

T.C.
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**RADYASYONUN CAM-SERAMİK MADDELERİN
KRİSTALLEŞME VE MEKANİK ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE
ETKİSİ**

Ömer KAYGILI

Tez Yöneticisi:

Yrd.Doç.Dr. Hulusi YAVUZ

YÜKSEK LİSANS TEZİ
FİZİK ANABİLİM DALI

ELAZIĞ, 2005

T.C.
FIRAT ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**RADYASYONUN CAM-SERAMİK MADDELERİN
KRİSTALLEŞME VE MEKANİK ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE
ETKİSİ**

Ömer KAYGILI

Yüksek Lisans Tezi
Fizik Anabilim Dalı

Bu tez,.....tarihinde aşağıda belirtilen jüri tarafından oybirliği / oyçokluğu ile başarılı / başarısız olarak değerlendirilmiştir.

Danışman:

Üye:

Üye:

Üye:

Üye:

Bu tezin kabulü, Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun/...../.....tarih vesayılı kararıyla onaylanmıştır.

TEŐEKKÖR

Bu yűksek lisans tez alıŐmasının hazırlanmasında yardımlarını esirgemeyen bilgi ve gűrűŐlerinden faydalandıĐım danıŐman hocam Yrd. Do. Dr. Hulusi YAVUZ'a, maddi ve manevi desteklerini hibir zaman űzerimden esirgemeyen deĐerli aileme teŐekkűrű bir bor bilirim.

Ayrıca yine bu alıŐmanın meydana gelmesinde emeĐi bulunan Ankara Nűkleer AraŐtırma ve EĐitim Merkezi'nden Akil Birkan SELUK ve Haluk KORALAY'a, Fırat Ŭniversitesi Metalurji ve Malzeme MűhendisliĐi Bűlűm BaŐkanı Do. Dr. Mehmet EROĐLU'na, Kimya MűhendisliĐi'nden Uzman Faruk GÖR ve Uzman Ramazan ORHAN ve arkadaŐım Tankut ATEŐ'e de teŐekkűrlerimi sunarım.

Ömer KAYGILI

İÇİNDEKİLER

Sayfa

İÇİNDEKİLER	I
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	IV
TABLOLAR LİSTESİ.....	XIV
SİMGELER LİSTESİ.....	XX
KISALTMALAR LİSTESİ.....	XXII
ÖZET.....	XXIII
ABSTRACT.....	XXIV
1.GİRİŞ	1
2. CAMLAR.....	3
2.1. Cam Oluşumunun Şartları.....	4
2.1.1. Cam Yapısı Hakkında Genel Bilgiler	4
2.1.2. Yapısal Yaklaşımlar.....	6
2.1.3. Bağlanma Kriteri.....	7
2.1.4. Kinetik Faktörler ve Cam Oluşumu.....	8
2.1.5. Camların Kimyasal Kompozisyonları.....	8
2.2. Aşırı Soğutulmuş Sıvılarda Kristalleşme.....	9
2.2.1. Genel Kristalleşme Süreci.....	9
2.3. Aşırı Soğutulmuş Sıvıların Çekirdeklenmesi ve Kristalleşmesi	10
2.3.1. Kristal Büyütme.....	11
2.3.2. Camların Kararlılığı.....	13
2.3.3. Camların Erime Davranışları	14
2.3.4. Camların Mikrokristal Seramik Yapıya Dönüşümü	14
3. SERAMİKLER	17
3.1. Seramik Malzemelerin İşlemleri	18
3.1.1. Camlara Şekil Verme Teknikleri	18
3.1.2. Kristalleşen Seramik Malzemelerin Şekillendirme Teknikleri	21
3.1.3. Toz Tabletlerinin Kurutulması.....	21
3.1.4. Toz Tabletlerinin Sinterlenmesi.....	22

3.2. Seramiklerin Kullanım Alanları ve Özellikleri.....	23
3.2.1. Kil Ürünleri.....	23
3.2.2. Refrakterler.....	24
3.2.3. Elektriksel ve Manyetik Seramikler.....	26
3.2.4. Camlar.....	26
3.2.5. Isı Seramikleri.....	26
3.2.6. Emayeler ve Sırlama.....	26
3.2.7. Cüruf ve Akıcılar.....	28
4. CAM-SERAMİKLER	29
4.1. Cam-Seramik Malzemeler	29
4.2. Cam-Seramik Üretimi	30
4.2.1. Klasik Cam-Seramik Üretim Yöntemi.....	30
4.2.1.1. Cam Üretimi	31
4.2.1.2. Camın Şekillendirilmesi	31
4.2.1.3. Camın Kontrollü Kristalleşme Isıl İşlemi.....	31
4.2.2. Toz Yöntemleri ile Cam-Seramik Üretimi	32
4.3. Cam-Seramik Üretimi İçin Cam Seçimi	33
4.3.1. Camın Ergime ve İşlenme Özellikleri.....	33
4.3.2. Camın Kimyasal Kararlılığı.....	33
4.3.3. Camın Kristalleşme Özelliği.....	33
4.4. Cam-Seramiklerin Özellikleri	34
4.4.1. Mikroyapı.....	34
4.4.2. Cam-Seramiklerin Mekanik Özellikleri.....	34
4.5. Cam-Seramiklerin Kullanım Alanları.....	35
5. JOHNSON-MEHL-AVRAMI-KOLMOGOROV (JMAK) KİNETİKLERİ.....	36
5.1. İzotermal JMAK Kinetikleri	36
5.2. İzotermal Olmayan JMAK Kinetikleri	37
5.2.1. Kissinger Metodu.....	38
5.2.2. Ozawa Metodu.....	40

6. DENEYSEL ÇALIŞMA	41
6.1. Cam-Seramik Malzemelerin Hazırlanması	41
6.2. X-Işını Difraksiyonu Ölçümleri	41
6.3. DSC Ölçümleri	42
6.4. TGA Ölçümleri	42
6.5. Mikro Sertlik Ölçümleri	42
6.6. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Gözlemleri	43
6.7. Yoğunluk Ölçümleri	43
7. SONUÇLAR	44
7.1. X-Işını Difraksiyonu Sonuçları	44
7.2. DSC Ölçüm Sonuçları	46
7.3. TGA Ölçüm Sonuçları	108
7.4. Mikro Sertlik Ölçüm Sonuçları	122
7.5. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Gözlemleri	124
7.6. Yoğunluk Hesaplaması Sonuçları	127
8. TARTIŞMA	129
9. ÖNERİLER	133
KAYNAKLAR	134
ÖZGEÇMİŞ	139

ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1 Bir kristalde moleküler düzenlenme [8].....	4
Şekil 2.2 Bir camda moleküler düzenlenme [8].....	5
Şekil 2.3 Sodyum oksit ve tetrahedra silika arasındaki reaksiyon [8].....	7
Şekil 2.4 Viskoz sıvıda homojen çekirdeklenme ve kristal büyüme hızları [8].....	11
Şekil 2.5 Cam-seramik oluşumu için gerekli ısıl işlem [8].....	16
Şekil 3.1 Sıcaklık ve bileşimin viskozite üzerine etkisi [6].....	19
Şekil 3.2 Levha ve plaka tipi camların üretilmesinde kullanılan bazı teknikler, (a) Sarma ve (b) camın erimiş kalay üzerinde yüzdürülmesi [6].....	20
Şekil 3.3 Cam malzemelerin üretilmesinde kullanılan teknikler: (a) Presleme, (b) pres ile önşekil verme ve kalıp içerine üfleme, (c) fiberlerin çekilmesi [6]	20
Şekil 3.4 Kristal seramiklere şekil verme işlemleri, (a) Presleme, (b) izostatik presleme, (c) kalıptan çekme, (d) varyometre ve (e) asıltı döküm (slip casting) [6].....	21
Şekil 3.5 Kurutma sırasında nem uzaklaştırıldığında seramik parçada hacimsel değişim. Boyutsal değişimler parçacıklar arası suyun uzaklaştırılmasıyla durur [6].....	22
Şekil 3.6 Sinterleme sırasında difüzyonun, parçacıklar arası bağlantı kurulmasına neden oluşunun ve böylece gözeneklerin kapanmasını sağlayışının gösterimi [6].....	23
Şekil 4.1 700 °C'de 1 saat çekirdeklenme + 1000 °C'de 4 saat kristal büyütme ısıl işlemi görmüş ve % 2,5 HF içeren etanolda 90 sn dağlanmış bazalt cam-seramiğinin mikroyapı görüntüsü	30

Şekil 7.1 1300 °C'de 2,5 saat ısıtıl işlem görmüş CS1 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki X-ışını difraksiyonu pikleri.....	44
Şekil 7.2 1300 °C'de 2,5 saat ısıtıl işlem görmüş CS1 numunesinin 70 MRad ⁶⁰ Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki X-ışını difraksiyonu pikleri.....	45
Şekil 7.3 1300 °C'de 2,5 saat ısıtıl işlem gören CS1 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 10 °C /dk. ısıtılma hızında DSC grafiği.....	46
Şekil 7.4 1300 °C'de 2,5 saat ısıtıl işlem gören CS1 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 15 °C /dk. ısıtılma hızında DSC grafiği.....	47
Şekil 7.5 1300 °C'de 2,5 saat ısıtıl işlem gören CS1 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 20 °C /dk. ısıtılma hızında DSC grafiği.....	47
Şekil 7.6 1300 °C'de 2,5 saat ısıtıl işlem gören CS1 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 25 °C /dk. ısıtılma hızında DSC grafiği.....	48
Şekil 7.7 1300 °C'de 2,5 saat ısıtıl işlem gören radyasyon uygulanmamış CS1 numunesinin I. pikleri için $\ln(\alpha / T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.....	49
Şekil 7.8 1300 °C'de 2,5 saat ısıtıl işlem gören radyasyon uygulanmamış CS1 numunesinin I. pikleri için $\ln[-\ln(1 - x)] - \ln \alpha$ grafiği.....	50
Şekil 7.9 1300 °C'de 2,5 saat ısıtıl işlem gören CS1 numunesinin 70 MRad ⁶⁰ Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 10 °C /dk. ısıtılma hızında DSC grafiği.....	51
Şekil 7.10 1300 °C'de 2,5 saat ısıtıl işlem gören CS1 numunesinin 70 MRad ⁶⁰ Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 15 °C /dk. ısıtılma hızında DSC grafiği.....	51
Şekil 7.11 1300 °C'de 2,5 saat ısıtıl işlem gören CS1 numunesinin 70 MRad ⁶⁰ Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 20 °C /dk. ısıtılma hızında DSC grafiği.....	52

- Şekil 7.12** 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS1 numunesinin 70 MRad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 25 °C /dk. ısıtım hızında DSC grafiği.....52
- Şekil 7.13** 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım gören 70 MRad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulanmış CS1 numunesinin I. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.....53
- Şekil 7.14** 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım gören 70 MRad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulanmış CS1 numunesinin I. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.....54
- Şekil 7.15** 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım gören 70 MRad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulanmış CS1 numunesinin II. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.....55
- Şekil 7.16** 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım gören 70 MRad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulanmış CS1 numunesinin II. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.....56
- Şekil 7.17** 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 10 °C /dk. ısıtım hızında DSC grafiği.....57
- Şekil 7.18** 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 15 °C /dk. ısıtım hızında DSC grafiği.....57
- Şekil 7.19** 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 20 °C /dk. ısıtım hızında DSC grafiği.....58
- Şekil 7.20** 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 25 °C /dk. ısıtım hızında DSC grafiği.....58
- Şekil 7.21** 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki I. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.....59
- Şekil 7.22** 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım gören radyasyon uygulanmamış CS2 numunesinin I. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.....60

- Şekil 7.23** 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki II. pikleri için $\ln(\alpha / T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.....61
- Şekil 7.24** 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören radyasyon uygulanmamış CS2 numunesinin II. pikleri için $\ln[-\ln(1 - x)] - \ln \alpha$ grafiği.....62
- Şekil 7.25** 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin 70 MRad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 10 °C /dk. ısıtım hızında DSC grafiği.....63
- Şekil 7.26** 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin 70 MRad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 15 °C /dk. ısıtım hızında DSC grafiği.....64
- Şekil 7.27** 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin 70 MRad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 20 °C /dk. ısıtım hızında DSC grafiği.....64
- Şekil 7.28** 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin 70 MRad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 25 °C /dk. ısıtım hızında DSC grafiği.....65
- Şekil 7.29** 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin 70 MRad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki I. pikleri için $\ln(\alpha / T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.....66
- Şekil 7.30** 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin MRad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki I. pikleri için $\ln[-\ln(1 - x)] - \ln \alpha$ grafiği.....67
- Şekil 7.31** 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin 70 MRad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki II. pikleri için $\ln(\alpha / T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.....68
- Şekil 7.32** 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin 70 MRad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki II. pikleri için $\ln[-\ln(1 - x)] - \ln \alpha$ grafiği.....69
- Şekil 7.33** 1200 °C'de 1,5 saat sinterlenen SCS3 numunesinin 10 °C /dk. ısıtım hızında DSC grafiği.....70

Şekil 7.34 1200 °C’de 1,5 saat sinterlenen SCS3 numunesinin 15 °C /dk. ısıtma hızında DSC grafiği.....	70
Şekil 7.35 1200 °C’de 1,5 saat sinterlenen SCS3 numunesinin 20 °C /dk. ısıtma hızında DSC grafiği.....	71
Şekil 7.36 1200 °C’de 1,5 saat ısı işlem gören sinterli SCS3 numunesinin I. pikleri için $\ln(\alpha / T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.....	72
Şekil 7.37 1200 °C’de 1,5 saat sinterlenen SCS3 numunesinin I. pikleri için $\ln[-\ln(1 - x)] - \ln \alpha$ grafiği.....	73
Şekil 7.38 1400 °C’de 2,5 saat ısı işlem gören CS3 numunesinin 10 °C /dk. ısıtma hızında DSC grafiği.....	74
Şekil 7.39 1400 °C’de 2,5 saat ısı işlem gören CS3 numunesinin 15 °C /dk. ısıtma hızında DSC grafiği.....	74
Şekil 7.40 1400 °C’de 2,5 saat ısı işlem gören CS3 numunesinin 20 °C /dk. ısıtma hızında DSC grafiği.....	75
Şekil 7.41 1400 °C’de 2,5 saat ısı işlem gören CS3 numunesinin I. pikleri için $\ln(\alpha / T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.....	76
Şekil 7.42 1400 °C’de 2,5 saat ısı işlem gören CS3 numunesinin I. pikleri için $\ln[-\ln(1 - x)] - \ln \alpha$ grafiği.....	77
Şekil 7.43 1400 °C’de 2,5 saat ısı işlem gören CS3 numunesinin II. pikleri için $\ln(\alpha / T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.....	78
Şekil 7.44 1400 °C’de 2,5 saat ısı işlem gören CS3 numunesinin II. pikleri için $\ln[-\ln(1 - x)] - \ln \alpha$ grafiği.....	79

- Şekil 7.45** 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin III. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.....80
- Şekil 7.46** 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin III. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.....81
- Şekil 7.47** 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyona maruz kaldıktan sonra 10 °C/dk. ısıtım hızında DSC grafiği.....82
- Şekil 7.48** 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyona maruz kaldıktan sonra 15 °C/dk. ısıtım hızında DSC grafiği.....82
- Şekil 7.49** 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyona maruz kaldıktan sonra 20 °C/dk. ısıtım hızında DSC grafiği.....83
- Şekil 7.50** 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki I. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.....84
- Şekil 7.51** 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki I. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.....85
- Şekil 7.52** 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki II. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.....86
- Şekil 7.53** 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki II. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.....87
- Şekil 7.54** 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki III. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.....88

- Şekil 7.55** 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki III. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.....89
- Şekil 7.56** 1500 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS4 numunesinin 10 °C /dk. ısıtım hızında DSC grafiği.....90
- Şekil 7.57** 1500 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS4 numunesinin 15 °C /dk. ısıtım hızında DSC grafiği.....90
- Şekil 7.58** 1500 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS4 numunesinin 20 °C /dk. ısıtım hızında DSC grafiği.....91
- Şekil 7.59** 1500 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS4 numunesinin I. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.....92
- Şekil 7.60** 1500 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS4 numunesinin I. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.....93
- Şekil 7.61** 1500 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS4 numunesinin II. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.....94
- Şekil 7.62** 1500 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS4 numunesinin II. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.....95
- Şekil 7.63** 1500 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS4 numunesinin III. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.....96
- Şekil 7.64** 1500 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS4 numunesinin III. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.....97

- Şekil 8.65** 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS1 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 10, 15, 20 ve 25 °C /dk. ısıtım hızlarında DSC grafikleri.....98
- Şekil 7.66** 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS1 numunesinin 70 MRad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 10, 15, 20 ve 25 °C /dk. ısıtım hızlarında DSC grafikleri.....98
- Şekil 7.67** 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 10, 15, 20 ve 25 °C /dk. ısıtım hızlarında DSC grafikleri.....99
- Şekil 7.68** 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin 70 MRad ⁶⁰Co radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 10, 15, 20 ve 25 °C /dk. ısıtım hızlarında DSC grafikleri...99
- Şekil 7.69** 1200 °C’de 1,5 saat sinterlenen CS3 numunesinin 10, 15 ve 20 °C /dk. ısıtım hızlarında DSC grafikleri.....100
- Şekil 7.70** 1400 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS3 numunesinin 10, 15 ve 20 °C /dk. ısıtım hızlarında DSC grafikleri.....100
- Şekil 7.71** 1400 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS3 numunesinin radyasyona maruz kaldıktan sonra 10, 15 ve 20 °C /dk. ısıtım hızlarında DSC grafikleri.....101
- Şekil 7.72** 1400 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS4 numunesinin 10, 15 ve 20 °C /dk. ısıtım hızlarında DSC grafikleri.....101
- Şekil 7.73** 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS1 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 10 °C /dk. ısıtım hızında TGA grafiği.....108
- Şekil 7.74** 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS1 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 15 °C /dk. ısıtım hızında TGA grafiği.....109
- Şekil 7.75** 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS1 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 20 °C /dk. ısıtım hızında TGA grafiği.....109

- Şekil 7.76** 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS1 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 25 °C/dk. ısıtım hızında TGA grafiği.....110
- Şekil 7.77** 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS1 numunesinin 70 MRad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 10 °C/dk. ısıtım hızında TGA grafiği.....110
- Şekil 7.78** 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS1 numunesinin 70 MRad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 15 °C/dk. ısıtım hızında TGA grafiği.....111
- Şekil 7.79** 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS1 numunesinin 70 MRad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 20 °C/dk. ısıtım hızında TGA grafiği.....111
- Şekil 7.80** 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS1 numunesinin 70 MRad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 25 °C/dk. ısıtım hızında TGA grafiği.....112
- Şekil 7.81** 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin 10 °C/dk. ısıtım hızında TGA grafiği.....112
- Şekil 7.82** 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin 15 °C/dk. ısıtım hızında TGA grafiği.....113
- Şekil 7.83** 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin 20 °C/dk. ısıtım hızında TGA grafiği.....113
- Şekil 7.84** 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonra 10°C/dk. ısıtım hızında TGA grafiği.....114
- Şekil 7.85** 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonra 15°C/dk. ısıtım hızında TGA grafiği.....114
- Şekil 7.86** 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonra 20°C/dk. ısıtım hızında TGA grafiği.....115

- Şekil 7.87** 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonra 25°C/dk. ısıtım hızında TGA grafiği.....115
- Şekil 7.88** 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS1 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 10, 15, 20 ve 25 °C /dk. ısıtım hızlarında TGA grafikleri.....116
- Şekil 7.89** 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS1 numunesinin 70 MRad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 10, 15, 20 ve 25 °C /dk. ısıtım hızlarında TGA grafikleri.....117
- Şekil 7.90** 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS3 numunesinin 10, 15 ve 20 °C /dk. ısıtım hızlarında TGA grafikleri.....118
- Şekil 7.91** 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonra 10, 15, 20 ve 25 °C /dk. ısıtım hızlarında TGA grafikleri.....119
- Şekil 7.92** 1300 °C'de ısıtım gören CS1 numunesinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü.....124
- Şekil 7.93** 1300 °C'de ısıtım gören CS1 numunesinin 70 MRad γ radyasyonu uygulandıktan sonraki taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü.....125
- Şekil 7.94** 1300 °C'de ısıtım gören CS2 numunesinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü.....125
- Şekil 7.95** 1300 °C'de ısıtım gören CS2 numunesinin 70 MRad γ radyasyonu uygulandıktan sonraki taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü.....126

TABLULAR LİSTESİ

Sayfa

Tablo 3.1 Tipik refrakterlerin kompozisyonları [14]	25
Tablo 3.2 Tipik cam malzemelerin yüzde bileşimleri [15]	27
Tablo 6.1 Hazırlanan cam-seramik numunelerin ağırlıkça yüzde bileşimleri.....	41
Tablo 7.1 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS1 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki I. piklerinin hesaplanan değerleri.....	48
Tablo 7.2 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS1 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki I. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.....	49
Tablo 7.3 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS1 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki I. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.....	50
Tablo 7.4 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS1 numunesinin 70 MRad ⁶⁰ Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki I. piklerinin hesaplanan değerleri.....	53
Tablo 7.5 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS1 numunesinin 70 MRad ⁶⁰ Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki I. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.....	53
Tablo 7.6 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS1 numunesinin radyasyon 70 MRad ⁶⁰ Co γ radyasyonu uygulandıktan I. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.....	54
Tablo 7.7 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS1 numunesinin 70 MRad ⁶⁰ Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki II. piklerinin hesaplanan değerleri.....	54
Tablo 7.8 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS1 numunesinin 70 MRad ⁶⁰ Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki II. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.....	55

Tablo 7.9 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS1 numunesinin 70 MRad ⁶⁰ Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki II. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.....	56
Tablo 7.10 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS2 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki I. piklerinin hesaplanan değerleri.....	59
Tablo 7.11 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS2 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki I. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.....	60
Tablo 7.12 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS2 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki I. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.....	61
Tablo 7.13 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS2 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki II. piklerinin hesaplanan değerleri.....	61
Tablo 7.14 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS2 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki II. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.....	62
Tablo 7.15 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS2 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki II. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.....	63
Tablo 7.16 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS2 numunesinin 70 MRad ⁶⁰ Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki I. piklerinin hesaplanan değerleri.....	65
Tablo 7.17 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS2 numunesinin 70 MRad ⁶⁰ Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki I. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.....	66
Tablo 7.18 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS2 numunesinin 70 MRad ⁶⁰ Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki I. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.....	67

Tablo 7.19 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS2 numunesinin 70 MRad ⁶⁰ Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki II. piklerinin hesaplanan değerleri.....	67
Tablo 7.20 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS2 numunesinin 70 MRad ⁶⁰ Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki II. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.....	68
Tablo 7.21 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS2 numunesinin 70 MRad ⁶⁰ Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki II. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.....	69
Tablo 7.22 1200 °C'de 1,5 saat ısıtım işlemi gören sinterli CS3 numunesinin I. piklerinin hesaplanan değerleri.....	71
Tablo 7.23 1200 °C'de 1,5 saat ısıtım işlemi gören sinterli CS3 numunesinin I. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.....	72
Tablo 7.24 1200 °C'de 1,5 saat sinterlenen CS3 numunesinin I. pikleri için I. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.....	73
Tablo 7.25 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin I. piklerinin hesaplanan değerleri.....	75
Tablo 7.26 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin I. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.....	76
Tablo 7.27 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin I. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.....	77
Tablo 7.28 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin II. piklerinin hesaplanan değerleri.....	77
Tablo 7.29 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin II. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.....	78

Tablo 7.30 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin II. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.....	79
Tablo 7.31 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin III. piklerinin hesaplanan değerleri.....	79
Tablo 7.32 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin III. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.....	80
Tablo 7.33 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin III. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.....	81
Tablo 7.34 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki I. piklerinin hesaplanan değerleri.....	83
Tablo 7.35 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki I. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.....	84
Tablo 7.36 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki I. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.....	85
Tablo 7.37 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki II. piklerinin hesaplanan değerleri.....	85
Tablo 7.38 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki II. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.....	86
Tablo 7.39 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki II. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.....	87
Tablo 7.40 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki III. piklerinin hesaplanan değerleri.....	87

Tablo 7.41 1400 °C’de 2,5 saat ısıtım işlem gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki III. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.....	88
Tablo 7.42 1400 °C’de 2,5 saat ısıtım işlem gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki III. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.....	89
Tablo 7.43 1500 °C’de 2,5 saat ısıtım işlem gören CS4 numunesinin I. piklerinin hesaplanan değerleri.....	91
Tablo 7.44 1500 °C’de 2,5 saat ısıtım işlem gören CS4 numunesinin I. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.....	92
Tablo 7.45 1500 °C’de 2,5 saat ısıtım işlem gören CS4 numunesinin I. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.....	93
Tablo 7.46 1500 °C’de 2,5 saat ısıtım işlem gören CS4 numunesinin II. piklerinin hesaplanan değerleri.....	93
Tablo 7.47 1500 °C’de 2,5 saat ısıtım işlem gören CS4 numunesinin II. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.....	94
Tablo 7.48 1500 °C’de 2,5 saat ısıtım işlem gören CS4 numunesinin II. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.....	95
Tablo 7.49 1500 °C’de 2,5 saat ısıtım işlem gören CS4 numunesinin III. piklerinin hesaplanan değerleri.....	95
Tablo 7.50 1500 °C’de 2,5 saat ısıtım işlem gören CS4 numunesinin III. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.....	96
Tablo 7.51 1500 °C’de 2,5 saat ısıtım işlem gören CS4 numunesinin III. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.....	97
Tablo 7.52 Radyasyon uygulanmayan cam-seramik numunelerin mikro sertlik değerleri.....	122

Tablo 7.53 70 MRad ^{60}Co γ radyasyonu uygulanan cam-seramik numunelerin mikro sertlik deęerleri.....122

Tablo 7.54 Radyasyon uygulanmadan önce CS1 ve CS2 cam-seramikleri için a, b ve ρ deęerleri.....127

Tablo 7.55 70 MRad ^{60}Co γ radyasyonu uygulandıktan sonra CS1 ve CS2 cam-seramikleri için a, b ve ρ deęerleri.....127

SİMGELER LİSTESİ

- α : Alfa ışıması; ısıtma hızı.
- β : Beta ışıması.
- γ : Gama ışıması.
- θ : X-ışını difraksiyon açısı.
- τ_N : Çekirdeklenmenin en az görüldüğü sıcaklık aralığındaki oluşma zamanı.
- ν : Titreşim frekansı.
- η : Viskozite.
- ΔG : Hacim serbest enerjisi.
- ΔH : Entalpi değişimi.
- ΔH_f : Kristalleşme molar ısısı.
- ΔT : Soğutma aralığı.
- ΔT_N : Çekirdeklenmenin en az görüldüğü sıcaklık aralığı.
- ρ : Yoğunluk.
- a : Yoğunluğu ölçülecek katı cismin hava ortamındaki ağırlığı.
- a_0 : Atomlar arası mesafe.
- A_x : DSC pikinde $T_{baş}$ ile T_p sıcaklıkları arasında seçilen rasgele bir T_x sıcaklığı için T_0 ile T_x sıcaklıkları arasında kalan bölgenin alanı.
- A : DSC pikinde $T_{baş}$ ile T_{bit} sıcaklıkları arasında kalan bölgenin alanı.
- b : Yoğunluğu ölçülecek katı cismin daldırıldığı sıvı içerisindeki ağırlığı.
- d : Parçacık çapı; Vickers sertlik ölçümünde cisimde oluşan izin köşegen uzunluğu.
- D : Difüzyon katsayısı.
- D_e : Etkin difüzyon katsayısı.
- E : Aktivasyon enerjisi.
- F : Kuvvet.
- g : Geometrik faktör.
- I : Çekirdeklenme hızı.
- I_v : Birim hacim başına çekirdeklenme frekansı.
- I/I_0 : X-ışını şiddeti.
- J : Isı akısı.
- k : Reaksiyon oran sabiti veya reaksiyon hızı.
- κ : Termal iletkenlik.
- k_0 : Frekans faktörü.
- k_c : Kimyasal reaksiyon hız sabiti.

- m : Kristalin büyüme morfolojisine bağlı boyutsuz ve birimsiz üstel bir ifade.
- M_i : Bileşenin moleküler ağırlığı.
- n : Avrami üsteli.
- N : Mol sayısı.
- R : Evrensel gaz sabiti.
- r : İyonik yarıçap.
- R_c : Kritik soğutma hızı.
- t : Zaman.
- T : Mutlak sıcaklık değeri.
- T_p : DSC’de gözlenen pikin maksimum olduğu sıcaklık değeri veya maksimum kristalleşme pik sıcaklığı.
- $T_0, T_{baş}$: DSC pikinin başlangıç sıcaklığı.
- T_{bit} : DSC pikinin bitiş sıcaklığı.
- T_x : DSC pikinde $T_{baş}$ ile T_p sıcaklıkları arasında seçilen rasgele bir sıcaklık.
- U, u : Kristal büyüme hızı.
- x : DSC için pikin A_x/A oranı ve birimsiz bir nicelik; bir t süresi boyunca dönüşen hacim kesiti.
- X_t : t zaman sonra kristalleşen hacim oranı.
- x_i : Bileşenin mol yüzdesi.
- V_m : Molar hacim.
- y_c : Kritik kalınlık.
- Z : Valans.

KISALTMALAR LİSTESİ

ANAEM	: Ankara Nükleer Araştırma ve Eğitim Merkezi.
ASTM	: Amerikan Test ve Malzemeler İnceleme Birliği.
CS1	: Ağırlıkça yüzde bileşimi % 69 SiO ₂ , % 1,2 CaO ve % 29,8 Na ₂ O olan cam-seramik numune.
CS2	: Ağırlıkça yüzde bileşimi % 77,5 SiO ₂ , % 1,3 Al ₂ O ₃ ve % 21,2 Li ₂ O olan cam-seramik numune.
CS3	: Ağırlıkça yüzde bileşimi % 38 SiO ₂ , % 60 PbO, % 1 Al ₂ O ₃ , % 0,5 MgO ve % 0,5 CaO olan cam-seramik numune.
CS4	: Ağırlıkça yüzde bileşimi % 30 SiO ₂ , % 48 PbO, % 14 Al ₂ O ₃ , % 4 MgO ve % 4 CaO olan cam-seramik numune.
DSC	: Diferansiyel taramalı kalorimetre.
JMAK	: Johnson-Mehl-Avrani-Kolmogorov.
LAS	: Lityum-alüminyum-silikat cam seramikleri.
SCS3	: Ağırlıkça yüzde bileşimi % 38 SiO ₂ , % 60 PbO, % 1 Al ₂ O ₃ , % 0,5 MgO ve % 0,5 CaO olan sinterli cam-seramik numune.
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu.
TGA	: Termogravimetrik analiz.
VSD	: Vickers sertlik değeri.

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

RADYASYONUN CAM-SERAMİK MADDELERİN KRİSTALLEŞME VE MEKANİK ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE ETKİSİ

Ömer KAYGILI

Fırat Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

2005, Sayfa: 139

Bu çalışmada, cam-seramik numunelerin radyasyon öncesi ve radyasyon sonrası kristalleşme davranışı ve mekanik özellikleri incelendi. Platin pota içerisindeki toz oksitlerin elektrik fırınında eritilmesi ve hava ortamında soğutulmasıyla beş farklı cam-seramik numune hazırlandı.

İki numuneye 70 Mrad dozda ^{60}Co kaynağı ile gamma ışınları ve bir numuneye de X-ışını tüpü (Genius X-ray Tube, 135 kV, 150 mA, 1s) ile radyasyon uygulandı. Numunelerin kristalleşme davranışı; X-ışını difraksiyonu (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM), termogravimetrik analiz (TGA) ve diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) kullanılarak araştırıldı. Cam-seramik numunelerin sertlikleri Vickers sertlik test cihazıyla test edildi. Numunelerin yoğunlukları Arşimet metoduyla ölçüldü.

Numunelerin radyasyon öncesi ve radyasyon sonrası kinetik parametrelerinden aktivasyon enerjisi (E) , Avrami parametresi (n) ve mekanik özellikleri hesaplanarak karşılaştırıldı.

Anahtar Kelimeler: Cam-Seramikler, JMAK Kinetikleri, Kristalleşme, Mekanik Özellikler.

ABSTRACT

MSc Thesis

EFFECT OF RADIATION ON CRYSTALLIZATION AND MECHANICAL PROPERTIES OF GLASS-CERAMICS

Ömer KAYGILI

Firat University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Physics

2005, Page: 139

In the present work, the crystallization behavior and mechanical properties of the glass-ceramics before and after radiation were studied. Five different glass-ceramics samples were prepared by melting the powders in a platinum crucible in an electrical furnace and cooled in the air.

Two samples were irradiated with gamma rays from an excitation source of ^{60}Co at dose of 70 Mrad and one sample was irradiated by X-ray tube (Genius X-ray Tube, 135 kV, 150 mA, 1s). The crystallization behaviors of the samples were investigated by means of X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), thermogravimetric analysis (TGA) and differential scanning calorimetry (DSC). The hardness of glass-ceramic samples were tested by a Vickers hardness tester. Density of samples were measured by Archimedes method.

The crystallization kinetic parameter of activation energy (E), the Avrami parameter (n) and mechanical properties of samples before and after irradiation have been calculated and also compared.

Keywords: Glass-Ceramics, JMAK Kinetics, Crystallization, Mechanical Properties.

1. GİRİŞ

Radyasyonun malzeme üzerindeki etkisi son senelerde önem kazanmıştır. Özellikle nükleer reaktör yapımında radyasyon etkileri önemlidir fakat malzemenin radyasyonla zarar görmesi yalnızca reaktörlerde olmaz. Malzemelerin radyasyon ile değiştiği bilinmektedir. Botanikçiler fotosentezde bunun etkisini görmüşlerdir. Fotoğrafi filme çekmede bu olaydan yararlanır. Flüoresan uygulamalarının esası budur. Terapi de doktorlar radyasyon kullanır. Görünür radyasyonların (ışığın) malzeme üzerindeki etkisi standart ölçülerle (ASTM) değerlendirilmektedir.

Radyasyonlar başlıca iki gruba ayrılabiliriz:

- i) İyonlaştırıcı Radyasyonlar: Bu tip radyasyonlar uygulandıkları maddenin atomlarını ayırıcı bir etkiye sahiptirler. Bu radyasyonlar ise; α , β , γ , X-ışınları, nötronlar ve lazer ışınlarıdır.
- ii) İyonlaştırıcı Olmayan Radyasyonlar: Ses dalgaları, radyo dalgaları, kızılötesi ve ultraviyole ışınları iyonlaşma etkisi bulunmayan radyasyon türlerindedir.

Radyasyonun malzeme üzerindeki en önemli etkisi, verdiği fazla enerji ile malzemedeki bazı bağların koparılmasına ve atomların yeni bir düzene geçmelerine yardım etmesidir.

Genelde radyasyon uygulamalarında nötron ve gama ışınları tercih edilir. Nötronların yükü olmadığı için kendilerine yeteri kadar enerji verilirse, malzemenin iyonları tarafından çekilmeksizin direkt olarak malzemenin içine girebilirler. β -ışınları, proton veya α -parçacıkları böyle değildir. Nötronlar tesadüfen malzeme atomunun çekirdeği ile çarpışır ve malzeme ile reaksiyona girer. Böyle bir çarpışma birçok atomu geçtikten sonra olur. Çarpışma bir kristalde olursa nötron yön değiştirir ve atom veya iyonun kristaldeki yeri değişir. Bunun sonucu olarak kristalde bir atom boşluğu ve bir de arayer atomu oluşur. Bir atomun bir yere geçmesi katı malzemenin yapısında bir kusur meydana getirir.

Nötron radyasyonu sonucu, malzeme özelliklerinin çoğu bozulur. Seramiklere 10^{19} n/cm² 'lik bir nötron bombardımanı uygulanırsa, malzemenin ısı iletkenlik, yoğunluk ve kristallik özelliklerinde azalma meydana gelir [1].

Meydana gelen bu radyasyon etkileri, yüksek sıcaklıkta uygun bir tavlama ile giderilebilir. Zarar giderme mekanizması, yeniden kristalleşme mekanizmasının aynıdır [1-3].

Seramikler bilindiği üzere metaller ile ametallerin birbirleriyle birinci derece de iyonik veya kovalent bağ yapması sonucu oluşan, metal dışı inorganik malzemelerdir. Bünyelerinde serbest elektronları bulunmaması nedeni ile kimyasal olarak kararlı bir yapı sergilerler [4].

Seramik malzemelerin yoęunlukları metallerinkine gre dşktr. ok zel uygulamaların dşında plastik olarak Őekil deęiřtirmezler, sert ve gevrekler. Dolayısıyla ařındırıcı olarak kullanılmaya son derece elveriřlidirler [5].

Seramik malzemeler ayrıca atomlarının dzenleniři itibari ile kristal yapı sergilerler.

Radyasyon, seramik malzemelerde nokta hataları oluřturabilir. Normal olarak mekanik zellikler zerinde ok az etki gzlenir. nk seramikler gevrekler ancak ısı iletkenlik ve optik zellikler gibi zellikler azalabilir [6].

Bir seramik tr olan cam-seramikler, kristalleřmeye uygun camların ekirdeklenme ve kristal bytme ařamalarından oluřan kontroll kristalleřmesiyle retilen malzemelerdir. Cam-seramikler, retildikleri cama nispeten ok daha yksek mekanik mukavemete ve darbe direncine, daha yksek refrakterlik zellięine ve daha dřk ısı genleřme katsayısına sahip seramiklerdir. İyapıları cam malzemedeki kristalleřme sonucu oluřtuęundan cam-seramik olarak isimlendirilirler [7].

Biz ise bu alıřmada, radyasyonun cam-seramik maddelerin kristalleřme ve mekanik zellikleri zerine etkisini incelemeye alıřacaęız.

2. CAMLAR

Cam, sert, katı, saydam ve kristalleşmeye engel olacak kadar yüksek viskoziteye sahip (10^{13} poise'den daha yüksek) aşırı soğumuş sıvı olarak tanımlanabilir. Bir amorf madde 10 nm'den daha büyük atomik boyutta olamaz. Bu aynı zamanda camın genel tanımıdır. Camlarda atomların dizilişlerine bakılacak olursa; kristallerdeki gibi uzun mesafe düzeni yoktur. Bunun aksine kısa mesafe düzeni sergilerler. Atomik ve moleküler yapı birimleri kristallerle aynı olmakla beraber bu birimler düzenli değildir [5,8].

Camın, kimyasal bileşimi ve fiziksel özellikleri açısından önce ağıdalı bir yapı kazanır, ardından sertleşerek katılaştır. Cam karışımları çeşitli metal oksitleriyle birlikte eritildiğinde değişik renkler alır. Düşük sıcaklıklarda elektrik ve ısı iletimleri çok düşüktür. Hemen hepsi vurma ya da çarpma sonucunda kolayca kırılır ve hidroflüorik asit dışındaki bilinen çözücülerin birçoğundan pek az etkilenir.

Cam çok önemli bir inşaat malzemesidir. Bunun başlıca nedenleri, sertliğinin çok yüksek oluşu, saydam oluşu ve kimyasal olarak çok dayanıklı oluşudur. Bu özellikleri yanında basma ve çekme dayanımları yüksek ve özellikle termal genleşme katsayısının düşük oluşunu da belirtmek gerekir.

Cam malzemeler, iyi kimyasal dayanımlarından ve saydam olmalarından dolayı endüstrinin birçok alanında üstün bir malzeme olarak kullanılırlar. Camlar, yüksek sıcaklıklarda da (teknik cam en az 400 °C, kuvars camı 1050 °C ye kadar) form dayanımı gösterir. Yani şeklini muhafaza eder. Bundan dolayı, cam ürünleri özellikle kimya endüstrisinde, eczacılıkta, gıda maddeleri endüstrisinde çokça kullanılırlar.

Saf malzeme eriyikleri soğutulduğunda, genellikle katılaştırmanın başladığı yerlerden kristalleşme nedeniyle belirli donma noktaları gözlenir. Bunun yanında, sıvının kristal yapısını oluşturmadan donma noktasının altına inmek mümkündür. Bu duruma, sıvının aşırı soğutulması denir. Aşırı soğutma zor elde edilebilen bir fiziksel olay değildir ve özellikle kristal büyümeyi sağlayacak (çekirdek etkisi gösterecek) toz gibi etkenler içermeyecek şekilde uygun önlemler alınca aşırı soğutma kolayca meydana getirilebilir. Aşırı soğutulmuş sıvılar yarı-kararlı durum gösterirler. Çünkü serbest enerjileri kristallere karşılık gelen enerjiden büyüktür. Bir karışımdan cam yapı (amorf) elde edilmesi için kristalleşme sıcaklığının altına hızla soğutulması gerekmektedir. Bu sağlandığında cam yapıya geçilmiş olur. Sıvının viskozitesi en yüksek değere ulaşır. Böylece, kristalleşme için gerekli enerji bulunamaz ve katı cam yapı oluşur.

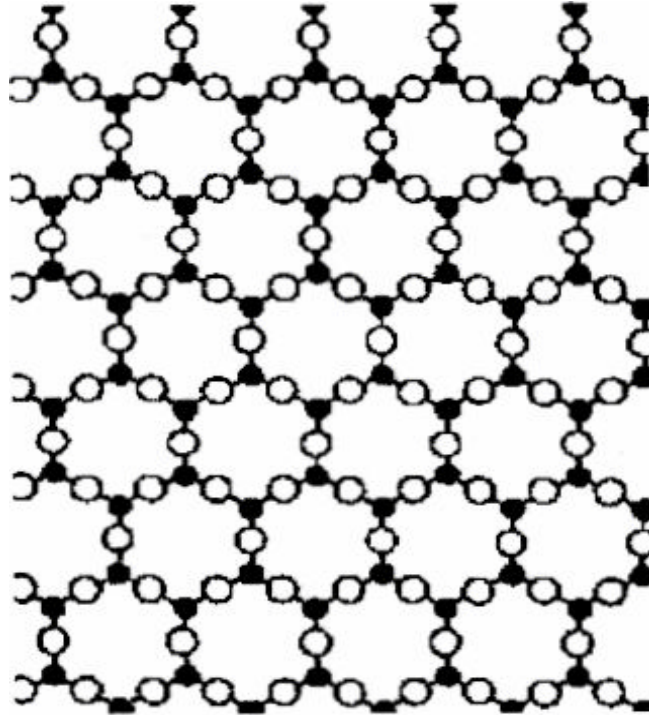
2.1 Cam Oluşumunun Şartları

2.1.1 Cam Yapısı Hakkında Genel Bilgiler

Katılar makroskobik ölçülerde kristal yapıdadırlar. Moleküller düzgün örgüler biçiminde düzenlenmişlerdir. Katılar ısıtılırken molekülleri erime noktasına varıncaya kadar örgü içinde kendi pozisyonları etrafında titreşirler. Devamında kristal bağları kırılır ve moleküller akmaya başlar. Katı ve sıvı hal arasında keskin bir fark vardır. Bu iki hal birbirinden birinci derece dönüşümle ayrılmışlardır.

Sıvı viskoziteye sahiptir. Viskozite ise akmaya karşı direncin bir ölçüsüdür. Oda sıcaklığında suyun viskozitesi 0,01 poise'dir. Kalın yağın viskozitesi ise 1,0 poise civarındır. Sıvı soğutulurken kristaller oluşur ve katılaştır. Fakat aşırı soğutulduğunda donma noktasının altında sıvı kalır. Çünkü kristalleşmeyi başlatacak çekirdeklenme alanları oluşmamıştır. Daha fazla aşırı soğutma yapılırken viskozite yeterince yükselirse, asla kristalleşme olmaz. Katı parçacıkların bir arada tutunması ile kristal olmayan düzensiz yapıda bir amorf katı yani cam meydana gelir.

Bazı araştırmacılar, malzemelerin soğutulurken birinci dereceden dönüşüm olmamasından dolayı camın gerçekten aşırı soğutulmuş sıvı olduğu fikrindedirler. Aslında aşırı soğutulmuş sıvı hali ve cam hali arasında ikinci dereceden dönüşüm vardır. Dönüşüm faz değişimi kadar belirgin değildir. Bu geçişte sıvı, kristal yapıya dönüşür. Dönüşüm, genleşme ve ısı kapasitesinde meydana gelen değişimle algılanabilir.

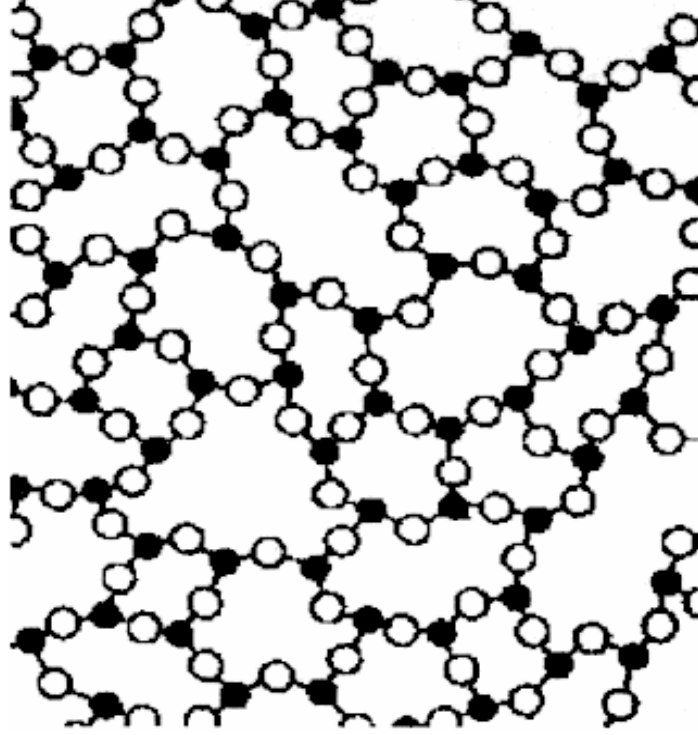


Şekil 2.1 Bir kristalde moleküler düzenlenme [8].

Üç ana moleküler düzenleme vardır:

- Kristal yapıli katılar: Atomlar düzgün örgüde düzenlenmiştir.
- Akışkanlar: Moleküller düzensizdirler ve rijit olarak bağıli değildirler.
- Camlar: Moleküller düzensizdirler, fakat rijit olarak bağılidirlar.

Bu noktada “camların sıvı mı yoksa katı mı?” olduđu sorusu sorulabilir.



Şekil 2.2 Bir camda moleküler düzenlenme [8].

Kristaller için katı ve sıvı haller arasında keskin bir fark vardır. Katılar, sıvılar ve gazlar sıkıştırılabilirlik, viskozite, elastiklik, viskozite, sertlik ve gerilme gibi özellikleri sayesinde birbirlerinden kolaylıkla ayırt edilebilirler. Malzemeler genellikle bu tip ideal davranış göstermezler. Bu noktada bazı araştırmacılar camı aşırı soğutulmuş sıvı olarak kabul ederler. Hatta katıyı da yüksek viskoziteye sahip sıvı olarak kabul ederler. Malzeme için sıvı mı yoksa katı mı? olduđu noktasında rasgele bir deđer belirlenmiştir. Buna göre viskozitesi 10^{13} poise deđerinin üzerinde olan maddeler katı, bu deđerın altında bir viskoziteye sahip olanlar ise sıvı kabul edilmiştir. Camın viskozitesi ise 10^{13} poise'den büyüktür (yaklaşık 10^{16} poise). Bu bağlamda cam katı olarak kabul edilir [9].

2.1.2 Yapısal Yaklaşımlar

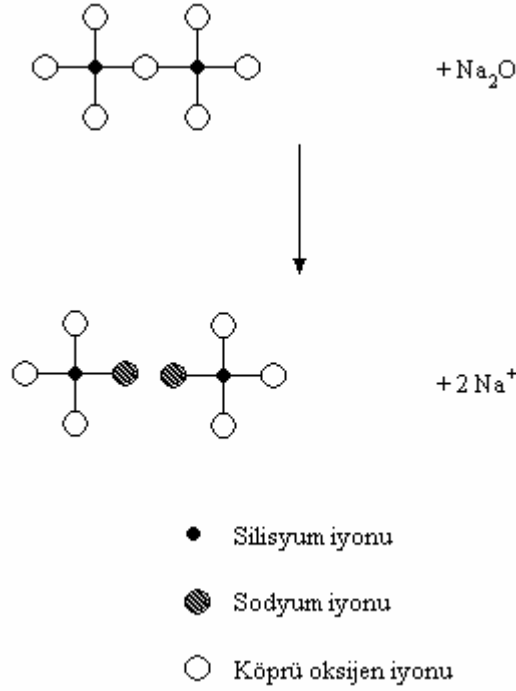
Cam, bazı oksitlerden kolayca elde edilebilir. Aynı şekilde oksit olmayan malzemelerden de cam elde etmek mümkündür. Fakat cam oluşumunun temel prensiplerinin bilinmesi çok önemlidir.

Camlardaki ve kristallerdeki atomlar arası kuvvetler aynıdır. Camlardaki atomlar belirli denge pozisyonlarında titreşim yaparlar. Camlardaki örgüler, kristallerde olduğu gibi üç boyutlu yapıda bağ oluştururlar. Camların sahip oldukları örgü ise kristallerdeki gibi periyodik değildir. Yine camlar, kristaller gibi keskin X-ışını difraksiyonu vermezler. Şekil 2.1’de görüldüğü gibi kristallerin yapısal birimleri düzenlidir. Fakat camlarda ise Şekil 2.2’de gösterildiği gibi düzenli yapısal birimler mevcut değildir. Camların bağ açıları çarpıktır ve periyodik bir düzenlemeden söz edilemez [8].

Cam yapıyı oluşturan oksitleri iki gruba ayırmak mümkündür: bunların birincisi “örgü oluşturu” oksitlerdir. Bu oksitler adından da anlaşılacağı üzere camın üç boyutlu sürekli örgüsünü oluşturma kabiliyetine sahiptirler ve genellikle zayıf cam ağının oluşmasına neden olurlar. Bu oksit grubuna sodyum oksit örnek verilebilir. İkinci tür oksitler ise “ara oksitler” diye nitelendirilen ve genellikle cam oluşumunu sağlamamasına rağmen cam ağının bir kısmında yer alan oksitlerdir. Bu oksitlere ise alüminyum oksit örnek olarak verilebilir [8].

Köprü oksijen iyonlarının yerine iki SiO_4 , tetrahedral bağlayan atom yerine iki tane köprü olmayan oksijen gelir. Bunlardan biri sodyum oksit tarafından verilir. Böylece, sodyum oksidin etkisi sürekli örgü yapısında aralık oluşturmaktadır. Sodyum iyonları boşluklara veya rasgele ağlardaki yarıklara yerleşir.

Na_2O 'nun cama katılması viskozitenin düşmesine ve ısıl genleşme katsayısının artmasına neden olur. Bu etki de cam ağı içindeki bağların zayıflamasını sağlar [10,11]. Benzer şekilde davranışı lityum oksit veya potasyum oksit gibi alkali metal oksitler de gerçekleştirir. Lityum iyonları sodyuma göre daha küçük yapısal yarıklara yerleşirler. MgO , CaO ve BaO gibi toprak alkali oksitler, oluşturu oksitler olarak görev yaparlar. Mg^{+2} , Ca^{+2} , Ba^{+2} gibi +2 değerli katyon durumlarında; bir katyon köprü olmayan her oksijen iyon çiftiyle birlikte dir. Li^+ , Na^+ , K^+ gibi +1 değerli katyonlar durumlarında ise iki katyon, köprü olmayan her oksijen iyon çiftiyle bağlanmış olacaktır [2].



Şekil 2.3 Sodyum oksit ve tetrahedra silika arasındaki reaksiyon [8].

Ara oksitlere örnek olarak alüminyum oksit verilebilir. Kristal yapıda bir alüminyum iyonu dört veya altı oksijen atomuyla komşuluk yapar. Yani, tetrahedral AlO_4 veya oktahedral AlO_6 gruplarını oluşturur. Tetrahedral gruplar silikat örgüde SiO_4 tetrahedral yapılarla yer değiştirebilir.

Her alüminyum iyonu +3 yüküne ve her silikon iyonu +4 yüküne sahip olduğundan fazla olan pozitif birim yük için nötrlüğün sağlanması gerekir. AlO_4 tetrahedron başına düşen bir alkali iyon bu gereksinimini karşılar ve alkali metal iyonları tetrahedral grupları arasındaki yarıklara yerleşebilir. Bu tip yapısal düzenlenmeler felsparlar ve zeolitler gibi birçok alüminosilikatlarda bulunurlar. Burada kristaller SiO_4 ve AlO_4 gruplarının bağlanmasıyla oluşmuşlardır.

2.1.3 Bağlanma Kriteri

Cam oluşumunda diğer oksitlerin etkisi, doğal geometrileri ve iyonik yarıçapları ile ilgilidir. Katyonları bağlayan oksitlerin görevi vardır. Bu oksitler oldukça kuvvetli kovalent yapı oluştururlar. Kovalent bağın oluşması için elektronu çeken katyonun iyonik alan kuvveti,

$$F = \frac{Z}{r^2} \quad (2.1)$$

İle ifade edilir. Burada Z, valans ve r ise iyonik yarıçaptır. Oksijen ve katyonlar arasındaki elektronegatif farklar cam oluşumunu önemli ölçüde etkileyen diğer bir faktördür.

2.1.4 Kinetik Faktörler ve Cam Oluşumu

Eriyik ve kristal arasındaki esas fark; kristal yapıda uzun mesafeli düzenlemelerin meydana gelmesidir. Cam oluşturan sıvılar için bu dönüşüm oldukça zordur. Bir sıvının kristalleşme hızı,

$$X_t = 1 - \exp\left(-\frac{\pi}{3} U^3 I t^4\right) \quad (2.2)$$

İle ifade edilir. Burada X_t , t zaman sonra kristalleşen hacim oranı; U, kristal büyüme hızı ve I ise çekirdeklenme hızıdır. O halde cam oluşumu, U'nun ya da I'nın veyahut her ikisinin küçük olmasına bağlıdır. Cam oluşumunda iki faktör önemlidir. Bunlar kritik soğutma hızı ve kritik kalınlıktır. Bunlardan kritik soğutma hızı,

$$R_c \approx \frac{\Delta T_N}{\tau_N} \quad (2.3)$$

ve kritik kalınlık ise

$$y_c \approx \sqrt{D \cdot \tau_N} \quad (2.4)$$

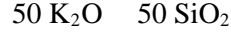
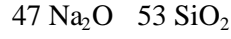
ile ifade edilir. Burada ise ΔT_N , çekirdeklenmenin en az görüldüğü sıcaklık aralığı; D, difüzyon katsayısı ve τ_N ise çekirdeklenmenin en az olduğu sıcaklık aralığındaki kuluçka zamanıdır.

2.1.5 Camların Kimyasal Kompozisyonları

Çok bileşenli camların oluşumunda bazı oksitler önemli görev yaparlar. Cam oluşturan oksitlerin en önemlilerine silika (SiO_2), borik asit (B_2O_3) ve fosfor pentoksit (P_2O_5) gibi örnekler verilebilir. Ticari camların genel çoğunluğu silikat ve borosilikat kompozisyonlardır.

Çok bileşenli camlarda cam oluşumunu sağlayan oksitlerin oranında bir alt sınır mevcuttur. İki bileşenli camlar silika, borik asit veya fosfor pentoksit ile alkali oksitlerin

kompozisyonu ile elde edilebilirler. Bütün bu kompozisyonlarda alkali oksit oranlarında bir sınır mevcuttur. Bu limitlere moleküler yüzde cinsinden örnek olarak,



verilebilir [8]. Kompozisyon sınırı alkali metal oksitlerdeki yapısal değişikliğe bağlıdır. Köprü olmayan oksijenin karışımda olması cam viskozitesinin düşmesine neden olur. Bu durum, kristal çekirdeklenme ve büyüme hızının artmasını sağlar.

2.2 Aşırı Soğutulmuş Sıvılarda Kristalleşme

2.2.1 Genel Kristalleşme Süreci

Kristalleşme, az düzenli sıvı yapıdan düzgün örgülerin oluşması sürecidir. Basit olarak, saf element eriyiğinin veya bileşiminin soğuması ile görülür. Bu olay sabit basınç altında ve donma noktasında oluşur.

Uygun bir çözücüde ayrılmış bir tuz halinde olay oldukça karışıktır. Denge şartları iki noktadan ele alınabilir. Saf bir katı kendi sıvısı içinde denge halinde ise (buz örneği gibi), çözelti donma (veya erime) noktasındadır. Çizilen sıcaklık-oran değişimi eğrisi donma noktası eğrisi adını alır. Diğer taraftan çözeltide çözülen katının katı fazı çözücü sıvısı ile denge halinde ise doymuş eriyik adını alır ve sıcaklık ile orandaki değişim eğrisi çözünme eğrisi olarak isimlendirilir [12].

A ve B saf maddelerinden oluşan bir karışım (sodyum oksit ve silisyum) A ve B'nin çeşitli oranlarında homojen bir karışımları olacak şekilde eritilebilir. Bu durumda, yukarıda bahsedilen çözücü-çözelti mefhumu, donma noktası eğrileri ve çözünürlük eğrileri anlamlarını kaybederler. Böyle bir durumda sıcaklık ve oran bağıntısını belirten sıvılık eğrisi göz önüne alınır. Bu eğri donma noktası eğrisine karşılık gelir. Eğri, erimiş karışımın yavaş yavaş soğutulma sırasında eriyiğin kompozisyona bağlı olarak kristalleşmenin başladığı sıcaklığı gösteren bir grafikdir. Yani, A'nın ve B'nin karşılıklı oranları değiştikçe kristalleşmenin hangi sıcaklıkta başladığını gösterir.

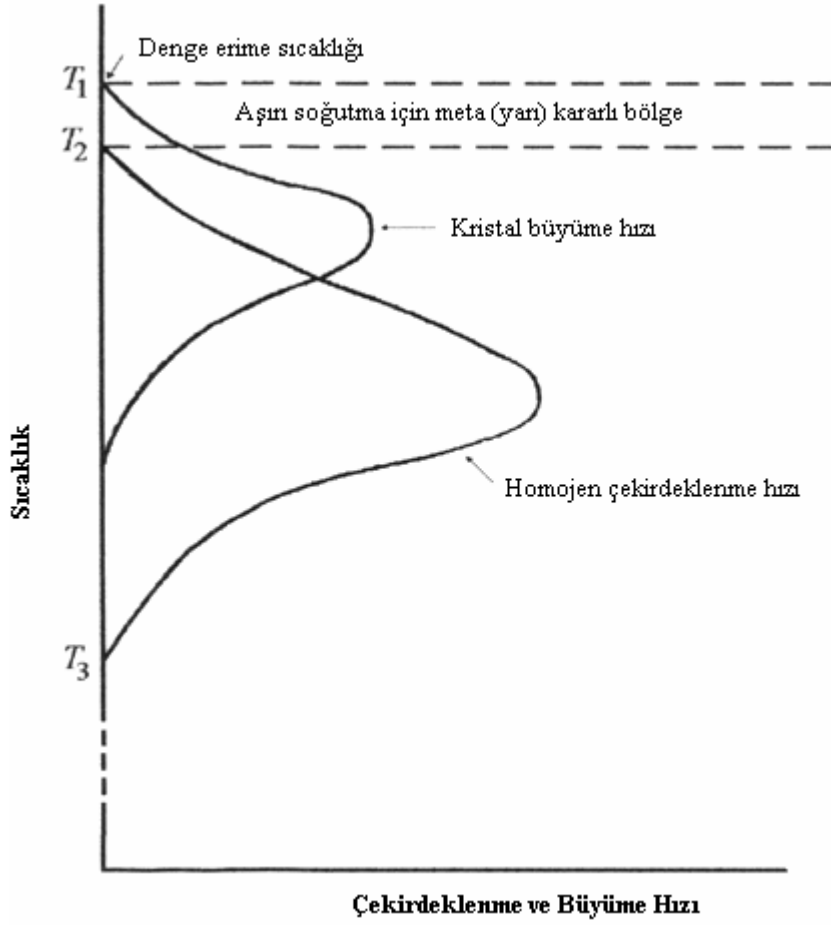
2.3 Aşırı Soğutulmuş Sıvıların Çekirdeklenmesi ve Kristalleşmesi

Aşırı doymuş çözeltinin ortalama ömrü aşırı doymuşlukla ters orantılıdır ve aşırı doymuşluğun derecesiyle homojen çekirdeklenme ihtimali artar. Aşırı doymuş çözeltiler yarı-kararlı çözeltiler olarak tanımlanmıştır. Aşırı doymuş çözeltiler için kendiliğinden oluşan katı fazlar belli bir zaman sonra görülmeye başlanır. Bunun gibi çözeltiler kararsız çözeltilerdir [8].

Konsantrasyonun artması yarı-kararlı çözeltiyi kararsız bir hale dönüştürecektir ve değişim noktasındaki konsantrasyon değeri yarı kararlılık sınırı olarak isimlendirilebilir. Yarı-kararlı konsantrasyonlar altında kristal çekirdeklerinin kendiliğinden oluşumu açıkça meydana gelmez. Çözeltiler basınç, sıcaklık veya yerel buharlaşma gibi oldukça küçük etkilere maruz kaldığı zaman, yarı kararlılık sınırının civarında kendiliğinden meydana gelebilen kristal çökelmeleri olur. Kristalleşme iki faktörle kontrol edilir [8]:

- i) Çekirdeklenmelerin oluşma hızı.
- ii) Kristal büyüme hızı.

Soğuma süresince viskozitesi hızlı artan eriyiklerde (cam oluşumu gibi) çekirdeklenmede ve kristal büyüme hızlarında en yüksek değerlere ulaşılabilir. Çünkü daha düşük sıcaklıklarda viskozitenin daha da büyümesi atomik hareketlerin yavaşlaması ve difüzyon olayının azalmasıdır ki bunlar çekirdeklenme ve kristal büyüme için gereklidir. Sıvı eriyiklerde çekirdeklenme hızı ve kristal büyüme hızı için eğriler Şekil 2.4'te gösterilmiştir. Eğer amaç küçük kristallerin en fazla sayıda üretilmesi ise en yüksek çekirdeklenme hızının meydana geldiği sıcaklık kullanılmalıdır. Aşırı soğutma için yan-kararlı bölge (T_1 - T_2) denge erime sıcaklığının meydana geldiği yerin altındadır. Şekil 2.4'ten de görüldüğü gibi T_3 sıcaklığının altında homojen çekirdeklenme hızı sıfırdır. Çünkü burada eriyik yüksek viskoziteye sahiptir.



Şekil 2.4 Viskoz sıvıda homojen çekirdeklenme ve kristal büyüme hızları [8].

2.3.1 Kristal Büyütme

Camların kontrollü kristalleşmelerinde çekirdeklenme kadar kristal büyüme de meydana gelir. Büyüme süreci üretilen malzemenin morfolojisini belirler. Kristal büyüme iki faktöre bağlıdır. Bunlar:

- i) Düzensiz cam yapıda gelişen kristalin periyodik örgü haline düzenlenme hızı.
- ii) Faz dönüşümü süresince salınan enerjinin yok olma hızı (kristal-cam ara yüzeyinden uzaklaşan ısı akış hızı) [8].

Yapısal dönüşümün ilk süreci ele alındığında, cam fazındaki atoma karşılık gelen kristal yapıdaki atomun serbest enerjisi kristalleşmenin ΔG hacim serbest enerjisi kadar daha az enerjiye sahiptir. Bununla birlikte, cam ve kristal fazları arasındaki ara yüzeyi geçen atom aktivasyon serbest enerjisi $\Delta G''$ 'ye karşılık gelen enerji engelini yenmesi gerekir. Buradan kristalleşme hızı U için

$$U = a_0 v \exp\left[-\frac{\Delta G''}{RT}\right] \left[1 - \exp\frac{\Delta G}{RT}\right] \quad (2.5)$$

yazılabilir. Burada a_0 atomlar arası mesafe, v kristal-cam ara kesitindeki titreşim frekansıdır.

Büyüme ihtimaliyeti,

$$f \approx \frac{\Delta T}{2\pi T_m} \quad (2.6)$$

olarak verilmiştir. Bu faktör soğutma aralığı ΔT ile değişir. Denklem (2.5)'in sağ tarafındaki terimler bu faktörle çarpılırlar. Difüzyon katsayısı,

$$D = a_0^2 v \exp\left[-\frac{\Delta G''}{RT}\right] \quad (2.7)$$

ve

$$D = \frac{RT}{3\pi N \eta a_0} \quad (2.8)$$

biçimlerinde yazılabilir. Bu değerleri yerine koyarak aşağıdaki ifade elde edilir:

$$U = fRT \frac{1 - \exp\frac{\Delta G}{RT}}{3\pi N a_0^2 \eta} \quad (2.9)$$

Elde edilen son ifade viskozite değişim etkisini açıkça ortaya koyar. Viskozitesi η olan ortamda çapı d olan parçacığı hareket ettirmek için gerekli olan kuvvet denklem (2.10)'da verilmiştir.

$$F = 3\pi\eta d \quad (2.10)$$

Büyüme hızı,

$$U = \frac{\Delta G}{3\pi\eta a_0 d} \quad (2.11)$$

'dir. $a_0 \approx d$ ve

$$\Delta G = \frac{\Delta H_f \Delta T}{T_m} \quad (2.12)$$

ise

$$U = \frac{\Delta H_f \Delta T}{3\pi \eta a_0^2 T_m} \quad (2.13)$$

sonucu çıkar. Burada ΔH_f kristalleşmenin molar ısısıdır. Böylece, $U = \text{sabit} \frac{\Delta T}{\eta}$ yapısı elde edilir. Kristalleşme süresince ısı akısı,

$$J = \frac{UA\rho\Delta H_f}{M} \quad (2.14)$$

olur. Burada U lineer büyüme hızı, A yüzey alanı, ρ yoğunluk ve M moleküler ağırlıktır. Isı akısı sıcaklık gradyenti ile orantılıdır.

$$J = -A\kappa \frac{dT}{dx} \quad (2.15)$$

Burada κ termal iletkenliktir.

