

T.C.
BİLECİK ŐEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĐİ ANABİLİM DALI

**Al₂O₃ ve ZrO₂ KATKILI SİLİSYUM KARBÜRÜN SİNERLENME
DAVRANIŐLARININ İNCELENMESİ VE KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

UĐUR ÜÇOK

TEZ DANIŐMANI
DOĐ. DR. FATİH APAYDIN

BİLECİK, 2022

10436691

T.C.
BİLECİK ŐEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĐİ ANABİLİM DALI

**Al₂O₃ ve ZrO₂ KATKILI SİLİSYUM KARBÜRÜN SİNERLENME
DAVRANIŐLARININ İNCELENMESİ VE KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

UĐUR ÜÇOK

TEZ DANIŐMANI
DOÇ. DR. FATİH APAYDIN

BİLECİK, 2022

10436691

BEYAN

“Al₂O₃ ve ZrO₂ Katkılı Silisyum Karbürün Sinterleme Davranışlarının İncelenmesi ve Karakterizasyonu” adlı yüksek lisans tezinin hazırlık ve yazımı sırasında bilimsel ahlak kurallarına uyduğumu, başkalarının eserlerinden yararlandığım bölümlerde bilimsel kurallara uygun olarak atıfta bulunduğumu, kullandığım verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı, tezin herhangi bir kısmının Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunulmadığını beyan ederim.

Bu çalışmanın, Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP), TÜBİTAK veya benzeri kuruluşlarca desteklenmesi durumunda; projenin ve destekleyen kurumun adı proje numarası ile birlikte, ETİK KURUL onayı alınması durumunda ise ETİK KURUL tarih karar ve sayı bilgilerinin beyan edilmesi gerekmektedir.	
DESTEK ALINMIŞTIR	DESTEK ALINMAMIŞTIR
Destek alındı ise;	
Destekleyen kurum; Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi	
Desteğin Türü	Proje Numarası
1- BAP (Bilimsel Araştırma Projesi)	2020-01.BŞEÜ.01-02
ETİK KURUL onayı var ise;	
ETİK KURUL karar tarih/sayı:/.....

Uğur ÜÇOK

11/01/2022

İmza

ÖN SÖZ

Bu tez çalışmasının yazılmasında, çalışmamı sahiplenerek takip eden danışmanım Doç. Dr. Fatih APAYDIN' a değerli katkı ve emekleri için teşekkürlerimi ve saygılarımı sunarım. Tez çalışmamdaki yardımlarından dolayı değerli iş arkadaşlarım Metalurji Yüksek Mühendisi Ahmet Buğra KEYVANKLI ve Dr. Haydar KAHRAMAN'a emekleri adına ve tez çalışmamın sonuna kadar sabrıyla ve desteğiyle beni cesaretlendiren değerli eşime teşekkür ederim.

Uğur ÜÇOK

11/01/2022

ÖZET

Al₂O₃ VE ZrO₂ KATKILI SİLİSYUM KARBÜRÜN SİNERLENME DAVRANIŞLARININ İNCELENMESİ VE KARAKTERİZASYONU

Silisyum Karbür (SiC), yüksek ergime noktası ve termal stabilite refrakter kriterlerini tam olarak karşılayan, kovalent bağlı, düşük yoğunluğa sahip, düşük atomik ağırlıklı temel bileşenlere sahip, korozyon direnci yüksek ve son derece sert ve güçlü malzemelerdir. Silisyum Karbür bazlı malzemeler, soğuk izostatik pres, sıcak pres, reaktif sinterleme ve katı/sıvı faz sinterlemesi gibi yöntemlerle elde edilebilmektedir.

Refrakter karbürler; yapısal olarak interstisyel karbürler, kovalent karbürler olmak üzere ikiye ayrılırlar. SiC kovalent bağlı karbürler sınıfında yer almaktadır. Yapısındaki güçlü kovalent bağları ve yüksek ergime noktasına sahip olduğundan dolayı tek başına monolitik olarak konvansiyonel metotlarla sinterlenmeleri oldukça güç bir malzemedir. Bundan dolayıdır ki sinterleme sonucunda istenilen yoğunluğa ulaşması ve sıvı/katı faz sinterlemesini hızlandırması için katkı malzemesi ilave edilerek bir kompozisyon oluşturulmalı ya da sıcaklık, basınç gibi ortam koşulları değiştirilmelidir.

Bu çalışmada, farklı bileşimlerde Al₂O₃ ve ZrO₂ katkısı ile elde edilen SiC bazlı numunelere, farklı sıcaklıklarda ve üç farklı sürede atmosferik ortamda sinterleme işlemi uygulanarak, Al₂O₃ ve ZrO₂ katkılarının, farklı sinterleme koşullarında SiC malzeme üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Yüksek saflıkta temin edilen SiC tozuna Al₂O₃ ve ZrO₂ tozları ayrı ayrı olmak üzere ağırlıkça %1-3-5 oranlarında katılarak kompozisyonlar hazırlanmıştır. Elde edilen karışımlar mekanik pres ve ardından soğuk izostatik pres ile şekillendirildikten sonra her bileşim ayrı ayrı olmak üzere, 1400 °C- 1450 °C- 1500 °C sıcaklıklarında, sırasıyla yarım saat, 1 saat ve 2 saat süreyle atmosferik ortamda 5 °C/dk ısıtma hızında ve aynı soğutma hızıyla sinterleme işlemine tabi tutulmuştur.

Al₂O₃ ve ZrO₂ tozları katkı maddesi olarak kullanılarak farklı oranlarda hazırlanan kompozisyonların farklı sıcaklık ve sinterleme süreleriyle elde edilen numunelerin Arşimet Prensibine göre relatif yoğunlukları ve Vickers Sertliği, basma dayanımı gibi mekanik davranışları incelenmiştir. Sinterleme işlemi sonrasında oluşan ürünlerin XRD, SEM karakterizasyonları yapılmış ve farklı sinterleme koşulları birbirleriyle karşılaştırılmıştır.

Gerçekleştirilen tüm sıcaklıklarda sinterleme süresinin 60 dk'ya çıkmasıyla, Alümina ve Zirkon katkılı her iki kompozitte de relatif yoğunluğun arttığı sinterleme süresinin 120 dk kadar ilerlemesi ile yoğunlukta azalmanın olduğu görülmektedir. SiC tanecikleri içerisindeki Al₂O₃

ve ZrO₂ ilavesinin %1'den %5'e artması ile relatif yoğunlukta artış eğilimi gözlemlenmiştir. 1450 ve 1500 °C sıcaklıklarda sinterleme süresinin 120 dk çıkmasıyla relatif yoğunlukta önemli ölçüde azalma meydana geldiği görülmüştür.

Karışımlardaki Al₂O₃ ve ZrO₂ miktarının artmasıyla, sinterleşmenin belirginleştiği görülmüştür. Aynı şekilde sinterleme sıcaklığının ve süresinin de artmasıyla sinterlemenin daha iyi gerçekleştiği görülmüştür.

Her iki kompozit karışımında, sinterleme süresinin 30 dk dan 60 dk ya çıkmasıyla genel olarak sertlik değerinde artma gözlemlenirken sinterleme süresinin 120 dk çıkmasıyla sertlik değerinde yeniden azalma görülmüştür. 60 dk'dan sonra sinterleme süresi arttıkça, sertlik değerinin düştüğü gözlemlenmiştir. Bununla birlikte, Al₂O₃ ve ZrO₂ katkısı arttıkça sertlik değerinin arttığı gözlemlenmiştir. Sinterleme sıcaklığı arttıkça, sertlik değerinde azalma meydana gelmiştir. Özellikle 1500 °C'de sinterlemede sinterleme süresinin artmasının sertlik değerini azalttığı görülmüştür.

Basma dayanımı sonuçları da sertlik değeri grafikleriyle uyuşmakta olup, 1400, 1450 ve 1500 °C'de sinterlenen Al₂O₃ ilaveli ve ZrO₂ ilaveli SiC esaslı kompozit malzemenin basma mukavemeti grafiğine göre, sinterleme süresinin artırılması, basma dayanımına olumsuz etki yaptığı gözlemlenmiştir. Ayrıca sinterleme sıcaklığının artması da basma mukavemetine olumsuz bir etki yapmıştır.

Anahtar Kelimeler: Silisyum Karbür, Al₂O₃, ZrO₂, Sinterleme, Refrakter Karbür

ABSTRACT

INVESTIGATION AND CHARACTERIZATION OF SINTERING BEHAVIOR OF Al₂O₃ AND ZrO₂ DOPED SILICON CARBIDE

Silicon Carbide (SiC) is a covalent bond, low density, low atomic weight basic components, high corrosion resistance, extremely hard and strong materials that fully meet the high melting point and thermal stability refractory criteria. Silicon carbide based materials can be obtained by methods such as cold isostatic press, hot press, reactive sintering and solid/liquid phase sintering.

Refractory carbides divided into interstitial carbide and covalent carbides as structurally. SiC is in the class of covalently bonded carbides. Due to its strong covalent bond and high melting point, it is a very difficult material to be sintered monolithically by conventional methods. For this reason, a composition should be created by adding additive so ambient conditions such as temperature and pressure should be changed in order to reach the desired density as a result of sintering and to accelerate the liquid/solid phase sintering.

In this study, the effect of Al₂O₃ and ZrO₂ additives on SiC material under different sintering conditions were investigated by applying the sintering process in atmospheric environment at different temperatures and for three different times to SiC-based samples obtained with the addition of Al₂O₃ and ZrO₂ in different compositions. Compositions were prepared by adding Al₂O₃ and ZrO₂ powders separately, at % 1-3-5 by weight, to the SiC powder supplied in high purity. After the mixtures obtained are shaped by manual mechanical press and then with cold isostatic press, each composition at 1400 °C, 1450 °C and 1500 °C temperatures for half an hour, 1 hour and 2 hours in atmospheric environment is sintered at a heating rate of 5 °C/min and the same cooling rate.

Relative densities according to Archimedes principle and mechanical behaviors such as Vickers hardness and compressive strength of the compositions prepared at different rates by using Al₂O₃ and ZrO₂ powders as additives on the samples obtained at different temperatures and sintering times were investigated. XRD and SEM characterizations of products formed after the sintering process were made and different sintering conditions were compared with each other.

It seems that relative densities of both composites which prepared by adding Al₂O₃ and ZrO₂ powders increased with sintering time to 60 min at all temperatures and with sintering time increased to from 60 to 120 min, relative densities of both composites decreased. An increasing trend in relative density was observed with addition of Al₂O₃ and ZrO₂ in the composites based

SiC from % 1 to % 5. It was observed that the relative density decreased significantly with the sintering time increased to 120 min at 1450 °C and 1500 °C. If it was observed that amount of Al₂O₃ and ZrO₂ in the composites mixture increase, sintering amount is increase. Likewise sintering increased with increasing time and temperature.

While both of composites Vickers hardness values increase with sintering time increase to from 30 min to 60 min generally, a decrease was observed with sintering time increase from 60 min to 120 min. In addition to amount of Al₂O₃ and ZrO₂ increased, the hardness value decreased. However, as Al₂O₃ and ZrO₂ additives increased, the hardness value increased. As sintering temperatures increased, the hardness value decreased. It was observed that as sintering time increased, the hardness value decreased especially at 1500 °C.

Results of compression strength test are in agreement with the hardness value graphs, it was observed that increasing the sintering time has a negative effect on the compressive strength according to compressive strength graphs of Al₂O₃ and ZrO₂ doped silicon carbide material which sintered at 1400 °C, 1450°C and 1500 °C.

Keywords: Silicon Carbide, Al₂O₃, ZrO₂, Sintering, Refractory Carbides

İÇİNDEKİLER

	Sayfa No
ÖN SÖZ.....	i
ÖZET.....	ii
ABSTRACT.....	iv
1. GİRİŞ VE AMAÇ	1
2. TEORİK BİLGİLER.....	3
2.1. Seramik Malzemeler.....	3
2.1.1 Seramiklerin Sınıflandırılması	3
2.2. Alümina	6
2.3. Zirkonyum Oksit (ZrO ₂).....	9
2.4. Silisyum Karbür (SiC).....	13
2.4.1 Silisyum Karbürün Şekillendirilmesi ve Sinterlenmesi	14
2.4.2 Silisyum Karbürün Kullanım Alanları.....	16
3. TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİ.....	18
3.1. Tozların Üretimi ve Hazırlanması	18
3.2. Tozların Şekillendirilmesi.....	19
3.2.1 Soğuk İzostatik Presleme	20
3.2.2 Sıcak İzostatik Presleme.....	21
3.3. Tozların Sinterleme Prosesi.....	22
3.3.1 Tozların Sinterleme Prosesinin Termodinamik Olarak İncelenmesi	24
3.3.2 Tozların Sinterleme Prosesinin Kinetik Olarak İncelenmesi	26
4. LİTERATÜR ÇALIŞMALARI.....	28
5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	30
5.1. Hammaddelerin Temini	30
5.2. Karışımların Hazırlanması.....	30
5.3. Numunelerin Şekillendirilmesi.....	32
5.4. Numunelerin Sinterlenmesi	33
5.5. Ürünlerin Karakterizasyonu	33
5.5.1 Tane Boyutu Ölçümü	33
5.5.2 Yoğunluk Ölçümü.....	33
5.5.3 SEM ve EDS Analizleri	34
5.5.4 Sertlik Ölçümü	35
5.5.5 Basma Mukavemeti Ölçümü	35
6. SONUÇLAR.....	36

6.1. Yoğunluk ve Tane Boyutu Ölçümü.....	36
6.2. Mikroyapı Analizi.....	42
6.3. XRD Analizleri.....	47
6.4.Sertlik	51
6.5. Basma Dayanımı.....	58
7.SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRME.....	65
7.1. Sonuçlar	65
7.2. Değerlendirme	67
KAYNAKÇA	68

SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

Al₂O₃	: Alüminyum oksit
AlN	: Alüminyum nitrür
A	: Yüzey enerjisi
α-Al₂O₃	: Korundum
α-SiC	: Alfa-silisyum karbür
β-SiC	: Beta-silisyum karbür
γ	: Spesifik ara yüzey enerjisi
γLV	: Sıvı-buhar yüzey enerjisi
γSL	: Katı-sıvı yüzey enerjisi
γSV	: Katı-buhar yüzey enerjisi
σ	: Stefan Boltzman sabiti
HİP	: Sıcak izostatik pres
MPa	: Mega Pascal
GPa	: Giga Pascal
SiC	: Silisyum karbür
Si₃N₄	: Silisyum nitrür
SiSiC	: Silikonize silisyum karbür
TiB₂	: Titanyum diborür
Y₂O₃	: Yitriyum oksit
ZrO₂	: Zirkonyum oksit
ZrC	: Zirkon karbür
°C	: Celcius
ZrSiO₄	: Zirkon silikat

ŞEKİLLER LİSTESİ

	Sayfa No
Şekil 2.1. Seramiklerin gruplandırılması	4
Şekil 2.2. Alüminyum hidroksitin termal dönüşümleri.....	7
Şekil 2.3. α -Al ₂ O ₃ Hegzagonal Sıkı Paket Kafes Yapısı	8
Şekil 2.4. Zirkonya polimorfları	10
Şekil 2.5. 900-1100 °C aralığında meydana gelen t-m dönüşümü %3-5 hacim genişmesi sonucu zirkonya partiküllerinin çevresinde mikroçatlaklar oluşur	11
Şekil 2.6. Silisyum karbürün kristalografik yapısı.....	13
Şekil 3.1. Tek Eksenli Pres	20
Şekil 3.2. Soğuk izostatik presleme işlemi	21
Şekil 3.3. Tek eksenli sıkıştırma	22
Şekil 3.4. Sinterleme basamaklarında partiküller arasındaki değişiklikler ve bağlanmalar. ...	23
Şekil 3.5. Sinterleme Prosesinde Taşınım Mekanizmaları	26
Şekil 5.1. Deney çalışma programı	30
Şekil 5.2. Numunelerin hazırlanmasında kullanılan cihazlar	31
Şekil 5.3. Deneylerde kullanılan el presi, kalıp ve numuneler	32
Şekil 5.4. Soğuk izostatik pres ve vakum makinesi.....	32
Şekil 5.5. Atmosfer kontrollü yüksek sıcaklık fırını.....	33
Şekil 5.6. Numunelerin karakterizasyonunda kullanılan Fe-SEM cihazı	34
Şekil 5.7. Numunelerin karakterizasyonunda kullanılan XRD cihazı	34
Şekil 5.8. Testlerde kullanılan sertlik cihazı.....	35
Şekil 6.1. A1, A3 ve A5 karışımlarının ve B1, B3 ve B5 tane boyut dağılım grafiği	36
Şekil 6.2. Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen A1, A3 ve A5 numunelerinin relatif yoğunlukları	37
Şekil 6.3. Sinterleme sıcaklığının relatif yoğunluğa etkisi	38
Şekil 6.4. Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen B1, B3 ve B5 numunelerinin relatif yoğunlukları	40
Şekil 6.5. Sinterleme sıcaklığının relatif yoğunluğa etkisi.	41
Şekil 6.6. Farklı sıcaklıklarda 60 dk. sinterlenmiş SiC-Al ₂ O ₃ karışımlarının SEM görüntüleri	43
Şekil 6.7. 1400 °C’de 30, 60 ve 120 dk sinterlenen A1, A3 ve A5 numunelerinin SEM görüntüleri	44
Şekil 6.8. 1400, 1450 ve 1500 °C’de 1 saat sinterlenmiş B1, B3 ve B5 numunelerinin SEM görüntüleri	45
Şekil 6.9. 1400 °C’de 30, 60 ve 120 dk. sinterlenen B1, B3 ve B5 numunelerinin SEM görüntüleri	46

Şekil 6.10. 1400, 1450 ve 1500 °C’de 60 dk. sinterlenmiş A5 numunesinin XRD analizi	47
Şekil 6.11. 1400 °C’de 30, 60 ve 120 dk. sinterlenmiş A5 numunesinin XRD analizi	48
Şekil 6.12. 1400 °C’de 1 saat sinterlenmiş A1, A3 ve A5 numunelerin XRD analizi	49
Şekil 6.13. 1400, 1450 ve 1500 °C’de 60 dk. sinterlenmiş B5 numunesinin XRD analizi	49
Şekil 6.14. 1400 °C’de 30, 60 ve 120 dk. sinterlenmiş B5 numunesinin XRD analizi	50
Şekil 6.15. 1400 °C’de 1 saat sinterlenmiş B1, B3 ve B5 numunelerin XRD analizi	50
Şekil 6.16. 1400, 1450 ve 1500°C’de sinterlenmiş A1, A3 ve A5 numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak sertlik değişimleri	52
Şekil 6.17. A1, A3 ve A5 Kodlu Numunelerde Sinterleme Sıcaklığının Sertliğe Etkisi.....	53
Şekil 6.18. 1400, 1450 ve 1500 °C’de sinterlenmiş B1, B3 ve B5 numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak sertlik değişimleri.....	55
Şekil 6.19. B1, B3 ve B5 kodlu numunelerde sinterleme sıcaklığının sertliğe etkisi.....	56
Şekil 6.20. 1400, 1450 ve 1500°C’de sinterlenmiş A1, A3 ve A5 numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak basma mukavemeti değişimleri.....	59
Şekil 6.21. Sinterleme sıcaklığının basma mukavemetine etkisi.....	60
Şekil 6.22. 1400, 1450 ve 1500°C’de sinterlenmiş B1, B3 ve B5 numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak basma mukavemeti değişimleri.....	62
Şekil 6.23. Sinterleme sıcaklığını basma mukavemetine etkisi.....	63

TABLULAR LİSTESİ

	Sayfa No
Tablo 2.1. % 99,7 saflıkta alüminaların mekanik özellikleri (Öztürk, 2007).....	7
Tablo 2.2. Zirkonya'nın fiziksel ve mekanik özellikleri (Schneider, 1991).....	12
Tablo 2.3. α -SiC'ün politipleri (Pierson, 1996).....	14
Tablo 2.4. Silisyum karbürün tipik özellikleri (Bakar, 2009)	15
Tablo 3.1. Sinterleme aşamaları (Metin, 2013).	23
Tablo 5.1 Deneylerde kullanılan hammaddelerin özellikleri	30
Tablo 5.2 Hazırlanan numune karışımları ve kod numaraları	31
Tablo 6.1. Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen A1, A3 ve A5 numunelerinin relatif yoğunlukları	39
Tablo 6.2. Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen B1, B3 ve B5 numunelerinin relatif yoğunlukları	42
Tablo 6.3. Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen A1, A3 ve A5 numunelerinin sertlikleri ..	54
Tablo 6.4. Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen B1, B3 ve B5 numunelerinin sertlikleri ..	57
Tablo 6.5. Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen A1, A3 ve A5 numunelerinin basma mukavemetleri.....	61
Tablo 6.6. Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen B1, B3 ve B5 numunelerinin basma mukavemetleri.....	64

1. GİRİŞ VE AMAÇ

Günümüzde, tasarım olgusu, önemli bir yer edinmiş yaşamın her alanına nüfuz etmiş mühendislik, tıp gibi alanlarla da etkileşime girmiş bir olgudur. Gelişen teknolojiyle birlikte, malzemelerin sahip olduğu özellikler, tasarım olgusuyla birlikte geliştirilmek istenen ürünlerin özellikleri için yetersiz bulunabilmektedir (Sönmez, 2009,56). Bu nedenle, teknolojinin yönlendirdiği 21.yy. da farklı özellikteki bileşimlerin bir araya getirilip üretildiği, tek başına kullanılan malzemelerden üstün özelliklere sahip kompozitler vazgeçilmez hale gelmiştir. Ayrıca, geleneksel üretim metotları ve modern üretim metotlarına uygunluğu sebebiyle, otomotivden savunma sanayiine kadar birçok endüstride kullanılma imkânı oluşturmuştur (Yastımoğlu & Özkan, 2017,56-66).

Seramik malzemeler; yüksek sıcaklığa dayanmaları, düşük yoğunluğa, yüksek kimyasal kararlılığa, aşınmaya karşı dirence ve yüksek sertliğe sahip olması sebebiyle oldukça ilgi gören malzeme gruplarından bir tanesidir. Ancak bu özelliklerinin yanında, gevrek yapıya sahip olan seramikler, basma mukavemeti yüksek iken çekme mukavemetleri düşük olan malzemelerdir. Ayrıca kırılğan ve tok bir yapıya sahip oluşları bazı uygulama alanlarında kendi halleriyle kullanımını kısıtlı hale getirmektedir. Yüksek sertliğe sahip oluşları, iyi mekanik özellikleri ve yoğunluklarının düşük olması gibi avantajlarını başka malzemelere aktarabilmek, gevrek oluşları, kırılğan ve tok bir yapıya sahip olmaları gibi dezavantajlarını kamufle etmek için kompozit malzeme tasarımlarında seramik malzemelerin kullanımı yaygınlaşmaktadır (Kalemtaş, 2015,20-25).

Silisyum karbür malzemeler, iyi mekanik özellikleri, yüksek termal şok dayanımı ve düşük termal iletkenliği, sertliği ve refraktif indeksinin yüksek oluşu, maruz kaldığı yüksek sıcaklık şartlarında özelliklerini korumaları gibi avantajları sayesinde, aşındırıcılar, refrakter malzemeler, seramik ve metal matriksli kompozitlerin üretiminde kullanımı çok yaygın bir malzemedir.

SiC malzeme, kovalent bağlı bir malzeme olduğundan tek başına sinterlenmesi zor bir malzemedir (Bakar, 2009,1). Silisyum karbürün olumsuz özellikleri giderilirken, ilave edilen katkı malzemesinin yapıya kattığı olumsuz özelliklerle de en aza indirmek için katkı malzemeleri çok az miktarlarda yapıya ilave edilmektedir. Sonuç olarak, silisyum karbürün sinterleme davranışını ve mekanik özelliklerini iyileştirmek adına ikinci faz olarak farklı miktarlarda B₄C, TiB₂, Al₂O₃, Y₂O₃, ZrO₂ gibi katkı maddeleri ilave edilmektedir. Bu katkılar birçok çalışmada kullanılmıştır.

Bu çalışmanın amacı, SiC malzemeye farklı bileşimlerde Al₂O₃ ve ZrO₂ ilavesi yapılarak, SiC'ün sinterlenme sırasında gösterdiği davranış farklı sinterleme sıcaklığı ve sinterleme süresinde

alıřılarak elde edilen rnlerin sertlik ve basma mukavemeti gibi mekanik davranıřlarını incelemektir.

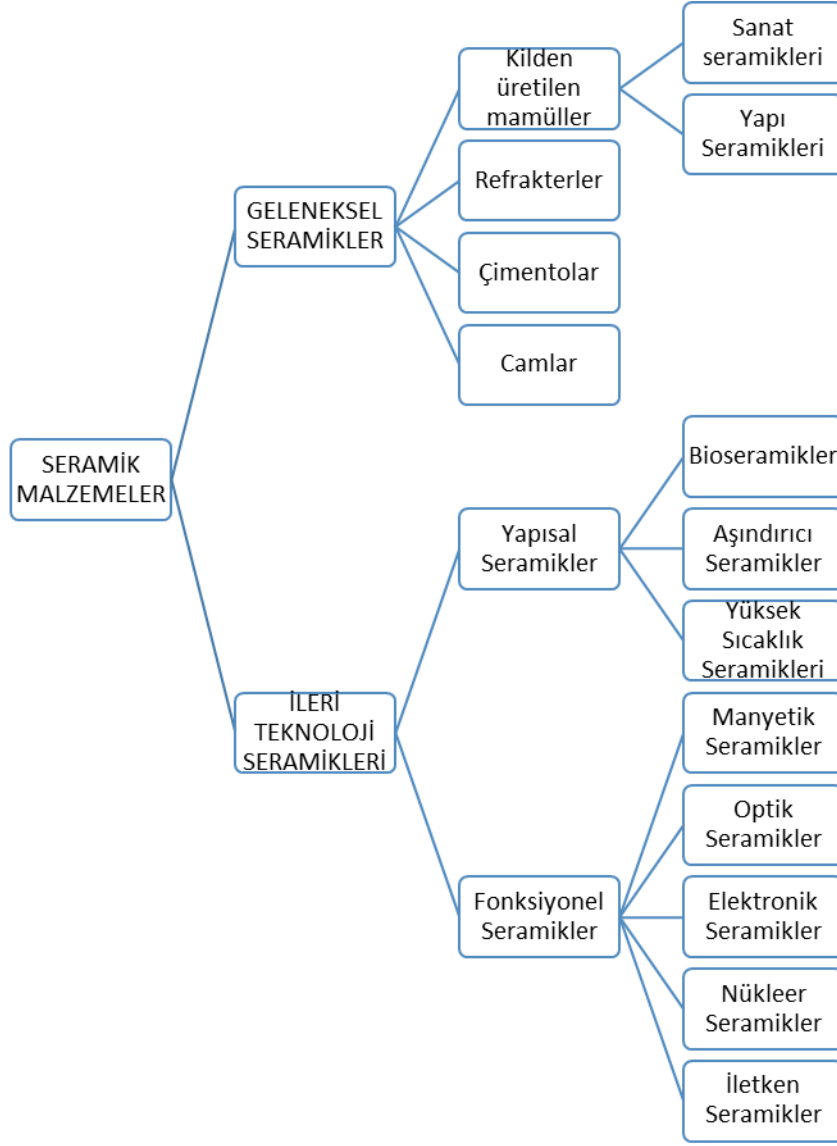
2. TEORİK BİLGİLER

2.1. Seramik Malzemeler

Seramiğin tüm tariflerini kapsayacak şekilde tanımı, metalik ve organik esaslı olmayan malzemedir. Organik esaslı ve metalik olmayan malzemelerin oluşturduğu bileşenlerin farklı yöntemlerle şekil verildikten sonra sırlı veya sırsız bir şekilde belirli bir sertlik ve dayanıklılık kazanması aşamasına kadar pişirilmesi bilimidir (Arcasoy, 1983,1). Doğada bol miktarda bulunan metallerin oksitleri başta olmak üzere silikatlar ve metalik borür, nitrür ve karbürler, cam ve cam-seramik malzemeler ve hatta çimento türü bağlayıcılar, seramik malzemelerin içindedir (İnan, 2005,4). Seramik malzemeler, sahip oldukları atomlar arası bağlar yoluyla, fiziksel ve kimyasal özellikleri kontrol edilmektedir. Seramikler, düşük tokluğa sahip olan ve şekil değiştirebilen, sert ve kırılğan, iletim elektronlarına sahip olmadığından elektriksel ve ısı olarak yalıtkan malzemelerdir (Serhatkrmgry, 2020). Seramiklerin bu gevrek yapısından dolayı, içyapı kusurları ve mikro çatlaklar gerilme yığılmasına neden olur ve çekme etkisinde kolaylıkla kırılırlar. Dolayısıyla, seramiklerin basma mukavemeti, çekme mukavemetinden daha yüksek olup yaklaşık olarak 8 katına denk gelmektedir. Güçlü atomik bağları, kimyasal olarak kararlılığa ve yüksek erime sıcaklıklarına sebep olmaktadır. Bu özellikleri seramik malzemeler, çeşitli mühendislik tasarımı için vazgeçilmezdir. Seramik malzemelerin başka seramik yapılarla, metal ve polimer malzemeler ile birlikte tasarlanıp kompozit malzemeler oluşturulabilmektedir (Palacı, 2001,sf:3). Seramikler, genelde metallerin oksitli, nitrür, borür ve karbür bileşenleri olduğundan kristal ve amorf yapının bir bileşimi olarak kabul edilmektedir. Dolayısıyla, kontrollü olmak kaydıyla istenilen özellikte tasarım yapılması mümkün olmaktadır. Bu olası imkanlar sayesinde, elektronikten, savunma sanayiine kadar pek çok dalda yeni teknolojik gelişmelerin basamaklarından biri olmaya devam etmektedir (Öztürk, 2007,3).

2.1.1 Seramiklerin Sınıflandırılması

Seramik malzemeleri, ileri teknoloji seramikleri ve geleneksel seramikler olarak iki ana grupta toplamak mümkündür. Formülasyonunda, kil grubu mineral bulunan porselen, karo gibi malzemeler, kiremit ve tuğlalar, refrakter, çimento ve cam malzemeler geleneksel seramikler grubunda yer almaktadır. İleri teknoloji seramikleri için ise, "modern seramikler", "mühendislik seramikleri", "ince seramikler", "teknik seramikler" gibi tanımlar da kullanılmaktadır. İleri teknoloji seramikleri, "yapısal seramikler", "fonksiyonel seramikler" olmak üzere ikiye ayrılmaktadır (Uçar, 2008,6). Seramik malzemelerin sınıflandırılması Şekil 2.1'de belirtilmiştir.



