



MUSTAFA KEMAL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI

**ZİRKONYUM ALÜMİNA SERAMİKLERİNİN ÜRETİLMESİ VE MEKANİK
KAREKTERİZASYONU**

ALAMEDDİN HASDE

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Antakya/HATAY
OCAK-2011

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	I
ABSTRACT.....	II
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	III
ÇİZELGELER DİZİNİ	VI
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	VII
1.GİRİŞ	1
1.1 KURAMSAL TEMELLER	4
1.1.1 Malzemelerin Mekanik Özellikleri	4
1.2 MEKANİK DAVRANIŞ	5
1.2.1 Gerilme ve Şekil Değiřtirmenin Tanımları	6
1.2.2 Çekme Etkisinde Davranış ve Çekme Deneyi.....	9
1.2.3 Şekil Değiřtirme ve Tokluk.....	11
1.3 MALZEMELERİN ŞEKİL DEĞİřTİRMESİ	13
1.3.1 Elastik Şekil Değiřtirme	15
1.3.2 MALZEMENİN PLASTİK ŞEKİL DEĞİřTİRMESİ	16
1.4 DİSLOKASYONLAR	17
1.4.1 Dislokasyon Geometrisi	19
1.4.2 Dislokasyonların Gözlemlenmesi.....	21
1.4.3 Dislokasyonlar, Kayma ve Esneklik	22
1.4.4 Dislokasyon Tırmanması.....	23
1.4.5 Noktasal Yapı Kusurları	24
1.5 PLASTİK DEFORMASYON.....	26
1.6 SERTLİK	27
1.6.1 Vickers Sertlik Deneyi	28
1.6.2 Brinell Sertlik Deneyi.....	28
1.6.3 Rockwell Sertlik Deneyi	29
1.6.4 Knoop Sertlik Deneyi.....	30

1.7 SERTLİK DENEYLERİNİ ETKİLEYEN FAKTÖRLER.....	31
1.7.1 Aygıtsal hatalar.....	31
1.7.2 Yükleme Hataları	32
1.7.3 Malzemelerin özelliklerinden kaynaklanan hatalar.....	35
1.8 SERTLİĞİN YÜKE BAĞLI DEĞİŞİMİ.....	37
1.9 Meyer Kanunu.....	38
1.10 Hays-Kendall Yaklaşımı	38
1.11 Elastik/Plastik Deformasyon Modeli	39
1.12 Orantılı Numune Direnci (Proportional Specimen Resistance; PSR) Modeli	39
1.13 Geliştirilmiş PSR (Modified Proportional Specimen Resistance; MPSR) Modeli	40
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR.....	41
3. MATERYAL VE YÖNTEM	44
3.1 Materyal	44
3.1.1 Alümina'nın Yapısı	44
3.1.2 Zirkonya'nın Yapısı	46
3.2 YÖNTEM.....	47
3.2.1 Sol-Jel yöntemi.....	47
3.2.2 Malzemenin Hazırlanması ve Parlatılması	55
3.2.3 Malzemelerin Knoop Sertliklerinin İncelenmesi	57
4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA	59
4.1 Knoop Sertlik Analizi.....	59
4.2 SONUÇ VE ÖNERİLER	73
KAYNAKLAR	75
TEŞEKKÜR.....	80
ÖZGEÇMİŞ	81

ÖZET

ZİRKONYUM SERAMİKLERİNİN ÜRETİLMESİ VE MEKANİK KAREKTERİZASYONU

Bu çalışmanın amacı, alumina oranı %5 ile 50 arasında değişen Zirkonyum Alümina kompozitlerinin mekanik özelliklerini araştırmaktır. Nanokristal Zirkonyum Alümina nano-kompozit tozu basitleştirilmiş sol jel yöntemi olan sitrik asit jel metodu ile sentezlenmiştir. Zirkonyum Alümina seramiklerinin mikroyapısal karakterizasyonu optik mikroskop, X ışını difraktometresi (XRD) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yapıldı. Kristal boyutları XRD verilerinden Scherrer denklemine göre hesaplandı. Statik mikrosertlik ölçümleri Future-Tech FM 700 cihazı ile yapıldı. Knoop uçları ile elde edilen sonuçlar, uygulanan yükün artması ile sertlik değerlerinin azaldığı, çentik boyutu etkisi (ISE) gösterdi. Knoop sertlik deneylerinden elde edilen sonuçlar, sırası ile Meyer kanunu, Hays-Kendall modeli, Orantılı numune direnci modeli (PSR), Düzeltilmiş orantılı numune direnci modeli (MPSR), kullanılarak analiz edildi. Hays-Kendall modeli ile hesaplanan yükten bağımsız sertlik değerlerinin (H_{LI}), diğer modeller kullanılarak elde edilen değerlerden daha uygundur.

2011, 81 Sayfa

Anahtar kelimeler: Mekanik karakterizasyon, Zirkonyum Alumina, Statik sertlik, Çentik boyutu etkisi, Meyer kanunu, Hays-Kendall Modeli, Orantılı Numune direnci modeli (PSR), Düzeltilmiş Orantılı Numune Direnci Modeli (MPSR)

ABSTRACT

The aim of the present work is to analyze the mechanical properties of the Zirconium Alumina composites, where alumina content was varied from 5 to 50 wt %. The synthesis of nanocrystalline Zirconium Alumina nano-composite powder is accomplished with citric acid gel method which is a simplified sol-gel method. Microstructural characterization of the Zirconium Alumina ceramics were carried out using optical microscope, X-ray diffractometer (XRD), scanning electron microscope (SEM). The crystal sizes were calculated from the XRD data according to Scherrer Equation. Static microhardness measurements were performed by Future-Tech FM 700 apparatus. The Knoop indenter experimental results revealed that the static hardness exhibit indentation size effect (ISE), where the apparent microhardness increase with decreasing applied load. The Knoop experimental microhardness data were analyzed using Meyer's law, Hays-Kendall's model, the Proportional specimen resistance (PSR) model, and the modified PSR (MPSR) model, respectively. The calculated load-independent microhardness values (H_{LI}) by Hays-Kendall model are more convenient than those obtained by the other models.

2011, 81 Pages

Key words: Mechanical characterization, Zirconium Alumina, Static hardness, Indentation size effect, Meyer's law, Hays-Kendall's model, the Proportional specimen resistance (PSR) model, the modified Proportional Specimen Resistance (MPSR) mode

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Al_2O_3	Alümina Seramiği
ZrO_2	Zirkonya Seramiği
$ZrO_2.SiO_2$	Zirkon Seramiği
$ZrO_2Al_2O_3$	Zirkonya Alümina Seramiği
Y-TZP	Yitria-tetragonal Zirkonya Polikristal
F	Toplam iç kuvvet
N	Normal Bileşen
T	Teğetsel Bileşen
σ	Çekme gerilmesi
τ	Kayma gerilmesi
ε_a	Eksenel şekil değiştirme
ε_y	Yanal şekil değiştirme
ν	Poisson oranı
E	Elastisite Modülü
ε	Şekil Değiştirme Oranı
γ	Kayma Şekil Değiştirmesi
G	Kayma Modülü
σ_p	Orantılık Sınırı
σ_e	Elastik Sınır
ε_p	Plastik Bileşen
ε_e	Elastik Bileşen

σ_{φ}	Çekme Mukavemeti
σ_k	Kopma Mukavemeti
A_0	İlk Kesit
σ_{gk}	Gerçek Kopma Mukavemeti
Δl	Uzama Miktarı
F	Uygulanan Kuvvet
HMK	Hacim Merkezli Kübik Metal
YMK	Yüzey Merkezli Kübik Metal
TEM	Taramalı elektron mikroskobu
IR	infrared ışık
G	Makaslama Modülü
τ_m	Makaslama Zoru
U	İç enerji
P	Basınç
V	Hacim
T	Mutlak sıcaklık
S	Sistemin entropisi
n_d	Serbest Enerjide Meydana Gelen Değişme
H_v	Vickers Sertliği
H_B	Brinell Sertliği
d	İzlerin Köşegen Uzunluğu
H_K	Knoop Sertliği
PSR	Orantılı numune direnci
H_{PSR}	Orantılı numune direnci modeli için yükten bağımsız sertlik değeri

MPSR	Düzeltilmiş orantılı numune direnci
Δh	Çentisinin numune içerisindeki ilerleme miktarı
h_m	Maksimum yükteki girme derinliği
c	Bozulmuş ucun büyüklüğü.

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 3. 1 %85,0–99,7 saflıkta Alüminaların fiziksel ve mekanik özellikleri verilmiştir. ...	45
Çizelge 3. 2 Monoklinik, Tetragonal ve Kübik Zirkonya'nın kafes parametreleri ve yoğunluk değerleri.....	46
Çizelge 3. 3 Üretilen numunelerin hacimce değerleri.....	51
Çizelge 4. 1 A5Z, A15Z ve A50Z numunelerinin Denklem (4.1)'e göre hesaplanan n ve A değerleri.....	62
Çizelge 4. 2 A5Z, A15Z ve A50Z numunelerinin Denklem (4.3)'e göre hesaplanan sertlik parametreleri.....	65
Çizelge 4. 3 A5Z, A15Z ve A50Z numunelerinin Denklem (4.4)'e göre hesaplanan sertlik parametreleri.....	66
Çizelge 4. 4 A5Z, A15Z ve A50Z numunelerinin Denklem (4. 7)'e göre hesaplanan sertlik parametreleri.....	70

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1. 1 Dış kuvvetlerin iç kuvvetlere indirgenmesi.	6
Şekil 1. 2 Çekme, basınç ve kayma etkisinde boyut değişimleri.....	8
Şekil 1. 3 Çekme deneyi ve gerilme-şekil değiştirme eğrisi.	10
Şekil 1. 4 Şekil değiştirme işi ve tokluk.....	12
Şekil 1. 5 Çekme etkisinde aksenal ve yanal şekil değiştirme.	15
Şekil 1. 6 Dövülme/çekilmeye müsait bir malzeme için tipik zor-zorlanma karakteristiği	17
Şekil 1. 7 Makaslama zoru ile kristal boyunca bir dislokasyon hareketi. [Hull ve ark., 2010]	18
Şekil 1. 8 a) Kübik ilkel hücre içerisinde Kenar dislokasyonu, b) Burgers vektörünün Burgers dairesi içerisinde tanımlanması.....	19
Şekil 1. 9 a) Kübik ilkel hücre içerisinde vida dislokasyonu.	20
Şekil 1. 10 Kopma ve Kayma.....	21
Şekil 1. 11 Kare bir örgüdeki dislokasyonun tırmanması [Vitelli ve ark., 2006]	23
Şekil 1. 12 Haddelenmiş bir malzeme için tipik zor-zorlanma eğrisi	26
Şekil 1. 13 Tek okla gösterilen kısım σ_1 zorunun uygulanıp kaldırıldığı kısmı göstermektedir.	26
Şekil 1. 14 a) Vickers çentici b) Çenticingin oluşturduğu izin diyagonal boyu.....	28
Şekil 1. 15 (a) Brinell çentiği (b) Çenticingin oluşturduğu izin çapı.	29
Şekil 1. 16 Rockwell Sertlik deneyinin Şematik Gösterimi.	30
Şekil 1. 17 Knoop Çenticingin Şematik Gösterimi.	31
Şekil 1. 18 a) Bozulmuş bir ucun şematik çizimi b) Bozulmuş uç ile elde edilen Vickers izi (Mott ve ark., 1956).....	32
Şekil 1. 19 Vickers çenticingin taramalı elektron mikroskop görüntüsü.	35
Şekil 1. 20 a) Vickers izin diagonal boyu b) Vickers çentici kullanılarak elde edilen iz.....	35
Şekil 1. 21 Mikrosertliğin test yüküne göre değişimi (Şahin, 2005, 2006).....	38
Şekil 1. 22 Vickers çentici etrafında meydana gelen a) yığılma ve b) çökme davranışı (Şahin, 2006).....	38

Şekil 3. 1 Alfa Alüminanın yapısı	44
Şekil 3. 2 Zirkonyanın a) Monoklinik faz b) Tetragonal faz c) Kübik fazları	47
Şekil 3. 3 Sol-jel teknolojisi ve ürünleri.....	48
Şekil 3. 4 Isıtıcılı Manyetik Karıştırıcı.....	49
Şekil 3. 5 Malzemenin Jelleşme Süreci.....	49
Şekil 3. 6 Malzemenin Son Hali.....	49
Şekil 3. 7 El ile öğütülme işlemi	49
Şekil 3. 8 Gezegenel Değirmen ve Öğütme Sonrası Malzeme.....	50
Şekil 3. 9 (a) Pres Makinesi, (b) Presleme Sonrası Malzeme	50
Şekil 3. 10 Sinterlenmiş Malzeme.....	51
Şekil 3. 11 Hassas Terazî	51
Şekil 3. 12 A5Z numunesine ait SEM görüntüsü.....	52
Şekil 3. 13 A15Z numunesine ait SEM görüntüsü.....	52
Şekil 3. 14 A50 numunesine ait SEM görüntüsü	53
Şekil 3. 15 A5Z numunesine ait XRD grafiği.....	53
Şekil 3. 16 A15Z numunesine ait XRD grafiği.....	54
Şekil 3. 17 A50Z numunesine ait XRD grafiği.....	54
Şekil 3. 18 Soğuk bakalite almada kullanılan numune kalıplama kablari.....	55
Şekil 3. 19 Hassas numune kesme cihazı.....	55
Şekil 3. 20 Otomatik yük kontrollü numune parlatma cihazı.....	56
Şekil 3. 21 Statik sertlik deneylerinde kullanılan a) Future-Tech FM 700 mikrosertlik cihazı b) Nikon MA 100 ters metal mikroskobu.....	57
Şekil 4. 1 A5Z, A15Z ve A50Z numunelerine ait mikrosertliğinin uygulanan maksimum yük ile değişimi.....	59
Şekil 4. 2 A5Z numunesinin a) 4.9 N b) 9.8 N yükteki izleri.....	60
Şekil 4. 3 A15Z numunesinin a) 4.9 N b) 9.8 N yükteki izleri.....	60

Şekil 4. 4 A50Z numunesinin a) 4.9 N b) 9.8 N yükteki izleri.	61
Şekil 4. 5 A5Z, A15Z ve A50Z numunelerinin $\ln P_{\max}$ - $\ln d$ değişimi.	63
Şekil 4. 6 A5Z, A15Z ve A50Z numunelerinin (P_{\max}/d) - d değişimi.	65
Şekil 4. 7 A5Z, A15Z ve A50Z numunelerin uygulanan test yükünün çentik boyutuna bağlı değişimi.	67
Şekil 4. 8 A5Z, A15Z ve A50Z numunelerin uygulanan maksimum yükünün çentik büyüklüğüne bağlı değişimi.	69

1.GİRİŞ

Yeryüzünde insanlar oldukça sürekli işlerini kolaylaştıracak yeni materyallere ihtiyaç duyarlar. Bunun temel sebebi yaşam zorlaştıkça işlerimizi daha kolay hale getirmek ve hızlandırmaktır.

Teknolojik arayışlar her geçen gün malzeme biliminin önemini gittikçe artırmaktadır. Tüm sektörler malzeme biliminin gerekliliğini ön planda tutmaktadır. Şüphesiz imalat sektöründe bu konu daha fazla önem arz etmekte ve konunun en ince detaylarına kadar araştırmaları yapılmaktadır. Amaç hedeflenen ve günümüzde ihtiyaç duyulan malzemelerin her alanda gereği gibi kullanımını sağlamaktır.

Teknoloji devriminin temel unsuru malzemedir. Teknolojik ilerlemenin birçoğunun malzeme biliminde yapılacak gelişmeler sonucunda olacağı bilinmektedir. Bu sebeple, aşınmaya, yüksek sıcaklığa, oksidasyona direnç göstermesi ve kararlılık gibi birçok üstün özellikleri sebebi ile tercih edilen ve metalik malzemelerin yerini almaya başlayan seramik malzemelerin önemi ve kullanım sahası her geçen gün daha da artmaktadır.

Metalürji ve Malzeme Bilimi; doğadaki mineral kaynaklarından ve ikincil hammaddelerden, istenilen niteliklere sahip malzemelerin elde edilmesini amaçlar. Bu malzemelerin şekil ve özelliklerinin değiştirilebilmesi için gerekli süreçlerin araştırılması, geliştirilmesi ve uygulanması, kullanıma en uygun malzemenin üretilmesi veya seçimi; kullanım sırasında çalışma ortamlarındaki davranışlarının incelenmesi ve olumsuz etkilerden korunması, kullanımı sona eren malzemelerin yeniden kullanıma kazandırılması faaliyetlerini kapsamaktadır.

Şu ana kadar bahsi geçen faaliyetler içerisinde, metal malzemelere yönelik çalışmalar önemli bir yer tutmaktadır. Seramik, plastik ve kompozit malzemelerin üretilmesi, özelliklerinin incelenmesi, geliştirilmesi; malzemelerin tasarım ve kullanımlarına yönelik felsefe ve stratejiler geliştirilmesi, yeni uygulama alanlarının araştırılması, metalürjik süreçlerin çevreye olan etkilerinin iyileştirilmesi gibi konular da metalürji ve malzeme mühendisliğinin ilgi alanına girmektedir.

Bu çerçevede metalürji ve malzeme bilimi ile uğraşan bilim adamları mesleki açıdan metalürjik üretim ve süreç tesislerinde üretim süreçlerinin tasarlanması, analizi; metalürjik

reaksiyonların incelenmesi, kinetik ve madde dengesi hesaplamaları, malzemelerin şekillendirilmeleri, özelliklerinin arzulanan doğrultuda geliştirilmesi için gerekli süreci tasarlayıp uygulayabilecek, neden-sonuç ilişkilerini kurabilecek temel bilgileri almaktadır. (Chandradass ve ark, 2008)

Günlük yaşamın doğal parçası haline gelmiş cihazlardan yarı-iletken malzemelere, ulaşım ve iletişim sektöründeki kullanımlarından protez ve yapay organ gibi tıbbi uygulamalarına kadar her alanda değişik malzemeler, taşıdıkları özelliklerle uyumlu kullanım alanları bulur. Malzeme Bilimi ve Mühendisliğinin uygulamaları da bu geniş yelpazede kullanılan metal, seramik, cam, polimer ve bunların kompozit yapılarından oluşan her türlü malzemenin tasarımı, geliştirilmesi, üretimi ve özelliklerinin karakterizasyonunu kapsar. Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, bilişim teknolojileri ve genetik-moleküler biyoloji ile birlikte 21. yüzyılı şekillendirecek ilgi alanlarından biridir. (Hench LL, 1998)

Malzeme bilimi ve mühendisliği uygarlık tarihinin en eski mühendislik dalı olarak da bilinen Metalürjiden doğmuştur. Metalürji ilkel çağlarda, doğa da saf halde bulunan metallerin ısı yardımıyla dövülerek veya ergitilerek şekillendirilmesiyle başlamıştır. Demir-çelik sektörünün gelişimiyle sanayi devrimine soluk vermiş, cam ve seramiklerin endüstriyel çapta üretimi ve 20. yüzyılda polimer esaslı malzemelerin, yarıiletken malzemelerin ve biyomalzemelerin geliştirilmesiyle metal dışı malzemeleri de kapsayan, disiplinler arası bir karaktere sahip, malzeme bilimine dönüşmüştür. Bugün ulaşılan nokta; başta optik, manyetik, elektronik, tıp, biyoloji olmak üzere çeşitli bilim dallarında kullanılan malzemelerin ve buna bağlı teknolojilerin nano boyutlara inmesidir. (De Aza AH, 2002)

Günümüzde farklı tür malzemelerin kullanımında oluşan gelişmelere paralel olarak seramik malzemelerin kullanım alanlarında da çok ciddi gelişmelere gözlenmektedir. Ayrıca, 1970'den bu güne diş onarımlarında seramik malzemelerin kullanımı büyük bir gelişme sağlamıştır. Seramik malzemeler gerek estetik, gerek biyo uyumluluk gerekse kimyasal direnç bakımından büyük avantajlar göstermektedir. Özellikle diş alanında kullanılan seramik malzemelerin problemi kırılma toklukları ve mekanik dirençleridir (Feth ve ark, 2005)

Alümina (Al_2O_3) tozu, ileri teknoloji seramikleri arasında en büyük kullanım alanına sahip tozlardan biridir. Mukavemetinin ve erime sıcaklığının yüksek, elektrik iletkenliğinin ise düşük olmasından dolayı; elektrik yalıtkanlarında, kesici uçlarda, ısı motorları gibi birçok alanda kullanılmaktadır. Zirkonya (ZrO_2) doğada başlıca baddeleyit ve zirkon ($ZrO_2.SiO_2$)

şeklinde bulunur. Zirkonya, dayanımı ve sertliği yüksek bir seramiktir. ZrO_2 , diğer oksit seramikler gibi iyonik bağlı olup, saydamlık, elektrik ve ısı iletimine direnç, dimanyetizma, kimyasal kararlılık gibi üstün özelliklere sahiptir. Zirkonya monoklinik, tetragonal ve kübik fazda bulunur. Zirkonyum metali korozyona dayanıklılığı ve nötron absorplama özelliğinin az olması nedeniyle nükleer reaktörlerin yapı malzemesi olarak kullanılır. Bunun yanında yanıcı özelliğinden dolayı askeriyede, erime noktasının yüksek olması nedeniyle ateşe dayanıklı malzemelerin yapımında, cam ve seramik endüstrisinde, düşük sıcaklıklara süper iletken özelliği nedeniyle zirkonyum-niobyum alaşımları süper iletken mıknatısların yapımında, yüksek gerilme direncine sahip olması, doku dostu olması, gren çapının düşük olması sayesinde diş hekimliğinde kullanılmaktadır. (Willians, 1992; Feth ve ark, 2005)

Bu gelişmeler süresinde zirkonya alümina ($ZrO_2Al_2O_3$) çok önemli bir yer tutar. Alümina (Al_2O_3) ve zirkonya (ZrO_2) birleşiminin mükemmel bir uyuma sahip olmasının verdiği avantajı kullanarak oda sıcaklığındaki dayanımları, dirençleri ve kesme aletlerinde, filtrelerde, protez malzemelerinde sıklıkla kullanılmakta olan bu muhteşem uyuma sahip seramiklerin mekaniksel dayanımları sertlik deneyleri yapılarak belirlenmektedir. Küçük numuneler ile yapılan sertlik deneylerinde malzemenin mekaniksel özellikleri ile ilgili bilgiler sağlıklı bir şekilde ölçülebilmektedir.

Diş ile bütünleşmiş implantlar tamamen veya kısmen diş olmayan hastalarda 1980 yılından günümüze kadar kullanılmaktadır. Bazı estetik durumlarda implant altlığı ile birleşik protez onarımlarında metalik ayaklar kullanılmaktadır. Bu problemi minimum hale getirmek için bazı implant sistemlerinde seramik ayaklar geliştirilmiştir. Yüksek yoğunluklu Zirkonya ve Alüminanın biyo malzeme olarak kullanımı önerilmiştir. Alümina düşük bükülme mukavemeti ve düşük tokluk göstermesine rağmen mükemmel biyo uyumluluk ve aşınma direnci göstermektedir.

Yitria-tetragonal zirkonya polikristal (Y-TZP) biyo malzeme olarak Alüminanın en popüler alternatifi olup diş ile ilgili uygulamalarda kullanılmaktadır. Zirkonya parlatma sonrası oldukça güzel ve estetik bir görünüme sahip olup çevre ile tepkimeye girmez. Saf Alümina ile kıyaslandığında yüksek bükülme ve tokluğuna düşük Young modülüne sahiptir. Y-TZP tetragonal kristal yapıdan büyük hacimli monoklinik yapıya dönüşebilmekte ve çatlak oluşumuna engel olarak daha güçlü tok bir malzeme ortaya çıkmaktadır (Chandradass ve ark, 2008).

Hem Zirkonya hem de Alümina biyo uyumlu malzemeler olup bu alanda çalışma yapanlar her iki malzemeye de aşınadır. Fakat her ikisinin de biyo uyumlu olmasına rağmen biyo malzeme olarak Alümina-Zirkonyanın kullanımı ile ilgili oldukça az sayıda yayın bulunmaktadır.

Bundan dolayı, bu çalışmada farklı oranlarda Zirkonyum Alümina seramik malzemesi basitleştirilmiş sol jel metodu ile üretilerek mekanik karakterizasyonu yapılmıştır.

1.1 KURAMSAL TEMELLER

1.1.1 Malzemelerin Mekanik Özellikleri

Bir malzemenin uygulanan kuvvete karşı gösterdiği tepki mekanik davranış olarak tanımlanır. Bu davranış farklı zorlamalar altında oluşan gerilme ve şekil değişimleri ölçülerek saptanabilir. Cisimler artan dış zorlamalar altında önce şekil değiştirir, sonra dayanımını yitirerek kırılır. Düşük gerilmeler altında şekil değiştirmeler elastik, yani tersinirdir. Gerilme elastik sınırı aşarsa kalıcı, plastik şekil değiştirme meydana gelir. Elastik şekil değiştirmeye karşı direnç veya rijitlik malzemenin elastisite modülü ile belirlenir. Malzemelerin içyapısında kalıcı değişim veya kırılma oluşturan herhangi bir gerilme sınırı mukavemet olarak tanımlanır. Bazı mekanik özellikler içyapıya ve deney koşullarına bağlı değildir. Elastisite modülü bu tür bir özellik olup atomlar arası bağlar tarafından belirlenir ve içyapıya duyarlı değildir. Diğer taraftan malzemenin plastik şekil değiştirme yeteneğini ve dayanımını temsil eden süneklik, mukavemet ve sertlik gibi sınır özellikler içyapıya ve deney koşullarına büyük ölçüde bağlıdır.

Mekanik özelliklerin kaynağı atomlar arası bağ kuvvetleri olmakla birlikte içyapıya ve çevre koşullarına büyük ölçüde bağlı olduklarından aralarında doğrudan bir bağ kurmak olanaksızdır. Atomsal teoriler birçok olayları niteliksel yönden açıklamada yararlıdır, ancak nicelik yönünden yetersizdir. Örneğin bir çeliğin bileşimi ve bağlar aynı kaldığı halde ısıtılıp işleme sertlik ve mukavemeti 2–3 kat arttırılabilir. Aradaki bu büyük farkı, yalnız atomlar arası bağ kuvvetlerine dayanan teoriler açıklayamaz, bunun için içyapıdaki değişimleri göz önüne almak gerekmektedir.

Şekil değiştirme sürecinde atomların nasıl davrandıklarını ve içyapıda ne gibi değişiklikleri meydana getirdiğini bilmek gerekir. İçyapıyı değiştiren etkenler özellikleri de değiştirir. Bu etkenler ve bunların uygulama yöntemleri iyi bilirse içyapıda gerekli

değişiklikler yapılarak istenen özellikler uygulama amacına uygun olarak ayarlanabilir. Ancak bu ayarlamalar doğal olarak sınırlıdır ve uygulayıcıların bu sınırları bilmesi gerekir.

Cisimlerin mekanik özellikleri iki ayrı aşamada incelenebilir. Birinci aşamada bunların birer sürekli ortam olduğu varsayılır. Bu sürekli ortamların uygulanan dış kuvvetlere karşı tepkisi, uygula-gözle yöntemi ile deneysel olarak saptanır. Bu aşamada atomların nasıl davrandıkları ve içyapıda ne gibi değişiklikler olduğu göz önüne alınmaksızın uygulanan gerilmeye karşı oluşan şekil değiştirmeler ölçülür. Böylece belirli koşullar altında deneylerle elde edilen gerilme şekil değiştirme bağıntılarına bünye denklemleri denir. Bu denklemler dış kuvvetler etkisinde oluşacak gerilme ve şekil değiştirme analizlerinde kullanılır. İkinci aşamada ise şekil değiştirme ve kırılma süreçlerinde atomların nasıl davrandığı, içyapıda mikro düzeyde ne tür değişikliklerin olduğu, içyapı ile mekanik özellikler arasında nasıl bir ilişki bulunduğu, diğer bir deyimle şekil değiştirme ve kırılmanın mekanizmaları ele alınır (Onaran, 2000).

