HETEROJEN İÇYAPIYA SAHİP SERAMİK KESİCİ UÇLARIN GELİŞTİRİLMESİ

Doktora Tezi

Ufuk AKKAŞOĞLU

Eskişehir 2018

HETEROJEN İÇYAPIYA SAHİP SERAMİK KESİCİ UÇLARIN GELİŞTİRİLMESİ

Ufuk AKKAŞOĞLU

DOKTORA TEZİ

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Ferhat KARA

İkinci Danışman: Prof. Dr. Servet TURAN

Eskişehir

Anadolu Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Ağustos 2018

Bu tez çalışması TÜBİTAK 2211-D Sanayiye Yönelik Doktora Tez Bursu programı kapsamında desteklenmiştir.

JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

Ufuk AKKAŞOĞLU'nun "Heterojen İçyapıya Sahip Seramik Kesici Uçların Geliştirilmesi" başlıklı tezi 10/08/2018 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından değerlendirilerek "Anadolu Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliği"nin ilgili maddeleri uyarınca, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim dalında Doktora tezi olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri	**Unvanı Adı Soyadı**	**İmza**
Üye (Tez Danışmanı)	: Prof. Dr. Ferhat KARA	.....
Üye	: Prof. Dr. Alpagut KARA	.....
Üye	: Doç. Dr. Osman Nuri ÇELİK	.....
Üye	: Doç. Dr. Ali İSSİ	.....
Üye	: Doç. Dr. Hilmi YURDAKUL	.....

Prof.Dr. Ersin YÜCEL
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

ÖZET

HETEROJEN İÇYAPIYA SAHİP SERAMİK KESİCİ UÇLARIN GELİŞTİRİLMESİ

Ufuk AKKAŞOĞLU

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı
Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ağustos 2018

Danışman: Prof. Dr. Ferhat KARA
İkinci Danışman: Prof. Dr. Servet TURAN

Metalik malzemelerin üretiminin büyük çoğunluğunda ürüne son şeklini veren süreç talaşlı imalattır. Bu durum havacılık sektörü için de geçerlidir ve uçak motorlarında kullanılan parçaların üretiminde talaşlı imalat operasyonları oldukça fazladır. Uçak motorlarında yaygın olarak kullanılan nikel esaslı süperalaşımlardan olan Inconel 718, malzemenin içsel özelliklerinden ötürü işlenmesi zor bir malzemedir. Bu malzemenin işlenmesinde yaygın olarak Al_2O_3–SiC_v kesici uçlar kullanılmaktadır.

Bu doktora tezinin temel amacı, Inconel 718 malzemesinin yüksek hızda işlenmesinde kullanılacak ve piyasada var olan kesici uçlardan farklı olarak kendi kendini bileyen, yenilikçi bir kesici uç geliştirmektir. Bu kapsamda Al_2O_3–ZrO_2 granüllerinin etrafının Si_3N_4 ile kaplanması için kuru ve yaş ortamda çeşitli denemeler yapılarak kaplama prosesi geliştirilmeye çalışılmıştır. Yapılan granül kaplama işlemi ile ısıl genleşme katsayısı farkından kaynaklanan kalıntı gerilmelerin oluşturulmasıyla çatlağın granül-kaplama arayüzeyi tarafından saptırılması ya da durdurulması sağlanmıştır. Yapılan performans testlerinde geliştirilen heterojen içyapıya sahip kesici ucun performansı, üretim yöntemi çok daha maliyetli ve zor olan Al_2O_3–SiC_v kesici uç ile benzer çıkmıştır.

Anahtar Sözcükler: Al_2O_3, ZrO_2, Si_3N_4, granül kaplama, kesici uç

ABSTRACT

DEVELOPMENT OF CERAMIC CUTTING TOOLS WITH HETEROGENEOUS MICROSTRUCTURES

Ufuk AKKAŞOĞLU

Department of Materials Science and Engineering
Anadolu University, Graduate School of Natural and Applied Sciences, August 2018

Supervisor: Prof. Dr. Ferhat KARA
Co-Supervisor: Prof. Dr. Servet TURAN

Machining is a part of the manufacture of many metal products, which is also the case in aviation industry. There are plenty of machining operations in the manufacture of aero engines. Inconel 718, which is one of the superalloys commonly used in aero engines, is very difficult to machine due to the intrinsic material properties. Al_2O_3–SiC_w cutting tools are commonly used to machine this material.

The aim of this PhD dissertation is to develop a ceramic cutting tool to machine Inconel 718 at high speeds, which has a self-sharpening feature different from the commercial ones. Within this scope, process development studies made to coat Al_2O_3–ZrO_2 granules with Si_3N_4 by both dry and wet methods. Due to the residual stresses arising from the thermal expansion coefficient mismatch of the granules and the coating, crack arresting or crack deflection by the granule-coating interface has been succeeded. Performance tests showed that the developed cutting tool with heterogeneous microstructure has the same performance with Al_2O_3–SiC_w cutting tool whose production method is more expensive and more difficult.

Keywords: Al_2O_3, ZrO_2, Si_3N_4, granule coating, cutting tool

TEŞEKKÜR

Yoğun iş temposuna rağmen tez çalışmalarım boyunca bana sürekli rehberlik ederek yol gösteren, bilgi ve tecrübeleri ile yalnızca tez çalışmalarımı değil aynı zamanda hayatımı da yönlendiren, hem kişisel hem de mesleki gelişimimde çok önemli katkısı olan danışman hocam Prof. Dr. Ferhat KARA'ya en derin şükranlarımı sunarım.

Değerli bilgi birikimi ve tecrübelerini benimle paylaşarak, özellikle malzeme karakterizasyonu alanındaki sorularıma hızlı ve etkin cevaplar veren, ikinci danışmanım Prof. Dr. Servet TURAN'a teşekkürlerimi sunarım.

Olaylara ve sorunlara karşı pozitif tutumuyla bana hem kişisel hem de mesleki hayatımda örnek olan, tez çalışmalarım boyunca bana rehberlik ederek değerli görüşlerini benden esirgemeyen saygıdeğer hocam ve sanayi danışmanım Prof. Dr. Alpagut KARA'ya teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarım sırasında özellikle talaşlı imalat ve aşınma testleri hakkındaki değerli bilgisiyle beni aydınlatan ve yol gösteren değerli hocam Doç. Dr. Osman Nuri ÇELİK'e gösterdiği yakın ilgi ve desteklerinden ötürü teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarımda bana her türlü maddi, teknik ve altyapı desteğini sağlayan MDA İleri Teknoloji Seramik San. ve Tic. A.Ş. firmasına ve başta Hasan ARABACI olmak üzere tüm firma çalışanlarına teşekkür ederim.

Performans testleri için test numunelerini şekillendiren ve sfero dökümde performans testlerini gerçekleştiren Ceramtec (Almanya) firmasına teşekkür ederim.

Performans testlerinin gerçekleştirildiği EJS (Eskişehir Jant Sanayi) firmasına, kesici uçlar ve kesme uygulaması hakkındaki pratik bilgi ve tecrübelerini benimle paylaşmaktan çekinmeyen, yoğun iş temposuna rağmen denemelerime zaman ayıran Levent AYAN ve Kayhan ESER başta olmak üzere tüm EJS firması çalışanlarına teşekkür ederim.

Bütün eğitim hayatım boyunca yardım ve desteğini benden hiçbir zaman esirgemeyen, hayat ve metallik malzemeler hakkındaki tecrübelerini benimle paylaşarak tez çalışmam da dahil olmak üzere tüm hayatım boyunca bana yol gösteren babam Ahmet AKKAŞOĞLU'na ve biricik annem Kezban AKKAŞOĞLU ile çok sevdiğim ablam Demet BÜYÜKGENÇOĞLU'na en derin şükranlarımı sunarım.

Son olarak, tez çalışmalarım süresince bile bana olan aşkını yitirmeyen, sabrı, anlayışı, desteği ve teşviki ile hayattaki en güçlü dayanağım olan, ruh eşim Ezgi AKKAŞOĞLU'na gösterdiği sabır ve anlayış için sonsuz teşekkürler…

Ufuk AKKAŞOĞLU

13/08/2018

ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ

Bu tezin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu; çalışmamın hazırlık, veri toplama, analiz ve bilgilerin sunumu olmak üzere tüm aşamalarında bilimsel etik ilke ve kurallara uygun davrandığımı; bu çalışma kapsamında elde edilen tüm veri ve bilgiler için kaynak gösterdiğimi ve bu kaynaklara kaynakçada yer verdiğimi; bu çalışmanın Anadolu Üniversitesi tarafından kullanılan "bilimsel intihal tespit programı"yla tarandığını ve hiçbir şekilde "intihal içermediğini" beyan ederim. Herhangi bir zamanda, çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun saptanması durumunda, ortaya çıkacak tüm ahlaki ve hukuki sonuçları kabul ettiğimi bildiririm.

Ufuk AKKAŞOĞLU

İÇİNDEKİLER

Sayfa

BAŞLIK SAYFASI ..... **i**

JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI ..... **ii**

ÖZET ..... **iii**

ABSTRACT ..... **iv**

TEŞEKKÜR ..... **v**

ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ ..... **vi**

İÇİNDEKİLER ..... **vii**

TABLOLAR DİZİNİ ..... **xii**

ŞEKİLLER DİZİNİ ..... **xiv**

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ ..... **xxvii**

GİRİŞ ve AMAÇ **1**

BİRİNCİ BÖLÜM

1. GRANÜL KAPLAMA YÖNTEMİ İLE HETEROJEN İÇYAPILI KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ **4**

1.1. Giriş ve Amaç **4**

1.2. Literatür Bilgisi **7**

1.2.1. Süperalaşımlar 7

1.2.1.1. Nikel esaslı süperalaşımlar 9

1.2.1.2. Kobalt esaslı süperalaşımlar 11

1.2.1.3. Demir esaslı süperalaşımlar 12

1.2.1.4. Titanyum esaslı süperalaşımlar 12

1.2.2. Süperalaşımların işlenmesi 13

1.2.2.1. Kaba işleme aşaması 16

1.2.2.2. Ara işleme aşaması 16

1.2.2.3. Bitirme işleme aşaması 16

1.2.3. Süperalaşımların işlenmesinde kullanılan kesici uçlar 17

1.2.3.1. Kaplanmış ve kaplanmamış karbür kesici uçlar 19
1.2.3.2. Seramik kesici uçlar 20
1.2.3.2.1. Saf oksit seramik kesici uçlar 21
1.2.3.2.2. Karışım oksit seramik kesici uçlar 21
1.2.3.2.3. Visker takviyeli alümina kesici uçlar 21
1.2.3.2.4. Silisyum nitrür esaslı seramik kesici uçlar 23
1.2.3.3. Kübik bor nitrür (c-BN) kesici uçlar 25
1.2.4. Heterojen içyapıya sahip seramik kompozitler 26
1.2.4.1. Dubleks seramikler 27
1.2.4.2. Fibröz monolitik seramikler 30
1.3. Materyal ve Yöntem 44
1.3.1. Kullanılan hammaddeler 44
1.3.2. Toz hazırlama 46
1.3.2.1. Al_2O_3–ZrO_2 granül üretimi 46
1.3.2.2. Si_3N_4–ZrO_2 kaplama tozunun üretimi 47
1.3.2.3. Kuru ortamda yapılan granül kaplama denemeleri 47
1.3.2.3.1. Bilyalı değirmen ile yapılan granül kaplama denemeleri 48
1.3.2.3.2. Şiddetli karıştırıcı ile yapılan granül kaplama denemeleri 49
1.3.2.4. Yaş ortamda yapılan granül kaplama denemeleri 50
1.3.2.4.1. Şiddetli karıştırıcı ile yapılan granül kaplama denemeleri 50
1.3.2.4.2. Dondurarak kurutma yöntemi ile yapılan granül kaplama denemeleri 50
1.3.3. Sinterleme 51
1.3.4. Üretilen numunelerin karakterizasyonu 53
1.3.4.1. Yoğunluk ölçümü 53
1.3.4.2. Faz analizi 54
1.3.4.3. İçyapı analizi ve kaplama prosesinin etkinliği 54
1.3.4.4. Sertlik ve kırılma tokluğu ölçümü 55
1.3.5. Performans testleri 56
1.4. Sonuçlar ve Tartışma 57

1.4.1. Kuru ortamda yapılan granül kaplama denemeleri 57
1.4.1.1. Bilyalı değirmen ile yapılan granül kaplama denemeleri .. 57
1.4.1.1.1. Yoğunluk 57
1.4.1.1.2. Faz analizi 58
1.4.1.1.3. Sertlik ve kırılma tokluğu 59
1.4.1.1.4. İçyapı analizi ve kaplama prosesinin etkinliği 63
1.4.1.1.5. Performans testleri 72
1.4.1.2. Şiddetli karıştırıcı ile yapılan granül kaplama denemeleri 74
1.4.1.2.1. Sertlik ve kırılma tokluğu 74
1.4.1.2.2. İçyapı analizi ve kaplama prosesinin etkinliği 76
1.4.1.2.3. Performans testi 93
1.4.2. Yaş ortamda yapılan granül kaplama denemeleri 95
1.4.2.1. Şiddetli karıştırıcı ile yapılan granül kaplama denemeleri 96
1.4.2.1.1. Sertlik ve kırılma tokluğu 96
1.4.2.1.2. İçyapı analizi ve kaplama prosesinin etkinliği 97
1.4.2.2. Dondurarak kurutma yöntemi ile yapılan granül kaplama denemeleri 101
1.4.2.2.1. Sertlik ve kırılma tokluğu 102
1.4.2.2.2. İçyapı analizi ve kaplama prosesinin etkinliği .. 105
1.4.2.2.3. Performans testi 113
1.5. Özet **117**

İKİNCİ BÖLÜM

2. Al_2O_3–ZrO_2–Si_3N_4 NANO KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ **120**
2.1. Giriş ve Amaç **120**
2.2. Literatür Bilgisi **120**
2.3. Materyal ve Yöntem **123**
2.3.1. Kullanılan hammaddeler 123
2.3.2. Toz hazırlama 123
2.3.3. Sinterleme 123
2.3.4. Üretilen numunelerin karakterizasyonu 124
2.3.4.1. İçyapı analizi 124

2.3.4.2. Sertlik ve kırılma tokluğu ölçümü 124
2.3.5. Performans testleri 124
2.4. Sonuçlar ve Tartışma 124
2.4.1. İçyapı analizi 124
2.4.2. Sertlik ve kırılma tokluğu 128
2.4.3. Performans testi 129
2.5. Özet 131

ÜÇÜNCÜ BÖLÜM

3. ÜRETİLEN KOMPOZİTLERİN KONVANSİYONEL YÖNTEMLERLE SİNTERLENEBİLİRLİĞİNİN ARAŞTIRILMASI 133

3.1. Giriş ve Amaç 133
3.2. Literatür Bilgisi 134
3.3. Materyal ve Yöntem 134
3.3.1. Kullanılan hammaddeler 134
3.3.2. Toz hazırlama 135
3.3.3. Şekillendirme 135
3.3.4. Sinterleme 135
3.3.4.1. Gaz basınçlı sinterleme (GPS) 135
3.3.4.2. Basınçsız sinterleme (PLS) 137
3.3.5. Üretilen numunelerin karakterizasyonu 138
3.3.5.1. Yoğunluk ölçümü 138
3.3.5.2. Faz analizi 138
3.3.5.3. Sertlik ve kırılma tokluğu ölçümü 138
3.3.5.4. İçyapı analizi 138
3.4. Sonuçlar ve Tartışma 138
3.4.1. Yoğunluk 138
3.4.2. Faz analizi 140
3.4.3. Sertlik ve kırılma tokluğu 142
3.4.4. İçyapı analizi 146
3.5. Özet 154

3.5. Özet 154

GENEL SONUÇLAR ve ÖNERİLER 157

KAYNAKÇA 163

ÖZGEÇMİŞ

TABLOLAR DİZİNİ

Sayfa

Tablo 1.1. Alaşım elementlerinin süperalaşımlardaki rolleri [27, 28] 9

Tablo 1.2. Nikel esaslı süperalaşımlarda, alaşım elementlerinin nihai malzeme özelliklerine etkisi [26] 10

Tablo 1.3. Ticari olarak kullanılan nikel esaslı süperalaşımların kompozisyonları ve üretim yöntemleri. (Ni miktarı ağırlıkça %kalandır) [27, 29]. 10

Tablo 1.4. Süperalaşımların ticari üretim yöntemleri ve özellikleri [26] 14

Tablo 1.5. Kesici uç malzemelerinin yumuşama noktaları [8] 18

Tablo 1.6. Bazı seramik kesici uçların özellikleri [8] 20

Tablo 1.7. Al_2O_3+SiC_v kesici uca ait aşınma tipleri ve yan kenar aşınması değerleri [45] 24

Tablo 1.8. SiAlON kesici uca ait Aşınma tipleri ve yan kenar aşınması değerleri [45] 25

Tablo 1.9. CF1 kodlu kesici ucun ölçülen sertlik ve kırılma tokluğu değerleri 44

Tablo 1.10. Kullanılan hammaddeler ve tedarikçi tarafından sağlanan spesifikasyonları 45

Tablo 1.11. SPS ile sinterlemede kullanılan parametreler 51

Tablo 1.12. Numunelerde kullanılan kodlama sistemi ve açıklaması 53

Tablo 1.13. Bilyalı değirmende farklı sürelerde ve eksenel değirmende farklı öğütme ortamlarında üretilen numunelerin yoğunluk sonuçları 57

Tablo 1.14. Üretilen Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ile yapılan denemelerin yoğunluk sonuçları 58

Tablo 1.15. Bazı teknik seramiklerin fiziksel özellikleri [79] 59

Tablo 1.16. Bilyalı değirmende yağ kullanılarak üretilen numunelerin sertlik ve tokluk değerleri 60

Tablo 1.17. Üretilen Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ile yapılan denemelerin sertlik ve tokluk değerleri 62

Tablo 1.18. Şiddetli karıştırıcı ile yapılan ilk denemeye ait numunelerin sertlik ve kırılma tokluğu değerleri 75

Tablo 1.19. Dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen Si_3N_4–ZrO_2 tozlarının Al_2O_3–ZrO_2 granüllerinin etrafına kaplanmasıyla elde edilen numunelerin sertlik ve tokluk değerleri 76

Tablo 1.20. AlZr–%10 ubeZr numunesine ait sertlik ve kırılma tokluğu değerleri..... 96

Tablo 1.21. Dondurrak kurutma yöntemiyle üretilen AlZr – %10 ubeZr numunesine ait sertlik ve kırılma tokluğu değerleri 102

Tablo 1.22. Düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ve siklonlarıyla hacimce %5 ve %10 olacak şekilde yapılan denemelere ait numunelerin sertlik ve kırılma tokluğu değerleri..... 104

Tablo 1.23. Kesme koşullarına göre verilen kodlar 114

Tablo 2.1. AlZr matrisin ve 500 dev/dk dönme hızıyla üretilen ve hacimce %3 nano Si_3N_4 içeren numunenin sertlik ve kırılma tokluğu değerleri..... 129

Tablo 3.1. GPS ve PLS teknikleriyle üretilen granül kaplama numunelerinin yığınsal yoğunluk, relatif yoğunluk ve açık gözenek değerleri 139

Tablo 3.2. GPS ve PLS teknikleriyle üretilen nano kompozit numunelerinin yığınsal yoğunluk, relatif yoğunluk ve açık gözenek değerleri 140

Tablo 3.3. GPS ve PLS teknikleriyle üretilen granül kaplama numunelerinin sertlik ve kırılma tokluğu değerleri 142

Tablo 3.4. GPS ve PLS teknikleriyle üretilen nano kompozit numunelerinin sertlik ve kırılma tokluğu değerleri 145

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 1.1. Inconel 718'in yüksek hızda kaba işlenmesinde kullanılan SiAlON kesici uçta görülen yanal aşınma ve çentik aşınması [12] 4

Şekil 1.2. Aşınma mekanizmasının şematik gösterimi. Yüzey sertleşmesine uğrayan tabaka koyu renk ile gösterilmiştir [12]..... 5

Şekil 1.3. Hücre-fiber yapıya sahip seramik kesici ucun fiber dağılımını gösteren optik mikroskop görüntüsü..... 7

Şekil 1.4. Son yüzyılda jet motorlarında kullanılan malzemelerin yüksek sıcaklık mukavemetinin değerlendirilmesi [26]..... 8

Şekil 1.5. Farklı alaşımların kompozisyona bağlı sertlikleri ve aşınma eğilimleri [37]..... 13

Şekil 1.6. Havacılıkta kullanılan nikel esaslı süperalaşımların çeşitleri ve talaşlı imalat yöntemleri [37] 15

Şekil 1.7. Süperalaşımların işleme aşamalarında kaldırılan malzeme miktarının şematik gösterimi (a) kaba işleme, (b) ara işleme, (c) bitirme işlemesi [37] 15

Şekil 1.8. Inconel 718'in SiC visker takviyeli alümina kesici uç ile tornalanması. 0,06 mm/dev ilerleme hızı ve (a) 10 m/dk, (b) 410 m/dk, (c) 810 m/dk kesme hızları için kalıntı gerilme derinlik profilleri [39] 17

Şekil 1.9. Bazı kesici uç malzemelerinin sıcaklığa bağlı sertlik değişimleri [8]..... 19

Şekil 1.10. Inconel 718 parçanın Al_2O_3 – TiC kesici uçla işlenmesinde kesme hızının kesme sıcaklığına etkisi (0,1 mm/dev ilerleme, 1 mm kesme derinliği) [43] 22

Şekil 1.11. TZP (Tetragonal Zirkonya Polikristal) matrisli dubleks seramikte çatlak ilerlemesinin şematik gösterimi [52] 27

Şekil 1.12. 3Y-TZP + ağ.%20 Al_2O_3 matris içine dağıtılmış (a) Al_2O_3 + hac.%50 m-ZrO_2, (b) Al_2O_3 + hac.%80 m-ZrO_2 dubleks seramiklerin mukavemeti [53] 28

Şekil 1.13. Farklı basınç bölgesi miktarlarına sahip dubleks seramiklerin mukavemeti. Hacim fraksiyonu ve m-ZrO_2 miktarı arttıkça mukavemet azalır [53] 29

Şekil 1.14. 3Y-TZP + ağ.%20 Al_2O_3 matris içine dağıtılmış (a) Al_2O_3 + hac.%50 m-ZrO_2, (b) Al_2O_3 + hac.%80 m-ZrO_2 dubleks seramiklerin kırılma tokluğu [53] 29

Şekil 1.15. Farklı basınç bölgesi miktarlarına sahip dubleks seramiklerin kırılma tokluğu [53] 29

Şekil 1.16. Güçlü ve zayıf katmanlara sahip laminer kompozitin şematik gösterimi [54]. 31

Şekil 1.17. Güçlü hücre ile zayıf hücre sınırını içeren fibröz monolitik yapının şematik gösterimi [24] 31

Şekil 1.18. Fibröz monolitlerin üretimi için ortak ekstrüzyon sürecinin şematik gösterimi: (a) başlangıç besleme çubuğunun şekllendirilmesi, (b) ektrüzyon besleme çubuğunun oluşumu, (c) ortak ekstrüzyon, (d) katı kütük oluşumu laminasyon işlemi, (e) bağlayıcı uzaklaştırma ve (f) sıcak presleme [25] 32

Şekil 1.19. Fibröz monolitlerin üretimi için kullanılan "ortak ekstrüzyon ile mikro üretim" yönteminin şematik gösterimi: (a) ortak ekstrüzyon, (b) birincil filamentin birleştirilmesi, (c) ikinci ortak ekstrüzyon sonrası filament [54] 34

Şekil 1.20. Hücre sınırı (A) %100, (B) %80, (C) %60, (D) %40, (E) %20 grafit içeren SiC esaslı fibröz monolitlerin kırık yüzeyleri [58] 35

Şekil 1.21. (a) monolitik Si_3N_4, (b) fibröz monolit seramiğin eğilme tepkisi [68] 36

Şekil 1.22. (a) Monolitik Si_3N_4, (b) fibröz monolit seramiğin ısıl şok testi sonrası eğilme tepkisi. monolitik Si_3N_4 gevrek kırılma gösterirken fibröz monolitte gevrek olmayan hasar görülmektedir [68]. 37

Şekil 1.23. Hücre sınırı kalınlığının çamurdaki BN konsantrasyonuna bağlı değişimi [66] 38

Şekil 1.24. Si_3N_4 / BN fibröz monolitin temsili SEM kesit görüntüsü [66] 38

Şekil 1.25. (A) Monolitik, (B) 18 μm, (C) 37 μm hücre sınırı kalınlığına sahip numunelerin eğilme tepkisi [66] 39

Şekil 1.26. Eğilme mukavemetinin hücre sınırı kalınlığına göre değişimi [66] 39

Şekil 1.27. CF1 kodlu fibröz monolit kesici uca ait (a) katalogda yer alan şematik gösterimi, (b) kesit optik mikroskop görüntüsü. Kırmızı çizgiyle gösterilen hücreler ikincil filamenti temsil etmektedir [23]. 40

Şekil 1.28. CF1 kodlu fibröz monolit kesici uca ait XRD paterni 41

Şekil 1.29. CF1 kodlu kesici ucun kesitine ait EDX elementel haritaları 41

Şekil 1.30. CF1 kodlu fibröz monolit kesici ucun hücre içerisinden alınan EDX analizi sonucu 42

Şekil 1.31. CF1 kodlu fibröz monolit kesici ucun hücre içerisinden alınan (a) 5kx büyütme, (b) 10kx büyütme BSE-SEM görüntüleri 42

Şekil 1.32. Sıcaklığa bağlı olarak zirkonyada meydana gelen faz dönüşümleri [69] ... 43

Şekil 1.33. ZrO_2 tanesine yapılan TEM-EDX analizi sonuçları 43

Şekil 1.34. Fibröz monolit kesici ucun parlatılmış kesitine Vickers indent ucu ile (a) 5 kg, (b) 10 kg yük uygulandığında oluşan indent izleri ve çatlak ilerlemesi 44

Şekil 1.35. ZrO_2 tozunun SE modunda alınmış SEM görüntüleri 45

Şekil 1.36. (a) Grade C, (b) SN-E10 Si_3N_4 tozlarının ikincil elektron modunda alınmış SEM görüntüleri 46

Şekil 1.37. Kuru parçacık kaplama yönteminin şematik gösterimi 48

Şekil 1.38. Şiddetli karıştırıcı alt tabla ve üst karıştırıcı ile su ilave yerinin gösterimi 49

Şekil 1.39. SPS'te kullanılan kalıp sisteminin şematik gösterimi 52

Şekil 1.40. SPS ile sinterleme sırasında kayıt edilen parametrelerin değişimini gösteren grafik 53

Şekil 1.41. Vickers sertlik ucunun numune yüzeyinde oluşturduğu iz ve çatlakların şematik gösterimi 55

Şekil 1.42. (a) Kesici ucun geometrisi, (b) pah açısı ve uzunluğu 56

Şekil 1.43. AlZr–%15 ubeZr ve AlZr–%15 nanoZr numunelerine ait XRD paternleri 59

Şekil 1.44. SN80-%10 nanoZr numunesine ait Vickers indent izi ve oluşan çatlaklar. Çatlakların heterojen bölgelerle etkileşimi dairelerle gösterilmiştir. 60

Şekil 1.45. (a) SN80-%10 ubeZr, (b) SN80-%10 nanoZr numunelerine ait Vickers indent izleri ve oluşan çatlaklar 61

Şekil 1.46. (a) AlZr-%15 ubeZr, (b) yağ ilaveli AlZr-%15 ubeZr, (c) AlZr-%15 nanoZr, (d) yağ ilaveli AlZr-%15 nanoZr, (e) AlZr matris numunelerine ait Vickers indent izi ve oluşan çatlaklar 62

Şekil 1.47. SN80 granüllerine hacimce %10 (a) UBE Si_3N_4, (b) nano Si_3N_4 kaplanarak yapılan numunelerin SEM-BSE görüntüleri. Kaplanmadan kalan Si_3N_4 bölgeleri dairelerle gösterilmiştir..... 63

Şekil 1.48. Hacimce %10 Si_3N_4–ZrO_2 kaplanan SN 80 granüllerinin SE-SEM görüntüleri. (a)3640x, (b) 9920x. Kaplanmadan kalan tozlar dairelerle gösterilmiştir. 64

Şekil 1.49. SN80 granüllerinin (a) hacimce %10, (b) hacimce %20 Si_3N_4–ZrO_2 kaplanmasıyla üretilen numunelerin BSE-SEM görüntüleri. Heterojen ZrO_2 dairelerle gösterilmiştir. 65

Şekil 1.50. SN80 granüllerinin (a) hacimce %10, (b) hacimce %20 Si_3N_4–ZrO_2 kaplanmasıyla üretilen numunelerin EDX haritalama yöntemiyle elde edilen Si elementel harita görüntüleri..... 65

Şekil 1.51. SN80 granüllerinin (a) hacimce %10, (b) hacimce %20 Si_3N_4–ZrO_2 kaplanmasıyla üretilen numunelerin kırık yüzey SE-SEM görüntüleri..... 66

Şekil 1.52. Bilyalı değirmende yapılan (a) yağ ilavesiz, (b) 1 sa yağ ile karıştırılan, (c) 2 sa yağ ile karıştırılan SN80-%15 ubeZr numunelerinin ve (d) yağ ilavesiz, (e) 1 sa yağ ile karıştırılan, (f) 2 sa yağ ile karıştırılan SN80-%15 nanoZr numunelerinin BSE-SEM görüntüleri..... 67

Şekil 1.53. Bilyalı değirmende yapılan (a) yağ ilavesiz, (b) 2 sa yağ ile karıştırılan SN80-%15 ubeZr numunelerinin ve (c) yağ ilavesiz, (d) 2 sa yağ ile

Şekil 1.53. Bilyalı değirmende yapılan (a) yağ ilavesiz, (b) 2 sa yağ ile karıştırılan SN80-%15 ubeZr numunelerinin ve (c) yağ ilavesiz, (d) 2 sa yağ ile karıştırılan SN80-%15 nanoZr numunelerinin kırık yüzey SE-SEM görüntüleri 68

Şekil 1.54. UBE Si_3N_4-ZrO_2 kaplama tozunun eksenel değirmende (a) kuru ortamda, (b) yaş ortamda karıştırılması ile elde edilen numunelerin BSE-SEM görüntüleri 69

Şekil 1.55. UBE Si_3N_4-ZrO_2 kaplama tozunun eksenel değirmende (a) kuru ortamda, (b) yaş ortamda karıştırılması ile elde edilen numunelerin Si elementel haritaları..... 70

Şekil 1.56. (a) AlZr-%15 ubeZr, (b) yağ ilaveli AlZr-%15 ubeZr, (c) AlZr-%15 nanoZr, (d) yağ ilaveli AlZr-%15 nanoZr numunelerinin BSE-SEM görüntüleri. Si_3N_4 ve ZrO_2 topakları dairelerle gösterilmiştir. 70

Şekil 1.57. (a) AlZr-%15 ubeZr, (b) yağ ilaveli AlZr-%15 ubeZr, (c) AlZr-%15 nanoZr, (d) yağ ilaveli AlZr-%15 nanoZr numunelerinin EDX haritalama yöntemiyle elde edilen Si elementel harita görüntüleri 71

Şekil 1.58. (a) V_c = 250 m/dk, f = 0,15 mm/dev, a_p = 0,1 mm, (b) V_c = 200 m/dk, f = 0,20 mm/dev, a_p = 1,75 mm, (c) V_c = 300 m/dk, f = 0,15 mm/dev, a_p = 1,75 mm kesme koşulları ile test edilen AlZr–%15 nanoZr numunelerinin aşınma profilleri..... 72

Şekil 1.59. GGG 40 malzemesinin işlenmesi sonucu ölçülen aşınma miktarlarının kesme zamanına göre değişimi..... 73

Şekil 1.60. GGG 40 malzemesinin işlenmesi sonucu oluşan aşınma profilleri (a) AlZr–%15 nanoZr, (b) SN80E, (c) SL550C 73

Şekil 1.61. (a) AlZr–%10 ubeZr, (b) AlZr–%10 nanoZr, (c) AlZr matris numunelerine ait Vickers indent izleri ve oluşan çatlaklar. Çatlakların heterojen bölgelerle etkileşimi dairelerle gösterilmiştir. 75

Şekil 1.62. Dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen Si_3N_4–ZrO_2 tozlarının Al_2O_3 - ZrO_2 granüllerinin etrafına kaplanmasıyla elde edilen numunelerin Vickers indent izi ve oluşan çatlaklar 76

Şekil 1.63. Yalnızca su kullanılarak üretilen SL500 - %15 Zr numunesinin kesitten alınmış BSE-SEM görüntüleri (a) 250x, (b) 500x. Heterojen ZrO_2 bölgeleri oklarla gösterilmiştir..... 77

Şekil 1.64. Su-PEG karışımı kullanılarak üretilen SL500 - %15 Zr numunesinin kesitten alınmış BSE-SEM görüntüleri (a) 250x, (b) 500x. Heterojen ZrO_2 bölgeleri oklarla gösterilmiştir..... 77

Şekil 1.65. (a) Yalnızca su, (b) su-PEG karışımı ile üretilen SL500-%15 Zr numunelerine ait Zr haritaları 78

Şekil 1.66. SL500 granüllerinin SE-SEM görüntüsü 78

Şekil 1.67. Granüllerin, sinterleme sırasında uygulanan kuvvetin yönüne bağlı olarak yönlenmesinin şematik gösterimi 79

Şekil 1.68. SL500 - %15 Zr numunesinin (a) 1000 dev/dk, (b) 1500 dev/dk, (c) 3000 dev/dk dönme hızıyla yapılan denemelerine ait numunelerin BSE-SEM görüntüleri 79

Şekil 1.69. SL500 - %15 Zr numunesinin 5 dk süre ile (a) 1000 dev/dk, (b) 1500 dev/dk, (c) 3000 dev/dk dönme hızıyla yapılan denemelere ait granüllerin stereo mikroskop görüntüleri..... 80

Şekil 1.70. SL500 - %15 ubeZr numunesinin şiddetli karıştırıcıda 1000 dev/dk dönme hızı ile (a) 5 dk, (b) 15dk, (c) 30 dk süreyle yapılan denemelere ait numunelerin BSE-SEM görüntüleri 81

Şekil 1.71. SL500 - %15 ubeZr numunesinin şiddetli karıştırıcıda 1000 dev/dk dönme hızı ile (a) 5 dk, (b) 15dk, (c) 30 dk süreyle yapılan denemelere ait granüllerin stereo mikroskop görüntüleri 82

Şekil 1.72. Şiddetli karıştırıcı 1000 dev/dk hızda 30 dk süre ile yapılan SL500 - %15 ubeZr numunesine ait granüllerinin SE-SEM görüntüleri (a) 261x, (b) 1800x 82

Şekil 1.73. Şiddetli karıştırıcıda 215 dev/dk hızda 30 dk süre ile yapılan SL500 - %15 ubeZr numunesine ait BSE-SEM görüntüsü 83

Şekil 1.74. Şiddetli karıştırıcıda 215 dev/dk hızda 30 dk süre ile yapılan SL500 - %15 ubeZr numunesine ait granüllerin SE-SEM görüntüsü. Granüllerden kopan parçalar dairelerle ile gösterilmiştir. 83

Şekil 1.75. AlZr–%10 ubeZr numunesine ait granüllerin (a) 426x, (b) 3270x büyütmedeki SE-SEM görüntüleri ile (c) kaplanmamış Al_2O_3–ZrO_2 granüllerinin SE-SEM görüntüsü. Parçalanan granüller dairelerle, donat şeklindeki granüllere dolan tozlar oklarla gösterilmiştir. 84

Şekil 1.76. (a) AlZr–%10 ubeZr numunesinin kesitinden alınan BSE-SEM görüntüsü, (b) aynı yerden yapılan EDX haritalama analizi ile elde edilen Si elementel haritası 85

Şekil 1.77. AlZr–%10 ubeZr numunesinin kırık yüzeyine ait SE-SEM görüntüsü. Granül-kaplama arayüzeyi daire ile gösterilmiştir. 86

Şekil 1.78. Şiddetli karıştırıcıda 30 dk süreyle (a) 700 dev/dk, (b) 1000 dev/dk dönme hızlarında yapılan AlZr–%12 ubeZr numunesine ait granüllerin SE-SEM görüntüleri. Granüllerden kopan parçalar oklarla gösterilmiştir. 86

Şekil 1.79. Şiddetli karıştırıcıda 30 dk süreyle (a) 700 dev/dk, (b) 1000 dev/dk dönme hızlarında yapılan AlZr–%12 ubeZr numunelerine ait BSE-SEM görüntüleri 87

Şekil 1.80. Kaplama tozlarının dondurarak kurutma yöntemiyle üretildiği (a) AlZr–%10 ubeZr, (b) AlZr–%10 nanoZr numunelerine ait BSE-SEM görüntüleri 88

Şekil 1.81. Kaplama tozlarının dondurarak kurutma yöntemiyle üretildiği (a) AlZr–%10 ubeZr, (b) AlZr–%10 nanoZr numunelerine ait Si elementel haritaları 88

Şekil 1.82. (a) 3 adet bilyeyle 7 saat, (b) 3 adet bilyeyle 24 saat, (c) toz ağırlığının 1,5 katı kadar bilyeyle 24 saat, (d) toz ağırlığının 2,5 katı kadar bilyeyle 24 saat karıştırılan nano Si_3N_4–ZrO_2 toz karışımı ile yapılan denemelere ait numunelerin BSE-SEM görüntüleri. Heterojen Si_3N_4 ve ZrO_2 bölgeleri oklarla gösterilmiştir. 90

Şekil 1.83. Şekil 1.80(a)'da (a) siyah ok ile, (b) beyaz ok ile gösterilen bölgelerin EDX nokta analizi..... 90

Şekil 1.84. Toz ağırlığının 1,5 katı kadar bilye ile karıştırılmış Si_3N_4–ZrO_2 tozunun Al_2O_3–ZrO_2 granülleri etrafına kaplanmasıyla elde edilen numunenin (a)BSE-SEM görüntüsü ve aynı yerden yapılan EDX haritalama analizi ile elde edilen (b) Si, (c) Zr, (d) Al elementel haritaları. Si bölgeleri oklarla, Zr bölgeleri dairelerle gösterilmiştir..... 91

Şekil 1.85. (a) Ağırlıkça %5 su-PEG karışımı, (b) ağ. %10 su-PEG karışımı içeren AlZr–%10 nanoSN numunelerine ait BSE-SEM görüntüleri..... 93

Şekil 1.86. Ağırlıkça %5 su-PEG karışımı içeren AlZr–%10 nanoSN numunesinin kırık yüzeyine ait SE-SEM görüntüsü..... 93

Şekil 1.87. (a) AlZr–%10 nanoSN test numunesinin, (b) Al_2O_3–SiC_v kesici ucun alınma profilleri..... 94

Şekil 1.88. 300 m/dk kesme hızıyla yapılan testlerde kullanılan (a) AlZr–%10 ubeZr, (b) AlZr–%10 nanoZr numunesinin, (c) 400 m/dk kesme hızıyla yapılan testte kullanılan AlZr–%10 nanoZr numunesinin, (d) referans olarak alınan Al_2O_3 – SiC_v kesici ucun aşınma profilleri..... 95

Şekil 1.89. AlZr–%10 ubeZr numunesine ait Vickers indent izi ve oluşan çatlaklar. Çatlağın heterojen bölgeyle etkileşimi daire ile gösterilmiştir..... 96

Şekil 1.90. (a) 10 dk, (b) 20 dk süreyle karıştırılan SL500 - %10 ubeZr numunesine ait granüllerin SE-SEM görüntüleri. Parçalanan granüllerden kopan parçalar oklarla gösterilmiştir..... 97

Şekil 1.91. 20 dk süreyle karıştırılan SL500 - %10 ubeZr numunesine ait BSE-SEM görüntüsü. Beyaz ZrO_2 bölgeleri dairelerle gösterilmiştir..... 98

Şekil 1.92. 1000 dev/dk dönme hızında 10 dk süreyle karıştırılan AlZr–%10 ubeZr granüllerinin SE-SEM görüntüsü..... 98

Şekil 1.93. 1000 dev/dk dönme hızında 10 dk süreyle karıştırılan AlZr–%10 ubeZr numunesine ait BSE-SEM görüntüsü..... 99

Şekil 1.94. 1000 dev/dk dönme hızında 10 dk süreyle karıştırılan AlZr–%10 ubeZr numunesine ait (a) BSE-SEM görüntüsü ile aynı yerden yapılan EDX

haritalama analizi ile elde edilen (b) Si elementel haritası, (c) Zr elementel haritası. Si bölgeleri dairelerle gösterilmiştir. 100

Şekil 1.95. 250 dev/dk dönme hızında (a) 1 dk, (b) 30 dk süreyle karıştırılan AlZr–%10 ubeZr granüllerinin SE-SEM görüntüleri..... 101

Şekil 1.96. 250 dev/dk dönme hızında (a) 1 dk, (b) 30 dk süreyle karıştırılan AlZr–%10 ubeZr numunelerinin EDX haritalama tekniği ile elde edilen Si elementel haritaları 101

Şekil 1.97. Dondurarak kurutma yöntemiyle üretilen AlZr – %10 ubeZr numunesine ait Vickers indent izi ve oluşan çatlakların optik mikroskop görüntüsü. çatlakların heterojen bölgelerle etkileşimi oklarla gösterilmiştir. 103

Şekil 1.98. Düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ile (a) hacimce %5, (b) hacimce %10 ve siklonlarla (c) hacimce %5, (d) hacimce %10 olacak şekilde dondurarak kurutma yöntemiyle yapılan denemelere ait numunelerin Vickers indent izi ve oluşan çatlaklar. Çatlakların heterojen bölgelerle etkileşimi şekil üzerinde ok ile gösterilmiştir. 104

Şekil 1.99. Dondurarak kurutma yöntemiyle üretilen AlZr–%10 ubeZr granüllerine ait SE-SEM görüntüsü. kaplanmadan kalan tozlar oklarla gösterilmiştir. ... 105

Şekil 1.100. Dondurarak kurutma yöntemiyle üretilen AlZr–%10 ubeZr numunesine ait (a) BSE-SEM görüntüsü ile aynı yerden yapılan EDX haritalama analizi ile elde edilen (b) Si elementel haritası 106

Şekil 1.101. Dondurarak kurutma yöntemiyle üretilen AlZr–%10 ubeZr numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SE-SEM görüntüsü 107

Şekil 1.102. Düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ile siklonların arasında kalan üçlü bölgenin alanının şematik gösterimi..... 107

Şekil 1.103. (a) Al_2O_3–ZrO_2 granüllerinin (b) siklonların, (c) 75 μm'lik elekten elenen granüllerin tane boyut dağılım grafikleri..... 109

Şekil 1.104. (a) Yeni üretilen düşük boyutlu granüller, (b) eski granüller kullanılarak dondurarak kurutma yöntemiyle üretilen AlZr–%10 ubeZr numunelerine ait Si elementel haritaları..... 110

Şekil 1.105. Düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ile (a) hacimce %5, (b) hacimce %10 ve siklonlarla (c) hacimce %5, (d) hacimce %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 olacak şekilde dondurarak kurutma yöntemiyle yapılan denemelere ait numunelerin BSE-SEM görüntüleri 111

Şekil 1.106. Düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ile (a) hacimce %5, (b) hacimce %10 ve siklonlarla (c) hacimce %5, (d) hacimce %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 olacak şekilde dondurarak kurutma yöntemiyle yapılan denemelere ait numunelerin EDX haritalama tekniği ile elde edilen Si elementel haritaları..... 111

Şekil 1.107. Düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ile (a) hacimce %5 ve (b) hacimce %10 olacak şekilde dondurarak kurutma yöntemiyle yapılan denemelere ait numunelerin kırık yüzeyinden 500x büyütmede alınan SE-SEM görüntüleri 112

Şekil 1.108. Düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ile (a) hacimce %5 ve (b) hacimce %10 olacak şekilde dondurarak kurutma yöntemiyle yapılan denemelere ve (c) AlZr matrise ait numunelerin kırık yüzeyinden 20000x büyütmede alınan SE-SEM görüntüleri 113

Şekil 1.109. Farklı kesme koşullarında test edilen kesici uçların aşınma profilleri. Baştaki rakam Tablo 1.23'de verilen kesme koşulunu ifade ederken (a) AlZr–%10 ubeZr numunesini, (b) Al_2O_3–SiC_v kesici ucu ifade etmektedir. 115

Şekil 1.110. Test edilen (a) AlZr–%5 ubeZr, (b) AlZr matris, (c) Al_2O_3–SiC_v kesici uçların aşınma profilleri. Yanal aşınma bölgesi daire ile gösterilmiştir.. 116

Şekil 1.111. Test edilen (a) AlZr–%5 ubeZr, (b) AlZr–%10 ubeZr, (c) Al_2O_3–SiC_v kesici uçların aşınma profilleri 117

Şekil 2.1. Nano-seramiklerin temel tipleri: (a) hepsi nano, tek faz, (b) hepsi nano, iki faz, (c) mikro/nano, iki faz: Nano faz tanelere ve tane sınırlarına dağılmış [100]..... 121

Şekil 2.2. Hacimce (a) %1, (b) %3, (c) %5 nano Si_3N_4 içeren numunelere ait BSE-SEM görüntüleri. Beyaz renkli ZrO_2 ve gri renkli Al_2O_3 topakları sırasıyla daire ve oklarla gösterilmiştir. 125

Şekil 2.3. Hacimce %3 nano Si_3N_4 içeren numuneye ait EDX analizi sonuçları 125

Şekil 2.4. Hacimce (a) %1, (b) %3, (c) %5 nano Si_3N_4 içeren numunelere ait BSE-SEM görüntüleri ile aynı yerden yerden yapılan EDX haritalama analizi ile edilen Si elementel haritaları 126

Şekil 2.5. Hacimce (a) %1, (b) %3, (c) %5 nano Si_3N_4 içeren numunelerle (d) AlZr matrise ait SE-SEM görüntüleri 126

Şekil 2.6. 500 dev/dk dönme hızıyla üretilen ve hacimce %3 nano Si_3N_4 içeren nano kompozitin (a) BSE-SEM görüntüsü, (b) EDX haritalama analizi ile elde dilen Si elementel haritası 128

Şekil 2.7. (a) 500 dev/dk dönme hızıyla üretilen ve hacimce %3 nano Si_3N_4 içeren numuneye, (b) AlZr matrise ait Vickers indent izi ve oluşan çatlaklar ... 129

Şekil 2.8. Test edilen (a) hacimce %1, (b) hacimce %3 nano Si_3N_4 içeren nano kompozitlerin ve (c) AlZr matris, (d) Al_2O_3–SiC_v kesici uçların aşınma profilleri 130

Şekil 2.9. Test edilen (a) hacimce %1, (b) hacimce %3, (c) hacimce %5 nano Si_3N_4 içeren nano kompozitlerin ve (d) AlZr matris, (e) Al_2O_3–SiC_v kesici uçların aşınma profilleri 131

Şekil 3.1. Hacimce %3 nano Si_3N_4 içeren nano kompozit numunesine ait dilatometre eğrisi 136

Şekil 3.2. GPS sinterleme rejiminin şematik gösterimi 137

Şekil 3.3. PLS sinterleme rejiminin şematik gösterimi 137

Şekil 3.4. Hacimce %5 nano Si_3N_4 içeren numune ile siklonlara hacimce %5 Si_3N_4–ZrO_2 kaplanarak elde edilen numunenin XRD analizleri 141

Şekil 3.5. Siklonlarla yapılan ve hacimce %5 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip (a) GPS ile üretilen, (b) PLS ile üretilen, granüllerle yapılan ve hacimce %5 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip (c) GPS ile üretilen, (d) PLS ile üretilen, siklonlarla yapılan ve hacimce %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip (e) GPS ile üretilen, (f) PLS ile üretilen, granüllerle yapılan ve hacimce %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip (g) GPS ile üretilen, (h) PLS ile üretilen numunelere ait Vickers

indent izi ve oluşan çatlakların optik mikroskop görüntüsü. Çatlakların Si_3N_4–ZrO_2 bölgeleriyle etkileşimi ok ile gösterilmiştir. 144

Şekil 3.6. Hacimce %1 nano Si_3N_4 içerip (a) GPS ile üretilen, (b) PLS ile üretilen, hacimce %3 nano Si_3N_4 içerip (c) GPS ile üretilen, (d) PLS ile üretilen numunelere ait Vickers indent izi ve oluşan çatlakların optik mikroskop görüntüsü. Çatlakların Si_3N_4 bölgeleriyle etkileşimi ok ile gösterilmiştir. 146

Şekil 3.7. Siklonlarla yapılan ve hacimce %5 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip (a) GPS ile üretilen, (b) PLS ile üretilen, granüllerle yapılan ve hacimce %5 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip (c) GPS ile üretilen, (d) PLS ile üretilen, siklonlarla yapılan ve hacimce %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip (e) GPS ile üretilen, (f) PLS ile üretilen, granüllerle yapılan ve hacimce %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip (g) GPS ile üretilen, (h) PLS ile üretilen numunelere ait BSE-SEM görüntüleri 147

Şekil 3.8. Siklonlarla yapılan ve hacimce %5 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip GPS ile üretilen numunenin Si_3N_4–ZrO_2 bölgesinden 5000x büyütmede alınan BSE-SEM görüntüsü. Düşük boyutlu ve mükemmel şekilde yuvarlak olan ZrO_2 taneleri oklarla gösterilmiştir. 149

Şekil 3.9. Granüllere hacimce %5 UBE Si_3N_4–ZrO_2 kaplanarak yapılan ve GPS ile üretilen numuneye yüksek büyütmede (8730x) yapılan EDX nokta analizleri 150

Şekil 3.10. Granüllere hacimce %5 UBE Si_3N_4–ZrO_2 kaplanarak yapılan ve GPS ile üretilen numuneye yüksek büyütmede (8730x) yapılan EDX haritalama analizi 151

Şekil 3.11. Düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granüllerine hacimce %5 Si_3N_4–ZrO_2 kaplanarak SPS ile üretilen numunenin (a) 1000x büyütmede, (b) 5000x büyütmede alınan BSE-SEM görüntüleri ile GPS ile üretilen numunelerin (c) 1000x büyütmede, (d) 500x büyütmede alınan BSE-SEM görüntüleri 152

Şekil 3.12. Hacimce %1 nano Si_3N_4 içerip (a) GPS ile üretilen, (b) PLS ile üretilen, hacimce %3 nano Si_3N_4 içerip (c) GPS ile üretilen, (d) PLS ile üretilen numunelere ait BSE-SEM görüntüleri..... 152

Şekil 3.13. Hacimce %1 nano Si_3N_4 içeren ve GPS ile üretilen numunenin EDX analizi 153

Şekil 3.14. Hacimce %3 nano Si_3N_4 içeren ve (a) SPS ile, (b) GPS ile üretilen numunelerin 5000x büyütmede alınmış BSE-SEM görüntüleri..... 154

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Sa : Saat

Dev/dk : Devir/dakika

Ağ. % : Ağırlıkça %

Hac. % : Hacimce %

HRC : Rockwell Sertliği

V_b : Yanal aşınma değeri

SEM : Taramalı Elektron Mikroskobu

TEM : Geçirimli Elektron Mikroskobu

BSE : Geri Yansıyan Elektron

SE : İkincil Elektron

XRD : X-ışınları Kırınımı

EDX : Enerji Dağılımlı X-ışını Spektroskopisi

SPS : Spark Plazma Sinterleme

GPS : Gaz Basınçlı Sinterleme

PLS : Basınçsız Sinterleme

HP : Sıcak Pres

c-BN : Kubik Bor Nitrür

PCBN : Polikristalin Kübik Bor Nitrür

m-ZrO_2 : Monoklinik ZrO_2

t-ZrO_2 : Tetragonal ZrO_2

3Y-ZrO_2 : Molce %3 İtriyum Oksit ile yarı kararlı hale getirilmiş Zirkonya

TZP : Tetragonal Zirkonya Partikülü

PEG : Polietilen Glikol

TMAOH : Tetrametil Amonyum Hidroksit

CNC : Bilgisayar Destekli Kontrol

Vc : Kesme Hızı

f : İlerleme

a_p : Kesme Derinliği (paso)

PVD : Fiziksel Buhar Biriktirme

CVD : Kimyasal Buhar Biriktirme

GİRİŞ ve AMAÇ

Süperalaşımlar, oldukça şiddetli mekanik gerilmelerin olduğu ve çoğunlukla yüksek yüzey kararlılığı istenilen yüksek sıcaklıklardaki servis şartlarında kullanılmak üzere geliştirilmiş ve VIIIB grubu elementlerin temelini oluşturduğu bir alaşım grubudur. Süperalaşımlar kobalt esaslı, demir esaslı ve nikel esaslı süperalaşımlar olmak üzere üç farklı gruba ayrılırlar [1]. Bunların arasında nikel esaslı süperalaşımlar, karmaşık bir kompozisyona ve iyi yüksek sıcaklık özelliklerine sahip olmalarından dolayı tüm süperalaşım sınıfları içerisinde en geniş kullanım alanına sahip olan süperalaşımlardır [2].

Nikel esaslı süperalaşımlar, diğer metalik bileşiklerle kıyaslandıklarında hem kriyojenik hem de yüksek sıcaklıklarda mukavemet ve yüzey kararlılığının mükemmel bir kombinasyonunu sergilerler [3]. Yüksek sıcaklıklarda gösterdikleri üstün akma, çekme, basma mukavemeti ve yüksek korozyon direncine sahip olmalarından dolayı bu alaşımlar, özellikle uçak, jet ve roket motorlarının kritik parçalarında sıklıkla kullanılmaktadır [4, 5].

Talaşlı imalat, önceden dizaynı ve konstrüksiyonu yapılan bir parçanın, imalat sürecine uygun talaşlı imalat tezgahlarında, belirlenmiş kesici takımlar marifetiyle kesme operasyonuna tabi tutularak şekillendirilmesini kapsayan imalat yöntemidir. Başlıca çeşitleri tornalama, frezeleme ve delik delmedir [6]. Metalik malzemelerin üretiminin hemen hemen hepsinde ürüne son şeklini veren süreç talaşlı imalattır. Bu durum havacılık sektörü için de geçerlidir ve uçak motorlarında kullanılan parçaların üretiminde bol miktarda talaşlı imalat operasyonu mevcuttur. Bununla birlikte nikel esaslı süperalaşımlar, aşağıda sıralanan ve malzemenin içsel özelliklerinden kaynaklanan nedenlerden ötürü, işlemesi zor malzemeler olarak adlandırılırlar [7].

i. Yüksek sıcaklık özelliklerinin iyi olmasından dolayı işleme sırasında mukavemetin ve sertliğin büyük bir kısmı korunmaktadır. Bu da kesici ucun plastik deformasyona uğramasına neden olmaktadır.
ii. Gerinim duyarlılıkları yüksektir ve kolaylıkla işleme sertleşmesine uğrayabilmektedirler. Bu da kesici ucun aşınmasına yol açmaktadır.
iii. İçyapıda bulunan aşındırıcı sert karbürler abrasif aşınmaya neden olmaktadır.
iv. Düşük ısıl iletkenlik, talaş yüzeyinde 1200°C'lere varan sıcaklıklara yol açmaktadır.
v. Çoğu kesici uç malzemesine olan kimyasal afiniteleri difüzyon aşınmasına yol açmaktadır.

vi. Nikel alaşımları kesme sırasında çoğunlukla kesici uca kaynaklanmakta ve yapışmaktadır. Bu da çentik aşınmasına ve tane çıkması sonucu kesici ucun talaş yüzeyinin başkalaşmasına neden olmaktadır.

vii. Yüksek mukavemetlerinden ötürü kesme kuvvetleri yüksek değerlere erişmekte, bu da tezgahın takım tutucusunda oynamaya neden olarak titreşim oluşmasına ve böylelikle yüzey kalitesinin kötüleşmesine neden olmaktadır.

Uçak motorlarının yüksek hızlı işlenmesinde genellikle kaplamalı karbür uçlar, seramikler ve kübik bor nitrür kesici uçlar kullanılmaktadır. Kaplamalı olmayan karbürler ise düşük hızlı işleme koşullarında kullanılabilir. Seramik kesici uçlar genellikle titanyum alaşımlarının işlenmesinde kullanılmazlar; çünkü titanyumla olan yüksek reaktifliklerinden ötürü yüksek aşınma oranlarına ve dolayısıyla düşük performansa sahiptirler [8].

Karbürler yıllar boyunca süperalaşımların işlenmesinde önemli bir rol oynamıştır. Ancak, gittikçe artan hızlı malzeme kaldırma ve yüksek yüzey kalitesi talebinden dolayı karbür uçların kullanımı sorunlu bir hal almıştır. Yüksek kesme hızlarına çıkılabilmesi için kaplamalı karbür uçlar geliştirilmiş olsa da bu uçlar seramik kesici uçların çıktığı hızlara ulaşamamaktadır [7]. Oksit seramik kesici uçların kimyasal kararlılığı yüksek olsa da ısıl şok direnci ve kırılma tokluğu oldukça düşüktür. Bu da bu seramiklerin süperalaşımların yüksek hızda işlenmesinde kullanımını kısıtlamaktadır. Si_3N_4 esaslı seramikler yüksek sertlik ve mukavemet değerlerinden ötürü süperalaşımların yüksek hızda işlenmesinde (100-300 m/dk) tercih edilmektedirler [8]. Si_3N_4'ün bir modifikasyonu olan SiAlON seramikleri, Si_3N_4'e göre daha yüksek oksidasyon direnci ve kırılma tokluğuna sahiptirler. Si_3N_4 esaslı seramikler yüksek kırılma tokluğuna ve düşük ısıl genleşme katsayısından dolayı yüksek ısıl şok direncine sahip oldukları için nikel esaslı süperalaşımların yüksek hızda kaba işlenmesinde kullanılmaktadırlar [9]. Kesme hızı 400-500 m/dk'ye çıktığında kesici ucun yanal yüzeyinde sıcaklık 1250-1300°C'ye ulaşmaktadır [7]. Bu sıcaklıklarda SiAlON seramiklerinde meydana gelen plastik deformasyon sonucu kesici uçta abrasif aşınma görülmektedir [9]. Dolayısıyla SiAlON kesici uçların kullanımı 250-300 m/dk kesme hızı ile sınırlıdır. SiC visker takviyeli Al_2O_3 kesici uçlar, yüksek sıcaklıklarda dahi, visker çıkması ve çatlak saptırma mekanizmalarından dolayı yüksek kırılma tokluğuna sahiptirler. Ayrıca SiC viskerin düşük ısıl genleşme katsayısı ve yüksek ısıl iletkenliğinden ötürü ısıl şok dayanımları oldukça yüksektir. Bu özelliklerin dolayı Al_2O_3–SiC_v seramikleri nikel esaslı

süperalaşımların işlenmesinde en yaygın kullanılan kesici uç malzemesidir ve kesme hızı 700 m/dk'ye kadar çıkabilmektedir [8]. Öte yandan bu kesici uçlar sıcak presleme teknolojisi ile üretildiği için üretim maliyetleri diğer seramik kesici uçlara göre oldukça yüksektir [10]. Ayrıca, viskerlerin üretimi ve kesici uç üretim prosesinde kullanımı insan sağlığı açısından riskler taşımaktadır. Dolayısıyla, bu çalışmanın da amacı olan visker seramiklere alternatif malzeme arayışı, maliyet ve insan sağlığı faktörlerinden ötürü oldukça önem kazanmaktadır.

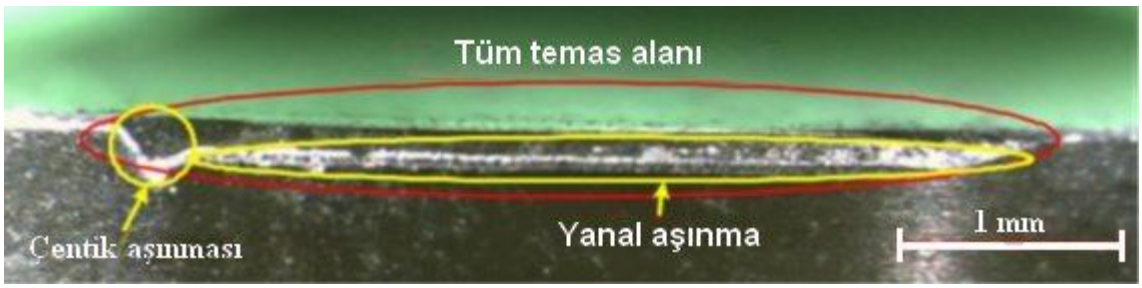
SiC visker takviyeli Al_2O_3 kesici uçların nikel esaslı süperalaşımların yüksek hızda işlenmesinde diğer seramik kesici uçlara kıyasla üstün performans göstermesinin ve piyasada oldukça yaygın bir kullanıma sahip olmasının nedeni; alüminanın kimyasal kararlılığı ile SiC viskerin sağladığı toklaştırma mekanizmasının birleşimidir. Buradan yola çıkarak bu malzemeye alternatif olarak geliştirilecek kesici ucun hem kimyasal kararlılığının yüksek olması hem de toklaştırma mekanizmaları ile tokluğunun arttırılmış olması gerekir. Tez kapsamında geliştirilecek olan heterojen içyapılı seramik kesici uç, heterojen bölgelerde oluşan basma gerilmeleri sayesinde çatlak ilerlemesini durdurarak tokluğu arttırıcı bir etkiye sahip olacaktır. Burada kritik olan husus, bu heterojen bölgelerin içyapıda homojen bir şekilde dağılmış olmasıdır. Aksi takdirde içyapıda oluşacak bölgeler kalıntı gerilmeler malzemenin mukavemetini düşürerek kesme sırasında kesici ucun kırılmasına yol açacaktır. Ek olarak, kesici ucun yüksek kesme hızlarında açığa çıkan sıcaklıklarda plastik deformasyona maruz kalmaması için geliştirilecek malzemenin yüksek sıcaklık özellikleri de önemlidir. Bu kapsamda hem kimyasal kararlılığı hem de tokluğu yüksek olan Al_2O_3–ZrO_2 kompozitlerine, yüksek sıcaklık özelliklerini ve aşınma direncini iyileştirmek amacıyla Si_3N_4 ilave edilerek, ortaya çıkan üçlü kompozit malzemenin nikel esaslı süperalaşımlardan olan Inconel 718 malzemesinin yüksek hızda kaba-bitirme operasyonlarında işleme performansı araştırılmıştır.

1. GRANÜL KAPLAMA YÖNTEMİ İLE HETEROJEN İÇYAPILI KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ

1.1. Giriş ve Amaç

Süperalaşımların ısıl iletkenliğinin çok düşük olmasından dolayı yüksek hızda (>150 m/dk) işlenmeleri sırasında kesme bölgesinde açığa çıkan sıcaklıklar oldukça yüksektir (>1100°C) [7, 11, 12]. Kesme sırasında açığa çıkan yüksek sıcaklığın hem süperalaşım iş parçası hem de kesici uç üzerinde farklı etkileri vardır. Süperalaşımlar, kesme sırasında açığa çıkan yüksek sıcaklıklardan ötürü "işleme sertleşmesi" denilen bir tür ısıl işleme tabi olurlar ve bunun neticesinde işleme sırasında sertlikleri artar. Kesici uçta ise kesme yüzeyinde oluşan yüksek sıcaklıktan ötürü iki ana aşınma mekanizması görülür: Plastik deformasyon ve difüzyon aşınması.

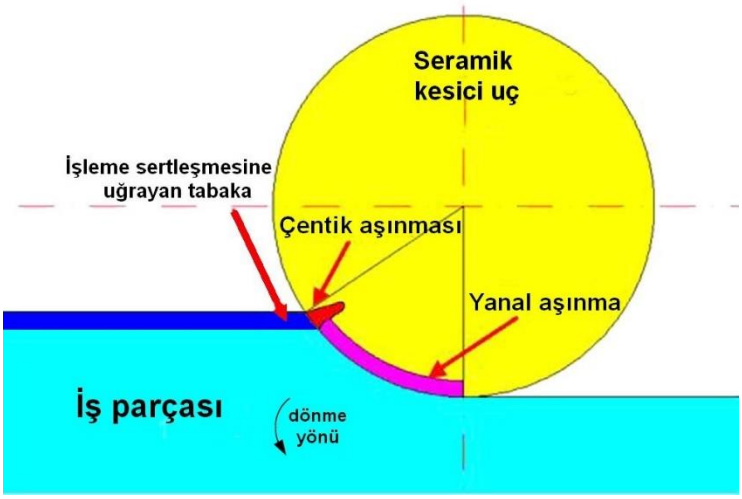
Nikel esaslı süperalaşımların en yaygın kullanılan türü olan Inconel 718'in yüksek hızda işlenmesinde kullanılan seramik kesici uçlarda en sık görülen aşınma türleri yanal aşınma ve çentik aşınmasıdır. Şekil 1.1'de Inconel 718'in yüksek hızda kaba işlenmesinde kullanılan SiAlON kesici uca ait aşınma tipleri gösterilmiştir. Şekilde de görüldüğü gibi yanal aşınma, kesici ucun iş parçası ile temas halinde olan tüm yüzeyinde görülürken, çentik aşınması ise esas olarak takım-talaş temas alanında, kesici ucun serbest yüzeyinde meydana gelir [12].



Şekil 1.1. *Inconel 718'in yüksek hızda kaba işlenmesinde kullanılan SiAlON kesici uçta görülen yanal aşınma ve çentik aşınması [12]*

Yanal aşınma genel olarak, abrasif aşınma gibi bir tür mekanik aşınma olarak düşünülmüştür. Ancak SiAlON ve Al_2O_3–SiC_v kesici uçların Inconel 718'in yüksek hızda işlenmesinde yanal aşınma, difüzyon aşınması olarak düşünülebilir. Çünkü burada yanal aşınmanın tetikleyici nedeni yüksek kesme sıcaklığından ötürü iş parçası ile kesici uç arasında gerçekleşen difüzyondur [11, 12]. Çentik aşınması ise genellikle işleme sertleşmesine uğrayan tabakanın bulunduğu yerde meydana gelmektedir (Şekil 1.2).

Bu durum, çentik aşınmasının önceki kesme işleminden kaynaklanan işleme sertleşmesine uğrayan tabaka tarafından oluşturulduğuna dair bir hipotez ortaya koymaktadır [12]. Dolayısıyla kesici uçta meydana gelen çentik aşınmasının temel nedeni kesici ucun işleme sertleşmesine uğrayan ve yüksek yüzey sertliğine sahip tabaka ile etkileşimi sonucu plastik deformasyona uğramasıdır [11].



Şekil 1.2. *Aşınma mekanizmasının şematik gösterimi. Yüzey sertleşmesine uğrayan tabaka koyu renk ile gösterilmiştir [12].*

Yukarıda verilen nedenler ötürü Inconel 718'in kaba ve kaba-bitirme işlemesinde kullanılmak üzere geliştirilecek kesici ucun yanal aşınma dayanımı gösterebilmesi için yüksek sıcaklıklarda iş parçası ile difüzyona girmeye meyilli olmaması, yani kimyasal kararlılığının yüksek olması gerekir. Tez kapsamında tasarlanan kompozit malzemenin Al_2O_3-ZrO_2 matrise sahip olmasının nedenlerinden biri budur. Çünkü oksitlerin kimyasal kararlılığı nitrür ve karbürlere göre daha yüksektir. Yine yukarıda verilen nedenlerden ötürü geliştirilecek kesici ucun çentik aşınma dayanımının yüksek olması için yüksek kesme sıcaklıklarında plastik deformasyona karşı kararlı olması gerekir. Al_2O_3-ZrO_2 matrisin kimyasal kararlılığı yüksek olsa da kırılma tokluğu ve kızıl sertliği bu gereksinimi karşılayamayacak kadar düşüktür. Bu nedenle sisteme yüksek kızıl sertliğe ve aşınma direncine sahip Si_3N_4 ilave edilebilir. Ancak, bu ilavenin çeşitli toklaştırma mekanizmalarından yararlanılarak tokluğu arttırıcı bir etki yapması şarttır.

Seramiklerin toklaştırma mekanizmalarından birisi de çatlak durdurmadır. Bu mekanizma, ilerleyen bir çatlağın basma gerilmesi altında kapatılarak durdurulması prensibine dayanır. Çatlağın basma gerilmesi altında kalarak durdurulduğu toklaştırma

mekanizmalarına örnek olarak genellikle ZrO_2 sisteminde görülen dönüşüm toklaştırması ve mikro-çatlak oluşumu gösterilebilir [13-17]. Ayrıca seramik matris kompozitlerde matris ile ilave fazın ısıl genleşme katsayısı farkından kaynaklanan ve soğuma sırasında matris üzerinde oluşan basma gerilmeleri de çatlağın ilerlemesini durdurarak kırılma tokluğuna katkıda bulunur [14, 17-22].

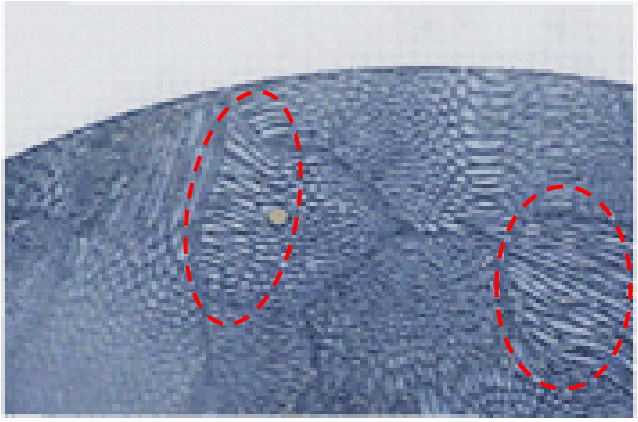
Yüksek ısıl genleşme katsayısına sahip Al_2O_3-ZrO_2 granüllerinin etrafı düşük ısıl genleşme katsayısına sahip α-Si_3N_4 ile kaplandığında Al_2O_3-ZrO_2 hücre ile α-Si_3N_4 kaplama arasında oluşan ısıl genleşme katsayısı farklılığı içyapıda kalıntı gerilmeler meydana getirecektir. Soğuma sırasında ısıl genleşme katsayısı daha düşük olan α-Si_3N_4 kaplama daha az küçülürken ısıl genleşme katsayısı daha yüksek olan Al_2O_3-ZrO_2 hücre daha fazla küçülecektir. Bu durumda kaplama bölgesi basma gerilmesi altında olacağından çatlak kaplama bölgesinde hapsolacak ve böylelikle tokluk arttırılacaktır. Ayrıca, çatlak kaplama bölgesi boyunca ilerleyeceği için aşınma Al_2O_3-ZrO_2 hücre çıkması şeklinde olacaktır. Granüllerin etrafının kaplanmasıyla oluşturulan kaplama bölgesi içyapıda üç boyutlu ve sürekli bir ağ yapısı oluşturacağından, Al_2O_3-ZrO_2 hücre çıkması ile aşınma sonrası açığa çıkan yeni yüzeylerde bahsedilen olay sürekli olarak kendini tekrar edecektir. Böylelikle kesici uç aşınsa bile keskinliğini kaybetmeyecek, bir başka deyişle kendi kendini bileme özelliğine sahip olacaktır.

Yukarı bahsedilen konseptten esinlenerek üretilen ve ticari olarak kullanılan heterojen içyapıya sahip bir seramik kesici uç, yalnızca Kyocera firması tarafından piyasaya sunulmuştur [23]. Bu kesici uç, farklı karakterizasyon teknikleriyle incelenmiş ve detaylı sonuçlar Bölüm 1.2.4.2'de verilmiştir.

Dünyanın önde gelen uçak motoru üreticilerinden olan MTU firması tarafından RWTH Aachen Üniversitesi'nde Inconel 718'in kaba işlenmesinde yapılan performans testi sonuçlarına göre hücre-fiber yapısındaki bu kesici uç 600 m/dk kesme hızında bile oldukça iyi performans göstermiştir. İlerleme (0,3 mm/dev) ve kesme derinliği (0,3 mm) sabit tutularak farklı kesme hızlarında yapılan denemelerde SiAlON-TiN kompozit kesici ucun kullanılabildiği en yüksek kesme hızı 240 m/dk iken, süperalaşımların işlenmesinde yaygın olarak kullanılan Al_2O_3-SiCv kesici uç ancak 400 m/dk kesme hızına ulaşabilmiştir. Bu test sonucu, hücre-fiber yapıya sahip seramik kesici uçların süperalaşımların işlenmesinde yüksek hızlarda kullanılabileceğini göstermiştir.

Hücre-fiber yapıya sahip malzemelerin üretimi oldukça zahmetli ve pahalıdır [24, 25]. Ayrıca sürekli fiberler yalnızca tek bir düzlemde çekilebildiği için şekillendirilmesi

zordur. Bu durum, üretilen kesici uçta heterojen boyutlara ve yönlenmelere sahip hücre-fiber bölgeleri meydana getirmektedir. Şekil 1.3'de Kyocera firmasının ticari ürünü olan CF1 kodlu kesici uca ait optik mikroskop görüntüsü yer almaktadır. Özellikle kırmızı çizgilerle daire içine alınmış bölgelerde fiber yönlenmeleri farklı olduğu için hücre-fiber yapısı tam anlamıyla homojen bir dağılıma sahip değildir.



Şekil 1.3. *Hücre-fiber yapıya sahip seramik kesici ucun fiber dağılımını gösteren optik mikroskop görüntüsü*

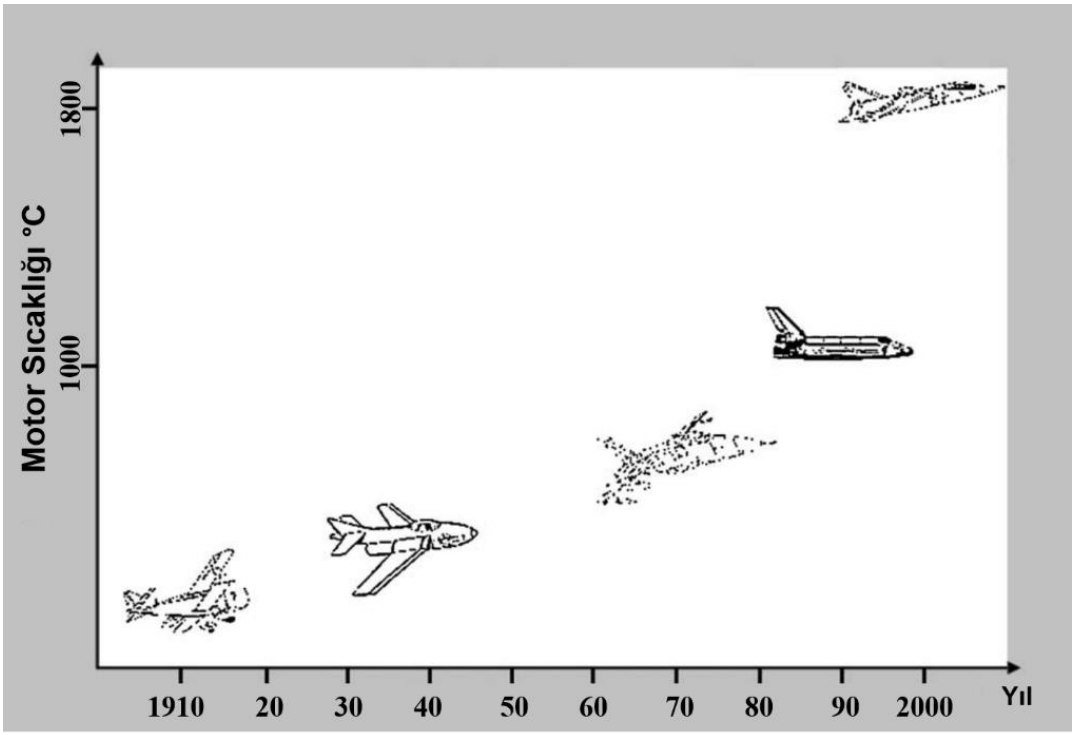
Hücre-fiber yapısına benzer bir yapıya sürekli fiber çekme yöntemi yerine granül kaplama yöntemiyle de ulaşılabilir. Bu yöntem, fiber çekme yöntemi ile kıyaslandığında çok daha ucuz ve kolay bir yöntemdir. Granüllerin etrafının kaplanmasıyla kaplama bölgeleri sürekli birbirleriyle temas ederek 3 boyutlu bir segrege ağ yapısı oluşturacaklardır. Böylelikle sürekli fiberlerin yukarıda bahsedilen şekillendirme problemleri ortadan kaldırılarak daha homojen hücre-kaplama bölgeleri elde edilecektir.

1.2. Literatür Bilgisi

1.2.1. Süperalaşımlar

Yıllar boyunca uçak motorlarında kullanılan birçok malzemenin sürekli gelişimindeki itici güç; daha sert, daha güçlü, daha tok, daha sağlam, korozyona ve oksidasyona daha dirençli olan ve aynı zamanda yüksek mukavemet/ağırlık oranına sahip malzemelere duyulan ihtiyaçtır. Daha sıcak, daha güçlü ve daha verimli motorlara duyulan ihtiyaç, süper-paslanmaz alaşımların ya da süper-alaşımların geliştirilmesine yol açmıştır (Şekil 1.4). 1910 ile 1980'li yıllar arasında tipik motor sıcaklığındaki artış oldukça sabitti. 1990'lı yıllardan günümüze ise motor sıcaklığındaki artış neredeyse 2 kat

daha fazladır. 1950'li yıllardan itibaren motor sıcaklığının yılda yaklaşık 10°C'lik bir oranda artmasını sağlayan yeni malzemeler mevcut hale gelmektedir. Sıcaklıktaki her artışta motor verimliliği artar ve yakıt tüketimi azalır [26].



Şekil 1.4. *Son yüzyılda jet motorlarında kullanılan malzemelerin yüksek sıcaklık mukavemetinin değerlendirilmesi [26]*

Yüksek ergime sıcaklığına sahip ısı dayanımı yüksek alaşımlar uçak motoru parçalarının üretiminde kullanılan ana malzemelerdir. Yüksek sıcaklıklardaki yüksek mekanik ve kimyasal özeliklerinden dolayı süperalaşımlar, jet motorlarında yüksek sıcaklıklarda çalışan sabit ve hareketli parçaların üretimi için en ideal parçalardır. Süperalaşımlardan üretilmiş parçalar çeliklerden üretilmiş parçalara kıyasla daha küçük ve hafiftir. Bu, yakıt tüketiminde ve hava kirliliğinde önemli derecede bir azalma meydana getirmektedir. Bir motorun ağırlığındaki her bir kilogramlık azalma motorun kullanım ömrü boyunca 150.000 $ tutarında bir tasarruf meydana getirmektedir [26].

Süperalaşımlar genellikle nikel, kobalt, demir ve krom ile birlikte daha düşük miktardaki tungsten, molibden, tantal, niyobyum, titanyum ve alüminyum gibi elementlerin çeşitli kompozisyonlarından oluşmaktadırlar [2, 27]. Tablo 1.1'de alaşım elementlerinin süperalaşımlarda oynadıkları roller gösterilmiştir [27, 28].

Tablo 1.1. *Alaşım elementlerinin süperalaşımlardaki rolleri [27, 28]*

Alaşım Elementinin Etkileri	Fe-esaslı	Co-esaslı	Ni-esaslı
Katı çözelti mukavemetlendiriciler	Cr, Mo	Nb, Cr, Mo, Ni, W, Ta	Co, Cr, Fe, Mo, W, Ta
YMK matris stabilize ediciler	C, W, Ni	Ni	---
MC tipi karbür oluşturucular	Ti	Ti, Ta, Nb	W, Ta, Ti, Mo, Nb
M_7C_3 tipi karbür oluşturucular	---	Cr	Cr
$M_{23}C_6$ tipi karbür oluşturucular	Cr	Cr	Cr, Mo, W
M_6C tipi karbür oluşturucular	Mo	Mo, W	Mo, W
M(CN) tipi karbonitrür oluşturucular	C, N	C, N	C, N
γ'-Ni_3(Al, Ti) oluşturucular	Al, Ni, Ti	---	Al, Ti
Hegzagonal η (Ni_3Ti) oluşumunu geciktiriciler	Al, Zr	---	---
γ' fazının solvüs sıcaklığını yükselticiler	---	---	Co
Sertleştirici çökeltiler ve/veya intermetalikler	Al, Ti, Nb	Al, Mo, Ti, W, Ta	Al, Ti, Nb
γ'' (Ni_3Nb) oluşturucular	---	---	Nb
Oksidasyon direnci	Cr	Al, Cr	Al, Cr
Sıcak korozyon direnci geliştiriciler	La, Y	La, Y, Th	La, Th
Sülfidasyon direnci	Cr	Cr	Cr
Kopma sünekliği arttırıcılar	B	B, Zr	B, Zr
Tane sınırı segregasyonuna neden olucular	---	---	B, C, Zr
İşlenebilirlik arttırıcılar	---	Ni_3Ti	---

Süperalaşımlar nikel esaslı alaşımlar, kobalt esaslı alaşımlar, demir esaslı alaşımlar ve titanyum esaslı alaşımları olmak üzere dört ana gruba ayrılırlar.

1.2.1.1. *Nikel esaslı süperalaşımlar*

Nikel esaslı süperalaşımlar, daha yoğun olan çeliklerle kıyaslandığında daha fazla mukavemet/ağırlık oranı sergilerler. Bu yüzden uçak motorlarının yaklaşık olarak ağırlıkça %50'lik kısmını nikel esaslı süperalaşımlar oluşturmaktadır. Ayrıca deniz ekipmanları, nükleer reaktörler, petrokimya fabrikaları, yiyecek işleme ekipmanları ve kirlilik kontrol aparatları gibi farklı uygulama alanları da mevcuttur. Nikel esaslı alaşımların bu tür agresif ortamlarda kullanılmasının nedeni yüksek korozyon direnci, mekanik ve ısıl yorulma, mekanik ve ısıl şok, sürünme ve erozyon direnci özelliklerini yüksek sıcaklıklarda koruyabilmesidir. Tablo 1.2, bu özelliklerin hangi elementlerle

sağlandığını sistematik bir şekilde göstermektedir. Benzer yaklaşımlar demir ve kobalt esaslı süperalaşımlar için de uygulanmaktadır [26].

Tablo 1.2. *Nikel esaslı süperalaşımlarda, alaşım elementlerinin nihai malzeme özelliklerine etkisi [26]*

Nikel	Etki
+ Krom, Demir, Molibden, Tungsten, Tantal	Yüksek mukavemet
+ Alüminyum, Titanyum	Yüksek sıcaklık mukavemeti
+ Alüminyum, Krom, Tantal	Oksidasyon direnci
+ Bor, Karbon, Zirkonyum	Sürünme mukavemeti
+ Hafniyum	Ara sıcaklık sünekliği, oksit pullanmasını engeller.

Nikel esaslı süperalaşımlar, tüm süperalaşım sınıfları içerisinde en yaygın kullanıma sahip olanlardır. Karmaşık bir kompozisyona ve iyi yüksek sıcaklık özelliklerine sahiptirler. Kullanım sıcaklıkları, bilinen herhangi bir alaşım sisteminin en yüksek homolog sıcaklığına[1] kadar uzanır [2]. Özellikle IN 625, IN 718 ve Nimonic 90 alaşımları yüksek sıcaklıklarda sergiledikleri üstün özelliklerden dolayı mühendislik uygulamalarında en yaygın kullanılan nikel esaslı süperalaşımlardır. Tablo 1.3'de ticari olarak kullanılmakta olan bazı nikel esaslı süperalaşımların kompozisyonları ve genel olarak hangi yolla üretildikleri gösterilmiştir [27, 29, 30].

