CELAL BAYAR ÜNİVERSİTESİ * FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

İKİLİ SERAMİK MALZEMELERİN BİRLİKTE PRESLEME-SİNTERLEME, MİKROYAPI VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN KARAKTERİZASYONU

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Makina Mühendisi Ahmet KARATAŞ

Anabilim Dalı : Makina Mühendisliği

Programı : Konstrüksiyon ve İmalat

MANİSA 2014

CELAL BAYAR ÜNİVERSİTESİ * FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

İKİLİ SERAMİK MALZEMELERİN BİRLİKTE PRESLEME-SİNTERLEME, MİKROYAPI VE MEKANİK ÖZELLİKLERİNİN KARAKTERİZASYONU

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Makina Mühendisi Ahmet KARATAŞ

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 09 Mayıs 2014
Tezin Savunulduğu Tarih : 09 Haziran 2014

Tez Danışmanı : Yrd. Doç.Dr. Emre YALAMAÇ
Diğer Jüri Üyeleri : Yrd. Doç. Dr. Osman ÇULHA (CBÜ)
Prof. Dr. Mustafa TOPARLI (DEÜ)

MANİSA 2014

İÇİNDEKİLER

Sayfa

İÇİNDEKİLER ..... **iii**

ŞEKİL LİSTESİ ..... **vii**

TABLO LİSTESİ ..... **ix**

TEŞEKKÜR ..... **x**

ÖZET ..... **xi**

ABSTRACT ..... **xii**

BÖLÜM 1 ..... **1**

1. GİRİŞ **1**

1.1. Seramik Nedir? 1

1.2. Seramik Malzemelerin Fazları 2

1.2.1. Kristal Yapılar 3

1.2.2. Silikat Yapılar 4

1.3. Alümina ve Spinel 7

1.3.1. Alümina 7

1.3.2. Spinel 8

1.4. İkili Malzemeler 9

1.4.1. Metal-Metal İkili Malzemeler 9

1.4.2. Oksit-Oksit İkili Malzemeler 10

1.4.3. Metal-Oksit İkili Malzemeler 10

BÖLÜM 2 ..... **12**

2. SERAMİK MALZEME ÜRETİMİ VE MEKANİK ÖZELLİKLERİ BELİRLEME YÖNTEMLERİ **12**

2.1. Seramik Malzeme Üretim Yöntemleri 12

2.1.1. Tek Eksenli Kuru Presleme 14

2.1.2. İzostatik Presleme 19

2.1.3. Çamur Döküm 20

2.1.4. Enjeksiyonlu Kalıplama 21

2.1.5. Şerit Döküm 22

2.1.6. Sıcak İzostatik Presleme 23

2.1.6.1. Kapsüllü ve Kapsülsüz Metod 24

2.1.6.2. Cam Banyosu Metodu 24

2.1.6.3. Sinter+Sıcak İzostatik Pres Metodu 24

2.2. Sinterleme 25

2.2.1. Katı Hal Sinterleme 26

2.2.2. Sıvı Fazlı Sinterleme 27

2.3. Seramik Malzemelerin Mekanik Özelliklerini Belirleme Yöntemleri 28

2.3.1. Çekme-Basma Testi 28

2.3.2. Üç Nokta ve Dört Nokta Eğme Testi 29

2.3.3. Kırılma Tokluğu Testi 30

2.3.4. Sertlik Testi 32

2.3.5. Nanoindentasyon Testi 32

BÖLÜM 3 35

3. MATERYAL VE METOT 35

3.1. Kullanılan Malzemeler ve Özellikleri 35

3.1.1. Alümina (Almatis CT3000SG) 35

3.1.2. Spinel (Baikowski S30CR) 35

3.1.3. Alümina (Baikowski BMA15) 36

3.2. Malzemelere Uygulanan İşlemler 37
3.2.1. Kuru Presleme 37
3.2.1.1. Tekli Malzemelerin Kuru Preslenmesi 37
3.2.1.2. İkili Malzemelerin Kuru Preslenmesi 38
3.3. Sinterleme 40
3.4. Arşimet Yoğunluk Ölçümü 42
3.5. Metalografik Örneklerin Hazırlanması 43
3.5.1. Kesme 43
3.5.2. Soğuk Kalıplama 44
3.5.3. Zımparalama ve Parlatma 44
3.5.4. Isıl Dağlama 45
3.6. Mekanik Testler 45
3.6.1. Makro Sertlik Testi 45
3.6.2. Nanoindentasyon Testi 45
3.6.3. İz Çatlağı İle Kırılma Tokluğu Testi 46
3.7. Mikroyapı Karakterizasyonu 47
3.7.1. Optik Mikroskop İle İncelemeler 48
3.7.2. Taramalı Elektron Mikroskobu ile İncelemeler 48
BÖLÜM 4 50
4. BULGULAR VE TARTIŞMA 50
4.1. Tekli Malzemelerin Test Sonuçları 50
4.1.1. Yoğunluk Testi Sonuçları 50
4.1.2. Tekli Malzemelerin Mikroyapı Analizi 51
4.1.3. Sertlik Testi Sonuçları 53

4.2. İkili Malzemelerin Test Sonuçları.....54

4.2.1. İkili Malzemelerin Ara Yüzeyinde Mikroyapı İncelemeleri.....54

4.2.2. İkili Malzemelerin Mikromekanik Özellikleri.....56

4.2.3. İz Çatlağı İle Kırılma Tokluğu Sonuçları.....67

4.3. Tartışma 70

BÖLÜM 5 72

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER 72

KAYNAKLAR.....74

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil **Sayfa**

Şekil 1.1. Bravais kafes yapıları (Barsoum, 2003) 3

Şekil 1.2. Bazı yaygın seramik kristal yapılar (Barsoum, 2003) 4

Şekil 1.3. Silikat yapı (Barsoum, 2003) 5

Şekil 1.4. Silikat yapı ve O/Si oranı arasındaki ilişki (Barsoum, 2003) 6

Şekil 1.5. Alümina kristal yapısı (Carter, 2007) 7

Şekil 1.6. Önemli yüzeylerin alüminada yerleşimi (Carter, 2007) 8

Şekil 2.1. Tanelerin yoğunlaşma aşaması (Rahaman, 2003) 15

Şekil 2.2. İnce taneli alümina tozu ve sprey kurutma yöntemiyle üretilmiş tanelerin yoğunlaşma davranışı (Rahaman, 2003) 16

Şekil 2.3. Toz tane büyüklüğü ile duvar pürüzlülüğü arasındaki sürtünme katsayısı a) tungsten karbür b) sertleştirilmiş takım çeliği c) sertleştirilmemiş takım çeliği (Rahaman, 2003) 17

Şekil 2.4. Toz granülü ile kalıp duvarı arasında kayma sürtünmesi (Rahaman, 2003) 18

Şekil 2.5. Farklı partikül paketlenme yoğunluğuna sahip tozların basınca karşı yoğunluk değişimi (Rahaman, 2003) 19

Şekil 2.6. Yumuşak, orta sertlikte ve çok sert alümina tanelerinin yoğunlaşması (Rahaman, 2003) 19

Şekil 2.7. İzostatik presleme şematik çalışma prensibi (Methods of Compacting, 2013) 20

Şekil 2.8. Çamur döküm yöntemi (Britannica, 1997) 21

Şekil 2.9. Şerit döküm yöntemi (Britannica, 1997) 22

Şekil 2.10. Sıcak izostatik presleme yöntemleri (Basınçlı sinterleme yöntemleri, 2013) 23

Şekil 2.11. Sinterlemede tanelerin oluşumu mekanizmaları a) tane büyümesi b) tane irileşmesi (Barsoum, 2003) 26

Şekil 2.12. Sinterlemenin ortasında ve sonunda şematik tane şekilleri (Kang, 2005) 27

Şekil 2.13. 3 nokta ve 4 nokta eğme testi (Carter, 2007) 29

Şekil 2.14. Kırılma tokluğu testi 30

Şekil 2.15. İz testi ile tokluk ölçüm yöntemi (Carter, 2007) 31

Şekil 2.16. Yaygın olarak kullanılan sertlik ölçüm uçları ve şekilleri (Carter, 2007) 32

Şekil 2.17. Nanoindentasyon testinde yük ve deplasman grafiği (Pharr, 2003) 33

Şekil 3.1. Pelet üretiminde kullanılan kalıp 37

Şekil 3.2. Numunelerin sinterleme detayı grafiği-1 41

Şekil 3.3. Numunelerin sinterleme detayı grafiği-2 41

Şekil 3.4. Numunelerin dikine kesim şekli örneği 44

Şekil 3.5. Nanoindentasyon cihazı 46

Şekil 3.6. İz sonrası oluşan çatlakların temsili görünümü 47

Şekil 3.7. Optik mikroskop ile batıcı ucun bıraktığı izlerin tahmini konum tayini 48

Şekil 4.1. 1600 °C'de sinterlenen alümina CT3000SG numunelerinin mikroyapı görüntüleri 51

Şekil 4.2. 1600 °C'de sinterlenen spinel numunelerinin mikroyapı görüntüleri a) S21 numunesi beklemesiz b) S19 numunesi 4 saat beklemeli 52

Şekil 4.3.1600°C'de beklemesiz sinterlenmiş alümina numuneleri 52

Şekil 4.4. Vickers sertlik testi yapılan tekli malzemelerin iz görüntüleri a) spinel b) alümina BMA15 c) alümina CT3000SG 54

Şekil 4.5. İkili malzemelerin ara yüzey mikroyapı görüntüleri a) BAS12 b) BAS19 c) BAS11 d) BAS17 55

Şekil 4.6. İkili malzemelerin tüm bölgelerinin elastisite modülleri değerleri a) BAS11 b) BAS17 60

Şekil 4.7. İkili malzemelerin tüm bölgelerinin sertlik değerleri a) BAS11 b) BAS17 61

Şekil 4.8. BAS17 numunesi arayüzey nanoindentasyon testi iz yüklerinin büyüklüklere göre fotoğrafları a) 300 mN b) 400 mN d) 425 mN d) 450 mN 62

Şekil 4.9. BAS11 numunesi nanoindentasyon eğrileri a) 300 mN b) 400 mN c) 425 mN d) 450 mN 64

Şekil 4.10.BAS17 numunesi nanoindentasyon eğrileri a) 300 mN b) 400 mN c) 425 mN d) 450 mN 66

TABLO LİSTESİ

Tablo **Sayfa**

Tablo 2.1. Yaygın olarak kullanılan bağlayıcılar ve kullanım özellikleri 13

Tablo 3.1. Alümina (CT3000SG) tozunun kimyasal ve fiziksel özellikleri 35

Tablo 3.2. Spinel (S30CR) tozunun kimyasal ve fiziksel özellikleri 36

Tablo 3.3. Alümina (BMA15) tozunun kimyasal ve fiziksel özellikleri 36

Tablo 3.4. Tek eksenli preste üretilen ikili malzemelerin fiziksel özellikleri 39

Tablo 3.5. Tek eksenli preste üretilen alümina numunelerin fiziksel özellikleri 39

Tablo 3.6. Tek eksenli preste üretilen spinel numunelerin fiziksel özellikleri 40

Tablo 4.1. Numunelerin Arşimet yoğunluğu sonuçları 50

Tablo 4.2. Tekli malzemelerin ortalama tane boyutları 53

Tablo 4.3. Tekli malzemelerin makro sertlik sonuçları 53

Tablo 4.4. İkili malzemelerde sinterleme süresine bağlı ara yüzey kalınlıkları 56

Tablo 4.5. Farklı iz yükleri altında BAS11 numunesinin tüm bölgeleri sertlik ve elastisite modülü tablosu 58

Tablo 4.6. Farklı iz yükleri altında BAS17 numunesinin tüm bölgeleri sertlik ve elastisite modülü tablosu 58

Tablo 4.7. Farklı yükler altında BAS11 ve BAS17 numunesinin batma derinlikleri ve esnek toparlanma oranları 59

Tablo 4.8. BAS11 numunesi alümina bölgesi iz çatlağı ile kırılma tokluğu teorik ve test sonucu değerleri 68

Tablo 4.9. BAS11 numunesi spinel bölgesi iz çatlağı ile kırılma tokluğu teorik ve test sonucu değerleri 68

Tablo 4.10. BAS17 numunesi alümina bölgesi iz çatlağı ile kırılma tokluğu teorik ve test sonucu değerleri 69

Tablo 4.11. BAS17 numunesi spinel bölgesi iz çatlağı ile kırılma tokluğu teorik ve test sonucu değerleri 69

TEŞEKKÜR

Bu tez çalışmasının yapılmasında büyük katkıları olan, benden desteğini esirgemeyen yeri geldiğinde benden daha çok emek harcayan değerli danışman hocam SAYIN Yrd. Doç. Dr. Emre YALAMAÇ'a çok teşekkür ederim.

Tezimin tamamlanması açısından benden desteğini esirgemeyen SAYIN Yrd. Doç. Dr. Sayın Osman ÇULHA'ya çok teşekkür ederim.

Tez çalışmalarımda Sem görüntülerini çekerken benden desteğini esirgemeyen İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü Malzeme Araştırma Merkezi yöneticilerine ve personeline teşekkür ederim.

Bu çalışmada kullanılan nanoindentasyon yöntemi için verdikleri destekten ötürü Dokuz Eylül Üniversitesi Elektronik Malzeme Araştırma ve Uygulama Merkezi yöneticilerine ve personeline teşekkür ederim.

Tüm eğitim hayatım boyunca beni maddi ve manevi yönden katkılarını esirgemeyen değerli Babam Ramazan KARATAŞ'a ve Annem Hava KARATAŞ'a sonsuz şükranlarımı sunuyorum.

ÖZET

Bu çalışmada, alümina (Al_2O_3), magnezyum alüminat spinel ($MgAl_2O_4$) tozları tek eksenli kuru presleme yöntemiyle birlikte preslenmiş ve bu malzemelerin peletleri üretilmiştir. Üretilen ikili malzemelerin peletlerinin yanında alümina ve spinel tozları tek başlarına preslenerek bu malzemelerin de peletleri üretilmiştir. Üretilen bu malzemeler 1600 ºC'de 4 saat süreyle ya da 1600 ºC'de hiç beklemeden sinterlenmiş ve yoğun yapılı malzemeler üretilmeye çalışılmıştır. Üretilen bu ikili malzemelerin çeşitli mikrokarakterizasyon testleri yapılmıştır. İkili malzemelerin alümina, spinel ve ara yüzeyleri nanoindentasyon tekniği ile 300, 400, 425 ve 450 mN iz yükünde elastisite modülü ve indentasyon sertliği ölçülmüştür. İkili malzemelerin her bölgesi için maksimum ve minimum batma derinliği ve esnek toparlanma oranları ölçülmüş ve elde edilen sonuçlar literatürle karşılaştırılarak değerlendirilmiştir. İkili malzemelerin alümina ve spinel kısımlarının iz çatlağı yöntemi ile kırılma tokluğu değerleri ölçülmüştür ve çıkan sonuçlar teorik sonuçlarla karşılaştırılmıştır. Üretilen tekli malzemelerin göreceli yoğunlukları ölçülmüş ve sonuçlar kendi aralarında kıyaslanmıştır. Tekli malzemelerin Vickers sertlikleri ölçülmüş ve çıkan sonuçlar kendi aralarında mukayese edilmiştir. Üretilen tekli ve ikili malzemelerin sinterleme sonrası mikroyapıları optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobuyla incelenmiştir. Taramalı elektron mikroskobundan alınan görüntülerden alümina ve spinel tekli malzemelerinin tane boyutları ölçülmüş ve sonuçlar değerlendirilmiştir. Beraber sinterlemeyle alümina ve spinel arasında oluşan ara yüzey incelenmiş ve taramalı elektron mikroskobuyla oluşan ara yüzeyin kalınlığı ölçülmüştür. Alümina-spinel ikili malzemesinin ara yüzeyinde oluşan tabakanın kalınlığı malzeme çeşidine ve sinterleme süresine bağlı olarak karşılaştırılmıştır.

Anahtar Kelimeler;

Alümina, Arayüzey, İkili Malzeme, Mikroyapı, Nanoindentasyon, Spinel

ABSTRACT

In this study alumina (Al_2O_3), magnesium aluminate spinel ($MgAl_2O_4$) powders were uniaxially co-pressed, thus green compact of bi-materials were produced. Besides production of bi materials, alumina and spinel powders were also uniaxially pressed and mono materials produced by this way. The produced monomaterials and bi-materials green compacts were sintered at 1600 ºC for 4 hours soaking or without soaking and dense materials were tried to produce. For each part of bi materials's indentation hardness and elastic modulus were tested by indentation technique with the applying loads of 300, 400, 424 and 450 mN. Maximum and minimum indentation depth and elastic recovery rate of bi-materials were measured for each region and the obtained results were compared with literature and evaluated. Indentation fracture toughness of alumina and spinel parts of bi-materials were measured and the results were discussed with each other and also compared with theoretical results. Archimedes density of mono-materials were measured and discussed with each other. Vickers hardness of mono-materials were tested and discussed with each other. After sintering, microstructure of mono-materials and bi-materials were investigated under optical microscope and scanning electron microscope. Average grain size of mono-materials (alumina and spinel) were measured from scanning electron microscope and dicussed. Thickness of interface layer formation between alumina and spinel were discussed depending on kind of material and duration of sintering.

Keywords;

Alumina, Bi-material, Inter-layer, Microstructure, Nanoindentation, Spinel,

BÖLÜM 1

1. GİRİŞ

İkili malzemeler iki farklı malzeme ya da farklı kompozisyonlardaki en az iki tabaka yada parçanın bir araya gelmesinden oluşur. İkili malzeme üretimiyle iki malzemenin birbirinden farklı özellikleri tek bir malzemede buluşturulur. Böylece oluşan yeni malzeme; yüksek aşınma direnci, kırılma direnci, korozyon direnci, yüksek sertlik ve yüksek tokluk gibi çeşitli farklı özellikler daha yüksek değerlere ulaşır. İkili malzemeler uzay ve havacılık alanında, elektronik endüstrisinde, yüksek dayanım, sertlik ve aşınma dayanımı gerektiren makina parçalarında, kesici takım üretimi gibi çok çeşitli alanlarda kullanılır.

Seramik malzemelerin metal ve polimer malzemelere göre bir çok üstünlüğü vardır. Bunların arasında yüksek sıcaklık dayanımı, kimyasal bozunmaya dayanım, yüksek sertlik ve basma dayanımı gibi belli başlı pek çok özellikler bulunmaktadır. Ancak seramik malzemelerin düşük kırılma dayanımı, metal ile polimerlere göre düşük olduğundan uygulama alanına göre kullanımını sınırlamaktadır.

Gelişen yeni üretim teknikleri seramikleri daha mukavemetli ve daha kullanışlı malzemeler haline getirmektedir. Bu durum seramik malzemelerin teknik malzemeler olarak kullanımını arttırmaktadır.

Bu çalışmada, ikili malzemelerin beraber preslenmesi ve beraber sinterlenmesiyle yüksek yoğunluklu, çatlaksız, güçlü malzemelerin üretilmesi ve mikroyapı ve mekanik özelliklerinin test edilmesi hedeflenmiştir. Şeffaflıktan sertliğe, ısıl dayanımdan yüksek aşınma direncine kadar değişen birçok farklı özelliğinden dolayı yeni gelişen üretim ve analiz teknikleri seramik malzemeleri araştırmaya değer kılar.

1.1. Seramik Nedir?

Seramikler iki veya daha fazla metal olmayan veya metalik olmayan katı elementin metal veya metalik olmayan katı element veya elementlerle ısı yada ısı ve basınç altında birleşmesiyle oluşan katı bileşimlerdir. Başka bir deyişle, yarı iletken, polimer veya metal olmayan malzeme seramiktir. Örnek vermek gerekirse, magnezyum oksit seramiği, bir metalle metal olmayan elementin bileşiğidir (Barsoum, 2003).

Seramiklerin genel özelliklerini sıralayacak olursak; sert, kırılgan, aşınma direnci yüksek, kısmen şeffaf, anti manyetik, kimyasal olarak kararlı, korozyon dayanımı yüksek ve malzeme çeşidine göre ısı ve elektrik iletmezler.

Seramik malzemeleri kullanım alanları açısından geleneksel seramikler ve ileri teknolojik seramikler olarak ikiye ayırabiliriz. Tuğla, çanak, çömlek, saksı, kiremit, cam, refrakter gibi silikat esaslı malzemeler bu gruba girerler. Yaygın bir kullanım alanları vardır. Yapı malzemesi, süs eşyası, mutfak araç gereçleri gibi çeşitli amaçlarla kullanılırlar. İleri teknolojik seramikler ise hayatımızın birçok alanında kullanmaktayız ve üzerinde sürekli olarak araştırma yapılan geleceğin önemli malzemeleridir. İleri teknoloji ürünleri seramik malzemelerin üstün kimyasal, mekanik, elektriksel ve termal özelliklerinden yararlanırlar. Manyetik çekirdekler, uranyum oksit gibi çok farklı malzemeler günlük hayatta kullandığımız bir çok cihaz ve ekipmanın vazgeçilmez yapı malzemeleridir (Kingery, 1976).

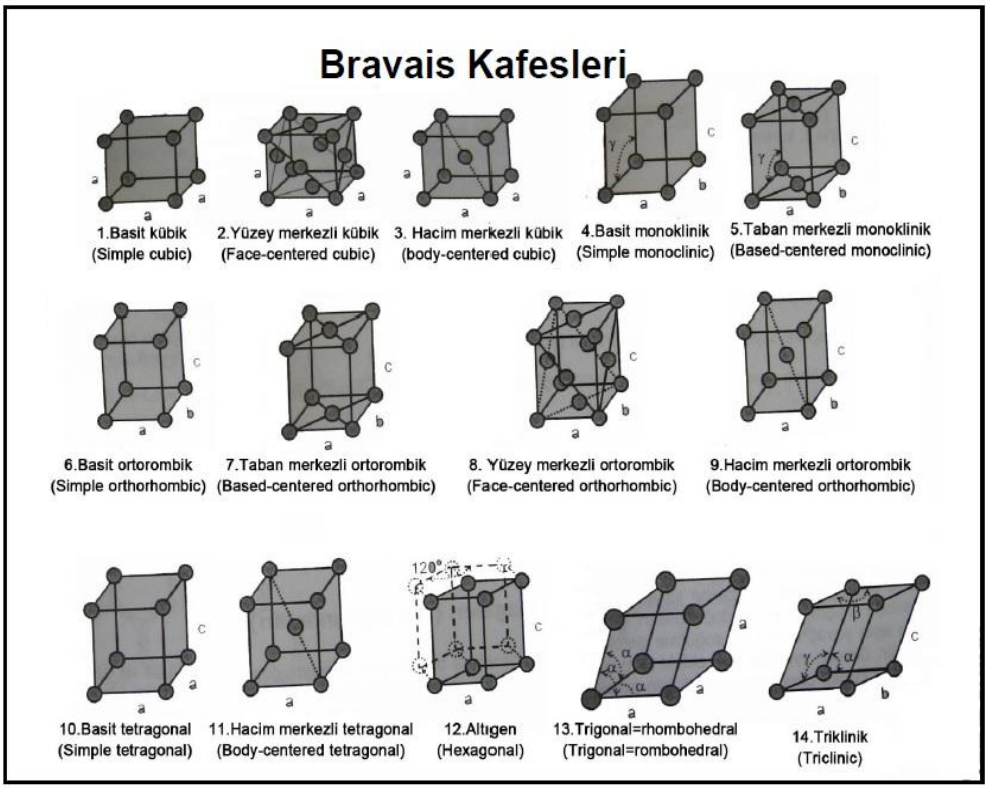
Seramik malzemeler en basitten çok gelişmiş endüstrilere kadar çok geniş kullanım alanına sahip olması ve kritik özellikleri taşıyabilmesi sebebiyle önemli malzemelerdir.

1.2. Seramik Malzemelerin Fazları

İnorganik kristalleri düzenli bir şekilde bir arada tutan en önemli kuvvet zıt yüklerle yüklü iyonların iki atom arasında paylaşılmasıyla oluşur. Bu kuvvet atomlar arası bağlar ile ortaya çıkar ve atomları bir arada tutarak çeşitli kristal kafes yapıları ortaya çıkarır **(**Kingery, 1976). Seramiklerde kristal yapı oluşan malzemenin termal, elektriksel, dielektriksel, manyetik ve optik özelliklerini etkiler (Barsoum, 2003).

Kristal yapı, atomların üç boyutta yinelenen düzenli dizilişidir. Kristal olmayan, dağınık ya da camsı yapılarda ise malzeme genelinde atomların düzenli dizilişi söz konusu değildir. Bunlarda kısa düzenli, yani düzenli yapının bölgesel olarak görüldüğü fakat malzemenin geneli için geçerli olmadığı bir yapı bulunmaktadır. Düzenli atom grupları rastgele dağılmıştır.

Kristallerde üç boyutlu dizilim birim kafesin uzantıları olarak düşünülebilir. Birim kafes malzemenin tamamından soyutlanabilen ve çevresinde aynı örgünün bulunduğu en küçük üç boyutlu yapıdır. Birim kafes yapısının köşesinden çizilen üç vektörle ya da bu vektörlerin uzunlukları ve aralarındaki açılarla tanımlanabilir. Bu uzunluklar ve açılar birim kafes değişkenleri olarak tanımlanır ve Bravais yalnızca 14 birim kafes olabileceğini göstermiştir (Bengisu, 2006). Şekil 1.1'de Bravais kafes yapıları gösterilmektedir.



Şekil 1.1. Bravais kafes yapıları (Barsoum, 2003)

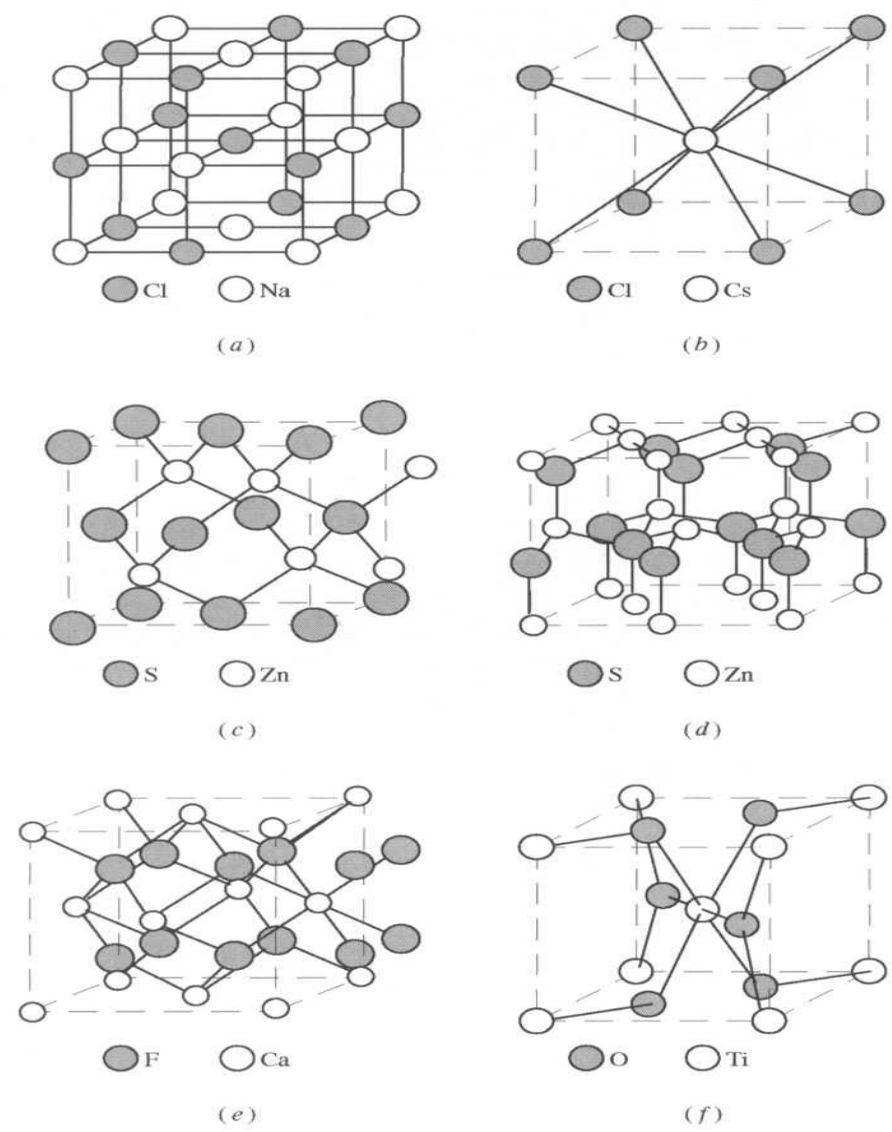
1.2.1. Kristal Yapılar

Seramikler 2 yada daha fazla elementin bir araya gelmesinden oluşur. Bu yüzden yapıları genellikle çoğu metalden daha karmaşıktır. Kristal yapılı seramiklerde anyon-katyon yarıçap oranı yapıyı doğrudan etkiler. Bu oran koordinasyon sayısı ile ilgilidir. Seramik malzemeler için en yaygın koordinasyon sayısı 4, 6 ve 8 dir. Kristal yapılı seramiklerde; AX tip, AX_2 tip ve $A_mB_nX_p$ tip kristal yapı görünür. Bazı yaygın seramik yapılar (a) kaya tuzu (b) sezyum klorür (c) çinko blend (d) vurtzite (e) kalsiyum florür (f) rutil aşağıdaki şekilde görülmektedir.

AX tip yapı kaya tuzu, kalsiyum klorür, çinko blend ve vurtzit yapıyı içerir. Kaya tuzu en yaygın ikili malzemedir ve 400 den fazla bileşimin yapısında bulunur. Koordinasyon sayısı 6 dır. Sezyum klorürün koordinasyon sayısı 8 dir. Çinko blend ve vurtzit yapısı olarak 2 farklı yapıda bulunur ve koordinasyon numarası 4'tür. Bütün iyonları tetrahedral koordinasyonludur.

AX_2 tip yapı kalsiyum florür (CaF_2) ve rutil (TiO_2) de bulunur.

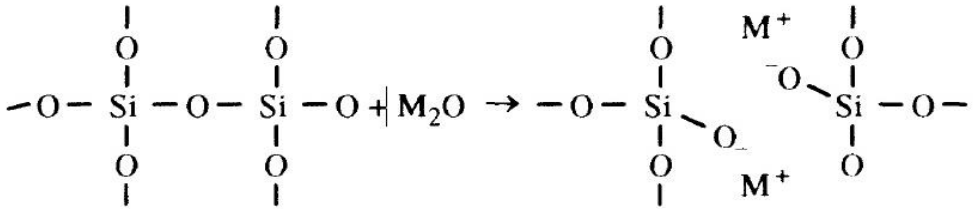
$A_mB_nX_p$ tip kristal yapı A ve B gibi iki katyon ve bir anyonla birleşmesi sonucu oluşur. Spineller ve peroksitler örnekleridir. Şekil 1.2'de bazı yaygın seramik yapılar gösterilmektedir.



