

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**SERAMİK – METAL SOĞUK BİRLEŞTİRMELER VE
PERFORMANSLARININ İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

İbrahim ÜNAL

Enstitü Anabilim Dalı : METAL EĞİTİMİ
Tez Danışmanı : Yrd. Doç. Dr. Ramazan KAYIKÇI
Ortak Danışman : Yrd. Doç. Dr. Ali Osman KURT

Eylül 2007

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**SERAMİK – METAL SOĞUK BİRLEŞTİRMELER VE
PERFORMANSLARININ İNCELENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

İbrahim ÜNAL

Enstitü Anabilim Dalı : METAL EĞİTİMİ

Bu tez 13 / 09 /2007 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Oybirliği ile kabul edilmiştir.

Yrd. Doç. Dr. Ramazan KAYIKÇI
Jüri Başkanı

Yrd. Doç. Dr. Zafer TATLI
Üye

Yrd. Doç. Dr. Nil TOPLAN
Üye

ÖNSÖZ

Bu tezin hazırlanmasında bana yardımcı olan ve vaktini ayıran Sayın Yrd. Doç. Dr. Ramazan Kayıkçı ve Sayın Yrd. Doç. Dr. Ali Osman Kurt hocalarıma, çalışmalarım sırasında laboratuardaki yardımlarından dolayı Arş. Gör. Nuray Karakuş ve diğer mühendislik laboratuvarı çalışanlarına, Ersan Demir'e, Teknik Eğitim Fakültesi laboratuvarı çalışanlarına teşekkür ederim.

Benden maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen ve daima yanımda olan aileme teşekkürlerimi bir borç bilirim.

Ayrıca bugüne kadar yetişmemde emeği olan bütün hocalarıma şükranlarımı sunarım.

Bu tez çalışması, Sakarya Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu Başkanlığı (BAPK) tarafından 2007-50-01-012 kodlu proje ve Devlet Planlama Teşkilatı Müsteşarlığı'nca (DPT) desteklenen "Yüksek oranda aşınmaya maruz metalik parçaların kil minerallerinden elde edilmiş ucuz teknolojik seramikler kullanılarak makro-düzeyde kaplanması" konulu ileri araştırma projesi (2003K120970) kapsamında gerçekleştirilmiştir.

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ.....	ii
İÇİNDEKİLER.....	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ.....	vii
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	viii
TABLolar LİSTESİ.....	x
ÖZET.....	xi
SUMMARY.....	xii

BÖLÜM 1.

GİRİŞ.....	1
------------	---

BÖLÜM 2.

İLERİ TEKNOLOJİ SERAMİKLERİ.....	3
2.1. Giriş.....	3
2.2. Geleneksel Seramiklerle ve Metallerle Farklılıkları.....	4
2.3. İleri Teknoloji Seramik Çeşitleri.....	6
2.3.1. Alümina (Al_2O_3).....	6
2.3.2. Zirkonya (ZrO_2).....	6
2.3.3. Bor nitrür (BN).....	7
2.3.4. Alüminyum nitrür (AlN).....	7
2.3.5. Titanyum nitrür (TiN).....	8
2.3.6. Silisyum oksinitrür (Si_2N_2O).....	8
2.3.7. Silisyum karbür (SiC).....	8
2.3.8. Silisyum nitrür (Si_3N_4).....	9
2.3.8.1. Silisyum nitrür 'ün kullanım alanları.....	10
2.3.8.2.Silisyum nitrür' ün fiziksel ve kimyasal özellikleri..	11

2.3.8.3. α -Si ₃ N ₄	12
2.3.8.4. β -Si ₃ N ₄	14
2.3.9. SiAlON seramikleri.....	14

BÖLÜM 3.

SERAMİKLERİN ŞEKİLLENDİRİLMESİ.....	18
3.1. Seramik Tozların Üretimi.....	18
3.2. Şekillendirme Teknikleri.....	18
3.2.1. İzostatik presleme.....	18
3.2.2. Enjeksiyon kalıplama.....	19
3.2.3. Doktor bıçağı yöntemi.....	19
3.2.4. Slip döküm.....	19
3.2.5. Ekstrüzyon.....	20
3.2.6. Sıcak-pres kalıplama.....	20
3.3. Sinterleme.....	20
3.3.1. Basınçsız sinterleme.....	20
3.3.2. Reaksiyon sinterlemesi.....	20
3.3.3. Sıcak presleme.....	21
3.3.4. Sıcak izostatik presleme (HIP).....	21

BÖLÜM 4.

SERAMİK VE METAL BİRLEŞTİRME TEKNİKLERİ.....	22
4.1. Giriş.....	22
4.2. Lehimleme.....	23
4.3. Kaynak.....	23
4.3.1. Difüzyon kaynağı.....	23
4.3.2. Füzyon kaynağı.....	24
4.4. Mekanik Birleştirme.....	25
4.5. Yapıştırma.....	26
4.5.1. Yapıştırıcılar.....	26
4.5.2. Yapıştırma bağlantıları.....	27
4.5.3. Avantajları.....	28
4.5.4. Dezavantajları.....	28

BÖLÜM 5.	
BİRLEŞTİRMELERİN MUAYENESİ.....	29
5.1. Tahribatlı Muayene.....	29
5.1.1. Klasik test teknikleri.....	29
5.1.1.1. Soyma testi.....	30
5.1.1.2. Çekme testi (Tensile test).....	30
5.1.2. Kırılma mekaniği test teknikleri.....	31
5.2. Tahribatsız Muayene.....	32
5.2.1. Ultrasonik muayene.....	32
5.2.2. Mikrodaklı X-ışını muayenesi.....	33
5.2.3. Akustik emisyon tekniği.....	34
BÖLÜM 6.	
DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	36
6.1. Seramik Tozlar ve Kompozisyon Hazırlama.....	36
6.2. Soğuk Şekillendirme İşlemleri.....	36
6.3. Sinterleme İşlemleri.....	37
6.4. Yoğunluk Ölçümleri.....	39
6.5. Mikroyapı Karakterizasyon İşlemleri.....	39
6.6. Yapıştırma İşlemi.....	40
6.7. Yapışma Mukavemetlerinin Ölçülmesi.....	41
BÖLÜM 7.	
BULGULAR VE TARTIŞMA.....	42
7.1. Tek Eksenli Presleme Test Sonuçları.....	42
7.2. Sinterleme Sonuçları.....	42
7.3. Yoğunluk Değişimleri	43
7.4. Mikroyapı Analizleri.....	45
7.5. Birleştirme Mukavemet Testleri	46
BÖLÜM 8.	
SONUÇLAR VE ÖNERİLER	61

8.1. Sonular.....	61
8.2. neriler.....	62
KAYNAKLAR.....	63
ZGEMİŐ.....	65

SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

Si_3N_4	: Silisyum Nitrür
MgO	: Magnezyum Oksit
N_2	: Azot Gazı
Al_2O_3	: Alümina
ZrO_2	: Zirkonyum Oksit
BN	: Bor Nitrür
AlN	: Alüminyum Nitrür
TiN	: Titanyum Nitrür
$\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$: Silisyum Oksinitrür
SiC	: Silisyum Karbür
T/M	: Toz Metalurjisi
TiC	: Titanyum Karbür
ZrC	: Zirkonyum Karbür
MoS_2	: Molibden Disülfür
CdS	: Kadmiyum Sülfür
ZnS	: Çinko Sülfür
Mo_2Si	: Molibden Silisit
TaSi_2	: Tantalyum Silisit
WSi_2	: Volfram Silisit
TiB_2	: Titanyum Diborat
LaB_6	: Lantanyum Borat
ZrB_2	: Zirkonyum Borat
BP	: Bor Fosfür

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1.	Si ₃ N ₄ kristal yapısı.....	12
Şekil 2.2.	Birbirlerine kenarlardan bağlı Si ₃ N ₄ tetrahedralardan oluşan β-Si ₃ N ₄ yapısı.....	13
Şekil 2.3.	Si ₃ N ₄ 'deki tabakalı kristal yapılar α-Si ₃ N ₄ (ABCD) β-Si ₃ N ₄ (ABAB).....	13
Şekil 2.4.	Janecke prizmasını kullanarak M-Si-Al-O-N sisteminin ifadesi ...	15
Şekil 5.1.	ASTM lehimli test parçaları.....	30
Şekil 5.2.	Kesik koni çekme testi numunesi.....	31
Şekil 5.3.	Ses dalgalarının iletimi ve yansımaları.....	33
Şekil 5.4.	Soğuma esnasında bağlantıların akustik emisyon kontrolü için kurulan deney düzeneğinin şematik gösterimi.....	34
Şekil 6.1.	Eleme ve granüleme işlemlerinde kullanılan RETSCH AS200 model elek.....	37
Şekil 6.2.	Preslemede kullanılan altıgen kalıp; a) parçaları ve b) birleştirilmiş hali.....	37
Şekil 6.3.	Deneylerde kullanılan tüp fırın.....	38
Şekil 6.4.	Deneylerde kullanılan kutu tipi fırın.....	38
Şekil 6.5.	Yoğunluk ölçümlerinde kullanılan Precisa XB220A model tartı	39
Şekil 6.6.	Mikroyapı incelemelerinde kullanılan Nikon Eclipse L150 model optik mikroskop.....	40
Şekil 6.7.	Deneyde kullanılan yapı mozaikleri (betebe).....	41
Şekil 6.8.	Üç nokta eğme testinin şematik gösterimi.....	41
Şekil 7.1.	1700°C`ta 1 saat sinterlenen seramik tabletlerin sinter sonrası görünümleri.....	43
Şekil 7.2.	1650°C`ta 1,5 saat sinterlenen seramik tabletlerin sinter sonrası görünümleri.....	43

Şekil 7.3.	150 grid'lik zımparayla hazırlanmış metal – betebe birleştirmelerin mikroyapı fotoğrafları.....	45
Şekil 7.4.	Metal – seramik birleştirmelerde yapıştırıcının eğme mukavemetine olan etkisi; a) tüm veriler, b) kırılma/kopma bölgesi c) kırılma/kopma noktaları	47
Şekil 7.5.	Yapıştırıcı etkisinin bağlantı mukavemetine etkisi	48
Şekil 7.6.	Yüzey pürüzlülüklerinin birleştirme mukavemetine etkisi a) tüm veriler, b) kırılma/kopma bölgesi c) kırılma/kopma noktaları.....	49
Şekil 7.7.	Yüzey pürüzlülüğünün bağlantı mukavemetine etkisi	51
Şekil 7.8.	Yapıştırma işleminde kullanılan metallerin yüzey pürüzlülüğü değerleri a) 120 grid, b) 150 grid, c) 180 grid d) 400 grid.....	52
Şekil 7.9.	Yapıştırma işleminde kullanılan betebe malzemelerin yüzey pürüzlülüğü değerleri a) 120 grid, b) 150 grid, c) 180 grid d) 400 grid.....	53
Şekil 7.10.	Yüzey morfolojisinin birleştirme mukavemetine etkisi a) tüm veriler, b) kırılma/kopma bölgesi c) kırılma/kopma noktaları.....	54
Şekil 7.11.	Yüzey morfolojisinin bağlantı mukavemetine etkisi	56
Şekil 7.12.	Dikey yüzey morfolojisinin kopmaya etkisi.....	56
Şekil 7.13.	Yüzey morfolojisi testi için kullanılan yönlerin şematik olarak gösterimi.....	56
Şekil 7.14.	Birleştirme ara yüzey morfolojileri; a) yatay, b) dikey ve c) açılı.	57
Şekil 7.15.	Üç nokta eğme testlerinin uygulandığı metal- betebe birleştirmeler; a) betebe kırılmamış, b) betebe kırılmış	57
Şekil 7.16.	Üç nokta eğme testlerinin uygulandığı metal – seramik (Si_3N_4) birleştirmelerin eğme testi sonrası görünümü.....	58
Şekil 7.17.	Metal – seramik (Si_3N_4) birleştirmelerde yapıştırıcının eğme mukavemetine olan etkisi; a) tüm veriler, b) kırılma/kopma bölgesi c) kırılma/kopma noktaları.....	58
Şekil 7.18.	Şekil 7.18. Metal – seramik (Si_3N_4) birleştirme mukavemetinin ana yapı ile mukayesesi	60

