

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

## **SiC İLAVELİ ALÜMİNA SERAMİK KOMPOZİTLER**

### **YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Seramik Müh. Muhammet ÖZTÜRK**

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

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

**Mayıs 2007**

T.C.  
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

## SİC İLAVELİ ALÜMİNA SERAMİK KOMPOZİTLER

### YÜKSEK LİSANS TEZİ

Seramik Müh. Muhammet ÖZTÜRK

Enstitü Anabilim Dalı : METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ

Bu tez 07 / 06 /2007 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Oybirliği ile kabul edilmiştir.

Doç. Dr. Şenol YILMAZ  
Jüri Başkanı

Yrd. Doç. Dr. H.Özkan TOPLAN  
Üye

Yrd. Doç. Dr. Ahmet ATASOY  
Üye

## ÖNSÖZ

Bu çalışmanın yürütülmesi ve sonuçlandırılmasında değerli fikir ve tecrübeleri ile beni yönlendiren danışman hocam sayın Doç. Dr. Şenol YILMAZ 'a,

Tezin hazırlanmasında, deneysel çalışmaların önemli bir kısmı TÜBİTAK-MAM'da gerçekleştirilmiştir. Gerekli olanakları sağlayan Malzeme Enstitüsü Müdürü Doç. Dr. Tarık BAYKARA'ya, sağladığı imkânlar ile çalışmaların yönlendirilmesinde önemli katkıları olan, değerli fikir ve önerilerinden faydalandığım Malzeme Enstitüsü Müdür Yardımcısı sayın Doç. Dr. Volkan GÜNAY'a, yardımlarından dolayı başta teknisyen Yılmaz EMRE ve Aygün GÜNGÖR olmak üzere tüm TÜBİTAK-MAM Malzeme Enstitüsü çalışanlarına,

Sakarya Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölüm Başkanlığına ve Bölüm Başkanı sayın Prof.Dr. Cuma BİNDAL'a, çalışmalarım ile yakından ilgilenen ve fikirlerinden faydalandığım başta Doç. Dr. Uğur ŞEN olmak üzere Sakarya Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü öğretim üyelerine, ayrıca çalışmalarım katkılarından dolayı Arş. Gör. Ediz ERCENK'e, tekniker Ersan DEMİR'e, Metalurji Yüksek Mühendisi Günhan BAYRAK ile, üniversite ve öncesinde eğitim konusunda benden hiçbir desteklerini esirgemeyen tüm öğretmen ve hocalarıma,

Mesut ÇIVAK, Erdem ÇARŞANBA ve Gürkan KESKİ ile isimlerini burada saymadığım her zaman yanımda olan arkadaşlarıma ve son olarak bu günlere gelmem de emeği geçen, bana maddi ve manevi desteklerini hiçbir zaman esirgemeyen değerli aileme,

Sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

**Muhammet ÖZTÜRK**

# İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ.....	ii
İÇİNDEKİLER.....	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ.....	vii
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	viii
TABLolar LİSTESİ.....	xiv
ÖZET.....	xvi
SUMMARY.....	xvii
BÖLÜM 1.	
GİRİŞ VE AMAÇ.....	1
BÖLÜM 2.	
SERAMİK VE KOMPOZİT MALZEMELER.....	4
2.1 Seramik Malzemeler.....	4
2.1.1. İleri teknoloji seramikleri.....	6
2.2. Kompozit Malzemeler.....	12
2.2.1. Kompozit malzemelerin sınıflandırılması.....	16
2.2.2. Kompozit malzeme türleri.....	19
2.2.2.1. Polimer kompozitler.....	19
2.2.2.2. Metal kompozitler.....	20
2.2.2.3. Seramik kompozitler.....	21
2.2.3. Kompozit malzemelerin sağladığı avantajlar.....	28
2.2.4. Kompozit malzemelerin dezavantajları.....	30
2.2.5. Kompozit malzemelerin kullanımı.....	30
2.3. Seramik Hammaddelerin Öğütülmesi.....	33
2.4. Seramik Ürünlerin Şekillendirilmesi.....	36

2.4.1. Şekillendirme yöntemleri.....	37
2.4.1.1. Enjeksiyon kalıpta şekillendirme.....	37
2.4.1.2. Ekstrüzyon.....	39
2.4.1.3. Şerit döküm.....	39
2.4.1.4. Kuru presleme.....	41
2.4.1.5. İzostatik presleme.....	41
2.4.1.6. Sıcakta presleme.....	43
2.4.1.7. Slip döküm.....	45
2.5. Seramik Ürünlerinin Kurutulması ve Pişirilmesi.....	48
2.5.1. Kurutma işlemi.....	49
2.5.1.1. Kurutma yöntemleri.....	50
2.5.2. Seramiklerin pişirilmesi.....	51
2.5.2.1. Pişme esnasında yer alan katı-hal reaksiyonları.....	51
2.5.3. Sinterleme.....	52
2.5.3.1. Katı-hal sinterlemesi.....	56
2.5.3.2. Buhar faz sinterlenmesi.....	58
2.5.3.3. Sıvı faz sinterlemesi.....	59
2.5.3.4. Reaktif-sıvı sinterlenmesi.....	61
2.5.3.5. Sinterleme problemleri.....	61

### BÖLÜM 3.

ALÜMİNA VE SİLİSYUM KARBÜR.....	65
3.1. Alümina.....	65
3.1.1. Dünyada ve Türkiye’de alümina üretimi.....	65
3.1.2. Alüminanın özellikleri.....	69
3.1.3. Alümina mineralleri.....	70
3.1.3.1. Korund.....	72
3.1.3.2. Gibsit.....	72
3.1.3.3. Böhmit.....	73
3.1.3.4. Diasporit.....	73
3.1.3.4. Bayerit.....	74
3.1.4. Alüminanın fazları.....	74
3.1.5. Alüminanın kullanım alanları.....	77

3.2. Silisyum Karbür.....	78
3.2.1. Silisyum karbürün kristal yapısı.....	78
3.2.2. Silisyum karbürün genel özellikleri.....	79
3.2.3. Silisyum karbürün üretim prosesi.....	81
3.2.4. Silisyum karbürün kullanım alanları.....	82
3.2.5. Silisyum karbürün sinterlenmesinde kullanılan katkılar.....	83
BÖLÜM 4.	
DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	84
4.1. Deney Programı.....	84
4.2. Öğütme ve Karıştırma .....	85
4.3. Şekillendirme.....	85
4.4. Sinterleme.....	86
4.5. Sinterlenen Numunelere Uygulanan Deneyler.....	86
4.5.1. Pişme küçülmesi.....	86
4.5.2. Su emme.....	86
4.5.3. Gözenek miktarı, bulk yoğunluk ve relatif yoğunluk.....	87
4.5.4. Üç nokta eğme mukavemeti.....	88
4.5.5. Seramografik çalışmalar.....	88
4.5.6. Sertlik ölçümü.....	88
4.5.7. Kırılma tokluğu.....	90
4.5.8. X-ışınları difraksiyon analizi (XRD).....	91
4.5.9. Taramalı elektron mikroskopu (SEM) ve enerji dispersif spektrometresi (EDS) analizi.....	92
BÖLÜM 5.	
DENEYSEL SONUÇLAR VE İRDELENMESİ.....	93
5.1. Pişme Küçülmesi.....	93
5.2. Su Emme.....	95
5.3. Gözenek Miktarı, Bulk Yoğunluk ve Relatif Yoğunluk.....	96
5.4. Üç Nokta Eğme Mukavemeti.....	99
5.5. Sertlik.....	100
5.6. Kırılma Tokluğu.....	101

5.7. X-Işınları Difraksiyon Analizi (XRD).....	103
5.7.1. Hammaddelerin X-ışınları difraksiyon analizi.....	103
5.7.2. Sinterlenmiş numunelerin X-ışınları difraksiyon analizi.....	104
5.8. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Dispersif Spektrometresi (EDS) Analizi.....	109
5.8.1. Hammadelerin taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji dispersif spektrometresi (EDS) analizi.....	109
5.8.2. Sinterlenmiş numunelerin taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji dispersif spektrometresi (EDS) analizi.....	114
BÖLÜM 6.	
SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....	138
6.1. Sonuçlar.....	138
6.2. Öneriler.....	141
KAYNAKLAR.....	142
ÖZGEÇMİŞ.....	147

## SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

$A_0$	: Katkısız alümina
$A_5$	: %5 SiC ilaveli alümina
$A_{10}$	: %10 SiC ilaveli alümina
$A_{15}$	: %15 SiC ilaveli alümina
D	: Değirmen iç çapı
E	: Malzemenin elastik modülü
HF	: Hidroflorik asit
HIP	: Sıcak izostatik presleme
$K_{1c}$	: Kırılma tokluğu
$L_1$	: Kuru numunenin uzunluğu
$L_2$	: Sinterlenmiş numune uzunluğu
MMC	: Metal matrisli kompozit
n	: Değirmenin dönüşü
PMK	: Polimer matrisli kompozit
RTM	: Reçine transfer kalıplama
TÜBİTAK	: Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu
VARTM	: Vakum destekli reçine kalıplama
$\Delta\mu$	: Serbest enerjideki fark



## ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1.	Çeşitli endüstriyel uygulamalarda kullanılan ileri teknoloji ürünleri.....	6
Şekil 2.2.	TÜBİTAK marmara araştırma merkezi laboratuvarlarında üretilen çeşitli ileri teknoloji seramik ürünler.....	7
Şekil 2.3.	TÜBİTAK marmara araştırma merkezi'nde enjeksiyon kalıplama yöntemi ile elde edilen seramik malzemeler.....	8
Şekil 2.4.	1981-1983 yıllarında fonksiyonel seramik üretimindeki durum ..	11
Şekil 2.5.	Kompozit malzemeleri donatılı veya pekiştirilmiş türleri, (a)Taneli kompozitler (b) Lifli kompozitler (c)Tabakalı kompozitler .....	14
Şekil 2.6.	Kompozit Malzeme Çeşitleri (a) elyafli kompozitler, (b) Parçacıklı kompozitler, (c) Tabakalı kompozitler, (d) Karma kompozitler.....	17
Şekil 2.7.	Kompozit hafif zırh dizaynı.....	25
Şekil 2.8.	VARTM ve RTM proses yöntemi şematik gösterimi.....	26
Şekil 2.9.	RTM Yöntemiyle Kompozit Panel Üretim Adımları.....	27
Şekil 2.10.	Zırh uygulamasında kullanılan alümina.....	27
Şekil 2.11.	(a) kaskad, (b) katarakt etkili öğütme (c) kritik öğütme sayısı...	35
Şekil 2.12.	Enjeksiyon kalıpta şekillendirme.....	38
Şekil 2.13.	Ekstürizyon sisteminin şematik olarak gösterilmesi.....	39
Şekil 2.14.	Şerit dökümle şekillendirme işlemi. (a), (b), (c) farklı boyutlara tekabül etmektedir.....	40
Şekil 2.15.	Kuru preslemenin şematik gösterimi.....	41
Şekil 2.16.	(a) Makro ve (b) Mikro açıdan izostatik presleme.....	42
Şekil 2.17.	İzostatik presin şeması.....	42
Şekil 2.18.	Sıcak presin şeması.....	45

Şekil 2.19.	Slip döküm ile parça üretilmesi.....	46
Şekil 2.20.	Şekillendirilmiş yaş seramik parçada, kuruma hızı ve büzülme miktarını malzemedeki nem miktarı ile değişimi.....	50
Şekil 2.21.	Pişme esnasında katı-hal reaksiyonu sonucu $MgAl_2O_4$ yeni ürünü oluşumu.....	51
Şekil 2.22.	Pişme esnasında, katı-hal reaksiyon sonucu seramik tozlarının yüzeyinde reaksiyon tabakasının meydana gelmesi.....	52
Şekil 2.23.	Sinterleme esnasında, tozların birbirine kenetlenmesi ve porozite miktarı ile por morfolojisinin değişimi.....	53
Şekil 2.24.	İki boyutta alümina tozlarının (1,3 ve 1,8 $\mu m$ ) densifikasyonu, sinterlemenin başlangıç, aramamül ve sonuç safhaları. Sinterleme 7 °C/dak sabit sıcaklık oranı altında yapılmaktadır...	54
Şekil 2.25.	Sinterleme esnasında, katı-hal malzeme taşınımı sonucu, boyun teşekkülü ile tozların kenetlenmesi.....	57
Şekil 2.26.	Sinterleme hızının sinterleme süresi ile değişimi.....	58
Şekil 2.27.	Buharlaştırma-kondensasyonla sinterlemede ilk aşamalar.....	59
Şekil 2.28.	Sıvı- faz sinterlemesi uygulanabilir ikili sistemler.....	60
Şekil 2.29.	Sıvı faz sinterlemesi.....	60
Şekil 2.30.	Tozlar arasında bulunan sıvı damlası, temas bölgesinde basma kuvvetlerine neden olarak tozları bir arada tutar.....	61
Şekil 3.1.	Seydişehir Alümina Tesislerinde Alümina Üretimi.....	68
Şekil 3.2.	a) $\alpha$ - $Al_2O_3$ 'nın yapısı (beyaz renkli daire oksijen, gri alüminyum), b) $\alpha$ - $Al_2O_3$ 'nin bazal düzlemi (büyük açık daireler oksijen, küçük dolu alüminyum, küçük açık daireler oktahedral boşlukları göstermektedir.).....	75
Şekil 3.3.	Alüminyum hidroksitlerin termal değişimleri.....	76
Şekil 3.4.	Kübik ve hegzogonal SiC yapısı.....	79
Şekil 3.5.	Acheson prosesi fırın planı.....	82
Şekil 4.1:	Deney akım şeması.....	84
Şekil 4.2.	Vickers sertlik ölçümünde kullanılan uç ve izlerin şematik resmi.....	89
Şekil 4.3.	Vickers sertlik ucu ile gevrek bir malzemede çatlak oluşumu.....	90

Şekil 5.1.	Sinterleme sıcaklığına bağlı olarak test numunelerinin makro görüntüleri.....	93
Şekil 5.2.	Farklı bileşimlerdeki numunelerin artan sinterleme sıcaklığına bağlı olarak pişme küçülmesinin değişimi.....	94
Şekil 5.3.	Farklı bileşimlerdeki numunelerin artan sinterleme sıcaklığına bağlı olarak su emme eğrileri.....	95
Şekil 5.4.	Farklı bileşimlerdeki numunelerin artan sinterleme sıcaklığına bağlı olarak gözenek miktarı (%) değişimi.....	96
Şekil 5.5.	Farklı bileşimlerdeki numunelerin artan sinterleme sıcaklığına bağlı olarak bulk yoğunluk ( $\text{gr/cm}^3$ ) değişimi.....	97
Şekil 5.6.	Farklı bileşimlerdeki numunelerin artan sinterleme sıcaklığına bağlı olarak relatif yoğunluk değişimi.....	98
Şekil 5.7.	Farklı bileşimlerdeki numunelerin artan sinterleme sıcaklığına bağlı olarak üç nokta mukavemet ( $\text{N/mm}^2$ ) değişimi.....	99
Şekil 5.8.	Farklı bileşimlerdeki numunelerin artan sinterleme sıcaklığına bağlı olarak sertlik (GPa) değişimi.....	101
Şekil 5.9.	Farklı bileşimlerdeki numunelerin artan sinterleme sıcaklığına bağlı olarak kırılma tokluğu ( $\text{MPa m}^{1/2}$ ) değişimi.....	102
Şekil 5.10.	Deneysel çalışmalarda kullanılan alümina tozunun XRD analizi.....	103
Şekil 5.11.	Deneysel çalışmalarda kullanılan SiC tozunun XRD analizi.....	104
Şekil 5.12.	1500 °C’de sinterlenmiş Alüminanın ( $A_0$ ) XRD analizi.....	104
Şekil 5.13.	1650 °C’de sinterlenmiş alüminanın ( $A_0$ ) XRD analizi.....	105
Şekil 5.14.	1500 °C’de sinterlenmiş %5 SiC ilaveli alüminanın ( $A_5$ ) XRD analizi.....	105
Şekil 5.15.	1650 °C’de sinterlenmiş %5 SiC ilaveli alüminanın ( $A_5$ ) XRD analizi.....	106
Şekil 5.16.	1500 °C’de sinterlenmiş %10 SiC ilaveli alüminanın ( $A_{10}$ ) XRD analizi.....	106
Şekil 5.17.	1650 °C’de sinterlenmiş %10 SiC ilaveli alüminanın ( $A_{10}$ ) XRD analizi.....	107
Şekil 5.18.	1500 °C’de sinterlenmiş %15 SiC ilaveli alüminanın ( $A_{15}$ ) XRD analizi.....	107

Şekil 5.19.	1650 °C'de sinterlenmiş %15 SiC ilaveli alüminanın (A <sub>15</sub> ) XRD analizi.....	108
Şekil 5.20.	Deneysel çalışmalarda kullanılan alümina tozlarının farklı büyütmelerdeki SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analizi...	110
Şekil 5.21.	Deneysel çalışmalarda kullanılan SiC tozlarının farklı büyütmelerdeki SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analizi...	111
Şekil 5.22.	Deneysel çalışmalarda kullanılan %5 SiC - %95 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (A <sub>5</sub> ) karışımının farklı boyutlardaki SEM görüntüleri.....	112
Şekil 5.23.	Deneysel çalışmalarda kullanılan %10 SiC - %90 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (A <sub>10</sub> ) karışımının (a) SEM görüntüsü ve EDS analizi (b) SEM görüntüsü.....	113
Şekil 5.24.	Deneysel çalışmalarda kullanılan %15 SiC - %85 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (A <sub>10</sub> ) karışımının (a) SEM görüntüsü ve EDS analizi (b) SEM görüntüsü.....	114
Şekil 5.25.	1500 °C sıcaklıkta sinterlenen a) %100 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (A <sub>0</sub> ), b) %5 SiC-%95 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (A <sub>5</sub> ), (c) %10 SiC-%90 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (A <sub>10</sub> ), d) %15 SiC-%85 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (A <sub>15</sub> ), numunelerinin SEM mikroyapı görüntüleri...	115
Şekil 5.26.	1550 °C sıcaklıkta sinterlenen a) %100 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (A <sub>0</sub> ), b) %5 SiC-%95 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (A <sub>5</sub> ), (c) %10 SiC-%90 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (A <sub>10</sub> ), d) %15 SiC-%85 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (A <sub>15</sub> ), numunelerinin SEM mikroyapı görüntüleri...	116
Şekil 5.27.	1600 °C sıcaklıkta sinterlenen a) %100 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (A <sub>0</sub> ), b) %5 SiC-%95 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (A <sub>5</sub> ), (c) %10 SiC-%90 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (A <sub>10</sub> ), d) %15 SiC-%85 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (A <sub>15</sub> ), numunelerinin SEM mikroyapı görüntüleri...	117
Şekil 5.28.	1650 °C sıcaklıkta sinterlenen a) %100 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (A <sub>0</sub> ), b) %5 SiC-%95 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (A <sub>5</sub> ), (c) %10 SiC-%90 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (A <sub>10</sub> ), d) %15 SiC-%85 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (A <sub>15</sub> ), numunelerinin SEM mikroyapı görüntüleri...	118
Şekil 5.29.	Farklı sıcaklıklarda sinterlenen alüminanın SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analizleri a) 1500 °C, b) 1550 °C, c) 1600 °C, d) 1650 °C.....	119
Şekil 5.29.	(Devamı) Farklı sıcaklıklarda sinterlenen alüminanın SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analizleri a) 1500 °C, b) 1550 °C, c) 1600 °C, d) 1650 °C.....	120

Şekil 5.30.	1500 °C’de sinterlenen A <sub>5</sub> numunesinin SEM görüntüsü ve bu görüntü üzerindeki iki noktanın EDS analizleri.....	121
Şekil 5.31.	1550 °C’de sinterlenen A <sub>5</sub> numunesinin SEM görüntüsü ve bu görüntü üzerindeki iki noktanın EDS analizleri.....	122
Şekil 5.32.	1600 °C’de sinterlenen A <sub>5</sub> numunesinin SEM görüntüsü ve bu görüntü üzerindeki iki noktanın EDS analizleri.....	123
Şekil 5.33.	1650 °C’de sinterlenen A <sub>5</sub> numunesinin SEM görüntüsü ve bu görüntü üzerindeki iki noktanın EDS analizleri.....	124
Şekil 5.34.	1500 °C’de sinterlenen A <sub>10</sub> numunesinin SEM görüntüsü ve bu görüntü üzerindeki iki noktanın EDS analizleri.....	125
Şekil 5.35.	1550 °C’de sinterlenen A <sub>10</sub> numunesinin SEM görüntüsü ve bu görüntü üzerindeki iki noktanın EDS analizleri.....	126
Şekil 5.36.	1600 °C’de sinterlenen A <sub>10</sub> numunesinin SEM görüntüsü ve bu görüntü üzerindeki iki noktanın EDS analizleri.....	127
Şekil 5.37.	1650 °C’de sinterlenen A <sub>10</sub> numunesinin SEM görüntüsü ve bu görüntü üzerindeki iki noktanın EDS analizleri.....	128
Şekil 5.38.	1500 °C’de sinterlenen A <sub>15</sub> numunesinin SEM görüntüsü ve bu görüntü üzerindeki iki noktanın EDS analizleri.....	129
Şekil 5.39.	1550 °C’de sinterlenen A <sub>15</sub> numunesinin SEM görüntüsü ve bu görüntü üzerindeki iki noktanın EDS analizleri.....	130
Şekil 5.40.	1600’de sinterlenen A <sub>15</sub> numunesinin SEM görüntüsü ve bu görüntü üzerindeki iki noktanın EDS analizleri.....	131
Şekil 5.41.	1650’de sinterlenen A <sub>15</sub> numunesinin SEM görüntüsü ve bu görüntü üzerindeki iki noktanın EDS analizleri.....	132
Şekil 5.42.	Farklı sıcaklıklarda sinterlenen ve 1400 °C sıcaklıkta 1 saat termal dağlanan alümina numunelerin a) 1500 °C, b) 1550 °C, c) 1600 °C, d) 1650 °C SEM mikroyapı görüntüleri.....	134
Şekil 5.43.	Farklı sıcaklıklarda sinterlenen ve 1400 °C sıcaklıkta 1 saat termal dağlanan %5 SiC ilaveli (A <sub>5</sub> ) numunelerin a) 1500 °C, b) 1550 °C, c) 1600 °C, d) 1650 °C SEM mikroyapı görüntüleri.....	135

- Şekil 5.44. Farklı sıcaklıklarda sinterlenen ve 1400 °C sıcaklıkta 1 saat termal dađlanan %10 SiC ilaveli (A<sub>10</sub>) numunelerin a) 1500 °C, b) 1550 °C, c) 1600 °C, d) 1650 °C SEM mikroyapı görüntüleri..... 136
- Şekil 5.45. Farklı sıcaklıklarda sinterlenen ve 1400 °C sıcaklıklarda 1 saat termal dađlanan %15 SiC ilaveli (A<sub>15</sub>) numunelerin a) 1500 °C, b) 1550 °C, c) 1600 °C, d) 1650 °C SEM mikroyapı görüntüleri..... 137

## TABLolar LİSTESİ

Tablo 2.1.	Bazı yüksek teknoloji seramiklerin özellikleri.....	7
Tablo 2.2.	Oksit, karbür, nitrür ve borür esaslı bazı ileri teknoloji seramiklerinin kullanım alanları .....	9
Tablo 2.3.	Pekiştirici liflerin özellikleri.....	19
Tablo 2.4.	Lifli kompozitlerin özellikleri.....	20
Tablo 2.5.	Çeşitli şekillendirme işlemleri için gerekli hazırlıkları göstermektedir.....	37
Tablo 2.6.	Enjeksiyon kalıp da şekillendirmede işleme etki eden faktörler.....	38
Tablo 2.7.	Sinterleme mekanizmaları.....	56
Tablo 3.1.	Seydişehir alüminasının kimyasal analiz sonuçları.....	67
Tablo 3.2.	%85,0-99,7 saflıkta aluminaların fiziksel ve mekanik özellikleri...	70
Tablo 3.3.	Alüminyum mineralleri.....	71
Tablo 3.4.	Oksit ve hidroksitlerin özellikleri.....	74
Tablo 3.5.	Korund ve geçiş alüminaların yapısal özellikleri.....	77
Tablo 3.6.	Endüstride kimyasal içeriğine göre (%) SiC'ün sınıflandırılması...	80
Tablo 4.1.	Hazırlanan bileşimlerin % ağırlık oranları.....	85
Tablo 5.1.	Sinterleme sıcaklıklarına bağlı olarak % pişme küçülmesi değerleri.....	94
Tablo 5.2.	Sinterleme sıcaklıklarına bağlı olarak % su emme değerleri.....	95
Tablo 5.3.	Sinterleme sıcaklıklarına bağlı olarak % gözenek miktarı değerleri.....	96
Tablo 5.4:	Sinterleme sıcaklıklarına bağlı olarak bulk yoğunluk değerleri...	97
Tablo 5.5.	Sinterleme sıcaklıklarına bağlı olarak relatif yoğunluk değerleri.	98
Tablo 5.6.	Sinterleme sıcaklıklarına bağlı olarak üç nokta eğme mukavemeti değerleri.....	99
Tablo 5.7.	Sinterleme sıcaklıklarına bağlı olarak sertlik değerleri.....	100

Tablo 5.8.	Sinterleme sıcaklıklarına baęlı olarak kırılma tokluęu deęerleri..	102
Tablo 5.9.	Farklı sıcaklıklarda sinterlenen numunelerin XRD analizinde belirlenen kristal fazlar.....	109



## ÖZET

Anahtar kelimeler: Alümina, SiC, Seramik Kompozit.

Bu çalışmada, SiC ilaveli alümina seramik kompozit üretimi ve bu seramik kompozitlerin fiziksel ve mekanik özellikleri incelenmiştir.

Deneysel çalışmada alümina ve SiC hammaddeleri kullanılmıştır. Kullanılan alümina tozunun ortalama boyutu 0,4 µm, SiC'ün toz boyutu ise 20 µm'dir.

Alümina içerisine %5-10-15 oranında SiC ilave edilip homojen karışım sağlamak amacı ile değirmende sulu öğütülerek karışımlar hazırlanmıştır. Bu karışımların etüvde suyu uzaklaştırılıp kurutulduktan sonra toz haline getirilmiştir. Toz halindeki karışımlar %5 oranında nemlendirilerek 500 µm boyutunda granül hale getirilip bu granül halindeki karışımlar kuru presde 100 MPa basınç altında şekillendirildi. Şekillendirildikten sonra numuneler kurutulmuş ve nem giderilmiştir. Şekillendirilen numuneler 1500–1550–1600–1650 °C sıcaklıklarda sinterlenmiştir.

Üretilen numunelerin üzerinde pişme küçülmesi, su emme, gözenek miktarı, bulk yoğunluk, relatif yoğunluk, üç nokta eğme mukavemeti, sertlik, kırılma tokluğu deneyleri yapılmış ve değerler tespit edilmiştir. XRD ve SEM ile mikroyapı incelemeleri yapılmıştır.

Yapılan bu fiziksel ve mekanik testler sonucunda üretilen seramik kompozitlerin özellikleri verilmiş ve tartışılmıştır.

# **SiC ADDED ALUMINA CERAMIC COMPOSITES**

## **SUMMARY**

Key Words: Alumina, SiC, Sintering, Ceramic Composites

The aim of this study is to search the effect of SiC addition on physical and mechanical properties, of alumina based ceramic composites.

During experiments powdered, Alcoa Alumina in 0,4  $\mu\text{m}$  (commercial pure) and SiC in 20  $\mu\text{m}$  are used.

Powdered SiC is added to alumina at 5-10-15 wt. % ratios. To have a homogeneous mixture, powder compositions are wet milled and then dried in an incubator. After drying, homogeneous compositions are grounded under 500  $\mu\text{m}$  and by 5 % moisturizing, granulation occurred. Granules are dry pressed under 100 MPa and incubated. Dried bodies are sintered at 1500–1550–1600–1650 °C.

Composite bodies are tested against firing shrinkage, water absorption, porosity, relative density, three point bending strength, hardness, fracture toughness, phase (XRD) and microstructural analysis (SEM).

According to XRD results, it has seen that the addition of SiC to the alumina forms mullit phase which occurs as a result by the reaction of oxygen and SiC. And also seen that SiC addition was not achieved mechanical properties of the ceramic bodies properly.

By the help of physical and mechanical experiment results, the properties of ceramic composites are given and discussed.

## BÖLÜM 1. GİRİŞ VE AMAÇ

İkinci dünya savaşından sonra gelişen teknolojiler, yoğunluğu düşük, fiziksel ve kimyasal ortamlarda dayanıklı, yüksek sıcaklıklarda da kullanılacak malzemelere olan ihtiyacı açığa çıkarmıştır. Bu ihtiyaca bağlı olarak, konvansiyonel metallere daha yüksek sıcaklıklarda kullanılabilen sertlik ve aşınma direnci avantajına sahip seramik malzemeler önce çıkmıştır [1]. İleri teknoloji ürünü seramikler, özellikle 20. yüzyılın sonlarına doğru geliştirilmiştir. Geleneksel seramiklerden hammadde, üretim yöntemleri ve mikro yapısal açılarından farklılıklar gösterirler. Çok ince tozlardan üretilen bu seramikler üstün mekanik özelliklere sahiptirler [2].

Bir veya birden fazla bileşenden meydana gelen ve sinterleme olarak nitelendirilen ısı bir süreçten geçen seramik malzemeler ve bunların karakteristik özellikleri hakkında bilinenler; 1950'li yıllara kadar tuğla, kiremit, sofr seramiği vb. gibi konvansiyonel seramikler ve uygulamaları üzerinde gelişme kaydetmiştir [1]. Alümina seramikleri yaygın olarak 1950'li yıllardan beri bilinmesine rağmen, Alcoa firması 1910'lu yıllarda alüminayı satışa sunmuştur [3,4].

Alümina seramiklerin kullanımı giderek önem kazanmaktadır. Seramik malzemelerin üretiminde geniş kullanım alanına sahip alümina tozları; teknik seramikler ile cam, geleneksel seramikler, buji ve elektronik devre altlıklarının üretiminde ve bioseramiklerde kullanılmaktadır. Teknik seramik grubu içerisinde en çok üretilip, kullanım alanı bulan seramikler "alümina ve alümina esaslı seramiklerdir. Dünyada değişik firmalar üretilen birçok alümina tozu bulunmakta ve bu tozların özellikleri ve birbirinden farklılıklar göstermektedir [5]. Tekstil makinelerinde iplik klavuzu olarak kullanılan alümina seramikler, çelik, cam ve sırlanmış porselen ile aşınma ve erozyon direnci, dayanımı ve boyutsal dengesi, ipliğe verdiği zarar açısından kıyaslandığı zaman daha üstün özelliğe sahiptir [3]. Değişik modifikasyonlarda alüminalar olmasına rağmen, ticari kullanım alanına sahip olan  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'tür. Alümina

seramikleri özelliği içerdikleri alümina miktarının artması ile iyileşir. En arzu edilen kullanım % 90 ve daha çok alümina içeriğidir [6].

İleri teknoloji ürünü seramik malzeme olarak çok kullanılan alümina, uygulamalarda yüzeyden tane kopması şeklinde aşınma davranışı gösterir. Bu durum, farklı önleredeki kristallerin termal genişmelerinde anizotropik özellikler göstermesinden kaynaklanmaktadır. Bu anizotropik özellikler tane sıraları boyunca çatlak oluşumlarına neden olduklarından, kaba taneli yapılarda daha etkilidirler. Büyük taneli yapılarda mikro çatlaklar tane içlerine doğru gelişme göstermektedirler [2].

Ülkemizde alümina tozu üreten tek kuruluş olan Etibank'a bağlı Seydişehir Alüminyum işletmelerinde, çevredeki boksit kaynakları kullanılmakta ve Bayer Prosesi ile üretim yapılmaktadır [5].

Seramikler, içyapılarının ve üretim metotlarının yeteri kadar gelişmemiş olmasından dolayı, 20. yüzyılın ikinci yarısına kadar, her alanda yaygın olarak kullanılamamıştır. Seramik kullanımının yaygınlaşması için; fiziksel ve kimyasal özelliklerinin ve üretim tekniklerinin geliştirilmesi gerekiyordu [1].

Günümüze kadar büyük bir gelişme kaydeden oksit ( $Al_2O_3$ ,  $Y_2O_3$ ,  $ZrO_2$ ,  $MgO$ ,  $SiO_2$ ) ve non-oksit ( $SiC$ ,  $B_4C$ ,  $Si_3N_4$ ) seramik malzeme bilimi; son elli yılda sanayinin birçok alanında uygulama bulmuştur. Oksit ve non-oksit malzemelerden ve bunların karışımından meydana gelen ve ileri teknoloji seramikleri olarak isimlendirilen üstün performansa sahip bu malzemeler, özelliklerini yüksek sıcaklıklarda da muhafaza etmeleri nedeni ile mühendisler tarafından tüm kullanım alanlarında tercih edilmeye başlanmıştır [1].

Sayılan malzeme arasında silisyum karbür seramikleri ve kompozitleri; yüksek sertlik ve aşınma direnci, düşük sürtünme katsayısı, yüksek ısıl şok mukavemeti, uygun ısıl genişleme ve ısıl iletkenlik katsayısı gibi üstün özellikleri nedeni ile araştırmaları ilgi odağı haline gelmiştir [1].

Son yıllarda malzemelerin kullanımı artırmak amaçlı ile ilgili çalışmalar hızlı bir şekilde artış göstermektedir. Malzemenin kullanım alanını artırma yollarından bir tanesi de kompozit malzeme üretimidir. Seramik kompozitler genellikle savunma sanayinde kullanılmaktadır.

Alümina yüksek sertliği, elastik modülü ve aşınma direnci, yüksek korozyon direnci, inertliği, biyolojik olarak doku dostu ve ucuz ve kolay elde edilebilir olması gibi birçok nedenden dolayı, en çok kullanılan mühendislik seramik malzemelerinden biridir. Ancak, alümina orta derecede bir kırılma tokluğuna sahiptir ve iyonik karakteri nedeniyle, saf halde çok hızlı anormal tane büyümesine eğilimlidir. Buna ek olarak, alüminanın eğme mukavemeti düşüktür ve yavaş çatlak ilerlemesine duyarlıdır. Alüminanın bu dezavantajları; nano boyutta tozunun kullanılması, alümina içerisinde çözünürlüğü düşük olan nadir toprak element oksitlerinin ilavesi veya ikinci bir faz takviyesi ile kompozit yapılarak azaltılabilmektedir [7]. Bu amaçla alüminaya  $ZrO_2$ ,  $SiC$ ,  $TiC$ ,  $Y_2O_3$  ilavesi yapılarak mekanik özellikleri arttırılmaktadır [8]. Ayrıca alüminaya sinterlenebilirliği arttırmak, düşük sıcaklıklarda sıvı faz oluşumunu sağlamak ve tane büyümesini, engelleyerek mekanik özellikleri iyileştirmek amacıyla  $MgO$ ,  $Fe_2O_3$ ,  $CaO$ ,  $Li_2O$ ,  $Cr_2O_3$ ,  $SiO_2$ ,  $TiO_2$  ilavesi de yapılmaktadır [8,9,10].

Bu çalışmada mikron boyutlarında (ortalama 20  $\mu m$ )  $SiC$  tozlar kullanılmış ve ortalama 0,4  $\mu m$  boyutlarındaki alüminaya %5-10-15 oranlarında katılarak alümina esaslı seramik kompozit üretmek üzere karışımlar hazırlanmıştır. Böylece alüminanın tane büyümesinin engellenmesi ve özelliklerinin iyileştirilmesi amaçlanmıştır. Hazırlanan karışımlar, kuru presleme tekniği ile şekillendirildikten sonra 1500–1550–1600–1650 °C sıcaklarında 2 saat sinterleme işlemine tabi tutulmuştur. Sinterlenen numuneler üzerinde çeşitli karakterizasyonlar yapılarak,  $SiC$  ilavesinin ve sinterleme sıcaklığının alümina esaslı seramik kompozitlerin özelliklerine etkileri incelenmiştir.

## **BÖLÜM 2. SERAMİK VE KOMPOZİT MALZEMELER**

### **2.1. Seramik Malzemeler**

Seramik kelimesi, Yunanca, pişirilmiş eşya anlamına gelen ‘‘Keramos’’ kelimesinden gelmektedir [11]. Genel olarak tanımlandığında, seramik kapsamına metalik ve organik esaslı olmayan tüm malzemeleri almak mümkündür [12]. Günümüzde en çok gelişen teknolojiye ayak uydurmaya mecbur olan malzeme üretip kullanan sanayilerin geliştirdiği yeni alanlardan en önemlisi ‘‘Teknik Seramikler’’ oluşturmaktadır. Günümüzde ileri teknoloji malzemeleri, gelişmiş teknolojilerin vazgeçilmez üyeleridir [13]. Eski çağlardan bu güne gelen seramik üretimi bugün bir endüstri olarak karşımıza çıkmaktadır. Seramik üretiminin en önemli özelliği diğer birçok endüstrinin temel taşlarından biri olmasıdır. Örneğin; refrakterler, metalurji endüstrisi, aşındırıcılar, makine-takım ve otomobil endüstrisi, süper iletken seramikler, uzay araçları seramikleri, cam, inşaat elektronik, uranyum oksit yakıtlar, biomalzemeler, nükleer güç santrallerinin en önemli bileşenlerinden birisidir [11,13,14].

Seramik malzemeler farklı bileşimde kristal ve cam yapılı fazları içermekte ve genellikle porozite ihtiva etmektedir. Bu farklı yapı bileşenlerinin miktarı ve dağılımları seramik malzemelerin özelliklerini önemli ölçüde etkilemektedir. Örneğin; yapıda mevcut fazların yerleşim düzenini değiştirmek yalıtkan olan bir seramik malzemeyi iletken hale getirmekte veya bunun tersi olabilmektedir. Bu nedenle seramik malzemelerin geliştirilmesi konusunda ana fikir mikro yapı üzerine yoğunlaşmıştır [11].

Seramik malzemelere ilginin artmasının başlıca nedenleri aşağıda belirtilmiştir.

- Yüksek sıcaklıklara dayanıklılık,

- Kimyasal kararlılığın yüksek olması,
- Çok sert olmaları,
- Metallerden hafif olmaları ( % 40 mertebesine varan ),
- Hammadde olarak bol miktarda bulunması ve genellikle metallere kıyasla ucuz olmasıdır,
- Pahalı ve stratejik metalleri ihtiyaç göstermemesi,
- Erozyon ve aşınmaya karşı dayanıklı olmaları,
- Oksitlenmeye karşı dirençlerinin yüksek olması,
- Sürtünme katsayısının düşük olması,
- Basma kuvvetinin yüksek olması,

Bütün bu üstün özellikleri mukabil, seramik malzemelerin en önemli istenmeyen özelliği gevrek karakterde olmalarıdır [11,13]

Seramik üretiminin geçmişi eski çağlara dayanmasına rağmen, seramik endüstrisindeki gelişmeler tarih boyunca devam etmiştir. Geleneksel seramikleri üretiminde gerek miktar ve gerekse satış açısından önemli bir hacim tutmakla beraber son çeyrek asırda yeni seramikler geliştirilmiştir ki bu seramiklerin önemi, bir takım süper özelliklere sahip olmalarındandır. İşte bu seramikler, günümüzde “İnce seramikler” veya “ileri teknoloji seramikleri” olarak tanınmaktadır [11].

İnce toz halinde hazırlanan bu başlangıç malzemesinin şekillendirilmesi için uygun katkılarla plastik hale getirilmesi aşaması gelir. Bu aşamada geleneksel killer için su kullanılırken, modern uygulamalarda yoğunlaştırma aşamasında uçucu polimer bağlayıcı katkı olarak kullanılabilir. Daha sonra uygulamada istenen son şekle göre şekillendirme aşaması için alçı kalıp (sıvı karışımın gözenekli kalplara dökülmesi ve sıvı katkının kalıptan emilerek atılması), enjeksiyon kalıplama (istenen forma göre kalıp içine malzemenin basınç altında sıkıştırılması), kuru presleme, soğuk izostatik presleme (CIP), sıcak izostatik presleme (HIP) gibi tekniklerle malzeme en son formunda ortaya çıkartılır bu aşamadan sonra malzemenin plastikliği için katılan maddelerin bünyeden tamamen atılarak, yoğunlaştırılması için pişirilmesi veya sinterlenmesi süreci başlatılır [11].

Ergime sıcaklığı altında malzemelerin pişirilmesi teknik terim olarak ‘‘ Sinterleme’’ olarak bilinir ve malzemenin yoğunlaşması, toz parçacıklarının birleşmesi, gözeneklerin kapanması ve malzemenin büzülerek çekmesi bu süreç sırasında oluşur. Bu aşama sonucu elde edilen malzeme küçük düzeltme, parlatma ve diğer mekanik işlemlerden sonra doğrudan uygulamaya hazır hale gelir [11].

### 2.1.1. İleri teknoloji seramikleri

Yüzyılın en çarpıcı gelişmeleri sonucu ortaya çıkan ileri teknoloji ve buna bağlı olarak yepyeni uygulama alanları arasında ‘‘İleri Teknoloji Seramiklerinin’’ ayrı bir yeri vardır. Bilgisayar teknolojisinin süratli gelişiminde entegre devre paket elektronik altlıklarda kullanılan üstün ısı özellikler sahip seramik malzemelerin büyük rolü olmuştur [11].



Şekil 2.1. Çeşitli endüstriyel uygulamalarda kullanılan ileri teknoloji ürünleri [15]

Genelde yapısal amaçlı yüksek teknolojik seramikleri olarak oksit seramikler grubunda alüminyum oksit, zirkonyum oksit dikkat çekerken oksit olmayan



seramikler grubunda silisyum nitrür, silisyum karbür, bor karbür, bor nitrür, titanyum diborür gibi üstün özellikli malzemeler bulunmaktadır. Bu malzemeler hafifliklerinin ve yüksek sertliklerinin yanı sıra üstün ısı ve korozyon dayanımları, üstün yüzey özellikleri, bazı elektriksel özellikleriyle değişik endüstriyel alanlarda kullanılmaktadır. Tablo 2.1’de bazı yapısal amaçlı yüksek teknolojik seramik malzemelerin özellikleri belirtilmektedir [15].

Tablo 2.1. Bazı yüksek teknoloji seramiklerin özellikleri [15]

Malzeme	Ergime Sıc. (°C)	Yoğunluk (g/cc)	Mukavemet (MPa)	Elastik Modül (GPa)	Sertlik (Kg/mm <sup>2</sup> )	Tokluk (K <sub>IC</sub> )
<b>Pencere Camı</b>	500	2,2	48	7,2	650	0,5
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	2050	3,96	250-300	36-40	1000-1600	4,5
<b>ZrO<sub>2</sub></b>	2700	5,6	113-130	17-25	1200	6-9
<b>SiC</b>	3000	3,2	310	40-44	2800	3,4
<b>Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub></b>	1900	3,24	410	30,7	1300	5,0
<b>WC</b>	2700	15,7	350-550	54-70	2000	5-8



Şekil 2.2. TÜBİTAK marmara araştırma merkezi laboratuvarlarında üretilen çeşitli ileri teknoloji seramik ürünler [15]



Şekil 2.3. TÜBİTAK marmara araştırma merkezi'nde enjeksiyon kalıplama yöntemi ile elde edilen seramik malzemeler [15]

İleri teknoloji seramikleri geleneksel seramiklerden başlıca hammadde, üretim yöntemleri ve mikro yapı açısından bariz farklılıklar göstermektedir. Geleneksel seramikler, doğal hammaddelerden üretilirken, ileri teknoloji seramiklerin hammaddesi sentezleme yöntemiyle yapay olarak hazırlanmaktadır. Bunun nedeni, yapay hammaddelerin istenmeyen maddelerden arındırılmış olarak çok saf halde ve istenilen fiziksel özelliklerde üretilebilmeleridir. Yapay hammaddelerin üretiminde çoğu kez ileri teknoloji yöntemleri kullanılmaktadır. İnce seramikleri geleneksel seramiklerden ayıran en önemli diğer bir özellikte ileri teknoloji seramiklerinin pudra halinde çok ince tozlardan üretilmeleridir. Öyle ki; günümüzde üretilen ileri teknoloji seramiklerde  $1\mu\text{m}$ 'nin altında tozlar kullanılmakta ve böylece tamamen yoğun seramikler üretilmektedir. Dolayısıyla, ileri teknoloji seramiklerinin mekanik özellikleri geleneksel seramiklerden çok üstündür [11,13].

Tablo 2.2. Oksit, karbür, nitrür ve borür esaslı bazı ileri teknoloji seramiklerinin kullanım alanları [11]

Tipi	Atomsal Bağ	Örnekler	Özellikler
Oksitler	İyonik	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> MgO LiAl <sub>2</sub> SiO <sub>6</sub> ZrO <sub>2</sub> (PSZ)	Sert aşındırıcı Sürtünme özellikleri iyi Çok sert
Karbürler	Az İyonik Yeralan Bileşikler	ZrC NbC VC TiC	Elastik modül yüksek
	Kovalan	WC SiC B <sub>4</sub> C	Yüksek sıcaklıkta kararlı kullanılır. Kesici takımlarda aşındırıcılarda kalıplarda. Sürünme kötü
Nitrürler	Kovalan	BN TiN AlN Sialon Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Düşük yoğunluk Yüksek sıcaklıkta kararlı Çok sert Sürünme direnci iyi Kesici takımlarda, gaz Türbinlerde, nozul ve potalarda kullanılır.
Borürler	Kovalan	ZrB <sub>2</sub> LaB <sub>6</sub>	Çok iyi iletken Sürünme özellikleri iyi Elektron mikroskopunda Filamen olarak kullanılır

İleri Teknoloji Seramikleri kabaca;

- Mühendislik Seramikleri,
- Yapısal Seramikler,

Olmak üzere iki grupta toplamak mümkündür

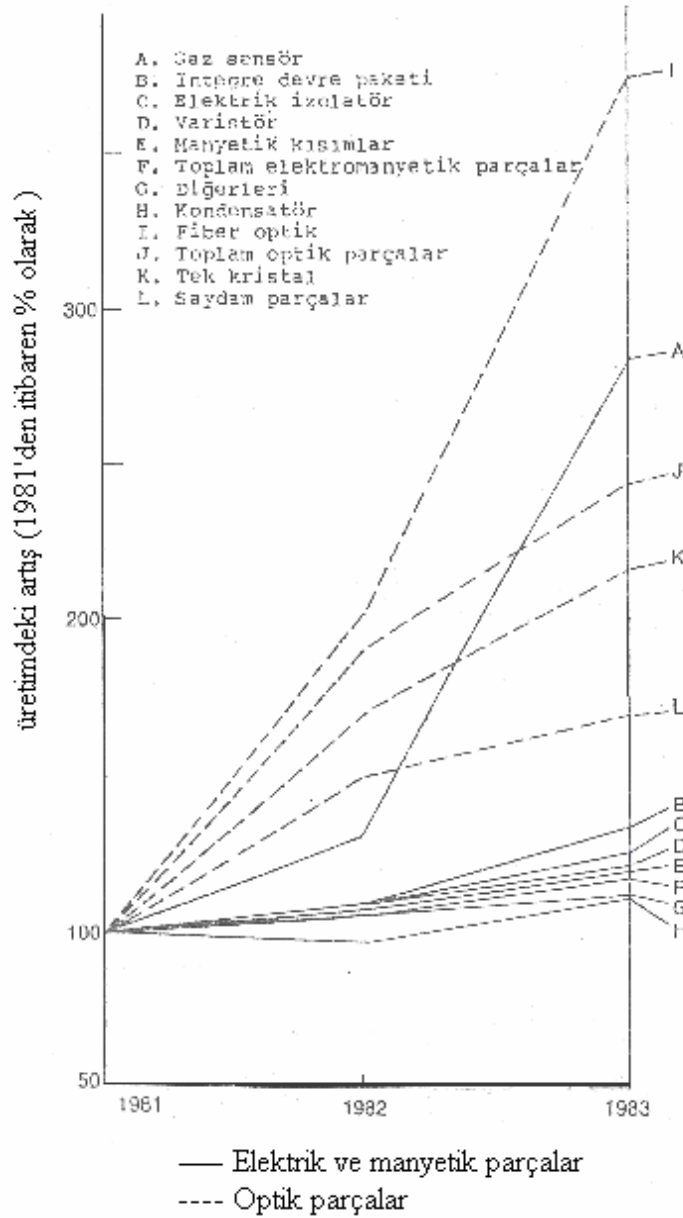
-Mühendislik seramikleri

Mühendislik seramikler terimi, elektronik, elektromekanik, optik, opto-elektronik veya manyetik fonksiyonları olan seramikleri içermektedir. Teknik seramiklerin %60'dan fazlası elektronik manyetik parçalarda %25-26, makine parçası olarak, %6-7'si biokimyasal amaçlı üretilmektedir. Son yıllarda termal ve optik parçalar üretiminde gelişmeler olmuştur [11,13].

Mühendislik seramikler, tasarım ve proses yönünden cazip malzemelerdir. Seramiklerdeki temel araştırmaların önemli bir bölümü bu alandadır [11].

$Zn_{1-x} Mn_x Fe_2O_4$  (yumuşak),  $\alpha-Fe_2O_3$  (yumuşak) ve  $SrO.6 Fe_2O_3$  (sert) seramikler üzerine çok sayıda araştırma yapılmıştır. Saydam ve opak seramiklerde önemli ürünlerdir. Saydam alümina, halen sodyum lambalarında kullanılmaktadır. Diğer taraftan saydam Sialon, yüksek sıcaklık pencereleri için en cazip malzemedir. Bu sayede malzemelerin yüksek sıcaklıktaki durumları ve yüksek sıcaklık proseslerini doğrudan izlemek mümkündür. Bunlara ilave olarak, çeşitli termistörler, varistörler gaz sensörleri, elektrik resistans ısıtıcıları ve CdS-Cu<sub>2</sub>S çifti gibi lineer olmayan yarı iletkenler japonya'da geliştirilmiş bulunmaktadır. 1981-1983 arası üretilen fonksiyonel seramiklerdeki artış şekil 2.4'de görülmektedir [11].

ZnO varistörler, lineer olmayan akım voltaj (E-J) karakteristikleri ile çok bileşenli seramik malzemeler olup, görevleri yüksek gerilim hatlarında ve elektronik devrelerde ani voltaj yükselmelerine karşı koruma sağlamaktadır. Bu amaçla devrelerde aşırı voltaj koruyucusu olarak kullanılırlar. Pratikte aşırı voltajdan korumak için dizayn edilen cihazlar; düşük maliyet ve yüksek güvenilirliğe sahiptirler [22].



Şekil 2.4. 1981–1983 yıllarında fonksiyonel seramik üretimindeki durum [11]

#### -Yapısal seramikler

Yüksek sıcaklığa dayanıklı strüktürel seramiklerin çeşitli ısı motorlarında ve enerji santrallerinde kullanılması önemli ölçüde enerji tasarrufu sağlamaktadır. İnce seramikler ayrıca kesici takım olarak kullanıldığından hızlı bir üretim yapma imkanı doğmakta ve sorunsuz bir üretim gerçekleştirilmektedir [11].

Seramik malzemelerin kırılma dayanımı ve aşınma direnci gibi mikro yapısal değişkenlerden etkilenen özellikleri ile sertlik, yoğunluk, ısıl dayanım, yüksek elastik modül gibi kristal yapı ve atomlar arası bağlanmadan etkilenen özelliklerin önem kazandığı uygulamalarda kullanılan seramiklere ‘‘Yapısal amaçlı ileri teknoloji seramikleri’’ denilmektedir. Bu grupta özellikle  $Al_2O_3$ ,  $ZrO_2$ ,  $Si_3N_4$ , SiC,  $B_4C$ , cBN, TiC,  $TiB_2$ , TiN, AlN gibi tek tek veya çiftli, üçlü veya daha fazla elemanların kombinasyonu ile oluşan kompozitler göze çarpmaktadır [16].

Tekstil makinalarında kullanılan aşınmaya dayanıklı sentetik iplik kılavuzları, yüksek hızlı torna tezgahlarında kullanılan kesici seramik takımları, otomobillerde hızlı yükleme sağlayan turbo yükleyici, madencilik, çimento sektörü, hafif balistik yelek ve zırhlı araç koruyucu kaplamalarda, aç-kapa mekanizmalı musluk, yapısal amaçlı ileri teknoloji seramikleri grubuna giren örneklerden bazılarını oluşturmaktadır. Yapısal ileri teknoloji seramiklerini en önemli çağdaş kullanılmalarına bir örnek olarak içten yanmalı motorlarda uygulamaları verebiliriz. Zirkonya otomobillerdeki egzoz gaz temizleme sistemlerinde kullanılan katalitik oksijen sensöründe ve ayrıca demir-çelik endüstrisinde kullanılan oksijen sensöründe, yumuşak metallerin soğuk çekme kalıplarında, manyetik kayıt banlarının kesilebilmesi için manyetik olmayan kesici olarak kullanılmaktadır [11,16].

Karbon-karbon kompozitler aynı zamanda nükleer ve füzyon reaktörlerinde, biomalzeme olarak, uzay teknolojisinde, uçak fren sistemleri gibi pek çok alanda kullanılmaktadır. Bu kompoziti geliştirmek için karbonlaştırma, grafitleştirme ve kimyasal buhar çökmesi (CVD) yöntemi ile mikro yapının geliştirilmesi üzerine çalışmalar yapılmaktadır [11].

## 2.2. Kompozit Malzemeler

İki veya daha fazla sayıdaki aynı veya farklı gruptaki malzemelerin, en iyi özelliklerini bir araya toplamak ya da ortaya yeni bir özellik çıkarmak amacıyla, bu malzemelerin makro seviyede birleştirilmesiyle oluşan malzemelere ‘‘Kompozit Malzeme’’ denir. Başka bir deyişle birbirlerinin zayıf yönünü düzelterek üstün özellikler elde etmek amacı ile bir araya getirilmiş değişik tür malzemelerden veya

fazlardan oluşan malzemeler olarak da adlandırılabilir [17]. Cam elyafı poliyester levhalar, çelik donatılı beton elemanlar, otomobil lastikleri ve seramik metal karışımı olan sermentler bunlara örnektir [18]. İleri plastik-polimer grubu matriks malzemelerin çoğunlukla elyaf formunda sert, dayanımlı malzemelerle takviye edilmeleri veya pekiştirmeleri ile kompozit malzemeler oluşur. En tipik örnek, artık günümüzde gelenekselleşmeye başlayan ve "fiberglas" olarak bilinen poliyester esaslı reçinelerin cam elyaf ile takviyesiyle üretilen malzemelerdir. Ancak bugün ileri kompozitler grubunda daha üstün fiziksel, kimyasal ve mekanik özelliklere sahip elyaflar kullanılmaktadır. Bu malzemeler yüksek dayanım (çekme ve basma dayanımı), yüksek elastik modül ve yüksek tokluğa sahiptirler [19]. Kompozitler, darbe enerjisini değişik hasar mekanizmaları üzerinden hızlı bir biçimde absorplama karakteristiklerinden dolayı da belli oranda yüksek balistik dayanıma sahip olabilmektedir [20].