Tablo 1.3. *Ticari olarak kullanılan nikel esaslı süperalaşımların kompozisyonları ve üretim yöntemleri. (Ni miktarı ağırlıkça %kalandır) [27, 29].*

Alaşım	Cr	Co	Mo	W	Ta	Re	Nb	Al	Ti	Hf	C	B	Y	Zr	Diğer
Geleneksel Döküm Alaşımları															
Mar-M246	8,3	10,0	0,7	10,0	3,0	—	—	5,5	1,0	1,50	0,14	0,02	—	0,05	—
Rene′ 80	14,0	9,5	4,0	4,0	—	—	—	3,0	5,0	—	0,17	0,02	—	0,03	—
IN-713LC	12,0	—	4,5	—	—	—	2,0	5,9	0,6	—	0,05	0,01	—	0,10	—
C1023	15,5	10,0	8,5	—	—	—	—	4,2	3,6	—	0,16	0,01	—	—	—
Yönlendirilmiş Katılaştırılan Alaşımlar															
IN792	12,6	9,0	1,9	4,3	4,3	—	—	3,4	4,0	1,00	0,09	0,02	—	0,06	—
GTD111	14,0	9,5	1,5	3,8	2,8	—	—	3,0	4,9	—	0,10	0,01	—	—	—

[1]*Homolog sıcaklık bir malzemenin sıcaklığını, Kelvin ölçeğini kullanarak, erime noktası sıcaklığının bir oranı olarak ifade eder (T/T_m)*

Tablo 1.3. (Devam) *Ticari olarak kullanılan nikel esaslı süperalaşımların kompozisyonları ve üretim yöntemleri. (Ni miktarı ağırlıkça %kalandır) [27, 29].*

Birinci Nesil Tek Kristal Alaşımlar															
PWA 1480	10,0	5,0	—	4,0	12,0	—	—	5,0	1,5	—	—	—	—	—	—
Rene′ N4	9,8	7,5	1,5	6,0	4,8	—	0,5	4,2	3,5	0,15	0,05	0,00	—	—	—
CMSX-3	8,0	5,0	0,6	8,0	6,0	—	—	5,6	1,0	0,10	—	—	—	—	—
İkinci Nesil Tek Kristal Alaşımlar															
PWA 1484	5,0	10,0	2,0	6,0	9,0	3,0	—	5,6	—	0,10	—	—	—	—	—
Rene′ N5	7,0	7,5	1,5	5,0	6,5	3,0	—	6,2	—	0,15	0,05	0,00	0,01	—	—
CMSX-4	6,5	9,0	0,6	6,0	6,5	3,0	—	5,6	1,0	0,10	—	—	—	—	—
Üçüncü Nesil Tek Kristal Alaşımlar															
Rene′ N6	4,2	12,5	1,4	6,0	7,2	5,4	—	5,8	—	0,15	0,05	0,00	0,01	—	—
CMSX-10	2,0	3,0	0,4	5,0	8,0	6,0	0,1	5,7	0,2	0,03	—	—	—	—	—
Dövme Süperalaşımlar															
IN718	19,0	—	3,0	—	—	—	5,1	0,5	0,9	—		0,02	—	—	18,5 Fe
Rene′ 41	19,0	11,0	10,0	—	—	—	—	1,5	3,1	—	0,09	0,005	—	—	—
Nimonic 80A	19,5		—	—	—	—	—	1,4	2,4	—	0,06	0,003	—	0,06	—
Waspalloy	19,5	13,5	4,3	—	—	—	—	1,3	3,0	—	0,08	0,006	—	—	—
Udimet 720	17,9	14,7	3,0	1,3	—	—	—	2,5	5,0	—	0,03	0,03	—	0,03	—
Toz Metalürjisi Yöntemiyle Üretilen Süperalaşımlar															
Rene′ 95	13,0	8,0	3,5	3,5	—	—	3,5	3,5	2,5	—	0,065	0,013	—	0,05	—
Rene′ 88 DT	16,0	13,0	4,0	4,0	—	—	0,7	2,1	3,7	—	0,03	0,015	—	—	—
N18	11,2	15,6	6,5	—	—	—	—	4,4	4,4	0,5	0,02	0,015	—	0,03	—
IN100	12,4	18,4	3,2	—	—	—	—	4,9	4,3	—	0,07	0,02	—	0,07	—

1.2.1.2. *Kobalt esaslı süperalaşımlar*

Kobalt esaslı süperalaşımlar uzun yıllardır gaz türbinlerinin valf ya da yakıt odası parçalarının üretiminde kullanılmaktadırlar. Bu ürünlerin tasarımında en öncelikli hedef yüksek sıcaklık dayanımıdır. Mukavemet arttırma mekanizması olarak tungsten ve krom gibi elementlerin sağladığı katı çözelti sertleştirmesinin yanı sıra, 815°C üzerinde etkili olan karbür çökelme sertleştirmesi mekanizmaları kullanılmaktadır [31, 32].

Kobalt esaslı süperalaşımlar yüksek sıcaklıklarda yüksek sürünme dayanımı, yüksek termal yorulma dayanımı, yüksek korozyon ve oksidasyon dayanımına sahiptirler. Mukavemet açısından 980°C üzerindeki sıcaklıklar haricinde nikel esaslı süperalaşımlarla rekabet edemeseler de; kaynaklanma ile tamir edilebilme kolaylığı ve

yüksek sıcaklıklarda mükemmel korozyon direnci sağlayan yüksek krom içerikleri nedeniyle türbin kanatçıklarında geniş bir kullanım alanına sahiptirler. Kobalt esaslı süperalaşımların hiçbiri tam katı–eriyik alaşımı değildir. Çünkü hepsi ikincil karbür fazları veya intermetalik bileşikleri içerir. Bu durum yaşlanmaya ve ayrıca oda sıcaklığında süneklik kaybına neden olur [32, 33].

1.2.1.3. *Demir esaslı süperalaşımlar*

Demir esaslı süperalaşımlar, ana element olan demire ilave olarak önemli miktarda krom, nikel ve çok az miktarda molibden veya tungsten içermektedirler. Bu alaşımlarda kullanılan mukavemet arttırıcı mekanizmalar karbür çökelmesi, intermetalik çökeltiler ve/veya katı çözelti sertleşmesi mekanizmalarıdır [33].

Demir esaslı süperalaşımların nikel-krom oranları ve mukavemetlendirme mekanizmaları paslanmaz çeliklerden farklıdır. Paslanmaz çelikler %12-25 krom ve %0-20 nikel içerirken, demir esaslı süperalaşımlar genellikle %25-35 nikel içermektedirler. Yüksek miktarda demir içeren birçok süperalaşım olmasına rağmen, bunların hepsi demir esaslı süperalaşım değildir. Çünkü bu süperalaşımlar demir, nikel, krom, kobalt, az miktarda molibden, tungsten ve niyobyum gibi elementlerin karmaşık kombinasyonlarından oluşmaktadırlar [33].

Demir esaslı süperalaşımların oksidasyon direnci genel olarak krom elementiyle sağlanır. Bununla birlikte nikel ve mangan da oksidasyon direncini artırır. Küçük miktarda bor ilavesiyle yüksek sıcaklık özellikleri de arttırılabilir. Demir esaslı alaşımların 504°C üzeri sıcaklık uygulamaları için en önemli özellikleri YMK yapıya sahip olmalarıdır. Çünkü sıkı paket latis yapısı, zamana bağlı deformasyon sürecine daha çok dirençlidir [33, 34].

1.2.1.4. *Titanyum esaslı süperalaşımlar*

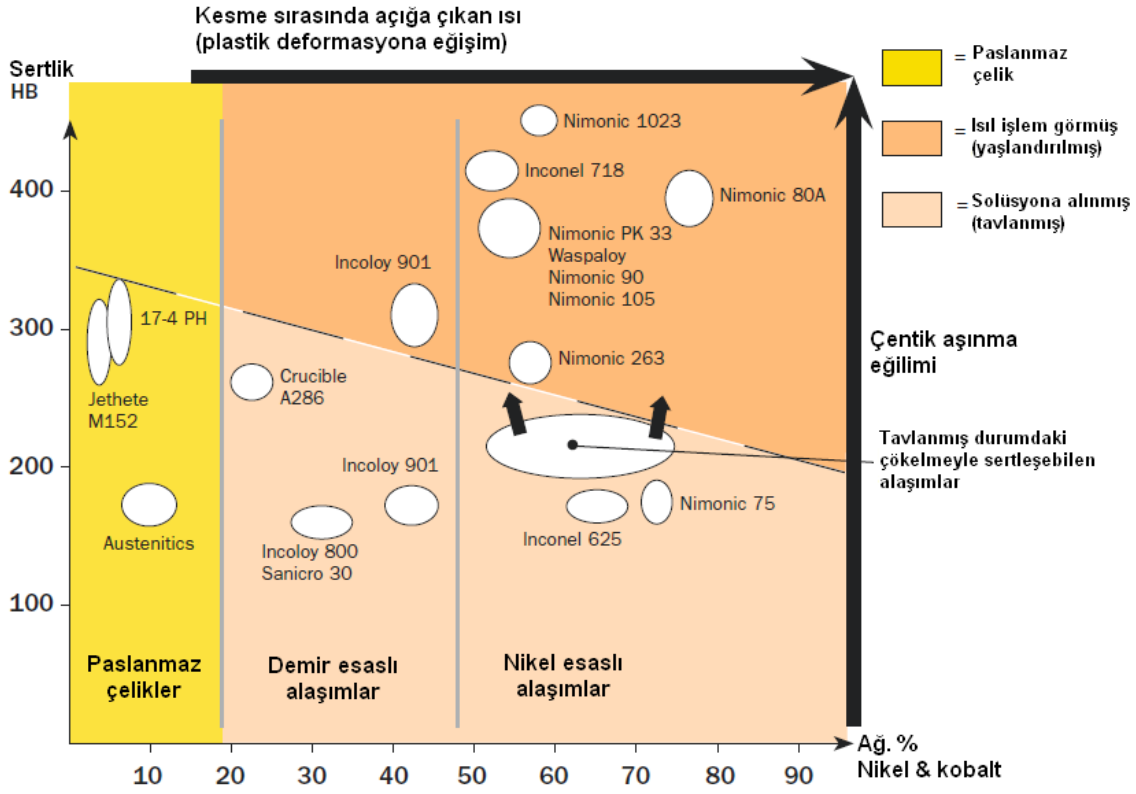
Titanyum esaslı süperalaşımlar yüksek sıcaklıklarda mukavemetlerini koruyabilmelerinden ve çok yüksek mukavemet/ağırlık oranına sahip olmalarından dolayı uçak motor ve gövdelerinde kullanım için son derece uygun malzemelerdir. Bu alaşımlar olağanüstü korozyon direncine sahiptirler ve aynı zamanda yorulma dayanımları da oldukça yüksektir [8].

Titanyum esaslı süperalaşımlar kompozisyona ve oda sıcaklığında içerdikleri nihai fazlara göre dört farklı gruba ayrılırlar: saf (%99-100 Ti), α alaşımlar (%90-95 Ti), α-β

alaşımlar (%80-90 Ti) ve β alaşımlar (%80 < Ti). Saf ya da α alaşımları işlenmesi en kolay olanlardır. α fazı, titanyumun hegzagonal sıkı paket kristal yapısındaki düşük sıcaklık allotropudur. 882°C'de hacim merkezli kübik yapıdaki yüksek sıcaklık β fazına dönüşmektedir. Bu dönüşüm sıcaklığını yükselten alaşımlandırma elementleri α fazını kararlı kılıcılar, sıcaklığı düşürenler ise β fazını kararlı kılıcılar olarak isimlendirilir. Titanyumla birlikte alaşım elementi olarak alüminyum, vanadyum, zirkonyum ve diğer elementler kullanılmaktadır [8, 35, 36]

1.2.2. Süperalaşımların işlenmesi

Süperalaşım genel başlığı altında çok geniş bir malzeme yelpazesi bulunmaktadır. Dolayısıyla, işleme davranışı aynı alaşım grubu içinde bile büyük ölçüde değişebilir ve hatta aynı malzemenin çok sayıda işleme önerisi olabilir. Bundaki en büyük etken aynı alaşım grubunun dahi farklı üretim tekniği ve mukavemet arttırıcı ısıl işlem yöntemleriyle üretilebilmesidir. Şekil 1.5'de farklı süperalaşımların kompozisyona bağlı olarak sertlikleri ve aşınma eğilimleri verilmiştir [37].



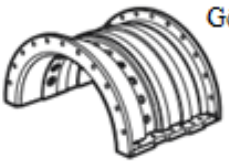
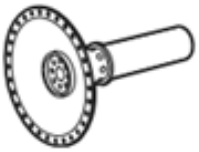
Şekil 1.5. *Farklı alaşımların kompozisyona bağlı sertlikleri ve aşınma eğilimleri [37]*

Havacılıkta kullanılan süperalaşımlar tipik olarak döküm, dövme ve sinterlenmiş (toz metalurjisi) formlarda mevcuttur. Döküm tekniğiyle üretilen komponentler, tokluk ile birlikte mükemmel sürünme dayanımı sergilerler. Bu özellikler, zayıf talaş segmentasyonu nedeniyle işlenebilirlik problemleri yaratır. Döküm parçaların işlenebilirliği zayıftır ve bunları işlerken kullanılan kesici uç, çentik aşınması ve abrasif aşınmaya oldukça meyillidir. Dövme parçalar döküme kıyasla daha ince tane yapısına sahiptirler. Bu da mukavemeti ve tane akışını iyileştirir. Bu nedenle dövme parçalar genellikle daha yüksek mukavemete, daha iyi yorulma ve kırılma direncine sahiptir. Bununla birlikte, daha aşındırıcı oldukları için işleme sırasında kesici ucu deforme etme eğilimleri daha fazladır. Dövme parçaları işlerken kesme hızının düşürülerek ilerleme hızının arttırılması genellikle maksimum olası talaş kaldırma oranını ve en iyi kesici uç ömrünü verir. Toz metalurjisi tekniği kullanılarak daha karmaşık ve net boyuta yakın bileşenler üretilebilir. Bu imalat yoluyla üretilen bileşenler son derece düşük işlenebilirlik sergilerler ve çok aşındırıcıdırlar [26, 37].

Tablo 1.4. *Süperalaşımların ticari üretim yöntemleri ve özellikleri [26]*

Ürün Tipi	Özellik	İşlenebilirlik Problemi
Döküm	Mükemmel sürünme dayanımı ve tokluk	Talaşı kırması zor
Dövme	Daha iyi yorulma ve kırılma direnci, Yüksek mukavemet	Daha aşındırıcı, Kesici ucu deforme etme eğilimi çok yüksek
Toz metalürjisi	Daha karmaşık şekilli, net boyuta yakın	Aşırı düşük işlenebilirlik, Çok aşındırıcı

Süperalaşımlardan yapılan parçaların üretiminde her ne kadar hassas döküm, dövme ve diğer ileri üretim yöntemleri kullanılmaktaysa da karmaşık şekilli parçaların üretiminde bu yöntemler kolaylıkla uygulanamaz. Bu nedenle, karmaşık şekilli parçaların kabul edilebilir bir maliyet ve yüksek kalitede üretimi için talaşlı imalat yöntemi kullanılmaktadır. Şekil 1.6'da uçak motorunda kullanılan nikel bazlı süper alaşımların çeşitleri ve talaşlı imalat yöntemleri belirtilmektedir [8, 37].

Parça		Tornalama	Frezeleme	Delme	Diğer işlemler
	Diskler	%60	%10	%5	%25
	Gövdeler	%45	%40	%15	
	Halkalar	%95		%5	
	Bıçaklar Kanatçıklı diskler İtici pervaneler	%10	%50		%40
	Şaftlar	%70	%5	%25	

Şekil 1.6. *Havacılıkta kullanılan nikel esaslı süperalaşımların çeşitleri ve talaşlı imalat yöntemleri [37]*

Bir süperalaşım parçasının işlenmesi için üretim döngüsü, her biri kesici uçta ve işlenmiş yüzeyde farklı özel nitelikleri gerektiren üç ayrı aşamaya ayrılabilir: kaba işleme, ara işleme ve bitirme işlemesi (Şekil 1.7) [37].



Şekil 1.7. *Süperalaşımların işleme aşamalarında kaldırılan malzeme miktarının şematik gösterimi (a) kaba işleme, (b) ara işleme, (c) bitirme işlemesi [37]*

1.2.2.1. *Kaba işleme aşaması*

İlk işleme aşaması olan kaba işleme, kabuk kaldırma operasyonu olarak da bilinmektedir. Dövme ve döküm parçalar genellikle pürüzlü, düzensiz bir tabakaya ya da kabuğa sahiptirler. Kaba işleme aşamasında parça genellikle yumuşak işleme koşulları kullanılarak temel şekline işlenir. İşlenen malzemenin sertliği yaklaşık 26 HRC'dir ve kesme derinliği 10 mm'ye kadar çıkmaktadır. Bu aşamada kaplanmış karbür uçlar yüksek kesme derinliği ve ilerleme hızlarında kullanılabilirken, karbürlere oranla daha pahalı olan seramik kesici uçlar da yüksek verimlilik ve malzeme kaldırma oranı için kullanılabilirler. Bu aşamada esas öncelik verimlilik ve yüksek talaş kaldırma oranıdır. Toplam talaşlı imalat sürecinde malzemenin orijinal ağırlığının %80'ine kadarı işlenir ve bunun büyük bir bölümü kaba işlemede gerçekleşir [37].

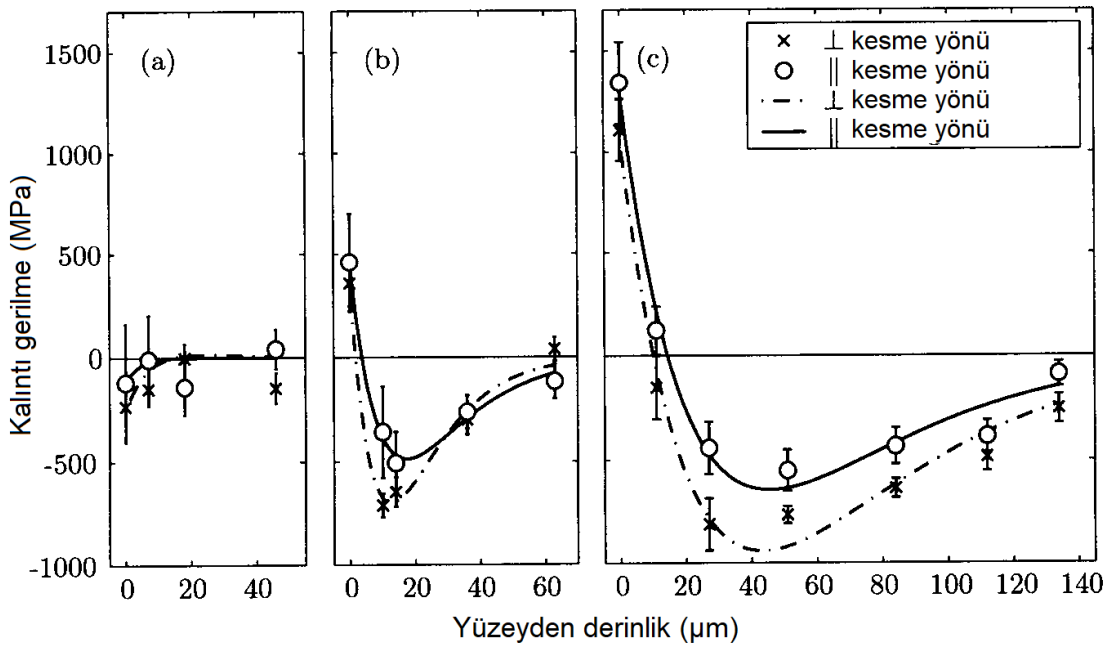
1.2.2.2. *Ara işleme aşaması*

Ara işleme aşaması değişken kesme derinlikleriyle parçanın profilinin orta toleranslarda çıkarılmasını içerir. Bu aşamasında malzeme, kaba işlemeden sonra bir nevi ısıl işlem geçirerek nihai sert, yaşlandırılmış kondisyona gelmiştir ve sertliği 36 – 46 HRC arasındadır. Kesme derinliği 0,5–5 mm arasında değişebilir. Ara işleme aşamasında verimliliğin yanı sıra kesici ucun güvenilirliği de son derece önemlidir. Çünkü süperalaşımların işlenmesi sırasında ucun kırılması oldukça pahalı olan iş parçasına zarar verebilir. Ara işleme aşamasında büyük çoğunlukla seramik kesici uçlar kullanılmaktadır. Çünkü, aşınma davranışları tahmin edilebilir olduğundan, güvenilirlikleri yüksektir [37].

1.2.2.3. *Bitirme işleme aşaması*

Bitirme işlemesi aşaması parçadan en az miktarda malzeme kaldırılan aşamadır. Ancak bu aşamada yüzey kalitesi son derece önemlidir. İşlemenin bu en kritik aşamasında parçalar, bitmiş parça yüzeyinde minimum deformasyon bölgesi ve doğru kalıntı gerilmeleri sağlamak için karbür kesici uçlarla işlenmelidir. İşleme sırasında iş parçası yüzeyinde oluşan mekanik iş ve açığa çıkan ısı kaynaklı kalıntı gerilmeler, parçanın yorulma ömründe olumsuz etkilere yol açmaktadır. Genel olarak kesme hızı arttıkça iş parçası yüzeyinde oluşan ısı miktarı artar. Bu da kalıntı gerilmelerin artmasına neden olur (Şekil 1.8). Ayrıca kesme hızı arttıkça iş parçası üzerindeki deformasyon hızı artacağı için mekanik iş artacak ve böylelikle kalıntı gerilmeler artacaktır. Bu yüzden bitirme işlemesi aşamasında kritik parçalar için kesme hızı 60 m/dk'den yüksek olmamalıdır.

Ayrıca iş parçası yüzeyine binecek kesme kuvvetleri kesici uç aşınmasıyla doğru orantılı olduğu için kesici uç aşınması maksimum 0,2 mm ile sınırlandırılmalıdır [37-39].



Şekil 1.8. *Inconel 718'in SiC visker takviyeli alümina kesici uç ile tornalanması. 0,06 mm/dev ilerleme hızı ve (a) 10 m/dk, (b) 410 m/dk, (c) 810 m/dk kesme hızları için kalıntı gerilme derinlik profilleri [39]*

1.2.3. Süperalaşımların işlenmesinde kullanılan kesici uçlar

Süperalaşımlar yüksek sıcaklık dayanımı, sertlik ve kimyasal aşınma direnci gibi özelliklerinden dolayı işleme sırasında kesici takım malzemelerini ciddi bir şekilde zorlamaktadırlar. Bu alaşımların zayıf termal iletkenliği takım ve iş parçası ara yüzeyinde yüksek ısı oluşumuna sebep olur. Bu durum kesici takımın sertliğini önemli oranda azaltmasından dolayı yüksek kesme hızlarında durumu daha da kötüleştirir. Kesicinin zayıflaması ile kesici takım aşınması hızlanır, difüzyon ve plastik deformasyon meydana gelir. Bu nedenle havacılık sektöründeki malzemelerin işlenmesi için kullanılan kesici uçlar yüksek hızlı işlemelerde karşılaşılan yüksek kesme ısılarında kendi sertliklerini ve diğer mekanik özelliklerini koruyabilmelidirler. Karbürler, Kübik Bor Nitrür (c-BN) ve seramikler gibi uygun sertlikteki takım malzemeleri havacılık malzemelerinin işlenmesinde yaygın olarak kullanılmaktadır. c-BN takımların kesme performanslarına ve yüksek sertliklerine rağmen, seramik takımlar ekonomik olmalarından dolayı daha çok tercih edilmektedir [8]. Süperalaşımların işlenmesinde kullanılacak kesici uçtan beklenen özellikler şu şekilde sıralanabilir [40]:

- İyi aşınma direnci
- Yüksek kızıl sertlik[2]
- Yüksek mukavemet ve tokluk
- İyi ısıl şok direnci
- Yüksek sıcaklıklarda yeterli kimyasal kararlılık

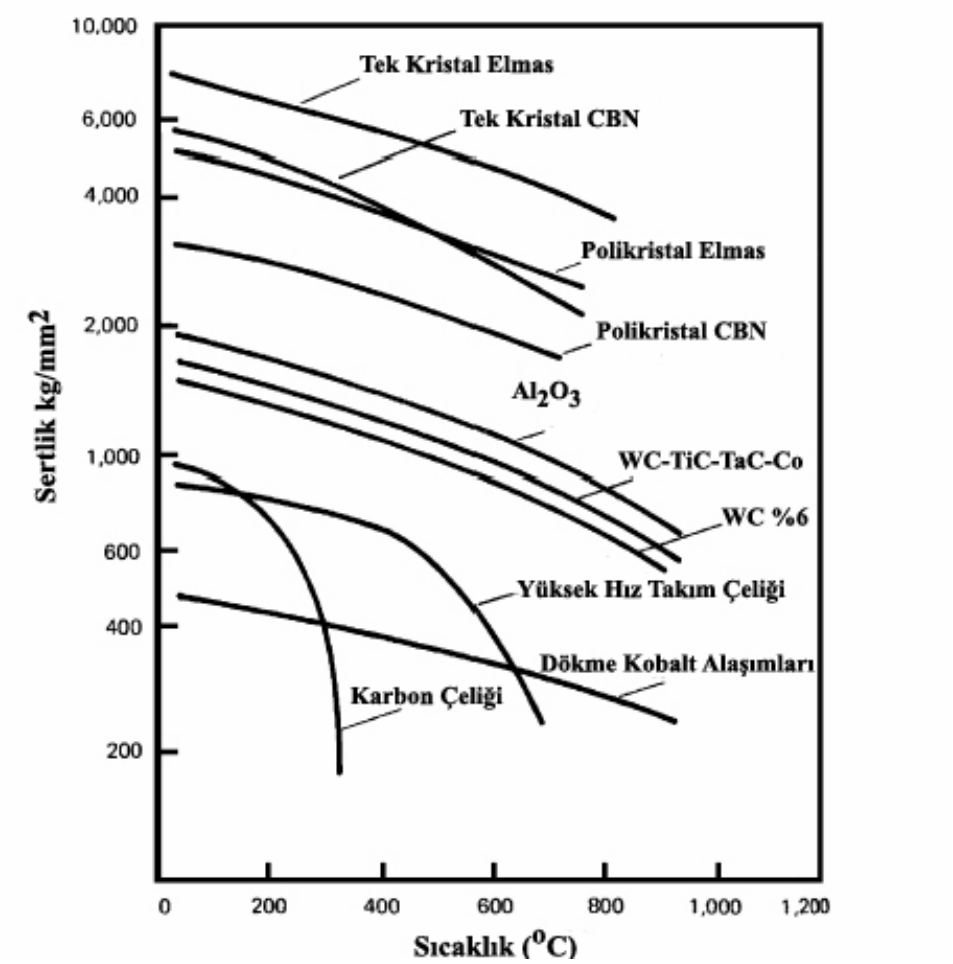
Süperalaşımların işlenebilirliğinin zor olmasından dolayı kesici ucun kenara yakın kısmında ısıl ve mekanik gerilmeler oldukça yüksektir ve plastik deformasyona yol açarak takım aşınmasını hızlandırır. Süperalaşımların işlenmesi esnasında gözlemlenen tipik problemler kesici uçta çentik oluşumu, yanal aşınma, krater aşınması, pullanma ve ani kırılmadır. Süperalaşımların işlenmesi için kullanılan kesici uçların yüksek kesme hızında açığa çıkan ısıya karşı koyabilecek yeterli yüksek kızıl sertliğe sahip olmaları beklenir. Yüksek kesme hızlarında çalışan pek çok uç malzemesinde taneler arasındaki bağ mukavemetleri zayıflamakta ve kızıl sertliklerinde azalmayla birlikte hızlı bir aşınma görülmektedir. Tablo 1.5'de takım malzemelerinin yumuşama noktaları, Şekil 1.9'da ise kesici uç sertliklerinin sıcaklıkla değişimi görülmektedir [8].

Tablo 1.5. *Kesici uç malzemelerinin yumuşama noktaları [8]*

Kesici uç malzemesi	**Yumuşama Sıcaklığı (°C)**
Yüksek hız çeliği	600
WC	1100
Al_2O_3	1400
Kübik bor nitrür (c-BN)	1500
Elmas	1500

Süperalaşımların işlenmesinde kaplamasız karbür takımlar düşük kesme hızlarında kullanılırken c-BN/PCBN, seramikler ve kaplamalı karbür takımlar yüksek hızlarda kullanılabilmektedirler. Seramik kesici uçlar genellikle titanyum alaşımlarının işlenmesinde kullanılmazlar; çünkü titanyumla olan yüksek reaktivitelerinden ötürü yüksek aşınma oranlarına ve dolayısıyla düşük performansa sahiptirler [8].

[2] *Malzemelerin sıcaklıkları arttıkça donuk kırmızı bir renk açığa çıkar ve sertlik düşmeye başlar. Belirli bir sıcaklıkta sertlikte şiddetli bir düşüş olur. Bu noktadaki sertliğe kızıl sertlik denir.*



Şekil 1.9. *Bazı kesici uç malzemelerinin sıcaklığa bağlı sertlik değişimleri [8]*

1.2.3.1. *Kaplanmış ve kaplanmamış karbür kesici uçlar*

Karbürler, düz ve karışım olmak üzere iki farklı türde kullanılmaktadır. Düz karbür uçların genel kimyasal kompozisyonu %6 Co ve %94 WC şeklinde olup, Co miktarı %5 ile 12 arasında değişebilmektedir. Karışım karbürlerde titanyum karbür (TiC), tantal karbür (TaC) veya niyobyum karbür (NbC) ve diğer nadir toprak elementleri birlikte kullanılmaktadır. TiC, WC'den daha serttir ve yapıda bulunması kesici ucun aşınma direncini artırır. Genel kompozisyonda oranı %5-25 arasında değişmektedir. TiC miktarının artırılması, karbür kesici ucun kırılma tokluğunun düşmesine neden olur. TaC ilavesi, kesici ucun kızıl sertliğinin artmasını sağlayarak yüksek hızlarda kesme köşesinin plastik deformasyonunu önler. Ağır darbeli ve pürüzlü yüzey işlemelerinde yüksek kobalt konsantrasyonu ve orta derecede WC miktarı malzemenin darbe sonrasındaki şoklara dirençli olmasını sağlar. Yüzey bitirme operasyonlarında sertlik önem kazandığı için kobalt konsantrasyonu düşürülür. Bu uygulamalarda Co (%6-9), TiC (%4–8), Ta(Nb)C

(%5-10) içeren ve sertliği 1450-1650 HV arasında değişen kesici uçlar tercih edilmektedir [8, 34].

Seramik kaplamalar karbür kesici uçların performansını arttırmaktadır. Kaplamalar sert malzemelerdir ve bundan dolayı iyi bir aşınma dayanımı sağlarlar. Difüzyon aşınmasına karşı yüksek direnç, daha iyi oksidasyon aşınma direncine ve yüksek kızıl sertlik gibi üstün yüksek sıcaklık özelliklerine sahiptirler. Kaplamaların iyi yağlama özellikleri, takım-talaş ve takım-iş parçası ara yüzündeki sürtünmeyi en aza indirerek kesme sıcaklığını düşürür. Ayrıca kaplamalı kesici takımlar, kaplamasız kesici uçlara göre daha az kesme kuvveti oluştururlar. Süperalaşımlar, kaplanmış karbür uçlarla daha yüksek hızlarda işlenebilmektedirler. Tipik kaplama malzemeleri TiC, TiN, Al_2O_3, TiCN, TiAlN, TiZrN, TiB_2 ve son zamanlarda kullanılmaya başlanan elmas kaplamalardır. Kaplamanın yağlayıcı ve talaş yapışmasını önleyici özelliği talaş kaldırmada oluşan gerilim ve ısı miktarını büyük oranda azaltmakta, dolayısıyla takım ömrünü oldukça artırmaktadır. Daha iyi talaş kontrolü ve işlenen parçanın kesici uç üzerine daha az yapışması (örneğin, kenar birikmesi) işlenen parçada daha kaliteli bir yüzey elde edilmesini sağlar. Kesme hızlarındaki artış kesici ucun kesme noktasında sıcaklığın artmasına neden olur. Buna göre kaplanmamış uçlar sıcaklık artışına önemli derecede duyarlı olup süperalaşımların yüksek hızda işlenmesinde etkili değildirler [8, 34, 41].

1.2.3.2. *Seramik kesici uçlar*

Seramik kesici uçlar, karbür kesici takımlara göre sağlamış oldukları yüksek talaş kaldırma oranına ve c-BN kesici uçlara göre daha ucuz olmalarından dolayı nikel esaslı süperalaşımların islenmesinde oldukça büyük popülariteye sahiptirler. Kesme sırasında oluşan sıcaklıklara karşı kızıl sertlikleri yüksektir. Ayrıca karbürlerden daha fazla oksidasyon direncine ve kimyasal kararlılığa sahiptirler. Seramik takımların yetersiz kırılma toklukları işleme esnasında mekanik ve ısıl şoklardan çabuk etkilenmelerine neden olur [41, 42]. Tablo 1.6'da bazı seramik kesici uçların özellikler gösterilmektedir.

Tablo 1.6. *Bazı seramik kesici uçların özellikleri [8]*

Ana sistem	**Yoğunluk (gr/cm^3)**	**Sertlik (25°C) (HRA)**	**Sertlik (1000°C) (HV10)**	**Kırılma Tokluğu ($MPa.m^{1/2}$)**
Al_2O_3	3,98	93,9	710	3,3
Al_2O_3+TiC	4,24	94,3	770	4,3
Si_3N_4	3,27	92,6	1100	9,4

1.2.3.2.1. *Saf oksit seramik kesici uçlar*

Saf oksit seramiklerde alüminaya ilave olarak %2-5 arasında zirkonyum oksit bulunmaktadır (Al_2O_3–ZrO_2). Zirkonya, malzemenin aşınma direncini etkilememekle birlikte kırılma tokluğunu artırır. Saf seramik kesici takımlar iyi kimyasal kararlılığa, yüksek kızıl sertliğe ve yüksek aşınma direncine sahip olmasına rağmen nikel esaslı alaşımların işlenmesinde verimli değildirler. Çünkü yüksek kesme sıcaklıklarında zayıf termal şok dayanımı, düşük kırılma tokluğu ve oldukça düşük mekanik şok dayanımı bu takımların süperalaşım işlemede kullanılmasını sınırlandırmaktadır. Saf oksit seramik takımlar gevrek kırılma özelliğine sahip olduğundan iş parçası darbesinin etkisiyle mikro seramik parçacıkları ayrılmaya başlar ve takım yüzeyinde çatlak oluşumu ile sonuçlanır. [34, 42].

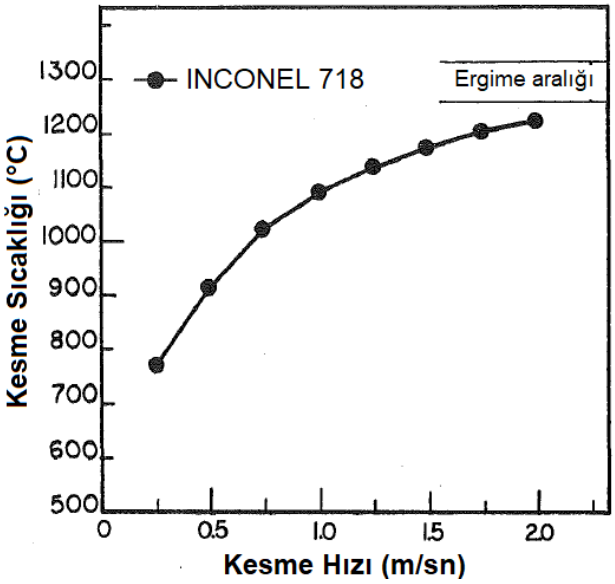
1.2.3.2.2. *Karışım oksit seramik kesici uçlar*

Karışımlı oksit seramiklerde alüminaya ilave olarak %30-40 TiB_2 veya TiC ve/veya TiN bulunur. İyileştirilmiş kırılma tokluğu, sertlik ve ısıl şok direnci ile işleme performansında artış elde edilir. TiC kızıl sertliği artırırken kırılma tokluğunun düşmesine neden olur. Dolayısıyla bu özellik onları sadece bitirme operasyonlarında kullanıma elverişli kılmaktadır. Karışım oksit seramikleri, nikel esaslı süperalaşımların konvansiyonel karbür uçlarla olduğundan on katı kadar bir hızda işlenmesine olanak tanır. Karışım oksit seramiklerdeki karbürler kimyasal kararlılığı artırır ve saf oksitlere kıyasla kesici ucun yüksek hızlarda difüzyon aşınmasına karşı direncini artırır. Öte yandan, karışım oksit seramikler nikel esaslı süperalaşımların işlenmesinde SiC visker takviyeli alümina ya da SiAlON takımlar kadar elverişli değildirler. Çünkü, bu takımlarla yüksek hızlarda işlemelerde şiddetli çentik aşınması ve pullanma (chipping) problemleri oluşmaktadır. Pullanmayı en aza indirmek için dayanıklı geometriler (yuvarlak geometrili uçlar) ve verimli bir soğutma sistemi tercih edilmelidir [34, 40, 42].

1.2.3.2.3. *Visker takviyeli alümina kesici uçlar*

Visker takviyeli alümina (Al_2O_3 + SiC_v) seramik takımlar en az %25 oranında silisyum karbür visker (SiC_v) ile mekanik olarak güçlendirilmiştir. Bu kesici uçlar çatlak saptırma ve visker çıkma mekanizmaları sayesinde yüksek sıcaklıklarda geliştirilmiş kırılma tokluğuna sahiptirler. Ayrıca silisyum karbür viskerlerin düşük ısıl genleşme katsayıları ve yüksek ısıl iletkenlikleri, bu malzemenin daha iyi ısıl şok direnci

göstermesini sağlamaktadır. Bu özelliklerin dolayı süperalaşımların 750 m/dk hız ve 0.375 mm/dev ilerleme değerlerine kadar işlenmesinde uygundurlar [8]. Nikel esaslı süperalaşımların bu kesici uçlarla işlenmesindeki en uygun hız değerleri 375-535 m/dk aralığındadır. Düşük hızlardaki baskın aşınma çeşidi kesme derinliğinde çentik oluşumu iken, yanal aşınma 750 m/dk'ye kadar yüksek hızlardaki aşınma çeşididir. Kesici ucun aşınma çeşidindeki bu değişimin nedeni düşük hızlarda nikel esaslı alaşımların işleme sertleşmesi göstermesine karşın yüksek hızlarda malzemenin yumuşamasıdır [1]. Şekil 1.10 sıcak preslenmiş Al_2O_3 – TiC kesici uçla işlenen Inconel 718 parçanın kesme hızına bağlı olarak kesme sıcaklığındaki değişim verilmiştir. Kesme hızı 1200 m/dk'ye ulaştığında kesme sıcaklığı iş parçasının ergime aralığına yaklaşmıştır [43].



Şekil 1.10. *Inconel 718 parçanın Al_2O_3 – TiC kesici uçla işlenmesinde kesme hızının kesme sıcaklığına etkisi (0,1 mm/dev ilerleme, 1 mm kesme derinliği) [43]*

Visker takviyeli alümina kompozitlerde silisyum karbür viskerin ısıl genleşme katsayısı ($4{,}7\times10^{-6}$/°C) alüminanın ısıl genleşme katsayısından ($8{,}6\times10^{-6}$/°C) yaklaşık iki kat daha düşüktür. Isıl genleşme katsayılarındaki bu farktan dolayı matris fazda dairesel gerilme kuvvetleri ve yarıçapsal basma kuvvetleri oluşurken, SiC_v yarıçapsal basma gerilmesi altına girer. Sonuç olarak matris faz eksenel çekme altındayken viskerler eksenel basmaya maruz kalırlar. Çatlaklar çekme gerilmelerine dik bir şekilde ilerledikleri için SiC_v ile etkileşime girerler ve bu çatlaklar viskerlere paralel ya da bir açıyla ilerlemek zorunda kalırlar.

Visker çıkma mekanizması ara yüzey kırılma tokluğunun düşük, enine kırılma tokluğunun yüksek olması durumunu gerektirir. Bu sayede kırılma visker-matris ara yüzeyinde gerçekleşir. Toklaştırma, viskerlerin matris faz içerisinden çekilmesi için gereken ilave enerji sayesinde sağlanır. Viskerlere aktarılan gerilmenin viskerlerin kırılma gerilmelerinden küçük olması gerekir [10]. Al_2O_3/SiC_v kesici ucun nikel esaslı süperalaşımların işlenmesinde saf ve karışım oksit alümina seramiklerine oranla daha iyi sonuç vermesi SiC viskerin sağladığı tokluk mekanizmasından kaynaklanmaktadır [34].

Yüksek hızlardaki işleme şartlarında difüzyon aşınması en etkin aşınma mekanizmasıdır. Visker takviyeli alümina seramik takımlarla yüksek hızda işlemede, iş parçası malzemesi (Cr, Ni) takım malzemesi içerisine difüze olarak NiSi ve CrSi oluşumu ile takım malzemesini zayıflatmaktadır. SiC viskerleri oksitlenerek Al_2O_3/SiCv ara yüzeyinde camsı SiO_2 tabakasının oluşmasına yol açabilmektedir. Bu proses uzun süreli işlemelerde toklaştırma mekanizmasını üstlenen viskerlerin kaybına yol açarak köşelerin pullanmasına neden olabilmektedir [44].

Al_2O_3+SiCv kesici takımın kare (KY4300 SNGN) ve yuvarlak (KY4300 RNGN) olmak üzere iki farklı geometride Inconel 718'in işlenmesinde kullanıldığı bir çalışmada uç geometrisinin aşınma üzerine etkisi araştırılmıştır. Çalışmada, kare geometrili takımda kesme hızının artışına bağlı olarak yanal aşınma değerlerinin de arttığı görülmüştür (Tablo 1.7). Aynı tablodan görüleceği üzere, yanal aşınma değerlerindeki bu düzenli artış yuvarlak geometrili takımda görülmemektedir Aynı çalışma kapsamında, SiAlON kesici uçlarla yapılan deneysel sonuçlarla karşılaştırıldıklarında Al_2O_3+SiCv kesici uçların, literatürde yapılan diğer çalışmaları destekler şekilde, iyi performans sergilediği belirtilmiştir. Kesme hızı 200 m/dk'den 250 m/dk'ye çıkarıldığında, yuvarlak geometrili takımın yanal aşınma değeri V_B=0.3 mm'nin altında kalmakta iken, kare geometrili takımla işlemede bu değer aşılmıştır. 300 m/dk'de ise farklı geometrili her iki takımda da referans alınan V_B değerinin oldukça üzerinde değerler gözlemlenmiştir [45].

1.2.3.2.4. *Silisyum nitrür esaslı seramik kesici uçlar*

Silisyum nitrür seramik takımlar çok iyi bir oksidasyon direncine, iyi bir mekanik mukavemete ve yüksek sertliğe sahiptirler. Bu özelliklerinden dolayı yüksek hız ve ilerlemelerde süperalaşımların işlenmesi için uygundurlar [41]. Silisyum nitrür esaslı seramik kesici uçlar 500 m/dk kesme hızlarına kadar kullanılabilmektedir. Kesme ara yüzeyindeki yüksek sıcaklığa bağlı olarak kesici uç malzemesinin plastik deformasyona

uğramasıyla malzeme abrasif aşınmaya maruz kalır [46]. SiAlON kesici uçlar, çentik oluşumuna alümina esaslı uçlardan daha az duyarlıdır [47]. Abrasif aşınma, kesici uç ve işlenen parçadan kopan sert aşındırıcı karbürlerin kesici uç ile işlenen parça ara yüzeyinde ezilerek sandviç olması sonucunda oluşmaktadır. Bu sert taneler mekanik yollarla kesici uçtaki küçük taneleri sürüklerler [8].

Tablo 1.7. *Al_2O_3+SiC_v kesici uca ait aşınma tipleri ve yan kenar aşınması değerleri [45]*

Takım Malzemesi	V=150 m/dk		V=200 m/dk		V=250 m/dk		V=300 m/dk	
	V_B (mm)	Aşınma Tipi	V_B (mm)	Aşınma Tipi	V_B (mm)	Aşınma Tipi	V_B (mm)	Aşınma Tipi
Al_2O_3+SiC_v KY4300 SNGN	0.13	Yanal aşınma Kenar aşınması	0.28	Krater aşınması Yanal aşınma Plastik deformasyon	0.69	Krater aşınması Yanal aşınma Termal çatlaklar Plastik deformasyon	1.82	Burunda çatlaklar
Al_2O_3+SiC_w KY4300 RNGN	0.43	Yanal aşınma Çentik aşınması Termal çatlaklar	0.17	Yanal aşınma Adezyon, Yapışma	0.17	Krater aşınması Yanal aşınma	1.21	Yanal aşınma Çentik aşınması

SiAlON kesici uçlar daha çok nikel esaslı süperalaşımların kaba işleme operasyonları için uygun olmakla birlikte Inconel 718, Waspaloy ve Incoloy 901 gibi nikel esaslı süperalaşımların tornalama ve frezeleme operasyonlarında da kullanılmaktadırlar. Bu kesici uçlar, çentik aşınmasına karşı SiC partikül takviyeli alüminadan daha iyi dayanım gösterirler; çünkü Si_3N_4 ve SiAlON çentik aşınmasına ve pullanmaya karşı daha toktur. Bu olumlu özelliklerine karşın bu kesici uçlar daha yumuşaktırlar ve kimyasal reaksiyona daha çabuk girerler. SiAlON kesici uçlar için kesme hızı aralığının 120-300 m/dk olduğu genel olarak söylenebilir [48]. Yapılan bir çalışmada %50 α – %50 β SiAlON içeren bir kesici ucun Inconel 718 süperalaşımının düşük hızlarda işlenmesinde Al_2O_3-SiCv uçlardan daha iyi sonuç verdiği ve artan hızlarda ise tam tersi bir durumun gözlendiği ifade edilmektedir [49].

Altın ve ark. [45] tarafından yapılan çalışmada, Inconel 718 süperalaşımın işlenmesinde kesici uç geometrisinin ve kesme hızının takım ömrü ve takım aşınması üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Bu çalışmadaki incelemeler sonucu elde edilen aşınma tipleri ve yanal aşınma değerleri Tablo 1.8'de gösterilmiştir. Bu tablodan da görüldüğü üzere kare seramik takımlar için krater ve yanal aşınma en etkin aşınma tipi iken, yuvarlak

seramik takımlar için ise yanal ve çentik aşınmasının en etkin aşınma tipidir. Minimum yanal aşınma kare takımlarda, düşük kesme hızlarıyla elde edilmiş iken yuvarlak takımlarda ise yüksek kesme hızlarında elde edilmiştir.

Tablo 1.8. *SiAlON kesici uca ait Aşınma tipleri ve yan kenar aşınması değerleri [45]*

Takım Malzemesi	V=150 m/dk		V=200 m/dk		V=250 m/dk		V=300 m/dk	
	V_B (mm)	Aşınma Tipi	V_B (mm)	Aşınma Tipi	V_B (mm)	Aşınma Tipi	V_B (mm)	Aşınma Tipi
SiAlON KY2000 SNGN	0.60	Yanal aşınma Plastik deformasyon	0.15	Yanal aşınma Çentik aşınması	0.30	Yanal aşınma	1.21	Burunda çatlaklar
SiAlON KY2000 RNGN	0.28	Yanal aşınma Çentik aşınması Termal çatlaklar	0.26	Yanal aşınma Adezyon, Yapışma	0.26	Krater aşınması Yanal aşınma	1.47	Yanal aşınma Çentik aşınması Adezyon, Yapışma

1.2.3.3. *Kübik bor nitrür (c-BN) kesici uçlar*

Kübik bor nitrür uçlar, yüksek sıcaklık (yaklaşık 1400°C) ve yüksek basınç (yaklaşık 6 GPa) altında üretilmektedirler. c-BN, elmastan sonraki en sert malzemedir ve genellikle sertleştirilmiş çeliklerin işlenmesinde kullanılır. Yüksek uç fiyatı ve fazla kesme derinliklerinde kırılmaya meyilli oluşları, bu malzemelerin süperalaşım işlemedeki kullanımlarını sınırlandırmaktadır. Seramik kesici uçlar hem kaba hem de bitirme işlemede kullanılırken c-BN kesici uçlar, maliyetin minimize edilmesi açısından sadece son yüzey işlemede kullanılmaktadırlar [8]. c-BN takımlar, karmaşık şekilli bitirme yüzeylerin işlenmesinde sağladığı iyi yüzey pürüzlülük değerleri nedeniyle taşlama işlemlerini elimine etmektedirler. Örneğin; Inconel 718 bitirme ve yarı bitirme işlemlerinde çok verimli bir şekilde kullanılmaktadır. c-BN takımlar karbür takımlara göre 10-20 kat daha pahalı olmasına rağmen yüksek aşınma dayanımları onları maliyet açısından verimli kılmaktadır. Yüksek sertlik ve yüksek ergime noktası, c-BN takımlara sıcaklık ve basınç altındaki kesme sırasında keskin bir kenar sağlamaktadır [8, 50].

c-BN kesici uçların süperalaşım işlemede kullanılma nedeni yalnızca yüksek sıcaklık performanslarının daha iyi olmasından dolayı yüksek kesme hızlarında işlemeye olanak sağlamalarıdır. Bu durum parçaların daha hızlı üretilmesine olanak sağlar. c-BN uçların ısıl kararlılıkların iyi olması yüksek hız işleme koşullarında kimyasal reaksiyonları azaltmaktadır. 1000°C sıcaklıkta c-BN kesici uçların sertliği WC uçların

oda sıcaklığındaki sertlikleriyle (1800 HV) aynıdır. c-BN kesici uçlar Inconel, Monel, Rene, Incoloy ve Waspaloy gibi sertliği 35 HRC'den daha yüksek olan süperalaşımların işlenmesinde kullanılmaktadır [8, 50].

c-BN kesici uçların, c-BN_H (Yüksek c-BN içeriği) ve c-BN_L (Düşük c-BN içeriği) olmak üzere ticari olarak kullanılan iki kalitesi mevcuttur. c-BN_L kalitesinde c-BN'nin içerisine TiC ve TiN ilavesi yapılmaktadır. Bu ilaveler aşınma direncini iyileştirirken kırılma tokluğu düşürmektedir. c-BN_H ise genellikle daha sert ve daha yüksek kırılma tokluğuna sahiptir. c-BN takımların performansı sadece c-BN miktarına bağlı değil, aynı zamanda bağlayıcı fazın içyapısına, uygulanan üretim yöntemine ve takım geometrisi taşlama metoduna bağlıdır. c-BN_H, Inconel 718 alaşımının işlenmesinde daha iyi sonuç vermektedir [24]. Inconel'in yapısında bulunan sert aşındırıcı karbürler büyük kesme kuvvetlerinin oluşmasına ve kesici uçta çentiklerin oluşmasına yol açmaktadır. Yüksek çentik aşınması direnci, c-BN_H kesici uçları nikel esaslı alaşımların işlenmesi için uygun yapmaktadır [8, 34].

c-BN kesici uçlar nikel esaslı süperalaşımlarda başarıyla kullanılmalarına rağmen Al_2O_3+SiCv uçlarla maliyet olarak yarışamayacak durumdadırlar. Tek kesme köşesi bulunan c-BN uçların fiyatı, 4-8 kesme köşesi bulunan Al_2O_3+SiCv uçların fiyatından 3 kat daha fazladır. Bu yüzden c-BN uçlar, nikel esaslı süperalaşımların işlenmesinde ekonomik bir alternatif değildir [10, 34].

1.2.4. Heterojen içyapıya sahip seramik kompozitler

Seramiklerin yüksek mukavemet, düşük yoğunluk ve oksidasyona karşı daha fazla direnç gibi yüksek sıcaklık ortamlarında metal parçalara karşı potansiyel faydalar sağladığı bilinmektedir. Bu marifetlere rağmen, düşük kırılma direnci ve zayıf güvenilirlik uzun süredir önemli bir endişe kaynağı olmuştur.

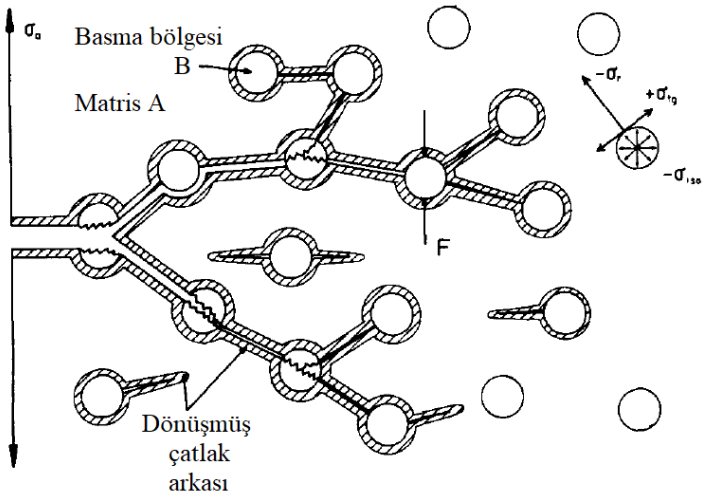
Mühendislik seramiklerinin en büyük problemlerinden olan düşük kırılma tokluğu, son yıllarda farklı toklaştırma konseptleri uygulanarak önemli ölçüde arttırılmıştır. Teknik seramiklerin mekanik güvenirliğini arttırmak için laminer yapılar, nano-partikül ilavesi ve kusur toleransı olmak üzere 3 temel içyapı dizaynı mevcuttur. Laminer yapı, teknik seramiklerin içyapısını ve mekanik özelliklerini uyarlayarak katastrofik kırılmasını önler. Nano-partikül ilavesi yaklaşımında oldukça ince (100-300 nm) ikincil faz partiküllerinin daha yüksek ısıl genleşme katsayısına sahip matris içinde dağıtılmasıyla kırılma tokluğunda önemli ölçüde bir artış görülür. Kusur toleransı

yaklaşımında ise içyapı, çatlak ucunun arkasında tane-lokalize köprülemeyi teşvik edecek şekilde dizayn edilir. Bu sayede mukavemet kusur boyutundan bağımsız olur. Kusur toleransındaki iyileşmeler çok fazlı seramiğin kontrollü, heterojen bir içyapıya sahip olmasına dayanır. Bu da iyi bir üretim stratejisi gerektirir [51]. Bu bölümde heterojen içyapılara örnek olan iki farklı içyapı türü incelenecektir. Bunlardan ilki dubleks seramikler, ikincisi ise fibröz monolitik seramiklerdir

1.2.4.1. *Dubleks seramikler*

Dubleks seramiğin yapısı, bir seramik matris (A) ve bu matris içinde küre şeklinde homojen olarak dağılmış bir küresel basınç bölgesi komponentinden (B) oluşmaktadır (Şekil 1.11). B, yüksek miktarlarda stabilize edilmemiş ZrO_2 partikülleri içerir. ZrO_2'nin kendiliğinden veya gerilime bağlı tetragonal↔monoklinik (t↔m) dönüşümünden doğan hacim genişlemesi B içinde basma gerilmeleri ve B çevresinde radyal basma ve çevresel çekme gerilmeleri meydana getirir [52]. B, bir faz değişikliğinden ve/veya ısıl genleşme katsayısı uyumsuzluğundan kaynaklanan bir hacim genişlemesine maruz kaldığında, hacimsel gerinim aşağıdaki eşitlikle ifade edilir (Eşitlik 1.1). Burada ΔV/V B'nin hacim değişimini, α_A ve α_B A ve B'nin ısıl genleşme katsayısını, ΔT ise üretim sıcaklığı ile ortam sıcaklığı arasındaki sıcaklık farkını ifade etmektedir. Dolayısıyla ısıl genleşme katsayısı farkı veya sıcaklık farkı arttığında hacimsel gerinim artmaktadır.

$$\varepsilon^V = \Delta V/V + 3(\alpha_A - \alpha_B)\Delta T \qquad (1.1)$$

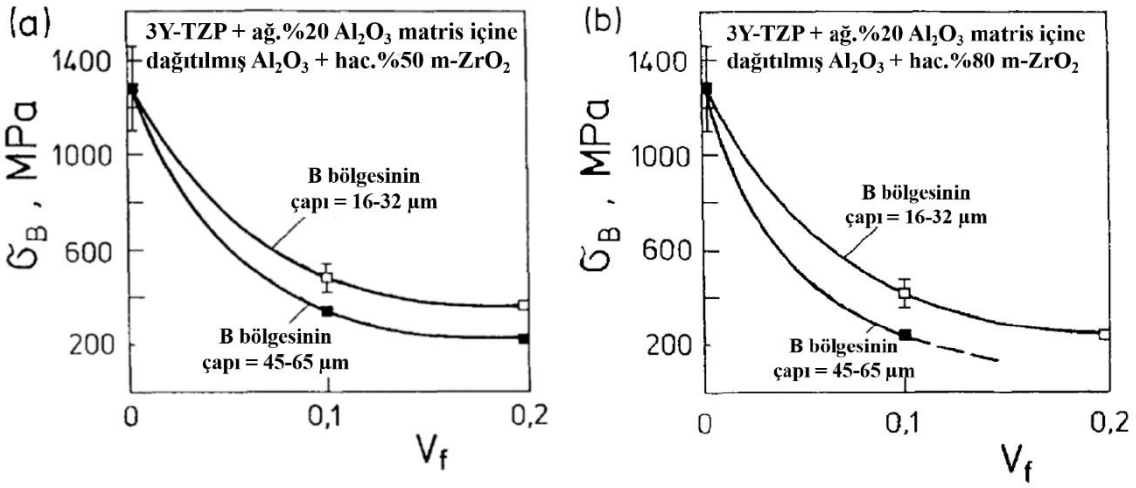


Şekil 1.11. *TZP (Tetragonal Zirkonya Polikristal) matrisli dubleks seramikte çatlak ilerlemesinin şematik gösterimi [52]*

Dubleks seramiğin kırılma davranışı, B çevresindeki kalıntı gerilim alanından ciddi şekilde etkilenmektedir. Çatlaklar, inklüzyon-matris arayüzündeki veya yakınındaki küçük, önceden mevcut kusurlardan oluşacaktır. İnklüzyonlardan kaynaklanan kırılmanın meydana gelme sıklığı, artan inklüzyon sayısı ile artar; çünkü gerilme alanında bir inklüzyonun bulunma olasılığı artacaktır [52].

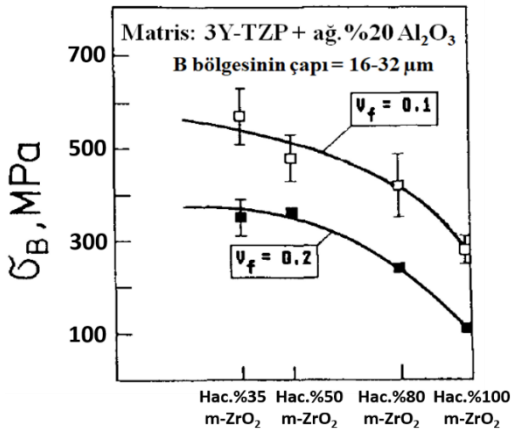
Saf B alanı bileşenlerinin mukavemeti, matris bileşenlerinin yüksek mukavemeti ile karşılaştırıldığında oldukça düşüktür. Dolayısıyla dubleks seramiklerin mukavemeti, saf matris malzemenin mukavemeti ile karşılaştırıldığında genellikle azalır. Lutz ve Claussen [53] yaptıkları çalışmada dubleks seramiklerin aşağıdaki eğilimleri gösterdiklerini belirtmişlerdir.

- B bölgesinin hacim fraksiyonu (V_f) arttıkça mukavemet düşer (Şekil 1.12(a), (b))
- B bölgesinin boyutu arttıkça mukavemet düşer (Şekil 1.12(a), (b))
- B bölgesindeki m-ZrO_2 miktarı arttıkça mukavemet düşer (Şekil 1.13)

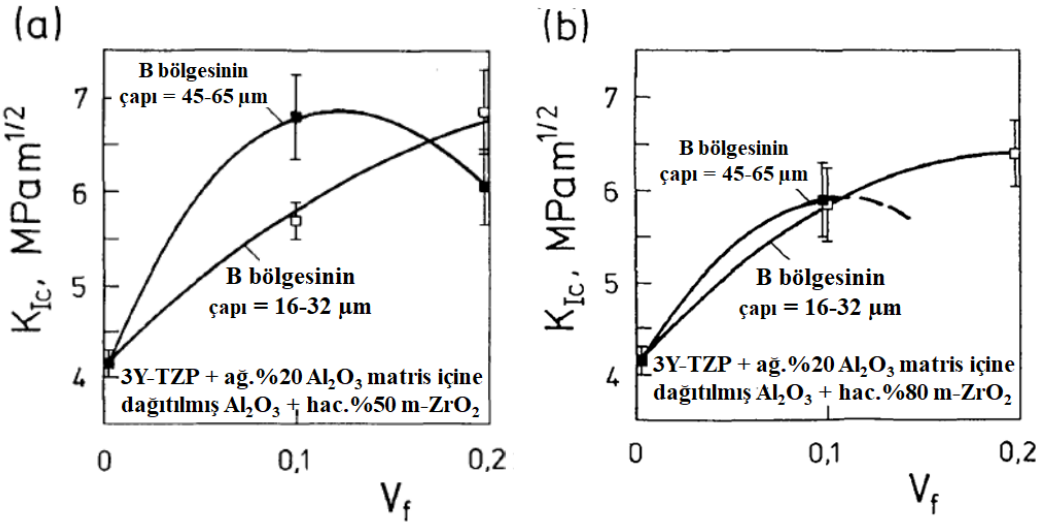


Şekil 1.12. *3Y-TZP + ağ.%20 Al_2O_3 matris içine dağıtılmış (a) Al_2O_3 + hac.%50 m-ZrO_2, (b) Al_2O_3 + hac.%80 m-ZrO_2 dubleks seramiklerin mukavemeti [53]*

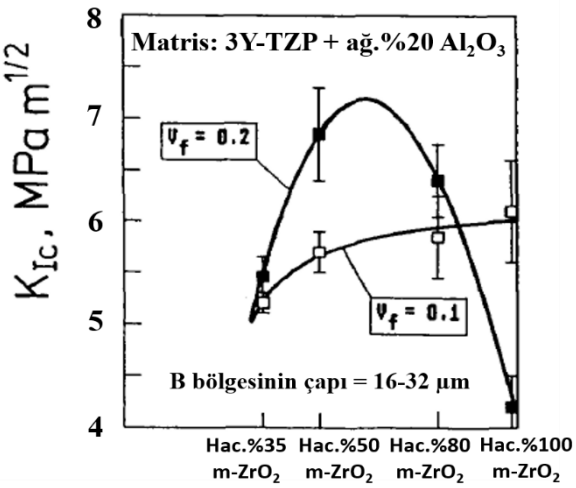
Saf matrise göre dubleks seramiklerin kırılma tokluğu artmaktadır. Şekil 1.14 ve Şekil 1.15'de kırılma tokluğunun B'nin hacim fraksiyonu, B bölgesinin büyüklüğü ve B bölgesi içerisindeki m-ZrO_2 miktarı ile korelasyonu, 3Y-TZP + ağ.%20 Al_2O_3 matris için gösterilmiştir. Test edilen tüm malzemelerde benzer bir davranış gözlemlenmiştir. Bununla birlikte, tetragonal zirkonya partikülü (TZP) ve TZP içeren matrislerin dayanıklılığı %60'tan fazla arttırılabilirken, saf matristeki kırılma tokluğu artışı %30'u geçmemiştir [53].



Şekil 1.13. *Farklı basınç bölgesi miktarlarına sahip dubleks seramiklerin mukavemeti. Hacim fraksiyonu ve m-ZrO_2 miktarı arttıkça mukavemet azalır [53]*



Şekil 1.14. *3Y-TZP + ağ.%20 Al_2O_3 matris içine dağıtılmış (a) Al_2O_3 + hac.%50 m-ZrO_2, (b) Al_2O_3 + hac.%80 m-ZrO_2 dubleks seramiklerin kırılma tokluğu [53]*



Şekil 1.15. *Farklı basınç bölgesi miktarlarına sahip dubleks seramiklerin kırılma tokluğu [53]*

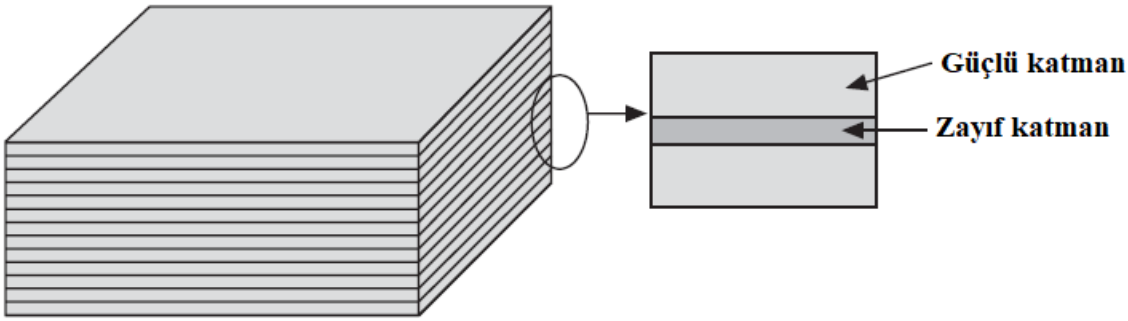
1.2.4.2. *Fibröz monolitik seramikler*

Seramikler için bir dizi potansiyel toklaştırma mekanizması önerilmiştir. En başarılı tekniklerden biri, fiber takviyeli seramik kompozit malzemelerdir. Tok bir seramik kompozitte, matris çatlağı ara yüzeyde saptırılır ve yayılmayı durdurur. Birincil çatlak köprülemesi, fiber-matris ara yüzü boyunca çatlak sapması ve matristen lif çıkması ile sürtünmeli kayma gibi geniş çatlak etkileşimleri, kompozitin gevrek olmayan hata ile birlikte yüksek tokluğa sahip olmasına izin verir. Bununla birlikte, fiber takviyeli seramik kompozitler üretilebilirlikleri ve maliyetleri nedeniyle henüz tam olarak değerlendirilememişlerdir. Ayrıca, sıcak presleme (HP) ve sıcak izostatik presleme (HIP) gibi yoğunlaştırma teknikleri genellikle lif hasarına yol açarak mekanik özellikleri bozar [54].

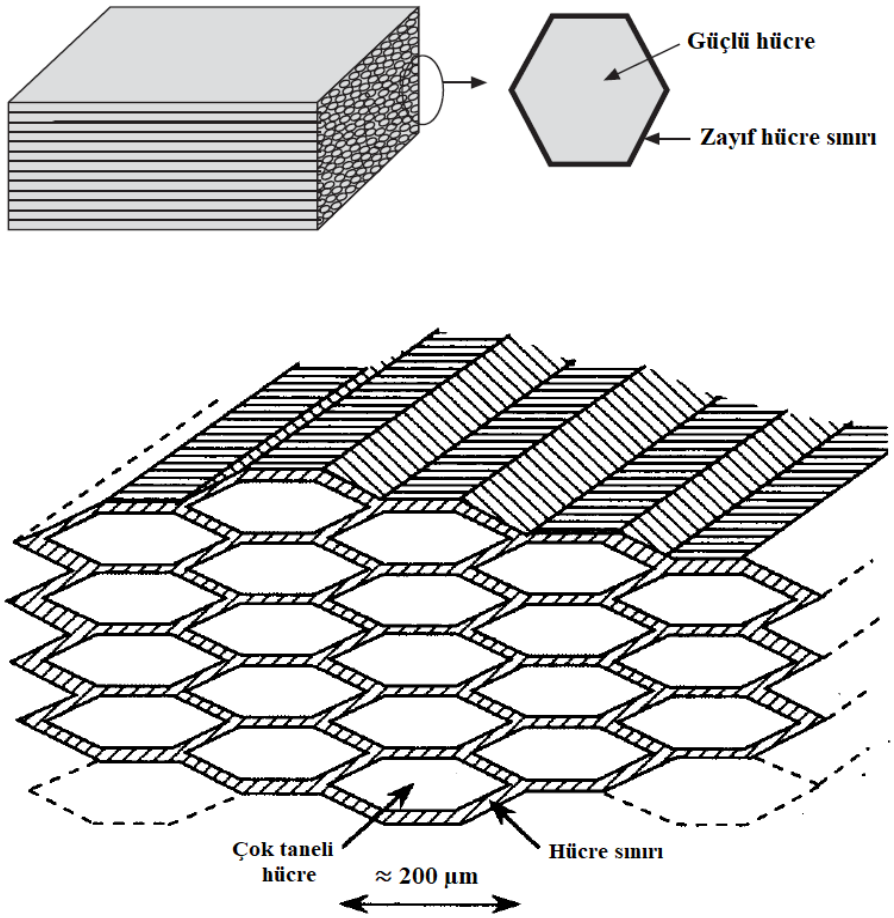
Bir başka toklaştırma konsepti, 1964'te Cook ve Gordon [55] tarafından tanıtılmıştır. Buna göre, gevrek malzemelerde çatlak ilerlemesinin çatlak yolunu değiştirebilen bir içyapısal unsur ilavesiyle kontrol edilebileceği, bunun sonucunda da zayıf ara yüzeyde çatlak baskılama ve çatlak delaminasyonu ile yüksek tokluğa ulaşılabilir. Böylelikle tokluğu iyileştirmek için köprüleme mekanizmalarına dayanmak yerine, ilerleyen çatlak zayıf ara yüzeyde körleştirilir ve yayılmaya devam etmek için yeniden başlamaya zorlanır. Bu konsepte göre, 1988 yılında Coblenz [56], sürekli zayıf çatlak saptırıcı faz ile çevrelenmiş güçlü bir yük taşıyıcı fazdan oluşan, basınçsız sinterlenebilir bir seramik kompozit üretimi için bir yöntem tarif etmiştir.

Cook ve Gordon'un tarif ettiği konseptin bir diğer varyasyonu Clagg ve ark. [57] tarafından 1990 yılında tanıtılmıştır. Bu yaklaşım, güçlü yük taşıyıcı fazın ve zayıf çatlak saptırıcı fazın değişen katmanlarını içerir. Böylece kompozitin gevrek olmayan bir hata ile yüksek mukavemet ve tokluğa sahip olması sağlanır (Şekil 1.16). Bir tabakanın kopmasını takiben, laminatın yük saptırma davranışında bir dizi azalan adım gözlenir. Diğer tabakaların kopmasıyla zayıf ara yüz boyunca çatlak saptırması ile sonraki çatlak hapsedilir.

1991 yılında Halloran ve ark. çok yüksek kırılma enerjisi ve hasar toleransı da dahil olmak üzere sürekli fiber seramik kompozitlere benzer mekanik özellikler sergileyen, fibröz monolitik seramik olarak adlandırılan heyecan verici yeni bir yapısal seramik sınıfına öncülük ettiler [24, 25, 58-60]. Bu yapı, Si_3N_4 ya da SiC gibi güçlü, çok taneli 200 mikronluk bir hücre ile çatlak sapmasını ve delaminasyonunu teşvik eden BN gibi hücre sınırlarından oluşur (Şekil 1.17).



Şekil 1.16. *Güçlü ve zayıf katmanlara sahip laminer kompozitin şematik gösterimi [54].*

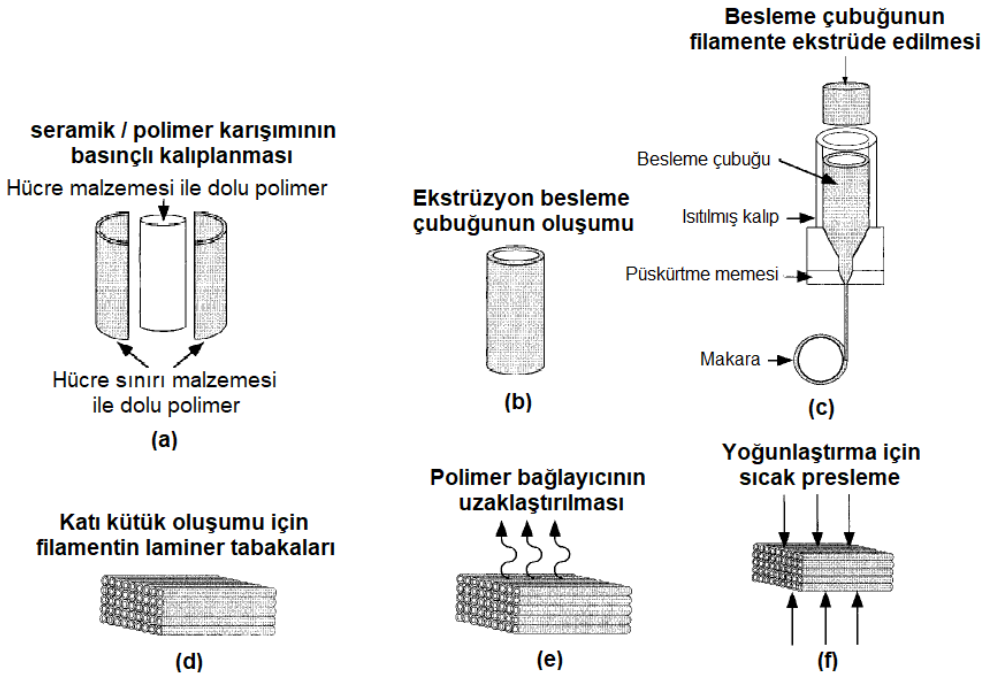


Şekil 1.17. *Güçlü hücre ile zayıf hücre sınırını içeren fibröz monolitik yapının şematik gösterimi [24]*

Fibröz monolitik seramikler yaygın olarak ekstrüzyonla üretilir ve ardından filamentler laminatlara serilir. Ekstrüde edilmiş filamentler, sürekli hücre sınırını oluşturan kaplamayla çevrelenmiş bir hücre fazından oluşurlar. Bu yaklaşım, birçok kompozit mimarinin örneğini oluşturur ve kompozitlerin, hücrelerin kaymasından ve çatlakların dallanması ve sapmasından kaynaklanan bir enerji dağılımı ile gevrek

olmayan bir şekilde hasara uğramasına olanak tanır. Bu tür fibröz monolitik seramikler, bazı uygulamalarda geleneksel sürekli fiber seramik kompozitlere düşük maliyetli alternatifler oluşturur. Oldukça çeşitli fibröz monolitik seramikler ticari olarak temin edilebilir [54].

Ortak ekstrüzyonun geliştirilmesiyle, fibröz monolitlerin üretiminde önemli bir ilerleme kaydedilmiştir. Şekil 1.18'de ortak ekstrüzyon ile üretim yöntemi şematik olarak gösterilmiştir. Bu işlem, silindirik bir kalıp ve bir yarım boru şekli kullanılarak hazırlanan besleme çubuğunun şekillendirilmesi ile başlar (Şekil 1.18(a)). Besleme çubuğu, hücre sınırı malzemesi (kabuk) ile çevrelenmiş hücre malzemesini (çekirdek) içermektedir (Şekil 1.18(b)). Hem çekirdek hem de kabuk, termoplastik polimer ve seramik tozu karışımlarıdır. Besleme çubuğu daha sonra, besleme çubuğuna çekirdek / kabuk oranında özdeş bir seramik yaş fiber ile ortak ekstrüde edilir, ancak 100 kat daha küçüktür (Şekil 1.18(c)). Ortak ekstrüde edilmiş fiberler tek eksenli olarak hizalanır ve daha sonra katı kütük imal etmek için ılık preslenir (Şekil 1.18(d)). Ek olarak, çok katmanlı fibröz monolitler için, filament yönü katmanlar arasında döndürülebilir. Ortaya çıkan yeşil kütükler, yoğunlaştırılmış fibröz monolitlerin üretilmesi için bağlayıcı uzaklaştırma (Şekil 1.18(e) ve sıcak presleme aşamalarından geçer (Şekil 1.18(f)) [25, 54].

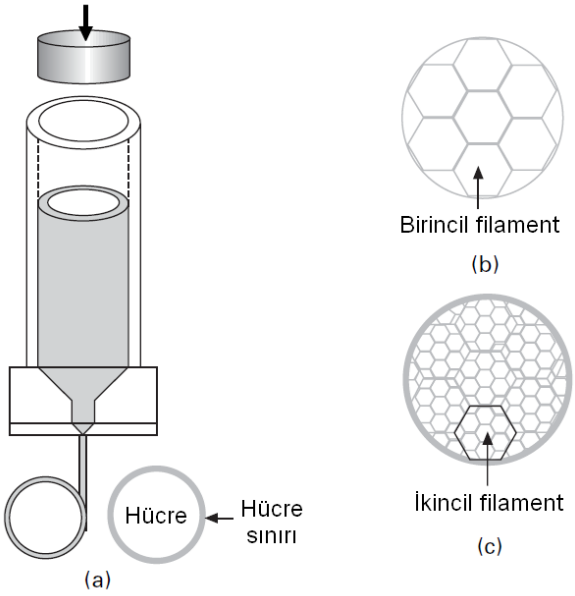


Şekil 1.18. *Fibröz monolitlerin üretimi için ortak ekstrüzyon sürecinin şematik gösterimi: (a) başlangıç besleme çubuğunun şekllendirilmesi, (b) ektrüzyon besleme çubuğunun oluşumu, (c) ortak ekstrüzyon, (d) katı kütük oluşumu laminasyon işlemi, (e) bağlayıcı uzaklaştırma ve (f) sıcak presleme [25]*

Bu tekniğin birçok avantajı vardır. Genel olarak, bu yöntemle üretilen fiberlerin üzerindeki kaplamalar, daldırmalı kaplanmış fiberlere göre daha muntazamdır ve kompozitin genel bütünlüğünü iyileştirir. Daldırmalı kaplamadan farklı olarak, kaplama kalınlığı daldırmalı kaplama çamurunun reolojik özellikleri tarafından değil, besleme çubuğundaki kabuk kalınlığı ile belirlenir. Böylelikle partiden partiye tekrarlanabilirlik de geliştirilmiş olunur. Ayrıca ortak ekstrüzyona tabi tutulmuş fiberler, kuru kesilmiş yeşil fiberlerden daha kolay işlenebilir. Bu da işlemin gerçekleştirilmesini çok daha kolay hale getirir [54].

Bu yaklaşımdaki bir diğer varyasyon, ortak ekstrüzyonda çoklu filament kullanılmasıdır ve "ortak ekstrüzyon ile mikro üretim" olarak adlandırılır. Tek filament işleminin sınırlaması, filament boyutudur. Polimer/seramik karışımlarının reolojik özellikleri, 250 μm'den daha küçük fiberlerin çekilmesini çok zor hale getirir. Ek olarak, ince çaplı fiberlerin makaralanması oldukça zorlayıcıdır. Ortak ekstrüzyon ile mikro üretim yöntemi Şekil 1.19'da şematik olarak gösterilmiştir. Düzenek, fiber çekme için kullanılanla aynıdır. Yalnızca püskürtme memesi, çapı 1-6 mm arası olan bir ekstrüzyon kalıbı ile değiştirilir. İki ayrı ekstrüzyon adımı kullanılır. İlkinde, besleme çubuğundan kaba birincil filamentler ekstrüde edilir (Şekil 1.19(a)). Birincil filamentler ikinci bir besleme çubuğu oluşturmak için bir araya getirilir. İkinci besleme çubuğunun ekstrüzyonunda, kesitinde birçok hücre içeren bir filament oluşur (Şekil 1.19(b)). İkinci filament, ipliğin kökenini belirten bir çoklu filament iplik olarak adlandırılır (Şekil 1.19(c)). Numunelerin üretimi için iplik hizalama, laminasyon ve ısıl işlem dahil olmak üzere ortak ekstrüzyona benzer prosedürler uygulanır [54].

Çoklu filament iplik içindeki hücrelerin boyutu iki faktörle kontrol edilir: İkinci besleme çubuğuna yerleştirilmiş birincil filamentlerin sayısı ve ikinci filamenti oluşturmak için kullanılan ekstrüzyon kalıbının çapı. İkinci besleme çubuğuna yerleştirilen filamentlerin sayısı, birincil filamentlerin büyüklüğü ve ikinci besleme çubuğunun büyüklüğü ile belirlenir. Ekstrüzyon kalıp boyutlarının azalan oranı, ipliğin içindeki hücre sayısında şiddetli bir artışa neden olur. Daha ince hücre boyutlarını mümkün kılmanın yanı sıra, kaba çoklu filament ipliklerin bir kalıba yerleştirilmesi, küçük fiberlerin döşenmesinden çok daha kolaydır. İplikler düz ve yassı olarak uzanırken, fiberler kıvrılma ve iç içe geçme eğilimindedir. Bununla birlikte, ince hücre boyutuna rağmen, ipliklerin irilikleri kullanımlarını bir hücre kümesinin ölçeğinin yaklaşık olarak en az 0,75 mm olduğu mimarilere sınırlandırmaktadır [54].



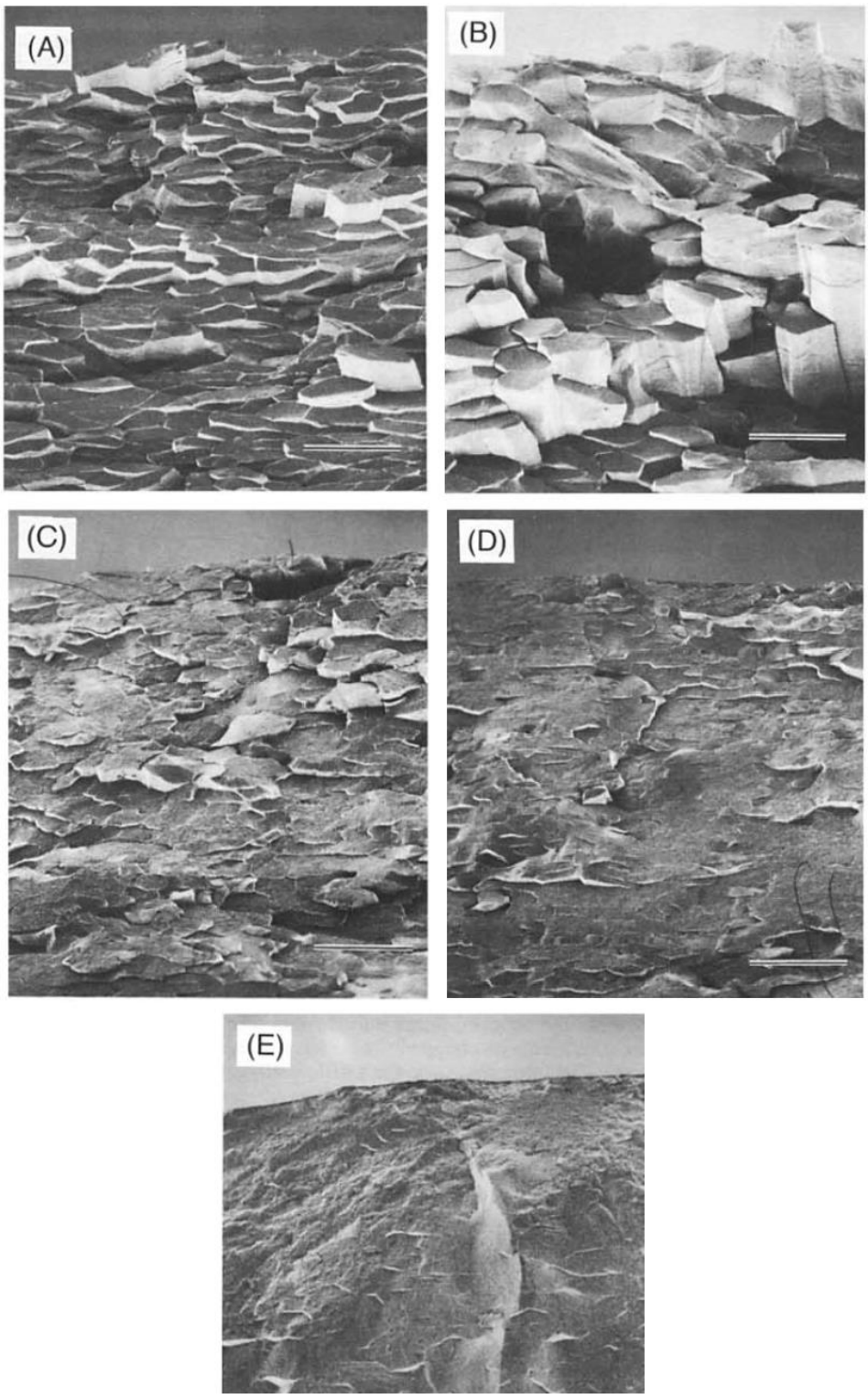
Şekil 1.19. *Fibröz monolitlerin üretimi için kullanılan "ortak ekstrüzyon ile mikro üretim" yönteminin şematik gösterimi: (a) ortak ekstrüzyon, (b) birincil filamentin birleştirilmesi, (c) ikinci ortak ekstrüzyon sonrası filament [54]*

Bugüne kadar, güçlü bir hücre fazı için birçok farklı yapısal seramik incelenmiştir. Bunlar oksit (Al_2O_3 [24], ZrO_2 [61] ve $ZrSiO_4$ [62]) veya oksit dışı (SiC [58-60], Si_3N_4 [63] ve borürler [25, 63-67]) formdadırlar. Oksitler, oksitleyici ortamlarda kararlılık avantajına sahipken, oksit dışı seramikler daha yüksek mukavemet ve üstün sürünme direncine sahiptir [54].

Tüm oksit fibröz monolitlerde genellikle gözenekli hücre sınırları kullanılır, çünkü kırılma enerjisinin hücrelere iletimini en aza indirebilirler. Bunlar iri taneli seramik tozlarından veya seramik partikül ve levhacıklardan oluşan bir karışımdan üretilmişlerdir. Ek olarak, hücre sınır fazı, yüksek sıcaklık uygulaması için uzun süreli ısıtma ile içyapısal değişime dirençli olmalıdır. Oksit dışı fibröz monolitlerde bir hücre sınırının seçilmesi için benzer kriterler dikkate alınmalıdır. Bugüne kadar hegzagonal BN (h-BN), hücre sınırı olarak yaygın bir şekilde kullanılmıştır. Çünkü BN, sıcak presleme ile hücreye sadece zayıf bir şekilde bağlanan yoğun, yüksek dokulu bir hücre sınırı oluşturur. Çoğu durumda, hücreler için Si_3N_4 kullanılmıştır. Si_3N_4'teki oksit sinterleme yardımcıları (ör. Al_2O_3 ve Y_2O_3) sıcak presleme sırasında BN hücre sınırına difüze olarak bağlanmaya katkı sağlar [54].