TABLolar LİSTESİ

Tablo 2.1.	Oksit Olmayan Seramikler.....	3
Tablo 2.2.	Bazı ileri teknolojik seramiklere ait teknik deęerler.....	4
Tablo 2.3.	Si ₃ N ₄ Seramiklerinin Uygulama Alanları.....	11
Tablo 7.1.	Farklı sinterleme kořullarındaki yoğunluk deęişimleri.....	44

ÖZET

Anahtar kelimeler: Seramik, silisyum nitrür, yapıştırma, makro kaplama, metal üst yüzeyi

Bu çalışmada, yüksek oranda aşınma ve deformasyona neden olan gerilmelere maruz metalik malzemelerin, yüksek aşınma dayanımı ve/veya deformasyon direncine sahip seramiklerle makro düzeyde kaplanması suretiyle kullanım ömürlerinin arttırılması amaçlanmıştır. Bu kapsamda, ön testlerde metal olarak orta karbonlu çelik ve ileri teknoloji seramiğini simüle edecek şekilde kolay temin edilebilen yapı mozaiği (betebe) kullanılmıştır. Yapıştırma optimizasyonu yapıldıktan sonra ise teknoloji seramiklerinden silisyum nitrür (Si_3N_4) altıgen şekilli olarak tasarlanarak üretilmiş ve metal üst yüzeyine soğuk birleştirme teknikleri kullanılarak yüksek tutunma kabiliyetine sahip olacak şekilde montaj edilmiştir. Kovalent yapısı ile yüksek mukavemet sağlayan Si_3N_4 'ün düşük sıcaklıklarda ötektik oluşturan Al_2O_3 , SiO_2 ve MgO oksit sinter katkısı ile karıştırılmış ve tek yönlü olarak preslendikten sonra sıvı faz sinterlemesi yapılmıştır. Seramiklerin metal üst yüzeyine birleştirme işlemi olarak oda sıcaklığında değişik bağlayıcıların kullanıldığı yapıştırma teknikleri uygulanmıştır. Çeşitli parametrelerin yapışma mukavemetine etkileri incelenmiştir. Bu amaca yönelik olarak bağlantıların mukavemetleri hazırlanan bir düzenekle bilgisayar kontrollü Dartec çekme cihazı ile üç nokta eğme testleri yapılarak ölçülmüştür. En iyi yapışma dayanımı gösteren numuneler 150 grid'lik SiC zımpara kâğıdı ile parlatma işlemi yapılmış yüzeylerde Pattex Rapid Universal sıvı yapıştırıcı kullanılarak ve dikey yüzey morfolojisinde oda sıcaklığında gerçekleşen bağlantılarda elde edilmiştir. Bu değerden farklı yüzey pürüzlülüğü değerleri daha zayıf bağlantı dayanımı göstermiştir.

CERAMIC – METAL ADHESIVE JOINING AND THEIR PERFORMANCES

SUMMARY

Keywords: Ceramics, joining, metal, adhesive, adhesion, bending.

The aim of this work was to produce a layer of ceramic on to the metal surface like macro-coatings with using thick ceramic plates in order to increase the life of the metal's parts. Low carbon steel was used for substrate material. The macro-coatings were firstly carried out using building ceramics (*betebe*) for the optimising of the adhesive joints before using silicon nitride (Si_3N_4) plates. The ceramic plates were produced in the form of a thick hexagonal shape and laid down on top of the relatively thicker metal sheet like a honeycomb structure. Adherence was achieved with the cold resin type adhesives. Bonding behaviour of the joints and their strength were measured using three point bending tests. Series of tests were carried out in order to optimise the joints performance. The factors affecting the adherence of the parts, like a type of the adhesive used, surface topography and geometrical features of the bond surfaces were studied. After optimising the type of the adhesive, the other most important factors were the surface topography and roughness, both of which played important roles on the strength of the joints.

BÖLÜM 1. GİRİŞ

Seramik kelimesi. Yunanca, pişirilmiş eşya anlamına gelen " keramos " kelimesinden gelmektedir. Genel olarak, metalik veya organik esaslı olmayan tüm malzemeler seramik olarak nitelenebilir. Seramik üretimi eski çağlardan beri gerçekleştirilmekte olup arkeolojik buluntular seramik üretiminin M.Ö.6500 yıllarına kadar uzandığını ortaya koymuştur [1]. Seramiğin ilk hammaddesi, balçık olarak bilinen çok ince taneli ve koyu kıvamlı çamur birikintileri ve ilk seramik kaplar ise balçık ile sıvanmış sepetlerdir [2].

Seramik malzemeleri geleneksel ve ileri teknoloji seramikleri olmak üzere iki ana grupta incelemek mümkündür. Geleneksel seramikler grubuna kilden mamul sıhhi gereçler, fayans, karo ve porselenler, tuğla ve kiremitler, elektrik izolatör malzemeleri, camlar ve çimento malzemeleri girmektedir. Geleneksel seramiklerin üretimi gerek miktar ve gerekse satış açısından halen önemli bir yer tutmakla beraber özellikle son çeyrek asırda, bir takım süper özelliklere sahip İleri Teknoloji Seramikleri geliştirilmiştir. Bu malzemeler için zaman zaman "Mühendislik Seramikleri", "ince Seramikler" ve "Teknik Seramikler" gibi tanımlamalar da kullanılmaktadır. Bu seramikler tezde teknolojik seramikler olarak anılacaktır. Teknolojik seramikler hammadde, şekillendirme, mikro yapı ve elde edilen ürünlerin özellikleri açısından geleneksel seramiklerle büyük farklılıklar göstermektedirler [2].

Günümüzde teknolojik seramiklere olan ilginin artmasının nedenleri; yüksek sıcaklıklara dayanıklı olmaları, kimyasal kararlılıklarının yüksek olması, çok sert olmaları, oksitlenmeye karşı dirençlerinin yüksek olması, sürtünme katsayılarının düşük olması ve basma mukavemetlerinin yüksek olmasıdır [2].

Teknolojik seramikler, alışılmış seramiklerin aksine oldukça basit yapıdadır. Saf halde metal oksit, karbür ya da nitrürlerden oluşurlar. Teknolojik seramikler genel olarak oksit ve oksit olmayan seramikler olmak üzere iki bölüme ayrılmaktadır [3].

Teknolojik seramikler toz metalurjisi üretim tekniği kullanılarak üretilmektedir. Toz metalurjisi, metalik toz veya bu tozların şekillendirilip sinterlenmesiyle elde edilen ürünlerin imalatını kapsar. Teknolojik seramikler, günümüzde en yaygın olarak kullanılan çeliklere göre, sertlikleri, aşınma ve oksidasyon direnci yüksek sıcaklıklardaki mekanik ve ısıl-mekanik özellikleri daha iyi olan malzeme grubunu oluşturmaktadır. Sahip oldukları özelliklerden dolayı özellikle yüksek sıcaklıklarda üstün performans gerektiren uygulamalar için geliştirilmiş mühendislik malzemeleri olarak kabul edilmektedir [3].

Seramik – seramik ve özellikle seramik – metal birleştirmeler yıllardır birçok araştırmanın konusu olmuştur. Seramik birleştirmeler için füzyon kaynağı, yapıştırma, mekanik tutturma, difüzyon kaynağı ve lehimleme gibi birçok teknik, prensip olarak uygulanabilir niteliktedir [4].

Seramik birleştirme teknikleri üzerinde halen çok sayıda araştırma yapılmakla birlikte günümüzde, elektronik endüstrisi hariç ticari olarak geniş bir uygulama alanına sahip çok az örnek vardır. Seramik malzemeler için hâlihazırda standartlar mevcut değildir.

Bu çalışmada, seramik – metal birleştirmeler için uygulanan yöntemlerden birisi olan yapıştırma yöntemi araştırılmış, bunun yanında diğer birleştirme yöntemlerine de yer vermeye çalışılmıştır.

BÖLÜM 2. İLERİ TEKNOLOJİ SERAMİKLERİ

2.1. Giriş

İleri teknoloji seramikleri arı bileşikler olup oksitler, nitrürler, sülfürler, silisitler, borürler ve karbürlerden oluşurlar. Bunların sahip oldukları iyonik ve kovalent bağların oranı bileşimlerdeki elemanların elektronegatiflik dereceleri arasındaki farka bağlıdır. Seramikleri meydana getiren atomlar arasındaki bağın iyonik ve kovalent olması esnek modüllerinin ve sertliklerinin metallere çok yüksek olmasını sağlar.

Teknolojik seramiklerin başlıcaları, alümina (Al_2O_3), zirkonyum dioksit (ZrO_2), magnezyum oksit (MgO), berilyum oksit (BeO) gibi saf oksitlerden ve oksit olmayan seramiklerden oluşmaktadır (Tablo 2.1).

Tablo 2.1. Oksit Olmayan Seramikler[3]

Karbürler	Nitrürler	Sülfürler	Silisitler	Borürler	Diğerleri
SiC	Si_3N_4	MoS_2	Mo_2Si	TiB_2	Fosfürler (BP)
TiC	AlN	CdS	$TaSi_2$	LaB_6	
ZrC	TiN	ZnS	WSi_2	ZrB_2	

Tablo 2.2' de bazı ileri teknoloji seramiklerin teknik özellikleri verilmiştir.