Bir malzemenin kompozit sayılabilmesi için aşağıdaki şartları sağlamalıdır [21].

1. İnsan tarafından üretilmelidir.
2. Farklı bileşenlerle beraber kimyasal olarak birbirinden farklı en azından iki malzeme kombinasyonundan oluşmalıdır.
3. Kompozit malzemeyi oluşturan ayrı malzemeler üçboyutlu olarak birleşmelidirler.
4. Kompozit, kendisini meydana getiren bileşenlerin tek başlarına sahip olamayacakları özellikleri göstermelidir.

Kompozitler çok fazlı malzeme sayılırlar. Yapılarında sürekli bir ana faz ile onun içinde dağılmış pekiştirici bir donatı fazı bulunur. Bu faz iki tür bileşimle sağlanabilir:

- Mikroskobik
- Makroskobik

-Mikroskobik bileşim: Örneğin perlit çeliği, ferrit ve sementitin mikroskobik düzeyde homojen karışımlarından oluşur. Tek başına ferrit yumuşak ve düşük mukavemetli olup sert ve gevrek sementit ile birlikte yanyana ince tabakalar halinde

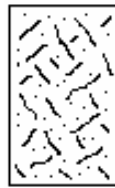
dizilmek suretiyle yüksek mukavemetli ve yüksek tokluğa sahip perlit çeliğini oluştururlar [18].

-Makroskobik bileşim: Boyutları 0,1 mm' nin üzerinde gözle görülebilirler. Sonradan bir araya getirilerek üstün özelliklerdeki kütleleri oluştururlar [18].

Kompozit malzemeler donatılı veya pekiştirilmiş türüne göre üç gruba ayrılır. Şekil 2.5' de Kompozit malzemeleri donatılı veya pekiştirilmiş türleri görülmektedir.



(a)Taneli kompozitler



(b) Lifli kompozitler



(c)Tabakalı kompozitler

Şekil 2.5. Kompozit malzemeleri donatılı veya pekiştirilmiş türleri, (a)Taneli kompozitler (b) Lifli kompozitler (c)Tabakalı kompozitler [18]

Lifli ve tabakalı kompozitlerin sağladığı özelliklerdeki artış, taneli kompozitlere göre daha yüksektir. Taneli kompozitler için en önemli örnek betondur. Sert tanelilerin sünek bir malzemeyle birleştirilip aglomera haline getirilen kompozitlere diğer bir örnek de asfalt betonudur [18].

Asfalt viskoz ve düşük mukavemetlidir. Taş ise sert ve gevrek, kütle halinde fazla şekil değiştirmeden çatlayarak kolayca kırılabilirler. Farklı boyutlardaki kırma taş ile asfaltın birleşerek hem sünek hem de yeter mukavemetli olan yol kaplaması malzemesini oluştururlar [18].

Tungsten karbür (WC) taneciklerinin CO metali ile yüksek sıcaklıkta basınç altında sinterlenmesi sonucu elde edilen kompozit çok sert olup yüksek hızlı kesme takımı üretimine elverişlidir. Uygulamada bunlara SERMET denir. Uygulamada en önemli kompozitler lifli olanlardır. Liflerin çapları yaklaşık 0,1mm civarında olup tek başına kullanılmazlar. Kalınlıkları arttığında kusur oluşma olasılığı nedeniyle



mukavemetleri çok azalır. Bu lifler uygun bir malzemeyle istenen boyutta taşıyıcı kütlelere dönüştürürler. Bu bağlayıcı malzeme polyester ve epoksidir. Uygulamada donatı malzemesi olarak kullanılan liflerin çoğu kuvvetli kovalent bağa sahiptir. Aynı amaçla kullanılan metal liflerin mukavemeti de soğuk çekme ile artırılmaktadır. Lifler yönlenmiş veya rasgele dağılmış olabilir. Yönlenmiş lifler doğrultusunda mukavemet doğal olarak yanal doğrultudan çok daha büyük olur. Pekiştirici liflerin miktarı artıktıkça kompozitin mukavemeti de yükselir. Yönlenmiş liflerde bu oran hacmen %80, rasgele yönlenmişlerde ise %40-50 arasında kalır [18].

Cam lifli polyesterlerin mukavemeti ve elastisite modülü düşüktür. Ancak diğerlerine göre daha ucuz ve kolay uygulandığından deniz tekneleri, oto, spor malzemeleri ve yapı elemanları üretiminde çok yaygın olarak kullanılır [18].

Kompozit malzemelerin üç ana elemanı bulunmaktadır. Bunlar:

1. Matris Malzemeleri: Kompozit yapılarda matrisin üç temel fonksiyonu vardır. Bunlar, elyafları bir arada tutmak, yükü elyaflara dağıtmak ve elyafları çevresel etkilerden korumaktır. İdeal bir matris malzemesi başlangıçta düşük viskoziteli bir yapıda iken daha sonra elyafları sağlam ve uygun bir şekilde çevreleyebilecek katı forma kolaylıkla geçebilmelidir [17,18].

Kompozit yapılarda yükü taşıyan elyafların fonksiyonlarını yerine getirmeleri açısından matrisin mekanik özelliklerinin rolü çok büyüktür. Örneğin matris malzemesi olmaksızın bir elyaf demeti düşünüldüğünde yük bir yada birkaç elyaf tarafından taşınacaktır. Matrisin varlığı ise yükün tüm elyaflara eşit olarak dağılımını sağlayacaktır. Kesme yükü altındaki bir gerilmeye dayanım, elyaflarla matris arasında iyi bir yapışma ve matrisin yüksek kesme mukavemeti özelliklerini gerektirir. Elyaf yönlenmelerine dik doğrultuda, matrisin mekanik özellikleri ve elyaf ile matris arasındaki bağ kuvvetleri, kompozit yapının mukavemetini belirleyici önemli hususlardır. Matris elyafa göre daha zayıf ve daha esnektir. Bu özellik kompozit yapıların tasarımında dikkat edilmesi gereken bir husustur [18].

Matris malzemesi, termoset veya termoplastik polimer malzeme olarak sürekli fazı oluşturur. Termosetler grubunda ağırlıklı olarak polyesterler kullanılır. Bunun yanı sıra vinil ester/bisfenol, epoksi reçine ve fenolik reçinelerin kullanımı da giderek yaygınlaşmaktadır. Termoplastik grubunda yaygın olarak poliamid ve polipropilen kullanımını görmekteyiz (bu oran yaklaşık % 68.3), bunların yanı sıra hibrid formda polietilen ve polibutilen tereftalat, polietereterketon ve polietersulfon kullanımı da dikkat çekmektedir [17].

Matrisin kesme mukavemeti ve matris ile elyaf arası bağ kuvvetleri çok yüksek ise elyaf yada matriste oluşacak bir çatlağın yön değiştirmeksizin ilerlemesi mümkündür. Bu durumda kompozit gevrek bir malzeme gibi davrandığından kopma yüzeyi temiz ve parlak bir yapı gösterir. Eğer bağ mukavemeti çok düşükse elyaflar boşluktaki bir elyaf demeti gibi davranır ve kompozit zayıflar. Orta seviyede bir bağ mukavemetinde ise elyaf veya matristen başlayan enlemesine doğrultuda bir çatlak elyaf/matris ara yüzeyine dönüp elyaf doğrultusunda ilerleyebilir. Bu durumda kompozit sünek malzemelerin kopması gibi lifli bir yüzey sergiler [18].

2. Takviye Elemanı: Matris malzeme içinde yer alan takviye elemanı kompozit yapının temel mukavemet elemanlarıdır. Düşük yoğunluklarının yanı sıra yüksek elastite modülüne ve sertliğe sahip olan elyaflar kimyasal korozyona da dirençlidir. Günümüzde kompozit yapılarda kullanılan en önemli takviye malzemeleri sürekli elyaflardır. Bu elyaflar özellikle modern kompozitlerin oluşturulmasında önemli bir yer tutarlar. Aramid, karbon, grafit, boron, silisyum karbür (SiC), alümina, cam ve polietilen malzemelerin kısa veya uzun sürekli elyaf formunda kullanıldığı ve matrisi yaklaşık % 60 hacim oranında pekiştirici işlevi olan malzemelerdir [17,19].

3. Katkılar Maddeleri: Dolgular, kimyasallar ve diğer katkıları matrise niteliklerine göre özelliklerin geliştirilmesi amacıyla ilave edilirler [17,19].

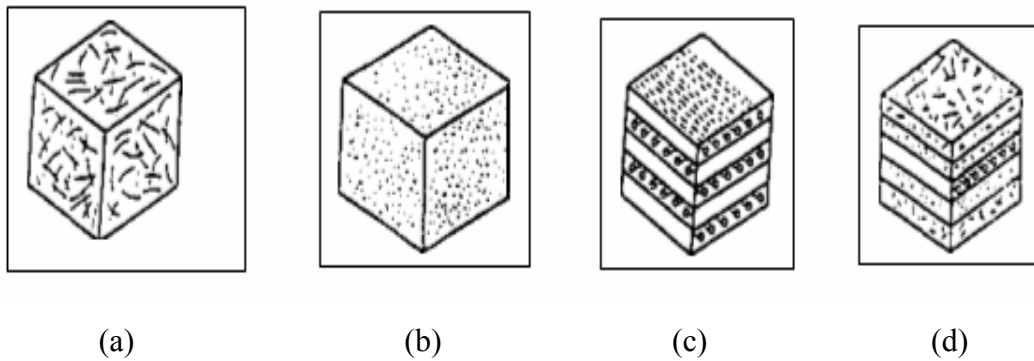
### **2.2.1. Kompozit malzemelerin sınıflandırılması**

Yapılarında çok sayıda farklı malzeme kullanılabilen kompozitlerin gruplandırılmasında kesin sınırlar çizmek mümkün olmamakla birlikte, yapıdaki

malzemelerin formuna göre bir sınıflama yapmak mümkündür. Bu sınıflama şekli aşağıda verilmektedir [17]. Kompozit malzemelerin sınıflandırılması aşağıda sıralandığı gibi dört çeşittir [17,18,23].

- a. Elyafli kompozitler
- b. Parçacıklı kompozitler
- c. Tabakalı kompozitler
- d. Karma kompozitler

Şekil 2.6’da kompozit malzeme çeşitleri görülmektedir.



Şekil 2.6. Kompozit Malzeme Çeşitleri (a) elyafli kompozitler, (b) Parçacıklı kompozitler, (c) Tabakalı kompozitler, (d) Karma kompozitler [18]

a.Elyafli kompozitler: Bu kompozit tipi ince elyafların matris yapıda yer almasıyla meydana gelmiştir. Elyafların matris içindeki yerleşimi kompozit yapının mukavemetini etkileyen önemli bir unsurdur. Uzun elyafların matris içinde birbirlerine paralel şekilde yerleştirilmeleri ile elyaflar doğrultusunda yüksek mukavemet sağlanırken, elyaflara dik doğrultuda oldukça düşük mukavemet elde edilir, iki boyutlu yerleştirilmiş elyaf takviyelerle her iki yönde de eşit mukavemet sağlanırken, matris yapısında homojen dağılmış kısa elyaflarla ise izotrop bir yapı oluşturmak mümkündür. Elyafların mukavemeti kompozit yapının mukavemeti açısından çok önemlidir. Ayrıca, elyafların uzunluk/çap oranı arttıkça matris tarafından elyaflara iletilen yük miktarı artmaktadır. Elyaf yapının hatasız olması da mukavemet açısından çok önemlidir [18,24].

Elyafın mukavemeti kompozit yapının mukavemeti açısından çok önemlidir. Ayrıca, elyafın uzunluk/çap oranları arttıkça matris tarafından elyafıya iletilen yük miktarı artmaktadır. Elyaf yapının hatasız olması da mukavemet açısından çok önemlidir [24]. Kompozit yapının mukavemetinde önemli olan diğeri bir unsur ise elyaf matris arasındaki bağın yapısıdır. Matris yapıda boşluklar söz konusu ise elyafı ile temas azalacaktır. Nem absorpsiyonu da elyaf ile matris arasındaki bağa bozan olumsuz bir özelliktir [18].

b.Parçacıklı kompozitler: Bir matris malzeme içinde başka bir malzemenin parçacıkları halinde bulunması ile elde edilirler. İzotrop yapılardır. Yapının mukavemeti parçacıkların sertliğine bağlıdır. En yaygın tip plastik matris içinde yer alan metal parçacıklardır. Metal parçacıklar ısı ve elektriksel iletkenlik sağlar. Metal matris içinde seramik parçacıklar içeren yapıların, sertlikleri ve yüksek sıcaklık dayanımları yüksektir. Uçak motor parçalarının üretiminde tercih edilmektedirler [18].

c.Tabakalı kompozitler: Tabakalı kompozit yapı, en eski ve en yaygın kullanım alanına sahip olan tiptir. Farklı elyaf yönelmelerine sahip tabakaların bileşimi ile çok yüksek mukavemet değerleri elde edilir. Isıya ve neme dayanıklı yapılardır. Metallerle göre hafif ve aynı zamanda mukavemetli olmaları nedeniyle tercih edilen malzemelerdir. Sürekli elyaf tavilyeli tabakalı kompozitler uçak yapılarında, kanat ve kuyruk grubunda yüzey kaplama malzemesi olarak çok yaygın bir kullanıma sahiptirler [18].

Ayrıca, uçak yapılarında yaygın bir kullanım alanı olan sandviç yapılar da tabakalı kompozit malzeme örneğidirler. Sandviç yapılar, yük taşıyarak sadece izolasyon özelliğine sahip olan düşük yoğunluklu bir çekirdek malzemenin alt ve üst yüzeylerine mukavemetli levhaların yapıştırılması ile elde edilirler [18].

a.Karma (Hibrid) kompozitler: Aynı kompozit yapıda iki yada daha fazla elyaf çeşidinin bulunması olasıdır. Bu tip kompozitlere hibrid kompozitler denir. Bu alan yeni tip kompozitlerin geliştirilmesine uygun bir alandır [18]. Örneğin, kevlar ucuz ve tok bir elyafdır ancak basma mukavemeti düşüktür. Grafit ise düşük tokluğa

sahip, pahalı ancak iyi basma mukavemeti olan bir elyafdır. Bu iki elyafın kompozit yapısında hibrid kompozitin tokluğu grafit kompozitden iyi, maliyeti düşük ve basma mukavemetinde kevlar elyafı kompozitinden daha yüksek olmaktadır [18].

### 2.2.2. Kompozit malzeme türleri

Kompozit malzeme türleri şunlardır;

1. Polimer Kompozitler
2. Metal Kompozitler
3. Seramik Kompozitler

#### 2.2.2.1. Polimer kompozitler

Liflerle pekiştirilmiş polimer kompozitler endüstride çok geniş kullanma alanına sahiptir. Pekiştirici olarak cam, karbon kevlar ve boron lifleri kullanılır. Tablo 1.3’de pekiştirici liflerin özellikleri verilmiştir [18].

Tablo 2.3. Pekiştirici liflerin özellikleri [18]

<b>Malzeme</b>	<b>Özgül ağırlık (gr / cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Çekme mukavemeti (N / mm<sup>2</sup>)</b>	<b>Elastisite modülü (N / mm<sup>2</sup>)</b>
<b>Cam lifi</b>	2,54	2410	70000
<b>Karbon lifi</b>	1,75	3100	220000
<b>Kevlar lifi</b>	1,46	3600	124000

Polimer kompozitlerde kullanılan en önemli bağlayıcı malzeme polyester ve epoksidir. Pekiştirici liflerin miktarı arttıkça kompozitin mukavemeti yükselir. Polimer kompozitlerin en önemli özellikleri yüksek özgül mukavemet (mukavemet/özgül ağırlık) ve özgül elastisite modülüdür. Dolayısıyla bu özelliklerden dolayı diğer malzemelere üstün durumundadırlar. Örneğin yüksek mukavemetli çeliklerde özgül mukavemetin 110 Nm / gr olmasına karşın cam lifi – polyesterlerde 620 Nm/gr dır. Diğer taraftan karbon lifi epoksidede 700 Nm/gr ve kevlar epoksidede 886 Nm/gr dır. Diğer taraftan karbon liflerinin özgül elastisite modülü alüminyumunkinin 5 katı

kadardır. Bu üstünlüklerinden dolayı polimer kompozitler uçak ve uzay endüstrisinde alüminyum alaşımlarına tercih edilir [18]. Tablo 1.4’de lifli kompozitlerin özellikleri verilmiştir [18].

Tablo 2.4. Lifli Kompozitlerin Özellikleri [18]

Malzeme	Özgül ağırlık (gr/cm <sup>3</sup> )	Çekme mukavemet (N/mm <sup>2</sup> )	Elastik mukavemet (N/mm <sup>2</sup> )
<b>Cam lifi – polyester</b>	1,5 – 2,1	200 – 340	55000 – 130000
<b>Karbon lifi – epoksi</b>	1,5 – 1,8	1860	145000
<b>Kevlar – epoksi</b>	2,36	2240	76000
<b>Boron lifi - epoksi</b>	1,4	1240	176000

Karbon fiber PMK malzemelerin önemli özellikleri aşağıda sıralanmıştır [21].

- Düşük yoğunluk (Alüminyumdan % 40 düşük)
- Yüksek mukavemet (Yüksek mukavemetli çelik kadar mukavemetli)
- Yüksek elastik modül (Ti dan daha yüksek modül ve daha düşük yoğunluk)
- İyi yorulma direnci (Neredeyse limitsiz yorulma ömrü)
- İyi sürünme direnci
- Düşük sürtünme, iyi aşınma direnci (yağlama altında çalışan çeliğe eşit sürtünme katsayısı)
- Düşük elektriksel direnç
- Yüksek elektro magnetik etkileşim
- Yüksek termal iletkenlik

#### 2.2.2.2. Metal kompozitler (Metal matrisli birleşik malzemeler MMC)

Metal matrisli kompozitler 1970’li yıllardan sonra yaygınlaşmıştır [21]. Kompoziti sürekli bir arada tutan ve bu bütünlük içinde lifle birlikte malzemenin özelliklerini belirleyen matris malzemesi olarak metaller, taşıyıcılık açısından, özellikle polimer matris malzemesine kıyasla yüksek dayanıma sahiptirler. Üretimleri zor olup maliyeti yüksek olmasına karşın, metal matris malzemesi kompozitin tokluğunu

önemli ölçüde arttırmakta ve yüksek sıcaklık etkisindeki uygulamalara olanak vermektedir. Metallerin matris malzemesi olarak kullanılması, yine metal olan birçok ince liflerin üretimiyle başlamıştır [24].

Kompizit üretiminde metal matris malzemesi olarak, bakır alüminyum, titan, nikel, gümüş gibi metaller başta gelmektedir. Matris malzemesi erimiş halde, moleküler yapıda, levha veya ince tabaka şeklinde olabilmekte ve kullanılan üretim teknolojisine bağlı olarak dökme, karıştırma, presleme, elektroliz yoluyla kaplama, haddeleme yöntemleriyle liflerle birleştirilmektedir. Bu birleşmede kullanılacak yüksek dayanımlı lif tel ve kılların zedelenmemesi, tahrip olmaması sağlanmalıdır. Metal matris içinde en kolay kullanılabilen elyaf bor ve borsic elyafıdır. Bu kompozit malzeme 300 °C sıcaklığa kadar oda sıcaklığında özelliğini korumaktadır. Burada kompizitin üretimi 450-500 °C sıcaklıkta, sıcak presleme yöntemiyle yapılır [24].

Bir metalik fazın bazı takviye malzemeleri ile eritme vakum emdirme, sıcak presleme ve difüzyon kaynağı gibi ileri teknikler uygulanarak MMC'ler elde edilirler. MMC'ler daha çok uzay ve havacılık alanlarında, mesela uzay teleskopu, platform taşıyıcı parçalar, uzay haberleşme cihazlarının reflektör ve destek parçaları vs. yerlerde kullanılır [18].

### 2.2.2.3. Seramik kompozitler

Seramik malzemeler, yüksek sıcaklığa ve zor çevre koşullarına karşı dayanıklı olduklarından birçok alanda tercih edilirler. Fakat bu malzemelerin yük taşıma kapasitesi, üretim sırasında oluşan çatlak türünde kusurlarla veya kullanımı gereği içerdiği süreksizliklerle önemli ölçüde azalır. Normal çalışma koşulları altında bu çatlaklar büyüyerek önemli hasarlara yol açarlar. Örneğin Alümina seramik malzemesi 1550 °C'ye kadar servis verebildiği halde, bünyesinde bulunan bir çatlağın ilerlemesi için gerekli en büyük gerilme şiddeti çarpanı değeri  $K_{Ic}=1-3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ 'dir (Chawla, 1993). Metallere göre kusurlara çok hassas olan seramiklerin kırılma tokluğunu iyileştirmek üzere çok sayıda çalışmalar yapılmıştır. Bunun için seramik matris, tek doğrultulu sürekli lifler, kısa lifler veya parçacıklar ile kuvvetlendirilerek tokluk davranışı incelenmiştir [25].

Bu amaçla yapısal ve fonksiyonel nitelikli yüksek teknoloji seramikleri kullanılmaktadır. Başlıcaları  $Al_2O_3$ , SiC,  $Si_3N_4$ ,  $B_4C$ , CbN, TiC, TiB, TiN, AlN'dir [12]. Bor karbür, silikon karbür, alüminyum nitrat ve alümina en yaygın kullanılan seramik zırh malzemeleridir [26]. Bu bileşikler değişik yapılarda olup amaca göre bir ya da bir kaç berabere kullanılarak CMC'ler elde edilir. Sandviç zırhlar, çeşitli askeri amaçlı parçalar imali ile uzay araçları bu ürünlerin başlıca kullanım yerleridir [18]. Seramik kompozitlerdeki liflerin varlığı çatlak açılması, lif-matris arayüzeyinin kayması, sıyrılmaya gibi enerji sarfedilmesini sağlayan olayları da birlikte getirmekte ve bileşenlerine göre kompozitin tokluğunu artırmaktadır [25].

Genelde işleme, kesme ve düzeltmeleri hayli zor oldukları için yüksek teknolojik seramiklerinin üretimleri seramik tozların ön şekillendirilmesinden başlayarak son şekilli ürünün oluşturulmasına kadar bir dizi süreçle yapılabilmektedir. Seramik malzemelerin içyapıları incelendiğinde, atomları birbirine tutan bağları doğaları gereği bir hayli güçlü olmasına karşın, uygulanan bir gerilim altında plastik bozunumdan ziyade boşluk ve hataların oldukları yerde kolayca kırıldıkları bilinmektedir. Bu "kırılganlık" özelliklerinin iyileştirilmesi için yoğun bilimsel araştırmalar yapılmaktadır. Seramik bilim ve mühendisliği, hatasız ve boşluksuz yapılar ortaya çıkarabilecek üretim tekniklerinin geliştirilmesi üzerinde çalışmaktadır [15].

Seramik kompozitleri iki grupta düşünülebilir;

1. İkinci faz takviyeli seramik matriks; Bilhassa stabilize zirkonyanın ilavesi mekanik özelliklere artırmaktadır.

2. Fiber yada whiskers takviyeli seramik matriks [14].

Çağdaş teknolojinin eriştiği bu aşamada, malzeme katman katman, bölge bölge tasarlanarak kullanımda istenen özelliklere uygun malzemeler geliştirilmektedir [15].



Yapısal uygulamalarda seramik malzemelerin monolitik ve kompozit formları kullanılmaktadır. Bu malzemeler kimyasal etkilere ve aşınmaya karşı yüksek dayanım gösterirler. Seramik proseslerde başlıca amaç yüksek kırılma tokluğu elde etmek, mikro çatlakları azaltmak, mekanik özellik değerlerinin dağılımını azaltmaktır. Birçok özellik yüksek mekanik özellik yüksek mekanik özelliklerin gerektiği uygulamalarda malzemelerin güvenilirliklerini direkt etkilemektedir. Seramikler plastik deformasyon esnasında düşük kırılma tokluklarından dolayı çabuk kırılırlar. Özellikle SiC matrisli kompozitlerden daha yüksek termal genişleme katsayısına sahip olması dikkat çekmiştir. Düşük termal genişleme katsayısı yorulma ömrünü azaltmaktadır. Üstün özellikleri seramik matrisli kompozitlere pek çok araştırmaya konu yapmıştır [14].

Yüksek teknolojik seramik ve kompozit malzemelerin üretim aşamaları basit olarak şu şekilde sıralanabilir [15].

1. Toz sentez ve hazırlama
2. Yaş şekil verme
3. Pişirme (sinterleme)
4. Test, analiz ve kontrol

İleri teknoloji seramik boyutları son derece ince boyutlu olmak zorundadır. Bu niteliğinden ötürü bu konuda teknolojiyle liderliği elinde bulunduran Japonlar bu malzemelere “İnce Seramikler (Fain Seramikkussu)” demektedirler. Bu tozlar ne kadar ince olursa, malzemenin içerisinde daha az hata olmasına sebep olurlar. Fakat toz boyutunun ufalmasıyla ortaya çıkan teknolojik problemlerinde dikkatli çalışmalarla çözülmesi gerekmektedir. Bunun yanı sıra tozların yüksek saflıkta olmaları zorunludur [15]. Balistik darbeye dayanıklı zırhlar konusunda optimum performans için en az % 80 saflıkta seramik kullanılması gerekmektedir [26].

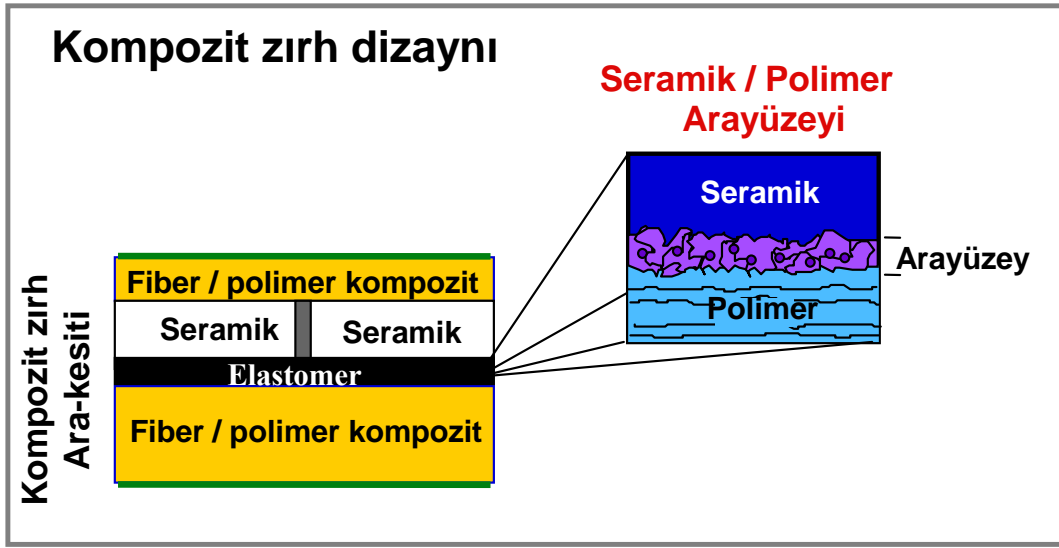
Yüksek teknoloji seramiği olacak şekilde hazırlanan tozlar daha sonra yaş veya kuru şekillendirme için çeşitli yöntemlerle sıkıştırılırlar. Bu Yöntemler şunlardır:

- a. Soğuk presleme

- b. Soğuk izostatik presleme
- c. Slip döküm
- d. Enjeksiyon kalıplama
- e. Ekstrüzyon presleme
- f. Sol-Jel Teknikleri

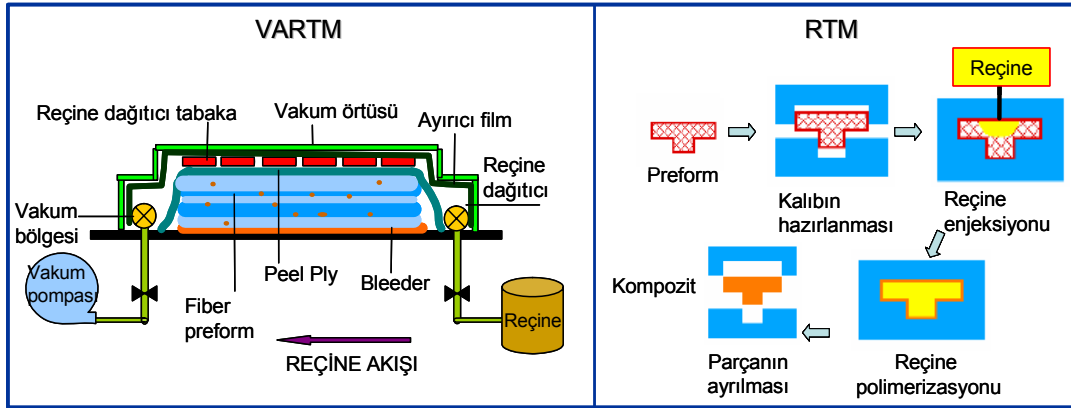
Bu yöntem ve tekniklerle seramik tozlar en sıkı biçimde paketlenerek şekillendirilirler. Teker teker bütün tozların arasında hiçbir boşluk kalmayacak ölçüde sıkıştırılması, bu teknolojinin en önemli aşamalarındandır. Yaş şekil verilen malzemeler daha sonra yüksek sıcaklıklarda pişirilerek, sıkıştırılan toz parçacıklarının birbirlerine “kaynaştırılması” sağlanır. Bu aşamaya “sinterleme” süreci adı verilir. 1400 °C ve üstündeki sıcaklıklarda bir ya da iki saat tutulan malzemeler, orijinal boyutlarından çekerek büzülür ve yoğunlaştırılırlar. Bu süreç içerisinde malzeme içerisinde kalan boşluklar bünyeden atılarak tamamen teorik yoğunluğa yakın son ürün elde edilmiş olur. Bazı yüksek teknolojik uygulamalarda şekil verme ve sinterleme süreçleri “sıcak presleme” ve “sıcak izostatik presleme” yöntemleri olarak birleştirilerek çok daha yoğun malzemelerin üretilmesi sağlanabilir. Üretilen malzemelerin iç yapı yüzey ve mekanik özelliklerinin muayenesi bir dizi deneyler sonucunda gerçekleştirilir. Malzemeler daha sonra uygulamalarda performans testine tabi tutularak verimlilikleri ve kullanım ömürleri tespit edilir [15].

Kompozit sistemlerin uygun maliyette prosesi için reçine transfer kalıplama (RTM) ve vakum destekli reçine kalıplama (VARTM) teknikleri, autoclave ve fiber yerleştirme (automated fiber placement, AFP) gibi tekniklere göre, öne çıkmaktadır [20]. Şekil 2.7’ Kompozit hafif zırh dizaynı gösterilmiştir.



Şekil 2.7. Kompozit hafif zırh dizaynı [20]

Şekil 2.8’ de VARTM ve RTM proses adımları şematik olarak gösterilmiştir. RTM yöntemi, yüksek fiber hacim oranlı kompozitlerin kontrol edilebilir mikroyapı özellikleri ile daha kısa çevrim zamanları ve kompleks şekillerde de üretilebilmesi için avantajlar sunmaktadır. RTM yönteminde çift yüzlü bir kalıp, VARTM tekniğinde ise tek yüzlü bir kalıp ve vakum torbalama sistemi ile üretim gerçekleştirilebilmektedir. Bu sistemlerde işlem adımlarını; kalıbın hazırlanması, dokuma biçimindeki elyaflar ya da preformun (ön şekilli fiber) kalıp boşluğuna yerleştirilmesi, değişik seviyelerde seçilebilen basınç ya da vakumun yardımı ile reçinenin kalıp boşluğuna enjeksiyonu, reçinenin polimerleşmesi ve üretilen parçanın kalıptan ayrılması oluşturur. Ayrıca, dokuma biçiminde elyafların ayrı ayrı işlenmesi yerine üretilecek parçanın şekil ve boyutlarına sahip preformun direkt olarak işlemede uygulanması kompozitten daha yüksek elyaf hacim oranların elde edilmesi, prosesin kolaylaştırılması, zaman ve maliyet gibi avantajlar sunmaktadır. Preform konsolidasyonunda en son yenilik, termoplastik esaslı tozların bağlayıcı olarak kullanılması, ısı ve basınç uygulama sonucu preformların üretimidir. Termoşekillenebilir özellikte elde edilen preformlarda, laminalar arası bölgede yer alan termoplastik bağlayıcı partikülleri kompozitin mekanik, termal ve balistik dayanım özelliklerini optimize etme potansiyeli de göstermektedir [20].



Şekil 2.8. VARTM ve RTM proses yöntemi şematik gösterimi [20]

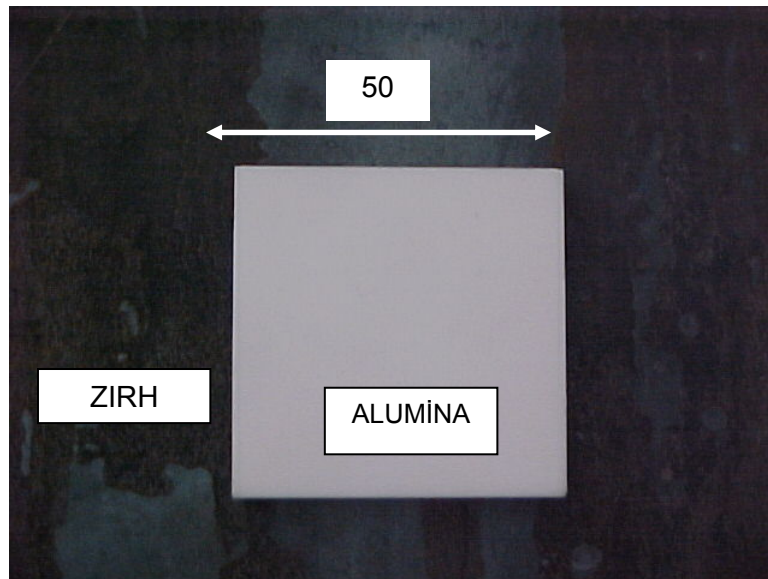
VARTM ve RTM tekniği kullanılarak, tabakasız ve çok katmanlı hibrid kompozit sistemlerin proses edilebilirliği çalışılmıştır. Bu kapsamda E-cam/polyester ve  $Al_2O_3$  veya Al tabaka ilaveli çok katmanlı hibrid yapılar işlenmiştir. RTM ile kompozit üretim aşamaları Şekil 2.9’da gösterilmiştir [20].

Enjeksiyon işlemi parçanın tamamen doldurulması ile durdurulmuş ve reçinenin oda sıcaklığında polimerleşmesi tamamlanmasından sonra parça kalıptan ayrılmıştır. VARTM tekniğinde ise, ön şekillendirilmiş preform ya da bağlayıcı içermeyen örgü elyaf katmanlarına vakum torbalama sistemi ile vakum basıncı altında reçine enjeksiyonu gerçekleştirilmiştir. Oda sıcaklığında polimerleşmenin tamamlanmasından sonra parça elde edilmiştir [20].



Şekil 2.9. RTM Yöntemiyle Kompozit Panel Üretim Adımları [20]

Seramik yüksek saflıkta alümina, destek katmanı ise sertleştirilmiş zırh çeliğidir. İki tabaka birbirine film halinde yapıştırıcı malzeme ile yapıştırılmıştır. Geliştirilen zırh plakasında kullanılan seramik Şekil 2.10'da görülmektedir [26].



Şekil 2.10. Zırh uygulamasında kullanılan alümina [26]

### 2.2.3. Kompozit malzemelerin sağladığı avantajlar

Kompozit malzemelerin önem kazanmaları bunların diğer malzemelere göre değişik özelliklere sahip olmasından kaynaklanmaktadır [27]. Kompozit yapıli malzemelerin sağladığı avantajlar aşağıda sıralandığı gibidir[17,18,23,27].

1.Yüksek mukavemet: Kompozitler yüksek mukavemet değerleri sağlayan malzemeler arasında en etkin olanlardan birisidir.

2.Hafiflik: Kompozitler birim alan ağırlığında hem takviyesiz plastiklere, hem de metallere göre daha yüksek mukavemet değerleri sunmaktadır.

3.Tasarım esnekliğı: Kompozitler bir tasarımcının aklına gelebilecek her türlü karmaşık, basit, geniş, küçük, yapısal, estetik, dekoratif yada fonksiyonel amaçlı olarak tasarlanabilir.

4.Rijitlik ve boyut kararsızlığı: Genleşme katsayıları nispeten düşük olup sert, sağlam bir yapı ve büyük bir boyut kararlılığı gösterir. Çeşitli mekanik, çevresel baskılar altında termoset kompozit ürünler şekillerini ve işlevselliklerini korumaktadırlar.

5.Yüksek dielektrik direnimi: Kompozitlerin göze çarpan elektrik yalıtım özellikleri, birçok komponent'in üretimi konusunda açık bir tercih nedenidir.

6.Korozyon dayanımı: Kompozitlerin antikorozyf özelliğı, diğer üretim malzemelerinden üstün olan niteliklerinden biridir.

7.Kalıplama kolaylığı: Kompozit ürünler, çelik türündeki geleneksel malzemelerde karşılaşılan birçok parçanın birleştirilmesi ve sonradan monte edilmesi işlemini tek parçada kalıplama olanağı ile ortadan kaldırmaktadır.

8.Yüzey uygulamaları: Kompozit ürünlerde kullanılan polyester reçine, özel pigment katkıları ile renklendirilmek suretiyle, amaca uygun kendinden renkli olarakta üretilebilir.

9.Şeffaflık özelliği: Kompozitler, cam kadar ışık geçirgen olabilir. Tam şeffaf olması nedeni ile ışığı yayması sayesinde, diffüze ışığın önem kazandığı seralarda ve güneş kolektörü yapımında önemli avantaj sağlar.

10.Kalıcı renklendirme: Kalıplama esnasında reçineye ilave edilen pigmentler sayesinde istenen renk verilebilir. Bu işlem ek bir masraf ve işçilik gerektirmez.

11.Beton yüzeylere uygulama imkanı: Beton yüzeylere, kompozitler mükemmel yapışır. Özellikle, betonun gözenekli olması nedeniyle, kompoziti oluşturan ana malzemelerden polyester reçinenin beton gözeneklerinden sızması ve beton kütle içinde sertleşmesinden dolayı mükemmel bir yapışma sağlanır.

12.Ahşap yüzeylere uygulama imkanı: Kompozitler ahşap yüzeylere yapışma özelliğine sahiptir. Ancak ahşabın kuru olması ve stiren ihtiva eden polyester reçine ile iyi bir şekilde emdirilmesi gerekir.

13.Demir yüzeylere uygulama imkanı: Demir yüzeydeki pas ve yağ kalıntılarını temizlendikten sonra kompozitlerle kaplanabilir. Bu sayede demir ve çelik yüzeyler, kompozitlerle kaplanarak korozyon etkilerinden korunmaktadır.

14.Yanmazlık özelliği: Kompozitlerin alev dayanımı, kullanılan polyesterin özelliğine bağlıdır. Alev dayanım özelliğinin arandığı yerlerde “Alev dayanımlı” polyester kullanılmalıdır.

15.Kompozitler sıcaklıktan etkilenmez: Kompozit ürünler, termoset plastikler grubundan polyester reçineler ile yapıldığı için yumuşamaz ve şekil değiştirmez. Isı dayanıklılığı kullanılan polyester reçinenin cinsine bağlıdır.

16.Kompozitler içine farklı malzemeler gömülebilir: Kompozitler içine demir, ahşap, halat, tel, mukavva, poliüretan sert köpük gibi malzemeler gömülerek mekanik özellikleri farklılaştırılabilir.

17.Tamir edilebilirlik özelliği: Tamir izlerinin görünmemesi için, onarım işleminin bir kalıp üzerinde yapılması, yada onarımdan sonra zımpara veya boya yapılması gerekir.

18.Kompozitler kesilip delinebilir: Kompozitler, tahta gibi kolayca kesilir, delinir, zımparalanır. Bu amaçla kullanılan aletlerin sert çelik veya elmas uçlu olması halinde daha iyi sonuç alınmaktadır.

#### **2.2.4. Kompozit malzemelerin dezavantajları**

Oluştığı bir malzemenin kötü bir özelliği direk olarak kompozit malzemeyi de olumsuz etkilemektedir.Örneğin matris yüksek sıcaklıklarda alışamıyorsa dolayısı ile onun oluşturduğu kompozite de bu olumsuzluktan etkilenir ve yüksek sıcaklıklarda çalışamaz [27].

Kompozit malzemelerde şu tür dezavantajlar görülmektedir [27].

1. Kompozit malzemelerdeki hava zerrecikleri, malzemenin yorulma özelliklerini olumsuz yönde etkiler.
2. Kompozit malzemeler değişik doğrultularda değişik özellik gösterirler.
3. Aynı kompozit malzeme için çekme, basma, kesme türü operasyonları liflerde açılmaya neden olduğundan, bu tür malzemelerde hassas imalattan söz edilemez.
4. İyi tanımlanmamış parametreler varsa, bundan dolayı ham malzeme açısından en yüksek imalat verimliliğine ulaşılamaz.

#### **2.2.5. Kompozit malzemelerin kullanımı**

-Günlük ve ticari hayatta kullanım: Bu amaçla, yaygın şekilde cam elyafı, cam, keçe ve cam dokuma ile polyester reçineden yapılan çeşitli ürünler kullanılmaktadır. Cam elyaf oranı % 30– 40 arasındır. Çay tepsisi, masa–sandalye, depo, küvet, tekne, bot ve otomotiv sanayi bu kompozitlerin uygulama örnekleridir. Ayrıca formika, baskılı devre plakası, elektrikçi fiberleri, spor malzemeleri ve araç şarjı atlama sırtıkları, kaynak takımı, tenis raketi, yarış kanoları değişik birleşik malzemelerden yapılan ürünlerdir [18].



-Tıp: Suni kemik, biyo-aktif camlar, dolgu malzemesi diş kemik protezleri ve bağlantı aksamlarıdır [15].

-Ev aletleri: Masa, sandalye, televizyon kabinleri, dikiş makinesi parçaları, saç kurutma makinesi gibi çok kullanılan ev aletlerinde kullanılmaktadır. Bu şekilde, komple ve karmaşık parça üretimi, montaj kolaylığı, elektriksel etkilerden korunum ve hafiflik gibi avantajlar sağlamaktadır [27].

-Elektrik ve elektronik sanayi: Kompozitler, elektronik, elektroteknik ve elektrik sanayinde amaca uygun özellikleri ve taşıdığı üstün nitelikler nedeniyle (izolasyon gibi) her türlü malzemelerin yapımında, üretim malzemesi olarak kullanılmaktadır [27].

Otomotiv sanayi: Otomobilin ağırlığını azaltmak; yakıt tüketiminde hatırı sayılır tasarruflara yol açtığından, otomobil üreticileri ağırlığı azaltacak yeni malzeme arayışlarına girmiş bulunuyorlar. Buna ilaveten petrol yakıtlarına alternatif olarak geliştirilmeye çalışılan elektrikli arabaların motorları nispeten daha az güç ürettiğinden, arabanın ağırlığı fevkalade ehemmiyet kazanır. Kompozit malzemeler, katılığın özgül ağırlığa oranı bakımından çelik ve alüminyum ile karşılaştırıldığında, bu değer birkaç kat daha fazla olabilmektedir. Bu sebeple kompozit malzemeler ağırlık azaltmada en önemli adaylardandır [24]. Bu alanda kullanılan başlıca ürünler, otomobil kaportası parçaları, iç donanımı, bazı motor parçaları, tamponlar ve lastiklerdir [26]. Otomotiv sanayiinde şu ana kadar termosetler, termoplastiklere nazaran daha fazla kullanım alanı bulmuştur. Otomobil gövdelerinde termoset kullanımı yaygın olmakla birlikte, termo plastiklere rağbet görülmeye başlandı [24].

-İş makineleri: İş makinelerinin koruma kapakları ve çalışma kabinlerinde kullanılmaktadır. Bu şekilde üretimde kullanılan parça sayısı malzemelerinden de tasarruf sağlanmaktadır [27].

-İnşaat sektörü: Burada da kompozitler önemli kullanım alanına sahiptirler. Cephe korumaları, soğuk hava depoları, inşaat kalıpları birer kompozit malzeme

uygulamalarıdır. İzolasyon problemleri çözülmekte ve bakım giderleri azalmaktadır [27].

-Uzay ve havacılık sanayisinde: Havacılıkta son yıllarda yapılan temel bir atılım metal malzeme yerine kompozit malzeme kullanımı konusudur. Uçak yapılarında kullanılan ileri kompozitler, elyaf takviyeli kompozitlerdir [24]. Planör gövdesi, uçak modelleri, uçak gövde ve iç dekorasyonu, helikopter parçaları ve uzay araçlarında başarıyla kullanılmaktadır. Bu kompozit malzemelerde, yüksek özgül mukavemete sahip malzeme üretimi sayesinde olmaktadır. Havacılıkta da böyle malzemelere büyük ihtiyaç duyulmaktadır. Daha hafif malzemeyle atmosfer şartlarına dayanım ve yüksek mukavemet sağlanmaktadır [27]. Amaç daha az yakıt harcamak, daha yüksek hıza ulaşmak ve verimliliği sağlamaktır. Bu kullanımda sadece maddi kazanç düşünülmeyp stratejik performanslarda dikkate alınmıştır. Özellikle titreşim, yorulma ve ısı dayanımı gibi nitelikler uzay ve havacılık sanayinde birleşik malzemelerin önde gelen avantajlarıdır [18].

Birleşik malzemeler, değerli niteliklerden dolayı uzay ve havacılık araçlarında gittikçe daha fazla kullanılmaktadır. Bugün bir av bombardıman uçağında birleşik malzeme kullanımı toplam uçak ağırlığının yarısına ulaşmış bulunmaktadır. Bu sayede bor karbür, silisyum karbür, alümina karbon, cam ve kevlar elyafı değişik reçinelerle değişik birleşik malzemeler yapımında kullanılmaktadır [18].

-Silah, roket ve diğer mühimmat sanayisinde: Birleşik malzemelerin silah üretimi de kullanımı pek yaygın olmamakla beraber 3000 bara kadar dayanabilen 60 ve 81 mm gibi küçük çaplı havanlar için bazı çalışmalar olmuştur. Bu silahlar hafifliği nedeniyle piyadenin savaş performansını artırıcı niteliktedir [18].

Roket üretiminde birleşik malzemelerin rolü oldukça büyüktür. Örnek olarak M72 de motor lançeri cam elyafı ve epoksiden, Apilasta ve diğer tanksavar roketlerde gövde kısmen kevlar ve epoksiden , M77 MLRS de lüle (nozzle) karbon birleşik malzemesinden yapılmaktadır [18].

Mühimmat üretiminde de birleşik malzemeler kısmen kullanılmaktadır. M19 A/T mayınında gövde ABS reçine ve cam elyaf parçacıklarından, bu mayına ait küçük ve büyük belleville yayları cam doku ve fenolik reçineden yapılmışlardır. 155 mm'lik ICM mühimmatı gövdelerinde cam elyafı epoksi sargı vardır. Miğfer konusunda keklar ve değişik reçineler kullanılmaktadır [18].

Kurşun geçirmez yeleklerde günümüzde bitişli keklardan, balistik testler için zırh levhaları cam ve fenolik reçineler imal edilmektedir ve tasarım alternatiflerinin bulunmasıyla git gide artacak ve birçok avantajlarıyla insanlığın hizmetine verilmiş olacaktır [18].

### 2.3. Seramik Hammaddelerin Öğütülmesi

Kuru ve yaş olarak yapılabilen öğütme, kırma gibi bir ebat küçültme işlemidir. İşlemin uygulandığı parçanın kırmaya kıyasla daha küçük olduğundan kullanılan araçların yapıları buna bağlı olarak kırıcılardan değişiktir. Öğütücü yüzeylerin birbirine temasını ancak araya giren parçalar önler. Aksi halde bu yüzeyler temas halindedir. Kırıcılarda ise bu yüzeyler hiçbir zaman temas etmezler. Yapıdaki bu aracın kırıcı veya öğütücü (değirmen) diye adlandırmasına yeterlidir [31].

Yapı özelliklerine bağlı olarak öğütücüler 4 ana tip altında toplanabilir.

1. Aktarılan ortamla çalışan değirmenler
2. Sabit bir yörünge üzerinde yuvarlanan merdaneler.
3. Dönen diskler.
4. Sabit bir yüzey üzerine düşen tokmaklar.

Öğütücü ortam, bilye, cubuk, çakıl veya cevherin içindeki iri parçalar olabilir. Bunlar arasında ortak yön ortamı teşkil eden parçaların birbirinden serbest halde bulunmalarıdır. Uygun şekil ve yapıda bir gövde içine konulan öğütücü ortam parçaları, bu gövdenin eksenine etrafında devri ile devamlı aktarılmış olur. Ortam parçalarının şekillerine bağlı olarak aralarında boşluklar kalır. Bu ara boşluklara cevher parçaları girer. Aktarılan ortamla çalışan değirmenler sadece aktarılan ortama

veya bununla birlikte yapı özelliklerinden olan gövde ve taşma şekillerine göre adlandırılabilir:

Ortam bilye ise	bilyeli değirmen
Ortam çakıl ise	çakıllı değirmen
Ortam çubuk ise	çubuklu değirmen
Ortam iri cevher parçası ise	otojen değirmen

Gövde şekillerine göre:

- Silindir gövdeli
- Silindiro-konik gövdeli
- Konik gövdeli

Taşlama şekline göre:

- Düz taşma
- Izgaralı taşma
- Spiralli taşma

gibi adlar kullanılır. En uygun olan üçünü birden belirtmek olur. Örneğin silindir gövdeli ızgaralı taşmalı, bilyeli değirmen gibi. Söz konusu edilen yapı özelliklerine giriş, gövde boyutları (çap, boy) astar şekil ve tertipleri gibi oldukça değişken yapı unsurları katıldıkça değirmenlerin çok değişik örneklerinin ortaya çıkabileceği açıktır. Buradaki açıklamaları kolaylaştırmak amacıyla esas yapı unsurlarını belirten bir örnek almak ve verilen örneğe kıyasla değişiklikleri belirtmek uygun görülmüştür [31].

-Öğütmenin başarısını bir çok faktör etkiler;

Mal değirmene belli ağırlıkta yüklenmeli, su oranı ile iyi hesaplanmalıdır. Sulu öğütmede değirmenin içinde, iç hacminin yaklaşık 1/3 'ü kadar boşluk bırakılmalıdır. Değirmene yaklaşık öğütülecek kuru madde ağırlığı kadar bilye koymak gerekir. Bilya büyüklüğü seçimi çok önemlidir. Büyük-orta- küçük boy bilyaları yaklaşık 1/3 oranlarında alarak tamamlanmalıdır. Değirmelerin büyüklüğüne göre bilyelerin yaklaşık 7-5-3 cm olabilir [32].

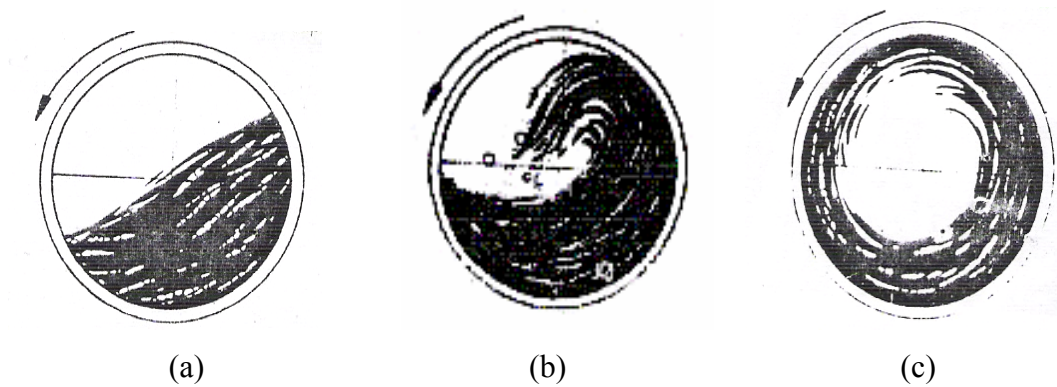
Değirmenlerin dönme hızlarının saptanması iyi öğütmenin en önemli noktasıdır. Eğer değirmen yavaş dönerse, mal ve bilyeler iç çeper boyunca bir süre yol alırlar. Ve sonra geri kayarlar. Bu sırada daha çok yuvarlak tanecikler oluşur. Bu öğütmeye "kaskat etkili öğütme" denir ve değirmenin devir sayısı  $n = 230/\sqrt{D}$  ile  $260/\sqrt{D}$  arasında tutulmakla elde edilebilen kaskat etkili öğütme, en uygun ve ekonomik olan öğütmedir. Daha hızlı bir dönmeye, bilyeler merkez kaç kuvvet nedeniyle çeper boyunca bir süre yükselirler. Ağırlıkları nedeniyle tekrar aşağıya düşerek çarparlar bu sırada daha çok köşeli tanecikler oluşur. Bu öğütme "katarakt etkili öğütme" olarak adlandırılır ve  $n = 300/\sqrt{D}$  olduğu zaman ortaya çıkar [32].

Bir öğütmede sakıncalı olan yön değirmen çeperinin ve bilyelerinin çabuk aşınmasıdır. Değirmen "kritik dönme sayısı"na ulaştığı zaman merkez kaç kuvvet nedeniyle değirmen bilyeleri ve öğütülecek maddeler, öğütme olmaksızın değirmen çeperine yapışırlar ve değirmen ile birlikte dönerler. Bu olay da  $n = 423 / \sqrt{D}$  olduğu zaman ortaya çıkar. (şekil 2.11'de gösterilmiştir.) Normal yaş öğütmede  $n$ ,  $250/\sqrt{D}$  ile  $280/\sqrt{D}$  değerleri arasında hesaplanır.

$n$ : değirmenin dönüşü (devir/dk)

250: sabit değer

$D$ : değirmen iç çapı (cm)



Şekil 2.11. (a) kaskat, (b) katarakt etkili öğütme (c) kritik öğütme sayısı [32]

Yaş öğütmede 50 mikron ve daha küçük tanecikli çamur elde edilebilir. Kuru öğütmede elekli değirmenler kullanılır dışta ince elek, içte kaba elekten oluşan iç içe iki çeper vardır. En içte ise çelik bilyaları öğütme bölgesi vardır. Yaş değirmenlerin aksine kontinü (sürekli) olarak çalışırlar. Yandan beslenen değirmen döndükçe öğütülen parçalar öğütme duvarlarının arasından eleklerle geçerler. İncelenler dışarı çıkar, kaba parçalar ise tekrar geri dönerler [32].