Şekil 2.1. Seramiklerin gruplandırılması

2.1.1.1. Geleneksel Seramikler

Geleneksel seramik üretiminin en önemli hammaddeleri su ile karıştırıldığında, tabakalı yapısından dolayı plastiklik özelliği sergileyen, alümina silika hidratlardan olan kil grubu, şekillendirmede plastik olmayan ve sinterleme ergime özelliği veren feldspat grubu, ergimeye dayanıklı olan ve bünyeye iskelet görevi gören silika hammaddesidir.

Geleneksel seramikler, kilden üretilen mamuller, camlar, refrakterler, çimentolar gibi alt gruplara ayrılmaktadırlar.

Kilden üretilen mamuller, kil kaolen grubu, feldspat ve silikadan üretilen malzemelerdir. Süs ve dekoratif eşyalar, porselen ve pişirme kapları, sıhhi tesisat, kaplama malzemeleri ve tuğla gibi yapısal seramikler, sanatsal seramik grubundaki uygulamalardır (Soyhan, 2007,4).

Refrakter malzemeler, yüksek sıcaklıklara dayanımı yüksek ve bu sıcaklıklarda katı, sıvı ve gaz maddelerin oluşturduğu etkilere karşı dirençli malzeme olarak tanımlanmaktadır. Refrakterler, magnezit ve krom magnezit, spinel, zirkon, alümina ve silis esaslı olarak grup ve çeşitlere ayrılırlar. Bu malzemeler, ısı yalıtımında, potalarda, fırınlarda kaplama olarak, filtre, kalıp ve ısıtma elemanları olarak, metal üretim malzemeleri olarak uygulama alanları çok önemli olan seramik malzemelerdir (Soyhan, 2007,6).

Camlar, yüksek sıcaklıkta yüksek viskoziteye sahip olan, ani soğutmayla sağlamlık ve saydamlık kazandırılan amorf yapıya sahip malzemelerdir. Camın, pencere camından optik uygulamalara kadar birçok alanda kullanımı tercih edilmektedir.

İnşaat sektörünün vazgeçilmezlerinden olan çimento ise, başlıca silisyum, alüminyum, kalsiyum ve demir oksit içeren hammaddelerin bazı yöntemler kullanılarak belli bir sıcaklığa kadar sinterlenerek üretilen “klinker” maddenin tek veya daha fazla tür katkı maddesi ile belirli bir tane boyutuna kadar öğütme işlemine tabi tutulma sonucu üretilen hidrolik bağlayıcıdır (Pilevneli, 2003,159).

2.1.1.2. İleri Teknoloji Seramikleri

İnsan, varoluşundan bu yana durmadan çevresinde bulunan eşya ve yapılar ile etkileşim içerisinde. Bunun sonucu olarak insan kendisini, sürekli bir şey keşfetme, üretme çabası içerisinde bulmuştur. Eski çağlarda, tunç, bakır gibi bulunduğu zamanın üst teknolojileriyle bir şeyler üretirken, çağımızda ise nano boyutta çalışmalar yapmakta veya devasa yapılar üretebilmektedir (malzemebilimi, 2018). Bu malzemelerin arasında, teknik seramikler olarak ta bilinen ileri teknoloji seramiklerinin özel bir yeri vardır.

İleri teknoloji seramikleri fonksiyonel seramikler ve yapısal seramikler olmak üzere ikiye ayrılırlar. Fonksiyonel seramikler, yüksek saflıkta, yüksek teknoloji ile üretilmiş ve teknolojik performansa “yüksek katma değerli malzemeler” olarak tanımlanır. Manyetik, optik, nükleer, elektronik uygulamalarda yararlanılan bu teknik seramikler, askeri uygulamalarda da kullanılmaktadır.

Yapısal Seramikler ise, seramik malzemelerin kırılma dayanımı ve aşınma direnci gibi mikro yapıdan etkilenen özellikleri ile sertlik, yoğunluk, ısı dayanım, yüksek elastiklik modülü gibi kristal ve atomlar arası bağ yapılarından etkilenen özelliklerinin önem kazandığı durumlarda kullanılan seramik türlerine verilen genel bir isimdir. Yapıları “fonksiyonel seramiklere” göre daha karmaşık olan bu grupta özellikle Al_2O_3 , ZrO_2 , Si_3N_4 , SiC , B_4C , TiC , TiB_2 , TiN , AlN gibi bileşiklerin ikili, üçlü ya da çoklu karışımlarından yararlanılır (Öztürk, 2007,12).

Oksit seramikler grubunda alüminyum oksit, zirkonyum oksit, oksit olmayan seramikler grubunda silisyum nitür, silisyum karbür, bor karbür, bor nitür, titanyum diborür gibi üstün özellikli malzemeler yapısal amaçlı yüksek teknolojik seramikleri grubunda bulunmaktadır. Bu malzemeler üstün ısı ve korozyon dayanımları, üstün yüzey özellikleri, bazı elektriksel özelliklerinin yanında hafifliklerinin ve yüksek sertlikleri ile de değişik endüstriyel alanlarda kullanılmaktadır (Birol & Sarıdede, 2006,15-20).

2.2. Alümina

Alümina, kimyasal formülasyonu Al_2O_3 olup, α Alümina sıkı hegzagonal yapısında oksijen iyonlarının Alüminyum iyonları tarafından sarılmasıyla, gama Alüminalar ise aynı şekilde kübik yapıda oluşur.

Alümina, seramik malzemelerin büyük bir kısmında ana fazlardan birisidir. Ergime noktası $2077\text{ }^\circ\text{C}$, kaynama noktası $2977\text{ }^\circ\text{C}$ olan, $3,96\text{ gr/cm}^3$ yoğunlukta ve mohs sertlik cetvelinde sertliği 9 olan beyaz renkli toz formundaki bu malzeme, yüksek sıcaklık uygulamalarında, kimyasal madde ve mekanik yüklere karşı dayanıklı olmasından dolayı tercih edilen refrakter hammaddelerdendir.

Alüminanın yüksek mekanik mukavemet, yüksek sertlik, yüksek ergime noktası, yüksek aşınma direnci, mükemmel korozyon direnci, termal karalılık, yüksek kimyasal dayanıklılık, düşük ısı genleşme katsayısı gibi avantajları sayesinde seramik kompozitlerde kullanılmaktadır. Bunların yanında düşük kırılma tokluğu ve gevreklik gibi dezavantajları da vardır (T. Oungkulsolmongkol, 2017,71-78).

Alümina oksidif ve redüktif atmosfer fırınlarında maksimum $1900\text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklıklarda kullanılabilir.

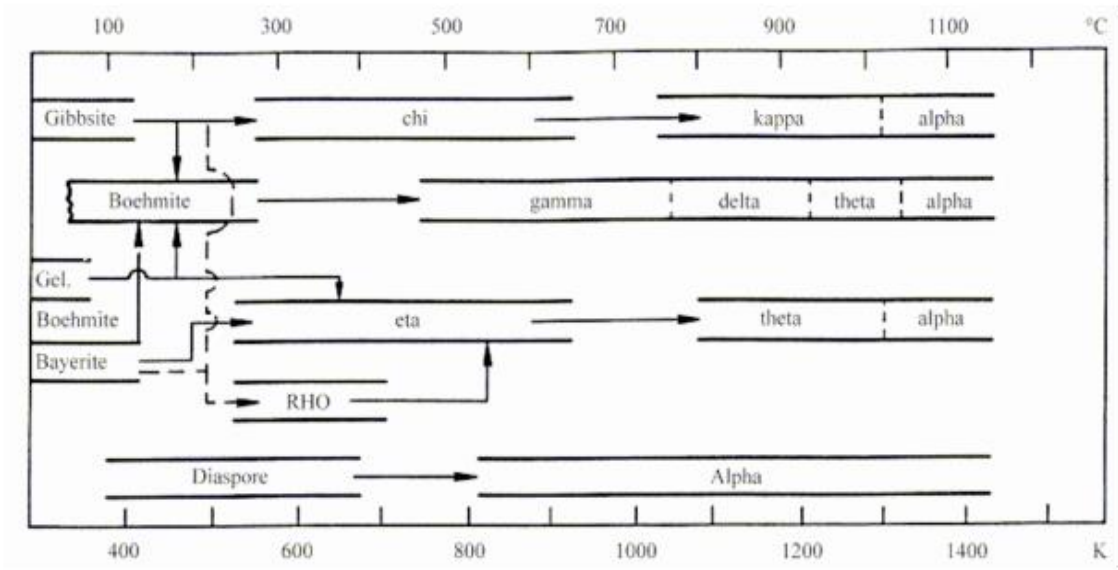
Tablo Saf alümina çeşitli sıcaklıklarda chi, gama, eta, teta gibi birkaç formda bulunur. Fakat bütün bu formlar zaman kristal boyutu ve atmosfere bağlı olarak 750-1200 °C arasında α alüminaya dönüşür (Şekil 2). 1600 °C'nin üzerinde yapılan ısıtma bu dönüşümü hızlandırır. Alüminanın α fazına dönüşümü tersinmezdir (Öztürk, 2007,69).

Tablo 2.1. %99,7 saflıkta alüminaların mekanik özellikleri

Özellik	Değer
Yoğunluk (g/cm ³)	3.96
Çekme Mukavemeti (MPa)	220
Eğme Mukavemeti (MPa)	410
Elastik Modülü (GPa)	375
Kırılma Tokluğu (MPa.m ^{1/2})	4-5

Kaynak: (Öztürk, 2007,70)

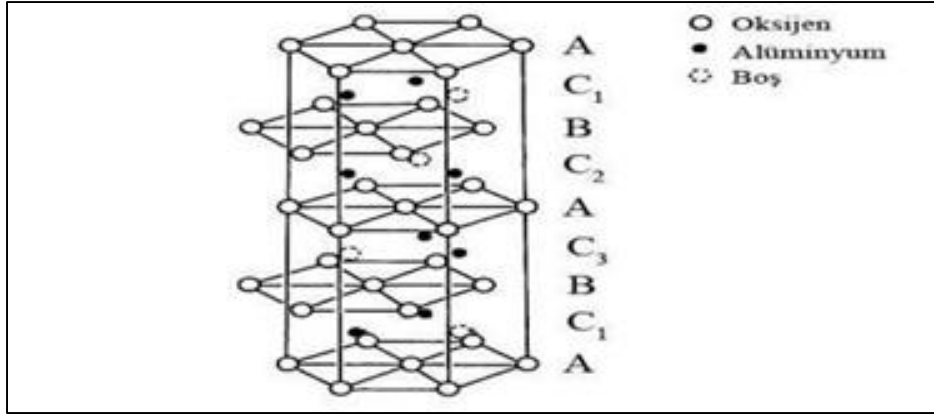
Şekil 2.2’de çeşitli başlangıç hidroksitlerinin sıcaklığa göre, gama, delta, chi, eta, teta ve kapa alümina fazları ile α -Al₂O₃ (korundum)’ya dönüşümü görülmektedir. Bu dönüşümler alüminyum hidroksitlere ısı verilerek meydana gelir. Burada da görüldüğü gibi tüm geçiş alüminaları gibsitten elde edilebilmektedir.



Şekil 2.2. Alüminyum hidroksitinin termal dönüşümleri

Kaynak: (Biol & Sarıdede, 2006,4)

Alüminanın kafes yapısı ve fiziksel özellikleri hakkında görüş bildiren Rasmussen gibi bilim adamları, farklı sıcaklıklarda, 7 farklı kristal yapıya sahip olduğunu belirtmişlerdir. Ancak bu yapılardan tespit edilebilen sadece α -Al₂O₃'ninki olmuştur. Winkel yaptığı çalışmalar sonucunda α -Al₂O₃'nin hegzagonal kafes yapısına sahip olduğunu tespit etmiştir (Şekil 2.3.) (Birtane, 2009,13).



Şekil 2.3. α - Al_2O_3 Hegzagonal Sıkı Paket Kafes Yapısı

A ve B katmanları Oksijen atomları, C_1 , C_2 , C_3 katmanları Alüminyum atomlarını içermektedir.

Kaynak: (Birtane, 2009,13).

AlOH ve diğer alüminyum bileşiklerini üretebilmek için daha çok $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ formunda bulunan boksit yatakları kullanılmaktadır. Bünyesinde barındırdığı hematit, ilmenit gibi safsızlıkları barındıran boksit gibsitik ve böhmitik tipte bulunabilmektedir.

Boksitin işlenmesi için yaş alkali yöntem olarak da bilinen Bayer Prosesi, yaş asidik yöntem, karbotermik ve alkali fırınlama yöntemi, elektrolitik yöntem gibi yöntemlerinin Alümina üretimi için daha elverişli olmasına rağmen bu yöntemlerin alüminyum hidroksiti yaklaşık iki kat daha pahalıya mal ettiğinden işleme yöntemlerinin %95'lik kısmını Bayer Prosesi meydana getirmektedir. Bayer Prosesinin alüminyum hidroksit ürünü gibsitir (Şekil2.2) (Birol & Sarıdede, 2006,15-20).

Seydişehir Alümina Fabrikasının çıkardığı %56 tenörlü boksit, Bayer Prosesi ile kırma, belli bir tane boyutuna kadar öğütme, çözme, katı ve sıvının ayrılması, sıvının kristalizasyonu sonucu AlOH elde edilir. Alüminyum Hidroksitin kalsinasyon işlemi sonucu, Alümina üretilir (Özdemir, 2004,20).

Bu malzemenin sadece %10'luk kısmı aşındırıcı, refrakter ve kimyasal malzemelerin üretiminde, geriye kalan büyük bir çoğunluğu ise alüminyum metalinin hammaddesi olarak kullanılmaktadır. Burada kullanılan alüminanın saflığı fazla olmalıdır (Öztürk, 2007,82). Alümina, aşınma direncinin fazla olması, dayanımı ve sertliğinin yüksek olmasından dolayı değirmen bilyelerinde ve kesici takımlarda tercih edilmektedir. Isıtma ekipmanlarının pompalarında, otomobillerin soğuma sistemlerinde ve savunma sanayiinde zırh malzemesi olarak ta tercih edilmektedir (Öztürk, 2007,77). Savunma sanayiinde başka bir uygulama olarak ta hafif

balistik panellerin balistik dayanımını artırmak için alümina seramik plakalar kullanılır (Emrullahođlu, 2006,1415-1430).

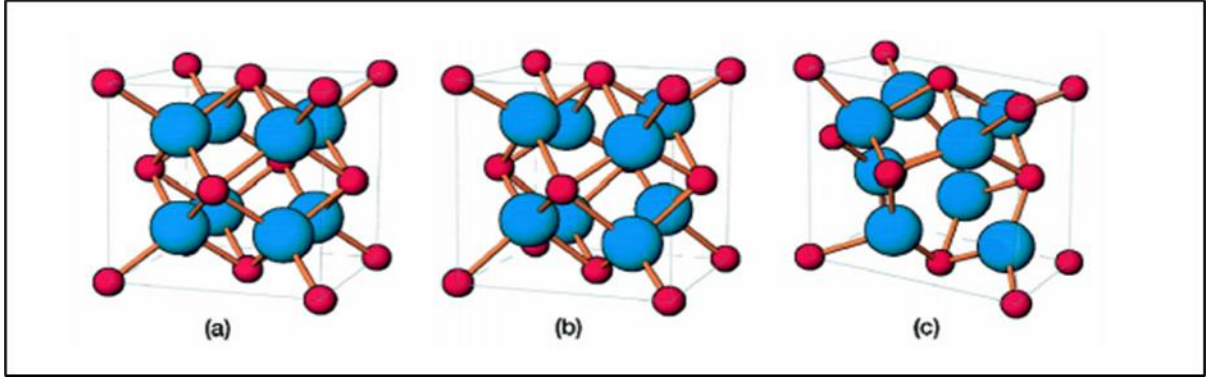
2.3. Zirkonyum Oksit (ZrO₂)

Atom ađırlığı 91,22 g/mol atom numarası 40 olan zirkonyum, periyodik cetvelde 4B grubunda bulunan gri-beyaz renkteki elementtir. Zirkonyum metali, doğada serbest olarak bulunmamaktadır. Birçok farklı bileşik halinde bulunabilmektedir. Bunlardan en bilinenleri, zirkonya olarak adlandırılan ZrO₂ ve zirkon olarak adlandırılan ZrSiO₄ mineralleridir. Sözcük olarak benzeyen ama birbirinden farklı iki bileşiktir (Çelik & Bural, 2007,106-116).

Kimyasal bileşiđi ZrSiO₄ olan Zirkon, ađırlıkça %32,77 SiO₂ ve %67,23 ZrO₂ içeren, tetrahedral kafes yapıya ve a=6,60Å, c=5,88Å parametrelerine sahip olan kimyasal bir bileşiktir. Yođunluđu ise ortalama, 4,6 g/cm³ tür (Ceylantekin, 2009,23).

Zirkonyum Silikat olarak bilinen bu mineralden üretilen zirkon tuđlalar, potaların iç kaplamalarında ve cam fırınları refrakteri olarak kullanılır. Muazzam dökülme ve korozyon dirençleri gibi özelliklerinden dolayı tandiř memelerinde (nozzle) zirkon bileşenleri kullanılmaktadır. Zirkon; yüksek termal řok dayanımı ve boyut kararlılıđı, eriyik metal penetrasyonu direnci gibi özelliklere sahiptir (Ceylantekin, 2009,23).

ZrO₂ bileşimine sahip olan zirkonya minerali ise ileri teknoloji malzemelerinin arasında yerini almıřtır. Zirkonya, yüksek sıcaklık direnci yüksek, yalıtım özelliđi fazla olan refrakter malzemedir. Özellikle sürekli döküm bazik cüruflara karşı yüksek korozyon direncine sahiptir. Sinterlenmiř zirkonya sıcaklık ve kimyasal etkilere karşı yüksek kararlılıđa sahiptir (Ceylantekin, 2009,24). Ergime derecesi 1800 °C, kaynama derecesi ise 4300 °C'tür.



Şekil 2.4. Zirkonya polimorfları

(a) kübik, (b) tetragonal ve (c) monoklinik

Kaynak: (Ceylantekin, 2009,24)

İlk, 1789 yılında Alman kimyager Klaproth tarafından zirkon taşının ısıtılmasıyla elde edilmiştir (Bultan, 2010,197-204). Şekil 2.4'de zirkonya mineralinin bilinen 3 polimorfu gösterilmiştir.

Saf Zirkonya oda sıcaklığında monokliniktir. Bu yapı 1170 °C'ye kadar görülebilir. 1170 °C- 2370 °C arası tetragonal yapı, bu sıcaklığı üstüne ısıtıldığında ise kübik forma geçmektedir (Bultan, 2010,197-204).

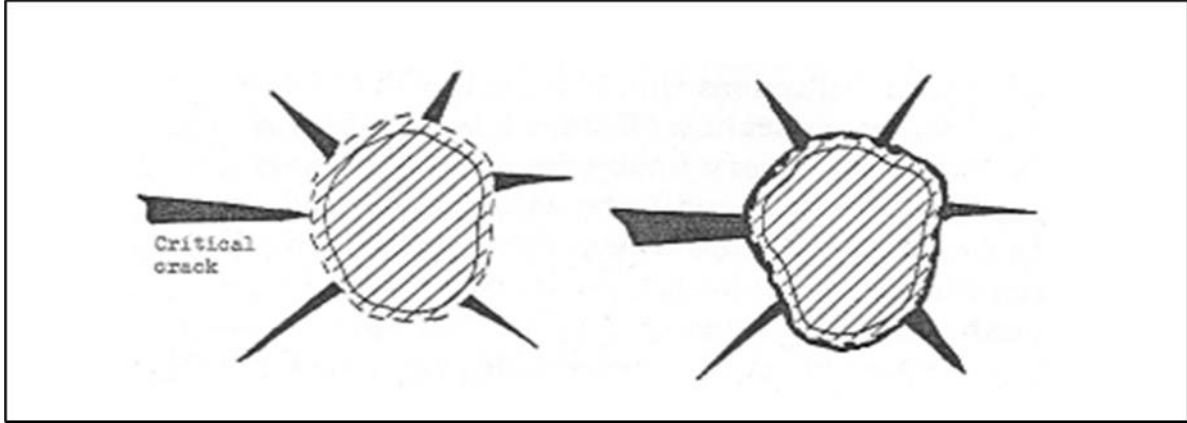
Formlar arası bu geçiş, genellikle çeliklerde görülen metallerdeki martenzitik dönüşümün bir benzeridir. Monoklinik zirkonya kristalleri, dönüşüm sıcaklığına ısıtıldığında tetragonal zirkonya kristallerine dönüşmeye başlar. Bu dönüşüm hacimsel olarak %8 oranında bir artışa neden olmaktadır. Domain sınırları birbirine yakın olduğundan yüksek miktarda gerilim enerjisi oluşturur ve malzemede iç çatlaklara yol açmaktadır (Ceylantekin,2009,26), (zirkonya-teknolojisi-ve-uretimi, 2014).

Zirkonya esaslı seramiklerde monoklinik-tetragonal faz dönüşümünden kaynaklanan bu çatlama ve kırılmaları engellemek ve yüksek kırılma dayanımı oluşturmak amacıyla, dönüşüm tokluğu mekanizması uygulanmaktadır (Turp & Türkoğlu, 2017,77-83).

Tokluk ekseriyetle, çatlak ilerlemesi esnasında, soğurulan enerjinin ölçüsüdür. Dönüşüm tokluğu, bir malzemedeki çatlakları ilerlemesini sağlayan itici gücü indirgeyen ve gerilme nedeniyle oluşan faz dönüşümü ile açıklanan süreçtir (Turp & Türkoğlu, 2017,77-83).

Zirkonyanın 1200 °C üzerinden oda sıcaklığına soğutulması ile oluşan tetragonalden monokliniğe dönüşüm ile seramik malzemelerin mukavemet ve tokluğunun artması iyi bilinen bir olaydır. Tetragonal-monoklinik dönüşümü sonucu mekanik özelliklerin iyileşmesi iki farklı mekanizma ile açıklanır (Ceylantekin, 2009,27).

Bu mekanizmalardan ilki Mikro Çatlak oluşumudur. Malzemenin içinde ilerleyen çatlağın ucundaki küçük çatlaklar, ilerleyen çatlağın enerjisini azaltarak veya dağıtarak malzemeyi tok hale getirirler. ZrO₂ partikülleri seramik matris içine dağıtılır. Dönüşüm sıcaklığındaki soğutma ile ZrO₂ partiküllerinde meydana gelen %3-5 hacim değişimi çatlak oluşturur (Şekil 2.5) (Ceylantekin, 2009,27).



Şekil 2.5. 900-1100 °C aralığında meydana gelen t-m dönüşümü %3-5 hacim genişmesi sonucu zirkonya partiküllerinin çevresinde mikroçatlaklar oluşur

Kaynak: (Ceylantekin, 2009,27)

Dönüşüme uğrayan partiküller etrafında oluşan teğetsel gerilim matris fazda mikro çatlaklar oluşturur. Mikro çatlaklar çatlağın enerjisini absorblayarak veya çatlak çevresindeki gerilim alanını dağıtarak çatlak ilerlemesini engeller ve tokluk artar (Ceylantekin, 2009,28).

Bir diğer mekanizma ise, gerilim yolu ile dönüşüm toklaştırılmasıdır. Zirkonya, sinterlemenin başladığı sıcaklıktan oda sıcaklığına soğutulurken Tablo 2.2’de belirtildiği gibi 1100 °C’de tetragonalden monoklinik faza dönüşürken, zirkonya tanelerinin boyutu 0,5 µ’den küçük olduğunda veya zirkonya tanelerinin üzerinde ana fazın baskısı yüksek olduğunda tam olarak dönüşüm olmaz ve yarı kararlı halde olan tetragonal fazda dururlar. Bu yarı kararlı halde olan tetragonal tanelerin monoklinik faza dönüşümü, gerilim yolu ile dönüşüm olarak bilinmektedir (Yılmaz, 2011,14). Bu gerilmeler, yarı kararlı tetragonal zirkonya taneleri üzerinde ana faz tarafından uygulanan sınırlayıcı etkiyi kaldırır ve yeterince büyük bir değere sahip ise zirkonya tanesi üzerinde net bir çekme gerilimi oluşturarak monoklinik yapıya dönüşümü sağlarlar (Kınıkoğlu, 1992,33). Dönüşüm ile gerçekleşen %3 oranındaki hacimsel genişleme, matris üzerinde, çatlağın çevresinde basma gerilmesi oluşturduğundan çatlağın ilerlemesi için daha fazla enerjiye ihtiyaç duyulacak ve böyle malzemenin tokluğu ve dayanımı artmış olacaktır (Kınıkoğlu, 1992,33), (Ceylantekin, 2009,30).

Tablo 2.2. Zirkonya'nın fiziksel ve mekanik özellikleri

Fiziksel ve Mekanik Özellikler				
Faz Dönüşüm Sıcaklığı (°C)	Monoklinik-Tetragonal	Tetragonal-Kübik	T_m(tetragonal)	T_m(kübik)
	950-1200	2370	2677	2500-2600
Kristal Yapı		Monoklinik	Tetragonal	Kübik
	Uzay Grubu	P2 ₁ /c	P4 ₂ /nmc	F _{m3m}
	a (Å)	5.156	5.094	5.124
	b (Å)	5.191		
	c (Å)	5.304	5.177	
	β (°)	98.900		
Teorik Yoğunluk (kg.m⁻³)	Monoklinik		Tetragonal	Kübik
	5560		6100	5830
Termal Genleşme Katsayısı (*10⁻⁶ K⁻¹)	Monoklinik		Kübik	
	A	1.03	(0-1000 °C) 7.5-13	
	B	0.135		
	C	1.47		

Kaynak: (Ceylantekin, 2009,25)

Zirkonya direnç açısından kendisine en yakın özelliklere sahip alüminaya göre yüksek bükülme dayanımı, yüksek kırılma direnci, düşük elastiklik modülü ve faz değişim mekanizması sayesinde üstünlük sağlamıştır (Gültekin, 2017,84-93).

2.4. Silisyum Karbür (SiC)

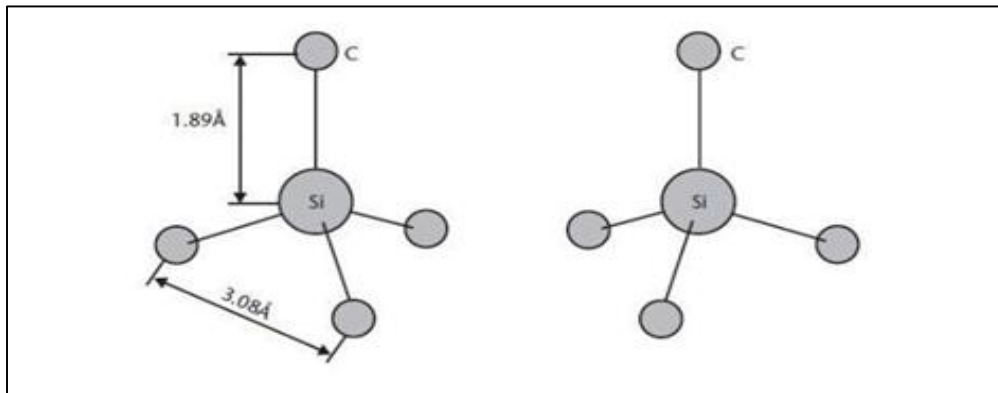
Silisyum Karbür, düşük termal genişleme katsayısı, yüksek modül, yüksek ergime noktası seramik hatalara karşı duyarlı kovalent kristaldir.

SiC, 1891 yılında karbon ve kil tozlarının bileşimini elektrik akımı ile sentezlenmesi sonucu elde edilmiştir. Acheson sentezlediği bu malzemenin karbon ve Alüminyum oksitten oluştuğunu düşündüğünden “carborundum” adıyla markalaşmış ve böyle yayılmıştır (Tandoğan, 2009,13).

Metalik karbürlerden olan silisyum karbür, molekül ağırlığı 40,1 gr/mol, yoğunluğu 3,21 g/cm³ olan doğada bileşik halde bulunmayan bir malzemedir (Öğünç, 2006,5).

Hegzagonal yapıda olan renksiz, kübik yapıdaki sarı, kahverengi, mavi ve siyah olmak üzere geniş renk skalasında hazırlanabilmektedir (Öğünç, 2006,7).

Silisyum karbürün ana kristal yapısı silisyum atomunun merkezde olacak şekilde dört karbon atomunun oluşturduğu tetrahedron yapısıdır. Diğer tip kristal yapısı ise atomların ilkinde göre 180° döndürülmüş halidir. Karbon ve silisyum atomları arasında 1,89 Å mesafe varken, karbon atomları arasındaki mesafe 3,08 Å'tur (Şekil 2.6) (Bengisu, 2006,24).



Şekil 2.6. Silisyum karbürün kristalografik yapısı

Kaynak: (Bengisu, 2006,24).

SiC'ün temelde, kübik β SiC ve Rombohedral ve hegzagonal politiplere sahip α SiC olmak üzere iki değişik yapısı vardır (Öğünç, 2006,7).

Sentezleme yöntemiyle üretilen Silisyum karbürün iki farklı kristal yapısı vardır. Bunlardan birisi; 1400 ile 1800 °C arasında meydana gelen kübik yapıdaki β SiC, diğeryise; 2000 °C sıcaklıklarda meydana gelen Rombohedral ve hegzagonal yapıları olan α SiC'dür (Reed, 1998). Silisyum karbürün α formu, hegzagonal vurtzit, β formu ise, kübik sfalerit yapıdadır (Öğünç, 2006,8).

Silisyum ve karbonun valans elektronları yarı dolu olduğundan hibrit durumuna ve sp^3 hibritlerine kolay geçmekte ve bundan dolayı güçlü kovalent bağ yapmaktadırlar. SiC'ün karakteristik yapısı, düzgün dörtyüzlü olup, her elementin atomu, diğer elementin 4 atomuyla çevrilmiştir. Dörtyüzlü haldeki her Si ve C atomu, (111) ve (0001) yüzeylerine paralel duran açılı şekilde altıgenler meydana getirecek şekilde düzenlenmiştir.