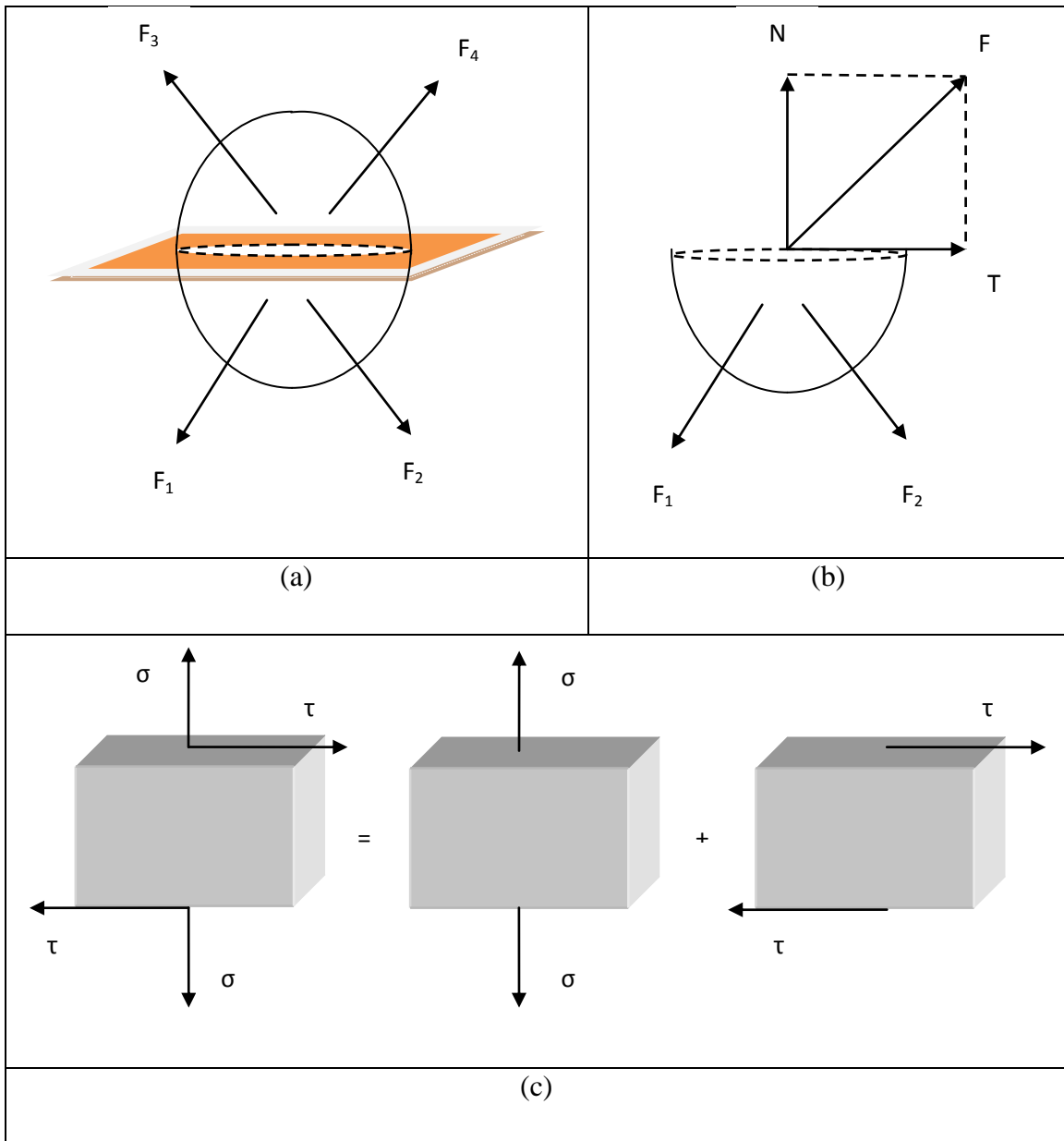
Gerçekte birinci aşamada mekanik davranışlar incelenirken malzemenin içyapısını bilmeye gerek yoktur. Burada mekanik davranışla ilgili temel bilgiler ele alınır, şekil değiştirme ve gerilmenin tanımları yapılır, sertlik, mukavemet ve süneklik gibi temel kavramlar tanıtılır ve bunların deneysel olarak nasıl saptandığı açıklanır.

1.2 MEKANİK DAVRANIŞ

Malzemelerin mekanik davranışı incelenirken homojen ve sürekli ortam oldukları ele alınır. Dış kuvvetlerin denge halinde malzeme içinde oluşturduğu iç kuvvetlerin büyüklüğü denge kuralları yardımı ile bulunur. Davranışlar incelenirken parça boyutlarından soyutlamak için kuvvet yerine kuvvet şiddeti anlamına gelen gerilme, boyutlarda oluşan değişimler yerine şekil değiştirme oranı göz önüne alınır. Gerilme birim alana etkiyen kuvvet, şekil değiştirme oranı da birim boydaki değişimdir. Deney sonuçları uygulanan gerilme ile onun etkisinde oluşan şekil değiştirme arasındaki bağıntıya indirgenir. Deneylerle elde edilen gerilme-şekil değiştirme oranı eğrileri, malzemelerin mekanik davranışları ile ilgili oldukça yararlı bilgiler sağlar.

1.2.1 Gerilme ve Şekil Değişirmenin Tanımları

Dış kuvvetlerin etkilediği bir malzeme parçası ele alınıyor. Şekil 1 de görüldüğü gibi, denge halindeki dış kuvvetlerin malzeme içinde oluşturduğu iç kuvvetleri bulmak için bir hayali kesme düzlemi ile ikiye bölünür ve alt parça ele alınır. Bu parçanın dengede kalması için gerekli F bileşke kuvveti (Şekil 1b), denge denklemleri yardımı ile bulunur.



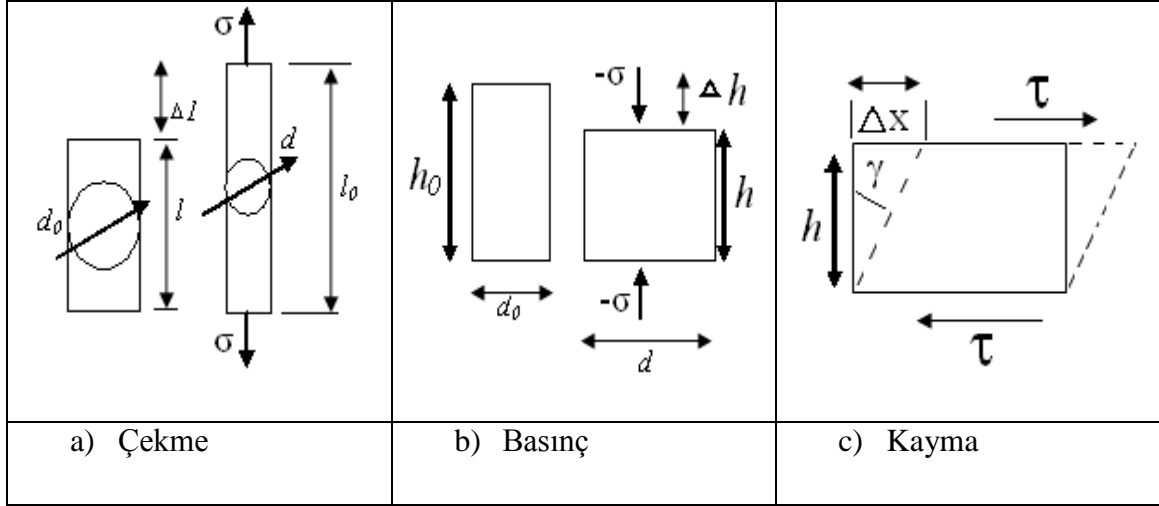
Şekil 1. 1 Dış kuvvetlerin iç kuvvetlere indirgenmesi.

Gerçekte F bileşke kuvveti kesit boyunca atomlara etkiyen yayılı iç kuvvetlerin toplamına eşittir. Toplam iç kuvvet F, normal bileşene (N) ve teğetsel bileşene (T) ayrılabilir. Normal kuvveti (N) dışarıya doğru ise çekme, içeriye doğru ise basınç etkisi oluşturur. Teğetsel bileşeni (T) yüzeye paralel olup kayma veya kesme etkisi yapar.

Mekanik davranış incelenirken uygulamada basit geometrik şekle sahip silindir veya prizma biçiminde deney parçaları kullanılır. Şekil 1 (c) de görüldüğü gibi parçaya etkiyen normal kuvveti (N) etkilediği alana bölerek çekme gerilmesine (σ), kayma kuvvetinin (T) etkilediği alana bölünerek kayma gerilmesi (τ) elde edilir.

$$\sigma = \frac{N}{A}, \quad \tau = \frac{T}{A}, \text{ (N/mm}^2\text{)} \quad (1.1)$$

Başlangıçta ele alınan Şekil 1(a) daki genel yükleme durumu Şekil 1(b) de görülen çekme ve kaymanın aynı anda etkilediği bileşik veya çok eksenli zorlama durumuna dönüştürülmüştür. Malzemeler uygulama koşullarında çoğunlukla lineer elastik davranış gösterirler. Bu tür davranışta aynı anda uygulanan iki farklı gerilmenin birlikte oluşturduğu etki, bu gerilmeler ayrı ayrı uygulandıklarında oluşturdukları etkilerin toplamına eşittir. Bu ilkeye göre Şekil 1(b) deki bileşik zorlama, Şekil 1(c) deki basit çekme ile basit kayma haline ayrılabilir. Bu iki basit yükleme ile elde edilecek deney sonuçları malzemelerin en genel halde mekanik özelliklerini belirlemek için çok önemli bilgiler sağlayabilir. Buraya kadar olan kısımda gerilme durumları ele alındı. Gerilme etkisinde malzemelerin boyutları değişir; çekme halinde boy uzar, en daralır; basınç etkisinde tersi olur, kayma etkisinde ise yalnız açılar değişir. Boyutlardaki oluşan değişme, şekil değiştirme oranı ile belirtilir. Bunun için son boy l den ilk boy l_0 çıkartılır ve ilk boya bölünür, sonuçlar % olarak belirtilir.



Şekil 1. 2 Çekme, basınç ve kayma etkisinde boyut değişimleri.

Çekme etkisinde şekil değiştirmeler Şekil 1.2 a'da verilmekte olup, Eksenel şekil değiştirme: $\epsilon_a = (l - l_0) / l_0 = \Delta l / l_0$ ve Yanal şekil değiştirme: $\epsilon_y = (d - d_0) / d_0 = \Delta d / d_0$ olur. Burada ϵ_a 'nın artışı, ϵ_y 'nin eksi olacağı kolayca görülür.

Basınç etkisinde şekil değiştirmeler Şekil 1.2 b'de verilmekte olup, Eksenel şekil değiştirme: $\epsilon_a = (h - h_0) / h_0 = \Delta h / h_0$ ve Yanal şekil değiştirme: $\epsilon_y = (d - d_0) / d_0 = \Delta d / d_0$ olur. Basınç halinde ϵ_a eksi, ϵ_y artıdır. Uygulamada şekil değiştirmeler yüzde (%) olarak verilir. Lineer elastik malzemelerde küçük gerilmeler altında yanal şekil değiştirme ϵ_y , eksenel şekil değiştirme ϵ_a ile orantılıdır ve orantı katsayısına *Poisson oranı* (ν)denir.

$$\nu = - \epsilon_y / \epsilon_a \quad (1.2)$$

ν bir pozitif malzeme sabitidir. Çekme halinde $\epsilon_a > 0$, $\epsilon_y < 0$ olduğundan yukarıda denklemde yerine konursa $\nu > 0$ elde edilir.

Basit kayma etkisinde ana boyutların değişmediği, yalnız açılarının değiştiği varsayılır. Kayma şekil değiştirmesi dik açılardaki değişimin tanjantı ile belirtilir. Küçük şekil değiştirmeler için açının tanjantı argümanına eşittir. Buna göre Şekil 1.2 (c) den kayma şekil değiştirmesi için aşağıdaki bağıntı elde edilir ($\tan \gamma = \gamma = \Delta x / h$)

Malzemeler düşük gerilmeler altında çoğunlukla lineer elastik davranış gösterirler. Lineer elastik davranışta gerilmelerle şekil değiştirmeler orantılıdır ve şekil değiştirmeler tersinirdir. Bu davranış aşağıdaki Hooke kuralı ile ifade edilir.

$$\sigma = E\varepsilon \quad (1.3)$$

Burada orantı katsayısı elastisite modülüdür (E). Gerilmenin birimi N/mm^2 ve ε şekil değiştirme oranı boyutsuz olduğuna göre elastisite modülünün birimi de N/mm^2 olur. Elastik bölgede malzemeler yay gibi davranır, dolayısıyla elastisite modülü de yay katsayısı niteliğindedir. Elastisite modülü malzemenin elastik şekil değiştirmeye karşı gösterdiği direnç anlamına gelir. Lineer elastik malzemelerde kayma gerilmesi (τ) ile kayma şekil değiştirmesi (γ) orantılıdır ve oranlı katsayısına kayma modülü (G) denir.

$$\tau = G\gamma \quad (1.4)$$

Kayma gerilmesinin birimi N/mm^2 dolayısıyla kayma modülünün birimi de N/mm^2 dir.

1.2.2 Çekme Etkisinde Davranış ve Çekme Deneyi

Çekme deneyi genellikle daire veya dikdörtgen kesitli çubuklar üzerinde yapılır. Bir hidrolik çekme makinesinin konik çeneleri arasına tespit edilen deney çubuğu basınçlı yağ etkileyen bir piston yardımı ile çekilir. Yağ basıncından piston etkileyen yük ölçülür. Ayrıca parçanın üstüne tespit edilen bir ekstansometre ile de uzamalar ölçülür (Şekil 1.3a).

diyagramın doğrusal kısmına paralel çizilir. Bu paralelin eğriyi kestiği noktaya karşı gelen akma sınırıdır. Kuvvet arttırılmaya devam edilirse bir N_m maksimum eğerine ulaşınca artış durur, sonra azalmaya başlar ve bu anda çubuğun bir bölgesinde kesitin daraldığı, yani büzüldüğü görülür. Maksimum kuvvete kadar olan uzamalar üniformdur, silindir biçimindeki parça boyca artıp çapça daraldığı halde silindir biçiminde kalır. Büzülme başladıktan sonra yalnız bu bölgede ek uzamalar oluşur, kesit gittikçe daralır, diğer bölgelerde ise uzama olmaz, dolayısıyla uzamalar üniform değildir. Büzülen bölgedeki uzamaları oluşturmak için daha az kuvvet gerektiğinden kuvvet ibresi düşmeye başlar, gerçekte gerilmeler sürekli artar ve sonunda kopma kuvvetinde (N_k) parça koparak ikiye bölünür (Onaran, 2000).

Çekme mukavemeti $\sigma_\ç$ çubuğun taşıyabileceği maksimum N_m kuvvetini ilk kesite bölerek elde edilir:

$$\sigma_\ç = N_m / A_0 \quad (1.5)$$

Kopma mukavemeti (σ_k): kopma anındaki kuvveti (N_k) ilk kesit A_0 'a bölerek elde edilir.

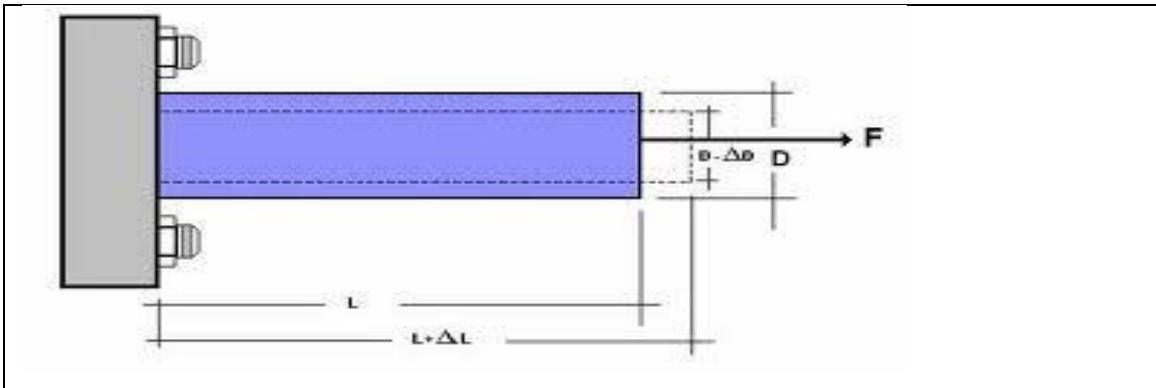
$$\sigma_k = N_k / A_0 \quad (1.6)$$

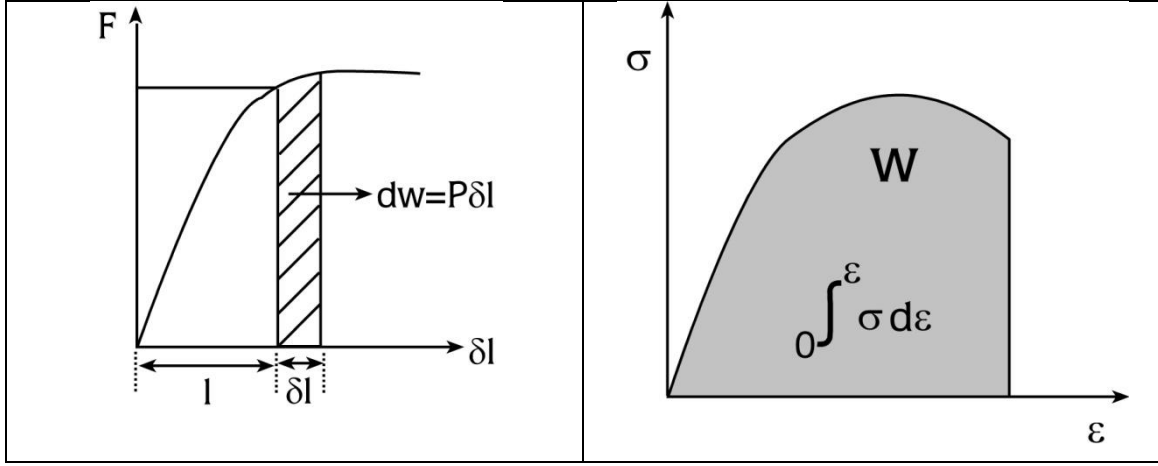
Gerçek kopma mukavemeti (σ_{gk}): ise kopma kuvvetini (N_k) en dar kesit (A_s) ye bölerek elde edilir.

$$\sigma_{gk} = N_k / A_s \quad (1.7)$$

1.2.3 Şekil Değişirme ve Tokluk

Bir cisimde belirli miktarda şekil değişirme oluşturmak için gerekli iş hesaplanabilir. Şekil 1.4'te görülen çubuğun kuvvet (F)-uzama (Δl) diyagramı verilmiştir.





Şekil 1. 4 Şekil değıştirme işi ve tokluk.

Çubuğa F kuvveti uygulandığı ve Δl uzamasının oluştuğu varsayalım. Bu durumda çubuğun boyunu küçük δl kadar arttırmak için yapılacak iş (F - δl) dikdörtgeninin taralı alanına eşittir.

$$dW = F \delta l \quad (1.8)$$

Burada F , δl aralığındaki ortalama kuvvettir. Başlangıçtan itibaren Δl kadar bir uzama sağlamak için yapılan toplam iş:

$$W = \int_l^{\Delta l} P \delta l \quad (1.9)$$

$P = \sigma A$ ve $\delta l = l.d\epsilon$ ifadeleri integralde yerine yazılırsa;

$$W = \int_0^\epsilon \sigma A l d\epsilon \quad (1.10)$$

Hacmin değışmediği varsayımından: $V_0 = A_0 l_0 = A l$

$$W = \int_0^\epsilon V_0 \sigma d\epsilon \quad (1.11)$$

Her iki taraf V_0 sabiti ile bölünürse birim hacimde sarf edilen iş Denklem (1.12) ile elde edilir

$$W = \int_0^\epsilon \sigma d\epsilon \quad (1.12)$$

Bu denklemden anlaşıldığı gibi bir cismin birim hacminde ϵ uzama oranı için oluşturulan şekil değıştirme enerjisi gerilme-şekil değıştirme eğrisinin altında kalan alana eşittir. Tokluk

birim hacimdeki cismi kırmak için gerekli enerji olarak tanımlanır ve Denklem (1.13) ile hesaplanabilir, burada $(\sigma-\varepsilon)$ eğrisi altında kalan toplam alana eşittir.

$$W = \int_0^{\varepsilon_k} \sigma d\varepsilon \quad (1.13)$$

Lineer elastik cisim için $\sigma = E\varepsilon$ bağıntısı kullanılırsa

$$W = \frac{\sigma^2}{2E} = \frac{E\varepsilon^2}{2} \quad (1.14)$$

elde edilir. $\sigma = \sigma_e$ elastik sınır değeri konursa,

$$W_e = \frac{\sigma_e^2}{2E} \quad (1.15)$$

elde edilir. Bu bağıntı bir cisimde plastik şekil değiştirme oluşturmaksızın birim hacimde depo edilebilecek maksimum elastik şekil değiştirme enerjisini verir. Malzemenin bu özelliğine rezilyans denir.

Özellikle yay üretiminde kullanılacak malzemelerin yüksek rezilyansa sahip olmaları istenir, böylece birim hacimde daha çok elastik enerji depo edilebilir. Plastik bölgede şekil değiştirmelerin bir kısmı elastiktir, yük kalkınca bir miktar elastik toparlanma oluşur. Özellikle metallere plastik şekil verirken bu elastik toparlanmanın göz önüne alınması gerekir. Akma sınırı ötesinde tersinir elastik şekil değiştirme enerjisine hiperelastik rezilyans denir (Onaran, 2000).

1.3 MALZEMELERİN ŞEKİL DEĞİŞTİRMESİ

Bir malzemeyen uygulanan dış kuvvetler etkisinde malzemelerin nasıl şekil değiştirdiği, şekil değiştirirken atomların nasıl davrandığı ve içyapıda ne tür değişmelerin olduğu, diğer bir deyimle şekil değiştirme mekanizması ele alınacaktır. Daha önce mekanik davranış incelenirken malzemelerin sürekli bir ortam olduğu varsayılmış ve içyapı değişimleri göz önüne alınmamıştı. Gerçekte iç yapıdana mekanik özellikler arasında çok yakın ilişki vardır. Dış etkilerin özelliklerde meydana getirdiği değişmeler içyapıdaki değişmelerden kaynaklanır. Uygulamada bu ilişkilerden yararlanarak çeşitli endüstriyel işlemler geliştirilmiştir. Bu işlemler yardımı ile özellikler uygulama amacına göre ayarlanabilir.

Örneğin tavllanmış bir çelik yumuşaktır, kolay işlenir, fakat çok aşınır. Bu çeliğe yumuşak halde kolayca şekil verilir, sonra su verme ile sertleştirilirse aşınma direnci çok artar. Özelliklerdeki bu önemli değişimler ancak iç yapıdaki değişimler göz önüne alınarak açıklanabilir.

Malzemeler içyapılarına göre kristal yapılı ve amorf yapılı olmak üzere iki türe ayrılırlar. Bunların şekil değiştirme mekanizmaları farklı olduğundan ayrı ayrı ele almak gerekir. Metallerin hemen tümü ile polimerlerin ve seramiklerin bir kısmı kristal yapılı, diğer malzemeler amorf yapılıdır. Buna göre uygulamada kullanılan en önemli malzemeler çoğunlukla kristal yapılı olduklarından bunların davranışları ile ilgili yoğun araştırmalar yapılmıştır. Bu araştırmalar sonucu kristallerin şekil değiştirmesini açıklayan oldukça sağlam ve başarılı kuramlar geliştirilmiş ve ilginç sonuçlar elde edilmiştir. Diğer taraftan amorf cisimler düzensiz bir atomsal yapıya sahip olduklarından kristallerde olduğu gibi geniş kapsamlı temel kuramlar henüz geliştirilememiştir.

Atomlar arası bağlar malzemelere uygulanan dış kuvvetlere karşı direnç gösterir. Dış etkilerle atomlar arası uzaklık değişir. Düşük gerilmeler altında davranış elastiktir. Atomların birer yayla bağlı olduğu varsayılarak bu davranış oldukça iyi bir şekilde açıklanabilir. Elastik şekil değiştirme kütle içinde homojen olarak yayılır, yük kalkınca atomlar ilk konumuna döner ve şekil değiştirme kaybolur. Gerilme belirli bir sınırı aşacak olursa bir kısım atom kalıcı olarak yer değiştirir, yük kalkınca ilk konumlarına dönemezler. Bu şekilde oluşan plastik şekil değiştirme deformasyon için kayma gerilmesinin belirli bir değere ulaşması zorunludur. Kristal yapılı cisimlerde plastik şekil değiştirme kayma etkisinde hareket eden dislokasyonlar tarafından oluşturulur. Özellikle metallerde dislokasyonların toplu davranışları sonucu oluşan plastik şekil değiştirme oldukça karışık bir olaydır dislokasyonlar ile ilgili ayrıntılı bilgi kesim 1.4 de verilecektir.

Amorf yapılı cisimlerin şekil değiştirmeleri de kristal yapılarda olduğu gibi içyapıya ve içyapı türüne büyük ölçüde bağlıdır. Bu cisimler içlerinde mevcut kuvvetli bağların dağılışına göre farklılıklar gösterir.

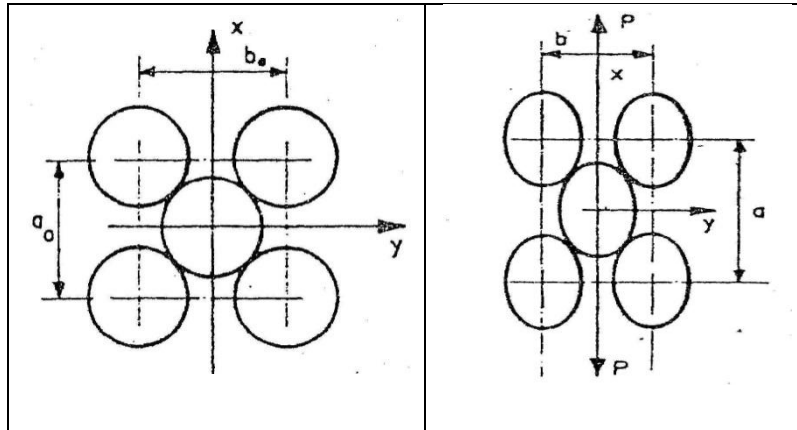
Şekil değiştirme içyapının dışında, deney ve çevre koşullarına da bağlıdır. Mekanik deneyler genellikle oda sıcaklığında yavaş artan yük altında yapılır. 2-5 dakika içinde parça koparılır, bu tür deneyler statik deney sayılır. Bu sürede uygulanan yüklerle oluşan şekil değiştirme ölçülür. Bazı malzemelerde yükleme hızı sonucu etkiler; kısa süreli deneyde

mukavemet yüksek, süneklik düşük iken, uzun süreli deneyde mukavemet düşük, süneklik yüksek olabilir. Davranışları yüklenme hızına ve süresine bağlı cisimlere viskoelastik cisimler denir. Yüksek sıcaklıkta bütün malzemeler, oda sıcaklığında ise plastiklerin çoğu, beton ve ahşap bu tür davranışa sahiptirler.(Onaran 2000; Anonim; Bengisu 2007)

1.3.1 Elastik Şekil Değişirme

Bir cisme çekme gerilmeleri uygulanırsa atomlar arası uzaklık gerilme doğrultusunda artar, enine doğrultuda ise bağ kuvvetleri azalır. Bu tür yer değiştirmelere atomlar arası bağlar karşı koyar ve cismin elastik şekil değiştirme özelliklerini belirler. Elastik şekil değiştirme direncini temsil eden elastisite modülü atomlar arası bağ kuvveti eğrisinin denge uzaklığındaki eğimi ile orantılıdır. Bu nedenle elastik davranışı belirleyen elastik sabitler içyapıya karşı duyarlı değildir.

Çekme halinde σ gerilmesi ile oluşan ε_x şekil değiştirmesi arasındaki oran lineer elastik cisimlerde sabittir ve bu sabite E elastisite modülü denir. Aynı gerilme altında oluşan yanal şekil değiştirme ε_y aksel şekil değiştirme ε_x ile orantılı olup orantı sabitine Poisson oranı denir (Şekil 1.5). Çekme işleminde yanal şekil değiştirme eksi işaretlidir.



