



BİLECİK ŞEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ
Fen Bilimleri Enstitüsü
Makine ve İmalat Mühendisliği

**SÜPER ALAŞIMLARIN İŞLENMESİNE YÖNELİK SİLİSİYON
SERAMİKLERİN TANE SINIR FAZI
KRİSTALİZASYONUNUN İNCELENMESİ**

Oğuzhan DEMİR
Yüksek Lisans Tezi

Tez Danışmanı
Yrd. Doç. Dr. Nurcan ÇALIŞ AÇIKBAŞ

HAZİRAN, 2012

 <p>BİLECİK ŞEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ</p> <p>BİLECİK ŞEYH EDEBALI ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ</p>	<p>YÜKSEK LİSANS/DOKTORA</p> <p><u>JÜRİ ONAY FORMU</u></p>
---	--

Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun tarih ve sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından tarihinde tez savunma sınavı yapılan Oğuzhan DEMİR'in “**Süper Aşırıların İşlenmesine Yönelik SiAlON Seramiklerin Tane Sınır Fazı Kristalizasyonunun İncelenmesi**” konulu tez çalışması Makine ve İmalat Mühendisliği Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS tezi olarak kabul edilmiştir.

JÜRİ

ÜYE

(TEZ DANIŞMANI) : Yrd. Doç. Dr. Nurcan ÇALIŞ AÇIKBAŞ

ÜYE : Prof. Dr. Ferhat KARA

ÜYE : Yrd. Doç. Dr. Hasan YAMIK

ONAY

Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Fen Bilimler Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun/...../..... tarih ve/..... sayılı kararı.

İMZA/MÜHÜR

ÖZET

SiAlON seramikleri sahip oldukları üstün yüksek sıcaklık, mekanik ve termal özelliklerinden dolayı kesici uç uygulamalarında geniş kullanım potansiyeline sahiptirler. Bu malzemeler düşük aşınma oranları ve yüksek sıcaklık dayanımları nedeniyle süper alaşımları yüksek hızda işlemede potansiyel malzeme haline gelmişlerdir. Ancak mevcut SiAlON kesici uçların süper alaşım işleme performansları, ticari olarak kullanılan Al_2O_3 -SiCw kesici uçlara oranla daha düşük kırılma tokluğu ve kimyasal aşınma direncinden dolayı hala Al_2O_3 -SiCw kesici uçlar kadar iyi değildir. SiAlON'ların kimyasal aşınma direnci kompozisyon, mikroyapı, ikincil takviye fazları, sinterleme ilavesi türü ve miktarı, tanelerarası faz kimyası (amorf veya kristal) ve katı çözünürlük (z) değeri ile kontrol edilmektedir. Malzemenin kimyasal aşınma özelliğinde çok etkili parametre olan SiAlON'un katı çözünürlük (z) değeri ve tane sınır fazı kristalizasyonu ilişkisini araştırmak önemlidir. Daha önceden yapılan çalışmalarda z değerinin sürünme, aşınma, termal şok direnci, mukavemet, kırılma tokluğu, sertlik ve yoğunlaşma davranışı üzerine etkisi araştırılmıştır. Ancak z değerinin tane sınır fazı kristalizasyonu üzerine etkisi çalışılmamış bir konudur. Bu amaçla $25\alpha':75\beta'$ faz oranında farklı dopant sistemleri (Y_2O_3 - Sm_2O_3 -CaO, Er_2O_3 - Sm_2O_3 -CaO, Yb_2O_3 - Sm_2O_3 -CaO) kullanılarak z değeri 0.6 olan, farklı miktarlarda sinterleme ilaveleri ile TiN ilaveli ve ilavesiz kompozisyonlar tasarlanarak, dopant türüne bağlı olarak z değerinin değişimi ve tane sınır fazı kimyası araştırılmıştır.

Gerçekleştirilen çalışmalar sonrasında kristal tane sınır fazına sahip yüksek z değerlerinde SiAlON malzeme (0.6-0.9) gelişimi sağlanmış, kristalizasyon için en uygun dopant sisteminin Yb_2O_3 - Sm_2O_3 -CaO olduğu görülmüş ve z değeri yüksek, kristal tane sınır fazı ve yeterli sertlik ve kırılma tokluğuna sahip malzeme eldesi başarılmıştır. Yüksek z değerinde tane sınır fazının kristalizasyonu başarılararak literatüre özgün katkı yapılmıştır.

Anahtar Kelimeler

Süper alaşım işleme, kesici uçlar, sinterleme, SiAlON-TiN kompozit.

ABSTRACT

SiAlON ceramics have the extensive usage potential in cutting tool applications due to the superior high temperature resistance, mechanical and thermal properties. These materials have become a potential material in high speed superalloy machining because of their low wear rate and high temperature strength. However superalloy machining performance of current SiAlON tools are not as good as Al_2O_3 -SiCw cutting tools which are still used commercially because of their lower fracture toughness and chemical wear resistance. Chemical wear resistance of SiAlONs is controlled by microstructure, types and amounts of sintering aids, secondary reinforcement phases, intergranular phase chemistry (amorphous or crystalline) and the solid solubility (z) value. It is important to investigate solid solubility range (z) and intergranular phase crystallisation relationship of SiAlONs in respect of their effectiveness on chemical wear resistance. Previous studies have shown that the z value is very effective parameter on creep behaviour, wear behaviour, thermal shock resistance, strength, fracture toughness, hardness and density. Although the effect of the z value on grain boundary phase crystallisation has not been emphasized yet. For this purpose, 25 α '75 β ' SiAlON compositions (z:0.6) were designed with and without TiN addition and different dopant systems (Y_2O_3 - Sm_2O_3 -CaO, Er_2O_3 - Sm_2O_3 -CaO, Yb_2O_3 - Sm_2O_3 -CaO) and sintering aid contents. Change in z value and intergranular phase chemistry has been investigated depend on dopant systems, sintering aid content and TiN addition.

After performed studies, development of SiAlON ceramics was provided having with crystalline intergranular phase chemistry at high z values (0.6-0.9). The results showed that Yb_2O_3 - Sm_2O_3 -CaO dopant system has better intergranular phase crystallisation tendency with high z values and the material has appropriate hardness and fracture toughness. By this way with succeed in crystallisation of grain boundary phase at high z value unique contribution has been made into the literature.

Key Words:

Superalloy machining, cutting tools, sintering, SiAlON-TiN composite.

TEŞEKKÜR

Bu tezi hazırlamamda değerli görüşleriyle beni yönlendiren, akademik ve manevi her türlü yardımını ve anlayışı sağlayan değerli hocam tez danışmanım Yrd. Doç. Dr. Nurcan ÇALIŞ AÇIKBAŞ'a,

Çalışmalarım sırasında değerli görüşlerini benimle paylaşan Anadolu Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği bölümü öğretim üyesi sayın Prof. Dr. Ferhat KARA'ya,

Maddi destek sağlayan Türkiye Bilimsel ve Teknik Araştırma Kurumu'na (TÜBİTAK) ve Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu'na,

Çalışmama teknik destek sağlayan MDA İleri Teknoloji Seramikleri San. Tic. Ltd. Şti. ve Anadolu Üniversitesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü çalışanlarına,

Laboratuvar çalışmalarım süresince bana her türlü manevi desteği veren başta değerli hocam Yrd. Doç. Dr. Hasan Yamık'a

Fedakârlıkları, maddi-manevi destekleri ve sabırları ile hayatımın her aşamasında varlıklarını hissettiğim ve yeri asla doldurulamayacak olan, değerli annem ve babama tüm içtenliğimle teşekkür ederim.

Oğuzhan DEMİR

Haziran, 2012

İÇİNDEKİLER

	Sayfa No:
ÖZET	ii
ABSTRACT	iii
TEŞEKKÜR	iv
İÇİNDEKİLER	v
ÇİZELGELER DİZİNİ	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ	viii
KISALTMALAR DİZİNİ	x
SİMGELER DİZİNİ	xi
1. GİRİŞ	1
2. SÜPER ALAŞIMLAR	5
2.1. Demir Esaslı Süper Alaşımlar.....	6
2.2. Kobalt Esaslı Süper Alaşımlar.....	6
2.3. Nikel Esaslı Süper Alaşımlar.....	7
3. SÜPER ALAŞIMLARIN İŞLENEBİLİRLİĞİ	10
3.1. Süper Alaşımların İşlenmesinde Kullanılan Kesici Uçlar.....	11
4. Si₃N₄ ve SiAlON SERAMİKLER	18
4.1. SiAlON-TiN Kompozitler.....	22
5. KONUYLA İLGİLİ DAHA ÖNCE YAPILMIŞ ÇALIŞMALAR	23
5.1. Süper Alaşımların SiAlON Kesici Uçlarla İşlenmesi.....	23
5.2. TiN İlavesinin SiAlON Seramiklerinin Özelliklerine Etkisi.....	25
5.3. Katı Çözünürlük (z) Değerinin SiAlON Seramiklerinin Özelliklerine Etkisi.....	28
6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	33
6.1. Kullanılan Tozlar ve Spesifikasyonları.....	33
6.2. Kompozisyon Tasarımı.....	34
6.3. Toz Hazırlama.....	35
6.4. Şekillendirme.....	35
6.5. Sinterleme Çalışmaları.....	36

	Sayfa No:
6.6. Yoğunluk Ölçümü.....	36
6.7. Faz Analizi.....	36
6.8. Mikroyapı Karakterizasyonu.....	37
6.9. Sertlik ve Kırılma Tokluğu Ölçümü.....	37
7. SONUÇLAR.....	38
7.1. TiN İlavesinin Yoğunlaşma ve Faz Gelişimine Etkisi.....	38
7.2. Katı Çözünürlük (z) Değeri-Tane Sınır Fazı Kristalizasyonu İlişkisi.....	40
7.2.1. Sinterleme İlavesi Türünün Katı Çözünürlük (z) Değeri ve Tane Sınır Fazı Kristalizasyonuna Etkisi.....	40
7.2.2. Sinterleme İlavesi Miktarının Katı Çözünürlük (z) Değeri ve Tane Sınır Fazı Kristalizasyonuna Etkisi.....	44
7.3. Mekanik Özellikler	58
8. GENEL SONUÇLAR.....	61
KAYNAKLAR.....	63
ÖZGEÇMİŞ.....	72

ÇİZELGELER DİZİNİ

		Sayfa No:
Çizelge 3.1:	Tipik Takım Malzemeleri veya Bileşenlerinin Sertlikleri.....	13
Çizelge 3.2:	Seramik ve sinterlenmiş karbür kesici uçların genel özellikleri.....	16
Çizelge 4.1:	SiAlON kesici uçların özelliklerinin diğer kesici uçların özellikleri ile karşılaştırılması.....	21
Çizelge 6.1:	Çalışmada kullanılan UBE Si ₃ N ₄ tozunun spesifik özellikleri.....	33
Çizelge 6.2:	Kullanılan tozlar ve özellikleri.....	33
Çizelge 7.1:	1890°C’de, 22 bar basınç altında 2 saat sinterlenen ağ.%17 TiN ilaveli ve ilavesiz kompozisyonların sinterleme davranışı.....	38
Çizelge 7.2:	Dopant sisteminin yoğunlaşma ve faz gelişimi üzerine etkisi.....	40
Çizelge 7.3:	Farklı tane sınır fazı miktarlarına sahip YZ6 malzemesinin sinterleme davranışı.....	46
Çizelge 7.4:	Farklı tane sınır fazı miktarlarına sahip EZ6 malzemesinin sinterleme davranışı.....	50
Çizelge 7.5:	Farklı tane sınır fazı miktarlarına sahip YbZ6 malzemesinin sinterleme davranışı.....	54
Çizelge 7.6:	Farklı tane sınır fazı ve dopant sistemlerinde elde edilen malzemelerin mekanik özellikleri.....	59
Çizelge 7.7:	Farklı tane sınır fazı ve katyon sistemine sahip malzemelerden elde edilen genel sonuçlar.....	60

ŞEKİLLER DİZİNİ

	Sayfa No:
Şekil 1.1: Yüksek sıcaklık dayanımında elementlerin ergime karakteristikleri.....	2
Şekil 3.1: Çeşitli malzemelerin işlenmesinde yüksek hızda işleme aralıkları.....	14
Şekil 3.2: Seramik ve karbür kesici uçların özelliklerinin karşılaştırılması.....	15
Şekil 4.1: Me-Si-Al-O-N sistemi gösteren Jänecke Prizması.....	20
Şekil 5.1: α - β SiAlON-TiN kompozitlerin sertlik ve kırılma tokluğu..	27
Şekil 7.1: 1890°C’de, 22 bar basınç altında 2 saat sinterlenen YZ6 (TiN’süz), YZ6, EZ6 (TiN’süz), EZ6, YbZ6 (TiN’süz), YbZ6 malzemelerine ait XRD paterni.....	39
Şekil 7.2: 1890°C’de, 22 bar basınç altında 2 saat sinterlenen YZ6 malzemesine ait temsili BSE-SEM görüntüleri.....	42
Şekil 7.3: 1890°C’de, 22 bar basınç altında 2 saat sinterlenen EZ6 malzemesine ait temsili SEM görüntüleri.....	42
Şekil 7.4: 1890°C’de, 22 bar basınç altında 2 saat sinterlenen YbZ6 malzemesine ait temsili SEM görüntüleri.....	44
Şekil 7.5: 1890°C’de, 22 bar basınç altında 2 saat sinterlenen YZ6, EZ6 ve YbZ6 malzemelerine ait XRD paterni.....	45
Şekil 7.6: 1890°C’de, 22 bar basınç altında 2 saat sinterlenen farklı tane sınır fazı miktarına sahip Y-Sm-Ca sistemindeki SiAlON seramiklerine ait temsili SEM görüntüleri.....	47
Şekil 7.7: 1890°C’de, 22 bar basınç altında 2 saat sinterlenen YZ6, YZ6T18 ve YZ6T42 malzemelerine ait XRD paterni.....	48
Şekil 7.8: Y-Sm-Ca katyon sisteminde tane sınır fazı miktarının değişimiyle z değeri ve β -SiAlON miktarında meydana gelen değişim.....	49

Sayfa No:

Şekil 7.9:	1890°C’de, 22 bar basınç altında 2 saat sinterlenen farklı tane sınır fazı miktarına sahip Er-Sm-Ca sistemindeki SiAlON seramiklerine ait temsili SEM görüntüleri.....	51
Şekil 7.10:	1890°C’de, 22 bar basınç altında 2 saat sinterlenen EZ6, EZ6T18 ve EZ6T42 malzemelerine ait XRD paterni.....	52
Şekil 7.11:	Er-Sm-Ca katyon sisteminde tane sınır fazı miktarının değişimiyle z değeri ve β -SiAlON miktarında meydana gelen değişim.....	53
Şekil 7.12:	1890°C’de, 22 bar basınç altında 2 saat sinterlenen farklı tane sınır fazı miktarına sahip Yb-Sm-Ca sistemindeki SiAlON seramiklerine ait temsili SEM görüntüleri.....	55
Şekil 7.13:	1890°C’de, 22 bar basınç altında 2 saat sinterlenen YbZ6, YbZ6T18, YbZ6T42 malzemelerine ait XRD paterni.....	56
Şekil 7.14:	Yb-Sm-Ca katyon sisteminde tane sınır fazı miktarının değişimiyle z değeri ve β -SiAlON miktarında meydana gelen değişim.....	57

KISALTMALAR DİZİNİ

A.K.	: Ağırlık Kaybı
A.P.	: Açık Porozite
EDS	: Enerji Açılımlı X- Işını Spektrometresi
GPS	: Gaz Basınçlı Sinterleme
HB	: Brinell Sertlik Değeri
HV	: Vickers Sertlik Değeri
HP	: Sıcak Presleme
HIP	: Sıcak İzostatik Presleme
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
T.Y.	: Teorik Yoğunluk

SİMGELER DİZİNİ

λ	: Isıl iletkenlik katsayısı (W/m.K)
α	: Isıl genleşme katsayısı ($10^{-6}/K$)
R	: Termal şok direnci ($W/m^{1/2}$)
K_{Ic}	: Kırılma tokluğu ($MPam^{1/2}$)

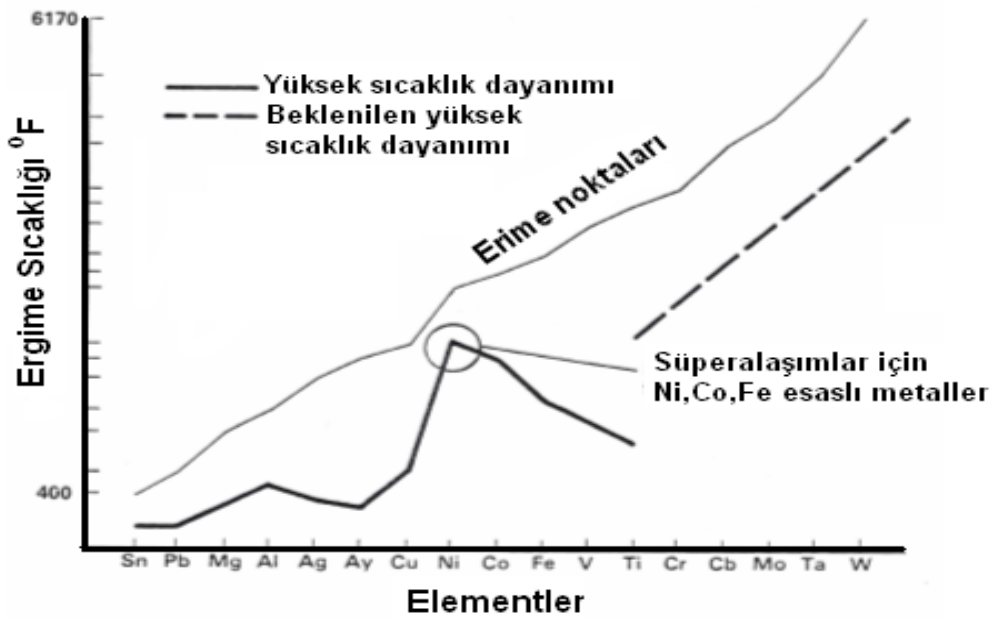
1. GİRİŞ

İleri teknoloji malzemelerine olan gereksinim uygarlığın ilk zamanlarından beri bulunmakta ve bu malzemelere olan talep teknolojideki gelişmelerle beraber giderek artmaktadır. 1970'lerde yaşanan enerji krizi, endüstrileşmiş ülkelerin enerji kaynaklarından etkin bir şekilde yararlanılması öneminin farkına varılmasını sağlamıştır. 1980'lerden itibaren de enerji kaynaklarının etkin kullanımı ve doğanın korunması dünya çapında en önemli konu haline gelmiştir. Bu problemlere yönelik en umut verici çözümlerden biri olarak da özelliklerini yüksek sıcaklıklarda koruyabilmelerinden dolayı, ısı verimde sağlayabilecekleri katkılar nedeniyle seramik malzemeler ilgi odağı olmuştur. Özellikle, metal malzemelerin kullanımını sınırlandıran sıcaklıklara kadar mukavemetlerini koruyabilen Si_3N_4 seramik malzemeleri yüksek sıcaklık bileşenlerinde kullanımlarındaki potansiyelleri açısından en önemli seramik malzemeler olmuşlardır (Miyahara ve Shigegaki, 2003; Thümmel., 1990).

İleri teknoloji seramiklerinin kesici takım ucu olarak kullanım potansiyeli her zaman olmuştur. Bir kesici uç kullanım esnasında aşınma, kimyasal reaksiyon, plastik deformasyon ve ısı şok direncine karşı dayanıklı olmalıdır. İleri teknoloji seramikleri, yüksek hız çelikleri ve sert alaşımlı kesici uçlar ile karşılaştırıldıklarında, sahip oldukları yüksek sertlik, yüksek aşınma direnci, kimyasal kararlılık ve yüksek sıcaklık sertliğinden dolayı kesici uç malzemesi olarak bir potansiyele sahiptirler (Xikun vd., 2007). Bu üstün özelliklerinden dolayı silisyum nitrür (Si_3N_4) ve alümina esaslı (Al_2O_3 -SiCw) seramik kesici uçlar süper alaşım işlemede şu an yaygın olarak kullanılmaktadır.

Alaşım; kimyasal yollarla ayrılamayacak şekilde birleştirilmiş iki veya daha fazla element içeren ve makroskopik düzeyde homojen olan metalik bir malzeme anlamına gelmektedir (Official Journal of the European Union, 2007). Süper alaşımlar, diğer alaşımlardan farklı olarak yüksek sıcaklıklarda şiddetli mekanik gerilmelere ve yüzey yapısı değişimlerine karşı üretilmiş ısı direnci yüksek, demir-nikel, nikel ya da kobalt esaslı alaşımlardır (Choudhury ve El-Baradie, 1997).

Metalik elementlerin yüksek sıcaklık mukavemetleri ergime karakteristiklerine bağlıdır. Elementlerin ergime noktaları (Şekil 1.1) demir, nikel ve kobalt esaslı süper alaşımlarda etkin rol oynar (Çay ve Ozan, 2005).



Şekil 1.1. Yüksek sıcaklık dayanımında elementlerin ergime karakteristikleri (Çay ve Ozan, 2005).

Süper alaşımlar endüstriyel gaz türbin parçaları, uçak parçaları, buhar türbinli elektrik santrali aksamaları, uzay araçları bileşenleri gibi yüksek sıcaklık uygulamalarının birçoğunda yüksek oksidasyon direnci, korozyon direnci ve yüksek sıcaklıkta yüksek mekanik dayanımından dolayı geniş ölçüde kullanılmaktadır (Thakur vd., 2009; Donachie vd., 2002). Fakat süper alaşımların işlenmesi birkaç faktörden dolayı çok zor gerçekleşmektedir. Bu faktörler;

- Yüksek sıcaklık mukavemeti (Inconel 718: 900°C’de 345 MPa)
- Yüksek sertlik (Inconel 718: 388 HB)
- İşleme esnasında yüksek kesme kuvvetlerine yol açan yüksek çalışma sertliği
- Yüksek sıcaklıklara yol açan düşük termal iletkenlik (Inconel 718: 11.4 W/mK)
- Fazla sayıda aşındırıcı karbürlerin varlığı
- Kesici uca kaynak olma eğilimi ve talaş yapışması.

Tüm bu özellikler süper alaşımları son derece işlenmesi zor bir malzeme haline getirmekte, yüksek kesme sıcaklığına yol açmakta ve bunun sonucunda işleme esnasında kesici uçta yüksek aşınma oranlarına ulaşılmaktadır (Choudhury ve El-Baradie, 1997). Süper alaşımlarının işlenmesinde kullanılacak kesici uç malzemesinin, yüksek hızlarda kesme sırasında açığa çıkan yüksek sıcaklıklarda, sertliğinin yüksek olması gerekmektedir. Bu şartlar altında pek çok uç malzemesindeki taneler arasındaki

bağ mukavemetleri zayıflamakta ve yüksek sıcaklık sertliklerinde azalma ve hızlı bir aşınmanın meydana geldiği görülmektedir (Ezugwu vd., 2003).

Son yıllarda ileri teknoloji seramik kesici uçların gelişmesiyle birlikte süper alaşımlar yüksek kesme hızlarında işlenebilmektedirler (Waldorf vd., 2008; Whitney, 1994; Like vd., 2007; Nalbant vd., 2007; Davim ve Astakhov, 2008). Yüksek hızda işlemenin avantajları; daha yüksek verimlilik, daha düşük üretim maliyeti, yüksek malzeme kaldırma oranı, daha iyi yüzey eldesi olarak sıralanabilir (Arunachalam ve Mannan, 2000; Kiatagawa vd., 1997; Yan vd., 2009; Li, 1994). Fakat yüksek hızlarda işleme esnasında oluşan yüksek sıcaklıklardan dolayı kesici uç ve iş parçası arasında temel aşınma mekanizması olan kimyasal aşınma meydana gelmektedir (Bhola vd., 1996; Biest ve Vleugels, 2002). Seramiklerin bir alt sınıfı olan SiAlON esaslı seramikler kıyaslamalı olarak mükemmel mekanik özellikleri ve yüksek kimyasal kararlılıkları sayesinde bu alanda ilgi uyandırmaktadırlar.

SiAlON seramikler mekanik, termal ve kimyasal özelliklerinin mükemmel kombinasyonu sayesinde yapısal uygulamalarda yüksek ortam sıcaklıklarında kullanılma potansiyeline sahip malzemelerdir. Bu malzemeler genelde kesici uç uygulamaları gibi yüksek sıcaklıklarda yüksek kimyasal ve aşınma direnci gerektiren uygulamalarda tercih edilmektedir. SiAlON kesici uçlar geniş ölçüde dökme demir işlenmesinde kullanılmaktadır. Sahip oldukları kırılma tokluğu ve kimyasal aşınma direnci süper alaşım işlemede kullanılan ticari Al_2O_3 -SiCw kesici uçlara oranla biraz daha düşüktür. Si_3N_4 esaslı seramik matrisine TiN gibi sert partiküllerin ilavesiyle kimyasal aşınma direnci ve kırılma tokluğu olumlu yönde gelişme göstermektedir (Vleugels vd., 2004; Tian vd., 2011). Kırılma tokluğunda gözlemlenen iyileşme TiN partikülleri ve Si_3N_4 matrisindeki artık gerilmelerden kaynaklanmaktadır (Bellosi vd., 1991; Blugan vd., 2005; Lee vd., 2002). Tokluk ile birlikte Si_3N_4 matrisine yapılan TiN ilavesi 1000 MPa'ya kadar malzeme dayanımının artmasını sağlamaktadır (Blugan vd., 2005). Bu nedenle TiN takviyeli SiAlON'lar gelişmiş tokluk ve kimyasal aşınma direncinden dolayı özellikle kesici uç uygulamalarında kullanımı umut vadetmektedir.

SiAlON'ların kimyasal direnci kompozisyon, mikroyapı, sinterleme ilavesi, tanelerarası faz kimyası (amorfs veya kristal) ve katı çözünürlük (z) değeri (β - Si_3N_4 kristal latisinde Al-O yer değişimi, $Si_{6-z}Al_zO_zN_{8-z}$) ile kontrol edilmektedir. Yüksek z değerli SiAlON seramikler Al_2O_3 esaslı seramikler (daha iyi kimyasal direnç) ile benzer

özelliik gösterirken, düşük z değeri SiAlON seramikler (daha iyi mekanik özelliik) β - Si_3N_4 seramiklere benzer özelliik göstermektedirler. Literatürde yapılan çalıřmalar z değeriinin SiAlON seramiklerin mekanik ve kimyasal özelliikleri üzerinde çok etkili bir parametre olduğunu göstermiştir. z değeriindeki deęişim SiAlON'ların mekanik dayanım, termal şok direnci ve aşınma direncini önemli derecede etkilemektedir. Düşük z değeri malzemelerin tokluk gibi mekanik özelliikleri yüksek olmasına rağmen Inconel 718 malzemesiyle reaksiyona girdikleri için kimyasal aşınmadan dolayı ömürleri kısalmaktadır. Bu nedenle z değeri SiAlON'ların mekanik ve kimyasal özelliikleri üzerinde önemli bir rol oynamaktadır.

SiAlON seramikler yüksek kovalent baęlı malzemeler olduklarından sıvı faz yardımıyla sinterlenmekte ve bu sıvı faz sinterleme sonrası taneler arasında ergime sıcaklığı matris faza göre düşük camsı faz olarak kalmaktadır. İşleme esnasında, kesici ucun ucunda sıcaklık birikmesinden dolayı yüksek sıcaklık sertliği önemli olduğundan, bu bölgelerin kristalleştirilmesinin performansı arttırması beklenmektedir. Ancak literatürde şimdiye kadar hem z değeri yüksek, hem de kristal tane sınır fazı içeren SiAlON seramikleri gelişimi gözlenmemiştir. Bu nedenle, SiAlON seramiklerinin z değeri ve kristalizasyon ilişkisi incelenmesi gereken önemli bir konudur.