Silisyum ve karbon atomları, baştanbaşa birbirlerini takip ederler ve oluşan katmanlar kübik veya hegzagonal oluşlarına göre, AB veya ABC ritimlerinde tekrarlanır. Böylece kristal yapısına göre kübik elmas veya hegzagonal yapılar oluşturur. α -SiC'ün en büyük politipleri Tablo 2.3'te listelenmiştir.

Tablo 2.3. α -SiC'ün politipleri

Politipler	Kristal Yapı	Katman Birim Hücre	Sıra
C (β -SiC)	Kübik	1	ABCABCABC
2 H (α -SiC)	Hegzagonal	2	ABABAB
4 H	Hegzagonal	4	ABACABAC
6 H	Hegzagonal	6	ABCACBABCACBA
15 R	Rombohedral	15	ABDACBCABACABCBA

Kaynak: (Kocaman, 2016,28)

Tablo 2.3'te gösterilen politiplerin en yaygın olanı, 6 birim hücreden oluşan, hegzagonal yapıdaki 6 H-SiC'dür. Buna karşılık SiC malzemesinin en yaygın ve en tercih edileni, kübik yapıları β -SiC'dür. 4H, 6H ve 15R gibi tipleri ise, α -SiC yapıdadır (Kocaman, 2016,28).

2.4.1 Silisyum Karbürün Şekillendirilmesi ve Sinterlenmesi

Silisyum karbür, kovalent bağlı yapıya sahip olduğu ve erimeden kimyasal bozunmaya uğradığı için monolitik olarak basınç olmadan veya katkı malzemesi olmadan konvansiyonel metotlarla sinterlenmesi zor seramik malzemedir. Bu nedenle bu malzemeyi üretirken sinterlenme özelliğini hızlandırıcı Bor ve Karbon katkı maddeleri eklenir (Öğünç, 2006,1).

SiC, yüksek termal iletkenlik ve düşük termal genleşmeleri sebebiyle refrakter uygulamalarında tercih edilmektedir. SiC'ün tipik özellikleri Tablo 2.4'te belirtilmiştir.

Tablo 2.4. Silisyum karbürün tipik özellikleri

Özellikler	Değerler
Yoğunluk, gr/cm ³	3,1 - 3,22
SiC içerik, %	97,80
C içerik, %	0,20 - 0,80
Renk	Siyah
Eğme dayanımı MPa: Oda sıcaklığı (25 °C'de) 800 °C'de	400 - 410 400 - 410
Sertlik, kg/mm ² , Vickers	3100

Kaynak: (Bakar, 2009,12)

Bu özellikleri sayesinde, çok iyi termal şok mukavemeti göstermektedir. Sinterleme için kullanılan ve reaksiyon bağlamada eklenen silisyumdaki safsızlıklar, yüksek saflığa sahip SiC üretilmeyi zorlaştırmaktadır (Bakar, 2009,12).

SiC seramikleri genellikle 4 grupta sınıflandırılmaktadırlar. Bunlar; Reaksiyon ile sinterlenen Silisyum Karbür, HİP ile üretilen Silisyum Karbür, Sıcak Presleme yoluyla üretilen Silisyum Karbür, Basınç olmadan sinterlenen Silisyum Karbür' dür.

Reaksiyon ile sinterlenmiş Silisyum karbür olarak bilinen Silikonize SiC (SiSiC) ve Basınçsız Sinterlenmiş SiC, en yaygın kullanılan SiC seramik türlerindedir.

Silisyum karbür ürünler, kullanım şartlarına göre 3 ayrı yöntem ile şekillendirilmektedirler. Bunlardan ilki, SiC tozunu reçine, SiN, cam ya da metal ile karıştırılması ve ikinci fazın bağ yapması için işleme tabi tutulmasıdır.

SiC tozunu, Si ve C tozları ile fiziksel olarak karıştırılmasıyla reaksiyon bağ meydana getirme tekniğidir. Burada ise, karbon, silisyum buharı ile tepkimeye girmesiyle SiC bağı meydana getirir ya da Silisyum tozuyla azotun tepkimesiyle SiN bağı oluşturur.

Kendinden bağı silisyum karbür, atom boşluklarında belli miktarda serbest halde tepkimeye girmemiş silisyum metali içerir. Bu metal silisyumun ergime noktasının (1400 °C) üzerindeki sıcaklıklarda erir. Reaksiyon bağı oluştuktan sonra vakum ortamında tekrar pişirilerek veya karbon fazlası ortamda giderilebilir (Öğünç, 2006,10).

2.4.2 Silisyum Karbürün Kullanım Alanları

Yüksek saflıktaki yeşil renge sahip silisyum karbürler, mühendislik seramiklerinde sinter noktasını artırma amacı ile düşük saflıkta bulunan yeşil renkteki silisyum karbürler refrakter amaçlı olarak kullanılırlar. Bahsi geçen yüksek saflık > %97,5; düşük saflık ise ≤ %97,5'tür. Saflığı, %90'ın altında olan silisyum karbürler ise, metalürjik uygulamalarda kullanılmaktadırlar (Silisyum Karbür Kullanım Alanları, 2013).

Yüksek performans istenen kimyasal işlem endüstrisi için kaplamalar ve valfler, kum boruları için memeler, hidrosiklonlar, lens kalıpları, roket memeleri, sprey kurutma için aşınma plakaları gibi seramiklerde, sertlik, kimyasal saflık ve aşınma dirençli karakteristiklerinden dolayı en çok kullanılan çeşidi, reaksiyonla sinterlenmiş silisyum karbür ve sinterlenmiş silisyum karbürdür (Bakar, 2009,21).

Yüksek termal özelliklerinden dolayı, uzay teknolojisinde lazer aynalar olarak kullanılan silisyum karbür malzeme, ısı dayanımlarından dolayı, yüksek sıcaklık roket memelerinde ve ısı değişim tüplerinde de kullanılmaktadır. Aşınma direncinin yüksek olmasından dolayı ise, havacılık sanayiinde yağ ve yakıt deposu, pompa ve kalıplarda kullanılmaktadırlar (Silisyum Karbür Kullanım Alanları, 2013).

Silisyum karbür, birçok kompozit yapıda takviye elemanı olarak kullanılmaktadır. İleri teknoloji malzemelerinin kullanımının yaygın olduğu bu yüzyılda, kompozit malzemeler olarak metal matrisli malzemelerin üretiminde alüminyum alaşımları en yaygın kullanıma sahip matris elemanıdır. Birçok çalışmada, alüminyum matrisli kompozitlerde SiC, B₄C, TiB₂ seramik takviyelerinin etkisi incelenmiştir. SiC takviyeli alüminyum matrisli kompozitler mekanik dayanımlarının ve aşınma dirençlerinin yüksek olması gibi avantajları sebebiyle, uçak, uzay, otomotiv sanayi, yapı üretim sanayilerinde tercih edilmektedir (Kurşun, 2011,86-98).

Seramiklerin üretim proseslerinde nihai ürünlerden beklenen özelliklere göre 1200 °C-1600°C sıcaklıklarda pişirme uygulanmaktadır. Fırınlarda, ürünler bir arada veya üst üste yerleştiriliş şekilde sinterlendiklerinden, fırınlarda takviye işlevi gören fırın refrakterlerine ihtiyaç duyulmaktadır. Ürünlerin konulduğu raflar, fırınların içindeki sütunlar, plakalar bu malzemelerden üretilmektedir.

Seramiklerin sinterlenme fırınlarında, bahsedilen destekleyici ve taşıyıcı refrakter malzemelerin üretiminde, yüksek mukavemet, yüksek oksitlenme direnci ve termal şok direncinin yüksek olmasından dolayı, silisyum karbür malzemeler önemli bir yere sahiptir. (Özgen, 1999,0-23).

3. TOZ METALURJİSİ YÖNTEMİ

Toz metalurjisi, tozların bir kalıp içerisinde, belirli bir basınç altında şekillendirilip, sinterleme sıcaklığında istenilen parça haline dönüştürülmesi işlemidir (Turgut, 2016,15).

Toz metalürjisinin tarihi milattan önceye dayanmaktadır. Mısırlılar, demir tozlarını kullanmaları M.Ö. 3000 yıllarına dayanması, İnkaların, altın tozlarını pişirerek mücevher yapmaları, yapımı, M.S. 300 yıllarına dayanan Hindistan'da bulunan Delhi sütunu, bu yöntem işaret etmektedir. Modern çağda ise ampullerde filaman olarak kullanılan erime noktası yüksek olan tungsten, grafit elektrik iletkenlerinin üretimi, refrakter malzemeler, toz metalürjisiyle üretilmektedir (Turgut, 2016,15).

Kompozit malzeme üretmek için birbirleri içinde çözünemeyen tozlar belirli oranda karıştırılması bu yöntem içinde değerlendirilir. Toz metalurjisi, oldukça hızlı bir şekilde geleneksel üretim proseslerinin yerini almaktadır (Turgut, 2016,15).

Metal ve seramik malzemelerin üretimi için gerekli olan uygun hammadde tozların üretimi, karışım yapılması, presle veya sıkıştırarak şekillendirme ve sinterleme prosesleri toz metalurjisi üretim yönteminin basamaklarındandır (Turgut, 2016,16).

3.1. Tozların Üretimi ve Hazırlanması

Toz metalürjisi yönteminde kullanılacak toz malzemelerin kimyasal bileşimi ve saflığı, tane boyut dağılımı ve yapısı önemlidir. Bu yöntem ile malzeme üretimine, tozların hazırlanması ile başlanmalıdır. Kullanılacak olan tozlar, 1 mm'den ince boyutta olmalıdır (Toz Metalurjisi, 2013). Toz üretimi için kullanılan yöntemlerden en bilinenleri; kırma ve öğütme, atomizasyon, elektrik ayırıştırma yöntemi, kimyasal yöntemler, mekanik yöntemler, mekanik alaşımlamadır.

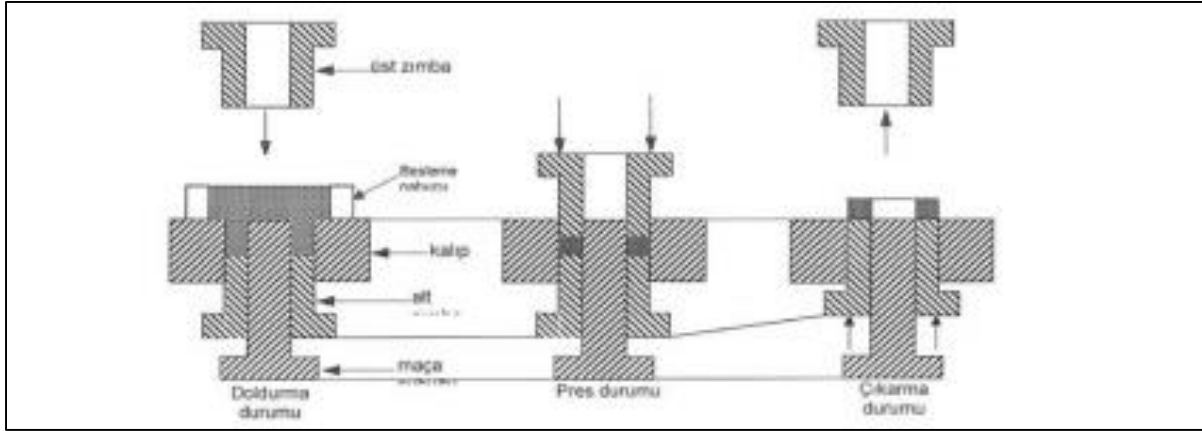
Seramik tozlarının üretimi için uygulanan yöntem, değirmende öğütürerek uygun boyuta getirme işlemidir. Mekanokimyasal sentezleme olarak ta bilinen bu yöntem, değirmen kullanılarak hammaddenin inert veya hava ortamında bilyenin mekanik etkisi ile istenilen boyuta, mikro yapıya ve içeriğe dönüştürülmesi işlemi olarak tanımlanmaktadır. Bu işlem, dengede olan ve olmayan alaşım fazlarının sentezini sağladığı, başlangıç bileşenlerine oranla tane boyutunu azaltmada kullanılan katı faz toz işlemesi olarak ta tanımlanabilmektedir (Gökdağ , Gürü, & Toğrul , 2016, 425-433). Mekanokimyasal sentezi prosesinin önemli basamaklarından sayılan değirmenler, bu işlemin olmazsa olmazıdır. Kapasite, alaşımlamaya da reaksiyon verimleri ve soğuma-ısınma oranlarına göre sınıflandırılmaktadırlar. Gezegen tipi değirmen, atritör değirmenler bunlardan bazılarıdır. Gezegen tipindeki bilyeli değirmenlerde, fazla sayıda tozu, aynı anda karıştırma ve öğütme yapılabilmektedir. Bu tip değirmende malzemenin konulduğu kavanoz, hem kendi eksenini

hem de daha büyük çapta dönme hareketi yaparak homojen bir karışım sağlar (Gökdaı , Gürü, & Tođrul,2016,425-433). Mekanokimyasal sentezlemeden parametrelerin en önemlisi öğütme süresidir. Bu süre, değirmenin tipine, devrine, tozun bilyeye oranına ve değirmen sıcaklığına bađlı olarak deđişmektedir. Toz fazla öğünürse kirlenmesi ve istenmeyen fazların oranından artış gözlenir. Bu nedenle süre için optimizasyon çalıřmaları yapılması gerekmektedir (Gökdaı , Gürü, & Tođrul,2016,425-433). Öğütmek için gereken bilyeler, öğütülmesi istenilen malzemeden beklenen fiziksel özellik ve fiziksel özelliklerine etki eden tane boyut dađılımlarına göre farklı tip ve boyutta kullanılabilir. 0,2 ile 8 mm arasında çelik, ileri teknoloji seramikleri gibi mekanik özellikleri iyi malzemeler öğütücü olarak kullanılabilir. Bilyeler, değirmen hacminin %50–85'ini dolduracak kadar řarj edilmektedir (Kara, Çuhadarođlu, & Torođlu,2019,17-25). Daha küçük boyutlarda malzeme öğütmek istenirse, değirmen veya öğütücüde kullanılan bilye miktarı ve bilyelerin mekanik özellikleri artırılmalıdır. (Gökdaı , Gürü, & Tođrul , 2016, 425-433). Bu öğütme işleminde ayrıca harmanlama diye de tabi edilen tozların karışması işleminde gerçekleşmiş olmaktadır. Karıştırma işleminin bir diđer amacı da presleme sırasında tozlara ham mukavemet kazandıran ve presleme sonrası basıncın homojen dađılmasına yardımcı olan bađlayıcı ve kayganlařtırıcıların, karışıma daha rahat bir řekilde dađılımını sağlar (Turgut, 2016,19.). Karıştırma hızı, enerji tüketimini ve öğütme ürününün boyutunu etkileyen önemli bir parametredir. Genel olarak karıştırma hızı arttıkça, kırılma hızındaki artışa bađlı olarak ürün inceliđi artmaktadır. Öğütme prosesinin amacı; bilyeye kazandırılan enerjinin, taneler arası çekici güç olan Van Der Walls kuvvetlerini yenmesi ya da egale etmesi olduđundan en verimli karıştırma hızı, bilyenin enerjisinin bu kuvvetleri yenmeye bařladıđı hızdır. Öğütmede, karıştırma hızı arttıkça harcanan enerji miktarı artmakta, alınan ürünün d_{50} boyutu küçülmektedir. Karıştırma hızının artırılması, tanelerin ve öğütücü ortam olarak kullanılan bilyelerin çarpışma hızlarının artmasına neden olmakta bunun sonucunda da dođal olarak ürünün inceliđini artırmaktadır (Kara, Çuhadarođlu, & Torođlu, 2019,17-25).

3.2. Tozların Şekillendirilmesi

Toz metalurjisinde, serbest halde bulunan tozlar, bir yükten yararlanarak istenilen ham yoğunluk ve dayanıma sahip farklı řekil ve boyutlarda üretilebilmektedir. Bu yöntem için, basınçlı ve basınçsız tekniklerden yararlanılmaktadır. Slip döküm, gevşek sinterleme ve yerçekimi ile řekil verme basınçsız teknikler arasında, belli bir hacimdeki kalıpta belli bir yük altında sıkıştırma, izostatik řekillendirme, yüksek enerjili řekil verme, ekstrüzyon titreşimli řekillendirme, toz enjeksiyon yöntemi de basınçlı teknikler altında sınıflara ayrılmaktadırlar.

Basınçsız tekniklerin alt sınıfı, kalıpta sıkıştırma metotlarından olan ve Şekil 3.1’de gösterilen tek eksenli presleme yönteminde üst zımba hareketli alt kısımda bulunan zımba ise sabittir (Kumdalı, 2008, 22).



Şekil 3.1. Tek Eksenli Pres

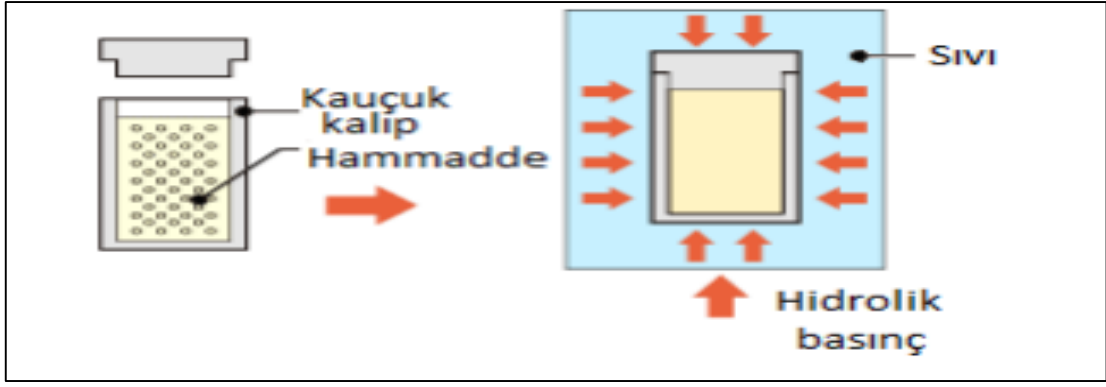
Kaynak: (Kumdalı, 2008, 21).

Basınçlı tekniklerin sınıflarından olan izostatik şekillendirme toz metalurjisi prosesinde en yaygın kullanılan şekillendirme yöntemlerindedir. İzostatik presle şekillendirme, sıcak izostatik presleme ve soğuk izostatik presleme olmak üzere 2 alt gruba ayrılmaktadır.

3.2.1 Soğuk İzostatik Presleme

Tek eksenli kalıpla sıkıştırma yöntemiyle önceden şekillendirilen Metal, seramik, polimer veya kompozit tozlarda, gözenekliliğin homojen olmaması sorununu minimize etmek amacıyla su ve yağ basıncı yardımıyla izostatik ortamda malzemeyi sıkıştırma işlemidir. Bu yöntemde kalıp yüzey arası bir sürtünme oluşmadığından, kalıpta sıkıştırma metoduna kıyasla daha fazla yoğun malzeme üretilir (Turgut, 2016,20-21).

Şekil 3.2’de de görüldüğü üzere, basınç, malzemenin her yönüne eş eksenli basınç uyguladığından homojen yük dağılımı sağlar ve porozite bütün noktalarda eşittir (Özgen S. , Soğuk izostatik presleme, 2018) (Gökçe, Fındık , & Kurt, 2017,21-47).



Şekil 3.2. Soğuk izostatik presleme işlemi

Kaynak: (Gökçe, Fındık , & Kurt, 2017,21-47)

Sistem, oda sıcaklığında, sıvılara ait “pascal prensibi” yasasına göre çalışır (Özgen S. , Soğuk izostatik presleme, 2018). Tozlar, elastik bir kalıp içinde şekillendirilir. Elastik kalıp içine konarak sızdırmazlık kazandırılır. Numune bir yağ veya su içine daldırılır ve yağ haznesi eş eksenli olarak basınçla sıkıştırılarak yoğunluk kazandırılır. CIP ile 1400 MPa üzerinde basınçlara çıkılabilmektedir (Özgen S. , Soğuk izostatik presleme, 2018). Anderson ve arkadaşları, saf alüminyum tozlarını 200 MPa basınçla soğuk izostatik presledikleri çalışmada % 93 teorik yoğunluğa (F. Tang, 2002, 201-214). Al-Cu-Fe tozlarında ise 280 MPa basınçla izostatik presleyerek % 90 teorik yoğunluğa ulaşmışlardır (Tang, Anderson, Gnaupel-Herold, & Prask, 2004, 362-373).

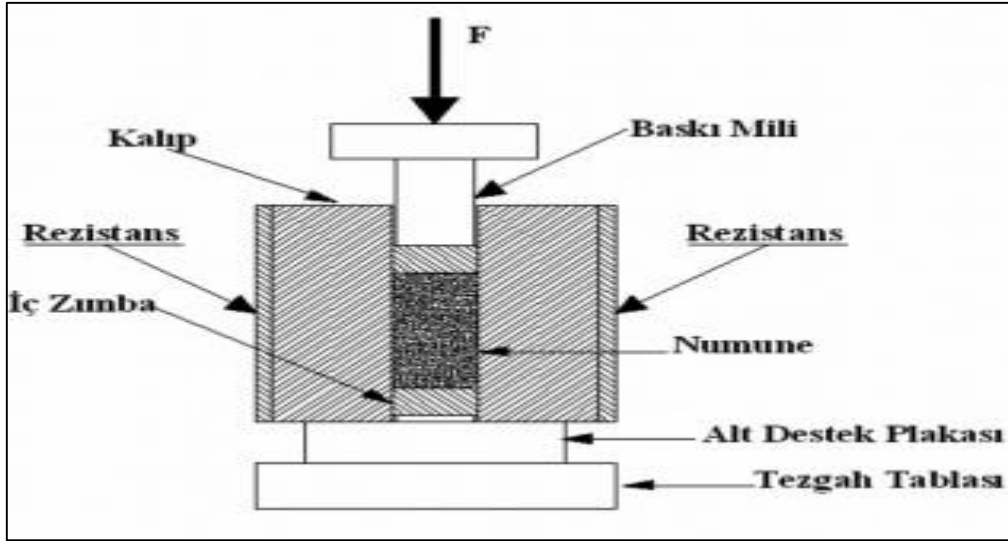
3.2.2 Sıcak İzostatik Presleme

Sıcak İzostatik Presleme yöntemi, sinterleme davranışı zayıf olan malzemeler, sıvı faz yöntemiyle üretilemeyen malzemeler ve yüksek performans beklenen malzemeler için uygun olan bir yöntemdir (Nas, Gökkaya , & Sur, 2013, 56-65). Oksit ve karbür seramikler, grafiten veya yüksek sıcaklığa dayanabilen çeliklerden yapılmış kalıplarda HIP tekniği ile üretilebilmektedirler (Nas, Gökkaya , & Sur, 2013, 56-65).

Sıcak izostatik presleme cihazı ile soğuk izostatik presleme cihazının çalışma mantığı aynı olup farkı, HIP teknolojisinde sıvı değil gaz kullanılmaktadır (Gökçe, Fındık , & Kurt, 2017, 21-47). Sıcak izostatik basınç ile şekillendirilecek malzeme, yüksek basınç tanklarına konular, yüksek basınç altında ısıtılmış gaz ile işlem gerçekleştirilir. Basıncın artırılması dolayısıyla, aynı soğuk izostatik presleme yöntemine benzer bir şekilde bileşim, bütün yönlerinden eşit olarak basınca maruz kalır (Aybarç, Kara, Çubuklusu , & Çe, 2017,1327-1335).

Bu yöntem, 1,5 m çapta ve 2,5 m yükseklikteki basınç odacıklarında 2200 °C sıcaklık ve 200 MPa basınca kadar uygulanabilmektedir (Davies, 2012, 2981-3000). Sıcak İzostatik Presleme

yönteminde, tıpkı kalıpta sıkıştırma tekniğindeki gibi tek veya çift eksenli sıkıştırma ile yapılmaktadır. Şekil 3.3'te tek eksenli hareket zımba görüntüsü verilmiştir (Gökkaya , Sur, & Nas, 2013,56-65).



Şekil 3.3. Tek eksenli sıkıştırma

Kaynak: Gökkaya , Sur, & Nas, 2013, 56-65

HIP Prosesinin avantajlarından biri, bu prosesten sonra başka bir sinterleme işlemine gerek kalmamasıdır. Ayrıca, bu teknikte oksitleyici bir ortam bulunmadığından oksitlenmeyen seramiklerin üretilmesi için gerekli bir tekniktir. Bunların yanında düşük maliyetli, yoğunluğu yüksek olan malzemeler üretilebilmektedir. Dezavantajlarının arasında ise, sürecin yavaş olması, sıcaklık kontrolünün zor olması yer almaktadır (Gökkaya , Sur, & Nas, 2013,56-65).

Soğuk izostatik presleme ve sıcak izostatik presleme proseslerinde numuneleri üretebilme hızı, tek eksenli şekillendirme işlemine göre düşüktür (Gökçe, Fındık , & Kurt, 2017,21-47).

3.3. Tozların Sinterleme Prosesi

Sinterleme işlemi, seramik tozların birbirine kenetlenmesini sağlayan, böylece malzemenin mukavemetinin artmasını sağlayan atom difüzyonu mekanizmasıyla gerçekleşen önemli bir prosestir (Gökçe, Fındık , & Kurt, 2017,21-47). Birim hacme düşen parçacık sayısı, o hacmin yüzey enerjisi ile doğru orantılı olduğundan yüzey alanı büyük olan parçalar daha kolay sinterlenmektedirler (Gökçe, Fındık , & Kurt, 2017,21-47).

Sinterleme prosesi, tanelerin birleşmesi ve buna bağlı olarak gözeneklerin azalıp kaybolması gibi fiziksel değişimler ile açıklanmaktadır. 1. Aşamada (Başlangıç) partiküllerin hareketiyle, birbirine yaklaşan tanelerin arasındaki temas noktası artar. Bu boyun oluşumuna neden olur (Şekil.3.4). Temas noktalarında, malzeme taşınımı, yüzey enerjisinin fazla olmasından

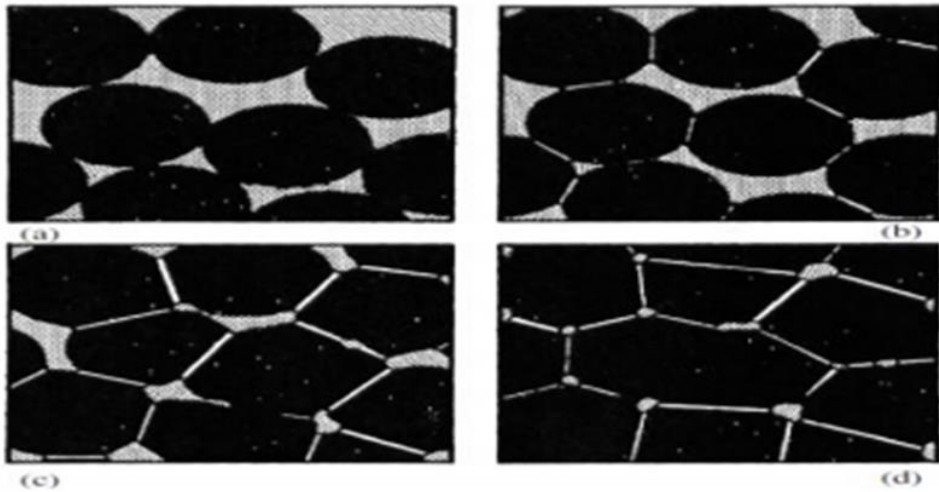
dolayı, daha kolaydır. Sinterleme prosesinin aşamaları ve bu aşamalardaki fiziksel değişimler Tablo 3.1’de listelenmiştir (Metin, 2013, 21).

Sinterlemenin genel olarak, malzemelerin birbirine bağlanmasını sağlayarak rijit bir yapı oluşturmak olarak tanımlanabilir. Malzemelerin düşük sıcaklıklarda sinterlenmesi de mümkün olabilmektedir. Örneğin; buz kalıplarının belli bir dondurucuda belli bir süre içinde birbirine bağlanarak rijit bir yapı oluşturması da sinterleme prosesine örnek olarak verilebilir. Ancak, sinterleme, aktive hale gelen atom sayısının ve boş alanların fazlalığı nedeniyle yüksek sıcaklıklarda gerçekleşme hızı daha fazladır. Bundan dolayıdır ki sinterleme prosesinin en önemli parametresi sıcaklık olduğu bilinmektedir.

Tablo 3.1. Sinterleme aşamaları

Sinterleme Aşamaları	Fiziksel Değişimler
1. Aşama (Başlangıç)	Partiküllerin yeniden düzenlenmesi
	Partiküller arası boyun oluşumu
2. Aşama (Ana Aşama)	Boyun büyümesi
	Tane büyümesi
	Yüksek çekme
	Devamlı porlar
3. Aşama (Son)	Tane büyümesi
	Devamsız porlar
	Tane sınırları porlarının eliminasyonu

Kaynak: (Metin, 2013, 21)



Şekil 3.4. Sinterleme basamaklarında partiküller arasındaki değişiklikler ve bağlanmalar.

a) sinterleme öncesi b) başlangıç c) ana aşama d) son aşama

Şekil. 3.4'te son aşama olan 3. aşamada gözenekler neredeyse tamamen yuvarlak şekle girer, küçülür. Bu aşamada tane büyümesi de hızlıdır. Malzeme yoğun bir hal alır. Malzeme yoğunluğunun artış hızı, gelişme aşaması olan ana aşamadır.

Sinterleme prosesi, malzeme ve çevresi arasında oksitlenme gibi tepkimeleri azaltıcı, malzeme içindeki istenmeyen içeriklerden, artıklardan arındırmak için ve malzemenin yoğunluğunu ve fiziki özelliklerini belirli bir seviyede elde edebilmek için oksijen, azot, argon gibi çeşitli ortamlarda yapılabilmektedir.

3.3.1 Tozların Sinterleme Prosesinin Termodinamik Olarak İncelenmesi

Termodinamik, enerjinin değişimini fiziksel ve kimyasal dönüşümlerde inceleyen bilim dalıdır. (Atmaca, 2010,3).

