



**T.C.
BİLECİK ŞEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ
BİLİMSEL ARAŞTIRMA PROJELERİ
HAZIRLAMA VE DEĞERLENDİRME YÖNERGESİ
SONUÇ RAPORU FORMU**

**T.C.
BİLECİK ŞEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ
BİLİMSEL ARAŞTIRMA PROJESİ SONUÇ RAPORU**

**SİALON SERAMİKLERİNİN INCONEL 718 SÜPERALAŞIMI İLE
KİMYASAL ETKİLEŞİMLERİNİN ARAŞTIRILMASI**

**PROJE YÜRÜTÜCÜSÜ: Yrd. Doç. Dr. Ali ÇELİK
PROJE NOSU:2016-02.BŞEÜ.03-10**

ARAŞTIRMACILAR:

- 1-
- 2-
- 3-
- 4-

BAŞLAMA TARİHİ: 15.06.2017

BİTİŞ TARİHİ: 15.12.2017

**BİLECİK ŞEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ
BİLECİK, 2017**

SiAlON SERAMİKLERİNİN INCONEL 718 SÜPERALAŞIMI İLE KİMYASAL ETKİLEŞİMLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Süperalaşım lar sahip oldukları yüksek sıcaklıklarda yüksek mekanik dayanımları ve kararlı yüzey yapıları ile havacılık endüstrisinde yaygın olarak kullanılmaktadırlar. Bu malzemeleri yüksek sıcaklık uygulamaları için uygun kılan mekanik ve ısıl özellikler, aynı zamanda talaşlı imalat sürecini de zor hale getirmektedir. Bu nedenle, süperalaşım lar “işlenmesi zor malzemeler” olarak tanımlanırlar. SiAlON esaslı seramikler sahip oldukları eşsiz yüksek sıcaklık özellikleri ile süperalaşım ların yüksek hız torna ve freze operasyonlarında kesici takım malzemesi olarak kullanılmaktadırlar. Freze operasyonları başta olmak üzere süperalaşım ların talaşlı işlenmesinde yüksek kesme hızına (>500 m/dk) bağlı olarak kesme bölgesi sıcaklığının 1000°C'nin üzerine çıktığı ve bu sıcaklıklarda kesici takım malzemesi ve süperalaşım arasında kimyasal reaksiyonlara bağlı aşınmanın gerçekleşmesi bilinmektedir. Bu projede, SiAlON esaslı seramik malzemelerin yüksek sıcaklıkta Inconel 718 süperalaşımı ile olan kimyasal etkileşim sürecinin incelenmesi amaçlanmıştır. Bunun için farklı özelliklere sahip SiAlON kompozisyonları ile Inconel 718 alaşımı yüksek sıcaklıkta kaynaklanarak difüzyon çiftleri oluşturulmuş, difüzyon arayüzey morforlojisi ve kimyasal kompozisyonu taramalı elektron mikroskobu ile incelenmiştir. Elde edilen bulgular, difüzyon tabaka kalınlığının önemli ölçüde SiAlON seramiklerinin z değeri, β -SiAlON içeriği, kullanılan ilave oksit türü ve sayısına bağlı olduğunu göstermiştir. Tabaka kalınlığının artan “z” değeri ve β -fazı içeriği ile azaldığı, Yb katkısının tabaka kalınlığının azaltılması açısından diğer ilave oksitlere kıyasla daha etkin olduğu bulunmuştur.

Anahtar kelimeler: SiAlON, Inconel 718, difüzyon, arayüzey, karakterizasyon

INVESTIGATION OF THE CHEMICAL INTERACTIONS OF SIALON CERAMICS WITH INCONEL 718 SUPERALLOY

Superalloys with higher mechanical strength and surface stability at elevated temperatures, are widely utilized in aviation industry. The mechanical and the thermal properties of superalloys, which make them suitable for high temperature applications, make also the machining of these materials challenging. For that reason, superalloys are defined as “difficult to cut materials”. SiAlON ceramics are the attractive tool materials for high speed turning and milling of superalloys due to their unique high temperature properties. It is well-known that the cutting temperature exceeds 1000°C at the cutting zone due to high cutting speeds (>500 m/min) in especially milling operations, and therefore, wear, which is based on the chemical interactions between tool and workpiece material, takes place at these elevated temperatures. In this project, it was aimed to investigate the chemical interaction between Inconel 718 alloy and SiAlON based ceramic materials at high temperatures. In order to do that, diffusion couples of Inconel 718 alloy and different SiAlON composition were manufactured based on joining of a thin layer of Inconel 718 sample between two SiAlON pellets at the temperatures higher than 1000°C under vacuum environment. The morphology and chemical composition of diffusion interfaces were examined by scanning electron microscope (SEM). The results indicated that the diffusion zone thickness depends mainly on “z” value, β -SiAlON content, type and number of additive oxides. It was found that the zone thickness is inversely changes with increasing “z” value and β -SiAlON content and Yb is the most effective additives oxide compared to the other oxides for minimizing of interaction zone thickness.

Keywords: SiAlON, Inconel 718, diffusion, interface, characterization

TEŐEKKÖR

Bu projenin gerekleŐtirilmesinde teknolojik alt yapı ve laboratuvar imkânlarını kullanımına sunan MDA İleri Teknoloji Seramikleri San. Tic. Ltd. Őti. ve Anadolu Üniversitesi Malzeme Bilimi ve MühendisliĐi Bölümü'ne sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Ali ÇELİK

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
1. GİRİŞ	1
2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	4
2.1. SiAlON Seramiklerinin Hazırlanması	4
2.2. Difüzyon Çiftlerinin Üretimi	6
2.3. Karakterizasyon Çalışmaları	7
2.3.1. Yoğunluk ölçümü	7
2.3.2. Mikroyapı analizleri	8
2.3.3. Faz analizi	8
2.3.4. Mekanik testler	9
3. FARKLI ÖZELLİKLERE SAHİP SiALON MALZEMELERİN INCONEL 718 ALAŞIMI İLE ETKİLEŞİMİ	11
3.1. Malzemelerin Fiziksel ve Mikroyapısal Özellikleri	11
3.2. Malzemelerin Faz Özellikleri	14
3.3. Malzemelerin Mekanik Özellikleri	15
3.4. SiAlON Kompozisyonlarının Inconel 718 alaşımı ile Kimyasal Etkileşimleri	16
4. SiALON SERAMİKLERİNDE NADİR TOPRAK ELEMENTİ TÜRÜNÜN INCONEL 718 ALAŞIMI İLE ETKİLEŞİME ETKİSİ	20
4.1. Malzemelerin Mikroyapısal Özellikleri ve Faz İçerikleri	20
4.2. Kompozisyonlarının Inconel 718 alaşımı ile Kimyasal Etkileşimleri	22
5. SiALON SERAMİKLERİNDE İLAVE OKSİT SİSTEMİNİN INCONEL 718 ALAŞIMI İLE ETKİLEŞİME ETKİSİ	24
5.1. Malzemelerin Mikroyapısal Özellikleri ve Faz İçerikleri	24
5.2. Kompozisyonlarının Inconel 718 alaşımı ile Kimyasal Etkileşimleri	26
6. SONUÇLAR	27
7. KAYNAKLAR	29

ŞEKİLLER DİZİNİ

2.1	SiAlON seramiklerinin üretim akım şeması.....	4
2.2	SiAlON malzemelerin gaz basınçlı sinterleme çevrimi.....	6
2.3	SPS fırınında üretilen difüzyon çiftlerinin şematik gösterimi	7
2.4	(a) Tepe açısı 136° olan kare piramit şeklindeki elmas Vickers ucu ve (b) numune yüzeyinde oluşturduğu iz.....	10
3.1	(a) S1, (b) S2, (c) S3 ve (d) S4 malzemelerine ait BSE-SEM mikroyapı görüntüleri	13
3.2	SiAlON malzemelere ait XRD spektrumu	15
3.3	(a) S1, (b) S2, (c) S3 ve (d) S4 malzemelerinin Inconel 718 alaşımı ile etkileşimleri sonucunda oluşan difüzyon bölgelerinin görüntüsü	17
3.4	SiAlON-Inconel 718 difüzyon çiftlerinin arayüzey tabaka kalınlıkları ve kalınlıklardaki standart sapma değerleri.....	18
3.5	S4-Inconel 718 difüzyon tabakasının (a) BSE-SEM görüntüsü, (b) Si, (c) Al, (d) Cr, (e) Fe, (f) Ni, (g) Nb, (h) Mo ve (i) Ti elementlerinin dağılımı.....	19
4.1	1900°C maksimum sıcaklıkta sinterlenen (a) S1 (Y), (b) S1-Yb ve (c) S1-Er ve (d) S1-Ce kompozisyonlarına ait mikroyapı görüntüleri	21
4.2	1900°C sıcaklıklarda sinterlenen Y, Yb, Er ve Ce katkılı S1 kompozisyonlarına ait XRD spektrumu.....	22
4.3	(a) Y, (b) Yb, (c) Er ve (d) Ce katkılı S1 kompozisyonlarına ait difüzyon tabakalarının mikroyapı görüntüleri ve (e) difüzyon tabaka kalınlıkları değerleri	23
5.1	(a) S1/1Y, (b) S1/1Yb, (c) S1/1Er ve (d) S1 (referans) malzemelerine ait mikroyapı görüntüleri	25
5.2	S1/1Y, S1/1Yb, S1/1Er ve S1 (referans) malzemelerine ait XRD spektrumu	25
5.3	(a) S1/1Er, (b) S1/1Y ve (c) S1/1Yb kompozisyonlarına ait difüzyon tabakalarının mikroyapı görüntüleri ve (d) difüzyon tabaka kalınlıklarının ölçüm değerleri	26

ÇİZELGELER DİZİNİ

2.1	SiAlON üretiminde kullanılan tozlar ve özellikleri.....	5
3.1	SiAlON kompozisyonlarının özellikleri	12
3.2	SiAlON malzemelere ait sinterleme koşulları ve yoğunluk değerleri	12
3.3	SiAlON malzemelerin içerdikleri faz miktarları, z değerleri	15
3.4	SiAlON malzemelerinin sertlik ve kırılma tokluğu değerleri	16
5.1	S1 ve tek ilave oksit içeren S1 türevi kompozisyonlar.....	24

1. GİRİŞ

SiAlON seramikleri atritör değirmen kolları, tel ekstrüzyon kalıpları, döner rulmanlar ve kesici takım uygulamaları gibi pek çok uygulama için en önemli yapısal ileri teknoloji seramiklerinden bir tanesi konumundadır. Bu uygulamalar, kullanılan malzemedeki kırılma tokluğu ve sertliğin optimum bir kombinasyonu ve buna bağlı olarak yüksek aşınma direnci, fiziksel ve kimyasal kararlılık, yüksek sıcaklık direnci ve ısıl şok dayanımı gibi özellikler gerektirmektedir [1]. Dökme demirler ve süperalaşımın yüksek hız torna ve freze operasyonlarında kullanılan kesici takımlar bu tür zorlu uygulamalara güzel bir örnektir. SiAlON esaslı kesici uçlar çeşitli dökme demir malzemelerin tornalanması üzerine gerçekleştirilen çok sayıda çalışmaya konu edilmişlerdir. Qin ve ark. [2] 0,33-1,67 mm arasında değişen kesme derinliklerinde ve 300 ve 380 m/dk. olan iki farklı kesme hızında gerçekleştirilen dökme demir tornalama testleri sonrasında kaplanmamış ve TiN/Al₂O₃ kaplamalı Si₃N₄ esaslı seramik malzemelerin aşınma davranışlarını araştırmışlardır. Yapılan çalışma sonucunda, abrasif ve aşınan yüzeyler arasında yüksek basınç ve sıcaklığın etkisiyle gerçekleşen adesif aşınma mekanizmalarının baskın aşınma mekanizmaları oldukları sonucu bildirilmiştir. Grzesik ve Malecka [3], Si₃N₄ esaslı kesici uçların küresel grafitli dökme demir tornalama sırasında kesme kenarlarında oluşan aşınmayı incelemişlerdir. Araştırmacılar, kıyaslamalı olarak düşük olan kesme hızlarında abrasif aşınmanın baskın aşınma türü olduğunu, Si₃N₄'ten gelen Si ile işleme parçasından gelen Fe'nin 800°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda reaksiyona girerek Fe₂Si bileşiğinin oluşturması şeklinde gerçekleşen kimyasal aşınmanın ise yüksek kesme hızlarındaki baskın aşınma türü olduğunu ifade etmişlerdir.

Uçak motorlarında en yaygın biçimde kullanılan ısı dayanımlı alaşımlardan bir tanesi olan ve Ni-esaslı süperalaşım sınıfında yer alan Inconel 718 alaşımının yüksek hız torna operasyonları SiAlON esaslı seramik kesici uçların yaygın biçimde kullanıldığı bir diğer uygulamadır. Inconel 718 yüksek sıcaklıklarda sahip olduğu mükemmel mekanik mukavemeti ve sürünme dayanımına bağlı olarak "işlenmesi zor malzemeler" olarak tanımlanırlar. Çeşitli araştırmacıların on yılları aşkın bir süre içerisinde SiAlON kesici uçların süperalaşımın tornalanması üzerine gerçekleştirildiği çok sayıda çalışma literatürde yerini almıştır. Zheng ve ark. [4] Inconel 718 alaşımının SiAlON seramik

kesici uçlarla yüksek hız torna operasyonu sırasında karşılaşılan aşınma mekanizmalarını araştırmışlar ve baskın aşınma mekanizmalarının adesif ve abrasif aşınma olduklarını bulmuşlardır. Zhuang ve ark. [5] SiAlON esaslı torna uçlarının kesme kenarlarında görülen çentik aşınması ile Inconel 718 alaşımının yüzeyinde oluşan işleme sertleşmesine uğramış tabaka arasındaki ilişkiyi incelemişler ve çentik aşınma miktarının işleme sertleşmesine uğramış tabaka kalınlığı ile doğru orantılı olduğunu belirlemişlerdir. Altın ve ark. [6] SiAlON ve SiC visker takviyeli Al₂O₃ kesici uçlarında kesme hızına bağlı değişen aşınma mekanizmalarını analiz etmişlerdir. Çalışmada elde edilen sonuçlar, çentik, adesif ve krater gibi difüzyona bağlı aşınma mekanizmalarının yüksek kesme hızlarında (200-300 m/dk.) baskın olduklarını, kenar aşınması ve ısıl çatlakların ise daha düşük kesme hızlarında (<200 m/dk.) karşılaşılan aşınma mekanizmaları olduklarını göstermiştir.