Gerçekleştirilen yüksek lisans tez çalıřmasında, dopant türlerinin, tane sınır fazı miktarının ve ilave edilen TiN miktarının katı çözünürlük (z) değeri ve tane sınır fazı kristalizasyonuna etkisi üzerine çalıřmalar yapılarak, aralarındaki ilişki incelenmiştir. Süper alaşımların işlenmesine yönelik kullanılan ve yüksek fiyatlarla ithal edilen ticari Al_2O_3 -SiCw kesici uçlara alternatif malzeme geliştirilmesi için TiN katkılı α/β -SiAlON esaslı seramik kompozitlerin performansını arttırmaya yönelik çalıřmalar gerçekleştirilmiştir.

Bu çalıřmada tez akışı ařağıdaki şekilde sıralanmıştır. Bölüm 2'de süper alaşımlar hakkında genel bilgi verilmiş, Bölüm 3'de süper alaşımların işlenebilirliği ve süper alaşımların işlenmesinde kullanılan kesici uçlara değinilmiştir. Bölüm 4'de Si_3N_4 -SiAlON seramiklerine giriş yapılmış ve SiAlON-TiN malzemeler üzerinde durulmuştur. Bölüm 5'de literatür bilgisine yer verilerek konuyla ilgili daha önce yapılan çalıřmalardan bahsedilmiştir. Bölüm 6'da deneysel çalıřmalar hakkında bilgi verilerek, bölüm 7'de de deneysel çalıřmaların sonuçları irdelenmiştir. Bölüm 8'de gerçekleştirilen tez çalıřmasından elde edilen genel sonuçlara değinilmiştir.

2. SÜPER ALAŞIMLAR

Aşınmanın, yüksek sıcaklığın ve korozyonun var olduğu çalışma şartlarında metal ve metal alaşımlarının istenen özellikleri sağlayamadığı noktalarda yeni malzeme grupları devreye girmektedir. Bu malzeme gruplarının başında süper alaşımlar gelmektedir. Günümüz teknolojisindeki gelişmeler; ekonomik yönden elverişli, teknik açıdan uygun ve özel malzemelerin elde edilmesi için yüksek mekanik özelliğe sahip, yüksek sıcaklıkta aşınma ve korozyona dayanıklı süper alaşımların üretimini mümkün kılmıştır. Süper alaşımlar nikel, demir-nikel ve kobalt esaslı malzemelerdir ve ergime sıcaklığının %85'ine kadar çıkılan sıcaklıklarda mükemmel dayanım ve yüzey kararlılığı gösteren malzemelerdir. Süper alaşımlar ilk olarak uçak motor kompresörlerinde kullanılmışlar, son 50 yıllık dönemdeki gelişmeler sonucunda da gaz türbin motor teknolojisinde kullanılmışlardır (Erickson, 1990). Bu malzemeler, katı çözümlü matrisi içerisinde ince dağılmış formda, değişik karbürler ve intermetalik fazlar içerirler.

Süper alaşımlar, 1000-1200°C arasında kullanılabilirliğine karşın 1300°C'de kısa süreli kullanılabilirler. 1980'lerde geliştirilen teknoloji sayesinde bazı elementleri geniş olarak süper alaşımlara katabilme imkanının artmasıyla bugün yoğun ilgi duyulan özel mekanik ve kimyasal özellikler kazanmışlardır. Bu nedenle yüksek sıcaklık uygulamaları söz konusu olduğunda süper alaşımlar diğer tüm ticari metalurjik malzemelerden daha çok tercih edilmektedir. Örneğin, bir uçak turbo jet motorunun toplam ağırlığı 1950'li yıllarda %10'u süper alaşımlardan yapılırken bu oran 1985 yılında %50'ye ve 1993'de ise %60'a ulaşmıştır (Akın, 1998).

Süper alaşım malzemelerin, metal ve metal alaşımlarına göre en önemli üstünlükleri; yüksek özgül mukavemet, yüksek spesifik modülü, yüksek aşınma dayanımı ve bu özelliklerin yüksek sıcaklıkta bile muhafaza edilmesidir. Bu özelliklere bağlı olarak, süper alaşım malzemeler özellikle havacılık, uzay araçları, nükleer teknolojiler, enerji sistemleri, gaz türbin motorları, cam sanayii, kesici uçlar ve kalıpların yapımında kullanım olanaklarının oluşmasından dolayı bu malzemelere olan ilgi giderek artmıştır (Karabulut, 2006). Süper alaşımlar genel olarak demir, nikel ve kobalt esaslı olmak üzere 3 ana başlık altında ele alınabilir.

2.1. Demir Esaslı Süper Alaşımlar

Demir esaslı süper alaşımlar, yapısında yüzde olarak en fazla demir bulundurduğu için adını bu elementten almaktadır. Mekanik özellikleri oldukça iyidir. Termal şoklara karşı dirençlidir. Demir bazlı süper alaşımların en büyük avantajı fiyatının diğer süper alaşımlara oranla daha ekonomik olmasıdır (Karabulut, 2006). Bu alaşımların maksimum kullanım sıcaklıkları 550–650°C civarlarındadır ve bu sıcaklıklara kadar oksidasyona ve aşınmaya karşı iyi özellik gösterir. Bu sıcaklıklarda paslanmaz çelikler özelliklerini koruyamazlar. Nikel veya kobalt esaslı süper alaşımlar ise daha pahalı oldukları için tercih edilmezler. Demir esaslı süper alaşımların ana matrisi, nikel esaslı alaşımlarda sınırlandırılmış olan demir elementidir. Bu gruptaki tüm alaşımlar maliyetini yeteri derecede düşürecek kadar demir içerirler. Demirin dışında %10–20 civarında oksidasyon direncini arttırması için krom, mukavemet ve sertlik artışı için de nikel ve kobalt içerirler. Molibden, volfram ve niyobyum ise yine mukavemet ve sertlik artışına katkıda bulunurlar. Titanyum ve alüminyum ise yaşlandırma sertleştirmesi için ilave edilirler (Kovan, 2006). Düşük nikel içeriklerinden dolayı yüksek sıcaklıklarda nikel esaslı süper alaşımlar kadar faydalı değillerdir. Demir esaslı süper alaşımların çoğu %25'ten %45'e kadar nikel ve %15'ten %60'a kadar demir içerirler (Smith, 1993). Yüzey merkezli kübik kafes yapısına sahip matriste alaşım elementlerine bağlı olarak çökelen fazlar, malzemenin mekanik özelliklerinin belirlenmesinde etkin rol oynarlar. Demir esaslı süper alaşımların dayanımları, nikel esaslı alaşımlara göre daha düşüktür. Bu nedenle de daha uzun ömür ve aynı zamanda yüksek mekanik ve ısıl zorlamalarda nikel ve kobalt esaslı alaşımlar tercih edilir. Pek çok gaz türbin motorlarında, kanatlarında, diskler ve şaftlar ile buhar türbinlerindeki bazı parçalar demir esaslı süper alaşımlardan yapılmaktadır (Tali, 2010).

2.2. Kobalt Esaslı Süper Alaşımlar

Kobalt esaslı süper alaşımlar yapısında yüzde olarak en fazla Kobalt bulundurduğu için adını bu elementten almaktadır. Ortalama 1175°C'lere kadar mükemmel oksidasyon direnci ve yüksek mukavemete sahiptirler. Sıcak korozyona maruz kalınan ortamlarda ve düşük gerilim istenen yerlerde, dengeyi daha iyi koruyabildiği için Ni bazlı süper alaşımlardan daha iyi sonuç vermektedir. Özellikle yüksek sıcaklıklarda çalışan ve dönen parçalarda tercih edilir. Fiyatlarının yüksek

olması dezavantajlarıdır (Karabulut, 2006). Kobalt esaslı süper alaşımlarda kullanılan alaşım elementleri ise krom, nikel, karbon, molibden ve volframdır. Krom, mukavemeti ve yüksek sıcaklıklarda oksidasyon direncini, nikel, tokluğu; karbon ise mukavemet ve sertliği arttırması için ilave edilir. Krom ayrıca diğer karbür yapıcılar molibden ve volfram ile birlikte katı çözelti sertleştirmesine katkıda bulunur. Kobalt esaslı süper alaşımların vakum altında ergitilmesi gerekli değildir. Bu nedenle de bu alaşımların fiyatı nikel esaslı süper alaşımlardan daha ekonomiktir (Kovan, 2006). Kobalt esaslı süper alaşımlar, katı eriyik ve karbür fazları tarafından mukavemetlendirilir. Kobalt esaslı süperalaşımların hiçbiri tam katı eriyik alaşımı değildir. Çünkü hepsi ikincil karbür fazları veya intermetalik bileşikler içerir. Bu durum yaşanmaya ayrıca oda sıcaklığında süneklik kaybına da neden olur. Haynes 25, Haynes 188, L- 605, MAR-M918, MP35N, MP159, Stellite 6B ve Elgiloy yaygın olarak kullanılan kobalt esaslı süper alaşımlardır. Genellikle bütün kobalt esaslı süper alaşımlar ısıl işlem ve yumuşatma sırasında yüzey merkezli kübik kristal yapıya sahiptir. Kobalt esaslı süper alaşımlar genellikle gaz türbinlerinin yüksek sıcaklığa maruz kalan kısımlarında, nükleer reaktör parçalarında, cerrahi implantlarda, tutuşturucularda, buhar türbinlerinde, uçak yakıt motor türbinlerinde, statik kanat uygulamalarında, geçiş kanallarında ve fırın parçalarında kullanılmaktadır (Çay ve Ozan, 2005).

2.3. Nikel Esaslı Süper Alaşımlar

Nikel esaslı süper alaşımlar, yapısında yüzde olarak en fazla nikel bulundurduğu için adını bu elementten almaktadır. Yüksek sıcaklıklardaki mukavemeti oldukça iyi olmakla beraber korozyona karşı da oldukça dayanıklıdır. Bu süper alaşımların yüksek sıcaklıklarda korozyona, mekanik ve termal yorulmalara, mekanik ve termal şoklara, sürünmeye ve aşınmaya dayanıklı olmaları, zorlu ortamlarda kullanabilmelerini sağlar. Bu özellikler, alaşımın kullanıldığı alanlarda verimli ve etkili servis performansları için gereklidir. Uçak motorlarında özellikle yüksek basınç ve sıcaklıklarda çalışan türbin kanatlarında kullanılırlar. Ticari olarak mevcut nikel esaslı alaşımlar; Inconel, Rene, Udimet ve Pyromet olarak sıralanabilir (Choudhury ve El-Baradie, 1998). En yaygın kullanılan nikel esaslı süper alaşım ise Inconel 718'dir (Ezugwu vd., 2003).

Nikel esaslı alaşımlarda alaşımın ana bileşeni nikeldir ve alaşım içerisindeki nikel miktarı işlenebilirliği önemli ölçüde etkiler. Mukavemeti ve korozyona direnci

arttırmak amacıyla ilave edilen diğer elementlerin yanı sıra alaşım içerisinde önemli miktarlarda krom da bulunur. Bu alaşımların yüksek sıcaklıklarda bile mukavemetleri yüksektir (Çakır, 1999). Birçok nikel esaslı alaşım, dayanım veya korozyon direncini arttırmak için küçük miktarlarda alüminyum, titanyum, niyobyum, molibden ve tungsten içerir. Nikel ve krom kombinasyonu, bu alaşımlara önemli derecede oksidasyon dayanımı verir. Nikel esaslı süper alaşımlar; oksidasyon ve korozyona, yüksek dayanım ve direnç gerektiren uygulama alanlarında yaygın olarak kullanılırlar (Ezugwu vd., 1998). Yaklaşık 650–1100°C sıcaklıkları arasında kullanılabilirler. Bu sıcaklıklar arasında kullanılan malzemeler içerisinde yapısı en iyi bilinen malzeme türüdür.

Nikel esaslı süper alaşımlar kimyasal bileşim olarak en karmaşık süper alaşımlardır. Bunların gelişimi fiziksel metalurjinin gelişimine paralel olarak artmaktadır. Genelde %30-75 Ni ve %30'a kadar Cr ihtiva ederler. Ni ile Cr'un bir arada bulunması yüksek korozyon dayanımı sağlar. İleri teknoloji hava taşıt motorlarının %50'sini nikel esaslı süper alaşımlar oluşturmaktadır. Matris, yüzey merkezli kübik (YMK) ostenit (γ) yapıdadır. Yüksek sıcaklıktaki mukavemeti ve korozyona karşı dayanıklılığı nedeniyle, son yıllarda süper alaşımlar dikkatleri üzerine toplamaya başlamıştır (Erdem, 2007). Demir elementi Inconeller, Nimonicler ve Hastelloy gibi nikel esaslı süper alaşımlar içinde az miktarda, Incoloy 901 ve Inconel 706 gibi alaşımlarda ise yaklaşık %35 oranında bulunur. Bazı nikel esaslı alaşımlar, mukavemet ve korozyon direnci için az miktarda alüminyum, titanyum, niyobyum, molibden ve tungsten de ihtiva etmektedir. Nikel esaslı süper alaşımlar katı eriyik ve ikincil faz intermetalik çökelti tarafından mukavemeti yükseltilmektedir. İntermetalik şekillendirici olarak kullanılan elementler alüminyum, titanyum ve niyobyumdur.

Nikel esaslı süper alaşımlardaki nikel ve krom kombinasyonu, bu alaşımların oksidasyon direncini artırır. Nikel esaslı süper alaşımlar; gaz türbinleri, nükleer reaktörler, fırınlar vb. yerlerde yüksek sıcaklık malzemeleri olarak kullanılmaktadır. Uzay ve gaz türbinlerindeki ilerlemeler, daha iyi özelliklere sahip malzemelerin geliştirilmesini hızlandırmıştır. Inconel 600, Inconel 601 ve RA 333 gibi katı eriyik alaşımları, yaygın olarak ısıtım ekipmanları ve fırın parçalarında kullanılmaktadır. Bunun nedeni bu alanlarda yüksek oksidasyon, korozyon direnci ve yüksek dayanıma sahip malzemelere ihtiyaç duyulmasıdır. Nikel esaslı süper alaşımların diğer bir

kullanım alanı da enerji jeneratörleridir. Nükleer enerji fabrikalarında (buhar üretici tüpler ve reaktör karotların yapısal bileşenleri) ayrıca fosil yakıt fabrikalarında (ısıtıcı tüpler, kül-alıcı sistemler ve ısı-korozyon ihtiyacı duyulan parçalar) da yaygın olarak kullanılırlar (Çay ve Ozan, 2005). Uçak gaz türbinlerinde, buhar türbinli elektrik santrallerinde, pistonlu motorlarda, metal işlemede, medikal uygulamalarda, uzay araçlarında, ısıl işlem ekipmanlarında, nükleer güç sistemlerinde, kimyasal ve petrokimyasal endüstride, kirlilik kontrol ekipmanlarında, metal işleme fabrikalarında, kağıt fabrikalarında, vb. uygulamalarda kullanılırlar (ASM, 1997).

3. SÜPER ALAŞIMLARIN İŞLENEBİLİRLİĞİ

Süper alaşımlar kalite ve üretim gereksinimlerini sağlayabilmek bakımından işlenebilirliği en zor malzeme gruplarından bir tanesidir. Süper alaşımların işlenebilirliğini zorlaştıran etmenler aşağıdaki gibi sıralanabilir.

- Yüksek ısı gerilim
- Yüksek sıcaklık dayanımı,
- Yüksek kesme kuvvetine gerek duyan işleme gerilmesi ve yüksek pekleşme
- Düşük termal iletkenliğinden dolayı, süper alaşımlar takımın yüzeyinde sık sık yüksek sıcaklıklar oluşturmakta, dolayısıyla kesici takımda yüksek eğimlerin oluşmasına neden olmaktadır.
- Yüksek oranda aşındırıcı karbür taneciklerinin varlığı kesilme esnasında kesici takımı önemli derecede etkilemekte ve aşınmayı hızlandırmaktadır.
- Yüksek sıcaklıklarda oluşan kimyasal reaksiyonlar, takım talaş arasında difüzyon aşınmasına neden olmaktadır.
- İşleme esnasında çıkan sürekli ve sert talaşların varlığı, kontrolü sağlamayı güçleştirmekte talaşların takım yüzeyinde krater oluşturmaya sebebiyet vermektedir.

Yukarıda sayılan bütün bu özellikler, işleme esnasında kesici takımların üzerinde yüksek aşınma oranı ve yüksek kesme sıcaklığına sebebiyet vererek süper alaşımların işlenmesini aşırı derecede zorlaştırmaktadır. Süper alaşımların işlenebilirliğinde en önemli iki faktör iş parçasının sertliği ve kısa takım ömrüdür. İşleme esnasındaki yüzey değişimi parçaların artmasına sebep olabilir ve bu da işlenen malzemenin mekanik özelliklerini ve gerilme–korozyon özelliklerini değiştirebilir. Bu nedenle işleme esnasında parçanın yüzey bütünlüğünün sağlanmasına özen gösterilmelidir. Takım ömrü süper alaşımların işlenmesinde oldukça yetersizdir. Takım malzemesi seçimi, takım geometrisi, işleme metodu, kesme hızı, ilerleme, talaş derinliği, vb. parametreler yeterli takım ömrünün sağlanmasında kontrol edilmesi gereken parametrelerdir (Ezugwu, 1998; Altın, 2005). Mikroyapıdaki sert aşındırıcı parçacıklar ve yüksek çalışma sertlik oranları gibi metalurjik özellikler süper alaşımların işlenmesinde zayıf işlenebilirliğin en önemli nedenlerindedir. Kesici takım üzerinde talaş derinliğinin bittiği bölgedeki çentik aşınması yüksek çalışma sertliği nedeniyle oluşmaktadır. Yüksek dayanımlarının önemli bir parçasını oluşturan alaşım elementleri

de işlenebilirliği güçleştirmektedir. Aynı zamanda, yüksek kesilme gerinimi geliştiğinden ve düşük ısı iletkenlik nedeniyle kesme kuvvetleri ve kesme bölgesindeki sıcaklık oldukça yüksektir. Bu durumda, yüksek sıcaklık alaşımları takım malzemesiyle etkileşime geçmekte iş parçası yüzeyi üzerinde talaşlar akmamakta ve kaynak olmaktadır (Graham, 2002; Ezugwu, 2003; Motorcu, 2010).

3.1. Süper Alaşımların İşlenmesinde Kullanılan Kesici Uçlar

Talaşlı imalat işlemi endüstride yaygın olarak kullanılan en önemli imalat yöntemlerinden biridir. Döküm, dövme, haddeleme ve diğer şekillendirme yöntemleriyle üretilmiş malzemelerin kullanıma hazır hale getirilmesi için genellikle talaşlı imalat işlemine maruz kalmaları gerekir. Talaşlı imalat işleminde iş parçasının istenilen geometride elde edilmesi için, üzerindeki fazlalıklar uygun takım tezgahı ve kesici takım kullanılarak, talaşlar şeklinde uzaklaştırılıp, istenilen boyutlar ve yüzey kalitesi elde edilmektedir (Shaw, 1989). Kesici uçlar, iş parçalarının şekillendirilmesinde kullanılan yüksek kaliteli, yüksek boyut hassasiyetli ve çoğu ileri teknoloji ürünü olan malzemelerden üretilirler. İşlenecek parçanın özellikleri, kullanılacak kesici takım malzemelerine sınırlandırmalar getirdiği gibi, takımın kullanım şartları da takım malzemesi seçimini büyük çapta etkiler. Uygun takım malzemesinin seçimi ile kesici uç-iş parçası malzemeleri arasında sürtünme sonucu oluşan yüksek sıcaklık aşınma mekanizmalarının (difüzyon, oksidasyon vb.) bertaraf edilmesi ile yüksek kesme hızlarına ulaşılır. Böylece takım ömrü ve üretim hızı artırılarak ekonomiklik sağlanır. Kesici uç, işleme sistemindeki önemli bir parçadır ve kesici uç malzemesi de işleme operasyonunda, üretimi etkileyen en kritik bileşendir. İşleme operasyonunda memnun edici sonuca ulaşmak için kesici uç malzemelerinden beklenen üstün özellikler aşağıdaki gibi sıralanabilir.

- **Aşınma Direnci** : Sürtünme sonucu meydana gelebilecek boyutsal değişimlere engel olabilmek için ucun yüksek aşınma direncine sahip olması önemlidir.
- **Sıcak Sertlik** : Bir kesici uç, işleme sırasında oluşan yüksek sıcaklıklarda keskin ve uygun kesme köşelerini korumak için sıcak sertliğe sahip olmalıdır.

- **Kimyasal Kararlılık** : Lokalize kaynak teşekkülünü önlemek için kesici uç iş parçası ile reaksiyona girmemelidir. Çünkü yüksek sürtünmeden dolayı, iş parçasından kesici uca talaş yapışması meydana gelebilir ve kesici ucun geometrisi değişebilir. Kesici uçtan ideal olarak beklenen, işlenen parçayla arasında oluşabilecek reaksiyonlara karşı inert olmasıdır.
- **Kırılma Tokluğu** : Tokluk, kesme sırasında oluşan kuvvetleri kesici ucun absorbe etmesini sağlar. Eğer kesici uç yeterli tokluğa sahip değilse, oluşan titreşim ve kuvvetler kesici ucun kırılmasına neden olacaktır.
- **Isıl Şok Direnci** : Aralıklı kesme işlemlerinde hızlı ısınma ve soğumalar meydana geldiği için meydana gelen ısıl gerilimleri yenebilmek için kesici ucun sahip olduğu ısıl şok direnci önemlidir. Eğer kesici ucun sahip olduğu ısıl şok direnci çok düşükse, bu durumda kesici uca hızlı bir şekilde aşınma oluşur. Düşük ısıl şok direncine sahip kesici uçlar sadece sürekli kesme operasyonlarında kullanılabilirler.

İşlenebilirlikte işleme operasyonlarını etkileyen pek çok değişken vardır. Bunların arasında kullanılacak kesici takımın ekonomik olması en önemli kriterlerdendir (Altın, 2005). Süper alaşımların işlenmesinde kaplamasız ve kaplamalı karbürler, seramikler, yüksek hız çelikleri (HSS), kübik bor nitrür (CBN) takımlar, sermetler ve çok kristalli elmas (PCD) takımlar kullanılmaktadır (Ezugwu vd., 2003). CBN takımlar süper alaşımları da içeren sert alaşımların işlenmesinde yaygın olarak kullanılmaktadır. CBN takımlar hegzagonal bor nitrür kristallerinden yüksek sıcaklık altında (1400°C) ve yüksek basınç altındaki (yaklaşık 6000 MPa) şartlarda üretilirler. CBN takımlar elmadan sonraki en sert takımlardır ve genellikle sertleştirilmiş çeliklerin işlenmesinde kullanılırlar. Karmaşık şekilli bitirme yüzeylerin işlenmesinde sağladığı iyi yüzey pürüzlülük değerleri nedeniyle taşlama işlemlerine gerek kalmamaktadır (Motorcu, 2010). Yüksek hız çelikleri, genelde aralıklı talaş kaldırma işlemlerine uygunken (frezeleme, delik büyütme gibi), sinterlenmiş karbür takımlar ise sürekli talaş kaldırma işlemlerinde daha çok kullanılmaktadırlar (tornalama, delme gibi). Günümüzde ise, bazı seramik takım malzemeleri ($Al_2O_3 - TiC$), Si_3N_4 , silisyum nitrür esaslı seramikler ve en son geliştirilen visker takviyeli alüminyum oksit seramikler (%25 SiC whisker kapsarlar), süper alaşımların işlenmesinde gittikçe artan bir şekilde kullanılmaktadırlar (Richards ve Aspinwall, 1989; Altın, 2005). CBN takımların kesme

performanslarına ve yüksek sertliklerine rağmen, seramik takımlar genellikle yüksek hızda sürekli işlemlerde ekonomik olmalarından dolayı daha çok tercih edilmektedir (Ezugwu vd., 2003). Çizelge 3.1’de kesici uç olarak kullanılan takım malzemeleri veya bileşenlerinin sahip oldukları sertlik değerleri verilmiştir.

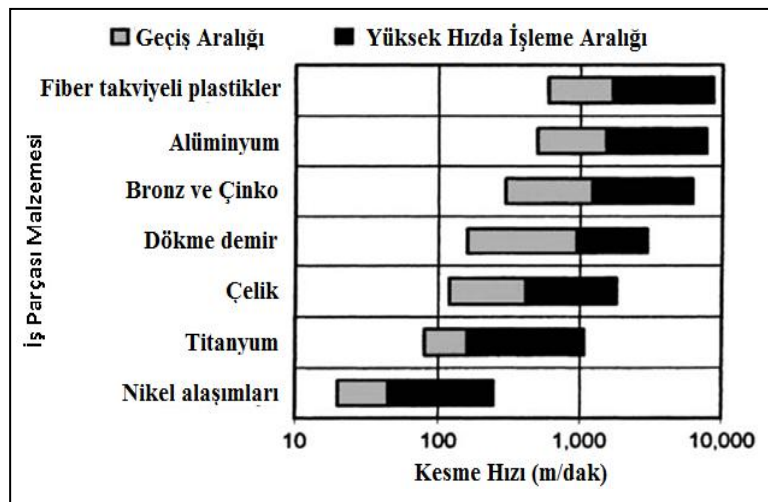
Çizelge 3.1. Tipik takım malzemeleri veya bileşenlerinin sertlikleri (Schey, 1987).

Takım Malzemesi veya Bileşeni	Sertlik (HV)
Martenzitik çelik	500-1000
Nitrürlenmiş çelik	950
Sementit (Fe_3C)	850-1100
Sert krom kaplama	1200
Alümina	2100-2400
WC (kobalt bağlı)	1800-2200
WC	2600
W ₂ C	2200
(Fe, Cr) ₇ C ₃	1200-1600
Mo ₂ C	1500
VC	2800
TiC	3200
TiN	3000
B ₄ C	3700
SiC	2600
CBN	6500
Polikristalin elmas/WC	5500-8000
Elmas	8000-12000

Süper alaşımların işlenmesi için kullanılan kesici takımlar yüksek hız şartları altında oluşan yüksek ısıya karşı koyabilecek yeterli sertliğe sahip olmalıdır. Bu şartlar altında çoğu takım malzemeleri genellikle takım aşınmasının hızlanması ve geriliminin zayıflaması ile sertliklerini kaybederler (Karabulut, 2006). İleri teknoloji seramiklerinin kesici takım ucu olarak kullanım potansiyeli her zaman olmuştur. Bunlar sertliklerini yüksek sıcaklıklarda koruyabilen, metaller ve alaşımlarıyla reaktivitesi oldukça düşük olan malzemelerdir. Bundan dolayı, yüksek kesme hızlarının neden olduğu yüksek sıcaklıklarda kullanılabilirler ki bu da ömürlerini oldukça arttırmaktadır. Seramik kesici uçlar, karbür kesici uçlara göre sağlamış oldukları yüksek kesme şartları nedeniyle

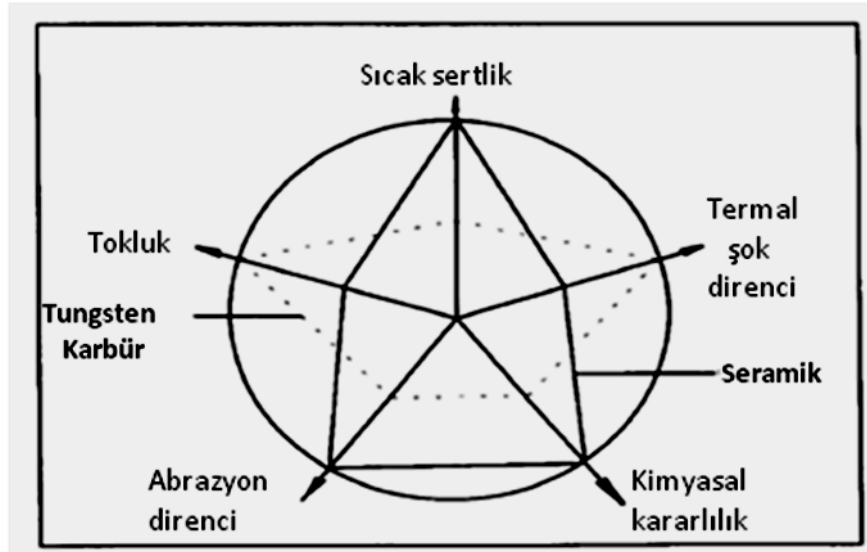
süper alaşımların işlenmesinde büyük kullanım oranlarına sahiptirler. CBN kesici uçlara göre daha ekonomik olmaları nedeniyle de ayrıca tercih edilmektedirler.