Baskaran ve Halloran [58] yaptıkları çalışmada SiC/Grafit fibröz monolitlerin eğilme mukavemeti ve kırılma davranışını incelemişlerdir. Şekil 1.20'de farklı hücre

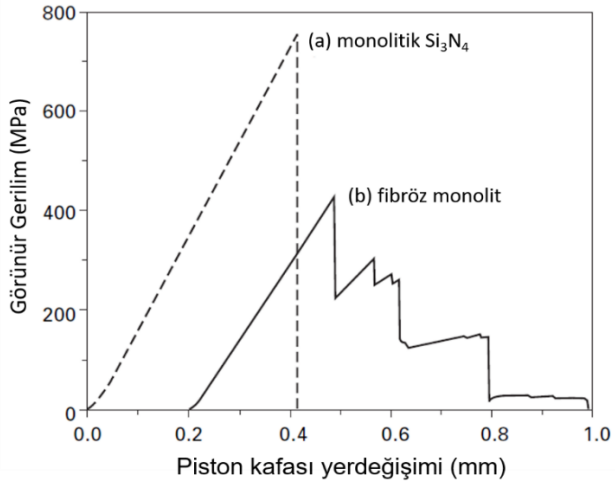
sınırı kompozisyonlarının kırılmaya olan etkisi, malzemenin kırık yüzey taramalı elektron mikroskobu (SEM) analizi ile incelemiştir. Burada açık renkli görülen yerler hücre sınırlarıdır.



Şekil 1.20. *Hücre sınırı (A) %100, (B) %80, (C) %60, (D) %40, (E) %20 grafit içeren SiC esaslı fibröz monolitlerin kırık yüzeyleri [58]*

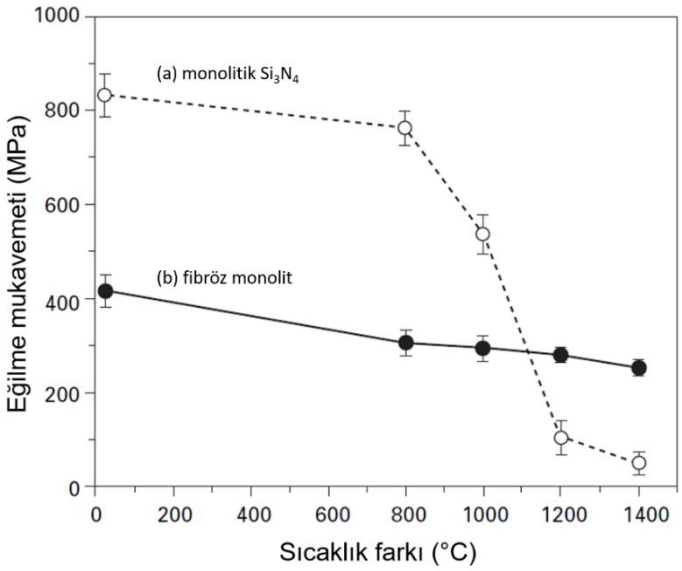
Şekil 1.20(a)'da hücre sınırı kompozisyonu %100 grafit olan numunenin kırık yüzey görüntüsü verilmiştir. Numunenin çekme gerilmesi altındaki yarısında görülen girintili çıkıntılı yüzey topoğrafyası, grafit hücre sınırları boyunca tercih edilen çatlak büyümesini gösterir. Hücre sınırında hac. %80 grafit/%20 SiC içeren numune de benzer davranış göstermiştir. Bu numunenin kırık yüzeyi de girintili çıkıntılı topoğrafyaya sahiptir (Şekil 1.20(b)). Hücre sınırındaki grafit içeriği hac. %60'a düştüğünde, numunede gevrek kırılma meydana gelmiştir. Numunenin kırık yüzeyinde kayda değer bir topoğrafya görülse de, hücre sınırında hac. %80 grafit içeren numuneden belirgin şekilde daha azdır (Şekil 1.20(c)). Hücre sınırındaki grafit oranı hac. %40'a düştüğünde numune gevrek kırılma göstermeye devam etmiştir. Numunenin kırık yüzeyi daha düzdür. Bu durum, hücre sınırlarında kademeli kırılma olduğunun kanıtıdır (Şekil 1.20(d)). Hücre sınırı kompozisyonu hac. %20 grafit/%80 SiC olduğunda numune gevrek kırılma gösterir ve kırık yüzey neredeyse tamamen pürüzsüzdür (Şekil 1.20(e)) [58].

Si_3N_4/BN fibröz monolitler yapısal ve tok bir seramik malzeme olarak kendilerini ispat etmişlerdir [24, 25, 63-67]. Şekil 1.21'de Si_3N_4 / BN fibröz monolit ile Si_3N_4 monolitik seramiğin tipik gerilime karşı piston kafası (crosshead) sapması gösterilmiştir. Monolitik Si_3N_4 daha fazla mukavemet gösterir, ancak gevrek hasar nedeniyle görünen kırılma işi çok düşüktür. Öte yandan, Si_3N_4/BN fibröz monolit ilk hasar olayını takiben bazı yük taşıma kabiliyetlerini ve dolayısıyla üstün kırılma işi gösterir. Tek yönlü fibröz monolitlerde, hücre tarafından taşınan çekme gerilmesi hücrenin mukavemetini aştığında kırılma başlayabilir. Bu, genellikle hücre sınırları hücrelere kıyasla daha tok olduğunda görülür [54].



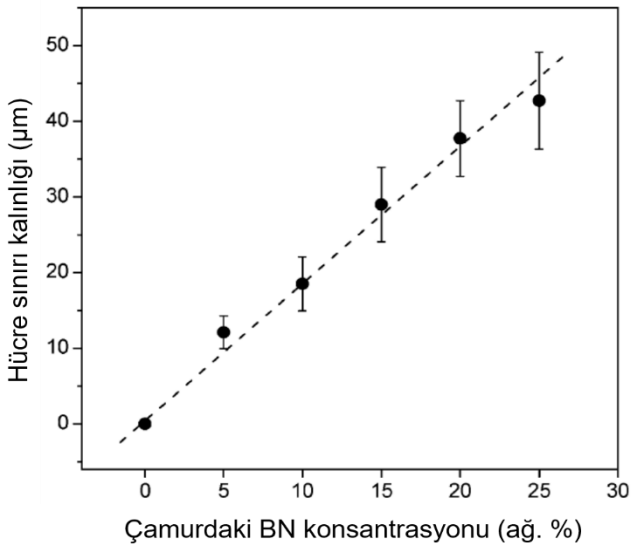
Şekil 1.21. *(a) monolitik Si_3N_4, (b) fibröz monolit seramiğin eğilme tepkisi [68]*

Koh ve ark. [68] yaptıkları çalışmada Si_3N_4/BN fibröz monolitlerin ısıl şok direncini araştırmışlardır. Yapılan çalışmada ısıl şok testinden sonra yapılan ölçümlerde eğilme mukavemetinde büyük bir değişiklik olmadığını ve fibröz monolitlerin mükemmel ısıl şok direnci gösterdikleri gözlemlenmiştir (Şekil 1.22). Monolitik Si_3N_4, gevrek seramiklerin tipik ısıl şok davranışını sergilemiştir. Buna göre kritik bir sıcaklıkta (ΔTc=1000°C) mukavemet katastrofik olarak azalır (Şekil 1.22(a)). Öte yandan, ısıl şoktan sonra Si_3N_4/BN fibröz monolitin eğilme mukavemeti çok fazla değişmemiştir (Şekil 1.22(b)). Bu, malzemenin mükemmel ısıl şok direncine işaret etmektedir.

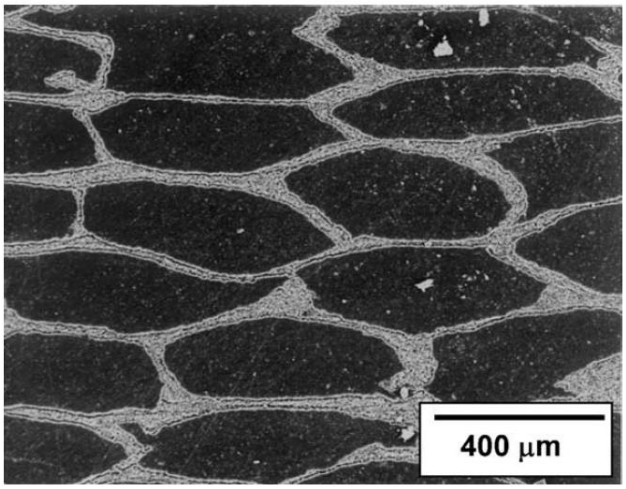


Şekil 1.22. *(a) Monolitik Si_3N_4, (b) fibröz monolit seramiğin ısıl şok testi sonrası eğilme tepkisi. monolitik Si_3N_4 gevrek kırılma gösterirken fibröz monolitte gevrek olmayan hasar görülmektedir [68].*

Si_3N_4 / BN fibröz monolitlerin mekanik özelliklerini etkileyen unsurlardan biri de hücre sınırı kalınlığıdır. Koh ve ark. [66] yaptıkları çalışmada Si_3N_4/BN fibröz monolitlerin mekanik özelliklerinin hücre sınırı kalınlığına bağlı olarak değişimini incelemişlerdir. Bu çalışmada, hücre sınırı kalınlığının BN konsantrasyonuna doğrusal olarak bağlı olduğu bulunmuştur (Şekil 1.23). Dolayısıyla, hücre sınırı kalınlığı daldırmalı kaplama çamurundaki BN konsantrasyonunun ayarlanması ile kontrol edilmiştir. Hücre sınırlarının kalınlıkları ise SEM görüntü analizi ile ölçülmüştür. Şekil 1.24'de Si_3N_4 / BN fibröz monolitin tipik içyapısı görülmektedir. Burada koyu renkli olan hegzagonal Si_3N_4 hücreleri açık renkli olan sürekli BN hücre sınırı ile çevrelenmiştir [66].



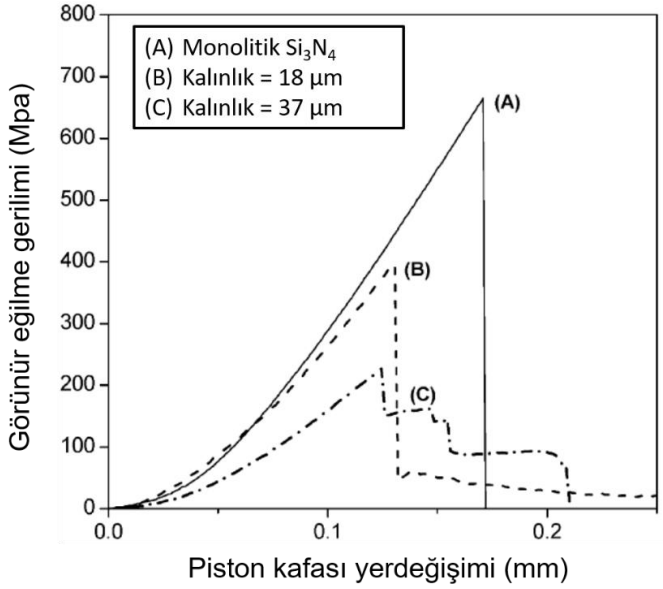
Şekil 1.23. *Hücre sınırı kalınlığının çamurdaki BN konsantrasyonuna bağlı değişimi [66]*



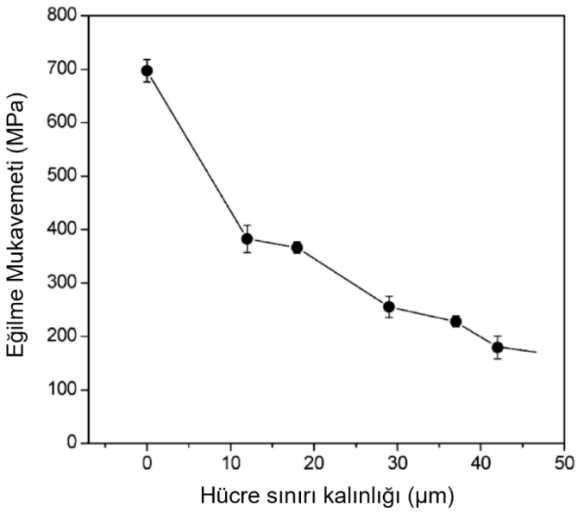
Şekil 1.24. *Si_3N_4 / BN fibröz monolitin temsili SEM kesit görüntüsü [66]*

Koh ve ark. [66] yaptıkları çalışmada hücre sınırı kalınlığının, fibröz malzemelerin kırılma davranışı üzerinde güçlü bir etkisi olduğunu bulmuşlardır. Farklı hücre sınırı kalınlıklarına sahip numunelerin gerilime karşı sapma eğrileri Şekil 1.25'de temsili olarak gösterilmiştir. Monolitik Si_3N_4, diğer seramiklerde de sıklıkla görüldüğü gibi katastrofik hasar sergilemiştir (Şekil 1.25(a)). Bununla birlikte, 18 μm BN hücre sınırı kalınlığına sahip Si_3N_4 fibröz monolit, kritik strese ulaştıktan sonra bile tamamen kırılmamıştır (Şekil 1.25(b)). Artan hücre sınırı kalınlıklarında kademeli kırıklar daha da etkili hale gelmektedir. Hücre sınırı kalınlığı 37 μm'ye ulaştığında, malzeme gevrek olmayan bir şekilde kırılmıştır (Şekil 1.25(c)). Bu da, hücre sınırlarında aktif çatlak etkileşimlerini

işaret etmektedir. Şekil 1.25'de kaydedilen maksimum gerilim, malzemenin eğilme mukavemetine karşılık gelir. Fibröz monolitlerin mukavemetinin hücre sınırı kalınlığına göre değişimi Şekil 1.26'da gösterilmiştir. Beklendiği gibi, fibröz monolitlerin mukavemeti monolitik Si_3N_4'ünkinden daha düşüktür ve hücre sınırı kalınlığının artmasıyla sürekli olarak azalmaktadır. Eğilme mukavemetindeki bu azalma, hücre sınırlarında mevcut olabilecek kusur boyutundaki artıştan kaynaklanmıştır. Bununla birlikte, mukavemet hücre sınırı kalınlığına karşı çok hassas değildir; çünkü büyük olasılıkla kırılmadan sorumlu kritik kusurların büyüklüğü, hücre sınırı kalınlığına güçlü bir şekilde bağlı değildir [66].

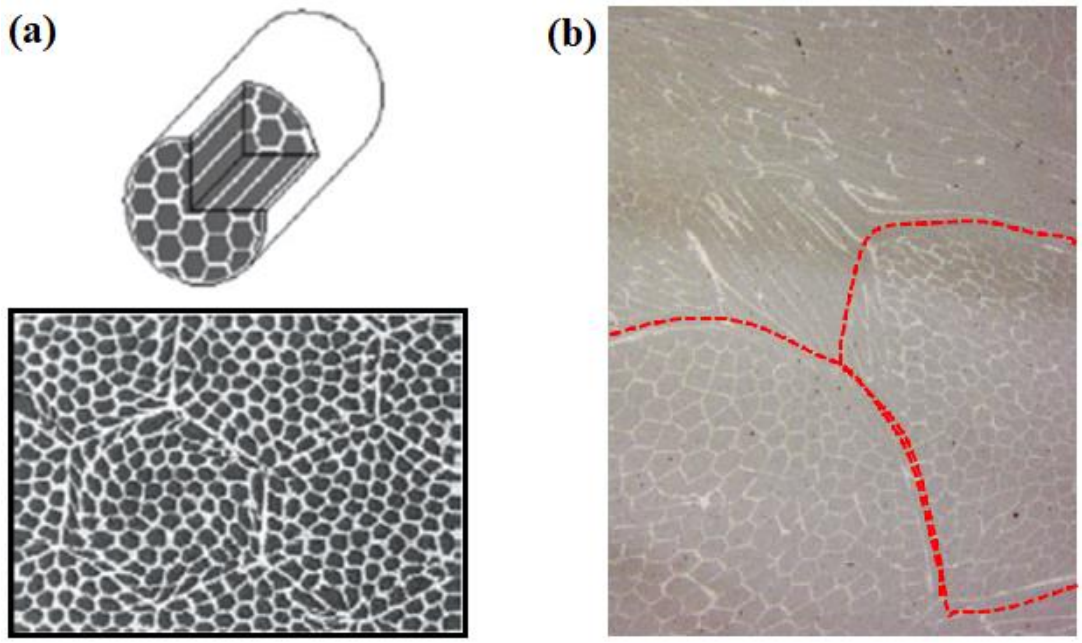


Şekil 1.25. *(A) Monolitik, (B) 18 µm, (C) 37 µm hücre sınırı kalınlığına sahip numunelerin eğilme tepkisi [66]*



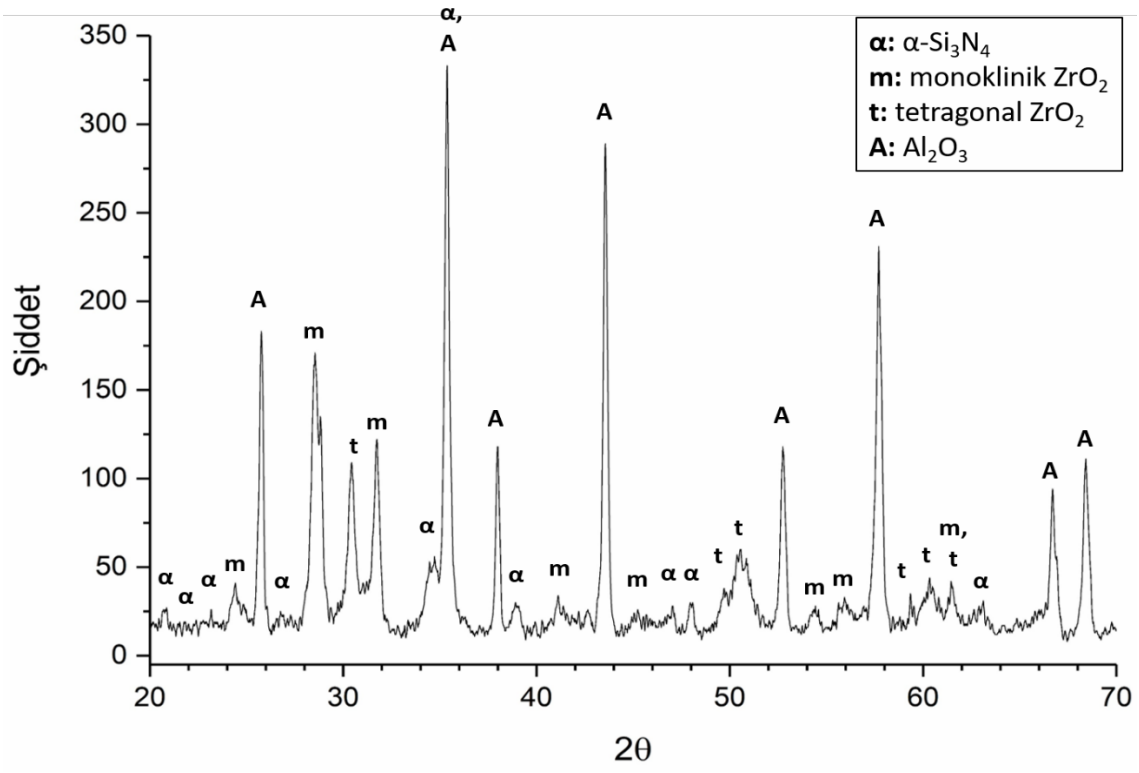
Şekil 1.26. *Eğilme mukavemetinin hücre sınırı kalınlığına göre değişimi [66]*

Fibröz monolit seramiklerin ticari olarak kullanılan örneklerinden birisi Kyocera firmasına ait CF1 kodlu kesici uçtur [23]. Bu kesici ucun Şekil 1.19'da gösterilen "ortak ekstrüzyon yöntemiyle mikro üretim" tekniğiyle üretildiği hem üreticinin katalogda verdiği şematik gösterimden (Şekil 1.27(a)) hem de kesici ucun kesitinden alınan optik mikroskop görüntüsünden (Şekil 1.27(b)) açıkça anlaşılmaktadır.

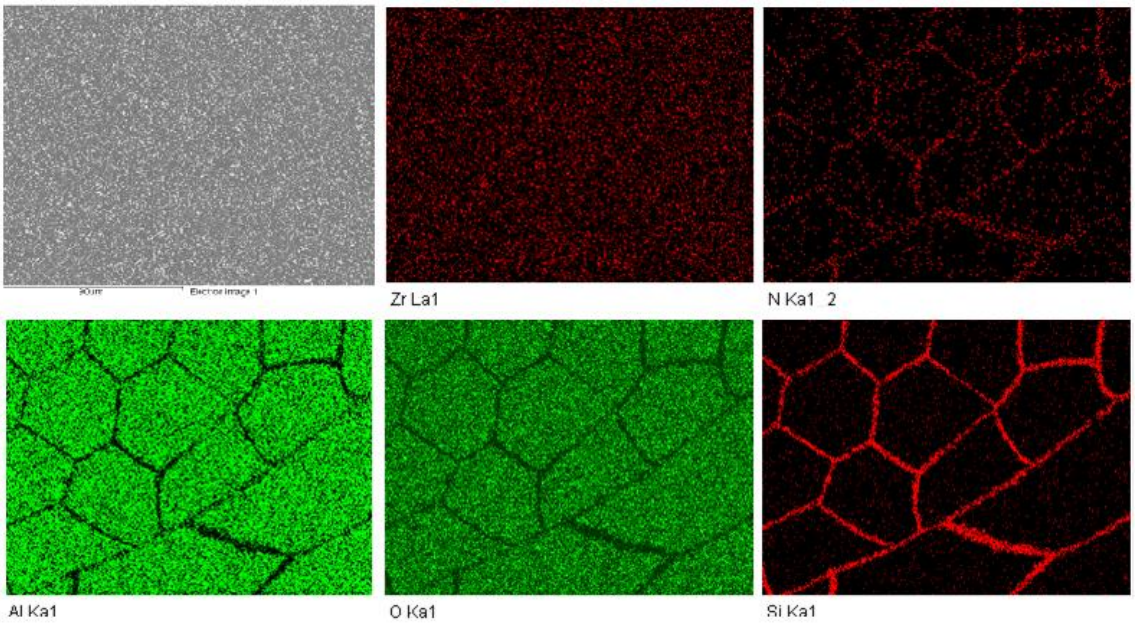


Şekil 1.27. *CF1 kodlu fibröz monolit kesici uca ait (a) katalogda yer alan şematik gösterimi, (b) kesit optik mikroskop görüntüsü. Kırmızı çizgiyle gösterilen hücreler ikincil filamenti temsil etmektedir [23].*

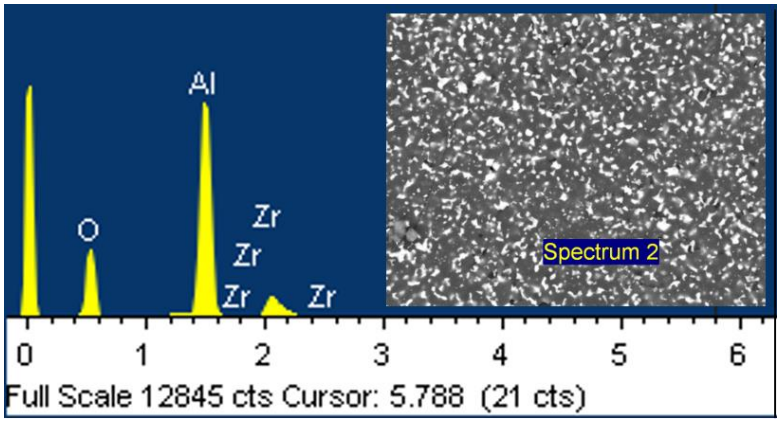
Fibröz monolit kesici uca yapılan XRD analizi Şekil 1.28'de verilmiştir. Buna göre kesici uçta hem tetragonal hem de monoklinik fazda bulunan ZrO_2'ye ek olarak α-Al_2O_3 ve α-Si_3N_4 bulunmaktadır. Kesici ucun kesiti parlatılarak SEM ile görüntü ve kimyasal analiz gerçekleştirilmiştir. EDX haritalama tekniği ile yapılan incelemede hücre sınırlarının Si_3N_4, hücrelerin ise Al_2O_3'den oluştuğu görülmektedir. ZrO_2 ise hem hücre içerisinde hem de hücre sınırlarında mevcuttur (Şekil 1.29). Numuneye yapılan EDX analizi de bu verileri doğrular niteliktedir (Şekil 1.30). Şekil 1.29'da verilen EDX elementel haritalarına göre hücre boyutu yaklaşık olarak 50-60 μm iken, hücre sınırı kalınlığı yaklaşık olarak 2-3 mikrondur.



Şekil 1.28. *CF1 kodlu fibröz monolit kesici uca ait XRD paterni*

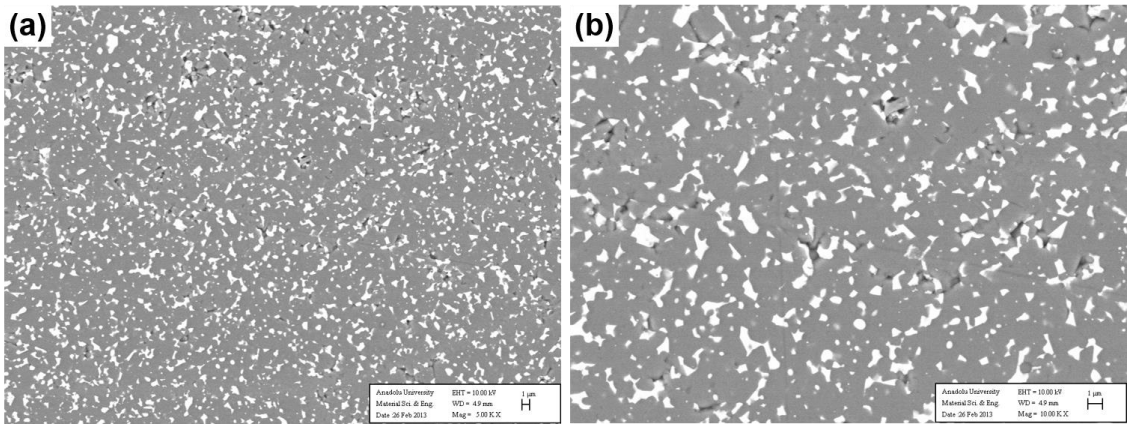


Şekil 1.29. *CF1 kodlu kesici ucun kesitine ait EDX elementel haritaları*



Şekil 1.30. *CF1 kodlu fibröz monolit kesici ucun hücre içerisinden alınan EDX analizi sonucu*

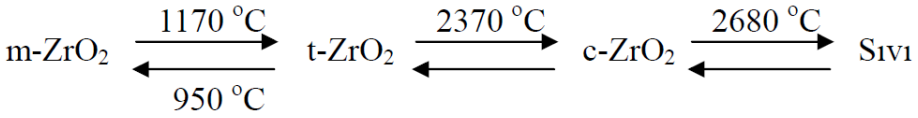
Fibröz monolit kesici ucun hücre içerisinden alınan BSE–SEM görüntüleri Şekil 1.31'de verilmiştir. Burada beyaz renkli taneler ZrO_2 fazını, koyu renkli taneler ise Al_2O_3 fazını temsil etmektedir. 5000x büyütmede alınan BSE–SEM görüntüsüne (Şekil 1.31(a)) ImageJ görüntü analizi programı ile yapılan analizde, görüntüdeki alanın %81,2'sinin Al_2O_3, %17,5'inin ZrO_2, %1,3'ünün gözenek olduğu tespit edilmiştir. Görüntüde gözenek olarak görünen yerlerin parlatma sırasında oluşan tane çıkmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.



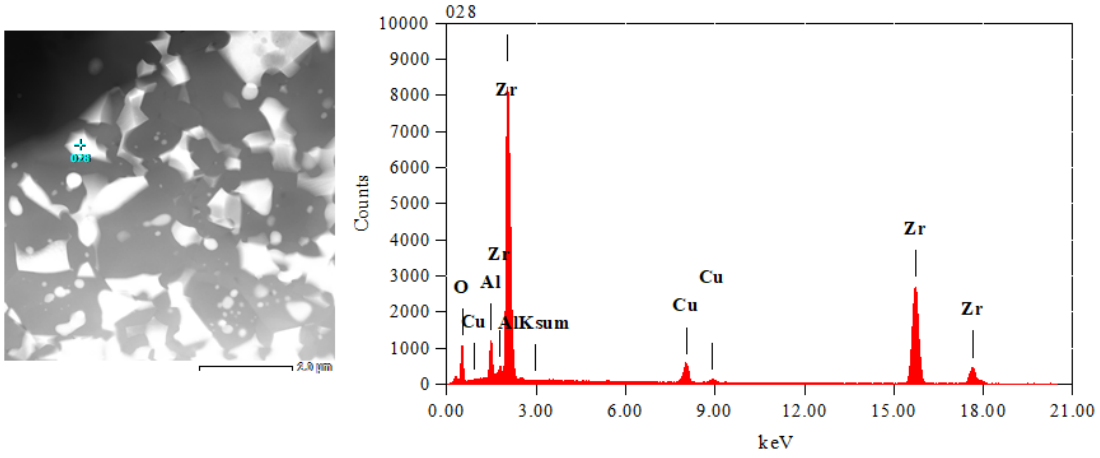
Şekil 1.31. *CF1 kodlu fibröz monolit kesici ucun hücre içerisinden alınan (a) 5kx büyütme, (b) 10kx büyütme BSE-SEM görüntüleri*

Kesici ucun daha detaylı karakterizasyonu ve kullanılan başlangıç tozları ile üretim yönteminin anlaşılabilmesi için geçirimli elektron mikroskobu (TEM) tekniğinden faydalanılmıştır. Şekil 1.28'de verilen XRD paternine göre malzemede hem monoklinik (m) hem de tetragonal (t) ZrO_2 bulunmaktadır. ZrO_2, hem ısıtma hem de soğutma sırasında faz dönüşümüne uğramaktadır (Şekil 1.32). m-ZrO_2 üretim sıcaklığına

çıkıldığında t-ZrO_2'ye dönüşür. Tersi olarak üretim sıcaklığından oda sıcaklığına soğuma sırasında t-m dönüşümü yaklaşık 950°C'de %3-5 hacim artışı ile meydana gelmektedir. Sistemde stabilize edici oksitler yoksa oda sıcaklığında t-ZrO_2 bulunmaması beklenir [69, 70]. Bu durumun araştırılması için ZrO_2 tanelerine TEM'de EDX analizi yapılmıştır (Şekil 1.33). Burada Cu numune tutucudan gelmektedir. Al'nin ise numune kalınlığı homojen olmadığından iki boyutta üstten bakıldığında görülemeyen, ancak üçüncü boyutta gerçekte analiz edilen tanenin altında kalan bir başka Al_2O_3 tanesinden gelmiş olma ihtimali oldukça yüksektir. EDX spektrumunda herhangi bir stabilize edici oksite rastlanmamış olması, başlangıç tozu olarak yüksek saflıkta monoklinik ZrO_2 tozu kullanıldığını göstermektedir. Başlangıç m-ZrO_2 toz boyutu ise Şekil 1.31'deki BSE – SEM görüntüsünden de anlaşıldığı üzere oldukça incedir (<0,5 µm). Oda sıcaklığında sistemde t-ZrO_2 bulunmasının nedeni hızlı soğutma ve/veya başlangıç m-ZrO_2 tane boyutunun oldukça ince olması olabilir [71].



Şekil 1.32. *Sıcaklığa bağlı olarak zirkonyada meydana gelen faz dönüşümleri [69]*



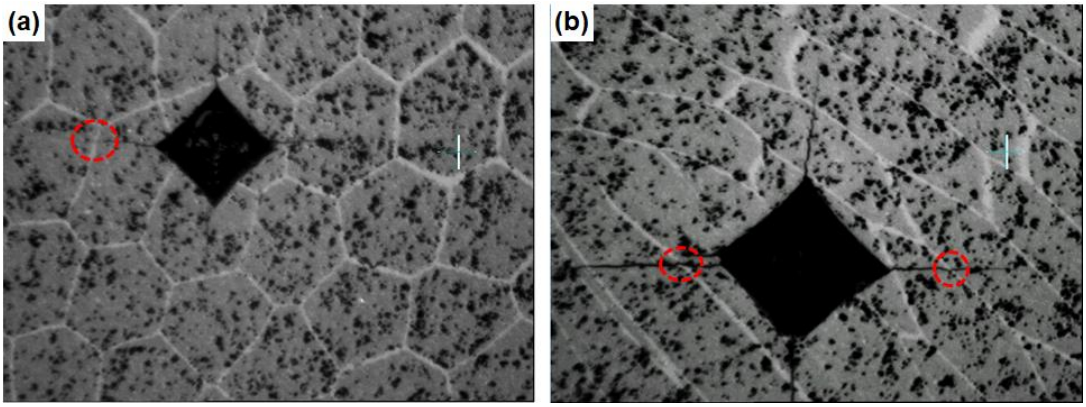
Şekil 1.33. *ZrO_2 tanesine yapılan TEM-EDX analizi sonuçları*

Fibröz monolit seramiklerde çatlağın saptırılarak zayıf hücre sınırı boyunca ilerlediği bilinmektedir [55-57]. Şekil 1.34'te fibröz monolit kesici ucun parlatılmış kesitine farklı yüklerde uygulan Vickers indentinin bıraktığı izler ve oluşan çatlaklar görülmektedir. 5 kg yük altında oluşan indent izi ve çatlak uzunluğu 10 kg yük altında oluşanlardan daha küçüktür. Şekil 1.34(a)'da kırmızı daire ile gösterilen bölgede çatlak

hücre sınırına geldiğinde hapsedilerek ilerlemesi durdurulmuştur. Şekil 1.34(b)'de kırmızı dairelerle gösterilen bölgelerde ise çatlağın hücre sınırı ile etkileşime girerek saptırıldığı görülmüştür. Tablo 1.9'da CF1 kodlu fibröz monolit kesici ucun ölçülen sertlik ve kırılma tokluğu değerleri verilmiştir.

Tablo 1.9. *CF1 kodlu kesici ucun ölçülen sertlik ve kırılma tokluğu değerleri*

Numune tanımı	Sertlik (GPa)	Kırılma Tokluğu ($MPam^{1/2}$)
CF1	17,33 ± 0.12	6.03 ± 0.17



Şekil 1.34. *Fibröz monolit kesici ucun parlatılmış kesitine Vickers indent ucu ile (a) 5 kg, (b) 10 kg yük uygulandığında oluşan indent izleri ve çatlak ilerlemesi*

1.3. Materyal ve Yöntem

1.3.1. Kullanılan hammaddeler

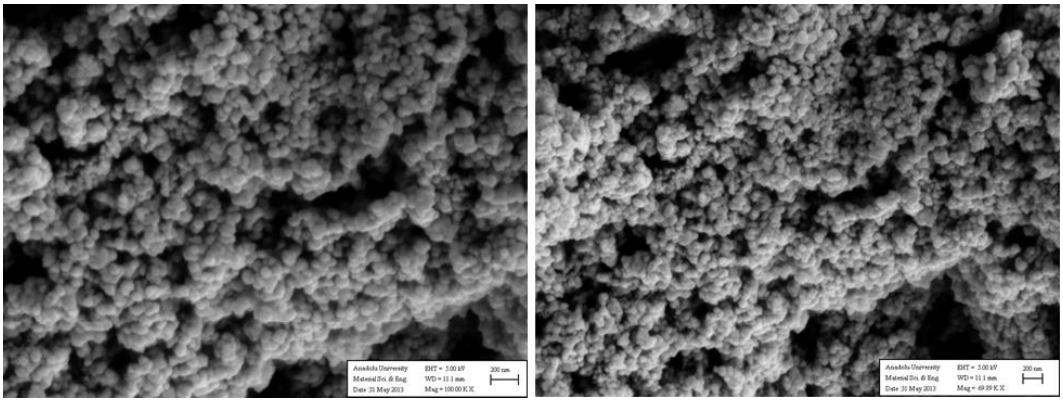
Bu tez kapsamında, yukarıda karakterizasyonu verilen CF1 kodlu kesici uçtan esinlenilerek bu kesici ucun üretim yöntemine kıyasla daha az maliyetli, daha kolay ve seri üretime uygun yöntemlerle yeni tip seramik kesici ucun üretilebilirliği araştırılmıştır. Bu kapsamda, CF1 kodlu kesici ucun detaylı karakterizasyonu ile belirlenen özellikleri taşıyan Al_2O_3, ZrO_2 ve Si_3N_4 hammaddeleri yine CF1 kodlu kesici uçta kullanılan miktarlarda kullanılarak, CF1 kodlu kesici uca benzer içyapının elde edilebilmesi için proses geliştirilmesine yoğunlaşılmıştır.

Deneysel çalışmalarda kullanılan hammaddeler ve tedarikçi firma tarafından sağlanan spesifikasyonları Tablo 1.10'da verilmiştir.

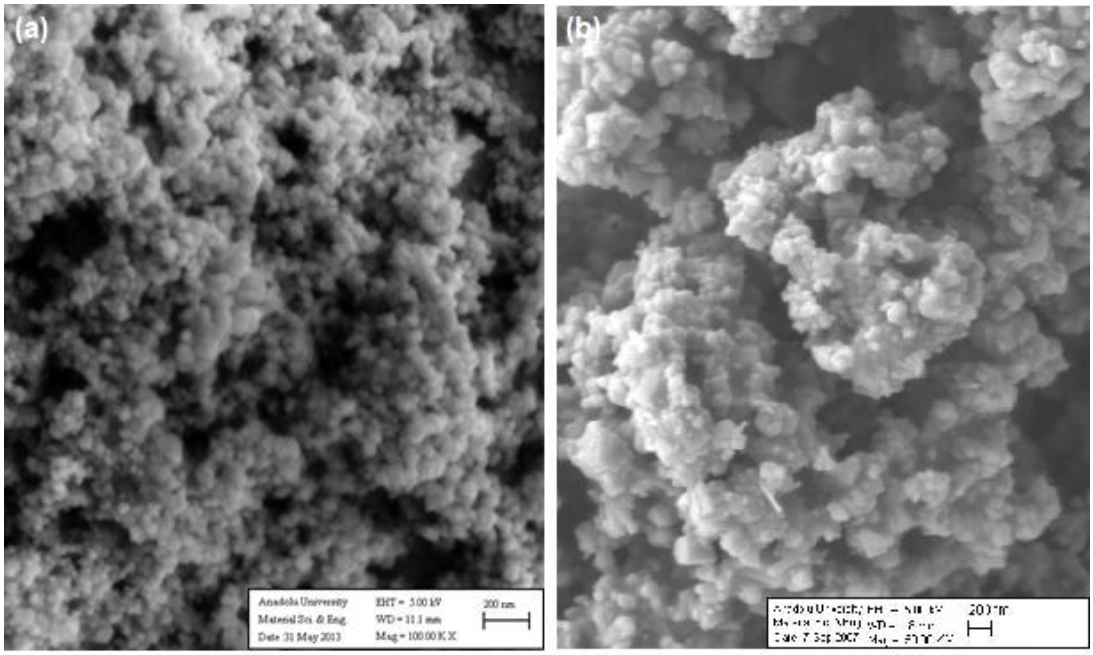
Tablo 1.10. *Kullanılan hammaddeler ve tedarikçi tarafından sağlanan spesifikasyonları*

Hammadde	Kalite	Üretici Firma	İçerdiği Safsızlıklar (ppm)	Yüzey Alanı (m^2/g)	Tane Boyutu d_{50} (µm)
Al_2O_3	AHPA-0.5	SASOL, ABD	5 Na, 15 Si, 10 Fe, 5 Ca, 5 Mg, 2 Zn, 2 Zr	8	0.3
ZrO_2	40R-0801	INFRAMAT, ABD	100 Fe, 200 Al, 1000 Na, 1000 Si	12	0.58
Si_3N_4	SN-E10	UBE, Japonya	10 Fe, 1 Al, 100 Cl, 14000 O	10	0.55
Si_3N_4	Grade C	Plasma & Ceramic Technologies Ltd., Litvanya	10 Fe, 250 Cl, 12500 O	80	0.03

Şekil 1.35'de ZrO_2 tozunun SEM ile ikincil elektron (SE) modunda farklı büyütmelerde alınmış görüntüleri görülmektedir. Lazer difraksiyon yöntemiyle tane boyutu 0,58 µm ölçülmesine rağmen, SEM görüntüsünde birincil tane boyutunun daha düşük olduğu görülmektedir. Nano boyutlu partiküller artan yüzey alanından dolayı topaklaşmaya çok yatkın oldukları için [72] lazer difraksiyon yöntemi nano boyutlu tozların tane boyut ölçümünde çok güvenilir bir kaynak değildir [73]. Şekil 1.36'da ise Grade C Si_3N_4 tozu ile SN-E10 Si_3N_4 tozunun ikincil elektron modunda alınmış kıyaslamalı SEM görüntüleri verilmiştir.



Şekil 1.35. *ZrO_2 tozunun SE modunda alınmış SEM görüntüleri*



Şekil 1.36. *(a) Grade C, (b) SN-E10 Si_3N_4 tozlarının ikincil elektron modunda alınmış SEM görüntüleri*

1.3.2. Toz hazırlama

1.3.2.1. *Al_2O_3–ZrO_2 granül üretimi*

Al_2O_3–ZrO_2 granüllerin hazırlanması için sulu sistem kullanılmıştır. Hacimce %17,5 ZrO_2 içerecek ve ağırlıkça %62,5 katı oranına sahip olacak şekilde hazırlanan seramik çamur, 4 lt hacimli atritör değirmende katı bazında ağırlıkça %0,4 dağıtıcı (TMAOH) ilavesiyle 600 dev/dk hızda 2 saat süreyle öğütülmüştür. Değirmende 2000 g Si_3N_4 esaslı bilye kullanılmıştır. Karıştırma sonrası değirmendeki çamur peristaltik pompa vasıtasıyla çekilerek 25 μm'lik elekten geçirilip pervaneli karıştırıcıya alınmıştır. Pervaneli karıştırıcıda ağ. %1 plastikleştirici (Primal B60, Rohm & Haas, İtalya), ağ. %1 bağlayıcı (PEG 4000, Clariant Produkte GmbH, Almanya), ağ. %1 yağlayıcı (Zuzoplast wem, Zschimmer & Schwarz, Almanya) ilaveleri yapılmıştır.

Hazırlanan çamurun granül hale getirilmesi, 1 m çapında ve 2 m yüksekliğinde Nubilosa LTC-2 model bir püskürtmeli kurutucu ile yapılmıştır. Peristaltik pompa vasıtasıyla 32 dev/dk hızla pompalanan çamur, 1,2 bar basıncında hava ile kurutucu içine püskürtülmüştür. Bileşimdeki bağlayıcı, plastikleştirici ve yağlayıcı malzemelerin yanmasını ve/veya sağladığı özelliklerini kaybetmesini engellemek amacıyla kurutucu çıkış sıcaklığı 130°C'nin altında tutulmuştur. Kurutucu giriş sıcaklığı ise 220°C olarak ayarlanmıştır. Üretilen granüllerin morfolojisi hem SEM'de SE modunda hem de stereo mikroskopta incelenmiştir.

1.3.2.2. *Si_3N_4–ZrO_2 kaplama tozunun üretimi*

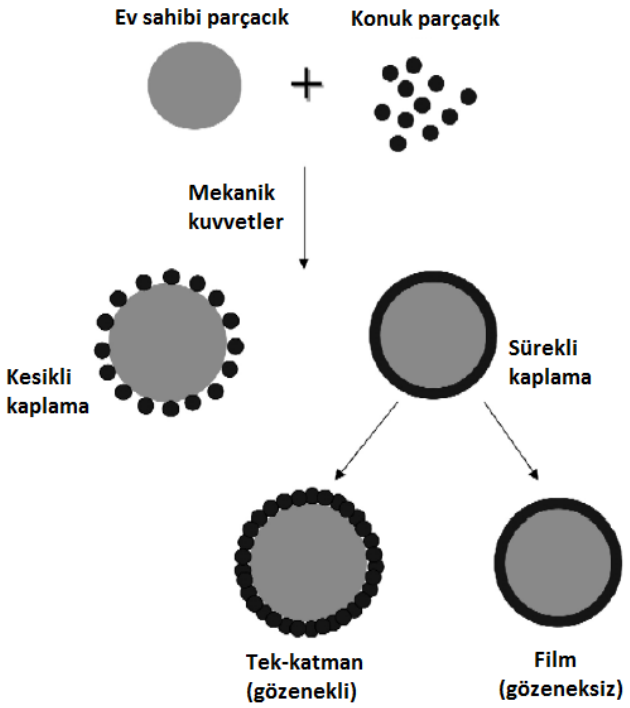
Hacimce %17,5 ZrO_2 içeren Si_3N_4–ZrO_2 toz karışımı, gerekli miktarda Si_3N_4 bilyelerle birlikte plastik bir kaba koyularak 24 saat süreyle bilyalı değirmende 80 dev/dk hızla karıştırılmıştır. Elde edilen toz karışımı titreşimli elek yardımıyla 300 μm'lik elekten geçirilerek fiziksel aglomerlerin elimine edilmesi sağlanmıştır.

Kuru karıştırma ile homojen bir toz karışımı elde edilemediği durumlarda ise yaş öğütme tekniği kullanılmıştır. Hacimce %17,5 ZrO_2 içeren Si_3N_4–ZrO_2 toz karışımı, izopropil alkol ortamında Si_3N_4 esaslı bilyeler kullanılarak eksenel değirmende (Fritsch-Pulverisette 6, Almanya) 300 dev/dk hızla 30-60 dk süreyle karıştırılmıştır. Karıştırma sonrası elde edilen çamur, alkolü uzaklaştırmak amacıyla sıcaklık ve dönme hızı kontrol edilebilen bir döner kurutucuda (Heidolph-HeiVAP, Almanya) kurutulmuştur. Dönme hızı 60 dev/dk, su sıcaklığı ise 55°C'de sabit tutulmuştur. Kurutulan tozlar 300 mikronluk elekten geçirilmiştir.

Kaplama tozunun homojen karışımı için yaş ortamda yapılan karıştırma denemelerinde kullanılan bir diğer yöntem dondurarak kurutmadır. Hacimce %17,5 ZrO_2 içeren Si_3N_4–ZrO_2 toz karışımı, sulu ortamda Si_3N_4 esaslı bilyeler kullanılarak eksenel değirmende 300 dev/dk hızla 90 dk süreyle karıştırılmıştır. Elde edilen seramik çamurun içerisindeki su, dondurarak kurutma (Labconco-FreeZone 6, ABD) yöntemiyle uzaklaştırılmış ve böylelikle kaplama tozu elde edilmiştir.

1.3.2.3. *Kuru ortamda yapılan granül kaplama denemeleri*

Kuru ortamda yapılan granül kaplama denemelerinin çalışma prensibi Şekil 1.37'de şematik olarak gösterilmiştir. Buna göre mikron altı boyuttaki konuk parçacıklar daha büyük boyuttaki ev sahibi parçacıkların yüzeyine kaplanırlar. Uygulanan mekanik kuvvetlerin etkisiyle burada, yaş kaplamanın aksine, konuk parçacıklar ev sahibi parçacıklarla yakın temas halindedir. Konuk parçacıkların boyutları çok küçük olduğu için van der Waals etkileşimleri, konuk parçacıkların ev sahibi parçacıkların yüzeyine tutunmasını sağlayacak kadar güçlüdür. Dolayısıyla konuk parçacıkların kesikli ya da sürekli olarak kaplanması bazı proses koşullarına (süre, konuk parçacıkların ev sahibi parçacıklarına olan kütle fraksiyonu ve parçacık özellikleri) bağlı olarak mümkündür [74].



Şekil 1.37. *Kuru parçacık kaplama yönteminin şematik gösterimi*

1.3.2.3.1. *Bilyalı değirmen ile yapılan granül kaplama denemeleri*

Al_2O_3–ZrO_2 granüllerinin kaplanması için kuru ortamda yapılan denemelerde iki farklı yöntem kullanılmıştır. Bunların ilki bilyalı değirmen kullanılarak yapılan denemelerdir. Bilyalı değirmen ile yapılan granül kaplama denemelerinde optimum proses parametrelerinin belirlenmesi için yapılan ilk deneylerde ticari bir ürün olan ve ağ. %10 ZrO_2 içeren SN 80 (CeramTec GmbH, Almanya) Al_2O_3–ZrO_2 granülleri kullanılmıştır. Optimum koşullar belirlendikten sonra yapılan deneylerde üretilen Al_2O_3–ZrO_2 granülleri kullanılmıştır. Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ile hacimce %10-20 arasında değişen miktarlarda kaplama tozu plastik bir şişeye koyularak 24 saat süreyle bilyalı değirmen içerisinde 80 dev/dk hızla karıştırılmıştır. Elde edilen toz, 150 µm'lik elekten geçirilerek karıştırma sırasında oluşabilecek büyük boyutlu fiziksel aglomerlerden arındırılmıştır. Bazı denemelerde granüllerin etrafının nemlendirilerek kaplama tozunun yüzeye daha kolay tutunmasını sağlamak amacıyla granüllerin üzerine ağ. %2 olacak şekilde parafin esaslı bir yağ (Oleol SR-1, İtalya) püskürtülmüştür. Yağlanan granüller kendi başlarına 1 saat süreyle bilyalı değirmende karıştırıldıktan sonra kaplama tozu ilave edilerek aynı prosedür uygulanmıştır.

1.3.2.3.2. *Şiddetli karıştırıcı ile yapılan granül kaplama denemeleri*

Kuru kaplama yönteminde konuk parçacıkların kohezif olması durumunda, bu parçacıklar kendi aralarında topaklar oluşturabilmektedirler [74]. Bu durumda efektif kaplamanın yapılabilmesi için topakların kırılması gerekmektedir. Şiddetli karıştırıcı (intensive mixer) yüksek hızlarda dönen şaftı sayesinde bu topakları kırabilmektedir.

Al_2O_3–ZrO_2 granüllerinin kaplanması için kullanılan kuru kaplama yöntemlerinden diğeri şiddetli karıştırıcı (intensive mixer) (Eirich-RV01, Almanya) kullanılarak yapılan denemelerdir. Şiddetli karıştırıcı, alt tabla ve üst karıştırıcı olmak üzere iki bölümden oluşmaktadır. Şekil 1.38'de şiddetli karıştırıcının bölümleri ile su ilave yeri gösterilmiştir.



Şekil 1.38. *Şiddetli karıştırıcı alt tabla ve üst karıştırıcı ile su ilave yerinin gösterimi*

Şiddetli karıştırıcı ile yapılan granül kaplama denemelerinde optimum proses parametrelerinin belirlenmesi için yapılan ilk deneylerde ticari bir ürün olan SL500 (CeramTec GmbH, Almanya) Si_3N_4 granülleri kullanılmıştır. Optimum koşullar belirlendikten sonra yapılan deneylerde, üretilen Al_2O_3–ZrO_2 granülleri kullanılmıştır. Kaplanacak granüller alt tabla içerisine yüklendikten sonra alt tabla 80 dev/dk hızla, üst karıştırıcı ise 1000 dev/dk hızla 5 dakika süreyle döndürülmüştür. Bu esnada granüllerin etrafının nemlendirilerek kaplama tozunun granüllerin yüzeyine tutunmasının

kolaylaştırılması ve böylece kaplama etkinliğinin arttırılması amacıyla, granül miktarının ağ. %5-10'u kadar su, içerisinde ağırlıkça %10 PEG (polietilen glikol) içerecek şekilde, üst kısımdaki açıklıktan granüllerin üzerine püskürtülmüştür. Granüllerin yüzeyleri nemlendirildikten sonra kaplanacak toz, hacimce %10-15 aralığında olacak şekilde alt tablaya ilave edilerek üst karıştırıcı ve alt tabla en düşük dönme hızları olan, sırasıyla 215 dev/dk ve 40 dev/dk hızla 2 dakika süreyle döndürülerek ön karıştırma işlemi yapılmıştır. Daha sonra alt tablanın dönme hızı 80 dev/dk olacak şekilde ayarlanarak farklı üst karıştırıcı hızlarında ve farklı sürelerde karıştırma denemeleri yapılmıştır. Bu sırada başlangıçtakiyle aynı miktarda su, aynı şekilde sisteme ilave edilmiştir.

1.3.2.4. *Yaş ortamda yapılan granül kaplama denemeleri*

1.3.2.4.1. *Şiddetli karıştırıcı ile yapılan granül kaplama denemeleri*

Yaş ortamda yapılan denemelerde iki farklı yöntem kullanılmıştır. Bunların ilkinde şiddetli karıştırıcıda karıştırma sırasında granüllerin üzerine su yerine kaplanacak toz karışımından hazırlanan seramik çamur püskürtülmüştür. Katı oranı hacimce %11-25 arasında değişen ve hacimce %17,5 ZrO_2 içeren Si_3N_4–ZrO_2 seramik çamuru, çamur içerisindeki su miktarının ağ. %5'i kadar PEG 4000 ve katı bazında ağ. %0,4 dağıtıcı ilavesiyle eksenel değirmende 300 dev/dk dönme hızında 60 dk süreyle karıştırılmıştır. Hazırlanan çamur daha sonra karıştırma sırasında granüllerin üzerine püskürtülerek kaplama işlemi gerçekleştirilmiştir.

1.3.2.4.2. *Dondurarak kurutma yöntemi ile yapılan granül kaplama denemeleri*

Yaş ortamda yapılan denemelerde kullanılan diğer yöntem ise kaplanacak toz karışımından hazırlanan seramik çamur içerisine granüllerin ilavesiyle tamamen sulu bir sistem oluşturulmasıdır. Kaplanacak tozu ve granülleri içeren bu çamur içerisindeki su, dondurarak kurutma yöntemiyle uzaklaştırılarak seramik kompozit toz elde edilmiştir. Hacimce %17,5 ZrO_2 içeren Si_3N_4–ZrO_2 seramik çamuru, katı bazında ağ. %0,4 dağıtıcı ilavesiyle eksenel değirmende 300 dev/dk dönme hızında 60 dk süreyle karıştırılmıştır. Çamur içerisindeki su miktarı, nihai (granül ilave edilmiş) seramik çamurunun katı oranı hacimce %30 olacak şekilde ayarlanmıştır. Elde edilen seramik çamura su miktarının ağ. %20'si kadar PEG 4000 ilave edilerek pervaneli karıştırıcıda 5 dk süreyle karıştırılmıştır. Daha sonra hacimce %90-95 olacak şekilde Al_2O_3–ZrO_2 granülü çamur içerisine ilave edildikten sonra 5 dk süreyle pervaneli karıştırıcıda karıştırmaya devam edilmiştir. Elde

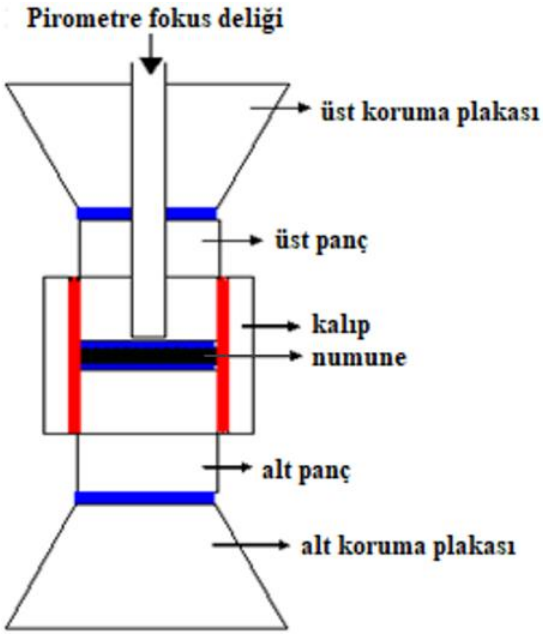
edilen nihai çamur bir pastör pipetiyle sıvı nitrojen içerisine damlatılarak çamurun donmasıyla katı damlacıklar oluşturulmuştur. Oluşan katı damlacıkların içerisindeki su, süblimleşme yoluyla ayrılarak, dondurarak kurutma (Labconco-FreeZone 6, ABD) yöntemiyle sistemden uzaklaştırılmış ve böylelikle seramik kompozit tozu elde edilmiştir.

1.3.3. Sinterleme

Elde edilen tozlar, 550°C'de hava ortamında 1 saat bağlayıcı uzaklaştırma işlemine tabi tutulduktan sonra Spark Plazma Sinterleme (SPS) (FCT-HP D 25/1, Almanya) tekniğiyle sinterlenerek kompozit üretimi gerçekleştirilmiştir. Tozlar, elde edilmek istenen numune kalınlıklarına göre 4,5 ya da 9,5 gram olacak şekilde tartılarak 20 mm çapındaki silindirik grafit kalıba koyulmuştur. Kullanılan kalıp sisteminde ısı kaybını minimize etmek için grafit kalıbın dışına grafit battaniye sarılmıştır. Ayrıca numunenin kalıp duvarlarına ve pançlara yapışmasını önlemek için grafit kağıt kullanılmıştır. Öncelikle kalıba yerleştirilen alt pançüzerine 2 kat grafit kağıt yerleştirilmiş, daha sonra sırasıyla; tartılan toz, 2 kat grafit kağıt ve üst pançyerleştirilmiştir. Hazırlanan kalıp, tek eksenli hidrolik el presi ile 10 MPa basınç uygulanarak sıkıştırılmıştır. Sıkıştırılmış tozları içeren kalıp daha sonra Tablo 1.11'da verilen parametrelere göre sinterlenmek üzere SPS cihazına yerleştirilmiştir. Şekil 1.39'da hazırlanan kalıp sisteminin şematik gösterimi verilmiştir.

Tablo 1.11. *SPS ile sinterlemede kullanılan parametreler*

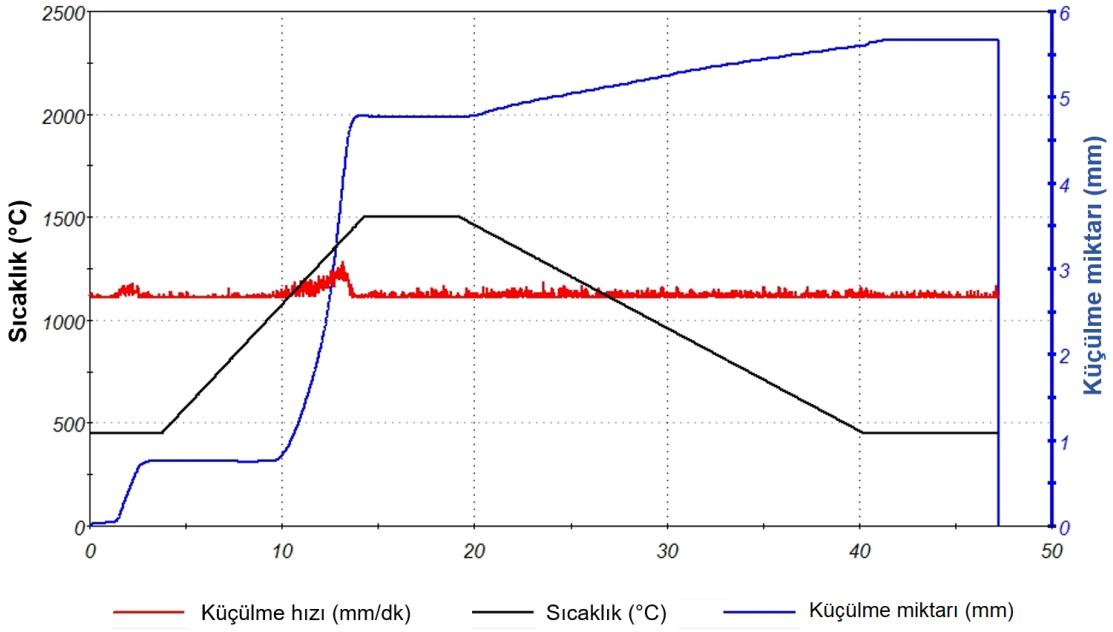
Parametre	**Değer**
Basınç (MPa)	30
Isıtma / Soğutma Hızı (°C/dk)	100 / 50
Maksimum Sıcaklık (°C)	1500
Bekleme Süresi (dk)	5
Atım süresi (ms : ms)	12 : 2
Atmosfer	Vakum (1 kPa)



Şekil 1.39. *SPS'te kullanılan kalıp sisteminin şematik gösterimi*

Sinterleme sıcaklığı, elde edilen küçülme datası esas alınarak (Şekil 1.40) 1500°C olarak belirlenmiştir. Isıtma hızı 100°C/dk olacak şekilde ayarlanmış ve sinterleme sıcaklığında 5 dk süreyle beklenmiştir. Ani soğumalarda kompozitlerin ısıl genleşme katsayısı farkından kaynaklanacak çatlamaları önlemek için 50°C/dk hızla kontrollü soğutma yapılmıştır. Spark plazma sinterleme işlemi sırasında sıcaklık ölçümü, grafit kalıp yüzeyindeki küçük delik üstüne odaklanan bir optik pirometre vasıtasıyla gerçekleştirilmiştir. Soğuma adımı da dahil olmak üzere sinterleme işleminin başından sonuna kadar metal pistonlar yardımıyla 30 MPa'lık tek yönlü basınç uygulanmıştır. Sinterleme esnasında küçülme miktarı, küçülme hızı, pirometrenin okuduğu sıcaklık ve basınç gibi parametreler takip edilmiştir. Burada önemli olan küçülme eğrisidir. Küçülmenin tamamlanması, numunede yoğunlaşmanın tamamlandığını ve dolayısıyla ürünün tam yoğunluğa ulaştığını göstermektedir. Şekil 1.40'da deneyler sırasında kayıt edilen küçülme, küçülme hızı ve sıcaklık gibi veriler ve değişimleri temsili olarak gösterilmektedir.

Numunelerin SPS metoduyla üretilmesinden sonra yapılacak olan deneylerde, kolaylık sağlaması için, bazı kodlamalar kullanılmıştır. Bu kodlamalar Tablo 1.12'de verilmiştir. Örneğin AlZr – %10 ubeZr kodlaması, Al_2O_3 – hacimce %17,5 ZrO_2 granülünün hacimce %10 oranında UBE SN-E10 Si_3N_4 – hacimce %17,5 ZrO_2 kaplama tozu ile kaplandığını ifade etmektedir. Numune kodlamalarında kullanılan tüm yüzdeler hacimcedir.



Şekil 1.40. *SPS ile sinterleme sırasında kayıt edilen parametrelerin değişimini gösteren grafik*

Tablo 1.12. *Numunelerde kullanılan kodlama sistemi ve açıklaması*

Kod	Kompozisyon
AlZr	Al_2O_3 – hacimce %17,5 ZrO_2 granülü
nanoSN	Nano boyutlu Grade C Si_3N_4 kaplama tozu
nanoZr	Nano boyutlu Grade C Si_3N_4 – hacimce %17,5 ZrO_2 kaplama tozu
ube	UBE SN-E10 Si_3N_4 kaplama tozu
ubeZr	UBE SN-E10 Si_3N_4 – hacimce %17,5 ZrO_2 kaplama tozu

1.3.4. Üretilen numunelerin karakterizasyonu

1.3.4.1. *Yoğunluk ölçümü*

Üretilen numunelerin yığınsal yoğunluğunun tespiti için Archimedes prensibinden yararlanılmıştır [75]. Bu yöntem, bir maddenin bir sıvı içindeki ağırlığının o maddenin kuru ağırlığı ile batmaya karşı gösterdiği direnç kuvvetinin farkına (ya da yer değiştiren sıvı miktarına) eşit olduğu ilkesine dayanmaktadır. Numuneler, gözeneklerin içerisinde kalan havanın uzaklaştırılması için saf su içerisinde 3 saat kaynatılıp askıda (W_1) ve yaş (W_2) ağırlıkları ölçülmüştür. Sonrasında gözeneklerdeki suyun tamamen uzaklaştırılması için önceden 100°C'ye ayarlanmış olan etüvde 1 saat süreyle bekletildikten sonra kuru (W_3) ağırlıkları alınmıştır. Yığınsal yoğunluk (Y.Y.) (Eşitlik 1.2) ve %açık gözenek (A.G.) (Eşitlik 1.3) hesaplamaları aşağıda verilen eşitlikler kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

$$Y.Y.\ (g/cm^3) = \frac{W_3}{W_2 - W_1} \times \rho_{su} \quad (1.2)$$

$$A.G.\ (\%) = \frac{W_2 - W_3}{W_2 - W_1} \times 100 \quad (1.3)$$

Kompozitlerin teorik yoğunluklarının hesaplanmasında ise karışım kuralı kullanılmıştır (Eşitlik 1.4). Burada V hacim fraksiyonunu, ρ ise yoğunluk değerini temsil etmektedir.

$$\rho_{teorik} = (V_{ilave} \times \rho_{ilave}) + (V_{matris} \times \rho_{matris}) \quad (1.4)$$

1.3.4.2. *Faz analizi*

Üretilen numunelerin faz analizlerinin tespitinde hedef metali bakır ($\lambda_{CuK\alpha}$=1,54 nm) olan bir X-ışınları kırınım (XRD) cihazı (Rigaku-Rint 2000, Japonya) kullanılmıştır. Sinterleme sonrası numuneler halkalı değirmende öğütülüp toz haline getirilmiş ve XRD analizi toz haline getirilmiş numunelerden alınmıştır. Elde edilen XRD paternleri JSPDS kartları ile karşılaştırılarak faz analizleri yapılmıştır.

1.3.4.3. *İçyapı analizi ve kaplama prosesinin etkinliği*

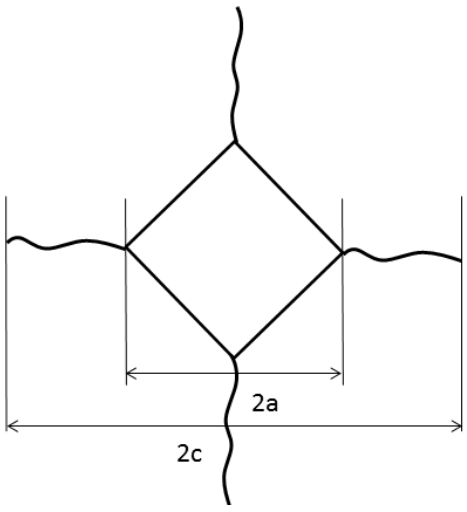
İçyapı analizi için sinterlenmiş numuneler hassas kesme cihazı (Struers-Secotom 1, Danimarka) ile kesilerek, yüzeylerinin parlatılması amacıyla sıcak kalıba alma işlemi gerçekleştirilmiştir. Kesilen numuneler, kesitleri yüzeye gelecek şekilde sıcak kalıplama cihazı (Struers-LaboPress 3, Danimarka) ile 180°C sıcaklık ve 20 kN yük uygulanarak bakalit kalıba alınmıştır. Kalıplama işleminden sonra numunelerin yüzeylerine otomatik parlatma cihazında (Struers-TegraPol 25, Danimarka) önce kaba, sonra ince parlatma işlemi uygulanmıştır. İnce parlatma işleminde sırasıyla 9, 6, 3 ve 1 μm elmas partikülleri içeren solüsyonlar ve bu solüsyonlara uygun parlatma diskleri kullanılmıştır. Yüzeyi parlatılmış numuneler analiz öncesinde iletken olmayan seramik malzemenin yüzey iletkenliği sağlamak ve dolayısıyla elektronların yüzeye şarj olmasını engellemek amacıyla iletkenliği yüksek olan altın-paladyum alaşımı ile vakum ortamında 18 saniye süreyle kaplanmıştır. İçyapı analizi ve kaplama prosesinin etkinliği taramalı elektron mikroskobunda (SEM) (Zeiss-Supra 50 VP, Almanya), atom ağırlığına bağlı olarak faz ayrımını sağlayan geri saçılımlı elektron (BSE) dedektörü kullanılarak yapılmıştır.

Numunelerin elementel analizleri için elektron mikroskobuna bağlı enerji saçılımlı X-ışını (EDX) (Oxford Instruments, İngiltere) cihazı kullanılmıştır. Kaplanan granüllerin yüzey morfolojisi ve sinterlenmiş numunelerin kırık yüzey topoğrafyası yine elektron mikroskobunda ikincil elektron (SE) görüntü modu kullanılarak incelenmiştir.

1.3.4.4. *Sertlik ve kırılma tokluğu ölçümü*

Kesit yüzeyleri parlatılmış olan numunelerin sertlikleri Vickers mikro-sertlik ölçme yöntemi (Emcotest-M1C 010, Avusturya) kullanılarak belirlenmiştir. Tepe açısı 136° olan kare piramit şeklindeki elmas uç, yüzeyi parlatılmış olan numuneye 5 kg yük ve 10 sn süre ile uygulanmıştır. Yük uygulandıktan sonra numune yüzeyinde oluşan izin şematik gösterimi Şekil 1.41'de verilmiştir. Güvenilir sonuçlar elde edilebilmesi için her numuneden en az 3 ölçüm alınarak ortalama değerler hesaplanmıştır. Sertlik değerleri aşağıda verilen Eşitlik 1.5 yardımıyla hesaplanmıştır [76]. Formülde HV sertliği (GPa), F uygulanan kuvveti (N), a ise oluşan izin köşegen uzunluğunun yarısını (μm) ifade etmektedir.

$$HV = \frac{0{,}47 \times F}{a^2} \tag{1.5}$$



Şekil 1.41. *Vickers sertlik ucunun numune yüzeyinde oluşturduğu iz ve çatlakların şematik gösterimi*

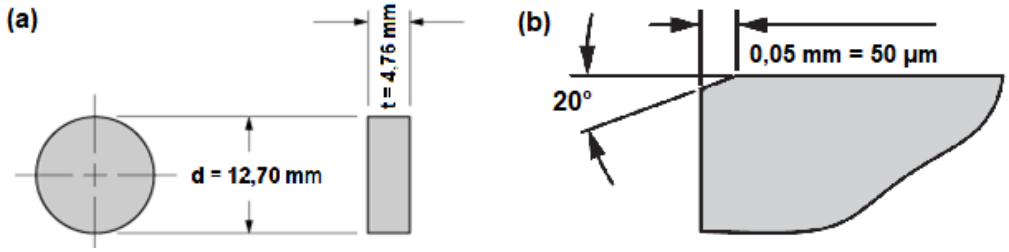
Numunelerin kırılma tokluğu değerleri, Vickers sertlik ucunun oluşturduğu çatlak uzunlukları optik mikroskopta ölçülerek, kırılgan malzemelerin kırılma tokluğunu hesaplamak için Niihara [77] tarafından geliştirilen Eşitlik 1.6 yardımıyla hesaplanmıştır.

Formülde K_{IC} kırılma tokluğunu (MPa.m$^{1/2}$), E Young modülü (MPa), HV sertliği (GPa), a oluşan izin köşegen uzunluğunun yarısını (µm), c ise çatlak uzunluğunu (µm) ifade etmektedir.

$$K_{IC} = 0{,}067 \times \left(\frac{E}{HV}\right)^{0,4} \times HV \times a^{0,5} \times \left(\frac{c}{a}\right)^{-1,5} \qquad (1.6)$$

1.3.5. Performans testleri

SPS ile 20 mm çapında ve 5 mm kalınlığında üretilen numuneler, ilgili ISO standardına göre [78] RNGN 120400 T00520 geometrisine taşlanmıştır. İlgili geometri Şekil 1.42'de gösterilmiştir. Elde edilen kesici uçların performans testleri yerel bir firmada, Inconel 718 malzemesinden üretilen bir uçak motoru parçasının CNC tezgahında farklı kesme koşullarında Al_2O_3–SiC_v kesici uca karşı dönüşümlü olarak işlenmesiyle yapılmıştır. Her bir kesim sonunda kesici uçlarda meydana gelen aşınmalar stereo mikroskop ile karakterize edilmiştir.



Şekil 1.42. *(a) Kesici ucun geometrisi, (b) pah açısı ve uzunluğu*

Üretilen ilk numuneler süperalaşımların yanında sıkılaştırılmış grafitli dökme demirin (CGI) ve küresel grafitli dökme demirin (GGG40) işlenmesinde de test edilmiştir. SPS ile üretildikten sonra Almanya'da bulunan CeramTec firmasına gönderilen numuneler, firma tarafından dökme demir işlemede kullanılan ilgili geometrilere taşlanarak farklı kesme koşullarında rakip malzemelere karşı test edilmiştir.

1.4. Sonuçlar ve Tartışma

1.4.1. Kuru ortamda yapılan granül kaplama denemeleri

1.4.1.1. *Bilyalı değirmen ile yapılan granül kaplama denemeleri*

1.4.1.1.1. *Yoğunluk*

Sinterleme sonrasında malzemelerin kesici uç olarak kullanılabilmesindeki ilk ve en önemli kriter, yoğunlaşma miktarıdır. Yapı içerisinde kalan boşluklar kesici ucun ani kırılmasına ya da hızlı bir aşınma süreci göstermesine yol açmaktadır.

Bilyalı değirmen ile yapılan ilk denemelerde proses parametrelerinin optimizasyonu için ticari SN 80 granülleri kullanılmıştır. Kaplama kalınlığını arttırmak için Oleol SR-1 yağı kullanılarak hem bilyalı değirmende farklı sürelerde hem de eksenel değirmende kuru ve yaş ortamda yapılan karıştırma denemelerinin yoğunluk sonuçları Tablo 1.13'de verilmiştir. Buna göre, hem nano boyutlu Si_3N_4 hem de UBE Si_3N_4 tozları için karıştırma süresinin yoğunlaşma davranışı üzerinde herhangi bir etkisi görülememiştir. Ayrıca, UBE Si_3N_4 tozu için karıştırma tipinin (bilyalı ya da eksenel) yoğunlaşma üzerinde herhangi bir etkisi bulunmamaktadır. Her ne kadar relatif yoğunluk %100 olmasa da ilerleyen bölümlerde verilen içyapı analizlerinde numunelerde herhangi bir gözeneğe rastlanmamıştır (Şekil 1.51). Relatif yoğunluktaki farklılıklar ölçüm hatalarından ve hesaplanan teorik yoğunluğun gerçektekiyle farklı olmasından kaynaklanabilmektedir.

Tablo 1.13. *Bilyalı değirmende farklı sürelerde ve eksenel değirmende farklı öğütme ortamlarında üretilen numunelerin yoğunluk sonuçları*

Numune tanımı	Yığınsal Yoğunluk (g/cm^3)	Teorik Yoğunluk (g/cm^3)	Relatif Yoğunluk (%)
SN80 – %15 ubeZr (yağ ile 1 saat karıştırma)	4,06	4,07	99,8
SN80 – %15 ubeZr (yağ ile 2 saat karıştırma)	4,06	4,07	99,8
SN80 – %15 nanoZr (yağ ile 1 saat karıştırma)	4,04	4,07	99,3
SN80 – %15 nanoZr (yağ ile 2 saat karıştırma)	4,03	4,07	99,0
SN80 – %15 ubeZr (kuru öğütme)	4,06	4,07	99,8
SN80 – %15 ubeZr (yaş öğütme)	4,07	4,07	100

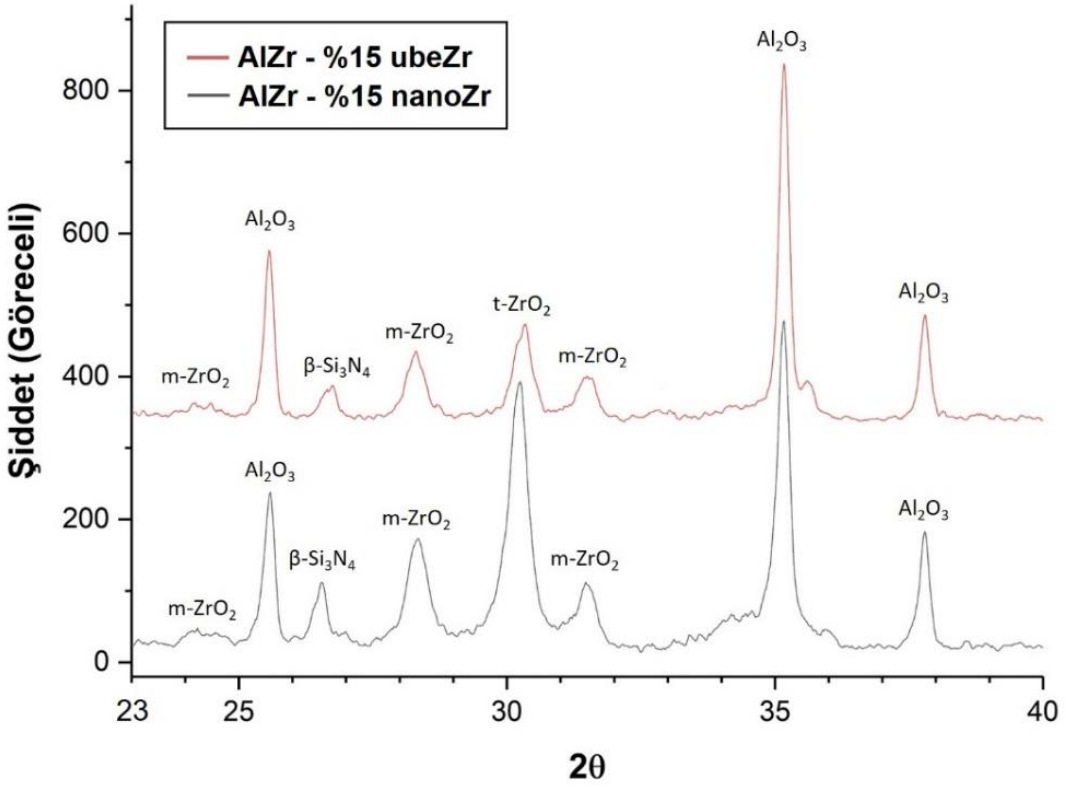
Üretilen Al_2O_3 – hacimce %17,5 ZrO_2 granülleri ile bilyalı değirmende yapılan granül kaplama denemelerinin yoğunluk sonuçları Tablo 1.14'de verilmiştir. Nano boyutlu Si_3N_4 tozu ile üretilen numune hariç diğer tüm numuneler tam yoğunluğa erişmişlerdir. Nano boyutlu Si_3N_4 tozu ile üretilen numunenin içyapısı SEM'de BSE modunda düşük büyütmede incelendiğinde numunede gözenek görülmemektedir (Şekil 1.55). Dolayısıyla relatif yoğunluktaki bu farklılık ölçüm hatasından kaynaklanabilmektedir. Eğer numunede düşük büyütmede görülemeyen ince gözenekler varsa da relatif yoğunluğu %0,5 aşağı çekmesi küçük bir ihtimaldir. Bu nedenle relatif yoğunluk için esas alınması gereken, içyapı analizinin sonucudur.

Tablo 1.14. *Üretilen Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ile yapılan denemelerin yoğunluk sonuçları*

Numune tanımı	Yığınsal Yoğunluk (g/cm^3)	Teorik Yoğunluk (g/cm^3)	Relatif Yoğunluk (%)
AlZr – %15 ubeZr	4,22	4,22	100
AlZr – %15 nanoZr	4,20	4,22	99,5
AlZr – %15 ubeZr (yağ ile 1 saat karıştırma)	4,22	4,22	100
AlZr – %15 nanoZr (yağ ile 1 saat karıştırma)	4,22	4,22	100

1.4.1.1.2. *Faz analizi*

Bilyalı değirmen ile hazırlanan AlZr–%15 ubeZr ve AlZr–%15 nano Zr numunelerine ait XRD paternleri Şekil 1.43'te verilmiştir. İki XRD paterni kıyaslandığında Al_2O_3 pik şiddetleri hemen hemen aynıdır. Dolayısıyla Al_2O_3 pikleri referans alındığında AlZr–%15 nano Zr numunesinde t- ZrO_2 faz miktarında ciddi bir artış görülmektedir. Si_3N_4 tane boyutu azaldığında t- ZrO_2 miktarının arttığı görülmüştür.



Şekil 1.43. *AlZr–%15 ubeZr ve AlZr–%15 nanoZr numunelerine ait XRD paternleri*

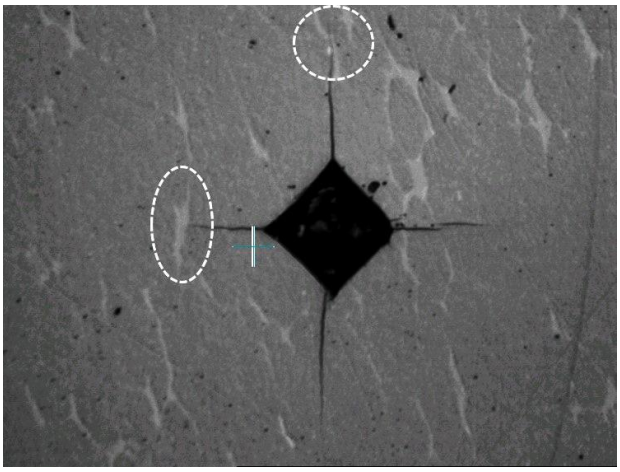
1.4.1.1.3. *Sertlik ve kırılma tokluğu*

Tablo 1.15'de Si_3N_4, Al_2O_3 ve ZrO_2 seramiklerinin bazı özellikleri verilmiştir [79]. Karışım kuralına göre Al_2O_3 – hacimce %17,5 ZrO_2 kompozitinin lineer ısıl genleşme katsayısı $7{,}7x10^{-6}$/°C iken, Si_3N_4'ünki $3{,}2x10^{-6}$/°C'dir. Isıl genleşme katsayıları arasındaki bu büyük fark, içyapıda kılcal çatlakların oluşmasına neden olabilmektedir [80]. Kaplama tozuna hacimce %17,5 ZrO_2 ilave edilerek ısıl genleşme katsayıları aradaki bu fark biraz da olsa azaltılmıştır. Karışım kuralına göre Si_3N_4 – hacimce %17,5 ZrO_2 kompozitinin doğrusal ısıl genleşme katsayısı $4{,}5x10^{-6}$/°C'dir.

Tablo 1.15. *Bazı teknik seramiklerin fiziksel özellikleri [79]*

Özellik	**Si_3N_4**	**Al_2O_3**	**ZrO_2**
Yoğunluk (g/cm^3)	3,2	3,98	6,0
Üç nokta eğme mukavemeti (MPa)	1100	300	140
Sertlik (HV)	1500	1600	1200
Kırılma tokluğu ($MPam^{1/2}$)	6	3,5	5
Doğrusal genleşme katsayısı (1/°C)	$3{,}2 \times 10^{-6}$	$7{,}1 \times 10^{-6}$	$10{,}5 \times 10^{-6}$

Granül ile kaplama arasındaki ısıl genleşme farkı üretim sıcaklığından oda sıcaklığına soğuma sırasında, literatürde dubleks seramiklerde olduğu gibi, içyapıda kalıntı gerilmeler oluşturmaktadır [52, 53, 81]. Şekil 1.44'de SN80 – %10 nanoSN numunesine ait Vickers indent izi ve oluşan çatlaklar verilmiştir. Şekil üzerinde de gösterildiği gibi oluşan çatlaklar kaplama bölgelerine geldiğinde, buradaki kalıntı gerilmelerin etkisiyle hapsedilerek çatlak ilerlemesinin durdurulduğu düşünülmektedir.

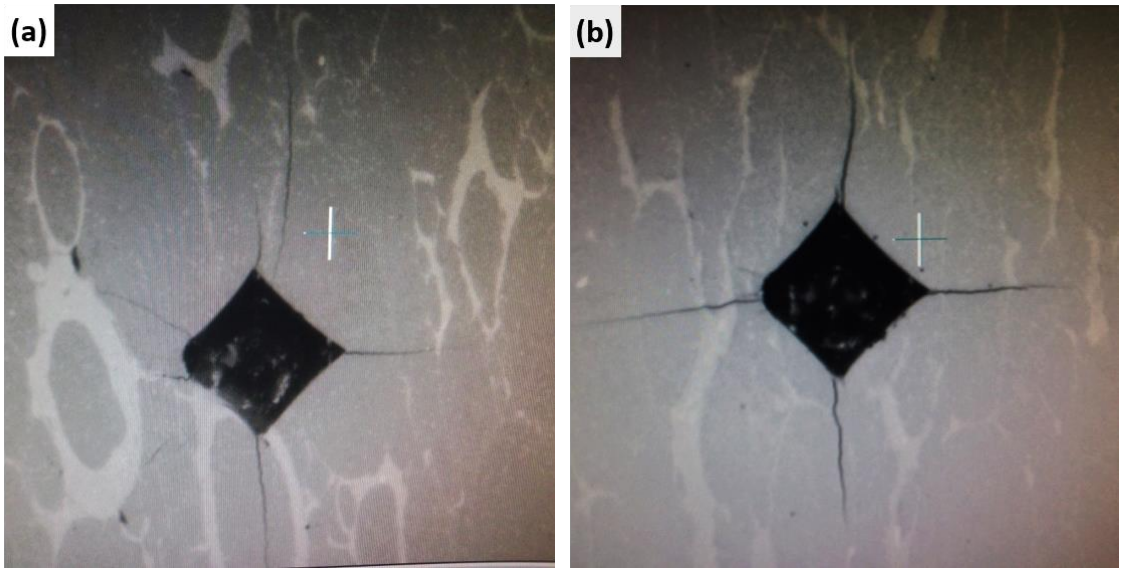


Şekil 1.44. *SN80-%10 nanoZr numunesine ait Vickers indent izi ve oluşan çatlaklar. Çatlakların heterojen bölgelerle etkileşimi dairelerle gösterilmiştir.*

Oleol SR-1 yağı kullanılarak ticari SN 80 granülleri ile bilyalı değirmende 1 saat süre ile kuru ortamda yapılan karıştırma denemelerinden üretilen numunelerin sertlik ve tokluk değerleri Tablo 1.16'de verilmiştir. Si_3N_4 tane boyutunun sertlik ve tokluğa olan etkisinin görülebilmesi için hem UBE Si_3N_4 hem de nano boyutlu Si_3N_4 tozları kullanılmıştır. UBE Si_3N_4 kaplama tozu içeren numunelerde, kaplama kalınlığı nano boyutlu Si_3N_4 kaplama tozu içeren numunelere kıyasla daha yüksek olduğu için oluşan çatlağın kaplama bölgesinde hapsedilerek durdurulmasının daha kolay olduğu düşünülmektedir (Şekil 1.45). Bu nedenle UBE Si_3N_4 kaplama tozu içeren numunenin tokluğu biraz daha yüksektir. Numunelerin sertlik değerleri ise benzerdir.

