$ ve/veya  $MgF_2$ ) SiAlON kompozit ( $\alpha+\beta$ ) sistemi oluşturma potansiyeli incelenebilir.

4. Magnezyum Florür ilavesiyle sinterlenen Silisyum Nitrür ve  $\beta$ -SiAlON numunelerin apatite fazının oluşum imkânı sebebiyle biyoaktivite açısından incelenebilir.
5. Si-Al-O-N-F cam sistemi geliştirilip tek faz üretilerek Si-Al-O-N-F camları özellikle implant malzeme olarak potansiyeli araştırılabilir.
6.  $MgF_2$ -SiO<sub>2</sub>,  $MgF_2$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ikili,  $MgF_2$ -SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,  $MgF_2$ -SiO<sub>2</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> üçlü veya dördü sistemler kullanılarak Silisyum Nitrür ve SiAlON parçaların birleştirme çalışmaları yapılabilir.
7. Metal florür ilave malzemeleri metoksit solüsyonu halinde Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve SiAlON sistemlerine sol jel kaplaması çalışılabilir.
8. Metal oksit tozları sol jel kaplama metodu kullanılarak Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> taneleri üzerine uniform biriktirilmesiyle SiC fiber takviyeli sistemler çalışılabilir.
9. Florür katkı sisteminde sinterleme sıcaklığına ısıtma ve soğutma hızlarının oluşan tane sınırı amorf fazı ve taneler üzerine etkisi incelenebilir.
10.  $MgF_2$  katkısıyla geliştirilen  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ve  $\beta$ -SiAlON seramik malzemelerinden termokuple kılıfı, demirdışı metallerin döküm aparatlarında tandış, yolluk vb. refrakter uygulamalarında kullanımı incelenebilir.
11. Endüstriyel kullanım için tasarlanmış olduğumuz eş eksenli kalıbın yeniden tasarlanarak sinterleme öncesi ham yoğunluğu yüksek kesici takım elde etmek için elverişli hale getirilmesi gerekmektedir.
12. Basıncsız sinterleme yerine Gaz basınçlı Sinterleme kullanarak tam yoğun ve kare/eşeksenli kesici uç üretimi yapılabilir.

13. Deęişik kesici uç formlarında kalıplar tasarlanarak florür katkılı  $\beta$ -SiAlON toz kompozisyonları şekillendirilebilir ve elde edilen kesici takımlarının birbirlerine göre işleme performansları araştırılabilir.
14. Daha yüksek kesme ve ilerleme hızları seçilerek florür katkılı  $\beta$ -SiAlON kesici takımlarıyla sertleştirilmiş çeliklerin işleme performansı araştırılabilir.

## KAYNAKLAR

AKIN, B., Mn+4 ve Fe+3 katkılı  $\alpha$ -SiAlON seramikleri, Fen Bilimleri Enstitüsü, Anon., Interceram, 1984, 33 (3), Ağustos 2006

AKKURT, M., Talaş kaldırma yöntemleri ve takım tezgahları, Birsen Yayınevi, İstanbul, 35-375, 1996

ARIK, H., Sepiyolitten karbo-termal indirgeme ve nitrürleme yoluyla silisyum nitrür ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) seramik tozu üretimi parametrelerinin araştırılması, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, 1996

AVUNCAN, G., Talaş kaldırma ekonomisi ve kesici takımlar, Makine Takım AS, İstanbul, 120-280, 1998

BAYKASOGLU, A., “Tornada kesme parametrelerinin bilgisayar destekli seçimi”, Yüksek Lisans Tezi, Gaziantep Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Gaziantep, 1-20, 1995

BINNEWIES, M., MILKE, E., Thermochemical data of elements and compounds, published by Wiley-VCH (Weinheim, New York), 1999

BOCANEGRA-BERNALA M.H., and MATOVICB, B., Dense and near-net-shape fabrication of  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ceramics, Materials Science and Engineering: A, Vol. 500, Issues 1-2, 25, Pages 130-149, 2009