2.3.2 Camların Kararlılığı

Camlar erime sıcaklığının altına kadar soğutulduğunda kristalleşme oluşmaz. O yüzden camlar yarı-kararlı durumdadırlar. Aşırı soğutulan camlarda kristal oluşumunun tamamlanamamasının iki nedeni vardır. Bunlar sırasıyla çekirdeklerime hızının çok yavaş olması veya çekirdekler üzerinde kristallerin büyüme hızıdır. Bu etkilerden hangisinin daha önemli olduğuna karar vermek güçtür. Bazı camlarda iki faktörden sadece biri etkiliyken, diğer cam çeşitlerinde her ikisi de önemli ölçüde etki edebilir.

Erimiş camlar kir veya toz parçacıkları için iyi bir çözücüdür. Cam içine düşen toz parçacıkları heterojen çekirdeklenmeye ve camsı yapının bozulmasına sebep olurlar.

Cam kararlılığının belirlenmesinde kristal büyüme dikkate alındığında çekirdeklenmenin homojen olduğu varsayılır. Camın kristalleşip kırılğan hale gelmesi dikkate alınmadan cam kritik sıcaklığın altına soğutulur. Bu işlem, kristal büyüme hızını ve çekirdeklenme hızını sıfıra düşürmek için gerçekleştirilir. Seçilen bu sıcaklık, viskozitenin en yüksek olduğu yerdir. Böylece, difüzyon olmaz ve kristal büyüme kontrol altına alınır. Bu sıcaklığın altında cam, bütün uygulamalar için tamamen kararlıdır.

Bütün bunlardan, çekirdeklenme hızının ve kristal büyüme hızının cam kararlılığında etkili faktörler olduğu anlaşılır. Düşen sıcaklıkla viskozitenin aniden yükselmesi kristal oluşumunu en etkin biçimde engeller. Silika camları erime sıcaklığında en yüksek viskoziteye sahiptirler. Bu sıcaklıkta, dengedeki ilk kristal faz sıvı camdakiyle aynıdır. Düşük sıvılaştırma sıcaklıkları camın kararlılığını artırır.

Cam oluşturan sistemlerin birçoğunun ısıtma maruz bırakılması kristal olmayan iki faza ayrışmasına neden olur. Eğer bu ayrışma sıvılık sıcaklığının üzerinde meydana gelirse kararlı homojenliğe ulaşma olarak; sıvılık sıcaklığının altında meydana gelirse yarı kararlı homojenliğe ulaşma olarak tanımlanır.

2.3.3 Camların Erime Davranışları

Belirli cam ağı oluşturuçuları, cam eriyiklerinin viskozitesini düşürür ve böylece erime sürecini hızlandırır. Alkali oksitler bu etkiye sahiptirler. Lityum oksit, sodyum oksitten ve potasyum oksitten daha fazla viskozite düşürücü etkisine sahiptir. Borik oksit erime ve işleme zamanı azaltması yönünde oldukça etkindir. Titanyum dioksit bazı cam sistemlerinde etkin çekirdeklenme elemanıdır.

2.3.4 Camların Mikrokristal Seramik Yapıya Dönüşümü

Isıtma işlemindeki amaç camın özelliklerini koruyarak mikrokristal seramik yapıya dönüştürmektir. Bu işlemde yüksek mekanik kuvvetlere ulaşmak önemlidir. Amaç, birbirlerine çok yakın kenetlenmiş küçük boyutlarda kristal içeren cam-seramik üretmektir. Çekirdeklenmiş cam elde etmek için çekirdeklenme üzerinde kristal büyümenin olabilmesi amacıyla sıcaklık yükseltilmelidir. Sıcaklık yükselişinin hızı dikkatlice kontrol edilmelidir. Dikkatli kontrol, cam-seramiğin deformasyondan uzak kalması içindir. Uygulanacak ısıtma hızı çok yüksek olursa, kristal büyüme hızı yeterince hızlı olmayacak ve sert kristal iskeleti oluşacaktır. Çok küçük ısıtma hızı uygulandığında ise deformasyon meydana gelmez ve yüksek oranda cam fazlan gözlenir. Bunun yanında, deformasyonun istenmeyen etkilerinden kaçınabilmek için hızlı ısıtmalardan uzak durmak gereklidir. Aksi takdirde, cam-seramiğin çatlamasıyla karşılaşılır. Bu tehlikeli durum, kristallerin farklı yoğunlukta olmalarından kaynaklanır. Cam fazlar ve kristal

fazlar arasında zorlar üretir. Yavaş ısıtma ile bu zorlar cam fazının viskoz akışı ile azaltılır. Sıcaklığın artışı yüksek sıcaklık sınırına kadar devam etmelidir. Bu sınır kristalleşme sıcaklığının en üst seviyesidir. Cam-seramik malzemeyi yüksek kristalleşme sıcaklığında uygun zaman aralığında bırakarak kristalleşmenin tamamlanması sağlanır. Böylece, az oranda kalıntı cam fazları kalır. Çok kademeli ısıtma işlemi Şekil 2.5'deki gibi uygulanabilir. Uygulanan her kademenin farklı önemi vardır.

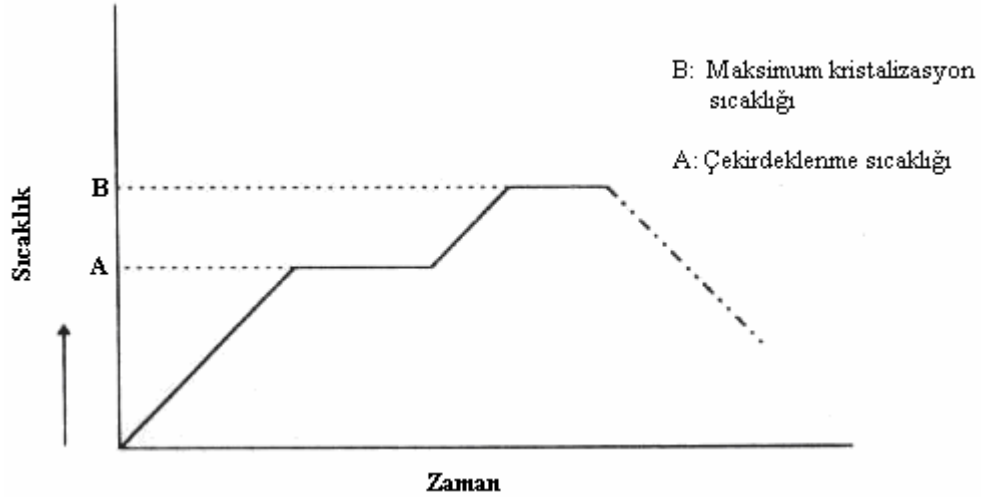
Şekil 2.5'deki sürecin ilk kısmı camı oda sıcaklığından çekirdeklenme sıcaklığına kadar ısıtmadır. Isıl genleşme katsayısının önemli rol oynamasına rağmen uygulanacak hızla cam malzemenin kalınlığı esas olarak belirler. Düşük genleşme katsayıları camın kırılmadan yüksek sıcaklık gradyanlarına dayanmasını sağlar. Normalde 2°C/dk-5°C/dk arasındaki ısıtma hızları uygulanır. İnce camlar için 10°C/dk ısıtma hızına çıkılabilir [8,13].

En uygun çekirdeklenme sıcaklığı viskozitenin 10^{11} - 10^{12} poise arasında olmasını sağlayan sıcaklıktır. En uygun dengelenmeyi sağlayan sıcaklık deneysel olarak belirlenir. En uygun çekirdeklenme sıcaklığının daha tam olarak belirleyen metod şöyledir [8]:

Bir cam parçası minyatür fırın içinde eritilir. Bu sırada mikroskopik gözlem altında cam parçasının sıcaklığı düzgün ve hızlı bir şekilde ölçülür. Parça rasgele seçilen bir sıcaklığa soğutulur. Bu sıcaklıkta bir dakika bekletilir ve/veya camın sıvılaştırma sıcaklığının altına yeniden ısıtılır. Eğer yeniden ısıtma sırasında kristalleşme meydana gelmezse, damla tamamen yeniden erimiş olur ve kristal oluşumu gözlemek için yavaşça yeniden ısıtıldığı sıcaklığa soğutulur. Bu işleme maksimum çekirdeklenme hızının olduğu sıcaklığı bulana kadar devam edilir. Çekirdeklenme sıcaklığında kalma aralığı 30 dakikadan 2 saate kadar değişebilir. Optimum çekirdeklenme ve tavlama hızı arasındaki herhangi bir sıcaklıkta çekirdeklenme olmasına rağmen, daha düşük sıcaklıkların kullanılması çekirdeklenmenin tamamlanması için gerekli olan zamanı uzatır. Bunun yanında, sıcaklığın düşmesiyle viskozitenin artışı çekirdeklenmeyi azaltır. Çekirdeklenme işlemine bağlı en önemli nokta cam-seramiğin en uygun gerilmeye ulaşmasıdır. Bunun için cam, çekirdeklenme ısıtma kademesi öncesinde maksimum çekirdeklenme sıcaklığının altına soğutulmalıdır.

Çekirdeklenmenin en uygun sıcaklığının belirlenmesinde diğer bir metod, ısıtma işlemi ile yapılır. Bunun için yaklaşık 1 saat süreyle numuneler çekirdeklenme sınırı içinde çeşitli sıcaklıklarda tutulurlar. Daha sonra, kristal büyüme sıcaklığında tutulan fırına alınırlar. Belli bir süre sonra numuneler fırından çıkarılırlar. Etkin olarak soğutulup büyüme durdurulur. Optik veya elektron mikroskopu ile büyüme merkezlerinin sayısı ve kristal boyutu hesaplanabilir.

Çekirdeklenme kademesinden sonra camın sıcaklığı kontrollü bir şekilde yavaş hızla artırılarak kristal büyümeye izin verilir. Böylece, camın deformasyonu önlenir. İlk kristal fazı sıvılaştırma sıcaklığına ulaşırken kristalleşme hızlı ve artan bir şekilde meydana gelir.



Şekil 2.5 Cam-seramik oluşumu için ideal ısı işlem [8].

Cam-seramik için seçilen üst kristalleşme sıcaklığı aşırı deformasyon oluşturmayacak bölgedir.

Çeşitli kristal fazların bulunduğu sıvılaştırma sıcaklığının belirlenmesindeki bir metot da önceden çekirdeklenmiş bir cam çubuğun gradyen fırında fırın boyunca sıcaklığı ölçülerek ısıtılmasıdır. Bu işlem sonrasında çubuğun bir kısmı çekirdeklenme sıcaklığının üzerinde ısınacaktır. Fakat en yüksek sıvılaştırma sıcaklığının altında kristal malzeme bulunacaktır. En yüksek sıvılaştırma sıcaklığının üstünde kalan bölge kristallerden arınır. Çubuğun kristalleşmiş kısmında farklı bölgelerde çeşitli fazlar oluşur ve bu fazlar sıcaklığa bağlı olarak özel bölgelerde meydana gelirler. Bu durumda X-ışını difraksiyonu analizi ve mikroskopik deneyimler fazların bölgelerini belirlemede kullanılabilirler.

En yüksek sıvılaştırma sıcaklığını belirlemede izlenen en belirgin metotlardan biri ise cam damlasını minyatür fırında çekirdeklenmesi için ısıtmaktır. Arkasından tekrar bütün kristaller çözününceye kadar ısıtılır ve sıcaklık belirlenir.

3. SERAMİKLER

Seramikler, metaller ile ametallerin birinci derece iyonik veya kovalent bağ yapması sonucu oluşan metal dışı, inorganik malzemelerdir. Seramikler tipik olarak sert, kırılğan, yüksek erime noktasına sahip, düşük elektriksel ve ısıl iletkenliği ile iyi kimyasal kararlığa sahip olan ve yüksek basma dayanımı gösteren malzemelerdir [4].

Seramik malzemeler; çanak, çömlek yapımından tuğla, kiremit, porselen kap, yeraltına döşenen boru, refrakter malzeme, mıknatıs, elektriksel alet ve aşındırıcı malzeme yapımına kadar geniş bir kullanım alanına sahiptirler.

Seramiklere kırılğan olduklarından dolayı plastik şekil verilemez. Seramikler genelde gözenekli yapıya sahiptirler. Farklı bileşimdeki kristal ve cam fazları içerirler. Korozyona (aşındırmaya) karşı dirençleri çok yüksektir. Bu özelliklerinden dolayı aşınmanın etkili olduğu uygulamalarda kullanılan bir malzeme grubunu oluşturmaktadırlar.

Seramiklerin genelinin ortak özelliği, metal ve ametallerden oluşmuş olmalarıdır. Sade bir seramik örneği olarak MgO bileşiği gösterilebilir ki, ayrışmadan ve erimeden 1700 ile 2500⁰C sıcaklığa dayanıklı olduğundan, refrakter malzeme yapımında çok kullanılır. Kil de çok kullanılan bir seramik maddedir fakat yapısı MgO 'dan çok daha karışıktır. En sade kil $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ 'tür. Dört değişik birimden bir kristal yapısı meydana getirir: Al, Si, O ve OH kökü.

Seramik minerallerin çoğu metaller gibi kristal yapısındadır. Bu yapılarda fazla sayıda serbest elektron bulunmayışı yönünden metallere benzemezler. Elektronlar ya yandaki atomla paylaşılarak değerlik bağı yapar ya da bir atomdan diğerine geçerek iyonik bağ yapar ki bu takdirde iyon haline gelmiş olan atomlar elektrik yükü taşır.

İyonik bağlar seramik malzemeye oldukça yüksek kararlılık (stabilite) kazandırır. Bir malzeme sınıfı olan seramiklerin erime sıcaklıkları metal ve plastiklerden yüksektir. Genel olarak daha sert ve kimyasal değişikliğe daha dayanıklıdırlar. Organik malzeme gibi, katı seramik mineraller de genellikle yalıtıcıdırlar. Yüksek sıcaklıkta fazla ısıl enerji ile elektrik iletirler fakat metallere kıyasla zayıf iletkenlerdir. Serbest elektronları olmayışı nedeni ile çoğu seramik malzeme, hiç olmazsa ince tabaka halinde saydamdır ve zayıf ısı iletkenidir.

Çoğu seramik malzemede kristal karakteri görülür. Mesela mikanın kolaylıkla ayrılabilceği kristal düzlemleri vardır. MgO gibi bazı sade kristallerde, metallerdeki plastik şekil değiştirmeye benzer kayma olabilir. Normal sofrta tuzunda görülen kübik yapı gibi, kristal oluşması sırasında kristal dış düzeni meydana gelebilir. Amyantta kristaller tamamı ile lineer olma eğilimindedirler. Mika ve kilde ise iki boyutlu levha kristalleri çoğunluktadır. Genellikle

kuvvetli ve kararlı seramik maddeler, üç yöne de kuvvetli bağları olan üç boyutlu kafes kalıbı yaparlar.

Seramiklerin kristal yapıları, metallerin kristal yapıları ile kıyaslanınca, karışıktırlar. Bu kristal karışıklığı ve atom bağlarının daha kuvvetli oluşu seramik reaksiyonlarını yavaşlatır. Mesela normal soğuma hızında camın atomlarını düzenleyerek karmaşık bir kristal yapması için zaman yoktur ve bu sebeple oda sıcaklığında aşırı soğutulmuş bir sıvı yapısını saklar.

Seramikler geleneksel ve mühendislik seramikleri olmak üzere iki grupta incelenir. Geleneksel seramiklerin üç yapıtaşı vardır. Bunlar: Kil, silika (SiO_2) ve feldspattır. Yapı endüstrisinde kullanılan tuğla ve kiremitler, elektrik endüstrisinde kullanılan elektroporselen, geleneksel seramiklere örnektir. Mühendislik seramikleri ise genelde sentetik hammaddelerden oluşurlar ve bunlara kil içermeyen seramikler de denir. Sentetik veya yapay silikatlar sayesinde geleneksel seramiklere oranla daha saf ve daha ucuz seramikler elde edilebilir.

Mühendislik seramiklerinde sentetik hammaddeler iki sebepten dolayı kullanılır: Birinci sebep istenen saflık, tane büyüklüğü gibi özellikler elde etmek için. İkinci sebep ise seramik üretimi için gerekli olan malzemelerin tamamının doğada saf halde bulunmayışıdır [1,4,6,15].

3.1 Seramik Malzemelerin İşlemleri

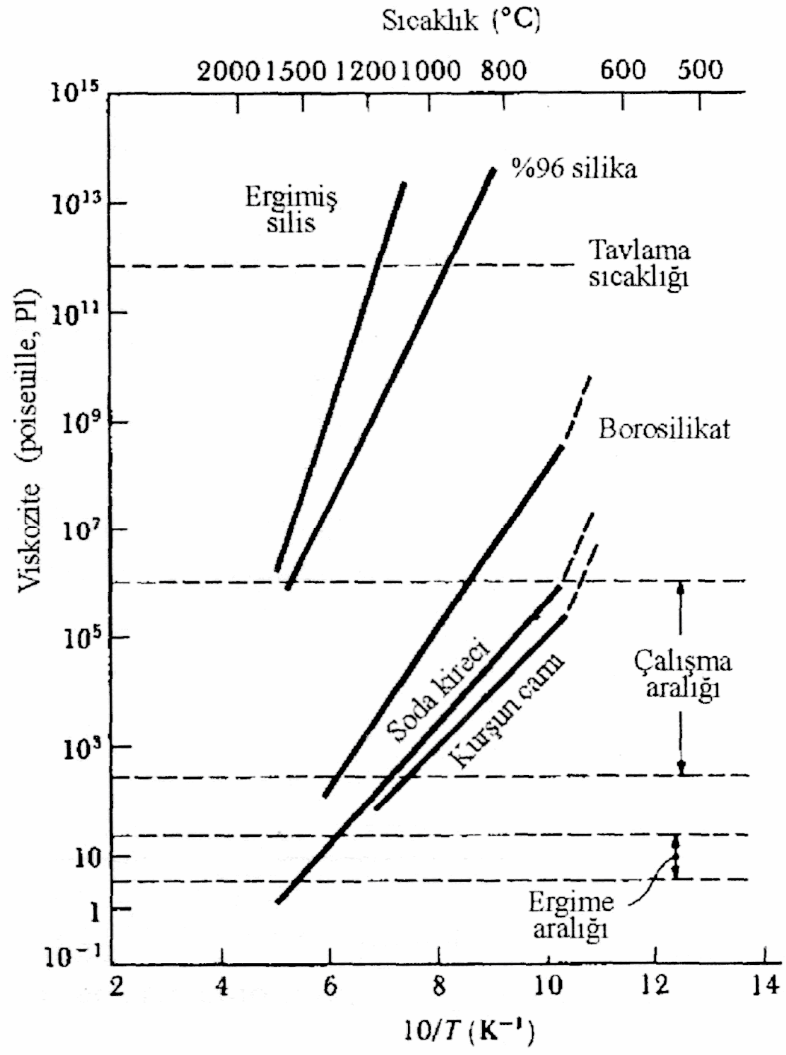
Seramik parçaların çoğu ya doğrudan doğruya cam gibi erimiş halden veya toz halinde seramik malzemelerin konsolidasyonu (basınç altında yapıştırma işlemi) ile üretilir. Tozdan üretme yönteminde tozlar mekanik presleme veya bulamaç kıvamında döküm yolu ile sıkı hale getirilir [16].

Camlar ilk olarak sıvı oluşturmakla ve daha sonra soğutma ve viskoz akışının mümkün olduğu bir sıcaklıkta şekillendirme ile kullanışlı şekle getirilir.

Kristalleşen seramik malzemeler, kullanışlı biçime çok ince ham toz halindeki malzemenin önceden preslenmesiyle getirilir. Tozlar, daha sonra kimyasal reaksiyon, kısmi veya tam camlaşma ve sinterleme gibi çok değişik mekanizmalar kullanılarak dağlanırlar.

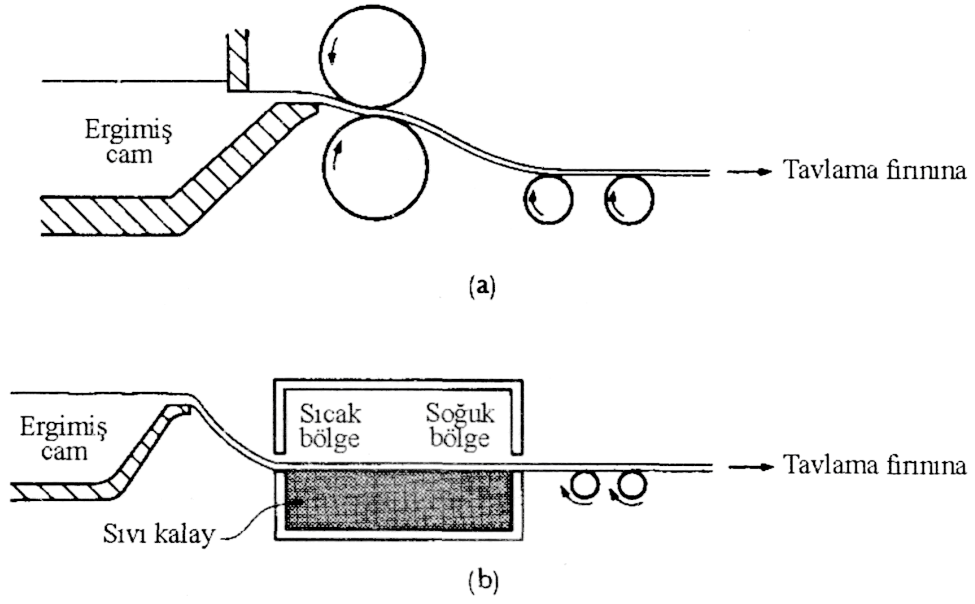
3.1.1 Camlara Şekil Verme Teknikleri

Cam, yüksek sıcaklıklarda katı akışkanlığı kontrol edilerek şekillendirilebilir. Levha ve plaka tipi camlar ergimiş halde iken veya ergime aralığında üretilirler (Şekil 3.1). Ergimiş sıvı haldeki camın su soğutmalı bir makara tarafından sarılması ve eriyik camın sıvı durumda bulunan bir kalay havuzu içerisinde yüzdürülmesi üretim tekniklerine bazı örneklerdir (Şekil 3.2). Ergimiş kalay kullanılarak üretilen camlar üstün bir yüzey kalitesine sahiptirler.



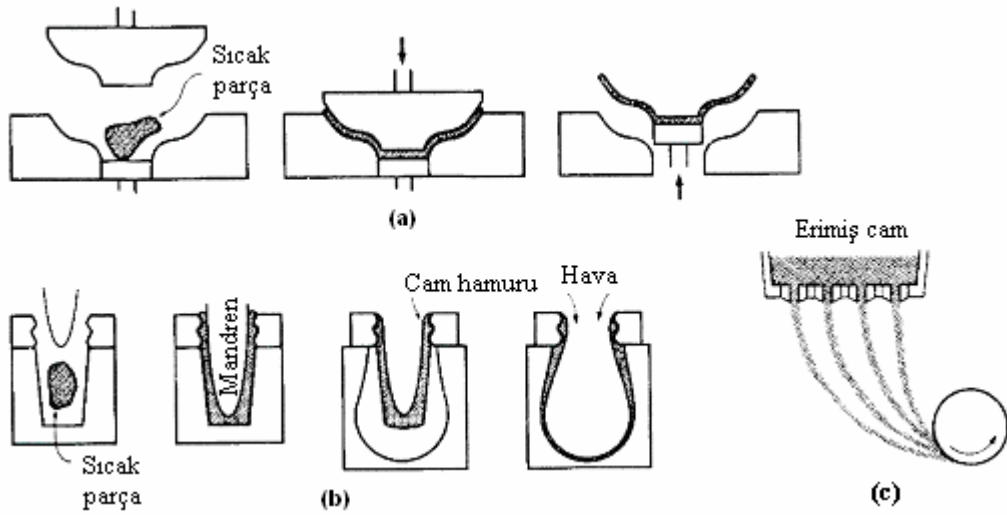
Şekil 3.1 Sıcaklık ve bileşimin camın viskozitesi üzerine etkisi [6].

Geniş optik lenslerde içeren bazı cam şekiller eriyik camın bir kalıp içerisine dökülmesiyle üretilirler.



Şekil 3.2 Levha ve plaka tipi camların üretiminde kullanılan bazı teknikler, (a) Sarma ve (b) camın erimiş kalay üzerinde yüzdürülmesi [6].

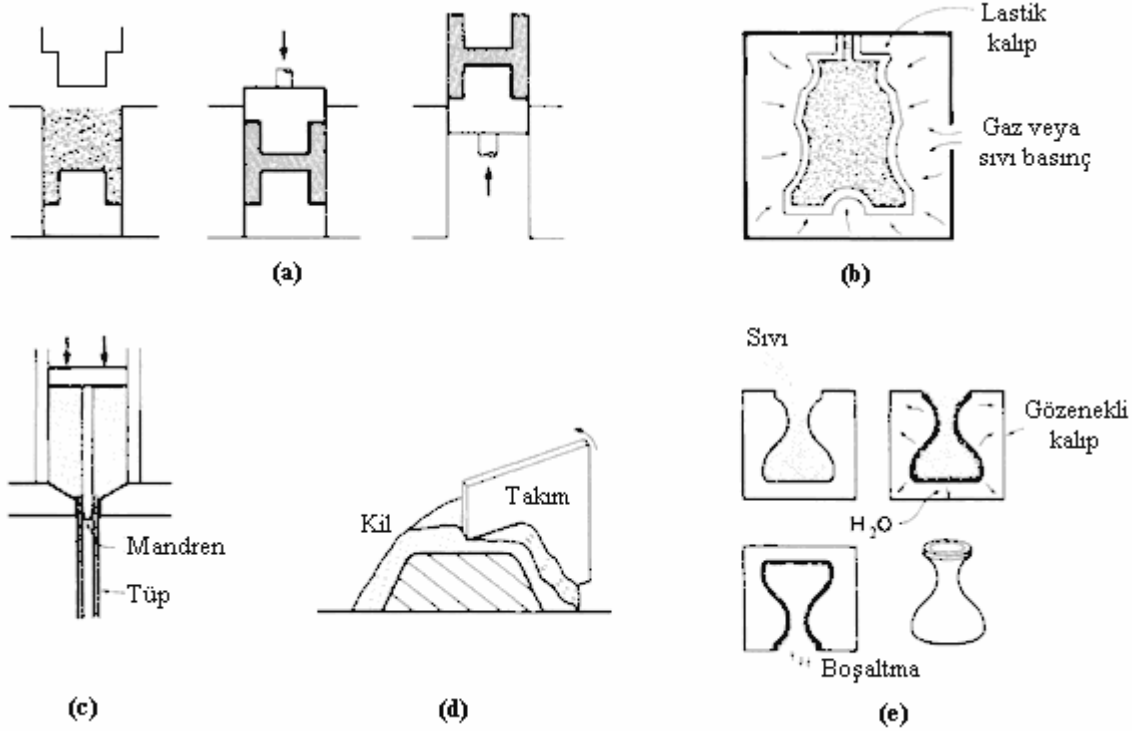
Kavanoz ve ışık lambaları gibi şekiller camın kalıp içerisinde preslenmesi, çekilmesi ve üflenmesi ile üretilirler (Şekil 3.3). Cam, işlenebilirlik sıcaklığına kadar ısıtılır (Şekil 3.1). Bu durum camın akıcı değil fakat şekillendirilebilir bir hal almasını sağlar.



Şekil 3.3 Cam malzemelerin üretiminde kullanılan teknikler: (a) Presleme, (b) pres ile önşekil verme ve kalıp içerisinde üfleme, (c) fiberlerin çekilmesi [6].

3.1.2 Kristalleşen Seramik Malzemelerin Şekillendirme Teknikleri

Parçacık ölçüsü kontrol edilmiş seramik tozlar genellikle su ile karıştırılır ve daha sonra bir şekle getirilir (Şekil 3.4). Yarı kuru olan karışım uygun dayanıma sahip preslenmiş ham tabletler oluşturmak için sıkıştırılır. Yüksek nemlilik karışımın daha plastik bir yapı almasına neden olur. Presleme, kalıpta çekme ve elle şekil verme gibi işlemlerinde içinde bulunduğu hidroplastik-şekillendirme bu plastik karışımlara uygulanabilir.



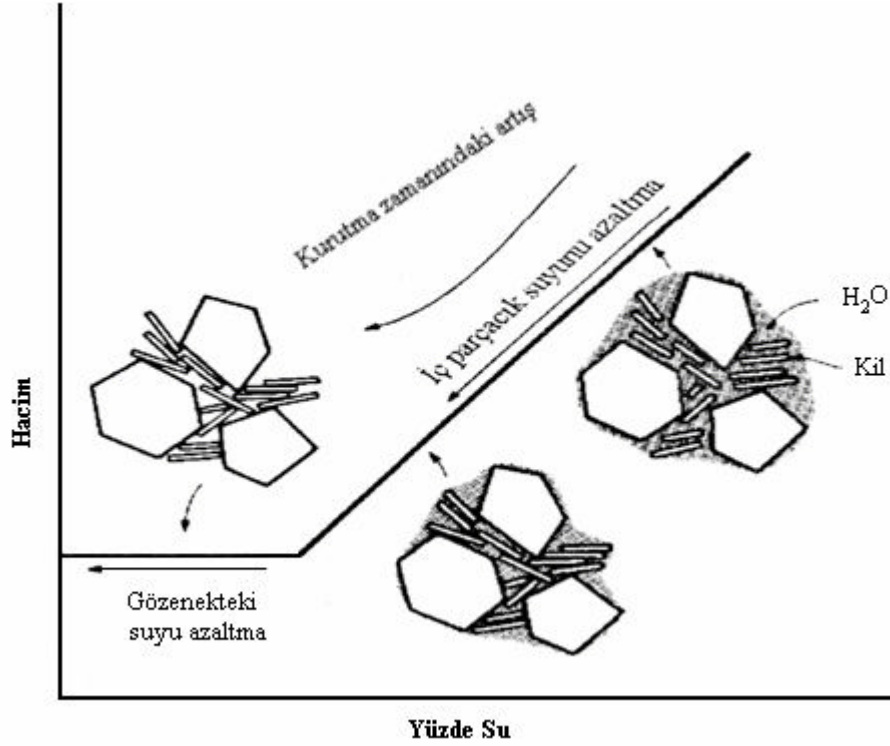
Şekil 3.4 Kristal seramiklere şekil verme işlemleri, (a) Presleme, (b) izostatik presleme, (c) kalıptan çekme (sıkma), (d) varyometre ve (e) asıltı dökümü (slip casting) [6].

Seramik tozlar içeren daha yüksek nemlilikteki karışımlar veya dökülebilir özellikteki bulamaç veya asıltı (slip) oluşturabilir. Asıltı gözenekli kalıp içerisine dökülür. Asıltı içerisindeki su, kalıp tarafından emilerek geride düşük nemliliğe sahip yumuşak bir katı bırakır. Yeteri miktarda su kalıp tarafından çekildiğinde istenilen kalınlıkta bir katı elde edilmiş olur. Akışkan haldeki emilemeyecek miktar asıltı kalıptan geri boşaltılır. Bu durum geride içi boş bir kabuk bırakır.

3.1.3 Toz Tabletlerinin Kurutulması

Seramik parçalar oluştuktan sonra fazla nem uzaklaştırılır. Kurutma sırasında büyük boyutsal değişiklikler oluşur (Şekil 3.5). Yüksek oranda büzülme kurutmanın başlangıç aşamasında parçacıklar arasındaki suyun buharlaşması sonucu oluşur. Kurutma sırasında

sıcaklık ve nem gerilim, çarpılma veya çatlak oluşumunu minimize etmek için dikkatli bir şekilde kontrol edilir.



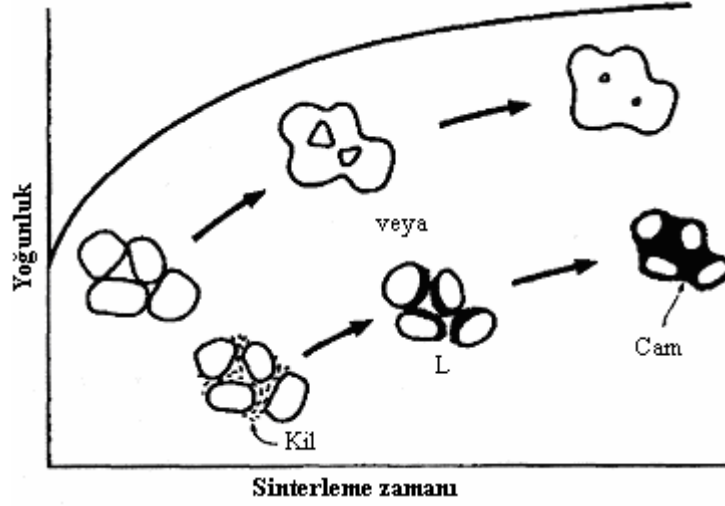
Şekil 3.5 Kurutma sırasında nem uzaklaştırıldığında seramik parçada hacimsel değişim. Boyutsal değişimler parçacıklar arası suyun uzaklaştırılması ile durur [6].

3.1.4 Toz Tabletlerin Sinterlenmesi

Pişirme esnasında seramik malzemenin sağlamlığı ve dayanımı artar. Pişirme diğer bir deyişle sinterleme, parçacıklar arası gözeneklerin küçülmesi ile birlikte seramik parçada ilave bir büzülmeye neden olur.

Sinterlenmiş mikroyapıda dört özelliğin kontrol edilmesi gerekir. Bunlar: Tane boyutu, gözenek ölçüsü, gözeneğin şekli ve camsı yapı miktarıdır. Bu işlem sinterleme sıcaklığı, parçacıkların başlangıç ölçüleri ve temizleyicilerin kontrolü ile mümkün olmaktadır.

Sinterlemenin ilk aşamasında iyonlar farklı taneler arasında köprü ve bağlantı oluşturacak şekilde tane sınırlarından ve yüzeylerinden parçacıkların temas noktalarına doğru ilerlerler (Şekil 3.6). Daha ileri aşamada tane sınırı difüzyonu gözenekleri kapatır ve yoğunluk artışına neden olur. Bu arada gözenekler küresel şekil alır. Başlangıçtaki çok ince parçacık ölçüsü ve yüksek sıcaklıklar gözenek büzülme hızının artışına neden olur.



Şekil 3.6 Sinterleme sırasında difüzyonun, parçacıklar arası bağlantı kurulmasına neden oluşunun ve böylece gözeneklerin kapanmasını sağladığının gösterimi [6].

Gözenekler çok küçük olduğunda bunları artık tane tutamaz ve tane büyümesi başlar. Gözeneklerin ileri derecede büzülüp küçülmeleri çok yavaş bir mekanizma olan hacimsel difüzyonu gerektirir. Sistem içerisine dağılmış ikinci bir fazın kullanılması tane büyümesini önler ve tam yoğunluk daha kısa bir zaman dilimi içerisinde elde edilebilir.

Pişirme sırasında sıkça rastlanan camsı bir yapı veya ergime oluşur. Seramik yapı içerisindeki akıcılar veya safsızlıklar geride kalan katı ile reaksiyona girerek tane sınırlarında sıvı bir faz oluşturur. Sıvı gözeneklerin yok edilmesine neden olur ve soğuma ile birlikte camsı yapıya dönüşür. Camsı fazın varlığı bağlayıcı olarak hizmet verir ve seramik bağlayıcısı olarak adlandırılır.

3.2 Seramiklerin Kullanım Alanları ve Özellikleri

Bu malzemeler için pek çok tür seramik malzeme ve uygulamaları mevcuttur.

3.2.1 Kil Ürünleri

Çoğu seramik malzemenin ana maddesi kil esastır. İçerisine kuvars gibi kaba taneli malzeme ve akıcı özelliğe sahip feldspat ilave edilir. Feldspatlar aralarında $(K, Na)_2O \cdot Al_2O_3 \cdot 6SiO_2$ 'de bulunduğu bir grup minerale verilen isimdir. Malzemeler su karıştırılarak şekillendirilir, kurutulur ve pişirilir. Yüksek kil içeriği şekillendirme özelliğini iyileştirir daha karmaşık seramik yapıların üretilmesini sağlar. Yüksek feldspat içeriği likidüs, ve buna bağlı olarak da pişirme sıcaklığını düşürür. Silis bir ölçüde sistemde "dolgu" malzemesi olarak yer alır.

Tuğla ve kiremitler istenilen biçimde preslenir veya kalıba şırınga edilir, daha sonra seramik bir bağ elde etmek için kurutulur ve pişirilirlir. Yüksek pişirme sıcaklıkları veya çok ince orijinal parçacık boyutu daha fazla camsı yapı oluşumu, daha az gözenek ve yüksek yoğunluk sağlar. Yüksek yoğunluk, malzemenin mekanik özelliklerini iyileştirir ancak bu durum aynı zamanda tuğla ve kiremit malzemelerdeki yalıtım özelliğini düşürür.

Çanak, çömlek gibi malzemeler gözeneksi yapıda olup, nispeten düşük sıcaklıklarda pişirme işlemine tabi tutulmuşlardır. Bu malzemelerde az oranlarda camsı yapı görülür, yüksek oranda birbirleri ile bağlantılı gözenekler vardır ve çanak çömlerler sızdırır. Bu gözenekli malzemeler geçirgen olmayan camsı bir yapı ile kaplanmalıdır.

Yüksek pişirme sıcaklıkları yüksek camsı yapı ve düşük gözenek sağlar, fayansı üretir. Yeraltı su ve kanalizasyon borularının yapımında kullanılan fayans sadece % 2 ile % 4 arası kapalı gözenek içerir.

Çini ve porselen de ise tam camsı yapının elde edilebilmesi için daha yüksek pişirme sıcaklıkları gerekir.

3.2.2 Refrakterler

Refrakter malzemeler, yüksek sıcaklıklarda yüksek orandaki gerinimlere dayanmak zorundadır. Yüksek ergime noktalarına sahip çoğu saf seramik malzemeler refrakter sınıfına girerler. Buna karşın saf oksit refrakterler pahalıdır ve istenilen şekillere getirilebilmeleri zordur. Bunun yerine bilinen refrakterler, pişmiş kil (grog) olarak adlandırılan kaba oksit parçacıklarının daha ince refrakter parçacıkları ile bağlanmalarından meydana gelir. İnce malzeme, pişirme sırasında eriyerek bağlayıcılık özelliği sağlar. Tipik bir refrakter tuğlası yalıtkanlığını arttıracak şekilde % 20 ila 25 görünen gözenek içerir.

Oksit refrakter malzemeler asitik, bazik ve nötr olarak üç grupta sınıflandırılabilir (Tablo 3.1).

Yaygın olarak kullanılan asidik refrakterler ateş killerini veya silis alümina seramiklerini içerirler. Saf silis iyi bir refrakter malzeme olup erimiş metallerin içerisinde döküldüğü pota yapımında kullanılır. Bazı uygulamalarda küçük miktardaki boron-oksit erilmek sureti ile silis parçacıklarını birbirlerine bağlar ve seramik bir bağ oluşur.

% 3 ile % 5 oranlarında alümina silise katıldığında çok düşük ergime sıcaklığına sahip bir seramik oluşumuna neden olur, bu ise refrakter olarak kullanıma uygun değildir. Örneğin; kaolinit kilinin eklenmesi ile alümina içeriğindeki artış ateş kilinin refrakterlik özelliğini yükseltir.

Tablo 3.1 Tipik refrakterlerin kompozisyonları [17].

Refrakter	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO	Fe ₂ O ₃	Cr ₂ O ₃
Asidik					
Silis	95–97				
Yüksek performans ateş tuğlası	51–53	43–44			
Yüksek alümina ateş tuğlası	10–45	50–80			
Bazik					
Magnezit			83–93	2–7	
Olivin	43		57		
Nötr					
Kromit	3–13	12–30	10–20	12–25	30–50
Kromit-magnezit	2–8	20–24	30–39	9–12	30–50

Ateş killeri tipik olarak camsı silis yapıdadır. Buna karşın yüksek alümina içeren ateş killerinde artan oranlarda mullit oluşur. Bu durum refrakterlerin yüksek sıcaklığa karşı dayanımlarını artırır, sertlikte ve mekanik özelliklerde de bir artışa neden olur.

Bazik refrakterler saf magnezyum oksit (MgO), magnezit (MgO'ce zengin), dolomit (MgO ve CaO), ve olivini (Mg₂SiO₄) içerir. Bazik refrakterler asidik refrakterlerden çok daha pahalıdır. Bununla birlikte çelik üretimi ve bilinen bazı yüksek sıcaklık işlemlerinde bazik refrakterler metal ile uyumluluk sağlanması açısından kullanılmak zorundadır.

Nötr refrakterler, kromit ve kromit-magneziti içeren malzemelerdir. Asidik ve bazik refrakterler birbirleri ile etkileştikleri için bu refrakterler asidik ve bazik refrakterlerin ayrıştırılmasında kullanılabilirler.

Diğer refrakter malzemeler zirkon dioksit (ZrO₂), zirkon (ZrO₂.SiO₂) ve çok çeşitli nitrür, karbür, borit ve grafiti içerir. Yüksek sıcaklık ve oksitlenmeye karşı direnci iyi olmayan TiC ve ZrC indirgeme malzemesi olarak kullanılmaları daha uygundur. Buna karşın silisyum karbür (SiC) bir istisnadır. Silisyum karbür yüksek sıcaklıklarda oksitlendiğinde yüzeyde ince bir SiO₂ tabakası oluşur ve bu tabaka SiC'ün 1500 °C derecelere kadar daha fazla oksitlenmesini önler. Nitrürler ve boritler yüksek ergime derecesine sahiptirler ve oksitlenmeye karşı daha az eğilim gösterirler. Bazı oksitler ve nitrürlerin jet motorlarında kullanılması mümkündür. Grafit, sıcaklık ile birlikte dayanımının da artması nedeni ile özel bir malzemedir.

3.2.3 Elektriksel ve Manyetik Seramikler

Seramikler çok çeşitli elektriksel ve manyetik özellikler sergilerler. SiC'de içeren bazı seramikler rezistör ve fırın ısıtıcı element malzemesi yapımında kullanılırlar. Diğer bazı seramikler yarı-iletkenlik davranışına sahiptirler ve termistör ve redresör yapımlarında kullanılırlar.

Baryum titanatı da içeren diğer bazı grup seramikler, üstün dielektrik, piezoelektrik ve ferroelektrik davranışlar gösterirler. Özellikle baryum titanatın piezoelektrik davranışları malzemeyi kondansatör ve dönüştürücüler için cazip hale getirmektedir.

Çoğu kil yapılar üstün elektriksel yalıtım özelliklerine sahiptirler. Genellikle elektriksel yalıtıcı malzemeler çok düşük miktarlarda gözenekler içermelidir, bu nedenle kil porselen ve cam gibi tamamen sırlı kil parçaları yüksek voltajlarda elektriksel yalıtkan olarak kullanılırlar. Buna karşın otomobil bujilerinde olduğu gibi yüksek frekans altında yüksek sıcaklık dayanımı istendiğinde, kristal alümina çok daha iyi performans gösterir.

3.2.4 Camlar

Bilinen pek çok ticari camlar silis esaslıdır ve ergime derecesinin düşürülmesi ve şebeke şeklindeki iç yapıyı bozmak için içerisine soda gibi modifiye ediciler katılır. Camın su içerisindeki yüksek çözünürlüğünü önlemek için kalsiyum oksit eklenir. Bilinen çoğu camlar yaklaşık % 75 SiO₂, % 15 Na₂O ve % 10 CaO içeren sodalı ve kireçli camlardır.

İyileştirilmiş optik kalite cam, % 30 PbO içerdiğinde elde edilir. İçerisinde % 15 B₂O₃ bulunan camlar üstün kararlılığa sahiptirler cam laboratuvar malzemeleri ile Payreks camı üretiminde kullanılırlar. % 20 Al₂O₃ ve % 12 MgO içeren alüminyum silikat camlar ve % 3 B₂O₃ içeren yüksek silisli camlar yüksek sıcaklıklarda üstün dayanım gösterirler ve ısı veya ısı şoka karşı koruma sağlarlar. Tipik cam bileşimleri Tablo 3.2'de verilmiştir.

3.2.5 Isı Seramikleri

Alışılmamış bazı özellikler pek çok küçük kristalin çekirdeklenmesi ve büyümesi için bir camın donuklaşması kontrol edildiğinde elde edilir. İşlemin birinci basamağı, camsı yapıda birçok çekirdek oluşması için camın düşük sıcaklıklarda ısıtılmasıdır. Çekirdeklenme oluştuktan sonra çekirdeklerin büyüüp kristale dönüşmesini teşvik için sıcaklık arttırılır.

3.2.6 Emayeler ve Sırlama

Emaye ve sırlama oluşturan malzemeler seramik malzemenin yüzeyi ile sızdırmaya karşı koruma sağlamak, estetik görünüm kazandırmak ve bazı özel amaçlar için eklenir. Emaye

ve sırlama işi metallere de uygulanabilir. Emaye ve sırlar kil ürünlerinden olup pişirme sırasında kolayca camı bir yapıya dönüşürler. Sıkça kullanılan bileşim $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ 'tir.

Emaye ve sırlama içerisindeki diğer minerallerin eklenmesiyle değişik renkler üretilebilir. Zirkonyum silikat beyaz sırlı yapı sağlar, kobalt oksit sırlı yapıyı mavi renge dönüştürür, krom oksit yeşil renk üretir, kurşun oksit sarı renk üretir ve kırmızı rengin elde edilmesi selenyum ve kadmiyum sülfat ile olur.

Yüzeyde oluşan çatlaklar veya yüzey çizgileri, sırlama ve emayeleme işlemlerinde karşılaşılan problemlerdendir. Bu durum sırlama malzemesi ısıl genleşme katsayısının üzerine kaplandığı seramik malzemedan farklı olduğunda görülür.

Tablo 3.2 Tipik cam malzemelerin yüzde bileşimleri [18].

Camlar	SiO_2	Al_2O_3	CaO	Na_2O	B_2O_3	MgO	PbO	Diğerleri
Erimiş silis	99							
Vikor	96				4			
Payreks camı	81	2		4	12			
Cam kavanozlar	74	1	5	15		4		
Pencere camı	72	1	10	14		2		
Tabaka camlar	73	1	13	13				
Ampuller	74	1	5	16				
Fiberler	54	14	16		10	4		
Termometre	73	6		10	10			
Kurşunlu cam	67			6			17	$10\text{K}_2\text{O}$
Kristal	50			1			19	13BaO , $8\text{K}_2\text{O}$, ZnO
Mercek camı	70			8	10			2BaO , $8\text{K}_2\text{O}$

3.2.7 Cüruf ve Akıcılar

Metaller ergitilme veya saflaştırılma işlemlerine tabi tutulduklarında ergimiş metalin yüzeyinde cüruf halde yüzer, oksitler oluşur. Cüruf yapıcı malzemenin kompozisyonu dikkatli bir biçimde ayarlanırsa cüruflar metallerin kristal yapıda inceltme ve saflaştırma işlemlerine yardımcı olurlar. Bu nedenle akıcılar cüruf içerisine şu nedenlerle katılırlar:

1. Ergime derecesini düşürmek ve böylece cürufun akışkanlığını arttırmak için,
2. Daha iyi bir inceltme işleminin gerçekleşmesini sağlamak için (Örneğin CaO ve CaF ergimiş metal ve dökme demirden fosforun atılması için kullanılır.),
3. İçerisinde erimiş metal bulunan refrakterlerin zararlı etkilerden korunması için. Asidik refrakterlerin içerisinde sıvı metallerin tutulması durumunda örneğin SiO_2 ve Al_2O_3 gibi asit oksitler, sıvı cürufun asit özelliği ve metal ile uyumluluk göstermesi için eklenebilir.

Bu kullanım alanları dışında pek çok yerde seramiklerin kullanımını söz konusudur. Saatlerde ve benzeri cihazlarda mücevher rulmanları olarak safir (alümina) kullanılır. Bazı bilye yataklarında ise SiN kullanılır. Ayrıca seramikler; mekanik contalar, aşınma levhaları, gelişmiş ısı motorları, tıbbi protezler gibi alanlarda da kullanılmaktadırlar [19].

4. CAM-SERAMİKLER

Cam-seramikler, kristalleşmeye uygun camların çekirdeklenme ve kristal büyütme aşamalarından oluşan kontrollü kristalleşmesi ile üretilen malzemelerdir. Bileşim ve ısı işlem koşullarının uygun olarak seçilmesi ile amorf olarak üretilen camın mikro yapısında ince taneli ve düzenli dağılmış kristaller içeren gözeneksiz malzemelerin üretimi mümkündür. Değişik mühendislik uygulamaları için geliştirilen birçok cam-seramik sistemi vardır [7].

Cam-seramiklere vitrosramik veya Pyroceram'da denmektedir. Cam-seramiklere biçim kazandırıldıktan sonra tekrar ısı işlem uygulanır. Bu sırada kristalin form yapısında çak ya da az tam dönüşme meydana gelir. Bundan dolayı daha sonra ısı işlem ile tekrar şekil verilemez. Bileşiminin ve ısı işlemin uygun seçilmesiyle düşük ısı genleşme, yüksek mekanik dayanım ve daha iyi mekanik işlenebilirlik gibi nitelikli malzemeler imal edilebilir [5].

Cam-seramikler; özel bileşimlere sahip camların kontrollü kristalleşme ile üretilen, camlardan çok daha yüksek mekanik mukavemete ve darbe direncine, daha yüksek refrakterlik özelliğine ve daha düşük ısı genleşme katsayısına sahip olabilen çok kristalli malzemelerdir [7].

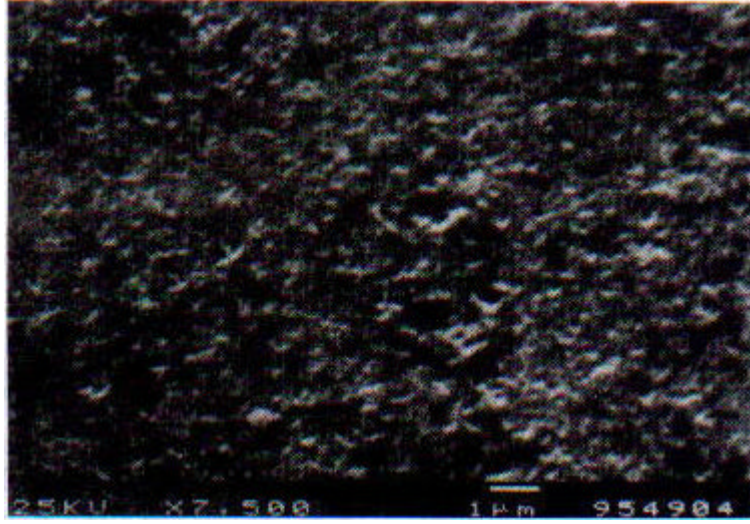
4.1 Cam-Seramik Malzemeler

Camlarda kristalleşme ile ilgili ilk bilgiler Fransız kimyacı Reamur tarafından 1739 yılında yapılan bazı deneylere dayansa da, cam-seramiklerin tanımlanabilir ve tekrarlanabilir özelliklere sahip olarak ticari bir ürün şeklinde üretilmeleri bu çalışmalardan yaklaşık 200 yıl sonra A.B.D.'nde Corning Glass Works'da yapılan araştırmalar sonucu olmuştur [8,20].

Camdan cam-seramik malzemeye dönüşümü sağlayan kristalleşme, cam içerisinde kristal fazların çekirdeklenme ve büyümelerini sağlayan uygun ve dikkatli bir ısı işlem programı ile elde edilir. Bu malzemelerde genellikle 1µm dolayında ve 1 µm'den daha küçük kristaller mevcuttur. Bu küçük kristallerin yanı sıra ısı işlem koşullarına ve camın bileşimine bağlı olarak artık kalan kalıntı cam fazlar da bulunmaktadır [8,21,22]. Şekil 4.1'de doğal volkanik bazalt kayalarından üretilen cam-seramiklere ait bir mikroyapı görülmektedir [23].

İçyapıları cam malzemedeki kristalleşme sonucu oluştuğundan cam-seramik olarak isimlendirilirler. Ana cam içinde çökelen kristallerin boyutlarının küçük olması bu tür malzemelerin tokluk, darbe dayanımı, aşınma gibi mekanik özelliklerini iyileştiren en önemli etkidir. İstenilen büyüklüklerde ve düzenlerde kristal oluşumunu sağlamak için 1 cm³ hacimde yaklaşık 10¹²-10¹⁵ çekirdek oluşumu gerekmektedir. Bu yoğunlukta ve çoklukta çekirdek sıklığı elde etmek için camın ergitilmesi ve şekillendirilmesi süreci sırasında çeşitli katkı

(çekirdeklendiriciler) kullanılır. En önemlileri TiO_2 , Cr_2O_3 , ZrO_2 ve P_2O_5 oksitleri ile platin grubu metalleri, diğer asil metaller ve flüoritler olan bu katkıları; çekirdeklenme merkezi etkisi göstererek camın kristalleşme sırasında bir veya daha fazla sayıda kristal fazın çökmesi sağlanır. Bu büyümenin morfolojisi çeşitli biçimlerde (dendritik, çubuk, levha, spiral, lamelar, sferülit, epitaksal) olabilir [8,21-25].



Şekil 4.1 $700^{\circ}C$ 'de 1 saat çekirdeklenme $+1000^{\circ}C$ 'de 4 saat kristal büyüme ısı işlemi görmüş ve %2,5 HF içeren etanolda 90 sn dağlanmış bazalt cam-seramiğin mikroyapı görüntüsü.

Geleneksel cam şekillendirme yöntemleri ile üretilen cam-seramik malzemelerde amaç, kullanılan çekirdeklendiriciler ile ısı işlem sıcaklık ve süresinin optimize edilerek, amorf olarak üretilmiş camın mikro yapısında ince taneli ve düzenli dağılmış kristallerin elde edilmesidir [8,20,22,24-26].

4.2 Cam-Seramik Üretimi

4.2.1 Klasik Cam-Seramik Üretim Yöntemi

Klasik cam-seramik üretimi; homojen bir camın hazırlanması, istenilen şekilde şekillendirilmesi ve cam-seramiğe dönüştürülmesi için kontrollü ısı işlem sürecinin uygulanarak kristalleşmesi aşamalarından oluşur.

4.2.1.1 Cam Üretimi

Cam-seramik üretimi uygun özelliklere sahip camların üretimi ile başlar. Cam üretiminde kullanılan birçok hammadde vardır. Hammadde seçiminde dikkat edilmesi gereken en önemli noktalar; saflığı, fiyatı ve basit bileşimli olmasıdır. Ayrıca hammaddelerin hazırlanması, karıştırılması ve ergime dereceleri de göz önünde bulundurulması gereken faktörlerdir. Camın ergime ve işleme özellikleri ile cam-seramiğin fiziksel ve mekanik özellikleri cam bileşimi ile kontrol edilir. Küçük miktarlardaki safsızlıklar bile camların ve cam-seramiklerin özelliklerini etkileyebilir. Bu nedenle cam üretiminde kullanılan başlangıç malzemelerinin mutlaka yüksek saflıkta olması gerekir. Başlangıç malzemeleri (hammadde) tartılıp karıştırıldıktan sonra cam fırınında ergitilirler. Ergitme küçük çaplı üretimlerde potalarda, büyük miktardaki üretim için tank fırınlarında cam bileşimine bağlı olarak 1250-1600°C sıcaklıkları arasında yapılır. Refrakter olarak yüksek kaliteli mullit esaslı refrakterler, mullitzirkon refrakterleri ve bazı bileşimler için platin kaplı potalar kullanılır.

4.2.1.2 Camın Şekillendirilmesi

Camlara şekil vermede kullanılan teknikler, cam-seramik üretiminde kullanılacak camların şekillendirilmesinde de kullanılmaktadır. En basit teknik döküm olup bunun yanı sıra; haddeleme, çekme, üfleme, presleme gibi tekniklerle levha, şerit, boru, tüp veya çubukların üretimi mümkün olmaktadır. Üretilen camlarda soğuma sırasında meydana gelen gerilmeleri gidermek için kristalleşme ısıl işleminde önce gerilme giderme tavlama yapılır. Tavlama sıcaklığında camın viskozitesi 10^{12} - 10^{14} poise'dir.

4.2.1.3 Camın Kontrollü Kristalleşme Isıl İşlemi

Cam-seramik üretiminde ısıl işlem sürecinin amacı, camı orijinal cam özelliklerinden çok daha iyi özelliklere sahip mikrokristalli seramiğe dönüştürmektedir. Burada geliştirilmek istenen en önemli özellik, mukavemet ve aşınma özellikleridir. Mukavemetin artırılması, ince taneli bir mikroyapının oluşturulması ile sağlanır.

Daha az ve daha kaba kristaller üretmek yerine, daha sık ve daha ince kristaller üretme hedefi ısıl işlemin çekirdeklenme kademesinde daha dikkatli ve daha kontrollü olunmasını da beraberinde getirir. Isıtma kademesi boyunca camın bileşimi çökelen değişik kristallere bağlı olarak değişmekte ve pek çok durumda kristalleşme, kalıntı cam fazının refrakterlik özelliğini arttırmaktadır. Isıl işlem sırasındaki ısıtma ve soğutma hızı çok önemlidir ve dikkatli bir şekilde kontrol edilmelidir. Isıl işlem sırasında oluşan bazı kristal fazların yoğunluğunun orijinal cam faza göre değişebilmesinden dolayı, cam ile kristal fazlar arasında oluşan gerilmelerin cam-

seramiklerde çatlama ve kırılmalara yol açmasını önlemek için hızlı ısıtmadan kaçınılmalıdır. Yavaş ısıtma sayesinde bu gerilmeler cam fazın viskoz akışkanlığı ile önlenir [8].

4.2.2 Toz Yöntemleri İle Cam-Seramik Üretimi

Klasik cam ve cam-seramik hazırlamaya alternatif bir üretim yöntemi toz tekniğidir ve tozların preslenip sinterlenmesi ile gerçekleşmektedir. Bu yöntemin geleneksel seramiklere göre farkı başlangıçtaki tozların amorf olmasıdır. Bu yöntemde fırınlarda ergitilmiş olan sıvı cam su içerisine dökülerek hızlı bir şekilde soğutulur. Küçük taneler halinde elde edilen camlar öğütülerek toz haline getirilir. Bu şekilde cam-seramik üretiminde kullanılan tozlar genellikle 1-30 µm arasında değişen tane boyut dağılımına sahiptirler.

Preslenen cam tozlarının sinterlenmesiyle cam-seramik üretiminde iki yol izlenir. Birinci yöntemde preslenen cam malzeme camsı bir yapı olacak şekilde sinterlenir ve daha sonra ısı işlem uygulanır. Diğer yöntemde ise, sinterleme adımı için kullanılan aynı pişirme süreci boyunca kontrollü çekirdeklenme ve kristalleşme meydana gelir. Tozların direk sıcak preslenmesiyle de bir safhada cam-seramik üretmek mümkündür. Bu, camların akışkanlığı ile gerçekleşir ve sinterleme sıcaklığı camların yumuşama ve oluşum sıcaklıkları arasındadır. Kristallerin oluşumu, cam tanelerinin kırılma yüzeyinde tüm numune boyunca homojen bir şekilde gerçekleşir. Fakat burada, presleme sırasında sinterleme ve kristalleşmenin birlikte gerçekleştirilebilmesi için şartların çok iyi ayarlanması ve kontrol edilmesi gereklidir [27,28].

Camların ve cam-seramiklerin diğer bir üretim yöntemi ise sol-jel tekniğidir. Bu yöntemin geleneksel cam üretiminden farkı; yüksek sıcaklıklarda eriyikten değil, oda sıcaklığında çözeltilerden yola çıkılmasıdır. Bu yüzden, bu yöntem soğuk metot olarak da tanımlanmaktadır. Başlangıç malzemeleri genelde alkoksitler ve metal tuzlarıdır. Su, asit veya alkol ile karıştırılarak hazırlanan çözeltiler hidroliz ve kondenzasyon reaksiyonları sonucu jel haline dönüşür. Daha sonra jeller ısı işlemine tabi tutularak cam haline dönüştürülür. Bu yöntem ile büyük boyutlu camların elde edilmesinde zorluklar vardır. Hidroliz ürünlerinin ve organik kalıntıların kurutma ile uzaklaştırılması sırasında numunede çatlaklar oluşabilir. Sol-jel yöntemiyle elde edilen amorf tozların preslenip sinterlenmesiyle cam-seramik üretilir. Sol-jel ile üretilen cam tozlarından cam-seramik üretiminde, yukarıda bahsedilen presleme+sinterleme+ısı işlem, presleme + sinterleme veya sıcak presleme yollarından birisi izlenir. Sol-jel tekniğinin geleneksel klasik cam üretimine karşı en önemli avantajları; başlangıç malzemelerinin çok temiz olmasının yanı sıra molekül bazında karıştırılmasından dolayı çok saf ve temiz camların elde edilebilmesiyle, çok daha düşük sıcaklıklarda camların üretilmesidir. Ayrıca, sol-jel tekniği kullanılarak fiber takviyeli cam-seramiklerin üretimi de mümkündür [27,29].

4.3 Cam-Seramik Üretimi İçin Cam Seçimi

4.3.1 Camın Ergime ve İşlenme Özellikleri

Ergime özellikleri açısından kullanılan camın ekonomik olarak ergitmeye ve döküme uygun olması gerekir. Genel olarak ergime sıcaklığının üst sınırının 1600 °C'yi geçmemesi gerekir. Camın ergime sıcaklığını ve viskozitesini düşürmek için de belirli oranlarda alkali ilavesi yapılır. Ancak alkali ve toprak alkali oksitler, refrakterler ile reaksiyona girmektedir. Bununla birlikte, TiO_2 , FeO , Fe_2O_3 , MoO_3 , WO_3 gibi bazı çekirdeklenme elemanları da fırın atmosferine karşı duyarlı olup, redüklenme eğilimi gösterebilmektedir. Bu nedenle camın kontrollü şartlarda ergitilmesi gereklidir.

4.3.2 Camın Kimyasal Kararlılığı

Cam-seramiklerde kimyasal kararlılığı belirleyen, cam-seramikteki kristal fazların türleri ile kalıntı cam fazının hacim oranı ve bileşimidir. Kristal ve cam fazın, su ve diğer kimyasal maddelere karşı davranışı cam-seramiğin kimyasal kararlılığını belirlemektedir. Cam-seramiğin üretildiği camın kimyasal kararlılığı yüksek ise cam-seramiğin de kimyasal kararlılığı yüksek olmaktadır. Bu yüzden sodyum ve potasyum oksit gibi cam kararlılığını düşüren oksitlerin yüksek oranda yer alması istenmez iken; MgO , CaO gibi toprak alkali oksitler ile Al_2O_3 ve ZnO camın ve cam-seramiğin kimyasal kararlılıklarını arttırmaktadır.

4.3.3 Camın Kristalleşme Özelliği

Camdan beklenen en önemli özellik uzun kristalleşme sürelerine ihtiyaç göstermeden uygun özelliklere sahip kristalleri verebilmesidir. Bazı camların kristalleşmeleri imkânsız olmasa bile çok zor olmakta ve uzun sürelere ihtiyaç göstermektedir. Örneğin potasyum alümina silikat camlarında $K_2O.Al_2O_3.6SiO_2$ fazının kristalleşmesi çok zor olmakta ve bu nedenle cam-seramik üretimi için uygun olmamaktadır. Camın ağ yapısını düzenleyici oksitler yüksek oranda bulduklarında kristalleşme kolaylaşmaktadır. Ancak düzenleyici oksitlerin miktarı camın soğutulması sırasında kontrolsüz kristalleşmeye yol açacak kadar olmamalıdır. Li_2O , ZnO , CaO , BaO , Na_2O ve K_2O düzenleyici olarak kullanılırlar [8].

4.4 Cam Seramiklerin Özellikleri

4.4.1 Mikroyapı

Cam-seramiklerin en belirgin özelliği, oldukça ince ve küçük tanecik büyüklüğüne sahip olmalarıdır. Aynı zamanda, ideal polikristal yapılardır. Bundan dolayı, çok iyi dokuda ve sertliktedirler. Rasgele yönelmişlerdir.

Ortalama kristal büyüklüğü birkaç mikrondan büyük değildir. Bu değer yaklaşık olarak 200–300 Å'dür. Camların kristalleşmesiyle oluşan bazı malzemeler daha büyük ortalama tanecik boyutlarına sahiptirler. Bu durumda çekirdeklenme yoğunluğu azdır ve kristal büyüme küresel yapıdadır. Fakat bu tipte oluşan çoğu yapılar iyi mekanik dayanıklılığa sahip değildir.

Düşük genleşmeli cam-seramikler için kristal fazların hacim oranları 0,86 – 0,90 arasındadır. Bu durumda, geri kalan artık cam hacim oranı 0,1 bölgesinde olacaktır.

Cam seramik malzemelerde kristal fazların hacim oranının düşük olması, malzemelerin sıvı fazların etkisinde olduğuna işaret eder. Bu düşük değer 0,35-0,40 aralığından daha az olması anlamına gelir. Hacim oranlarının eşit olması iki fazın birbirleri içine saçılarak örgü oluşturmasına neden olur. Kristal fazların oranlarının fazla olması, komşu kristallerin arasında ince bir katman olarak kalmasına veya bazı durumlarda tane sınırlarında izole olmuş cepçikler şeklinde kalmasına sebep olur.

Cam-seramiklerdeki kristaller zorların olmadığı şartlar altında homojen sıvı (cam) fazların çökmesi yoluyla oluşmalarından dolayı rasgele yönelmişlerdir. Yönelimlerin olmaması cam-seramiklerin izotropik olması anlamına gelir. Hatta farklı kristalografik yönlerde kristallerin varlığı, farklı özelliklere sahip olmasını sağlayabilmesine rağmen bunlar cam-seramik içinde ortalama davranış gösterirler.