#### **2.4. Seramik Ürünlerin Şekillendirilmesi**

İleri teknoloji seramiklerinin şekillendirilmesinde, metal parçalarda olduğu gibi değişik yöntemlerden yararlanılır. Kullanılacak şekillendirme yönteminin seçiminde, üretilecek parçanın boyutları, miktarı ve fiziksel özellikleri göz önüne alınır. Diğer taraftan, şekillendirme prosesine bağlı olarak seramik tozları, çeşitli katkı maddelerinin hazırlanması ile hazırlanır.

Seramik parçalar çeşitli şekilde biçimlendirilebilmektedir. Bunlar; slip ve şerit döküm, kuru ve sıcak presleme, soğuk ve sıcak izostatik presleme, ekstrüzyon ve enjeksiyonla kalıplamadır [11].

Kusursuz bir ürün için üniform olarak tozların hazırlanması gereklidir. Şekillendirme prosesine bağlı olarak tozlara bir takım katkı maddeleri ilave edilir. Bunlar;

- 1.Bağlayıcılar, pişmemiş, yaş haldeki ürüne mukavemet kazandırmak amacı ile ilave edilir.
- 2.Lübrikant (yağlayıcı) ilavesi. Presleme esnasında tozlar arasındaki sürtünmeyi azaltır.
- 3.Sinterleme amacı ile ilave edilen katkı maddeleri densifikasyonu artırır.
- 4.Tozlara deflokulantlar plastisiteyi ve ıslatma özelliklerin kontrol eden malzemelerle termoplastiklerin ilavesi belirli şekillendirme yöntemleri için gerekli kolaylığı sağlar [11].

Tablo 2.5’de çeşitli şekillendirme işlemleri için gerekli hazırlıkları göstermektedir. Bağlayıcılar, organik ve inorganik esaslı olarak iki grupta toplanır. Organik

bağlayıcılara örnek olarak bal mumu ve reçineyi gösterebiliriz. Bu maddeler suda çözünmedikleri için ıslak proseslere uygun değildir. Erime veya enjeksiyonla şekillendirmede kullanılır. İşlem sonunda organik bağlayıcı yanar. İnorganik bağlayıcılar ise nihayi işlem sonunda yapıda kalır ve seramiğin bir bileşeni haline gelir [11].

Tablo 2.5. Çeşitli şekillendirme işlemleri için gerekli hazırlıkları göstermektedir [11]

<b>Presleme</b>	<b>Slip döküm</b>	<b>Enjeksiyonla kalıplama</b>
Başlayıcı ilavesi	Çamur hazırlama	Termoplastik ilavesi
Yağlayıcı ilavesi	Bağlayıcı ilavesi	Plastisite artırıcı ilaveler
Sinterlemeyi kolaylaştırıcı ilaveler	Deflokulan ilavesi	Islatıcı ilavesi
Yağlayıcı ilavesi	pH kontrolü	Yağlayıcı ilavesi
	Viskozite kontrolü	Sinterlemeyi kolaylaştırıcı ilaveler
	Katı mikatrının kontrolü	Havayı emme
	Havayı emme	Granüller veya paket haline getirme

#### **2.4.1. Şekillendirme yöntemleri**

İleri teknoloji seramiklerinden, elektronik seramikler ile strüktürel amaçlı kullanılan seramikleri geleneksel yöntemler ile şekillendirilmesi mümkün değildir. Bu ürünlerin şekillendirilmesinde şerit döküm, sıcak izostatik presleme gibi modern teknolojilerden yararlanılmaktadır [11].

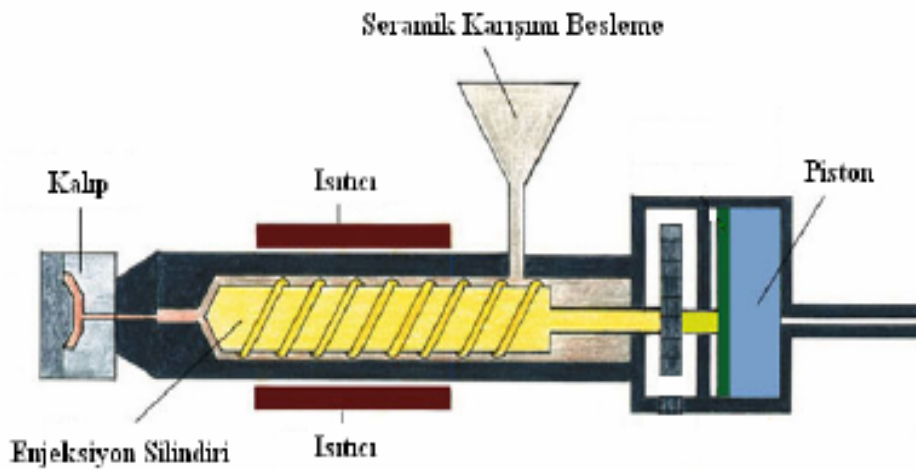
##### **2.4.1.1. Enjeksiyon kalıpta şekillendirme**

Bu yöntem sürekli üretim halinde kullanılır. Üretimin hızı yüksek olup maliyeti düşüktür. Bu prosede toz boyutu mikronun altındadır ve çeşitli termoplastik reçine plastisiteyi artırıcı katkı maddeleri ilave edilir. Tablo 2.6'da ve şekil 2.12'de

enjeksiyon şekillendirme sistemi şematik olarak gösterilmiştir. Ayrıca şekillendirmeye etki eden faktörlerde belirtilmiştir [11].

Tablo 2.6. Enjeksiyon kalıp da şekillendirmede işleme etki eden faktörler [11]

Esas Değişkenler	Makineye Ait Değişkenler
Malzemenin sıcaklığı	Ergimiş malzemenin sıcaklığı Enjeksiyon basıncı Kalıp sıcaklığı Kalıp geometrisi Piston hızı
Akış hızı	Piston hızı Enjeksiyon basıncı Kalıp geometrisi
Boşluk basıncı	Enjeksiyon basıncı Kalıp geometrisi Piston hızı Ergimiş malzemenin sıcaklığı
Soğutma hızı	Ergimiş malzemenin sıcaklığı Kalıp sıcaklığı

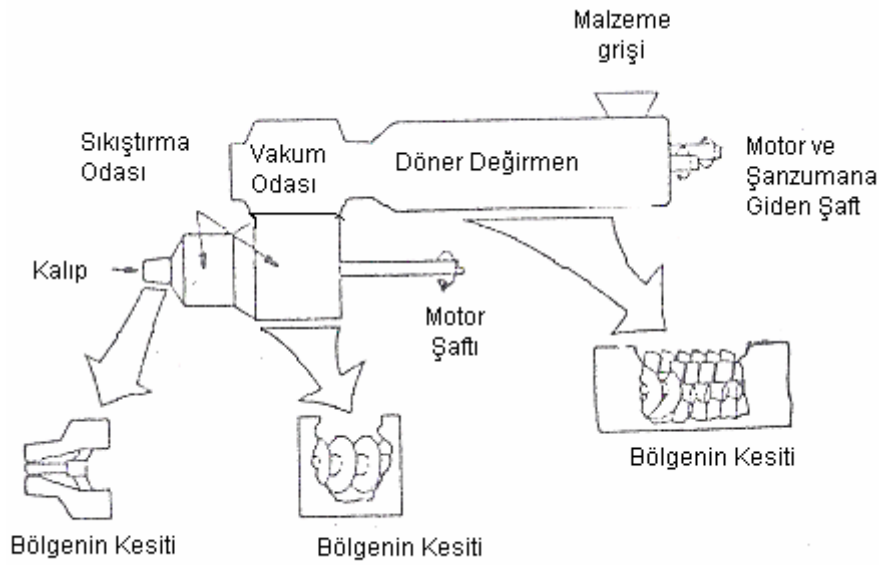


Şekil 2.12. Enjeksiyon kalıpta şekillendirme [34]



### 2.4.1.2. Ekstrüzyon

Seramik tozları yeterli plastisiteyi sağlamak amacıyla % 25-30 mertebesinde organik bağlayıcı ile karıştırılır ve rutubet kontrol edilerek arzu edilen boyutlarda metallerde olduğu gibi ekstrüzyona tabi tutulur. Tüp, çubuk, tuğla, fayans gibi sabit kesite sahip ürünlerin imali için uygundur [11].



Şekil 2.13. Ekstrüzyon sisteminin şematik olarak gösterilmesi [11]

### 2.4.1.3. Şerit döküm

Bugünkü modern teknoloji, ince şerit veya plaka halinde seramiklere gereksinim duymaktadır. Bu ürünler için genellikle şerit döküm (tape-casting) yöntemi uygulanmaktadır. Şerit döküm elektronik seramik endüstrisinin en önemli proseslerinden birisidir. Bu prosesle ilgili gelişmeler 1970'den beri sürmektedir [11].

Şerit döküm yöntemi, inorganik seramik malzemenin sıvı içerisinde dağıldığı seramik çamurunun hazırlanmasıyla başlar. Burada sıvı faz solvent içerisinde seyrettilmiş halde organik bağlayıcılar ile plastisiteyi modifiye eden katkı maddeleri içermektedir. Hazırlanan çamur, düz bir yüzeye yayılır ve solventin bünyeden uçurularak uzaklaşması sağlanır. Böylece, kurutulan malzeme inorganik seramiğin

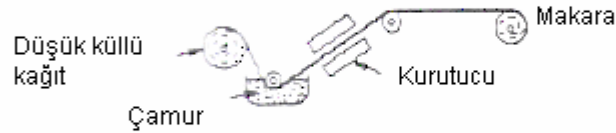
ve geçici plastik bağlayıcı içerir. Kurutulan şerit, yüzeyden sıyrılabilir ve kağıt veya deri gibi ele alınabilir [11].

Doktor bıçağı (doktor blade) ile üretilen şeritler çok katmalı çip kapasitörlerde ve termistör, ferrit, piezoelektrikler gibi pasif elektronik komponentlerde geniş ölçüde kullanılmaktadır. Kapasitörlerde seramik şeritler 0,025 mm kalınlığında olabilmektedir. Alüminyum oksit, berilyum oksit ve diğer dielektrik malzemelerden üretilen 0,25-1,00 mm kalınlığındaki seramik şeritler, mikro elektronik devrelerde taban olarak kullanılmaktadır bu seramik tabanlar 150x150 mm boyutlarında olabilmektedir [11].

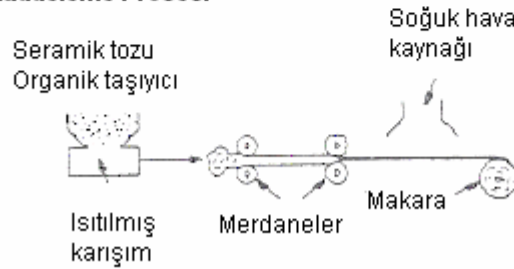
#### (a) Doktor-Bıçağı Prosesi



#### (b) Kağıt-Döküm Prosesi



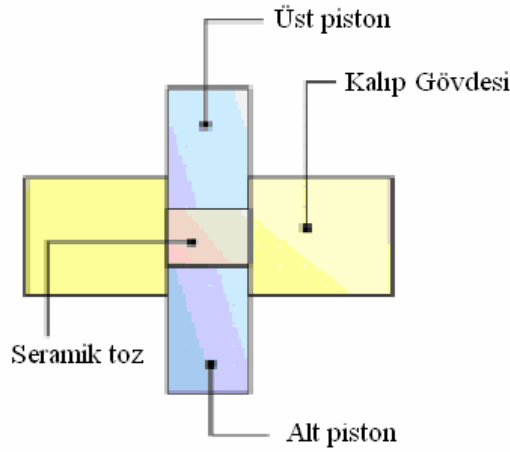
#### (c) Haddeme Prosesi



Şekil 2.14. Şerit dökümle şekillendirme işlemi. (a), (b), (c) farklı boyutlara tekabül etmektedir [11]

#### 2.4.1.4. Kuru presleme

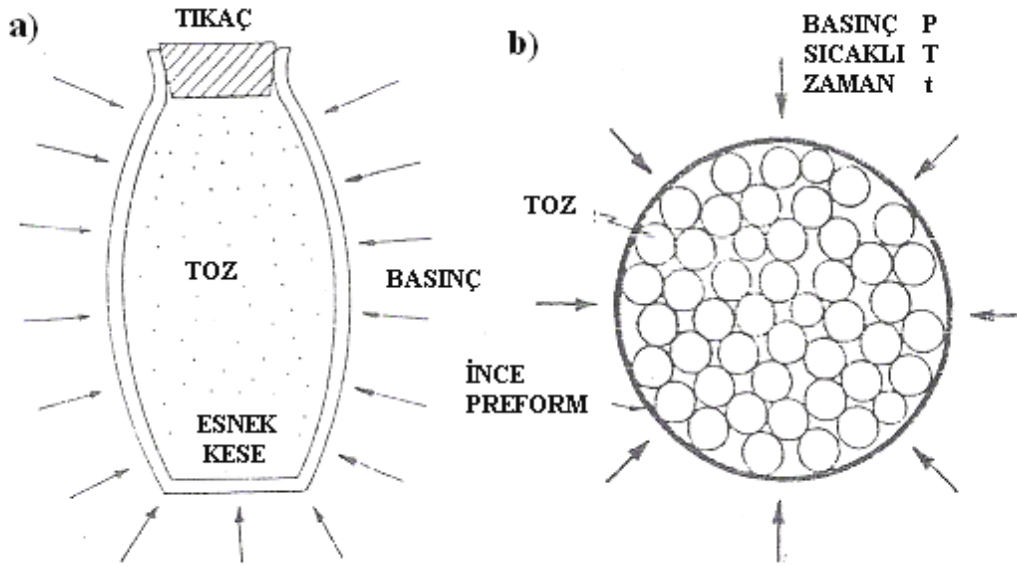
Bu yöntemler seramik tozları, uygun bir, bağlayıcı ve yağlayıcı ile karıştırılarak, metal bir kalıp içerisinde tek eksenli yük altında kuru olarak sıkıştırılır. Bu yöntemde toz boyutunun dağılımı önem taşır. Yöntem plaka gibi parçalar üretiminde, uygundur. Geleneksel seramiklerden yer ve duvar kaplamaları ile refrakterlerin büyük bir çoğunluğu, ileri teknoloji seramiklerinden elektronik seramikleri bu yöntemle üretilir [11]. Kuru preslemede, presleme öncesi tozlar %1-8 arasında su+bağlayıcı karışımı ile rutubetlendirilerek preslenir. Basit ve kolayca uygulanabilir bir yöntemdir [34]. Şekil 2.15’de kuru presleme yöntemi gösterilmiştir [34].



Şekil 2.15. Kuru preslemenin şematik gösterimi [34]

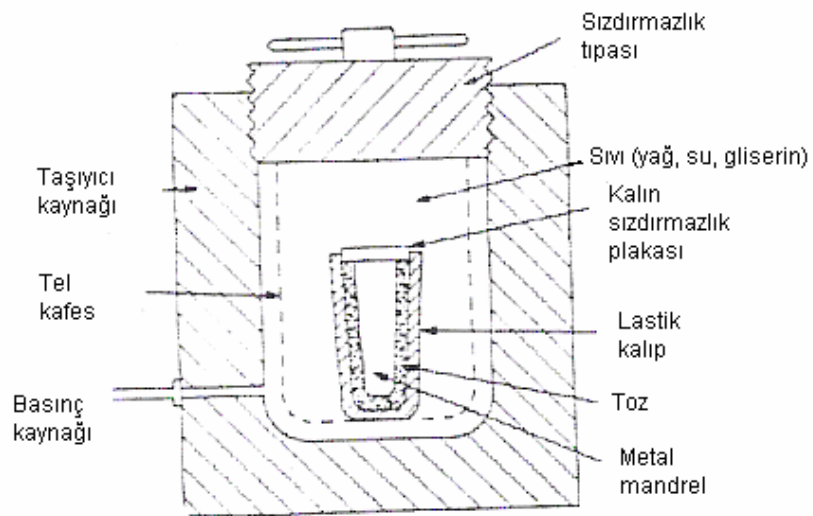
#### 2.4.1.5. İzostatik presleme

İzostatik presleme, bir toz kütesine veya ön şekil verilmiş bir parçaya bütün yönlerden eşit şekilde basınç uygulamasıyla gerçekleştirilen bir şekil verme yöntemidir. Bu durum şekil 2.16’da makro ve mikro açıdan görmek mümkündür [35].



Şekil 2.16. (a) Makro ve (b) Mikro açıdan izostatik presleme [35]

Bu yöntemde tozlar, kuru preslemede olduğu gibi hazırlanır ve sıvı geçirmeyen lastik kalıba konur. Sistemin havası boşaltılır. Kalıbı çevreleyen  $400 \text{ MN m}^{-2}$  kadar sıkıştırılır. Bu şekilde yaş (pişmemiş) yoğunluk %50 mertebesine ulaşır ve pişme ile de bu değer teorik yoğunluğa ulaşabilir. Basit geometrideki parçalar bilahare atölyede nihai şekillendirmeye tabi tutulur [11].



Şekil 2.17. İzostatik presin şeması [11]

İzostatik presleme ile elde edilen malzemelerin özellikleri:

1. Presleme zamanı
2. Uygulanan basınç
3. İşlem sıcaklığı
4. Kullanılan tozun boyutu ve boyut dağılımı ile
5. İlk paketleme yoğunluğu tarafından kontrol edilir [35].

#### **2.4.1.6. Sıcakta presleme**

Sıcak izostatik presleme (HIP), yüksek sıcaklıklarda bir toz kütleyle veya ön şekil verilmiş bir parçaya yüksek izostatik basınçlar uygulamak suretiyle gerçekleştirilen bir malzeme hazırlama (şekil verme) yöntemidir. Bu işlem sonucunda genellikle tam yoğunluğa ulaşmış ürünler elde edilebilir [35].

HIP işleminin ilk uygulaması 1956 yılında Batelle's Columbus laboratuvarlarında (ABD) gerçekleştirildi. Bu uygulama nükleer yakıt elementlerinin kaplanması ile ilgiliydi. HIP ile tozların sıkıştırılması, nükleer malzemelerin üretiminin bir sonucuydu. Ayrıca ilk zamanlarda yapılan çalışmaların sonucu metalik matris dispersiyon yakıtları sermetler ve seramik malzemelerle yapılmış ve bu malzemelerin sinterlenmeleri için gerekli sıcaklıklardan daha düşük sıcaklıklarda tam densifikasyonun meydana geldiği bulunmuştur [35].

Seramik ürünlerindeki densifikasyonu artırmak için genellikle sıcak preslemeye başvurulur. Sinterleme, yüksek sıcaklık ve uzun bir sürede yapılsa bile nihai malzemedeki densifikasyon ancak % 80-90 mertebesinde gerçekleşmektedir. Sinterlemede densifikasyon difüzyon prosesine dayandığından tam bir densifikasyon ancak difüzyonun hızlı olduğu erime noktasına yakın yüksek sıcaklıklarda gerçekleşebilir. Ancak, bu uygulamada bir takım güçlükler vardır örneğin, refrakter ve seramik malzemelerin ergime noktaları çok yüksek olduğundan, çok yüksek sıcaklıklarda sinterleme hem teknik açıdan hem de ekonomik açıdan mümkün değildir. Diğer taraftan, süper alaşımlar içinde yüksek sıcaklıklarda sinterleme, tane büyümesi ve mevcut fazların kararlılığı açısından pratik olarak mümkün değildir. Benzer şekilde, süper iletken seramiklerin üretiminde de faz dönüşümü nedeniyle

yüksek sıcaklıklarda sinterleme yapmak mümkün değildir. Bütün bu güçlükler, sinterlemenin tam bir densifikasyon için yeterli olmadığını göstermektedir [11].

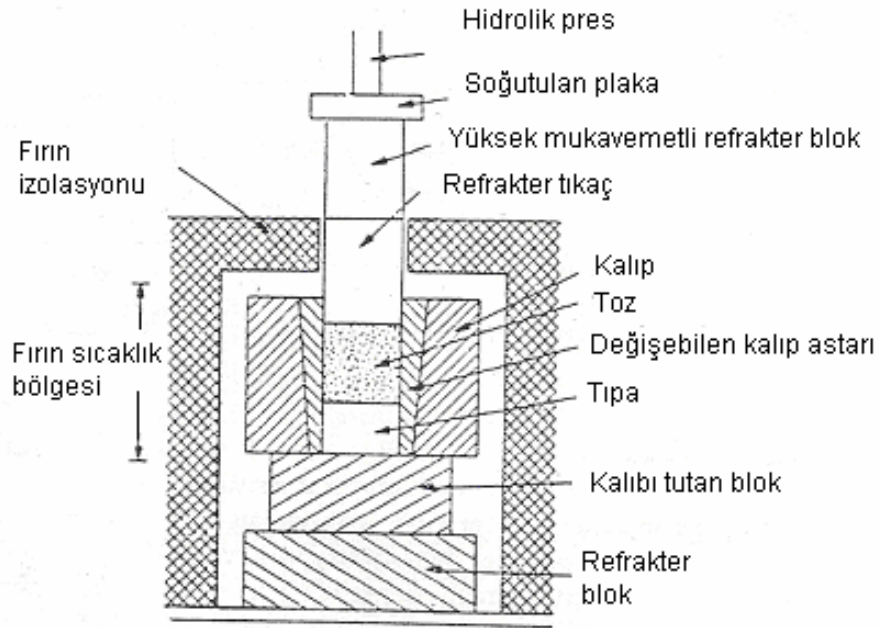
Sıcakta presleme iki şekilde uygulanabilir. Bunlardan birincisi kuru preslemeye benzerdir. Ancak, presleme fırın içerisinde yapılır bu yöntemde tozlar tek yönde sıkıştırılır. Diğer yöntem ise sıcak izostatik presleme (HIP) olup önemi gün geçtikçe artmaktadır. Klasik yöntemlerle poroziteyi ortadan kaldırmak için gereğinden yüksek sıcaklık ve basınç altında uzun süre malzemeyi tutmak gerekmektedir. Oysa işlemin daha düşük sıcaklıklarda ve kısa sürede tamamlanması, hem mikro yapının ince kalması açısından hem de enerji tasarrufu açısından önem taşımaktadır [11].

HIP prosesi, jeolojide yüksek basınç ve sıcaklık altında kaya ve elmasın oluşumuna benzer bir biçimde tozların sıkıştırılarak yoğun bir malzeme olmasını sağlar HIP prosesinde densifikasyon, büyük ölçüde atomların yayınması ile değil, toz malzemenin hareketi ile gerçekleşir. Bunun sonucu olarak, düşük sıcaklıklarda ve daha kısa sürede densifikasyon gerçekleşebilmektedir [11].

Tozların, HIP'le sıkıştırılması esnasında davranışı karmaşık olup, başlıca tozların yeni bir düzene girmesini, plastik deformasyona ve sürünme gibi olayları içermektedir [11].

Günümüzde HIP prosesi, takım çeliklerinin, nükleer yakıtın, titanyum alaşımlarının, refrakter malzemelerin, seramik kompozitlerin ve süper alaşımların üretiminde kullanılmaktadır [11].

HIP kinetiğine etki eden parametreler sıcaklık, basınç, toz boyutu ve malzemenin mekanik davranışdır. HIP prosesi sonucunda meydana gelen densifikasyon, belirli boyuttaki toz ve sıcaklık için HIP basıncına bağlı olarak değişmektedir [11].

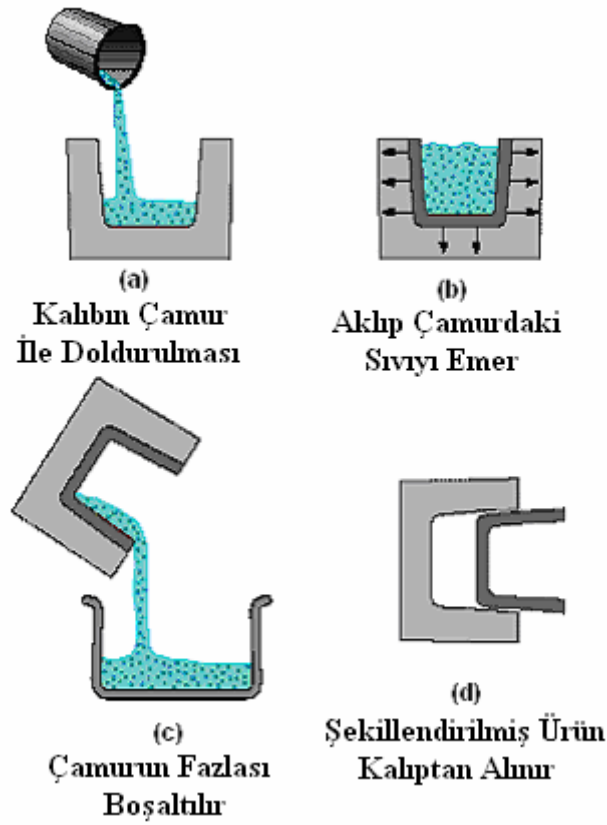


Şekil 2.18. Sıcak presin şeması [11]

#### 2.4.1.7. Slip döküm

Slip döküm, presleme ile elde edilmesi güç olan şekilde malzemelerin üretiminde kullanılan çok eski bir yöntem olmakla birlikte, bugün ileri seramiklerin üretiminde de kullanılmaktadır [30].

Hazırlanan çamur alçı kalıplara dökülür. Çamurdaki su, gözenekli alçı kalıp tarafından emilir. Seramik tozların bir sıvı (genellikle su) ile oluşturdukları süspansiyonun, kalıplara (genellikle alçı) dökümü şeklinde tarif edilebilir. Bu yöntem basit ve pahalı aletler gerektirmediği için her boyut ve şekilde parça üretimi için elverişlidir. Ancak pişme esnasında çekme miktarı yüksek olduğundan, nihai ürünün boyut tahmininde güçlük yaratır. Ayrıca, birkaç kademe gerektiren yavaş bir prosesdir. Bu nedenle, yöntem prototif çalışmalarda ve kısa süreli üretim dönemlerinde kullanılır. Örneğin seramik potalar, bilyalar, seramik sağlık gereçleri ve sanat eserleri [11,30].



Şekil 2.19. Slip döküm ile parça üretimi [11,34]

-Toz hazırlama:

Üretilcek malzemenin özelliklerine göre tozların hazırlanması önem arz eder. İnce taneli tozlarla (-45 mikrometre) çalışılmalıdır. Genellikle 1-10 mikrometre boyutundaki tozlar ideal olup, %5-10 kadarı 1 mikrometrenin altında, %5'i de 100 mikrometrenin üstünde olabilir. Tozların istenilen tane boyutuna inceltmesi esnasında demir bilyalı veya astarlı öğütücü kullanılmış ise, malzeme manyetik ayırıcıdan geçirilerek gelebilecek demir oksit tozlarından arıtılmalıdır [30].

-Slip hazırlama:

Önceden hazırlanmış veya hazır haldeki seramik tozlarının, ortam sıvısı ve katkı maddeleri ile birlikte karıştırılması ile slip hazırlanır. Slipse ilave edilen katkı maddeleri deflokulantlar ve bağlayıcılarıdır. Deflokulant ilavesi slipin kararlı olması



ve yüksek slip yoğunluğu için gereklidir. Bağlayıcılar slipte iki önemli görevi yerine getirir. Birincisi dökümü yapılan parçanın ham dayanımını artırarak elle tutulmasını sağlar. İkinci olarak slipte mevcut iri tanelerin çökmesini önler [30].

İyi bir slip için genel bir reçete vermek mümkün değildir. Hammadde ve karıştırıcıların cinslerine göre her işletme kendi olanaklarına göre optimum döküm koşullarını saptar. En önemli faktör hammaddelerin çok iyi disperse edilmiş olmasıdır. Bu da katı madde-su oranı, katı maddenin tane boyut dağılımı ortamın pH'ı ile yakından ilgilidir. Disperse edilmemiş bir slip şu özellikleri gösterir:

- 1.Slipte tiksotropik yapı çok çabuk oluşur ve kalıbın içini iyi bir şekilde doldurmaz.
- 2.Döküm sonrası malzeme yüzeyi düzgün olur.
- 3.Su oranı yüksek olduğundan kuruma sırasında küçülme büyük olup bu da çatlamalara neden olur.

Döküm slipi hazırlanırken suyun sıcaklığında karıştırma hızına kadar pek çok değişkenin sabit tutulması, tekrarlanabilir sonuçların elde edilmesi için şarttır. Dökümün kalite kontrol testleri rutin olarak yapılırsa her seferinde aynı kalitede döküm yapılabilir. Aynı yoğunluk ve vizkoziteye sahip iki slip farklı döküm özelliklerine sahip olabilir. Bu slipin tiksotrop özelliğinden ileri gelir [30].

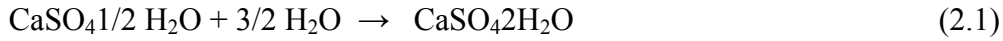
İyi bir döküm slipinde aşağıdaki özellikler istenir [30].

- 1.Kalıp iyi doldurulabilir olmalı
- 2.Slipdeki bazı taneler dibe çökmemeli
- 3.Döküm hızı kontrolü güçleştirecek kadar hızlı olamamalı
- 4.Malzemenin kuru küçülmesi, alçı kalıptan çıkaracak bir miktarda olmalı, ancak bu kalıp içinde çatlamalara sebep olacak biçimde büyük olmamalı
- 5.Döküm sonrası malzeme yeterince ham dayanıma sahip olmalı
- 6.Slipte hava kabarcıkları bulundurmamalı
- 7.Mümkün olduğunca az su içermeli

-Kalıp hazırlama:

Slip dökümü için kalıbın belli bir gözeneklilikte olması gerekir ki slipin içindeki suyu kapiler hareketle çekebilsin. Aynı zamanda kalıp malzemesinin ucuz olması gerekmektedir. Bu şartları en iyi taşıyan kalıp malzemesi alçıdır. Alçı kalıp hazırlamak için alçı tozu suyla karıştırılıp önceden hazırlanmış model kalıba dökülür. Ve alçının sertleşmesi için bir süre beklenir. Eğer karışık şekilde bir parçanın dökümü için kullanılacaksa, alçı kalıp birkaç parçalı yapılır[30].

Alçı tozu kısmen dehidrate edilmiş alçı taşıdır.



Alçı tozuna su ilave edildiğinde alçı taşı oluşur. Normal slip dökümü için alçının %70-80'i ağırlığında su ilavesi ile alçı kalıp hazırlanır. Fazla su hidrasyon sırasında büyüyen alçı kristallerini birbirinden uzak tutarak kalıbın mukavemetini düşürdüğünden optimum su- alçı oranının hazırlanması zorunludur [30].

-Döküm:

Slip dökümü, kalıba doldurulan slipin istenilen et kalınlığına ulaştıktan sonra geriye boşaltılması katı malzeme elde edilinceye kadar slipin kalıba ilavesi ve daha sonra istenilen parça katılaştığında kalıptan çıkarılması şeklinde yapılır [30].

## 2.5. Seramik Ürünlerinin Kurutulması ve Pişirilmesi

Bu bölümde, özellikle sinterleme işleminin temel karakteristikleri ele alınarak, konu teorik ve pratik yaklaşımla işlenmiştir [11].

Sinterleme ileri teknoloji seramiklerinin üretiminde en önemli aşamalardan birisini teşkil etmektedir. Sinterleme sonunda ulaşılan mikroyapı, malzemenin nihai özelliklerine doğrudan etki edeceğinden bu işleme etki eden tüm parametrelerin çok iyi bilinmesi gerekmektedir [11].

İleri teknoloji seramiklerinin sinterlenmesinde halen birçok teknolojik sorun mevcuttur. Bunların başında, sinterleme sıcaklığının yüksek olması gerekmektedir ki, bu sorun üretilen malzemenin pahalıya mal olmasına neden olmaktadır. Diğer problemler ise; porozite, tane büyümesi ve işlem esnasında yer alan faz dönüşümleridir bu sorunlar ise üretilen malzemenin istenilen özelliklere ulaşmamasına neden olmaktadır. Dolayısıyla, belirli bir seramik sistemin sinterlenmesinde başta olan mekanizma ve kinetiği öncelikle tespit edilmeli ayrıca proses mikro yapı karakterizasyonu ile yakından izlenmelidir. Seramiklerin sinterlenmesi esas olarak, yayınma kontrollü bir işlem olduğundan, gerek bilimsel ve gerekse uygulamalı araştırmalarda, iyonik ve kovalent bağlı sistemlerde yer alan yayınma olayının çok iyi kavranılması gerekmektedir [11].

### 2.5.1. Kurutma işlemi

Seramik parçaların, şekillendirme işlemini kolaylaştırmak için seramik hamuruna bir miktar su ilave edilmektedir. Şekillendirilmiş parçalar yüksek sıcaklıkta yapılacak pişme işleminden önce muhakkak kurutularak yapıda mevcut olan bu su atılmalıdır [11].

Başlangıçtaki kurutma hızı, seramik parçanın ihtiva ettiği su miktarına bağlı değildir. Kuruma hızı, yüzeyden uzaklaşan su miktarı ile ifade edilir. Başlıca;

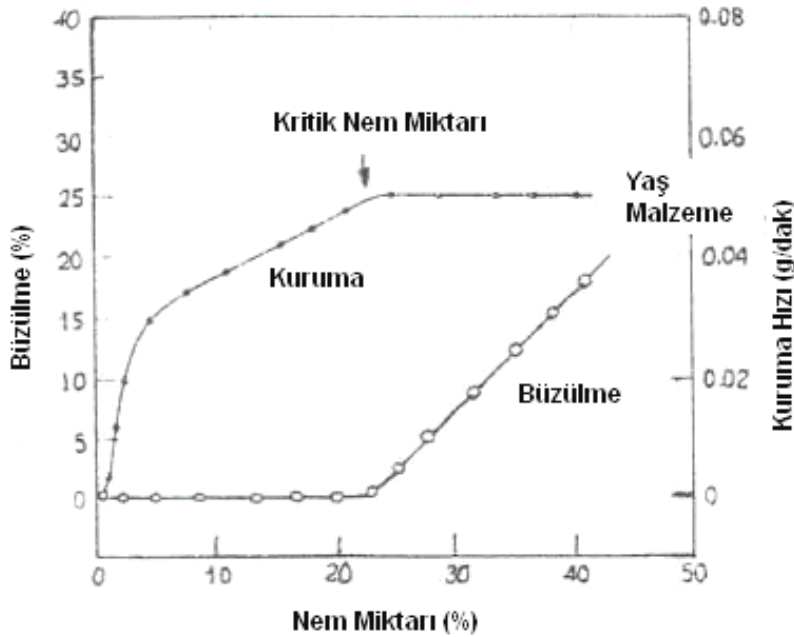
- Sıcaklığa
- Ortamdaki rutubet miktarına
- Kuruyan yüzeyde yer alan hava sirkülasyon hızına bağlıdır. Bu nedenle kurutma hızı

1.Ortamın rutubetine

2.Sıcaklığı

3.Havanın sirkülasyon hızını kontrol ederek sağlanır.

Şekil 2.20’de seramik parçalarda kuruma hızı ve buna bağlı olarak parçada yer alan büzülmenin, parçanın ihtiva ettiği rutubet miktarı ile değişimi, görülmektedir. Seramik tozlarını birbirine temas ettiği kritik su miktarında, kuruma hızı azalmakta ve bu esnada büzülme meydana gelmemektedir.



Şekil 2.20. Şekillendirilmiş yaş seramik parçada, kuruma hızı ve büzülme miktarını malzemede ki nem miktarı ile değişimi [11]

Seramik parçaların kuruması esnasında büzülme kontrol etmek için;

- 1.Şekillendirme esnasında, seramik çamurundaki rutubet miktarı, (kuru olarak presle şekillendirilmiş parçalarda büzülme yer almaz)
- 2.Toz boyutu kontrol edilmelidir. İri tozlar şüphesiz daha az su tutar.

### 2.5.1.1. Kurutma yöntemleri

Şekillendirilmiş seramik malzemeyi kurutmanın en basit yolu açık havada bir sundurma altında malzemeyi bekletmektir. Kurutma kademesinin kontrollü olarak yapılması gerekiyorsa bu işlem, sıcaklık ve rutubetin kontrol edildiği özel odalarda gerçekleştirilir. Ayrıca, sıcaklık profilinin sağlandığı hareketli bant sistemi ile çalışan

fırınlarda da kurutma yapılmaktadır. Diğer taraftan, ince parçaların hızlı bir şekilde kurumasına imkân veren infrared kurutma tekniği de mevcuttur [11].

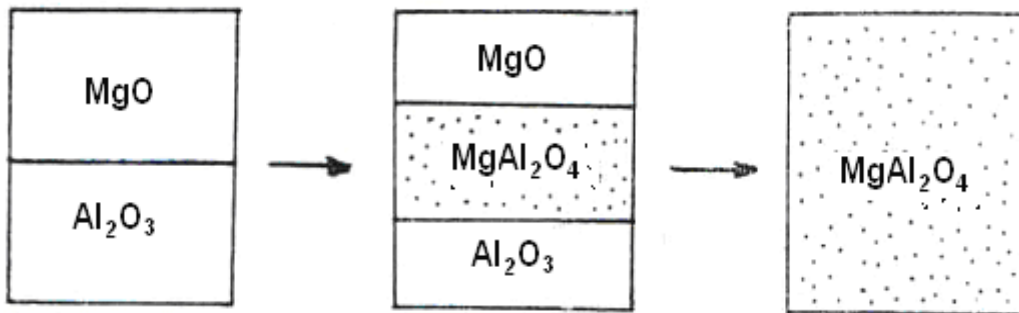
### 2.5.2. Seramiklerin pişirilmesi

Kurutulan seramik malzemeler, 700–2000°C gibi yüksek sıcaklıklarda pişirilir. Seramiklerin pişirilmesinde amaç, densifikasyonu gerçekleştirerek sağlamlaşmalarını sağlamaktır. Pişirme işlemi esnasında büzülme miktarı % 1–40 mertebesinde değişir [11].

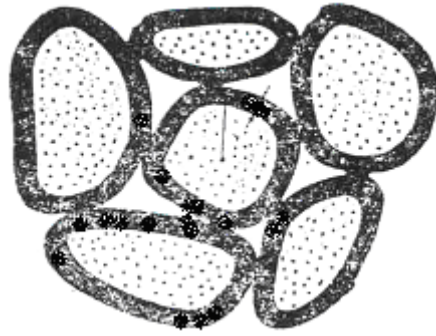
Seramiklerin yüksek sıcaklıkta pişirilmesi esnasında, yapıda bir takım reaksiyonlar değişiklikler yer alır. Bunlar katı-hal, buhar fazı, katı-sıvı reaksiyonları, faz dönüşümleri, bazı bileşiklerin parçalanması ve yeni fazların oluşmasıdır. Ayrıca porların boyutu ve şekli değişebilir ve tane büyümesi meydana gelebilir [11].

#### 2.5.2.1. Pişme esnasında yer alan katı-hal reaksiyonları

Pişme esnasında yapıda yer alan iki farklı katı bileşen yüksek sıcaklıkta, yayınma koşullarının meydana gelmesi sonucu birbiri ile reaksiyona girerek şekil 2.21’de görüldüğü gibi yeni bir ürüne dönüşür. Farklı seramik tozlarının yer aldığı bir karışımda bu durum yüzey difüzyonu nedeniyle şekil 2.22’de gösterildiği gibi seramik tozlarının etrafında bir reaksiyon ürünü tabakası oluşur [11].



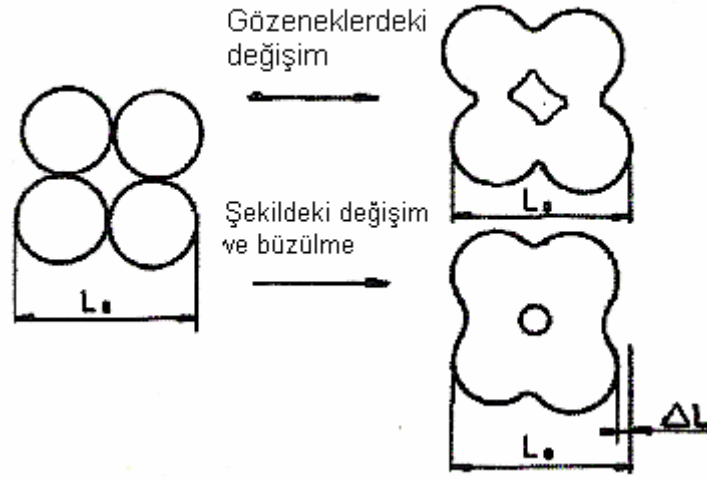
Şekil 2.21. Pişme esnasında katı-hal reaksiyonu sonucu  $MgAl_2O_4$  yeni ürünü oluşumu [11]



Şekil 2.22. Pişme esnasında, katı-hal reaksiyon sonucu seramik tozlarının yüzeyinde reaksiyon tabakasının meydana gelmesi [11]

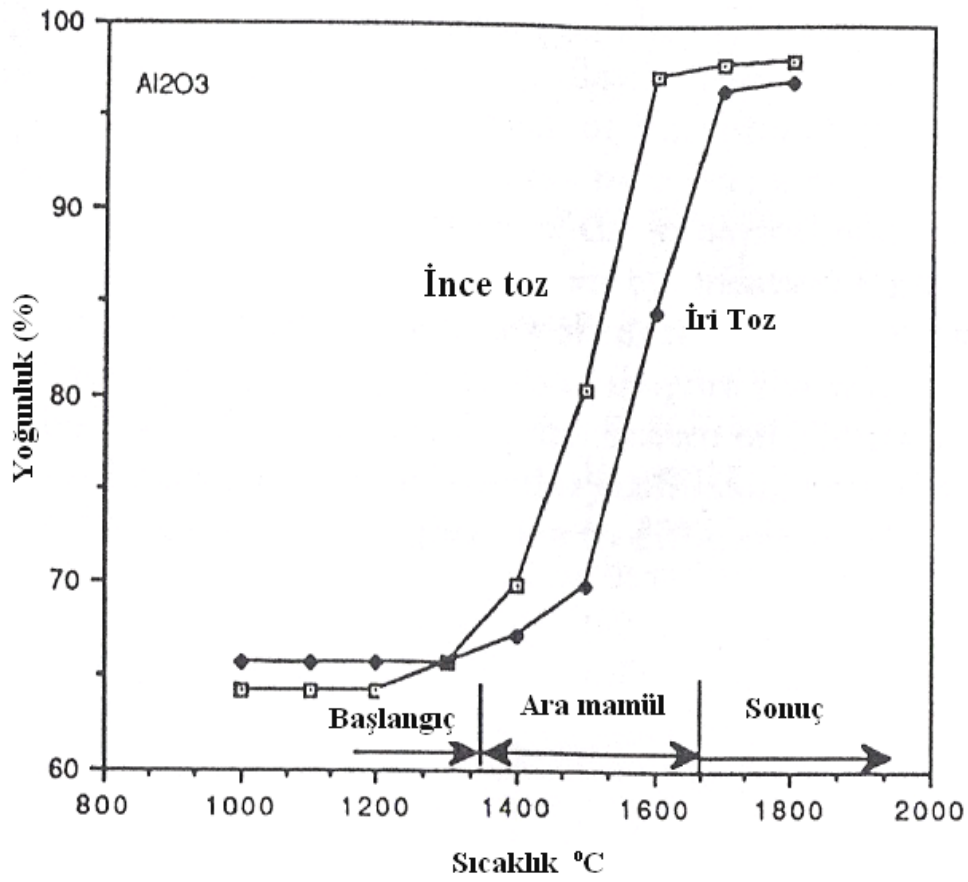
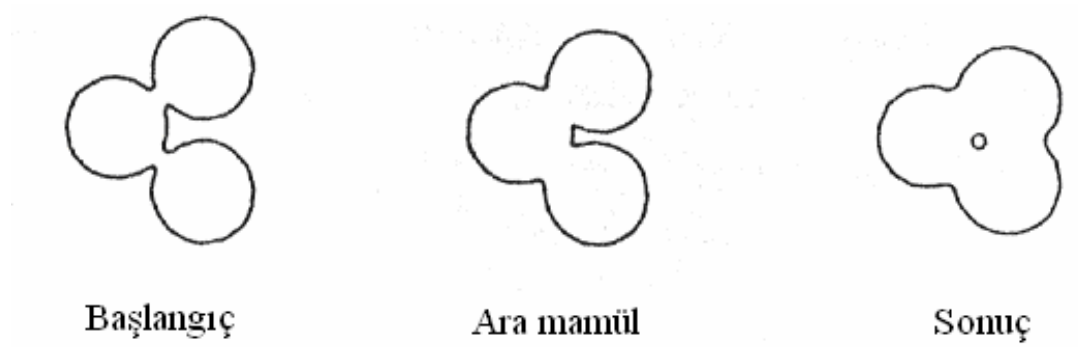
### 2.5.3. Sinterleme

Seramik tozları, şekillendirme esnasında sıkışarak malzemedeki porozite miktarı bir miktar azalır. Kurutma ile de tozlar tamamen birbiri ile temas haline gelir. Ancak, malzeme henüz kompakt hale gelmemiştir. Tozlar arasında boşluklar mevcuttur. Seramik malzemenin cinsine, tane boyutuna ve şekillendirme prosesine bağlı olarak % 25-60 mertebesinde porozite içerir. Mukavemet, saydamlık ısı iletkenliği gibi özellikler için yapıda mevcut porozitenin elemine edilmesi gerekir [11]. Sinterleme, preslenmiş malzemelere uygulanan bir ısıl bir operasyon olarak tanımlanabileceği gibi, presleme esnasında şekillendirilen parçaya uygulanan bir işlem olarak da tanımlanabilir [1]. Pişme esnasında, difüzyon hızlandığından birbiri ile temas halinde olan tozlar arasında özellikle yüzeyde yer alan karmaşık atom difüzyonu, basınç ve ısının tesiri sonucu tozlar birbirine aralarında boyun oluşturarak kenetlenir [1,11]. Böylece porozite miktarı azalır ve densifikasyon sağlanır. Bu esnada porları şekilleri de küreleşir. İdeal bir sinterleşme sonunda porozite tamamen ortadan kalkar ve malzeme kompakt bir kitle haline gelir. Şekil 2.23’de sinterleşme esnasında, tozların birbirine kenetlenmesi ve porozite miktarı ile por morfolojisini değişimi görülmektedir [11].



Şekil 2.23. Sinterleme esnasında, tozların birbirine kenetlenmesi ve porozite miktarı ile por morfolojisinin değişimi [11]

Şekil 2.24 'de alümina tozlarının iki farklı boyutta dağılımı için her sıcaklıkta 4 saatten sonra elde edilen pişirme yoğunluğunu gösterir. İlk olarak düşük yoğunluklu ince tozlar düşük sıcaklıkta yüksek yoğunlukta sinterlenir. Çünkü yüksek özelliğe sahiptir. Bu çok basit formda, sinterleme için hareket ettiren kuvvet, düşük enerjili katı-katı interfaz ve katı-hava interfazının oluşması ile toz bileşiklerinin yüzey enerjisinin düşmesinden kaynaklanır. Hesaplanan serbest enerjideki azalma 1 nanometre parçacıklı tane için 1 cal/gm civarındadır [36].



Şekil 2.24. İki boyutta alümina tozlarının (1,3 ve 1,8  $\mu\text{m}$ ) densifikasyonu, sinterlemenin başlangıç, aramamül ve sonuç safhaları. Sinterleme 7  $^{\circ}\text{C}/\text{dak}$  sabit sıcaklık oranı altında yapılmaktadır [36].

Şekil 2.24'de başlangıç, aramamül ve sonuç sinterleme safhaları not edilmiştir. Sinterlemenin değişik safhaları aşağıdaki gibi tanımlanır [36].

1. Başlangıç safhası;

- Parçacık yüzeyi pürüzsüz ve yuvarlak gözenek



- Tane sınır yapısı
- Boyun oluşumu ve büyümesi
- Difzyonla ayrılmış maddenin homojenisasyonu
- Açık gözenekler
- Küçük gözenek düşüşü < %12

### 2.Ara mamül fazı;

- Tane sınırının kesişmesi
- Açık gözeneklerin büzüşmesi
- Gözenekliğin bayağı düşmesi
- Yavaş tane büyümesi (differansiyal gözenek büzülmesi ve heterojen madde içinde tane büyümesi)

### 3.Sonuç fazı;

- Kapalı gözenekler-yoğunluk >%92
- Kapalı gözenekler tane sınırını keser
- Gözenekler sınırlı boyuta büzüşür yada kaybolur
- Taneciklerden daha büyük olan gözenekler çok yavaşça büzüşür.

Sinterleme mekanizması, tamamen malzemenin taşımına dayanır ve başlıca, atomların yayınması (yüzey ve hacimsel) ile vizkoz akışı kapsar. Malzemenin taşımını kolaylaştırmak için işlem ancak yüksek sıcaklıkta gerçekleştirilir sinterleşmeyi sağlayan itici güç, serbest yüzey enerjisindeki, azalmadır. Sinterleme ile densifikasyonun sağlanması değişik şekilde yapılabilir. Bunlar tablo 2.7'de özetlenmiştir [11].

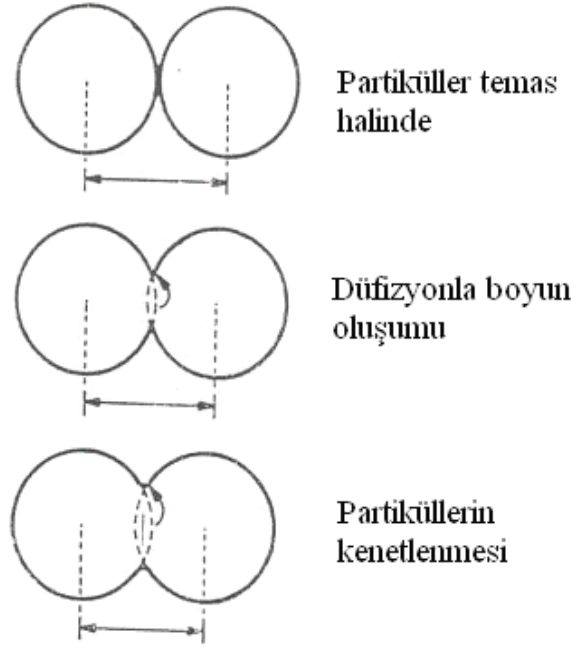
Tablo 2.7. Sinterleme mekanizmaları [11]

Sinterleme Tipi	Taşıyım Mekanizması	İtici Enerji
Buhar Fazı	Buharlaşma / Süblümasyon	Buhar basıncındaki fark
Katı-Hal	Yayınma	Serbest enerji deki fark ( $\Delta\mu$ )
Sıvı Faz	Viskoz akış, yayınma	Yüzey gerilme si kapiler basınç
Reaktif Sıvı	Viskoz akış, yayınma	Yüzey gerilmesi kapiler basınç

Sinterlenen malzemenin özelliklerinde birçok değişme olur. Seramiklerde mukavemet, termal iletkenlik, yoğunluk, saydamlık ve yarı saydamlık artar [5].

### 2.5.3.1. Katı-hal sinterlemesi

Katı-hal de sinterleme, yayınma ile malzeme taşınımını içerir. Bu proses için gerekli itici güç, boyun bölgesi ile tozun yüzeyi arasında meydana gelen serbest enerji veya kimyasal potansiyel farkıdır. Şekil 2.25’de katı-hal sinterlemesinde malzemenin taşınımını şematik olarak görülmektedir. (Atomların yayınması ile atom boşluklarını yayınması zıt yöndedir.) boyun bölgesi, atom boşlukları için kaynak ve tozların yüzeyleri de göç bölgesidir [11].



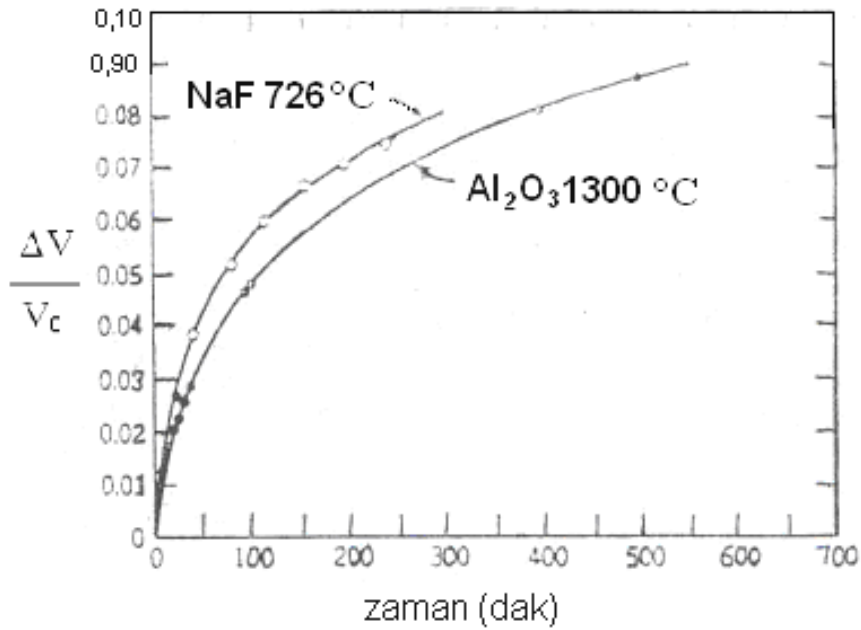
Şekil 2.25. Sinterleme esnasında, katı-hal malzeme taşınımı sonucu, boyun teşekkülü ile tozların kenetlenmesi [11]

-Sinterleme hızı

Sinterleme hızı şekil 2.26'de görüldüğü gibi sinterleme süresi ile azalır. Bu nedenle süre sinterlemeyi kontrol eden çok önemli bir parametre değildir. Sinterleme hızı:

$$\frac{\Delta V}{V_0} = \frac{3 \Delta L}{L_0} = 3 \left( \frac{20 \cdot \gamma \cdot a^3 \cdot D^*}{\sqrt{2 \cdot kT}} \right)^{2/5} r^{-6/5} \cdot t^{-2/5} \quad (2.2)$$

ile verilir. Burada;  $\gamma$ , yüzey enerjisi,  $a^3$ , yayınan boşluğun atomik hacmini,  $D^*$ , self-difüzyon katsayısını,  $r$ , toz yarıçapını ve  $t$ , sinterleme süresini göstermektedir [11].



Şekil 2.26. Sinterleme hızının sinterleme süresi ile değişimi [11]

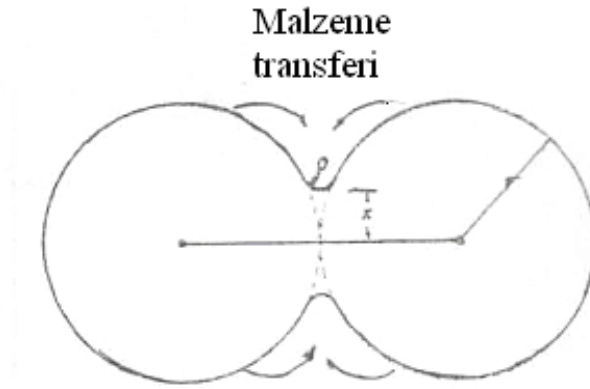
Sinterlemeyi kontrol eden faktörler;

- 1.Sıcaklık (sıcaklık arttıkça sinterleme hızlanır),
- 2.Toz boyutu (ince tozlar sinterleme süresini kısaltır veya daha düşük sıcaklıkta sinterleme imkanı yaratır),
- 3.Tozların sıkıştırılmasındaki homojenlik,
- 4.Toz boyutu dağılımıdır (Tek-boyutlu tozlar, sıkı biçimde istif edilmediğiden tercih edilmez) [11].