Karbon takım çeliklerinden, yüksek hız çeliklerine ve daha sonra sementit karbür ve seramik kesici uçlara uzanan kesici uç özelliklerinin iyileştirilmesiyle birlikte üretim maliyetinde düşüş, işlemede yüksek verimlilik, üründe iyi yüzey kalitesi sağlayan ve seri üretimi hızlandıran yüksek hızda işleme tekniği son yıllarda ön plana çıkmıştır. Süper alaşımlar işlenmesi zor malzeme grubuna girdikleri için süper alaşımları yüksek hızda işlemek güçleşmektedir (Şekil 3.1) ve yüksek kesme koşullarında kesici ucun malzeme özelliklerini koruması gerekmektedir.



Şekil 3.1. Çeşitli malzemelerin işlenmesinde yüksek hızda işleme aralıkları (Schulz ve Moriwaki, 1992).

Daha fazla üretim ve daha düşük üretim maliyetine olan gereksinimi karşılamak için seramik kesici uçlar süper alaşım işlemede büyük bir gelişme göstermişlerdir. Bu uçlar düşük aşınma oranları, yüksek sıcaklık kapasiteleri ve oldukça uzun ömürlü olmalarından dolayı süper alaşımları yüksek hızda işlemede potansiyel malzeme haline gelmişlerdir. Şekil 3.2’de seramik ve tungsten karbür kesici uçların özelliklerinin karşılaştırılması verilmiştir. Seramik kesici uçların, karbür uçlara göre daha üstün aşınma direncine, sıcak sertliğe ve kimyasal kararlılığa sahip olduğu fakat daha düşük kırılma tokluğu ve ısıl şok direncine sahip olduğu görülmektedir. Bu yüzden seramik kesici uçların için temel kriter kırılma tokluğu ve ısıl şok direncidir.



Şekil 3.2. Seramik ve karbür kesici uçların özelliklerinin karşılaştırılması (Li, 1994).

Seramik kesici uçlar iki ana kategoride değerlendirilebilir.

- Saf oksit, karışımli oksit ve silisyum karbür (SiC) visker takviyeli alümina seramiklerden oluşan alümina esaslı seramikler.
- Silisyum nitrür esaslı seramikler.

Seramik malzemeler yüksek sıcaklıklara karşı dayanıklı olan inorganik malzemelerdir. Seramik kesicilerin dar olan kullanım alanları katkılı seramiklerin, seramik matrisli kompozitlerin ortaya çıkarılmasıyla artmaya başlamıştır. Düşük üretim maliyeti ve yüksek verimlilik ihtiyacının ön plana çıkmasıyla birlikte seramik kesici uçlar tungsten karbür uçların yerini almıştır (Bhola, vd., 1996). Vigneau vd., (1982), Inconel 718 isimli süper alaşım malzemesinin alümina, sermet ve silisyum nitrür esaslı seramik kesici uçlarla tornalanmasıyla ilgili yaptıkları çalışmada seramik kesici uçların talaş kaldırma oranının karbür uçlara kıyasla dört kat daha fazla artırılabilirdiğini belirtmişlerdir. Bunun sebebinin de olağanüstü sertlik ve aşınma direncinden kaynaklandığını bildirmişlerdir. Seramik kesici uçlar yüksek ergime sıcaklığına sahip oldukları için kimyasal kararlılıklarını sürdürerek yüksek sıcaklıklarda özelliklerini koruyabilmektedirler. Çizelge 3.2’de seramik kesici uçlara ait mekanik ve ısıl özellikler verilmiştir (Bhola, vd., 1996)..

Çizelge 3.2. Seramik ve sinterlenmiş karbür kesici uçların genel özellikleri.

Malzemeler	Hv (GPa)	Kıc (MPam ^{1/2})	λ (W/mK)	α (10 ⁻⁶ /K)	R (W/m ^{1/2})
Al ₂ O ₃	17	3	17	7	16
TiC/ Al ₂ O ₃	20	4	20	7	27
ZrO ₂ / Al ₂ O ₃	17	6	14	7	30
SiCw/Al ₂ O ₃	19	5-9	20	6	50
Si ₃ N ₄	17	9.1	25	3	160

*E: Elastisite modülü, Hv: Sertlik, Kıc: Kırılma tokluğu, λ : Isıl iletkenlik katsayısı, α : Isıl genleşme katsayısı, R: Termal şok direnci.

Özellikle dökme demir ve nikel esaslı süper alaşımların işlenmesinde silisyum nitrür (Si₃N₄) ve alümina esaslı (Al₂O₃-SiCw) seramikler yaygın olarak kullanılmaktadır. Visker takviyeli alümina (Al₂O₃ + SiCw) seramik kesici uçlar en az %25 oranında silisyum karbür (SiCw) ilavesi ile çekme dayanımı ve kırılma tokluğu artırılarak mekanik özellikleri iyileştirilmiştir. Ayrıca SiCw'in düşük ısıl genleşme katsayısı ve yüksek ısıl iletkenliği nedeni ile iyileştirilmiş termal şok direncine sahiptir. (Choudhury ve El-Baradie, 1998). Silisyum nitrür seramik takımlar çok iyi bir oksidasyon direnci, mukavemet, yüksek aşınma direncine ve düşük ısıl genleşme katsayısından dolayı yüksek termal şok direncine sahiptirler.

Si₃N₄ esaslı seramik kesici uçlar Al₂O₃-SiCw kesici uçlara kıyasla yüksek ısıl iletim katsayısı, düşük ısıl genleşme katsayısı sayesinde yüksek termal şok direnci ile avantaj sağlamaktadırlar. Seramik uçların ağırlıklı olarak hitap ettiği süper alaşım işleme sektöründe ağırlıklı olarak NTK (Japonya) ve Greenleaf (USA) firmaları Al₂O₃-SiCw tipi ürünlerini pazarlamaktadırlar. 1980'li yıllara kadar süper alaşım işlemede Si₃N₄ esaslı seramikler kullanılmasına rağmen, 1984 yılında Al₂O₃-SiCw kesici uçların geliştirilmesiyle bu uçlar daha yüksek işleme performansları, yüksek kimyasal kararlılık ve aşınma direnci nedeniyle Si₃N₄ esaslı kesici uçların yerini almıştır. Ancak Al₂O₃-SiCw kesici uçlar, seri üretime uygun olmayan sıcak presleme tekniği ile üretilmekte ve içerdiği SiC viskerler nedeniyle insan sağlığına tehdit oluşturmaktadır. SiAlON esaslı seramik kesici uçlar ise seri üretime uygun gaz basınçlı sinterleme tekniği ile üretilmekte olup bu yönüyle Al₂O₃-SiCw kesici uçlara karşı maliyet avantajı sağlamaktadırlar.

Si_3N_4 ve SiAlON seramiklerinin 1970'lerden itibaren en çok araştırılan ve geliştirilmeye çalışılan ileri teknoloji seramik malzemelerden biri olmasının temel nedeni bu malzemelerin sahip oldukları ısıl ve mekanik özellikler nedeniyle yüksek sıcaklık uygulamalarında kullanılma potansiyelleri ve bu uygulamalar için aday malzemeler olmalarıdır.

Si_3N_4 seramiklerinin bir üyesi olarak SiAlON seramikler, kesici uç uygulamalarında çok önemli bir rol oynamaktadır. SiAlON seramiklerinin, Si_3N_4 'ün üstün özelliklerine benzer özelliklere sahip olmalarının yanı sıra daha kolay üretilebilmekte ve kompozisyonlarında yapılabilen değişiklikler ve ısıl işlem ile farklı uygulamalar için daha fazla geliştirilebilme serbestliğine sahiptirler (Mandal, vd., 1997; Uludağ, 2010). SiAlON seramikler yüksek mukavemet, yüksek sertlik, yüksek kırılma tokluğu, yüksek kimyasal direnç ve aşınma direnci göstermektedirler. SiAlON seramiklerinin Si_3N_4 'e göre avantajları şu şekilde sıralanabilir (Kuşhan, 2006):

- Üretimdeki kolaylık (düşük sinterleme sıcaklığı vb.)
- Daha yüksek kimyasal direnç
- Daha yüksek oksidasyon direnci

Yukarıda bahsedilen üstün özellikleri sayesinde SiAlON esaslı seramik kesici uçlar, süper alaşımların yüksek hızlarda ve yüksek kesme hızlarında işlenmesinde potansiyel malzemeler haline gelmiştir (Ezugwu, vd., 1998; Anon., 1984; Tönshoff ve Bartsch, 1989; Baker, 1982; Ezugwu, 1986).

4. Si₃N₄ ve SiAlON SERAMİKLER

Silisyum Nitrür (Si₃N₄) ilk olarak 1859 yılında keşfedilmiş olmasına rağmen bu malzemenin kullanımı 1950'li yıllarda başlamıştır. Bu malzemeler sahip oldukları yüksek sertlik, aşınma direnci, yüksek termal şok ve oksidasyon dayanımı sayesinde metal malzeme işleme aletlerinde kesici uç ve aşındırıcı parça olarak ve piston başı, segman, buji ve turbo-şarj rotoru gibi otomobil motor parçalarında uygulama alanları bulmuşlardır (Riley, 1996; Ziegler, 1989). Si₃N₄'ün sahip olduğu kuvvetli kovalent bağ ve düşük difüzyon katsayısı özelliği bu malzemelerin tam yoğun bir şekilde üretilmesini zorlaştıran bir etkidir. Başlangıçta Si₃N₄ seramikleri sadece reaksiyon bağlamalı sinterleme tekniği ile üretilmekte ve tamamen yoğun malzeme elde edilememektedir. Yüksek yoğunluktaki malzemeler ilk kez 1960'lı yıllarda sıcak presleme (HP) yöntemiyle az miktarda sinterleme ilavesi kullanılarak üretilmiştir. Ancak bu teknik sadece basit parçaların üretimine imkân sağlamaktaydı. 1970'li yılların başında Si₃N₄'ün gaz tirbünü olarak kullanımına yönelik çalışmalara odaklanılmış ve karmaşık şekilli ve tamamen yoğun malzemelerin üretimini mümkün kılan basınçsız sinterleme ve gaz basınçlı sinterleme tekniği ile üretim gündeme gelmiştir. Bu teknikler ile Si₃N₄'ün sinterlenmesi üzerine devam eden çalışmalar sırasında, bazı oksitlerin (Al₂O₃ ve BeO) Si₃N₄ yapısı içinde çözüldüğü görülmüş ancak BeO zehirli olması nedeniyle çalışmalar Al₂O₃ üzerine yoğunlaşmıştır. Al₂O₃ ile yapılan katı çözeltiler sonrasında 1970'li yılların başında SiAlON seramikleri ortaya çıkmıştır (Jack ve Wilson, 1972).

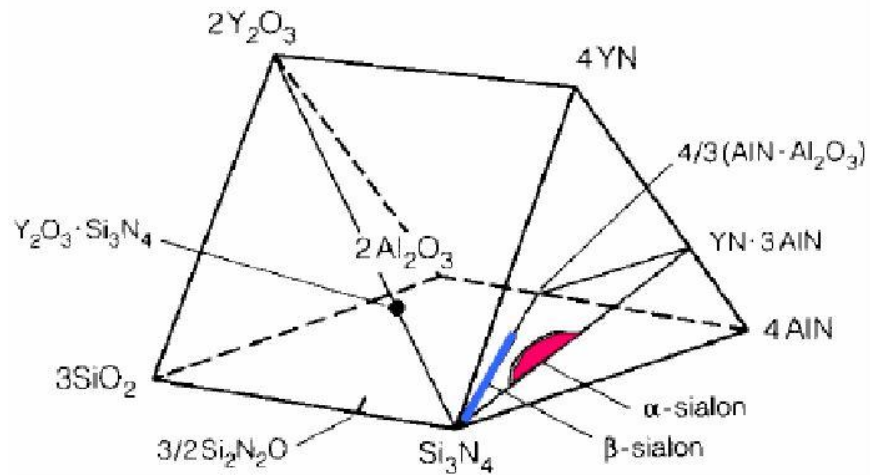
SiAlON seramikler, Si₃N₄ yapısında Si ve N ile O ve Al'nin kısmi yer değiştirmesi sonucu oluşmaktadır ve bu yer değiştirme sonucu ilk olarak β-SiAlON (Si_{6-z}Al_zO_zN_{8-z}) elde edilmiştir. β-SiAlON'un formülünde yer alan z, Al ve O'nun yer değiştirme miktarlarını (Si₃N₄ yapısı içinde çözünme miktarını) göstermektedir. z değeri 0 ile 4.2 arasında değişmektedir. Al ve O'nun Si₃N₄ mikroyapısına yerleşebilmesi Si-N ile Al-O bağ uzunlukları arasındaki benzerlikten kaynaklanmaktadır. β-Si₃N₄ yapısında Al, Si'nin yerine girer ve O'nun N'nin yerine girmesiyle yük dengesi sağlanır. Al-O ve Si-N bağ uzunlukları benzer olduğu için (0.175 ve 0.174 Å) yüksek çözünürlük mümkündür. Yer değiştirme sonrasında çok az kafes deformasyonu oluşur ve birim hücre boyutu çok az genişler.

1978 yılında Hampshire ve arkadaşları yeni bir tür SiAlON tipi olan α-SiAlON'u bulmuşlardır (Hampshire, vd., 1978). α-SiAlON'un genel formülü

$Me_{m/z}Si_{12-(m+n)}Al_{m+n}O_nN_{16-n}$ olup Me : Mg, Li, Ca, Y, ve Ce'den Lu'ya kadar diğer bütün nadir toprak elementlerinden bir tanesini, z bu elementin valans değerini, m (Si-N), m(Al-N) ile yer değişimi ve n(Si-N), n(Al-O) ile yer değişimi ifade etmektedir. α -SiAlON'da Si'nin yerine Al'nin girmesiyle oluşan yük dengesizliği birim hücrede iki tane arayer boşluğu olduğu için iki yolla sağlanabilir: birinci yol, β -SiAlON'daki gibi N'nin yerine O'nun girmesi, ikinci yol ise metal katyonlarının arayer boşluklarına girmesidir. Burada Me; Li, Na, Mg, Ca, Sr, Y ya da bir nadir toprak iyonu olabilir ki bu iyon yük dengesini sağlaması yanında α -SiAlON yapısını kararlı da kılmalıdır. Al-N bağ uzunluğu (0.187 Å), Si-N (0.174 Å) ve Al-O (0.175 Å) bağ uzunluğundan bir hayli farklı olması nedeniyle kafes distorsiyonuna sebep olur. Ancak metal katyonu arayer boşluklarına girdiğinde 3 Me(N-O)₃ bağlarını kuvvetlendirir ve güçlü Me(N-O)₂ bağlarını oluşturur ve böylece gerekli yapısal kararlılık sağlanır. Dolayısıyla birim hücre β -SiAlON yapısından daha fazla genişler (Çalış Açıkbaz, 2009).

SiAlON sistemine, diğer değişik katkılar (metal oksitler) katılarak üretim esnasında veya son özelliklerde bazı parametreleri kontrol etmek mümkün olmaktadır. SiAlON tek bir malzeme değil, değişik yapı ve özellikler gösteren bir malzeme grubunun genel adıdır. α -SiAlON yapısına sıvı fazdaki katyonları içine alabilmesi dolayısıyla tane sınır fazı miktarında azalma sağlaması nedeniyle yüksek sıcaklık özellikleri açısından büyük avantaj sağlamıştır. Bu iki polimorfik formdan β -SiAlON'un en önemli avantajı yüksek tokluk sağlaması ve kolay yoğunlaşma özelliğidir. α -SiAlON ise daha yüksek sertliğe sahip olması ve sinterleme ilavesinin yapıya girerek daha az miktarda tane sınır fazı oluşumuna olanak vermesi nedeniyle ön plana çıkmaktadır.

SiAlON seramikleri katı çözeltiler olduklarından ve Si₃N₄'e göre daha az tane sınır fazı içerdiklerinden dolayı daha yüksek sürünme, korozyon ve oksidasyon direncine sahiptirler. β -SiAlON, 1300°C'ye varan oksitlenme ve sürünme direnci ile güçlü bir mühendislik seramiğidir. α -SiAlON'un mükemmel bir sertliği olmakla birlikte β -SiAlON'a göre mukavemeti, tokluğu ve oksitlenme direnci daha kötüdür. İki fazın kombinasyonu ile mekanik özelliklerin optimum olduğu bir kombinasyon tam olarak belirlenebilir. α/β -SiAlON kompozisyonları termodinamik olarak dengede bulunabildiğinden (Şekil 4.1) her iki fazın kombinasyonu ile optimum mikroyapının ve mekanik özelliklerin elde edilebilmesi mümkündür (Mandal, vd., 2001).



Şekil 4.1. Me-Si-Al-O-N sistemi gösteren Jänecke Prizması.

Si_3N_4 ile kıyaslandığında geniş kompozisyon tasarımı olanağı ve daha kolay sinterleme ile avantajlara sahiptirler. Bu seramikler yüksek sertlik, yüksek kırılma tokluğu, yüksek mukavemet, yüksek kimyasal direnç ve yüksek aşınma direnci göstermektedirler (Çalış Açıkbaş, 2009).

Sinterleme ilavesi kullanılmaksızın Si_3N_4 'ün yoğunlaştırılması neredeyse olanaksızdır. Bu nedenle sıvı faz sinterlemesine gereksinim vardır. Si_3N_4 ve SiAlON gibi sıvı faz sinterlenmiş seramiklerin yüksek sıcaklık özelliklerini geliştirmeye yönelik yaklaşımlardan biri amorf tane sınır fazının kristalleştirilmesidir. Amorf tane sınır fazının kristalleştirilmesi kompozisyon tasarımına bağlı olarak sinterleme sonrasında yavaş soğuma ile meydana gelebileceği gibi daha sonra yapılan ısı işlem uygulamaları ile de gerçekleştirilebilir. Bundan dolayı Si_3N_4 ve SiAlON seramiklerinin yüksek sıcaklık özelliklerinin iyileştirilmesi açısından kompozisyon tasarımında ele alınması gereken en önemli konulardan biri sinterleme katkı malzemelerinin seçilmesidir. Katkı malzemesi iyi bir sıvı faz sinterleme sağlayacak şekilde ve aynı zamanda sinterleme sonrasında iyi refrakter özelliklere sahip fazların kristalleşmesini sağlayacak şekilde seçilmelidir. Tane sınırlarında daha iyi refrakter özelliklere sahip fazların oluşması ile daha iyi yüksek sıcaklık özelliklerine sahip SiAlON seramikleri elde edilebilecektir (Mandal ve Thompson, 1997).

Kesici ucun yüksek sıcaklık özelliklerini etkileyen parametrelerden bir diğeri yüksek sıcaklıklarda sahip oldukları mekanik özelliklerdir. Çizelge 4.1'de SiAlON esaslı seramik kesici uçların özelliklerinin diğer kesici uçların özellikleri ile

karşılaştırılması verilmiştir. Değerler incelendiğinde SiAlON kesici uçların eğilme dayanımı ve kırılma tokluğu değerlerinin alümina esaslı seramik kesici uçlara oranla biraz daha yüksek fakat tungsten karbür uçlara oranla daha düşük olduğu görülmektedir. Fakat bu şekilde ayrı ayrı incelendiğinde değerler yanıltıcı olmaktadır. Örneğin ısı iletkenlik katsayısı, çekme dayanımı, ısı genleşme katsayısı ve elastisite modülünün karşılıklı etkileşimi ile hesaplanan termal şok direnci $[(1-\nu)\sigma_f/\alpha.E]$ seramik kesici uçlar arasında en fazla öneme sahiptir. SiAlON kesici uçlar ile diğer kesici uçlar arasındaki en belirgin farklılıklardan bir tanesi SiAlON'ların daha düşük ısı genleşme katsayılarıdır. Bu elastisite modülü ile kombinasyon halindedir ve mükemmel termal şok direnci göstermelerine sebep olur. Yüksek termal şok direnci özelliği SiAlON kesici uçları yüksek ilerleme hızlarına ve aralıklı kesme işlemlerine elverişli malzeme olmasını sağlamaktadır (Aucote ve Foster, 1986).

Çizelge 4.1. SiAlON kesici uçların özelliklerinin diğer kesici uçların özellikleri ile karşılaştırılması (Aucote ve Foster, 1986).

	Kesici Uç		
	Alümina	SiAlON	Sinterlenmiş Karbür, ağı.%6Co
Isıl Genleşme Katsayısı ($10^{-6}/K$)	8.7	3.4	5.4
Elastisite Modülü (GPa)	400	300	630
Kıc ($MPa/m^{1/2}$)	3-5	4-7	10
Eğilme Dayanımı (MPa)	600	650	2100
Oda Sıcaklığındaki Sertlik Değeri (HV30)	1700	1400-1750	1750
800°C'deki Sıcak Sertlik Değeri (HV1)	800	850-1350	650

4.1. SiAlON-TiN Kompozitler

SiAlON seramiklerin sahip oldukları üstün yüksek sıcaklık, mekanik ve termal özelliklerinden dolayı kesici uç uygulamalarında geniş kullanım potansiyelleri vardır. SiAlON seramikler yüksek sertlik ve kırılma tokluğu ile özellikle son 30 yıldır kesici uç uygulama alanında yoğun bir şekilde kullanılmaktadırlar. SiAlON kesici uçlar gri dökme demir işlemede oldukça iyi performans sergilerlerken süper alaşım işlemede Al_2O_3 -SiCw kesici uç kadar uzun ömürlü değillerdir. Bunun sebebi süper alaşımların işlenmesinde karşılaşılan zorluklardır. Kesme işlemi sırasında yüksek mekanik ve termal gerilimlerin oluşmasından dolayı yüksek sıcaklıklara ulaşılmakta ve çıkılan bu yüksek sıcaklıklarda malzemenin aşınma direnci, mukavemet ve tokluk, kimyasal kararlılık vb. gibi mekanik ve kimyasal özelliklerini koruması gerekmektedir. SiAlON seramiklerinin işleme performanslarını ve mekanik özelliklerini iyileştirmek için SiAlON'lar SiC (Kodama, vd., 1990; Lee ve Hiraga, 1993; Lee, vd., 1994), ZrO_2 (Lange, vd., 1987; Kleebe, vd., 1994; Lee, vd., 1995) ve TiN (Nagoka, vd., 1992; Bellosi, vd., 1992; Hirai ve Hayashi, 1982; Lee, vd., 1993; Yasutomi, vd., 1991; Hillinger ve Hlavacek, 1995) gibi çeşitli takviye fazlarla güçlendirilmektedir. Bunlar arasında, Si_3N_4 matrisine TiN partiküllerinin optimum miktarı uygun bir şekilde dağıldığı zaman oluşan mikro çatlak mekanizmasından dolayı mekanik özellikleri iyileştirdiği için özellikle TiN'ün takviye fazı olarak kullanılmasının uygun ve elverişli olduğu bulunmuştur (Lee ve Kim, 1999). TiN takviye fazı olarak, yüksek ergime sıcaklığı (3223 K), mükemmel rijitlik (600 GPa), yüksek sertlik (3000 Hv), düşük sürtünme katsayısı (0.65), iyi kimyasal kararlılık gibi benzersiz özelliklere sahiptir (Liang, vd., 1997; Tian, vd., 2011; Duan, vd., 2005). Ayrıca TiN sahip olduğu düşük elektriksel direnç ($3.34 \times 10^{-7} m\Omega$) ve yüksek elektriksel iletkenlik ($4.6 \times 10^6 \Omega^{-1}$) özellikleri sayesinde Si_3N_4 'e ilave edilerek malzemenin elektriksel iletkenliği arttırılmakta ve elektro erozyon ile işleme (EDM) tekniğinin kullanılarak Si_3N_4 esaslı seramiklerin işlenmesini mümkün kılmaktadır (Ayas ve Kara, 2011).

5. KONUYLA İLGİLİ DAHA ÖNCE YAPILMIŞ ÇALIŞMALAR

5.1. Süper Alaşımların SiAlON Kesici Uçlarla İşlenmesi

Yüksek hızda işleme (HSM), havacılık/uzay sanayi, otomotiv ve kalıpcılık konularında CNC tezgahlarda parça işleyen firmalarda kullanılmaya başlanan yeni bir işleme yöntemidir. Son yıllarda ileri teknoloji seramik kesici uçların gelişmesiyle birlikte süper alaşımlar yüksek kesme hızlarında işlenebilmektedirler. Yüksek hızda işlemenin avantajları; daha yüksek verimlilik, daha düşük üretim maliyeti, yüksek malzeme kaldırma oranı, daha iyi yüzey eldesi olarak sıralanabilir. Bu işlem, az sayıda paso ile yavaş ve daha fazla talaş kaldırılarak yapılan kesme işlemi ile yer değiştirmeye başlamıştır. Yüksek hızda işleme teknolojisinde kaldırılan talaş miktarı, az olmasına rağmen genel ortalama parçanın işleme süresi % 30 daha az olmakta ve hatta bazı durumlarda polisaj işlemine bile gerek kalmadan CNC tezgahından çıkan parça, kullanıma hazır hale gelmektedir.

Süper alaşımlarının işlenmesinde kullanılacak kesici uç malzemesinin, yüksek hızlarda kesme sırasında açığa çıkan yüksek sıcaklıklarda, sertliğini ve kimyasal kararlılığını koruması gerekmektedir. Bu şartlar altında pek çok uç malzemesindeki taneler arasındaki bağ mukavemetleri zayıflamakta ve yüksek sıcaklık sertliklerinde azalma ve hızlı bir aşınmanın meydana geldiği görülmektedir.

Süper alaşımlar, düşük kesme hızlarında (30-50 m/dak.), daha ekonomik olan sinterlenmiş karbür takımlar ile işlenebilirken daha yüksek kesme hızlarında (150-250 m/dak.) daha pahalı olan visker takviyeli alüminyum oksit seramik uçlu takımlarla işlenebilmektedir. Ancak Al_2O_3 -SiCw kesici uçlar, seri üretime uygun olmayan sıcak presleme tekniği ile üretilmekte ve içerdiği SiC viskerler nedeniyle insan sağlığına tehdit oluşturmaktadır. SiAlON esaslı seramik kesici uçlar ise seri üretime uygun gaz basınçlı sinterleme tekniği ile üretilebilmekte olup bu yönüyle Al_2O_3 -SiCw kesici uçlara karşı maliyet avantajı sağlamaktadırlar.

Bhattacharyya, vd., (1983) ve North ve Baker, (1984) süper alaşımların işlenmesine yönelik SiAlON kesici uçların aşınma davranışı üzerine ayrı ayrı yaptıkları çalışmalar sonucunda, SiAlON uçların sinterlenmiş karbür uçlara kıyasla kesme hızlarında 10 kat ve bazı durumlarda 10 katıda aşın artışlar sağlanmıştır. Sinterlenmiş karbür uçlarda gözlemlenen bu düşük performansın nedeni de kesici uça oluşan yüksek sıcaklıklara karşı yetersiz olmasından kaynaklanmıştır.