BUENO L.A., MESSADDEQ, Y., DÍAS, F.A., RIBEIRO, S.J.L., Study of fluorine losses in oxyfluoride glasses Journal of Non-Crystalline Solids 351 3804–3808, 2005

ÇAKIR, M. Ç., Modern talashlı imalatın esasları, 1-324, Bursa, 1999

ÇAKIR, M., IŞIK, Y., Investigating The Machinability of Austempered Ductile Irons Having Different Austempering Temperatures and Times, Materials and Design, in Pres, 2006

ÇİFTÇİ, İ., Kesici takımlar ve kesme teorisi ders notları, Z.K.Ü. Karabük Teknik Eğitim Fakültesi Ders Notları, Karabük, 3-15, 2005

D.R.MESSIER and CROFT, W.J., in Preparation and characterization of Materials (eds J. M. Honig and C.N.R Rao), New York, 1981

- DAS, P.K., MUKERJÍ, J., Sintering and properties of silicon nitride densified with liquids in the system MgO-AlN-SiO<sub>2</sub>, Journal of the European Ceramic Society Vol 5, Iss 2, pp. 105-112, 1989
- DEMİR, A., and THOMPSON, D.P., High-performance SiC-fibre reinforced  $\beta$ -sialon CMCs prepared from heat-treated Nicalon fibres, Journal of the European Ceramic Society Volume 21, Issue 5, Pages 639-647, May 2001
- DEMİR, V., THOMPSON, D. P., Pressureless Sintering of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Ceramics with Oxide Additives in Different Packing Powder, Journal Of Materials Science, 40, 1763 – 1765p, 2005
- DİNG, X., LIEW, W.Y.H., LIU, X.D., Evaluation of machining performance of MMC with PCBN and PCD tools, Wear, Vol. 259, pp. 1225–1234, 2005
- GUGEL, E., in Nitrogen Ceramics (ed. F. Lç Riley), Leyden, (Noordhoff), pp.659, 1974
- EKSTROM, T., ve KAIL, P.O., Dense single-phase p-SiAlON ceramics by glass-encapsulated hot isostatic pressing, J. Mat. Sci., 24, 1853, 1989
- EVANS, A.G., CHARLES, E.A., Fracture Toughness Determinations by Indentation, J.Am.Ceram.Soc. 59, p.371, 1976
- EVANS, J.R.G., and MOULSON, A.J., On the use of powder beds in the nitridation and subsequent densification of RBSN, Journal of Materials Science Letters, 2, 236-238, 1983
- FABER, K.T., ve EVANS, A.G., The Crack Growth Resistance of Microcracking Brittle Materials , J.Am.Ceram.Soc. 67,255, 1984
- FALK, L.K.L., ve DUNLOP, G.L., Crystallisation of the Glassy Phase in  $\alpha$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Material by Post-Sintering Heat Treatments, J. Mater. Sci-, 22, 4367, 1987
- FATE, W.A., ve MİLBERG, M.E., The Grain-Boundary Phase on the High Temperature Strength of Hot-Pressed Silicon Nitride Containing Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, J.Am.Ceram.Soc, 58. 323, 1975
- FATHI, M.H., KHARAZIHA, M., Mechanically activated crystallization of phase pure nanocrystalline forsterite powders, Materials Letters 62 4306–4309, 2008
- FENGYING Wu., XIREN Fu.,  $\alpha/\beta$ -Sialon ceramics and its fatigue life, Materials Letters, Volume 39, Issue 4, Pages 197-199, May 1999
- GAZZA, G.E., Hot pressed Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, J. Am. Ceram. Soc., 56, 662, 1973
- GAZZA, G.E., Progress in Nitrogen Ceramics, Ed. By Riley, F.L. p.273, 1983



GIACHELLO, A., et al Sintering of silicon nitride in a powder bed, Journal of Materials Science 14, 2825-2830p, 1979

GRENE, K., POMEROY, M.J., HAMPSHIRE, S., HILL, R., Effect of composition on the properties of glasses in the  $K_2O$ -BaO-MgO-SiO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MgF<sub>2</sub> system, Journal of Non-Crystalline Solids 325 193-205, 2003