### 2.5.3.2. Buhar faz sinterlenmesi

Buhar fazı sinterlenmesi sadece birkaç sistemde önem taşır. Bu prosesi iten güç, yüzey eğriliği nedeniyle buhar basıncında meydana gelen farktır. Tozların yüzeyi, pozitif eğrilik yarıçapına sahip olup buhar basıncı yüksektir. Diğer taraftan, iki tozun birbirine temas ettiği boyun bölgesinde eğrilik çapı negatif olup, buhar basıncı

düşüktür. Şekil 2.27’de buharlaşma ve çökelme ile meydana gelen sinterlemenin ilk kademeleri görülmektedir. Bu proses de, porların morfolojisi değişebilir. Fakat densifikasyon gerçekleşmez [11].



Şekil 2.27. Buharlaşma-kondensasyonla sinterlemede ilk aşamalar [11]

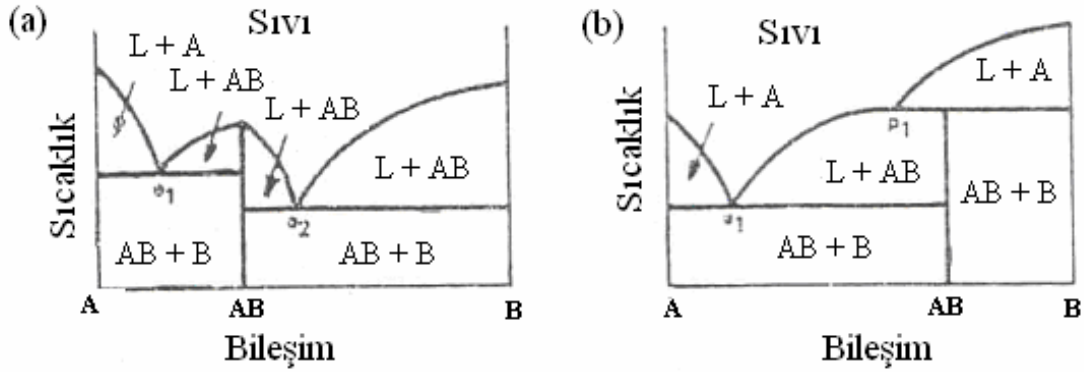
### 2.5.3.3. Sıvı faz sinterlemesi

Yüksek ve düşük ergime sıcaklığına sahip farklı tozların sinterlemeleri sırasında oluşan sıvı faz sinterlemesi düşük ergime sıcaklığına sahip toz partiküllerinin eriyerek katı tanelerin etrafını sarması ve kaynaşması bu sıvı köprü yardımı ile sağlanması prensibine dayanır. Sıvı faz sinterlemesi üzerine gerçekleştirilen çok sayıdaki araştırmalar sonucu bu sürecin üç aşamada oluştuğu kabul edilmiştir. Bu aşamalar sırasıyla:

- 1.Sıvı akışıyla yeniden düzenlenme aşaması
- 2.Çözünme, yeniden çökelme aşaması
- 3.Katı hal sinterlenmesi aşamasıdır [37].

Bu prosesde sinterleme sıcaklığında, fazlardan biri viskoz haldedir. Bu durum özellikle ergime noktaları birbirinden çok farklı malzemelerin sinterlenmesinde görülür. Sıvı faz, katı haldeki tozları ıslatır ve tozlar arasındaki ince kanallarda 1000 psi (0,7 kg/mm<sup>2</sup>) varan yüksek kapiler basınç meydana gelir. İnce tozlarda, kapiler basınç miktarı daha fazla olup sinterleme kolaylaşır [11].

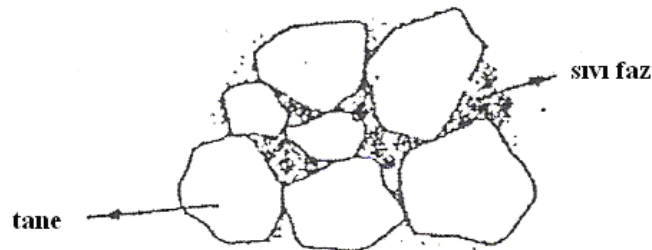
Sıvı faz sinterlemesi, silikat sistemlerde geniş ölçüde uygulanır. Sistemde yer alan sıvı fazın miktarı ile ilgili faz diyagramında tahmin edilir. Şekil 2.28’de sıvı-faz sinterlemesinin uygulanabileceği iki faz diyagramı verilmiştir [11].



Şekil 2.28. Sıvı-faz sinterlemesi uygulanabilir ikili sistemler [11]

Sıvı-faz sinterlemesinde, preslenen toz karışımı sıvı fazın oluşturduğu sıcaklıkta sinterlenir. Sıvı fazın oluşması ile ani bir büzülme meydana gelir. Bu esnada, katı partiküller sıvı faz içerisinde yeni bir düzene girer. Sıvı-faz sinterlenmesinde sıvı fazın miktarı minimum tutulur ve miktarı hiçbir zaman % 20’yi geçmez. Sıvı fazın ıslatma açısı sinterlemeye etki eden önemli bir parametre olup, bu porosede ıslatma açısının mümkün olduğu kadar küçük olması gerekir. Sıvı-faz sinterlemesinde, seramik tozlarının düşük sıcaklıkta ve kısa sürede sinterlenmesi mümkündür. Buna mukabil, sıvı faz sinterlenmesi ile üretilmiş malzemeler yüksek sıcaklıklarda kullanılmaya elverişli değildir. Dolayısıyla refrakter özellik aranmayan, örneğin elektronik seramiklerin üretimi için uygun bir yöntemdir [11].

Sıvı faz sinterleme oluşumu şekil 2.29’de verilmiştir [37].

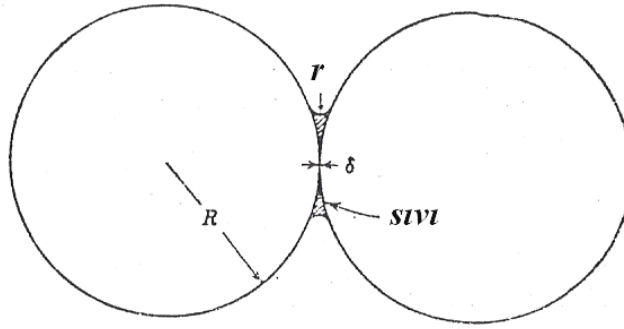


Şekil 2.29. Sıvı faz sinterlemesi [37]

#### 2.5.3.4. Reaktif-sıvı sinterlenmesi

Sıvı faz sinterlenmesine benzerdir. Fakat, sıvı ya bileşimini değiştirir veya ayrışarak kaybolur. Bu proses, sinterleme sıcaklığında, katı fazın sıvı içerisinde sınırlı miktarda çözünebildiği sistemlere uygulanabilir. Örneğin, cermetler, bağlanmış karbürler, (MgO + % 2 kaolen)  $Al_2O_3$  + alkali toprak silikatları [11].

Bu proseste, sıvı fazdaki negatif eğrilik yarıçapı, katı tozlara kıyasla negatif basınç yaratır ve tozları bir arada tutar (Şekil 2.30). Bu arada  $\delta$  bölgesinde oluşan basma kuvvetleri sıvı içerisinde katının çözünürlüğünü artırır. Böylece tozlar arasındaki malzeme çözünerek birbirine kenetlenir [11].



Şekil 2.30. Tozlar arasında bulunan sıvı damlası, temas bölgesinde basma kuvvetlerine neden olarak tozları bir arada tutar [11]

#### 2.5.3.5. Sinterleme problemleri

Teknolojide, sinterleme esnasında bazı problemlerle karşılaşılır. Bunlar çökme, aşırı yanma, bağlayıcıların yanması, ayrışma reaksiyonları ve polimorfik dönüşümlerin yer almasıdır [11]. Pişirme sırasında ortaya çıkan hataların bir kısmı üretimin diğer basamaklarında aramak yerinde olur. Örneğin çamur hazırlama, şekillendirme ve kurutmada yapılan ve henüz ortaya çıkmayan hatalar, pişirme sırasında ortaya çıkarlar. Bunun dışında, büyük ölçüde hatalı pişirme nedeni ile de çeşitli pişirme hataları oluşur [32]. Sinterleme sırasında çökme genellikle malzemenin yetersiz desteklenmesinden kaynaklanır bu probleme çare olarak fırın içinde bir takım tedbirler alınabilir ve malzemenin pişirme esnasında fırındaki konumu değiştirilir.

Çökmeye aynı zamanda yaş malzemenin yoğunluğunun yer yer değişik olmasına neden olur bu durumda heterojenliğin daha önceki kademelerde ortamdan kalkması sağlanmalıdır. Aşırı pişme, tane büyümesine, fırındaki konstrüksiyon veya diğer ürünlerle reaksiyona girmeyen, şişme veya çökmeye neden olur aşırı pişme, aynı zaman da enerji sarfiyatına sebebiyet verir [11]. Malların istendiğinden daha fazla pişmesi ve erimesi, fırın sıcaklığının gerektiğinden yüksek olması sonucunda ortaya çıkar. Yakıtın verdiği sıcaklığın, fırın içinde iyi bir dağılım göstermeyerek, bazı yerlerde fazla yakıtın kullanılması, o bölgedeki ürünlerin erimesine neden olur. Fırında bazı malların az pişmesi, fırının az ısıtılmış bölgelerinde görülür. Bu ürünler sağlamlıktan ve dirençten yoksun olup, vurulduğu zaman çınlama yerine kof bir ses çıkartır. Ürünlerin fırın içinde yerleştirme şekilleri de pişirmenin az veya çok olmasına etkili olur. Genellikle ısı kayıplarının fazla olduğu, kapı ve duvar yakınları ile sıcaklığın erişemediği fırının alt ve üst, iç bölgelerinde, sıcaklık kayıpları büyük olduğundan, buralarda pişmesi gereken ürünlerin az pişer [32].

Soğuk ürünlerin fırında, içinde yüksek oranda su buharı bulunan gazlar ile veya düşük sıcaklık da rutubetli hava ile ısıtılması çatlamalara yol açar. Ürünlerin üst yüzeylerinde yoğunlaşmış olan su buharı tabakası, ürünlerin yüzeyinde bir yumuşamaya yol açar. Bu sırada ürünün ısıtılması sonucu suyun aniden uçması nedeniyle çatlaklar ortaya çıkar. Bu tür çatlaklar sadece ürünlerin üst düzeylerinde ortaya çıkar derinlere inen çatlakların nedenini ise ürünlerin iyice kurumadan fırına girmesinde aramak gerekir [32].

Fırınların ısıtılmasında kullanılan kükürtlü yakıtlardan fırının içinde  $SO_2$  ve  $SO_3$  içeren yanma gazları oluşur. Bu gazlar ürün rutubetinden kaynaklanan su buharı ile birleşerek sülfirik aside dönüşürler. Bu asit ise, çamurda bulunabilen kalsiyum sülfata dönüştürür. Buda ürünün yüzeyinde beyaz lekelere yol açar. Bunları önlemek için, çıkış gazlarını yoğunlaşma sıcaklığının altına düşürmemek ve ürünlerin fırına kuru olarak sokmak gerekir. Aynı zamanda, fırına giren ürünleri, çıkma gazları ile değil, kuru sıcak hava ile kurutmak da gerekir [32].



Diğer bir pişirme hatası da, fırın sıcaklığının çok çabuk yükselmesi sonucu ortaya çıkan pişme çatlaklarıdır. Bu olay daha çok, kimyasal suyun uçtuğu 400-600 °C arasında olur. Pişen malların çok çabuk soğumasında çatlaklara yol açar. Bunlara soğuma çatlağı adı da verilir. Sinterleşmemiş mallarda soğuma hızı 10-25 °C/saat'in ve sinterleşmiş mallarda 7-15 °C/saat'in üzerinde ise soğuma çatlakları oluşur. Özellikle bol kuvashlı çamurlarda 870 ve 575°C'lerde ve özellikle 230°C'de çabuk soğutma sonucu soğuma çatlakları oluşur. Soğuma çatlağı diğer çatlaklardan, sert ve keskin kenarlı oluşu ile ayrılır [32]. Ayrışma reaksiyonları, tuzların, nitratların ve hidratların kullanılması halinde meydana gelir. Karbonatların ayrışması 1000°C ve sülfatların ayrışması 1200°C gerçekleştiğinden bu sıcaklıkların altındaki sinterlemelerde sorun yaratmaz polimorfik dönüşümler, özellikle soğuma esnasında problem yaratır. Zirkonya bu konuda tipik bir örnektir. Zirkonyada bu problemi ortadan kaldırmak için MgO, CaO, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> gibi maddelerle yapının stabilize edilebilmesi gerekir [11]. Pişme sonucu görülen şişmeler diğer bir pişirme hatasıdır. Bunun nedeni, sıcaklığın ani yükselmesi sonucu malın yüzeyinin sinterleşmesi ve arada kalan gaz tabakasının genişleyerek, şişip dışarı baskı yapmasıdır. Gazın oluşumunun nedenleri çeşitlidir. Killerin içindeki, doğadan gelen maddelerin yanması sonucu oluşan gaz basıncı su buharının da yardımcı aracılığı ile, sinterleşen mallarda şişmeye neden olur [32].

Şişmenin kaynaklandığı diğer bir neden ise, demir bileşikli (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, FeS<sub>2</sub>) hammaddelerin CO'li yanma gazlarının etkisi ile reaksiyon göstermesidir.



CO, 400 °C Fe bileşiklerinin katalizatörlüğü altında CO<sub>2</sub> ve C'a ayrıştırır. Başka bir anlatımla, demirli malzeme yaklaşık 400 °C'de CO ile birleşirse bünyesinde C hapseder. Yüksek sıcaklıklarda, oksijen oranına göre, bu C yine CO ve CO<sub>2</sub> olarak yanar. Oluşan bu gaz ise şişme nedenidir. Bu hatayı önlemek için, demirli maddeleri bol hava ile yakmak gereklidir [32].

Sır hatası olarak görülen kabarcıklar veya iğne delikleri çoğu zaman pişirme hatası olarak da çamurdan gelebilir. Örneğin, demirli çamurlarda silisle oluşan “ fayalit” gaz ise çamurun sır tabakasını delerek çıkar [32].



Sinterleme esnasında tane büyümesi yer alabilir. Bunu önlemek için genellikle bazı katkı maddeleri çok az miktarda ( daima % 1'in altında) karışıma ilave edilir [11].

Oksitlerin sinterlenmesinde yayınmayı kontrol eden bileşen oksijen iyonunun difüzyonudur. Sinterleme esnasında yer alan farklı difüzyon hızları, stokiometrenin bozulmasına ve tane içerisine boşluk oluşumuna sebebiyet verir, oluşan bu boşlukları ortadan kaldırmak mümkün değildir [11].

## **BÖLÜM 3. ALÜMİNA VE SİLİSYUM KARBÜR**

### **3.1. Alümina**

#### **3.1.1. Dünyada ve Türkiye’de alümina üretimi**

Alüminyumun elde edildiği “Boksit” cevherinin Türkiye yeraltı zenginlikleri içinde olduğu 1938 yılından önce bilinmiyordu. MTA’nın 1935 yılında kuruluşundan sonra, 1938 yılında Antalya Akseki bölgesinden alınan numuneler incelenmiştir. 1962-1965 yılları arasında yapılan ayrıntılı jeolojik sondaj, galeri, kuyu ve yarma çalışmaları, Konya Seydişehir boksitlerinin böhmitik tip ve yeterli rezerv de olduğunu göstermiş ve bölgede birincil alüminyum üretim tesisinin kurulmasının ekonomik olacağı anlaşılmıştır. Türkiye’de 60 milyon ton boksit bulunduğu tespit edilmiştir [28].

Alümen kelimesi Romalıların kan durdurucu veya büzücü maddelere verdiği isim olup, 1786 yılında De Mervea, alüminyum oksite “alüminal” adını vermiştir. Bu kelime İngilizceye “alümina” olarak geçmiş ve günümüze kadar uzanan zaman diliminde ise aynen muhafaza edilmiştir [4].

Dünyada ilk 1885 yılında Paris’te keşfedilmiştir. Birincil alüminyum üretimi ilk 1888’de Fransız Herult ve Amerikan Hall’in buldukları yöntemle elde edilmiştir [28]. Günümüzde endüstriyel olarak alümina üretiminin çoğu 1886 yılında P.L.T.Herault ve C.M.Hall tarafından ortaya konan, erimiş kriyolit alümina ( $\text{Na}_3\text{AlF}_6\text{-AlO}_3$ ) elektrolizine dayanmaktadır [33]. Alüminyum kullanımı son 25 yıl içinde hızlı bir şekilde yaygınlaşmıştır. Alaşımlandırıldığında yoğunluğundaki küçük artışlara karşın dayanıklılığında önemli bir artış gözlenmektedir. Dayanıklılığın ağırlığına oranla çok yüksek olması en önemli özelliğidir. Dünya boksit rezervlerinin en fazla olduğu ülkeler Avusturalya, Jameika, Girne ve Brezilya olarak sıralanabilir [28].

Diğer önemli bir gelişme ise Avusturyalı Dr. Karl Josef Bayer'in yaptığı ilk buluştan faydalanılarak 1895 yılında kurulabilen Bayer alümina fabrikası olmuştur. Günümüzde söz konusu araştırmacının adı taşıyan alümina eldesi prosesine dayanarak üretim yapan fabrikaların sayısı çok artmıştır. Böylece düşük silikalı alüminyum cevherlerine uygulanan Bayer prosesinden elde edilen alüminadan alüminyum metaline geçiş için Hall-Herault elektroliz prosesi kullanılarak ucuz kaliteli Alüminyum metalinin eldesi sağlanmıştır. Dünyada yaklaşık 40 ülkede kurulu olan irili ufaklı alümina tesislerinde 26052 milyon metrik ton üretim yapımlı olup, 23729 milyon metrik tonu alüminyum metali olarak kullanılmıştı, kalan 2323 milyon metrik tonunu özellikli alümina ürünleri teşkil etmiştir [4].

Ülkemizin tek birincil alüminyum üreticisi ETİBANK'ın Seydişehir Alüminyum İşletmeleridir. Bu bölgedeki boksit cevherini işlemek için 9 Mayıs 1967 tarihinde ETİBANK Genel Müdürlüğü ile Tyazpromexport (SSCB) arasında imzalanan anlaşma ile 60.000 ton / yıl kapasiteli birincil alüminyum fabrikasının kurulması çalışmaları başlamıştır. Fabrikada 13 Ekim 1969 tarihinde montaj çalışmaları başlamış ve Mart 1973 yılında Alümina Fabrikası devreye alınmış ve ayrıca Ağustos 1974'te 1. elektroliz hane, Ekim 1975'te 2. elektroliz hane, Aralık 1975'de 3. elektroliz hane, Ocak 1977'de 4. elektroliz hane, Mayıs 1974'te Dökümhane, Şubat 1976–Mart 1979 arasında ise üniteleri tamamlanarak işletmeye alınmıştır [28]. 60,000 ton/yıl kapasiteli tesis Ocak 1977 yılında %100 kapasiteye ulaşmış, 8 ay sonra Türkiye'nin içinde bulunduğu büyük enerji sıkıntısı nedeniyle Eylül 1977'de %50 kapasiteye düşmüştür ama şimdilerde %100 kapasiteli üretime devam etmiştir [28].

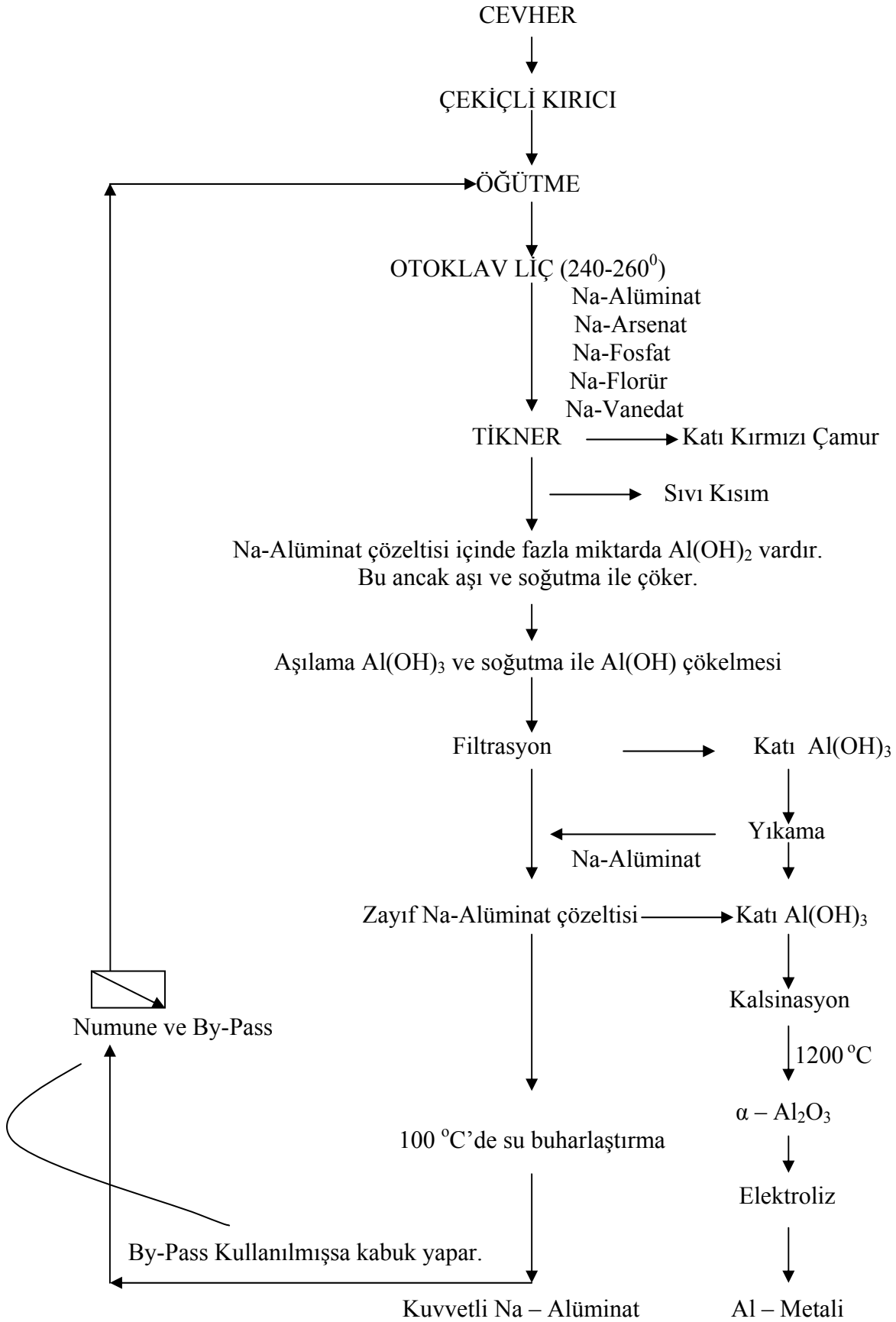
Seydişehir Alümina Fabrikasının açık işletme tekniği ile çıkarılan %56 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tenörlü boksit cevheri, Bayer Prosesinin uygulandığı bu fabrikada kırma, öğütme, çözme, katı-sıvı, ayrımı sıvı kristalisasyonu sonucu alüminyum hidroksit elde edilir. Bu alüminyum hidroksitin kalsinasyonu işlemleri sonucunda ise, 200,000 ton/yıl alümina üretilir. (yaklaşık 2 ton boksitten, 1 ton alümina elde edilir.) [28]. Tablo 3.1'de seydişehir alüminasının kimyasal analiz sonuçları gösterilmiştir [28].

Tablo 3.1. Seydişehir alüminasının kimyasal analiz sonuçları [28]

Bileşikler	ETİ Alüminası % Ortalama	TÜBİTAK % Analizi	ETİ Alüminyum % Analizi
C	---	0,2	---
S	---	0,19	---
Ateş kaybı	0,41	1,10	---
SiO <sub>2</sub>	0,02	0,52	---
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,017	0,01	0,027
Na <sub>2</sub> O	0,42	0,21	0,40
TiO <sub>2</sub>	0,079	0,1	---
CaO	---	0,01	---
ZnO	---	---	---
MnO	0,001	---	---
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,0028	---	---
V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,079	---	---
SO <sub>3</sub>	---	---	---
CuO	----	---	---
K <sub>2</sub> O	---	0,005	---
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	98,975	97,664	99,573
Mutlak Yoğ. (gr/cm <sup>3</sup> )	3,52	---	---

Ülkemizde tüketim dünya ülkelerine göre kişi başına düşük seviyeler de kalmıştır. Kişi başına yıllık alüminyum tüketimi ABD’de 27 kg, Avrupa’da 13 kg, Türkiye’de 3 kg’dır [28].

Alüminyumun ana cevheri olan boksit cevheri üretimi açık ocak işletmeciliği ile gerçekleştirilir. Dünya boksit üretimi son yıllarda 110-125 ton/yıl mertebesinde gerçekleşmiştir. Avusturalya ve Latin Amerika en büyük boksit üreticileri durumundadır [28].



Şekil 3.1. Seydişehir Alümina Tesislerinde Alümina Üretimi [28]

### 3.1.2. Alüminanın özellikleri

Alümina, kristaloğrafik olarak oksijen iyonlarının alüminyum iyonları tarafından sıkı hegzogonal olarak sarılması ile ifade edilebilir. Dış görünüş olarak beyaz bir tozdur [29]. Ergime sıcaklığı 2050 °C, kaynama noktası ise 2080°C, olan alümina yüksek sıcaklıklarda kimyasal maddelere ve mekanik yüklere karşı en dayanıklı refrakter malzemelerden biridir [28,29]. Alüminanın molekül ağırlığı 101,96 g/mol reaktif indeksi ise 1.765, oluşum serbest enerjisi ise -1582,4 kJ/mol'dür [7]. Alümina suda ve şayet iyi kalsine edilmişse hem mineral asitlerinde hemde bazlarda çözünmezler. Alümina, HF'ye karşı da dayanıklıdır. Sodyum karbonat, kostik soda ve sodyum peroksit saf alümina potolarda az tahribatla eritilebilir. 1700-1800 °C gibi yüksek sıcaklıklarda flor gazı dışında bütün gazlara karşı direnç gösterir. Alümina oksitleyici ve redükleyici atmosferde 1900 °C'ye kadar kullanılabılır [28].

Doğal korundum halinde fakat feldspat ve killerde olduğu gibi genellikle silikatlarla birlikte kullanılırlar. Alümina aynı zamanda boksit, diaspor, kriyolit, silimanit, kiyanit, nefalit ve diğer birçok minerelin bileşiminde yer almıştır [28].

Saf alümina düşük sıcaklıkta birkaç formda bulunur. Fakat bütün bu formlar zaman kristal boyutu ve atmosfere bağlı olarak 750–1200 °C arasında  $\alpha$  alüminaya dönüşür. 1600 °C'nin üzerinde yapılan ısıtma bu dönüşümü hızlandırır. Alüminanın  $\alpha$  fazına dönüşümü tersinir değildir [28].

Alümina ( $Al_2O_3$ ) ile hazırlanmış değişken seramik bünyelerin özellikleri partikül boyutu ve proses şartlarına dayanır. Korundum yapısı ve  $\alpha-Al_2O_3$  kararlı yapı olmasına rağmen diğer  $Al_2O_3$  modifikasyonları var olur ve görülebilir [38].

Alüminadan poroz ve yoğun ürünler yapılır. Poroz ürünler genelde ergimiş alüminadan yapılır ve bunlar 1900 °C'ye kadar çıkan yüksek sıcaklık fırınlarının astarı olarak kullanılır. Ergimiş alümina %99,8  $Al_2O_3$  ihtiva eder. Saflık yükseldikçe mukavemet, elektrik ve aşınma direncinde artış kaydedilir [28].

Tablo 3.2’de %85,0–99,7 saflıkta alüminaların fiziksel ve mekanik özellikleri verilmiştir [7].

Tablo 3.2. %85,0-99,7 saflıkta alüminaların fiziksel ve mekanik özellikleri [7]

Alümina içeriği, (%)	85,0	95,0	99,7
Yoğunluk, g/cm	3 3,5	3,7	3,9
Dielektrik sabiti	8,5	9,2	9,0-10,1
Dielektrik mukavemeti, kV/mm	28	---	10-35
Hacim direnci, $\Omega$ .cm (600°C’de)	$4 \times 10^6$	$5 \times 10^9$	$4 \times 10^{10}$
Termal iletkenlik, W/m °C	15	20	28-35
Termal genişleme katsayısı, $10^{-6} / ^\circ\text{C}$	(20-1000°C) 7	7,6	8
Maksimum kullanım sıcaklığı, °C	1300	1500	1700
Spesifik ısı, J/K kg	920	900	---
Eğme mukavemeti, MPa (20°C’de)	300	350	350
Basma mukavemeti, MPa (20°C’de)	1800	2000	2200-2600
Elastik modül, GPa	260-330	340-375	380-410
Poisson oranı	0,22-0,25	0,23-0,26	0,24-0,27
Sertlik, HV1,0	800-1000	1200-1600	1500-2000

### 3.1.3. Alümina mineralleri

Bugün için tabiatta yaklaşık 250 cins alüminyum minerali bilinmektedir. Bunların %40’ını alüminyum silikatlar teşkil etmektedir. Alümina, çoğunlukla hidroksitlerin karışımından oluşan boksitten elde edilir. Boksit bir mineral ismi olmayıp gipsit, böhmite ve diaspor gibi hidroksit minerallerinin bir karışımıdır [7,39]. Daha çok silikat ve oksit karışımları halinde ortaya çıkan silikat mineralleri ve korund çok sağlam yapılı bileşikler oldukları için alüminyum üretiminde kullanılamazlar. Birincil oluşumlar olarak tanımlanan silikat bileşimli kayalar meydana getiren minerallerin yüzey etkileri ile değişimleri sırasında alüminyum üretimi için uygun



olan ikincil mineraller oluşmaktadır. Çeşitli alüminyum mineralleri ve bunların özellikleri Tablo 3.3’de verilmiştir [39].

Tablo 3.3. Alüminyum mineralleri [39]

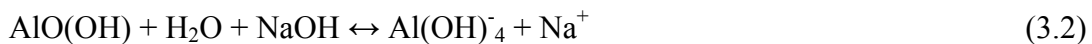
	Adı	Formül	%Al	% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
<b>a)</b>	<b>Boksit minareleri</b>			
	Korund	$\alpha - \text{Al}_2\text{O}_3$	52,9	100,0
	Gibsit	$\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	34,6	65,4
	Diasporit	$\alpha - \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$	45,0	85,0
	Böhmit	$\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$	45,0	85,0
<b>b)</b>	Alunit	$\text{K}_2\text{O} \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SO}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	19,6	85,0
<b>c)</b>	<b>Alum Mineralleri</b>			
	Alumojel	$\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SO}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	15,8	29,8
	Aluminit	$\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	15,7	29,7
	Kalinit	$\text{K}_2\text{SO}_4 \cdot \text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$	5,7	10,8
	Halotrikrit	$\text{FeSO}_4 \cdot \text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$	5,8	11,0
<b>d)</b>	<b>Diger Mineraller</b>			
	Andaluzit	$\text{Al}_2\text{SiO}_5$	33,3	62,9
	Kiyanit	$\text{Al}_2\text{SiO}_5$	33,3	62,9
	Silimanit	$\text{Al}_2\text{SiO}_5$	33,3	62,9
	Kaolinit	$\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	20,9	39,5
	Spinel	$\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$	38,0	71,8
	Ortoklaz	$\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$	9,7	18,3
	Kriyolit	$3\text{NaF} \cdot \text{AlF}_3$	12,9	24,3
	Topaz	$\text{Al}_2[\text{Fe}(\text{OH})_2]\text{SiO}_4$	22,7	42,9
	Beril	$\text{BeAl}_2(\text{SiO}_3)_6$	10,4	19,7
	Staurilit	$2\text{Al}_2\text{SiO}_5 \cdot \text{Fe}(\text{OH})_2$	26,0	49,0

### 3.1.3.1. Korund

Aluminyum oksitin saf, doğal olarak oluşan, termodinamik olarak kararlı tek formu olan korund, volkanik ve metamorfik kayalarda bulunan nadir bir mineraldir. Büyük ve temiz numuneler birçok ülkede kıymetli taşlar olarak kullanılmaktadır. Bunlar; safir mavi renkte  $TiO_2$ , yakut (ruby) kırmızı renkte  $Cr_2O_3$  çözüdüren  $\alpha-Al_2O_3$ 'dır [7]. Elmaştan sonra en sert mineral olan korundun yoğunluğu 4,0-4,1  $g/cm^3$  olarak verilmekte ve kırmızı olana yakut, mavi renkli olanına da safir denilmektedir. Korundun manyetit, hematit ve kuvarsla beraber bulunduğu minerale zımpara adı verilmektedir. Opak ve granüler yapıda olan zımpara genellikle koyu gri, siyah renklerde bulunmaktadır [39].

### 3.1.3.2. Gibsit

Bayerit doğada nadir olarak bulunmasına rağmen, gibsit; boksit, tropikal toprak ve killerde yüksek miktarlarda bulunmaktadır [40]. Toprağımsı beyaz, grimsi, yeşilimsi renkli ve yarı şeffaf olan gibsit  $Al_2O_3 \cdot 3H_2O$  bileşiminde olan bir  $\gamma$ -alümin trihidrat olup, monoklinik sistemde kristalleşmekte ve her doğrultuda iyi dilinim vermektedir. Özgül ağırlığı 2,3-3,4  $g/cm^3$  arasında değişen gibsit minerali korund, nefelin  $((Na,K)_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 2SiO_2)$  veya feldispat gibi alüminyumca zengin oluşumların hidrotermal alterasyonu ile meydana gelmiş ikincil bir mineraldir [33,40]. Sertlik derecesi 3,0-3,5 mohs olan gibsitin monoklinik sistem ile birlikte triklinik kristal yapılarında da olduğu literatürde belirtilmiştir [39]. Gibsitin endüstriyel üretimi, en yaygın ticari üretim prosesi olan Bayer prosesi ile yıllık 30 milyon tonun üzerindedir. Bu prosedürde, demir, titanyum, silikat mineralleri ile %40-70'ni alüminyum mineralleri olan gibsit, böhmit ya da diasporun oluşturduğu boksitler 400–500 K'de (127–277°C) sodyum hidroksit çözeltileri ile çözüdürülür. Alüminyum mineralleri aşağıdaki denklem 3.1 ve 3.2'ye göre liç işlemine tabi tutulur [40].



Denklem 3.1'deki reaksiyonun 325 ve 340 K (52-67°C) arasındaki sıcaklıklarda geri dönüşümü gibsitin çekirdekleşmesine yol açar [40].

### 3.1.3.3. Böhmit

AlOOH modifikasyonda böhmit, karstik boksitlerin içindeki en önemli alüminyum mineralidir [7]. Kahverengimsi kırmızıdan grimsi kahverengiye kadar değişen renklerde bulunan böhmit,  $Al_2O_3 \cdot H_2O$  bileşiminde olan bir g-alümin monohidrat olup, özgül ağırlığı  $3,0-3,2 \text{ g/cm}^3$  ve sertliği 3,5-4,0 mohs olarak verilmiştir. Karstik boksitlerin önemli bir minerali olan böhmit Akdeniz çevresinde yaygın olarak bulunmaktadır. Gibsitin dehidratasyonu sırasında bir ara ürün olarak meydana gelen ve genellikle demir mineralleri ile karışık küçük kristaller oluşturan böhmit, ortorombik sistemde kristallenmektedir. Böhmit birçok boksit yatağının başlıca minerallerinden birisi olup, değişik miktarlarda olmak üzere hemen bütün boksit yataklarında, genellikle amorf kümeler halinde bulunabilmektedir [39].

### 3.1.3.4. Diasporit

$Al_2O_3 \cdot H_2O$  bileşiminde  $\alpha$ -monohidrat olan diasporitin kristal şebekesinin böhmitten farklı olduğu optik incelemelerle ortaya konmuştur. Diasporit böhmitin diyajenez ve hafif metamorfizma ile değişmesinden meydana gelmiştir. Toprak renginden gri, beyaz ve sarıya kadar değişik renklerde bulunabilen diasporit şeffaf veya yarı şeffaf olabilmektedir. Prizmatik veya ince levhalar halinde ortorombik kristallerden oluşmakta olan diasporitin sertliği 6,5–7,0 mohs ve özgül ağırlığı  $3,3-3,5 \text{ g/cm}^3$  olarak verilmiştir. Genellikle korund ve zımpara taşı ile birlikte dolomit ve granüler kil tasları veya kristalize şistler içinde bulunabilen diasporite, ticari yataklarda toprağımsı, granüler ve pisolitik yumrular halinde rastlanılmaktadır. Kalsine edilerek aşındırıcı olarak kullanılabilirdiği gibi, refrakter tuğla üretiminde de kullanılmaktadır [39]. Diasporun bugün için kaydedilmiş ticari bir üretimi yoktur. Gibsit boksitlerinin bol miktarda olması nedeni ile alumina üretiminde diaspor boksitlerin kullanımı terk edilmiştir [7].

### 3.1.3.4. Bayerit

Bayerit birkaç yöntemle hazırlanabilir. Bunlar; i) oda sıcaklığında, alüminyumun depasivasyonundan sonra saf su içine daldırılması, ii) 52°C'den düşük sıcaklıklarda, amonyum hidroksit ile alüminyum tuz çözeltilerinin nötralize edilerek pH 8-9 arasında yaşlandırılması, iii) aşırı doymuş sodyum alüminat çözeltilerinin oda sıcaklığında kendiliğinden çökmesi ve iv) 37°C'den düşük sıcaklıklarda alüminyum alkoksitlerin hidrolizidir. Bayerit monoklinik yapıdadır. Bayerit ticari olarak düşük soda içeriği gerektiren adsorban, katalist ve altlıklar için üretilir [7].

Minerolojik özellikler Tablo 3.4'de verilmiştir [7].

Tablo 3.4. Oksit ve hidroksitlerin özellikleri [7]

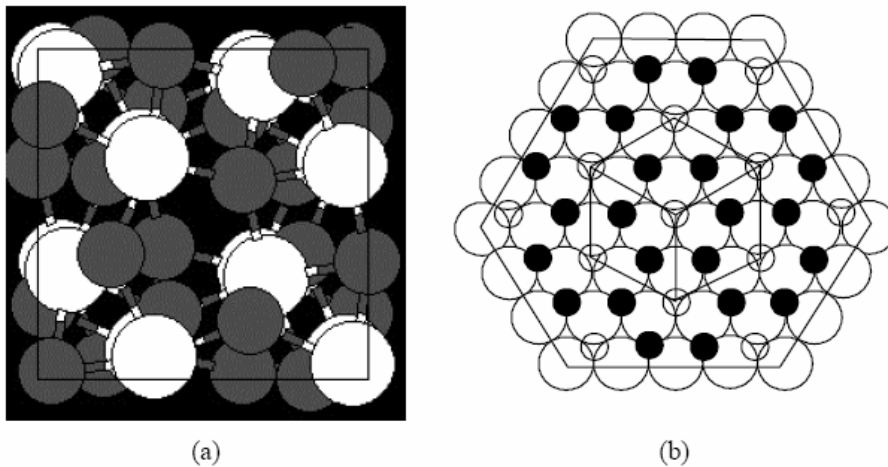
Faz	Formül	Kristal sistem	Mohs Sertlik	Yoğunluk, g/cm <sup>3</sup>
Bayerit	$\gamma$ -Al(OH) <sub>3</sub>	Monoklinik	---	2,53
Gibsit	$\alpha$ -Al(OH) <sub>3</sub>	Monoklinik	2,5-3,5	2,42
Diaspor	$\alpha$ -AlOOH	Ortorombik	6,5-7,0	3,44
Böhmit	$\gamma$ -AlOOH	Ortorombik	3,5-4,0	3,01
Korund	$\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Hegzagonal	9,0	3,98

### 3.1.4. Alüminanın fazları

Alümina yer kabuğunun önemli bir miktarını oluşturur. Birincil püskürük kayalar ve bu kayaların parçalanmış ürünleri ve ayrıca ikincil birikintiler alümina içerir. Serbest alümina ise diğer mineraller gibi kolay bulunmayan bir cevherdir. Bu mineraller özellikle hidratlardan oluşur [28]. Alüminyum hidroksitlerin termal dehidroksilasyonları sonucu (250-1150°C) aktif alümina oluşmaktadır. Aktif alümina ismi Alcoa şirketi tarafından verilmiştir. Bugün bu isim, hidroksillerde kimyasal bağlı suyu ortadan kaldıran, poroz yapıya sahip ve termal dehidrasyon ile elde edilen tüm alüminalara verilen isimdir [41].

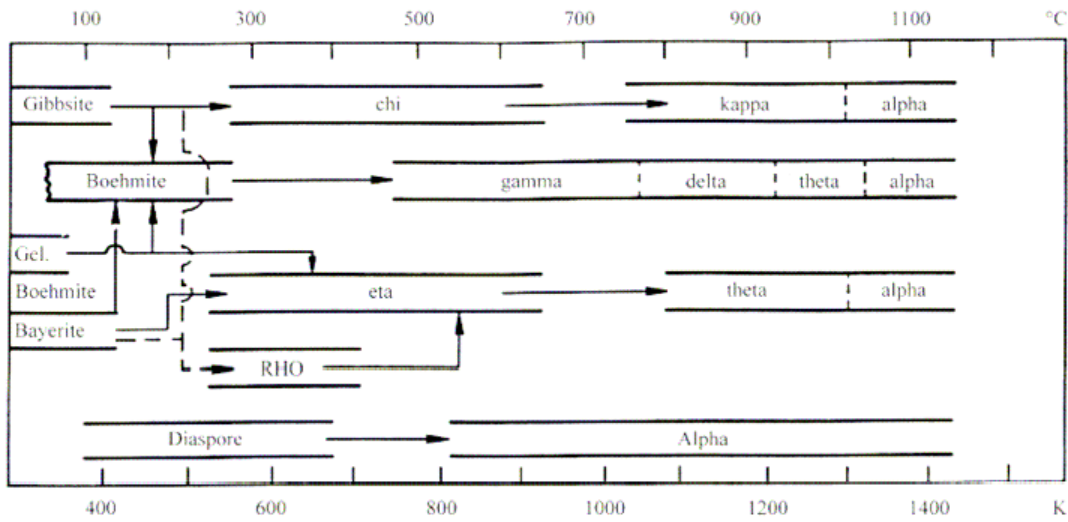
Aktif alüminalar, adsorpsiyon ve kataliz işlemlerinde giderek artan kullanıma sahiptir ki bu kullanım şeklinde aktif alüminanın büyük yüzey alanı, poroz yapısı ve özel yüzey kimyası büyük rol oynamaktadır. Alüminyum hidroksitlerin kontrollü olarak ısıtılıp bünyesindeki suyun büyük bölümü alınarak aktif alümina elde edilmektedir. Kristal yapıları, düşük sıcaklıklarda (250-900°C),  $\chi$ (çi),  $\eta$ (eta),  $\gamma$ (gama),  $\rho$ (ro), yüksek sıcaklıklarda (900-1150°C),  $\delta$ (delta),  $\kappa$ (kapa),  $\theta$ (teta) alüminadır. Bu iki sıcaklık aralığı genel olarak geçiş alüminaları olarak bilinen yapıları oluştururlar. Bugün tüm geçiş serileri aktif alümina olarak adlandırılmaktadır. X ışını difraksiyonu (XRD),  $\gamma$  ve  $\eta$  fazlarını eğer aynı anda mevcutlarsa ayırt edememektedir, bu yüzden genellikle  $\gamma/\eta$  yani gama/eta fazı olarak adlandırılırlar [41].

Korund, emary, safir ve ruby (yakut) alüminanın doğada bulunana saf halidir. Hepsi temel olarak  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 'ün  $\alpha$  allotromorfundan oluşur. Korund minerallerinin içerisinde  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$  ve  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  gibi safsızlıklar bulunur [28].  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  hegzagonal-rombohedral yapıda kristalleşir. Latis oksijen anyonları hegzagonal sıkı paket üzende alüminyum katyonları ise oktahedral arayer boşlukların üçte ikisini doldurur. Yapının modeli Şekil 3.2'de verilmiştir. Boş yerler birim hücrenin köşelerini (rombohedral) tanımlamak için kullanılır [7].



Şekil 3.2. a)  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 'nin yapısı (beyaz renkli daire oksijen, gri aluminyum), b)  $\alpha$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$ 'nin bazal düzlemi (büyük açık daireler oksijen, küçük dolu aluminyum, küçük açık daireler oktahedral boşlukları göstermektedir.) [7]

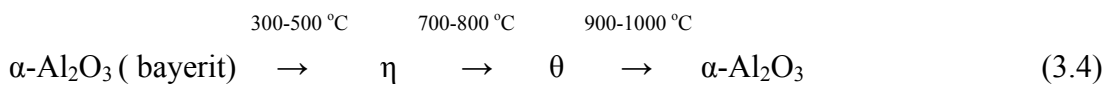
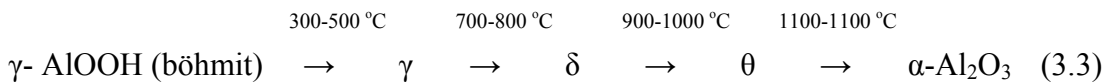
Şekil 3.3’de çeşitli başlangıç hidroksitlerinin sıcaklığa göre  $\chi$ , gama, delta, kapa, eta, ve teta alümina fazları ile  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (korondum)’ya dönüşümü görülmektedir. Bu dönüşümler alüminyum hidroksitlere ısı verilerek oluşturulmaktadır. Burada da görüldüğü gibi tüm geçiş alüminalleri gibsitinden elde edilebilmektedir. Örneğin yalnızca gibsitin termal dehidroksilasyonu sonucu  $\chi$ ( $\chi$ ), alümina oluşmaktadır ve artan sıcaklıkla kapa ve alfa alümina elde edilmektedir, ancak gibsitin vakum altında hızlı ısıtılmasıyla da ro alümina elde edilebilmektedir (302-427°C) [41].



Şekil 3.3. Alüminyum hidroksitlerin termal değişimleri [41].

Alüminyum oksitinin birçok polimorfik türü vardır. Bunların kararlı son ürünü  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'dür. Herhangibir alüminyum trihidroksit ya da oksihidroksitinin ısıtılmasıyla oluşabilecek geçiş ve son ürün alüminaller sıcaklığa bağlı olarak özellikleri ise Tablo3.5’de verilmiştir [7].

Denklem 3.3 ve 3.4’de bömit ve bayeritten  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> geçiş sıcaklıkları ve alümina fazları verilmiştir [38].



Tablo 3.5. Korund ve geçiş alüminaların yapısal özellikleri [7]

Form	Kristal sistem	Birim latis uzunluğu, nm			Açı	Yoğunluk, gr/cm <sup>3</sup>
		a	b	c		
<b>Korund, <math>\alpha</math></b>	Hegzagonal	0,4758	---	1,2991	---	3,98
<b>Gama, <math>\gamma</math></b>	Tetragonal	0,562	0,780			
<b>Delta, <math>\delta</math></b>	Ortorombik	0,425	1,275	1,021	---	3,2
	Tetragonal	0,790	---	2,31	---	---
<b>Eta, <math>\eta</math></b>	Kübik	0,790	---	---	---	2,5-3,6
	Monoklinik	1,124	0,572	1,174	103°20'	3,56
<b>Chi, <math>\chi</math></b>	Kübik	0,795	---	---	---	3,0
	Hegzagonal	0,556	---	1,344	---	---
<b>Kapa, <math>\kappa</math></b>	Hegzagonal	9,71	---	0,1786	---	3,1-3,3
	Hegzagonal	9,70	---	0,1786	---	---

### 3.1.5. Alüminanın kullanım alanları

Alüminanın % 90'dan fazlası alüminyum metali üretiminde, geri kalan kısmı da asındırıcı, refrakter ve kimyasal maddelerin yapımında kullanılmaktadır. Burada kullanılan alüminada yüksek saflık aranır [39]. Alümina, aşınmaya karşı dirençli oluşu, sertliği ve mekanik dayanım nedeni ile öğütücü değirmenlerin bilyelerinde, tekstil endüstrisinde kesici takımlarda kullanılmaktadır. Ayrıca bu özellikleriyle merkezi ısıtma sistemlerinin sirkülasyon pompalarının yataklarında, otomobillerin soğuma sistemlerinde, zırh malzemesi olarak ve roket motorlarında da kullanılmaktadır [28]. Alümina seramiklerden en iyi bilinen askeri uygulaması ise hafif balistik panel yüzeylerinin balistik dayanımını artırmak için alümina seramik plakalar ile kaplanmasıdır [3]. Alüminadan poroz ve yoğun ürünler yapılır. Poroz ürünler genellikle ergimiş alüminadan yapılır. Yeniden kristalleşmiş poroz olmayan alümina, ergimis alüminadan daha saftır. Saf alümina, tamamen saydam olarak bazı cihazlarda kullanılmaktadır [39]. Bunların dışında biomalzeme olarak eklem ve diş protezlerinde de aynı özelliklerinden yararlanılmaktadır [28].

Bu malzemeler, 1900 °C'ye kadar çıkan yüksek sıcaklık fırınlarının astarı olarak kullanılır. Yüksek saflığı ve aşınmaya karşı direnci nedeniyle iplik mekiklerinde, spreyci nozullarında kullanılır [39].

Elektronik sanayinde her yıl substrak malzeme olarak milyonlarca alümina parça üretilmektedir. Bujilerde yalıtım malzemesi olarak çok geniş bir kullanım alanına sahiptir. Termokapl tüpleri kaynak uçları, nükleer santrallerde parçacık hızlandırıcı, vakum odaları alüminanın kullanım alanları arasındadır [28].

### 3.2. Silisyum Karbür

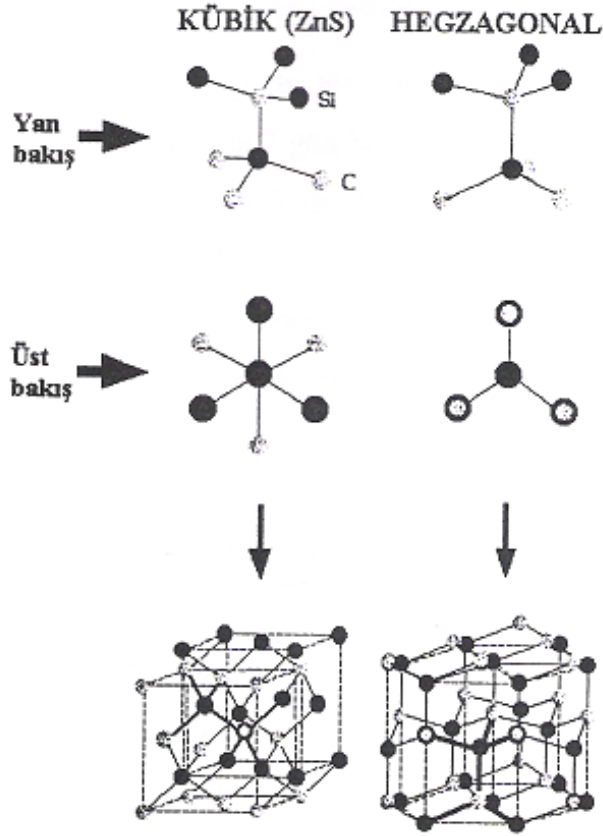
Silisyum karbür en çok kullanılan yapısal seramiklerden bir tanesidir. 1970'li yıllardan beri yeni uygulamalar bulmuştur. Sahip olduğu bir çok özellikle ve en önemlisi karmaşık mühendislik şekillerinde, silisyum karbür tungsten karbür yerine çekici bir aşınma direnci uygulayıcı olarak kullanılmaya başlanmıştır [42]. Silisyum karbür, kısaca SiC olarak ifade edilir. Doğada direkt rastlanmamasına rağmen, ana bileşenleri olan silisyum ve karbon, oldukça bol miktarda rastlanmaktadır [1]. Mineral ismi moissanit olan SiC sentetik olarak üretilmektedir [44].

#### 3.2.1. Silisyum karbürün kristal yapısı

Si ve C valans seviyelerinin yarı dolu olmasından dolayı güçlü kovalent bağ yaparlar her iki elementte hibrit durumuna ve  $sp^3$  hibrit durumuna kolay geçmektedir. Böylece üç boyutlu kovalent bağ oluşur. Sentetik bir malzeme olan silisyum karbür SiC'ün karakteristik yapı elementi bir düzgün dörtyüzlüdür. Dörtyüzlü her üç Si ve üç C atomu (111) ve (0001)'e paralel katmanlar şeklinde duran açılanmış altıgenler oluşturacak şekilde düzenlenmiştir. Si ve C atomları baştan başa birbirini takip eder ve katmanlar en yoğun bilye dizilişinin kübik yada hegzagonal oluşuna göre ABC ve AB ritimlerinde tekrarlanabilir [43]. Kristal şekline bağlı olarak kübik elmas yapısı ve hegzagonal yapıları meydana gelir. Bunların birinci 1400-1800 °C'larda "β" formundaki kübik yapı, diğeri ise 2000 °C'lerin üzerinde "α" formundaki hegzagonal yapıdadır [1,43]. Şekil 3.4 birbirine çok yakın olan bu iki yapıyı göstermektedir.



SiC'ün alfa formu hegzagonal wertzite yapıdadır. Beta formu kübik çinko sülfür yapısındadır [43].



Şekil 3.4. Kübik ve hegzagonal SiC yapısı [43]

Silisyum karbürün en çok kullanılan ve mühendislik uygulamalarında tavsiye edileni  $\beta$ -SiC'dür. (3C:kübik). Diğer bütün tipler ise (4H, 6H, 15),  $\alpha$ -SiC kristal yapısındadır [1].  $\beta$ -SiC'nin sinterlenmesinde 2000 °C'lara (yüksek sıcaklıklara) gelindiğinde, kübik kristal yapıda, hegzagonal kristal yapıya ( $\alpha$ -SiC) dönüşüm olduğu ifade edilmektedir [1].