Şekil 1.2. Bazı yaygın seramik kristal yapılar (Barsoum, 2003)

1.2.2. Silikat Yapılar

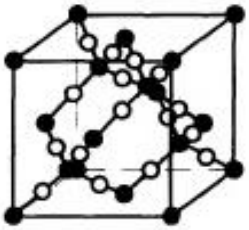
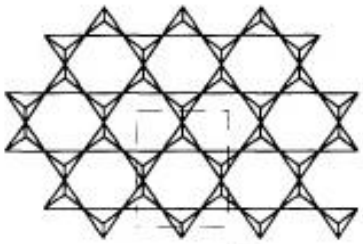
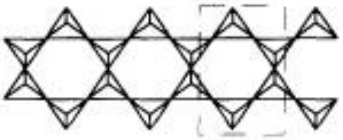
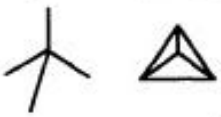
Yer kabuğunun %48'i oksijen, %26'sı silikon, %8'i alüminyum, %5'i demir ve %11'i kalsiyum, potasyum, magnezyum kombinasyonudur. Toprakta en çok bulunan malzeme silikat mineralleridir. Şekil 1.3'de silikat yapıya örnek verilmektedir.



Şekil 1.3. Silikat yapı (Barsoum, 2003)

Silika yapılarda bağlanma türüne göre 2 çeşit oksijen bulunur. Eğer oksijen 2 silisyum atomuna bağlanırsa buna köprüleme oksijeni (bridging oxygen) denir ve aksine bir silisyum atomuna bağlanırsa köprülenmeyen oksijen (nonbridging oxygen) denir. Köprülenmeyen oksijenler yapıya bir alkali yada metal oksidin katılmasıyla oluşur.

Silika yapılarda oksijen/silisyum oranı 2 veya 4 olarak çeşitlenir. Tekrar ünitelerinin şekline bağlı olarak bu yapılar sonsuz levhalar, zincirler ve izoleli tetrahedral olarak gruplanır. Şekil 1.4'de O/Si atomu oranı arasındaki ilişki gösterilmektedir.

Structure	O/Si ratio	No. of oxygens per Si		Structure and examples
		Bridg.	Non-bridg.	
	2.00	4.0	0.0	Three-dimensional network quartz, tridymite, cristabolite are all polymorphs of silica
 Repeat unit $(Si_4O_{10})^{4-}$	2.50	3.0	1.0	Infinite sheets $Na_2Si_2O_5$ Clays (kaolinite)
 Repeat unit $(Si_4O_{11})^{6-}$	2.75	2.5	1.5	Double chains, e.g., asbestos
 Repeat unit $(SiO_3)^{2-}$	3.00	2.0	2.0	Chains $(SiO_3)_n^{2n-}$, Na_2SiO_3, $MgSiO_3$
 Repeat unit $(SiO_4)^{4-}$	4.00	0.0	4.0	Isolated SiO_4^{4-}, tetrahedra Mg_2SiO_4 olivine, Li_4SiO_4

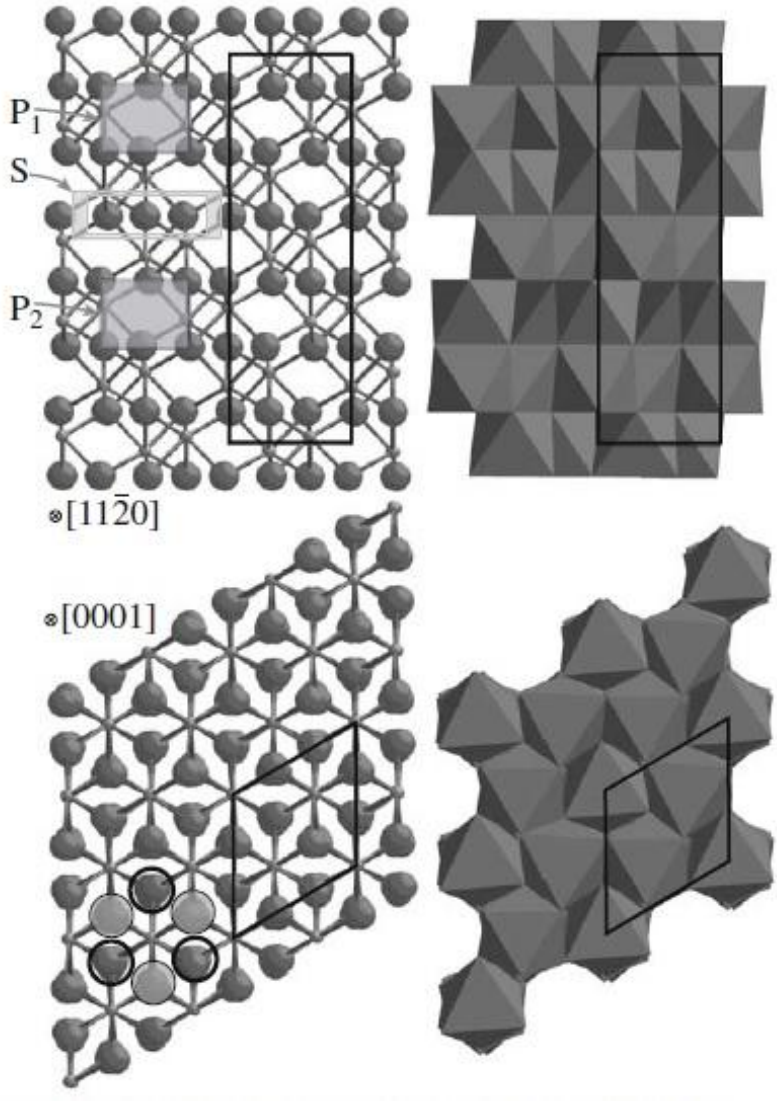
Şekil 1.4. Silikat yapı ve O/Si oranı arasındaki ilişki (Barsoum, 2003)

1.3. Alümina ve Spinel

1.3.1. Alümina

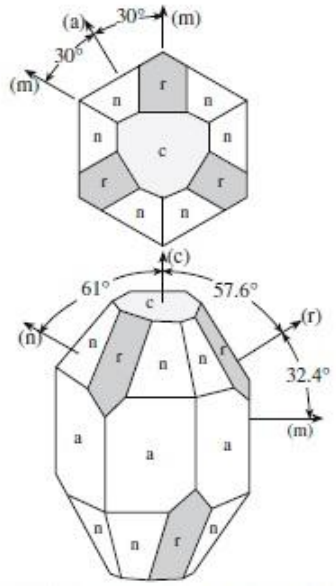
Alüminanın (Al_2O_3) kristal yapısı üç köşelidir ancak simetrisi 3 katlı yada 6 katlıdır. Alüminada oksijen iyonları Al^{3+} iyonlarıyla hegzagonal sıkı paket yapıda oktahedral boşluklarının üçte ikisinde bulunur.

Alüminyum yapısı 2 boyutlu olarak şekil 1.5'de görülmektedir.



Şekil 1.5. Alümina kristal yapısı (Carter, 2007)

Alümina rombohedral yapısını kurmak için 6 paralel oksijen iyonu yapısı gerekmektedir. Çünkü Al^{3+} iyonları şekildeki gibi aşağıdan bakıldığı zaman C şeklinde dururlar. Alüminadaki yaygın düzlemleri belirleyebilmek için birkaç özel harf kullanılmıştır. Bu oryantasyon aşağıdaki şekil 1.6'da gösterilmektedir.



Şekil 1.6. Önemli yüzeylerin alüminada yerleşimi (Carter, 2007)

Alüminyum oksit tek kristalli yapı ile bugüne dek basınca dayanıklı cam, rulman bilyesi gibi çok geniş kapsamlı kullanım alanı bulmuştur. Sıcak preslenmiş tozlarla elektrik yalıtım malzemesi, lamba kapsülü, elektriksel araçlar gibi çok çeşitli ürünler imal edilmektedir. Çok kristalli yapıdaysa refrakter tuğlası, pota refrakteri, buji izolatörü gibi malzemeler üretilmektedir (Carter, 2007).

1.3.2. Spinel

Spinel ($MgAl_2O_4$) yapıdaki çok sayıda atom veya iyon Bravais kafes sisteminin her noktasıyla birleşmesine rağmen yapısı oldukça basittir. Spinelin Bravais kafesi, yüzey merkezli kübiktir birim kafes 56 iyon içerir ve 32 tanesi oksijen iyonudur. Her yüzey merkezli kübik birim kafesi için 4 kafes noktası vardır ve bu yüzden 14 iyon her bir kafes noktasıyla temastadır.

Normal spinel ve ters spinel olmak üzere 2 çeşit spinel vardır. Normal spinelde A^{2+} iyonları tetrahedral boşluklarda B^{3+} iyonları oktahedral boşluklarda bulunur. Ters spinelde ise tüm A^{2+} iyonları ve B^{3+} iyonlarının yarısı oktahedral boşluklarda ve tetrahderal boşluklarda ise B^{3+} iyonlarının kalan yarısı bulunur.

Spinel kafes yapısı bakımından magnezyum oksit (MgO) ile birebir benzerlik gösterir. Eğer bir spinel kübik birim yapıyı 8'e bölersek her bir parça bir magnzeyumoksitin birim kübik yapısıdır. Bu demektir ki, rombohedral yapıyı oluşturmak için 3 yerine 6 adet paralel oksijen iyonları düzlemi oluşturmak gerekir.

Bragg yapısal faktörü ölçerek spinel yapısına karar vermiştir. X-ışını kırılmasıyla elektronların dağılmasını ölçerek bize atom pozisyonlarını yapısal faktörü ölçerek bildirir. X_n, Y_n ve Z_n olan bu faktörler atomların birim hücredeki yerlerini bildirir. Yapısal faktör normal spinel ve ters spinelde birbirinden farklıdır (Carter, 2007).

1.4. İkili Malzemeler

En az iki malzemenin ısı ya da basınç altında birleştirilmesiyle oluşan yeni malzemedir. İkili malzeme üretimiyle iki malzemenin birbirinden farklı özellikleri tek bir malzemede buluşturulur. Bileşime bağlı olarak; yüksek aşınma direnci, kırılma direnci, korozyon direnci, yüksek sertlik ve yüksek tokluk gibi çeşitli farklı özellikler tek bir malzemede buluşur. İkili malzemeler uzay ve havacılık alanında, elektronik endüstrisinde, yüksek dayanım, sertlik ve aşınma dayanımı gerektiren makina parçalarında, kesici takım üretimi gibi çok çeşitli alanlarda kullanılır (Bengisu 2006).

İkili malzemeleri, metal-metal (Simchi ve ark., 2006), metal-oksit (Boonyongmaneerat ve Schuh 2006) ve oksit-oksit (Cai ve ark., 1997) olarak sınıflandırabiliriz.

1.4.1. Metal-Metal İkili Malzemeler

Masahashi ve Hanada (2005) demir-alüminyum alaşımı ve krom-molibden çeliği çiftinin mikroyapısal değişimi sırasında SİP(Sıcak İzostatik Presleme) ile basınç uygulanarak difüzyon bağlanmasını incelemiştir. Yapıda birleşme ara yüzeyinde havuçsu tanelerin oluşumu gözlenmiş ve basınç uygulamasıyla bağlanma ve alüminyumun difüze olabilme durumlarını araştırmışlardır. Bağlanma basıncı yüzey oksitleri dağıtmak ve ara yüzeye komşu bölgede lokal plastik akışı gerçekleştirecek şekilde seçilir. Bu araştırmada numuneler tek eksenli preste 3-10 MPa aralığındaki basınçta ön preslenmiş ve ardından 1000 ºC'de 100-200 MPa basınç

aralığında argon gazı ortamında SİP uygulanmıştır. Araştırma sonucunda havuçsu mikroyapı krom-molibden çifti tarafından birleşme ara yüzeyine doğru oluşmakta ve sıcak izostatik preslenmiş numunelerdeki havuçsu mikroyapı ise basınç uygulanmamış numunelerdekilerden daha uzundur. Basınç uygulanması sonucunda SİP numunelerdeki sütunsal mikroyapı daha kısa olmaktadır. Buradan da anlaşılmaktadır ki basınç uygulanması alüminyumun difüze olma uzaklığını düşürmektedir. Basınç uygulanan numunelerin mikroyapısı daha yoğun ve daha düzgün çıkmıştır.

1.4.2. Oksit-Oksit İkili Malzemeler

Szutkowska (2004) alümina-zirkonya (Al_2O_3-ZrO_2) alaşımı üzerinde çalışmıştır. Bu çalışmada hacmen %10 zirkonya içeren iki farklı tip alümina-zirkonya kompozitinin R-eğrisi davranışı incelenmiştir. Bu kompozitlerden birisi sadece zirkonya katkılı ve diğeri ise 3 mol yitriya katkılı zirkonyadır. Alümina, sert mukavemetli ancak çok kırılgan olduğu için zirkonya eklenerek kırılganlık azaltılmaya çalışılmıştır. R-eğrisi davranışlarını karşılaştırmak için iki farklı teknik kullanmıştır. Bu tekniklerden birisi klasik 3 nokta eğme testi ve diğer metod ise Vickers uç ile iz bırakıp ardından 3 nokta eğme testidir. Hazırlanan toz karışımı önce tek eksenli preste 50 MPa'da preslenip sıkıştırılır ve ardından soğuk izostatik preste 250 MPa'da preslenir ve ardından 1200 ^oC'de sinterlenerek mikroyapı ve faz tayini yanında mekanik testleri yapılmıştır. Sonuç olarak alümina zirkonya kompozitin tokluğu en yüksek çıkmıştır çünkü yapı tetragonalden monokliniğe geçmiş ve çatlak kenetlenmesi (crack bridging) mekanizmasıyla çatlak büyümesi engellenmiştir. Daha sonra 3 mol yitria ilaveli alümina zirkonya kompoziti ve en düşük kırılma tokluğu ise alüminada görülmüştür.

1.4.3. Metal-Oksit İkili Malzemeler

Nano tozların sinterlenmesi sonucu mikro tozlardan daha yoğun bir yapıya olanak sağlar. Pietrzak ve arkadaşları (2004) yaptığı çalışmada çeşitli oranlarda alümina ve krom kompozit alaşımının sinterlenmesi üzerine çalışmışlardır. Çalışmalarında nano tozlar ve mikron boyutunda tozların sinterlenmesi sonucu oluşan yapıları kıyaslamışlardır. Al_2O_3–Cr kompozitinin hacimsel oranı %25 Al_2O_3 –%75 Cr, %50 Al_2O_3 –%50 Cr, %75 Al_2O_3 –%25 Cr olmak üzere 3 şekildedir. Toza 0,2 MPa'da ön şekillendirme yapılmıştır. Ardından izostatik preslemede 120 MPa'da preslenmiştir ve %50-55 arasında bir yoğunluğa ulaşılmıştır. Sinterleme sıcaklığı olarak 1200-1600^oC arası olarak seçilmiş, numuneler 15, 30, 60 dakika olarak çeşitli sürelerde fırında tutulmuş ve 0,5-30 MPa arası basınçlar kullanılarak sinterlenmiştir. Karışımın değişik oranlarda seçilmesi sinterleme sıcaklığını, basıncı, yoğunluğu ve tane büyüklüğünü önemli ölçüde

etkilemiştir. Sinterlemenin önemli aşaması olan karıştırma süresinin 8 saat seçilmesiyle alümina ve krom tozlarında topaklanmaya görülmemiştir. Nano toz kullanılan karışımın yoğunluğu mikro boyuttaki tozlardan %1-2 daha fazladır. 30 MPa'da sinterleme ile ulaşılmak istenilen yoğunluğa 0,5 MPa'dakine göre 200 °C daha az sıcaklıkta ulaşılmıştır ve malzemelerin en yüksek yoğunluğuna 1400 °C'de ulaşılmıştır (Pietrzak ve ark., 2004).

BÖLÜM 2

2. SERAMİK MALZEME ÜRETİMİ VE MEKANİK ÖZELLİKLERİ BELİRLEME YÖNTEMLERİ

2.1. Seramik Malzeme Üretim Yöntemleri

Seramik malzemeleri üretebilmek için binlerce yıldır çok farklı teknik ve metotlar kullanılmış ve günümüzde hala bu teknik ve metotlar yeni malzemeler için araştırılıp geliştirilmektedir.

Seramik tozlarını şekillendirmek için bir miktar sıvı ekleyip ön şekillendirip ardından sinterlemek gereklidir. Ön şekillendirme işlemi için bir çok metot bulunmaktadır. Bu metotlardan hangisini kullanmak gerektiği ise üretilecek malzemenin şekline bağlıdır. Seramikleri şekillendirmek için kullanılan üretim yöntemleri genel olarak ;

1. Presleme-Sıkıştırma Yöntemleri
    - Kuru Presleme
    - Sıcak Presleme
    - Sıcak İzostatik Presleme
    - Soğuk Presleme
2. Döküm
    - Bir kalıp kullanarak sıvıyı veya çamuru şekillendirme
3. Plastik Şekillendirme
    - Ekstrüzyon
    - Enjeksiyonlu kalıplama vb.

şeklinde sıralayabiliriz.

Seramik tozlarını şekillendirmek için çamuru hazırlarken bir takım katkı maddelerine ihtiyaç vardır. Bu katkı maddelerinin miktarı, cinsi ve oranı uygulanacak işleme ve ortama bağlı olarak değişir.

Bağlayıcılar seramik tozlarını bir arada tutup biçimlendirme için gerekli esneklik ve mukavemeti vermek amacıyla kullanılır. Bağlayıcı kullanılmadan biçimlendirilmiş gövdeler

kırılgan ve mukavemetsiz olurlar. Tozlar bazı bağlayıcılar ile kaplandığında basınç altında hareket etmesi zorlaşır. Bu yüzden kayganlaştırıcılarla beraber kullanılmalıdırlar. Tablo 2.1'de görüldüğü gibi Poli (vinil alkol) PVA ve poli(vinil bütiral) (PVB) en yaygın olarak kullanılan bağlayıcı türleridir.

Tablo 2.1. Yaygın olarak kullanılan bağlayıcılar ve kullanım özellikleri (Bengisu 2006)

Pazardaki Adı	Bileşimi	Kullanıldığı Malzemeler	Oran (ağ.%)	İşlem	Basınç Aralığı (MPa)	Yanma Aralığı (°C)
PVA	Poli(vinil alkol)	Al_2O_3, ZrO_2, $MgAl_2O_4$	0.1–2	Çamur döküm, kalıptan itme, kuru presleme, şerit döküm	7–70	250–400
PVB (B-76)	Poli(vinil bütiral)	Al_2O_3, ZrO_2	2–15	Şerit döküm, kuru presleme, kalıptan itme	70–400	250–300
Cimarec	Üçüncül amit polimer	Oksitler	–	Kuru presleme	–	–
Pyrofine PV	Polisilazan	Teknik Seramikler	–	Kuru presleme	–	–
Methocel	Metilselüloz	Al_2O_3, ZrO_2	1.5–3	Kalıptan itme, kuru	35	250–450
Polyox	Reçine	Al_2O_3	1.5	Kuru presleme	35	200–300
Carbowax 20M	Poli(etilen glikol)	Oksitler	1–3	Kuru presleme	20–70	250–350
Darvan No.7	Sodyum polielektrolit	Oksitler	–	Püskürtmeli kurutma	–	–
	Selüloz eterler	Oksitler	7–20	Kalıptan itme	–	250–300
SR350/SR355	Silikon	Oksitler	–	Enjeksyonlu kalıplama	–	900
Ross wax	Parafin mumu	Oksitler	3	Kuru presleme, enjeksyonlu kalıplama	20–35	200–400

Dağıtıcılar katı sıvı karışımlarda kümelenmeyi önlemek amacıyla kullanılırlar. Ancak dağıtıcılar öğütme ve püskürtmeli kurutma işlemleri sırasında köpüklenmeye yol açabilirler ve bu durumda köpük giderici de kullanmak gerekir. Fakat köpük gidericilerde kayganlaştırıcı görevi görebildiğinden çamurun bileşimine katılan kayganlaştırıcının iyi hesaplanması gerekir. Yaygın olarak kullanılan dağıtıcı türü polielektrolitlerdir. Organik ve inorganik olan çeşitleri bulunmaktadır. Örnek olarak sodyum karbonat (Na_2CO_3), sodyum silikat (Na_4SiO_4) verilebilir.

Yoğruklaştırıcılar tanelerin üzerindeki ince bağlayıcı katmanlarının viskoelastik özelliklerini değiştirerek ortama şekillendirilebilirlik verirler. Kayganlaştırıcılar, tozlar arasındaki sürtünmeyi azaltarak tozların kaymasını ve kalıptan kolay çıkmasını sağlarlar. Ender olarak kullanılan katkı maddelerinden biride koruyuculardır. Bunlar diğer katkı maddelerinin herhangi birinin diğeriyle tepkimeye girmesi söz konusuysa eklenirler.

2.1.1. Tek Eksenli Kuru Presleme

Kuru presleme seramik endüstrisinde en yaygın kullanılan yöntemlerden biridir. Basit şekilleri çok hızlı ve kesin ölçülerde hatasız olarak üretmeye olanak sağlar. Kuru presleme genellikle %2 den daha az su içeren karışımlarda, yarı kuru karışımlarda veya %5-20 oranında su içeren karışımlarda kullanılır (Bengisu 2006).

Kuru preslemede ham sıkıt üzerine uygulanan basınç yoğunluk farklarına neden olabilir. Bu yüzden bir kalıp kullanmak bu tip sorunları ortadan kaldırır ancak kullanılacak kalıpta yüksekliğin yarıçapa oranı 0,5'ten küçük olması gerekir. Kuru presleme 10-100 MPa basınç aralığında yapılır. Malzeme ve basınç tipine bağlı olarak en fazla 300 MPa basınca kadar çıkılabilir (Carter, 2007).

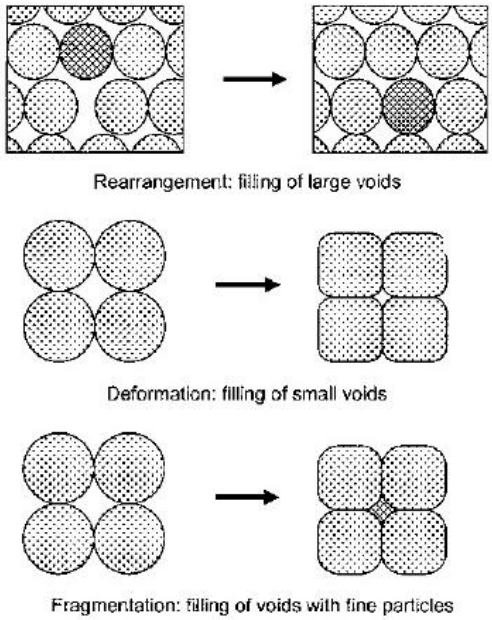
Kuru presleme genel olarak kalıbın doldurulması, tozların sıkıştırılması ve yoğunlaşmış ürürün kalıptan çıkarılması şeklinde 3 temel adımda gerçekleştirilir. Kuru presleme kalıbın ve zımbanın hareketine göre 3 farklı yöntemle yapılabilir. Tek etkili preslemede üst zımba hareketli kalıp ve alt zımba sabitken, çift etkili preslemede ise iki zımba birden hareketli ve kalıp sabittir. Kayar kalıp yönteminde ise üst zımba ve kalıp hareketliyken alt zımba sabit kalmaktadır.

Kuru preslemenin ilk basamağı, toz ve yardımcı malzemelerin karışım işlemidir. Preslenecek toz en fazla %5 oranında uygun katkı maddesi ilave edilerek karıştırılır (Carter, 2007). Endüstriyel üretim alanında katkı maddelerinin preslemeden sonra uçuculuk özelliği çok önemlidir. Ancak ince taneli tozlardan iyi bir karışım elde etmek çok zordur bu yüzden genelde püskürtmeli kurutma işlemine tabi tutmak gerekir. Hazırlanan karışımın partikül dağılımını etkileyen bazı faktörler bulunmaktadır.

- Tanecik paketlenmesi partikül dağılmasına bağlıdır ve genellikle %45-55 arasında olması gerekir.
- Tanecik paketlenmesi homojenliği hazırlanan süspansiyonun kararlılığına ve püskürtmeli kurutma işlemine bağlıdır. Taneler genellikle topaklanmış çamurdan hazırlandığı için çok homojen değildirler. Eğer bağlayıcı püskürtmeli kurutma işleminde dış yüzeyden ayrılırsa dış yüzeyde tanecik paketlenme oranı çok düşük olur.
- Tanelerin sertliği ve kullanılan bağlayıcıya bağlı olarak sert tanelerin oluşmasına sebep olur. Diğer taraftan yumuşak tane veya bağlayıcı kullanmak düşük tanecik paketlenmesine sebep olur.
- Düz tane yüzeyi taneler arasındaki sürtünmeyi ve kalıp duvarıyla olan sürtünmeyi azaltır.

Tanecik paketlenme yoğunluğunu etkileyen bir diğer faktörde kalıpla direkt ilgilidir. Tanecik boyutu, kalıp geometrisi, tane yüzeyi, dolum metodu gibi etkenler ana parametrelerdir (Rahaman, 2003). Tanecik boyutu ile kalıp formu arasında bir ilişki vardır. Dar kalıpta tanecik paketlenmesi düşük olurken geniş kalıpta bu oran daha yüksektir. Çünkü kalıp duvarına temas eden yüzeyde tanecik paketlenme yoğunluğu düşük olur. Kalıp çapı tanecik çapında 250 kat veya daha büyük olması gerekir.

Tozlar kalıba doldurulduktan sonra tozlar arasında geniş boşluklar doğar. Bu boşluklar iki aşamada yok olur. Şekil 2.1'de görüldüğü gibi ilk aşamada boşlukların yeniden düzenlenmesi ve ikinci aşamada ise tanelerin deformasyonuyla boşlukların küçülmesi şeklinde gerçekleşir.



Şekil 2.1. Tanelerin yoğunlaşma aşaması (Rahaman, 2003)

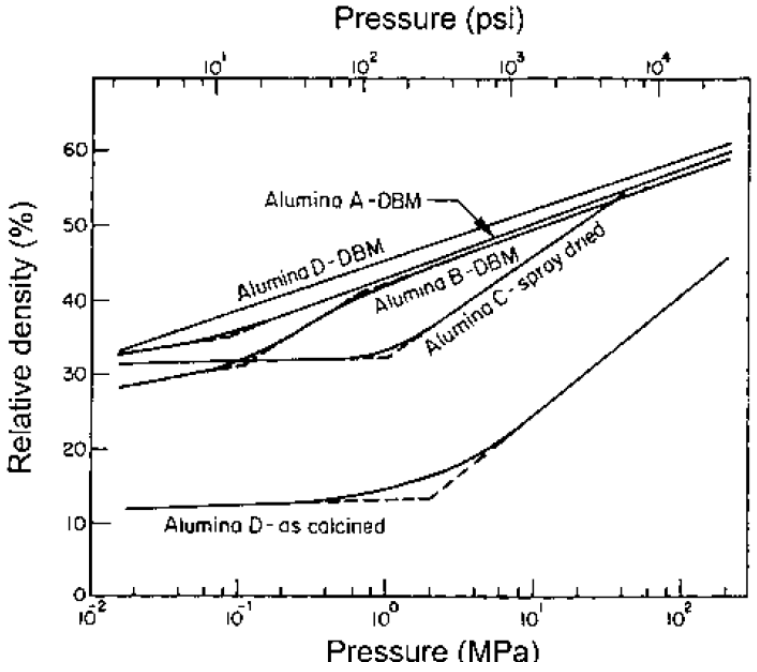
Tanelerin yoğunlaşma miktarı direk olarak uygulanan basınçla alakalıdır. Eğer şartlar uygunsa yeniden oluşma ve bunu izleyen kayma aşamasıyla tek basamakta tamamlanır. Ancak düşük yoğunluklu karışımda ilk aşamada yeniden oluşma ve kayma ile geniş boşluklar azalır ve topaklanmalar dağılırken ikinci aşamadaysa yine yeniden oluşma ve kayma ile küçük boşluklar azalır. Yoğunlaşan taneler plastik deformasyonla yeni bir şekil alır ve kalıptan çıkarma esnasında çatlamalar görülebilir.

Yoğunluk ile uygulanan basınç arasında bir grafik çizilirse tek kırılma noktasıyla bölünmüş iki adet düz çizgi oluşur. Şekil 2.2'de görüldüğü gibi düşük basınçlarda lineer bölge yeniden oluşma ve yüksek basınçlarda lineer bölge ise deformasyonu göstermektedir. Birincil

partikül içeren tozlar tek çizgi halinde bir eğri gösterirken, topaklanma görülen tozlarda ise çizgi topaklanmanın kırıldığı noktadan itibaren çift eğri gösterir. Prosesin mekanizması denklem 2.1 ile açıklanabilir.

$$P = \alpha + \beta \ln\left(\frac{1}{1-\rho}\right) \tag{2.1}$$

Denklemdeki P uygulanan basınç, ρ teorik yoğunluk, α ve β malzeme yoğunluğuna bağlı sabitlerdir.



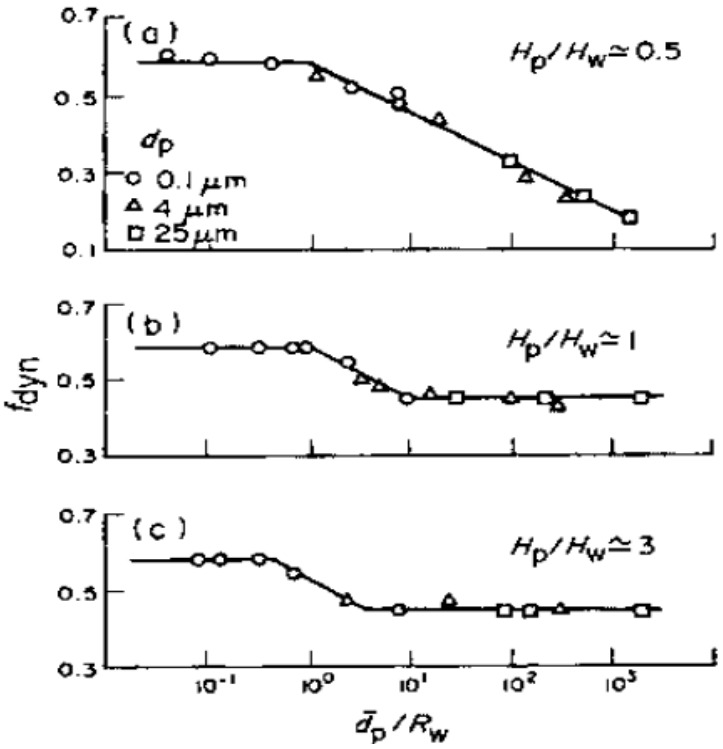
Şekil 2.2. İnce taneli alümina tozu ve sprey kurutma yöntemiyle üretilmiş tanelerin yoğunlaşma davranışı (Rahaman, 2003)

Kuru preslemede yaşanan sorunlardan biri kalıp duvarı ile malzeme arasındaki sürtünmeden dolayı uygulanan basıncın malzemeye eşit olarak iletilememesidir. Üretilen malzemede basınç gradyanları görülür. Tek eksenli kuru preslemede uygulanan kuvvet malzemede radyal gerilmeler ve kalıp duvarlarında kesme gerilmesi oluşturur. Bu gerilmeler malzemede boylu boyuna oluşur.