Termodinamik bilim dalını, kimya ve fiziğin girdiği birçok alanda görmek mümkündür. Kimyasal olayların kontrolünde, önceden tahmin edilmesinde ve fiziki gaz kanunlarında termodinamik bilim dalından faydalanılmaktadır. Kimyasal termodinamik, kimyasal tepkimelerdeki enerji değişimlerini, denge halini ve kimyasal denge çerçevesinde tepkimelerin gerçekleşme şeklini incelemektedir. Sonuç olarak termodinamik, sistemde bulunan ısı, gerçekleşmesi beklenen iş ve bunların arasında olan ilişkiyi ortaya koyan malzeme özellikleri ile ilgilenen bilim dalı olarak tanımlanır (Atmaca, 2010,3).

Bir katının yüzeyinin enerjisinin fazla olması, burada bulunan katı atomlarının serbest entalpiyi azaltabilmek için normal çevresine sahip olamadıklarından dolayıdır. (birim alan başına düşen enerji: γ_{SV} , S 'katı' ve V 'buhar' için kullanılmıştır) (Akarsu, 2015,20). Polikristalde taneler, sınırları yapısal olarak düzensiz olduklarından, fazla enerjiye sahip (γ_{SS} ya da γ_{GB} , SS 'katı-katı' için GB, 'tane sınırı' için kullanılmıştır) tane sınırları ile ayrılmışlardır. Genellikle, $\gamma_{SS} < \gamma_{SV}$ ise polikristalin meydana gelmesi için sinterleme ile enerjisini düşürülür: Sinterleme prosesinin itici gücü, sistemin ara yüzey enerjisini düşürür (Akarsu, 2015,20).

Mekanik enerji, sistemin serbest enerjisinin düşürülmesi olarak bilinir. (Denklem 3.1).

$$\Delta G_T = \Delta G_{VOL} + \Delta G_{GB} + \Delta G_S \quad (3.1)$$

Denklemtede, ΔG_T , G'deki toplam değişim ΔG_{VOL} , ΔG_{GB} ve ΔG_S sırasıyla hacim, tane sınırı ve yüzey ile alakalı terimlerde değişimi temsil eder.

Sistemin serbest enerjisi 3 yol ile düşürülebilir:

1- γ (spesifik ara yüzey enerjisi) değerini düşürülmesi

2- A (ara yüzey enerjisi) değerinin düşürülmesi

3- Bu iki etkiyi birleştirilmesi düşürülmesi mümkündür.

Tane hacimlerinin artırarak daha iri küreler elde edilmesi ve tane büyümesi gerçekleştirilmesiyle A (ara yüzey enerjisi) değerinin düşürülebilmektedir.

Şekil 3.4'te gösterildiği gibi sinterleme prosesinin ara aşamasında boyunlar tane sınırlarına dönüşmekte ve malzeme akışı için ana yolu teşkil etmektedirler. Tane büyümesi ile, sinterlenen polikristal yapı malzemenin tane sınırlarının minimum seviyeye getirilmesi, tane hacimlerini büyütürken termodinamik etkiyi azaltmakta ve malzemenin kararlılığını artırmaktadır. Küme haline getirilmiş malzeme tam olarak yoğunluğa ulaştığında kapalı gözeneklerin toplam boşluk hacmine oranında artış olur ve sonunda kapalı gözenekler gitgide küreselleşirler ve gözeneklerin yüzeyleri, termodinamik dengeye ulaştığı anda sinterleme prosesi sonlanmış olmaktadır (Akarsu, 2015).

Partiküllerin birbirleriyle bağlantı kurma yolu boyun oluşumudur. Boyun oluşumu aşamasında termodinamik olarak Denklem 3.2'de belirtilen formüle göre sıcaklık zaman ilişkisi kurulabilmektedir.

$$\frac{x^n}{R^m} = K^t \quad (3.2)$$

Bu denklemde,

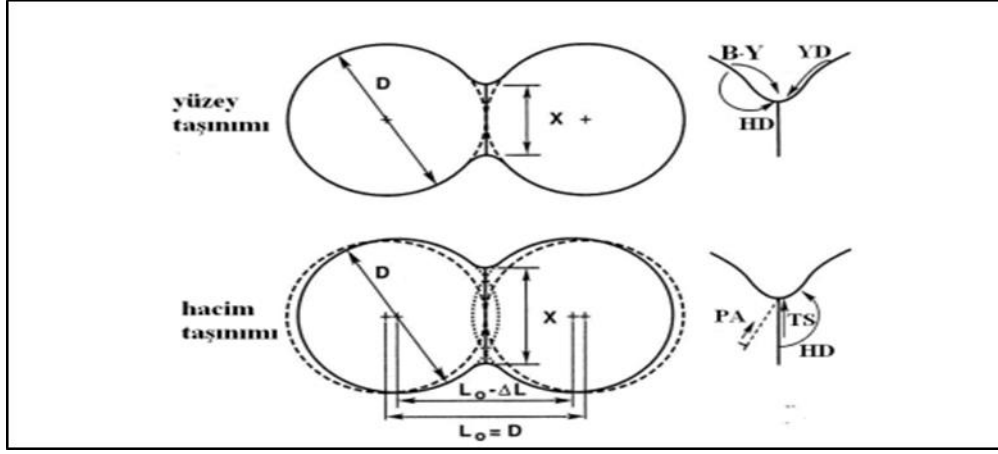
x: boyun yarıçapı,

R: partikül yarıçapı,

t: zaman,

K, n ve m de, kütle transfer mekanizmasına bağlı sabitlerdir (Akarsu, 2015,22).

Taşınım mekanizması ile sinterleme için gereken itici güce bağlı olarak kütlenin yer değiştirmesi açıklanmaktadır (Akarsu, 2015,24).



Şekil 3.5. Sinterleme Prosesinde Taşınım Mekanizmaları

Kaynak: (Akarsu, 2015,28)

Şekil 3.5'te de görüldüğü üzere, yüze taşıma mekanizmaları boyun büyümesi için yüze kaynaklarından kütle taşır. Hacim taşıma mekanizması boyun büyümesi için iç kütle kaynakları olan plastik akış, tane sınırı difüzyonu, hacim difüzyonu kaynaklarını kullanır.

Yüze taşıma mekanizmasında da hacim taşıma mekanizmasında da ortak olan kütle taşımadır. Atom boşluklarının taşınarak birikimi gözenekleri oluşturur. Atom boşluğu taşıma olarak bilinen olay, gözenek kapanmasıdır ki atom boşluğu taşıma, birikimi, ortadan kaybolma sinterleme davranışı için anahtar olaylardır. Atom boşlukları ve atomların Sinterleme esnasında hareketi 4 olay sonucu meydana gelir. Bunlar; yüze difüzyonu (parçacık yüzeyleri boyunca), buharlaşma-yoğunlaşma (gözenek boşlukları içinden), tane sınırı difüzyonu (tane sınırları boyunca), viskoz akış veya hacim difüzyonu (kafes içi boyunca) dur.

Atom boşlukları, gözenekler arasında da taşınır; bu da daha küçük gözeneklerin büzülmesi daha büyük gözeneklerin ise diğer gözeneklerle birleşerek büyümesiyle sonuçlanır (Kuşoğlu, 2011,30).

3.3.2 Tozların Sinterleme Prosesinin Kinetik Olarak İncelenmesi

Isıtma sırasında dış basıncın ortadan kalkması, tane arasında boyun bölgesinin oluşması ile yüzeylerin küçülmesi ve buna bağlı olarak serbest enerjideki değişim, sinterlemenin itici gücüdür. Daha düşük enerjiye sahip yeni katı-katı ara yüzeylerinin oluşması yüze enerjisindeki bu azalmayı açıklamaktadır (Aybers, 1999,153-164).

Tane büyüme kinetiği, farklı sinterleme sıcaklıklarında ve sürelerindeki numunelerin SEM görüntüleri yardımıyla lineer kesişme yöntemi kullanılarak tane boyutu değerleri

hesaplanmaktadır. Lineer kesişme yöntemi, çizilen bir çizgi üzerinde taneler arasındaki ortalama uzunluğu ifade etmektedir. Uzunluk değeri ortalama L ile gösterilmektedir.

Tane büyüme kinetiği hesaplanırken, Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenerek üretilen numunelerin tane boyut değerleri Denklem 3.3'ten faydalanılarak hesaplandıktan sonra büyüme kinetiği incelemelerinde Denklem 3.4, Denklem 3.5 ve Denklem 3.6 formüllerinden yararlanılmaktadır.

$$G = 1,56 \cdot L \quad (3.3)$$

$$G^n = D \cdot t \cdot \exp(-Q/RT) \quad (3.4)$$

G: ortalama tane boyutu

n: tane büyümesi kinetik üssel katsayısı

D: Denklem sabiti

t: sinterleme süresi

Q: aktivasyon enerjisi

R: gaz sabiti

T: sinterleme sıcaklığı

$$n (\log G) = \log D + \log t + 0,434 (-Q/RT) \quad (3.5)$$

Denklem 3.5'te log D ve sabit sıcaklıkta "0,434 (-Q/RT)" değişmediğinden

$$\frac{d(\log G)}{d(\log t)} = \frac{1}{n} \text{ eşitliği elde edilebilmektedir.} \quad (3.6)$$

Denklem 3.6'ya göre tane boyutu kinetik üssü, log G- log t eğrisinde eğimin tersi olarak bulunabilmektedir.

4. LİTERATÜR ÇALIŞMALARI

Akarsu çalışmasında, kovalent bağ yapısı nedeni ile yüksek yoğunluklara sinterlenmesi oldukça güç olan silisyum karbür seramiklerinin spark plazma sinterleme metoduyla monolitik olarak üretimi ve optimum üretim parametrelerinin belirlemeyi amaçlamıştır. Aynı zamanda, sinterleme işlemlerinde çeşitli oksit (Al_2O_3 , Y_2O_3), karbür (B_4C) ya da borür (TiB_2) katkılarıyla üretim yapmış ve optimum parametreleri belirlemiştir. Bu katkıların SiC seramiklerinin densifikasyon davranışları, mekanik özellikleri, faz ve mikroyapıları üzerine etkileri incelemiş, monolitik silisyum karbür seramikleriyle karşılaştırmıştır. Aynı zamanda katkılı SiC seramiklerinin üretim parametreleri olan sıcaklık ve basınç değişiminin sertlik, kırılma tokluğu, çekilme davranışı ve mikro yapı üzerine etkisi incelemiştir (Akarsu, 2015,1-168).

X.L. Shi ve arkadaşları, sıcak presleme yoluyla ürettiği Al_2O_3 / SiC kompozit malzemesinin mekanik özelliklerini incelemiş, eğilme mukavemetinin yoğunluk arttıkça ve tane boyutu küçüldükçe arttığı sonucuna ulaşmışlardır. En yüksek eğilme mukavemeti, %20 SiC katkısının olduğu, 1735 °C'de sinterlenen bileşimde olduğu sonucuna ulaşmışlardır. Ancak kırılma tokluğunun SiC oranı arttıkça azaldığı sonucuna ulaşmış, en yüksek kırılma tokluğu, %5 SiC katkısının olduğu, 1635 °C'de sinterlenen bileşimde olduğu sonucuna ulaşmışlardır (Shi, ve diğerleri, 2010,4646-4649).

M. Belmonte ve arkadaşları, SiC boyutunun Al_2O_3 / SiC kompozit malzemesinin aşınma direnci üzerindeki etkisini incelemiş ve SiC tane boyutu arttıkça, aşınma direnci de doğru orantılı olarak arttığı gözlemlenmiştir (Belmonte, Nieto, Osendi, & Miranzo, 2006,1273-1279).

M. Parchovianský ve arkadaşları sıcak preslenmiş Al_2O_3 / SiC kompozit malzemesinin sürünme direncine, SiC yüzdesel hacimlerinin etkisi incelemiş ve Alümina matrisine farklı hacimlerde SiC takviye etmişlerdir. Yapılan analizler sonucunda, monolitik Al_2O_3 ile kıyaslandığında daha iyi sürünme direncine sahip olduğunu, %3 ile %10 oranları arasında yapılan SiC ilavesinde oran arttıkça sürünme direncinin arttığını %10 oranında yapılan SiC ilavesinde sürünme direncinin en iyi olduğunu tespit etmişlerdir. Bu sonuçlara ilaveten sürünme direncinin sadece SiC ilavesinin hacimsel yüzdesine değil aynı zamanda SiC taneciklerinin mikro yapısına ve alümina tanelerinin ortalama tane boyutuna da bağlı olduğunu belirtmişlerdir (Parchovianský, Galusek, Michálek, & Švančárek, 2014,1807-1814).

Mansour Razavi ve arkadaşlarının yaptığı Spark Plazma yöntemiyle Al_2O_3 / SiC kompozit malzemesinin üretildiği çalışmada, Alümina SiC tozları ile kompozit malzeme üretilmiş, SPS yöntemiyle 1600 °C de 10 dakika atmosferik ortamda sinterlenmiştir. Analiz sonuçları göstermiştir

ki mikro boyutlu SiC tozlarının yığın yoğunluğu ve kompozit malzemenin sertliği üzerine önemli bir etkisi vardır. Mikron boyutunda SiC tozları sırasıyla %5, 10, 15 ve 20 ve nano boyuttaki SiC tozları sırasıyla %5 ve %10 oranında Alümina matrise ilave edilmiştir. Elde edilen sonuçlarda, yoğun olan yapının eğilme mukavemetinin yüksek olduğu görülmüştür. Sertliği ve eğilme mukavemetinin en yüksek olduğu yapı, mikro boyutta %10-20 arası SiC toz ilave edilen kompozit malzeme olduğu görülmüştür. Nano boyutta ilave edilen SiC tozlarla üretilen kompozit malzemenin daha düşük yoğunluklara sahip olmasından dolayı, mekanik özellikleri mikron boyuttaki SiC toz ilavesiyle hazırlanan kompozit malzemelere kıyasla, sertlik ve eğme mukavemetleri daha zayıf olduğu gözlemlenmiştir (Razavi, Farajipour, Zakeri, Rahimipour, & Firouzbakht, 2017,186-194).

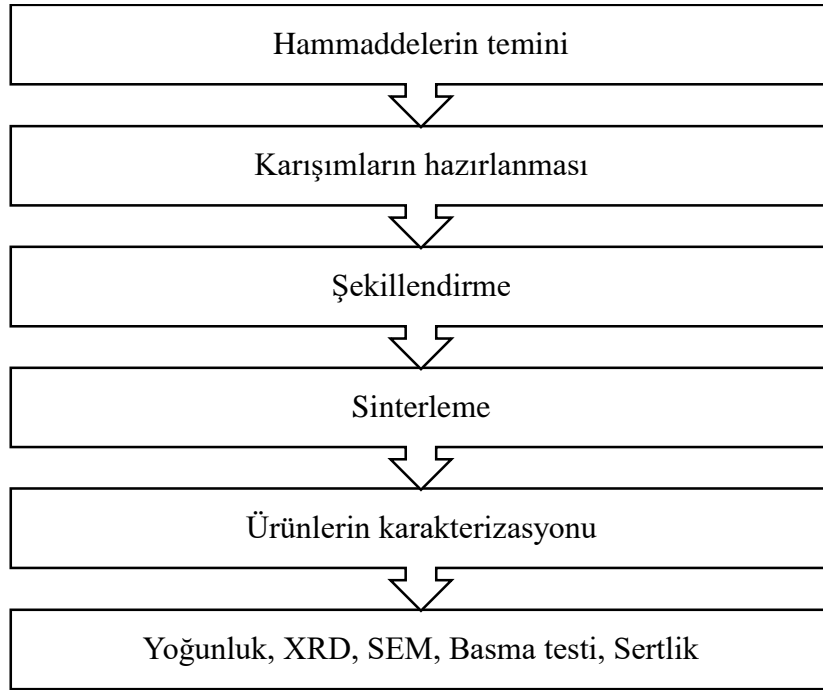
Dianguang Liu ve arkadaşları, flash sinterleme ile hazırlanmış SiC kılı takviyeli ZrO₂ kompozitlerini incelemiştir. Flash sinterleme, malzemenin gövdesine özelleştirilmiş elektrotlar sayesinde doğrudan elektrik akımı verilerek yapılan sinterleme prosesidir. Çalışmada, ZrO₂kompozitlerine %10 oranında SiC kılı ilaveler yapılmış farklı elektrik alanlarda, flash sinterleme prosesiyle sinterlenmiştir. Sertlik ve toklukları girinti tekniğiyle ölçülmüş ve sonuçlar olumlu bulunmuştur. Flash sinterleme tekniğinin kıl ile güçlendirilmiş kompozit seramikleri üretmekte umut verici olduğunu göstermiştir (Liu, ve diğerleri, 2016, 2051-2055).

İleri teknolojinin vazgeçilmezlerinden olan alümina, Bağlan ve Aslan'ın yaptığı çalışmada da belirtildiği üzere, ileri teknolojinin vazgeçilmezlerinden olan alümina, düşük poroziteye sahip olmasından dolayı, yüksek sertlik değerine sahiptir (Bağlan & Aslanoğlu, 2014,513-516). Bu nedenle aşınmaya karşı dirençli bir malzemedir. Ayrıca alüminanın SiC yapısında yoğunluk artırmada ajan olarak kullanıldığı bilinmektedir (Bağlan & Aslanoğlu, 2014,513-516).

Zirkonyum oksit ise, yüksek termal genleşmeleri, mükemmel ısı yalıtımı, yüksek sinterlenme noktası, çatlak dağılımına yüksek direnç göstermesi özelliklerinden dolayı zirkonyum oksit, son yıllarda tüm seramik restorasyonların güçlendirilmesi amacıyla üretilen kompozit malzemelerde tercih edilen seramik oksitlerdendir (Karakoca & Yılmaz, 2006,36-44).

5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Deneyisel çalışma programı Şekil 5.1’de gösterilmiştir.



Şekil 5.1. Deney çalışma programı

5.1. Hammaddelerin Temini

Deneylerde Nanokar firmasından temin edilen SiC (> %99 saflık), Aslı Bengü Dış Ticaret firmasından temin edilen Al₂O₃ (> %99 saflık) ve Color Prisma Kimya San. ve Tic. A.Ş firmasından temin edilen ZrO₂ (> 98 saflık) tozları kullanılmıştır. Deneyisel çalışmalarda kullanılan hammaddelerin genel özellikleri Tablo 5.1’de gösterilmiştir.

Tablo 5.1 Deneylerde kullanılan hammaddelerin özellikleri

Hammadde	Saflık (%)	Ortalama tane boyutu (µm)	Yoğunluk (g/cm ³)	Temin edilen firma
SiC	> 99	5,38	2,75-2,80	Nanokar
Al ₂ O ₃	> 99	8,92	3,97	Aslı Bengü Dış Ticaret
ZrO ₂	> 98	0,18	4,2-4,8	Color Prisma Kimya San. ve Tic. A.Ş.

5.2. Karışımların Hazırlanması

Deneylerde kullanılan karışımların kod numaraları ve kompozisyonları Tablo 5.2’de belirtilmiştir. Tablo 5.2’de belirtilen oranlara sahip karışımlar 0,001 hassasiyete sahip Ohaus marka hassas terazide tartılarak hazırlanmıştır. 50 şer gr hazırlanan bu her bir karışım 75 gr SiAlON bilye kullanılarak 100 ml izopropil alkol ortamında 250 ml’lik SiAlON kavanozlarda

Fritsch Pulverisette 5 model gezegensel değirmende 300 rpm hızında 1 saat süreyle karıştırılarak homojen karışımlar elde edilmiştir. Elde edilen homojen karışımlar Heidolph marka model vakumlu döner evaporatörde kurutulmuştur.

Tablo 5.2 Hazırlanan numune karışımları ve kod numaraları

Kod no	SiC (% mol)	Al ₂ O ₃ (% mol)	Toplam	Teorik Yoğunluk (g/cm ³)	Kod no	SiC (% mol)	ZrO ₂ (% mol)	Toplam	Teorik yoğunluk (g/cm ³)
A1	99	1	100	3,2174	B1	99	1	100	3,2347
A3	97	3	100	3,2322	B3	97	3	100	3,2841
A5	95	5	100	3,247	B5	95	5	100	3,3335

Numunelerin hazırlanmasında kullanılan cihazlar Şekil 5.2’de gösterilmiştir.

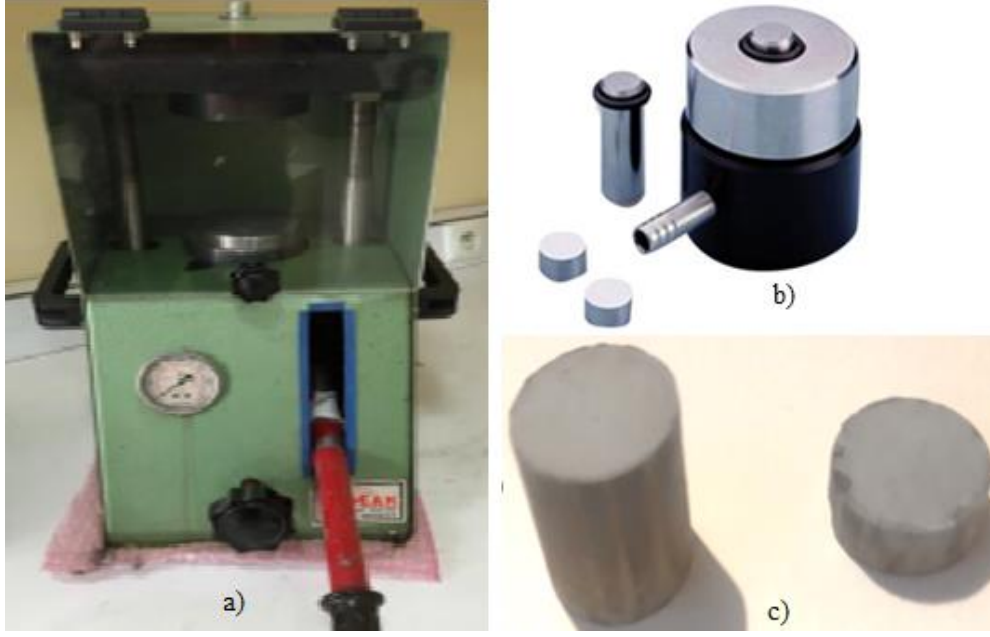


Şekil 5.2. Numunelerin hazırlanmasında kullanılan cihazlar
(a: hassas terazi, b: gezegensel değirmen, c: vakumlu döner evaporatör)

Etüvde 110 °C’de 24 saatte kurutulan karışımlar titreşimli elekten geçirilerek şekillendirilmeye hazır hale getirilmiştir.

5.3. Numunelerin Şekillendirilmesi

Hazırlanan toz karışımları 1 gram tartılıp %10 oranında PVA bağlayıcısı ilave edilerek Şekil 5.3 a’da gösterilen el presi ve kalıp yardımıyla 20 bar basınçla ön şekillendirme işlemine tabi tutulmuşlardır. Her numuneden birer tane de basma dayanımı testini gerçekleştirmek için 3 gramlık silindir şeklindeki numune şekillendirilmiştir.



Şekil 5.3. Deneylerde kullanılan el presi, kalıp ve numuneler
(a: el presi, b: kalıp, c: şekillendirilen numuneler)

Şekillendirilen numuneler Şekil 5.4 a’da gösterilen vakum kaplama makinasında vakumlanarak Şekil 5.4b’de gösterilen MSE marka soğuk izostatik pres makinasında 2700 bar basınçla 1 dakika boyunca preslenip, sinterlemeye hazır hale getirilmiştir.



Şekil 5.4. Soğuk izostatik pres ve vakum makinesi
(a: vakum makinesi, b: soğuk izostatik pres)

5.4. Numunelerin Sinterlenmesi

Kompozit malzeme üretimi için elde edilen %1-3-5 oranında Al₂O₃ ve ZrO₂ katkılı SiC bazlı numuneler, Şekil 5.5’de gösterilen MSE Furnace marka atmosfer kontrollü yüksek sıcaklık fırınında 1400 °C- 1450 °C- 1500 °C olmak üzere 3 farklı sıcaklıkta, yarım saat, 1 saat ve 2 saat olmak üzere 3 farklı sürede, 5 °C/dk ısıtma hızı ve 5 °C/dk soğutma hızıyla sinterleme işlemine tabi tutulmuştur.



Şekil 5.5. Atmosfer kontrollü yüksek sıcaklık fırını

5.5. Ürünlerin Karakterizasyonu

DeneySEL çalışmalarında kullanılan karışımların niteliklerinin belirlenmesi için tane boyutu ölçümü gerçekleştirilirken, oluşan ürünlerin niteliklerinin belirlenmesinde ise yoğunluk ölçümü, mikro yapı (SEM-EDS), faz karakterizasyonu (XRD), sertlik ve basma mukavemeti gibi karakterizasyonlar testleri gerçekleştirilmiştir.

5.5.1 Tane Boyutu Ölçümü

Hazırlanan karışımların tane boyut ölçümü Malvern marka Mastersizer 2000 model lazer difraktometresi ile gerçekleştirilmiş olup karışımlar içerisindeki baskın faz SiC olduğu için SiC’ün kırılma indisi $n = 2,6473$ olarak kabul edilerek ölçümler gerçekleştirilmiştir.

5.5.2 Yoğunluk Ölçümü

Sinterlenen numunelerin yoğunluk ölçümleri Arşimet Prensibine göre (5.1), (5.2) ve (5.3) nolu denklemler kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Karıışımların teokrik yoğunlukları (5.1)’e göre hesaplanmıştır. (V_i : karışımda bulunan oksitlerin hacim oranı, ρ_i :oksitlerin yoğunlukları)

$$\rho_T = V_1 \cdot \rho_1 + V_2 \cdot \rho_2 + \dots \quad (5.1)$$

$$\text{Bağıl yoğunluk} = \frac{W_{yaş}}{W_{yaş} - W_{arşimet}} \quad (5.2)$$

$$\% \text{ relatif yoğunluk} = \frac{\rho(\text{bulk yoğunluk})}{\rho(\text{teorik yoğunluk})} \times 100 \quad (5.3)$$

5.5.3 SEM ve EDS Analizleri

Üretilen numunelerin mikro yapısının incelenmesi ve EDS analizleri Dumlupınar Üniversitesi İleri Araştırma Merkezi (İLTEM) de bulunan FEI/NOVA NANOSEM 650 marka FE-SEM ile gerçekleştirilmiştir. SEM numunelerinin hazırlanması için numuneler metalografik zımpara ve parlatma işleminin ardından altın kaplanmıştır. Şekil 5.6'da numunelerin mikro yapısının incelenmesinde kullanılan Fe-SEM cihazı görülmektedir.



Şekil 5.6. Numunelerin karakterizasyonunda kullanılan Fe-SEM cihazı

Sinterleme sonrası oluşan ürünlerin XRD analizleri Dumlupınar Üniversitesi İleri Araştırmalar Merkezinde (İLTEM) bulunan Şekil 5.7'de gösterilen Panalytical marka Empyrean model cihazda tarama açısı 2 teta :10-70° aralığında olacak şekilde yapılmıştır.



Şekil 5.7. Numunelerin karakterizasyonunda kullanılan XRD cihazı

5.5.4 Sertlik Ölçümü

Numunelerin sertlik ölçümleri Dumlupınar Üniversitesi İleri Araştırmalar Merkezinde (İLTEM) bulunan ve Şekil 5.8’de gösterilen Duroline-M marka vickers test cihazı ile 100 g yük altında sertlik ölçümü gerçekleştirilmiştir.



Şekil 5.8. Testlerde kullanılan sertlik cihazı

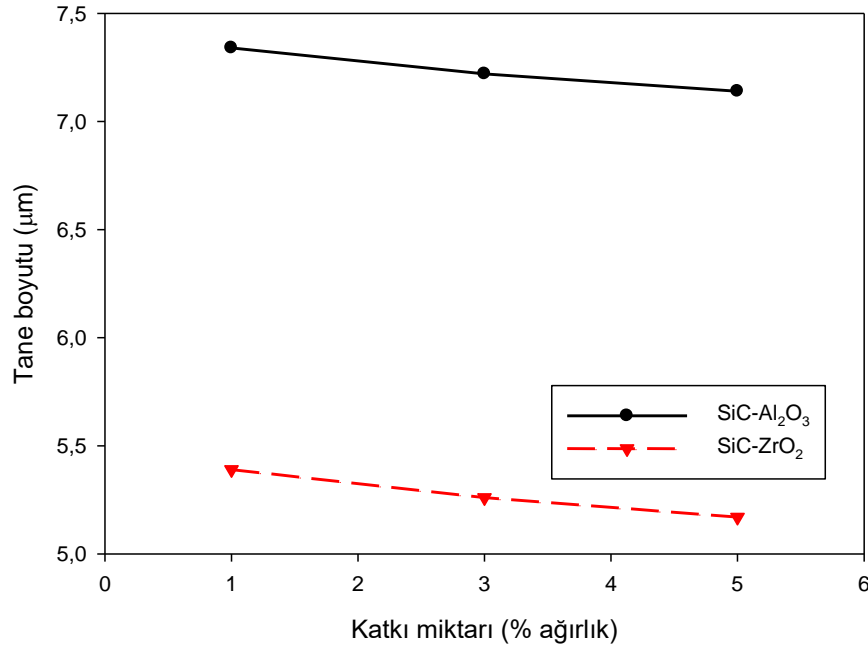
5.5.5 Basma Mukavemeti Ölçümü

13,05 mm çapında sinterlenen numunelerin basma mukavemetleri ölçümü Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Mühendislik Fakültesi İnşaat Mühendisliği Bölümünde bulunan Liya Marka Basma cihazında 0,01 kN/sn yükleme hızında gerçekleştirilmiştir.