Şekil 1. 5 Çekme etkisinde aksel ve yanal şekil değiştirme.

Poisson oranı artı işaretli bir malzeme sabiti olduğundan denkleme (-) işareti konmuştur.

$$\varepsilon_x = \frac{a-a_0}{a_0} > 0 \quad \varepsilon_y = \frac{b-b_0}{b_0} < 0 \quad (1.16)$$

Poisson oranı $\nu = - \frac{\varepsilon_y}{\varepsilon_x}$, $\nu > 0$

Elastisite modülü $E = \frac{\sigma}{\varepsilon_x}$

Elastisite Modülüne Etkiyen Etkenler; a) Sıcaklık: Sıcaklık yükselirse atomlar arası uzaklık artar, bağ kuvvetleri eğrisinin yeni denge mesafesinde eğimi azalır, dolayısıyla elastisite modülü küçülür. b) Kristal doğrultuları: Kristaller homojen anizotrop cisimler olduklarından özellikleri kristal doğrultularına bağlı olarak değişir. Atomların en sık dizili olduğu doğrultularda şekil değiştirme rijitliği dolayısıyla elastisite modülü yüksektir. (Onaran 2000)

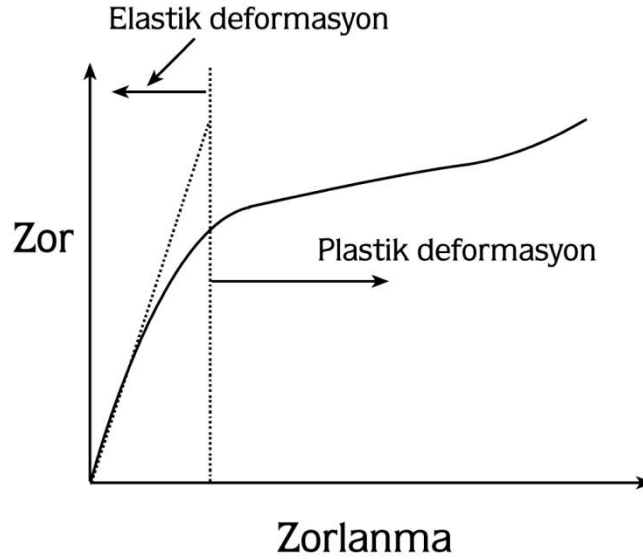
1.3.2 MALZEMENİN PLASTİK ŞEKİL DEĞİŞTİRMESİ

Metaller çoğunlukla sünektir, kırılmadan önce önemli ölçüde plastik olarak şekil değiştirir. Seramiklerin tümü gevreklerdir, plastik şekil değiştirme oluşmadan kırılırlar. Lineer polimerler çoğunlukla amorf yapılıdır, plastik şekil değiştirme molekül zincirlerinin doğrulup birbirleri üzerinde kayması sonucu oluşur.

Çekme gerilmesi-şekil değiştirme eğrisi, şekil değiştirme hızını arttırarak yükseltebilir ve böyle bir yükleme benzer şekilde sıcaklık azalması ile görülebilir. Genel olarak hacim merkezli kübik (HMK) metalleri yüzey merkezli kübik (YMK) metallere göre şekil değiştirme hızına karşı çok daha fazla duyarlıdır. Bunlar sıcaklık değişimlerine karşı daha da duyarlıdır. Bazı durumlarda sünelik veya uzamadaki azalma gerilme-şekil değiştirme eğrisinde şekil değiştirme hızının artması sonucu yukarıya doğru bir kayma görülür. Bazı durumlarda ise malzemelerin şekil değiştirme hızındaki artış sünekliği azaltır. Akma gerilmesinin ve şekil değiştirme hızının belirgin duyarlılığı, YMK metallere ve iyonik katılarda olduğu gibi, bazı düşük veya orta sıcaklık düzeylerinde sünekten gevrek davranışa doğru geçişin bir ön işareti olabilir. Kristal yapı malzemelerde plastik şekil değiştirme büyük ölçüde dislokasyon hareketlerinden doğan kayma olayı sonucu oluşur. Ancak kaymanın kısıtlandığı bazı özel durumlarda görülen ikizlenme olayı da bir miktar plastik şekil değiştirme meydana getirir. Genellikle düşük sıcaklıkta rastlanan ikizlenme olayında kristalin bir kısmı bir düzlem boyunca makaslanarak ilk kafes yapıya göre ayna görüntüsüne dönüşür. Ayrıca çok kristalli malzemelerde yüksek sıcaklıkta tane sınırı kayması plastik şekil değiştirmeye katkıda bulunur. Genellikle süreç ne olursa olsun şekil değiştirmeden önce ve sonra kristal yapı kristalliğini korur.

Bir malzemenin uygulanan kuvvetlere karşı gösterdiği tepki mekanik davranış olarak tanımlanır. Bu davranış farklı zorlanmalar altında oluşan gerilme ve şekil değiştirmeler ile ölçülerek gözlemlenebilir. Bilimsel açıdan hiçbir katı tamamen rijit değildir. Bütün maddeler bir sınır noktasında bozulur. Bazı maddelerde bu bozuklukları gözlemek için çok karmaşık sistemlere ihtiyaç duyulabilir. Eğer uygulanan kuvvet (zor) belli bir sınırın altında ise, yani akma noktasının altında ise, bozulma (deformasyon) elastiktir. Bu durumda, kuvvet kaldırıldığında malzeme tekrar eski haline döner. Eğer kuvvet akma noktasını geçerse, deformasyon artık geri dönüşümsüzdür ve malzeme genelde iki şekilde hareket eder. Malzeme ya kırılır veya plastik deformasyona uğrar, her iki durumda da şekil değişikliği devamlıdır. Son durum için tipik bir zor-zorlanma eğrisi (Şekil 1.6) üzerinde hem elastik hemde plastik deformasyon gözlemlenebilir. Şekilden görüldüğü gibi plastik deformasyonun büyüklüğü elastik rejimden daha büyüktür.

Bundan dolayı malzemelerin mekanik davranışları iki kategoride incelenebilir. Eğer bir malzeme akma noktasını geçmiş ise plastik deformasyona uğrarsa bu malzeme dövmeğe-çekmeğe müsaittir (ductile), şayet hiçbir plastik deformasyon göstermezse kırılıgandır (brittle). (Onaran 2000)

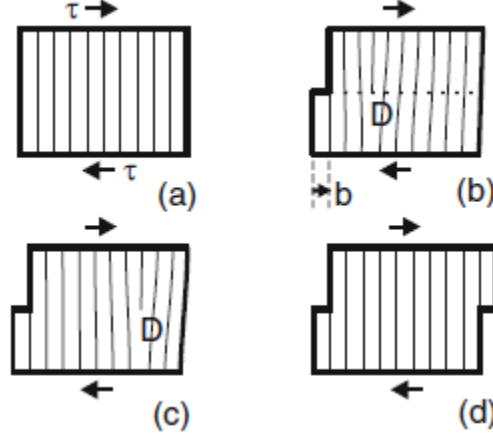


Şekil 1. 6 Dövülme/çekilmeye müsait bir malzeme için tipik zor-zorlanma karakteristiği.

1.4 DİSLOKASYONLAR

DeneySEL akma zoru ile teorik akma zoru arasındaki fark, bir katı içerisinde çizgisel kusur olarak adlandırılan dislokasyonların varlığı ve dislokasyonların zor altındaki davranışları ile

açıklanabilir. Dislokasyon kavramı Orowan [Orowan, 1934], Polanyi [Polanyi, 1934], Taylor [Taylor, 1934], ve Burgers [Burgers, 1939] tarafından ortaya atılmıştır.



Şekil 1. 7 Makaslama zoru ile kristal boyunca bir dislokasyon hareketi. [Hull ve ark., 2010]

Bir dislokasyonun hareketi Şekil 1.7’de gösterilmektedir. Bozulmamış kristal Şekil 1.7’de görülmektedir. Kristal içerisindeki kalın çizgiler örgü düzlemlerini göstermektedir. Uygulanan makaslama zoru ile sol köşeden bağlar koparak sağ tarafa doğru örgü düzlemlerinde bir hareket meydana gelmektedir. D çizgisi boyunca olan örgü dışındaki tüm düzlemler bozulmadan kalmıştır. Bu çizgi dislokasyonun olduğu bölgedir. Dislokasyon çizgisi etrafında etkileşim halinde bulunan tüm atomların düzenlenime katkısı, tüm örgü tarafından elastik olarak zorlanmış olup örgü düzlemlerinin eğilmesi ile karakterize edilmiştir. Uygulanan bir zor ile dislokasyon kristal boyunca hareket edebilir (Şekil 1.7 c). Sonuçta sağ tarafta fazladan bir düzlem ortaya çıkarak kristal Şekil 1. 7d deki halini alır (Hull ve ark., 2010)

Dislokasyonların önemi:

i) Bazı seramik ve polimerlerde de kayma olabilmekle birlikte, kayma işlemi özellikle metallerin mekanik davranışlarının anlaşılmasına yardımcı olur. Kayma, ilk olarak metallerin dayanımının metalik bağdan tahmin edilen değerden neden çok daha az olduğunu açıklar.

ii) İkinci olarak, kayma metallerde süneklik sağlar. Dislokasyonlar olmasaydı demir çubuk gevrek olabilirdi; metaller kullanışlı şekillere, dövme gibi çeşitli metal şekillendirme yöntemleriyle, getirilemezdi.

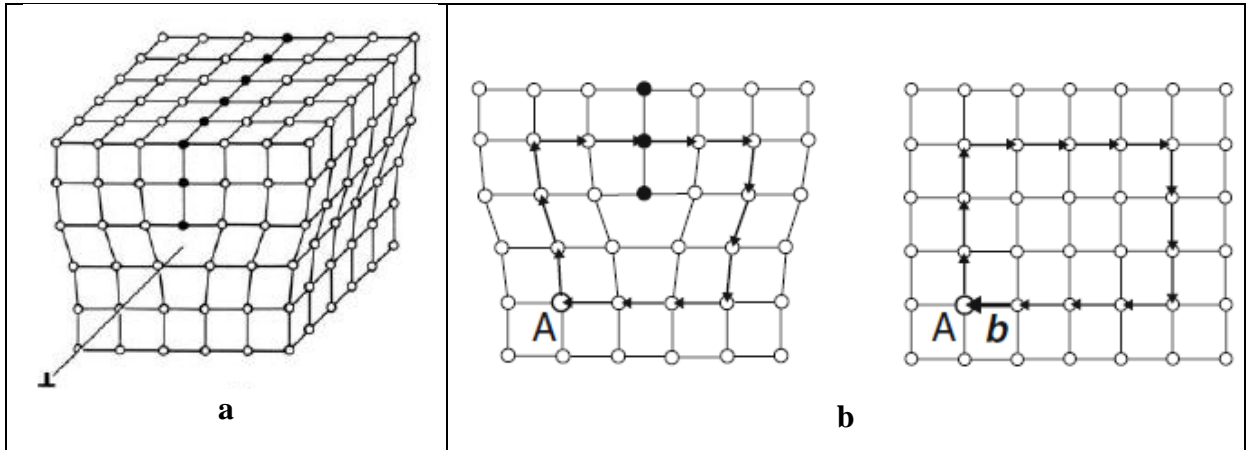
iii) Üçüncü olarak, dislokasyon hareketini etkilemekle metal veya alaşımların mekanik özellikleri kontrol edilebilir. Kristal içinde oluşturulan bir engel, yüksek kuvvet uygulanmadıkça dislokasyonun kaymasını engeller. Şekillendirme için yüksek bir kuvvet uygulamak zorunlu ise böyle bir durumda metal dayanıklı olmak zorundadır.

1.4.1 Dislokasyon Geometrisi

Dislokasyonların kenar ve vida olmak üzere iki ana tipi vardır. Fakat dislokasyonlar gerçekte her iki özelliği de gösteren karışık tiptedirler.

i) Kenar Dislokasyonu:

Kenar dislokasyonu atomik düzlemler arasında ekstra bir yarı düzlemin bulunmasıdır. Bu düzlem yakınlardaki diğer düzlemleri bükerek, biçimini bozar. Bunu aşağıdaki şekilde gösterildiği gibi tasvir edebiliriz. Dislokasyonun iki özelliği vardır: *Çizgi doğrultusu* (Ekstra yarı düzlemin alt tarafı boyunca uzanır) ve *Burgers vektörü* (örgüdeki bozulmanın yönü ve büyüklüğünü tanımlar).

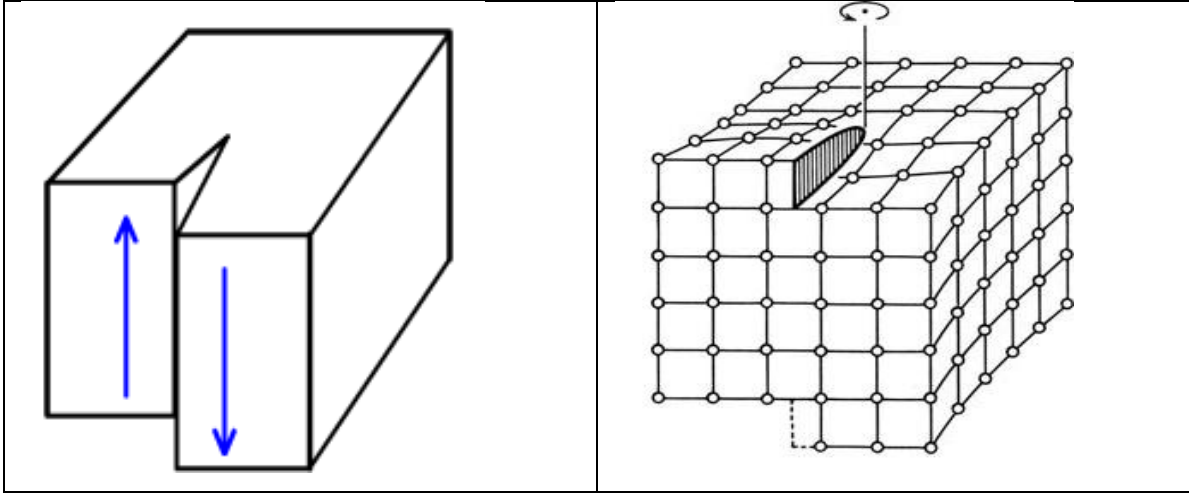


Şekil 1. 8 a) Kübik ilkel hücre içerisinde Kenar dislokasyonu, b) Burgers vektörünün Burgers dairei içerisinde tanımlanması.

Kenar dislokasyonu kayma vektörüne diktir. Fakat kayma vektörü yönünde hareket eder.

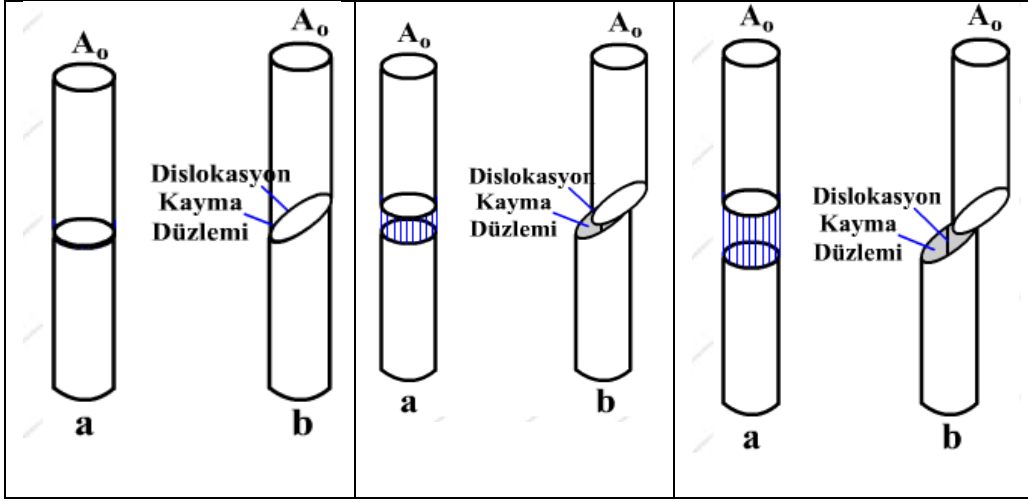
ii) **Vida Dislokasyonu:** Vida dislokasyonunu aklımızda canlandırmak biraz zordur. Kristali bir düzlem boyunca kesildiğini ve örgü vektörü kadar birinin diğeri üzerinde yarım çapraz kaydığını düşünelim. Bu öyle bir yapı ihtiva eder ki bu yapıda dislokasyon çizgisi etrafında giden helezonik bir yol vardır. Saf vida dislokasyonlarında Burgers vektörü dislokasyon çizgisine paraleldir.

Kusursuz bir kristalin kesilmesi ve bir atom aralığı kadar kaydırılması ile kırılma boyunca oluşan çizgi vida dislokasyonudur.



Şekil 1.9 a) Kübik ilkel hücre içerisinde vida dislokasyonu.

Bir dislokasyon Burger vektörü ve dislokasyonun çizgi vektörü arasındaki açı ile tanımlanır. Eğer bu açı 90° ise kenar dislokasyonu, eğer 0° ise Vida dislokasyonudur. Bu açıların dışında herhangi bir açı ise bu karışık dislokasyondur [Hull ve ark., 2010]. Dislokasyonlar hareket ettirilebilir ve varlıklarını hareket ederek sürdürebilir. Zıt yönelimli iki dislokasyon karşılaştığında, birbirlerini yok edebilir fakat tek bir dislokasyon kendi kendine yok olamaz. Dislokasyonların kayma düzlemleri Şekil 1.10 de görülmektedir.



Şekil 1. 10 Kopma ve Kayma

Şekil 1.10'da Dislokasyonsuz bir malzeme (Şekil 1. 10a) A_0 yüzey boyunca bağlarının hepsini koparmakla kopabilirdi. Buna karşın bir dislokasyon kaydığıda (Şekil 1. 10b), bağlar sadece dislokasyon çizgisi boyunca kırılır.

Gözümüzde canlandırması zor olmasına rağmen bir vida dislokasyonunun sebep olduğu zor, kenar dislokasyonuna göre daha az karmaşıktır.

1.4.2 Dislokasyonların Gözlemlenmesi

Bir dislokasyonun hareketi malzeme içerisinde sonlanmayıp numunenin yüzeyine kadar devam eder. Yüzey üzerinde bir zorlanma alanı meydana getirir. Oluşan bu alan malzemenin aşınma ve dağlamaya karşı hassasiyetini artırır. Eğer malzeme zorlanırsa (deforme edilirse) ve tekrar tekrar aşındırılırsa, söz konusu dislokasyonun hareketini izleyen bir seri oyuk elde edilir.

Malzemenin mikro yapısı içindeki dislokasyonları gözlemek için TEM (Transmission Electron Microscope) kullanılabilir. Elektron demeti, düzenli kristal örgü düzlemlerinde saçılmaya uğrar. Daha az düzenli yapıların ve dislokasyon çizgileri etrafındaki zorlanma bölgelerinin, düzenli örgülere göre farklı saçılma özellikleri vardır. Bunun için elektron demeti farklı kontrast etkileri gösterir. Dislokasyonlar TEM' de 50.000 ile 300.000 defa büyütme yapılarak gözlemlenir. Bazı mikroskoplar malzeme örneklerinin ısıtılmasına veya deforme edilmesine olanak sağlar. Böylece, dislokasyonların hareketi ve karşılaşmaları gözlemlenebilir.

Kimyasal solüsyon, öncelikli olarak yüksek zorlanma altındaki yerlere etki eder. Buralarda küçük çukurlar oluşur. Böylece numune üzerinde dislokasyonların engel olduğu noktalar gözükür. Böylece, örneğin Silikondaki dislokasyonlar interference(engel) mikroskobu kullanılarak gözlenebilir. Kristal yönelimleri dislokasyonların şekline göre tespit edilebilir.

Özellikle yarıiletkenlerdeki dislokasyonlar infrared light (IR) ile dislokasyonlar gözlemlenebilir. Dislokasyonların zor alanları ışığın kutuplanma düzleminde değişim (kayma) meydana getirebilmektedir. Böylelikle dislokasyonlar gözlemlenmiş olur.

1.4.3 Dislokasyonlar, Kayma ve Esneklik

1930' dan beri malzeme bilimindeki keşiflerden biri mikroskobik düzeyde esnekliğin açıklanmasıydı. Kusursuz bir kristalde birbiri üzerinde kayan komşu atomik düzlemlerdeki makaslama zoru,

$$\tau_m = \frac{G}{2\pi} \quad (1.17)$$

Denklemleri ile hesaplanmaktadır. Burada G; makaslama modülü, τ_m ; makaslama zorudur. Metallerde makaslama modülü, yaklaşık olarak 20000 ile 150000 Mpa aralığındadır. Bunu deneylerde plastik deformasyon üretmek için gerekli olan (0.5 – 10 Mpa) makaslama zorlarıyla bağdaştırmak biraz zordur.

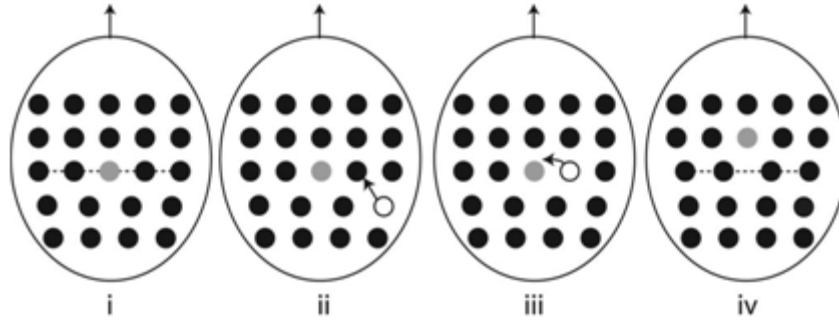
1934' te Egon Orowan, Michael Polanyi ve G. I. Taylor, hemen hemen aynı aynı tarihte, dislokasyon teorisi ile plastik deformasyonun açıklanabileceğini göstermişlerdir. Eğer bir atom onu çevreleyen düzlemden bağını koparıp yok olan kenardaki atomlarla bağ yaparsa, dislokasyonlar hareket edebilir. Gerçekte, bir veya birkaç bağ oluşumu ve kopmasından ileri gelen makaslama zoruna karşılık olarak bir yarı düzlem hareket eder. Tek bir bağı koparmak için gerekli olan enerji, tüm atomik düzlemdeki bağları koparmak için gerekli enerjiden çok daha azdır. Bir dislokasyonun hareketi için gerekli kuvvete ait bu basit model bile, esnekliğin, kusursuz bir kristaldeki göre daha düşük zorlar altında mümkün olduğunu gösterir. Birçok malzemede, özellikle eğilebilir malzemelerde, dislokasyonlar plastik deformasyon taşıyıcılarıdır. Bunları hareket ettirmek için gerekli enerji, malzemeyi kırmak için gerekli olandan daha azdır.

Metaller soğuk işleme tabi tutulduğunda dislokasyon çoğalması ve yeni oluşumlardan dolayı, dislokasyon yoğunluğu artar. Bitişik dislokasyonların zorlanma bölgeleri arasındaki artma, kademeli olarak, bir sonraki dislokasyon hareketine karşı direnci artırır. Bu işlem metalin sertleşmesine neden olur. Bu etki, işlem sertleştirilmesi olarak bilinir.

Dislokasyonların birikimi ile oluşan zorlanma sertleştirilmesi ve yüksek zorlanma altında oluşan tanecikli yapının oluşum etkileri, uygun ısıl işlemler yardımıyla, yok edilebilir. Bu işleme tavlama denir. Tavlama ile malzemenin yeniden kristallenmesi sağlanmış dislokasyon yoğunluğu ve malzemenin esneme dayanıklılığını kontrol altına alınmış olur.

1.4.4 Dislokasyon Tırmanması

Dislokasyonlar, dislokasyon ve Burgers vektörünün her ikisini de içeren düzlemlerde kayabilirler. Bir vida dislokasyonunda, dislokasyon ve Burgers vektörü, birbirine paraleldir. Bundan dolayı, vida dislokasyonu kendisini içeren herhangi bir düzlemde kayabilir. Bir kenar dislokasyonunda, dislokasyon ve Burgers vektörleri birbirine diktir. Bundan kenar dislokasyonunun kayabileceği tek bir düzlem vardır.



Şekil 1. 11 Kare bir örgüdeki dislokasyonun tırmanması [Vitelli ve ark., 2006]

Şekil 1.11'e görüldüğü gibi başlangıçta izole edilmiş bir dislokasyon Şekil 1. 11' de gri renkli şekilde gösterilmektedir. Aynı şekilde beyaz renkli bir boşluğun dislokasyona doğru hareketi gözlenmektedir. En son olarak dislokasyonun dik bir doğrultuda yukarı doğru hareket ettiği görülmektedir.

Kaymadan tamamen farklı alternatif bir dislokasyon mekanizması da vardır. Bu harekete dislokasyon tırmanması denir. Kenar dislokasyonu kendi kayma düzleminden çıkar ve ona dik bir şekilde yukarıya doğru tırmanır.

Dislokasyon tırmanmasına sebep olan kuvvet, kristal içerisindeki boşlukların hareketleridir. Eğer bir boşluk, kenar dislokasyonunu meydana getiren ekstra yarı düzlemden çıkarsa, boşluğa en yakın yarı düzlem atomu o boşluğu doldurur. Bu atom hareketi, yarı düzlemdeki boşluğu ötelere ki buna pozitif tırmanma denir. Bir boşluğun, yarı düzlemin sınırında absorbe edilmesine ise negatif tırmanma denir. Pozitif tırmanmada, kristal ekstra yarı düzlem atomlarına dik bir şekilde küçülür. Çünkü atomlar yarı düzlemden uzaklaştırılır.