Couldhury ve EI-Baradie, (1998) süper alaşım malzemesinin farklı kesici takımlar ile talaş kaldırması üzerine yaptıkları derleme çalışmasında takım aşınma şekillerini değerlendirmişlerdir. SiAlON ve Al₂O₃-SiCw kesici uçların kesme derinliğinde çentik aşınmasına karşı gösterdikleri direncin eşit olduğunu ve iki uçta da meydana gelen yanak aşınmasının difüzyon aşınma gibi kendini gösterdiğini, bunun da iş parçası ile takım malzemesinin kimyasal etkileşimi sonucu oluştuğunu bildirmişlerdir. 400 m/dak.'lık kesme hızının üzerindeki işlemlerde ya da yüksek ilerlemelerde TiC kaplı seramik uçlu takımların, süper alaşım malzemesi için en uygun kesici uç olduğunu, ancak orta kesme hızlarında ve düşük ilerlemelerde (100-400 m/dak.) visker takviyeli alümina seramik uçlu takımların, kaplamasız karbür takımlara göre daha iyi performans ve takım ömrü gösterdiklerini belirtmişlerdir.

Brandt, vd., (1990) süper alaşımlar işlenirken seramik kesici uçlarda meydana gelen aşınmada kesme hızının etkisinin incelenmesi üzerine bir çalışma gerçekleştirmişler ve onlarda Couldhury ve EI-Baradie'nin, (1998) çalışmasında olduğu gibi SiAlON ve Al₂O₃-SiCw uçların aşınma performanslarının eşit olduğunu bildirmişlerdir.

Casto, vd., (1999), süper alaşımların işlenmesinde kullanılan bazı ticari seramik kesici uçların işleme performanslarını ve aşınma mekanizmalarını geleneksel karbür esaslı kesici uçlarla karşılaştırmışlardır. Al₂O₃-ZrO₂ uçların çentik aşınmasına karşı çok duyarlı olduğu gözlemlenmiş fakat SiAlON ve Al₂O₃-SiCw uçların bir miktar kimyasal aşınma meydana gelmesine rağmen Al₂O₃-ZrO₂ uçlara kıyasla biraz daha iyi performans gösterdiklerini bildirmişlerdir.

Aucote ve Foster, (1986) Incoloy 901 isimli nikel esaslı süper alaşımı SiAlON kesici uçlarla işleyerek, işleme testleri boyunca aşınma ölçümleri almışlar ve α-SiAlON miktarının aşınma direnci ve takım ömründe etkili bir parametre olduğunu, α-SiAlON miktarı arttıkça takım ömrü ve yanak aşınma direncinin arttığını tespit etmişlerdir.

Mandal, vd., (2003) yeni bir α/β-SiAlON seramik üreterek, üretmiş oldukları malzemeyi, dökme demir ve süper alaşımların frezeleme ve tornalama operasyonlarında işlenmesini test ederek, ürettikleri malzemenin performansını bazı ticari seramik kesici uçlarla karşılaştırmışlardır. Çalışma sonrasında α/β-SiAlON seramiğin düşük hızlarda ticari Al₂O₃-SiCw uçlardan daha iyi performans sağladığını ancak yüksek hızlarda malzemenin durumunun kötüleştiğini, eğer kesici uca honlama işlemi uygulanırsa ve de

farklı mikroyapılarda (farklı miktarlarda camı faz, α ve β -SiAlON ve kompozisyon ile) α/β -SiAlON üreterek, özellikle yüksek kesme hızlarında ticari Al_2O_3 -SiCw uçların performansına yaklaşabileceğini belirtmişlerdir. Ayrıca Al_2O_3 -SiCw uçların üretiminin zor olduğunu bu yüzden fiyatlarının yüksek olduğunu ve yapıya ilave edilen SiC viskerler nedeniyle insan sağlığı açısından tehdit oluşturduğunu bildirerek, α/β -SiAlON seramiklerin süper alaşım işlemede potansiyel bir malzeme olabileceğini belirtmişlerdir.

Ingelström ve Ekström, (1986) SiAlON malzemelerinin nikel esaslı süper alaşımların işlenmesindeki kesme performansını inceleyerek SiAlON'ların alümina esaslı seramiklerle karşılaştırıldığında tokluk davranışının çok iyi olduğunu ancak aşınma davranışının alümina esaslı seramiklerden daha düşük olduğunu bildirmişlerdir.

SiAlON kesici uçların süper alaşımlar ile işlenmesine yönelik literatürde yapılan çalışmalar incelendiğinde, ağırlıklı olarak SiAlON malzemelerin aşınma davranışı üzerine çalışmalar yapılmıştır.

5.2. TiN İlavesinin SiAlON Seramiklerinin Özelliklerine Etkisi

SiAlON kesici uçlar düşük kesme hızlarında olumlu sonuçlar verirken, yüksek kesme hızlarında çıkılan yüksek sıcaklıklardan dolayı kesici uç performansı düştüğü için malzeme yapısına çeşitli takviye fazları ilave ederek kesici uç performansını arttırmaya yönelik çalışmalarda bulunmuşlardır. TiN, sahip olduğu yüksek ergime sıcaklığı, mükemmel rijitlik, yüksek sertlik, düşük sürtünme katsayısı, iyi kimyasal kararlılık gibi özellikleri ile araştırmacıların dikkatini çekmiştir. Ayrıca TiN sahip olduğu düşük elektriksel direnç ve yüksek elektriksel iletkenlik özelliği sayesinde Si_3N_4 'e takviye fazı olarak ilave edilmesi ile malzemenin elektriksel iletkenliği artırılarak, küçük ve karmaşık geometrili parçaların düşük maliyette ve etkili bir şekilde işlenmesini sağlayan elektro erozyon ile işleme (EDM) tekniğinin kullanımını mümkün kılmaktadır. Araştırmacılar TiN katkılı Si_3N_4 esaslı seramik kompozitlerde TiN ilavesinin, elektriksel özellik (Zivkovic, vd., 2002; Liu ve Huang, 2000; Zivkovic, vd., 2004; Hillinger ve Hlavacek, 1993;) mikroyapı (Zheng, vd., 2007; Schmid, 2005; Wanbao, vd., 2004; Liang, vd., 1997; Duan, vd., 2005) mekanik özellik (Lee, vd., 2001; Gao, vd., 2004), yoğunlaşma davranışı (Boskovic, vd., 1999), oksidasyon davranışı (Beaume, vd., 2002), termal şok davranışı (Tian, vd., 2011) ve yüksek sıcaklık kararlılığı (Duan, vd., 2002) üzerine etkisi ile ilgili çalışmalarda bulunmuşlardır.

SiAlON esaslı seramik malzemelere de TiN ilavesi yapılarak malzeme performansını arttırmaya yönelik çalışmalar yapılmıştır.

Extröm ve Olsson, (1994) ağırlıkça %0 ile %30 arasında değişen TiN ilavesi ile 1650°C ve 1750°C sinterleme sıcaklığında tamamen yoğun β -SiAlON-TiN kompozitleri üreterek TiN miktarının malzemenin mekanik özellikler üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Ağırlıkça %15 TiN ilavesine kadar sertlikte tam olarak bir değişim gözlemlenmemiş (1650°C'de: HV10~17.5 GPa, 1750°C'de: HV10~17 GPa), fakat daha yüksek TiN ilavesinde sertliğin yaklaşık 16 GPa değerine kadar düşmüştür. %15 TiN ilavesiyle birlikte kırılma tokluğu değerinin 3 MPam^{1/2} değeri yaklaşık 4 MPam^{1/2} değerine kadar yükselmiştir. Kırılma tokluğu değerindeki bu yükselişin sebebinin, TiN ile β -SiAlON arasındaki ısıl genleşme farkından kaynaklanabileceğini, bu farktan dolayı oluşan gerilimin mikroçatlakları harekete geçirmesi ile kırılma tokluğunda artış sağlandığını belirtmişlerdir.

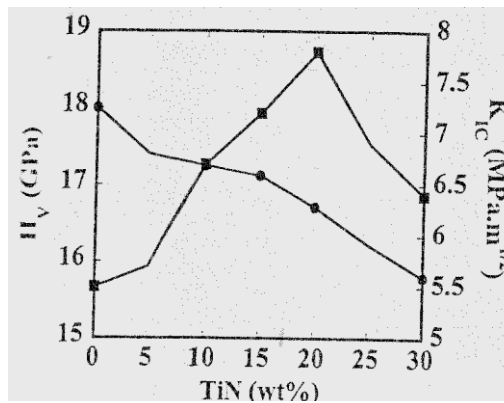
Xu, vd., (1998) hacimce %10 TiN ilavesiyle üretmiş oldukları α -SiAlON kompozit seramiklerin mikroyapı ve mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Yoğun mikroçatlakların genelde daha iri büyüklükteki TiN tanelerinin etrafında meydana geldiğini ve α -SiAlON ile TiN arasındaki yüksek ısıl genleşme farkından dolayı da malzemenin sertlik ve dayanımına negatif etkide bulunduğunu bildirmişlerdir. Yüksek performansta α -SiAlON-TiN kompozit malzemesi elde etmek için başlangıç tozlarının kontrolü ile daha ince mikroyapı elde etmek ve α -SiAlON ile TiN arasındaki yüksek ısıl genleşme farkını düşürmek için daha düşük sinterleme sıcaklığında malzemeyi sinterlemek gerektiğini belirtmişlerdir.

Yine Xu, vd., (2006) yaptıkları diğer bir çalışmada TiN katkılı α -SiAlON (~ağ.%70) ve β -SiAlON (~ağ.%30) seramikleri basınçsız sinterleme tekniğiyle üreterek malzemenin sertlik, kırılma tokluğu ve eğilme dayanımını incelemişler, ilave edilen TiN miktarını çalışmalarında belirtmemişlerdir. TiN ilavesinin, malzemenin eğilme dayanımı ve kırılma tokluğu değerini önemli derecede arttırdığını, elde ettikleri malzemenin mikrosertlik, eğilme dayanımı ve kırılma tokluğu değerlerinin sırasıyla 14.22 GPa, 651 MPa, 5.09 MPam^{1/2} olduğunu bildirmişlerdir.

Vleugels ve Biest, (1999) ikincil sert faz olarak hacimce % 30 oranında TiB₂, TiN, TiCN ve TiC ilavesi yaparak başlangıç kompozisyonları verilen SiAlON-X (ağ. % 18.72 Si₃N₄, ağ. % 58.88 Al₂O₃, ağ. % 22.40 SiO₂) ve yüksek Al₂O₃ miktarlı

SiAlON-A (ağ. % 22.73 Si₃N₄, ağ. % 77.27 Al₂O₃) seramiklerinin elastik modülü, sertliği, eğilme dayanımı ve kırılma tokluğu gibi mekanik özelliklerini karşılaştırmışlardır. Sıvı faz sinterleme sırasında ilave edilen TiC'ün Si₃N₄'ün azotu ile reaksiyona girerek TiC_{1-x}N_x oluşumu meydana geldiğini ve TiC'lü kompozisyonların tamamında çatlak gözlendiğini belirtmişlerdir. Yüksek Al₂O₃ miktarından dolayı SiAlON-A'nın SiAlON-X'ten daha yüksek sertliğe sahip olduğunu bildirmişlerdir. TiB₂, TiN ve TiCN ilavesinin SiAlON A'nın eğilme dayanımına herhangi bir etkisinin olmadığını ve SiAlON A-TiB₂ ve SiAlON A-TiN malzemelerinin tokluğunun diğerlerine oranla daha yüksek olduğunu söylemişlerdir. SiAlON-X fazına TiN ve TiCN ilavesinin, malzemenin sertliğini az miktarda arttırdığını fakat TiB₂ ilavesinin sertliğe daha az etki ettiğini, SiAlON X-TiN ve SiAlON X-TiCN malzemelerinin daha yüksek dayanıma sahip olduğunu, TiB₂, TiN ve TiCN ilavelerinin tokluğu yüksek oranda arttırdığını ve de TiB₂'ün kimyasal kararlılığının TiN ve TiC_{1-x}N_x oranla daha düşük olduğunu belirtmişlerdir.

Ayas, vd (2004), yaptıkları çalışmada gaz basınçlı sinterleme tekniği ile üretilmiş α - β SiAlON kompozitlerine TiN ve TiCN ilavesinin, mikroyapı ve mekanik özelliklere etkisini incelemişlerdir. Ağırlıkça % 0'dan % 30'a kadar değişen TiN ve % 0'dan % 10'a kadar değişen TiCN ilave etmişlerdir. Çalışma sonucunda Si₃N₄ ile TiN'ün olumlu uyumluluğundan dolayı TiN ilavesinin TiCN ilavesinden daha etkili olduğunu bildirmişlerdir. TiN ilavesiyle birlikte malzemenin sertlik ve tokluğunda meydana gelen değişim Şekil 5.1'de gösterilmiştir.



Şekil 5.1. α - β SiAlON-TiN kompozitlerin sertlik ve kırılma tokluğu (Ayas, vd., (2004).

Şekilde de görüldüğü gibi TiN ilavesi ile birlikte sertliğin giderek azaldığını ve TiN miktarı % 20'ye ulaştığında kırılma tokluğunun en yüksek değere ulaştığını bildirmişlerdir.

Özet olarak TiN sahip olduğu yüksek mekanik ve kimyasal özelliği ile malzeme performansını oldukça arttırmakta ve kesici uç uygulamalarında kesici uçtan istenen yüksek performansın sağlanması için ikincil takviye fazı olarak kullanımının uygun ve elverişli olduğu görülmektedir.

5.3. Katı Çözünürlük (z) Değerinin SiAlON Seramiklerinin Özelliklerine Etkisi

Genel olarak bilinen, malzemelerin yüksek sıcaklık sertliği ve mukavemetinin işleme sırasında kesici ucun deformasyonuna neden olduğu ve aşındırıcı sert karbürlerin (örneğin; MC, M23C6) nikel esaslı alaşımların mikroyapılarında bulunması kesici uçta aşınma ve kırılmalara neden olduğudur.

SiAlON seramiklerin malzeme performansını arttırmaya yönelik yapılan çalışmaların bir kısmında SiAlON'un katı çözünürlük (z) değeri ile ilgili olmuştur. Yüksek z değerli SiAlON seramikler Al_2O_3 esaslı seramikler (daha iyi kimyasal direnç) ile benzer özellik gösterirken, düşük z değerli SiAlON seramikler (daha iyi mekanik özellik) β - Si_3N_4 seramiklere benzer özellik göstermektedirler.

Lumby, vd., (1976) tek faz β -SiAlON seramiklerinin üretimi ile ilgili çalışma yapmışlar ve z değeri 1.7'nin altında iken yüksek kırılma modülü ve sürünme dayanımına sahip olduğunu, z değerinin artışıyla birlikte ($3.3 > z > 1.7$) kırılma modülü ve sürünme dayanımının düştüğünü fakat korozyon direncinin arttığını bildirmişlerdir.

Brandt, G., (1999) ısı dirençli alaşımların yüksek hızda işlenmesi için β -SiAlON seramikleri üretmişler ve ısı dirençli alaşımlar işlendiği zaman saf β -SiAlON'un z değerinin kesme performansı açısından çok kritik olduğunu tespit etmişlerdir. Yaptıkları çalışmada z değerinin artışıyla birlikte ($0.25 < z < 1.95$) maksimum yanak aşınmasının düştüğünü fakat yüksek z değerlerinde ($1.95 > z > 0.7$) aşınma direncindeki düşüşün daha az belirgin olduğunu gözlemlemişlerdir. Buna ilave olarak z değeri 1.0'den düşük olduğu durumda aşınma direnci ve yüksek kesme hızı kabiliyetinin önemli derecede düştüğünü, z değeri 1.5'ten yüksek olduğu durumda da termal şok direncinin ciddi derecede etkilenecek düştüğünü çalışmalarında belirtmişlerdir.

Pettersson, vd., (2002) β -SiAlON seramiklerinin termal şok özelliklerini incelemişler ve z değeri 0.6 olan ve hacimce %20 oranında camsı faz içeren β -SiAlON malzemesinin en iyi termal şok direncine sahip olduğunu ve malzemenin termal şok direncinin mikroyapıya çok bağımlı olduğunu, uzamış β -SiAlON tanelerinin termal şok

direncini önemli ölçüde iyileştirdiğini, buna bağlı olarak uzamış β -SiAlON tanelerinin kırılma tokluğunu iyileştirdiğini belirterek termal şok direnci ve kırılma tokluğu arasında bir ilişki olduğunu bildirmişlerdir. Termal şok direnci iyi olan bir malzemenin eldesi için kırılma tokluğu değerinin $4 \text{ MPam}^{1/2}$ üzerinde olması gerektiğini rapor ederek yaptıkları deneylerden kritik kırılma tokluğu değerinin $4 \text{ MPam}^{1/2}$ olduğunu belirterek bu değer üzerinde kırılma tokluğu değerlerinde en güvenilir ve iyi termal şok direncinin elde edilebileceğini bildirmişlerdir.

Hayama, vd., (1997) z değerinin bir fonksiyonu olarak 0 ile 4.0 arasında değişen z değerine sahip β -SiAlON seramiklerinin mikroyapı ve mekanik özelliklerini incelemişler ve 0.5 ile 1.0 arasında değişen z değerlerinde eğilme dayanımının maksimum değerine (600 MPa) ulaşıldığını, z değeri 0.5 iken de kırılma tokluğunun maksimum değerinde olduğunu ($4.1 \text{ MPam}^{1/2}$) ve z değerinin 0.5'ten 4.0'a kadar artışı ile elastiklik modülünün 300 GPa'dan 200 GPa değerine düştüğünü belirtmişlerdir. Daha da önemlisi $\text{Y}_3\text{Si}_3\text{N}_4\text{O}_3$ kristaline ait küçük piklerin sadece z değeri 0'da iken gözlemlendiğini saptamışlardır.

Basu, vd., (2009) SiAlON seramiklerinin mikroyapı-mekanik ve aşınma direnci ilişkisini incelemişler ve incelenen SiAlON seramiklerinin z değeri ile (0.1 ile 0.6 arasında değişen) aşınma oranı arasında ters orantı olduğunu belirtmişlerdir. Si ile Al ve O ile N arasındaki değişimin yükselmesi ile aşınma direncinin yükseldiğini gözlemlemişlerdir.

Mehrotra, vd., (1994) yüksek sıcaklık alaşımlarının yüksek hızda işlenmesinde önemli derecede yüksek aşınma direnci ve tokluğa sahip SiAlON malzeme geliştirdiklerini bildirerek, malzemenin z değerinin artışı ile birlikte ($0.1 < z < 3$) aşınma direncinin arttığını ve kırılma tokluğunun $z=0.1$ değerinde $7.0 \text{ MPam}^{1/2}$ değerinden $z=3.0$ değerinde yaklaşık $4.0 \text{ MPam}^{1/2}$ değerine sürekli bir şekilde düşüş gösterdiğini tespit etmişlerdir. Ayrıca geliştirdikleri yüksek z değerli ($z=2.0$) malzemenin kırılma tokluğu değeri düşük olmasına rağmen ($z=2.0$ için yaklaşık $5.0 \text{ MPam}^{1/2}$) yaptıkları işleme testlerinde şaşırtıcı şekilde herhangi bir kırılma problemi ile karşılaşmadıklarını belirterek bu durumun malzemenin termal şok direncinden dolayı kaynaklandığı yorumunda bulunmuşlardır.

Ganesh, vd., (2008) farklı z değerlerine sahip ($z=1, 1.5, 2, 2.5, 3, 3.5$ ve 4) yoğun β -SiAlON malzemesini üretmişler ve z değerinin artışıyla birlikte malzemenin

sertliğinin düştüğünü ($1317 \rightarrow 1278 \text{ kg/mm}^2$) ve kırılma tokluğunun arttığını ($3.30 \rightarrow 4.34 \text{ MPam}^{1/2}$) belirtmişlerdir.

Yeckley ve North, (1986) kesici uç olarak kullanılması için α/β -SiAlON malzemesi geliştirilmesi ile ilgili yaptıkları çalışmada, malzemenin z değerinin 0.38 ile 1.5 arasında olması durumunda basınçsız sinterleme gerçekleştirilse bile yüksek sertliğe sahip uygun malzeme eldesinin sağlanabildiğini ve z değerinin 0.38'in altına düştüğü durumda malzemenin basınçsız sinterlemeyle üretiminin güçleşmeye başladığını ve z değerinin 1.5'in üzerinde olması durumunda malzemenin dayanımının kötüleştiğini bildirmişlerdir.

Yi, vd., (2010) farklı z değerlerine sahip ($z = 1, 2$ ve 3) yoğun β -SiAlON malzemesi üretmişler ve gerçekleştirdikleri mikroyapı karakterizasyonu ve mekanik özellik ölçümleri sonucunda z değerinin artışıyla birlikte sertliğin düştüğünü ($z=1: 17.6 \text{ GPa} \rightarrow z=2: 16.2 \text{ GPa} \rightarrow z=3: 14.7 \text{ GPa}$) ve sertlikteki bu düşüşün tane boyutunun artışına katkıda bulunduğunu rapor etmişlerdir. z değerinin artışıyla sertlikte meydana gelen azalmayı iki farklı yaklaşımda bulunarak açıklamışlardır. Birinci yaklaşımda; Si-N bağının yerini Al-O bağı almaya başladığı zaman, Al-N ve Si-O bağlarının da eşzamanlı olarak oluşacağını, farklı elementler arasındaki bağ enerjisinin malzemenin sertlik ve dayanımına etkisi olduğunu bildirmişlerdir. Bağ uzunluğunun düşmesiyle birlikte bağ enerjisinin yükseleceğini ve kovalent bağın iyonik bağdan daha yüksek bağ enerjisine sahip olduğunu belirterek Al-O ve Si-N yerdeğiştirmesi arttıkça yani z değerinin artmasıyla birlikte a ve c latis parametrelerinin genişlediğini ve buna bağlı olarak da bağ enerjisinin zayıfladığını bildirmişlerdir. İkinci yaklaşımda ise, seramik malzemelerin çoğunun iyonik ve kovalent bağı birarada blunduran karışık bağ yapısına sahip olduğunu belirterek elementlerin elektronegatiflik farkına göre Si-N bağının kovalent bağ oranının Al-O, Al-N ve Si-O bağlarının kovalent bağ oranından daha yüksek olduğunu ve buna bağlı olarak z değerinin artışıyla birlikte bağ enerjisinin zayıflayacağını rapor etmişlerdir.

Ramesh ve Pomeroy, (1993) farklı z değerlerinde ($z=0.2, 0.5, 1.0, 2.0$ ve 3.0) SiAlON-SiC kompozitleri üreterek oda sıcaklığındaki kırılma tokluğu, sertlik ve yoğunluktaki değişimi incelemişlerdir. %97'nin üzerindeki yoğunluk değerlerine sadece z değeri 0.5'in üzerinde olduğu durumlarda eriştiklerini ve z değerinin artışıyla birlikte tokluğun düştüğünü fakat sertlikte etkili bir değişim gözlemediklerini

belirtmişlerdir. Ayrıca SiC ilavesinin de tokluk üzerine görünür bir etkisinin olmadığını, $z < 1$ iken baskın fazın yttrium silikat, $z > 1$ iken ise baskın fazın müllit olduğunu bildirmişlerdir.

Dong, vd., (1996) sıcak izostatik presleme yöntemiyle SiC- β -SiAlON kompozitleri ($z = 0.5, 1.0, 1.5$ ve 2.0) üretmişler ve malzemelerin sertlik ve eğilme dayanımı değerlerini incelemişlerdir. İnceleme sonucunda z değerinin artışıyla birlikte ($z = 0.5 \rightarrow 2.0$) sıcak izostatik preslenmiş malzemelerin yığınsal yoğunluk değerlerinin arttığını ve z değeri düşükken ($z = 0.5$ ve 1.0) mikroyapının gözenekli bir yapıya sahip olduğunu belirtmişlerdir. z değeri arttıkça hacimce %20 SiC ilaveli β -SiAlON ile hacimce % 30 SiC ilaveli β -SiAlON'un her ikisinin de eğilme dayanımı ve sertlik değerinin arttığını ve $z = 1.5$ değerinde her ikisinin de maksimum sertlik değerlerine (%20 SiC ilaveli β -SiAlON için sertlik değeri 1978(HV10), %30SiC ilaveli β -SiAlON için sertlik değeri 1930(HV10)) ulaştığını bildirmişlerdir.

Mukerji ve Prakash, (1998) üretmiş oldukları SiAlON malzemelerin ($z = 0.5, 1.0$ ve 2.0) aşınma davranışını incelemişler ve $z = 0.5$ ve 1.0 değerli malzemelerde aşınma oranlarının birbirine çok yakın olduğunu ancak $z = 2.0$ değerli SiAlON malzemedeki ise aşınma oranının hemen hemen iki kat fazla olduğunu belirtmişlerdir.

Satoh, vd., (2001) z değeri $0.5, 1.3$ ve 2.0 olan SiAlON malzemeleri elde etmişler ve Si₃N₄'deki kristal yapı ve katı çözelti elementinin sulu ortamdaki tribolojik özelliklere etkisini incelemişlerdir. Çalışma sonucunda z değerinin artışı ile sürtünme katsayısının da artış gösterdiğini, kırılma dayanımı, sertlik ve kırılma tokluğunun ise düştüğünü tespit etmişlerdir.

Mandal, vd., (2003) süper alaşımların işleme performansına z değerinin etkisi üzerine yaptıkları çalışmada düşük z değerli (0.25) $50\alpha:50\beta$ SiAlON malzemenin yüksek tokluğa sahip olduğunu ancak işleme esnasında meydana gelen kimyasal aşınmadan dolayı takım ömrünün düşük olduğunu dile getirmişlerdir. Geliştirdikleri yüksek z değerli (1.1) malzemenin ise yüksek kimyasal direncinden dolayı daha iyi performans sağladığını bildirmişlerdir.

Literatürde yapılan çalışmalar z değerinin SiAlON seramiklerin mekanik ve kimyasal özellikleri üzerinde çok etkili bir parametre olduğunu göstermiştir. z değerindeki değişim SiAlON'ların mekanik dayanım, termal şok direnci ve kimyasal aşınma direncini önemli derecede etkilemektedir. Bu yüzden z değeri malzemenin

mekanik ve kimyasal özellikleri üzerinde önemli bir rol oynamaktadır. SiAlON'ların kompozisyon, mikroyapı, sinterleme ilaveleri ve tanelerarası faz kimyası (amorf veya kristal) gibi malzeme özellikleri arasındaki ilişkiler üzerine yapılan araştırmalarda büyük ilerlemeler kaydedilmesine rağmen, z değeri ve tane sınır fazı kimyası arasındaki ilişki tam olarak açıklanamamıştır. Yüksek kimyasal ve aşınma dirençli SiAlON malzemelerin üretilebilmesi için bu ilişkinin açıklanması gerekmektedir. Ayrıca z değeri ile birlikte tane sınır fazı kimyasının malzemenin özellikle kimyasal direnci üzerine önemli etkisi bulunmaktadır. SiAlON malzeme amorf tane sınır fazına sahip olduğu durumda, malzemenin yüksek sıcaklık özellikleri ve kimyasal direnci kötüleşmektedir. Kimyasal aşınma direncinin daha da iyileştirilmesi için yüksek z değeri ve kristal tane sınır fazına ihtiyaç duyulmaktadır.

6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

6.1. Kullanılan Tozlar ve Spesifikasyonları

Yapılan çalışmada kullanılan başlangıç Si_3N_4 tozunun spesifikasyonları ve kompozisyon hazırlamada kullanılan diğer tozların özellikleri sırasıyla Çizelge 6.1 ve 6.2'de verilmektedir. Çalışmada reaktivitesi yüksek diimide metoduyla üretilen UBE $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ tozu (UBE-SN E-10, UBE Industries Ltd., Tokyo, Japonya, d_{50} : $0,55\pm 0,1\mu\text{m}$) kullanılmıştır.

Çizelge 6.1. Çalışmada kullanılan UBE Si_3N_4 tozunun spesifik özellikleri.

Bileşim	Ağırlıkça %
$\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$	98
$\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$	2
O	<1.4
C	<0.2
Fe	<100ppm
Ca	<10ppm
Al	<50ppm
Cl	<100ppm

Çizelge 6.2. Kullanılan tozlar ve özellikleri.