Tablo 2.2. Bazı ileri teknolojik seramiklere ait teknik değerler

Malzeme Adı	Ergime Sıcaklığı (°C)	Yoğunluk (g/cm ³)	Dayanım (MPa)	Elastik Modül (GPa)	Sertlik (Mohr)
Alüminyum oksit (Al ₂ O ₃)	~2050	3,96	250–300	36–40	4,5
Zirkonyum dioksit (ZrO ₂)	~2700	5,60	113–130	17–25	6–9
Silisyum karbür (SiC)	~3000	3,20	310	40–44	3,4
Silisyum nitrür (Si ₃ N ₄)	~1900	3,24	410	30,7	5,0
Tungsten karbür (WC)	~2700	15,70	350–550	54–70	5–8

Teknolojik seramikleri önemli kılan üstün özelliklerden bazıları;

- Yüksek sıcaklıklara dayanımları,
- Kimyasal kararlılığın yüksek oluşu,
- Sertliklerin yüksek oluşu,
- Metallere göre daha hafiflik,
- Hammadde kaynaklarının tabiatta bol miktarda bulunması,
- Aşınmaya karşı dayanıklı olmaları,
- Sürtünme katsayılarının düşük olması,
- Isıl genişleme katsayılarının düşük olması olarak sıralanabilir.

Bu üstün özelliklerin yanı sıra teknolojik seramiklerinde birtakım dezavantajları mevcuttur. Bunların en önemlisi kırılğan olmalarıdır. Kırılğan olmalarının nedeni ise yapılarında meydana gelen gözenek ve katlanmalardan dolayıdır.

2.2. Geleneksel Seramiklerle ve Metallerle Farklılıkları

İleri teknoloji seramikleri geleneksel seramiklerden başlıca hammadde, üretim yöntemleri ve son ürünün nitelikleri ile kullanım alanları açısından farklılıklar

göstermektedir. Geleneksel seramikler doğal hammaddelerden üretilirken, ileri teknoloji seramiklerinin hammaddesi sentezleme yoluyla yapay olarak hazırlanmaktadır. Bunun nedeni, yapay hammaddelerin istenmeyen safsızlıklardan arındırılmış olarak yüksek safiyette ve istenilen fiziksel özelliklerde üretilebilmeleridir. Kaldı ki yapay hammaddelerin üretiminde de çoğu kez ileri teknoloji yöntemleri kullanılmaktadır. İleri teknoloji seramiklerini geleneksel seramiklerden ayıran bir diğer özellik de, pudra halinde çok ince tozlardan üretilmeleridir, öyle ki, günümüzde üretilen ileri teknoloji seramiklerinde $1 \mu\text{m}$ ' un altında tozlar kullanılmakta ve böylece tamamen yoğun seramiklerin elde edilebilmeleri mümkün olmaktadır. Belirtilen nedenlerden dolayı ileri teknoloji seramiklerinin mekanik özellikleri geleneksel seramiklerden çok daha üstündür [1].

İleri teknoloji seramikleri metallerle de büyük farklılıklar göstermektedirler. Metalik bağda, elektronlar çekirdeğe kuvvetli bir biçimde bağlı değildirler. Bu yüzden, dislokasyon hareketleriyle gerçekleşen deformasyon kolay bir şekilde vuku bulur. Bu nedenle metallerde gerilme yığılmasından dolayı ortaya çıkan kırılma olayının meydana gelme olasılığı daha azdır [4]. Teknoloji seramikleri ise iyonik veya kovalent bağlı malzemelerdir. Bu nedenden ötürü elektronlarının hareket kabiliyeti sınırlıdır. Bununla birlikte seramikler ne tam olarak iyonik ne de tam olarak kovalent bağlıdır. İyonikliğin ve kovalentliğin derecesi, seramik bileşenlerinin elektronegatifliği ile ilgilidir. Seramikler aşağıdaki sıraya göre daha fazla iyonik veya daha az kovalent karakterde olurlar [4].

Borürler \longrightarrow Karbürler \longrightarrow Nitrürler \longrightarrow Oksitler

Seramikler metallerle nazaran genellikle daha yüksek mukavemete sahip, daha hafif ve daha refrakterdirler. Isıl ve elektriksel iletkenlikleri, genleşme katsayıları, toklukları ve ısıl şok dirençleri metallerden daha düşüktür. Bu arada seramiklerde, ölçme metotlarının standardizasyonu henüz metaller kadar gelişmemiştir.

2.3. İleri Teknoloji Seramik Çeşitleri

2.3.1. Alümina (Al_2O_3)

Alüminanın ticari olarak kullanımı, 1907 yılında yüksek alümina seramik üretimine ait bir patentle başlamıştır. Geniş çapta ticari üretimi ve kullanımı ise 1930'ların başlarına rastlar [1].

Saf alümina düşük sıcaklıklarda birkaç formda bulunur. Fakat bütün bu formlar zaman, kristal boyutu ve atmosfere bağlı olarak $750\text{--}1200^\circ\text{C}$ arasında $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 'e dönüşür. 1600°C 'nin üzerinde yapılan ısıtma, bu dönüşümü hızlandırır. Alüminanın α fazına dönüşümü tersinir değildir [1].

Alümina; yüksek refrakterliğe, iyi bir sertliğe ve kimyasal kararlılığa sahiptir. Bununla birlikte, kırılma tokluğu ve mukavemeti nispeten düşüktür. Yüksek sıcaklıklarda mukavemeti belirgin bir şekilde düşer. Isıl şok direnci zayıftır. Son 10 yıl içerisinde yüksek sıcaklık uygulamaları için toklaştırılmış alüminalar geliştirilmiştir. Alümina, zirkonya dispersoidleri [9–12] veya SiC whiskerleri [13–15] ile toklaştırılabilir.

Alüminanın ilk ticari kullanım alanı, buji ve laboratuvar malzemeleridir. Bugün alümina özellikle yüksek sıcaklık fırınlarında geniş çapta kullanılmaktadır. Bunun yanı sıra kesici takım, yatak malzemesi, tekstil endüstrisinde iplik kılavuzu olarak, zırh yapımında, karmaşık elektrik devreleri için substrate olarak, tıpta implant ve protezlerde kullanılmaktadır.

2.3.2. Zirkonya (ZrO_2)

Zirkonya üç kararlı faza sahiptir. 2370°C 'nin üzerinde kübik (k) formu, 2370°C – 1170°C arasında tetragonal (t) formu ve 1170°C 'nin altında monoklinik (m) formu kararlı haldedir. Tetragonal yapıdan monoklinik yapıya geçiş %6,5 mertebesinde bir hacim genişlemesi ile sonuçlandığından teknolojiye sorun yaratmakta ve bu faz dönüşümü sonucu seramik malzeme genellikle hasara uğramaktadır [13]. Bu durumu

önlemek ve yapıyı daha düşük sıcaklıklarda ve kübik yapıda kararlı kılmak amacıyla zirkonyaya CaO, MgO, Y₂O₃ ve CeO₂ gibi çeşitli stabilizatör oksitler ilave edilir. Bu tip malzemeler kübik stabilize zirkonya (CSZ) olarak bilinirler. Kübik yapıyı kararlı kılmak için kullanılan bu oksit ilaveler faz dönüşüm sıcaklıklarını düşürürler ve böylece kübik ve monoklinik (veya tetragonal) fazlarının karışımından oluşan malzemeler üretilebilir [4].

Uygun stabilizatörlerin ilavesi ile iki tip zirkonya elde edilir. Bunlardan birisi MgO ve CaO ilaveleri ile elde edilen kısmen stabilize zirkonya (PSZ), diğeri ise Y₂O₃ ve CeO₂ ilaveleri ile elde edilen tetragonal zirkonya polikristal (TZP) dir. TZP`ler ince taneli ve tek fazlı malzemelerdir. Tane büyüklüğü, Y₂O₃ içeriğine ve malzemenin yoğunluğuna bağlı olarak 0,1–1 µm arasında değişir. Sinterleme tetragonal alanda (1300–1500°C) yapılır. FSZ (Y₂O₃ ile tamamen stabilize edilmiş zirkonya) seramikler, en tok ve en mukavemetli zirkonya seramikleridir. Bu seramiklerde ortaya çıkan problem ise nemli ortamlarda, orta sıcaklıklarda (200–400°C) t-m dönüşümüdür. Bu dönüşüm aşırı bir mukavemet azalmasına yol açmaktadır.

2.3.3. Bor nitrür (BN)

Bor nitrür, düşük reaktifliği ve birçok uygulama alanı olan inorganik bir malzemedir. Sentetik olarak elde edilen en sert malzemelerden bir tanesidir. Isıl, elektriksel, mekanik ve fiziksel özellikler gibi çok geniş malzeme özelliklerine sahip olması nedeniyle yaygın uygulama alanı bulmuştur. “Malzeme mühendisleri, çok çeşitli elektronik ve elektrik uygulamalarında yararlı olan, mükemmel bir ısıl şok özelliğine ilave olarak elektriksel yalıtkanlığın, yüksek ısıl iletkenliğin alışılmadık beraberliğini bor nitrürde bulmuşlardır” [5].

2.3.4. Alüminyum nitrür (AlN)

Alüminyum nitrür yüksek ısıl iletkenlik ve yüksek elektrik direncine sahip bir teknoloji seramiğidir. Bu özellikleri AlN malzemeleri yüksek güç elektronik modülleri için ana malzeme haline getirmiştir. AlN, bu uygulamalarda BeO`in yerini almaktadır. Bununla birlikte oldukça fazla toksik etkisinin olması üretimi ve

uygulamalardaki en büyük dezavantajdır. AlN`ün sıvı alüminyum içindeki korozyon direnci de mükemmeldir [3].

Alüminyum nitrür termodinamik olarak silisyum nitrürden daha karardır. Fakat rutubetle reaksiyona girme eğilimi fazla olduğundan geniş bir uygulama alanı bulamamıştır. Alüminyum nitrür ticari olarak genellikle alüminyumun doğrudan nitrülenmesi veya alüminanın (Al_2O_3) indirgenip daha sonra nitrülenmesi ile üretilmektedir [3].

2.3.5. Titanyum nitrür (TiN)

Titanyumla aynı özelliklerde üç nitrür vardır. Bunlar TiN, ZrN ve HfN`dür. Bu nitrürlerin her üçü de yüksek ergime sıcaklığına, yüksek sertliğe ve metalik yapılarından dolayı metalik iletkenlik özelliğine sahiptir. Bununla birlikte oksitlenmeye dirençleri çok zayıftır. TiN $700^{\circ}C$ ` ye kadar oksitlenmeye karşı dirençli iken diğer iki nitrürün oksitlenme sıcaklığı $500^{\circ}C$ ` dir. N_2 atmosferinde kararlı olan bu nitrürlerden sadece TiN uygulama alanı bulabilmektedir. Bu nitrürler için en sık kullanılan üretim şekli elementin doğrudan nitrülenmesidir[6].

2.3.6. Silisyum oksinitrür (Si_2N_2O)

Si_2N_2O yapısal bir malzeme olarak kullanımı için yeterli araştırması yapılmamış bir refrakter malzemedir. İki ayrı teknikle elde edilmektedir. Yaygın olarak üretimi silisyum ve silisyum dioksit karışımının azot ortamında $1450^{\circ}C$ ` de reaksiyonu sonucu elde edilmektedir. İkinci üretim şekli ise silisyum nitrürün (Si_3N_4) ve silisyum dioksitin yüksek sıcaklıklarda sıvı faz oluşturmaları ile elde edilmektedir. İkinci reaksiyonda karışım numune için bir miktar Al_2O_3 katılarak $Al_2O_3-SiO_2$ sistemde sıvı oluşumu amaçlanmaktadır [3].