Tablo 1.16. *Bilyalı değirmende yağ kullanılarak üretilen numunelerin sertlik ve tokluk değerleri*

Numune tanımı	Sertlik (GPa)	Tokluk ($MPam^{1/2}$)
SN80 – %15 ubeZr (yağ ile 1 saat karıştırma)	21.06 ± 0.42	5.42 ± 0.51
SN80 – %15 nanoZr (yağ ile 1 saat karıştırma)	20.66 ± 0.26	4.69 ± 0.21



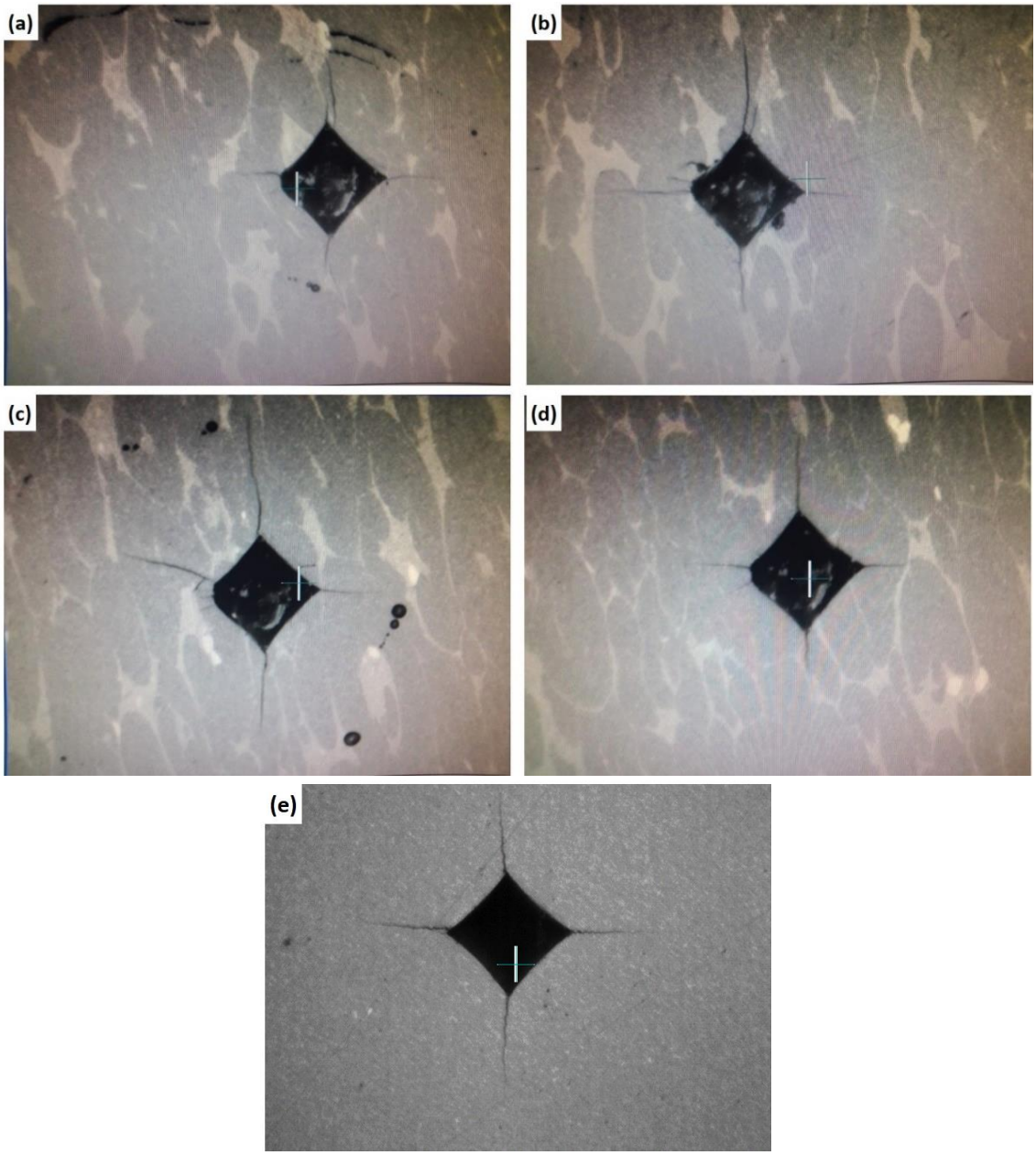
Şekil 1.45. *(a) SN80-%10 ubeZr, (b) SN80-%10 nanoZr numunelerine ait Vickers indent izleri ve oluşan çatlaklar*

Üretilen Al_2O_3 – hacimce %17,5 ZrO_2 granülleri ile bilyalı değirmende yapılan granül kaplama denemelerinin sertlik ve tokluk değerleri Tablo 1.17'de verilmiştir. Ticari SN 80 granüllerinden farklı olarak, üretilen Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ile yapılan kaplama denemelerinde kaplama kalınlığı yağ kullanımından bağımsız olarak tüm numunelerde benzerdir. Bu durum bir sonraki bölümde içyapı analizleriyle detaylı bir şekilde gösterilmiştir. Numunelerin kaplama kalınlığı benzer olduğu için kırılma tokluğu ve sertlik değerlerinin de birbirine çok yakın olduğu düşünülmektedir. Al_2O_3–ZrO_2 matrise kıyasla Si_3N_4–ZrO_2 ilavesi sertlikte bir miktar iyileşmeye neden olurken, kırılma tokluğunda ise bir miktar düşüşe neden olmuştur.

Şekil 1.46'da numunelerin Vickers indent izi ve oluşan çatlakların optik mikroskop görüntüleri verilmiştir. Önceki numunelerde olduğu gibi bu numunelerde de çatlak, kaplama bölgesine geldiğinde durdurulmuştur. Şekil 1.46(e)'de verilen AlZr matrise ait çatlak görüntüsü incelendiğinde, tüm çatlakların uzunluklarının hemen hemen aynı olduğu görülmektedir. Bunun nedeni, numunenin içyapısının oldukça homojen olmasıdır. Öte yandan, heterojen bir içyapıya sahip olan granül kaplama numunelerinde ise çatlak uzunlukları, kaplama bölgesinin olup olmamasına bağlı olarak değişiklik göstermektedir. Kaplama bölgesiyle karşılaşmayan bir çatlağın uzunluğu daha fazla iken, kaplama bölgesiyle karşılaşan bir çatlağın uzunluğu, kaplama bölgesi tarafından durdurulduğu için daha kısadır.

Tablo 1.17. *Üretilen Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ile yapılan denemelerin sertlik ve tokluk değerleri*

Numune tanımı	Sertlik (GPa)	Tokluk ($MPam^{1/2}$)
AlZr matris	19,20 ± 0.17	6,10 ± 0.17
AlZr – %15 ubeZr	21.32 ± 0.48	5.92 ± 0.45
AlZr – %15 nanoZr	20.32 ± 0.39	5.74 ± 0.40
AlZr – %15 ubeZr (yağ ile 1 saat karıştırma)	20.66 ± 0.20	5.81 ± 0.34
AlZr – %15 nanoZr (yağ ile 1 saat karıştırma)	20.92 ± 0.32	5.97 ± 0.43

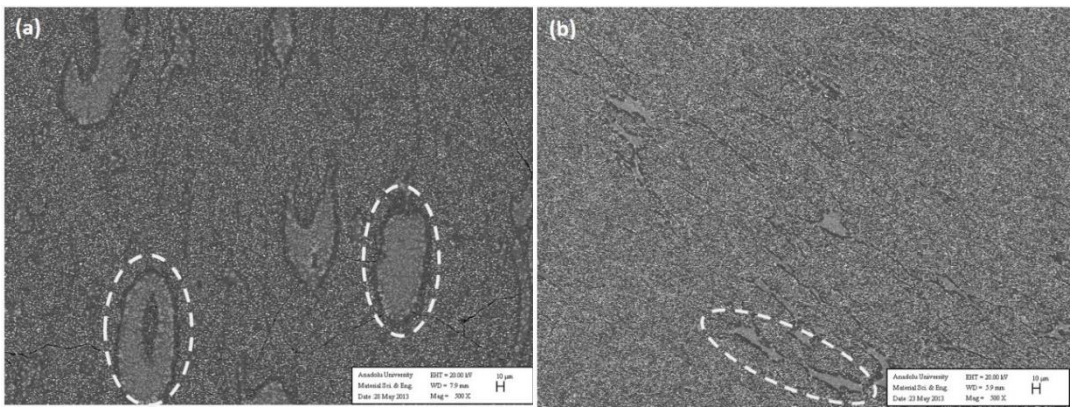


Şekil 1.46. *(a) AlZr-%15 ubeZr, (b) yağ ilaveli AlZr-%15 ubeZr, (c) AlZr-%15 nanoZr, (d) yağ ilaveli AlZr-%15 nanoZr, (e) AlZr matris numunelerine ait Vickers indent izi ve oluşan çatlaklar*

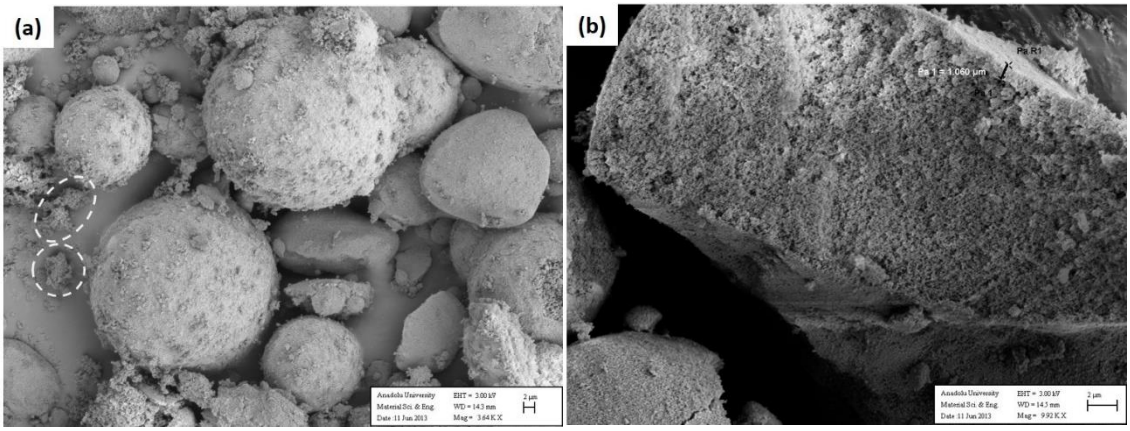
1.4.1.1.4. *İçyapı analizi ve kaplama prosesinin etkinliği*

Bilyalı değirmen ile ticari SN 80 granülleri kullanılarak yapılan ilk denemelerde kaplama tozu olarak tek başına hacimce %10 Si_3N_4 tozu kullanılmıştır. Farklı Si_3N_4 tozu kullanılarak üretilen numunelerin parlatılmış kesitinden BSE (geri yansıyan elektron) modunda alınan SEM (taramalı elektron mikroskobu) görüntüleri Şekil 1.47'de verilmiştir. UBE Si_3N_4 tozu kullanılarak yapılan denemede (Şekil 1.47(a)) Si_3N_4 tozunun iyi dağıtılamamasından dolayı kaplama verimliliğinin oldukça düşük olduğu görülmektedir. Kaplanmadan kalan Si_3N_4 tozunun oluşturduğu büyük boyutlu topaklar şekil üzerinde gösterilmiştir. Nano Si_3N_4 tozu kullanılarak yapılan denemede (Şekil 1.47(b)) de benzer şekilde Si_3N_4 tozunun iyi dağıtılamadığı görülmektedir. Ancak, kaplanmayan ve topak halinde kalan Si_3N_4 bölgelerinin boyutları ve miktarı UBE Si_3N_4 tozu ile yapılan denemeye kıyasla çok daha azdır. Dolayısıyla kaplama etkinliğinin, nano boyutlu Si_3N_4 kullanıldığında iyileştiği içyapı analizlerinde görülmektedir. Partiküllerin tane boyutu azaldıkça yüzey alanı artmaktadır. Artan yüzey alanı ile parçacıklar arası çekim kuvvetleri de artmaktadır. Parçacıklar arası çekim kuvvetinin artmasıyla da daha efektif bir kaplama elde edilmiştir [74].

Etrafı hacimce %10 Si_3N_4–ZrO_2 tozuyla kaplanan SN 80 granüllerinin SE (ikincil elektron) modunda farklı büyütmelerde alınmış SEM görüntüleri Şekil 1.48'de verilmiştir. Granüllerin yüzeyine tutunan Si_3N_4–ZrO_2 parçacıkları Şekil 1.48(a)'da açıkça görülmektedir. Ayrıca kaplanmadan kalan Si_3N_4–ZrO_2 tozu da şekil üzerinde gösterilmiştir. Şekil 1.48(b)'de ise kırılan bir granülün kesitinden alınan görüntü verilmiştir. SEM yazılımında yapılan uzunluk ölçümünde kaplama kalınlığının yaklaşık olarak 1 μm olduğu görülmektedir.

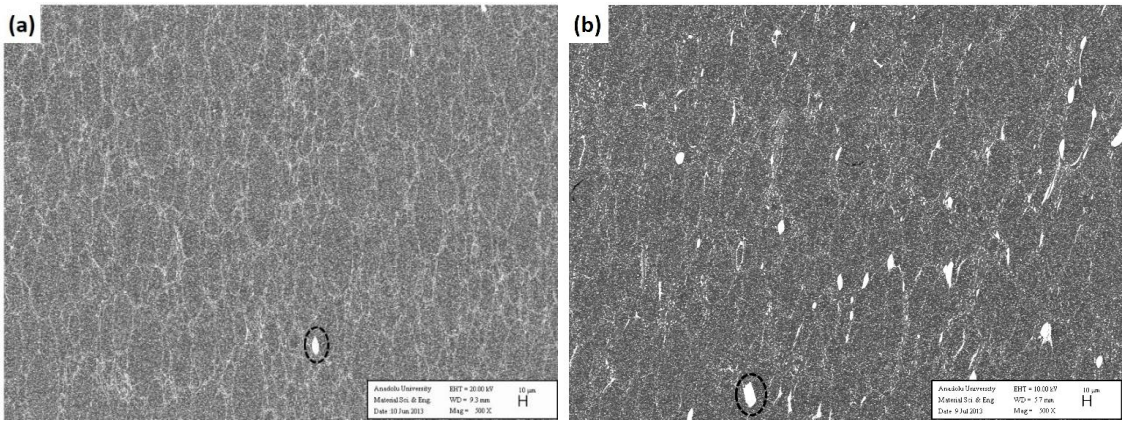


Şekil 1.47. *SN80 granüllerine hacimce %10 (a) UBE Si_3N_4, (b) nano Si_3N_4 kaplanarak yapılan numunelerin SEM-BSE görüntüleri. Kaplanmadan kalan Si_3N_4 bölgeleri dairelerle gösterilmiştir.*

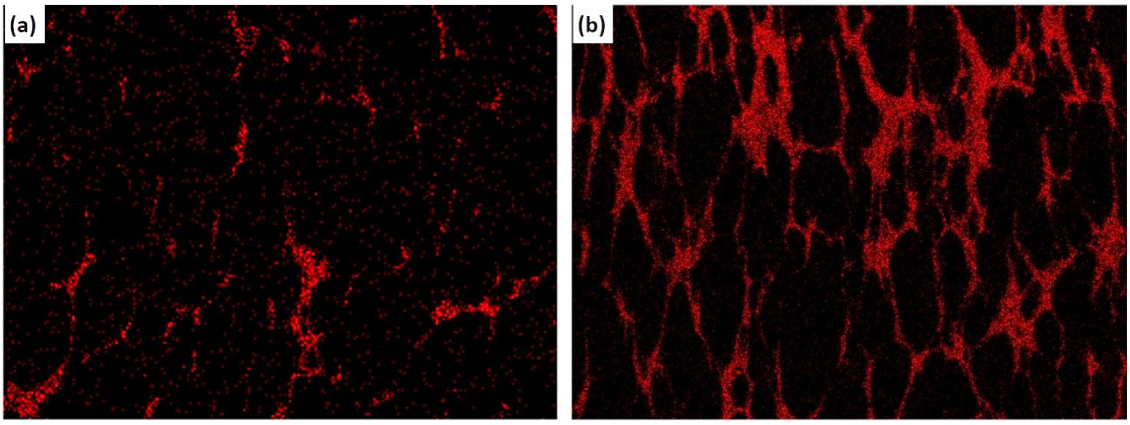


Şekil 1.48. *Hacimce %10 Si_3N_4–ZrO_2 kaplanan SN 80 granüllerinin SE-SEM görüntüleri. (a)3640x, (b) 9920x. Kaplanmadan kalan tozlar dairelerle gösterilmiştir.*

CF1 kodlu kesici ucu referans alınarak belirlenen hacimce %10 Si_3N_4–ZrO_2 kaplama miktarının yanında, kaplama kalınlığını arttırmak amacıyla kaplama toz miktarı hacimce %20'ye çıkarılmıştır. Hacimce %10 ve %20 kaplama tozuyla kaplanan SN 80 granüllerinden üretilen numunelerin kesitinden alınan BSE-SEM görüntüleri Şekil 1.49'da, EDX haritalama tekniği ile elde edilen Si elementel harita görüntüleri ise Şekil 1.50'de karşılaştırmalı olarak verilmiştir. Hacimce %10 kaplanan numunede kaplanmadan kalan ZrO_2 bölgelerinin hem miktarı hem de boyutu hacimce %20 kaplanan numuneye kıyasla daha azdır. Dolayısıyla hacimce %20 katılan kaplama tozu, bazı bölgelerde kaplama kalınlığını arttırmışsa da, granüllerin etrafına tutunamamış ve kaplanmadan kalarak içyapıda heterojen bölgeler oluşturmuştur. Şekil 1.50'de verilen Si elementel haritaları da bu bulguyu doğrulamaktadır. İçyapıdaki bu heterojen bölgelerin, ZrO_2'nin faz dönüşümünden kaynaklı mikro çatlak oluşumundan dolayı son ürünün mukavemetini düşüreceği düşünülmektedir [53, 82]. Bu durumun, kesici ucun kesme sırasında oluşan yüklere dayanamayarak kırılmasına neden olabileceği öngörülmektedir. Dolayısıyla, kaplanmadan kalan bu heterojen bölgelerin kesici ucun performansı açısından sorun teşkil etmesi muhtemeldir. Bu nedenle sonraki çalışmalarda yapılan denemelerde kaplama tozunun miktarı hacimce %15'e düşürülmüştür.

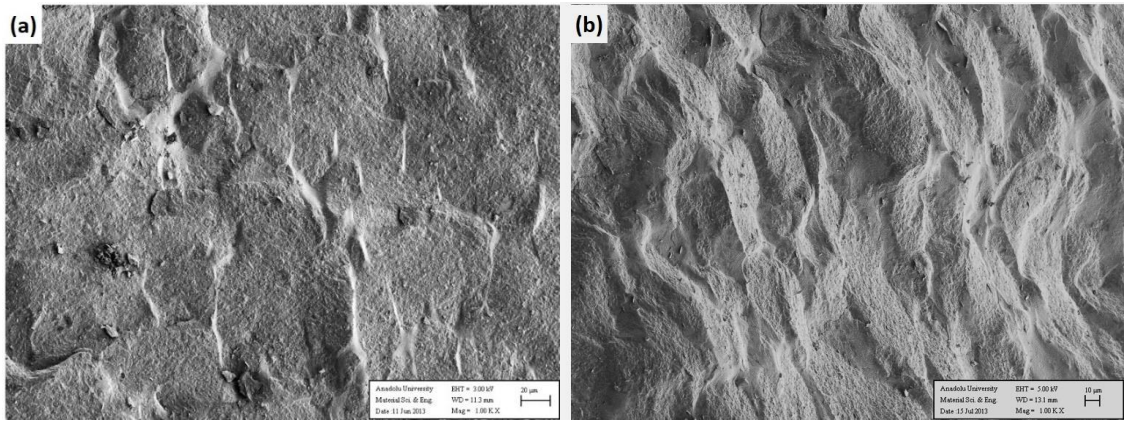


Şekil 1.49. *SN80 granüllerinin (a) hacimce %10, (b) hacimce %20 Si_3N_4–ZrO_2 kaplanmasıyla üretilen numunelerin BSE-SEM görüntüleri. Heterojen ZrO_2 dairelerle gösterilmiştir.*



Şekil 1.50. *SN80 granüllerinin (a) hacimce %10, (b) hacimce %20 Si_3N_4–ZrO_2 kaplanmasıyla üretilen numunelerin EDX haritalama yöntemiyle elde edilen Si elementel harita görüntüleri*

Hacimce %10 ve %20 Si_3N_4–ZrO_2 tozuyla kaplanan SN 80 granüllerinden üretilen numunelerin kırık yüzeyinden alınan SE-SEM görüntüleri Şekil 1.51'de verilmiştir. Kaplama tozunun miktarı arttıkça kalıntı gerilmeler arttığı için yüzey topoğrafyasının daha girintili çıkıntılı olduğu düşünülmektedir. Ayrıca, çıkıntılı olarak gözüken alanların boyutunun daha yüksek olmasının, kaplanmadan kalan bölgelerin boyutunun daha yüksek olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir (Şekil 1.51(b)).

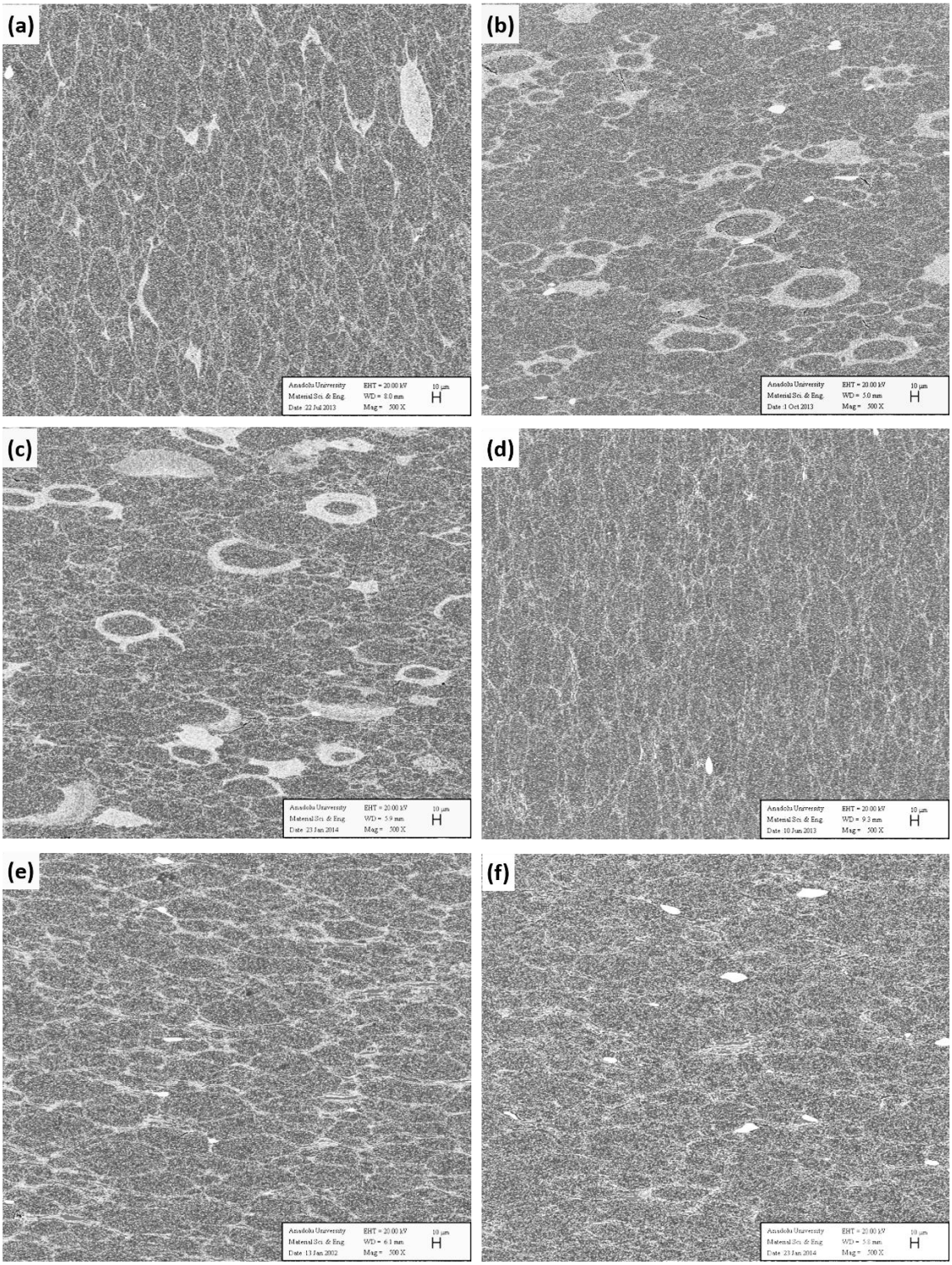


Şekil 1.51. *SN80 granüllerinin (a) hacimce %10, (b) hacimce %20 Si_3N_4–ZrO_2 kaplanmasıyla üretilen numunelerin kırık yüzey SE-SEM görüntüleri*

SN 80 granüllerine hacimce %15 UBE Si_3N_4–ZrO_2 kaplanması için yapılan farklı denemelerden üretilen numunelerin BSE-SEM görüntüleri karşılaştırmalı olarak Şekil 1.52'de verilmiştir. Hem UBE Si_3N_4 hem de nano boyutlu Si_3N_4 tozu kullanılarak yapılan denemelerde Oleol SR-1 yağının kaplama kalınlığını arttırdığı görülmektedir. Yağ ilavesinin granül yüzeyini nemlendirerek kaplama tozunun granül yüzeyine tutunmasını kolaylaştırdığı ve böylelikle kaplama kalınlığını arttırdığı düşünülmektedir.

Nano boyutlu Si_3N_4 tozu yüksek van der Waals etkileşimlerinden dolayı, yağ ilavesine gerek kalmadan, granüllerin yüzeyine tutunabilmektedir [72, 74]. Bu nedenle yağ ilavesiyle UBE Si_3N_4 tozunda görülen kaplama kalınlığı artışı, nano boyutlu Si_3N_4 ile kıyaslandığında oldukça fazladır.

Granüllere yağ ilave edildikten sonra 1 saat ve 2 saat karıştırılan numunelerde kaplama kalınlığı açısından hem UBE Si_3N_4 hem de nano boyutlu Si_3N_4 tozu kullanılarak üretilen numunelerde önemli bir farklılık görülmemektedir. Bunun yanında hem UBE Si_3N_4 Şekil 1.52(c)) hem de nano Si_3N_4 (Şekil 1.52(f)) tozu ile yapılan denemelerde 2 saatlik yağ karıştırma süresi sonunda içyapıda beyaz olarak görünen heterojen ZrO_2 bölgelerinin arttığı görülmektedir. Dolayısıyla granül yüzeyini yağ ile nemlendirmek için 1 saatlik karıştırma süresi yeterli görünmektedir. Karıştırma süresi arttıkça yağ ilavesiyle beraber tozların kendi arasındaki topaklanma eğilimi artmaktadır.

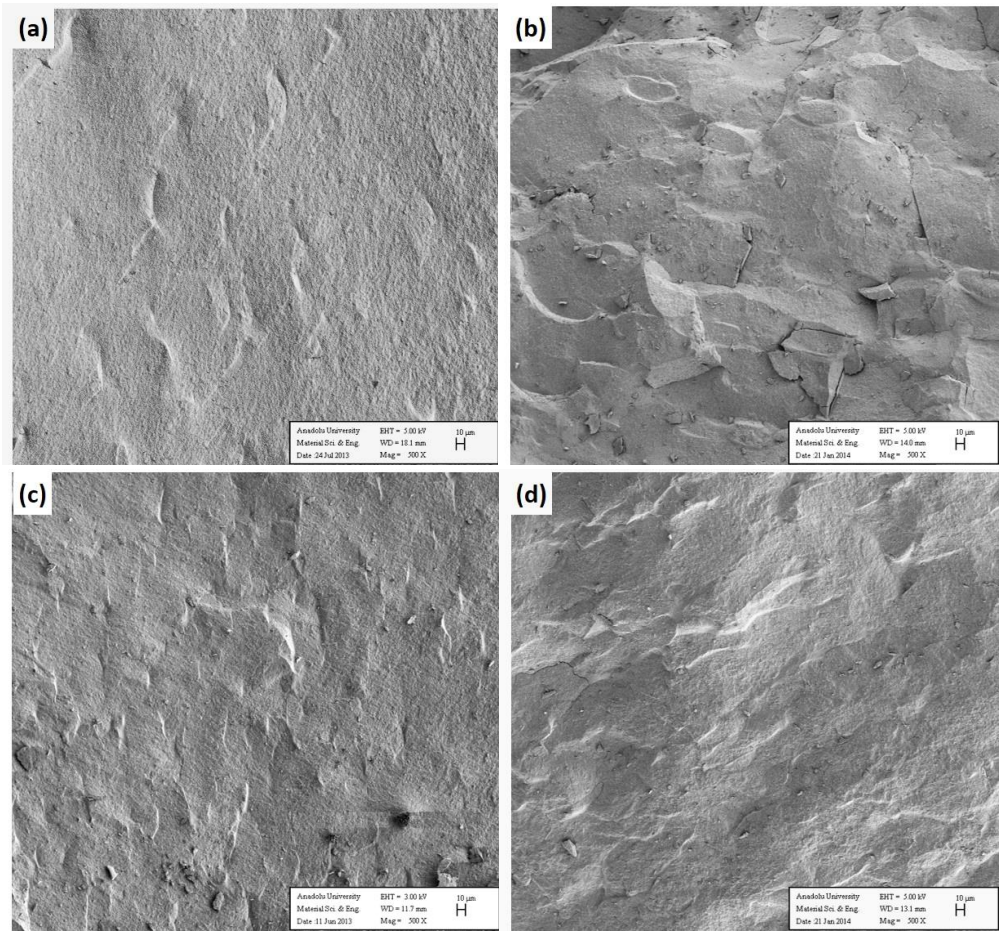


Şekil 1.52. *Bilyalı değirmende yapılan (a) yağ ilavesiz, (b) 1 sa yağ ile karıştırılan, (c) 2 sa yağ ile karıştırılan SN80-%15 ubeZr numunelerinin ve (d) yağ ilavesiz, (e) 1 sa yağ ile karıştırılan, (f) 2 sa yağ ile karıştırılan SN80-%15 nanoZr numunelerinin BSE-SEM görüntüleri*

UBE Si_3N_4 tozu kullanılarak üretilen numunelerde Oleol yağının aşırı kaplamaya neden olduğu görülmektedir. Buna rağmen içyapıdaki heterojen ZrO_2 bölgeleri azalmış

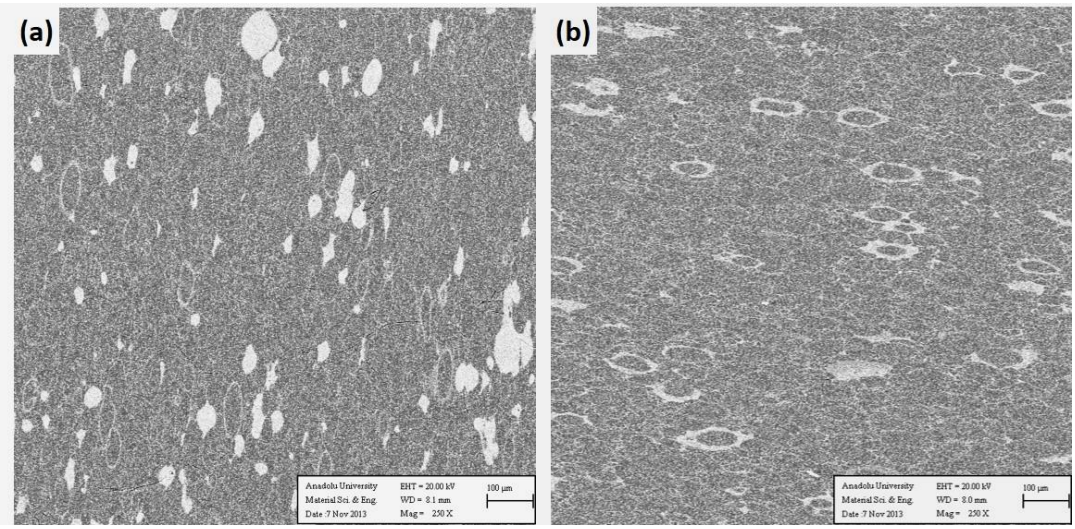
olsa da tamamen giderilememiştir. Kaplamanın homojenliği açısından en uygun görünen numune 1 saat Oleol yağ ilavesiyle karıştırılan SN80 – %15 nanoZr numunesidir.

Şekil 1.53'de (a) yağ ilavesiz, (b) 2 saat yağ ile karıştırılan ve hacimce %15 UBE Si_3N_4–ZrO_2 kaplama tozu içeren, (c) yağ ilavesiz, (d) 2 saat yağ ile karıştırılan ve hacimce %15 nano Si_3N_4–ZrO_2 kaplama tozu içeren numunelerin kırık yüzey SEM görüntüleri karşılaştırmalı olarak verilmiştir. Yağ ilavesiz SN80 – %15 ubeZr numunesinin kırık yüzeyi diğer numunelere kıyasla daha az girintili çıkıntılıdır (Şekil 1.53(a)). Aynı numune 2 saat yağ ilavesiyle karıştırıldığında daha girintili çıkıntılı bir kırık yüzey elde edilmiştir. Yüzey topoğrafyasının kaplama kalınlığı ile ilişkili olduğu düşünüldüğü için, yağ ilavesiyle kaplama kalınlığının arttığı göz önüne alındığında, bu durum oldukça normaldir. SN80 – %15 nanoZr numunelerinde ise kaplama kalınlığı yağ ilavesiyle önemli bir değişiklik göstermediğinden, yağ ilavesinin kırık yüzey üzerinde önemli bir etkisi görülmemektedir Şekil 1.53(c), (d)).



Şekil 1.53. *Bilyalı değirmende yapılan (a) yağ ilavesiz, (b) 2 sa yağ ile karıştırılan SN80-%15 ubeZr numunelerinin ve (c) yağ ilavesiz, (d) 2 sa yağ ile karıştırılan SN80-%15 nanoZr numunelerinin kırık yüzey SE-SEM görüntüleri*

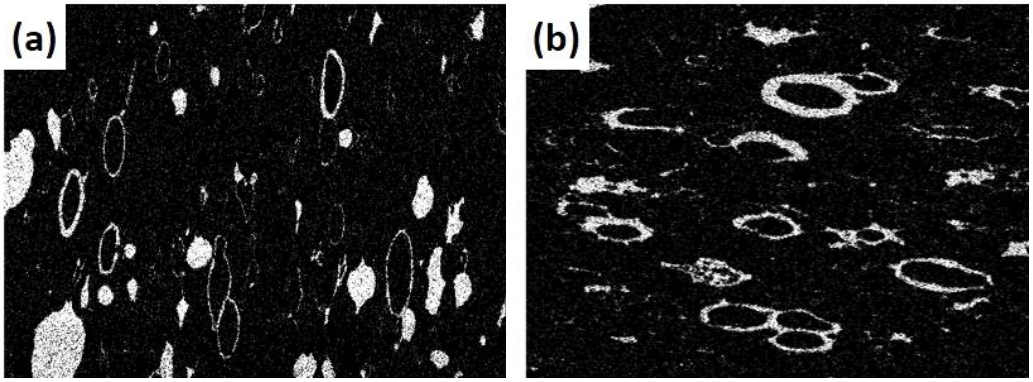
UBE Si_3N_4 tozu, nano boyutlu Si_3N_4 tozuna kıyasla hem çok daha ucuz, hem de tedariki daha kolay bir tozdur. Bu nedenle kaplama denemelerinde nano boyutlu Si_3N_4 tozu daha iyi sonuç verse de UBE Si_3N_4 tozu değerlendirilmeye çalışılmıştır. UBE Si_3N_4 tozunun iyi dağıtılamamasından dolayı içyapıda kalan beyaz heterojen bölgelerin elimine edilebilmesi için UBE Si_3N_4 ve ZrO_2 tozları, bilyalı değirmene (80 dev/dk) kıyasla çok daha yüksek hızda (300 dev/dk) dönen eksenel değirmende kuru ve yaş ortamda 1,5 saat süre ile karıştırılmıştır. Şekil 1.54'de bu numunelerin BSE-SEM görüntüleri verilmiştir. Kuru karıştırma ile tozların topakları kırılamadığı için içyapıda çok iri beyaz heterojen bölgeler görülmektedir. Bu bölgeler ZrO_2 topaklarıdır (Şekil 1.54(a)). Yaş ortamda yapılan karıştırma işleminde ise Si_3N_4 ve ZrO_2 tozları birbirleriyle homojen karıştıkları için içyapıda beyaz heterojen bölgeler görülmemektedir (Şekil 1.54(b)). Ancak, yaş ortamda yapılan karıştırma işlemi de kaplama tozunun kendi içinde topaklanmasını engelleyememiştir. Şekil 1.55'de verilen ve EDX haritalama tekniği ile elde edilen Si elementel harita görüntüleri de bu bulguyu doğrulamaktadır.



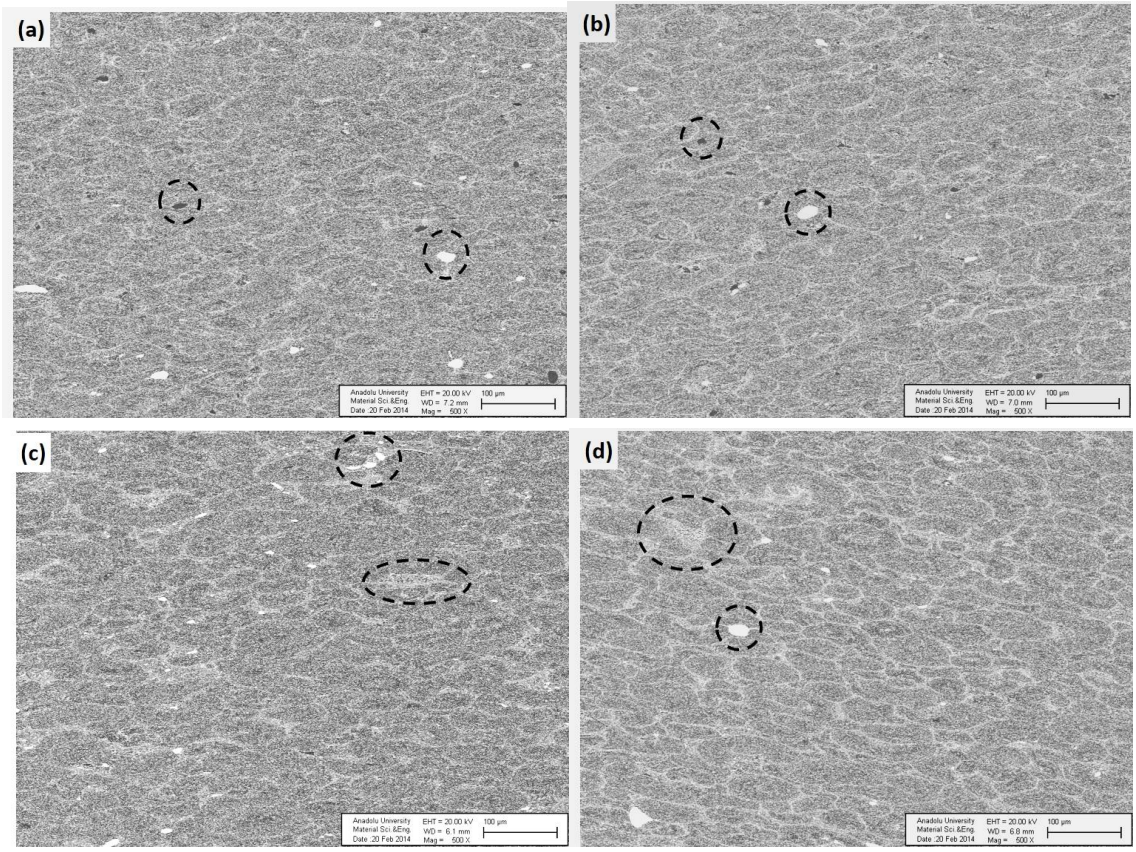
Şekil 1.54. *UBE Si_3N_4-ZrO_2 kaplama tozunun eksenel değirmende (a) kuru ortamda, (b) yaş ortamda karıştırılması ile elde edilen numunelerin BSE-SEM görüntüleri*

Üretilen Al_2O_3 – hacimce %17,5 ZrO_2 granülleri ile bilyalı değirmende yapılan granül kaplama denemelerinin BSE-SEM görüntüleri Şekil 1.56'de verilmiştir. UBE Si_3N_4 ve ZrO_2 tozları birbirleriyle homojen karışmadığı için içyapıda hem beyaz ZrO_2 bölgeleri hem de gri Si_3N_4 bölgeleri görülmektedir (Şekil 1.56(a), (b)). Benzer şekilde nano Si_3N_4 tozu ile üretilen numunede de beyaz ZrO_2 bölgeleri içyapıda mevcuttur (Şekil

1.56(c), (d)). Yağ ilavesinin hem nano Si_3N_4 hem de UBE Si_3N_4 için numuneler üzerinde herhangi bir etkisi gözlemlenmemiştir.



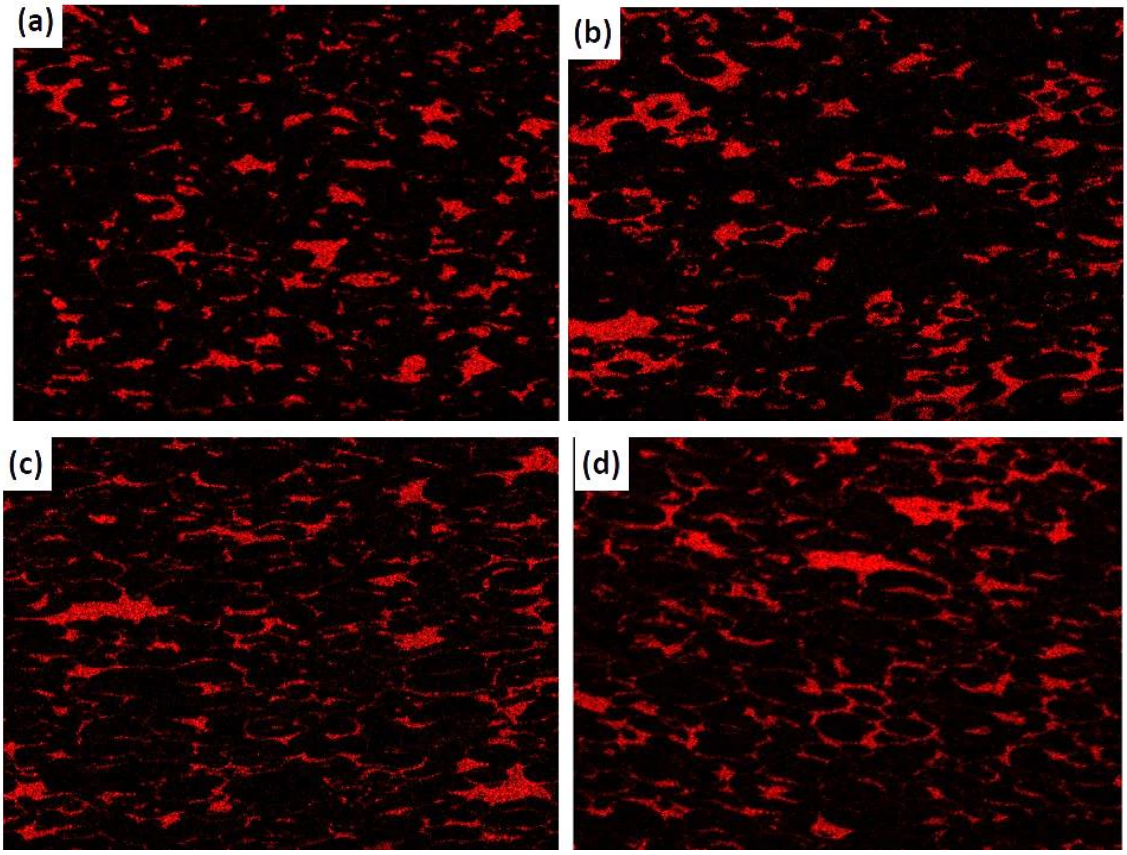
Şekil 1.55. *UBE Si_3N_4-ZrO_2 kaplama tozunun eksenel değirmende (a) kuru ortamda, (b) yaş ortamda karıştırılması ile elde edilen numunelerin Si elementel haritaları*



Şekil 1.56. *(a) AlZr-%15 ubeZr, (b) yağ ilaveli AlZr-%15 ubeZr, (c) AlZr-%15 nanoZr, (d) yağ ilaveli AlZr-%15 nanoZr numunelerinin BSE-SEM görüntüleri. Si_3N_4 ve ZrO_2 topakları dairelerle gösterilmiştir.*

Şekil 1.57'de Al_2O_3–ZrO_2 granülleriyle yapılan kaplama denemelerinden üretilen numunelerin EDX haritalama yöntemiyle elde edilen Si elementel harita

görüntüleri verilmiştir. Hem UBE hem de nano Si_3N_4 ile yapılan denemelerde kaplanmadan kalan ve içyapıda heterojen bölgeler oluşturan Si_3N_4 bölgeleri mevcuttur. EDX haritalarına göre yağ ilavesinin hem UBE hem de nano Si_3N_4 ile yapılan denemelerde kaplamayı az da olsa iyileştirdiği görülmektedir.

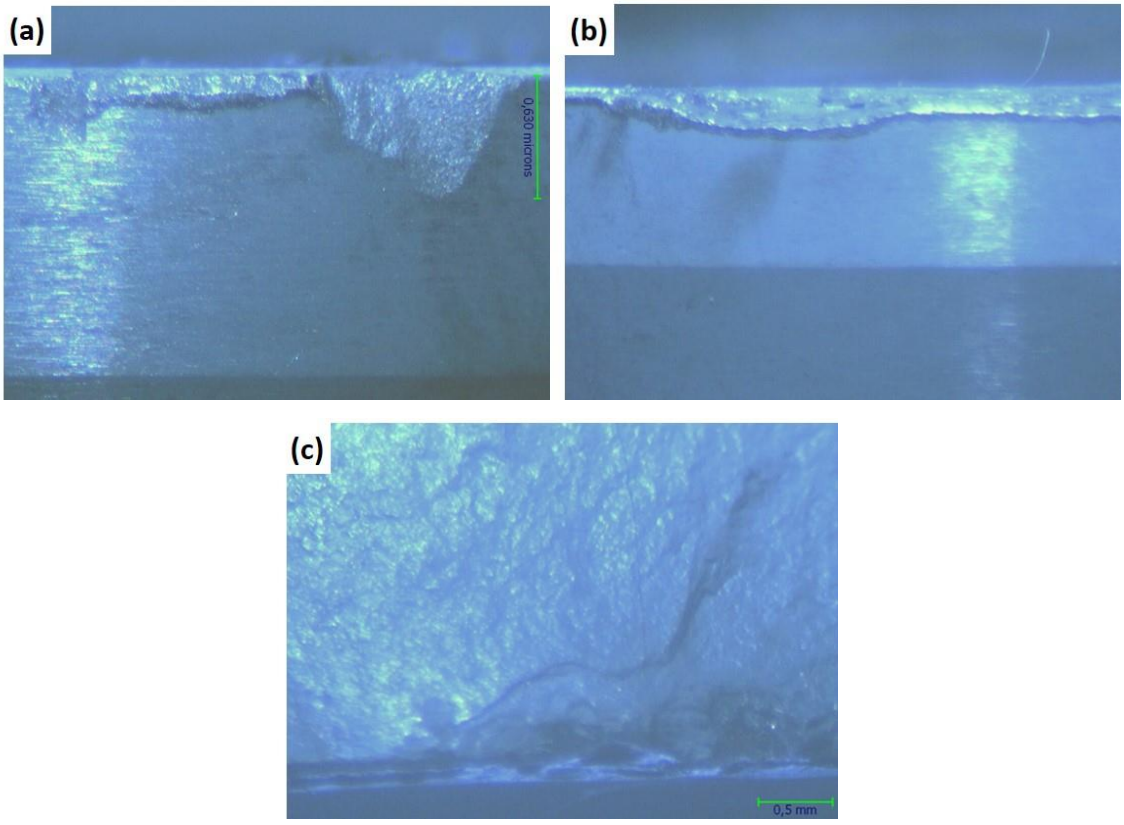


Şekil 1.57. *(a) AlZr-%15 ubeZr, (b) yağ ilaveli AlZr-%15 ubeZr, (c) AlZr-%15 nanoZr, (d) yağ ilaveli AlZr-%15 nanoZr numunelerinin EDX haritalama yöntemiyle elde edilen Si elementel harita görüntüleri*

UBE Si_3N_4 tozu kullanılarak ticari SN 80 granüllerinin kaplanması ile yapılan denemelerde UBE tozunun iyi dağıtılamadığı ve içyapıda oldukça iri heterojen bölgeler olduğu gözlemlenmişti. UBE tozu ile Al_2O_3–ZrO_2 granüllerinin kaplanması ile yapılan denemelerde ise kaplama homojenliğinin çok daha iyi olduğu gözlemlenmiştir. Dolayısıyla kaplanan granülün boyutu ve morfolojisi kaplama etkinliği açısından oldukça önemlidir.

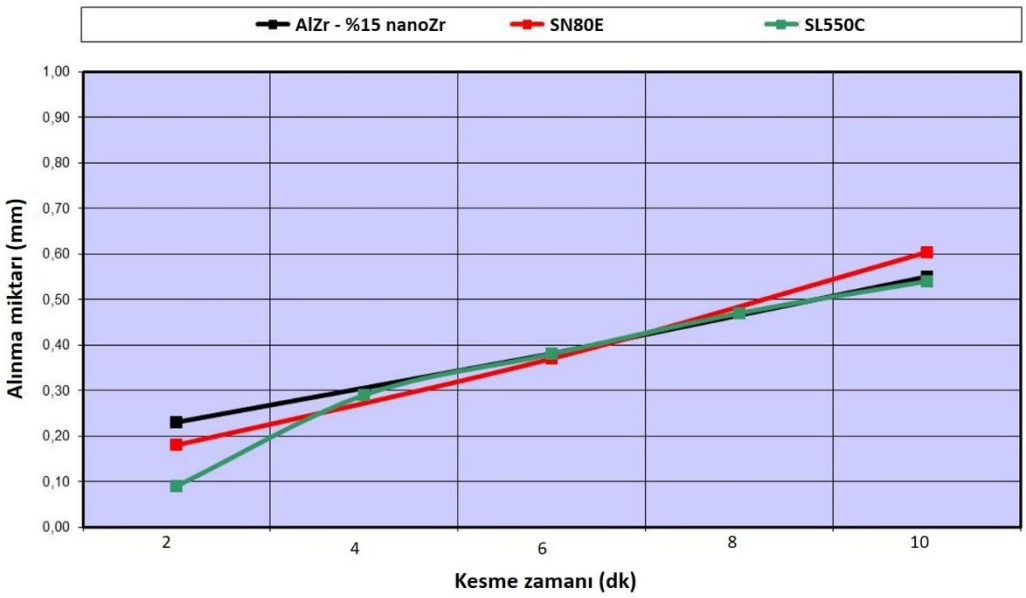
1.4.1.1.5. *Performans testleri*

SPS yöntemiyle üretilen AlZr–%15 nanoZr numunesi çevre bileme ve pah kırma işlemlerinden sonra Inconel 718 malzemesinin tornalanmasında kullanılmıştır. Test edilen kesici ucun stereo mikroskop ile görüntülenmiş aşınma profilleri Şekil 1.58'de verilmiştir. Test numunesinin içyapısında mevcut olan heterojen ZrO_2 bölgelerinin kesici ucun mukavemetini düşürdüğü varsayılarak kesme kuvvetlerini azaltmak için ilk deneme 0,1 mm kesme derinliğinde, 250 m/dk hız ve 0,15 mm/dev ilerleme ile yapılmıştır. Bu parametrelerle yapılan denemede kesici uçta yüksek miktarda çentik aşınması ve kenar pullanmasına (chipping) bağlı kırılma görülmüştür (Şekil 1.58(a)). Kesme derinliği 1,75 mm'ye çıkarılıp hız 200 m/dk, ilerleme 0,20 mm/dev olarak kesme yapıldığında çentik tipi aşınma kaybolmuştur. Kesici uçta pullanma kaynaklı aşınma görülse de yanal aşınma miktarı çok azdır (Şekil 1.58(b)). İlerleme ve kesme derinliği sırasıyla 0,20 mm/dev ve 1,75 mm olarak sabit tutulup kesme hızı 200 m/dk'den 300 m/dk'ye çıkarıldığında ise kesici uç kırılmıştır (Şekil 1.58(c)).



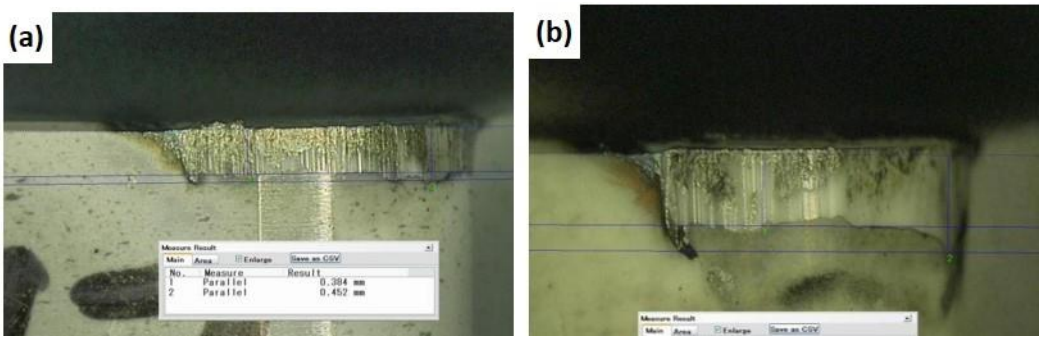
Şekil 1.58. *(a) V_c = 250 m/dk, f = 0,15 mm/dev, a_p = 0,1 mm, (b) V_c = 200 m/dk, f = 0,20 mm/dev, a_p = 1,75 mm, (c) V_c = 300 m/dk, f = 0,15 mm/dev, a_p = 1,75 mm kesme koşulları ile test edilen AlZr–%15 nanoZr numunelerinin aşınma profilleri*

Şekil 1.59'da AlZr–%15 nanoZr numunesinin küresel grafitli dökme demir (GGG40) üzerinde gerçekleştirilen kesme testi sonucu oluşan aşınma miktarları, ticari olarak kullanılan ürünlerle kıyaslamalı olarak verilmiştir. En çok aşınan kesici uç SN80E'dir. SL550C kalite kesici ucun aşınma miktarı SN80E'ye kıyasla daha iyiyken, AlZr–%15 nanoZr numunesinden üretilen kesici uç SL550C ile hemen hemen aynı aşınma miktarına sahiptir.

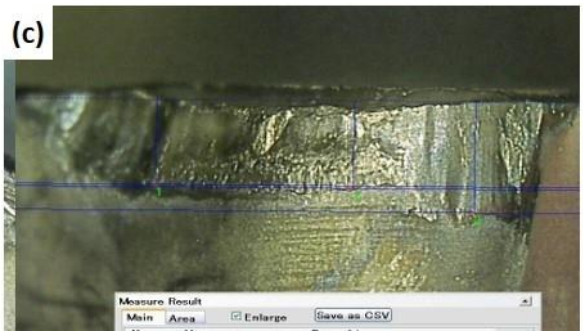


Şekil 1.59. *GGG 40 malzemesinin işlenmesi sonucu ölçülen aşınma miktarlarının kesme zamanına göre değişimi*

Şekil 1.60'da ise test edilen kesici uçların aşınma profilleri verilmiştir. Test edilen tüm uçlarda abrasif aşınma görülmüştür. Gerçekleştirilen testte kullanılan kesme parametreleri şu şekildedir: Vc = 400 m/dk, f = 0,25 mm/dev, a_p = 2 mm, kesme süresi = 10 dakika.



Şekil 1.60. *GGG 40 malzemesinin işlenmesi sonucu oluşan aşınma profilleri (a) AlZr–%15 nanoZr, (b) SN80E, (c) SL550C*



Şekil 1.60. **(Devam)** *GGG 40 malzemesinin işlenmesi sonucu oluşan aşınma profilleri (a) AlZr–%15 nanoZr, (b) SN80E, (c) SL550C*

1.4.1.2. *Şiddetli karıştırıcı ile yapılan granül kaplama denemeleri*

Bilyalı değirmen ile yapılan denemelerde kaplanmadan kalan tozların dağıtılamayarak kendi aralarında topak oluşturduğu görülmüştür. Bu tozları daha iyi dağıtmak ve kaplama etkinliğini arttırmak amacıyla şiddetli karıştırıcı ile granül kaplama denemeleri yapılmıştır. Şiddetli karıştırıcı, bilyalı değirmene kıyasla daha yüksek hızlarda karıştırma yaptığı için daha etkin bir karıştırma olanağı sunmaktadır.

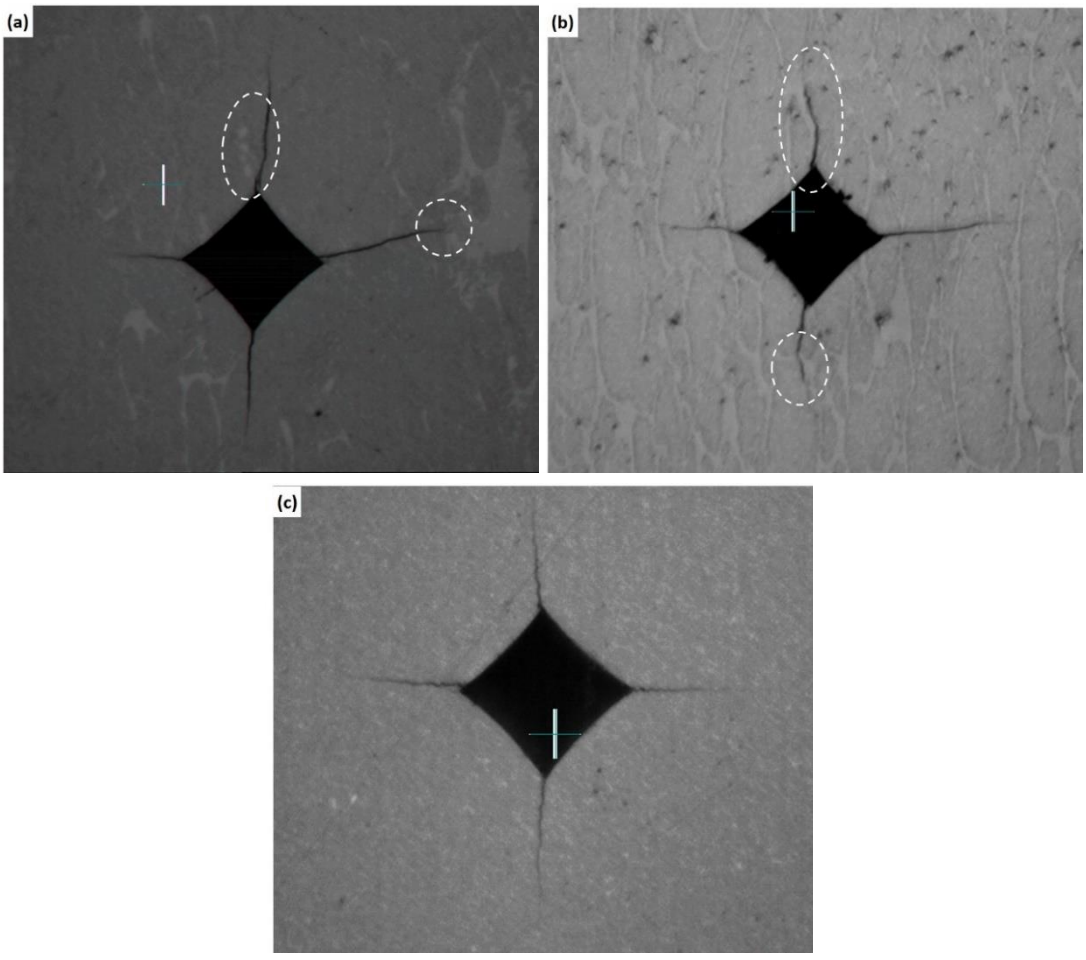
1.4.1.2.1. *Sertlik ve kırılma tokluğu*

Üretilen Al_3O_3 – ZrO_2 granüllerinin hacimce %17,5 ZrO_2 içeren UBE – Si_3N_4 ve nano boyutlu Si_3N_4 toz karışımları ile kaplanması için şiddetli karıştırıcıda yapılan ilk denemelere ait numunelerin sertlik ve kırılma tokluğu değerleri karşılaştırmalı olarak Tablo 1.18'de verilmiştir. Aynı numunelerin Vickers indent izi ve oluşturduğu çatlakların optik mikroskop görüntüleri Şekil 1.61'de AlZr matris ile karşılaştırılmalı olarak verilmiştir. AlZr–%10 nanoZr numunesinde görülen gözenekler ürünün sertliğinde bir miktar azalmaya neden olmuştur. Öte yandan, bu numunenin kırılma tokluğu bir miktar daha yüksektir. Bunun nedeninin, numunedeki gözeneklerin çatlağın enerjisini absorbe ederek çatlak durdurucu bir etkiye sahip olmasından [83] kaynaklandığı düşünülmektedir. UBE – Si_3N_4 içeren numunenin sertliği AlZr matris ile benzerken, nano Si_3N_4 içeren numunenin sertliği AlZr matristen daha düşüktür. Her iki numunenin de kırılma toklukları AlZr matristen daha düşüktür. Şekil 1.61(a)'da oluşan çatlak yukarıya doğru ilerken kaplama bölgesine geldiğinde saptırılmış ve yönü değiştirilmiştir. Sağa doğru ilerleyen çatlak ise kaplama bölgesine geldiğinde hapsedilerek ilerlemesi durdurulmuştur. Şekil 1.61(b)'de yukarıya doğru ilerleyen çatlağın kaplama ara yüzeyini takip ettiği

görülmektedir. Bu durum, fibröz monolitlerle ilgili verilen literatür bilgilerini doğrulamaktadır. Aşağı doğru ilerleyen çatlak ise kaplama bölgesi tarafından saptırılmıştır. Şekil 1.61(c)'de verilen AlZr matrisin çatlak görüntü granül kaplama numuneleri ile kıyaslandığında, granül kaplama numunelerinin heterojen içyapısından dolayı çatlak uzunluklarının da heterojen olduğu; AlZr matris numunesinde ise içyapı homojen olduğu için çatlak uzunluklarının da homojen olduğu görülmektedir. AlZr matriste çatlaklar daha düz bir doğrultuda ilerlerken, granül kaplama numunelerinde çatlaklar kaplama bölgeleri tarafından saptırılmaktadırlar.

Tablo 1.18. *Şiddetli karıştırıcı ile yapılan ilk denemeye ait numunelerin sertlik ve kırılma tokluğu değerleri*

Numune tanımı	Sertlik (GPa)	Tokluk (MPam$^{1/2}$)
AlZr matris	19,20 ± 0.17	6,10 ± 0.17
AlZr – %10 ubeZr	19.34 ± 0.31	5.28 ± 0.14
AlZr – %10 nanoZr	18.01 ± 0.50	5.60 ± 0.25

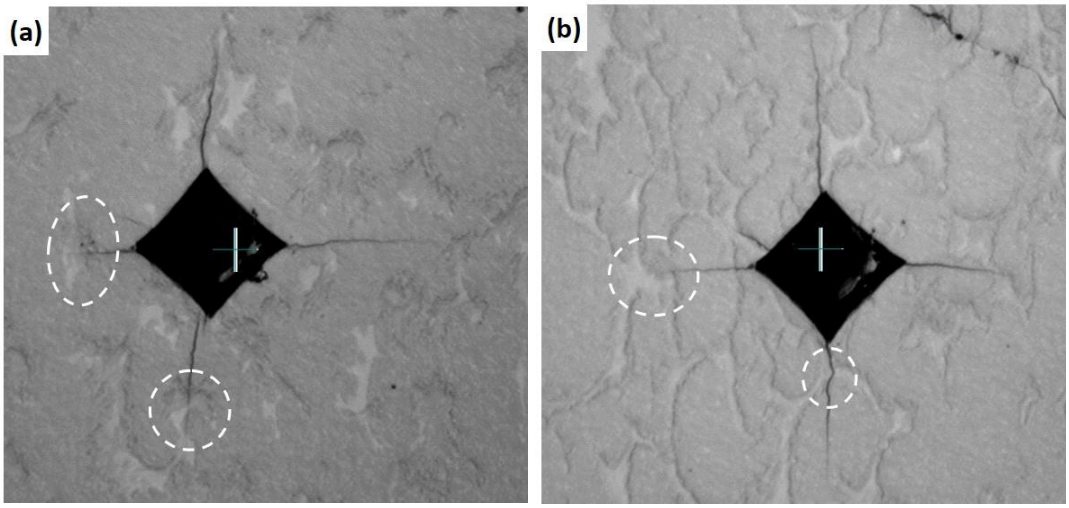


Şekil 1.61. *(a) AlZr–%10 ubeZr, (b) AlZr–%10 nanoZr, (c) AlZr matris numunelerine ait Vickers indent izleri ve oluşan çatlaklar. Çatlakların heterojen bölgelerle etkileşimi dairelerle gösterilmiştir.*

Farklı Si_3N_4 tozları kullanılarak yapılan ve dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen Si_3N_4–ZrO_2 toz karışımının Al_2O_3–ZrO_2 granüllerinin etrafına kaplanmasıyla yapılan denemelere ait numunelerin sertlik ve kırılma tokluğu değerleri Tablo 1.19'de verilmiştir. Numunelerin sertlik ve tokluk değerleri, kullanılan Si_3N_4 tane boyutundan bağımsız olarak benzer çıkmıştır. AlZr matris ile kıyaslandığında ise, bir önceki numunelerde olduğu gibi bu numunelerin de sertlik ve kırılma tokluğu daha düşüktür. Numunelere ait Vickers indent izi ve oluşan çatlaklara ait optik mikroskop görüntüleri Şekil 1.62'de verilmiştir. Yukarıda anlatıldığı gibi çatlağın kaplama bölgeleriyle etkileşiminden kaynaklan çatlak saptırma ve çatlak hapsetme mekanizmaları bu numunelerde de benzer şekilde görülmektedir ve şekil üzerindeki dairelerle gösterilmiştir.

Tablo 1.19. *Dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen Si_3N_4–ZrO_2 tozlarının Al_2O_3–ZrO_2 granüllerinin etrafına kaplanmasıyla elde edilen numunelerin sertlik ve tokluk değerleri*

Numune tanımı	Sertlik (GPa)	Tokluk ($MPam^{1/2}$)
AlZr matris	19,20 ± 0.17	6,10 ± 0.17
AlZr – %10 ubeZr	18.62 ± 0.30	4.91 ± 0.21
AlZr – %10 nanoZr	18.36 ± 0.11	5.08 ± 0.39

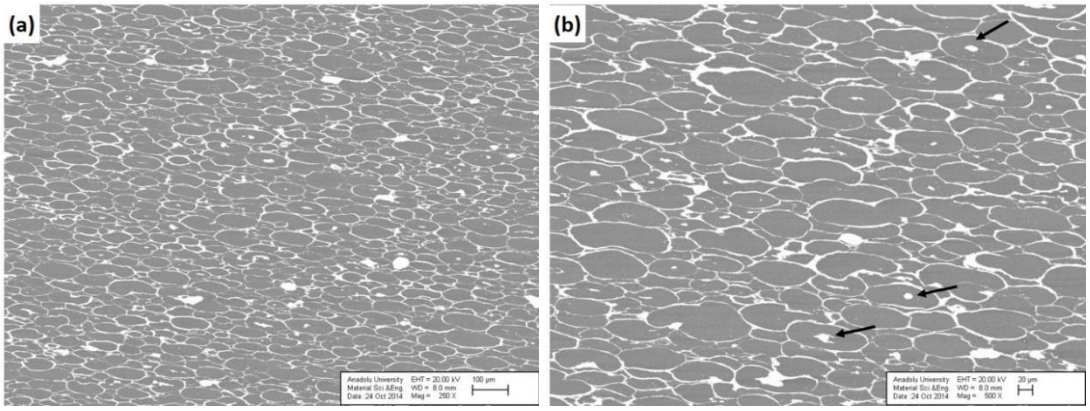


Şekil 1.62. *Dondurarak kurutma yöntemiyle elde edilen Si_3N_4–ZrO_2 tozlarının Al_2O_3 - ZrO_2 granüllerinin etrafına kaplanmasıyla elde edilen numunelerin Vickers indent izi ve oluşan çatlaklar*

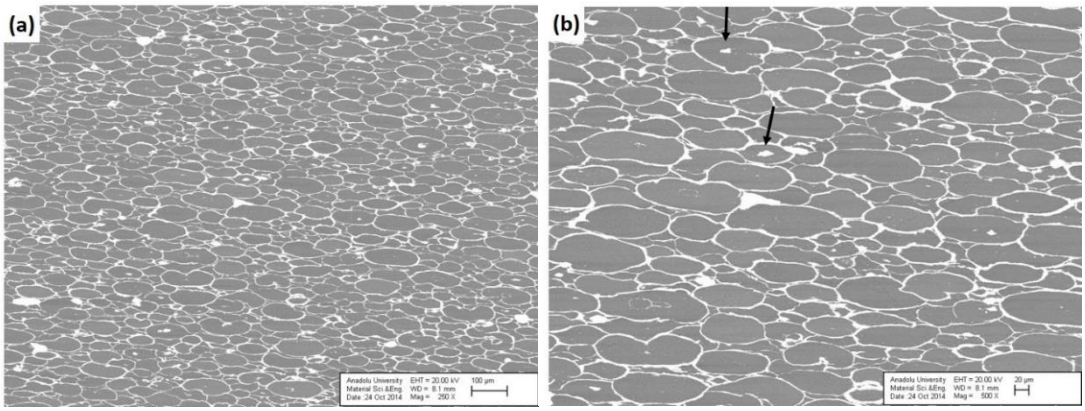
1.4.1.2.2. *İçyapı analizi ve kaplama prosesinin etkinliği*

Şiddetli karıştırıcı ile yapılan ilk denemelerde optimum proses parametrelerinin belirlenmesi için yapılan model çalışmalarında SL500 granülleri kullanılmıştır. SEM'de BSE modunda iyi bir kontrast elde edebilmek adına SL500 granüllerinin etrafı hacimce

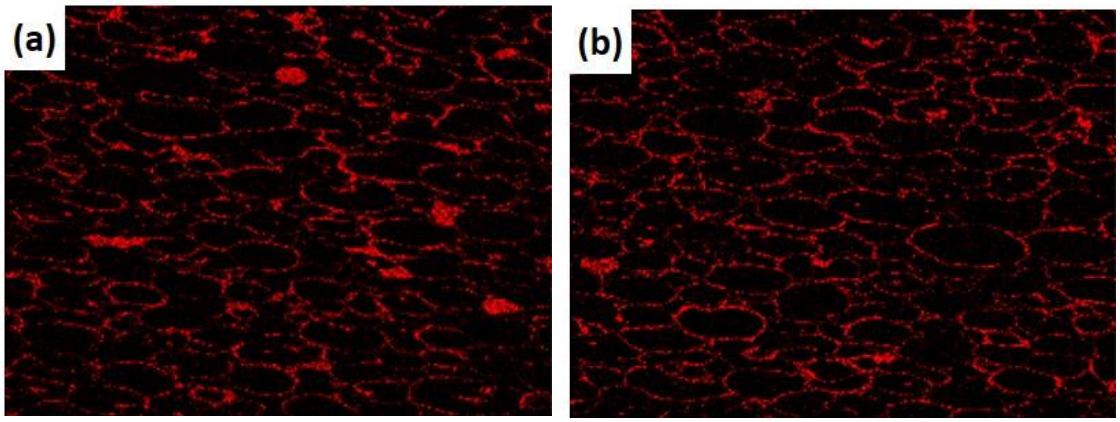
%15 olacak şekilde ZrO_2 tozu ile kaplanmıştır. Granüllerin etrafının nemlendirilerek kaplama tozunun granül yüzeyine tutunmasını kolaylaştırmak amacıyla yapılan denemelerde yalnızca su ve su – polietilen glikol (PEG) karışımı kullanılmıştır. Şekil 1.63'de yalnızca su kullanılarak, Şekil 1.64'da ise su – PEG karışımı kullanılarak yapılan denemelere ait numunelerin farklı büyütmelerde kesitten alınmış BSE-SEM görüntüleri verilmiştir. Şekil 1.63(b) ve Şekil 1.64(b)'de verilen 500x büyütmede alınmış görüntüler kıyaslandığında, iki numune arasında kaplama prosesinin etkinliği açısından önemli bir fark görülmemektedir. Ancak, Şekil 1.63(a) ve Şekil 1.64(a)'da verilen daha düşük büyütmedeki görüntüler kıyaslandığında yalnızca su ile yapılan denemede numune genelinde topaklanarak kalan ZrO_2 bölgelerinin miktar ve boyutunun daha fazla olduğu görülmektedir. Şekil 1.65'de verilen Zr elementel haritaları da bu durumu doğrulamaktadır. Bu nedenle ilerleyen dönemlerde yapılan denemelerde su – PEG karşımı kullanılmıştır.



Şekil 1.63. *Yalnızca su kullanılarak üretilen SL500 - %15 Zr numunesinin kesitten alınmış BSE-SEM görüntüleri (a) 250x, (b) 500x. Heterojen ZrO_2 bölgeleri oklarla gösterilmiştir.*

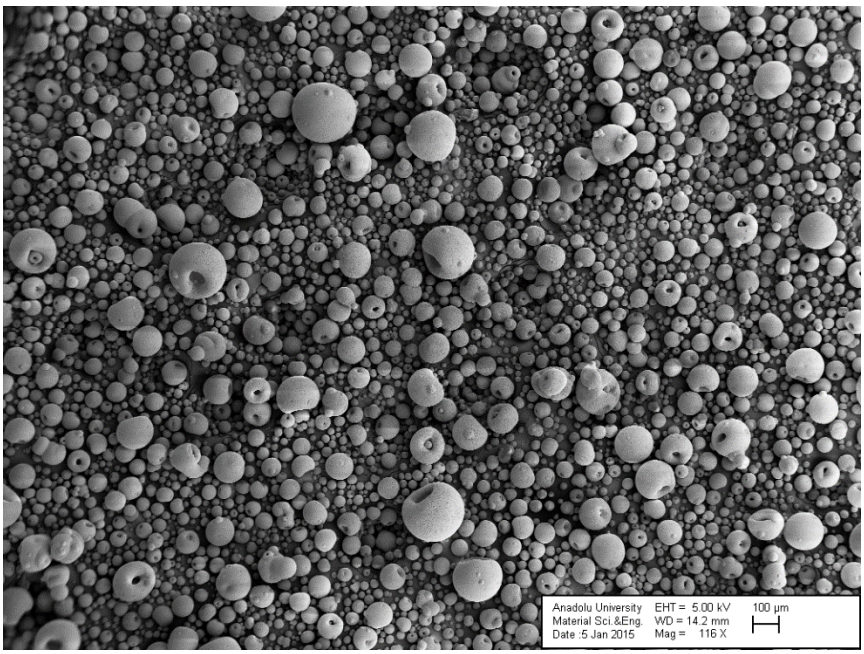


Şekil 1.64. *Su-PEG karışımı kullanılarak üretilen SL500 - %15 Zr numunesinin kesitten alınmış BSE-SEM görüntüleri (a) 250x, (b) 500x. Heterojen ZrO_2 bölgeleri oklarla gösterilmiştir.*



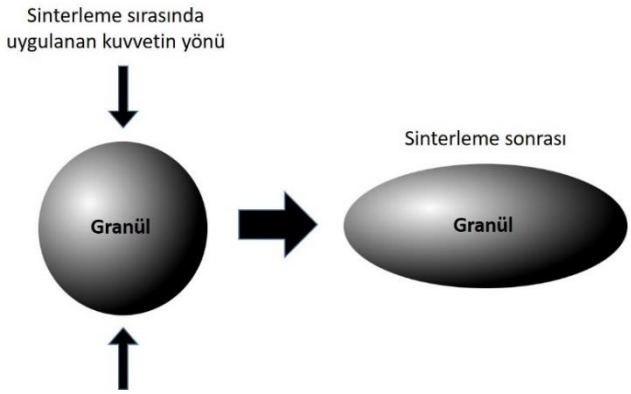
Şekil 1.65. *(a) Yalnızca su, (b) su-PEG karışımı ile üretilen SL500-%15 Zr numunelerine ait Zr haritaları*

SL500 granüllerinin SE-SEM görüntüsünün verildiği Şekil 1.66'da, donat şeklindeki içi boş granüllerin sayıca fazlalığı dikkat çekmektedir. Granüllerin kaplanması sırasında ilave edilen kaplama tozu, donat şeklindeki granüllerin içerisindeki bu boşluklara dolarak, Şekil 1.63(b) ve Şekil 1.61(b)'de ok ile gösterilen beyaz heterojen bölgeleri oluşturmaktadır. Bu heterojen bölgelerin, ısıl genleşme farkından dolayı numunede aşırı miktarda kalıntı gerilmeler oluşturarak kesme sırasında kesici ucun kırılmasına yol açması beklenmektedir. Kalıntı gerilmelerin miktarının kontrol altında tutulabilmesi ve homojen bir kaplama yapılabilmesi için kaplanacak granüllerin yoğun ve içi dolu olması oldukça önemlidir.



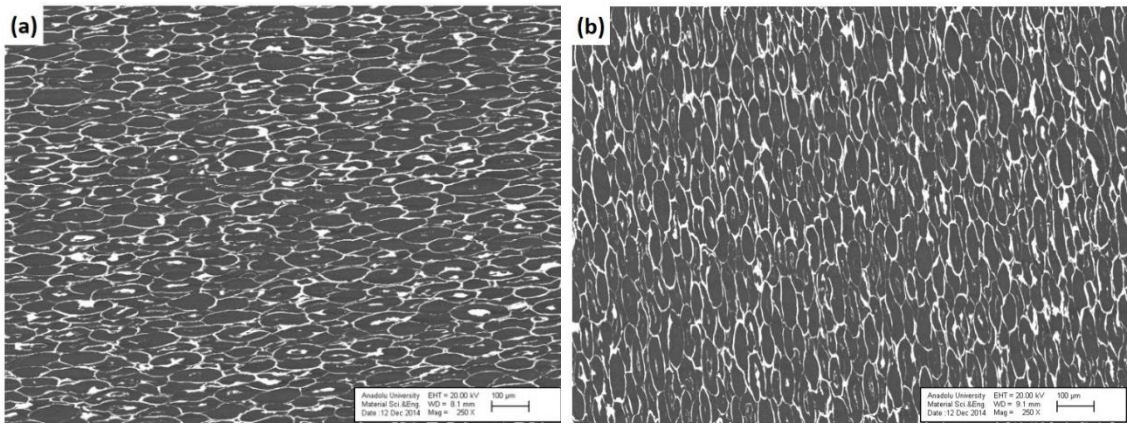
Şekil 1.66. *SL500 granüllerinin SE-SEM görüntüsü*

Sinterleme sonrasında kesitten parlatılarak SEM'de BSE modunda incelenen tüm numunelerde granüllerin, sinterleme sırasında uygulanan yükün yönüne dik olarak yönlendiği görülmektedir. Bu durum Şekil 1.67'de şematik olarak gösterilmiştir. Malzemeler, tek eksende uygulanan yük altında, yüke dik olacak şekilde yönlenirler.

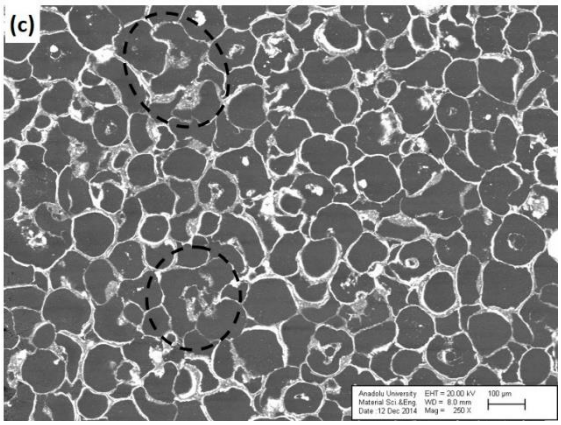


Şekil 1.67. *Granüllerin, sinterleme sırasında uygulanan kuvvetin yönüne bağlı olarak yönlenmesinin şematik gösterimi*

UBE Si_3N_4–ZrO_2 toz karışımının SL500 granülleri etrafına kaplanması için şiddetli karıştırıcı ile 5 dk süre ile farklı dönme hızlarında yapılan denemelere ait numunelerin BSE-SEM görüntüleri Şekil 1.68'de karşılaştırmalı olarak verilmiştir. Şekil 1.68(a) ve Şekil 1.68(b)'de granüllerin, tıpkı diğer numunelerde olduğu gibi, sinterleme sırasında uygulanan yükün yönüne dik olarak yönlendiği görülmektedir. Şekil 1.68(c)'de ise granüller, diğer numunelerden farklı olarak, yönlenmemiş gözükmektedir. Bunun nedeni, SEM görüntülerinin kesitten değil, numunenin üst yüzeyinden alınmış olmasıdır.

