

**Kompleks Geometriye Sahip Hacimli Seramik Paraların  
Konvansiyonel Yöntemlerle Sinterlenmesi**

**Proje No: 107M433**

Yrd. Do. Dr. Arcan Fehmi DERİCİOĞLU

EKİM 2008

ANKARA

## ÖNSÖZ

“Kompleks Geometriye Sahip Hacimli Seramik Parçaların Konvansiyonel Yöntemlerle Sinterlenmesi” konulu bu proje Orta Doğu Teknik Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü bünyesinde Yrd. Doç. Dr. Arcan Fehmi Dericioğlu tarafından yürütülmüştür.

Bu projede, yüksek sıcaklık dayanımı ve tokluğu ile termal şok rezistansı oldukça iyi olan silisyum nitrür, alumina ve itriyum oksit ile stabilize edilmiş zirkonyum oksit eklenmiş alumina hacimli seramiklerin karmaşık geometriye sahip şekillerinin hız kontrollü konvansiyonel sinterleme yöntemi kullanılarak üretimi konusunda çalışmalar yapılmıştır.

Bu proje Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu tarafından 107M433 kodlu ve 01.10.2007 başlama tarihli TÜBİTAK Hızlı Destek Programı ve Orta Doğu Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tarafından BAP-2007-07-02-11 kodlu ve 01.01.2007 başlama tarihli Bilimsel Araştırma Projesi ile desteklenmiştir.

## İÇİNDEKİLER

|                     |      |
|---------------------|------|
| ÖNSÖZ.....          | ii   |
| İÇİNDEKİLER .....   | iii  |
| TABLO LİSTESİ ..... | v    |
| ŞEKİL LİSTESİ ..... | vi   |
| ÖZ .....            | vii  |
| ABSTRACT.....       | viii |

|                                                                                                               |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 1. GİRİŞ.....                                                                                                 | 1  |
| 2. GENEL BİLGİLER .....                                                                                       | 3  |
| 2.1 Silisyum Nitrür Seramik Malzemeler .....                                                                  | 3  |
| 2.2 Alumina ve İttriyum Oksit ile Stabilize Edilmiş Zirkonyum Oksit Eklenmiş Alumina Seramik Malzemeler ..... | 4  |
| 3. GEREÇ ve YÖNTEM .....                                                                                      | 5  |
| 3.1 Üretim Çalışmaları .....                                                                                  | 5  |
| 3.1.1 Atmosfer Kontrollü Yüksek Sıcaklık Fırınının Yapımı .....                                               | 5  |
| 3.1.1.1 Alumina Plaka ve Kroze Üretim Çalışmaları.....                                                        | 7  |
| 3.1.2 Silisyum Nitrür Seramik Malzemesinin Üretimi .....                                                      | 8  |
| 3.1.2.1 Toz Hazırlama Aşaması .....                                                                           | 8  |
| 3.1.3.2 Presleme Aşaması .....                                                                                | 9  |
| 3.1.2.3 Sinterleme Aşaması .....                                                                              | 9  |
| 3.1.3 Alumina Seramik Malzemesinin Sinterlenme Karakteristiğinin İncelenmesi .....                            | 10 |
| 3.1.3.1 Toz Hazırlama Aşaması .....                                                                           | 11 |
| 3.1.3.2 Presleme Aşaması .....                                                                                | 12 |
| 3.1.3.3 Sinterleme Aşaması .....                                                                              | 12 |
| 3.1.4 Karmaşık Geometriye Sahip Parçaların Şekillendirilmesi ve Üretimi .....                                 | 12 |
| 3.1.4.1 Karmaşık Geometriye Sahip Parçaları Şekillendirme Çalışmaları .....                                   | 12 |
| 3.1.4.2 Karmaşık Geometriye Sahip Parçaların Üretilmesi .....                                                 | 15 |
| 3.1.4.2.1 Toz Hazırlama Aşaması.....                                                                          | 16 |
| 3.1.4.2.2 Presleme Aşaması.....                                                                               | 16 |
| 3.1.4.2.3 Şekillendirme Aşaması .....                                                                         | 17 |
| 3.1.4.2.4 Sinterleme Aşaması .....                                                                            | 17 |

|                                                                                  |    |
|----------------------------------------------------------------------------------|----|
| 3.2 Karakterizasyon Çalışmaları .....                                            | 18 |
| 3.2.1 Yoğunluk Ölçümleri .....                                                   | 18 |
| 3.2.2 Faz Analizi Çalışmaları .....                                              | 18 |
| 3.2.3 Kırılma Yüzeylerinin İncelenmesi .....                                     | 18 |
| 3.2.4 Mekanik Özelliklerin Karakterizasyonu .....                                | 18 |
| <b>4. BULGULAR ve TARTIŞMA</b> .....                                             | 20 |
| 4.1 Silisyum Nitrür Seramik Malzemesinin Üretimi .....                           | 20 |
| 4.2 Alumina Seramik Malzemesinin Sinterlenme Karakteristiğinin İncelenmesi ..... | 22 |
| 4.3 Karmaşık Geometriye Sahip Parçaların Üretilmesi .....                        | 27 |
| <b>5. SONUÇ</b> .....                                                            | 32 |
| <b>REFERANSLAR</b> .....                                                         | 34 |

## TABLO LİSTESİ

|                                                                                                                                                                                                 |    |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| <b>Tablo 4.1</b> Silisyum nitrür seramik malzemesinin (Numune S1) tek eksenle presleme ve sinterleme işlemi sonrasında elde edilen % yoğunlaşım (densification) değerleri .....                 | 20 |
| <b>Tablo 4.2</b> Silisyum nitrür seramik malzemesinin (Numune S2) presleme ve sinterleme işlemleri sonrasında elde edilen % yoğunlaşım (densification) değerleri .....                          | 21 |
| <b>Tablo 4.3</b> Alumina seramiklerde tek eksenli presleme ve sinterleme işlemi sonrası elde edilen % yoğunlaşım (densification) değerleri .....                                                | 23 |
| <b>Tablo 4.4</b> Tek eksenli presleme ve soğuk izostatik presleme işlemlerinde uygulanan basınç değerleri ve sinterleme işlemi sonrası elde edilen % yoğunlaşım (densification) değerleri ..... | 27 |
| <b>Tablo 4.5</b> Kama şekilli numunelerin sinterleme işlemi sonrasında elde edilen % yoğunlaşım (densification) değerleri .....                                                                 | 28 |

## ŞEKİL LİSTESİ

|                                                                                                                                                                                                                            |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| <b>Şekil 3.1</b> a) Fırın izolasyon modülü, b) Isıtıcı eleman, c) Termik çift (thermocouple).....                                                                                                                          | 5  |
| <b>Şekil 3.2</b> Yüksek sıcaklık sinterleme fırını .....                                                                                                                                                                   | 6  |
| <b>Şekil 3.3</b> Sinterlenmiş olan alumina plaka ve kroze .....                                                                                                                                                            | 8  |
| <b>Şekil 3.4</b> Peletlerin silisyum nitrür tozlarına gömülmesi işleminde kullanılan alumina kroze ile koruyucu atmosfer ortamının sağlanabilmesi için slip döküm yöntemiyle üretilen alumina plaka ve alumina kroze. .... | 10 |
| <b>Şekil 3.5</b> a) Vakumlanmış numune, b) silikon kalıp örneği .....                                                                                                                                                      | 14 |
| <b>Şekil 3.6</b> Soğuk izostatik pres kovani .....                                                                                                                                                                         | 14 |
| <b>Şekil 3.7</b> Silindirik iç boşluklu silikon kalıp .....                                                                                                                                                                | 15 |
| <b>Şekil 3.8</b> İncelemelerde standart karmaşık geometri olarak kullanılan kama şekilli numunenin modeli .....                                                                                                            | 17 |
| <b>Şekil 3.9</b> Kama şekilli numunelerde serlik alma doğrultusu.....                                                                                                                                                      | 19 |
| <b>Şekil 4.1</b> XRD sonuçları; a) Numune S1, b) Numune S2 .....                                                                                                                                                           | 20 |
| <b>Şekil 4.2</b> S2 numunesinin kırılma yüzey SEM fotoğrafları; a) S2 x2000, b) S2 x7500.....                                                                                                                              | 22 |
| <b>Şekil 4.3</b> 1525°C' de sinterleme işlemine tabi tutulan alumina numunelerin kırılma yüzey SEM fotoğrafları; a) A2 x2000, b) B1 x5000, c) B1 x5000, d) B2 x5000, e) C2 x2000, f) D2 x2000, g) D2 x2000 .....           | 24 |
| <b>Şekil 4.4</b> Sinterlenen alumina tozlarının % yoğunlaşım – sıcaklık grafiği (ortalama toz boyutu 0,8 µm ve 1,3 µm) (TERRY, 1996).....                                                                                  | 26 |
| <b>Şekil 4.5</b> J1 numunesinin XRD sonucu.....                                                                                                                                                                            | 28 |
| <b>Şekil 4.6</b> Tepe açısı 30° olan kama şekilli I1 numunesinin sertlik profili.....                                                                                                                                      | 29 |
| <b>Şekil 4.7</b> Tepe açısı 60° olan kama şekilli I2 numunesinin sertlik profili.....                                                                                                                                      | 30 |
| <b>Şekil 4.8</b> 30° tepe açısına sahip kama şekilli J1numunesinin sertlik profili .....                                                                                                                                   | 31 |
| <b>Şekil 4.9</b> 60° tepe açısına sahip kama şekilli J2 numunesinin sertlik profili .....                                                                                                                                  | 31 |

## ÖZ

Bu çalışmada, yüksek sıcaklık dayanımı ve tokluğu ile termal şok rezistansı itibariyle yapısal uygulamalar için uygun olabilecek silisyum nitrür, alumina ve itriyum oksit ile stabilize edilmiş zirkonyum oksit eklenmiş alumina hacimli seramiklerin karmaşık geometriye sahip şekillerinin hız kontrollü konvansiyonel sinterleme yöntemi kullanılarak üretimi amaçlanmıştır. Bu çerçevede, çeşitli proses parametrelerinin alumina seramik malzemesinin sinterlenme karakteristiği üzerindeki etkileri incelenmiştir. Elde edilen bulgular çerçevesinde üretim koşullarının optimizasyonuna çalışılmış ve gerçekleştirilen bu çalışmalardan elde edilen sonuçlar kullanılarak, karmaşık geometriye sahip hacimli alumina ve itriyum oksit ile stabilize edilmiş zirkonyum oksit eklenmiş alumina seramik malzemelerin üretimi ve üretim esnasında kesit farklılıklarından kaynaklanabilecek olası sorunların incelenmesi konularında çalışmalar yürütülmüştür.

Bu çalışmalara ek olarak, azami yoğunluğa ulaşmak ve artık gözenek miktarını asgariye indirmek için yüksek sinterleme sıcaklıklarına gereksinim duyulan silisyum nitrür seramik malzemesinin üretiminde çalışmalar, yüksek sinterleme sıcaklıklarının sebebiyet verebileceği olası bir ayrışmayı engellemek için ihtiyaç duyulan azot atmosferi ortamının bu proje kapsamında temin edilen örtülü fırında sağlanabilmesi konusu üzerine yoğunlaşmıştır.

Elde edilen numunelerin yoğunluk değerleri Arşimet prensibi kullanılarak hesaplanmış, iç yapı incelemeleri ve faz analizi çalışmaları sırasıyla taramalı elektron mikroskobu ve X-ışınları kırınım cihazları kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Ayrıca, karmaşık geometriye sahip hacimli seramik parçaların mekanik özelliklerinin karakterizasyonu sertlik ölçümleriyle yapılmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** Silisyum nitrür, Alumina, İtriyum oksit ile stabilize edilmiş zirkonyum oksit, Hız kontrollü konvansiyonel sinterleme.

## ABSTRACT

In this study, complex geometries of silicon nitride, alumina and yttria stabilized zirconia incorporated alumina ceramics, which are suitable materials for structural applications because of their high temperature stability, toughness and thermal shock resistance, were fabricated by rate controlled conventional sintering. In this context, effect of various processing parameters on the sintering characteristics of alumina ceramics has been investigated, and processing parameters were tried to be optimized. Obtained results were used to fabricate complex geometries of alumina and yttria stabilized zirconia incorporated alumina ceramics, where studies have been conducted on the possible complications which may result from the cross-sectional differences of the components.

In addition to these, studies have also been focused on reaching a controlled nitrogen atmosphere in the muffle furnace designed and built in the scope of the present project, which is required to obtain maximum densification and minimum amount of retained porosity during the high temperature sintering of silicon nitride ceramics.

Densities of the fabricated ceramic specimens were determined using Archimedes' principle, and their microstructural characterization and phase analysis were conducted using scanning electron microscopy and X-ray diffraction, respectively. Furthermore, mechanical properties of bulk ceramic components having complex geometries have been characterized via hardness measurements.

**Keywords:** Silicon nitride, Aluminum oxide, Yttrium stabilized zirconium oxide, Rate controlled conventional sintering.

## 1. GİRİŞ

Hali hazırda piyasada bulunan küçük turbojet motorları, boyutları ve muhtemel kullanım potansiyelleri açısından İnsansız Hava Aracı (İHA) uygulamaları kapsamında çok çekicidir. Fakat bu motorlar orijinal olarak hobi amaçlı radyo kontrollü uçak ve helikopterler için tasarlandıklarından verimlilikleri çok düşüktür, ve bu halleri ile yüksek verimlilik ve uzun süre havada kalma kabiliyeti gerektiren İHA sistemlerinde kullanılmaları imkansızdır. Bu motorların performansını direk olarak etkileyen en önemli parametrelerden biri türbin giriş (yani yanma odası çıkışı) sıcaklığıdır. Büyük ölçekteki turbojet motorları, türbinlerinde kullanılan karmaşık soğutma sistemleri ve yüksek malzeme ve döküm teknolojileri sayesinde, yüksek sıcaklıkta ve verimli olarak çalışabilmektedir. Küçük motorlarda ise boyutların çok küçük olması bu soğutma sistemlerinin kullanılmasına olanak vermemekte dolayısı ile erişilebilecek en yüksek türbin giriş sıcaklıkları kullanılan malzemenin özellikleri ile sınırlı kalmaktadır.

Yukarıda da açıklandığı gibi, yanma odası çıkışında kullanılacak parçaların hem yüksek sıcaklık dayanımına sahip olması hem de oluşacak aerodinamik kuvvetleri taşıyabilmesi gerekmektedir. Bu gereksinimler çerçevesinde, yüksek sıcaklık dayanımı ve mekanik direnci halihazırda kullanılan seramik kaplı metalik malzemelerle kıyaslanabilir veya daha iyi olan hacimli seramik malzemelerin kullanılmasının küçük turbojet motorlarında önemli performans artışı sağlayacağı düşünülmektedir. Ancak karmaşık geometriye sahip hacimli seramik parça üretimi esnasında karşılaşılan problemler sebebiyle bu malzemeler bu tip uygulama alanlarında yaygın olarak kullanılamamaktadır.

Günümüzde hacimli seramik malzemelerin üretiminde yaygın olarak konvansiyonel sinterleme yöntemleri kullanılmaktadır. Bu yöntemlerde, ısı ısıtıcı elemanlar ile üretilmekte ve sinterlenecek malzemeye radyasyon, konveksiyon ve iletim ile transfer edilmektedir. Bu nedenle üretim esnasında üretilen parçanın yüzeyi ile iç kısımlarında sıcaklık farklılıkları oluşmaktadır. Karmaşık geometriye sahip parçalarda ise kesit farklılıkları numune içi sıcaklık dağılımında büyük farklılıklara neden olabilmektedir. Karmaşık geometriye sahip seramik parçaların konvansiyonel sinterleme yöntemi ile üretimi esnasında homojen olmayan sıcaklık dağılımı nedeni ile oluşması muhtemel termal gradyanlar parça içerisinde kalıntı gerilimlere neden olabilmekte ve parça yüzeyinde çarpımalara ve çatlak oluşumlarına sebebiyet verebilmektedir.

Bu çerçevede, bu çalışma kapsamında, karmaşık geometriye sahip silisyum nitrür parçaların konvansiyonel sinterleme yöntemi ile üretilmesi ve üretim esnasında ortaya çıkabilecek problemlerin incelenmesi planlanmıştır. Uygulama alan gereksinimleri göz önünde bulundurulduğunda, yüksek sıcaklık dayanımı ve tokluğu ile termal şok rezistansı oldukça yüksek olan silisyum nitrür ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) seramik malzemesinin yüksek sıcaklık dayanımı ve yüksek mekanik direnç gerektiren uygulama alanlarında kullanılabilecek aday malzemelerin ilk sıralarında yer aldığı görülmektedir.

