



MUSTAFA KEMAL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI

**SİALON SERAMİKLERİNİN STATİK VE DİNAMİK SERTLİKLERİNİN
ANALİZLERİ**

EMİNE ŞAHİN

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Antakya /HATAY

HAZİRAN-2011

**MUSTAFA KEMAL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**SİAION SERAMİKLERİNİN STATİK VE DİNAMİK SERTLİKLERİNİN
ANALİZLERİ**

EMİNE ŞAHİN

YÜKSEK LİSANS TEZİ

FİZİK ANABİLİM DALI

Prof. Dr. H. Salih GÜDER danışmanlığında hazırlanan bu tez 28/06/2011 tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri tarafından oybirliği ile kabul edilmiştir.

Prof. Dr. H. Salih GÜDER

Yrd. Doç. Dr. H. Ali ÇETİNKARA

Yrd. Doç. Dr. Erdoğan KANCA

Başkan

Üye

Üye

Bu tez Enstitümüz Fizik Anabilim Dalında hazırlanmıştır.

Kod No:

Prof. Dr. Necat AĞCA

Enstitü Müdürü

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaktan yapılan bildirişlerin, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak gösterilmeden kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET.....	I
ABSTRACT.....	II
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ.....	III
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	V
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	VI
1. GİRİŞ.....	1
1.1 Kuramsal Temeller	3
1.1.1 Geleneksel Seramikler	3
1.1.2 İleri Teknolojik Seramikler	4
1.2 Fonksiyonel İleri Teknoloji Seramikler.....	5
1.2.1 Yapısal İleri Teknoloji Seramikler.....	5
1.2.2 Silikon Nitrür (Si_3N_4) Genel Özellikleri Ve Uygulamaları.....	6
1.3 Sialon Seramikler.....	7
1.3.1 Sialon Seramiklerin Yapısı	8
1.3.2 α -Sialon Seramikler.....	9
1.3.3 β -Sialon Seramikler.....	10
1.3.4 α/β -Sialon Kompozit Seramikler	11
1.4 Sertlik.....	12
1.4.1 Vickers Sertlik Deneyi	14
1.4.2 Brinell Sertlik Deneyi	15
1.4.3. Rockwell Sertlik Deneyi	16
1.4.4. Knoop Sertlik Deneyi.....	16
1.5 Derinlik Duyarlı Çentme	17
1.6 Sertliğin Yüke Bağlı Değişimi.....	21

1.6.1 Meyer Kanunu.....	24
1.6.2 Hays-Kendall Yaklaşımı.....	24
1.6.3 Elastik/Plastik Deformasyon Modeli	25
1.6.4 Orantılı Numune Direnci (Proportional Specimen Resistance; PSR) Modeli.....	25
1.6.5 Geliştirilmiş PSR (Modified Proportional Specimen Resistance; MPSR) Modeli.....	26
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR	28
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	30
3.1 MATERYAL	30
3.1.1 Malzemenin Hazırlanması ve Parlatılması.....	31
3.1.2 Malzemelerin statik ve dinamik sertliklerinin incelenmesi	32
3.2. YÖNTEM	34
3.2.1 Oliver-Pharr Yöntemi.....	34
4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA	38
4.1 Statik Sertlik Analizi.....	38
4.1.1 Vickers Sertlik Analizi.....	38
4.1.2 Knoop Sertlik Analizi	42
4.2 Dinamik Sertlik Analizi.....	49
4.2.1 Meyer Yasasına Göre Analiz	51
4.2.1 Hays-Kendall Yaklaşımına göre Analiz.....	52
4.2.3 Orantılı Numune Direncine göre Analiz	53
4.2.4 Düzeltilmiş Orantılı Numune Direncine göre Analiz	54
4.2.4 Nix-Gao Modeline göre Analiz.....	56
5. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	58
KAYNAKLAR	60
TEŞEKKÜR.....	66
ÖZGEÇMİŞ	67

ÖZET**SIALON SERAMİKLERİNİN STATİK ve DİNAMİK SERTLİKLERİNİN ANALİZİ**

Sialon seramiği katı hal toz sentezi sonrasında toz mekanokimyasal metotla aktivasyon edilerek üretildi. Statik ve dinamik sertlikler Vickers ve Knoop ucu kullanılarak analiz edildi. Geleneksel mikrosertlik ve derinlik duyarlı mikrosertlik (DDM) ölçümleri sırası ile Future-Tech FM 700 ve DUH-201S cihazlar ile yapıldı. Vickers uç ile elde edilen sonuçlar, uygulanan yükün artması ile sertlik değerlerinin arttığı, ters çentik boyutu etkisi (RISE) gösterirken, Knoop ucu ile elde edilen sonuçlar, uygulanan yükün artması ile sertlik değerlerinin azaldığı, çentik boyutu etkisi (ISE) gösterdi. Statik sertlik deneylerinden elde edilen veriler, Meyer kanunu, Hays-Kendall modeli, Orantılı numune direnci modeli, ve düzeltilmiş orantılı numune direnci modeli kullanılarak analiz edildi. Hays-Kendall modelinin yükten bağımsız statik sertliği (H_{LI}) belirlemede en etkili model olduğu bulundu. Sialon seramik numunesinin yük-yerdeğiştirme eğrileri, 200'den 1800 mN'a kadar değişen farklı pik yükü seviyelerinde elde edildi. Yük-yerdeğiştirme eğrilerinden hesaplanan dinamik mikrosertlik değerleri, statik mikrosertlik değerlerinde olduğu gibi, yüke bağlı bir davranış (çentik boyutu etkisi) gösterdi. Çentik boyut etkisi davranışı (ISE), Meyer Kanunu, Hays-Kendall yaklaşımı, orantılı numune direnci modeli (PSR) ve geliştirilmiş orantılı numune direnci (MPSR) modeli ve Nix-Gao modeli ile analiz edildi. Sonuç olarak, Sialon seramiğinin mikrosertliğinin belirlenmesinde en uygun modelin Nix-Gao modeli olduğu bulundu.

2011, 67 sayfa

Anahtar kelimeler: Statik sertlik, Dinamik sertlik, Çentik boyutu etkisi, Ters çentik boyutu etkisi

ABSTRACT**STATIC and DYNAMIC HARDNESS ANALYSIS of SiAlON CERAMICS**

Sialon ceramic produced by solid state powder synthesis then activated by mechanochemical milling method. The static and dynamic hardness were analyzed using Vickers and Knoop indenter. Conventional microhardness and depth-sensing microhardness (DDM) measurements were performed by Future-Tech FM 700 and DUH-201S apparatus, respectively. While The Vickers indenter experimental results revealed that the static hardness exhibit reverse indentation size effect, where the apparent microhardness increase with increasing applied load (RISE), the Knoop indenter experimental results exhibit indentation size effect (ISE), where the apparent microhardness increase with decreasing applied load. The experimental static hardness data were analyzed using Meyer's law, Hays-Kendall's model, the proportional specimen resistance (PSR) model, and the modified PSR (MPSR) model. The Hays-Kendall model is found to be the most effective one for load-independent static hardness (H_{LI}) determination of the SiAlON ceramic. The indentation load-displacement curves of the Sialon ceramic were drawn by different peak load levels ranging from 200 to 1800 mN. Dynamic microhardness values calculated from loading-unloading curves exhibited peak load dependence, i.e., indentation size effect, as that of static microhardness values. The indentation size effect (ISE) was analyzed by using the Meyer's law, the Hays-Kendall approach, the Proportional Specimen Resistance model (PSR), the Modified Proportional Specimen Resistance model (MPSR) model, and Nix-Gao model. Consequently, Nix-Gao model was found to be the most effective one for determination of microhardness of Sialon ceramic.

Key words: Static hardness, Dynamic hardness, Indentation size effect, Reverse Indentation size effect

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

ISE	Çentik boyutu etkisi
h_e	Elastik derinlik (yerdeğiştirme)
h_p	Plastik derinlik, (Kontak derinliği)
P	Uygulanan yük
E_r	İndirgenmiş elastiklik modülü
E_n	Numunenin Young modülü
$E_ç$	Çentcinin Young modülü
ν_n	Numunenin Poisson oranı
$\nu_ç$	Çentcinin Poisson oranı
H	Malzemenin sertliği
DDM	Derinlik Duyarlı Mikrosertlik
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
SPM	Taramalı Uç Mikroskobu
AFM	Atomik Kuvvet Mikroskobu
S	Kontak katılığı
δP	Yükteki artış
δh	Yerdeğiştirmedeki artış
RISE	Ters çentik boyutu etkisi
A_c	Kontak alanı
n	Meyer indisi (üssü)
W	Numunede kalıcı deformasyon oluşturabilen en küçük yük
P_{etkin}	Etkin yük
P_{maks}	Uygulanan maksimum yük
h_c	Kontak derinliği
H_{HK}	Hays- Kendall yaklaşımı için yükten bağımsız sertlik değeri
H_{EP}	Elastik/Plastik deformasyon modeli için yükten bağımsız sertlik değeri
h_o	Elastik geri kazanımdan dolayı h_c 'ye eklenen düzeltme terimi
k	Çentici geometrisine bağlı sabit
a_1	Numunenin elastik özellikleri ile ilgili sabit
a_2	Numunenin plastik özellikleri ile ilgili sabit ve yükten bağımsız sertliğin bir ölçüsü

PSR	Orantılı numune direnci
H_{PSR}	Orantılı numune direnci modeli için yükten bağımsız sertlik değeri
P_c	Kritik test yükü
d_0	Kritik çentik boyutu
$MPSR$	Düzeltilmiş orantılı numune direnci
H_{MPSR}	Düzeltilmiş orantılı numune direnci modeli için yükten bağımsız sertlik değeri
a_o	Yüzey işlemlerinin sebep olduğu artık zor ile ilgili sabit
d	Açılan izin çap ortalaması
h	Numuneye yükün uygulandığı herhangi bir anda toplam yerdeğiştirme
h_s	Kontak çevresindeki yüzeyin yerdeğiştirmesi
ε	Konik uç için geometrik sabit
S_u	Oliver-Pharr metodundan hesaplanan kontak katılığı
H_s	Geleneksel (statik) mikrosertlik
H_d	Derinlik duyarlı (dinamik) mikrosertlik
H_{LI}	Yükten bağımsız sertlik bölgesi
H_{LD}	Yüke bağımlı sertlik bölgesi
H_{LIH}	Yükten bağımsız sertlik değeri
Δh	Çenticinin numune içerisindeki ilerleme miktarı
h_m	Maksimum yükteki girme derinliği

ÇİZELGELER DİZİNİ**Sayfa**

Çizelge 1.1. Si ₃ N ₄ ve farklı Sialon seramiklerinin seçilmiş özellikleri (Heimann, 2010).....	16
--	----

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 1.1. Genel kristal tipleri a) amorf b) polikristal c) tek-kristal (Sağlam ve Ateş, 2007)	4
Şekil 1.2. α ve β Silikon Nitrit'in hekzagonal yapısı. Siyah daireler Silikon, beyaz daireler Nitrojen atomlarını göstermektedir (Heimann, 2010).	7
Şekil 1.3. a) α - Si_3N_4 , b) β - Si_3N_4 , c) γ - Si_3N_4 ün kristal yapıları. Açık renkli atomlar silikon atomları, koyu renkliler nitrojen atomlarını göstermektedir (Heimann, 2010).	7
Şekil 1.4. Sialon seramiklerdeki dörtyüzlü birimlerin atomik düzenlenişleri.....	9
Şekil 1.5. Janecke prizması altılı sistem (Si_3N_4 - Al_2O_3 - SiO_2 - AlN - YN - Y_2O_3). Boş daireler kristalin ana fazını dolu daireler ikincil yardımcı fazını göstermekte. Gölge düzlemde ($\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ - Y_4O_6 - Al_4O_6) nitrojen ile Oksijenin kısmen yer değişmesi ile oluşmuş Birkaç kristal katı çözelti görülmektedir (Heimann, 2010).....	9
Şekil 1.6. Vickers çentici (b) İzin diyagonal boyu.....	14
Şekil 1.7. (a) Brinell çentiği (b) İzin çapı.....	15
Şekil 1.8. Rockwell Çentisinin Şematik Gösterimi	16
Şekil 1.9. Knoop Çentisinin Şematik Gösterimi.....	17
Şekil 1.10. Tipik bir çentme testi için a) Yükleme profili b) Yük-yerdeğiştirme eğrisi.....	18
Şekil 1.11. Elastiklikteki farklılıkları gösteren yük yer değıştirme eğrileri a) Tamamen elastik b) Elastoplastik c) İdeal plastik numune.....	19
Şekil 1. 1.12. Mikrosertliğin test yüküne göre değışimi	22
Şekil 1. 1.13. Vickers çentici etrafında meydana gelen a) yığılma ve b) çökme davranışı	23
Şekil 3.1. SiAlON sistemini beş bileşenli gösteren Janecke prizması. Gölgeleştirilmiş Si_3N_4 - YN . $_3\text{AlN}$ - AlN . Al_2O_3 düzlemi α -SiAlON faz bölgesi. Katı çözelti β -SiAlON, Si_3N_4 - AlN . Al_2O_3 çizgisi boyunca uzamakta ve α -SiAlON düzleminin kenarında meydana gelmektedir...	30
Şekil 3.2. Gezegensel öğütme cihazı.....	31
Şekil 3.3. Statik sertlik deneyleri için kullanılan a) Future-Tech FM 700 mikrosertlik cihazı b) Nikon MA 100 metal mikroskobu.....	33

Şekil 3.4. Dinamik sertlik deneyleri için kullanılan DUH-W201S'nin genel görünümü (http://www1.shimadzu.com/products/test/hardness/duh201.html).....	33
Şekil 3.5. (a) Çentiğin yatay kesiti (b) Oliver-Pharr metodunda kullanılan yük-yerdeğiştirme eğrisinin şematik gösterimi.....	35
Şekil 4.1. Vickers mikro sertliğin uygulanan maksimum yük ile değişimi	38
Şekil 4.2. Sialon numunesi için $\ln H_V - \ln(P^{5/3}/d^3)$ grafiği.....	40
Şekil 4.3. Vickers çenticinin a) 1000 gf yükte b) 500 gf yükteki izleri.....	41
Şekil 4.4. Vickers çenticinin a) 300 gf yükte b) 200 gf yükteki izleri	41
Şekil 4.5. Knoop mikrosertliğin uygulanan maksimum yük ile değişimi.....	42
Şekil 4.6. Sialon seramiğin test yükünün çentik boyutuna göre değişimi	43
Şekil 4.7. Sialon seramiğinin (P_{maks}/d)-d değişimi.....	45
Şekil 4.8. Uygulanan maksimum yükün çentik boyutuna bağlı değişimi.....	47
Şekil 4.9. Hays-Kendall yaklaşımına göre P_{maks} 'ın d^2 'ye göre grafiği	48
Şekil 4.10. Sialon seramiğinin Uygulanan maksimum yük-yerdeğiştirme eğrileri	50
Şekil 4.11. Dinamik mikrosertliğin uygulanan maksimum yüke bağlı değişimi..	50
Şekil 4.12. Meyer yasasına göre $\ln P - \ln h_c$ grafiği.....	51
Şekil 4.13. Uygulanan maksimum yükün yer değiştirmeye göre grafiği.....	53
Şekil 4.14. PSR modeline göre SiAlON numunesi için $P_{maks}/h_c - h_c$ grafiği	54
Şekil 4.15. Uygulanan maksimum yükün yerdeğiştirmeye göre grafiği.....	55
Şekil 4.16. Geometrik olarak oluşturulmuş dislokasyon ilmeklerinin şematik gösterimi (Nix ve Gao; 1998)	56
Şekil 4.17. Sialon numunesi için $(H)^2 - (1/h)$ grafiği	57
Şekil 4.18. Sialon numunesi için $(H/H_0)^2 - (1/h)$ grafiği.....	57

1. GİRİŞ

Seramik Yunancada çömlek veya çömlekçilik anlamına gelen keramos sözcüğünden gelmektedir (Bengisu, 2006). Eski Yunanlılar bu sözcüğü yakılmış toprak veya pişmiş kil ürünler için kullanıyorlardı. Günümüzde seramik terimi inorganik, metal dışı malzemeleri tanımlamak için kullanılır. Seramik malzemeler çoğunlukla metal ve metal dışı (ametal) elementlerin bir bileşimidir; grafit ve elmas gibi bazı malzemeler bu tanıma uymamakla birlikte seramik malzemeler sınıfında yer alır. Geleneksel seramikler kil ve kum gibi doğal hammaddelerden elde edilir. Teknolojik seramikler (Mühendislik seramikleri) ise çoğunlukla yapay malzemelerdir, çeşitli hammaddelerin işlenmesi ve kimyasal tepkimeler sonucunda elde edilirler ve geleneksel seramiklere göre daha basit yapıdadırlar. Teknolojik seramikler günümüzde giderek büyük önem kazanmaktadır.

Günümüzde seramik malzemelerin önem kazanmasının başlıca nedenleri aşağıda belirtilmiştir:

- Yüksek sıcaklıklara dayanıklı olması
- Kimyasal kararlılığının yüksek olması
- Çok sert olmaları
- Metallerden hafif olmaları (%40 mertebesine varan)
- Hammadde olarak bol miktarda bulunması ve genelde metallere kıyasla ucuz olması
- Pahalı ve stratejik metallere ihtiyaç göstermemesi
- Erozyon ve aşınmaya karşı dayanıklı olması
- Oksitlenmeye karşı dirençlerinin yüksek olması
- Sürtünme katsayısının düşük olması
- Basma dayanımının yüksek olması
- Bütün bu üstün özelliklere karşın, seramik malzemelerin en önemli istenmeyen özelliği gevrek karakterde olmalarıdır (Grain, 1967).

SiAlON seramikleri, yüksek sıcaklık mekanik ve termal özelliklerinden dolayı uzun süredir yapısal ileri teknoloji seramikleri alanında sürekli bir ilgi alanı oluşturmaktadır. SiAlON seramikleri Si_3N_4 seramiklerinin bir üyesidir. Si_3N_4 ve Al_2O_3 ile oluşan katı çözeltilere ilave edilen bazı oksitler ile SiAlON seramikleri oluşur. Sistemde Si-N ile Al-O yer değişimi gözlenir. Her iki bağın uzunlukları birbirine yakın olduğundan yer değişimi kolayca gerçekleşmektedir. SiAlON seramikleri Japonya ve Newcastle üniversitesi, İngiltere’de birbirinden bağımsız yapılan çalışmalarla 1970 yılında keşif edilmiştir (Ekstrom ve Nygren, 1992). SiAlON seramikleri, yüksek sıcaklıklarda sağladığı özelliklerden dolayı yapısal ileri teknoloji seramikler arasında ilgi odağı oluşturmıştır. Bu isim altında toplanan değişik SiAlON’lar bulunmaktadır. Bunlar: α -SiAlON, β -SiAlON, α/β -SiAlON, O'-SiAlON, X-fazı, AlN-politipler ve son günlerde geliştirilmiş olan fonksiyonel aşamalı SiAlON seramikleridir (Arık, H., ve Sarıtaş). α ve β -SiAlON’lar kendilerine özgü özelliklere sahiptirler. Örneğin α -SiAlON mükemmel sertlik sağlarken, β -SiAlON yüksek tokluk, mukavemet ve daha iyi ısı iletkenlik özellikleri oluşturur (Walls ve Thompson, 1986). α/β -SiAlON seramikleri her iki bileşenin özelliklerini sağlayacak daha iyi özellikler oluşturmaktadır.

Genel olarak, malzemenin ham halden (bulk formundan) endüstride kullanılacak formlara (plaka, levha, tel vb) getirilmesi sürecinde, mekanik özellikler en belirleyici unsur olarak karşımıza çıkmaktadır. Mekanik özelliklerin, malzemelerin üretim şartlarına ve dolayısıyla mikro yapısına bağlı oldukları iyi bilinmektedir. Bunun yanı sıra, ham haldeki malzemelerin endüstride kullanılacak formlara getirilmesi sırasında maruz kalacakları, gerek soğuk işlemler (dövme, çekme, baskı vb) ve gerekse ısı işlemlerin, mekanik özellikleri etkilediği de bilinmektedir. Genellikle, bir dış kuvvet etkisi altında malzemelerin davranışlarını inceleme esasına dayanan mekaniksel karakterizasyon teknikleri, endüstrinin ihtiyacı olan uç ürünlerin performans değerlendirmelerinde kullanılan başlıca yöntemlerdir (Uzun ve ark. 2004).

Yüzyıldır malzemelerin sertliklerini belirlemek amacıyla çentik deneyleri yapılmaktadır (Tabor, 1986). Çünkü sertlik ölçümleri, malzemelerin mekanik özelliklerini incelemenin en yaygın yollarından biridir. Bu testlerdeki ölçümlerin, basit, hızlı ve tekrarlanabilir olmasının yanı sıra küçük numuneler üzerinde ve

nispeten az maliyetle yapılabilir olması, bu testlere olan ilgiyi büyük ölçüde artırmaktadır.

Sertlik testleri, malzemeleri sertlik açısından karşılaştırmanın, kalitelerini tespit etmenin ve bazı içyapı özelliklerini ölçmenin bir yolu olarak ortaya çıkmıştır. Günümüzde de halen kullanılmakta olan geleneksel (statik) sertlik testleri ve son yıllarda geliştirilen derinlik duyarlı mikrosertlik (DDM) ölçümleri arasında farklılıklar olsa da, her ikisinde de amaç aynıdır. Geleneksel testlerde uygulanan yük kaldırıldıktan sonra geride kalan iz (kontakt alanı) optik yolla ölçülür. Uygulanan yükün, numune üzerinde oluşturduğu kontak alanına oranı ise sertliği verir. Bu sertlik değeri, malzemenin uygulanan yüke gösterdiği plastik tepkidir. Numune yüzeyinde meydana gelen kontak alanı ölçümlerinde kullanılan cihazların ayırma gücü (hassasiyeti) kontak alanı ölçümlerini büyük ölçüde etkileyebilmektedir. DDM tekniği ile çentiminin numune içerisindeki yer değiştirmesi ve yükün kontrollü bir şekilde uygulanması, çok daha hassas bir biçimde sağlanabilmektedir. Çalışmamızda, geleneksel yöntemlerin yanı sıra, malzemelerin mikromekanik karakterizasyon çalışmalarında yaygın olarak kullanılan DDM tekniği de kullanılmıştır.

Bu çalışmada β -SiAlON seramiğinin hem geleneksel (Vickers ve Knoop) sertlikleri, hem de DDM ölçümleri ile dinamik sertlikleri, elde edilerek analizleri yapılacaktır.

1.1 Kuramsal Temeller

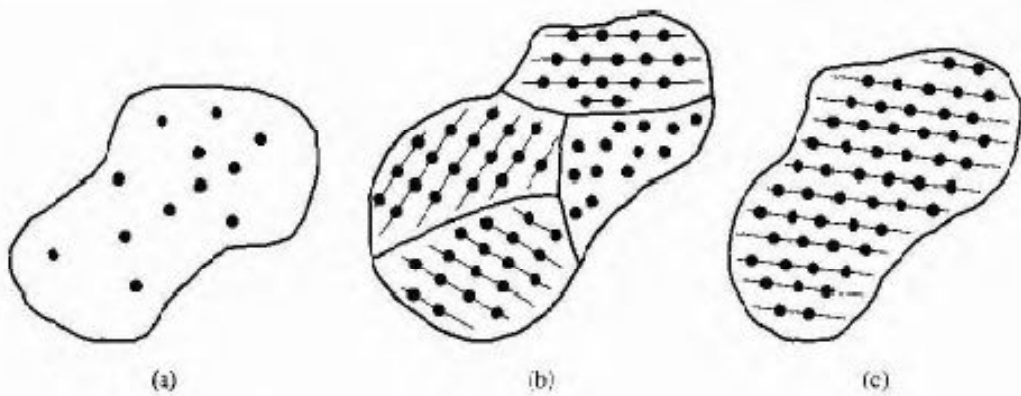
1.1.1 Geleneksel Seramikler

Geleneksel seramikler, tabiattan doğrudan kazanılan kil, kuvars ve feldspat hammaddelerinin temel karışımından oluşur. Bu sınıflama içinde çeşitli porselenler, çini, tuğla-kiremit, sağlık gereçleri, karolar ve benzeri diğer geleneksel seramik malzemeler bulunur. Genel olarak geleneksel seramikler silikatlar ve alümina silikatlardan oluşur. Bu tip seramiklerin daha etkin kullanımları için iyi ısısal ve elektriksel dayanım (yalıtkanlar için), süper oksidasyon ve yüksek sıcaklık dayanım (refrakterlik) özellikleri sağlamaları gerekir (Kuşhan, 2000). Son yıllarda bu tür malzemelerin mekaniksel ve kimyasal özellikleri daha iyi anlaşılmış ve bu durum malzemelerin yüksek sertlik, mukavemet, kimyasal kararlılık ve korozyon açılarından gelişmeler ortaya

konmuştur. Geleneksel seramik malzemelerin oluşumu çok yıllar öncesine dayanırken, bu malzemelere göre oldukça yeni olan ve çok hızlı gelişen bir malzeme sınıfı ileri teknoloji seramikleridir (Barsoum, 2003)

1.1.2 İleri Teknolojik Seramikler

Katılar en genel olarak amorf, polikristal ve tek kristal olmak üzere üç grupta toplanırlar. Her tip malzeme, içerisindeki düzenli boyutların karakterize edilir. Düzenli bir bölge, atom ve moleküllerin geometrik olarak düzenli dizilmeleri ya da periyodik olarak dizilmeleri ile oluşan uzaysal bir hacimdir. Amorf malzemelerde düzen sadece birkaç atom veya molekül mertebesinde, iken polikristallerde atom ve moleküllerin boyutlarında düzenlilik daha yüksek mertebelere sahiptir. İdeal olarak tek kristal maddeler, maddenin bütün hacmi boyunca düzenli geometrik periyodikliğe uyan yüksek derecede bir düzene sahiptirler (Sağlam ve Ateş, 2007).



Şekil 1.1. Genel kristal tipleri a) amorf b) polikristal c) tek-kristal (Sağlam ve Ateş, 2007)

Çok saf hammaddeler ileri teknolojik seramiklerin üretiminde kullanılmaktadır. Bu hammaddelerden birçok özellikler (safsızlıktan arındırılmış, tane boyutu ve yüzeyi belirlenmiş) beklenmektedir. Bu tür seramik malzemelerin üretiminde çok değişik üretim yöntemleri bulunmaktadır. Bu yöntemler kullanılarak mekanik, elektrik elektronik ve biyolojik olarak üstün özelliklere sahip seramik malzemeler üretilmektedir. Bu seramikler fonksiyonlarına ve kullanım alanlarına göre iki temel grupta incelenmektedir. Bunlar: fonksiyonel ileri teknoloji ve yapısal ileri teknoloji seramiklerdir (Lackey, 1986). Geleneksel seramikler ile teknolojik seramikleri birbirinden farklı kılan özellikleridir. Her iki seramik grubu da temel olarak toz metalürjisi tekniği ile

üretilirken, kullanılan hammadde, şekillendirme ve sinterleme gibi temel üretim aşamalarındaki farklılıklar üretilen özelliklerini tayin etmektedir. Geleneksel seramikler doğal hammaddelerden üretilirken, teknolojik seramiklerin hammaddesi sentezleme yöntemiyle yapay olarak hazırlanmaktadır. Bunun nedeni yapay hammaddelerin istenmeyen maddelerden arındırılmış olarak çok saf halde ve istenen fiziksel özelliklerde üretilebilmektedir. İleri teknoloji seramikleri arı bileşikler olup oksitler, nitrürler, sülfürler, silisitler, borürler ve karbürlerden oluşurlar. Bunların sahip oldukları iyonik ve kovalent bağların oranı bileşimindeki elemanların elektronegatiflik dereceleri arasındaki farka bağlıdır. Seramikleri meydana getiren atomlar arasındaki bağın iyonik ve kovalent olması esnek modüllerinin ve sertliklerinin metallere göre çok yüksek olmasını sağlar (Arık, 1996; Ersoy, 2007).