SiAlON seramiklerinin Inconel 718 alaşımının yüksek hız torna operasyonlarındaki performanslarının araştırıldığı çok sayıda çalışma bulunmasına rağmen, literatürde bu malzemelerin yüksek hız freze operasyonlarındaki aşınma davranışlarının incelendiği az sayıda çalışma bulunmaktadır. Zheng ve ark. [7] geliştirdikleri Si₃N₄/TiCN nano-grade ile ticari Al₂O₃-SiC_v seramik kesici uçların kesme performanslarını Inconel 718 alaşımının ultra yüksek hızlarda freze testleri ile kıyaslamışlardır. Kesici uçların kesme kenarlarında oluşan aşınmanın mikro-pullanma, mikro-çatlama, abrasif ve adesif aşınma mekanizmaları ile gerçekleştiği sonucuna ulaşmışlardır. Tian ve ark. [8] kuru kesme koşullarında SiAlON kesici uçlar ile Inconel 718 alaşımının yüksek hız alın frezeleme operasyonları üzerinde çalışmışlardır. Düşük kesme hızlarında (600-1400 m/dk.), baskın olan aşınma mekanizmasının çentik aşınması olduğu, kesme hızının artmasıyla (1800-3000 m/dk.) aşınmanın adesif aşınmaya döndüğü ifade edilmiştir. Son dönemlerde gerçekleştirilen bir çalışmada Akhtar et ark. [9] seramik ve kaplanmış karbür kesici uçlarla yüksek hız frezelenmiş Inconel 718 parçaların yüzey özelliklerini analiz etmişlerdir. Araştırmanın sonucuna göre, karbür uçlara göre seramik uçlarla daha yüksek kesme hızlarında işlenen Inconel parçaların son yüzey pürüzlülük değerlerinin daha az olduğu belirtilmiştir. Bu durumun yüksek hızlarda Inconel 718 alaşımının yapışma eğiliminin artmasından kaynaklandığı ifade edilmiştir. Çelik ve ark. [10], tamamen yeni bir takım olan yekpare formda α/β -SiAlON ve bu malzemenin TiN ile güçlendirilmiş şeklini freze takımı şeklinde üreterek, Inconel 718 süperalaşımının

yaklaşık 600 m/dk. kesme hızında kuru kesme koşullarında test etmişlerdir. Yekpare SiAlON esaslı seramik kesici takımların kesme kenarlarında alaşımın şiddetli bir biçimde yapışması ve kesme süreci devam ederken beraberinde kimyasal etkileşim tabakası ile birlikte uzaklaşması ile gerçekleşen bir aşınmanın söz konusu olduğu bulunmuştur.

Bu proje kapsamında, freze operasyonları başta olmak üzere süperalaşımın yüksek kesme hızlarında işlenmesinde başarıyla kullanılan ve bu operasyonlarda yüksek hızlarda kesme bölgesinde oluşan yüksek sıcaklığa bağlı olarak gerçekleşen kimyasal süreçler ile aşınma gösterdiği literatürde yaygın biçimde bildirilen SiAlON esaslı seramik malzemelerin Inconel 718 alaşımı ile yüksek sıcaklık etkileşimlerinin açıklığa kavuşturulması hedeflenmektedir. Bu sayede, uzun bir süreç gerektiren ve maliyet açısından etkin olan işleme testlerine gerek kalmaksızın, aşınma üzerinde etken olan malzeme parametrelerinin belirlenmesi ve SiAlON kesici takım malzemelerinin yüksek hız süperalaşım işleme uygulamalarına yönelik etkin bir biçimde geliştirilmesine olanak tanınması istenmektedir.

2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

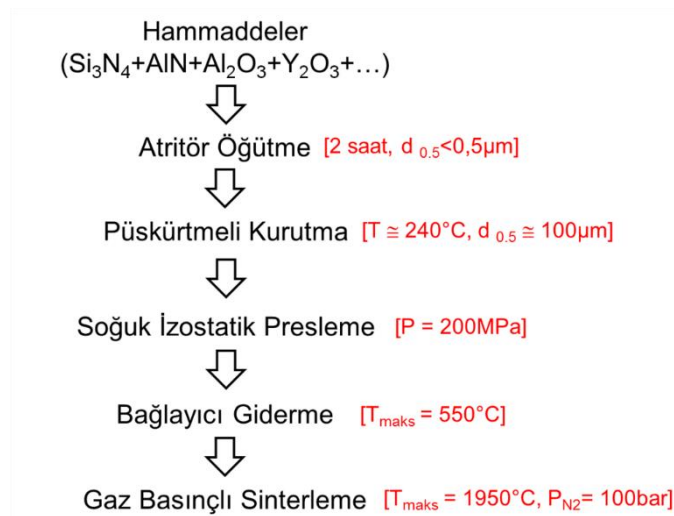
Farklı özelliklere sahip SiAlON kompozisyonlarının Inconel 718 süperalaşımı ile yüksek sıcaklık etkileşimlerinin belirlenmesi amacıyla gerçekleştirilen projenin ana faaliyet başlıkları şu şekildedir:

- Inconel 718 alaşımı ile yüksek sıcaklık etkileşiminde etken olabilecek SiAlON seramiklerine özgü temel özelliklerin belirlenmesi,
- SiAlON seramiklerinde performans üzerinde etken olduğu bilinen ilave oksit türünün Inconel 718 alaşımı ile etkileşim sürecine etkisinin belirlenmesi,
- SiAlON seramiklerinde ilave oksit sisteminin (tek veya çok katkılı) etkileşim sürecine etkisinin belirlenmesi.

Bu başlıklar kapsamında SiAlON kompozisyonları öğütme, granülasyon, soğuk izostatik presleme, bağlayıcı giderme ve sinterleme gibi süreç basamakları takip edilerek üretilmiş, bu kompozisyonların Inconel 718 alaşımı ile etkileşimlerinin belirlenebilmesi amacıyla difüzyon çiftleri oluşturulmuş ve bu aşamaya kadar elde edilen yan ürün ve ürünlerin faz içerikleri, mikroyapısal ve mekanik özellikleri uygulanan bir dizi karakterizasyon tekniği ile ortaya konulmuştur.

2.1. SiAlON Seramiklerinin Hazırlanması

SiAlON seramiklerinin toz formundaki hammaddelerden başlanıp, sinterleme aşamasına kadar takip edilen süreç basamakları Şekil 2.1’de verilmektedir.



Şekil 2.1. SiAlON seramiklerinin üretim akım şeması

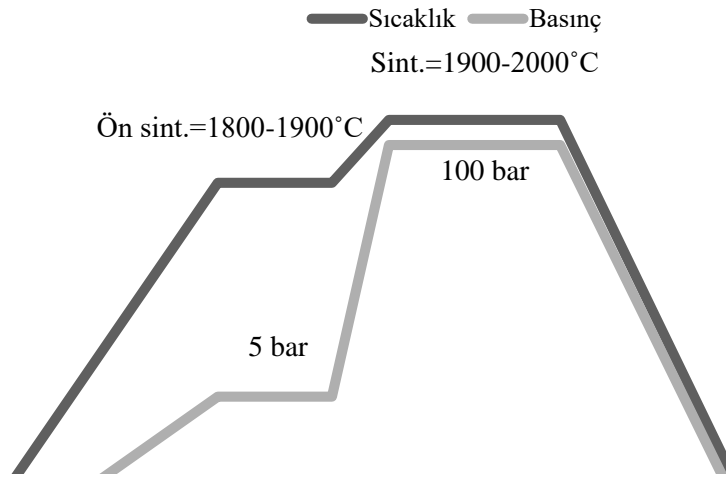
SiAlON esaslı seramik kesici uçlar yüksek sıcaklıkta şiddetli ve çevrimsel yükler altında çalışan malzemeler olup, bu koşullarda ani kırılma risklerinin en aza indirgenmesi malzemelerin hatasız bir şekilde üretilmesine bağlıdır. Bu ise, üretim sürecinde yüksek kaliteye sahip mikron altı tane boyutlarında ve yüksek saflıklarda Si₃N₄ ve ilave oksit tozların (Y₂O₃, Yb₂O₃ vb.) kullanımı ile mümkün olabilmektedir. Çizelge 2.1’de SiAlON üretiminde kullanılan tozların özellikleri verilmektedir.

Çizelge 2.1. SiAlON üretiminde kullanılan tozlar ve özellikleri

Malzeme	Kaynak	İçerdiği safsızlıklar	İçerdiği fazlar
Si ₃ N ₄	UBE-Japonya	Ağırlıkça %1,4 O	%95 α-Si ₃ N ₄ %5 β-Si ₃ N ₄
AlN	Tokuyama-Japonya	Ağırlıkça %1,6 O	%100 AlN
Al ₂ O ₃	Sumitomo-Japonya	%0,01 Fe ₂ O ₃ , %0,06 SiO ₂ , %0,04 Na ₂ O, %0,05 MgO	% 99,8 Al ₂ O ₃
Yb ₂ O ₃ /Y ₂ O ₃	Treibacher- Avusturya	Ağırlıkça %99,9 saf	%100 Yb ₂ O ₃ %100 Y ₂ O ₃
Sm ₂ O ₃	Aldrich-Almanya	Ağırlıkça %99,9 saf	%100 Sm ₂ O ₃
TiN (Grade C))	H.C. Starck- Almanya	N ₂ min %20, O ₂ maks. %1,5	
CaCO ₃	Türkiye	---	%100 CaCO ₃

Ana bileşen Si₃N₄ ve diğer oksit bileşenlerden oluşan SiAlON yığına, boyut küçültme ile sinterleme etkinliğinin artırılması ve homojenliğin sağlanması amacıyla öğütme işlemi uygulanmıştır. Toplamda 2 saat süre ile sürekli atritör değirmen haznesi içerisinde öğütülen SiAlON çamuruna toplam katı ağırlığının yaklaşık %6’sını oluşturan organik proses ilaveleri yapılmıştır. Bu ilaveler presleme süreci için gerekli olup, çamur içerisindeki dağılımları toplam katı miktarı üzerinden %2 akrilik bağlayıcı, %2 plastikleştirici (PEG) ve %2 yağlayıcı şeklindedir. Çamur, giriş sıcaklığı 240°C ve çıkış sıcaklığı 130°C olan püskürtmeli kurutucuya (LTC-2 Nubilosa) beslenerek ortalama tane boyutu ~100 µm ve nem içeriği %1’in altında olan granüllere dönüştürülmüştür.

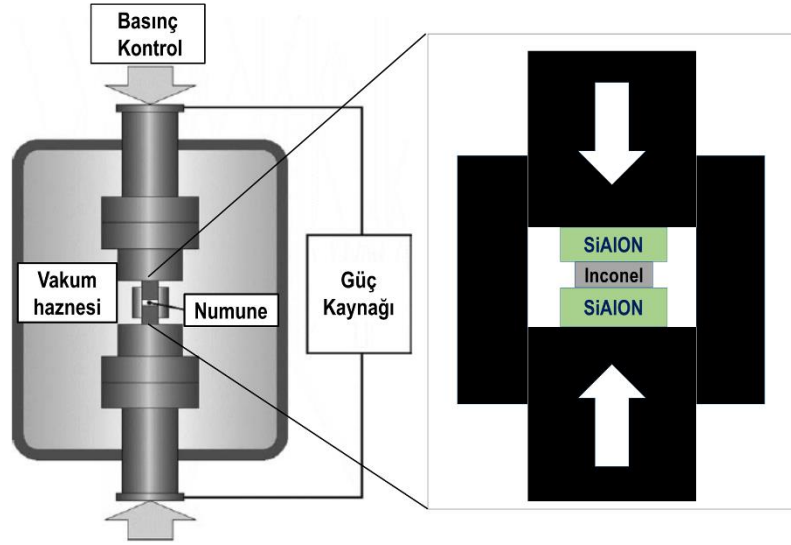
SiAlON granüllerinin şekillendirilmesinde soğuk izostatik presleme tekniği kullanılmıştır. Presleme işlemi elastik özellikteki poliüretan kalıp içerisine doldurulan granüllere 200 MPa basınç uygulanarak gerçekleştirilmiştir. Çubuklar, 650°C’de hava ortamında 1 saat süre ile gerçekleştirilen bağlayıcı giderme işlemini takiben, gaz basınçlı sinterleme fırınında sinterlenmiştir. Bu sinterleme tekniği, yüksek yoğunlukta malzeme elde edilmesine olanak tanımaktadır. Numunelerin sinterlenmesinde, maksimum 100 bar azot gazı basıncı ve 1900-2000°C sıcaklık uygulanmıştır (Şekil 2.2).



Şekil 2.2. SiAlON malzemelerin gaz basınçlı sinterleme çevrimi

2.2. Difüzyon Çiftlerinin Üretimi

Sinterlenmiş SiAlON numuneler ile Inconel 718 alaşımından oluşan difüzyon çiftleri spark plazma sinterleme (SPS) cihazı ile oluşturulan yüksek sıcaklık ve basınç koşullarında üretilmiştir. Bunun için 12 mm çap, 3 mm yüksekliğe sahip disk şeklindeki SiAlON numunelerin yüzeyleri D126 grit polimer bağlı elmas aşındırıcı ile taşlanmıştır. Taşlanan iki numune arasına 5×5×2,5 mm ölçülerinde, yüzeyleri parlatılmış Inconel 718 parçalar yerleştirilmiştir, elde edilen bu düzenek, 20 mm çap ölçüsüne sahip SPS fırınının grafit kalıbına yerleştirilerek, 1200°C’de 40 MPa yük altında 30 dakika süre ile ısıtma uygulanmıştır. Sistemin şematik gösterimi Şekil 2.3’te verilmektedir.