Bilindiği üzere, silisyum nitrür seramik malzemesinin üretiminde, azami yoğunluğa ulaşmak ve artık gözenek miktarını asgariye indirmek için, yüksek sinterleme sıcaklıklarına gereksinim duyulmaktadır. Gereksinim duyulan bu yüksek sıcaklıklar silisyum nitrür seramik malzemesinin sinterleme işlemi esnasında ayrışmasına sebebiyet verebilmekte ve bu sebeple, silisyum nitrür seramik malzemesinin üretimi kontrollü atmosfer ortamı gerektirmektedir. Bu çerçevede, çalışmanın ilk etabında proje kapsamında ihtiyaç duyulan 1750-1800 °C'lerde kullanılacak atmosfer kontrollü yüksek sıcaklık sinterleme fırının yapımı için gerekli olan izolasyon malzemesi, ısıtıcı eleman ve termik çift (thermocouple) gibi kritik parçalar temin edilmiştir. Fırın yapımı için gerekli kritik parçaların teminini takiben elektrik altyapı çalışmaları tamamlanmış ve fırın dış mahfazası dizayn edilmiştir. Yüksek sıcaklık fırınının yapımı başarıyla tamamlanmıştır. Fırının Şubat 2008 itibariyle laboratuvarımız olanakları dahiline katılmasıyla hacimli silisyum nitrür seramik parçaların üretiminde gerekli olacak koruyucu atmosfer ortamının sağlanabilmesi konusunda araştırmalara başlanmıştır. Silisyum nitrür parçaların üretilmesinde ihtiyaç duyulan atmosfer kontrollü yüksek sıcaklık fırınının inşası için gerekli kritik parçaların temin ve yapım işlemlerinin öngörülen süreden daha uzun sürmesi sebebiyle, geçen zaman zarfında projemizin öneri formunda sunulan B-Planının işleyişe geçirilmesine karar verilmiştir. Bu çerçevede, proje kapsamında koruyucu atmosfer ortamının sağlanabilmesi ve silisyum nitrür seramik malzemelerinin üretimi konularında gerçekleştirilen çalışmalara paralel olarak çeşitli proses parametrelerinin, sinterleme sıcaklıkları ve karakteristikleri itibariyle üretimleri silisyum nitrür seramiklerden daha kolay olan, alumina ( $Al_2O_3$ ) seramik malzemesinin sinterlenme karakteristiği üzerindeki etkilerinin incelenmesi konusunda çalışmalar yürütülmüştür. Yürütülen bu çalışmalardan elde edilen bulgular ışığında, çalışmalar karmaşık geometriye sahip hacimli alumina ve itriyum oksit ile stabilize edilmiş zirkonyum oksit (YSZ) eklenmiş alumina seramik malzemelerin şekillendirilmesi ve üretimi konuları üzerine yoğunlaşmıştır.

Proje raporu giriş, genel bilgiler, gereç ve yöntem, bulgular ve tartışma ile sonuç olmak üzere beş ana bölümden oluşmaktadır. Birinci bölümde sürdürülen çalışmalar hakkında kısa ve öz bilgiler verilmektedir. İkinci bölüm proje konusu ile ilgili literatür özetini kapsamaktadır. Raporun üçüncü bölümünde proje kapsamında izlenen deneysel yöntem detaylı bir şekilde anlatılmaktadır. Yapılan çalışmalardan elde edilen sonuçlar ve bu sonuçların değerlendirilmesi "Bulgular ve Tartışma" kısmında sunulmaktadır. Raporun en son bölümünü oluşturan sonuç kısmı ise proje kapsamında gerçekleştirilen araştırmalardan edinilen önemli bulguları ve bu bulgular çerçevesinde sunulan önerileri içermektedir.

## 2. GENEL BİLGİLER

### 2.1 Silisyum Nitrür Seramik Malzemeler

Silisyum nitrür seramik malzemesi yüksek termal şok rezistansı, kimyasal kararlılığı ve yüksek sıcaklıklarda gösterdiği üstün mukavemet ve tokluk gibi mekanik özellikleri sebebi ile yüksek sıcaklık uygulamalarında gelecek vaat eden malzemeler arasında yer almaktadır. Silisyum nitrür malzemeler yüksek derecede kovalent bağ yapısına sahiptirler. Si-N atomları arasındaki bu kuvvetli kovalent bağ yapısı ve bu bağ yapısının sebep olduğu düşük difüzyon katsayıları, bu malzemenin standart metalurjik üretim teknikleri ile veya geleneksel seramik sinterleme metotları ile katkısız olarak üretilmesini zorlaştırmaktadır. Bu sebeple, yüksek yoğunluk değerlerine sahip silisyum nitrür malzeme üretimi ancak  $MgO$ ,  $Y_2O_3$ ,  $Al_2O_3$ ,  $Li_2O$  ve  $CeO_2$  gibi sinterlenmeye yardımcı katkı maddelerinin eklenmesi ile mümkün olabilmektedir. Silisyum nitrür tozlarına eklenen bu katkı maddeleri sinterleme işlemi esnasında silisyum nitrür toz yüzeylerinde bulunan silika ile reaksiyona girerek ötektik eriyiği oluşturmakta ve bu sayede sıvı faz sinterlenmesine olanak sağlamaktadır. Yüksek sıcaklıklarda oluşan bu silikat bazlı sıvı faz, taneciklerin yeniden düzenlenmesine (particle rearrangement) yardımcı olmakta ve bunu izleyen çözünme-difüzyon-yeniden çökme (solution-diffusion-precipitation) prosesi için kolay difüzyon yolu oluşturarak sinterleme işlemi esnasında yoğunlaşmayı teşvik etmekte ve artık gözenek miktarını düşürerek azami yoğunluk değerlerine ulaşmaya olanak sağlamaktadır. Ancak, sinterlenmeye yardımcı bu sıvı faz, sinterleme işlemi sonrasında tane sınırlarında camsı ya da kristal yapıları bir faz olarak kalmaktadırlar. Bu sebeple, yüksek sıcaklıklarda silisyum nitrür tane sınırlarında bulunan bu fazın yumuşamasına bağlı olarak malzemenin mukavemet ve sürünme direnci değerlerinde düşüş görülebilmektedir. Özetle, yüksek sıcaklıklarda silisyum nitrür seramik malzemesinin göstereceği özellikler tane sınırlarında oluşan fazın kompozisyonunu ve iç yapısını belirleyen katkı maddesinin çeşidine ve içeriğine bağlıdır. Silisyum nitrür seramik malzemesine sinterlenmeye yardımcı katkı maddesi olarak itriyum oksit ( $Y_2O_3$ ) gibi daha yüksek erime sıcaklıklarına sahip malzemelerin eklenmesinin, tane sınırlarında bulunan fazın daha yüksek sıcaklıklarda yumuşamasına neden olarak silisyum nitrür seramik malzemelerin yüksek sıcaklık özelliklerinde iyileşmeye neden olacağı düşünülmektedir. Ayrıca, başlangıç tozu olarak sinterlenebilirliği yüksek küçük tane boyutlu tozların kullanımının, gerekli olacak katkı maddesinin miktarını ve bu çerçevede oluşacak kalıntı fazın miktarını azaltacağı ve bu sayede bu malzemenin yüksek sıcaklık performansında artış sağlanabileceği düşünülmektedir (GAO, 2001; LIN, 2002; LING, 2005; LIU, 2005; MATOVIC, 2004; TATLI, 2005).

Silisyum nitrür seramik malzemesinin üretiminde azami yoğunluğa ulaşmak ve artık gözenek miktarını asgariye indirmek için gereksinim duyulan sinterleme sıcaklıkları, eklenen katkı maddesi çeşidine bağlı olmakla beraber, 1600 °C ile 1800 °C sıcaklıkları arasında değişmektedir. İhtiyaç duyulan bu yüksek

sinterleme sıcaklıkları silisyum nitrür seramik malzemesinin sinterleme işlemi sırasında ayrışmasına sebebiyet verebileceği gibi eklenen katkı maddelerinin kaybına da neden olabilmektedir. Bu nedenle, silisyum nitrür malzemesinin sinterlenme işlemi ya basınçlı azot gazı ortamında ya da presleme sonrası elde edilen peletlerin silisyum nitrür ile bor nitrür toz yatağına gömülmesi suretiyle basınçsız azot gazı ortamında yapılmaktadır (BISWAS, 2001; GAO, 2001; LING, 2005; LIN, 2002; LIU, 2003; LIU, 2005; LU, 2001; MATOVIC, 2004; YANG 1998)

## **2.2 Alumina ve İtiryum Oksit ile Stabilize Edilmiş Zirkonyum Oksit Eklenmiş Alumina Seramik Malzemeler**

Alumina seramik malzemeler yüksek esnemezlik/ağırlık oranları, sıcaklık stabiliteleri ile korozyona ve aşınmaya karşı dayanıklılıkları sebebiyle özellikle son yıllarda mühendislik uygulamalarında tercih edilen en önemli yapısal malzemeler haline gelmiştir. Ancak düşük kırılma toklukları ve buna bağlı düşük termal şok rezistansları alumina seramiklerin mühendislik uygulamalarındaki kullanım alanlarını oldukça kısıtlamaktadır (WANG, 2008). Oksit seramiklere, özellikle aluminaya, zirkonya ( $ZrO_2$ ) inkluzyonlarının eklenmesi, seramik malzemenin tokluğunu önemli ölçüde artırmaktadır (CLAUSSEN, 1976; CLAUSSEN, 1984; HANNINK, 2000; HEUER, 1981). Tokluk artırma amacıyla eklenen zirkonya yüksek sıcaklıklardan düşük sıcaklıklara doğru gidildiğinde kübik, tetragonal ve monoklinik olmak üzere üç ayrı kristal yapıda gözükür. Tetragonal'den monoklinik faza dönüşüm, soğuma esnasında 1170 °C'de görülmektedir. Bu dönüşüm sıcaklığı CaO, MgO ya da  $Y_2O_3$  eklenerek düşürülebilmekte ve oda sıcaklığında kübik ve tetragonal kristal yapıya sahip kısmen kararlaştırılmış zirkonya elde edilmektedir. Yarı kararlı tetragonal faz gerilim altında martensitik bir dönüşümle de monoklinik yapıya dönüşebilmekte ve bu dönüşüm yaklaşık %4'lük bir hacimsel genleşmeyi de beraberinde getirmektedir (BARSOUM, 2003).

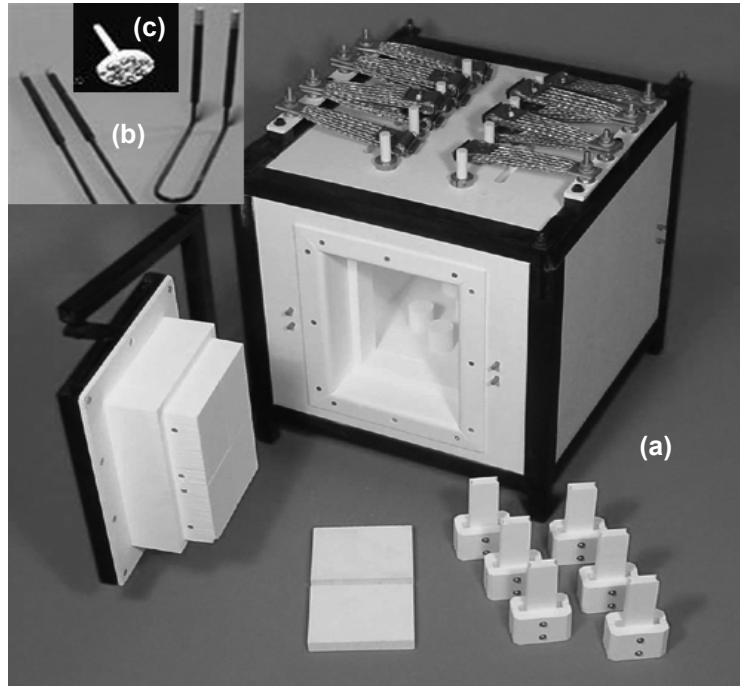
Kısmen kararlı zirkonya eklenmiş seramiklerde toklaştırma etkisi bu dönüşüm ile birlikte kılcal çatlak oluşumu ve çatlak sapması gibi mekanizmalarla sağlanmaktadır (CLAUSSEN, 1977; CLAUSSEN, 1978; HANNINK, 2000; GREEN, 1982; GREEN, 1989). Daha önce de değinildiği üzere, zirkonya ile toklaştırılmış alumina diğer seçenekler arasında en yoğun ilgiyi görenidir (CLAUSSEN, 1984; HEUER, 1981). Yüksek sıcaklık uygulamalarında yapısal malzeme olarak kullanılması son derece uygun olana zirkonya ile toklaştırılmış alumina seramikler son dönemde biyomalzeme olarak özellikle ortopedik uygulamalarda kullanım alanı bulmaktadır (CHEVALIER, 2000; DE AZA, 2002; PICONI, 1999). Aluminaya zirkonyanın nano boyutlarda eklenmesiyle elde edilen mekanik özellikleri geliştirilmiş nanokompozitler de yine son yıllarda birçok araştırmaya konu olmaktadır (GUIMARÃES, 2008; LIU, 1998).

### 3. GEREÇ ve YÖNTEM

#### 3.1 Üretim Çalışmaları

##### 3.1.1 Atmosfer Kontrollü Yüksek Sıcaklık Fırınının Yapımı

Rapor giriş kısmında da belirtildiği üzere, projemiz kapsamında, yüksek yoğunlaşım değerlerine sahip karmaşık geometrili silisyum nitrür ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) hacimli seramik parçaların olası çarpılma ve kırılmalara sebebiyet vermeden hız kontrollü konvansiyonel sinterleme yöntemi ile üretilmesi amaçlanmaktadır. Projemizde karmaşık geometrili silisyum nitrür parçaların üretilmesi için gerekli olan atmosfer kontrollü yüksek sıcaklık sinterleme fırınının, yüksek maliyeti sebebiyle gerekli parçalarını farklı firmalardan alarak kendi imkanlarımızla inşa edilmesi öngörülmüştür. Bu çerçevede, 1750-1800°C'lerde kullanılacak yüksek sıcaklık sinterleme fırını için gerekli olan izolasyon malzemesi, ısıtıcı eleman ve termik çift (thermocouple) gibi kritik parçaların A.B.D.'de faaliyet gösteren yüksek sıcaklık fırın ekipmanları üreticisi "Zircar Ceramics" firmasından yurtdışı alım ile temin edilmesi öngörülmüştür. Alım işlemleri "Zircar Ceramics" firmasının Türkiye temsilciliğini yapmakta olan Alutra Metal Dış Ticaret Ltd. Şti. aracılığıyla tamamlanmıştır. Şekil 3.1 alımı tamamlanan fırın izolasyon malzemesi, ısıtıcı eleman ve termik çift (thermocouple) gibi kritik parçaları göstermektedir.



**Şekil 3.1** a) Fırın izolasyon modülü, b) Isıtıcı eleman, c) Termik çift (thermocouple).

Proje kapsamında ihtiyaç duyulan atmosfer kontrollü yüksek sıcaklık fırınının yapımı için gerekli kritik parçalar temin edildikten sonra fırının gerekli elektrik alt yapı çalışmalarının yapılması ve fırın dış

mahfazasının dizaynı için alıřmalara bařlanmıř ve bu alıřmalarda gerekli teknik destek Alser Teknik A. ř. firmasından saėlanmıřtır. Ayrıca, fırın ierisine inert gaz akıřının saėlanabilmesi iin fırın izolasyon modlnde ve fırın mahfazasında 10 mm apında alumina boru geecek řekilde bir delik aılmıřtır. Fırın ierisine inert gaz akıřı yksek sıcaklıklara dayanıklı bu alumina boru yardımıyla saėlanacak ve hacimli silisyum nitrr seramik paraların retiminde gerekli olacak koruyucu atmosfer ortamı, bahsi geen alumina boru zerine alumina kroze kapatılarak saėlanacaktır. řekil 3.2 yapımı bařarıyla tamamlanarak řubat 2008 itibariyle laboratuvarımız olanakları dahiline katılan yksek sıcaklık sinterleme fırını ve koruyucu atmosfer saėlayabilmek iin dizayn edilen sistemi gstermektedir.