2.3.7. Silisyum karbür (SiC)

Silisyum karbür mükemmel oksidasyon direnci, yüksek aşınma direnci, iyi bir ısı iletkenlik, nispeten düşük ısıl genleşme katsayısı ve mukavemetini yüksek sıcaklık-

larda muhafaza edebilmesi gibi özellikleri nedeniyle önemli bir yapısal seramik malzemedir. Silisyum karbürün bağ yapısı, büyük oranda kovalenttir. İyoniklik derecesi %9–12 mertebelerindedir [4].

Farklı saflık derecelerinde, partikül boyutunda, şeklinde ve dağılımında SiC tozları hazırlamak için çeşitli yöntemler mevcuttur.

Silisyum karbür kübik (β) veya hegzagonal (α) kristal yapısıyla üretilebilir. Silisyum karbür esaslı seramikler sıcak preslenmiş (HPSC), reaksiyon-sinterlenmiş (RSSC), kimyasal olarak buhar cöktürülmüş (CVD-SiC) ve SiC-fiber kompozitleri içerir.

Silisyum karbür seramikler yüksek sıcaklık uygulamalarında silisyum nitrür seramikler kadar ticari bir öneme sahip delillerdir ama daha düşük sıcaklıklarda aşınma uygulamalarında yaygın bir şekilde kullanılmaktadırlar. SiC gaz sobaları kurutucu ateşleyicilerinde uzun yıllardır kullanılmaktadır. Silisyum karbürlerin en önemli uygulama alanlarından birisi de ısı eşanjörleridir.

2.3.8. Silisyum nitrür (Si_3N_4)

Silisyum Nitrür tozları ileri teknoloji seramik hammaddelerinden birisidir. En önemli özelliği yüksek sıcaklıklardaki oksidasyona direnci, düşük yoğunluğa sahip olması, yüksek sıcaklıkta sertlik ve mukavemetini korumasıdır. Bu yüzden motorlardan, yüksek sıcaklık korozyonunun görüldüğü ortamlarda, yüksek sıcaklıklarda çalışan türbin elemanlarının ve rulmanların üretiminde ve de tornalamada takım ucu olarak kullanım alanları bulunmaktadır. 1970-1990 yılları arasında ortalama dünya üretimi 500 ton/yıl olan Si_3N_4 tozunun başlıca üreticileri A.B.D., Japonya, Almanya, İsviçre, İngiltere ve Kanada'dır [7].

Silisyum nitrür, azot seramikleri içerisinde en yaygın kullanım alanı bulan mühendislik malzemelerden birisidir. 40 yılı aşkın bir süredir üzerinde yoğun çalışmalar yapılan bu malzemeyi mühendislik amaçlı uygulamalarda kullanılabilir kılan, mükemmel mekaniksel ve termal özelliklerdir. Si ve N atomları arasındaki

kuvvetli kovalent bağ mevcuttur. Sert ortam şartlarına ve ağır yüklere karşı metallerin ve polimerlerin kütü sonuç verdiği sıcaklıklarda dayanıklıdır [8].

Si_3N_4 'ün bir mühendislik seramiği olarak önemi ilk defa 1957 yılında ortaya konmuştur. Mekanik ve termomekanik özelliklerinden dolayı nitrür seramikler içerisinde en fazla öneme sahip teknoloji seramiği Si_3N_4 'dür. Üstün özelliklerinden ve bu özelliklerini yüksek sıcaklıklarda da koruyabilmesinden dolayı Si_3N_4 seramik malzemelerin kullanım alanları her geçen gün daha da artmaktadır [9].

2.3.8.1. Silisyum nitrür'ün kullanım alanları

Silisyum nitrür (Si_3N_4), oksit dışı nitrür seramikler içerisinde yer alan üstün mekanik ve termo-mekanik özellikleri olan bir ileri teknoloji seramiğidir. Sahip olduğu sertlik, aşınma direnci, düşük ısıl genleşme katsayısı ve mükemmel ısıl şok direnci gibi özelliklerinden dolayı özellikle yüksek sıcaklıklarda (yaklaşık 1800°C 'a kadar) yüksek performans gerektiren uygulamalar için aranan bir malzeme konumundadır [8].

Silisyum nitrür seramiklerin uygulama alanları genel olarak üç bölüme ayrılmaktadır:

- a. Özel refrakter malzeme olarak kullanımı
- b. Yüksek performanslı seramik malzeme olarak kullanımı
- c. Elektrik ve elektronik alanındaki uygulamaları

Si_3N_4 esaslı seramikler demir esaslı olmayan metallerce kolayca ısıtılmazlar. Bu nedenle endüstride çok faydalı bir refrakter olarak alüminyum endüstrisinde, çeşitli tüplerin ve termokopul kılıflarının imalatında kullanılmaktadır. Yüksek sıcaklıklardaki uygulamalar için demir metalurjisinde belirli alanlarda kullanılmaktadır. Örneğin cüruf oluklarında refrakter olarak [9].

20 yıl öncesine kadar silisyum nitrür esaslı seramik ürünler için önemli bir ticari uygulama alanı olmamasına rağmen son 20–25 yıldır üzerinde en fazla araştırma yapılan malzeme durumuna gelmiştir. 1971 yılında A.B.D. Savunma Bakanlığı

tarafından geliştirilmesi istenen seramik motor programı için yukarıda belirtilen özellikleri nedeni ile uygun malzeme olarak seçilmiştir. Çalışmaların önemli bir kısmı, silisyum nitrür valfler, aşınma tamponları, piston pimleri, turbo-charger pervaneleri üzerinde yoğunlaşmıştır[7]. Dizel motorlarda yoğun Si_3N_4 esaslı seramik malzemeler fazla aşınmaya maruz kalan klasik çelik parçaların yerini almaya başlamıştır. Motorda düşük ısı kaybı için silindir gömleği ve piston başlığı gibi alanlarda denemeleri aktif olarak devam etmektedir. Yüksek performans gerektiren türbin kanatlarında düşük sürtünme katsayısından dolayı bilyalı rulmanlarda kullanılmaya başlanmıştır [9].

Metal işleme bileşenlerinde, tel çekme hadde makaraları, takım uçları, demir dışı ve kompozit malzemelerin işlenmesinde ve metal ergitme parçaları olarak kullanılmaktadır [7]. Ayrıca ısı kalkan plakaları ve ısı izoleli seramik tuğlalarda da kullanım alanı bulunmaktadır [10].

Tablo 2.3. Si_3N_4 seramiklerinin uygulama alanları [7]

Motor Parçaları	Piston, Silindir Astarı, Bujiler, Ateşleyiciler, Pervaneler, Vanalar
Aşınmaya ve Korozyona Dayanıklı Parçalar	Yataklar, Patlama memeleri, Nozullar, Kimyasal Sıvı Pompalama Parçaları
Metal İşleme Bileşenleri	Tel Çekme Hadde Makaraları, Çelik İşleme Parçaları, Metal Ergitme Kılavuzları
Aletler	Kesici Aletler Isı Kalkan Plakaları, Isı İzoleli Seramik Tuğlalar.

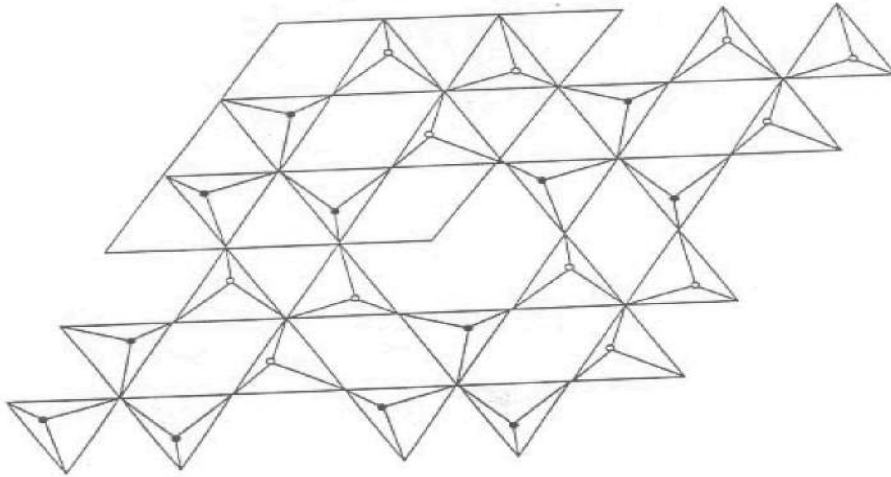
2.3.8.2. Silisyum nitrür`ün fiziksel ve kimyasal özellikleri

Toz halinde üretilen Si_3N_4 malzemeler α ve β Si_3N_4 olmak üzere iki farklı polimorfik yapıda kristalleşmektedir. Her ikisinde hegzagonal kristal kafes yapısına sahiptir. Uzun yıllar α - Si_3N_4 , β - Si_3N_4 ` ün bir silisyum oksinitrürü olarak kabul edildi. Ancak daha sonra α - Si_3N_4 ` ün gerçek bir poliform olduğu ve β - Si_3N_4 ile arasında 30 kJ/mol kadar bir entalpi farkı tespit edildi. α - Si_3N_4 yapısal olarak β - Si_3N_4 ` e çok benzemektedir. α - Si_3N_4 ` ün kimyasal formülünde β - Si_3N_4 ` den farklı olarak 30 azot

atomundan birinin yerini bir oksijen atomu almaktadır. Buna göre α - Si_3N_4 'ün kimyasal formülü $\text{Si}_{11,4}\text{N}_{15}\text{O}_{0,3}$ den $\text{Si}_{11,5}\text{N}_{15}\text{O}_{0,5}$ şeklinde değişim göstermektedir [3].

Fazların (α ve β), ikisi de altıgen kristal yapıya sahiptir. Fakat kristalografik c-kseninin yönü boyunca olan kafes uzaklığında farklılık gösterirler. α - Si_3N_4 artan sıcaklıkla β - Si_3N_4 'e dönüşür. Dönüşüm ve yüksek yoğunluk eldesi için sinterlemede bir sıvı fazın varlığı gereklidir [11].

Si_3N_4 'ün kristal yapısında, her bir Si atomu bir tetrahedronun ortasında ve her bir N ise trigonalde ve üç silisyum atomuyla hemen hemen düzlemsel koordinasyondadır (Şekil 2.1) ve böylece 3 Si_3N_4 tetrahedrasını bağlamaktadır (Şekil 2.2) [8].