### 3.2.2. Silisyum karbürün genel özellikleri

Karbür bileşikler sınıfında yer alan silisyum karbür 40,1 molekül ağırlığına, 3,2 g/cm<sup>3</sup> yoğunluğa, 2500 °C bozunma sıcaklığına, 27,4 GPa sertliğe (mohs skalasına 9,5-9,75), 126W/m<sup>o</sup>K ısı iletkenliğe ve 5.10<sup>-6</sup>/°C ısı genleşme, düşük özgül dirence (0,1.10<sup>-6</sup> Ωcm) ve kullanılabilir bir elektriksel dirence sahiptir [1,43,44]. Genel

olarak SiC kimyasallara karşı tepkimesizlerdir. Bazik, asidik ve tuzlu çözeltilere karşı konsantrasyona karşı bağlı olmaksızın hiç etkilenmezler. Organik çözeltilerde SiC'ü etkilemez [44]. Saf SiC renksiz (saf  $\alpha$ /hegzogonal), sarı ( $\beta$ /kübik), yeşil (azot veya fosfor daldırılmış), mavi (alüminyum daldırılmış), kahverengi ( bor daldırılmış) ve siyah (yoğun bir şekilde alüminyum daldırılmış) olarak hazırlanmaktadır [42,44]. Endüstride kimyasal içeriğine göre (%) SiC'ün sınıflandırılması tablo 3.6'da verilmiştir [43].

Tablo 3.6. Endüstride kimyasal içeriğine göre (%) SiC'ün sınıflandırılması [45]

	Yeşil SiC 98		Siyah SiC 97		SiC 90 %	
	Min/Maks.	Genel	Min/Maks	Genel	Min/Maks	Genel
SiC	98	99,2	97	97,8	90	91
Serbest C	0,25	0,12	0,3	0,18	3	1,8
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,6	0,4	1,2	0,68	2,5	2,0

Silisyum karbür çok sert aşındırıcı bir malzemedir. Silisyum karbür, 2500 °C'de erimeden zengin silikon buharı ve karbon kalıntısına dönüşür. Bu malzeme çok yüksek sürünme mukavemetine sahiptir. Değişik kristal yapılarda olabilen silisyum karbürün en çok kullanılanı  $\beta$ -SiC'dir [1].

Sinterlenmiş silisyum karbür seramik malzemeler içerisinde en dayanıklı olanlardan biridir. Mukavemetinin sınırlanması kristalit aglomeratlara, aşırı büyümeye, uzamış taneler ve porozite gibi farklı hatalara bağlıdır. Silisyum karbür manyetik özellik göstermemektedir [42].

SiC katkısının mekanik özellikleri ve sinterleşmeyi olumsuz etkilediği, daha gözenekli ürünler oluşmasına neden olduğu yapılan çalışmalarda görülmektedir. Amaç gözenekli durum elde etmek olduğu durumlarda SiC'ün katılabileceği anlaşılmaktadır. SiC'ün yüksek sıcaklıklarda oksijenli ortamlarda korozyona uğradığı da bilinmektedir [3].

### 3.2.3. Silisyum karbürün üretim prosesi

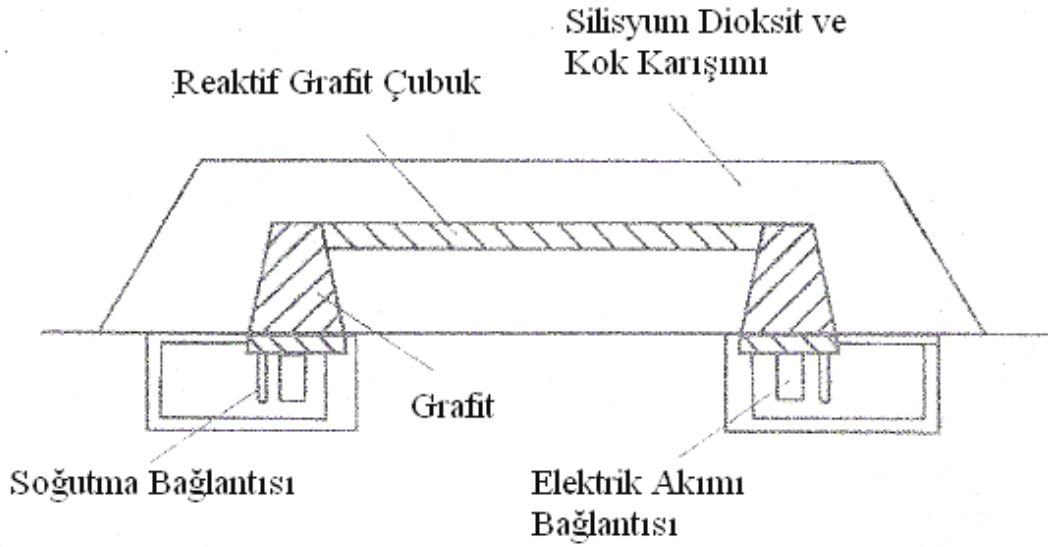
En yaygın olarak kullanılan silisyum karbür üretim prosesi, Acheseon prosesi olarak isimlendirilen prosestir. Bu proses silisyum karbür üretim tarihinin en eski olanıdır ve adına tasarımcısı olan ACHESON'dan almıştır [1]. SiC'ün Acheseon Prosesi ile üretiminde; grafit elektrot silika ve kok ile çevrenir, ısıtılır, elde edilen kristal blok öğütülür, istenilen saflığa ulaştırılır (silis giderme işlemi hidroflorik asitle yıkama işlemi ile yapılır) ve sınıflandırılır [42,44]. Modern bir fırının kapasitesi hammadde bazında 400 tona kadar olabilmektedir. Böylece bir fırın 40 saatlik bir çalışmadan sonra 50 ton teknik silisyum karbür üretmektedir [44]. 2500 °C'nin üzerindeki sıcaklıklara çıkılır. 2500 °C'nin üzerinde ki sıcaklıklarda SiC ergimez grafit ile silisyuma bozunur [43,44].

Bu proseste silika, karbon, swdust ve genel tuz (Misal: %50 Silika + %40 kok + %7 silis tozu + %3 genel tuz) karışımı, Şekil 3.5'de görülen elektrikli fırında 2700 °C'ye ulaşıncaya kadar ısıtılır ve kademeli olarak soğutulur. Denklem 3.5'de verilen kimyasal reaksiyonun neticesinde SiC elde edilir [1].

Silisyum karbür 19. yüzyılın sonunda elektrikli fırında geliştirilen bir proses ile üretilmiştir. Yüksek saflıkta silika tozu, düşük sülfür içerikli petrol koku ve 23,8 Mj/kg enerji bu prosesin ana bileşenidir. Hammadde bileşimi, merkezindeki grafit çekirdeğin etrafına yerleştirilmiştir. Bu grafit çekirdekten geçen akım maksimum 2700 °C'larda sıcaklık oluşturur [1].



Dönüştürücü ve fırın büyüklüğüne bağlı olarak 2 – 20 gün süren denklemdeki (3.5) silika ile reaksiyonu, silisyum karbür netice verir. Reaksiyon 0,4 – 0,45 kg silisyum karbür için 2,3 - 3,2 kg gerekir. En yüksek saflıktaki silisyum karbür, çekirdeğe (elektroda) en yakın mesafe bulunur. Dış tabakada ise; sonraki mesafede bulunur. Dış tabakada ise; sonraki proseslerde kullanılmak üzere ayrılır. Bu dış tabaka daha sonra öğütülüp elenerek çeşitli amaçlarda kullanılmak üzere gruplandırılır [1].



Şekil 3.5. Acheson prosesi fırın planı [1]

### 3.2.4. Silisyum Karbürün Kullanım Alanları

Yüksek performans seramiklerinde bütün dikkatler ısı-motor uygulamalarına yöneldiyse de, en çok kullanılan sinterlenmiş silisyum karbür ticari uygulamalarında sertlik, kimyasal saflık, ve aşınma dirençli karakteristiklerinden dolayı kullanılırlar [42]. Silisyum karbür, ileri teknoloji malzemelerine ihtiyaç duyulan çok yerlerde kullanılmakla birlikte genel olarak saflık seviyelerine göre; metalurjik, abrezif ve sinter amaçlı olmak üzere üç ana grupta toplandığı ifade edilmektedir [1].

Bu uygulamalardan bir çoğu kimyasal işlem endüstrisi için kaplamalar ve valfler, kum boruları için memeler, hidrosiklonlar, lens kalıpları, roket memeleri, spreycurutmalar için aşınma plakaları [42].

Yüksek sıcaklıktaki (yeşil renk) silisyum karbür, yüksek performanslı seramiklerde sinter amaçlı kullanılırken, saflığın %97.5 veya daha düşük olmasında ise, söz konusu malzeme abrezif ve refrakter amaçlı olarak kullanılırlar. Saflığın %90'ın altına düşülmesi durumunda ise metalurjik uygulamalarda kullanılır [1]. Aşınma, erozyon dirençli silisyum karbür uygulamaları, havacılık endüstrisinde pompa malzemeleri ve kalıplarda kullanılır. Isı dayanımından dolayı uzay teknolojisinde de

yüksek sıcaklık roket meme bağlantılarında, ısı deęişim tüplerinde, düfüzyon fırını parçalarında kullanılır [42].

Ayrıca seramik motorlarda ve turboşarj kısımlarda silisyum karbür uygulamaları deneme aşamasındadır. Türbin motorlarında uygulamaları artmaktadır. Silisyum karbür bilgisayar çiplerinde de kullanılır [42].

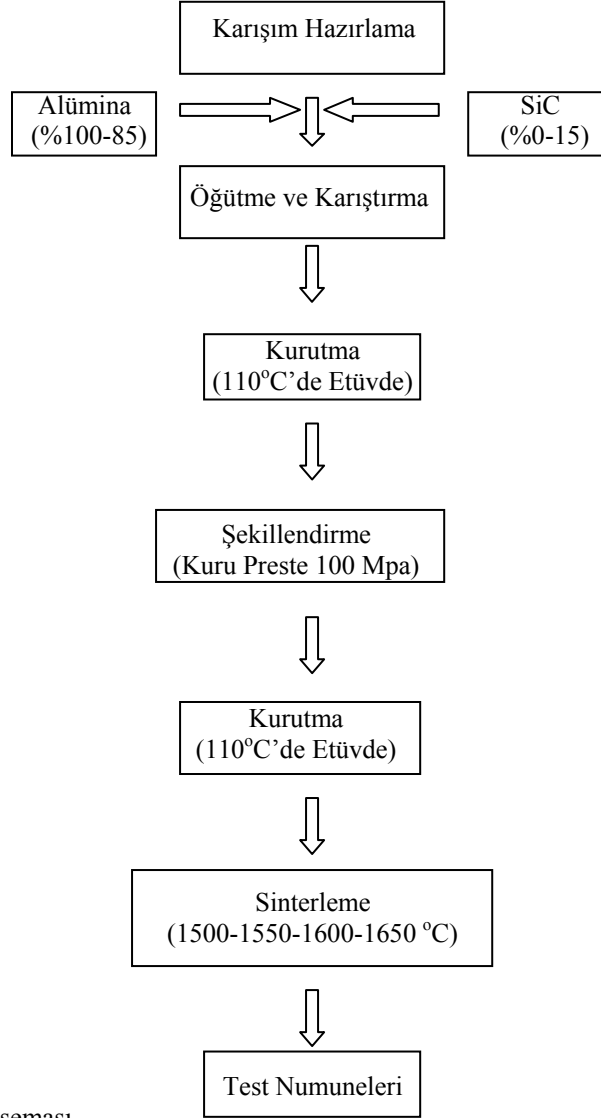
### **3.2.5. Silisyum karbürün sinterlenmesinde kullanılan katkılar**

Silisyum karbür, erimeden bozunduęu için sinterlenmesinin oldukça zor olduęu ifade edilmektedir. Bu malzemenin sinterlenebilmesi için; bor karbür, karbon ve karbon katkılı alümina + yittria tavsiye edilmektedir [1].

## BÖLÜM 4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

### 4.1. Deney Programı

Bu çalışmada yüksek saflığa sahip ticari alcoa alüminası ve saf SiC seramik tozu kullanılarak üretilen seramik kompozitlerin çeşitli özellikleri araştırılmıştır. Alüminaya SiC ilavesi %5-10-15 oranlarında yapılmıştır. Alümina-SiC karışımlarından hazırlanan numunelerin üretim aşamaları şekil 4.1’de gösterilmiştir.



Şekil 4.1: Deney akım şeması

Üretilen numuneler üzerinde pişme küçülmesi, su emme, bulk ve relatif yoğunluk, gözenek miktarı, sertlik, kırılma tokluğu testleri yapılmış ve XRD ile faz analizi, SEM ile mikro yapı incelemeleri yapılmıştır.

#### 4.2. Öğütme ve Karıştırma

Ticari alcoa alümina tozuna değişik oranlarda (%5-10-15) SiC tozu ilave edilerek homojen bir karışım sağlamak amacı ile sulu olarak 2 saat süre ile öğütme ve karıştırma işlemi uygulanmıştır. Öğütülen karışım 110 °C sıcaklıkta 24 saat etüvde (MAS LABORTEKNİK) kurutulmuş suyun uzaklaşması sağlanmıştır. Numunelerin üretimi hazırlanan karışım oranları tablo 4.1’de verilmiştir.

Tablo 4.1. Hazırlanan bileşimlerin % ağırlık oranları

Bileşim Kodu	% Alumina	% SiC
A <sub>0</sub>	100	---
A <sub>5</sub>	95	5
A <sub>10</sub>	90	10
A <sub>15</sub>	85	15

#### 4.3. Şekillendirme

Alcoa alümina ve SiC karışımları kolay şekillendirebilmek ve belirli kuru mukavemet kazandırmak amacıyla % 5 su + % 1 polivinil alkol (% 15’lik PVA çözeltisi) ile homojen bir şekilde nemlendirilmiştir. Nemlendirilen toz karışımları 500 µm’lik elekten geçirilerek granül elde edilmiştir. Oluşturulan granüller TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezinde bulunan kuru preste 100 Mpa basınç uygulanarak şekillendirilmiş ve 4x8x40 mm ölçülerinde çubuk numuneler üretilmiştir. Daha sonra şekillendirme aşamasında ilave edilen suyun uzaklaştırılması için preslenen numuneler etüvde 110 °C’de 6 saat kurutulmuştur.

#### 4.4. Sinterleme

Şekillendirilen numuneler 1500-1550-1600-1650 °C sıcaklıklarda elektrik ısıtmalı fırında TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezinde bulunan PROTHERM marka fırında sinterlenmiştir. Sinterleme sırasında 500 °C'ye kadar 2 °C/dak, 500 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda ise 5 °C/dak olacak şekilde ısıtma hızı uygulanmıştır. 500 °C sıcaklığa kadar 2 °C/dak. ısıtma hızı uygulanarak PVA'nın yavaş bir şekilde uzaklaştırılması ve böylece numuneler üzerinde çatlak ve deformasyonun önlenmesi amaçlanmıştır.

#### 4.5. Sinterlenen Numunelere Uygulanan Deneyler

##### 4.5.1. Pişme küçülmesi

Sinterleme sonrası numunelerde gerçekleşen küçülme miktarının belirlenmesi için kurutulmuş ve sinterlenmiş numunelerde dijital kumpas ile ölçüm yapılarak aşağıdaki formül yardımıyla pişme küçülmeleri hesaplanmıştır.

$$\% \text{ Pişme küçülmesi} = \frac{L_1 - L_2}{L_1} \times 100 \quad (4.1)$$

L<sub>1</sub>: Kuru numunenin uzunluğu (cm)

L<sub>2</sub>: Pişmiş (sinterlenmiş) numune uzunluğu (cm)

##### 4.5.2. Su emme

Etüvde 100 °C'de numuneler kurutulduktan sonra oda sıcaklığına soğutulur ve tartılır. Daha sonra numuneler uygun bir kaba konup, tamamen su içerisinde kalacak şekilde su ilave edilir. 24 saat süre ile numuneler suda bekletilir. Yüzeyleri kabaca kurulandıktan sonra tartılarak doymuş ağırlıkları ölçülür [51].

W<sub>d</sub>= 24 saat suda bekletilme sonrası ağırlık (gr)

W<sub>k</sub>= 100 °C'de kurutma sonrası ağırlık (gr)



$$\% \text{ su emme} = \frac{(W_d) - (W_k)}{(W_k)} \times 100 \quad (4.2)$$

#### 4.5.3. Gözenek miktarı, bulk ve relatif yoğunluk

Etüvde 100 °C'de kurutulan numuneler tartılıp ( $W_a$ ) uygun bir kaba konulduktan sonra, numunelerin yarısına kadar su doldurulmuş ve 5 dk. beklenmiştir. Kap bir ocak üzerine konarak ısıtılmış ve su kaynama noktasına yaklaşınca, numunelerin tümü su içinde kalacak şekilde kaba su ilave edilmiştir. Beş dakika kaynadıktan sonra oda sıcaklığına soğutulan numuneler teraziye asılarak su içinde tartılmıştır ( $W_b$ ). Numuneler sudan çıkarılarak yüzeydeki ıslaklık kaba bir kağıt ile alınmış ve havada yeniden tartılmıştır ( $W_c$ ). Bu tartımlardan aşağıdaki formüllere göre bulk yoğunluk hesaplanmıştır [46].

$$\% \text{ Gözenek} = \frac{W_c - W_a}{W_c - W_b} \times 100 \quad (4.3)$$

$$\text{Bulk yoğunluk} = \frac{W_a}{W_c - W_b} d_s \quad (4.4)$$

$d_s$  = Kullanılan sıvının yoğunluğu, deneyde su için 1 g/cm<sup>3</sup> alınmıştır.

Ölçülen bulk yoğunluk ve teorik yoğunluk değerleri kullanılarak sinterleme sonrası tüm numunelerin relatif yoğunlukları aşağıdaki formüle göre hesaplanarak teorik yoğunluklara hangi oranda yaklaşıldığı belirlenmiştir.

Relatif yoğunluk = [ölçülen yoğunluk/teorik yoğunluk]x100 [34].

#### 4.5.4. Üç nokta eğme mukavemeti

Malzemelerin mekanik dayanımını tayin etmek için bütün örnek gruplarına üç nokta eğme deneyi uygulanmıştır. Deney mesnetlerin tam ortasından düzgün bir şekilde artan bir kuvvetin kırılma meydana gelene kadar uygulanması yolu ile yapılır. Bütün örnek gruplarına üç noktada eğme deneyi uygulandıktan sonra aşağıdaki formülden malzemenin dayanımı hesaplanmıştır [16].

$$f_o = \frac{3 P L}{2 b h^2} \quad (4.5)$$

- fo: Eğilme dayanımı (N/mm<sup>2</sup>)  
P: Kırılma anındaki kuvvet (N)  
L: Mesnetler arası açıklık (mm)  
b: Numunenin eni (mm)  
h: Numunenin yüksekliği (mm)

#### 4.5.5. Seramografik çalışmalar

Sinterlenmiş test numuneleri elmas kesici ile kesilerek iç yüzeyleri üst kısma gelecek şekilde reçine ve bakalit ile kalıba alınmıştır. Kalıplanan bu numuneler 120-240-400-600-800 mesh'lik zımparalar ile zımparalandıktan sonra 1 µm'lik elmas pasta ile parlatılmıştır. Seramografik olarak hazırlanan yüzeylerde mikro yapı incelemeleri ve bazı mekanik deneyler gerçekleştirilmiştir.

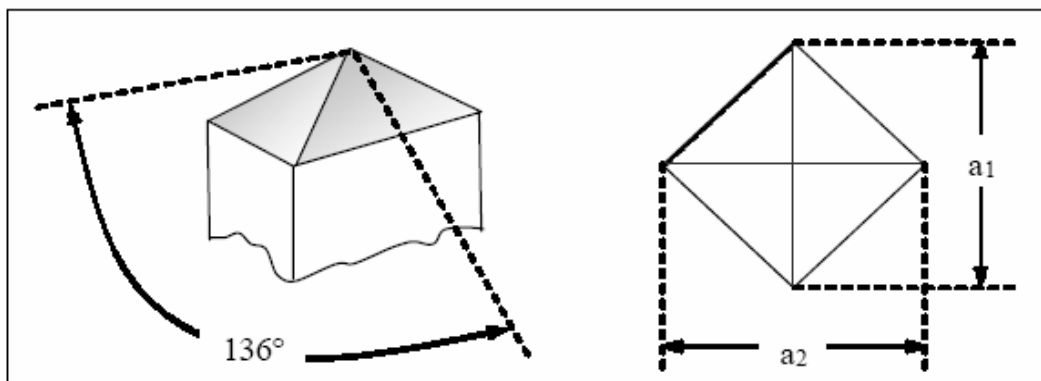
#### 4.5.6. Sertlik ölçümü

Üretilen numunelerde sertlik ölçümleri Vickers sertlik ölçüm yöntemi ile gerçekleştirilmiştir. Bu yöntemde batıcı uç piramit şeklinde olup elmadan yapılmıştır. Belirli bir yükte malzeme yüzeyine bastırılan batıcı uç aşağıdaki şekil 4.3'de görüldüğü gibi bir eşkenar dörtgen oluşturulur ve eşkenar dörtgenin iki köşesinin ortalama değeri alınır. Aşağıda verilen formülde yerine konularak H<sub>v</sub>,

vickers sertlik sayısı hesaplanır. Burada da yük oluşan izin eğik yüzeylerin toplam alanına bölüdüğünden sertliğin birimi  $\text{kgf/mm}^2$ 'dir. Vickers serliği ölçme yöntemi daha uzun zaman almakla beraber en duyarlı sertlik ölçme yöntemidir, özellikle araştırmacı amacı ile mikro sertlikleri ölçmeye elverişlidir [7,47].

$$HV = \frac{1,854 P}{a^2}, \quad a = (a_1 + a_2) / 2 \quad (4.6)$$

Sertlik testinde uygulanan yüke bağlı olarak indentasyon izinin köşelerinden radyal çatlaklar üretilebilir. Yük uygulandığında elastik limit aşıldığında piramit ucun altında plastik deformasyon bölgesi oluşur. Piramit uç bir kama gibi etki eder ve malzeme yüzeyinde onu saran çekme gerilmeleri üretir. Yükleme fazı esnasında çekme gerilmeleri uygulanan yükün basma gerilmeleri ile çatışır. Maksimum yüke ulaşıncaya çatlaklar oluşmaya başlar ve yük, elmas piramitten kaldırılınca basma gerilmesi alanı (bu zamana kadar çatlakların ilerlemesini sınırladığıdır) kaybolur ve oluşan çatlaklar final boyuta ulaşır, malzemenin tokluğuyla dengede olan gerilme şiddetine kadar büyür [7].



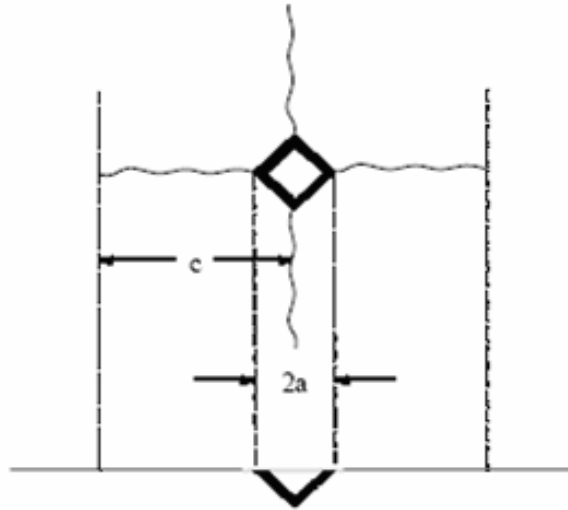
Şekil 4.2. Vickers sertlik ölçümünde kullanılan uç ve izlerin şematik resmi [7]

Sinterleme sonrasında seramografik çalışmalarından geçen numunelerin sertlikleri FUTURETECH FM 700 marka vickers mikrosertlik ölçme cihazında 3 kg yük altında 15 sn beklenerek ölçülmüştür.

#### 4.5.7. Kırılma tokluğu

Seramikler gevrek malzemelerdir ve mikro yapılarını değiştirmek suretiyle kırılma tokluklarını artırmak için birçok çalışma yapılmıştır. Bir teknik, seramik matrisle takviye faz (seramik matrisli kompozitler) ya da bir matris faza çok kristalli seramiği (sermetlerde olduğu gibi seramik-metalik kompozit) ilave etmektir [7].

Seramiklerin kırılma tokluğunun ölçümünde mukavemetinin belirlenmesinde yaygın olarak kullanılan üç noktalı eğme deneyi uygulanmaktadır. Bu deneyde çentikli eğme numuneleri kullanılır. Seramik malzemeler gibi gevrek malzemelerde kırılma tokluğu standart kırılma tokluğu deneyleri dışında indentasyon deneyleri ile de belirlenebilmektedir. Bu metot, standart kırılma tokluğu deneylerine göre çok daha kolay uygulanabilen sertlik deneyi ile kırılma tokluğunun belirlenmesini sağlamaktadır. Gevrek malzemelerde Vickers sertlik ucu ile uygulanan P yükü, malzeme üzerinde 2a boyutunda bir iz bırakırken, 2c uzunluğunda da çatlak oluşumuna sebep olmaktadır [1,52].



Şekil 4.3. Vickers sertlik ucu ile gevrek bir malzemedeki çatlak oluşumu [7]

Malzemeye uygulanan P yükü malzeme yüzeyinde 2c boyutunda çatlak oluşturmuş ise ( $c \gg a$ ), bu malzemenin kırılma tokluğu ( $K_c$ );

$$K_c = S (E/H)^{1/2} (P/c^{3/2}) \quad (4.7)$$

Bağlantısından bulunabilmektedir. Burada; S malzemedan bağımsız bir sabir olup,  $S=0,016\pm 0,004$  değerine eşittir. E/H ise malzemenin elastisite modülü / sertlik oranındadır [52].

Yapılan deneysel çalışmalar sonucunda kırılma tokluğunun ölçümünde yukarıda verilen denklem (4.7) kullanılmıştır.

Seramik malzemeler, ortaklaşım-iyonik bağların bileşimi nedeniyle kırılma tokluğu, metallere ve mühendislik plastikleriyle karşılaştırıldığında oldukça düşük seviyelerdedir. Seramik malzemelerin tokluğunu artırmak için geçmişte pek çok araştırma yapılmıştır. Katkılarla sıcak presleme ve tepkime bağlaması gibi yöntemler kullanılarak tokluğu artırılmış mühendislik seramikleri üretilmiştir [48,49]. İleri teknoloji seramik malzemelerin, kırılma tokluğu 112 MPa arasında değişirken, seramik-seramik kompozitlerin kırılma tokluğu 20 MPa'a kadar çıkmaktadır. Seramik malzemelerin kırılma tokluğunun kısmen iyileştirilmesi amacıyla yapılan düzenlemelerde, seramiklerin aşınma direncinde bir miktar düşme olmuş, buna karşılık mikro çatlak oluşumu bariz şekilde engellenmiştir. Burada, bölgesel yüklenmeler, termal şok ve gerilmeler karşısında çatlak oluşumuna karşı direnç sertlikteki azalmayla dengelenmektedir [2].

Kırılma tokluğu, sinterlenen ve klasik seramografik numune hazırlama işlemlerine tabi tutulan numunelerin parlatılmış yüzeyleri üzerinde TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezinde bulunan ZWİCK AHV 10 marka sertlik ölçme cihazında 5-10 kg yük altında 15 sn beklenerek ölçülmüştür. Çatlak boyutu ölçülüp denklem (4.7)'ye göre hesaplamaları yapılmıştır.

#### **4.5.8. X-ışınları difraksiyon analizi (XRD)**

X-ray cihazı ile kısa dalga boyuna sahip x-ışınları, test edilerek numunenin üzerine gönderilir. Işın demetleri maddenin üç boyutlu kristal kafeslerinden difraksiyona uğrar. Her mineralin kristal yapısının değişik difraksiyonlar vermesi ile karşılaştırıldığında test edilen malzemenin hangi minerolojik yapıya sahip olduğu ortaya çıkar [37].

Tez çalışmasında kullanılan alümina ve SiC tozları ile farklı sıcaklıklarda sinterlenen farklı bileşimlerdeki tüm numunelerin XRD analizleri RIGAKU D/MAX-2200/PC XRD cihazında gerçekleştirilmiştir.

#### **4.5.9. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji dispersif spektrometresi (EDS) analizi**

Elektron mikroskobu hammadde ve ürünlerin gözle görülmeyen kristal yapılarını inceleyerek mineral ve ürünlerin cinsi hakkında bilgi veren bir araçtır [37].

SEM analizi ile numunede, tane boyutu, yüzey kabalığı, porozite, partikül tane dağılımı, malzeme homojenliği, ve kaplama kalınlığı belirlenebilir. Odaklanmış elektronlar numunenin yüzeyini tarar, tarama sonucunda oluşan sinyaller detektörler vasıtası ile tutulur. Taramalı elektron mikroskobu EDS ile kullanılarak elementel analizde yapılır [37].

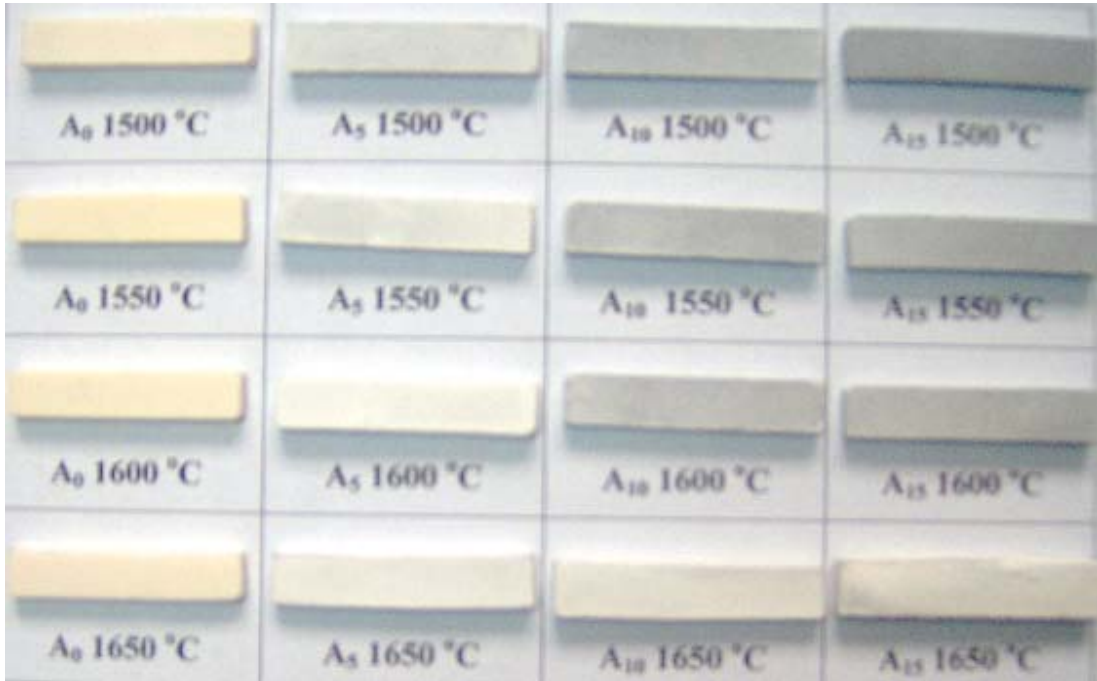
Taramalı elektron mikroskobun (SEM'in) çalışma prensibi; yüksek voltaj altında hızlandırılmış elektronların numune üzerine gönderilmesi ile elektronlar ile numune atomları arasında çeşitli etkileşimler olur [37].

Çalışmalarda kullanılan alümina ve SiC tozlarının SEM'de (JEOL 6060 LV) mikroyapıları incelenmiş ve ortalama tane boyutları belirlenmiştir. Hazırlanan toz karışımların şekillendirme öncesi mikroyapıları da SEM de incelenmiştir. Ayrıca sinterlenen tüm bileşimlerin mikroyapıları (kırık yüzey) incelenerek, sinterleme sıcaklığı ve SiC ilavesine bağlı olarak meydana gelen değişiklikler tespit edilmiştir. Ayrıca farklı sıcaklıklarda sinterlenen tüm bileşimler parlatılıp 1400 °C de 1 saat süre ile termal dağlandıktan sonra SEM'de mikroyapıları (parlak yüzey) incelenmiştir.

## BÖLÜM 5. DENEYSEL SONUÇLAR VE İRDELENMESİ

### 5.1. Pişme Küçülmesi

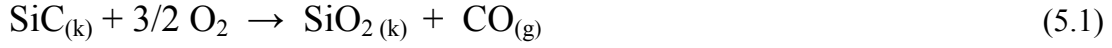
Sinterleme sonrasında farklı sıcaklık ve karışımlardaki test numunelerinin makro görüntüleri şekil 5.1’de gösterilmiştir. Şekilden de görüldüğü gibi, artan SiC ilavesiyle numunelerin renkleri koyulaşmaktadır. Ayrıca aşağıda da ifade edildiği gibi sinterleme sıcaklığına bağlı olarak boyutsal değişimler meydana gelmektedir.



Şekil 5.1. Sinterleme sıcaklığına bağlı olarak test numunelerinin makro görüntüleri

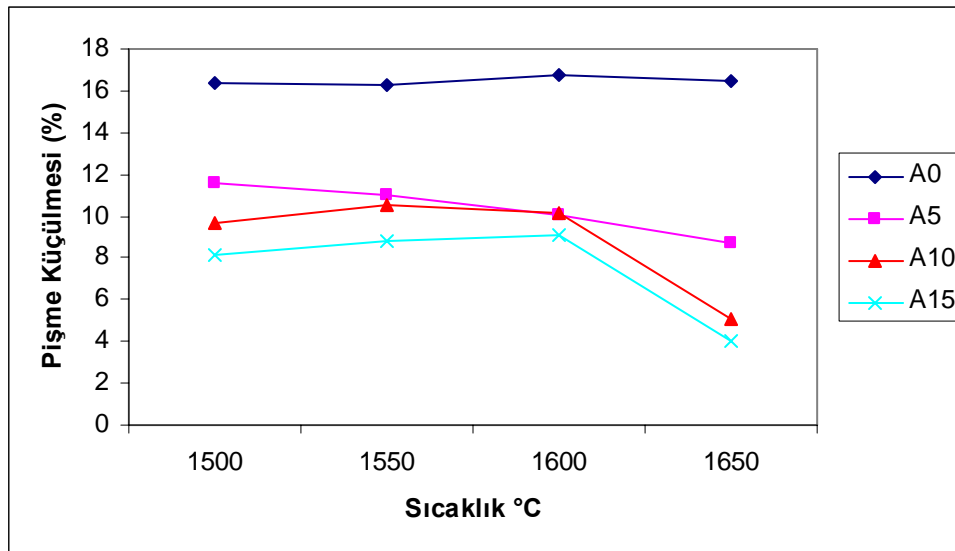
Alümina ve SiC’den hazırlanan karışımların (A<sub>0</sub>, A<sub>5</sub>, A<sub>10</sub>, A<sub>15</sub>) farklı sıcaklıklarda 2 saat sinterlendikten sonra numunelerin pişme küçülmesi değerleri tablo 5.1’de verilmiştir. Bu değerler arasındaki ilişki şekil 5.2’de gösterilmiştir. Artan sinterleme sıcaklığı ile sinterlemenin artmasına bağlı olarak tüm numunelerde boyutsal olarak küçülmeler gözlenmiştir. SiC katkılı A<sub>5</sub>, A<sub>10</sub>, A<sub>15</sub> numunelerinin pişme küçülmesi

değerlerinin katkısız  $A_0$ 'a oranla daha az olduğu görülmekte olup bu durum SiC içeren numunelerde açık atmosfer ortamında yapılan sinterlemeye bağlı olarak, SiC'ün oksijenle reaksiyona girmesinin sonucunda CO olumundan kaynaklanmaktadır. SiC'ün oksijenle reaksiyona girdiği kimyasal bağıntı aşağıda denklem 5.1'de verilmiştir [45]. CO'in porozite oluşturmaya bağlı olarak katkısızlara göre daha az bir küçülme gözlenmiştir.



Tablo 5.1. Sinterleme sıcaklıklarına bağlı olarak % pişme küçülmesi değerleri

Bileşim Kodu	Sinterleme sıcaklığına (°C) bağlı olarak % pişme küçülmesi değerleri			
	1500	1550	1600	1650
$A_0$	16,33	16,29	16,72	16,46
$A_5$	11,63	11,01	10,05	8,76
$A_{10}$	9,65	10,52	10,12	5,08
$A_{15}$	8,1	8,81	9,05	3,99



Şekil 5.2. Farklı bileşimlerdeki numunelerin artan sinterleme sıcaklığına bağlı olarak pişme küçülmesinin değişimi

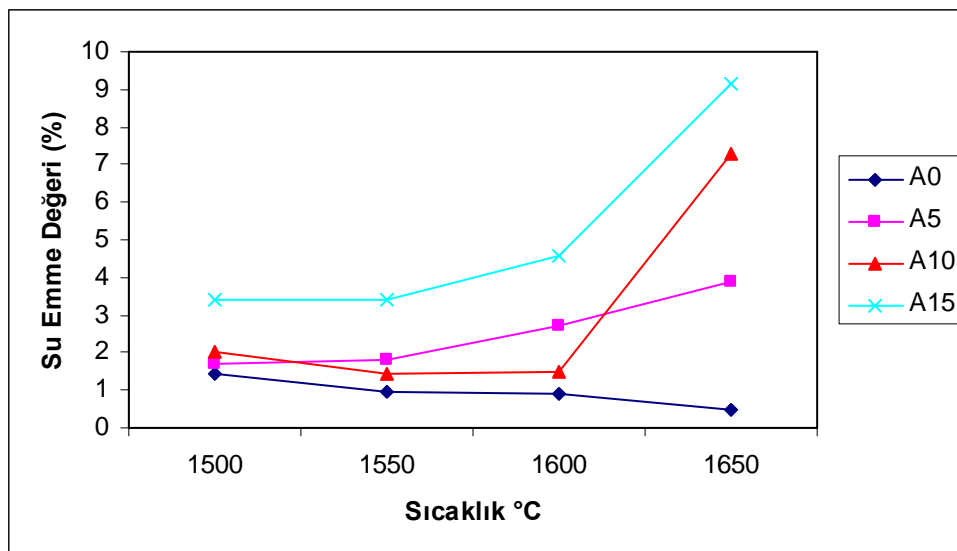


## 5.2. Su Emme

Alümina ve SiC'den hazırlanan karışımların (A<sub>0</sub>, A<sub>5</sub>, A<sub>10</sub>, A<sub>15</sub>) farklı sıcaklıklarda 2 saat sinterlendikten sonra numunelerin ölçülen su emme değerleri tablo 5.2'de verilmiştir. Bu değerler arasındaki ilişki şekil 5.3'de gösterilmiştir. Genel olarak bakıldığında karışımlardaki SiC miktarının artması ile % su emme miktarının arttığı görülmektedir. Bunun sebebi SiC'ün oksijenle reaksiyonu sonucunda oluşan CO gazının bünye içerisinde oluşturduğu gözeneklerdir. Bu gözenekler içerisine su girmekte ve su emme değerini artırmaktadır.

Tablo 5.2. Sinterleme sıcaklıklarına bağlı olarak % su emme değerleri

Hazırlanan Karışımlar	Sinterleme sıcaklığına (°C) bağlı olarak % su emme değerleri			
	1500	1550	1600	1650
A <sub>0</sub>	1,451	0,933	0,888	0,461
A <sub>5</sub>	1,686	1,813	2,71	3,864
A <sub>10</sub>	1,998	1,452	1,474	7,266
A <sub>15</sub>	3,412	3,424	4,591	9,125



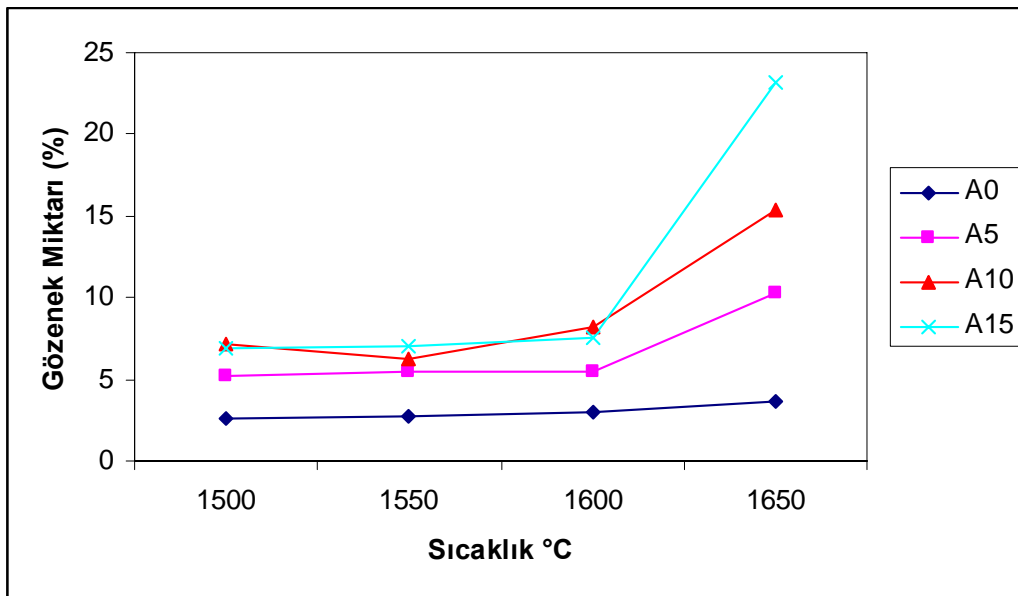
Şekil 5.3. Farklı bileşimlerdeki numunelerin artan sinterleme sıcaklığına bağlı olarak su emme eğrileri

### 5.3. Gözenek Miktarı, Bulk ve Relatif Yoğunluk

Alümina ve SiC'den hazırlanan karışımların ( $A_0$ ,  $A_5$ ,  $A_{10}$ ,  $A_{15}$ ) farklı sıcaklıklarda 2 saat sinterlendikten sonra numunelerin gözenek miktarları değerleri tablo 5.3'de bulk yoğunluğu değerleri de tablo 5.4'de, relatif yoğunluk değerleri tablo 5.5'de verilmiştir. Bu değerler grafiğe dönüştürülmüş ve şekil 5.4, şekil 5.5, şekil 5.6'da gösterilmiştir.

Tablo 5.3. Sinterleme sıcaklıklarına bağlı olarak % gözenek miktarı değerleri

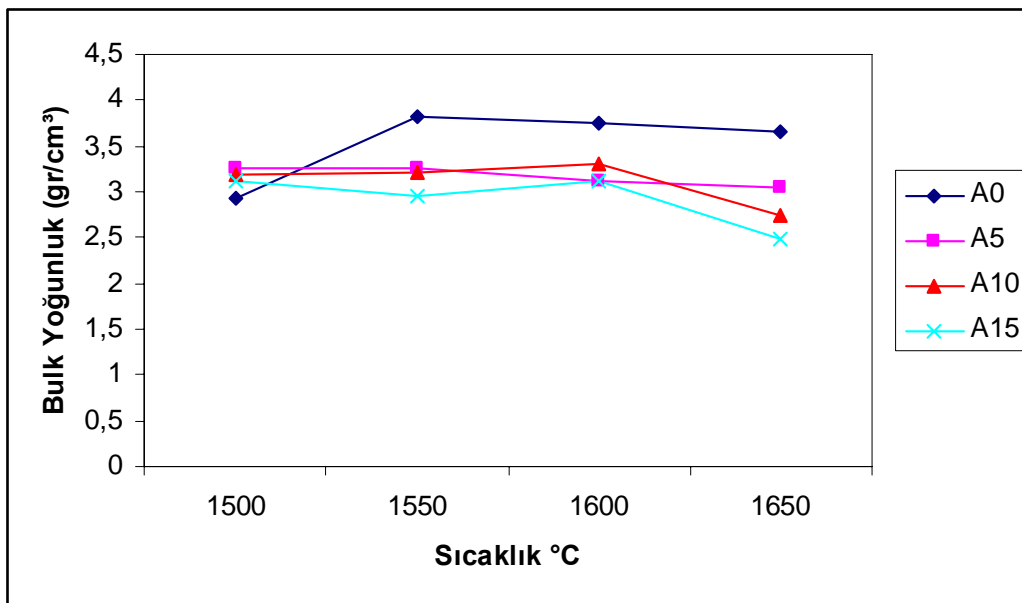
Hazırlanan Karışımlar	Sinterleme sıcaklığına ( $^{\circ}\text{C}$ ) bağlı olarak % gözenek miktarı değerleri			
	1500	1550	1600	1650
$A_0$	2,56	2,755	2,987	3,675
$A_5$	5,144	5,414	5,502	10,253
$A_{10}$	7,112	6,2895	8,207	15,418
$A_{15}$	6,946	7,079	7,591	23,1503



Şekil 5.4. Farklı bileşimlerdeki numunelerin artan sinterleme sıcaklığına bağlı olarak gözenek miktarı (%) değişimi

Tablo 5.4: Sinterleme sıcaklıklarına bağı olarak bulk yoğunluk değerleri

Hazırlanan Karışımlar	Sinterleme sıcaklığına ( $^{\circ}\text{C}$ ) bağı olarak bulk yoğunluk değerleri ( $\text{gr}/\text{cm}^3$ )			
	1500	1550	1600	1650
A <sub>0</sub>	2,933	3,823	3,744	3,646
A <sub>5</sub>	3,264	3,262	3,112	3,039
A <sub>10</sub>	3,180	3,217	3,293	2,752
A <sub>15</sub>	3,114	2,9539	3,1235	2,489

Şekil 5.5. Farklı bileşimlerdeki numunelerin artan sinterleme sıcaklığına bağı olarak bulk yoğunluk ( $\text{gr}/\text{cm}^3$ ) değişimi

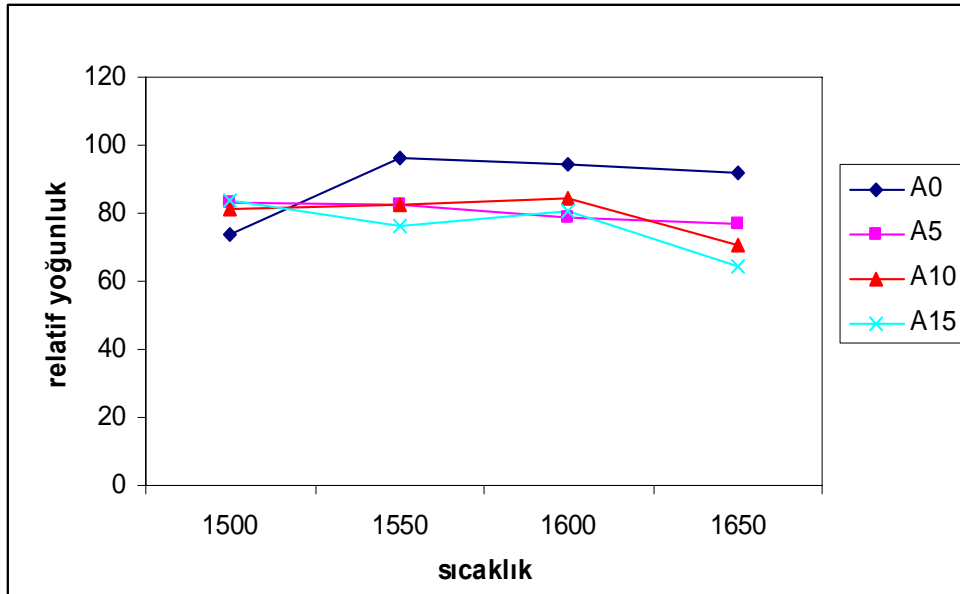
Sinterleme sıcaklığı ve SiC oranı arttıkça gözenek miktarlarında bir artış eğilimi gözlenmektedir. Katkısız alüminalarda bu durum tane büyümesi ve gözenek oluşumu ile açıklanabilir. Bu durum SEM mikroyapı fotoğrafları ile de desteklenmektedir. SiC katkılı seramik kompozitlerde ise yine CO oluşuna bağı olarak gözeneklerin oluşması nedeni ile artan SiC ilavesi sonucunda gözenek miktarı artmaktadır.

Katkısız alüminada (A<sub>0</sub>) maksimum yoğunluğa 1550  $^{\circ}\text{C}$ ' de ulaşılmakta olup, sıcaklığın artışıyla yoğunluklarda hafif bir düşme eğilimi gözlenmektedir. Alümina

seramiklerde sinterleme sıcaklığının artışıyla görülen hızlı tane büyümesi sonucunda poroziteler tane içinde sıkışıp kalır. Bu durum teorik yoğunluklara ulaşılmasına engel olarak yoğunlukta da azalmaya neden olur [49,50]. Katkısız alüminalarda görülen az miktardaki yoğunluk azalması bu şekilde açıklanabilir. SiC katkılı seramik kompozitlerde gözenek miktarındaki artışa paralel olarak yoğunluk değerlerinde de azalma eğilimi gözlenmektedir.

Tablo 5.5. Sinterleme sıcaklıklarına bağlı olarak relatif yoğunluk değerleri

Hazırlanan Karışımlar	Sinterleme sıcaklığına (°C) bağlı olarak relatif yoğunluk değerleri			
	1500	1550	1600	1650
A <sub>0</sub>	73,69	96,05	94,07	91,60
A <sub>5</sub>	82,82	82,77	78,96	77,11
A <sub>10</sub>	81,50	82,44	84,39	70,52
A <sub>15</sub>	80,63	76,48	80,87	64,44



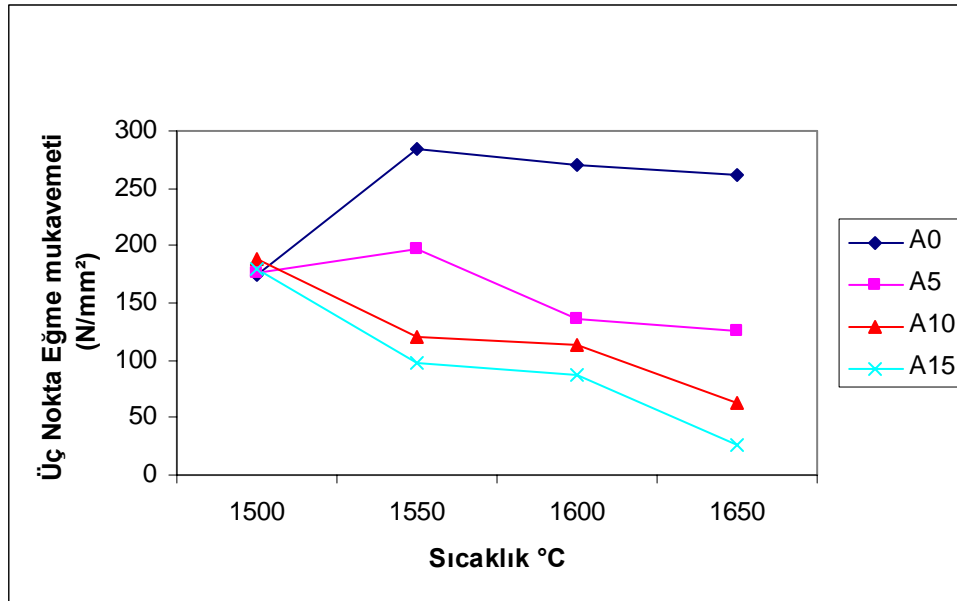
Şekil 5.6. Farklı bileşimlerdeki numunelerin artan sinterleme sıcaklığına bağlı olarak relatif yoğunluk değişimi

#### 5.4. Üç Nokta Eğme Mukavemeti

Alümina ve SiC'den hazırlanan seramik kompozitlerin ( $A_0$ ,  $A_5$ ,  $A_{10}$ ,  $A_{15}$ ) üç nokta eğme mukavemet değerleri tablo 5.6'da, bu değerler arasındaki ilişki de şekil 5.7'de gösterilmiştir.

Tablo 5.6. Sinterleme sıcaklıklarına bağlı olarak üç nokta eğme mukavemeti değerleri

Hazırlanan Karışımlar	Sinterleme sıcaklığına ( $^{\circ}\text{C}$ ) bağlı olarak üç nokta eğme mukavemet değerleri ( $\text{N}/\text{mm}^2$ )			
	1500	1550	1600	1650
$A_0$	174,43	284,7764	270	261,63
$A_5$	176,7467	197,4333	135,9933	126,2933
$A_{10}$	188,6733	120,9167	114,11	62,7233
$A_{15}$	179,4433	97,87667	87,12	25,79667



Şekil 5.7. Farklı bileşimlerdeki numunelerin artan sinterleme sıcaklığına bağlı olarak üç nokta mukavemet ( $\text{N}/\text{mm}^2$ ) değişimi

Artan sinterleme sıcaklığı ile saf alümina numunelerde en yüksek mukavemet değerine, maksimum yoğunluğun elde edildiği  $1550\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de ulaşılmış olup; tane

büyümesi ve gözeneklerin tane içerisinde hapsolmesine bağlı olarak [49,50] sıcaklık artışıyla mukavemet de bir miktar azalma gözlenmektedir.

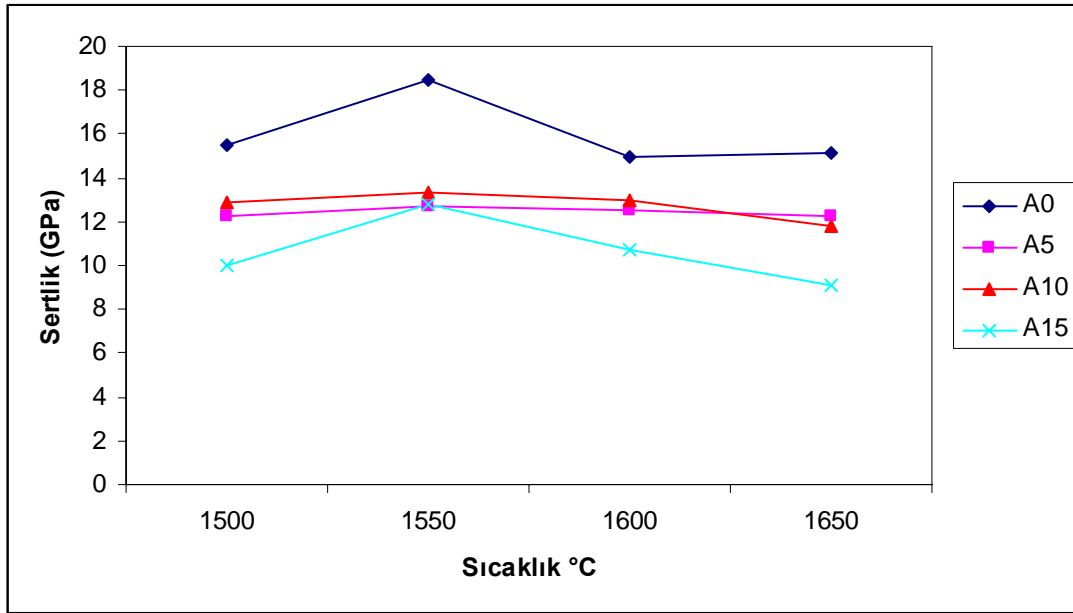
SiC ilaveli alümina seramik kompozit numunelerde artan SiC ve sinterleme sıcaklığı ile CO'in oluşturduğu gözeneklerden dolayı mukavemet değerleri azalan bir eğilim sergilemektedir. Genel olarak üç nokta eğme mukavemeti değerleri incelendiğinde, SiC katkısız saf alüminaların daha yüksek mukavemete sahip olduğu görülmektedir. Ayrıca, SiC'ün oksitlenmesi sonucunda CO çıkışının yanı sıra, SiC-Alümina arayüzeyinde oluşan alümina silikat esaslı camsı fazda SiC takviyeli numunelerde mukavemetin düşmesine neden olmaktadır. Camsı faz oluşumu, SEM mikroyapıları ve EDS analizlerinde tespit edilmiş olup, bölüm 5.8'de detaylı olarak açıklanmıştır.