4.4.2 Cam Seramiklerin Mekanik Özellikleri

Malzemelerin mekanik dayanıklılığının bilinmesi özel uygulamalarda kullanılabilmeleri için oldukça önemlidir. Örneğin, ani sıcaklık değişimlerine karşı koyabilmesi mekanik dayanıklılıkla yakından ilgilidir. Cam malzemelerin sadece normal çevre sıcaklık şartlarında mekaniksel dayanıklılık göstermesi istenmeyebilir. Artan sıcaklığa karşı veya ani sıcaklık farklarında bile dirençli olması istenebilir. Bu nedenle cam-seramiklerin dirençlerinin oluşum süreciyle ve hangi dış faktörlerle etkilendiklerinin bilinmesi gereklidir.

Oda sıcaklığındaki cam-seramikler sıradan camlar ve seramikler gibi kırılğan malzemelerdir. Bu yüzden kırılana kadar mükemmel elastik davranış gösterirler ve çatal biçiminde çatlamlar.

4.5 Cam-Seramiklerin Kullanım Alanları

Cam-seramiklerin mühendislik seramikleri olarak ifade edilen genel malzemeler sınıfı içerisinde yer aldığı kabul edilir. Mühendislik bakımından seramiklerin yük altında, özellikle çekme gerilmesi altında kırılma eğilimi sürekli olarak üzerinde durulan bir konudur. Bu nedenle, seramik bir malzemeyi kullanma ihtiyacı ortaya çıktığı zaman tasarımcılar çok dikkatli davranırlar ve son çare olarak bu malzemeleri kullanırlar. Cam-seramikleri de içerisinde alan seramik malzemeler grubu, genellikle mühendislik uygulamalarında kullanılan malzemelerdir. Diğer herhangi bir malzeme grubununkinden benzemeyen ve bu malzemelerin karşılayamayacağı sertlik, aşınma direnci, oksidasyona, korozyona ve yüksek sıcaklıklara dayanım, boyutsal kararlılık, optik ve diğer geçirim karakterlerinin yanı sıra elektriksel özelliklerinden dolayı özel birtakım uygulamalarda kullanılırlar [26].

Cam-seramik malzemeler genellikle saf tozlardan üretilmektedir. Teknolojinin gelişmesine paralel olarak artan sanayi tesislerinin atıklarının değerlendirilmesi son zamanlarda üzerinde çok çalışılan konuların başında gelmektedir. Termik santral atık uçucu külleri, demir-çelik yüksek fırını ve kupol ocağı curufları, hidrometalurjik tesislerin atıkları, cam fabrikalarının atıkları, filtre tozları ve doğal volkanik kayaların cam-seramik malzemelerin üretiminde kullanımına yönelik birçok araştırma yapılmaktadır. Bu doğal ve atık malzemelerin birbiriyle değişik oranlarda birleşimi ve çeşitli çekirdeklenme katalistlerinin ilavesi ile hazırlanabilen cam-seramik malzemeler, yeni kristal fazların ve değişik özelliklerde malzemelerin elde edilmesine olanak sağladığı için bilimsel çalışmalar açısından büyük önem taşımaktadır.

Günümüzde cam-seramikler; metallere nazaran üstün aşınma ve korozyon dayanımı, camlara göre üstün tokluk ve darbe direnci özelliklerinden dolayı mutfak malzemesinden yer döşemesine kadar günlük kullanım alanlarının yanı sıra, füze başlığından teleskop aynasına, koruyucu seramik kaplamalardan uzay araçlarının radar cihazlarındaki kubbelere ve vücut protezlerine kadar sayısız ileri teknoloji alanlarında uygulamaya sahip malzemelerdir [23].

Lityum-alüminyum silikat cam-seramikleri (LAS); düşük, sıfır veya negatif termal genleşme katsayılarına sahip olduklarından dolayı çok üstün termal ve kimyasal kararlılığa sahip olup, araştırmalarda ve ticari amaçlı kullanımlarda çok önemli bir yere sahiptirler. Fırın camları, dayanıklı mutfak gereçleri yapımında kullanılmaktadırlar [30].

5. JOHNSON-MEHL-AVRAMI-KOLMOGOROV (JMAK) KİNETİKLERİ

5.1 İzotermal JMAK Kinetikleri

DSC ve DTA ölçümlerinden elde edilen sonuçlar kullanılarak malzemenin aktivasyon enerjisi (E), reaksiyon hızı (k) ve Avrami üsteli (n) gibi parametrelerin hesaplanması ve bu hesaplanan kinetik parametrelere göre malzemenin kristalleşmesi kolaylıkla yorumlanabilir. Bu kinetikler başta Johnson, Mehl ve Avrami tarafından tasarlanmış, daha sonra Kolmogorov ve en sonunda Erofeev ve Mitzkevich tarafından benzer biçimde geliştirilmiştir. Buna göre temel olarak; bir t süresinde dönüşen hacim kesiti zamanın bir fonksiyonu olarak şu şekilde ifade edilir [31-36]:

$$x = 1 - \exp \left[-g \int_0^t I_v \left(\int_{t'}^t u d\tau \right)^m dt' \right] \quad (5.1)$$

Burada g, geometrik faktör, I_v birim hacim başına çekirdeklenme frekansı, u kristal büyüme oranı (hızı) ve m ise kristalin büyüme morfolojisine bağlı boyutsuz, üstel bir ifadedir. m üsteli büyüme mekanizmasına bağlı olarak tamsayı veya buçuklu sayı olabilir. Ara yüzey kontrollü büyüme için değerler 1, 2, 3 değerlerinden biridir. Buradaki sayılar sırasıyla 1, 2 ve 3 boyutta büyümeyi ifade eder. Difüzyon kontrollü büyüme için u'nun $t^{-1/2}$ ile azalacağından dolayı burada ise sırasıyla 1/2, 1, 3/2 değerlerinden birini alır [32-34].

Sabit sıcaklıkta kristalleşme ve reaksiyon kinetikleri genelde iyi bilinen Johnson-Mehl-Avrami (JMA) denklemi ile ifade edilir:

$$-\ln(1-x) = (kt)^n \quad (5.2)$$

Burada $n = m + 1$ ve k ise reaksiyon oran sabiti (reaksiyon hızı) çekirdeklenme ve büyüme ile alakalı Avrami parametreleridir. Belirli sıcaklık aralıkları içinde k'nın sıcaklığa bağlılığı Arrhenius denklemi ile ifade edilebilir:

$$k = k_0 \exp \left(-\frac{E}{RT} \right) \quad (5.3)$$

Burada E aktivasyon enerjisi, k_0 frekans faktörü, R evrensel gaz sabiti ve T mutlak sıcaklıktır. Bu denklemi logaritmik biçimde yazacak olursak;

$$\ln[-\ln(1-x)] = n \ln k + n \ln t \quad (5.4)$$

İzotermal koşullar altında $\ln[-\ln(1-x)]$ 'nin $\ln t$ 'ye göre grafiğinin eğiminden, Avrami üsteli hesaplanabilir. Aktivasyon enerjisini bulmak için ise denklem (5.3)'ün logaritması alınır.

$$\ln k = \ln k_0 - \frac{E}{RT} \quad (5.5)$$

Bu denkleme göre aktivasyon enerjisi, $\ln k$ 'nin $1/T$ 'ye göre grafiğinin eğiminden hesaplanabilir.

5.2 İzotermal Olmayan JMAK Kinetikleri

DSC ve DTA ölçümlerinde ısıtma hızı ($\alpha = dT/dt$) genellikle tarama boyunca sabit tutulur. Böylece reaksiyon oran sabiti k, tıpkı sıcaklığın değişmesi gibi zamanla değişir. Bu tür durumlar izotermal olmayan koşullar adını alır. Numune ile ısıtma hızı, lineer formda aşağıdaki denklemdeki gibi birbirine bağlıdır [37-39]:

$$T = T_0 + \alpha t \quad (5.6)$$

Burada T_0 , DSC ve DTA'da gözlenen pikin oluşmaya başladığı ilk sıcaklıktır. Denklem (5.2)'yi başka bir biçimde yazacak olursak;

$$x(t) = 1 - \exp[-(kt)^n] \quad (5.7)$$

şeklini alır. Bu ifadenin de zamana göre türevi alınırsa ifade;

$$\dot{x} = n(kt)^{n-1} [k + \dot{k}t](1-x) \quad (5.8)$$

haline dönüşür. k 'nın zamana göre türevi denklem (5.3) ve denklem (5.6) yardımıyla şöyle bulunur:

$$\dot{k} = \left(\frac{dk}{dT} \right) \left(\frac{dT}{dt} \right) = \left(\frac{\alpha E}{RT^2} \right) k \quad (5.9)$$

Bu yeni bağıntı denklem (5.8)'de yerine koyulursa;

$$\dot{x} = nk^n t^{n-1} [1 - at](1 - x) \quad (5.10)$$

bulunur. Burada $a = (\alpha E / RT^2)$ 'dir.

5.2.1 Kissinger Metodu

Kissinger'a göre denklem (5.10)'da yazmış olduğumuz (at) terimi bir bütünlük içinde ele alınırsa $(E / RT^2) \ll 1$ 'dir ve ihmal edilebilir. Böylece denklem (5.10) yeniden buna göre düzenlenirse [40];

$$\dot{x} = (1 - x)nk^n t^{n-1} \quad (5.11)$$

halini alır. Yine bu ifade de denklem (5.7)'ye göre tekrar düzenlenirse;

$$\dot{x} = Ank(1 - x) \quad (5.12)$$

bağıntısı elde edilir. Burada $A = [-\ln(1 - x)]^{(n-1)/n}$ 'dir. Kristalleşmenin pik sıcaklığı (T_p), kristalleşme oranının maksimum olduğu sıcaklıktır. $A = [-\ln(1 - x)]^{(n-1)/n}$ ifadesinin maksimum pik sıcaklığında sabit olduğu varsayılarak denklem (5.11) ifadesinin zamana göre türevi alınıp sifıra eşitlenirse ifade T_p 'ye bağlı bir hale dönüşür:

$$\ddot{x} = Ank(1 - x) \left[\frac{\alpha E}{RT_p^2} - Ank \right] = 0 \quad (5.13)$$

Yine bu ifadeyi de şu şekilde kısaltmak mümkündür:

$$\frac{\alpha}{T_p^2} = C \exp\left(-\frac{E}{RT_p}\right) \quad (5.14)$$

Burada $C = (ARk_0/E)$ 'dir. Yukarıdaki denklemin logaritması alınır;

$$\ln\left(\frac{\alpha}{T_p^2}\right) = \text{Sabit} - \frac{E}{RT_p} \quad (5.15)$$

bağıntısı elde edilir. $\ln(\alpha/T_p^2)$ ifadesinin $1/T_p$ 'ye karşı grafiği çizilirse grafiğin eğimi $(-E/R)$ oranını verir ve buradan aktivasyon enerjisi hesaplanabilir. $\ln(T_p^2/\alpha)$ ifadesinin $1/T_p$ 'ye karşı grafiğinde ise; grafiğin eksenini kestiği nokta $\ln(E/R) - \ln k_0$ değerini verir. Aynı şekilde $\ln(\alpha/T_p^2)$ ifadesinin $1/T_p$ 'ye karşı grafiğinde, grafiğin eksenini kestiği nokta ise $-\ln(E/R) + \ln k_0$ değerini verir. Buradan ise k_0 değeri bulunabilir. Bunun için grafiğin eksenini kestiği noktaya z dersek;

$$z = \ln k_0 - \ln(E/R) \quad (5.16)$$

bulunur. Bu ifade başka bir şekilde ise şöyle yazılabilir:

$$z = \ln\left(\frac{k_0 R}{E}\right) \quad (5.17)$$

İfade de her iki tarafın logaritması alınır ve k_0 terimi çekilirse;

$$k_0 = \frac{E}{R} \exp z \quad (5.18)$$

bulunur. Bu ifadeden de frekans faktörünü (k_0) bulmak son derece kolaydır.

Hem izotermal koşullar hem de izotermal olmayan koşullar için geçerli olan Denklem (5.3)'de frekans faktörü değerini yerine yazarak reaksiyon hızını (k) hesaplayabiliriz.

5.2.2 Ozawa Metodu

Johnson-Mehl-Avrami denkleminde türetilmiş olan Ozawa metoduna göre;

$$\frac{d \ln[-\ln(1-x)]}{d \ln \alpha} = -n \quad (5.19)$$

'dir. Burada kullanılan x terimi ise; kristalleşmenin gözlemlendiği ekzotermik pikte belirlenen bir T_x sıcaklığı için (buradaki T_x sıcaklığı, $T_0 < T_x < T_p$ aralığındaki rasgele alınan bir sıcaklıktır) elde edilen A_x/A oranına eşit birimsiz bir niceliktir. A_x ise ekzotermik pikin başlama sıcaklığı ile seçilen T_x sıcaklığı arasındaki bölgenin alanı; A ise pikin başlangıç ve bitiş noktaları arasındaki alandır. Buna göre çizilen $\ln[-\ln(1-x)]$ ifadesinin $\ln \alpha$ 'ya karşı grafiğinin eğimi $-n$ değerini verir [41].

Xie ve Gao'ya göre bulunan Avrami üsteli (n) değerleri şu şekilde yorumlanmaktadır: Yüzeyden iç kısımlara doğru [42],

- $n=1$; yüzeysel çekirdeklenme ve tek boyutta büyümeye,
- $n=2$; hacimsel çekirdeklenme ve tek boyutta büyümeye,
- $n=3$; hacimsel çekirdeklenme ve iki boyutta büyümeye,
- $n=4$; hacimsel çekirdeklenme ve üç boyutta büyümeye karşılık gelir.

6. DENEYSEL ÇALIŞMA

6.1 Cam-Seramik Malzemelerin Hazırlanması

Bu çalışmada beş farklı numune hazırlanmıştır. Numunelerin hazırlanışında % 99,5 saflıktaki toz oksitler kullanılmıştır. Bu cam-seramik numuneler ve ağırlıkça yüzde bileşimleri Tablo 6.1’de verilmiştir.

Tablo 6.1 Hazırlanan cam-seramik numunelerin ağırlıkça yüzde bileşimleri.

Numune Adı	SiO ₂	PbO	Al ₂ O ₃	MgO	CaO	Li ₂ O	Na ₂ O
CS1	69				1,2		29,8
CS2	77,5		1,3			21,2	
CS3	38	60	1	0,5	0,5		
SCS3	38	60	1	0,5	0,5		
CS4	30	48	14	4	4		

Yukarıdaki tabloda belirtilen oranlarda toz numuneler hazırlanmış ve homojenliği sağlamak için her bir numune 3 saat karıştırılmıştır. Daha sonra bu numuneler 150 °C’de 2 ton basınç altında sıkıştırılmış ve yüksek sıcaklık fırınında ısıl işleme tabi tutulmuşlardır. CS1 ve CS2 numuneleri 1300 °C’de eritilmiş ve yine bu sıcaklıkta 2,5 saat ısıl işlem görmüş, hava ortamında hızlı soğutulmuşlardır. CS3 numunesi 1400 °C sıcaklıkta eritilmiş ve bu sıcaklıkta 2,5 saat ısıl işleme tabi tutulmuştur. SCS3 numunesi ise 1200 °C sıcaklıkta 1,5 saat sinterleme işlemine tabi tutulmuştur. CS4 numunesi ise 1500 °C’de eritilmiştir ve yine bu sıcaklıkta 2,5 saat ısıl işlem görmüştür.

Bu numunelerden 1300 °C’de 2,5 saat ısıl işlem gören CS1 ve CS2’ye 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu, 1400 °C’de 2,5 saat ısıl işlem gören SCS3 numunesine de X-ışını radyasyonu uygulanmıştır (Genius X-ray Tube, 135 kV, 150 mA, 1s).

6.2 X-ışını Difraksiyonu Ölçümleri

Alınan X-ışını difraksiyonu ölçüm sonuçları İnönü Üniversitesi Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Merkezi’nde, Rigaku Rad.B D Max 2 X-ışını cihazında Döner Kristal Metodu’yla elde edilmiştir (Cu K_α, 1,54 Å dalga boyuna sahip X-ışını).

1300 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS1 cam-seramik numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kalmadan önce ve sonraki X-ışını difraksiyonu ölçümleri gerçekleştirilmiştir.

6.3 DSC Ölçümleri

Çalışmalar süresince yapılan DSC ölçümleri; 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS1 ve CS2 numunelerinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulanmadan önce ve radyasyon uygulandıktan sonraki durumları için ANAEM Karakterizasyon Laboratuvarı'nda TA Instruments DSC 2010 cihazında; 1200 °C'de 1,5 saat sinterlenen SCS3, 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3, yine 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 ve X-ışını radyasyonuna maruz kalan CS3 ve son olarak ta 1500 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS4 numuneleri için de Fırat Üniversitesi Termal Analiz Laboratuvarı'nda SHIMADZU DSC-50 cihazında yapılmıştır.

CS1 ve CS2 numunelerinin tüm DSC ölçümleri 0-600 °C sıcaklık aralığında 10, 15, 20 ve 25 °C/dk.'lik ısıtım hızlarında, SCS3, CS3 ve CS4 numunelerinin tüm ölçümleri de 0-500 °C sıcaklık aralığında 10, 15, 20 ve 25 °C/dk. ısıtım hızlarında yapılmıştır.

6.4 TGA Ölçümleri

Mevcut TGA analizleri; CS1 numunesi için ANAEM Karakterizasyon Laboratuvarı'nda TA Instruments TGA 2010 cihazında, CS3 numunesi için de Fırat Üniversitesi Termal Analiz Laboratuvarı'nda SHIMADZU TGA-50 cihazında yapılmıştır.

CS1 numunesinin tüm TGA ölçümleri 10, 15, 20 ve 25 °C/dk. ısıtım hızlarında ve 0-800 °C sıcaklık aralığında yapılmıştır. İstisnai olarak 10 °C/dk. ısıtım hızı için bu sıcaklık aralığı 0-1200 °C'dir.

6.5 Mikro Sertlik Ölçümleri

CS1 ve CS2 numuneleri 285 bar basınç altında 150 °C sıcaklıkta bakalite gömüldü. Uygulanan 50 gramlık yükler ile oluşan iz deseni optik mikroskopta incelenerek radyasyonsuz numunelerin mikro sertlikleri (Vickers cinsinden) bulundu. Aynı şekilde 100 gramlık yük uygulanarak radyasyonlu numunelerin mikro sertlik ölçümü de yapılmıştır. Mikro sertlik ölçümü MHT-10 Micro Hardness Tester cihazında yapılmıştır.

6.6 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Gözlemleri

1300 °C'de 2,5 saat ısıtılma tabii tutulan CS1 ve CS2 cam-seramik numunelerinin gerek radyasyon öncesi gerekse radyasyon sonrası taramalı elektron mikroskobu ile yüzey morfolojileri; İnönü Üniversitesi Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Merkezi'nde LEO EVO 40XVT elektron mikroskobunda incelenmiştir.

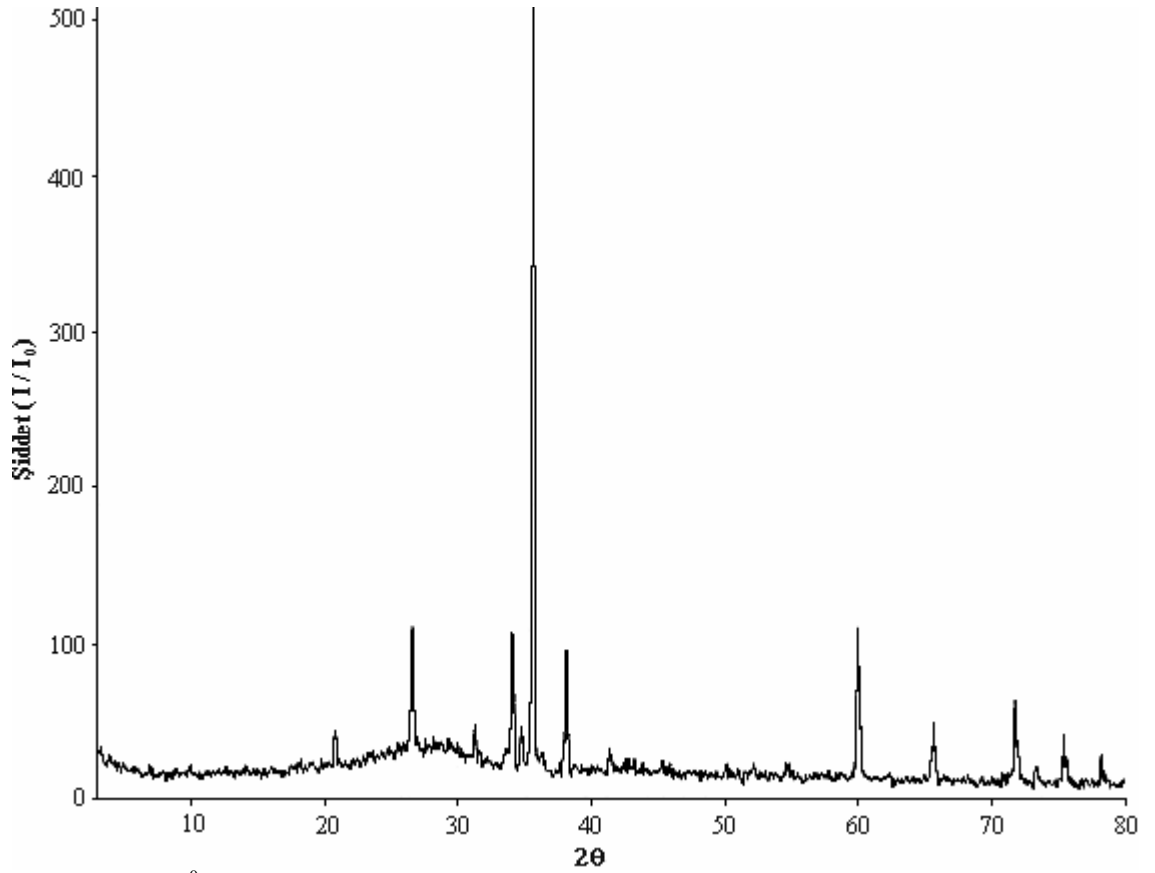
6.7 Yoğunluk Ölçümleri

CS1 ve CS2 numuneleri için radyasyon öncesi ve sonrası yoğunluk değişimleri Fırat Üniversitesi Kimya Mühendisliği Laboratuvarları'nda piknometre ve hassas terazi kullanılmak yoluyla Arşimet prensibine göre hesaplanmıştır. Bu işlem 7. Bölüm'de "Yoğunluk Hesaplaması Sonuçları" başlığı altında ayrıntılı bir şekilde izah edilmiştir.

7. SONUÇLAR

7.1 X-Işını Difraksiyonu Sonuçları

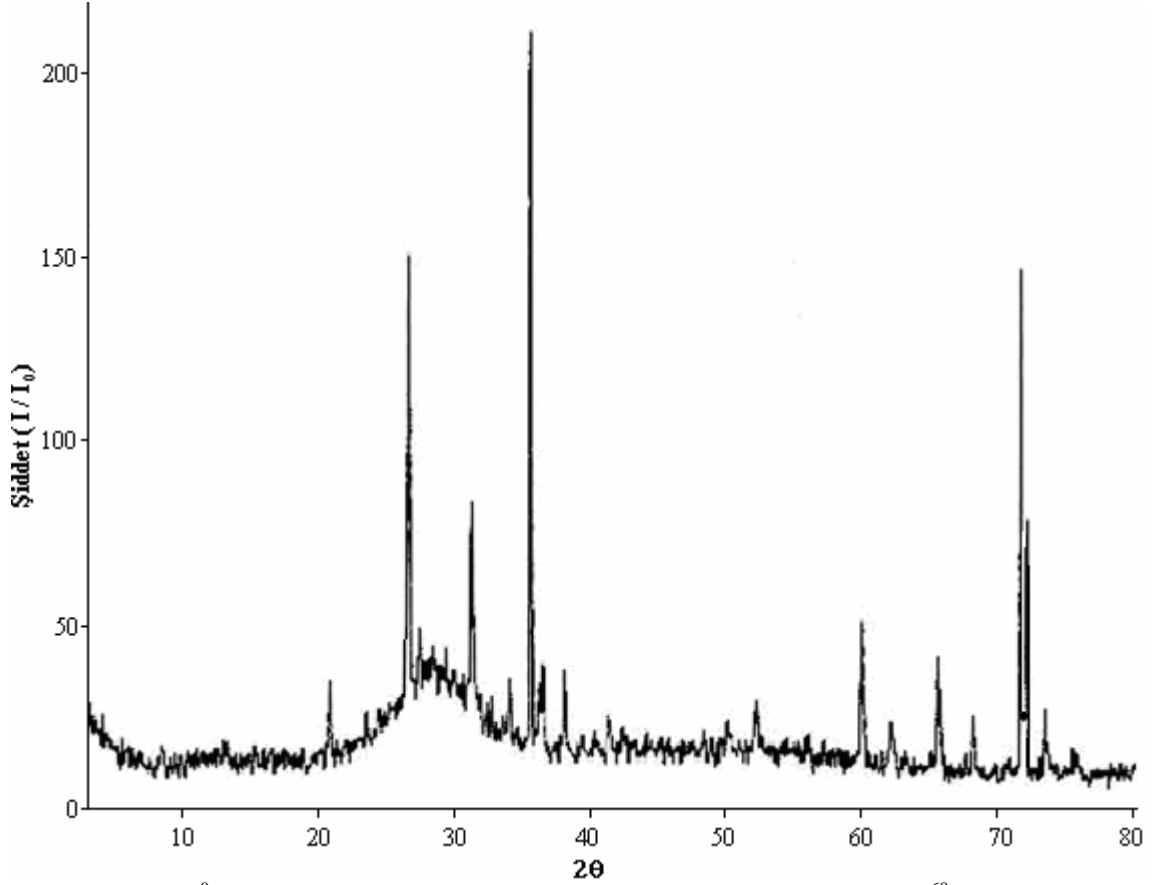
1300 °C'de ısıtılma işlemi gören CS1 cam-seramik numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kalmadan önceki ve sonraki X-ışını difraksiyonu pikleri aşağıda verildiği gibidir.



Şekil 7.1 1300 °C'de 2,5 saat ısıtılma işlemi görmüş CS1 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki X-ışını difraksiyonu pikleri.

Yukarıda Şekil 7.1'de CS1 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önceki hali için alınan X-ışını difraksiyonu sonuçları verilmiştir.

Numunenin radyasyona maruz kaldıktan sonraki hali için alınan X-ışını difraksiyonu sonuçları ise Şekil 7.2'deki gibidir.

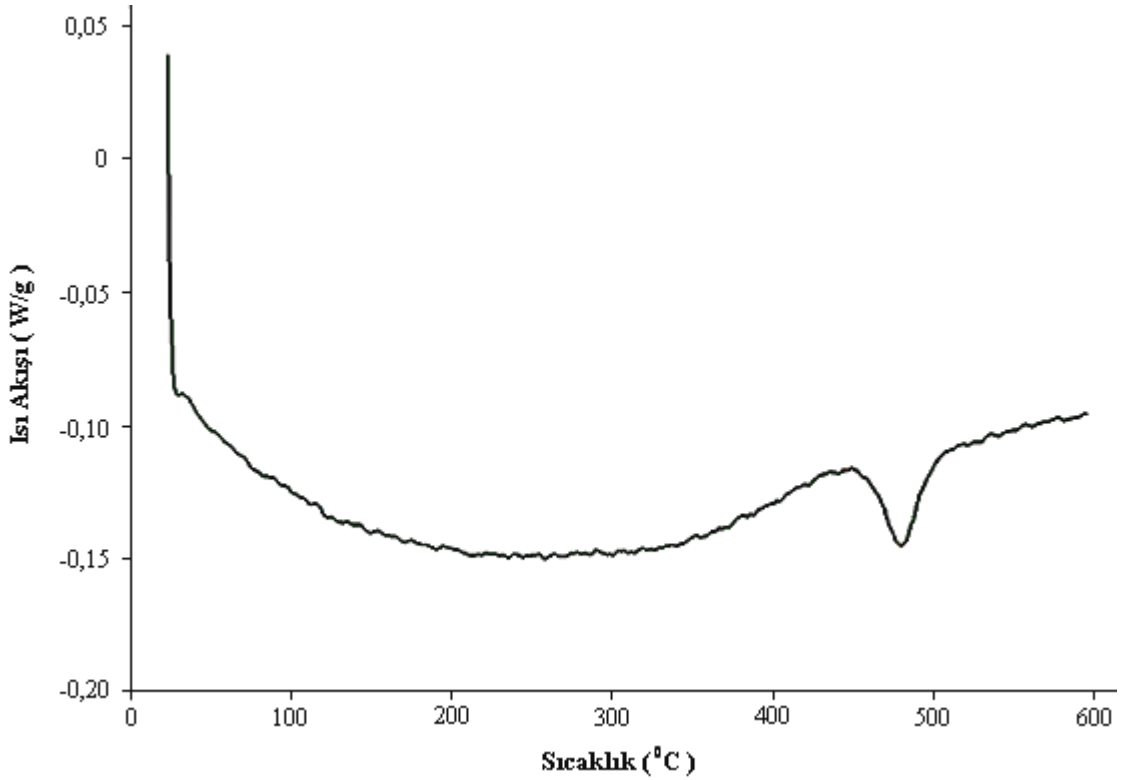


Şekil 7.2 1300 °C'de 2,5 saat ısıtıl işlem görmüş CS1 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki X-ışını difraksiyonu pikleri.

Şekil 7.1 ve Şekil 7.2'deki X-ışını pikleri incelenecek olursa; gerek radyasyon uygulanmadan önce gerekse radyasyon uygulandıktan sonra numunedeki kristalleşmeler keskin X-ışını piklerinden rahatlıkla görülmektedir. Uygulanan radyasyon sonrası ise daha çok kristal pikine rastlanmaktadır. Fakat kristalleşme pik sayısı artmasına rağmen piklerin bir kısmı için pik şiddeti de düşüş göstermiştir. Bu sonuçlar ise radyasyonun malzemenin kristalleşme mekanizmasını değiştirici bir etkiye sahip olduğunun göstergesidir.

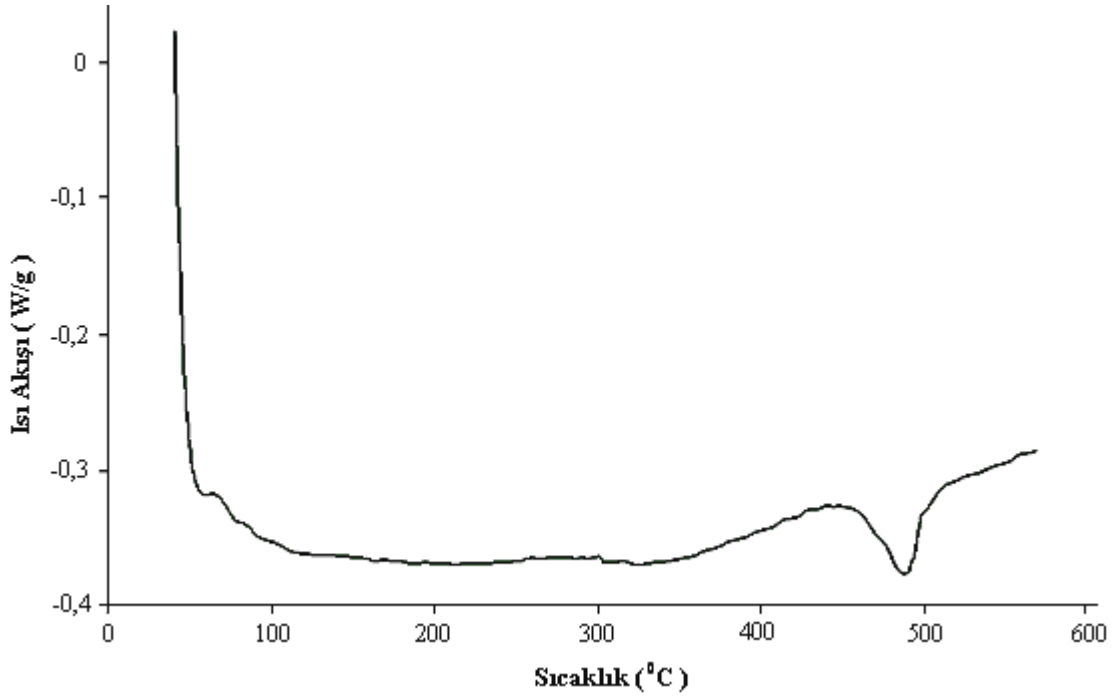
7.2 DSC Ölçüm Sonuçları

CS1, CS2, CS3, SCS3 ve CS4 numunelerinin DSC ölçüm sonuçları ve bu sonuçlara dayanarak 5. Bölüm'de izah edilen Johson-Mehl-Avrami-Kolmogorov Kinetikleri kullanılarak elde edilen Avrami parametreleri aşağıda verildiği gibidir:

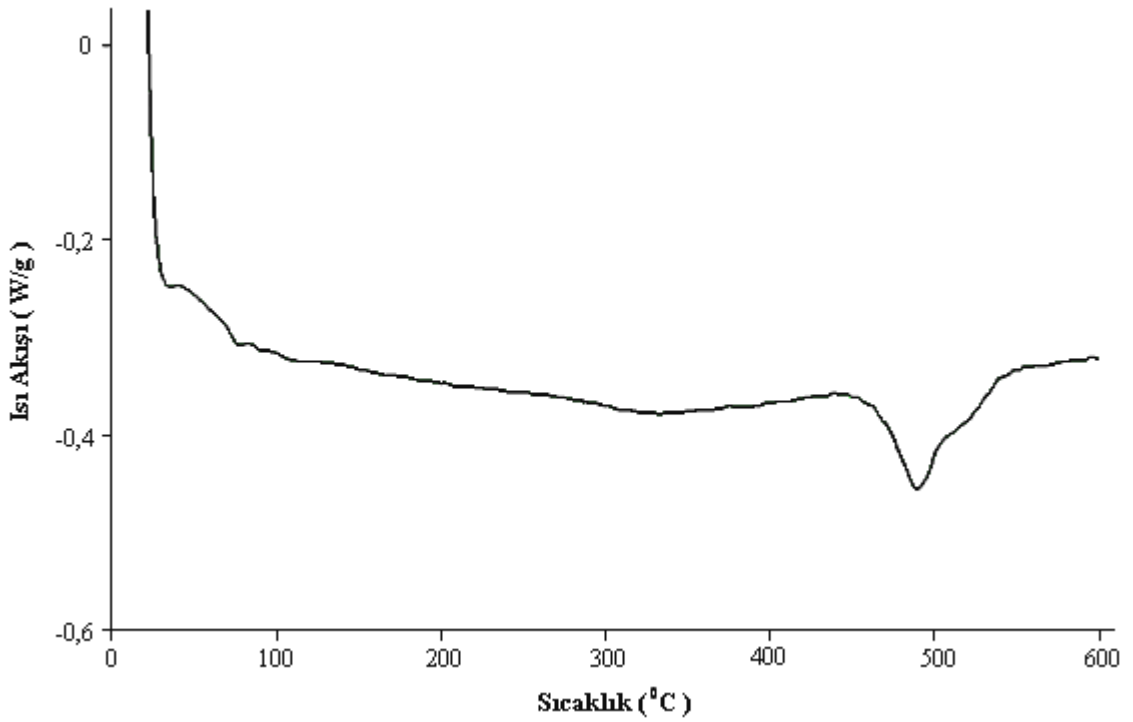


Şekil 7.3 1300 °C'de 2,5 saat ısı işlem gören CS1 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 10 °C/dk. ısıtma hızında DSC grafiği.

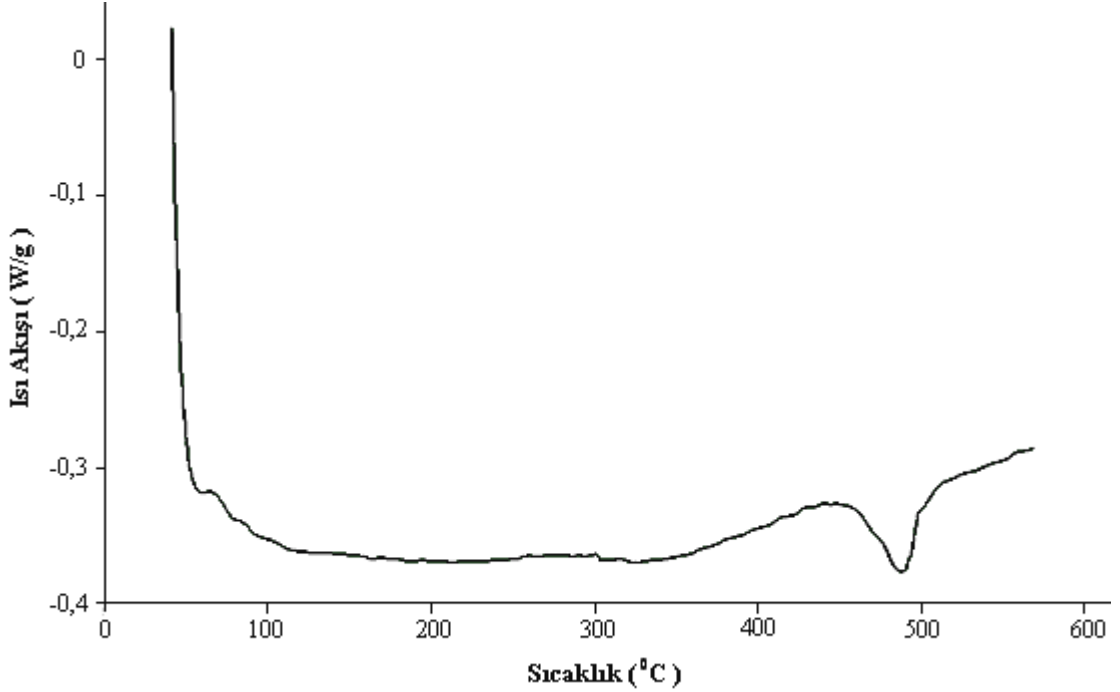
CS1 cam-seramik numunesi için alınan DSC ölçüm sonuçları; 10 °C/dk. ısıtma hızı için Şekil 7.3'te, 15 °C/dk. ısıtma hızı için Şekil 7.4'te, 20 °C/dk. ısıtma hızı için Şekil 7.5'te ve 25 °C/dk. ısıtma hızı için de Şekil 7.6'da gösterilmiştir. CS1 numunesinin tüm DSC ölçümleri 0-600 °C sıcaklık aralığında alınmıştır.



Şekil 7.4 1300 °C'de 2,5 saat ısı işlem gören CS1 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 15 °C/dk. ısıtma hızında DSC grafiği.



Şekil 7.5 1300 °C'de 2,5 saat ısı işlem gören CS1 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 20 °C/dk. ısıtma hızında DSC grafiği.

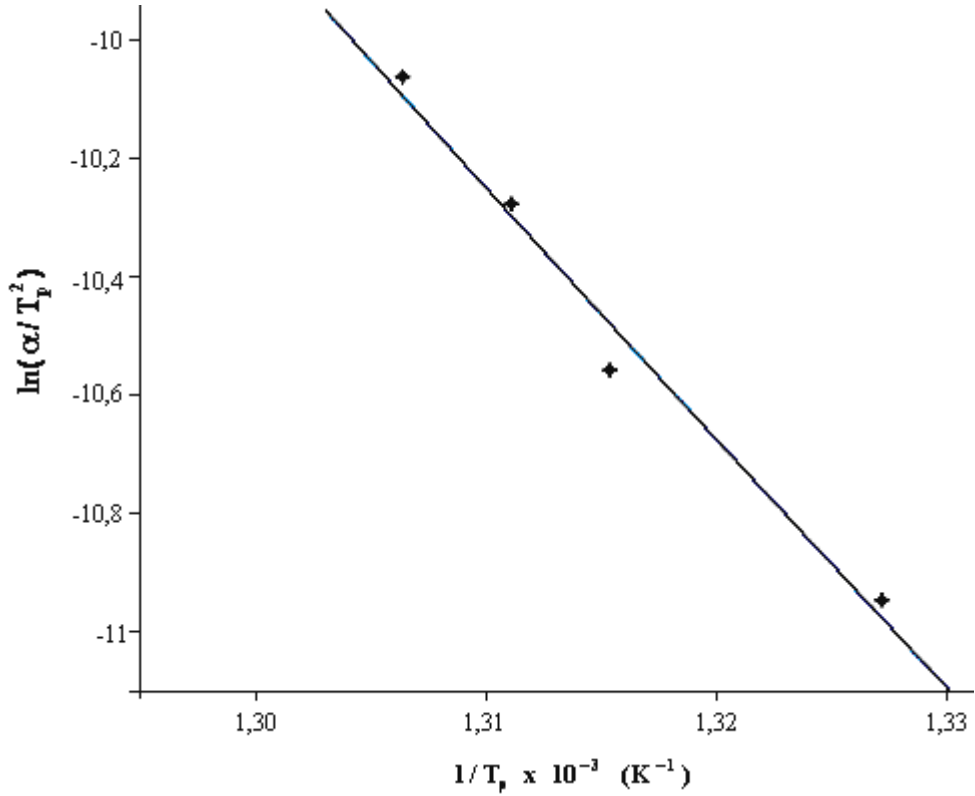


Şekil 7.6 1300 °C'de 2,5 saat ısı işlem gören CS1 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 25 °C/dk. ısıtma hızında DSC grafiği.

Tablo 7.1 1300 °C'de 2,5 saat ısı işlem gören CS1 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki I. piklerinin hesaplanan değerleri.

α (°C/dk)	$T_{baş}$ (°C)	T_{bit} (°C)	T_p (°C)	Kütle (mg)
10	440,83	511,67	480,33	14,8
15	442,54	522,50	487,11	11,6
20	443,35	524,67	489,56	12,4
25	445,83	525,93	492,35	15,4

CS1 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki hali için alınan DSC ölçüm sonuçlarına göre gözlenen I. pikler için; ısıtma hızına karşılık pikin başlama sıcaklığı, bitiş sıcaklığı, maksimum kristalleşme pik sıcaklığı ve DSC ölçümü için kullanılan numune miktarları yukarıda Tablo 7.1'de belirtildiği gibidir. Numunenin I. pikleri için çizilen $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği ise Şekil 7.7'de belirtildiği gibidir.

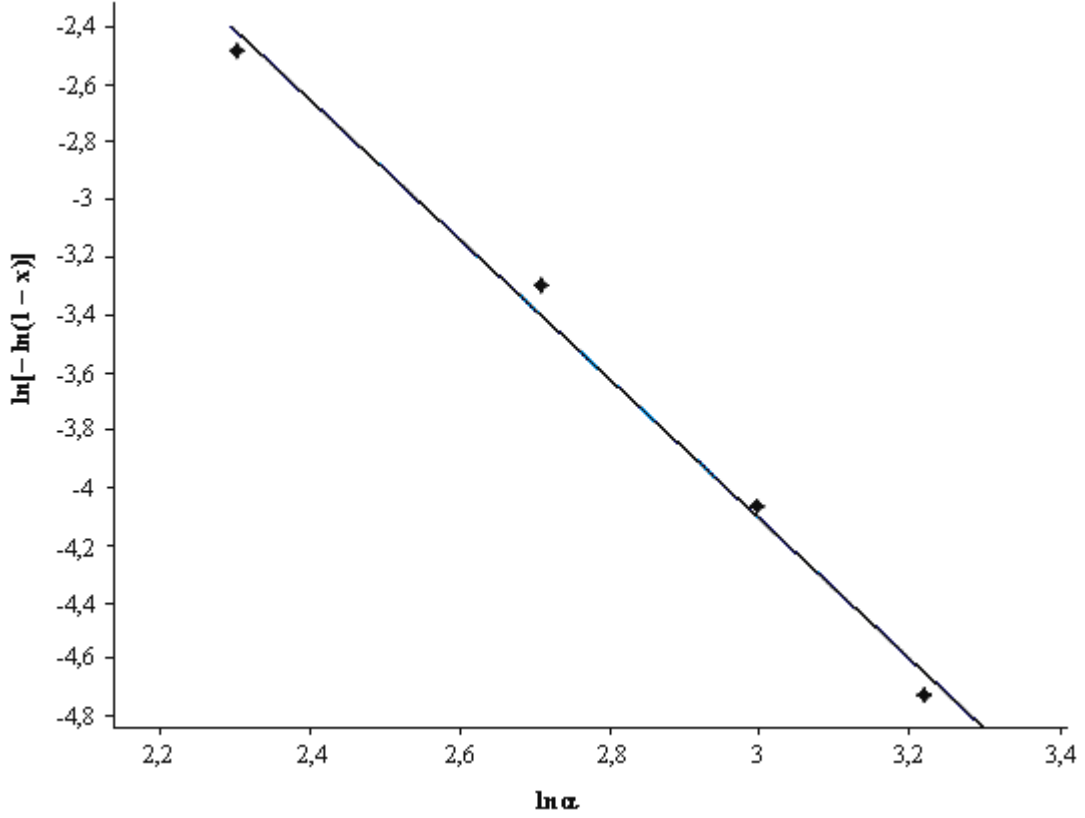


Şekil 7.7 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören radyasyon uygulanmamış CS1 numunesinin I. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.

CS1 numunesi için kinetik parametrelerin değerleri Tablo 7.2'de belirtildiği gibidir. Burada numunenin ısıtım hızlarına karşı maksimum kristalleşme pik sıcaklıkları, reaksiyon hızı, frekans faktörü ve eğri denklemleri verilmiştir.

Tablo 7.2 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS1 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki I. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.

α (°C/dk)	T_p (°C)	$E(T_p)$ (kJ/mol)	k_0 (s ⁻¹)	$k(T_p)$ (s ⁻¹)	Eğri Denklemleri
10	480,33	350,731	$1,471 \times 10^{24}$	0,714	$y = 44,998 - 42,183A$
15	487,11			1,177	
20	489,56			1,407	
25	492,35			1,721	



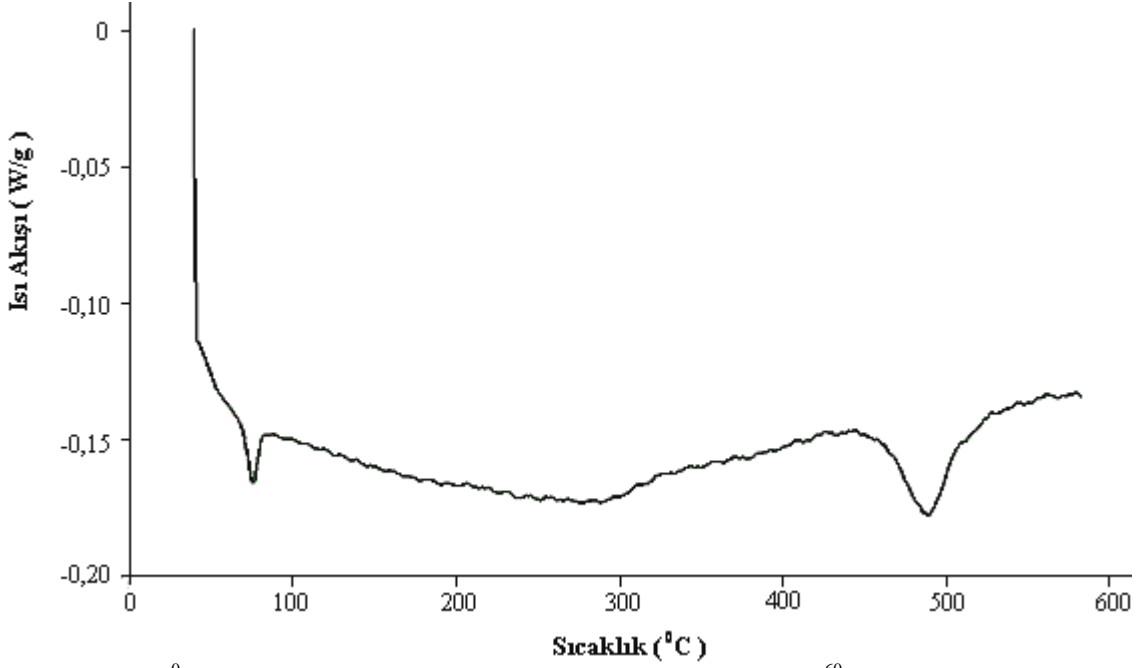
Şekil 7.8 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım gören radyasyon uygulanmamış CS1 numunesinin I. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.

Şekil 7.8’de CS1 numunesinin I. pikleri için çizilen $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği görülmektedir. Bu grafikten hesaplanan Avrami üsteli ve entalpi değişimleri ise Tablo 7.3’teki gibidir.

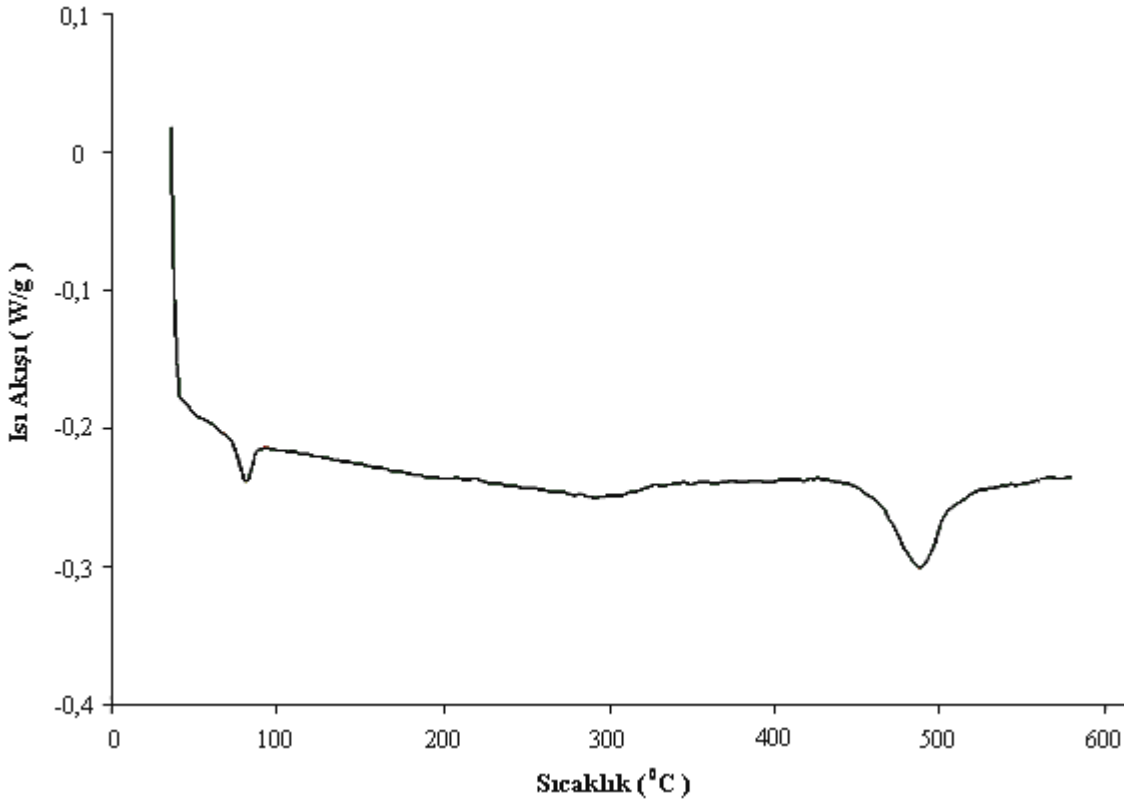
Tablo 7.3 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS1 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki I. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.

α (°C/dk)	T_x (°C)	x	n	ΔH (J/g)
10	465,44	0,080	2,435	4,584
15		0,036		8,456
20		0,017		8,466
25		0,009		7,016

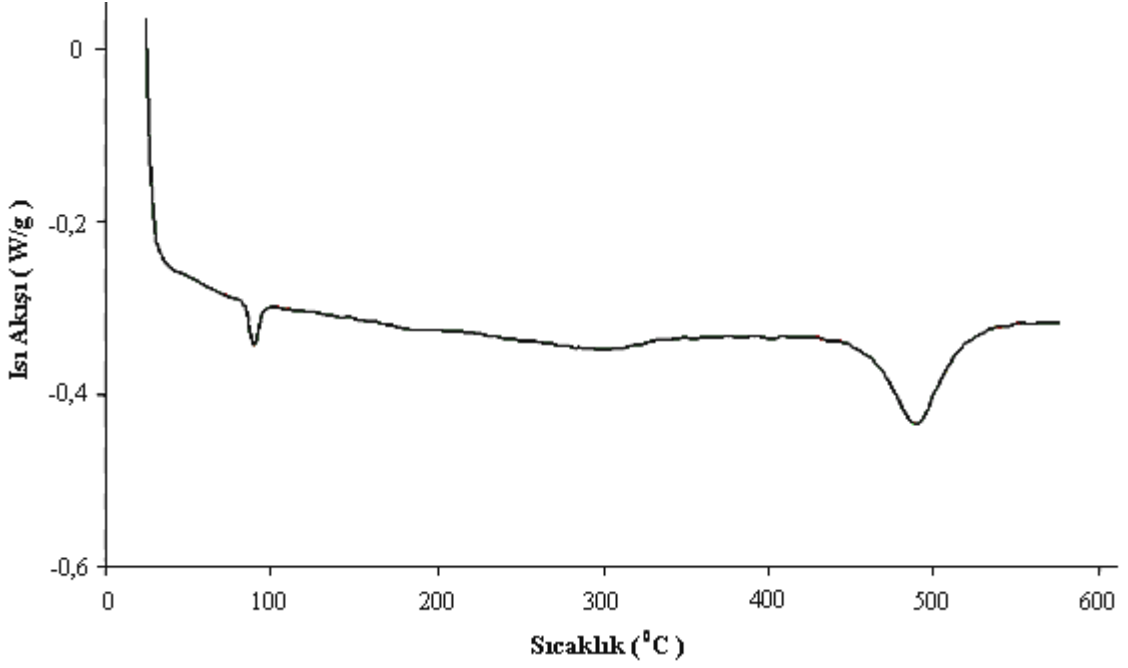
CS1 numunesinin radyasyona maruz kaldıktan sonraki DSC ölçüm sonuçları sırasıyla 10 °C/dk. ısıtma hızı için Şekil 7.9’da, 15 °C/dk. ısıtma hızı için Şekil 7.10’da, 20 °C/dk. ısıtma hızı için Şekil 7.11’de ve 25 °C/dk. ısıtma hızı için de Şekil 7.12’de gösterilmiştir.



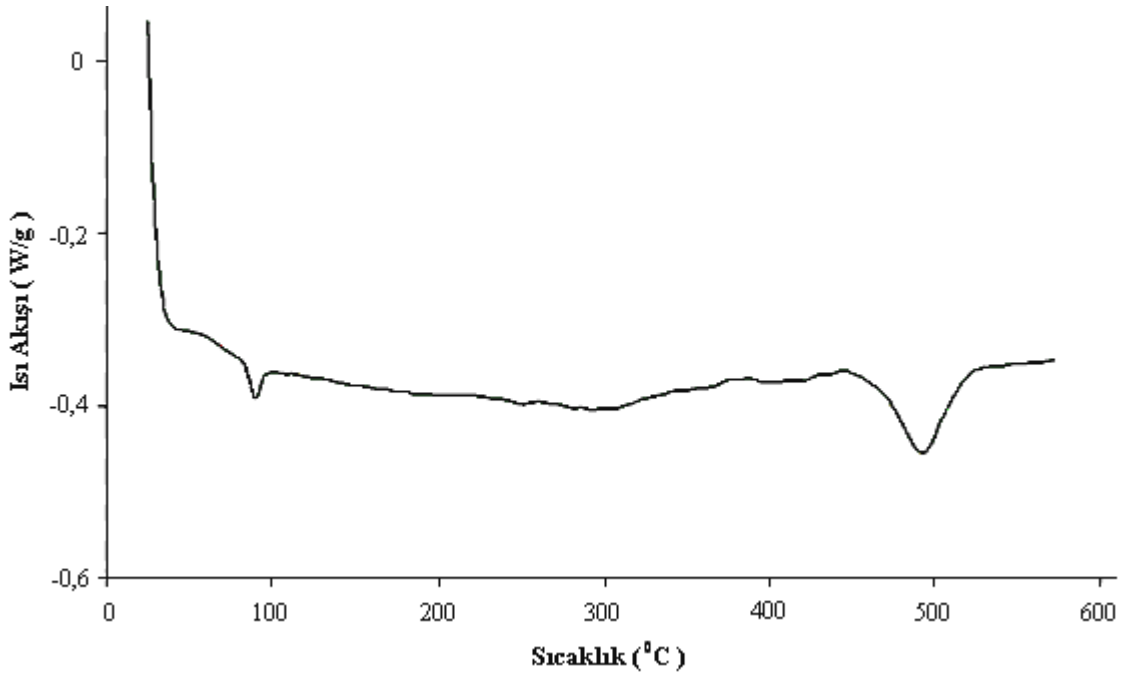
Şekil 7.9 1300 °C'de 2,5 saat ısıtılma işlemi gören CS1 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 10 °C /dk. ısıtma hızında DSC grafiği.



Şekil 7.10 1300 °C'de 2,5 saat ısıtılma işlemi gören CS1 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 15 °C /dk. ısıtma hızında DSC grafiği.



Şekil 7.11 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS1 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 20 °C /dk. ısıtım hızında DSC grafiği.

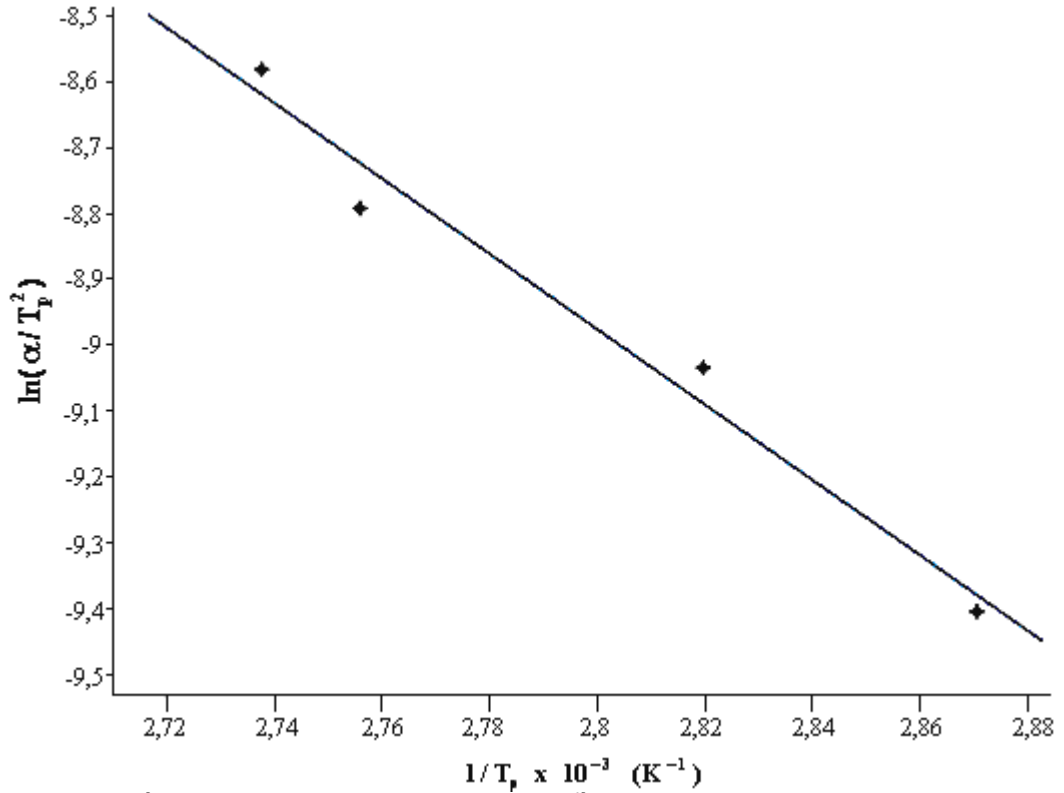


Şekil 7.12 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS1 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 25 °C /dk. ısıtım hızında DSC grafiği.

Radyasyonlu CS1 numunesinin I. pikleri için ısıtım hızına karşılık piklerin sıcaklık değerleri ve kullanılan malzeme miktarları Tablo 7.4'te, bu pikler için çizilen $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafikleri Şekil 7.13'te ve hesaplanan kinetik parametre değerleri de Tablo 7.5'te verilmiştir.

Tablo 7.4 1300 °C'de 2,5 saat ısıtılma gören CS1 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki I. piklerinin hesaplanan değeri.

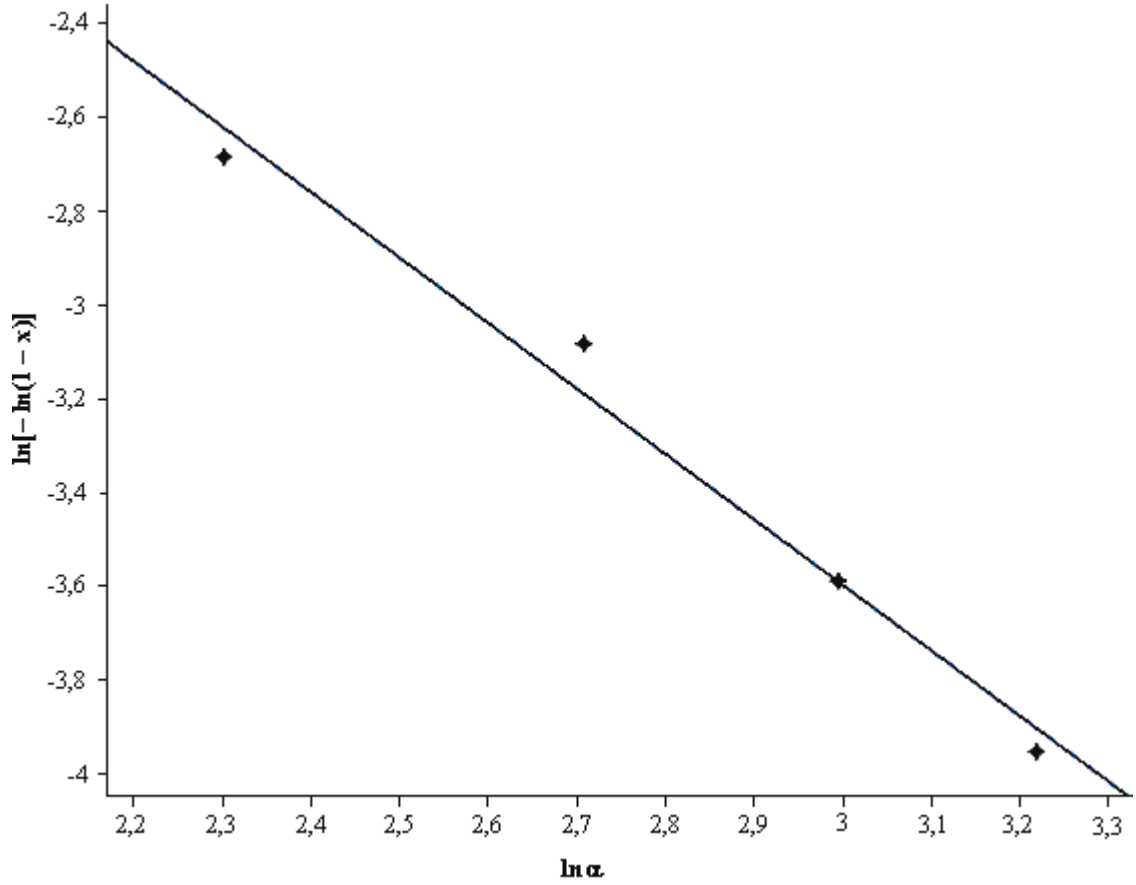
α (°C/dk)	$T_{baş}$ (°C)	T_{bit} (°C)	T_p (°C)	Kütle (mg)
10	63,32	86,64	75,20	16,3
15	67,09	95,02	81,48	19,6
20	67,81	109,90	89,71	15,0
25	72,03	114,18	92,14	11,2



Şekil 7.13 1300 °C'de 2,5 saat ısıtılma gören 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulanmış CS1 numunesinin I. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.

Tablo 7.5 1300 °C'de 2,5 saat ısıtılma gören CS1 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki I. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değeri.

α (°C/dk)	T_p (°C)	$E(T_p)$ (kJ/mol)	k_0 (s ⁻¹)	$k(T_p)$ (s ⁻¹)	Eğri Denklemi
10	75,20	47,418	$6,211 \times 10^6$	0,482	$y = 6,993 - 5,703A$
15	81,48			0,644	
20	89,71			0,928	
25	92,14			1,030	



Şekil 7.14 1300 °C'de 2,5 saat ısıtılma gören 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulanmış CS1 numunesinin I. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.