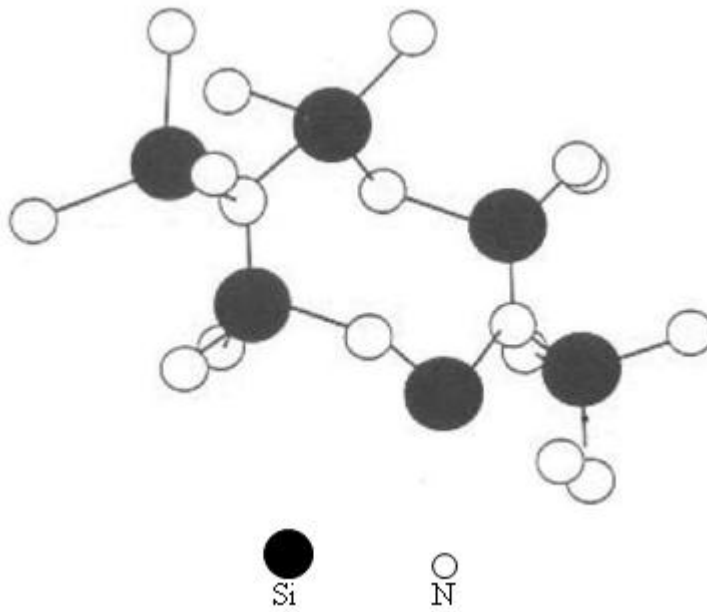
Şekil 2.1. Si_3N_4 kristal yapısı [8].

2.3.8.3. α - Si_3N_4

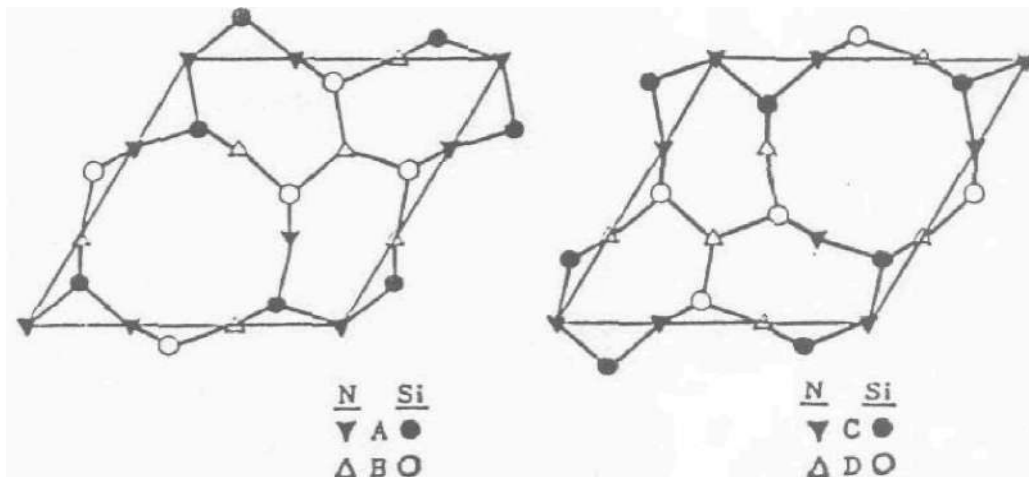
Genel formülü $\text{Si}_{12}\text{N}_{16}$ şeklindedir. Düşük sıcaklık polimorfu olan bu faz 1400°C 'ye kadar kararlı yapıdadır. Karakteristik (001) düzlemlili hegzagonal yapıya sahip, 3 boyutlu kovelen paylaşılmış ağ oluşturan Si_3N_4 tetrahedraları içerir. Si-N tabakaları ABCDABCD... şeklinde bir dizilim gösterirler. β - Si_3N_4 ise ABAB... şeklinde bir dizilim görülmektedir. Her iki polimorfda da AB tabakası aynı olmakla beraber, α - Si_3N_4 'deki ekstra CD tabakasının varlığı, bu tabakanın AB tabakası üzerinde c-

kayma düzleminde hareketiyle ilgilidir. α - Si_3N_4 'deki daha uzun dizilim nedeniyle bu polimorf daha sert bir yapıya sahiptir [8].

Her iki modifikasyon hegzagonal kristal yapıda olmasına rağmen, farklılık β - Si_3N_4 'ün SPH Latis'e sahip olmasından kaynaklanmaktadır. Dolayısıyla α - Si_3N_4 düşük sıcaklıklarda β - Si_3N_4 ise yüksek sıcaklıklarda oluşmaktadır [7].



Şekil 2.2. Birbirlerine kenarlardan bağlı Si_3N_4 tetrahedralardan oluşan β - Si_3N_4 yapısı [7].



Şekil 2.3. Si_3N_4 'deki tabakalı kristal yapılar α - Si_3N_4 (ABCD) β - Si_3N_4 (ABAB) [7]

2.3.8.4. β -Si₃N₄

Genel formülü Si₆N₈ şeklindedir. 1400°C`ye kadar kararlı olan α -Si₃N₄, bu sıcaklığın üzerinde β -Si₃N₄`e dönüşmektedir. β -Si₃N₄ tüm sıcaklıklarda kararlı olan bir fazdır. Si ve N atomlarını içeren tabakalar yukarıda da belirtildiği gibi, ABAB... şeklinde bir dizilim gösterirler. Her ne kadar α -Si₃N₄ kristal yapısı, β -Si₃N₄ göre daha yüksek sertliğe sahip olsa da, β -Si₃N₄ mühendislik uygulamalarında daha fazla tercih edilmektedir. Çünkü bu form, çubuksu mikroyapısı nedeniyle kendinden takviyelidir ve bu da tokluk ve mukavemet açısından önemlidir [8].

Her iki yapıda da yoğunluklar birbirine yakın olup (3.20 gr/cm³), α -Si₃N₄`den β -Si₃N₄`e dönüşüm 1300–1450°C aralığında olmaktadır. β -Si₃N₄ yapı α -Si₃N₄ yapıya göre daha kararlı olduğundan uygun şartlarda α -Si₃N₄`den β -Si₃N₄ yapıya dönüşüm olurken tersi bir dönüşüm şimdiye kadar tespit edilememiştir [3].

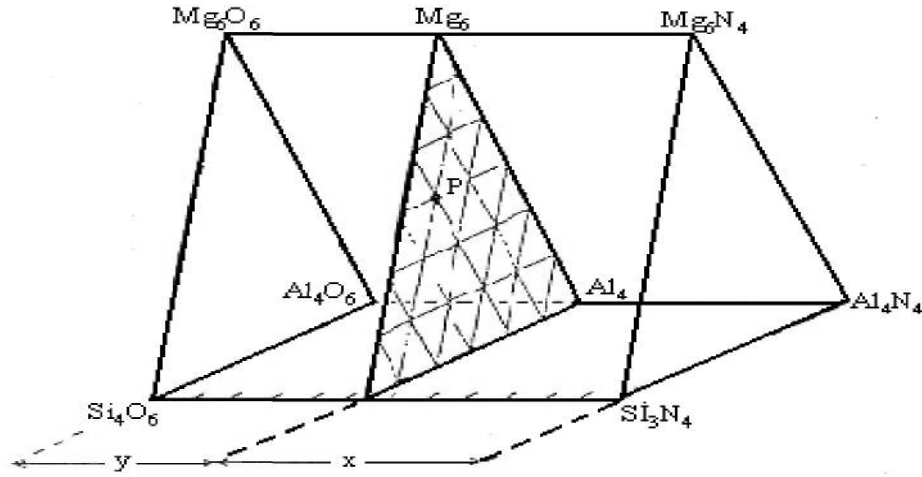
2.3.9. SiAlON seramikleri

Alüminasilikatlardan hazırlanan oksinitrit bileşenleri, Si-Al-O-N sisteminin sialon olarak adlandırılan fazlarıdır. Büyük bilimsel ve teknolojik ilgi sonucu meydana gelen β -sialonlar, O`-sialonlar, çok tipli sialonlar, vs. gibi fazlar bu sisteme aittir. β -sialonlar, örneğin; metal işleme için kesme aletleri üretimi, ekstrüzyon makineleri (kalıplar, boru tesisatları, kılavuzlar) için matrisler ve diğer bileşenler, gaz türbinleri için motor bileşenleri gibi teknolojik uygulamalarda en önemli fazlardır[12].

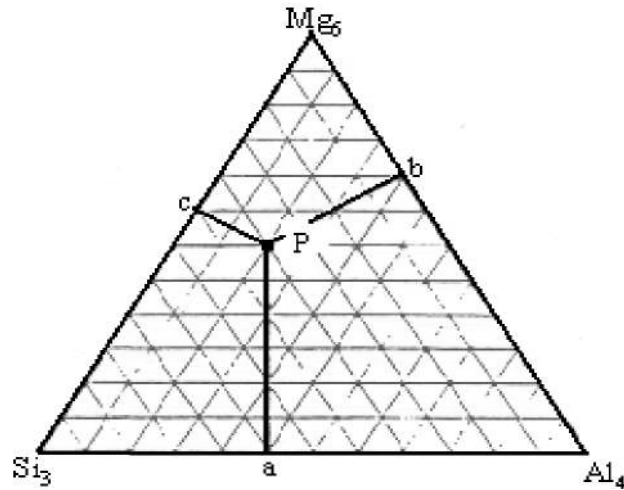
Silisyum nitrür ile SiAlON arasındaki ilişki bakırla pirinç arasındaki ilişkiye benzer. Saf bakır yumuşak ve mukavemeti düşürürken, %40 çinko ilavesiyle, bakır atomları yapıda herhangi bir değişim meydana getirmeksizin çinko atomlarıyla yer değiştirdiğinde, bakıra nazaran daha sert ve mukavemetli ve daha düşük sıcaklıkta eriyen dolayısıyla daha kolay üretilebilen bir alaşım oluşur [12]. SiAlON seramikler yüksek sertlik, yükseltilmiş sıcaklıklarda bile yüksek dayanıklılık, iyi korozyon direncine sahip malzemelerdir.

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

α -SiAlON'un birim hücresinde iki atomlar arası boşluk vardır ve bu boşluklara ilave atomlar girebilmektedir.



a)



b)

Şekil 2.4. Jänecke prizmasını kullanarak M-Si-Al-O-N sisteminin ifadesi [13].

α -SiAlON da sıvı faz sinterlemesiyle yoğunlaşır ancak α -SiAlON' u basınçsız sinterlemeyle yoğunlaştırmak β -SiAlON' dan daha zordur ve çoğu zaman sıcak

presleme gerekebilir. α -SiAlON'un oluşumu sırasında metal katyonları yapıya girdiğinden, sıvı faz miktarında azalma görülür. Yoğunlaşmayı zor kılan bu özelliğidir. Ancak tane sınır fazını hemen hemen ortadan kaldıran bu özellik yüksek sıcaklık mekaniksel özellikleri açısından çok avantajlıdır [8].

β -SiAlON'lar atomik düzlemlerinden dolayı Si_3N_4 'e benzer mekanik ve fiziksel özelliklere sahiptir. Bunlar, yüksek mukavemet, düşük sürtünme katsayısı, yüksek aşınma direnci, yüksek sertlik, yüksek sıcaklıkta yüksek mukavemet, düşük genleşme katsayısı, yüksek termal şok direnci, yüksek oksidasyon ve korozyon direnci gibi özelliklerdir. Örneğin $z = 3$ olan β -SiAlON'larda termal genleşme katsayısı $\alpha=2,7 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$ olup, β - Si_3N_4 ' kinden ($3,5 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$) daha düşüktür [13].