Malzeme	Ticari İsim	Kompozisyon (Ağ.%)
Al_2O_3	Alcoa (A16SG) Pittsburgh, Amerika	0.08 Na_2O 0.03 SiO_2 0.03 CaO
AlN	H Type, Tokuyama Corp., Japonya	1.6 O
Sm_2O_3	Stanford Materials Corp., Amerika	99.9 saf
CaCO_3	Reidel-de Haen, Almanya	99.75 saf
Y_2O_3	H.C. Starck Berlin, Almanya	99.9 Y_2O_3
Er_2O_3	Treibacher, Austria	99.99 Er_2O_3
Yb_2O_3	Treibacher, Austria	99.99 Yb_2O_3
TiN	H.C. Starck Berlin, Almanya	99 saf

6.2. Kompozisyon Tasarımı

Katyon sistemi olarak Y_2O_3 - Sm_2O_3 - CaO , Er_2O_3 - Sm_2O_3 - CaO , Yb_2O_3 - Sm_2O_3 - CaO sistemleri ile çalışılmıştır. Katyon türlerinin katı çözünürlük (z) değeri ve tane sınır fazı kristalizasyonuna etkisini gözlemek için oksit sıvısının oluşum sıcaklığını azaltan ve sinterleme esnasındaki sıvı faz miktarını arttıran Y_2O_3 , azotça zengin ve sürünme dayanımı iyi olan kristal melilit fazı ($Er_2Si_{3-x}Al_xO_{3+x}N_{4-x}$) yapıcı Er_2O_3 ve oksijence zengin ve oksidasyon dayanımı iyi olan kristal silikat fazı ($Yb_2Si_2O_7$) oluşumunu sağlayan Yb_2O_3 , sinterleme ilavesi olarak seçilmiştir (Mandal, vd., 2002; Çalış Açıkbay, vd., 2007; Çalış Açıkbay, vd., 2012). Kullanılan sinterleme ilave türleri farklı ötektik sıcaklığı oluşumuna ve sinterleme sıcaklığına kadar farklı sıcaklıklarda değişik kompozisyonlarda katı çözeltili oluşumuna sebep olduklarından dopant sistemine bağlı olarak mikroyapıdaki değişimi gözlemek mümkün olacaktır.

İlk aşama olarak, ilave edilen TiN'ün mikroyapı ve yoğunlaşma davranışı üzerine etkilerini incelemek için TiN ilaveli ve ilavesiz kompozisyonlar hazırlanmıştır. Daha sonra dopant türlerinin z değeri-tane sınır fazı kristalizasyonuna etkisini gözlemek için üç farklı katyon sistemi ile z değeri 0.6 olan, %75 β -SiAlON-%25 α -SiAlON fazlarını içeren kompozisyonlar ile çalışılmıştır. Kodlamalar yapılırken dopant sistemi, z değeri ve tane sınır fazı miktarı referans alınmıştır. Örneğin YZ6 olarak kodlanan malzeme, dopant ilavesi olarak Y_2O_3 içerdiği ve z değeri 0.6 olarak tasarlandığı için YZ6 olarak kodlanmış, benzer şekilde dopant ilavesi olarak Er_2O_3 kullanılan kompozisyon EZ6 olarak, Yb_2O_3 kullanılan kompozisyon ise YbZ6 olarak kodlanmıştır. Her üç kompozisyon tasarımında toplamda 0.02 mol sinterleme ilavesi kullanılmıştır. Kompozisyon hesaplamaları yapılırken oksit dışı tozların (Si_3N_4 ve AlN) yüzeyinde bulunan oksit tabakalar da göz önünde bulundurulmuştur.

İkinci aşama olarak tane sınır fazı miktarının z değeri-tane sınır fazı kristalizasyonuna etkisini gözlemek için farklı dopant sistemindeki kompozisyonların sıvı faz miktarı ağırlık %18 ve %42 oranında azaltılmıştır. Y_2O_3 dopant sistemi için; sıvı faz miktarı azaltılmamış kompozisyona YZ6, ağırlık %18 tane sınır fazı azaltılmış kompozisyona YZ6T18, ağırlık %42 tane sınır fazı azaltılmış kompozisyona YZ6T42 kodları verilmiştir. Benzer kodlamalar Er ve Yb dopant sistemleri içinde yapılmıştır. Her üç dopant sisteminde de ağırlık %18 ve %42 tane sınır fazı azaltılmış

kompozisyonlar sırasıyla toplam 0.017 mol ve 0.012 mol sinterleme ilavesi içermektedir.

6.3. Toz Hazırlama

Laboratuar ölçekli toz üretimi için tasarlanan kompozisyonlar sulu ortamda hidroliz olan oksit dışı malzemeler içermesi sebebiyle yaş sistemde isopropil alkol kullanılarak Fritsch firmasına ait Pulverisette 5 model aksenal değirmende 300 dev/dak dönme hızıyla 1.5 saat karıştırılmıştır.

Hazırlanan çamur içerisindeki alkol Heidolph firmasına ait Laborota 4001 efficient model döner kurutucuda 60°C’de uzaklaştırılmıştır. Daha sonra SiAlON tozları Fritsch firmasına ait Analysette 3 model titreşimli elek düzeneğinde 150 µm’lik elekten elenerek şekillendirmeye hazır hale getirilmiştir.

6.4. Şekillendirme

Laboratuar ölçeğinde hazırlanan tozlar (2.2 gr) Carver marka el presi kullanılarak 25 MPa basınç altında tek eksenli preslendikten sonra, Stansted Fluid Power firmasına ait FPG2568/2569 kodlu soğuk izostatik presle (CIP) 300 MPa basınç altında preslenerek tabletlerin homojen ve yüksek yaş yoğunluğa ulaşması sağlanmıştır.

6.5. Sinterleme Çalışmaları

Elde edilen numunelerin üzerine bor nitrür katı yağlayıcı sprey sıkılarak, bor nitrür pota içerisinde KCE marka FPW 100/150–2200–25 tipi, grafit ısıtıcı elemanlı, gaz basınçlı sinterleme (GPS) fırınında farklı dopant sistemlerine ($Y_2O_3-Sm_2O_3-CaO$, $Er_2O_3-Sm_2O_3-CaO$, $Yb_2O_3-Sm_2O_3-CaO$), farklı tane sınır fazlarına (ağ.%18 ve %42 azaltılmış) göre tasarlanmış kompozisyonlar 1790°C’de 1 saat 5 bar azot gaz basıncı altında ön sinterleme işlemine tabi tutulmuş ve 1890°C’de 1,5 saat 22 bar azot gaz basıncı altında sinterleme işlemleri gerçekleştirilmiştir.

6.6. Yoğunluk Ölçümü

Sinterlenen numunelerin kuru ağırlıkları (W1) alınıp, gözeneklerin içinde kalan havanın uzaklaştırılması için yaklaşık 4 saat kaynatıldıktan sonra, askıdaki ağırlıkları

(W2) Arşimet prensibine göre ölçülmüş, sonrasında sıvı sızdırılmış haldeki ağırlıkları (W3) ölçülerek aşağıdaki denkleme göre yığmsal yoğunluk hesaplamaları yapılmıştır (ρ_{su} : suyun özkütlesi).

$$Yığmsal\ Yoğunluk = \frac{W_1}{W_3 - W_2} \times \rho_{su} \quad (E.6.1)$$

6.7. Faz Analizi

Panalytical Empyrean model X-ışınları cihazı yardımıyla CuK_{α} ışınması kullanılarak faz analizi yapılmıştır. Ortalama $\alpha:\beta$ SiAlON faz miktarları, α -SiAlON için (102) ve (210) düzlemlerinden elde edilen yansıma pik şiddetleri ve β -SiAlON için (101) ve (210) düzlemlerinden elde edilen şiddetler kullanılarak aşağıdaki formül yardımıyla hesaplanmıştır:

$$\frac{I_{\beta}}{I_{\beta} + I_{\alpha}} = \frac{1}{1 + K \left[\left(\frac{1}{w_{\beta}} \right) - 1 \right]} \quad (E.6.2)$$

Bu formülde I_{α} ve I_{β} , α ve β -SiAlON için gözlenen şiddet değerlerini, w_{β} , β -SiAlON ağırlık kesrini, K oran sabitini [0,518: $\beta(101)$ - $\alpha(102)$ ve 0,544: $\beta(210)$ - $\alpha(210)$] ifade eder.

β -Si_{6-z}Al_zO_zN_{8-z}'un z (katı çözünürlük) değeri z_a ve z_c değerlerinin ortalaması alınarak hesaplanmıştır.

$$z_a = \frac{a - 7.6044}{0.031} \quad (E.6.3)$$

$$z_c = \frac{c - 2.9075}{0.026} \quad (E.6.4)$$

Bu eşitliklerde a ve c, β -SiAlON'un hesaplanan birim hücre boyutlarını ifade eder. Hesaplamalarda β -Si₃N₄'ün a ve c boyutları (a=7.6044 ve c=2.9075) referans olarak alınmıştır.

6.8. Mikroyapı Karakterizasyonu

Sinterlenmiş numuneler, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile mikroyapısal analiz için arakesitleri parlatılmıştır. Parlatma işleminde ilk aşama numunelerin sıcak kalıplama tekniği kullanılarak bakalit malzeme ile kalıba alınmasıdır. Asıl parlatma işlemi Struers marka otomatik parlatma cihazıyla gerçekleştirilmiştir. Yüzeyi parlatılmış numuneler için analiz öncesinde iletken olmayan seramik malzemenin yüzeyi iletkenliği sağlamak ve dolayısıyla elektronların yüzeye şarj olmasını engellemek için iletkenliği yüksek olan altın-paladyum alaşımı ile vakum ortamında kaplanmıştır. Mikroyapısal analizler Zeiss Supra 50 VP marka taramalı elektron mikroskobu ile geri yansıyan elektron görüntüleri alınmıştır.

6.9. Sertlik ve Kırılma Tokluğu Ölçümü

Kesit yüzeyleri parlatılmış olan numunelerin sertlikleri Vickers indentasyon sertlik ölçme yöntemi kullanılarak belirlenmiştir. Bu yöntemle göre numune yüzeyine 10 kg yük 10 sn süreyle uygulanarak kırılma tokluğu değerlerine ulaşılmıştır. Her bir numuneden 5'er adet ölçüm alınmıştır. Ölçümler sonucunda elde edilen izlerin ve oluşan çatlakların boyutları E.6.5 ve E.6.6 formülleri kullanılarak malzemelerin Vickers sertlik değeri ile Palmqvist eşitliği kullanılarak kırılma tokluğu değerleri hesaplanmıştır.

$$HV = \frac{0,47 \times F}{a^2} \quad (E.6.5)$$

$$K_{IC} = 0,018 * HV * a^{0,5} * (E/HV)^{0,4} * (c/a - 1)^{-0,5} \quad (c/a < 3.5 \text{ ve } l/a < 2.5 \text{ için}) \quad (E.6.6)$$

F : uygulanan yük (kg)

E : elastiklik modülü (GPa)

a : izin köşegen uzunluğunun yarısı (μm)

c : çatlak uzunluğu (μm)

7. SONUÇLAR

7.1. TiN İlavesinin Yoğunlaşma ve Faz Gelişimine Etkisi

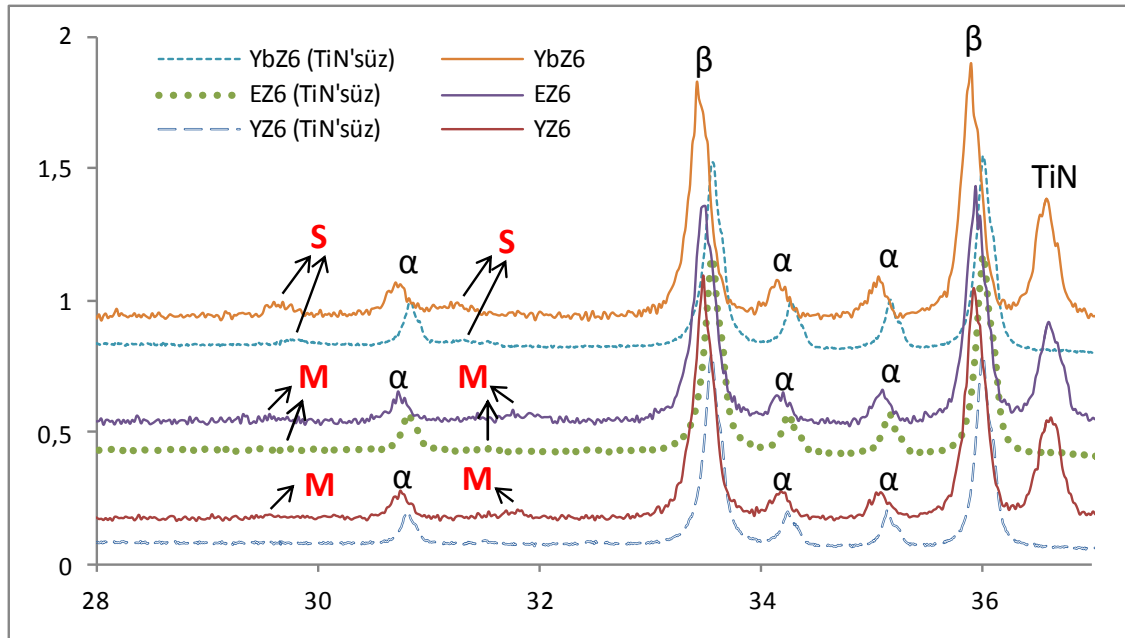
TiN ilavesinin yoğunlaşma ve faz gelişimine etkisini gözlemlemek amacıyla katı çözünürlük (z) değeri 0.6'ya göre tasarlanmış olan ağırlık %17 TiN ilaveli ve TiN ilavesiz Y:Sm:Ca, Yb:Sm:Ca, Er:Sm:Ca katyon sistemlerine sahip malzemelerin sinterleme davranışı Çizelge 7.1'de verilmiştir.

Çizelge 7.1. 1890°C'de, 22 bar basınç altında 2 saat sinterlenen ağırlık %17 TiN ilaveli ve ilavesiz kompozisyonların sinterleme davranışı.

	YZ6 (TiN'süz)	YZ6	EZ6 (TiN'süz)	EZ6	YbZ6 (TiN'süz)	YbZ6
Y.Y (g/cm ³)	3.2445	3.4813	3.3586	3.5812	3.3765	3.5743
%A.P.	0.04	0.09	0.03	0.13	0.01	0.24
%A.K.	1,44	1.37	1,18	1.33	1,65	1.86
β':α' oranları	83 β ':17 α '	81 β ':19 α '	79 β ':21 α '	81 β ':19 α '	75 β ':25 α '	78 β ':22 α '
Tsf. Türü	Amorf	Çok az Melilit	Melilit	Melilit	Silikat	Silikat
z değeri	0.64	0.68	0.65	0.66	0.66	0.93

TiN ilavesi ile α : β oranlarında etkili bir değişim gözlenmemiştir. Malzemelerin sahip olduğu α : β oranları birbirine yakın değerlerdedir. TiN'ün yoğunluk değeri (5.43 g/cm³) SiAlON malzemelerin yoğunluk değerlerinden yüksek olduğu için, TiN ilavesi ile her üç katyon sistemindeki malzemelerin yığınsal yoğunluk değerlerinde artış sağlanmıştır. % açık porozite ve ağırlık kaybı oranlarında TiN ilavesi ile nispeten artış gözlenmiştir. TiN tanelerinin yüzeyinde bulunan oksijen tabakası sıvı faz oluşumunu arttırmakta ve oluşan sıvı fazın buharlaşmasının % ağırlık kaybı ve açık porozite oranlarında artışa neden olduğu düşünülmektedir. Y³⁺ ve Er³⁺ katyon ilaveli sistemlerde benzer z değerleri elde edilirken, Yb³⁺ katyon ilaveli sistemde Al³⁺ çözünürlüğü daha fazla olduğu için YbZ6 kodlu numunede tasarlanan değerden daha yüksek z değeri elde

edilmiştir. Malzemelerden elde edilen XRD paterni Şekil 7.1’de verilmiştir. SiAlON’un tane sınır fazı kristalizasyonu malzemenin kimyasal aşınma özelliğinde çok etkili bir parametredir. İşleme esnasında çıkılan yüksek sıcaklıklarda kesici ucun reaksiyon vermemesini Kristal tane sınır fazı eldesiyle malzemenin kimyasal aşınma direnci artırılarak malzeme ömrünü arttırmak mümkün olmaktadır. Y:Sm:Ca katyon sisteminde TiN ilavesiyle birlikte çok az miktarda kristal melilit ($Er_2Si_{3-x}Al_xO_3$) tane sınır fazının oluştuğu gözlenmiştir. Yb:Sm:Ca ve Er:Sm:Ca katyon sistemlerinde TiN ilavesiyle birlikte malzemenin yine kristal tane sınır fazına (Yb:Sm:Ca sisteminde silikat fazı ($Yb_2Si_2O_7$), Er:Sm:Ca sisteminde melilit fazı ($Er_2Si_{3-x}Al_xO_3$)) sahip olduğu görülmektedir.



Şekil 7.1. 1890°C’de, 22 bar basınç altında 2 saat sinterlenen YZ6 (TiN’süz), YZ6, EZ6 (TiN’süz), EZ6, YbZ6 (TiN’süz), YbZ6 malzemelerine ait XRD paterni (β : β -SiAlON, α : α -SiAlON, S:Silikat, M:Melilit).

7.2. Katı Çözünürlük (z) Değeri-Tane Sınır Fazı Kristalizasyonu İlişkisi

7.2.1. Sinterleme İlavesi Türünün Katı Çözünürlük (z) Değeri ve Tane Sınır Fazı Kristalizasyonuna Etkisi

Sinterleme ilave türlerinin z değeri-tane sınır fazı kristalizasyonuna etkisini gözlemek amacıyla, farklı dopant sistemleri kullanılarak yeni sıvı faz kompozisyonları elde edilmiştir. Çalışmada $25\alpha':75\beta'$ faz oranında %17 TiN ilaveli Y:Sm:Ca, Yb:Sm:Ca, Er:Sm:Ca katyon sistemleri ile çalışılmıştır. Hazırlanan kompozisyonlar 1790°C 'de 1 saat 5 bar azot gaz basıncı altında ön sinterleme işlemine tabi tutulmuş ve 1890°C 'de 2 saat 22 bar azot gaz basıncı altında sinterlenmiştir. Sinterleme çalışması neticesinde elde edilen sonuçlar Çizelge 7.2' de verilmektedir.

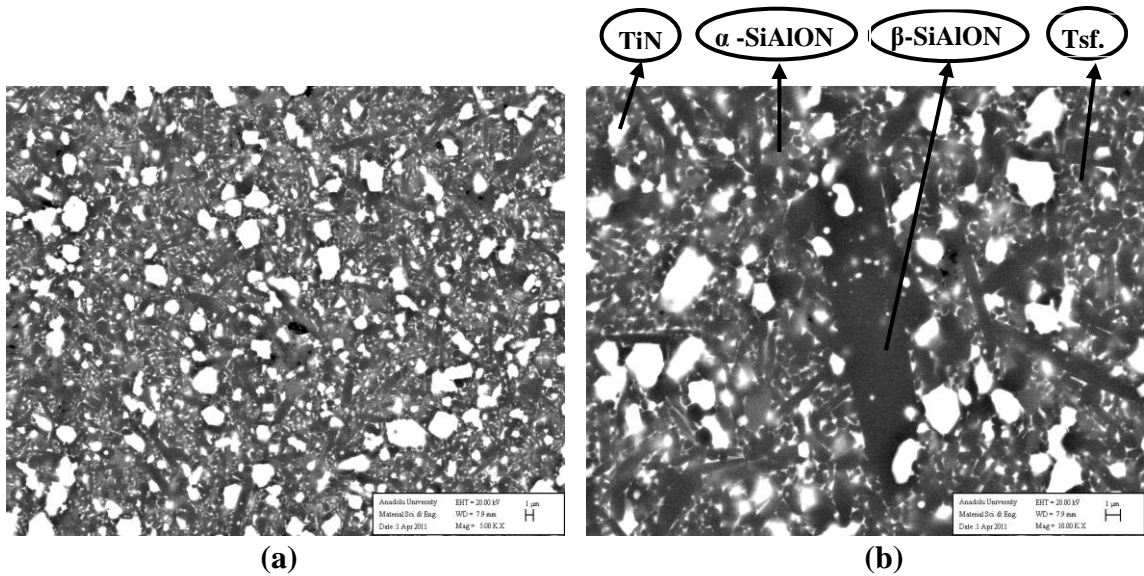
Çizelge 7.2. Dopant sisteminin yoğunlaşma ve faz gelişimi üzerine etkisi.

	YZ6	EZ6	YbZ6
Y.Y (g/cm^3)	3.4813	3.5812	3.5743
%A.P.	0.09	0.13	0.24
%A.K.	1.37	1.33	1.86
$\beta':\alpha'$ oranları	$81\beta':19\alpha'$	$81\beta':19\alpha'$	$78\beta':22\alpha'$
Tsf. türü	Çok az Melilit	Melilit	Silikat
z değeri	0.68	0.66	0.93

*Tsf.: Tane Sınır Fazı

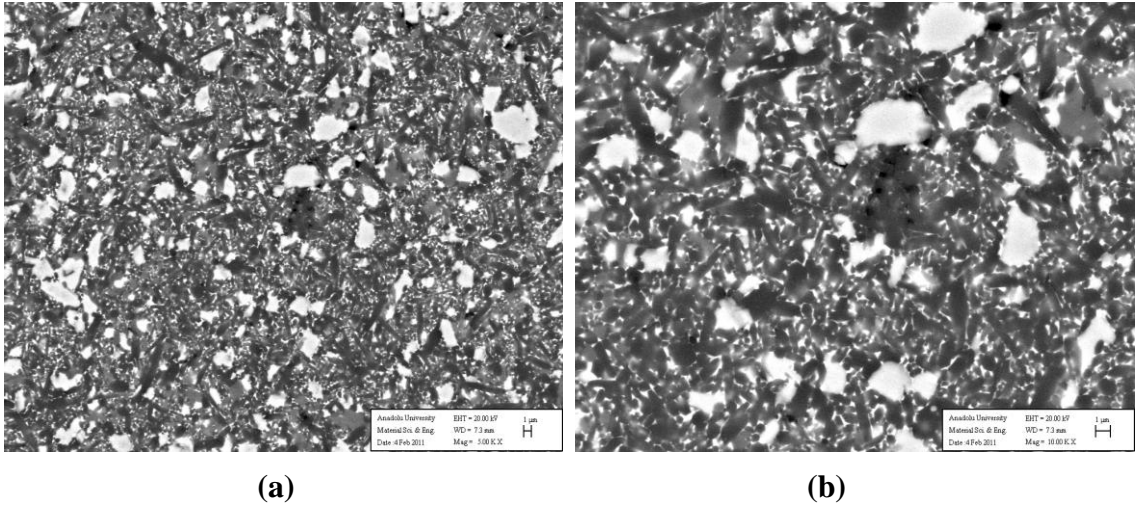
Çizelge 7.2'de elde edilen sonuçlar incelendiğinde Y^{3+} , Yb^{3+} ve Er^{3+} dopant sistemlerinde benzer $\alpha:\beta$ SiAlON faz oranlarına ulaşılmıştır. Ancak Yb^{3+} (0.868 Å), Er^{3+} (0.88 Å) ve Y^{3+} (0.89 Å) katyonlarına göre daha düşük iyon boyutuna sahip olduğundan, α -SiAlON yapısını daha fazla kararlı kılmış ve nispeten daha fazla α -SiAlON faz gelişimini sağlamıştır. Yb_2O_3 'ün buhar basıncı diğer sinterleme ilavelerine göre daha yüksek olduğundan daha kolay buharlaştığı için YbZ6 kodlu malzemede en yüksek ağırlık kaybı ve açık porozite değerleri elde edilmiştir. EZ6 ve YZ6 kodlu malzemelerin ağırlık kayıpları benzerdir. Ağırlık kaybının yüksek oluşu daha düşük sinterleme sıcaklığında yoğun malzeme eldesi sağlanabileceğini göstermektedir. Arşimed prensibiyle elde edilen sonuçları karşılaştırmak amacıyla

mikroyapı görüntüleri incelenmiştir (Şekil 7.2, 7.3 ve 7.4). Şekil 7.2’de YZ6 malzemesinin BSE-SEM görüntüsü verilmiş ve ayrıntılı mikroyapı incelemeleri yapılmıştır. Şekil 7.2.(b)’de mikroyapıdaki açık gri renkte eş eksenli görünen bölgeler α -SiAlON tanelerini, koyu gri olan ve daha iğnemsî yapıdaki bölgeler ise β -SiAlON tanelerini göstermektedir. Beyaz görünen bölgeler TiN tanelerini ve taneler arasında kıyaslamalı olarak çok daha küçük ve beyaz renkli görülen bölgeler ise tane sınır fazını belirtmektedir. TiN tanelerinin çapı 0.5 ile 1.5 μm arasında değişmektedir. Ortalama 0.3-0.5 μm çapında eşeksenli α -SiAlON taneleri ve 8-10 μm uzunluğunda iğnemsî β -SiAlON taneleri yapıda yer almaktadır. Ayrıca bazı bölgelerde aspekt oranı düşük olan (~ 5) iri β -SiAlON taneleri de yapıda gözlenmiştir.



Şekil 7.2. 1890°C’de, 22 bar basınç altında 2 saat sinterlenen YZ6 malzemesine ait temsili BSE-SEM görüntüleri.

EZ6 malzemesinin mikroyapı incelemeleri sonrasında ortalama 3-5 μm uzunluğunda iğnemsî β -SiAlON ve eşeksenli 0.5-1 μm çapında α -SiAlON tane gelişimi elde edilmiştir (Şekil 7.3). YZ6 malzemesine kıyasla α -SiAlON tanelerinin daha iri, β -SiAlON tanelerinin de daha yüksek aspekt oranına (6-8) sahip olduğu ve EZ6 malzemesinin YZ6 malzemesine göre daha fazla tane sınır fazı içerdiği gözlemlenmektedir (Şekil 7.3).