### 5.5. Sertlik

Alümina ve SiC'den hazırlanan karışımların (A<sub>0</sub>, A<sub>5</sub>, A<sub>10</sub>, A<sub>15</sub>) farklı sıcaklıklarda 2 saat sinterlendikten sonra numunelerin hesaplanan sertlik değerleri tablo 5.7'de, bu değerler arasındaki ilişki şekil 5.8'de gösterilmiştir.

Tablo 5.7. Sinterleme sıcaklıklarına bağlı olarak sertlik değerleri

Hazırlanan Karışımlar	Sinterleme sıcaklığına (°C) bağlı olarak sertlik (GPa) değerleri			
	1500	1550	1600	1650
A <sub>0</sub>	15,51	18,45	14,96	15,18
A <sub>5</sub>	12,28	12,66	12,53	12,29
A <sub>10</sub>	12,92	13,29	12,98	11,84
A <sub>15</sub>	10,00	12,82	10,70	9,12



Şekil 5.8. Farklı bileşimlerdeki numunelerin artan sinterleme sıcaklığına bağlı olarak sertlik (GPa) değişimi

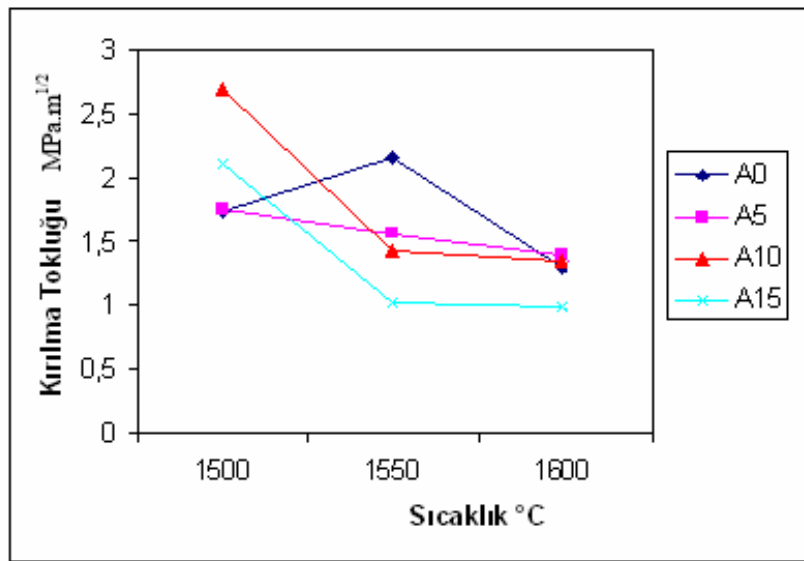
Şekilden de görüldüğü gibi, yüksek sertlikler en iyi yoğunlaşmanın olduğu sıcaklıklarda görülmektedir. Relatif yoğunluğu 96,05 olan katkısız alüminanın 1550 °C’de sinterlenen numunelerinde en yüksek sertlik elde edilmiş olup (18,45 Gpa) bu değer literatürle uyum göstermektedir [1]. Artan SiC ilavesiyle sertliklerde porozite oluşuna bağlı olarak azalma eğilimi göze çarpmaktadır.

### 5.6. Kırılma Tokluğu

Alümina ve SiC’den hazırlanan karışımların (A<sub>0</sub>, A<sub>5</sub>, A<sub>10</sub>, A<sub>15</sub>) farklı sıcaklıklarda 2 saat sinterlendikten sonra numunelerin hesaplanan kırılma tokluğu değerleri tablo 5.8’de, bu değerler arasındaki ilişki şekil 5.9’da gösterilmiştir. Her bir değer dört ayrı değerinin ölçülmesidir. 1650 °C’de sinterlenen numuneler üzerine indentasyon yükünün uygulanması ile sertlik izini çevreleyen tanelerin tamamı kırılmıştır. Bu yüzden bu sıcaklıkta ölçüm alınamamış olup literatürde de bu sıcaklıklarda sinterlenen numuneler için indentasyon tekniği ile kırılma tokluğu ölçümünün uygun olmadığı belirtilmektedir [7].

Tablo 5.8. Sinterleme sıcaklıklarına bağı olarak kırılma tokluğu değerleri

Hazırlanan Karışımlar	Sinterleme sıcaklığına ( $^{\circ}\text{C}$ ) bağı olarak kırılma tokluğu ( $\text{MPa m}^{1/2}$ ) değerleri		
	1500	1550	1600
A <sub>0</sub>	1,728	2,152	1,301
A <sub>5</sub>	1,747	1,557	1,387
A <sub>10</sub>	2,695	1,417	1,337
A <sub>15</sub>	2,109	1,023	0,984

Şekil 5.9. Farklı bileşimlerdeki numunelerin artan sinterleme sıcaklığına bağı olarak kırılma tokluğu ( $\text{MPa m}^{1/2}$ ) değışimi

Katkısız alümina üzerinde kırılma tokluğu, relatif yoğunluğun en fazla olduğu sıcaklıkta ( $1550^{\circ}\text{C}$ ) en yüksek deęerdedir ( $2,152 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ). Literatürde alüminanın anormal tane büyüme nedeniyle kırılma tokluğu düşük olduğu ifade edilmektedir ( $\sim 3 \text{ MPa.m}^{1/2}$ ) [53]. Yüksek yoğunluğun elde edildiđi katkısız alüminalarda literatür deęerine yaklaşılmıştır. Sıcaklık artışı ile tane büyümesinin gerçekleşmesinden dolayı deęerler düşmektedir. SiC ilavesi ile kırılma tokluğu deęerleri artarken sıcaklık artışı ile beraber düşmektedir. SiC ilaveli seramik kompozitlerde en yüksek kırılma tokluğu  $1500^{\circ}\text{C}$ 'de sinterlenen numunelerde tespit edilmiştir. Bu sıcaklık SiC'ün oksitlenmesinin düşük oranda olduğu ve düşünölmekte olup bu durum SEM

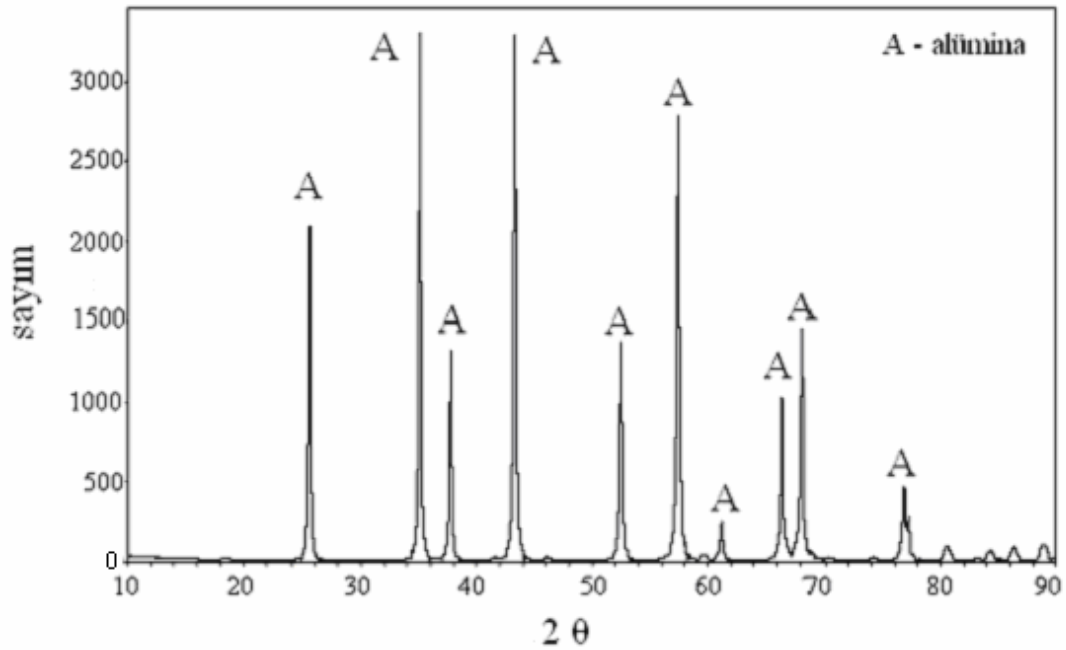


mikro yapıları ile de desteklenmektedir. Bu sıcaklıkta SiC'ün kendisinden beklenen ikinci faz partikül özelliğini yerine getirerek yüksek kırılma tokluğu verdiği görülmektedir. Sıcaklık artışı ile SiC'ün reaksiyona girerek oksitlenmesine bağlı olarak kendisinden beklenen takviye görevini tam olarak yerine getirememekte ve tokluk artışı sağlayamamaktadır. Bununla birlikte saf alümina ile karşılaştırıldığında genel olarak SiC takviyesinin alüminanın tane büyümesini engelleyici etki yaptığı görülebilmektedir.

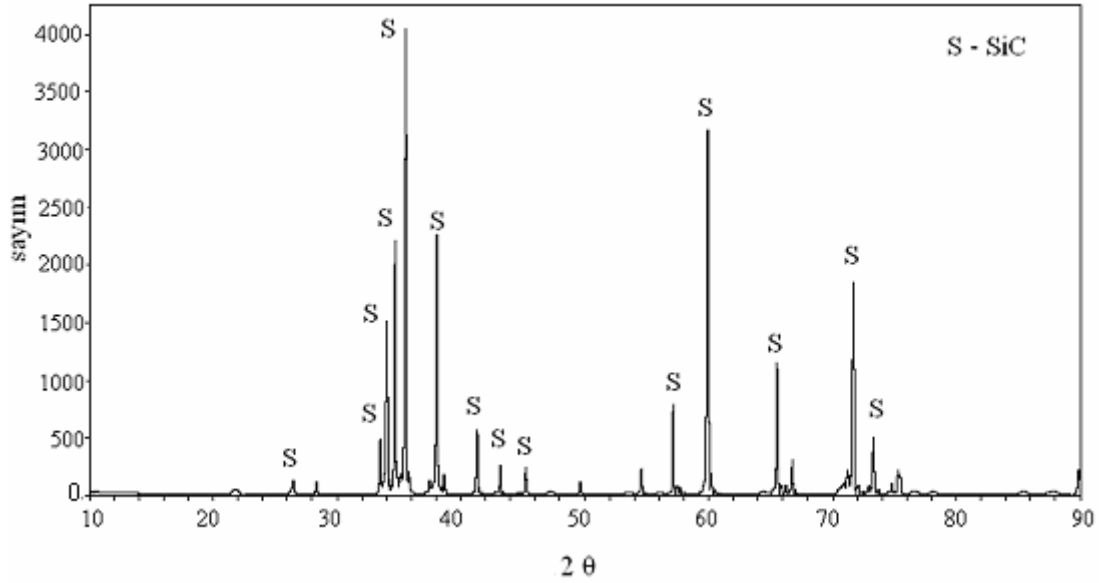
## 5.7. X-Işınları Difraksiyon Analizi (XRD)

### 5.7.1. Hammaddelerin X-ışınları difraksiyon analizi

Deneysel çalışmalarda kullanılan alümina ve SiC tozlarının x-ışınları difraksiyon analiz sonuçları şekil 5.8'de gösterilmektedir. Alümina tozlarında sadece alümina piklerine, SiC tozlarında da sadece SiC piklerine rastlanılmış olup, bu sonuç oldukça saf tozlarla çalışıldığına işaret etmektedir.



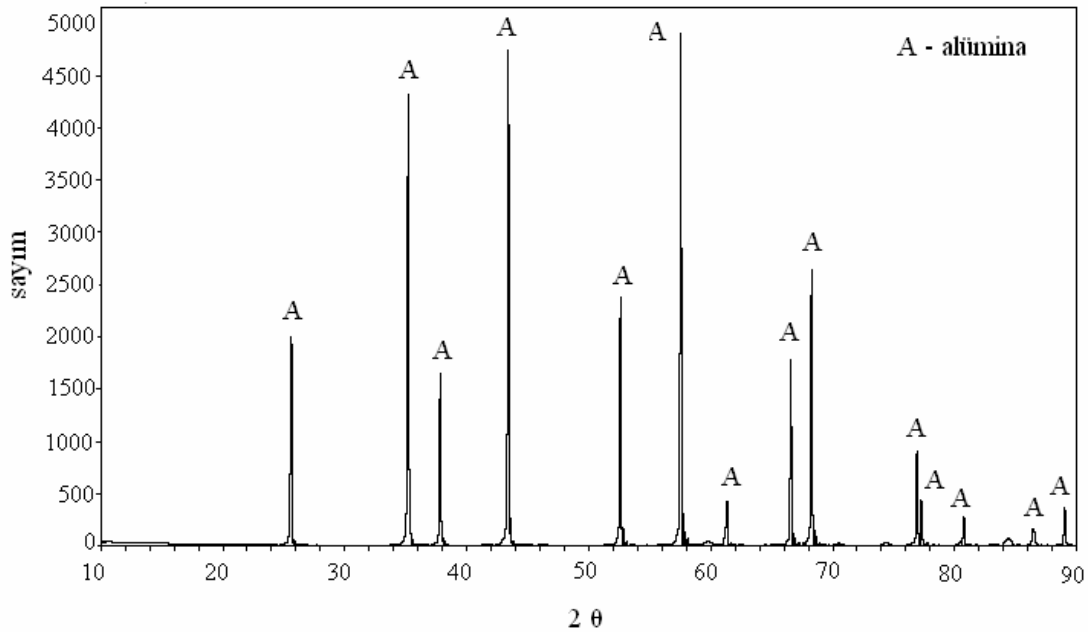
Şekil 5.10. Deneysel çalışmalarda kullanılan alümina tozunun XRD analizi



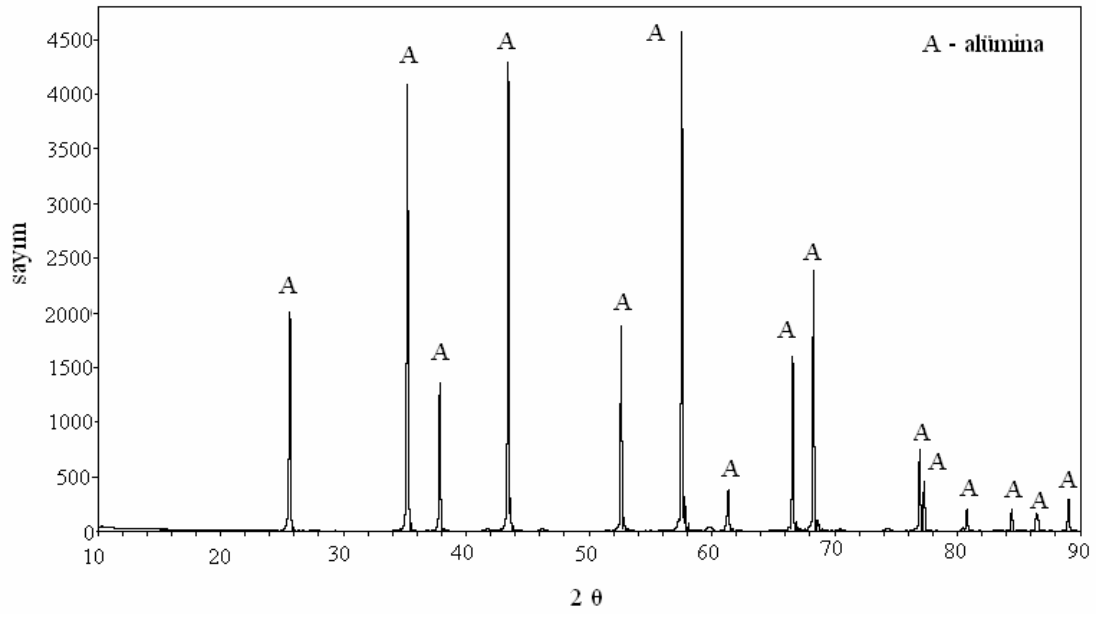
Şekil 5.11. Deneysel çalışmalarda kullanılan SiC tozunun XRD analizi

### 5.7.2. Sinterlenmiş numunelerin X-ışınları difraksiyon analizi

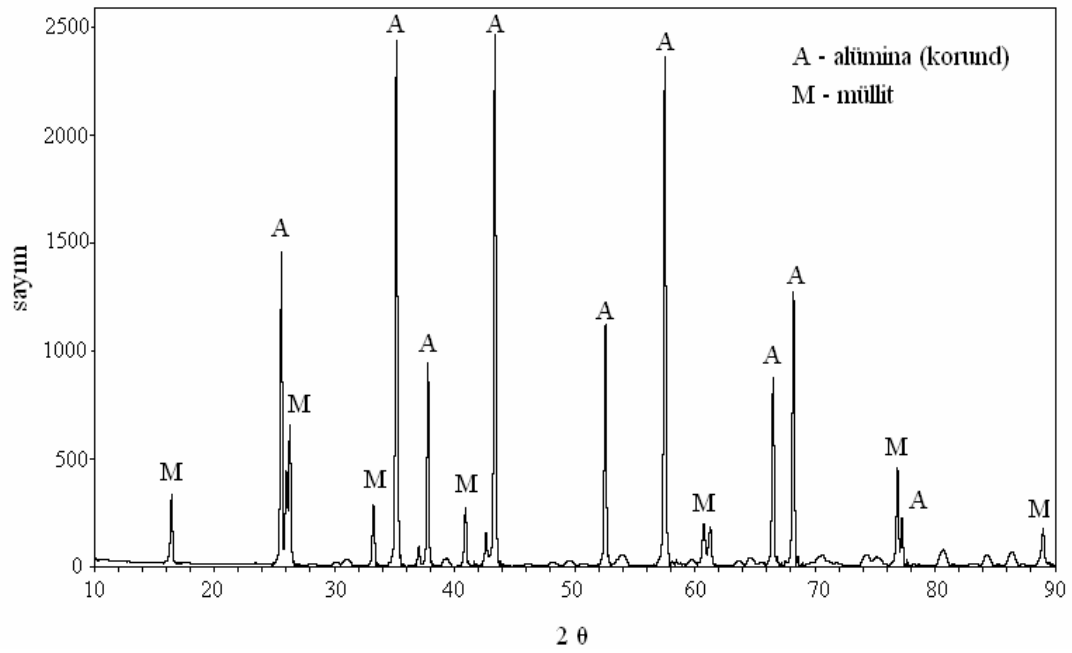
Farklı sıcaklık (1500-1650 °C) ve bileşimlerde hazırlanan seramik kompozit numunlerin ( $A_0$ ,  $A_5$ ,  $A_{10}$ ,  $A_{15}$ ) sinterleme sonrası XRD analizi sonuçları şekil 5.12-5.19’de verilmiştir.



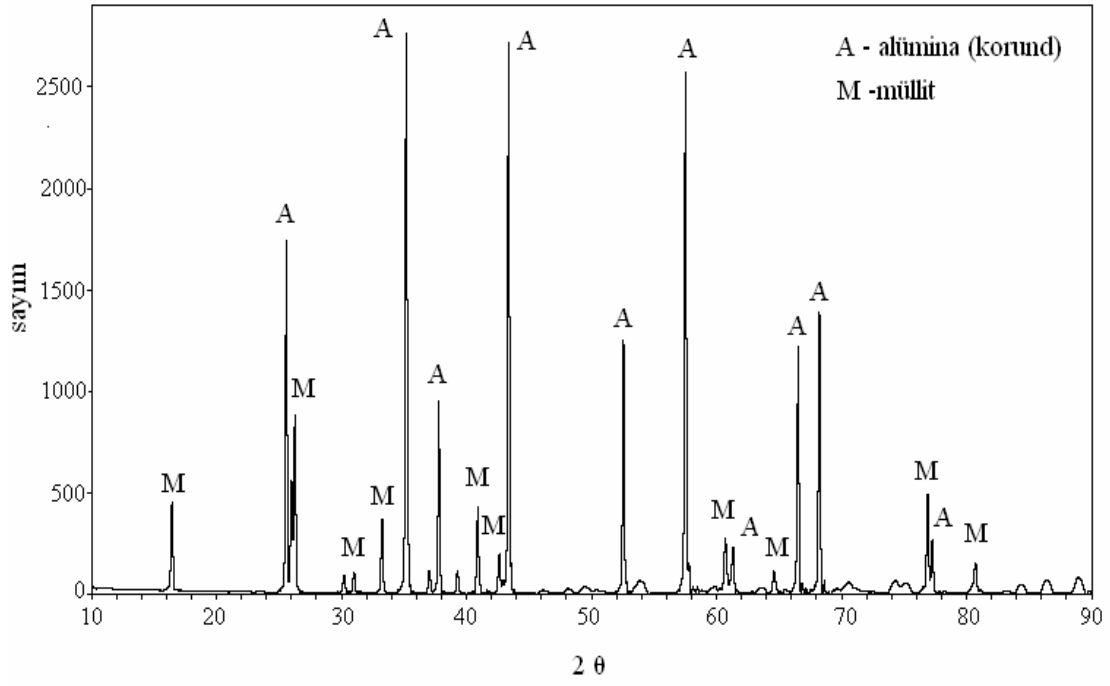
Şekil 5.12. 1500°C’de sinterlenmiş Alüminanın ( $A_0$ ) XRD analizi



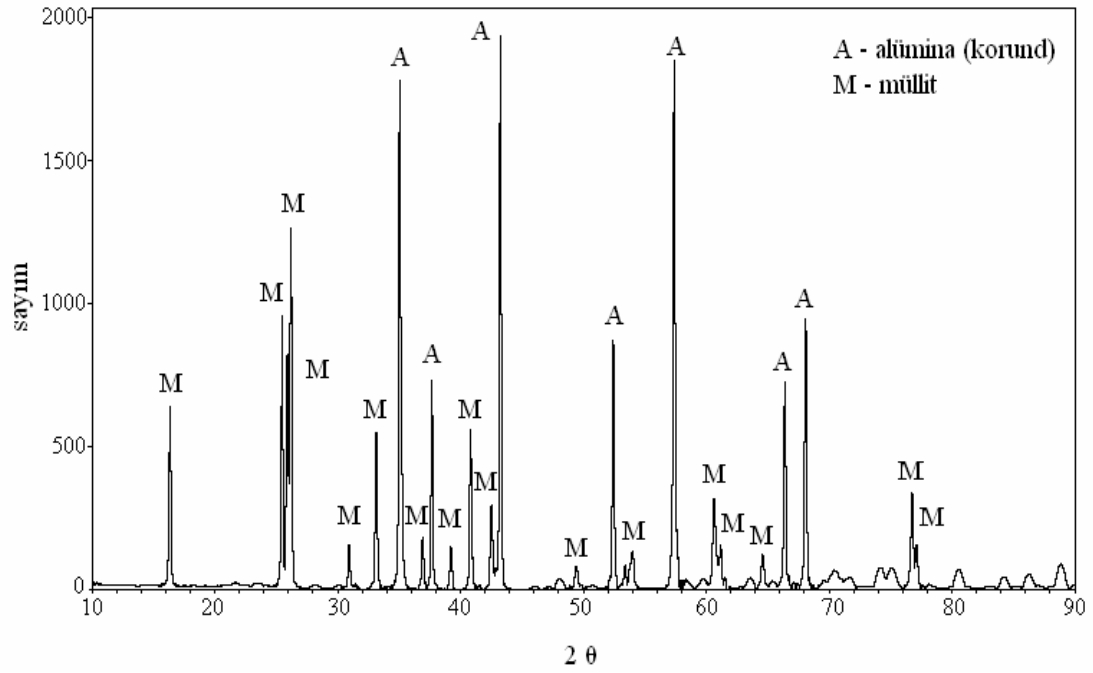
Şekil 5.13. 1650°C’de sinterlenmiş alüminanın (A<sub>0</sub>) XRD analizi



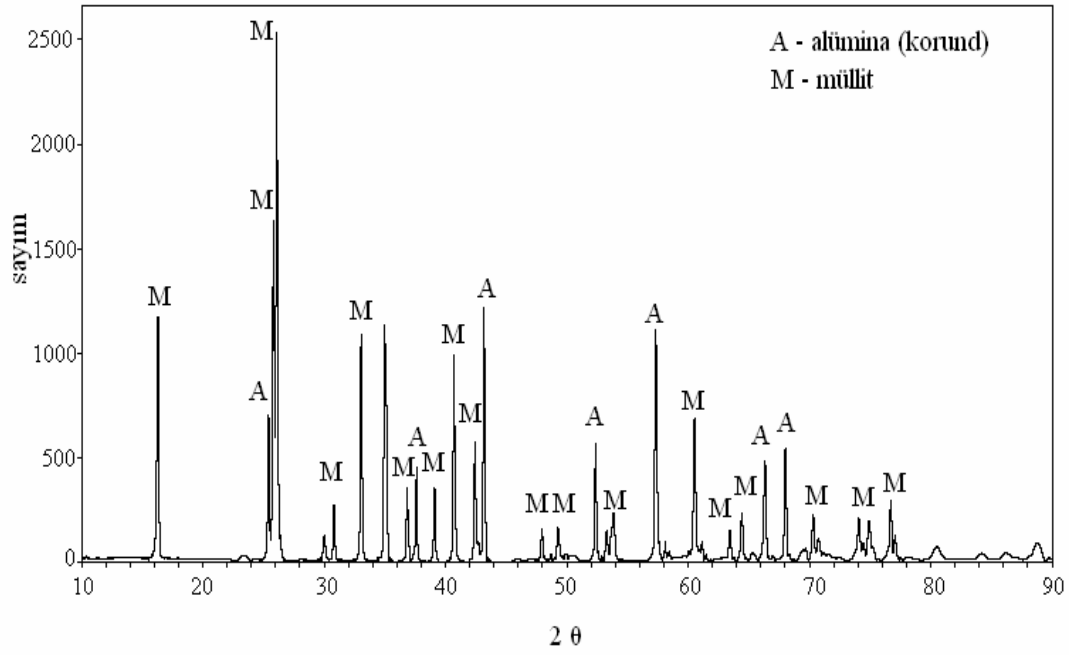
Şekil 5.14. 1500°C’de sinterlenmiş %5 SiC ilaveli alüminanın (A<sub>5</sub>) XRD analizi



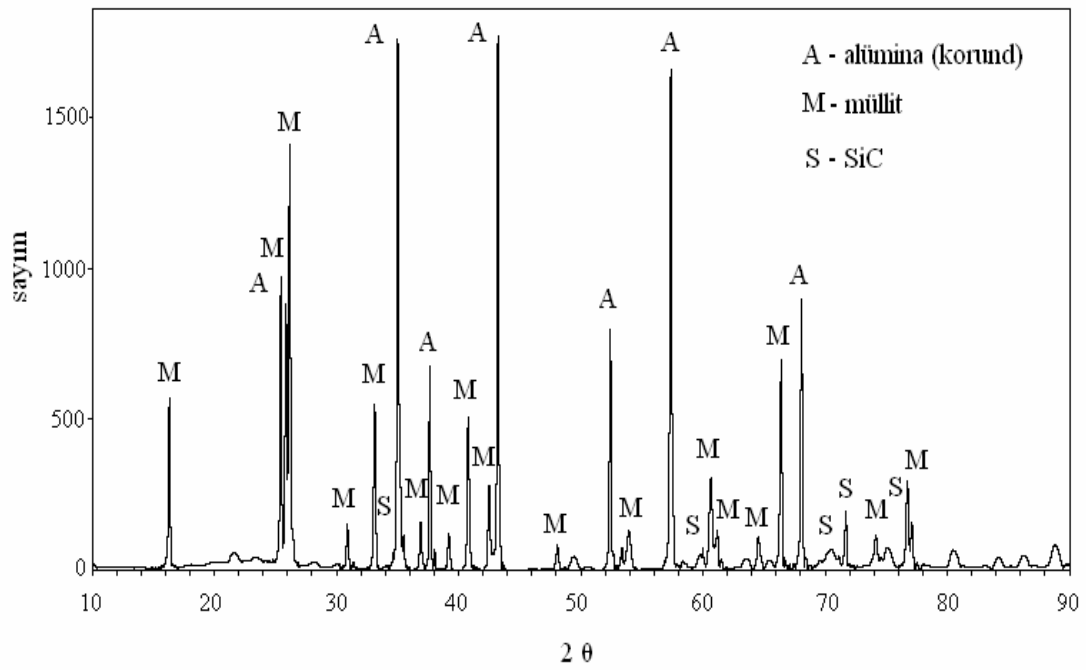
Şekil 5.15. 1650°C’de sinterlenmiş %5 SiC ilaveli alüminanın (A<sub>5</sub>) XRD analizi



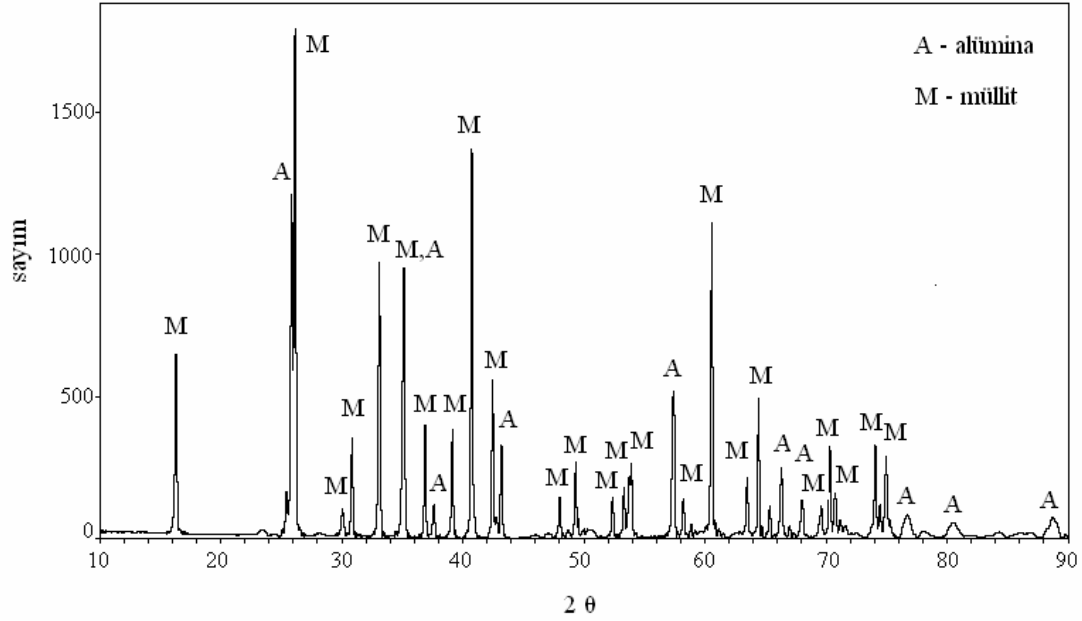
Şekil 5.16. 1500°C’de sinterlenmiş %10 SiC ilaveli alüminanın (A<sub>10</sub>) XRD analizi



Şekil 5.17. 1650°C'de sinterlenmiş %10 SiC ilaveli alüminanın (A<sub>10</sub>) XRD analizi



Şekil 5.18. 1500°C'de sinterlenmiş %15 SiC ilaveli alüminanın (A<sub>15</sub>) XRD analizi



Şekil 5.19. 1650°C’de sinterlenmiş %15 SiC ilaveli alüminanın (A<sub>15</sub>) XRD analizi

SiC içermeyen A<sub>0</sub> serisinin tüm sinterleme sıcaklıklarında beklenildiği gibi sadece alümina fazı belirlenmiştir. SiC ilavesi ile birlikte Alüminanın yanı sıra, mullit fazının da varlığı gözlenmiştir. Daha öncede ifade edildiği gibi, oksidan atmosferde SiC’ün parçalandığı ve sinterleme ortamından oksijenle reaksiyona girmesi sonucunda CO gaz çıkışı olduğu bilinmektedir. Ayrıca SiC’ün oksitlendiği reaksiyonda (denklem 5.1) reaksiyon ürünü olarak SiO<sub>2</sub> de oluşmaktadır [45]. Oluşan SiO<sub>2</sub>, alümina ile reaksiyona girerek müllit fazını meydana getirmektedir. SiC artışıyla numunelerde görülen mullit fazı bu şekilde meydana gelmektedir. A<sub>15</sub> kodlu en yüksek SiC içeren bileşimin 1500 °C’de sinterlenen numunelerinde müllit ve alümina fazlarının yanısıra az miktarda SiC’ün de olduğu tespit edilmiş olup daha yüksek sıcaklıklarda rastlanmamıştır. Bu durum, sıcaklık artışıyla oksitlenme reaksiyonunun artışına bağlı olarak yapıda kalan SiC’ün azaldığına işaret etmektedir.

SiC ve sinterleme sıcaklığının artışıyla, SiC’ün parçalanması sonucunda açığa çıkan SiO<sub>2</sub> miktarının artışına bağlı olarak mullit piklerinde ve pik şiddetlerinde bir artış göze çarpmaktadır.

X-ışınları analizi sonucunda belirlenen kristal fazları tablo 5.9’da verilmiştir.

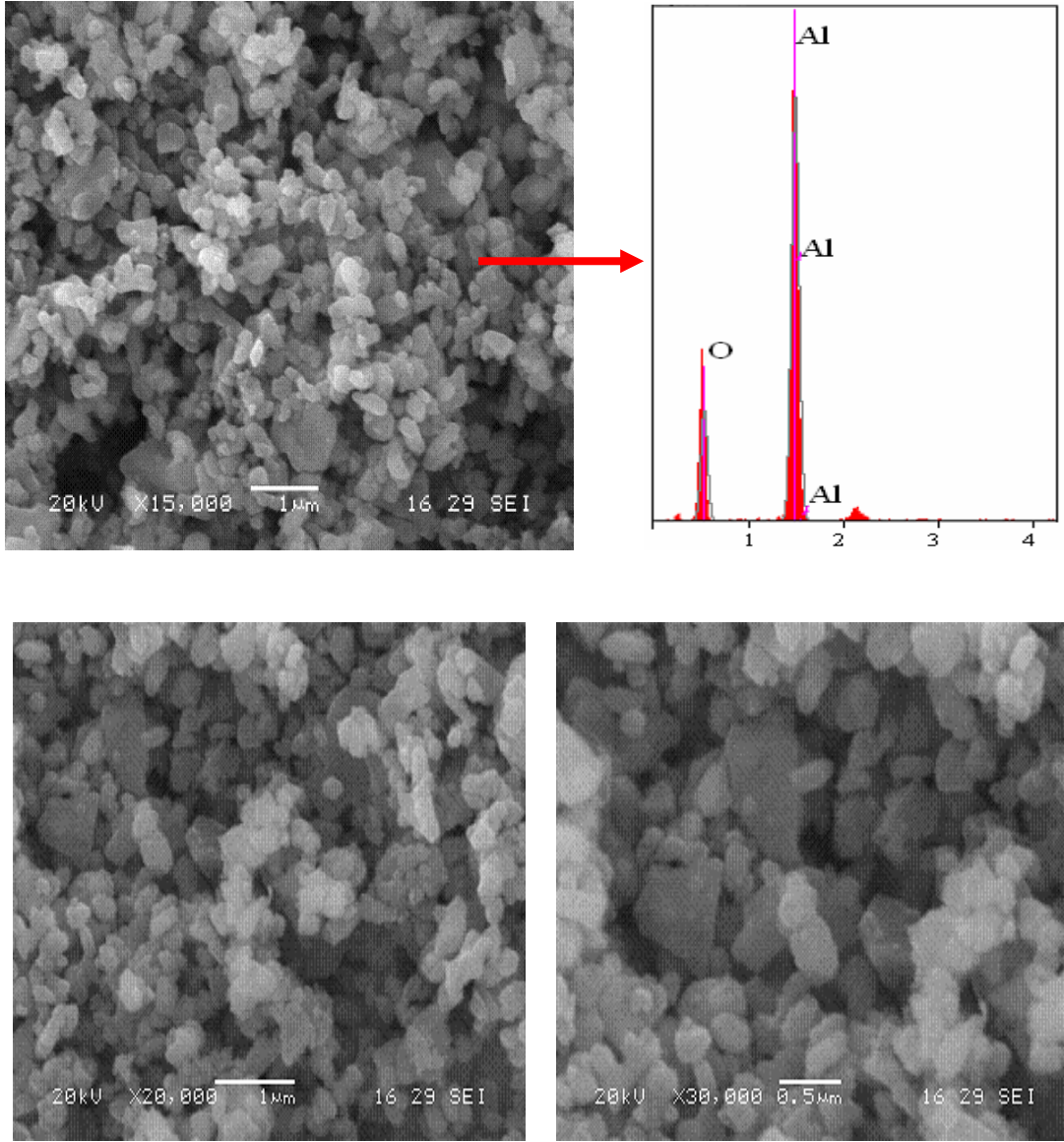
Tablo 5.9. Farklı sıcaklıklarda sinterlenen numunelerin XRD analizinde belirlenen kristal fazlar

Bileşim Kodu	Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Kristal Fazlar (%)
A <sub>0</sub>	1500	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	1550	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	1600	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	1650	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
A <sub>5</sub>	1500	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Müllit
	1550	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Müllit
	1600	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Müllit
	1650	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Müllit
A <sub>10</sub>	1500	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Müllit
	1550	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Müllit
	1600	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Müllit
	1650	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Müllit
A <sub>15</sub>	1500	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Müllit, SiC
	1550	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Müllit
	1600	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Müllit
	1650	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Müllit

## 5.8. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Dispersif Spektrometresi (EDS) Analizi

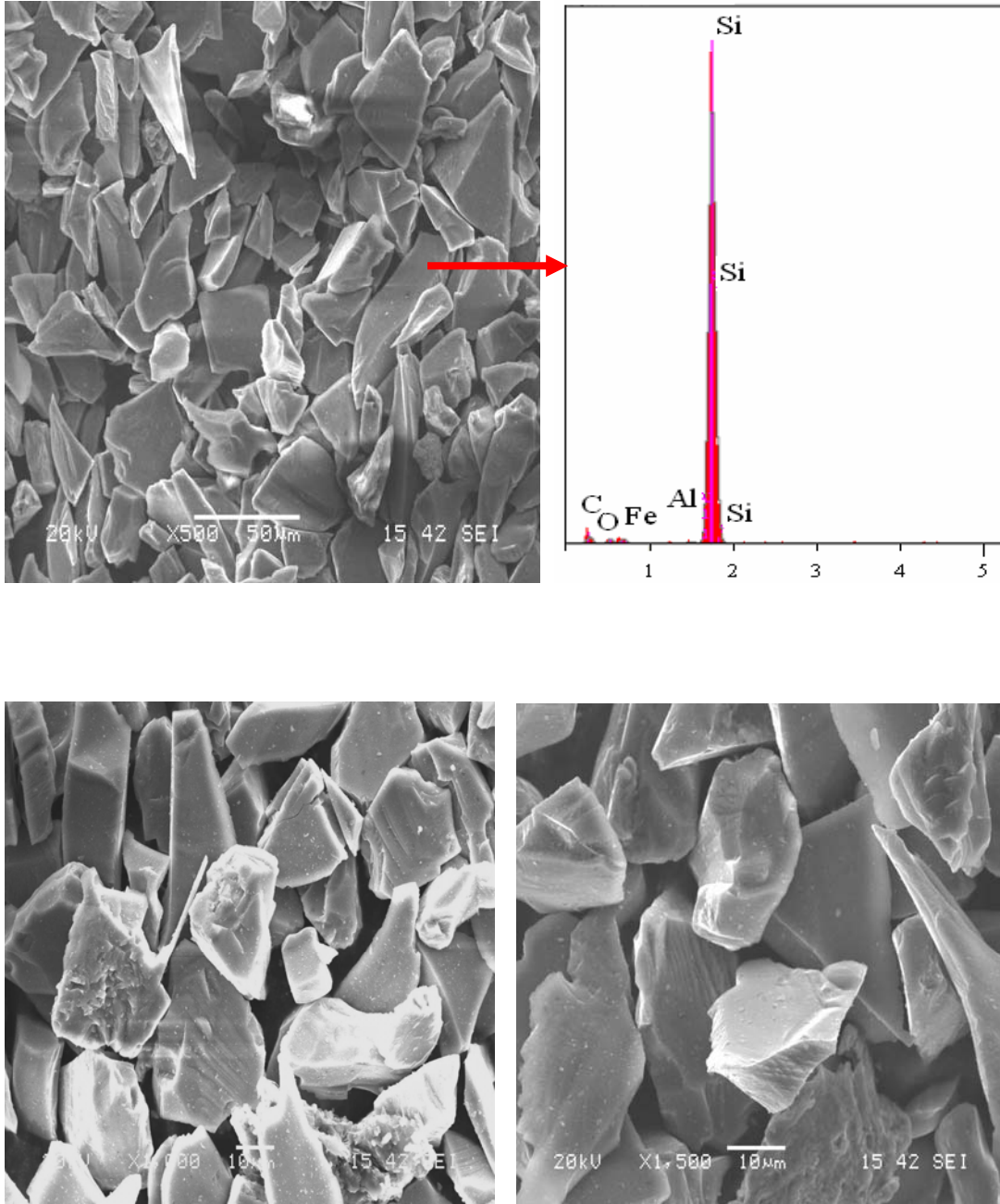
### 5.8.1. Hammaddelerin taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji dispersif spektrometresi (EDS) analizi

Bu çalışma kapsamında kullanılan başlangıç toz hammaddelerin (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve SiC) ve bu hammaddelerin kullanımı ile hazırlanan toz karışımların (A<sub>0</sub>, A<sub>5</sub>, A<sub>10</sub>, A<sub>15</sub>) SEM mikroyapı görüntüleri ve bu görüntüler üzerinden alınan EDS analizleri şekil 5.20, şekil 5.21'de verilmiştir.

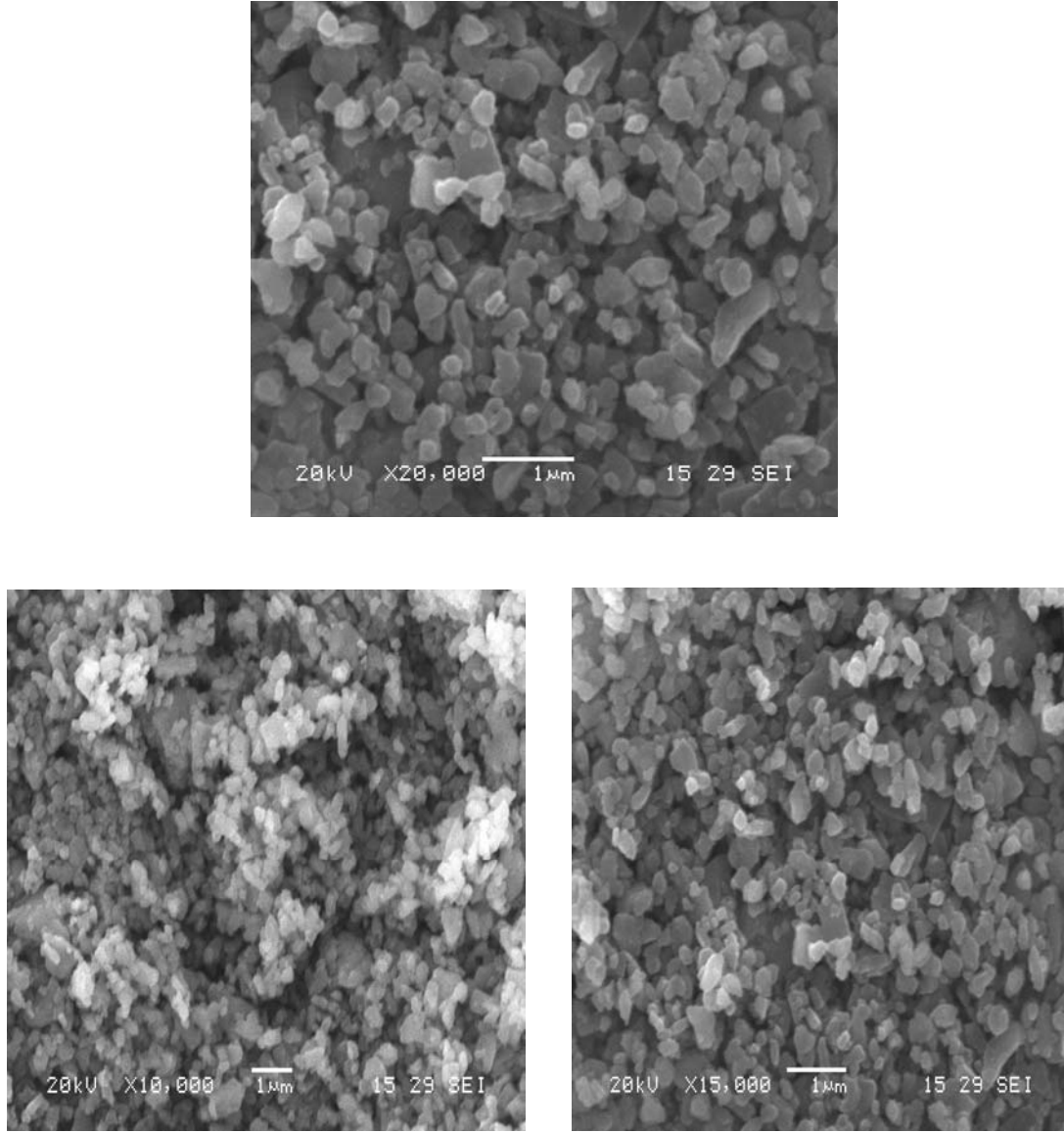


Şekil 5.20. Deneysel çalışmalarda kullanılan alümina tozlarının farklı büyültmelerdeki SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analizi

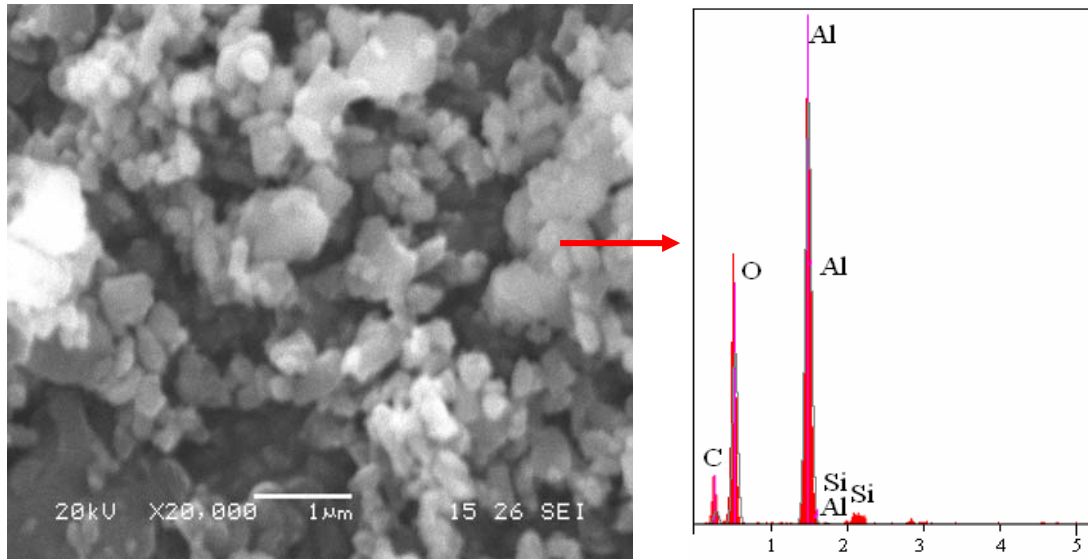




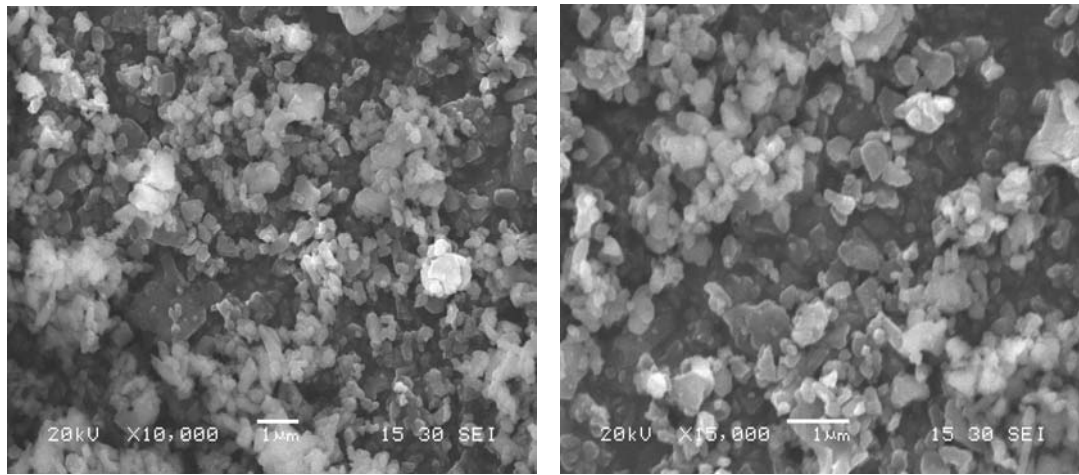
Şekil 5.21. Deneysel çalışmalarda kullanılan SiC tozlarının farklı büyültmelerdeki SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analizi



Şekil 5.22. Deneysel çalışmalarda kullanılan %5 SiC - %95 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (A<sub>5</sub>) karışımının farklı boyutlardaki SEM görüntüleri

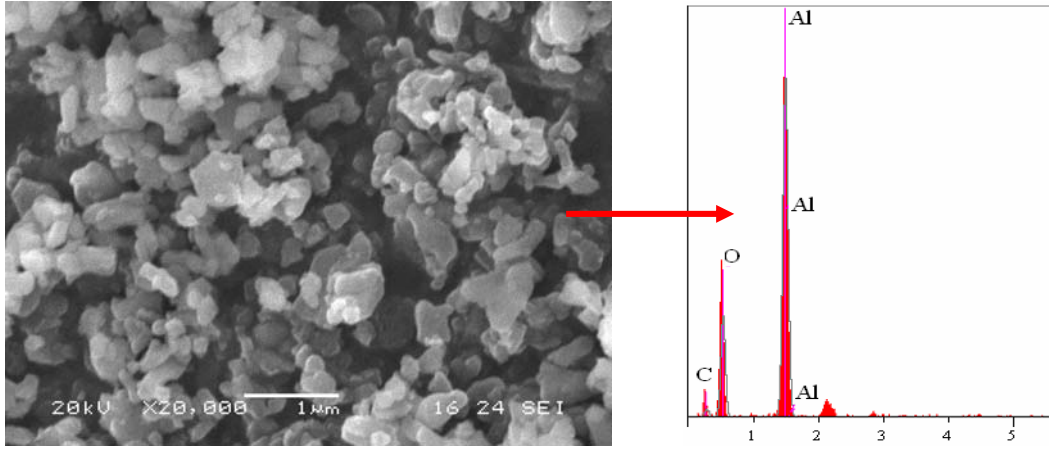


(a)

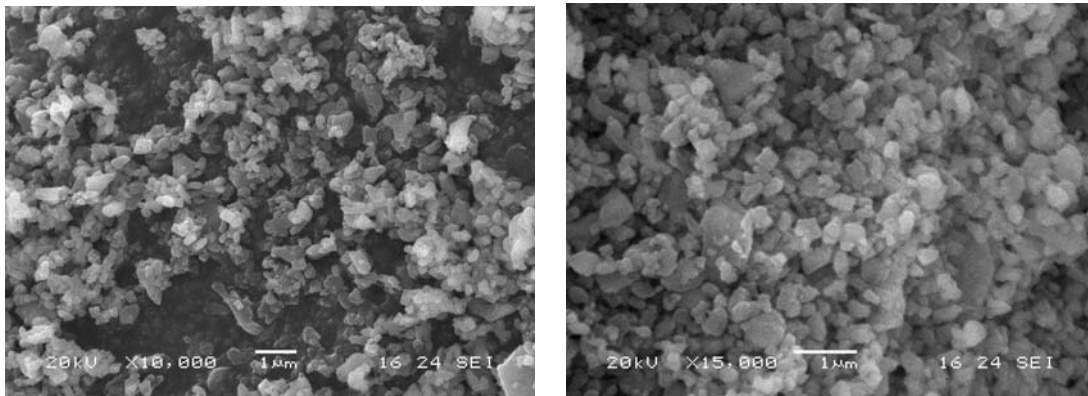


(b)

Şekil 5.23. Deneysel çalışmalarda kullanılan %10 SiC - %90  $Al_2O_3$  ( $A_{10}$ ) karışımının (a) SEM görüntüsü ve EDS analizi (b) SEM görüntüsü



(a)



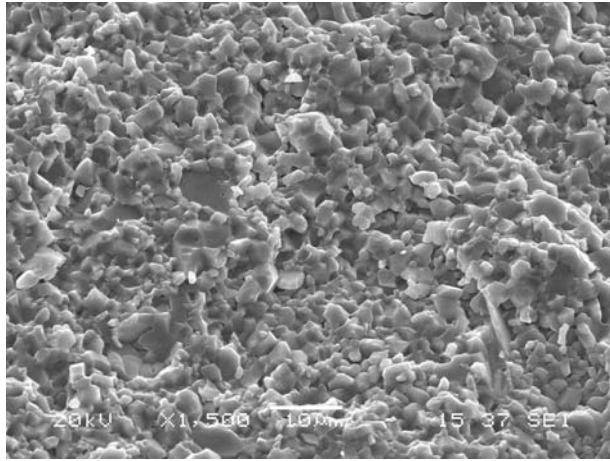
(b)

Şekil 5.24. Deneysel çalışmalarda kullanılan %15 SiC - %85 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (A<sub>10</sub>) karışımının (a) SEM görüntüsü ve EDS analizi (b) SEM görüntüsü

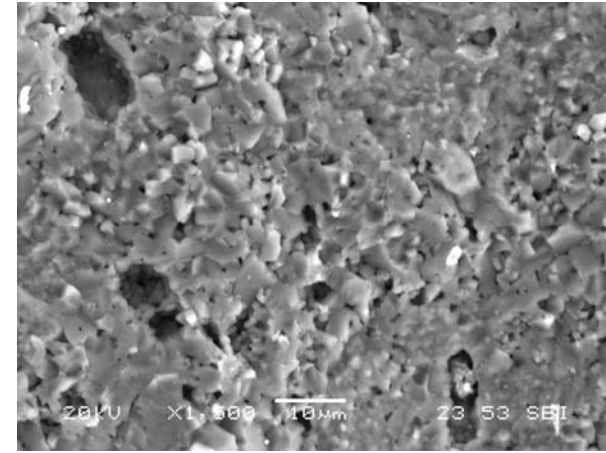
Mikroyapılardan görüldüğü gibi, alümina tozlar hemen hemen küresele yakın şekilde olup, ortalama 0,4 µm boyuta sahiptir. SiC ise keskin ve köşeli geometride olup, ortalama 20 µm tane boyutundadır. EDS analizleri, başlangıç tozlarının yüksek saflıkta olduğunu ve alümina ile SiC'den başka elementleri içermediğini göstermektedir.