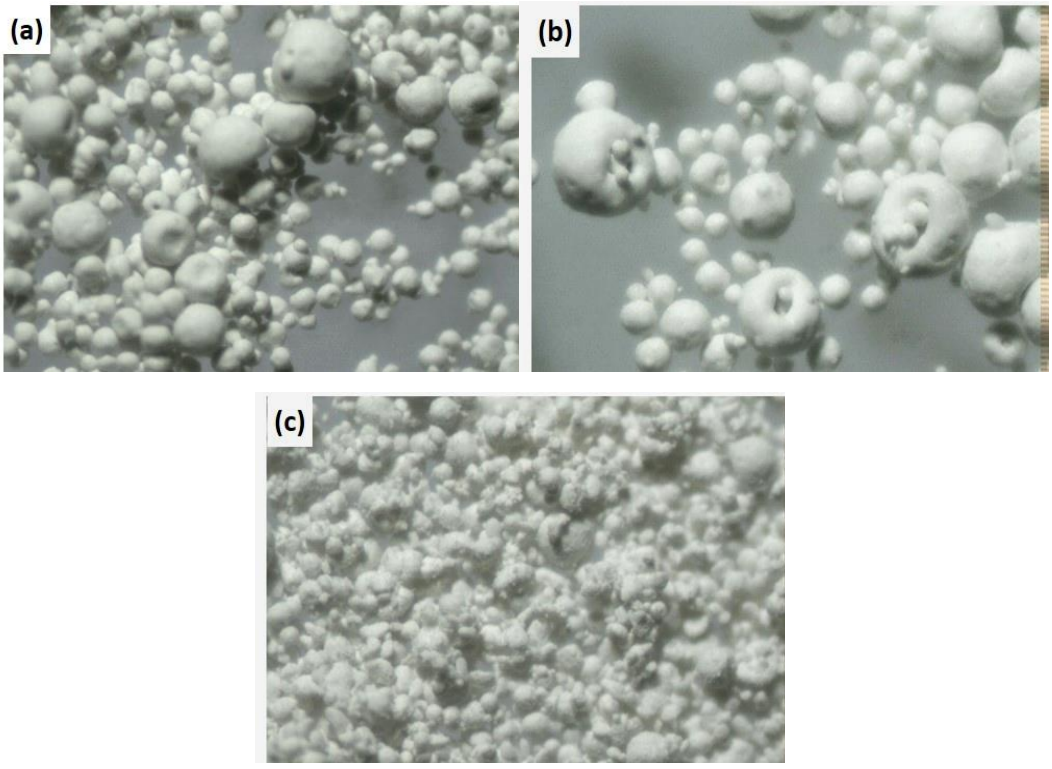


Şekil 1.68. *SL500 - %15 Zr numunesinin (a) 1000 dev/dk, (b) 1500 dev/dk, (c) 3000 dev/dk dönme hızıyla yapılan denemelerine ait numunelerin BSE-SEM görüntüleri*



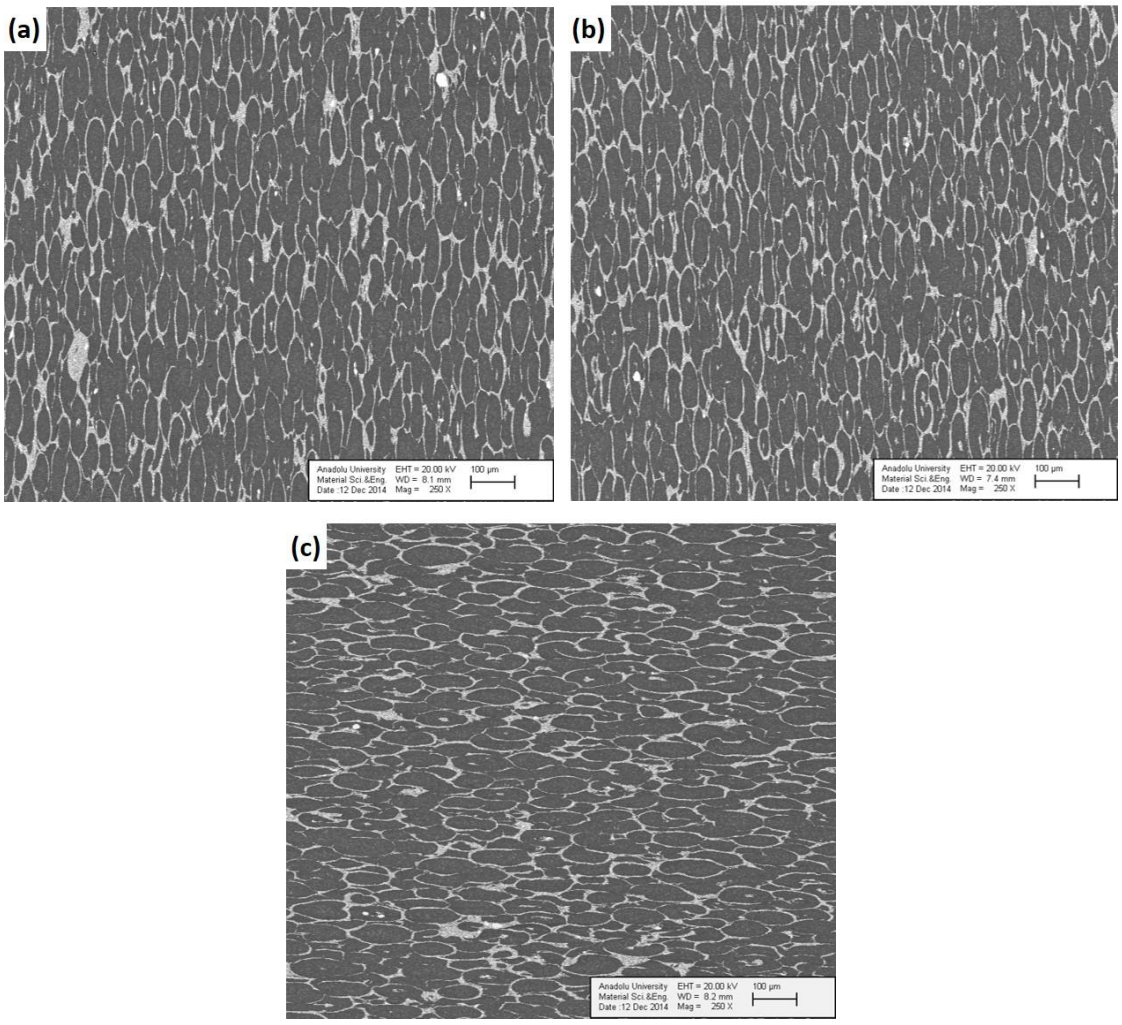
Şekil 1.68. **(Devam)** *SL500 - %15 Zr numunesinin (a) 1000 dev/dk, (b) 1500 dev/dk, (c) 3000 dev/dk dönme hızıyla yapılan denemelerine ait numunelerin BSE-SEM görüntüleri*

Şekil 1.68(c)'de daire ile gösteren bölgelerde granüllerin kırılarak formunu yitirdiği düşünülmektedir. Bu nedenle aynı numunelerin granülleri stereo mikroskop ile incelenmiş ve karşılaştırmalı görüntüleri Şekil 1.69'da verilmiştir. Şekil 1.69(c)'de görüldüğü gibi artan dönme hızında granüller kırılarak deforme olmakta ve formunu yitirerek toz hale gelmektedirler. Bu nedenle yapılan denemelerde maksimum dönme hızı 1000 dev/dk olarak belirlenmiştir.

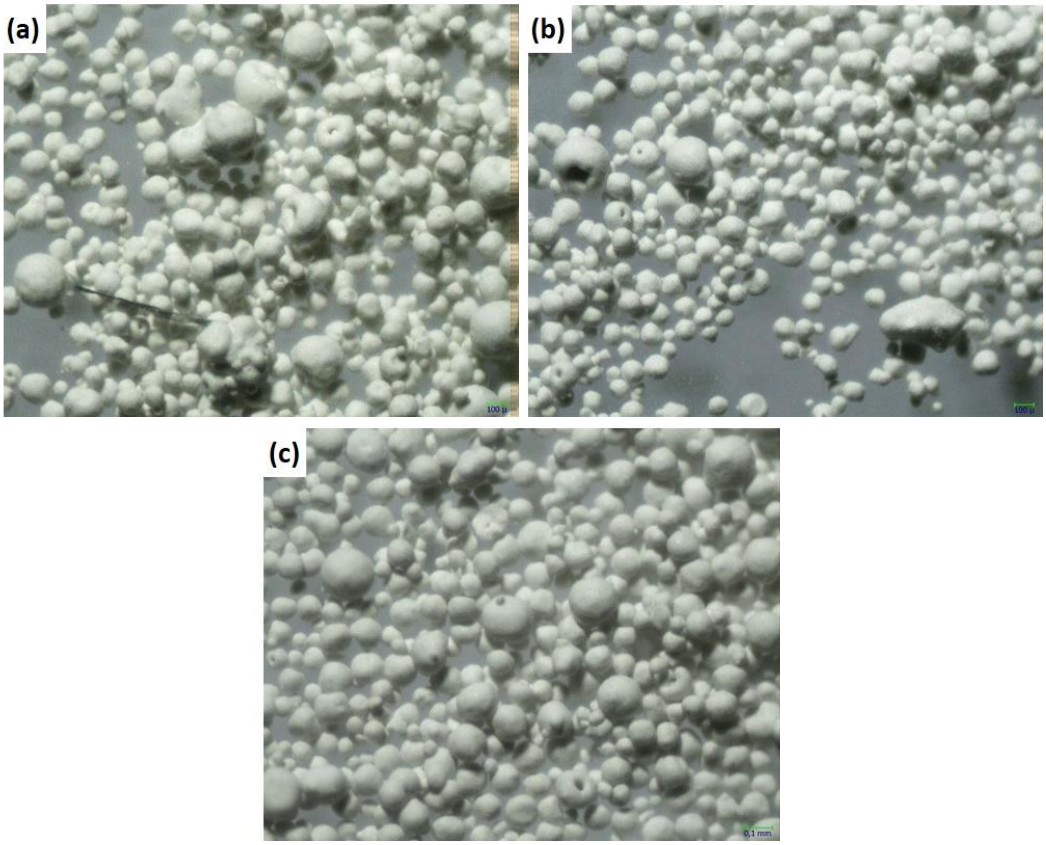


Şekil 1.69. *SL500 - %15 Zr numunesinin 5 dk süre ile (a) 1000 dev/dk, (b) 1500 dev/dk, (c) 3000 dev/dk dönme hızıyla yapılan denemelere ait granüllerin stereo mikroskop görüntüleri*

UBE Si_3N_4–ZrO_2 toz karışımının SL500 granülleri etrafına kaplanması için şiddetli karıştırıcı ile 1000 dev/dk dönme hızında farklı sürelerde yapılan denemelere ait numunelerin BSE-SEM görüntüleri Şekil 1.70'de karşılaştırmalı olarak verilmiştir. Karıştırma süresi arttığında kaplanmadan kalan heterojen bölgelerin azaldığı ve kaplama etkinliğinin arttığı gözlemlenmiştir. Öte yandan, artan karışma süresi ile granüller birbirleriyle sürtünerek aşınabilmekte, ufalanabilmekte ve dolayısıyla formunu kaybedebilmektedirler. Artan karıştırma süresinin granüller üzerindeki etkisi Şekil 1.71'de verilen stereo mikroskop görüntülerinde incelenmiştir. Şekil 1.71(c)'de verilen ve karıştırma süresi 30 dk olan numunede dahi granüllerin formunu koruduğu görülmektedir. Bu nedenle, ilerleyen dönemlerde yapılan denemelerde karıştırma süresi 30 dk olarak belirlenmiştir.

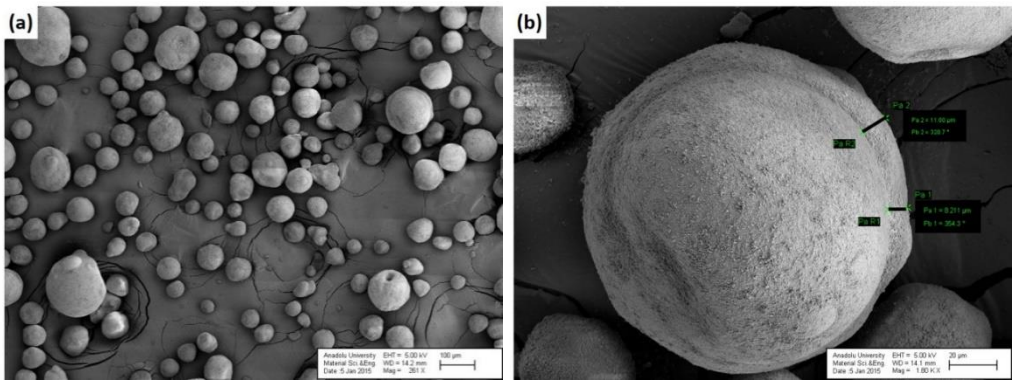


Şekil 1.70. *SL500 - %15 ubeZr numunesinin şiddetli karıştırıcıda 1000 dev/dk dönme hızı ile (a) 5 dk, (b) 15dk, (c) 30 dk süreyle yapılan denemelere ait numunelerin BSE-SEM görüntüleri*



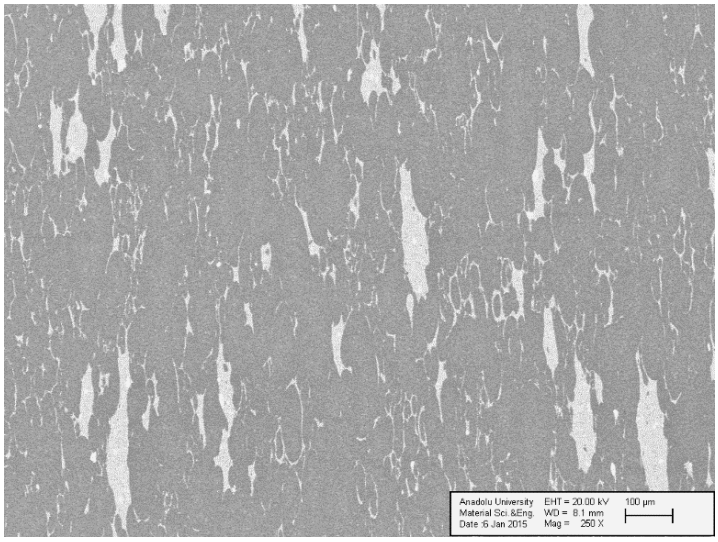
Şekil 1.71. *SL500 - %15 ubeZr numunesinin şiddetli karıştırıcıda 1000 dev/dk dönme hızı ile (a) 5 dk, (b) 15dk, (c) 30 dk süreyle yapılan denemelere ait granüllerin stereo mikroskop görüntüleri*

Şiddetli karıştırıcı ile 1000 dev/dk dönme hızıyla 30 dk süreyle yapılan SL500 - %15 ubeZr numunesinin granüllerine ait SE-SEM görüntüsü Şekil 1.72'de verilmiştir. Şekil 1.72(a)'da granüllerin etrafının kaplama tozuyla kaplandığı açıkça görülmektedir. Şekil 1.72(b)'de verilen görüntüde granülün etrafına kaplanan bölgenin boyutu 8-11 µm aralığında ölçülmüştür.



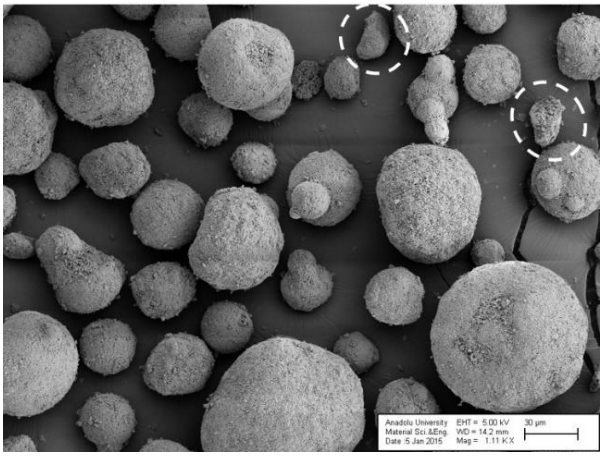
Şekil 1.72. *Şiddetli karıştırıcı 1000 dev/dk hızda 30 dk süre ile yapılan SL500 - %15 ubeZr numunesine ait granüllerinin SE-SEM görüntüleri (a) 261x, (b) 1800x*

Düşük dönme hızlarında kaplama prosesinin etkinliğinin ve topakların dağıtılabilirliğinin incelenmesi açısından, SL500 granüllerine hacimce %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 toz karışımı eklenerek 215 dev/dk dönme hızında 30 dk süreyle karıştırılmıştır. Elde edilen numunenin kesitinden alınan BSE-SEM görüntüsü Şekil 1.73'de verilmiştir. Buna göre 215 dev/dk dönme hızı, topakların dağıtılabilmesi için yeterli değildir.



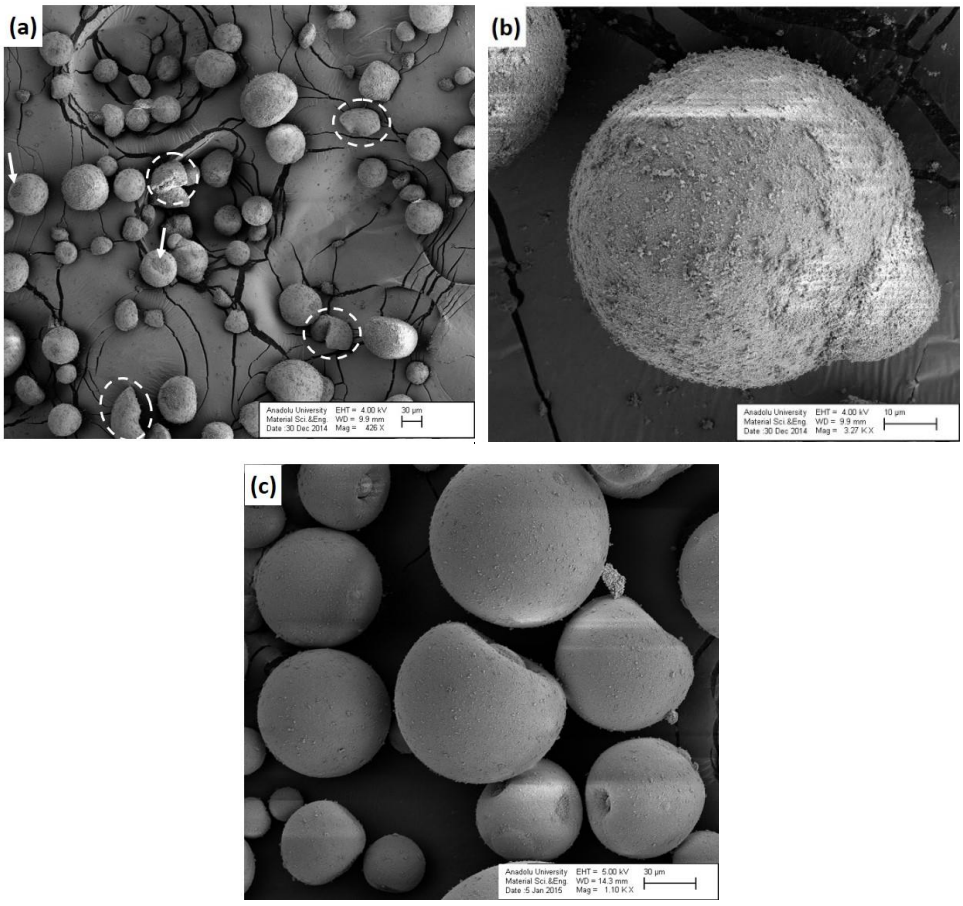
Şekil 1.73. *Şiddetli karıştırıcıda 215 dev/dk hızda 30 dk süre ile yapılan SL500 - %15 ubeZr numunesine ait BSE-SEM görüntüsü*

Şekil 1.74'de aynı numunenin granüllerine ait SE-SEM görüntüsü verilmiştir. Kaplama tozunun granüllerin yüzeyine kaplandığı açıkça görülmektedir. Granüllerden kopan bazı parçalar ise şekil üzerinde dairelerle gösterilmiştir. Bu tozların, sinterleme sonrası içyapıda heterojen bölgeler oluşturduğu düşünülmektedir.



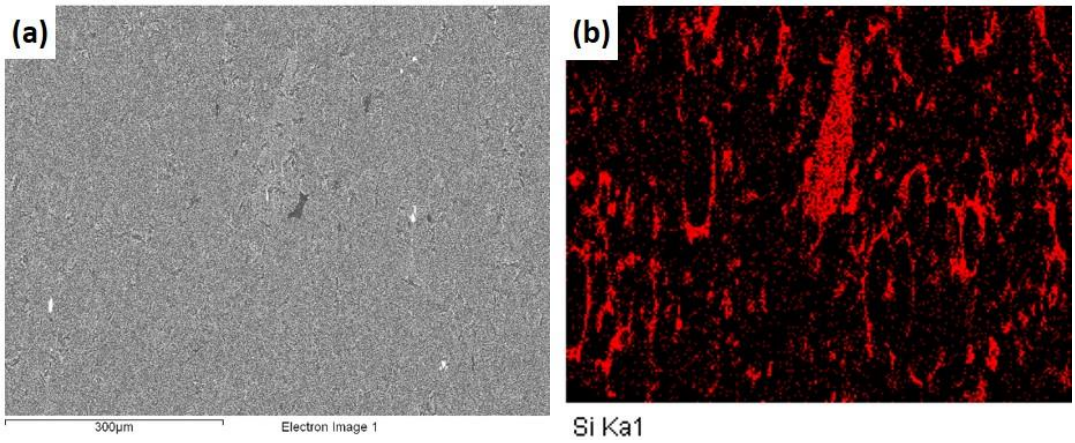
Şekil 1.74. *Şiddetli karıştırıcıda 215 dev/dk hızda 30 dk süre ile yapılan SL500 - %15 ubeZr numunesine ait granüllerin SE-SEM görüntüsü. Granüllerden kopan parçalar dairelerle ile gösterilmiştir.*

Üretilen Al_2O_3–ZrO_2 granüllerinin kaplanması için şiddetli karıştırıcıda yapılan ilk denemede UBE Si_3N_4–ZrO_2 kaplama tozu granüllerle birlikte 1000 dev/dk dönme hızında 30 dk süreyle karıştırılmıştır. Bu denemeye ait granüllerin SE-SEM görüntüleri, kaplanmamış Al_2O_3–ZrO_2 granüllerinin SE-SEM görüntüleriyle karşılaştırmalı olarak Şekil 1.75'de verilmiştir. Kaplanmamış granüllerin yüzeyi daha pürüzsüzken, kaplanmış granüllerin yüzeyi, granül yüzeyine tutunan partiküllerden ötürü daha pürüzlü gözükmektedir (Şekil 1.75(b)). Şekil 1.75(a)'da ok ile gösterilen bölgelerde donat şeklindeki granüllerin boşluklarına kaplama tozunun dolduğu görülmektedir. Bu bölgelerin sinterleme sonrasında, Şekil 1.64(b)'de de gösterildiği gibi, heterojen bölgeler oluşturduğu düşünülmektedir. Şekil 1.75(a)'da bazı granüllerin parçalanarak formunu kaydettiği görülmektedir. Bu bölgeler şekil üzerinde dairelerle gösterilmiştir. Bu nedenle, ilerleyen dönemlerde yapılan denemelerde dönme hızı 700 dev/dk olarak belirlenmiştir.



Şekil 1.75. *AlZr–%10 ubeZr numunesine ait granüllerin (a) 426x, (b) 3270x büyütmedeki SE-SEM görüntüleri ile (c) kaplanmamış Al_2O_3–ZrO_2 granüllerinin SE-SEM görüntüsü. Parçalanan granüller dairelerle, donat şeklindeki granüllere dolan tozlar oklarla gösterilmiştir.*

Şekil 1.76(a)'da AlZr–%10 ubeZr numunesinin kesitinden alınan BSE-SEM görüntüsü verilmiştir. Granüllerin etrafındaki kaplama, diğer görüntülerdekinin aksine, açıkça görülememektedir. Aynı yerden yapılan EDX haritalama analizi ile elde edilen Si elementel haritası Şekil 1.76(b)'de verilmiştir. Buna göre sistemde kaplanmadan kalan iri Si_3N_4 topakları mevcuttur. Ayrıca granüllerin etrafındaki kaplama kalınlığı heterojen dağılım göstererek bazı yerlerde kalın, bazı yerlerde ise yok denecek kadar azdır. Bu nedenle, bir sonraki denemede kaplama tozu miktarı hacimce %12,5'e çıkarılarak granül yüzeyine daha fazla toz tutunması ile kaplama kalınlığı arttırılmak istenmiştir.

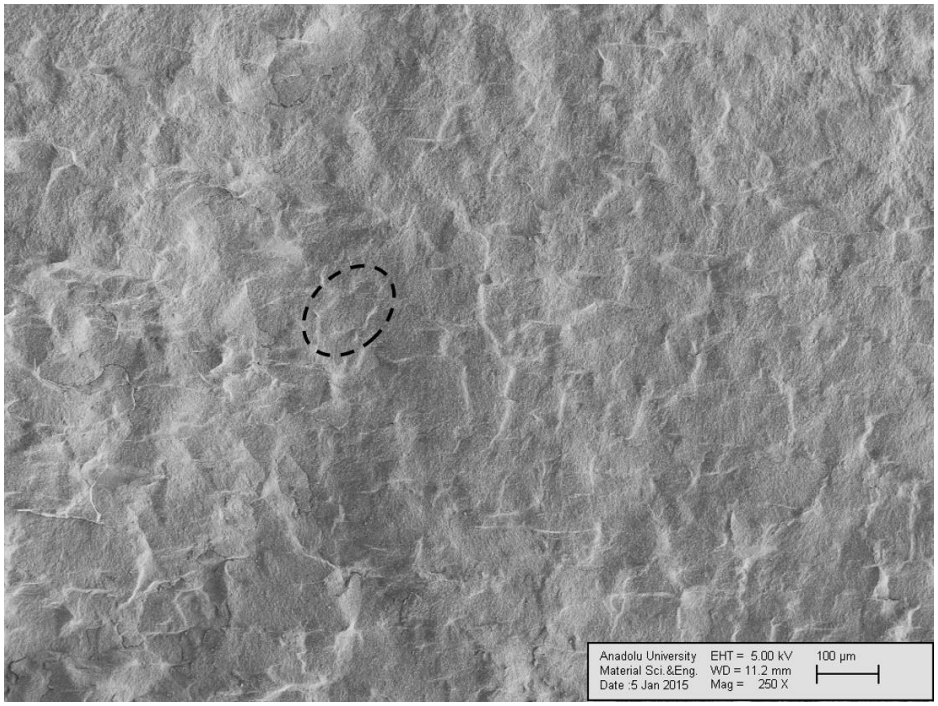


Şekil 1.76. *(a) AlZr–%10 ubeZr numunesinin kesitinden alınan BSE-SEM görüntüsü, (b) aynı yerden yapılan EDX haritalama analizi ile elde edilen Si elementel haritası*

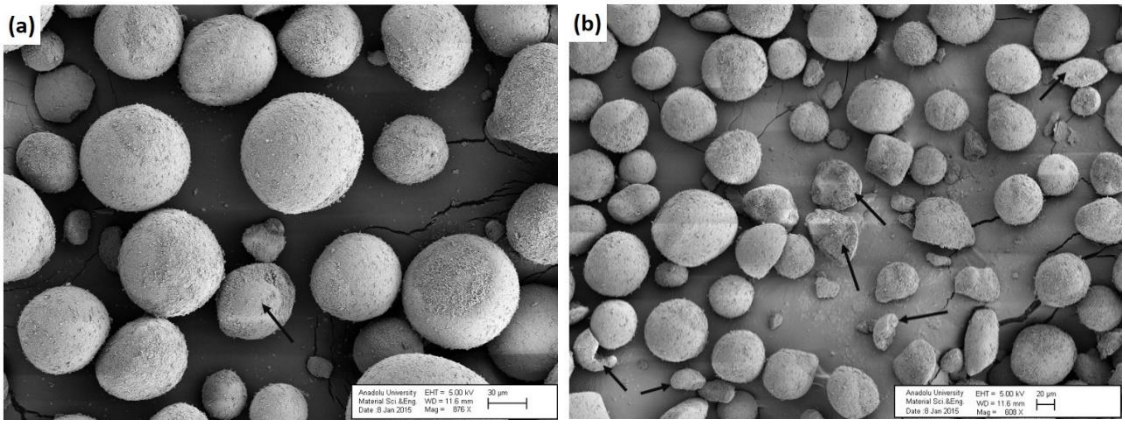
Fibröz monolitik seramiklerde çatlak, zayıf hücre sınırları boyunca ilerlemekte ve dolayısıyla kırılma, hücre – hücre sınırı arayüzeyinden gerçekleşmektedir. Bu nedenle kırık yüzey, girintili – çıkıntılı bir topoğrafyaya sahiptir [58]. Şekil 1.77'de kırık yüzey SE-SEM görüntüsü verilen AlZr–%10 ubeZr numunesinde de benzer durum söz konusudur. Çatlak, zayıf olan granül ile kaplama arayüzeyini takip etmekte ve dolayısıyla kırılma bu arayüzeyden gerçekleşmektedir. Bu nedenle numunenin kırık yüzeyi, istenildiği gibi girinti çıkıntılı bir topoğrafyaya sahiptir.

Kaplama kalınlığının arttırılması için UBE Si_3N_4–ZrO_2 kaplama tozu miktarının arttırılmasının yanında granüllere ilave edilen su-PEG karşımı miktarı da ağırlıkça %10'dan %12'ye çıkarılmıştır. 700 dev/dk ve 1000 dev/dk olmak üzere 2 farklı dönme hızında 30 dk süreyle yapılan denemeye ait granüllerin SE-SEM görüntüsü Şekil 1.78'de karşılaştırmalı olarak verilmiştir. Şekil 1.78 (a)'da granüllerin yüzey pürüzlülüğünden kaplanmanın gerçekleştiği anlaşılmaktadır. Şekil üzerinde ok ile gösterilen granülün

yüzeyinin tamamının kaplanmadığı ve kaplama kalınlığının yaklaşık olarak 5-6 µm civarında olduğu görülmektedir. Şekil 1.78 (b)'de granüllerin deforme olduğu görülmektedir. Bu nedenle sonraki çalışmalarda dönüş hızı 700 dev/dk olarak belirlenmiştir. Granüllerden kopan parçalar şekil üzerinde oklarla gösterilmiştir.



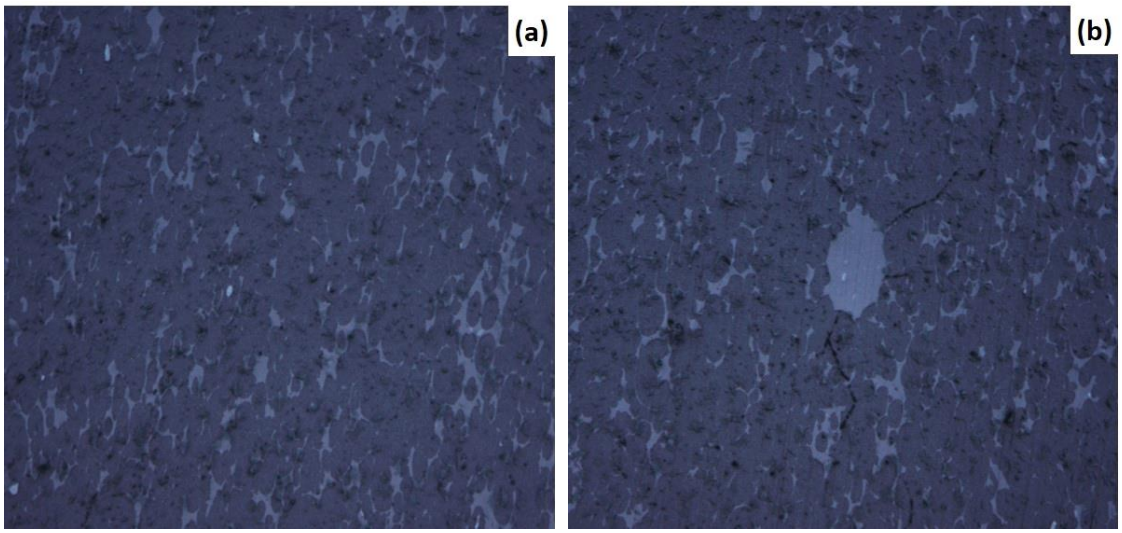
Şekil 1.77. *AlZr–%10 ubeZr numunesinin kırık yüzeyine ait SE-SEM görüntüsü. Granül-kaplama arayüzeyi daire ile gösterilmiştir.*



Şekil 1.78. *Şiddetli karıştırıcıda 30 dk süreyle (a) 700 dev/dk, (b) 1000 dev/dk dönme hızlarında yapılan AlZr–%12 ubeZr numunesine ait granüllerin SE-SEM görüntüleri. Granüllerden kopan parçalar oklarla gösterilmiştir.*

Şekil 1.79'da 700 dev/dk ve 1000 dev/dk dönme hızlarında yapılan denemeye ait numunelerin kesitlerin alınmış optik mikroskop görüntüleri kıyaslamalı olarak

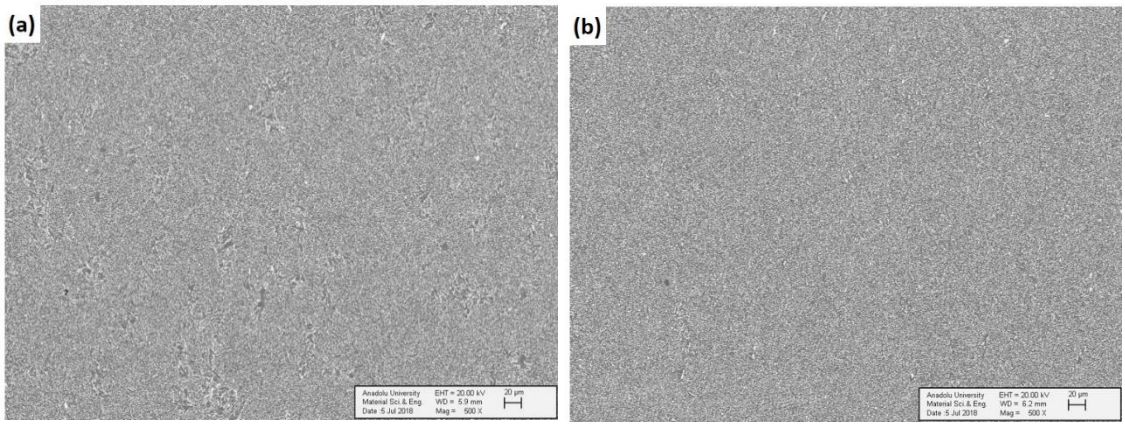
verilmiştir. Her iki numunede de efektif bir kaplama gerçekleştirilememiştir. Artan su miktarı ve kaplama tozu miktarı kaplama kalınlığını arttırmıştır. Ancak, kaplanmadan kalan heterojen bölgelerin miktarı arttığı için efektif bir kaplama gerçekleştirilememiştir. Sisteme ilave edilen su miktarı arttıkça kaplama tozu kendi arasında topaklanarak kaplama etkinliğini düşürmektedir. Şekil 1.79(b) beyaz olarak gözüken ve kaplanmadan kalan iri ZrO_2 bölgesi etrafında kılcal çatlaklar görülmektedir. Bu çatlaklar, ZrO_2'nin tetragonal fazdan monoklinik faza dönüşümü sırasında açığa çıkan hacim genleşmesinden kaynaklanabildiği gibi, ısıl genleşme katsayısı farkından doğan ısıl gerilmelerden de kaynaklanabilmektedir [69, 70, 80]. Bu çatlakların oluşumu, heterojen bölgenin boyutu ile de ilişkilidir. Lutz ve ark. [52, 53] yaptıkları çalışmada dubleks seramiklerdeki ZrO_2 bölgesinin boyutu arttığında oluşan kılcal çatlakların arttığını ve ürünün mukavemetinde düşüş meydana geldiğini göstermişlerdir.



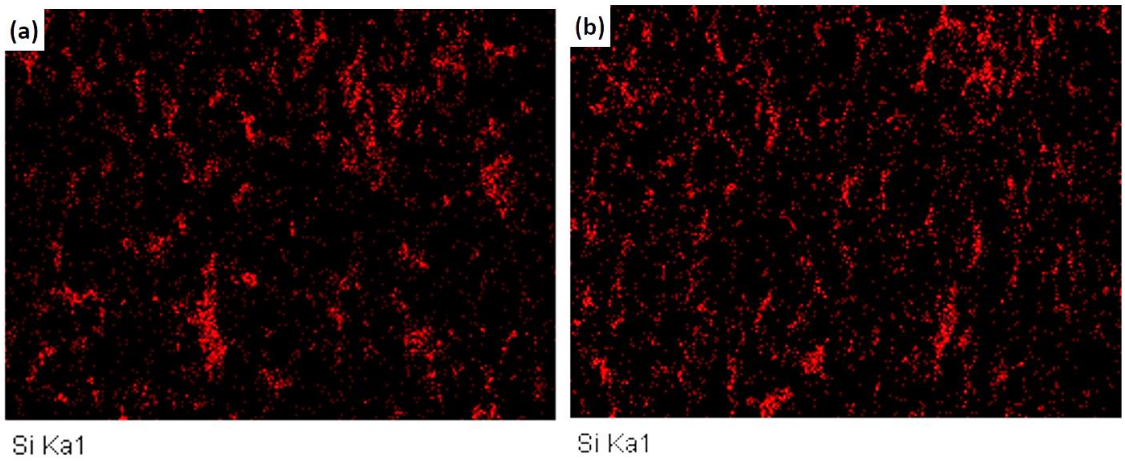
Şekil 1.79. *Şiddetli karıştırıcıda 30 dk süreyle (a) 700 dev/dk, (b) 1000 dev/dk dönme hızlarında yapılan AlZr–%12 ubeZr numunelerine ait BSE-SEM görüntüleri*

UBE Si_3N_4 tozunun topaklanma eğilimi çok yüksek olduğu için etkin bir kaplama prosesi geliştirilememiştir. Bu nedenle UBE Si_3N_4 ve ZrO_2 tozları sulu ortamda karıştırılarak kaplamaya uygun, yumuşak bir toz elde edilebilmesi için dondurarak kurutma yöntemi kullanılmıştır. Dondurarak kurutma yöntemi kullanılarak elde edilen tozlar yuvarlak, havalandırılmış ve oldukça kolay deforme olabilen tozlardır [84, 85]. Dondurarak kurutma yöntemiyle üretilen UBE Si_3N_4 ve nano Si_3N_4 tozlarının Al_2O_3–ZrO_2 granüllerine kaplanması için şiddetli karıştırıcıda 700 dev/dk dönme hızıyla 30 dk süreyle yapılan denemelere ait numunelerin BSE-SEM görüntüleri Şekil 1.80'de

verilmiştir. Her iki numunenin içyapısında da ayrışmış Si_3N_4 ve ZrO_2 bölgeleri görülmemektedir. Bu durum, Si_3N_4 ve nano Si_3N_4 tozlarının yaş ortamda homojen şekilde karıştığını göstermektedir. UBE Si_3N_4 tozu kullanılarak yapılan numunenin içyapısında kaplanmadan kalan Si_3N_4–ZrO_2 bölgeleri daha fazla gözükmektedir (Şekil 1.80(a)). Nano Si_3N_4 tozu kullanılarak yapılan numunenin içyapısı ise oldukça homojendir (Şekil 1.80(b)). Şekil 1.81'de verilen Si elementel haritaları da bu durumu doğrulamaktadır. UBE Si_3N_4 tozu kullanılarak üretilen numunede Si_3N_4 topaklarının boyutu ve miktarı daha fazladır (Şekil 1.81(a)).



Şekil 1.80. *Kaplama tozlarının dondurarak kurutma yöntemiyle üretildiği (a) AlZr–%10 ubeZr, (b) AlZr–%10 nanoZr numunelerine ait BSE-SEM görüntüleri*

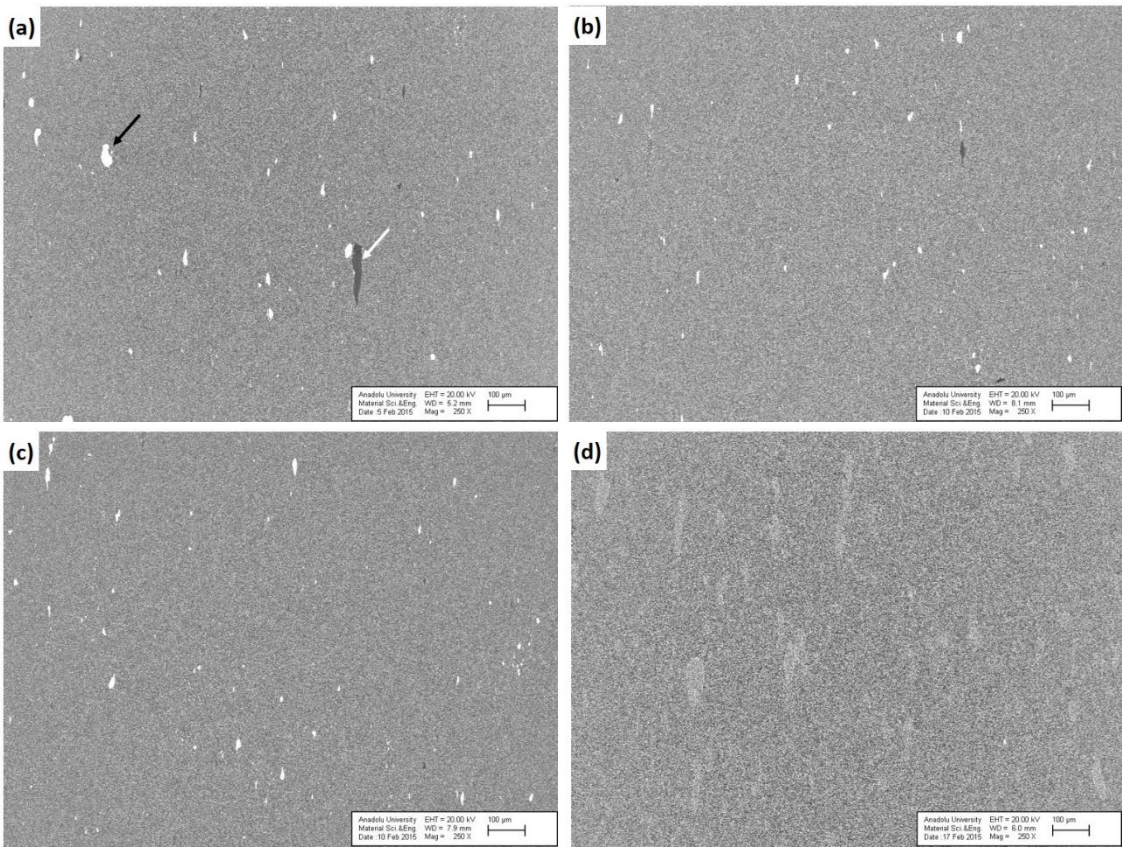


Şekil 1.81. *Kaplama tozlarının dondurarak kurutma yöntemiyle üretildiği (a) AlZr–%10 ubeZr, (b) AlZr–%10 nanoZr numunelerine ait Si elementel haritaları*

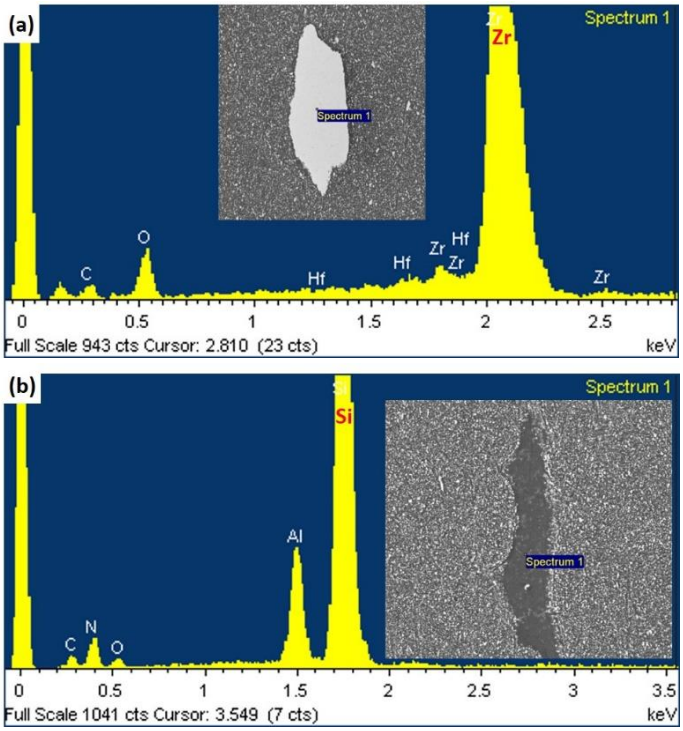
UBE Si_3N_4 tozu uygun fiyatlı ve piyasada yaygın olarak kullanılan, tedarik edilmesi kolay bir toz olsa da, topaklanma eğilimi çok yüksek olduğu için kuru ortamda etkin bir kaplama prosesi geliştirilememiştir. Bu nedenle sonraki dönemde yapılan çalışmalarda

nano Si_3N_4 tozuna yoğunlaşılmış ve bu toz ile etkin bir kaplama prosesi geliştirme denemeleri yapılmıştır. Şiddetli karıştırıcı ile Al_2O_3–ZrO_2 granüllerine hacimce %10 nano boyutlu Si_3N_4–ZrO_2 toz karışımı kaplama çalışmalarında, belirlenen optimum değerler olan 700 dev/dk dönüş hızı, 30 dk karıştırma süresi ve %10 su-PEG karışımı ilavesi kullanılmıştır. Si_3N_4 ve ZrO_2 tozunun kuru ortamda homojen karıştırılabilmesi için farklı karıştırma süreleri ve farklı miktarlarda öğütücü bilye kullanılarak yapılan denemelere ait numunelerin BSE-SEM görüntüleri karşılaştırmalı olarak Şekil 1.82'de verilmiştir. Kuru karıştırmada karıştırma süresinin gereğinden fazla tutulması, homojen bir karışım elde edilmesinin aksine, partiküllerin yeniden topaklanmasına neden olmaktadır [86-89]. Bu nedenle karıştırma süresi 24 saatten 7 saate düşürülerek karıştırma süresinin gereğinden fazla olup olmadığı incelenmiştir. Şekil 1.82 (a) ve (b)'de yalnızca 3-4 adet Si_3N_4 bilye kullanılarak sırasıyla 7 saat ve 24 saat süreyle karıştırma yapılan numunelere ait BSE-SEM görüntüleri kıyaslanmıştır. Şekil 1.82(a)'da siyah ok ve beyaz ok ile gösterilen beyaz ve koyu gri renkteki bölgeler sırasıyla ZrO_2 ve Si_3N_4 bölgeleridir. Bu bölgeler 24 saat süreyle karıştırma yapılan numunede de var olsa da, hem miktar hem de boyut olarak daha azdır (Şekil 1.82(b)). Dolayısıyla 7 saatlik karıştırma süresi nano Si_3N_4 ve ZrO_2 tozlarının homojen karışımı için yeterli değildir. Si_3N_4 bilye miktarı toz ağırlığının 1,5 katına çıkarıldığında Si_3N_4 bölgeleri içyapıda kaybolsa da beyaz ZrO_2 bölgeleri halen elimine edilememiştir (Şekil 1.82(c)). Si_3N_4 bilye miktarı toz ağırlığının 2,5 katına çıkarıldığında ise kaplanmadan kalan bölgeler ne çok beyaz ne de çok gridir. Bu durum, Si_3N_4 ve ZrO_2 tozlarının homojen karıştığını ve içyapıda tek başına gri Si_3N_4 bölgeleri ve beyaz ZrO_2 bölgeleri olmadığını göstermektedir (Şekil 1.82(d)). Her ne kadar Si_3N_4–ZrO_2 toz karışımı homojen olsa da kaplanmadan kalan tozların oluşturduğu heterojen bölgeler hem miktar hem de boyut olarak oldukça fazladır. Dolayısıyla etkin bir kaplama sağlanamamıştır.

Şekil 1.82 (a)'da siyah ok ve beyaz ok ile gösterilen ve sırasıyla beyaz ve koyu gri renkte görülen bölgelere yapılan EDX analizinin sonuçları Şekil 1.83'de verilmiştir. Şekil 1.83(a)'da Hafniyum (Hf), Zirkonyum'dan (Zr) safsızlık olarak gelmektedir. Şekil 1.83(b)'de Al ve O elementlerinin, EDX analizi yapılan noktanın çevresinden geldiği düşünülmektedir.

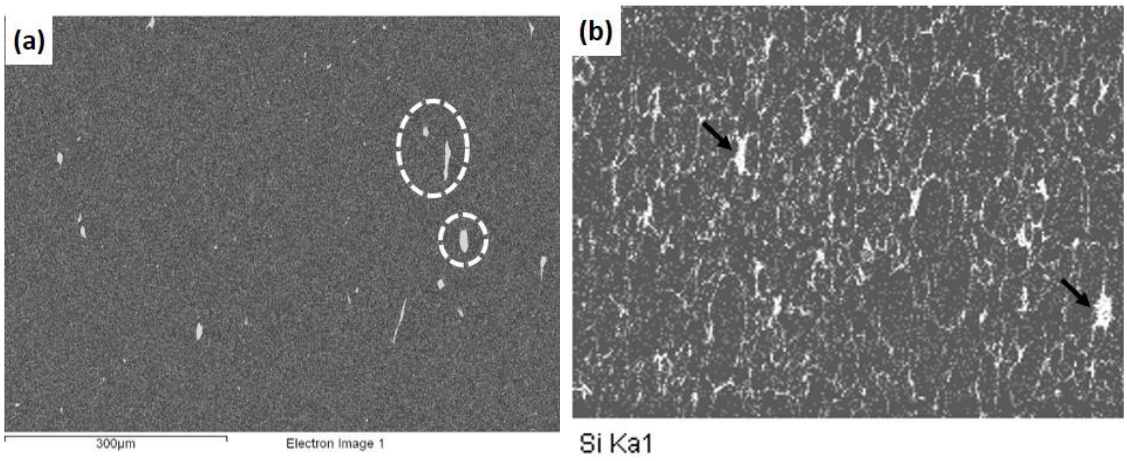


Şekil 1.82. *(a) 3 adet bilyeyle 7 saat, (b) 3 adet bilyeyle 24 saat, (c) toz ağırlığının 1,5 katı kadar bilyeyle 24 saat, (d) toz ağırlığının 2,5 katı kadar bilyeyle 24 saat karıştırılan nano Si_3N_4–ZrO_2 toz karışımı ile yapılan denemelere ait numunelerin BSE-SEM görüntüleri. Heterojen Si_3N_4 ve ZrO_2 bölgeleri oklarla gösterilmiştir.*

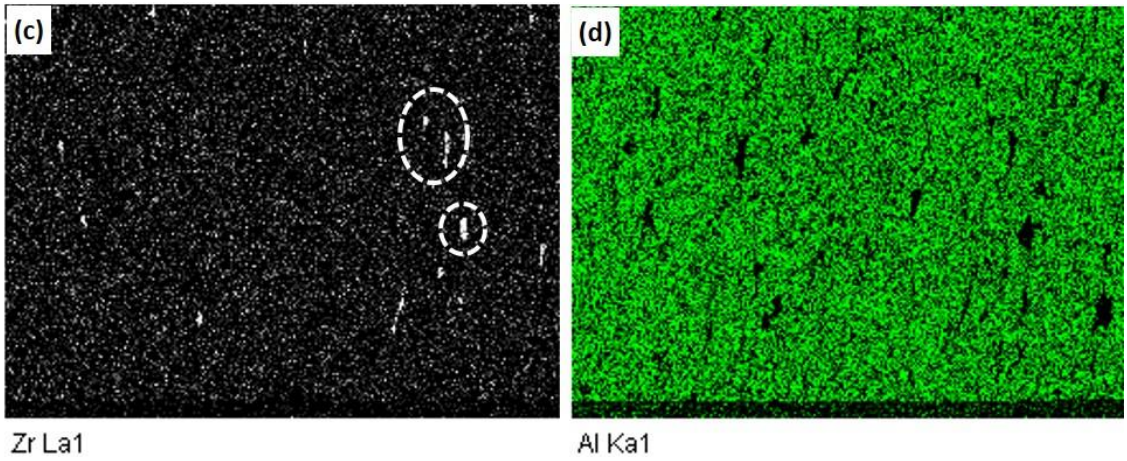


Şekil 1.83. *Şekil 1.80(a)'da (a) siyah ok ile, (b) beyaz ok ile gösterilen bölgelerin EDX nokta analizi*

Şekil 1.82(c)'de BSE-SEM görüntüsü verilen numuneye yapılan EDX haritalama analizi sonucunda elde edilen elementel haritalar Şekil 1.84'de verilmiştir. Şekil 1.84(a)'da verilen BSE-SEM görüntüsünde kaplama açıkça görülmese de Si elementel haritasından granüllerin etrafının kaplandığı anlaşılmaktadır (Şekil 1.84(b)). SEM'de BSE modu atomların ağırlığına (Z) göre, daha doğrusu içerdikleri elektron miktarına göre kontrast farkı vermektedir [90, 91]. Numune yüzeyine gönderilen elektron demetinin numune ile etkileşimi sonucu saçılan elektronlar BSE detektörü tarafından yakalanarak sinyal olarak işlenmektedir. Atom ağırlığı yani elektron miktarı arttıkça, elektron demeti ile numune etkileşimi artacak ve böylelikle toplanan elektron miktarı yani sinyal artacaktır. Dolayısıyla atom ağırlığı yüksek olan atomlar daha beyaz, atom ağırlığı düşük olan atomlar daha koyu gözükecektir. Si ve Al elementleri periyodik tabloda yan yana oldukları için atom ağırlıkları ve elektron sayıları birbirlerine çok yakındır (Z_{Al} = 27, Z_{Si} = 28). Bu nedenle, bu iki atomun BSE modunda yarattığı kontrast farkı çok azdır ve birbirlerinden ayırt edilmeleri çok zordur. Bu nedenden ötürü, kaplanmadan kalan ve Şekil 1.84(b)'de ok ile gösterilen Si_3N_4 bölgeleri BSE-SEM görüntüsünde görülememektedir. Öte yandan, atom ağırlığı yüksek olan Zr elementi (Z_{Zr} = 91) BSE modunda beyaz olarak açıkça görülmektedir (Şekil 1.84(a)). Şekil 1.84(c)'de verilen Zr elementel haritasında, görüntünün her yerinden Zr sinyali geldiği görülmektedir. Hem granüllerde hem de kaplama tozunda ZrO_2 bulunduğu için bu beklenen bir durumdur.



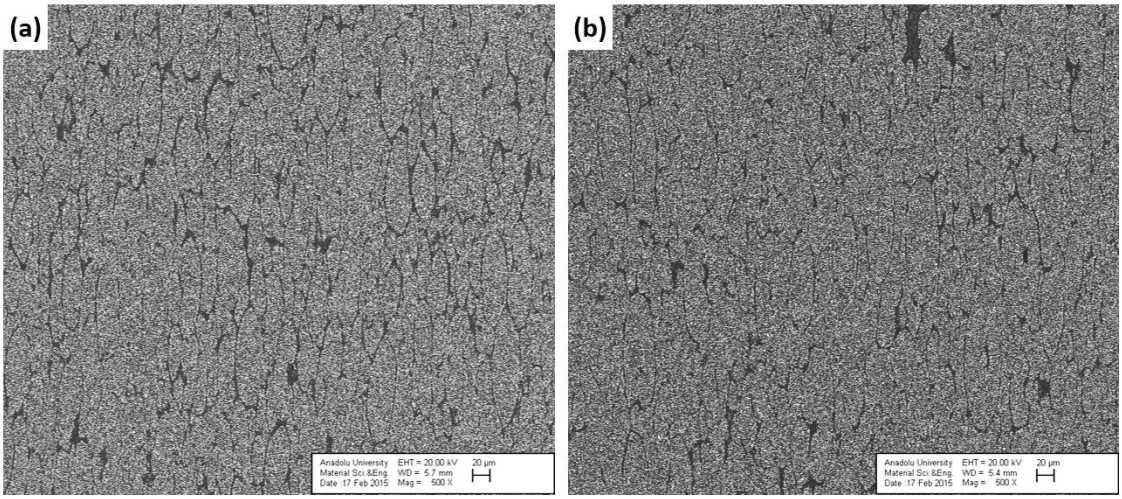
Şekil 1.84. *Toz ağırlığının 1,5 katı kadar bilye ile karıştırılmış Si_3N_4–ZrO_2 tozunun Al_2O_3–ZrO_2 granülleri etrafına kaplanmasıyla elde edilen numunenin (a)BSE-SEM görüntüsü ve aynı yerden yapılan EDX haritalama analizi ile elde edilen (b) Si, (c) Zr, (d) Al elementel haritaları. Si bölgeleri oklarla, Zr bölgeleri dairelerle gösterilmiştir.*



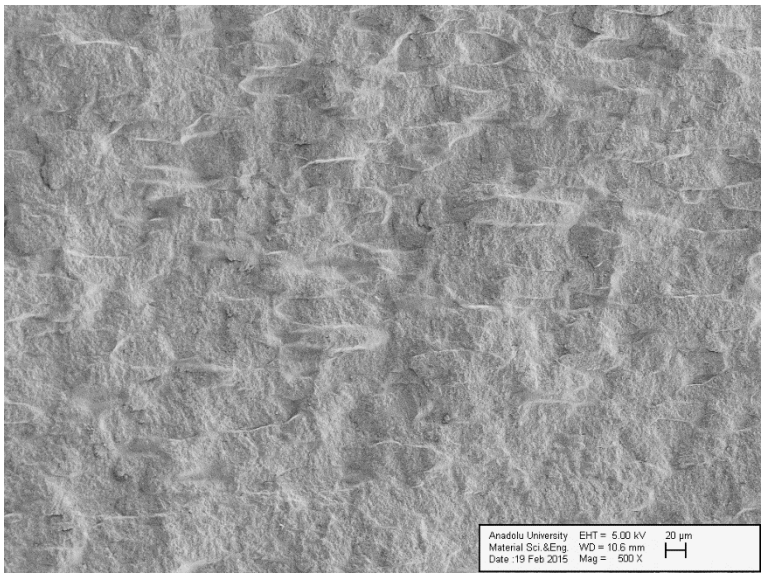
Şekil 1.84. (Devam) *Toz ağırlığının 1,5 katı kadar bilye ile karıştırılmış Si_3N_4–ZrO_2 tozunun Al_2O_3–ZrO_2 granülleri etrafına kaplanmasıyla elde edilen numunenin (a)BSE-SEM görüntüsü ve aynı yerden yapılan EDX haritalama analizi ile elde edilen (b) Si, (c) Zr, (d) Al elementel haritaları. Si bölgeleri oklarla, Zr bölgeleri dairelerle gösterilmiştir.*

İçyapıda kaplanmadan kalan ZrO_2 bölgeleri elimine edilemediği için Al_2O_3–ZrO_2 granüllerine hacimce %10 nano boyutlu Si_3N_4 kaplaması denenmiştir. Bir önceki denemede sisteme ilave edilen su miktarı arttıkça kaplama tozunun kendi arasında topaklandığı görülmüştür. Bu nedenle şiddetli karıştırıcı parametreleri optimum olarak belirlenen değerlerde (700 dev/dk dönme hızı ve 30 dk karıştırma süresi) sabit tutularak sisteme Al_2O_3–ZrO_2 granüllerinin ağırlıkça %5'i ve %10'u kadar su-PEG karışımı ilave edilerek kaplama denemeleri yapılmıştır. Şekil 1.85'de numunelerin kesitinden alınan BSE-SEM görüntüleri kıyaslamalı olarak verilmiştir. Nem miktarı arttıkça tozların kohezif özellikleri arttığından dolayı, kaplama tozu kendi içinde topaklanarak kaplama etkinliğini düşürmektedir. Dolayısıyla ağ. %5 su-PEG karışımı içeren numunede kaplanmadan kalan Si_3N_4 bölgeleri azalmış ve kaplama etkinliği artmıştır (Şekil 1.85(a)).

Al_2O_3–ZrO_2 granüllerinin ağırlıkça %5'i kadar su-PEG karışımı içeren numunenin kırık yüzeyinden alınan SE-SEM görüntüsü Şekil 1.86'de verilmiştir. Kaplama tozunda ZrO_2 olmadığı için granül ile kaplama arasındaki ısıl genleşme katsayısı farkı oldukça yüksektir. Isıl genleşme katsayısı farkı arttıkça sistemdeki ısıl genleşme farkına bağlı kalıntı gerilmeler artmaktadır [52, 80]. Çatlak, kalıntı gerilim bölgesi olan granül ile kaplama arayüzeyini takip ettiği için kırılma granül-kaplama arayüzeyinden gerçekleşmiştir (Şekil 1.86). Böylelikle açığa çıkan yeni yüzeylerde aşınmaya dirençli nano Si_3N_4 kaplama bölgesi olduğu için kesici uçta meydana gelen aşınmaya rağmen performans düşüşünün minimum düzeyde olması beklenmektedir.



Şekil 1.85. *(a) Ağırlıkça %5 su-PEG karışımı, (b) ağ. %10 su-PEG karışımı içeren AlZr–%10 nanoSN numunelerine ait BSE-SEM görüntüleri*

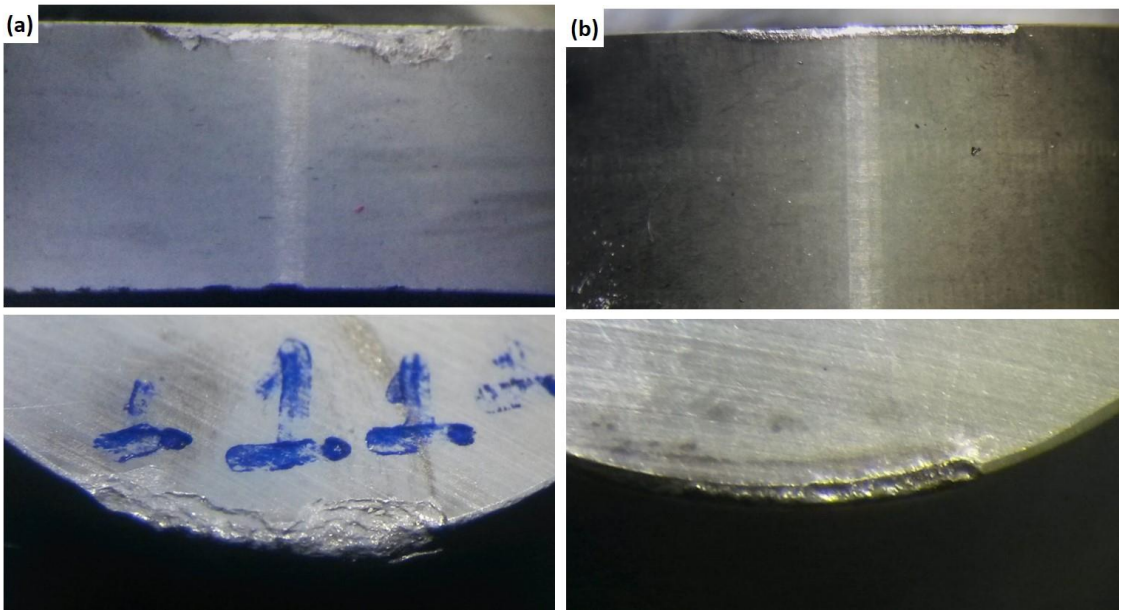


Şekil 1.86. *Ağırlıkça %5 su-PEG karışımı içeren AlZr–%10 nanoSN numunesinin kırık yüzeyine ait SE-SEM görüntüsü*

1.4.1.2.3. *Performans testi*

Ağırlıkça %5 su-PEG karışımı içeren AlZr–%10 nanoSN numunesi SPS yöntemiyle üretilerek çevre bileme ve pah kırma işlemlerinden sonra Inconel 718 malzemesinin tornalanmasında test edilmiştir. Kullanılan kesme parametreleri şu şekildedir: V_c = 300 m/dk, f = 0,20 mm/dev, a_p = 1,75 mm. Test edilen kesici ucun stereo mikroskop ile görüntülenmiş aşınma profili referans uç ile kıyaslamalı olarak Şekil 1.87'de verilmiştir. Referans uçta (Al_2O_3–SiC_v) az miktarda yanal aşınma görülürken, test numunesinde yanal aşınmadan ziyade kalıntı gerilmelere bağlı kenar pullanması

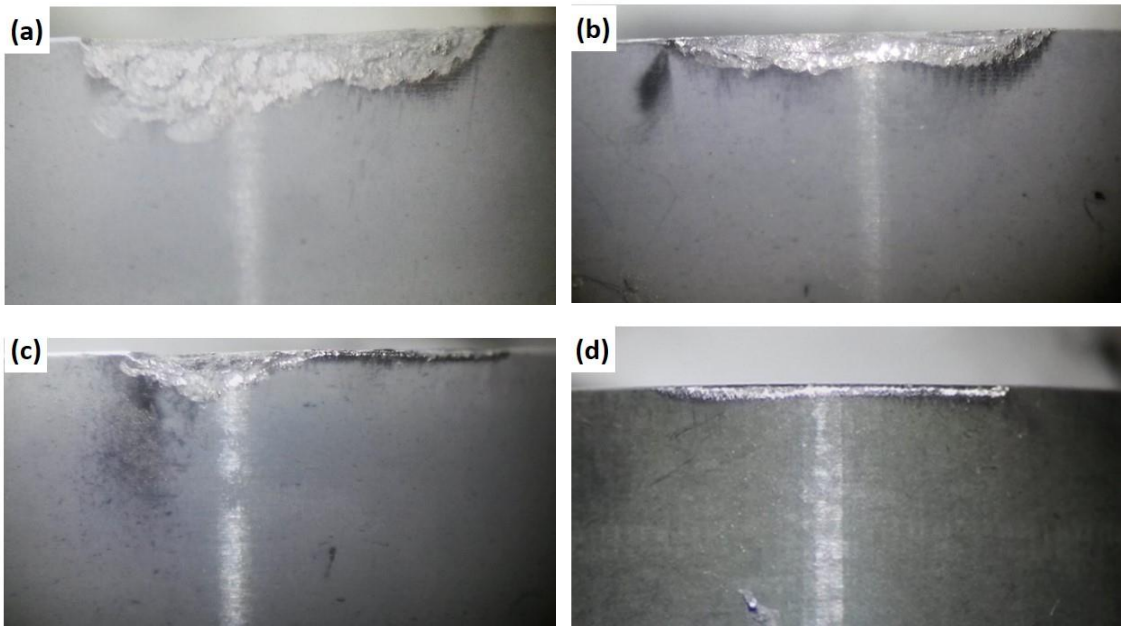
görülmüştür. Nano Si_3N_4–ZrO_2 toz karışımının ısıl genleşme katsayısı $4{,}5x10^{-6}$/°C iken, tek başına nano Si_3N_4 tozunun ısıl genleşme katsayısı $3{,}2x10^{-6}$/°C'dir. Dolayısıyla granül ile kaplama arasındaki ısıl genleşme katsayısı farkı yalnızca nano Si_3N_4 kaplanan numunede daha fazla olduğundan Eşitlik 1.1'e göre hacimsel gerinim ve Eşitlik 1.7'ye göre de numunedeki iç gerilim miktarı daha fazladır. Bu durumun pullanmaya bağlı aşınmayı tetiklediği düşünülmektedir.



Şekil 1.87. *(a) AlZr–%10 nanoSN test numunesinin, (b)* Al_2O_3–SiC_v *kesici ucun alınma profilleri*

Dondurarak kurutma yöntemiyle üretilen UBE Si_3N_4–ZrO_2 ve nano Si_3N_4–ZrO_2 toz karışımlarının, şiddetli karıştırıcı için belirlenen optimum değerler olan 700 dev/dk karıştırma hızı, 30 dk karıştırma süresi ve %5 su ilavesiyle Al_2O_3–ZrO_2 granüllerine kaplanması ile elde edilen AlZr–%10 ubeZr ve AlZr–%10 nanoZr numunelerinden üretilen kesici uçlar Inconel 718'in torlanalanmasında test edilmiştir. Kullanılan kesme parametreleri şu şekildedir: V_c = 300 m/dk, f = 0,20 mm/dev, a_p = 2 mm. Kesme hızının aşınmaya olan etkisini inceleyebilmek için AlZr–%10 nanoZr numunesi ile yapılan ikinci testte, diğer tüm kesme parametreleri sabit tutularak, kesme hızı (V_c) 400 m/dk'ye çıkarılmıştır. Test edilen kesici uçların stereo mikroskop ile görüntülenmiş aşınma profilleri referans uç ile karşılaştırmalı olarak Şekil 1.88'de verilmiştir. Şekil 1.88(a)'da kesici uçta yüksek miktarda pullanma görülmüştür. Bunun nedeninin, içyapıda bulunan heterojen bölgelerin aşırı miktarda kalıntı gerilme oluşturmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Nano Si_3N_4 kullanılan numunede de benzer şekilde pullanmalar

görülmektedir (Şekil 1.88(b)). Ancak, pullanma miktarı aynı kesme koşullarında UBE Si_3N_4 kullanılan numuneye kıyasla daha düşüktür. Bunun nedeninin, içyapıda kaplanmadan kalan heterojen bölgelerin boyutlarının daha düşük olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. AlZr–%10 nanoZr numunesi için kesme hızının 300 m/dk'den 400 m/dk'ye çıkarılması pullanmaya aşınma miktarında azalmaya neden olmuştur (Şekil 1.88(c)). Genel olarak kesme hızının artmasıyla kesme kuvvetinin azalması beklenir. Çünkü artan kesme hızıyla birlikte sıcaklık artacağı için işparçasının yüzey sertliği azalır. Bu durum ısıl yumuşama olarak bilinmektedir [92]. Literatürde, Inconel 718'in işlenmesi özelinde yapılan bazı çalışmalarda, kesme hızının artmasıyla kesme kuvvetlerinin azaldığı gösterilmiştir [93-95]. Kesme kuvvetlerinin azalmasıyla kesici uçta görülen pullanma miktarı da azalmıştır. Test sonucunda referans olarak alınan Al_2O_3–SiC_v kesici uçta az miktarda yanal aşınma görülmüştür. Dolayısıyla bu uygulama için yapılan kaplama denemelerinin performansı referans kesici uca göre oldukça düşüktür.



Şekil 1.88. *300 m/dk kesme hızıyla yapılan testlerde kullanılan (a) AlZr–%10 ubeZr, (b) AlZr–%10 nanoZr numunesinin, (c) 400 m/dk kesme hızıyla yapılan testte kullanılan AlZr–%10 nanoZr numunesinin, (d) referans olarak alınan Al_2O_3 – SiC_v kesici ucun aşınma profilleri*

1.4.2. Yaş ortamda yapılan granül kaplama denemeleri

Kuru ortamda yapılan granül kaplama denemelerinde homojen bir kaplama yapılamadığı için kaplama tozu kendi içinde topaklanarak içyapıda heterojen bölgeler

oluşturmuştur. Bu nedenle homojen bir kaplama yapılabilmesi için granüllere su yerine Si_3N_4–ZrO_2 kaplama toz karışımı içeren seramik çamur ilave edilerek denemeler yapılmıştır. Kaplama tozunu içeren seramik çamur, granüllerin etrafına yapışacak ve böylelikle granülleri kaplamış olacaktır. UBE Si_3N_4 tozu kuru ortamda topaklanma eğilimi gösterse de yaş ortamda homojen bir şekilde dağıtılabilmektedir. Bu nedenle yaş ortamda yapılan kaplama denemelerinde UBE Si_3N_4 tozu kullanılmıştır.

1.4.2.1. *Şiddetli karıştırıcı ile yapılan granül kaplama denemeleri*

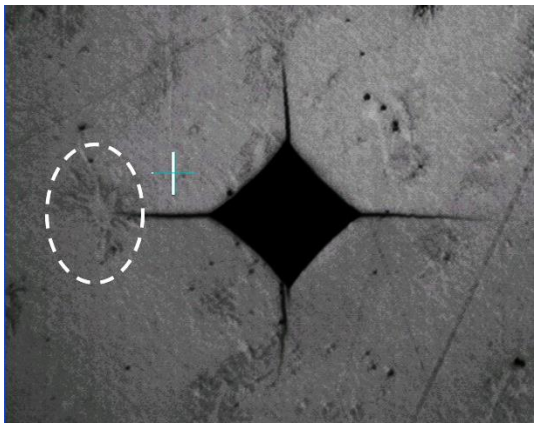
1.4.2.1.1. *Sertlik ve kırılma tokluğu*

Al_2O_3–ZrO_2 granüllerine hacimce %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 kaplama toz karışımı içerecek şekilde karı oranı ayarlanan seramik çamur ilave edilerek şiddetli karıştırıcıda 1000 dev/dk dönme hızında 10 dk süreyle karıştırılmıştır. Elde edilen numuneye ait sertlik ve kırılma tokluğu değerleri Tablo 1.20'da verilmiştir. Verilen değerler, aynı kompozisyona sahip olan ve şiddetli karıştırıcıda kuru karıştırma yöntemiyle üretilen numuneler (Tablo 1.18) ile benzerdir.

Tablo 1.20. *AlZr–%10 ubeZr numunesine ait sertlik ve kırılma tokluğu değerleri*

Numune tanımı	Sertlik (GPa)	Tokluk ($MPam^{1/2}$)
AlZr – %10 ubeZr	18.46 ± 0.31	5.45 ± 0.22

Numuneye ait Vickers indent izi ve oluşan çatlaklar Şekil 1.89'da verilmiştir. Homojen bir kaplama görülmese de soldaki çatlak, Si_3N_4–ZrO_2 bölgesi tarafından durdurulmuştur.

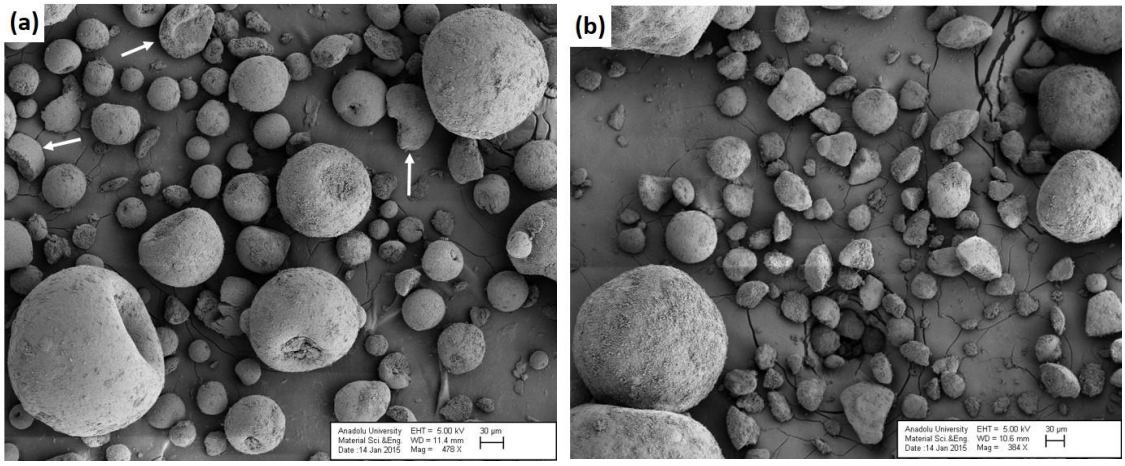


Şekil 1.89. *AlZr–%10 ubeZr numunesine ait Vickers indent izi ve oluşan çatlaklar. Çatlağın heterojen bölgeyle etkileşimi daire ile gösterilmiştir.*

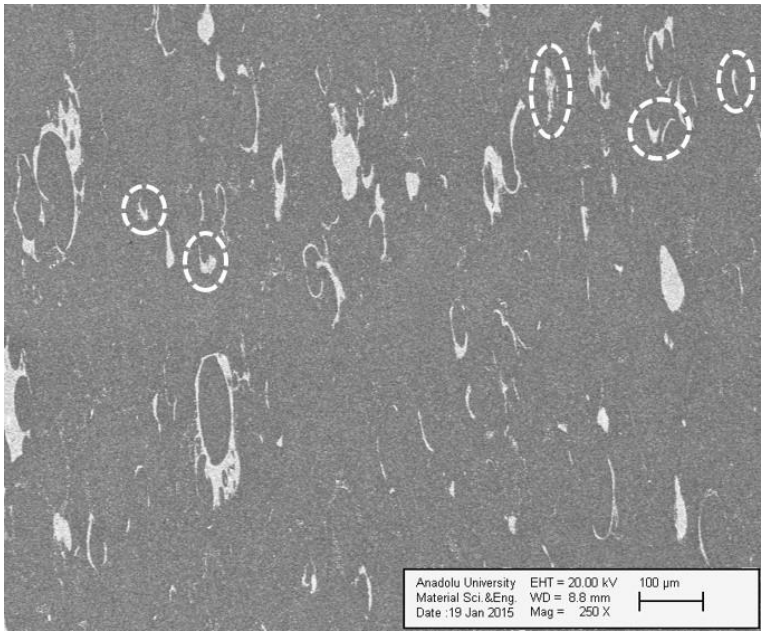
1.4.2.1.2. *İçyapı analizi ve kaplama prosesinin etkinliği*

Şiddetli karıştırıcı ile yapılan ilk denemelerde SL500 granüllerinin etrafı hacimce %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 toz karışımı içerecek şekilde, katı oranı hacimce %25 olan seramik çamur ile kaplanmaya çalışılmıştır. Şiddetli karıştırıcının alt tablasında dönen granüllere su ilave yerinden seramik çamur ilave edilmiştir. Şekil 1.90'da 1000 dev/dk hızda 10 dk ve 20 dk süreyle yapılan denemelere ait granüllerin SE-SEM görüntüleri karşılaştırmalı olarak verilmiştir. Her iki denemede de granüllerin yüzeylerinin pürüzlü olmasından kaplamanın gerçekleştiği anlaşılmaktadır. 10 dk süreyle yapılan denemede bazı granüller parçalansa da, şekil üzerinde oklar ile gösterildiği gibi granül formunun bir kısmını korumaktadırlar (Şekil 1.90(a)). 20 dk süreyle yapılan denemede ise granüller parçalandıktan sonra karışmaya devam ettikleri için ufalanarak formlarını kaybetmişlerdir (Şekil 1.90(b)). Bu nedenle Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ile yapılan denemede karıştırma süresi 10 dk olarak belirlenmiştir.

Şekil 1.91'de 20 dk süreyle karıştırılan numuneye ait BSE-SEM görüntüsü verilmiştir. Şekil üzerinde dairelerle gösterilen beyaz ZrO_2 bölgeleri kaplanmadan kalan bölgeler gibi gözükseler de aslında bu bölgelerin, granüllerin etrafı kaplandıktan sonra kırılan granüllerin oluşturduğu bölgeler oldukları düşünülmektedir. Granüller parçalandığı için homojen bir kaplama elde edilememiştir. Ayrıca içyapıda kaplanmadan kalan iri heterojen bölgeler de mevcuttur.

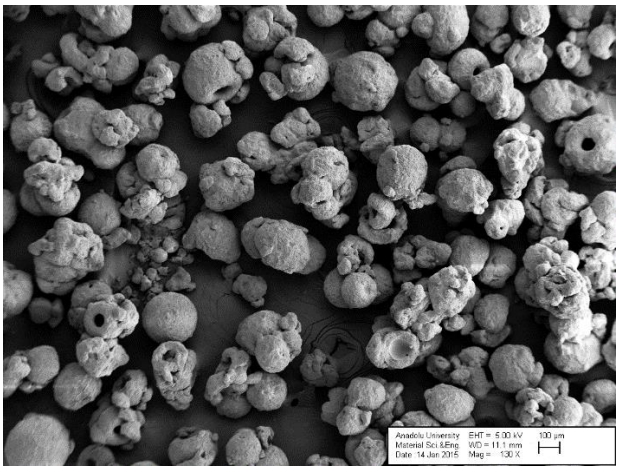


Şekil 1.90. *(a) 10 dk, (b) 20 dk süreyle karıştırılan SL500 - %10 ubeZr numunesine ait granüllerin SE-SEM görüntüleri. Parçalanan granüllerden kopan parçalar oklarla gösterilmiştir.*



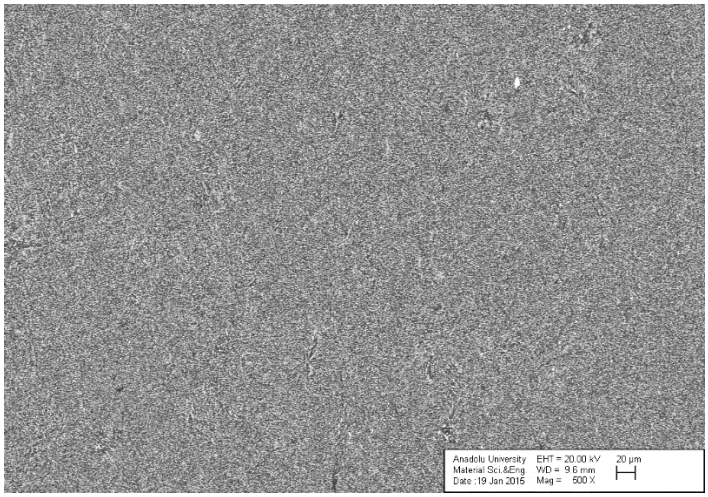
Şekil 1.91. *20 dk süreyle karıştırılan SL500 - %10 ubeZr numunesine ait BSE-SEM görüntüsü. Beyaz ZrO_2 bölgeleri dairelerle gösterilmiştir.*

20 dk karıştırma süresinde granüllerin parçalanmasından dolayı Al_2O_3–ZrO_2 granüllerinin hacimce %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 toz karışımı içerecek şekilde katı oranı ayarlanan seramik çamur ile kaplanması için şiddetli karıştırıcıda yapılan ilk denemede 1000 dev/dk dönme hızında 10 dk süreyle karıştırma yapılmıştır. Bu denemeye ait granüllerin SE-SEM görüntüsü Şekil 1.92'de verilmiştir. Granüllerin etrafında kaplama gözükse de aşırı derecede topaklanma mevcuttur. Sisteme ilave edilen su miktarı fazla olduğundan granüller kendi aralarında topaklanmıştır. Bu nedenle, bir sonraki denemede Si_3N_4–ZrO_2 seramik çamurunun katı oranı arttırılıp sisteme giren su miktarı azaltılmıştır.



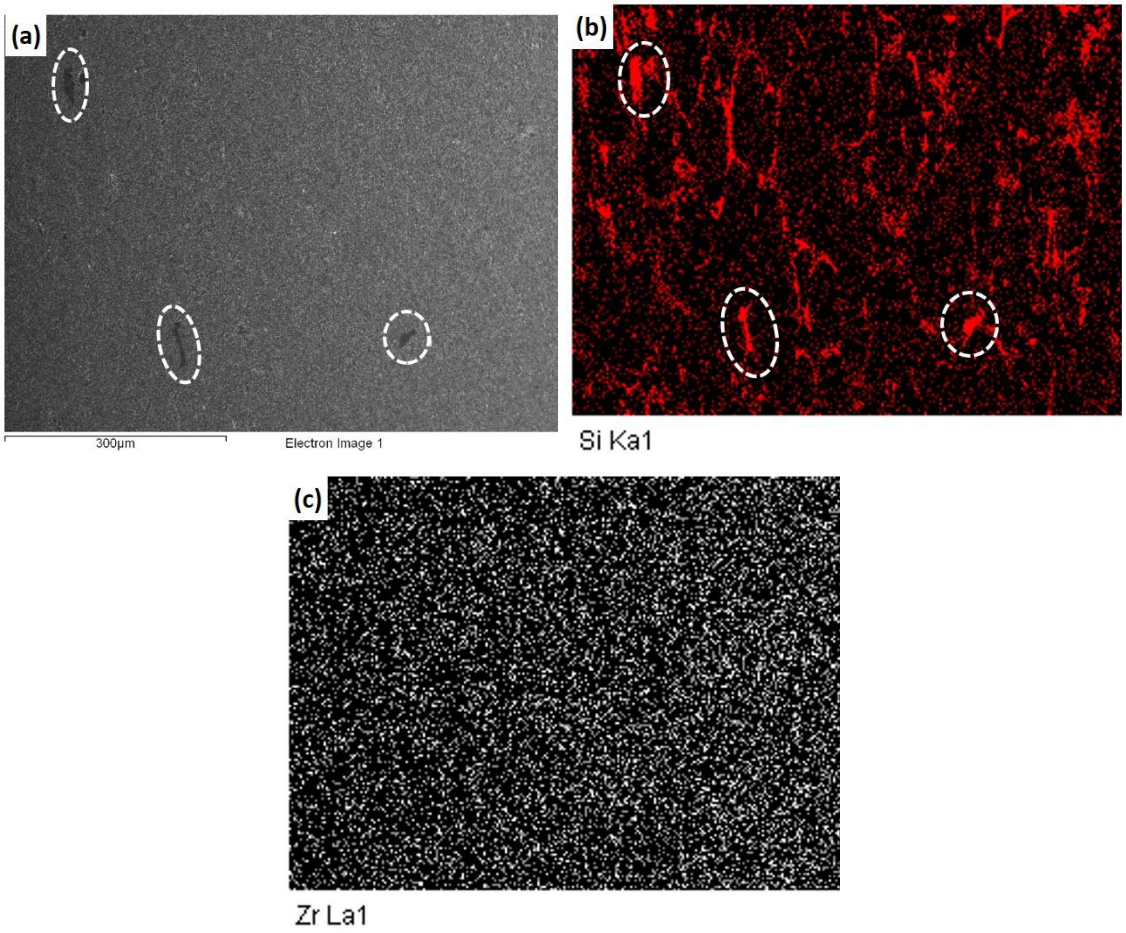
Şekil 1.92. *1000 dev/dk dönme hızında 10 dk süreyle karıştırılan AlZr–%10 ubeZr granüllerinin SE-SEM görüntüsü*

1000 dev/dk dönme hızında 10 dk süreyle karıştırılan AlZr–%10 ubeZr numunesine ait BSE-SEM görüntüsü Şekil 1.93'de verilmiştir. Kuru ortamda yapılan denemelerde içyapıda görülen heterojen bölgeler burada çok nadir görülmektedir ve boyutları oldukça düşüktür. Bu durum, Si_3N_4 ve ZrO_2'nin yaş ortamda karıştırılmasının oldukça homojen bir sonuç verdiğini göstermektedir.



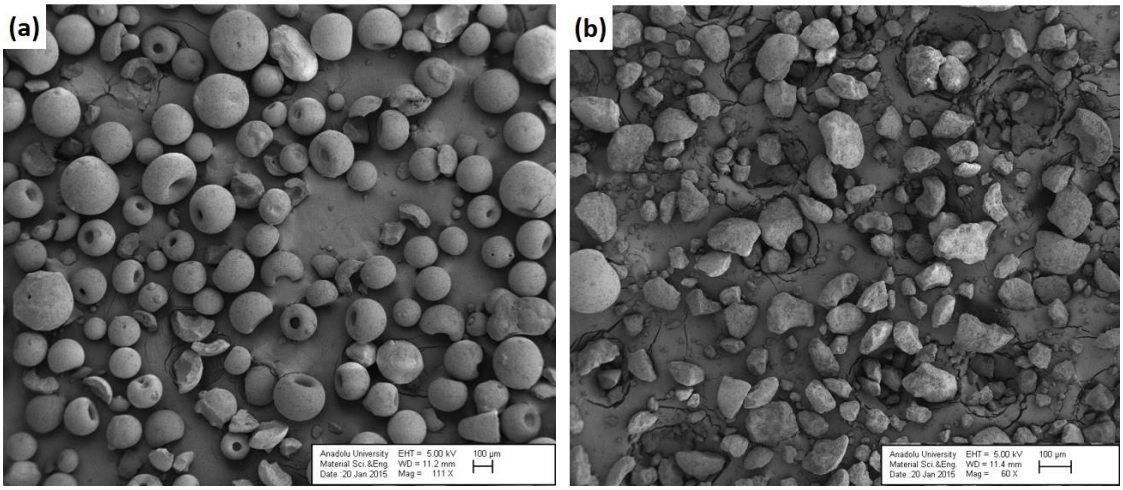
Şekil 1.93. *1000 dev/dk dönme hızında 10 dk süreyle karıştırılan AlZr–%10 ubeZr numunesine ait BSE-SEM görüntüsü*

Şekil 1.94'de aynı numuneye ait BSE-SEM görüntüsü ile aynı yerden yapılan EDX haritalama tekniği ile elde edilmiş Si ve Zr elementel haritaları verilmiştir. Hem Al_2O_3–ZrO_2 granüllerinde hem de Si_3N_4–ZrO_2 kaplama tozunda ZrO_2 bulunduğu için içyapıda tüm bölgelerden Zr elementinin sinyali toplanmaktadır. Bu nedenle Zr elementel haritasında tüm bölgelerde Zr bulunduğu görülmektedir (Şekil 1.94(c)). Şekil 1.93'de verilen BSE-SEM görüntüsünde homojen bir içyapı gözükse de, numunenin farklı bir bölgesinden yapılan EDX analiziyle elde edilen Si elementel haritasında dairelerle gösterilen bazı bölgelerde Si topakları olduğu görülmektedir (Şekil 1.94(b)). Bu bölgeler Şekil 1.94(a)'da verilen BSE-SEM görüntüsünde de gri olarak gözükmektedir. Si elementel haritası incelendiğinde, homojen olmasa da bir miktar kaplama çamurunun başarılı bir şekilde granülleri kapladığı görülmektedir (Şekil 1.94 (b)).