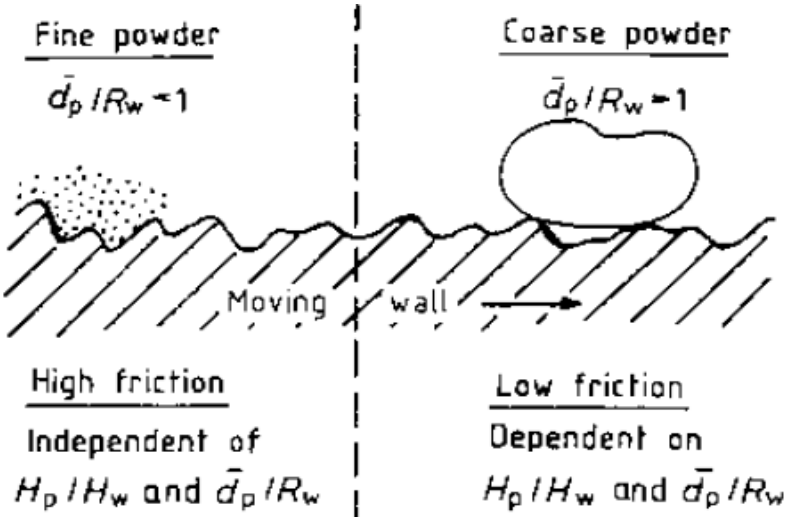
Strijobs (1976) yaptığı bir araştırmada radyal gerilmeler ve duvar yüzeyinde oluşan sürtünmeyi araştırtmışlardır. Araştırmada tozun tane büyüklüğü d_p, kalıp duvarının pürüzlülüğü R_w, tozun sertliği H_p, kalıbın duvar sertliği H_w parametreleri ile kodlanmıştır. Araştırmada 600 HV sertliğinde demir oksit tozu kullanılmış ve kalıp ise tungstenkarbür, sertleştirilmiş ve

sertleştirilmemiş takım çeliğinden 3 farklı şekilde kullanılmıştır. Sürtünme katsayısı (f_{dyn}) H_p / H_w için d_p / R_w'nin fonksiyonu çıkan sonuçlar şekil 2.3'de verilmiştir (Rahaman, 2003).

Şekil 2.3'te görüldüğü üzere partikül boyutunun kalıp yüzey pürüzlülüğünden küçük olduğu durumlarda sürtünme katsayısı en fazla 0,6 olmuştur. İnce taneli tozlarda toz kalıp yüzeyine sıvanır ve sürtünme sadece tozun kendi içinde oluşur. Bu yüzden R_w ve H_w faktörlerinin f_{dyn} üzerinde bir etkisi kalmaz. Şekil 2.4'de görüldüğü gibi partikül boyutunun kalıp yüzey pürüzlülüğünden büyük olduğu durumlarda sürtünme katsayısı 0,2-0,4 arasında çıkmıştır. Bunun sebebi ise pürüzsüz yüzey ile iri toz tanelerinin daha az temas etmesidir. Bu durum şematik olarak şekilde açıklanmıştır.



Şekil 2.3. Toz tane büyüklüğü ile duvar pürüzlülüğü arasındaki sürtünme katsayısı a) tungsten karbür b) sertleştirilmiş takım çeliği c) sertleştirilmemiş takım çeliği (Rahaman, 2003)

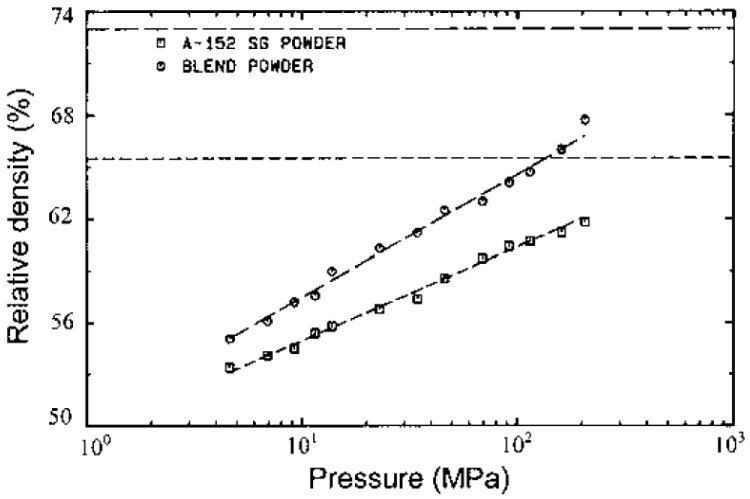


Şekil 2.4. Toz granülü ile kalıp duvarı arasında kayma sürtünmesi (Rahaman, 2003)

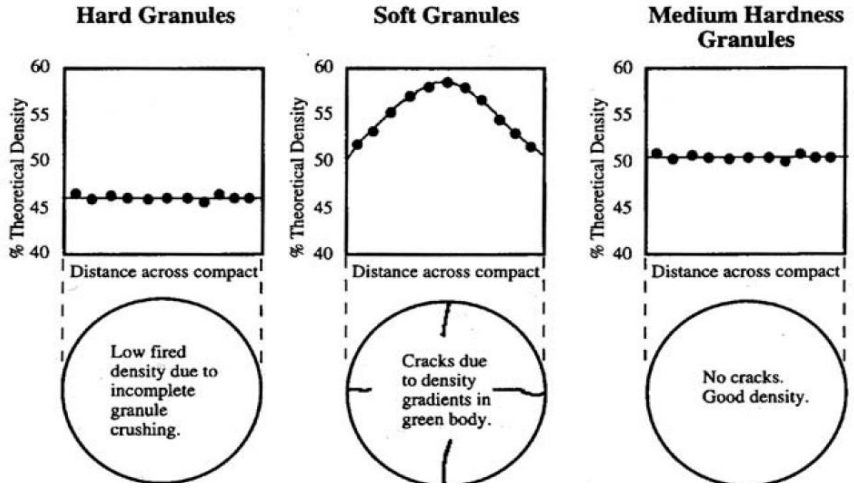
Toz ve kalıp duvarı arasındaki sürtünme katsayısı duvarda oluşan kanalların yönüne bağlıdır. Eğer bu kanallar toz ve duvar arasındaki hareket yönü ile aynı olursa sürtünme az oluşur. Yağlayıcıların sürtünmeye etkisi biraz karmaşıktır. İnce taneli tozlarda ($d_p/R_w<1$) yağlayıcının duvar yüzeyinde kalınlığı arttıkça sürünme katsayısı azalır ve oluşan yağ tabakası tane boyutundan büyük olduğunda bu düşüş değeri önemli olur. Kaba taneli partiküllerde ($d_p/R_w>1$) yağlayıcı duvar yüzeyindeki sürtünmeyi az miktarda azaltır ve çoğunlukla yağ tabakasının bir önemi olmaz.

Tanelerin yapı içinde dağılımı da yoğunlaşmayı etkileyen diğer bir faktördür. Geniş bir alana yayılan tozun dar bir alana yayılan toza göre yoğunluğu daha fazladır çünkü deformasyon daha kolay olur. Şekil 2.5'de görüldüğü gibi küre şeklindeki parça her zaman istenilen şekil olup daha yüksek yoğunluğa ulaşmasına rağmen, düz yüzeyli pürüzsüz parçalar eğer kalıp içinde sıralı bir şekilde durabilirlerse daha yoğun bir yapı oluşmasına imkan sağlayabilirler.

Kullanılan tozun sertliği de yoğunlaşma üzerine etki eden bir parametredir. Sert toz taneleri bağlayıcı ile birleştiğinde paketlenme yoğunluğu üstüne ciddi etkisi vardır. Yoğunlaşmanın ilk evresi olan yeniden oluşma evresi kolayca gerçekleşirken, çok sert tozlarda deformasyon aşamasında taneler arasında gözenekler kalır ve boşluklar sinterlemede problemler çıkararak yoğunluğu düşürürler. Yumuşak tanelerde ise yeniden oluşma çok kolay gerçekleşir ama çok yumuşak tanelerde ise geniş bir paketlenme oluşacak ve yoğunluğu farklı katmanlar görülecektir. Sinterlemede ise farklı yoğunluk gradyanları ve çatlaklar oluşacaktır. Bu yüzden şekil 2.6'dan anlaşıldığı gibi orta sertlikte malzeme kullanmak yeniden oluşma ve deformasyon aşamalarında problem çıkarmayacaktır.



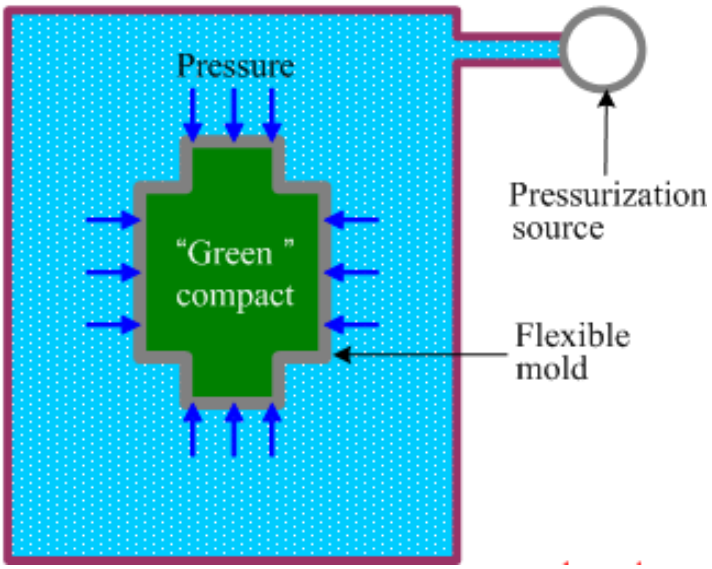
Şekil 2.5. Farklı partikül paketlenme yoğunluğuna sahip tozların basınca karşı yoğunluk değişimi (Rahaman, 2003)



Şekil 2.6. Yumuşak, orta sertlikte ve çok sert alümina tanelerinin yoğunlaşması (Rahaman, 2003)

2.1.2. İzostatik Presleme

İzostatik presleme toz içeren kapsülün her noktasından eşit basınç uygulanarak toza şekil verme yöntemidir. Basınç uygulanması esnasında yırtılmaya ve patlamaya karşı dayanıklı bir plastik torba veya plastik kalıp kullanılır. Yöntem ıslak torba ve kuru torba olmak üzere iki çeşide ayrılır.



Şekil 2.7. İzostatik presleme şematik çalışma prensibi (Methods of Compacting, 2013)

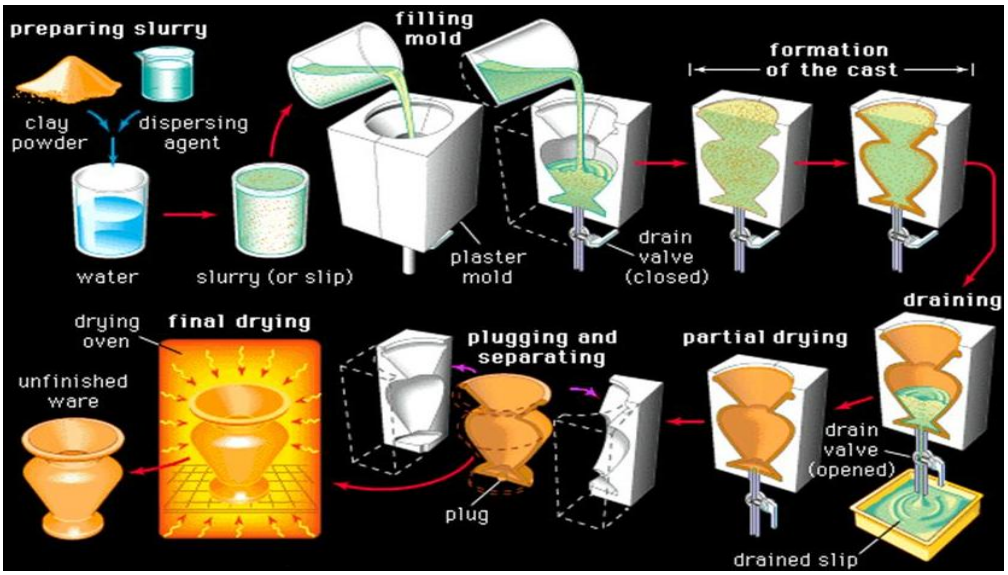
Islak torba metodunda tozla doldurulmuş kalıp sıvı veya yağ içeren bir kazan içine daldırılıp basınca maruz bırakılır ve parçaya şekil verilir. Islak torba metodu büyük ve karmaşık şekilli parçaların üretimi için idealdir. Kuru torba metodunda ise esnek kalıp yine bir basınç kazanının içine yerleştirilir ve kalıp sabitlenir. Uygulanan basınç etkisiyle parçaya üretilmek istenilen şekil verilir. Kuru torba metodu ıslak torba metoduna oranla seri üretime çok daha uygundur (Richerson 2006). Ancak bu yöntemde basıncın kontrol edilememesi veya işlem sonu basıncın hızlı bir şekilde parçanın üstünden ayrılması katmanlara ayrılma ve çatlak oluşumuna yol açabilir.

2.1.3. Çamur Döküm

En eski seramik üretim yöntemlerinden biridir. İnce tozlardan ve uygun bir sıvıdan oluşan çamur mikro gözenekli bir kalıba dökülür. Sıvının kalıp kesitinden kılcal olarak çekilmesi sonucu kısmen kurumuş ve kırılgan bir kabuk veya gövde elde edilir. Gözeneklerin sıvıya doyması ve kalınlaşması sonucu azalan geçirgenliği nedeniyle kuruma hızı zaman içinde azalır. Kalıptan çıkarılan döküm parçası bağlayıcılardan kurtulmak için yakılır ve arındırılır. Daha sonra ürün uygun sıcaklıkta sinterlenir. Şekil 2.8'de çamur dökümün şematize edilmiş hali görülmektedir.

Çamur dökümde kabuk kalınlaşma hızını modeline göre iki belirgin bölge vardır. Alt kısımdaki bölgede küçük tanelerin derişimleri yüksek ve üst bölgede ise büyük ve küçük

tanelerin birbirine oranı çamur ile aynıdır. Bu model üst ve alt bölgede kalınlıkların artışında parabolik bir eğri bulunduğunu söyler fakat her bölgede farklı kalınlaşma hızının bulunduğunu anlatır.



Şekil 2.8. Çamur döküm yöntemi (Britannica, 1997)

Döküm sonrası elde edilen ürünün mikroyapısına etki eden en önemli faktör karışımdaki asıltı dengesidir. Çökelmiş çamur çok fazla gözenek oluşmasına sebep olur. Çünkü basınç kalıp duvarından döküme doğru hızlı ve doğrusal olmayan bir şekilde düşer ve ara yüzeylerde gözenek oluşmasına sebep verir. Döküm kuruduktan sonra bölgesel gözenekleri olan güçsüz bir yapı oluşumuna sebep olur. Bu parametre haricinde tanelerin boyutu, yapı içinde dağılımı ve döküm sıcaklığı iç yapıyı etkileyen diğer faktörlerdir.

2.1.4. Enjeksiyonlu Kalıplama

Seramik enjeksiyonlu kalıplama plastik enjeksiyonlu kalıplamaya benzer ve plastikler için kullanılan donanım seramik parçaların üretiminde de kullanılabilir. Seramik malzemelerin enjeksiyonlu kalıplama yöntemiyle üretilmesi; tozun bağlayıcıyla karıştırılması, homojen bir karışımın oluşturulması, ham sıkıtın üretilmesi, düşük sıcaklıkta bağlayıcıların uçurulması ve yüksek sıcaklıkta sinterleme aşamalarından oluşur.

İnce taneli ve küresel şekilli toz kullanmak geniş parçacık dağılımına olanak sağlar ve yüksek yoğunluğa ve mukavemete yardımcı olurken, bağlayıcıların yapıdan uzaklaşması zorlaşır. Karışıma katılacak olan bağlayıcı miktarını ayarlamak çok önemlidir. Çünkü az

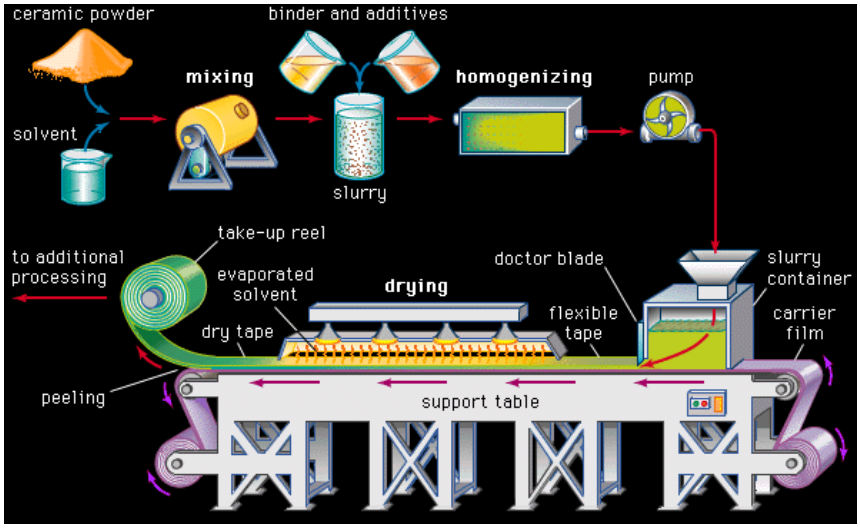
miktarda bağlayıcı bile viskozitenin yükselmesine ve yapıda hapsolmuş hava kabarcıklarının oluşmasına sebebiyet verebilir.

Hazırlanan karışım bir vidalı presle kalıba basılırken yüksek viskozite ve malzemenin düşük kırılma tokluğu üretimi zorlaştıran parametrelerdir. Karışım kalıba basıldıktan sonra hızlı soğutulup kalıptan çıkarılır.

Bu yöntem küçük ve karmaşık şekilli parçaların üretiminde ideal olmasına rağmen, üretimde sıklıkla hatayla karşılaşılan bir yöntemdir (Bengisu, 2006).

2.1.5. Şerit Döküm

Şerit döküm sıyırıcı bıçak isimli bir aparat ile hazırlanmış çamurun plastik veya metal bir tabaka üzerine dökülerek bıçak yardımıyla düzleştirilmesi işlemine denir. Uzun şeritlerin imalatında bıçak sabit ve çamurun döküldüğü tabaka hareketliyken, kısa şeritlerin dökümünde altlık sabit bıçak hareket ederek döküm işlemi yapılır. Kurutma işleminde çamura katılan bağlayıcılar buharlaştırılırken, polimer bağlayıcılar kullanıldığında üretilen şerit altlığa yapışabilmektedir. Kurutma işleminden sonra üretilecek malzemeye göre rulo halinde yada şeritler halinde alınıp istenilen boyutlarda kesilir. Döküm işleminde 10 μm ile 1 mm arasında değişen kalınlıklarda üretilebilir (Carter, 2007). Şerit dökümde kullanılan katkı maddelerin miktarının ayarlanması çok önemlidir ve üretilen yapı ince olduğundan boşluk oluşumuna dikkat edilmesi gerekir, özellikle dağıtıcı miktarının çok iyi ayarlanması gerekir. Döküm esnasında bıçak boşluğu gereğinden fazla olursa topaklanma ve yapıda gözenek oluşumu görülebilir. Şekil 2.9'da şerit döküm yönteminin şematize edilmiş hali gösterilmektedir.



Şekil 2.9. Şerit döküm yöntemi (Britannica, 1997)

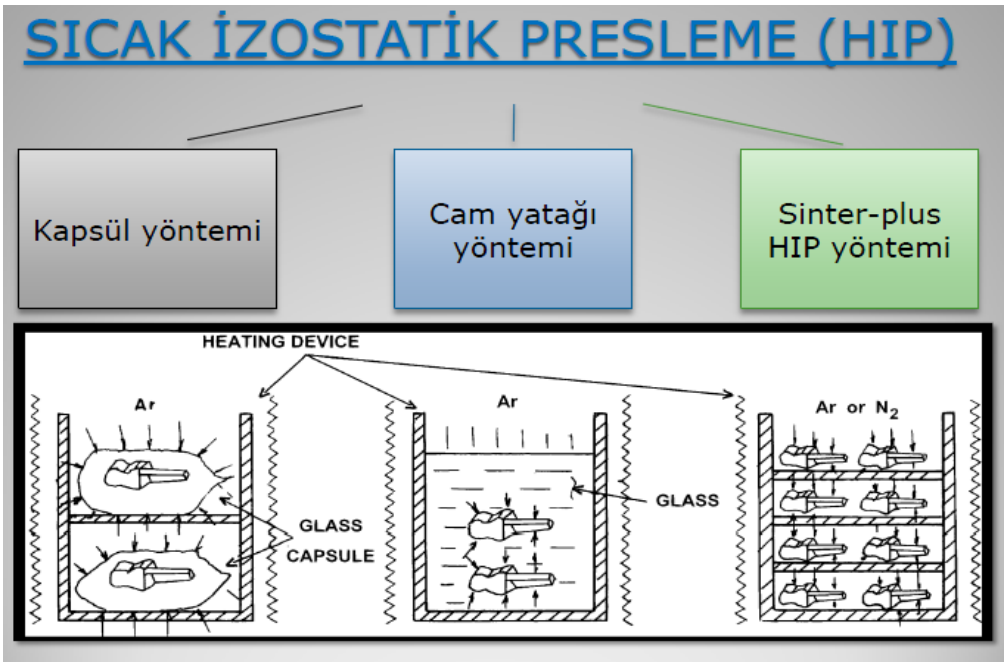
2.1.6. Sıcak İzostatik Presleme

Sıcak izostatik presleme tekniği metal ve seramik içeren malzemelerin üretilmesinde ve geliştirilmesinde önemli rol oynar (Bernal 2004). Sıcak izostatik presleme tekniğinde yüksek sıcaklık ve yüksek basınç uygulamak tam yoğun ve izotrop malzeme üretimine olanak sağlar. Bu yöntemde malzemenin kesin ölçüsüne ulaşmak onu diğer yöntemlerden üstün ve araştırılmaya değer kılar. Sıcak izostatik presleme tozun dayanımını arttırmak için; döküm parçaya, soğuk preslenmiş veya sinterlenmiş parçaya da yapılır. Sıcak izostatik presleme prosesinde sıcaklığı ve basıncı yükseltmek iç yapıdaki mikro büzülmeleri yok eder ve havacılık endüstrisi gibi özel parçalar gerektiren sektörlerde yükselen bağlanma sorunlarına yanıt verir. Sıcak izostatik presleme mühendislere kritik parçalarda ve yüksek gerilme altında çalışan parçaları dizayn edebilme olanağı sağlar. Şekil 2.10'da sıcak izostatik presleme yönteminin şematize edilmiş hali gösterilmektedir.

Yüksek performans seramiklerinin önem kazandığı son yıllarda PSZ, Si_3N_4 ve SiC malzemeler uygulamalarda ilk kullanılmaya başlanmıştır.

Temelde 3 çeşit sıcak izostatik presleme yöntemi bulunmaktadır.

a) Kapsüllü ve Kapsülsüz metod
b) Cam banyosu metodu
c) Sinterleme ve sıcak izostatik presleme metodu olarak üçe ayrılır.



Şekil 2.10. Sıcak izostatik presleme yöntemleri (Basınçlı sinterleme yöntemleri, 2013)

2.1.6.1. Kapsüllü ve Kapsülsüz Metod

Kapsüllü metodda kompaktı çevreleyen bir metal konteyner veya cam ampül olmalı ve basıncı malzemeye iletmelidir. Kullanılan kapsül malzemesi sıcaklığa dayanıklı olmalı, gaz ve kapsül malzeme ile tepkimeye girmemelidir. Bu teknikte malzeme boron nitrit tozu içine gömülür. Daha sonra silika cam içine alınır. Boron nitrit tozları basıncı malzemeye iletirken bir stres veya etkileşim bölgesi ortaya çıkmaz. Ancak bu teknikte bile aşılması gereken; büyük parçaların kapsüllenmesi, kapsül malzemesi ve materyal arasında reaksiyon olmaması, kapsülden çıkarma esnasında mamüle zarar verilmemesi, istenilen mekanik özelliklere ve iç yapıya ulaşma ve ekonomi gibi problemler bulunmaktadır. Ancak kapsül metoduyla ulaşılan yoğunluğa henüz herhangi bir malzeme veya herhangi bir teknikle ulaşılamamıştır.

Kapsülsüz metotda yine kapsüllü metot gibi basınç ve sıcaklık ile malzemeyi sıkıştırıp yoğunlaştıran bir işlemdir. Bu işlemde malzeme içindeki ve yüzeye çok yakın bölgelerdeki gözenekler yok edilip yüksek yoğunluğa ulaşılabilir. Ancak malzeme yüzeyindeki gözenek ve çukurlar yok edilemezler. Bu metot yoğunluk için idealdir ancak malzeme öncesinde sinterlenmiş olması gerekir. Bu yüzden tozlara direk uygulanamaz.

2.1.6.2. Cam Banyosu Metodu

Bu metotta gözenekli parça tozdan yapılmış bir kapsül içine gömülür ve düşük bir sıcaklıkta işlem görür. Malzeme eriyen cam içinde kalır. Bazen malzemenin içindeki gözeneklere eriyen cam girer bu durumda malzemenin üzerine özel bir kaplama yapmak gerekebilir.

2.1.6.3. Sinter+Sıcak İzostatik Pres Metodu

Bu metod karmaşık şekilli parçaların üretimi için en ideal metoddur. Kapsülsüz olarak yüksek basınç ve sıcaklığa çıkılır. Kompakt önce sinterlenir ve hemen arkasından sıcak izostatik preslenir. Bu yöntemde küçük büzülmelerle yüksek yoğunluğa ulaşmak istenir. Tek dezavantaj ise sıcak izostatik presleme işleminden önce sinterleme gerektirmesidir. Bu işlem bir metalin ana malzeme üzerinde eriyip onu kaplamasına ve sert bir yapı oluşturmasına izin verir. Bu yöntemde aynı şekilde yüzeydeki çatlakları ya da boşlukları kapatmayacaktır.

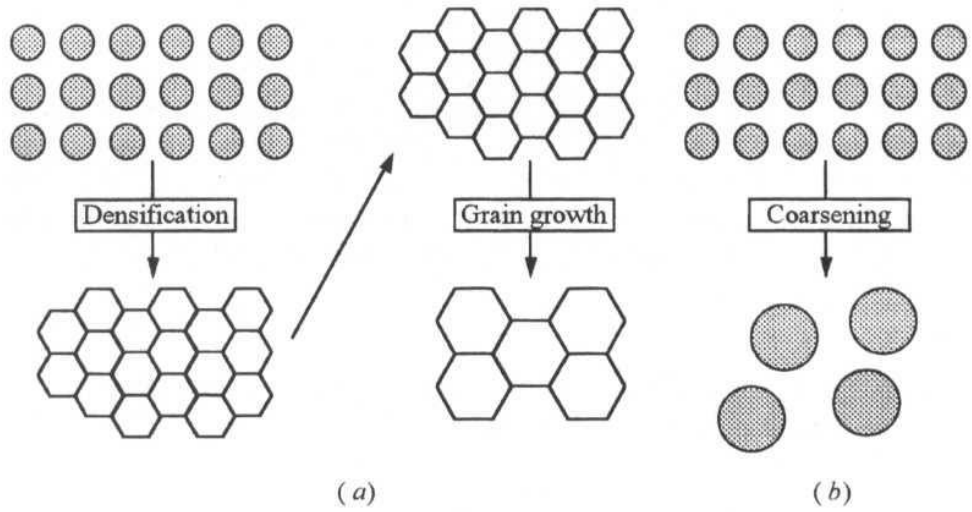
2.2. Sinterleme

Sinterleme termal enerjiyi kullanıp kontrollü olarak malzemeyi istenilen yoğunluğa ulaştırma işlemidir (Rahaman, 2003). Seramik malzemelerin birçoğu mikroyapıyı istenilen özelliklere ulaştırmak için sinterleme işlemine tabii tutulurlar. Sinterleme, birbirine temas eden parçacıkların yüksek sıcaklıklarda birbirine bağlanmasını sağlar. Bu bağlanma, ergime sıcaklığının altında katı halde atom hareketleriyle oluşur (Rahaman, 2003). Sinterleme ile üretilen parçalarda tanecik boyutu kontrolü, yoğunluğu, gözenek dağılımı gibi mikroyapı özellikleri kontrol edilebilir.

Sinterleme prosesinde sinterleme sıcaklığı, uygulanan basınç, ortalama tane büyüklüğü, gaz atmosferi gibi kontrol edilebilen parametreler üretilen malzemeyi doğrudan etkilerken; tane büyüklüğü, paketlenme yoğunluğu gibi kontrol edilmesi zor parametrelerinde malzeme karakteristiğine önemli etkileri olmaktadır.

Sinterleme, yüksek sıcaklıklarda atomların yayınımı ve küçük parçacıkların yüzey enerjisinin azalmasıyla gerçekleşir. Birim hacimdeki yüzey enerjisi parçacık boyutu ile ters orantılıdır. Bu nedenle, daha yüksek özgül yüzey alanına sahip olan küçük boyuttaki parçacıklar daha yüksek enerjiye sahiptir ve daha hızlı sinterlenir. Fakat, yüzey enerjisinin tamamı sinterlenmeye harcanmaz. Kristal yapılı katılarda, hemen hemen bütün parçacık temas noktaları sınırlarını enerjisine sahip olan tane sınırı oluşturur. Böylece boyun büyümesi yüzey enerjisini azaltırken, tane sınırı enerjisini artırır. Doğal olarak, bu sadece yüzey enerjisindeki azalmanın tane sınırı enerjisindeki artıştan yüksek olması durumunda meydana gelir (Rahaman, 2003).