6. SONUÇLAR

6.1. Yoğunluk ve Tane Boyutu Ölçümü

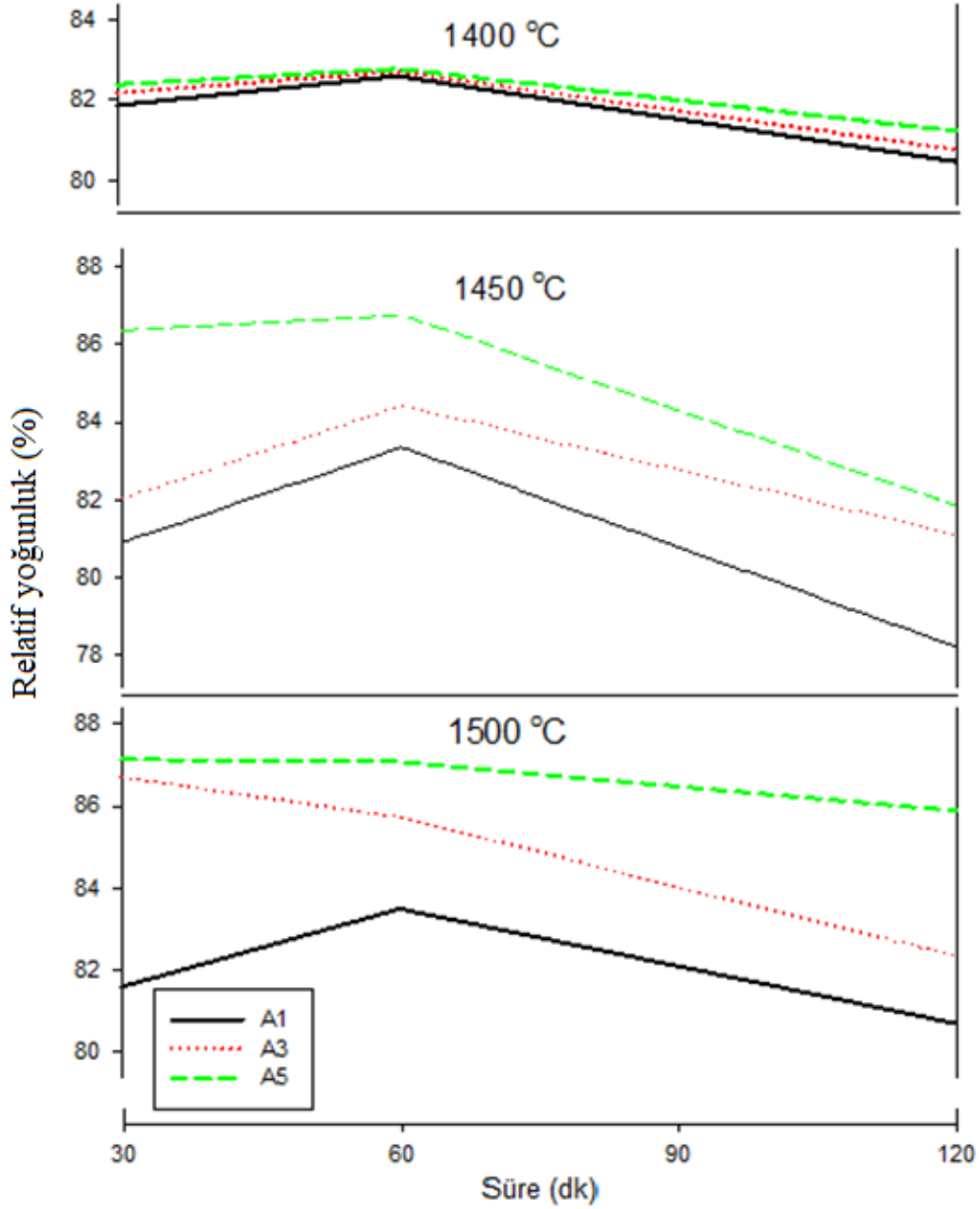
Bölüm 5.2.'de karışımların hazırlanması aşamasında belirtildiği şekilde, SiC'e %1, 3 ve 5 oranında Al₂O₃ ve SiC'e %1, 3 ve 5 oranında ZrO₂ ilavesi ile hazırlanan numunelerin katkı miktarına göre ortalama tane boyutu değişiminin grafiği Şekil 6.1'de gösterilmiştir. SiC'e Al₂O₃ ilavesinin %1'den %5'e artmasıyla karışımların tane boyutunda küçülme gözlemlenmiştir. Buna göre sırasıyla %1, %3 ve %5 Al₂O₃ katkılı numunelerin ortalama tane boyutları sırasıyla 7.34, 7.22 ve 7.14 µm olarak ölçülmüştür. Aynı şekilde SiC'e ZrO₂ ilavesinin %1'den %5'e artmasıyla hazırlanan karışımların tane boyutunda azalma görülmüştür. %1, %3 ve %5 ZrO₂ katkılı karışımların ortalama tane boyutları sırasıyla 5.39, 5.26 ve 5.17 µm olarak ölçülmüştür. Al₂O₃ katkılı karışımların ortalama tane boyutunun ZrO₂ katkılılarından daha büyük olduğu görülmüştür. Bunun iki sebebinin olabileceği düşünülmektedir. Bunlardan birincisi karışıma ilave edilen Al₂O₃ (8,92 µm) tozunun tane boyutunun ZrO₂ (0,18 µm) tozundan daha büyük olması ikinci ise 22 Gpa sertliğindeki SiC'ün Al₂O₃'den (15,7 GPa) daha yumuşak olan ZrO₂ (12,3 GPa) tozunu karıştırma esnasında daha fazla aşındırmasıdır.



Şekil 6.1. A1, A3 ve A5 karışımlarının ve B1, B3 ve B5 tane boyut dağılım grafiği

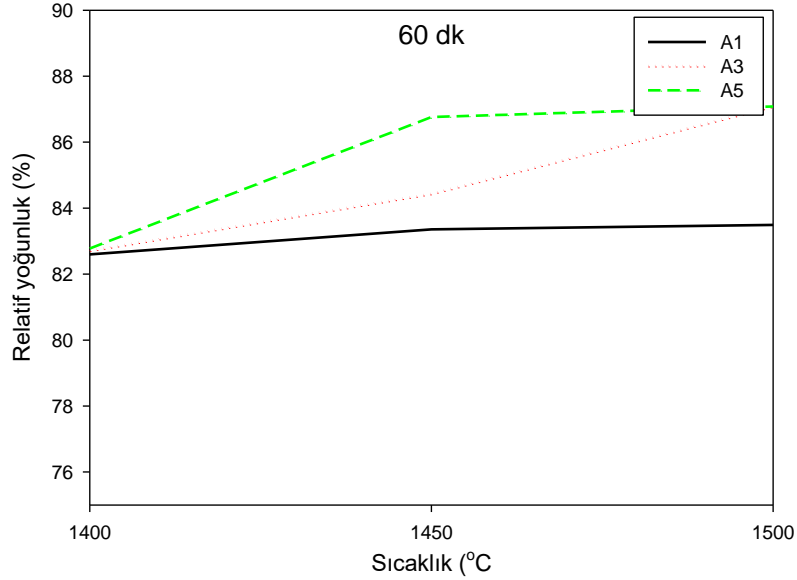
1400, 1450 ve 1500 °C sıcaklıklarda 30, 60 ve 120 dk sürelerde sinterlenmiş A1, A3 ve A5 numunelerinin Arşimet Prensibi ile ölçülen relatif yoğunluk eğrileri Şekil 6.2'de gösterilmiştir. Gerçekleştirilen tüm sıcaklıklarda sinterleme süresinin 60 dk'ya çıkmasıyla relatif yoğunluğun arttığı sinterleme süresinin 120 dk kadar ilerlemesi ile yoğunlukta azalmanın olduğu

görülmektedir. SiC tanecikleri içerisindeki Al_2O_3 ilavesinin %1'den %5'e artması ile relatif yoğunlukta artış eğilimi gözlemlenmiştir. 1450 ve 1500 °C sıcaklıklarda sinterleme süresinin 120 dk çıkmasıyla relatif yoğunlukta önemli ölçüde azalma meydana geldiği görülmüştür. Relatif yoğunlukta bu azalmanın sebebinin hava ortamında sinterleme sırasında SiC taneciklerinin SiO_2 dekarburize olması esnasında oluşan yanma sonucu oluşan poroziteden kaynaklandığı düşünülmektedir.



Şekil 6.2. Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen A1, A3 ve A5 numunelerinin relatif yoğunlukları

Sinterleme sıcaklığının relatif yoğunluğa etkisini belirtmek için çizilen grafik Şekil 6.3’de gösterilmiştir. Sıcaklık artışının tüm numunelerde (A1, A3, A5) relatif yoğunluğu artırma eğiliminde olduğu görülmüştür.



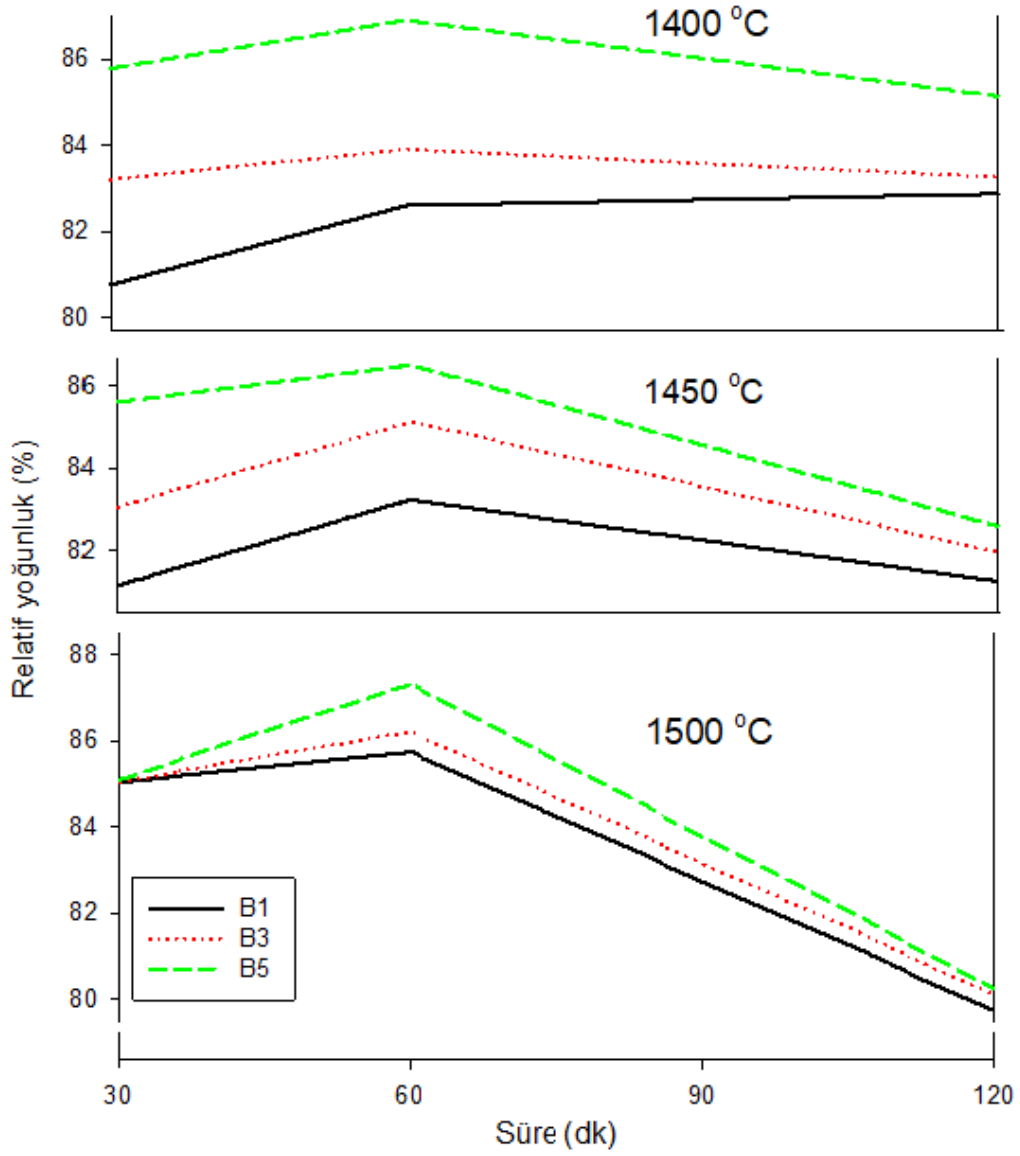
Şekil 6.3. Sinterleme sıcaklığının relatif yoğunluğa etkisi

Tablo 6.1’de 1400, 1450 ve 1500 °C’de sinterlenen A1, A3 ve A5 numunelerinin relatif yoğunlukları gösterilmiştir. Bu tabloya göre 1500 °C’de 30 dk sinterlenen A5 kodlu numune %87,14 relatif yoğunluğu ile en yüksek yoğunluğa sahip olurken, 1400 °C’de 120 dk sinterlenen A1 kodlu numune %80,47 relatif yoğunluğu ile en düşük yoğunluğa sahip numune olarak ölçülmüştür.

1400, 1450 ve 1500 °C sıcaklıklarda 30, 60 ve 120 dk sürelerde sinterlenmiş B1, B3 ve B5 numunelerinin Arşimet Prensibi ile ölçülen relatif yoğunluk eğrileri Şekil 6.4’de gösterilmiştir. Gerçekleştirilen tüm sıcaklıklarda sinterleme süresinin 60 dk’ya çıkmasıyla relatif yoğunluğun arttığı sinterleme süresinin 120 dk kadar ilerlemesi ile yoğunlukta azalmanın olduğu görülmektedir. SiC tanecikleri içerisindeki ZrO₂ ilavesinin %1’den %5’e artması ile relatif yoğunlukta artış eğilimi gözlemlenmiştir. 1400, 1450 ve 1500 °C sıcaklıklarda sinterleme süresinin 120 dk çıkmasıyla relatif yoğunlukta önemli ölçüde azalma meydana geldiği görülmüştür. Relatif yoğunlukta bu azalmanın sebebinin hava ortamında sinterleme sırasında SiC taneciklerinin SiO₂’ye dekarbürize olması esnasında oluşan yanma sonucu oluşan poroziteden kaynaklandığı düşünülmektedir.

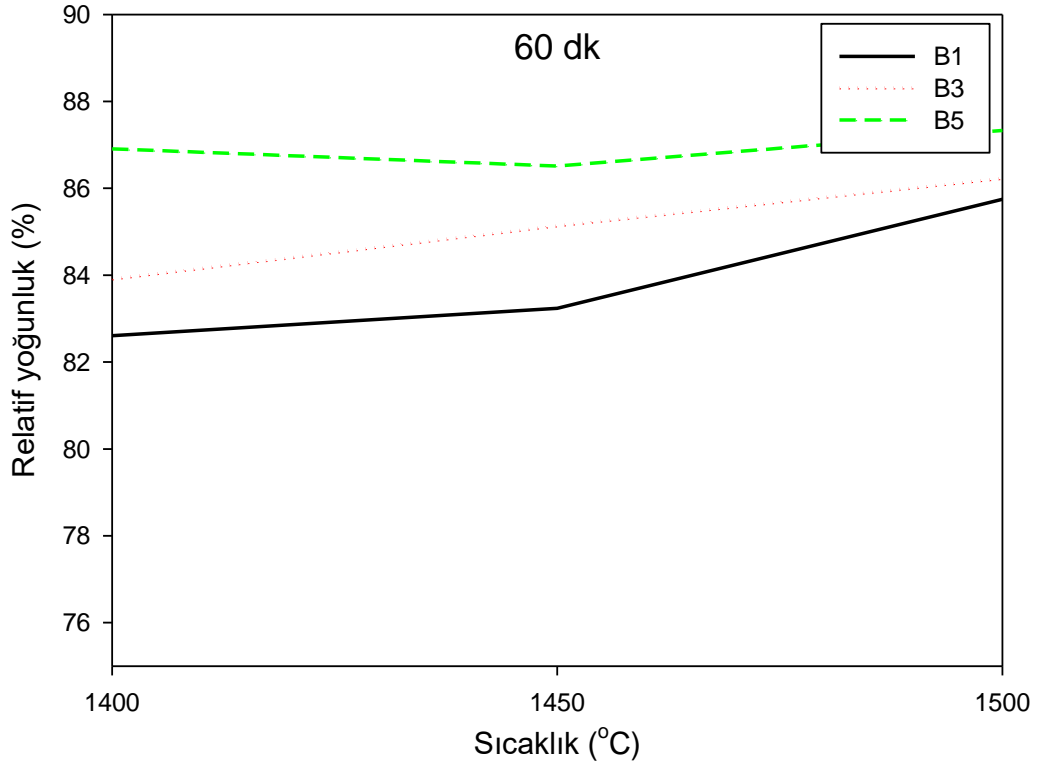
Tablo 6.1. Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen A1, A3 ve A5 numunelerinin relatif yoğunlukları

Numune kod numarası	Sıcaklık (°C)	Süre (dk)	Relatif yoğunluk (%)
A1	1400	30	81,87
A3	1400	30	82,17
A5	1400	30	82,38
A1	1450	30	80,92
A3	1450	30	82,06
A5	1450	30	86,38
A1	1500	30	81,58
A3	1500	30	86,71
A5	1500	30	87,14
A1	1400	60	82,60
A3	1400	60	82,70
A5	1400	60	82,77
A1	1450	60	83,35
A3	1450	60	84,43
A5	1450	60	86,76
A1	1500	60	83,49
A3	1500	60	85,73
A5	1500	60	87,08
A1	1400	120	80,47
A3	1400	120	80,77
A5	1400	120	81,23
A1	1450	120	78,22
A3	1450	120	81,12
A5	1450	120	81,86
A1	1500	120	80,68
A3	1500	120	82,32
A5	1500	120	85,88



Şekil 6.4. Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen B1, B3 ve B5 numunelerinin relatif yoğunlukları

Sinterleme sıcaklığının relatif yoğunluğa etkisini belirtmek için çizilen grafik Şekil 6.5’de gösterilmiştir. Sıcaklık artışının tüm numunelerde (B1, B3, B5) relatif yoğunluğu artırma eğiliminde olduğu görülmüştür.



Şekil 6.5. Sinterleme sıcaklığının relatif yoğunluğa etkisi.

Tablo 6.2’de 1400, 1450 ve 1500 °C’de sinterlenen B1, B3 ve B5 numunelerinin relatif yoğunlukları gösterilmiştir. Bu tabloya göre 1500 °C’de 60 dk sinterlenen B5 kodlu numune %87,33 relatif yoğunluğu ile en yüksek yoğunluğa sahip olurken, 1500 °C’de 120 dk sinterlenen B1 kodlu numune %79,74 relatif yoğunluğu ile en düşük yoğunluğa sahip numune olarak ölçülmüştür.

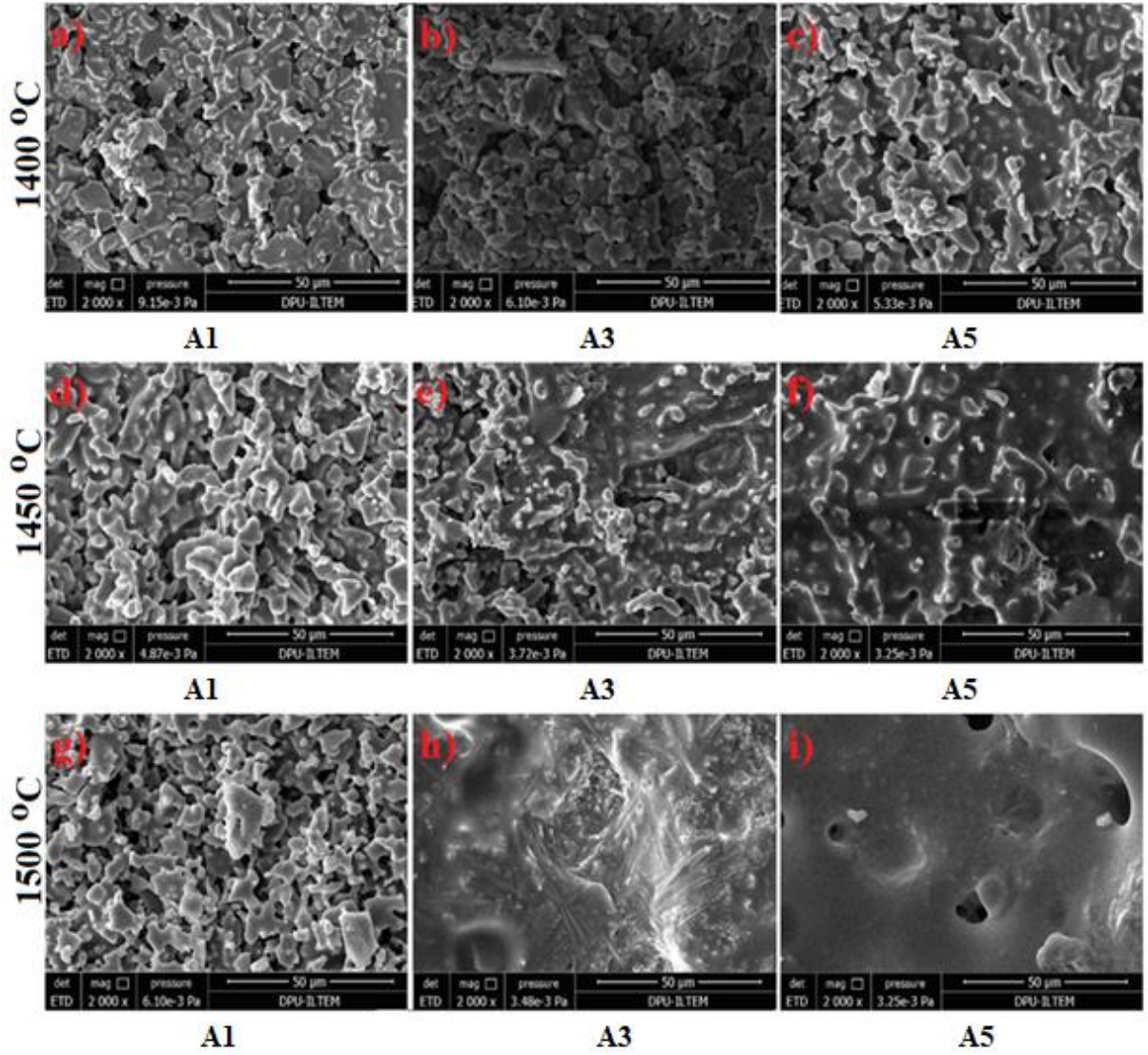
Şeker, çalışmasında, Al_2O_3 ’e % 30 ve % 40 oranında SiC ilave etmiş, SiC oranının artması ile yoğunluk değerinin literatürden farklı olarak arttığını tespit etmiştir (Şeker, 2013,56). Öztürk, ise yaptığı çalışmada, Al_2O_3 ’e %0-15 oranlarında SiC ilave etmiş ve bu karışımları farklı sıcaklıklarda 2 saat sinterledikten sonra numunelerin relatif yoğunluklarını ölçmüştür. Bu çalışmada, sinterleme sıcaklığı ve SiC oranının artmasıyla yoğunluğun azaldığı, katkısız Al_2O_3 ’ün 1550 °C’de maksimum yoğunluğa ulaştığı ve sıcaklık artışıyla yoğunlukta hafif bir düşmenin olduğu yorumlanmıştır (Öztürk, 2007,97).

Tablo 6.2. Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen B1, B3 ve B5 numunelerinin relatif yoğunlukları

Numune kod numarası	Sıcaklık (°C)	Süre (dk)	Relatif yoğunluk (%)
B1	1400	30	80,76
B3	1400	30	83,22
B5	1400	30	85,79
B1	1450	30	81,16
B3	1450	30	83,06
B5	1450	30	85,62
B1	1500	30	85,04
B3	1500	30	85,05
B5	1500	30	85,10
B1	1400	60	82,61
B3	1400	60	83,91
B5	1400	60	86,90
B1	1450	60	83,24
B3	1450	60	85,13
B5	1450	60	86,51
B1	1500	60	85,74
B3	1500	60	86,22
B5	1500	60	87,33
B1	1400	120	82,88
B3	1400	120	83,26
B5	1400	120	85,14
B1	1450	120	81,26
B3	1450	120	81,97
B5	1450	120	82,60
B1	1500	120	79,74
B3	1500	120	80,11
B5	1500	120	80,26

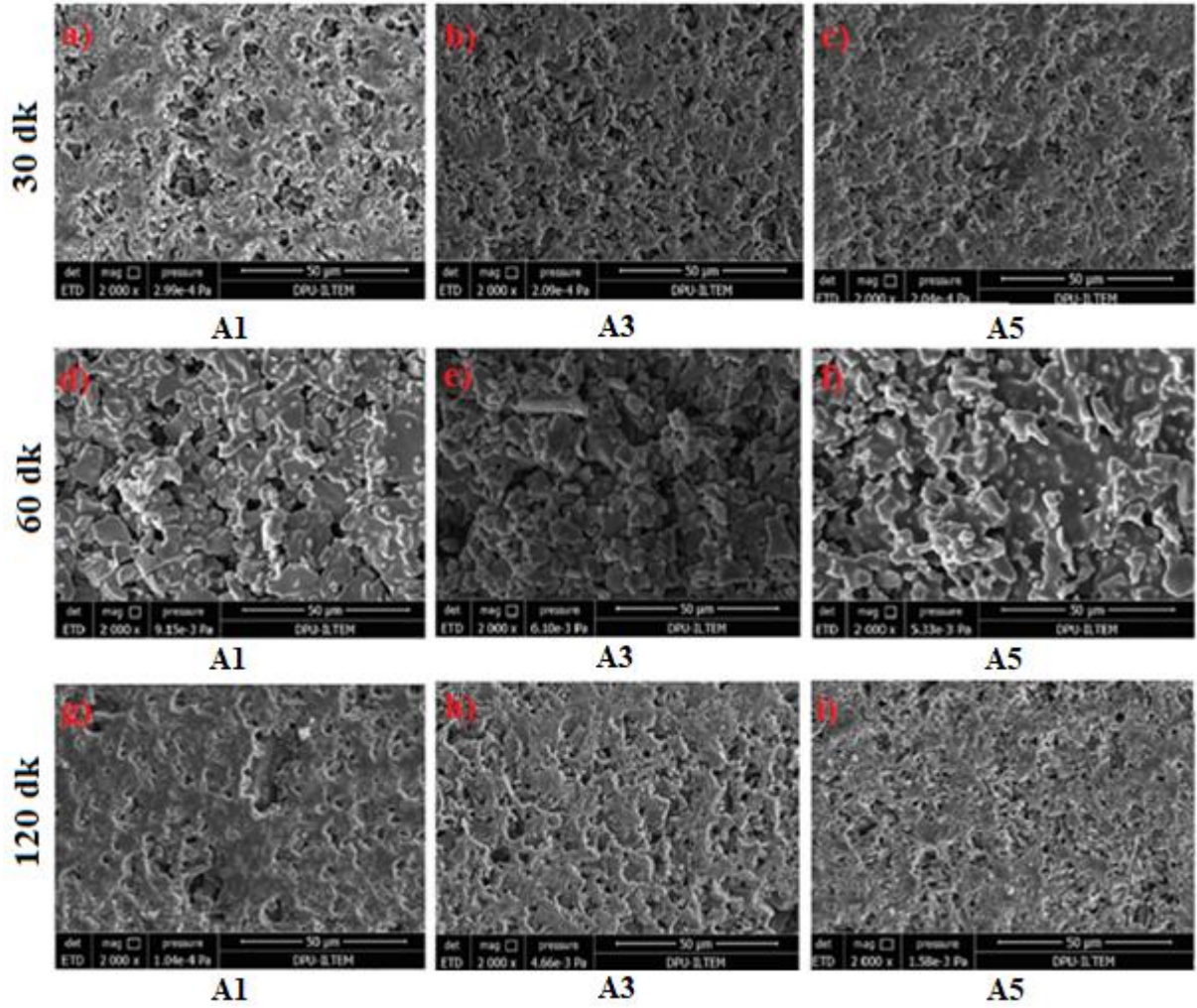
6.2. Mikroyapı Analizi

1400, 1450 ve 1500 °C'de 1 saat sinterlenmiş A1, A3 ve A5 kodlu numunelerin SEM görüntüleri Şekil 6.6'da gösterilmiştir. Şekil 6.6'da görüldüğü üzere sinterleme sıcaklığının artmasına bağlı olarak sinterlemede boyun oluşumu aşamasının daha belirginleştiği görülmektedir. Karışımlardaki Al₂O₃ miktarının artmasıyla (A1, A3 ve A5) sinterleşmenin belirginleştiği Şekil 6.6'dan görülmektedir. Aynı şekilde sinterleme sıcaklığının artmasıyla sinterlemenin daha iyi gerçekleştiği görülmüştür.