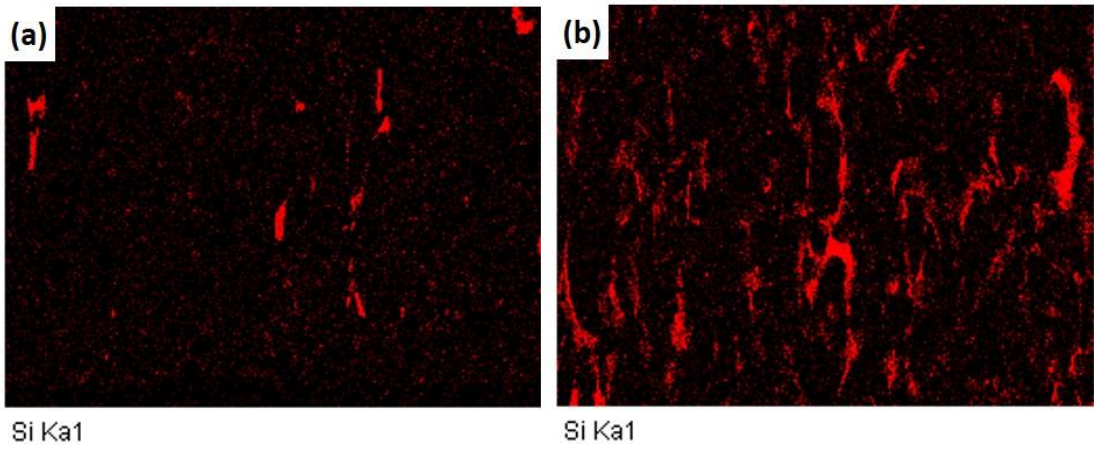
Şekil 1.94. *1000 dev/dk dönme hızında 10 dk süreyle karıştırılan AlZr–%10 ubeZr numunesine ait (a) BSE-SEM görüntüsü ile aynı yerden yapılan EDX haritalama analizi ile elde edilen (b) Si elementel haritası, (c) Zr elementel haritası. Si bölgeleri dairelerle gösterilmiştir.*

1000 dev/dk dönme hızında granüllerin parçalanarak formunu yitirmesinden dolayı dönme hızı 250 dev/dk'ye düşürülerek 1 dk ve 30 dk karıştırma süresi ile iki farklı deneme yapılmıştır. Yapılan denemelerde Si_3N_4–ZrO_2 kaplama çamurunun katı oranı arttırılarak sisteme giren su miktarı ağırlıkça %20'den %15'e düşürülmüştür. Bu denemelere ait granüllerin SE-SEM görüntüleri karşılaştırmalı olarak Şekil 1.95'de verilmiştir. 1 dk karıştırma süresinin kaplama için yetersiz olduğu, granül yüzeylerinin pürüzsüzlüğünden anlaşılmaktadır. Granüllerin etrafında kaplama görülmemektedir. Ayrıca, 1 dk karıştırma süresinde bile bazı granüllerin parçalandığı görülmektedir (Şekil 1.95(a)). Karıştırma süresi 30 dakikaya çıkarıldığında 250 dev/dk dönme hızında dahi granüllerin parçalanarak ufalandığı görülmektedir (Şekil 1.95(b)).



Şekil 1.95. *250 dev/dk dönme hızında (a) 1 dk, (b) 30 dk süreyle karıştırılan AlZr–%10 ubeZr granüllerinin SE-SEM görüntüleri*

Şekil 1.96'da EDX haritalama tekniği ile elde edilen Si elementel haritaları karşılaştırmalı olarak verilmiştir. 1 dk karıştırma süresinde herhangi bir kaplama görülmemektedir (Şekil 1.96(a)). 30 dk karıştırma süresinde ise granüller parçalansa da bazı granüllerin etrafında kaplamanın olduğu görülmektedir (Şekil 1.96(b)).



Şekil 1.96. *250 dev/dk dönme hızında (a) 1 dk, (b) 30 dk süreyle karıştırılan AlZr–%10 ubeZr numunelerinin EDX haritalama tekniği ile elde edilen Si elementel haritaları*

1.4.2.2. *Dondurarak kurutma yöntemi ile yapılan granül kaplama denemeleri*

Kuru ortamda yapılan kaplama denemelerinde homojen bir kaplama elde edilemediği için kaplamanın yaş ortamda yapılarak içyapının daha homojen hale getirilmesi hedeflenmiştir. Böylelikle, içyapıdaki heterojen bölgelerin oluşturduğu kalıntı gerilmeler elimine edilerek kesme sırasında oluşan pullanmaların azaltılması amaçlanmaktadır.

Dondurarak kurutma (liyofilizasyon) yöntemi genellikle gıda ve eczacılık uygulamalarında kullanılmaktadır. Literatürde yapılan çalışmalarda dondurarak kurutma yöntemiyle üretilen tozların solüsyon haldeki yapılarını korudukları gösterilmiştir [96-98]. Bu nedenle Si_3N_4–ZrO_2 kaplama çamurunun içerisine atılan Al_2O_3–ZrO_2 granüllerinin etrafının kaplama çamuruyla sarılacağı ve oluşan solüsyonun sıvı nitrojene damlatıldığında bu yapının bozulmadan muhafaza edileceği düşünülmüştür.

Dondurarak kurutma yöntemiyle yapılan denemelerde, UBE Si_3N_4 tozunun yaş ortamda topaklanma problemi yaratmayacağı düşünülerek yalnızca UBE Si_3N_4–ZrO_2 toz karışımı ile denemeler gerçekleştirilmiştir.

1.4.2.2.1. *Sertlik ve kırılma tokluğu*

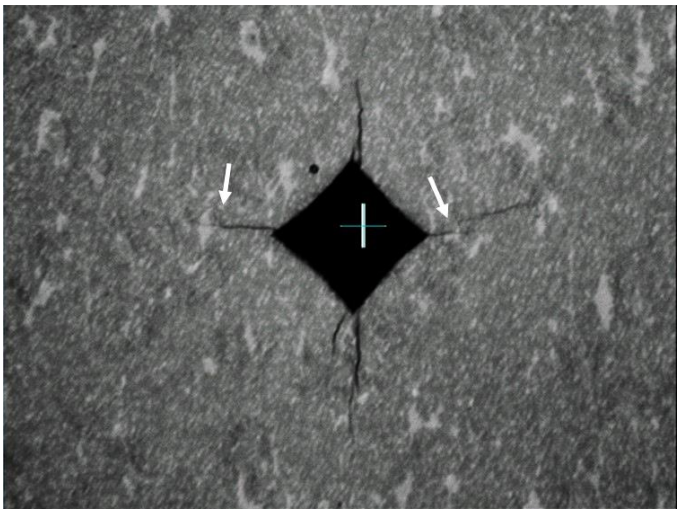
Hazırlanan UBE Si_3N_4–ZrO_2 seramik çamurunun içerisine Al_2O_3–ZrO_2 granülleri atılarak yapılan ilk dondurarak kurutma denemesine ait numunenin sertlik ve kırılma tokluğu değerleri Tablo 1.21'de verilmiştir. Bu değerler aynı kompozisyona sahip olan ve kuru ortamda yapılan kaplama denemesi numuneleri ile kıyaslandığında sertlik değerinde bir miktar düşüş görülürken kırılma tokluğunda artış gözlemlenmiştir. Ancak her iki değer de ciddi bir artış ya da azalış göstermemiştir. Sertlik değerindeki az miktardaki düşüş, numunenin farklı yerlerinden alınan ölçümlerin farklılığından kaynaklanabilmektedir. Kırılma tokluğundaki az miktardaki artışın ise Si_3N_4–ZrO_2 bölgelerinin içyapıda homojen dağılmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Çünkü oluşan çatlaklar bu bölgelerce durdurulmaktadır.

Tablo 1.21. *Dondurrak kurutma yöntemiyle üretilen AlZr – %10 ubeZr numunesine ait sertlik ve kırılma tokluğu değerleri*

Numune tanımı	Sertlik (GPa)	Tokluk ($MPam^{1/2}$)
AlZr – %10 ubeZr	18.86 ± 0.13	6.09 ± 0.29

Numuneye ait Vickers indent izi ve oluşan çatlakların optik mikroskop görüntüsü Şekil 1.97'da verilmiştir. Şekil üzerinde de gösterildiği gibi oluşan çatlaklar Si_3N_4–ZrO_2 bölgeleri ile etkileşime girerek tokluk arttırıcı mekanizmaları devreye sokmaktadır. İndent izinin sağında kalan bölgede çatlak, Si_3N_4–ZrO_2 bölgesine geldiğinde köprülenmiş ve daha sonrasında bir başka Si_3N_4–ZrO_2 bölgesi tarafından durdurulmuştur. İndent izinin solunda kalan bölgede ise çatlak, kalıntı gerilmeler vasıtasıyla işleyen çatlak hapsetme mekanizması ile Si_3N_4–ZrO_2 bölgesince durdurulmuştur. İndent izinin üstünde

ve altında oluşan ikincil küçük çatlakların, numunedeki kalıntı gerilmelerin fazlalığına işaret ettiği düşünülmektedir. Dolayısıyla numunedeki kalıntı gerilme miktarının azaltılması gerekmektedir.



Şekil 1.97. *Dondurarak kurutma yöntemiyle üretilen AlZr – %10 ubeZr numunesine ait Vickers indent izi ve oluşan çatlakların optik mikroskop görüntüsü. çatlakların heterojen bölgelerle etkileşimi oklarla gösterilmiştir.*

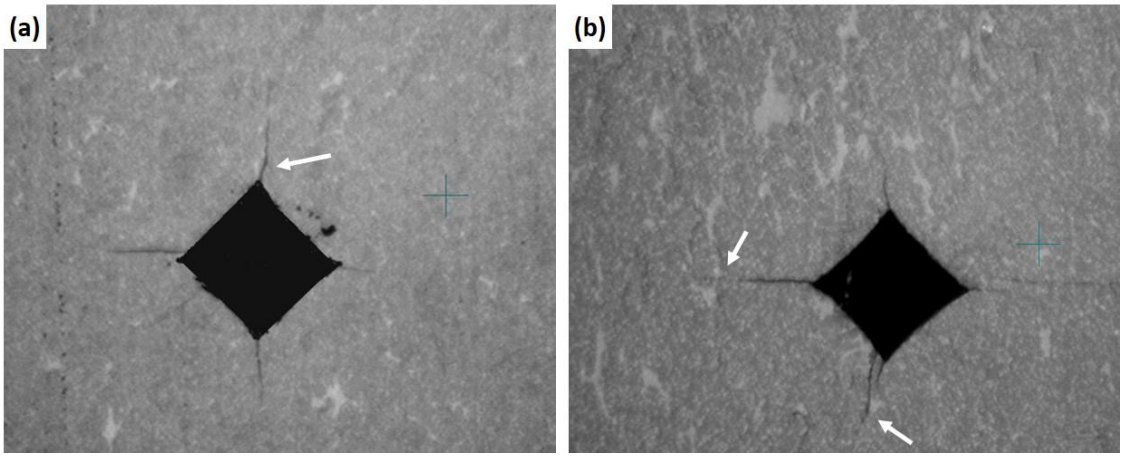
Kalıntı gerilmelerin azaltılması için granüllerin arasında kalan Si_3N_4–ZrO_2 bölgelerinin boyutunun azaltılmasının gerektiği düşünülmüştür. Bunun için düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ve siklonlarıyla hacimce %5 ve %10 olacak şekilde yapılan denemelere ait numunelerin sertlik ve kırılma tokluğu değerleri Tablo 1.22'de verilmiştir. Granüller "RTP" siklonlar ise "CYC" olarak kodlanmıştır. Siklonlarla yapılan denemelerde kaplama miktarı arttığında kırılma tokluğunun arttığı görülmüştür. Çatlaklar Si_3N_4–ZrO_2 bölgeleriyle etkileşime girdiği için bu bölgelerin miktarı arttıkça toklaştırma mekanizmaları da artacak, böylelikle çatlağın durdurulması kolaylaşacağı için malzemenin kırılma tokluğu artacaktır. Kaplama miktarının ise sertlikle bir ilişkisi görülememiştir. Hacimce %5 ve %10 kaplama içeren numunelerin sertlik değerleri benzer çıkmıştır. Kırılma tokluğu değeri ise beklenildiği gibi kaplama miktarı arttıkça artmıştır. Bu durum düşük boyutlu granüllerle yapılan denemelerde de benzerdir. Kaplama miktarı arttıkça kırılma tokluğunda bir miktar artış görülmüştür. Kaplama miktarının sertlik üzerinde önemli bir etkisi görülmemiştir. Hacimce %10 kaplama içeren numunenin sertlik değeri bir miktar düşük olsa da sapmalar göz önüne alındığında sertlik değerleri birbirlerine oldukça yakındır. Aynı miktarda kaplama içeren numunelerde granül yerine siklon kullanıldığında sertlikte düşüş görülürken kırılma tokluğunda artış

görülmüştür. Siklon kullanılarak üretilen numunelerin içyapıları daha homojen olduğu ve Si_3N_4–ZrO_2 birikinti bölgelerinin boyut ve miktarları daha düşük olduğu için kalıntı gerilmelerin daha düşük olması beklenmektedir. Sistemdeki kalıntı gerilmeler azaldığında malzemenin sertlik değerinin azalması muhtemeldir. Tüm numunelerin kırılma tokluğu AlZr matrise kıyasla artmıştır. Bu durum, sistemdeki kalıntı gerilmelerin tokluk arttırıcı etki yaptığını göstermektedir.

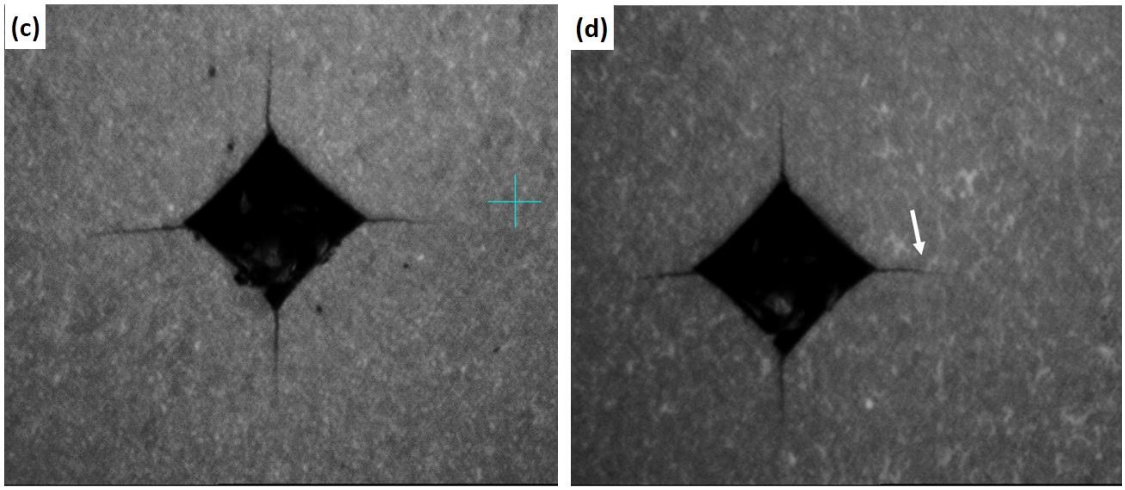
Tablo 1.22. *Düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ve siklonlarıyla hacimce %5 ve %10 olacak şekilde yapılan denemelere ait numunelerin sertlik ve kırılma tokluğu değerleri*

Numune Tanımı	Sertlik (GPa)	Tokluk ($MPam^{1/2}$)
AlZr matris	19,20 ± 0.17	6,10 ± 0.17
AlZr – %5 ubeZr (CYC)	19,20 ± 0,18	6,73 ± 0,09
AlZr – %5 ubeZr (RTP)	22,11 ± 0,56	6,64 ± 0,34
AlZr – %10 ubeZr (CYC)	19,39 ± 0,28	7,08 ± 0,26
AlZr – %10 ubeZr (RTP)	21,53 ± 0,41	6,82 ± 0,28

Numunelerin Vickers indent izi ve oluşan çatlakların optik mikroskop görüntüleri Şekil 1.98'de karşılaştırmalı olarak verilmiştir. Siklonlarla yapılan denemelerde Si_3N_4–ZrO_2 bölgelerinin boyutu çok küçük olduğu için optik mikroskop ile tam anlamıyla görüntülenememektedir. Şekil 1.98(a)'da ok ile gösterilen bölgede çatlağın Si_3N_4–ZrO_2 bölgesi tarafından saptırıldığı görülmektedir. Benzer durum diğer indent izlerinde de görülmektedir.



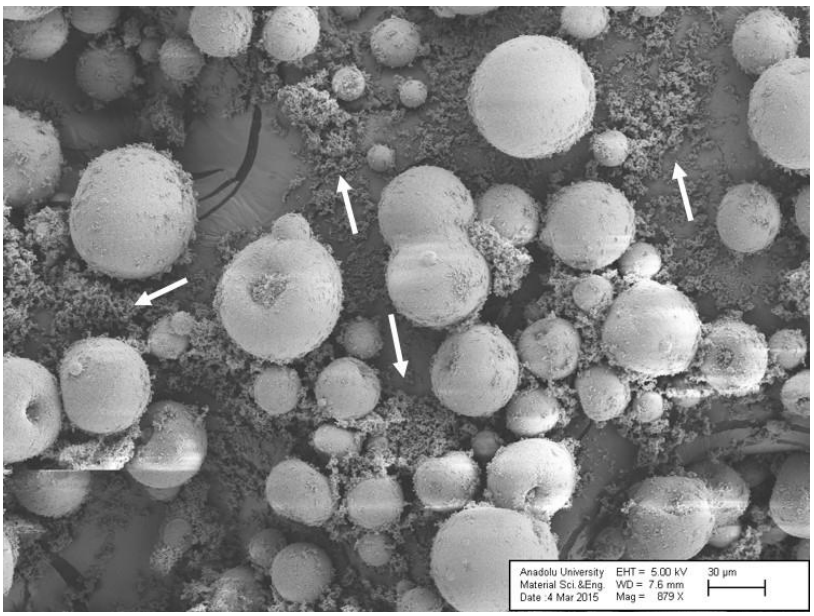
Şekil 1.98. *Düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ile (a) hacimce %5, (b) hacimce %10 ve siklonlarla (c) hacimce %5, (d) hacimce %10 olacak şekilde dondurarak kurutma yöntemiyle yapılan denemelere ait numunelerin Vickers indent izi ve oluşan çatlaklar. Çatlakların heterojen bölgelerle etkileşimi şekil üzerinde ok ile gösterilmiştir.*



Şekil 1.98. (Devam) *Düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ile (a) hacimce %5, (b) hacimce %10 ve siklonlarla (c) hacimce %5, (d) hacimce %10 olacak şekilde dondurarak kurutma yöntemiyle yapılan denemelere ait numunelerin Vickers indent izi ve oluşan çatlaklar. Çatlakların heterojen bölgelerle etkileşimi şekil üzerinde ok ile gösterilmiştir.*

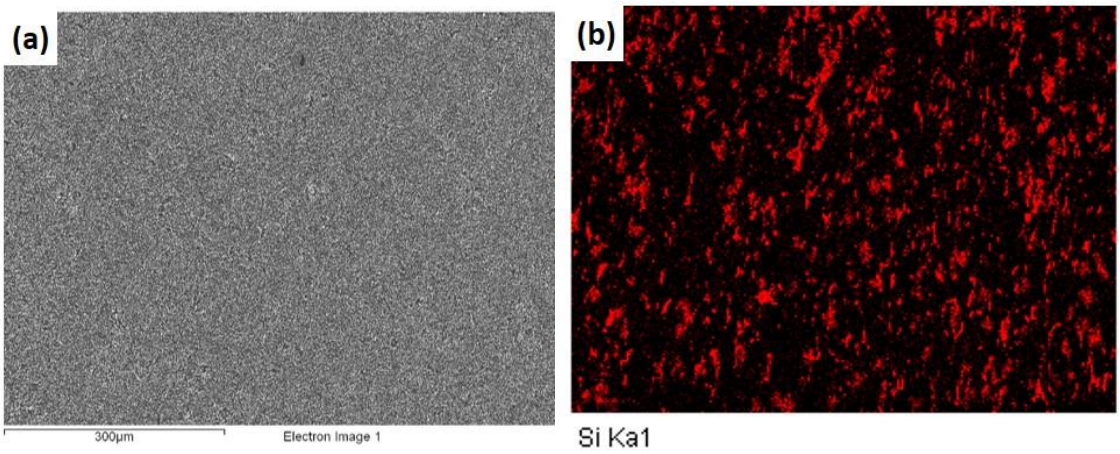
1.4.2.2.2. *İçyapı analizi ve kaplama prosesinin etkinliği*

Hazırlanan UBE Si_3N_4–ZrO_2 seramik çamurunun içerisine Al_2O_3–ZrO_2 granülleri atılarak yapılan ilk dondurarak kurutma denemesine ait granüllerin SE-SEM görüntüsü Şekil 1.99'da verilmiştir. Bazı granüllerin yüzeyi kaplanmışsa da kaplanmadan kalan tozların miktarı oldukça fazladır. Bu tozların, ilerleyen bölümlerde anlatıldığı gibi granüllerin üçlü noktalarında segrege olduğu düşünülmektedir.



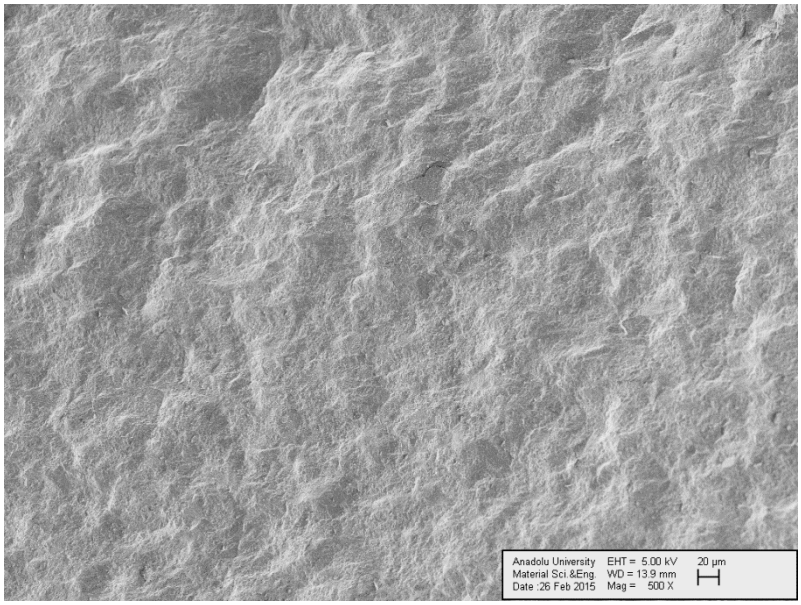
Şekil 1.99. *Dondurarak kurutma yöntemiyle üretilen AlZr–%10 ubeZr granüllerine ait SE-SEM görüntüsü. kaplanmadan kalan tozlar oklarla gösterilmiştir.*

Dondurarak kurutma yöntemiyle üretilen AlZr–%10 ubeZr numunesine ait BSE-SEM görüntüsü ve aynı yerden EDX haritalama tekniği ile yapılan analiz sonucu elde edilen Si elementel haritası Şekil 1.100'de verilmiştir. BSE-SEM görüntüsünde içyapı oldukça homojen gözükmektedir. Kuru ortamda yapılan denemelerde olduğu gibi içyapıda herhangi bir heterojen bölge görülmemektedir (Şekil 1.100 (a)). Si elementel haritası incelendiğinde kuru ortamda yapılan denemelerden farklı olarak granüllerin etrafının kaplanmadığı görülmektedir. Si_3N_4–ZrO_2 bölgeleri granüllerin etrafına kaplanmadan sistemde heterojen bölgeler olarak kalmışlardır. Bu bölgeler yine de kalıntı gerilme bölgeleri oluşturarak çatlağın ilerlemesini durdurmaktadırlar (Şekil 1.97). Dolayısıyla önemli olan bu heterojenliklerin homojen bir şekilde dağılmasıdır. Eğer bu bölgelerin boyutu yüksek olursa kesici ucun mukavemetini düşürerek performansını olumsuz yönde etkileyecekleri düşünülmektedir.



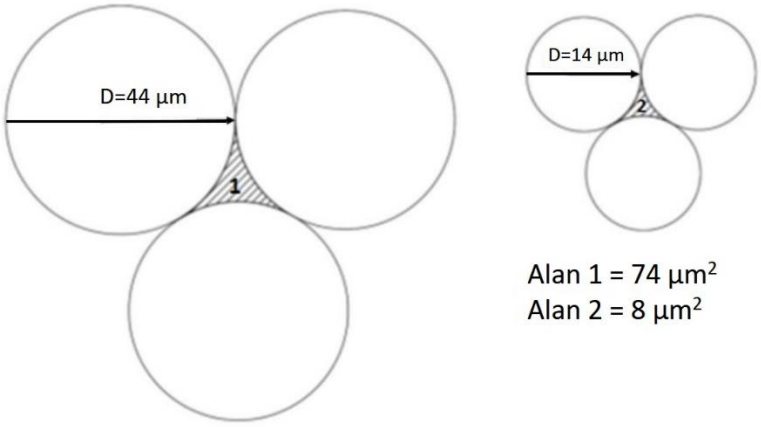
Şekil 1.100. *Dondurarak kurutma yöntemiyle üretilen AlZr–%10 ubeZr numunesine ait (a) BSE-SEM görüntüsü ile aynı yerden yapılan EDX haritalama analizi ile elde edilen (b) Si elementel haritası*

Şekil 1.101'de yukarıda BSE-SEM görüntüsü verilen numunenin kırık yüzeyinden alınmış SE-SEM görüntüsü verilmiştir. Girintili çıkıntılı yüzey topoğrafyası, çatlağın Si_3N_4–ZrO_2 bölgelerinin matris ile oluşturduğu arayüzeyi takip ettiğini ve dolayısıyla kırılmanın bu yönde gerçekleştiğini göstermektedir. Dolayısıyla kırılma modunun tanelerarası modda olması için ilave edilen Si_3N_4–ZrO_2 bölgelerinin granüllerin etrafına kaplanmış olması gerekmemektedir.



Şekil 1.101. *Dondurarak kurutma yöntemiyle üretilen AlZr–%10 ubeZr numunesinin kırık yüzeyinden alınmış SE-SEM görüntüsü*

Si_3N_4–ZrO_2 bölgelerinin boyutunun azaltılması, kalıntı gerilim miktarını azaltacağı için kesici uçta kesme sırasında oluşan pullanma miktarını azaltacaktır. Granüllerin arasında kalan bu bölgelerin boyutunun azaltılması için granül boyutunun azaltılması gerekmektedir. Granül boyutu azaldığında, granüllerin arasındaki üçlü noktalarda biriken (segregated) Si_3N_4–ZrO_2 bölgelerinin boyutu da azalacaktır (Şekil 1.102). Bu nedenle püskürtmeli kurutucu ile düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granülleri üretilmiştir. Sonraki denemelerde hem düşük boyutlu bu granüller hem de siklon adı verilen ve çok küçük boyutlu olan granüller kullanılmıştır.



Şekil 1.102. *Düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ile siklonların arasında kalan üçlü bölgenin alanının şematik gösterimi*

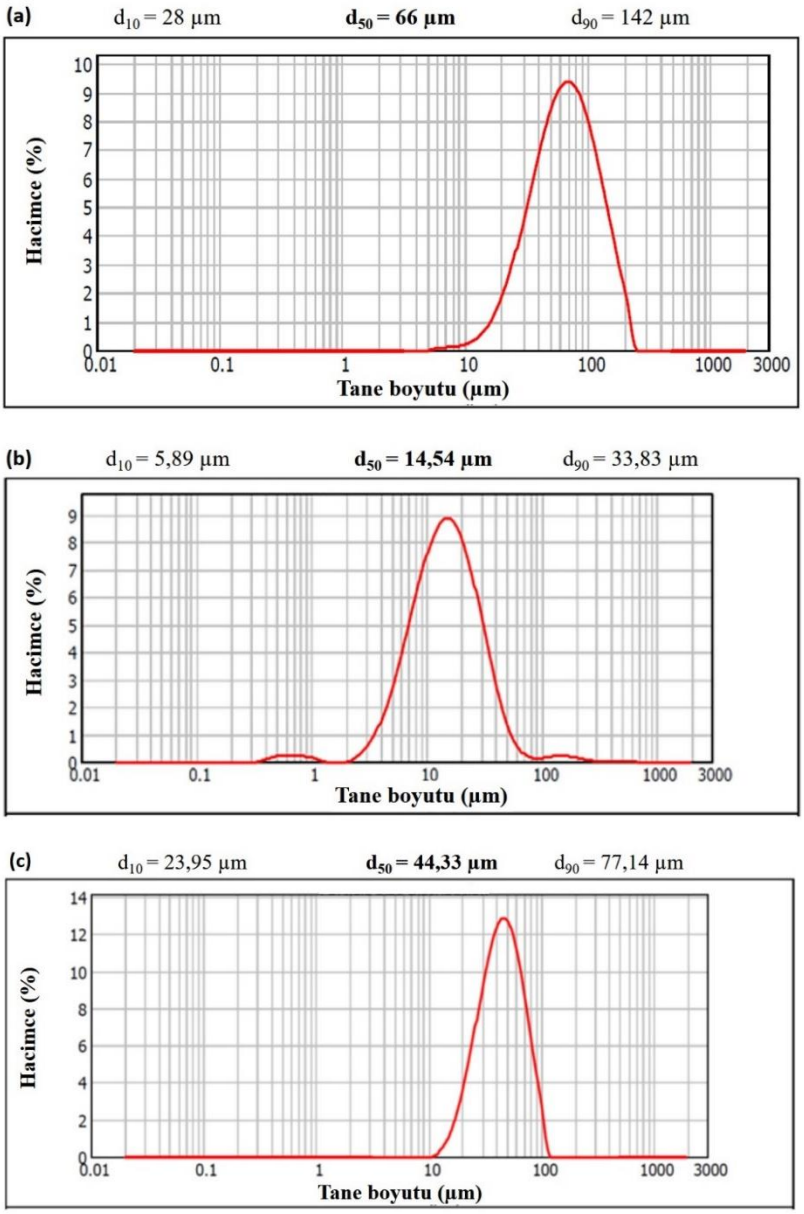
Üretilen granüllere ve siklonlara ait tane boyut dağılım grafikleri Şekil 1.103'de verilmiştir. Buna göre yeni granüllerin ortalama boyutu (d_{50}) 66 µm (Şekil 1.103(a)), siklonların ise 14,5 µm'dir (Şekil 1.103(b)). Al_2O_3–ZrO_2 granüllerinin boyut dağılımı çok geniş olduğu için bu granüller 75 µm'lik elekten elenerek kullanılmıştır. Böylelikle granül boyut dağılımı daraltılmıştır. 75 µm'lik elekten elenen granüllerin ortalama boyutu 44 µm'dir (Şekil 1.103(b)).

SPS ile sinterleme tekniğinde ısıtmaya başlanmadan önce numuneye 30 MPa basınç uygulanmakta ve bu basınç soğuma dahil tüm sinterleme çevriminde sabit tutulmaktadır. Tozun basınç altında sıkışma oranı 2:1 alınırsa granüllerin üçlü bölgelerinde biriken Si_3N_4–ZrO_2 alanları (Şekil 1.102) yarı yarıya düşecek ve 44 µm'lik granüller için 37 μm^2, 14,5 µm'lik siklonlar için ise 4 μm^2 olacaktır. Sinterleme sırasında numunenin küçülme oranı yaklaşık olarak %16 alındığında bu alanlar, sinterleme sonrasında sırasıyla 31 μm^2 ve 3,3 μm^2 olacak şekilde küçüleceklerdir. Dairenin alan formülünden bu bölgelerin yarıçapı 44 µm'lik granüller için 6 µm, 14,5 µm'lik siklonlar için ise 2 µm olarak hesaplanmıştır. Şekil 1.106'da verilen Si elementel haritalarında granüllerin üçlü bölgesinde kalan Si noktalarının boyutu 44 µm'lik granüller için yaklaşık olarak 10-15 µm iken, 14,5 µm'lik siklonlar için ise 4-5 µm'dir. Bu değerler, hesaplanan teorik değerlerden daha yüksektir. Bunun nedeni, hesaplamada alınan sıkışma oranı ve küçülme oranının gerçek değerlerinden farklı olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Lutz ve Claussen [52, 53] yaptıkları çalışmalarda dubleks seramiklerdeki iç gerilim miktarını Eşitlik 1.7 ile ifade etmişlerdir. Bu eşitlik granül kaplama numunelerine uyarlandığında K_i iç gerilim katsayısını, ε^v hacimsel gerinimi, V_f granüllerin üçlü noktalarında biriken Si_3N_4–ZrO_2 bölgelerinin hacim fraksiyonunu, R_B bu bölgelerin çapını ifade etmektedir. Hacimsel gerinim formülü Eşitlik 1.1'de verilmiştir. Si_3N_4–ZrO_2 kaplanan numuneler için üretim sıcaklığı ve granül ile kaplamanın ısıl genleşme katsayısı aynı olduğundan hacimsel gerinim sabit kabul edilmiştir. Si_3N_4–ZrO_2 bölgelerinin hacim fraksiyonu %5 Si_3N_4–ZrO_2 içeren numune için 0,05 %10 Si_3N_4–ZrO_2 içeren numune için 0,1 olacaktır. Bu bölgelerin çapları ise yukarıda hesaplanmıştır. Eşitlikte tüm değerler yerlerine konulduğunda hacimce %5 Si_3N_4–ZrO_2 içeren numuneler için granül boyutu 44 µm'den 14,5 µm'ye düşürüldüğünde iç gerilim miktarında yaklaşık olarak %40'lık bir azalma olacaktır. 44 µm granüllerle yapılan denemelerde Si_3N_4–ZrO_2 miktarı hacimce %10'dan %5'e düşürüldüğünde iç gerilim miktarında yaklaşık olarak %48 azalma olacaktır. Bu azalma, granül boyutunun azalmasıyla elde edilen azalmadan çok daha

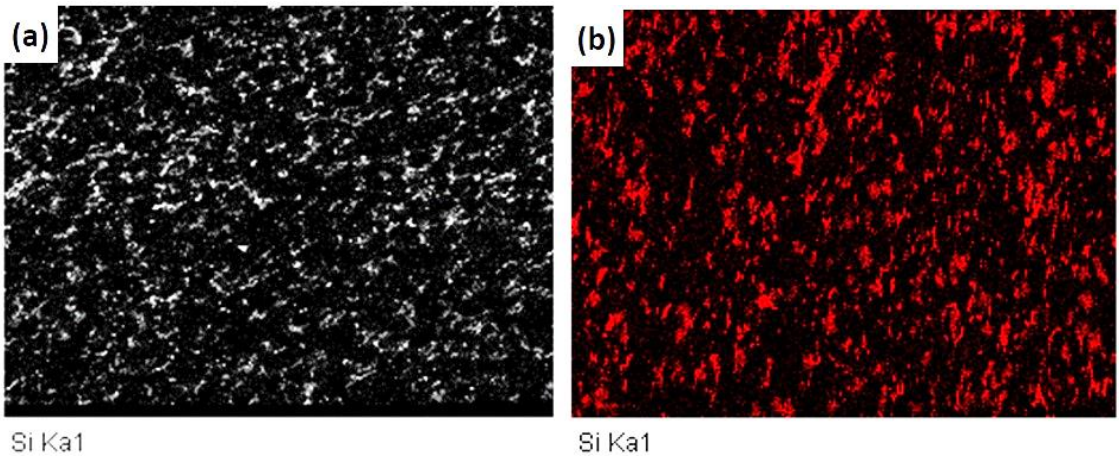
fazladır. Çünkü Eşitlik 1.7'ye göre iç gerilim miktarı Si_3N_4–ZrO_2 bölgelerinin çapının kareköküyle orantılıyken, bu bölgelerin hacim fraksiyonuyla doğrudan orantılıdır. Dolayısıyla granül boyutunun düşürülmesinden ziyade Si_3N_4–ZrO_2 bölgelerinin hacim fraksiyonunun düşürülmesi kalıntı gerilmelerin azaltılmasında çok daha etkilidir. Nitekim bir sonraki bölümde verilen performans testlerine göre en iyi kesme performansına sahip olan numune hacimce %5 Si_3N_4–ZrO_2 içeren numunedir.

$$K_i \sim \varepsilon^v \, (1 + 2{,}7V_f) R_B^{1/2} \qquad (1.1)$$



Şekil 1.103. *(a) Al_2O_3–ZrO_2 granüllerinin (b) siklonların, (c) 75 µm'lik elekten elenen granüllerin tane boyut dağılım grafikleri*

Şekil 1.104'de önceki çalışmalarda üretilen AlZr–%10 ubeZr numunesi ile yeni üretilen düşük boyutlu granüller kullanılarak üretilen AlZr–%10 ubeZr numunelerinin Si elementel haritaları karşılaştırmalı olarak verilmiştir. Yeni üretilen düşük boyutlu granüller kullanılarak yapılan numunede Si bölgelerinin boyutunun azaldığı açıkça görülmektedir.

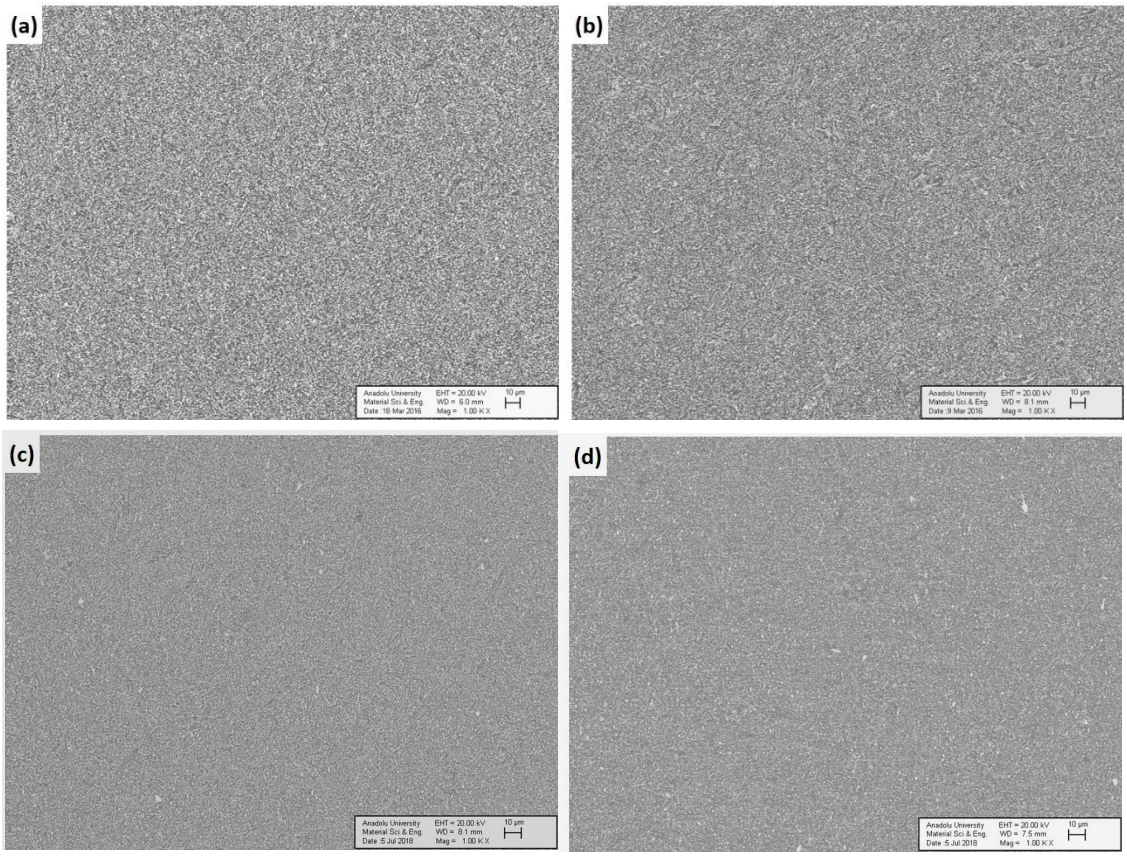


Şekil 1.104. *(a) Yeni üretilen düşük boyutlu granüller, (b) eski granüller kullanılarak dondurarak kurutma yöntemiyle üretilen AlZr–%10 ubeZr numunelerine ait Si elementel haritaları*

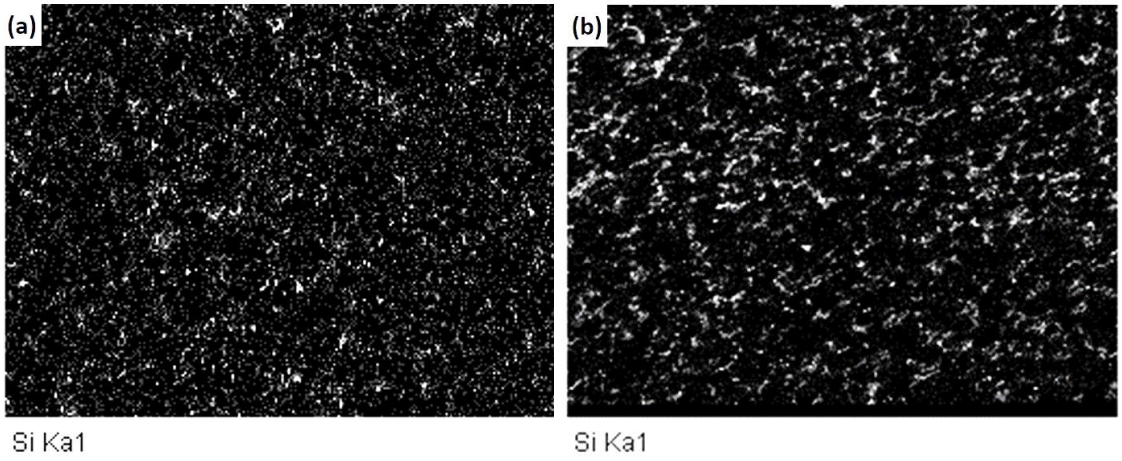
Üretilen düşük boyutlu granüller ve siklonlarla hacimce %5 ve %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerecek şekilde yapılan denemelere ait numunelerin BSE-SEM görüntüleri karşılaştırmalı olarak Şekil 1.105'de verilmiştir. Granül boyutunun azalmasıyla Si_3N_4–ZrO_2 birikintilerinin miktar ve boyutu minimize edilerek oldukça homojen bir içyapı elde edilmiştir. Düşük boyutlu granüllerle yapılan denemelerde UBE Si_3N_4–ZrO_2 toz karşımı homojen bir şekilde sağlanmıştır. İçyapıda tek başına Si_3N_4 veya ZrO_2 bölgeleri görülmemektedir (Şekil 1.105(a), Şekil 1.105(b)). Siklonlarla yapılan denemelerde içyapıda bazı bölgelerde ufak heterojenlikler görülse de bunların boyut ve miktarı yok denilebilecek kadar azdır (Şekil 1.105(c), Şekil 1.105(d)). Genel olarak tüm içyapılar oldukça homojen ve incedir. Dolayısıyla granül boyutunun düşürülmesi, içyapının homojenliği açısından olumlu sonuç vermiştir.

Şekil 1.105'de BSE-SEM görüntüleri verilen numunelerin EDX haritalama tekniği kullanılarak elde edilen Si elementel haritaları karşılaştırmalı olarak Şekil 1.106'de verilmiştir. Düşük boyutlu granüllerle yapılan denemede kaplama miktarı arttıkça granüllerin arasında kalan Si_3N_4–ZrO_2 birikintilerinin arttığı görülmüştür (Şekil 1.106(a),

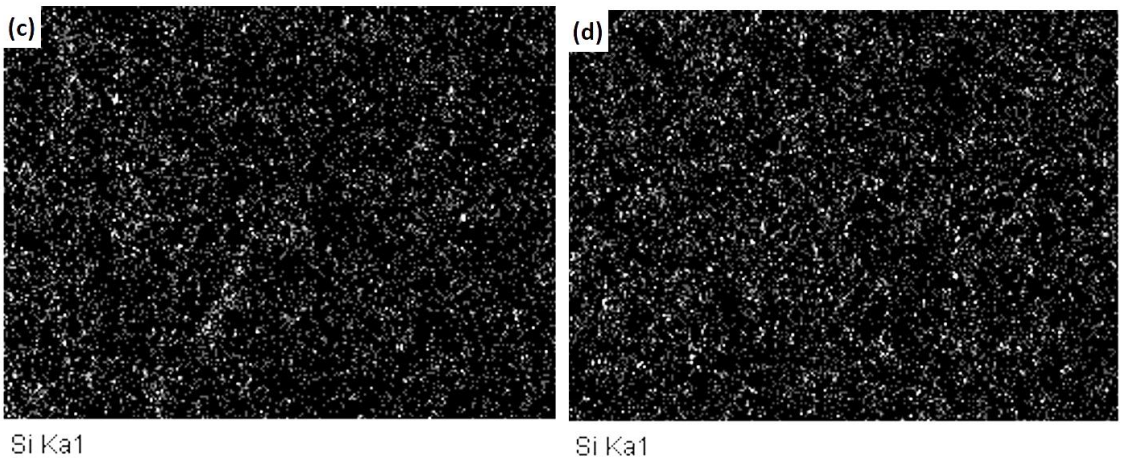
Şekil 1.106(b)). Siklonlarla yapılan denemelerde ise Si_3N_4'ün içyapıda oldukça homojen bir şekilde dağıldığı görülmektedir (Şekil 1.106 (c), Şekil 1.106(d)).



Şekil 1.105. *Düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ile (a) hacimce %5, (b) hacimce %10 ve siklonlarla (c) hacimce %5, (d) hacimce %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 olacak şekilde dondurarak kurutma yöntemiyle yapılan denemelere ait numunelerin BSE-SEM görüntüleri*

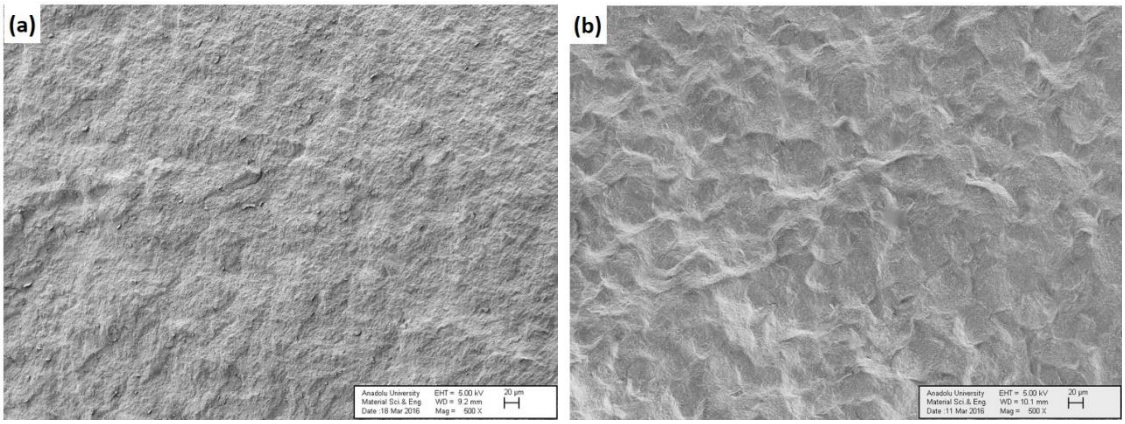


Şekil 1.106. *Düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ile (a) hacimce %5, (b) hacimce %10 ve siklonlarla (c) hacimce %5, (d) hacimce %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 olacak şekilde dondurarak kurutma yöntemiyle yapılan denemelere ait numunelerin EDX haritalama tekniği ile elde edilen Si elementel haritaları*



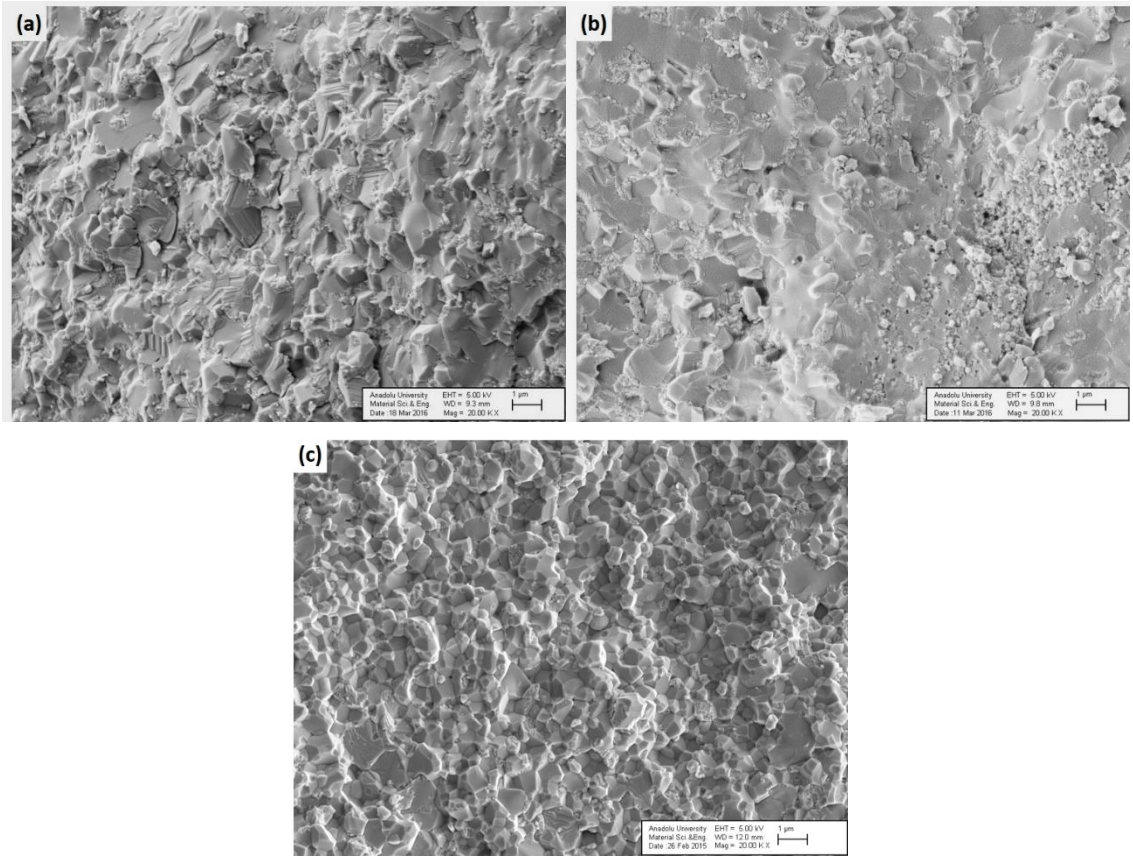
Şekil 1.106. (Devam). *Düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ile (a) hacimce %5, (b) hacimce %10 ve siklonlarla (c) hacimce %5, (d) hacimce %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 olacak şekilde dondurarak kurutma yöntemiyle yapılan denemelere ait numunelerin EDX haritalama tekniği ile elde edilen Si elementel haritaları*

Düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ile hacimce %5 ve %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 olacak şekilde dondurarak kurutma yöntemiyle yapılan denemelere ait numunelerin kırık yüzeyinden alınan SE-SEM görüntüleri Al_2O_3–ZrO_2 matrisle karşılaştırmalı olarak Şekil 1.107'de verilmiştir. Hacimce %5 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içeren numunenin kırık yüzeyi, hacimce %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içeren numuneye oranla daha az girintili çıkıntılı bir yüzey topoğrafyasına sahiptir (Şekil 1.107(a)). Bunun nedeninin, kaplama toz miktarının azalmasıyla numunede oluşan kalıntı gerilmelerin miktarının azalmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 1.107. *Düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ile (a) hacimce %5 ve (b) hacimce %10 olacak şekilde dondurarak kurutma yöntemiyle yapılan denemelere ait numunelerin kırık yüzeyinden 500x büyütmede alınan SE-SEM görüntüleri*

Şekil 1.108'de yüksek büyütmede verilen kırık yüzey görüntülerinde AlZr matris fazın kırılma modunun tamamen tanelerarası olduğu görülmektedir. Hacimce %5 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içeren numunenin kırılma modu baskın olarak tanelerarası iken, hacimce %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içeren numunenin kırılma modu baskın olarak taneleri kesecek şekildedir. Dolayısıyla numunelerin kırık yüzeyleri karşılaştırıldığında, malzemedeki Si_3N_4–ZrO_2 miktarı azaldıkça kırılma modunun taneler kesecek kırılma modundan tanelerarası kırılma moduna döndüğü görülmektedir.



Şekil 1.108. *Düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ile (a) hacimce %5 ve (b) hacimce %10 olacak şekilde dondurarak kurutma yöntemiyle yapılan denemelere ve (c) AlZr matrise ait numunelerin kırık yüzeyinden 20000x büyütmede alınan SE-SEM görüntüleri*

1.4.2.2.3. *Performans testi*

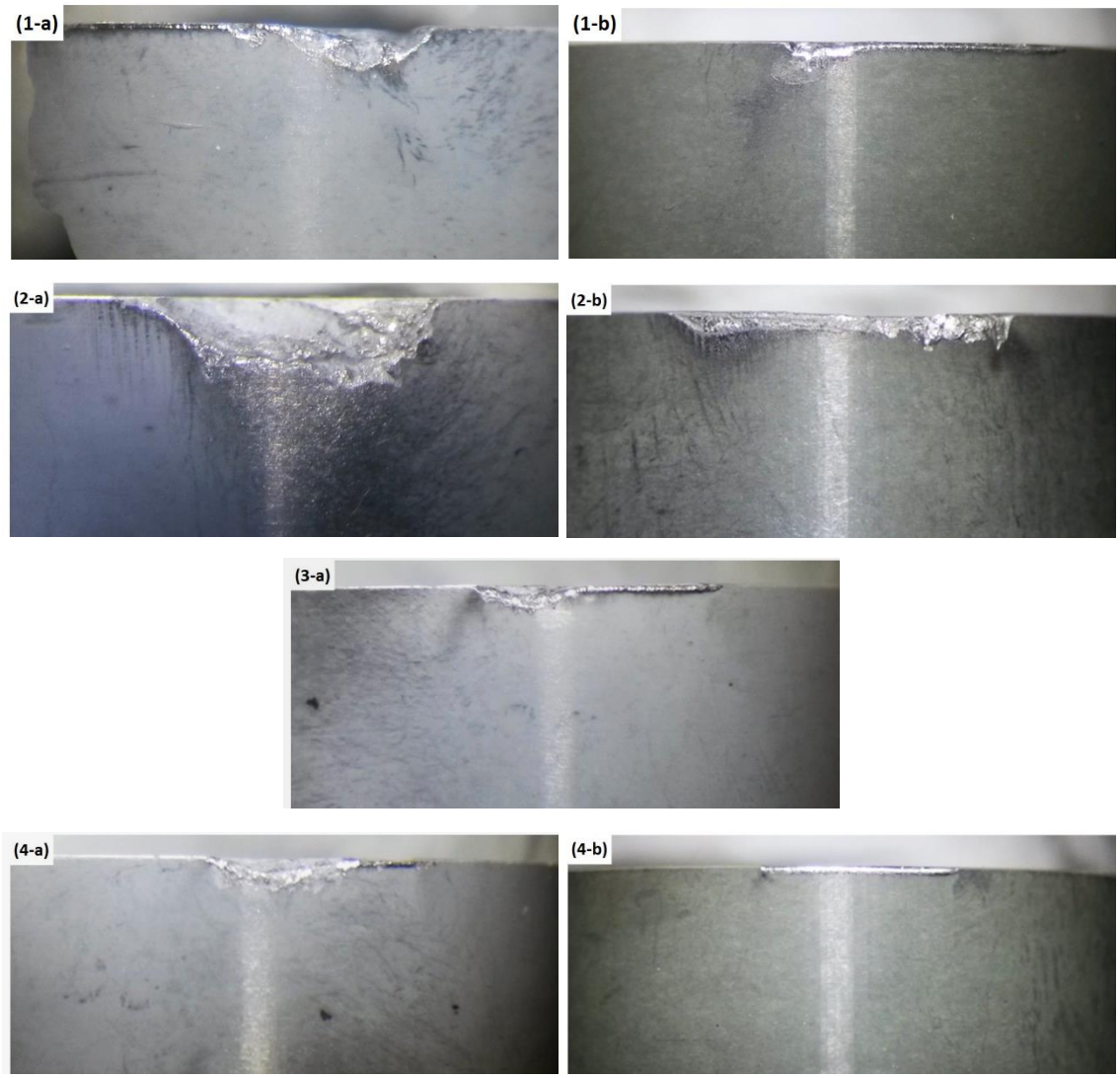
Hazırlanan UBE Si_3N_4–ZrO_2 seramik çamurunun içerisine Al_2O_3–ZrO_2 granülleri atılarak yapılan ilk dondurarak kurutma denemesine ait numune olan AlZr–%10 ubeZr numunesi çevre bileme ve pah kırma işlemlerinden sonra Inconel 718 malzemesinin tornalanmasında farklı kesme koşullarında Al_2O_3–SiC_v kesici uca karşı test edilmiştir. Tablo 1.23'de farklı kesme koşullarına verilen kodlar gösterilmiştir. Örneğin 1 nolu

kesme koşulunda V_c = 300 m/dk, f = 0,30 mm/dev, a_p = 2 mm'dir. Tüm kesme koşullarında işlenen parça geometrisi ve işleme süresi sabittir (3 dk).

Tablo 1.23. *Kesme koşullarına göre verilen kodlar*

Verilen Kod	Kesme hızı [V_c] (m/dk)	İlerleme [f] (mm/dev)	Kesme derinliği [a_p] (mm)
1	300	0,30	2
2	400	0,20	2
3	400	0,20	1
4	300	0,20	1

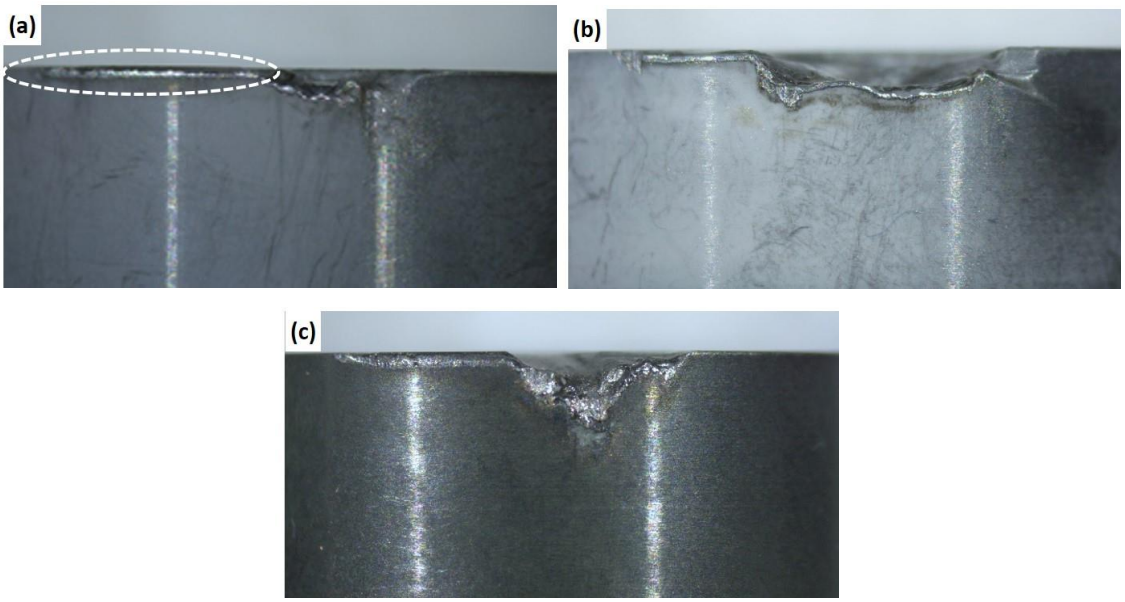
Şekil 1.109'da farklı kesme koşullarında test edilen kesici uçların aşınma profilleri karşılaştırmalı olarak verilmiştir. Kodlamada baştaki rakam kesme koşulunu ifade ederken (a) AlZr–%10 ubeZr numunesini, (b) ise Al_2O_3–SiC_v kesici ucu ifade etmektedir. 1 nolu kesme koşulunda ilerleme hızı 0,30 mm/dev iken kesme kuvvetleri fazla olduğu için kesici uç kesme operasyonunu tamamlayamadan kırılmıştır (Şekil 1.109(1-a)). Referans ucu mukavemeti ve visker takviyesinden dolayı tokluğu yüksek olduğu için yüksek kesme kuvvetlerine karşı koyabilmektedir (Şekil 1.109(1-b)). 2 nolu kesme koşulunda kesme hızı arttırılıp ilerleme hızı azaltıldığında kesme kuvvetleri azaldığı için [92] kesici uç kırılmadan operasyonu tamamlayabilmiştir. Ancak, kesici uçta aşırı miktarda pullanma görülmüştür (Şekil 1.109(2-a)). Referans kesici uçta da benzer şekilde pullanma görülmüştür (Şekil 1.109 (2-b)). Kesme kuvvetlerini daha da azaltmak için 3 nolu kesme koşulunda, kesme ve ilerleme hızları sabit tutularak kesme derinliği 1 mm'ye indirilmiştir. Bu koşullarda referans uç kesmeyi tamamlayamadan kırılmıştır. Bu nedenle Şekil 1.109(3-b) bölgesi boş bırakılmıştır. Al_2O_3–SiC_v kesici uçlar genellikle 300 m/dk'den yüksek hızlarda kullanılmamaktadırlar. Test numunesinde ise beklenildiği gibi pullanma miktarı azalmıştır (Şekil 1.109(3-a)). İlerleme hızı ve kesme derinliği sabit tutularak kesme hızının azaltıldığı 4 nolu kesme koşulunda pullanma miktarında önemli bir değişiklik görülmemiştir (Şekil 1.109(4-a)). Kesme hızı azaltıldığında referans kesici uç kırılmadan operasyonu tamamlayabilmiştir ve kesici uçta önemli bir aşınma görülmemektedir (Şekil 1.109(4-b)).



Şekil 1.109. *Farklı kesme koşullarında test edilen kesici uçların aşınma profilleri. Baştaki rakam Tablo 1.23'de verilen kesme koşulunu ifade ederken (a) AlZr–%10 ubeZr numunesini, (b) Al_2O_3–SiC_v kesici ucu ifade etmektedir.*

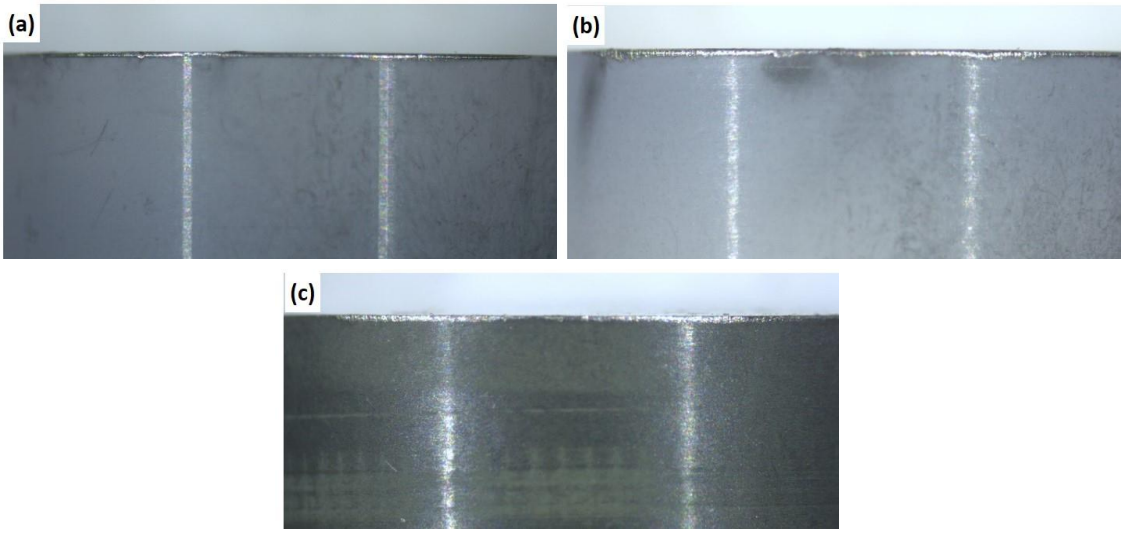
Düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granüllerine hacimce %5 ve %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 olacak şekilde dondurarak kurutma yöntemiyle yapılan denemelerden üretilen kesici uçlar, matris kompozisyonla birlikte, Inconel 718'in tornalanmasında farklı kesme koşullarında test edilmişlerdir. Şekil 1.110'da, Al_2O_3–ZrO_2 matris kompozisyonundan ve AlZr–%5 ubeZr numunesinden üretilen kesici ucun aşınma profili referans uçla karşılaştırmalı olarak verilmiştir. Kesme koşulları şu şekildedir: V_c = 300 m/dk, f = 0,20 mm/dev, a_p = 2,50 mm. Kesme derinliği yüksek olduğundan kesme kuvvetleri yüksek olduğu için AlZr–%10 ubeZr numunesi bu operasyonda kesmeyi tamamlayamadan kırılmıştır. AlZr–%5 ubeZr numunesinde Si_3N_4–ZrO_2 miktarı daha az olduğu için kalıntı gerilme miktarı da daha azdır. Bu yüzden kesici uç kırılmadan kesme operasyonunu

tamamlayabilmiştir. Şekil üzerinde daire ile gösterilen kısımda az miktar yanal aşınma görülürken, aynı zamanda kalıntı gerilmelere bağlı pullanmalar görülmektedir (Şekil 1.110(a)). Eğer malzemedeki kalıntı gerilmelere bağlı pullanmalar azaltılabilirse, kesici ucun yanal aşınma miktarı referans kesici uca kıyasla oldukça düşüktür. Referans kesici uç kesme sırasında kırılsa da kullanılmaya devam edilmiştir (Şekil 1.110(b)). Bu kesme koşullarında AlZr–%5 ubeZr numunesi referans kesici uçtan daha iyi performans göstermiştir. AlZr matris numunesinde ise yüksek miktarda pullanma görülmektedir. Matrise ilave edilen Si_3N_4–ZrO_2 toz karışımının kesme performansını iyileştirdiği açıkça görülmektedir. Ayrıca, test edilen tüm kesici uçlarda pullanma görülmesi, bu durumun malzemeden değil kesme koşullarından kaynaklandığını işaret etmektedir.



Şekil 1.110. *Test edilen (a) AlZr–%5 ubeZr, (b) AlZr matris, (c) Al_2O_3–SiC_v kesici uçların aşınma profilleri. Yanal aşınma bölgesi daire ile gösterilmiştir.*

Kesme derinliği azaltılarak V_c = 250 m/dk, f = 0,30 mm/dev, a_p = 1,50 mm. Kesme koşullarında yapılan denemede AlZr–%5 ubeZr numunesi referans uçla hemen hemen aynı aşınma miktarına sahiptir (Şekil 1.111(a)). AlZr–%10 ubeZr numunesinin ise aşınma miktarı daha fazladır (Şekil 1.111 (b)).



Şekil 1.111. *Test edilen (a) AlZr–%5 ubeZr, (b) AlZr–%10 ubeZr, (c) Al_2O_3–SiC_v kesici uçların aşınma profilleri*

1.5. Özet

Inconel 718'in talaşlı imalatında piyasada yaygın olarak kullanılan Al_2O_3-SiC_v malzemesine rakip olarak çıkarılan CF1 kodlu kesici ucu detaylı bir şekilde karakterize edilmiştir. CF1 kodlu kesici ucun üretim yöntemi oldukça zahmetli ve pahalı bir yöntemdir. Bu nedenle CF1 kodlu kesici uca benzer içyapıda bir kesici uç geliştirilmesi için daha düşük maliyetli, daha kolay ve seri üretime uygun bir üretim yöntemi geliştirilmeye çalışılmıştır. Yapılan proses geliştirme çalıştırmalarında CF1 kodlu kesici ucun karakterizasyonu ile elde edilen veriler kullanılarak bu kesici uca benzer kompozisyonlar kullanılmıştır.

Kuru ortamda bilyalı değirmen ile yapılan ilk denemelerde optimum proses koşullarının belirlenmesi için yapılan çalışmalarda SN80 granülleri kullanılmıştır. Nano boyutlu Si_3N_4 tozuna kıyasla daha ucuz ve tedarik edilebilirliği daha yüksek olan UBE Si_3N_4 tozu kullanılarak SN80 granülleri ile yapılan denemelerde, UBE Si_3N_4 tozunun kendi içinde topaklanma eğilimi çok yüksek olduğu için homojen bir kaplama yapılamamıştır. Partikül boyutu azaldıkça van der Waals etkileşim kuvvetleri arttığı için nano Si_3N_4 tozunun granüllerin yüzeyine tutunması daha kolaydır. Bu nedenle nano Si_3N_4 kullanılarak yapılan kaplama denemeleri daha iyi sonuç vermiştir. UBE tozunun kullanılabilirliğinin araştırılması için UBE Si_3N_4–ZrO_2 tozları kuru ve yaş ortamda öğütülerek elde edilen kaplama tozu SN80 granüllerine kaplanılmaya çalışılmış; ancak olumlu bir sonuç alınamamıştır. CF1 kodlu kesici uca benzer olarak hacimce %17,5 ZrO_2 içeren Al_2O_3–ZrO_2 granüllerine hem UBE Si_3N_4 hem de nano Si_3N_4 kaplanması için

yapılan çalışmalarda, tıpkı SN80 granüllerinde olduğu gibi nano Si_3N_4 kullanıldığında kaplama verimliliğinde artış gözlemlenmiştir. Granüllere yağ ilavesi hem UBE Si_3N_4 hem de nano Si_3N_4 için kaplama kalınlığını arttırmıştır. Ancak, UBE Si_3N_4 tozunda kaplama kalınlığı aşırı miktarda arttığı için efektif bir kaplama yapılamamıştır. Her iki Si_3N_4 tozuyla yağ ilaveli ve ilavesiz yapılan denemelerde içyapıdaki heterojen bölgeler giderilememiştir.

Si_3N_4 ve ZrO_2 tozları kendi içlerinde topaklandığı için ve bilyalı değirmende bu topaklar kırılamadığı için şiddetli karıştırıcı ile granül kaplama denemeleri yapılmıştır. Şiddetli karıştırıcı bilyalı değirmene kıyasla çok daha yüksek hızlarda döndüğü için topakların kırılacağı düşünülmüştür. Optimum proses parametrelerinin (nemlendirici ortam cinsi ve miktarı, karıştırma süresi, karıştırıcı dönme hızı) belirlenmesi için yapılan ilk denemelerde SEM'de BSE modunda iyi bir kontrast elde edilebilmesi için SL500 granüllerinin etrafını ZrO_2 tozuyla kaplanmıştır. Granül yüzeyini nemlendirerek kaplama tozunun granül yüzeyine yapışmasını sağlamak için yapılan denemelerde su, su-PEG karşımı ve yağ kullanılmıştır. Yapılan denemelerde optimum sonucu, granüllerin ağ. %5'i kadar su-PEG karşımı ilave edilen deneme vermiştir. Farklı karıştırıcı hızlarıyla yapılan denemelerde karıştırıcı hızı 1000 dev/dk'dan fazla olduğunda granüllerin kırılarak formunu kaybettiği görülmüştür. Öte yandan, karıştırıcı hızı 250 dev/dk'ye düşürüldüğünde kaplama tozunun kendi içinde oluşturduğu topaklar kırılamadığı için kaplama etkinliği düşmüştür. Bu nedenle optimum karıştırıcı hızı 700 dev/dk olarak belirlenmiştir. Farklı karıştırma sürelerinde yapılan çalışmalarda karıştırma süresi 5 dk olduğunda topaklar kırılamadığı için homojen bir kaplama yapılamamıştır. Karıştırma süresi 30 dk'ye çıkarıldığında 700 dev/dk dönme hızında granüllerde herhangi bir kırılma görülmediği için optimum karıştırma değerleri 700 dev/dk ve 30 dk olarak belirlenmiştir. Belirlenen optimum değerlerle Al_2O_3–ZrO_2 granüllerinin Si_3N_4–ZrO_2 ile kaplanması için yapılan ilk denemelerde Si_3N_4 tane boyutunun kaplama kalitesine olan etkisi incelenmiştir. Bilyalı değirmende olduğu gibi burada da nano Si_3N_4 daha iyi bir kaplama kalitesi vermiştir. Si_3N_4–ZrO_2 tozlarının bilyalı değirmende homojen karıştırılabilmesi için farklı sürelerde ve farklı öğütücü bilye miktarlarında yapılan denemelerde en iyi sonucu 24 saatlik karıştırma süresi ve toz ağırlığının 2,5 katı kadar Si_3N_4 bilye ile yapılan deneme vermiştir. Karıştırma süresi 7 saate düşürüldüğünde Si_3N_4 ve ZrO_2 tozlarının iyi karışmadığı gözlemlenmiştir. Benzer şekilde Si_3N_4 bilye miktarı azaltıldığında Si_3N_4 ve ZrO_2 tozlarının homojen karışımı sağlanamamıştır. Şiddetli karıştırıcı ile yapılan

denemelerde de içyapıdaki heterojen ZrO_2 bölgeleri giderilememiştir. Bu nedenle Si_3N_4 ve ZrO_2 tozlarının yaş ortamda homojen bir şekilde karıştırılması ile elde edilen seramik çamur, dondurarak kurutma yöntemiyle kurutularak elde edilen kaplama tozu Al_2O_3–ZrO_2 granüllerine kuru olarak kaplanmıştır. Her ne kadar içyapıda kaplanmadan kalan heterojen bölgeler mevcutsa da bu bölgeler tek başına Si_3N_4 ve ZrO_2 bölgeleri değil, homojen karışmış Si_3N_4–ZrO_2 bölgeleridir. Dolayısıyla toz karışımının homojen olması açısından karışımın yaş ortamda yapılması gerektiği sonucuna varılmıştır. Kuru ortamda şiddetli karıştırıcı ile üretilen numunelerden yapılan performans testlerinde tüm kesici uçlarda pullanma kaynaklı aşınma görülmektedir. Bu durum içyapıdaki kalıntı gerilmelerin gereğinden fazla olduğunu göstermektedir. Aşırı kalıntı gerilmelerin sebebi, Si_3N_4 ve ZrO_2 tozlarının kendi içinde oluşturduğu topaklardan kaynaklanan heterojen bölgelerdir.

Kuru ortam yapılan kaplama denemelerinde başarılı bir sonuç alınamadığı için yaş ortamda granül kaplama denemeleri gerçekleştirilmiştir. Şiddetli karıştırıcıda granüllerin üzerine Si_3N_4–ZrO_2 kaplama tozunu içeren seramik çamurun damlatılmasıyla yapılan denemelerde granüllerin yaş ortamda formunu yitirerek kırılmasından dolayı başarılı bir sonuç elde edilememiştir.

Dondurarak kurutma yöntemiyle yapılan granül kaplama denemelerinde oldukça homojen bir içyapı elde edilmiştir. Yapılan performans testinde dondurarak kurutma yöntemiyle üretilen kesici ucun performansı, kuru ortamda şiddetli karıştırıcı ile üretilen kesici uçlarınkinden daha iyi çıkmıştır. Bu durumun, içyapıdaki heterojenliklerin homojen bir şekilde dağılmış olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Ancak kesici uçta pullanmanın görülmesi, kalıntı gerilmelerin halen yüksek olduğunu göstermektedir. Kalıntı gerilmelerin azaltılması için granüllerin üçlü noktasına biriken Si_3N_4–ZrO_2 birikinti boyutunun azaltılması gerekmektedir. Bunun için düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granülleri üretilmiştir. Hem düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granülleri hem de siklon olarak adlandırılan 15-20 μm'lik granüllerle kaplama denemeleri yapılmıştır. Ek olarak, kaplama tozu hacimce %10'dan %5'e düşürülerek Si_3N_4–ZrO_2 birikinti miktarının ve boyutunun azaltılması sağlanmıştır. Yapılan denemeler sonucunda granül boyutu azaltıldığında Si_3N_4–ZrO_2 birikinti boyutunun da azaldığı görülmüştür. Dolayısıyla siklonların kaplanmasıyla yapılan denemeye ait numune en homojen içyapıyı vermiştir. Yapılan performans testlerinde düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granülleri kullanılarak %5 kaplama içerecek şekilde hazırlanan numune en iyi performansı vermiştir.

2. Al_2O_3–ZrO_2–Si_3N_4 NANO KOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ

2.1. Giriş ve Amaç

Granül kaplama denemelerinde Al_2O_3-ZrO_2 granüllerine ilave dilen Si_3N_4- ZrO_2 toz karışımının, farklı ısıl genleşme davranışından ötürü sistemde kalıntı gerilmeler oluşturarak matris fazın mekanik özelliklerini iyileştirdiği görülmüştür. Bu iyileşmenin sebebi, çatlakların Si_3N_4-ZrO_2 bölgeleri ile etkileşime girmesi ve kalıntı gerilmelerden dolayı çatlak saptırma, köprüleme ve hapsetme mekanizmalarının görülmesidir. Al_2O_3-ZrO_2 matrisin kırılma modu taneleraras iken, granül kaplama numunelerinin kırılma modu taneleri kesen kırılma modudur. Dolayısıyla Al_2O_3-ZrO_2 matrise Si_3N_4 ilavesi, ısıl genleşme katsayısı farkından dolayı kırılma modunu taneleri kesen moda dönüştürmektedir. Yapılan performans testlerinde hacimce %5 kaplama içerecek şekilde hazırlanan numunenin matrise kıyasla daha iyi performansa sahip olduğu görülmüştür. Bu iyileşmenin nedeninin kırılma modunun değişiminden mi yoksa kalıntı gerilmelerden kaynaklı toklaştırma mekanizmalarından mı olduğunu anlayabilmek için, nano-kompozit numune üretilmesine karar verilmiştir. Buradan yola çıkarak, Al_2O_3-ZrO_2 matrise farklı oranlarda nano Si_3N_4 ilavesiyle nano-kompozit üretilmesi ve üretilen numunelerin performans testlerinin gerçekleştirilmesine karar verilmiştir.

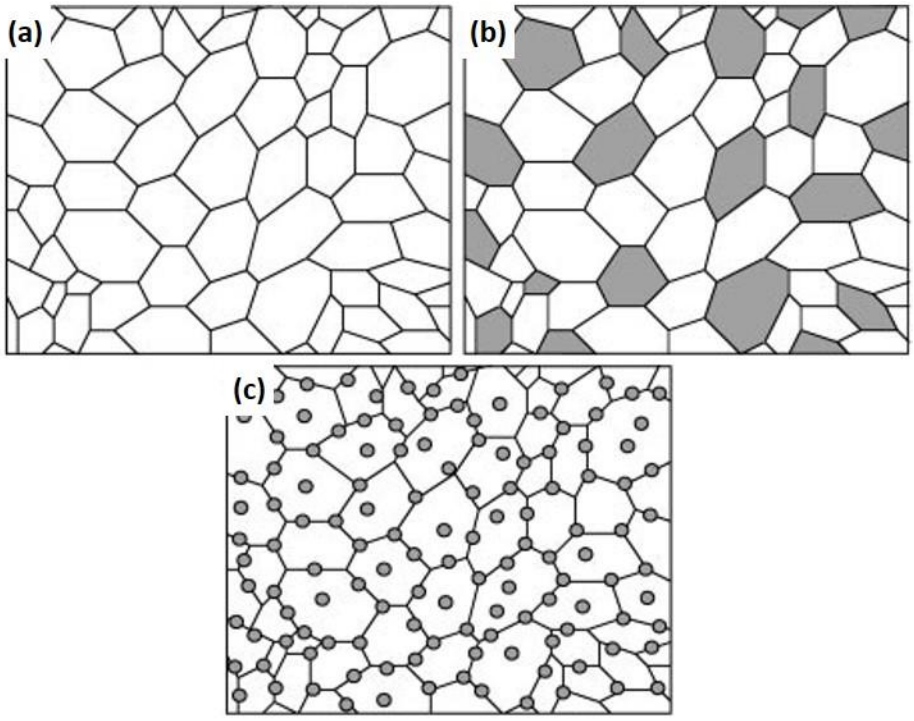
2.2. Literatür Bilgisi

Nano ölçekli içyapıların, özellik boyutunun belirli bir seviyeden daha az olduğu durumlarda malzeme özelliklerinde değişikliklere yol açabileceği öne sürülmüştür. Mevcut yöntemlerle üretilen seramiklerin özellikleri belirli limitlere dayandığı için, nano boyuta inildiğinde malzeme özelliklerinde olabilecek potansiyel değişiklikler, nano-seramiklere yönelik çalışmaları tetiklemiştir.

Özellikle mekanik uygulamalara yönelik seramikler açısından, son yıllarda, mukavemeti ve tokluğu geliştirmek ve böylece seramiklerin mühendislik uygulamalarına daha uygun ve güvenilir hale gelmesini sağlamak için birçok çalışma yapılmıştır. Griffith'e göre mukavemet, Hall-Petch eşitliğinde de belirtildiği üzere, tane boyutuyla ilişkilidir. Buna göre tane boyutu azaldığında mukavemet artacaktır. Bu durum, sert metal endüstrisinde kesinlikle gerçekleşmektedir. Ancak, seramiklerde mukavemet, işleme ve taşıma operasyonlarıyla yüzeyde oluşan hatalarla sınırlıdır.

Mukavemet aynı zamanda, malzemedeki küçük kusurların yayılmasını kısıtlayan kırılma enerjisi veya tokluk ile de ilgilidir. Pratik olarak, tane boyutunun azalmasının

tokluk üzerinde çok az bir etkisi vardır ve hatta onu azaltabilir. Öte yandan, ikincil faz partikülleri (nano-kompozit) kullanılarak içyapısal gerilmelerin ve dolayısıyla çatlak yollarının modifiye edilmesiyle tokluk değişiklikleri üretilebilir. Bu, belki de en önemli gelişme alanıdır ve çok yüksek mukavemet değerleri iddia edilmektedir [99]. Şekil 2.1'de 3 temel tipteki nanokompozit yapıları gösterilmiştir [100].



Şekil 2.1. *Nano-seramiklerin temel tipleri: (a) hepsi nano, tek faz, (b) hepsi nano, iki faz, (c) mikro/nano, iki faz: Nano faz tanelere ve tane sınırlarına dağılmış [100]*

Alümina esaslı seramik malzemelerin mekanik özelliklerini iyileştirmenin en başarılı yollarından biri, ikincil bir fazın partikül veya visker formda matrise eklenmesidir. Konuyla ilgili yayınlanan literatür çalışmalarında alümina matrise silisyum karbür partikül (SiC_p) veya visker (SiC_v) ilavesinin mukavemeti [99, 101-104], kırılma tokluğunu [99, 104-106], aşınma direncini [107-110] ve sürünme direncini [111-113] matrise kıyasla önemli oranda arttığı gösterilmiştir.

Niihara'nın öncü çalışması [99], nanokompozitler kavramını (nano boyutlu SiC partiküllerinin mikrokristalin alümina matrise eklenmesi) tanıtarak Al_2O_3-SiC kompozitlerine büyük oranda dikkat çekmiştir. Bu konseptte hazırlanan Al_2O_3–SiC_p malzemesinin eğilme mukavemeti 1 GPa'yı aşarken, kırılma tokluğu ciddi anlamda iyileştirilmiştir. Büyük çabalara rağmen, böyle bir gelişmenin nedeni belirsiz kalmıştır.

Niihara'nın kendisi mukavemet artışının, ince SiC_p ilavesiyle alümina matris içyapısının incelmesinden kaynaklandığını ve böylece kritik çatlak büyüklüğünü azalttığını ileri sürmüştür. Mukavemet artışı aynı zamanda, termo-elastik uyumsuzluğun sonucu olarak SiC partiküllerinin etrafındaki alümina tanelerinde oluşan çekme gerilmelerine bağlı çatlak sapmasının neden olduğu toklaştırma etkisiyle de açıklanabilir [99]. Ancak, gözlemlenen mukavemet artışını açıklamak için tokluk artışı yeterli değildir. Diğer yazarlar mukavemet artışı için, proses kusurlarının giderilmesi ve SiC nano-parçacıklarının tane büyümesini engellemesi [114, 115], yüzey işleme sırasında tane çıkmasının giderilmesi ve yüzey kusuru oluşmasına karşı direncin arttırılması [107], çatlak ucu köprüleme [116], işleme sırasında yüzeyde ortaya çıkan basma gerilmelerinin varlığı [101, 103, 111] ve tavlama sırasında çatlak iyileşmesi (healing) [103, 117] gibi farklı mekanizmalar önermişlerdir. SiC nano partiküllerin mukavemet arttırıcı eylemine rağmen, tokluk artışı genellikle nispeten daha az olmuştur.