### 5.8.2. Sinterlenmiş numunelerin taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve enerji dispersif spektrometresi (EDS) analizi

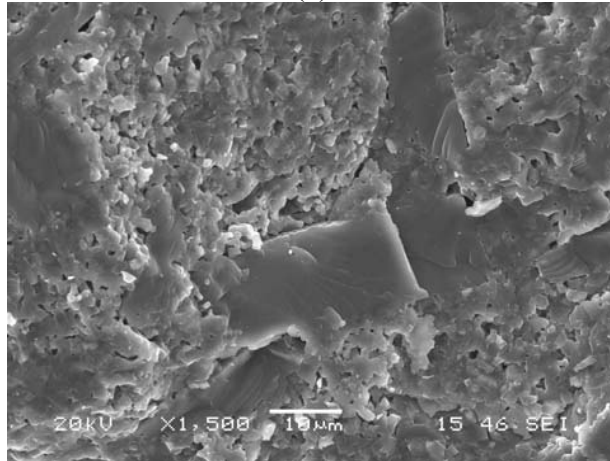
Farklı sıcaklıklarda sinterlenen seramik kompozit numunelerin SEM mikroyapı görüntüleri ve bu görüntüler üzerinden farklı noktalarda alınan EDS analiz sonuçları şekil 5.25-5.45'de gösterilmektedir.



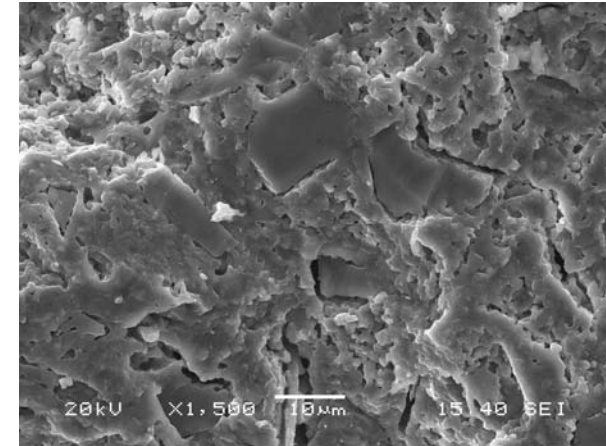
(a)



(b)

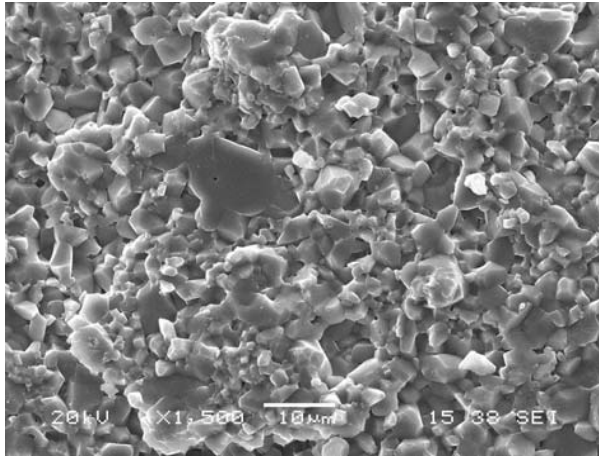


(c)

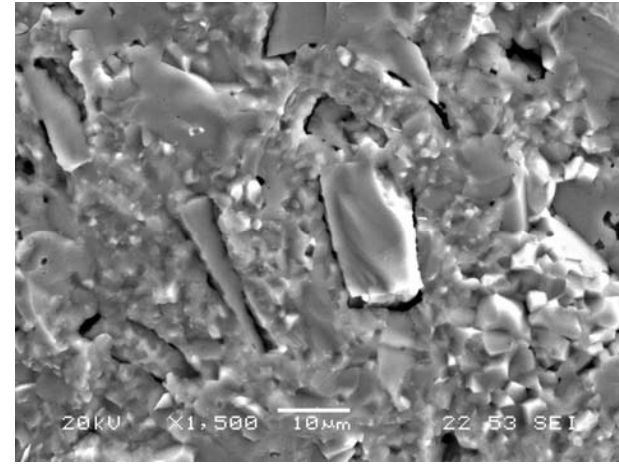


(d)

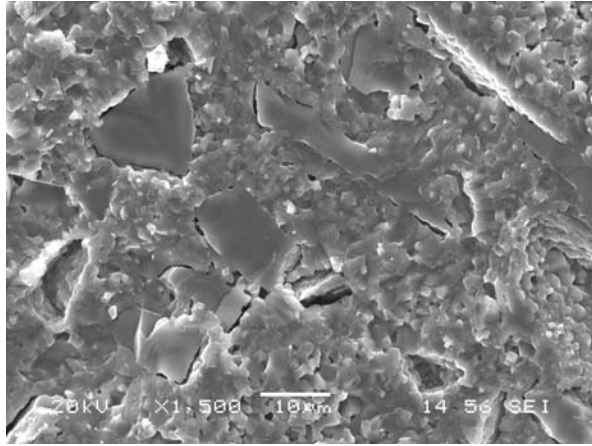
Şekil 5.25. 1500 °C sıcaklıkta sinterlenen a) %100  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $A_0$ ), b) %5 SiC-%95  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $A_5$ ), (c) %10 SiC-%90  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $A_{10}$ ), d) %15 SiC-%85  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $A_{15}$ ), numunelerinin SEM mikroyapı görüntüleri



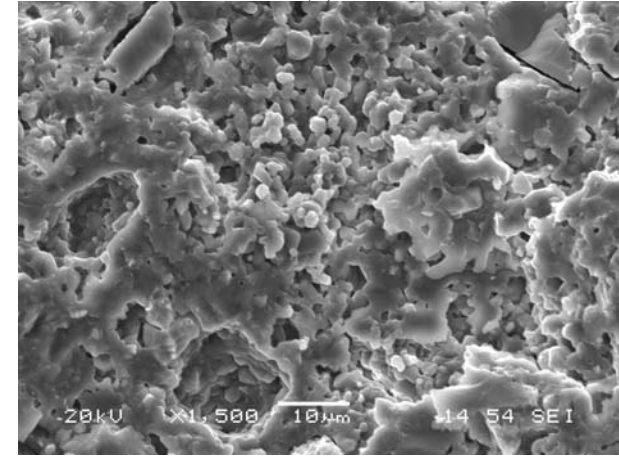
(a)



(b)

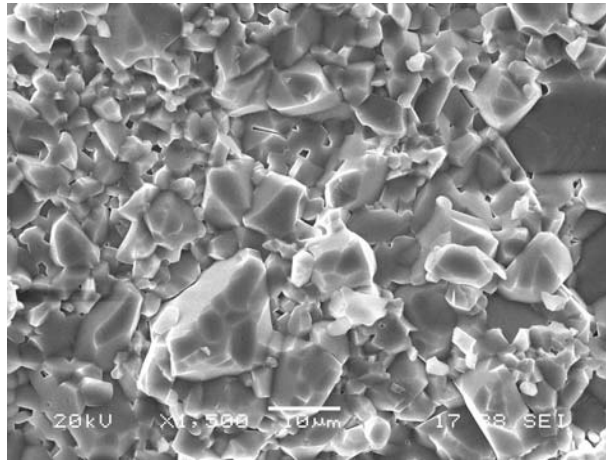


(c)

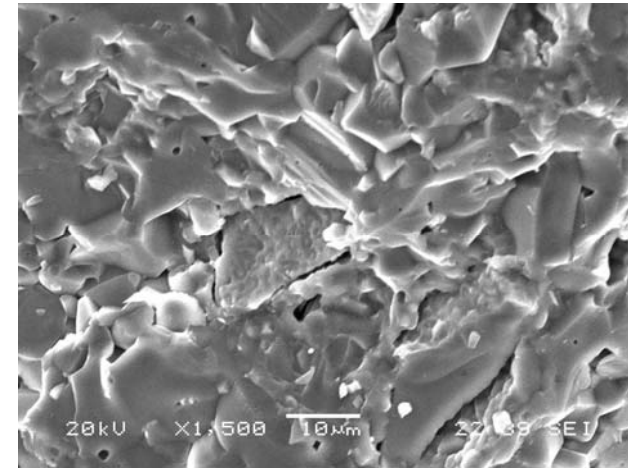


(d)

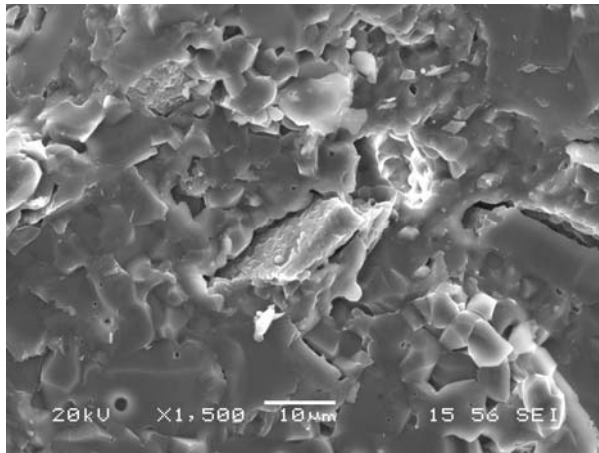
Şekil 5.26. 1550 °C sıcaklıkta sinterlenen a) %100  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $A_0$ ), b) %5 SiC-%95  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $A_5$ ), c) %10 SiC-%90  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $A_{10}$ ), d) %15 SiC-%85  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $A_{15}$ ), numunelerinin SEM mikroyapı görüntüleri



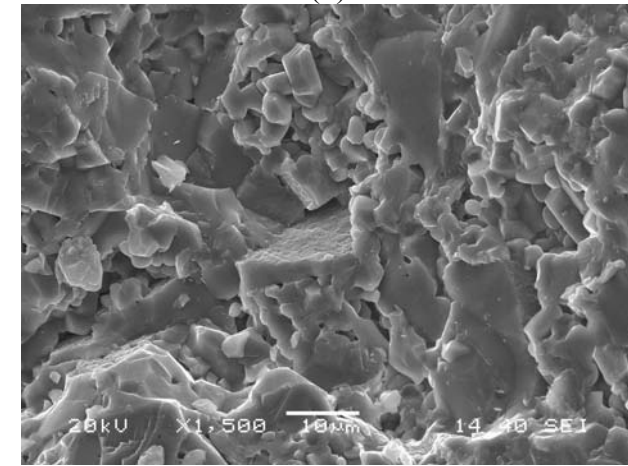
(a)



(b)

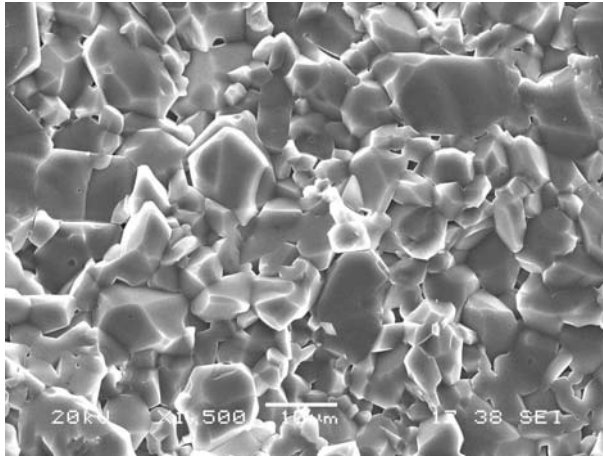


(c)

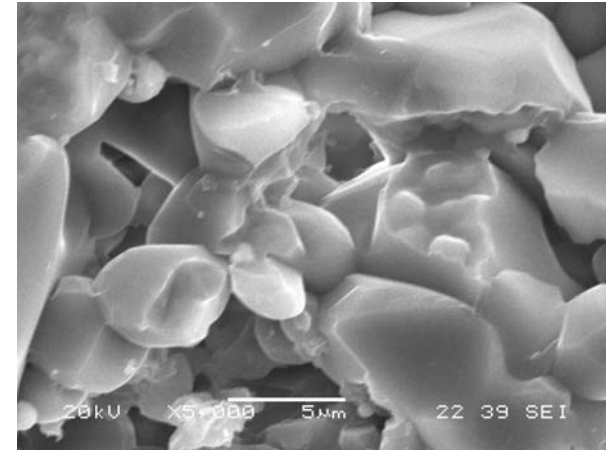


(d)

Şekil 5.27. 1600 °C sıcaklıkta sinterlenen a) %100  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $A_0$ ), b) %5 SiC-%95  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $A_5$ ), (c) %10 SiC-%90  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $A_{10}$ ), d) %15 SiC-%85  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $A_{15}$ ), numunelerinin SEM mikroyapı görüntüleri



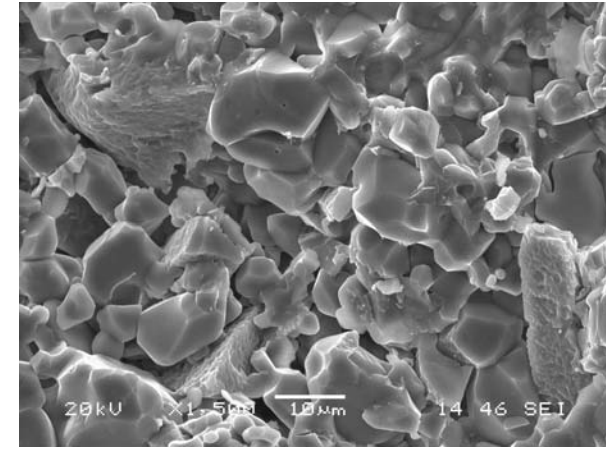
(a)



(b)



(c)

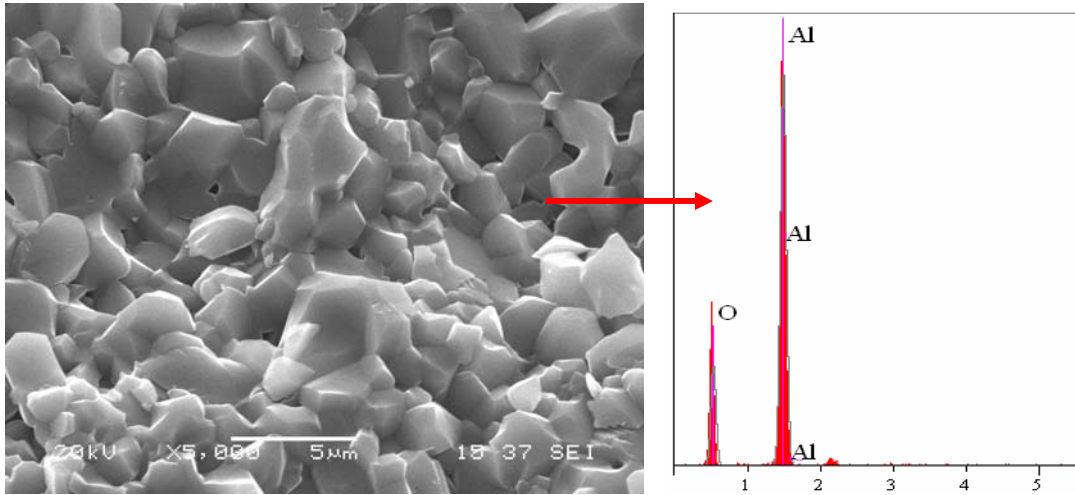


(d)

Şekil 5.28. 1650 °C sıcaklıkta sinterlenen a) %100  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $A_0$ ), b) %5 SiC-%95  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $A_5$ ), (c) %10 SiC-%90  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $A_{10}$ ), d) %15 SiC-%85  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $A_{15}$ ), numunelerinin SEM mikroyapı görüntüleri

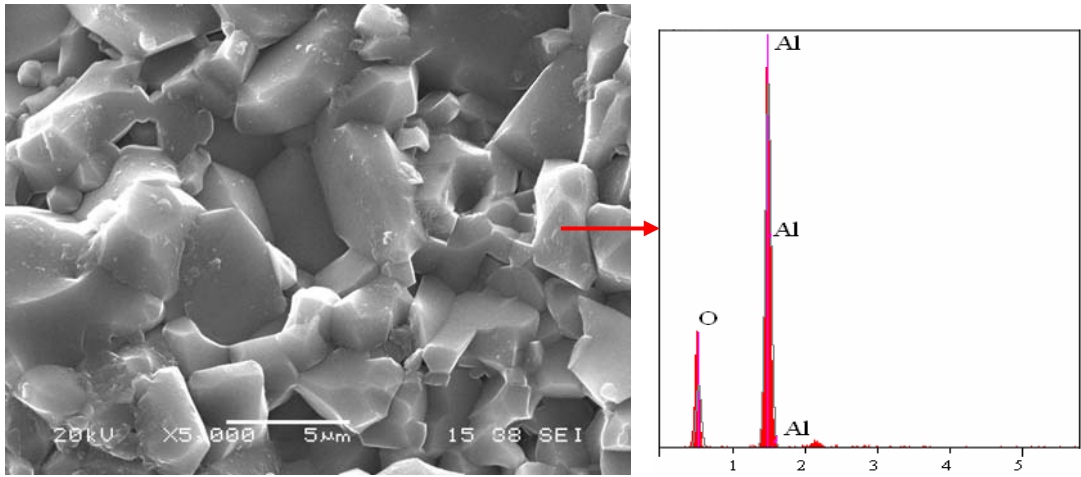


Şekil 5.25-5.28’de sinterleme sıcaklığına ve SiC ilavesine bağlı olarak numunelerin mikroyapı görüntüleri yer almaktadır. Genel olarak bakıldığında, 1500 °C’de sinterlemenin yetersiz olduğu, tanelerin yeterince birbirleri ile bağlanmadığı görülmektedir. Sıcaklık artışıyla daha iyi sinterlenmenin olması ve difüzyonun artışına bağlı olarak alümina taneleri büyüme göstermektedir. Hatta, 1550 °C’nin üzerindeki sıcaklıklarda sinterleme sonucunda bazı tanelerin alümina seramiklerde sıkça görülen anormal tane büyümesi gösterdiği tespit edilmiştir [49,50]. Ayrıca SiC katkılı numunelerin mikroyapılarında SiC’ler belirgin olarak gözükmemektedir. Fakat, şekil 5.21 ile karşılaştırılırsa, sinterlenmiş numunelerdeki SiC görüntülerinin aynı olmadığı göze çarpmaktadır. Yüksek sıcaklıklarda denklem (5.1)’e göre ayrışma reaksiyonu sonucunda SiO<sub>2</sub> ve CO oluşumu, SiC’ün yapısını bozmakta ve miktarını düşürmektedir. SEM mikroyapısında SiC’ler morfolojisi bozulmuş olarak gözükmesine rağmen, XRD analizlerinde belirlenememesi bu şekilde açıklanabilir.

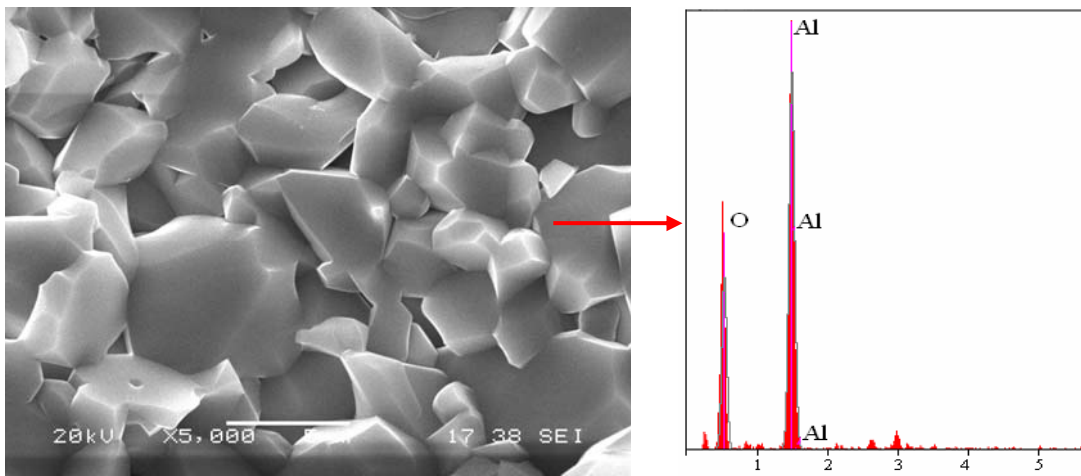


(a)

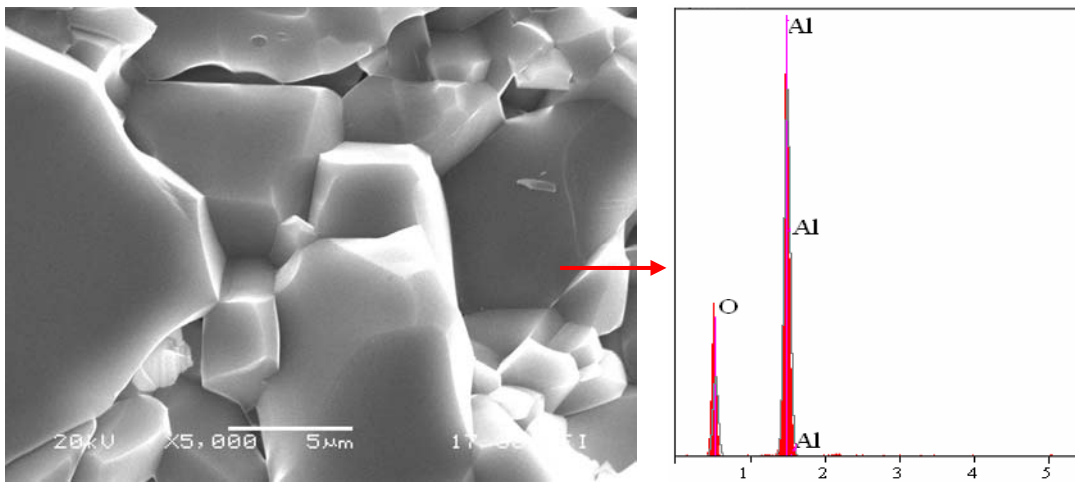
Şekil 5.29. Farklı sıcaklıklarda sinterlenen alüminanın SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analizleri  
a) 1500 °C, b) 1550 °C, c) 1600 °C, d) 1650 °C



(b)



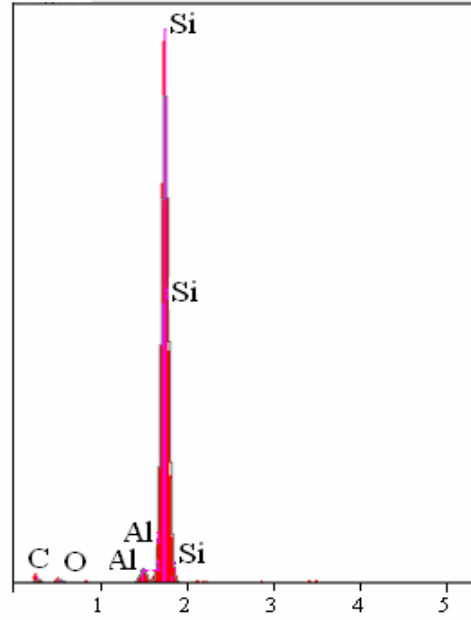
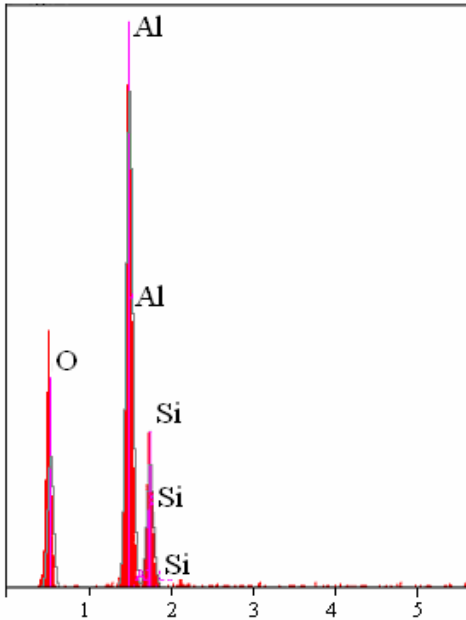
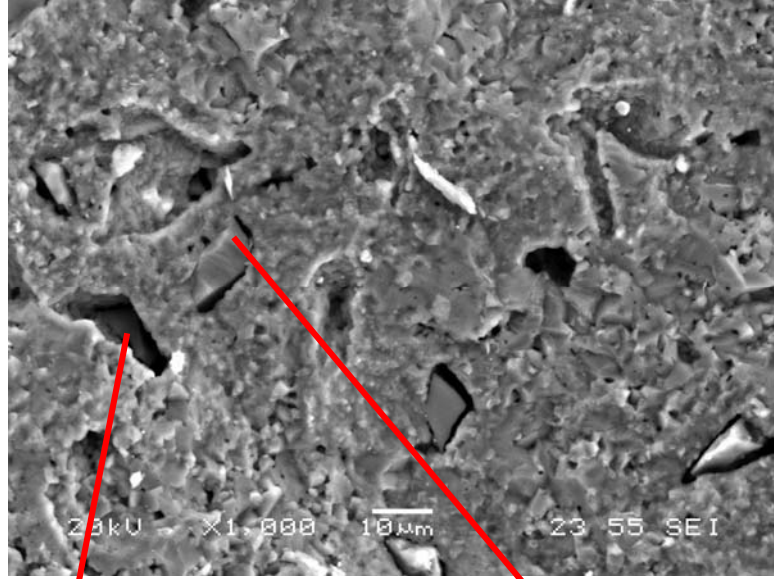
(c)



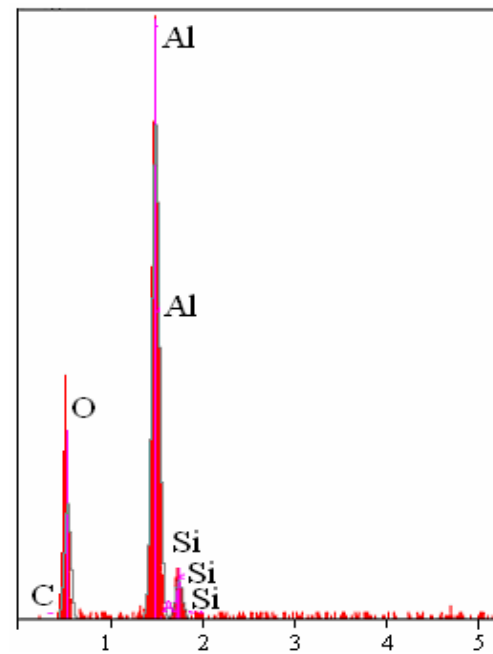
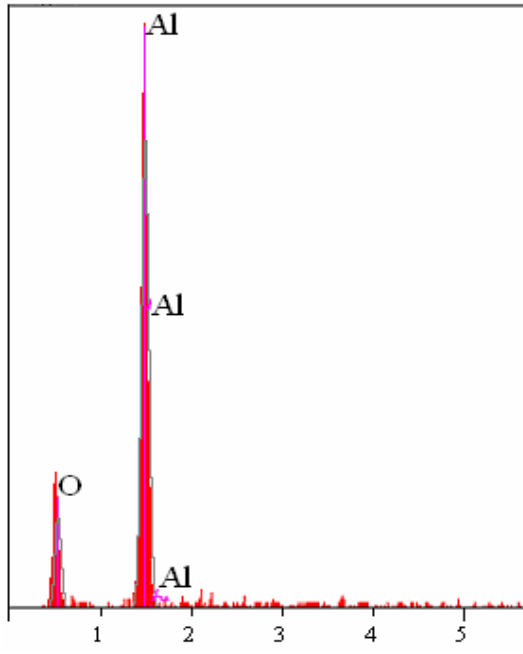
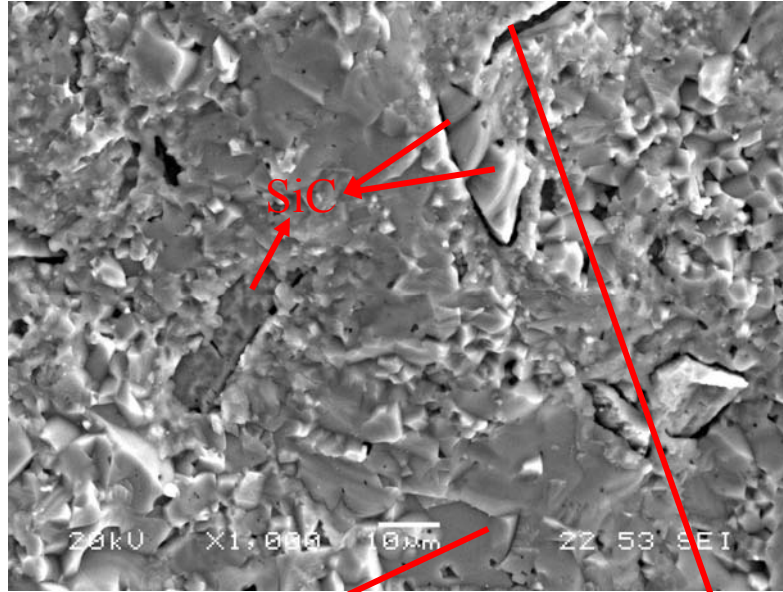
(d)

Şekil 5.29. (Devamı) Farklı sıcaklıklarda sinterlenen alüminanın SEM mikroyapı görüntüleri ve EDS analizleri a) 1500 °C, b) 1550 °C, c) 1600 °C, d) 1650 °C

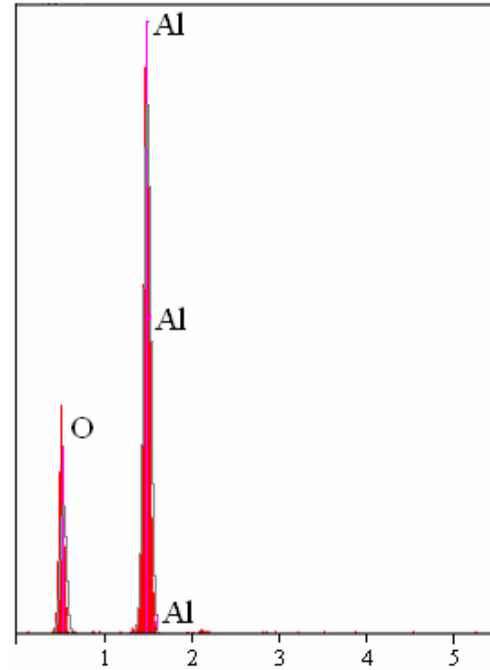
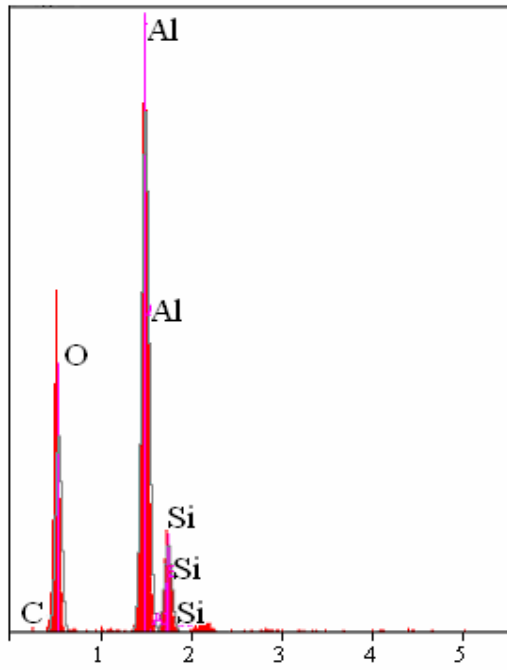
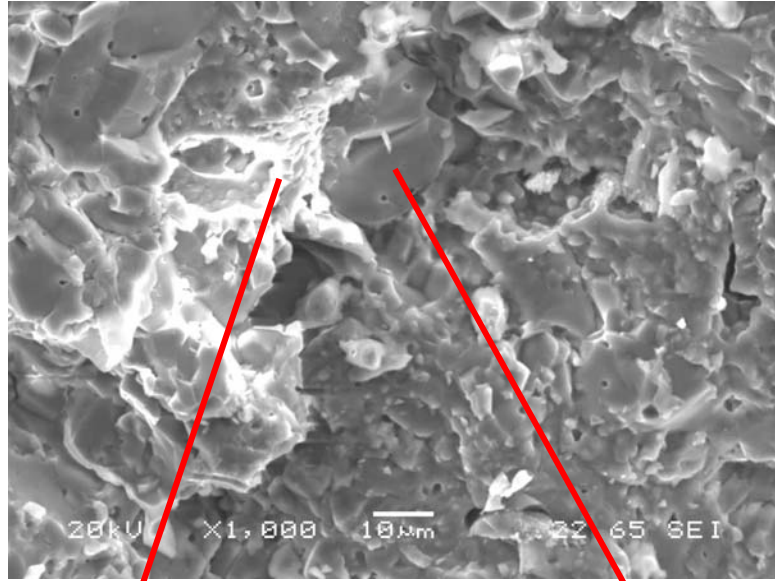
Şekil 5.29'da saf alüminanın farklı sıcaklıklarda sinterlenen numunelerinden aynı büyütmede alınan mikroyapısı ve EDS analizleri incelendiğinde tane büyümesi ve bazı tanelerde anormal tane büyümesi olduğu görülmektedir. EDS analizlerinde, beklendiği gibi sadece Al ve O pikleri mevcuttur. Anormal büyüyen tanelerin içerisinde hapsolmuş gözeneklere rastlanmakta olup, bu da yoğunluklarda sıcaklık artışıyla bir miktar azalmaya yol açmaktadır.



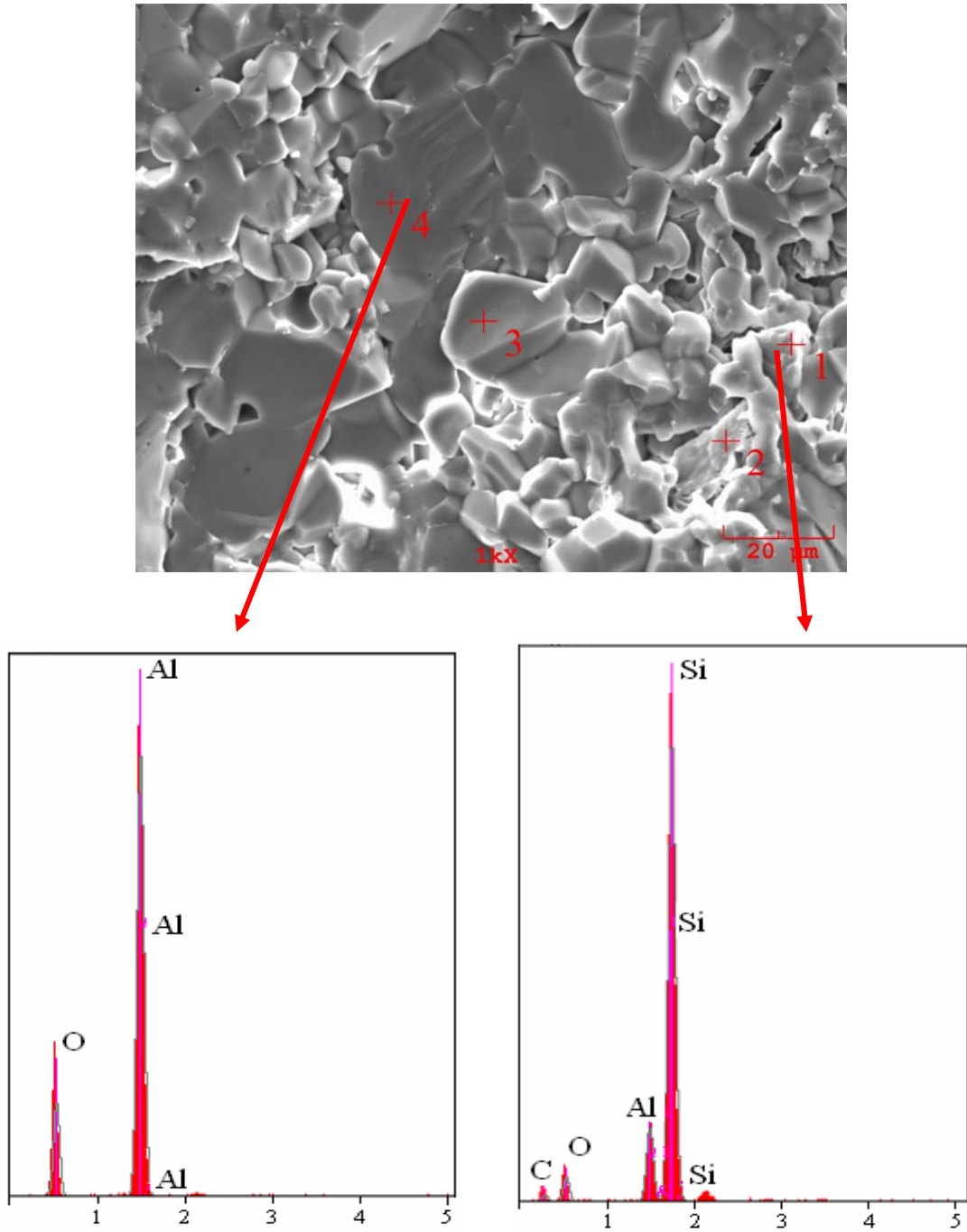
Şekil 5.30. 1500 °C'de sinterlenen A<sub>5</sub> numunesinin SEM görüntüsü ve bu görüntü üzerindeki iki noktanın EDS analizleri



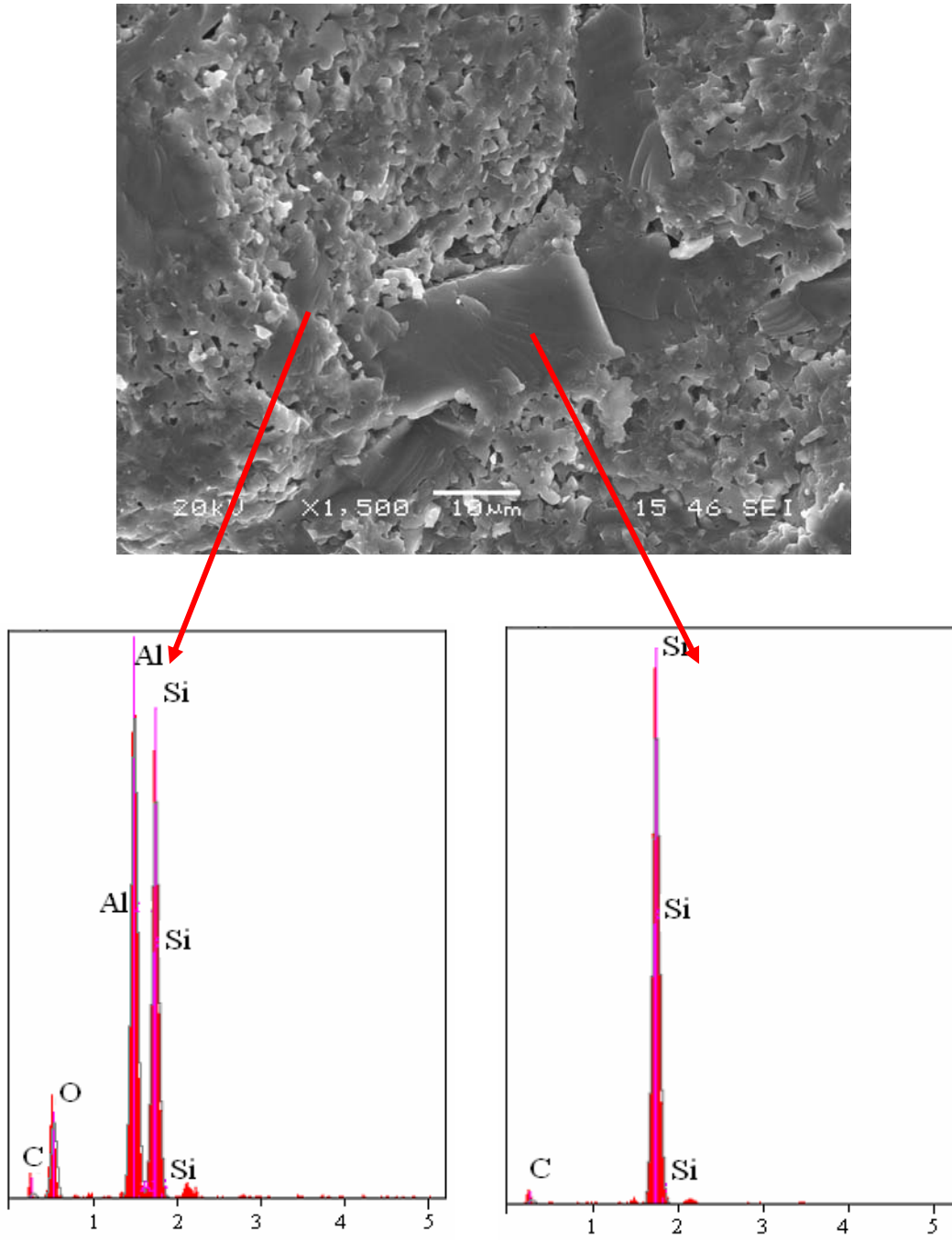
Şekil 5.31. 1550 °C'de sinterlenen A<sub>5</sub> numunesinin SEM görüntüsü ve bu görüntü üzerindeki iki noktanın EDS analizleri



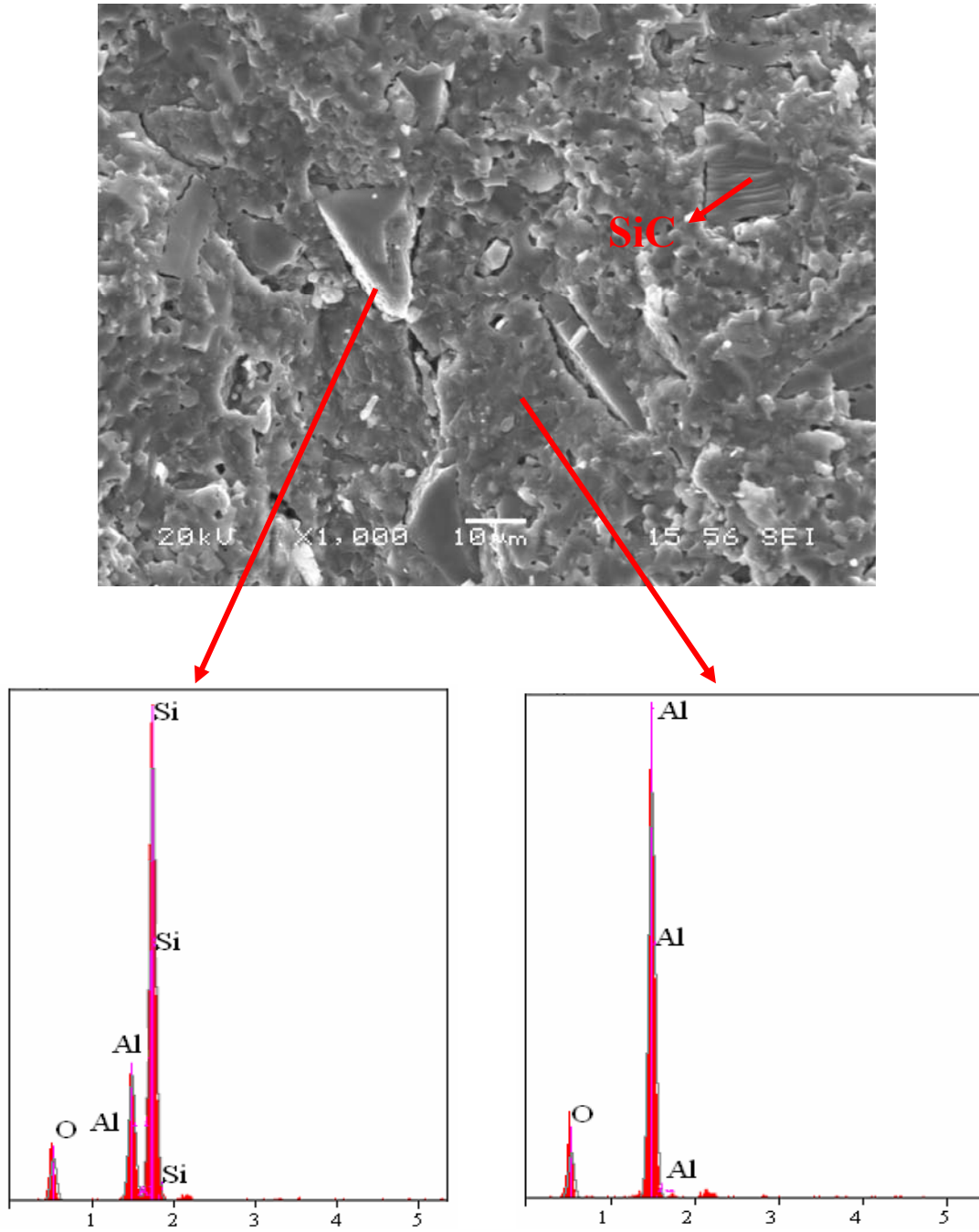
Şekil 5.32. 1600 °C'de sinterlenen A<sub>5</sub> numunesinin SEM görüntüsü ve bu görüntü üzerindeki iki noktanın EDS analizleri



Şekil 5.33. 1650 °C'de sinterlenen A<sub>5</sub> numunesinin SEM görüntüsü ve bu görüntü üzerindeki iki noktanın EDS analizleri

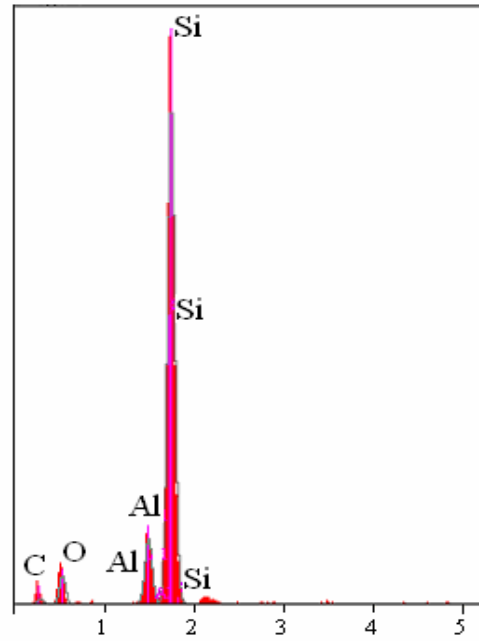
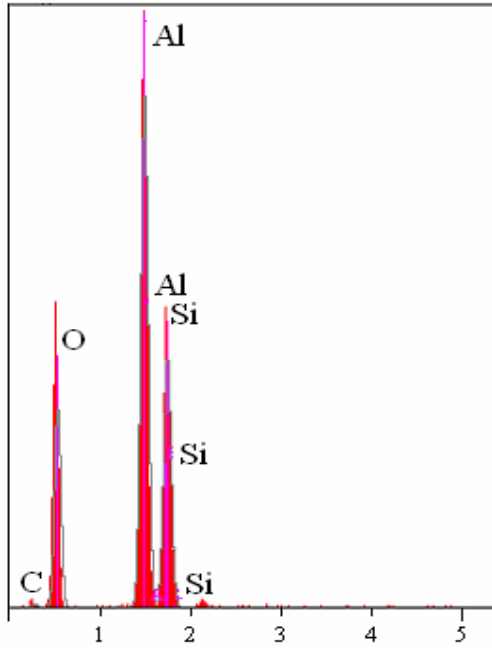
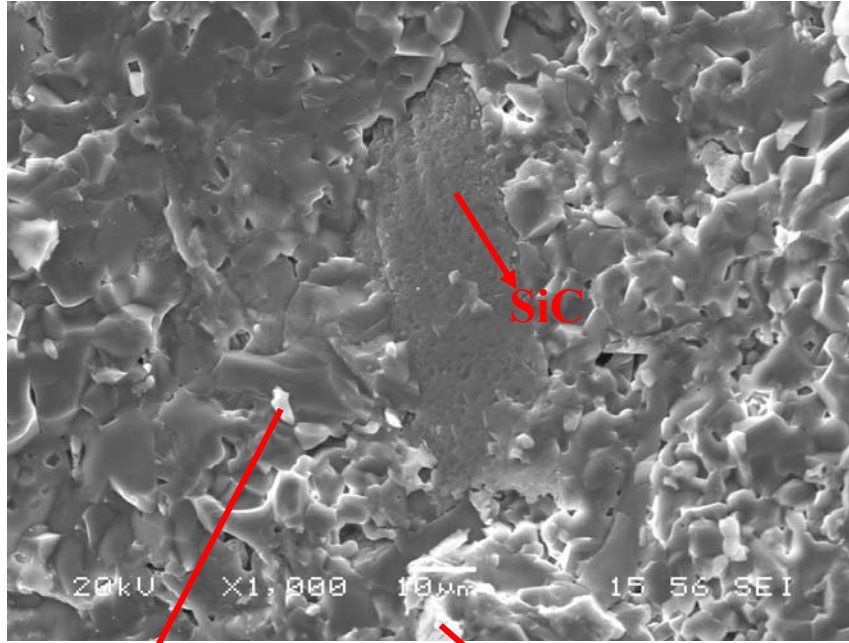


Şekil 5.34. 1500 °C'de sinterlenen A<sub>10</sub> numunesinin SEM görüntüsü ve bu görüntü üzerindeki iki noktanın EDS analizleri

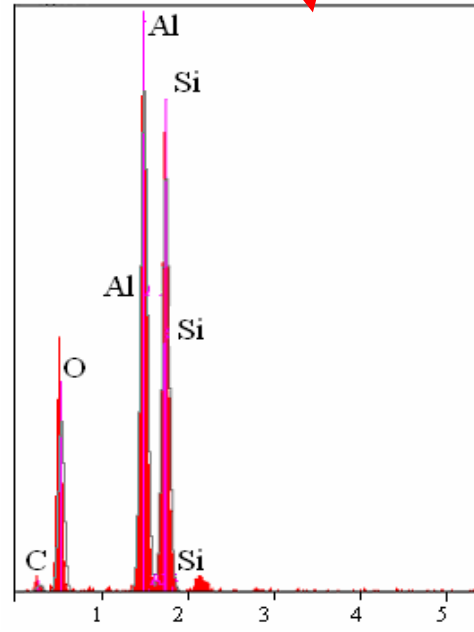
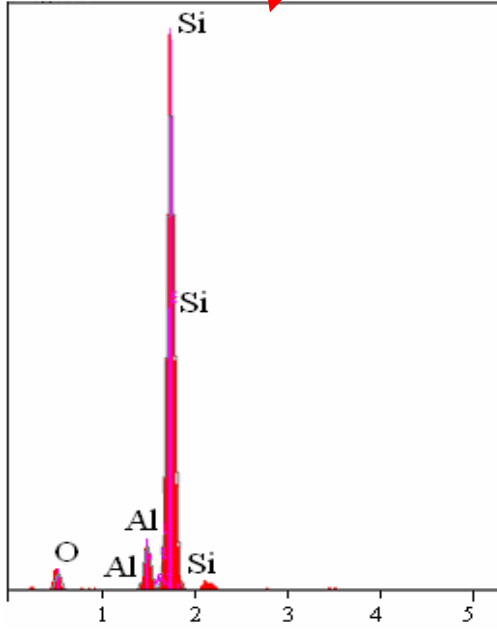
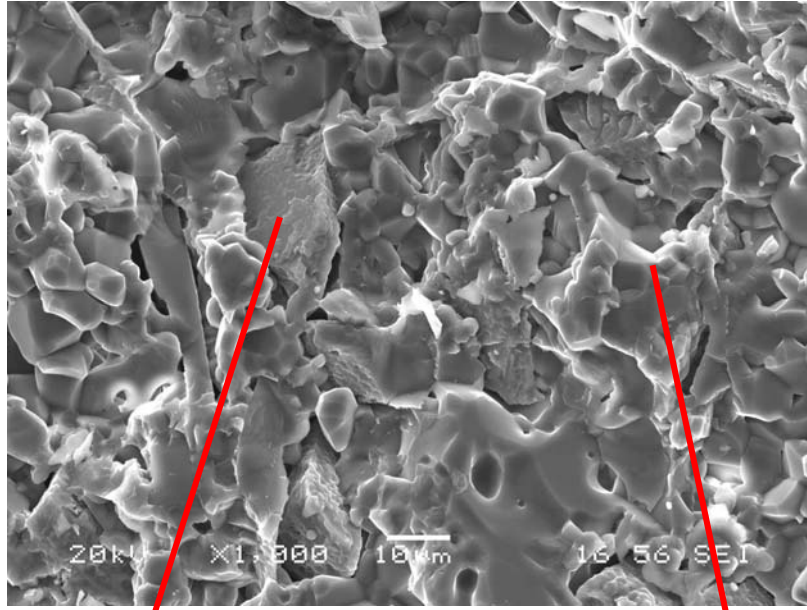


Şekil 5.35. 1550 °C'de sinterlenen A<sub>10</sub> numunesinin SEM görüntüsü ve bu görüntü üzerindeki iki noktanın EDS analizleri