**řekil 3.2** Yksek sıcaklık sinterleme fırını.

Fırının yapım ařamasını takiben, dizayn edilen sistem ile fırın ierisinde koruyucu atmosfer ortamının saėlanıp saėlanamadıėını arařtırabilmek iin n deneylere bařlanmıřtır. Bu deneylerde, bir dikdrtgen grafit para, koruyucu atmosferin saėlanacaėı alumina kroze ierisine konulmuř, argon (Ar) gazı akıřı altında 1300°C' ye ısıtılmıř ve bu sıcaklıkta belli bir sre bekletildikten sonra oda sıcaklıėına soėutulmuřtur. Yapılan bu deney sonrasında, oda sıcaklıėında fırından ıkarılan grafit paranın

kısmen yanmış olduđu gözlemlenmiştir. Edinilen bu sonuç, alumina kroze içerisinde pozitif atmosfer ortamının oluşturulmadığını göstermiştir. Dizayn edilen sistemde, pozitif atmosfer oluşturulmasında yaşanan sıkıntıya, alumina kroze altına konulan fırın altlığının oldukça gözenekli olması sebebiyle yüksek miktarda gaz sızdırmasının neden olduđu ve yaşanan bu sorunun fırın koruyucu altlığı ile alumina kroze arasına gözenekli olmayan bir refrakter plaka konularak aşılabileceğı düşünülmüştür. Bu çerçevede, yüksek sıcaklık dayanımına sahip ve gözenekli olmayan bu tip bir plakanın alumina seramik malzemesi kullanılarak slip döküm yöntemiyle üretimine karar verilmiştir. Ancak mevcut alumina krozenin altına koyulacak plakanın slip döküm sonrası uygulanacak pişirme işlemi esnasında çekme payı göz önünde bulundurularak gerçekleştirilen boyut hesaplamaları, bölümümüz olanakları dahilinde hesaplanan ölçülere sahip bir plakayı pişirme işleminde kullanılacak yeterli iç hazne ölçülerine sahip bir fırının bulunmadığını göstermiştir. Bu aşamada, bölümümüz olanakları dahilindeki fırınların iç hazne boyutları göz önünde bulundurularak, yeniden hesaplanan ölçülere sahip hem alumina plaka hem de bu plakaya uygun alumina kroze üretimine karar verilmiş ve çalışmalara başlanmıştır.

#### **3.1.1.1 Alumina Plaka ve Kroze Üretim Çalışmaları**

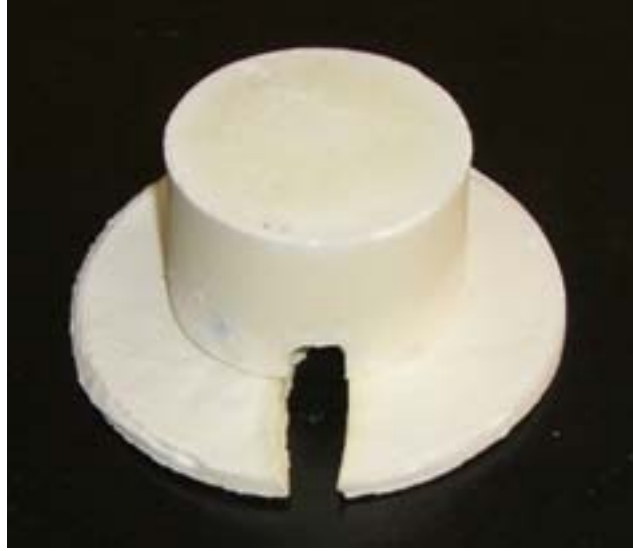
Alumina plaka ve kroze üretim çalışmalarının ilk etabında slip döküm ile üretim aşamasında kullanılacak ve istenilen iç boşluk ölçüsü ve geometrisine sahip alçı kalıplar üretilmiştir. Alçı kalıp yapımında model alçısı su ile karıştırılmış ve karıştırma işlemi sonrasında ortasına istenilen boşluk ölçülerine ve geometrisine sahip çelik parçalar yerleştirilmiş silindirik kaplar içerisine dökülerek 24 saat boyunca kurumaya bırakılmıştır. Kurutma işlemi sonrasında alçı kalıplar silindirik kap içerisinden çıkartılmış ve kalıpların ortasında bulunan çelik parçalar alçı kalıpların içerisinden alınmıştır. İstenilen iç boşluk ölçü ve geometrisine sahip alçı kalıpların yapım aşamasını takiben, alumina tozlarına ağırlıkça 50% alumina - 50% su olacak şekilde su eklenmiş ve karışım 12 saat süreyle bilyeli değirmende öğütme işlemine tabi tutulmuştur. Bilyeli değirmende öğütme işleminde alumina bilyeler kullanılmıştır. Ayrıca, karışımın akışkanlığına arttırabilmek için bilyeli değirmen ile öğütme işlemi öncesinde karışıma deflokulant (akışkanlık arttırıcı) Dolapix 33 eklenmiştir.

Alumina plaka yapımında, bilyeli değirmen ile öğütme işlemi sonrasında elde edilen homojen karışım model alçı kalıp içerisine dökülmüş ve iki gün süre ile alçı kalıp içerisinde kurumaya bırakılmıştır. Kuruma işlemi sonrasında alumina plaka alçı kalıp içerisinden çıkartılmıştır.

Alüminyum kroze yapımında ise elde edilen karışım, istenilen ölçülere sahip alçı kalıp silindirik iç haznesine dökülmüş, karışım içerisindeki suyun gözenekli alçı kalıp tarafından emilmesi beklenmiş ve istenilen kroze duvar kalınlığı elde edildikten sonra kroze iç haznesinin oluşabilmesi için karışımın fazlası dökülmüştür. Bu işlemi takiben, alumina kroze iki gün süre ile alçı kalıp içerisinde kurumaya bırakılmış ve sonrasında kroze kalıp içerisinden çıkartılmıştır.

Slip döküm ile üretim aşamasını takiben, alumina plaka ve kroze pişirme işlemine tabi tutulmuşlardır. Pişirme işleminde yapımı başarıyla tamamlanarak laboratuvarımız olanaklarına katılan yüksek sıcaklık

fırını kullanılmıştır. Alumina plaka ve kroze bu fırın içerisine konularak 3°C/dakika ısıtma hızıyla 1700°C'ye ısıtılmış, bu sıcaklıkta 4 saat süre ile bekletilmiş ve 3°C/dakika soğutma hızıyla oda sıcaklığına soğutulmuştur. Isıtma ve soğutma işlemleri esnasında düşük hızların kullanılmasının sebebi yüksek ısıtma ve soğutma hızlarının neden olabileceği parça içerisi homojen olmayan sıcaklık dağılımının sebebiyet verebileceği olası çarpılma ya da çatlak oluşumunu engellemektir.



**Şekil 3.3** Sinterlenmiş olan alumina plaka ve kroze.

### 3.1.2 Silisyum Nitrür Seramik Malzemesinin Üretimi

#### 3.1.2.1 Toz Hazırlama Aşaması

Yapılan deneylerde silisyum nitrür tozlarına sinterlenmeye yardımcı katkı maddesi olarak itriyum oksit ( $Y_2O_3$ ) ve alumina ( $Al_2O_3$ ) eklenmiştir. Homojen bir karışım elde edebilmek için, karışım 40 ml izopropil alkol eklenerek 16 saat süreyle bilyeli değirmen ile öğütülmüştür. Öğütme işleminde 5 mm çapında  $Si_3N_4$  bilyeler kullanılmıştır. Toz karışımının hazırlanma aşamasının detayları aşağıda verilmektedir.

**Set S :** Silisyum nitrür tozlarına sinterlemeye yardımcı katkı maddesi olarak karışımda ağırlıkça %6 olacak şekilde  $Y_2O_3$  ve % 2 olacak şekilde  $Al_2O_3$  eklenmiştir. İtريum oksit karışıma  $Y(NO_3).6H_2O$  formunda eklenmiştir. Elde edilen karışım 16 saat süreyle bilyeli değirmen ile öğütme işlemine tabi tutulmuştur.

Öğütme sonrası elde edilen karışım sıcaklığı 50°C'ye sabitlenmiş etüv içerisinde yaklaşık 9 saat süre ile kurutma işlemine tabi tutulmuştur. Kurutma işlemi sırasında meydana gelen topaklanmayı giderebilmek için kuruyan karışım alumina havan içerisinde ezilmiştir.

### 3.1.3.2 Presleme Aşaması

Deneylerin ilk aşamasında, elde edilen toz karışımı 150 MPa basınç ile tek eksende sıkıştırma işlemine tabi tutulmuştur. Ancak detayları “Bulgular ve Tartışma” bölümünde sunulan deney sonuçları incelendiğinde sinterleme işlemi sonrasında numunede çatlaklar meydana geldiği görülmüştür. Bu sonucun, tek eksende presleme işlemi esnasında uygulanan yüksek basıncın neden olabileceği numune içerisinde homojen olmayan gerilim dağılımından kaynaklanabileceği düşünülmüştür. Bu çerçevede araştırmanın takibi aşamasında aynı kompozisyona sahip toz karışımı ilk önce 30 MPa tek eksende sıkıştırma ve sonrasında homojen bir presleme sağlanması için 200 MPa basınç altında soğuk izostatik presleme (CIP) işlemine tabi tutulmuştur.

Tek eksenli presleme işlemi sırasında 15 mm çapında silindirik iç hazneye sahip soğuk iş takım çeliğinden üretilen kalıp ve 30 ton kapasiteli hidrolik pres kullanılmıştır. Soğuk izostatik presleme işleminde Flow Autoclave Engineers firmasının CIP 42260 model soğuk izostatik presi kullanılmıştır.

### 3.1.2.3 Sinterleme Aşaması

Deneylerin ilk aşamasında, 150 MPa tek eksende sıkıştırma işlemine tabi tutulmak suretiyle elde edilen pelet, silisyum nitrür seramik malzemelerin üretimi için gerekli koruyucu atmosfer ortamını sağlayabilmek için ölçüleri üretilen alumina krozeden daha küçük olan silindirik iç boşluğa sahip ikinci bir alumina kroze içerisinde silisyum nitrür tozlarına gömülmüştür. İçerisinde silisyum nitrür tozlarına gömülmüş pelet bulunan alumina kroze ağız kısmı slip döküm yöntemiyle üretilen alumina plaka yüzeyine gelecek şekilde alumina plaka üzerine yerleştirilmiş ve alumina çimento kullanılarak plaka yüzeyine sabitlenmiştir. Bu işlemi takiben alumina plaka üzerine yerleştirilen alumina kroze üzerine slip döküm yöntemiyle üretilen alumina kroze kapatılmış ve olası bir gaz sızıntısını engellemek için alumina plaka ile krozenin ağız kısmının birleştiği yerler alumina çimento ile sıvanmıştır. Elde edilen peletin silisyum nitrür tozlarına gömülmesi işleminde kullanılan alumina kroze ile koruyucu atmosfer ortamının sağlanabilmesi için üretilen alumina plaka ve alumina kroze Şekil 3.4’de gösterilmektedir. Bu işlem sonrasında, dizayn edilen sistem, fırın içerisine gaz akışını sağlayan alumina boru üretilen plaka ve krozede bulunan boşluktan girecek şekilde yapımı bu proje dahilinde başarıyla tamamlanarak laboratuvarımız olanaklarına katılan örtülü yüksek sıcaklık fırını içerisine yerleştirilmiştir. Dizayn edilen sistemin fırın içerisine yerleştirilmesi işleminden sonra sistem içerisine alumina boru yardımıyla yüksek akış hızında yüksek saflıkta azot gazı gönderiliş ve ortamın süpürülmesi sağlanmıştır. Bu işlemi takiben, dizayn edilen sistemin içerisine yerleştirilen pelet düşük azot gazı akışı altında 5°C/dakika ısıtma hızı ile 1650°C’ye ısıtılmış ve bu sıcaklıkta bir saat süreyle sinterleme işlemine tabi tutulmuştur. Detayları “Bulgular ve Tartışma” bölümünde sunulan deney bulguları incelendiğinde, silisyum nitrür malzemesinin içerisinde sinterleme işlemi sonrasında silika ( $\text{SiO}_2$ ) fazının bulunduğunu göstermiştir. Ortaya çıkan bu sonucun dizayn edilen sistem içerisinde pozitif atmosfer ortamının oluşturulamamasından değil yüksek saflıktaki azot gazının içerisinde bulunan oksijenden kaynaklandığı düşünülmüştür. Bu sebeple, çalışmaların ikinci kısmında 30 MPa tek eksenle

sıkıştırma ve takiben 200 MPa soğuk izostatik presleme işlemine tabi tutulan peletin sinterleme işlemi esnasında, azot gazının yüksek sıcaklık örtülü fırınına akıtılmasından önce sıcaklığı  $\sim 500^{\circ}\text{C}$ 'ye ayarlanmış bakır talaşı fırınından geçirilerek içerisinde bulunan oksijenin temizlenmesine karar verilmiştir. Ayrıca, 150 MPa tek ekseninde sıkıştırma işlemine tabi tutulan peletin sinterleme işlemi sonrası % yoğunlaşım değeri incelendiğinde sinterleme sıcaklığının azami yoğunluk değerlerine ulaşabilmek için yeterli olmadığı görülmüş ve bu sebeple, 30 MPa tek ekseninde sıkıştırma ve takiben 200 MPa soğuk izostatik presleme işlemine tabi tutulan pelet  $1700^{\circ}\text{C}$ 'de bir saat süreyle sinterleme işlemine tabi tutulmuştur.



**Şekil 3.4** Peletlerin silisyum nitrür tozlarına gömülmesi işleminde kullanılan alumina kroze ile koruyucu atmosfer ortamının sağlanabilmesi için slip döküm yöntemiyle üretilen alumina plaka ve alumina kroze.

### 3.1.3 Alumina Seramik Malzemesinin Sinterlenme Karakteristiğinin İncelenmesi

Proje raporu giriş kısmında belirtildiği üzere, silisyum nitrür parçaların üretilmesinde ihtiyaç duyulan atmosfer kontrollü yüksek sıcaklık fırınının inşası için gerekli kritik parçaların temin ve yapım işlemlerinin öngörülen süreden daha uzun sürmesi sebebiyle geçen zaman zarfında projemizin öneri formunda sunulan B-Planının işleyişe geçirilmesine karar verilmiştir. Bu çerçevede, proje kapsamında koruyucu atmosfer ortamının sağlanabilmesi ve silisyum nitrür seramik malzemelerinin üretimi konularında gerçekleştirilen çalışmalara paralel olarak çeşitli proses parametrelerinin, sinterleme sıcaklıkları ve karakteristikleri itibariyle üretimleri silisyum nitrür seramiklerden daha kolay olan,

alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) seramik malzemesinin sinterlenme karakteristiği üzerindeki etkileri incelenmiştir. Yapılan bu araştırmalarda temel olarak tek eksenli presleme işleminde kullanılan basıncın ve tek eksenli presleme işlemi sonrasında uygulanacak soğuk izostatik presleme aşamasının alüminyum seramik malzemesinin sinterlenme karakteristiği üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Ayrıca, sinterlenmeye yardımcı katkı maddesi olarak başlangıç tozlarına eklenen itriyum oksit ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ), kalsiyum oksit ( $\text{CaO}$ ) ve magnezyum oksit ( $\text{MgO}$ ) gibi çeşitli katkı maddeleri ile sinterleme sıcaklıklarının elde edilecek nihai yoğunluk üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Yapılan deneylerde toz boyutu 0,35 – 0,49 mikron arasında değişen yüksek saflıkta  $\text{Al}_2\text{O}_3$  tozları kullanılmıştır.

### 3.1.3.1 Toz Hazırlama Aşaması

Yapılan deneylerde başlangıç tozlarına sinterlenmeye yardımcı katkı maddesi olarak eklenen itriyum oksit ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ), kalsiyum oksit ( $\text{CaO}$ ) ve magnezyum oksit ( $\text{MgO}$ ) gibi çeşitli katkı maddelerinin alumina seramik malzemesinin sinterlenme karakteristiği üzerindeki etkilerinin incelenebilmesi için dört farklı toz karışımı hazırlanmıştır. Sinterlenmeye yardımcı katkı maddesi eklenen numunelerde homojen bir karışım elde edebilmek için 15 g alumina tozu ağırlıkça %1 sinterlenmeye yardımcı katkı maddesi ve 40 ml izopropil alkol eklenerek 16 saat süreyle bilyeli değirmen ile öğütülmüştür. Öğütme işleminde 5 mm çapında  $\text{Si}_3\text{N}_4$  bilyeler kullanılmıştır. Dört farklı toz karışımının hazırlanma aşamalarının detayları aşağıda verilmektedir.

**Set A :** 16 saat süreyle bilyeli değirmen içerisinde öğütüldükten sonra kurutulan karışım alumina havan içerisinde ezilmiştir.

**Set B :** Alumina tozlarına sinterlemeye yardımcı katkı maddesi olarak  $\text{Y}_2\text{O}_3$  karışımında ağırlıkça %1 olacak şekilde  $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  formunda eklenmiş ve elde edilen karışım 16 saat süreyle bilyeli değirmen ile öğütme işlemine tabi tutulmuştur.