Al_2O_3 – SiC_p malzemesinin sinterlenmesinde genellikle sıcak presleme tekniği kullanılmaktadır. Çünkü, sinterleme SiC partikülleri tarafından engellenme eğilimindedir. Ancak, inert gaz atmosferleri kullanıldığında tam yoğunluğa ulaşılabilmektedir. SiC ayrıca tane büyümesini de engeller. Bu durum, eğer alümina aşırı derecede ısınırsa, alümina için bir problem olabilmektedir. SiC partikülleri tipik olarak hem tane sınırlarında hem de taneler içinde bulunmaktadır [100].

Mukavemet ve tokluk artışının arkasındaki neden, SiC partiküllerinin neden olduğu iç gerilme dağılımındaki değişikliklerdir. Alüminanın kendisi, kristalografik olarak anizotropik ısıl genleşme davranışına sahiptir. Pişirim sıcaklığından oda sıcaklığına soğuma sırasında farklı yönelimlerdeki taneleararasında gerilmeler oluşmaktadır. Bu gerilmeler tane büyüklüğünden bağımsızdır; fakat tane başına düşen enerji, artan tane boyutuyla birlikte artmakta ve kendiliğinden oluşan mikro çatlaklara yol açmaktadır. Böylelikle teneler arası (intergranular) kırılma modu baskın olmakta ve işleme ya da abrasif aşınma sırasında tane çıkması eğilimi artmaktadır [100].

Silisyum karbür alüminadan daha düşük bir ısıl genleşme katsayısına sahiptir. Bu nedenle alümina matrisinde gömülü bir SiC partikülü, pişirim sıcaklığından oda sıcaklığına soğuma sırasında radyal basma gerilmelerine maruz kalırken, çevresindeki alümina matris dairesel çekme gerilmelerine maruz kalır. Bu gerilmeler, alüminanın kristalografik anizotropisinden kaynaklı olanlardan çok daha fazladır ve bu yüzden gerilme alanını domine eder. Her bir partikül ile ilişkili elastik enerji, mikro çatlakları

başlatmak ve yaymak için yetersizdir. Ancak, partiküle yaklaşan bir çatlak, partiküle doğru saptırılma ve bununla tutturulma (pinning) eğilimindedir. Tane sınırlarında bulunan partiküller bu nedenle çatlak durdurucu olarak hareket ederler ve tanelerarası kırılmadan dolayı alümina tane kopması engellenmiş olur. Tanelerin içindeki partiküller de benzer şekilde hareket ederler ve içyapı boyunca bir çatlak oluşturmak için daha fazla enerji gerekir. Bu tip bir ürünün tek başına alümina ile karşılaştırıldığında, mukavemet ve tokluk değişikliklerine bakılmaksızın, aşınma direnci, darbe ve pullanma (chipping) direnci ve yüzey kalitesi konularında belirgin teknik avantajlara sahip olduğu görülmektedir.

2.3. Materyal ve Yöntem

2.3.1. Kullanılan hammaddeler

Bu bölümde kullanılan hammaddeler, Bölüm 1.3.1.'de spesifikasyonları verilen hammaddelerle aynıdır.

2.3.2. Toz hazırlama

Nano kompozitlerin üretimi için hacimce %17,5 ZrO_2 içeren Al_2O_3 matrise hacimce %1, %3 ve %5 olacak şekilde nano boyutlu Si_3N_4 tozu ilave edilmiştir. Başlangıç tozlarının hepsi, izopropil alkol ortamında Si_3N_4 esaslı bilyeler kullanılarak eksenel değirmende (Fritsch-Pulverisette 6, Almanya) 300 dev/dk hızla 90 dk süreyle karıştırılmıştır. Karıştırma sonrası elde edilen çamur, alkolü uzaklaştırmak amacıyla sıcaklık ve dönme hızı kontrol edilebilen bir döner kurutucuda (Heidolph-HeiVAP, Almanya) kurutulmuştur. Dönme hızı 60 dev/dk, su sıcaklığı ise 55°C'de sabit tutulmuştur. Kurutulan tozlar 300 mikronluk elekten geçirilmiştir.

2.3.3. Sinterleme

Üretilen tozlar Bölüm 1.3.3'de anlatıldığı şekilde ve aynı sinterleme parametreleri kullanılarak SPS ile sinterlenmiştir.

2.3.4. Üretilen numunelerin karakterizasyonu

2.3.4.1. *İçyapı analizi*

Üretilen numunelerin içyapı analizi Bölüm 1.3.4.3'de detaylı şekilde anlatıldığı gibi yapılmıştır.

2.3.4.2. *Sertlik ve kırılma tokluğu ölçümü*

Üretilen numunelerin sertlik ve kırılma yokluğu ölçümleri Bölüm 1.3.4.4'de detaylı şekilde anlatıldığı gibi yapılmıştır.

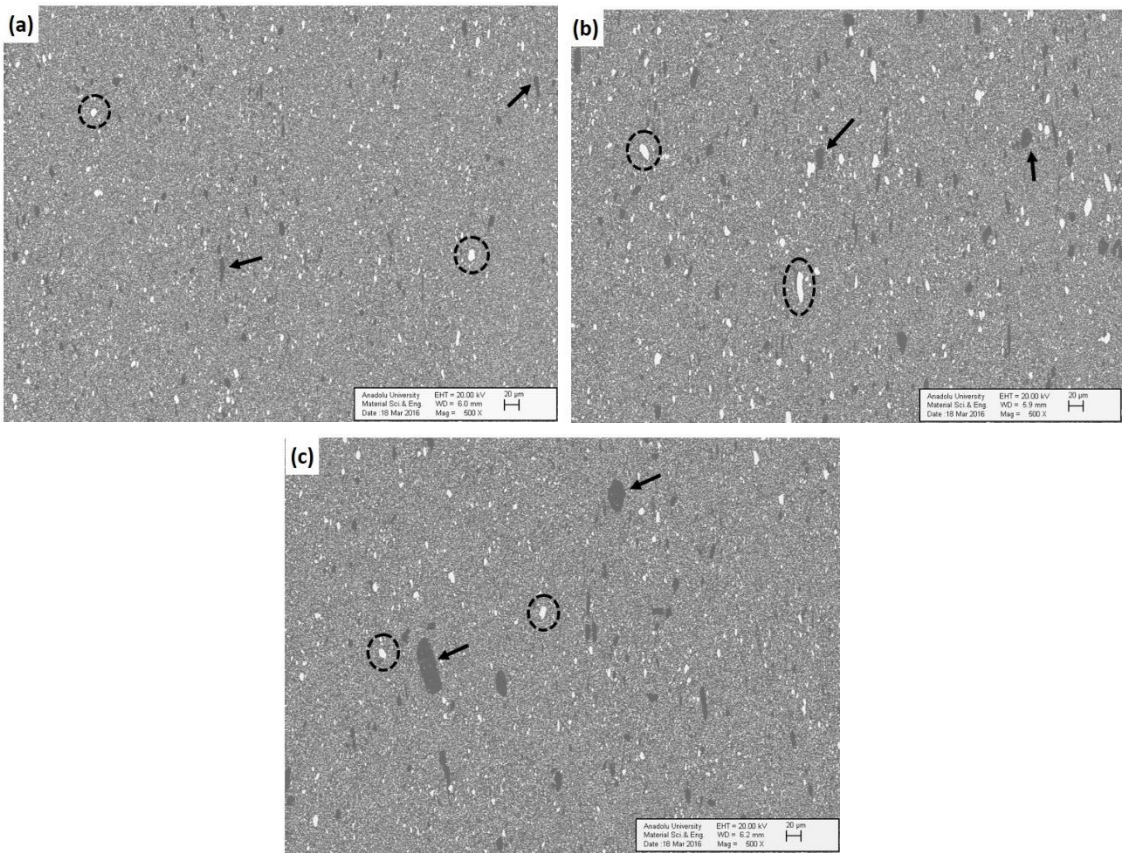
2.3.5. Performans testleri

SPS ile 20 mm çapında ve 5 mm kalınlığında üretilen numuneler, ilgili ISO standardına göre RNGN 120400 T00520 geometrisine taşlanmıştır. Elde edilen kesici uçların performans testleri yerel bir firmada, Inconel 718 malzemesinden üretilen bir uçak motoru parçasının CNC tezgahında farklı kesme koşullarında Al_2O_3–SiC_v kesici uca karşı dönüşümlü olarak işlenmesiyle yapılmıştır. Her bir kesim sonunda kesici uçlarda meydana gelen aşınmalar stereo mikroskop ile karakterize edilmiştir.

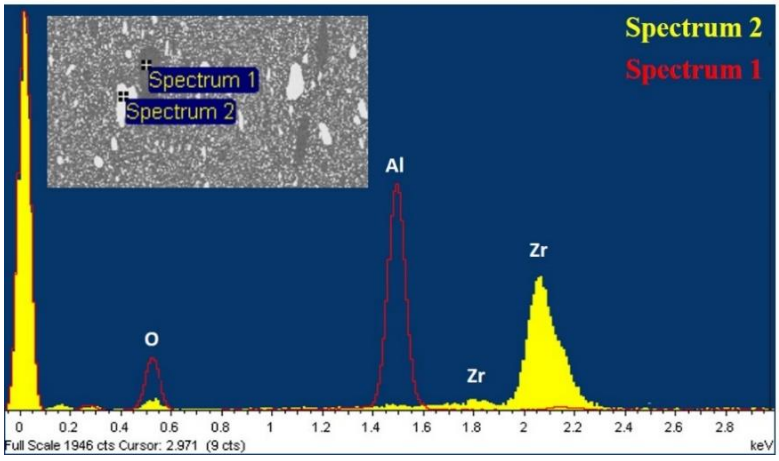
2.4. Sonuçlar ve Tartışma

2.4.1. İçyapı analizi

Eksenel değirmende izopropil alkol dağıtıcı ortamında 300 dev/dk dönme hızında 90 dk süreyle yapılan ve hacimce %1, %3, %5 nano Si_3N_4 içeren tozlardan üretilen numunelerin BSE-SEM görüntüleri Şekil 2.2'de verilmiştir. Şekil üzerinde dairelerle gösterilen beyaz bölgelerin ZrO_2, oklarla gösterilen gri bölgelerin ise Si_3N_4 olduğu düşünülmüştür. Çünkü bu gri bölgelerin boyutu, nano Si_3N_4 ilave miktarı arttıkça artmaktadır. Ancak, Şekil 2.3'de verilen EDX analizi sonucuna göre gri bölgeler Al_2O_3 topaklarıdır. Si_3N_4 bölgeleri BSE modunda görülememektedir. Bunun nedeni bir önceki bölümde de bahsedildiği gibi Al ve Si elementlerinin periyodik tabloda yan yana olmasıdır (Şekil 1.84). Numunelere 10000x büyütmede yapılan EDX haritalama analizi sonucu elde edilen Si elementel haritaları karşılaştırmalı olarak Şekil 2.4'de verilmiştir. Buna göre, BSE modunda görülmese de, Si_3N_4 topakları içyapıda mevcuttur ve beklenildiği gibi nano Si_3N_4 miktarı arttıkça bu bölgelerin boyutları da artmaktadır.



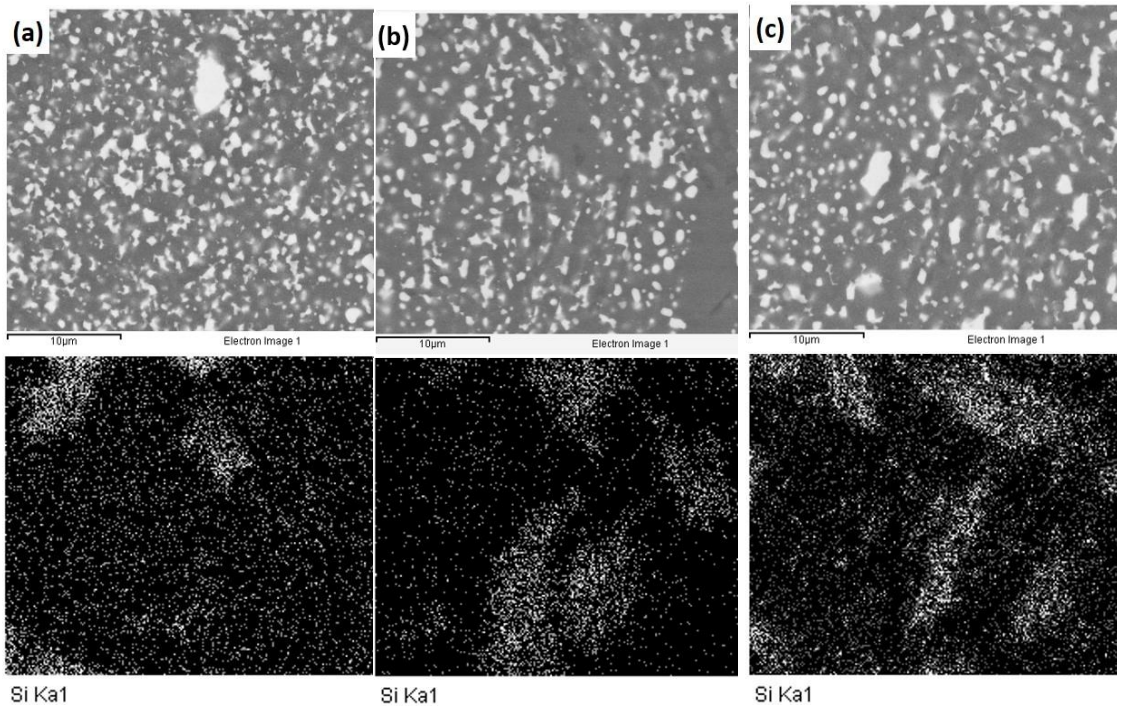
Şekil 2.2. *Hacimce (a) %1, (b) %3, (c) %5 nano Si_3N_4 içeren numunelere ait BSE-SEM görüntüleri. Beyaz renkli ZrO_2 ve gri renkli Al_2O_3 topakları sırasıyla daire ve oklarla gösterilmiştir.*



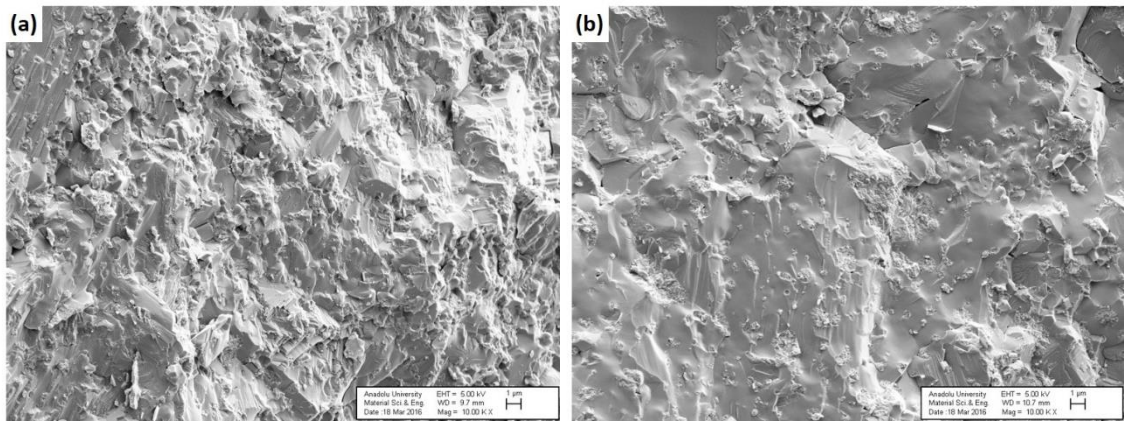
Şekil 2.3. *Hacimce %3 nano Si_3N_4 içeren numuneye ait EDX analizi sonuçları*

Shi ve ark. [118] Al_2O_3–SiC kompozitlerin mekanik özelliklerini inceledikleri çalışmalarında, Al_2O_3 matrise SiC ilavesiyle birlikte ısıl genleşme farkından kaynaklı kalıntı gerilmelerin arttığını ve tane sınırlarındaki yüksek basma gerilmelerinin tane içi kırılmaya yol açtığını göstermişlerdir. Benzer ısıl genleşme farkı Al_2O_3–ZrO_2 matris ile Si_3N_4 arasında da olduğu için aynı mekanizmanın üretilen nano-kompozitler için de

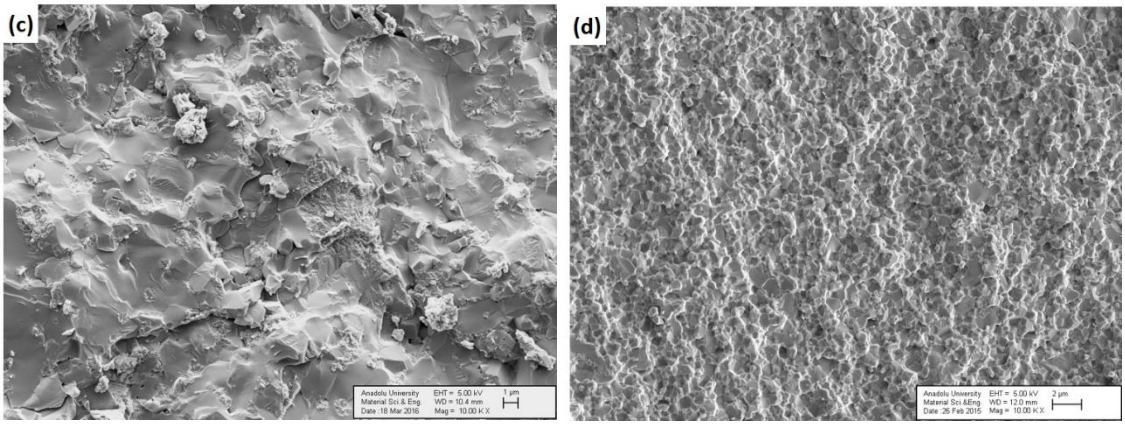
geçerli olması beklenmektedir. Nitekim numunelerin 10000x büyütmede kırık yüzeyinden alınan SE-SEM görüntülerinin Al_2O_3–ZrO_2 matris ile kıyaslamalı olarak verildiği Şekil 2.5 incelendiğinde, tıpkı granül kaplama denemelerinde olduğu gibi (Şekil 1.107) burada da Si_3N_4 ilavesiyle kırılma modunun değiştiği görülmektedir. Al_2O_3–ZrO_2 matrisin kırılma modu tamamen tanelerarası iken, artan nano Si_3N_4 miktarıyla daha çok tane içi kırılma modu gözlemlenmektedir. Yalnızca hacimce %1 nano Si_3N_4 ilavesi bile kırılma modunu değiştirmek için yeterlidir (Şekil 2.5(a)).



Şekil 2.4. *Hacimce (a) %1, (b) %3, (c) %5 nano Si_3N_4 içeren numunelere ait BSE-SEM görüntüleri ile aynı yerden yerden yapılan EDX haritalama analizi ile edilen Si elementel haritaları*



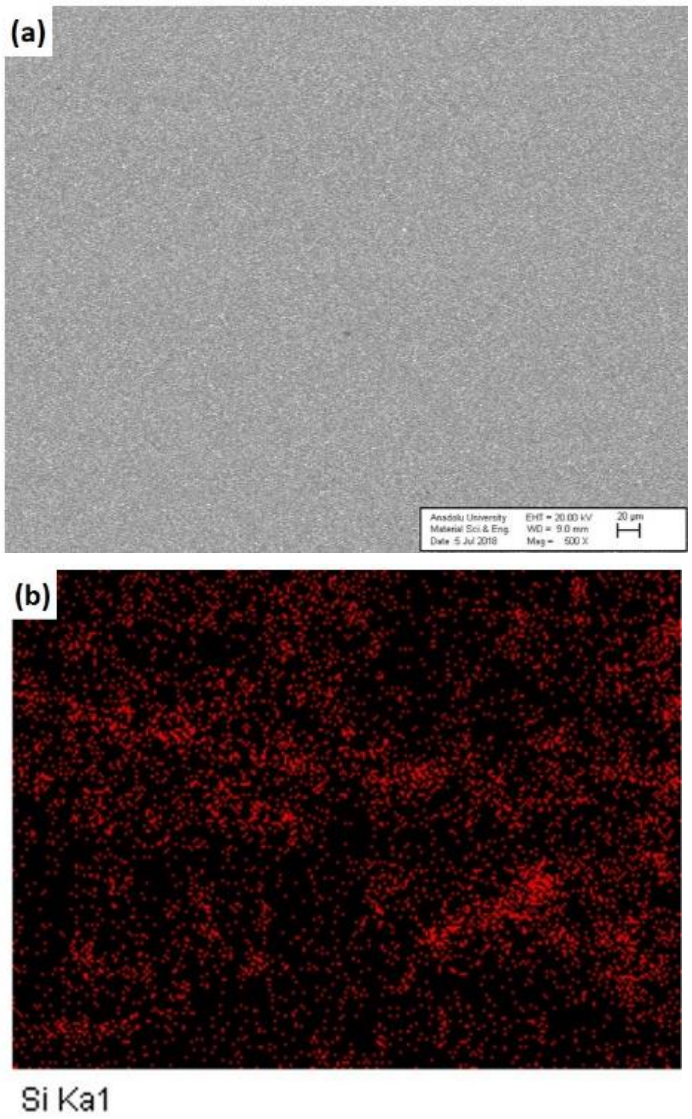
Şekil 2.5. *Hacimce (a) %1, (b) %3, (c) %5 nano Si_3N_4 içeren numunelerle (d) AlZr matrise ait SE-SEM görüntüleri*



Şekil 2.5. (Devam) *Hacimce (a) %1, (b) %3, (c) %5 nano Si_3N_4 içeren numunelerle (d) AlZr matrise ait SE-SEM görüntüleri*

Tane boyutu azaldıkça yüzey alanının arttığı bilinmektedir. Artan yüzey alanıyla birlikte partiküllerin aktivitesi ve Van der Waals etkileşimleri de artmaktadır [72, 74]. Bu nedenle nano boyuttaki tozların homojen bir şekilde dağıtılması oldukça güçtür. Nano boyutlu başlangıç tozlarıyla 300 dev/dk dönme hızıyla yapılan ilk denemede, topakların kırılamadığı görülmüştür (Şekil 2.2). Bu nedenle karıştırma süresi 90 dk'de sabit tutulurken eksenel değirmenin dönme hızı 500 dev/dk'ye çıkarılmıştır. Ayrıca, başlangıç tozu olarak ayrı ayrı Al_2O_3 ve ZrO_2 kullanmak yerine, bağlayıcısı uzaklaştırılmış Al_2O_3–ZrO_2 granülleri kullanılmıştır. Böylelikle Al_2O_3 ve ZrO_2'nin birbirleriyle homojen karışmasının sağlanacağı düşünülmüştür. Performans testlerinde en iyi sonucu hacimce %3 nano Si_3N_4 içeren numune verdiği için yapılan denemede sadece bu kompozisyon kullanılmıştır. Üretilen nano kompozitin kesitinden alınan BSE-SEM görüntüsü Şekil 2.6(a)'da verilmiştir. Dönme hızının artmasıyla ve homojen karışmış Al_2O_3–ZrO_2 granüllerinin kullanılmasıyla oldukça homojen bir içyapı elde edilmiştir.

BSE modunda görülemeyen nano boyutlu Si_3N_4 topaklarının içyapıda mevcut olup olmadığı, 10000x büyütmede yapılan EDX haritalama analizi ile edilen Si elementel haritasıyla incelenmiştir (Şekil 2.6(b)). Nano boyutlu Si_3N_4'ün içyapıda homojen bir şekilde dağıtıldığı görülmüştür. İçyapısı son derece homojen olan bu üründen performans testi için kesici uç üretilmesine karar verilmiştir. Performans testinin sonuçları ilerleyen bölümde verilecektir (Şekil 2.8 ve Şekil 2.9).



Şekil 2.6. *500 dev/dk dönme hızıyla üretilen ve hacimce %3 nano Si_3N_4 içeren nano kompozitin (a) BSE-SEM görüntüsü, (b) EDX haritalama analizi ile elde dilen Si elementel haritası*

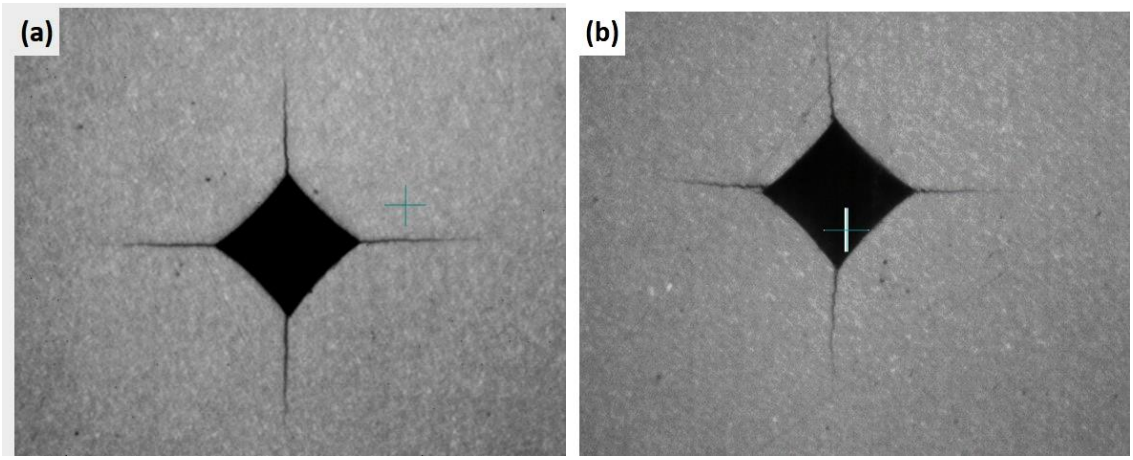
2.4.2. Sertlik ve kırılma tokluğu

Eksenel değirmende 300 dev/dk dönme hızında yapılan ve hacimce %1, %3, %5 nano Si_3N_4 içeren numunelerin içyapısında iri topaklar bulunduğundan (Şekil 2.2) bu numunelerin sertlik ve tokluk ölçümleri gerçekleştirilmemiştir. Hacimce %3 nano Si_3N_4 içeren ve 300 dev/dk dönme hızında yapılan numunenin içyapısı homojen olduğu için bu numunenin sertlik ve kırılma tokluğu ölçülmüştür. Sonuçlar, AlZr matris ile kıyaslamalı olarak Tablo 2.1'de verilmiştir. Buna göre matrise %3 nano Si_3N_4 ilavesiyle sertlik değerinde önemli bir değişiklik olmazken, kırılma tokluğunda bir miktar düşüş görülmüştür.

Tablo 2.1. *AlZr matrisin ve 500 dev/dk dönme hızıyla üretilen ve hacimce %3 nano Si_3N_4 içeren numunenin sertlik ve kırılma tokluğu değerleri*

Nano Si_3N_4 İlave Miktarı	Sertlik (GPa)	Tokluk ($MPam^{1/2}$)
AlZr matris	19,20 ± 0.17	6,10 ± 0.17
Hacimce %3	19.48 ± 0.04	5.60 ± 0.04

Numuneye ait Vickers indent izi ve oluşan çatlakların optik mikroskop görüntüsü AlZr matris ile kıyaslamalı olarak Şekil 2.7'de verilmiştir. İçyapı oldukça ince ve homojen olduğu için oluşan çatlaklar oldukça stabil ilerlemiştir. Ayrıca, diğer numunelerde görüldüğü gibi, indent etrafında mikro çatlaklar oluşmadığı için içyapıdaki kalıntı gerilmelerin oldukça homojen olduğu varsayılmaktadır. Numunenin çatlak görüntüsü, AlZr matrisinki ile oldukça benzerdir.

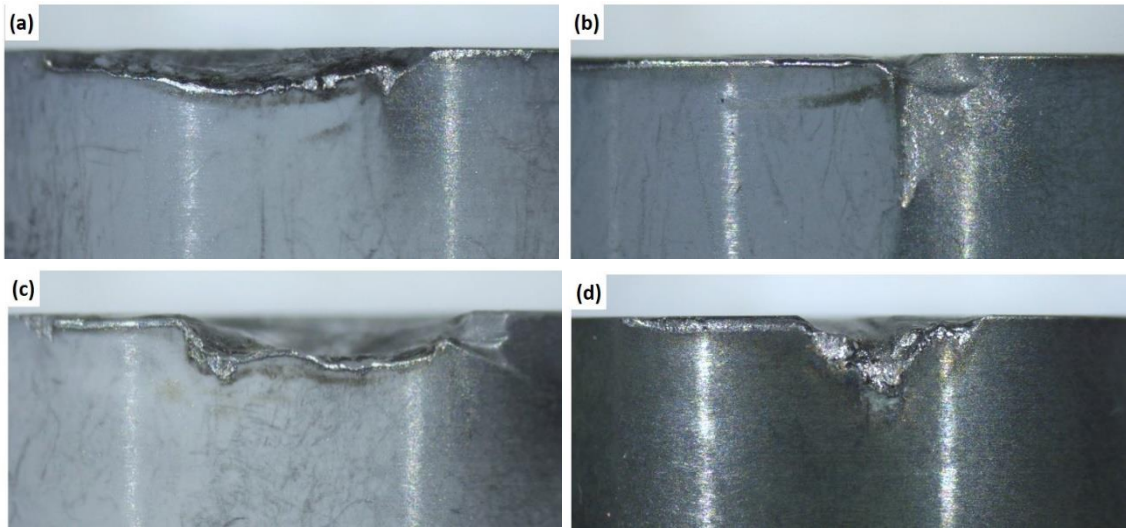


Şekil 2.7. *(a) 500 dev/dk dönme hızıyla üretilen ve hacimce %3 nano Si_3N_4 içeren numuneye, (b) AlZr matrise ait Vickers indent izi ve oluşan çatlaklar*

2.4.3. Performans testi

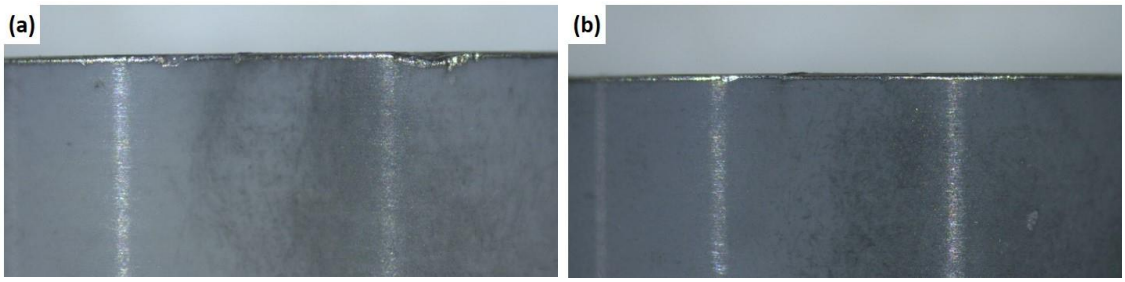
Hacimce %1, %3 ve %5 nano Si_3N_4 içeren nano kompozitlerden üretilen kesici uçlar, çevre bileme ve pah kırma işlemlerinden sonra Inconel 718 malzemesinin tornalanmasında farklı kesme koşullarında Al_2O_3–SiC_v kesici uca karşı test edilmiştir. Şekil 2.8'da test edilen kesici uçların aşınma profilleri karşılaştırmalı olarak verilmiştir. Bu teste ait kesme parametreleri şu şekildedir: V_c = 300 m/dk, f = 0,20 mm/dev, a_p = 2,50 mm. Nano Si_3N_4 ilave miktarı arttıkça içyapıdaki kalıntı gerilmelerin artması ve kesici ucun mukavemetinin düşmesi beklenmektedir. İlgili test koşullarında kesme kuvvetleri yüksek olduğu için hacimce %5 nano Si_3N_4 içeren numune kesmeyi tamamlayamadan kırılmıştır. Hacimce %3 nano Si_3N_4 içeren numunede pullanmayla birlikte yüksek

miktarda çentik aşınması görülmüştür (Şekil 2.8(b)). Hacimce %1 nano Si_3N_4 içeren numunenin aşınma profili (Şekil 2.8(a)), Al_2O_3–ZrO_2 matris numunenin aşınma profiliyle (Şekil 2.8(c)) hemen hemen aynı olsa da, hacimce %1 nano Si_3N_4 ilavesinin matris faza kıyasla pullanmayı bir miktar azalttığı görülmektedir. Referans kesici uçta ise pullanma kaynaklı aşınma görülmüştür (Şekil 2.8(d)).

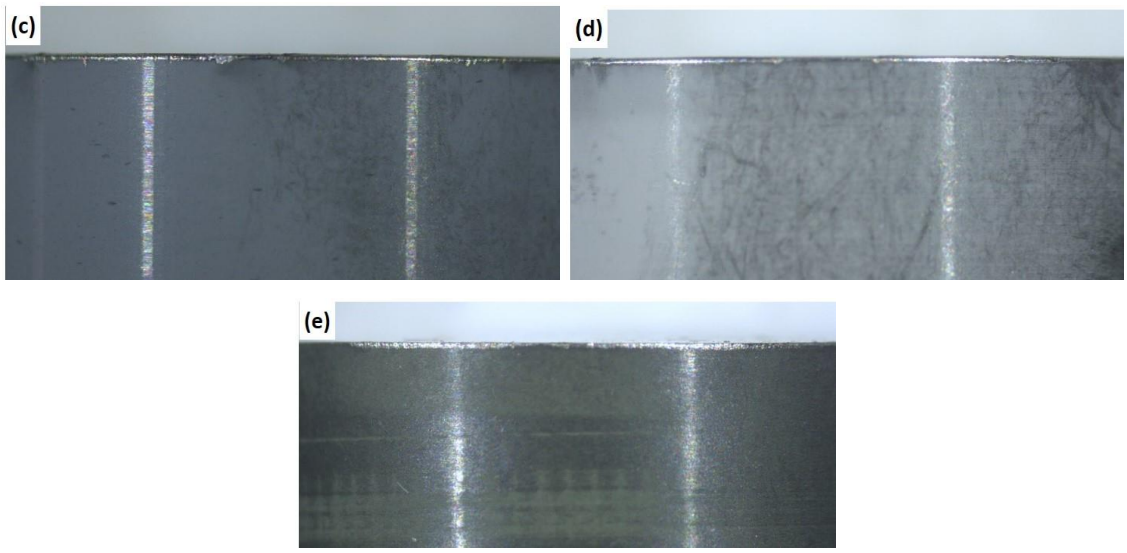


Şekil 2.8. *Test edilen (a) hacimce %1, (b) hacimce %3 nano Si_3N_4 içeren nano kompozitlerin ve (c) AlZr matris, (d) Al_2O_3–SiC_v kesici uçların aşınma profilleri*

Farklı kesme koşullarında yapılan bir diğer performans testinde kesme parametreleri şu şekildedir: V_c = 250 m/dk, f = 0,30 mm/dev, a_p = 1,50 mm. Test edilen kesici uçların aşınma profilleri karşılaştırmalı olarak Şekil 2.9'de verilmiştir. Hacimce %1 nano Si_3N_4 içeren numune bu kesme koşullarında en kötü performansı sergilemiştir (Şekil 2.9(a)). Diğer numunelerin aşınma miktarları ise birbirleriyle benzerdir.



Şekil 2.9. *Test edilen (a) hacimce %1, (b) hacimce %3, (c) hacimce %5 nano Si_3N_4 içeren nano kompozitlerin ve (d) AlZr matris, (e) Al_2O_3–SiC_v kesici uçların aşınma profilleri*



Şekil 2.9. (Devam) *Test edilen (a) hacimce %1, (b) hacimce %3, (c) hacimce %5 nano Si_3N_4 içeren nano kompozitlerin ve (d) AlZr matris, (e) Al_2O_3–SiC_v kesici uçların aşınma profilleri*

2.5. Özet

Dondurarak kurutma yöntemiyle üretilen numunelerin nano-kompoziti andıran bir içyapıya sahip olması ve içyapıda homojen dağılmış Si_3N_4–ZrO_2 bölgelerinin toklaştırma mekanizmalarını etkinleştirdiğinin gözlemlenmesinden dolayı, üretim yöntemi granül kaplamaya kıyasla çok daha kolay olan nano-kompozitlerin üretilmesi ve performans testlerinin gerçekleştirilmesi fikri ortaya çıkmıştır. Hacimce %17,5 ZrO_2 içeren Al_2O_3–ZrO_2 matrise, hacimce %1, %3 ve %5 nano Si_3N_4 ilavesiyle nano kompozitler üretilmiştir. Numunelerin kırık yüzeyleri SEM'de incelendiğinde, hacimce %1 nano Si_3N_4 ilavesinin bile matris fazda görülen taneleraras kırılma modunu tane içi kırılma moduna dönüştürdüğü görülmüştür. 300 dev/dk dönme hızıyla üretilen numunelerde başlangıç tozlarının kendi içinde oluşturduğu topakların kırılmadığı ve bu nedenle içyapıda iri heterojen bölgelerin olduğu görülmüştür. Bu problemi giderebilmek için dönme hızı 500 dev/dk'ye çıkarılmıştır. Ayrıca, başlangıç tozu olarak ayrı ayrı Al_2O_3 ve ZrO_2 tozlarını kullanmak yerine, mevcut halde yaş ortamda homojen bir şekilde karıştırılıp püskürtmeli kurutucuyla üretilmiş Al_2O_3–ZrO_2 granülleri kullanılmıştır. Hacimce %3 nano Si_3N_4 içerecek şekilde hazırlanan numunenin içyapısı incelendiğinde, bu problemin giderildiği görülmüştür. Numunenin içyapısı oldukça ince ve homojendir.

Yapılan performans testlerinde hacimce %1 nano Si_3N_4 ilavesinin matrisin aşınma davranışında önemli bir değişiklik yaratmadığı görülmüştür. Hacimce %3 nano Si_3N_4 içeren numunede aşırı miktarda çentik aşınması görülmüştür. Bu numune için kesme

koşullarının optimize edilmesi gerekmektedir. Hacimce %5 nano Si_3N_4 içeren numune ise kesmeyi tamamlayamadan kırılmıştır. Bunun nedeninin, kesici ucun içyapısında görülen iri heterojenliklerin yarattığı bölgesel kalıntı gerilmelerin yanı sıra Si_3N_4'ün yarattığı gereğinden fazla kalıntı gerilmeler olabileceği düşünülmektedir.

3. ÜRETİLEN KOMPOZİTLERİN KONVANSİYONEL YÖNTEMLERLE SİNTERLENEBİLİRLİĞİNİN ARAŞTIRILMASI

3.1. Giriş ve Amaç

Spark Plazma Sinterleme (SPS) tekniği, sağladığı üstün konsolidasyon ile konvansiyonel sinterleme yöntemleriyle sinterlenmesi mümkün olmayan malzemelerin sinterlenmesinde yaygınca kullanılan bir tekniktir. Tez kapsamında hazırlanan numunelerde, Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ile Si_3N_4 tozlarının farklı küçülme ve yoğunlaşma davranışı nedeniyle SPS tekniği kullanılmıştır. Ancak, SPS tekniği seri üretime uygun bir teknik değildir [119]. Gelişen teknolojiyle birlikte SPS tekniği de gelişmekte ve yeni çıkan hibrit sistemler sayesinde bu tekniğin üretkenliği artmaktadır [120]. Ancak, yeni gelişmekte olan bu sistemlerin maliyetleri oldukça yüksektir.

Tezin ana motivasyon kaynaklarından birisi, seri üretime uygun ve maliyeti düşük bir üretim yöntemi geliştirilmesidir. SPS yöntemi, tek bir ürün sinterlemek için oldukça hızlı bir yöntem olmasına rağmen, seri üretime uygun bir sinterleme yöntemi değildir. Çünkü SPS ile tek bir sinterleme çevriminde yalnızca bir adet numune üretilebilmektedir. Tez kapsamında hazırlanan numunelerin sinterlenmesinde SPS yönteminin kullanılmasının sebebi, heterojen içyapıya sahip bir malzeme üretmek için sinterleme çalışmalarıyla vakit kaybetmeden proses geliştirme çalışmalarına yoğunlaşabilmektir. Bununla birlikte, SPS yöntemi Sıcak Presleme (HP) yöntemi ile benzer mekanizmalara sahitir. Dolayısıyla SPS yöntemi ile tam yoğunluğa erişebilen numunelerin, seri üretime daha uygun olan HP tekniği ile de üretilebileceği düşünülmüştür. Ancak, HP tekniği de maliyeti yüksek olan bir tekniktir. Bu nedenle, tez kapsamında üretilen granül kaplama numuneleri ve nano-kompozit numunelerin, teknik seramiklerin sinterlenmesinde oldukça yaygın olarak kullanılan Basınçsız Sinterleme (PLS) ve Gaz Basınçlı Sinterleme (GPS) yöntemleriyle üretilebilirliği araştırılmıştır. Bu kapsamda ilk olarak ürünlerin küçülme davranışı ve sinterleme sıcaklığının belirlenmesi için GPS fırınında dilatometre çalışması yapılmıştır. Dilatometre eğrisinden belirlenen sıcaklık ile tüm numuneler hem PLS hem de GPS ile sinterlenmiştir. Üretilen numunelerin yoğunluk ve sertlik-tokluk değerleri ölçülerek içyapı analizleri gerçekleştirilmiştir.

3.2. Literatür Bilgisi

Mitomo [121] 1976 yılında gaz basınçlı sinterlemenin temelini oluşturan, yüksek azot gazı basınçlarında ısıtma ile Si_3N_4'ün dekompozisyonunun önlenebileceğini göstermiştir. Basınçsız sinterleme yöntemlerinden farklı olarak GPS'de daha yüksek sinterleme sıcaklıklarına güvenle çıkılabilmektedir. Böylece, malzemenin tane sınırlarındaki difüzyonu hızlandırılmaktadır. Gazza [122] 1983 yılında yapmış olduğu bir çalışmada iki basamaklı sinterleme döngüsünü Si_3N_4'ün tam yoğunluğa ulaşması için ilk kez kullanmıştır. Bu çalışmada, ön-sinterleme basamağı olarak adlandırılan birinci basamakta göreceli olarak daha az basınç (1 bar) uygulanarak açık gözeneklerin kapanması sağlanmıştır. İkinci basamakta ise gaz basıncı 20 bara çıkartılıp yoğunlaşma sağlanmıştır. Birinci basamakta açık gözenekler giderilmezse, ikinci basamakta yoğunlaşmayı tamamlamak imkansızlaşacaktır. Çünkü ikinci basamakta oldukça yüksek basınçtaki gaz gözeneklerin içine sızacak, bu da yoğunlaşmayı önleyecek ya da gazın ısısal genleşmesinden dolayı gözeneklerin şişmesine (bloating) neden olacaktır. Hirosaki ve ark. [123] 1990 yılında yaptıkları çalışmada, GPS yöntemini kullanarak, Si_3N_4 esaslı seramiklerin çok az oksit ilavesiyle sinterlenip, oldukça az camsı faz içeriğiyle tam yoğunlaştırılabileceğini göstermişlerdir. Hattori ve ark. [124] 1986 yılında GPS yardımıyla malzemenin içindeki camsı faz miktarının azaltılmasının yanında, malzemenin mukavemet dağılımının da (Weibull Modülü) geliştirilebileceğini göstermişlerdir.

GPS yönteminde gaz basıncı, Si_3N_4'e özgü olarak dekompozisyonu önlemek için kullanılsa da herhangi bir malzeme kapalı gözenek aşamasına gelecek kadar yoğunlaşabiliyorsa, dış basıncın etkisiyle yoğunlaşma arttırılabilir. Bu dış basınç mekanik olabileceği gibi gaz basıncı da olabilmektedir.

3.3. Materyal ve Yöntem

3.3.1. Kullanılan hammaddeler

Bu bölümde kullanılan hammaddeler, Bölüm 1.3.1.'de spesifikasyonları verilen hammaddelerle aynıdır.

3.3.2. Toz hazırlama

Granül kaplama denemelerinde en homojen içyapıyı veren numuneler, düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granüllerinin ve siklonların dondurarak kurutma yöntemiyle kaplanmasıyla elde edilen numunelerdi (Şekil 1.105). Bu nedenle sinterleme çalışmalarında, daha önceden hazırlanan ve hacimce %5 ve %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 toz karışımı içeren bu tozlar kullanılmıştır.

Tez kapsamda geliştirilecek üretim yönteminin seri üretime uygunluğunun test edilmesi açısından, dağıtıcı ortam olarak izopropil alkol yerine su kullanılmıştır. Çünkü seramiklerin seri üretiminde dağıtıcı ortam olarak su kullanılmaktadır. Seramik tozların su içerisinde dağıtılmasıyla hazırlanan seramik çamur, püskürtmeli kurutma yöntemiyle suyu buharlaştırılarak preslemeye hazır granüller elde edilir. Bu kapsamda, bağlayıcısı uzaklaştırılmış Al_2O_3–ZrO_2 granüllerine hacimce %1 ve %3 nano Si_3N_4 tozu ilave edilerek sulu ortamda, ağırlıkça %0,4 dağıtıcı ilavesiyle, eksenel değirmende 300 dev/dk dönme hızında 90 dk karıştırılmıştır. Elde edilen seramik çamur, içerisindeki suyun uzaklaştırılması için 80°C'lik etüvde 48 saat süreyle bekletilmiştir. Elde edilen toz, agat havanda öğütülerek fiziksel topakları kırıldıktan sonra titreşimli elekte 300 mikronluk elekten geçirilmiştir.

3.3.3. Şekillendirme

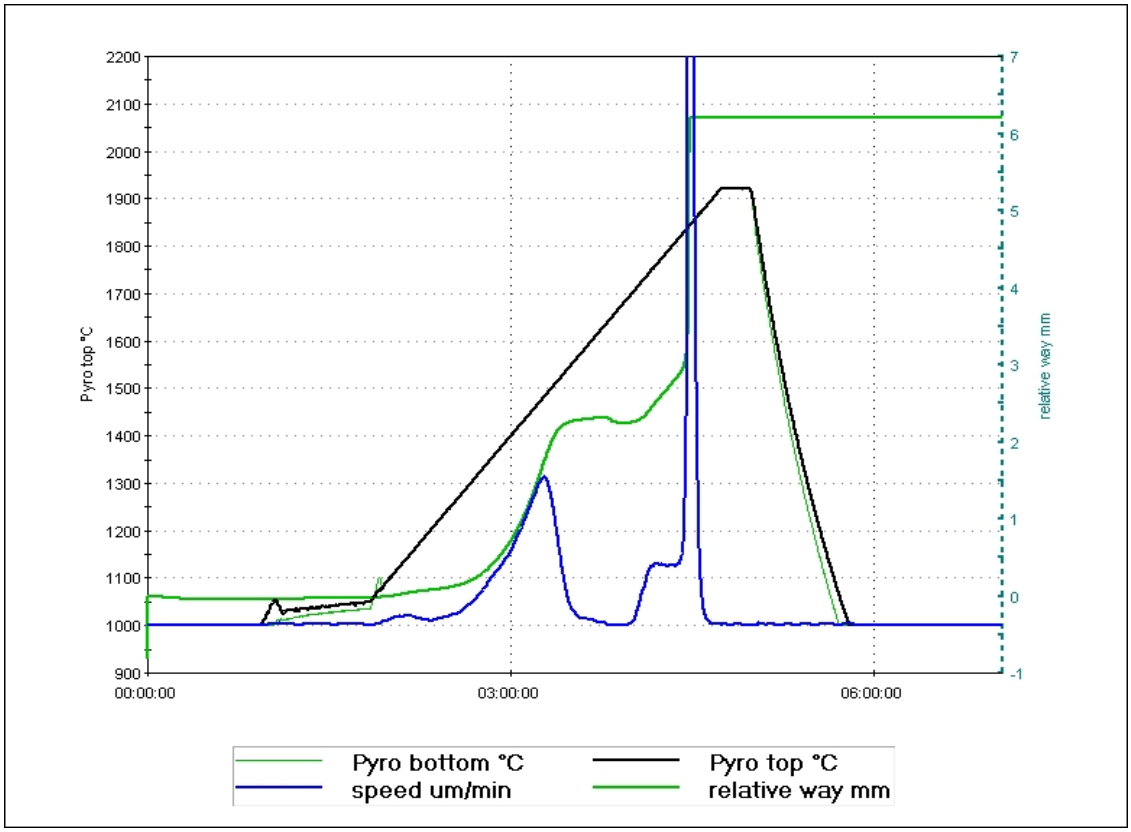
Hazırlanan tozlar 20 MPa basınç altında tek eksenli el presinde (Carver, ABD) preslenerek ön-şekillendirme yapılmıştır. Ön-şekillendirme yapılan peletler, homojen basınç altında yaş yoğunluklarının arttırılması için 300 MPa basınç altında soğuk izostatik presleme (CIP) (Stansted Fluid Power, İngiltere) işlemine tabi tutulmuştur.

3.3.4. Sinterleme

3.3.4.1. *Gaz basınçlı sinterleme (GPS)*

Gaz basınçlı sinterleme işlemi FCT marka FPW 180/250–2–220-100SP tipi, 100 bara çıkabilen, grafit ısıtıcı elemanlı gaz basınçlı sinterleme fırınında gerçekleştirilmiştir. Numunelerin küçülme davranışı ve sinterleme sıcaklığının belirlenmesi için hacimce %3 nano Si_3N_4 içeren Al_2O_3–ZrO_2 – Si_3N_4 nano kompozit numunesi ile GPS fırınında 1900°C ve 2 bar Argon gazı altında dilatometre çalışması yapılmıştır. Şekil 3.1'de hacimce %3 nano Si_3N_4 içeren nano kompozit numunesine ait dilatometre eğrisi verilmiştir. Burada

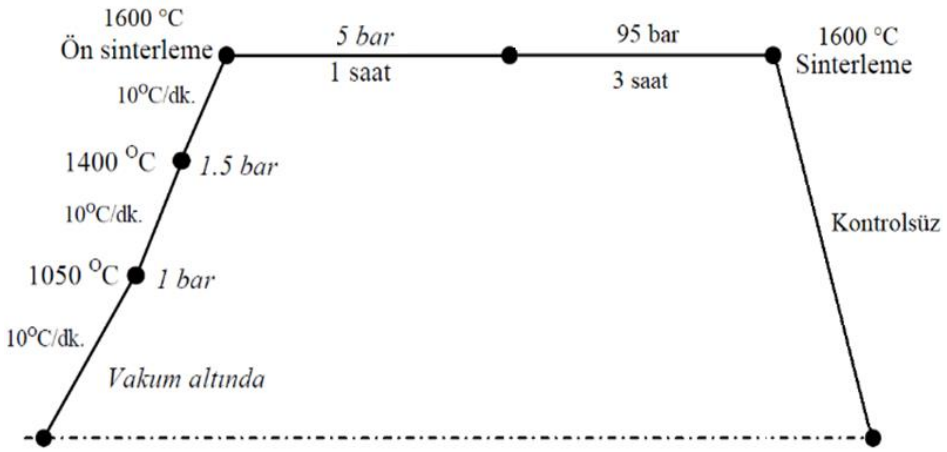
mavi renkli çizgi küçülme oranını (µm/dk), yeşil renkli çizgi ise toplam küçülme miktarını (mm) vermektedir. Buna göre malzemede küçülme ilk olarak yaklaşık 1100°C'de başlamış ve 1670°C'de sona ermiştir. Malzemede maksimum küçülme oranı 1470°C'de görülmüştür. 1800°C'den sonra malzemede görülen çok yüksek hızlı küçülme ise bu malzemenin 1800°C'de dekompoze olduğunu göstermektedir. Numunelerin sinterleme sıcaklığı olarak küçülmenin tamamlandığı ve güvenli limit değeri içinde olan 1600°C seçilmiştir.



Şekil 3.1. *Hacimce %3 nano Si_3N_4 içeren nano kompozit numunesine ait dilatometre eğrisi*

Yüksek gaz basınçlarında tek basamaklı sinterleme yapıldığı durumda, gaz gözeneklerin içerisinde kalarak yoğunlaşma davranışını kötü etkilemektedir [125]. Bu nedenle sinterleme işlemi iki aşamalı olarak gerçekleştirilmiştir. İlk aşamada düşük argon gaz basıncında (2 bar) açık gözenekler giderilmiş, ikinci aşamada argon gaz basıncı arttırılarak (95 bar) kapalı gözeneklerin elimine edilmesiyle yüksek yoğunlaşma elde edilmeye çalışılmıştır. Gaz basınçlı sinterleme rejimi şematik olarak Şekil 3.2'de gösterilmiştir. Tüm sıcaklık artış basamaklarında ısıtma hızı 10°C/dk olarak belirlenmiştir. Soğutma sırasında fırının gücü kesilerek numuneler kendi halinde

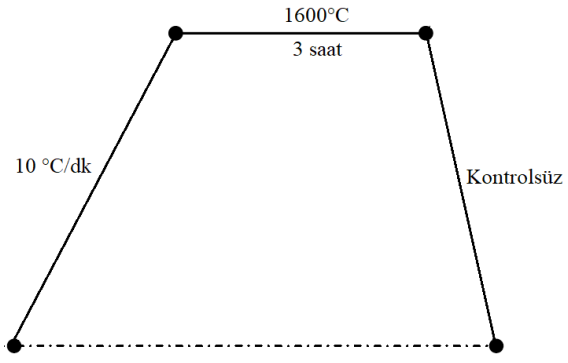
soğumaya bırakılmıştır. GPS fırınının güç kesildiğinde maksimum soğuma hızı 30°C/dk'dir.



Şekil 3.2. *GPS sinterleme rejiminin şematik gösterimi*

3.3.4.2. *Basınçsız sinterleme (PLS)*

Basınçsız sinterleme işlemi Argon gaz akışı altında, gaz basınçlı sinterleme işlemi için belirlenen aynı sıcaklıkta (1600°C) ve sürede (3 saat) atmosfer kontrollü yüksek sıcaklık fırınında (MSE Teknoloji, Türkiye) gerçekleştirilmiştir. Isıtma hızı GPS sinterleme rejimi ile aynıdır (10°C/dk). Soğutma sırasında fırının gücü kesilerek numuneler kendi halinde soğumaya bırakılmıştır. Şekil 3.3'de basınçsız sinterleme rejimi şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 3.3. *PLS sinterleme rejiminin şematik gösterimi*

3.3.5. Üretilen numunelerin karakterizasyonu

3.3.5.1. *Yoğunluk ölçümü*

Üretilen numunelerin yoğunluk ölçümleri, Bölüm 1.3.4.1'de detaylı şekilde anlatıldığı gibi yapılmıştır. Her bir kompozisyon için 5'er adet numunenin ölçümleri yapılarak, nihai değer olarak ortalama değer alınmıştır.

3.3.5.2. *Faz analizi*

Üretilen numunelerin faz analizi Bölüm 1.3.4.2'de detaylı şekilde anlatıldığı gibi yapılmıştır.

3.3.5.3. *Sertlik ve kırılma tokluğu ölçümü*

Üretilen numunelerin sertlik ve tokluk ölçümleri, analizi Bölüm 1.3.4.4'de anlatıldığı şekilde yapılmıştır. Yoğunluk ölçümleri sonrasında en yüksek yoğunluğa sahip olan numunenin sertlik ve kırılma tokluğu ölçümleri yapılmıştır.

3.3.5.4. *İçyapı analizi*

Üretilen numunelerin içyapı analizi Bölüm 1.3.4.3'de detaylı şekilde anlatıldığı gibi yapılmıştır. Yoğunluk ölçümleri sonrasında en yüksek yoğunluğa sahip olan numunenin içyapı analizi yapılmıştır.

3.4. Sonuçlar ve Tartışma

3.4.1. Yoğunluk

GPS ve PLS teknikleriyle üretilen granül kaplama numunelerinin yığınsal yoğunluk, açık gözenek ve relatif yoğunluk değerleri Tablo 3.1'de verilmiştir. Tabloya bakıldığında, genel olarak GPS yöntemiyle üretilen numunelerin yığınsal yoğunluklarının PLS yöntemiyle üretilenlere kıyasla daha yüksek olduğu görülmektedir. Bunun nedeninin, gaz basıncının yoğunlaşmaya olan olumlu etkisinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Eşitlik 3.1'de verilen ve sıcak presleme için uyarlanan Young-Laplace denkleminde, uygulanan dış basıncın sinterleme için itici gücü arttığı ve böylelikle yoğunlaşmayı kolaylaştırdığı görülmektedir [126]. Bu dış basınç mekanik olabileceği gibi Sıcak İzostatik Presleme (HIP) yönteminde de olduğu gibi gaz basıncı da olabilmektedir. Eşitlik 3.1'de P_t toplam sinterleme basıncını (taneler arasındaki sıvının

oluşturduğu kapiler basınç ve dış basıncın toplamı), $P_{applied}$ uygulanan dış basıncı, γ_s yüzey gerilimini ve r boyun yarıçapını temsil etmektedir.

$$P_t = \frac{2\gamma_s}{r} + P_{applied} \quad (3.1)$$

Si_3N_4–ZrO_2 ilave miktarının artmasıyla hem GPS hem de PLS ile üretilen numunelerin yığınsal yoğunluğunun azaldığı görülmüştür. Nano Si_3N_4–ZrO_2 toz karışımı kendi başına yoğunlaşmadığından, bu toz karışımının miktarının artmasının sistemin yoğunlaşma davranışını olumsuz yönde etkilediği düşünülmektedir.

Hem GPS hem de PLS ile üretilen ve hacimce %5 Si_3N_4–ZrO_2 içeren numunelerde düşük boyutlu granüllerin yerine siklon kullanıldığında yığınsal yoğunlukta artış görülmüştür. Önceki bölümlerde de bahsedildiği gibi (Şekil 1.102) granül boyutu azaldığında granüllerin arasındaki üçlü noktalarda biriken Si_3N_4–ZrO_2 bölgelerinin boyutu da azalmaktadır. Bu bölgelerin boyutunun azalmasının sinterlemeyi kolaylaştırdığı düşünülmektedir. Eşitlik 3.2'de verilen Young-Laplace denklemine göre tane boyutu ne kadar küçükse eğimlilik yarıçapı (r) o kadar küçük olacağı için sinterleme kolaylaşır. Bu eşitlik her ne kadar birincil partiküller için geçerli olsa da, granüllerin arasında kalan ve kendi başına yoğunlaşmayan Si_3N_4–ZrO_2 bölgeleri de iri partiküller olarak düşünülebilir. Eşitlikte ΔP taneler arasındaki sıvının oluşturduğu kapiler basıncı, γ yüzey gerilimini, r eğimlilik yarıçapını, θ ıslatma açısını temsil etmektedir.

$$\Delta P = \frac{2\gamma}{r} \times \cos\theta \quad (3.2)$$

Tablo 3.1. *GPS ve PLS teknikleriyle üretilen granül kaplama numunelerinin yığınsal yoğunluk, relatif yoğunluk ve açık gözenek değerleri*

Kaplama Miktarı	Kaplama Türü	Yığınsal Yoğunluk (g/cm^3)		Relatif Yoğunluk (%)		Açık Gözenek (%)	
		GPS	PLS	GPS	PLS	GPS	PLS
AlZr matris	-	4,257	4,22	98,5	97,7	1,16	1,47
Si_3N_4–ZrO_2	-	1,54	1,70	42,1	46,3	53,26	56,97
Hacimce %5	Siklon	4,188	4,131	97,8	96,5	0,08	0,19
	Granül	4,13	4,049	96,4	94,6	0,31	1,20
Hacimce %10	Siklon	4,08	4,049	95,9	95,2	0,21	0,35
	Granül	4,075	4,039	96,0	95,0	0,19	0,29

GPS ve PLS teknikleriyle üretilen nano kompozit numunelerinin yığınsal yoğunluk, açık gözenek ve relatif yoğunluk değerleri Tablo 3.2'de verilmiştir. Hesaplanan teorik

yoğunluğa göre alınan relatif yoğunluklar düşük olsa da, ilerleyen bölümde verilen içyapı analizinde GPS yöntemiyle üretilen numunelerin içyapısında gözenek görülmemektedir (Şekil 3.7). Dolayısıyla hesaplanan teorik yoğunluk ile sinterleme sonrası tam yoğunlaşma ile elde edilen gerçek yoğunluk farklılık gösterebilmektedir. Buradaki esas kriter içyapı analizidir. İçyapıda gözenekler görülmüyorsa, numunenin teorik yoğunluğa ulaştığı söylenebilir. Nitekim numunelerin ölçülen açık gözenek miktarları, relatif yoğunlukla ilişkilendirildiğinde olması gerekenden oldukça düşüktür. Tüm numunelerde GPS yöntemiyle üretilen numunelerin yığınsal yoğunlukları, granül kaplama numunelerinde de olduğu gibi, PLS yöntemiyle üretilenlere kıyasla daha yüksektir. Ayrıca, nano Si_3N_4 miktarı arttıkça yığınsal yoğunluk azalmıştır. Nano Si_3N_4–ZrO_2 toz karışımı kendi başına yoğunlaşmadığından (Tablo 3.1), nano-kompozitteki Si_3N_4 miktarı arttığında yoğunlaşma davranışı kötüleşmektedir. Ek olarak, iyonik bağlı Al_2O_3–ZrO_2'ye göre kovalent bağlı olan Si_3N_4'ün bağ kuvveti çok daha yüksek olduğu için sinterleme sırasında bağların koparılması daha zor olduğunda Si_3N_4'ün yoğunlaşması daha zordur.

Tablo 3.2. *GPS ve PLS teknikleriyle üretilen nano kompozit numunelerinin yığınsal yoğunluk, relatif yoğunluk ve açık gözenek değerleri*

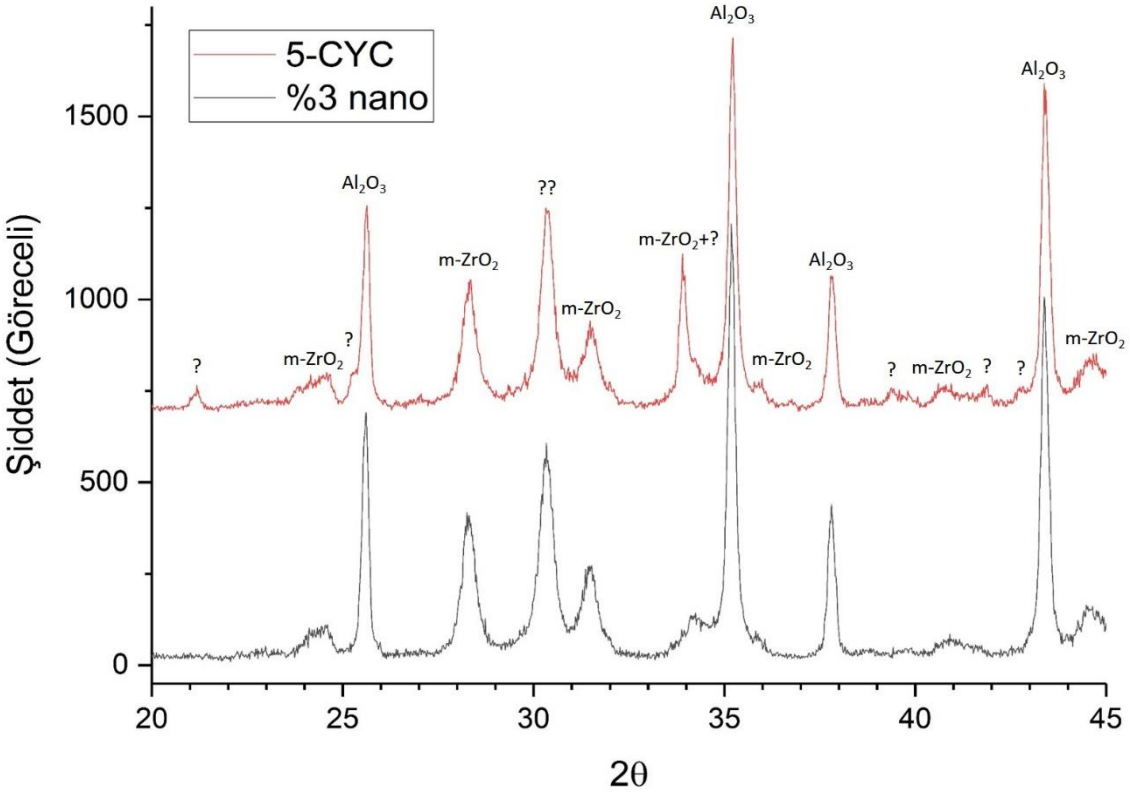
Nano Si_3N_4 İlave Miktarı	**Yığınsal Yoğunluk (g/cm^3)**		**Relatif Yoğunluk (%)**		**Açık Gözenek (%)**	
	GPS	**PLS**	**GPS**	**PLS**	**GPS**	**PLS**
Hacimce %1	4,262	4,201	99	97,6	0,06	0,19
Hacimce %3	4,20	4,097	98,1	95,7	0,10	0,10

3.4.2. Faz analizi

PLS ile üretilen numuneler tam yoğunluğa ulaşmadığından bu numunelere faz analizi yapılmamıştır. GPS ile üretilen ve tam yoğunluğa ulaşan numunelerden en homojen içyapıya sahip olan numunelerin faz analizleri yapılmıştır. Nano-kompozit numunelerinden hacimce %3 nano Si_3N_4 içeren numune (%3 nano) ile granül kaplama numunelerinden siklonlara hacimce %5 Si_3N_4–ZrO_2 kaplanmasıyla elde edilen numunenin (5-CYC) faz analizi karşılaştırmalı olarak Şekil 3.4'de verilmiştir. Siklonlara hacimce %5 Si_3N_4–ZrO_2 kaplanmasıyla elde edilen numunenin içyapısında (Şekil 3.7(a)), sinterleme sırasında meydana gelen reaksiyon sonucu oluşan farklı bir faz görüldüğü için bu numunenin XRD paterninde, nano-kompozit numunesinden farklı bir fazın pikleri görülmektedir. Bu piklerin hangi faza ait olduğu, mevcut JCPDS kartlarında bulunamamıştır. Bunun yanında ?? ile gösterilen pik her iki numunede de görülmesine

karşın, mevcut JCPDS kartlarında bu pikin hangi faza ait olduğu bulunamamıştır. SPS ile üretilen numunelerin XRD analizinde (Şekil 1.43) β-Si_3N_4 fazı görülürken, GPS ile üretilen her iki numunede de bu faz görülmemiştir. Bu durum, GPS ile sinterlemede görülen reaksiyon sırasında Si_3N_4'ün tamamen harcandığını göstermektedir.

SPS ile hızlı ısıtma rejimi uygulandığı için dönüşüm reaksiyonuna zaman tanınmadığından tüm monoklinik ZrO_2'nin tetragonal faza dönüşemediği; ayrıca soğutma hızı da nispeten yüksek olduğu için tüm tetragonal ZrO_2'nin monoklinik faza dönüşemediği düşünülmektedir. Bu nedenle SPS ile üretilen numunelerin XRD analizinde (Şekil 1.43) hem monoklinik hem de tetragonal ZrO_2 fazı görülmüştür. GPS ile üretilen her iki numunede ise tetragonal ZrO_2 fazı görülmemiştir. GPS yönteminde dönüşüm reaksiyonuna zaman tanındığı için tüm monoklinik ZrO_2 fazının ısıtma sırasında tetragonal ZrO_2 fazına, soğuma sırasında ise tetragonal fazdan tekrar monoklinik ZrO_2 fazına dönüştüğü düşünülmektedir.



Şekil 3.4. *Hacimce %5 nano Si_3N_4 içeren numune ile siklonlara hacimce %5 Si_3N_4–ZrO_2 kaplanarak elde edilen numunenin XRD analizleri*

3.4.3. Sertlik ve kırılma tokluğu

GPS ve PLS teknikleriyle üretilen granül kaplama numunelerinin sertlik ve kırılma tokluğu değerleri Tablo 3.3'de verilmiştir. Genel olarak tüm numunelerin sertlik değerleri, SPS ile üretilen numunelerinkinden daha düşüktür. SPS yönteminde ısıtma hızı (100°C/dk), GPS ve PLS'e kıyasla (10°C/dk) 10 kat daha fazladır. Ayrıca SPS yönteminde sinterleme sıcaklığında bekleme süresi 5 dk iken, GPS ve PLS yöntemlerinde bu süre 180 dk'dir. Dolayısıyla SPS yöntemi ile üretilen numunelerin içyapısı oldukça incedir (Şekil 3.11). Tane boyutu küçüldükçe sertliğin arttığı bilinmektedir. Bu nedenle SPS ile üretilen numunelerin sertlik değerleri daha yüksektir. Aynı durum nano-kompozit numuneleri için de geçerlidir (Tablo 3.4).

Hem GPS hem de PLS yöntemi ile üretilen ve hacimce %5 Si_3N_4–ZrO_2 içeren numunelerde siklon yerine granül kullanıldığında sertlikte az miktarda düşüş gözlemlenirken, kırılma tokluğunda artış olmuştur. Üretim yönteminin mekanik özelliklere olan etkisi incelendiğinde, hem siklon hem de granül kullanıldığında, GPS ile üretilen numunelerin sertliği PLS ile üretilenlere kıyasla daha yüksek iken, kırılma tokluğu daha düşüktür. İçyapıda bulunan gözenekler çatlak durdurucu etki yaptığı için, belli bir kritik seviyeye kadar, malzemenin kırılma tokluğunu arttırıcı etki yapabilmektedirler (Şekil 3.5(d)). PLS ile üretilen numunelerin yoğunluk değerleri daha düşük olduğu için sertlik değerleri daha düşük, tokluk değerleri ise daha yüksektir. PLS yöntemi ile üretilen ve hacimce %5 Si_3N_4–ZrO_2 içeren numunede sertliğin çok düşük olmasının sebebi, yoğunluğun düşük olmasından kaynaklanmaktadır. İçyapıdaki gözenekler sertliği olumsuz yönde etkilemektedir.

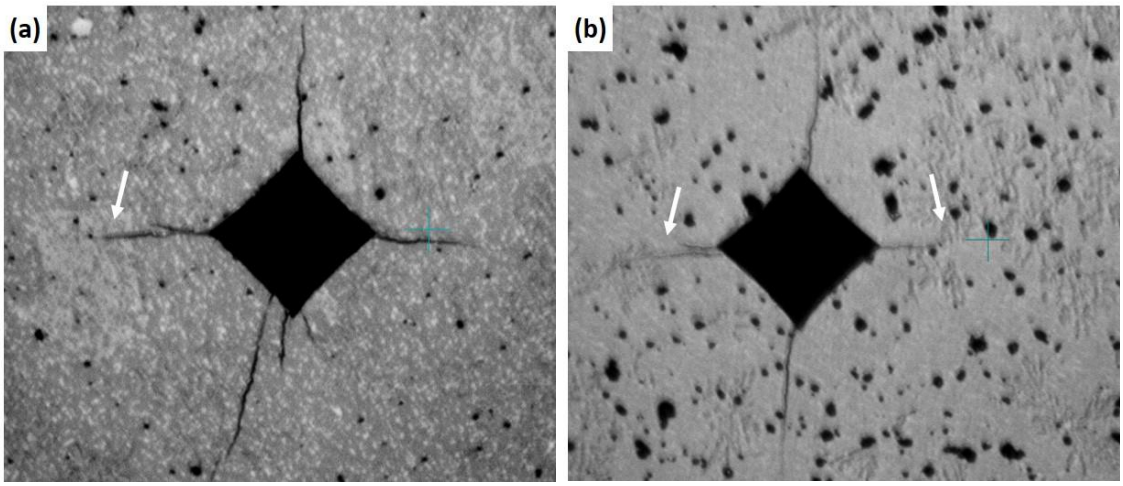
Tablo 3.3. *GPS ve PLS teknikleriyle üretilen granül kaplama numunelerinin sertlik ve kırılma tokluğu değerleri*

Kaplama Miktarı	Kaplama Türü	Sertlik (GPa)		Tokluk ($MPam^{1/2}$)	
		GPS	PLS	GPS	PLS
Hacimce %5	Siklon	17.60 ± 0.20	16.35 ± 0.14	5.38 ± 0.17	5.84 ± 0.22
	Granül	17.12 ± 0.13	13.29 ± 0.38	5.73 ± 0.19	6.82 ± 0.89
Hacimce %10	Siklon	16.66 ± 0.12	16.03 ± 0.35	5.36 ± 0.26	5.39 ± 0.27
	Granül	17.12 ± 0.35	15.28 ± 0.41	5.16 ± 0.48	5.73 ± 0.62

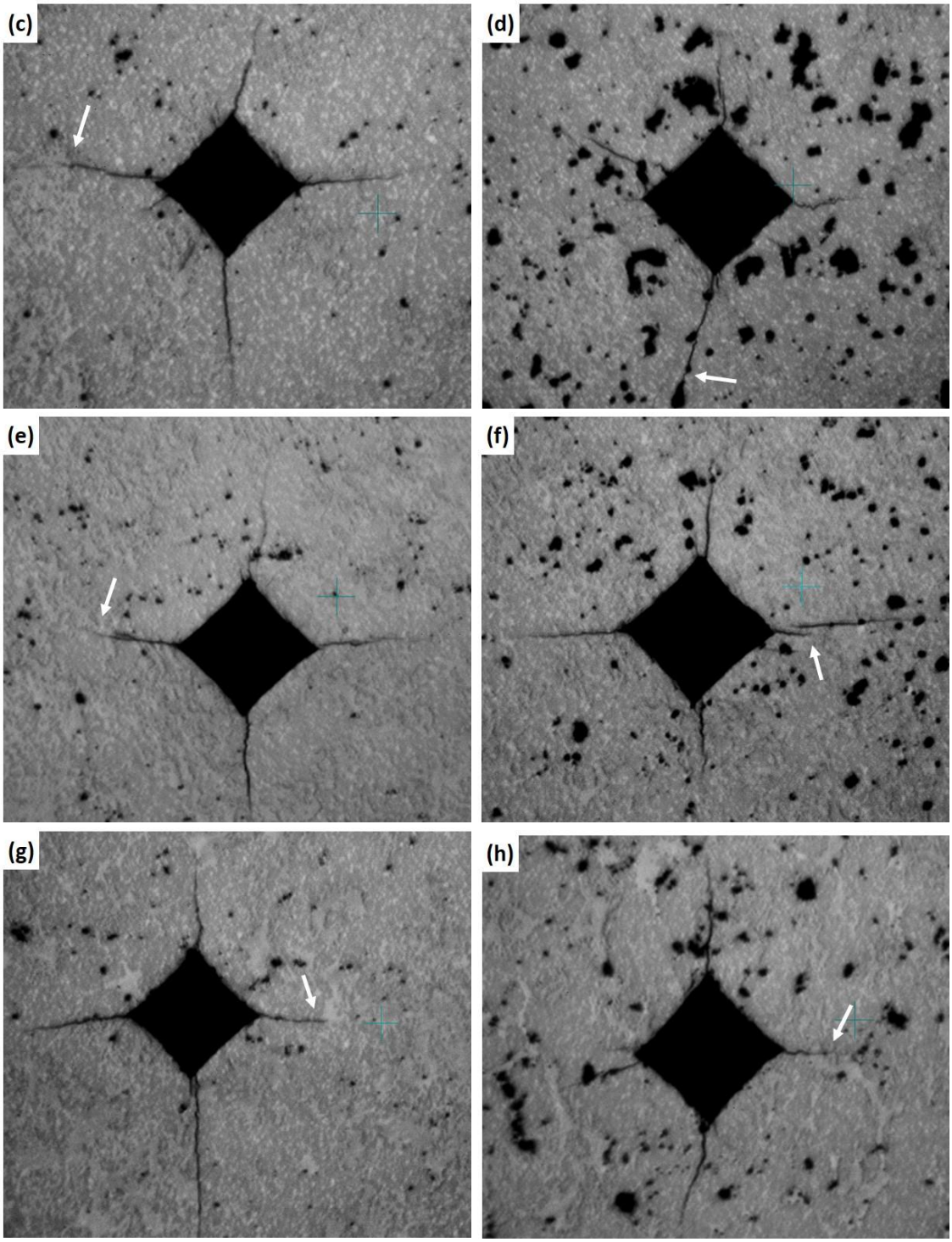
GPS ile üretilen ve hacimce %10 Si_3N_4–ZrO_2 içeren numunelerde siklon yerine granül kullanıldığında, sertlikte artış gözlemlenirken, kırılma tokluğunda önemli bir fark

görülmemiştir. PLS ile üretilen numunede ise siklon yerine granül kullanıldığında sertlik azalırken kırılma tokluğu artmıştır. Bu durum, yukarıda da bahsedildiği gibi yoğunlaşma davranışıyla ilgilidir. Üretim yönteminin numunelerin mekanik özelliklerine olan etkisi incelendiğinde, siklonlarla yapılan numunenin sertlik ve kırılma tokluğu değerlerinde önemli bir değişme görülmemiştir. Granüllerle yapılan numunede ise GPS ile üretilen numunelerin sertlik değerleri PLS ile üretilenlere kıyasla daha yüksekken, kırılma tokluğu daha düşüktür.

GPS ve PLS teknikleriyle üretilen granül kaplama numunelerinin Vickers indent izi ve oluşan çatlakların optik mikroskop görüntüleri karşılaştırmalı olarak Şekil 3.5'de verilmiştir. Tüm numunelerde çatlakların Si_3N_4–ZrO_2 bölgeleriyle etkileşime girdiği görülmüştür. Bu etkileşimler şekil üzerinde oklarla gösterilmiştir. Dolayısıyla çatlakların Si_3N_4–ZrO_2 bölgeleriyle etkileşiminden doğan toklaştırma mekanizmaları, sinterleme yönteminden bağımsız olarak tüm numunelerde gözlemlenmektedir.



Şekil 3.5. *Siklonlarla yapılan ve hacimce %5 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip (a) GPS ile üretilen, (b) PLS ile üretilen; granüllerle yapılan ve hacimce %5 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip (c) GPS ile üretilen, (d) PLS ile üretilen; siklonlarla yapılan ve hacimce %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip (e) GPS ile üretilen, (f) PLS ile üretilen; granüllerle yapılan ve hacimce %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip (g) GPS ile üretilen, (h) PLS ile üretilen numunelere ait Vickers indent izi ve oluşan çatlakların optik mikroskop görüntüsü. Çatlakların Si_3N_4–ZrO_2 bölgeleriyle etkileşimi ok ile gösterilmiştir.*



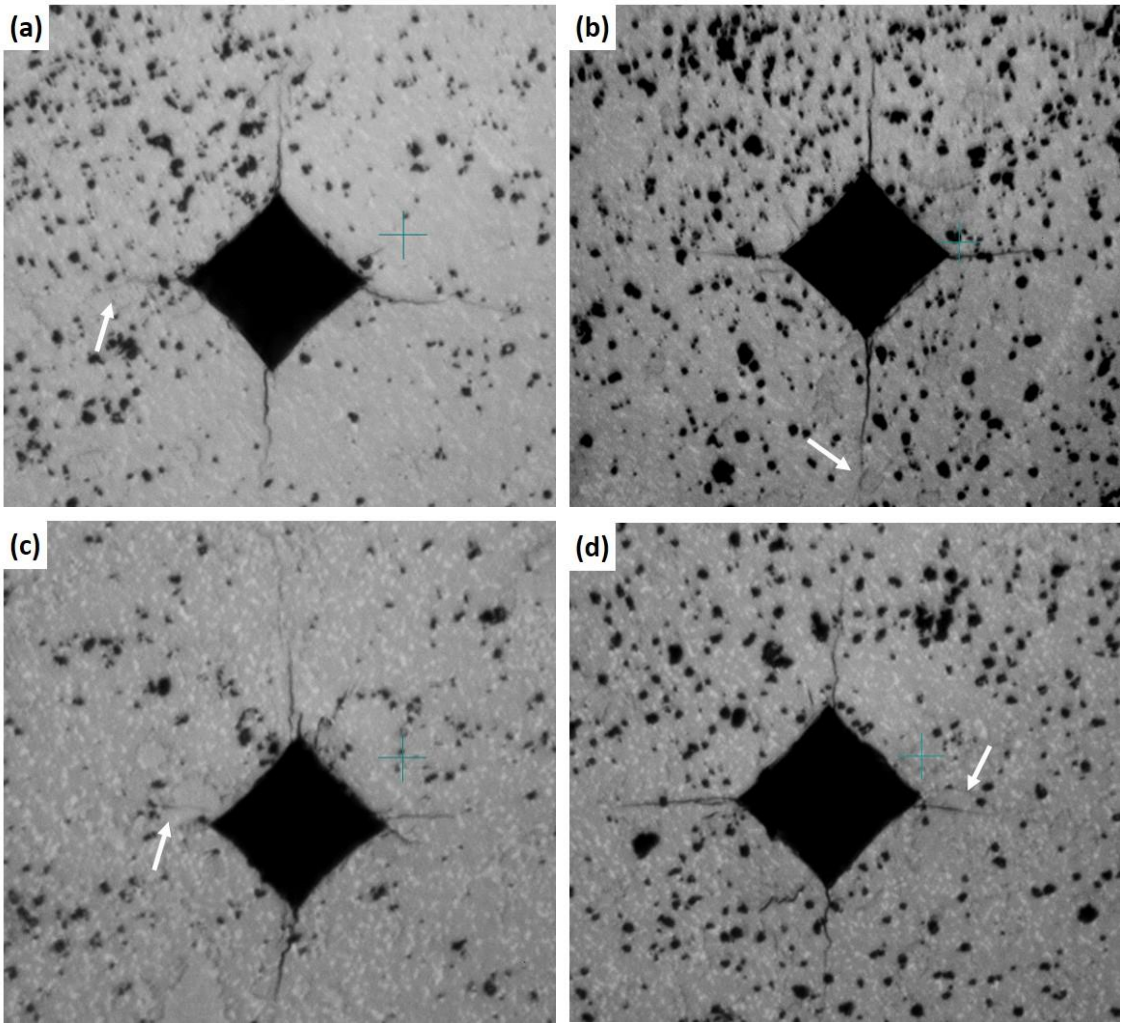
Şekil 3.5. (Devam) *Siklonlarla yapılan ve hacimce %5 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip (a) GPS ile üretilen, (b) PLS ile üretilen, granüllerle yapılan ve hacimce %5 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip (c) GPS ile üretilen, (d) PLS ile üretilen, siklonlarla yapılan ve hacimce %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip (e) GPS ile üretilen, (f) PLS ile üretilen, granüllerle yapılan ve hacimce %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip (g) GPS ile üretilen, (h) PLS ile üretilen numunelere ait Vickers indent izi ve oluşan çatlakların optik mikroskop görüntüsü. Çatlakların Si_3N_4–ZrO_2 bölgeleriyle etkileşimi ok ile gösterilmiştir.*

GPS ve PLS teknikleriyle üretilen nano kompozit numunelerinin sertlik ve kırılma tokluğu değerleri Tablo 3.4'de verilmiştir. Hem GPS hem de PLS ile üretilen numunelerin kırılma tokluğu değerleri birbirine çok yakındır. Dolayısıyla ürünlerin kırılma tokluğunun, nano Si_3N_4 ilave miktarından ve sinterleme yönteminden bağımsız olduğu görülmüştür. GPS ile üretilen numunelerin sertlik değerleri, granül kaplama denemelerde olduğu gibi, PLS ile üretilenlerinkinden daha yüksektir. Burada da yoğunlaşma davranışının sertlik üzerine etkisinin olduğu düşünülmektedir. GPS ile üretilen numunelerde hacimce %1 ve %3 nano Si_3N_4 içeren numunelerin sertlik ve tokluk değerleri benzerdir. PLS ile üretilen numunelerde ise nano Si_3N_4 miktarı arttığında sertliğin azaldığı görülmüştür.

Tablo 3.4. *GPS ve PLS teknikleriyle üretilen nano kompozit numunelerinin sertlik ve kırılma tokluğu değerleri*

Nano Si_3N_4 İlave Miktarı	**Sertlik (GPa)**		**Tokluk ($MPam^{1/2}$)**	
	GPS	**PLS**	**GPS**	**PLS**
Hacimce %1	17.35 ± 0.03	16.35 ± 0.14	5.76 ± 0.12	5.84 ± 0.22
Hacimce %3	17.55 ± 0.13	14.93 ± 0.19	5.82 ± 0.24	5.80 ± 0.40

GPS ve PLS teknikleriyle üretilen nano-kompozit numunelerin Vickers indent izi ve oluşan çatlakların optik mikroskop görüntüleri karşılaştırmalı olarak Şekil 3.6'de verilmiştir. Granül kaplama numunelerinde olduğu gibi burada da çatlaklar, Si_3N_4 bölgeleriyle etkileşime girerek saptırılmakta ya da durdurulmaktadırlar. Hacimce %3 nano Si_3N_4 içeren numunede çatlakların, hacimce %1 nano Si_3N_4 içeren numuneye kıyasla daha fazla saptırıldığı görülmüştür. Bunun nedeninin, artan nano Si_3N_4 miktarı ile kalıntı gerilmelerin artmasından kaynaklandığı düşnülmektedir. Kalıntı gerilmeler arttığında çatlak saptırılmasının da artması beklenmektedir. Ek olarak, granül kaplama numunelerinin çatlak görüntüleri ile nano-kompozitlerin çatlak görüntüleri kıyaslandığında, nano-kompozitlerde indent etrafındaki çatlakların daha az saptırıldığı görülmektedir. Bu nedenle nano-kompozitlerde kalıntı gerilmelerin, granül kaplama numunelerine kıyasla daha az olduğu düşünülmektedir.