1. 2 Fonksiyonel İleri Teknoloji Seramikler

Fonksiyonel ileri teknoloji seramikler genel olarak manyetik parçalarda, makine elemanlarında ve biyokimyasal alanlarda uygulama alanı bulmaktadırlar. Ayrıca fonksiyonel ileri teknoloji seramikler elektronik, elektro-mekanik, optik ve manyetik uygulamalarda da kullanılmaktadırlar. Bu tür seramiklere örnekler: sensörler, optik malzemeler, katı elektrolitlerdir. Bu sınıfa en basit örnek sodyum lambalarında kullanılan saydam alüminadır (Kuşhan, 2000; Geçkinli, 1992).

1. 2. 1 Yapısal İleri Teknoloji Seramikler

Günümüzde ev aletlerinden, otomobile, düşük ve yüksek sıcaklıklarda mühendislik seramikleri kullanılmaktadır. Mekanik fonksiyonlar açısından yapısal ileri teknoloji seramikleri yüksek mukavemet ve aşınma dayanımı gibi özellikler sağlamaktadırlar. Alüminyum oksit (Al_2O_3), zirkonyum oksit (ZrO_2) silisyum karbür (SiC) ve benzeri malzemeler yapısal ileri teknoloji seramiklerine örnek seramik malzemelerdir (Scwartz, 1992). Hem oda sıcaklığında hem de yüksek sıcaklıklarda üstün mekanik ve kimyasal dayanım ve bu özellikler ile düşük yoğunluğa sahip olmaları bu malzemelerin önemli yüksek performans mühendislik seramikleri sınıfının içerisine dahil edilmesini sağlamıştır. Yapısal ileri teknoloji seramikler, metal ve metal dışı malzeme üretiminde, taşıma

endüstrisinde, kimya endüstrisinde ve güç üretim alanlarında kullanılmaktadır (Ceylan, 2006).

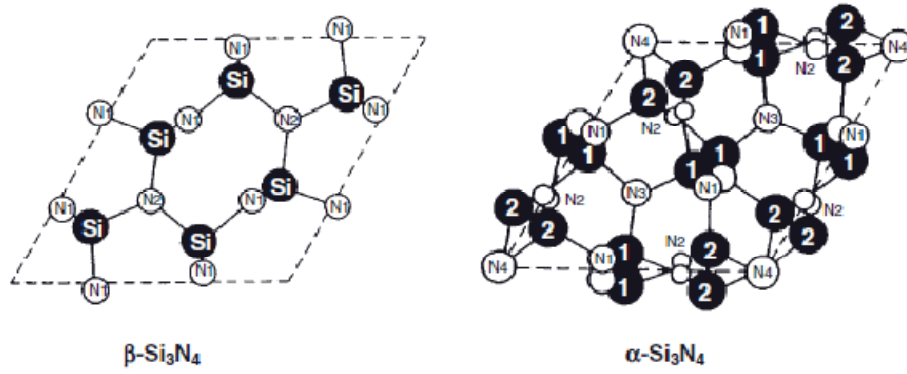
Yüksek sıcaklık yapısal uygulamaları için kullanılan en önemli monolitik malzemeler: silisyum nitrür (Si_3N_4), SiAlON, silisyum karbür (SiC), kısmi stabilize zirkonya (PSZ), alümina (Al_2O_3) müllittir ($3\text{Al}_2\text{O}_3-2\text{SiO}_2$). Bu tür seramiklerin kullanım alanları turbo kompröser motorları, valfler, türbin rotorları, nozüller, pervane kanatları, piston halkaları, kesici uçlar ve şekillendirmede kullanılan parçalar, pompalar, boru tesisatları, tanklar, ısı dönüştürücüler, üretim kalıpları, zehirli ve korozif sıvıların toplandığı kaplar gibi proses araçları; filtreler, ısıtıcılar, laboratuvar malzemeleri, membranlar, koruma tüpleri, bilyeler, aşınmaya dayanıklı parçalar, diş protezleri gibi biyomedikal uygulamalar olarak sıralanabilir.

1.2.2 Silikon Nitrür (Si_3N_4) Genel Özellikleri Ve Uygulamaları

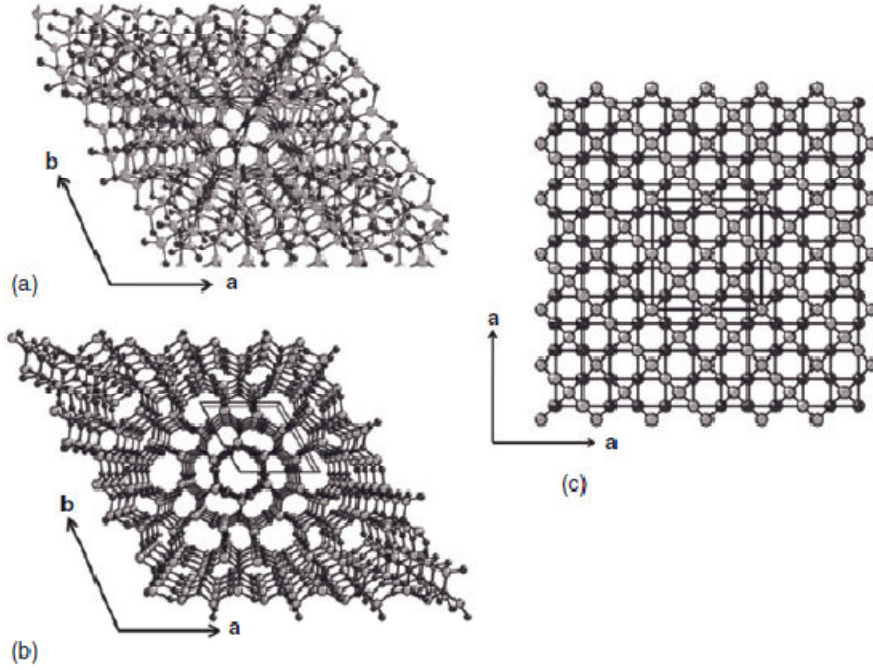
Silikon nitrür Şekil (1.2) ve Şekil (1.3)'de görülen (α - ve β - Si_3N_4) iki hegzagonal formda ve yüksek sıcaklıkta ve basınçta kararlı γ - formunda kristalleşir (Şekil 1.3).

Silikon nitrür seramikleri mükemmel mekanik özellikler (yüksek eğilme direnci, elastik modül, ve 1400 °C ye kadar kırılma tokluğu, yüksek aşınma direnci, düşük yoğunluk); termal özellikler (düşük termal genleşme katsayısı, yüksek termal şok direnci) ve kimyasal özellikler (bir çok asit ve baza, aşındırıcı gazlara ve sıvı metallere karşı mukavemet) gibi özelliklere sahiptir. Sahip olduğu özellikler bunlarla sınırlı değildir.

Kesici takımlarda, sert çelik ve süper alaşımların yüksek hızlı makinelerinde, ısı değiştirici ve ısı pompası olarak, sert lehimlemelerde, gaz tribünlerinin yakıcı hortum başlıklarında, turbo kompresörlerin pervanelerinde, içten yanmalı motorların pistonlarında (Zhu ve Sakka, 2008; Lin ve ark. 2006; Mikijelj ve ark. 2004; Petzow ve Herrmann, 2002),



Şekil 1.2. α ve β Silikon Nitrit'in hekzagonal yapısı. Siyah daireler Silikon, beyaz daireler Nitrojen atomlarını göstermektedir (Heimann, 2010).



Şekil 1.3. a) α - Si₃N₄ , b) β - Si₃N₄, c) γ - Si₃N₄ ün kristal yapıları. Açık renkli atomlar silikon atomları, koyu renkliler nitrojen atomlarını göstermektedir (Heimann, 2010).

1.3 Sialon Seramikler

Alüminyum oksit ve silikon nitrit'in seramik alaşımı olarak Sialon seramikler, ekonomik ve fonksiyonel olarak sıcak preslenmiş silikon nitrit'in alternatifi olarak geliştirildi. Bu alaşımların mekanik (çekme ve bükme mukavemeti, kırılma tokluğu, sertliği, aşınma direnci), termal (termal şok direnci)

ve kimyasal özellikleri (aşınma ve oksitlenme direnci) silikon nitrit'e göre daha da artırılmıştır

Çizelge 1.1. Si₃N₄ ve farklı Sialon seramiklerinin seçilmiş özellikleri (Heimann, 2010)

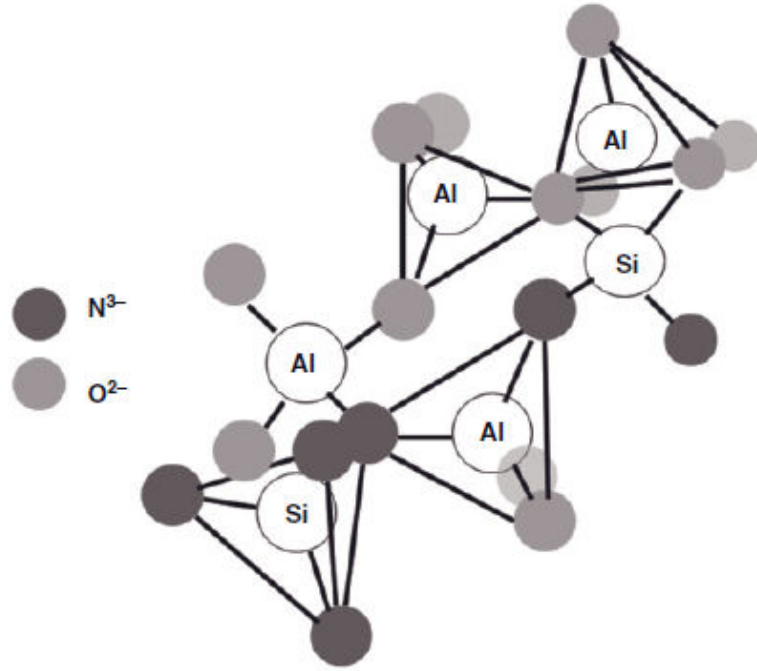
Özellikler	Seçilmiş SiAlON seramiklerin Özellikleri*					Si ₃ N ₄
	HCN-10	HCH-40	HSN-65	Sialon 101	Sialon 050	
Yoğunluk (Mg m ⁻³)	3.26	4.00	3.20	3.23	3.23	3.2
Bükülme Mukavemeti (MPa)	880	830	1050	–	–	600
Kırılma Tokluğu (MPa m ^{1/2})	7.5	6	–	7.7	6.5	5.9
Hardness (GPa)	15.5	15.2	14	15	20	14.7
Elastik Modül (GPa)	290	330	–	288	300	300
Isıl şok Direnci (ΔT)	710	400	–	900	600	> 800
Isıl iletkenlik (Wm ⁻¹ K ⁻¹)	17	25	65	21	20	> 80
Elektriksel direnç (Ωm)	> 10 ⁹	~ 10 ⁷	> 10 ¹³	10 ¹⁰	10 ¹⁰	10 ¹³

* HCN: Hitachi metal Amerika, Ltd., Sialon: Uluslar arası Sialon Ltd., Newcastle, İngiltere

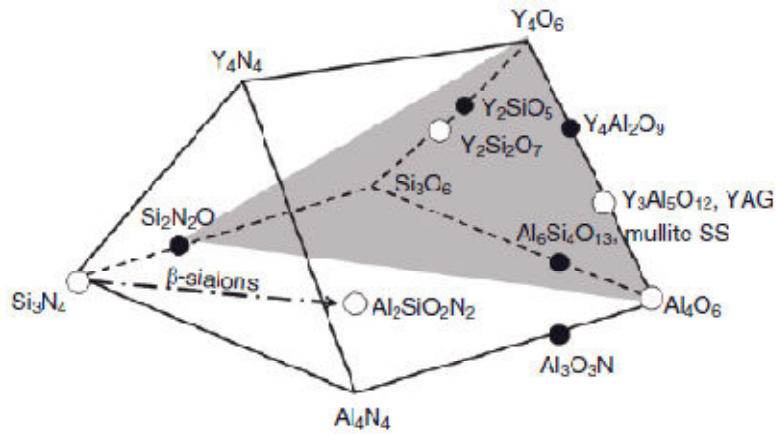
1.3.1 Sialon Seramiklerin Yapısı

α ve β Sialon seramikleri α -Si₃N₄ ve β -Si₃N₄ ile aynı yapıya sahiptir. β -Si₃N₄ de Si-N yerine Al-O geldiği zaman β -Sialon yapısına dönüşür ve genel formülü Si_{6-z}Al_zO_zN_{8-z} (0<z<4,2) şeklindedir. Bu yapıda O ve N ile Si ve Al dörtyüzlü koordinatlara yerleşir (Şekil 1.4). Birim hücrede 2 tane Si₃N₄ ihtiva eder. α -Sialon, α -Si₃N₄ yapısına dayalı bir katı çözeltili olup genel formülü $M_x^{p+}Si_{12-(m+n)}Al_{(m+n)}O_nN_{16-n}$ olup M, Li, Ca, B gibi metal iyonu, x yapıya ne kadar metal atomu girdiği, m ve n değerleri ise Si₃N₄ yapısında meydana gelen yer değiştirme miktarını gösterir ve $m=p.x$ dir. β -Sialon olması durumunda, Si-N'nin Al-O ile yer değiştirmesi ile birim hücrede oldukça küçük bir yer değiştirme olur. Çünkü Si-N ve Al-O bağ uzunlukları oldukça benzerdir. α -Sialon'da ise (m+n) (Si-N) nin m(Al-N) ve n(Al-O) ile yer değiştirmesi birim hücre boyutlarında

önemli bir artış ile sonuçlanır. Bunun nedeni ise Al-N bağı (187 pm), Si-N bağından (172-174 pm) daha da uzundur.



Şekil 1.4. Sialon seramiklerdeki dört yüzlü birimlerin atomik düzenlenişleri



Şekil 1.5. Jancke prizması altılı sistem ($\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-AlN-YN-Y}_2\text{O}_3$). Boş daireler kristalin ana fazını dolu daireler ikincil yardımcı fazını göstermekte. Gölge düzlemde ($\text{Si}_2\text{N}_2\text{O-Y}_4\text{O}_6\text{-Al}_4\text{O}_6$) nitrojen ile Oksijenin kısmen yer değişmesi ile oluşmuş Birkaç kristal katı çözelti görülmektedir (Heimann, 2010)

1.3.2 α -Sialon Seramikler

α -SiAlON, α - Si_3N_4 birim hücresi üzerine kurulu bir katı çözeltilidir. Genel gösterimi M-Si-Al-O-N şeklindedir. Burada M: Mg, Li, Ca, Y, ve Ce'dan Lu'ya kadar diğer bütün nadir toprak elementlerini kapsamaktadır. α -SiAlON'un birim

hücresinde iki atomlar arası boşluk vardır, bu boşluklara ilave atomlar girebilmektedir. α -SiAlON'un oluşumunda iki türlü yer değiştirme mekanizması görülür. İlk yer değiştirme, β -SiAlON'a benzer olarak Si ve N atomları eşit miktarda Al ve O atomları ile yer değiştirmesidir.

α -SiAlON'un genel formülü: $M_xSi_{12-(m+n)}Al_{m+n}O_nN_{16-n}$ şeklindedir. Burada x, yapıya ne kadar metal atomunun girdiğini m ve n değerleri ise Si_3N_4 yapısında meydana gelen yer değişiminin miktarını belirtir. x değeri m değerinin katyonun valansına bölünmesi ile elde edilir.

α -SiAlON geleneksel olarak eş eksenli tanelerden oluşur. Bu yapıdan dolayı çubuksu tanelerden oluşan β -SiAlON'a göre daha düşük kırılma tokluğuna sahiptir. Öte yandan farklı boyuttaki atomlardan oluştuklarından ısıl iletkenlikleri düşüktür. Bu sebepten ısıl şok dayanımları β -SiAlON'lara göre daha kötüdür (Limenga, 2010; Zenotchkine ve ark. 2004).

1.3.3 β -Sialon Seramikler

β - Si_3N_4 yapısında eşit miktarda Al-O ile Si-N yer değiştirmesi sonucu oluşan katı-katı çözeltiliye β -SiAlON denilmektedir. Bu yer değiştirme sonucu hegzagonal yapı oluşur ve birim hücre boyutu artar. Al ve O'in Si_3N_4 'ün kristal yapısına girmesi ile kristal kafesi genişleyerek β -SiAlON yapısı oluşur.

β -SiAlON'lar genel olarak $Si_{6-z}^{24-4z}Al_z^{3z}O_z^{2z}N_{8-z}^{24-4z}$ ($0 \leq z \leq 4,2$) formülü ile gösterilmektedirler. Bu formüllerde $z=0$ olduğundan yapı Si_3N_4 'dür. z değerinin artması ile katı çözeltide daha fazla Al ve O bulunur ve latis genişler. Sonuçta yapının yoğunluğu düşer. Sinterlenmiş β -SiAlON'un mikroyapısına bakıldığında iki farklı yapı görülebilmektedir (Hayama ve ark. 1997; Heimann, 2010; Sekine, 2001):

- β -SiAlON taneleri + camsı faz,
- β -SiAlON taneleri + kristalin YAG($Y_3Al_5O_{12}$) fazı.

β -SiAlON'un buhar basıncı katı çözeltili olmasından dolayı, buhar basıncı saf çözeltilinkinden yani silisyum nitrürünkenden daha düşüktür. Böylece silisyum nitrüre oranla, yapılan ilavelerle birlikte (MgO, Y_2O_3), düşük sıcaklıklarda sıvı faz oluştururlar. Oluşan bu sıvının miktarının kontrolü basınçsız sinterleme ile malzeme üretimini sağlar. Ayrıca düşük sıcaklıkta sinterleme tane

büyümesine engel olur, böylece de küçük tane boyutuyla yüksek mukavemet sağlar. Bununla birlikte düşük buhar basıncı yüksek sıcaklıkta buharlaşmayı ve ayrışmayı önlediğinden, β -SiAlON termodinamik olarak β -Si₃N₄'den daha karardır (Şahin, 1997; Basu ve Mukhopadhyay, 2009). β -SiAlON'un bazı özellikleri tablo 2.8'de verilmistir. β -SiAlON'un z değeri arttıkça termal iletkenlik, termal genleşme katsayısı ve elastik modül azalır.

β -SiAlON'ların en başarılı uygulaması, yüksek sertlik, mukavemet, aşınma direnci, termal sok direnci ve termal kararlılığı nedeniyle metallerin işlenmesinde kullanılan kesici uçlardır. Refrakter endüstrisinde yüksek sıcaklıkta çeşitli korozif ortamlara dayanıklı ve termal kararlılıkları yüksek malzemelere olan ihtiyacın artması, ergimiş demir ve demirdışı esaslı metallere dirençli ve termal sok direnci oksit seramiklere (T \approx 300°C) nazaran çok daha yüksek olan β -SiAlON'ların (T \approx 900°C) refrakter malzeme olarak geliştirilmesine ve kullanımına neden olmuştur. Sialonlar çelik dâhil birçok ergimiş metale karşı dirençlidirler. Fakat cüruflardan etkilenirler. Sialonlar döküm ve metal püskürtme işlemlerinde kullanılan döküm kalıbı ve vakum kalıbı altında yapılan hassas dökümlerde kullanılan potaların üretiminde kullanılırlar. Ayrıca sialon bağlı silisyum karbür tuğlalar yüksek mukavemet ve alkali ortama dirençleri nedeni ile yüksek fırında SiC tuğlaların yerini almaktadır (Şahin, 1997; Ekström, 1992; Cother ve Hodgson, 1982).

1.3.4 α/β -Sialon Kompozit Seramikler

α ve β -SiAlON seramiklerinin üstün özelliklerini birleştirmek amacıyla α/β -SiAlON kompozitleri geliştirilmiştir. α/β -SiAlON kompozitler α -SiAlON katı çözültisi ile β -SiAlON fazı arasındaki bütün kompozisyonlardan oluşan toz karışımının sinterlenmesi ile oluşur. β -SiAlON fazı Si_{6-z}Al₂O₂N_{8-z}, z \leq 0.8 olduğunda oluşurken, α -SiAlON fazı ise M_xSi_{12(m+n)}Al_(m+n)O_nN_(16-n) ve x \approx 0.35 ve n \leq 1.3 değerlerinde daha karardır. α/β -SiAlON yapısının oluşturulması camsı fazın miktarını azaltmaktadır. α/β -SiAlON kompozitlerin oluşumu α/β ve N/O oranına ve kararlılığı sağlayan katyona bağlıdır (Klemm ve ark. 1998; Heimann, 2010).

α/β -SiAlON kompozitler bileşenlerine göre daha kolay sinterlenirler. α/β -SiAlON kompozitlerin oluşumu için β -SiAlON oluşumundan daha yüksek

sıcaklık gerekir uzamış β -SiAlON taneleri mukavemet ve kırılma tokluğunu artırırken α -SiAlON taneleri sertliği belirler. α/β -SiAlON seramiklerin yüksek sıcaklık mukavemetleri oldukça iyidir. α -SiAlON fazı sadece yüksek sıcaklıklarda karardır ve düşük sıcaklıklarda β -SiAlON veya camsı fazlara dönüşür. Bu dönüşüm küçük yarıçaplı katyon ilavesi ile engellenir bu dönüşümün sonucunda elde edilen ürün mekanik özellikleri belirler (Klemm ve ark. 1998).

Birçok iyi özelliklere rağmen α/β -SiAlON, malzemelerinin 1400°C üzerindeki özelliklerinde sorunlar oluşmaktadır. Sistemdeki tane sınırı fazı sürünme ve oksidasyon davranışlarını etkilemektedir. β -SiAlON yapısında Al-O ve Si-N yerdeğiştirilmesi sonucu α -SiAlON'da metal oksit ilavesi ile iki büyük boşluğun doldurularak, α -SiAlON'ların kararlı yapılması ile α/β -SiAlON'lar üretilebilmektedir (Klemm ve ark. 1998).

Değişik kompozisyonlarda malzeme üretiminin sebebi, Mandal ve arkadaşları tarafından ~1450°C'den sonraki ısıtma işlemi ile α -SiAlON \rightarrow β -SiAlON faz dönüşümü ile açıklanmıştır. Bu araştırmacılar özellikle oksijence zengin SiAlON malzemelerinde sinterleme sıcaklığında α -SiAlON oluştuğunu ve kararlı hale geldiğini 1450°C'deki ısıtma işlemi boyunca artan z değeri ile β -SiAlON'a dönüştüğünü belirtmişlerdir. Hızlı soğuma ile α' ca zengin bir faz oluşurken, yavaş soğuma ile α içeriğinin azaldığı gözlenmiştir (Mandal ve ark. 1993).

1.4 Sertlik

Bir malzemenin çizilmeye, kesilmeye, aşınmaya ve delinmeye karşı gösterdiği direnç sertlik denir. Bilimsel anlamda ise, bir malzemenin dislokasyon hareketine veya plastik deformasyona karşı gösterdiği direnç sertlik olarak ifade edilebilir.

Sertlik deneyinde bir malzemenin yüzeyine batırılan bir uca veya kesici takıma karşı gösterdiği direnç ölçülür. Batıcı uçlar bilye, piramit veya koni biçiminde olup, genellikle sertleştirilmiş çelik, sinterlenmiş tungsten karbür veya elmas gibi, sertliği deney malzemesinin sertliğinden çok daha yüksek olan malzemelerden yapılır. Standart deneylerin çoğunda yük, batıcı ucu malzeme yüzeyine dik doğrultuda ve yavaş yavaş bastırarak uygulanır.

Sertlik ölçümünde dikkat edilmesi gereken bazı hususlar vardır. Örneğin; sertlik örneklerinin ölçme ve oturma yüzeylerinin düzgün ve birbirine paralel olması gerekir. Sertlik örneğinin kalınlığı, iz derinliğinin en az on katı olmalıdır. Batıcı uç, örnek kenarlarına yakın bölgede uygulanmamalı ve izler arasında iz çapının veya ortalama köşegen uzunluğunun en az 3 katı kadar bir uzaklık bulunmalıdır. Malzemenin sertliği, uygulana yüke bağlı olarak, ya örnek yüzeyinde oluşan izin yüzey alanına, ya da batıcı ucun batma derinliğine göre belirlenir. Genelde sertlik; uygulanan yükün örnekte oluşan kalıcı izin yüzey alanına bölünmesiyle bulunur (Savaşkan, 1999).

Belli başlı bilinen sertlik testleri temelde üç gruba ayrılır. Bunlar:

1- Makro sertlik test yöntemleri,

1.1) Brinell sertlik test yöntemi

1.2) Rockwell sertlik test yöntemi

1.3) Vickers sertlik test yöntemi

2- Mikrosertlik test yöntemleri,

2.1) Vickers mikrosertlik test yöntemi

2.2) Knoop mikrosertlik test yöntemi.

2.2) Berkovich mikrosertlik test yöntemi.

3- Nanosertlik test yöntemleri,

3.1) Vickers nanosertlik test yöntemi

3.2) Berkovich nanosertlik test yöntemi.

Sertlik, kalite kontrollerinde ve bununla ilgili performans parametrelerinde çok sık kullanılan bir özelliktir fakat metalin iç özellikleri ile ilgili çok fazla bilgi vermediği düşünülmektedir. Bu durum sertlik deneyinin doğasından kaynaklanmaktadır. Mühendislikte sertlik, malzemenin plastik bir deformasyona karşı direnç miktarı olarak kullanılır. Ampirik tanımından dolayı, sertlik değerinin ölçülmesi, ölçüm sürecinin tamamını içine alan plastik bir deformasyon gerektirir.

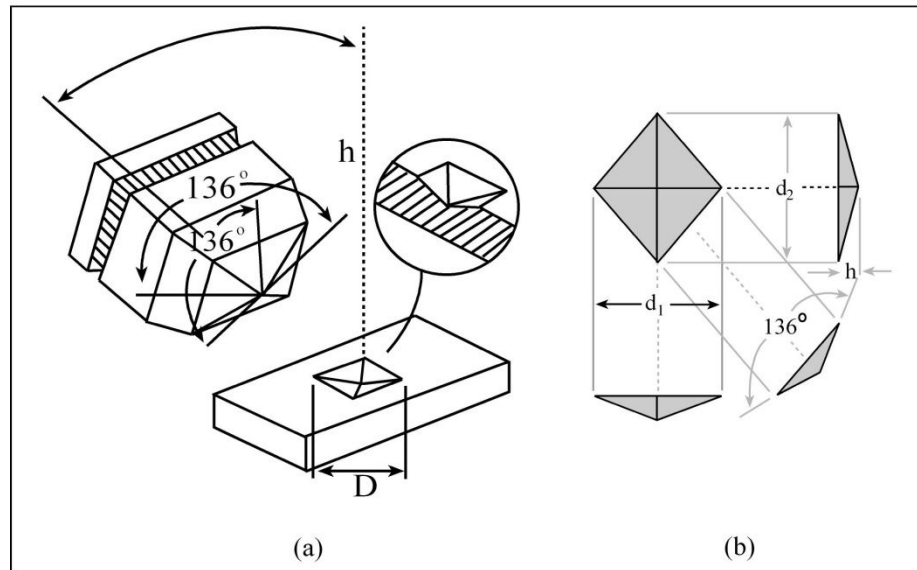
Sertliğin ölçümü, hangi sertlik tipinin kullanıldığına bağlıdır. Bunun sonucu olarak birçok sertlik değerinden bahsedilmektedir. Fakat bu sertlik

birimlerini bir birine dönüştüren herhangi bir yöntem yoktur. Ancak sertlik, homojenlik çalışmalarında üretim kontrolü ve malzeme seçiminde çok önemli bir özelliktir. Sertlik testleri, diğer yapılan testler ile karşılaştırılınca daha az maliyetli olması ve temel olarak malzemeyi fazla tahrip etmemesi nedeniyle çok yaygındır. Sertlik değerleri deney koşullarına çok bağlı olduğundan ancak aynı koşullar altında elde edilen sonuçlar birbirleri ile karşılaştırılmalıdır.