**Set C :** Alumina tozlarına sinterlemeye yardımcı katkı maddesi olarak  $\text{CaO}$  karışımında ağırlıkça %1 olacak şekilde  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  formunda eklenmiş ve elde edilen karışım 16 saat süreyle bilyeli değirmen ile öğütme işlemine tabi tutulmuştur.

**Set D :** Alumina tozlarına sinterlemeye yardımcı katkı maddesi olarak ağırlıkça %1  $\text{MgO}$  eklenmiş ve elde edilen karışım 16 saat süreyle bilyeli değirmen ile öğütme işlemine tabi tutulmuştur.

Öğütme sonrası elde edilen karışım sıcaklığı  $50^\circ\text{C}$ ' ye sabitlenmiş etüv içerisinde yaklaşık 9 saat süre ile kurutma işlemine tabi tutulmuştur. Kurutma işlemi sırasında meydana gelen topaklanmayı giderebilmek için kuruyan karışım alumina havan içerisinde ezilmiştir.

### **3.1.3.2 Presleme Aşaması**

Deneylerin ilk aşamasında, tek eksenli presleme işlemi esnasında uygulanacak basıncın alumina seramik malzemesinin sinterleme karakteristiği üzerindeki etkisinin incelenebilmesi için, hazırlanan her bir setten (Set A-D) elde edilen toz karışımları iki farklı basınç altında, 30 MPa ve 60 MPa, tek eksenli sıkıştırma işlemine tabi tutulmuştur. Çalışmanın takibi aşamalarında, tek eksenli presleme sonrası uygulanacak soğuk izostatik presleme aşamasının alüminyum seramik malzemesinin sinterlenme karakteristiğine etkisinin incelenebilmesi için her bir setten elde edilen toz karışımları 30MPa, 60 MPa tek eksenli presleme ve 200 MPa, 400 MPa soğuk izostatik preseleme basınç kombinasyonlarında presleme işlemlerine tabi tutulmuşlardır.

Tek eksenli presleme işlemi sırasında 15 mm çapında silindirik iç hazneye sahip soğuk iş takım çeliğinden üretilen kalıp ve 30 ton kapasiteli hidrolik tek eksenli pres kullanılmıştır. Soğuk izostatik presleme işleminde Flow Autoclave Engineers firmasının CIP42260 model soğuk izostatik presi kullanılmıştır.

### **3.1.3.3 Sinterleme Aşaması**

Presleme işlemi sonrasında elde edilen peletler, sinterleme sıcaklığının alumina malzemesinin sinterlenme karakteristiği üzerindeki etkisinin incelenebilmesi için 1525°C ve 1575°C olmak üzere iki farklı sıcaklıkta sinterlenmişlerdir. Yapılan deneylerde hazırlanan peletler istenen sinterleme sıcaklıklarına 10°C/dakika ısıtma hızı ile ısıtılmış ve bu sıcaklıkta 8 saat süreyle sinterleme işlemine tabi tutulmuşlardır. Sinterleme deneylerinde bölümümüz Isıl İşlem Laboratuvarı olanakları dahilinde bulunan ve kısa süreli kullanımlarda çıkabileceği maksimum sıcaklık 1550°C olan örtülü fırın ile yapımı başarıyla tamamlanarak laboratuvarımız olanaklarına katılan yüksek sıcaklık fırınından yararlanılmıştır.

## **3.1.4 Karmaşık Geometriye Sahip Parçaların Şekillendirilmesi ve Üretimi**

### **3.1.4.1 Karmaşık Geometriye Sahip Parçaları Şekillendirme Çalışmaları**

Daha önce de bahsedildiği üzere, yürütülen proje kapsamında, çeşitli proses parametrelerinin alumina seramik malzemesinin sinterlenme karakteristiği üzerindeki etkileri araştırılmış ve elde edilen bulgular çerçevesinde üretim koşullarının optimizasyonuna çalışılmıştır. Projenin takibi aşamalarında bu çalışmalardan elde edilen sonuçlar kullanılarak, karmaşık geometriye sahip hacimli alumina ve itriyum oksit ile stabilize edilmiş zirkonyum oksit eklenmiş alumina seramik malzemelerin üretimi konusunda çalışmalar yürütülmüştür.

Bilindiği üzere karmaşık geometriye sahip hacimli seramik parçaların şekillendirilmesi döküm yöntemlerinin yanında iki şekilde mümkün olabilmektedir,

- i. Başlangıç seramik tozlarının direkt olarak istenilen geometriyi elde edecek şekilde dizayn edilmiş ve işlenmiş polimerik kalıp içerisinde soğuk izostatik presleme işlemine tabi tutulması
- ii. Tek veya çift eksenli presleme işlemi ile elde edilen bir peletin sinterleme işlemi öncesi işlenmesi

Proje kapsamında, kompleks geometriye sahip parçaların, yukarıda bahsi geçen metotlardan ilki olan, başlangıç seramik tozlarının, istenilen geometriyi elde edecek şekilde dizayn edilmiş ve işlenmiş polimerik kalıp içerisinde, soğuk izostatik presleme işlemine tabi tutulması yöntemi ile şekillendirilmeleri planlanmış ve bu çerçevede, çalışmalar soğuk izostatik presleme işlemi esnasında kullanılacak polimerik kalıbın dizaynı ve üretimi üzerine yoğunlaşmıştır. Bilindiği üzere, karmaşık geometriye sahip hacimli seramik malzemelerin üretilmesinde homojen gerilim dağılımı ancak soğuk izostatik presleme esnasında uygulanacak hidrostatik basıncın malzeme içerisinde her noktaya eşit şekilde iletilmesi ile mümkün olabilmektedir. Bu nedenle, presleme işlemi esnasında kullanılacak kalıp malzemesinin elastikiyet, sertlik gibi mekanik özellikleri nihai ürün kalitesi açısından oldukça önem taşımaktadır. Proje öneri formunda da belirtildiği üzere, soğuk izostatik presleme işleminde kullanılacak olan polimerik kalıbın üretiminde poliüretan malzemesinin kullanılması öngörülmüş fakat istenilen sertlik değerine sahip (40 Shore A) poliüretan malzeme temin edilememiştir. Bu nedenle, yüksek basınçlar altında kullanılabilecek alternatif kalıp malzemesi seçenekleri üzerinde araştırmalar yapılmıştır. Yapılan bu araştırmalar sonucunda, silikon kalıp malzemesinin bu tip bir kullanım alanı için uygun olacağı düşünülmüş ve istenilen mekanik özelliklere sahip kalıp üretimi için ön deneylere başlanmıştır.

Deneylerin ilk aşamasında, uygun kalıp sertlik ve elastikiyet değerlerine ulaşabilmek ve kalıp yapımı ile toz basma işlemleri esnasında karşılaşılabilecek muhtemel sorunları görebilmek amacıyla silindirik şekiller üzerinde çeşitli deneyler yapılmıştır. Bu deneylerde, silikon reçineye çeşitli oranlarda sertleştirici katılmış ve homojen bir karışım elde edinceye kadar karıştırılmıştır. Elde edilen karışım istenilen şekle sahip kalıba dökülmüş ve sertleşmesi beklenmiştir. Üretimi tamamlanan silikon kalıp iç haznesine preslenmesi planlanan tozlar konulmuş ve kalıp poli-etilen poşet içerisine konularak vakumlaşmıştır. Şekil 3.5' de poli-etilen poşet içerisinde vakuma alınmış numune ve silikon kalıp gösterilmektedir. Vakumlama işlemi sonrasında, poli-etilen içerisinde vakuma alınmış silikon kalıp, iç haznesi yağ dolu olan soğuk izostatik pres kovanı içerisine atılmış ve tek eksenli bir pres yardımıyla kovanın pistonuna basınç uygulanmıştır. Bilindiği üzere, soğuk izostatik presleme işleminde pistonu uygulanan basınç, kovan içerisindeki yağ sayesinde numunenin her yerine eşit şekilde etki etmekte ve bu sayede malzeme içerisinde homojen bir gerilim dağılımı elde edilmiş olmaktadır. Şekil 3.6'da deneylerde kullanılan soğuk izostatik pres kovanı gösterilmektedir.



(a)



(b)

**Şekil 3.5** a) Vakumlanmış numune, b) silikon kalıp örneği.

Deneylerin ilk etabında, vakumlama işlemi esnasında tozların kalıptan kaçması, kalıbın vakum tutmaması ve basma sonrası istenilen şekle ulaşılamaması gibi sorunlarla karşılaşmıştır. Karşılaşılan bu sorunlar kalıp dizaynı ve sertliği değiştirilmek suretiyle çözülmeye çalışılmış ve sonuç olarak Şekil 3.7’de gösterilen kalıp dizaynına ulaşılmıştır.



**Şekil 3.6** Soğuk izostatik pres kovanı.



**Şekil 3.7** Silindirik iç boşluklu silikon kalıp.

Ayrıca, yapılan ön deneylerde, başlangıç tozlarına eklenecek bağlayıcı maddelerin malzeme içerisinde kalıntı bırakma ihtimaline karşı, seramik tozlar hiçbir bağlayıcı eklenmeden şekillendirilmeye çalışılmıştır. Fakat soğuk izostatik presleme işlemi esnasında kullanılan kovanın yağ sızdırmazlığını sağlayan o-ringlerin dayanabildiği azami basınç değerinin 3,5 ton olması sebebi ile, sıkıştırma işlemi esnasında uygulanan basınç değerlerinin seramik tozlarını bir arada tutarak şekillendirme için yeterli olmadığı saptanmıştır. Ortaya çıkan bu sorunun çözülebilmesi için başlangıç tozlarına ağırlıkça % 5 oranında poli-etilen glikol (PEG) bağlayıcısı karıştırılmış ve soğuk izostatik presleme işlemi sonrasında daha etkili sonuçlar elde edildiği görülmüştür. Ancak çalışmaların ilerleyen aşamalarında bir başka sorunla karşılaşmıştır. Karşılaşılan bu sorun, soğuk izostatik presleme sonrası elde edilen peletlerin istenildiği kadar düzgün ve pürüzsüz bir yüzeye sahip olmamasıdır. Bu sorunun, üretilen silikon kalıbın mekanik özelliklerinin istenilen düzeyde olmamasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Başlangıç seramik tozlarının direk olarak istenilen geometriyi elde edecek şekilde silikon kalıp içerisinde soğuk izostatik presleme işlemine tabi tutulması yöntemi ile şekillendirilmesi çalışmalarından istenilen sonuçların elde edilememesi sebebiyle çalışmanın takip eden aşamalarında, karmaşık geometriye sahip hacimli seramik parçaların çift eksenli presleme ve sinterleme işlemi öncesi mekanik işleme yöntemi ile şekillendirilmesine karar verilmiştir.

#### **3.1.4.2 Karmaşık Geometriye Sahip Parçaların Üretilmesi**

Bilindiği üzere, projemiz kapsamında, yüksek sıcaklık dayanımı ve mekanik direnci halihazırda kullanılan seramik kaplı metalik malzemelerden daha iyi olan karmaşık geometriye sahip silisyum nitrür parçaların üretilmesi amaçlanmıştır. Fakat, yüksek sıcaklık fırınının yapımı için gerekli kritik parçaların temin ve yapım işlemlerinin öngörülen süreden daha uzun sürmesi ve fırın yapımının tamamlanması aşaması sonrasında silisyum nitrür seramik malzemelerin üretimi için gerekli atmosfer ortamının sağlanmasında yaşanan problemler sebebiyle proje kapsamında öngörülen çalışma takviminden geride kalınmış ve zaman yetersizlikleri sebebiyle silisyum nitrür seramik malzemelerin sinterlenme karakteristiğinin incelenmesi konusunda yeterli araştırmalar yapılamamıştır. Ayrıca,

silisyum nitrür seramik malzemelerin üretimi konusunda yapılan ön deneyler esnasında beklenen sonuçlara ulaşılamamış ve yüksek yoğunlaşım değerlerine sahip silisyum nitrür parçaların üretiminde bir takım komplikasyonlar ortaya çıkmıştır. Bu çerçevede, proje kapsamında, karmaşık geometriye sahip hacimli seramik parçaların yüksek sıcaklık dayanımları ve mekanik dirençleri göz önünde bulundurulduğunda yüksek sıcaklık uygulamaları için diğer kuvvetli aday malzemeler olan, alumina ve itriyum oksit ile stabilize edilmiş zirkonyum oksit (YSZ) eklenmiş alumina seramik malzemeleri kullanılarak üretilmesine karar verilmiş ve çalışmalar bu yönde ilerlemiştir. Karmaşık geometriye sahip parçaların üretimi konusunda sürdürülen bu çalışmalarda, sinterleme sıcaklığı, başlangıç seramik tozlarına eklenecek sinterlenmeye yardımcı katkı maddesinin çeşidi gibi çeşitli proses parametreleri, alumina seramik malzemesinin sinterlenme karakteristiğinin incelenmesi konusunda yürütülen çalışmalardan elde edilen sonuçlar çerçevesinde belirlenmiştir. Yapılan deneylerde toz boyutu 0,35 – 0,49  $\mu\text{m}$  arasında değişen yüksek saflıkta  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ve toz boyutu 10-45  $\mu\text{m}$  olan itriyum oksit ile stabilize edilmiş zirkonyum oksit tozları kullanılmıştır.

#### **3.1.4.2.1 Toz Hazırlama Aşaması**

Başlangıç tozlarına sinterlenmeye yardımcı katkı maddesi olarak ağırlıkça %1 MgO eklenmiş ve homojen bir karışım elde edebilmek için tozlar 40 ml izopropil alkol eklenerek 16 saat süreyle bilyeli değirmen ile öğütülmüştür. Öğütme işleminde daha homojen bir karışım elde edebilmek için 1,5 mm ve 10 mm olmak üzere iki farklı çapta itriyum oksit ile stabilize edilmiş zirkonyum oksit (YSZ) bilyeler birlikte kullanılmıştır. Öğütme sonrası elde edilen karışım sıcaklığı 50°C' ye sabitlenmiş etüv içerisinde yaklaşık 9 saat süre ile kurutma işlemine tabi tutulmuştur. Kurutma işlemi sırasında meydana gelen topaklanmayı giderebilmek için kuruyan karışım alumina havan içerisinde ezilmiştir. Üç farklı toz karışımının hazırlanma aşamalarının detayları aşağıda verilmektedir.

**Set I:** 16 saat süreyle bilyeli değirmen içerisinde öğütülen, kurutulan ve alumina havan içerisinde ezilen karışıma, ağırlıkça %3 Poli-Etilen Glikol (PEG) bağlayıcısı eklenmiş ve karışım alumina havan içerisinde izopropil alkol eklenerek karıştırılmıştır.

**Set J:** 16 saat süreyle bilyeli değirmen içerisinde öğütülen, kurutulan ve alumina havan içerisinde ezilen karışıma, karışımda ağırlıkça %10 olacak şekilde itriyum oksit ile stabilize edilmiş zirkonyum oksit tozları ve ağırlıkça %3 Poli-Etilen Glikol (PEG) bağlayıcısı eklenmiş ve elde edilen karışım alumina havan içerisinde izopropil alkol eklenerek karıştırılmıştır.

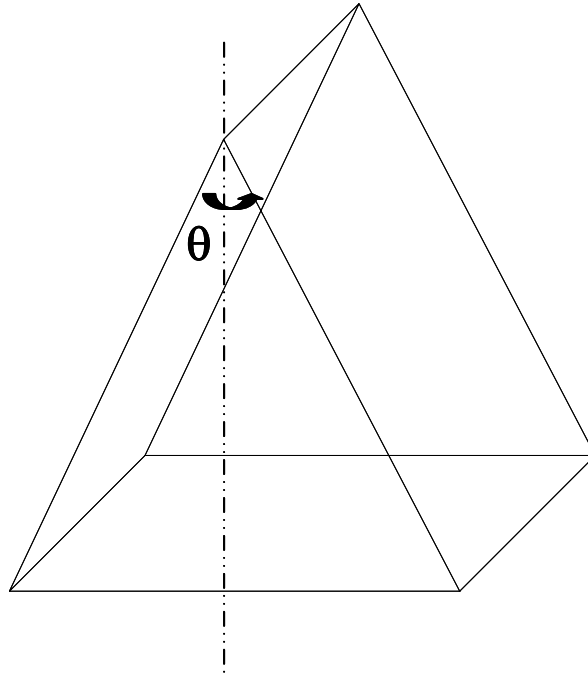
#### **3.1.4.2.2 Presleme Aşaması**

Her bir setten elde edilen iki adet toz karışımı 50 MPa basınç altında çift eksenli sıkıştırma işlemine tabi tutulmuştur. Presleme işleminde laboratuvarımız olanakları dahilinde bulunan 20 ton kapasiteli hidrolik pres ile 15 x 15 mm iç hazne ölçülerine sahip kare kesitli çelik kalıp kullanılmıştır.