Sekil 2.3. SPS firmında üretilen difüzyon çiftlerinin şematik gösterimi

Difüzyon çiftleri oluşturulduktan sonra numuneye kesme, kalıplama ve parlatma işlemleri uygulanmış, SiAlON-Inconel 718 ara yüzey mikroyapısı incelenmiştir. Ara yüzeyde oluşan ortalama difüzyon bölgesi kalınlığı SEM görüntülerindeki kesit boyunca 20 farklı noktadan alınan ölçümler ve bu değerlerin standart sapmaları aşağıda verilen eşitliklere göre hesaplanmıştır.

$$d_{ort} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N d_i = \frac{d_1 + d_2 + \dots + d_N}{N} \quad (2.1.)$$

$$Std. sapma = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (d_i - d_{ort})^2} \quad (2.2)$$

Eşitliklerde d_{ort} , ortalama difüzyon bölgesi kalınlığı, N , ölçümü alınan kalınlık sayısıdır ($N=20$).

2.3. Karakterizasyon Çalışmaları

2.3.1. Yoğunluk ölçümü

Sinterleme sonrasında SiAlON seramiklerinin yoğunlukları Arşimet yöntemine göre ölçülmüştür. Bu yöntemle göre, numuneler su içerisinde yaklaşık 2 saat süre ile kaynatılarak, yüzeyde bulunan açık porozitenin içerisine su dolması sağlanmakta ve bu

durumda ölçülen numune ağırlıkları, yaş ağırlık (W_3) olarak kaydedilmektedir. Yaş ağırlıklarının yanı sıra, numunelerin su içerisinde asılı vaziyetteki ağırlıkları (W_2) ve kuru durumdaki ağırlıkları (W_1) Eşitlik (2.3) ve (2.4)'te kullanılarak sırasıyla yığınsal yoğunluk ve % açık porozite değerlerine ulaşılmıştır.

$$Yıg.Yoğ. (g/cm^3) = \frac{W_1}{W_3 - W_2} \times \rho_{su} \quad (2.3)$$

$$Açık Porozite (\%) = \frac{(W_3 - W_1)}{(W_3 - W_2)} \times 100 \quad (2.4)$$

2.3.2. Mikroyapı Analizleri

Mikroyapı analizleri için sinterleme sonrasında SiAlON seramik numunelerden ve SPS cihazında birbirlerine kaynaklanan difüzyon çiftlerinden kesit numuneler alınmış ve yüzeylerinin parlatılması amacıyla kalıba alma işlemi gerçekleştirilmiştir. Kalıplama işleminden sonra numunelerin yüzeyleri otomatik parlatma cihazında sırasıyla, 9, 6, 3 ve 1 μ m elmas partikülleri içeren solüsyonlar ve bu solüsyonlara uygun parlatma diskleri kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Kullanılan her bir parlatma aşamasından sonra ve parlatma işlemi tamamlandıktan sonra numune yüzeyleri ultrasonik banyoda temizlenerek yüzeylerindeki kirlilikler uzaklaştırılmıştır. SiAlON numuneler elektronik iletkenliğe sahip olmadıkları için, elektron mikroskobu analizlerinde yüzeylerinin iletken özellik kazandırılması gerekmektedir. Bu amaçla, parlatma işlemi sonrasında numune yüzeyleri altın-paladyum alaşımı ile vakum altında kaplanmıştır. Mikroyapısal analizler FEG-taramalı elektron mikroskobu (FEG-SEM) ve bu mikroskoba bağlı geri yansıya elektron detektörü, kimyasal analizler ise enerji saçılımlı X-ışınları (EDX) detektörü kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

2.3.3. Faz analizi

Sinterleme sonrasında numunelerin içerdikleri fazlar Rigaku Rint 2200 marka, hedef metali bakır olan bir X-ışını tüpünden üretilen ($\lambda_{CuK\alpha}=1,54$ nm) X-ışınları ile ($2\theta = 20-40^\circ$) taranarak bulunmuştur. İşlem sonunda elde edilen X-ışını spektrumundan, α -SiAlON için (102) ve (210) düzlemlerinden, β -SiAlON için ise (101) ve (210)

düzlemlerinden yansıyan X-ışınlarının şiddet değerleri, Eşitlik 2.5'te kullanılarak β -SiAlON oranı hesaplanmıştır.

$$\frac{I_{\beta}}{I_{\beta} + I_{\alpha}} = \frac{1}{1 + K[(1/w_{\beta}) - 1]} \quad (2.5)$$

Eşitlikte I_{β} ve I_{α} sırasıyla β ve α -SiAlON için X-ışını şiddet değerleri, K oran sabiti ((101) β -SiAlON ve (102) α -SiAlON düzlemlerinden yansıyan şiddetler için 0,518; (210) β -SiAlON ve (210) α -SiAlON düzlemlerinden yansıyan şiddetler için 0,544), w_{β} ise β -SiAlON için hacimsel yüzdendir.

β -SiAlON, β -Si_{6-z}Al_zO_zN_{8-z} formülü ile ifade edilmekte ve bu formülde “z”, Si₃N₄ yapısı içerisinde çözünen Al₂O₃ miktarını göstermektedir. Malzeme özellikleri üzerinde önemli etkisi olan “z” değeri X-ışınları spektrumundan, α ve β -Si₃N₄ birim hücre kafes parametreleri (a ve c) ve dolayısıyla pik konumlarının Al₂O₃ çözünürlüğüne bağlı olarak değişiminden Eşitlik 2.6 ve 2.7 kullanılarak hesaplanmış ve bu iki değer ortalama alınarak bulunmuştur.

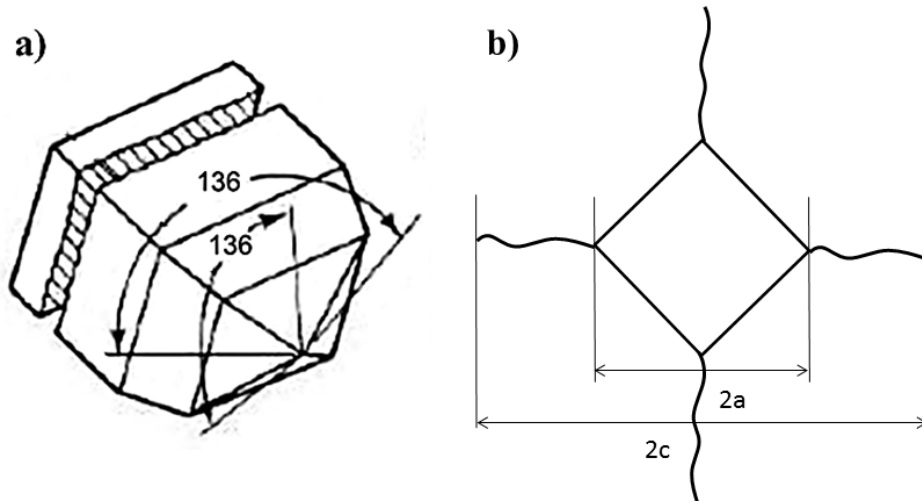
$$z_a = \frac{a - 7,6044}{0,031} \quad (2.6)$$

$$z_c = \frac{c - 2,9075}{0,026} \quad (2.7)$$

Numunelere ait mikroyapı görüntüleri Image J analiz programı kullanılarak tane sınırı fazı miktarının belirlenmesinde kullanılmıştır.

2.3.4. Mekanik testler

Malzeme sertlikleri Vickers mikro-sertlik ölçme yöntemi kullanılarak belirlenmiştir. Şekil 2.4a'da şematik olarak gösterilen ve tepe açısı 136° olan kare piramit şeklindeki mikro elmas uç, yüzeyi parlatılmış olan numuneye 10 kg yük ve 10 sn. süre ile uygulanmıştır.



Şekil 2.4. (a) Tepe açısı 136° olan kare piramit şeklindeki elmas Vickers ucu ve (b) numune yüzeyinde oluşturduğu iz

Numune yüzeyinde oluşan iz (Şekil 2.4 (b)) ölçülerinden numune sertlikleri hesaplanmıştır (Eşitlik 2.8).

$$HV10 = \frac{2F \times \sin \frac{136}{2}}{(2a)^2} = 1,854 \frac{F}{(2a)^2} \quad (2.8)$$

Formülde F , uygulanan kuvveti (N), $2a$ ise oluşan izin ortalama köşegen uzunluğunu (μm) ifade etmektedir. Kırılma tokluğu değeri ise indentasyon sonucunda oluşan çatlakların uzunluklarının ölçülüp Charles ve Evans [11] tarafından geliştirilen Eşitlik (2.9)'de kullanılması ile hesaplanmıştır.

$$K_{1c} = \frac{0,15 \times k \times \left(\frac{c}{a}\right)^{-\frac{3}{2}} \times HV10 \times \sqrt{a}}{\Phi} \quad (2.9)$$

Eşitlikte Φ ve k düzeltme faktörleri (sırasıyla 3 ve 3,2), c çatlakların ortalama uzunlukları, a oluşan izin köşegen uzunluğunun yarısı, HV10 ise sertlik değeridir. Uygulanan yük ile numune yüzeyinde oluşan iz ve çatlak ölçülerinde yüksek hassasiyet sağlanabilmesi amacıyla ölçümler, SEM görüntüleri kullanılarak Image J programında gerçekleştirilmiştir.

3. FARKLI ÖZELLİKLERE SAHİP SiAlON MALZEMELERİN INCONEL 718 ALAŞIMI İLE ETKİLEŞİMİ

3.1. Malzemelerin Fiziksel ve Mikroyapısal Özellikleri

SiAlON seramiklerinin kullanıldıkları ortam koşullarının gerektirdiği çok geniş bir özellik aralığında tasarlanması mümkün olup, bu özellikler bir dizi parametre tarafından belirlenmektedir. Nihai özellikler üzerinde etken olan bu parametrelerin başında α/β -SiAlON fazlarının oranları, tane sınırı fazı miktarı, kimyasal kompozisyonu ve kristalleşme durumu, α -SiAlON içerisinde yer alan ilave oksit türleri ve miktarları, β -SiAlON fazı içerisinde çözünen Al_2O_3 miktarı (“z” değeri) ve β -SiAlON tanelerinin boy/en oranı (aspekt oranı) gibi mikroyapısal özellikler gelmektedir. SiAlON seramiklerinin Inconel 718 süperalaşım malzeme ile etkileşim durumu üzerinde bu parametrelerden hangilerinin etkisinin yüksek olduğu konusu bilinmediğinden, özellikleri birbirlerinden oldukça farklı olan SiAlON kompozisyonlarının inceleme kapsamı içerisine alınması uygun bulunmuştur. Seçilen kompozisyonlardan ilki, %25 α ve %75 β -SiAlON fazlarını içeren ve “z” değeri 0,65 olan S1 olup, bu malzemenin tane sınırı fazının %20 oranında azaltılması ve yaklaşık %15 oranında TiN partikülleri ile takviye edilmesi ile S2 kompozisyonu elde edilmiştir. Bu iki malzemenin yekpare SiAlON freze takımı şeklinde üretilip, yüksek hız süperalaşım freze operasyonundaki kıyaslamalı kesme performansları kaynak [10]’da verilmektedir. Proje kapsamında incelenen üçüncü kompozisyon, %50 α ve %50 β -SiAlON fazlarını içeren ve “z” değeri 0,2 olan bir diğer α/β -SiAlON kompozit malzemedir. Dördüncü kompozisyon ise S3 ile aynı oranlarda α/β -SiAlON fazlarını içeren, ancak S3’ten farklı olarak “z” değeri 1,2 olan Y yerine Yb katkılı bir SiAlON malzemedir. Çizelge 3.1’de SiAlON kompozisyonlarının oksit ilave sistemleri ve tasarlanan özellikleri özetlenmektedir.

Çizelge 3.1. SiAlON kompozisyonlarının özellikleri

	S1	S2	S3	S4
$\alpha:\beta$	25:75	35:65	50:50	50:50
z değeri	0,6	0,9	0,2	1,2
İlave oksit sistemi	Y ₂ O ₃ -Sm ₂ O ₃ -CaO	Y ₂ O ₃ -Sm ₂ O ₃ -CaO	Y ₂ O ₃ -Sm ₂ O ₃ -CaO	Yb ₂ O ₃ -Sm ₂ O ₃ -CaO

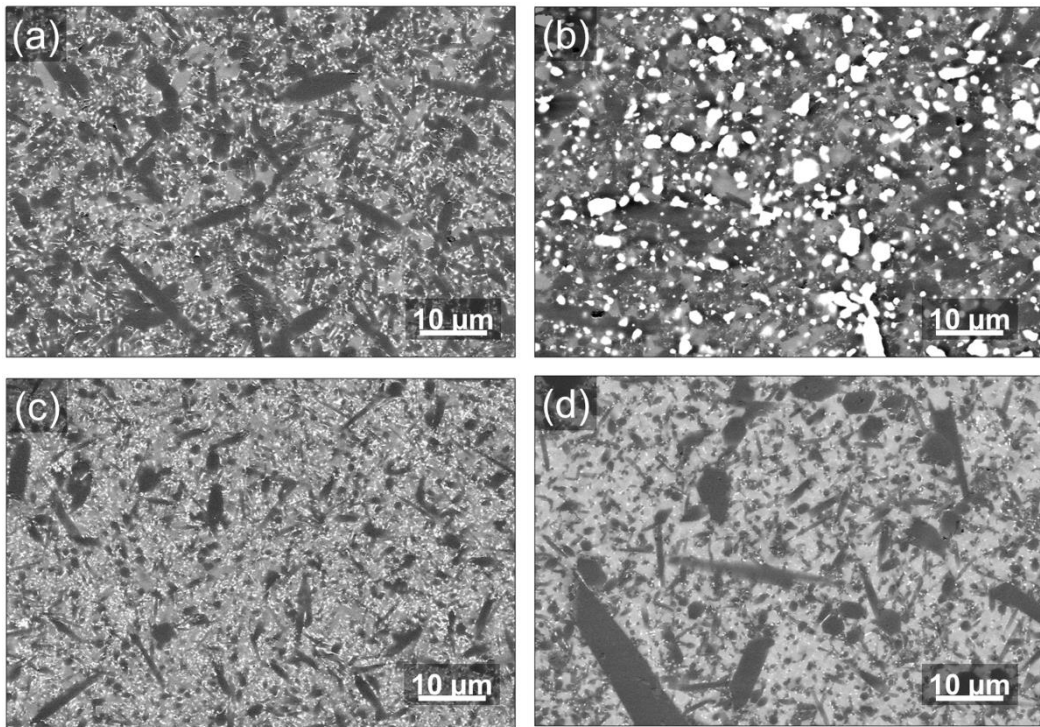
Çizelge 3.2’de Inconel 718 süperalaşımı ile etkileşim durumları incelenmek üzere üretimi gerçekleştirilen SiAlON malzemelerin sinterlenme koşulları, sinterleme sonrası yoğunluk değerleri ve % yoğunlaşma miktarları verilmektedir. Sinterleme işleminde 100 bar N₂ gazı basıncının kullanılması ile kompozisyonların tamamında %100 oranında yoğunlaşma görülmüştür. HZN-TN malzemesinde bulunan ve SiAlON fazlarına kıyasla yoğunluğu daha yüksek olan TiN fazı, malzemenin ölçülen yoğunluk değerini arttırmaktadır.