Sinterleme prosesinde geri planda duran ama sinterlemeyi gerçekleştiren itici güçler bulunmaktadır. Bunlar yüzey eğrilikleri, eğrilik kaynaklı oluşan yüzey basınçları ve kimyasal reaksiyonlar olarak tanımlanır. Eğri yüzeyler birbiriyle temas ettikçe boyun verme başlar ve şekil 2.11'deki gibi yüzey enerjisi azalırken, tane büyümesi gerçekleşir. Tanelerin birbiriyle temasıyla birlikte yüzey enerjisi azalır tane sınırları yeniden oluşmaya başlarken yapıdaki boşluklar erimeye ve taneler birleşmeye başlar. Yüzey enerjisi azalırken daha büyük taneler ve tane sınırları yeniden oluşur (Barsoum, 2003).



Şekil 2.11. Sinterlemede tanelerin oluşumu mekanizmaları a) tane büyümesi b) tane irileşmesi (Barsoum, 2003)

Kavisli iki tane yüzeyi temasında iç bükey yüzeylerde negatif gerilme, dış bükey yüzeylerde ise pozitif gerilmeler meydana gelir. Böylece sinterleme işlemi sırasında iç bükey yüzeyler basma gerilmesi altında, dış bükey yüzeyler ise çekme gerilmesi ile yüklenir. Bu gerilmeler altında tane sınırları yeniden şekillenir ve büyür. Tane sınırlarında biriken gözeneklerde sinterlemede yok edilebilirse bir itici güç oluştururken, yok edilemezse tane sınırlarında gözenek olarak kalır, hatta yok edilemeyen gözenekler içinde gaz varsa yoğunlaşmayı da durdurabilir.

2.2.1. Katı Hal Sinterleme

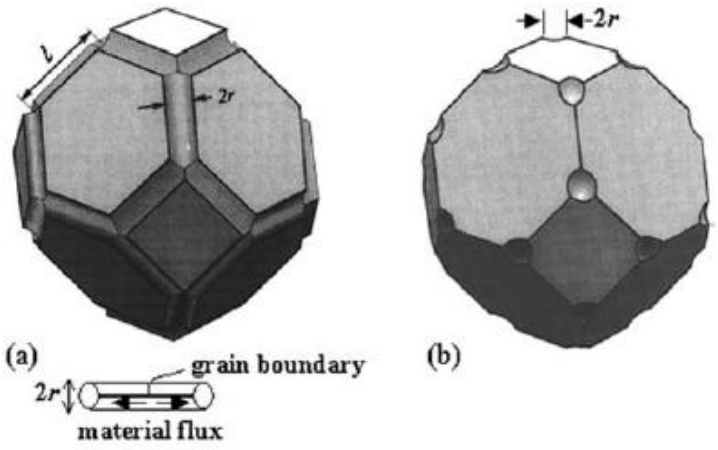
Katı hal sinterlemesi genel olarak ilk aşama, ara aşama ve final aşaması olarak üç bölümden oluşur. Başlangıç aşaması taneler arasında boyun oluşumu %2-3 arasında kompaktta oluşan büzülmenin gerçekleştiği aşamadır. Ara aşamada gözenekler izole edilmeden önce malzemenin yoğunluğu %93'e kadar çıkar. Son aşama ise izole edilmiş gözeneklerle yoğunlaşmanın tamamlandığı aşamadır.

Sinterlemenin ilk aşamasında ara yüzeyde temaslar başlar. Taneler arasında sınır değişimi görülür. Buhar transferi ve plastik deformasyonlar görülür. Taneler birbiriyle temas etmeye başladıkça itici güçler sayesinde boyun vermeler başlar. Yapıdaki boşlukların basıncı zamanla azalır ve gözenekler de çökelme ve kaybolma başlar. Buraya enerjisi yüksek taneler yerleşmeye başlar.

Ara aşamada sinterlemenin büyük bölümü gerçekleşir. Bu aşama gözenek yuvarlaklaşması, tane büyümesi ve genellikle yoğunluk artışı ile tamamlanır. Tane sınırları gözenekler ile kesişmeye başlar ve gözenekler küçülür. Bunun sonucunda taneler büyür ve sinterleme yavaşlar. Sinterlemenin ara ve son aşamalarında, tane şeklinin tane sınırlarında silindirik şekilli gözeneklerin bulunduğu on dört kenarlı tetrakaidekahedron oluştuğu varsayılır.

Ara aşamada yoğunlaşma hacim ve tane sınırı yayınımı ile gerçekleşir. Tane sınırlarında bulunan gözenekler kaybolur ancak tane sınırlarında bulunmayan gözenekler kararlı bir şekilde kalır. Ara aşama sinterlemesinde gözenek yuvarlaklaşması ve gözenek göçünden de anlaşıldığı gibi yüzey taşınımı etkilidir.

Sinterlemenin son aşaması kapalı gözenekler ile olur. Şekil 2.12'deki gibi son aşama sinterlemesi sırasında gözenekler kapalıdır, izolelidir ve küresel veya mercek olma eğilimindedir. Eğer kapalı gözenekler hareketli ise tane büyümesi sırasında tane sınırları ile birlikte hareket ederek yoğunlaşmanın sürmesini sağlar. Gözenek tane sınırından ayrıldığında küresel olur ve bazı durumlarda tane büyümesi gibi gözenek büyümesi de oluşur. Bu durumda gözenek sayısı azalırken gözenek boyutu da artar. Yapıyı istenilen yoğunluğa ulaştırmak zorlaşır.



Şekil 2.12. Sinterlemenin ortasında ve sonunda şematik tane şekilleri (Kang, 2005)

2.2.2. Sıvı Fazlı Sinterleme

Sinterleme sırasında sıvı faz oluşumu sinterleme hızını büyük ölçüde arttırır. Esas olarak sıvı faz, taneleri birbirine bağlayan ve içinde hızlı yayınım olan bağlantıyı oluşturur. Sıvı faz sinterleme için temel ihtiyaç ıslatmadır.

Islatan bir sıvı filmi yoğunlaşmaya yardımcı olan ve kılcal kuvvet olarak tanımlanan yüzey gerilmesi doğurur. Islatma, katının sıvı içinde çözündüğü durumlarda geçerlidir.

Sıvı fazlı sinterlemede yoğunlaşma aşamaları, sıvı yayılımı, çözelti-çökelme ve kaynaşma olarak sıralanabilir. Başlangıçta ıslatma sırasında taneler katı hal sinterlemesiyle birbirine bağlanır. İlk sıvı oluştuğunda, tanelerin yeniden düzenlenmesi ile hızlı bir yoğunluk artışı olur. Oluşan sıvı katıyı ıslatarak oluşmuş olan katı bağlarını çözer ve yeniden düzenler.

Düşük çözünürlüklü veya iri taneli sistemlerde yoğunlaşma yavaştır. Sıvı miktarı arttıkça yoğunlaşma daha kolay olur ancak, yer çekimi etkisinden dolayı ham parça çökmesi sorun olur. Eğer sistemde sıvı yoksa sinterleme katı hal işlemleri ile gerçekleşirken fazla sıvı varsa da bazı durumlarda parça şeklini koruyamayabilir.

Sıvı ile temas eden katı, kararlı bir katı-sıvı yapısı ortaya çıkarır. Katı tane kendisini çevreleyen sıvı ile kararlı bir boyun oluşturduktan sonra denge durumuna geçer. Sıvı fazlı sinterleme sırasında katı taneler şekil değişimine uğrar ve komşu tanelerle aralarında daha sıkı yerleşmeyi sağlayan düz yüzeyler oluşturur. Tane şekli yerleşmesi sıvı fazı serbest bırakarak kalan gözenekleri doldurmasını sağlar.

Tane irileşmesi de sıvı fazlı sinterlemenin bir parçasıdır. Tane büyümesinin büyük bir kısmı çözelti-tekrar çözelme aşamasında olmaktadır. Sıvı fazlı sinterlemede tane boyut dağılımı kendine has bir durum gösterir. Yani ilk parçacık boyut dağılımında bağımsız olarak, sinterlenmiş tane boyutları aynı özellikte dağılım gösterir.

2.3. Seramik Malzemelerin Mekanik Özelliklerini Belirleme Yöntemleri

İç yapıdaki kusurlar malzemenin mekanik özellikleri üzerinde büyük rol oynarlar. Seramikler oda sıcaklığında çoğu metal ve polimere oranla kırılgandırlar. Ancak seramiklerin yüksek sıcaklıkta aşınma dayanımı gibi bazı özellikleri de onu diğer malzemelere üstün kılmaktadır. Malzemelerin çeşitli mekanik özelliklerini belirlemek için bazı testler yapmak gerekir. Bu testler ışığında malzemeyi nerede ve hangi ortam şartlarında kullanacağımızı bize bildirir.

2.3.1. Çekme-Basma Testi

Çekme testi metal malzemelerde çok sıklıkla kullanılsa da seramik malzemeler kırılgan bir yapı gösterdiğinden pek tercih edilmez. Çünkü yapıdaki en ufak kusurda dahi kırılgan yapılarından dolayı ani kopma gösterirler ve uygulanan yükün doğrusal olması gerekir.

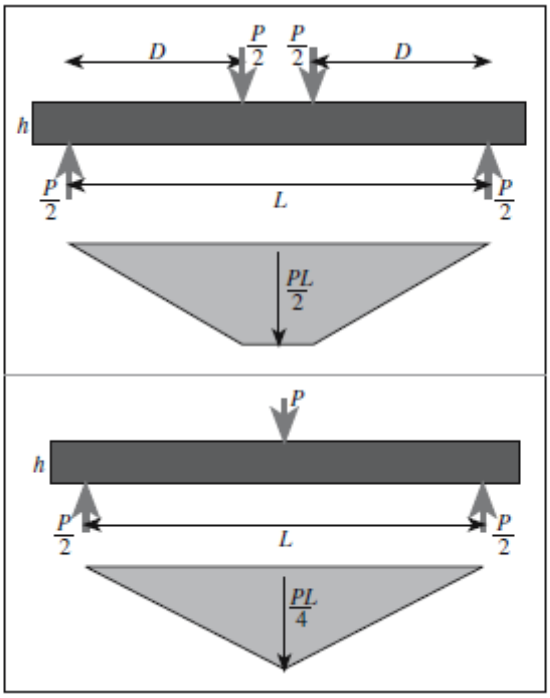
Metal malzemelerde çekme ve basma dayanımları çoğunlukla birbirine yakın değerler verirken, seramik malzemelerde durum farklıdır. Seramik malzemelerin basma dayanımı çekme dayanımına oranla çok daha yüksektir. Çünkü çatlaklar basma gerilmesi altında kapanmaya zorlanır ve diğer kusurların etkisi bu tip bir yükte çok daha azdır. Çekme gerilmesi denklem 2.2'de eşitlikte olduğu gibi hesaplanır.

$$\sigma = \frac{F}{A} \tag{2.2}$$

F =Kuvvet(N) A= Yüzey Alanı(mm^2) σ = Gerilme (MPa)

2.3.2. Üç Nokta ve Dört Nokta Eğme Testi

Çekme testinin seramik malzemelerde yüksek maliyet ve zorluklarından dolayı malzemenin çekme mukavemeti genellikle eğme testi ile belirlenir. Bu testler 3 nokta ve 4 nokta eğme testleridir. 4 nokta eğme testi 3 nokta eğme testine göre daha doğru sonuçlar verir. Şekil 2.13'de 3 nokta ve 4 nokta eğme testinin şematize edilmiş hali gösterilmektedir.



Şekil 2.13. 3 nokta ve 4 nokta eğme testi (Carter, 2007)

Kirişin kırılma anında gösterdiği en yüksek çekme gerilimidir (σ_r) ve genelde modulus of rupture (MOR) olarak tanımlanır.

Üç nokta eğme testi $\sigma r = \frac{3PL}{2WB^2}$ (2.3)

Dört nokta eğme testi $\sigma r = \frac{3PD}{2WB^2}$ (2.4)

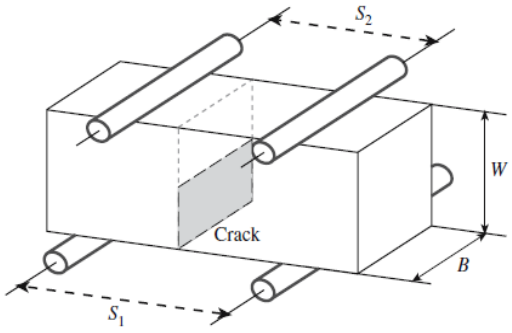
Formül 2.3 ve 2.4'deki W kirişin uzunluğu B ise kirişin kalınlığıdır.

Eğme testlerinde tane büyüklüklerinin farklı olması sonucu etkileyebilir. Bunun yanında seramik malzemeler kırılgan olduğu için yapıdaki kusurlar da test sonucunda farklılık yaratabilmektedir.

2.3.3. Kırılma Tokluğu Testi

Seramik malzemelerde kırılma tokluğu bir çok yöntem ile ölçülebilir. En yaygın metotlar ise basma izi ve eğmedir.

Eğme dayanımı testinde malzemenin üzerine elmas uçlu kesici bıçakla çentik açılır. Şekil 2.14'deki gibi elmas bıçakla açılan çentik düz bir şekil (SENB) veya chevron şeklinde bir çentik olabilir. Daha sonra parçaya genellikle dört nokta eğme testi yapılır ve parçanın dayanabildiği maksimum kuvvette denklem 2.5 ile tokluğu hesaplanır (Carter, 2007).



Şekil 2.14. Kırılma tokluğu testi

$$Kıc = \frac{3\sqrt{c(S_1 - S_2)}\,\xi F_{max}}{BW^{\frac{3}{2}}} \quad (2.5)$$

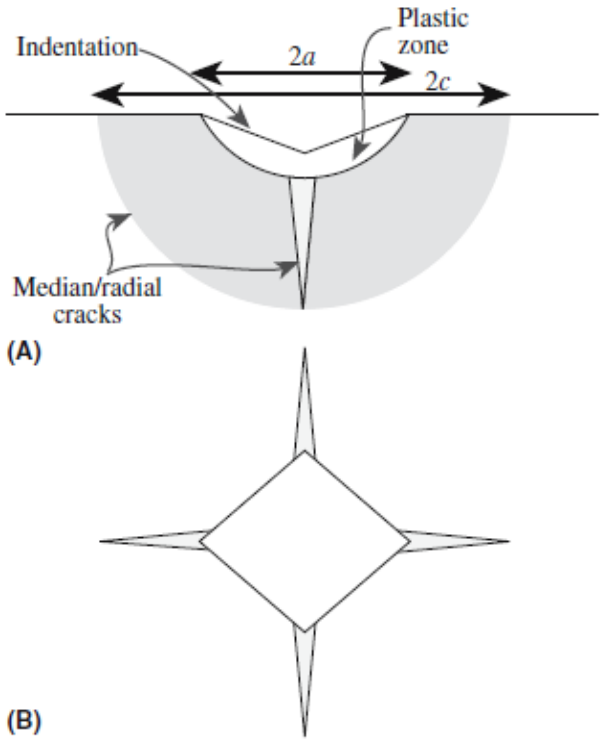
Denklemdeki c çatlak boyu, ξ hata faktörüdür.

Teorik açıdan incelendiğinde kırılma direnci (K_R) iz çatlağı tekniği ile elde edilir ve bu kırılma tokluğundan (K_{IC}) klasik standart metodlardan örneğin SENB'den farklıdır çünkü K_R metodunda test malzemesinin çatlağı durdurması incelenirken, diğerlerinde mevcut çatlağın hızlıca ilerlemesi incelenir (Quinnve Bratd, 2007; Miyazaki ve ark., 2009).

İz testi ile ölçmede bir batıcı uç kullanılır. Elmas batıcı uç parçaya bir yük altında uygulanır. Yük kaldırıldığında parçada oluşan çatlağın uzunluğu ve sertliği ölçülerek kırılma tokluğu denklem 2.6 ile hesaplanır (Anstis ve ark., 1981).

$$K_{IC} = \frac{\xi\left(E/H\right)^{n} P}{c^{\frac{3}{2}}} \tag{2.6}$$

Bu denklemde P uygulanan yük, ξ malzemeden bağımız bir sabittir (seramikler için genelde 0,016±0,04 değeri kullanılır), n değeri Vickers uç ile üretilen radyal çatlaklar için boyutsuz bir sabittir ve bir çok araştırmacı (Miyoshi ve ark., 1985), Lawn ve arkadaşlarının (1980) geliştirdiği denklemle bulduğu 0,5 değerini kullanmışlardır. E malzemenin elastisite modülü, H malzemenin Vickers sertliği ve c ise şekil 2.15'te görüldüğü gibi yüzeyde oluşan çatlak boyunun yarısıdır.



Şekil 2.15. İz testi ile tokluk ölçüm yöntemi (Carter, 2007)

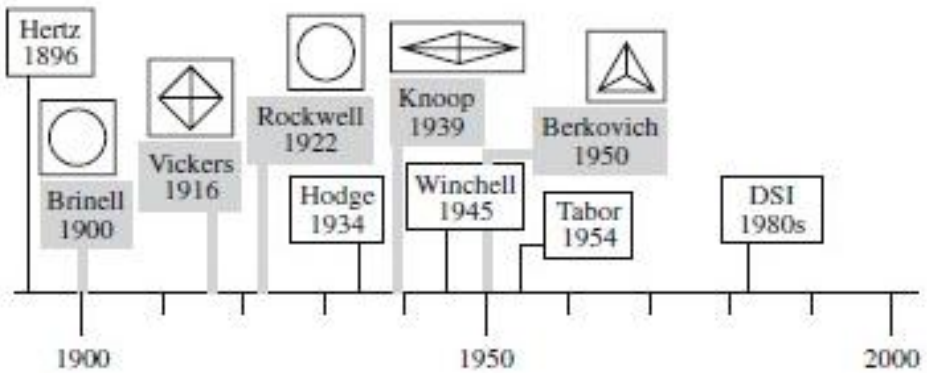
2.3.4. Sertlik Testi

Seramik malzemelerin sertlik değerleri çoğunlukla batıcı uçlar kullanılarak yapılan testler sonucunda belirlenir. Temel mantık batıcı bir uç ile malzeme üzerine iz bırakılır. Daha sonra batıcı ucun bıraktığı izin alanı ölçülür ve uygulanan kuvvete bölünerek denklem hesaplanır. Örneğin Vickers sertliği ASTM C1327-03'e göre denklem 2.7'ye göre hesaplanır.

$$HV = 0{,}0051844(P/d)^2 \quad (2.7)$$

Burada P uygulanan yük (N) ve d ise izin iki diyagonalinin uzunluklarının ortalamasıdır (Carter, 2007).

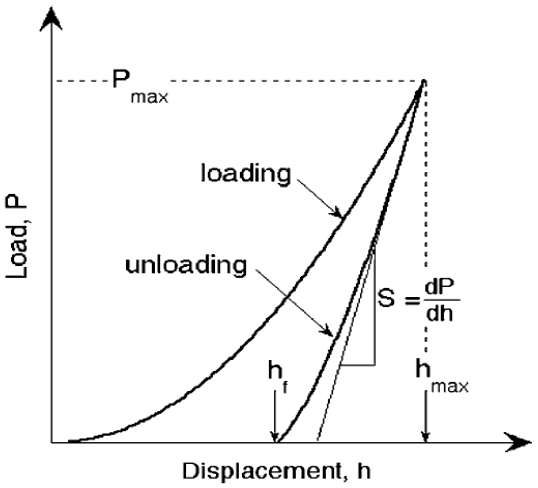
Test yapabilmek için birçok farklı batıcı uç bulunmaktadır. Ancak malzemeye göre doğru ucu seçmek önemlidir. Çünkü seramik malzemelerde yüzeydeki çatlaklar ve yapıdaki bozukluklar test sonucunu önemli ölçüde etkilemektedir. Şekil 2.16'da yaygın olarak kullanılan sertlik ölçe yöntemleri ve bu yöntemlere ait batıcı uçların görüntüleri yer almaktadır.



Şekil 2.16. Yaygın olarak kullanılan sertlik ölçüm uçları ve şekilleri (Carter, 2007)

2.3.5. Nanoindentasyon Testi

Nanoindentasyon testi ile sertlik, elastisite modülü ve kırılma tokluğu ölçümü yapılabilir (Pharr, 1998; Pharr, 2003). Bu yöntemde uygulanan yüke karşılık batma derinliği sonucu oluşan eğriler sonuç almamızı sağlar. Yük uygulanıp geri boşalma esnasında malzemede elastik ve plastik şekil değiştirmeler olur. Malzeme üzerindeki yük boşalma esnasında malzeme kısmen orijinal şekline geri döner. Bu esnada elastik bölgenin eğimi bize sertlik ve modül hakkında bilgi verir. Şekil 2.17'de nanoindentasyon grafiği örneği görülmektedir.



Şekil 2.17. Nanoindentasyon testinde yük ve deplasman grafiği (Pharr, 2003)

Nanoindentasyon tekniği sertlik ve elastisite modülü değerlerinin yanı sıra faz dönüşümleri, çatlaklar ve film katmanı hakkında da bilgi verdiği için güçlü bir yöntemdir. Bunların yanında karbon nanotüpler için bu metot çok idealdir.

Statik sertlik ölçme yöntemlerinde yüke bağlı izin bıraktığı alandan yola çıkarak sertlik hesaplanırken, nanoindentasyon yöntemi ise bir dinamik sertlik testi yöntemidir ve uygulanan yük ile elmas ucun malzeme yüzeyine batma ve uç geri gelirken yüzeyin toparlanma derinlikleri ölçülerek sertlik hesaplanır.

Tüm bunların yanında bu metotta da hala çözülememiş sorunlarda bulunmaktadır. Çünkü malzeme yapısından kaynaklı oluşan akmalar ve viskoelastik durum zamana bağlı deformasyon elde etmede sonuç verememektedir (Pharr, 2003).

Derinlik algılamalı mikro ve nano indentasyon teknikleri küçük ölçeklerde özellikle sertlik ve elastisite modülü gibi mekanik özellikler için yaygın olarak kullanılmaktadır (Oliver ve Pharr, 2004). Malzemelerin mekanik özellikleri sertlik izinin görüntüsüne gerek olmadan direk olarak indentasyon yükü ve deplasman ölçümleriyle elde edilebilir (Oliver ve Pharr, 1992). Yüksek çözünürlüklü ekipmanlarla mikron ölçekte ve nano ölçekte izler ölçülebilir (Pethica ve ark., 1983). Bu yüzden ince filmlerin ve çok küçük ölçekte yapıların özelliklerini belirlemek için bu yöntem birincil tekniktir (Pharr, 1998).

Sertlik iz derinliğine duyarlıdır. Sertlik bir malzeme özelliği olarak kabul edildikten sonra, iz yükü ve ölçüsüyle çeşitlilik göstermemelidir. Ancak araştırmacılar kaplamalarda ve dökme malzemelerin sertlik değerlerini düşük yüklerde iz boyutuna bağımlı olarak kabul etmişlerdir (Pharr, 1998; Krell ve Schädlich, 2001). Küçük ölçeklerde malzemenin mekanik özellikleri kütle formunda test edildiğinde daha yüksek çıkmaktadır. Bu durum iz boyut etkisi olarak isimlendirilir

ve düşük yüklerde konik inderter veya radyusu azalan küre biçimli indenter kullanımında sertlik azalan iz derinliğiyle birlikte artar (Swadener ve ark., 2002; Huang ve ark., 2006). Mekanik olarak da bu durum açıklanırsa plastik şekil değiştirmeye meyilli bölgelerde dislokasyonlar buna uyum sağlarlar (Shim ve ark., 2008; Pharr, 1998).

BÖLÜM 3

3. MATERYAL VE METOT

3.1. Kullanılan Malzemeler ve Özellikleri

Bu çalışmada üretilen seramik malzemelerin hammaddesi olarak iki farklı tip alümina (BMA15 ve CT3000SG) ve spinel (S30CR) tozları kullanılmıştır. Bu malzemeleri ayrı ayrı ya da beraber presleyip, sinterleyerek güçlü bir yapı oluşturulmaya çalışılmıştır.

3.1.1. Alümina (Almatis CT3000SG)

Bu çalışmada ALMATİS firmasının püskürtmeli kurutma yöntemiyle ürettiği CT3000SG kodlu ticari alümina kullanılmıştır. Bu toz yüksek aşınma direnci, yüksek saflık ve düşük sıcaklıklarda da iyi sinterlenme özelliklerine sahiptir. Tozun bazı fiziksel ve kimyasal özellikleri tablo 3.1'de görülmektedir.

Tablo 3.1. Alümina (CT3000SG) tozunun kimyasal ve fiziksel özellikleri (Alümina Tozu, Almatis Inc., 2013)

KİMYASAL ÖZELLİKLER (% bileşim)		**FİZİKSEL ÖZELLİKLER**	
Al_2O_3	99,7	Özgül Yüzey alanı (m^2/g)	7
Na_2O	0,08	Birincil kristal boyutu d50 (µm)	0,6
Fe_2O_3	0,02	Tanecik boyutu, d50 (µm)	200
SiO_2	0,02	Elek büyüklüğü > 63 µm (%)	90
CaO	0,03	Kitle(bulk) Yoğunluğu (g/l)	900-1200
MgO	0,10	Nem (%)	0,3-0,6

3.1.2. Spinel (Baikowski S30CR)

Bu çalışmada kullanılan spinel tozu BAİKOWSKİ firmasının ürettiği S30CR kodlu ticari bir toz ürünüdür. Bu toz yüksek sertlik, iyi ısıl iletkenlik, yüksek yoğunluk, yüksek aşınma direnci gibi mekanik özellikler sergilemektedir. Tozun bazı fiziksel ve kimyasal özellikleri tablo 3.2'de görülmektedir.

Tablo 3.2. Spinel (S30CR) tozunun kimyasal ve fiziksel özellikleri
(Spinel Tozu, Baikowski Int. Corp., 2013)

KİMYASAL ÖZELLİKLER (ppm)		**FİZİKSEL ÖZELLİKLER**	
Fe	10	Özgül Yüzey alanı (m^2/g)	30±5
Na	10	Tane boyut dağılımı(Sedigraph) d50 (µm)	0,2
Si	20	Kristal fazı– XRD (% spinel)	≥99
Ca	5	Kitle (Bulk) Yoğunluğu	0,3

3.1.3. Alümina (Baikowski BMA15)

Bu çalışmada kullanılan diğer bir alümina çeşidi de BAİKOWSKİ firmasının ürettiği BMA15 kodlu ticari ürünüdür. Bu toz yüksek sertlik, iyi ısıl iletkenlik, yüksek yoğunluk ve iyi sinterlenme özelliklerine sahiptir. Tozun bazı fiziksel ve kimyasal özellikleri tablo 3.3'de görülmektedir.

Tablo 3.3. Alümina (BMA15) tozunun kimyasal ve fiziksel özellikleri
(Alümina Tozu, Baikowski Int. Corp., 2013)

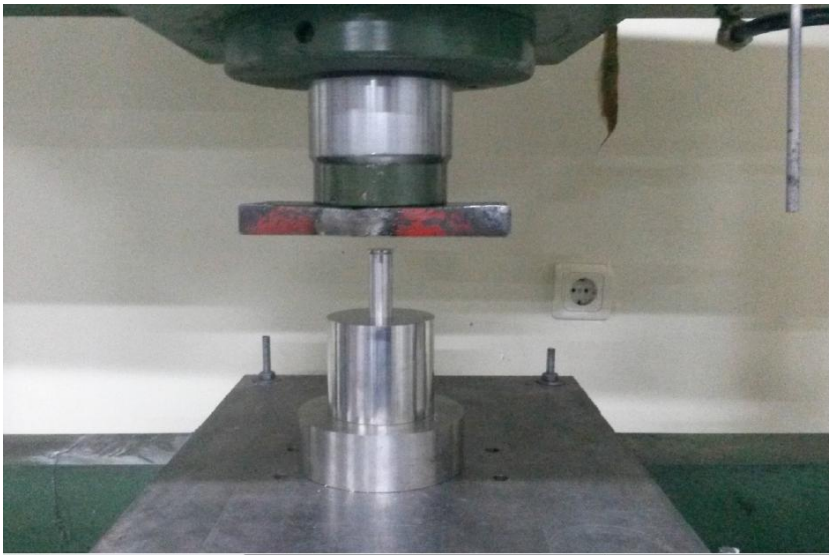
KİMYASAL ÖZELLİKLER (ppm)		**FİZİKSEL ÖZELLİKLER**	
Fe	6	Özgül Yüzey alanı (m^2/g)	16
Na	12	Kristal Yapı	Alpha
Si	10	d50 (µm)	0,15
Ca	2	Nihai Parçacık Boyutu (nm)	100-150
K	20	Kitle Yoğunluğu (g/cm^3)	0,90
Mg, T, Cr, Mn, Ni, Cu, Zn	<1 (her biri için)	Ham Yoğunluk (g/cm^3)	2,17
		Sinterlenmiş yoğunluk (g/cm^3)	3,95

3.2. Malzemelere Uygulanan İşlemler

3.2.1. Kuru Presleme

Kuru preseleme seramik üretimi için en basit ve en kolay yöntem olduğundan numunelerin tek eksenli kuru presleme yöntemi kullanılarak üretimi tercih edilmiştir.

Üretim için 4 parçadan oluşan bir kalıp düzeneği hazırlanmıştır. Kalıp şekil 3.1'de görülmektedir. Kalıp iç çapı 10 mm'dir. Uygulanan basınç 100-150 MPa arasındadır.



Şekil 3.1. Pelet üretiminde kullanılan kalıp

Üretilen numuneler daha sonra uygulanacak işlemler sonrasında kıyaslama yapabilmek için aynı kütlelerde olmasına özen gösterilmiştir. Kalıpta basılan numunelerin çap/boy oranının 0,5'ten küçük olmasına dikkat edilerek toz numune kalıpta preslenmeye çalışılmıştır. İkili malzemelerde ayrıca farklı tiplerde alüminanın yapıya etkisini incelemek amacıyla CT3000SG ve BMA15 olmak üzere 2 çeşit alümina ve S30CR spinel ise sabit olarak kullanılmıştır.

3.2.1.1. Tekli Malzemelerin Kuru Preslenmesi

Tekli numunelerin preslenmesinde önce preslenecek kütle hassas terazide ölçülerek ağırlığı 0,8 gram olmasına özen gösterilmiştir. Ağırlığı ölçülen toz bir huni yardımıyla önce kalıba doldurulmuştur. Daha sonra kalıp alt kalıbın içinde hafif bir titretme hareketiyle sarsılarak

tozun içindeki boşlukların en aza indirilmesi sağlanmıştır. Ardından kalıp zımbası kalıbın içine yerleştirilip, kalıp presin ağzına koyulmuştur. Kalıp merkezi ile pres tablası merkezi eş noktaya getirilip 10-15 saniye aralığında toz malzeme 120 MPa basınç altında preslenmiştir. Alümina (Al_2O_3), spinel ($MgAl_2O_4$) tekli malzemeleri ve alümina-spinel ikili malzemeleri kıyaslama yapabilmek için eş basınçta (120 MPa) preslenmiştir.