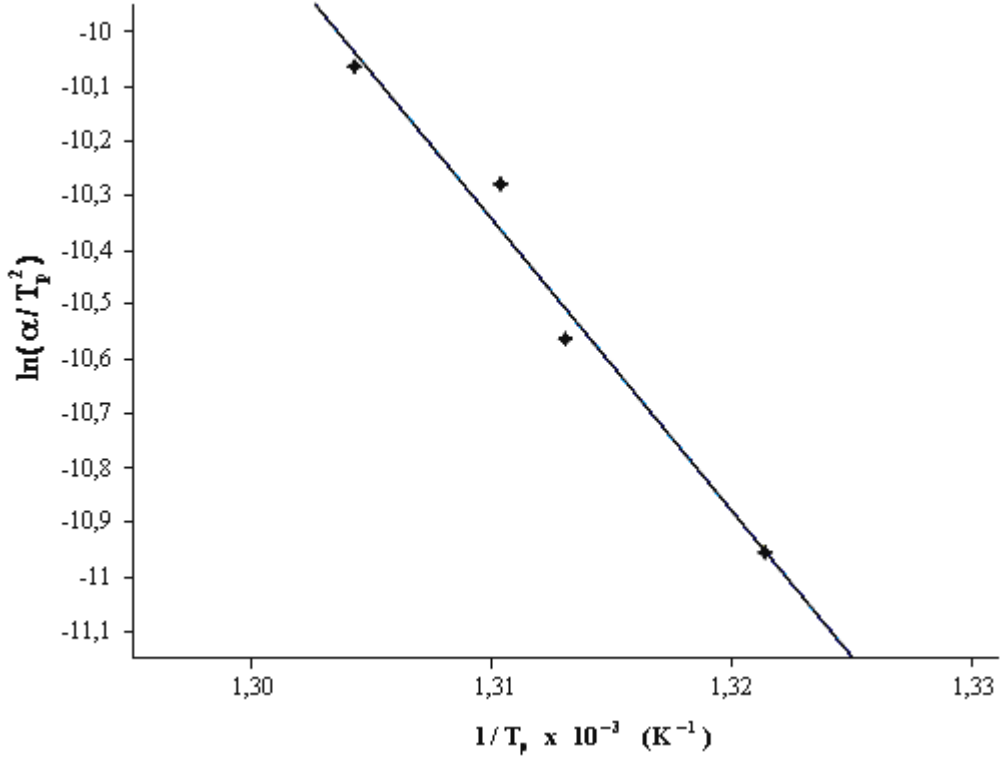
Tablo 7.6 1300 °C'de 2,5 saat ısıtılma gören CS1 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki I. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.

α (°C/dk)	T_x (°C)	x	n	ΔH (J/g)
10	73,80	0,066	1,398	1,025
15		0,045		1,100
20		0,027		1,158
25		0,019		1,281

Tablo 7.7 1300 °C'de 2,5 saat ısıtılma gören CS1 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki II. piklerinin hesaplanan değerleri.

α (°C/dk)	$T_{baş}$ (°C)	T_{bit} (°C)	T_p (°C)	Kütle (mg)
10	428,42	512,54	483,61	16,3
15	430,04	513,33	488,42	19,6
20	450,21	520,10	490,01	15,0
25	470,14	527,50	493,57	11,2

Radyasyonlu numunelerin I. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafikleri Şekil 7.14’de, Avrami üsteli ve entalpi değişim değerleri Tablo 7.6’da belirtilmiştir. Ayrıca II. pikler için ölçülen sıcaklık değerleri Tablo 7.7’de, $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafikleri Şekil 7.15’de ve hesaplanan kinetik parametreler ise Tablo 7.8’de belirtilmiştir.



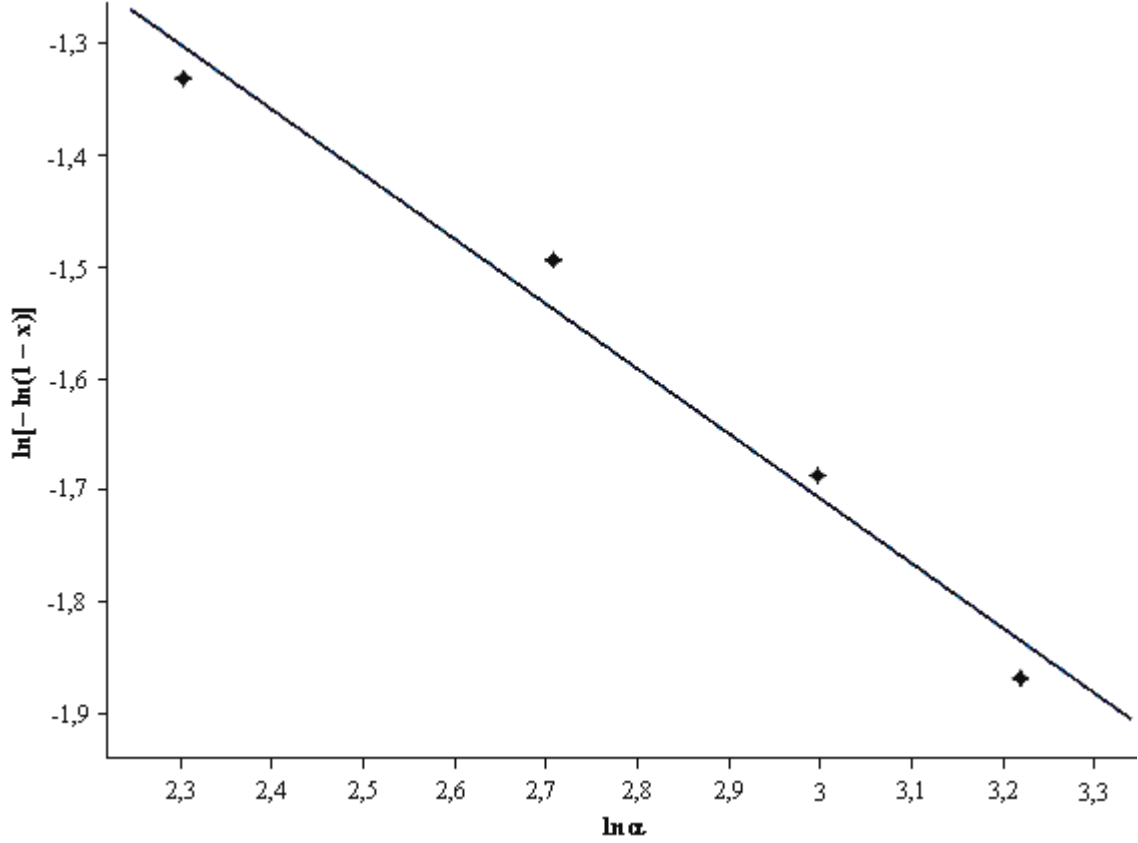
Şekil 7.15 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım gören 70 Mrad ^{60}Co γ radyasyonu uygulanmış CS1 numunesinin II. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.

Tablo 7.8 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS1 numunesinin 70 Mrad ^{60}Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki II. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.

α (°C/dk)	T_p (°C)	$E(T_p)$ (kJ/mol)	k_0 (s ⁻¹)	$k(T_p)$ (s ⁻¹)	Eğri Denklemi
10	483,61	448,377	$8,198 \times 10^{30}$	0,924	$y=60,286-53,927A$
15	488,42			1,449	
20	490,01			1,680	
25	493,57			2,332	

Şekil 7.15’de II. pikler için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafikleri verilmiştir. Tablo 7.8’de II. pikler için hesaplanan kinetik parametreler verilmiştir. Aynı pikler için

$\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafikleri Şekil 7.16’da belirtilirken, hesaplanan Avrami üsteli ve entalpi değişimi değerleri ise Tablo 7.9’daki gibidir.

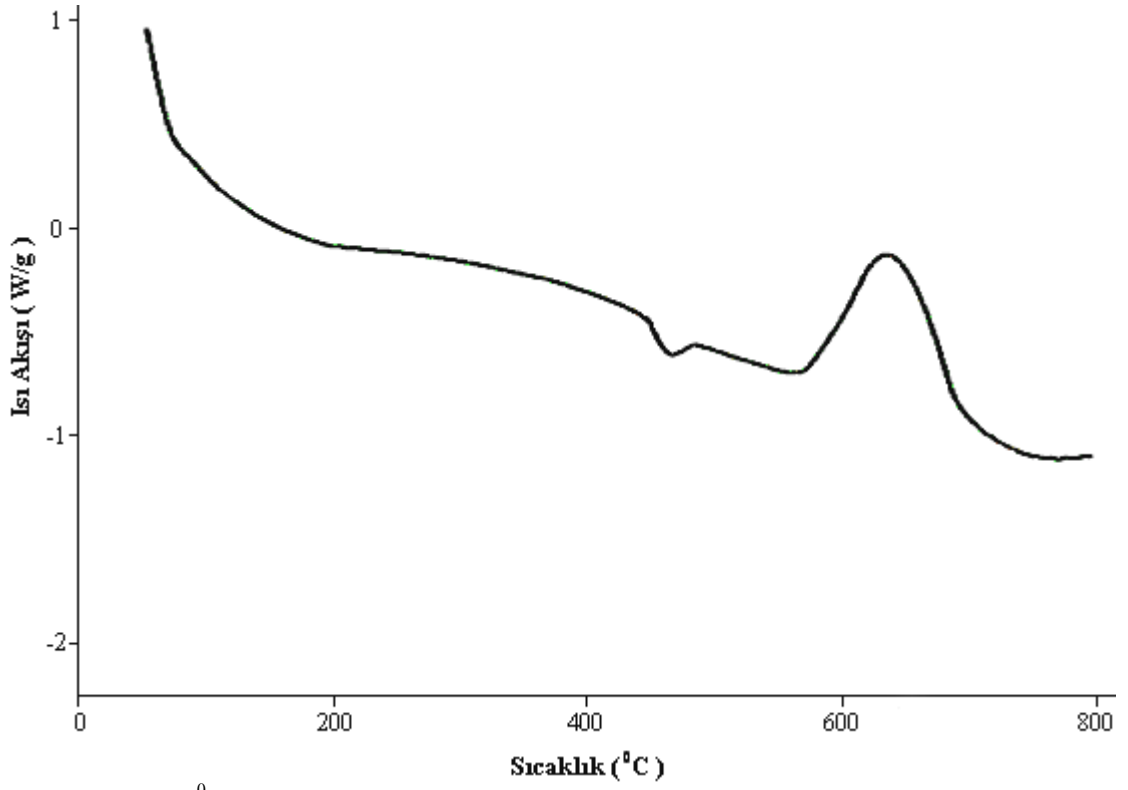


Şekil 7.16 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım işlemi gören 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulanmış CS1 numunesinin II. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.

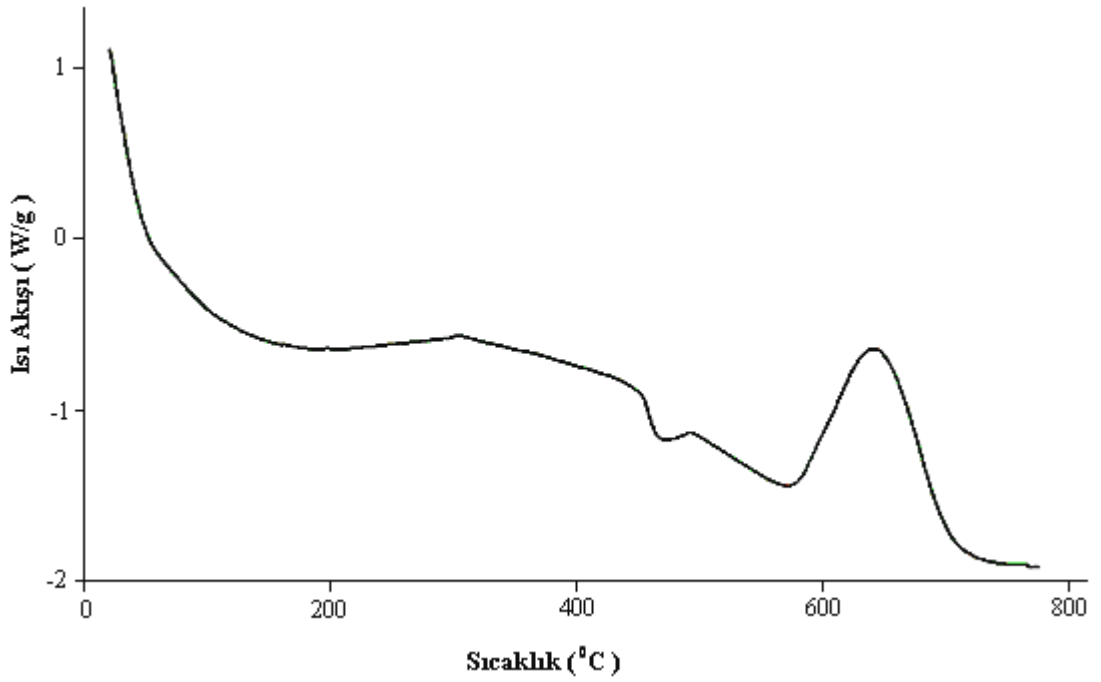
Tablo 7.9 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS1 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki II. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.

α (°C/ dk)	T_x (°C)	x	n	ΔH (J/g)
10	476,20	0,232	0,581	4,836
15		0,201		5,303
20		0,169		7,467
25		0,143		10,430

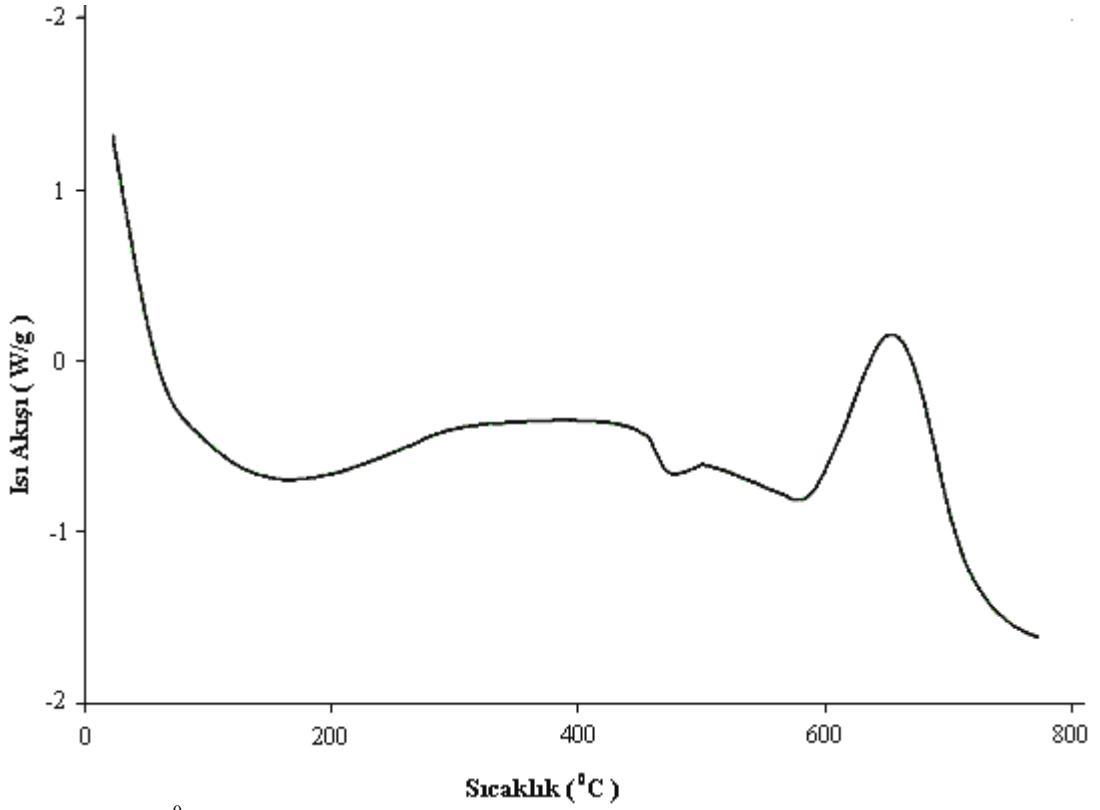
CS2 cam-seramik numunesi için alınan DSC ölçüm sonuçları sırasıyla 10 °C/dk. ısıtma hızı için Şekil 7.7’de, 15 °C/dk. ısıtma hızı için Şekil 7.18’de, 20 °C/dk. ısıtma hızı için Şekil 7.19’da ve 25 °C/dk. ısıtma hızı için de Şekil 7.20’de gösterilmiştir.



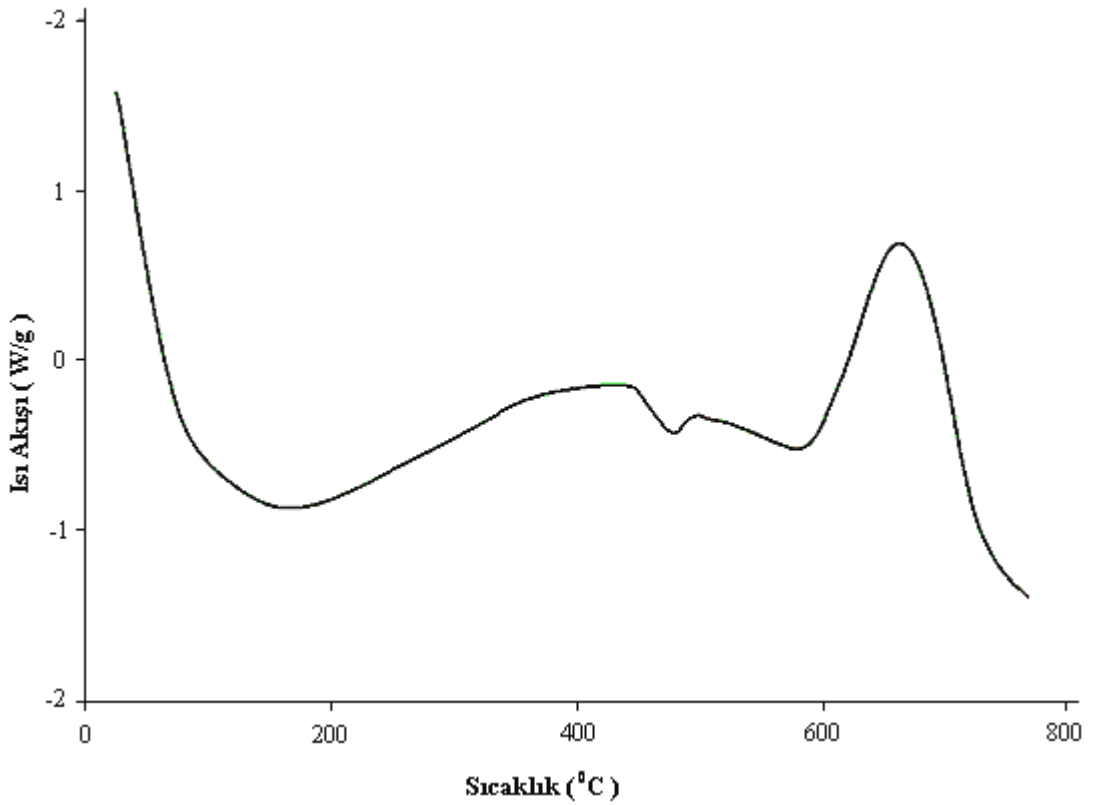
Şekil 7.17 1300 °C'de 2,5 saat ısı işlem gören CS2 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 10°C/dk. ısıtma hızında DSC grafiği.



Şekil 7.18 1300 °C'de 2,5 saat ısı işlem gören CS2 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 15°C/dk. ısıtma hızında DSC grafiği.



Şekil 7.19 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 20 °C/dk. ısıtma hızında DSC grafiği.

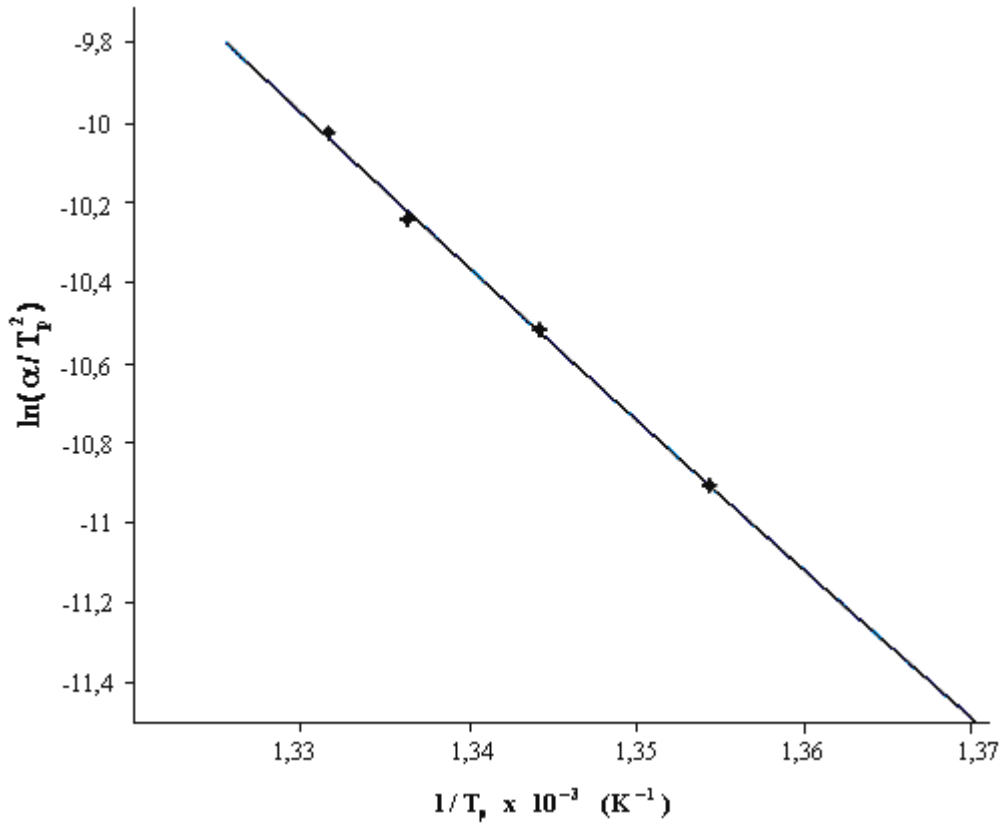


Şekil 7.20 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 25 °C/dk. ısıtma hızında DSC grafiği.

Radyasyon uygulanmadan önce CS2 numunesinin I. pikleri için; ısıtma hızlarına karşılık pikin sıcaklık değerleri ve kullanılan malzeme miktarları Tablo 7.10'da, $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafikleri Şekil 7.21'de ve hesaplanan kinetik parametre değerleri de Tablo 7.11'de gösterilmiştir.

Tablo 7.10 1300 °C'de 2,5 saat ısıtma işlemi gören CS2 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki I. piklerinin hesaplanan değerleri.

α (°C/dk)	$T_{baş}$ (°C)	T_{bit} (°C)	T_p (°C)	Kütle (mg)
10	436,67	486,68	465,22	15,789
15	451,13	492,05	470,79	14,580
20	451,72	501,14	475,18	12,400
25	448,57	513,32	477,83	10,786

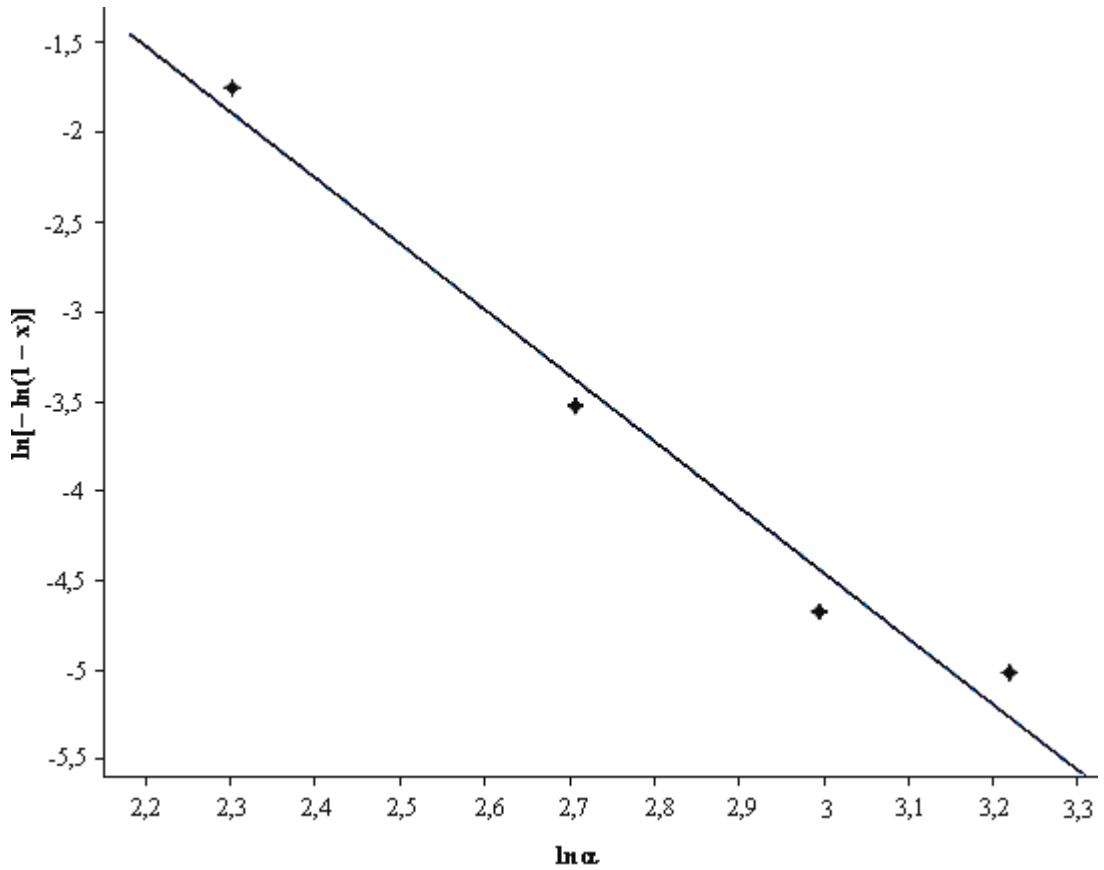


Şekil 7.21 1300 °C'de 2,5 saat ısıtma işlemi gören CS2 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki I. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.

Tablo 7.11 1300 °C'de 2,5 saat ısıtılma işlemi gören CS2 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki I. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.

α (°C/dk)	T_p (°C)	$E(T_p)$ (kJ/mol)	k_0 (s ⁻¹)	$k(T_p)$ (s ⁻¹)	Eğri Denklemi
10	465,22	325,147	$7,072 \times 10^{22}$	0,705	$y=42,039-39,106A$
15	470,79			1,048	
20	475,18			1,427	
25	477,83			1,716	

Şekil 7.22 radyasyon uygulanmamış CS2 numunesinin I. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiklerini ve Tablo 7.12'de entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerlerini göstermektedir.



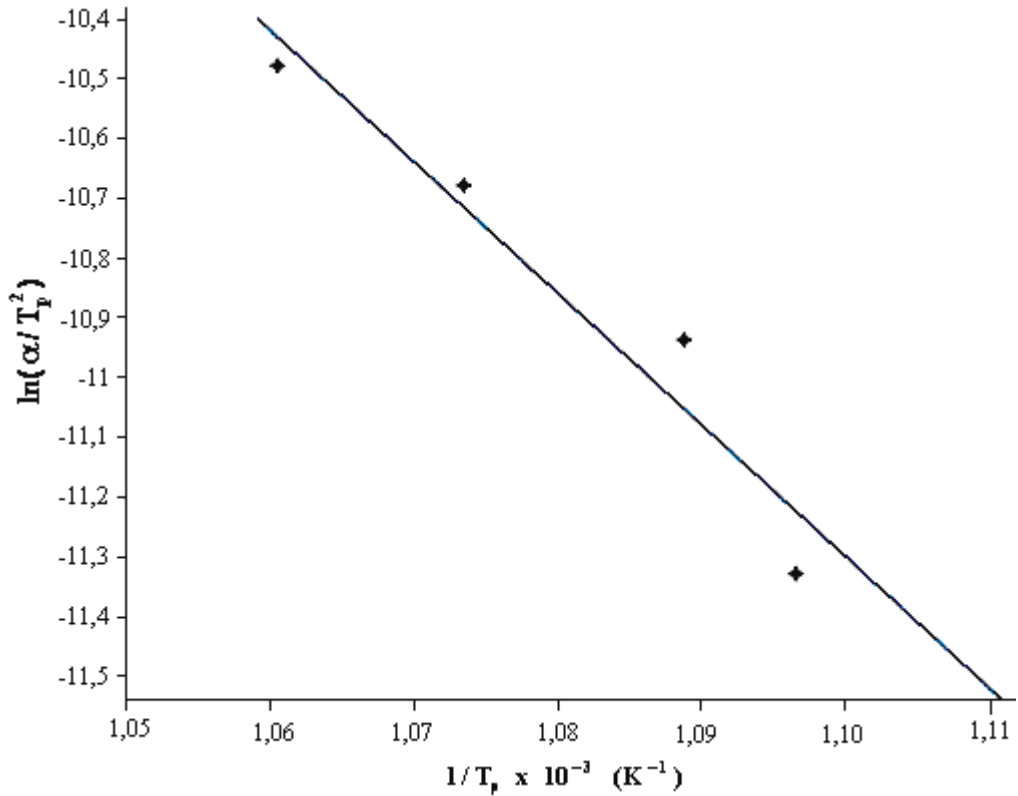
Şekil 7.22 1300 °C'de 2,5 saat ısıtılma işlemi gören radyasyon uygulanmamış CS2 numunesinin I. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.

Tablo 7.12 1300 °C'de 2,5 saat ısıtılma işlemi gören CS2 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki I. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.

α (°C/dk)	T_x (°C)	x	n	ΔH (J/g)
10	465,80	0,159	3,675	7,770
15		0,029		6,061
20		0,0093		6,984
25		0,0066		7,516

Tablo 7.13 1300 °C'de 2,5 saat ısıtılma işlemi gören CS2 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki II. piklerinin hesaplanan değerleri.

α (°C/dk)	$T_{baş}$ (°C)	T_{bit} (°C)	T_p (°C)	Kütle (mg)
10	566,68	736,62	638,82	15,789
15	585,21	722,73	645,33	14,580
20	578,41	762,50	658,35	12,400
25	581,46	780,02	669,80	10,786

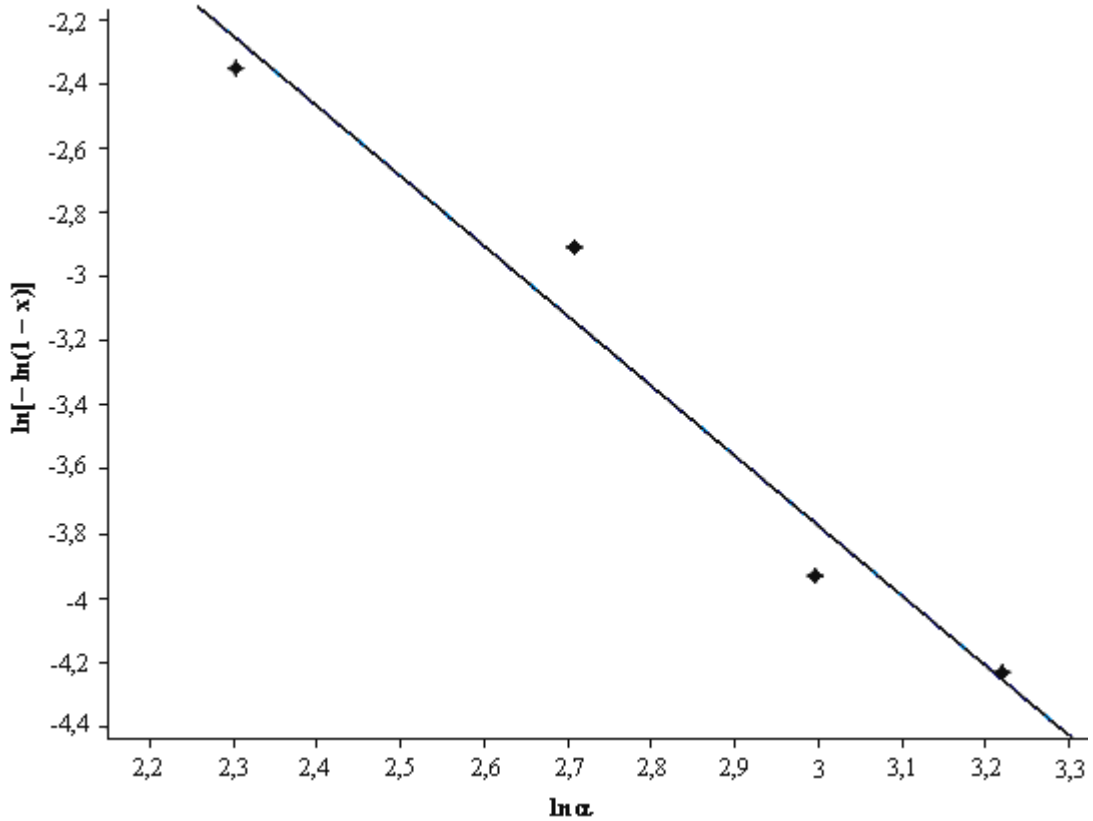


Şekil 7.23 1300 °C'de 2,5 saat ısıtılma işlemi gören CS2 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki II. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.

Tablo 7.13’de radyasyon uygulanmayan CS2 numunesinin II. piklerinin mevcut sıcaklık değerleri verilirken Şekil 7.23’de bu pikler için çizilen $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafikleri, Tablo 7.14’de hesaplanan kinetik parametre değerleri ve Şekil 7.24’de ise $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği verilmiştir.

Tablo 7.14 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS2 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki II. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.

α (°C/dk)	T_p (°C)	$E(T_p)$ (kJ/mol)	k_0 (s ⁻¹)	$k(T_p)$ (s ⁻¹)	Eğri Denklemini
10	638,82	184,358	$1,081 \times 10^{10}$	0,298	$y=13,097-22,173A$
15	645,33			0,354	
20	658,35			0,497	
25	669,80			0,663	



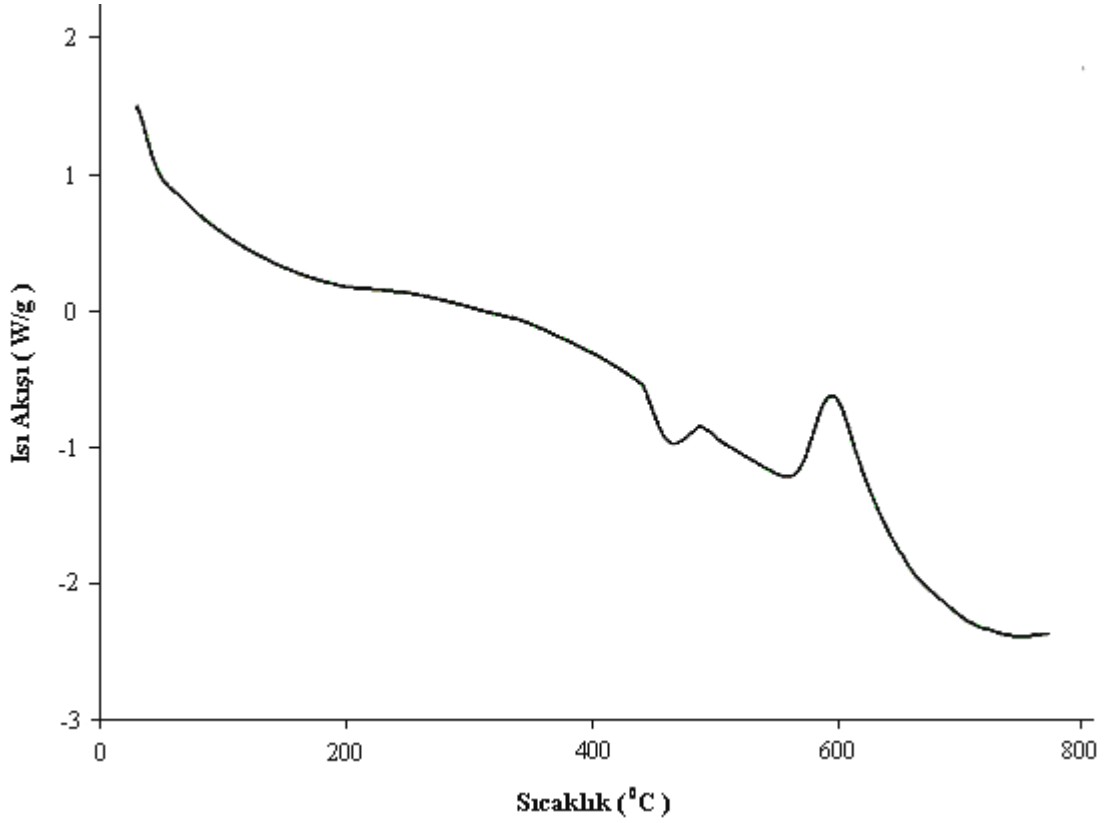
Şekil 7.24 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım işlemi gören radyasyon uygulanmamış CS2 numunesinin II. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.

Tablo 7.15 1300 °C'de 2,5 saat ısıtma işlemi gören CS2 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki II. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.

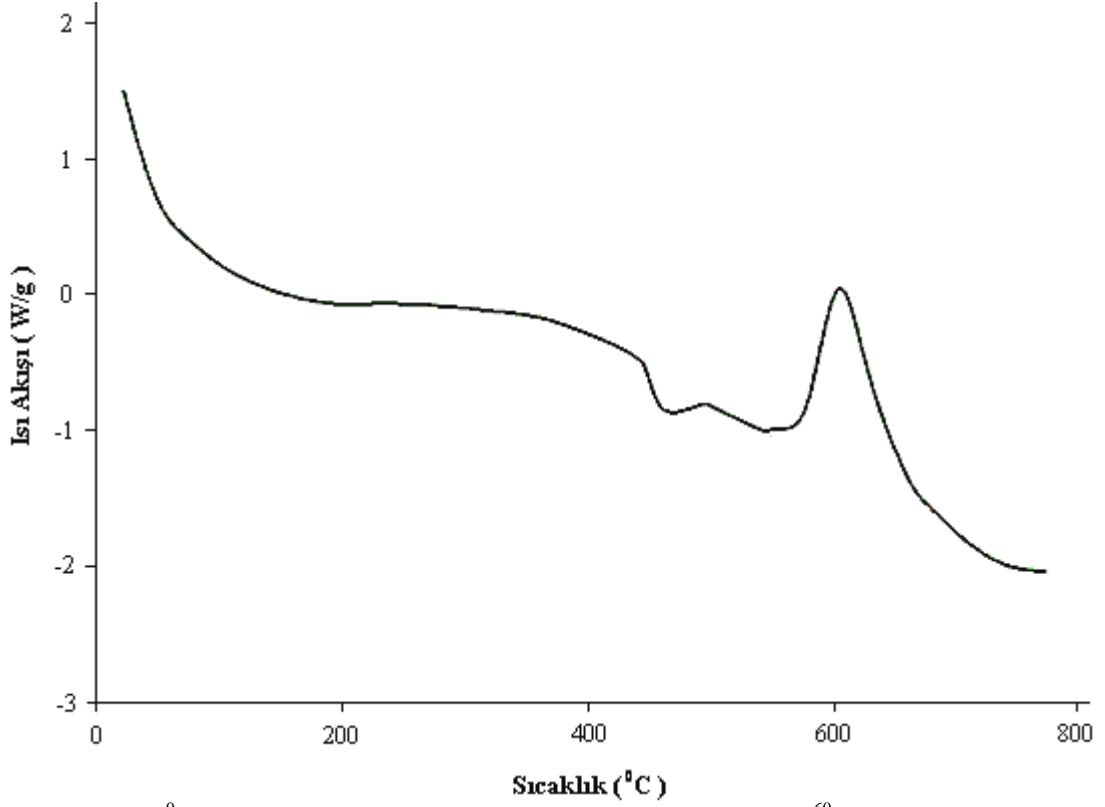
α (°C/dk)	T_x (°C)	x	n	$-\Delta H$ (J/g)
10	600,00	0,091	2,177	331,7
15		0,053		290,1
20		0,0194		299,8
25		0,0144		325,3

Tablo 7.15'de CS2 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki II. piklerinin hesaplanan entalpi değişimleri ve Avrami üsteli değerleri belirtilmiştir.

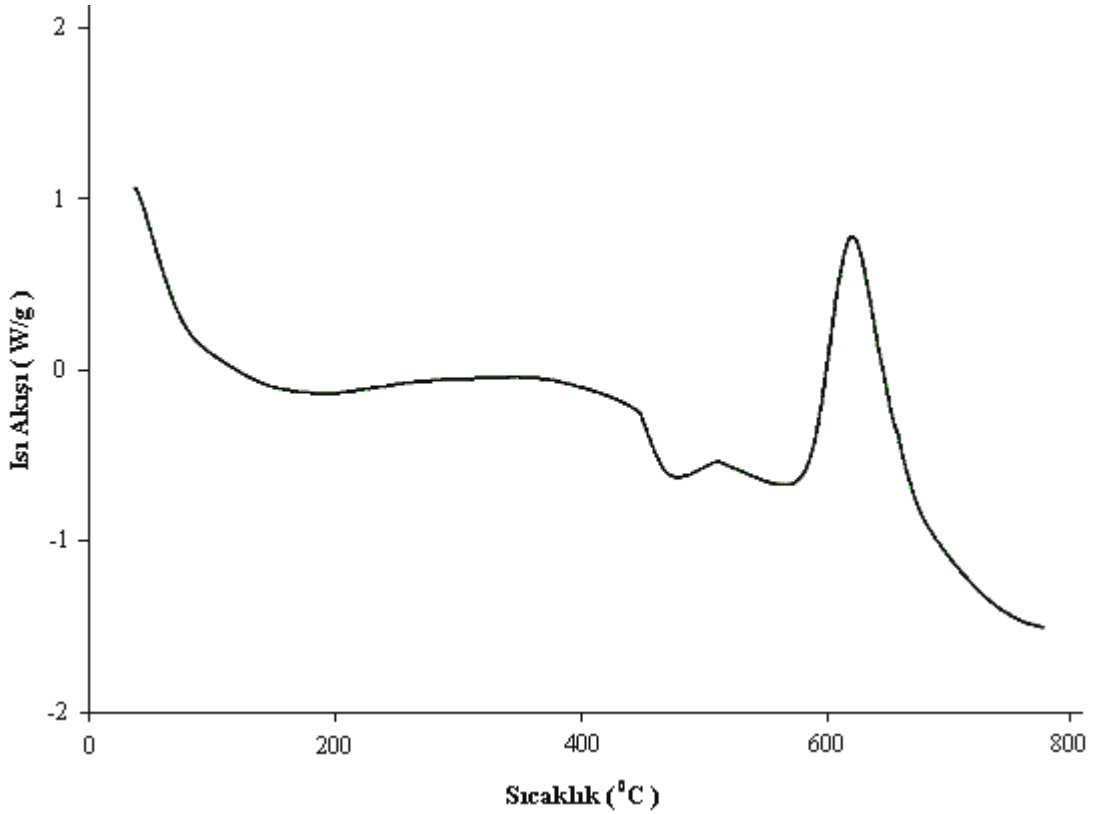
Radyasyon uygulanan CS2 numunesinin alınan DSC ölçüm sonuçları sırasıyla 10 °C/dk. ısıtma hızı için Şekil 7.25'te, 15 °C/dk. ısıtma hızı için Şekil 7.26'da, 20 °C/dk. ısıtma hızı için Şekil 7.27'de ve 25 °C/dk. ısıtma hızı için de Şekil 7.28'de gösterilmiştir



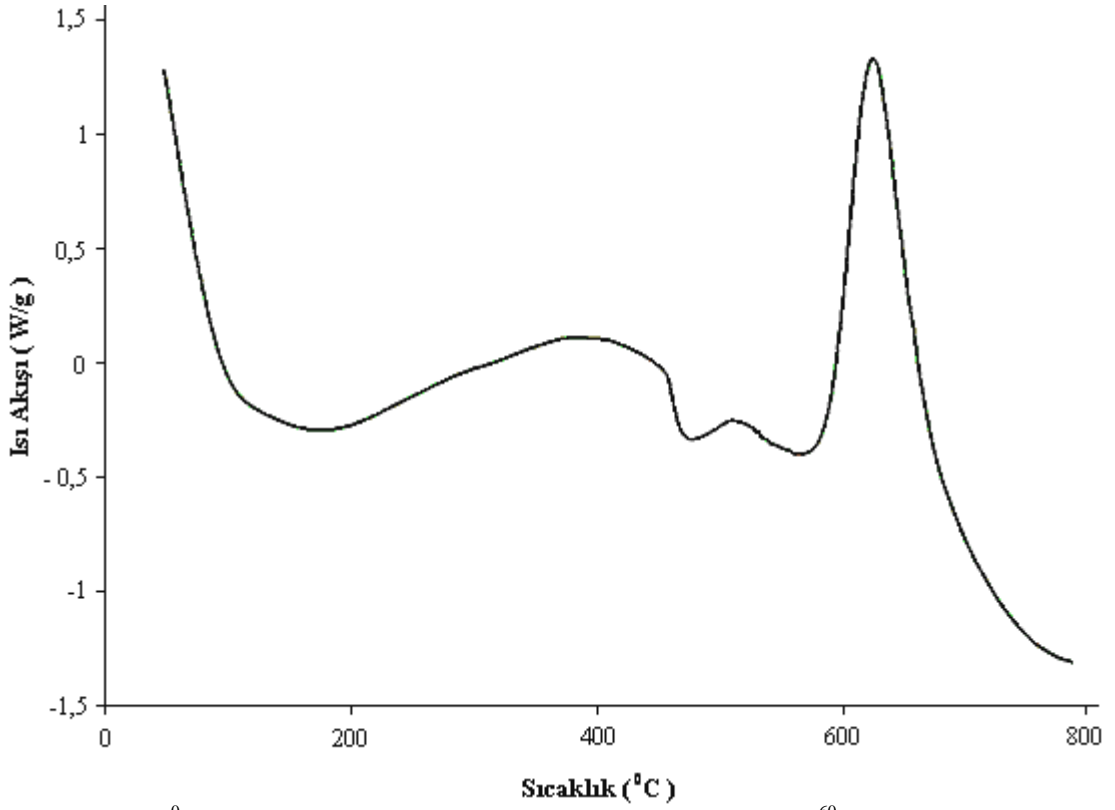
Şekil 7.25 1300 °C'de 2,5 saat ısıtma işlemi gören CS2 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 10 °C/dk. ısıtma hızında DSC grafiği.



Şekil 7.26 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 15 °C /dk. ısıtım hızında DSC grafiği.



Şekil 7.27 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 20 °C /dk. ısıtım hızında DSC grafiği.

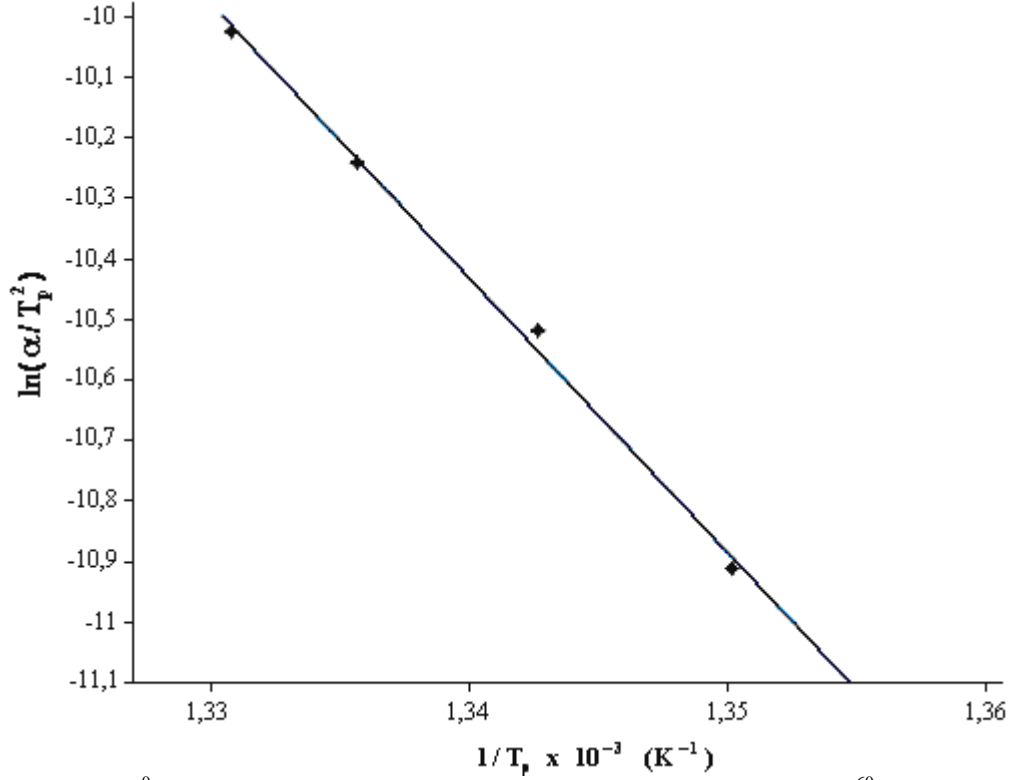


Şekil 7.28 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 25 °C /dk. ısıtma hızında DSC grafiği.

Tablo 7.16 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki I. piklerinin hesaplanan değerleri.

α (°C/ dk)	$T_{baş}$ (°C)	T_{bit} (°C)	T_p (°C)	Kütle (mg)
10	443,75	484,10	467,49	12,091
15	446,21	496,62	471,65	12,802
20	446,77	506,64	475,54	14,365
25	447,20	522,22	478,29	14,232

Radyasyon uygulanan CS2 numunesinin I. pikleri için ölçülen sıcaklık değerleri ve DSC ölçümünde kullanılan malzeme miktarları Tablo 7.16’deki gibidir. Aynı pikler için çizilen $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği Şekil 7.29’da gösterilmiştir.

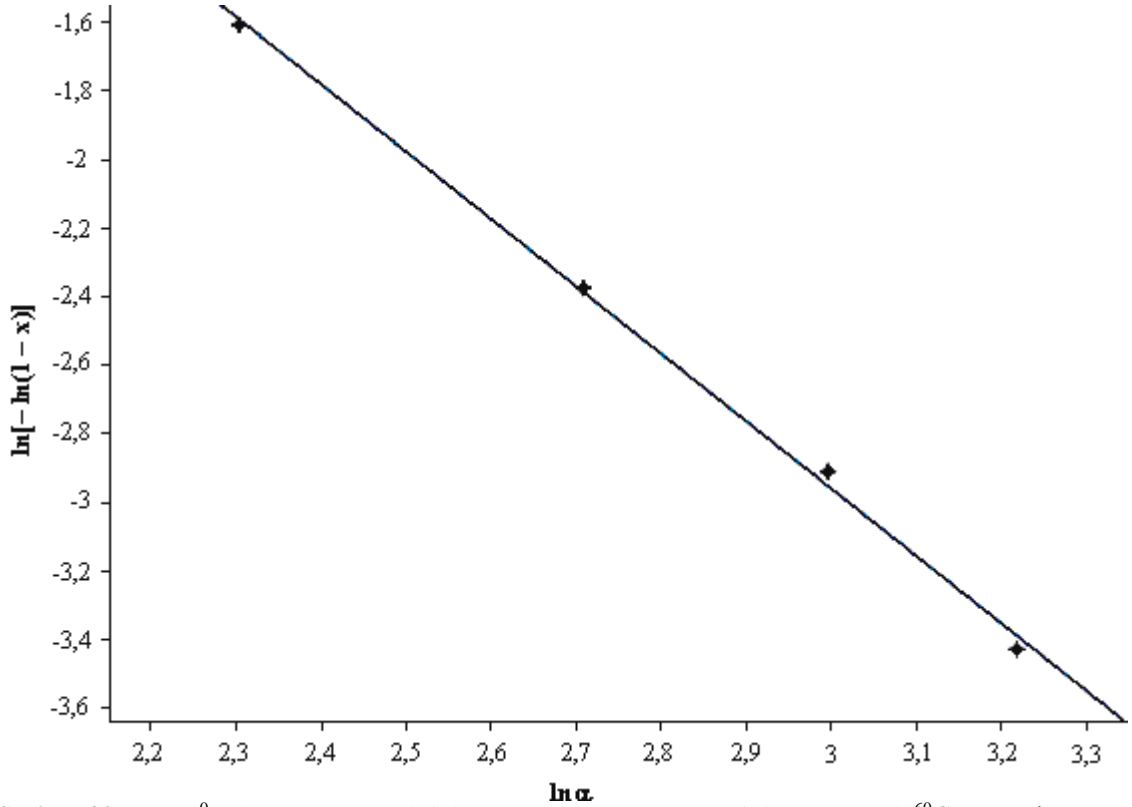


Şekil 7.29 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS2 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki I. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.

Radyasyona maruz kalan CS2 numunesinin I. pikleri için hesaplanan kinetik parametre değerleri Tablo 7.17’deki gibidir. Yine bu I. pikler için çizilen $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği Şekil 7.30’da, hesaplanan Avrami üsteli ve entalpi değişimi değerleri de Tablo 7.18’de verilmiştir.

Tablo 7.17 1300 °C’de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS2 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki I. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.

α (°C/dk)	T_p (°C)	$E(T_p)$ (kJ/mol)	k_0 (s ⁻¹)	$k(T_p)$ (s ⁻¹)	Eğri Denklemi
10	467,49	383,814	$1,003 \times 10^{27}$	0,857	$y=51,433-46,162A$
15	471,65			1,214	
20	475,54			1,670	
25	478,29			2,099	



Şekil 7.30 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki I. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.

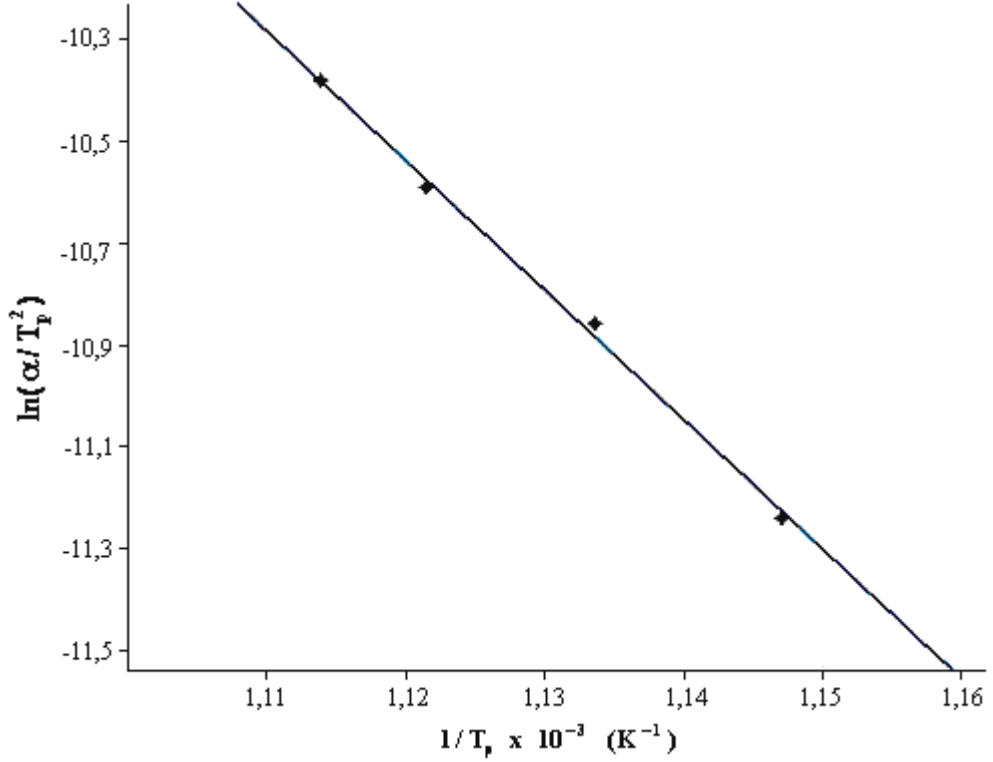
Tablo 7.18 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki I. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.

α (°C/dk)	T_x (°C)	x	n	ΔH (J/g)
10	455,00	0,182	1,966	6,245
15		0,089		7,184
20		0,053		9,087
25		0,032		8,465

Radyasyon uygulanan CS2 numunesinin gözlenen II. pikleri için ölçülen mevcut sıcaklık değerleri ve ölçümde kullanılan numune miktarları Tablo 7.19'daki gibidir.

Tablo 7.19 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki II. piklerinin hesaplanan değerleri.

α (°C/dk)	$T_{baş}$ (°C)	T_{bit} (°C)	T_p (°C)	Kütle (mg)
10	559,08	670,10	598,64	12,091
15	559,86	682,22	608,93	12,802
20	562,36	728,89	618,53	14,365
25	563,42	757,78	624,59	14,232

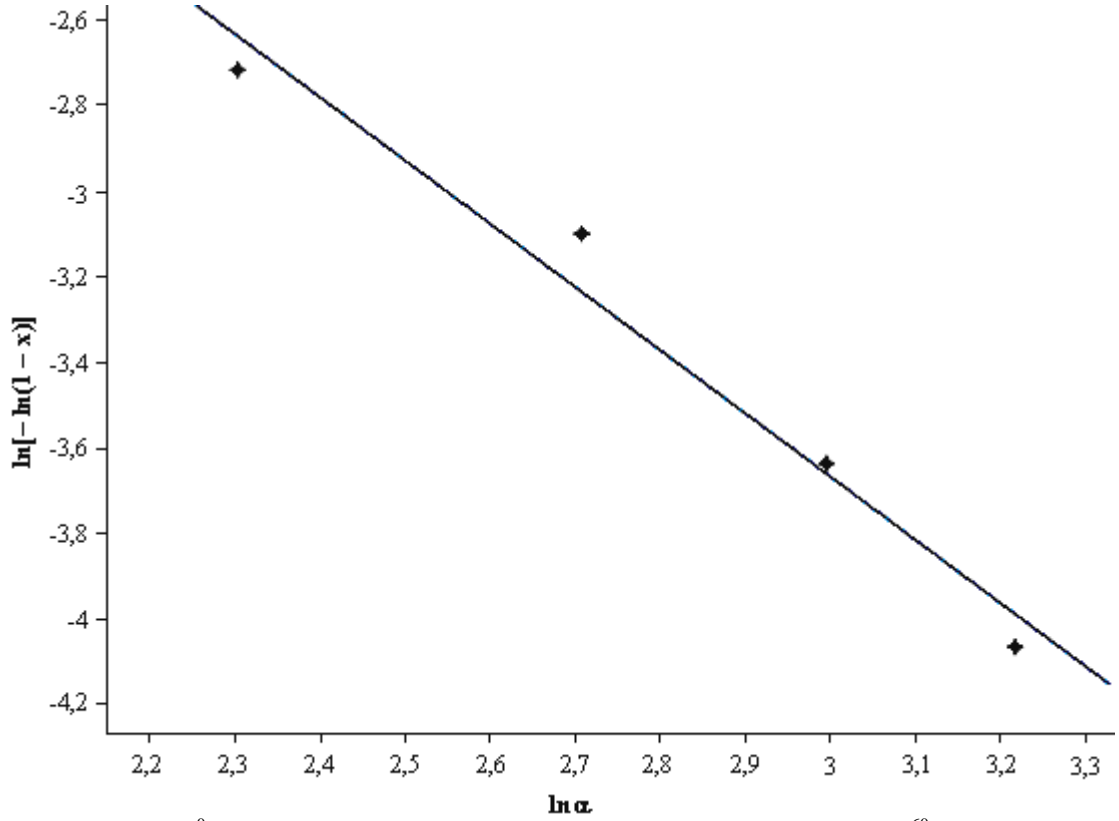


Şekil 7.31 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS2 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki II. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.

Şekil 7.31'de CS2 numunesinin radyasyondan sonraki II. pikleri için çizilen $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafikleri, Tablo 7.20'de hesaplanan kinetik parametreler verilmiştir.

Tablo 7.20 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS2 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki II. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.

α (°C/dk)	T_p (°C)	$E(T_p)$ (kJ/mol)	k_0 (s ⁻¹)	$k(T_p)$ (s ⁻¹)	Eğri Denklemi
10	598,64	213,192	$2,032 \times 10^{12}$	0,342	$y=18,188-25,641A$
15	608,93			0,483	
20	618,53			0,660	
25	624,59			0,801	



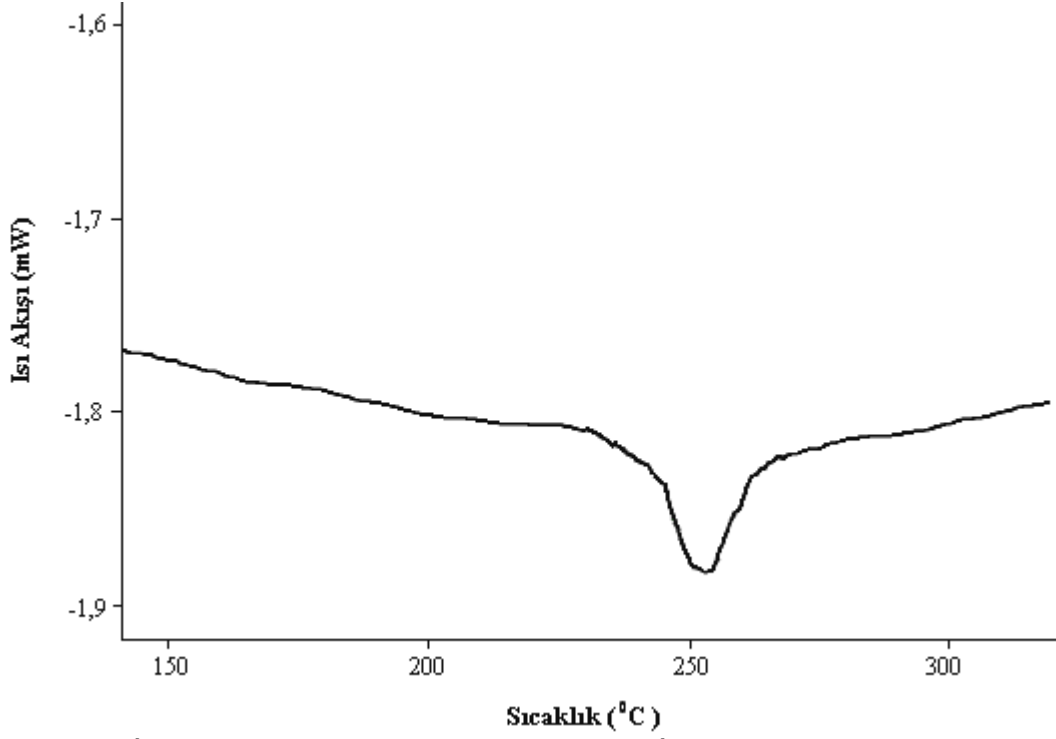
Şekil 7.32 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki II. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.

Tablo 7.21 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS2 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulandıktan sonraki II. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.

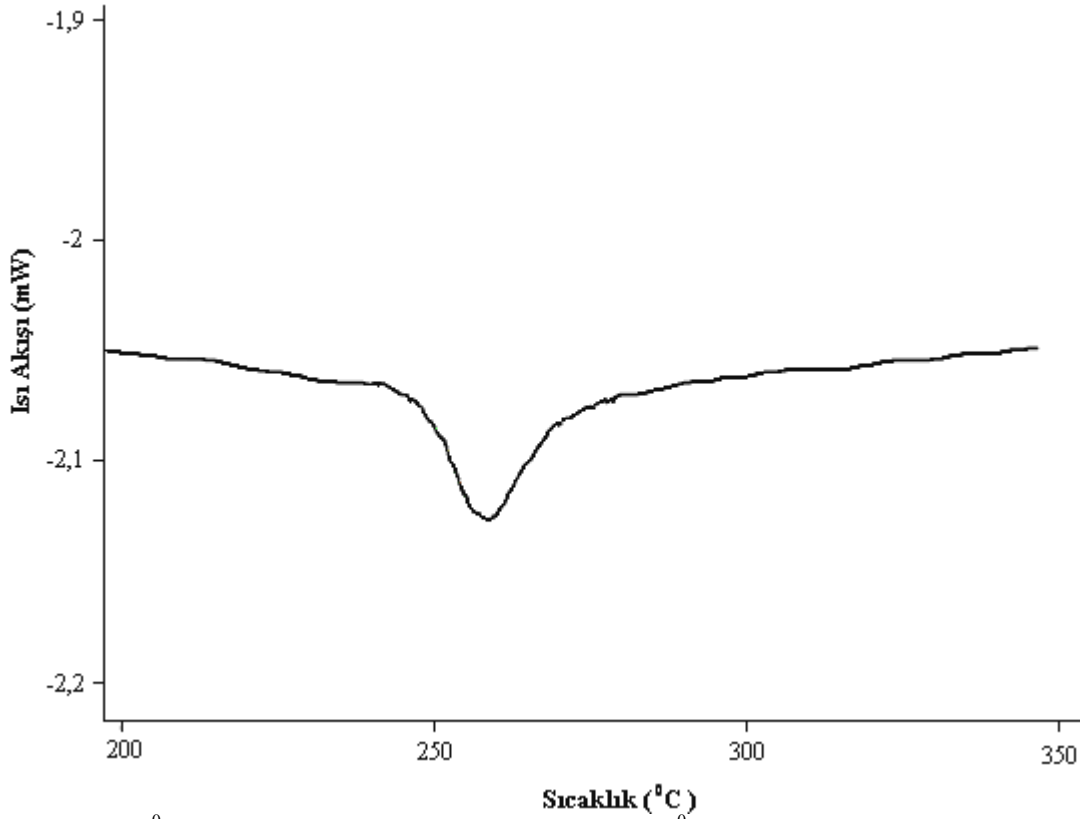
α (°C/dk)	T_x (°C)	x	n	$-\Delta H$ (J/g)
10	575,55	0,061	1,424	247,4
15		0,044		251,5
20		0,026		286,3
25		0,017		289,8

Radyasyon uygulanan CS2 numunesinin II. pikleri için çizilen $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği Şekil 7.32'de verilirken, entalpi değişimleri ve Avrami üsteli değerleri de Tablo 7.21'deki gibidir.