Çizelge 3.2. SiAlON malzemelere ait sinterleme koşulları ve yoğunluk değerleri

	S1	S2	S3	S4
Sinterleme Sıcaklığı (°C)	1990	1990	1990	1940
Basınç (bar)	100	100	100	100
Yoğunluk (g/cm³)	3,2500	3,4800	3,2500	3,2500
Teorik Yoğunluk (%)	100	100	100	100

Şekil 3.1’de sinterleme sonrasında malzemelere ait geri yansıyan elektron (BSE) SEM görüntüleri verilmektedir. Mikroyapı görüntülerinde koyu gri ve çubuksu görünümdeki taneler β -SiAlON, daha açık gri renkte, eş eksenli taneler α -SiAlON ve bu taneleri bağlayan beyaz renkli noktasal bölgeler ise tane sınırı fazını göstermektedir. Şekil 3.1 (a)’da mikroyapısı verilen S1 malzemesinde eş eksenli α - SiAlON taneleri ve çubuksu yapıda büyüme göstermiş olan β -SiAlON tanelerinin yanı sıra diğer malzemelere kıyasla belirgin bir miktarda tane sınırı fazının bulunduğu görülmektedir. S2 malzemesine ait mikroyapı görüntüsünde ise α -SiAlON ve β -SiAlON taneleri ve tane sınırı fazından başka beyaz renkli görünen ve boyutları 1-5 μ m olan TiN tanelerini bulunmaktadır (Şekil 3.1 (b)). TiN, Si₃N₄/SiAlON seramiklerine elektriksel iletkenlik kazandırılması dışında sertlik ve kırılma tokluğu gibi mekanik özelliklerinin iyileştirilmesi amacıyla yaygın

biçimde kullanılan bir takviye fazıdır. Buradaki temel kullanım amacı ise malzemenin kırılmaya karşı olan direncinin artırılmasıdır. Bu malzemenin matris kompozisyonu, S1 ile benzer olup, sinterleme ilavesi miktarı S1'e kıyasla %20 daha düşüktür. Şekil 3.1 (c)'de verilen S3 malzemesine ait mikroyapı görüntüsünde, S1 malzemesine kıyasla daha küçük boyutlu α ve β -SiAlON taneleri bulunmaktadır. S1 malzemesine benzer şekilde SiAlON tanelerini bağlayan tane sınırı fazı miktarının yapıda yüksek olduğu görülmektedir. Şekil 3.1 (d)'de mikroyapı görüntüsü verilen S4 malzemesi tasarlandığı şekline uygun olarak yaklaşık olarak eşit miktarlarda α ve β -SiAlON fazlarını içermektedir. Diğer SiAlON'lara kıyasla mikroyapıyı oluşturan tanelerin sinterleme sırasında daha fazla büyüdüğü görülmektedir. "z" değerinin diğer kompozisyonlara kıyasla daha yüksek olduğu ve dolayısıyla daha kırılğan bir yapıya sahip olan bu malzemenin mikroyapısında daha iri tanelerin yer alması, kırılma direncine bir miktar olumlu yönde katkı sağlamaktadır. Sinterleme ilavesi olarak kullanılan oksit bileşenler α -SiAlON yapısı içerisinde yüksek bir çözünürlük gösterdiği için S4 malzemesinde tane sınırı fazı miktarı diğer malzemelere kıyasla belirgin biçimde daha azdır.

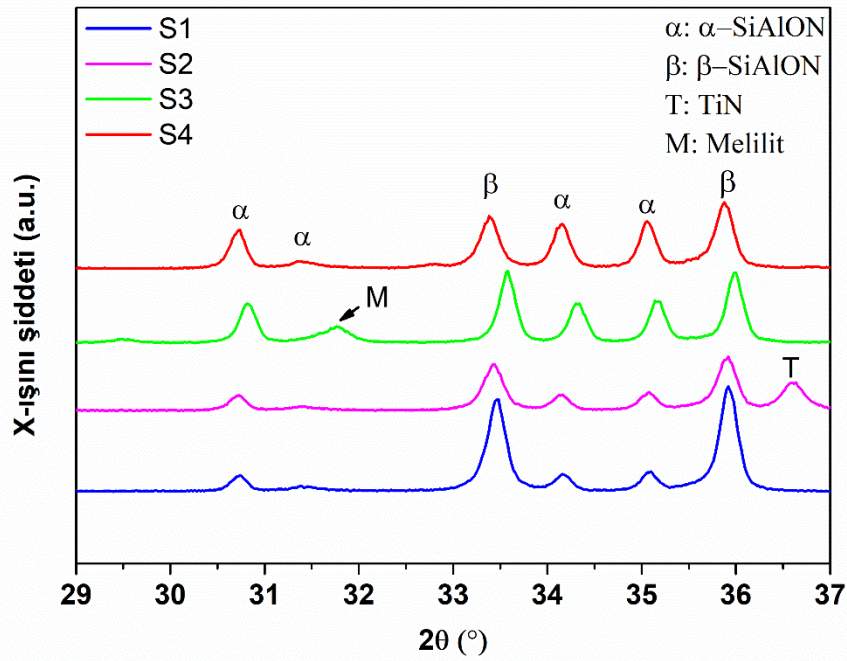


Şekil 3.1. (a) S1, (b) S2, (c) S3 ve (d) S4 malzemelerine ait BSE-SEM mikroyapı görüntüleri

3.2. Malzemelerin Faz Özellikleri

Malzemelerin mikroyapı görüntülerinden içerdikleri fazlar hakkında elde edilen bilgilere ilave olarak, farklı mekanik, ısıl ve kimyasal özelliklere sahip olan bu fazların, yapıda hangi oranlarda buldukları malzeme performansı üzerinde belirleyici bir parametredir. Şekil 3.2’de SiAlON malzemelere ait XRD spektrumu, Çizelge 3.3’te ise, bu XRD spektrumları kullanılarak hesaplanan α/β -SiAlON yüzdeleri, “z” değerleri ve mikroyapı görüntülerinden (Şekil 3.1) ölçülen tane sınırı fazı miktarları verilmektedir. Elde edilen sayısal veriler, S4 malzemesinde ihmal edilebilir bir sapma ile tasarlanan $\alpha:\beta$ faz oranlarının elde edildiğini göstermektedir. S2 malzemesinde α ve β fazlarının dışında SEM görüntülerinde de belirlenen TiN fazının varlığı doğrulanmaktadır. S1, S2 ve S4 malzemeleri için herhangi bir kristal tane sınırı fazı tespit edilemezken, S3 malzemesinde tane sınırı fazının melilit ($Y_2Si_3O_3N_4$) şeklinde kristallenme gerçekleştirdiği görülmektedir (Şekil 3.2.). Melilit azot içeriği bakımından zengin bir oksit-nitrür kristal fazdır. Tane sınırı fazının amorf ya da kristal olması, malzemenin özellikle yüksek sıcaklıkta, yük altındaki davranışını belirlemektedir. Uludağ ve Turan’ın [12] gerçekleştirmiş oldukları bir çalışmada kristal tane sınırına sahip bir SiAlON malzemesinin amorf yapıya kıyasla daha yüksek sürünme direnci gösterdiği belirtilmiştir.

Genel formülü $Si_{6-z}Al_zO_zN_{8-z}$ şeklinde ifade edilen β -SiAlON için “z” değeri, kimyasal dayanım kadar mekanik özellikler üzerinde de belirleyicidir. “z” değerinin 0,2’nin üzerine çıkarılmasıyla malzemenin kırılmaya karşı direncinde azalma olacağı literatürde bildirilmektedir [13,14]. Bu nedenle S4 malzemesi sahip olduğu yüksek “z” değeri ile (Çizelge 3.3), kırılma dayanımı açısından dezavantajlı bir durumdur. Ancak, daha önceden de ifade edildiği gibi, boyutları 20 μm ’yi bulan β -SiAlON tanelerinin varlığı kırılma dayanımını arttırıcı yönde etki göstermektedir. Benzer bir durum S2 kompozisyonu için de geçerlidir. Bu malzemede ise, büyümüş β -SiAlON tanelerinin yerine, yapı içerisine düzgün dağıtılmış olan TiN taneleri kırılma direncini arttırmaktadır. S3 malzemesinin düşük “z” değerine sahip olması ise yüksek α -SiAlON içeriği ve ince tane yapısının getirdiği kırılma direnci problemini en aza indirmiştir.



Şekil 3.2. SiAlON malzemelere ait XRD spektrumu

Çizelge 3.3. SiAlON malzemelerin içerdikleri faz miktarları, z değerleri

	S1	S2	S3	S4
$\beta:\alpha$ (%)	77:23	64:36	49:51	42:58
z	0,65	0,89	0,19	1,09
Tane sınırı fazı (%)	9,12	6,95	7,36	1,17

3.3. Malzemelerin Mekanik Özellikleri

Malzemede mekanik özelliklerin, faz miktarı, tane boyutları ve şekilleri gibi mikroyapısal özellikler ile yoğunlaşma miktarı tarafından belirlendiği bilinmektedir. Çizelge 3.4.'te SiAlON seramiklerinin mikro-sertlik (HV10) ve kırılma tokluğu değerleri verilmektedir. Numunelerin sertlik değerleri içerdikleri α -SiAlON miktarı ile paralellik gösterirken, birden çok değişkene bağlı olan kırılma tokluğu değeri, malzemelerin farklı özelliklerine rağmen benzerlik göstermektedir.

Çizelge 3.4. SiAlON malzemelerinin sertlik ve kırılma tokluğu değerleri

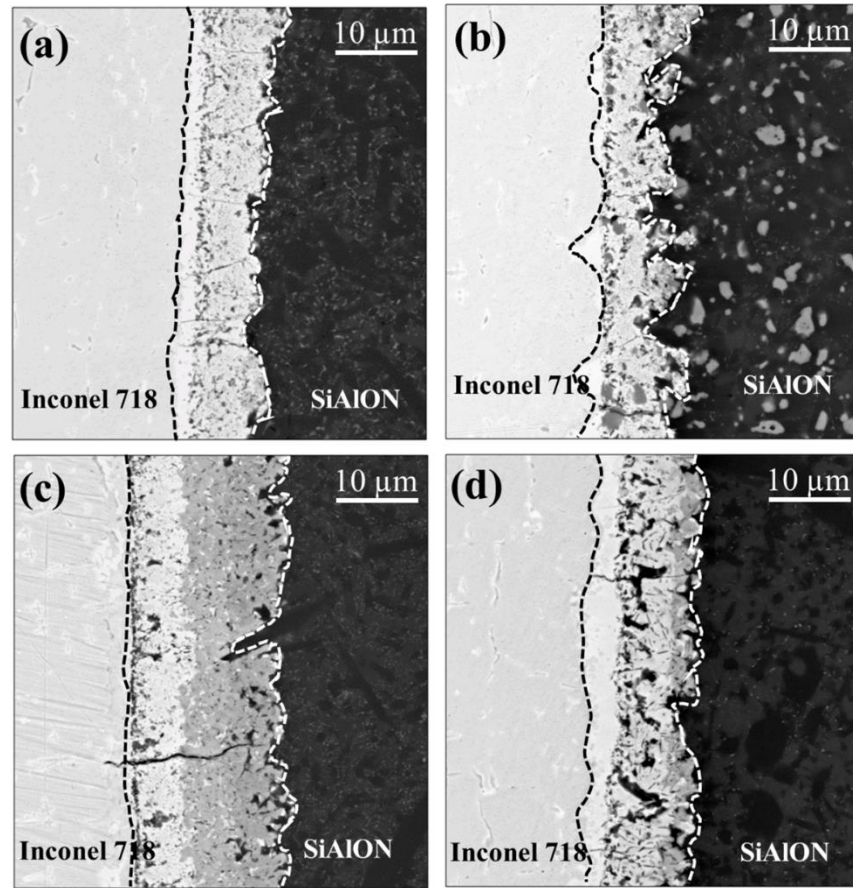
	S1	S2	S3	S4
HV10	17,16($\pm 0,10$)	18,32($\pm 0,57$)	19,11($\pm 0,56$)	20,76($\pm 0,49$)
K_{1c}	5,21($\pm 0,27$)	4,97($\pm 0,35$)	6,00($\pm 0,15$)	4,95($\pm 0,24$)

SiAlON malzemelerinde sertlik değeri, daha sert bir yapıya sahip olan α -SiAlON miktarı ile belirlenirken, kırılma tokluğu β -SiAlON miktarı ve “z” değeri [13,14], tanelerin boyut ve şekilleri [15-17] ile tane sınırı fazının özellikleri [18-19] tarafından belirlenmektedir.