1.4.1 Vickers Sertlik Deneyi

Vickers sertlik ölçümü Smith ve Sandland (1922) tarafından ortaya konulmuş olup, daha sonra Vickers-Armstrong şirketi tarafından geliştirilmiştir. Vickers sertlik deneyinde, piramit biçiminde ve tabanı kare olan batıcı uç kullanılır. Elmastan yapılan piramitin tepe açısı $\alpha=136^\circ$ dir. Vickers ucunun iz baskı şeması (Şekil 1.6)'de verilmiştir. Vickers sertlik deneyi; söz konusu batıcı ucun malzemenin yüzeyine, malzeme cinsine göre seçilen bir yük altında (10, 25, 50, 100, 200, 300, 400, 500g ve 1kg gibi) belirli bekleme süresi (10, 15s gibi) ile batırılarak oluşan izin köşegen uzunluklarının ölçülmesinden ibarettir.

Vickers sertlik değeri (H_v); $H_v = 1854,4 F/d^2$ (GPa) bağıntısı ile bulunur. Burada; F uygulanan yük olup, d izin ortama köşegen uzunluğudur ve $d=(d_1+d_2)/2$ formülü ile hesaplanır. Vickers sertliği ölçme yöntemi daha uzun zaman almakla beraber en duyarlı sertlik ölçme yöntemlerinden biridir, özellikle araştırma amacı ile mikro ve nano boyuttaki sertlikleri ölçmeye elverişlidir.



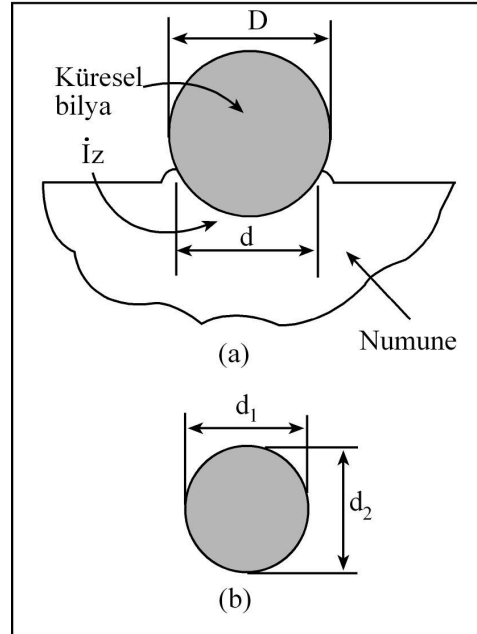
Şekil 1.6. Vickers çentici (a) İzin diyagonal boyu

1.4.2 Brinell Sertlik Deneyi

Brinell sertlik deneyi İsveçli mühendis Johan August Brinell tarafından 1900 yılında önerilmiştir (Brinell, 1900). Standart bir bilya P yükü ile malzeme yüzeyine batırılır, oluşan plastik izin çapı ölçülür, P yükü oluşan izin S yüzey alanına bölünerek Brinell sertlik sayısı elde edilir (Şekil 1.7). Genellikle standart Brinell sertliği ölçümünde 10 mm çaplı, bilya, 3000 kg yükü 30 saniye süre ile bastırılır. Kuvveti küresel yüzey alanına bölerek elde edilen H_B Brinell sertliğinin boyutu kgf/mm^2 dir.

$$H_B = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (1.1)$$

Endüstride mevcut metallerin sertliği geniş bir bölgede değiştiğinden bir tek deney koşulu yeterli duyarlık sağlayamaz. Bilyenin ne fazla dalıp iz ağzının kabarması, ne de az dalıp belirsiz iz oluşturması istenir. Uygun biçimde iz oluşturacak şekilde hem yük, hem de bilye çapı değiştirilir. Bulunan sertlik sayısı verilirken deney koşullarını belirtmek gerekir.

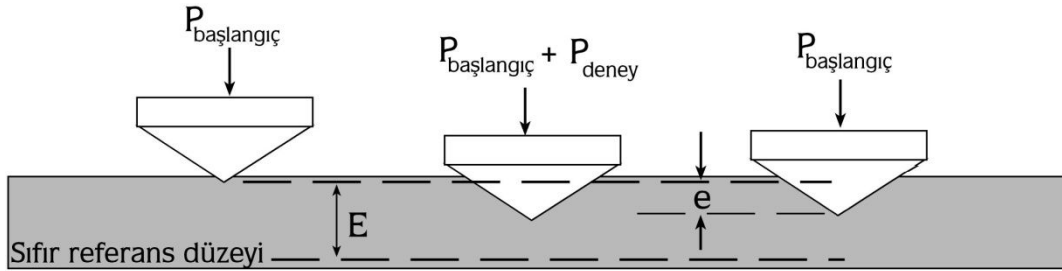


Şekil 1.7. (a) Brinell çentiği (b) İzin çapı

1.4.3. Rockwell Sertlik Deneyi

Rockwell 1922 yılında sertlik testlerinde konik uçların kullanılabilmesi ile ilgili ilk çalışmayı yaptı. Bu testte, Bilye veya koni şeklinde olan standart bir uç belirli bir yük altında malzeme yüzeyine batırılır ve oluşan plastik izin derinliği ölçülerek Rockwell sertliği sayısı saptanır. Ancak bu yöntemde batma derinliği ölçüleceği için yüzey pürüzlülüğü sonuçları etkileyebilir. Bu sakıncayı gidermek için önce *başlangıç* yük uygulanarak alet sıfır düzeyine ayarlanır. Daha sonra *deney* yükü belirli hızla uygulanıp kaldırılır. Başlangıç yükü hala varken deney yükünün oluşturduğu plastik batma derinliği ölçülür (Şekil 1.8) Ancak uygulamada Rockwell sertlik sayısı belirli koşullarda elde edilen batma derinliği yerine ona karşı gelen boyutsuz bir sayı ile belirtilir.

Değişik deney koşullarında elde edilen farklı düzeylerdeki sertlik sayıları R_A , R_B , R_C gibi simgelere verilir. Bu sayılar 0 ile 100 arasında bir değer alır. En sert metallerin Rockwell sertliği konik bir uçla (brale) 150 kgf yük uygulanarak ölçülür ve sonuçlar R_C ile belirtilir. Örneğin su verilmiş çok sert çeliğin sertliği 60-65 R_C arasında bulunur. Pratik olması nedeni ile Rockwell sertlik ölçme yöntemi endüstride çok yaygın olarak uygulanır.



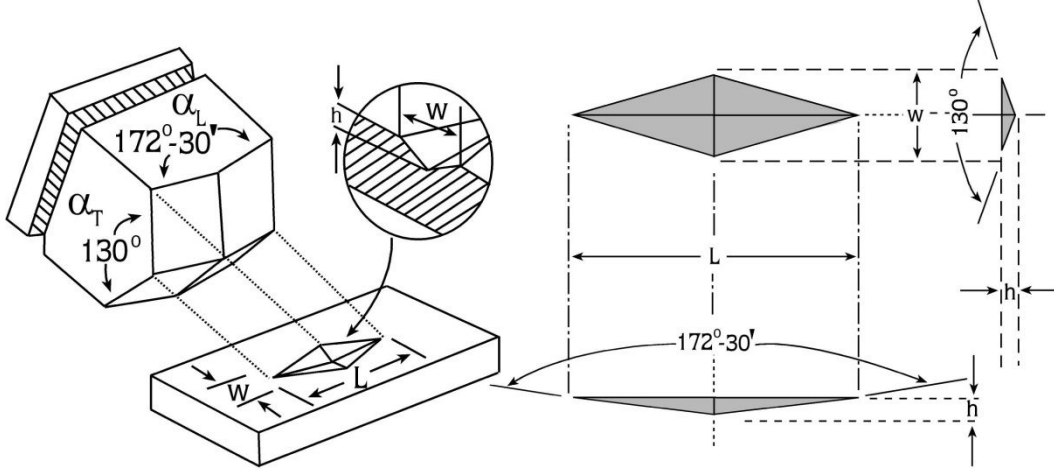
Şekil 1.8. Rockwell Çentisinin Şematik Gösterimi

1.4.4. Knoop Sertlik Deneyi

Özellikle çok ince malzemeler için Vickers sertlik testine alternatif olarak kullanılan Knoop sertlik testi (Knoop et al. 1939), Vickers sertlik testinden hem çentinin geometrisi hem de sertlik tanımının özelliğinden dolayı farklıdır (Şekil 1.9). Knoop çentici eşkenar dörtgen tabanlı piramit şeklindedir ve çentinin zıt yüzeylerinin iki çifti arasındaki açılar eşit değildir. Büyük açı $172^{\circ}30'$ ve küçük açı 130° dir. Knoop sertliği uygulanan yükün kalıcı izin temas yüzey alanına oranı olarak hesaplanır.

$$H_K = \frac{F}{\frac{1}{2}Lw} = \frac{2F}{L^2 \cot(\alpha_L/2)\tan(\alpha_T/2)} = 14.229 \frac{F}{L^2} \quad (1.2)$$

burada L , w , α_L ve α_T şekil 1.9’da gösterilmiştir.



Şekil 1.9. Knoop Çentcinin Şematik Gösterimi

1.5 Derinlik Duyarlı Çentme

Çentme testleri, yaygın olarak malzemelerin sertlik analizi için kullanılmaktadır. Geleneksel sertlik testleri ile derinlik duyarlı mikrosertlik (DDM) analizleri arasında farklılıklar olsa da, her ikisinde de amaç aynıdır. Geleneksel sertlik testlerinde, çentici vasıtasıyla uygulanan yükün kaldırılmasından sonra geride kalan iz, kontak alanını belirlemek amacıyla optik olarak ölçülür. Uygulanan yükün, numune üzerinde oluşturduğu izin kontak alanına oranı, sertlik olarak tanımlanır.

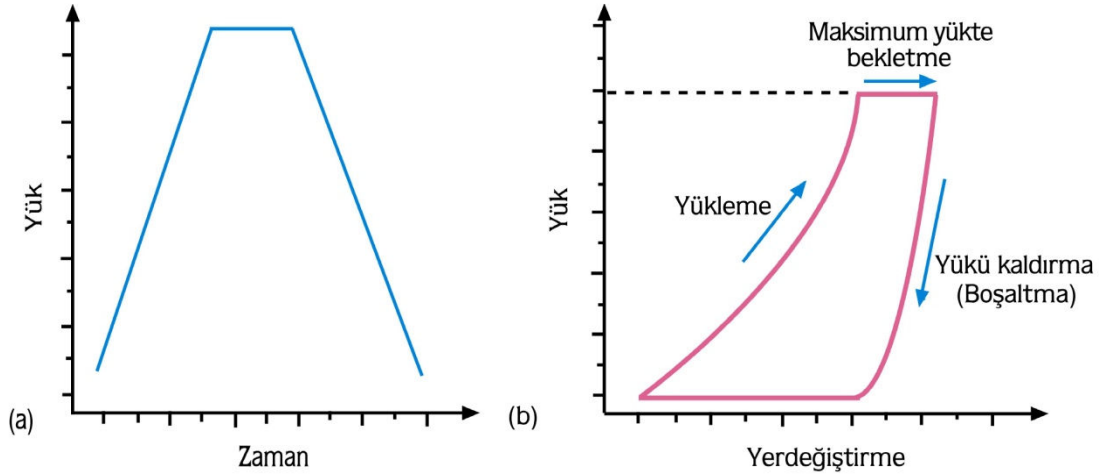
$$H_{makro} = \frac{P_{uygulanan}}{A_{kalan}} \quad (1.3)$$

Bu ifadeden elde edilen sertlik değeri, malzemenin uygulanan yüke gösterdiği plastik tepkidir. Kontak alanının hassas bir şekilde belirlenebilmesi, izi görüntülemek için kullanılan mikroskobun ayırma gücüne bağlıdır. Optik mikroskobun ayırma gücünden daha küçük ölçeklerde, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ya da Taramalı Uç Mikroskobu (SPM) kullanılması gerekir.

Nanometre boyutundaki ölçümler için ise bu tekniklerin hiçbirisi uygun olmayıp, daha çok Atomik Kuvvet mikroskopları (AFM) kullanılmaktadır.

Yerdeğiştirme miktarını doğru bir şekilde ölçen ve yükün çok hassas bir biçimde uygulanmasını sağlayan yeni test yöntemleri, çentilen bölgenin mikroskopik yöntemlerle incelenme gerekliliğini de ortadan kaldırmaktadır. Ayrıca, geleneksel tekniklerle sadece numune yüzeyinde kalan plastiklik ölçülmesine rağmen, DDM tekniği ile yükün kaldırılması (boşaltma) esnasında ortaya çıkan elastik geri kazanım ve başlangıç elastikliği de ölçülebilir hale gelmiştir.

Nanoçentme deneylerinde, yükün uygulanması (yükleme) ve kaldırılması (boşaltma) süreçlerinde, yerdeğiştirme verileri sürekli olarak kaydedilmektedir. Bu ölçümler en az 0.1 nm yerdeğiştirme çözünürlüğüne ve $0.1 \mu\text{N}$ yük duyarlılığına sahip cihazlarla yapılmaktadır (Baker ve Burnham, 2000). Şekil 1.10'da, derinlik duyarlı mikroçenticiler için bir yüklem profili ve bu profile karşılık gelen yük-yerdeğiştirme eğrisi görülmektedir. Çentme testi, uç sürüklenmesi belli bir değer (tipik olarak 0.1 nm/s den daha az) altında ise başlayacaktır. Eğrinin yüklem kısmı, batmaya karşı olan direncin bir ölçüsüdür. Yüklem eğrisinin eğimi, öncelikli olarak numuneye, çenticinin şekline ve boyutuna bağlıdır.



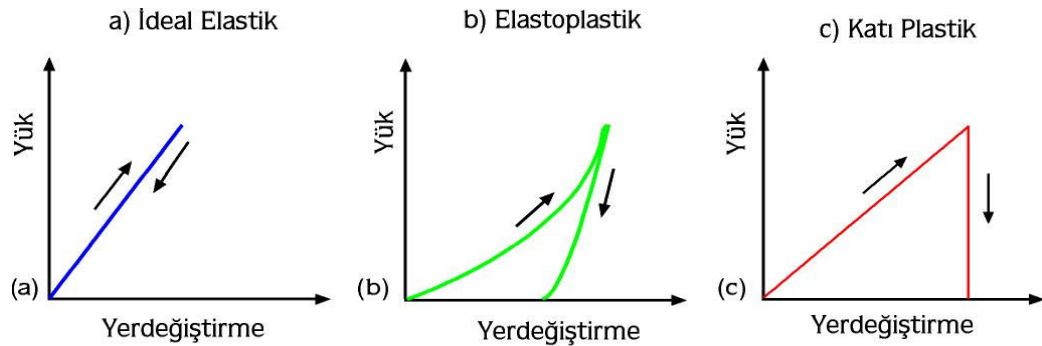
Şekil 1.10. Tipik bir çentme testi için a) Yüklem profili b) Yük-yerdeğiştirme eğrisi

Yükün maksimumda tutulduğu bölüm ise zamana bağlı plastiklik ya da sürünme (creep) analizlerinde kullanılır. Zamana bağlı plastiklik olarak

adlandırılır. Yükün kaldırılmasına bağlı olarak batma derinliğindeki geri kazanım miktarı, direkt olarak elastiklik derecesi ve geri kazanılmış elastik deformasyonla ilişkilidir.

Elastik olarak deforme edilmiş bir malzemede, yükleme sırasında açılan iz, yükün kaldırılması sırasında ortadan kalkacaktır. Bu durum, yük-yerdeğiştirme eğrisinde, boşaltma eğrisinin, yükleme eğrisi üzerinden geri dönmesi şeklinde gözlenecektir (Şekil 1.11 (a)). Elastoplastik bir malzemeye ait yük-yerdeğiştirme eğrisi ise Şekil 1.11(b)'de görülmektedir. Bu tür malzemeler, hem plastik hem de elastik davranışın bir karışımını sergiler. Plastik deformasyona uğramış bir malzemede, hemen hemen hiçbir geri kazanım gözlenmez (Şekil 1.11(c)). Kauçuk gibi tamamen elastik özellik gösteren bir malzemenin, geleneksel çentme yöntemleri ile sertliği ölçüldüğünde, belirli bir sertlik değeri elde edilemeyecektir. Çünkü numune tamamen kendini toparlayacak ve geride bir çentme izi kalmayacaktır. Bu sebeple, derinlik duyarlı çentik testleri, geleneksel yöntemlerle belirlenemeyen elastiklik özelliklerinin incelenmesine imkân vermesi dolayısıyla, büyük avantajlar sağlamaktadır.

Yükleme-boşaltma eğrisinin (profilinin) her bölümü için farklı bir analiz tekniği geliştirilmiştir. Yükleme kısmı, hem elastikliği hem de plastikliği içeren bir model gerektirir. Yüğü tutma (veya maksimum yükte bekletme) kısmı, genelde sürünme (creep) davranışını incelemek için kullanılır.



Şekil 1.11. Elastiklikteki farklılıkları gösteren yük yer değiştirme eğrileri
a) Tamamen elastik b) Elastoplastik c) İdeal plastik numune

Yüğü kaldırma kısmı ise malzemenin elastik geri kazanımını göstermektedir. Yükleme, boşaltma ve maksimum yükte bekletme eğrilerinin incelenmesi, pratikte plastiklik ve kontak alanı arasındaki ilişkiler hakkında pek

çok kabul gerektirir. Kullanılan modele en az bağımlılık göstermesinden dolayı, çentme eğrisinin boşaltma kısmının kullanıldığı teknikler, en yaygın kullanıma sahiptir. Nanoçentme deneylerinden elde edilen verilerin yorumlanması amacıyla kullanılan teknikler, genel olarak dört varsayım üzerine kurulmuştur. Bu varsayımlara göre; (i) çentimin eğrilik yarıçapının numune yüzeyi ile karşılaştırıldığında çok küçük olduğu, (ii) çentimin ve numune boyutlarının kontak alanına kıyasla çok büyük olduğu, (iii) çentik boyutunun, tüm sistemle karşılaştırıldığında çok küçük olduğu ve (iv) kontak halindeki cisimlerin sürtünmesiz olduğu ve sadece normal doğrultudaki kuvvetin numuneye iletiildiği kabul edilmektedir.

Pek çok araştırma gurubu, bir çentme testinden elde edilen yük-yerdeğiştirme verilerinin nasıl daha iyi yorumlanabileceği üzerinde çalışmışlardır. Elastikliğin deformasyon mekanizması üzerindeki etkisinin araştırılması, günümüzde kullanılan yeni test tekniklerinin geliştirilmesinden çok daha önce başlamıştır. 1961 yılında Stillwell ve Tabor konik çentimler kullanarak elastik toparlanmayı ve bunların mekanik özellikler üzerindeki etkisini incelemişlerdir (Tabor, 1961). Armstrong ve Robinson (1974), malzemelerin birleştirilmiş elastik ve plastik deformasyonlarını Lawn ve Howes (1981) ise, elastik toparlanmayı irdemişlerdir. Kontak alanını, yük-yerdeğiştirme eğrilerinin boşaltma kısmını kullanarak belirleyen ilk araştırmacılar, Bulychev, Alekhin, Shorshorov ve Ternovskii'dir (Bulychev vd., 1975). Doerner ve Nix (1986), çentik boyutunun optik aletler kullanılarak ölçülemeyecek kadar küçük olduğu milinewton (mN) yük aralığında, DDM tekniğini ilk kez kullanmışlardır. Oliver ve Pharr (1992) ise, bu tekniği tamamen düzelterek daha kullanışlı bir hale getirmişlerdir. Benzer bir analiz tekniği, Field ve Swain (1993) tarafından, küresel çentimler üzerine odaklanarak geliştirmiştir. 2001 yılında ise, bu son iki tekniğin aynı teknik olduğu gösterilmiştir (Cripps, 2001). Yukarıda kısaca özetlenen çentme teknikleri, idealize edilmiş katı bir küre ile düz bir yüzeyin kontağının incelenmesi esasına dayanır. Sneddon (1965), çeşitli geometrilerdeki katı çentimler ile izotropik elastik yarı uzay arasındaki kontak için aşağıdaki basit ifadeyi geliştirerek, kontak katılığının (Contact stiffness; S), yükteki artışın (δP), yerdeğiştirmedeki artışa (δh) oranı olarak tanımlanabileceğini gösterdi.

$$S = \left. \frac{\delta P}{\delta h} \right|_{\text{elastik}} \quad (1.4)$$

Yük-yerdeğiştirme eğrisindeki yükün kaldırılması kısmının başlangıcı ile ilişkili olan bu oran, boşaltma kısmının başlangıcının tamamen elastik olduğu kabulüne dayanır. Çoğu malzeme, hem elastik hem de plastik tarzda deforme olsa da, yükün boşaltılmasına bağlı geri kazanımın büyük bir kısmının elastik olduğu varsayılır. Geride kalan artık (residual) deformasyon, en son derinlikle (h_p) ilgili olan plastikliği temsil eder. Aynı zamanda, çentici ucun ideal bir katı olduğu varsayılır. Bununla birlikte, çenticide meydana gelebilecek herhangi bir elastik deformasyonun, indirgenmiş elastiklik sabitinin hesaplanmasında dikkate alındığının hatırlanması yararlı olacaktır. Bu bağlamda, kontak katılığı, maksimum yükteki indirgenmiş elastiklik modülü ve kontak alanının (A_c) bir fonksiyonu olarak aşağıdaki şekilde ifade edilir (Sneddon, 1965).

$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_c} \quad (1.5)$$

Bu ilişki, Sneddon'un katılık denklemi olarak adlandırılır. Kontak alanı çentici ucun şekline bağlı olup, her çentici için girme derinliğine bağlı iyi tanımlanmış bir alan fonksiyonu vardır. Denklemden kolayca görüleceği üzere, boşaltma eğrisinin eğimi, malzemenin elastiklik sabiti ve kontak alanının karekökü ile orantılıdır.

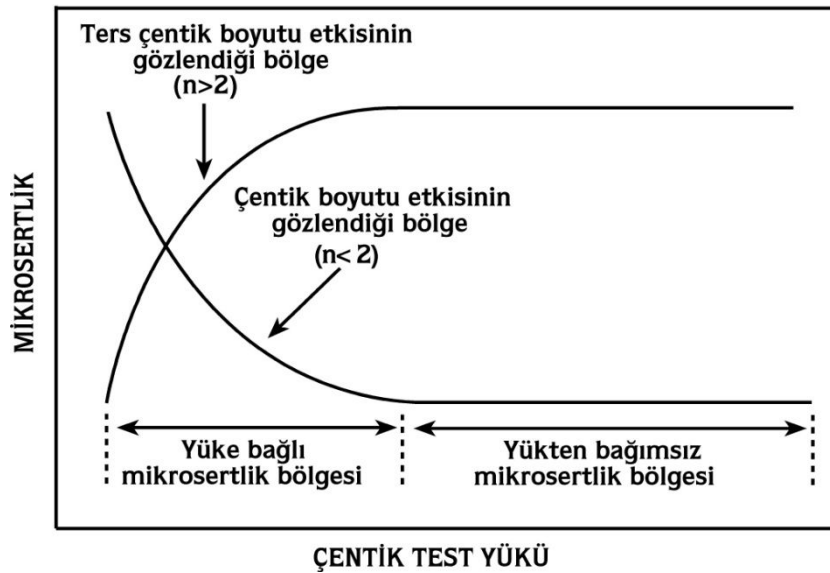
Bu prensipler ışığında, nanoçentme deneylerinden elde edilen yük-yerdeğiştirme eğrileri kullanılarak sertlik ve elastiklik sabitinin belirlenmesi amacıyla, literatürde farklı metotlar geliştirilmiştir. Bunlardan en yaygın olarak kullanılanı Oliver-Pharr metodudur. Bu metot Kesim 3.2'de ayrıntılı olarak verilecektir.

1.6 Sertliğin Yüke Bağlı Değişimi

Çentik testleri üzerindeki ilginin son yıllarda artma sebeplerinden birisi, plastik deformasyonun başlangıç aşamalarında, plastik deformasyonun nasıl bir rol üslendiğinin yorumlanmasından kaynaklanmaktadır. Diğer bir neden ise genellikle küçük yüklerde (küçük çentik boyutlarında) büyük sertlik değerlerinin elde edilmesinin (çentik boyutu etkisi) nedenlerinin araştırılmasıdır. Diğer

yandan, küçük çentik test yüklerinde plastik deformasyonun başlangıç aşamalarının dikkatli takibi, çentik testlerinin temel doğasının daha iyi anlaşılmasına yardımcı olacaktır. Çentik testleri üzerindeki bu ilgi; hem çentik yükü/deformasyon davranışı hem de çentik atılan materyalin yapısının gözlemlenmesinde (günümüzdeki test aletlerinin oldukça duyarlı hale gelmesinden dolayı) şu ana kadar yapılan çalışmalara yeni bir boyut kazandırmıştır (Armstrong ve ark. 2006).

Literatürde farklı malzemelerde üzerinde yapılan deneylerde, mikrosertliğin uygulanan test yüküne bağlı olduğu gözlenmektedir (Gong ve ark. 1999; 2000; 2001; Şahin ve ark. 2005; 2006; Uzun ve ark. 2004; 2005).