Üretilen numuneler çok küçük çaplı ve hacimli olduğu için bağlanma problemi çok nadir görülmüştür. Bu yüzden bağlayıcı ve yağlayıcıların kullanımı tercih edilmemiştir. Ayrıca bağlayıcı ve yağlayıcıların parçadan uzaklaştırılması için yapılacak ısıl işlem aşaması da ortadan kaldırılarak üretim için uygulanacak proses basamaklarından bir tanesi de azaltılmıştır.

Presleme işlemi sırasında toz taneleri kalıp duvarlarına sıvandığı gözlenmiştir ve dolayısıyla numuneyi kalıptan ayırmak için alt kalıp yerinden çıkarıldıktan sonra kalıp altına ortası delikli bir kalıp yerleştirilip tekrar preste kontrollü bir şekilde basılarak numune ana kalıptan düşürülmüştür. Numune kalıptan ayrıldıktan sonra kalıbın iç duvarlarındaki sıvanmış tozu arındırmak amacıyla etanol ile kalıbın iç duvarları yıkanıp fırçalanmıştır ve kurulanıp diğer numuneler basılmıştır.

3.2.1.2. İkili Malzemelerin Kuru Preslenmesi

İkili malzemelerin preslenme işlemi tekli malzemelerin preslenme işlemi ile birebir aynıdır. Aradaki tek fark artık kalıba doldurulan toz tek cins değildir. Hassas terazide önce alümina tartılır ve istenilen ağırlık elde edilince kalıba doldurulur, ardından spinel tartılır ve huni yardımıyla kalıba doldurulur. İkili malzemelerin preslenmesinde spinel tek tür iken alümina 2 çeşit kullanılmıştır. Böylece ikili malzemeler çeşitlendirilerek farklı alüminaların yapıya etkileri net olarak kıyaslanabilecektir.

Kalıp iç çapı 10 mm dir ve böylece üretilen numunelerin tümü aynı çapta üretilirken boylarında farklılık görülmektedir.

Üretilen numunelerde zaman zaman tozların birbirine bağlanmamasından dolayı silindirik köşelerden kırılma ve çatlamalar görülmüştür. Bunun yanında ikili malzemelerde ise özellikle iki farklı malzemenin ara birleşim yüzeylerinden ayrılmalar görülmüştür. Seramik malzemelerin sertliğinden dolayı zımbada ve kalıp yüzeylerinde aşınmalar gerçekleşmiştir.

Tablo 3.4, 3.5, 3.6'da kuru presleme ile üretilen bazı numunelerin kodları, uygulama basıncı, karışım miktarları ve preslemeden sonraki çap, boy ve kütle özelliklerine ait değerler görülmektedir.

Tablo 3.4. Tek eksenli preste üretilen ikili malzemeler

KOD	MALZEME	TOZ MİKTARI (gram)	BASINÇ (MPa)	M_o (gram)	D_o (mm)	H_o (mm)
BAS8	S30CR	0,3	120	0,8	10	5,44
	BMA15	0,5	120			
BAS10	S30 CR	0,5	120	0,79	10,08	5,43
	BMA15	0,3	120			
BAS11	S30CR	0,5	120	0,8	10,08	5,54
	BMA15	0,3	120			
BAS12	S30CR	0,5	120	0,81	10,07	5,67
	BMA15	0,3	120			
BAS13	S30CR	0,5	120	0,82	10,08	5,63
	BMA15	0,3	120			
BAS15	S30CR	0,5	120	0,81	10,08	5,37
	CT3000SG	0,3	120			
BAS16	S30CR	0,5	120	0,81	10,06	5,59
	CT3000SG	0,3	120			
BAS17	S30CR	0,5	120	0,8	10,06	5,52
	CT3000SG	0,3	120			
BAS18	S30CR	0,5	120	0,74	10,04	5,12
	CT3000SG	0,3	120			
BAS19	S30CR	0,5	120	0,79	10,07	5,28
	CT3000SG	0,3	120			

Tablo 3.5. Tek eksenli preste üretilen alümina numuneler

KOD	MALZEME	TEK EKSENLİ PRES			
		BASINÇ (MPa)	M_0 (gram)	D_o (mm)	H_o (mm)
A14	ALÜMİNA BMA15	120	0,78	10,03	4,65
A15	ALÜMİNA BMA15	120	0,80	10,05	4,68
A17	ALÜMİNA CT3000SG	120	0,79	10,06	4,35
A19	ALÜMİNA CT3000SG	120	0,76	10,09	4,25

Tablo 3.6. Tek eksenli preste üretilen spinel numuneler

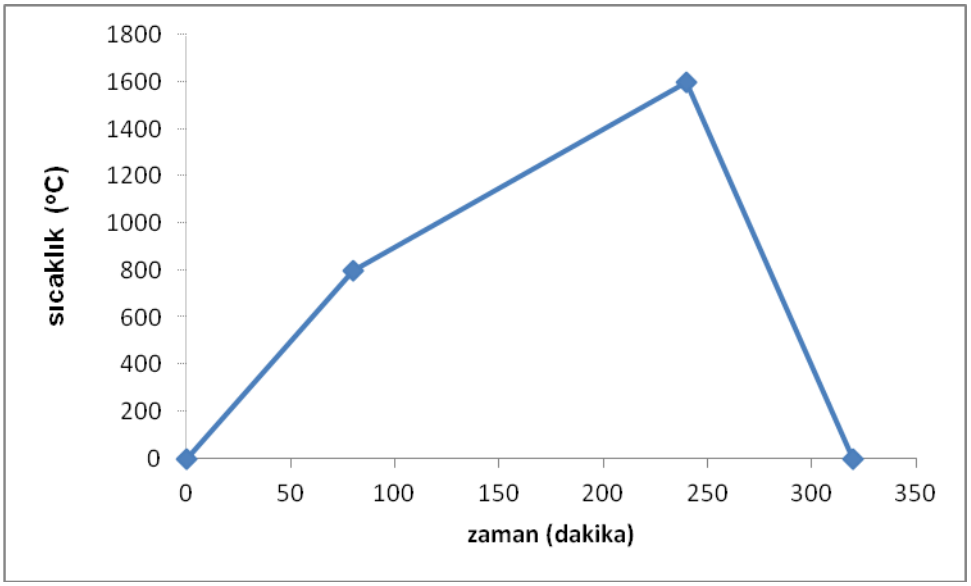
KOD	MALZEME	TEK EKSENLİ PRES			
		BASINÇ (MPa)	M_0 (gram)	D_o (mm)	H_o (mm)
S19	SPİNEL S30CR	120	0,79	10,08	5,71
S21	SPİNEL S30CR	120	0,77	10,07	5,61

3.3. Sinterleme

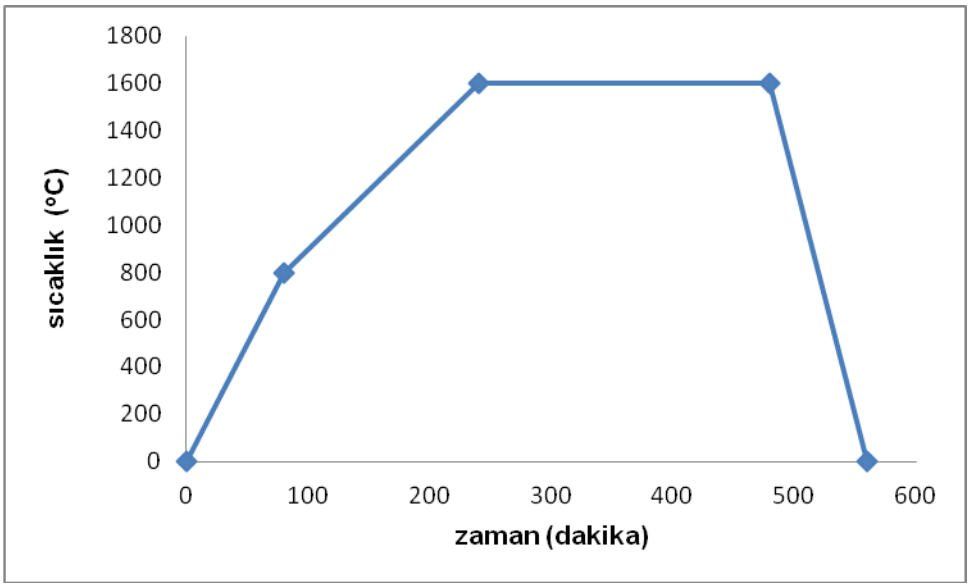
Kuru presleme ile hazırlanan numuneleri sinterleyerek mukavemet ve yoğunlukları arttırmak amaçlanmıştır. Bu sebeple malzemeler 1600 °C maksimum sıcaklığa kadar çeşitli ısıtma hızı ve değişen bekleme süreleri ile pişirilmişlerdir.

Numuneler kuru preslemeden çıktıktan sonra kırılgan bir yapıdadır. Bu halleriyle kullanılmazlar. Bu yüzden sinterleme işlemine tabii tutularak yoğunlukları, toklukları, mukavemetleri ve sertlikleri gibi mekanik özelliklerinin arttırmak amaçlanır.

Numuneler sinterleme fırınına girmeden önce özellikle ikili malzemelerin alümina cinsi ve bekleme süresinin mekanik özellikleri etkileyeceği düşünülerek farklı sürelerde fırında tutulmuşlardır. Sinterleme işlemleri Carbolite marka HTF 17/5 model kamara tipi fırında gerçekleştirilmiştir. Numuneler sinterlenirken iki farklı işlem tercih edilmiştir. Sinterleme rejimlerine ait detay grafiği şekil 3.2 ve 3.3'de görülmektedir. Tüm numuneler 800 ^oC'ye kadar 10 ^oC/dakika hızla ısıtılmışlardır. Sıcaklık 800 ^oC'ye ulaştıktan sonra ısıtma hızı düşürülerek 5 ^oC/dakika hızla 1600 ^oC'ye kadar sinterlenmişlerdir. Bu noktadan sonra numunelerin sinterlenmesi için 2 yol izlenmiştir. Numunelerin bazıları bekleme yapmadan 20 ^oC/dakika hızla soğutulmuşlardır ve bazıları ise 1600 ^oC sıcaklıkta 4 saat süre ile fırın atmosferi ortamında bekletilip 20 ^oC /dakika hızla soğutulmuşlardır. Sinterlemeden sonra fırından alınan numunelerin fiziksel ölçüm sonuçları ve sinterleme detayı tablo 3.7'de görülmektedir.



Şekil 3.2. Numunelerin sinterleme detayı grafiği-1



Şekil 3.3. Numunelerin sinterleme detayı grafiği-2

Tablo 3.7. Numunelerin sinterleme detayları ve sinterleme sonrası numuneler

KOD	NUMUNE İÇERİĞİ	SİNTERLEME REJİMLERİ				SİNTERLEME SORNASI FİZİKSEL ÖZELLİKLER		
		Tmax (ºC)	Isıtma Hızı (ºC/dak)	Bekleme Süresi (saat)	Soğutma Hızı (ºC/dak)	Mfs (g)	Dfs (mm)	Hfs (mm)
A14	ALÜMİNA BMA15	1600	5	4	20	sinterleme sonrası kırıldı		
A15	ALÜMİNA BMA15	1600	5	0	20	0,78	8,25	3,84
A17	ALÜMİNA CT3000SG	1600	5	4	20	0,768	8,47	3,68
A19	ALÜMİNA CT3000SG	1600	5	0	20	0,76	8,51	3,69
S19	S30CR	1600	5	4	20	0,76	8,1	4,57
S21	S30CR	1600	5	0	20	0,765	8,27	4,59
BAS11	BMA15- S30CR	1600	5	4	20	0,8	8,2	4,5
BAS12	BMA15- S30CR	1600	5	0	20	0,81	8,13	4,48
BAS13	BMA15- S30CR	1600	5	4	20	0,79	8,07	4,78
BAS15	CT3000SG S30CR	1600	5	4	20	0,77	8,28	4,72
BAS17	CT3000SG S30CR	1600	5	4	20	0,8	8,1	4,51
BAS18	CT3000SG S30CR	1600	5	0	20	0,7	8,15	4,37
BAS19	CT3000SG S30CR	1600	5	0	20	0,77	8,37	4,43

3.4. Arşimet Yoğunluk Ölçümü

Sinterlemeden çıkan numuneler pelet haldeki özelliklerinden bambaşka yeni hale bürünürler. Sinterlemede yeni taneler ve yeni bağlar oluşmuş, çok sert ve mukavemet yönünden güçlü bir yapıya geçmişlerdir. Ancak üretilen numunelerin Arşimet testi yapılarak sinterlemenin ne kadar iyi olduğunu, yapıdaki gözenek miktarını ve yoğunluğunu ölçmek gerekir.

Arşimet testi ASTM C373-88 standartları baz alınarak yapılmıştır. Teste başlamadan önce Arşimet testi yapılacak her numunenin kuru kütlesi (Mf) 0,01 gram hassasiyetli terazide

ölçülmüştür. Kütleleri ölçülen numuneler bir sepet içine yerleştirilmiştir. Sepet içinde aralarında boşluklar bırakılarak temas noktalarında hava tanecikleri kalmamasına özen gösterilmiştir. Bir behere saf su doldurulmuştur ve 100 ^{o}C'ye kadar ısıtılmıştır. Sepet beherin içinde askıda kalacak şekilde beherin üzerine sabitlenmiş ve beherin yan duvarları ve tabanıyla temas etmesi engellenmiştir. Su kaynarken de suyun sepet içindeki numunelerin altına düşmemesine özen gösterilmiştir. Beher içindeki su 100 ^{o}C'ye ulaştıktan sonra 4 saat bu sıcaklıkta bırakılmıştır. İkili malzemelerin Arşimet yoğunlukları ölçülmemiştir. Çünkü karışım oranlarından kaynaklı teorik bir yoğunluk bulunmamaktadır.

Numuneler bekleme süresi sonrasında soğumaya bırakılmıştır. Oda sıcaklığına ulaşan numuneler sudan çıkarılarak test kitleri ile ölçümlerine başlanmıştır. Numunenin su içindeki kütlesi (Ms) ölçülmüştür. Ardından sudan çıkarılan numuneler nemli bir süngere silinerek yüzeydeki su damlaları numunelerden uzaklaştırılmış ve ıslak haldeki kütleleri (Mm) ölçülmüştür.

Üretilen numunelerin yoğunluğu kütlenin hacime bölünmesiyle hesaplanmıştır. Hesaplamada kullanılan formül aşağıda belirtilmiştir.

$$\rho = D/V \ (g/cm^3) \qquad (3.1)$$

$$D = Mf^* \rho_{su}$$

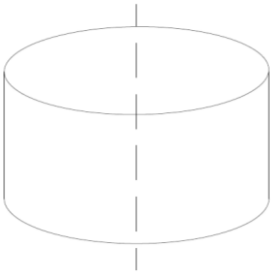
$$V = Mm-Ms$$

3.5. Metalografik Örneklerin Hazırlanması

Üretilen numunelerin Arşimet yoğunluklarına bakıldıktan sonra, numunelerin metalografik testlere hazırlıkları başlamıştır.

3.5.1. Kesme

Numuneler çok sert olduğu için seramik kesebilecek elmastan üretilmiş çok ince bir kesici disk kullanılmıştır. Numuneleri kesmek için Struers marka Accutom-5 model hassas kesme cihazı kullanılmıştır. Kesme makinesine bağlanan malzemeler çok düşük ilerleme hızında 0,02 mm/s gibi bir hızda şekil 3.4'teki gibi dikine ortadan ikiye kesilmiştir.



Şekil 3.4. Numunelerin dikine kesim şekli örneği

Kesilen numunenin bir yarısı kalıplanmış diğer bir yarısına ise kalıplama yapılmamıştır. Böylece kalıplama yapılmayan numuneler termal dağlamaya, kalıplama yapılan numuneler ise mekanik testler için hazırlanmaya başlanmıştır.

3.5.2. Soğuk Kalıplama

Numuneler dikine ortadan ikiye kesildikten sonra kesilen yüzey altta kalacak ve numune parlatılmaya imkan verecek şekilde epoksi ile kalıplanmıştır. Epoksi donup numuneler kalıptan çıkarıldıktan sonra zımparalama ve parlatmaya geçilmiştir.

3.5.3. Zımparalama ve Parlatma

Numuneler kesildikten sonra, Struers marka LaboPol-5 model parlatma cihazında parlatmaya alınmıştır. Her bir numune en az 20 dakika olmak şartıyla sırasıyla 180, 320, 500, 800 ve 1200 gridlik su zımparalarıyla kesik yüzeyler zımparalanmıştır. Her parlatma sonrasında parlatılan yüzeyler saf su ile yıkanıp hava ile kurutulmuştur.

Kağıt zımparalar ile parlatma işlemi bittikten sonra numunelerin parlatılan yüzeylerinde su zımparasındaki silikon karbür taneciklerinin kalmaması adına ultrasonik banyoda 2 dakika süre ile tutulmuş ve yüzey silikon karbür taneciklerinden arındırılmıştır.

Numuneler daha sonra parlatmaya alınmıştır. Burada sırasıyla 9, 6 ve 1 μm luk elmas parçaları içeren süspansiyon ile kalın taneden ince taneye doğru parlatılmıştır. Her parlatma arasında numuneler saf su ile yıkanıp basınçlı hava ile kurutulmuştur.

3.5.4. Isıl Dağlama

Parlatma işlemleri tamamen bittikten sonra numunelerin mikroyapısını ortaya çıkartabilmek için ısıl dağlama yapılmıştır. Parlatılan tüm numuneler fırında 1550 ^{o}C'ye kadar hızlıca ısıtılmış burada bekleme yapılmaksızın yine fırın içinde soğutulmuştur.

3.6. Mekanik Testler

Üretilen numuneler sinterlenip, metalografik örnekler hazırlandıktan sonra numunelerin sertlik ve tokluk değerlerini ölçebilmek için numuneler sırasıyla makro sertlik, nanoindentasyon ve iz kırığı testleri yapılmıştır.

3.6.1. Makro Sertlik Testi

Makro sertlik değerlerini ölçmek için EMCOTEST marka DuraVisin 20 model makro sertlik cihazı kullanılmıştır. Daha önceden kalıplanmış numuneler test cihazında ASTM C1327-08 standartları gözetilerek Vickers Sertlik (HV) testine tabi tutulmuşlardır.

Makro sertlik değerleri yalnızca tekli malzemeler için uygulanmıştır. Numuneler 1 kg yük altında, 15 er saniye boyunca yük uygulanarak HV sertlik değerleri ölçülmüştür. Her numune için test 5 kez tekrarlanmıştır ve çıkan sonuçların ortalaması ve standart sapmaları hesaplanmıştır. Böylece sertlik değerindeki hata oranı en aza indirilmiştir.

3.6.2. Nanoindentasyon Testi

Makro sertlik yöntemi ile üretilen numunelerin spinel-alümina ara yüzey özelliklerini test etmek çok zordur. Çünkü ara yüzeydeki difüzyon bölgesi 5-100 μm civarındadır. Bu yüzden mikro ölçekte nanoindentasyon yapılması düşünülmüştür.

Nanoindentasyon testi yapılarak üretilen numunelerin mikro ölçekte sertlik değeri ve elastisite modülü ölçülmesi hedeflenmiştir.

Nanoindentasyon testleri IBIS marka bir nanoindenter test cihazı kullanılarak yapılmıştır. Şekil 3.5'de kullanılan nanoindentasyon cihazı gösterilmektedir. BAS17 ve BAS11 numuneleri bu teste tabii tutulmuştur. Her numunenin alümina, spinel ve ara birleşim yüzeyine 450, 425, 400, 300 mN yük uygulanarak sertlik değerleri ve elastisite modülleri bulunmuştur.



Şekil 3.5. Nanoindentasyon cihazı

Bu çalışmada hata oranını azaltmak için numuneden test alınacak bölgede her yük için 5 kez yükleme yapılmış ve çıkan sonuçların değerlerinin ortalamaları hesaplamalarda kullanılmıştır. Yapılan yükleme sonucunda izler taramalı elektron mikroskobunda ve optik mikroskopta incelenmiştir.

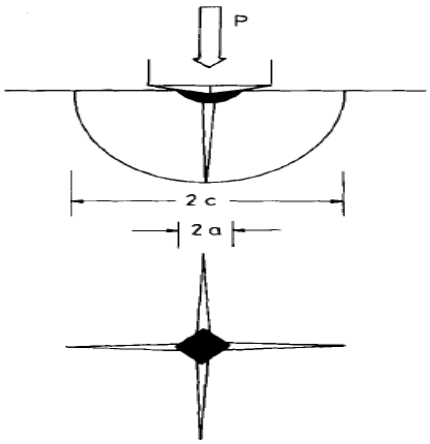
Bu test ile üretilen numunelerin ara bölgesinde oluşan difüzyonla bağlanmış yapının sertlik ve elastisite modülü değerleri hakkında önemli veriler elde edilmiştir.

3.6.3. İz Çatlağı İle Kırılma Tokluğu Testi

Üretilen seramik malzemelerin parlatılmış yüzeylerinde iz çatlağı oluşturularak malzemelerin kırılma tokluğu değerleri belirlenmiştir. Bu test BAS11 ve BAS17 numunelerine uygulanmıştır.

Makro sertlik değerleri ölçülen cihaz kullanılarak yine ölçümler yapılmıştır. Her numunenin hem alümina hem de spinel bölgesine yük uygulanmıştır. Numunelerin alümina bölgesine 3 kg yük 15 saniye boyunca, spinel bölgesine ise 1 kg yük yine 15 saniye boyunca uygulanmıştır. Spinel malzemeye 1 kg yük uygulandığında çatlak oluşurken alüminada yine bu yükte ya çok az ya da hiç çatlak oluşmamıştır. Bu sebepten tüm alümina malzemelere 3 kg yük uygulanması tercih edilmiştir.

Test malzemeye uygulandığı anda test cihazı ekranından izin oluşturduğu çukurun köşegenleri ölçülmüştür. Hemen ardından tekrar izin oluşturduğu çatlakların köşegenleri hesaplanmıştır. Yani malzemeye iz vurulduğunda şekil 3.6'da olduğu gibi 2a ve 2c değerleri ölçülmüştür.



Şekil 3.6. İz sonrası oluşan çatlakların temsili görünümü

Daha sonra aşağıdaki her iz değeri için denklem 3.2'ye göre kırılma tokluğu hesaplanmıştır.

$$K_R = \frac{\xi\left(E/H\right)^n P}{c^{\frac{3}{2}}} \tag{3.2}$$

Test her numune için 5 kez yapılmıştır ve çıkan sonuçların ortalaması alınmıştır. Böylece daha az sapma oranı ile ortalama sertlik değerleri hesaplanmıştır.

3.7. Mikroyapı Karakterizasyonu

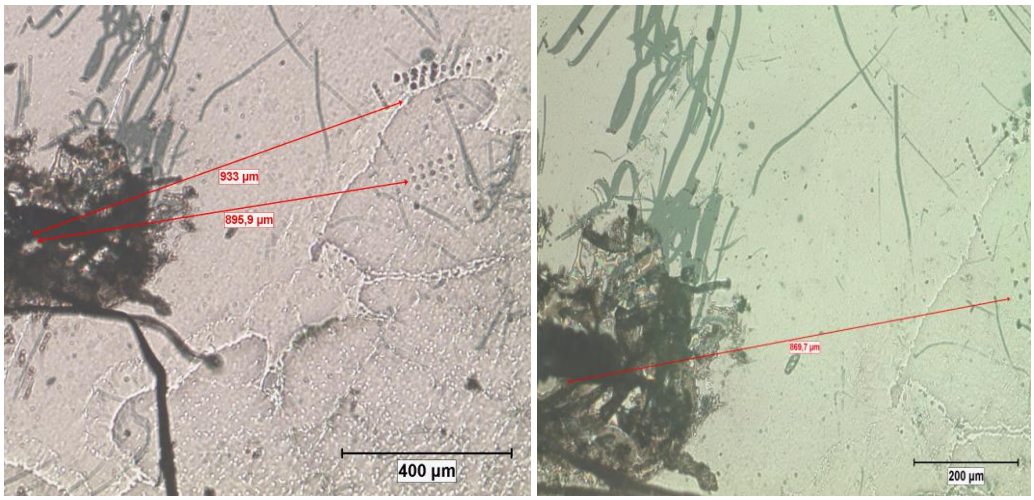
Mikroyapı karakterizasyon bölümüne geçildiğinde numunelere uygulanan mekanik ve ısıl uygulamalar sona ermiştir. Bu bölümde malzemeye uygulanan sinterleme ile oluşan iç yapı, sertlik testlerinde uygulanan izlerin boyutları ve şekilleri gibi gözle görülemeyecek ufak ölçekteki yapılar incelenmiştir. Bunların yanında oluşan tanelerin boyutları ve şekilleri hakkında incelemeler yapılmıştır.

3.7.1. Optik Mikroskop İle İncelemeler

Optik mikroskop ile yapılan incelemeler için Nikon marka optik mikroskop kullanılmıştır. Optik mikroskop çoğunlukla sertlik testinde vurulan izlerin yerini tespit amaçlı kullanılmıştır.

Optik mikroskop ilk olarak zımparalama ve parlatma işlemlerinde kullanılmıştır. Buradaki amaç parlatma işlemlerinin ara basamaklarında içyapının ortaya çıkıp çıkmadığını kontrol etmektir.

Üretilen numunelere yapılan sertlik testlerinde vurulan izlerin boyutu 5-10 μm civarındadır. Taramalı elektron mikroskobunda daha önceden izlerin konumunu belirlemeden arayıp bulmak çok zordur. Çünkü taramalı elektron mikroskobu çok küçük bir bölgeye çok büyük miktarda büyütme ile odaklanmaktadır ve bu yüzden istenileni arayıp bulmak çok zordur. Böyle bir durumla karşılaşmamak adına optik mikroskopta önce izlerin yeri tespit edilmiş ve fotoğraflanmıştır. Bunun yanında numunenin üzerinde belirli bir nokta referans alınmıştır ve indenter izlerine gidecek yollar ölçülendirilmiştir. Böylece taramalı elektron mikroskobunda vakit harcamadan ve aramaya gerek kalmadan izlerin yeri kolaylıkla bulunmuştur. Şekil 3.7'de optik mikroskopta yapılan referanslama görülmektedir.



Şekil 3.7. Optik mikroskop ile batıcı ucun bıraktığı izlerin tahmini konum tayini

3.7.2. Taramalı Elektron Mikroskobu ile İncelemeler

Bu çalışmada mikroyapı ve mekanik test izlerini tespit etmek için FEI marka Quanta 250 FEG model taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır. Çünkü iç yapıda incelenmek istenen özellikler bir optik mikroskop ile inceleme yapmaya müsaade etmeyecek kadar küçüktür.

Nanoindentasyon yöntemi ile yapılan sertlik testinde elmas ucun bıraktığı izler SEM ile incelenmiştir. Bunun öncesinde optik mikroskop ile konumları belirlenmiştir. SEM'de farklı kuvvetler için izlerin boyutları incelenmiştir. İncelemeler ışığında izlerin ara yüzeyde, spinel bölgesinde ve alümina bölgesinde yüzeyde bıraktıkları hasar karşılaştırılmış ve skalalı fotoğraflar çekilerek boyutları ölçülmüştür.

İz tespitleri bittikten sonra SEM ile tane boyutu analizi için fotoğraflar çekilmiştir. Alümina taneleri spinele göre daha büyük olduğu için 5000 ve 15000 kat büyütmede fotoğrafları çekilmiştir. Spinel taneler küçük olduğu için 50000 kat büyütmede fotoğrafları çekilmiş ve taneler sayılmıştır. Bernard-Granger'in çalışmalarında olduğu gibi görünür tane boyutundan gerçek tane boyutuna geçiş denklem 3.3'deki eşitlik kullanılarak ortalama tane boyutu hesaplanmıştır. (Bernard-Granger ve ark., 2008)

$$\overline{D} = 1.38 \times \sqrt{\frac{h \times L}{\left(N1 + \frac{N2}{2} \right)}} \tag{3.3}$$

Denklem 3.3'deki eşitlik kullanılarak her farklı türden numune için ortalama tane boyutu ASTM 112E-10 standartları gözetilerek hesaplanmıştır.

Tane boyutları için fotoğraflar çekildikten sonra ara yüzeyde taramalar başlamıştır. Ara yüzeyde oluşan tanelerin boyut ve şekilleri incelenmiştir. Burada taneler ölçülendirilip fotoğraflar çekilmiştir. Bekleme süresi ve farklı toz kullanmanın tane boyutuna etkisi araştırılmış ve bunun yanında bekleme süresi ile toz farkının oluşan ara yüzey kalınlığına etkisine bakılmıştır. Oluşan ara yüzeylerden her farklı numune için belirli büyütme oranlarında fotoğraflar çekilmiştir. Ara yüzeylerde ikili malzemenin birbirine difüze etmesi ile oluşan havuçsu yapı fotoğraflanmış ve oluşan ara yüzey ölçeklendirilerek büyüklüğü belirlenmiştir. Yine farklı numunelerde bekleme süresinin etkisiyle ara yüzeyde oluşan havuçsu yapıdaki tane büyüklükleri ölçülerek kıyaslanmıştır.

BÖLÜM 4

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Tekli Malzemelerin Test Sonuçları

4.1.1. Yoğunluk Testi Sonuçları

Malzeme Arşimet yoğunlukları sonuçları tablo 4.1 de verilmiştir. Tüm tekli malzemelerin göreceli yoğunlukları %90'ın üzerindedir. Alümina malzemelerde genel yoğunluk %95 civarındadır. İkili malzemelerde sinterleme sırasında spinel ve alümina toz miktarları hassas bir şekilde ölçülemeyeceğinden yüzde yoğunluk hesabı yapılamamıştır. Sonuçlardan da görüldüğü gibi sinterleme fırınında 1600 ^{o}C'de 4 saat bekleyen A14 ve A17 numuneleri yoğunlukları sırasıyla % 96,21 ve % 95,36 çıkmıştır. Fırında 1600 ^{o}C'de beklemeyen A19 numunesi yoğunluğu ise % 92,83 çıkmıştır. Sonuçlardan da anlaşıldığı üzere sinterleme esnasında yüksek sıcaklıkta beklemek malzemenin yoğunluğunu arttırmaktadır (Promdej ve ark., 2009; Krell ve ark., 2003; German, 2007).

Yine sinterleme esnasında fırında 1600 °C'de 4 saat bekleyen spinel numunelerinde de durum aynıdır. 4 saat süreyle bekleyen S19 numunesinin yoğunluğu % 92,5 olup beklemeyen S19 numunesinin % 90,03 değerinden daha yüksektir.