Si_3N_4 içerisine katkı elemanı olarak alümina (Al_2O_3) kullanıldığında alüminyum atomları ile silisyum atomlarının ve oksijen atomları ile de azot atomlarının kısmen yer değiştirdikleri (birbirinin yerini alabildikleri) görülmüştür. Yani β - Si_3N_4 ' lerde yapısal bir bozulma olmadan Si_3N_4 ile Al_2O_3 arasında bir yer alan katı eriyik meydana gelmiştir. Oluşan β -SiAlON'un genel formülü Si_3N_4 ün birim hücresi (Si_6N_8) esas alınarak $\text{Si}_{6-z}\text{Al}_z\text{O}_x\text{N}_{8-z}$ şeklinde oluşmuştur. β -SiAlON fazının bileşiminde z değeri 0 ile 4,2 arasında değişebilmektedir. Formüldeki z silisyum atomları ile yer değiştirebilen alüminyum atomlarının sayısını göstermektedir. Bu bileşik kimya terminolojisinde oksinitrür olarak kabul edilmesine rağmen, genel olarak ticari kullanımda ve literatürde SiAlON olarak adlandırılmaktadır. β -SiAlON yapısındaki seramik malzeme genellikle Si_3N_4 , Al_2O_3 ve AlN veya Si_3N_4 , SiO_2 ve AlN tozların karışımından üretilmektedir [9]. β -SiAlON'un z değeri arttıkça termal iletkenlik, termal genleşme katsayısı ve elastik modül azalır.

β -SiAlON'ların en başarılı uygulaması, yüksek sertlik, mukavemet, aşınma direnci, termal şok direnci ve termal stabilitesi nedeniyle metallerin işlenmesinde kullanılan kesici uçlardır. Refrakter endüstrisinde yüksek sıcaklıkta çeşitli korozif ortamlara dayanıklı ve termal kararlılıkları yüksek malzemelere olan ihtiyacın artması, ergimiş demirdışı ve demir esaslı metallere dirençli ve termal şok direnci oksit seramiklere ($\Delta T \sim 300^\circ\text{C}$) nazaran çok daha yüksek olan β -SiAlON'ların ($\Delta T \sim 900^\circ\text{C}$) refrakter malzeme olarak geliştirilmesine ve kullanımına neden olmuştur. Sialonlar çelik dahil

birçok ergimiş metale karşı dirençlidirler. Fakat cüruflardan etkilenirler. SiAlON'lar döküm ve metal püskürtme işlemlerinde kullanılan döküm kalıbı ve vakum kalıbı altında yapılan hassas dökümlerde kullanılan potaların üretiminde kullanılırlar. Ayrıca SiAlON bağlı silisyum karbür tuğlalar yüksek mukavemet ve alkali ortama dirençleri nedeni ile yüksek fırında SiC tuğlaların yerini almaktadır [13].

BÖLÜM 3. SERAMİKLERİN ŞEKİLLENDİRİLMESİ

3.1. Seramik Tozların Üretimi

İleri teknoloji seramiklerinin üretiminde safiyeti yüksek, çok ince ve homojen tozlara ihtiyaç vardır. Seramik tozların özellikleri, seramik üretiminin en kritik faktörlerinden birisidir. Mükemmel bir tozun saf, homojen, boyutunun da mikron altında ve dar bir dağılım aralığına sahip olması gerekir. Üstün kalitedeki ürünler için araştırmacılar çeşitli prosesler üzerinde çalışmaktadırlar. Bu prosesler arasında düşük sıcaklık yöntemleri (sol-jel, kimyasal buhar çöktürme, fiziksel buhar çöktürme vb.) ve yüksek sıcaklık yöntemleri (ısı ayrıştırma, plazma ile sağlanan yüksek sıcaklıktaki gaz içerisinde gerçekleşen "buhar-fazı" reaksiyonları, yanma sentezi vb.) mevcuttur [3].

3.2. Şekillendirme Teknikleri

İleri teknoloji seramiklerin geleneksel yöntemler ile şekillendirilmesi mümkün değildir. Şekillendirme yönteminin seçiminde, üretilecek parçanın boyutları, miktarı ve fiziksel özellikler göz önüne alınır.

3.2.1. İzostatik presleme

Bu yöntemde, toz halindeki kütle veya tek yönlü kalıpta ön-şekillendirme yapılmış numune elastik bir kap içine konur ve normal hidrostatik basınç altında şekillendirilir. Yöntem yaş veya kuru olarak yapılabilir. Yaş metotta, seramik toz ile doldurulan ve sızdırmaz bir şekilde kapatılan elastik kalıp uygun bir yağ içine daldırılır ve basınç altında sıkıştırılır. Bu metot pratikte pek uygulanmaz. Kuru metotta ise lastik kalıp yüksek basınç üreten bir cihaza yerleştirilir. Kalıp açılarak

seramik toz yerleřtirilir ve kalıp sızdırmaz bir řekilde kapatılır. Kalıbın her yönünden basınç uygulanarak řekillendirme yapılır. Bu metot yař sisteme göre nisbeten seri imalat için daha uygundur [3].

İzostatik presleme ile elde edilen ürünler üniform ve az distorsiyonludur. Bu yöntem buji yalıtıcılarının kütle üretiminde ve yüksek voltaj cihazları için seramik üretiminde kullanılır. Tanelerin kontrolü ve basınç koşulları önemli teknik noktalardır [4].

3.2.2. Enjeksiyon kalıplama

Sürekli üretim halinde kullanılır. Üretim hızı yüksek olup maliyet düşüktür [1]. Karmařık řekilli ürünler (iplik kılavuzları, subaplar, türbin vanaları v.b) elde edilir. Elde edilen ürünlerin boyut hassasiyeti iyidir. Kalıbın tasarımı ve parafin alma işlemleri önemli teknik noktalardır [4].

3.2.3. Doktor bıçağı yöntemi

Bu yöntemle elde edilen řeritler çok katmanlı çip kapasitörlerde ve termistör, ferrit, piezoelektrik gibi pasif elektronik bileşenlerde geniş ölçüde kullanılmaktadır [1]. Bu yöntemle hassas kalınlıklar elde edilebilir. Pişirme esnasında büzülme meydana gelmez. Bununla birlikte kullanılan ekipmanlar pahalıdır ve çok yer kaplarlar [4].

3.2.4. Slip döküm

Slip döküm basit bir yöntem olup her boyut ve řekildeki parça üretimi için uygundur. Ancak, pişme esnasında çekme miktarı tipik olarak % 25–30 mertebelerindedir. Bu durum son ürünün boyut tahmininde güçlük yaratır. Ayrıca, birkaç aşama gerektiren yavaş bir prosestir [1].

3.2.5. Ekstrüzyon

Sütünsal veya tüp şeklinde uzun ürünler (yalıtım tüpleri, koruyucu tüpler, borular vb.) elde edilir. Kalıp tasarımı ve kurutma metodu önemli teknik noktalardır. Ürünlerde uzunluk sınırlaması yoktur ve sürekli üretim mümkündür [4].

3.2.6. Sıcak-pres kalıplama

Yüksek mukavemet ve yoğunluk gerektiren ürünler (seramik takımlar, piezoelektrik maddeler vb.) elde edilir. Sinterlemeden sonra yoğunluk artar ve fiziksel özellikler iyileşir. Şekillendirmede büyük sınırlamalar vardır [4].

3.3. Sinterleme

Seramik malzemeler, 700–2000°C gibi yüksek sıcaklıklarda sinterlenirler. Seramiklerin sinterlenmesindeki amaç, yoğunlaşmayı gerçekleştirerek sağlamlaşmalarını sağlamaktır. Sinterleme sıcaklığının yüksek olması, malzemenin pahalıya mal olmasına yol açmaktadır. Pişirme işlemi esnasında büzülme miktarı %1–4 mertebesinde değişir. Yapıda birtakım reaksiyonlar ve değişiklikler yer alır. Bunlar katı-hal, buhar fazı, katı-sıvı reaksiyonları, faz dönüşümleri, bazı bileşiklerin parçalanması ve yeni fazların oluşumudur. Ayrıca, porların boyutu ve şekli değişebilir ve tane büyümesi meydana gelebilir [1].

3.3.1. Basınçsız sinterleme

Geleneksel metot olarak bilinir. Karmaşık şekiller üretilebilir. Büzülme, küçük porlar ve bazen düşük mukavemet gibi dezavantajları vardır. Bu yöntem Al_2O_3 , MgO, ZrO_2 gibi seramiklere uygulanabilmektedir [4].

3.3.2. Reaksiyon sinterlemesi

Seramik tozu sentezlemek için katı-gaz ve katı-sıvı faz reaksiyonları kullanılır ve ani bir sinterleme oluşur. Bazı durumlarda sinterleme boyunca hiç büzülme görülmez.

Karmaşık şekilli seramikler üretilebilir ve boyut hassasiyeti yüksektir. Elde edilen ürünün bazen poröz ve zayıf olması dezavantaj olarak sayılabilir. Si_3N_4 seramiklere uygulanabilir [4].

3.3.3. Sıcak presleme

Kütle, toz halinde kalıba konur, aniden yüksek basınç ve sıcaklık uygulanarak ürün elde edilir ve sinterlenir. Bu yöntemle, normalde sinterlenmesi güç seramik tozları sinterlenebilir. Yüksek yoğunluklu ürünler elde edilir. Tane büyümesi önemli ölçüde değildir. Boyut ve şekil sınırlamasının yanında presleme yönünde çarpılma meydana gelmesi yöntemin dezavantajları arasındadır. Al_2O_3 ve MgO gibi seramiklere uygulanabilir [4].

3.3.4. Sıcak izostatik presleme (HIP)

Toz, yüksek sıcaklıklara dayanıklı bir kapsül içine konur ve ısıtılır. Sonra yüksek sıcaklık ve basınçta, bir gaz vasıtasıyla preslenir. Çok az hatalı, yüksek mukavemetli ürünler elde edilebilir. Al_2O_3 , MgO , ZrO_2 ve Si_3N_4 gibi seramikler bu yöntemle sinterlenebilir [4].

BÖLÜM 4. SERAMİK VE METAL BİRLEŞTİRME TEKNİKLERİ

4.1. Giriş

Günümüzde seramiklerin içten yanmalı motorlarda, türbin motorlarında ve ısı eşanjörlerinde yapısal bileşenler olarak kullanımı seramik birleştirme teknolojisine olan ilgiyi daha da artırmıştır [4].

Seramiklerin birleştirilmesi karmaşık ve kendine özgü bir teknolojiye sahiptir. Bunun nedeni seramik malzemelerin aşırı gevrek olmalarıdır. Seramik-metal bağlantılarında fiziksel özellikleri birbirinden farklı iki malzeme birleştirileceğinden bu malzemelerin birbirlerine uygunluğuna özellikle dikkat edilmelidir. Güvenilir bir bağlantı eldesi, malzemelerin konstrüksiyon ve imalatının tam uyumlu olmasına ve seramiklere has özelliklerin dikkatlice değerlendirilmesine bağlıdır. Birleştirme yerinin tasarımındaki önemli yapısal hususlar zorlamaların basma gerilmeleri şeklinde olması ve gerilme tepe noktalarından kaçınmak için kuvvet akışının düzgün olmasıdır. Alınan yapısal önlemlerle, ısıl olarak oluşan öngerilmeler oldukça azaltılabilir. Öngerilmeleri azaltmanın bir başka yolu uygun malzeme seçimidir. Yani birleştirilecek malzemelerin ısıl genleşmeleri mümkün olduğunca birbirine yakın olmalıdır. Malzemeye bağlı ve yapısal hususların yanında birleştirme yönteminin seçimi de seramik bağlantıların mukavemeti üzerinde önemli bir etkiye sahiptir [14].