#### 3.1.4.2.3 Şekillendirme Aşaması

Çift eksenli presleme işlemi sonrasında elde edilen peletler, standart karmaşık geometri olarak kullanılması planlanan kama şekilli parçaların elde edilebilmesi için zımparalama yöntemi kullanılarak şekillendirilmiştir. Projemizde standart karmaşık geometri olarak üretilmesi planlanan kama şekilli parçaların şematik çizimi Şekil 3.8’de gösterilmektedir. Bu geometrinin çalışılmasındaki temel amaç hem parçadaki kalınlık farklarının yaratabileceği homojen olmayan yoğunlaşım kaynaklı çarpılma, burkulma ve çatlak oluşumu gibi problemlerin incelenebilmesine hem de sinterleme sonucunda farklı bölgelerdeki (şekilde gösterilen kesikli çizgi hattı boyunca) mekanik özelliklerin karşılaştırabilmesine olanak sağlamasıdır. Böylece karmaşık şekillere sahip parçalardaki geometriye bağlı sinterleme davranışları detaylı olarak incelenebilecektir.

Her bir setten elde edilen iki adet toz karışımının 50 MPa basınç altında çift eksenli presleme işlemine tabi tutulmasıyla elde edilen peletler,  $\theta$  açısı  $30^\circ$  ve  $60^\circ$  olacak şekilde işlenerek istenilen geometrinin elde edilmesi sonrasında, başlangıç tozlarına bağlayıcı olarak eklenen PEG’in uçurulabilmesi için  $3^\circ\text{C}/\text{dak}$  ile  $600^\circ\text{C}$ ’ye ısıtılmış ve bu sıcaklıkta 2 saat süre ile bekletilmiştir.



**Şekil 3.8** İncelemelerde standart karmaşık geometri olarak kullanılan kama şekilli numunenin modeli.

#### 3.1.4.2.4 Sinterleme Aşaması

Tepe açısı  $30^\circ$  ve  $60^\circ$  olacak şekilde işlenen peletler  $10^\circ\text{C}/\text{dakika}$  ısıtma hızı ile  $1575^\circ\text{C}$ ’ye ısıtılmış ve bu sıcaklıkta 8 saat süre ile sinterleme işlemine tabi tutulmuşlardır. Yapılan deneylerde laboratuvarımız olanakları dahiline katılan örtülü yüksek sıcaklık sinterleme fırını kullanılmıştır.

### 3.2 Karakterizasyon Çalışmaları

#### 3.2.1 Yoğunluk Ölçümleri

Çalışmada, presleme işlemi sonrası elde edilen peletlerin yoğunluk değerleri, ağırlık ölçümleri ve hacim hesaplamalarından elde edilen veriler kullanılarak hesaplanmıştır. Peletlerin ağırlıkları Precise marka hassas terazi kullanılarak tartılmış, boyutları kumpas yardımıyla ölçülmüştür. Her bir pelet için % yoğunlaşım (densification) değeri malzemelerin teorik değeri baz alınarak hesaplanmıştır.

Sinterleme işlemi sonrası elde edilen numunelerin yoğunluk değerlerinin belirlenmesinde Arşimet Prensibi (Formül 3.1) kullanılmıştır. Numunelerin ağırlıkları ( $W_{dry}$ ) Precise marka hassas terazi yardımıyla ölçülmüş ve bu işlem sonrasında numunelerin hacimsel yoğunluk ölçümlerinin yapılabilmesi için her bir numune yaklaşık 30 saat boyunca yüksek saflıktaki ksilen (xylene) içerisinde bekletilmiştir. Ksilen içerisinde 30 saat bekletilen numunelerin doymuş ağırlıkları (saturated weight,  $W_{sat.}$ ) ile ksilen içerisindeki askı ağırlıkları (suspended weight,  $W_{susp.}$ ) Precise marka yoğunluk ölçüm sistemi yardımıyla belirlenmiştir.

$$\rho = \frac{0,86 * W_{dry}}{W_{sat.} - W_{susp.}} \quad (3.1)$$

#### 3.2.2 Faz Analizi Çalışmaları

Üretilen numunelerde sinterleme işlemi sonrası oluşan fazların belirlenmesinde X-ışınları kırınımı yöntemi (XRD) kullanılmıştır. Bu analiz  $Cu_{-}K_{\alpha}$  ışınımlı Rigaku RINT 2200 X-Ray Diffractometer cihazı kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

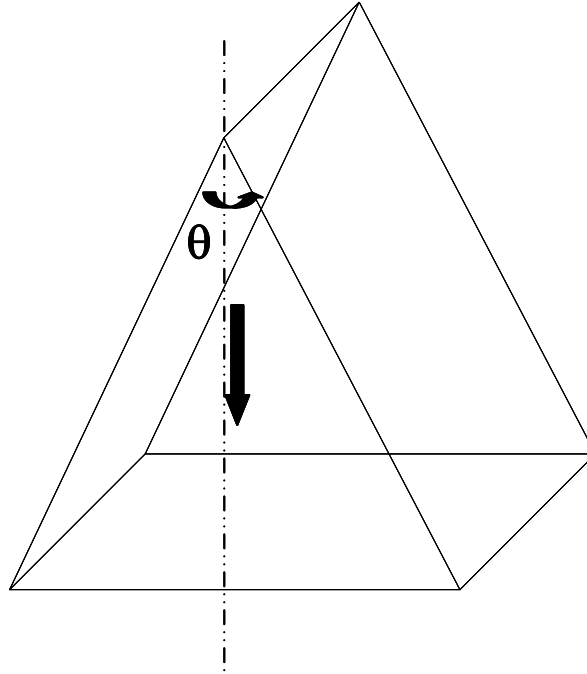
#### 3.2.3 Kırılma Yüzeylerinin İncelenmesi

Üretilen numunelerin kırılma yüzeylerinin incelenmesinde JEOL JSM-6400 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) kullanılmıştır.

#### 3.2.4 Mekanik Özelliklerin Karakterizasyonu

Üretilmiş olan kama şekilli numunelerin mekanik özelliklerinin karakterizasyonu sertlik ölçümleriyle yapılmıştır. Ölçümler öncesinde, üretilen numunelerin sertlik alınacak yüzeyleri düz bir yüzey oluşturulması için zımparalanmış daha sonra Vickers izinin net bir şekilde görülebilmesi için parlatılmıştır. Ancak üretilen numunelerin yüksek sertlikte olması, silikon karbür (SiC) zımpara kağıtları ile bu numunelerin düz bir yüzey oluşturacak şekilde zımparalanmasını güçleştirmiştir. Bu nedenle elmas parçacık kaplı zımparalama plakası kullanılarak kaba zımparalama işlemi yapılmasına karar verilmiştir. Bu aşamadan sonra çeşitli boyutlarda zımpara kağıtlar kullanılarak ince zımparalama

işlemine devam edilmiştir. Daha sonra farklı büyüklüklerdeki elmas pastalar yardımıyla numune yüzeyleri parlatılmaya çalışılmıştır. Sertlik ölçümleri Vickers uç kullanılarak yapılmıştır. Kullanılan Vickers uç hem sertlik izlerinin rahatça tespitini hem de numunenin değişik bölgelerindeki ortalama sertlik değerlerinin elde edilmesini sağlamıştır. Seramiklerin sertlik değerleri kırılğan bir yapıya sahip olmalarından dolayı metallere göre daha düşük yüklerde ölçülebilmektedir. Bu nedenle numuneler üzerinde 1, 2, 3, 5 ve 10 kg'lık azami yükler denenmiş ve 5 kg'ın kullanılabilircek optimum değer olduğu saptanmıştır. Daha yüksek yükler iz çevresinde kırılmalara, daha düşük yükler ise ya iz oluşmamasına ya da görülmesi zor izler oluşmasına neden olmuştur. Sertlik ölçümü için doğru yöntemin ve yükün belirlenmesinden sonra, şekil 3.9'da gösterildiği üzere, kama şekilli numunelerde ince kesitten kalın kesite doğru giden doğrultu üzerinde 0,6 mm'lik aralıklarla sertlik ölçümleri alınmıştır.



**Şekil 3.9** Kama şekilli numunelerde sertlik alma doğrultusu.

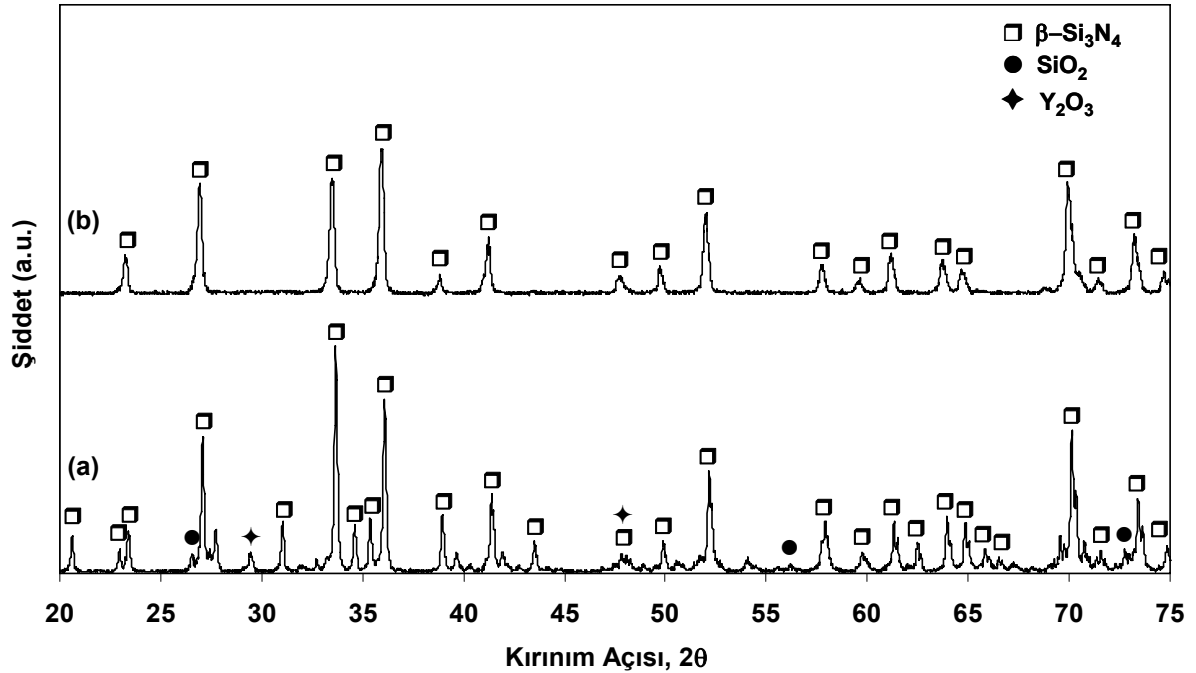
#### 4. BULGULAR ve TARTIŞMA

##### 4.1 Silisyum Nitrür Seramik Malzemesinin Üretimi

Projemiz kapsamında silisyum nitrür malzemelerin üretilmesi konusunda yapılan deneylerde numuneler “Gereç ve Yöntem” kısmında tanımlanan karışımından (Set S) hazırlanmıştır. Çalışmanın ilk aşamasında, 150 MPa tek eksende sıkıştırma işlemine tabi tutulmak suretiyle elde edilen pelet (Numune S1) azot akışı altında 1650°C’de bir saat süre ile sinterleme işlemine tabi tutulmuştur. Sinterleme işlemi sonrasında elde edilen % yoğunlaşım (densification) değeri Tablo 4.1’ de verilmektedir. Şekil 4.1.a’da sinterlenen numunenin X-ışını kırınımı (XRD) deseni gösterilmektedir.

**Tablo 4.1** Silisyum nitrür seramik malzemesinin (Numune S1) tek eksende presleme ve sinterleme işlemi sonrasında elde edilen % yoğunlaşım (densification) değerleri.

| Numune Kodu | Tek Eksende Presleme İşlemi Sonrası<br>% Yoğunlaşım Değeri | Sinterleme İşlemi Sonrası<br>% Yoğunlaşım Değeri |
|-------------|------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------|
| S1          | 53,98                                                      | 78,57                                            |



**Şekil 4.1** XRD sonuçları; a) Numune S1, b) Numune S2.

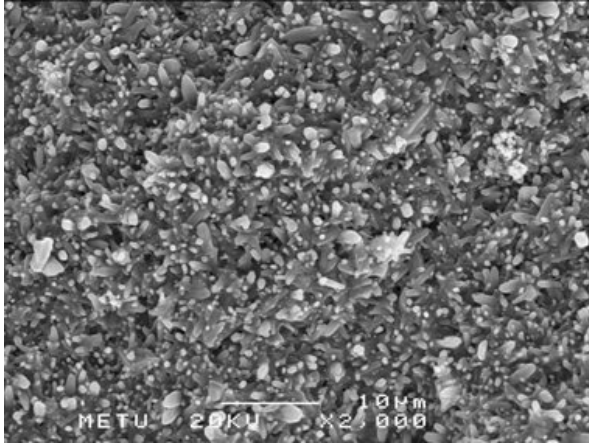
Azot gazı akışı altında 1650°C'de bir saat süre ile sinterlenen numunede çatlak oluşumu saptanmıştır. Tek ekseninde sıkıştırma işlemi esnasında uygulanan yüksek basınç değerinin numune içerisinde homojen olmayan gerilim dağılımına sebep olduğu ve bunun sinterleme işlemi esnasında malzeme içerisinde yoğunluk farklılıkları (density gradients) oluşturarak numunenin çatlamasına neden olduğu düşünülmektedir. Ayrıca, Tablo 4.1'de özetlenen deney bulguları incelendiğinde 1650°C'de bir saat süre ile sinterlenen S1 numunesinde istenilen yüksek yoğunlaşım değerlerine ulaşamadığı saptanmıştır. Ek olarak, Şekil 4.1.a'da gösterilen XRD sonucu, S1 numunesi içerisinde silika fazının bulunduğunu göstermektedir. Ortaya çıkan bu sonuca, koruyucu atmosfer ortamı sağlamak için dizayn edilen sistem içerisinde pozitif atmosfer basıncı oluşturulamamasının değil azot gazı içerisinde bulunan oksijenin neden olduğu düşünülmektedir.

Çalışmanın takibi aşamasında, aynı kompozisyona sahip toz karışımı ilk önce 30 MPa tek ekseninde sıkıştırma ve sonrasında homojen bir presleme sağlanması için 200 MPa basınç altında soğuk izostatik presleme (CIP) işlemine tabi tutulmuştur. Elde edilen pelet (Numune S2), içerisindeki oksijenin temizlenebilmesi için sıcaklığı ~500°C olan bakır talaşı fırınından geçirilen azot gazı akışı altında 1700°C'de bir saat süre ile sinterlenmiştir. Sinterleme işlemi sonrasında elde edilen % yoğunlaşım (densification) değeri Tablo 4.2'de görülmektedir. Şekil 4.1.b ve Şekil 4.2, S2 numunesinin sırasıyla XRD sonucu ile kırılma yüzey SEM fotoğraflarını göstermektedir.

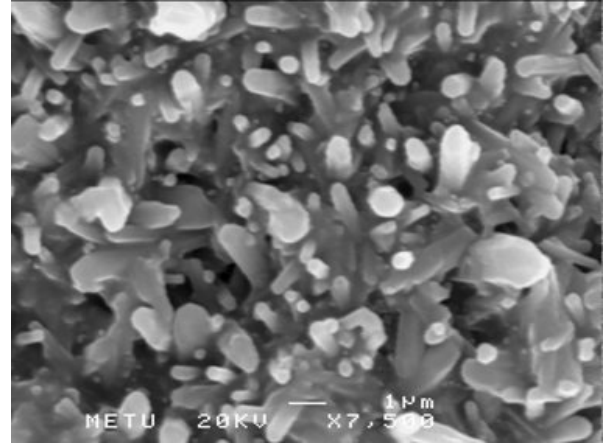
**Tablo 4.2** Silisyum nitrid seramik malzemesinin (Numune S2) presleme ve sinterleme işlemleri sonrasında elde edilen % yoğunlaşım (densification) değerleri.

| Numune Kodu | Tek Ekseninde Presleme İşlemi Sonrası % Yoğunlaşım Değeri | CIP İşlemi Sonrası % Yoğunlaşım Değeri | Sinterleme İşlemi Sonrası % Yoğunlaşım Değeri |
|-------------|-----------------------------------------------------------|----------------------------------------|-----------------------------------------------|
| S2          | 51,97                                                     | 62,85                                  | 83,99                                         |

Şekil 4.1.b'de gösterilen XRD sonucu incelendiğinde S2 numunesi içerisinde sinterleme işlemi sonrası silika fazının oluşmadığı görülmektedir. Ancak Tablo 4.2'de özetlenen deney bulguları, S2 numunesinde sinterleme işlemi sonrası istenilen yüksek nihai yoğunluk değerine ulaşamadığını göstermektedir. Şekil 4.2'de ki kırılma yüzey SEM fotoğrafları incelendiğinde düşük % yoğunlaşım değerlerine neden olan numune içerisindeki gözenekler açıkça görülmektedir. Ek olarak, kırılma yüzey SEM fotoğrafları incelendiğinde hekzagonal kristal yapıya sahip olan  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> fazının taneleri açıkça görülebilmektedir.