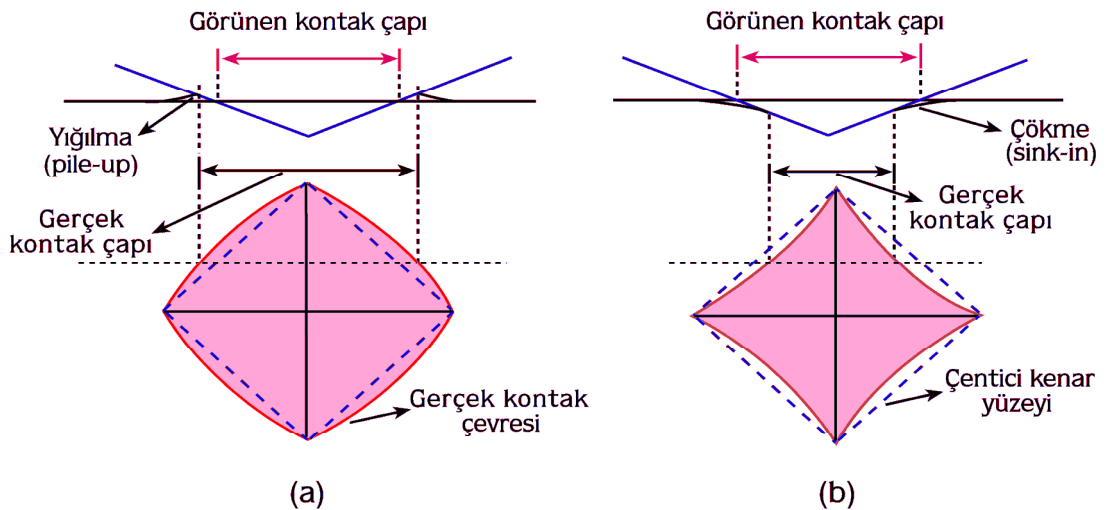
Şekil 1. 1.12. Mikrosertliğin test yüküne göre değişimi

Şekil 1.11'den görüldüğü gibi mikrosertlik; çentik test yükünün (çentik boyutunun) artması ile azalan, çentik boyutu etkisi (Indentation Size Effect; ISE), ve test yükünün artması ile artan, ters çentik boyutu etkisi (Reverse Indentation Size Effect; RISE), şeklinde karşımıza çıkmaktadır. Her iki durum için sertlik, belirli kritik yük değerinden sonra sabit kalmaktadır. ISE davranışı; çentiğin elastik toparlanması (Tate, 1945; Mott, 1956), çentme işlemi sırasında oluşan işlem sertleşmesi (Mott, 1956; Bückle 1973), plastik deformasyonun başlayabilmesi için gerekli olan minimum yük (Hays ve Kendall, 1973), çentme esnasında oluşan dislokasyon ilmeklerinin büyüklüğü (Upit ve Varchenya, 1986), malzemenin elastik/plastik deformasyona tepkisi (Bull ve ark. 1989), gerilme gradiyentinin dislokasyonlarla olan ilişkisi (Li ve Bradt, 1993), çentici/numune

arasındaki sürtünme direncinin elastik direnç ile ilişkisi (Li ve Bradt, 1993; Li ve ark. 1994), yüzeysel (derin olmayan) izlerde, çentici köşelerinin plastik bir menteşe gibi hareketi (Ma ve Clarke, 1995), yüzeyde meydana gelen oksitlenme veya kimyasal kirlenmeler (Sargent, 1986; Liu ve Ngan, 2001), sıcaklık (Ren ve ark. 2002), ve çentici etrafında oluşan yığılma (pile-up) ve çökme (sink-in) (Gao ve Huang, 2003) gibi sebeplere dayandırılmaktadır.

Çentici etrafında oluşan yığılma ve çökme, kontak alanının olması gereken değerden farklı belirlenmesine sebep olur (Şekil 1.13). Literatürde farklı tek kristaller üzerinde yapılan çalışmalarda gözlenen yığılma davranışı kristal yönelimi (Zong ve Soboyejo, 2005) ve dislokasyon kayma sistemlerinin yönelimi (Horstemeyer ve ark. 2001) ile ilişkilendirilmiştir.

Diğer yandan RISE davranışı ise kristallerin ara yüzeyine yakın deforme olmuş (bu ikizlenme de olabilir) bir bölge (Berzina ve Savintsev, 1965; Sangwal, Ph.D. Thesis., 1971; Sargent, 1986; Sangwal, 1989), küçük yüklerde titreşimin ve çentici körlüğünün etkisi, çentici etrafında numunenin ufalanması ile uygulanan enerjideki kayıp (Banerjee ve Feltham, 1974; Feltham ve Banerjee, 1992) ve çentme esnasında çatlakların meydana gelmesi (Li ve Bradt, 1996) nedenleri ile açıklanmıştır. Fakat bu olay hala tam olarak anlaşılammıştır (Adeva vd., 1995; Sangwal, 2000).



Şekil 1. 1.13. Vickers çentici etrafında meydana gelen a) yığılma ve b) çökme davranışı

ISE etkisini açıklamak için literatürde farklı modeller kullanılmaktadır. Bu modeller aşağıda kısaca açıklanmaktadır.

1.6.1 Meyer Kanunu

Meyer kanunu, çentme yükü P_{maks} ve girme derinliği h_c arasındaki ilişkiyi veren, basit deneysel bir ifadedir. Buna göre P_{maks} ve h_c arasındaki ilişki,

$$P_{maks} = C h_c^n \quad (1.6)$$

şeklindedir (Tabor, 1951). Denklemden C sabittir. n ise Meyer indisi (üssü) dir. Genel olarak malzemeler $n < 2$ ise ISE ve $n > 2$ ise RISE davranışını sergilemektedirler. $n = 2$ ise Meyer kanunu denklem (1.7)'de verilen Kick yasasına dönüşür. Böylece, Kick yasasına Meyer kanunun özel bir hali olarak bakılabilir.

$$P_{maks} = C h_c^2 \quad (1.7)$$

1.6.2 Hays-Kendall Yaklaşımı

Hays ve Kendall, numunede kalıcı deformasyon oluşturabilmek için minimum bir yük değerinin (W) olması gerektiğini ileri sürmüşlerdir (Hays ve Kendall., 1973). Eğer uygulanan yük bu direnci aşamaz ise kalıcı deformasyon oluşmaz ve sadece elastik deformasyon meydana gelir. Hays-Kendall bu durumu dikkate alarak numunede kalıcı deformasyona sebep olan etkin yükü,

$$P_{etkin} = P_{maks} - W = C_1 h_c^2 \quad (1.8)$$

denklemini ile ifade etmişlerdir. Burada C_1 yüke bağlı bir sabit olup W , kalıcı deformasyon oluşturmak için gereken minimum yüküdür. Uygulanan maksimum yük (P_{maks}) ve kontak derinliği (h_c) kullanılarak elde edilen sertlik değeri ($H = 0.0378 \frac{P_{maks}}{h_c^2}$) denklemindeki P_{maks} yerine, (1.8) denkleminde hesaplanan

P_{etkin} değeri konularak aşağıdaki denklemde verilen yükten bağımsız sertlik değeri elde edilir.

$$H_{HK} = 0.0378 \frac{(P_{maks} - W)}{h_c^2} = 0.0378 C_1 \quad (1.9)$$

1.6.3 Elastik/Plastik Deformasyon Modeli

Geleneksel çentik testlerinde, çentiğin boyutu, çentici numune üzerinden kaldırıldıktan sonra ölçülür. Elastik geri kazanım, uç kaldırıldıktan sonra kalan çentik izi etrafında ortaya çıkar. Böylece çentik boyutu belli bir dereceye kadar küçülür. Tarkanian (Tarkanian ve ark. 1973), bu etkiyi dikkate alarak yükten bağımsız sertlik değeri elde etmek için ölçülen çentik boyutuna yeni bir terimin eklenmesini önermiştir.

$$H_{EP} = k \frac{P_{maks}}{(h_c + h_0)^2} \quad (1.10)$$

Burada h_0 , elastik geri kazanımdan dolayı h_c 'ye eklenen düzeltme terimi k , çentici geometrisine bağlı bir sabittir. Mikrosertlik verilerini inceleyebilmek için Denklem (1.10) aşağıdaki gibi yeniden düzenlenebilir.

$$P_{maks}^2 = \chi^2 h_c + \chi^2 h_0 \quad (1.11)$$

Denklemde, $\chi = \frac{H_{EP}}{k}$ olup, ($k = 0.0378$), yükten bağımsız sertlikle ilgili sabittir.

Denklem (1.11)'deki χ ve h_0 'değerleri h_c nin P_{maks}^2 ye göre grafiklerinden elde edilebilir. Bu modele göre, yükten bağımsız sertlik değeri $\chi = \frac{H_{EP}}{k}$ ifadesi ile bulunmaktadır.

1.6.4 Orantılı Numune Direnci (Proportional Specimen Resistance; PSR) Modeli

Li ve Bradt (1993) tarafından ortaya konan orantılı numune direnci modeli, Hays-Kendall yaklaşımının geliştirilmiş şekli olarak düşünülebilir. Bu modelde numune direncinin sabit olmadığı ve çentik derinliğinin doğrusal olarak arttığı kabul edilir.

$$W = a_1 h_c \quad (1.12)$$

Denklem (1.12), sıkıştırma ya da gerilme biçimindeki bir zor etkisi altında bulunan yayda oluşan geri çağırıcı kuvvet ($F=-kx$) ile benzer formdadır. Buna göre etkin çentme yükü ve girme derinliği ile,

$$P_{etkin} = P_{maks} - W = P_{maks} - a_1 h_c = a_2 h_c^2 \quad (1.13)$$

şeklinde ilişkilendirilir. Denklemde a_1 ve a_2 verilen malzeme için sabitlerdir. Li ve Bradt'in analizlerine göre, a_1 ve a_2 , parametreleri malzemenin elastik ve plastik özellikleri ile ilgilidir. Özellikle a_2 , yükten bağımsız sertliğin bir ölçüsüdür. Vickers çentici ile yapılan bir mikroçentme deneyi için H_{PSR} direkt olarak a_2 'den Denklem (1.14) kullanılarak elde edilir.

$$H_{PSR} = \frac{P_{etkin}}{26.43 h_c^2} = \frac{P_{maks} - a_1 h_c}{26.43 h_c^2} = \frac{a_2}{26.43} \quad (1.14)$$

Denklem (1.13),

$$\frac{P_{maks}}{h_c} = a_1 + a_2 h_c \quad (1.15)$$

şeklinde yeniden yazılabilir. Denklem (1.15)'deki a_1 ve a_2 parametreleri, P_{maks}/h_c-h_c grafiğinden tespit edilebilir.

ISE analizlerinde, orantılı numune direnci modelinin uygulanabilirliği, $(H_{PSR})=a_2/26.43$ denkleminde elde edilebilir.

1.6.5 Geliştirilmiş PSR (Modified Proportional Specimen Resistance; MPSR) Modeli

Gong ve arkadaşları (Gong ve ark. 1999), farklı malzemelerde ISE davranışının açıklanması için önerilen PSR modelinin,

$$P_{maks} = a_0 + a_1 h_c + a_2 h_c^2 \quad (1.16)$$

şeklinde geliştirilmesini önermişlerdir. Denklemde a_0 , yüzey işlemlerinin sebep olduğu artık zor ile ilgili sabit, a_1 ve a_2 Denklem (1.15)'de verilenler ile aynı fiziksel anlama sahip parametrelerdir.

MPSR modelinde de, PSR modeline benzer şekilde yükten bağımsız sertlik aşağıdaki denklem yardımı ile hesaplanabilir.

$$(H)_{MPSR} = a_2 / 26.43 \quad (1.17)$$

Meyer kanunu dışında kalan modellerin tamamında, sertliğin yüke bağımlı kısmından yükten bağımsız kısmı ayrılmaya çalışılmıştır. Bu sebeple, her bir modelde temelde birbirinden farklı olmayan, bir materyalin sertliğini tanımlayan sabitlerin bulunması şartıdır. Ayrıca, şu ana kadar farklı kristallerin ISE davranışını açıklamak için yapılan çalışmalar, bu modellerden herhangi birinin en iyi olarak kabul edilemeyeceğini göstermiştir (Sangwal ve ark. 2003).

2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Eser ve ark. (2010), ıslak öğütme yöntemi ile nano boyutlu β -SiAlON seramiklerini farklı öğütme zamanı kullanarak üretmiş ve düşük sıcaklıkta sinterlemişlerdir. Sinterleme sıcaklığı düşük, katkı oranı daha az olan malzemelerin sertliklerinin daha büyük olduğunu rapor etmişlerdir.

Ye ve ark. (2010) kıvılcım plazma sinterleme (SPS) tekniği ile farklı katkı maddeleri ilave ederek α -SiAlON seramikleri üretmişlerdir. Elde ettikleri seramiklerin Vickers sertlik değerlerin 18.9-19.1 GPa ve kırılma tokluklarının 4.9-7.0 MPa m^{1/2} aralığında olduğunu rapor etmişlerdir.

Chockalingam ve Traver (2010) β -SiAlON-ZrO₂ kompozitlerinin mikrodalga sintreleme ile yoğunluk, faz dönüşümü, mikro yapı değişimi ve sertliklerini araştırmış ve geleneksel yöntem ile sinterlenen numuneler ile kıyaslamışlardır. Elde ettikleri numunelerin daha yoğun ve daha iri taneli, fakat sertliklerinin daha düşük olduğunu rapor etmişlerdir.

Filho ve ark. (2009) farklı katkı maddeleri ile güçlendirilmiş SiAlON seramiklerini 1650 ve 1700 °C'de sıcak preslemişler ve karakterizasyonunu yapmışlardır. Çalışmalarında, çentik testi ile Vickers sertliğinin katkı miktarı yüzdesinin artması ile azaldığını fakat kırılma tokluğunun kısmen arttığını rapor etmişlerdir.

Şahin ve ark. (2008) poroziteli SiAlON seramiklerinin Dinamik sertlik ve elastik modül hesabını derinlik duyarlı mikrosertlik yöntemi ile 200-1800 mn yük aralığında yapmışlardır. Yük-Yer değiştirme verilerinden elde ettikleri grafikleri Oliver-Pharr metodu ile analiz etmiş, dinamik sertlik ve Elastik modül için Çentik Boyutu Etkisi (ÇBE) gözlemişlerdir. Yükten bağımsız sertlik ve elastik modül değerlerini düzeltilmiş orantılı numune direnci modeli ile elde etmişlerdir.

Lin ve ark. (2006) oda sıcaklığında β -SiAlON/SiC nano kompozitlerine Sm₂O₃, Al₂O₃, AlN, %20 ve %40 oranlarında SiC ilave ederek mikro yapı ve mekanik özelliklerindeki değişimi incelemişlerdir. Nano kompozit ve ana faz arasındaki

SiC nano parçacıkların üzerindeki SiO₂ kirliliklerinin $\alpha \rightarrow \beta$ faz dönüşümünü hızlandırdığını, sialon taneleri arasındaki bağları zayıflattığını ve mekanik özelliklerdeki belirsizliği artırdığını rapor etmişlerdir.

Abo-Naf ve ark. (2007) tek fazlı α -, β - ve iki fazlı α/β Sialon seramiklerinin mekanik ve tribolojik özelliklerini incelemişlerdir. Nd- Sialon'ları içerisindeki α -Sialon fazının artması ile sertlik değerleri artarken kırılma tokluğunda önemli bir değişim gözlemlemişlerdir. Aynı numunelerdeki Nd konsantrasyonunun artması ile sertlik ve kırılma tokluğu değerlerinde önemli bir değişim gözlemlememişlerdir.

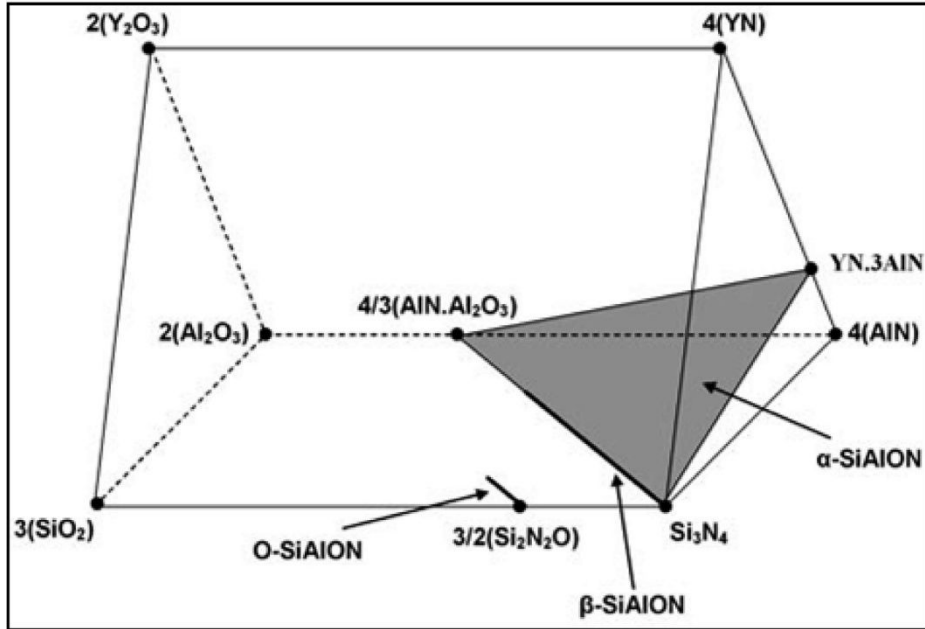
Basu ve Mukhopadhyay (2009) S-fazlı SiAlON seramiklerine sıcak presleme yolu ile Ba ilave ederek mekanik özelliklerini araştırmışlardır. Sertlik ve kırılma tokluğunu farklı yüklerde Vickers ucu kullanarak elde etmişlerdir. Sertliğin yüke bağlı değişiminin ters çentik boyutu etkisi gösterdiğini rapor etmişlerdir.

Zalite ve ark. (2008) farklı başlangıç tozları ile elde ettikleri SiAlON seramiklerinin mekanik özelliklerini incelemişlerdir. Sinterlenmiş malzemelerin sertliklerinin doğrudan yoğunlukları ile ilişkili olduğunu görmüşlerdir. Nano tozlardan elde ettikleri numunelerin Vickers sertliklerinin 18-23 GPa aralığında değiştiğini, en yüksek sertliğe sahip numunenin iğnemsî yapıya sahip olduğunu, kırılma tokluğunun ise sinterleme sıcaklığının artması ile arttığını rapor etmişlerdir.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

3.1 MATERYAL

α ve β Sialon seramikleri α - Si_3N_4 ve β - Si_3N_4 ile aynı yapıya sahiptir. α -Sialon, α - Si_3N_4 yapısına dayalı bir katı çözeltili olup genel formülü $M_x^{p+} \text{Si}_{12-(m+n)} \text{Al}_{(m+n)} \text{O}_n \text{N}_{16-n}$ olup, β -Sialon'un $\text{Si}_{6-z} \text{Al}_z \text{O}_z \text{N}_{8-z}$ ($0 < z < 4.2$) şeklindedir. Bu yapıda O ve Ni ile Si ve Al dörtyüzlü koordinatlara yerleşir. α -Sialon'un yapısında (Si-N) nin (Al-N) ve (Al-O) ile yer değiştirmesi birim hücre boyutlarında önemli bir artış ile sonuçlanırken, β -Sialon yapıda Si-N'nin Al-O ile yer değiştirmesi ile birim hücrede oldukça küçük bir yer değiştirme olur.



Şekil 3.1. SiAlON sistemini beş bileşenli gösteren Jänecke prizması. Gölgeleştirilmiş Si_3N_4 - $\text{YN}.\text{3AlN}$ - $\text{AlN}.\text{Al}_2\text{O}_3$ düzlemi α -SiAlON faz bölgesi. Katı çözeltili β -SiAlON, Si_3N_4 - $\text{AlN}.\text{Al}_2\text{O}_3$ çizgisi boyunca uzamakta ve α -SiAlON düzleminin kenarında meydana gelmektedir.

Bu çalışmada incelenen Sialon seramimiğinin başlangıç tozları α - Si_3N_4 (H.C.Starck-B7, 10-15 wt% of β - Si_3N_4), AlN (H.C.Starck-C), Y_2O_3 (H.C.Starck-C) ve α - Al_2O_3 (toplam bulaştırıcı parçacığı %0,2'den daha az olmak şartı ile) 1200°C de pişirilerek $\text{Al}(\text{OH})_3$ kullanılarak hazırlandı. Toplam öğütme zamanı

yarım saat ile kırk beş dakika arasında olup, öğütme için silikon Nitrür ortamı kullanılmıştır.

Öğütme MPP-1 gezegensel değirmen (Şekil3.2) (TTD, Rusya) kullanılarak yapılmıştır. Yaklaşık 50 gram karışım ve 100-110 ml Si_3N_4 yada ZrO_2 öğütme topları silikon nitrit astar ile birlikte bir kavanoz içerisinde yerleştirilmiştir. Öğütme makinasındaki pervanenin dönme hızı 422 rpm fakat kavanozun dönme hızı 920 rpm dir



Şekil 3.2. Gezegensel öğütme cihazı

3.1.2 Malzemenin Hazırlanması ve Parlatılması

Numuneler çentme işleminden önce kalıplama ve parlatma işlemi olarak iki aşamadan geçirildi.

Kalıplama: Soğuk kalıplama işleminin kullanıldığı bu aşamada, 15 birim epoksi ve 2 birim sertleştirici karışım haline getirildi ve bu karışım 15 dakika boyunca karıştırıldı. İçinde kabarcıkların oluşmaması için, karışımın tek yönde ve yavaşça karıştırılmasına dikkat edildi. Daha sonra hazırlanan bu sıvı karışım,

önceden kalıp içine konulmuş numunelerin üzerine döküldü ve tamamen sertleşmesi için yaklaşık 18 saat bekletildi.

Parlatma: Bu aşama bir dizi parlatma aşamalarını içerir. Her kademenin numune yüzeyinde oluşturduğu deformasyon ve çiziciyi minimuma indirmek için, her kademe bir öncekinde kullanılan aşındırıcıdan daha ince aşındırıcı kullanıldı. Parlatma işlemi Struers Labopol marka cihazında yapıldı. İlk olarak numune sırasıyla 1000, 1200, 2400, 4000 meshlik zımpara kâğıtlarına tutuldu. Bu işlemler esnasında, numunenin ısınmasını önlemek için zımpara kâğıtlarına sürekli su tatbik edildi. Daha sonra, nihai parlatma için suyla süspansiyon halinde bulunan farklı tane boyutlarına sahip elmas tanecikler kullanıldı. Sırasıyla, 15µm, 9µm, 6µm, 3µm, 1µm ve 0.25µm boyutlarındaki elmas süspansiyonları farklı çuhaların üzerine uygulandı. Bu aşamada malzemenin ısınmasını önlemek için su yerine kayganlaştırıcı sıvı kullanıldı.

Bütün parlatma kademelerinde çarkın devir hızı 300 devir/dk. olarak ayarlandı. Her kademededen sonra, numune yüzeyinde kalan parçacıkların bir sonraki kademedeki çizici etkisini engellemek için, numuneler bol suyla yıkandı. Aynı zamanda numune yüzeyindeki tek yönlü aşınmayı önlemek için belirli aralıklarla malzemenin çark üzerindeki tutulma yönü değiştirildi. Bir sonraki daha ince olan kademeye geçildikçe numunelerin çarka tutulma süreleri uzatıldı. Numune yüzeylerine her bir aşamadan sonra optik mikroskopla bakılarak, aşınma miktarları kontrol edildi.

3.1.3 Malzemelerin statik ve dinamik sertliklerinin incelenmesi

Bu çalışmadaki i) statik (geleneksel) sertlik deneyleri Future-Tech FM 700 marka mikrosertlik cihazına ait Vickers ve Knoop uçları (Şekil 3.3) kullanıldı. Her bir yük için 15s lik bekleme zamanı cihazdan otomatik olarak ayarlandı. Elde edilen izlerin fotoğrafları Nikon MA 100 metal mikroskobu çekildi. Çentik boyutlarının ölçümü ve Clemex görüntü analiz sistemi ile kullanılarak yapıldı. ii) derinlik duyarlı (dinamik) mikrosertlik ölçümleri, Shimadzu firmasına ait DUH-W201S model dinamik ultra mikrosertlik cihazı kullanılarak yapılmıştır (Şekil 3.4).

Vickers çentici olarak dinamik ultra mikro sertlik test cihazı (Shimadzu, DUH-W201) kullanıldı. Değişik derinliklerde malzemenin davranışını kolayca yorumlayabilmek için düzenli aralıklarda 200, 400, 600, 800, 1000, 1200, 1400, 1600 ve 1800 mN maksimumluk kuvvetler kullanıldı. Yükleme ve boşaltma hızı olarak 14.1216mN/s seçildi. Oluşabilecek deneysel hatalara karşı, her bir yük için ortalama 5-6 ölçüm alındı.



Şekil 3.3. Statik sertlik deneyleri için kullanılan a) Future-Tech FM 700 mikrosertlik cihazı b) Nikon MA 100 metal mikroskobu



Şekil 3.4. Dinamik sertlik deneyleri için kullanılan DUH-W201S'nin genel görünümü (<http://www1.shimadzu.com/products/test/hardness/duh201.html>)

Statik mikrosertlik deęerleri, dinamik ölçümler sırasında açılan izin çapının optik yolla ölçülmesi sonucunda elde edilen verilerin, Denklem (3.1)'in kullanımı ile elde edilmiştir.

$$H = k \frac{P_{maks}}{d^2} \quad (3.1)$$

Burada P_{maks} ; uygulanan maksimum test yükünü (N), d açılan izin çap ortalamasını (μm) göstermektedir. Denklemdeki k ise sabit olup, Vickers çentici için 1,8544 Knoop çentici için 14,229 dur.

Derinlik duyarlı mikro çentik deneylerinde Oliver-Pharr metodu kullanılmıştır (Oliver ve Pharr, 1992).

3.2. YÖNTEM

3.2 Oliver-Pharr Yöntemi

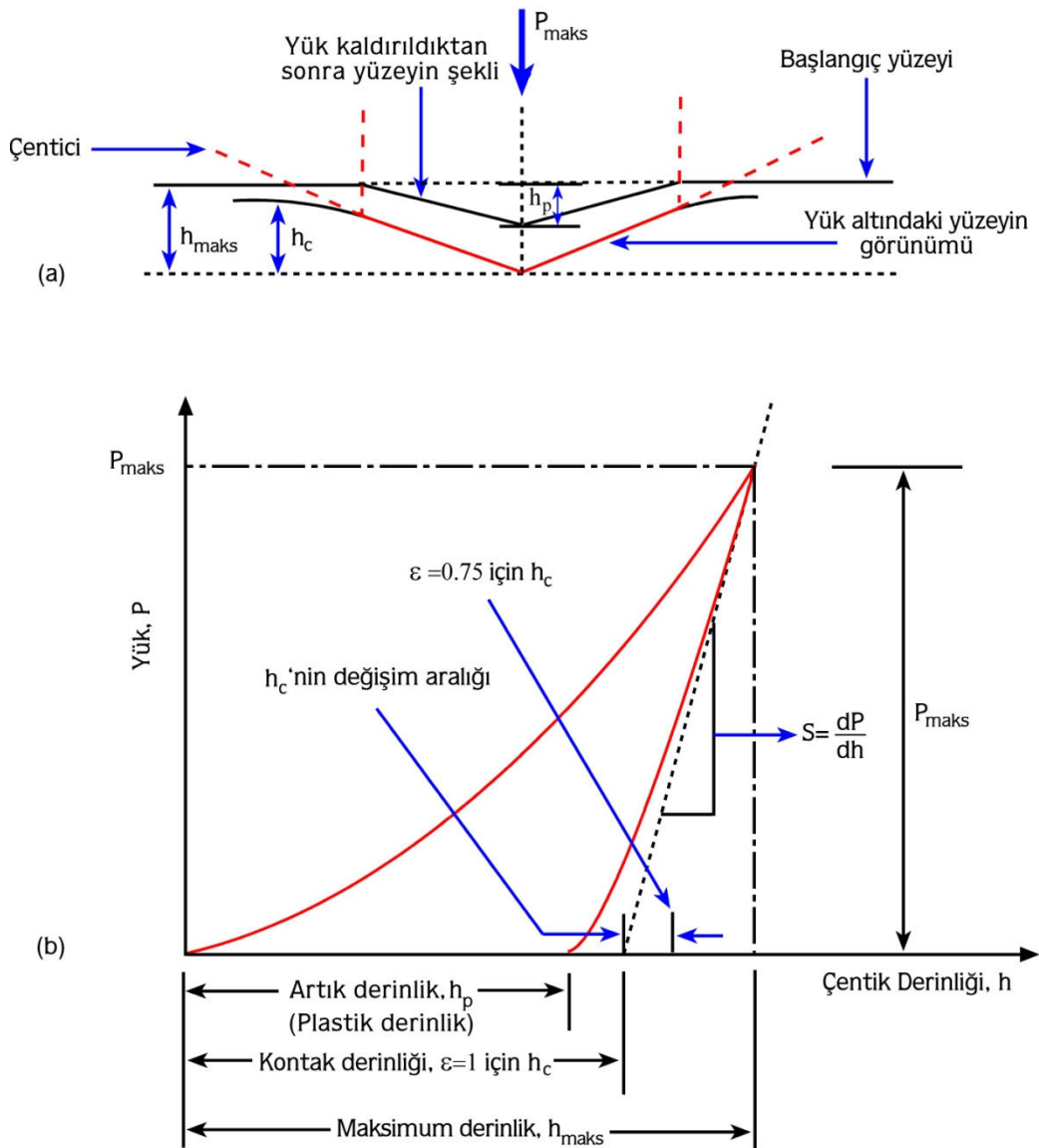
1970'li yılların başlarında Ternovskii (Ternovskii vd., 1973), Bulychev (Bulychev ve ark. 1975; 1976; 1987), Shorshorov (Shorshorov ve ark. 1982) gibi araştırmacılar, DDM deneylerinden elde ettikleri yük-yerdeęiştirme (Şekil. 3.5) eğrilerini, elastiklik modülünün elde edilmesinde kullanmışlardır.