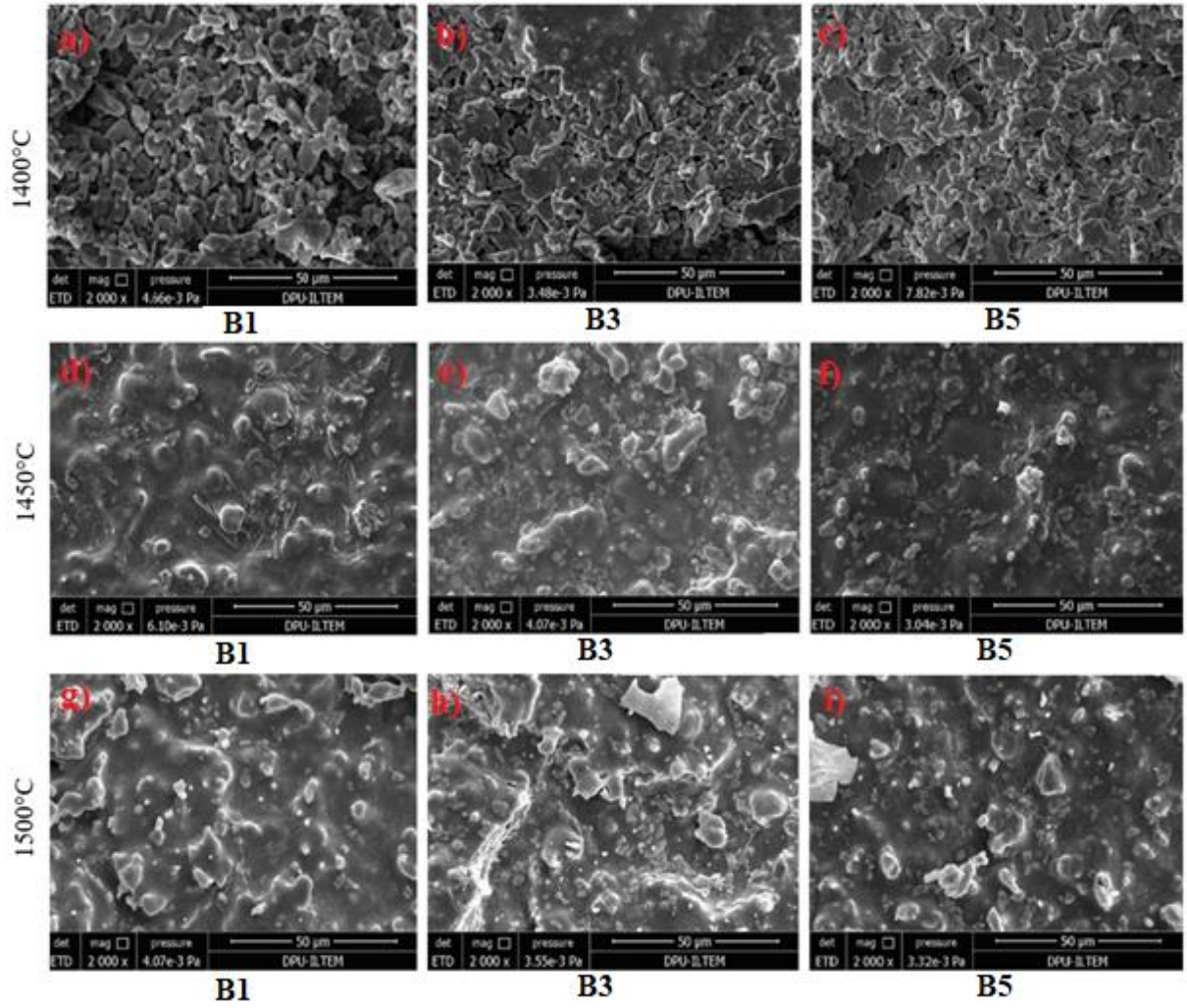
Şekil 6.6. Farklı sıcaklıklarda 60 dk. sinterlenmiş SiC-Al₂O₃ karışımlarının SEM görüntüleri (1400 °C sıcaklıkta a: A1, b: A3, c: A5, 1450 °C sıcaklıkta d: A1, e: A3, f: A5, 1500 °C sıcaklıkta g: A1, h: A3, i: A5)

Şekil 6.7’de 1400 °C’de 30, 60 ve 120 dk sinterlenmiş A1, A3 ve A5 numunelerin SEM görüntüleri gösterilmiştir. Sinterleme süresinin 30 dk.’dan 120 dk.’ya artmasıyla beraber sinterlemede artış gözlenmiştir.



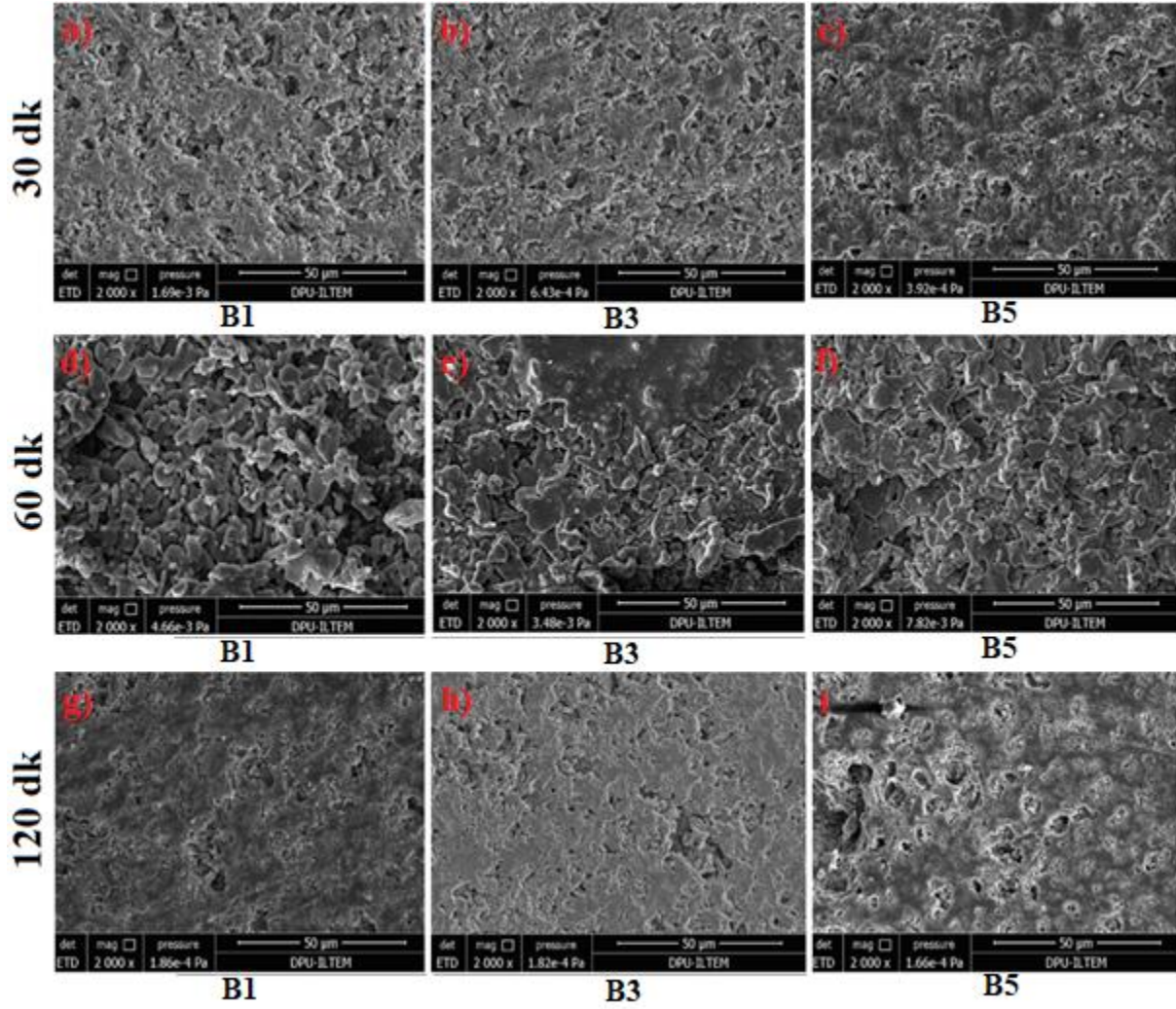
Şekil 6.7. 1400 °C’de 30, 60 ve 120 dk sinterlenen A1, A3 ve A5 numunelerinin SEM görüntüleri (30 dk sinterlenmiş; a: A1, b:A3, C: A5, 60 dk sinterlenmiş; d: A1, e: A3, f: A5, 120 dk sinterlenmiş; g: A1, h: A3, i: A5)

1400, 1450 ve 1500 °C’de 1 saat sinterlenmiş B1, B3 ve B5 kodlu numunelerin SEM analizleri Şekil 6.8’de gösterilmiştir. Şekil 6.8’de görüldüğü üzere sinterleme sıcaklığının artışına bağlı olarak sinterlemede boyun oluşumu aşamasının daha belirginleştiği görülmektedir. Karışımlardaki ZrO_2 miktarının artmasıyla (B1, B3 ve B5) yine sinterleşmenin arttığı Şekil 6.8’den görülmektedir. Ayrıca sinterleme sıcaklığının artışıyla sinterlemede belirgin bir artış sağlanmıştır.



Şekil 6.8. 1400, 1450 ve 1500 °C’de 1 saat sinterlenmiş B1, B3 ve B5 numunelerinin SEM görüntüleri

Şekil 6.9’da 1400 °C’de 30, 60 ve 120 dk sinterlenmiş B1, B3 ve B5 numunelerin SEM görüntüleri gösterilmiştir. Sinterleme süresinin 30 dk.’dan 120 dk. ’ya artmasıyla beraber sinterlemede artış gözlenmiştir.



Şekil 6.9. 1400 °C’de 30, 60 ve 120 dk. sinterlenen B1, B3 ve B5 numunelerinin SEM görüntüleri

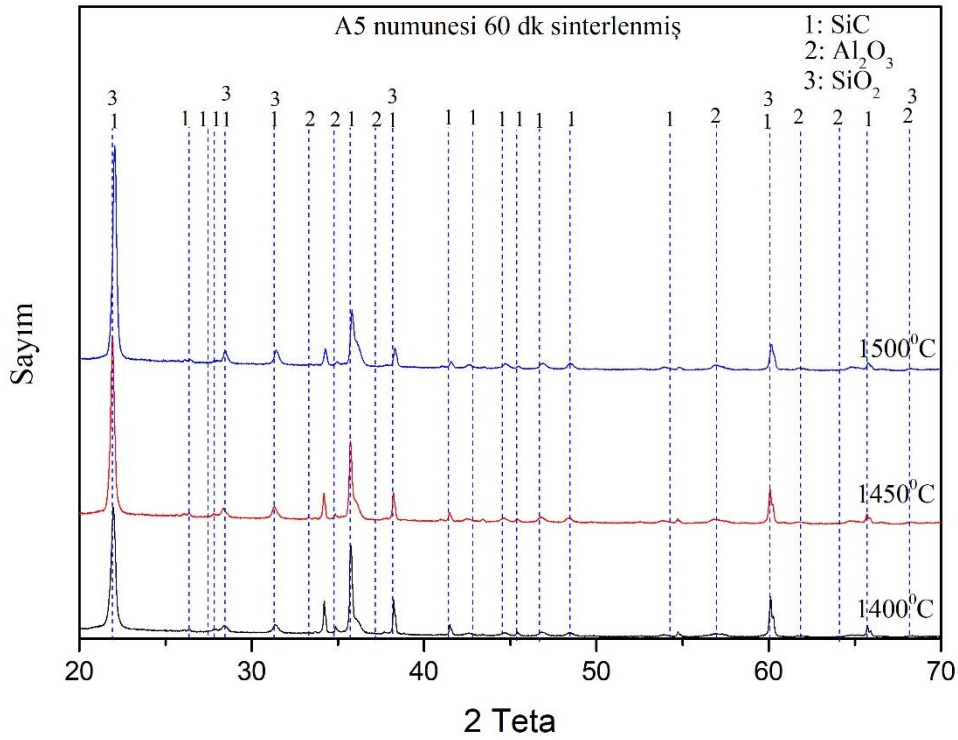
Şeker (2013), Al_2O_3 ’e %30 ve %40 oranında ilave etmiş, optik mikroskoptan elde edilen fotoğraflar incelendiğinde alümina matristeki SiC dağılımının büyük boyutlu SiC katkılı yapılarda istenilen homojenlikte sağlanamadığı görmüştür. Ayrıca SiC tane boyutun ana malzemeye oranla çok daha yüksek oluşu ve karıştırma koşullarından kaynaklanan nedenlerle ince taneli alümina içerisinde iri taneli SiC ile homojen bir yapı elde edilemediğini belirtmiştir (Şeker, 2013)

Öztürk (2007) ise yaptığı çalışmada, Al_2O_3 ’e %0-15 oranlarında SiC ilave etmiş farklı sıcaklıklarda bunları sinterlemiştir. Öztürk genel olarak 1500 °C’de sinterlemenin yetersiz olduğunu, tanelerin yeterince birbirleri ile bağlanmadığı görülmüştür. Sıcaklık artışıyla daha iyi sinterlenmenin olduğunu ve ayrıca difüzyonun artışına bağlı olarak alümina tanelerinin büyüme gösterdiğini belirtmiştir. Hatta, 1550 °C’nin üzerindeki sıcaklıklarda sinterleme sonucunda bazı tanelerin alümina seramiklerde sıkça görülen anormal tane büyümesi gösterdiği tespit edilmiştir. Yüksek sıcaklıklarda, ayrışma reaksiyonu sonucunda SiO_2 ve CO oluşumunun, SiC’ün yapısını bozduğu ve miktarını düşürdüğünü belirtmiştir. SEM mikro yapısında SiC’ler morfolojisi

bozulmuş olarak gözükmesine rağmen, XRD analizlerinde belirlenememesi bu şekilde açıklanmıştır (Öztürk, 2007)

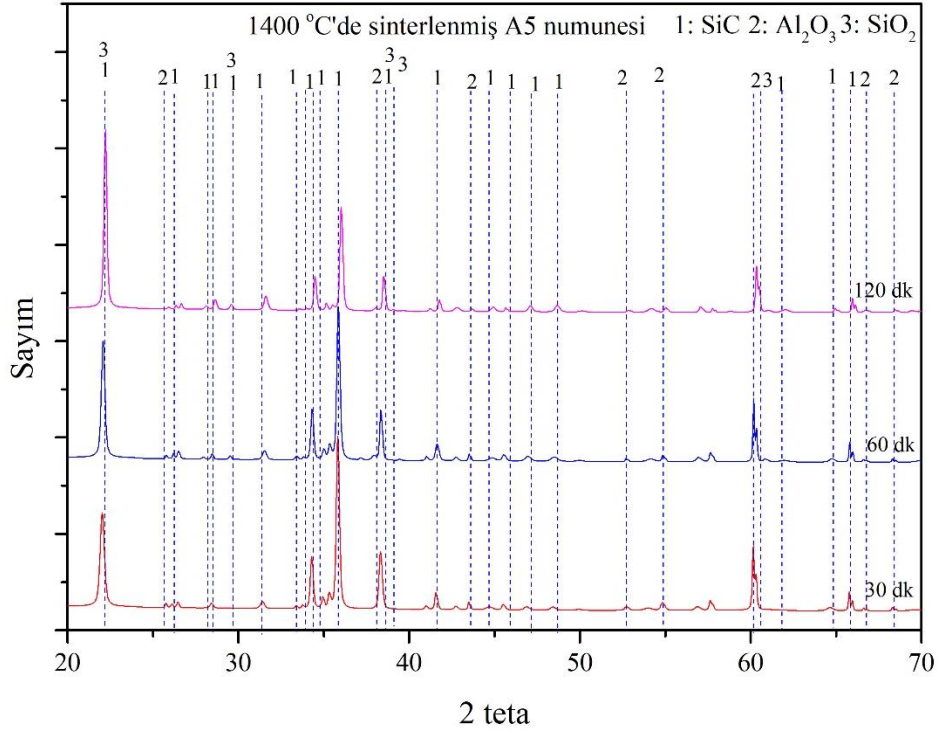
6.3. XRD Analizleri

1400, 1450 ve 1500 °C sıcaklıklarda 60 dk. sinterlenmiş A5 numunesinin XRD analizleri Şekil 6.10'da gösterilmiştir. Sinterlemeler atmosfer ortamından yapıldığından SiC sıcaklık etkisiyle bozunmakta, oksijen ile tepkimeye girerek SiO₂ fazı ortaya çıkmaktadır. Gösterilen bu XRD sonuçlarında oluşan fazların SiC, Al₂O₃ ve SiO₂ den oluştuğu, sıcaklık artışına bağlı olarak SiC faz piklerinde hafif bir azalma gözlemlenmiştir.



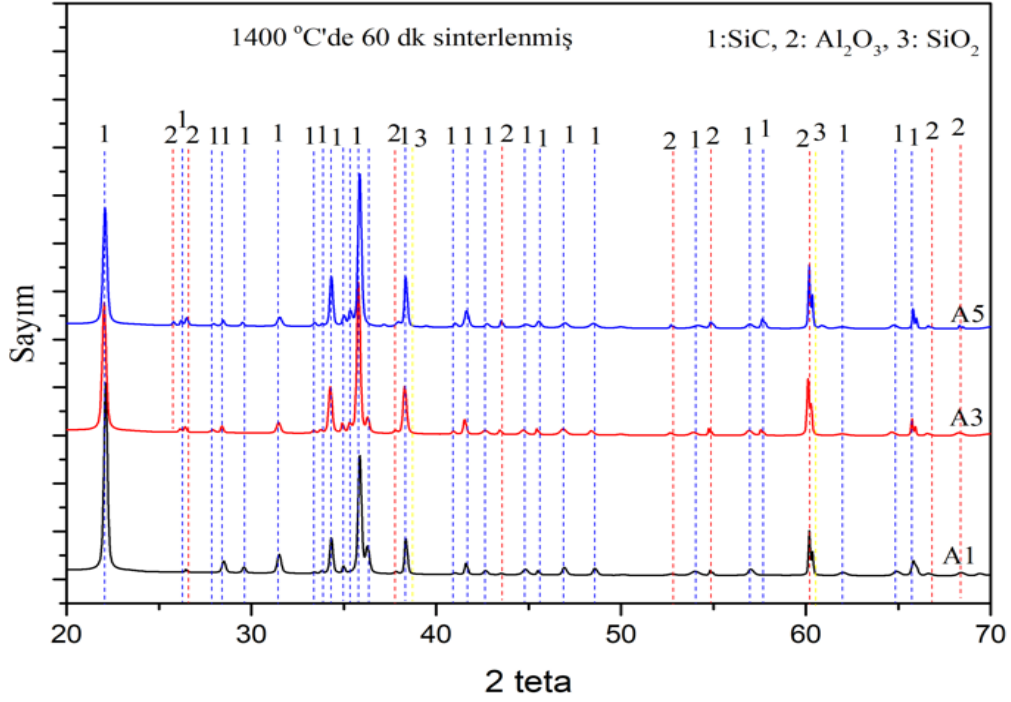
Şekil 6.10. 1400, 1450 ve 1500 °C'de 60 dk. sinterlenmiş A5 numunesinin XRD analizi

Şekil 6.11'de 1400 °C'de 30, 60 ve 120 dk. sinterlenmiş A5 numunesinin XRD analizleri gösterilmiştir. Gösterilen bu XRD analizinde sinterleme süresinin artışına bağlı olarak sinterleme ürünlerinde bir değişiklik gözlemlenmemiştir.



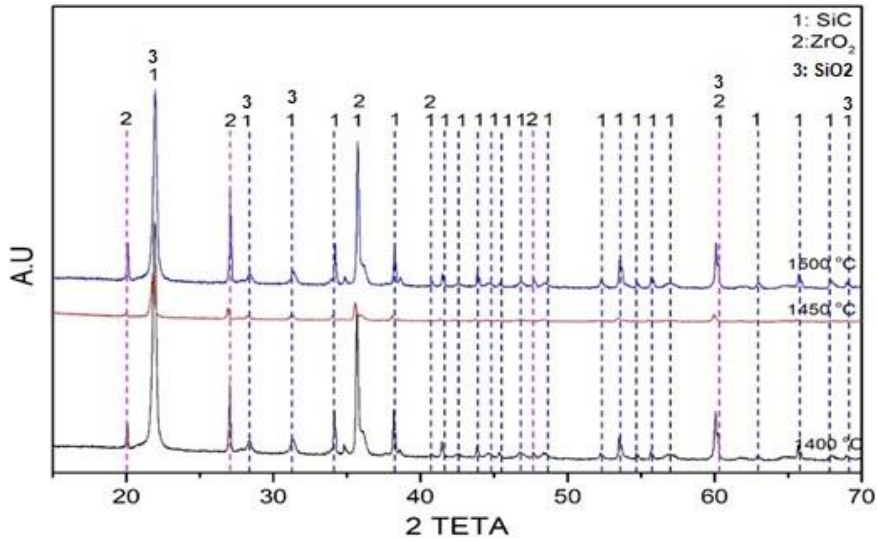
Şekil 6.11. 1400 °C'de 30, 60 ve 120 dk. sinterlenmiş A5 numunesinin XRD analizi

Şekil 6.12'de 1400 °C'de 1 saat sinterlenmiş A1, A3 ve A5 numunelerinin XRD analizleri gösterilmiştir. 1400 °C sıcaklık, SiC fazının O₂ ile tepkimeye girmesi için yeterli gelmiş olup SiO₂ fazının oluştuğu gözlenmiştir. Al₂O₃ miktarının sırasıyla %1-3-5 olarak arttığı A1, A2 ve A3 numunelerinde Al₂O₃ miktarının artmasına bağlı olarak XRD analizlerinde Al₂O₃ piklerinin artış gösterdiği gözlemlenmiştir. Müllit fazı oluşumu için Al₂O₃ miktarı yetersiz gelmiştir.



Şekil 6.12. 1400 °C'de 1 saat sinterlenmiş A1, A3 ve A5 numunelerin XRD analizi

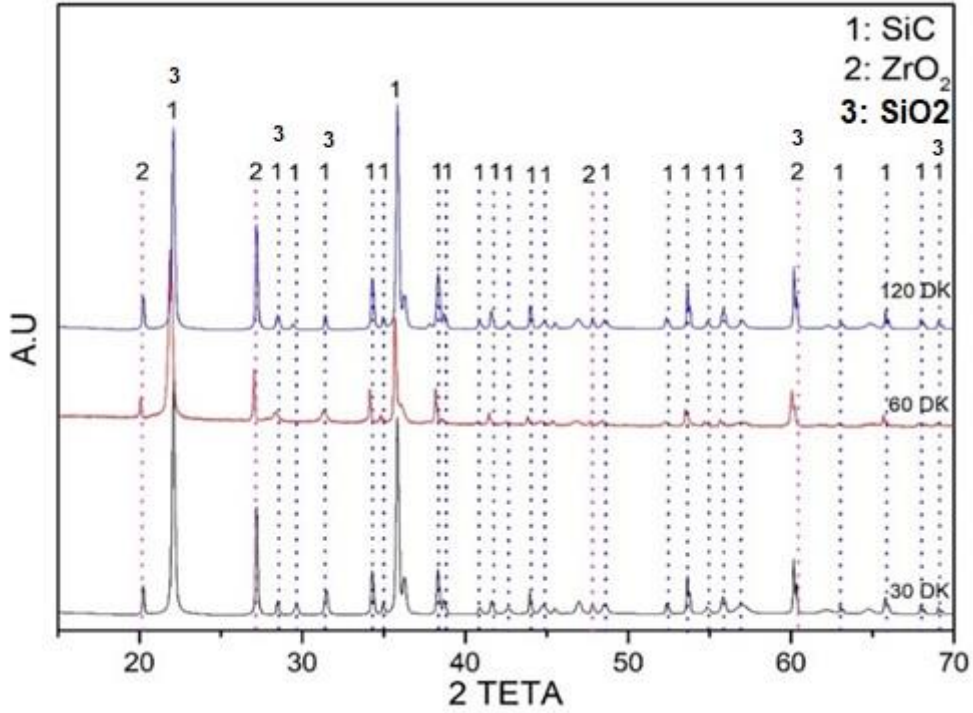
1400, 1450 ve 1500 °C sıcaklıklarda 60 dk. sinterlenmiş B5 numunesinin XRD analizleri Şekil 6.13'de gösterilmiştir. Gösterilen bu XRD sonuçlarında oluşan fazların SiC, SiO₂ ve ZrO₂'den oluştuğu, sıcaklık artışına bağlı olarak faz oluşumlarında herhangi bir değişikliğin oluşmadığı gözlemlenmiştir. ZrO₂ bağlı ürünlerde de SiC fazının O₂ ile tepkimeye girmesiyle SiO₂ fazının oluştuğu gözlenmektedir.



Şekil 6.13. 1400, 1450 ve 1500 °C'de 60 dk. sinterlenmiş B5 numunesinin XRD analizi

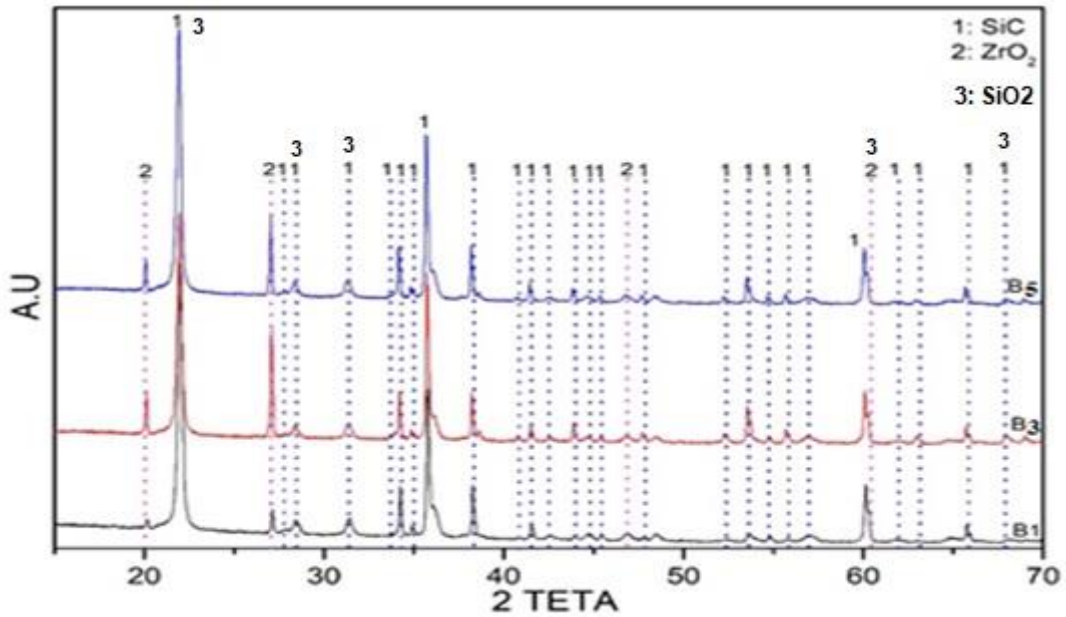
Şekil 6.14'de 1400 °C'de 30, 60 ve 120 dk. sinterlenmiş B5 numunesinin XRD analizleri gösterilmiştir. Gösterilen bu XRD analizinde sinterleme süresinin artışına bağlı olarak sinterleme

ürünlerinde bir değişiklik olmadığı oluşan ürünlerin SiC, SiO₂, ZrO₂'den oluştuğu gözlemlenmiştir.



Şekil 6.14. 1400 °C'de 30, 60 ve 120 dk. sinterlenmiş B5 numunesinin XRD analizi

Şekil 6.15'de 1400 °C'de 1 saat sinterlenmiş B1, B3 ve B5 numunelerinin XRD analizleri gösterilmiştir. ZrO₂ miktarının sırasıyla %1-3-5 olarak arttığı B1, B3 ve B5 numunelerinde ZrO₂ miktarının artmasına bağlı olarak XRD analizlerinde ZrO₂ piklerinin artış gösterdiği gözlemlenmiştir.



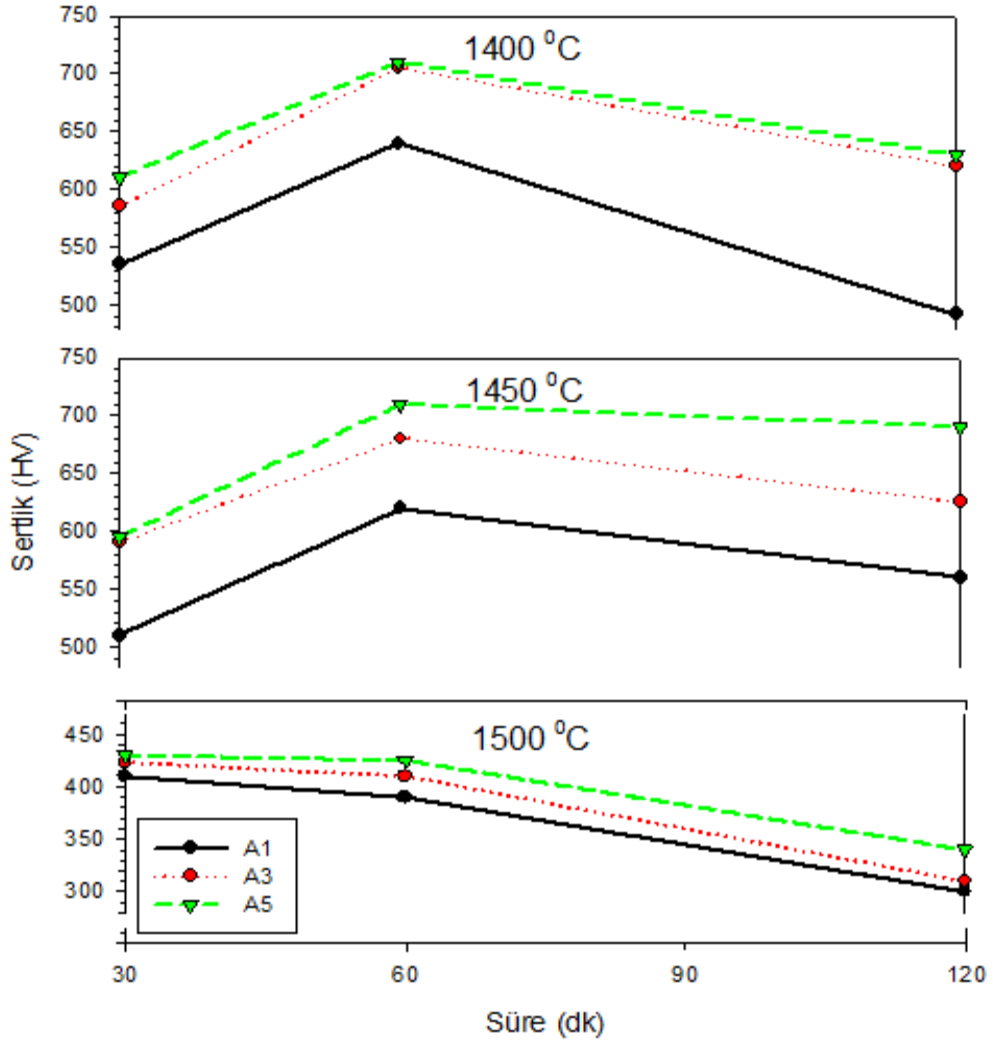
Şekil 6.15. 1400 °C'de 1 saat sinterlenmiş B1, B3 ve B5 numunelerin XRD analizi

Şeker, matris yapı olarak 5 µm boyutunda ticari alümina, takviye amaçlı 40-80, 80-125 ve 125-250 µm olmak üzere üç farklı tane boyut aralığına sahip SiC ağırlıkça %30 ve %40 oranlarında kullanılarak seramik matris seramik parçacık takviyeli kompozit (CMC) malzeme üretilmiştir. 1650 °C’de sinterlenen 40-80 µm boyutunda %40 SiC ilaveli alümina kompozit malzemenin XRD sonuçlarına göre ana faz alümina olduğunu, açık atmosferde sinterlenen numunelerde, SiC’ün sinter ortamındaki oksijenle reaksiyona girmesini sonucunda SiO₂ ve CO oluştuğunu belirtmiştir. Sinter ortamında oluşan ve yüzeyde mevcut SiO₂ ile ana yapı (alümina) reaksiyona girerek müllit (Al₆Si₂O₁₃) fazını oluşturmuştur. Ancak çalışmamızda alümina, müllit fazını oluşturmak için yeterli gelmemiştir (Şeker, 2013,66).