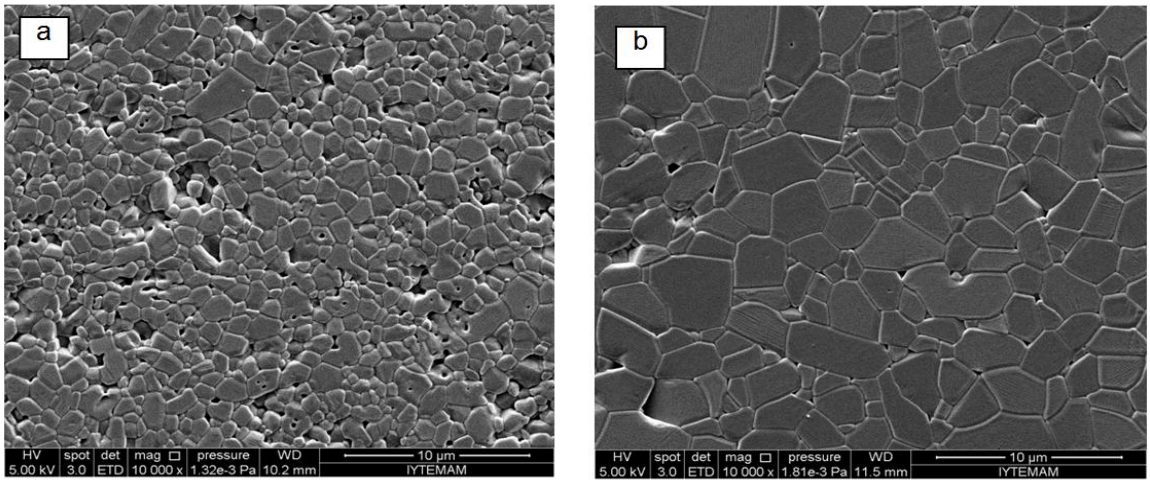
Tablo 4.1. Numunelerin Arşimet yoğunluğu sonuçları

KOD	MALZEME	Mf	Ms	Mm	ρf (g/cm^3)	% ρ
S21	SPİNEL (S30CR)	0,76	0,578	0,7793	3,76	90,03
S19	SPİNEL (S30CR)	0,765	0,4414	0,6508	*3,64*	*92,50*
A14	ALÜMİNA (BMA15)	0,77	0,5808	0,7819	3,84	96,21
A17	ALÜMİNA (CT3000 SG)	0,768	0,578	0,7793	3,80	95,36
A19	ALÜMİNA (CT3000 SG)	0,7532	0,5555	0,7583	3,70	92,83

4.1.2. Tekli Malzemelerin Mikroyapı Analizi

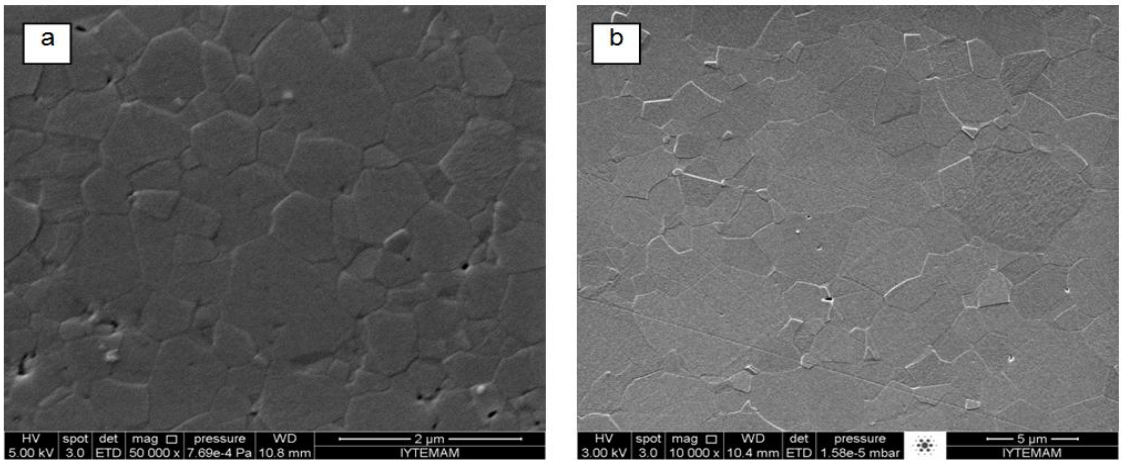
Tekli malzemelerin tane boyutları karşılaştırılmasında 1600 °C'de 4 saat bekleyen numuneler ve beklemeyen numunelere ait çeşitli büyütmelerde fotoğraflar alınmıştır.

Şekil 4.1' de görüldüğü gibi 1600 °C'de 4 saat bekleyen A17 numunesinin tane büyüklüğü, fırında hiç bekletilmeyen A19 numunesine göre daha büyüktür. Ayrıca taneler arasında boşluklar daha az ve daha sıkı bir yapı görülmektedir. Spinel numunelerinde de alümina numunelerinden farklı bir durum yoktur. Şekil 4.2'de olduğu gibi 1600°C'de 4 saat bekleyen S19 numunesinin tane büyüklüğü, hiç beklemeyen S21 numunesinin tane büyüklüğüne oranla daha büyüktür. Ancak spinel ve alümina numuneleri kıyaslandığında ise fırında 4 saat 1600°C'de bekleyen hem de beklemeyen numunelerde açıkça görülmektedir ki spinel alüminaya göre daha ince tanelidir. Bu durum şekil 4.2 ve şekil 4.3 incelendiğinde açıkça görülmektedir. Ayrıca tablo 4.2'de numunelerin tane büyüklüğü sonuçları verilmektedir. Sonuçlar incelendiğinde sinterleme fırınında beklemeyen spinel numunelerinin tane büyüklüğü alümina numunelere göre oldukça küçük olduğu görülmektedir.



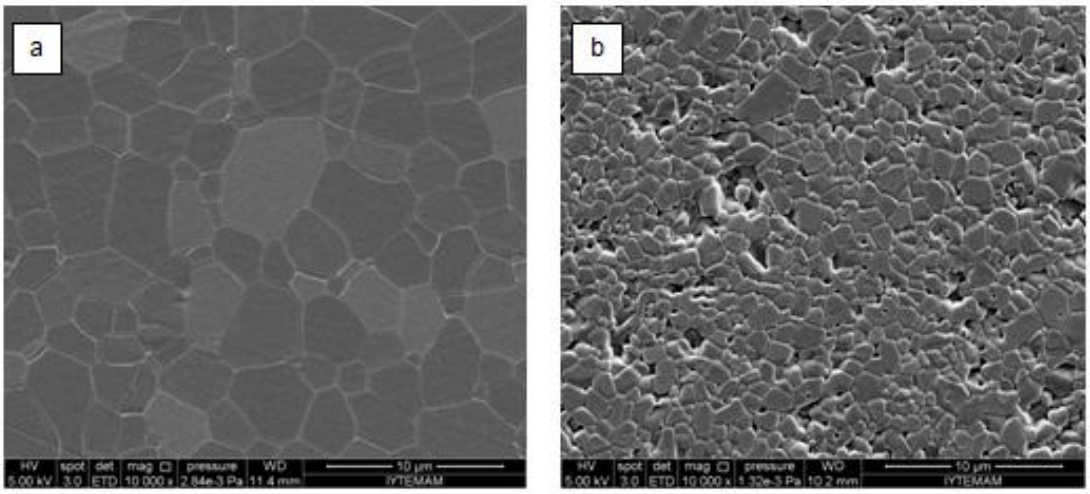
Şekil 4.1. 1600 °C'de sinterlenen alümina CT3000SG numunelerinin mikroyapı görüntüleri

a) A19 numunesi beklemesiz b) A17 numunesi 4 saat beklemeli



Şekil 4.2. 1600 °C'de sinterlenen spinel numunelerinin mikroyapı görüntüleri
a) S21 numunesi beklemesiz b) S19 numunesi 4 saat beklemeli

Bir faklı kıyaslamada 1600°C'de beklemesiz sinterlenen numuneler arasında yapılmıştır. Şekil 4.3'de A15 numunesi (BMA15) ve A17 numunesi (CT3000SG) arasında kıyaslama yapılmıştır. Tablo 4.2 incelendiğinde A15 numunesinin tane boyutu A17 numunesine oranla daha büyüktür. Şekil 4.3'de fotoğraflar incelendiğinde A15 numunesinde taneler arasında nerdeyse hiç boşluk yoktur ve taneler A17 numunesine göre daha büyüktür.



Şekil 4.3.1600°C'de beklemesiz sinterlenmiş alümina numuneleri

a) A15 (BMA15) b) A19 (CT3000SG)

Tablo 4.2'de alümina (BMA15 ve CT300SG) ve spinel numunelere ait sinterleme fırınında 1600^{o}C'de 4 saat beklemeli ve beklemesiz durumlara göre tane büyüklükleri sonuçları görülmektedir. Sonuçlar incelendiğinde 1600°C'de 4 saat bekleyen A17 numunesinin ortalama

tane boyutu 2,1 µm değerindeyken, A19 numunesinin tane boyutu 0,92 µm değerindedir. Her iki numunede de fırında 4 saat bekleyen numunelerin tane büyüklüğü beklemeyen numunelere göre daha büyüktür. Yine tablo 4.3'deki sonuçlardan görüleceği üzere alümina numunelerde fırında 4 saat beklendiğinde tane 2 katından biraz daha fazla büyürken spinelde bu durum çok daha farklıdır. Fırında 1600°C'de 4 saat bekleyen S19 numunesinin tane büyüklüğü 2,82 µm iken, fırında beklemeyen S21 numunesinin tane boyutu 0,42 µm dir. Spinel numunesinde tane büyümesi alüminaya göre çok daha büyük oranda gerçekleşmiştir.

Tablo 4.2. Tekli malzemelerin ortalama tane boyutları

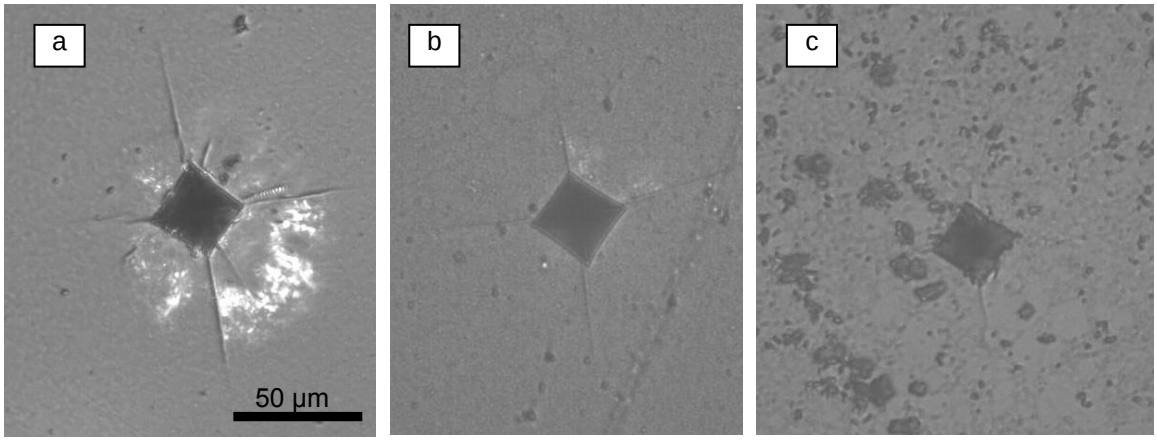
NUMUNE	SİNTERLEME 1600 °C	
	süre (saat)	tane büyüklüğü (µm)
A15	0	2,76
A17	4	2,10
A19	0	0,92
S19	4	2,82
S21	0	0,42

4.1.3. Sertlik Testi Sonuçları

Test yapılan numunelere ait sertlik sonuçları tablo 4.3'de görülmektedir. Tablo incelendiğinde A15 numunesinin sertlik değeri 1984,6 HV1, A17 numunesininse 1900,2 HV1 değerindedir ve alümina BMA15'in sertliği alümina CT3000SG'den daha yüksektir. Numunelere vurulan yüklerin oluşturduğu izler şekil 4.4'de görülmektedir. Spinel numunelerin sertlik değerleri alümina numuneler ile kıyas edilemeyecek kadar küçüktür. Ancak bu değer pek çok metalik malzemeye oranla daha iyidir.

Tablo 4.3. Tekli malzemelerin makro sertlik sonuçları

VİCKERS SERTLİK SONUÇLARI								
Numune	**Test Yükü / Süre**	**Test1**	**Test2**	**Test3**	**Test4**	**Test5**	**Ortalama (HV1)**	**Standart Sapma**
A15 (BMA 15)	1kg/15 saniye	1993	1905	1993	2039	1993	1984,6	48,75
A17 (CT3000SG)	1kg/15 saniye	2086	1926	1803	1843	1843	1900,2	113,11
S19	1kg/15 saniye	1348	1574	1483	1440	1373	1443,6	90,41
S21	1kg/15 saniye	1360	1311	1427	1413	1454	1393,0	57,21



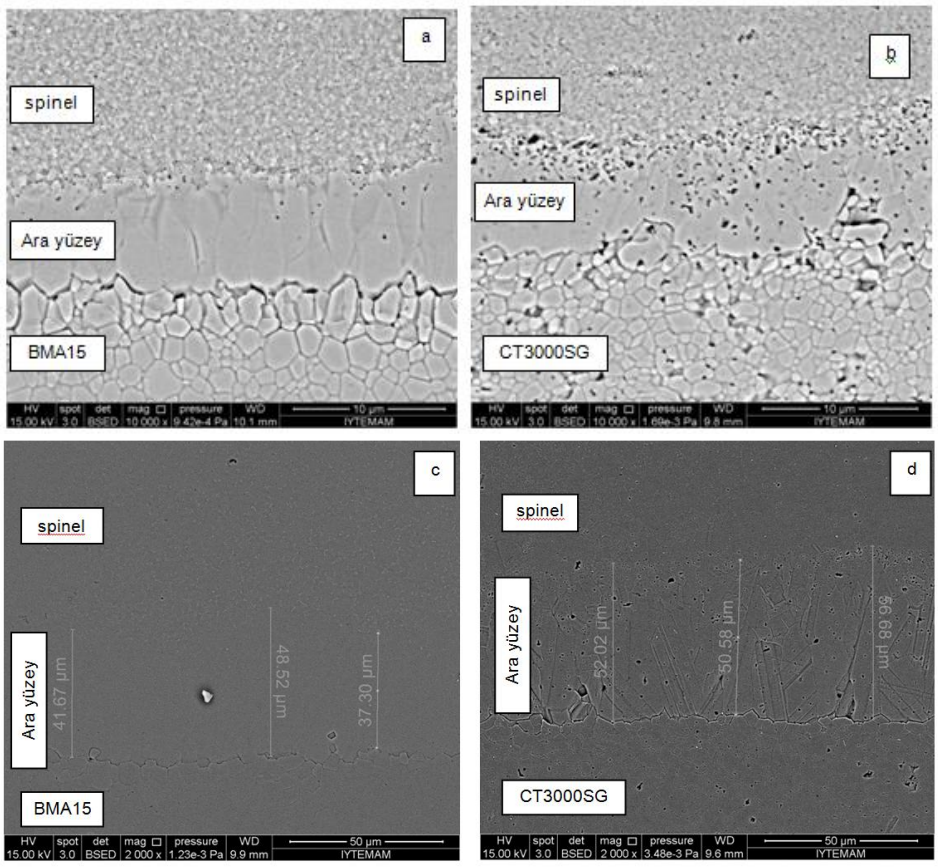
Şekil 4.4. Vickers sertlik testi yapılan tekli malzemelerin iz görüntüleri a) spinel b) alümina BMA15 c) alümina CT3000SG

Spinel numunelerde 1600 ºC'de 4 saat süreyle sinterleme fırınında bekleyen S19 numunesinin sertlik değeri 1443,6 HV1, 1600 ºC'de hiç beklemeyen S21 numunesinin ise 1393 HV1 değerindedir ve sinterleme süresinin artmasıyla beraber yapıdaki gözenekler azalmış ve sertlik değeri de artmıştır (Karaoğlu ve ark., 2014).

4.2. İkili Malzemelerin Test Sonuçları

4.2.1. İkili Malzemelerin Ara Yüzeyinde Mikroyapı İncelemeleri

Bu bölümde sinterlenen ikili malzemelerden sadece aşağıdaki tablo 4.4'dekiler mikroyapı incelemesine tabi tutulmuşlardır. Tablodaki BAS11 ve BAS12 numuneleri alümina BMA15 içermektedir ve BAS11 numunesi 1600°C'de fırın atmosferinde 4 saat süreyle sinterlenirken, BAS12 numunesi 1600°C'de hiç beklenmeden sinterlenmiştir. Tablodaki BAS17 ve BAS19 numuneleri alümina CT3000SG içermektedir ve BAS17 numunesi 1600°C'de fırın atmosferinde 4 saat süreyle sinterlenirken, BAS19 numunesi 1600°C'de hiç beklemeden sinterlenmiştir. Ara yüzeylerin mikroyapısı taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir. Şekil 4.5'de görüleceği üzere alümina ve spinel arasında oluşan ara yüzeyde havuçsu bir yapı oluşmuştur. Bu arayüzeyin oluşum yönü yapılan daha önceki çalışmalarda iki yönlü olduğu fakat baskın olarak alümina bölgesine doğru olduğu gözlenmiştir (Yalamaç ve ark., 2011).



Şekil 4.5. İkili malzemelerin ara yüzey mikroyapı görüntüleri
a) BAS12 b) BAS19 c) BAS11 d) BAS17

Şekil 4.5'de ara yüzey görüntüleri incelendiğinde ara yüzey kalınlığının sinterlemede bekleme süresiyle arttığı görülmektedir. Tablo 4.4'de numunelerin sinterlemede bekleme süreleriyle birlikte oluşan ara yüzey kalınlıkları görülmektedir. Tablodaki sonuçlara göre 1600 °C'de 4 saat süreyle sinterlenen BAS11 (BMA15) numunesinin ara yüzey kalınlığı ortalama 42,5 µm iken 1600°C'de beklenmeden sinterlenen BAS12 (BMA15) numunesinin ara yüzey kalınlığı ise 7,3 µm değerindedir. Aynı durum BAS17 ve BAS19 numunelerinden de görülmektedir. 4 saat fırında bekleyen BAS17 numunesinin ortalama ara yüzey kalınlığı 53 µm iken fırında beklemeyen BAS19 numunesinin ara yüzey kalınlığı 8 µm civarındadır. Bu sonuçlar ışığında ara yüzey kalınlığı bekleme süresinin kareköküyle doğru orantılı olarak artmaktadır. Yine aynı tablo incelendiğinde CT3000SG numunelerinin hem beklemeli hem de beklemesiz sinterleme sonuçlarına göre ara yüzey kalınlıkları BMA15 numunelerinden daha büyüktür. Sonuçlar göstermektedir ki, ara yüzey kalınlığı alümina çeşidinden ziyade sinterleme sıcaklığında fırında bekleme süresinin kareköküyle orantılı olarak büyümektedir (Yalamaç ve ark., 2011).

Tablo 4.4. İkili malzemelerde sinterleme süresine bağlı ara yüzey kalınlıkları

NUMUNE	KALINLIK (μm)
BAS11	42,5
BAS12	7,3
BAS17	53,0
BAS19	8,0

4.2.2. İkili Malzemelerin Mikromekanik Özellikleri

İkili malzemelerde ara yüzey kalınlıkları makromekanik yöntemlerle ölçüm yapmaya müsaade etmeyecek kadar (10-50 μm) incedir. Bu yüzden ikili malzeme ara yüzey karakterizasyonunda nanoindentasyon yöntemi tercih edilmiştir.

Yapılan testler sonucunda ara yüzeyde 300 mN'dan 450 mN'a kadar artan yüklerle beraber değişen sertlik değerleri ve elastisite modülü tablo 4.5 ve tablo 4.6'da görülmektedir.

Tablodaki veriler incelendiğinde BAS11 numunesin spinel bölgesi, ara yüzeyi ve alümina bölgesinde iz yükünün arttırılmasına karşılık olarak elastisite modülü spinel bölgesi için 367,68 GPa'dan 329,41 GPa'a, ara yüzey için 473,53 GPa'dan 437,2 GPa'a, alümina bölgesi için ise 632,80 GPa'dan 152,13 GPa'a düşmektedir. Yine aynı şekilde BAS17 numunesinin spinel bölgesi, ara yüzeyi ve alümina bölgesinde iz yükünün arttırılmasına karşılık olarak elastisite modülü spinel bölgesi için 347,71 GPa'dan 318,75 GPa'a, ara yüzey için 382,78 GPa'dan 344,09 GPa'a, alümina bölgesi için ise 525,82 GPa'dan 517,17 GPa'a düşmektedir. Her iki numunede de artan kuvvetle elastisite modülünün düştüğü görülmektedir.

Numunelerin sertlik değerlerine bakıldığında ise her iki numunede de artan kuvvetle beraber sertlik değerleri düşüş göstermektedir. Tablo 4.5 ve tablo 4.6'da BAS11 numunesinin spinel bölgesi, ara yüzeyi ve alümina bölgesinde iz yükünün arttırılmasına karşılık olarak sertliği spinel bölgesi için 26,41 GPa'dan 25,00 GPa'a, ara yüzey için 25,27 GPa'dan 23,42 GPa'a, alümina bölgesi için ise 42,27 GPa'dan 10,88 GPa'a düşmektedir. Yine aynı şekilde BAS17 numunesinin spinel bölgesi, ara yüzeyi ve alümina bölgesinde iz yükünün arttırılmasına karşılık olarak sertliği spinel bölgesi için 26,17 GPa'dan 22,52 GPa'a, ara yüzey için 23,84 GPa'dan 21,99 GPa'a, alümina bölgesi için ise 34,70 GPa'dan 31,97 GPa'a düşmektedir.

Her iki numunede iz yükünün 300 mN'dan 450 mN'a çıkmasıyla beraber indentasyon sertliği ve elastisite modülü değerleri düşüş göstermektedir. Sonuçlar incelendiğinde BAS11

numunesinde kullanılan alümina BMA15, BAS17 numunesinde kullanılan alümina CT3000SG numunesinden daha serttir.

Tablo 4.7'de ile şekil 4.9 ve 4.10'da BAS11 ve BAS17 numunesi için batma derinlikleri ve esnek toparlanma oranları görülmektedir. Tablodaki veriler incelendiğinde BAS11 numunesinde iz yükünün 300 mN'dan 450 mN'a arttırılmasıyla beraber maksimum ve minimum batma derinlikleri sırasıyla; ara yüzeyde 0,87 μm'dan 1,09 μm'a ve 0,55 μm'dan 0,7 μm'a yükseldiği görülmektedir. BAS11 numunesinin alümina ve spinel bölgeleri için tablo incelendiğinde yine artan yük ile beraber maksimum ve minimum batma derinliklerinin yine arttığı görülmektedir. BAS17 numunesinde durum yine benzer şekildedir. BAS17 numunesi için iz yükünün 300 mN'dan 450 mN'a arttırılmasıyla beraber maksimum ve minimum batma derinlikleri sırasıyla; ara yüzeyde 0,91 μm'dan 1,16 μm'a ve 0,56 μm'dan 0,71 μm'a yükseldiği görülmektedir. BAS17 numunesinin alümina ve spinel bölgeleri için artan iz yükü ile beraber yine maksimum ve minimum batma derinlikleri artış göstermektedir. Her iki malzeme içinde yük artışıyla beraber maksimum ve minimum batma derinliklerindeki artış şekil 4.9 ve şekil 4.10'daki nanoindentasyon eğrilerinde açıkça görülmektedir. Yani iz yükünün artması malzemenin plastik deformasyonunu arttırdığı görülmektedir.

Numunelerde iz yükü artışıyla beraber batma derinliklerindeki artış esnek toparlanma oranlarında görülmemektedir. Bu durum tablo 4.7 ile şekil 4.9 ve 4.10'daki nanoindentasyon eğrilerinde görülmektedir. BAS11 numunesinde iz yükünün 300 mN'dan 450 mN'a arttırılmasıyla birlikte esnek toparlanma oranı spinel bölgesinde, 41,90, 43,16, 43,57 ve 42,29 değerlerinde, ara yüzeyde 37,19, 37,54, 37,49 ve 35,36 değerinde, alümina bölgesinde ise 50,34, 46,96, 44,92 ve 45,01 değerlerinde bir saçılım göstermektedir. Bu dağılım artan yada azalan yönde bir sistematik davranış içinde değildir. Dolayısıyla BAS11 numunesinin ara yüzey iz sertliği ve elastisite modülü değişimi derinlik algılama analizine göre farklı karakterler göstermektedir.

Esnek toparlanma oranı BAS17 numunesi için incelendiğinde farklı bir sonuç görülmemektedir. Malzeme ara yüzeyi için iz yükünün 300 mN'dan 450 mN'a artarken esnek toparlanma oranı sırasıyla 39,13, 37,83, 40,96 ve 39,21 değerlerindedir. BAS17 numunesinin alümina ve spinel değerleri içinde durum aynıdır ve sistematik bir dağılım göstermemektedir.

Tablo 4.5. Farklı iz yükleri altında BAS11 numunesinin tüm bölgelerinin sertlik ve elastisite modülü

BAS11		SPİNEL		ARA YÜZEY		ALÜMİNA	
		Elastisite Modülü (GPa)	Sertlik (GPa)	Elastisite Modülü (GPa)	Sertlik (GPa)	Elastisite Modülü (GPa)	Sertlik (GPa)
300 mN	Ortalama	367,68	26,41	473,53	25,27	632,80	42,27
	Standart Sapma	7,56	1,26	15,580	1,60	101,42	4,05
400 mN	Ortalama	338,35	26,30	441,262	24,07	530,67	40,39
	Standart Sapma	12,93	1,21	23,680	1,24	36,49	2,70
425 mN	Ortalama	333,88	26,73	436,874	24,00	540,48	26,64
	Standart Sapma	15,29	1,04	19,510	0,87	22,41	2,27
450 mN	Ortalama	329,41	25,00	437,20	23,42	152,13	10,88
	Standart Sapma	46,80	1,82	8,040	1,42	11,26	2,96

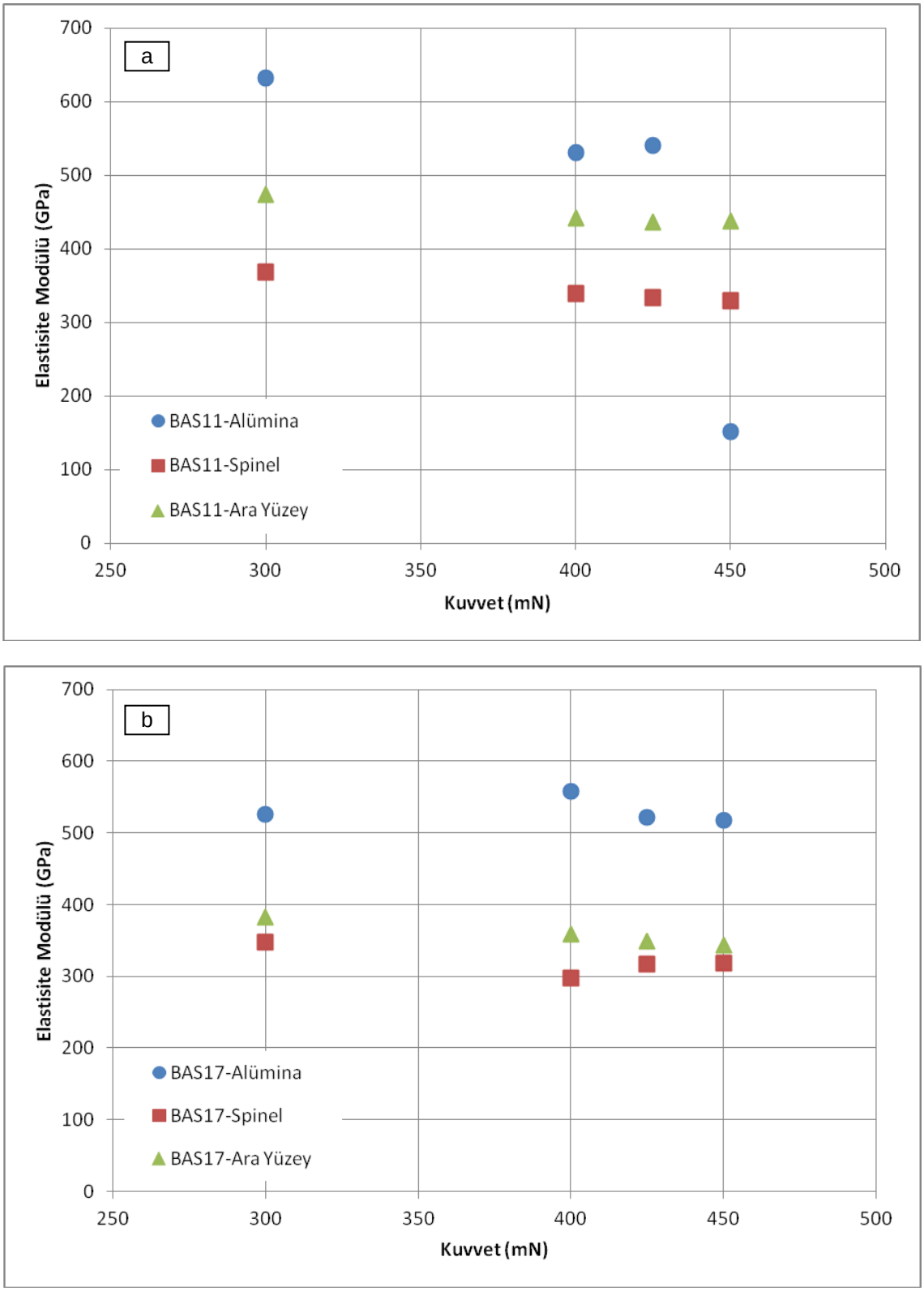
Tablo 4.6. Farklı iz yükleri altında BAS17 numunesinin tüm bölgelerinin sertlik ve elastisite modülü

BAS17		SPİNEL		ARA YÜZEY		ALÜMİNA	
		Elastisite Modülü (GPa)	Sertlik (GPa)	Elastisite Modülü (GPa)	Sertlik (GPa)	Elastisite Modülü (GPa)	Sertlik (GPa)
300 mN	Ortalama	347,71	26,17	382,78	23,84	525,82	34,70
	Standart Sapma	19,36	1,57	13,34	1,66	151,41	12,26
400 mN	Ortalama	297,87	24,06	358,91	21,31	558,08	33,48
	Standart Sapma	15,40	1,63	26,32	2,27	72,97	1,68
425 mN	Ortalama	316,52	24,03	349,50	23,70	522,09	31,41
	Standart Sapma	9,14	1,11	9,48	1,74	51,03	6,99
450 mN	Ortalama	318,75	22,52	344,09	21,99	517,17	31,97
	Standart Sapma	7,33	1,38	5,14	0,55	23,52	1,37