1986 yılında Dorner ve Nix tarafından, yük-yerdeęiştirme eğrilerini analiz etmekte kullanılan yeni bir yöntem geliştirilmiştir. Oldukça yoğun ilgi gören bu yöntemde, boşaltma eğrisinin başlangıç kısmı lineer kabul edilir ve çentocinin (indenter) kontak derinlięi, boşaltma eğrisinin başlangıç kısmına çizilen teęetin, yerdeęiştirme eğrisini kestięi nokta dikkate alınarak hesaplanır. Bu şekilde oldukça basit lineer bir yaklaşımla elde edilen verilerden hesaplanan sertlik ve elastiklik modül deęerleri, bazı durumlarda (ISE sebebi ile) olası deęerden oldukça büyük çıkmaktadır (Franco ve ark. 2004).

1992'de Oliver ve Pharr, yaptıkları çalışmalarında Şekil 3.5(a) da yatay kesiti verilen bir çentici için farklı parametreler kullanarak, elastiklik sabiti hesabı için,

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad (3.2)$$

denklemini önermişlerdir. Denklemdaki $S = \frac{dP}{dh}$, Şekil 3.5 (b)'den de görüleceği gibi, yük-yerdeğiştirme eğrisinin boşaltma kısmının başlangıcından deneysel olarak ölçülmektedir. Denklemdaki E_r , indirgenmiş modülünü A_c ise elastik kontaktağın izdüşüm alanını göstermektedir. Başlangıç kontak katılığı (S) ve kontak alanı (A_c) (optik olarak ölçülen izdüşüm alanına eşit olduğu kabulü ile) belirlenerek indirgenmiş modül değeri türetilmiştir (Oliver ve Pharr, 1992).



Şekil 3.5. (a) Çentığın yatay kesiti (b) Oliver-Pharr metodunda kullanılan yük-yerdeğiştirme eğrisinin şematik gösterimi

Kontak alanı; çentici geometrisi ve maksimum yükteki kontak derinliği h_c , kullanılarak belirlenebilir. Çentici önemli şekilde deforme olmadığı takdirde, maksimum yükteki izdüşüm kontak alanı,

$$A=F(h_c) \quad (3.3)$$

ile hesaplanabilir. F 'nin fonksiyon türü, analiz yapılmadan önce belirlenmelidir.

Şekil 3.5(a) da yatay kesiti verilen bir çentici ile numuneye yükün uygulandığı herhangi bir anda toplam yerdeğiştirme h 'yi,

$$h=h_c+h_s \quad (3.4)$$

şeklinde ifade etmişlerdir. h_c , kontak derinliği, h_s ise kontak çevresindeki yüzeyin yerdeğiştirmesidir. Maksimum yük P_{maks} , bu yükteki yerdeğiştirme h_{maks} 'dır.

Çentici üzerindeki yük kaldırıldığında, elastik yerdeğiştirmenin toparlandığı ve çentici tamamen numuneden geri çekildiğinde, numune yüzeyinde kalan iz derinliği h_p 'dir (Şekil 3.5(b)).

Deneysel kontak derinliği,

$$h_c=h_{maks} - h_s \quad (3.5)$$

şeklinde belirlenir. h_{maks} , deneysel olarak ölçülebilmektedir. Bu durumda, analiz için belirleyici olan, yük-yerdeğiştirme eğrisinden kontak çevresindeki yüzeyin yerdeğiştirmesi h_s 'nin nasıl belirleneceğidir.

Kontak çevresindeki yüzeyin eğriliği, çentici geometrisine bağlıdır. Konik bir çentici için, kontak dışındaki yüzey alanı Sneddon (1965) tarafından,

$$h_s=\frac{(\pi-2)}{\pi}(h-h_p) \quad (3.6)$$

ifadesi ile verilmiştir. Sneddon'un çözümü, yerdeğiştirmenin sadece elastik bileşeni için uygulandığından Denklem (3.6)'deki $(h-h_p)$ niceliği, h yerine kullanılmıştır. Buna ilave olarak Sneddon tarafından yük-yerdeğiştirme ilişkisi konik çentimler için,

$$(h-h_p)=2\frac{P_{maks}}{S} \quad (3.7)$$

şeklinde ifade edilmiştir. Burada S , stiffness sabiti olup, katının deformasyona karşı direncinin bir ölçüsüdür. Denklem (3.7) denklem (3.6)'da yerine yazılarak maksimum yükteki kontak alanı,

$$h_s = \varepsilon \frac{P_{maks}}{S} \quad (3.8)$$

elde edilir. Denklem (3.8)'de ε , konik uç için geometrik sabit olup '[$2/\pi(\pi-2)$]' ya da 0.72 dir. Bu değer Denklem (3.5)'de yerine yazılırsa, kontak derinliği,

$$h_c = h_{maks} - \varepsilon \frac{P_{maks}}{S} \quad (3.9)$$

şeklinde elde edilmiş olur.

Oliver-Pharr metodu ile elastiklik modülüne ilave olarak sertlik de hesaplanabilmektedir. Bu metotta sertlik, materyallerin yük altında dayanabileceği basınç olarak tanımlanmıştır. Bu tanım ile sertlik,

$$H = \frac{P_{maks}}{A} \quad (3.10)$$

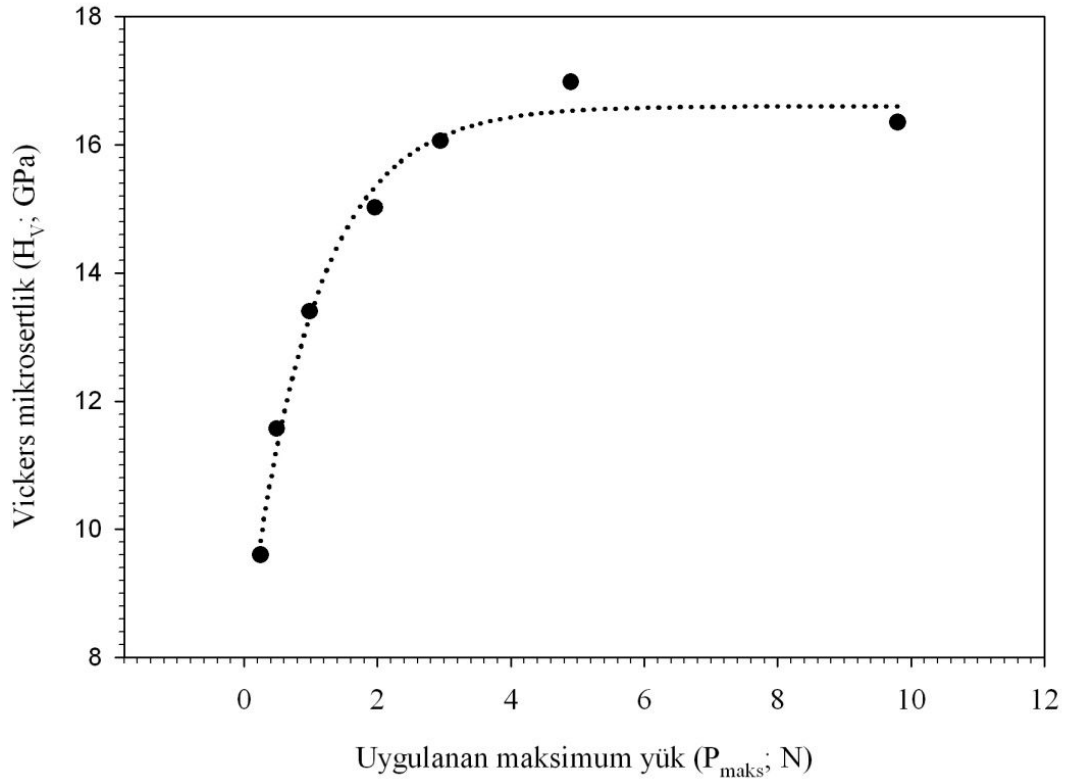
denklemleri ile hesaplanılmaktadır. Denklemdeki A , Denklem (3.3) ile hesaplanan maksimum yükteki izdüşüm alanıdır. Diğer taraftan, Denklem (3.10) ile hesaplanan sertlik değeri, çentik boyutunun direkt ölçülmesi (geleneksel metot) ile hesaplanan sertlik değerinden farklı olabilir. Bu durum, yük altında bazı malzemelerin, kontak alanının belirli oranda plastik olarak deforme olmamasından kaynaklanmaktadır. Bunun sonucunda, geleneksel metot kullanılarak ölçülen kontak alanı (çentik atıldıktan sonra geriye kalan izin optik yolla ölçülmesi), maksimum yükte belirlenen kontak alanından daha küçük olabilmektedir. Bu durum Oliver-Pharr tarafından geniş bir şekilde tartışılmıştır (1992).

4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

4.1 Statik Sertlik Analizi

4.1.1 Vickers Sertlik Analizi

β -SiAlON seramiğinin Vickers ucu kullanılarak elde edilen mikrosertlik değerlerinin yüke bağlı değişimi Şekil 4.1’de görülmektedir. Şekilden görüldüğü gibi mikrosertlik uygulanan test yükünün artması ile artmakta 4.9 N değerinde ve sonraki 9.8 N luk değerde azalma göstermektedir. Ters çentik boyut etkisi olarak (RISE) bilinen bu davranış literatürde farklı malzemeler üzerinde yapılan deneylerde gözlenmiştir (Sangwal, 1971; 1989; 2000). RISE davranışı ise kristallerin ara yüzeyine yakın deforme olmuş (bu ikizlenme de olabilir) bir bölge (Berzina ve Savintsev, 1965; Sangwal, Ph.D. Thesis., 1971; Sargent, 1986; Sangwal, 1989), küçük yüklerde titreşimin ve çentici körlüğünün etkisi, çentici etrafında numunenin ufalanması ile uygulanan enerjideki kayıp (Banerjee ve Feltham, 1974; Feltham ve Banerjee, 1992) ve çentme esnasında çatlakların meydana gelmesi (Li ve Bradt, 1996) nedenleri ile açıklanmıştır. Fakat bu olay hala tam olarak anlaşılammıştır (Adeva vd., 1995; Sangwal, 2000).



Şekil 4.1. Vickers mikro sertliğin uygulanan maksimum yük ile değişimi

Li ve Bradt, (1996) RISE davranışını açıklarken uygulanan çentik test yükünün maksimumda iken numune direncinin dört bileşen tarafından dengelendiğini öne sürmektedir. Bunlar i) Numune ve çentici arasındaki sürtünme (sürtünme bileşeni, ii) elastik deformasyon iii) plastik deformasyon iv) numunede meydana gelen çatlaklar. Li ve Bradt (1996)'e göre sürtünme ve elastik etkiler normal ISE'ye sebep olurken, çenticingin numunede meydana getirdiği çatlaklar RISE'nin oluşmasına katkıda bulunmaktadır. Çatlakların meydana gelmesi durumunda Vickers uç ile ölçülen sertlik denklem (4.1) ile hesaplanabilir.

$$H = \lambda_1 K_1 \left(\frac{P}{d^2} \right) + K_2 \left(\frac{P^{5/3}}{d^3} \right) \quad (4.1)$$

Denklemde d ; çentik boyutu, λ_1, K_1 ve K_2 sabitlerdir. K_2 sabiti uygulanan test yüküne bağlı iken, K_1 sabiti çentici geometrisine bağlı geometrik dönüşüm faktörüdür. İdeal mükemmel plastik bir numune için $H = K_1 \left(\frac{P}{d^2} \right)$ $\lambda_1 = 1$ ve $K_2 \left(\frac{P^{5/3}}{d^3} \right) = 0$. Diğer taraftan, numune gevrek ise, $H = K_2 \left(\frac{P^{5/3}}{d^3} \right)$ ve $\lambda_1 = 0$ dır.

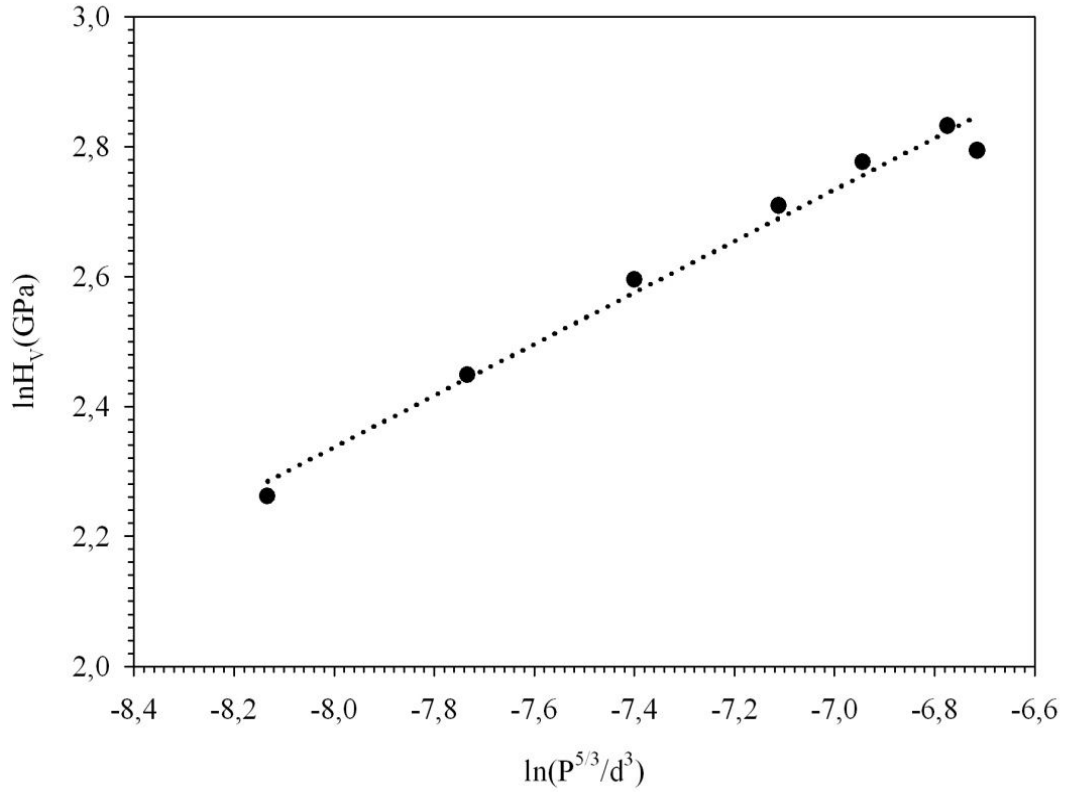
Sangwall (2000), oldukça geniş aralıktaki (0.4-22 GPa) deneysel verileri analiz ederek, gevrek numuneler ile ilgili denklemi aşağıdaki şekilde düzenlemiştir.

$$H = K \left(\frac{P^{5/3}}{d^3} \right)^m \quad (4.2)$$

Denklem (4.2) deki K ve m sabit olup Şekil (4.2)'deki $\ln H_V - \ln(P^{5/3}/d^3)$ grafiğinden $K=246,657$ ve $m=-0.396$ olarak elde edilmiştir.

Denklem (4.2) aslında denklem (1.6) ile verilen Meyer yasası formatındadır. Bu denklem bir malzemenin mikrosertliğinin yüke ve çentik boyutuna göre değişimini gösterir. Denklem (4.2) çentik boyutu (ISE) veya ters çentik boyutu (RISE) ile ilgili değildir.

Deneysel verilerin kritik analizini yapmak için sertlik değerlerinin $\left(\frac{P^{5/3}}{d^3} \right)$ 'e karşı logaritmik olarak grafiği çizdirilmiştir (Şekil 4.2). Şekilden de açıkça görüleceği üzere ölçülen veriler lineere yakın bir davranış göstermektedir. Bu davranış literatürdeki farklı malzemeler ile uyum içerisindedir (Basu ve Mukhopadhyay, 2009; Sangwal, 2000; 2003)



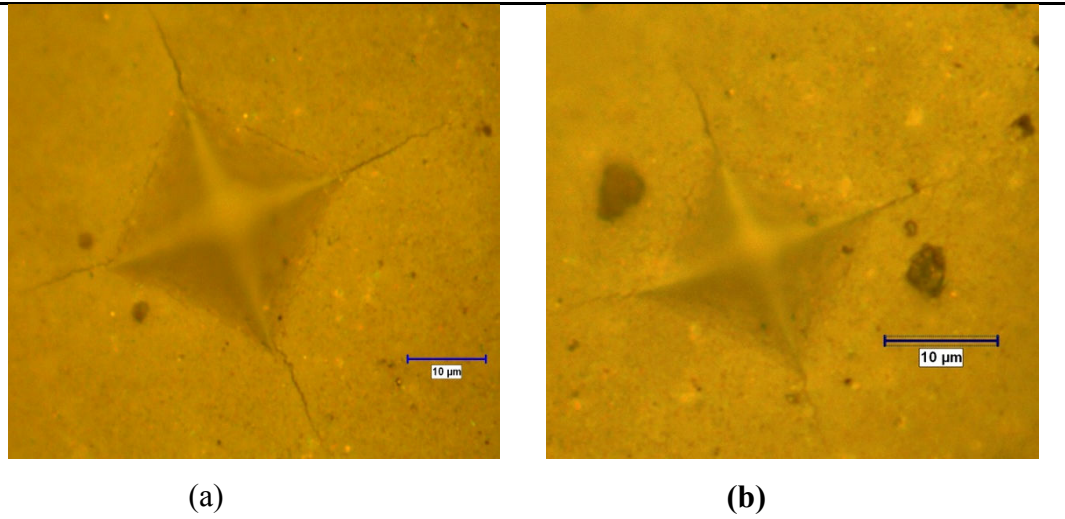
Şekil 4.2. Sialon numunesi için $\ln H_V - \ln(P^{5/3}/d^3)$ grafiği

Sangwall (2000) denklem (4.1)'deki çentik boyutu d ile çentik derinliği h arasındaki ilişkiyi $d=7h$ olarak kabul etmiştir. Denklem (4.1) yük kaldırıldığında elastik toparlanmanın olmadığı durum için geçerlidir. Genellikle numunelerde bir miktar toparlanma olduğu için $d>7h$ olup, denklemdeki sapma çalışılan numuneye bağlı olarak değişmektedir. Li ve Bradt (1996), $d=7h$ ilişkisinin Si, GaAs, InP ve GaP yarıiletkenlerinin sertlik ölçümlerinde oldukça iyi uyum gösterdiğini buldular. Bunun anlamı ise çentiklerin elastik toparlanmasının neden olduğu değişiklikler ihmal edilebilir.

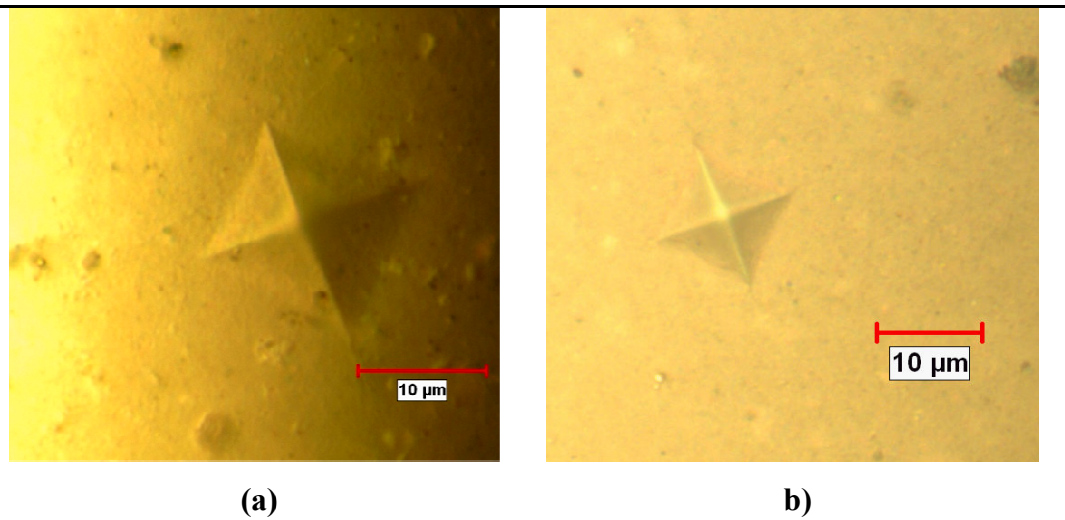
Yarıiletken malzemelerde gözlenen RISE etkisi, TiCN bazlı diğer kovalent bağlı seramiklerde de gözlenmiştir (Gong ve ark. 2001). Basu ve Mukhopadhyay (2009) S-SiAlON seramikleri üzerinde yaptıkları çalışmada RISE etkisi gözlemlemişlerdir. Fakat literatürde SiAlON seramikleri ile ilgili yapılan çalışmaların genellikle tek bir sertlik değeri verildiği için kıyaslama yapılamamaktadır.

Sialon numunesinde elde edilen sertlik değerleri malzemenin çatlak davranışının değişmesine bağlanabilir. Bu durum ise malzemenin üretim

esnasındaki mikroyapıda oluşan kusurlardan kaynaklanabilir. Aynı zamanda mikroyapısal özellikler, örneğin çatlağın davranışı düşük ve yüksek yüklerde farklıdır. Düşük yüklerde plastik deformasyon baskın olup çentecin enerji bütçesinin büyük bir kısmı malzemede yüzey açma ve yer değiştirmeye harcanır ve sonuç olarak düşük sertlik değeri elde edilir. Diğer taraftan yüksek yüklerde çatlak plastik deformasyona göre daha baskın olup nispeten daha çok enerji çatlağın başlaması ve gelişmesi için harcanır. Bu durum Sialon numunelerinin optik mikroskop fotoğraflarından açıkça görülmektedir. 1000 gf ve 500 gf için çatlaklar açıkça görülmektedir. Fakat diğer yükler için çatlak görülmemektedir.



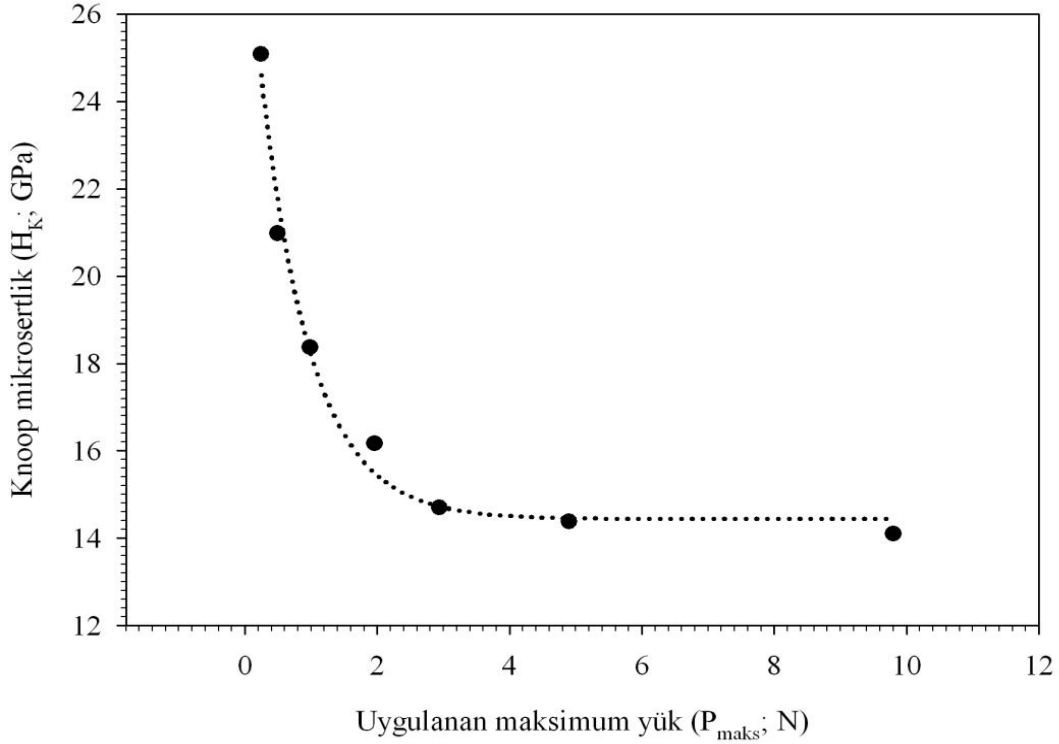
Şekil 4.3. Vickers çentecinin a) 1000 gf yükte b) 500 gf yükteki izleri



Şekil 4.4. Vickers çentecinin a) 300 gf yükte b) 200 gf yükteki izleri

4.1.2 Knoop Sertlik Analizi

β -SiAlON seramiğinin Vickers ucu kullanılarak elde edilen Knoop mikrosertlik değerlerinin yüke bağlı değişimi Şekil 4.5’de görülmektedir



Şekil 4.5. Knoop mikrosertliğinin uygulanan maksimum yük ile değişimi

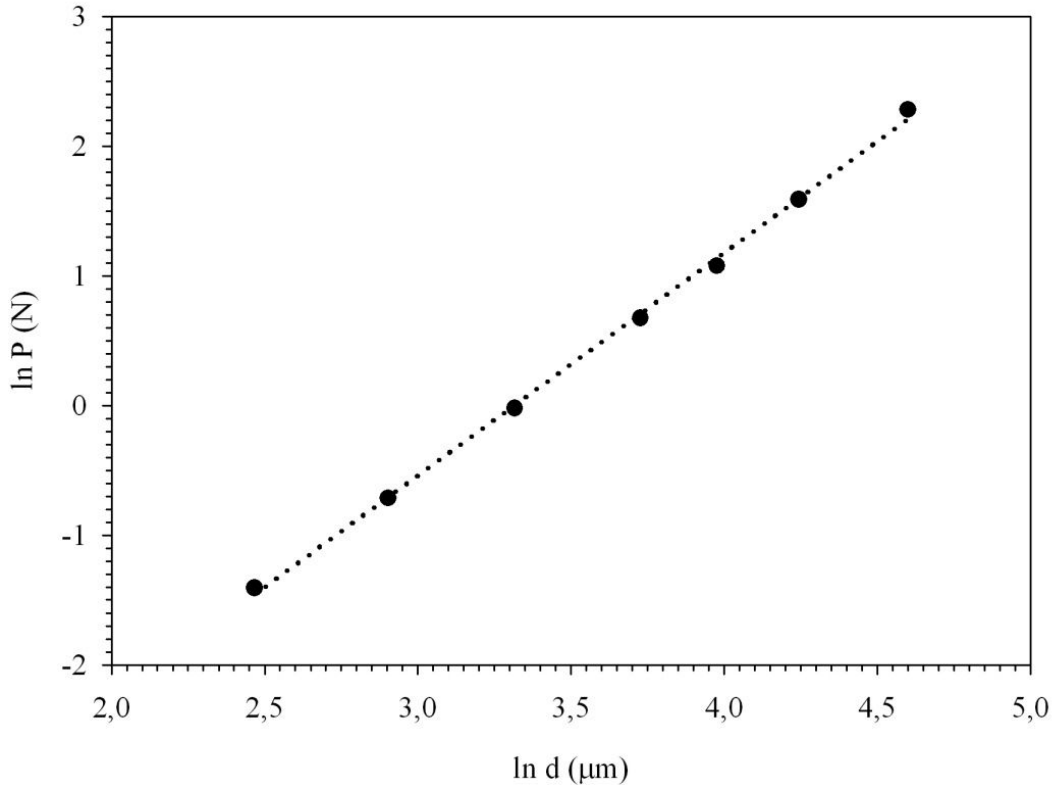
Şekil 4.5 incelendiğinde Knoop mikrosertliğinin uygulanan test yükü ile azaldığı, 1.96 N’den sonraki büyük yük bölgesinde (H_{LI} ; yükten bağımsız bölge) doyuma ulaştığı ve küçük yük bölgesinde (H_{LD} ; yüke bağlı bölge) yüke bağlı olarak değiştiği görülmektedir. ISE davranışı olarak bilinen bu durumun literatürdeki olası sebepleri Kesim 1.6’da ayrıntılı olarak verilmiştir. Diğer taraftan, her iki bölgedeki (H_{LI} ve H_{LD}) sertlik davranışı, çentik atılan yüzeyin doğası göz önüne alınarak açıklanabilir. Küçük yük bölgesinde çentici, malzemelerin sadece üst yüzey tabakalarına nüfuz etmektedir. Bu tabakaların zor katkılarına bağlı olarak (küçük yük bölgesindeki) sertlik değerlerinde oldukça keskin bir düşüş gözlenmektedir. Yükün artmasına paralel olarak çentinin numune içerisindeki derinliği de artmaktadır. Sertliği, yüzey ve iç tabakaları birlikte etkilemekte ve sertlik yüke bağlı lineer olmayan bir değişim sergilemektedir. Büyük yüklerde iç tabakaların etkisi daha baskın hale gelmekte, sonuç olarak yükün artması sertlikte (hemen hemen) herhangi bir değişim

meydana getirmemektedir. ISE davranışı olarak bilinen bu durum, tek kristaller, seramikler ve birçok alaşımlarda benzerlik arz etmektedir (Li ve Bradt, 1993; Gong ve ark. 2000; Şahin 2006).