3.4. SiAlON Kompozisyonlarının Inconel 718 Alaşımı ile Kimyasal Etkileşimleri

Inconel 718 alaşımı ile kimyasal etkileşimleri araştırılmak üzere proje kapsamında tutulan S1 ve S2 kompozisyonlarının yüksek hız süperalaşım freze operasyonlarındaki performans testleri, kesme kenarlarında oluşan baskın aşınma mekanizmasının yapışma şeklinde görülen kimyasal aşınma olduğunu ortaya koymuştur [10]. Daha önceden de belirtildiği gibi, işleme testlerine gerek duyulmadan SiAlON ve Inconel 718 arasındaki yüksek sıcaklıklarda yük altında meydana gelen kimyasal etkileşim mekanizmalarının ve bu etkileşimde etken malzeme parametrelerinin aydınlatılması, malzemelerin kesme ve aşınma performanslarının tahmin edilebilmesi açısından önemli görülmektedir.

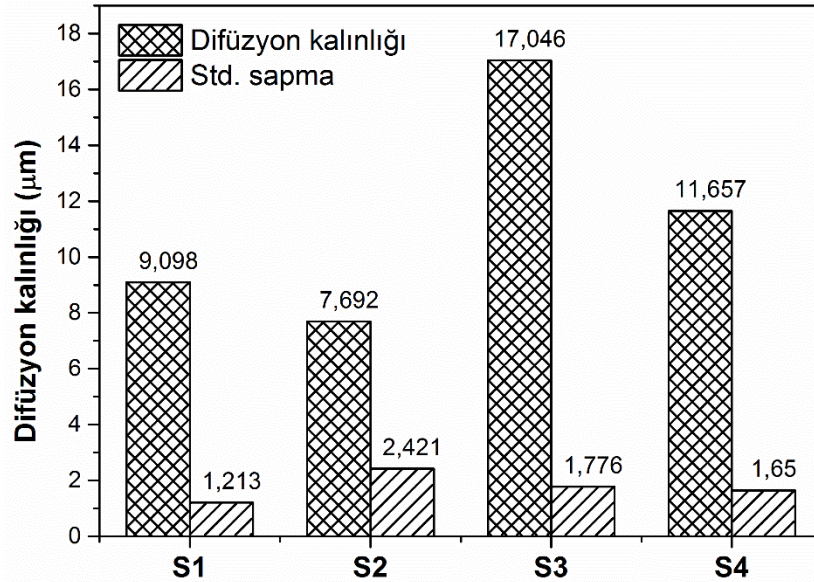
Şekil 3.3'te üretimi gerçekleştirilen SiAlON-Inconel 718 difüzyon çiftlerinin etkileşim bölgelerinin ara kesit BSE-SEM mikroyapı görüntüleri verilmektedir. Görüntülerde, SiAlON tarafındaki ara yüzeyin düzgün olmaması, Inconel 718 tarafından SiAlON tarafına doğru bir difüzyon sürecinin gerçekleştiğini göstermektedir. Buna ilave olarak, SiAlON-Inconel 718 ara yüzeyinde gerçekleşen difüzyon sürecine ve SiAlON malzemelerin kimyasal ve mikroyapısal özelliklerine bağlı olan, farklı yapılarda difüzyon bölgelerinin oluştuğu görülmektedir.



Şekil 3.3. (a) S1, (b) S2, (c) S3 ve (d) S4 malzemelerinin Inconel 718 alaşımı ile etkileşimleri sonucunda oluşan difüzyon bölgelerinin görüntüsü

Şekil 3.4'te ara yüzeyde oluşan difüzyon bölgelerinin kalınlıklarının değişimi verilmektedir. SEM görüntülerinden de anlaşıldığı üzere S3 malzemesinde oluşan difüzyon tabakasının ortalama kalınlığı yaklaşık 17 µm ile en yüksek ölçülmüştür. Bu malzemeyi 11,65 µm kalınlıkla S4 malzemesi takip etmektedir. Daha sonra, yaklaşık 9-10 µm difüzyon kalınlığı ile S1 malzemesi, 7,7 µm kalınlıkla S2 malzemesi şeklinde sıralanmaktadır. Difüzyon kalınlıkları esas alındığında Inconel 718 alaşımına karşı en yüksek direncin S2, en düşük direncin ise S3 malzemelerince gösterildiği görülmektedir. Çizelge 3.1'de verildiği üzere, aynı sinterleme ilavelerinin kullanıldığı ve sadece “z” değerleri farklı olan S1 ve S3 kompozisyonları birlikte kıyaslandığında, “z” değeri azaldıkça Inconel 718 ile etkileşimin arttığı sonucuna ulaşılmıştır. Yine aynı katkı ilavelerinin kullanıldığı ve “z” değeri daha da yüksek olan S2 en düşük etkileşim miktarına sahiptir. Bunun nedeninin hem yüksek “z” değeri, hem de TiN tanelerinin mikroyapı içerisindeki varlığından kaynaklandığı düşünülmektedir. S2

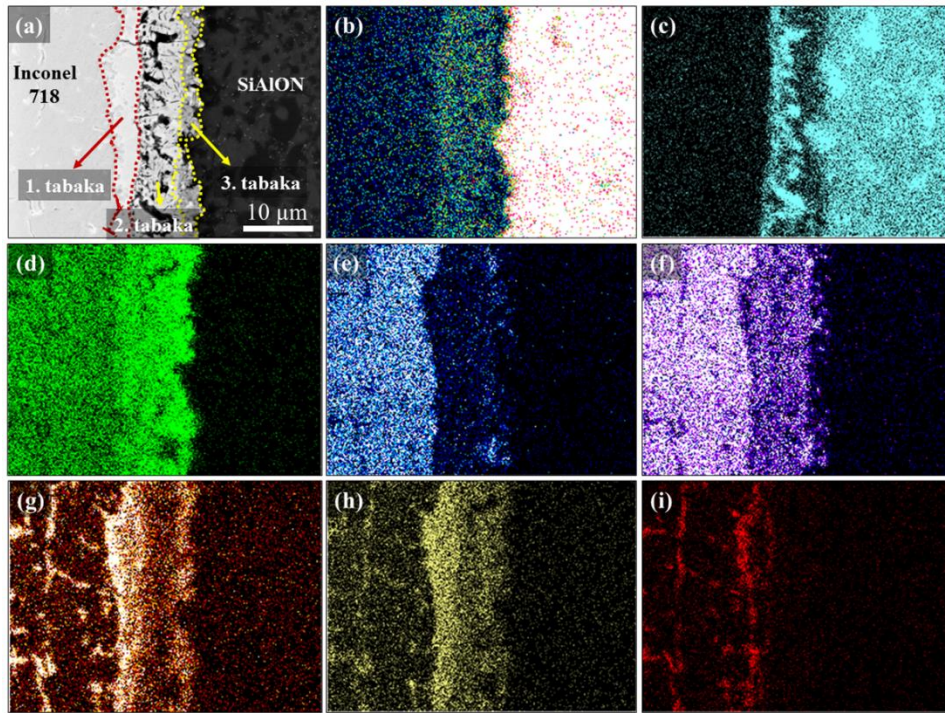
kompozisyonunun ara yüzeyinin çok düzensiz olmasına bağlı olarak ölçülen yüksek standart sapma, TiN tanelerinin SiAlON matrise göre farklı bir kimyasal etkileşim davranışına sahip olduğunun göstergesidir.



Şekil 3.4. SiAlON-Inconel 718 difüzyon çiftlerinin arayüzey tabaka kalınlıkları ve kalınlıklardaki standart sapma değerleri

Difüzyon testleri sonrasında ara yüzeyde oluşan tabakanın hangi elementlerden oluştuğu, bu elementlerin ara yüzeydeki dağılımlarının belirlenmesi, malzemelerin metale karşı olan kimyasal direncinin geliştirilmesi açısından kritik önem taşımaktadır. Şekil 3.5'te farklı fazların kolaylıkla birbirlerinden ayrılabilirdiği S4 malzemesine ait difüzyon tabakası içerisinde yer alan elementlerin enerji saçılımlı X-ışını spektroskopisi (EDX) haritaları verilmektedir. Şekil 3.5 (a)'da verilen BSE-SEM görüntüsünde difüzyon tabakasının farklı fazları içeren, farklı kalınlıklara sahip 3 tabakadan meydana geldiği görülmektedir. 1. tabaka, Inconel 718 malzemesine komşu olup, kalınlığı 1-3 µm arasında değişen beyaz renkte görülmektedir. Bu tabakanın sağında, içerisinde kümeler şeklinde koyu renkli tanelerin bulunduğu 2. tabaka ve bu tabakanın hemen sağında SiAlON yüzeyine komşu olan, koyu gri renkte ve 1-2 µm kalınlığındaki 3. tabaka bulunmaktadır. 1. tabakada önemli ölçüde Inconel 718 içerisinde Ni_3Nb (γ'') fazını oluşturan Nb elementini içermektedir (Şekil 3.5 (g)). Bu faz işleme sırasında Inconel 718 alaşımının tane sınırlarında çökerek malzeme sertliğinin artmasına neden olmaktadır [20,21]. 1. tabaka, Nb'nin dışında Mo ve Cr elementlerini de içermektedir (Şekil 3.5 (d) ve (h)). 2.

tabakada Ni ve Cr elementlerinden oluşan matris içerisinde Al elementinin oluşturduğu taneli yapı bulunmaktadır (Şekil 3.5 (c)). 3. tabakanın ise Cr elementi açısından zengin olduğu (Şekil 3.5 (g)), Nb dışında bu tabaka içerisinde bir miktar Mo ve Ni bulunduğu anlaşılmaktadır. Sistemdeki titanyum elementi Nb ile birlikte aynı bölgelerde yer almakta olup, Inconel 718 içerisindeki γ'' fazından ara yüzeye taşınmıştır. (Şekil 3.5 (i)). Diğer kompozisyonların difüzyon tabakalarında da S4 malzemesine benzer bir elementel dağılım elde edilmiştir.



Şekil3.5. S4-Inconel 718 difüzyon tabakasının (a) BSE-SEM görüntüsü, (b) Si, (c) Al, (d) Cr, (e) Fe, (f) Ni, (g) Nb, (h) Mo ve (i) Ti elementlerinin dağılımı

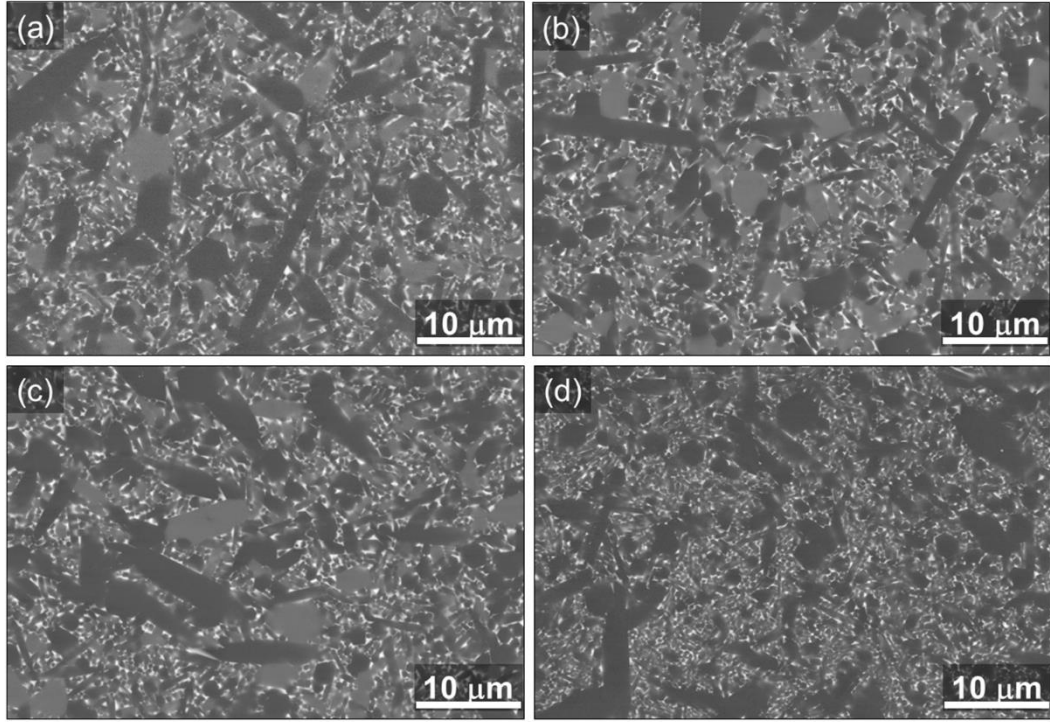
Yüksek hız Inconel 718 süperalaşım freze operasyonlarında da test edilen S1 ve S2 kompozisyonlarının difüzyon tabakası kalınlık sonuçlarının tersi yönde bir kesme performansı gösterdikleri bildirilmiştir [10]. Gerçek kesme testlerinde S1 kompozisyonunun Inconel 718 alaşımı ile daha az kimyasal etkileşime girmesi ve bunun sonucunda da daha az aşınma göstermesi, S2 kompozisyonunda yer alan TiN tanelerinin ısıl genleşme katsayısının SiAlON matris ile uyumsuzluğuna bağlanmıştır. Çalışmada aynı zamanda aşınma sırasında oluşan difüzyon tabakasının oluşumunda Al, Ti ve Cr elementlerinin belirleyici olduğu ifade edilmiştir.

4. SiAlON SERAMİKLERİNDE NADİR TOPRAK ELEMENTİ TÜRÜNÜN INCONEL 718 ALAŞIMI İLE ETKİLEŞİME ETKİSİ

SiAlON seramiklerinde, sinterleme ilavesi ve α -SiAlON fazının kararlılığının sağlanması amacıyla kullanılan katkı elementlerinin türü malzemenin performansında önemli bir rol oynamaktadır. Bunun en önemli nedeni, kullanılan katkı elementinin malzemenin kimyasal ve mikroyapısal özelliklerini doğrudan etkilemesidir. Buradan yola çıkılarak, S1 kompozisyonunda Y yerine aynı mol miktarında Yb, Er ve Ce nadir toprak elementi oksitlerinin kullanılmasıyla 3 yeni kompozisyon daha elde edilmiş ve bu kompozisyonların Inconel 718 alaşımı ile etkileşim durumları incelenmiştir.