(a)



(b)

**Şekil 4.2** S2 numunesinin kırılma yüzey SEM fotoğrafları; a) S2 x2000, b) S2 x7500.

Proje kapsamında silisyum nitrür seramik malzemesinin üretimi çalışmalarında istenilen derecede yüksek nihai yoğunluk değerlerine ulaşılamamıştır. “Genel Bilgi” bölümünde değinildiği üzere, silisyum nitrür malzemelerin sinterleme işlemi esnasında bor nitrür (BN) ve silisyum nitrür tozlarına gömülmesi gerekmektedir. Ancak laboratuvarımız olanakları dahilinde bor nitrür tozu bulunmaması sebebiyle yataklama malzemesi olarak sadece silisyum nitrür tozlarının kullanılması ve azot gazı içerisindeki oksijenin temizlenmemesi, ilk üretilen malzemede silika ( $\text{SiO}_2$ ) oluşumuna yol açmıştır. Silisyum nitrür malzemesinin sinterlenmesi sırasında karşılaşılan sorunlar ve her bir deney esnasında sadece bir numunenin sinterlenebilecek olması nedeniyle deneylerin B-planı doğrultusunda yürütülmesine karar verilmiştir. Böylelikle silisyum nitrür gibi yüksek sıcaklık dayanımları ve mekanik dirençleri yüksek olan alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ve YSZ eklenmiş alumina seramik malzemelerinin üretimleri yoluna gidilmiştir. Böylece silisyum nitrür seramiklerin üretiminde karşılaşılan sorunlar yerine karmaşık geometriye sahip hacimli seramik parçaların üretiminde karşılaşılabilecek olası sorunlar üzerine yoğunlaşmıştır.

#### **4.2 Alumina Seramik Malzemesinin Sinterlenme Karakteristiğinin İncelenmesi**

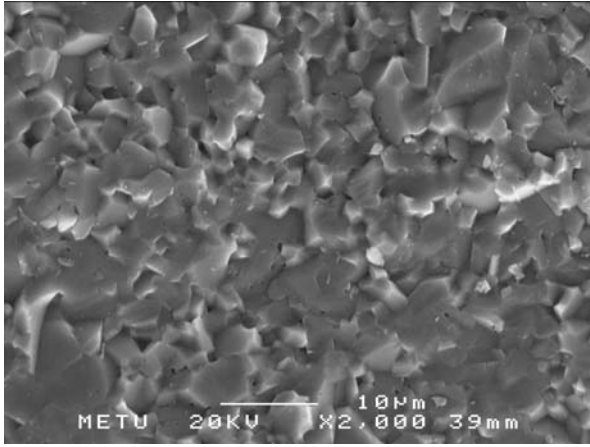
Çeşitli proses parametrelerinin alumina seramik malzemesinin sinterlenme karakteristiği üzerindeki etkilerinin incelenmesi konusunda yapılan araştırmaların ilk aşamasında, tek eksenli presleme işleminde uygulanacak basınç değerlerinin alumina seramik malzemesinin sinterleme işlemi sonrası % yoğunlaşım değerleri üzerindeki etkisi incelenmiştir. Ayrıca, bu deneylerde sinterlenmeye yardımcı katkı maddesi olarak başlangıç tozlarına eklenen itriyum oksit ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ), kalsiyum oksit ( $\text{CaO}$ ) ve magnezyum oksit ( $\text{MgO}$ ) gibi çeşitli katkı maddelerinin ve sinterleme sıcaklıklarının elde edilecek nihai yoğunluk üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Yapılan bu çalışmalarda, “Gereç ve Yöntem” kısmında tanımlanan her bir setten (Set A-D) elde edilen dört adet toz karışımı iki farklı basınç altında, 30 MPa ve 60 MPa, tek eksenli sıkıştırma işlemine tabi tutulmuştur. Tek eksenli presleme işlemi sonrasında elde edilen peletler  $1525^\circ\text{C}$  ve  $1575^\circ\text{C}$ ’de 8 saat süre ile sinterleme işlemine tabi tutulmuşlardır. Tablo

4.3'te gerçekleştirilen bu deneylerde elde edilen sonuçlar özetlenmektedir. Sinterlenmiş numunelerin kırılma yüzey taramalı elektron mikroskobu (SEM) fotoğrafları Şekil 4.3'te gösterilmektedir.

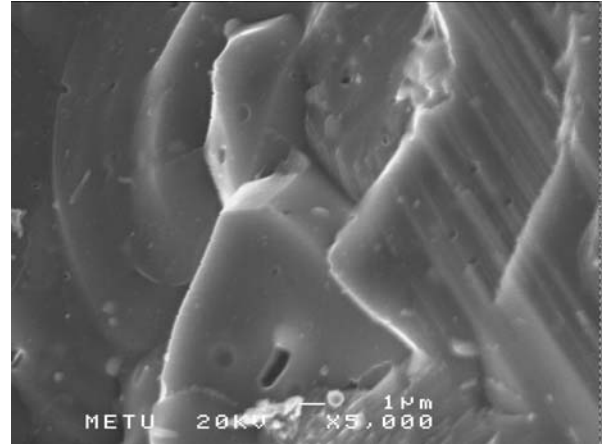
**Tablo 4.3** Alumina seramiklerde tek eksenli presleme ve sinterleme işlemi sonrası elde edilen % yoğunlaşım (densification) değerleri.

| Numune Kodu |    | Presleme İşleminde Uygulanan Basınç Değerleri (MPa) | Presleme İşlemi Sonrası % Yoğunlaşım Değerleri | Sinterleme İşlemi Sonrası % Yoğunlaşım Değerleri | Sinterleme Sıcaklığı |
|-------------|----|-----------------------------------------------------|------------------------------------------------|--------------------------------------------------|----------------------|
| Set A       | A1 | 30                                                  | 53,87                                          | 97,89                                            | 1525°C               |
|             | A2 | 60                                                  | 55,94                                          | 98,03                                            |                      |
|             | A3 | 30                                                  | 54,53                                          | 98,75                                            | 1575°C               |
|             | A4 | 60                                                  | 55,74                                          | 99,06                                            |                      |
| Set B       | B1 | 30                                                  | 57,66                                          | 96,53                                            | 1525°C               |
|             | B2 | 60                                                  | 59,44                                          | 95,61                                            |                      |
|             | B3 | 30                                                  | 56,25                                          | 98,29                                            | 1575°C               |
|             | B4 | 60                                                  | 58,01                                          | 98,98                                            |                      |
| Set C       | C1 | 30                                                  | 53,97                                          | 94,72                                            | 1525°C               |
|             | C2 | 60                                                  | 55,61                                          | 97,53                                            |                      |
|             | C3 | 30                                                  | 53,46                                          | 96,02                                            | 1575°C               |
|             | C4 | 60                                                  | 54,22                                          | 95,69                                            |                      |
| Set D       | D1 | 30                                                  | 53,97                                          | 94,92                                            | 1525°C               |
|             | D2 | 60                                                  | 55,61                                          | 97,06                                            |                      |
|             | D3 | 30                                                  | 53,78                                          | 98,43                                            | 1575°C               |
|             | D4 | 60                                                  | 56,36                                          | 98,59                                            |                      |

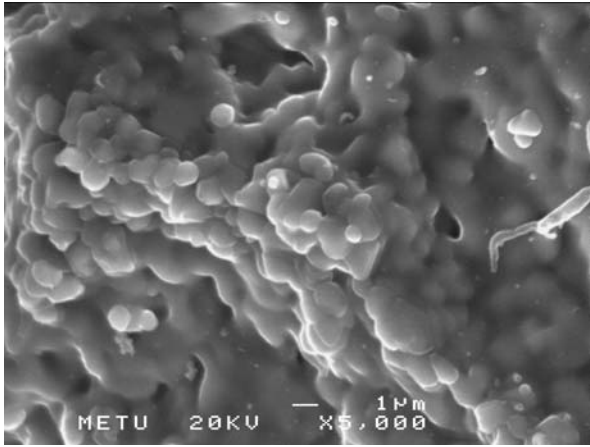
Tablo 4.3'de özetlenen deney sonuçları incelendiğinde, sinterleme sıcaklığındaki artışın beklendiği üzere sinterleme sonrası % yoğunlaşım değerlerinde artışa sebebiyet verdiği, fakat sinterlenmeye yardımcı katkı maddesi olarak eklenen oksitlerin sinterleme sonrası % yoğunlaşım değerleri üzerinde beklenenin tersine negatif bir etki gösterdikleri saptanmıştır. Elde edilen bu bulgunun gerçekleştirilen yoğunluk ölçümlerindeki bir hatadan kaynaklanıp kaynaklanmadığının araştırılması için ölçümler tekrarlanmış fakat yeni ölçümler sonucunda % yoğunlaşım değerlerinde önemli bir değişiklik saptanmamıştır. Numunelerin Şekil 4.3' de gösterilen kırılma yüzey SEM fotoğrafları incelendiğinde, sinterleme işlemi sonrası elde edilen % yoğunlaşım değerlerindeki düşüşe başlangıç tozlarında sinterlenmeye yardımcı katkı maddesi olarak eklenen oksitlerin malzeme içerisinde homojen olarak dağıtılamamasının neden olduğu düşünülmektedir.



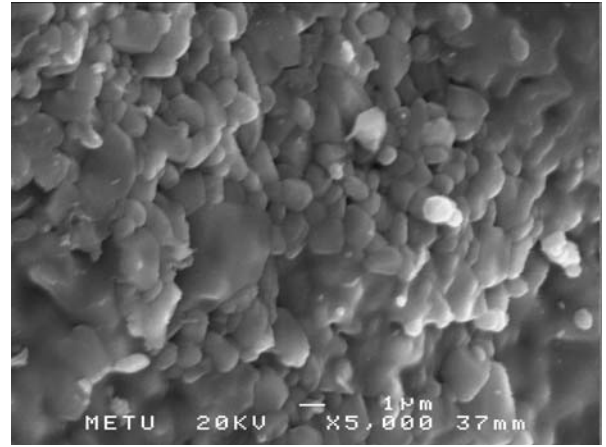
(a)



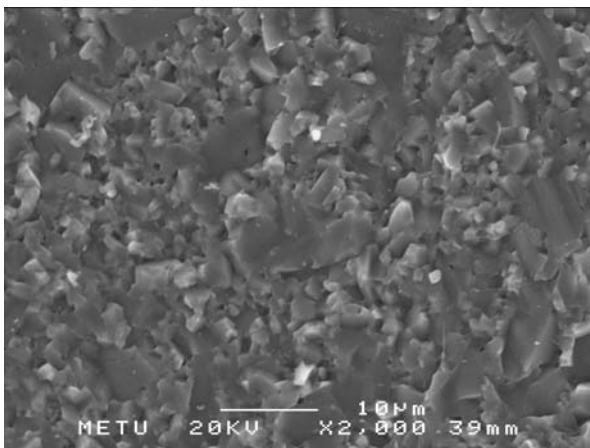
(b)



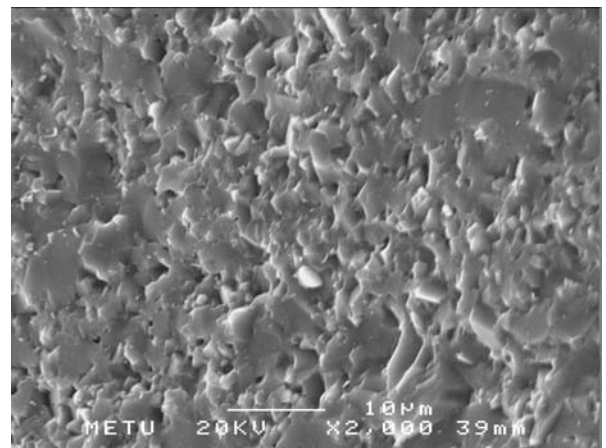
(c)



(d)

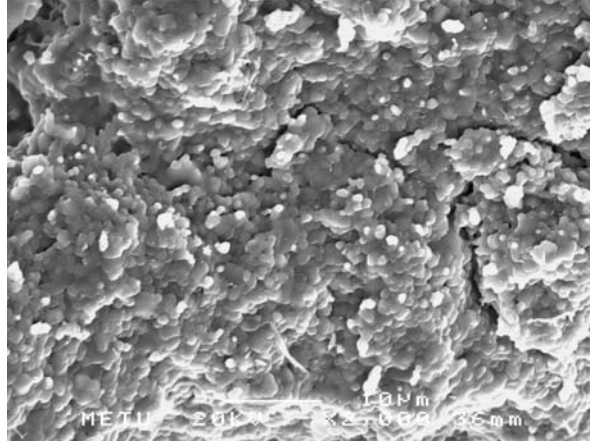


(e)



(f)

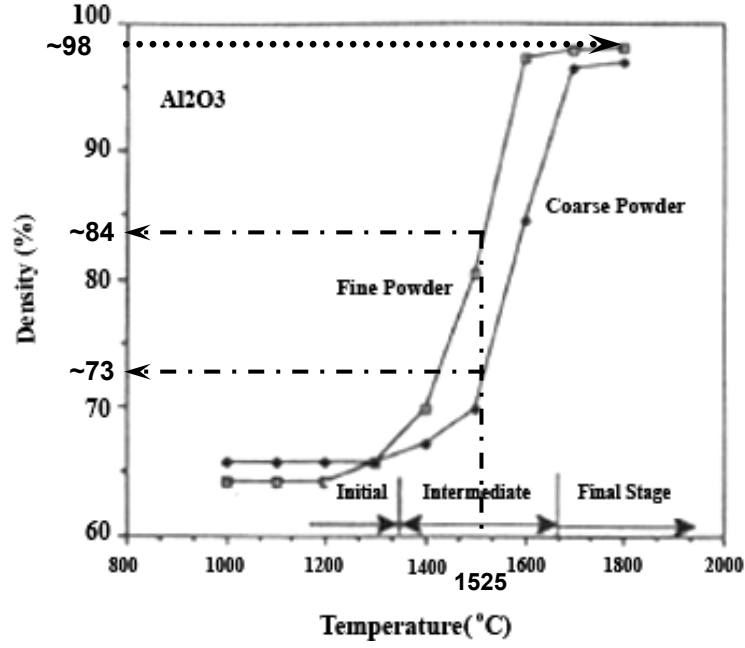
**Şekil 4.3** 1525°C' de sinterleme işlemine tabi tutulan alumina numunelerin kırılma yüzey SEM fotoğrafları; a) A2 x2000, b) B1 x5000, c) B1 x5000, d) B2 x5000, e) C2 x2000, f) D2 x2000, g) D2 x2000.



(g)

(Şekil 4.3' ün devamı)

Proje kapsamında gerçekleştirilen araştırma sonuçları ile Reed'in alumina seramik malzemesinin konvansiyonel yöntemlerle sinterlenme karakteristiği üzerine yaptığı araştırma sonuçları karşılaştırıldığında, elde edilen deney sonuçlarının oldukça umut verici olduğu görülmüştür. Reed'in çalışmasında, ortalama toz boyutu  $0,8\ \mu\text{m}$  ve  $1,3\ \mu\text{m}$  olan alumina tozları çeşitli sıcaklıklarda 4 saat süre ile sinterleme işlemine tabi tutulmuş ve sinterleme sıcaklıkları ile toz boyutlarının sinterleme sonrası % yoğunlaşım değerleri üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Şekil 4.4'de sunulan grafik Reed'in araştırma sonuçlarını özetlemektedir (TERRY, 1996). Grafikte de görüleceği üzere,  $1,3\ \mu\text{m}$ 'lik alumina tozlarının  $1525^{\circ}\text{C}$ 'de 4 saat süre ile sinterleme işlemine tabi tutulması sonucunda % 73 yoğunlaşım değerlerine ulaşılırken bu değer  $0,8\ \mu\text{m}$ 'lik tozlarda % 84 yoğunlaşım değerlerine yükselmiştir. Tablo 4.3'den de görüleceği üzere çalışmamızda toz boyutu  $0,35\ \mu\text{m} - 0,49\ \mu\text{m}$  arasında değişen alumina tozlarının  $1525^{\circ}\text{C}$ 'de 8 saat süre ile sinterleme işlemine tabi tutulması sonucunda yaklaşık olarak % 98 yoğunlaşım değerlerine ulaşıldığı görülürken, Reed'in gerçekleştirdiği araştırma sonuçları % 98 yoğunlaşım değerlerine ancak  $1800^{\circ}\text{C}$ 'de 4 saat süre ile sinterleme işlemi sonucunda ulaşılabilceğini göstermektedir. İki çalışma sonucunda ortaya çıkan bu farklılığın, sinterleme sürelerinden kaynaklanabileceği gibi, temelde çalışmalarda kullanılan toz boyutlarının farklı olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Belirtildiği üzere çalışmamızda kullanılan tozların boyutu Reed'in çalışmasında kullanılan toz boyutlarından oldukça küçüktür. Kullanılan toz boyutlarındaki küçülme sinterleme için itici güç olan yüzey enerjisinde artışa neden olmakta ve bu nedenle, sinterleme sonrası elde edilen % yoğunlaşım değerlerinde yükselme görülmektedir.