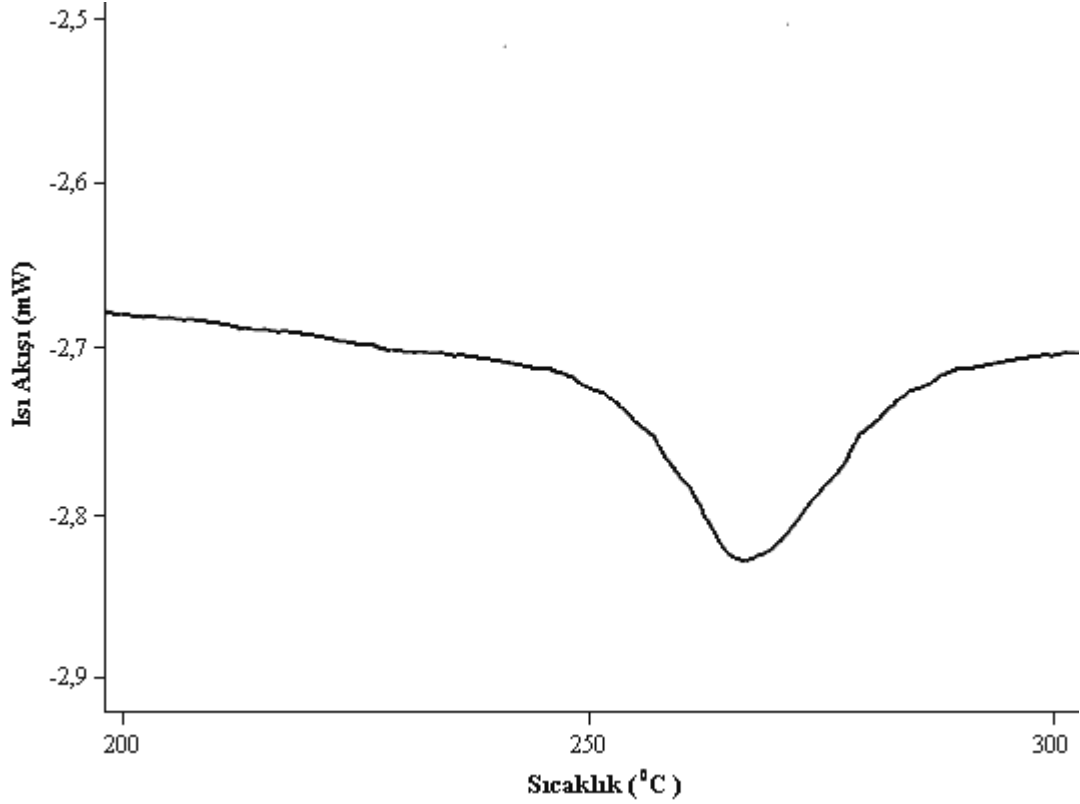
Sinterleme işlemine tabi tutulan SCS3 numunesinin alınan DSC ölçümleri ise sırasıyla 10 °C/dk. ısıtma hızı için Şekil 7.33'te, 15 °C/dk. ısıtma hızı için Şekil 7.34'te ve 20 °C/dk. ısıtma hızı için Şekil 7.35'de verilmiştir.



Şekil 7.33 1200⁰C'de 1,5 saat sinterlenen SCS3 numunesinin 10⁰C/dk. ısıtma hızında DSC grafiği.



Şekil 7.34 1200⁰C'de 1,5 saat sinterlenen SCS3 numunesinin 15⁰C/dk. ısıtma hızında DSC grafiği.



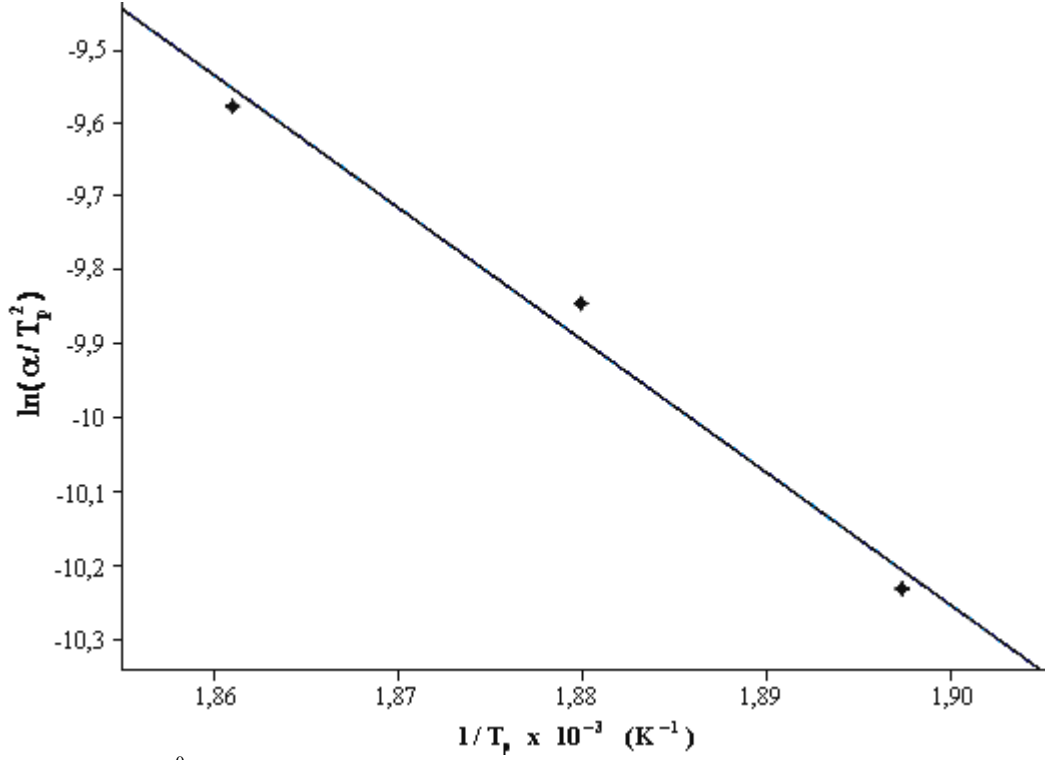
Şekil 7.35 1200 °C’de 1,5 saat sinterlenen SCS3 numunesinin 20 °C /dk. ısıtma hızında DSC grafiği.

Tablo 7.22 1200 °C’de 1,5 saat ısıtma işlemi gören sinterli SCS3 numunesinin I. piklerinin hesaplanan değerleri.

α (°C/dk)	$T_{baş}$ (°C)	T_{bit} (°C)	T_p (°C)	Kütle (mg)
10	230,30	276,40	253,90	19,000
15	244,70	281,50	258,80	16,500
20	248,60	292,40	264,20	19,000

Tablo 7.22’de sinterli SCS3 numunesinin gözlenen I. piklerinin ölçülen sıcaklık değerleri ve kullanılan malzeme miktarları verilmiştir.

Sinterli numunenin I. pikleri için çizilen $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği ise Şekil 7.36’daki gibidir. Ayrıca $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği ise Tablo 7.23’de gösterilmiştir.

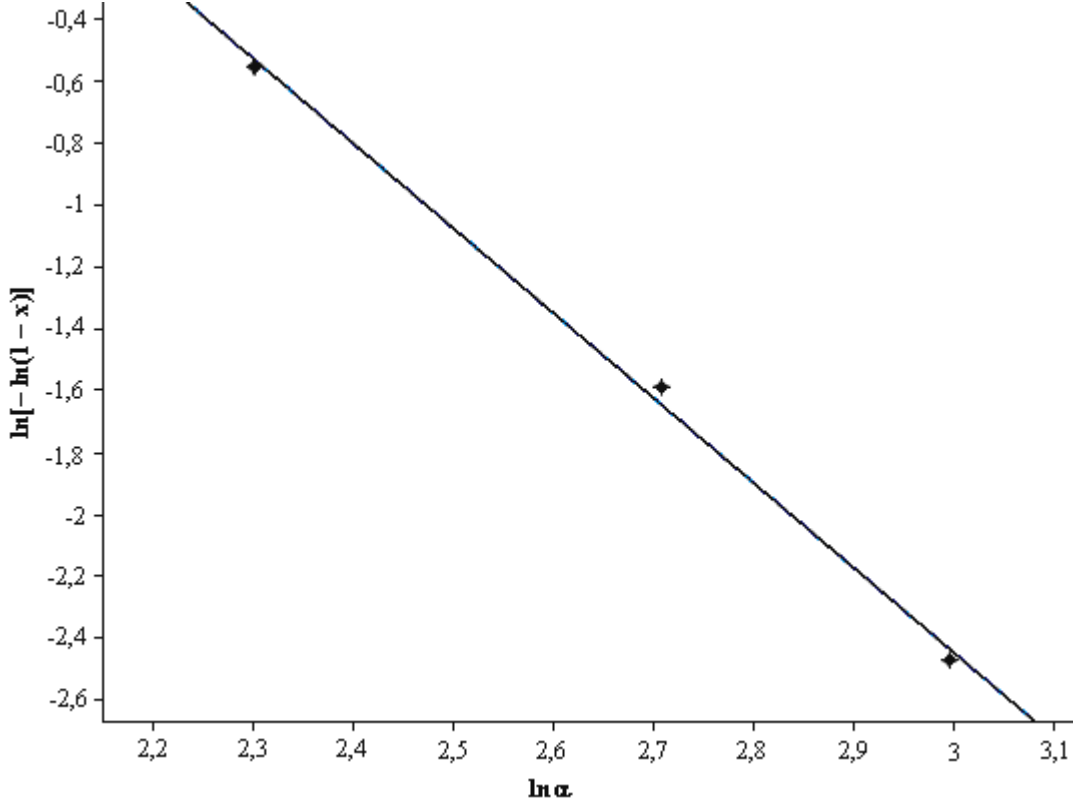


Şekil 7.36 1200 °C’de 1,5 saat ısıtım işlemi gören sinterli SCS3 numunesinin I. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.

Tablo 7.23 1200 °C’de 1,5 saat ısıtım işlemi gören sinterli SCS3 numunesinin I. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.

α (°C/dk)	T_p (°C)	$E(T_p)$ (kJ/mol)	k_0 (s ⁻¹)	$k(T_p)$ (s ⁻¹)	Eğri Denklemi
10	253,90	149,187	$4,038 \times 10^{14}$	0,662	$y=23,837-17,943A$
15	258,80			0,906	
20	264,20			1,272	

Sinterli numunenin çizilen $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği ise Şekil 7.37’de belirtildiği üzeredir.



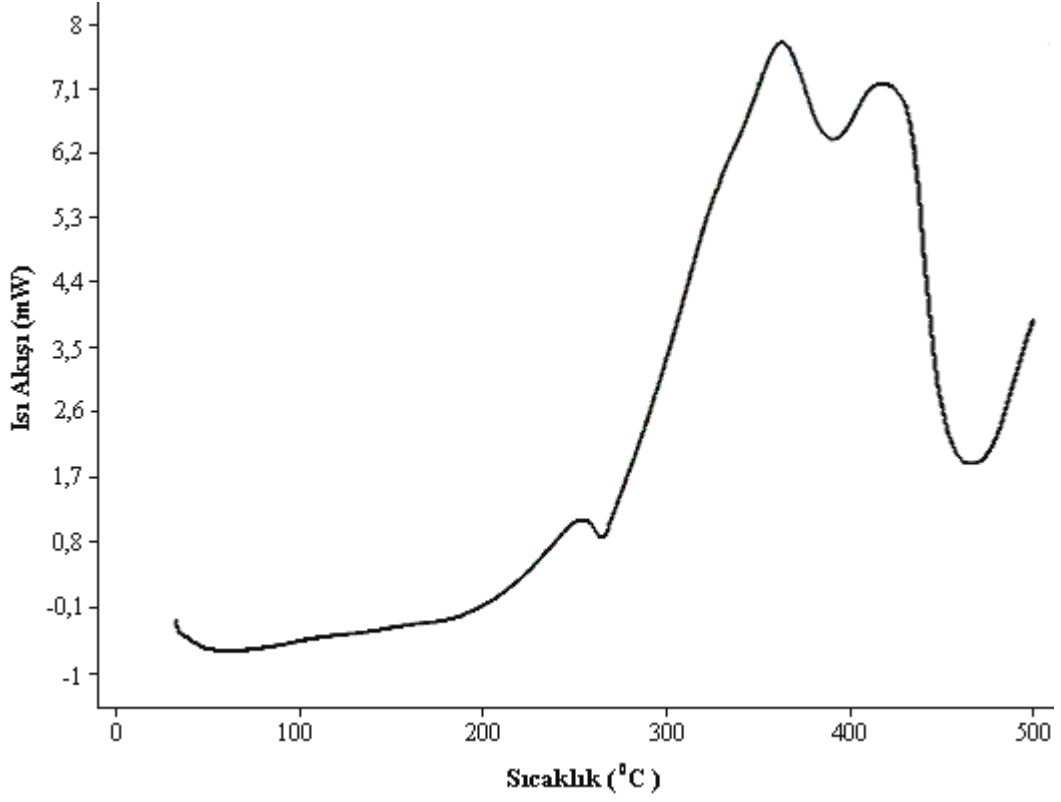
Şekil 7.37 1200 °C'de 1,5 saat sinterlenen SCS3 numunesinin I. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.

Tablo 7.24 1200 °C'de 1,5 saat sinterlenen SCS3 numunesinin I. pikleri için I. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.

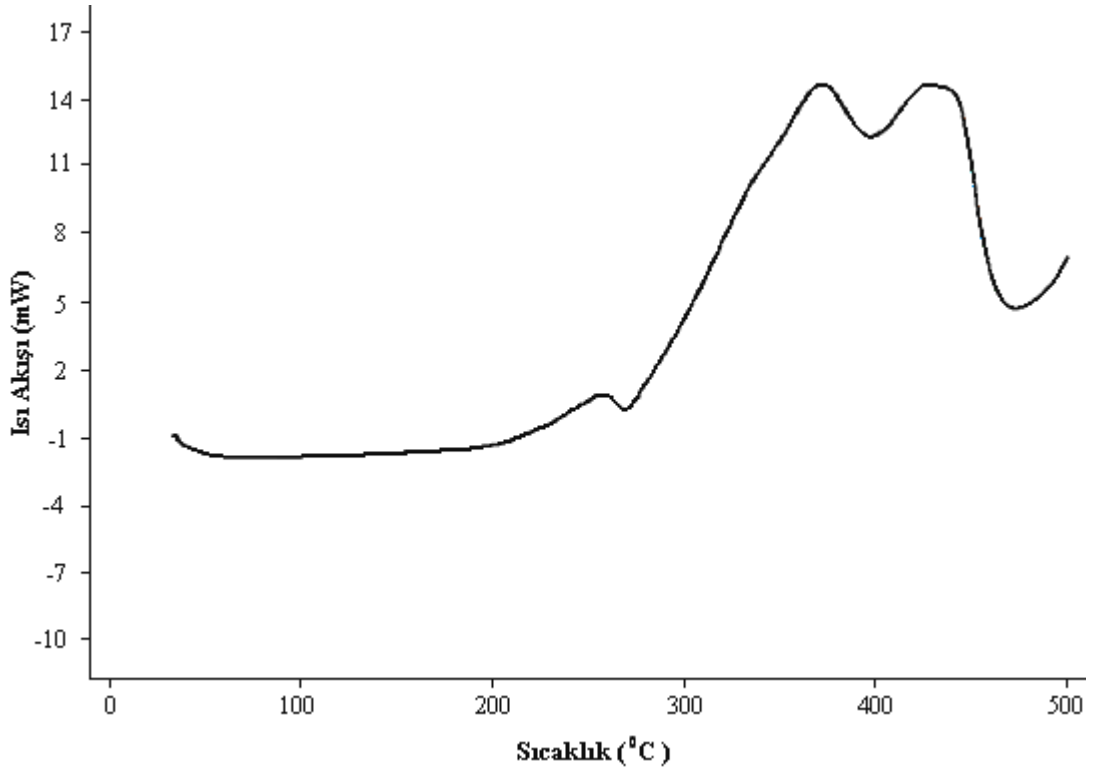
α (°C/dk)	T_x (°C)	x	n	ΔH (J/g)
10	251,60	0,423	2,751	0,47
15		0,185		0,52
20		0,081		0,63

Tablo 7.24'te sinterli numune için hesaplanan Avrami üsteli ve entalpi değişimi değerleri verilmektedir.

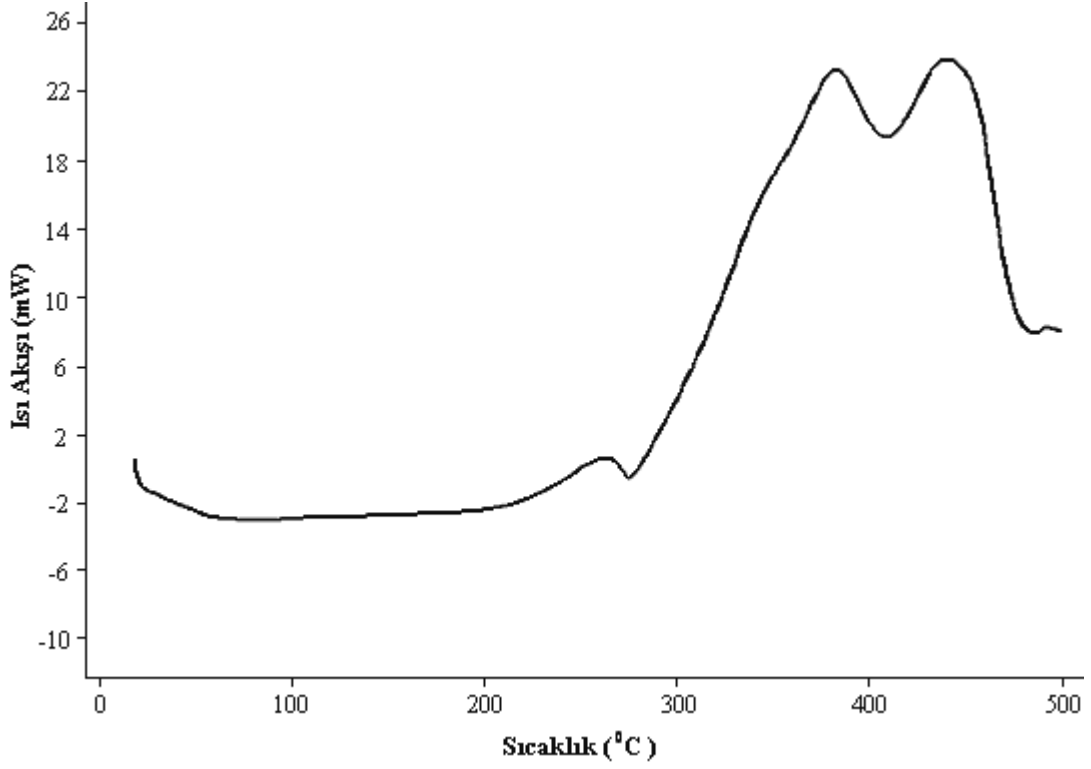
Diğer bir cam-seramik malzememiz olan CS3 (sinterli numune ile aynı bileşime sahip numune) için alınan DSC ölçümleri ise sırasıyla 10 °C/dk. ısıtma hızı için Şekil 7.38'de, 15 °C/dk. ısıtma hızı için Şekil 7.39'da ve 20 °C/dk. ısıtma hızı için Şekil 7.40'ta verilmiştir.



Şekil 7.38 1400 °C'de 2,5 saat ısıl işlem gören CS3 numunesinin 10 °C /dk. ısıtma hızında DSC grafiği.



Şekil 7.39 1400 °C'de 2,5 saat ısıl işlem gören CS3 numunesinin 15 °C /dk. ısıtma hızında DSC grafiği.

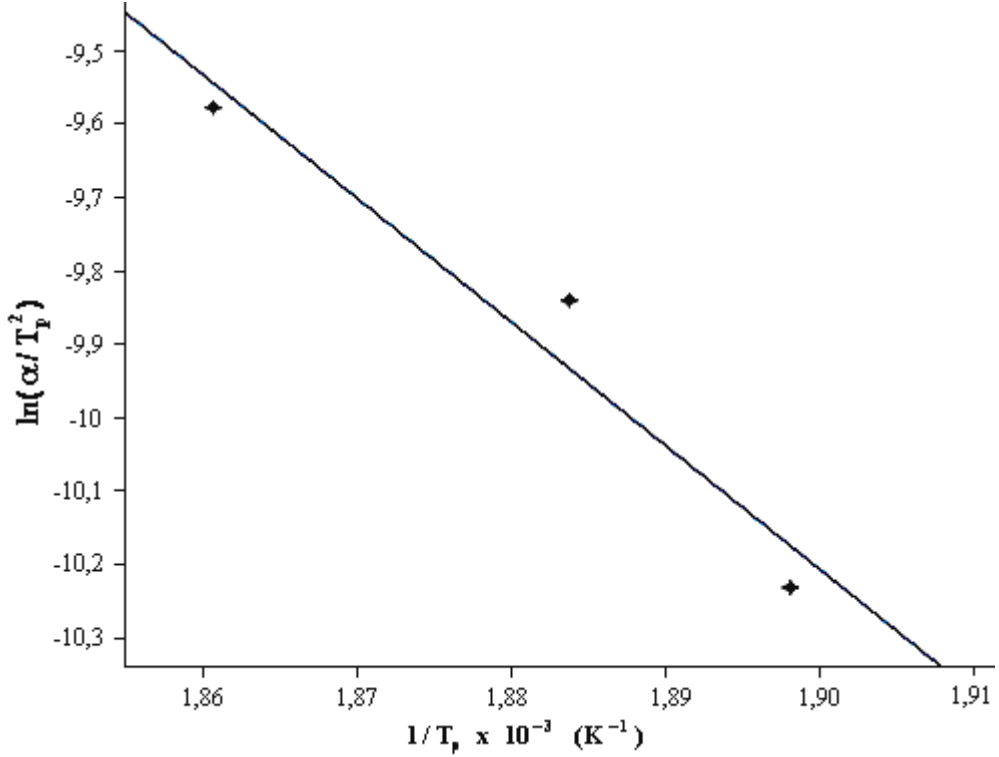


Şekil 7.40 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS3 numunesinin 20 °C/dk. ısıtım hızında DSC grafiği.

Tablo 7.25 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS3 numunesinin I. piklerinin hesaplanan değerleri.

α (°C/dk)	$T_{baş}$ (°C)	T_{bit} (°C)	T_p (°C)	Kütle (mg)
10	190,20	263,50	253,70	9,400
15	198,10	269,00	257,70	12,000
20	205,40	274,40	264,30	14,500

CS3 numunesinde gözlenen I. pikler için; piklerin mevcut sıcaklık değerleri ve DSC ölçümünde kullanılan numune miktarları Tablo 7.25'de verilmiştir.

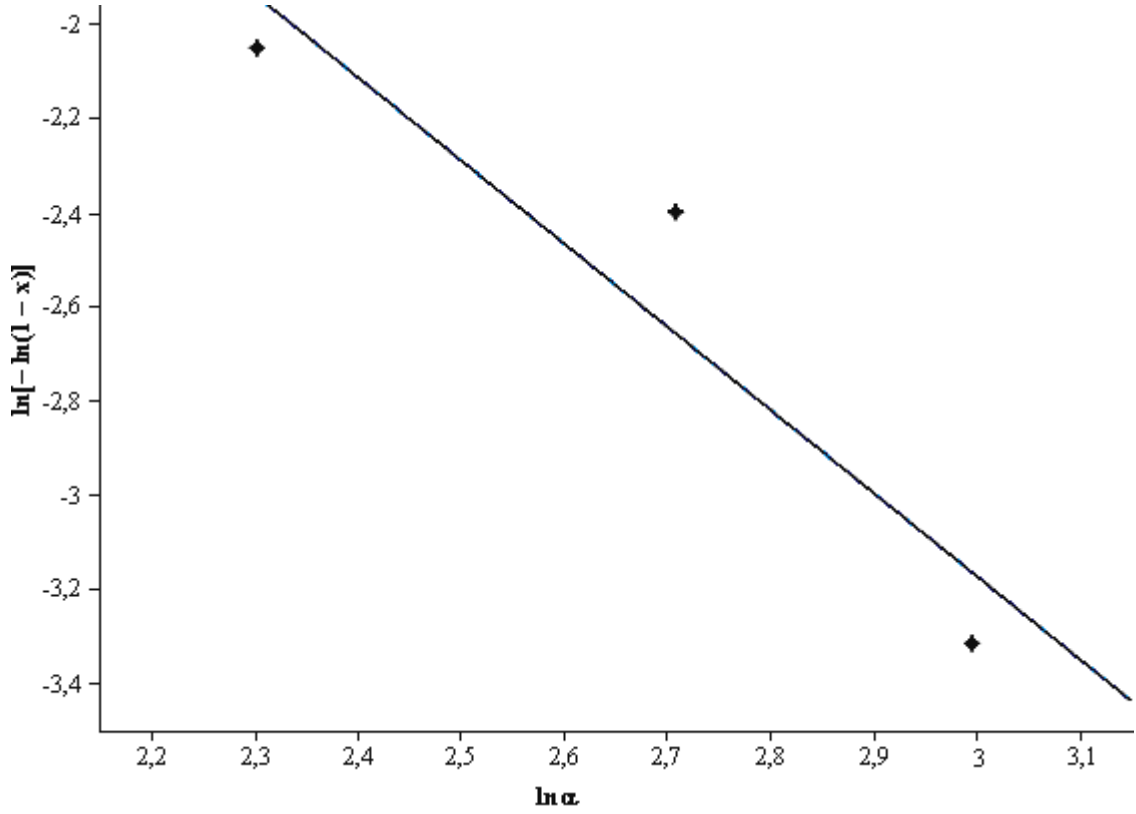


Şekil 7.41 1400 °C'de 2,5 saat ısıtılma işlemi gören CS3 numunesinin I. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.

Tablo 7.26 1400 °C'de 2,5 saat ısıtılma işlemi gören CS3 numunesinin I. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.

α (°C/dk)	T_p (°C)	E (T_p) (kJ/mol)	k_0 (s^{-1})	k (T_p) (s^{-1})	Eğri Denklemi
10	253,70	141,629	$7,152 \times 10^{13}$	0,650	$y=22,158-17,034A$
15	257,70			0,829	
20	264,30			1,230	

Şekil 7.41'de CS3 cam-seramik numunesinin gözlenen I. pikleri için çizilen $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği ve Tablo 7.26'da da bu pik değerleri için hesaplanan kinetik parametre değerleri verilmiştir. Şekil 7.42'de çizilen $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği gösterilirken, Tablo 7.27'de bu grafikten yararlanılarak hesaplanan Avrami üsteli değeri ve entalpi değişimi belirtilmektedir.



Şekil 7.42 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin I. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.

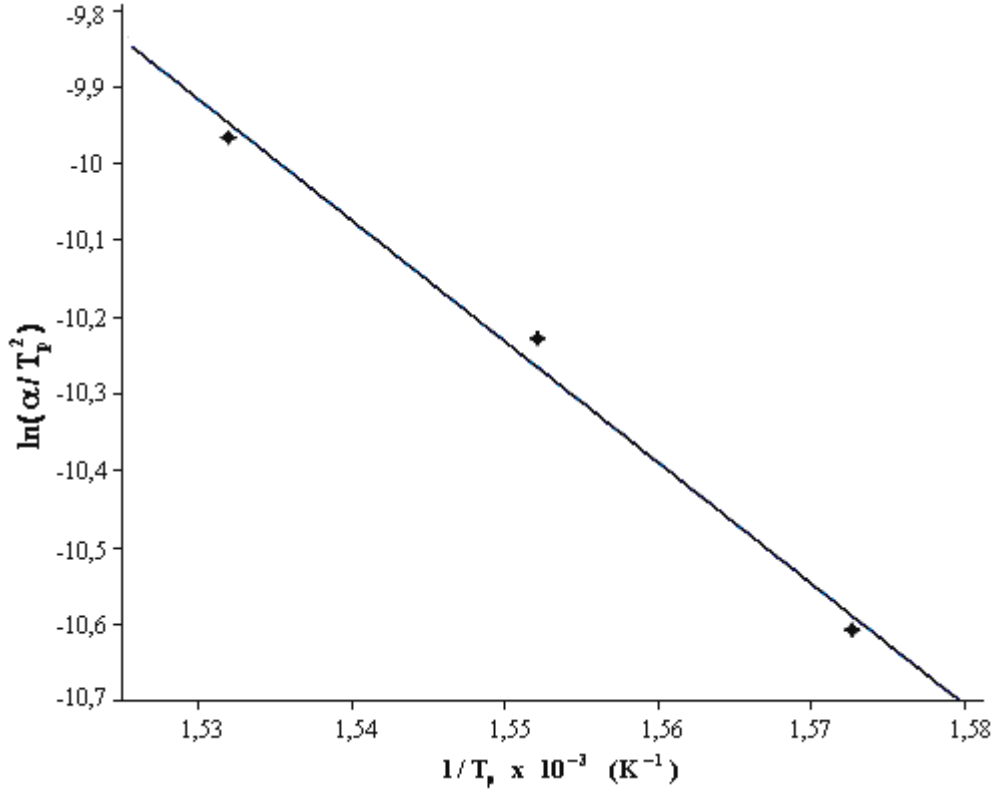
Tablo 7.27 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin I. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.

α (°C/dk)	T_x (°C)	x	n	$-\Delta H$ (J/g)
10	229,50	0,121	1,764	5,86
15		0,0869		110,94
20		0,0357		56,98

Tablo 7.28 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin II. piklerinin hesaplanan değerleri.

α (°C/dk)	$T_{baş}$ (°C)	T_{bit} (°C)	T_p (°C)	Kütle (mg)
10	263,50	389,00	362,70	9,400
15	269,00	396,00	371,10	12,000
20	274,40	406,60	379,60	14,500

Tablo 7.28'de CS3 numunesinin II. pikleri için mevcut sıcaklık değerleri ve DSC ölçümü için kullanılan numune miktarları belirtilmektedir.

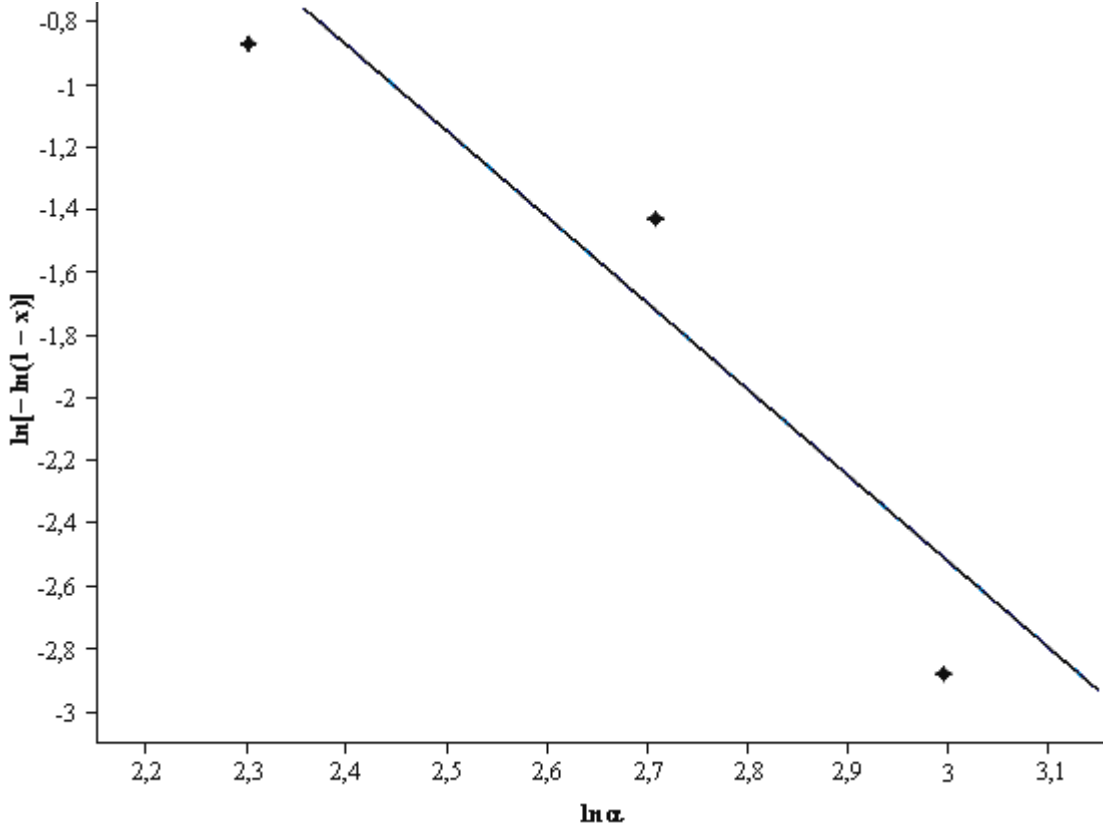


Şekil 7.43 1400 °C’de 2,5 saat ısı işlem gören CS3 numunesinin II. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.

Tablo 7.29 1400 °C’de 2,5 saat ısı işlem gören CS3 numunesinin II. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.

α (°C/dk)	T_p (°C)	$E(T_p)$ (kJ/mol)	k_0 (s ⁻¹)	$k(T_p)$ (s ⁻¹)	Eğri Denklemi
10	362,70	129,956	$1,872 \times 10^{10}$	0,395	$y=13,996-15,630A$
15	371,10			0,545	
20	379,60			0,747	

Şekil 7.43’te CS3 numunesinin II. pikleri için çizilen $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği görülmektedir. Tablo 7.29’da aynı pikler için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri gösterilmektedir. Şekil 7.44’te çizilen $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği, Tablo 7.30’da hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami parametreleri ve Tablo 7.31’de de CS3 numunesinin hesaplanan III. piklerinin sıcaklık değerleri ile ölçümde kullanılan numune miktarları verilmektedir.



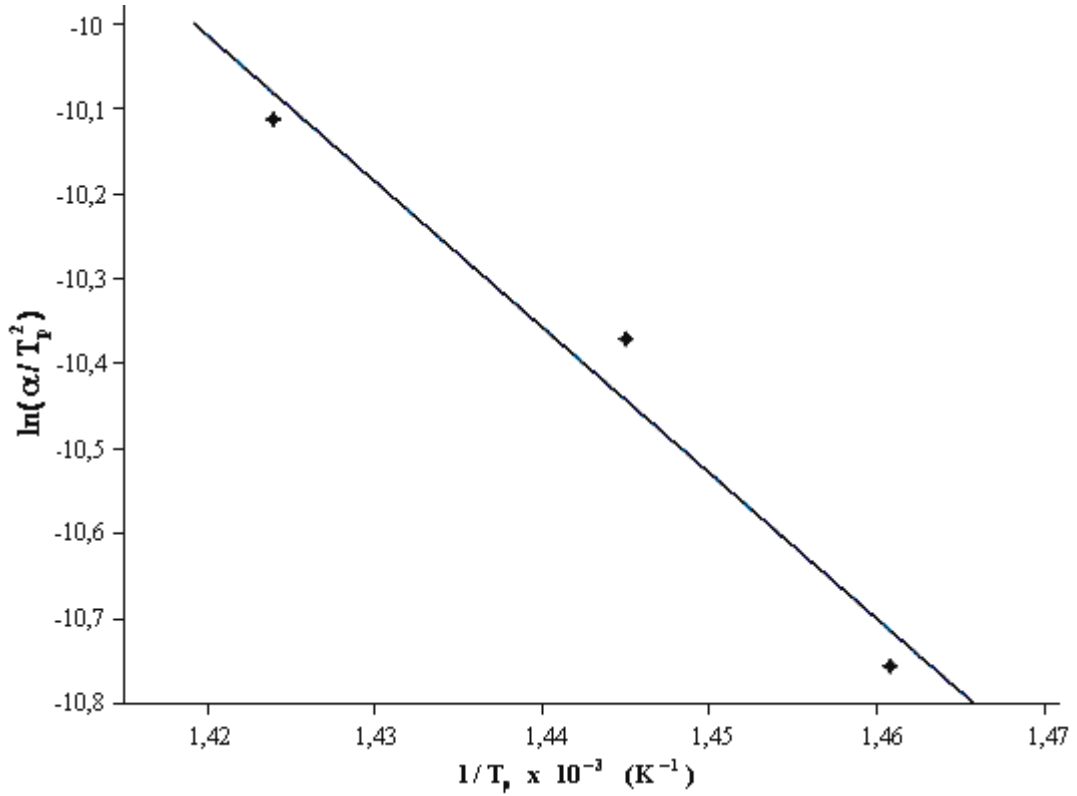
Şekil 7.44 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin II. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.

Tablo 7.30 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin II. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.

α (°C/ dk)	T_x (°C)	x	n	$-\Delta H$ (J/g)
10	325,20	0,342	2,746	6,83
15		0,213		107,85
20		0,0545		72,00

Tablo 7.31 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin III. piklerinin hesaplanan değerleri.

α (°C/ dk)	$T_{baş}$ (°C)	T_{bit} (°C)	T_p (°C)	Kütle (mg)
10	389,00	464,90	411,40	9,400
15	396,00	471,20	418,90	12,000
20	406,60	484,50	429,10	14,500

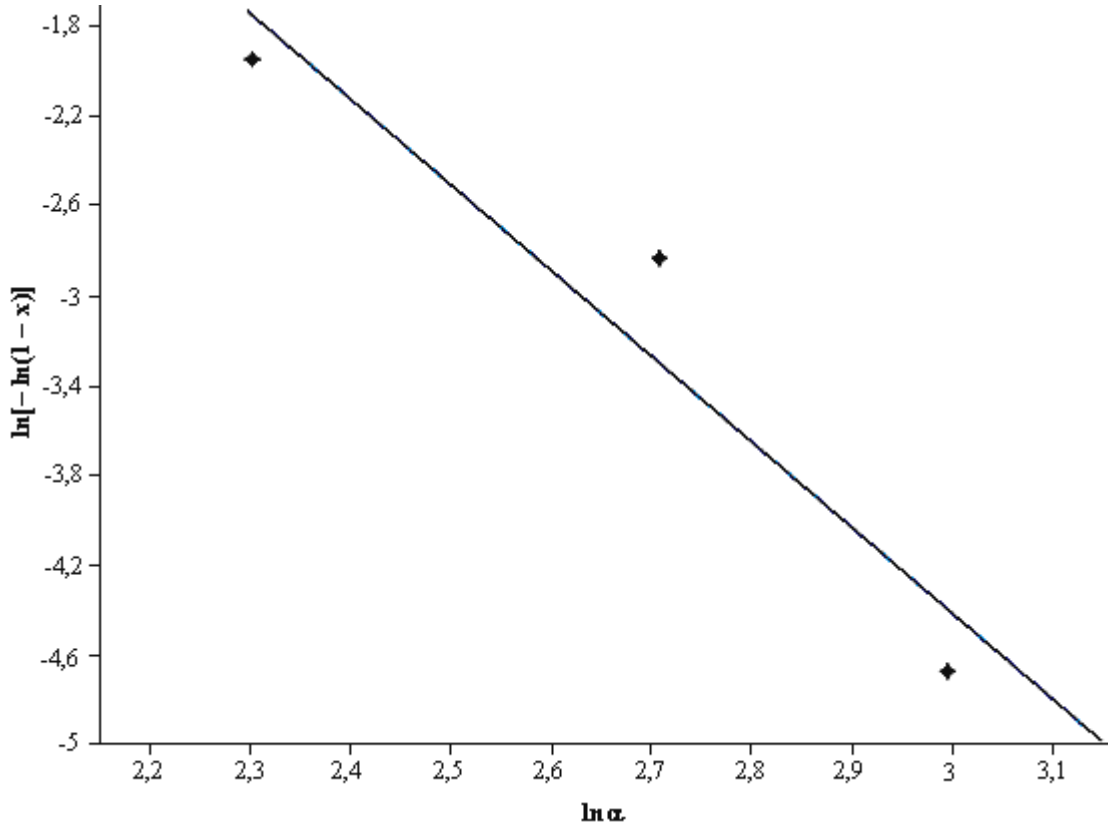


Şekil 7.45 1400 °C’de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin III. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.

Tablo 7.32 1400 °C’de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin III. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.

α (°C/dk)	T_p (°C)	$E (T_p)$ (kJ/mol)	k_0 (s ⁻¹)	$k (T_p)$ (s ⁻¹)	Eğri Denklemi
10	411,40	142,128	$2,664 \times 10^{10}$	0,381	$y=14,259-17,094A$
15	418,90			0,499	
20	429,10			0,715	

Şekil 7.45’te CS3 numunesinin III. pikleri için çizilen $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği verilmektedir. Devamında verilen Tablo 7.32’de ise bu pik değerleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri verilmektedir.



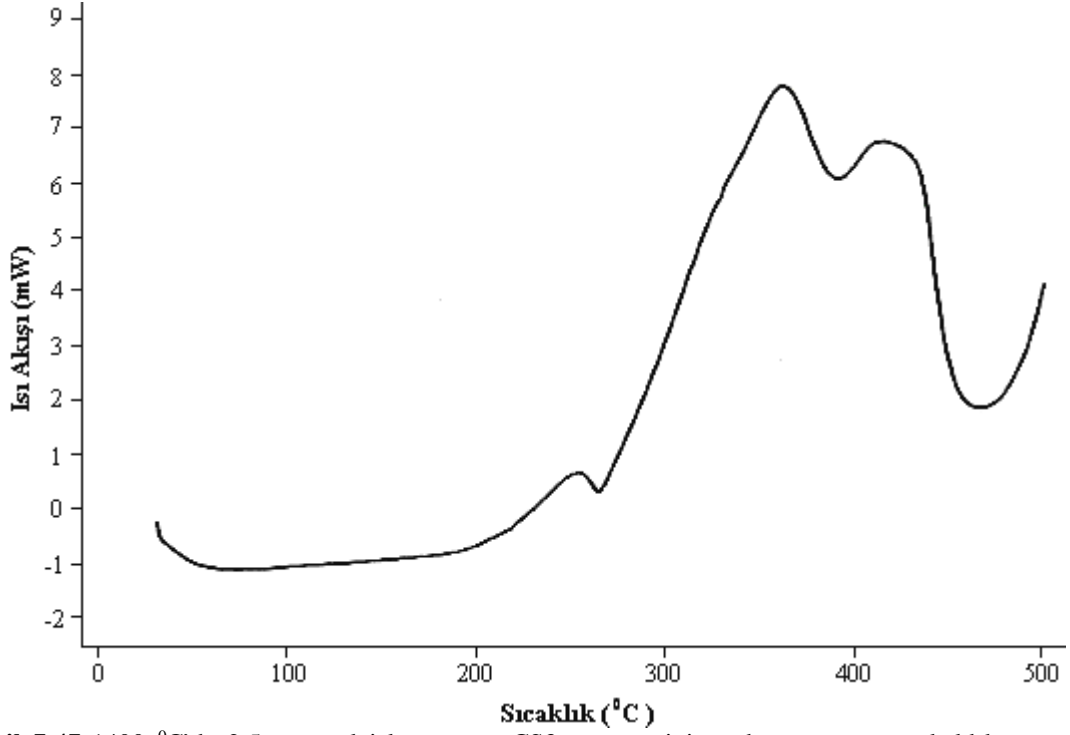
Şekil 7.46 1400 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS3 numunesinin III. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.

Tablo 7.33 1400 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS3 numunesinin III. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.

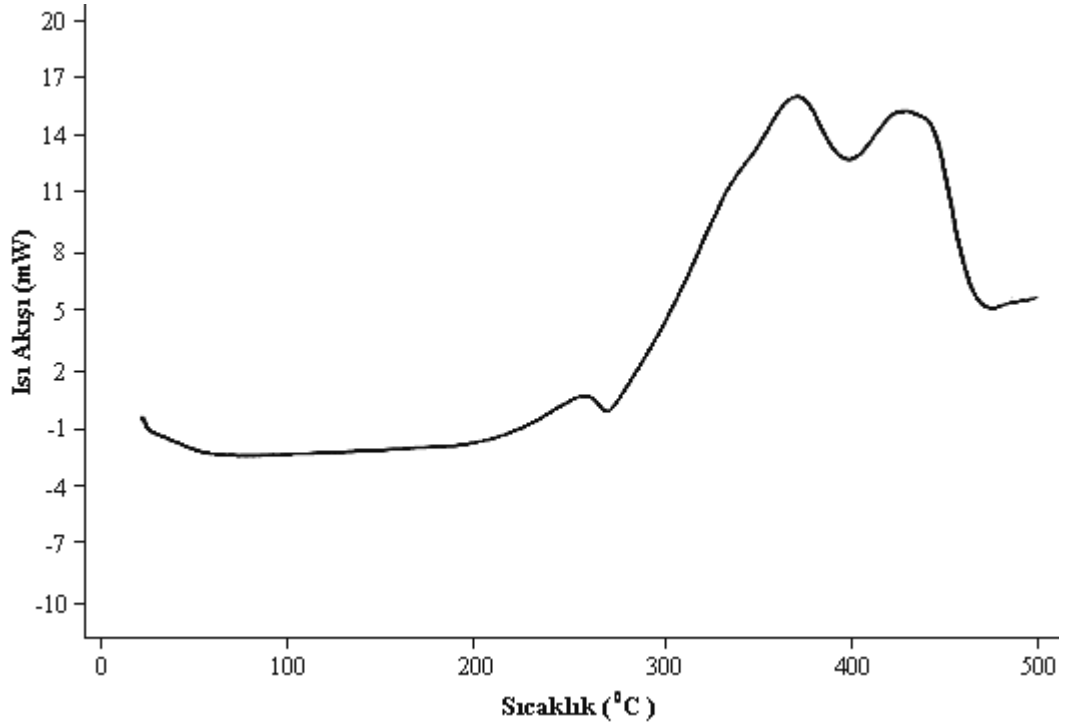
α (°C/dk)	T_x (°C)	x	n	$-\Delta H$ (J/g)
10	409,80	0,133	3,819	8,81
15		0,057		106,83
20		0,0093		76,00

CS3 numunesinin III. pikleri için çizilen $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği Şekil 7.46’da verildiği gibidir. Yine aynı pik değerleri için hesaplanan Avrami üsteli değeri ve entalpi değişimi değerleri ise Tablo 7.33’de belirtmek suretiyle gösterilmektedir.

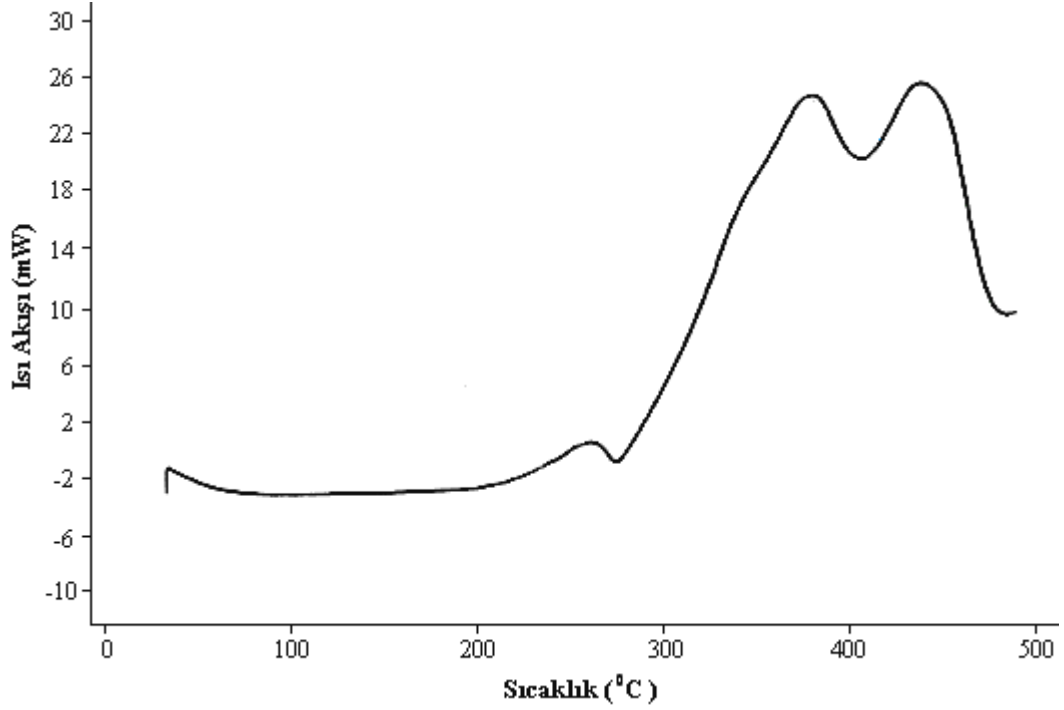
CS3 cam-seramik numunesinin X-ışını radyasyonuna maruz kaldıktan sonra yapılan DSC ölçüm sonuçları ise sırasıyla; 10 °C/dk. ısıtma hızı için Şekil 7.47’de, 15 °C/dk. ısıtma hızı için Şekil 7.48’de ve 20 °C/dk. ısıtma hızı için Şekil 7.49’da verilmiştir.



Şekil 7.47 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS3 numunesinin radyasyona maruz kaldıktan sonra 10 °C/dk. ısıtım hızında DSC grafiği.



Şekil 7.48 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS3 numunesinin radyasyona maruz kaldıktan sonra 15 °C/dk. ısıtım hızında DSC grafiği.

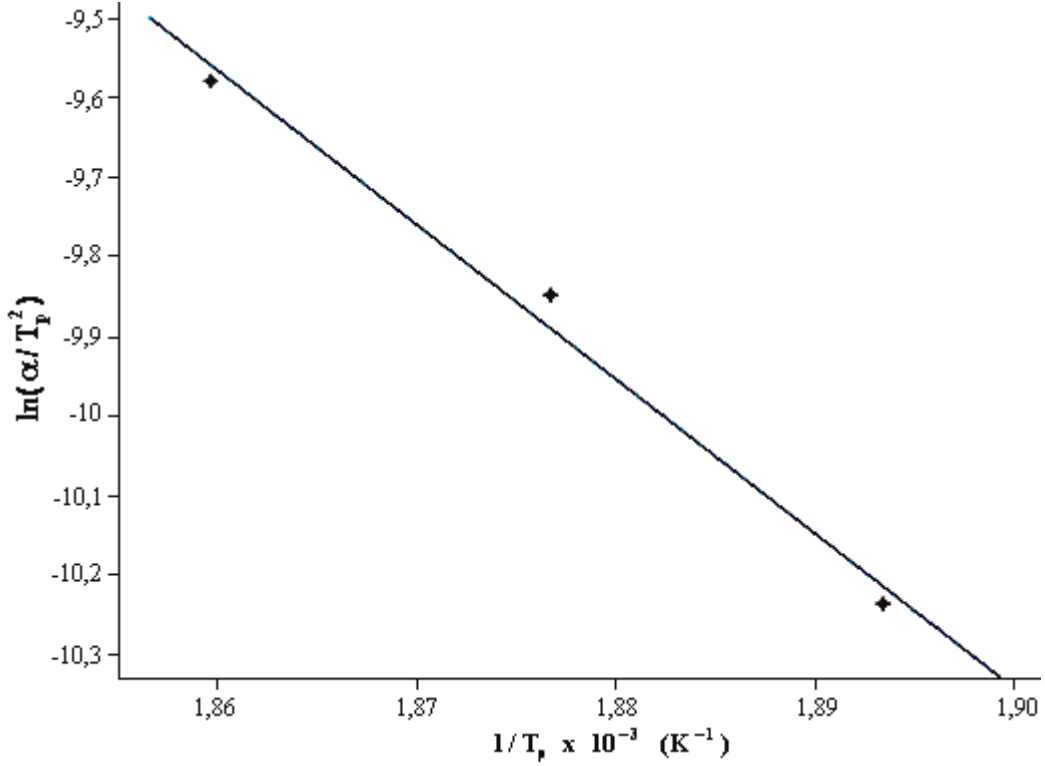


Şekil 7.49 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS3 numunesinin radyasyona maruz kaldıktan sonra 20 °C /dk. ısıtım hızında DSC grafiği.

Tablo 7.34 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki I. piklerinin hesaplanan değerleri.

α (°C/ dk)	$T_{baş}$ (°C)	T_{bit} (°C)	T_p (°C)	Kütle (mg)
10	217,30	264,80	255,00	24,400
15	220,50	269,50	259,70	16,000
20	223,70	274,90	264,60	17,000

Radyasyona maruz kalan CS3 cam-seramik numunesinin gözlenen I. pikleri için ölçülen sıcaklık değerleri ve DSC ölçümünde kullanılan numune miktarları Tablo 7.34'te belirtilmiştir. Yine bu pik değerlerinden faydalanılarak çizilen $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği ise Şekil 7.50'de gösterilmektedir. Hesaplanan kinetik parametreler (reaksiyon hızı, frekans faktörü, aktivasyon enerjisi) Tablo 7.35'te verilmiştir.

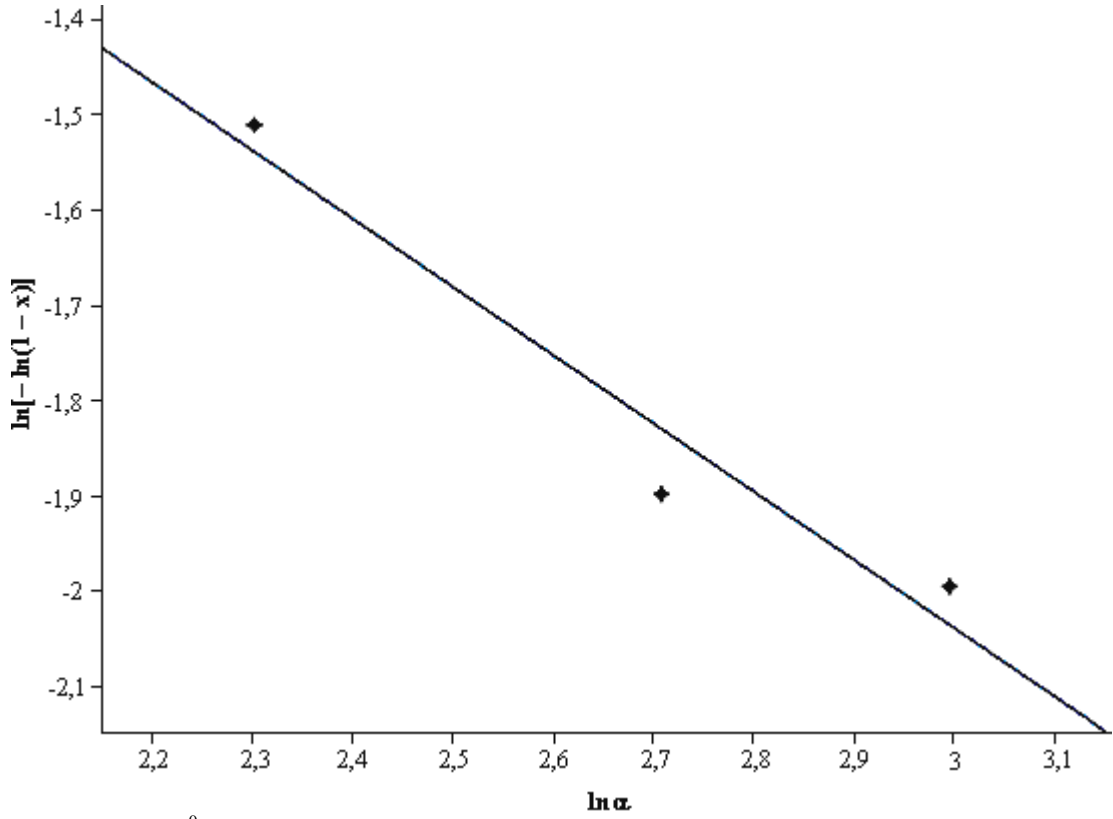


Şekil 7.50 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki I. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.

Tablo 7.35 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki I. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.

α (°C/dk)	T_p (°C)	$E(T_p)$ (kJ/mol)	k_0 (s ⁻¹)	$k(T_p)$ (s ⁻¹)	Eğri Denklemi
10	255,00	161,493	$6,662 \times 10^{15}$	0,712	$y=26,561-19,423A$
15	259,70			0,984	
20	264,60			1,372	

Şekil 7.51'de ise çizilen $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği gösterilmektedir. Devamında Tablo 7.36'da ise hesaplanan Avrami üsteli değeri ve entalpi değişimleri verilmektedir. Tablo 7.37'de CS3 numunesinin gözlenen II. pikleri için sıcaklık değerleri ve DSC ölçümü için kullanılan numune miktarları ısıtma hızlarına göre sıralanmıştır.



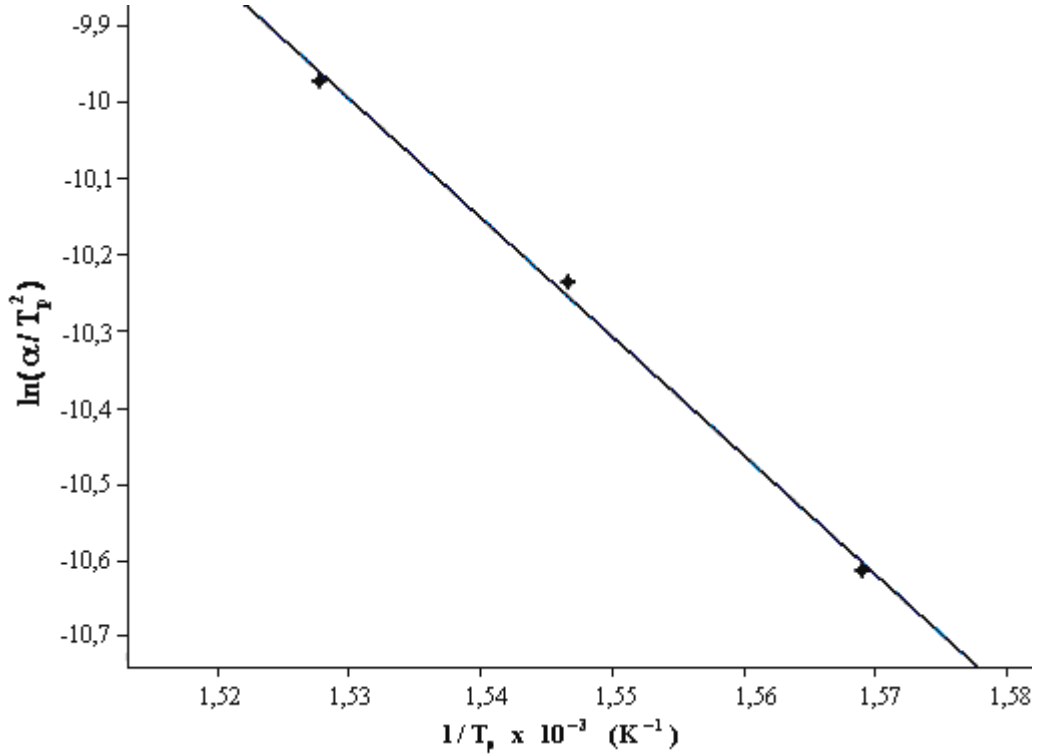
Şekil 7.51 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki I. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.

Tablo 7.36 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki I. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.

α (°C/dk)	T_x (°C)	x	n	$-\Delta H$ (J/g)
10	239,80	0,198	0,717	1,31
15		0,139		50,55
20		0,127		22,30

Tablo 7.37 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki II. piklerinin hesaplanan değerleri.

α (°C/dk)	$T_{baş}$ (°C)	T_{bit} (°C)	T_p (°C)	Kütle (mg)
10	264,80	390,60	364,20	24,400
15	269,50	399,80	373,40	16,000
20	274,90	406,70	381,40	17,000



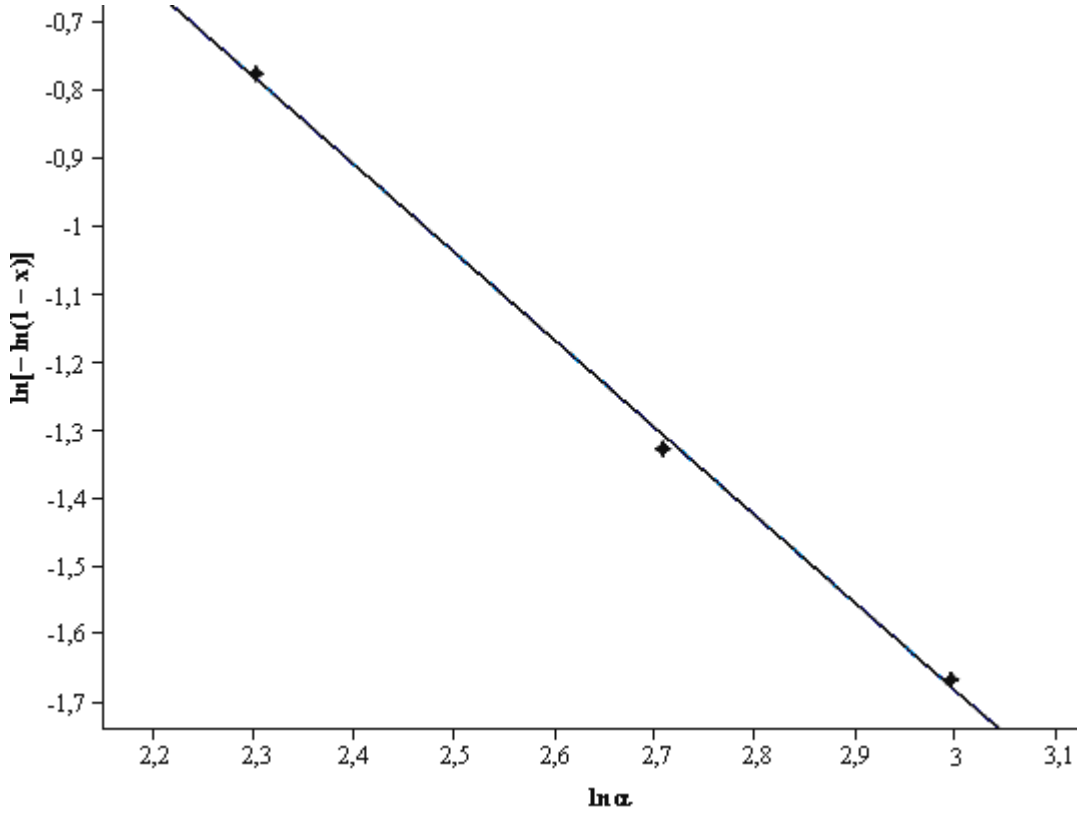
Şekil 7.52 1400 °C'de 2,5 saat ısı işlem gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki II. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.

Tablo 7.38 1400 °C'de 2,5 saat ısı işlem gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki II. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.

α (°C/dk)	T_p (°C)	$E (T_p)$ (kJ/mol)	k_0 (s ⁻¹)	$k (T_p)$ (s ⁻¹)	Eğri Denklemi
10	364,20	133,032	$3,263 \times 10^{10}$	0,406	$y=14,528-16,000A$
15	373,40			0,580	
20	381,40			0,786	

Yukarıda Şekil 7.52'de çizilen $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği verilmiştir. Yine bu grafikten faydalanarak hesaplanan kinetik parametre değerleri de Tablo 7.38'de verilmiştir.

Şekil 7.53'te çizilen $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği gösterilmiştir. Tablo 7.39'da entalpi değişimleri ve hesaplanan Avrami üsteli değerleri verilmiştir.



Şekil 7.53 1400 °C’de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki II. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.

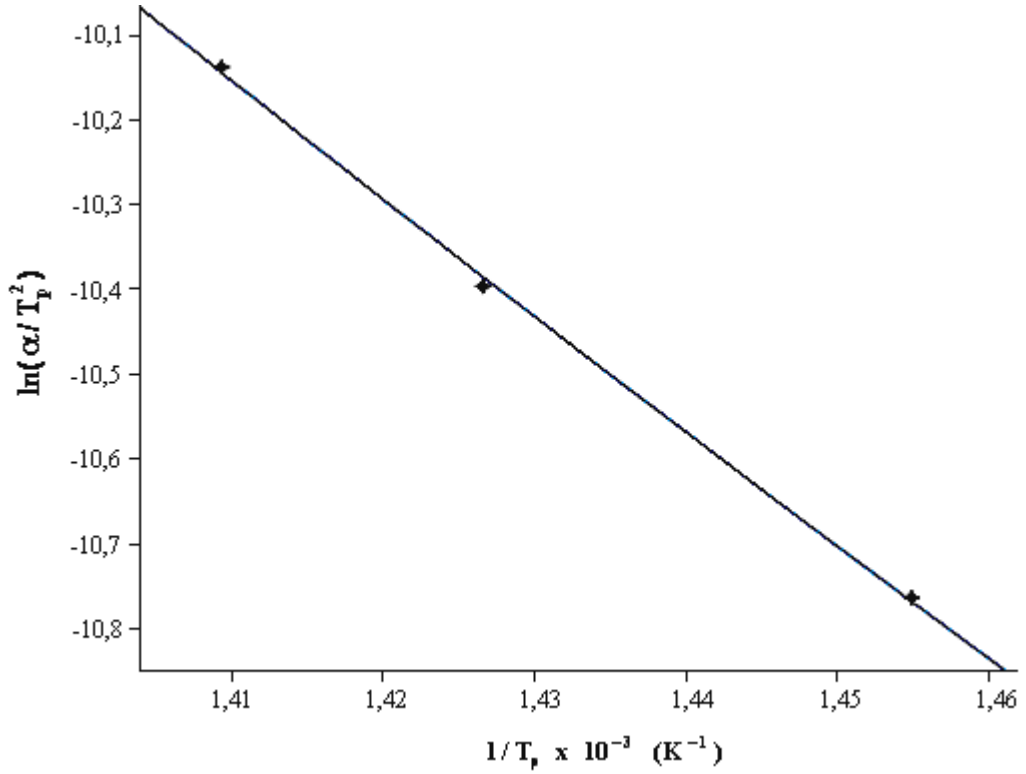
Tablo 7.39 1400 °C’de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki II. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.

α (°C/dk)	T_x (°C)	x	n	$-\Delta H$ (J/g)
10	321,30	0,369	1,291	5,33
15		0,233		100,19
20		0,172		57,24

Tablo 7.40 1400 °C’de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki III. piklerinin hesaplanan değerleri.

α (°C/dk)	$T_{baş}$ (°C)	T_{bit} (°C)	T_p (°C)	Kütle (mg)
10	390,60	466,50	414,20	24,400
15	399,80	474,80	427,80	16,000
20	406,70	484,70	437,90	17,000

Tablo 7.40’da CS3 numunesinin III. pikleri için mevcut sıcaklık değerleri ve DSC ölçümü için kullanılan numune miktarları belirtilmektedir.