Negatif tırmanma yarı düzlem atom eklenmesini gerektirir ki böylece kristal yarı düzlem dik doğrultuda büyür. Onun için yarı düzlem dik doğrultudaki baskı zoru, pozitif tırmanmayı artırır. Gerilme zoru ise negatif tırmanmayı artırır. Bu, kayma ve tırmanma arasındaki temel farktır. Kayma sadece makaslama zoruyla oluşabilir. Dislokasyon ile kayma arasındaki bir fark da sıcaklığa bağımlılıktır. Tırmanma, boşluk hareketlerindeki artmadan dolayı, yüksek sıcaklıklarda daha hızlı meydana gelir. Kaymanın sıcaklığa bağımlılığı ise çok küçüktür. (Reed-Hill(1994) Meyers ve Chawla(1999))

1.4.5 Noktasal Yapı Kusurları

Noktasal kusurlar kristale ait atomların veya yabancı atomların kristalde hatalı konumlarda bulunmalarından kaynaklanır ve birkaç atomik uzaklıkla sınırlıdır. Başka bir deyişle, bir nokta kusur, bir örgünün intizamı içinde çok belli bir yere sınırlanan bir kusurdur. Bir nokta kusurun meydana gelmesi, bir kristalin iç enerjisini kusursuz bir kristale göre artırır. Fakat bir kusurlu kristalin serbest enerjisinin azalabileceği görülmüştür. Gibbs serbest enerjisi G ,

$$G = U + PV - TS \quad (1.18)$$

Şeklinde tanımlanır. Burada U iç enerjiyi, P , V , T ve S ise sırasıyla basınç, hacim, mutlak sıcaklık ve sistemin entropisini gösterir. PV terimi katılar için çoğu şartlar altında ihmal edilebilir. Böylece,

$$G = U - TS \quad (1.19)$$

olur. Sabit sıcaklıkta, n_d boşluğun örgüye ilave edilmesiyle serbest enerjide meydana gelen değişim,

$$dG = dU - TdS \quad (1.20)$$

ile verilir. E_d , bir boşluğun oluşma enerjisi olsun. O zaman, $n_d E_d$, n_d boşluk oluştuğu zaman, iç enerjisindeki dU artışıdır. Kusurların sayısı artarken, mümkün düzenlenmelerin sayısı artar, böylece de kristalin entropisi artar. n_d boşluk oluştuğunda dS entropisi artışı

$$dS = k_B \ln W \quad (1.21)$$

İle verilir. Burada W, n_d tane ayırt edilmesi imkânsız boşluğun, atom yerlerinin mol başına toplam sayısı N boyunca dağıtılabileceği farklı yolların sayısıdır. Bu,

$$W = \frac{N!}{n_d!(N - n_d)!} \quad (1.22)$$

Şeklinde verilir. Bu sebepten, her ne kadar dU artabilir ise de, dS entropi artışının etkisi dG'yi sonunda azaltır. Daha fazla kusurun ilavesi, G'nin değerini artık azaltmadığı zaman, minimum serbest enerjili denge durumuna erişilmiş olur. Bu durumda,

$$\frac{d(dG)}{dn_d} = 0$$

veya

$$\frac{d}{dn_d} \left[n_d E_d - k_B T \ln \frac{N!}{n_d!(N - n_d)!} \right] = 0 \quad (1.23)$$

olur.

$$\ln x! \cong x \ln x - x \quad (1.24)$$

Şeklinde verilen Stirling formülünü kullanarak ve diferansiyel olarak

$$E_d - k_B T \ln \frac{N - n_d}{n_d} = 0 \quad (1.25)$$

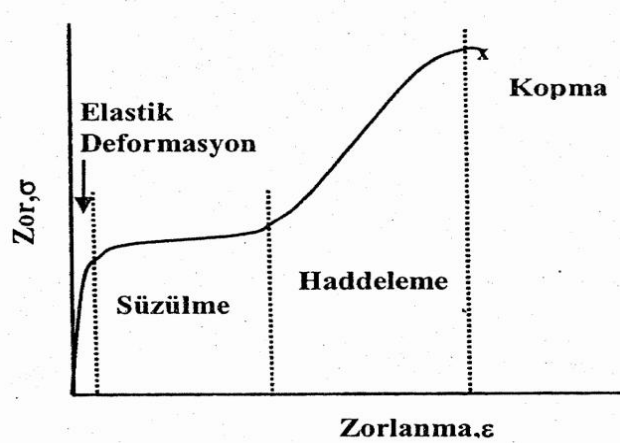
Elde ederiz. $n_d \ll N$ olduğundan dolayı, $N - n_d \cong N$ olur. Bu sebepten,

$$n_d = N e^{-E_d/k_B T} \quad (1.26)$$

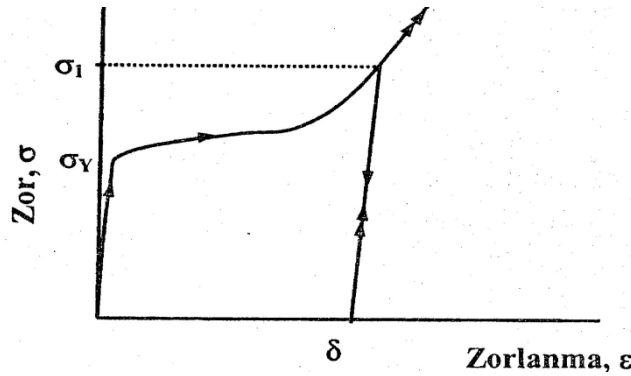
Kristaldeki boşluk konsantrasyonu sıcaklığa bağlıdır. Eğer kristal yüksek sıcaklıktan aniden soğutulursa boşluk konsantrasyonu olması gereken değerden daha fazla olacaktır (C. Kittel, 1986).

1.5 PLASTİK DEFORMASYON

Bir malzemede akma noktası aşıldığında, dislokasyonlar serbestçe hareket edebilir duruma gelir, buda küçük bir zor değişikliğine karşılık büyük plastik deformasyona sebebiyet verir. Bu bölge süzülmenin kolay olduğu bölgedir (Şekil 1.12). Bazı durumlarda malzeme kopuncaya kadar davranış devam eder. Bir malzeme için tipik, zor-zorlanma eğrisi Şekil 1.12’de verilmiştir. Kopma noktasında zorlanma %100 veya daha fazladır. Bu durum elastik deformasyon tarafından üretilen zorlanmadan binlerce defa daha büyüktür. Halbuki bütün malzemeler aynı davranmaz. Bazı durumlarda, Şekil 1.12’de görüldüğü gibi, zorlanma büyüdükçe zorda dikkate değer bir büyüme olur.



Şekil 1. 12 Haddelenmiş bir malzeme için tipik zor-zorlanma eğrisi



Şekil 1. 13 Tek okla gösterilen kısım σ_1 zorunun uygulanıp kaldırıldığı kısmı göstermektedir.

Şekil 1.13'te verilen zor zorlanma eğrisinde zor kaldırıldığında malzeme kalıcı deformasyona uğramıştır.(Onaran 2000)

1.6 SERTLİK

Bir malzemenin çizilmeye, kesilmeye, aşınmaya ve delinmeye karşı gösterdiği dirence 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 şekilde uygulanır (Şahin, 2006).

Sertlik ölçümünde dikkat edilmesi gereken bazı hususlar vardır. Örneğin; sertlik örneklerinin ölçme ve oturma yüzeylerinin düzgün ve birbirine tam olarak 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).

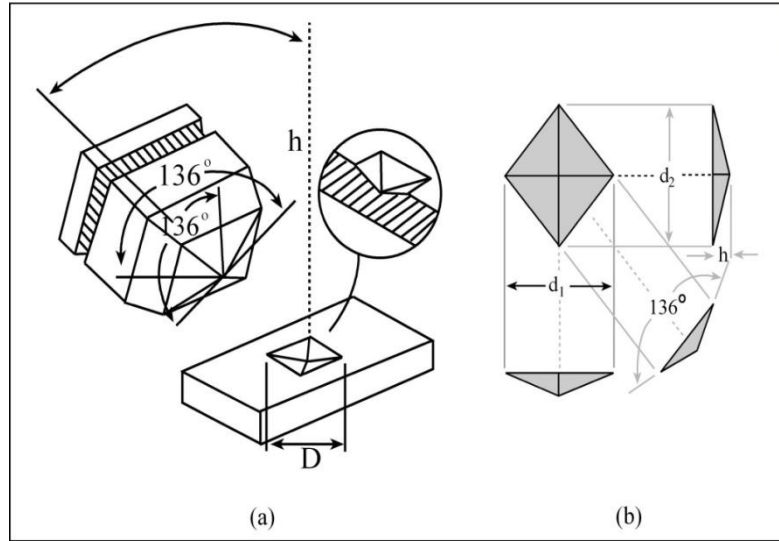
Sertlik, kalite kontrollerinde ve bununla ilgili performans parametrelerinde çok sık kullanılan bir özelliktir fakat metalin iç özellikleri ile ilgili çok fazla bilgi vermediği düşünülmektedir. Bu durum sertlik deneyinin doğasından kaynaklanmaktadır. Mühendislikte sertlik, malzemenin plastik bir deformasyona 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. 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 (Şahin, 2006).

1.6.1 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 çentici kullanılır. Elmastan yapılan piramitin tepe açısı $\alpha = 136^\circ$ dir. Vickers çenticinin şekli ve meydana getirdiği izin diyagonal boyu (Şekil 1.14)'da verilmiştir.



Şekil 1. 14 a) Vickers çentici b) Çenticinin oluşturduğu izin diyagonal boyu.

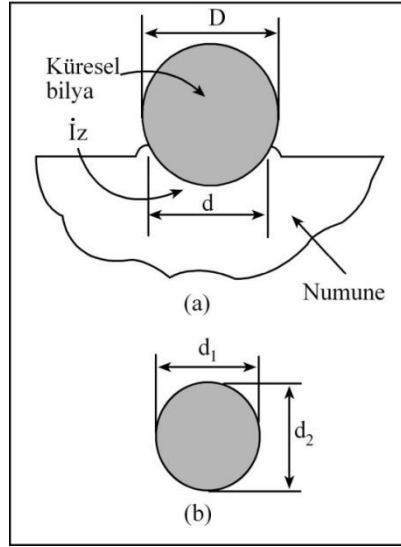
Vickers sertlik deneyi; söz konusu batıcı ucun malzemenin yüzeyine, malzeme cinsine göre seçilen bir yük altında (10, 25, 50, 100, 200, 300, 400, 500g ve 1kg) belirli bekleme süresi (10, 15s) ile batırılarak oluşan izin köşegen uzunluklarının ölçülmesinden ibarettir. Vickers sertlik değeri (HV); $H_v = 1854,4 F/d^2$ (GPa) bağıntısı ile bulunur. Burada; F numuneye uygulanan yük olup, d izin ortama köşegen uzunluğudur. ($d=(d_1+d_2)/2$)

1.6.2 Brinell Sertlik Deneyi

Brinell sertlik deneyi İsveçli mühendis Johan August Brinell (1900) tarafından ortaya konulmuştur. Standart bir bilya P yükü ile malzeme yüzeyine batırılır, oluşan plastik izin çapı ölçülür, yükün (P) oluşan izin yüzey alanına (S) bölünmesi ile Brinell sertlik sayısı elde edilir

(Şekil 1.15). Genellikle standart Brinell sertliği ölçümünde 10 mm çaplı, bilya, 3000 kg yükü 30 saniye süre ile bastırılır. Kuvveti küresel yüzey alanına bölerek elde edilen Brinell sertliğinin (H_B) boyutu kgf/mm^2 dir.

$$H_B = \frac{2P}{\pi D(D - \sqrt{D^2 - d^2})} \quad (1.27)$$



Şekil 1. 15 (a) Brinell çentiği (b) Çenticingin oluşturduğu izin çapı.

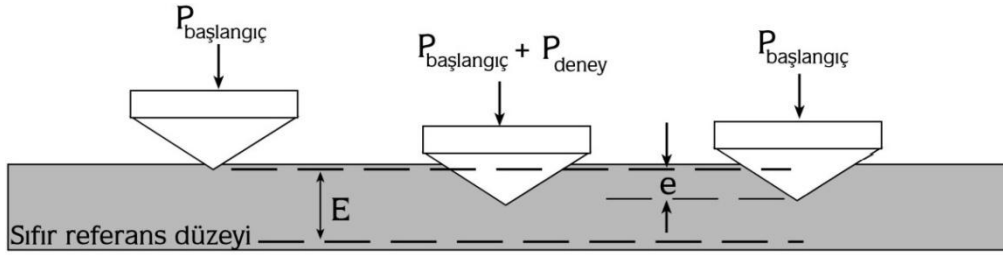
Endüstride mevcut metallerin sertliği geniş bir bölgede değiştiğinden bir tek deney koşulu yeterli duyarlık sağlayamaz. Bilyenin ne fazla dalıp iz ağzının kabarması, ne de az dalıp belirsiz iz oluşturması istenir. Uygun biçimde iz oluşturacak şekilde hem yük, hem de bilye çapı değiştirilir. Bulunan sertlik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

1.6.3 Rockwell Sertlik Deneyi

Rockwell 1922 yılında sertlik testlerinde konik uçların kullanılabileceği 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 1.16) 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.



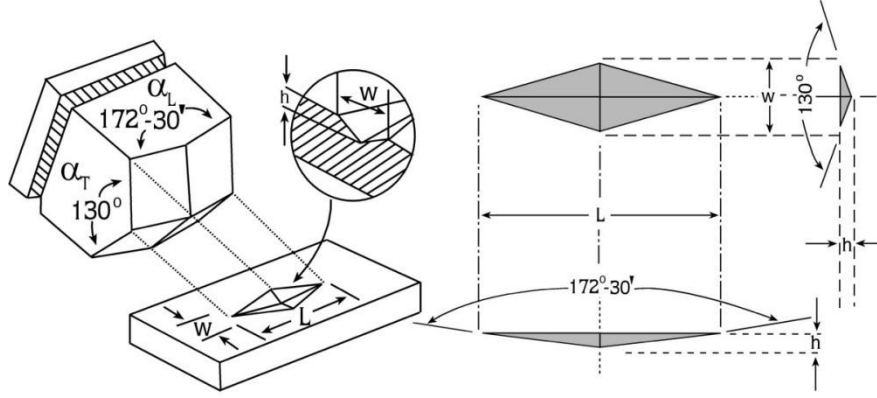
Şekil 1. 16 Rockwell Sertlik deneyinin Şematik Gösterimi.

1.6.4 Knoop Sertlik Deneyi

Özellikle çok ince ve gevrek malzemeler için Vickers sertlik testine alternatif olarak kullanılan Knoop sertlik testi (Knoop et al. 1939), Vickers sertlik testinden hem çentisinin geometrisi hem de sertlik tanımının özelliğinden dolayı farklıdır (Şekil 1.9). Knoop çentici eşkenar dörtgen tabanlı piramit şeklindedir ve çentisinin 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.

$$H_k = \frac{F}{\frac{1}{2}Lw} = \frac{2F}{L^2 \cot(\alpha_L/2)\tan(\alpha_T/2)} = 14.229 \frac{F}{L^2} \quad (1.28)$$

burada L , w , α_L ve α_T Şekil 1.17'da gösterilmiştir.



Şekil 1. 17 Knoop Çentcinin Şematik Gösterimi.

1.7 SERTLİK DENEYLERİNİ ETKİLEYEN FAKTÖRLER

Düşük yüklerde elde edilen sertlik değerleri, yaygın olarak kullanılan sertlik ölçme makinelerinde aynı materyaller için elde edilen değerler ile karşılaştırıldığında, farklı kişiler tarafından kaydedilen sonuçlar arasında büyük ölçüde uyumsuzluk olduğu gözlenmektedir. Ayrıca, aynı ölçüm makinesi üzerindeki azalan yükün sertlik değerlerinde beklenen değişiklikler ile ilgili olarak da benzer bir uyumsuzluk söz konusudur. Bazı araştırmacılar böylesi düşüşü rapor ederken diğerleri artış olduğunu, birçoğu da yüke bağlı bir değişim olmadığını ileri sürmektedir. Böyle bir durumda elde edilen sonuçlar ile, deneyin yapıldığı cihaz veya numunenin özellikleri arasında bağlantı kurmak mümkündür. Uygulanan yüke bağlı olarak elde edilen sonuçları etkileyen faktörler üzerinde kısaca durulacaktır.

1.7.1 Aygıtsal hatalar

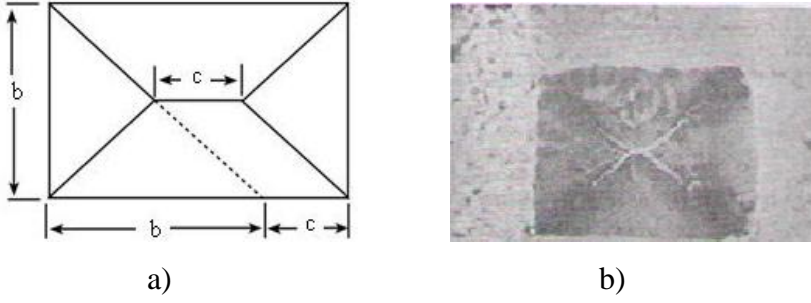
Deneyin yapıldığı cihazlardan kaynaklanabilecek hatalar a) Yüklerin gerçek değerinden sapması b) Hatalı çentici profili olarak iki temel başlık altında toplanabilir.

a) Yükün gerçek değerinden sapması

Kullanılan cihazın hatalı kalibrasyonu, yükleme mekanizmasında kullanılan elektrik bağlantılarındaki problemler makinenin yanlış şekilde çalıştırılması veya titreşim etkilerinin sonucu uygulanılmak istenen yük değeri gerçek değerinden sapar. Bu sonucu direk olarak etkiler. Elde edilecek çentik yükü hatalı olur ve sonuç yanlış elde edilir. Bu durumu etkileyen diğer faktörler ise, iz bırakma süresi ve titreşim hareketleridir.

b) Hatalı çentici profili

En ciddi hata kaynaklarından bir tanesi ucun sebep olduğu hatadır. Eğer elmas ucun yüzeylerinin birleşim noktası bir noktada bir araya gelerek karşılıklı yüzeyler arası 136° 'lik açı yapmaz ise (Şekil (1.18)) gerçek çentik boyutu elde edilmez ve elde edilecek sertlik değeri hatalı olur.



Şekil 1. 18 a) Bozulmuş bir ucun şematik çizimi b) Bozulmuş uç ile elde edilen Vickers izi (Mott ve ark., 1956).

Böyle bir kusur küçük yüklerde karşılaşılabılır. Yükün azalması ile birlikte sertlik değerinin artmasına neden olmaktadır. Şekil (1.18) de bakıldığında, bozulmuş ucun büyüklüğü, c, izin küçük kenarı, b, olmak üzere izin alanı $b(b+c)$ olacaktır. Köşegen uzunluklarının toplamının yarısı $(d_1+d_2)/2$ ise $[b^2+(b+c)^2]^{1/2}$ şeklinde olur. Bu durum sertlik değerinin değişmesi anlamına gelmektedir. Bu nedenle, kullanılan ucun standart test blokları ile düzenli aralıklarda test edilmesi gerekir.

1.7.2 Yükleme Hataları

Bir yükleme hatası, görünüşteki sertlik sayısını veren nominal yükün yol açtığından ki, bu nominal yüke bağlıdır ve gerçek değerinden daha azdır daha büyük bir ize neden olur.

Vickers sertlik formülü Denklem (1.29) ile verilir:

$$H_v = \frac{2P \sin \alpha / 2}{d^2} \quad (1.29)$$

Denklemden P, numuneye uygulanan yük, d numune yüzeyinde oluşan izin köşegen

uzunluklarının ortalaması $(d_1+d_2/2)$, α çentiginin karşılıklı yüzeyleri arasındaki açı değeridir. Belirli bir delici için, $\sin \alpha/2$ sabit olduğundan şöyle yazabiliriz:

$$H_v = KP/d^2 \quad (1.30)$$

L değerine göre türevini alırsak

$$\frac{dH_v}{dL} = \frac{H}{d^2} = \frac{H_v}{P} \quad (1.31)$$

Dolayısıyla maksimum ΔP yükleme hatası için ΔH_v sertlik hatası şu şekilde verilir

$$\frac{\Delta H_v}{H_v} = \frac{\Delta P}{P} \quad (1.32)$$

bu durum, sertlikte oluşacak yüzde hatanın yükteki artışla doğrudan azaldığını gösterir. Buradan hareketle, yüklemede sürekli olarak meydana gelen bir yanlışlıktan kaynaklanan hatayı azaltmak için, seçilen yükün değeri mümkün olduğunca yüksek olmalıdır. Sürekli yükleme hatası P_0 ise ve P' den bağımsızsa, eşitlik (1.3) şu şekilde yazılabilir:

$$H = K(P + P_0)/d^2 \quad (1.33)$$

Ayrıca sertliğin yükten bağımsız olduğu kabul edilirse, eşitlik (1.4) sadeleştirilir

$$d^2 = K_1(L + L_0), \quad (1.34)$$

burada K_1 yeni bir sabit değerdir. d^2 -P grafiği çizilirse düz bir çizgi elde edilir ve P eksenindeki kesme noktası yükleme hatasını verir.

Yükleme hataları a) Titreşim hataları, b) Yükün uygulama süresi c) Çentiginin şekli d) izlerin ölçülmesi şeklinde dört başlık altında toplanabilir

a) Titreşim etkileri

Düşük test yüklerinde en çok karşılaşılan hatanın nedeni büyük olasılıkla titreşimdir; buna çok sayıda iç ve dış kaynak yol açabilir. Birçok kişi, titreşimin neden olduğu hataların farkında olup, bu etkiyi mümkün olduğunca azaltmak için önlemler almaktadır. Titreşim, motor çalıştırma tertibatından ve test cihazının yakınlarındaki ekipmanlardan, bir kapının çarpması ile ortaya çıkan şoklardan, delicinin yükleme mekanizmasıyla bağlantılı motor ve anahtarlardan, çentiği ölçen mikroskobun çentme aparatıyla aynı platform üzerinde olduğu durumlarda mikroskobun üzerindeki aydınlatma sistemiyle beraber kullanılan ekipmanlardan

bile kaynaklanabilir. Bu durumun önüne geçilebilmesi için, titreşimi engelleyen masalar kullanılmaktadır.

b) Yükün uygulanma süresi

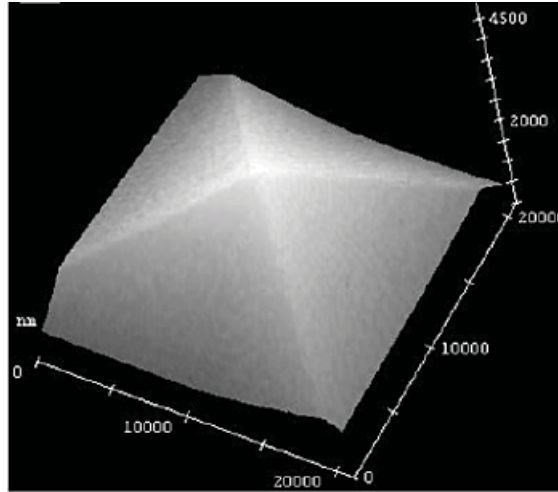
Belirli bir numune için bırakılan iz boyutu, numunenin maruz kaldığı maksimum yüke göre belirlenecektir. Delici yüklenirken ortaya çıkan maksimum titreşim büyüklüğünün test edilmesi sırasında da titreşimler meydana gelmesi, belirleyici faktör olacaktır. Sabit titreşim koşullarında delme süresinin etkisi olmayacaktır, dışarıdan kaynaklanan tesadüfi şoklarla karşılaşma ihtimali bulunan durumlarda, yükleme süresi ne kadar uzunsa ağır titreşim etkisi ihtimali de o kadar büyük olur. Dolayısıyla titreşim etkilerini mümkün olduğunca önlemek için delme süresi minimumda tutulmalıdır. Literatürde yapılan statik sertlik testleri için bu süre Vickers ve Knoop deneyleri için 10 veya 15 saniyedir (Mott ve ark., 1956).

c) Çentinin şekli

Vickers çentici için, tepe açısı α olmak üzere, sertlik değeri $\frac{2P \sin \alpha / 2}{d^2}$ olarak tanımlanır. H_v değerini P ve d değerleri için veren standart tablolar $\alpha = 136^\circ$ için hesaplanmıştır, bu durumda

$$H_v = 1.8544P/d^2 \quad (1.35)$$

Elmasın tepe açısında (Şekil 1.19) 1° 'lik hata varsa, örneğin $\alpha = 136^\circ$ yerine 137° ise, standart tabloların kullanımından kaynaklanan sertlik yüzde hatası yaklaşık % 0-34'tür.

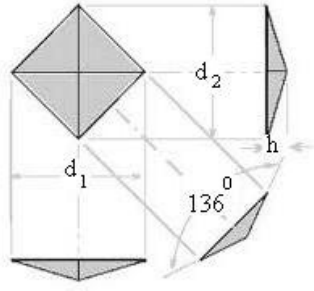


Şekil 1. 19 Vickers çentisinin taramalı elektron mikroskop görüntüsü.

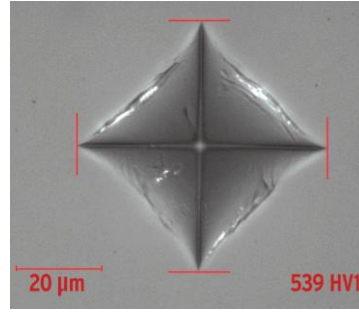
d) İzlerin ölçülmesi

Şu ana kadar ele alınan tüm hatalar, izleri bırakmak için kullanılan cihazdaki hatalardan kaynaklanıyordu. Fakat izlerin (Şekil 1.20)'da doğru olarak ölçülmesi kişisel hata kaynağına girmektedir. H_V ifadesi d 'ye göre türevi alınırsa şunu elde ederiz

$$dH_V/dd = -2kP/d^3 \quad (1.36)$$



a)



b)

Şekil 1. 20 a) Vickers izin diagonal boyu b) Vickers çentici kullanılarak elde edilen iz

$$\Delta H/H = -2\Delta d/d \quad (1.37)$$

İzin köşegenin (Şekil 1.20) ölçülmesindeki bir hata için sertlik değerindeki hatanın, materyalin sertliğiyle doğrudan orantılı olduğu buradan (Denklem 1.36) görülebilir. Örneğin $d = 10 \mu\text{m}$ için, Δd 'ye ait $0-5 \mu\text{m}$ değeri, sertlik sayısının gerçek değerinin %10'u kadar bir hataya neden olur (Demirkol, 2010).

1.7.3 Malzemelerin özelliklerinden kaynaklanan hatalar

Şu ana kadar, sertlik sayısını etkileyebilecek aygıtsal ve kişisel hata kaynakları ele alınmıştır. Standart hale getirilmiş sonuçlar elde etmek için, yanıltıcı yükleme etkilerinden kaçınmanın ve bırakılan izlerin doğru ölçüldüğünden emin olmanın gerekliliği açıktır. Bu gerçekleştirildiğinde, sertlik değerinin, test edilen malzemenin özelliklerine bağlı olan birçok faktörden etkilenebileceği görülecektir. Bu faktörler

1. Çentik atılacak yüzeyi hazırlama yöntemi.
2. Materyalin yönelim özellikleri.

3. Yerel sertlik deęişkenlikleri.
4. Elastik toparlanma.
5. Numune üzerine atılan çentiklerin sayısı.

1) Yüzey hazırlığının etkisi

Numune yüzeyinin temizlięi, yapılacak ölçümlerin en az hatalı olması açısından oldukça önemlidir. Temiz bir yüzeyde ölçülen Vickers ve Knoop deęerleri malzemin sertliğini büyük ölçüde etkilemektedir. Bu sebeple numune yüzeylerinin oldukça düzgün ve parlak(mirror like) olması gerekmektedir (Şahin ve ark., 2005).

2) Materyalin yönelim özellikleri

Tek kristallerin özelliklerinin yönelime baęlı olarak deęişmesinden dolayı farklı yönelimler için farklı sertlik deęerleri elde edilmektedir (Şahin, 2006).

3) Yerel sertlik deęişkenlikleri ve müdahale etkileri

Belirli bir tanecięe ait sertlik özelliklerinin sabit olduęu ve yakındaki tanecik ve partiküllerden müdahale etkisi olmadığı varsayılmaktadır. Pratikte, tavlama sırasında bileşimin farklılık göstermesini ve deformasyonu engellemek için özel önlemler alınmadıkça, her iki etki de mevcuttur. Döküm esnasında alaşımlar katılaştığında küçük ve büyük birikimlerin meydana geldięi bilinmektedir; bu durum çalışma ve tavlama ile büyük ölçüde azaltılabilmesine rağmen tamamen ortadan kaldırılabilmesi zordur.

4) Elastik toparlanmanın etkisi

Yük kaldırıldığında izin esnek toparlanmasına birçok atıfta bulunmaktadır(Tarkan ve ark, 1973, Sangwel 2003, Gong ve ark, 1999) ve normal olarak sertlik deęerleri elastik olarak toparlanmış izin boyutlarına baęlıdır. Çentici çekildiğinde elastik toparlanma olacak ve izin büyüklüğü kısmen de olsa azalacaktır.

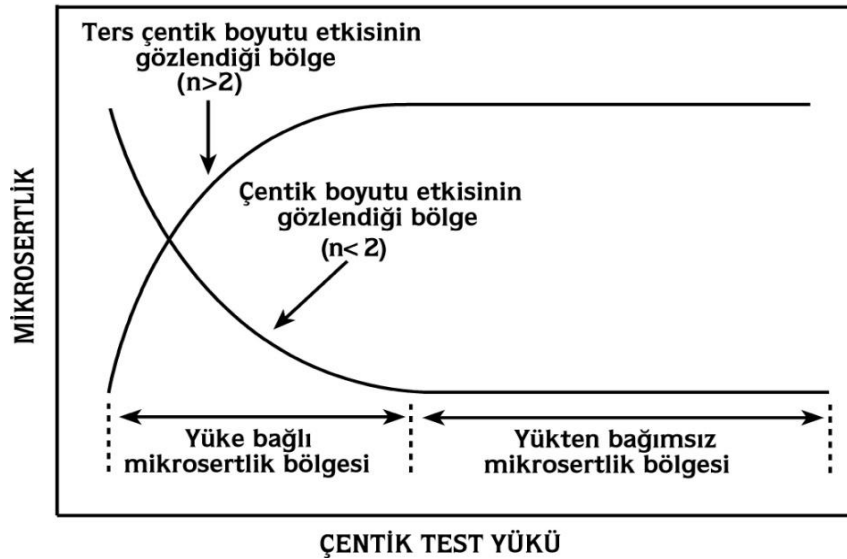
5) Test sayısı

Belirli bir numune için sertlik sayısını birçok faktör etkileyebileceğinden, belirli bir iz sayısından elde edilen sonucun anlamını incelemek yerinde olacaktır. Literatürde yapılan çalışmalar belirli bir yükte en az beş veya on ölçüm alınarak ortalamasının alınması yönündedir (Şahin, 2006; Demirkol, 2010).