Farklı tür malzemelerde gözlenen ISE davranışını açıklamak için, uygulanan test yükü ve çentik boyutu arasındaki ilişki, literatürde farklı modeller kullanılarak açıklanmaya çalışılmıştır. Bu modellerden geleneksel Meyer kanunu, uygulanan test yükü ve oluşan çentik boyutu arasındaki ilişkiyi, aşağıdaki ifade ile vermektedir.

$$P=Ad^n \quad (4.3)$$

Denklemden 'n' Meyer indisi (üssü), ISE'nin bir ölçüsü, A ise malzeme sabitidir. $n < 2$ için normal ISE, $n > 2$ olduğunda RISE davranışı gözlenmektedir (Şekil 1.12). $n=2$ olması durumunda, sertlik uygulanan yükten bağımsız olmaktadır. Denklemden A ve 'n' değerleri $\ln P - \ln d$ grafiğinden elde edilmektedir (Şekil 4.6). Bu grafikten elde edilen $n=1.718$ ve $A=3.36 \times 10^{-3}$ olarak elde edilmiştir. Şekil 4.5'de gözlenen ISE davranışı için 'n' değerlerinin ikiden küçük çıkması, literatürde verilen sonuçlar ile oldukça uyumludur (Gong ve ark. 1999; Şahin ve ark. 2005; Şahin 2006).



Şekil 4.6. Sialon seramiğin test yükünün çentik boyutuna göre değişimi

Diğer taraftan, ISE davranışının yüke bağlı ve yükten bağımsız (plato bölgesi) mikrosertlik bölgesinin analizi için PSR modelinin uygun olduğu farklı araştırmacılar tarafından önerilmiştir (Li ve Bradt, 1994; Pal ve Kar, 2003).

$$P = a_1 d + a_2 d^2 = a_1 d + \left(\frac{P_c}{d_0^2} \right) d^2 \quad (4.4)$$

(P_{maks}/d) - d grafiğinden elde edilen a_1 , PSR modelinin mikrosertliğe katkısını, a_2 ise yükten bağımsız mikrosertliği karakterize etmektedir. P_c ve d_0 sırası ile kritik test yükü ve kritik çentik boyutudur. Mikrosertlik, bu kritik değer üstünde yükten bağımsızdır. $a_1 d$ teriminin; Fröhlich ve arkadaşları (1977) numunenin yüzey enerjisine, Li ve Bradt (1993; 1994) orantılı numune direncine, Atkinson (1991), Ma ve Clarke (1995), çentici köşelerinin yerel olarak kaymasına (plastik menteşe gibi davranması), Gong ve arkadaşları (1999) deforme olmuş yüzey tabakasına (katmanı), bağlı olduğunu ifade etmişlerdir. Ayrıca Li ve Bradt (1993), tarafından a_1 ve a_2 sabitlerinin sırasıyla, materyalin elastik ve plastik özellikleri ile ilişkili olduğunu vurgulanmışlardır. Aynı araştırmacılar tarafından, a_1 sabitinin (i) test numunesinin çentici tarafından elastik sıkıştırılmasından ve (ii) numune ve çentici arasındaki sürtünme direncinden meydana geldiği belirtilmektedir. Tek kristallerde ikinci bileşen, numune/çentici ara yüzeyinde oluşan sürtünme etkisi ile ilişkili olup, birinci bileşen direkt olarak numunenin Young modülü (E) ile orantılıdır. Her iki katkı yönelime (çentiğin meydana geldiği düzlemde, çenticinin kristalografik doğrultusu ve çentik oluşturulan düzlem) bağlı, fakat ikinci bileşenin katkısı uygulanan yükün artması ile artmaktadır.

Li ve Bradt (1993) tarafından önerilen PSR modelinde, numuneye P_{maks} yükü uygulandığında, çentik boyutu ile direkt orantılı olan plastik akma (P_r)'nın numune direnci tarafından kısmi olarak etkileneceği kabul edilmiştir. Uygulanan test yükü ve çentik boyutu arasındaki ilişki aşağıdaki şekilde ifade edilir.

$$P_{maks} - P_r = a_2 d^2 \quad (4.5)$$

$P_r = a_1 d$ olup Denklem (4.5)'de yerine yazılarak,

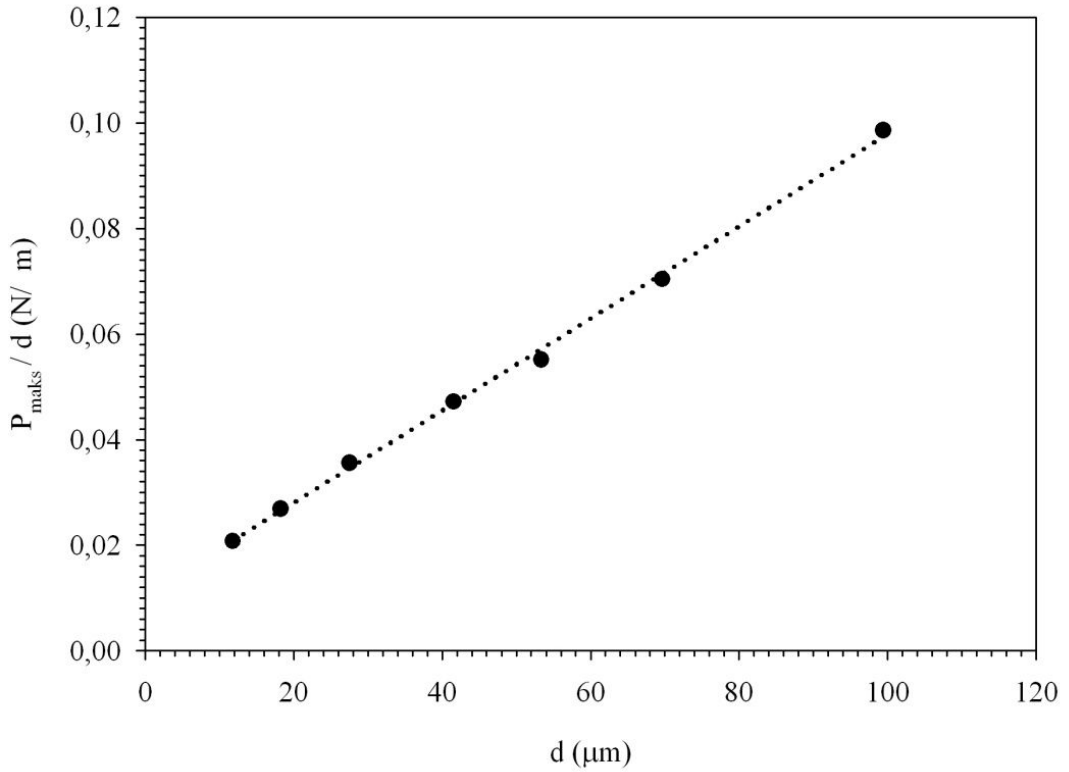
$$P_{maks} / d = a_1 + a_2 d \quad (4.6)$$

denklemini elde edilir.

Denklem (4.6)'ya göre (P_{maks}/d) - d grafiği teorik olarak düz bir çizgidir (Şekil 4.7). Bu grafiğin y-eksenini kestiği nokta a_1 , eğim ise a_2 değerini verecektir. PSR modeline göre a_2 değeri, yükten bağımsız (load-independent ya da true hardness; H_{PSR}) sertliğin bir ölçüsüdür. Knoop çentici ile yapılan mikrosertlik testlerinde H_{PSR} , toplam test yükü yerine etkin yük (P_{etkin}), kullanılarak aşağıdaki denklem yardımı ile bulunabilir (Gong vd., 2000).

$$H_{PSR} = \alpha \frac{P_{etkin}}{d^2} = \alpha \left(\frac{P_{maks} - a_1 d}{d^2} \right) = \alpha a_2 \quad (4.7)$$

α , çentici geometrisine bağlı sabit olup, Knoop çentici için 14.229 dur.



Şekil 4.7. Sialon seramiğinin (P_{maks}/d) - d değişimi

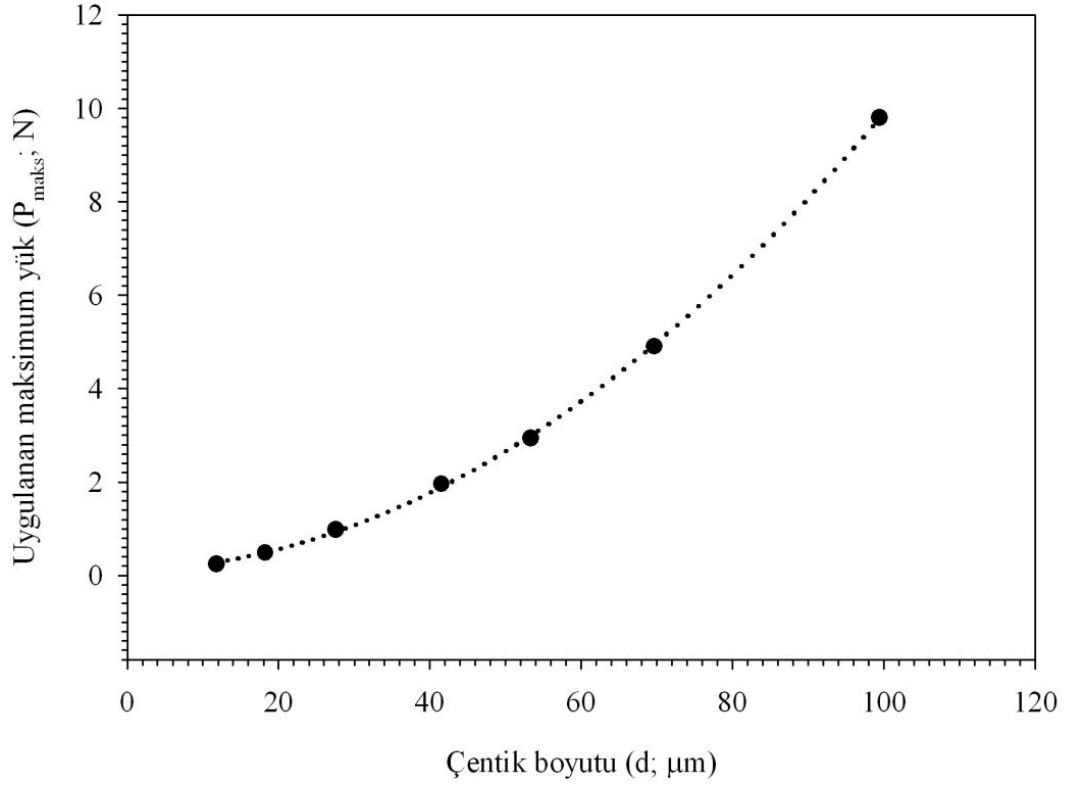
Şekildeki grafikten elde edilen doğrudan a_1 değeri 1.055×10^{-2} a_2 değeri ise 8.729×10^{-4} elde edilmiştir. Denklem (4.7) kullanılarak elde edilen yükten bağımsız sertlik değeri ise 1.24 GPa dır. Bu değer Şekil 4.5'de elde edilen plato bölgesinden oldukça düşük bir değerdir. Bu sebeple Sialon seramiği için yükten

bağımsız sertlik değerinin elde edilmesi için Orantılı numune direnci uygun değildir.

Deney sonuçlarının PSR modeli ile tanımlanmasında, $P(d)$ grafiğinde görülen bu sapmanın muhtemel bir açıklaması, PSR modeli $d=0$ olduğunda numune direncini, $W=a_1d$, sıfır kabul etmektedir. Bu durum, çalışılan numunede kalıcı deformasyon oluşturabilmek için gerekli yükün sıfır olduğu anlamına gelmektedir. Fakat, Gong ve arkadaşları tarafından (Gong vd., 1999) bu tanımlamanın makul olmadığı belirtilmektedir. Diğer bir açıklama ise bu modelde plastik akma ($P_r=a_1d$) için malzeme direncinin doğru tanımlanmamasından kaynaklanabileceğidir. Bu modelde, materyalin direnci bir yayın elastik direncine benzer düşünülmüştür. Fakat bu çalışmada kullanılan malzemeler Babini ve arkadaşlarının (1987) da yaptığı gibi, çentik testlerinden önce mekanik parlatma işlemine tabi tutulmuşlardır. Mekanik parlatma süreçlerinde, malzeme sıkıştırma veya çekme gibi artık zorlara maruz kalabilmektedir (Samuel vd., 1989). Bu sebeple materyal direnci, P_r , bir yayın elastik direnci olarak düşünülebilir. Artık yüzey zorlarının (residual surface stress) olması sebebiyle böyle bir yay, uygulanan zorlara maruz kalmadan önce, sıkıştırma ya da gerilme durumunda olmuş olabilir. Bu nedenle, Gong ve arkadaşları tarafından (Gong vd., 1999), PSR modelinin düzeltilmiş formu MPSR modeli önerilmiştir.

$$P_{maks} = a_0 + a_1d + a_2d^2 \quad (4.8)$$

İfadede a_0 , mekaniksel işlemlerin sebep olduğu artık yüzey zorları ile ilgili sabittir. a_1 ve a_2 parametreleri Denklem (4.4)'de tanımlanan PSR modeli ile aynı fiziksel anlama sahiptir. Bu parametreler, $P_{maks}(d)$ deneysel verilerine fit edilen eğriden hesaplanmaktadır. Bu eğriler deneysel verilerle oldukça uyumlu ($r^2=0.999$) olup, Şekil 4.8'de görülmektedir.



Şekil 4.8. Uygulanan maksimum yükün çentik boyutuna bağlı değişimi

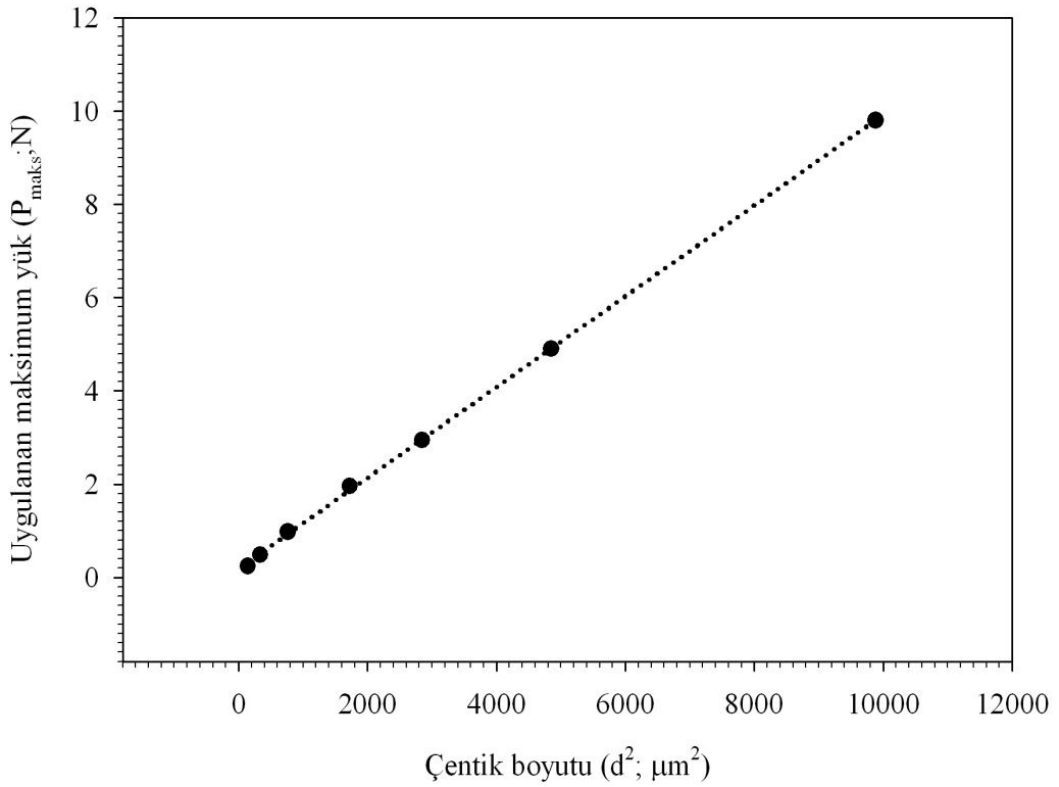
MPSR modeli için yükten bağımsız sertlik değeri, H_{MPSR} , etkin yük kullanılarak aşağıdaki şekilde hesaplanabilir.

$$H_{MPSR} = \alpha \frac{P_{etkin}}{d^2} = \alpha \left(\frac{P_{maks} - a_0 - a_1 d}{d^2} \right) = \alpha a_2 \quad (4.9)$$

a_0 , a_1 , a_2 ve parametreleri H_{MPSR} değerleri sırasıyla, 0.105 N, 4.149×10^{-3} N/μm, 9.37×10^{-4} N/μm², ve 1.33 GPa'dır. Orantılı numune direnci modeli kullanılarak elde edilen yükten bağımsız sertlik değeri de plato bölgesinden oldukça uzaktadır. Bu sebeple bu model de yükten bağımsız sertlik değerini hesaplamada kullanılamaz.

Hays ve Kendall (1973) tarafından çok sayıda malzeme üzerinde yapılan mikro sertlik testlerinde gözlenen *ISE* davranışı için, uygulanan test yükünün belirli bir limit değerinin altında sadece elastik deformasyon, bu değer üstünde ise plastik deformasyon meydana geldiği ortaya konulmuştur. Bu durum Gane ve Bowden (1968) tarafından farklı malzemelerde çentinin kritik bir yük değerine kadar numuneye girmemesi (bu değerden sonra aniden girmesi), şeklinde

gözlenmiştir. Ayrıca, test yükünün artmasına rağmen kritik yük değerine ulaşmadan çentiğin büyüklüğünün artmadığı gözlenmiştir. Hays-Kendall (1973) tarafından, deneysel olarak ölçülen izin büyüklüğünün, uygulanan test yükü P_{maks} yerine etkin yük $P_{etkin}=P_{maks}-W$ ile orantılı olduğu denklem (1.13) de verilmiştir. Bu denkleme göre $P_{maks}-h_c^2$ grafiği düz bir çizgi verecektir. Şekil 4.9'da Sialon numunesi için görülen bu grafiğin uyum (korelasyon) katsayısı oldukça yüksektir ($r^2=0.999$).



Şekil 4.9. Hays-Kendall yaklaşımına göre P_{maks} 'ın d^2 'ye göre grafiği

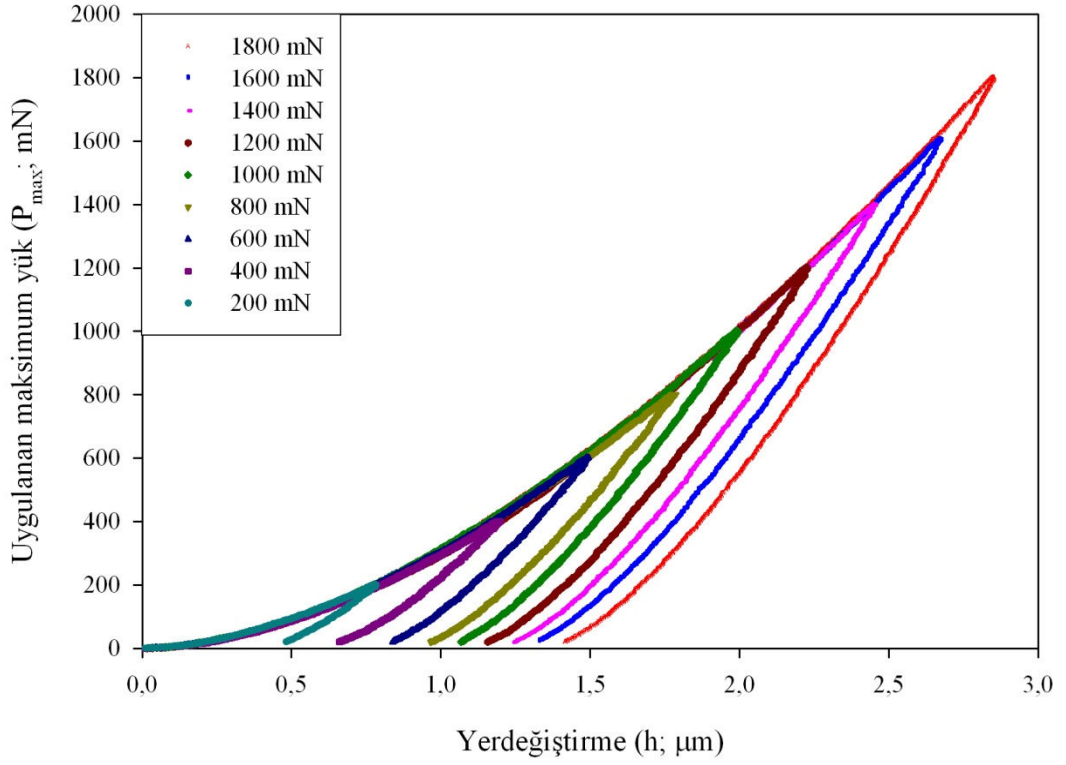
Şekil 4.9'dan elde edilen grafikten $W=0.1911$ N ve $C_1=9.73 \times 10^{-4}$ olup yükten bağımsız sertlik değeri 13.85 GPa dır. Bu Şekil (4.5)'de elde edilen plato bölgesine oldukça yakın olup, Sialon numunesi için Yükten bağımsız knoop sertliğini hesaplamak için en uygun model Hays-Kendall modelidir.

4.2 Dinamik Sertlik Analizi

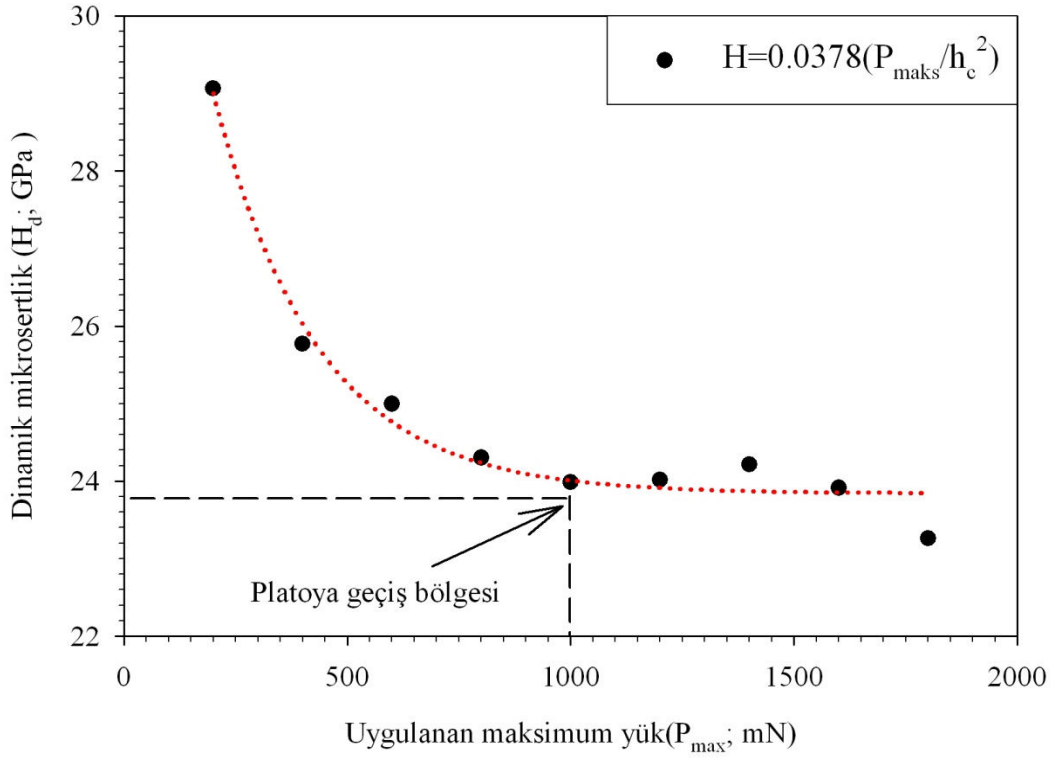
Yükün artırılıp azaltılması ile elde edilen, SiAlON seramiğinin yükleme-boşaltma eğrileri şekil 4.10'da verilmiştir. Şekilden açık bir şekilde görüldüğü gibi numune oda sıcaklığında elasto-plastik bir davranış göstermektedir. Oysaki bu karakter numunenin kırılğan veya süneklik özelliğine sahip olup olmadığını tam olarak açıklamayabilir. Diğer bir yandan, farklı maksimum yükler altındaki yükleme eğrilerinin üst üste gelme karakterlerinden dolayı tek bir eğri şeklinde fit edilebileceği görülmektedir. Eğer, son derinliğe (h_f) göre inceleme yapılırsa, boşaltma eğrilerinin benzer davranış gösterdiği görülür. Bundan dolayı, deneysel yük aralığımız için SiAlON numunesinin benzer elastik ve plastik deformasyon mekanizmasına sahip olduğu söylenebilir. Şekil 4.10 daki her bir maksimum yük için mikro sertlik değerleri denklem ($H = 0.0378 \frac{P_{\max}}{h_c^2}$) kullanılarak hesaplandı.