Seramik-seramik ve seramik-metal birleştirmeler için şekil bağlı, kuvvet bağlı ve malzeme bağlı çeşitli yöntemler mevcuttur. Şekil bağlı ve kuvvet bağlı birleştirme tekniklerinde civatalama, sıkı geçme ve içine dökme gibi kısmen çözülebilir bağlantılar söz konusudur. Malzeme bağlı birleştirme teknikleri ise lehimli, kaynaklı veya yapıştırılmış bağlantıları kapsamaktadır [14].

4.2. Lehimleme

Lehimleme, iş parçalarını ıslatan sıvı bir faza bağlıdır. Cam lehimlerle veya metal lehimlerle yapılabilir. Cam lehimlerin kullanılması durumunda metal iş parçası ile oluşturulan ara yüzey, metal lehimlerin kullanılması durumunda ise seramik iş parçası ile oluşturulan ara yüzey kritik bölgelerdir [14].

Klasik lehim alaşımlarının birçoğu seramik yüzeylerini ıslatmazlar. Bu yüzden, ya lehimlemeden önce seramik yüzeyleri metale hale getirilir veya aktif lehim alaşımları kullanılarak direkt lehimleme işlemi yapılır [14].

Lehimleme, seramik malzemelerin birleştirilmesi için en uygun yöntemlerden birisi olarak kabul edilmektedir. Lehim alaşımlarının nispeten yüksek toklukları, farklı malzemelerin birleştirilmesi esnasında ortaya çıkan ısıl gerilmelerin azalmasını sağlamaktadır. Ayrıca, lehimleme fırınları uzun yıllardır metal malzemelerin lehimlenmesi için kullanıldıkları için bu konuda yeterli deneyim mevcuttur [14].

4.3. Kaynak

4.3.1. Difüzyon kaynağı

Difüzyon kaynağı katı hal kaynağı olarak da bilinir. Difüzyon kaynağı prosesinin iki temel gereksinimi vardır. Birincisi; birleştirilecek yüzeyler arasında tam bir temasın sağlanması, ikincisi ise makul bir sürede iyi bir bağlantı elde edebilmek için kaynaklanacak malzemeler arasında yeterli difüzyonun olmasıdır. Bu gereksinimler nedeniyle difüzyon kaynağı yüksek sıcaklıklarda (refrakterliği daha az olan malzemenin ergime sıcaklığının %60'ünün üzerinde) ve basınç uygulanarak yapılır. İdeal halde, bu proses koşulları (yüksek sıcaklık ve basınç) bağlantı yüzeylerinde yerel plastik deformasyonlar üretirler ve bunu takiben bağlantı boşluklarının difüzyonuna ve sürünmesine izin vererek iyi bir bağ oluşumunu sağlarlar. Proses sıcaklığını, basıncını ve süresini düşürmek için önceden yerleştirilmiş bir dolgu metali de kullanılabilir [14].

Difüzyon kaynağı, yüksek derecede hassaslık gerektiren uygulamalarda iyi sonuçlar vermektedir ve lehimlemeye göre bazı avantajlara sahiptir- Prosesteki bütün bileşenler katı haldedir ve bu yüzden ara yüzey oluşumunu sağlayan termodinamik itici güç sadece adezyon işidir [15].

Difüzyon kaynağı prosesi, karmaşık bir birleştirme konfigürasyonunda birçok bağı aynı anda oluşumuna olanak sağlar. Bunu gerçekleştirmek için birleştirilecek malzemeler (şerit halinde) istiflenir, sıcaklık ve basınç uygulanarak birleştirme yapılır. Bu yaklaşım seramik-metal birleştirmelerinde ortaya çıkan ısıl genleşme problemlerinin azaltılmasına da yardımcı olur. Difüzyon kaynağının bir başka potansiyel avantajı, imalat kolaylığı için dolgu malzemesi olarak nispeten düşük ergime noktalı alaşımların kullanılma zorunluluğu olmayışıdır [15].

Seramik-metal difüzyon kaynağı metal-metal difüzyon kaynağından çok farklıdır. Örneğin belirli bir sıcaklığın altında bağ oluşturulamaz. Bu kritik sıcaklık Al-Al₂O₃ için 450°C, Ag-Al₂O₃ için 600°C, Cu-Al₂O₃ için 700°C, Ni-Al₂O₃ için 900°C ve Pd-ZrO₂ için 1100°C' dir [15].

Seramiklerin difüzyon kaynağı özel ve masraflı tesisler gerektirir. Yöntem zaman kaybına neden olur ve farklı ısıl genleşmelere sahip malzemelerin birleştirilmesinde sorunlar ortaya çıkar. Birleşme yerinin yapısal tasarımı oldukça sınırlıdır, zira optimum bir kuvvet şevki için mümkün mertebe simetrik yapılı düzlem geometriler gerekir. Bu nedenle yöntem şimdiye kadar sınırlı bir kullanım alanı bulmuştur. Yöntemin önemli bir avantajı, bağlantının işletme sıcaklığının lehimin erime sıcaklığı ile sınırlı olmamasıdır. Bu nedenle, difüzyon kaynağı ile yapılmış seramik-metal ve seramik-seramik bağlantılar daha yüksek işletme sıcaklıklarında kullanılmaya uygundur [4].

4.3.2. Füzyon kaynağı

Ark kaynağı, elektron ışın kaynağı veya lazer kaynağı gibi teknikleri içeren füzyon kaynağı, seramik birleştirmeler için genellikle kullanılmaz. Bu yüzden seramiklerin füzyon kaynağı ile ilgili yayınlanmış çok az çalışma mevcuttur [14].

Seramiklerin füzyon kaynağını güçleştiren bazı mekanik ve fiziksel özellikler vardır. Seramikler kırılğan malzemelerdir ve yüksek sıcaklıklarda bile süneklikleri yoktur. Metallerin kaynağı üzerinde yapılan çalışmalar, çatlaksız bir kaynak elde edebilmek için esas malzemelerin ve füzyon zonunun sünek olması gerektiğini göstermiştir. Seramik malzemeler sınırlı sünekliklerinden ötürü füzyon kaynağı işlemleri tarafından üretilen ısı gerilmelerin sonucu ortaya çıkan çatlamalara çok az direnç gösterirler. Füzyon kaynağı için bir diğer önemli özellik, prosesin doğal gereksinimi olan ergimedir. SiC ve Si₃N₄ gibi birçok teknolojik seramik ergime yerine süblime olurlar. Al₂O₃ ve benzeri seramikler ise ergime sıcaklıklarında nispeten yüksek buhar basıncına sahiptirler ve bu durum aşırı bir füzyon zonu porozitesine yol açar. Soğuma esnasında seramik ve metal malzemede ortaya çıkan faz dönüşümleri de sorun yaratır. Bu tür sorunların üstesinden gelinerek seramiklerin kaynağı mümkündür ve çeşitli malzemeler üzerinde başarılı sonuçlar elde edilmiştir [14].

4.4. Mekanik Birleştirme

Kuvvete ve şekle bağlı bağlantılar kural olarak daha basit üretilirler ve daha düşük maliyet gerektirirler. Kullanılabilir malzeme kombinasyonları bakımından çok az sınırlama vardır. Mekanik birleştirme tekniklerinin bir diğer üstünlüğü, yöntemde ısı girdisi olmaması nedeniyle elde edilen bağlantılarda ısı gerilmelerin ortaya çıkmamasıdır. Çoğu kez çözülebilir bağlantılar söz konusu olduğundan yapı elemanlarının değiştirilebilme imkanı vardır. Buna karşın mekanik birleştirme teknikleri teknolojik seramiklerin birleştirilmesi için genellikle uygun değildir. Çünkü konstrüktif olarak verilen diş veya civata boşluklarında gerilme yığılmaları oluşmaktadır. Elde edilen bağlantıların sızdırmazlığı ve mukavemeti düşüktür [4].

Kuvvet ve şekil bağlı birleştirme teknikleri olarak sıkı geçme, civatalama, kelepçeleme ve döküm sayılabilir. Sıkı geçme ile yapılan birleştirmelere örnek olarak bujilerdeki uygulama verilebilir. Burada metal altlığı seramik yalıtıkana bağlamak için elastik bir tabaka kullanılır. Metal altlık, ısıtıldıktan sonra seramik ve ara yüzey malzemesi etrafında dövülür. Soğuma tamamlandıktan sonra ara yüzey malzemesi sıkı bir bağlantı oluşturur [16].

Bazı durumlarda iki metal parça arasına seramiği tutturmak için civatalar veya kelepçelerden yararlanılır. Bu tip tasarımlara adyabatik motorlarda rastlanır. Silindiri kafa ve blok arasına tutturmak için civatalar kullanılır [16]. NASA uzay mekiklerinin kılavuz anızlarına seramiklerin kelepçelenmesi de bu tip tasarımlara örnek olarak verilebilir [17].

Bir başka çekici metot, metali seramik etrafına dökmektir, içten yanmalı motorların silindir kafaları için alüminyum ve alüminyum titanat manifold'lar (port liners) ile böyle bir tasarım yapılmıştır. Bu tip bir tasarımda, döküm sıcaklığından soğuma esnasında metal parçadaki büzülmeden kaynaklanan gerilmeleri yutmak için seramiğin dış yüzeyinde, ezilip dağılabilen bir tabaka kullanılabilir. Büzülme farklılıklarının çok fazla olması nedeni ile bu döküm metotlarının geliştirilmesi için daha fazla çalışma yapılmalıdır [17].

4.5. Yapıştırma

4.5.1. Yapıştırıcılar

Yapıştırıcı olarak kullanılan ilk malzemenin tarihi M.Ö. 4000 yıllarına kadar uzanmaktadır. Arkeologların yaptığı çalışmalar, ilkel kabilelerin kırılan çömlekleri, ağaç öz suyundan yaptıkları yapıştırıcı reçine ile birleştirdiklerini ortaya çıkarmıştır. Ayrıca yapılan diğer arkeolojik araştırmalar, M.Ö 1500–1000 yıllarında, ahşap yapıştırma işlemlerinde yapıştırıcıların kullanıldığını ortaya koymuştur. 1700'lü yıllarda yapıştırıcıların yaygın olarak kullanılmasıyla, yapıştırıcıların tarihinde hızlı değişiklikler olmuştur [18].