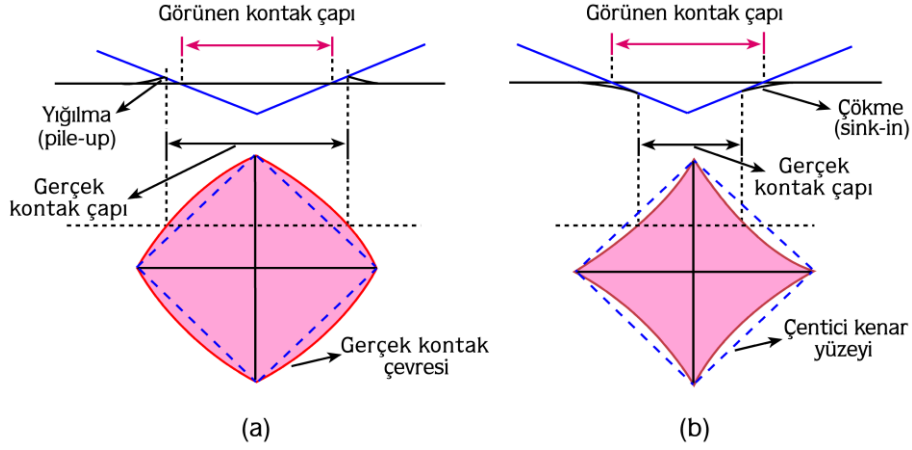
1.8 SERTLİĞİN YÜKE BAĞLI DEĞİŞİMİ

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; Şahin ve ark., 2005)



Şekil 1. 21 Mikrosertliğin test yüküne göre değişimi (Şahin, 2005, 2006).



Şekil 1. 22 Vickers çentici etrafında meydana gelen a) yığılma ve b) çökme davranışı (Şahin, 2006).

Çentik boyutu etkisini (ISE) açıklamak için literatürde farklı modeller kullanılmaktadır. Bu modeller aşağıda kısaca açıklanmaktadır.

1.9 Meyer Kanunu

Meyer kanunu, çentme yükü P_{maks} ve çentik boyutu d arasındaki ilişkiyi veren, basit deneysel bir ifadedir. Buna göre P_{maks} ve d arasındaki ilişki,

$$P_{maks} = C d^n \quad (1.38)$$

şeklindedir (Tabor, 1951). Denklemden C sabittir. n ise Meyer indisi (üssü) dir. Genel olarak malzemeler $n < 2$ ise ISE ve $n > 2$ ise RISE davranışı sergilemektedirler. $n = 2$ ise Meyer kanunu Denklem (1.38)'de verilen Kick yasasına dönüşür. Böylece, Kick yasasına Meyer kanununun özel bir hali olarak bakılabilir (Şahin, 2006).

$$P_{maks} = C d^2 \quad (1.39)$$

1.10 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,

$$P_{etkin} = P_{maks} - W = C_1 d^2 \quad (1.40)$$

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 çentik boyutu d kullanılarak elde edilen sertlik değeri ($H=1,8544 \frac{P_{maks}}{d^2}$) denklemindeki P_{maks} yerine, (1.40) denkleminde hesaplanan P_{etkin} değeri konularak aşağıdaki denkleminde verilen yükten bağımsız sertlik değeri elde edilir.

$$H_{HK}=1,8544 \frac{(P_{maks} - W)}{d^2} = 1,8544 C_1 \quad (1.41)$$

1.11 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.

$$H_{EP}=k \frac{P_{maks}}{(d + d_0)^2} \quad (1.42)$$

Burada d_0 , elastik geri kazanımdan dolayı d 'ye eklenen düzeltme terimi k , çentici geometrisine bağlı bir sabittir. Mikrosertlik verilerini inceleyebilmek için

$$\frac{1}{P_{maks}^2} = \chi^2 d + \chi^2 d_0 \quad (1.43)$$

Denkleminde, $\chi = \frac{H_{EP}}{k}$ olup, ($k = 1,8544$), yükten bağımsız sertlikle ilgili sabittir.

1.12 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.

$$W=a_1 d \quad (1.44)$$

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 çentik boyutu ile,

$$P_{etkin} = P_{maks} - W = P_{maks} - a_1d = a_2d^2 \quad (1.45)$$

şeklinde ilişkilendirilir. Denklemden 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.

$$H_{PSR} = 1,8544 \frac{P_{etkin}}{d^2} = 1,8544 \frac{P_{maks} - a_1d}{d^2} = 1,8544a_2 \quad (1.46)$$

$$\frac{P_{maks}}{d} = a_1 + a_2d \quad (1.47)$$

ISE analizlerinde, orantılı numune direnci modelinin uygulanabilirliği, $(H_{PSR}) = 1,8544a_2$ denkleminde elde edilebilir.

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

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

$$P_{maks} = a_0 + a_1d + a_2d^2 \quad (1.48)$$

şeklinde geliştirilmesini önermişlerdir.

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

$$(H_{MPSR}) = 1,8544a_2 \quad (1.49)$$

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 şarttır. 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

L. Boudoukha ve arkadaşları 1995 yılında polikristalize Al_2O_3 , 170 KeV 'da 2×10^6 , 1×10^{17} ve 2×10^{17} iyon/cm kare'lik dozlarla implant edilmiştir. Bu şekilde implant edilen numuneler daha sonra, 1000, 1200 ve 1400 C'lik sıcaklıklarda tavlansmıştır. Bu iyon-implant edilmiş numunelerin sertlik (H) veya Young etmeni (E) gibi mekanik özellikleri, derinlik-algılayıcı düşük düzey indentasyon tekniği ile karakterize edilmiştir. Sonuçlar göstermiştir ki; 1200 C'de tavlama ile devam edilen düşük doz iyon implantasyonu ile sertlik ve elastik etmende önemli bir artış bulunmuştur. İmplantasyonun malzemede şekilsizleşmeye yol açtığı daha yüksek dozlar için, implant edilmiş alüminyumun mekanik özellikleri, implant edilmemiş alüminyumunkiler gibidir.

M. Balasubramanian ve arkadaşları 1998 yılında ağırlıkça %12.5 zirkonyum içeren Alüminyum-Zirkonyum bileşikleri, 3 farklı başlangıç malzemesi kombinasyonu ile hazırlanmıştır. Püskürtmeli kurutma ile alüminyum sülfat ve zirkonyum oksikloritten üretilen tozlar, sırasıyla elektron mikroskobu ve Lazer saçılma ile belirlenmiş yaklaşık 3 mikrometre boyutunda, şekil olarak küresel bir parçacık şekline sahiplerdir. Alüminyum ikincil butoksit + zirkonyum oksiklorit ve alüminyum ikincil butoksit+ zirkonyum izopropoksit türetilmiş tozları, yaklaşık 10 mikrometre parçacık boyutlarında düzensiz şekillerdedir. İlk metot tozlarından türetilen kompozitlerin katılama yoğunluğu, sahip oldukları daha küçük parçacık boyutu sebebiyle, diğer iki tozdan daha büyüktür. Mükabil olarak, sertlik, dayanıklılık ve kırılma dayanırlığı da ilk yöntemde daha iyi bulunmuştur. Bu tozda, daha yüksek mekanik özellik değerlerine katkıda bulunan tetragonal Zirkonyumun miktarı maksimum tutulmuştur.

R.H.L. Garcia ve arkadaşları 2009 yılında kübik stabilize edilmiş Zirkonyum, katı oksit yakıt hücrelerinde katı elektrolit olarak uygulanmak için tercih edilmektedir. Ancak, bu malzeme düşük kırılma dayanırlığına sahiptir ki bu durum, uzun vadeli işlemler sırasında çatlaklar oluşmasına yol açabilir. Ayrıca, mekanik özellikler gibi elektriksel özelliklerin de iyileştirilmesi, bu tür bir cihazın maliyet etkinliğinde yararlı olacaktır. Bu bağlamda, Zirkonyum temelli katı elektrolite alüminyum eklenmesi, bu amacı gerçekleştirmek için ilginç bir seçenek olabilir. Bu çalışmada, %9 mol Yitra ile stabilize edilmiş Zirkonyum ana maddesinde çeşitli miktarlarda alüminyum içeren seramik bileşikleri, düşük-silisyum dioksit öncüsü kullanılarak, çöktürme yöntemiyle sentez edilmiştir. Karakterizasyon teknikleri elektron mikroskobu taraması, X-ışını sapması, Vickers sertlik ölçümü ve öz direnç

spektroskopisi metotlarını içerir. Sentez yönteminin iyileştirilmesinin sonucu olarak, iyi yoğunlaştırma ile birlikte katkı malzemesinin homojen dağılımı elde edilmiştir. Stabilize edilmiş Zirkonyuma alüminyumun eklenmesi elektrik iletkenliğinde kötü bir etki göstermiş olmasına rağmen, kompozit malzemelerin Vickers sertliğini ve kırılma dayanırlığını arttırmıştır.

S. Katsas ve arkadaşları 2006 yılında ticari süper esnek alüminyum alaşımları ilk defa geliştirilmeye başlandığı zaman, başarılı olmak için alaşımın hem katı bir çözelti katkısı, hem de iyi, ısıl olarak stabil dağılımlar içermesi gerektiği sonucuna varılmıştı. Eski inanışların aksine, şu anki çalışma gösteriyor ki, ağırlıkça %1 Zirkonyum içeren basit bir Alüminyum alaşımı, bir katı çözelti elementinin yokluğuna rağmen iyi bir süper esneklik performansı sergileyebilmektedir. 1mm çapında parçacıklar formunda olan başlangıç malzemesi, impuls atomizasyon yoluyla yaklaşık 10 üzeri 3 K s⁻¹ oranında bir katılaşma göstermektedir. Extrüzyon birleşiminden, metastabil Al₃Zr tortularının iyi bir dağılımını elde etmek için yapılan ısıl işlem ve haddelemeden sonra, ortaya çıkan levha, 10⁻¹ saniye⁻¹ oranında %500ün üzerinde süperelastiklik sergilemiştir. Deformasyon davranışının EBSD çalışması, dinamik kristalizasyondan kaynaklanan dayanıklı doku saflığı göstermiştir.

Wilson Acchar ve arkadaşları 2009 yılında karpit, oksit ve nitritle güçlendirilmiş seramik bileşikleri, genellikle yapılandırılmış karbit (WC-Co) ya karşı rakip sayılan teknolojik bir opsiyon olarak kabul edilmektedir. Son yıllarda, bu malzemelerle, Al₂O₃ ve ZrO₂'nin ana madde olduğu seramik bileşik sistemlerinde güçlendirme yapmak için çalışılmıştır. Şu anki çalışma, ZrO₂ nin (W,Ti)C ve Al₂O₃ parçacıkları ile güçlendirilmesinden elde edilen sonuçları bildirmektedir. Yüksek saflıkta Y-TZP ticari Zirkonyum, ağırlıkça %30 (W,Ti) C veya Al₂O₃ olan sabit bir konsantrasyon ile karıştırılmış ve argon atmosferinde 1650 C sıcaklıkta 20 MP basınç altında 30 dakika boyunca sıcak pres yapılmıştır. Sonuçlar göstermiştir ki, sıcak presleme metodu, düşük gözeneklilik değerlerine sahip yoğun numuneler üretmiştir. X-ışını saçılım deseni, ana madde ile güçlendirici elementler arasında yeni kristalleşme fazları oluşmadığını göstermiştir. Al₂O₃ ve (W,Ti)C paçacıklarının eklenmesi, katılaştırılmış numunelerin sertliklerinin 11.7 GPa'dan, sırasıyla 15.2 ve 18.7 GPa'a yükselmesine neden olmuştur. Diğer yandan, her iki parçacığın da varlığı ZrO₂ seramik ana maddesinin kırılma dayanırlığına önemli bir katkı sağlamamıştır. Bu sonuçlar gösteriyor ki, uniaksial sıcak pres yöntemiyle elde edilen ZrO₂-(W,Ti)C bileşikleri, yüksek sertlikleri ve iyi mekanik dirençleri

sayesinde, talaşlı üretim-kesme araçları olarak kullanılmada büyük bir potansiyel göstermektedirler.

P. Vitanov ve arkadaşları 2009 yılında geleneksel dielektrik SiO_2 ve SiON 'un yerini, düşük film kalınlığında gözlemlenen yüksek sızıntı akımlarını önlemek amacıyla, alternatif malzemeler almaktadır. Bu çalışmada, Silikon substratları üzerine konulmuş ince ZrO_2 ve $(\text{ZrO}_2)_x(\text{Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$ katmanları, sol-gel metodu ile elde edilmektedir. Tavlanma sıcaklığının bir fonksiyonu olarak yapısal ve elektriksel özellikler incelenmektedir. Genellikle, ileri tavlama sıcaklığı olan 700C derece sıcaklık, ZrO_2 katmanlarında tekrar kristalleşmesine yol açar, bu da yüksek sızıntı akımını ve doku sınırları boyunca zorlu toplu taşımayı azaltabilir. Amaç, alüminyum oksit ekleyerek filmleri düzensizleştirmek ve bu yolla elektriksel davranışlarını geliştirmektir. Yapısal analiz gösteriyor ki, ZrO_2 filmleri kristalize olmuştur, bu sırada yüksek sıcaklıkta tavlamanın ardından bile karışık oksit filmleri düzensiz halde kalmaya devam etmişlerdir. Elde edilen sonuçlar, cesaret vericidir ve $(\text{ZrO}_2)_x(\text{Al}_2\text{O}_3)_{1-x}$ filmlerinin iyi dielektrik özelliklere sahip ümit verici bir materyal olduğunu saptamıştır.

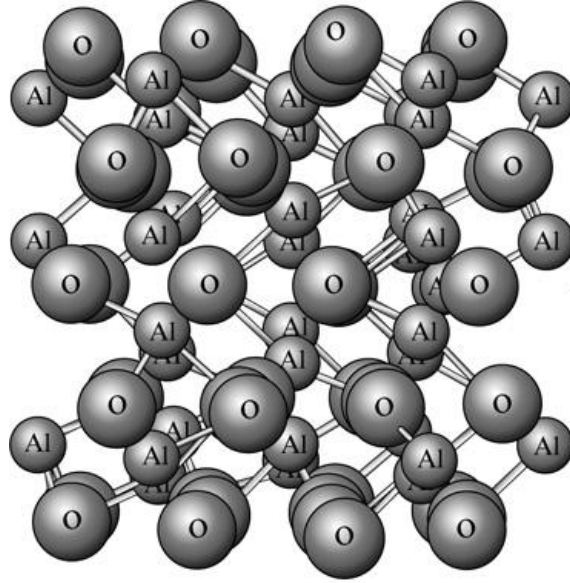
J. Suffner ve arkadaşları 2009 yılında nano yapısal müstakil ağırlıkça %60 Al_2O_3 içeren kolay eriyen ZrO_2 li malzemeler, mikro boyutlu tozların atmosferik plazma spreyi (APS) ile ayrıca likit nitrojenle soğutulmuş substratların ek maddeyle doyurulması ile hazırlanmıştır. Mikro yapı, X-ışını saçılımı (XRD), SEM ve TEM ile karakterize edilmiş ve 1400 °C derecedeki ısıtma işleminin, bükülme dayanıklılığı gibi mekanik özellikler üzerindeki etkisi ile, Young modülü, sürtünmeye ek olarak mikro sertlik ve malzemelerin yıpranma davranışları araştırılmıştır. Birbiriyle karışmayan fazların doyurulması, metastabil ve stabil fazların bir karışımının oluşumuna yol açmıştır, çünkü tamamı ile ayrışma yüksek soğutma oranıyla sınırlıdır. Isıtma işleminden sonra, Corundum (Al_2O_3 'ün kristalize formu) ana maddesi içinde, zirkonyum tortularının oluşumu gözlemlenmiştir.

3.MATERYAL VE YÖNTEM

3.1 Materyal

3.1.1 Alümina'nın Yapısı

Alüminyum oksit (alümina), doğada korondum minerali şeklinde bulunur. Saf ve hidratlı alüminanın temel kaynağı ise boksit olup, Bayer süreciyle elde edilir. Tam yoğunluğu $3,98 \text{ g/cm}^3$ 'tür. Alümina çeşitli biçimlerde bulunur ve yapılarına bağlı olarak iki tip mevcuttur. Bunlardan $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ en yoğun ve kararlı olanıdır. Alüminanın α formu 2040°C 'de erir. Alümina elyaflar; metal ana yapıya kompozit malzemeler için kullanılır. Du Pont tarafından üretilen ve ticari ismi FP olan δ -alümina elyaflar ortalama $20 \mu\text{m}$ çapında sürekli olarak elde edilir. Yoğunluğu 3300 kg/m^3 ve elastik sabiti 380 GPa 'dır.



Şekil 3. 1 Alfa Alüminanın yapısı [Gains ve ark., 1977]

Alümina, kristaloğrafik olarak oksijen iyonlarının alüminyum iyonları tarafından sıkı hegzogonal olarak sarılması ile ifade edilebilir. Dış görünüş olarak beyaz bir tozdur. Ergime sıcaklığı 2050°C , kaynama noktası ise 2080°C , olan alümina yüksek sıcaklıklarda kimyasal maddelere ve mekanik yüklere karşı en dayanıklı refrakter malzemelerden biridir. Alümina'nın molekül ağırlığı $101,96 \text{ g/mol}$ reaktif indeksi ise 1.765 , oluşum serbest enerjisi ise $-1582,4 \text{ kJ/mol}$ 'dür. Alümina suda ve şayet iyi kalsine edilmişse hem mineral asitlerinde hemde bazlarda çözünmezler. Alümina, HF'ye karşı da dayanıklıdır. Sodyum karbonat, kostik

soda ve sodyum peroksit saf alümina potolarda az tahribatla eritilebilir. 1700-1800 °C gibi yüksek sıcaklıklarda flor gazı dışında bütün gazlara karşı direnç gösterir. Alümina oksitleyici ve redükleyici atmosferde 1900 °C'ye kadar kullanılabılır.

Çizelge 3. 1 %85,0–99,7 saflıkta Alüminaların fiziksel ve mekanik özellikleri verilmiştir.

Alümina içeriği, (%)	85,0	95,0	99,7
Yoğunluk, g/cm	3 3,5	3,7	3,9
Dielektrik sabiti	8,5	9,2	9,0-10,1
Dielektrik mukavemeti, kV/mm	28	---	10-35
Hacim direnci, Ω .cm (600°C'de)	4×10^6	5×10^9	4×10^{10}
Termal iletkenlik, W/m °C	15	20	28-35
Termal genleşme katsayısı, $10^{-6} / ^\circ\text{C}$	(20-1000°C) 7	7,6	8
Maksimum kullanım sıcaklığı, °C	1300	1500	1700
Spesifik ısı, J/K kg	920	900	---
Eğme mukavemeti, MPa (20°C'de)	300	350	350
Basma mukavemeti, MPa (20°C'de)	1800	2000	2200-2600
Elastik modül, GPa	260-330	340-375	380-410
Poission oranı	0,22-0,25	0,23-0,26	0,24-0,27
Sertlik, HV1,0	800-1000	1200-1600	1500-2000

Doğal korundum halinde fakat feldspat ve killerde olduğu gibi genellikle silikatlarla birlikte kullanılırlar. Alümina aynı zamanda boksit, diaspor, kriyolit, silimanit, kiyanit, nefalit ve diğer birçok minerelin bileşiminde yer almıştır.

Saf alümina düşük sıcaklıkta birkaç formda bulunur. Fakat bütün bu formlar kristal boyutu ve atmosfere bağlı olarak 750–1200 °C arasında α alüminaya dönüşür. 1600 °C'nin üzerinde yapılan ısıtma bu dönüşümü hızlandırır. Alüminanın α fazına dönüşümü tersinir değildir.

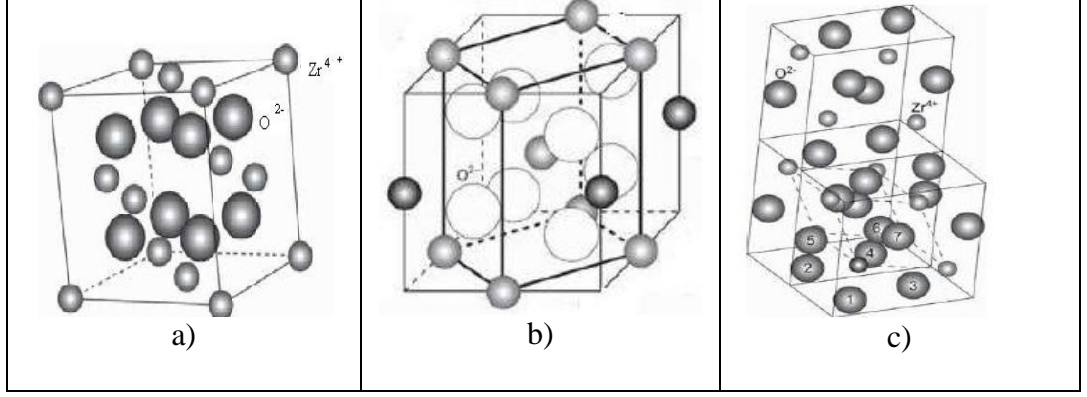
Alümina (Al_2O_3) ile hazırlanmış değişken seramik bünyelerin özellikleri partikül boyutu ve işlem şartlarına dayanır. Korundum yapısı ve $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ kararlı yapı olmasına rağmen diğer Al_2O_3 modifikasyonları var olur ve görülebilir.

3.1.2 Zirkonya'nın Yapısı

Zirkonya sıcaklık değişimi sonucu kristal kafes parametreleri değişime uğrayan (allotropik) bir seramiktir. Zirkonyanın monoklinik, tetragonal ve kübik olmak üzere üç farklı kristal yapıya sahiptir (Sahin ve ark., 2008). Monoklinik yapı 1170 °C'nin altındaki tüm sıcaklıklarda kararlıdır. Tetragonal yapı 1170–2370 °C sıcaklıkları arasında kararlıdır (Akçimen, 2006). Tetragonal- ZrO_2 basit olarak, bozulmuş CaF_2 yapısı şeklinde tanımlanır. Kübik yapı, 2370 °C' den ergime noktası 2680 °C'ye kadar kararlı olan bir fazdır. Bu faz, her bir Zr^{+2} 'ye eşit uzaklıktaki sekiz oksijen ile koordine olan florit tipi bir kristal yapıya sahiptir ve burda ki her oksijen dört zirkonyum ile tetrahedral olarak koordine olur. Monoklinik yapıdan, tetragonal yapıya geçiş % 3-5 mertebesinde hacim değişikliği içerdiğinden teknolojik uygulamalarda sorun olmaktadır (Akçimen, 2006). Monoklinik, Tetragonal ve Kübik Zirkonya'nın kafes parametreleri ve yoğunluk değerleri Çizelge 3.2'de verilmektedir.

Çizelge 3. 2 Monoklinik, Tetragonal ve Kübik Zirkonya'nın kafes parametreleri ve yoğunluk değerleri (Toplan, 2008).

Monoklinik	Tetragonal	Kübik
a = 5,156 Å	a = 5,094 Å	a = 5,124 Å
b = 5,119 Å	b = 5,177 Å	-
c = 5,304 Å	-	-
$\beta = 98,9^\circ$	-	-
d = 5,830 gr/cm ³	d = 6,100 gr/cm ³	d = 6,090 gr/cm ³



Şekil 3. 2 Zirkonyanın a) Monoklinik faz b) Tetragonal faz c) Kübik fazları (Gökçer, 2010).

ZrO₂'de tetragonal-monoklinik faz dönüşümü, difüzyonsuz dönüşüm olarak tanımlanır. Wolten tarafından saptanmıştır. Atomik hareketler, atomlar arası mesafeden daha azdır ve bir kayma işlemiyle çok sayıdaki atomun birlikte hareket etmesiyle meydana gelir (Heuer ve ark., 1984). Bu dönüşüm, fazın kimyasal bileşiminde herhangi bir değişikliğe yol açmaz ve ayrıca başlangıç fazındaki belirli kristalografik düzlem ve yönler dönüşümle oluşan fazda mevcuttur. Böylece bu dönüşüm, sabit düzlemiyle ve yönleriyle tanımlanabilir (Khachatryan, 1983). Garvie bu dönüşümün 1174 °C ±6 °C'de gerçekleştiğini ve tane boyutuna bağlı olarak, ince taneli zirkonyanın iri taneliye göre daha düşük sıcaklıkta dönüşüme uğradığını bildirmektedir (Garvie, 1986).

Soğutma sırasında tetragonal fazdan monoklinik faza dönüşüm %3-5 lik bir hacim artışı ile gerçekleşmektedir. Saf ZrO₂ monoklinik (m), tetragonal (t) ve kübik (c) üç farklı kristal yapıya sahiptir. Monoklinik yapı oda sıcaklığından 1170°C'ye kadar kararlı olup bu sıcaklığın üzerinde tetragonal yapıya dönüşür (Alanbey, 2009).

Tetragonal yapı ise 2370°C' ye kadar kararlı olup bu sıcaklığın üzerinde kübik yapıya dönüşür. Kübik yapı ergime sıcaklığı olan 2680°C'ye kadar kararlılık göstermektedir (Alanbey, 2009). Bunlara ilave olarak yüksek basınçlarda ortorombik (O) yapı oluşmaktadır (Geçkinli, 1992).

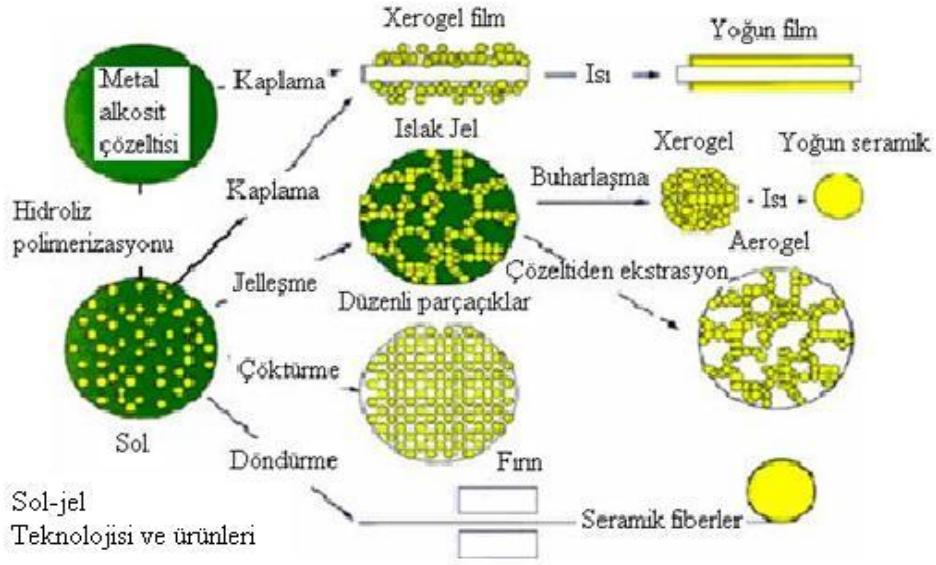
3.2 YÖNTEM

3.2.1 Sol-Jel yöntemi

Homojen ve saf malzemelerin yapımında en çok kullanılan Sol-jel teknolojisi kimyasal yapıda ve tane boyut dağılımında homojenlik gibi özelliklere imkân verir. Sol-jel yöntemini

i) solüsyon jele geçerken oluşan kimyasal tepkimeler, ii) elektrokimyasal etkileşimler ve kullanılan başlangıç malzemeleri göz önüne alınarak iki grupta incelemek mümkündür.

1. Çok saf olan çıkış malzemelerinin homojen çözeltilerini hazırlamak.
2. Gerekli maddeler eklenerek bu çözeltiyi sol haline getirmek.
3. Sol üzerinde oluşan tepkimeler ile karışımın jel durumuna gelmesini sağlamak.
4. Oluşan jelin uygun işlemlerden geçirilmesiyle (ısı) istenen malzemeye ulaşmak.