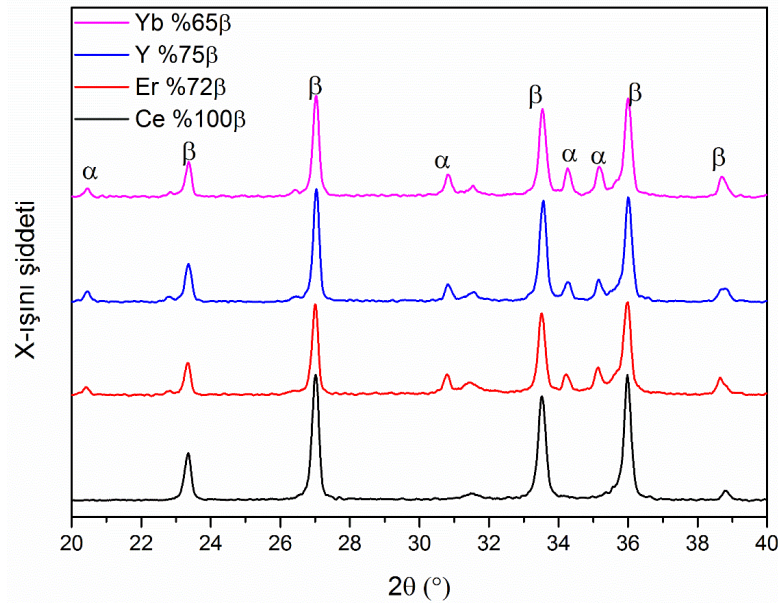
4.1. Malzemelerin Mikroyapısal Özellikleri ve Faz İçerikleri

Şekil 4.1 (a)-(d)'de 1900°C maksimum sıcaklıkta sinterlenen S1 (Y-Sm ve Ca ilaveli başlangıç kompozisyonu) ile Y yerine Yb, Er ve Ce katkı elementleri ile katkılanan S1-Yb, S1-Er ve S1-Ce kompozisyonlarına ait mikroyapı görüntüleri verilmektedir. Sırasıyla Şekil 4.1 (a) ve (b)'de verilen Y ve Yb katkılı kompozisyonlara ait mikroyapı görüntüleri, malzemelerin α ve β -SiAlON tanelerinin şekilleri, boyutları ve dağılımları açısından birbirlerine önemli ölçüde benzer olduklarını göstermektedir. Bu iki malzemeye benzer bir mikroyapıya sahip olan Er katkılı kompozisyonda ise β -SiAlON tanelerinin sinterleme sırasında bir miktar daha büyüdüğü görülmektedir (Şekil 4.1 (c)). Şekil 4.1 (d)'de verilen Ce katkılı kompozisyona ait mikroyapı görüntüsü ise diğer malzemelerin mikroyapı görüntülerinden belirgin biçimde ayrılmaktadır. Bu malzemede α -SiAlON fazına ait açık gri renge sahip taneler görülemezken, mevcut tanelerin iki farklı boyut dağılımına (bimodal) sahip oldukları anlaşılmaktadır. Arka planda çok ince tanelerden oluşan bir matris yapı bulunurken, bu yapı içerisinde boyutları 2-8 μm aralığında değişen β -SiAlON tanelerinin yer aldığı görülmektedir.



Şekil 4.1. 1900°C maksimum sıcaklıkta sinterlenen (a) S1 (Y), (b) S1-Yb ve (c) S1-Er ve (d) S1-Ce kompozisyonlarına ait mikroyapı görüntüleri

İyon çapı 0,0995 nm olan Nd^{+3} 'den daha büyük iyon çapına sahip nadir toprak elementlerinin α -SiAlON yapısı içerisinde yer alamayacakları bilinmektedir. Yapılan çalışmalar Ce ilavesinin ancak Y gibi başka bir ilave türü kullanıldığında α -SiAlON yapısı içerisinde kısmi çözünebildiğini göstermektedir. Bu çözünürlüğün de Ce'nin 1230°C'den düşük sıcaklıklarda iyon çapı 0,092 nm olan Ce^{+4} şeklinde kararlı olup yapıdaki ara yer boşluklarına kısmen girebilmesinden kaynaklandığı ifade edilmektedir. Bu sıcaklığın üstünde ise Ce, çapı 1,103 nm olan Ce^{+3} formuna dönüşmektedir [22,23]. S1 kompozisyonunda çoklu katkı sistemi kullanılmasına rağmen Ce dışındaki Sm ve Ca bileşenlerinin oranı oldukça düşüktür. Bu koşullar altında Şekil 4.2'de verilen XRD spektrumunda da görüldüğü gibi S1-Ce kompozisyonu için α -SiAlON fazının kararlılığı sağlanamamıştır.

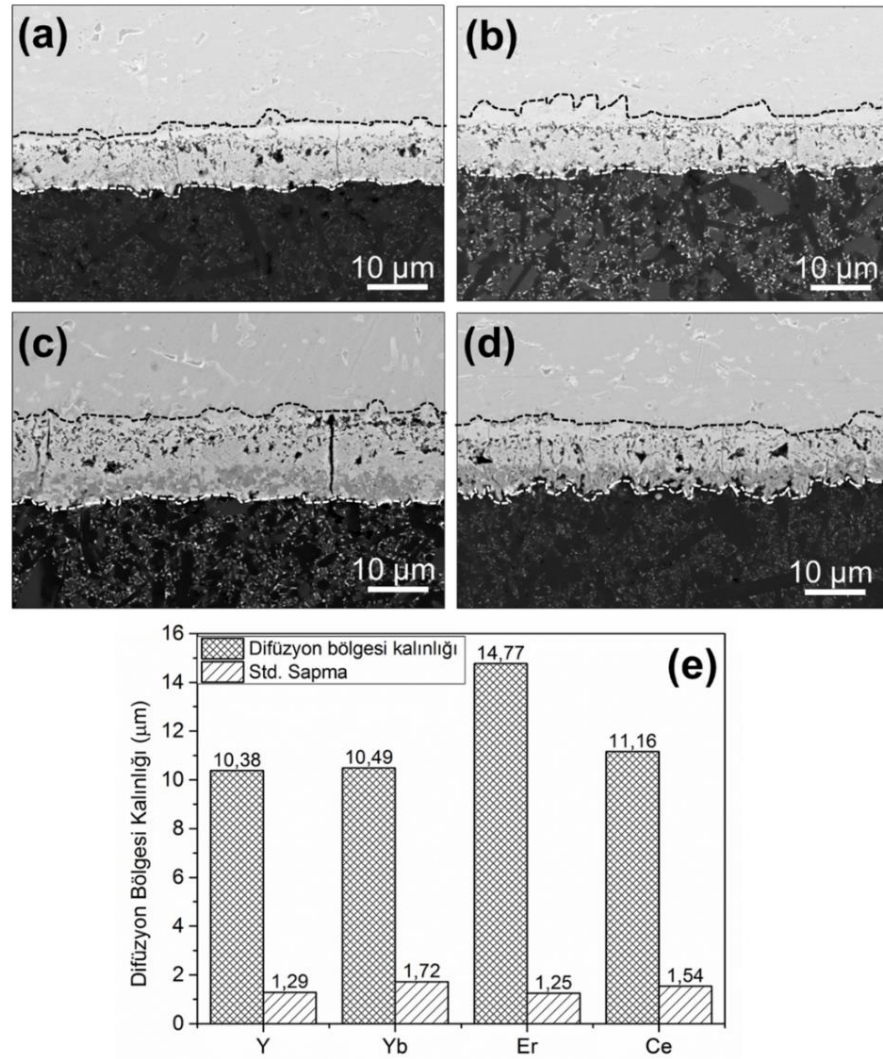


Şekil 4.2. 1900°C sıcaklıklarda sinterlenen Y, Yb, Er ve Ce katkılı S1 kompozisyonlarına ait XRD spektrumu

4.2. Kompozisyonlarının Inconel 718 alaşımı ile Kimyasal Etkileşimleri

Şekil 4.3 (a)-(d)'de farklı ilave türleri kullanılarak hazırlanan kompozisyonların Inconel 718 alaşımı ile oluşturdukları difüzyon ara yüzey görüntüleri (e)'de ise oluşan difüzyon bölgelerinin kalınlık değerleri verilmektedir. Y katkılı olan S1 kompozisyonunun Inconel 718 alaşımı ile oluşturmuş olduğu difüzyon tabaka kalınlığının yaklaşık 10 μm olduğu üçüncü bölümde verilen difüzyon çifti çalışmalarından bilinmektedir. Diğer ilave oksit sistemlerinde hazırlanan yeni kompozisyonlarla birlikte tekrar hazırlanan bu malzemenin difüzyon çiftinde benzer bir tabaka kalınlığı ölçülmüştür. Er katkılı S1 kompozisyonu için ölçülen tabaka kalınlığının yaklaşık 15 μm olduğu ve bu değer diğer kompozisyonlar içerisinde en yüksek değer olduğu mikroyapı görüntülerinden ve ölçüm sonuçlarından anlaşılmaktadır. Ce ve Yb katkılı kompozisyonlar için ölçülen tabaka kalınlıkları S1 malzemesi için ölçülen değere yakın olsa da, Er içeren kompozisyondaki bu artış, “z” değeri ve β -SiAlON içeriği dışında ilave katkı türünün de etken bir parametre olduğunu göstermiştir. Kalınlık dışında, Er katkılı kompozisyonun difüzyon tabakasında yapısal farklılıklar bulundurduğu SiAlON tarafına komşu olan farklı tonda bir alt bölgenin varlığından anlaşılmaktadır. Difüzyon tabaka yapısı açısından Er katkılı S1 kompozisyonunun bu bölgesinde Cr, Nb ve Fe

yoğunluğunun yüksek olduğu yapılan EDX analizlerince doğrulanmıştır. Ce katkıli kompozisyon için de, Er katkıli malzemeye benzer şekilde, SiAlON tarafına komşu bu tabakanın bulunduğu görülmektedir. Ancak dikkati çeken bir diğer nokta ise, difüzyon tabakasının özellikle SiAlON tarafındaki ara yüzeyinin diğer malzemelere kıyasla düzgün olmamasıdır. Bu durum ortalaması alınan 20 ölçümdeki standart sapma değerinin yüksek olmasından da anlaşılmaktadır (Şekil 4.3 (e)). Kısaca özetlenecek olursa, Y, Yb ve Ce katkıli S1 malzemelerine ait difüzyon tabakalarının kalınlığı benzer olmakla beraber, Er malzemesinde tabaka kalınlığı yaklaşık 1,5 kat daha yüksek ölçülmüştür. Difüzyon tabakasının sahip olduğu alt tabakalar açısından ise Er ve Ce katkıli malzemeler ile Y ve Yb katkıli malzemelerin benzemedikleri belirlenmiştir.



Şekil 4.3. (a) Y, (b) Yb, (c) Er ve (d) Ce katkıli S1 kompozisyonlarına ait difüzyon tabakalarının mikroyapı görüntüleri ve (e) difüzyon tabaka kalınlıkları değerleri

5. SiAlON SERAMİKLERİNDE İLAVE OKSİT SİSTEMİNİN INCONEL 718 ALAŞIMI İLE ETKİLEŞİME ETKİSİ

Geçici sıvı faz sinterlemesinde ve α -SiAlON kristal yapısı içerisinde yer alarak bu fazın kararlılığının sağlanmasında kullanılan nadir toprak elementi oksitlerinin miktarı kadar, türleri ve tek ya da çoklu olarak kullanılmaları malzemelerin kesme performansında etken bir diğer durumdur. Üçüncü ve dördüncü bölümlerde, bu proje kapsamında tasarlanan bütün SiAlON kompozisyonlarında ana ilave oksit ile birlikte az miktarlarda Sm_2O_3 ve CaO kullanılmıştır. Bu bölümde ise kompozisyonda Sm_2O_3 ve CaO ilavelerine yer verilmeyip, bu ilave oksitlerin yerine ana ilave oksit kullanılarak tek katkılı kompozisyonlar oluşturulmuştur. Çizelge 5.1’de bu kompozisyonlara ait bilgiler verilmektedir.

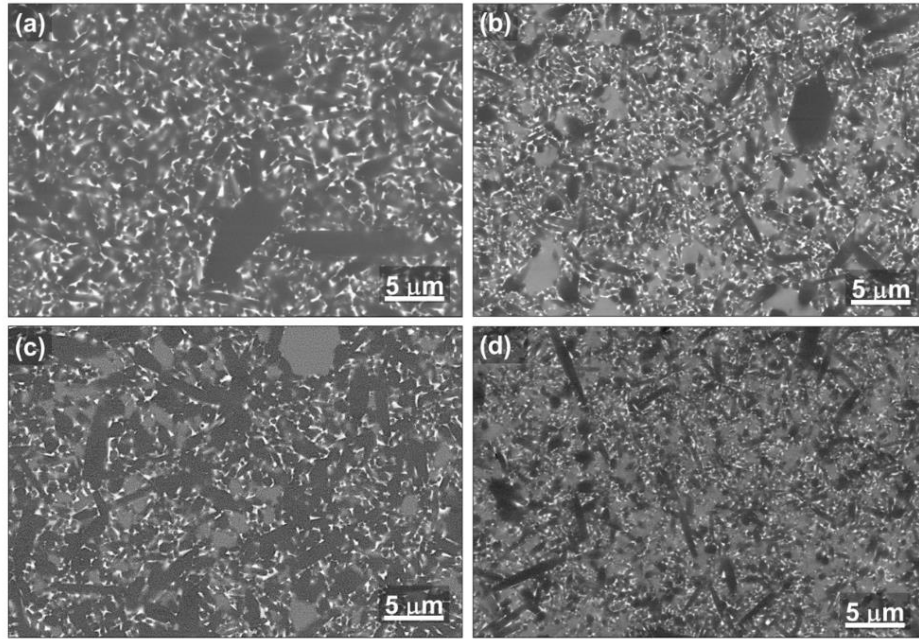
Çizelge 5.1. S1 ve tek ilave oksit içeren S1 türevi kompozisyonlar

	S1 (referans)	S1/1Er	S1/1Y	S1/1Yb
İlave oksit türü	Y_2O_3 - Sm_2O_3 - CaO	Er_2O_3	Y_2O_3	Yb_2O_3
Oksitlerin dağılımı (mol%)	%90 Y_2O_3 %5 Sm_2O_3 %5 CaO	%100 Er_2O_3	%100 Y_2O_3	%100 Yb_2O_3