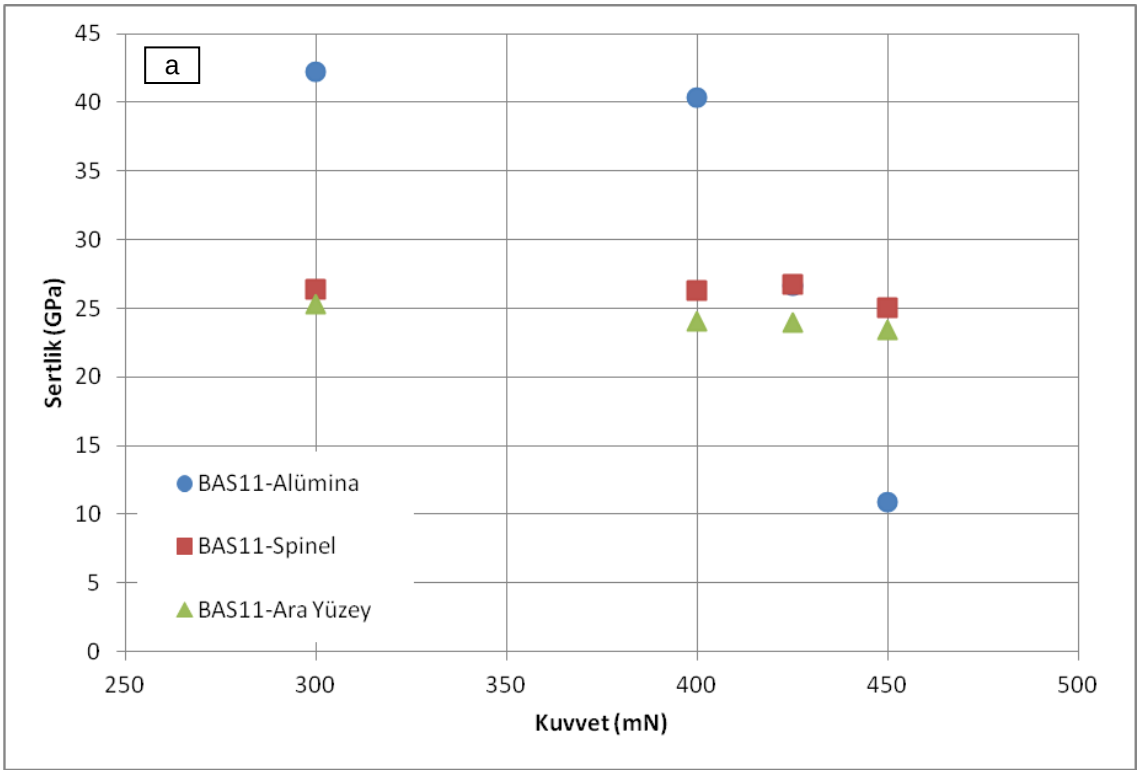
Tablo 4.7. Farklı yükler altında BAS11 ve BAS17 numunesinin batma derinlikleri ve esnek toparlanma oranları

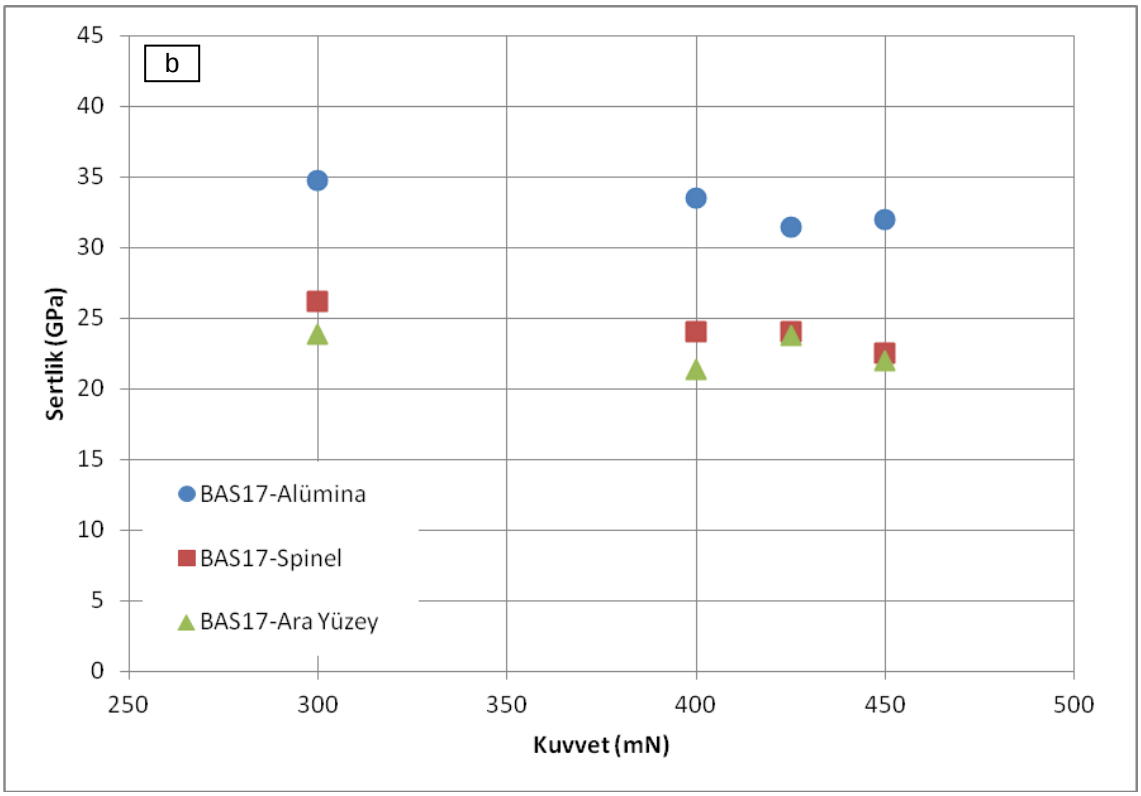
BAS11		SPİNEL			ARA YÜZEY			ALÜMİNA		
		Maksimum Batma Derinliği (µm)	Minimum Batma Derinliği (µm)	Esnek Toparlanma Oranı (%)	Maksimum Batma Derinliği (µm)	Minimum Batma Derinliği (µm)	Esnek Toparlanma Oranı (%)	Maksimum Batma Derinliği (µm)	Minimum Batma Derinliği (µm)	Esnek Toparlanma Oranı (%)
300 mN	**Ortalama**	0,90	0,52	41,90	0,87	0,55	37,19	0,73	0,36	50,34
	Standart Sapma	0,01	0,01	0,67	0,02	0,02	1,14	0,03	0,02	4,24
400 mN	**Ortalama**	1,05	1,06	43,16	1,03	0,64	37,54	0,88	0,47	46,96
	Standart Sapma	0,02	0,01	0,86	0,02	0,02	0,81	0,03	0,02	1,19
425 mN	**Ortalama**	1,07	0,61	43,57	1,07	0,67	37,49	0,86	0,48	44,92
	Standart Sapma	0,01	0,02	1,22	0,02	0,01	0,76	0,02	0,02	1,27
450 mN	**Ortalama**	1,12	0,65	42,29	1,09	0,7	35,36	1,69	0,94	45,01
	Standart Sapma	0,03	0,03	1,39	0,05	0,03	2,45	0,19	0,2	5,14

BAS17		SPİNEL			ARA YÜZEY			ALÜMİNA		
		Maksimum Batma Derinliği (µm)	Minimum Batma Derinliği (µm)	Esnek Toparlanma Oranı (%)	Maksimum Batma Derinliği (µm)	Minimum Batma Derinliği (µm)	Esnek Toparlanma Oranı (%)	Maksimum Batma Derinliği (µm)	Minimum Batma Derinliği (µm)	Esnek Toparlanma Oranı (%)
300 mN	**Ortalama**	1,11	0,52	49,11	0,91	0,56	39,13	0,83	0,48	43,00
	Standart Sapma	0,47	0,01	12,97	0,02	0,03	1,89	0,19	0,19	7,35
400 mN	**Ortalama**	1,1	0,62	44,04	1,1	0,69	37,83	0,91	0,53	41,73
	Standart Sapma	0,03	0,03	1,14	0,05	0,05	2,11	0,02	0,03	3,38
425 mN	**Ortalama**	1,12	0,65	41,89	1,11	0,65	40,96	1,08	0,56	48,84
	Standart Sapma	0,02	0,02	0,44	0,02	0,03	1,47	0,09	0,07	2,2
450 mN	**Ortalama**	1,23	0,69	42,2	1,16	0,71	39,21	0,98	0,57	42,52
	Standart Sapma	0,24	0,01	9,21	0,01	0,02	1,28	0,02	0,02	1,11



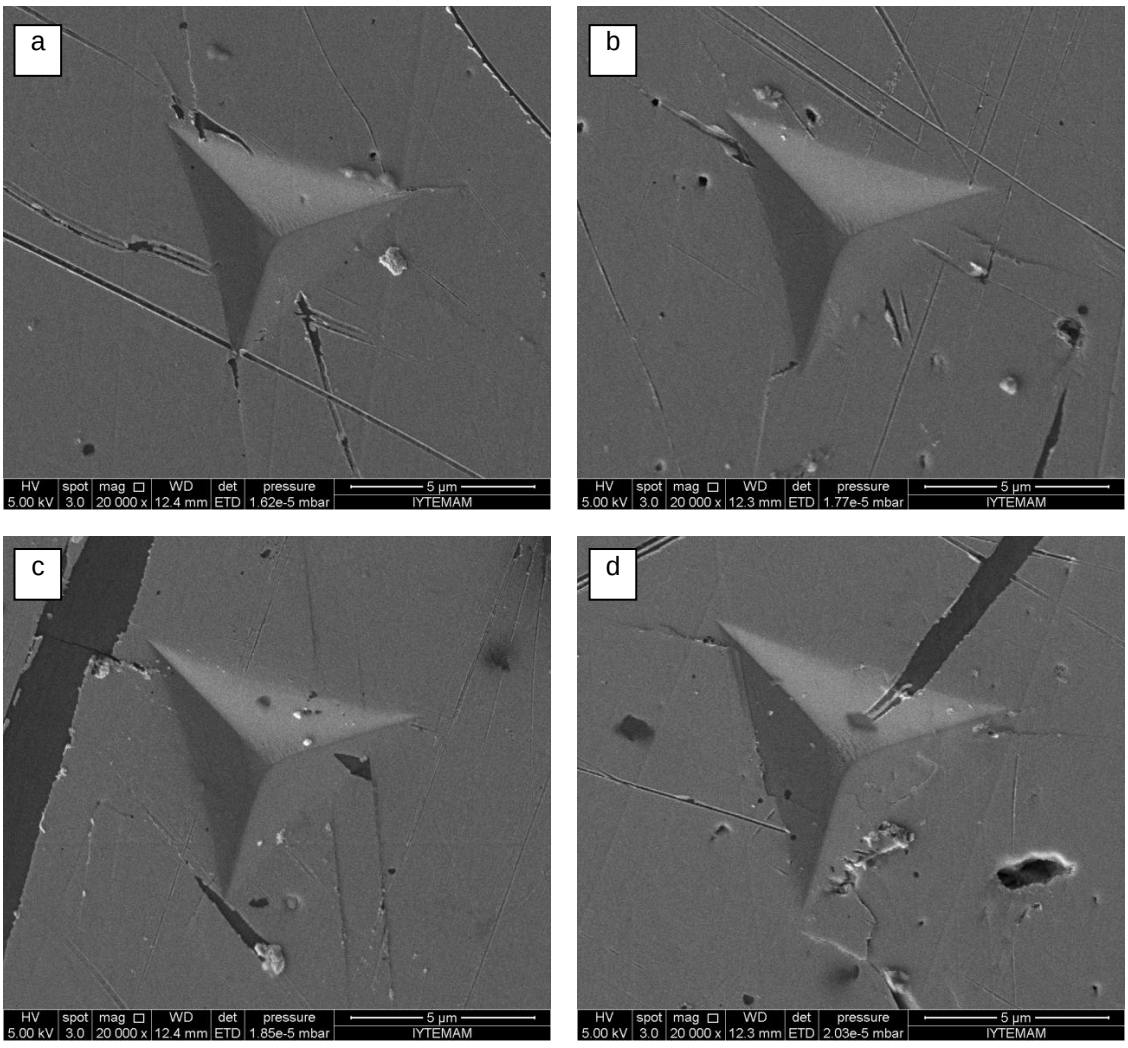
Şekil 4.6. İkili malzemelerin tüm bölgelerinin elastisite modülleri değerleri a) BAS11 b) BAS17



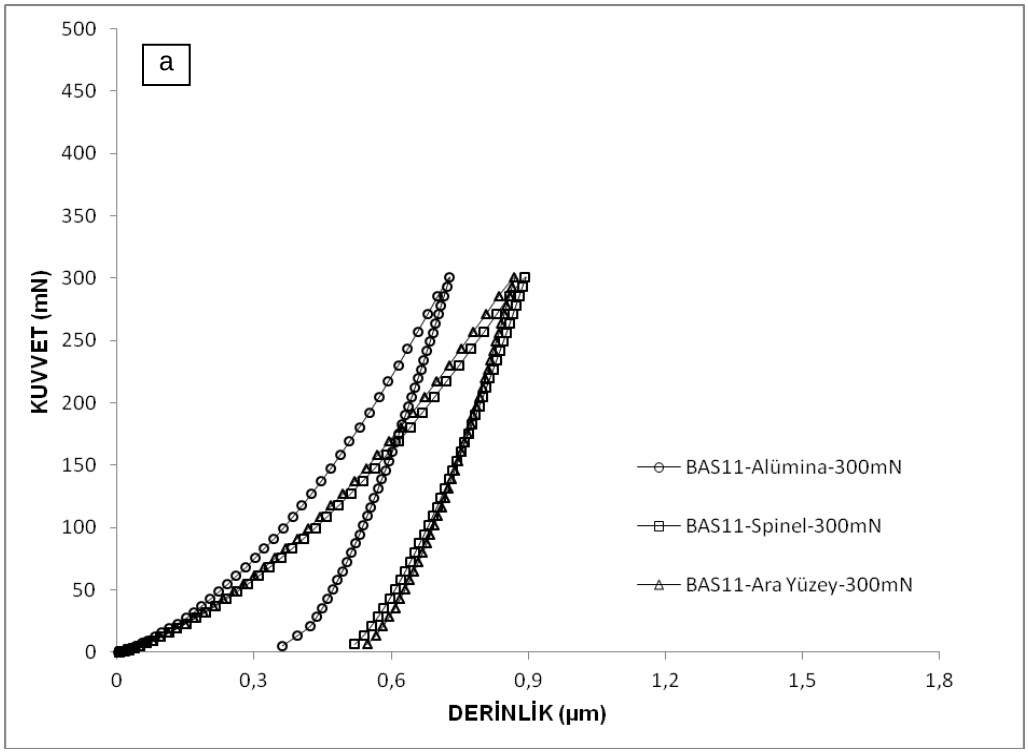


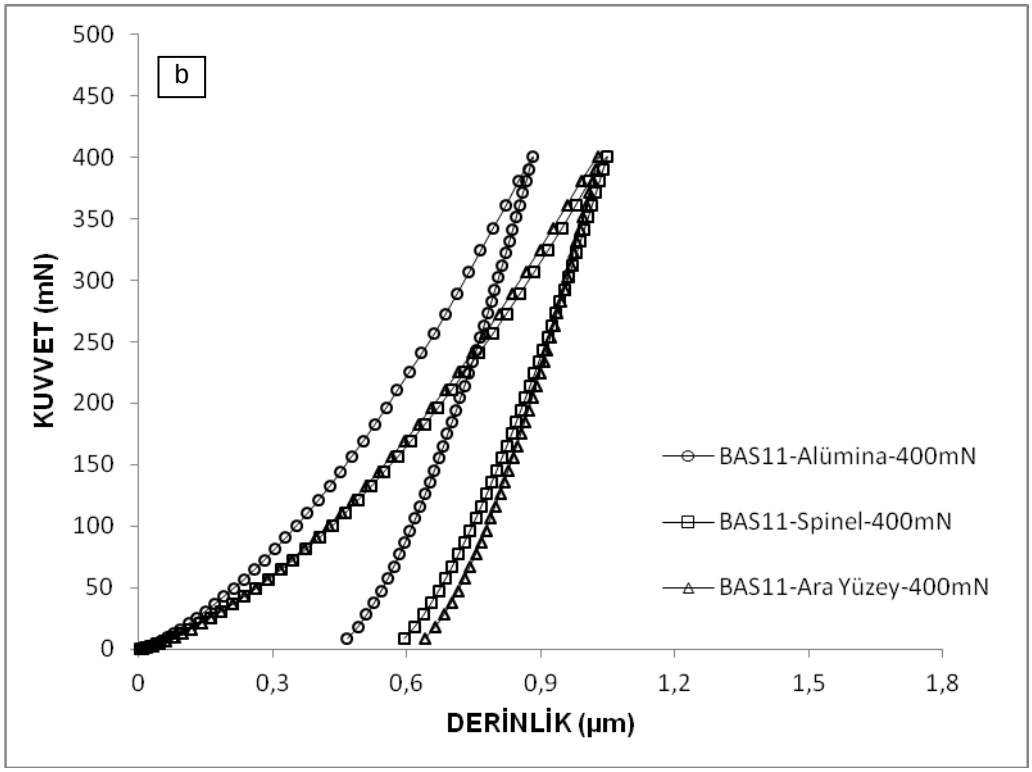
Şekil 4.7. İkili malzemelerin tüm bölgelerinin sertlik değerleri a) BAS11 b) BAS17

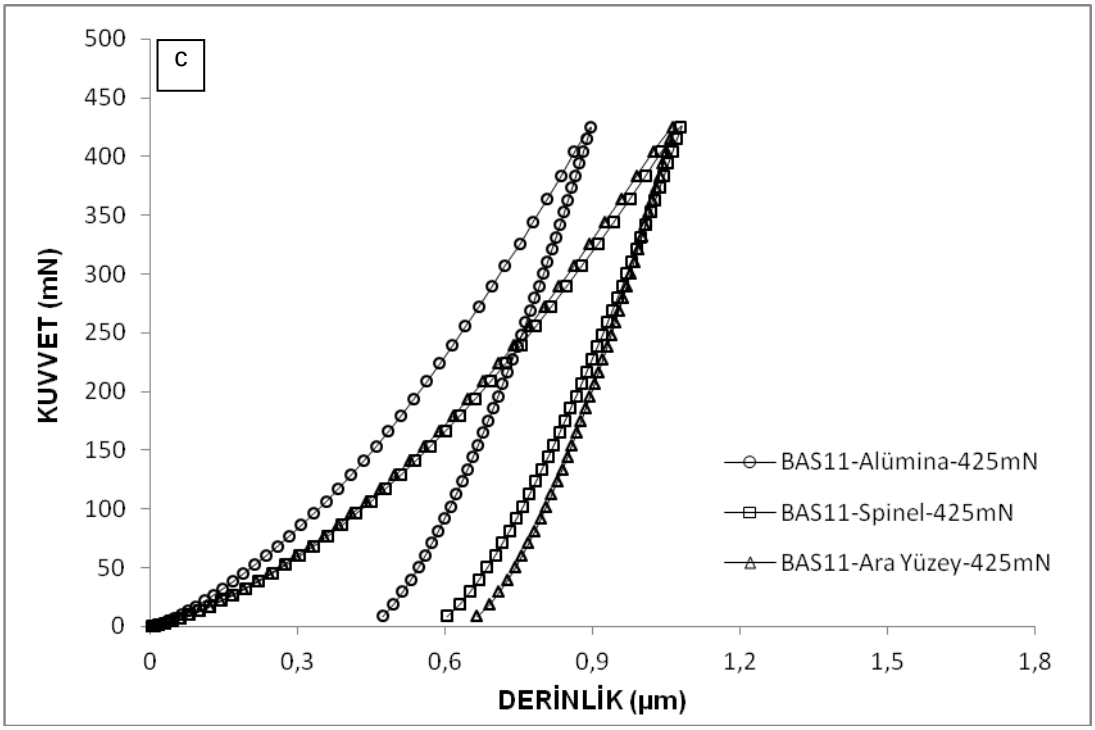
BAS11 ve BAS17 numunelerinde iz yükünün artması maksimum ve minimum batma derinliklerini arttırdığı tablo ve grafiklerle açıkça görülmüştür. Ayrıca şekil 4.8'de malzemeye uygulanan yükün yüzeyde bıraktığı deformasyon görülmektedir. Yine şekildeki resimlerden açıkça görüldüğü gibi yük 300 mN'dan 450 mN'a çıkarken malzeme yüzeyinde bıraktığı izin dik uzunluğu 5 μm'den 8 μm civarına artmaktadır. Buradan da anlaşılacağı üzere yük artışıyla beraber malzemede plastik deformasyon artmaktadır.

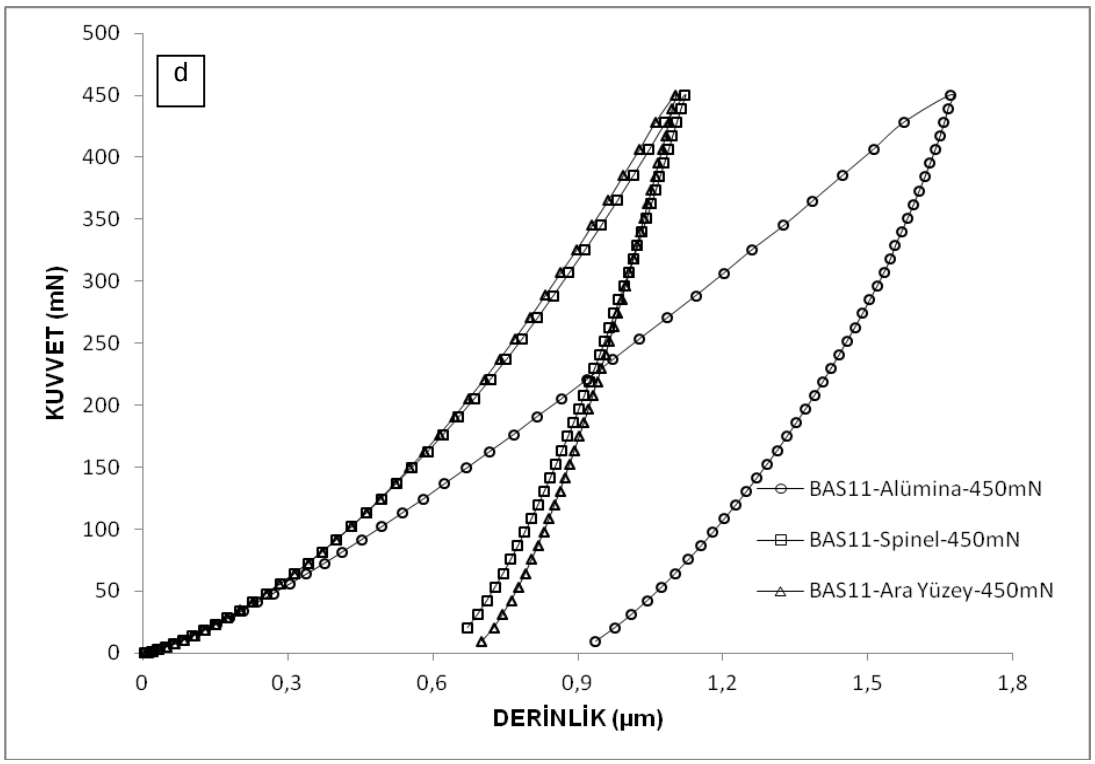


Şekil 4.8. BAS17 numunesi arayüzey nanoindentasyon testi iz yüklerinin büyüklüklere göre fotoğrafları a) 300 mN b) 400 mN d) 425 mN d) 450 mN


a
KUVVET (mN)
DERİNLİK (µm)
BAS11-Alümina-300mN
BAS11-Spinel-300mN
BAS11-Ara Yüzey-300mN

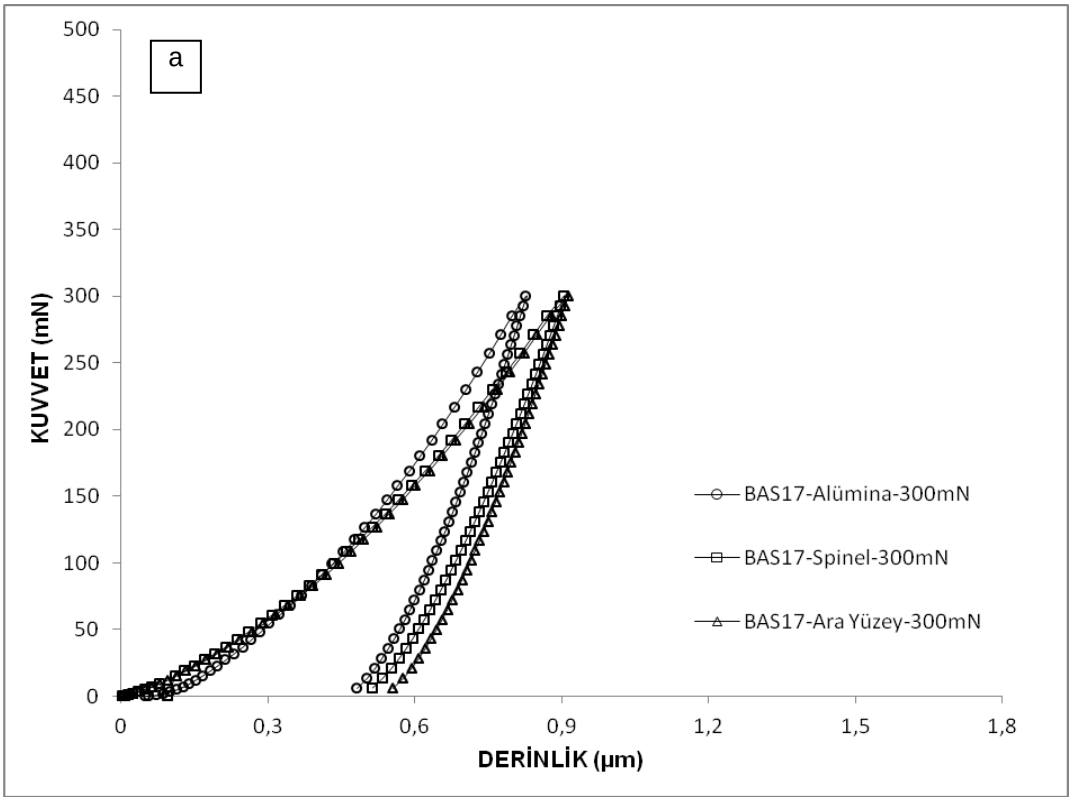

b
KUVVET (mN)
DERİNLİK (µm)
BAS11-Alümina-400mN
BAS11-Spinel-400mN
BAS11-Ara Yüzey-400mN

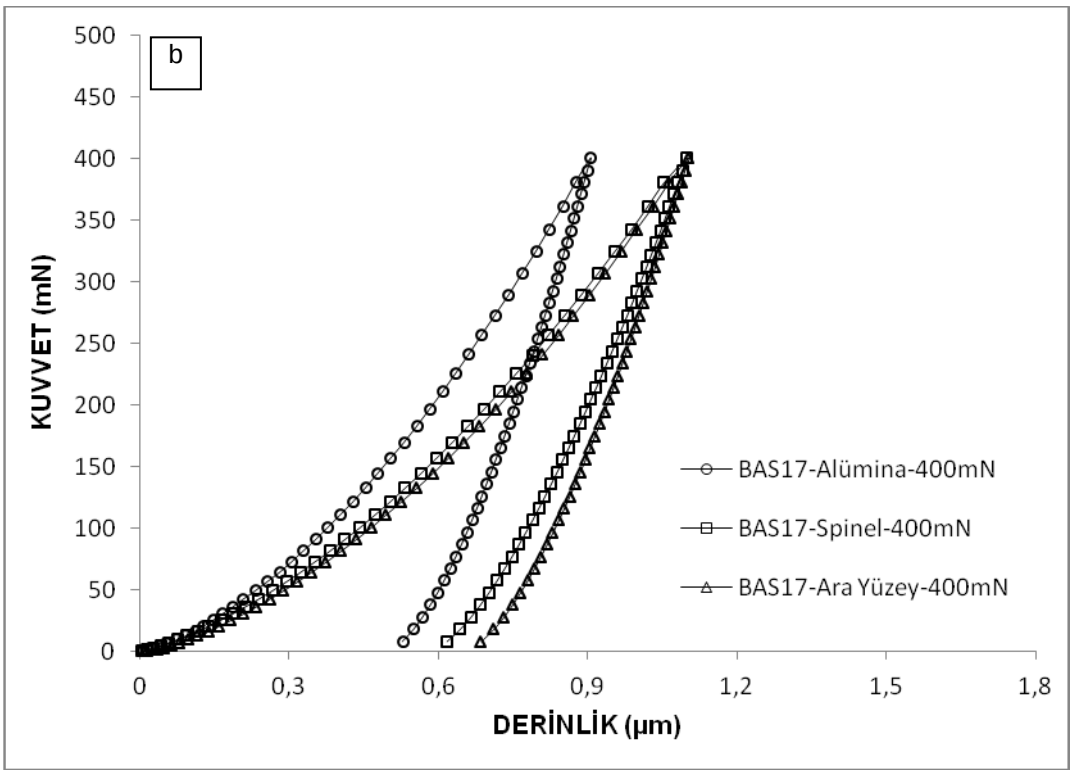


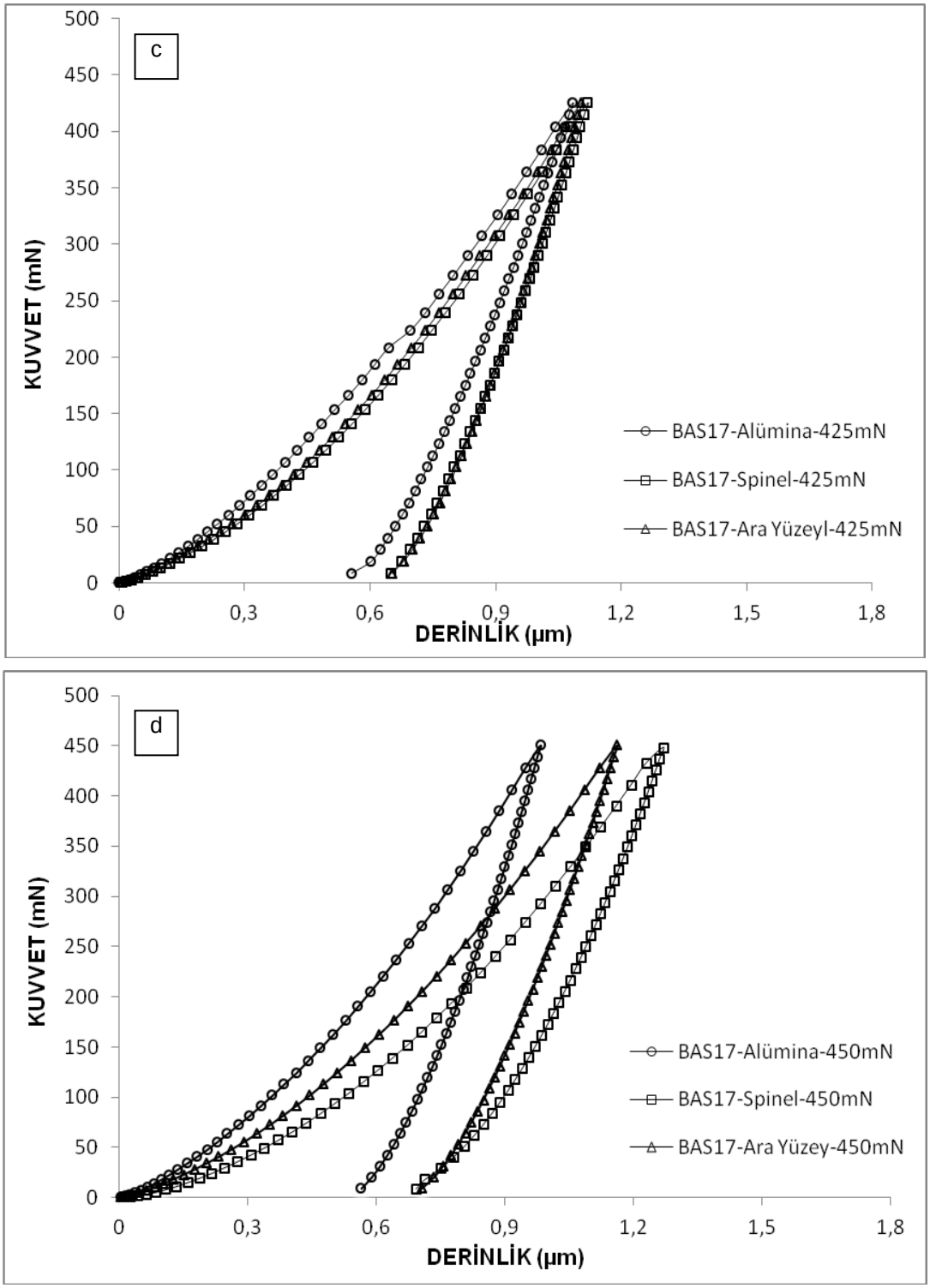


Şekil 4.9. BAS11 numunesi nanoindentasyon eğrileri

a) 300 mN b) 400 mN c) 425 mN d) 450 mN


a
KUVVET (mN)
DERİNLİK (µm)
BAS17-Alümina-300mN
BAS17-Spinel-300mN
BAS17-Ara Yüzey-300mN


b
KUVVET (mN)
DERİNLİK (µm)
BAS17-Alümina-400mN
BAS17-Spinel-400mN
BAS17-Ara Yüzey-400mN



Şekil 4.10. BAS17 numunesi nanoindentasyon eğrileri

a) 300 mN b) 400 mN c) 425 mN d) 450 mN

4.2.3. İz Çatlağı İle Kırılma Tokluğu Sonuçları

İkili malzemelere yapılan iz çatlağı ile kırılma testinde Vickers sertlik ucu ile bırakılan izlerin boyları test cihazında hiç vakit kaybetmeden hızlı bir biçimde ölçülmüştür. Ölçümlerden sonra çıkan değerler ile kırılma tokluğu (K_R) değerleri hesaplanmıştır. Kırılma tokluğu değerleri denklem 3.2 kullanılarak hesaplanmıştır. Malzemeden bağımsız ξ değeri Anstis ve arkadaşlarının (1981) kullandığı değer olan 0,0016 olarak alınmıştır. Hesaplamalar sonucu çıkan değerler tablo 4.8, 4.9, 4.10 ve 4.11'de her numune için ayrı ayrı olarak verilmektedir.