Şekil 3. 3 Sol-jel teknolojisi ve ürünleri (Eserci, 2007).

Diğer taraftan bu yöntemle çalışmanın avantajları;

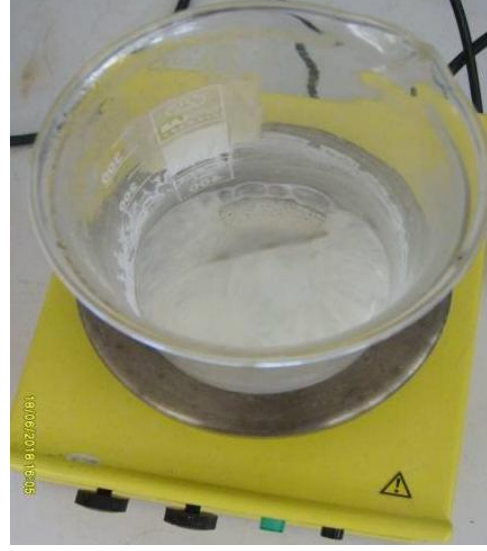
- Düşük sıcaklıklarda çalışılabilmesi,
- Saf maddelerin sıvı çözeltilerinin kullanılabilmesi,
- Düşük sıcaklıkların kullanılmasıyla yüksek sıcaklıklarda buharlaşmadan doğacak kayıpların engellenmesi,
- Çalışma için basit kaplar ve ortam için atmosferik şartların yeterli olması,
- Organik çözücülerin kullanılabilmesi,
- Sollerin viskozitelerinin düşük olmasından dolayı ince kaplama filmlerinin hazırlanmasını kolaylaştırması.

Zirkonyum Alumina Numunelerinin Hazırlanışı: Zirkonya ve Alumina içeren 2 malzeme 100 ml saf su ile bir beher içinde karıştırılarak içine 1 ml sitrik asit eklendi. Bu karışım manyetik karıştırıcı (Şekil 3.4) üzerine konuldu ve içindeki karıştırma aparatı (balık) ile 200 C° sıcaklığa ulaşana kadar karıştırıldı. İçindeki karışım jelleşmeye (Şekil 3.5) başladığında

içindeki balık alındı ve sıcaklık 400 C° olana kadar ısıtma işlemi yapılmaya devam edildi. Süreç içinde malzeme kuruyup yanmaya ve siyah bir görüntü almaya başladı. (Mantolama) İşlem sonunda beher içindeki karışım kuru siyah bir görüntü almış oldu. (Şekil 3.6)



Şekil 3. 4 Isıtıcılı Manyetik Karıştırıcı.



Şekil 3. 5 Malzemenin Jelleşme Süreci



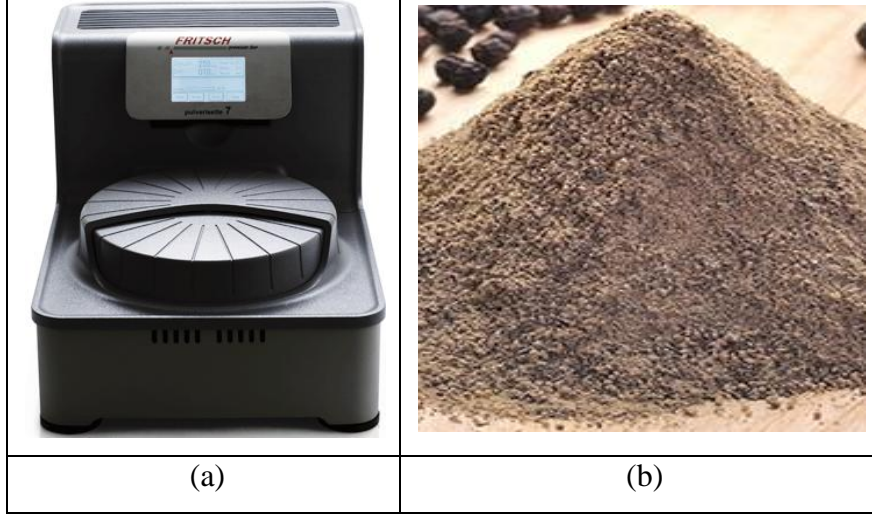
Şekil 3. 6 Malzemenin Son Hali



Şekil 3. 7 El ile öğütülme işlemi

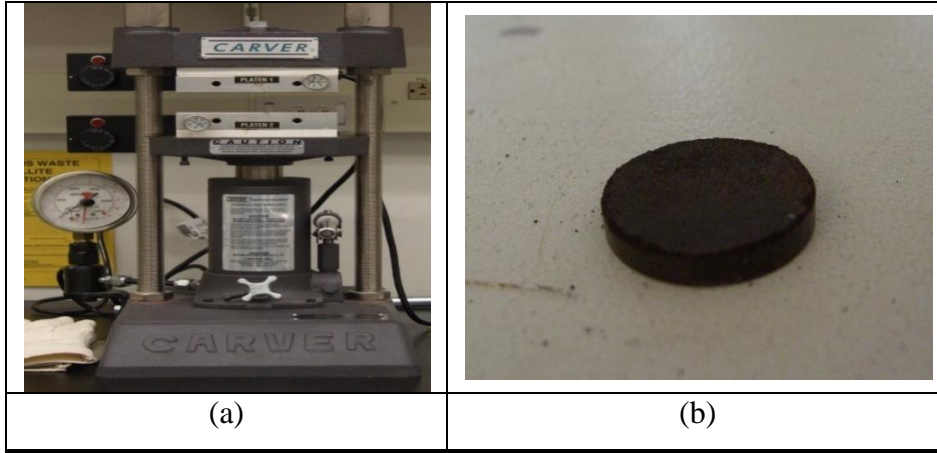
Bu işlem sonrasında kuruyan malzeme el ile öğütülmeye başlandı.(Şekil 3.7)

El ile öğütülme işlemi bitirildikten sonra malzememiz numune yapmak için yeterli inceliğe gelmedi. Malzemenin istenilen inceliğe gelebilmesi için gezegensel değirmen (Planetary micro mill) ile (Şekil 3.8.a) öğütülmeğe devam edildi.



Şekil 3. 8 Gezegenel Değirmen ve Öğütme Sonrası Malzeme

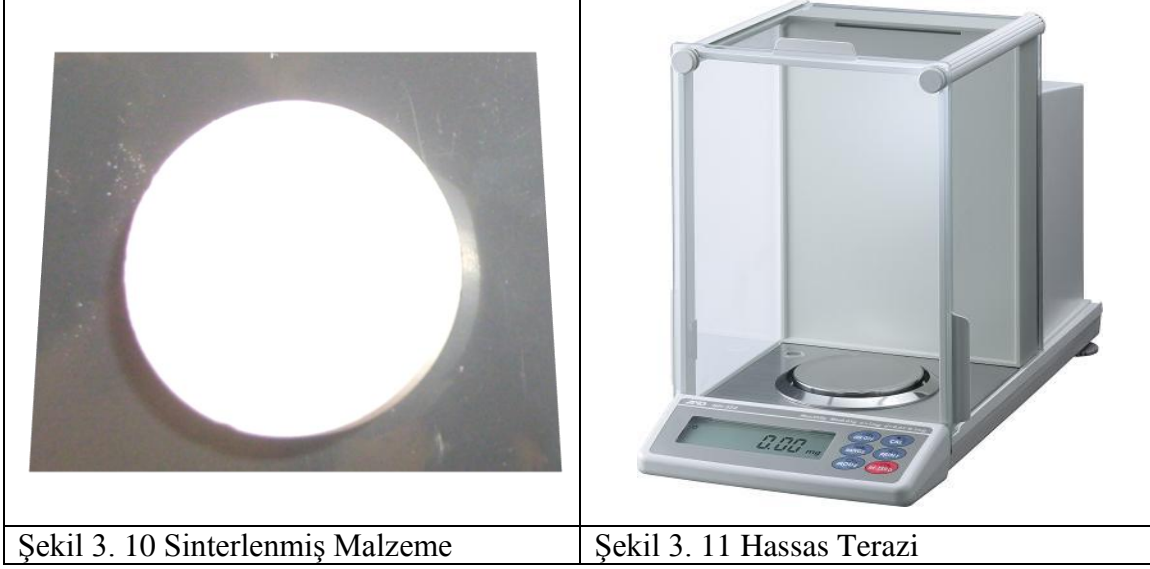
Öğütülmüş olan malzemeyi (Şekil 3.8.b) incelenecek durumda bir numune haline getirmek için presleme işlemine tabii tutuldu. (Şekil 3.9.a, Şekil 3.9 b)



Şekil 3. 9 (a) Pres Makinesi, (b) Presleme Sonrası Malzeme

Preslenmiş olan (Şekil 3.9.b) malzemeyi yanma işleminde içinde oluşan karbonu yok etmek için sinterleme adı verdiğimiz ısıtma işlemine tabii tuttuk. Bu işlem 1200 C° sıcaklıktaki fırında 3 saat ve 1600 C° sıcaklıktaki fırında 5 saat ısıtılarak yapıldı. Sinterleme işlemi sonrasında malzememiz şekildeki görüntüyü alarak deney yapmaya hazır hale gelmiş oldu. (Şekil 3.10)

Numunenin Yığınsal Yoğunluğunun Hesaplanması: Fırından çıkan numunenin hassas terazide (Şekil 3.11) ağırlığını ölçtük. Ölçüğümüz bu ağırlığa numunenin kuru ağırlığı denir.

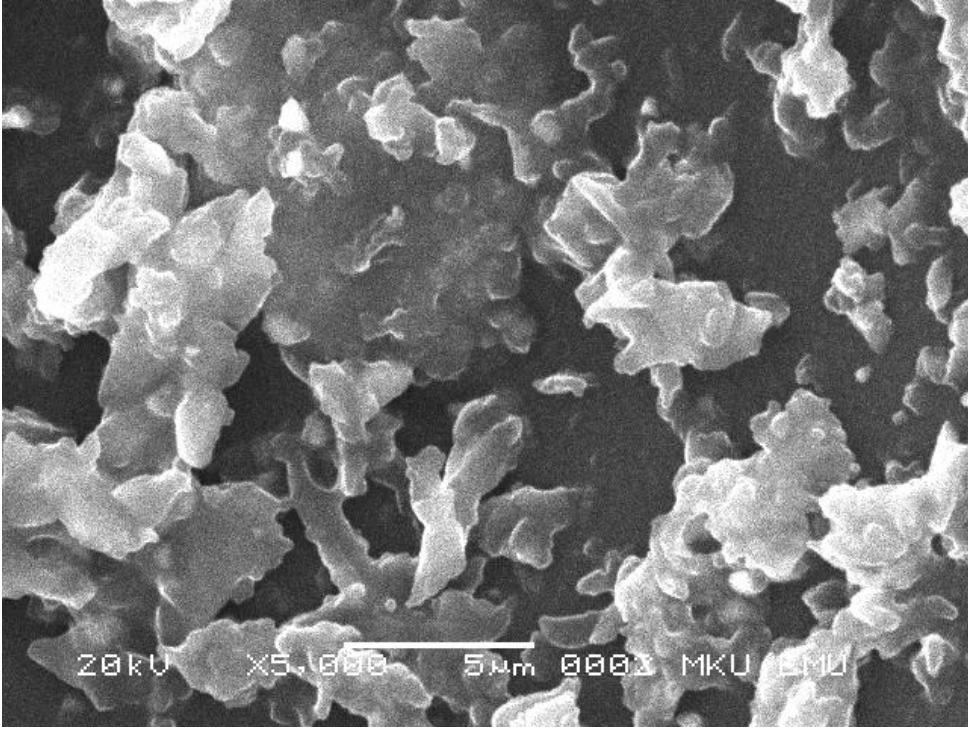


Numunenlerin üretilmesi aşamasındaki tüm işlemler, Dumlupınar Üniversitesi Mühendislik Fakültesi, seramik mühendisliği bölüm laboratuvarlarında yapıldı. Yapılan çalışma sonucunda, Zirkonya'ya % 5, % 15, ve %50 Al_2O_3 oranında katkı yapılarak A5Z, A15Z, A50Z numuneleri elde edildi. Elde edilen numunelerin kodları, katkı oranları ve yoğunlukları Tablo 3.3'te verilmektedir.

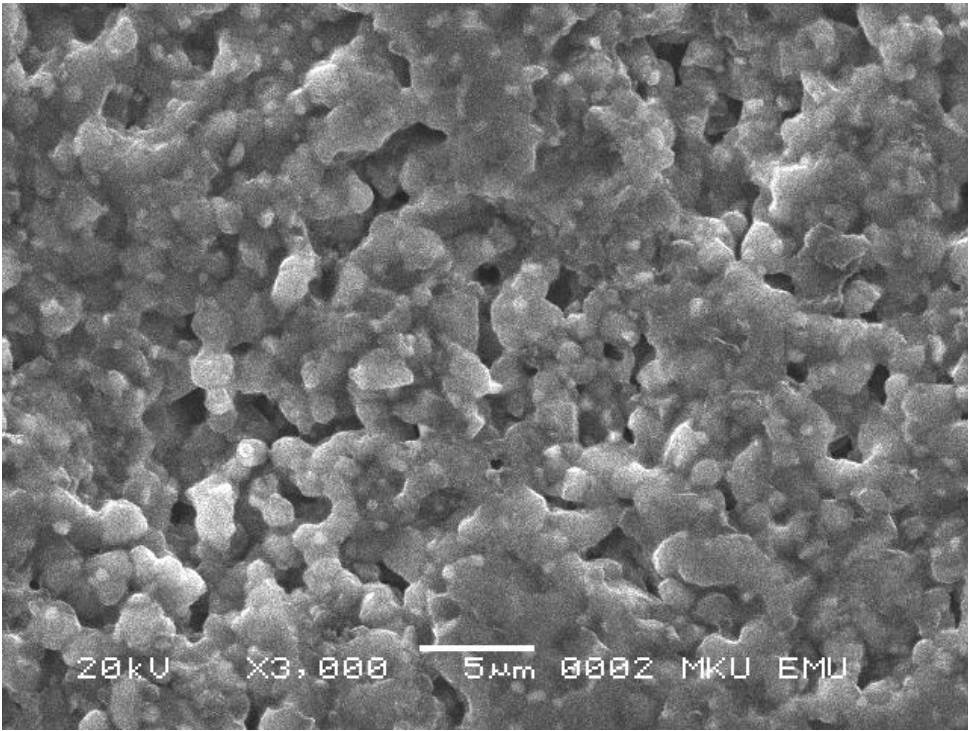
Çizelge 3. 3 Üretilen numunelerin hacimce değerleri.

Numune Kodu	ZrO ₂ (%)	Al ₂ O ₃ (%)	d (g/cm ³)
A5Z	95	5	3.96
A15Z	85	15	3.99
A50Z	50	50	4.86

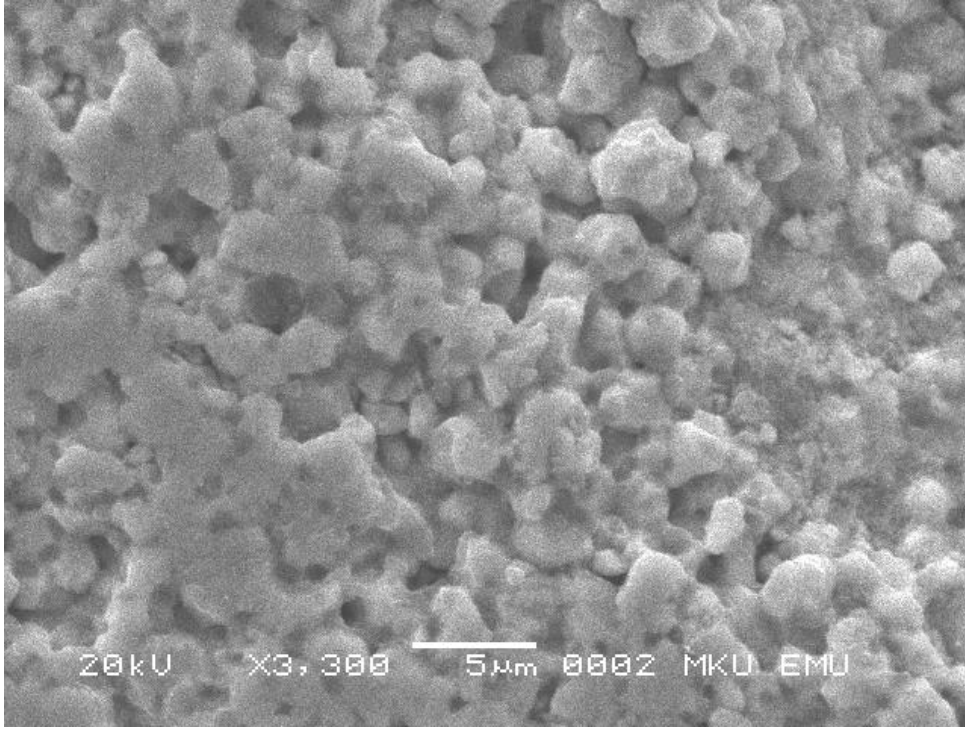
Üretilen numuneleri SEM görüntüleri Şekil 3.12 Şekil 3.13 ve Şekil 3.14'de verilmektedir.



Şekil 3. 12 A5Z numunesine ait SEM görüntüsü

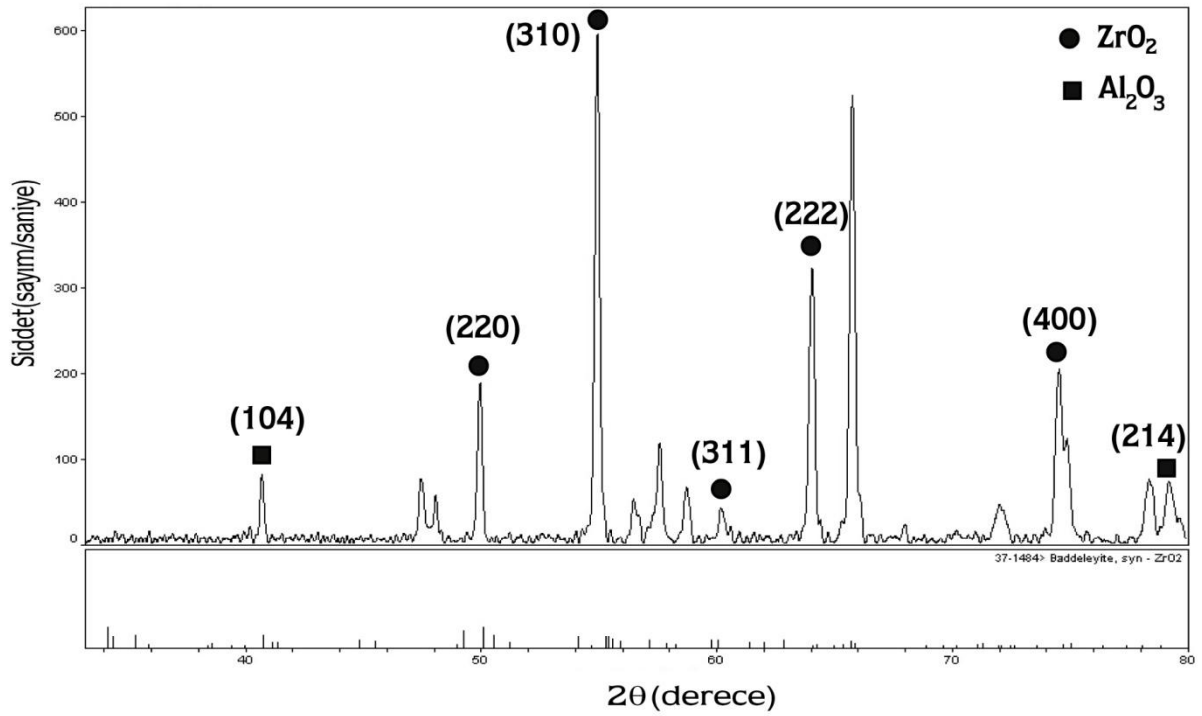


Şekil 3. 13 A15Z numunesine ait SEM görüntüsü

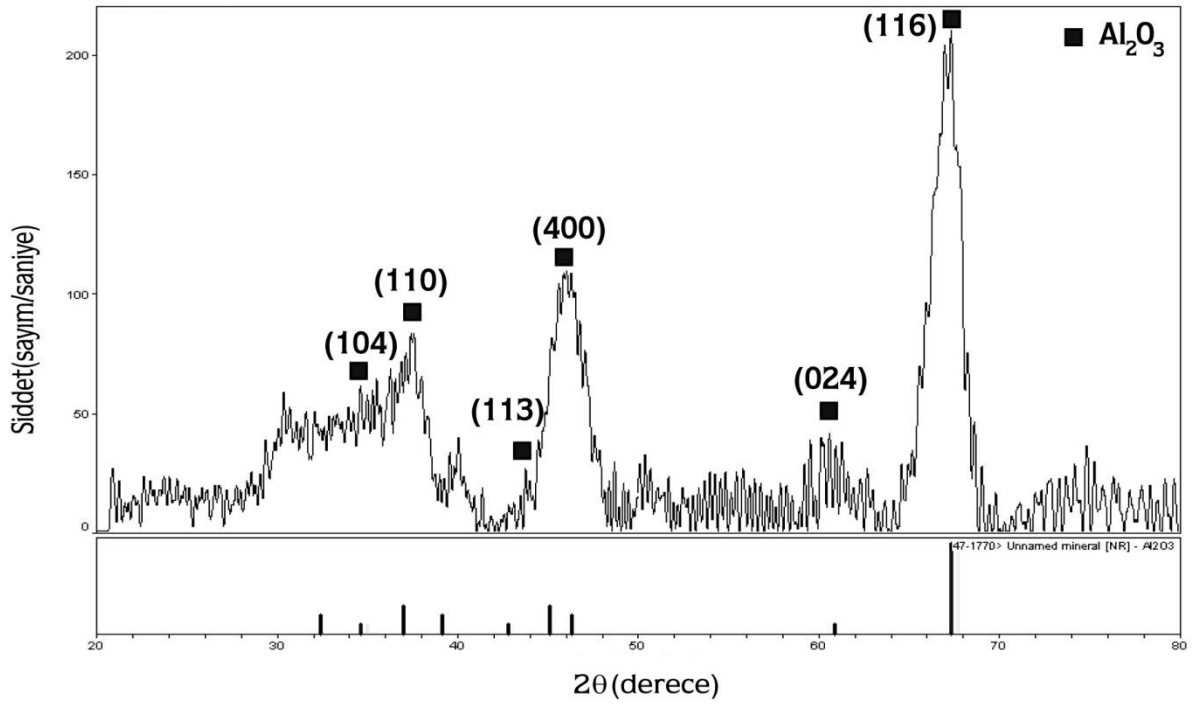


Şekil 3. 14 A50 numunesine ait SEM görüntüsü

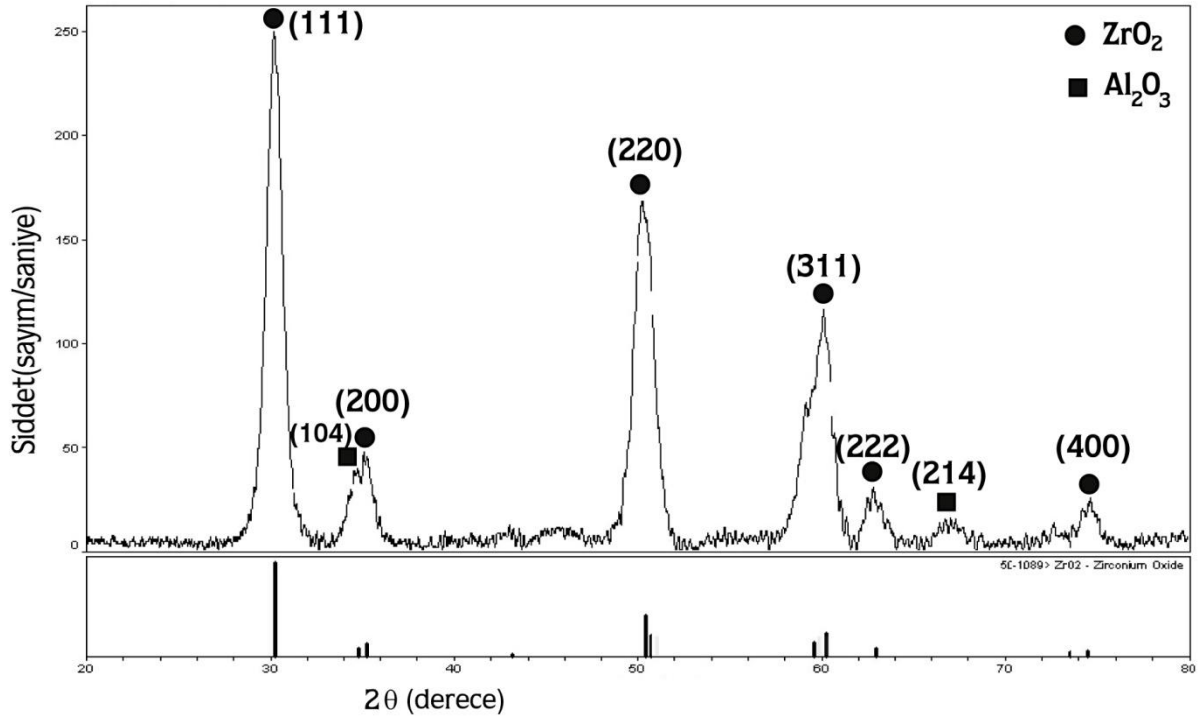
Elde edilen numunelerin XRD grafikleri Şekil 3.15, Şekil 3.16, Şekil 3.17'de verilmektedir.



Şekil 3. 15 A5Z numunesine ait XRD grafiği



Şekil 3. 16 A15Z numunesine ait XRD grafiği



Şekil 3. 17 A50Z numunesine ait XRD grafiği

3.2.2 Malzemenin Hazırlanması ve Parlatılması

Numuneler çentme işleminden önce sırasıyla, kalıplama ve parlatma işlemlerine tabi tutuldu. Çentme işlemine tabi tutulacak numuneler öncelikle bakalite alındı. Bunun için Şekil 3.18’de görülen teflon kalıplar kullanıldı. 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.

Bakalite alınarak kalıplanan numunelerin her iki yüzeyinin paralelliğinin sağlanması için hassas kesme (Şekil 3.19) cihazı ile kalıpların alt kısımları mikron seviyesinde kesildi.



Şekil 3. 18 Soğuk bakalite almada kullanılan numune kalıplama kabları.



Şekil 3. 19 Hassas numune kesme cihazı.

Kalıplama sonrası numunenin, çentme işlemine tabi tutulması için yüzeyin ayna (mirror like) yüzey elde edilmesi gereklidir. Çentik testlerinin yapılacağı yüzey ve zemin paralel duruma getirilmiş ve yüzeydeki gerek kirlilikler gerekse oksit tabakasının atılabilmesi için mekanik parlatma aşamasına geçildi. Otomatik yük uygulama ünitesine sahip hassas parlatma cihazında (Şekil 3.20) manyetik zımparalar kullanılarak numune yüzeyi mikron seviyesinde alındı.

Numunelerin parlatılması için uluslar arası standartları içeren parlatma aşamaları kullanıldı. Her bir kademedeki numune yüzeyinde oluşan deformasyon ve çizgiğilerin minimum olması için, bir öncekinde kullanılan aşındırıcıdan daha ince aşındırıcılar kullanıldı.



Şekil 3. 20 Otomatik yük kontrollü numune parlatma cihazı.

Her bir aşamada numune yüzeyi metal mikroskop ile incelenerek bir sonraki aşamaya geçildi. Eğer parlatma işleminin sağlıklı gerçekleşmediği gözlenmiş ise bu aşama tekrar edildi. Parlatma işlemi Struers Labopol marka cihazında sırasıyla 1000, 1200, 2400, 4000 gridlik zımpara kâğıtları kullanılarak yapıldı. Bu işlemler esnasında, numunenin deformasyonunu önlemek için zımpara kâğıtlarına otomatik olarak sürekli su tatbik edildi. Bu aşamadan sonra, nihai parlatma sırasıyla, 15 μ m, 9 μ m, 6 μ m, 3 μ m, 1 μ m lik elmas sıvılar kullanılarak farklı çuhalar ile numune yüzeyi kontrollü olarak aşındırıldı. En son (final polishing) Kolloidal silika ile (0.25 μ m) numune yüzeyi ayna yüzey haline getirildi.