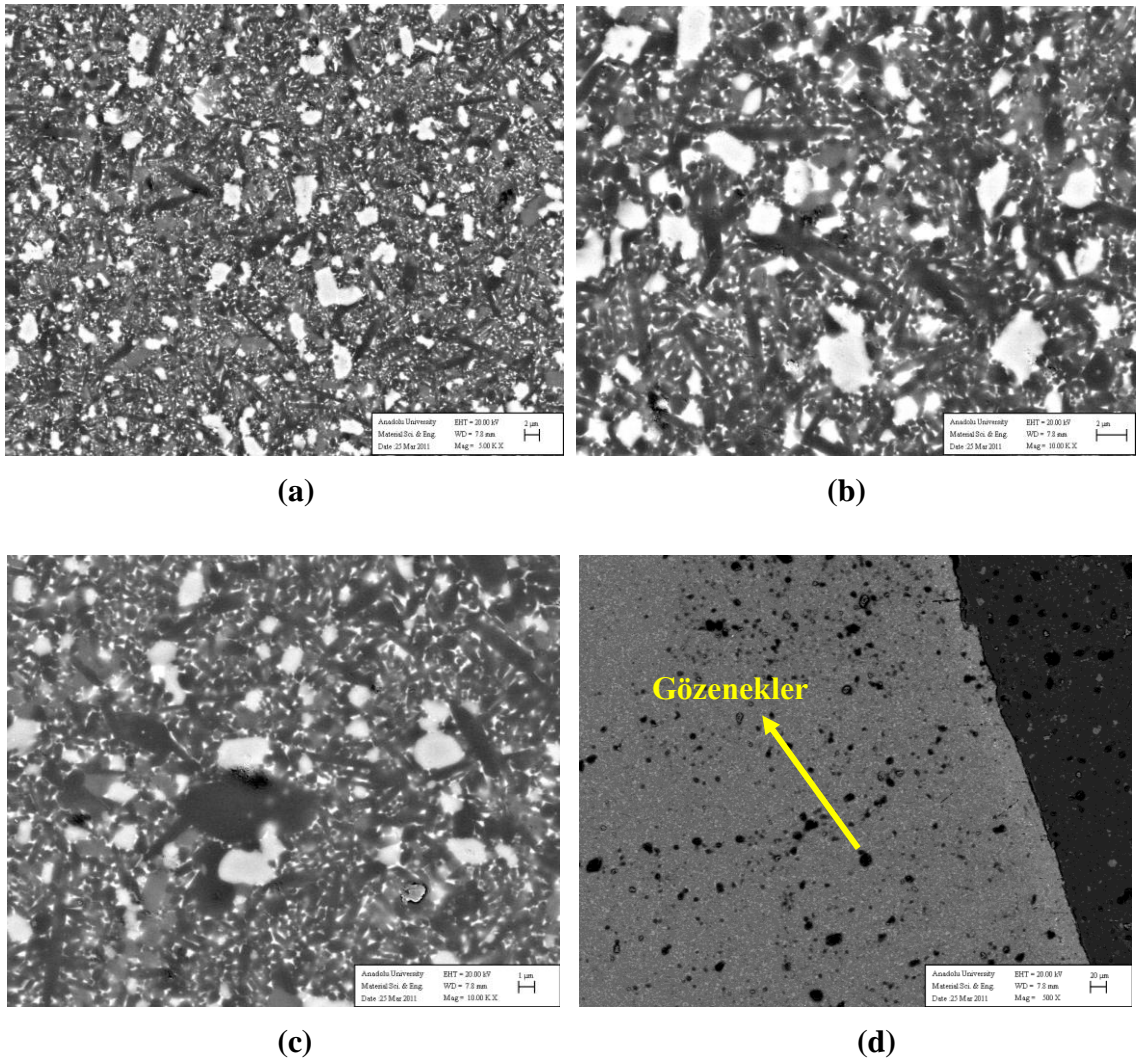


Şekil 7.3. 1890°C’de, 22 bar basınç altında 2 saat sinterlenen EZ6 malzemesine ait temsili BSE-SEM görüntüleri.

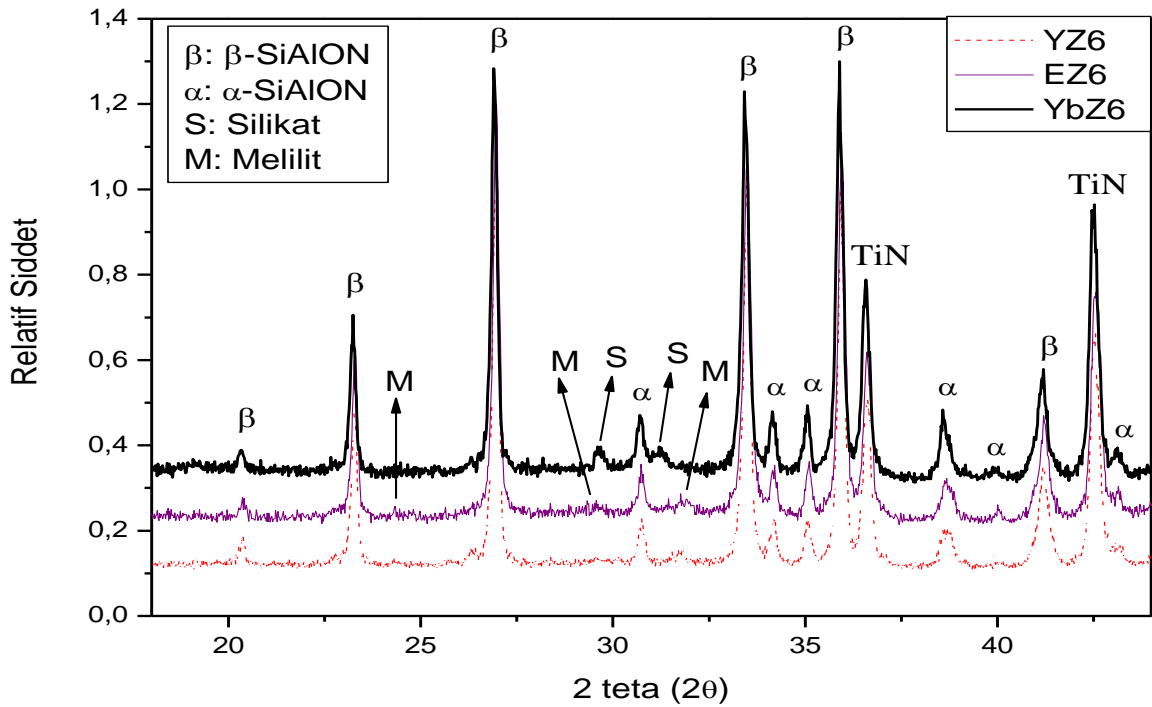
YbZ6 kodlu malzeme için elde edilen mikroyapılar (Şekil 7.4) incelendiğinde numunenin dış yüzeyine yakın bölgelerde kaba gözeneklerin oluşumu tespit edilmiştir (Şekil 7.4.d). Yb_2O_3 dopantı, yüksek buhar basıncı nedeniyle kolay buharlaşmaktadır. 2 saat sinterleme süresi uzun geldiğinden yüzeye yakın bölgelerden tane sınır fazları buharlaşarak kaba gözeneklerin oluşumu gerçekleşmiştir. Numunenin iç bölgelerinin ise yoğun olduğu gözlenmiştir. Yb_2O_3 dopantı diğer dopantlara (Er_2O_3 , Y_2O_3) göre yüksek buhar basıncı nedeniyle kolay buharlaşma-yoğuşma sayesinde sinterlemeyi kolaylaştırıp daha kısa sürede ve düşük sıcaklıklarda yoğun malzeme eldesini sağlayabilmektedir. Ortalama 6-8 μm uzunluğunda iğnemsiz β -SiAlON ve eşeksenli 0.5-1 μm çapında α -SiAlON tane gelişimi elde edilmiştir. YbZ6 ve EZ6 malzemeleri benzer mikroyapılara sahiptirler. YbZ6 malzemesinde de EZ6 malzemesinde olduğu gibi α -SiAlON tanelerinin daha iri, β -SiAlON tanelerinin de daha yüksek aspekt oranına (~6-8) sahip olduğu ve YZ6 malzemesine göre daha fazla tane sınır fazı içerdiği gözlemlenmektedir.

Sinterleme sonrası yapılan XRD çekimleri sonucu faz gelişimi incelendiğinde, YZ6 kodlu malzemede çok az kristal melilit tane sınır fazı saptanmıştır (Şekil 7.5). EZ6 kodlu malzemede melilit kristal fazı ($Er_2Si_{3-x}Al_xO_{3+x}N_{4-x}$) oluşumu ve YbZ6 kodlu malzemede de silikat kristal fazı ($Yb_2Si_2O_7$) oluşumu gözlenmiştir. İşleme operasyonu esnasında kesici uç yüksek sıcaklıklara maruz kaldığından malzemelerin yüksek sıcaklıktaki sertlikleri önem kazanmakta ve bu özellik özellikle tane sınır fazı kimyası ile kontrol edilmektedir. Kristal tane sınır fazına sahip malzemelerin yüksek sıcaklık

dayanımları daha iyi olmaktadır. Dopant sistemine bağlı olarak katı çözünürlük değerlerini incelediğimizde Y^{3+} ve Er^{3+} dopant sistemlerinde benzer z değerleri (0.66 ve 0.68) elde edilirken Yb^{3+} katyonu kullanıldığında z değerinin, başlangıçta tasarlanandan daha yüksek olduğu görülmüştür. Yb^{3+} ilaveli SiAlON kompozisyonunda, Al^{3+} içermeyen silikat fazının oluşumuyla Al^{3+} katyonunun β -SiAlON yapısına girmesiyle z değerinin arttığı düşünülmektedir (z : 0.93).



Şekil 7.4. 1890°C’de, 22 bar basınç altında 2 saat sinterlenen YbZ6 malzemesine ait temsili SEM görüntüleri.



Şekil 7.5. 1890°C’de, 22 bar basınç altında 2 saat sinterlenen YZ6, EZ6 ve YbZ6 malzemelerine ait XRD paterni.

7.2.2. Sinterleme İlavesi Miktarının Katı Çözünürlük (z) Değeri ve Tane Sınır Fazı Kristalizasyonuna Etkisi

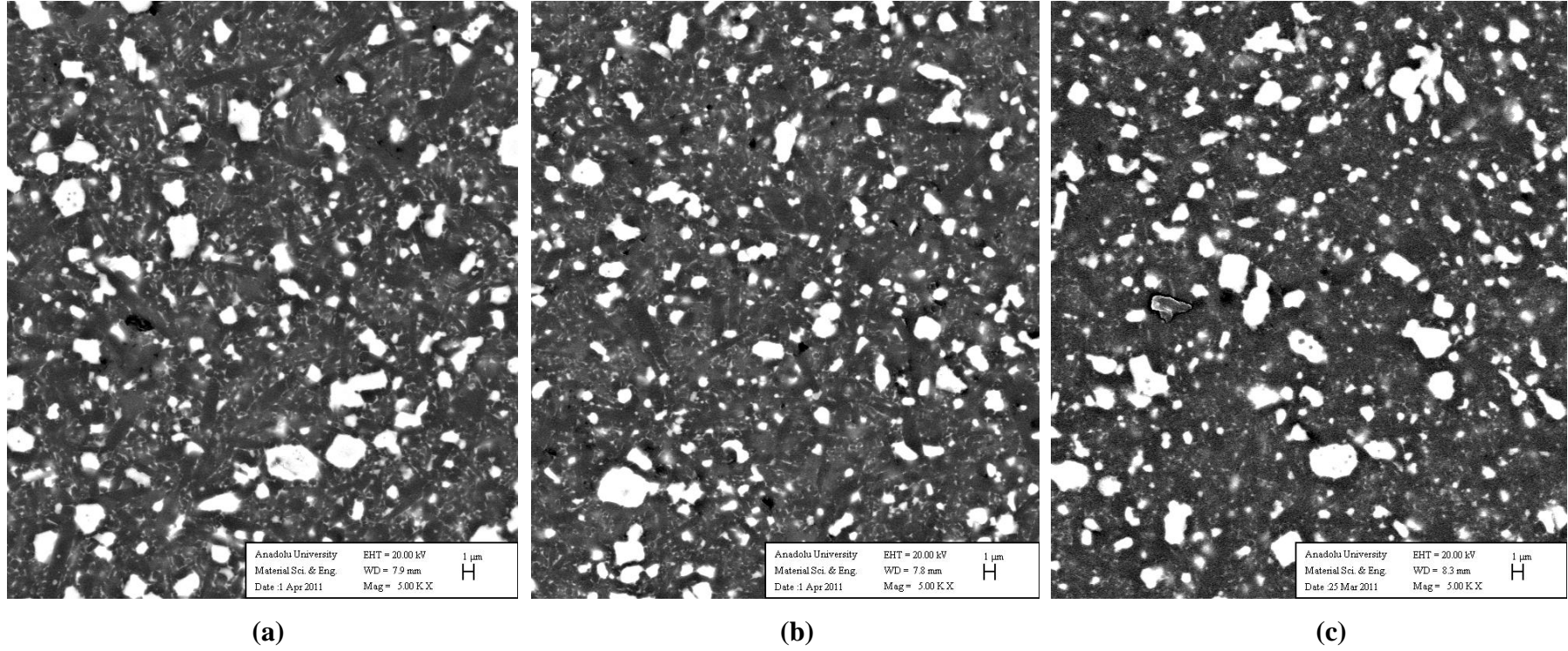
Sinterleme ilavesi miktarının z değeri-tane sınır fazı kristalizasyonuna etkisini gözlemek amacıyla tane sınır fazı miktarı %18 ve %42 oranında azaltılarak yeni sıvı faz kompozisyonları elde edilmiştir. Tane sınır fazının azaltılmasının daha refrakter malzeme gelişimi sağlamak için sıvı faz miktarı azaltılmıştır. Amaç tamamen yoğun ve yüksek sıcaklık özelliği iyi malzeme üretmek için optimum miktarda sıvı faz kullanımınıdır. Kompozisyonlar 25α':75β' faz oranında Y:Sm:Ca, Er:Sm:Ca, Yb:Sm:Ca kation sisteminde tasarlanmıştır. Hazırlanan kompozisyonlar 1790°C’de 1 saat 5 bar azot gaz basıncı altında ön sinterleme işlemine tabi tutulmuş ve 1890°C’de 2 saat 22 bar azot gaz basıncı altında sinterlenmiştir. Çalışma neticesinde elde edilen sonuçlar Çizelge 7.3, 7.4 ve 7.5’ te verilmektedir.

Çizelge 7.3'de YZ6 malzemesinin sinterleme davranışına ait sonuçlar incelendiğinde, tane sınır fazı miktarı azaldıkça yapıdaki α -SiAlON miktarının giderek azaldığı ($19\alpha \rightarrow 9\alpha$) gözlenmiştir. Tane sınır fazı azaldıkça α -SiAlON yapısını kararlı kılan katyonlar azaldığı için yapıdaki α -SiAlON miktarı azalmaktadır. Tane sınır fazı miktarı azaldıkça sinterleme davranışı kötüleştiğinden açık porozite miktarları da artmıştır ($0.09 \rightarrow \sim 0.25$). Ağırlık kaybı oranları neredeyse benzerdir. Tüm kompozisyonlarda amorf tane sınır fazı elde edilmiştir. Tane sınır fazı miktarı azaldıkça yapıdaki katı çözünürlük (z) değerinin arttığı gözlemlenmektedir ($0.68 \rightarrow 0.93$).

Çizelge 7.3. Farklı tane sınır fazı miktarlarına sahip YZ6 malzemesinin sinterleme davranışı.

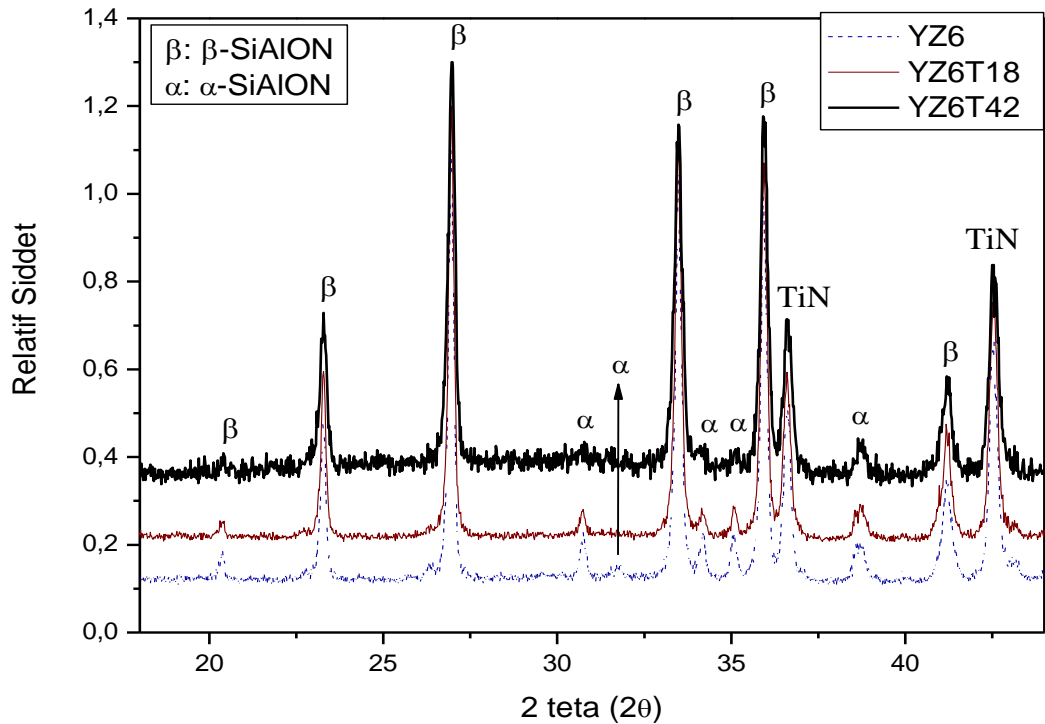
	YZ6	YZ6T18	YZ6T42
Y.Y (g/cm ³)	3.4813	3.4702	3.4533
%A.P.	0.09	0.12	0.25
%A.K.	1.37	1.24	1.34
β':α' oranları	81 β' :19 α'	89 β' :11 α'	91 β' :9 α'
Tsf. Türü	Çok az Melilit	Amorf	Amorf
z değeri	0.68	0.75	0.93

Şekil 7.6'da YZ6 kodlu malzemeye ait sinterleme sonrası mikroyapı görüntüleri verilmiştir. Mikroyapılar incelendiğinde yaklaşık 2-5 μm boyutunda iğnemi β -SiAlON taneleri, 0.5-3 μm çapında TiN taneleri ve 0.5-1 μm çapında eşeksizli α -SiAlON taneleri yer almaktadır. Tane sınır fazı miktarı azaldıkça tane büyüme kinetiklerinin yavaşladığı gözlemlenmektedir.



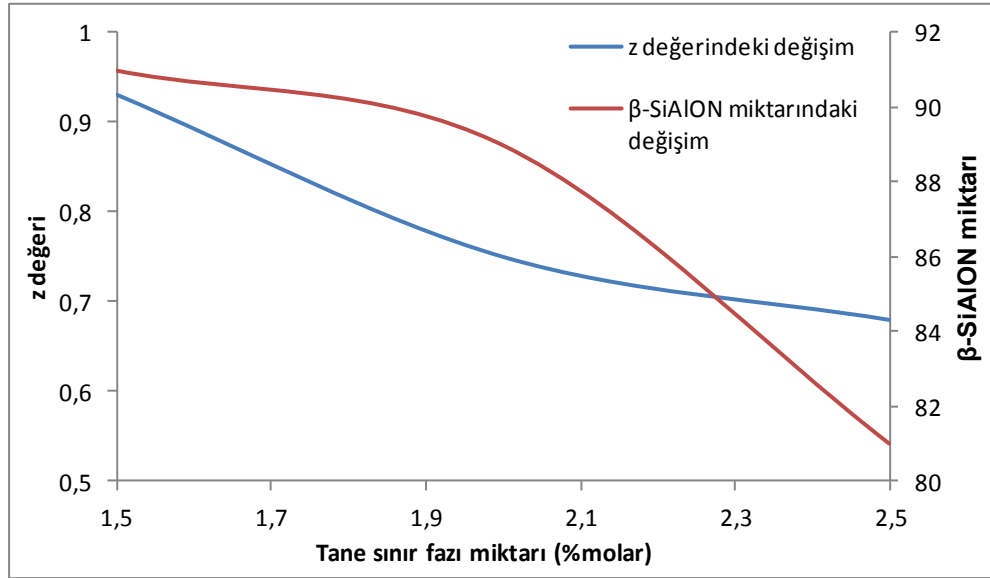
Şekil 7.6. 1890°C’de, 22 bar basınç altında 2 saat sinterlenen farklı tane sınır fazı miktarına sahip Y-Sm-Ca sistemindeki SiAlON seramiklerine ait temsili SEM görüntüleri (a) YZ6, (b) YZ6T18, (c) YZ6T42.

YZ6, YZ6T18 ve YZ6T42 malzemelerine ait XRD paterni Şekil 7.7’de verilmektedir. Tane sınır fazı miktarı azaldıkça α -SiAlON miktarındaki azalış XRD paterninde de açık bir şekilde görülmektedir. Tane sınır fazı miktarı azaldıkça α -SiAlON’u kararlı kılabilecek katyon miktarının azaldığı gözlemlenmiştir. YZ6 malzemesinde çok az melilit kristal tane sınır fazı gözlemlenirken, YZ6T18 ve YZ6T42 malzemelerinden elde edilen tane sınır fazı türü amorf yapıdadır.



Şekil 7.7. 1890°C’de, 22 bar basınç altında 2 saat sinterlenen YZ6, YZ6T18 ve YZ6T42 malzemelerine ait XRD paterni.

Tane sınır fazı miktarı ve sinterleme ilave türleri değiştirilmiş malzemelerin, tane sınır fazı miktarının değişimiyle, z değeri ve β -SiAlON miktarında meydana gelen değişim Şekil 7.8’de verilmiştir. Tane sınır fazı miktarı azaldıkça α -SiAlON’u kararlı kılabilecek katyon miktarı azaldığı için β -SiAlON miktarı giderek artmıştır. Y-Sm-Ca katyon sisteminde tane sınır fazı miktarı azaldıkça z değerinde nispeten artış gözlemlenmiştir (Y-Sm-Ca: $z=0.68 \rightarrow 0.93$)



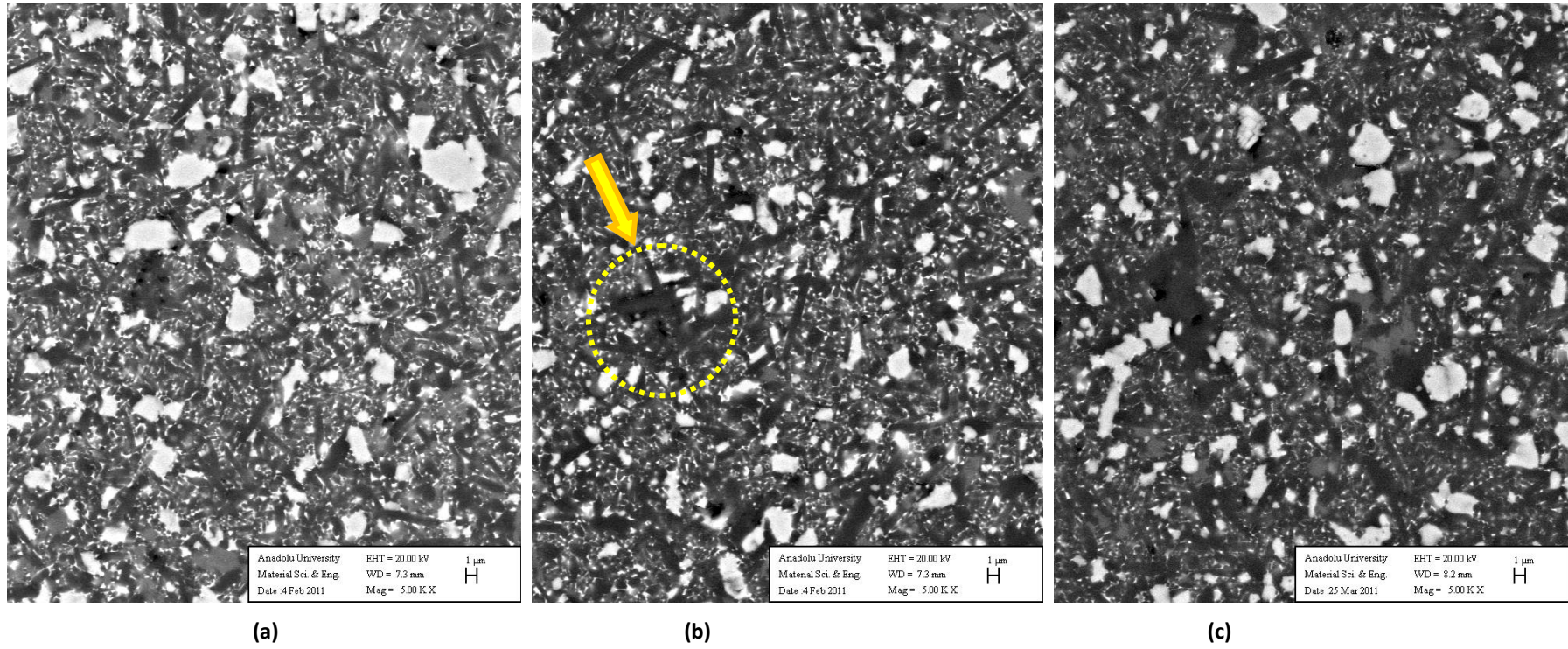
Şekil 7.8. Y-Sm-Ca katyon sisteminde tane sınır fazı miktarının değişimiyle z değeri ve β -SiAlON miktarında meydana gelen değişim.

Çizelge 7.4'te farklı tane sınır fazı miktarına sahip EZ6 malzemesinin sinterlenmesi sonrası elde edilen sonuçları verilmiştir. Tane sınır fazı miktarı azaldıkça bu malzemedeki de YZ6 malzemesinde olduğu gibi α -SiAlON miktarının giderek azaldığı gözlemlenmiştir ($19\alpha \rightarrow 7\alpha$). Tane sınır fazı miktarı azaldıkça sinterleşme davranışı kötüleştiğinden açık porozite miktarları da nispeten artmıştır. Tane sınır fazı azaltılmamış EZ6 kodlu malzemedeki ve tane sınır fazı %18 oranında azaltılan EZ6T18 kodlu malzemedeki kristal tane sınır fazı gözlemlenirken, tane sınır fazı % 42 oranında azaltılan EZ6T42 kodlu malzemedeki amorf tane sınır fazının mevcut olduğu tespit edilmiştir. Malzemeye uygulanan soğutma rejiminin yanı sıra kullanılan sinterleme ilavesi miktarı da tane sınır fazı kimyasını etkilemektedir. Tane sınır fazı miktarı %42 oranında azaltıldığında kristalizasyon engellenmiştir. Tane sınır fazı miktarı ağırlıkça %18 azaltıldığında z değeri 0.66 değerinden 0.81 değerine artmış ancak ağırlıkça %42 oranında azaltıldığı zaman z değerinin 0.81 değerinden 0.72'ye düştüğü gözlemlenmiştir.

Çizelge 7.4. Farklı tane sınır fazı miktarlarına sahip EZ6 malzemesinin sinterleme davranışı.

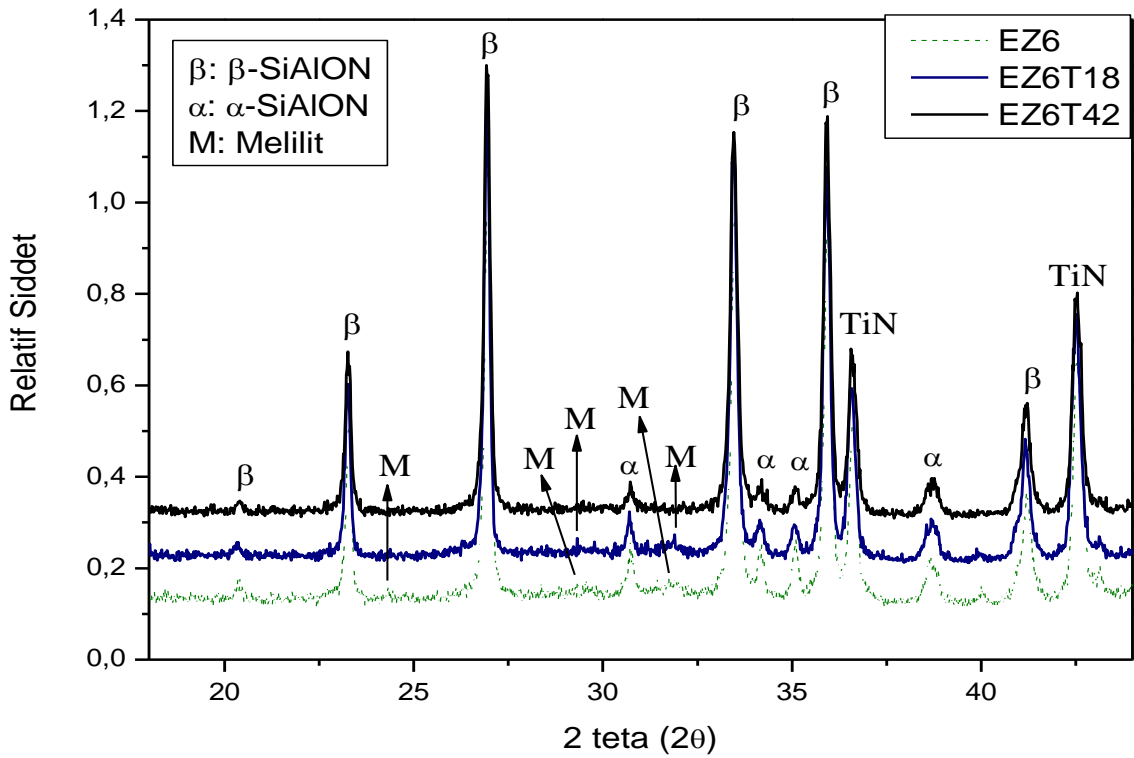
	EZ6	EZ6T18	EZ6T42
Y.Y (g/cm³)	3.5812	3.5556	3.5086
%A.P.	0.13	0.08	0.40
%A.K.	1.33	1.07	1.56
β':α' oranları	81 β' :19 α'	89 β' :11 α'	93 β' :7 α'
Tsf. türü	Melilit	Melilit	Amorf
z değeri	0.66	0.81	0.72

EZ6 kodlu malzemeye ait sinterleme sonrası mikroyapı görüntüleri Şekil 7.9'da verilmiştir. Tane sınır fazı miktarı azaldıkça α -SiAlON miktarındaki azalma mikroyapılarda da açıkça gözlenmektedir. Er³⁺ (0.88 Å) ve Y³⁺ (0.89 Å) benzer iyon çaplarına sahip katyonlar oldukları için sinterleme sıcaklığına kadar benzer viskozitede sıvı faz ve benzer türde katı çözelti oluşumu sergilemektedirler. Tane sınır fazı %42 azaltılmış EZ6T42 malzemesinde β -SiAlON'ca zengin bölgeler mevcuttur. Bu durumun başlangıç toz kompozisyonunun homojen karıştırılmamasından kaynaklandığı düşünülmüştür.