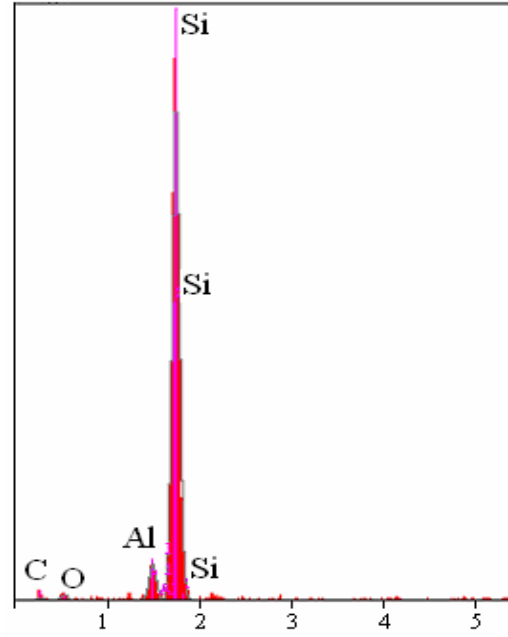
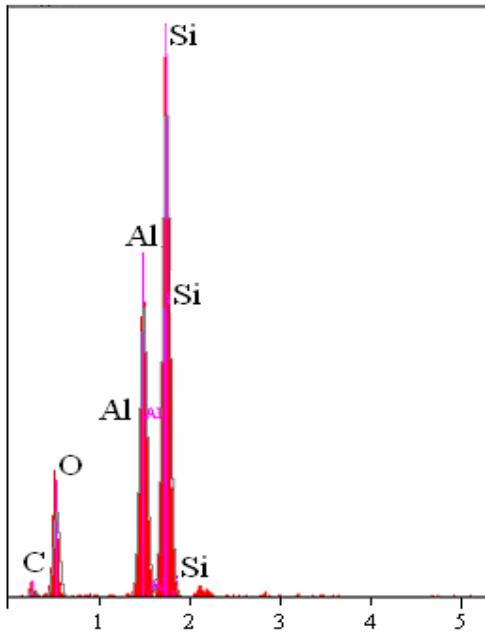
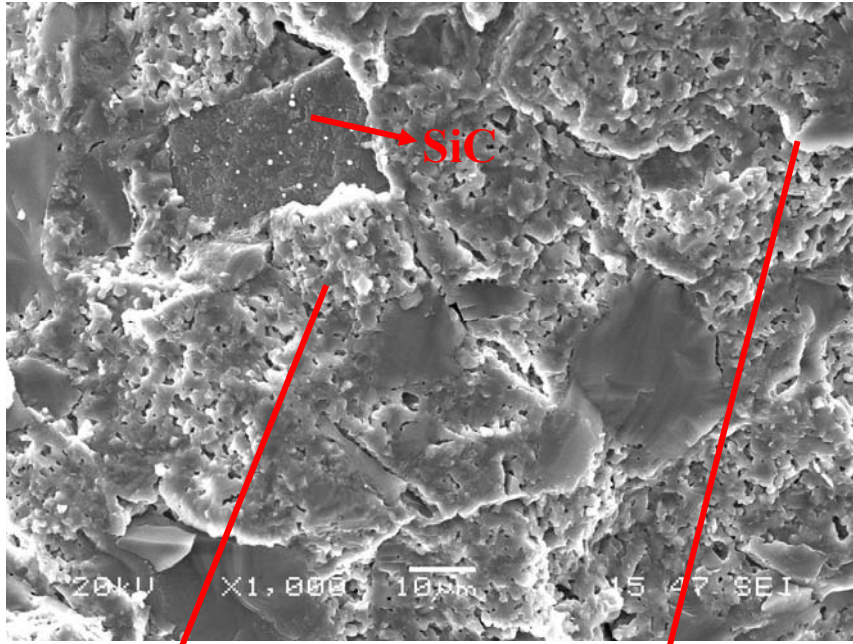




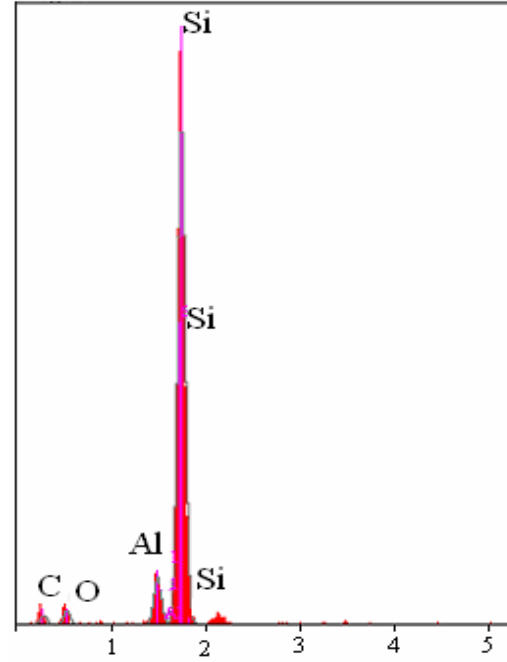
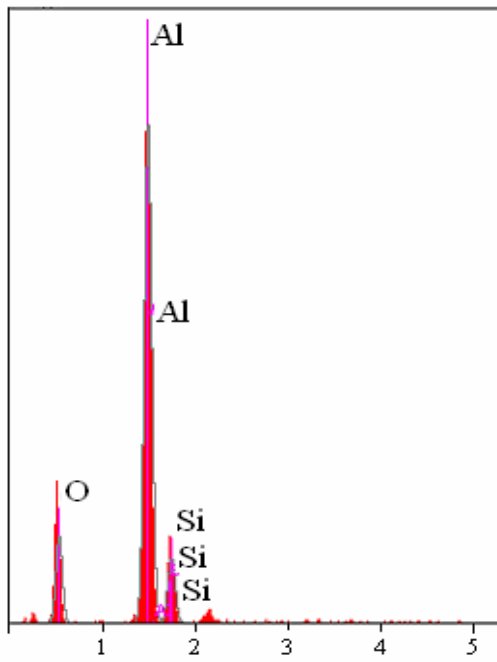
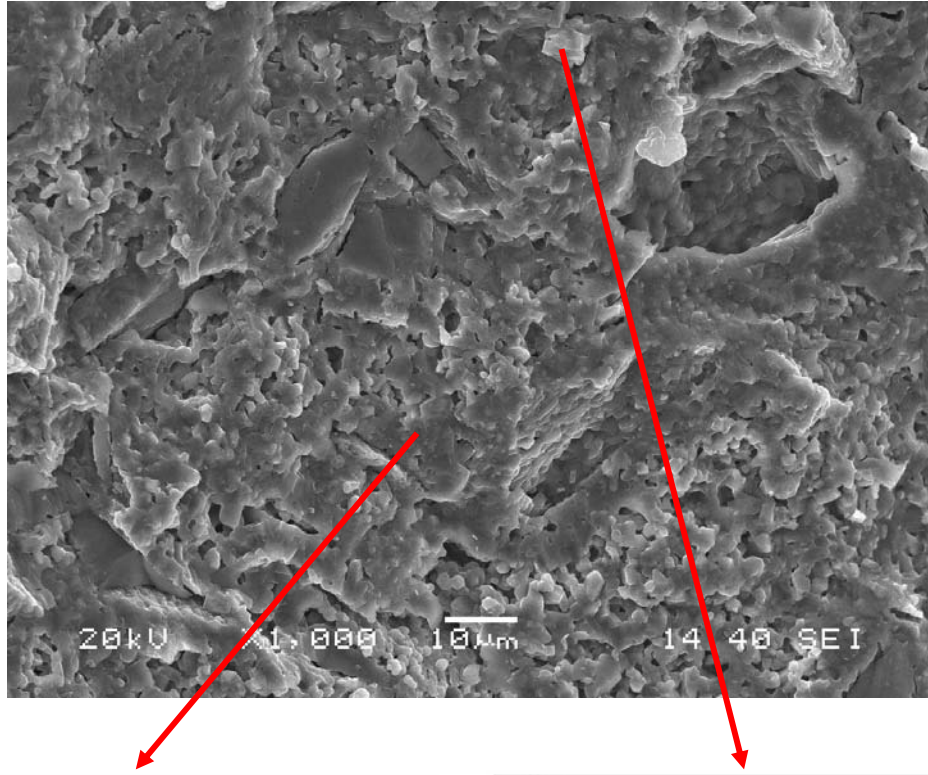
Şekil 5.36. 1600 °C'de sinterlenen A<sub>10</sub> numunesinin SEM görüntüsü ve bu görüntü üzerindeki iki noktanın EDS analizleri



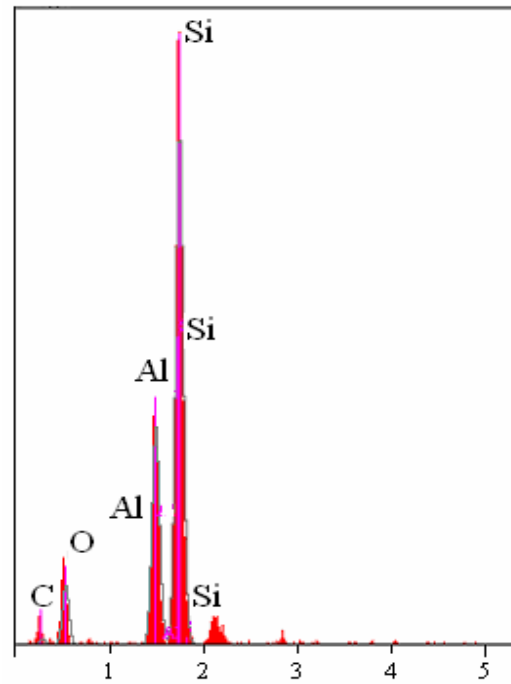
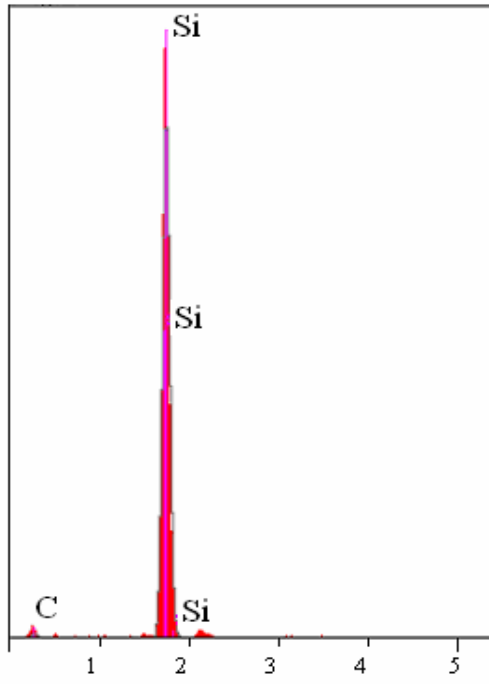
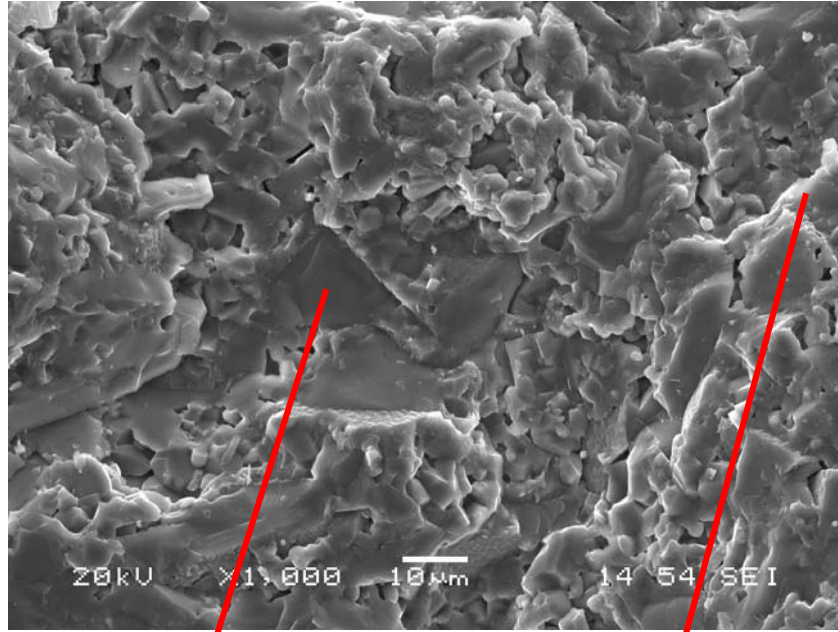
Şekil 5.37. 1650 °C'de sinterlenen A<sub>10</sub> numunesinin SEM görüntüsü ve bu görüntü üzerindeki iki noktanın EDS analizleri



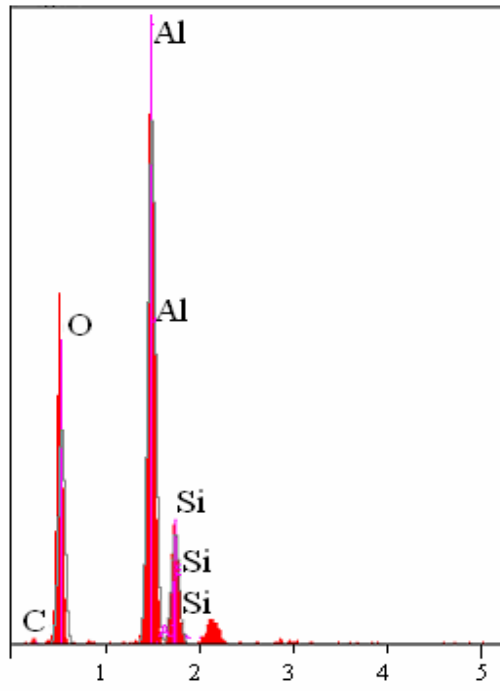
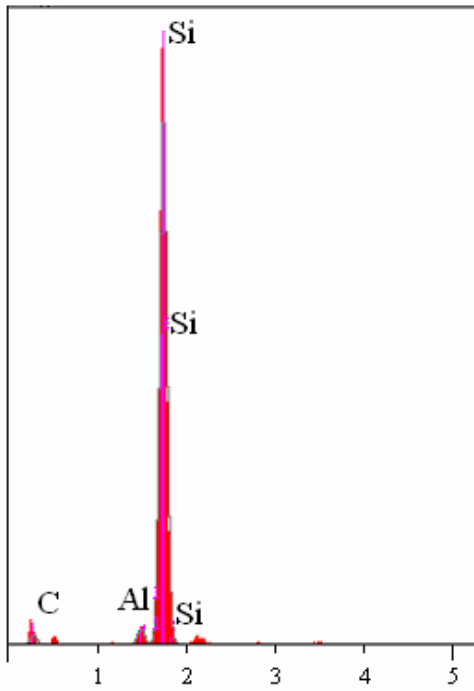
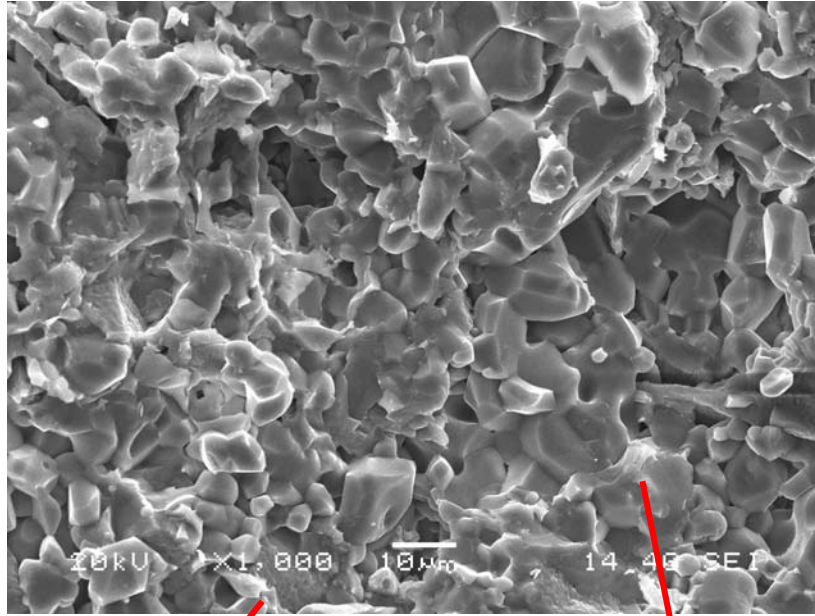
Şekil 5.38. 1500 °C'de sinterlenen  $A_{15}$  numunesinin SEM görüntüsü ve bu görüntü üzerindeki iki noktanın EDS analizleri



Şekil 5.39. 1550 °C'de sinterlenen  $A_{15}$  numunesinin SEM görüntüsü ve bu görüntü üzerindeki iki noktanın EDS analizleri



Şekil 5.40. 1600'de sinterlenen  $A_{15}$  numunesinin SEM görüntüsü ve bu görüntü üzerindeki iki noktanın EDS analizleri



Şekil 5.41. 1650'de sinterlenen  $A_{15}$  numunesinin SEM görüntüsü ve bu görüntü üzerindeki iki noktanın EDS analizleri

SiC ilaveli numunelerde, katkısız alüminalarda olduğu gibi anormal tane büyümesi görülmemektedir. Fakat, sıcaklık artışıyla difüzyonun artmasına bağlı olarak bir miktar tane büyümesinin de olduğu göze çarpmaktadır. Literatürde,  $SiO_2$  nin bulunmasının

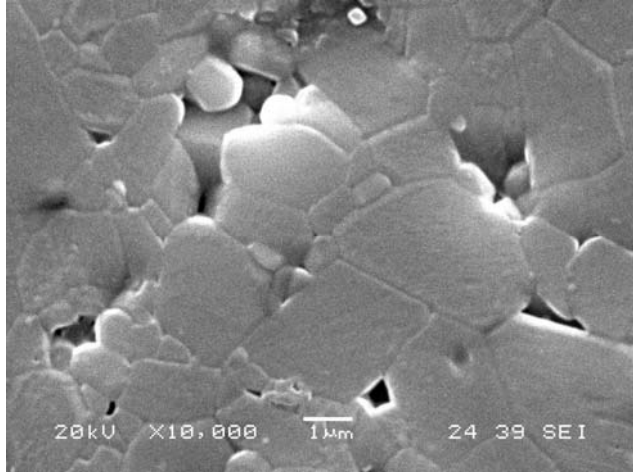
anormal tane büyümesini teşvik ettiği belirtilirken [49,50], yapılan çalışmada SiC katkılılarda saf alüminaya göre anormal tane büyümesinin nispeten az olması oluşan mullitden kaynakladığı düşünülmektedir.

Mikroyapılarda, SiC etrafında alümina-silikat camsı fazının olduğu tespit edilmiş olup, EDS analizleri de bu sonuç desteklenmektedir. Bazı mikroyapı ve EDS analizleri de mullit fazının varlığını destekler niteliktedir (şekil 5.34, 5.37 ve 5.38). Ayrıca, denklem 5.1 de ifade edilen CO çıkışı ile SiC'ün bozulduğu ve deforme olduğunu gösterir nitelikte mikroyapılara da rastlanmıştır (Şekil 5.38).

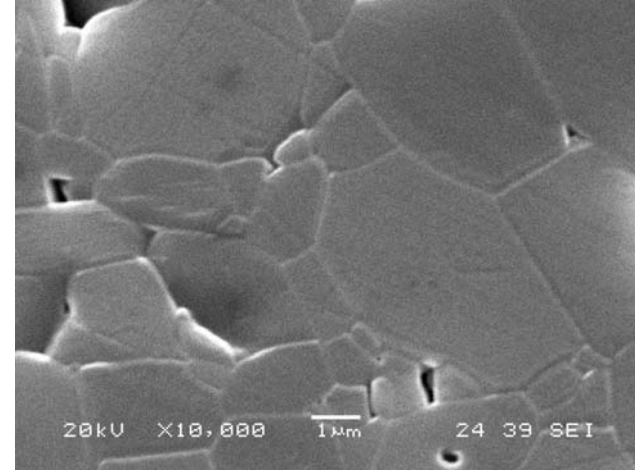
Termal dağlama sonrası parlatılmış yüzeyden SEM mikro yapı görüntüleri şekil 5.42-5.45'de gösterilmiştir.

Katkısız alüminalı numunelerde sinterleme sıcaklığının artışı ile alümina tane boyutu artmıştır ve anormal tane büyümesi meydana gelmiştir. Ayrıca anormal tanelerin içinde ve taneler arasında yoğunluk ve özellikleri olumsuz etkileyen porozitelere rastlanmaktadır. SiC ilavesi ile tane boyutunda katkısız alüminalarda olduğu gibi anormal tane büyümesi gözlenmemekle birlikte bariz bir şekilde SiC tanelerinin oksitlenmesi ile çıkan CO gazının bıraktığı boşluklar görülebilmektedir. SiC'ün oksitlenmesi sonucunda açığa çıkan SiO<sub>2</sub>'nin alümina ile birleşerek oluşturduğu alümina silikat fazı SiC tanelerini çevrelemekte olup sıcaklık artışı ile bu durumun arttığı göze çarpmaktadır.

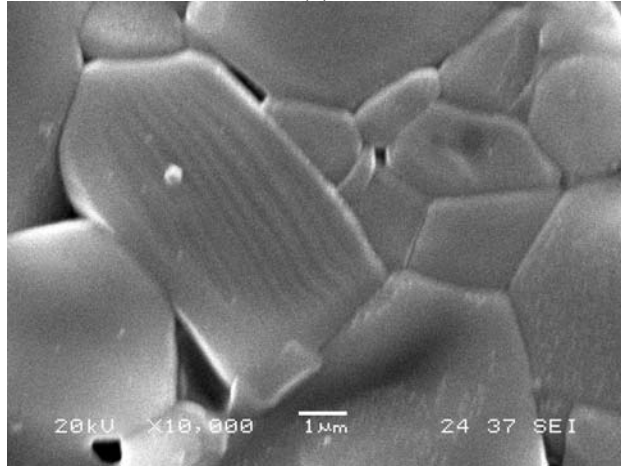
Genel olarak kırık ve parlatılmış yüzey incelemeleri sonucunda düşük sinterleme sıcaklığında taneler arası kırılmanın hakim olduğu, sıcaklığın artışı ile özellikle katkısız alüminalarda artan tane boyutu ile taneler arası ve tane içi kırılmanın gerçekleştiği gözlenmektedir. Gevrek seramik malzemelerde kırılma davranışı tane boyutu ile ilişkilidir. Malzemenin tane boyutunda azalma taneler arası kırılma davranışını teşvik eder ve bu da malzemenin kırılmasına karşı dirençli olmasını sağlar [7].



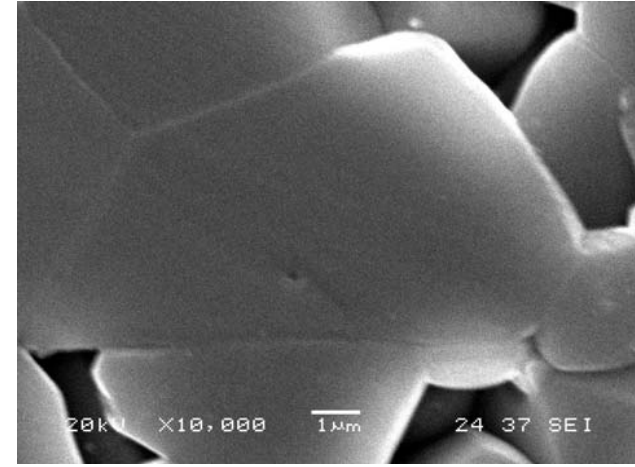
(a)



(b)



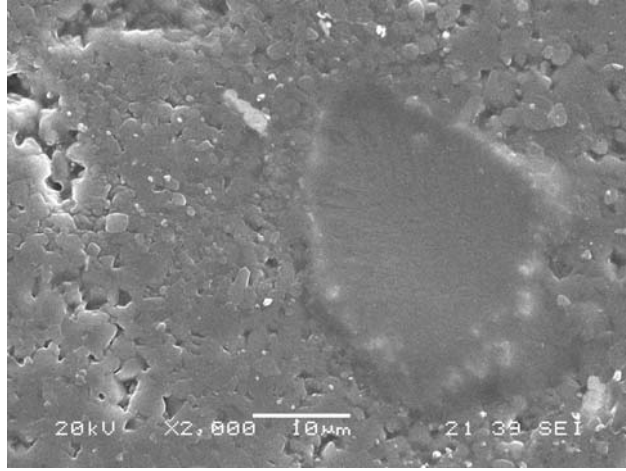
(c)



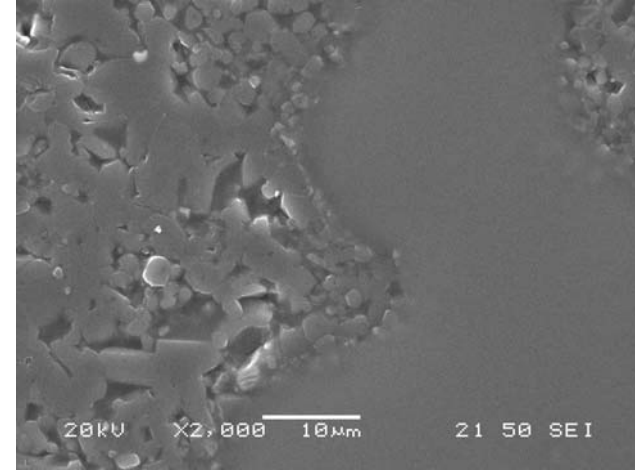
(d)

Şekil 5.42. Farklı sıcaklıklarda sinterlenen ve 1400 °C sıcaklıkta 1 saat termal dağlanan alümina numunelerin a) 1500 °C, b) 1550 °C, c) 1600 °C, d) 1650 °C SEM mikroyapı görüntüleri

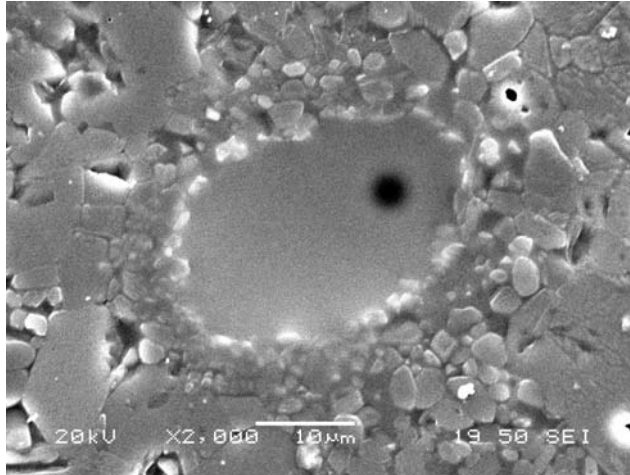




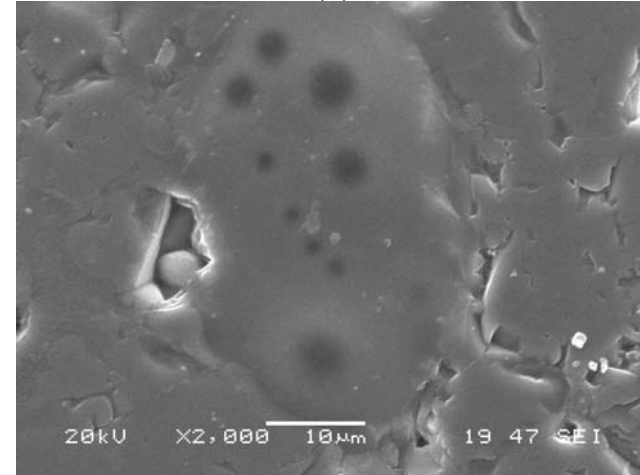
(a)



(b)

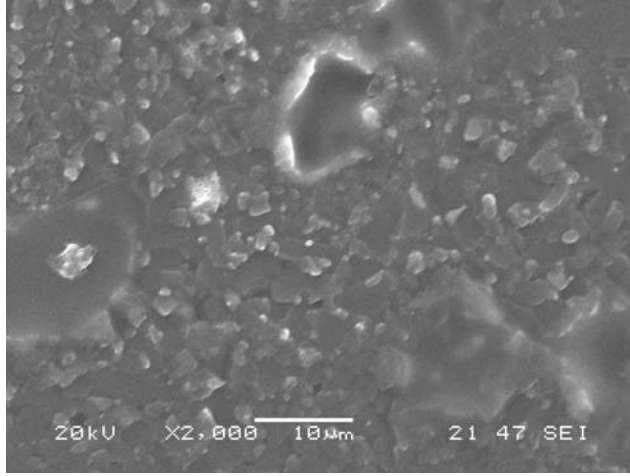


(c)

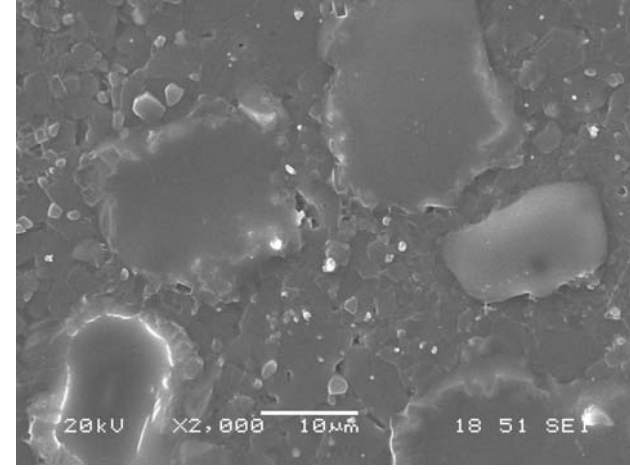


(d)

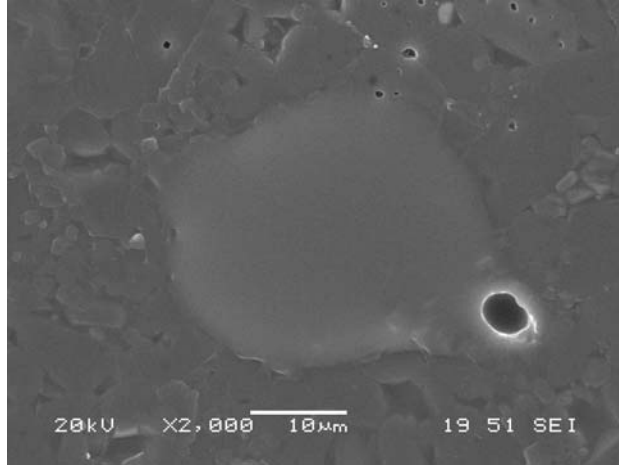
Şekil 5.43. Farklı sıcaklıklarda sinterlenen ve 1400 °C sıcaklıkta 1 saat termal dağlanan %5 SiC ilaveli ( $A_5$ ) numunelerin a) 1500 °C, b) 1550 °C, c) 1600 °C, d) 1650 °C SEM mikroyapı görüntüleri



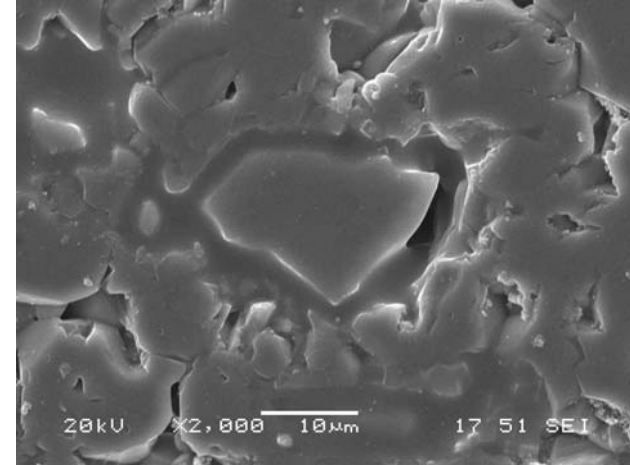
(a)



(b)

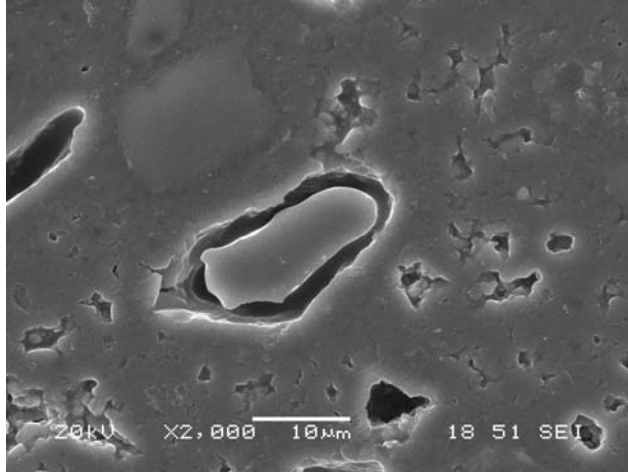


(c)

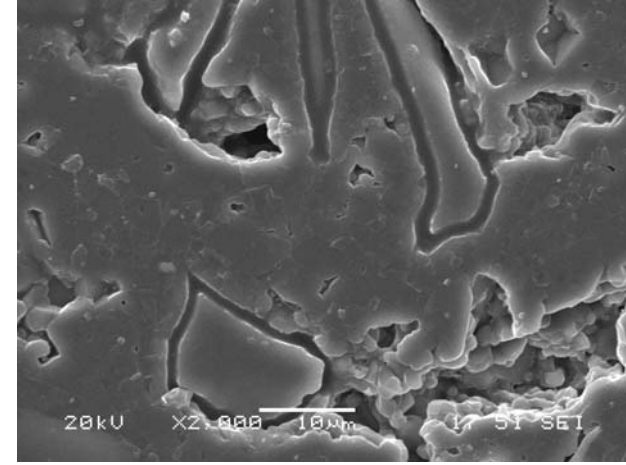


(d)

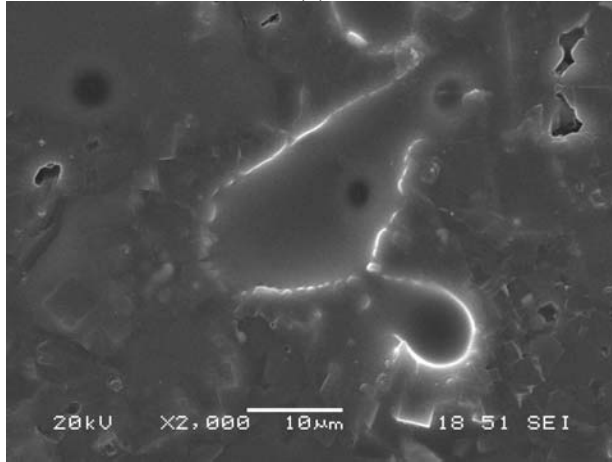
Şekil 5.44. Farklı sıcaklıklarda sinterlenen ve 1400 °C sıcaklıkta 1 saat termal dağlanan %10 SiC ilaveli ( $A_{10}$ ) numunelerin a) 1500 °C, b) 1550 °C, c) 1600 °C, d) 1650 °C SEM mikroyapı görüntüleri



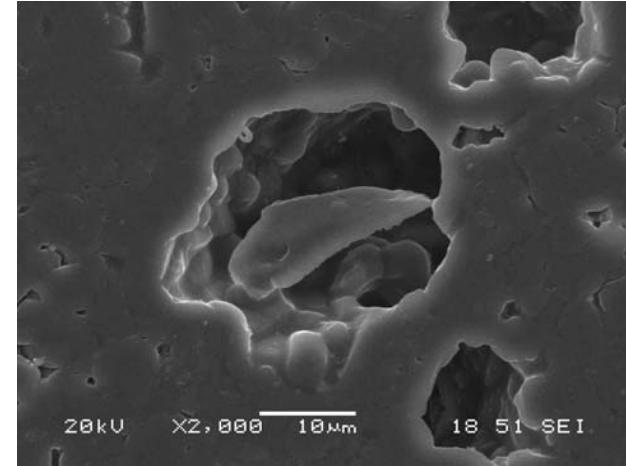
(a)



(b)



(c)



(d)

Şekil 5.45. Farklı sıcaklıklarda sinterlenen ve 1400 °C sıcaklıklarda 1 saat termal dağlanan %15 SiC ilaveli ( $Al_5$ ) numunelerin a) 1500 °C, b) 1550 °C, c) 1600 °C, d) 1650 °C SEM mikroyapı görüntüleri

## BÖLÜM 6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

### 6.1. Sonuçlar

Bu çalışmada SiC ilavesi ile alümina esaslı seramik kompozitlerin çeşitli özellikleri araştırılmıştır. %5-10-15 oranında SiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> içerisine katılarak karışımlar hazırlanmış ve bu karışımlar kuru presleme tekniği ile şekillendirilmiştir. Şekillendirme sonrası test numuneleri 1500-1550-1600-1650 °C sıcaklıklarda sinterlenmiş ve çeşitli testlere tabi tutulmuştur. Elde edilen sonuçlar aşağıda verilmiştir.

1. Sinterleme sonrası yapılan ölçümlerden hesaplanan pişme küçülmeleri A<sub>0</sub>, A<sub>5</sub>, A<sub>10</sub> ve A<sub>15</sub> için sırasıyla % 16,29-16,72, % 8,76-11,63, % 5,08-10,52 ve % 3,99-9,05 arasında tespit edilmiştir. SiC oranının artması ile pişme küçülmesi değerleri artmaktadır. Bunun sebebi oksijen atmosferinde yapılan sinterlemeden dolayı SiC'ün bünyesine oksijen çekmesi ile bünye hacmini artırması ve CO çıkışıdır.

2. Seramik kompozit numunelerde, SiC oranının artması ile su emme oranlarında ciddi derecede bir artış söz konusudur. SiC ilavesinin artışına bağlı olarak yüksek sıcaklıklardaki reaksiyonlar sonucunda SiC üzerine çekilen oksijen artar. Oksijen, SiC ile tepkimeye girer ve gaz çıkışı ile bünyede gözenek oluşturur, buda bünyedeki boşluk oluşumunu artırmaktadır. Gözenek miktarındaki artış ise su emme değerlerinde artışa yol açmaktadır.

3. Sinterleme sıcaklığı ve SiC oranı arttıkça test numunelerinin gözenek miktarlarında bir artış söz konusudur. SiC katkılı seramik kompozitlerde CO oluşuna bağlı olarak gözeneklerin oluşmasına bağlı olarak SiC ilavesi ile gözenek miktarı artmaktadır.

4. Katkısız alüminada ( $A_0$ ) maksimum yoğunluğa 1550 °C’ de ulaşılmakta olup (% 96,05), sıcaklığın artışıyla yoğunluklarda hafif bir düşme görülmektedir. Alümina seramiklerde hızlı tane büyümesi sonucunda porozitelerin tane içinde sıkışıp kalması teorik yoğunluklara ulaşılmasına engel olmaktadır. SiC katkılı seramik kompozitlerde gözenek miktarındaki artışa paralel olarak yoğunluk değerleri azalmaktadır.

5. Artan sinterleme sıcaklığı ile saf alümina numunelerde en yüksek mukavemet değerine (284,776 N/mm<sup>2</sup>), maksimum yoğunluğun elde edildiği 1550 °C’de ulaşılmıştır.

6. SiC ilaveli alümina seramik kompozit numunelerde artan SiC ve sinterleme sıcaklığı ile CO’in oluşturduğu gözeneklerden dolayı mukavemet değerleri azalmaktadır. Genel olarak üç nokta eğme mukavemeti değerleri incelendiğinde, SiC katkısız saf alüminaların daha yüksek mukavemete sahip olduğu görülmektedir. SiC-Alümina arayüzeyinde oluşan alümina silikat esaslı camsı fazında SiC takviyeli numunelerde mukavemetin düşmesine neden olduğu düşünülmektedir.

7. Seramik kompozit numunelerde yüksek sertlikler en iyi yoğunlaşmanın olduğu sıcaklıklarda görülmüştür. Relatif yoğunluğu 96,05 olan katkısız alüminanın 1550 °C’de sinterlenen numunelerinde en yüksek sertlik elde edilmiş (18,45 GPa)’tir. Artan SiC ilavesiyle sertliklerde porozite oluşuna bağlı olarak azalma meydana gelmektedir.

8. En yüksek kırılma tokluğu, katkısız alümina üzerinde relatif yoğunluğun en fazla olduğu 1550 °C sinterlenen numunelerde tespit edilmiştir (2,152 MPa.m<sup>1/2</sup>). Sinterleme sıcaklığının artışı ile birlikte tane büyümesinin gerçekleşmesinden dolayı kırılma tokluğu değerleri azalmaktadır. SiC ilavesi ile kırılma tokluğu değerleri artarken sıcaklık artışı ile beraber düşmektedir. SiC ilaveli seramik kompozitlerde en yüksek kırılma tokluğu 1500 °C’de sinterlenen numunelerde belirlenmiştir. Bu sıcaklık SiC daha az oksitlenmektedir. Daha yüksek sıcaklıklarda ise SiC’ün reaksiyona girerek oksitlenmesine bağlı olarak tokluk artışı sağlanamamaktadır. SiC ilavesinin saf alüminanın tane büyümesini engelleyici etki yaparak düşük

sıcaklıklarda sinterlemelerde bir miktar kırılma tokluğunu artırdığı görülebilmektedir.

9. Katkısız A<sub>0</sub> serisinin tüm sinterleme sıcaklıklarında XRD analizleri ile alümina fazı belirlenmiştir. SiC ilavesi ile birlikte alüminanın yanı sıra, mullit fazının da varlığı gözlenmiştir. SiC'ün oksitlenmesi ile oluşan SiO<sub>2</sub> alümina ile reaksiyona girerek müllit fazını meydana getirmektedir. A<sub>15</sub> serisinin 1500 °C'de sinterlenen numunlerinde müllit ve alümina fazlarının yanısıra az miktarda SiC'ün de olduğu tespit edilmiş olup daha yüksek sıcaklıklarda rastlanmamıştır. Bu durum, sıcaklık artışıyla oksitlenme reaksiyonun artışına bağlı olarak yapıda kalan SiC'ün azaldığına işaret etmektedir.

10. SEM mikroyapılardan alümina tozlar küresele yakın şekilde ve ortalama 0,4 µm boyutlarında, SiC'ün ise keskin ve köşeli geometride ve ortalama 20 µm tane boyutlarında olduğu belirlenmiştir. EDS analizleri, başlangıç tozlarının yüksek saflıkta olduğunu ve alümina ile SiC'den başka elementleri içermediğini göstermektedir. Katkısız A<sub>0</sub> numunelerinde anormal büyüyen tanelerin içerisinde hapsolmuş gözeneklere rastlanmakta olup, bu da yoğunluklarda sıcaklık artışıyla bir miktar azalmaya yol açmaktadır.

11. SiC ilaveli numunelerde, katkısız alüminalarda olduğu gibi anormal tane büyümesi görülmemektedir. Fakat, sıcaklık artışıyla difüzyonun artışına bağlı olarak bir miktar tane büyümesinin de olduğu göze çarpmaktadır. SiC katkıli seramik kompozitlerde saf alüminaya göre anormal tane büyümesinin nispeten az olmasının nedeninin mullit fazının varlığından kaynakladığı düşünülmektedir.

12. Mikroyapılarda, SiC etrafında alümina-silikat camsı fazının olduğu tespit edilmiş olup, EDS analizleri de bu sonuç desteklenmektedir. Bazı mikroyapı ve EDS analizleri de mullit fazının varlığını destekler niteliktedir CO çıkışı ile SiC'ün bozulduğu ve deforme olduğunu gösterir nitelikte mikroyapılara da rastlanmıştır.

## 6.2. Öneriler

1. Yapılan çalışmada, alümina içerisine katılan SiC'ün oksitlendiği ve bu durumda genel olarak seramik kompozitlerin özelliklerini önemli ölçüde etkilediği tespit edilmiştir. Bu nedenle sinterleme ortamının oksijen içermeyen kontrollü gaz veya vakum ortamında yapılması araştırılabilir.
2. SiC oranının arttırılması seramik kompozitlerin özelliklerinde katkısızlara göre olumlu bir etki meydana getirmemiştir. Bu durum göz önüne alınarak SiC miktarları düşürülüp, daha düşük oranlarda SiC takviyeli seramik kompozitlerin üretimi gerçekleştirilebilir.
3. Seramik kompozit malzemelerin korozyon ve aşınma dayanımları incelenebilir.
4. Benzer çalışmalar, SiC yerine nitrür ve oksit esaslı farklı katkılarla gerçekleştirilebilir.

## KAYNAKLAR

- [1] YILDIRIM, İ.; “Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve SiC’ün Mukavemet Özellikleri Üzerine Üretim Şartları ve Bileşimin Etkisi”, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Eylül, 2002
- [2] BAŞMAN, G., ATAR, E., KAYALIE, S., “Seramik Malzemelerin Aşınma Davranışı”, TMMOB Metalurji Mühendisleri Odası, Metalurji Dergisi, Sayı127, 39, Aralık, 2001
- [3] EMRULLAHOĞLU, Ö. F., ÇILHA, E., EMRULLAHOĞLU, S. B.; “Alümina SiC Seramik Kompozit Üretimi”, IV Uluslararası Toz Metalürjisi Sempozyumu, Sakarya, 18-22 Mayıs 2005
- [4] HART, L. D.; “History Of Alümina Chamicals”, Hart Associates 12 Shawbridge Lane Little Rock, AR 72212, Alümina Chemicals, Science and Tecnology Handbook, 3-6, The American Ceramics Society, Inc. Westerville, Ohio, 1990
- [5] AVCI, Ş.; “Seydişehir Alüminasının Sinterlenebilirliğinin Araştırılması Ve Tane Büyüme Kinetiğinin İncelenmesi”, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Haziran, 1996
- [6] EMRULLAHOĞLU, Ö. F., ÖRENCİK, S.; “Muhtelif Katkıları Seydişehir Alüminasının Sinterlenme Davranışlarına Etkisi”, A.K.Ü., Müh. Fak., Ser. Müh., VI Uluslar Arası Katılımlı Seramik Kongresi, Bildiriler Kitabı, 13-18, Sakarya, 2006
- [7] İPEK, M., “İki Farklı Yolla Üretilmiş Alumina-Zirkonya Kompozitlerin Sinterlenme Ve Kırılma Davranışlarının İncelenmesi”, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Mayıs, 2005
- [8] SATHİYAKUMAR, M., GNANAM, F. D., “Influence Of Additives On Density, Microstructure And Mechanical Properties Of Alümina”, Journal Of Metarials Prosesing Tecnology 133, 282-286, 2003



- [9] BAYKARA, T., MISIRLI, Z., ERKALFA, H., “Effect Of Additives On The Densification And Microstructural Development Of Low-Grade Alümina Powders”, Journal Of Metarials Prosesing Tecnology 62, 108-115, 1996
- [10] SATHİYAKUMAR, M., GNANAM, F. D., “Role of Wollostonit Additive on Density, Microstructure and Mechanical Properties of Alümina”, Ceramics International, 29, 869-873, 2003
- [11] GEÇKİNLİ, E, ‘İleri Teknoloji Malzemeleri’, İ.T.Ü. Kimya Metalurji Fak. Metalurji Müh. Bölümü, İstanbul, 1991
- [12] BAYKARA, T, TOY, Ç; “Seramikler”, TÜBİTAK – Marmara Araştırma Merkezi, Bilim ve Teknik, Nisan, 1994
- [13] KAHRİMAN, A, “Teknik Seramikler ve Soğuk-Sıcak İzostatik Proseslerin İncelenmesi”, Yüzey İşlemleri, 38-44, Sayı 52, Ocak- Şubat 2007
- [14] YARALI, Y., YILMAZ, Ş., “Seramik Kompozit Malzemeler”, Metal Makina, 150, 468–473, 2004
- [15] BAYKARA, T, TOY, Ç, TEKİN, A; “Yüksek Teknolojik Seramikleri Ve Kompozitleri”, TÜBİTAK Bilim ve Teknik Dergisi, Nisan 1992.
- [16] ÖZTÜRK, M; “Silip Döküm Tekniği İle Gözenekli Zirkon Üretimi”, A.K.Ü. Uşak Mühendislik Fakültesi, Seramik Mühendisliği Bölümü, Mezuniyet Tezi, Ocak, 2004
- [17] [http://tr.wikipedia.org/wiki/Kompozit\\_malzemeler](http://tr.wikipedia.org/wiki/Kompozit_malzemeler), 2006
- [18] ÜNAL, O; “Kompozit Malzemeler”, Yapı Malzemeleri Ders Notları, A.K.Ü. Teknik Eğitim Fak.([www.teknolojikarastirmalar.com/e\\_egitim/](http://www.teknolojikarastirmalar.com/e_egitim/)), 2006
- [19] TÜBİTAK; “Malzeme Teknolojileri Stratejisi, Vizyon 2023 Projesi Malzeme Teknolojileri Strateji Grubu”, Ankara, Ağustos 2004
- [20] TANOĞLU, M., SEYHAN, A. T., ÜNALER E.; “Çok Fonksiyonlu / Çok Tabakalı Kompozit Hafif Zırh Malzemelerinin Proses Ve Karakterizasyonu”, SAVTEK 2004, Savunma Teknolojileri Kongresi, 24-25, ODTÜ, Ankara, Haziran 2004

- [21] AKBULUT, H., “Kompozit Malzemeler Ders Notları”, Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Sakarya, 2006-2007
- [22] TOPLAN, H. Ö., KARAKAŞ, Y.; “ZnO Varistörlerin Mikroyapısal Ve Elektriksel Özellikleri” TMMOB Metalurji Mühendisleri Odası, Metalurji Dergisi, cilt 24, sayı 125, 2000
- [23] DENİZ, M. E.; “Kompozit Malzemeler” Harran Üniversitesi. ([http://eng.harran.edu.tr/~emin/kompozit\\_malzemeler.htm](http://eng.harran.edu.tr/~emin/kompozit_malzemeler.htm)), 2006
- [24] KAZANÇ, V.; “Kompozit Malzemeler Ve Mekanik Özellikleri”, Süleyman Demirel Üniversitesi, Makine Müh. Böl., Bitirme Ödevi, Isparta, 2002
- [25] BODUROĞLU, H., ERGÜN, H., “Seramik Kompozitlerde Lastik Ve Sürtünmeli Köprülenen Çatlak Problemi” İ.T.Ü Dergisi, Mühendislik, Cilt:2, Sayı:1, 64-72, Şubat, 2003
- [26] ŞENEL, F, BALYA, B, PARNAS, L.; “İleri Kompozit Zırh Malzemelerin Balistik Analizi” SAVTEK 2004, Savunma Teknolojileri Kongresi, 24-25, ODTÜ, Ankara, Haziran, 2004
- [27] YILMAZ, İ. M., SAYMAN, O.; “Kompozit Basıncılı Tüpte Gerilme Analizi”, D. E.Ü., Müh. Fak. Makine Müh. Bölümü, İzmir, Ocak, 2005,
- [28] ÖZDEMİR, M.; “Kaolen-Sepiyolit Katkılı Kordiyerit Üretimi”, A.K.Ü., Uşak Müh. Fak., Seramik Müh. Bölümü, Mezuniyet Tezi, Afyon, 2004
- [29] KARA, M.; “Alüminyum Oksitin Sürtünme ve Aşınma Davranışları”, Sakarya Üniversitesi., Yüksek Lisans Tezi, Eylül, 1998
- [30] ARPAÖZÜ, A, “Zirkonun Slip Döküm Yöntemi İle Şekillendirilmesi”, A. K.Ü., Lisans Tezi, Haziran, 1999
- [31] BAYRAKTAR, C, Cevher Hazırlamada Zenginleştirme Öncesi İşlemler, İ.T.Ü, Maden Fakültesi, 1974
- [32] ARCASOY, A., “Seramik Teknolojisi”, Marmara Üniversitesi Yayınları, İstanbul, 1983

- [33] GÜLFEN, M., “Milas Boksit Cevherlerinin Sülfürik Asit Çözeltisindeki Çözünürlüğü”, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Haziran, 1996
- [34] YILMAZ, Ş., “Seramik II Ders Notları”, Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Sakarya, 2006-2007
- [35] AVCI, E, SOYKAR, Ş., “İzostatik Presleme Teknikleri Ve İleri Teknoloji Seramiklerine Uygulanmaları”, Presentation Paper, Sakarya Üni., Müh. Fak., Nisan, 1994
- [36] RİNG, A.T., “Fundamentals of Ceramic Powder Processing and Synthesis”, Academic Press, 61-73, London, 1979
- [37] ERCENK, E.; “ZnO - % 6 Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> İkili Sisteminde İlavesinin Mikroyapı Ve Tane Büyüme Kinetiğine Etkileri”, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Haziran, 2005
- [38] WHITE, B W., “Basic Science of Advanced Ceramics”, Handbook of Advanced Ceramics, Volume I, Materials Science Materials Research Institute, The Pennsylvania State University, PA 16802, USA, 1990
- [39] TAŞKIN, E., “Boksitten Alümina Ekstraksiyonuna Mekanik Aktivasyonun Etkisi”, Sakarya Üni. Fen Bilimleri, Yüksek Lisans Tezi, Eylül, 2005
- [40] WEFERS, K., “Nomenclature, Preparation and Properties of Aluminum Oxides Oxide Hydroxides and Trihydroxides”, Alümina Chemicals, Science and Technology Handbook, 13-20, Alcoa Technical Center, PA,15069, 1990
- [41] BİROL, B., SARIDERE, M.N., “Özel Alüminalar-2 Alüminyum Hidroksit Ve Aktif Alüminalar”, Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri ve Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, İstanbul (www.metalurji.org.tr/dergi/dergi144/d144\_1520.pdf), 2006
- [42] BÜYÜKUNCU, G., “Bor Karbür / Silisyum Karbür Kompozitlerinin Üretimi”, İ.T.Ü., Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Haziran, 2000
- [43] MİNGÜ, K., “Alümina Esaslı Dökülebilir Refrakterlerin SiC ve C İlavesi ile Geliştirilmesi” İ.T.Ü., Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Ocak, 2002
- [44] EMRULLAHOĞLU, S.B., GÜL, S., EMRULLAHOĞLU, Ö.F., “Kullanılmış SiC Kasetlerden Dökülebilir Refrakter Üretimi”, I. Endüstriyel Fırınlar ve Refrakter Sempozyumu, Sakarya, 24-26 Mart 2005

- [45] ZHU, X., JIANG, D., TAN, S., “Reaction Bonding OF Open Cell SiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composites”, Materials Research Bulletin, 36, 2003-2015, 2003
- [46] YILMAZ, Ş., “Seyitömer Termik Santrali Atık Uçucu Küllerinin Yapı Malzemesi Olarak Değerlendirilmesi” İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Haziran, 1992
- [47] ONARAN, K., “Malzeme Bilimi” Bilim Teknik Yayınevi, İstanbul, 1997
- [48] SMİTH, W.F., KINIKOĞLU, N.G., “Malzeme Bilimi ve Mühendisliği” İstanbul, Literatür Yayıncılık Dağıtım, 2001
- [49] BARSOUM, M.W., “Fundamentals of Ceramics”, New York, 1997
- [50] KALPAKJIAN, S., “Manufacturing Processes for Engineering Materials”, USA, 1997.
- [51] ÖZDEMİR, İ., “Yüksek Fırın Curuflarından Yapı Malzemesi Üretim Koşullarının Araştırılması Ve Özelliklerinin İncelenmesi”, Sakarya Üni. Fen Bilimleri, Yüksek Lisans Tezi, Eylül, 2003
- [52] YILMAZ, Ş., “Seramiklerin Fiziksel Ve Mekaniksel Özellikleri Ders Notları”, Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Sakarya, 2005-2006
- [53] PICONI, C., MACCAURO, G., MURATORI, F., BRACH DEL PREVER, E., “Alumina and Zirconia Ceramics in Joint Replacements”, J. Applied Biomaterials & Biomechanics, Vol.1, pp.19-32, 2003.

## ÖZGEÇMİŞ

1982 yılında Zonguldak'ın Merkez ilçesinde doğdu. İlk, orta ve lise eğitimini Zonguldak'ta tamamladı. 2000 yılında Afyon Kocatepe Üniversitesi Uşak Mühendislik Fakültesi'nde başladığı Seramik mühendisliği eğitimini başarı ile tamamlayıp 2004 yılında mezun oldu ve Seramik Mühendisi unvanını aldı. 2004 Aralık ve 2005 Mayıs ayları arasında askerliğini kısa dönem er olarak Bitlis'de yaptı. 2005 yılında Sakarya Üniversitesi, Fen bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans eğitimine başladı.