GROZA, J.R., ZAVALIANGOS, A., Sintering activation by external electrical field. Materials Science and Engineering, pp.171-177, 2000

GÖK K., KGDD malzemelerde östemperleme işleminin kesme parametrelerine ve takım ömrüne etkisinin araştırılması, Afyon kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Y.Lisans Tezi, 2006

GRUN, R., The Growth of  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> single crystals, ACTA Crystallogr, B35, 800, 1979

GÜNAY. E., ve GÜNAY. V., Mühendislik malzemeleri olarak SiAlON'lar, 5. Denizli Malzeme Sempozyumu, 1993

HAMPSHIRE. S., PARK, H.K., THOMPSON. D.P. ve JACK, K.H., a-SiAlON ceramics, Nature. 274, 880, 1978

HAMPSHIRE S., and JACK, K.H., Nitrogen glasses : in special ceramics 7, Proc. Br. Ceram. Soc. 31, pp. 37-49, 1981a

HAMPSHIRE. S., ve JACK, K.H., Progress in Nitrogen Ceramics, Ed. By Riley. F.L. pp.226, 1983

HAMPSHIRE, S., DREW, R.A.L., ve JACK, K.H., Glass Properties and Crystallization, Physics and Chemistry of Glasses, 26, 184, 1985

HAMPSHIRE, S., Engineering Properties of Nitrides, Ceramics and Glasses, Engineered Materials Handbook 4, ASM International. 812, 1991

HAMPSHIRE, S., HANİFİ, A.R., GENSON, A., POMEROY, M.J., Ca-Si-Al-O-N-F glasses : Effect of fluorine on glass formation and properties, Key Engineering Materials, 352: pp.165-172, 2007

HAMPSHIRE, S., Oxynitride Glasses, Journal of the European Ceramic Society, 28, 1475-1483, 2008

HANİFİ, A. A., GENSON, A.R., Vande Put, M.J. S. Hampshire, Pomeroy and Effect of fluorine and nitrogen anions on properties and crystallisation of Ca-Si-Al-O glasses, Mater. Sci. Forum 554 pp. 31-35, 2007

HANİFİ A. R., et al. An Introduction to the Glass Formation and Properties of Ca-Si-Al-ONF Glasses, Materials Science Forum Vol. 554, pp. 17-23, 2007

HANİFİ, A.R., GENSON, A., POMEROY, M.J., HAMPSHİRE, S., Oxyfluoronitride glasses with high elastic modulus and low glass transition temperatures, J. Amer. Ceram. Soc. Vol. 92 [5] pp. 1141–1144, 2009

HATTORI, Y., TAJIMA, Y., YABUTA, K., MATSUO, Y., KAWAMURA, M., ve WATANABLE, T., in 2<sup>nd</sup> Int. Symp., Ceramic Materials and Components For Engines, Ed. By Bunk, W. Ve Hausner. H. 172, 1986

HAYAMA, S., TAKAKUNI, N., OZAWA, M., ve SUZUKI, S., Mechanical properties and microstructure of reaction sintered  $\beta$ -SiAlON ceramics prepared by slip casting method, J. Mater. Sci. 32, 4973, 1997

HENDRY, A., PERERA, D.S., THOMPSON, D.P., ve JACK, K.H., Special Ceramics 6, Brit. Ceram. R.A., Stoke-on Trent, 321, 1975

HILL, R., WOOD, D., THOMAS, M., Trimethylsilylation analysis of the silicate structure of fluoro-alumino-silicate glasses and the structural role of fluorine. Journal of materials Science, 34:F pp. 1767-1774, 1999

HOFFMANN, M.J., ve PETZOW, G., Tailored microstructures of silicon nitride, Ceramics Pure & Appl. Chem., Vol. 66, No. 9, pp. 1807-1814, 1994.