Uygulanan yük ile dinamik mikro sertlik değerlerinin değişimi şekil 4.11'de gösterildi.

Şekil 4.11'de, yaklaşık olarak 1000 mN'a kadar uygulanan yükün artmasıyla beraber mikro sertlik değerlerinin lineer olmayan bir biçimde azaldığı ve daha sonraki yüklerde doyuma ulaşma eğilimi içinde olduğu görülmektedir. Lineer olmayan bu davranış tipi gözenekli SiAlON seramikleri (Şahin, 2008) içinde gözlenmiştir. Bu olay genel olarak literatürdende çok iyi bilinen çentik boyut etkisi (ISE) davranışına karşılık gelmektedir (Şahin, 2006; 2007; 2008).



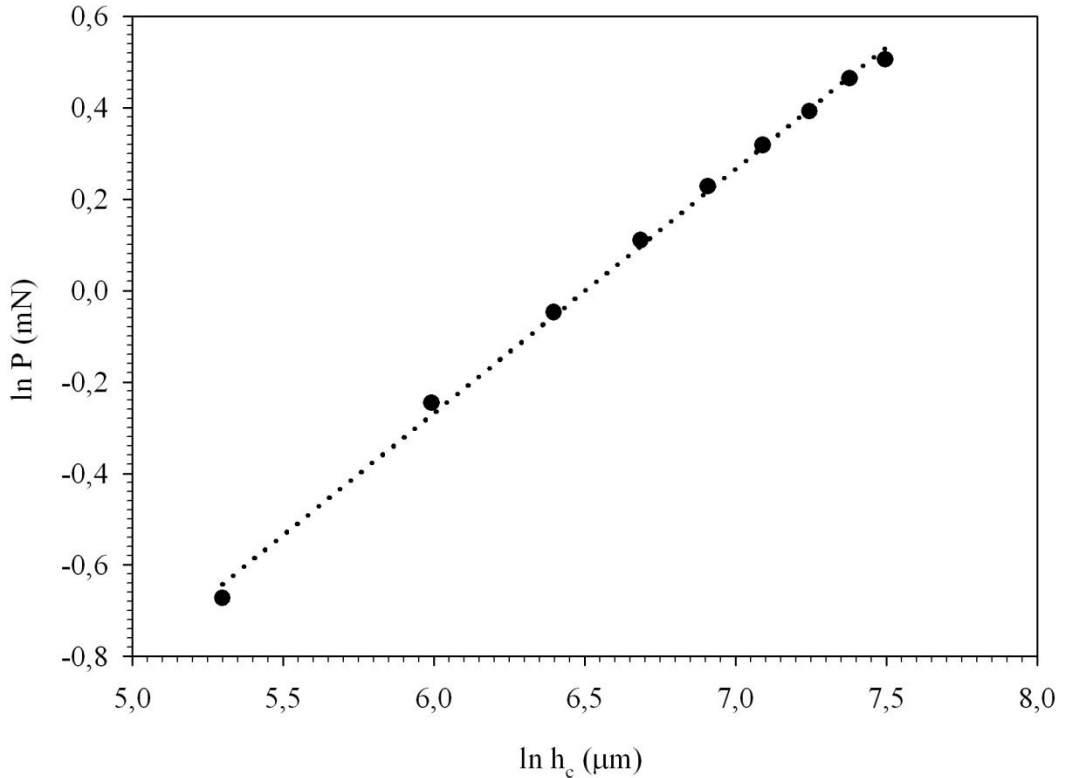
Şekil 4.10. Sialon seramiğinin Uygulanan maksimum yük-yerdeğiştirme eğrileri



Şekil 4.11. Dinamik mikrosertliğin uygulanan maksimum yüke bağlı değişimi

4.2.1 Meyer Yasasına Göre Analiz

Meyer Yasası, (ISE) davranışını tanımlamak için en yaygın kullanılan deneysel bir denklemdir. Basit bir yük yasası olarak bu denklem ($P_{maks}=C_0h_c^n$), yerdeğiştirme (h_c) ve test yükü (P) ile ilişkilidir. Denklemdaki C_0 ve n deneysel verileri, yükleme verilerine bir eğrinin fit edilmesinden direk olarak elde edilen sabitlerdir. Özellikle “ n ” üssü Meyer indisi olarak da adlandırılır ve genellikle ISE davranışının bir ölçüsü olarak düşünülür. Meyer yasasına göre $n=2$ için ISE davranışı gözlenmez. Bu çalışmada, incelen malzemenin mikro çentme verileri $\ln P_{maks}-\ln h_c$ grafiğine göre çizildi ve Şekil 4.12’de verildi.



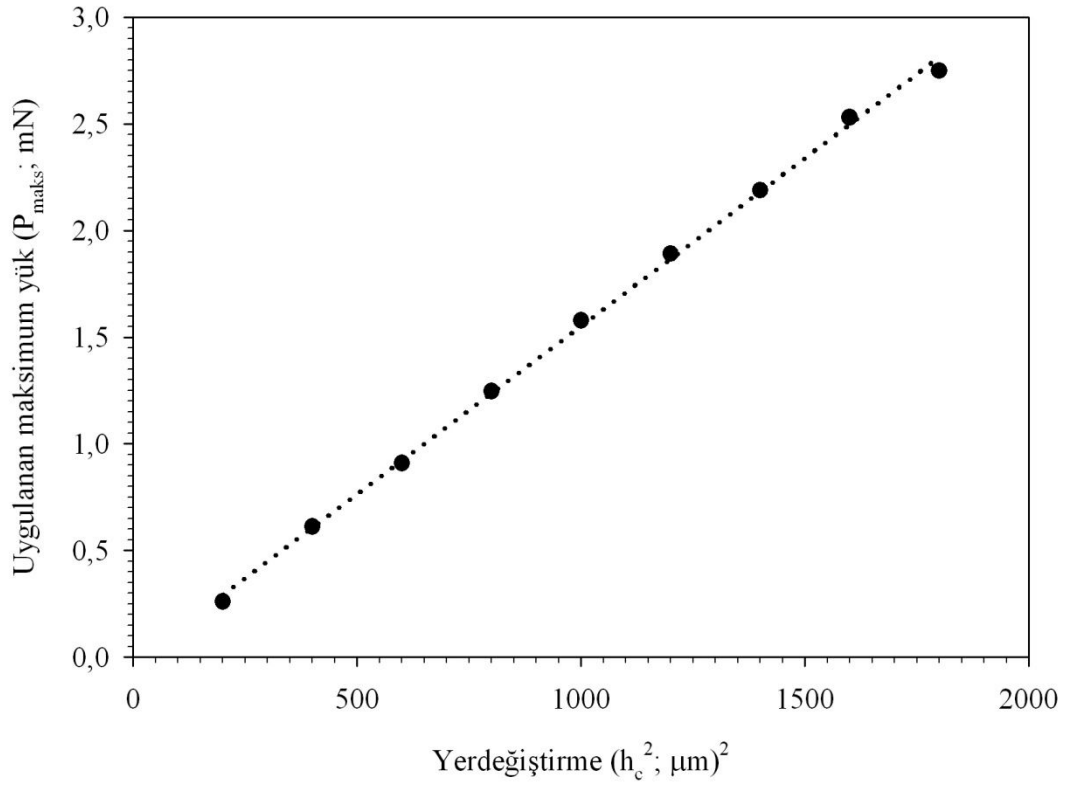
Şekil 4.12. Meyer yasasına göre $\ln P-\ln h_c$ grafiği

Şekil 4.12’deki veriler lineer bir ilişki göstermekte ve bu lineer ilişki dolayısıyla, Meyer yasasının mikroçentme verilerini tanımlamak için uygun olduğu anlaşılmaktadır. Bu eğrinin analizinden, $C=0.0311$ ve $n=0.533$ elde edildi. Elde edilen n değerinin ($n<2$) olması, başka bir deyişle ISE’nin varlığını da doğrulamaktadır (Uzun ve ark. 2004; Gong ve ark. 1999). Bu davranış özellikle düşük çentme yüklerinde kırılğan seramiklere benzer sert malzemelerde görülür ($n<2$ ’den çok düşüktür). Elde edilen n değerinin 2 den oldukça düşük olması

SiAlON numunesinin sert bir malzeme olduğunu gösterir. Çentik test yükü-dinamik mikro sertlik eğrisi incelendiğinde (Şekil 4.11), yüke bağlı bölgeden yükten bağımsız bölgeye belirgin bir geçiş gözlenmektedir. Meyer kanunu yükten bağımsız bölge için elde edilen sabit sertlik değerini belirleyememekte ve bu geçişi tanımlayamamaktadır. Ayrıca bu yasa, ISE davranışının temelindeki sebeplerin anlaşılmasında yeterli olmamaktadır. (Gong ve ark. 1999; 2001). Bundan dolayı SiAlON numunesi için sabit bir sertlik değeri tespit etmek ve ISE davranışının temelindeki sebepleri daha ayrıntılı inceleyebilmek amacı ile Meyer kanununa ek olarak, diğer modeller kullanılmıştır (Şahin ve ark. 2007; 2008).

4.2.2 Hays-Kendall Yaklaşımına göre Analiz

Hays ve Kendall (1973) tarafından çok sayıda malzeme üzerinde yapılan mikro sertlik testlerinde gözlenen ISE davranışı için, uygulanan test yükünün belirli bir limit değerinin altında sadece elastik deformasyon, bu değer üstünde ise plastik deformasyon meydana geldiği ortaya konulmuştur. Bu durum Gane ve Bowden (1968) tarafından farklı malzemelerde çentigin kritik bir yük değerine kadar numuneye girmemesi (bu değerden sonra aniden girmesi), şeklinde gözlenmiştir. Ayrıca, test yükünün artmasına rağmen kritik yük değerine ulaşmadan çentiğin büyüklüğünün artmadığı gözlenmiştir. Hays-Kendall (1973) tarafından, deneysel olarak ölçülen izin büyüklüğünün, uygulanan test yükü P_{maks} yerine etkin yük $P_{ektin}=P_{maks}-W$ ile orantılı olduğu denklem (1.13)'de verilmiştir. Bu denkleme göre $P_{maks}-h_c^2$ grafiği düz bir çizgi verecektir. Şekil 4.13'de SiAlON numunesi için görülen bu grafiğin uyum (korelasyon) katsayısı oldukça yüksektir ($r^2=0.998$). Şekil 4.13'den elde edilen doğrunun yükten bağımsız sertlik değeri 5.9 MPa bulundu. Şekil 4.11'e bakıldığında yükten bağımsız sertlik bölgesine geçiş yaklaşık olarak 23.8 GPa dır. Hays-Kendall modelinden elde edilen sertlik değeri bu değer oldukça aşağısındadır. Bu sebeple bu modelin yükten bağımsız sertlik değerini elde etmede yetersiz kaldığı açıkça görülmektedir.



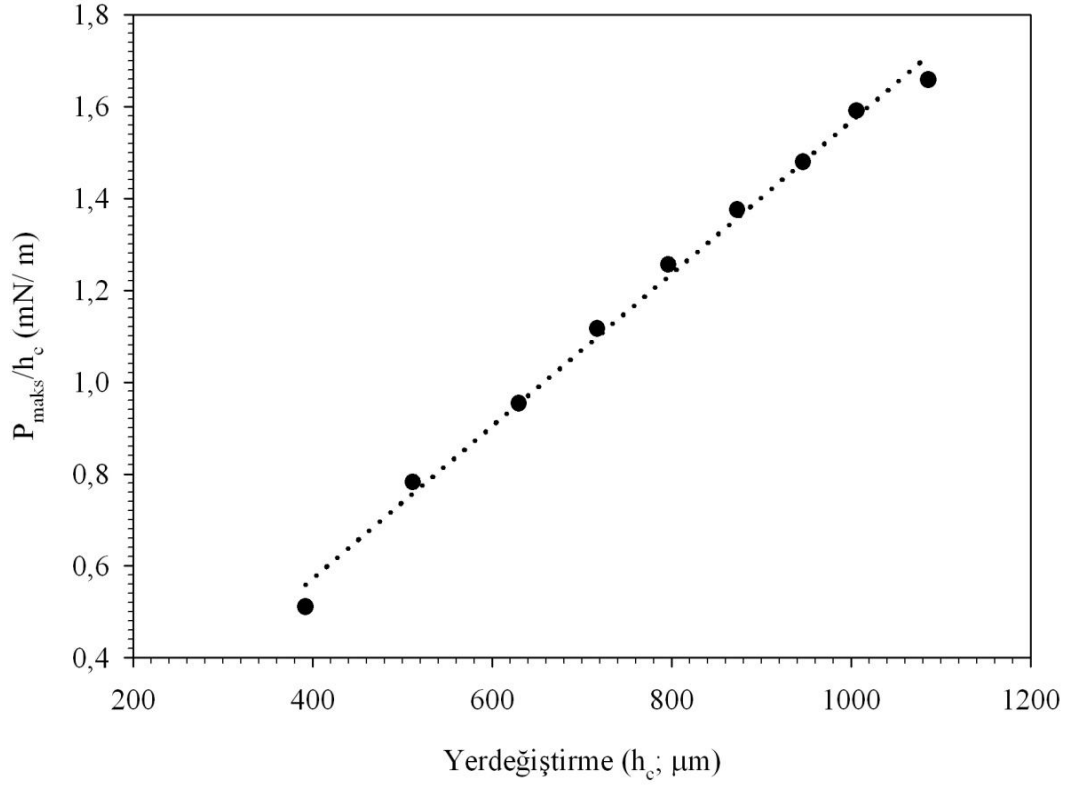
Şekil 4.13. Uygulanan maksimum yükün yer değiştirmeye göre grafiği

4.2.3 Orantılı Numune Direncine göre Analiz

PSR modeli, ISE davranışını analiz etmek için kullanılan Hays-Kendall yaklaşımını geliştirilmiş bir şeklidir. Bu model kalıcı deformasyona karşı numune direncini çentik boyutunun bir fonksiyonu olarak (yani $W = a_1 h_c$) tanımlar. Li ve ark. (1994), bu modelin farklı malzemeler için mikrosertlik testlerinde gözlenen ISE davranışının orijinini başarılı bir şekilde açıklayabileceğini ortaya koymuşlardır. Modelin denklemleri (1.13-1.14) ile verilmektedir. P_{maks} ve h_c parametreleri kullanılarak hesaplanırken, H_{PSR} değeri a_2 sabitine bağlı bir değerdir. Denklem (1.15)'ye göre P_{maks}/h_c 'ye göre h_c eğrisi teorik olarak düz bir çizgi verir. Şekil 4.14'den eğrinin eğimi ve y eksenini kestiği nokta dikkate alınarak a_1 ve a_2 parametreleri kolaylıkla elde edilebilir, en iyi fit parametreleri a_1 ve a_2 değerleri kullanılarak elde edilen (H_{PSR}) değeri 6.2 MPa dır.

Quinn ve Quinn (1997) farklı seramik malzemeler için çentme yükü ile Vickers mikro sertliğin değişimini incelemiştir. Bu araştırmacılar sertlik yük değişimi eğrilerinde sertliğin sabitleştiği açık bir plato geçiş bölgesi gözlemişlerdir. Bu bölgeye karşılık gelen sertlik değerini ise malzemenin gerçek

sertliği ile ilişkilendirmişlerdir. Bu çalışmada, Şekil 4.11’de elde edilen sertlik değerlerinin yaklaşık 1000mN’da platoya ulaştığı ve bu yük değerine karşılık gelen sertlik değerinin ise 24 GPa civarında olduğu gözlenmiştir.



Şekil 4.14. PSR modeline göre SiAlON numunesi için P_{maks}/h_c-h_c grafiği

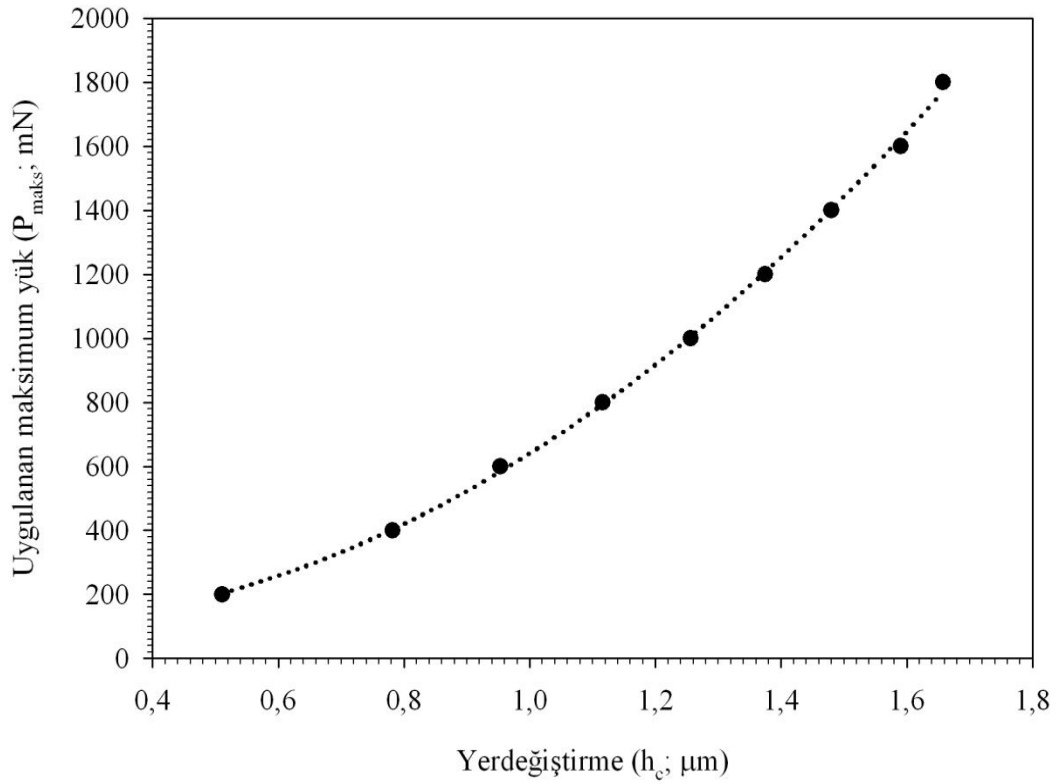
Yükten bağımsız sertlik (H_{PSR}) değerleri, PSR modeli kullanarak hesaplandı ve Quinn ve Quinn (1997) yaklaşımı ışığında hesaplanan sertlik değerlerinin plato değerlerinden uzak olduğu görüldü. Bundan dolayı, çalıştığımız SiAlON malzemesinde gözlenen ISE davranışının açıklanmasında PSR modelinin yetersiz olduğu sonucuna varıldı.

4.2.4 Düzeltilmiş Orantılı Numune Direncine göre Analiz

PSR modeline göre $h_c=0$ olduğu zaman, test numune direnci ($W=a_1h_c$) sıfır olur. Bu da malzemedeki kalıcı deformasyon üretebilmek için gerekli olan minimum yükün 0 olması gerektiğini ifade eder. Oysaki Gong ve ark. (1999) bu durumun uygun olmayacağını ve zımparalama ve parlatma işlemine tabi tutulan test numune yüzeyinin sıkıştırılmış bir yay gibi düşünülebileceğini rapor etmişlerdir.

ISE davranışını analiz etmek için düzeltilmiş PSR modelinin uygulanabilirliği ile ilgili birçok çalışma yapılmıştır. Bu modele göre, a_1 ve a_2 parametreleri denklem (1.15)'de verilenler ile aynı fiziksel anlama sahip parametrelerdir.

Bu yüzden, bu iki parametre daha önce bahsedilen PSR modelindeki gibi iki farklı yükten bağımsız sertlik değerleri (H_{MPSR}) elde etmemizi sağlar. a_1 ve a_2 parametreleri deneysel olarak elde edilen P_{maks} 'ın h_c 'ye göre grafiğinden hesaplanabilir. P_{maks} 'ın h_c 'ye göre grafiği Şekil 4.15'de gösterilmiştir.



Şekil 4.15. Uygulanan maksimum yükün yerdeğiştirmeye göre grafiği

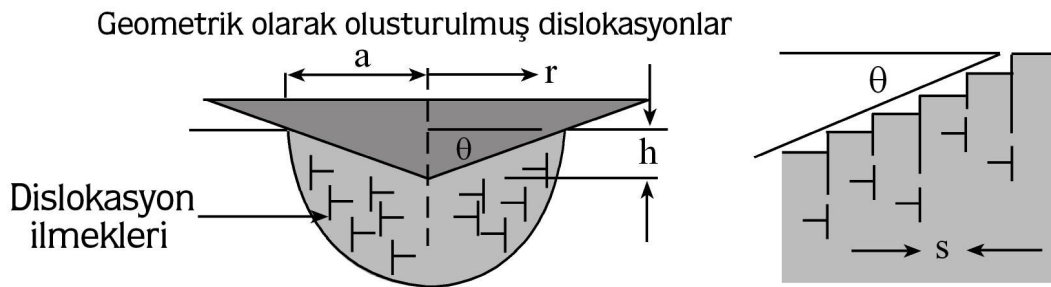
Bu eğriden tahmin edilen en iyi fit parametreleri a_0 , a_1 ve a_2 fit parametreleri kullanılarak elde edilen yükten bağımsız sertlik değeri $H_{MPSR} = 2.73$ GPa'dır. Buraya kadar analizi yapılan diğer modeller de olduğu gibi düzeltilmiş orantılı numune direnci modelinden elde edilen sertlik değerinin de plato bölgesinin oldukça aşağı kısmında kaldığı görülmektedir. Bu sebeple SiAlON numunesi için yükten bağımsız sertlik değerini elde etmek için bu modelinde yetersiz kaldığı görülmektedir.

4.2.4 Nix-Gao Modeline göre Analiz

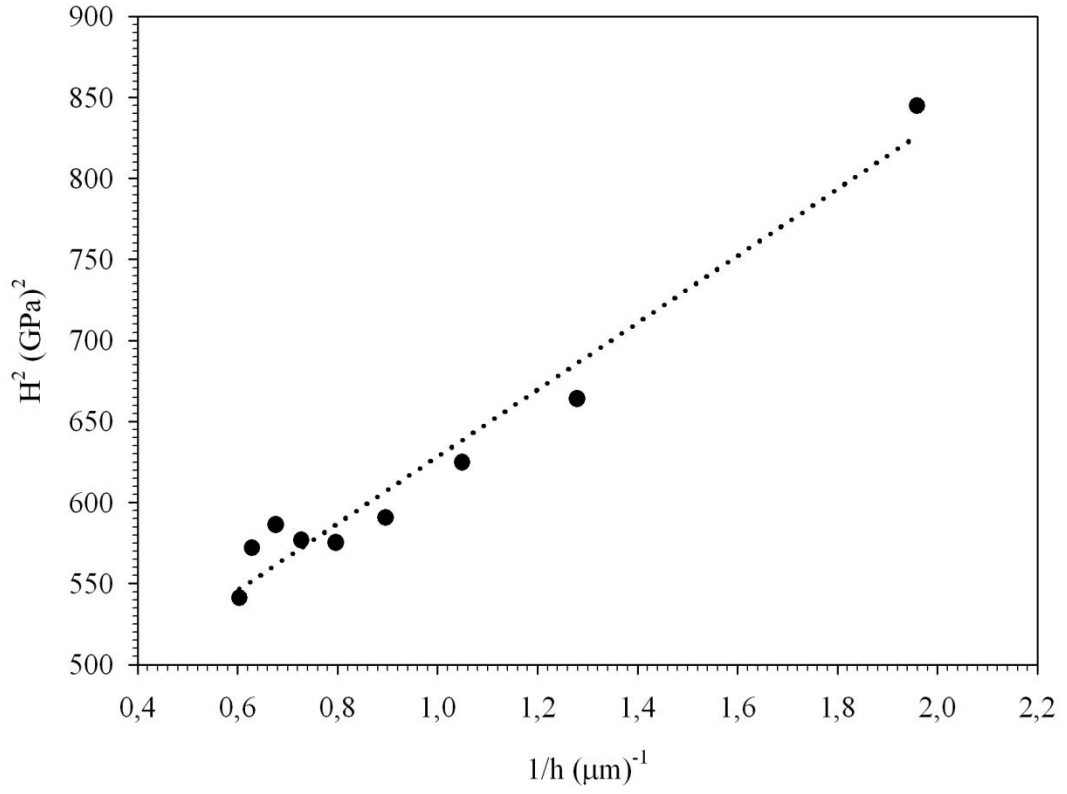
Farklı numunelere üzerinde gözlenen çentik boyutu etkisi, Nix ve Gao (1998) tarafından, Numune üzerine uygulanan yük değişimine bağlı gelişen plastik deformasyon göz önüne alınarak açıklanmıştır. Ortaya koydukları teoriye göre, çentici geometrik olarak zorlanmış dislokasyonların (Şekil 4.16) içerisine yerleşir. Ortaya koydukları modeli, Mises kanunu ve Tabor (1956) bağıntısını kullanarak sertliğin çentik derinliğine bağlılığını aşağıdaki şekilde elde etmişlerdir.

$$\frac{H}{H_0} = \sqrt{1 + \frac{h^*}{h}} \quad (4.10)$$

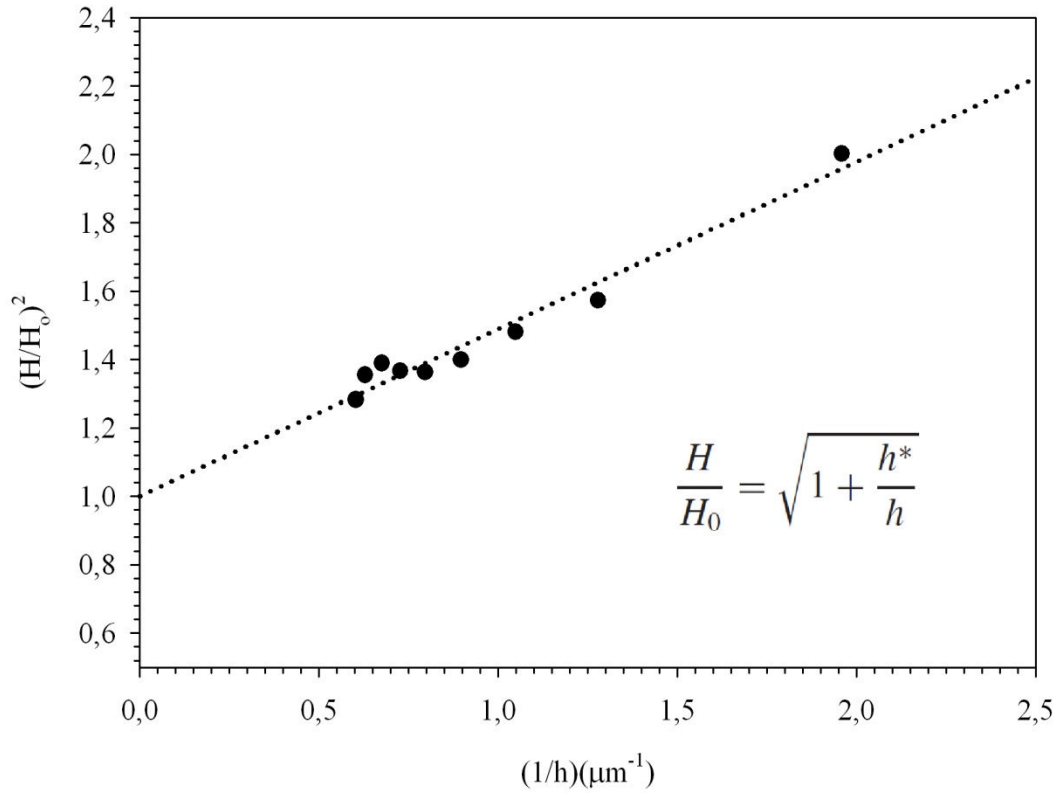
H , belirli derinlikte ölçülen sertlik, h ve h^* çentinin şekli ve malzemeye bağlı karakteristik derinlik. H_0 yükten bağımsız sertliktir. Denklemden de görüleceği gibi H^2 ve $1/h$ arasında lineer bir ilişki vardır. Bunun anlamı çentik boyutu etkisi ile sertliğin azalmasıdır. H_0 ve h^* değerleri H^2-1/h grafiğinin eğimi ve y eksenini kestiği noktadan bulunabilir. Şekil 4.17'den görüleceği gibi elde edilen sonuç Denklem (4.10) ile uyum içerisindedir. H_0 ve h değerleri kullanılarak elde edilen grafikteki verilerden $H_0=20.55$ GPa ve $h^*=0.489$ olarak elde edilmiştir. Ayrıca $(H/H_0)^2$ ve $1/h$ arasındaki ilişki Şekil 4.18'de gösterilmiştir. Eğri hemen hemen lineer olup literatür ile uyumludur (Nix ve Gao; 1998; Şahin ve ark. 2007). Elde edilen yükten bağımsız sertlik değeri Şekil 4.11'de plato bölgesine oldukça yakın olup plato bölgesi içerisinde kalmaktadır. Sonuç Nix-Gao modeli SiAlON numunesinin dinamik sertlik analizinde yükten bağımsız sertliği elde etmek için en uygun modeldir.