**Şekil 4.4** Sinterlenen alumina tozlarının % yoğunlaşım – sıcaklık grafiği (ortalama toz boyutu 0,8  $\mu\text{m}$  ve 1,3  $\mu\text{m}$ ) (TERRY, 1996).

Çeşitli proses parametrelerinin alumina seramik malzemesinin sinterlenme karakteristiği üzerindeki etkilerinin incelenmesi konusunda sürdürülen çalışmaların ikinci aşamasında tek eksenli presleme sonrası uygulanacak soğuk izostatik presleme işleminin nihai yoğunluk üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Yapılan bu çalışmalarda numuneler “Gereç ve Yöntem” kısmında tanımlanan dört farklı toz karışımından (Set A-D) hazırlanmıştır. Tek eksenli presleme ve takiben soğuk izostatik presleme işlemleri sonrasında elde edilen peletler 1525°C’de 8 saat süre ile sinterleme işlemine tabi tutulmuştur. Uygulanan tek eksenli presleme ve soğuk izostatik presleme basınç kombinasyonları ile elde edilen % yoğunlaşım değerleri Tablo 4.4’te özetlenmektedir.

Tablo 4.3 ve 4.4’te özetlenen deney sonuçları karşılaştırıldığında, tek eksenli presleme sonrası uygulanan soğuk izostatik presleme işleminin nihai yoğunluk değerleri üzerinde pozitif bir etkisi olduğu görülmektedir.

**Tablo 4.4** Tek eksenli presleme ve soğuk izostatik presleme işlemlerinde uygulanan basınç değerleri ve sinterleme işlemi sonrası elde edilen % yoğunlaşım (densification) değerleri.

|             |    | Tek Eksenli Presleme |              | Soğuk İzostatik Presleme |              | Sinterleme   |
|-------------|----|----------------------|--------------|--------------------------|--------------|--------------|
| Numune Kodu |    | Uygulanan Basınç     | % Yoğunlaşım | Uygulanan Basınç         | % Yoğunlaşım | % Yoğunlaşım |
| Set A       | A5 | 30                   | 54,19        | 200                      | 58,69        | 98,47        |
|             | A6 | 60                   | 56,20        | 200                      | 58,96        | 97,99        |
|             | A7 | 30                   | 55,25        | 400                      | 56,49        | 95,58        |
|             | A8 | 60                   | 56,52        | 400                      | 58,25        | 98,27        |
| Set B       | B5 | 30                   | 57,43        | 200                      | 59,74        | 97,64        |
|             | B6 | 60                   | 59,81        | 200                      | 61,02        | 98,65        |
|             | B7 | 30                   | 57,17        | 400                      | 60,22        | 97,96        |
|             | B8 | 60                   | 59,21        | 400                      | 60,24        | 96,48        |
| Set C       | C5 | 30                   | 54,32        | 200                      | 56,50        | 95,69        |
|             | C6 | 60                   | 54,40        | 200                      | 55,57        | 95,04        |
|             | C7 | 30                   | 53,58        | 400                      | 54,11        | 95,35        |
|             | C8 | 60                   | 54,91        | 400                      | 57,56        | 96,20        |
| Set D       | D5 | 30                   | 55,22        | 200                      | 56,97        | 98,17        |
|             | D6 | 60                   | 55,71        | 200                      | 57,44        | 97,97        |
|             | D7 | 30                   | 53,37        | 400                      | 57,90        | 98,27        |
|             | D8 | 60                   | 56,51        | 400                      | 58,91        | 98,25        |

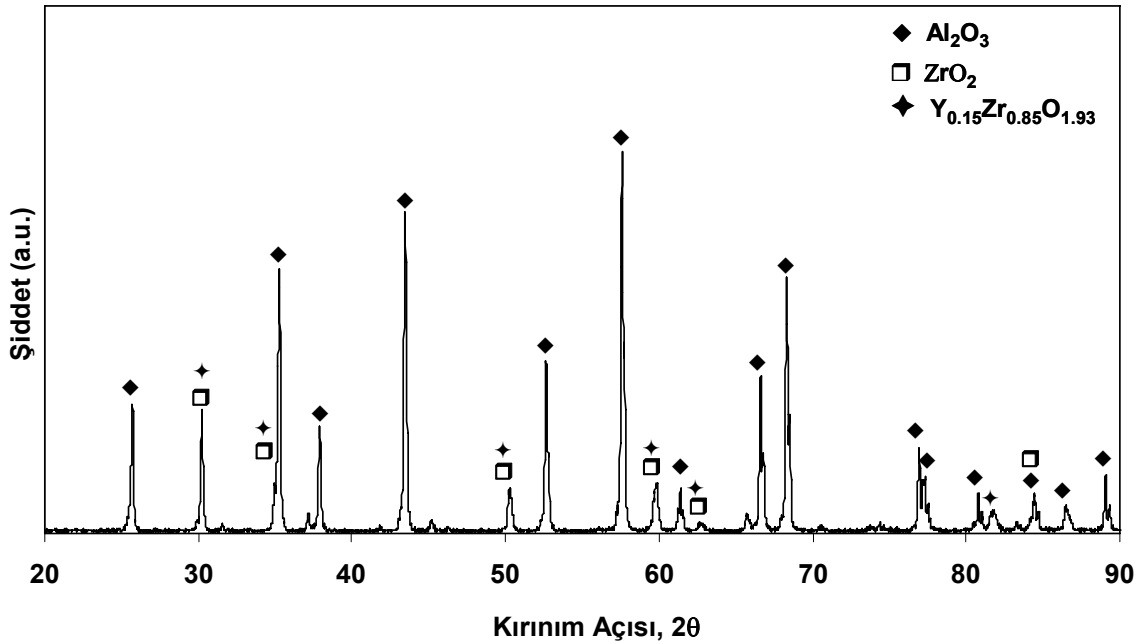
#### 4.3 Karmaşık Geometriye Sahip Parçaların Üretilmesi

Projemiz kapsamında karmaşık geometriye sahip hacimli alumina ve YSZ eklenmiş alumina seramik malzemelerin üretilmesi konusunda yapılan deneylerde numuneler “Gereç ve Yöntem” kısmında tanımlanan üç farklı toz karışımından (Set I-J) hazırlanmıştır. Her bir setten elde edilen iki adet toz karışımının 50 MPa basınç altında çift eksenli presleme işlemine tabi tutulmasıyla elde edilen peletler, 30° ve 60° tepe açısına ( $\theta$ ) sahip kama şekilli numunelerin elde edilebilmesi için zımparalama yöntemi kullanılarak şekillendirilmiştir. 1575°C’ de 8 saat süre ile sinterleme işlemine tabi tutulan kama şekilli numunelerin sinterleme işlemi sonrasında elde edilen % yoğunlaşım (densification) değerleri Tablo 4.5’ de özetlenmektedir.

**Tablo 4.5** Kama şekilli numunelerin sinterleme işlemi sonrasında elde edilen % yoğunlaşım (densification) değerleri.

|       | Numune Kodu | Tepe Açısı ( $\theta$ ) | % Yoğunlaşım |
|-------|-------------|-------------------------|--------------|
| Set I | I1          | 30 °                    | % 96,97      |
|       | I2          | 60 °                    | % 99,30      |
| Set J | J1          | 30 °                    | % 96,38      |
|       | J2          | 60 °                    | % 95,78      |

Tablo 4.5’ de özetlenen deney sonuçları incelendiğinde YSZ eklenmiş alumina seramik malzemelerinin % yoğunlaşım değerlerinin alumina seramik malzemesinden daha düşük olduğu görülmektedir. Sinterlenen YSZ eklenmiş alumina numunelerde faz analizi x-ışınları kırınımı ile yapılmıştır. Şekil 4.5’de J1 numunesinin x-ışınları kırınım deseni görülmektedir. Şekil 4.5’de görüldüğü üzere uygulanan sinterleme sıcaklığında alumina ve zirkonyum oksidin etkileşime girmedikleri tespit edilmiştir. Bu, seçilen sıcaklığın  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$  kompozit malzemesi üretiminde kullanılabileceğini göstermektedir.

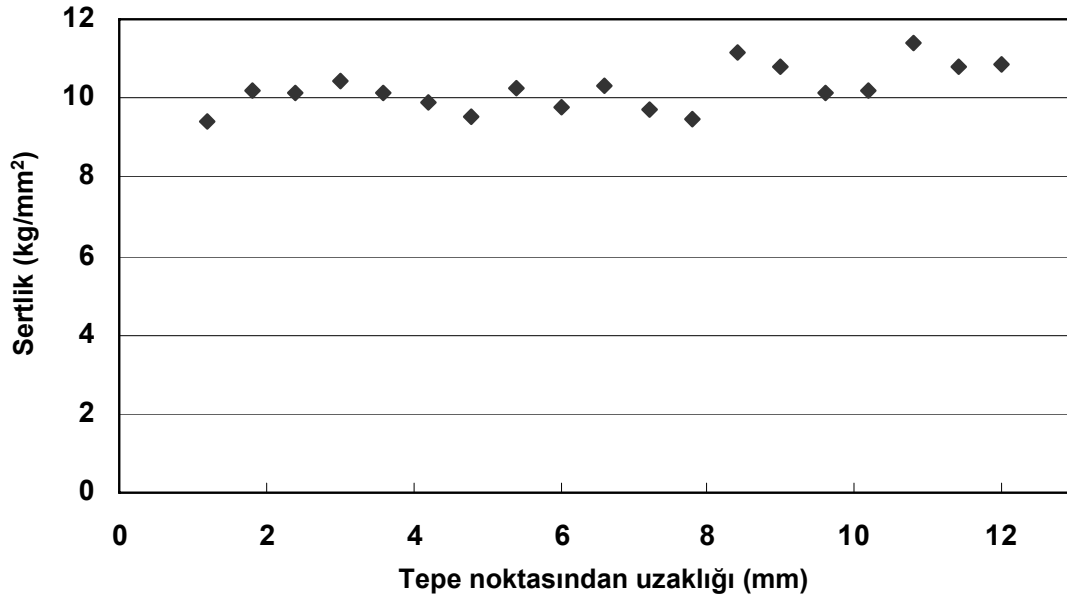


**Şekil 4.5** J1 numunesinin XRD sonucu.

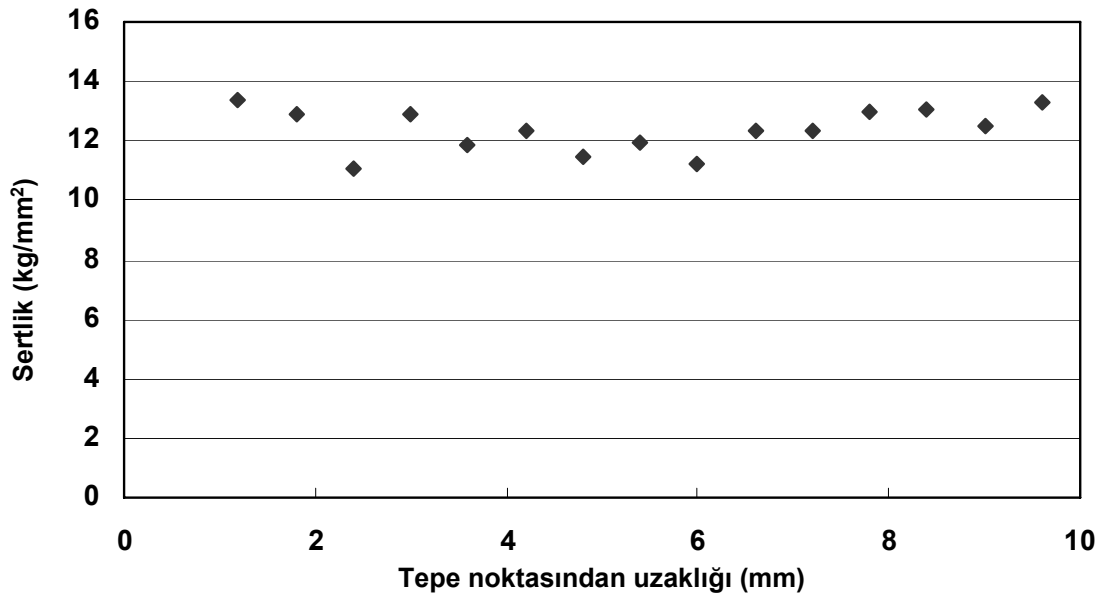
1575°C’de 8 saat süreyle konvansiyonel olarak sinterlenen alumina ve YSZ eklenmiş alumina dan üretilen kama şekilli numunelerde ortalama olarak on yedişer sertlik değeri alınmıştır. Buna göre her bir parçaya ait sertlik dağılım profilleri oluşturulmuş, karmaşık şekilli bir parçada bulunabilecek kalınlık farkının sinterlenmeyi dolayısıyla da sertlik değerlerini nasıl etkileyeceği araştırılmıştır.

Sadece sinterlenmeye yardımcı MgO içeren alumina tozundan üretilmiş olan tepe açısı 30° olan kama şekilli I1 numunesinin sertlik profili Şekil 4.6'de gösterilmektedir. Şekil 4.6 incelendiğinde elde edilen sertlik değerlerinin ortalama olarak  $\sim 10 \pm 1,5$  kg/mm<sup>2</sup> aralığında oldukları görülmektedir. Grafikten de anlaşılabileceği gibi 30°'lik dar tepe açılarında bile üçgen numune sinterleme esnasında çarpılmamakta, ayrıca numunede kesit boyunca büyük sertlik değişimleri görülmemektedir.

Sadece sinterlenmeye yardımcı MgO içeren alumina tozundan üretilmiş olan 60°'lik tepe açısına sahip kama şekilli I2 numunesinin Şekil 4.7'de gösterilen sertlik profiline bakıldığında ise; ortalama olarak sertlik değerlerinin  $\sim 12 \pm 1,5$  kg/mm<sup>2</sup> aralığında dalgalandığı görülmektedir. Bu sertlik profili de numunelerin mekanik özelliklerinin kesit farklılıklarından etkilenmediğini göstermektedir. Tepe açısı 60° olan kama şekilli numunelerde elde edilen  $\sim 2$  kg/mm<sup>2</sup>'lik sertlik artışı, bu numunelerin tepe açısı 30° olan kama şekilli numunelere kıyasla daha yüksek % yoğunlaşım değerlerine sahip olmasıyla açıklanabilir.