INGELSTRÖM, N., ve EKSTRÖM, T., in Conference on Hot Isostatic Pressing, 1987

İLKAZ, S., CNC tornalama işlemlerinde kesme parametrelerinin bulanık mantık ile belirlenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Isparta, 1-23, 2002

JACK, K.H., Review SiAlONs and related nitrogen ceramics, J. Mater. Sci., 11, 1135, 1976

JACK, K.H., SiAlONs and related nitrogen ceramics for industrial Application, Printed in the chemical industry, Published by Ellis Horwood Limited, Chichester, 1982

JACK, K.H., The characterization of  $\alpha$ -SiAlONs and the  $\alpha$  -  $\beta$  relationships in SiAlONs and silicon nitrides, Progress in Nitrogen Ceramics (Ed: Riley, F.L), Nato ASI Series, Series E, Applied Science - no 65, Martinus Nijhoff Publishers, The Hague, The Netherlands, 45, 1983.

KANDEMİR, K., Kesici takım malzemesi olarak kullanılan seramikler, Yüksek Lisans Tezi, Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Denizli, 1-3, 1998

KAYACAN, M.C., CNC tornalama işlemleri için kesici takım seçiminin ve kesme parametrelerinin birlikte belirlenmesi, Makine Mühendisleri Konferansı, İstanbul, 298-303, 1997

- KAYALI, S., ENSARİ, C., DİKEÇ, F., Mekanik Malzemelerin Mekanik Deneyle, İTÜ Kimya Met. Fak. Ofset Atölyesi, 1996
- KLEMM, H., HENNANN, M., REİCH, T., ve SCHUBERT, C., High temperature properties of mixed  $\alpha / \beta$  - SiAlON ceramics, J. of Am. Cer. Soc, 1141-1148, 1998
- KURAMA, S.,  $\alpha$ - SiAlON faz bölgesinin tespiti ve mikroyapısının karakterizasyonu, Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ocak 2003
- KUŞHAN, Ş.R., Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Başlangıç tozlarının  $\alpha$ -SiAlON seramiklerinin mikroyapısına etkisi, Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, 2000
- KUŞHAN, Ş.R., SiAlON seramiklerinde ısı iletkenliğinin incelenmesi, Doktora Tezi, Anadolu Üniversitesi, Eylül 2006
- LANGE, F.F., Eutectic Studies in the System Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-Si<sub>2</sub>N<sub>2</sub>O-Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>, J. Am. Ceram. Soc., 63 [3- 4] 231, 1980
- LANGE, F.F., Fracture Toughness of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> as a Function of the Initial  $\alpha$ -Phase Content, J.Am.Ceram.Soc., 62, 428, 1979
- LANGE, F.F., Singhal, S.C., ve Kuznicki, R.C., Phase Relations and Stability Studies in the Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-SiO<sub>2</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Pseudoternary System, J.Am.Ceram.Soc, 249, 1973
- LEE, W.E., ve RAINFORTH, W.M., Ceramic microstructure and processing, Chapman and Hall, London, 338, 1994
- LEVIN, E. M., ROBBİNS, C.R., Phase Diagram for ceramics, American Ceramic Society, Ohio., 1964
- LEWIS, M. H., ve LUMBY, R.J., Microstructural engineering of ceramics for high temperature application, Powder Met., 26, 73,1983
- MAEDA, T., Effects of CaF<sub>2</sub> addition on the structure of CaO-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> glasses. Dental Materials Journal, 17(2): pp. 104-114, 1998
- MAMEDOV, V., Spark Plasma Sintering as advanced PM sintering method. Powder Metallurgy, 45-4: p.322-328, 2002
- MANDAL, H., Heat Treatment of SiAlON Ceramics, PhD. Thesis. University of Newcastle upon Tyne, Department of Mechanical, Materials and Manufacturing Engineering, 1992
- MANGELS, J.A., Effect of Rate-Controlled Nitriding and Nitriding Atmospheres, Am.Ceram.Soc. Bull 60, 613, 1981

MATSUDI M., ve MASUDE, M., Tailoring of Mechanical Properties of  $\text{Si}_3\text{N}_4$  Ceramics, (Eds: Hoffmann, M. J. and Petzow, G.), Kluwer Academic Press, 403, 1994

MITOMO, M., Pressure sintering of  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , J.Mater.Sci. 11, 1107, 1976