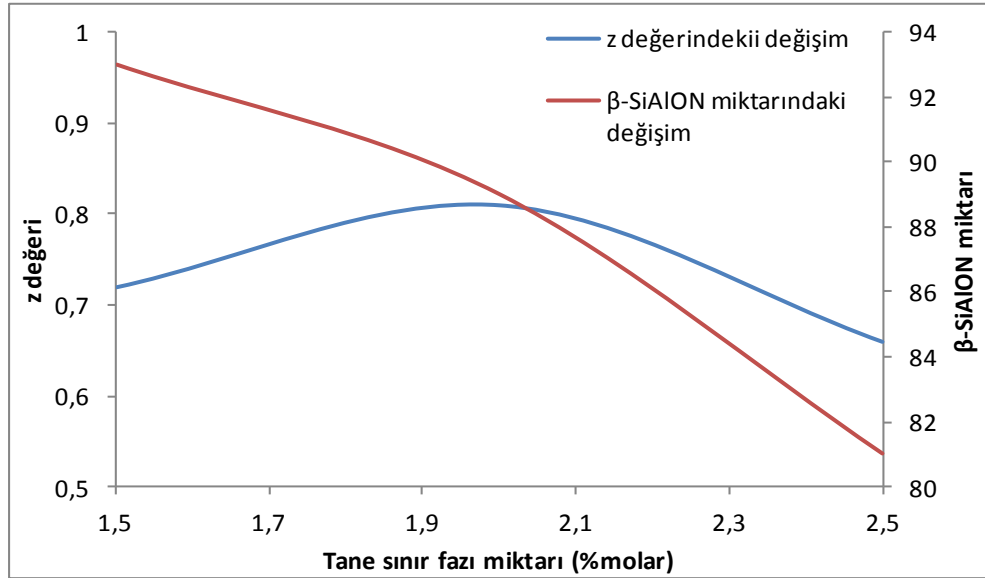
Şekil 7.9. 1890°C’de, 22 bar basınç altında 2 saat sinterlenen farklı tane sınır fazı miktarına sahip Er-Sm-Ca sistemindeki SiAlON seramiklerine ait temsili SEM görüntüleri (a) EZ6, (b) EZ6T18, (c) EZ6T42.

1890°C’de, 22 bar basınç altında 2 saat sinterlenen EZ6, EZ6T18 ve EZ6T42 malzemelerine ait XRD paterni Şekil 7.10’da verilmektedir. Tane sınır fazı azaldıkça α -SiAlON’u kararlı kılan katyonlar azaldığı için yapıdaki α -SiAlON miktarı azalmaktadır. EZ6 ve EZ6T18 kodlu malzemelerde kristal tane sınır fazı gözlemlenirken, EZ6T42 kodlu malzemede amorf tane sınır fazının mevcut olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 7.10. 1890°C’de, 22 bar basınç altında 2 saat sinterlenen EZ6, EZ6T18, EZ6T42 malzemelerine ait XRD paterni.

Tane sınır fazı miktarı ve sinterleme ilave türleri değiştirilmiş malzemelerin, tane sınır fazı miktarının değişimiyle, z değeri ve β -SiAlON miktarında meydana gelen değişim Şekil 7.11’de verilmiştir. Er:Sm:Ca katyon sisteminde de tane sınır fazı miktarı azaldıkça α -SiAlON’u kararlı kılan katyon miktarı azaldığı için β -SiAlON miktarı giderek artmıştır. Tane sınır fazı miktarı azaldıkça z değerinde nispeten artış gözlemlenmiştir (Er-Sm-Ca: $z=0.66 \rightarrow 0.72$).



Şekil 7.11. Er-Sm-Ca katyon sisteminde tane sınır fazı miktarının değişimiyle z değeri ve β-SiAlON miktarında meydana gelen değişim.

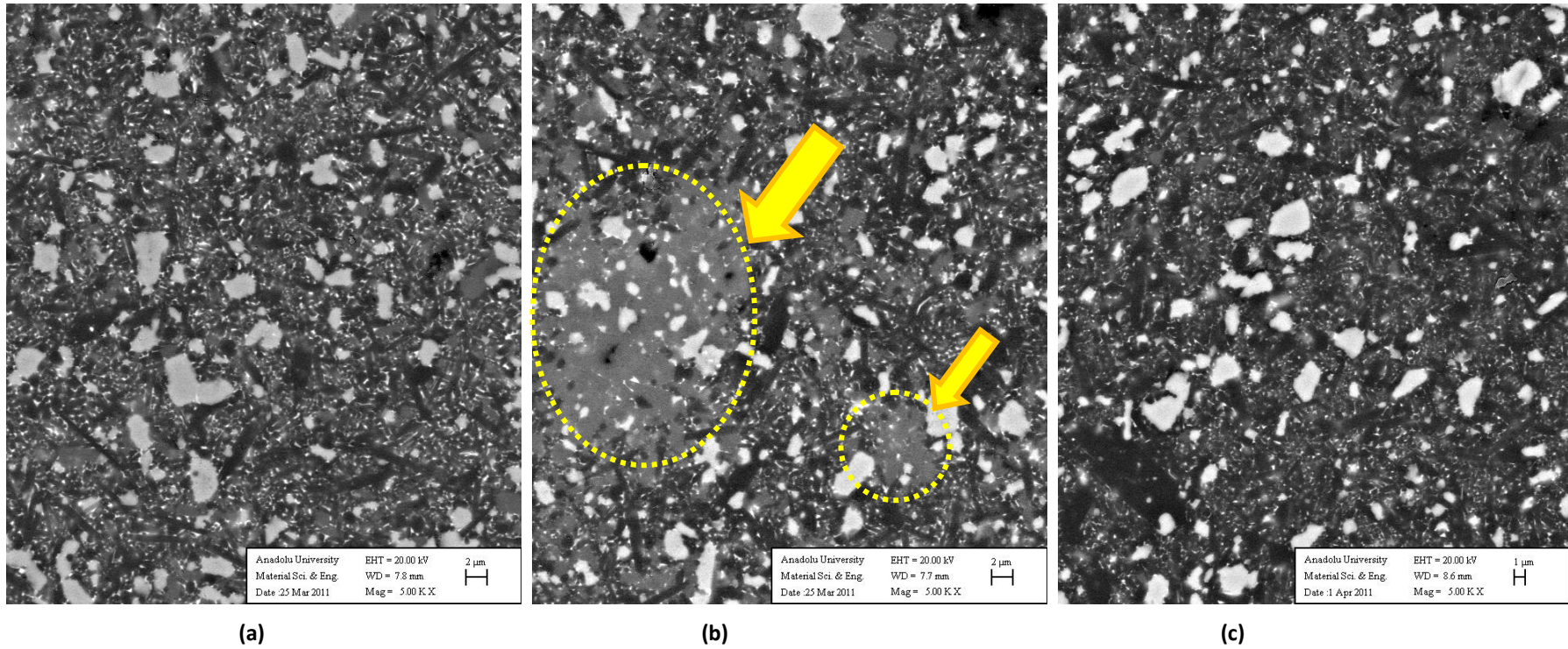
Çizelge 7.5'te farklı tane sınır fazı oranlarına sahip YbZ6 malzemesinin sinterlenmesi sonucu elde edilen veriler verilmiştir. Tane sınır fazı miktarı azaldıkça bu malzemede de Y^{3+} ve Er^{3+} içeren SiAlON kompozisyonlarda olduğu gibi α-SiAlON miktarının giderek düştüğü gözlenmektedir ($22\alpha \rightarrow 6\alpha$). Ağırlık kaybı oranları benzerdir. Tane sınır fazı türü incelendiğinde YZ6 ve EZ6 kodlu numunelerden farklı olarak % 18 tane sınır fazı azaltılmış YbZ6T18 kodlu malzemede de bir miktar kristal silikat tane sınır fazı oluşumu gözlenmiştir. Ayrıca bu kompozisyonda Er^{3+} ve Y^{3+} katyon ilaveli kompozisyonlara göre α-SiAlON fazının kararlılığı daha fazladır (17α). % 42 oranında tane sınır fazı azaltılmış YbZ6T42 kodlu malzemede ise amorf tane sınır fazının mevcut olduğu tespit edilmiştir. Bu sonuç Yb^{3+} katyonunun küçük iyon boyutu nedeniyle daha düşük viskoziteli sıvı faz oluşumuna neden olup daha kolay kristalleşmesinden kaynaklanmaktadır. Yb_2O_3 - Sm_2O_3 - CaO katyon sisteminde diğer katyon sistemlerinden farklı olarak, tane sınır fazı ağırlık %18 azaltıldığında z değeri azalarak 0.93 değerinden 0.69'a düşmüştür. Tane sınır fazı miktarı ağırlık %42 oranında azaltıldığında ise z değeri bir miktar artarak 0.79'a yükselmiştir. Ancak yine de tane sınır fazı azaltılmamış olan kompozisyonla karşılaştırıldığında tane sınır fazının azaltılmasıyla birlikte z değerinde azalma gözlenmiştir. Y^{3+} ve Er^{3+} katyon ilaveli sistemlerde tane sınır fazı miktarı azaldıkça z değerinde artış gözlemlenirken, Yb^{3+} katyon ilaveli sistemde z değerinde

nispeten bir azalma gözlemlenmiştir. Bu durumun Yb^{3+} katyonun iyon boyutundan dolayı kaynaklandığı düşünülmektedir.

Çizelge 7.5. Farklı tane sınır fazı miktarlarına sahip YbZ6 malzemesinin sinterleme davranışı.

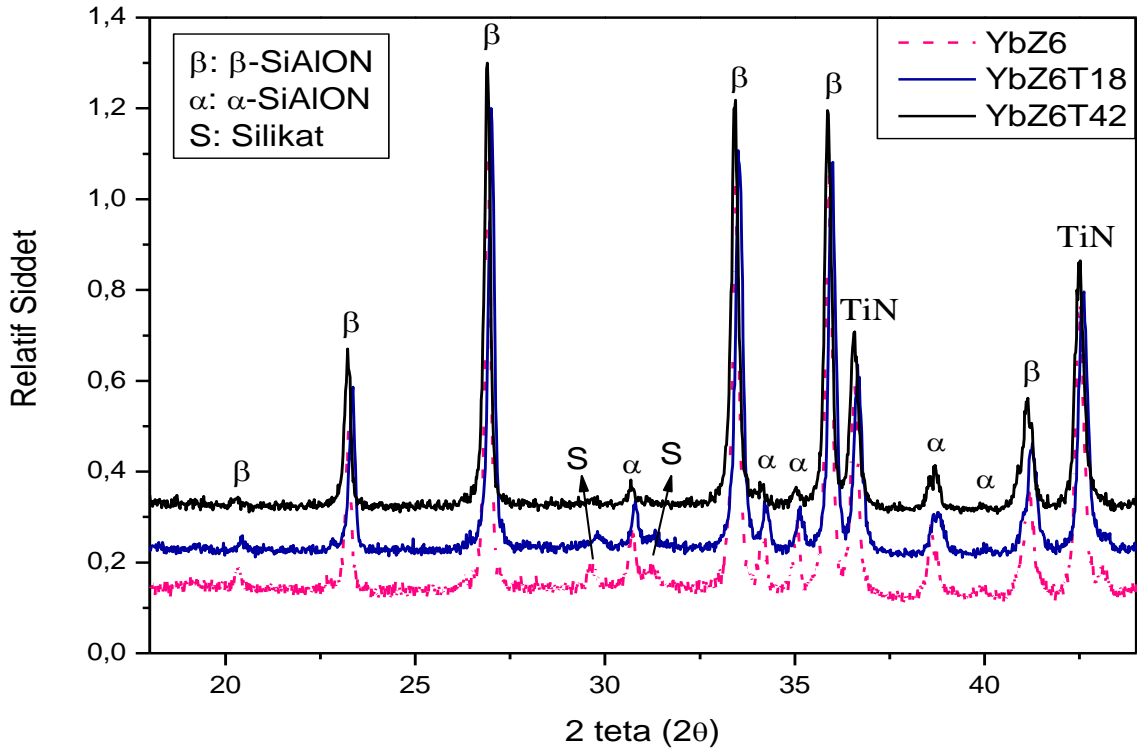
	YbZ6	YbZ6T18	YbZ6T42
Y.Y (g/cm ³)	3.5743	3.5699	3.5053
%A.P.	0.04	0.05	0.03
%A.K.	1.86	1.63	1.81
β':α' oranları	78 β' :22 α'	83 β' :17 α'	94 β' :6 α'
Tsf. Türü	Silikat	Silikat	Amorf
z değeri	0.93	0.69	0.79

YbZ6 kodlu malzemeye ait sinterleme sonrası mikroyapı görüntüleri Şekil 7.12'de verilmiştir. Tane sınır fazının azaltılmasıyla daha ince mikroyapı görüntüsü sağlanmıştır. EZ6T42 malzemesinde olduğu gibi YbZ6T42 malzemesinde de homojen dağılmamış α -SiAlON bölgeleri gözlenmiştir (Şekil 7.10.b). SiAlON seramiklerinin tane büyüme mekanizması; tane sınır fazı miktarı, viskozitesi ve sıvı faz kompozisyonuna bağlıdır. Tane sınır fazı miktarı azaldıkça tane büyümesi azalmıştır.



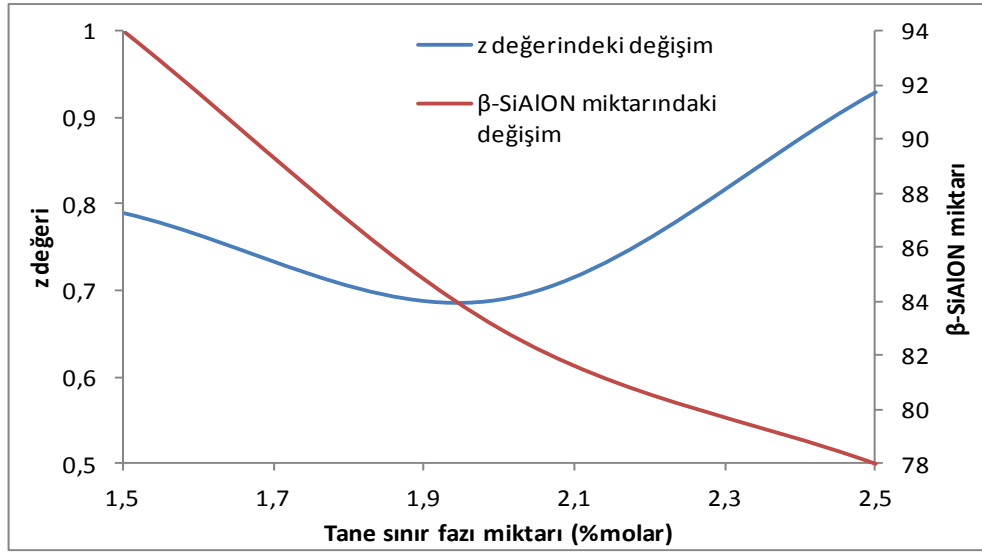
Şekil 7.12. 1890°C’de, 22 bar basınç altında 2 saat sinterlenen farklı tane sınır fazı miktarına sahip Yb-Sm-Ca sistemindeki SiAlON seramiklerine ait temsili SEM görüntüleri (a) YbZ6, (b) YbZ6T18 (oklar α -SiAlON’un toplandığı bölgeleri işaret etmektedir), (c) YbZ6T42.

Şekil 7.13’de YbZ6, YbZ6T18 ve YbZ6T42 kodlu malzemelere ait XRD paterni verilmiştir. Tane sınır fazı miktarının %18 azaltılmasıyla α -SiAlON miktarında çok fazla azalma gözlenmezken ($22\alpha \rightarrow 17\alpha$), %42 azaltılmasıyla α -SiAlON miktarı %6’ya düşmüştür. Ayrıca α -SiAlON’un kararlılığının sağlanmasının yanında %18 tane sınır fazı azaltılmış kompozisyonda kristal tane sınır fazı eldesi de sağlanmıştır.



Şekil 7.13. 1890°C’de, 22 bar basınç altında 2 saat sinterlenen YbZ6, YbZ6T18 ve YbZ6T42 malzemelerine ait XRD paterni.

Tane sınır fazı miktarı ve sinterleme ilave türleri değiştirilmiş malzemelerin, tane sınır fazı miktarının değişimiyle, z değeri ve β -SiAlON miktarında meydana gelen değişim Şekil 7.14’te verilmiştir. Tane sınır fazı miktarı azaldıkça α -SiAlON’u karalı kılan katyon miktarı azaldığı için β -SiAlON miktarı giderek artmıştır. Y-Sm-Ca ve Er-Sm-Ca katyon sistemlerinde tane sınır fazı miktarı azaldıkça z değerinde nispeten artış gözlemlenirken, Yb-Sm-Ca katyon sisteminde tane sınır fazının azalmasıyla birlikte z değerinde nispeten azalma gözlenmiştir ($0.93 \rightarrow 0.79$).



Şekil 7.14. Yb-Sm-Ca katyon sisteminde tane sınır fazı miktarının değişimiyle z değeri ve β -SiAlON miktarında meydana gelen değişim.

7.3. Mekanik Özellikler

Numunelerin sertlikleri Vikers indentasyon sertlik ölçme yöntemi kullanılarak belirlenmiştir. Test edilen numularda $c/a < 3.5$ ve $l/a < 2.5$ olduğu için Palmqvist eşitliği kullanılarak kırılma tokluğu değerleri hesaplanmıştır. Çalışmalar sonrasında elde edilen sonuçlar Çizelge 7.6'da verilmiştir. Ölçüm sonuçları incelendiğinde en iyi sertlik değerleri Yb^{3+} katyon sisteminde elde edilirken, en iyi kırılma tokluğu değerleri de Er^{3+} katyon sisteminde elde edilmiştir.

Y:Sm:Ca dopant sisteminde YZ6 ve ağ.%18 tane sınır fazı miktarı azaltılmış YZ6T18 malzemelerinin sertlik değerlerinde yakın sonuçlar elde edilmiştir (15.88→15.94). Tane sınır fazı miktarı ağ.%42 oranında azaltıldığında ise sertlik değeri düşmüştür (15.94→15.58). Tane sınır fazı miktarı azaldıkça α -SiAlON'u kararlı kılan katyon miktarı azaldığı için malzemenin sertliğini arttıran α -SiAlON miktarı azalmakta ve sertlik değeri düşmektedir. Tane sınır fazı miktarı ağ.%18 azaltıldığında kırılma tokluğu değeri nispeten artmış (6.4→6.8), ağ.%42 azaltıldığında ise kırılma tokluğu değeri aynı kalmıştır.

EZ6 malzemesinde ise tane sınır fazı miktarının ağ.%18 ve ağ.%42 azaltılması ile yapıda yer alan α -SiAlON faz miktarı azaldığı için sertlikte bir miktar düşüş gözlenmiştir (15.37→15.16→15.14). YZ6 malzemesinde olduğu gibi EZ6 malzemesinde de tane sınır fazı miktarı azaldıkça kırılma tokluğu değeri düşmüştür (7.4→6.4). EZ6, ve EZ6T18 malzemelerinden elde edilen mikroyapılardan da görüldüğü gibi (Şekil 7.9) yüksek aspekt oranına (6-8) sahip iğnemsiz β -SiAlON tanelerinin varlığı, Y^{3+} ve Yb^{3+} katyon ilaveli malzemelere kıyasla daha yüksek kırılma tokluğu değerlerine ulaşılmasını sağlamıştır.

YbZ6 malzemesinde EZ6 malzemesinde olduğu gibi tane sınır fazı miktarı azaldıkça yapıda yer alan α -SiAlON faz miktarı azaldığı için sertlik değerinde düşüş gözlenmiştir (16.48→16.12→15,86). Kırılma tokluğu değerleri incelendiğinde, tane sınır fazı miktarı ağ.%18 azaltıldığında kırılma tokluğu değeri düşmüş (7.0→6.5) fakat ağ.%42 azaltıldığında kırılma tokluğu değeri artmıştır (6.5→7.2).

Çizelge 7.6. Farklı tane sınır fazı ve dopant sistemlerinde elde edilen malzemelerin mekanik özellikleri.

NUMUNE	HV10 (GPa)	K _{1c} (MPam ^{1/2})
YZ6	15.88 ± 0.21	6.4 ± 0.34
YZ6T18	15.94 ± 0.18	6.8 ± 0.08
YZ6T42	15.58 ± 0.14	6.8 ± 0.10
EZ6	15.37 ± 0.09	7.4 ± 0.05
EZ6T18	15.16 ± 0.11	7.2 ± 0.15
EZ6T42	15.14 ± 0.14	6.4 ± 0.23
YbZ6	16.48 ± 0.06	7.0 ± 0.14
YbZ6T18	16.12 ± 0.18	6.5 ± 0.03
YbZ6T42	15.86 ± 0.11	7.2 ± 0.18

Gerçekleştirilen çalışmalardan elde edilen sonuçların genel özeti Çizelge 7.7’de verilmektedir. YbZ6 kodlu malzeme ($z=0.93$, $K_{1c}=7.0\pm 0.14$ MPam^{1/2} ve HV10=16.48 ± 0.06 GPa) ve EZ6T18 kodlu malzeme ($z=0.81$, $K_{1c}=7.2 \pm 0.15$ MPam^{1/2} ve HV10=15.16 ± 0.11 GPa) ile tez çalışmasında hedeflenen amaçlardan birisi gerçekleştirilerek hem z değeri yüksek hem kristal tane sınır fazına sahip hem de yeterli mekanik özelliklerde malzeme eldesi sağlanmıştır. Ayrıca Yb³⁺ katyonu α -SiAlON fazını kararlı kılması, başlangıçta tasarlanan değerden daha yüksek z değerlerinin sinterlenmiş üründe elde edilmesi ve tane sınır fazı azaltılmış kompozisyonlarda bile kristal tane sınır fazı eldesi sağlanması ile tez çalışmasında hedeflenen, z değeri yüksek ve kristal tane sınır fazına sahip malzeme elde edilmiştir.

Çizelge 7.7. Farklı tane sınırları ve katyon sistemine sahip malzemelerden elde edilen genel sonuçlar.

NUMUNE	z değeri	Y.Y (g/cm ³)	%A.P.	%A.K.	β/α oranları	Tsf. türü	HV10 (GPa)	Kıc (MPam ^{1/2})
YZ6	0.68	3.4813	0.09	1.37	81β:19α	Çok Az Melilit	15.88 \pm 0.21	6.4 \pm 0.34
YZ6T18	0.75	3.4702	0.12	1.24	89 β :11 α	Amorf	15.94 \pm 0.18	6.8 \pm 0.08
YZ6T42	0.93	3.4533	0.25	1.34	91 β :9 α	Amorf	15.58 \pm 0.14	6.8 \pm 0.10
EZ6	0.66	3.5812	0.13	1.33	81β:19α	Melilit	15.37 \pm0.09	7.4 \pm0.05
EZ6T18	0.81	3.5556	0.08	1.07	89 β :11 α	Melilit	15.16 \pm0.11	7.2 \pm0.15
EZ6T42	0.72	3.5086	0.40	1.56	93 β :7 α	Amorf	15.14 \pm0.14	6.4 \pm 0.23
YbZ6	0.93	3.5743	0.04	1.86	78β:22α	Silikat	16.48 \pm0.06	7.0 \pm0.14
YbZ6T18	0.69	3.5699	0.05	1.63	83 β :17 α	Silikat	16.12 \pm0.18	6.5 \pm 0.03
YbZ6T42	0.79	3.5053	0.03	1.81	94 β :6 α	Amorf	15.86 \pm0.11	7.2 \pm 0.18

8. GENEL SONUÇLAR

- Gerçekleştirilen yüksek lisans tez çalışmasında, dopant türlerinin, tane sınır fazı miktarının ve ilave edilen TiN miktarının katı çözünürlük (z) değeri ve tane sınır fazı kristalizasyonuna etkisi üzerine çalışmalar yapılarak, katı çözünürlük (z) değeri ve tane sınır fazı kristalizasyonu ilişkisi incelenmiştir.
- Kristal tane sınır fazına sahip yüksek z değerlerinde (0.6-0.9) SiAlON malzeme gelişimi sağlanmıştır.
- Çalışmalar sırasında üretilen ağ.%17 TiN ilaveli ve ağ.%18 tane sınır fazı azaltılmış EZ6T18 kodlu malzeme ($z=0.81$, $K_{1c}=7.2 \pm 0.15 \text{ MPam}^{1/2}$ ve $HV_{10}=15.16 \pm 0.11 \text{ GPa}$) ve ağ.%17 TiN ilaveli YbZ6 kodlu malzeme ($z=0.93$, $K_{1c}=7.0 \pm 0.14 \text{ MPam}^{1/2}$ ve $HV_{10}=16.48 \pm 0.06 \text{ GPa}$) ile tez çalışmasında hedeflenen amaçlardan birisi gerçekleştirilerek hem z değeri yüksek hem de kristal tane sınır fazı ve yeterli mekanik özelliklere sahip malzeme eldesi sağlanmıştır.
- z değeri 0.6'ya göre tasarlanan Y^{3+} katyon ilaveli sistemde amorf tane sınır fazı elde edilirken, Yb^{3+} ve Er^{3+} katyon ilaveli sistemlerde tek aşamada ısıtım işlemi uygulanmadan kristal tane sınır fazı (Yb:Sm:Ca sisteminde silikat fazı ($Yb_2Si_2O_7$), Er:Sm:Ca sisteminde melilit fazı ($Er_2Si_{3-x}Al_xO_3$)) elde edilmiştir. Kesici uç uygulamalarında yüksek sıcaklık özelliği önemli olduğundan Er^{3+}/Yb^{3+} katyon ilaveli malzemeler; Y^{3+} katyon ilaveli malzemelere göre avantaj sağlayabilir.
- Y-Sm-Ca ve Er-Sm-Ca katyon sistemlerinde tane sınır fazı miktarı azaldıkça z değerinde nispeten artış gözlemlenirken (Y-Sm-Ca: $z=0.68 \rightarrow 0.93$, Er-Sm-Ca: $z=0.66 \rightarrow 0.72$), Yb-Sm-Ca katyon sisteminde tane sınır fazının azalmasıyla birlikte z değerinde nispeten azalma gözlenmiştir (0.93 \rightarrow 0.79).
- Tane sınır fazı miktarının azaltılmasıyla, tüm kompozisyonlarda α fazı miktarı azalmıştır (Y^{3+} : $19\alpha \rightarrow 9\alpha$, Er^{3+} : $19\alpha \rightarrow 7\alpha$, Yb^{3+} : $22\alpha \rightarrow 6\alpha$). Kristal tane sınır fazı elde edilen Er^{3+} ve Yb^{3+} katyon ilaveli sistemlerde tane sınır fazının %42 azaltılmasıyla amorf tane sınır fazı oluşumu tespit edilmiştir. Yb^{3+} ve Er^{3+} katyon ilaveli sistemde tane sınır fazının %18 azaltılmasıyla kristal tane sınır fazı gözlenmiştir. Yb^{3+} katyonu, Er^{3+} ve Y^{3+} katyonlarına göre düşük viskoziteli sıvı faz oluşumu sağladığı için daha güçlü kristal faz yapıcı olduğu görülmüştür.
- TiN ilavesi ile birlikte, Y^{3+} katyon ilaveli sistemde tane sınır fazının, amorf tane sınır fazından bir miktar kristal tane sınır faz oluşumuna doğru kaydığı görülmüştür.