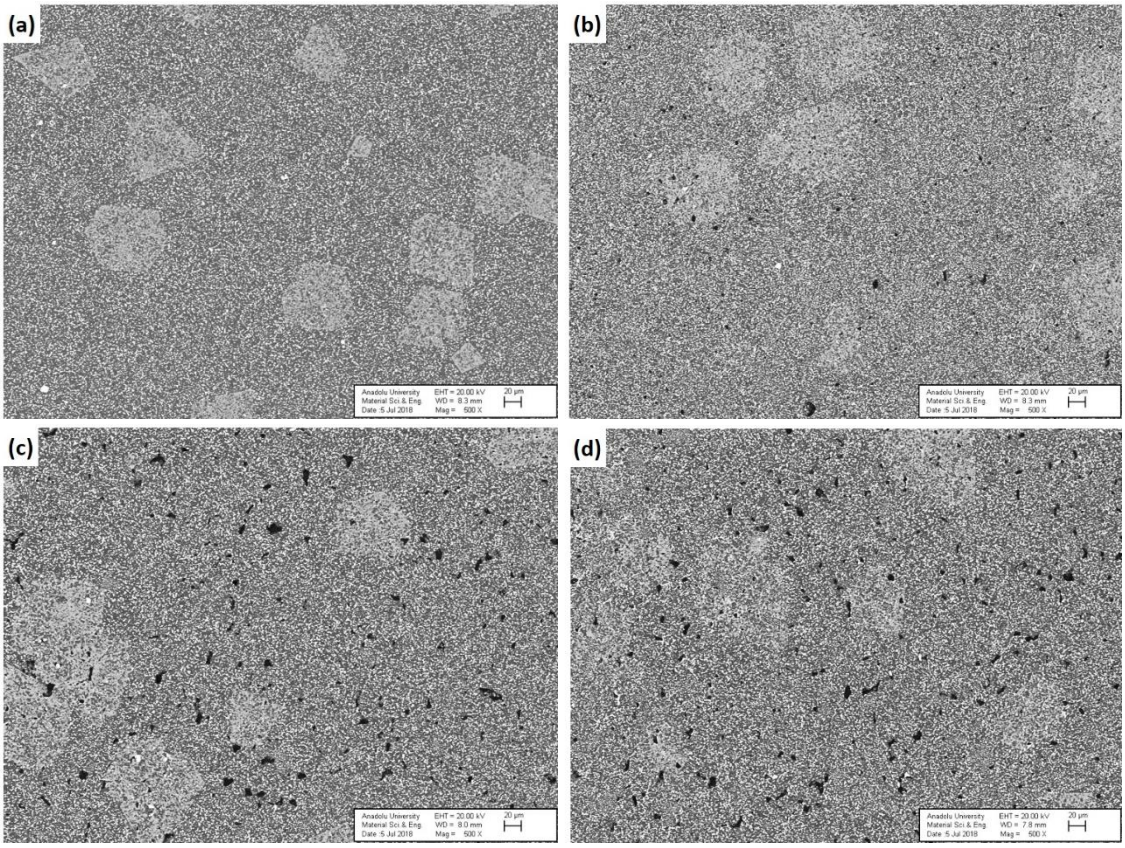


Şekil 3.6. *Hacimce %1 nano Si_3N_4 içerip (a) GPS ile üretilen, (b) PLS ile üretilen, hacimce %3 nano Si_3N_4 içerip (c) GPS ile üretilen, (d) PLS ile üretilen numunelere ait Vickers indent izi ve oluşan çatlakların optik mikroskop görüntüsü. Çatlakların Si_3N_4 bölgeleriyle etkileşimi ok ile gösterilmiştir.*

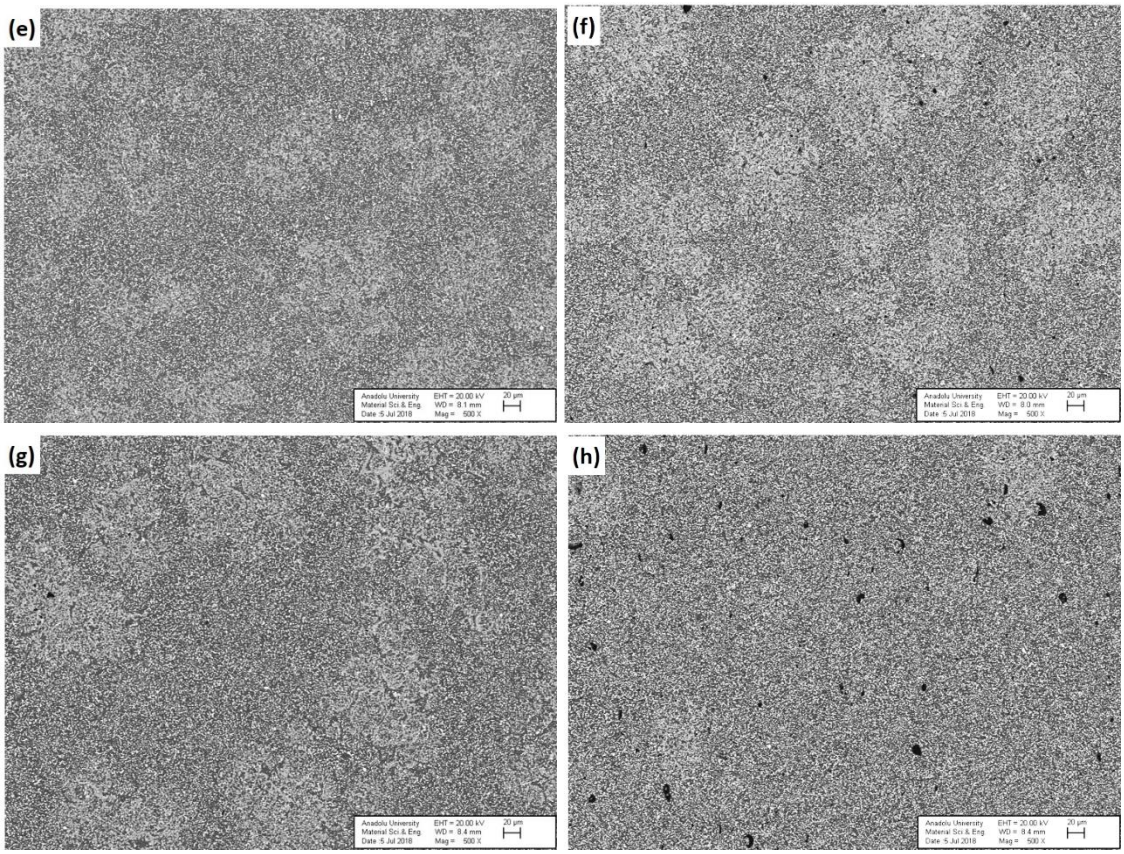
3.4.4. İçyapı analizi

GPS ve PLS teknikleriyle üretilen granül kaplama numunelerinin kesitinden alınmış BSE-SEM görüntüleri karşılaştırmalı olarak Şekil 3.7'da verilmiştir. Tüm numunelerde Si_3N_4–ZrO_2 bölgeleri heterojen bölgeler olarak gözükmektedir. Şekil 3.7(a) ve Şekil 3.7(g) kıyaslandığında, bu bölgelerin miktarlarının artan Si_3N_4–ZrO_2 miktarı ile arttığı görülmektedir. Düşük büyütmede (500x) alınan görüntüler kıyaslandığında, granüllerle yapılan ve hacimce %5 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içeren numune hariç (Şekil 3.7(c)) diğer tüm numunelerin GPS yöntemi ile tamamen yoğunlaştığı görülmektedir. PLS ile üretilen tüm numunelerde ise içyapıda gözenekler mevcuttur. Hacimce %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içeren ve PLS ile üretilen numuneler kıyaslandığında, granüllerle yapılan numunenin içyapısında (Şekil 3.7(f)) görülen gözenek boyutunun, siklonlarla

yapılanınkinden (Şekil 3.7(h)) iri olduğu görülmüştür. Dolayısıyla kaplanan granül boyutu arttığında içyapıdaki gözenek boyutu da artmaktadır. Si_3N_4–ZrO_2 toz karışımı kendi başına yoğunlaşmadığı için küçülme miktarı da oldukça düşüktür (%3). Öte yandan AlZr matrisin küçülme miktarı yaklaşık olarak %15 ölçülmüştür. Dolayısıyla küçülme miktarlarındaki bu farkın, dış basıncın yokluğunda (SPS için 30 MPa'lık mekanik basınç, GPS için 95 varlık gaz basıncı) gözeneklerin oluşumuna sebebiyet verdiği düşünülmektedir. Granüllerle yapılan numunelerde siklonlarla yapılan numunelere kıyasla granüllerin arasındaki üçlü noktalarda biriken Si_3N_4–ZrO_2 boyutu daha yüksek olduğu için gözenek boyutunun da daha yüksek olduğu düşünülmektedir.

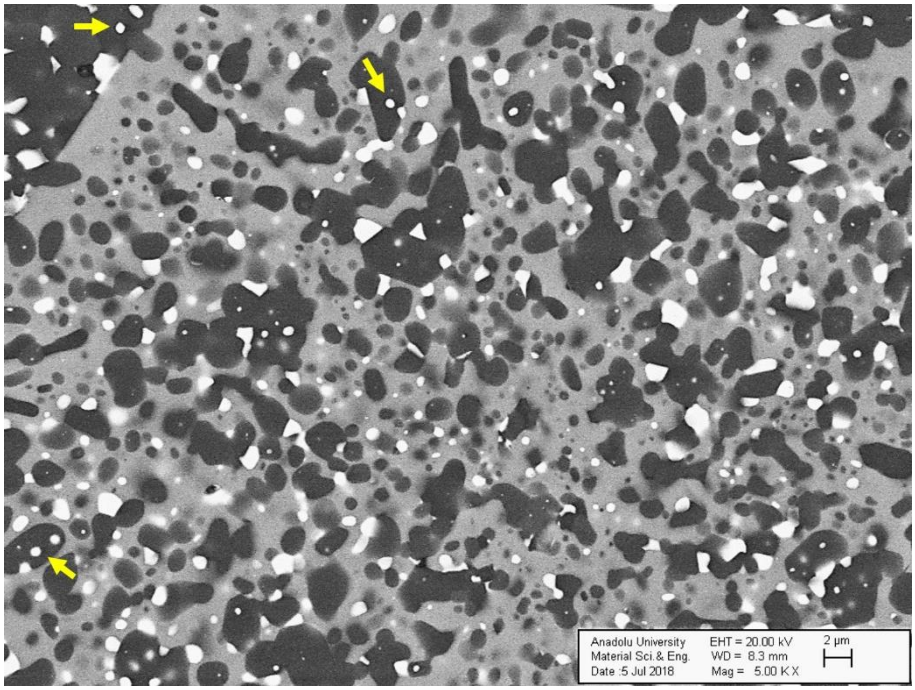


Şekil 3.7. *Siklonlarla yapılan ve hacimce %5 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip (a) GPS ile üretilen, (b) PLS ile üretilen, granüllerle yapılan ve hacimce %5 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip (c) GPS ile üretilen, (d) PLS ile üretilen, siklonlarla yapılan ve hacimce %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip (e) GPS ile üretilen, (f) PLS ile üretilen, granüllerle yapılan ve hacimce %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip (g) GPS ile üretilen, (h) PLS ile üretilen numunelere ait BSE-SEM görüntüleri*



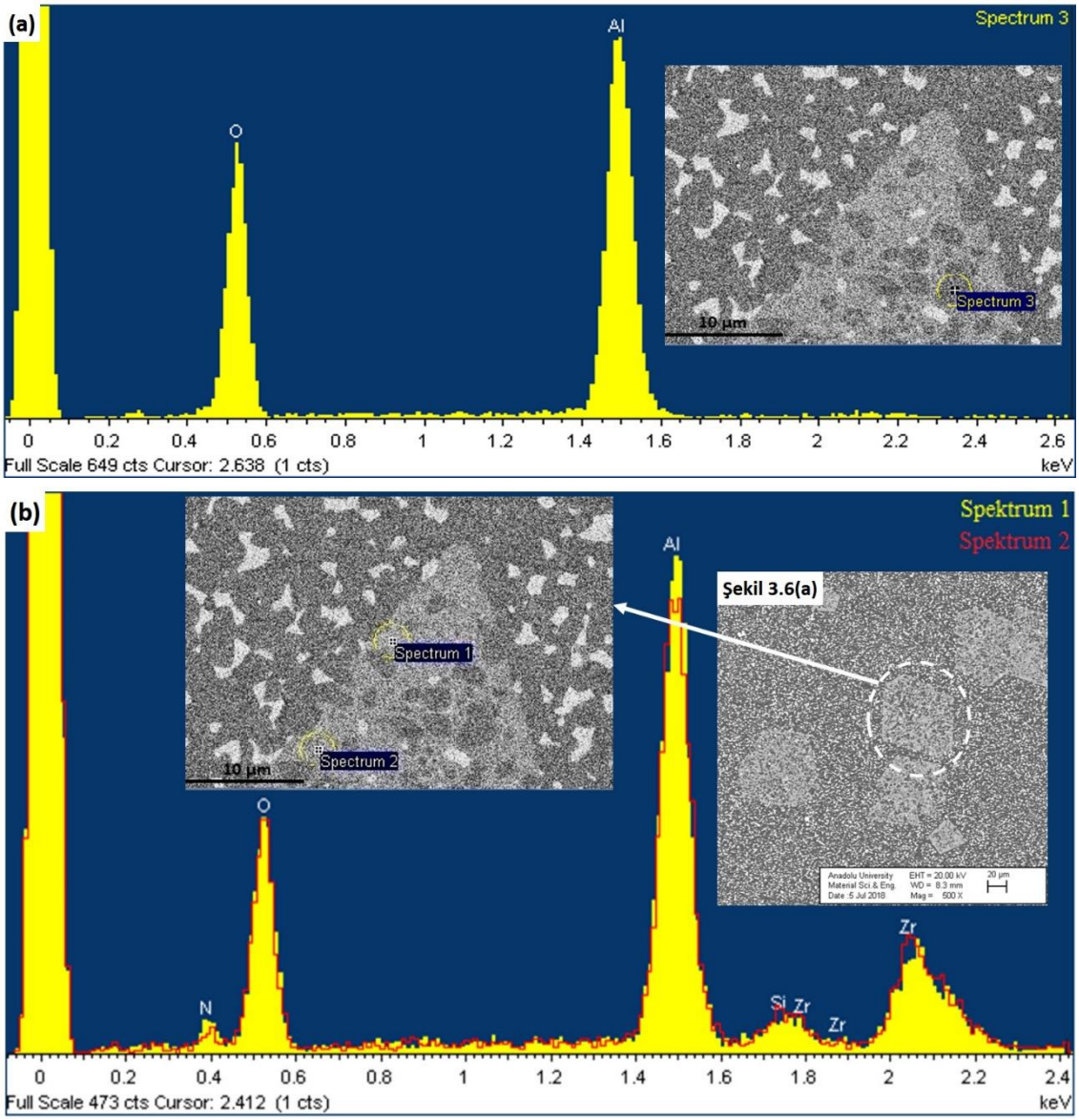
Şekil 3.7 (Devam) *Siklonlarla yapılan ve hacimce %5 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip (a) GPS ile üretilen, (b) PLS ile üretilen, granüllerle yapılan ve hacimce %5 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip (c) GPS ile üretilen, (d) PLS ile üretilen, siklonlarla yapılan ve hacimce %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip (e) GPS ile üretilen, (f) PLS ile üretilen, granüllerle yapılan ve hacimce %10 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip (g) GPS ile üretilen, (h) PLS ile üretilen numunelere ait BSE-SEM görüntüleri*

Siklonlarla yapılan ve hacimce %5 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip GPS ile üretilen, Şekil 3.7(a)'da 500x büyütmedeki içyapısı verilen numunenin 5000x büyütmede alınan BSE-SEM görüntüsü Şekil 3.8'de verilmiştir. Şekil üzerinde oklarla gösterilen ZrO_2 taneleri oldukça düşük boyutlu ve mükemmel yuvarlak forma sahiptir. Bu nedenle bu tanelerin, sıvı faz tarafından çözündüğü düşünülmektedir. Sıvı faz sinterlemesi sırasında tanelerin keskin köşeleri çözünür ve taneler termodinamik açıdan en düşük enerji seviyesi olan yuvarlak forma geçerler [127].



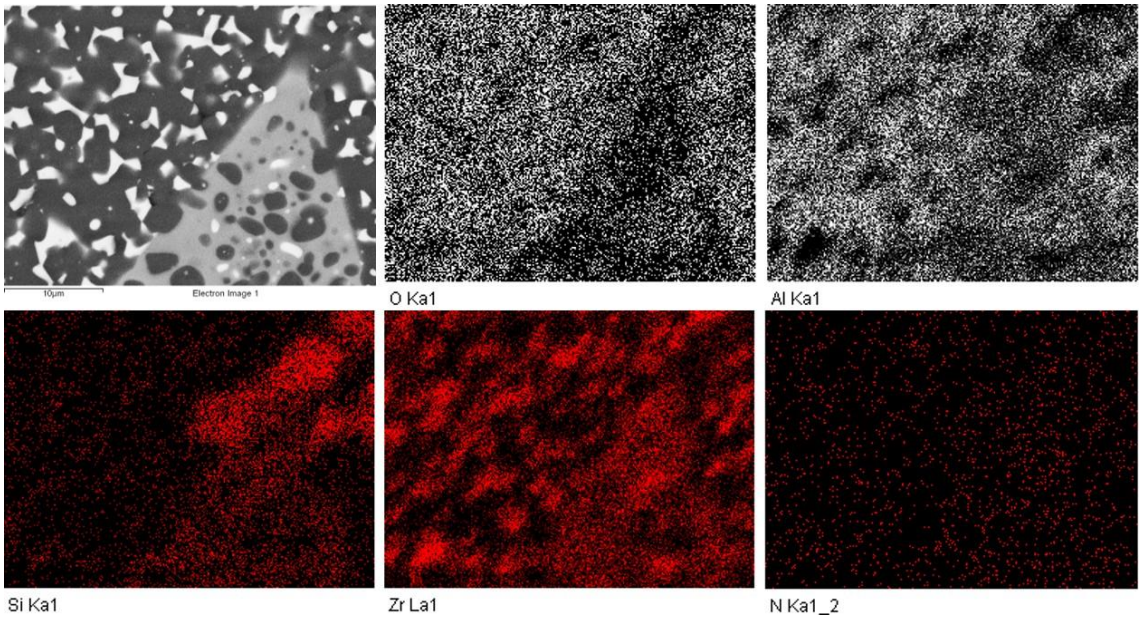
Şekil 3.8. *Siklonlarla yapılan ve hacimce %5 UBE Si_3N_4–ZrO_2 içerip GPS ile üretilen numunenin Si_3N_4–ZrO_2 bölgesinden 5000x büyütmede alınan BSE-SEM görüntüsü. Düşük boyutlu ve mükemmel şekilde yuvarlak olan ZrO_2 taneleri oklarla gösterilmiştir.*

Şekil 3.8'de 5000x büyütmede alınmış BSE-SEM görüntüsü verilen numunede üç farklı kontrast görülmektedir. Bunların beyaz olanın ZrO_2, koyu gri olanın Al_2O_3, açık gri olanın ise Si_3N_4–ZrO_2 adacığı olduğu düşünülmektedir. Bu fazların tespiti için yüksek büyütmede (8730x) EDX nokta analizi ve haritalama analizi yapılmıştır. EDX haritalama analizinde yüksek miktarda sinyal toplayabilmek için SEM açıklık (aperture) boyutu 120 µm, hızlandırma voltajı 20 kV olarak ayarlanmıştır. EDX nokta analizlerinde ise hızlandırma voltajı 10 kV'ya düşürülerek elektron-numune etkileşim hacmi azaltılmış, böylelikle analiz hassasiyeti arttırılmıştır. Noktaların etrafından toplanan sinyalin alanı şekil üzerinde gösterilmiştir. Yapılan EDX nokta analizinde Spektrum 3, koyu gri taneye yapılan analiz sonucunu göstermektedir. Bu taneden yalnızca Al ve O elementleri geldiği için koyu gri kontrasta sahip taneler beklenildiği gibi Al_2O_3 taneleridir (Şekil 3.9(a)). Spektrum 1 ve Spektrum 2 ise açık gri bölgelerden yapılan nokta analizi sonuçlarını göstermektedir. Bu bölgelerden Al ve O elementlerinin yanı sıra N, Si ve Zr elementleri de gelmektedir. Al ve O elementlerinin sinyallerinin nokta analizi yapılan bölgenin etrafından toplanıldığı düşünülerek açık gri bölgelerin Si_3N_4–ZrO_2 adacığı olduğu varsayılmıştır (Şekil 3.9(b)). SPS ile üretilen numunelerde bu adacıkların görülmeme nedeninin, reaksiyona ve tane büyümesine zaman tanınmamasından kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 3.9. *Granüllere hacimce %5 UBE Si_3N_4–ZrO_2 kaplanarak yapılan ve GPS ile üretilen numuneye yüksek büyütmede (8730x) yapılan EDX nokta analizleri*

Aynı büyütmede bu bölgeye yapılan EDX haritalama analizi sonuçları Şekil 3.10'da verilmiştir. Buna göre açık gri bölgeden Si, Zr ve Al elementleri gelmektedir. O elementi ise açık gri bölgenin sınırlarında görülmezken, açık gri bölgenin iç kısmında bir miktar gözükmektedir. Buralarda Al_2O_3 taneleri olduğu için buralardan O elementi sinyali gelmesi muhtemeldir. Bu sonuç, yapılan EDX nokta analizlerini doğrular niteliktedir.

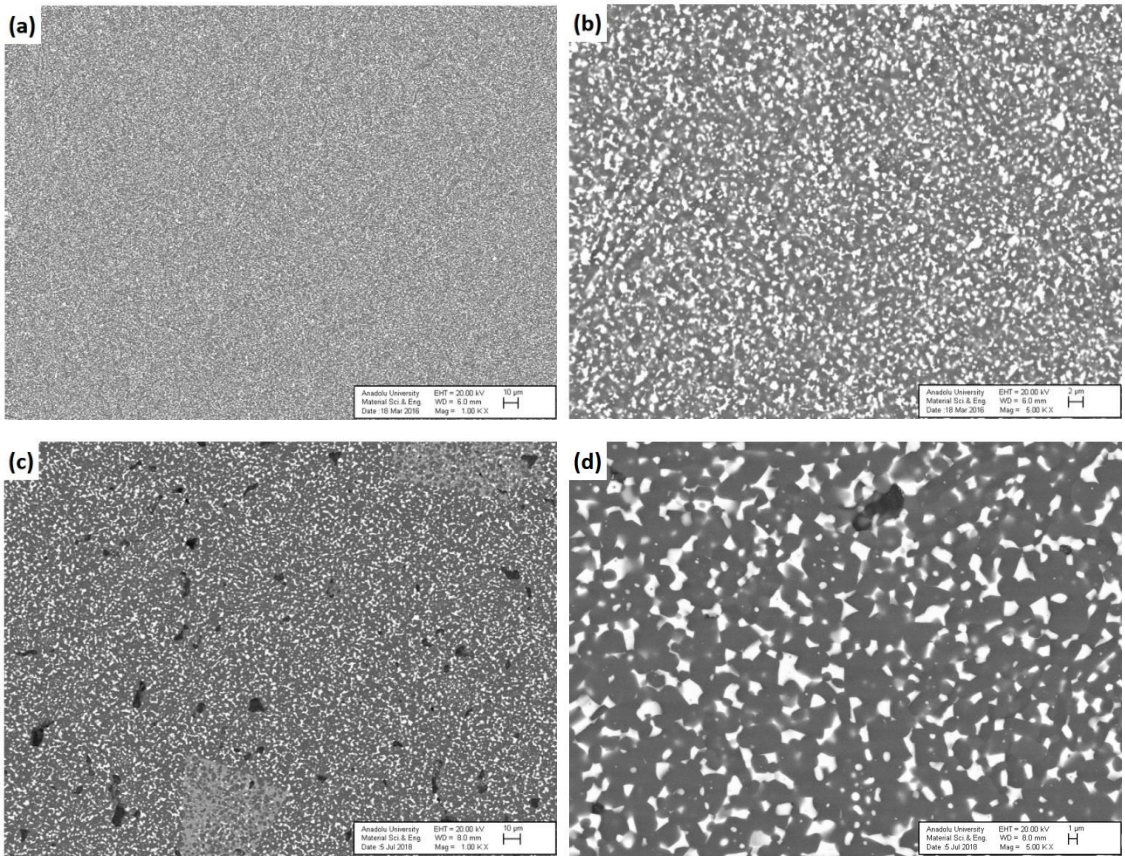


Şekil 3.10. *Granüllere hacimce %5 UBE Si_3N_4–ZrO_2 kaplanarak yapılan ve GPS ile üretilen numuneye yüksek büyütmede (8730x) yapılan EDX haritalama analizi*

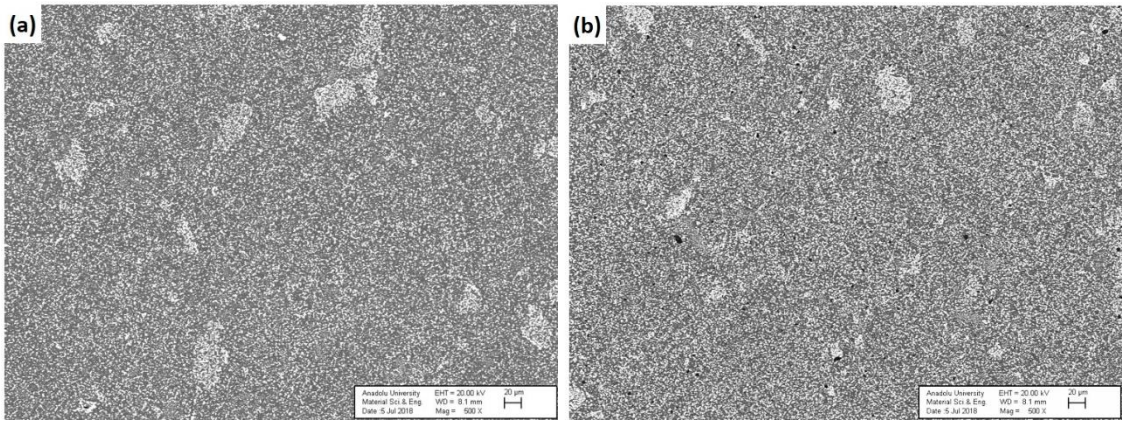
Şekil 3.11'da düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granüllerine hacimce %5 UBE Si_3N_4–ZrO_2 kaplanarak SPS ile üretilen numunelerle GPS ile üretilen numunelerin farklı büyütmelerde alınmış BSE-SEM görüntüleri karşılaştırmalı olarak verilmiştir. SPS ile üretilen numunenin içyapısı oldukça incedir. Tane boyutunun genel olarak 1 µm'nin altında olduğu görülmektedir (Şekil 3.11(b)). GPS ile üretilen numunenin içyapısı ise daha kabadır. Tane boyutunun genel olarak 2-4 µm aralığında olduğu görülmektedir. SPS tekniğinde yüksek ısıtma hızı (100°C/dk) ve düşük bekleme süresinden (5 dk) dolayı tane büyümesine izin verilmediğinden içyapı daha incedir. Düşük büyütmede alınan BSE-SEM görüntüleri kıyaslandığında GPS ile üretilen numunede görülen ve Si_3N_4–ZrO_2 adacığı olduğu düşünülen bölgeler SPS ile üretilen numunelerde görülmemektedir. SPS tekniğinde toplam sinterleme süresi çok kısa olduğu için Si_3N_4–ZrO_2'nin Al_2O_3–ZrO_2 ile tepkimesine zaman tanınmamış olması muhtemeldir.

GPS ve PLS teknikleriyle üretilen nano-kompozit numunelerin kesitinden alınmış BSE-SEM görüntüleri karşılaştırmalı olarak Şekil 3.12'de verilmiştir. Hem GPS hem de PLS ile yapılan denemelerde, hacimce %1 nano Si_3N_4 içeren numunede karıştırma homojen olmadığı için içyapıda heterojen bölgeler görülmektedir. Bu bölgelerin, tamamen dağıtılamayan Al_2O_3–ZrO_2 granüllerinden oluştuğu düşünülmektedir. Nitekim yapılan EDX analizinin sonucunda, bu bölgelerden yalnızca Al, Zr ve O elementlerinin sinyalleri gelmektedir (Şekil 3.13). GPS ile üretilen numunelerin içyapısında gözenekler

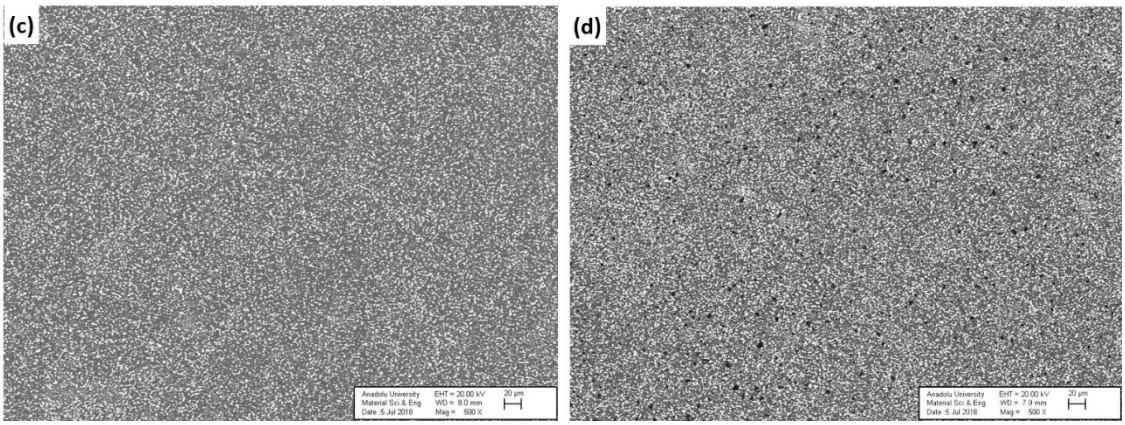
görülmezken, PLS ile üretilen numunelerin içyapısında az da olsa ince gözenekler mevcuttur. Gözenek miktarı nano Si_3N_4 miktarı arttıkça artmıştır (Şekil 3.12(d)). Bu durum, ölçülen yoğunluk değerleriyle bağdaşmaktadır (Tablo 3.2).



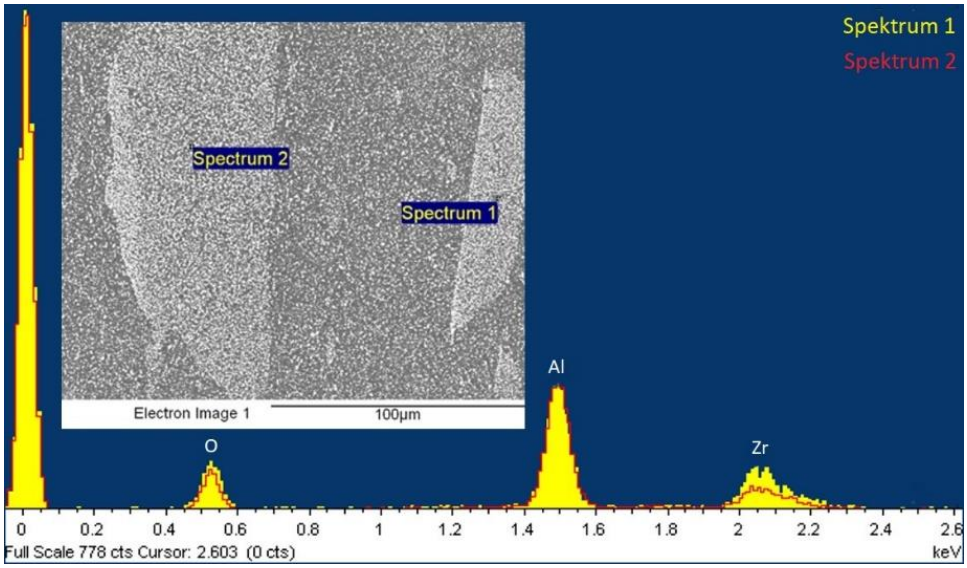
Şekil 3.11. *Düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granüllerine hacimce %5 Si_3N_4–ZrO_2 kaplanarak SPS ile üretilen numunenin (a) 1000x büyütmede, (b) 5000x büyütmede alınan BSE-SEM görüntüleri ile GPS ile üretilen numunelerin (c) 1000x büyütmede, (d) 500x büyütmede alınan BSE-SEM görüntüleri*



Şekil 3.12. *Hacimce %1 nano Si_3N_4 içerip (a) GPS ile üretilen, (b) PLS ile üretilen, hacimce %3 nano Si_3N_4 içerip (c) GPS ile üretilen, (d) PLS ile üretilen numunelere ait BSE-SEM görüntüleri*

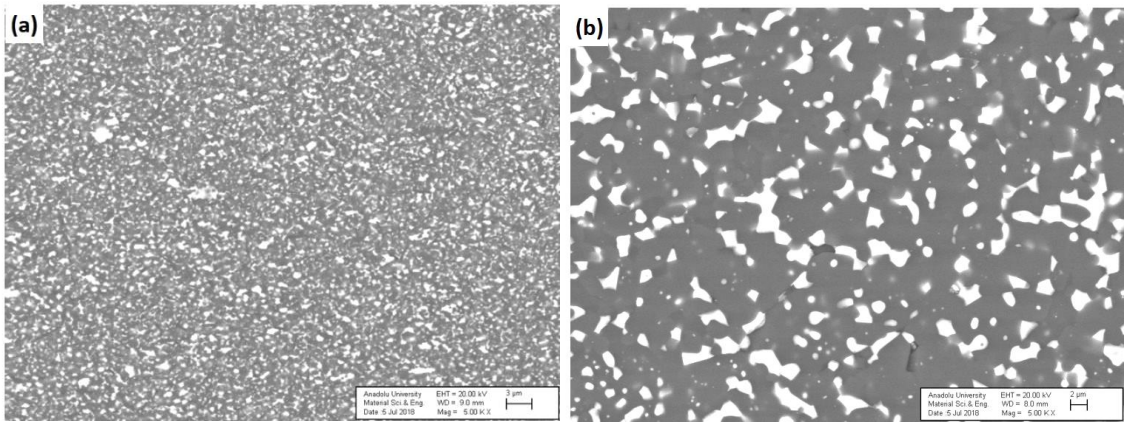


Şekil 3.12. (Devam) *Hacimce %1 nano Si_3N_4 içerip (a) GPS ile üretilen, (b) PLS ile üretilen, hacimce %3 nano Si_3N_4 içerip (c) GPS ile üretilen, (d) PLS ile üretilen numunelere ait BSE-SEM görüntüleri*



Şekil 3.13. *Hacimce %1 nano Si_3N_4 içeren ve GPS ile üretilen numunenin EDX analizi*

Şekil 3.14'de hacimce %3 nano Si_3N_4 içeren nano-kompozitlerin SPS ve GPS teknikleriyle üretilen numunelerinin içyapıları karşılaştırmalı olarak verilmiştir. Granül kaplama numuneleriyle benzer olarak GPS ile üretilen numunenin içyapısı daha kabadır.



Şekil 3.14. *Hacimce %3 nano Si_3N_4 içeren ve (a) SPS ile, (b) GPS ile üretilen numunelerin 5000x büyütmede alınmış BSE-SEM görüntüleri*

3.5. Özet

Tez kapsamında hazırlanan numunelerin sinterlenmesinde, Al_2O_3–ZrO_2 granülleri ile Si_3N_4 tozlarının farklı küçülme ve yoğunlaşma davranışı nedeniyle SPS yöntemi kullanılmıştır. Ancak, SPS yöntemi seri üretime uygun bir yöntem olmadığı için üretilen numunelerin, teknik seramiklerin sinterlenmesinde yaygın olarak kullanılan ve seri üretime oldukça uygun olan GPS ve PLS yöntemleriyle sinterlenebilirliğinin araştırılmasına karar verilmiştir.

Hem siklon hem de granül kullanılarak yapılan granül kaplama denemelerinde, Si_3N_4–ZrO_2 miktarı arttığında GPS ile sinterleme sonra yığınsal yoğunluğun azaldığı görülmüştür. Nano Si_3N_4–ZrO_2 toz karışımı kendi başına yoğunlaşmadığından, bu toz karışımının miktarının artmasının sistemin yoğunlaşma davranışını olumsuz yönde etkilediği düşünülmektedir. Ayrıca, PLS yöntemi ile yapılan sinterleme denemelerinde, siklonlarla yapılan numunelerin içyapısı granüllerle yapılanlarınkiyle kıyaslandığında, gözenek boyutunun daha düşük olduğu görülmüştür. Dolayısıyla kaplanan granül boyutu arttığında içyapıdaki gözenek boyutu da artmaktadır. Bunun nedeninin, kaplanan granül boyutu arttığında granüllerin arasında kalan üçlü noktalarda biriken Si_3N_4–ZrO_2 boyutlarının artmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

GPS ile üretilen numunelerin XRD analizinde, SPS ile üretilenlerden farklı olarak, t-ZrO_2 fazı görülmemiştir. SPS tekniğinde yüksek ısıtma hızından dolayı m-ZrO_2'nin hepsinin tetragonal faza dönüşemediği, benzer şekilde yüksek soğutma hızından dolayı tüm tetragonal fazın da oda sıcaklığında kararlı faz olan monoklinik faza dönüşemediği düşünülmüştür. GPS tekniğinde ise yavaş ısıtma ve soğutma hızından dolayı dönüşüm

reaksiyonuna zaman tanındığından ısıtma sırasında tüm m-ZrO_2 fazının tetragonal faza, soğuma sırasında ise tüm t-ZrO_2 fazının monoklinik faza dönüştüğü düşünülmektedir. SPS ile üretilen numunelerin XRD analizinde β-Si_3N_4 fazı görülürken, GPS ile üretilen numunelerde bu faz görülmemiştir. Bu durumun, sinterleme sırasında meydana gelen reaksiyonda Si_3N_4'ün harcandığını gösterdiği düşünülmektedir.

Yapılan içyapı analizlerinde granül kaplama numunelerinin içyapısında yaklaşık olarak 60-80 µm'lik heterojen bölgeler görülmektedir. Yapılan EDX nokta ve EDX haritalama analizlerine göre bu bölgelerin Si_3N_4–ZrO_2 bölgeleri olduğu düşünülmüştür. Si_3N_4–ZrO_2 kaplama miktarı arttırıldığında, bu bölgelerin boyutu yaklaşık olarak 100-120 µm'ye çıkmaktadır. Dolayısıyla kaplama miktarı arttırıldığında Si_3N_4–ZrO_2 bölgelerinin miktarıyla birlikte boyutu da artmaktadır. Bu bölgeler yüksek büyütmede SEM'de BSE modunda incelendiğinde, Si_3N_4 ve ZrO_2 tanelerinden farklı olarak gri kontrasta sahip üçüncü bir faz olduğu görülmüştür. Bu fazın, sinterleme sırasında malzemede gerçekleşen reaksiyonlar sonucunda oluştuğu düşünülmüştür. Yüksek büyütmede yapılan EDX haritalama analizlerinde bu fazın Al, Si, Zr ve O elementlerini içerdiği görülmüştür. Ancak, yapılan XRD analizinde mevcut JCPDS kartlarında bu elementleri içeren bir kristalin faza rastlanamamıştır. Bunun birlikte, XRD analizinde açıkta kalan piklerin bu faza ait olduğu ve dolayısıyla bu reaksiyon bölgesinin amorf yapıda değil kristalin yapıda olduğu düşünülmüştür. Ayrıca bu reaksiyon bölgesinde, genel içyapı görülmeyen 200-300 nm'lik oldukça küçük ve mükemmel şekilde yuvarlak olan ZrO_2 taneleri görülmüştür. Bu tanelerin, sıvı faz tarafından çözündükleri için mükemmel yuvarlak formda oldukları düşünülmüştür.

GPS ve SPS ile üretilen numunelerin içyapısı kıyaslandığında, SPS ile üretilen numunenin içyapısının oldukça ince olduğu ve tane boyutunun genel olarak 1 µm'nin altında olduğu görülmüştür. GPS ile üretilen numunenin içyapısı ise daha kabadır. Tane boyutunun genel olarak 2-4 µm aralığında olduğu görülmüştür. SPS tekniğinde yüksek ısıtma hızı (100°C/dk) ve düşük bekleme süresinden (5 dk) dolayı tane büyümesine izin verilmediğinden içyapının daha ince olduğu düşünülmektedir.

Nano-kompozit numuneleriyle yapılan sinterleme denemelerinde nano Si_3N_4 miktarı arttığında yığınsal yoğunlukta azalma görülmüştür. Yapılan içyapı analizlerinde hacimce %1 nano Si_3N_4 içeren numunenin içyapısında, iyi dağıtılamayan Al_2O_3–ZrO_2 granüllerinden ötürü heterojen bölgeler görülmüştür. Bu bölgelerin boyutları yaklaşık olarak 10-30 µm'dir.

GPS ile tam yoğunluğa ulaşan granül kaplama numuneleri ile nano-kompozit numunelerinin sertlik ve kırılma tokluğu değerleri birbirleriyle benzerdir. GPS ile üretilen numunelerin içyapısı SPS ile üretilenlere kıyasla daha iri olduğu için sertlikleri de daha düşüktür.

Yapılan sinterleme denemelerinde GPS yöntemiyle sinterlenen hem granül kaplama hem de nano-kompozit numunelerinin tümünün, içyapı analizlerine göre, tam yoğunluğa ulaştığı görülmüştür. PLS yöntemiyle sinterlenen numunelerin ise yığınsal yoğunlukları daha düşük çıkmıştır ve içyapılarında gözenekler olduğu görülmüştür. Dolayısıyla gözeneklerin elimine edilerek numunelerin tam yoğunluğa ulaşmaları için gaz basıncı uygulanması şarttır. Bu kapsamda GPS yöntemi, numunelerin seri üretimi için en uygun teknik olarak görülmektedir.

GENEL SONUÇLAR ve ÖNERİLER

Inconel 718'in talaşlı imalatında piyasada yaygın olarak Al_2O_3–SiC_v kesici uçlar kullanılmaktadır. Son yıllarda kesici uç firmaları, bu malzemeye rakip olacak yeni bir kesici uç geliştirilmesi üzerine Ar-Ge çalışmalarını yoğunlaşmıştır. Bu kapsamda Kyocera firmasının, farklı üretim teknikleri (co-extrusion) kullanarak ürettiği ve kendi kendine bileme özelliği olduğu iddia edilen kesici ucu ön plana çıkmaktadır. Tez kapsamında bu kesici uç karakterize edilerek benzer içyapıya sahip bir kesici ucun daha zahmetsiz ve uygun maliyetli bir yöntemle üretilmesine yönelik proses geliştirme çalışmaları yapılmıştır. Yapılan çalışmalar sonucunda elde edilen genel sonuçlar şu şekildedir:

- Kuru kaplama denemelerinde UBE Si_3N_4 tozunun kendi içinde topaklanma eğilimi çok yüksek olduğu için homojen bir kaplama yapılamamıştır. Topakların giderilmesi için UBE Si_3N_4–ZrO_2 toz karışımının kuru ve yaş ortamda düşük (80 dev/dk) ve yüksek (300 dev/dk) hızlarla karıştırılması denemeleri de olumlu sonuç vermemiştir.
- Si_3N_4–ZrO_2 tozlarının bilyalı değirmende homojen karıştırılması için farklı sürelerde ve farklı öğütücü bilye miktarlarında yapılan denemelerde en iyi sonucu 24 saatlik karıştırma süresi ve toz ağırlığının 2,5 katı kadar Si_3N_4 bilye ile yapılan deneme vermiştir. Karıştırma süresi 7 saate düşürüldüğünde Si_3N_4 ve ZrO_2 tozlarının iyi karışmadığı gözlemlenmiştir. Benzer şekilde Si_3N_4 bilya miktarı azaltıldığında Si_3N_4 ve ZrO_2 tozlarının homojen karışımı sağlanamamıştır. Bu nedenle kuru ortamda yapılan granül kaplama denemelerinde UBE Si_3N_4 tozunun kullanımı uygun değildir.
- Partikül boyutu azaldıkça van der Waals etkileşim kuvvetleri arttığı için nano Si_3N_4 tozunun granüllerin yüzeyine tutunması daha kolaydır. Bu nedenle nano Si_3N_4 kullanılarak kuru ortamda yapılan granül kaplama denemeleri daha iyi sonuç vermiştir.
- Kaplama tozunun granüllerin yüzeyine tutunmasını kolaylaştırmak için yapılan yağ ilavesi kaplama kalınlığını arttırmıştır; fakat içyapıda kaplanmadan kalan heterojen bölgeler giderilememiştir. Bu heterojen bölgeler kesici ucun mukavemetini düşürerek kesme sırasında ucun kırılmasına yol açtığı için içyapıdaki varlıkları kabul edilemez. Dolayısıyla granüllerin efektif kaplanması için bilyalı değirmen ile kaplama yöntemi, sağlıklı bir yöntem değildir.

- İçyapıdaki heterojen bölgeler, kaplama tozlarının kendi içerisinde topaklanmasından ve bu topakların granül yüzeyine tutunamayıp kaplanmadan kalmasından kaynaklanmaktadır. Bu topakların giderilmesi için bilyalı değirmene kıyasla çok daha yüksek hızlarda dönen şiddetli karıştırıcı ile granül kaplama denemeleri yapılmıştır. Şiddetli karıştırıcı ile yapılan granül kaplama denemelerinde dönme hızının 1000 dev/dk'den yüksek olduğu durumlarda granüllerin parçalanarak formunu kaybettiği görülmüştür. Öte yandan, karıştırıcı hızı 250 dev/dk olduğunda ise kaplama tozunun kendi içinde oluşturduğu topaklar kırılamamaktadır. Farklı dönme hızı ve sürelerde yapılan denemeler sonucunda granüllerin, ağ. %5'i kadar su-PEG karışımıyla nemlendirilip 700 dev/dk dönme hızında, 30 dk süreyle karıştırılması optimum proses koşulu olarak belirlenmiştir.
- Kuru ortamda şiddetli karıştırıcı ile yapılan denemelerden üretilen numunelerle yapılan performans testlerinde, tüm kesici uçlarda pullanma kaynaklı aşınma görülmektedir. Bu durum, içyapıdaki kalıntı gerilmelerin gereğinden fazla olduğunu göstermektedir. Aşırı kalıntı gerilmelerin sebebinin, Si_3N_4 ve ZrO_2 tozlarının kendi içinde oluşturduğu topaklardan kaynaklanan heterojen bölgeler olduğu düşünülmüştür. Dolayısıyla kuru ortamda yapılan granül kaplama denemeleriyle bu heterojen bölgeler giderilemediğinden dolayı olumlu bir sonuç alınamamıştır.
- Şiddetli karıştırıcıda granüllerin üzerine Si_3N_4–ZrO_2 kaplama tozunu içeren seramik çamurun damlatılmasıyla yapılan denemelerde granüllerin yaş ortamda formunu yitirerek kırılmasından dolayı başarılı bir sonuç elde edilememiştir.
- Kuru ortamda yapılan granül kaplama denemelerinde kaplama tozunun kendi içerisinde topaklanması engellenemediği için yaş ortamda granül kaplama tekniği geliştirilmesi gerekmektedir. Bu kapsamda geliştirilen dondurarak kurutma yönteminde, Si_3N_4–ZrO_2 kaplama tozunu içeren seramik çamur içerisine kaplanacak Al_2O_3–ZrO_2 granülleri atılarak elde edilen seramik çamur sıvı nitrojen içerisine damlatılmıştır. Dondurarak kurutma yöntemiyle yapılan granül kaplama denemelerinde oldukça homojen bir içyapı elde edilmiştir.
- Yapılan performans testlerinde dondurarak kurutma yöntemiyle üretilen kesici ucun performansı, kuru ortamda şiddetli karıştırıcı ile üretilen kesici uçlarınkinden daha iyi çıkmıştır. Bu durumun, içyapıdaki heterojenliklerin homojen bir şekilde dağılmış olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

- Kalıntı gerilmelerin azaltılması için granüllerin üçlü noktasına biriken Si_3N_4–ZrO_2 birikinti boyutunun ve miktarının azaltılması gerekmektedir. Si_3N_4–ZrO_2 kaplama miktarı hacimce %10'dan %5 düşürüldüğünde birikinti miktarının azaldığı görülmüştür.
- Birikinti boyutunun azaltılması için düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granülleri üretilerek hem düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granülleri hem de siklon olarak adlandırılan 15-20 μm'lik granüllerle kaplama denemeleri yapılmıştır. Yapılan denemeler sonucunda granül boyutu azaltıldığında Si_3N_4–ZrO_2 birikinti boyutunun da azaldığı görülmüştür. Dolayısıyla siklonların hacimce %5 kaplama tozu ile kaplanmasıyla elde edilen numune en homojen içyapıyı vermiştir.
- Yapılan performans testlerinde düşük boyutlu Al_2O_3–ZrO_2 granülleri kullanılarak %5 kaplama içerecek şekilde hazırlanan numune en iyi performansı vermiştir.
- Dondurarak kurutma yöntemiyle üretilen numunelerin nano-kompoziti andıran bir içyapıya sahip olmasından dolayı, üretim yöntemi granül kaplamaya kıyasla çok daha kolay olan nano-kompozitler üretilerek performansları test edilmiştir. Yapılan nano-kompozit denemelerinde 300 dev/dk dönme hızıyla üretilen numunelerde başlangıç tozlarının kendi içinde oluşturduğu topakların kırılmadığı ve bu nedenle içyapıda iri heterojen bölgelerin olduğu görülmüştür.
- Dönme hızı 500 dev/dk'ye çıkarılarak, başlangıç tozu olarak ayrı ayrı Al_2O_3 ve ZrO_2 tozlarını kullanmak yerine Al_2O_3–ZrO_2 granülleri kullanılarak yapılan denemede, numunenin içyapısının oldukça ince ve homojen olduğu görülmüştür.
- Yapılan performans testlerinde hacimce %1 nano Si_3N_4 ilavesinin matrisin aşınma davranışında önemli bir değişiklik yaratmadığı görülmüştür. Hacimce %3 nano Si_3N_4 içeren numunede aşırı miktarda çentik aşınması görülürken, hacimce %5 nano Si_3N_4 içeren numune kesmeyi tamamlayamadan kırılmıştır. Bunun nedeninin, kesici ucun içyapısında görülen iri heterojenliklerin yarattığı kalıntı gerilmeler ve bu bölgelerin etrafında oluşan mikro çatlaklar olduğu düşünülmektedir. Heterojen bölgelerin boyutu arttıkça, üründeki mukavemet düşüşü daha fazla olmaktadır. Dolayısıyla kesici uç, kesme sırasında oluşan kuvvetlere dayanamayarak kırılmaktadır.
- Tez kapsamında hazırlanan numunelerin, teknik seramiklerin sinterlenmesinde yaygın olarak kullanılan ve seri üretime oldukça uygun olan GPS ve PLS yöntemleriyle sinterlenebilirliği araştırılmıştır. Yapılan sinterleme denemelerinde

GPS yöntemiyle sinterlenen numunelerin tümünün tam yoğunluğa ulaştığı görülmüştür. PLS yöntemiyle sinterlenen numunelerin ise yığınsal yoğunlukları daha düşük çıkmıştır ve içyapılarında gözenekler olduğu görülmüştür. Dolayısıyla gözeneklerin elimine edilerek numunelerin tam yoğunluğa ulaşmaları için gaz basıncı uygulanması şarttır.

- GPS yöntemiyle üretilen granül kaplama numuneleri ile nano-kompozit numunelerinin XRD analizinde mevcut JCDPS kartlarında bulunamayan ve yapılan EDX haritalama analizine göre Si, Al, Zr ve O içeren bir faz tespit edilmiştir. Bu fazın, malzemede gerçekleşen bir reaksiyon sonucu oluştuğu düşünülmüştür. Yapılan XRD analizlerinde bu fazın pikleri SPS ile üretilen numunelerde görülmezken, GPS ile üretilen numunelerde görülmektedir. Bu durum, yukarıda öne sürülen tezi doğrular niteliktedir. Ayrıca, SPS ile üretilen numunelerin XRD analizinde β-Si_3N_4 görülürken, GPS ile üretilen numunelerde bu faz görülmemektedir. Bu durumun, yukarıda bahsedilen reaksiyon sırasında Si_3N_4'ün tamamen harcanmasından ya da sıvı faz içerisinde tamamen çözünmesinden kaynaklandığı düşünülmektedir.
- SPS yönteminde zirkonyanın dönüşüm reaksiyonu için gerekli zaman tanınmadığından sinterlenmiş numuneler tetragonal ve monoklinik ZrO_2 fazlarını birlikte barındırırken, GPS yöntemiyle üretilen numunelerde yalnızca m-ZrO_2 fazı görülmüştür.

Tez kapsamında malzeme geliştirilmesinden ziyade proses geliştirilmesine yönelik denemeler yapılmıştır. Dolayısıyla hem Al_2O_3–ZrO_2 granüllerindeki hem de Si_3N_4–ZrO_2 kaplama tozu içerisindeki ZrO_2 miktarı değiştirilerek, farklı ZrO_2 miktarlarında malzemede oluşan kalıntı gerilmeler incelenebilir. Ayrıca, optimize edilen granül kaplama koşulları ile farklı malzemelerin kaplanması denenebilir. Malzeme seçiminde dikkat edilmesi gereken husus, kaplama malzemesinin ısıl genleşme katsayısının kaplanacak granüllerin ısıl genleşme katsayısından düşük olmasıdır. Böylelikle ısıl genleşme farkından kaynaklı kalıntı gerilmeler sistemde mevcut olacaktır. Bunun için Al_2O_3–ZrO_2 granüllerinin etrafına Si_3N_4 yerine yüzey alanı yüksek olan SiC kaplanması denenebilir. Kaplama için diğer aday malzemeler TiO_2, TiC ve/veya TiCN olabilir.

Kaplanacak granüllerin yüzey pürüzlülüğünün ve içinin dolu olmasının kaplama homojenliği açısından oldukça önemli olduğu görülmüştür. Bu kapsamda tane boyutu 40-

50 μm civarında olan, yüzeyi pürüzlü ve içi dolu granüllerin püskürtmeli kurutucu ile üretimi için denemeler yapılabilir. Burada hazırlanan seramik çamurunun reolojisi ve püskürtmeli kurutucu parametreleri üzerine çalışmalar yapılması gerekecektir.

Kuru ortamda yapılan granül kaplama denemelerinde olumlu bir sonuç elde edilememiştir. Dondurarak kurutma yöntemiyle yaş ortamda yapılan granül kaplama denemelerinde ise içyapı daha çok nano-kompoziti andırmaktadır. Dolayısıyla yaş ortamda granüllerin kaplanması için farklı teknikler denenebilir. Bunlardan bazıları eczacılık sektöründe yaygın olarak kullanılan akışkan yatak (Glatt, Almanya) yöntemi ve kapsülleme (encapsulation) (Buchi, İşviçre) yöntemleridir.

Dondurarak kurutma yöntemiyle yapılan denemelerde seramik çamur sıvı azotun içerisine damlalıkla damlatılmıştır. Bu damlaların boyutu yaklaşık olarak 1-2 mm civarındadır. Damlacık boyutunun azaltılmasıyla daha homojen bir içyapının elde edilebileceği düşünülmektedir. Bu kapsamda seramik çamur sıvı azot içerisine nozül ile püskürtülerek 1 mm'den düşük damlacık boyutu elde edilebilir.

Dondurarak kurutma yöntemiyle siklonlar kullanılarak hacimce %5 ve %10 kaplama içerecek şekilde yapılan denemelerden üretilen numunelerin ve GPS yöntemi ile üretilen numunelerin performans testleri gerçekleştirilememiştir. İçyapı analizlerinde en homojen içyapıya sahip numune, siklonlarla yapılan ve hacimce %5 kaplama içeren numunedir. Dolayısıyla bu numunenin performansının daha iyi olması beklenmektedir. Ayrıca, GPS ile üretilen ve tam yoğunluğa ulaşan numunelerin de performans testleri gerçekleştirilmelidir.

Yapılan performans testlerinde, üretilen numuneler Al_2O_3–SiC_v kesici uç ile aynı kesme koşullarında test edilmiştir. Malzeme özellikleri farklı olduğu için tez kapsamında üretilen numunelere özel olarak kesme parametreleri belirlenmelidir. Örneğin Al_2O_3–SiC_v kesici uç, içerdiği viskerin toklaştırma mekanizmasından ve mukavemet arttırıcı etkisinden dolayı yüksek kesme derinliğinde çalışabilmektedir. Ancak, granül kaplama numuneleri yüksek kesme kuvvetlerine dayanamadıkları için yüksek kesme derinliğinde iyi performans göstermemektedir. Bu kapsamda, farklı kesme koşulları denenerek numunelerin kesme performansında iyileştirilmeler yapılabilir.

GPS ve PLS ile üretilen granül kaplama numunelerinde içyapıda heterojen olarak görülen, EDX haritalama analizine göre Al, Si, Zr ve O elementlerini içeren ve sinterleme sırasında malzemede gerçekleşen bir reaksiyon ile oluştuğu düşünülen fazın oluşum

mekanizması, yapılacak detaylı TEM karakterizasyonu çalışmaları ile açıklanmaya çalışılabilir.

Tez kapsamında malzeme geliştirmeden ziyade proses geliştirme çalışmalarına önem verildiği için yalnızca %17,5 ZrO_2 içeren granüller ve kaplama tozlarıyla denemeler yapılmıştır. Farklı ZrO_2 miktarlarının SPS ile üretimde malzemenin içyapısında ve mekanik özelliklerinde oluşturacağı değişiklik incelenebilir. Ayrıca GPS ile üretimde farklı ZrO_2 miktarlarının yoğunlaşmaya olan etkisi incelenebilir.

SPS ile üretilen numunelerde m-ZrO_2 ve t-ZrO_2 fazları birlikte görülürken, GPS ile üretilen numunelerde yalnızca m-ZrO_2 fazı görülmüştür. Nihai üründe t↔m dönüşümünün sağladığı toklaştırma mekanizmasından yararlanmak adına t-ZrO_2 fazı istenmektedir. Bu nedenle saf m-ZrO_2 başlangıç tozu yerine 3Y-ZrO_2 tozu kullanılarak nihai üründe t-ZrO_2 fazı elde edilebilir. Böylelikle nihai ürünün mekanik özelliklerine ve kesme performansına t-ZrO_2 ve m-ZrO_2 fazlarının etkisi incelenebilecektir.

GPS tekniğinde sinterleme sıcaklığı maksimum güvenli değer olan 1600°C olarak belirlenmiştir. Ancak farklı ısıtma hızları ve sinterleme süreleri ile ilgili bir çalışma yapılmamıştır. Dolayısıyla farklı ısıtma hızı, sıcaklık ve sinterleme sürelerinin malzemenin yoğunlaşmasına ve içyapısına olan etkileri incelenebilir.

KAYNAKÇA

[1] Sims, C.T., Stoloff, N.S., and Hagel, W.C., *Superalloys II*. 1987: Wiley New York

[2] Garimella, L., Liaw, P., and Klarstrom, D., *Fatigue behavior in nickel-based superalloys: a literature review*. JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society, 1997. **49**(7): p. 67-71.

[3] Davis, J.R., *Nickel, cobalt, and their alloys*. 2000: ASM international. 298-330

[4] Laptev, A., Bram, M., Buchkremer, H., and Stöver, D., *Study of production route for titanium parts combining very high porosity and complex shape.* Powder metallurgy, 2004. **47**(1): p. 85-92.

[5] Nishiyabu, K., Matsuzaki, S., and Tanaka, S. *Net-shape manufacturing of micro porous metal components by powder injection molding*. in *Materials science forum*. 2007. Trans Tech Publ.

[6] http://fab.cba.mit.edu/classes/863.12/people/laia.mogassoldevila/projects/p7.html, 01.05.2018

[7] Dudzinski, D., Devillez, A., Moufki, A., Larrouquere, D., Zerrouki, V., and Vigneau, J., *A review of developments towards dry and high speed machining of Inconel 718 alloy.* International Journal of Machine Tools and Manufacture, 2004. **44**(4): p. 439-456.

[8] Ezugwu, E., Bonney, J., and Yamane, Y., *An overview of the machinability of aeroengine alloys.* Journal of materials processing technology, 2003. **134**(2): p. 233-253.

[9] Takatsu, S., *Recent developments in hard cutting tool materials.* High Temperature Materials and Processes, 1990. **9**(2-4): p. 175-194.

[10] Whitney, E.D., *Ceramic cutting tools: materials, development and performance*. 2012: William Andrew

[11] Narutaki, N., Yamane, Y., Hayashi, K., Kitagawa, T., and Uehara, K., *High-speed machining of Inconel 718 with ceramic tools.* CIRP Annals-Manufacturing Technology, 1993. **42**(1): p. 103-106.

[12] Zhuang, K., Zhu, D., Zhang, X., and Ding, H., *Notch wear prediction model in turning of Inconel 718 with ceramic tools considering the influence of work hardened layer.* Wear, 2014. **313**(1-2): p. 63-74.

[13] Becher, P.F., *Microstructural design of toughened ceramics.* Journal of the American Ceramic Society, 1991. **74**(2): p. 255-269.

[14] Evans, A.G., *Perspective on the development of high-toughness ceramics.* Journal of the American Ceramic society, 1990. **73**(2): p. 187-206.

[15] Sigl, L., *Microcrack toughening in brittle materials containing weak and strong interfaces.* Acta Materialia, 1996. **44**(9): p. 3599-3609.

[16] Steinbrech, R., *Toughening mechanisms for ceramic materials.* Journal of the European Ceramic Society, 1992. **10**(3): p. 131-142.

[17] Lange, F., *Transformation toughening.* Journal of Materials science, 1982. **17**(1): p. 225-234.

[18] Taya, M., Hayashi, S., Kobayashi, A.S., and Yoon, H., *Toughening of a particulate-reinforced ceramic-matrix composite by thermal residual stress.* Journal of the American Ceramic Society, 1990. **73**(5): p. 1382-1391.

[19] Xu, C., *Effects of particle size and matrix grain size and volume fraction of particles on the toughening of ceramic composite by thermal residual stress.* Ceramics international, 2005. **31**(4): p. 537-542.

[20] Jenkins, M.G., Kobayashi, A.S., White, K.W., and Bradt, R.C., *Crack initiation and arrest in a SiC whisker/A12O3 matrix composite.* Journal of the American Ceramic Society, 1987. **70**(6): p. 393-395.

[21] Lakshminarayanan, R., Shetty, D., and Cutler, R.A., *Toughening of layered ceramic composites with residual surface compression.* Journal of the American Ceramic Society, 1996. **79**(1): p. 79-87.

[22] Lugovy, M., Slyunyayev, V., Subbotin, V., Orlovskaya, N., and Gogotsi, G., *Crack arrest in Si3N4-based layered composites with residual stress.* Composites science and technology, 2004. **64**(13-14): p. 1947-1957.

[23] http://www.kyoceramicrotools.com/indexable/pdf/Turning_Catalog_A_Turning _Grades.pdf,

[24] Baskaran, S., Nunn, S.D., Popovic, D., and Halloran, J.W., *Fibrous monolithic ceramics: I, fabrication, microstructure, and indentation behavior.* Journal of the American Ceramic Society, 1993. **76**(9): p. 2209-2216.

[25] Kovar, D., King, B.H., Trice, R.W., and Halloran, J.W., *Fibrous monolithic ceramics.* Journal of the American Ceramic Society, 1997. **80**(10): p. 2471-2487.

[26] Ezugwu, E., *Key improvements in the machining of difficult-to-cut aerospace superalloys.* International Journal of Machine Tools and Manufacture, 2005. **45**(12-13): p. 1353-1367.

[27] Özgün, Ö., *Nikel esaslı süperalaşım malzemelerin toz enjeksiyon kalıplama yöntemi ile üretilmesi ve karakterizasyonu*, Doktora Tezi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya, 2012.

[28] Stoloff, N., *Wrought and powder metallurgy (P/M) superalloys.* ASM Handbook: Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys, 2005. **1**: p. 1478-1527.

[29] Pollock, T.M. and Tin, S., *Nickel-based superalloys for advanced turbine engines: chemistry, microstructure and properties.* Journal of propulsion and power, 2006. **22**(2): p. 361-374.

[30] Cieslak, M. *The solidification behavior of an alloy 625/718 variant*. in *Proceedings of the International Symposium on the Metallurgy and Applications of Superalloys*. 1991.

[31] Coutsouradis, D., Davin, A., and Lamberigts, M., *Cobalt-based superalloys for applications in gas turbines.* Materials Science and Engineering, 1987. **88**: p. 11-19.

[32] Donachie, M.J. and Donachie, S.J., *Superalloys: a technical guide*. 2002: ASM international

[33] ÇAY, V.V. and OZAN, S., *Süperalaşimlar ve uygulama alanları.* Doğu Anadolu Bölgesi Araştırmaları, 2005.

[34] Çelik, A., *Nikel Esaslı Süperalaşımların Talaşlı İşlenmesi İçin Sialon Esaslı Kompozit Malzemelerin Geliştirilmesi*, Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir, 2006.

[35] Motorcu, A.R., *Nikel esaslı süperalaşımların ve titanyum alaşımlarının işlenebilirliği 1. Bölüm: Sinterlenmiş karbür takımların performanslarının değerlendirilmesi.* Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 2009. **25**(1-2): p. 302-330.

[36] Honnorat, Y., *Issues and breakthrough in the manufacture of turboengine titanium parts.* Materials Science and Engineering: A, 1996. **213**(1-2): p. 115-123.

[37] Heat resistant superalloys, 2010, Sandvik Coromant, Sweden, Retrieved From Sandvik Coromant website: http://www.sandvik.coromant.com/SiteCollectionDocuments/downloads/global/technical guides/en-gb/C-2920-034.pdf

[38] Guerville, L., Vigneau, J., Dudzinski, D., Molinari, A., and Schulz, H., *Influence of machining conditions on residual stresses.* Metal Cutting and High Speed Machining, Kluwer Academic Plenum Publishers, 2002: p. 201-210.

[39] Schlauer, C., Peng, R.L., and Odén, M. *Residual stresses in a nickel-based superalloy introduced by turning*. in *Materials Science Forum*. 2002. Trans Tech Publ.

[40] Choudhury, I. and El-Baradie, M., *Machinability of nickel-base super alloys: a general review*. Journal of Materials Processing Technology, 1998. **77**(1-3): p. 278-284.

[41] Karabulut, Ş., *Inconel 718 süper alaşımların işlenmesinde talaş kırılma problemleri ve talaş kırıcı tasarımı*, Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 2006.

[42] Motorcu, A.R., *Nikel esaslı süperalaşımların ve titanyum alaşımlarının işlenebilirliği II. Bölüm: Seramik kesici takımların performanslarının değerlendirilmesi.* Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi, 2010. **7**(2): p. 1-17.

[43] Kramer, B., *On tool materials for high speed machining.* Journal of Engineering for Industry, 1987. **109**(2): p. 87-91.

[44] Jun, Z., Jianxin, D., Jianhua, Z., and Xing, A., *Failure mechanisms of a whisker-reinforced ceramic tool when machining nickel-based alloys.* Wear, 1997. **208**(1-2): p. 220-225.

[45] Altin, A., Nalbant, M., and Taskesen, A., *The effects of cutting speed on tool wear and tool life when machining Inconel 718 with ceramic tools.* Materials & design, 2007. **28**(9): p. 2518-2522.

[46] Casto, S.L., Valvo, E.L., Lucchini, E., Maschio, S., Piacentini, M., and Ruisi, V., *Ceramic materials wear mechanisms when cutting nickel-based alloys.* Wear, 1999. **225**: p. 227-233.

[47] Kitagawa, T., Kubo, A., and Maekawa, K., *Temperature and wear of cutting tools in high-speed machining of Inconel 718 and Ti6Al-6V-2Sn.* Wear, 1997. **202**(2): p. 142-148.

[48] Pawade, R., Joshi, S.S., Brahmankar, P., and Rahman, M., *An investigation of cutting forces and surface damage in high-speed turning of Inconel 718.* Journal of Materials Processing Technology, 2007. **192**: p. 139-146.

[49] Mandal, H., Kara, F., Turan, S., and Kara, A. *Novel SiAlON ceramics for cutting tool applications*. in *Key Engineering Materials*. 2003. Trans Tech Publ.

[50] Motorcu, A.R., *Nikel esaslı süperalaşımların ve titanyum alaşımlarının işlenebilirliği III. Bölüm: Kübik nor nitrür (CBN) kesici takımların performanslarının değerlendirilmesi.* Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi, 2010. **7**(3): p. 1-21.

[51] Harmer, M.P., Chan, H.M., and Miller, G.A., *Unique opportunities for microstructural engineering with duplex and laminar ceramic composites.* Journal of the American Ceramic Society, 1992. **75**(7): p. 1715-1728.

[52] Lutz, H. and Claussen, N., *Duplex ceramics: I. Stress calculations, fabrication and microstructure.* Journal of the European Ceramic Society, 1991. **7**(4): p. 209-218.

[53] Lutz, H. and Claussen, N., *Duplex ceramics: II. Strength and toughness.* Journal of the European Ceramic Society, 1991. **7**(4): p. 219-226.

[54] Koh, Y.H., *Fibrous monolithic ceramics*, in *Ceramic-Matrix Composites*. 2006, Woodhead Publishing. p. 9-32.

[55] Cook, J. and Gordon, J., *A mechanism for the control of crack propagation in all-brittle systems.* Proc. R. Soc. Lond. A, 1964. **282**(1391): p. 508-520.

[56] Coblenz, W.S., (1988), Fibrous monolithic ceramic and method for production, U.S. Patent, No: 4 772 524.

[57] Clegg, W., Kendall, K., Alford, N.M., Button, T., and Birchall, J., *A simple way to make tough ceramics.* Nature, 1990. **347**(6292): p. 455.

[58] Baskaran, S. and Halloran, J.W., *Fibrous monolithic ceramics: II, flexural strength and fracture behavior of the silicon carbide/graphite system.* Journal of the American Ceramic Society, 1993. **76**(9): p. 2217-2224.

[59] Baskaran, S. and Halloran, J.W., *Fibrous monolithic ceramics: III, mechanical properties and oxidation behavior of the silicon carbide/boron nitride system.* Journal of the American Ceramic Society, 1994. **77**(5): p. 1249-1255.

[60] Baskaran, S. and Halloran, J. *SiC-Based Fibrous Monolithic Ceramics*. in *Proceedings of the 17th Annual Conference on Composites and Advanced Ceramic*

Materials, Part 2 of 2: Ceramic Engineering and Science Proceedings, Volume 14, Issue 9/10. 2009. John Wiley & Sons, Inc.

[61] Brady, G., *Forming textured ceramics by multiple coextrusion.* Ceram. Trans., 1994. **51**: p. 297-301.

[62] Polzin, B., *Fabrication and characterization of oxide fibrous monoliths produced by coextrusion*. 1999, Argonne National Lab., IL (US).

[63] Hilmas, G., Brady, A., Abdali, U., Zywicki, G., and Halloran, J., *Fibrous monoliths: non-brittle fracture from powder-processed ceramics.* Materials Science and Engineering: A, 1995. **195**: p. 263-268.

[64] Trice, R.W. and Halloran, J.W., *Influence of microstructure and temperature on the interfacial fracture energy of silicon nitride/boron nitride fibrous monolithic ceramics.* Journal of the American Ceramic Society, 1999. **82**(9): p. 2502-2508.

[65] Trice, R.W. and Halloran, J.W., *Elevated-Temperature Mechanical Properties of Silicon Nitride/Boron Nitride Fibrous Monolithic Ceramics.* Journal of the American Ceramic Society, 2000. **83**(2): p. 311-316.

[66] Koh, Y.-H., Kim, H.-W., and Kim, H.-E., *Mechanical properties of fibrous monolithic Si_3N_4/BN ceramics with different cell boundary thicknesses.* Journal of the European Ceramic Society, 2004. **24**(4): p. 699-703.

[67] Lienard, S., Kovar, D., Moon, R., Bowman, K.J., and Halloran, J., *Texture development in Si3N4/BN fibrous monolithic ceramics.* Journal of materials science, 2000. **35**(13): p. 3365-3371.

[68] Koh, Y.-H., Kim, H.-W., Kim, H.-E., and Halloran, J.W., *Thermal shock resistance of fibrous monolithic Si3N4/BN ceramics.* Journal of the European Ceramic Society, 2004. **24**(8): p. 2339-2347.

[69] Basu, B., *Toughening of yttria-stabilised tetragonal zirconia ceramics.* International Materials Reviews, 2005. **50**(4): p. 239-256.

[70] Hannink, R. and Swain, M., *Progress in transformation toughening of ceramics.* Annual Review of Materials Science, 1994. **24**(1): p. 359-408.

[71] Patil, D. and Mutsuddy, B., *Processing and properties of zirconia-toughened alumina ceramics.* Bulletin of Materials Science, 1994. **17**(7): p. 1435-1439.

[72] Wei, D., Dave, R., and Pfeffer, R., *Mixing and characterization of nanosized powders: an assessment of different techniques.* Journal of Nanoparticle Research, 2002. **4**(1-2): p. 21-41.

[73] Thiele, G., Poston, M., and Brown, R., *A case study in sizing nanoparticles.* Micromeritics Analytical Services, 2010. **1**.

[74] Pfeffer, R., Dave, R.N., Wei, D., and Ramlakhan, M., *Synthesis of engineered particulates with tailored properties using dry particle coating.* Powder Technology, 2001. **117**(1-2): p. 40-67.

[75] ASTM-311: *Standard Test Method for Density of Powder Metallurgy (PM) Materials Containing Less Than Two Percent Porosity*.

[76] ASTM-E384: *Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials*.

[77] Niihara, K., *A fracture mechanics analysis of indentation-induced Palmqvist crack in ceramics.* Journal of materials science letters, 1983. **2**(5): p. 221-223.

[78] ISO-1382: *Indexable inserts for cutting tools - Designation*.

[79] Somiya, S., *Handbook of advanced ceramics. 2. Processing and their applications*. 2003: Elsevier Academic Press

[80] Kingery, W.D., *Factors affecting thermal stress resistance of ceramic materials.* Journal of the American Ceramic Society, 1955. **38**(1): p. 3-15.

[81] Lutz, E.H., Claussen, N., and Swain, M.V., *KR-Curve Behavior of Duplex Ceramics.* Journal of the American Ceramic Society, 1991. **74**(1): p. 11-18.

[82] Lange, F., Davis, B.I., and Aksay, I.A., *Processing-Related Fracture Origins: III, Differential Sintering of ZrO2 Agglomerates in Al2O3/ZrO2 Composite.* Journal of the American Ceramic Society, 1983. **66**(6): p. 407-408.

[83] Callister, W.D. and Rethwisch, D.G., *Materials science and engineering*. Vol. 5. 2011: John wiley & sons NY. 451-452

[84] Paulus, M., *Physical and Chemical Parameters Controlling the Homogeneity of Fine Grained Powders and Sintering Materials*, in *Processing of Crystalline Ceramics*, H. Palmour, R.F. Davis, and T.M. Hare, Editors. 1978, Springer US: Boston, MA. p. 17-31.

[85] Moritz, T. and Nagy, A., *Preparation of super soft granules from nanosized ceramic powders by spray freezing.* Journal of Nanoparticle Research, 2002. **4**(5): p. 439-448.

[86] Reed, J.S., *Principles of Ceramics Processing*. 1995: Wiley

[87] Zhou, L., Zhang, H., and Zhang, Z., *Homogeneous nanoparticle dispersion prepared with impurity-free dispersant by the ball mill technique.* Particuology, 2013. **11**(4): p. 441-447.

[88] Pourghahramani, P. and Forssberg, E., *Effects of mechanical activation on the reduction behavior of hematite concentrate.* International Journal of Mineral Processing, 2007. **82**(2): p. 96-105.

[89] Fadda, S., Cincotti, A., Concas, A., Pisu, M., and Cao, G., *Modelling breakage and reagglomeration during fine dry grinding in ball milling devices.* Powder Technology, 2009. **194**(3): p. 207-216.

[90] Lloyd, G.E., *Atomic number and crystallographic contrast images with the SEM: a review of backscattered electron techniques.* Mineralogical Magazine, 1987. **51**(359): p. 3-19.

[91] Goldstein, J.I., Newbury, D.E., Michael, J.R., Ritchie, N.W.M., Scott, J.H.J., and Joy, D.C., *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. 2017: Springer New York

[92] Kaya, E. and Akyüz, B., *Effects of cutting parameters on machinability characteristics of Ni-based superalloys: a review.* Open Engineering. **7**(1): p. 330-342.

[93] Tian, X., Zhao, J., Zhao, J., Gong, Z., and Dong, Y., *Effect of cutting speed on cutting forces and wear mechanisms in high-speed face milling of Inconel 718 with Sialon ceramic tools.* The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2013. **69**(9-12): p. 2669-2678.

[94] Hao, Z., Fan, Y., Lin, J., Ji, F., and Liu, X., *New observations on wear mechanism of self-reinforced SiAlON ceramic tool in milling of Inconel 718.* Archives of Civil and Mechanical Engineering, 2017. **17**(3): p. 467-474.

[95] Thakur, D., Ramamoorthy, B., and Vijayaraghavan, L., *Study on the machinability characteristics of superalloy Inconel 718 during high speed turning.* Materials & Design, 2009. **30**(5): p. 1718-1725.

[96] Rogers, T.L., Hu, J., Yu, Z., Johnston, K.P., and Williams III, R.O., *A novel particle engineering technology: spray-freezing into liquid.* International Journal of Pharmaceutics, 2002. **242**(1-2): p. 93-100.

[97] Padma Ishwarya, S., Anandharamakrishnan, C., and Stapley, A., *Spray Freeze Drying.* Handbook of Drying for Dairy Products, 2017: p. 123-148.

[98] Kumar, G., Prashanth, N., and Kumari, B., *Fundamentals and applications of lyophilization.* J Adv Pharmaceut Res, 2011. **2**: p. 157-169.

[99] Niihara, K., *New design concept of structural ceramics.* Journal of the Ceramic Society of Japan, 1991. **99**(1154): p. 974-982.

[100] Cain, M. and Morrell, R., *Nanostructured ceramics: a review of their potential.* Applied Organometallic Chemistry, 2001. **15**(5): p. 321-330.

[101] Zhao, J., Stearns, L.C., Harmer, M.P., Chan, H.M., Miller, G.A., and Cook, R.F., *Mechanical Behavior of Alumina–Silicon Carbide „Nanocomposites".* Journal of the American Ceramic Society, 1993. **76**(2): p. 503-510.

[102] Perez-Rigueiro, J., Pastor, J., Llorca, J., Elices, M., Miranzo, P., and Moya, J., *Revisiting the mechanical behavior of alumina/silicon carbide nanocomposites.* Acta materialia, 1998. **46**(15): p. 5399-5411.

[103] Wu, H., Lawrence, C., Roberts, S., and Derby, B., *The strength of Al2O3/SiC nanocomposites after grinding and annealing.* Acta materialia, 1998. **46**(11): p. 3839-3848.

[104] Jiang, D.L. and Huang, Z.R. *SiC whiskers and particles reinforced Al2O3 matrix composites and N2-HIP post-treatment*. in *Key Engineering Materials*. 1999. Trans Tech Publ.

[105] Akatsu, T., Suzuki, M., Tanabe, Y., and Yasuda, E., *Effects of whisker content and dimensions on the R-curve behavior of an alumina matrix composite reinforced with silicon carbide whiskers.* Journal of Materials Research, 2001. **16**(7): p. 1919-1927.

[106] Collin, M.I. and Rowcliffe, D.J., *Influence of Thermal Conductivity and Fracture Toughness on the Thermal Shock Resistance of Alumina—Silicon–Carbide–Whisker Composites.* Journal of the American Ceramic Society, 2001. **84**(6): p. 1334-1340.

[107] Sternitzke, M., Dupas, E., Twigg, P., and Derby, B., *Surface mechanical properties of alumina matrix nanocomposites.* Acta materialia, 1997. **45**(10): p. 3963-3973.

[108] Chen, H., Rainforth, W., and Lee, W., *The wear behavior of Al_2O_3-SiC ceramic nanocomposites.* Scripta materialia, 2000. **42**(6).

[109] O'Sullivan, D., Hampshire, S., and Kennedy, T., *Fabrication, properties, and modelling of engineering ceramics reinforced with nanoparticles of silicon carbide.* British ceramic transactions, 1997. **96**(3): p. 121.

[110] Davidge, R., Twigg, P., and Riley, F., *Effects of silicon carbide nano-phase on the wet erosive wear of polycrystalline alumina.* Journal of the European Ceramic Society, 1996. **16**(7): p. 799-802.

[111] Deng, Z.Y., Shi, J.L., Zhang, Y.F., Lai, T.R., and Guo, J.K., *Creep and creep-recovery behavior in silicon-carbide-particle-reinforced alumina.* Journal of the American Ceramic Society, 1999. **82**(4): p. 944-952.

[112] Tai, Q. and Mocellin, A., *High temperature deformation of Al_2O_3-based ceramic particle or whisker composites.* Ceramics international, 1999. **25**(5): p. 395-408.

[113] De Arellano-Lopez, A., Domínguez-Rodríguez, A., and Routbort, J., *Microstructural constraints for creep in SiC-whisker-reinforced Al_2O_3.* Acta materialia, 1998. **46**(18): p. 6361-6373.

[114] Stearns, L.C. and Harmer, M.P., *Particle-Inhibited Grain Growth in AI2O3-SiC: I, Experimental Results.* Journal of the American Ceramic Society, 1996. **79**(12): p. 3013-3019.

[115] Carroll, L., Sternitzke, M., and Derby, B., *Silicon carbide particle size effects in alumina-based nanocomposites.* Acta Materialia, 1996. **44**(11): p. 4543-4552.

[116] Ohji, T., Jeong, Y.K., Choa, Y.H., and Niihara, K., *Strengthening and toughening mechanisms of ceramic nanocomposites.* Journal of the American Ceramic Society, 1998. **81**(6): p. 1453-1460.

[117] Thompson, A.M., Chan, H.M., Harmer, M.P., and Cook, R.E., *Crack healing and stress relaxation in Al_2O_3 SiC "nanocomposites".* Journal of the American Ceramic Society, 1995. **78**(3): p. 567-571.

[118] Shi, X., Xu, F., Zhang, Z., Dong, Y., Tan, Y., Wang, L., and Yang, J., *Mechanical properties of hot-pressed Al_2O_3/SiC composites.* Materials Science and Engineering: A, 2010. **527**(18-19): p. 4646-4649.

[119] Gyekenyesi, A. and Halbig, M., *Advanced Processing and Manufacturing Technologies for Nanostructured and Multifunctional Materials*. Vol. 594. 2015: John Wiley & Sons

[120] Kessel, H., Hennicke, J., Kirchner, R., and Kessel, T., *Rapid sintering of novel materials by FAST/SPS—Further development to the point of an industrial production process with high cost efficiency.* FCT Systeme GmbH, 2010. **96528**.

[121] Mitomo, M., *Pressure sintering of Si_3N_4.* Journal of Materials Science, 1976. **11**(6): p. 1103-1107.

[122] Gazza, G., Katz, R., and Priest, H., *Densification of Si_3N_4-Y_2O_3/Al_2O_3 by a Dual N_2 Pressure Process.* Journal of the American Ceramic Society, 1981. **64**(11): p. C-161-C-162.

[123] Hirosaki, N., Okada, A., and Mitomo, M., *Effect of oxide addition on the sintering and high-temperature strength of Si_3N_4 containing Y_2O_3.* Journal of materials science, 1990. **25**(3): p. 1872-1876.

[124] Hattori, H. *Gas pressure sintered silicon nitride ceramics for turbocharger application*. in *Proceedings in International Symposium on Ceramic Materials and Components for Engines, 1986*. 1986.

[125] Hwang, S.L., Becher, P.F., and Lin, H.T., *Desintering Process in the Gas-Pressure Sintering of Silicon Nitride.* Journal of the American Ceramic Society, 1997. **80**(2): p. 329-335.

[126] Rahaman, M.N., *Ceramic Processing and Sintering*. 2003: Taylor & Francis

[127] Kingery, W.D., Bowen, H.K., and Uhlmann, D.R., *Introduction to ceramics*. Vol. 183. 1976: Wiley New York

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Ufuk AKKAŞOĞLU

Yabancı Dil : İngilizce

Doğum Yeri ve Yılı : ANKARA / 1988

E-Posta : uakkasoglu@anadolu.edu.tr

Eğitim ve Mesleki Geçmişi:

- 2011-2018, Doktora, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı
- 2007-2011, Lisans, Anadolu Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü
- 2011- 2018 (Devam ediyor), Üretim ve Uygulama Lideri, MDA İleri Teknoloji Seramik San. ve Tic. A.Ş.
- 2002-2006, Lise, K. Mimar Kemal Lisesi
- Yıl, Görev, Kurum, Birim