MIYAMOTO, Y., TANAKA, K., SHIMADE, M., ve KOIZUMI, M., in 2<sup>nd</sup> Int. Symp., Ceramic Materials and Components for Engines, Ed., 271, 1986

NEGITA, K., Effective sintering aids for silicon nitride ceramics, J.Mat.Sci.Lett. 4. 755, 1985

NIIHARA, K., and HIRAI. T., Hot Hardness of CVD- $\text{Si}_3\text{N}_4$  to 1500 C. Powder Metall. Int. 16. 223, 1984

NOUARI, M., and MOLINARI, A., Experimental verification of a diffusion tool wear model using a 42CrMo4 steel with an uncoated cemented tungsten carbide at various cutting speeds, Wear, Vol. 259, pp. 1151–1159, 2005

OMORI, M., Sintering, consolidation, reaction and crystal growth by spark plasma sintering. Materials Science and Engineering A. 287: pp.183-188, 2000

OYAMA, Y., ve KAMIGAITO, D., Solid solubility of some oxides in  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , J. Appl. Phys., 10, 1637, Japan, 1971

PETZOW, G., and SERSALE, R., Characterization of  $\text{Si}_3\text{N}_4$  Powders, Pure & Appl. Chem., Vol. 59, No. 12, pp.1673-1680, 1987

PETZOW, G., and HERRMANN, M., Silicon nitride ceramics, structure and bonding, 102, Springer-Verlag Heidelberg, 2002

BISSON, R.E., and ANDERSON, W.J., Tech. Report No. NASA-SP-38, Office of Scientific and Technical Information, 1964

RABINOVITCH, E.M., On the structural role of fluorine in silicate glasses. Physics and Chemistry of Glasses, 26(5): pp. 157-165, 1983

RILEY, F.L., Silicon Nitride and Related Materials, J.Am.Ceram.Soc. 83[2]. 245., 2000

SANDVIK C., Modern metal cutting – A practical handbook, English Edition, Sweden, I-III, 1994

SEA-HOON LEE ve ark Effects of powder bed conditions on the liquid-phase sintering of  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , Journal of Materials Research, Volume 17, Issue 2, February, pp.465-472, 2002

SEBASTIAN S., STANISŁAW Rb., Properties of sialon ceramics evaluated by means of multifractal, surface stereometry and quantitative fractography techniques Material characterization 601151-1157, 2009

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

SCRATCH, B., of SiAlON ceramics, Journal of the European Ceramic Society 26 351–359, 2006

SHIMADA, S., Microstructure and properties of various fluorine-containing SiAlON ceramics synthesized by Hiping, Journal of the European Ceramic Society 21 2811–2819, 2001

SREEKUMAR, C., DAVID A., and VASANTHA R.W., Amarakoon Phase Transformation and Densification Behavior of Microwave-Sintered  $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-MgO-ZrO}_2$  System Int. J. Appl. Ceram. Technol., 6 [1] 102–110, 2009

STANTON, K., The Effect of Fluorine on Microstructural Development in Apatite-Mullite Glass-Ceramics, 200, PhD thesis – University of Limerick: Limerick, 2000

SUGANUMA, M., KITAGAWA, Y., Pulsed Electric Current sintering of Silicon Nitride Journal of the American Ceramics Society, 86: pp.387-394, 2003

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

ŞAHİN, Y., Talaş Kaldırma Prensipleri 1. Cilt, Gazi Kitabevi, Ankara, 2003

TANAKA, I, BRULEY, J., GU, H., HOFFMANN, M.J., KIEEBE, H.J., CANNON, R.M., CLARKE, D.R., ve RÜHLE, M., Tailoring of Mechanical Properties of  $\text{Si}_3\text{N}_4$  Ceramics, (Eds: Hoffmann, M. J. ve Petzovv, G.), Kluwer Academic Press, 275, 1994

TATLI, Z., Silicon Nitride and Silicon Carbide Fabrication Using Coated Powders, Ph.D. Thesis, University of Newcastle, U.K., 2002

TATLI, Z., and THOMPSON D.P., Pressureless Sintering Behaviour of MgO-Coated Silicon Nitride Powders Using Packing Powders, 3. Uluslararası Toz Metalurjisi Konferansı, pp.148-157, Turkey Ankara 4-8 Eylül 2002