Bu hesaplamalarda malzemenin elastisite modülü olarak nanoindentasyon testinden elde edilen elastisite modülü değerleri ve teorik elastisite modülü ve literatürden bulunan (Pharr, 1998) değerleri kullanılarak 2 farklı hesaplama yapılmıştır. Hem teorik değerler göz önüne alınmış hemde testler sonucu elde edilen veriler ışığında hesaplamalar yapılmıştır.

Sonuçlara bakıldığında 1600 °C'de 4 saat süreyle sinterlenen BAS11 ve BAS17 numunelerinin teorik ve indentasyon ile bulunan E değerleri kullanılarak elde edilen kırılma tokluğu değerleri BAS17 ikili malzemesinin alümina bölgesi dışındaki değerler birbirine oldukça yakındır ve değerler literatür ile tutarlıdır (Pharr, 1988). BAS17 numunesinin alümina bölgesinin değerleri incelendiğinde standart sapmalarının da oldukça yüksek olduğu ve bunun sertlik izleri sonuçlarında büyük sapmalardan kaynaklandığı görülmektedir. Dolayısıyla bu bölgeden alınan testlerin olası gözenek ya da mikro çatlaklardan dolayı bu büyük farklılıkları gösterdiği düşünülmektedir. Yine bu ikili malzemelerin alümina kısımlarının indentasyon ile bulunan E değerleri kullanılarak hesaplanan tokluk değeri kendi aralarında kıyaslandığında BAS11 alümina kısmı 3,89 $MPa*m^{1/2}$ iken, CT3000SG içeren BAS17 numunesinin tokluğu 5,35 $MPa*m^{1/2}$ çıkmıştır bunun bir nedeni yüksek E değeri farkıdır. Fakat aynı E teorik değeri kullanıldığında da CT3000SG tokluk değeri BMA15 tokluk değerinden daha yüksek çıkmıştır. Tablo 4.9 ve tablo 4.11 incelendiğinde spinel numunelerinin kırılma tokluğu değerleri birbiriyle çok yakın çıkmaktadır. Aynı spinel tozu ve aynı sinterleme rejimi uygulandığı için aynı kırılma tokluk değerleri beklenmektedir ve elde edilen sonuçların tutarlı çıkması yapılan ölçümlerin doğru olduğunu göstermektedir.

Tablo 4.8. BAS11 numunesi alümina bölgesi iz çatlağı ile kırılma tokluğu teorik ve test sonucu değerleri

BAS11 ALÜMİNA BÖLGESİ											
	Diagonal Çatlak 2c (µm)	**c (m)**	**P (N)**	**P (MN)**	**HV (GPa)**	**E İndentasyon (GPa)**	**E-teorik (GPa)**	**δ**	**n**	**K_R İndentasyon (MPa*m$^{1/2}$)**	**K_R (teorik) (MPa*m$^{1/2}$)**
TEST1	163,973	0,000081987	30	0,00003	17,29955	464,02	380	0,016	0,50	3,35	3,03
TEST2	153,573	0,000076787	30	0,00003	18,41755	464,02	380	0,016	0,50	3,58	3,24
TEST3	136,587	0,000068294	30	0,00003	17,95662	464,02	380	0,016	0,50	4,32	3,91
TEST4	170,907	0,000085454	30	0,00003	17,95662	464,02	380	0,016	0,50	3,09	2,80
TEST5	120,987	0,000060494	30	0,00003	18,41755	464,02	380	0,016	0,50	5,12	4,63
								Ortalama		**3,89**	**3,52**
								Standart Sapma		**0,83**	**0,75**

Tablo 4.9. BAS11 numunesi spinel bölgesi iz çatlağı ile kırılma tokluğu teorik ve test sonucu değerleri

BAS11 SPİNEL BÖLGESİ											
	Diagonal Çatlak 2c (µm)	**c (m)**	**P (N)**	**P (MN)**	**HV (GPa)**	**E İndentasyon (GPa)**	**E-teorik (GPa)**	**δ**	**n**	**K_R İndentasyon (MPa*m$^{1/2}$)**	**K_R (teorik) (MPa*m$^{1/2}$)**
TEST1	107,813	0,000053907	10	0,00001	14,83799	342,33	276	0,016	0,50	1,94	1,74
TEST2	98,453	0,000049227	10	0,00001	14,25938	342,33	276	0,016	0,50	2,27	2,04
TEST3	107,813	0,000053907	10	0,00001	14,40648	342,33	276	0,016	0,50	1,97	1,77
TEST4	94,813	0,000047407	10	0,00001	13,7298	342,33	276	0,016	0,50	2,45	2,20
TEST5	113,013	0,000056507	10	0,00001	13,85729	342,33	276	0,016	0,50	1,87	1,68
								Ortalama		**2,10**	**1,89**
								Standart Sapma		**0,25**	**0,22**

Tablo 4.10. BAS17 numunesi alümina bölgesi iz çatlağı ile kırılma tokluğu teorik ve test sonucu değerleri

BAS17 ALÜMİNA BÖLGESİ											
	Diagonal Çatlak 2c (µm)	**c (m)**	**P (N)**	**P (MN)**	**HV (GPa)**	**E İndentasyon (GPa)**	**E-teorik (GPa)**	**δ**	**n**	**K_R İndentasyon (MPa*m$^{1/2}$)**	**K_R (teorik) (MPa*m$^{1/2}$)**
TEST1	170,56	0,000085280	30	0,00003	17,31916	530,79	380	0,016	0,50	3,37	2,85
TEST2	141,093	0,000070547	30	0,00003	15,98541	530,79	380	0,016	0,50	4,67	3,95
TEST3	119,773	0,000059887	30	0,00003	16,27962	530,79	380	0,016	0,50	5,91	5,00
TEST4	101,753	0,000050877	30	0,00003	16,77978	530,79	380	0,016	0,50	7,44	6,29
TEST5	115,267	0,000057634	30	0,00003	17,08379	530,79	380	0,016	0,50	6,12	5,17
								Ortalama		**5,35**	**4,53**
								Standart Sapma		**1,74**	**1,47**

Tablo 4.11. BAS17 numunesi spinel bölgesi iz çatlağı ile kırılma tokluğu teorik ve test sonucu değerleri

BAS17 SPİNEL BÖLGESİ											
	Diagonal Çatlak 2c (µm)	**c (m)**	**P (N)**	**P (MN)**	**HV (GPa)**	**E İndentasyon (GPa)**	**E-teorik (GPa)**	**δ**	**n**	**K_R İndentasyon (MPa*m$^{1/2}$)**	**K_R (teorik) (MPa*m$^{1/2}$)**
TEST1	102,787	0,000051394	10	0,00001	14,40648	320,22	276	0,016	0,50	2,05	1,90
TEST2	97,413	0,000048707	10	0,00001	14,25938	320,22	276	0,016	0,50	2,23	2,07
TEST3	93,60	0,000046800	10	0,00001	14,12208	320,22	276	0,016	0,50	2,38	2,21
TEST4	93,947	0,000046974	10	0,00001	13,85729	320,22	276	0,016	0,50	2,39	2,22
TEST5	85,453	0,000042727	10	0,00001	14,54378	320,22	276	0,016	0,50	2,69	2,50
								Ortalama		**2,26**	**2,10**
								Standart Sapma		**0,16**	**0,15**

4.3. Tartışma

Tekli malzemelerin mikroyapıları incelendiğinde alümina BMA15 seramiğinin tane boyutunun (2,76 μm), alümina CT3000SG seramiğinden (0,92 μm) iki katından daha fazla büyüdüğü görülmüştür. Bunun sebebinin CT3000SG tozunun içerisindeki magnezyadan (MgO) kaynaklandığı düşünülmektedir. Çünkü MgO'nın alümina tanelerin büyümesini engellediği bilinmektedir. Spinel tozu diğer alümina tozlarına göre aynı sinterleme rejimlerinde daha düşük tane boyutuna sahiptir. Çünkü başlangıç tozu spinelin son derece incedir ve sinterleme sıcaklığı ve süresi spinel tanelerinin daha çok büyümesi için yeterli olmadığı düşünülmektedir.

Aynı koşullarda üretilen alümina seramiklerden, alümina BMA15 seramiğinin yoğunluğunun alümina CT3000SG seramiğinden biraz daha yüksek olduğu ölçülmüştür. Arşimet yoğunluk sonuçlarını SEM görüntüleri de desteklemektedir. Alümina CT3000SG seramiğinde daha fazla gözenek bulunması da yoğunluğunun alümina BMA15 seramiğinden daha az olduğunu ıspatlamaktadır. Üretim süreci ve sinterleme koşulları aynı durumda iken, alümina BMA15 seramiğinin makro sertlik değeri alümina CT3000SG seramiğine göre nispeten daha yüksektir. Fakat alümina CT3000SG seramiğinin standart sapması alümina BMA15 seramiğine göre oldukça yüksektir.

Muchtar ve arkadaşları (1998) vickers indenter kullanarak ürettikleri alümina seramiklerin iz çatlağı ile kırılma tokluğu değerlerini ölçmüşlerdir. Ürettikleri numunelere 2 N ile 20 N arasında değişen yükler uygulamışlar ve 3-4 $MPa*m^{1/2}$ arasında değişen değerler bulmuştur. Tane boyutları küçüldükçe kırılma tokluğunun arttığını görmüşlerdir. Bu çalışmada üretilen numunelerde makale ile benzer sonuçlar çıkmıştır. Tane boyutu küçük olan alümina CT3000SG'nin kırılma tokluğu değeri 5,35 $MPa*m^{1/2}$ iken, tane boyutu daha büyük olan alümina BMA15'in kırılma tokluğu değeri 3,89 $MPa*m^{1/2}$ çıkmıştır. Bu sonuçlar Muchtar ve arkadaşlarının çalışmasıyla benzerdir. İnce taneli yapının beklendiği üzere kırılma tokluğu daha yüksek çıkmıştır. Tane boyutu küçüldükçe kırılma tokluğu artmaktadır.

Bu çalışmada nanoindentasyon testlerinde uygulanan 300, 400, 425, 450 mN yükler literatüre göre orta seviyelerde yüklerdir. Çünkü Krell ve arkadaşları yaptıkları çalışmalarda alümina seramikleri için 20-200 mN arasında değişen yükler tercih etmişlerdir (Krell ve ark., 2001). Yaptıkları çalışmada vickers indenter kullanmışlardır. Yoğun alümina seramiklerde sertliğin 30 GPa'a kadar çıktığını ve %5 gözenekli seramiklerde ise 25 GPa'a kadar çıktığını ölçmüşler ve ölçümlerin çok ufak boyutlarda yapıldığı için gözenekli noktalarda sertliği çok fazla etkilediklerini bildirmişlerdir. Twigg ve arkadaşları ise yaptıkları çalışmada Krell'in aksine 1300 mN gibi çok fazla bir yük uygulamıştır ve yükü çok yavaş uygulamayı tercih etmiştir (Twigg ve ark., 2002). Çalışmalarında sertliği 24,7±3,7 GPa değerinde, elastisite modülünü 458±75 GPa

değerinde bulmuştur. Bu çalışmada ise ikili malzemelerin alümina bölgelerinde sertlik değerleri 20-26 GPa arasında uyumlu iken elastisite modülü ise 520-620 GPa arasında çıkmış ve farklılık göstermiştir. Bunun sebeplerinden bir tanesinin parlatma esnasında yüzeyde oluşan kalıntı gerilmeler olduğu düşünülmektedir. Çünkü, parlatma sırasında yüzeyde basma gerilimlerinin oluştuğu ve bu basma gerilimlerinin sonuçları artırıcı yönde etki ettiği çeşitli araştırmalarda kanıtlanmıştır.

Pharr spinel için küp köşe indenterle elastisite modülünü 286 GPa olarak ölçmüştür (Pharr, 1998). Ancak bu çalışmada elastisite modülü 300-360 GPa arasında değişen değerler ile biraz yüksek çıkmıştır.

Üretilen ikili malzemelerin ara yüzeylerinde alümina tarafına doğru difüze olan tam oranlı olmayan spinel kompozisyonunda bir ara yüzey tespit edilmiştir (Carry ve ark., 2010). Bu ara yüzey kalınlığı malzeme çeşidi ile değil sinterleme sıcaklığı ve bu sinterleme esnasında bekleme süresiyle orantılı olduğu tespit edilmiştir.

Üretilen ikili malzemelerin tüm bölgelerinin esnek toparlanma oranı birbirleriyle uyumlu çıkmamıştır. Esnek toparlanma oranı elastisite modülü, sertlik ve kimyasal kompozisyonla ilgilidir. Elastisite modülü ve sertlik değişen iz yüküyle tüm bölgelerde değişme göstermiştir. Bu yüzden esnek toparlanma oranıda bir rejim şeklinde hareket etmemiştir.

Arayüzeyin ve spinel bölgesinin nanosertlik ve elastisite modülü değerleri kıyaslandığında arayüzey elastisite modülü değerleri spinel bölgesinden yüksek çıkarken, arayüzey sertlik değerleri spinel bölgesinde düşük çıktığı gözlenmektedir. Bunun sebebi yük-batma derinliği grafikleri incelendiğinde elastisite modülü değerinin yük boşaltma eğrisinin %70 lik kısmında dP/dh oranından, fakat sertlik değerinin ise son batma derinliğinden yola çıkılarak hesaplanmasına bağlı grafiklerin farklı eğim ve batma derinlikleri bu sonuçları vermektedir. Yani çalışmanın bu kısmında elastisite modülü değeri, sertliğin artan bir fonksiyonu olduğu gözlenmemiştir.

BÖLÜM 5

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Tekli malzemelerde sinterleme süresinin artışıyla beraber alümina seramiklerde göreceli yoğunlukları %92 civarından %96 civarına yükselirken, alüminanın tane boyutu 0,9 μm civarından 2 μm civarlarına yükselerek 2 katından daha fazla bir artış göstermektedir.

Tekli malzemelerin ve ikili malzemelerin alümina ile spinel bölgeleri ASTM C1327-08 standartları gözetilerek sertlik testine tabii tutulmuşlardır. Yapılan testlerde vickers sertlik ucu kullanılmış ve alümina BMA15'in sertliği 1984,6 HV1, alümina CT3000SG'nin sertliği 1900,2 HV1'dir ve daha yüksek çıkmıştır. Spinel sertlik değeri alümina sertlik değerlerinden daha düşük çıkmıştır. Bu sonuçlar literatürle karşılaştırıldığında uyumludur. 1600 ºC'de 4 saat sinterlenen spinelin sertlik değeri 1443,6 HV1 iken, beklenmeden sinterlenen numuneden (1393 HV1) daha yüksek çıkmıştır.

Tekli malzemelerin makromekanik özelliklerinin yanında ikili malzemelerinin mikromekanik özelliklerinin belirlenmesi içinde çalışmalar yapılmıştır. İkili malzemelerin alümina, spinel ve ara yüzey bölgelerinin nanoindentasyon yöntemiyle ayrı ayrı mekanik özellikleri incelenmiştir. Bir Berkovich indenter ucu kullanılarak 300, 400, 425 ve 450 mN yük altında indentasyon sertliği ve elastisite modülleri ölçülmüştür.

Alümina BMA15 için elastisite modülü 465 MPa ve alümina CT3000SG için 530 MPa ve spinel için ise 340 MPa çıkmıştır. Buna karşılık sertlik değerleri ise sırasıyla alümina 30, 32,9 ve 25 GPa ölçülmüştür. Değerler literatür değerlerine göre biraz farklı çıkmıştır bunun sebebi ise yüke bağlı iz boyut etkisi olduğu düşünülmektedir

Taramalı elektron mikroskobuyla ara yüzeyin mikroyapısı hakkında incelemeler yapılmıştır. Üretilen ikili malzemelerin ara yüzeylerinin mikroyapıları incelendiğinde spinel tarafından alümina tarafına doğru difüze olan havuçsu taneli bir mikroyapı görülmektedir. Ara yüzeyde tam oranlı (sitokiyometrik) olmayan spinel kompozisyonunda bir ara yapı tespit edilmiştir. Daha önceki çalışmalarda gözlenen havuçsu spinel tanelerin oluşumu bu çalışmada da tespit edilmiştir. Tanelerin boyutlarının da sıcaklığa ve süreye bağlı olarak değiştiği yine doğrulanmıştır.

BAS11 numunesinin alümina bölgesinin indentasyon sertlik ve elastisite modülü değeri BAS17 alümina bölgesinin indentasyon sertlik ve elastisite değerlerinden daha yüksek çıkmıştır. Ancak BAS11 numunesinin 450 mN yük değerinde bu durum tam tersi çıkmıştır. Sebebinin ise

malzeme yapısından kaynaklı gözenek veya test bölgesinin bir çatlak bölgesine denk geldiği düşünülmektedir.

İkili malzemelerin spinel bölgelerinin indentasyon sertlik değerleri birbiriyle yakın değerler vermişlerdir. Spinel bölgesi esneklik katsayısıları arasında biraz farklılık görülmektedir.

Numunelerin ara yüzey sonuçları incelendiğinde elastisite modülü beklendiği gibi alümina ve spinel arasında çıkmıştır. Ancak sertlik değerlerinde ise şaşırtıcı bir şekilde spinel ile aynı yada çok az miktarda düşük çıkmıştır.

İz çatlağı testi ile numunelerin kırılma tokluk değerleri de ölçülmüştür. BAS11 ve BAS17 numunelerinin spinel bölgesinde çıkan sonuçlar 2,1 $MPa*m^{1/2}$ ile literatür değerlerinden çok az yüksek çıkmıştır. BAS11 numunesi alümina bölgesinin kırılma tokluğu değeri 3,89 $MPa*m^{1/2}$ ile literatür ile uyumlu iken BAS17 numunesinin kırılma tokluğu değeri 5,35 $MPa*m^{1/2}$ çıkmıştır. İnce taneli yapının kırılma tokluğu daha yüksektir.

Her ne kadar yapılan analizler ve testler sonucu malzemelerin mekanik özellikleri ortaya koyulsada, bu analizlerde değişken sayısı arttırılarak daha farklı kıyaslamalar da yapılabilirdir. Fırında bekleme süresi değişik numuneler üretip ardından bu numunelere kırılma tokluğu ve indentasyon testleri yaparak sıcaklığın malzemenin mekanik özelliklerine etkisini de araştırmakta mümkündür. Ayrıca kırılma tokluğu testlerinde yükler değiştirilerek değişik yüklerde malzemenin kırılma tokluğu araştırılabilir. Çalışmanın devamı olarak nanoindentasyon testlerinde malzeme yüzey pürüzlülüğünün, yüzey gerilimlerinin etkisi incelenebilinir. Kırılma tokluğuna parlatma sonrası ısıl tavlamanın etkileri incelenebilinir. Yine ileriki çalışmalarda daha geniş yük aralığında iz boyut etkisi detaylı olarak incelenip literatürdeki modellerden uygun olanı araştırılıp bu ikili malzemelere uygulaması yapılabilir.

Yapılan çalışma ile alümina ve spinel için mekanik özellikleri tespiti için daha detaylı ve daha özel çalışmalar yapılmasına gerek olmasına rağmen, bu çalışmadan elde edilen değerler ve sonuçlar alümina, spinel ve ara yüzeyinin optik ve mekanik özelliklerinin anlaşılması konusunda büyük katkılar sağladığı düşünülmektedir.

KAYNAKLAR

1. Alümina Tozu (BMA15), Baikowski İnt. Corp., 2013, http://www.baikowski.com/upload/produit/fichier_167.pdf.
2. Alümina Tozu (CT3000SG), Almtais Inc., 2013, http://www.almatis.com/media/4020/gp-rcp_021_ct3000_sdp_0812.pdf.
3. Anstıs G. R., Chantıkul P., Lawn B. R., Marshall D. B., A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements, J. Am. Cer. Soc. Vol.64 No.9, 1981.
4. Barsoum M. W., Fundamentals of Ceramics, IOP Publishing Ltd. 2003.
5. Basınçlı sinterleme teknikleri http://home.anadolu.edu.tr/~esuvaci/egitim/Basincli%20Sinterleme.pdf, 2013.
6. Bengisu M., Seramik Bilimi ve Mühendisliği, Nobel Yayın Dağıtım, Ankara, 2006.
7. Bengisu, M., Engineering Ceramics. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2001.
8. Boonyongmaneerat Y. and Schuh C.A., Contributions to the Interfacial Adhesion in Co-Sintered Bilayers, Metal. and Mat. Trans. Vol:37 A: 1435-42, 2006.
9. C. Carry, Yalamaç E., Akkurt S., Co-Sintering Behaviors of Oxide Based Bi-Materials, in: E. Olevsky, R. Bordia (Eds.), Adv. SİnterSci. Technol. B. Ser.Ceram. Trans., American Ceramic Society, Ohio, pp. 307-20, 2010.
10. Cai P. Z., Green D. J., and Messing G. L., Consatrained Densification of Alumina/Zirconia Hybrid Laminates, II: Viscoelastic Stress Computation, J. Am. Ceram. Soc., 80 (8) 1929–39 1997.
11. Carter C. B. and Norton M.G., Ceramic Materials, Springer, 2007.
12. Encyclopedia Britannica, Inc., 1997.
13. German R. M., Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Uyum Ajans, Çeviri Editörleri, Prof. Dr. Süleyman Sarıtaş, Prof Dr. Mehmet Türker, Doç. Dr. Nuri Durlu, Ankara, 2007.

14. Granger G. B., Guizard C., Influence of Co-Doping on the Sintering Path and on the Optical Properties of a Submicronic Alumina Material, J. Am. Ceram. Soc., 91 (5): 1703–1706 2008.

15. Kang S.-J. L., Sintering and Densification, Grain Growth and Microsuctrutre, Elsevier Butterworth-Heinemann, 2005.

16. Karaoğlu S., Karaşoğlu M., Toz Metalurjisi İle Üretilen Alüminyum Matrisli Kompozitlerde Proses ve Malzeme Değişkenlerinin Mikroyapı Ve Mekanik Özelliklere Etkilerinin İncelenmesi, Mühendis ve Makina, cilt 55, sayı 649: 17-23, 2014.

17. Kingery W.D., Bowen H. K., Uhlmann D. R., Introduction To Ceramics, Second Edition, John Wiley, New York, 1976.

18. Krell A., Blank P., Ma H., Hutzler T., Transparent Sintered Corundum with High Hardness and Strength, J. Am. Ceram. Soc., 86 (1): 12–18, 2003.

19. Krell A., Schädlich S., Nanoindentation Hardness of Submicrometer Alumina Ceramics, Materials Science and Engineering A307: 172–181, 2001.

20. Lawn B. R., Evans A. G., Marshall B., Elastic/Plastic Indentation Damage in Ceramics: The Median/Radial Crack System, J. Am. Ceram Soc. 63(9-10): 574-581, 1980.

21. Masasahi N., Hanada S., Effect of Pressure Application By Hıp on Microstructure Evolution During Diffusion Bonding, Institue For Materials Research, Tohoku University, Sendai, 980-8577, Japan, 2005.

22. Methods of Compacting, 2013, http://www.mechanicalengineeringblog.com/46-methods-of-compacting-powder-metallurgy/

23. Miyazaki H., Hyuga H., Yoshizawa Y., Hirao K., Ohji T., Relationship between fracture toughness determined by surface crack in flexure and fracture resistance measured by indentation fracture for silicon nitride ceramics with various microstructures, Ceramics International 35: 493:501, 2009.

24. Miyosh T., Sagawa N., Sasa T., Study of Evolution for Fracture Toughness of Structural Ceramics, J. Jpn. Soc. Mec. Eng. A. 51: 2189-97, 1985.

25. Muchtar A., Lim L. C., Indentation Fracture Toughness Of High Purity Submicron Alumina, Acta mater. Vol. 46, No. 5, pp. 1683±1690, 1998.

26. Oliver W. C. and Pharr G. M., Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing, J. Mater. Res., 7: 1564–1583, 1992.

27. Oliver W. C. and Pharr G. M., Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology, J. Mater. Res., 19: 3–20 2004.

28. Pethica J. B., Hutchings R. and Oliver W. C., Hardness measurement at penetration depths as small as 20 nm, Philos. Mag. A, 48: 593–606, 1983.

29. Pharr G.M., Measurement of Mechanical Properties By Ultra-Low Load İndentation, Mater. Sci. and Eng. A253: 151-159, 1998.

30. Pietrzak K., Chmielewski M., Włosiński W., Institute of Electronic Materials Technology, 133 Wólczyńska Str, 01-919 Warsaw, Poland, 2004.

31. Promdej C., Pavarajarn V., Wada S., Thanakorn Wasanapiarnpong, Tawatchai Charinpanitkul, Curr. Appl. Phys. 9: 960–966, 2009.

32. Qu S., Huang Y., Pharr G. M., and Hwang K. C., The indentation size effect in the spherical indentation of iridium: A study via the conventional theory of mechanism-based strain gradient plasticity, Int. J. Plast., 22: 1265–1286, 2006.

33. Quinn G.D., Bradt R.C., On The Vickers Indentation Fracture Toughness Test, J. Am. Ceram. Soc. 90, 2007.

34. Rahaman, M., Ceramic Processing and Sintering (Second Edi.), New York: Marcel Dekker Inc., 2003.

35. Sakai M., Bradt R.C., Fracture Toughness Testing of Brittle Materials, Int. Mater. Rev. 38: 53–78, 1993.

36. Shim S., Bei H., George E. P. and Pharr G. M., A different type of indentation size effect, Scr. Mater., 59: 1095–1098 2008.

37. Simchi, A. Rota, P. Imgrund, An investigation on the sintering behavior of 316L and 17-4PH stainless steel powders for graded composites, Mater. Sci. and Eng. A 424: 282-289, 2006.

38. Spinel Tozu, Baikowski İnt. Corp., 2013, http://www.baikowski.com/upload/produit/fichier_167.pdf.

39. Strijobs S., Friction between a Powder Compact and a Metal Wall Science of ceramics , ISSN: 0582-2114, 1976.

40. Swadener J., George E. and Pharr G., The correlation of the indentation size effect measured with indenters of various shapes, J. Mech. Phys. Solids, 50: 681–694, 2002.

41. Szutkowska M., Fracture resistance behavior of alumina–zirconia composites, Journal of Mat. Proc. Tech. 153–154, 868–874, 2004.

42. Twigg P. C., Rıley F. L., Nanoindentation Investigation of Micro-fracturewear Mechanisms in Polycrystalline Alumina, J. Mat. Sci. 37: 845– 853, 2002.

43. Yalamaç E., Carry C., Akkurt S., Microstructural development of interface layers between co-sintered alumina and spinel compacts, J. Eur. Ceram. Soc. 31: 1649–1659, 2011.

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

İsim : Ahmet KARATAŞ

Doğum yeri : İzmir

Doğum tarihi : 29.07.1988

Eğitim Bilgileri

İlköğretim **:** Bornova İlköğretim Okulu, İzmir

Lise **:** Sıdıka Rodop Yabancı Dil Ağırlıklı Lisesi, İzmir (2002-2006)

Lisans **:** Süleyman Demirel Üniversitesi, Makine Mühendisliği Bölümü (2007-2011)

İş Tecrübesi

Alcer Makine ve Su Teknolojileri Ltd. Şti., Makine mühendisi, 2011-2012

Endülüs Krom Makine ve Metal İşleri Ltd. Şti., Makine mühendisi, 2012-