Bütün parlatma kademelerinde Şekil 3.20'deki yük kontrollü numune parlatma cihazının çarkın devir hızı 300 devir/dk olarak ayarlandı. Her kademededen sonra, numune yüzeyinde kalan parçacıkların bir sonraki kademedeki çizici etkisini engellemek için, numuneler saf su ile yıkandı. Aynı zamanda numune yüzeyindeki tek yönlü aşınmayı önlemek için belirli aralıklarla malzemenin çark üzerindeki tutulma yönü kontrollü olarak 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.

Malzemelerin mekanik karakterizasyonu için numunelerin ön hazırlık aşamalarının tamamı numunenin kalıplanması, kesilmesi, parlatılması için kullanılan, hassas kesme cihazı ve otomatik yük kontrollü parlatma cihazı, Mustafa Kemal Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik laboratuvarları mikro/nano mekanik karakterizasyon laboratuvarında bulunmaktadır.

3.2.3 Malzemelerin Knoop Sertliklerinin İncelenmesi

Bu çalışmadaki statik (geleneksel) sertlik deneyleri Future-Tech FM 700 marka mikrosertlik cihazında Knoop uçu kullanılarak yapıldı. Her bir yük için 15 s lik bekleme zamanı cihazdan otomatik olarak ayarlandı. Elde edilen izlerin fotoğrafları Nikon MA 100 ters metal mikroskobu ile çekildi. Çentik boyutlarının ölçümü, Clemex görüntü analiz sistemi ile yapıldı.



a)



b)

Şekil 3. 21 Statik sertlik deneylerinde kullanılan a) Future-Tech FM 700 mikrosertlik cihazı b) Nikon MA 100 ters metal mikroskobu.

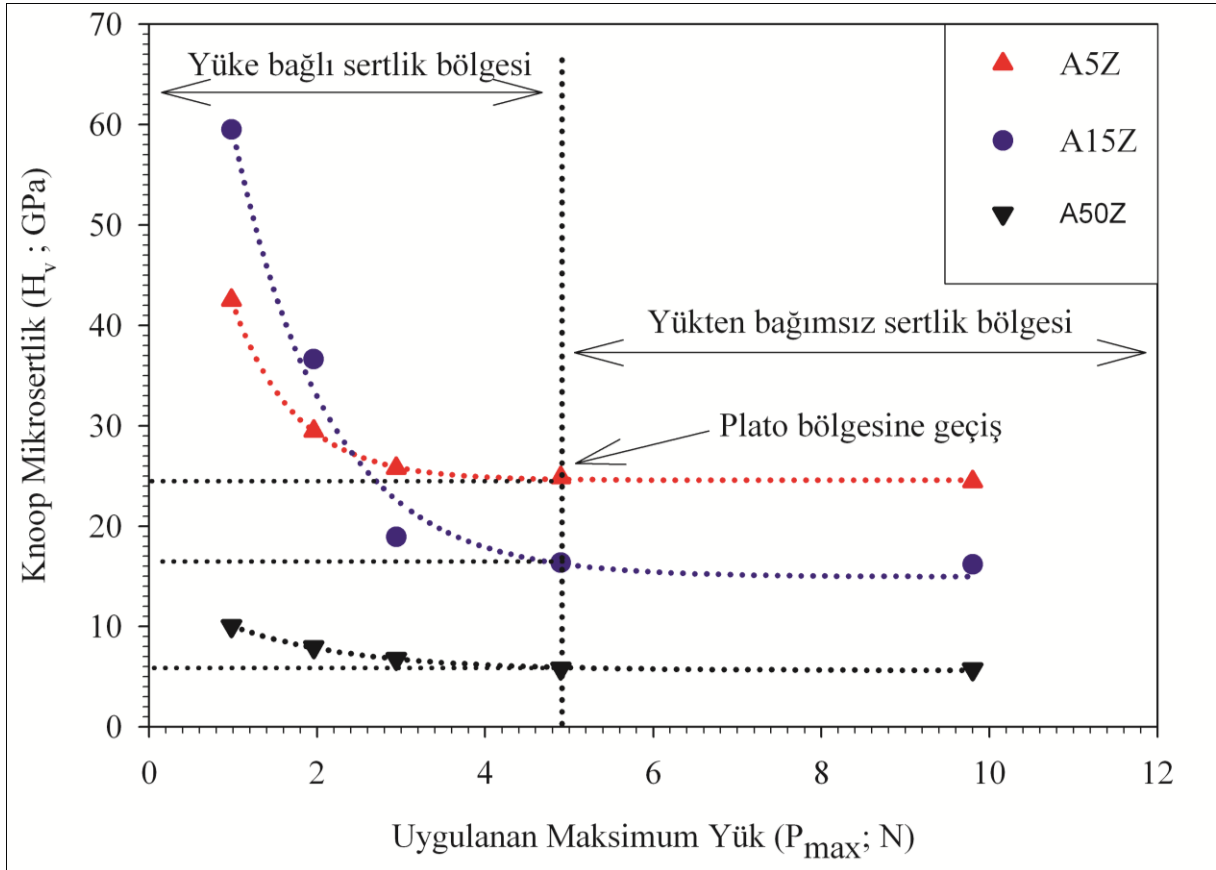
Numunelerin sertlik deneylerinin yapıldığı, Future-Tech FM 700 mikrosertlik cihazı ve izlerin görüntülerinin alındığı Nikon MA 100 ters metal mikroskobu Mustafa Kemal Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik laboratuvarları mikro/nano mekanik karakterizasyon laboratuvarında bulunmaktadır. Bu çalışmada üretilen numunelerin yüzey görüntülerinde kullanılan SEM fotoğrafları Mustafa Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Araştırma Merkezinde bulunan Jeol marka JSM-5500LV taramalı elektron mikroskobu kullanılarak alınmıştır.

4. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

ZrO₂ ve Al₂O₃ farklı hacimlerde birleşimi ile oluşan ZrO₂Al₂O₃ numunesinin Knoop mikro sertliklerinin uygulanan yüke bağlı değişimleri ile ilgili analizler aşağıda verilmiştir.

4.1 Knoop Sertlik Analizi

A5Z, A15Z ve A50 numunelerinin Knoop uç kullanılarak elde edilen mikro sertlik değerlerinin yüke bağlı değişimi Şekil 4.1’de verilmektedir. Şekil 4.1 incelendiğinde her üç numune için mikro sertliğin uygulanan test yükü ile azaldığı, 4.9 N’dan sonraki büyük yük bölgesinde (H_{LI}; yükten bağımsız bölge) hemen hemen doyuma ulaştığı ve küçük yük bölgesinde (H_{LD}; yüke bağlı bölge) yönelime bağlı olarak değiştiği görülmektedir. Mikro sertliğin uygulanan yüke göre bu şekildeki değişimi ISE (Sargent, 1986; Sangwal, 1989; Feltham ve Banerjee, 1992; Li ve Bradt, 1996; Sangwal, 2000; Şahin 2006; Şahin ve ark. 2007; 2008) davranışı olarak bilinmektedir.

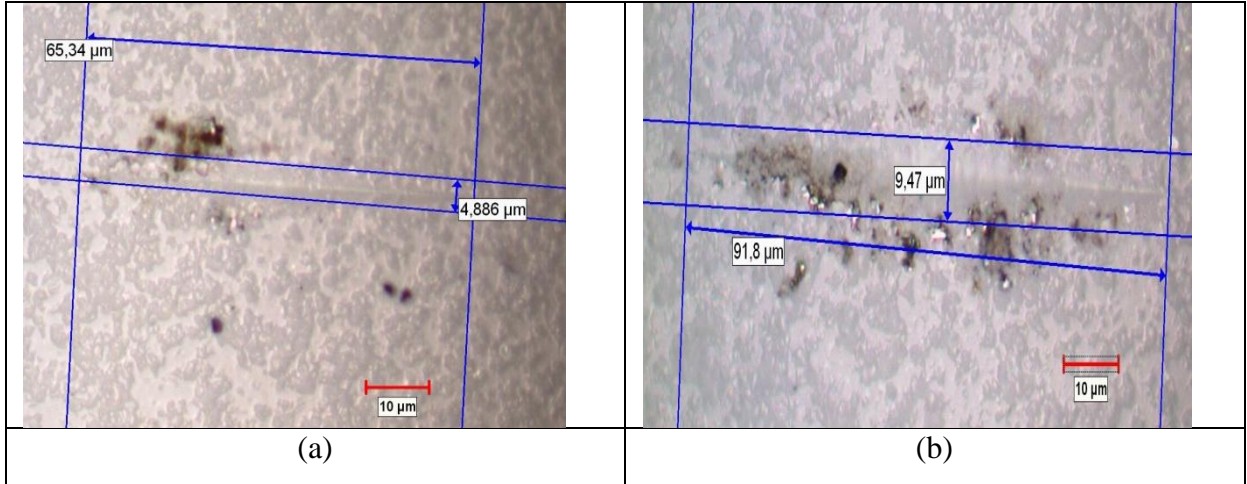


Şekil 4. 1 A5Z, A15Z ve A50Z numunelerine ait mikrosertliğinin uygulanan maksimum yük ile değişimi.

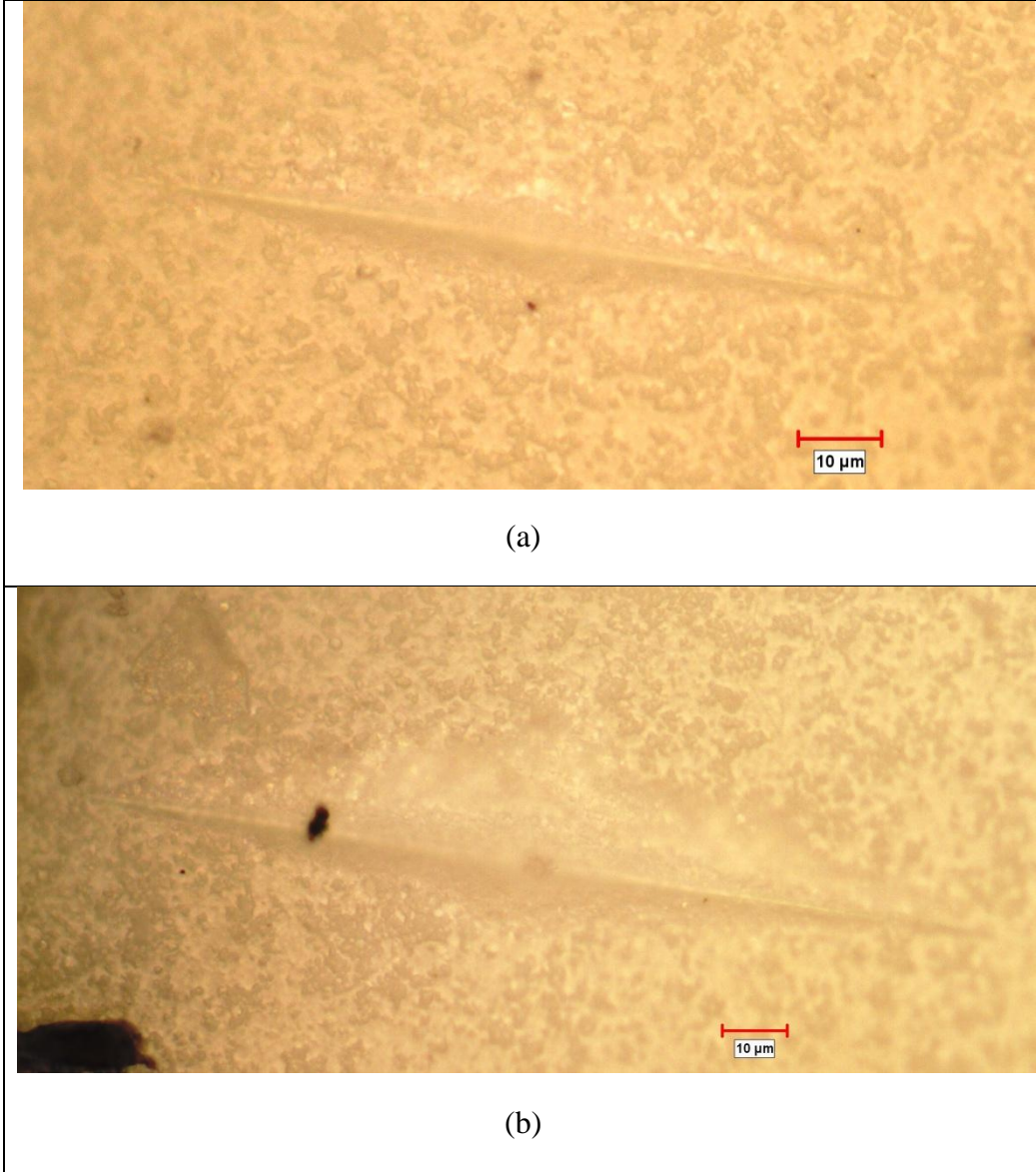
4.9 N ve 9.8 N'luk yük değerlerinde elde edilen izleri A5Z numunesi için Şekil 4.2 A15Z numunesi için Şekil 4.3 ve A50Z numunesi için Şekil 4.4 de verilmektedir.



Şekil 4. 2 A5Z numunesinin a) 4.9 N b) 9.8 N yükteki izleri.



Şekil 4. 3 A15Z numunesinin a) 4.9 N b) 9.8 N yükteki izleri.



Şekil 4. 4 A50Z numunesinin a) 4.9 N b) 9.8 N yükteki izleri.

Şekillerden her bir numune için Knoop çentici ile elde edilen izler açıkça görülmekte ve izlerin büyüklüğündeki değişim ile Şekil 4.1’de verilen sertlik değişimleri uyum içerisinde. İzlerin büyüklüğünün artması ile sertlik değerleri azalmaktadır.

Diğer taraftan, her iki bölgedeki (H_{LI} ve H_{LD}) sertlik davranışı, çentik atılan yüzeyin doğası göz önüne alınarak açıklanabilir. Küçük yük bölgesinde çentici, kristallerin 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, Sahin, 2005).Yükün artması ile birlikte sertlik değerlerinin hemen hemen artmaması, plato bölgesine ulaşması (Şekil 4.1) incelenen her üç numune için açıkça gözlenmiştir.

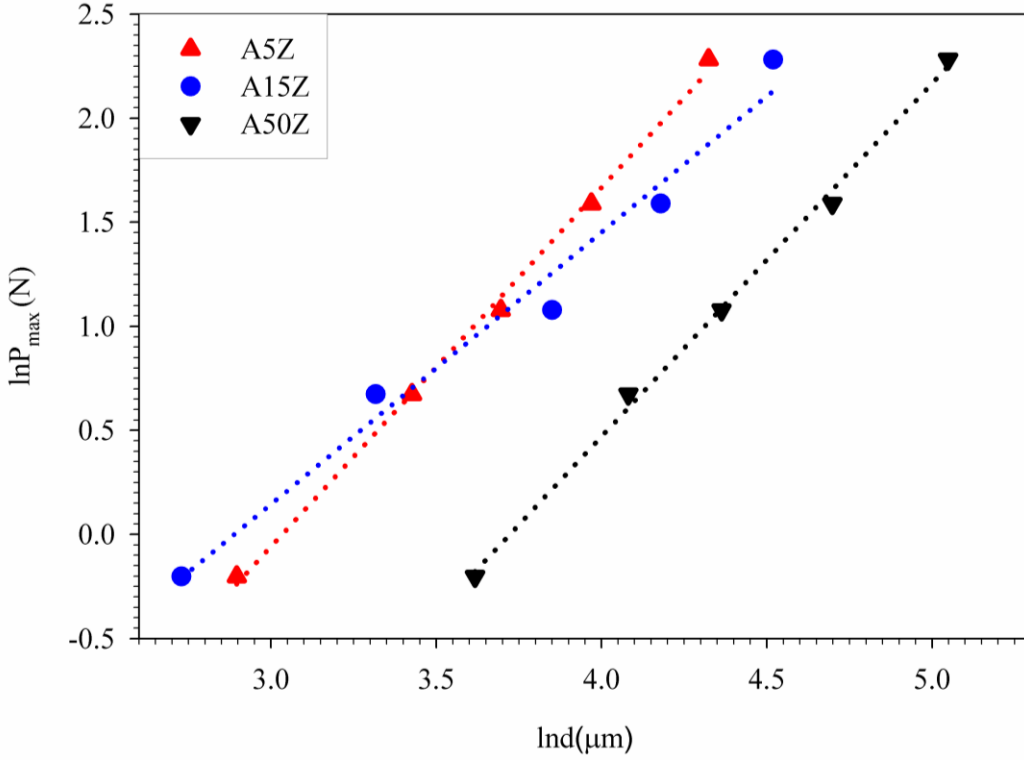
Farklı tür malzemelerde gözlenen ISE davranışını açıklamak için, uygulanan test yükü ve çentik boyutu arasındaki ilişki, literatürde farklı modeller kullanılarak açıklanmaya çalışılmıştır. Bu modellerden geleneksel Meyer kanunu, uygulanan test yükü ve oluşan çentik boyutu arasındaki ilişki, aşağıdaki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

$$P=Ad^n \quad (4.1)$$

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.

Çizelge 4. 1 A5Z, A15Z ve A50Z numunelerinin Denklem (4.1)'e göre hesaplanan n ve A değerleri (r^2 ; n ve A parametrelerine fit edilen eğrinin uyumunu göstermektedir).

Numune Kodu	ln A	A	n	r^2
A5Z	-5,237	1,726	0,545	0,997
A15Z	-3,307	1,307	0,267	0,997
A50Z	-6,314	1,696	0,528	0,999



Şekil 4. 5 A5Z, A15Z ve A50Z numunelerinin $\ln P_{\max}$ - $\ln d$ değişimi.

Denklemdaki A ve 'n' değerleri $\ln P$ - $\ln d$ grafiğinden elde edilmektedir (Şekil 4. 5). Bu grafikten elde edilen n ve A değerleri Tablo 4.1 de verilmektedir. Şekil 4.1'de gözlenen ISE davranışı için 'n' değerlerinin ikiden küçük çıkması, literatürde verilen sonuçlar ile uyumludur (Şahin ve ark., 2005; Demirkol 2010). 'n' değeri, Upit ve Varchenya (1973) tarafından, dislokasyon ilmeklerinin birbiri ve kristal yüzeyi ile etkileşiminin göstergesi olarak önerilmesine rağmen, 'n' ve A parametrelerinin fiziksel anlamı halen tam olarak anlaşılamamıştır (Gong ve ark., 2000).

Test yükü ve çentik boyutu arasındaki ilişkiyi tanımlayan Meyer kanunu, sadece küçük test yüklerinde uygun sonuçlar vermektedir. Şekil 4.1'den görüldüğü gibi, tüm numunelerin sertlik değerleri, büyük test yüklerinde doyuma ulaşmaktadır. ISE davranışı için büyük yüklerde gözlenen bu sapma, Meyer kanunu ile açıklanamamaktadır (Gong ve ark., 1999). Bu davranışı meydana getiren sebeplerin anlaşılmasında daha fazla bilgiye ihtiyaç duyulmaktadır.

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).

$$P=a_1d+a_2d^2= a_1d+\left(\frac{P_c}{d_0^2}\right) d^2 \quad (4.2)$$

(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 değerin üstünde yükten bağımsızdır. a_1d teriminin; numunenin yüzey enerjisine, (Li ve ark., 1993) orantılı numune direncine, Atkinson (1991), Ma ve Clarke (1995), çentici köşelerinin yerel olarak kaymasına (plastik menteşe gibi davranması), (Gong ve ark.,1999) deforme olmuş yüzey tabakasına (katmanı), bağlı olduğunu ifade etmişlerdir. Ayrıca (Li ve ark., 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.

Denklem (4.2)'ye göre (P_{maks}/d)- d grafiği teorik olarak düz bir çizgidir (Şekil 4.6). 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 ve ark., 2000).

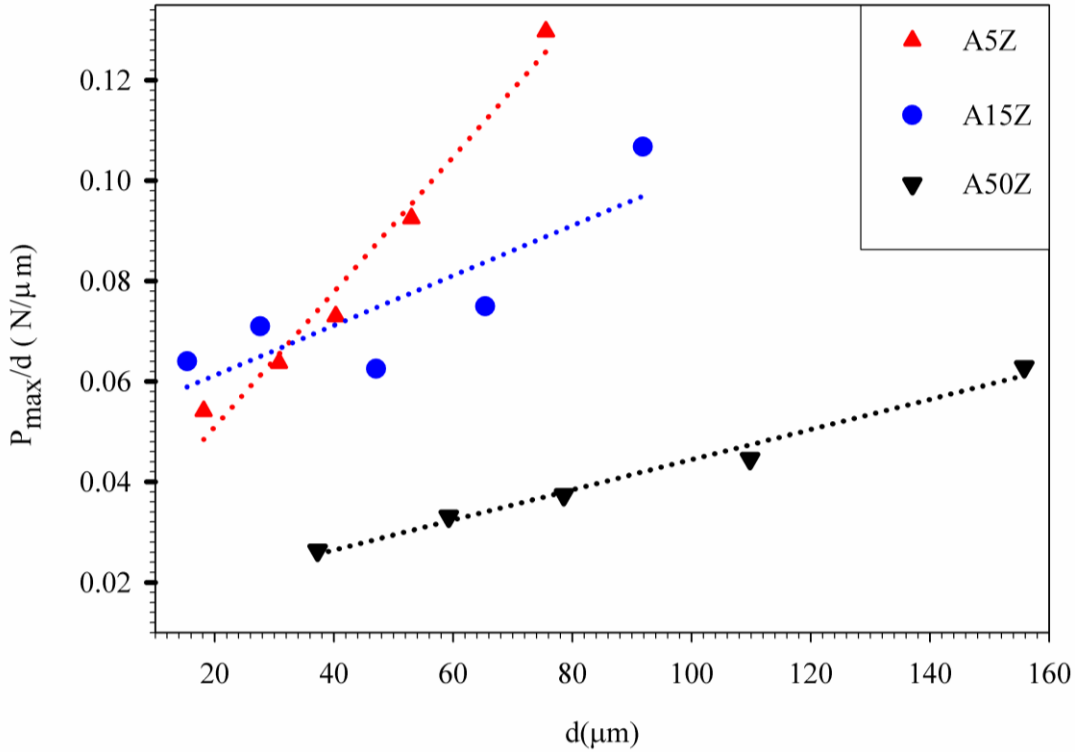
$$H_{PSR}=\alpha \frac{P_{etkin}}{d^2} = \alpha \left(\frac{P_{maks} - a_1d}{d^2} \right) = \alpha a_2 \quad (4.3)$$

α , çentici geometrisine bağlı sabit olup, Knoop çentici için 14.229'dur. A5Z, A15Z, A50Z numunelerinin a_1 , a_2 ve yükten bağımsız sertlik (H_{PSR}) değeri Çizelge 4. 2'de verilmektedir. Tabloda verilen yükten bağımsız sertlik değerleri Şekil 4. 1'de elde edilen plato bölgesi sertlik değerlerinden büyüktür. Diğer taraftan A5Z ve A15Z numunelerinden elde edilen değerlere yapılan fitlerin uyum katsayıları da oldukça düşüktür. Bu sebeple A5Z, A15Z, A50Z numuneleri için yükten bağımsız sertlik değerlerini hesaplamak için orantılı numune direnci (PSR) modeli kullanılamaz.

Çizelge 4. 2 A5Z, A15Z ve A50Z numunelerinin Denklem (4.3)'e göre hesaplanan sertlik parametreleri.

Numune Kodu	a_1 (mN/ μm) ²	a_2 (mN/ μm) ²	H_{PSR} (GPa)	H_{LI} Plato değeri (GPa)	r^2
A5Z	2.408×10^{-2}	1.345×10^{-3}	19.138	24.849	0.975
A15Z	5.128×10^{-2}	4.973×10^{-4}	7.076	16.331	0.704
A50Z	1.44×10^{-2}	3.003×10^{-4}	4.272	5.783	0.984

Kobalt temelli alaşımlarda Sangwal ve arkadaşları (2003), (P_{maks}/d)- d grafiğinden iki farklı eğim elde etmişlerdir. Benzer bir durum (Tate, 1945), tarafından seramik malzemelerde elde edilmiştir. $P(d)$ grafiklerinde görülen bu süreksizlikler, tek kristallerde kusur yapısı, polikristallerde ise tane büyüklükleri ile ilişkilendirilmiştir. Ayrıca (Sangwal ve ark., 2003) tarafından bu süreksizlikler, çentik zorlarının gevşeme süreci ile açıklanmıştır.



Şekil 4. 6 A5Z, A15Z ve A50Z numunelerinin (P_{maks}/d)- d değişimi.

(Hays ve ark.,1973) tarafından farklı tür malzemeler 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 ark., 1968) tarafından farklı malzemelerde çentisinin 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 ve ark.,1973) tarafından, deneysel olarak ölçülen izin büyüklüğünün, uygulanan test yükü P_{maks} yerine etkin yük $P_{etkin}=P_{maks}-W= C_1d^2$ ile orantılı verilmiştir. Bu denkleme göre $P_{maks}-d^2$ grafiği düz bir çizgi verecektir. A5Z, A15Z, A50Z numuneleri için çizilen bu grafik Şekil 4.7’de verilmektedir.

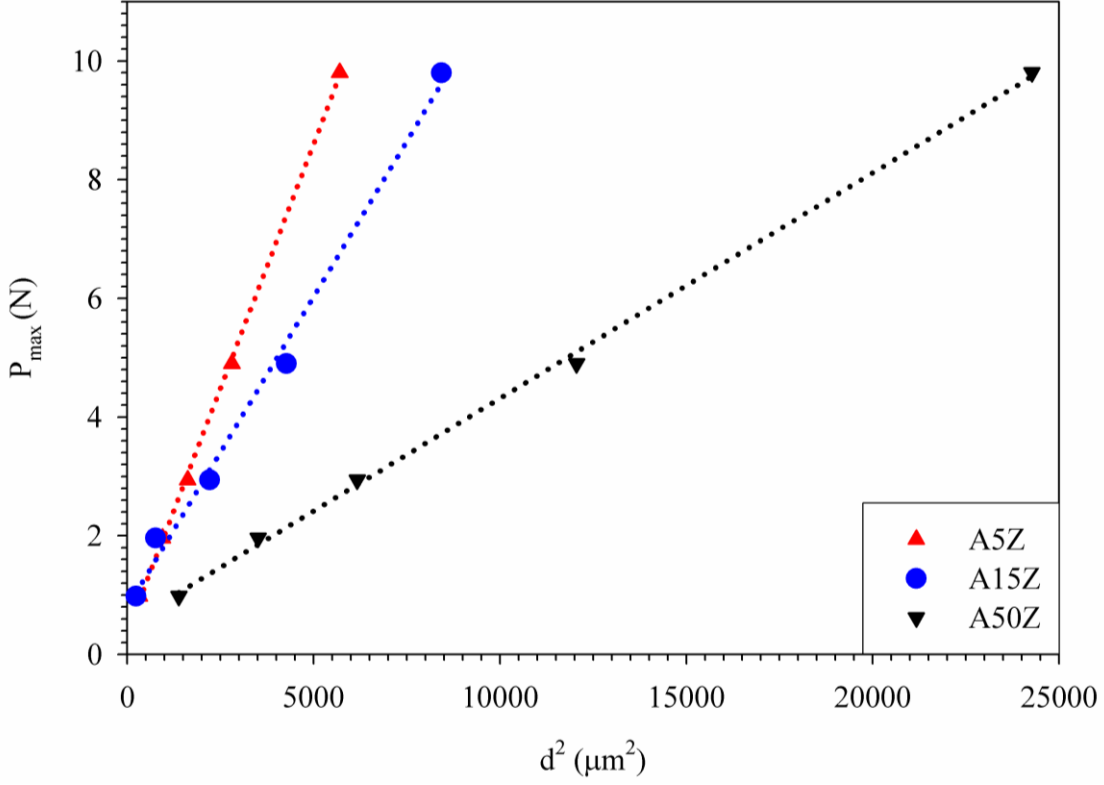
Knoop çentici ile yapılan mikrosertlik testlerinde H_{HK} , toplam test yükü yerine etkin yük (P_{etkin}), kullanılarak aşağıdaki denklem yardımı ile bulunabilir (Gong ve ark., 2000).

$$H_{HK} = \alpha \frac{P_{etkin}}{d^2} = \alpha \left(\frac{P_{maks} - W}{d^2} \right) = \alpha C_1 \quad (4.4)$$

Şekil 4.7’den elde edilen grafiklerden r^2 , W , C_1 , ve yükten bağımsız sertlik değeri H_{HK} değerleri Çizelge 4.3’de verilmektedir. Elde edilen H_{HK} değeri Şekil 1’deki plato bölgesinden oldukça yüksektir. Bu sebeple A5Z, A15Z, A50Z numuneleri için yükten bağımsız sertlik değeri hesaplamada Hays-Kendall modeli uygun değildir.