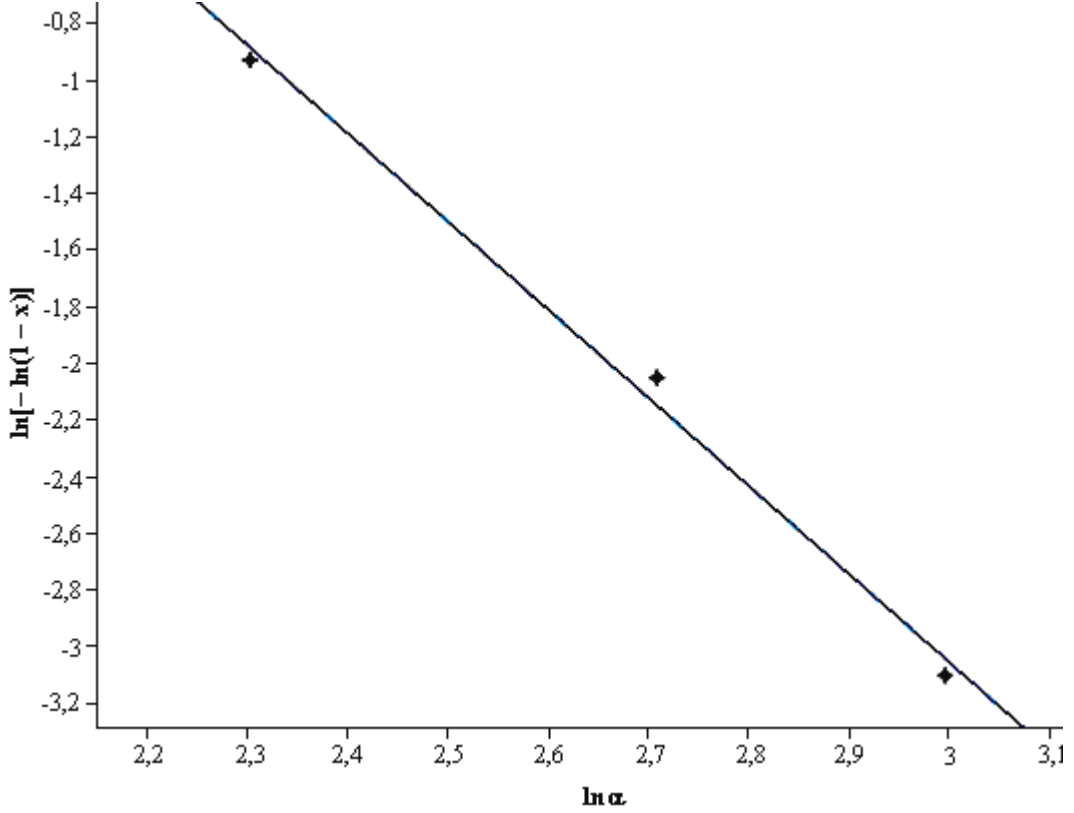


Şekil 7.54 1400 °C’de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki III. pikleri için $\ln(\alpha / T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.

Tablo 7.41 1400 °C’de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki III. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.

α (°C/dk)	T_p (°C)	$E (T_p)$ (kJ/mol)	k_0 (s ⁻¹)	$k (T_p)$ (s ⁻¹)	Eğri Denklemi
10	414,20	105,561	$2,817 \times 10^7$	0,268	$y=7,705-12,696A$
15	427,80			0,383	
20	437,90			0,496	

Verilen Şekil 7.54’te, radyasyona maruz kalan CS3 numunesinin çizilen $\ln(\alpha / T_p^2) - 1/T_p$ grafiği gösterilmektedir. Tablo 7.41’de ise hesaplanan kinetik parametre değerleri verilmektedir.



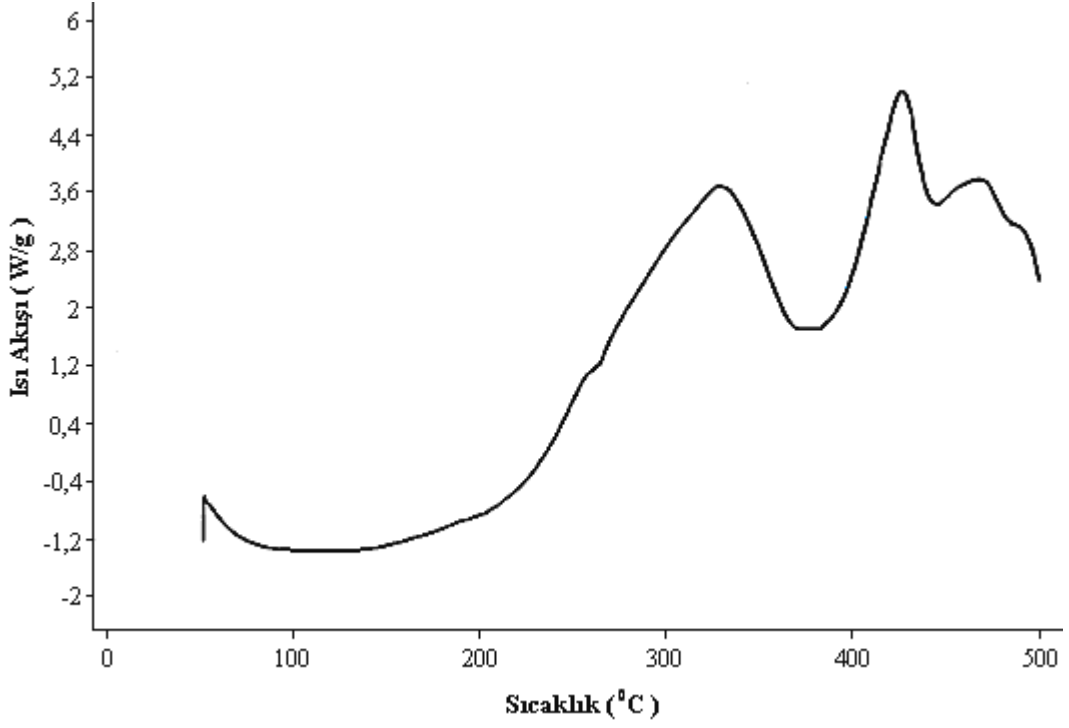
Şekil 7.55 1400 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki III. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.

Tablo 7.42 1400 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki III. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.

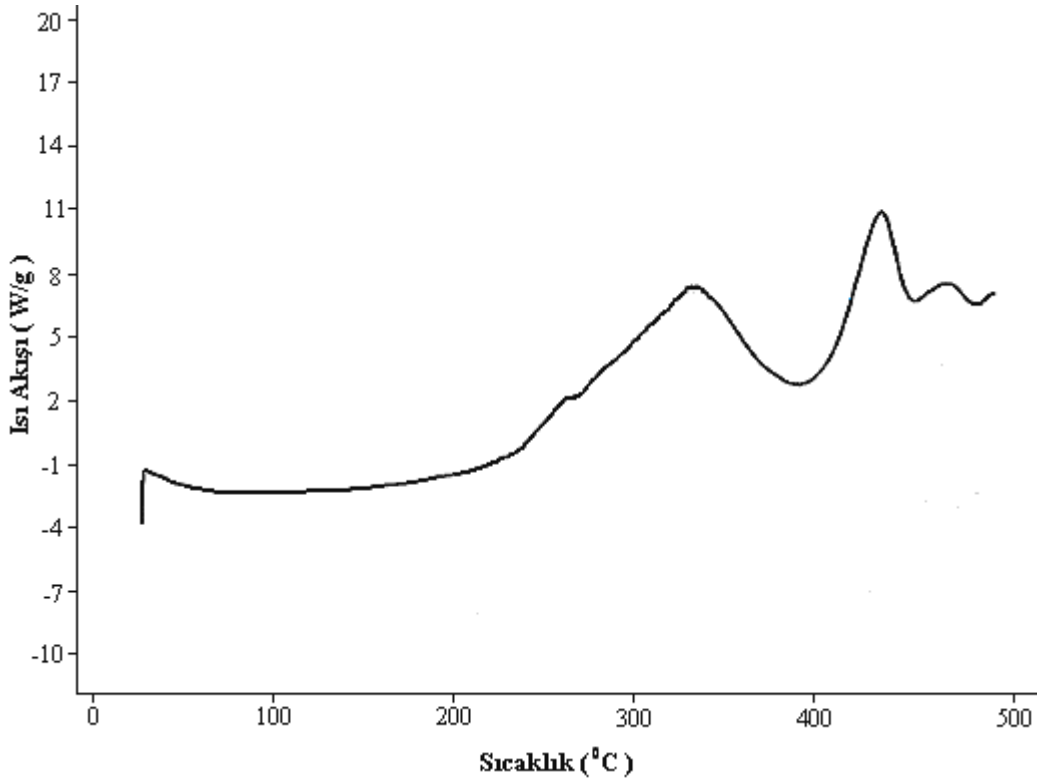
α (°C/dk)	T_x (°C)	x	n	$-\Delta H$ (J/g)
10	410,20	0,313	3,113	8,18
15		0,121		105,48
20		0,044		68,04

CS3 cam-seramik numunesinin radyasyon uygulanmasından sonra gözlenen III. pikleri için çizilen $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği Şekil 7.55’de verilmiştir. Yine aynı pik değerleri için grafiğin eğiminden hesaplanan Avrami üsteli değeri ve DSC pikindeki entalpi değişimi değerleri Tablo 7.42’de belirtilmiştir.

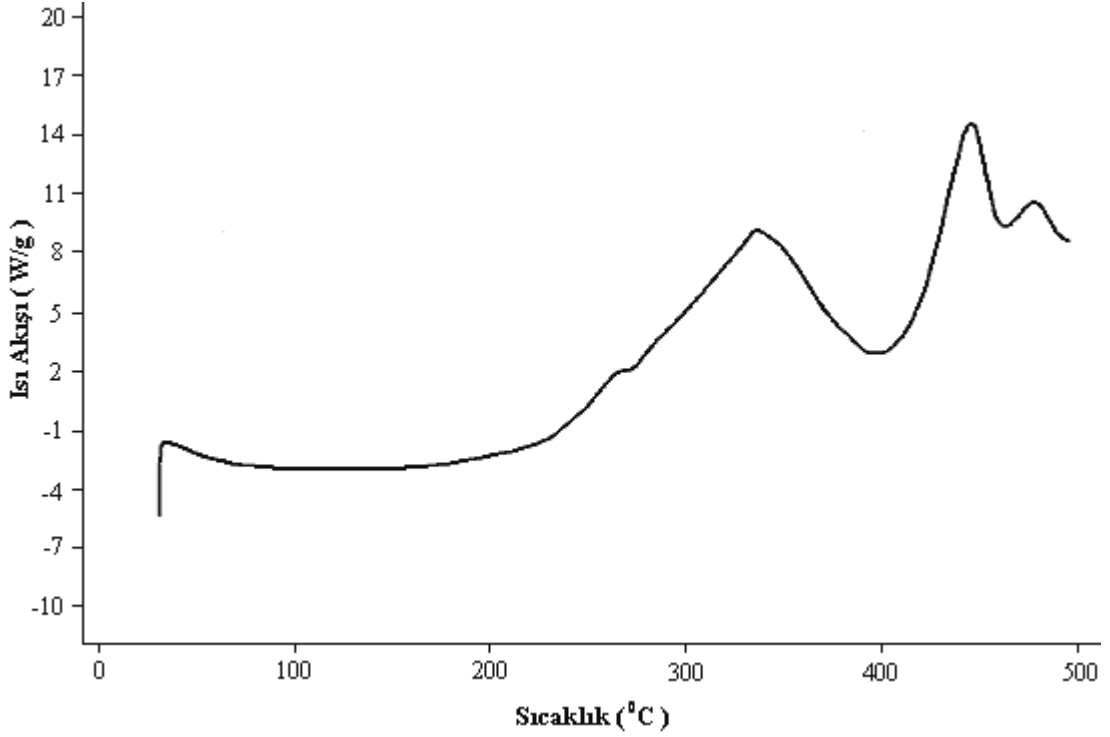
Deneyleerde kullanılan en son numune olan CS4 cam-seramik numunesi için alınan DSC ölçümleri sırasıyla; 10 °C/dk. ısıtım hızı için Şekil 7.56’da, 15 °C/dk. ısıtım hızı için Şekil 7.57’de ve 20 °C/dk. ısıtım hızı için Şekil 7.58’de verilmiştir.



Şekil 7.56 1500 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS4 numunesinin 10 °C /dk. ısıtım hızında DSC grafiği.



Şekil 7.57 1500 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS4 numunesinin 15 °C /dk. ısıtım hızında DSC grafiği.

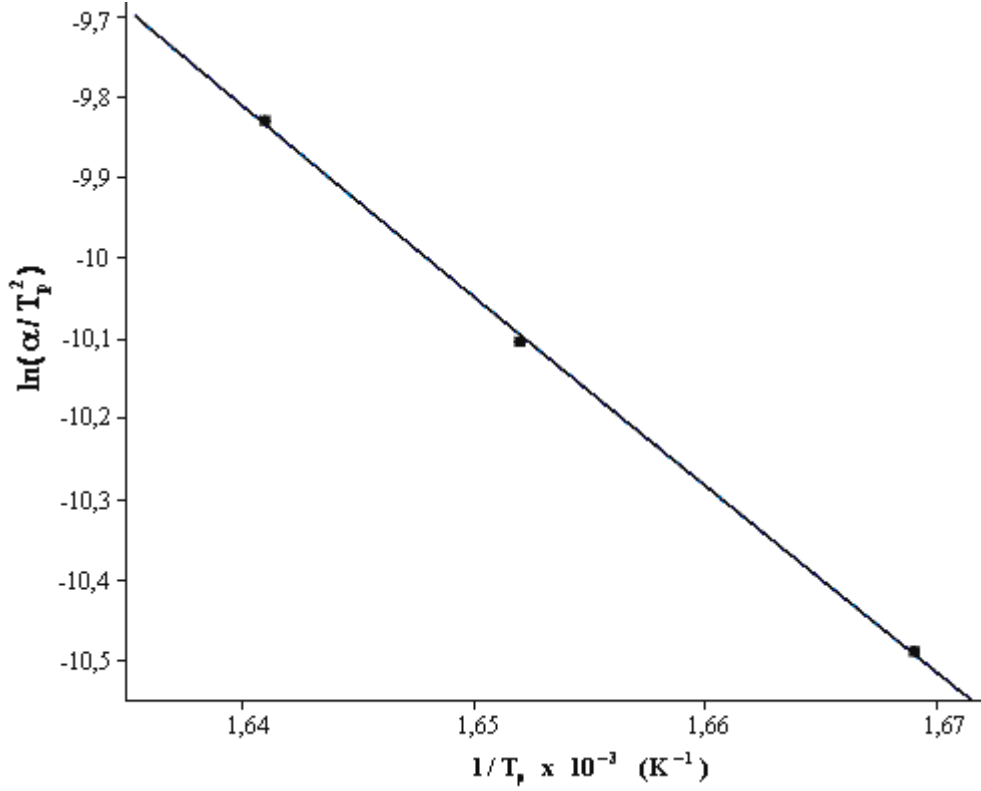


Şekil 7.58 1500 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS4 numunesinin 20 °C /dk. ısıtım hızında DSC grafiği.

Tablo 7.43 1500 °C’de 2,5 saat ısıtım gören CS4 numunesinin I. piklerinin hesaplanan değerleri.

α (°C/dk)	$T_{baş}$ (°C)	T_{bit} (°C)	T_p (°C)	Kütle (mg)
10	260,20	375,70	326,30	21,000
15	262,60	390,70	330,80	23,000
20	267,50	397,00	336,20	21,000

1400 °C’de 2,5 saat ısıtım görmüş CS4 numunesinin DSC eğrisi üzerinde gözlenen I. pikleri için ısıtım hızlarına karşılık ölçülen sıcaklık değerleri (maksimum kristalleşme pik sıcaklığı, pikin başlangıç ve bitiş sıcaklığı) ise yukarıda Tablo 7.43’de belirtildiği şekildedir. Bu pikler için çizilen $\ln(\alpha / T_p^2) - 1/T_p$ grafiği ise Şekil 7.59’da verilmiştir.

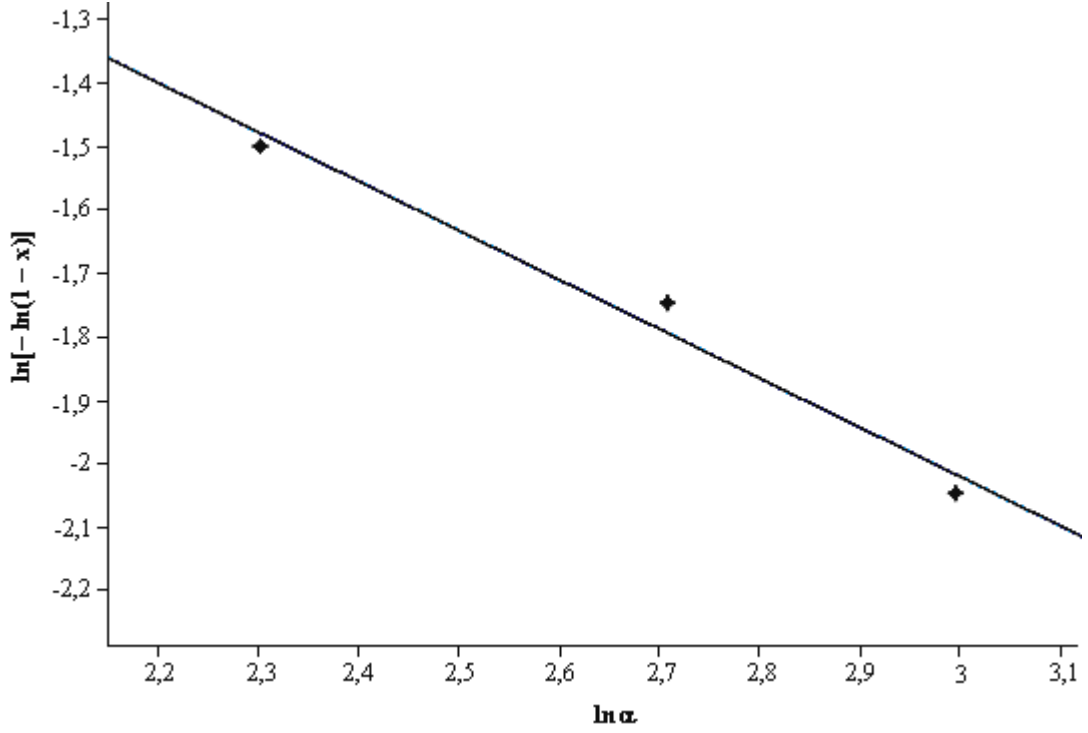


Şekil 7.59 1500 °C'de 2,5 saat ısıtılma işlemi gören CS4 numunesinin I. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.

Tablo 7.44 1500 °C'de 2,5 saat ısıtılma işlemi gören CS4 numunesinin I. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.

α (°C/dk)	T_p (°C)	E (T_p) (kJ/mol)	k_0 (s^{-1})	k (T_p) (s^{-1})	Eğri Denklemi
10	326,30	201,344	$2,432 \times 10^{17}$	0,695	$y=29,938-24,216A$
15	330,80			0,939	
20	336,20			1,339	

Yukarıda Tablo 7.44'te, CS4 cam-seramik numunesi için çizilen $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiğinden faydalanılarak hesaplanan aktivasyon enerjisi, reaksiyon hızı ve frekans faktörü kinetik parametrelerinin değerleri verilmiştir. Şekil 7.60'da ise çizilen $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği gösterilmektedir.



Şekil 7.60 1500 °C’de 2,5 saat ısıtılma işlemi gören CS4 numunesinin I. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.

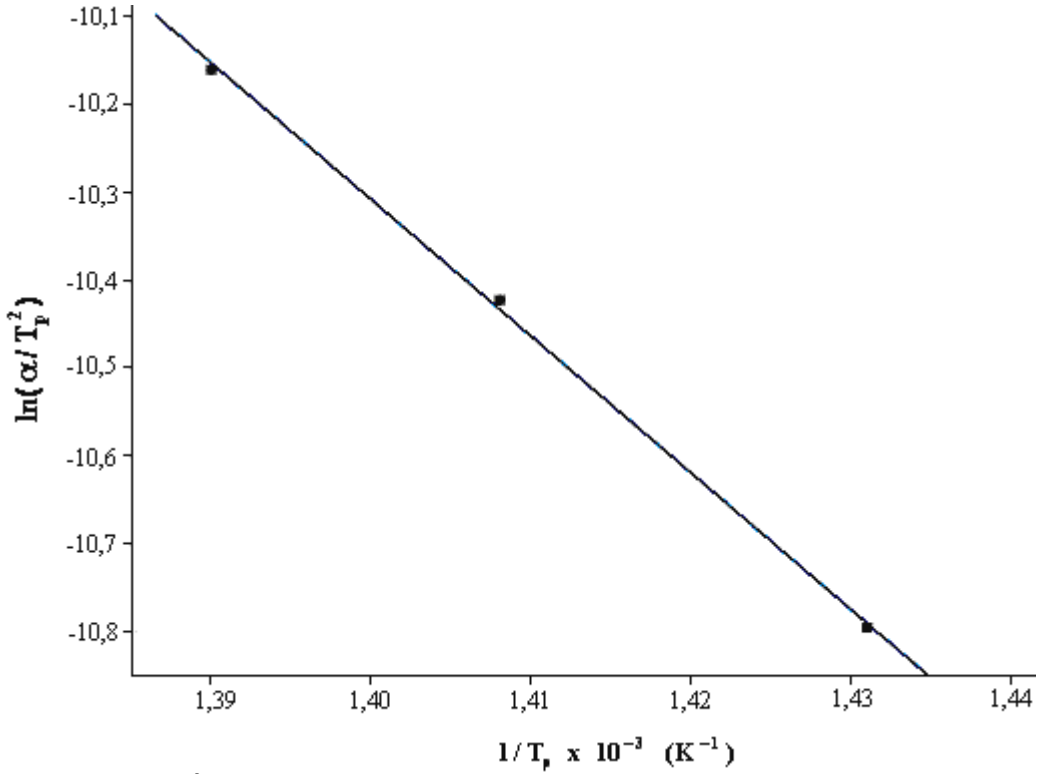
Tablo 7.45 1500 °C’de 2,5 saat ısıtılma işlemi gören CS4 numunesinin I. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.

α (°C/ dk)	T_x (°C)	x	n	$-\Delta H$ (J/g)
10	300,00	0,200	0,779	38,91
15		0,160		13,09
20		0,121		3,36

Tablo 7.46 1500 °C’de 2,5 saat ısıtılma işlemi gören CS4 numunesinin II. piklerinin hesaplanan değerleri.

α (°C/ dk)	$T_{baş}$ (°C)	T_{bit} (°C)	T_p (°C)	Kütle (mg)
10	375,70	442,30	425,80	21,000
15	390,70	454,30	437,20	23,000
20	397,00	462,70	446,20	21,000

Tablo 7.45’de CS4 numunesinin gözlenen I. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri verilmektedir. CS4 numunesinin gözlenen II. pikleri için mevcut sıcaklık değerleri ve DSC ölçümü için kullanılan numune miktarları da Tablo 7.46’da verildiği gibidir.

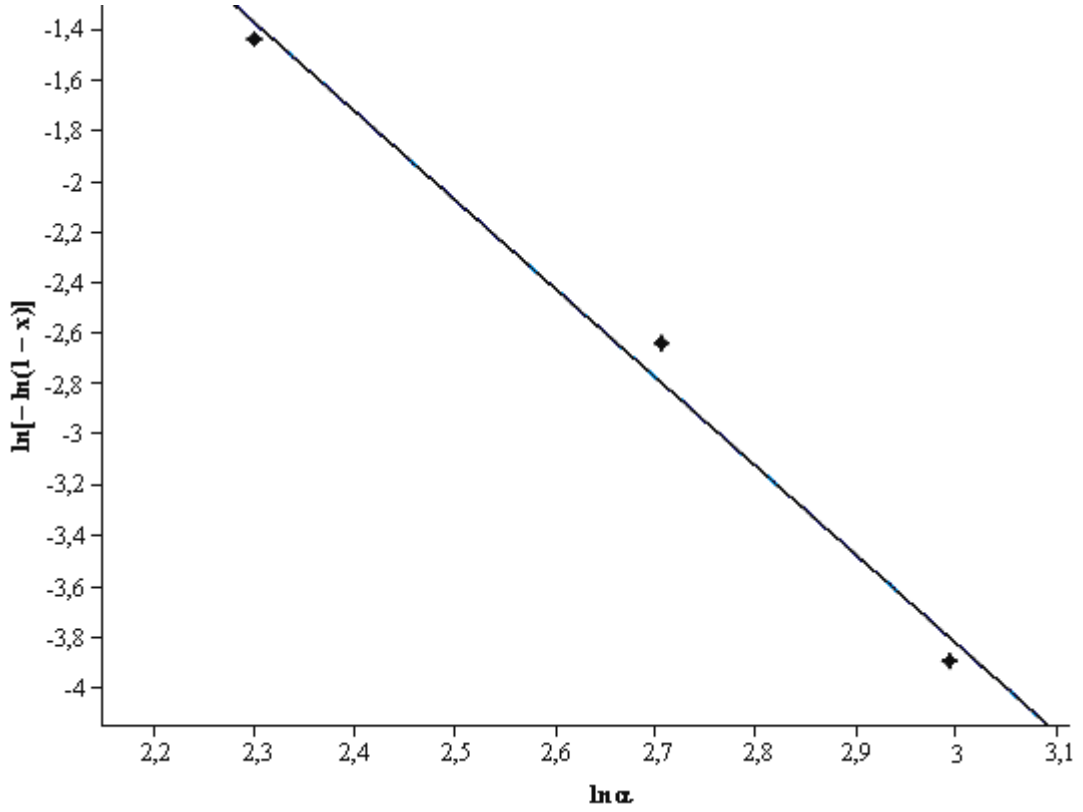


Şekil 7.61 1500 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS4 numunesinin II. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.

Tablo 7.47 1500 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS4 numunesinin II. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.

α (°C/dk)	T_p (°C)	$E(T_p)$ (kJ/mol)	k_0 (s ⁻¹)	$k(T_p)$ (s ⁻¹)	Eğri Denklemi
10	425,80	129,241	$1,463 \times 10^9$	0,321	$y=11,452-15,544A$
15	437,20			0,459	
20	446,20			0,604	

Şekil 7.61'de CS4 numunesinin gözlenen II. pikleri için çizilen $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği verilmiştir. Ayrıca devamında da aynı pik değerleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri Tablo 7.47'de belirtilmiştir. Yine bu II. pikler için çizilen $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği de Şekil 7.62'de verildiği gibidir. Tablo 7.48'de CS4 numunesinin II. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri verilmektedir.



Şekil 7.62 1500 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS4 numunesinin II. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.

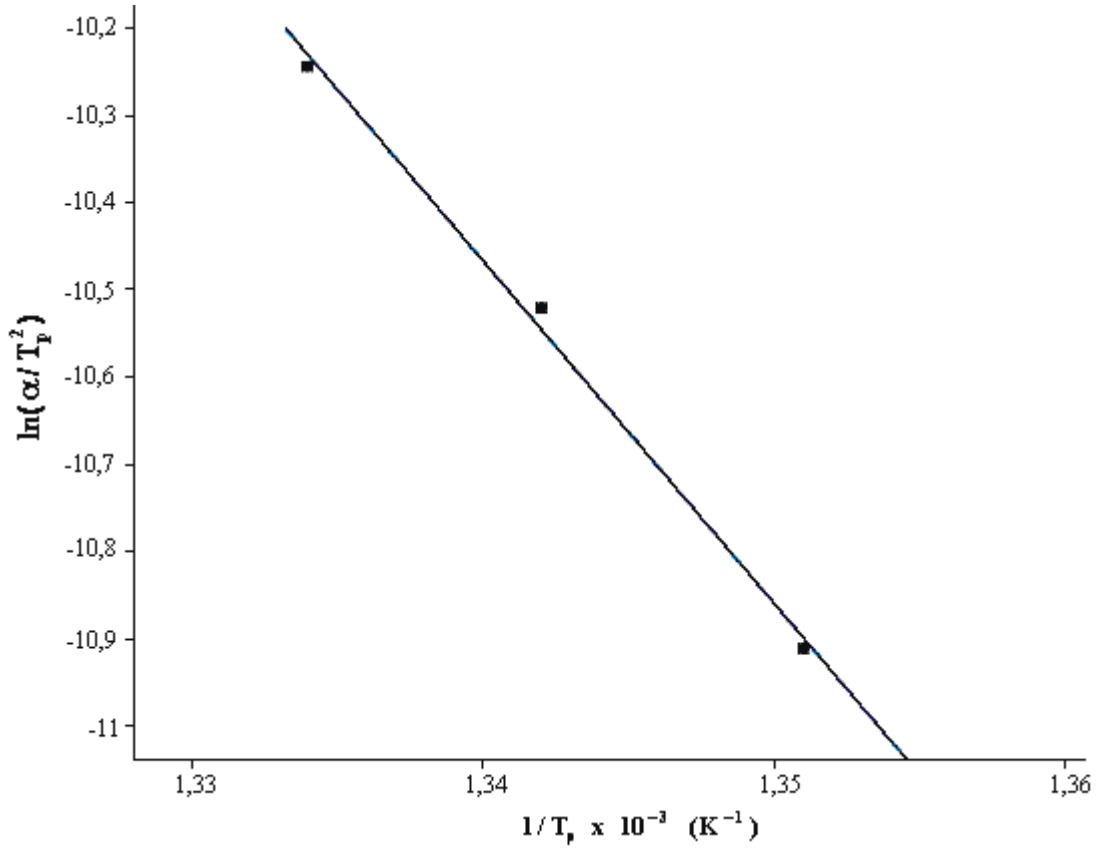
Tablo 7.48 1500 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS4 numunesinin II. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.

α (°C/dk)	T_x (°C)	x	n	$-\Delta H$ (J/g)
10	410,90	0,211	3,506	51,75
15		0,069		20,35
20		0,020		2,52

Tablo 7.49 1500 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS4 numunesinin III. piklerinin hesaplanan değerleri.

α (°C/dk)	$T_{baş}$ (°C)	T_{bit} (°C)	T_p (°C)	Kütle (mg)
10	442,30	483,70	467,20	21,000
15	454,30	487,40	472,30	23,000
20	462,70	493,40	476,60	21,000

Tablo 7.49'da CS4'ün III. pikleri için sıcaklık değerleri ve DSC ölçümü için kullanılan numune miktarları verilmektedir.

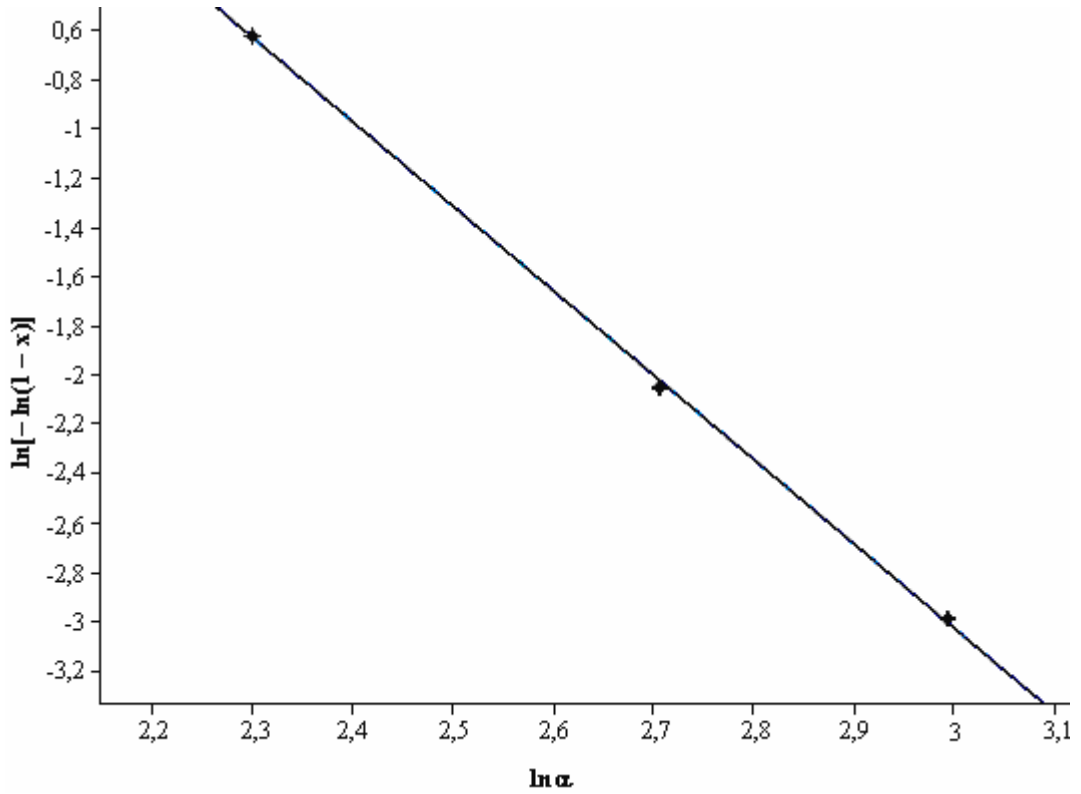


Şekil 7.63 1500 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS4 numunesinin III. pikleri için $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği.

Tablo 7.50 1500 °C'de 2,5 saat ısıtım işlemi gören CS4 numunesinin III. pikleri için hesaplanan kinetik parametrelerin değerleri.

α (°C/dk)	T_p (°C)	$E(T_p)$ (kJ/mol)	k_0 (s ⁻¹)	$k(T_p)$ (s ⁻¹)	Eğri Denklemi
10	467,20	327,450	$9,302 \times 10^{22}$	0,735	$y=42,306-39,383A$
15	472,30			1,058	
20	476,60			1,432	

Şekil 7.63'de CS4 numunesinin III. pikleri için çizilen $\ln(\alpha/T_p^2) - 1/T_p$ grafiği verilmektedir. Bu grafik sayesinde hesaplanan kinetik parametre değerleri ise Tablo 7.50'de belirtilmektedir.



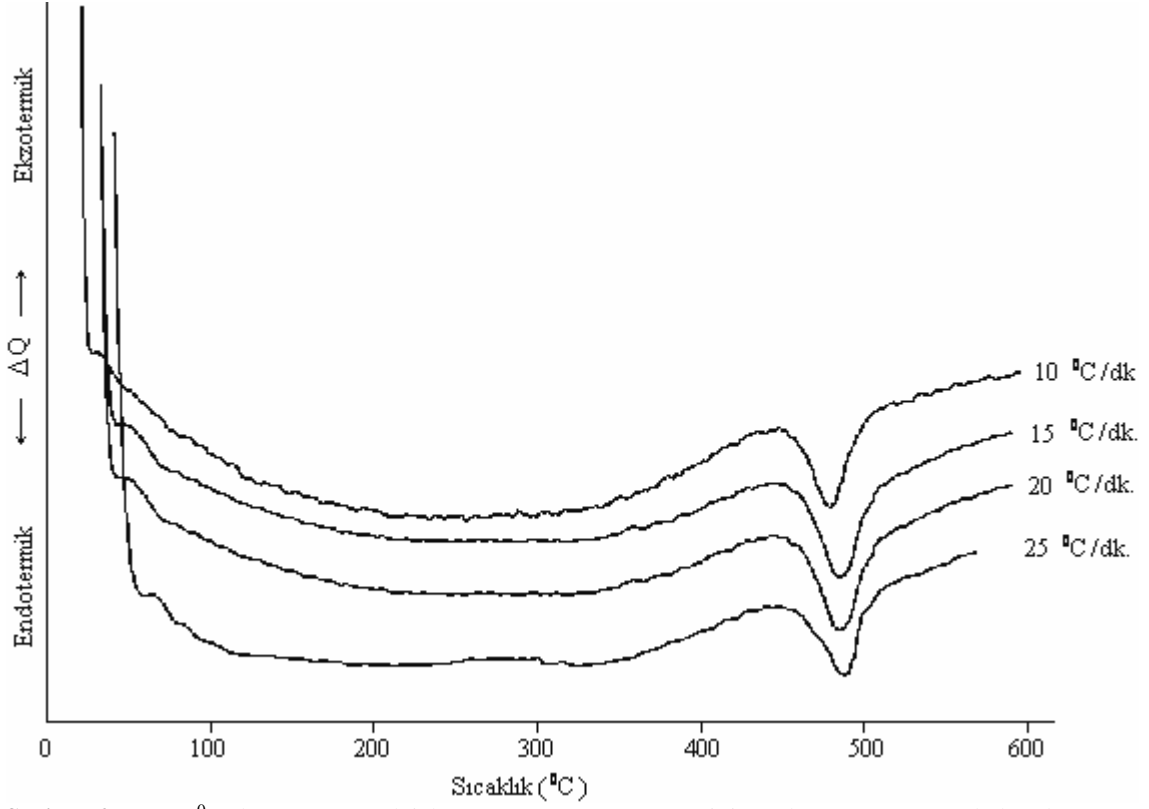
Şekil 7.64 1500 °C'de 2,5 saat ısı işlem gören CS4 numunesinin III. pikleri için $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği.

Tablo 7.51 1500 °C'de 2,5 saat ısı işlem gören CS4 numunesinin III. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri.

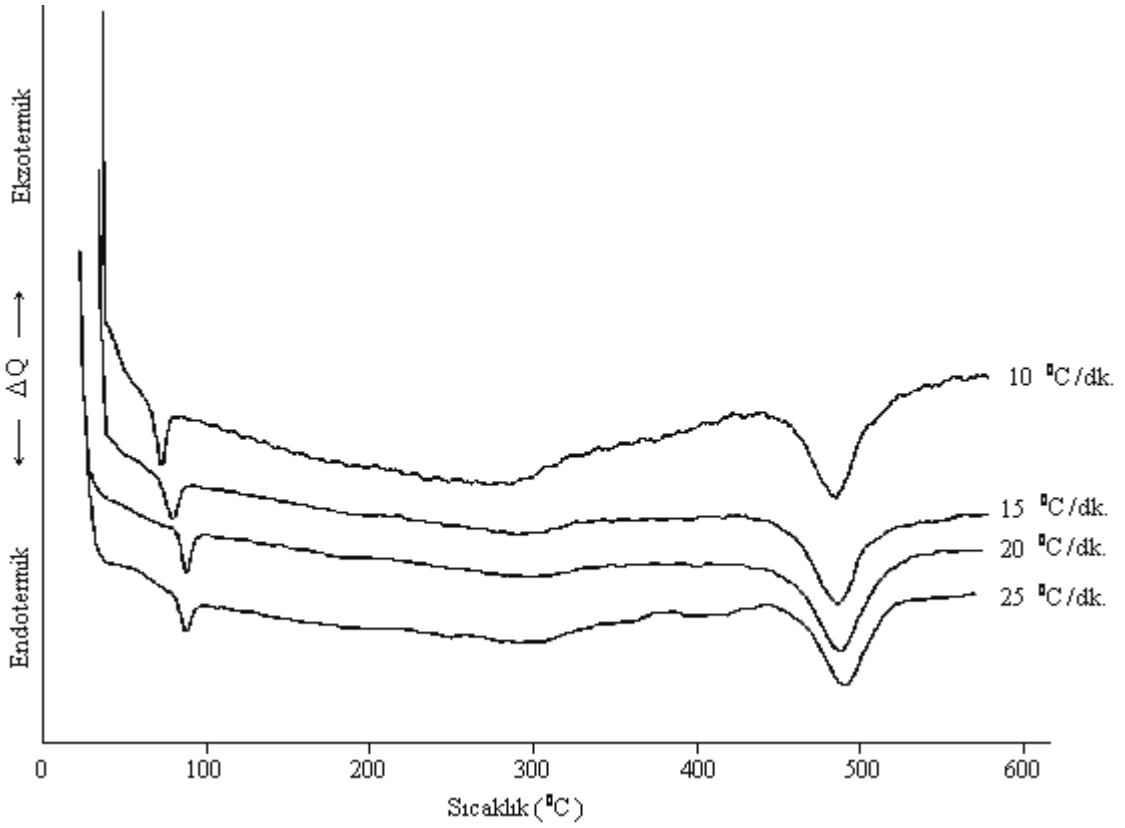
α (°C/ dk)	T_x (°C)	x	n	$-\Delta H$ (J/g)
10	464,60	0,416	3,427	56,09
15		0,121		20,13
20		0,049		3,36

Şekil 7.64'te mevcut III. pikler için çizilen $\ln[-\ln(1-x)] - \ln \alpha$ grafiği gösterilmektedir. Devamında verilen Tablo 7.51'de ise bu grafiğe göre hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri bulunmaktadır.

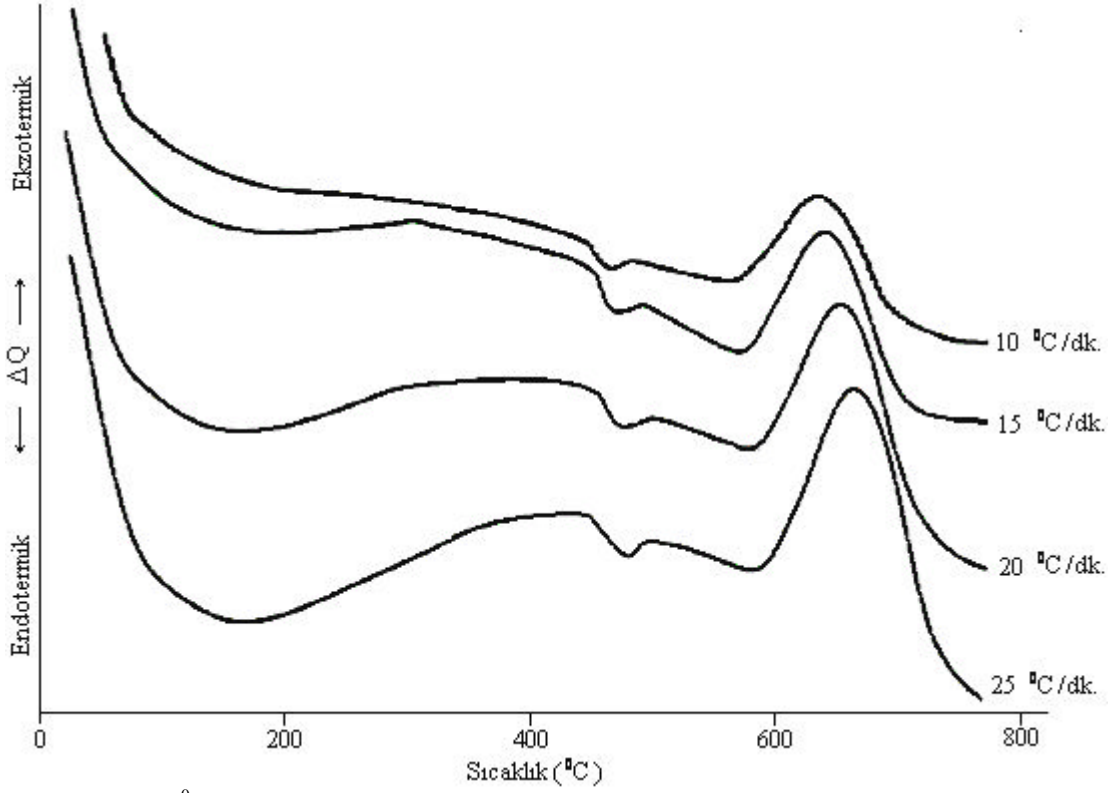
Aşağıda ise sırasıyla; Şekil 7.65'de CS1 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki DSC ölçümleri, Şekil 7.66'da CS1 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki DSC ölçüm sonuçları, Şekil 7.67'de CS2 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki DSC ölçüm sonuçları, Şekil 7.68'de CS2 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki DSC ölçüm sonuçları, Şekil 7.69'da sinterli SCS3 numunesinin DSC ölçüm sonuçları, Şekil 7.70'de CS3 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki DSC ölçüm sonuçları, Şekil 7.71'de CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonraki DSC ölçüm sonuçları ve Şekil 7.72'de ise CS4 numunesinin DSC ölçüm sonuçları toplu bir halde verilmiştir.



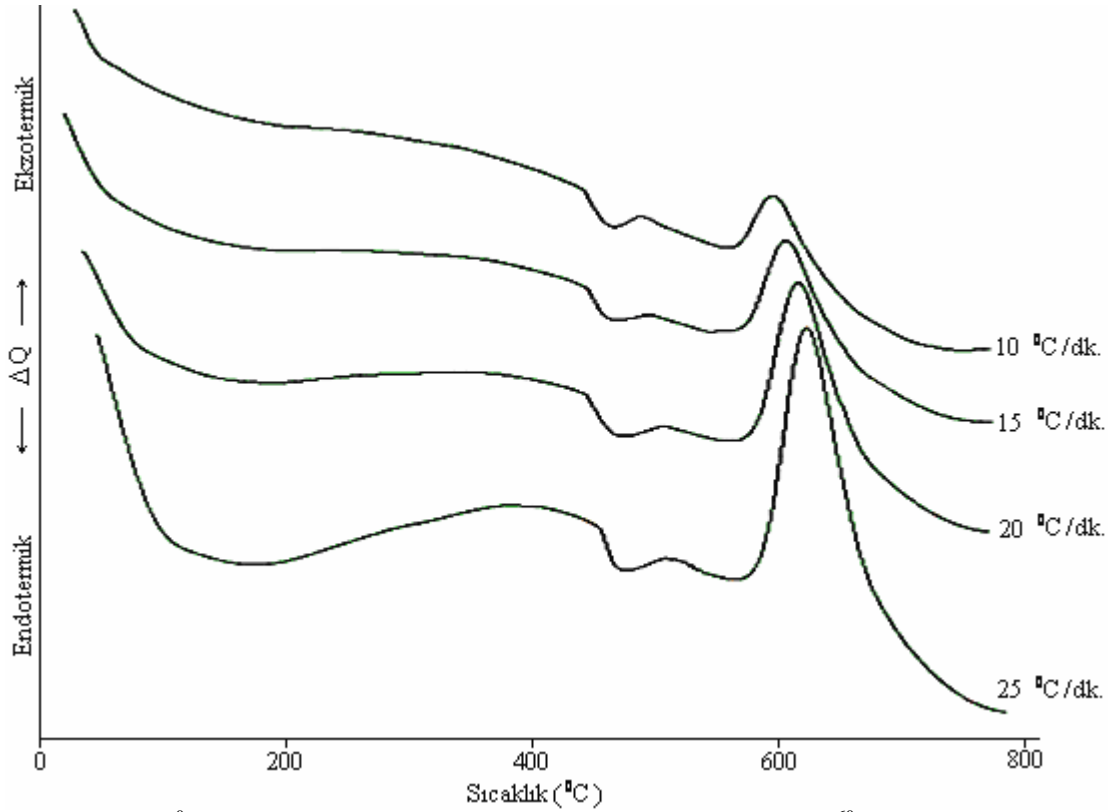
Şekil 7.65 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS1 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 10, 15, 20 ve 25 °C/dk. ısıtım hızlarında DSC grafikleri.



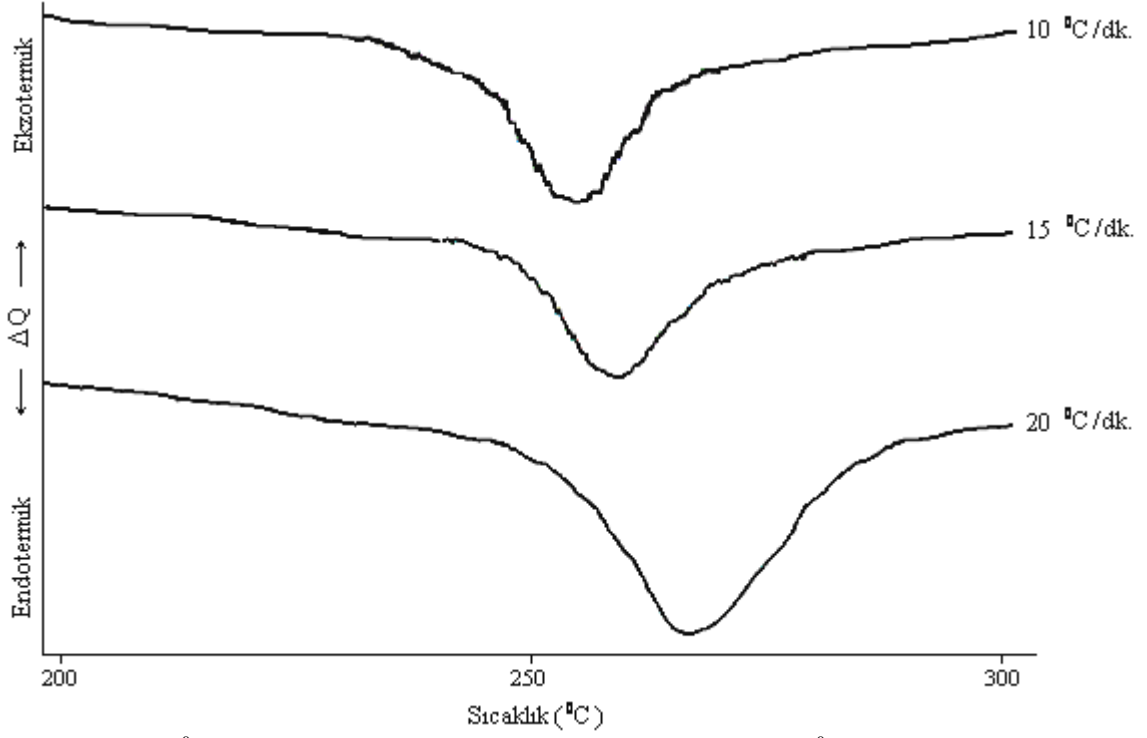
Şekil 7.66 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS1 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 10, 15, 20 ve 25 °C/dk. ısıtım hızlarında DSC grafikleri.



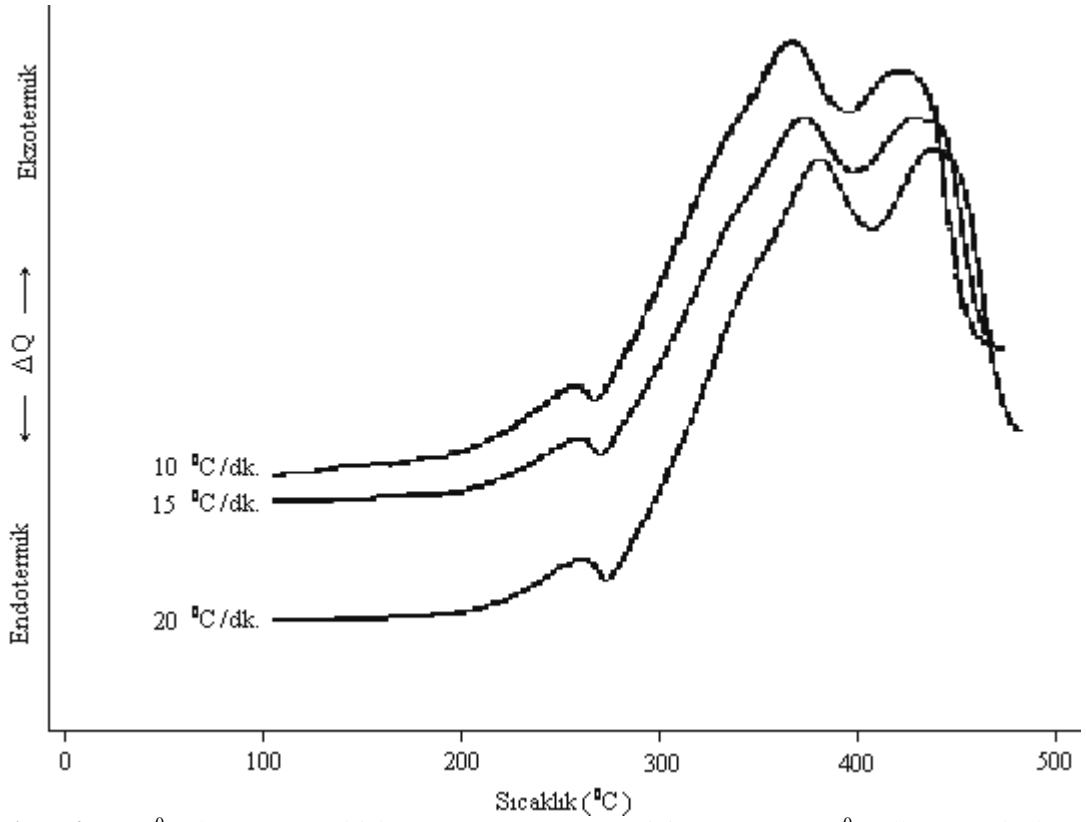
Şekil 7.67 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS₂ numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 10, 15, 20 ve 25 °C/dk. ısıtım hızlarında DSC grafikleri.



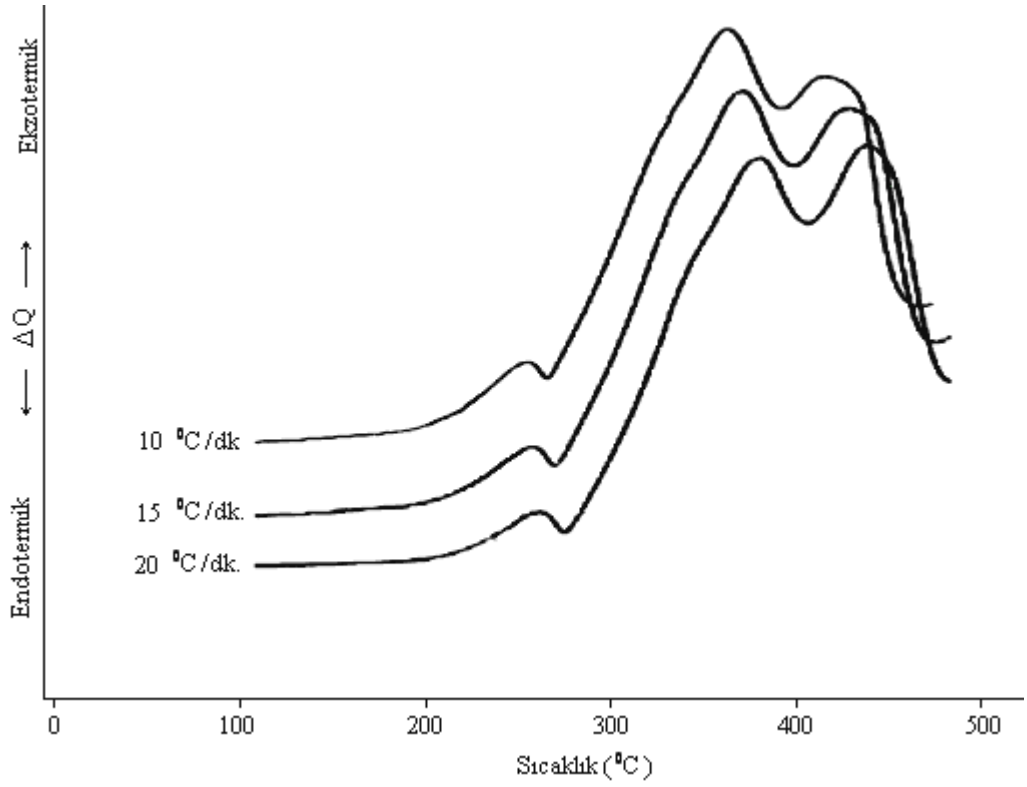
Şekil 7.68 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS₂ numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 10, 15, 20 ve 25 °C/dk. ısıtım hızlarında DSC grafikleri.



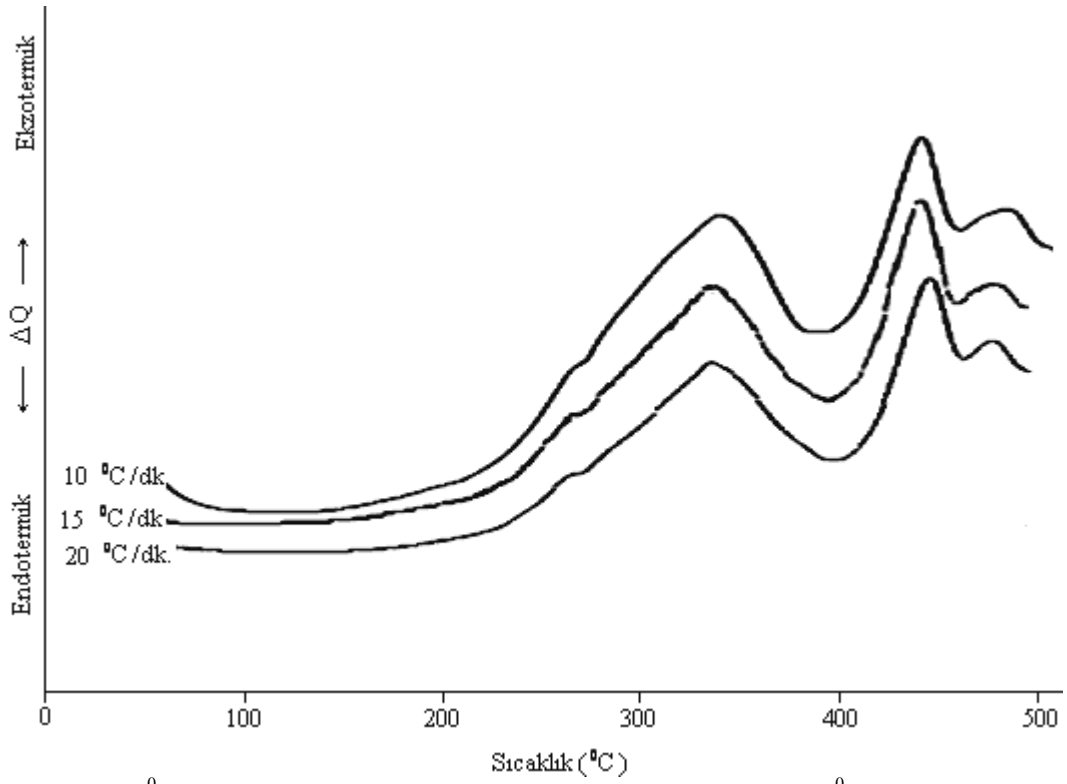
Şekil 7.69 1200 °C'de 1,5 saat sinterlenen SCS3 numunesinin 10, 15 ve 20 °C /dk. ısıtma hızlarında DSC grafikleri.



Şekil 7.70 1400 °C'de 2,5 saat ısıtma işlemi gören CS3 numunesinin 10, 15 ve 20 °C /dk. ısıtma hızlarında DSC grafikleri.



Şekil 7.71 1400 °C'de 2,5 saat ısıtılma işlemi gören CS3 numunesinin radyasyona maruz kaldıktan sonra 10, 15 ve 20 °C/dk. ısıtma hızlarında DSC grafikleri.



Şekil 7.72 1400 °C'de 2,5 saat ısıtılma işlemi gören CS4 numunesinin 10, 15 ve 20 °C /dk. ısıtma hızlarında DSC grafikleri.

a) 1300 °C'de 2,5 saat ısıtıl işlem görmüş CS1 numunesi;

Numunenin 0-600 °C sıcaklık aralığında 10, 15, 20 ve 25 °C/dk. ısıtma hızlarında alınan DSC ölçümleri sırasıyla Şekil 7.3, Şekil 7.4, Şekil 7.5 ve Şekil 7.6'da gösterilmiştir. Bu DSC grafiklerinde ise bir tek endotermik pik meydana geldiği gözlenmiştir. Meydana gelen bu pikin; başlangıç, bitiş sıcaklıkları ve numune kütleleri Tablo 7.1'de belirtilmiştir. Isıtma hızı arttıkça pikin başlangıç ve bitiş sıcaklıkları da artmaktadır. Maksimum pik sıcaklıkları kullanılarak hesaplanan aktivasyon enerjisi, reaksiyon hızı ve frekans faktörü değerleri Tablo 7.2'de belirtilmiştir. Numunenin Avrami üsteli ve entalpi değişimi değerleri Tablo 7.3'teki gibidir. CS1 numunesi için hesaplanan Avrami üsteli değeri $n \approx 2$ 'dir. Bu da hacimsel çekirdeklenme ve tek boyutta büyümeye tekabül eder [42].

b) 1300 °C'de 2,5 saat ısıtıl işlem görmüş 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulanan CS1 numunesi;

Radyasyon uygulanan numunenin 0-600 °C sıcaklık aralığında 10, 15, 20 ve 25 °C/dk. ısıtma hızlarında alınan DSC ölçümleri sırasıyla Şekil 7.9, Şekil 7.10, Şekil 7.11 ve Şekil 7.12'de gösterilmiştir. Radyasyona maruz kalan numunede radyasyonsuz halinde gözlenen pike ilave bir endotermik pik daha meydana gelmiştir.

Gözlenen I. pikin başlangıç, bitiş sıcaklıkları ve numune kütleleri Tablo 7.4'te belirtilmiştir. Meydana gelen I. pik için maksimum pik sıcaklıkları kullanılarak hesaplanan aktivasyon enerjisi, reaksiyon hızı ve frekans faktörü değerleri Tablo 7.5'de belirtilmiştir. Numunenin I. pikleri için Avrami üsteli ve entalpi değişimi değerleri Tablo 7.6'daki gibidir. 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulanan CS1 numunesinin I. pikleri için Avrami üsteli değeri ise $n \approx 1$ 'dir. Bu ise yüzeysel çekirdeklenme ve tek boyutta büyüme olduğunu işaret eder [42].

Aynı şekilde meydana gelen II. pik için başlangıç, bitiş sıcaklıkları ve numune kütleleri Tablo 7.7'de belirtilmiştir. Meydana gelen II. pik için maksimum pik sıcaklıkları kullanılarak hesaplanan aktivasyon enerjisi, reaksiyon hızı ve frekans faktörü değerleri Tablo 7.8'de belirtilmiştir. Tablo 7.8'deki değerler numunenin radyasyon uygulanmadan önceki Tablo 7.2'de belirtilen değerlerle mukayese edilecek olursa; Radyasyon uygulandıktan sonra numunenin aktivasyon enerjisi, frekans faktörü ve reaksiyon hızı değerleri bir artış göstermektedir. Ayrıca maksimum kristalleşme pik sıcaklıklarında ise bir düşüş meydana gelmektedir. Numunenin II. pikleri için Avrami üsteli ve entalpi değişimi değerleri Tablo 7.9'daki gibidir. 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulanan CS1 numunesinin II. pikleri için Avrami üsteli değeri ise $n \approx 1$ 'dir. Yani bu pikte de yüzeysel çekirdeklenme ve tek boyutta büyüme meydana gelmiştir [42]. Radyasyona maruz kalmadan önceki Avrami üsteli değeri $n \approx 2$ iken radyasyondan sonra bu değer $n \approx 1$ 'e düşmüştür. Bu noktada radyasyonun kristalleşme mekanizması üzerinde bir değişime yol açtığını söylemek mümkündür. Burada uygulanan radyasyon, hacimsel

çekirdeklenmeyi yüzeysel çekirdeklenmeye indirgeyici bir rol oynamıştır. Büyüme boyutunu değiştirmemiştir. Radyasyondan önce ve sonra tek boyutta büyüme meydana gelmiştir. Burada uygulanan radyasyon numunenin çekirdeklenme mekanizması üzerinde bir etki meydana getirmiştir.

c) 1300 °C'de 2,5 saat ısıtılmış CS2 numunesi;

CS2 numunesinin 0-600 °C sıcaklık aralığında 10, 15, 20 ve 25 °C/dk. ısıtma hızlarında alınan DSC ölçümleri sırasıyla Şekil 7.17, Şekil 7.18, Şekil 7.19 ve Şekil 7.20'de gösterilmiştir. Yapılan DSC ölçümünde CS2 numunesi için başlangıçta bir endotermik pik ve bundan biraz ötede de bir ekzotermik pik olmak üzere iki tane pik gözlenmiştir.

Endotermik olan I. piklerin sırasıyla 10, 15, 20 ve 25 °C/dk. ısıtma hızlarında başlangıç, bitiş sıcaklıkları ve numune kütleleri Tablo 7.10'da belirtilmiştir. Meydana gelen I. pik için maksimum pik sıcaklıkları kullanılarak hesaplanan aktivasyon enerjisi, reaksiyon hızı ve frekans faktörü değerleri Tablo 7.11'de verilmiştir. Yine CS2 numunesinin I. pikleri için Avrami üsteli ve entalpi değişimi değerleri Tablo 7.12'deki gibidir. Numunenin I. pikleri için Avrami üsteli değeri $n \approx 4$ 'tür. Bu sonuç ise hacimsel çekirdeklenme ve üç boyutta büyümeye tekabül eder [42].

CS2 numunesinin ekzotermik olan II. piklerinin sırasıyla 10, 15, 20 ve 25 °C/dk. ısıtma hızlarında başlangıç, bitiş sıcaklıkları ve numune kütleleri Tablo 7.13'te belirtilmiştir. Meydana gelen II. pik için maksimum pik sıcaklıkları kullanılarak hesaplanan aktivasyon enerjisi, reaksiyon hızı ve frekans faktörü değerleri Tablo 7.14'te verilmiştir. Numunenin II. pikleri için Avrami üsteli ve entalpi değişimi değerleri Tablo 7.15'deki gibidir. II. pikler için numunenin Avrami üsteli ise $n \approx 2$ 'dir. Böylece numunenin II. pikleri için; hacimsel çekirdeklenme ve tek boyutta büyüme olduğu söylenebilir [42].

d) 1300 °C'de 2,5 saat ısıtılmış 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulanan CS2 numunesi;

CS2 numunesine radyasyon uygulandıktan sonra 0-600 °C sıcaklık aralığında 10, 15, 20 ve 25 °C/dk. ısıtma hızlarında alınan DSC ölçümleri sırasıyla Şekil 7.25, Şekil 7.26, Şekil 7.27 ve Şekil 7.28'de verilmiştir. Radyasyona maruz kalan numunede de yine başlangıçtaki endotermik ve sondaki ekzotermik olmak üzere iki tane pik oluşmuştur.