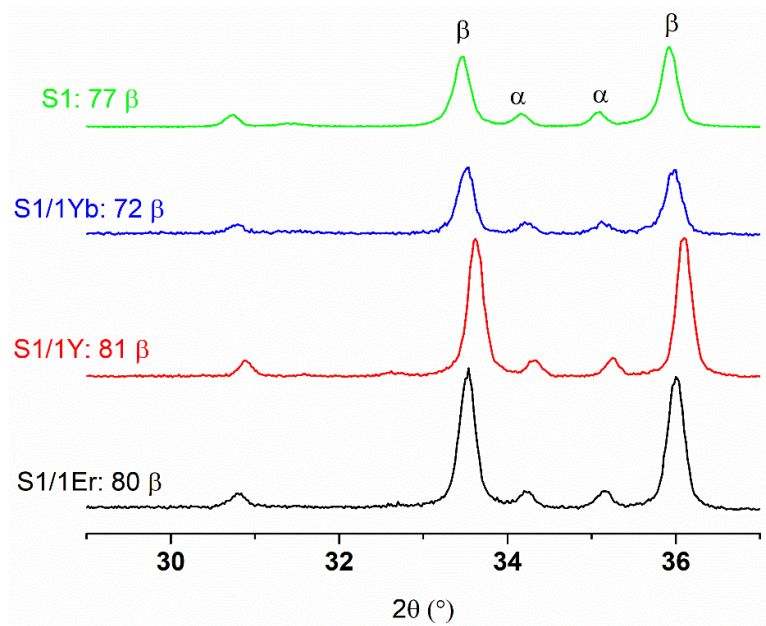
5.1. Malzemelerin Mikroyapısal Özellikleri ve Faz İçerikleri

Şekil 5.1’de 1900°C sıcaklıkta, 100 bar N_2 gaz atmosferi altında sinterlenen S1/1Y, S1/1Yb, S1/1Er ve referans S1 malzemelerine ait mikroyapı görüntüleri verilmektedir. Sırasıyla Şekil 5.1. (a) ve (c)’de verilen S1/1Y ve S1/1Er kompozisyonlarına ait mikroyapılarda referans malzemeye kıyasla daha büyük α ve β -SiAlON tanelerinin bulunduğu görülmektedir. S1/1Yb malzemesinin mikroyapısının ise (Şekil 5.1. (b)) referans malzeme ile önemli derecede benzer olduğu anlaşılmaktadır. Er ve Y katkılı malzemelerin mikroyapılarının daha iri tanelerden oluşmasının, ilave sistemlerinin farklı olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Şekil 5.2.’de verilen XRD spektrumuna göre her iki malzeme de benzer oranlarda α -SiAlON fazı bulunmasına rağmen, bu fazı oluşturan tanelerin yapısal özellikleri açısından birbirlerinden belirgin

biçimde ayrıldığı anlaşılmaktadır. Er sisteminde α -SiAlON taneleri açık gri taneler şeklinde ayrılırken, Y sisteminde α -SiAlON taneleri β -SiAlON tanelerinden net biçimde ayırt edilememektedir. Atom ağırlığı Y'ye kıyasla daha yüksek olan Yb ilaveli malzemenin mikroyapısındaki α -SiAlON taneleri de Er ilaveli malzemeye benzer şekilde belirgin olmakla birlikte daha küçük boyutlardadır.



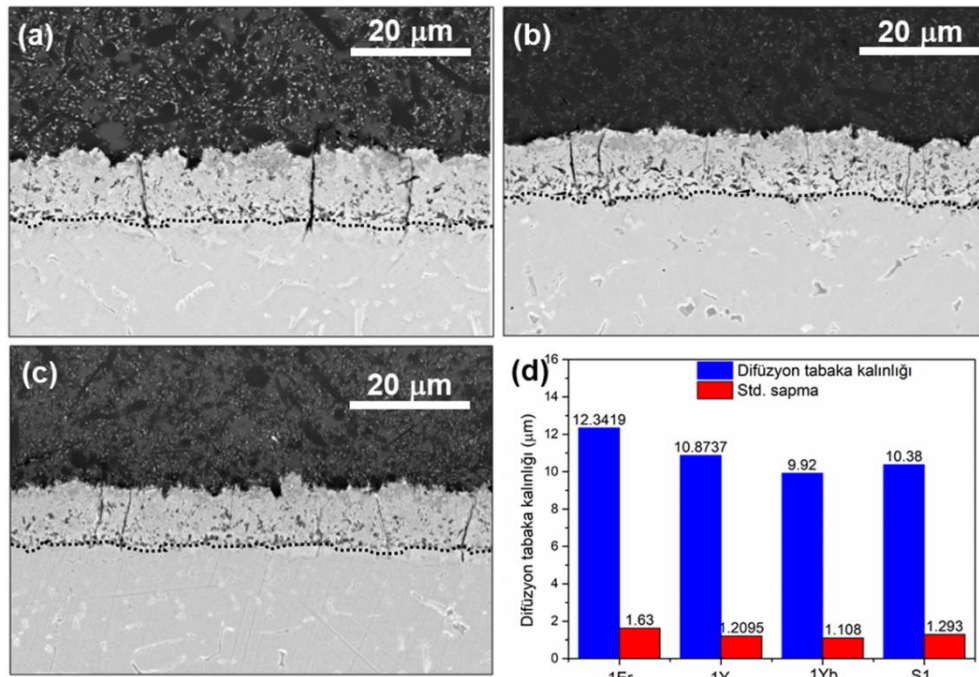
Şekil 5.1 (a) S1/1Y, (b) S1/1Yb, (c) S1/1Er ve (d) S1 (referans) malzemelerine ait mikroyapı görüntüleri



Şekil 5.2. S1/1Y, S1/1Yb, S1/1Er ve S1 (referans) malzemelerine ait XRD spektrumu

5.2. Kompozisyonlarının Inconel 718 alaşımı ile Kimyasal Etkileşimleri

Şekil 5.3 (a), (b) ve (c)'de sırasıyla S1/1Er, S1/1Y ve S1/1Yb kompozisyonlarının Inconel 718 alaşımı ile oluşturdukları difüzyon ara yüzey görüntüleri, (d)'de ise oluşan difüzyon bölgelerinin kalınlık değerleri verilmektedir. %100 Er ilaveli sisteminde, dördüncü bölümde difüzyon kalınlığı yaklaşık olarak 15 μm olarak ölçülen Er-Sm-Ca sistemine kıyasla daha ince bir difüzyon tabakasının oluştuğu anlaşılmaktadır. Bu, kompozisyonda oldukça az miktarlarda yer alan Sm ve Ca elementlerinin malzemenin kimyasal özellikleri üzerinde önemli bir etki oluşturduğunu göstermektedir. Daha ince difüzyon tabakasına rağmen %100 Er sistemi için, oluşan difüzyon tabakasının düzgünlüğünü gösteren standart sapma değerinin (1,63 μm) diğer kompozisyonlardan bir miktar daha yüksek olduğu belirlenmiştir. Y ve Yb içeren sistemlerde ise Sm ve Ca elementlerinin oluşan difüzyon tabakası kalınlığına önemli bir etkisinin bulunmadığı Şekil 4.3 (e) ve Şekil 5.3 (d)'de verilen difüzyon kalınlıklarının benzerliğinden anlaşılmaktadır. Er sisteminin aksine, Y ve Yb sistemlerinde difüzyon tabaka kalınlıklarının değişmemesi, Sm ve Ca elementlerinin kimyasal etkileşim sürecindeki etkinliklerinin kullanılan ana ilave elementin türüne önemli ölçüde bağlı olduğunu göstermiştir.



Şekil 5.3 (a) S1/1Er, (b) S1/1Y ve (c) S1/1Yb kompozisyonlarına ait difüzyon tabakalarının mikroyapı görüntüleri ve (d) difüzyon tabaka kalınlıklarının ölçüm değerleri

6. SONUÇLAR

Bu projede, süperalaşımın yüksek kesme hızlarında talaşlı işlenmesinde yaygın biçimde kullanılan en önemli kesici malzemelerden bir tanesi olan SiAlON esaslı seramik malzemelerin, kesme sürecinde baskın aşınma türü olan kimyasal aşınma sürecinin aydınlatılabilmesi amaçlanmıştır. İlk olarak, mikroyapısal özellikleri, faz içerikleri, β -SiAlON içeriğindeki Al_2O_3 çözünürlüğü (z değeri), ilave oksit türleri vb. farklı özelliklere sahip dört farklı SiAlON kompozisyonu ile difüzyon çiftleri oluşturulmuş, elde edilen sonuçlar malzeme özellikleri ile ilişkilendirilmeye çalışılmıştır. Daha sonra, kimyasal aşınma sürecinde etkin olduğu belirlenen, nadir toprak elementi oksit türü ve bu oksitlerin tekli ve çoklu olarak kompozisyon içerisinde kullanımının Inconel 718 alaşımı ile kimyasal etkileşim sürecine etkileri araştırılmıştır. Bu başlıklar altında gerçekleştirilen çalışmalar sonucunda elde edilen bulgular şu şekilde sıralanmaktadır:

- SiAlON-Inconel 718 ara yüzeyinde SiAlON malzemelerinin özelliklerine göre değişen bir difüzyon tabakasının oluştuğu görülmüştür. Oluşan tabaka kalınlıkları esas alındığında, içeriğinde yaklaşık %20 oranında TiN bulduran S2 kompozisyonunun kimyasal dayanımının en yüksek olduğu belirlenmiştir.
- S1, S2, S3 ve S4 kompozisyonları içerisinde “z” değeri ve β -SiAlON içeriği düşük olan S3 kompozisyonunun Inconel 718 alaşımı ile etkileşim miktarı en yüksek bulunmuştur. S4 kompozisyonu β -SiAlON miktarı açısından S3 kompozisyonuna benzer olsa da yüksek “z” değeri nedeniyle etkileşim miktarı daha az ölçülmüştür. Benzer şekilde, aynı ilave oksit sisteminde hazırlanan S1 ve S3 kompozisyonlarının kimyasal etkileşim miktarlarındaki önemli farkın “z” değeri ve β -SiAlON miktarından kaynaklandığı tespit edilmiştir.
- SiAlON-Inconel 718 ara yüzeyinde gerçekleşen kimyasal etkileşim sonucu oluşan difüzyon tabakasının birbirlerinden farklı faz içeriklerine ve morfolojik özelliklere sahip, ayırt edilebilir tabakalardan oluştuğu görülmüştür. Bu tabakaları oluşturan elementlerin, ağırlıklı olarak Inconel 718 alaşımı içerisinde yer alan elementler olukları belirlenmiştir. SiAlON kompozisyonları içerisinde yer alan nadir toprak elementlerinin ara yüzeye taşınarak difüzyon tabakasının bileşimine katkı sağlamadıkları anlaşılmıştır.

- S1 kompozisyonunda ana ilave oksit olan Y_2O_3 yerine Yb_2O_3 , Er_2O_3 ve CeO_2 kullanılması sonucu elde edilen kompozisyonlardan Er_2O_3 ilaveli S1/Er kompozisyonu için difüzyon bölgesi kalınlığının en yüksek olduğu görülmüştür. Inconel 718 alaşımına karşı en kararlı sistemin ise Yb ilaveli S1/Yb olduğu belirlenmiştir. Burada, kullanılan ilave oksit türünün kimyasal kararlılık üzerinde önemli bir belirleyici olduğu anlaşılmalı beraber, ilave oksit türünün bu etkiyi hangi mekanizmalar uyarınca gerçekleştirdiği açık değildir.
- Ana katkı elementi ile birlikte kompozisyonlarda az miktarlarda yer alan Sm ve Ca elementlerinin, kullanılan ana katkı elementinin türüne bağlı olarak etkileşim sürecinde belirleyici oldukları görülmektedir. Er sisteminde Sm ve Ca elementlerinin bulunması, etkileşim seviyesini önemli ölçüde artırırken, Y ve Yb sistemlerinde bu iki elementin varlığı belirgin bir değişime yol açmamıştır.

7. KAYNAKLAR

- [1] Çelik, A., Lazoglu, İ., Kara, A., Kara, F., *Wear on SiAlON ceramic tools in drilling of aerospace grade CFRP composites*, *Wear*, 338-339, 11-21, 2015.
- [2] Qin, J., Long, Y., Zeng, J., Wu, S., *Continuous and varied depth-of-cut turning of gray cast iron by using uncoated and TiN/Al₂O₃ coated silicon nitride-based ceramic tools*, *Ceramics International*, 40, 12245-12251, 2014.
- [3] Grzesik, W., Malecka, J., *Documentation of tool wear progress in the machining of nodular ductile iron with silicon nitride-based ceramic tools*, *CIRP Annals: Manufacturing Technology*, 60, 121-124, 2011.
- [4] Zheng, G.M., Zhao, J., Song, X.Y., Cao, Q.Y., Li, Y.E., *Ultra high speed turning of Inconel 718 with sialon ceramic tools*, *Advanced Materials Research*, 126–128, 653–657, 2010.
- [5] Zhuang, K., Zhu, D., Zhang, X., Ding, H., *Notch wear prediction model in turning of Inconel 718 with ceramic tools considering the influence of work hardened layer*, *Wear*, 313, 63-74, 2014.
- [6] Altın, A., Nalbant, M., Taşkesen, A., *The effects of cutting speed on tool wear and tool life when machining Inconel 718 with ceramic tools*, *Materials & Design*, 28, 2518-2522, 2007.
- [7] G. Zheng, J. Zhao, Y. Zhou, A. Li, X. Cui, X. Tian, *Performance of graded nano-composite ceramic tools in ultra-high-speed milling of Inconel 718*, *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 67, 2799–2810, 2013.
- [8] Tian, X., Zhao, J., Zhao, J., Gong, Z., Dong, Y., *Effect of cutting speed on cutting forces and wear mechanisms in high-speed face milling of Inconel 718 with Sialon ceramic tools*, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 69 (9-12), 2669-2678, 2013.
- [9] Akhtar, W., Sun, J., & Chen, W., *Effect of machining parameters on surface integrity in high speed milling of super alloy GH4169/Inconel 718*, *Materials and Manufacturing Processes*, 31(5), 620-627, 2016.