Çizelge 4. 3 A5Z, A15Z ve A50Z numunelerinin Denklem (4.4)’e göre hesaplanan sertlik parametreleri.

Numune Kodu	W (mN)	C_1 (mN/ μm) ²	H_{HK} (GPa)	H_{LI} Plato değeri (GPa)	r^2
A5Z	3.632×10^{-1}	1.645×10^{-3}	23.406	24.849	0.999
A15Z	7.848×10^{-1}	1.047×10^{-3}	14.897	16.331	0.993
A50Z	5.142×10^{-1}	3.799×10^{-3}	5.405	5.783	0.998



Şekil 4. 7 A5Z, A15Z ve A50Z numunelerinin uygulanan test yükünün çentik boyutuna bağlı değişimi.

A5Z, A15Z ve A50Z numunelerinin Knoop çentici ile yapılan mikrosertlik testlerinde H_{HK} , toplam test yükü yerine etkin yük (P_{etkin}), kullanılarak Denklem (4.4) ($H_{HK} = \alpha \frac{P_{etkin}}{d^2} = \alpha \left(\frac{P_{maks} - W}{d^2} \right) = \alpha C_1$) yardımı ile bulunabilir (Gong ve ark., 2000). Hays-Kendall tarafından Denklemdeki (W) minimum yükünden daha küçük yüklerde deformasyon olmayacağı ifade edilmektedir. Bu modele göre P_{maks} - d^2 grafiği linner bir çizgi verecektir (Şekil 4. 7). Şekil 4. 7 kullanılarak elde edilen fit parametreleri ve Denklem (4. 4) kullanılarak elde edilen yükten bağımsız sertlik değerleri Çizelge 4. 4'de verilmektedir. Tablodan görüldüğü gibi Hays-Kendall modeli kullanılarak elde edilen yükten bağımsız sertlik değerleri, plato değerlerine oldukça yakın çıkmaktadır. Elde edilen yükten bağımsız sertlik değerlerinin kıyaslamasının yapılabilmesi için en az bir model ile hesaplama yapılması uygun olabilir.

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 ve ark., 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 da yaptığı gibi, çentik testlerinden önce mekanik parlatma işlemine tabi tutulmuşlardır. Mekanik parlatma süreçlerinde, malzeme sıkıştırma veya çekme gibi artık zorlara maruz kalabilmektedir (Samuel ve ark., 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 ve ark., 1999), PSR modelinin düzeltilmiş formu MPSR modeli önerilmiştir.

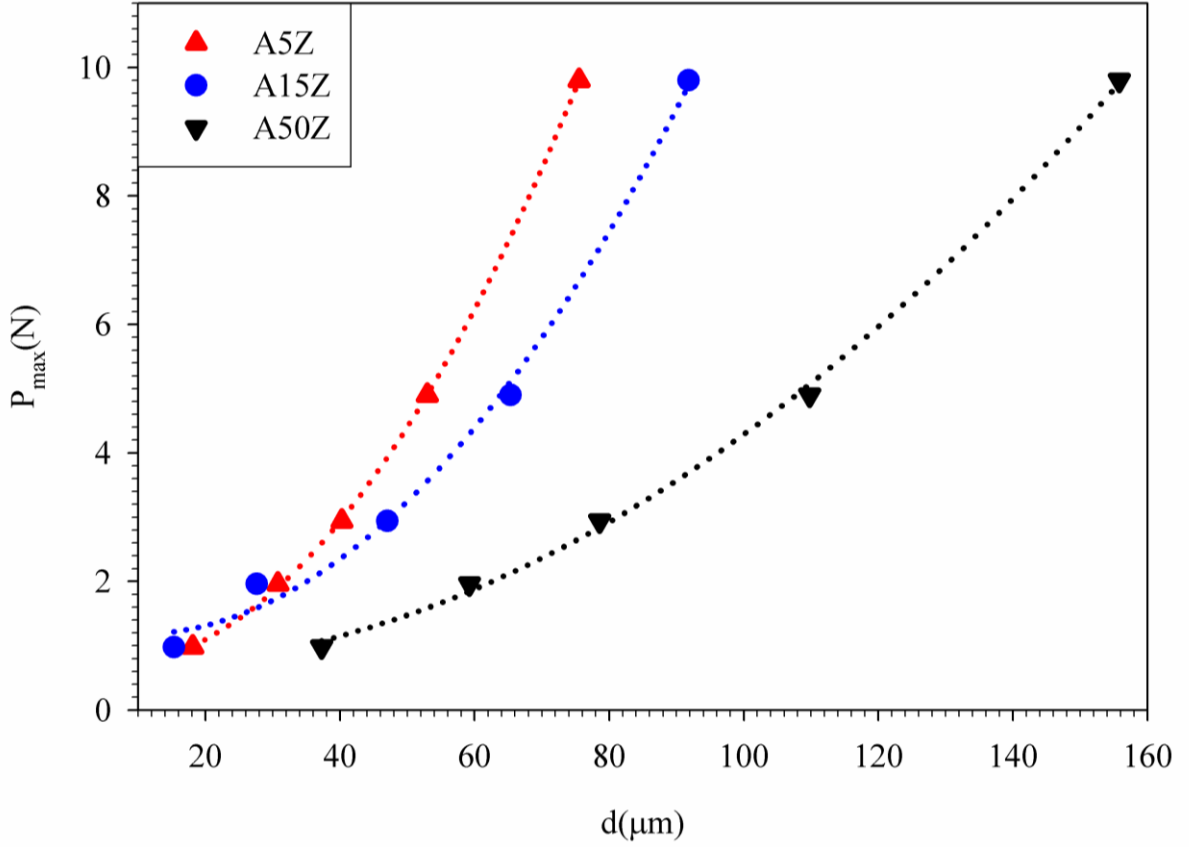
$$P_{maks} = a_0 + a_1d + a_2d^2 \quad (4.5)$$

Denklem (4.5)'de verilen a_0 , parametresi mekaniksel işlemlerin sebep olduğu artık yüzey zorları ile ilgili sabittir. a_1 ve a_2 parametreleri Denklem (4.2)'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 verilmektedir.

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

$$H_{MPSR} = \alpha \frac{P_{etkin}}{d^2} = \alpha \left(\frac{P_{maks} - a_0 - a_1d}{d^2} \right) = \alpha a_2 \quad (4.6)$$

a_0 , a_1 , a_2 ve parametreleri H_{MPSR} değerleri Çizelge 4. 4'de verilmektedir. Çizelgeden de görüleceği gibi, elde edilen H_{MPSR} değerleri Şekil 4.1'de elde edilen plato değerlerine, Hays-Kendall modelinde olduğu gibi yakındır.



Şekil 4. 8 A5Z, A15Z ve A50Z numunelerin uygulanan maksimum yükünün çentik büyüklüğüne bağlı değişimi.

Fakat MPSR modeli ile elde edilen yükten bağımsız sertlik değerlerinde A5Z ve A15Z numunelerine karşılık gelen H_{MPSR} değerleri plato değerinin üzerindedir. Ayrıca MPSR modelinde elde edilen a_0 değeri Hays-Kendall modeli kullanılarak elde edilen W ile aynı fiziksel anlamı taşımaktadır. Hays-Kendall modelinden elde edilen W değerleri pozitif olmasına rağmen (Çizelge 4. 4), MPSR modelinden elde edilen a_0 değeri negatiftir (Çizelge 4. 4). Elde edilen negatif değerlerin hiçbir fiziksel anlamı yoktur. Bu nedenle Knoop çentici kullanılarak elde edilen A5Z, A15Z ve A50Z numunelerin yükten bağımsız sertlik değerini hesaplamada kullanılacak en uygun model Hays-Kendall modelidir.

Çizelge 4. 4 A5Z, A15Z ve A50Z numunelerinin Denklem (4. 7)'e göre hesaplanan sertlik parametreleri.

Numune Kodu	a_0 (N)	a_1 (N/ μm)	a_2 (mN/ μm) ²	H_{MPSR} (GPa)	H_{LI} Plato değeri (GPa)	r^2
A5Z	7.188×10^{-1}	-1.749×10^{-2}	1.823×10^{-3}	25.939	24.849	0.999
A15Z	1.281	-2.368×10^{-2}	1.259×10^{-3}	17.914	16.331	0.994
A50Z	6.337×10^{-1}	-2.903×10^{-3}	3.940×10^{-4}	5.606	5.783	0.998

Kristalografide mikron ve altı parçacık veya kristalitlerin boyutlarının hesabında Denklem (4.7) ile verilen Scherer formülünden faydalanılır (Suresh ve ark., 2009 Dikmen ve ark., 2010)

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (4.7)$$

Denklemden; D tane boyutu, K Scherer sabiti (0.89), λ kullanılan X-ışınının dalga boyu, β pikin yarı maksimum genişliğinin (FWHM) radyan cinsinden değeri ve θ ise değerlendirilen pikin Bragg yansıma açısıdır. Denklem (4.7) kullanılarak elde edilen A5Z numunesinin tane büyüklüğü 165 nm, A15Z numunesinin tane büyüklüğü 187 nm, ve A50 numunelerinin tane büyüklüğü ise 258 nm dir. Hesaplanan tane büyüklükleri ile bulunan sertlik değerleri uyuşmakta olup tane büyüklüğü arttıkça sertliğin azaldığı Knoop sertlik (Şekil 4.1) deneylerinde gözlenmektedir.

Hall-Petch bağıntısına göre sertlik kristal boyutunun karekökü ile ters orantılıdır. Üretilen numunelerin tane boyutunun büyüklüğünün artması ile sertlik değeri azalmıştır. En küçük tane boyutu A5Z numunesinde olup en büyük sertliğe sahip iken en büyük tane boyutlu A50 numunesi en küçük sertlik değerine sahiptir. Bu durumda, tane boyutunun küçülmesi neticesinde tane sınırları yoğunluğunun artmakta ve bu tane sınırlarının da dislokasyon hareketleri engellemekte ve sertlik değeri artmaktadır.

Tane sınırlarının yapısının deneysel kanıtları deneysel olarak X ışınları kırınımı (XRD),

yüksek çözünürlükteki elektron mikroskobu (HRTEM), genişletilmiş X ışını soğurması (EXAFS), pozitron yok etme (PA), atomik yayılım ile belirlenebilir. (Hans-Eckhardt Schaefer, 2010). Büyük taneli metallerin düşük sıcaklıklardaki plastik deformasyonu bir Frank-Read kaynağında çoğalması ve bunların kristaldeki belirlenmiş kayma düzlemleri boyunca kaymasını içerir. Polikristal bir malzemede bu kaynağın büyüklüğü “L” tane büyüklüğü ile sınırlıdır. Çünkü zor $\sigma = \frac{Gb}{L}$ L'nin azalması ile birlikte hızlı bir şekilde artar ve bu deformasyon mekanizması sadece tipik olarak 1 μm 'nin altındaki tane büyüklüklerinde meydana gelebilir. Küçük tane büyüklüğündeki nanokristal metaller için; plastik deformasyon hareketi dislokasyonların tane sınırları veya tane birleşim yerlerinde bir araya gelmektedir. Tane büyüklüğü 100 nm'nin altına düştüğü zaman deformasyon mekanizması köklü bir şekilde değişmektedir.(Demirkol, 2010)

Düzenli bir kristal içerisindeki herhangi bir kusur veya tane sınırı dislokasyonlar için bir engel teşkil eder ve plastik deformasyonun daha zor olmasına neden olur. Bu durum dislokasyonun üstesinden gelmesi için ekstra bir kuvvet gerektirir veya malzemeyi güçlendirir. Bu durumda, daha büyük kristal kusuru ya da tane sınırı yoğunluğunun artması, sertliğin artması anlamına gelir. XRD pik genişliği ve pik şiddetinin azalması oldukça küçük taneli ve hatta nanoboyutlu malzemelerin oluşması anlamına gelir (Uzun ve ark., 2011).

Dislokasyon yoğunluğu oldukça önemli mikroyapısal bir parametre olup malzemeye uygulanan zora bağlı olarak değişir (Şahin ve Uçar., 2006). Malzemelerin plastik özellikleri, özellikle akma zoru, sertlik, gerilim sertleşme katsayısı ve tokluk önemli bir şekilde dislokasyon yoğunluğuna bağlıdır. Bir malzeme plastik olarak deforme olduğu zaman dislokasyon yoğunluğu artar. Bu durum malzemelerde işlem sertleşmesine neden olur (Graça ve ark., 2008). Suresh ve ark., (2009) çalışmalarında malzemelerdeki mikro zorlanma (Denklem 4.8) ve dislokasyon yoğunluğunu (Denklem 4.9) aşağıdaki formüller ile hesaplamışlardır.

$$\varepsilon = \frac{\beta \cos \theta}{4} \quad (4.8)$$

$$\rho = \frac{15\varepsilon}{aD} \quad (4.9)$$

β XRD pikinin yarı maksimum genişliğinin (FWHM) radyan cinsinden değeri ve θ ise değerlendirilen pikin Bragg yansıma açısıdır. ε , mikro zorlanma, a örgü sabiti ve D ise Denklem (4.7) ile hesaplanan tane boyutudur. Denklem (4.9) kullanılarak elde edilen dislokasyon yoğunlukları, A5Z için $2.93 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ A15Z için $1.98 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ ve A50Z için dislokasyon yoğunluğu $1.10 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ olarak elde edilmiştir. Hesaplanan dislokasyon yoğunlukları sertlik değerleri ile paralellik göstermektedir. Dislokasyon yoğunluğu fazla olan A5Z numunesinin sertlik değeri en fazla çıkmış, dislokasyon yoğunluğu az olan A50Z numunesinin sertliği en az çıkmıştır.

Literatürde yapılan çalışmalarda, metallerdeki akma zoru ve mukavemeti çözültü atomlarının önemli önemli bir şekilde etkilenlediği gözlenmiştir. Çözültü atomları veya ikinci fazın çökmesi ile çözültü atomları atomik boyutta homojenliği bozmakta ve dislokasyonlara engel teşkil etmektedir (Kubin ve Hirth., 2009). Bu da malzemelerin sertliklerini artırmaktadır.

Literatürde yapılan diğer bir çalışmada Alüminyum içerisine ilave edilen az miktardaki bakırın mukavemet ve sertliği önemli bir şekilde etkilediği ifade edilmektedir. Saf metallerde dislokasyonlar nispeten hareketlidir. Fakat çözültü atomları ilave edildiğinde dislokasyonların hareketliliği önemli ölçüde azalır. İlave edilen çözültü atomları dislokasyonların hareketine engel teşkil eder ve dislokasyonları buldukları yere hapseder. Böylece Çözültü atomlarının yoğunluklarının artması ise akma mukavemet de artar (Kubin ve Hirth., 2009). Yapılan bu çalışmada ilave edilen A5Z'nin dislokasyon yoğunluğunu en fazla, daha sonra A15Z'nin ve en az dislokasyon yoğunluğunun A50Z'de olduğunu görmekteyiz. Uzun ve ark., (2011) tarafından yapılan çalışmada malzemedeki kristal kusurlarının artması ile sertliğin artacağı ifade edilmiştir. Bu çalışmada da dislokasyon yoğunluğunun artması ile sertliğin arttığı gözlenmiştir.

4.2 SONUÇ VE ÖNERİLER

A5Z, A15Z ve A50Z numunelerin üzerinde yapılan geleneksel (statik) Knoop sertlik deneylerinden elde edilen sonuçların analizleri yapılmıştır. Elde edilen sertlik değerleri her bir yükte farklı olmasına rağmen, çentici için küçük yüklerde büyük, büyük yüklerde ise küçük sertlik değerleri elde edilmiştir. Büyük yük değerlerine gidildikçe sertliğin sabit kaldığı (ISE; çentik boyutu) etkisi gözlenmiştir. Literatürde yükten bağımsız sertlik deneyleri için kullanılan modeller yardımı ile her iki çentici 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 A5Z, A15Z ve A50Z numunelerin Knoop çentici ile elde edilen statik (geleneksel) 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 Meyer yasası gözlenen ÇBE davranışının temeli hakkında bilgi vermemektedir.
3. Knoop çentici ile elde edilen ÇBE davranışı, orantılı numune direnci (PSR), Hays-Kendall modeli, düzeltilmiş orantılı numune direnci (MPSR) modeli kullanılarak hesaplanmaya çalışılmıştır.
4. Orantılı numune direnci modeli ile elde edilen yükten bağımsız sertlik değerleri, plato bölgesi değerlerinden daha küçük çıkmıştır.
5. Hays-Kendall modeli, düzeltilmiş orantılı numune direnci (MPSR) modeli ile hesaplanan değerler ise plato bölgesine oldukça yakındır. Fakat her iki modelde farklı gösterimler ile hesaplanan ve numunenin deformasyonu için gerekli minimum yük değerine karşılık gelen fiziksel parametre MPSR modelinde negatif çıkmıştır. Bu nedenle, Knoop çentici ile elde edilen ÇBE davranışını açıklamak için en uygun model Hays-Kendall modelidir. A5Z, A15Z ve A50Z numunelerin sırası ile yükten bağımsız sertlik değerleri, 23.406 GPa, 14.897 GPa, 5.405 GPa dır.

6. Sonuç olarak ÇBE küçük çentik boyutlarında meydana gelmektedir. Bu durumun temelinde 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 dinamik sertlik analizleri yapılarak karşılaştırması yapılabilir. Ayrıca hacimce %5 Al₂O₃, %15 Al₂O₃, ve %50 Al₂O₃ katkılanan seramiği için elde edilen sonuçlar ile katkı miktarlarının artırılması ile yapılacak araştırmalar için bir temel teşkil etmiştir. Katkı oranları artırılarak bu çalışma bir adım daha ileri götürülebilir. Ayrıca dislokasyon yoğunlukları malzemenin mekanik dayanımına oldukça önemli bir şekilde etki etmektedir. Bu nedenle aynı katkı oranlarının farklı sıcaklıklarda tavlama sürelerine tabi tutularak mekanik dayanımları incelenebilir.

KAYNAKLAR

- Akçimen, A., 2006. **Katı oksit yakıt hücrelerinde elektrolit malzemesi olarak kullanılan TiO_2 katkılı kübik zirkonyadaki faz dengesi ve iletkenliğin incelenmesi.** Yüksek Lisans Tezi,. Gazi Üniversitesi, 82 s, Ankara.
- Alanbey, S., 2009. **ZrO_2 / Al_2O_3 nano-kompozit tozların tartarik asit jel yöntemi ile sentezlenmesi ve karakterizasyonu.** Yüksek Lisans Tezi, Dumlupınar Üniversitesi, 45 s, Kütahya.
- Asaithambi Suresh, Krishanu Chatterjee, Vijay Kr. Sharma, Saibal Ganguly, Kajari Kargupta and Dipali Banerjee.,2009. **Effect of pH on Structural and Electrical Properties of Electrodeposited Bi_2Te_3 Thin Films.**, Journal of Electronic Materials Vol 38, No 3, 449-452
- Atkinson M. Calculation of characteristic macro-hardness from low-load indentation tests Materials Science and Engineering A, Volume 197, Issue 2, , Pages 165-169
- Atkinson, M. 1995 **Further analysis of the size effect in indentation hardness tests of some metals.** J. Mater. Res., 1995, 10, 2908–2915.
- Bengisu, M., 2007. **Seramik bilimi ve mühendisliği.** Nobel Yayın Dağıtım, 895, 746 s, Ankara.
- Chandradass J., Kim M. H., Dong-Sik Bae **“Influence of citric acid to aluminium nitrate molar ratio on the combustion synthesis of alumina–zirconia nanopowders”** Journal of Alloys and Compounds, 2008,
- De Aza AH, Chevalier J, Fantozzi G.Crack **2002 Growth resistance of alumina, zirconia and zirconia toughened alumina ceramics for joint prostheses.** Biomaterials; 23:937–45
- Demirkol İ, 2010, **Zirkonyum seramiklerinin üretilmesi ve mekanik karakterizasyonu,** Mustafa Kemal Üniversitesi, Fen bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi
- E. Orowan, (1934) Z. Phys. 89, 634
- Eserci, D., 2007. **Alümina, zirkonya ve alümina-zirkonya kompozit malzemenin**

- üretimi, karakterizasyonu ve etkin difüzyon sabitinin bulunması.** Yüksek Lisans Tezi,. Gazi Üniversitesi, 142 s, Ankara.
- 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.
- Feth M. P, Bauer M., Kickgelbick G., Metelkina O., Schubert U., Bertagnolli H., **Influence of additives and post-synthesis treatment on the structural properties of sol-gel prepared alumina-doped zirconia studied by EXAFS-spectroscopy and X-ray diffraction.**, Journal of Non-Crystalline Solids 351 (2005) 432-443
- G.I. Taylor, (1934) Proc. Roy. Soc. A 145, 362
- 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.
- Garvie, M., 1986. **Intrinsic Size Dependence of The Phase Transformation Temperature in Zirconia Microcrystals.** Journal of Materials Science, 21:1253-57
- Geçkinli, E. A., 1992. **İleri Teknoloji Malzemeleri.** İstanbul Teknik Üniv. Matbaası, İstanbul.
- 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.
- Hays, C., ve Kendall, E. G. 1973. **An Analysis of Knoop Microhardness.** Metallography, 6 (4); 275-282.
- Hench L.L. and West J.K. 1990: **The Sol-Gel Process.** Chem. Rey, 90 [1], 33-72

- Hench LL. 1998 **Bioceramics**. J Am Ceram Soc;81(7):1705–28.
- Heuer, F., A. H., Hobbs, L. W., Subbarao, E. C., 1984. **Zirconia, Advanced ceramics, “Science and Technology of Zirconia**, The American Ceramic Society Inc., Columbus, Ohio 12:1-24, 100
- J.M. Burgers, (1939) Proc. R. Neth. Akad. Sci. 42, 293, 378
- J.P. Hirth., L. Kubin. 2009. **Dislocations in Solids.**, Vol:15,311
- Khachaturyan, A. G., 1983., **Theory of structural transformations in solids.**, John Wiley and Sons, Newyork 129
- Khachaturyan, A. G., 1983. **Theory of structural transformations in solids.** New York.
- Kittel, C., 1996. **Katıhal fiziğine giriş**. Güven Yayın Dağıtım, 434 s, İstanbul.
- Li, H., Bradt, R. C. 1996. **The effect of indentation-induced cracking on the apparent microhardness**. Journal of Materials Science, 31 (4); 1065-1070.
- 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.
- M. Polanyi, (1934) Z. Phys. 89, 660
- Meyer, J. R. and Hoffman, C. A., 1993. **Methods for magnetotransport characterization of IR detector materials**. Semiconductor Sci. Technol, 8:805-823.
- Meyers ve Chawla. (1999) **Malzeme Davranışları Mekanik**. 228-231 A.Ş. Prentice Hall.
- Mott B.W, M.A., 1956. **Micro-Indentation Hardness Testing**. Butter Worths scientific publications. 272 s, London.
- Norton F.H. 1978: **Fine Ceramics**. (Krieger Malabar FL)
- Onaran, K., 2000. **Malzeme bilimi**. Bilim Teknik Yayınevi, 383 s, Eskişehir.
- O. Uzun, F. Yılmaz, U. Kölemen, N.Başman., 2011 **Sb.effect on micro structural and mechanical properties of rapidly solidified Al–12Si alloy.**, Journal of Alloys and Compounds Volume 509 Issue 1,21-26

- Pal, T., Kar, T., 2003. **Vickers microhardness studies of L-arginine Halide mixed crystals.** Materials Science and Engineering A, 354 (1-2), 331-336.
- R.V. Gains, H.C.W. Skinner, E.E. Foord, B. Mason, A. Rosenzweig, 1977 Dana's New Mineralogy, Wiley, New York, p. 214
- R.Hull C. Jagadish R.M. Osgood, Jr. J. Parisi Z.Wang H.Warlimont, 2010 **Dislocation Dynamics During Plastic Deformation**, Springer Series in materials science, Springer-Verlag Berlin Heidelberg
- Reed-Hill, RE (1994) "**Fiziksel Metalurji Prensipleri**"
- S. Dikmen, H. Aslanbay, E. Dikmen, O. Şahin, 2010. **Hydrothermal preparation and electrochemical properties of Gd³⁺ and Bi³⁺, Sm³⁺, La³⁺, and Nd³⁺ codoped ceria-based electrolytes for intermediate temperature-solid oxide fuel cell** Journal of Power Sources, Vol 195, Pages 2488-2495
- S. Graça, R. Colaço, P.A. Carvalho, R. Vilar.,2008. **Determination of dislocation density from hardness measurements in metals.**, Materials Letters Volume 62, Issue 23, 3812-3814
- 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.
- Samuel. R., Chandrasekar .S., Farris Thomas N.,Licht Robert H., 1989, **Effect of Residual Stresses on the Fracture of Ground Ceramics.** Journal of the American Ceramic Society Vol 72,10, 1960–1966
- 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.

- 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., Uçar, N. 2006. **Creep Behaviour of Fe–Mn Binary Alloys** Chin. Phys. Lett. **23** 3037
- 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).
- Tate, D. R., 1945. **A comparison of microhardness indentation test.** Transaction of American ceramic society. Transactions Of American Society For Metals, 35; 374–375.
- Toplan, H. Ö, **İleri teknolojik seramikler ders notları**, 2008, 45-53 (yayınlanmamış)
- Vincenzo Vitelli, J. B. Lucks, ve D. R. Nelson, **Crystallography on curved surfaces**, Proceeding National Academy of Science, August 15, 2006, vol. 103, no. 33, 12323–12328

TEŞEKKÜR

Eđitimim süresince yakın ilgisini esirgemeyen, bilimsel alıřmanın yöntem ve ilkelerini öđreten deđerli danıřman hocam Sayın Yrd. Do. Dr Osman řAHİN'e en içten saygı ve teřekkürlerimi sunarım.

alıřmalarımın deneysel kısmını gerçekleştirirken Fen-Edebiyat Fakóltesi mikro/nanomekanik karakterizasyon laboratuvarında Bilimsel Arařtırma Projelerince Desteklenen 08 F 0501 nolu proje kapsamında alınan cihazlardan faydalandım. Katkılarından dolayı Mustafa Kemal Üniversitesi Bilimsel Arařtırma Projeleri Yönetim Birimine en içten řükranlarımı sunarım.

Desteklerinden dolayı Fen Edebiyat Fakóltesi Fizik Bölümü Öđretim Üyeleri Sayın Prof. Dr. H. Salih GÜDER, Sayın Do. Dr. İsmail Hakkı KARAHAN, Sayın Yrd. Do. Dr. H. Ali ETİNKARA'ya Yüksek lisans öđrencisi İlkerDEMİRKOL'a sonsuz teřekkürlerimi sunarım. Numunelerin hazırlanma sürecinde emeđi geçen Dumlupınar üniversitesi Seramik mühendisliđi öđretim üyesi Do. Dr. Hasan GÖÇMEZ'e teřekkürü bor bilirim.

Hayatımın bütün ařamalarında maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen ok kıymetli Annem Aysel HASDE ve Babam İbrahim HASDE'ye sonsuz minnet ve řükranlarımı sunarım.

ÖZGEÇMİŞ

1980 yılında Almanya'da doğdum. İlk ve orta öğretimimi Hatay'da tamamladım. Üniversite eğitimime 1999-2001 yılları arasında Ankara Gazi Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik bölümünde başladım.2001-2006 yılları arasında Eskişehir Anadolu Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik bölümünde tamamladım.