Numunenin I. piklerinin başlangıç, bitiş sıcaklıkları ve numune kütle miktarları 10, 15, 20 ve 25 °C/dk. ısıtma hızları için Tablo 7.16'da belirtilmiştir. Meydana gelen I. pik için maksimum pik sıcaklıkları kullanılarak hesaplanan aktivasyon enerjisi, reaksiyon hızı ve frekans faktörü değerleri Tablo 7.17'de verilmiştir. Tablo 7.17'deki değerler ile numune radyasyona maruz kalmadan önceki haline ait olan ve Tablo 7.11'de belirtilen değerler

karşılaştırılacak olursa; numuneye radyasyon uygulandıktan sonra aktivasyon enerjisi, reaksiyon hızı ve frekans faktörü değerlerinde bir artış meydana geldiği gözlenmektedir. Yine maksimum kristalleşme pik sıcaklıklarında ise bir artış meydana gelmektedir. Numunenin I. pikleri için elde edilen Avrami üsteli ve entalpi değişimi değerleri ise Tablo 7.18'de belirtilmiştir. Numunenin I. piklerine ait olan Avrami üsteli değeri $n \approx 2$ 'dir. Yani hacimsel çekirdeklenme ve tek boyutta büyüme meydana gelmiştir [42]. Bu değer numunenin radyasyon uygulanmadan önceki değeriyle karşılaştırıldığında; radyasyondan önce $n \approx 4$ olan Avrami üsteli değeri radyasyon uygulandıktan sonra $n \approx 2$ 'ye düşmüştür. Burada uygulanan radyasyon ise numunedeki üç boyuttaki büyümeyi tek boyuta indirgeyici bir etki meydana getirmiştir. Radyasyon uygulanmadan önce ve sonra hacimsel çekirdeklenme meydana gelmiştir. Radyasyon burada numunedeki büyümenin boyutunu değiştirici bir etkiye sahiptir.

Numunenin II. piklerinin başlangıç, bitiş sıcaklıkları ve numune kütle miktarları 10, 15, 20 ve 25 $^{\circ}\text{C}/\text{dk}$. ısıtma hızları için Tablo 7.19'da belirtilmiştir. Meydana gelen I. pik için maksimum pik sıcaklıkları kullanılarak hesaplanan aktivasyon enerjisi, reaksiyon hızı ve frekans faktörü değerleri Tablo 7.20'de verilmiştir. Tablo 7.20'deki mevcut değerler numunenin radyasyon uygulanmadan önceki Tablo 7.14'teki değerler ile mukayese edilecek olursa; Radyasyon uygulandıktan sonra numunenin maksimum pik sıcaklıkları büyük miktarda düşmektedir. Bunun yanı sıra aktivasyon enerjisi, frekans faktörü ve reaksiyon hızı değerlerinde de bir artış söz konusudur. Numunenin II. piklerine ait olan Avrami üsteli ve entalpi değişimi değerleri Tablo 7.21'de verilmiştir. Numunenin II. piklerine ait Avrami üsteli değeri $n \approx 1$ 'dir. Bu ise yüzeysel çekirdeklenme ve tek boyutta büyümeye karşılık gelir [42]. Numuneye radyasyon uygulanmadan evvelki Avrami üsteli değeri $n \approx 2$ iken radyasyona maruz kaldıktan sonra bu değer $n \approx 1$ 'e düşmektedir. Radyasyonun buradaki etkisi büyümeyle alakalı değildir. Çünkü büyüme hem radyasyondan önce hem de radyasyondan sonra tek boyuttadır. Burada radyasyonun etkisi çekirdeklenme mekanizması üzerinde baskındır. Çekirdeklenme radyasyon uygulanmadan önce hacimsel iken radyasyon uygulandıktan sonra yüzeyseldir.

e) 1200 $^{\circ}\text{C}$ 'de 1,5 saat sinterlenmiş SCS3 numunesi;

Sinterli durumdaki SCS3 numunesinin 0–500 $^{\circ}\text{C}$ sıcaklık aralığında 10, 15 ve 20 $^{\circ}\text{C}/\text{dk}$. ısıtma hızlarında alınan DSC ölçümleri sırasıyla Şekil 7.33, Şekil 7.34 ve Şekil 7.35'de verilmiştir. DSC eğrilerine bakılacak olursa numunenin 0–500 $^{\circ}\text{C}$ sıcaklık aralığında tek bir endotermik pik verdiği görülmektedir. Sinterli numunenin 10, 15 ve 20 $^{\circ}\text{C}/\text{dk}$. ısıtma hızlarında pik başlangıç, bitiş sıcaklıkları ve numune miktarları Tablo 7.22'de belirtilmiştir. Sinterli numunenin aktivasyon enerjisi, reaksiyon hızı ve frekans faktörü değerleri Tablo 7.23'te belirtilmiştir. Numune için Avrami üsteli ve entalpi değişimi değerleri Tablo 7.24'te verilmiştir.

Buna göre sinterli numunenin Avrami üsteli değeri $n \approx 3$ 'tür. Bu sonuç ise hacimsel çekirdeklenme ve iki boyutta büyüme olduğunun göstergesidir [42].

f) 1400 °C'de 2,5 saat ısıtma işlem görmüş CS3 numunesi;

Numunenin 0–500 °C sıcaklık aralığında 10, 15 ve 20 °C/dk. ısıtma hızlarında DSC ölçümleri yapılmıştır ve bu ölçümler sonucu gözlenen DSC eğrileri sırasıyla Şekil 7.38, Şekil 7.39 ve Şekil 7.40'taki gibidir. Şekiller incelendiğinde art arda gelen üç tane ekzotermik pik gözlenmektedir. Bu piklerin üçü de birinin bittiği yerde öbürünün başlaması sonucu oluşmuşlardır. Bu durum sinterlenen CS3 numunesiyle karşılaştırılırsa; sinterli numuneye göre daha yüksek sıcaklıkta ve daha uzun süre ısıtma uygulanan numunede daha çok faz gözlenmiş olup, bu da kristalleşme mekanizması üzerinde ısıtma süresinin ve sıcaklığın önemli bir etkiye sahip olduğunun açık bir belirtisidir.

Meydana gelen I. pikin başlangıç, bitiş sıcaklıkları ve numune kütleleri Tablo 7.25'deki gibidir. Yine I. pikler için maksimum pik sıcaklıkları kullanılarak bulunan aktivasyon enerjisi, frekans faktörü ve reaksiyon hızı değerleri Tablo 7.26'da verilmiştir. Ayrıca numunenin I. piklerine ait Avrami üsteli ve entalpi değişimi ifadelerinin değerleri Tablo 7.27'de belirtilmiştir. Buna göre numunenin I. pikleri için bulunan Avrami üsteli değeri $n \approx 2$ 'dir. Bu sonuç ise numunenin I. pikleri için; hacimsel çekirdeklenme ve tek boyutta büyüme olduğunun göstergesidir [42].

Oluşan II. pikin başlangıç, bitiş sıcaklıkları ve numune kütleleri Tablo 7.28'de verilmiştir. Numunenin II. pikleri için aktivasyon enerjisi, frekans faktörü ve reaksiyon hızı parametrelerinin değerleri Tablo 7.29'deki gibidir. Yine numunenin II. pikleri için Avrami üsteli değeri ve entalpi değişimi değerleri de Tablo 7.30'da verilmiştir. Numunenin II. pikleri için Avrami üsteli değeri $n \approx 3$ 'tür. Bu değer ise; hacimsel çekirdeklenme ve iki boyutta büyüme meydana geldiğini ifade eder [42].

Numunede gözlenen III. pik göz önüne alınacak olursa; pikin başlangıç, bitiş sıcaklıkları ve numune kütleleri Tablo 7.31'de verilmiştir. Numunenin III. pikleri için aktivasyon enerjisi, frekans faktörü ve reaksiyon hızı parametrelerinin değerleri Tablo 7.32'deki gibidir. Yine numunenin III. pikleri için Avrami üsteli değeri ve entalpi değişimi değerleri de Tablo 7.33'te verilmiştir. Numunenin III. pikleri için Avrami üsteli değeri $n \approx 4$ 'tür. Bu sonuç hacimsel çekirdeklenme ve üç boyutta büyüme olduğunu gösterir [42].

g) 1400 °C'de 2,5 saat ısıtma işlem görmüş X-ışını radyasyonuna maruz kalmış CS3 numunesi;

Radyasyona maruz kalan numunenin 0–500 °C sıcaklık aralığında 10, 15 ve 20 °C/dk. ısıtma hızlarında DSC ölçümleri yapılmıştır ve bu ölçümler sonucu gözlenen DSC eğrileri

sırasıyla Şekil 7.47, Şekil 7.48 ve Şekil 7.49’da gösterilmiştir. Numunede birbiri ardınca oluşan üç adet ekzotermik pik gözlenmiştir. Oluşan bu pikler ayrı ayrı irdelenecek olursa:

Oluşan I. pikin başlangıç, bitiş sıcaklıkları ve numune kütle miktarları Tablo 7.34’te verilmiştir. Radyasyon uygulanmayan CS3 numunesine kıyasla pik başlangıç, bitiş sıcaklıkları ve maksimum kristalleşme sıcaklığı değerleri artış göstermiştir. Yine I. pikler için maksimum kristalleşme sıcaklıkları kullanılarak hesaplanan aktivasyon enerjisi, reaksiyon hızı ve frekans faktörü değerleri Tablo 7.35’de belirtilmiştir. Radyasyonsuz hale nazaran uygulanan radyasyon sonucu numunenin aktivasyon enerjisi, reaksiyon hızı ve frekans faktörü değerleri artış göstermiştir. Numunenin I. pikleri için hesaplanan entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri Tablo 7.36’daki gibidir. Buna göre numunenin I. piklerine ait Avrami üsteli değeri $n \approx 1$ ’dir. Bu ise yüzeysel çekirdeklenme ve tek boyutta büyüme olduğunu gösterir [42]. Radyasyon uygulanmayan numunede ise bu değer $n \approx 2$ idi. Bu da uygulanan radyasyonun çekirdeklenme mekanizmasını hacimsel çekirdeklenmeden yüzeysel çekirdeklenmeye indirgediğini gösterir. Radyasyon burada büyüme boyutuyla ilgili bir değişikliğe yol açmamıştır. Radyasyondan önce de sonra da büyüme tek boyuttadır.

Oluşan II. pikin başlangıç, bitiş sıcaklıkları ve numune kütleleri Tablo 7.37’de belirtilmiştir. Radyasyonsuz hale nazaran pikin başlangıç, bitiş sıcaklığı ve maksimum pik sıcaklığı artmıştır. Numunenin II. pikleri için hesaplanan aktivasyon enerjisi, frekans faktörü ve reaksiyon hızı niceliklerinin değerleri Tablo 7.38’de verilmiştir. Bu II. pikler için hesaplanan aktivasyon enerjisi değerinde bir artış meydana gelirken, frekans faktörü ve reaksiyon hızı niceliklerinde ise azalma meydana gelmiştir. Yine numunenin II. piklerine ait Avrami üsteli ve entalpi değişimi değerleri Tablo 7.39’da belirtilmiştir. Buna göre II. pikler için Avrami üsteli değeri $n \approx 1$ ’dir. Bu durumda yüzeysel çekirdeklenme ve tek boyutta büyüme olduğu söylenebilir [42]. Radyasyonsuz halde ise $n \approx 3$ değerine sahipti. Bu ise radyasyon uygulanmasıyla hem çekirdeklenme hem de boyutsal büyüme mekanizmasının değiştiğini gösterir. Çünkü radyasyon uygulanmasıyla; hacimsel çekirdeklenmeden yüzeysel çekirdeklenmeye ve iki boyutta büyümeden tek boyutta büyümeye bir geçiş meydana gelmiştir.

Numunede gözlenen III. ve son pikin başlangıç, bitiş sıcaklıkları ve numune kütle miktarları Tablo 7.40’da verilmiştir. Buradaki değerler radyasyondan önceki değerlerle karşılaştırıldığı zaman; pikin başlangıç, bitiş sıcaklıkları ve maksimum pik sıcaklıklarının uygulanan radyasyon neticesinde artış göstermiştir. Numunenin III. pikleri için maksimum kristalleşme pik sıcaklığından hesaplanan aktivasyon enerjisi, reaksiyon hızı ve frekans faktörü değerleri Tablo 7.41’de belirtilmiştir. Bu değerler yine radyasyona maruz kalmadan önceki değerlerle karşılaştırıldığında radyasyon uygulandıktan sonra; aktivasyon enerjisi ve reaksiyon hızının azaldığı, bunun yanı sıra frekans faktörünün ise arttığı gözlenmiştir. Numunenin III.

pikleri için hesaplanan Avrami üsteli ve entalpi değişimi değerleri Tablo 7.42'deki gibidir. Burada numunenin Avrami üsteli değeri $n \approx 3$ 'tür. Bu da hacimsel çekirdeklenme ve iki boyutta büyümeye tekabül eder [42]. Oysa radyasyon uygulanmadan evvel Avrami üsteli değeri $n \approx 4$ idi. Burada da radyasyon uygulandıktan sonra üç boyutta büyümeden iki boyutta bir büyümeye geçişin söz konusu olduğu gözlenmektedir. Radyasyonun çekirdeklenme mekanizması üzerine etkisi gözlenmemiştir. Çünkü hem radyasyon öncesi hem de radyasyon sonrası hacimsel çekirdeklenme meydana gelmiştir.

h) 1500 °C'de 2,5 saat ısıtma işlemi görmüş CS4 numunesi;

Numunenin 0–500 °C sıcaklık aralığında 10, 15 ve 20 °C/dk. ısıtma hızlarında DSC ölçümleri yapılmıştır ve bu ölçümler sonucu gözlenen DSC eğrileri sırasıyla Şekil 7.56, Şekil 7.57 ve Şekil 7.58'deki gibidir. Şekiller incelendiğinde art arda gelen üç tane ekzotermik pik gözlenmektedir.

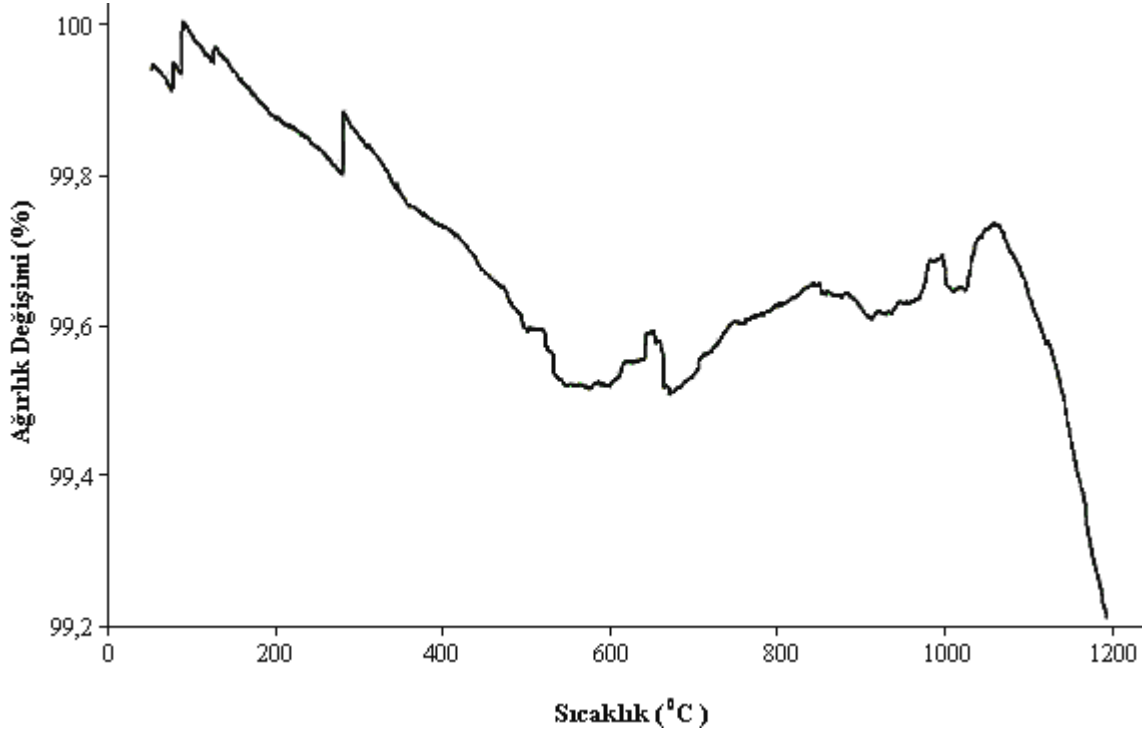
Gözlenen I. pikin başlangıç, bitiş sıcaklıkları ve numune kütleleri Tablo 7.43'te belirtilmiştir. Meydana gelen I. pik için hesaplanan aktivasyon enerjisi, frekans faktörü ve reaksiyon hızı değerleri Tablo 7.44'te gösterilmiştir. Yine bu I. piklere ait Avrami üsteli ve entalpi değişimi değerleri de Tablo 7.45'de verilmiştir. Buna göre numunenin I. pikleri için Avrami üsteli $n \approx 1$ 'dir. Bu sonuca göre yüzeysel çekirdeklenme ve tek boyutta büyüme olduğu söylenebilir [42].

Gözlenen II. pik için; pikin başlangıç, bitiş sıcaklıkları ve numune kütleleri Tablo 7.46'da belirtildiği gibidir. Numunenin II. piklerine ait aktivasyon enerjisi, frekans faktörü ve reaksiyon hızı değerleri Tablo 7.47'de verilmiştir. Yine bu II. pikler için hesaplanan Avrami üsteli ve entalpi değişimi ifadelerinin değerleri Tablo 7.48'de belirtildiği gibidir. Buna göre numunenin II. pikleri için hesaplanan Avrami üsteli değeri $n \approx 4$ 'tür. Bu ise hacimsel çekirdeklenme ve üç boyutta büyümeye karşılık gelir [42].

Numunenin III. ve son pikinin başlangıç, bitiş sıcaklıkları ve numune kütleleri Tablo 7.49'daki gibidir. Bu III. piklere ait aktivasyon enerjisi, reaksiyon hızı ve frekans faktörü niceliklerinin değerleri Tablo 7.50'de verilmiştir. Yine bu III. piklere ait entalpi değişimi ve Avrami üsteli değerleri de Tablo 7.51'deki gibidir. Buna göre III. pikler için Avrami üsteli değeri $n \approx 3$ 'tür. Bu sonuca göre de hacimsel çekirdeklenme ve iki boyutta büyüme meydana gelmiştir [42].

7.3 TGA Ölçüm Sonuçları

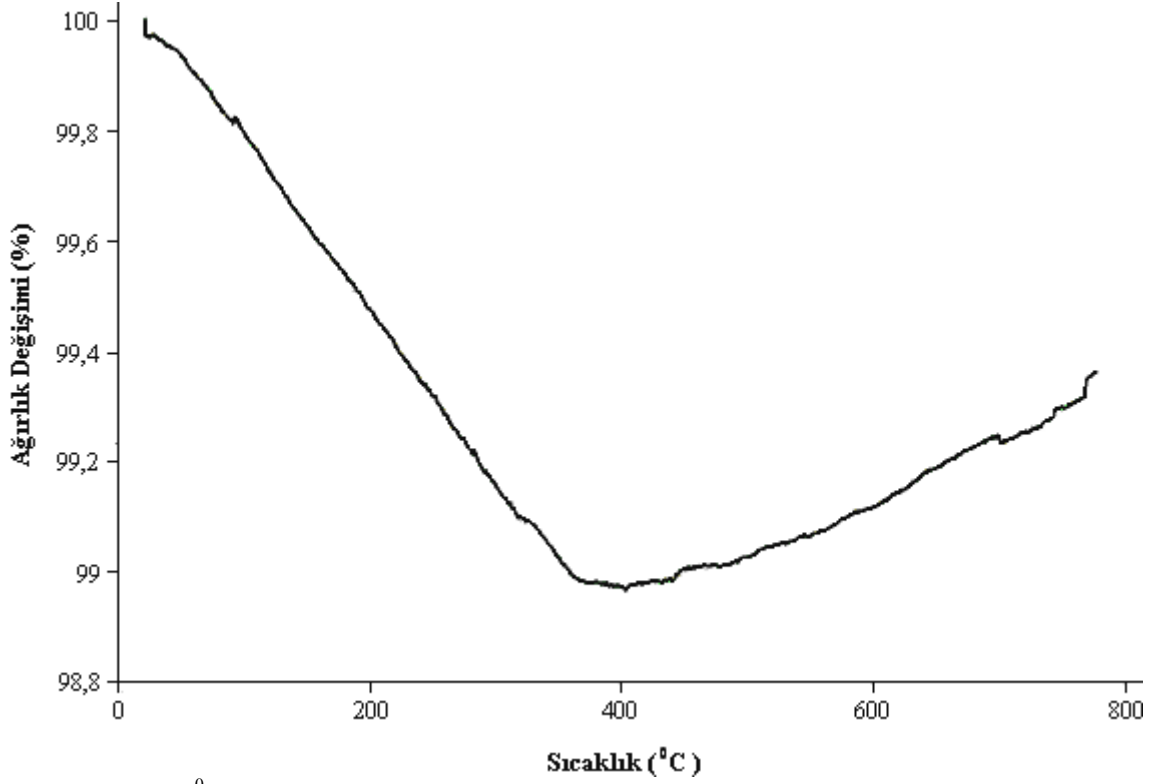
CS1 ve CS3 numuneleri için TGA ölçümü sonuçları ve bu ölçümler sonucu meydana gelen ağırlık değişimleri aşağıda sırasıyla belirtilmiştir.



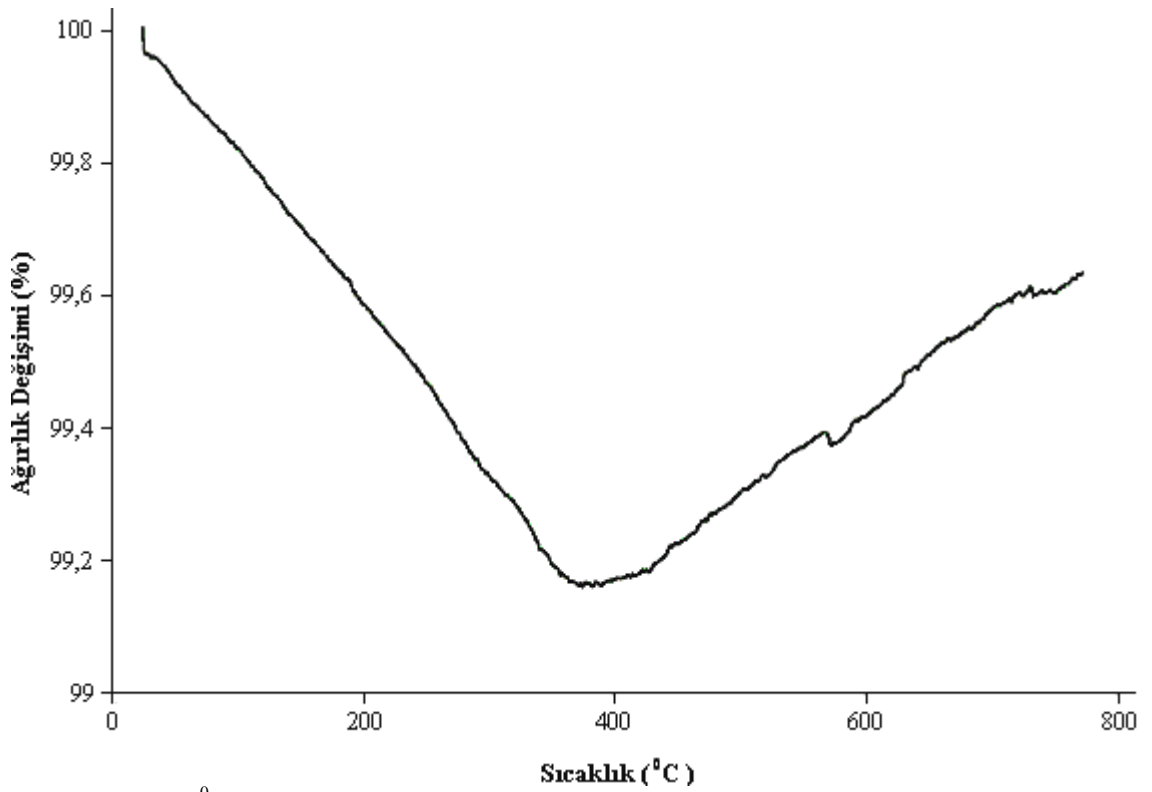
Şekil 7.73 1300 °C'de 2,5 saat ısıtılma gören CS1 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 10 °C/dk. ısıtma hızında TGA grafiği.

Şekil 7.73'de CS1 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 10 °C/dk. ısıtma hızında TGA eğrisi verilmiştir. Benzer şekilde CS1 numunesinin radyasyona maruz kalmamış hali için; 15 °C/dk. ısıtma hızında TGA eğrisi Şekil 7.74'te, 20 °C/dk. ısıtma hızında TGA eğrisi Şekil 7.75'te ve 25 °C/dk. ısıtma hızında TGA eğrisi de Şekil 7.76'daki gibidir. Radyasyona maruz kalmış CS1 numunesi için de aynı şekilde; 10 °C/dk. ısıtma hızında TGA eğrisi Şekil 7.77'de, 15 °C/dk. ısıtma hızında TGA eğrisi Şekil 7.78'de, 20 °C/dk. ısıtma hızında TGA eğrisi Şekil 7.79'da ve 25 °C/dk. ısıtma hızında TGA eğrisi de Şekil 7.80'deki gibidir.

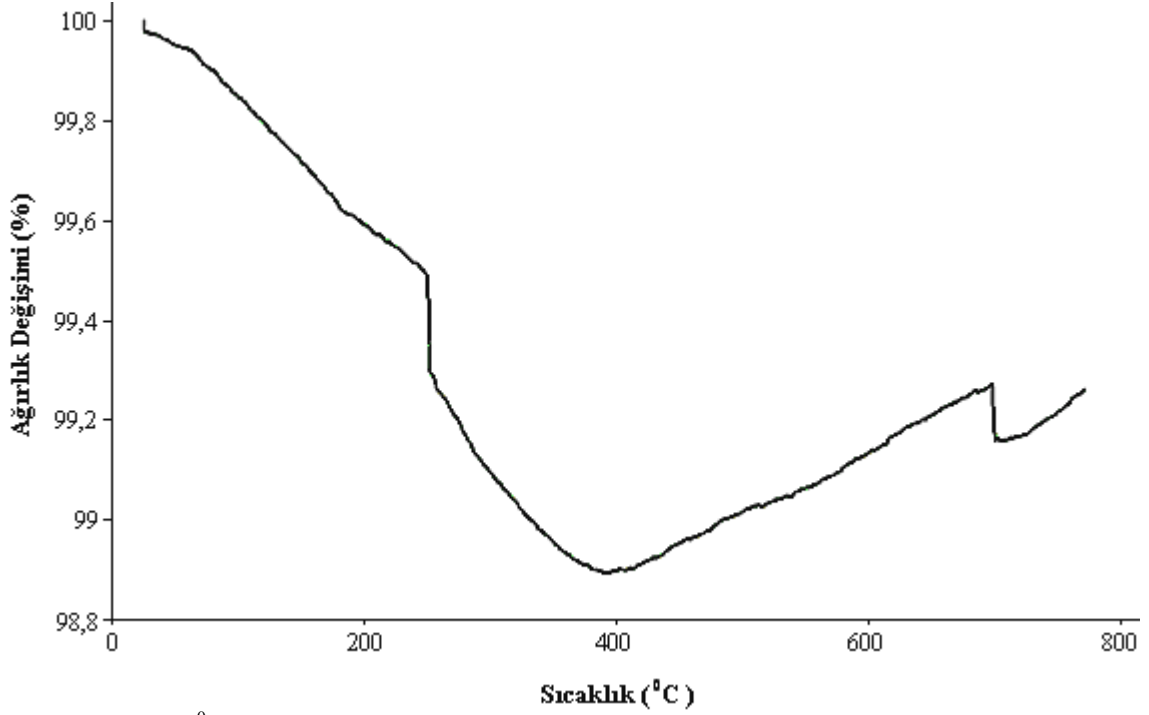
CS3 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki TGA eğrileri de sırasıyla; 10 °C/dk. ısıtma hızında TGA eğrisi Şekil 7.81'de, 15 °C/dk. ısıtma hızında TGA eğrisi Şekil 7.82'de ve 20 °C/dk. ısıtma hızında TGA eğrisi de Şekil 7.83'teki gibidir. Radyasyon uygulanan CS3 numunesi için TGA eğrileri sırasıyla; 10 °C/dk. ısıtma hızında TGA eğrisi Şekil 7.84'te, 15 °C/dk. ısıtma hızında TGA eğrisi Şekil 7.85'te, 20 °C/dk. ısıtma hızında TGA eğrisi Şekil 7.86'da ve 25 °C/dk. ısıtma hızında TGA eğrisi de Şekil 7.87'deki gibidir.



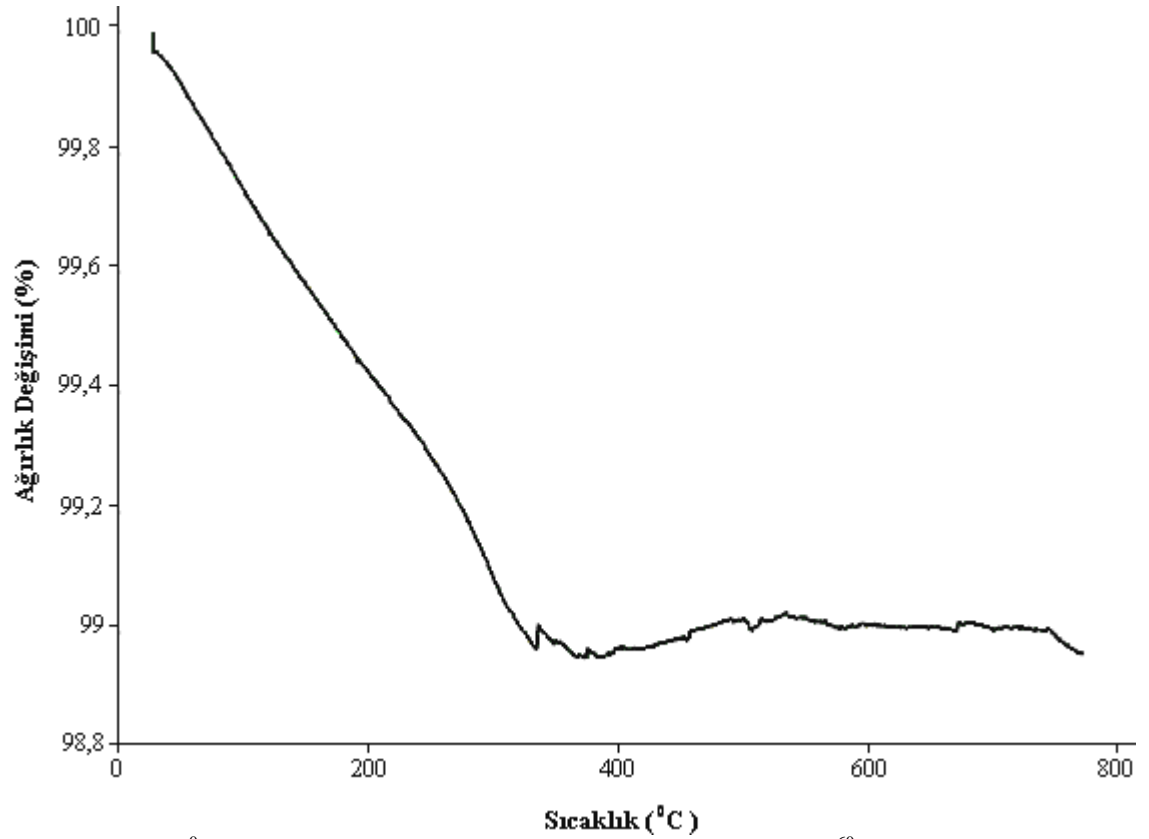
Şekil 7.74 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS1 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 15 °C/dk. ısıtım hızında TGA grafiği.



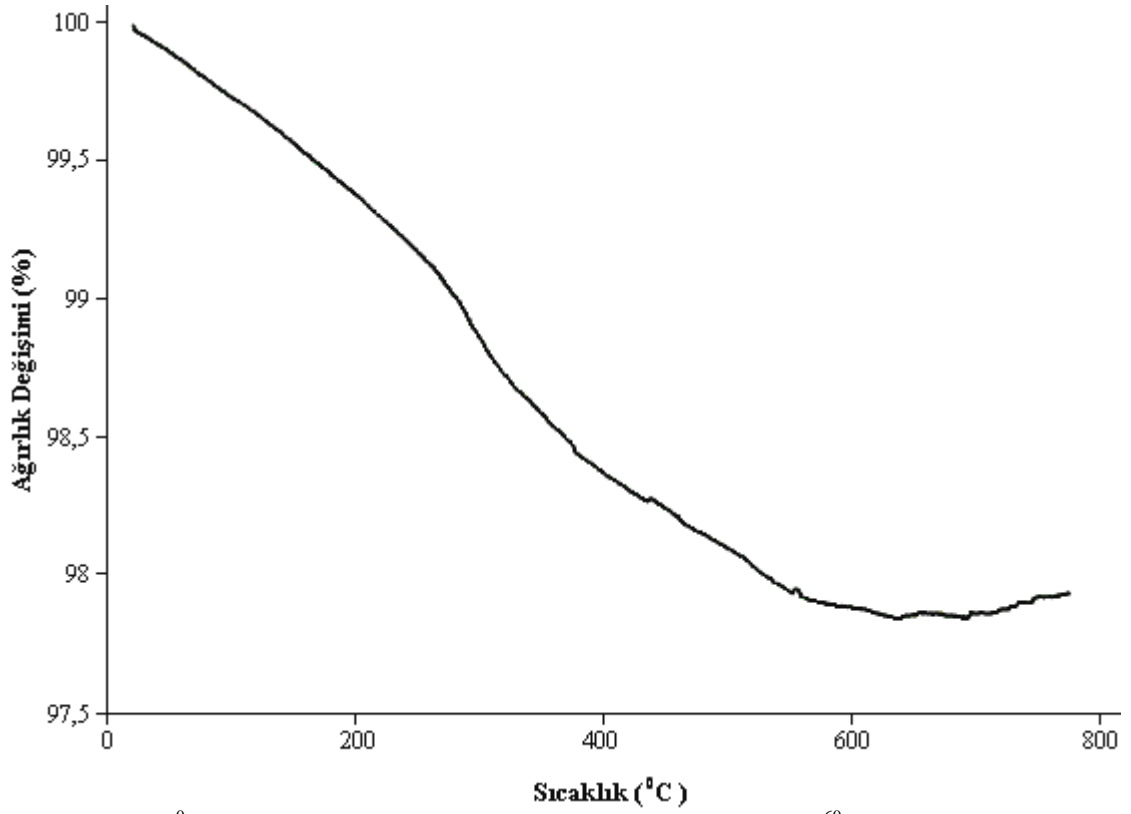
Şekil 7.75 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS1 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 20 °C/dk. ısıtım hızında TGA grafiği.



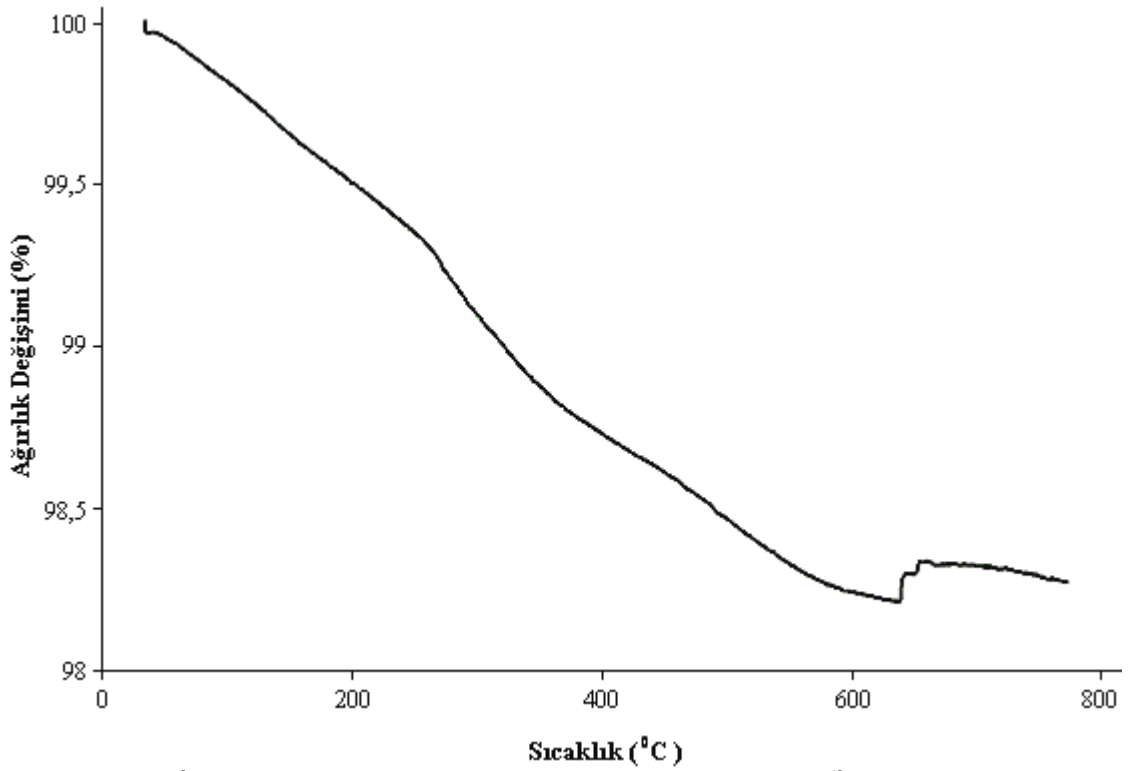
Şekil 7.76 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS1 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 25 °C/dk. ısıtım hızında TGA grafiği.



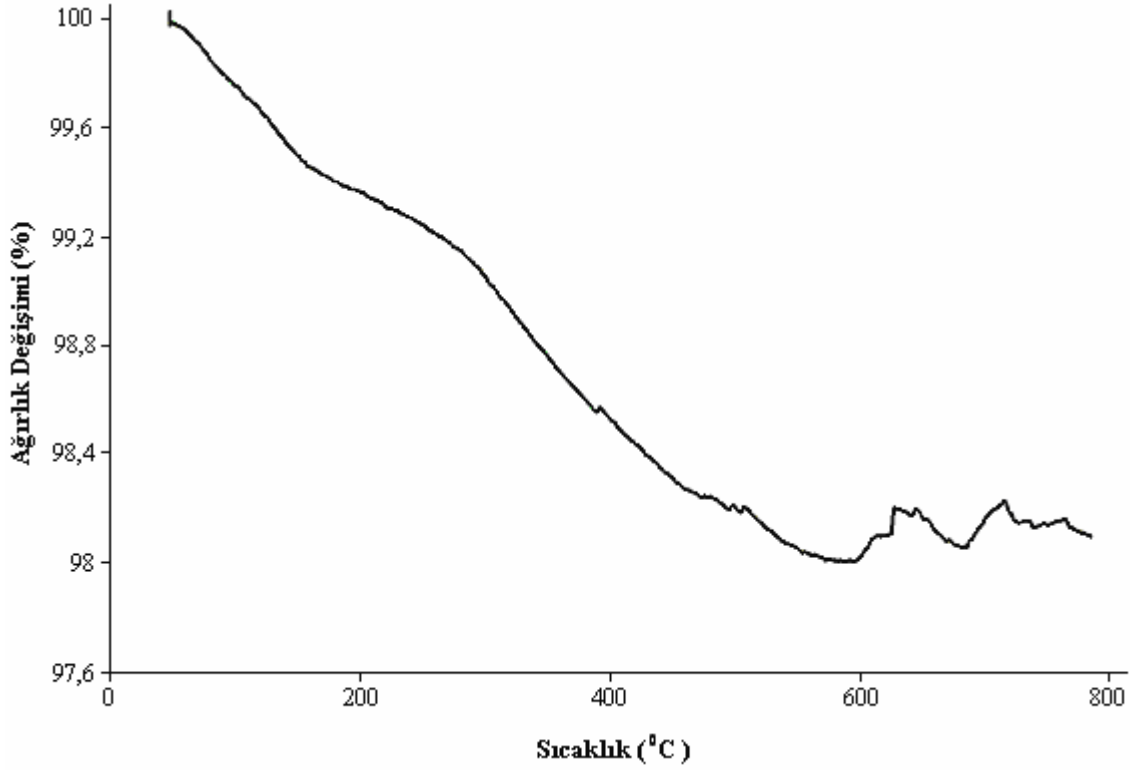
Şekil 7.77 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS1 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 10 °C/dk. ısıtım hızında TGA grafiği.



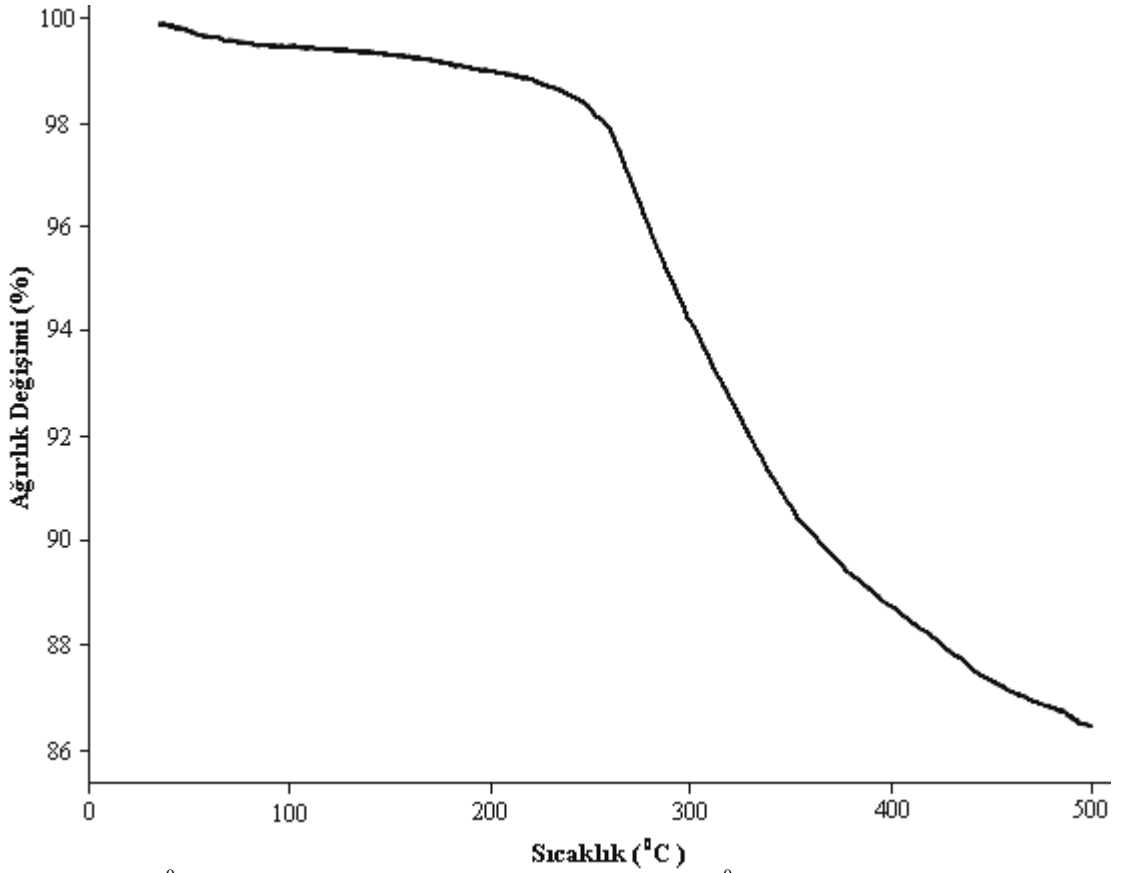
Şekil 7.78 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS1 numunesinin 70 Mrad ^{60}Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 15 °C /dk. ısıtım hızında TGA grafiği.



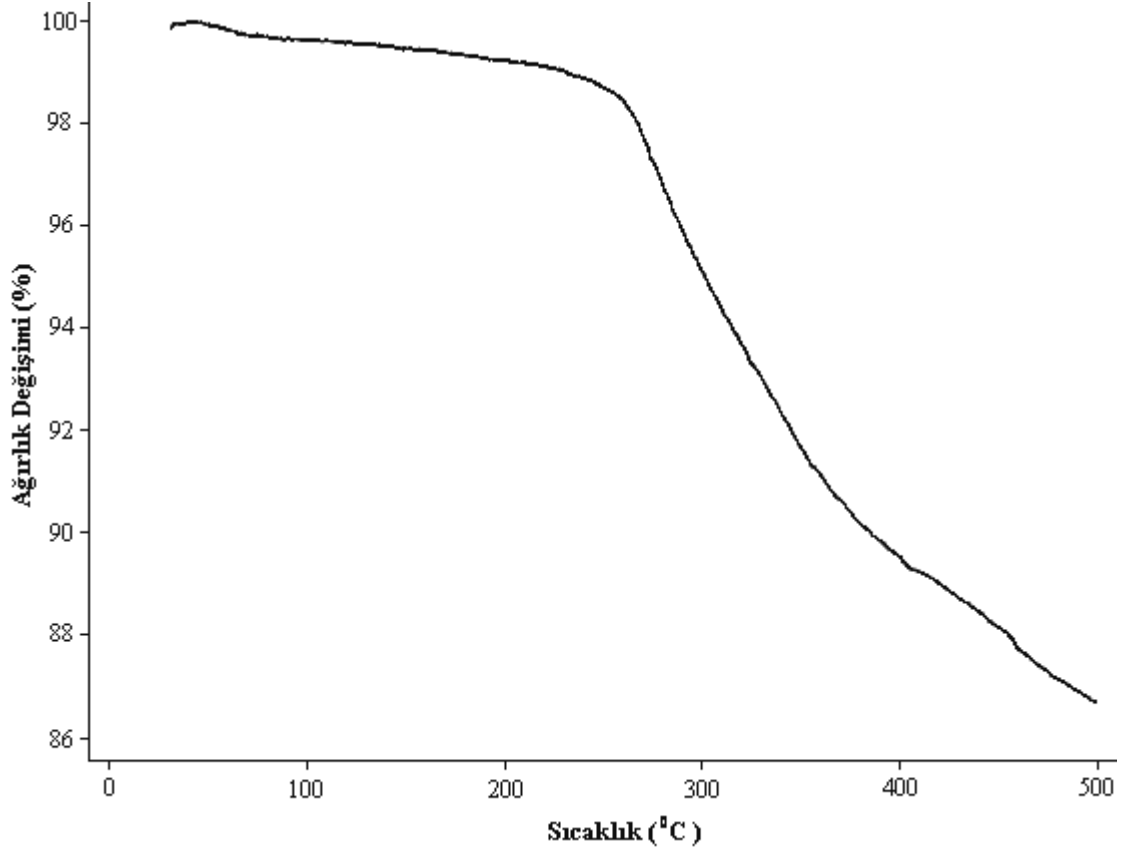
Şekil 7.79 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS1 numunesinin 70 Mrad ^{60}Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 20 °C /dk. ısıtım hızında TGA grafiği.



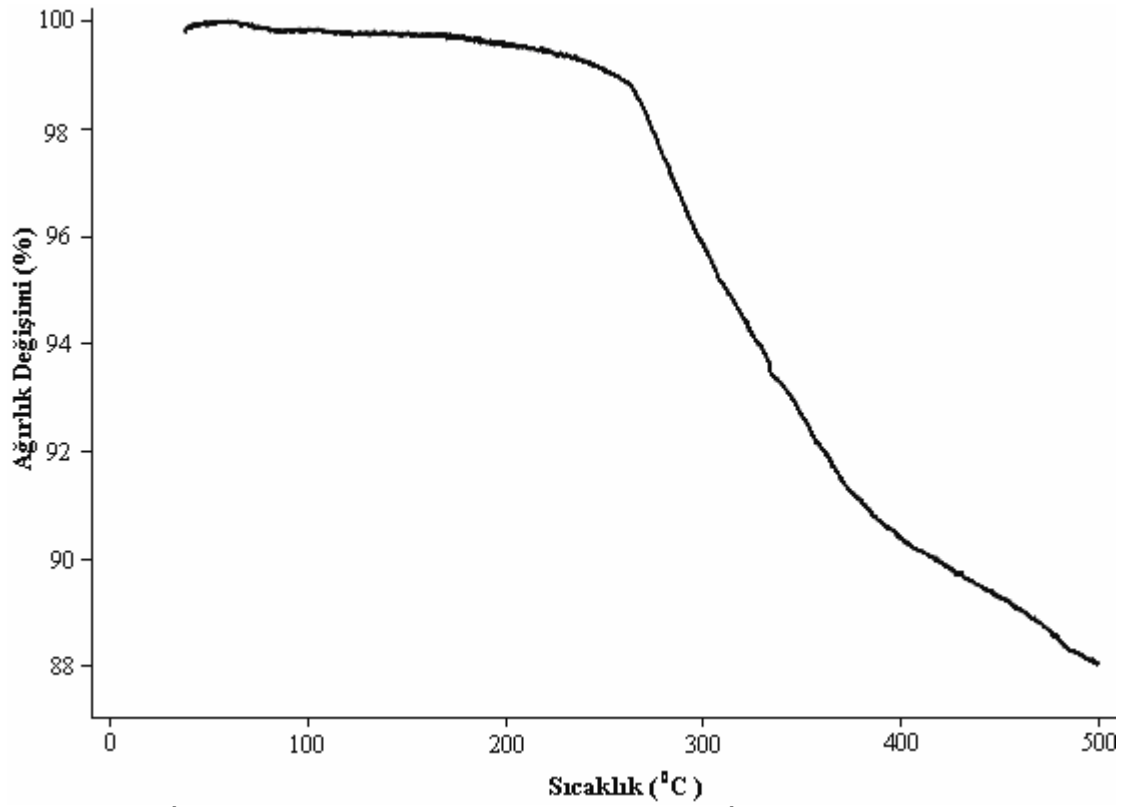
Şekil 7.80 1300 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS1 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 25 °C /dk. ısıtım hızında TGA grafiği.



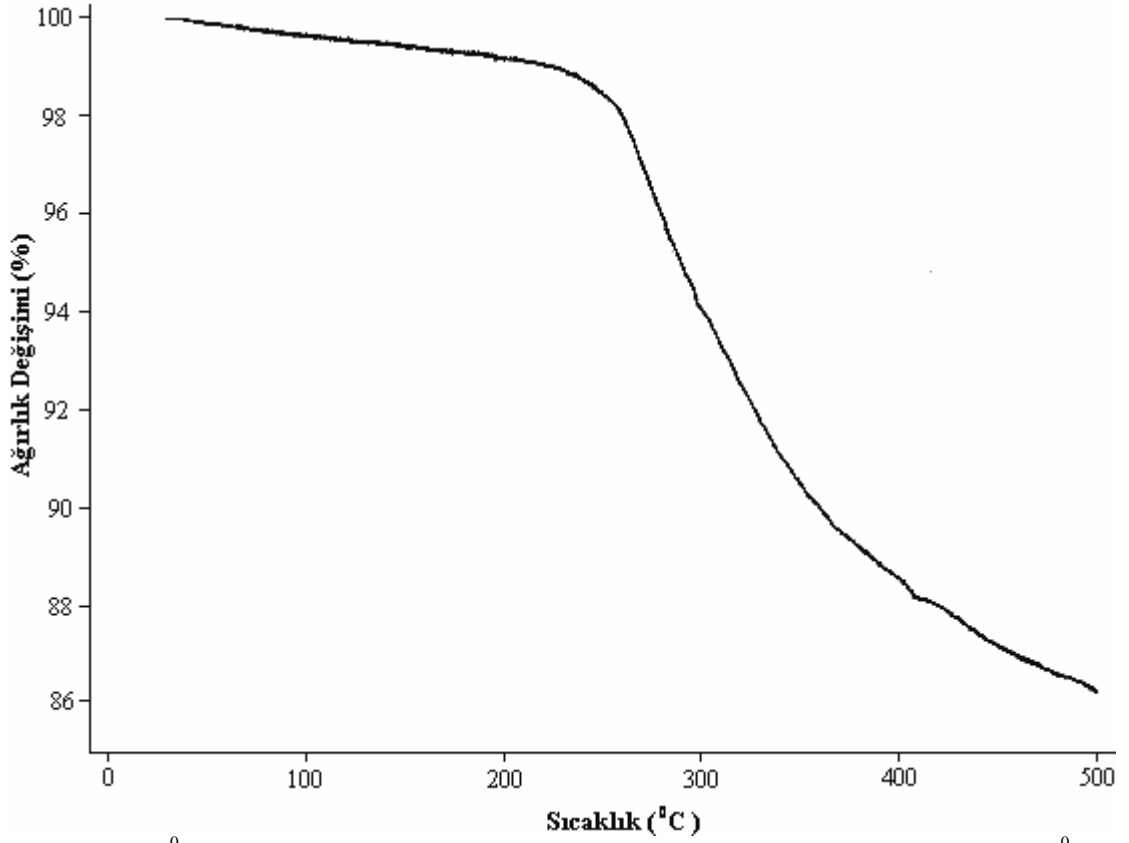
Şekil 7.81 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS3 numunesinin 10 °C /dk. ısıtım hızında TGA grafiği.



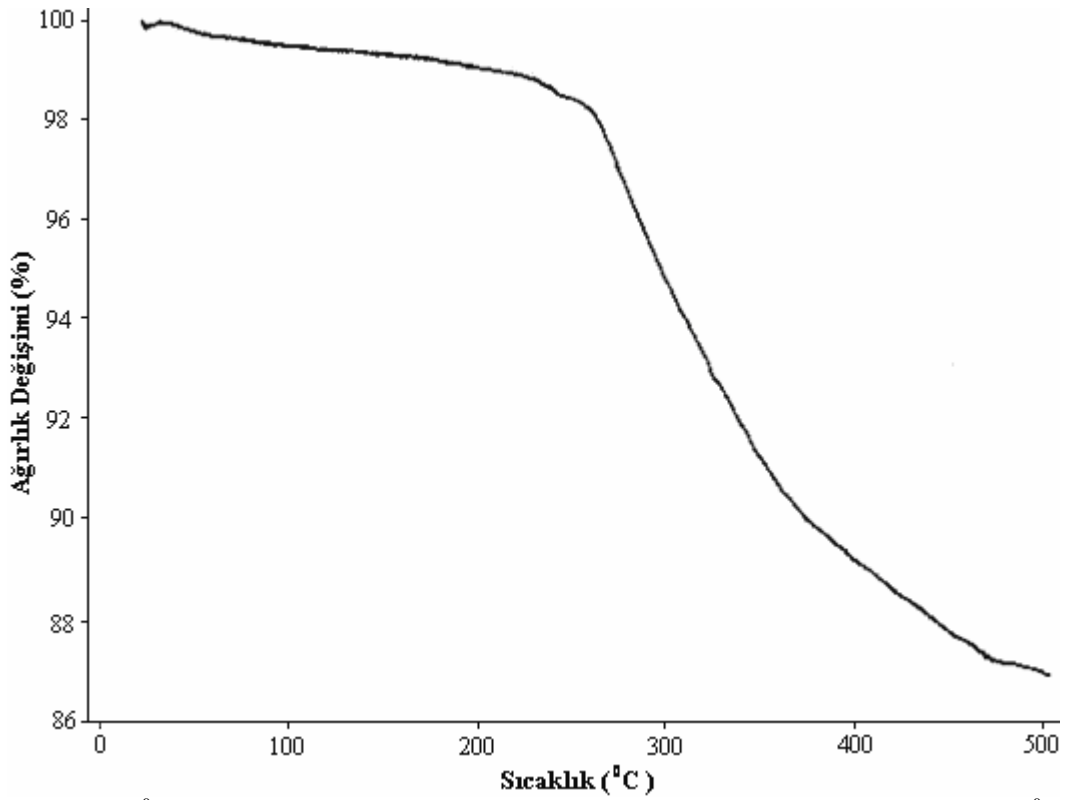
Şekil 7.82 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS3 numunesinin 15 °C/dk. ısıtma hızında TGA grafiği.



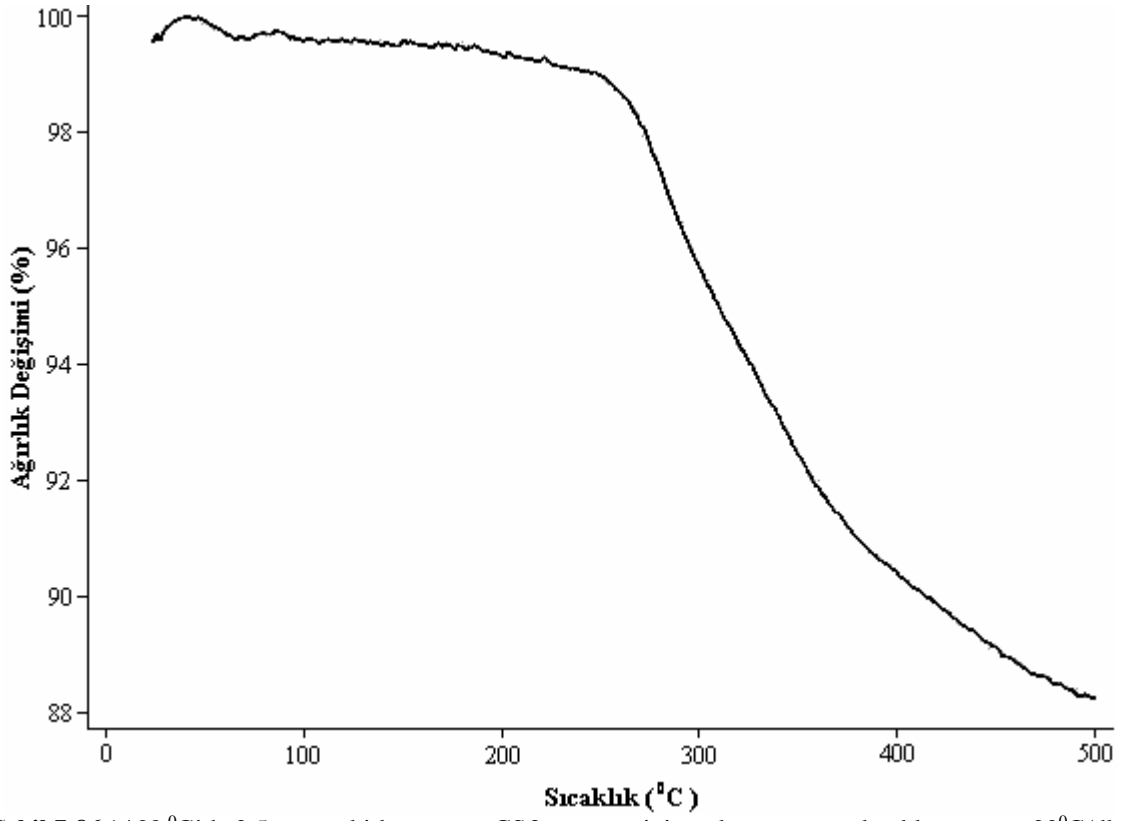
Şekil 7.83 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS3 numunesinin 20 °C/dk. ısıtma hızında TGA grafiği.



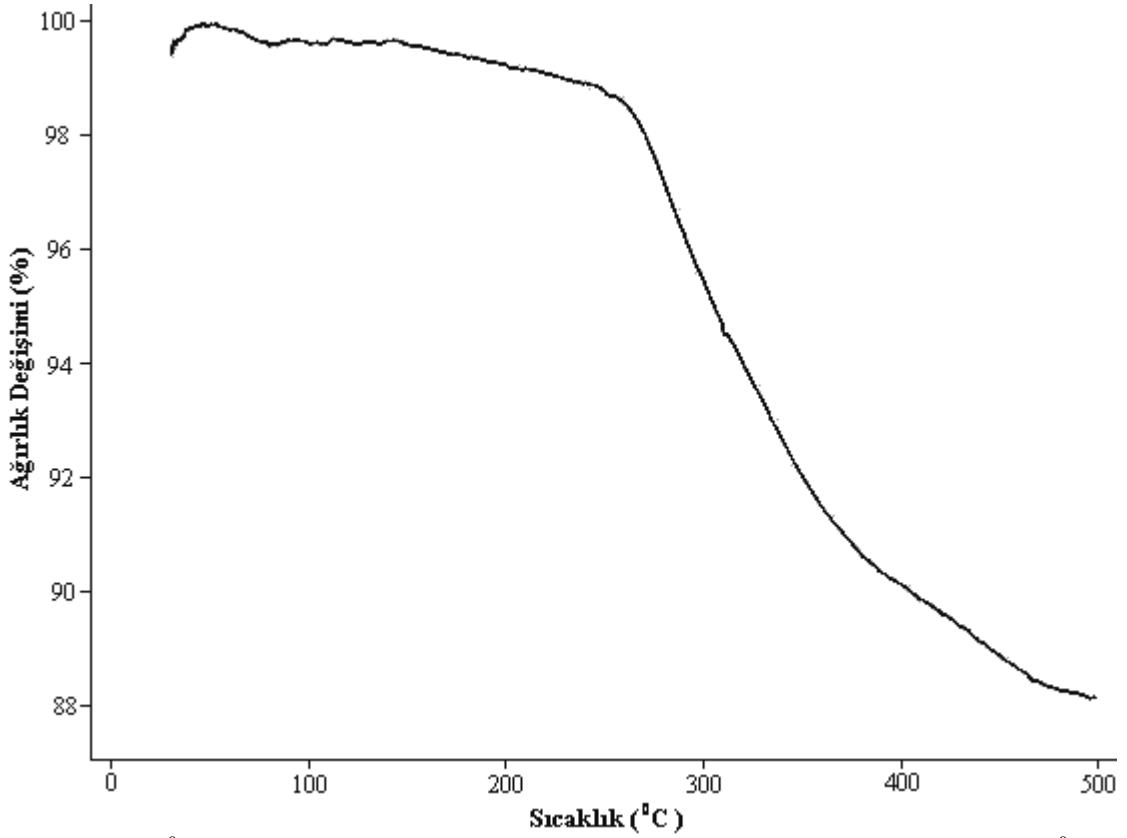
Şekil 7.84 1400⁰C’de 2,5 saat ısıl işlem gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonra 10⁰C/dk. ısıtma hızında TGA grafiği.



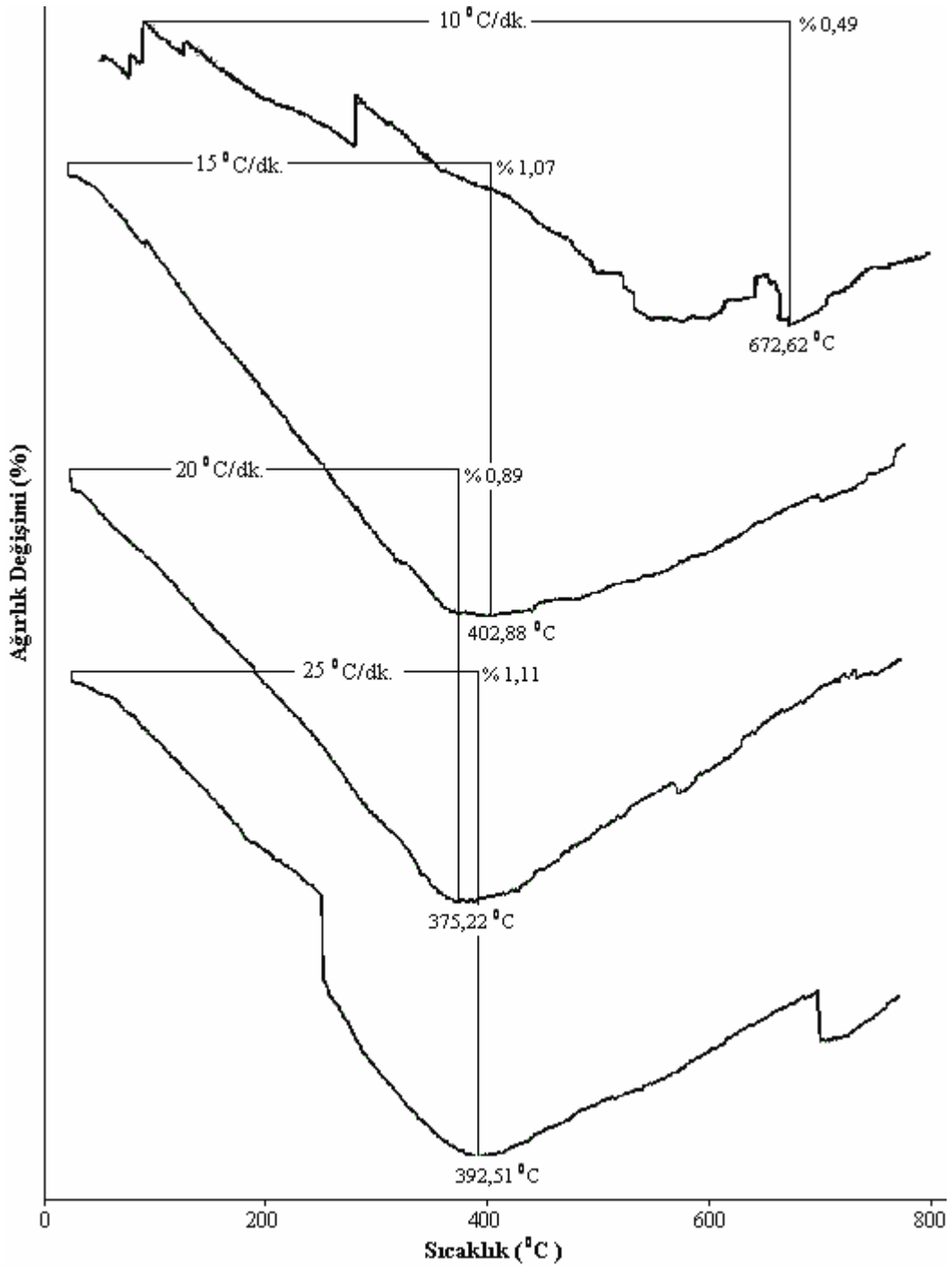
Şekil 7.85 1400⁰C’de 2,5 saat ısıl işlem gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonra 15⁰C/dk. ısıtma hızında TGA grafiği.