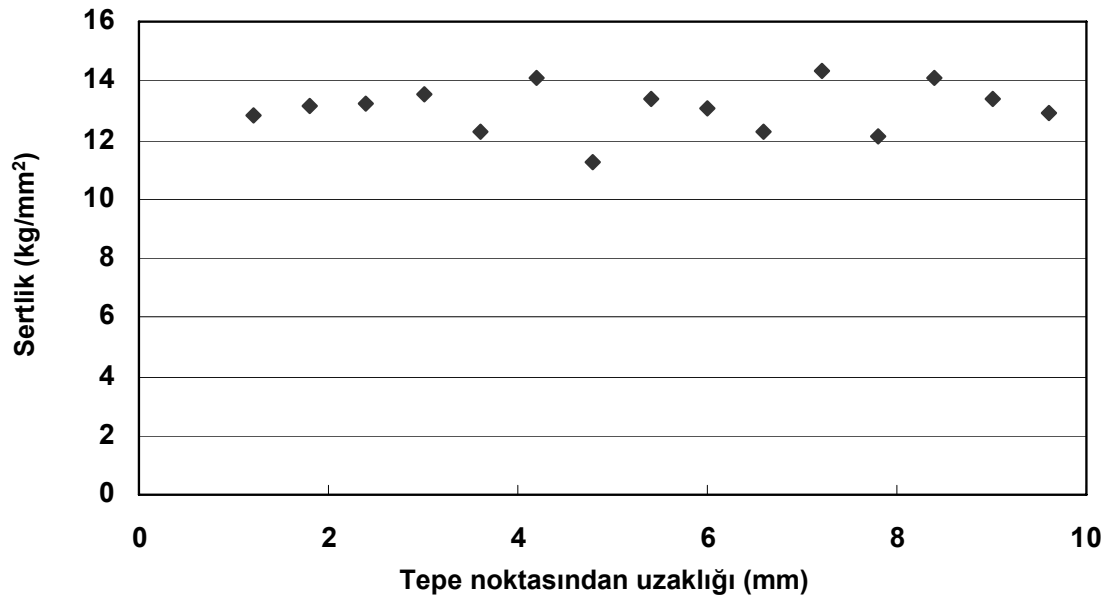
Şekil 4.6 Tepe açısı 30° olan kama şekilli I1 numunesinin sertlik profili.



**Şekil 4.7** Tepe açısı 60° olan kama şekilli I2 numunesinin sertlik profili.

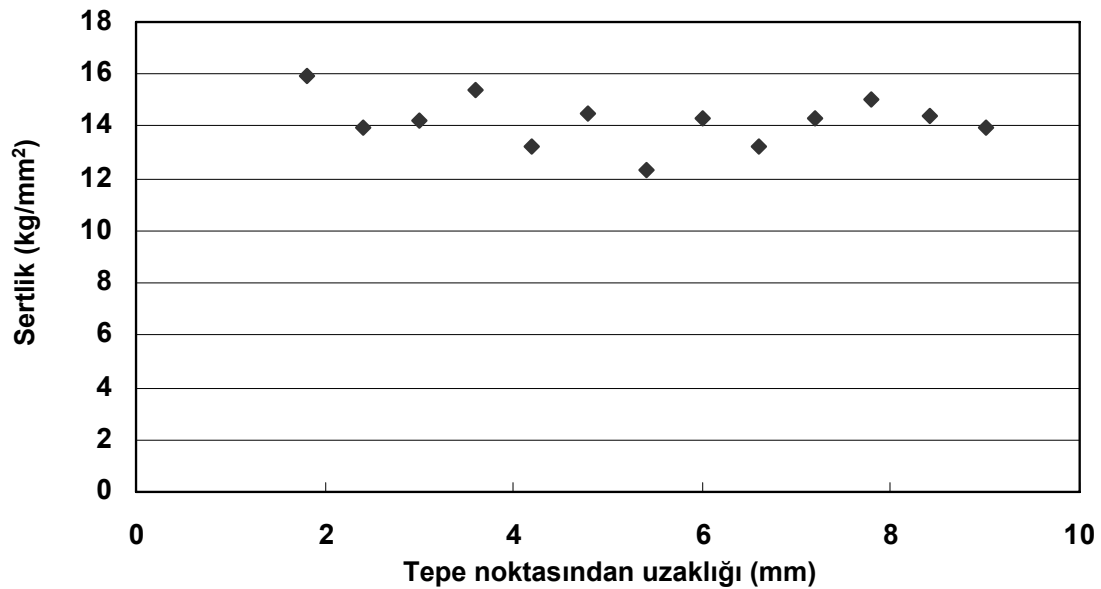
Sinterlenmeye yardımcı MgO katkı malzemesi ile birlikte ağırlıkça % 10 YSZ eklenmiş alumina tozundan üretilmiş olan 30°'lik tepe açısına sahip kama şekilli J1 numunesinin Şekil 4.8'de verilen sertlik profiline bakıldığında ise; ortalama olarak sertlik değerlerinin  $\sim 13 \pm 1,5$  kg/mm<sup>2</sup> aralığında değiştiği görülmektedir. Bu numunede diğer iki numuneye göre sertlik değerlerinde birbirini takip eden iki nokta arasında biraz daha fazla değişim olduğu görülmektedir. Bunun temel nedeni sertlik ölçümü yapılırken izlenen doğrultu boyunca bazı bölgelerde sertlik ölçer elmas ucun YSZ olan bölgeye denk gelmiş olabileceğidir. Bu nedenle çıkan sertlik değerleri bazı bölgelerde biraz daha fazla farklılık göstermiştir. Ancak bu dalgalanmalar profilin genel şeklini etkileyen ve karmaşık geometriden kaynaklanan iç yapısal farklılıklar olduğunu ortaya koyan bir şekilde değildir. Zira genel olarak bütün değerlerin ortalamaya yakın bir aralıkta olduğu görülmektedir. Ayrıca bu numunede de sinterlenme esnasında çarpılmaya rastlanmamıştır.

Sinterlenmeye yardımcı MgO katkı malzemesi ile birlikte ağırlıkça % 10 YSZ eklenmiş alumina tozundan üretilmiş olan 60°'lik tepe açısına sahip kama şekilli J2 numunesinin Şekil 4.9'da gösterilen sertlik profiline bakıldığında ortalama olarak sertlik değerlerinin  $\sim 14 \pm 2$  kg/mm<sup>2</sup> aralığında değiştiği görülmektedir. Bu numunede de YSZ eklenmiş olması sertlik değerlerindeki dalgalanmayı arttırmıştır. YSZ eklenmesinin sertlik değerlerini dalgalandırmasının bir nedeni de YSZ'nin alumina içinde yeterince homojen bir şekilde dağılmamış olabileceğidir. Ancak bu numunede de diğerlerinde olduğu gibi herhangi bir çarpılma gözlemlenmemiştir. YSZ eklenmiş ve eklenmemiş alumina numunelerin ortalama sertlik değerleri karşılaştırıldığında, beklediği üzere YSZ eklenmesinin sertlik değerlerinde artışa sebep olduğu görülmüştür.



**Şekil 4.8** 30° tepe açısına sahip kama şekilli J1 numunesinin sertlik profili.

Sonuç olarak, yüksek sıcaklık dayanımları ve mekanik dirençleri yüksek olan alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ve itriyum oksit ile stabilize edilmiş zirkonyum oksit (YSZ) eklenmiş alumina seramik malzemeler karmaşık geometriye sahip hacimli seramikler şeklinde üretildiklerinde çarpılma, kırılma ve çatlak oluşumu gibi sorunlar ortaya çıkmamakta, ince kesitleriyle kalın kesitleri arasında olması beklenen yüksek sertlik değişimleri görülmemektedir.



**Şekil 4.9** 60° tepe açısına sahip kama şekilli J2 numunesinin sertlik profili.

## 5. SONUÇ

“Kompleks Geometriye Sahip Hacimli Seramik Parçaların Konvansiyonel Yöntemlerle Sinterlenmesi” konulu proje kapsamında yürütülen çalışmalardan elde edilen önemli sonuçlar şu şekilde özetlenebilir:

- (i) Silisyum nitrür seramik malzemelerin üretilmesi konusunda yapılan çalışmalarda bu malzemelerin üretimi için ihtiyaç duyulan atmosfer ortamı sağlanmış, silika fazının oluşumu engellenmiş ancak üretilen malzemelerde istenilen nihai yoğunluk değerlerine ulaşamamıştır. Yüksek nihai yoğunluk değerlerine ulaşabilmek için çeşitli proses parametrelerinin silisyum nitrür seramik malzemesinin sinterlenme karakteristiği üzerindeki etkileri incelenmeli ve elde edilen verilerle proses koşullarının optimizasyonuna çalışılmalıdır.
- (ii) Çeşitli proses parametrelerinin alumina seramik malzemesinin sinterlenme karakteristiği üzerindeki etkilerinin incelenmesi çalışmalarında tek eksenli sıkıştırma işlemi sonrası uygulanacak soğuk izostatik presleme aşamasının ve sinterleme sıcaklığındaki artışın, malzemenin nihai yoğunluk değeri üzerinde pozitif bir etkisi olduğu görülmüştür. Ancak alumina tozlarına sinterlenmeye yardımcı katkı maddesi olarak eklenen oksitlerin beklenen aksine sinterleme işlemi sonrası elde edilen nihai yoğunluk değerleri üzerinde negatif bir etki gösterdiği saptanmıştır. Karşılaşılan bu problemin, başlangıç tozlarına sinterlenmeye yardımcı katkı maddesi olarak eklenen oksitlerin karışım içerisinde homojen olarak dağıtılamamasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Oraya çıkan bu komplikasyonun nedenlerinin daha detaylı incelenmesi gerekmektedir. Ek olarak, alumina seramik malzemesine sinterlenmeye yardımcı katkı maddesi olarak eklenen oksitlerin eklenme oranlarının nihai yoğunluk üzerindeki etkilerinin araştırılması için araştırmalar yürütülmelidir.
- (iii) Karmaşık geometriye sahip hacimli alumina ve YSZ eklenmiş alumina seramik malzemelerinin üretilmesi konusunda yürütülen araştırma sonuçları, 30° ve 60° gibi sivri tepe açılarına sahip kama şekilli numunelerin, karmaşık geometrilerinin sebep olabileceği olası çarpılma ve çatlak oluşumuna mahal vermeden üretilebileceğini ve beklenen aksine ince kesitleriyle kalın kesitleri arasında yüksek sertlik değişimleri olmadığını göstermiştir. Bu, yapı içerisinde kesit kalınlığı farklılıklarından kaynaklanabilecek iç gerilimlerin, malzemenin mekanik özellikleri üzerinde önemli bir değişime sebep olmadığını ortaya koymuştur.
- (iv) Kama şekilli numunelerde tepe açısı daraldıkça ortalama sertlik değerinin de azaldığı saptanmıştır. Ayrıca, kama şekilli YSZ eklenmiş alumina seramik malzemesinde elde

edilen ortalama sertlik deęerlerinin, kama řekli alumina seramik malzemesinin ortalama sertlik deęerlerinden daha fazla olduęu grlmřtr. Bu, alumina'ya YSZ eklenerek oluřturulan kompozit malzemenin, beklenildięi zere silisyum nitrr'e alternatif, mekanik zellikleri geliřmiř bir hacimli yapısal seramik olabileceęini gstermektedir. Daha ince kesitli paraların retiminde ıkabilecek komplikasyonların incelenebilmesi iin daha dar tepe aılarına sahip kama řekli numunelerin retimi konusunda arařtırmalar yrtlmelidir. Ayrıca elde edilen sertlik deęerleri ile malzeme i yapısının iliřkilendirilmesi konusuna alıřmalar yapılmalıdır.

- (v) Bu proje kapsamında elde edilen bulgular ve sonu blmnde belirtilen neriler ıřıęında, hacimli yapısal seramiklerin retilmesi konusundaki arařtırmalarımız srecektir. Yrtlen alıřmaların nihai amacı, kk turbojet motoru ve benzeri yapısal seramiklerin kullanımının performans artıřı saęlayacaęı uygulamalar iin, kompleks geometriye sahip mekanik zellikleri yapı ierisinde homojen olan, hacimli seramik paraların bařarıyla retilmesidir. İlk etapta YSZ eklenmiř alumina kullanılarak retilmesi hedeflenen kk turbojet motorunun stator ve sonrasında rotor gibi paraları iin yrtlecek alıřmalar niversitemizin Uzay ve Havacılık Mhendislięi Blm ile iřbirlięi yapılarak srdrlecektir.

## REFERANSLAR

1. BARSOU M. W., Fundamentals of Ceramics, IOP Publishing Ltd., Bristol, UK (2003), Pp: 245-246, 382-385.
2. BISWAS S. K., Riley F. L., Gas Pressure Sintering of Silicon Nitride — Current Status, Materials Chemistry and Physics, 67, 175-179, (2001).
3. CHEVALIER J., De Aza A.H., Fantozzi G., Schehl M. and Torrecillas R., Extending the Lifetime of Ceramic Orthopaedic Implants, Advanced Materials, 12,1619-1621, (2000).
4. CLAUSSEN N., "Fracture Toughness of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  with an Unstabilized  $\text{ZrO}_2$  Dispersed Phase," J. Am. Ceram. Soc., 59, 49–51 (1976).
5. CLAUSSEN N., Steeb J., and Pabst R. F., Effect of Induced Microcracking on the Fracture Toughness of Ceramics, Am. Ceram. Soc. Bull., 56, 559–562, (1977).
6. CLAUSSEN N., Stress-Induced Transformation of Tetragonal  $\text{ZrO}_2$  Particles in Ceramic Matrices, J. Am. Ceram. Soc., 61, 85, (1978).
7. CLAUSSEN N., Ruehle, M. and Heuer, A. H., ed., Advances in Ceramics, Vol. 12, Am. Ceram. Soc. Inc., OH, USA, (1984).
8. DE AZA A. H., Chevalier J., Fantozzi G., Schehl M. and Torrecillas R., Crack Growth Resistance of Alumina, Zirconia and Zirconia Toughened Alumina Ceramics for Joint Prostheses, Biomaterials, 23, 937-945, (2002).
9. GAO L., Yang H., Yuan R., Huang P., Xu R., Jung J. Y., Park K. M., Sintering and Microstructure of Silicon Nitride with Magnesia and Cerium Additives, Journal of Materials Processing Technology, 115, 298-301, (2001).
10. GREEN D. J., Critical Microstructures for Microcracking in  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{ZrO}_2$  Composites, J. Am. Ceram. Soc., 65, 610–614, (1982).
11. GREEN D. J., Hannink R. H. J., and Swain M. V., Transformation Toughening of Ceramics, CRC Press, Boca Raton, FL, (1989) Pp: 232.
12. GUIMARÃES F. A. T., Silva K. L., Trombini V., Pierri J. J., Rodrigues J. A., Tomasi R., Pallone E. M. J. A., Correlation between microstructure and mechanical properties of  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$  nanocomposites, Ceramics International, Accepted (2008)
13. HANNINK R. H. J., Kelly P. M. and Muddle B. C., Transformation Toughening in Zirconia-Containing Ceramics, J. Am. Ceram. Soc., 83, 461–487, (2000).
14. HEUER A. H. and Hobbs L. W., ed., Advances in Ceramics, Vol. 3, Am. Ceram. Soc. Inc., OH, USA, (1981).
15. LIN Y., Ning X. S., Zhou H., Chen K., Peng R., Xu W., Study on the Thermal Conductivity of Silicon Nitride Ceramics with Magnesia and Ytria as Sintering Additives, Materials Letters, 57, 15-19, (2002).
16. LING G., Yang H., Pressureless Sintering of Silicon Nitride with Magnesia and Ytria, Materials Chemistry and Physics, 90, 31-34, (2005).

17. LIU C.C., Microstructural Characterization of Gas-Pressure-Sintered  $\alpha$ -Silicon Nitride Containing  $\beta$ -Phase Seeds, *Ceramics International*, 29, 841-846, (2003).
18. LIU G. J., Qui H. B., Tood R., Brook R. J., Guo J. K., Processing and Mechanical Behavior of  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2$  Nanocomposite, *Mater. Res. Bull.*, 33, 281-288, (1998).
19. LIU X. J., Huang Z. Y., Ge Q. M., Sun X. W., Huang L. P., Microstructure and Mechanical Properties of Silicon Nitride Ceramics Prepared by Pressureless Sintering with  $\text{MgO-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$  as Sintering Additive, *Journal of the European Ceramic Society*, 25, 3353-3359, (2005).
20. LU H. H., Huang J. L., Effect of  $\text{Y}_2\text{O}_3$  and  $\text{Yb}_2\text{O}_3$  on the Microstructure and Mechanical Properties of Silicon Nitride, *Ceramics International*, 27, 621-628, (2001).
21. MATOVIC B., Rixecker G., Aldinger F., Pressureless Sintering of Silicon Nitride with Lithia and Yttria, *Journal of the European Ceramic Society*, 24, 3395-3398, (2004).
22. PICONI C., Maccauro G., Zirconia as a Ceramic Biomaterial, A Review. *Biomaterials*, 20, 1-25, (1999).
23. TATLI Z., Thompson D. P., Densification Behaviour of Oxide-Coated Silicon Nitride Powders, *Materials Letters*, 59, 1897-1901, (2005).
24. TERRY R. A., *Fundamentals of Ceramic Powder Processes and Synthesis*, Academic Press, California, (1996). Pp: 782.
25. WANG F., Zhang K., Wang G., Texture in Superplastically Deformed Alumina – Zirconia Composites, *Materials Science and Engineering A*, 491, 476-482, (2008).
26. YANG H., Yang G., Yuan R., Pressureless Sintering of Silicon Nitride with Magnesia and Ceria, *Materials Research Bulletin*, 33, 1467-1473, (1998).