Öztürk’ün, alüminaya çeşitli oranlarda SiC ilave etmiş olduğu çalışmada, SiC içermeyen A₀ serisinin tüm sinterleme sıcaklıklarında beklenildiği gibi sadece alümina fazı belirlenmiştir. SiC ilavesi ile birlikte alüminanın yanı sıra, müllit fazının da varlığı gözlenmiştir. Daha öncede ifade edildiği gibi, oksidan atmosferde SiC’ün parçalandığı ve sinterleme ortamından oksijenle reaksiyona girmesi sonucunda CO gaz çıkışı olduğu bilinmektedir. Ayrıca SiC’ün oksitlendiği reaksiyonda reaksiyon ürünü olarak SiO₂ de oluşmuştur. Oluşan SiO₂, alümina ile reaksiyona girerek müllit fazını meydana getirmektedir. SiC artışıyla numunelerde görülen müllit fazı bu şekilde meydana gelmektedir. A₁₅ kodlu en yüksek SiC içeren bileşimin 1500 °C’de sinterlenen numunelerinde müllit ve alümina fazlarının yanı sıra az miktarda SiC’ün de olduğu tespit edilmiş olup daha yüksek sıcaklıklarda rastlanmamıştır. Bu durum, sıcaklık artışıyla oksitlenme reaksiyonunun artışına bağlı olarak yapıda kalan SiC’ün azaldığına işaret etmektedir. SiC ve sinterleme sıcaklığının artışıyla, SiC’ün parçalanması sonucunda açığa çıkan SiO₂ miktarının artışına bağlı olarak müllit piklerinde ve pik şiddetlerinde bir artış göze çarpmaktadır (Öztürk, 2007,140).

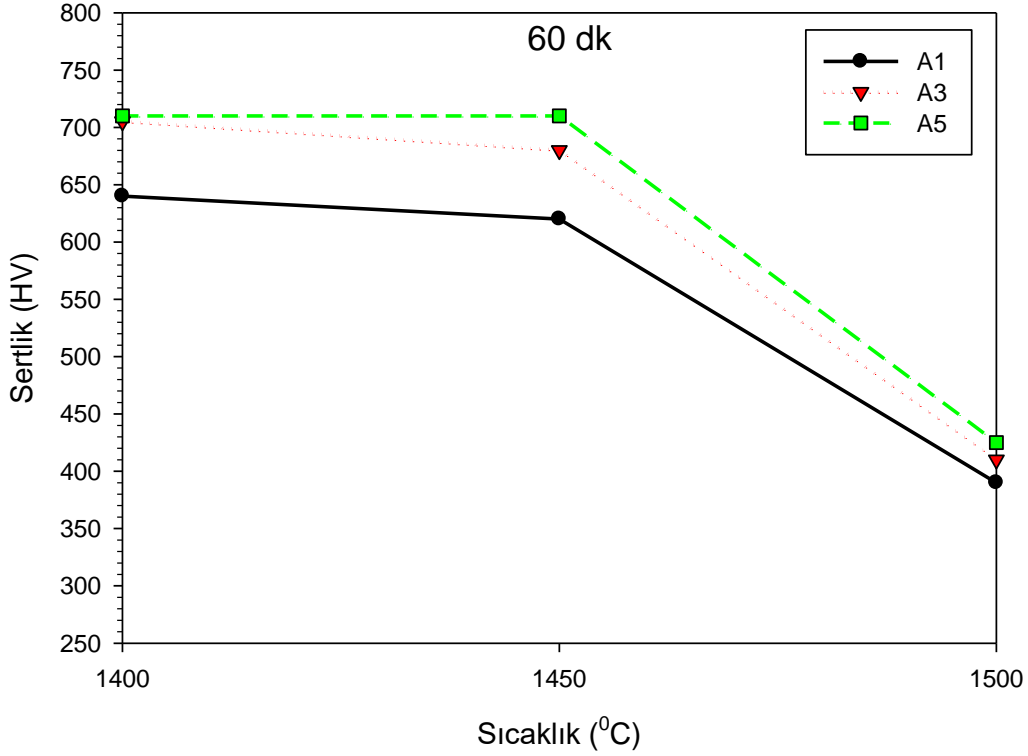
6.4.Sertlik

1400, 1450 ve 1500 °C’de çeşitli sürelerde (30, 60 ve 120 dk) sinterlenmiş A₁, A₃ ve A₅ numunelerinin sertlik değerleri Şekil 6.16’da gösterilmiştir. Sinterleme süresinin 30 dk dan 60 dk ya çıkmasıyla genel olarak sertlik değerinde artma gözlemlenirken sinterleme süresinin 120 dk çıkmasıyla sertlik değerinde yeniden azalma görülmüştür. 60 dk’dan sonra sinterleme süresi arttıkça, sertlik değerinin düştüğü, Al₂O₃ katkısı arttıkça sertlik değerinin arttığı gözlemlenmiştir. Özellikle 1500 °C’de sinterlemede sinterleme süresinin artmasının sertlik değerini azalttığı görülmüştür. Sertlikteki bu azalmanın sebepleri 1500 °C’de sinterlemenin SiC’ün bozunması olabilir.



Şekil 6.16. 1400, 1450 ve 1500°C’de sinterlenmiş A1, A3 ve A5 numunelerin sinterleme sürenine bağlı olarak sertlik değişimleri

Şekil 6.17’de 1400, 1450 ve 1500 °C’de 60 dk sinterlenmiş A1, A3 ve A5 numunelerinin sertlik değişimleri gösterilmiştir. Sinterleme sıcaklığının artmasına bağlı olarak özellikle 1500 °C’ye sinterleme sıcaklığının artması ile önemli ölçüde sertlik düşmesinin olduğu görülmüştür. Yine aynı şekilde sıcaklık artışı ile sertlikteki azalmanın sebebi SiC’de C’un bozunması olabilir.



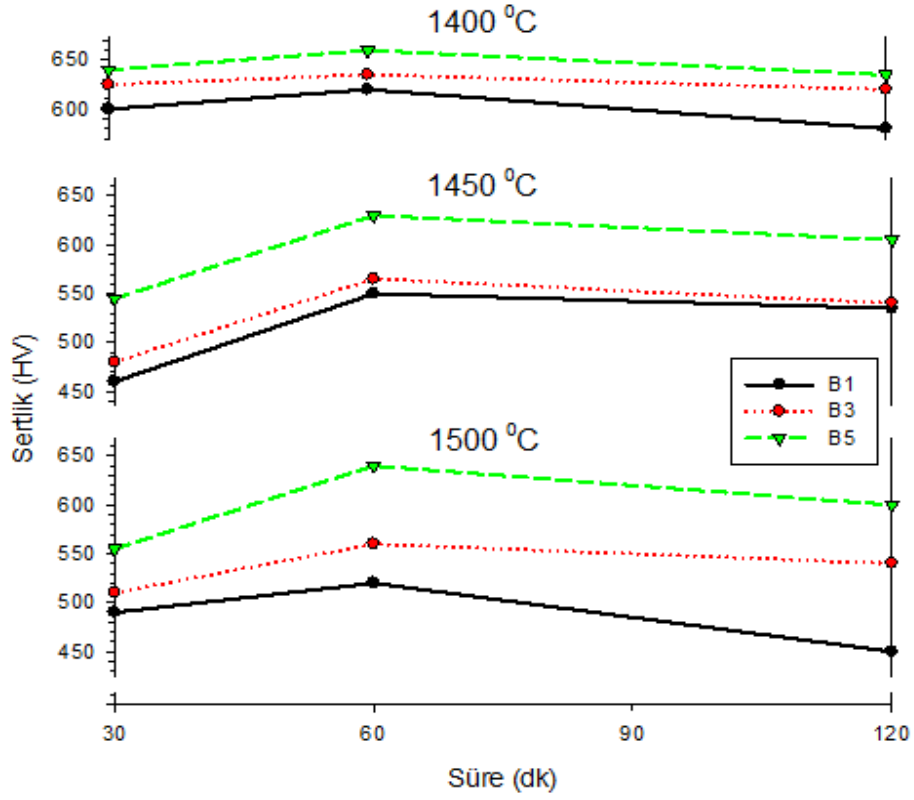
Şekil 6.17. A1, A3 ve A5 Kodlu Numunelerde Sinterleme Sıcaklığının Sertliğe Etkisi

Tablo 6.3’de farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen A1, A3 ve A5 numunelerinin sertlikleri gösterilmiştir. Buna göre en yüksek sertlik değerinin 1400 ve 1450 °C’de 60 dk sinterlenmiş A5 kodlu numunede 710 HV, en düşük sertlik değerinin ise 1500 °C’de 120 sinterlenmiş A1 numunesinde 300 HV değerinde çıktığı görülmüştür.

Şekil 6.18’de 1400, 1450 ve 1500 °C’de 60 dk sinterlenmiş B1, B3 ve B5 numunelerinin sertlik değişimleri gösterilmiştir. Sinterleme süresinin 60 dk artmasının sertliği artırdığı sinterleme süresinin 120 dk çıkmasının ise sertliği artırma konusunda etkinliğini kaybettiği gözlemlenmiştir. Sinterleme sıcaklığının artmasının sertliği azalttığı görülmüştür.

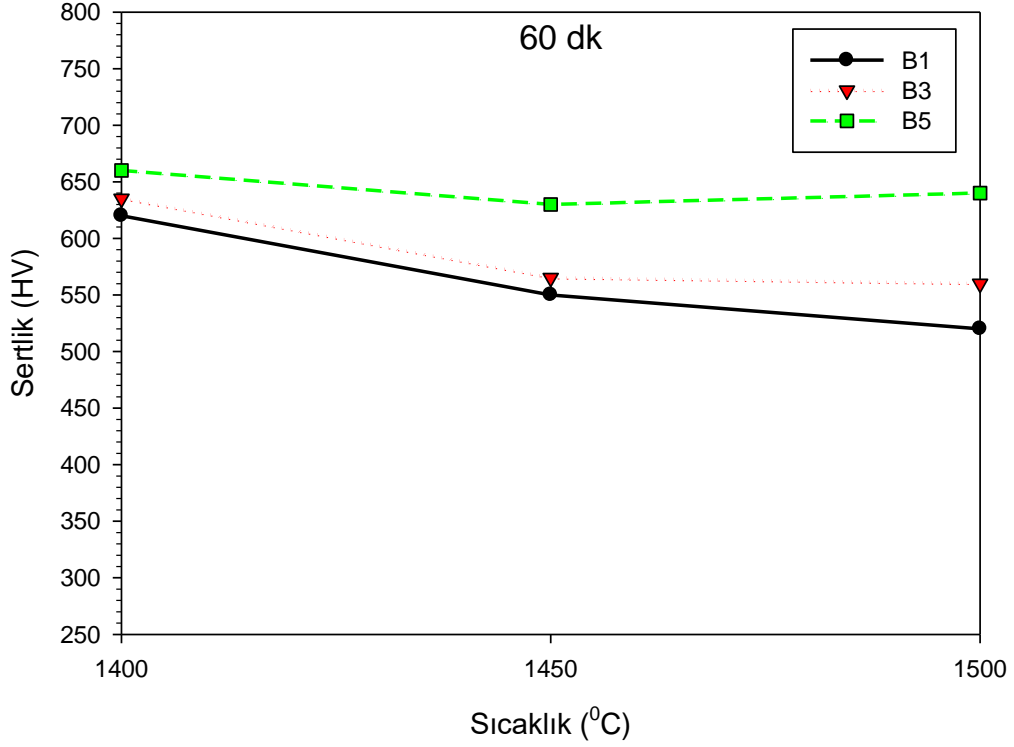
Tablo 6.3. Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen A1, A3 ve A5 numunelerinin sertlikleri

Numune kod numarası	Sıcaklık (°C)	Süre (dk)	Sertlik (HV)
A1	1400	30	535
A3	1400	30	585
A5	1400	30	610
A1	1450	30	510
A3	1450	30	590
A5	1450	30	595
A1	1500	30	410
A3	1500	30	423
A5	1500	30	430
A1	1400	60	640
A3	1400	60	705
A5	1400	60	710
A1	1450	60	620
A3	1450	60	680
A5	1450	60	710
A1	1500	60	390
A3	1500	60	410
A5	1500	60	425
A1	1400	120	492
A3	1400	120	620
A5	1400	120	630
A1	1450	120	560
A3	1450	120	625
A5	1450	120	690
A1	1500	120	300
A3	1500	120	310
A5	1500	120	340



Şekil 6.18. 1400, 1450 ve 1500 °C’de sinterlenmiş B1, B3 ve B5 numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak sertlik değişimleri

Şekil 6.19’da 1400, 1450 ve 1500 °C’de 60 dk sinterlenmiş B1, B3 ve B5 numunelerinin sertlik değişimleri gösterilmiştir. Sinterleme sıcaklığının artmasına bağlı olarak azda olsa sertlikte bir miktar azalma tespit edilmiştir.



Şekil 6.19. B1, B3 ve B5 kodlu numunelerde sinterleme sıcaklığının sertliğe etkisi

Tablo 6.4’de farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen B1, B3 ve B5 numunelerinin sertlikleri gösterilmiştir. Buna göre en yüksek sertlik değerinin 1400 °C’de 60 dk sinterlenmiş B5 kodlu numunede 660 HV, en düşük sertlik değerinin ise 1500 °C’de 120 dk sinterlenmiş B1 numunesinde 450 HV değerinde çıktığı görülmüştür.

Şeker, alümina matrisli kompozit içerisine SiC ilavesinin, kompozit malzemenin sertliğini arttırdığını, en yüksek sertlik değerini % 40 oranında ve 40-80 µm boyutunda SiC içeren numuneden elde edilmiştir. En düşük sertlik değeri ise 84 HV olarak, % 30 oranında ve 125-250 µm boyutunda SiC içeren numunede ölçülmüştür. Bu çalışmada sertliğe etki eden bir diğer faktör ise SiC tane boyutudur. İri tane boyutunun sertlik üzerine etkileri incelendiğinde ise tane boyut artışının sertlik üzerinde olumsuz etkisi olduğu gözlenmiştir (Şeker, 2013,61).

Şenel ve arkadaşları, toz metalürji metodu ile alüminyum matrise ağırlıkça % 0-30 arasında değişen oranlarda SiC katkısı yapmışlar, takviye oranının deneysel yoğunluk, sertlik ve basma dayanımına etkilerini incelemişlerdir. Mekanik testler neticesinde, üretilen saf alüminyumun Vickers sertliği 30 HV ve basma dayanımı 112 MPa iken; ağırlıkça % 30 SiC katkısıyla Vickers sertliği 79 HV’ye ve basma dayanımı 221 MPa’a yükseldiğini tespit etmişlerdir. Sonuç olarak, SiC katkısının kompozitlerin mekanik özelliklerine olumlu yönde katkı yaptığı görülmüşlerdir (Şenel, Gurbuz, & Koç, 2018,122-133).

Tablo 6.4. Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen B1, B3 ve B5 numunelerinin sertlikleri

Numune kod numarası	Sıcaklık (°C)	Süre (dk)	Sertlik (HV)
B1	1400	30	600
B3	1400	30	625
B5	1400	30	640
B1	1450	30	460
B3	1450	30	480
B5	1450	30	545
B1	1500	30	490
B3	1500	30	510
B5	1500	30	555
B1	1400	60	620
B3	1400	60	635
B5	1400	60	660
B1	1450	60	550
B3	1450	60	565
B5	1450	60	630
B1	1500	60	520
B3	1500	60	560
B5	1500	60	640
B1	1400	120	580
B3	1400	120	620
B5	1400	120	635
B1	1450	120	535
B3	1450	120	540
B5	1450	120	605
B1	1500	120	450
B3	1500	120	540
B5	1500	120	600

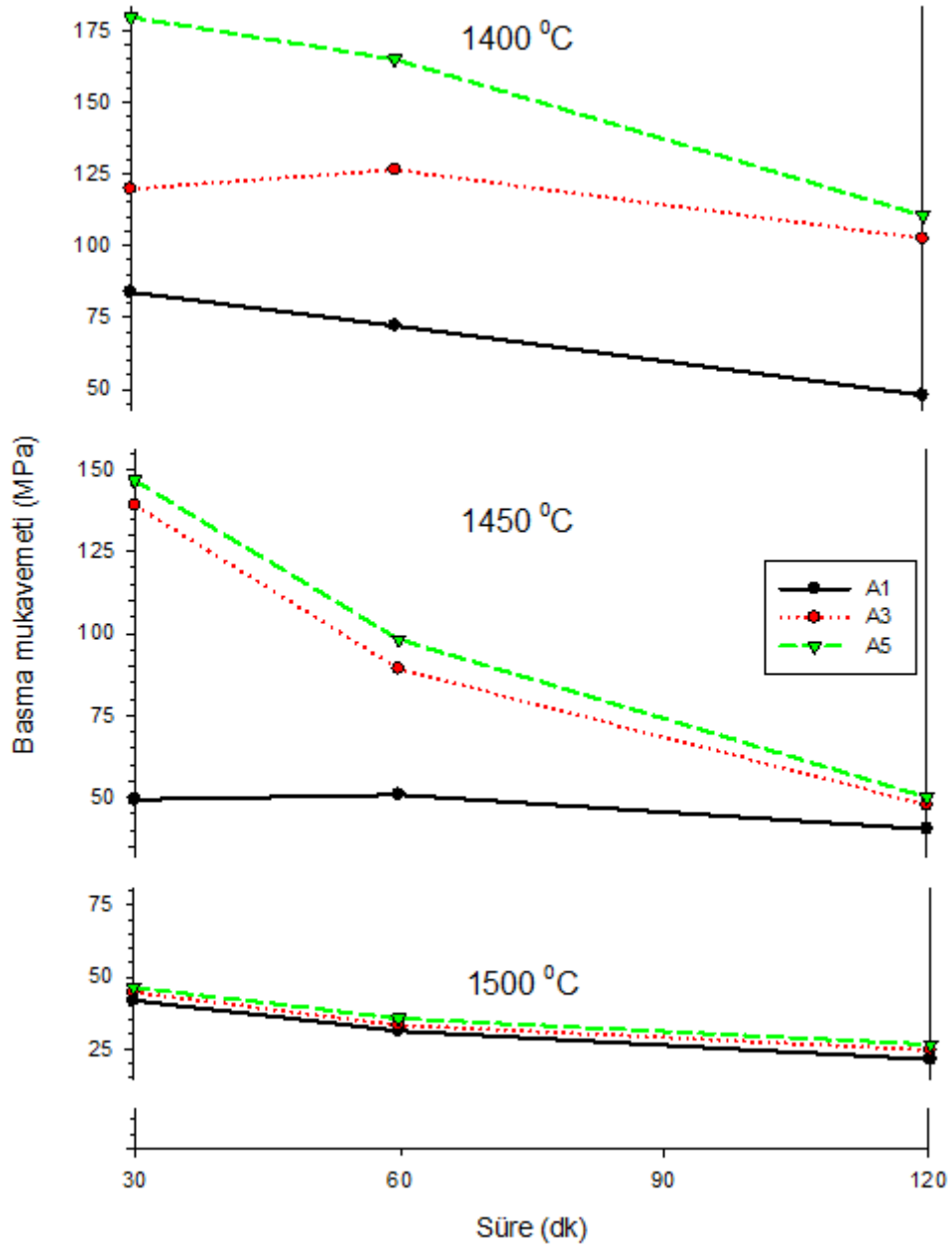
Öztürk, alümina ve SiC'den hazırlanan karışımların (A₀, A₅, A₁₀, A₁₅) farklı sıcaklıklarda 2 saat sinterlendikten sonra numunelerin hesaplanan sertlik değerleri ölçülmüştür. En iyi yoğunlaşmanın olduğu ürünlerde en yüksek sertliklerin elde edildiği görülmüştür. Relatif yoğunluğu 96,05 olan katkısız alüminanın 1550 °C'de sinterlenen numunelerinde en yüksek sertlik elde edilmiş olup, Artan SiC ilavesiyle sertliklerde porozite oluşuna bağlı olarak azalma eğilimi olduğunu belirtmiştir (Öztürk, 2007,101).

Şanlı, SiC takviyeli kompozit numuneleri için sertlik ölçüm sonuçları değerlendirildiğinde, artan SiC takviye oranının, sinterleme sıcaklığı ve sinterleme süresi ile numunelerin sertliklerinde artış olduğu belirlenmiştir (Şanlı, 2019,90).

Alümina yüksek sertliğe sahip bir seramiktir (19,6 GPa, ~ 2000 HV). SiC, alüminaya göre daha sert bir seramiktir (27,4 GPa ~ 2790 HV) (Şeker, 2013,61). Zirkonya (ZrO₂) malzemesinin sertliği ise 1000-1300 HV sertliğinde olup diğerlerine göre yumuşak bir malzemedir (Şen , Turp, Şen , & Ölçer Us, 2017,127-132). SiC malzeme bu çalışmada matris malzeme olduğundan katkı malzemeleri ilave edildiğinde monolitik SiC'e göre sertlikte azalma meydana gelmiştir.

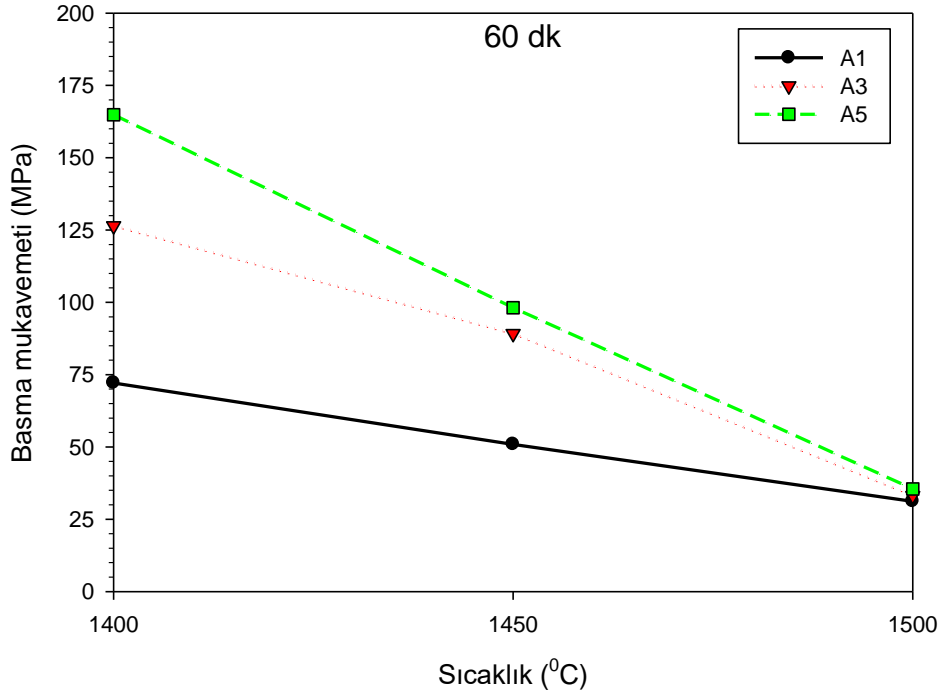
6.5. Basma Dayanımı

Şekil 6.20'de bulunan 1400, 1450 ve 1500 °C'de sinterlenen Al₂O₃ ilaveli SiC esaslı kompozit malzemenin basma mukavemeti grafiğine göre, sinterleme süresinin artırılması, basma dayanımına olumsuz etki yaptığı gözlenmiştir. Ayrıca sinterleme sıcaklığının artması da basma mukavemetine olumsuz bir etki yapmıştır.



Şekil 6.20. 1400, 1450 ve 1500°C’de sinterlenmiş A1, A3 ve A5 numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak basma mukavemeti değişimleri

Şekil 6.21’de 1400, 1450 ve 1500°C’de 60 dk sinterlenmiş A1, A3 ve A5 numunelerinin basma mukavemeti değişimleri gösterilmiştir. Sinterleme sıcaklığının artmasına bağlı olarak basma mukavemetinde ciddi bir azalma gözlemlenmiştir. A5 kodlu numunelerde bu azalma etkisinin en fazla olduğu görülmüştür.



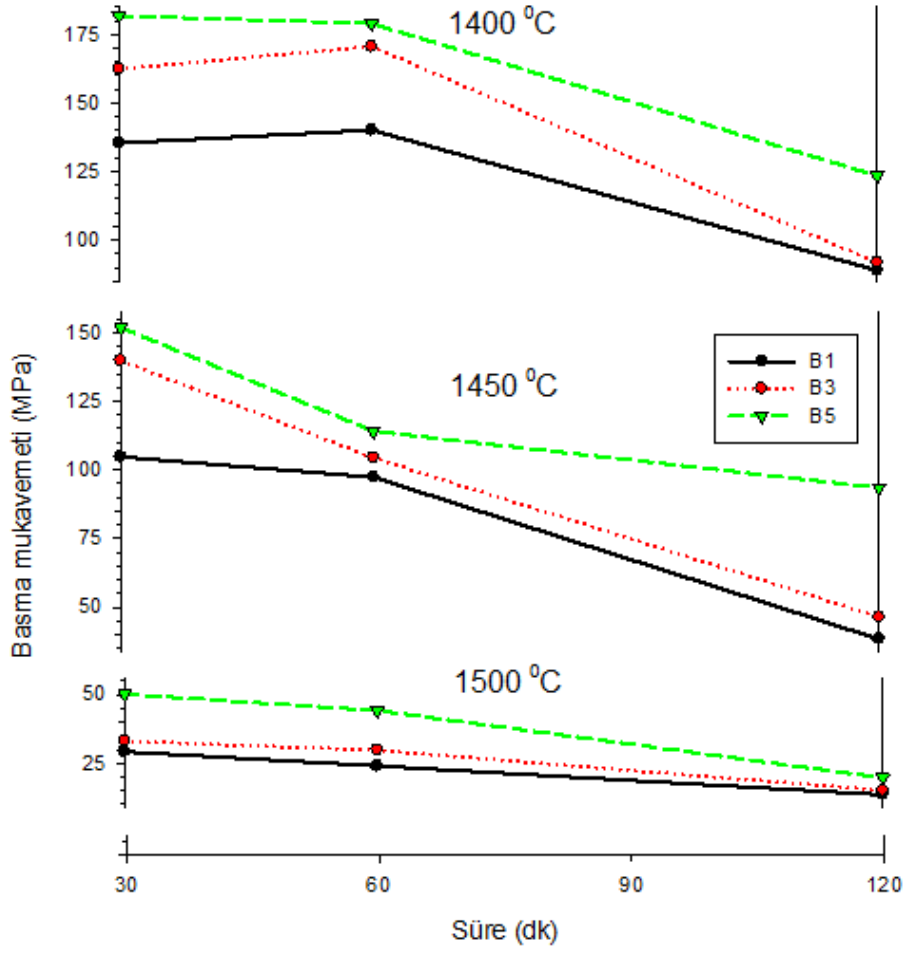
Şekil 6.21. Sinterleme sıcaklığının basma mukavemetine etkisi

Tablo 6.5’de farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen A1, A3 ve A5 numunelerinin basma mukavemet değerleri gösterilmiştir. Buna göre en yüksek basma mukavemeti değerinin 1400 °C’de 30 dk sinterlenmiş A5 kodlu numunede 179,53 MPa, en düşük basma mukavemeti değerinin ise 1500 °C’de 120 sinterlenmiş A1 numunesinde 21,23 MPa değerinde çıktığı görülmüştür.

Tablo 6.5. Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen A1, A3 ve A5 numunelerinin basma mukavemetleri

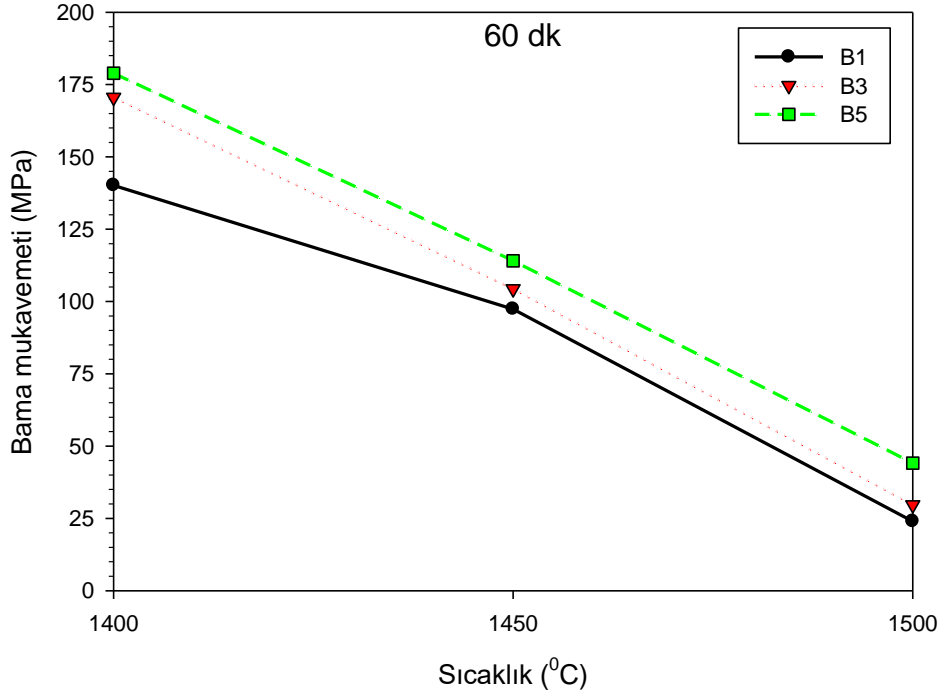
Numune kod numarası	Sıcaklık (°C)	Süre (dk)	Basma mukavemeti (MPa)
A1	1400	30	83,78
A3	1400	30	119,69
A5	1400	30	179,53
A1	1450	30	49,37
A3	1450	30	139,14
A5	1450	30	146,62
A1	1500	30	41,82
A3	1500	30	44,59
A5	1500	30	46,38
A1	1400	60	72,13
A3	1400	60	126,41
A5	1400	60	164,87
A1	1450	60	50,87
A3	1450	60	89,17
A5	1450	60	98,15
A1	1500	60	31,19
A3	1500	60	33,19
A5	1500	60	35,47
A1	1400	120	47,88
A3	1400	120	102,41
A5	1400	120	110,40
A1	1450	120	40,39
A3	1450	120	47,67
A5	1450	120	50,12
A1	1500	120	21,23
A3	1500	120	24,55
A5	1500	120	26,43

Şekil 6.22’de bulunan 1400, 1450 ve 1500 °C’de sinterlenen ZrO₂ ilaveli SiC esaslı kompozit malzemenin basma mukavemeti grafiğine göre, sinterleme süresinin artırılması, basma dayanımına olumsuz etki yaptığı gözlenmiştir. Ayrıca sinterleme sıcaklığının artması da basma mukavemetine olumsuz bir etki yapmıştır.