TATLI, Z., THOMPSON, D.P., The use of MgO-coated SiC powders as Low Temperature Densification Materials, Journal of the European Ceramic Society, 27, pp.1313–1317, 2007

IZHEVSKIY, V.A., GENOVA, L.A., a, J.C., Progress in SiAlON ceramics Journal of the European Ceramic Society 20 2275-2295, 2000

WANG, P.L., LI, Y.W., and Yan, D.S., Effect of amount and atomic ratio of dual modifiers Ca and Mg on phase formation and mechanical properties of Ca, Mg-a-sialons. J. Mater. Sci., 35, 1585–1588, 2000

WANG, P.L., LI, Y.W., SUN, W.Y., and YAN, D.S., Effect of dual elements (Ca, Mg) and (Ca, La) on cell dimensions of multication a-sialons. J. Eur. Ceram. Soc., 20, 1333–1337, 2000

WANG, P. L., ZHANG, C., SUN, W. Y. and YAN, D. S., Formation behavior of multi-cation a-sialon containing calcium and magnesium Mater. Lett., 38, 178–185, 1999

WILD, S., GRIEVESON P., ve JACK, K.H., Special ceramics 5, (Ed: Popper, P.), Stoke-on Trent, Br. Ceram. Res. Assoc., 271, 1972

WINN, E. J., and CLEGG, W.J., Densification of Silicon Carbide Sintered with Yttria and Alumina Additives, Journal of American Ceramic Society, 82 [12], pp. 3466–3470, 1999

WOOD, D., HILL, R., Glass ceramic approach to controlling the properties of a glass-ionomer bone cement. Biomaterials, 1991. 12: p. 164-170

WÖTTING, G., RILEY, F.L., (ed.), Progress in Nitrogen Ceramics, p. 211-218, Martinus Nijhoff Publishers, Boston, 1983

ZEN, E., JOSEPH, V., Correlated free energy values of anthophyllite, brucite, clinochrysotile, enstatite, forsterite, quartz, and talc, American Mineralogist, Volume 61, pages 1156-1166, 1976

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

ZHANG, J., ZAVAIANGOS, A., GROZA, J.R., Field Activated Sintering Techniques : A comparison and contrast. PM Science and Technology Briefs, 5-4: pp.5-8, 2003

ZIEGLER, G., ve HEINRICH, G., WÖTTING, Relationships Between Processing, Microstructure and Properties of Dense and Reaction -Bonded Silicon Nitride, Journal of Material Science. 22. 3041, 1987

Wikipedia [http://en.wikipedia.org/wiki/Boron\\_nitride](http://en.wikipedia.org/wiki/Boron_nitride) Mayıs, 2009

<http://dl.getdropbox.com/u/794140/Malzeme%20201/Seramikler.ppt> Ekim,2009

<http://www.syalons.com/> Ocak, 2010

[www.hitachimetals.com/product/ceramics](http://www.hitachimetals.com/product/ceramics) Mayıs, 2010

[www.ntkcuttingtools.co.uk/NewProducts.html](http://www.ntkcuttingtools.co.uk/NewProducts.html) Ocak, 2011

## ÖZGEÇMİŞ

Hakkı SÖNMEZ, 26.04.1984 de Kütahya' da doğdu. İlk, orta ve lise eğitimini Kütahya'da tamamladı. 2002 yılında Kütahya Teknik Lisesi, Elektronik Bölümünden mezun oldu. 2004 yılında başladığı Sakarya Üniversitesi Metal Öğretmenliği bölümünü 2008 yılında bitirdi. 2008 yılında Sakarya Üniversitesi, Metal Eğitimi Anabilim dalında yüksek lisans öğrencisi olarak öğrenim hayatına devam etti ve bu süreçte Tübitak tarafından desteklenen 108M461 nolu projede Proje Asistanı olarak görev aldı. Halen Sakarya Üniversitesinde yüksek lisans son sınıf öğrencisi olarak öğrenimine devam etmektedir.