Şekil 7.86 1400 °C'de 2,5 saat ısıtılma gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonra 20°C/dk. ısıtma hızında TGA grafiği.

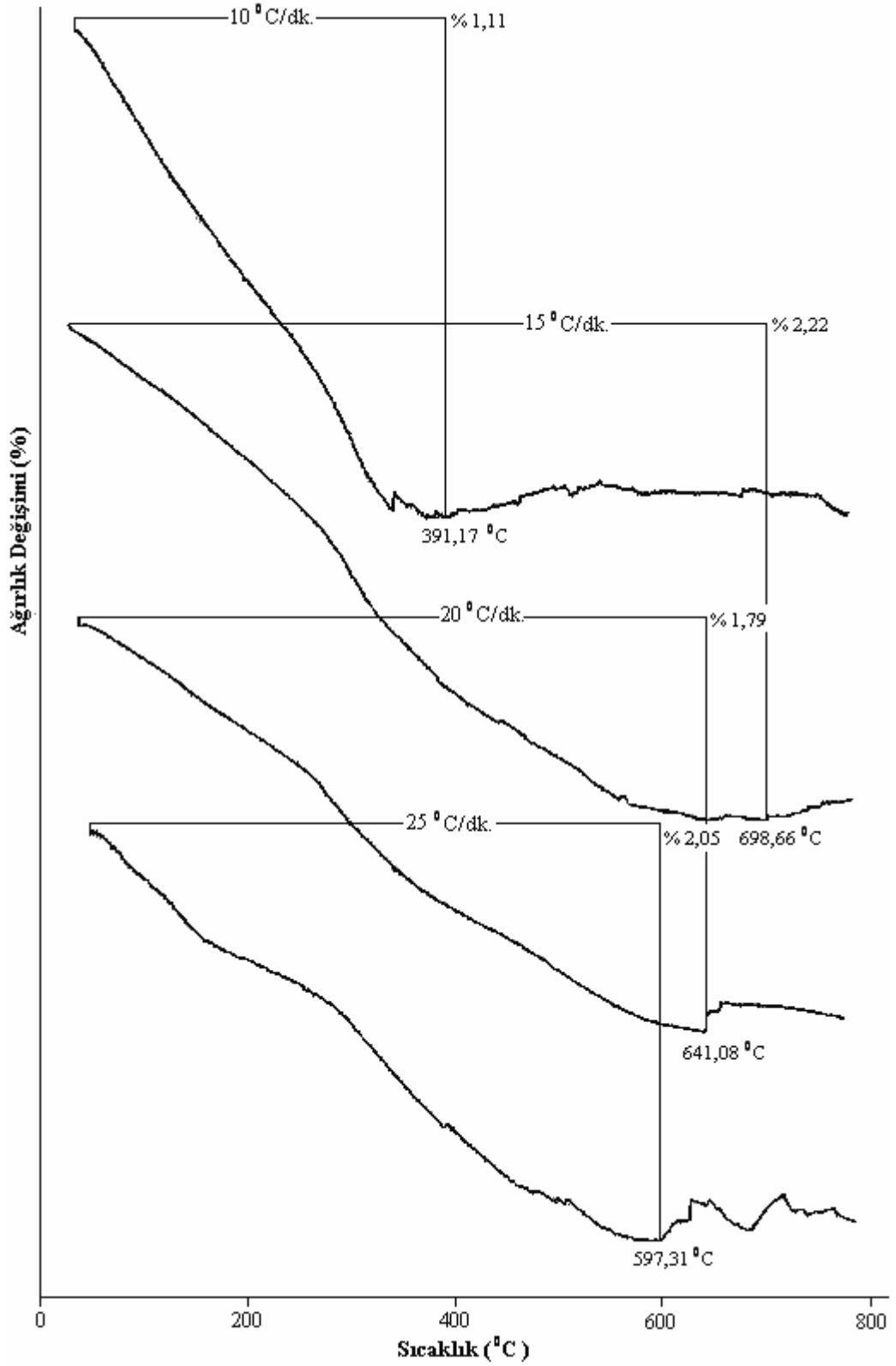


Şekil 7.87 1400 °C'de 2,5 saat ısıtılma gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonra 25°C/dk. ısıtma hızında TGA grafiği.

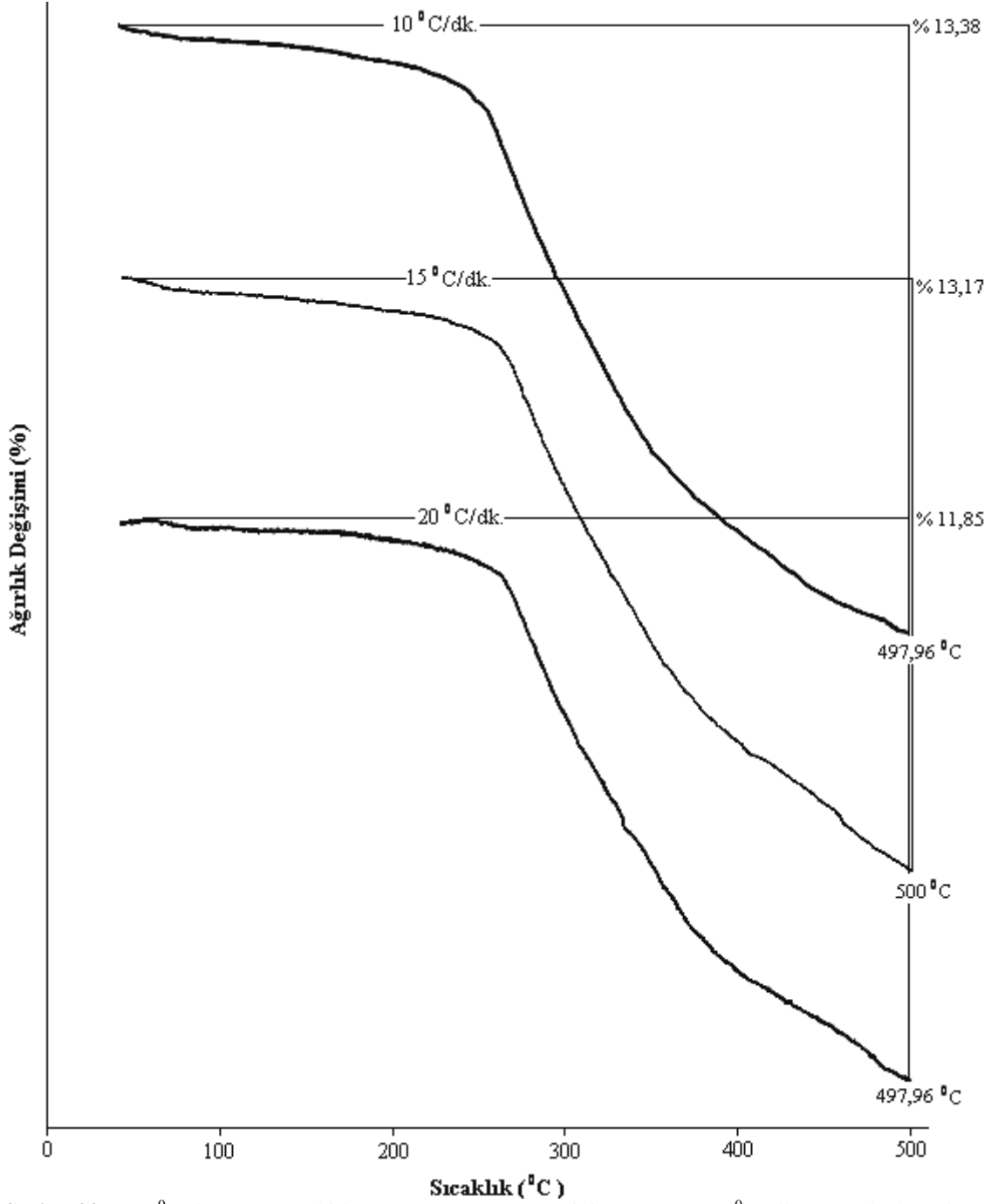


Şekil 7.88 1300 °C'de 2,5 saat ısıtılma gören CS1 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önce 10, 15, 20 ve 25 °C/dk. ısıtma hızlarında TGA grafikleri.

Şekil 7.88'de CS1 numunesinin radyasyona maruz kalmadan önceki TGA grafikleri toplu halde verilmiştir. Şekil 7.89'da ise CS1 numunesinin radyasyona maruz kaldıktan sonraki TGA eğrileri topluca verilmiştir.

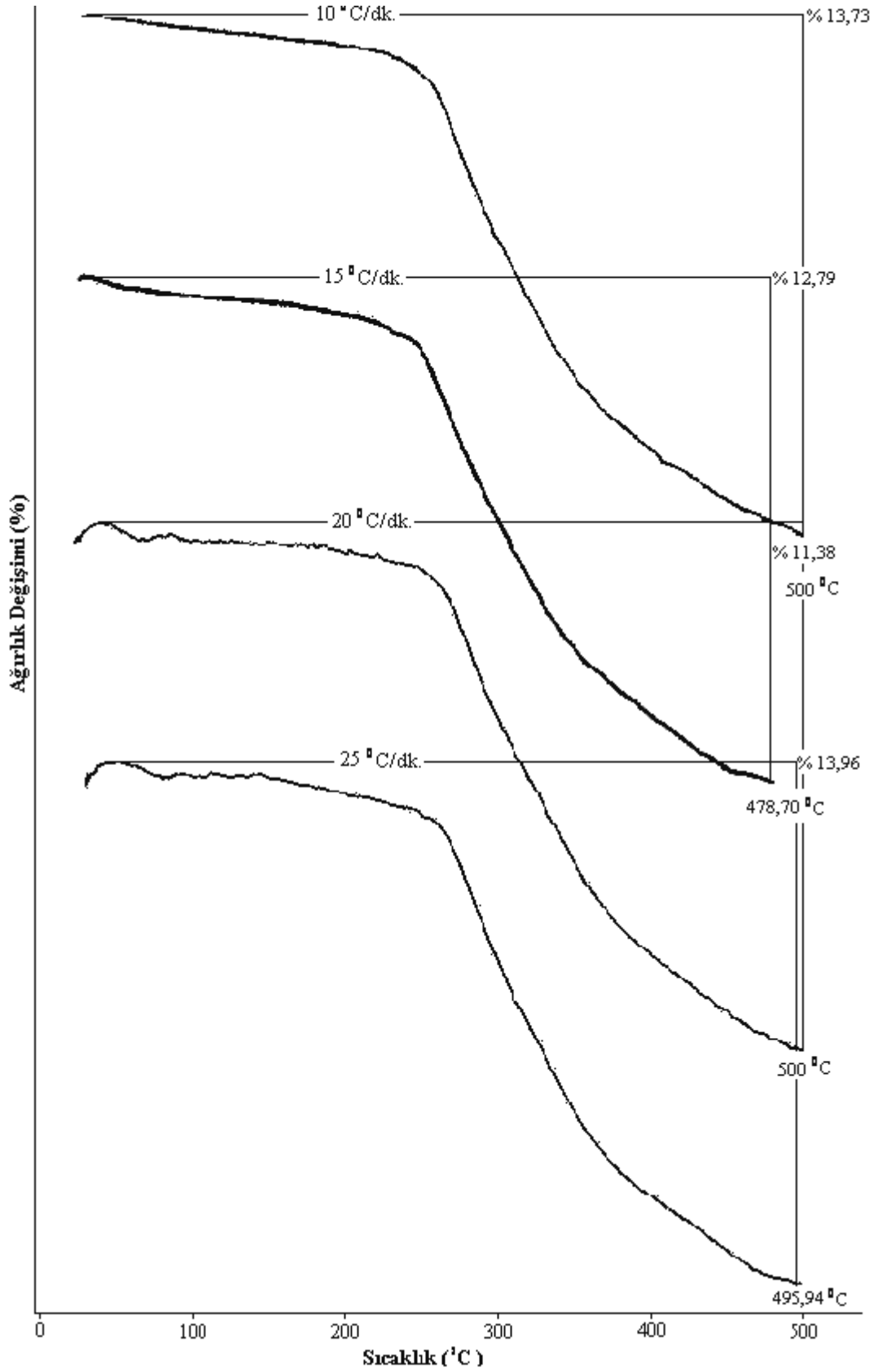


Şekil 7.89 1300 °C'de 2,5 saat ısı işlem gören CS1 numunesinin 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonra 10, 15, 20 ve 25 °C/dk. ısıtma hızlarında TGA grafikleri.



Şekil 7.90 1400 °C'de 2,5 saat ısıtım gören CS3 numunesinin 10, 15 ve 20 °C/dk. ısıtma hızlarında TGA grafikleri.

Şekil 7.90'da radyasyon uygulanmamış CS3 numunesi için toplu halde TGA grafikleri verilmiştir. Devamında Şekil 7.91'de ise radyasyon uygulanan CS3 numunesi için toplu halde TGA grafikleri verilmiştir.



Şekil 7.91 1400 °C'de 2,5 saat ısıl işlem gören CS3 numunesinin radyasyon uygulandıktan sonra 10, 15, 20 ve 25 °C/dk. ısıtma hızlarında TGA grafikleri.

Mevcut TGA eğrileri incelenecek olursa; CS1 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki TGA eğrileri 10, 15, 20 ve 25 °C/dk.'lık ısıtma hızları için sırasıyla Şekil 7.73, Şekil 7.74, Şekil 7.75 ve Şekil 7.76'daki gibidir. Bu eğrilerden gözlenen ise sıcaklık artışı karşısında malzemede kütle kayıpları meydana gelmektedir. Bunun devamında da kütle artışı söz konusudur. Bu azalma ve artışın sebebi: Numunenin üretimi sırasında Na₂O'in doğrudan elde edilmesi mümkün olmadığından bunun yerine Tablo 7.1'deki verileri sağlayacak oranda (gaz çıkışı hesaba katılarak) Na₂CO₃ kullanılmıştır. Sodyum karbonattan, ısıl işlem sonucu karbondioksit gazı çıkışı sonucu sodyum oksit elde edilmiştir. Bu sebeple malzemenin bir kısım karbon ihtiva etmesi doğaldır. Görülen kütle kayıpları, ısıtılan malzemede gaz çıkışı olmasından, kütle kazançları ise oksidasyondan dolayı meydana gelmektedir. Karbon ihtiva eden malzemelerde sıcaklık arttıkça malzemelerin kimyasal reaksiyon hız sabiti (k_c) ve etkin difüzyon katsayısı (D_c) değerlerinin artması neticesinde oksidasyon hızında bir artış meydana gelmektedir. Oksidasyon sırasında kütle kayıpları başlangıçta yüksektir ve gittikçe azalır [43]. Kütle kaybı meydana gelirken açığa çıkması en muhtemel gaz karbon monoksittir [44]. CS1 numunesi için kütle kayıpları ise sırasıyla: 10 °C/dk. ısıtma hızında % 0,49 olup bu ısıtma hızında maksimum kütle kaybı 672,62 °C sıcaklıkta; 15 °C/dk. ısıtma hızında % 1,07 olup bu ısıtma hızında maksimum kütle kaybı 402,88 °C sıcaklıkta; 20 °C/dk. ısıtma hızında % 0,89 olup bu ısıtma hızında maksimum kütle kaybı 375,22 °C sıcaklıkta; son olarak 25 °C/dk. ısıtma hızında % 1,11 olup bu ısıtma hızında maksimum kütle kaybı 392,51 °C sıcaklıkta meydana gelmektedir.

Aynı şekilde CS1 numunesinin bu kez de 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonuna maruz kaldıktan sonraki TGA eğrileri 10, 15, 20 ve 25 °C/dk.'lık ısıtma hızları için sırasıyla Şekil 7.77, Şekil 7.78, Şekil 7.79 ve Şekil 7.80'deki gibidir. Buradaki eğrilerde de kütle kayıpları gözlenmektedir. Bu kütle kayıpları ısıtma hızlarına göre incelenecek olursa: 10 °C/dk. ısıtma hızında % 1,11 olup bu ısıtma hızında maksimum kütle kaybı 391,17 °C sıcaklıkta; 15 °C/dk. ısıtma hızında % 2,22 olup bu ısıtma hızında maksimum kütle kaybı 698,66 °C sıcaklıkta; 20 °C/dk. ısıtma hızında % 1,79 olup bu ısıtma hızında maksimum kütle kaybı 641,08 °C sıcaklıkta; son olarak 25 °C/dk. ısıtma hızında % 2,05 olup bu ısıtma hızında maksimum kütle kaybı 597,31 °C sıcaklıkta meydana geldiği görülebilir.

CS1 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki ve sonraki TGA eğrileri, yukarıda belirtilen bu değerlerle beraber ele alındığında şu sonuçlara varmak mümkündür: Numunede radyasyon uygulanmadan önceki kütle kayıpları, radyasyon uygulandıktan sonraki kayıpların hemen hemen yarısıdır. Başka bir deyişle radyasyon uygulanması sonucu numunedeki kütle kayıp oranı yaklaşık olarak iki kat artmıştır. Bu da uygulanan radyasyonun, numunede kütle

kaybını arttırıcı bir etki meydana getirdiğinin göstergesidir. Ayrıca uygulanan radyasyonun bir başka etkisi de maksimum kütle kaybı sıcaklıklarını arttırmasıdır.

TGA eğrileri incelenen diğer bir numune de CS3'tür. CS3 numunesinin ise gamma radyasyonuna kıyasla daha az etkili olan X-ışını radyasyonuna maruz kalmadan önceki ve radyasyona maruz kaldıktan sonraki TGA eğrileri incelenmiştir. Radyasyon uygulanmayan CS3 numunesi için TGA eğrileri 10, 15 ve 20 °C/dk.'lık ısıtma hızları için sırasıyla Şekil 7.81, Şekil 7.82 ve Şekil 7.83'teki gibidir. TGA eğrileri incelenecek olursa; numunede sıcaklıkla beraber kütle kayıpları meydana geldiği açıkça gözlenmektedir. Bu kayıplar ısıtma hızlarına göre ayrı ayrı incelenecek olursa: 10 °C/dk.'lık ısıtma hızı için % 13,38 kütle kaybı meydana geldiği ve maksimum kütle kayıp sıcaklığının 497,96 °C olduğu; 15 °C/dk.'lık ısıtma hızı için % 13,17 kütle kaybı meydana geldiği ve maksimum kütle kayıp sıcaklığının 500 °C olduğu; 20 °C/dk.'lık ısıtma hızı için % 11,85 kütle kaybı meydana geldiği ve maksimum kütle kayıp sıcaklığının 497,96 °C olduğunu gözlemlemek mümkündür.

Radyasyon uygulanan CS3 numunesi için TGA eğrileri 10, 15, 20 ve 25 °C/dk.'lık ısıtma hızları için sırasıyla Şekil 7.84, Şekil 7.85, Şekil 7.86 ve Şekil 7.87'teki gibidir. CS3 numunesinin X-ışını radyasyonuna maruz kaldıktan sonraki TGA eğrilerinden de kütle kayıpları gözlenmektedir. Bu kayıp miktarlarını da ısıtma hızlarına göre sırasıyla şu şekilde sıralamak mümkündür: 10 °C/dk.'lık ısıtma hızı için % 13,73 kütle kaybı meydana geldiği ve maksimum kütle kayıp sıcaklığının 500 °C olduğu; 15 °C/dk.'lık ısıtma hızı için % 12,79 kütle kaybı meydana geldiği ve maksimum kütle kayıp sıcaklığının 478,70 °C olduğu; 20 °C/dk.'lık ısıtma hızı için % 11,38 kütle kaybı meydana geldiği ve maksimum kütle kayıp sıcaklığının 500 °C; 25 °C/dk.'lık ısıtma hızı için % 13,96 kütle kaybı meydana geldiği ve maksimum kütle kayıp sıcaklığının 495,94 °C'dir.

CS3 numunesinin radyasyon uygulanmadan önce ve radyasyon uygulandıktan sonraki TGA eğrileri incelendiğinde maksimum kütle kayıp sıcaklıkları ve kütle kayıp miktarlarının çok az miktarlarda değiştiği, hatta bu oranların hemen hemen aynı kaldığını söylemek mümkündür. Burada ise radyasyon etkisinin CS1 numunesindeki gibi bariz bir şekilde gözlenemeyişinin sebebi uygulanan radyasyonun dozajının yeterince büyük olmayışındandır. Buradan da uygulanan radyasyonun dozu arttıkça kütle kaybını da o oranda arttırabileceğini söylemek mümkündür. Sonuçta iyonlaştırıcı etkiye sahip yüksek dozdaki gamma radyasyonunun nüfuz ettiği malzemede kütle kaybı meydana getirdiği açık bir şekilde gözlenmiştir. Ayrıca gözlenen kütle kayıpları ısıtılan numunede gaz çıkışı gerçekleşmesinden ötürüdür.

7.4 Mikro Sertlik Ölçüm Sonuçları

CS1 ve CS2 numunelerinin 70 Mrad ^{60}Co γ radyasyonuna maruz kalmadan önceki ve radyasyon uygulanmasından sonraki mikro sertlik değerleri sırasıyla Tablo 7.52 ve Tablo 7.53'te belirtilmiştir.

Tablo 7.52 Radyasyon uygulanmayan cam-seramik numunelerin mikro sertlik değerleri.

Numune Adı	Vickers Sertliği (HV)
CS1	773
CS2	846

Tablo 7.53 70 Mrad ^{60}Co γ radyasyonu uygulanan cam-seramik numunelerin mikro sertlik değerleri.

Numune Adı	Vickers Sertliği (HV)
CS1	844
CS2	1101

Tablo 7.52'deki radyasyon uygulanmadan önceki mikro sertlik değerleri ile Tablo 7.53'teki radyasyon uygulandıktan sonraki mikro sertlik değerleri mukayese edildiği zaman; CS1 ve CS2 numunelerinin her ikisinde de mikro sertlik değerlerinin arttığı gözlenmektedir. Radyasyon, numuneler üzerinde mikro sertliği arttırıcı bir etki meydana getirmiştir. İki numune arasında bir karşılaştırma yapılacak olursa; CS2 numunesinin mikro sertliğinin CS1'e nazaran yüksek olması içeriğindeki alüminyum oksitten ileri gelir. Çünkü bilindiği üzere yapılan alüminyum oksit katkısı numunenin mukavemetini dolayısıyla sertliğini arttırıcı bir etki meydana getirir [4].

Görüldüğü üzere aynı sıcaklıkta, aynı sürede ısıtılma gören ve yine aynı dozda radyasyona maruz kalan bu iki cam-seramiğin mikro sertliklerinin farklı oluşu; malzemeleri oluşturan bileşenler ve bunların yüzde bileşimleri nedeniyledir. Ayrıca bu fark iki malzeme arasındaki bağ hassasiyetiyle de ilişkilendirilebilir. Bağ hassasiyeti düşük malzemelerde bağın dayanımı ve buna bağlı olarak sertliği de düşer [45].

Sertlik, camın aşınma dayanımı ile yakından ilişkilidir. Sertlik birim zamanda aşınan malzeme miktarıyla ters orantılıdır. Aşınmaya karşı malzemenin gösterdiği direnç olan aşınma dayanımı da bileşime bağlıdır. Eğer malzemeyi oluşturan bileşimde SiO_2 ve B_2O_3 bileşenleri varsa; bu bileşenlerin yüzde bileşimleri ile doğru orantılı olarak malzemenin aşınma dayanımı, dolayısıyla da sertliği artar. Bileşimde Na_2O , CaO ve özellikle PbO bileşenleri varsa; bu bileşenlerin yüzde oranları arttırıldıkça malzemenin aşınma dayanımı, dolayısıyla sertliği

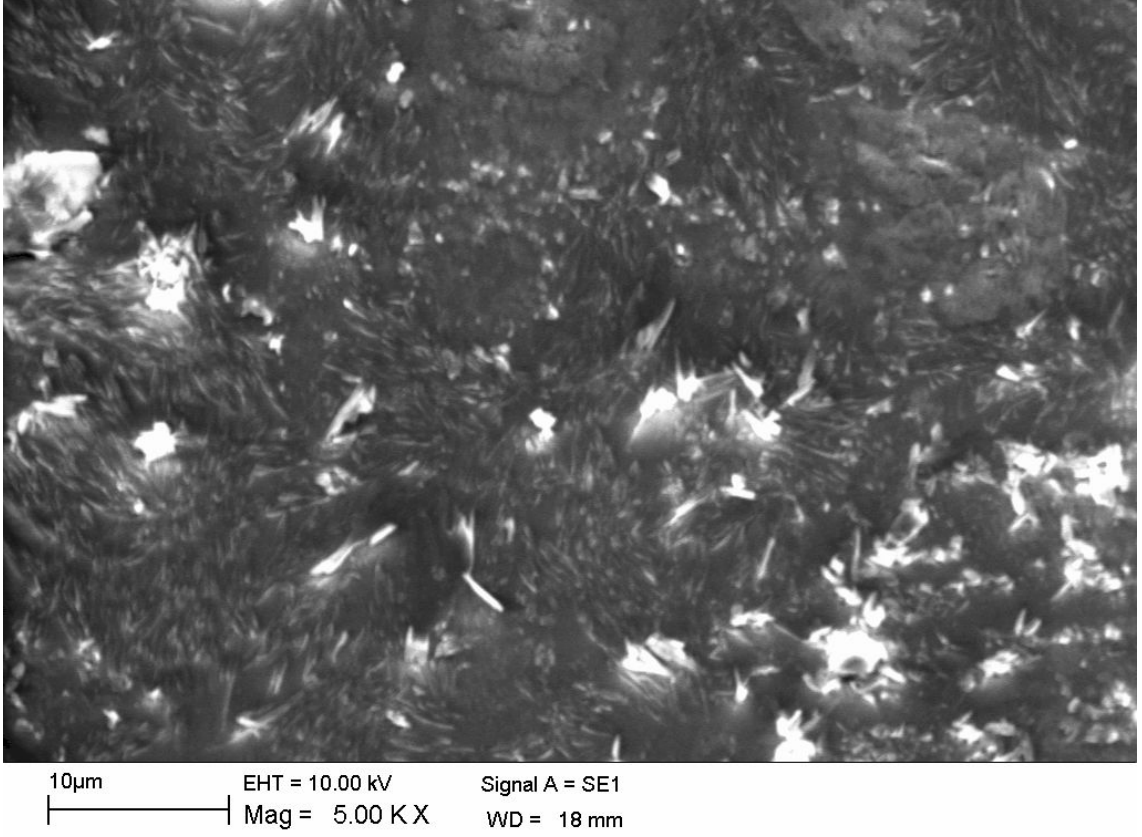
azalır [19,46]. Bu yazılanlara göre bir yorum ilave edecek olursak; CS1 cam-seramik numunesinin bileşiminde az miktarda CaO ve yüksek miktarda Na₂O vardır. Oysa CS2 cam-seramik numunesinde aşınma direncini ve buna bağlı olarak sertliği azaltıcı bir katkı yoktur. Üstüne üstlük sertlik artırıcı etkiye sahip kuvars katkısı da CS1'e oranla yüksektir. Yukarıdaki bu bilgilere dayanarak CS2 numunesinin aşınma direncinin CS1'e kıyasla fazla olduğunu söylemek mümkündür.

Radyasyon uygulanması sonucu numunelerin mikro sertliklerinin artması ise şu şekilde izah edilebilir: Uygulanan radyasyon iyonlaştırıcı etkisi olan bir radyasyon türü olup dozajı da yüksektir. Bu sebeple malzemedeki atomları mevcut yerlerinden söküp başka yerlere taşıyabilecek yani onların konumlarını değiştirerek malzemenin ağ yapısını kolayca bozabilecek bir etkiye sahiptir. Yerleri değişen atomlar ise yeni yerleştikleri konumdaki atomla bağ oluşturur. Bu oluşan yeni bağlar ise radyasyon uygulanmasından önceki mevcut ağlardan daha güçlü bir yapıya sahiptirler. Bu şekilde her iki cam-seramik malzemenin bağ yapısı radyasyon neticesinde daha da güçlenip sertlik özelliklerinde bir artış görülmüştür. Radyasyon mekanik dayanımı yavaş yavaş artırır [47].

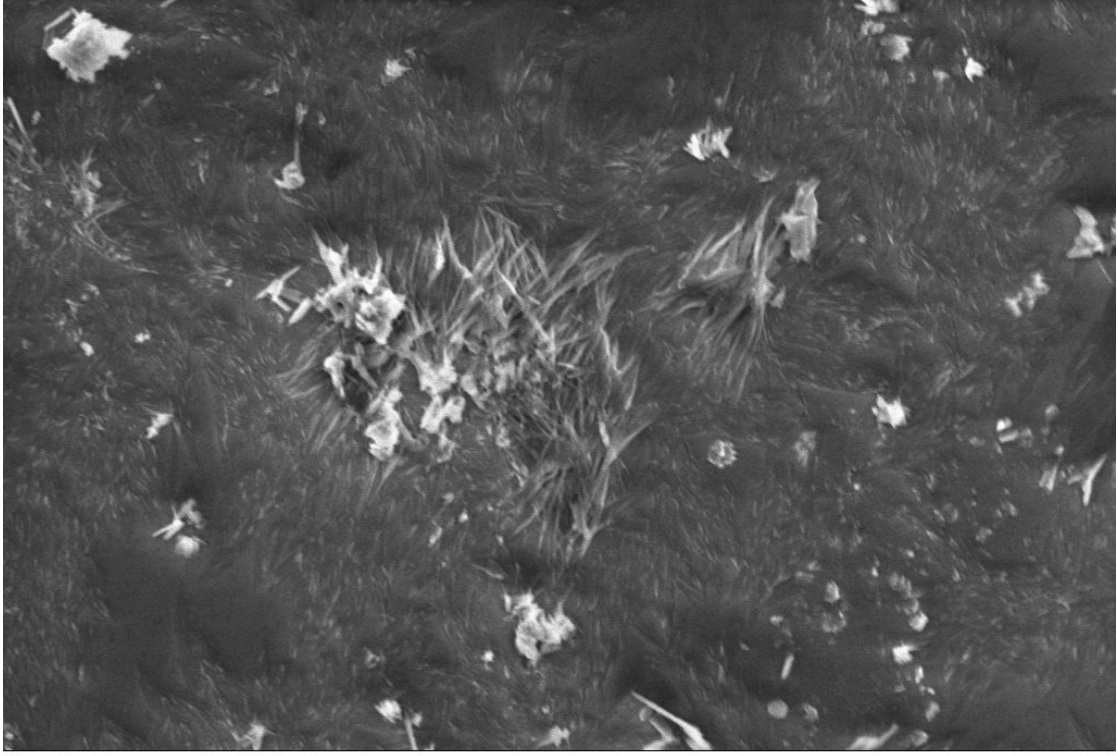
Sonuç olarak radyasyon, numunelerin iç enerjilerini arttırmıştır. İç enerji artması sonucu ise sertlik artar.

7.5 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Gözlemleri

CS1 numunesinin radyasyon uygulanmadan önce ve radyasyon uygulandıktan sonraki taramalı elektron mikroskobu görüntüleri sırasıyla Şekil 7.92 ve Şekil 7.93'te verilmiştir. Yine aynı şekilde CS2 cam-seramik numunesi için de radyasyon uygulanmadan önce ve sonraki taramalı elektron mikroskobu görüntüleri de sırasıyla Şekil 7.94 ve Şekil 7.95'de gösterilmiştir.

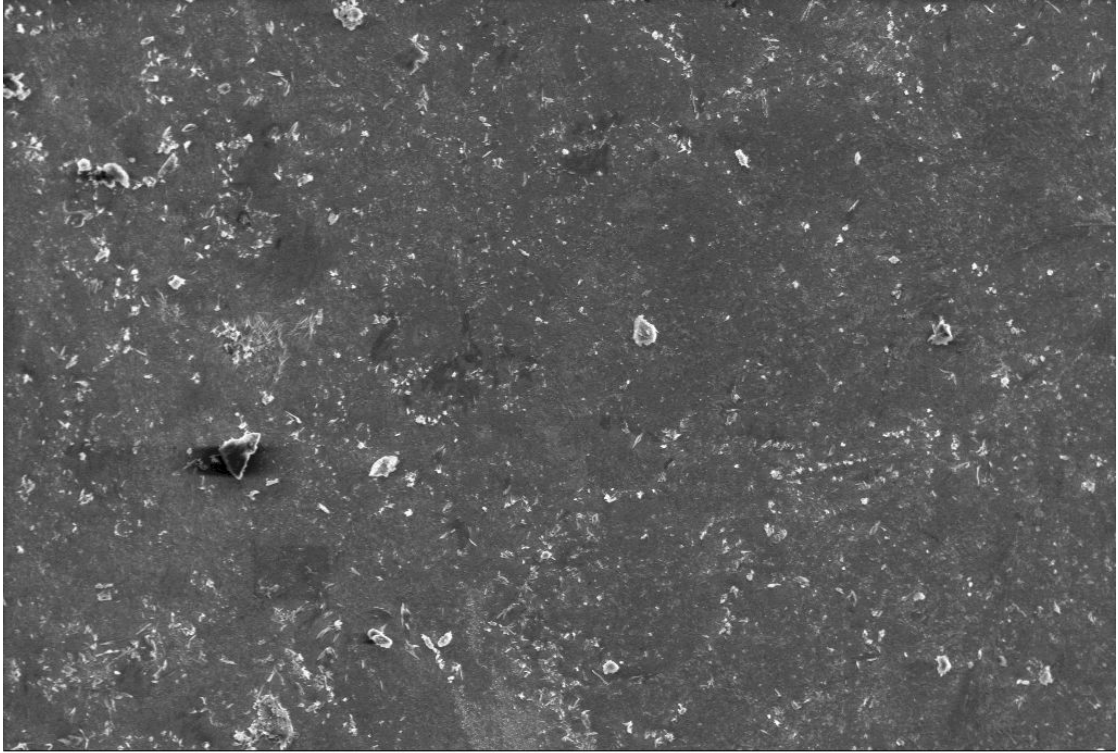


Şekil 7.92 1300 °C'de ısıtılma işlemi gören CS1 numunesinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü.



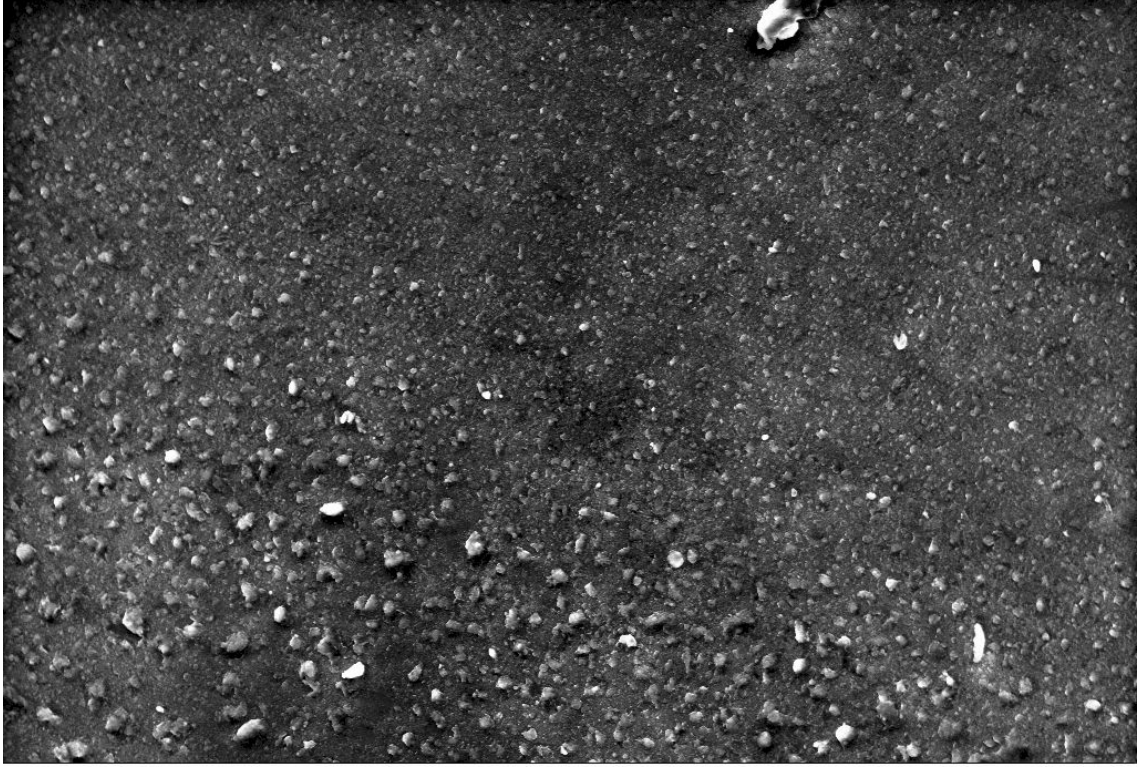
10µm EHT = 10.00 kV Signal A = SE1
Mag = 5.00 K X WD = 18 mm

Şekil 7.93 1300 °C'de ısıtılma işlemi gören CS1 numunesinin 70 Mrad γ radyasyonu uygulandıktan sonraki taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü.



10µm EHT = 10.00 kV Signal A = SE1
Mag = 1.00 K X WD = 18 mm

Şekil 7.94 1300 °C'de ısıtılma işlemi gören CS2 numunesinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü.



Şekil 7.95 1300 °C'de ısıtılma işlemi gören CS2 numunesinin 70 Mrad γ radyasyonu uygulandıktan sonraki taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsü.

Numunelerin taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntülerine bakılacak olursa; numunelerin hepsi içinde buldukları cam yapı içerisinde kristalleşmişlerdir. Bu kristal oluşumları ise rasgele yönelimlidir. Parlak görüntüler kristal fazlardan, koyu kısımlar ise cam fazlardan ibarettir. Malzemeler iri tane yapılı ve çok kristalli yapıdadırlar [46-48].

CS1 numunesinde radyasyon öncesi gözlenen kristal yapıların bir kısmının, radyasyon uygulanması neticesinde cam yapıya dönüştüğü dolayısıyla radyasyon sonucu malzemenin kısmen amorf yapı sergilediği görülmektedir. Ayrıca numunede yüksek oranda kristal büyümesi ve kristalleşme söz konusudur. Bu ise ihtiva ettiği kristal büyüme hızını arttırıcı Na_2O 'ın numunede yüksek oranda bulunuşundan ileri gelmektedir. Numunede hacimsel çekirdeklenmeler meydana gelmiştir [49,50].

CS2 numunesinde ise yüzeysel çekirdeklenmeler ağırlıklıdır. Radyasyon sonucu malzemedeki çekirdeklenme ve kristalleşme artmıştır. Yapının radyasyon öncesi duruma göre daha çok çekirdeklenmesi ise; radyasyon sonucu iyonlaşan malzeme atomlarının yeni konumlarında farklı atomlarla yaptığı bağın daha kuvvetli oluşundandır. Malzemedeki mikro sertlik artışı da bu çekirdeklenmenin fazla oluşundan ileri gelmektedir [47].

7.6 Yoğunluk Hesaplaması Sonuçları

Cam-seramik CS1 ve CS2 numunelerinin radyasyon uygulanmadan önceki ve sonraki yoğunlukları Arşimet prensibi kullanılarak hesaplanmıştır. Arşimet prensibine göre geometrik bir şekle sahip olmayan katı malzemelerin yoğunlukları, yoğunluğu bilinen bir sıvıya daldırılması sayesinde % 2'lik yanılma payı ile şu şekilde bulunur:

$$\rho = \frac{a}{a - b} \rho_s \quad (7.1)$$

Burada ρ , katı cismin yoğunluğu; ρ_s , katı cismin daldırıldığı sıvının yoğunluğu; a, cismin hava ortamındaki ağırlığı ve b, cismin daldırılan sıvıdaki ağırlığıdır [51]. Yoğunluk tayini için piknometre, hassas terazi ve daldırma sıvısı olarak ta saf su kullanılmıştır. Saf suyun yoğunluğu $\rho_s=1 \text{ g/cm}^3$ tür.

Tablo 7.54 Radyasyon uygulanmadan önce CS1 ve CS2 cam-seramikleri için a, b ve ρ değerleri.

Numune Adı	a (g)	b (g)	ρ (g/cm ³)
CS1	0,624	0,363	2,391
CS2	0,504	0,287	2,323

Tablo 7.55 70 Mrad ⁶⁰Co γ radyasyonu uygulandıktan sonra CS1 ve CS2 cam-seramikleri için a, b ve ρ değerleri.

Numune Adı	a (g)	b (g)	ρ (g/cm ³)
CS1	0,107	0,061	2,326
CS2	0,390	0,222	2,321

Tablo 7.54 ve Tablo 7.55'teki bu değerler inlenecek olursa CS1 numunesinin uygulanan radyasyon sonucu yoğunluğunda bir düşüş meydana gelmiştir. CS2 numunesinde ise yoğunluk; radyasyondan önce ve radyasyondan sonra hemen hemen aynı kalmıştır. Radyasyon, CS1 numunesinde yoğunluk değiştirici bir etki meydana getirirken CS2 numunesinde ise yoğunluğu değiştirici bir etki meydana getirmemiştir. CS2 numunesinin gerek radyasyon öncesi gerekse radyasyon sonrası sertliği ve dolayısıyla aşınma direnci yüksektir. Yapısında bulunan yüksek miktarda silis ve kimyasal ömrü arttırıcı etkiye haiz alümina sayesinde uygulanan yüksek dozda radyasyon yoğunluğunda bir değişme meydana getirememiştir [4,45].

Ayrıca yoğunluk değişiminde en büyük etken molar hacimdir. Şöyle ki CS1 numunesinin molar hacmi değiştiğinden ötürü yoğunluğu da değişmiştir. Yine CS2

numunesinin molar hacmi deęişmedięinden dolayı da yoğunluęu deęişmemiştir. Bilindięi üzere molar hacim ile yoğunluęun birbirine baęlılıęı ařaęıdaki ifadedeki gibidir:

$$V_m = \frac{\sum x_i M_i}{\rho} \quad (7.2)$$

Burada V_m molar hacim, x_i bileşikteki elemanın mol yüzdesi ve M_i ise ilgili bileşenin moleköl aęırlılıęıdır. Bu baęıntıya göre CS1'in molar hacmi; radyasyon uygulanmadan evvel $25,34 \text{ cm}^3/\text{mol}$ iken bu deęer radyasyon sonrası $26,05 \text{ cm}^3/\text{mol}$ olmuştur. Dolayısıyla molar hacim artmış ve yoğunluk azalmıştır. CS2 numunesinde ise molar hacim gerek radyasyon uygulanmadan önce gerekse radyasyon uygulanmasından sonra $23,33 \text{ cm}^3/\text{mol}$ deęerindedir ve deęişmemiştir. Bu sebeple de malzemenin yoğunluęu aynı kalmıştır.

Genelde iyonlařtırıcı radyasyon yalıtkan camlarda, malzemenin fiziksel özelliklerinin çoęunu etkiler. Uygulanan iyonlařtırıcı radyasyon, cam aęında deęişiklik yapar ve molar hacim artarken yoğunluęun azaldıęı görülür [47].

8. TARTIŞMA

Seramikler sert, kırılğan, düşük elektriksel ve termal iletkenliğe, yüksek kimyasal dayanıma sahiptirler. Seramiklerin bir üyesi olan cam-seramikler ise seramiklere kıyasla daha üstün özelliklere sahip malzemelerdir. Üretildiği camlara nispeten daha üstün vasıflara sahiptirler. Radyasyon uygulanması sonucu malzemelerde uygulanan radyasyonun dozuyla orantılı değişiklikler gelir. Cam-seramikler her ne kadar üstün özelliklere sahip olsalar da kendilerine nüfuz eden radyasyon karşısında bir kısım değişikliklere uğramaları muhtemeldir. Radyasyon, genelde noktasal kusurları da beraberinde getirir. Bu noktasal kusurlar atomların örgüdeki dizilimini bozduğundan malzemede bir kısım özelliklerin değişmesine yol açar [4,52].

Cam-seramik CS1 numunesinin X-ışını piklerine bakıldığında; gerek Şekil 8.1'de gösterilen radyasyon uygulanmadan önceki pikler gerekse Şekil 8.2'de belirtilen radyasyon uygulandıktan sonra elde edilen pikler incelendiğinde; piklerin keskin ve taban çizgisinde değişim göstermemesi malzemenin kristalize oluşunun ve kararlı bir yapı sergilediği sonucunu verir. Radyasyon uygulanmasından sonra gözlenen X-ışını pikleri ise radyasyondan önce gözlenen piklere göre daha sıktır. Pikler arasındaki bu değişimler malzemede radyasyon uygulanması sonucu yeni fazların oluştuğunun bir belirtisidir [53].

Tüm numuneler için alınan DSC ölçümleri izotermal olmayan koşullarda elde edilmiştir. Bu yüzden bu deneysel sonuçlara izotermal olmayan JMAK kinetikleri uygulanmıştır. Elde edilen verilere göre gözlenen ekzotermik piklerin aktivasyon enerjileri incelendiği zaman tüm numuneler için radyasyon uygulanması sonucu aktivasyon enerjisinin arttığı gözlenmektedir. Aktivasyon enerjisinin artması ise faz dönüşümünün yavaşladığını işaret eder. Avrami üsteli değerleri incelenecek olursa; radyasyon sonucu Avrami üsteli (n) değerleri düşmektedir. Bu sonuçta kristalleşme mekanizmasının, malzemeye uygulanan radyasyon sonucu bazen boyutsal büyüme bazen de çekirdeklenme mekanizması üzerinde değişiklik meydana getirdiği aşikârdır. Tabi bu radyasyon hem boyutsal büyüme hem de çekirdeklenme mekanizmalarını aynı anda değiştirici etki de meydana getirebilir [42].

Ayrıca numunelerde radyasyon sonucu frekans faktörü (k_0), reaksiyon hızı (k), maksimum kristalleşme pik sıcaklığı (T_p) değerleri de artmıştır. Yine aktivasyon enerjisinin artmasında olduğu gibi bu kinetik parametrelerin de artması da mevcut faz dönüşümlerinin yavaşlayıcı bir etkiye uğradığının delilidir. Numunenin erime sıcaklığının DSC ölçümü sırasında kullanılan sıcaklık aralığından büyük olduğu bilgisinden hareketle, DSC cihazında gözlenen ekzotermik ve endotermik piklerin malzemedeki katı-katı kristal dönüşümlerinin göstergesi olduğu sonucuna varılabilir.

1200 °C’de 1,5 saat sinterlenmiş SCS3 numunesi için yapılan DSC ölçümünde bir tek endotermik pike rastlanırken, aynı bileşime sahip olan ve 1400 °C’de 2,5 saat ısıtım uygulanan CS3 numunesinde ise üç adet birbirinin ardı sıra gelen ekzotermik pikin olduğu gözle çarpır. Bu ise ısıtım sıcaklığının ve süresinin kristalleşme mekanizması üzerindeki etkisinin açık bir kanıtıdır. Isıtım sıcaklığı ve süresi yüksek numune daha ideal kristal yapıya yaklaşır.

TGA ölçümlerinde sıcaklığa bağlı ağırlık değişimi incelenmiş ve bu değişimin de ağırlık kaybı şeklinde meydana geldiği görülmüştür. Malzemelerin TGA eğrilerinden şu sonuçlar açığa çıkmaktadır: CS1 numunesinin radyasyon uygulanmadan önceki kütle kayıpları ortalama % 1 civarında iken radyasyon uygulanması sonucu bu kayıp % 2’lere varmaktadır. Her bir ısıtım hızı için kütle kayıpları radyasyon öncesine kıyasla iki kat kadar artmıştır. Bu da yüksek dozda uygulanan radyasyonun bu malzeme üzerinde kütle kaybını arttırdığının belirtisidir. Kütle kayıpları, ısıtım sonucu numuneden gaz çıkışı gerçekleşmesinden ve kütle kazanımları da oksidasyondan ileri gelmektedir [43]. Radyasyon uygulanması sonucu TGA eğrisi ideal bir hal kazanır.

CS3 için alınan TGA eğrilerinde ise gerek radyasyon öncesi gerekse radyasyon sonrası kütle kayıpları hemen hemen değişme göstermemektedir. Bunda uygulanan radyasyonun dozunun düşük oluşu en büyük etkidir. Bu ise bizi “Uygulanan radyasyonun dozu ne kadar yüksekse malzemeye etkisi o derece yüksektir” sonucuna ulaştırır.

CS1 ve CS2 cam-seramiklerinin mikro sertliklerinin ölçüm sonuçları incelendiğinde oldukça yüksek oldukları görülür. Uygulanan radyasyon sonucu bu mikro sertlik değerleri her iki numunede de artmaktadır. Radyasyon sonucu mikro sertlik artışı ise; iyonlaştırıcı etkiye sahip ve yüksek dozajdaki radyasyon uygulanması neticesinde maddenin atomlarının mevcut konumları değişir. Bu konum değişiklikleri sonucunda yer değiştiren atomlar yeni yerlerindeki komşularıyla yeni bağlar oluştururlar. Oluşan bu yeni bağlar ise radyasyondan önceki eski hale nazaran daha kuvvetlidir [47]. Radyasyon uygulanması sonucu numunelerin iç enerjilerinde meydana gelen artış sebebiyle numunelerin mikro sertlikleri de artmaktadır. CS2 numunesi CS1’e nazaran daha serttir. Bunda içeriğinde bulunan alüminanın ve aşınma direncini dolayısıyla sertliği arttırıcı etkiye sahip yüksek silis içeriğinin etkisi oldukça fazladır. CS1’in içeriğinde de silis vardır. Fakat bu oran CS2’deki kadar yüksek değildir. Yine CS1’in sertliğinin CS2’ye göre düşük oluşu içerisinde barındırdığı CaO ve yüksek miktarda Na₂O sebebiyledir. Çünkü bu iki bileşen aşınma direncini dolayısıyla sertliği düşürürler. Yine bu bağlamda “CS2’nin aşınma direnci CS1’den yüksektir” yorumu yapılabilir [4,19,45,46].

Malzemelerin yoğunluk ölçümlerinde ise şu sonuçla karşılaşılır: CS1 numunesinin yoğunluğu radyasyona maruz kalışı nedeniyle düşerken CS2’de ise hemen hemen herhangi bir

yoğunluk değişimi olmamıştır. CS2'de bulunan alümina ve yüksek miktardaki silis kimyasal dayanımı artırıcı ve aşınma direncini artırıcı özellikleri ile malzemenin yoğunluğunun değişmesini engelleyici etki meydana getirmişlerdir. CS1'de ise yukarıda bahsedildiği gibi CaO ve yüksek miktarda Na₂O bulunuşu ise aşınma direncini azaltmıştır. Ayrıca daha da önemlisi CS1 numunesinin molar hacmi radyasyon uygulanması sonucu artmış ve buna bağlı olarak yoğunluğu azalmıştır. CS2 numunesinin ise molar hacmi gerek radyasyon uygulanmadan önce gerekse radyasyon uygulanmasından sonra değişmemektedir. Dolayısıyla yoğunluğu da aynı kalmaktadır [47].

Taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntülerine bakarak numunelerin kristal yapılarının ve çekirdeklenmelerinin radyasyon uygulanması neticesinde değişime uğradığı görülmektedir. Gözlenen kristalleşmeler cam yapı içerisinde meydana gelmektedir. Numuneler iri tane yapılı ve çok kristalli yapıdadırlar. CS1'de yüksek kristal büyümeleri ve hacimsel çekirdeklenmeler gözlenirken, CS2 numunesinde ise yüzeysel çekirdeklenmeler baskın olduğu gözlenmektedir [46–50].

Sonuç olarak; malzeme üzerine etki eden radyasyon malzemede bazı değişikliklere yol açar. Bunların en belirginini ise noktasal kusurlardır. Bu kusurlar sayesinde uygulanan radyasyon ile beraber atomların konumları değişmektedir. Bu konumdaki değişiklikler ise en başta malzemenin kristal düzenini sonra ise bazı mekanik özelliklerinde gözle görülür bir değişim meydana getirir. Bu çalışmada kullanılan malzemeler ve bunlar üzerinden elde edilen ölçümler neticesinde de şu sonuçlar gözlenmektedir [52]:

Uygulanan radyasyon sonucu aktivasyon enerjisi (E), frekans faktörü (k_0), reaksiyon hızı (k) ve maksimum kristalleşme pik sıcaklığı (T_p) artarken Avrami üsteli (n) azalmaktadır. Bu ise radyasyonun faz dönüşüm mekanizması üzerindeki etkisinin kanıtıdır. Bu kinetik parametrelerdeki değişim radyasyonun, kristalleşme mekanizması üzerinde ne derece etkili olduğunu gösterir.

Yine yüksek dozda radyasyon ağırlık değişimi üzerinde oldukça fazla etkili iken, düşük dozda radyasyonun ise ağırlık değişimi üzerinde etkisiz kaldığı görülmektedir.

Uygulanan radyasyon sonucu cam-seramik numunelerin mikro sertliğinin arttığı görülmektedir. Uygulanan radyasyon neticesinde mikro sertliklerde gözlenen bu artışlar; numunelerin iç enerjilerinin radyasyon uygulanması sonucu artması sebebiyle meydana gelmektedir.

Radyasyon, malzemenin iç yapısının değişmesine de yol açar. Genelde kristal bir malzeme uygulanan radyasyon ve bunun dozuna bağlı olarak iç yapı değişmelerine uğrar. Bu değişimler ise genelde kristal yapıyı amorfa dönüştürücü yöndedir [49]. Radyasyon

uygulanması sonucu CS1'de yapı kristalden cama geçerken, CS2'de ise çekirdeklenmenin arttığı gözlemlenir.

Taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntülerinden radyasyonun cam-seramik numunenin mikro yapısını deęiřtirici etkiye sahip olduęu kolayca görölmektedir.

Yoęunluk ise malzemenin içerięindeki maddelere ve bu içerięin radyasyondan etkilenip etkilenmemesine baęlıdır. Yani dolayısıyla yoęunluk, molar hacimle iliřkilidir. Eęer numunenin molar hacmi artarsa yoęunluęu da azalır. Genelde radyasyon uygulanması neticesinde malzemenin molar hacmi artar ve buna baęlı olarak numune yoęunluęu azalır [47].

9. ÖNERİLER

Yapılan bu tez çalışması sonucu elde edilen deneysel veriler ve bunlara dayanarak yapılan gözlemler neticesinde, ileride yapılabilecekler için düşünülen öneriler şu şekilde sıralanabilir:

- Bu cam-seramik malzemelerde elektriksel iletkenlik saptanamamıştır ve malzemeler yalıtıcıdır. Bu sebeple malzemelerin dielektrik sabitlerinin ölçümleri ve bunların radyasyona ve de sıcaklığa bağlı değişimleri incelenebilir.
- Numunelerin kristalleşme mekanizması üzerinde viskozitenin etkisi araştırılabilir.
- Radyasyon sonrası malzemelerde açığa çıkması muhtemel lüminesans özelliği incelenebilir.
- Bu çalışmada ölçülen mekanik özelliklerden başka malzemelerin basma, çekme dayanımlarının da radyasyona bağlı olarak nasıl bir değişme gösterebileceği araştırılabilir.
- Mevcut cam-seramiklerin bileşenlerinin bulunma yüzdeleri değiştirilerek içeriğin değişiminin ne tür bir etki meydana getirebileceğine bakılabilir.
- Numunelerdeki radyasyonun etkisi TEM gibi daha ayrıntılı gözlemler yapılabilecek yüksek ayırma güçlü mikroskop görüntüleri elde edilerek daha iyi gözlemler yapılabilir.
- Numune yoğunluklarının radyasyonun yanı sıra sıcaklıkla değişimleri de incelenebilir.

KAYNAKLAR

1. Van Vlack, L. H., 1972, Malzeme Bilimine Giriş, Çeviri “Safoglu, R.A.”, Matbaa Teknisyenleri Basımevi, Teşvikiye-İstanbul.
2. Yaramış, B., 1985, Nükleer Fizik, İTÜ, İstanbul.
3. Kaplan, I., 1965, Nükleer Fizik, Çeviri “Kürkçüoğlu, N.”, İTÜ, İstanbul.
4. Smith, W. F., 2001, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, 3. Baskıdan Çeviri “Kımkıoğlu N. G.” Mart Matbaacılık, İstanbul.
5. Yalçın, H., Gürü, M., 2002, Malzeme Bilgisi, Palme Yayıncılık, Ankara.
6. Askeland, Donald R., 1988, The Science and Engineering of Materials S.I. Edition, Van Nastrand Reinhold (International) Co. Ltd., Printed in Hong Kong.
7. Omar, A. A., El-Shennawi, A.W.A. and El-Ghannam, A.R., Thermal Expansion of Glasses and Corresponding Glass-Ceramics, Journal of Mat. Sci., 26, p.6049-60-56, 1991.
8. Mc Millan, P.W., 1979, Non-metallic Solids, Glass-ceramics, 2nd Edition, Academic Press, London.
9. Brill, R. H., A Note on The Scientist's Definition of Glass, Journal of Glass Studies, Vol 4, 127-138, 1962.
10. Wakasugi, T., Burgner, L. L., Weinberg, M. C., 1999, A DTA Study of Crystal Nucleation in Na₂O-SiO₂ Glasses, Journal of Non-crystalline Solids, Vol. 244, pp 63-73.
11. Burgner, L. L., Weinberg, M. C., 2000, Crystal Nucleation Rates in Na₂O-SiO₂ Glasses, Journal of Non-crystalline Solids, Vol. 261, pp 163-168.
12. Jena, A. K., 1995, Phase Transformations in Materials, Prentice Hall Inc. Asimon&Schuster Company, New Jersey.

13. Eliot, S. R., 1983, Physics of Amorphous Materials, Longman Group Ltd., London.
14. Yule, J.-D., 1987, Phaidon Bilim ve Teknoloji Ansiklopedisi, Remzi Kitabevi, İstanbul.
15. John, V., 1992, Introduction to Engineering Materials, Third Edition, Macmillan Pres Ltd., Printed in Hong Kong.
16. Hayden, H.W., Moffat, W.G., Wulff, J., 1978, Malzemelerin Yapı ve Özellikleri, Cilt 3 (Mekanik Özellikler), Çeviri "Onaran, K., Erman, B.", İstanbul Teknik Üniversite Matbaası, Gümüşsuyu-İstanbul.
17. Calmers, Ceramic Data Book, 1982, Cahners Publishing Co., Chicago USA.
18. Van Vlack, L. H., 1964, Physical Ceramics for Engineering, Addison-Wesley Publishin Company, Mass. USA.
19. Başman, G., Atar, E. ve Kayalı, E.S., 2001, Seramik Malzemelerin Aşınma Davranışı, Metalurji Dergisi, 127, No:15, s39-42.
20. Kuban, B., 1991, Hammadde Atıklarından Cam-Seramik Yapımı, 7. Cam Problemleri Sempozyumu Bildiriler Kitabı, Türkiye Şişe ve Cam Fab. A.Ş. Teknik Grup, s67-76.
21. Kingery, W. D., Bowen, H.K. and Uhlmann, D. R., 1976, Introduction to Ceramics, John Wiley and Sons, New York.
22. Lewis, M. H., 1989, Glasses and Glass-Ceramics, Chapman and Hall, London.
23. Yılmaz, Ş., 1997, Volkanik Bazalt Kayaçlarından Cam-Seramik Malzeme Üretim Koşullarının Araştırılması ve Özelliklerinin İncelenmesi, Doktora Tezi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
24. Öveçoğlu, M. L., 1991, Atık Uçucu Küller ve Curuflardan Geliştirilen Cam-Seramikler, İTÜ Kimya-Metalurji Fak., Endüstriye Yönelik İleri Teknoloji Seramik Malzemeleri Seminet Notları, İstanbul.

25. Headley, T. J. And Loehman, L. E., 1984, Crystallization of a Glass-Ceramics by Epitaxial Growth, Journal of American Ceram. Soc., Vol. 67, No.9, pp.620-625.
26. Partridge, G., 1994, An Overview of Glass-Ceramics, Part 1, Development and Principal Bulk Applications, Glass Technology, Vol.35, No.3, pp.117-127.
27. Göktaş, A. A., 1993, Cam-Seramikler, TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkez Malzeme Araştırma Bölümü, 1993 Dizi Seminerleri, s.1-7, Gebze-Kocaeli.
28. Kim, H. S., Rawlings, R. D. And Rogers, P.S., 1989, Sintering and Crystallization Phenomena in Silceram Glass, Journal of Math. Sci., Vol.24, pp.1025-1037.
29. Günay, V., 1990, Sol-Gel Processing of Fibre Reinforced Glass and Glass-Ceramic Matrix Composites, PhD Thesis, The University of Sheffield, England.
30. Cheng K., 1998, Carbon Effects on Crystallization Kinetics of $\text{Li}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$ Glasses, Journal of Non-Crystalline Solids, 238, pp.152-157.
31. Johnson, W. A., Mehl, K. F., 1939, Trans. Am. Inst. Min. Met. Eng., 135, p. 419.
32. Avrami, M., 1939, J. Chem. Phys., 7, p. 1103.
33. Avrami, M., 1940, J. Chem. Phys., 8, p. 212.
34. Avrami, M., 1941, J. Chem. Phys., 9, p. 177.
35. Kolmogorov, A. N., 1937, Izvestiya Akad. Nauk USSR Ser. Math. 1, pp. 225.
36. Erofeev, B.V., Mitzkevich, N. I., 1956, Reactivity of Solids, Elsevier, Amsterdam, p.225.
37. Vásquez, J., Wagner, P., Villares, R. Jiménez-Garay, 1998, Acta Mater., 44, p. 4807.
38. Gao, Y. Q., Wang, W., 1986, J. Non.Cryst. Solids, 81, p. 129.

39. Ligeró, R. A., Vázquez, J., Wagner, P., Villares, R. Jiménez-Garay, 1990, *Thermochim. Acta*, 162, p. 427.
40. Kissinger, H. E., 1957, *Anal. Chem.* 29, p. 1702.
41. Ozawa, T., 1971, *Polymer* 12, p. 150.
42. Xie, X., Gao, H., 1998, Calorimetric studies on the crystallization of $\text{Li}_2\text{S-B}_2\text{O}_3$ glasses, *J. Non-Cryst. Solids*, 240, p. 175.
43. Faghihi-Sani, M. A., Yamaguchi, A., 2002, Oxidation Kinetics of MgO-C Refractory Bricks, *Ceramics International*, 28, p.835-839.
44. Dez, R., Ténégal, F., Reynaud, C., Mayne, M., Armand, X., Herlin-Boime, N., 2002, Laser synthesis of silicon carbonitride nanopowders; structure and thermal stability, 22, p.2976.
45. Zarzycki, J., 1991, Glasses and Amorphous Materials, *Materials Science and Technology: A Comprehensive Treatment*, Vol.9, Weinheim, New York.
46. Hlavac, J., 1983, *The Technology of Glass and Ceramics*, Elsevier Sci. Publ., Oxford.
47. Ezz-Eldin, F. M., 1997, Radiation effects on some physical and thermal properties of $\text{V}_2\text{O}_5\text{-P}_2\text{O}_5$ glasses, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B*, 159, p166-175.
48. Hong, K. J., Kim, J. M., Kim, H. S., 2003, Microstructure and properties of $\text{CaO-ZrO}_2\text{-SiO}_2$ glass-ceramics prepared by sintering, *Journal of the European Society*, 23, p.2193-2202.
49. Rangel, R., Galván, D. H., Adem, E., Bartolo-Pérez, P., Maple, M. B., 1998, Microstructural study of $\text{Y}_1\text{Ba}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}/\text{Ag}$ samples irradiated with ^{60}Co γ rays at high doses, *Supercond. Sci. Tehnol.*, 11, 550-557.
50. Rawson, H., 1980, *Properties and Applications of Glass*, Elsevier Sci. Pub.

51. Sharma, B. I., Goswami, M., Sengupta, P., Shrinkande, V. K., Kale, G.B., Kothiyal, G. P., 2004, Study on Some Thermo-Physical Properties in $\text{Li}_2\text{O-ZnO-SiO}_2$ Glass-Ceramics, Materials Letters, 58, p2424-2425.
52. Ivanov, L. I., Platov, Yu. M., 2004, Radiation Physics of Metals and Its Applications, Cambridge International Science Publishing, Cambridge, United Kingdom.
53. Selçuk, A. B., 2002, Cam Seramik Maddelerde Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov Parametrelerinden Faydalanarak Faz Dönüşüm Mekanizmasının İncelenmesi, Doktora Tezi, Fırat Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü, Elazığ.

ÖZGEÇMİŞ

Arş. Gör. Ömer KAYGILI

Fırat Üniversitesi
Fen-Edebiyat Fakültesi
Fizik Bölümü
23169, ELAZIĞ

Tel: (424) 2370000 / 6770
Faks: (424) 2330062
e-posta: okaygili@firat.edu.tr

Kişisel Bilgiler:

Doğum Tarihi : 18.06.1980
Doğum Yeri : Elazığ
Uyruğu : T.C.
Medeni Hali : Bekar

Eğitim:

İlköğretim:

1986-1991 İzzet Baysal İlköğretim Okulu (Bolu)

Ortaöğretim:

1991-1994 Atatürk Orta Okulu (Hatay)

Lise:

1994-1997 Mehmet Akif Ersoy Lisesi (Elazığ)

Lisans:

1998-2002 Fırat Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, Elazığ

Yüksek Lisans:

2002-2005 Fırat Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ

Tez: Radyasyonun Cam-Seramik Maddelerin Kristalleşme ve Mekanik
Özellikleri Üzerine Etkisi

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Hulusi YAVUZ

Çalıştığı Kurumlar:

1. 2005- , Fırat Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, Arş. Gör.