- [10] Çelik, A., Alağaç, M. S., Turan, S., Kara, A., & Kara, F., *Wear behavior of solid SiAlON milling tools during high speed milling of Inconel 718*, *Wear*, 378-379, 58-67, 2017.
- [11] Evans, A. G., Charles, E. A., *Fracture toughness determination by indentation*, *Journal of the American Ceramic Society*, 59, 371–376, 1976.
- [12] Uludağ A., Turan, D., *High temperature bending creep behavior of a multi-cation doped α/β -SiAlON composite*, *Ceramic International*, 37, 921-926, 2011,
- [13] Sun, E. Y., Becher, P. F., Plucknett, K. P., Hsueh, C-H., Alexander, K. B., Waters, S. B., *Microstructural design of silicon nitride with improved fracture toughness: II. Effects of yttria and alumina additives*, *Journal of the American Ceramic Society*, 81(11), 2831–40, 1998.
- [14] Sun, E. Y., Becher, P. F., Plucknett, K. P., Hsueh, C-H., Alexander, K. B., Waters, S. B., *Debonding behavior between β - Si_3N_4 whiskers and oxynitride glasses with or without an epitaxial β -SiAlON interfacial layer*, *Acta Materialia*, 47(9), 2777–85, 1999.
- [15] Becher, P. F., Sun, E. Y., Plucknett, K. P., Alexander, K. B., Hsueh, C-H., *Microstructural design of silicon nitride with improved fracture toughness: I. Effects of grain shape and size*, *Journal of the American Ceramic Society*, 81 (11), 2821–2830, 1998.
- [16] Dressler, W., Kleebe, H. J., Hoffmann, M. J., Ruhle, M., Petzow, G., *Model experiments concerning abnormal grain growth in silicon nitride*, *Journal of the European Ceramic Society*, 16, 3–14, 1996.
- [17] Kleebe, H. J., Pezzotti, G., Ziegler, G., *Microstructure and fracture toughness of Si_3N_4 ceramics: combined roles of grain morphology and secondary phase chemistry*, *Journal of the American Ceramic Society*, 82(7), 1857–1867, 1999.
- [18] Rosenflanz, A., *Silicon nitride and sialon ceramics*, *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 4, 453–459, 1999.
- [19] Satet, R. L., Hoffmann M. J., Cannon, R. M., *Experimental evidence of the impact of rare-earth elements on particle growth and mechanical behaviour of silicon nitride*, *Materials Science and Engineering A*, 422, 66–76, 2006.

- [20] Jawaid, A., Koksai, S., Sharif, S., *Cutting performance and wear characteristics of PVD coated and uncoated carbide tools in face milling Inconel 718 aerospace alloy*, *Journal of Materials Processing Technology*, 116, 2–9, 2001.
- [21] Richards, N., Aspinwall, D., *Use of ceramic tools for machining nickel based alloys*, *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 29 (4), 575–588, 1989.
- [22] Ekström, T., Jansson, K., Olsson, P. O., & Persson, J., *Formation of an Y/Ce-doped α -sialon phase*, *Journal of the European Ceramic Society*, 8(1), 3-9, 1991.
- [23] Jack, K. H. *The significance of structure and phase equilibria in the development of silicon nitride and sialon ceramics*. In *Proc. 11 th International Conf. on Science of Ceramics held at Stenungsund, Sweden, June 14-17, 1981. Edited by R. Carlsson and S. Karlsson. Swedish Ceram. Soc., Gothenburg, Sweden, 1981.* (p. 125).

EK-1

PROJE İÇİN KULLANILAN BÜTÇE BİLGİSİ

Proje kapsamında planlanan harcamalara uygun biçimde numunelerin mikroskopik karakterizasyon öncesi temizlik amacıyla kullanılması planlanan 1 adet ultrasonik su banyosu, numunelerin kesme ve yüzey parlatma gibi karakterizasyon öncesi hazırlık işlemleri için kullanılması planlanan sarf malzemeler ve difüzyon çiftlerinin SPS fırınında üretim aşamasında kullanılması planlanan SPS grafit kalıp malzemeleri alımları gerçekleştirilmiştir. İlgili alımların faturaları EK-1’de beyan edilmektedir.



ALS Laboratuvar Cihazları Pazarlama San. ve Tic. Ltd. Şti.
Acıbadem Mah. Çiçekli Sk. Çiçek Apt. B Blok 3/16
Acıbadem 34718 İstanbul T: 216 545 8364 F: 216 545 8367
info@als.com.tr www.als.com.tr Kadıköy YD. 056003081

Mersis No: 005600308100015 | Ticaret Sicil No: 473774



İL KODU : 34

IRSALİYELİ

FATURA

SERİ A SIRA NO. 535126

John

BİLECİK ŞEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ

BAP Koordinatörlüğü Proje No:201-02 BŞÜ.03-10

Proje Yürütücüsü: Yrd.Dç.Dr. Ali ÇELİK

Düzenleme Saati
14:31

Düzenleme Tarihi
01.11.2017

Müşteri Vergi Dairesi ve Numarası
Bilecik VD - 170 029 9074

Müşteri Kodu
120.03.053

Referansız

Filial Sevki Tarihi
01.11.2017

Bu belgenin sevki edilen malda bulunması halinde ayrıca sevki tesliyesi aranmaz.

Kod No.	Açıklama	Miktar	Birim Fiyat	Tutar
STR-40500138	MD-Piano 1.200. 250 mm dia.	1 AD	965,00	965,00
STR-40500138	MALFI, MD Largo, 250 mm dia., 1 pos.	1 PKT	460,00	460,00
STR-40500095	MD-Dao, Manyetik öz. Parlatma Keçesi,250mm, 5/P	1 PKT	460,00	460,00
STR-40500081	MUNAP,MD-Nap,Parlatma Keçesi,250mm,5/P	1 PKT	785,00	785,00
UKM01	Ukani Elmas Kezme Diski	1 AD	1.785,00	1.785,00
Fatura Toplamı				: 4.445,00
Faz İnd. Tutarı				:
ARA TOPLAM				: 4.445,00
KDV Tutarı % 18				: 800,10
Genel Toplam				: 5.245,10

Yalnız : Beş Biniki Yüz Kırk Beş TL On kuruş

VADESİ GEÇEN ALACAKLARDA AYLIK TL'DEN % 10, DÖMİZDE % 2,8 VADE FARKI UYGULANIR.

SON ÖDEME TARİHİ : 01.11.2017

SATIS VE ÖDEME ŞARTLARI
Tutarlar 3 gün içinde ödenmediği takdirde kabul edilmiş sayılır.
Tediye müddeti... gününe kadar teslim edilmeye. Maa becağın tamamını ödeme gününde tahsil edilir.
Müşteriye geçiken ödemeler için her ay için %... oranında masrafi ve KDV ile birlikte tutar edilecektir.
Geçiken yada korutulan ödemelerin dogan herhangi miktarda ve rikon olmadan tahsil edilecektir.
Maddesine istinadla belirlenir.
Hesap açılınca müşteri tarafından yapılır.

Teslim Eden - İmza

Teslim Alan - İmza



BANKA HESAP NUMARALARI
GARANTİ BANKASI Şİ. : 3110 0000 2900 4130 0000 099006
GARANTİ BANKASI Şİ.ŞUB. : 1804 0000 2900 4130 0000 099000
İŞBANKASI Şİ. : 1808 0000 4000 0011 0800 0001 104

B. Yat. YATIRILIR FORM & MAT. - Hakan Yiğit Lirca Yolu 2.Mil.Böl. E Blok 4. Kat No: 2NES Topkapı - İST. Tel: (0212) 995 30 00 Devrişaypaş YD. T.C. No: 426 226 65948 B. Yıl: 2017 An. Tar: 15/06/2016 -2652

www.als.com.tr

MERSEN

İSTANBUL SANAYİ ÜRÜNLERİ A.Ş.

GOSB İhsan Dede Cad. 800. Sokak No:904
41480. Gebze-KOCAELİ/TURKEY
Tel: (0262) 751 02 62 (Pbx) Fax: (0262) 751 02 68
İhsanbey V.D. 3310032590 Sicil No: 6362/10740
Mersis No: 0-3310-0325-9000017
www.mersen.com



İl Kodu : 41
**FATURA
INVOICE**

MERSEN
İSTANBUL SANAYİ ÜRÜNLERİ A.Ş.
Tic. Sicil No: 27110
GOSB İhsan Dede Cad. No: 904
Gebze/KOCAELİ İlyasbey Mahallesi No: 2590

SERİ A SIRA NO: **774525**

Tarih: **01.12.2017**

MÜŞTERİ ADRESİ
CUSTOMER ADDRESS

**BİLEÇİK SEYH EDEBALI UNIVERSİTESİ
BİLİMSEL ARASTIRMA PROJELERİ KOORDİNATÖRLÜĞÜ**

Bilecik TÜRKİYE

Müşteri V.D. No. **BİLEÇİK 1700292853**

Müşteri Kodu **66A11648**
Customer Code

Referansınız **PROJE**
T.C.U. Reference

Sevk Tarihi **01.12.2017**
Dispatch Date

İrsaliye No. **697175**
Waybill No.

YRD.DOĞ.DR.ALİ ÇELİK

REFERANS REFERENCE	ÜRÜN TANIMI DESCRIPTION	MIKTAR QUANTITY	BİRİM UNIT	BİRİM FİYAT UNIT PRICE	TUTAR AMOUNT
T N9073011	Ø40/Ø21X48mm DS4 GRAFİT FIRIN PARÇASI	4	AD	84,47600	337,90
T N9073111	Ø20/Ø10X35mm DS4 GRAFİT FIRIN PARÇASI	15	AD	40,75000	611,25
T N9073211	Ø80/Ø10X45mm DS4 GRAFİT FIRIN PARÇASI	4	AD	250,00000	1.000,00
Fatura Toplamı :					1.949,15
MASRAFLAR :					
Mal İnd. Tutarı :					
FAT İND. TUTARI (%) :					
KDV'siz Toplam :					1.949,15
KDV TUTARI (% 18) :					350,85
GENEL TOPLAM (TL) :					2.300,00

ÖDEME GÜNÜ : Fatura tarihinden itibaren 30 gündür.
GEÇ ÖDEME FAİZİ : % 5 (yüzde beş)
SON ÖDEME TARİHİ : 31.12.2017

SN: YRD DOĞ DR. ALİ ÇELİK
PROJE NO: 2015-02-BSEÜ.03-10

Döviz kurumuz 1 TL = — TL'dir.

İşbu faturanın muhürüyle, tarih ve yeri belirtilen ibrazından itibaren sekiz gün zarfında itiraz edilmediği takdirde aynen kabul edilmiş sayılır.

Yalnız İki Bin Üç Yüz TL

HAVALELERİNİZİ GÖNDEREBİLECEĞİNİZ BANKA HESAP NUMARALARIMIZ - BANK ACCOUNTS FOR YOUR TRANSFER

TEB TR34 0033 2000 2180 0000 0224 69 (TL) • TR24 0003 2000 2180 0000 0284 69 (EUR) • TR10 0003 2000 0000 0006 8004 38 (USD) Swift Code:TEBUTRIS218
YAPİ KREDİ TR84 0006 7010 0000 0002 7813 36 (TL) • TR14 0006 7010 0000 0040 6488 29 (EUR) • TR19 0006 7010 0000 0028 8636 58 (USD) Swift Code:YAPITRISXXX
İŞBANK TR37 0006 4000 0012 4400 0002 89 (TL) • TR82 0006 4000 0022 4400 0002 50 (EUR) • TR82 0006 4000 0022 4400 0002 64 (USD) Swift Code:ISBKTRISXXX

BİLİM-MED BİLİMSEL ÜRÜNLER MED. KIR. TUR. SAN. TİC. LTD. ŞTİ.
Ertuğrulgazi Mah. Gülgün Sok. 21/1 ESKİŞEHİR
T: 0 (222) 229 18 00 - F: 0 (222) 229 18 02
e-posta: info@bilimmed.com
www.bilimmed.com
Eskişehir V.D.B. 175 041 7962 - Tic. Sic. No: 29016



İRSALİYELİ FATURA



BİLİMMED

**BİLECİK ŞEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ
BİLİMSEL ARAŞTIRMA PROJELERİ
KOORDİNATÖRLÜĞÜ
BİLECİK**



**SERİ A
SIRA № 078658**

Düzenleme Tarihi: 11.10.2017
Düzenleme Saati: 10:00
Fihli Sevki Tarihi: 11.10.2017

BİLECİK VD. 1700 292 883

İl Kodu:26

CİNSİ	MİKTAR	BİRİM FİYAT	TUTAR
Ultrasonik Banyo , 6,5 LT 40 kHz , Dijital ,6,5 LT Hacim , Isıtmalı , Zaman Ayarlı , Kapak ve Sepet Dahil	LAB 312 LAB.ULT.4065 1 Adet	1.980,00 TL	1.980,00 TL

SN:Yrd.Doç.Dr.Ali ÇELİK
Proje No:2016-02.BŞEÜ.03-10

YALNIZ:İKİBİNÜÇYÜZOTUZALTITÜRKİRASIKIRKKURUŞ.

ARA TOPLAM 1.980,00 TL
18% 356,40 TL
8%
G.TOPLAM 2.336,40 TL

Yapı Kredi IBAN TR94 0006 7010 0000 0048 4172 17
Garanti Bankası IBAN TR28 0006 2000 7640 0006 2987 78

B. Y. : EMEK DİJİTAL MATBAAA - Alper GÜLDALU Tel: 231 65 62 Fax: 231 65 61 Hoşnudiye Mh. Cengiz Topal Ca. No: 13/A emekdijital@hotmail.com Eskişehir V.D.B. 41278227294 ESKİŞEHİR AY. T. : 22.10.2016 - B. Yılı : 2016
Eksiksiz Teslim Eden / İmza Bu Belgenin Sevki Edilen Maltta Birlikte Bulunması Halinde Ayrıca Sevki İrsaliyesi Aranmaz. Eksiksiz Teslim Alan / İmza