Şekil 6.22. 1400, 1450 ve 1500°C’de sinterlenmiş B1, B3 ve B5 numunelerin sinterleme süresine bağlı olarak basma mukavemeti değişimleri

Şekil 6.23’de 1400, 1450 ve 1500°C’de 60 dk sinterlenmiş B1, B3 ve B5 numunelerinin basma mukavemeti değişimleri gösterilmiştir. Sinterleme sıcaklığı artmasına bağlı olarak basma mukavemetinde ciddi bir azalma gözlenmiştir.



Şekil 6.23. Sinterleme sıcaklığını basma mukavemetine etkisi

Tablo 6.6’da farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen B1, B3 ve B5 numunelerinin basma mukavemet değerleri gösterilmiştir. Buna göre en yüksek basma mukavemeti değerinin 1400 °C’de 30 dk sinterlenmiş B5 kodlu numunede 181,78 MPa, en düşük basma mukavemeti değerinin ise 1500 °C’de 120 sinterlenmiş B1 numunesinde 13,46 MPa değerinde çıktığı görülmüştür.

SiC malzemenin basma dayanımı oldukça yüksek olup 3900 MPa civarında olduğu bilinmektedir (Calix Ceramics Solutions , 2021) (İmetra, 2021). Zirkonyanın basma dayanımı, 1700-2000 MPa civarlarında (Akyıldız, 2014,22), Alüminanın basma dayanımı, 90 MPa civarlarından olduğu literatür bilgilerinde mevcuttur (Şenel, 2020,783-795).

M.F. Zawrah ve M.H. Aly çalışmasında, M1 koduyla %40 Al₂O₃, %30 SiC, %30 Al; M2 koduyla %35 Al₂O₃, %35 SiC, %30 Al; M3 koduyla %30 Al₂O₃, %30 SiC, %40 Al; M4 koduyla %15 Al₂O₃, %45 SiC, %40 Al; M5 koduyla %30 Al₂O₃, %25 SiC, %45 Al oranlarında olmak üzere 5 bileşim hazırlamış ve 1400 °C-1450 °C ve 1600 °C olmak üzere 3 farklı sıcaklıkta sinterlemiş, soğuk kırma dayanımını incelediğinde, en yüksek mukavemet, 1600 °C’de sinterlenenlerde görülmüş olup, bileşen olarak ta M2 bileşeninde görmüşlerdir (Zawrah & Aly, 2006,21-28).

Bakar B’nin, yüksek lisans tez çalışmasında, %5, 10 ve 15 oranında Al₂O₃ ilave edilmiş ilave oranın eğme mukavemetini artırdığı ve sıcaklığın 1400 °C’den 1500°C’e çıkarılması ile eğme mukavemetinin doğru orantılı olarak arttığı görülmüştür (Bakar, 2009,47).

Tablo 6.6. Farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenen B1, B3 ve B5 numunelerinin basma mukavemetleri

Numune kod numarası	Sıcaklık (°C)	Süre (dk)	Basma Mukavemeti (MPa)
B1	1400	30	135,40
B3	1400	30	162,33
B5	1400	30	181,78
B1	1450	30	104,73
B3	1450	30	139,81
B5	1450	30	151,86
B1	1500	30	29,17
B3	1500	30	32,91
B5	1500	30	50,12
B1	1400	60	140,14
B3	1400	60	170,54
B5	1400	60	178,92
B1	1450	60	97,33
B3	1450	60	104,33
B5	1450	60	114,06
B1	1500	60	23,94
B3	1500	60	29,69
B5	1500	60	44,14
B1	1400	120	89,02
B3	1400	120	91,77
B5	1400	120	123,43
B1	1450	120	38,30
B3	1450	120	46,38
B5	1450	120	93,51
B1	1500	120	13,46
B3	1500	120	14,96
B5	1500	120	19,67

7.SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRME

7.1. Sonuçlar

Bu çalışmada, farklı bileşimlerde Al_2O_3 ve ZrO_2 katkısı ile elde edilen SiC bazlı numunelere, farklı sıcaklıklarda ve üç farklı sürede atmosferik ortamda sinterleme işlemi uygulanarak, Al_2O_3 ve ZrO_2 katkılarının, farklı sinterleme koşullarında SiC malzeme üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Yüksek saflıkta temin edilen SiC tozuna Al_2O_3 ve ZrO_2 tozları ayrı ayrı olmak üzere ağırlıkça % 1-3-5 oranlarında katılarak kompozisyonlar hazırlanmıştır. Elde edilen karışımlar manuel mekanik pres ve ardından soğuk izostatik pres ile şekillendirildikten sonra her bileşim ayrı ayrı olmak üzere, 1400 °C- 1450 °C- 1500 °C sıcaklıklarında, sırasıyla yarım saat, 1 saat ve 2 saat süreyle atmosferik ortamda 5 °C/dk ısıtma hızında ve aynı soğutma hızıyla sinterleme işlemine tabi tutulmuştur.

SEM Analizi sonuçlarına göre, Al_2O_3 ve ZrO_2 katkılı A ve B kodlu ürünlerin ikisinde de 1400- 1450- 1500 °C'deki sinterleme prosesi, yüzey morfolojisini değiştirdiği, sıcaklık ve katkı malzemesinin oranı arttıkça, sinterleme esnasında oluşan bağ sayısını artırmış porozite miktarını azaltmıştır. Katkı malzemesi miktarları arttıkça ve sinterleme sıcaklık ve süreleri arttıkça sinterlemenin iyileştiği sonucuna varılmıştır.

XRD Analizi sonuçlarına göre Al_2O_3 ve ZrO_2 katkılı A ve B kodlu ürünlerin ikisinde de sıcaklık artışı ile Al_2O_3 ve ZrO_2 piklerinin şiddeti arttığı görülmektedir. SiC tozlarının oksitlenip SiO_2 'ye dönüşmediği, ayrıca, ZrC, AlC, Müllit, Alümina silikat ve ZrO_2 olan zirkonun $ZrSiO_4$ fazına (Zirkonya) dönüşmesi için sıcaklıkların yetersiz geldiği yorumlanmıştır.

SiC'e Al_2O_3 ilavesinin %1'den %5'e artmasıyla karışımların tane boyutunda küçülme gözlemlenmiştir. Aynı şekilde SiC'e ZrO_2 ilavesinin %1'den %5'e artmasıyla hazırlanan karışımların tane boyutunda azalma görülmüştür.

Al_2O_3 katkılı karışımların ortalama tane boyutunun ZrO_2 katkılılarından daha büyük olduğu görülmüştür.

A1, A2 ve A3 numunelerine sırasıyla %1, 3 ve 5 oranında Al_2O_3 katılmasıyla, A2'nin A1 e göre, A3'ün A2'ye göre teorik yoğunluğu %0.45 artmıştır.

B1, B2 ve B3 numunelerine sırasıyla %1, 3 ve 5 oranında ZrO_2 katılmasıyla, B2 nin B1 e göre, %1.527, B3'ün B2'ye göre teorik yoğunluğu %1.504 artmıştır

Al_2O_3 ilaveli SiC kompozit malzemenin sinterlendiği tüm sıcaklıklarda sinterleme süresinin 60 dk'ya çıkmasıyla relatif yoğunluğun arttığı sinterleme süresinin 120 dk kadar

ilerlemesi ile yoğunlukta azalmanın olduğu görülmektedir. SiC tanecikleri içerisindeki Al₂O₃ ilavesinin %1'den %5'e artması ile relatif yoğunlukta artış eğilimi gözlemlenmiştir. 1450 ve 1500 °C sıcaklıklarda sinterleme süresinin 120 dk çıkmasıyla relatif yoğunlukta önemli ölçüde azalma meydana geldiği görülmüştür.

ZrO₂ ilaveli SiC kompozit malzemenin sinterlendiği tüm sıcaklıklarda sinterleme süresinin 60 dk'ya çıkmasıyla relatif yoğunluğun arttığı sinterleme süresinin 120 dk kadar ilerlemesi ile yoğunlukta azalmanın olduğu görülmektedir. SiC tanecikleri içerisindeki ZrO₂ ilavesinin %1'den %5'e artması ile relatif yoğunlukta artış eğilimi gözlemlenmiştir. 1400, 1450 ve 1500 °C sıcaklıklarda sinterleme süresinin 120 dk çıkmasıyla relatif yoğunlukta önemli ölçüde azalma meydana geldiği görülmüştür.

Al₂O₃ ilaveli SiC kompozit malzeme üretim deneyinde sinterleme süresinin 30 dk dan 60 dk ya çıkmasıyla genel olarak sertlik değerinde artma gözlemlenirken sinterleme süresinin 120 dk çıkmasıyla sertlik değerinde yeniden azalma görülmüştür. 60 dk'dan sonra sinterleme süresi arttıkça, sertlik değerinin düştüğü gözlenmiş olup Al₂O₃ katkısı arttıkça sertlik değerinin artma meydana gelmiştir. Özellikle 1500 °C'de sinterlemede sinterleme süresinin artmasının sertlik değerini azalttığı görülmüştür.

Sinterleme süresinin 60 dk artmasının sertliği artırdığı sinterleme süresinin 120 dk çıkmasının ise sertliği artırma konusunda etkinliğini kaybettiği gözlemlenmiştir. Sinterleme sıcaklığının artmasının sertliği azalttığı görülmüştür. 1400, 1450 ve 1500 °C'de 60 dk'da sinterlenmiş ZrO₂ ilaveli SiC malzemelerde sinterleme sıcaklığının artmasına bağlı olarak azda olsa sertlikte bir miktar azalma tespit edilmiştir. En yüksek sertlik değerinin 1400 °C'de 60 dk sinterlenmiş %5 ZrO₂ ilaveli numunede 660 HV, en düşük sertlik değerinin ise 1500 °C'de 120 dk sinterlenmiş %1 ZrO₂ ilaveli numunede 450 HV değerinde görülmüştür.

1400, 1450 ve 1500 °C'de sinterlenen Al₂O₃ ilaveli SiC esaslı kompozit malzemenin basma mukavemeti grafiğine göre, sinterleme süresinin artırılması, basma dayanımına olumsuz etki yaptığı gözlenmiştir. Ayrıca sinterleme sıcaklığının artması da basma mukavemetine olumsuz bir etki yapmıştır.

1400, 1450 ve 1500 °C'de sinterlenen ZrO₂ ilaveli SiC esaslı kompozit malzemenin basma mukavemeti grafiğine göre, sinterleme süresinin artırılması, basma dayanımına olumsuz etki yaptığı gözlenmiştir. Ayrıca sinterleme sıcaklığının artması da basma mukavemetine olumsuz bir etki yapmıştır.

1400, 1450 ve 1500°C'de 60 dk sinterlenmiş %1, %3 ve %5 Al₂O₃ katkılı SiC esaslı kompozit numunelerinin basma mukavemeti değerlerine göre, sinterleme sıcaklığının artmasına

bağlı olarak basma mukavemetinde ciddi bir azalma gözlemlenmiştir. A5 kodlu numunelerde bu azalma etkisinin en fazla olduğu görülmüştür.

Al₂O₃ katkılı SiC esaslı kompozit numunelerinin en yüksek basma mukavemeti değerinin 1400 °C’de 30 dk sinterlenmiş A5 kodlu numunede 179,53 MPa, en düşük basma mukavemeti değerinin ise 1500 °C’de 120 sinterlenmiş A1 numunesinde 21,23 MPa değerinde çıktığı görülmüştür.

1400, 1450 ve 1500 °C’de 60 dk sinterlenmiş %1, %3 ve %5 ZrO₂ katkılı SiC esaslı kompozit numunelerinin basma mukavemeti değişimleri gösterilmiştir. Sinterleme sıcaklığı artmasına bağlı olarak basma mukavemetinde ciddi bir azalma gözlenmiştir.

ZrO₂ katkılı SiC esaslı kompozit numunelerinin en yüksek basma mukavemeti değerinin 1400 °C’de 30 dk sinterlenmiş B5 kodlu numunede 181,78 MPa, en düşük basma mukavemeti değerinin ise 1500 °C’de 120 sinterlenmiş B1 numunesinde 13,46 MPa değerinde çıktığı görülmüştür.

7.2. Değerlendirme

SiC Kompozit malzeme üretimi için 1400, 1450 ve 1500 °C’de çalışmalar gerçekleştirilmiş ve sinterleme sonucunda istenilen fazların elde edilemediği, SiC ve Al₂O₃ malzemelerinin yapılarını koruduğu sadece morfolojilerinin değiştiği sonucuna varılmıştır. İstenilen fazların elde edilebilmesi için argon, azot gibi farklı ortam koşullarında 1500 °C’den yüksek sıcaklıklarda denemeler yapılabilir.

1500 °C’den yüksek sıcaklıklarda oksitlenme arttığından ve SiC yapısı bozulup SiO₂ ye dönüştüğünden dolayı buna bağlı olarak mukavemet düşmektedir. Bunu göz önünde bulundurarak atmosferik ortamda sinterlemek istenirse, oksit olmayan katkıları kullanılarak çalışma yapılabilir.

SiC Kompozit malzeme üretiminde Al₂O₃ ve ZrO₂ katkılarının ve miktarlarının sinterleme davranışlarının incelenmesi üzerine çalışma yapılmıştır. Ancak, bu sıcaklıklar için müllit, ZrC gibi mukavemet sağlayacak fazlar için katkı malzemesi miktarları yetersiz geldiği düşünülmektedir. Bunu göz önünde bulundurarak katkı malzemesi oranları artırılıp deneyler yapılabilir.

SiC Kompozit malzeme üretimi için 1400- 1450 – 1500 °C’de atmosferik ortamda çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Yine bu sıcaklıklarda oksit olmayan katkıları kullanılarak, atmosferik ortamda sinterleme prosesi gerçekleştirilebilir.

KAYNAKÇA

- Akarsu, M. (2015).** SiC Esaslı Seramiklerin Spark Plazma Sinterleme (Sps) Yöntemi İle Üretimi Ve Karakterizasyonu, Doktora Tezi. İstanbul, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Arcasoy, A. (1983).** Seramik Teknolojisi Kitabı. İstanbul: Marmara Üniversitesi Yayınları.
- Atmaca S. (2010).** Azeotropik Özelliğe Sahip Bazı Karışımların Faz Denge Verileri, Yüksek Lisans Tezi. İstanbul, İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Aybarç U., K. A. (2017).** Sıcak izostatik preslemenin A356 alaşımının metalürjik ve mekanik özelliklerine etkisi. Journal of the Faculty of Engineering and Architecture of Gazi University, 32(4), 1327-1335.
- Aybers, M. (1999).** Sinterleme ve birinci safha sinterleme kinetiği. İstanbul: 1. Ulusal Nükleer Yakıt Teknolojisi Sempozyumu.
- Bağlan, Ç., & Aslanoğlu, Z. (2014).** Alumina Silikat Tuğlaların Abrasiv Aşınma Özelliklerinin İncelenmesi. Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi, 14(Oz5781), 513-516.
- Bahar, M. (2013, 6 12).** Toz Metalurji Nedir? 01 24, 2021 tarihinde www.kuark.org: <https://www.kuark.org/2013/06/toz-metalurji-nedir/> adresinden alındı
- Bakar, B. (2009).** Alümina Katkılı β Silisyum Karbürün Sinterlenmesi Ve Karakterizasyonu. Alümina Katkılı β Silisyum Karbürün Sinterlenmesi Ve Karakterizasyonu. İstanbul: Burak Bakar.
- Baylan, O. (2015, 04 15).** Basma deneyi nedir? 04 16, 2021 tarihinde <https://www.metaluzmani.com>: <https://www.metaluzmani.com/basma-deneyi-nedir/> adresinden alındı
- Belmonte , M., Nieto, M. I., Osendi, M. I., & Miranzo, P. (2006).** Influence of the SiC grain size on the wear behaviour of Al₂O₃/SiC composites. Journal of the European Ceramic Society(26), 1273-1279.
- Bengisu, M. (2006).** *Seramik Bilimi ve Mühendisliği* . Ankara.: Nobel Yayın Dağıtım.
- Birol, S. M. (2005).** Özel Alüminalar-1 Kalsine Alüminalar. (25-30). İstanbul: Metalurji Dergisi.
- Bultan, Ö. (2010).** Fabrication Techniques and Microstructure Classifications of Zirconia. 44(2).
- Bursa Teknik Üniversitesi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi Makine Mühendisliği Bölümü Makine Mühendisliği Laboratuvarı Sertlik Ölçme Deneyi Deney Föyü. (2019).** Bursa Teknik Üniversitesi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi Makine

- Mühendisliği Bölümü Makine Mühendisliği Laboratuvarı Sertlik Ölçme Deneyi Deney Föyü. Bursa.
- Ceylantekin, R. (2009).** ZrSiO₄ ve ZrO₂ ilavelerinin MgO-MgAl₂O₄ refrakterlerin mekanik, ısıtılma, şok ve korozyon davranışlarına etkileri. Eskişehir, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı.
- Davies, H. A. (2012).** Fundamental Aspects of Hot Isostatic Pressing: An Overview. *Metalurgical and Materials Transactions A*, 31(12), 2981-3000.
- Emrullahoğlu, Ö. F. (2006).** Muhtelif Katkıları Seydişehir Alüminasının Sinterlenme Davranışlarına Etkisi. p. 13-18.
- Erciyes Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Malz. Bil. Müh. Bölümü 2019-2020 Bahar Yarıyılı MBM 201 Seramikler Ders Notları. (2019-2020 Bahar Yarıyılı).** Erciyes Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Malz. Bil. Müh. Bölümü 2019-2020 Bahar Yarıyılı MBM 201 Seramikler Ders Notları.
- F. Tang, I. A. (2002).** Solid state sintering and consolidation of Al powders and Al matrix composites. *Journal of Light Metals* 2, 2(4), 201-214.
- Fırat Yastımoğlu, A. Ö. (2017).** Tekrarlanan Yükler Altında Kompozit Malzemelerin Yapılarının İncelenmesini Amaçlayan Deney Aygıtı Tasarımı. 5(1).
- German, R. (1996).** Sintering theory and practices. *Sintering theory and practices*. USA: John Wiley & Sons,.
- Gökçe, A., Fındık, F., & Kurt, A. O. (2017).** Alüminyum ve Alaşımlarının Toz Metalurjisi İşlemleri. *Mühendis ve Makina*, 58(686), 21-47.
- Gökdağ, D., Gürü, M., & Toğrul, T. (2016).** Mekanokimyasal Yöntemle Bor Oksitten Elementel Bor Sentezlenmesi Ve Karakterizasyonu. *Gazi Üniv. Müh. Mim. Fak. Der.*, 31(2), 425-433.
- Gökkaya, H., Sur, G., & Nas, E. (2013).** Sıcak Presleme Yöntemi Kullanılarak Kompozit Malzemelerin Üretilirliği Üzerine Bir Değerlendirme. *Karaelmas Fen ve Mühendislik Dergisi*, 3(2), 56-65.
- Gültekin, P. (2017).** Zirkonya'nın Dayanımı ve Yüzey Özellikleri, Protetik Diş Tedavisi Anabilim Dalı, İstanbul Üniversitesi Diş Hekimliği Fakültesi, İstanbul. . 3(2).
- H.Hübner, E. D. (1984).** Alumina. Berlin: Berlin Springer.
- İnan, U. (2005).** Farklı Sinterleme Sıcaklıklarının Ağırlıkça %2 MnO ve %2 TiO₂ Katkılı Alümin Seramiğinin Mikroyapısal ve Fiziksel Özelliklerine Olan Etkileri. İstanbul, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.

- Kalemtaş, A. (2015, Nisan-Mayıs-Haziran).** <https://docplayer.biz.tr>. Şubat 13, 2021 tarihinde DocPlayer: <https://docplayer.biz.tr/54393446-Makale-seramik-matrisli-kompozit-malzemeler.html> adresinden alındı
- Kara , E., Çuhadaroğlu, D. A., & Toroğlu, İ. (2019).** Laboratuvar Ölçekli Karıştırılmalı Değirmende Seramik Atıklarının Kırılma Davranışı. *Teknik Bilimleri Dergisi*, 9(1), 17-25.
- Karabük. (2015).** 05 21, 2021 tarihinde <https://dce.karabuk.edu.tr/>: <https://dce.karabuk.edu.tr/icerikGoster.aspx?K=S&id=23&BA=index.aspx> adresinden alındı
- Karakoca , S., & Yılmaz, H. (2006).** Zirkonyum Ve Sabit Protezlerde Kullanımı. *Atatürk Üniv. Dış Hek. Fak. Derg.(Suppl)*, 36-44.
- Kingery, W. B. (1976).** *Introduction to Ceramics*, 2nd Edition. New York: New York : Wiley.
- Kınıkoğlu, S. (1992).** Mullit-Zirkonya Seramik Kompozitlerinin Reaksiyon Sinterlemesi Yöntemi İle Elde Edilmesi ve Stronsiyum Oksit Katkısının Etkisi. İstanbul.
- Kumdalı, F. (2008).** Alüminyum matrisli B₄C takviyeli kompozitlerin toz metalurjisi yöntemi ile üretimi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul, YTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Kurşun. (2011).** Alüminyum Esaslı SiC Takviyeli Metal Matrisli Kompozitlerin Birleştirilmesinde Al₄C₃ Oluşumunun Önlenmesi Ve Sinerjik Kontrollü Darbeli Mıg (Gmaw-P) Kaynak Yöntemi, Cumhuriyet Üniversitesi, Teknoloji Fakültesi, Otomotiv Mühendisliği Bölümü, 2011. *Selçuk-Teknik Dergisi*, 10(1), 86-98.
- Liua , D., Ga, Y., Liub, J., Fangzhou, L., Wang , Y., & An, L. (2016).** SiC whisker reinforced ZrO₂ composites prepared by flash-sintering. *Journal of the European Ceramic Society*, 36(8), 2051-2055.
- malzemebilimi.net. (2018).** 01 10, 2021 tarihinde <https://malzemebilimi.net/ileri-teknoloji-seramikleri.html> adresinden alındı
- Metin N. (2013).** Organik Hidroksiapatit Tozlarının Sinterlenmesi Ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi. İstanbul, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Öğünç. (2006).** Sıcak Presleme İle Sinterlenmiş α-SiC Matrisli B₄C Kompozitlerinin Özelliklerinin İncelenmesi, İstanbul, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Özdemir, M. (2004).** Kaolen-Sepiyolit Katkılı Kordiyerit Üretimi, Afyonkarahisar: A.K.Ü., Uşak Müh. Fak., Seramik Müh. Bölümü.
- Özgen. (1999).** Seramik Endüstrisinde Silisyum Karbür Fırın Refrakter Malzemeleri. *TMMOB Metalurji Mühendisleri Odası Dergisi*, 0-23. 23 1, 2021 tarihinde www.metalurji.org.tr: https://www.metalurji.org.tr/dergi/dergi121/d121_2325.html adresinden alındı

- Özgen, S. (2018).** Soğuk izostatik presleme nedir? Nasıl uygulanır? <https://malzemebilimi.net/>: <https://malzemebilimi.net/soguk-izostatik-presleme-nedir-nasil-uygulanir.html> adresinden alındı
- Özgen, S. (2018).** Soğuk izostatik presleme nedir? Nasıl uygulanır? 01 29, 2021 tarihinde malzemebilimi.net/: <https://malzemebilimi.net/soguk-izostatik-presleme-nedir-nasil-uygulanir.html> adresinden alındı
- Öztürk S., İ. K. (2015).** Karadeniz Teknik Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Metalurji Ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Laboratuvar Föyü Toz Metalurjisi Deneyi. Trabzon.
- Öztürk, M. (2007).** SiC İlaveli Alumina Seramik Kompozitler. SiC İlaveli Alumina Seramik Kompozitler. Sakarya: Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- P., Ş. (2019, Temmuz).** Farklı Oranlardaki Takviye Elemanlarıyla Katkılandırılmış Metal Matrisli Kompozit Malzemelerin Toz Metalurjisi Yöntemi İle Üretimi Ve Özelliklerinin İncelenmesi Yüksek Lisans Tezi. Farklı Oranlardaki Takviye Elemanlarıyla Katkılandırılmış Metal Matrisli Kompozit Malzemelerin Toz Metalurjisi Yöntemi İle Üretimi Ve Özelliklerinin İncelenmesi. Kütahya, Kütahya Dumlupınar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- P.Türkoğlu, V. (2017).** Zirkonyanın Yapısı.
- Palacı, Y. (2001).** Alüminanın Özelliklerine, Şekillendirme Yönteminin, Katkıların ve Sinterleme Sıcaklığının Etkisi, İstanbul, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Parchoviansky , M., Galusek, D., Michalek, M., Svancarek, P., & Kašiarová, M. (2014).** Effect of the volume fraction of SiC on the microstructure and creep behavior of hot pressed Al₂O₃/SiC composites,. *Ceramics International*, 40(1), 1807-1814.
- Pierson, H. O. (1996).** Covalent Carbides: Structure and Composition. New Jersey: Noyes Publications.
- Pilevneli, C. (2003).** Bilyeli Bir Karılařtırmalı Değirmende İnce Boyutlu Klinker Öğütmesinin İncelenmesi. Zonguldak: Zonguldak Karaelmas Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Razavi, M., Faraji, A., Zakeri , M., Rahimipour , M. R., & Firouzbakht, A. R. (2017).** Production of Al₂O₃-SiC nano-composites by spark plasma sintering, Volume 56, Issue 4, July-August 2017, Pages 186-194. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 56(4), 186-194.
- Reed, J. S. (1998).** Reed, J.S. (1998). Introduction To The Principles Of Ceramic Processing, . Newyork: Newyork State Collage Of Ceramics, Alfred Univercity.
- Schneider, S. J. (1991).** Ceramics and Glasses Handbook, ASM International.

- Seramik Malzemelerin Mühendislik Alanındaki Yeri ve Önemi [Erişim, 26.06.2020,].** (tarih yok). 06 26, 2020 tarihinde <http://serhatkrmgry.blogspot.com:>
<http://serhatkrmgry.blogspot.com/2012/12/seramik-malzemelerin-muhendislik.html> adresinden alındı
- Shi, X. L., Xua, F. M., Zhanga, Z. J., Donga, Y. L., Tana, Y., & Yang, J. M. (2010).** Mechanical properties of hot-pressed Al₂O₃/SiC composites. *Materials Science and Engineering A*, 527(18), 4646-4649.
- Silisyum Karbür Kullanım Alanları. (2013, 12 3).** 01 23, 2021 tarihinde <https://www.metalurjik.com:> <https://www.metalurjik.com/tag/silisyum-karbur-kullanim-alanlari> adresinden alındı
- Soyhan, H. (2007).** Seramiklerin Sinterleme Prosesi Süresince Şekil Değişikliklerinin İncelenmesi. İstanbul : İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Sönmez, M. (2009).** Polimer Matrisli Kompozitlerin Endüstri Ürünleri Tasarımında Önemi Ve Geleceği: Türkiye’den Dört Örnek Firma Üzerine Bir İnceleme. İstanbul: İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Stevens, R. (1986).** Zirconia and zirconia ceramics. Manchester: Magnesium Elektron Ltd.
- Şeker, H. (2013).** Al₂O₃-SiC Kompozitlerin Fiziksel Ve Elektromanyetik Ekranlama Özellikleri, Yüksek Lisans Tezi. Sakarya: Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Şenel , M. C., Gürbüz , M., & Koç, E. (2018).** SiC Takviyeli Alüminyum Esaslı Kompozitlerin Mekanik Özelliklerinin ve Mikro Yapısının İncelenmesi Issn: 1308 7223 . *Technological Applied Sciences (NWSATAS)*, 122-133.
- T. Oungkulsolmongkol, P. S.-a. (2017).** Hardness and fracture toughness of alumina-based particulate composites with zirconia and strontia additives. (2).
- Tang F., I. E.-H. (2004).** Pure Al matrix composites produced by vacuum hot pressing: tensile properties and strengthening mechanisms. *Materials Science and Engineering A* 383, 383(2), 362-373.
- Tosun, T. (2007).** Zirkonyum Nedir? Zirkonyum Oksit Seramikleri ve Diş hekimliğinde Kullanım Alanları-I- Kuron ve Köprü Protezlerinde Zirkonyum.
- Turgut. (2016).** Geçiş Metali Katkılı Atık Zirkonya Esaslı Toz Karışımlarından Sinter Seramik Malzemelerin Geliştirilmesi Ve Karakterizasyonu. Geçiş Metali Katkılı Atık Zirkonya Esaslı Toz Karışımlarından Sinter Seramik Malzemelerin Geliştirilmesi Ve Karakterizasyonu. İstanbul: İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Uçar, T. (2008).** Sanatsal Seramiklerin Yapımında Kullanılan Çamura Fiber Katkısı Sonucu Ürün Özelliklerinin İncelenmesi. İstanbul: İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.

Upadhyaya, G. S. (1998). Powder Metallurgy Technology. Cambridge International Science Publishing.

Yılmaz. (2011). Seryum Oksit İlaveli Alümina-Zirkonya Kompozitlerinin Spark Plazma Sinterleme Yöntemi ile Üretimi ve Karakterizasyonu. İstanbul.

zirkonya-teknolojisi-ve-uretimi. (2014, 06). 01 16, 2021 tarihinde <http://www.kuark.org>:
<https://www.kuark.org/2014/06/zirkonya-teknolojisi-ve-uretimi/#:~:text=Tan%C4%B1m%3A%20Zirkonya%2C%20zirkonyum%20elementinin%20oksitlenmesi,2%20olan%20teknolojik%20seramik%20yap%C4%B1d%C4%B1r.&text=Ergime%20s%C4%B1cakl%C4%B1%C4%9F%C4%B1%20y%C3%BCksector.,>
adresinden alındı