- Yb^{3+} ve Er^{3+} katyonlarının daha iri eşeksenli α -SiAlON ve iğnemsiz β -SiAlON tane gelişimi sağladığı görülmüştür.
- z değeri-tane sınır fazı kristalizasyonuna yönelik yapılan çalışmalarda Yb^{3+} katyonunun α -SiAlON fazını kararlı kılması, başlangıçta tasarlanandan daha yüksek z değerlerinin sinterlenmiş üründe elde edilmesi ve tane sınır fazı azaltılmış kompozisyonlarda bile kristal tane sınır fazı eldesi sağladığı için Yb-Sm-Ca dopant sistemi avantaj sağlamaktadır.

KAYNAKLAR

- Akın, C., “Elektron bombardıman ve TIG kaynak yöntemleri ile Fe-Ni esaslı Hastelloy X süperalaşımına varestreint testinin uygulanması” Yüksek lisans tezi, *Osman Gazi Üniv. Fen Bil. Enst.*, Eskişehir, (1998).
- Altın, A., “Nikel Esaslı Inconel 718 Süper Alaşımının İşlenebilirliğinin İncelenmesi”, Doktora Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, (2005).
- Anon., “Sialon ceramics will cut nickel steels at speed”, *Production Engineer*, 18, (1984).
- Arunachalam, R., Mannan, M. A., “Machinability of Nickel-based High Temperature Alloys”, *Machining Science and Technology*, 4:1, 127-168, (2000).
- ASM (American Society for Metals) Handbook, “Machining”, *ASM International*, Volume 16, 1089 p. (1997).
- Aucote, J., Foster, S. R., “Performance of sialon cutting tools when machining nickel-base aerospace alloys”, *Materials Science and Technology*, 2, 700-708, (1986).
- Ayas, E., Kara, A., Mandal, H., Turan, S., Kara, F., “Production of α - β SiAlON-TiN/TiCN Composites by Gas Pressure Sintering”, *Silicates Industriels*, 69, 287-292, (2004).
- Ayas, E., Kara, A., “Novel Electrically Conductive α - β SiAlON/TiCN Composites”, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 31, 5; 903-911, (2011).
- Baker, R.D., “Kyon 2000: A new world of high speeds and performance”, *The Carbide and Tool Journal*, 10–18, (1982).
- Basu, B., Kumar, R., Calis Acikbas, N., Kara, F., ve Mandal, H., “Microstructure- Mechanical Properties–Wear Resistance Relationship of SiAlON Ceramics”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Volume 40a, October, 2321, (2009).
- Bellosi, A., Fiegna, A., Giachello, A., and Demaestri, P. P., “Microstructure and Properties of Electrically Conductive Si_3N_4 -TiN Composites”, *Advanced Structural Inorganic Composites*, Vincenzini P., *Elsevier Science*, Amsterdam, Netherlands, (1991).
- Bellosi, A., Guicciardi, S., ve Tampieri, A., “Development and characterization of electroconductive Si_3N_4 -TiN composites”, *J. Euro. Ceram. Soc.* 9, 83-93, (1992).
- Bhattacharyya, S. K., Jawaid, A., Lewis, M. H., ve Wallbank, J., “Wear mechanisms of Sialon ceramic tools when machining nickel-based materials”, *Met. Technol.*, 10, 482-489, (1983).
- Bhola, R., Gupta, S. D., Jacobs, J. K., “Ceramic Cutting Tool Inserts”, *Key Engineering Materials*, Vol.122-124, pp.235-246, (1996).

KAYNAKLAR (devam ediyor)

- Biest, O. V., Vleugels, J., “Perspectives on the Development of Ceramic Composites for Cutting Tool Applications”, *Key Engineering Materials*, Vols.206-213, pp.955-960, (2002).
- Blugan, G., Hadad, M., Janczak-Rusch, J., Kuebler J., and Graule, T., “Fractography, Mechanical Properties, and Microstructure of Commercial Silicon Nitride–Titanium Nitride Composites”, *J. Am. Ceram. Soc.*, 88 [4] 926–933 (2005).
- Brandt, G., Gerendas, A., Mikus, M., “Wear mechanisms of ceramic cutting tools when machining ferrous and non-ferrous alloys”, *J. Euro. Ceram. Soc.* 6, 5, 273-290, (1990).
- Brandt, G., “Wear and Thermal Shock Resistant SiAlON Cutting Tool Material”, *U.S. Patent*, 5,965,471, Oct. 12, (1999).
- Boskovic, S., Sigulinski, F., Zivkovic, L., “Liquid-Phase Sintering and Properties of Si₃N₄-TiN Composites”, *Journal of Material Synthesis and Processing* Vol.7, 2, (1999).
- Casto, S. L., Valvo, E. L., Lucchini, E., Maschio, S., Piacentini, M., Ruisi, V. F., “Ceramic materials wear mechanisms when cutting nickel-based alloys”, *Wear*, 225-229, 227-233, (1999).
- Choudhury, I. A., El-Baradie, M. A., “Machining nickel base super alloys: inconel 718”, *Proc. Inst. Mech. Eng.*,(Part B): 195-205 (1997).
- Choudhury, I. A., El-Baradie, M. A., “Machinability of nickel base superalloys: a general review”, *Journal of material Processing Technology*, 77 (1-3): 278-284 (1998).
- Çakır, M.C., “Modern talaslı imalatın esasları”, *VİPAŞ*, 239-250 (1999).
- Çalış Açıkbaz, N., “Tribolojik Uygulamalara Yönelik SiAlON Seramiklerinin Geliştirilmesi”, Doktora Tezi, *Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Eskişehir, (2009).
- Çalış Açıkbaz, N., Kara, A., Turan, S., Kara, F., Mandal, H., Bitterlich, B., “Influence of Type of Cations on Intergranular Phase Crystallisation of SiAlON Ceramics”, *Materials Science Forum*, Volume 554, pp 119-122, (2007).
- Çalış Açıkbaz, N., Yurdakul, H., Mandal, H., Kara, F., Turan, S., Kara, A., Bitterlich, B., “Effect of sintering conditions and heat treatment on the properties, microstructure and machining performance of α - β -SiAlON ceramics”, *Journal of the European Ceramic Society*, 32, 1321-1327, (2012).
- Çay, V. V., Ozan, S., “Süper Alaşımlar ve Uygulama Alanları”, *Doğu Anadolu Bölgesi Araştırmaları*, (2005).

KAYNAKLAR (devam ediyor)

- Davim, J. P., Astakhov, V. P., “Tools (Geometry and Material) and Tool Wear”, Machining, Fundamentals and Recent Advances, Davim, J. P., *Springer Verlag London Limited*, London, (2008).
- Donachie, M. J., Donachie, S. J., “Superalloys for High Temperatures”, Superalloys: A Technical Guide, Second Edition, *ASM International*, USA, (2002).
- Dong, S., Jiang, D., Tan, S., Guo, J., “Hot isostatic pressing and post-hot isostatic pressing of SiC- β -sialon composites”, *Materials Letters*, 29, 259-263, (1996).
- Duan, R. G., Roebben, G., Sarbu, C., Vleugels, J., ve Biest, O. V., “Microstructural Differences in Silicon Nitrides with and without a Small Amount of TiN Additive”, *Key Engineering Materials* Vols. 206-213, pp.1181-1184, (2002).
- Duan, R. G., Roebben, G., Vleugels, J., Biest, O. V., “Effect of TiX(X=C, N, O) additives on microstructure and properties of silicon nitride based ceramics”, *Scripta Materialia*, 53, 669-673, (2005).
- Ekström, T., Olsson, P. O., “ β -sialon ceramics with TiN particle inclusions”, *J. Euro. Ceram. Soc.* 13, 6, 551-559, (1994).
- Erdem, M., “Mekanik Alaşımlama Yöntemi ile Nikel Esaslı Bir Süper alaşımın Üretilmesi ve Mikro yapı, Mekanik ve Oksitlenme Özelliklerinin Araştırılması”, Doktora Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, (2007).
- Ezugwu, E. O., Wanga, Z. M., Machado A. R., “The Machinability of nickelbase alloys: a review”, *Journal of material Processing Technology*, 86, (1-3): 1-16 (1998).
- Ezugwu, E.O., Bonney, J. ve Yamane, Y., “An overview of the machinability of aeroengine alloys”, *Journal of Materials Processing Technology*, 134, 233-253 (2003).
- Ezugwu, E.O., “The Performance of Modern Ceramic Cutting Tools in the Machining of Cast Iron”, PhD Thesis, *University of Warwick*, (1986).
- Ganesh, I., Thiyagarajan, N., Jana, D. C., Mahajan, Y. R., Sundararajan G., “Influence of Chemical Composition and Y_2O_3 on Sinterability, Dielectric Constant, and CTE of β -SiAlON”, *J. Am. Ceram. Soc.*, 91 [1] 115–120 (2008).
- Gao, L., Li, J., Kusunose, T., Niihara, K., “Preparation and properties of TiN- Si_3N_4 composites”, *Journal of the European Ceramic Society*, 24, 381-386, (2004).

KAYNAKLAR (devam ediyor)

- Graham, D., "Turning difficult to machine alloys: The special properties of superalloys and titanium alloys call for special machining considerations-Emphasis: Cutting Tools", *Gardner Publications, Inc.*, (2002).
- Hampshire, S., Park, H. K., Thompson, D. P. ve Jack, K.H., " α -SiAlON ceramics," *Nature*, 274, 880-882, (1978).
- Hayama, S., Nasu, T., Ozawa, M., Suzuki, S., "Mechanical properties and microstructure of reaction sintered β' -sialon ceramics prepared by a slip casting method", *Journal of Materials Science*, 32, 4973 – 4977, (1997).
- Hillinger, G., ve Hlavacek, V., "Direct Synthesis and Sintering of Silicon Nitride/Titanium Nitride Composite", *J. Am. Ceram. Soc.*, 78, 495-496, (1995).
- Hirai, T., ve Hayashi, S., "Preparation and some properties of chemically vapour-deposited Si_3N_4 -TiN composite", *J. Mater. Sci.* 17, 1320-1328, (1982).
- Jack, K. H., ve Wilson, W. J., "Ceramics based on the Si-Al-O-N and related systems", *Nature (Phys. Sci)*, 238, 28, (1972).
- Karabulut, Ş., "Inconel 718 Süper Alaşımların İşlenmesinde Talaş Kırılma Problemleri ve Talaş Kırıcı Tasarımı", Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, (2006).
- Kitagawa, T., Kubo, A., Maekawa, K., "Temperature and wear of cutting tools in high-speed machining of Inconel 718 and Ti-6Al-6V-2Sn", *Wear*, 202, 142-148, (1997).
- Kleebe, H. J., Braue, W., ve Luxem, W., "Densification studies of SRBSN with unstabilized zirconia by means of dilatometry and electron microscopy", *J. Mater. Sci.*, 29, 1265-1275, (1994).
- Kodama, H., Suzuki, T., Sakamoto, H., ve Miyoshi, T., "Toughening of Silicon Nitride Matrix Composites by the Addition of Both Silicon Carbide Whiskers and Silicon Carbide Particles", *J. Amer. Ceram. Soc.* 73, 678, (1990).
- Kovan, V., "Oksit Dispersiyon Sertleştirilmesi Yapılmış NiCr8020 (2.4869) Nikel Esaslı Süper Alaşımın Termomekanik Yorulma Davranışının Belirlenmesi", Doktora Tezi, *Pamukkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Denizli, (2006).
- Lange, F. F., Falk, L. K. L., ve Davis, B. T., "Structural Ceramic Composites Based on Si_3N_4 -ZrO(+Y₂O₃) Compositions", *J. Mater. Res.* 2, 66-76, (1987).

KAYNAKLAR (devam ediyor)

- Lee, B. T., Hayashi, S., Hirai, T., ve Hiraga, K., “Crack propagation behavior of CVD Si₃N₄-TiN composite examined by high-resolution electron microscopy”, *Mater. Trans. JIM* 34, 573-579, (1993).
- Lee, B. T., ve Hiraga, K., “Microstructure and micro-indentation fracture of SiC-whisker-reinforced Si₃N₄ composite studied by high-resolution electron microscopy”, *Mater. Trans. JIM*, 34, 930, (1993).
- Lee, B. T., Pezzotti, G., ve Hiraga, K., “Microstructure and fracture behavior of SiC-platelet-reinforced Si₃N₄ matrix composites”, *Mater. Sci and Eng.* A177, 151-60, (1994).
- Lee, B. T., Koyama, T., Nishiyama, A., ve Hiraga, K., “Microstructure and fracture characteristics of Si₃N₄-ZrO₂(MgO) ceramic composite studied by transmission electron microscopy”, *Scrip. Met. et Mater.* 32, 1073-1077, (1995).
- Lee, B. T., Kim, H. D., “In Situ synthesis of TiN-reinforced Si₃N₄ matrix composites using Si and sponge Ti powders”, *Journal of Materials Science*, 34, 6169-6176, (1999).
- Lee, B. T., Yoon, Y. J., Lee, K. H., “Microstructural characterization of electroconductive Si₃N₄-TiN composites”, *Materials Letters*, 47, 71-76, (2001).
- Lee, M., Xiao, Y., Wittmer, D. E., “Residual stresses in particle-reinforced ceramic composites using synchrotron radiation”, *Journal of Materials Science*, 37, 4437 – 4443, (2002).
- Li, X. S., “Ceramic Cutting Tools-An Introduction”, *Key Engineering Materials*, Vol.96, pp.1-18, (1994).
- Liang, H. Q., Juan, C., Wei, P., Jian, C., Jie, L., “In situ processing of TiN/Si₃N₄ composites by Ti-Si₃N₄ solid state reaction”, *Materials Letters*, 31, 221-225, (1997).
- Like, Q., Xikun, L., Yang, P., Weimin, M., Guanming, Q., Yanbin, S., “Types, Performance and Application of AL₂O₃ System Ceramic Cutting Tool”, *Journal of Rare Earths*, Vol. 25, Suppl., Jun, p.322, (2007).
- Liu, C. C., Huang, J. L., “Micro-electrode discharge machining of TiN/ Si₃N₄ composites”, *British Ceramic Transactions*, 99, 4, (2000).
- Lumby, R. J., Wills, R. R., Horsley, R. F., “Method of Forming Ceramic Products”, *U.S. Patent*, 3,991,148, Nov. 9, (1976).
- Mandal, H. ve Thompson, D.P., “Optimization and improvement of SiAlON ceramics with new heat treatment techniques”, *Key Engineering Materials*, 132-136, 984-989, 1997.

KAYNAKLAR (devam ediyor)

- Mandal, H., Çamuşcu, N. ve Thompson, D. P., “Effect of starting composition, type of rare earth sintering additive and amount of liquid phase on $\alpha \rightarrow \beta$ SiAlON transformation”, *Journal of European Ceramic Society*, 17, 599-613, (1997).
- Mandal, H., Kara, F., Turan, S., Kara, A. ve Çetinkaya. A, “Yeni Geliştirilen Sialon Seramiklerinin Kesici Takim Ucu Olarak Kullanımı”, *Mamtek 2001*, II. Makine Malzemesi Ve İmalat Teknolojisi Sempozyumu, Manisa, Türkiye, 668 (2001).
- Mandal, H., Kara, F., Turan, F., Kara, A., “Multication Doped Alpha-Beta SiAlON Ceramics”, *U.S. Patent*, 7,064,095 B2, Feb., (2002).
- Mandal, H., Kara, F., Turan, S., Kara, A., “Novel SiAlON Ceramics for Cutting Tool Applications”, *Key Engineering Materials* Vol. 237, pp 193-202, (2003).
- Mehrotra, Pankaj, Kumar., “High Z SiAlON and Cutting Tools Made Therefrom and Method of Using”, *International Application Published Under the Patent Cooperation Treaty (PCT)*, WO 94/12317, 9 June, (1994).
- Miyahara, K. ve Shigegaki, Y., “High-temperature high-strength ceramics”, Handbook of Advanced Ceramics, Somiya, S., *Elsevier Academic Press*, Amsterdam, Netherland, (2003).
- Motorcu, A. R., “Nikel Esaslı Süperalazımların ve Titanyum Alazımlarının İslenebilirliği III. Bölüm: Kübik Bor Nitrür (CBN) Kesici Takımların Performanslarının Değerlendirilmesi”, *Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi*, Cilt: 7, No: 3, (1-21), (2010).
- Mukerji, J., Prakash, J., “Wear of Nitrogen Ceramics and Composites in Contact with Bearing Steel Under Oscillating Sliding Condition”, *Ceramics International* 24, 19-24, (1998).
- Nagaoka, T., Yasuoka, M., Hira, K., ve Kanzaki, S., “Effects of TiN particle-size on mechanical-properties of Si₃N₄/TiN particulate composites”, *J. Ceram. Soc. Jpn.* 100, 617-620, (1992).
- Nalbant, M., Altın, A., Gökkaya, H., “The effect of cutting speed and cutting tool geometry on machinability properties of nickel-base Inconel 718 super alloys”, *Materials and Design*, 28, 1334-1338, (2007).
- North, B., Baker, R. D., *Refract. Hard Mater.*, Mar. 46-51, (1984).
- OJEU., *Official Journal of the European Union*, 29.05.2007, L 136, Chapter 2, Article 3 (2007).

KAYNAKLAR (devam ediyor)

- Peaume, F. D., Cutard, T., Frety, N., Levallant, C., “Oxidation of a Silicon Nitride-Titanium Nitride Composite: Microstructural Investigations and Phenomenological Modeling”, *J. Am. Ceram. Soc.*, 85 [7], 1860-66, (2002).
- Pettersson, P., Shen, Z., Johnsson, M., Nygren, M., “Thermal shock properties of b-sialon ceramics”, *Journal of the European Ceramic Society*, 22, 1357–1365, (2002).
- Ramesh, R., ve Pomeroy, M. J., “Effect of z value on densification and properties of SiAlON-SiC Matrices and Composites”, *Key Engineering Materials*, Vols. 86-87 pp 271-278 (1993).
- Richards, N., Aspinwall, D., “Use of ceramic tools for machining nickel-based alloys”, *Int. J. Mach. tools Manuf.*, 29, 575-588 (1989).
- Riley, F.L., “Silicon nitride and related materials”, *Journal of the American Ceramic Society*, 83, 245-265, (2000).
- Satoh, T., Sakaguchi, S., Hirao, K., Toriyama, M., ve Kanzaki, S., “Influence of Aluminum–Oxygen–Yttrium Solid Solution on the Aqueous Tribological Behavior of Silicon Nitride”, *J. Am. Ceram. Soc.*, 84 [2] 462–64 (2001).
- Schey, J. A., “Introduction to Manufacturing Process, Second Edition”, *McGraw-Hill Book Comp.*, New York, 472-477, (1987).
- Schulz, H., Moriwaki, T., “High-speed machining”, *Ann CIRP*, 41(2):637-43, (1992).
- Schmid, H. K., “The role of TiN in the Intergranular Phase-Forming Process in TiN-Dispersed Si₃N₄ Nanocomposites”, *J Am. Ceram. Soc.*, 88 [2], 404-410, (2005).
- Shaw, M. C., “Metal cutting principles”, *Oxford University Press*, pp102,103(1989).
- Smith, W.F., “Structure and Properties of Engineering Alloys-Second Edition”, *McGraw-Hill Higher Education*, 602 s. (1993).
- Sørby, K., “Sert malzemelerin seramik kesici uçlarla frezeleme ve tornalanması”, *Karmaşık Geometriye Sahip Sert Malzemelerin İşlenmesi*, Seminer Sunumu, Norway, (2006).
- Tali, D., “Nikel Esaslı Inconel 718 Süper Alaşımının Tornalanmasında Yüzey Pürüzlülüğünün İncelenmesi”, Yüksek lisans tezi, *Eskişehir Osman Gazi Üniv. Fen Bil. Enst.*, Eskişehir, (2010).
- Thakur, D. G., Ramamoorthy, B., Vijayaraghavan, L., “Study on the machinability characteristics of superalloy Inconel 718 during high speed turning”, *Materials and Design* 30, 1718-1725, (2009).

KAYNAKLAR (devam ediyor)

- Thümmeler, F., "Engineering ceramics", *Journal of the European Ceramic Society*, 6, 139-151, (1990).
- Tian, C., Jiang, H., Liu, N., "Thermal shock behavior of Si₃N₄-TiN nano-composites", *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* 29, 14-20, (2011).
- Tönshoff, H.K., Bartsch, S., "Machining of steel and cast iron using silicon nitride tools", *Canadian Metallurgical Quarterly*, 4, 353-359(7), (1989).
- Uludağ, A., "α/β-SiAlON Seramiklerinin Sürünme Davranışlarının İncelenmesi", Doktora Tezi, *Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Eskişehir, (2010).
- Vleugels, J., Biest, O. V., "Chemical wear mechanisms of innovative ceramic cutting tools in the machining of steel", *Wear*, 225-229, 285-294, (1999).
- Vleugels, J., Jiang, D. T., Biest, O. V., "Development and Characterisation of SiAlON composites with TiB₂, TiN, TiC ve TiCN", *Journal of Materials Science* 39, 3375-3381, (2004).
- Waldorf, D., Liu, S., Stender, M., Norgan, D., "Alternative Binder Carbide Tools for Machining Superalloys", *Proceedings of the International Conference on Manufacturing Science and Engineering*, Evanston, Illinois, USA, (2008).
- Wanbao, H., Baolin, Z., Hanrui, Z., Wenlan, L., "Combustion synthesis of Si₃N₄-TiN composite powders", *Ceramics International*, 30, 2211-2214, (2004).
- Whitney, E.D., "Ceramic Cutting Tools, Materials, Development and Performance", *Noyes Publications*, USA, (1994).
- Xikun, L., Jing, L., Like, Q., Tong, C., Guanming, Q., Yanbin, S., "Composition, Characteristics and Development of Advanced Ceramic Cutting Tools", *Journal of Rare Earths*, Vol.25, Suppl., Jun., p. 287 (2007).
- Xu, F., Wen, S., Nordberg, L. O., Ekström, T., "Tem study of Y-doped α-SiAlON composite with 10 vol% TiN particulates", *Materials Letters*, 34, 248-252, (1998).
- Xu, J., Zhang, B., Li, W., Zhuang, H., Jiang, G., "Pressureless sintering of TiN/Y-(α/β)-sialon ceramics from SHS powder", *Ceramics International*, 32, 599-602, (2006).
- Yan, J., Murakami, Y., Davim, J. P., "Tool design, tool wear and tool life", Machining Dynamics Fundamentals Applications and Practices, Cheng, K., *Springer Verlag London Limited*, London, (2009).

KAYNAKLAR (devam ediyor)

- Yasutomi, Y., Chiba, A., ve Sobue, M, “Development of Reaction-Bonded Electroconductive Silicon Nitride-Titanium Nitride and Resistive Silicon Nitride-Aluminum Oxide Composites”, *J. Amer. Ceram. Soc.* 74, 950-957, (1991).
- Yeckley, R. L., North, B., “Ceramic Material and Method of Manufacture”, *U.S. Patent*, 4,563,433, Jan. 7, (1986).
- Yi, X., Watanabe, K., ve Akiyama, T., “Vickers hardness of β -SiAlON prepared by a combination of combustion synthesis and spark plasma sintering”, *Journal of the Ceramic Society of Japan*, 118 [3] 250-252 (2010).
- Zheng, S., Gao, L., Watanabe, H., Tatami, J., Wakihara, T., Komeya, K., Meguro, T., “Improving the microstructure of Si_3N_4 -TiN composites using various PEIs to disperse raw TiO_2 powder”, *Ceramics International*, 33, 355-359, (2007).
- Ziegler, G., "Thermo-mechanical properties of silicon nitride and their dependence on microstructure," *Mater. Sci. Forum*, 47, 162-203, (1989).
- Zivkovic, L. M., Nikolic, Z. S., ve Boskovic, S. M., “Electrical Properties and Percolation Concentration in Si_3N_4 -TiN Based Composites”, *Key Engineering Materials* Vols. 206-213, pp.1489-1492, (2002).
- Zivkovic, L., Nikolic, Z., Boskovic, S., Miljkovic, M, “Microstructural characterization and computer simulation of conductivity in Si_3N_4 -TiN composites”, *Journal of Alloys and Compounds*, 373, 231-236, (2004).

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

ADI SOYADI : Oğuzhan DEMİR
DOĞUM YERİ VE TARİHİ : Çumra / 12.07.1986



Eğitim Durumu

Lisans Öğrenimi : Selçuk Üniversitesi Makine Mühendisliği Anabilim Dalı
(2005-2009)

Bildiği Yabancı Diller : İngilizce

Bilimsel Faaliyetleri :

Esener, E., Akyüz, B., **Demir, O.** "Hızlı Prototipleme Yöntemi ve Kullanım Alanlarının İncelenmesi", 3. Mühendislik ve Teknoloji Sempozyumu, Çankaya Üniversitesi, 29-30 Nisan 2010, Ankara, Türkiye.

Oğuzhan Demir, Nurcan Çalış Açıkbaz, Ferhat Kara, "Production of High z SiAlON-TiN Composites with Crystalline Intergranular Phase", SERES 2011, II. International Ceramic, Glass, Porcelain, Enamel, Glaze and Pigment Congress, 10-12 October, Eskisehir, Turkey, 2011. (*En İyi Poster Ödülü*)

Oğuzhan Demir, Ramazan Erol, Erdem Akman, Nurcan Çalış Açıkbaz, 'Investigation of microstructure and mechanical properties of SiAlON ceramics with TiN additive', ISNT 2012, International Symposium on Nitrides, 3-6 June, Saint Malo, France.

Nurcan Çalış Açıkbaz, **Oğuzhan Demir**, 'The Relationship between Solid Solubility Range (z) and Intergranular Phase Chemistry of α/β SiAlON-TiN Composites', ISNT 2012, International Symposium on Nitrides, 3-6 June, Saint Malo, France.

Oğuzhan Demir, Nurcan Çalış Açıkbaz, 'The Influence of TiN Particle Size on Microstructure and Mechanical Properties of SiAlON-TiN Composite', IMSP'2012, 14th International Materials Symposium, 10-12 October 2012, Denizli, Turkey. (Kabul Edildi).

Nurcan Çalış Açıkbaz, **Oguzhan Demir**, ‘The Correlation Between Intergranular Phase Coalescence and z Value of SiAlON-TiN Composite’’, IMSP’2012, 14th International Materials Symposium, 10-12 October 2012, Denizli, Turkey. (Kabul Edildi).

İş Deneyimi

Çalıştığı Kurumlar : Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Mühendislik Fakültesi (Ocak 2010-bugüne).

İletişim

Adres: Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi Gülümbe Kampüsü Mühendislik Fakültesi

Tel: 0228 216 01 01 - 1248

E-Posta Adresi: oguzhan.demir@bilecik.edu.tr

Tarih: Haziran, 2012

İmza :