Şekil 4.16. Geometrik olarak oluşturulmuş dislokasyon ilmeklerinin şematik gösterimi (Nix ve Gao; 1998)



Şekil 4.17. Sialon numunesi için $(H)^2$ - $(1/h)$ grafiği



Şekil 4.18. Sialon numunesi için $(H/H_0)^2$ - $(1/h)$ grafiği

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Sialon seramiğini üzerinde yapılan geleneksel (statik) Vickers ve Knoop sertlik deneyleri ve derinlik duyarlı (dinamik) sertlik deneylerinden elde edilen sonuçların analizleri yapılmıştır. Elde edilen sertlik değerleri her bir yükte farklı olmasına rağmen, hem geleneksel hem de derinlik duyarlı sertlik deneylerde belli bir yük değerinde sertliğin sabit kaldığı (çentik boyutu ve ters çentik boyutu) etkisi gözlenmiştir. Literatürde yükten bağımsız sertlik deneyleri için kullanılan modeller yardımı ile her iki yöntem ile elde edilen sonuçların analizleri yapılarak yükten bağımsız sertlik deneyi hesaplanmıştır. Yapılan analizlerden elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibi özetlenebilir.

1. Literatürde gözlenen farklı tür malzemelerde ve seramiklerde olduğu gibi Sialon numunesinin dinamik sertlik değerlerinde de çentik boyutu etkisi gözlenmiştir. Diğer bir ifade ile ölçülen sertlik değerleri çentme yükünün artmasıyla azalmıştır.
2. Gözlenen çentik boyutu etkisinin analizi için kullanılan Meyer yasası, deneysel verilerin tanımı için yeterli olup doğruluğunu tespit eder. Fakat gözlenen ÇBE davranışının temeli hakkında bilgi vermemektedir.
3. Hays-Kendall yaklaşımı ile tahmin edilmeye çalışılan yükten bağımsız sertlik değeri için bulunan değer plato bölgesinin oldukça altında olmasından dolayı bu yaklaşım incelenen numune için sağlıklı sonuç vermemektedir.
4. Sialon numunesinde gözlenen ÇBE davranışını analiz etmede, PSR modelinden elde edilen yükten bağımsız sertlik değerlerinin (H_{PSR}) plato bölgesinin altında olmasından dolayı başarısız olduğu sonucuna varılmıştır.
5. Geliştirilmiş PSR modeliyle hesaplanan yükten bağımsız sertlik değerlerinin, yüksek korelasyon sabiti olmasına rağmen diğer modellerde olduğu gibi elde edilen sertlik değeri plato bölgesinin oldukça altındadır. Bu sebeple geliştirilmiş PSR modeli de verilerin analizinde yetersiz kalmıştır.

6. Nix ve Gao modeline göre yapılan analiz ile elde edilen yükten bağımsız sertlik değeri plato bölgesine oldukça yakın bulunmuştur. Bu sebeple, bu model Sialon numunesi için yükten bağımsız sertlik değerini elde etmede kullanılabilir en uygun modeldir.
7. Dinamik sertlik değerlerinin aksine statik sertlik değerlerinde Vickers çentici ile yapılan deneyler sonucunda ters çentik boyutu etkisi gözlenirken, Knoop çentici ile yapılan deneylerden çentik boyutu etkisi gözlenmiştir. Bu durum farklı tür Sialon seramikleri için literatürde gözlenmektedir.
8. Knoop çentici için gözlenen çentik boyutu etkisi, PSR, MPSR ve Hays-Kendall modelleri ile analiz edilmiştir. Yükten bağımsız sertlik değeri, platoya en yakın tahmin eden Hays-Kendall modeli ile bulunmuştur.
9. Statik mikrosertlik değeri $H_K=13.85$ GPa iken Dinamik mikrosertlik değeri $H_D=20.55$ GPa olarak elde edilmiştir.
10. Dinamik sertlik deneylerinde incelenen numunenin çentik testlerinde çatlak gözlenmemiştir. Fakat statik sertlik deneylerinde, özellikle büyük yüklerde çentik etrafında oldukça belirgin çatlaklar meydana gelmiştir. Bu durumda numune uygulanan yüke direnç gösterememekte ya da numunede elastik toparlanma meydana gelmemektedir.
11. Sonuç olarak ÇBE ve TÇBE küçük çentik boyutlarında meydana gelmektedir. Bu durumun temeline genel olarak bakıldığında sadece küçük yüklerdeki elastik ve plastik deformasyon süreçlerin oldukça iyi anlaşılması ile mümkün olabilir.

Farklı tür malzemelerin hemen hemen tamamında gözlenen çentik boyutu etkisini açıklayabilecek, malzemelerin gerek üretim gerekse sertlik deneyi öncesi hazırlık aşamasında olabilecek kusurları da göz önüne alan bir modelin ortaya konması bilime oldukça büyük bir katkı sağlayacaktır. Bu çalışmaya ek olarak literatürde kullanılan enerji modeli ile ve Cheng Cheng modeli ile de yükten bağımsız sertlik değerleri elde edilerek elde edilen sonuçlar ile karşılaştırma yapılabilir.

KAYNAKLAR

- Abo-Naf, S.M., Dulias, U., Schneider, J., Zum Gahr, K.-H., Holzer, S., Hoffmann, M.J. 2007. Mechanical and tribological properties of Nd- and Yb-SiAlON composites sintered by hot isostatic pressing. *Journal of Materials Processing Technology*, 183; 264–272.
- Adeva, P., Caruana, G., Ruano, O. A., Torralba, M., 1995. Microstructure and high temperature mechanical properties of tin. **Materials Science and Engineering**, A194; 17–23.
- Arık, H., ve Sarıtaş, S., 1996. Silisyum nitrür tipi seramiklerin üretilebilmesi ve mekanik özellikleri, **I. Ulusal Toz Metalurjisi Konferansı Bildiri Kitabı**, 247-261.
- Arık, H., 1996. **Sepiyolitten Karbo-Termal İndirgeme ve Nitrürleme Yoluyla Silisyum Nitrür (Si₃N₄) Seramik Tozu Üretimi Parametrelerinin Araştırılması**. Gazi Üniversitesi–Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara. s.3-36.
- Armstrong, R. W., ve Robinson, W. H. 1974. Combined elastic and plastic deformation behaviour from a continuous indentation hardness test. **New Zeland Journal of Science**, 17; 429-433.
- Banerjee, R. K. ve Feltham, P., 1974. Deformation and fracture of germanium single crystals. *J. Mater. Sci.* 9 (9); 1478-1482.
- Barsoum, M. W, **Fundamentals of Ceramics**, IOP Publishing Ltd 2003, ISBN 0 7503 0902 4, page 7
- Basu, B., Mukhopadhyay, Manisha, N. K. 2009. Understanding the mechanical properties of hot pressed Ba-doped S-phase SiAlON ceramics. **Journal of the European Ceramic Society**, 29; 801–811.
- Bengisu, M. 2006. **Seramik Bilimi ve Mühendisliği**, 1. Baskı, Nobel Yayın Dağıtım.
- Berzina, I. G., ve Savintsev P. A. 1965. Mutual solution of components during contact melting. **Russian Physics Journal**, 8 (1); 55-57.
- Brinell, J. A., 1900, **II. Cong. Int. Methodes d'Essai, Paris. Fort he first english account see A. Wahlberg** (1901), *J. Iron & Steel Inst.* 59, 243.
- Bull, S J; Page, T F; Yoffe, E H.1989. An Explanation of the Indentation Size Effect in Ceramics. **Philos. Mag. Lett.** 59 (6); 281-288.
- Bulychev, S. I., Alekhin, V. P., Shorshorov, M. Kh., Ternovskii, A. P., Shnyrev, G. D., 1975. Determination of Young's modulus from the indenter penetration diagram, **Zavod. Lab**, 41 (9); 1137-1140.
- Bulychev, S. I., Alekhin, V. P., Shorshorov, M. Kh., Ternovskii, A. P., 1976. Mechanical properties of material studied from kinetic diagrams of load versus depth of impression during microimpression. **J. Prob. Prochn**, 9; 79-83.
- Bulychev, S. I., Alekhin, V. P., 1987. Method of Kinetic Hardness and Microhardness Testing by Indenter Indentation. **Zavod Lab**, 53 (11); 76-80.

- Bückle, H. 1973. **The Science of Hardness Testing and Its Research Applications**, Westbrook, J. H., ve Conrad, H. Edited. Metals Park, OH, ASME, 456-491.
- Ceylan, A., 2006. **Şerit Döküm Yöntemi Kullanılarak Fonksiyonel Aşamalı Sialon Seramiklerinin Üretimi**, Doktora Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir.
- Chockalingam, S., Traver, H K., 2010. Microwave sintering of β -SiAlON–ZrO₂ composites. **Materials and Design**, 31; 3641–3646.
- Cother, N. E., ve Hodgson, P., 1982. The development of Sylon ceramics and their engineering applications, **Trns. J. Br. Ceram. Soc.**, 81; 141.
- Doerner, M. F., ve Nix, W. D., 1986. A method for interpreting the data depth-sensing indentation instruments. **Journal of Materials Research**, 1 (4); 601-609.
- Ekström, T ve Nygren, M., 1992. SiAlON ceramics, **J. Am. Ceram. Soc.**, 75; 259.
- Ersoy, A., 2007. **Y-Sialon Seramik Üretimi Ve Karakterizasyonu**, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya.
- Eser, O., Kurama, Semra., Gunkaya, G., 2010. The production of β -SiAlON ceramics with low amounts of additive, at low sintering temperature. **Journal of the European Ceramic Society**, 30; 2985–2990.
- Feltham, P., ve Banerjee, R. K. 1992. Theory and application microindentation in studies of glide and cracking single crystals of elemental and compound semiconductors. **Mater. Sci.** 27 (6); 1626-1632.
- Filho, V. X. Lima., Davim, J P., Cairo C.A., Ferreira J.M.F. 2009. Preparation and characterization of SiAlON matrix composites reinforced with combustion synthesis rod-like SiAlON particles. **Int. Journal of Refractory Metals&Hard Materials**, 27; 647–652.
- Franco, A. R., Pintaúde G., Sinatora, A., Pinedo, C. E., Tschiptschin, A. P., 2004. The use of a Vickers indenter in depth sensing indentation for measuring elastic modulus and Vickers hardness. **Materials Research**, 7 (3); 483–491.
- Gane, N. and Bowden, F.P. 1968. Microdeformation of solids. **J. Appl. Phys.** 39; 1432–1435. Gao, H., ve Huang, Y., 2003. Geometrically necessary dislocation and size-dependent plasticity. **Scripta Materialia**, 48; 113–118.
- Geçkinli, E., 1992. **İleri Teknoloji Malzemeler**, İ.T.Ü Matbaası, 1992.
- Gong, J., Wu, J., Guan, Z., 1999. Examination of the indentation size effect in low-load Vickers hardness testing of ceramics. **Journal of the European Ceramic Society**, 19; 2625-2631.
- Gong, J., Zhao, Z., Guan, Z., Miao, H. 2000. Load-dependence of Knoop hardness of Al₂O₃-TiC composites. **Journal of the European Ceramic society**, 20; 1895-1900.
- Gong, J., Miao, H., Zhao, Z., Guan, Z., 2001. Load-dependence of the measured hardness of Ti(C,N)-based cermets. **Materials Sci. Eng A.** 303;179-186.

- Hays, C., ve Kendall, E. G. 1973. An Analysis of Knoop Microhardness. **Metallography**, 6 (4); 275–282.
- Hays, C., ve Kendall, E. G. 1973. An Analysis of Knoop Microhardness. **Metallography**, 6 (4); 275–282.
- Hayama, S., Takakuni, N., Ozawa, M. ve Suzuki, S., 1997. Mechanical properties and microstructure of reaction sintered β -SiAlON ceramics prepared by slip casting method, **J. Mater. Sci.**, 32, 4973.
- Heimann, R. B., 2010. **Classic and Advanced Ceramics From Fundamentals to Applications**. Wiley-VCH, Verlag GmbH & Co.KGaA, Weinheim, 457-472, Almanya.
- Horstemeyer, M. F., Bakes, M. I., ve Plimpton, S. J., 2001. Length scale and time scale effects on the plastic flow of fcc metals. **Acta Materialia**, 49; 4363–4374.
- <http://www1.shimadzu.com/products/test/hardness/duh201.html>
- Klemm, H., Hermann, M., Reich, T. ve Schubert, C., 1998. High temperature properties of mixed α/β -SiAlON ceramics, **J. of Am. Cer. Soc.**, 1141-1148.
- Knoop, F., Peters, C. G., Emerson, W. B., 1939. Sensitive pyramidal-diamond tool for indentation measurements: *U. S. National Bureau of Standards*, Research Paper No RP1220; **The Bureau's Journal of Research**, 39-61.
- Kuşhan, Ş.R., 2000. **Si₃N₄ Başlangıç Tozlarının α -SiAlON Seramiklerinin Mikroyapısına Etkisi**, Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir.
- Lackey, W.J., 1986. **Proceeding of the 1st International Symposium on Ceramic Component for Engine**, Ed., Somiya, S., Kanai, E., Anda, K., 770.
- Li, H., Bradt, R. C., 1993. The microhardness indentation load/size effect in rutile and cassiterite single crystals. **Journal of Materials Science**, 28; 917-926.
- Li, H., Han, Y. H., ve Bradt, R. C. 1994. Knoop microhardness of single crystal sulphur. **Journal of Materials Science**, 29; 5641-5645.
- Li, H., Bradt, R. C. 1996. The effect of indentation-induced cracking on the apparent microhardness. **Journal of Materials Science**, 31 (4); 1065-1070.
- Limenga, L., Feng, Y., Yu, Z., Zhiguo, Z., Qinglong H., 2010. Fast bonding α -SiAlON ceramics by spark plasma sintering, **Journal of the European Ceramic Society**, 30; 2683–2689.
- Lin M.T., Jiang D.Y., L. Li, Z.L. Lu, T.R. Lai, Shi J.L.. 2003. The effect of creep deformation of a β sialon on Vickers hardness, fracture toughness and Weibull modulus. **Materials Science and Engineering A**, 351; 9-14.
- Lin, M.T., Chen, G.R., Yang, Y.X., Jiang, D.Y., Shi, J.L. 2006. Microstructure and room-temperature mechanical properties of β sialon/SiC nanocomposites. **Materials Science and Engineering A**, 433; 329–333.

- Lin, H.T., Plucknett, K., and Brito, M.E. 2006. **Silicon Based Structural Ceramics for the New Millenium**, vol. 142, Ceramic Transactions, John Wiley & Sons, Inc.
- Liu, Y., Ngan, A. H. W., 2001. Depth dependence of hardness in copper single crystals measured by nanoindentation. **Scripta Materialia**, 44; 237–241
- Ma, Q., ve Clarke, D. R. 1995. Size dependent hardness of silver single crystals. **Journal of Materials Research**, 10 (4); 853-863.
- Mandal, H., Thompson, D.P. ve Ekstrom, T., 1993. Reversible $\alpha \rightarrow \beta$ SiAlON transformation in heat-treated SiAlON ceramics, **J. Eur. Cer. Soc.**, 12, 421.
- Mikijelj, B., Mangels, J., Belfi eld, E., and MacQueen, A. 2004. Silicon nitride applications in modern diesel engines. **Report Ceradyne** 2004-01-1448.
- Mott, B. 1956. **Micro-indentation Hardness Testing**, Butterworths, London
- Nix, W. D., ve Gao, H., 1998. Indentation size effects in crystalline Materials : A law for strain. **J. Mech. Phys. Solids**. 46; 411-425.
- Oliver, W. C., Pharr, G. M., 1992. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. **J. Mater. Res**, 7 (6); 1564–1583.
- Petzow, G. and Herrmann, M. 2002. **Silicon nitride ceramics, in High Performance Non-Oxide Ceramics II. Structure and Bonding**, vol. 102 (eds M. Jansen, D.M.P. Mingos, and R. Haubner), Springer, Berlin, pp. 47–168.
- Quinn, J. B. , Quinn, G. D., 1997. Indentation brittleness of ceramics: a fresh approach. **J. Mater. Sci**. 32; 4331-4346.
- Ren, X. J., Hooper, R. M., Griffiths, C., ve Henshall, J. L., 2002. Indentation-size effect in single-crystal MgO. **Philosophical Magazine A**, 82 (10); 2113-2120.
- Rockwell S. R., 1922. Testing metals for hardness. **Trans. Amer. Soc. for Steel Treating**, 2; 1013.
- Sağlam M. ve Ateş A., 2007. **Yariletken fiziğine giriş**, Aktif yayınevi, sayfa12.
- Sangwal, K., 1989. Microhardness of as-grown and annealed lead sulphide crystals. **J. Mater. Sci**. 24 (3); 1128-1132.
- Sangwal, K., Surowska, B., P. Błaziak., 2003. Relationship between indentation size effect and material properties in the microhardness measurement of some cobalt-based alloys. **Materials Chemistry and Physics**, 80; 428–437.
- Sangwal, K., 2000. On the reverse indentation size effect and microhardness measurement of solids. **Materials Chemistry and Physics**, 63; 145-152.
- Sangwal, K. and Surowska, B., 2003. Study of indentation size effect and microhardness of SrLaAlO₄ and SrLaGaO₄ single crystals. **Mater. Res. Innovat**. 7; 91–104
- Sangwal, K., 1971. Ph.D. Thesis, Sardar Patel University, Vallabh Vidyanagar, India.

- Sargent, P. M., 1986. **Use of the indentation size effect on microhardness for metals characterization**, P. J. Blau ve B. R. Lawn eds, American Society for Testing and Materials Philadelphia, PA, 160-174.
- Savaşkan, T., 1999. Malzeme Bilgisi ve Muayenesi, Derya kitabevi, Karadeniz Teknik Üniversitesi Makine Mühendisliği Bölümü.
- Scwartz, M. M., 1992. **Handbook of structural ceramics**, Mc Graw-Hill, Inc.
- Shorshorov, M. Kh., Bulychev, S. I., Alekhin, V. P., 1982. Work of Plastic Deformation during Indenter Indentation, **Sov. Phys. Dokl**, 26 (8); 769-771.
- Sneddon, I. N., 1965. The relation between load and penetration in the axisymmetric Boussinesq' problem for a punch of arbitrary profile. **International Journal of Science Engineering**, 3; 47-57.
- Sekine , T., He, H., Kobayashi, T., Tansho, M., and Kimoto , K. 2001. Cubic $\text{Si}_{6-z}\text{Al}_2\text{O}_z\text{N}_{8-z}$ ($z=1.8$ and 2.8) spinels formed by shock compression . **Chem.Phys. Lett.**, 344;(3-4), 395–399.
- Smith, R., ve Sandland, G., 1922. An accurate method of determining the hardness of metals, with particular reference to those of a high degree of hardness. **Proc. Instn. Mech. Engrs.** 1; 623.
- Şahin, O., Uzun, O., Kölemen, U., Düzgün, B., ve Uçar, N. 2005. Indentation size effect and microhardness study of β -Sn single crystals. **Chin. Phys. Lett**, 22 (12); 3137-3140.
- Şahin, O., Uzun, O., Kölemen, U., ve Uçar, N. 2006. Vickers Microhardness Studies of β -Sn single crystals. **Materials Characterization**. 28;194-204.
- Şahin, O., Uzun, O., Kölemen, U., ve Uçar, N. 2007. Dynamic hardness and reduced modulus determination on the (001) face of β -Sn single crystals by a depth sensing indentation technique. **Journal Of Physics: Condensed Matter**. 19; 306001 (17pp).
- Şahin, O., Uzun, O., Sopicka-Lizer M., Gocmez H., Kölemen U. 2008. Dynamic hardness and elastic modulus calculation of porous SiAlON ceramics using depth-sensing indentation technique. **Journal of the European Ceramic Society**, 28; 1235–1242.
- Şahin, O., Uzun, O., Kölemen, U., ve Uçar, N. 2008. Analysis of ISE in dynamic hardness measurements of β -Sn single crystals using a depth-sensing indentation technique. **Materials Characterization**. 59; 729-736.
- Şahin, F.Ç., 1997. **Kaolenden Karbotermal Redüksiyon ve Nitrürleme ile Sinterlenebilir β -SiAlON Tozlarının Sentezi**, İstanbul Teknik Üniversitesi- Fen Bilimleri Enstitüsü, Ekim 1997, 1-44.
- Tabor, D. 1951. **The Hardness of Metals**, London: Oxford University Pres; 1996, *Philosophical Magazine*. A 74; 1207.
- Tabor, D. 1986. **Indentation Hardness and its Measurement**: Some Cautionary Comments . *Microindentation Techniques in Materials Science and Engineering*, ASTM STP 889, P. J. Blau ve B. R. Lawn, Eds, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 129-159.

- Tate, D. R., 1945. A comparison of microhardness indentation test. **Transaction of American ceramic society. Transactions Of American Society For Metals**, 35; 374–375.
- Tarkanian, M.L., Neumann, J.P., ve Raymond, L. 1973. Determination of the temperature dependence of $\{1\ 0\ 0\}$ and $\{1\ 1\ 2\}$ slip in tungsten from Knoop hardness measurements, in: J.H. Westbrook, H. Conrad (Eds.), **The Science of Hardness Testing and Its Research Applications**, American Society for Metals, Metal Park, OH, 187–198.
- Ternovskii, A. P., Alekhin, V. P., Shorshorov, M. Kh., Khrushchov, M. M., Skvortsov, V. N., 1973. Micromechanical Testing of Materials by Depression. **Zavod Lab**, 39; 1620-1624.
- Uzun, O., Karaaslan, T., Göğebakan, M., ve Keskin, M. 2004. Hardness and microstructural characteristics of rapidly solidified Al–8–16 wt.%Si alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, 376 (1-2); 149-157.
- Upit, G. P., ve Varchenya, S. A. 1973. The size effect in the hardness of single crystals, in J. H. Westbrook ve H. Conrad (eds), **The Science of Hardness Testing and Its Research Applications**, American Society for Metals, Metals Park, OH. 135-144.
- Uzun, O., Kölemen, U., Çelebi, S., ve Güçlü, N. 2005. Modulus and hardness evaluation of polycrystalline superconductors by dynamic microindentation technique. **Journal of European Ceramic Society**, 25 (6); 969-977.
- Walls, A.P., ve Thompson, P.D., 1986. Reaction mechanism in the formation of calcium yttria α - β -SiAlON composites, Wolfson Laboratory, **Special Ceramics of British Ceramic Proceedings** No. 37.
- Ye, F., Zhang, L., Liu, C., Liu, L., Zhang, H., 2010. Thermal shock resistance of in situ toughened α -SiAlONs with barium aluminosilicate as an additive sintered by SPS. **Materials Science and Engineering A**, 527; 6368–6371.
- Zalite, Ilmars., Zilinska Natalja., Kladler, Gottfried. 2008. SiAlON ceramics from nanopowders. **Journal of the European Ceramic Society**, 28; 901–905.
- Zenotchkine, M., Shuba, R., and Chen, I.W. 2004. Liquid-phase growth of small crystals for seeding α -SiAlON ceramics. **J. Am. Ceram. Soc.**, 86 (6), 1040–1046.
- Zhu, X. and Sakka, Y. 2008. Textured silicon nitride: processing and anisotropic properties. **Sci. Technol. Adv. Mater.**, 9, 033001. (47 pp).
- Zong, Z., Soboyejo, W., 2005. Indentation size effect in face centered cubic single crystal thin films. **Materials Science and Engineering A**, 404; 281-290.

TEŞEKKÜR

Eđitimim süresince yakın ilgisini esirgemeyen, bilimsel alıřmanın yöntem ve ilkelerini öđreten deđerli danıřman hocam sayın Prof. Dr. Hüsnü Salih GÜDER'e en içten saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca, bu süreç içerisinde kıymetli görüşlerinden faydalandığım Gaziosmanpařa Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Öğretim Üyesi sayın Prof. Dr. Orhan UZUN, Do. Dr. Uđur KÖLEMEN'e teşekkürü bor bilirim. alıřmamın gerekleşmesinde Mustafa Kemal Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Mikro ve Nanomekanik karakterizasyon laboratuvarı imkânlarından ve Mustafa Kemal Üniversitesi Arařtırma Projeleri Yönetim Birimi tarafından desteklenen (Proje No: 08 F 0501) proje kapsamında alınan cihazlardan faydalandım. Her iki birime de katkılarından dolayı teşekkürü bor bilirim. Desteklerinden dolayı Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Öğretim Üyeleri Do. Dr. İsmail Hakkı KARAHAN ve Yrd. Do. Dr. H. Ali ETİNKARA'ya sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Bu alıřma, Mustafa Kemal Üniversitesi Arařtırma Projeleri Yönetim Birimi (Proje No: 08 F 0501), Devlet Planlama Teřkilatı (Proje No: 2003K120510) tarafından desteklenmiřtir.

ÖZGEÇMİŞ

1978 yılında Konya'da doğdum. İlk ve orta öğretimimi Konya'da tamamladım. 1996-2000 yılları arasında Selçuk Üniversitesi Eğitim Fakültesi Fizik Öğretmenliği bölümünde lisans eğitimimi tamamladım. 2002 yılından bu güne kadar Milli Eğitim Bakanlığı bünyesindeki devlet okullarında Fen-Bilgisi öğretmeni olarak çalışmaktayım. Evli ve üç çocuk annesiyim.