Yapıştırıcı, malzemeleri bir arada tutan madde olarak tanımlanır. Yapışma, iki yüzeyin; moleküller, iyonlar ve atomlar arası etkileşimden dolayı oluşan çekim kuvvetleriyle bir arada tutturulması olarak tanımlanır. Yapıştırıcılar; sıvı, katı, macun, bant gibi birçok fiziksel şekilde olabilir. Yapısal ve yapısal olmayan yapıştırma işlemi olarak iki temel yapıştırıcı ile birleştirme tipi vardır. Yapısal yapıştırma dizayn sınırları içinde yapının sürekliliğini kaybetmeden yük taşıyabilen

yapıştırıcı ile birleştirme sistemidir. Yapısal birleştirme işleminde yapısal yapıştırıcılar kullanılır [18].

Yapısal yapıştırıcılar, yük taşıyabilen yapıştırıcılardır. Bunlar uzay sanayi, otomotiv endüstrisi, gemicilik ve benzeri birçok alanda kullanılmaktadır [18].

4.5.2. Yapıştırma bağlantıları

Yapıştırıcıların en büyük fonksiyonu parçaları bir araya getirerek birleştirmektir. Geleneksel mekanik birleştirme yöntemlerinden daha uygun bir gerilme dağılımı sağlayarak yük iletimi elde etmek mümkündür. Bununla birlikte yapıştırıcılar daha düşük maliyet ve ağırlıkta bağlantının oluşturulmasına ek olarak mekanik birleştirme yöntemlerine eşdeğer veya daha fazla bağlantı dayanımı sağlayabilmektedir [18].

Pürüzsüz bir yüzey yapıştırıcılarla birleştirme yönteminin avantajlarından biridir. Diğer birleştirme tekniklerinde meydana gelen düzensizlikler söz konusu değildir. Bu hem işlevsellik hem de görünüş açısından önemli bir özelliktir. Uzay sanayi, dış süreksizliklerin minimize edilmesi ve mümkün olduğu kadar sıcaklıktan korunmak için böyle yapıları gerektirir. Bu tür yapılara, helikopter rotor bıçakları örnek olarak verilebilir [18].

Metal, seramik, plastik, cam ve odun gibi farklı tipteki malzemeler çeşitli kombinasyonlarla, uygun yüzey işlemi kullanılarak kolaylıkla birçok yapıştırıcıyla birleştirilebilir. Esnek bir yapıştırıcı kullanarak termal genleşme özellikleri farklı malzemeler birleştirilebilir ve bununla birlikte daha rijit bir birleştirme sistemi kullanılıyorsa oluşacak hasar önlenir [18].

Mekanik sönümlenme yapıştırıcıların kullanımıyla bir yapıda gerçekleştirilebilir. Darbe ve tekrarlı yüklemelere karşı olan dayanımlarından dolayı yapıştırıcıların kullanımıyla yorulma dayanımı artırılabilir. Uygun bir şekilde dizayn edilmiş bağlantıda, genellikle yapıştırılan malzemeler yapıştırıcıdan önce yorulma gösterirler [18].

4.5.3. Avantajları

Yapıştırma bağlantılarının avantaj ve dezavantajları üzerine yoğun çalışmalar yapılmaktadır. Bu çalışmalardan birinde yapıştırma bağlantılarının avantaj ve dezavantajları aşağıdaki gibi ifade edilmektedir [18].

- a. Düzgün gerilme dağılımı ve daha büyük yük taşıma alanı temin edilmesi,
- b. Herhangi bir şekilde ince ve kalın malzemelerin birleştirilmesi,
- c. Benzer veya farklı malzemelerin birleştirilmesi,
- d. Yorulma ve tekrarlı yük dayanımı,
- e. Düzgün yüzeyli birleştirme olanağı,
- f. Değişik ortamlara karşı bağlantıda yalıtım olanağı sağlaması,
- g. Birçok teknolojiye kolaylıkla uygulanabilir,
- h. Isı ve elektrik iletkenliğine karşı yalıtkan olarak kullanılabilmesi,
- i. Yüksek darbe ve titreşim sönümlene kabiliyeti,
- j. Dikkat çekici dayanım/ağırlık oranı,
- k. Mekanik birleştirme yöntemlerinden daha kolay ve ucuz olması.

4.5.4. Dezavantajları

- a. Parçaların birleştirilmesi zordur. Yüzey hazırlığı ve temizliği gerektirir.
- b. Yapıştırıcının mekanik özellikleri zaman ve sıcaklığa bağımlılık gösterir.
- c. Düşük soyulma dayanımı ve darbe dayanımı,
- d. Bağlantı ya da yapıştırıcın performansı ile ilgili verilerdeki eksiklikler,
- e. Yapıştırma bağlantısının ömrü maruz kaldığı çevresel etkilere bağımlıdır.

BÖLÜM 5. BİRLEŞTİRMELERİN MUAYENESİ

5.1. Tahribathı Muayene

Bağ mukavemeti ölçümleri seramik ve metal malzemeler arasındaki bağlantıların mekanik kalitesi hakkında bilgiler sağlar. Seramik-metal bağlantılarının mekanik özelliklerini saptamada kullanılan bir test metodu için üç temel gereksinim vardır [4].

1. Kullanılan test metodu doğru ve tutarlı sonuçlar vermelidir.
2. Kullanılan test metodu proses değişkenlerinin bağlantı üzerindeki etkilerini değerlendirebilmelidir.
3. Test sonuçları seramik-metal bağlantılarının tasarımında kullanılacak anlamlı sonuçlar vermelidir.

Seramik-metal bağlantılarının bağ mukavemeti ölçümleri hem klasik ve hem de kırılma mekaniği test teknikleri yardımıyla yapılabilir [4].

5.1.1. Klasik test teknikleri

Klasik soyma, çekme, makaslama ve eğme test tekniklerinde bağ mukavemetini karakterize etmede bağlı yüzeylerin hasara uğraması (kırılması) için gerekli gerilme kullanılır. Bununla birlikte, kırılma bir seramik ve sünek bir metal arasında oluşturulan bağlantının kırılma mukavemeti ara yüzeyde veya seramik malzemede var olan hatalarda oluşan gerilme yığılmasından etkilenir. Bağlı alanların boyutları değiştirildiğinde hata boyutlarının dağılımı da değişir. Bu yüzden klasik bağ mukavemeti değerleri numune boyutlarına bağlıdır. Klasik test tekniklerinde bağ mukavemeti ancak seramiğin mukavemetini aşmadığı durumlarda saptanabilir [4].

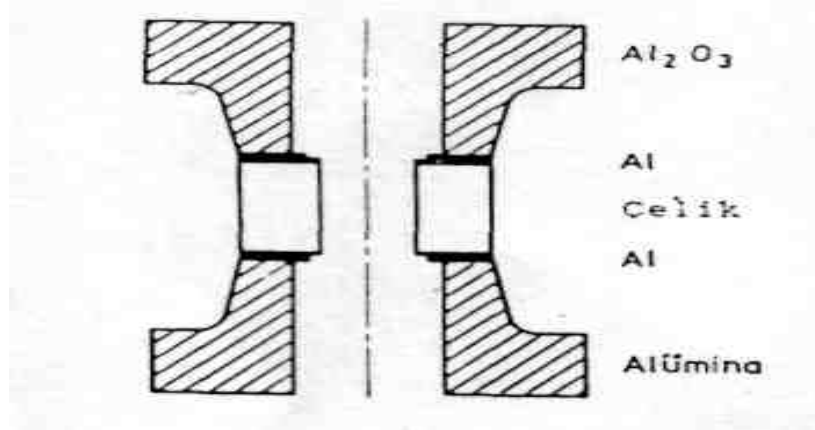
Aksi takdirde kırılma, seramik-metal ara yüzey bölgesinden uzak bir yerde meydana gelir. Elde edilen bağ mukavemeti değerleri seçilen test tekniğine de bağlıdır. Kırılgan seramik malzemeler ve bağlantılar için eğme testi değerleri genellikle çekme testi değerlerinden daha yüksektir [4].

5.1.1.1. Soyma testi

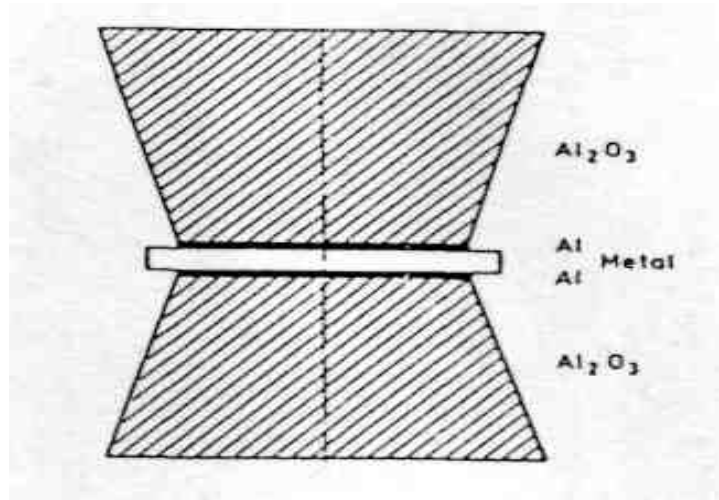
Soyma testinde bir metal çubuk, aktif lehim alaşımı yardımıyla bir seramik altlık üzerine lehimlenir. Metal çubuğu seramik altlıktan ayırmak için gerekli yük ölçülür. Bu yüzden soyma testi nispeten basit ve ucuzdur, sonuçlar tutarlıdır. Bununla birlikte soyma testi sonuçları seramik-metal bağlantılarının tasarımı için gerekli, anlamlı mühendislik parametrelerine dönüştürülemez [4].

5.1.1.2. Çekme testi

Çekme testi bağ mukavemetinin yanında seramik yüzey koşullarının etkilerini de saptayabilir. Şekil 5.1 ve 5.2 'de çekme testi numuneleri şematik olarak görülmektedir.



Şekil 5.1. ASTM lehimli test parçaları [17]



Şekil 5.2. Kesik koni çekme testi numunesi [17]

Çekme testlerinin çoğunda hasar, bağlantıdan ziyade seramik parçada oluşur. Bunun nedeni, yükleme mekanizmalarının seramiği çekme kuvvetlerine maruz bırakmasıdır.

Bağlantı mukavemetinin seramiğin çekme mukavemetini aştığı durumlarda, çekme testi verimliliğini kaybeder [4].

5.1.2. Kırılma Mekanik Test Teknikleri

Kırılma mekanik yaklaşımında bir bağlantının mekanik kalitesi, esas olarak kırılma enerjisi yardımıyla karakterize edilir ama kırılma tokluğu ölçümleri de kullanılabilir.

Bir bağlantıyı, keskin bir ara yüzey çentiğinden seramik-metal ara yüzeyine doğru ilerleyen tek bir çatlak yardımıyla ayırmak için gerekli enerjiye ara yüzey kırılma enerjisi (G_c) denir. Ara yüzey kırılma enerjisi ($J.m^{-2}$) sadece test sıcaklığından ve deformasyon hızından etkilenen bir parametredir [4].

Seramik-metal bağlantılarının ara yüzey kırılma enerjisi değerleri üç veya dört noktadan eğme testleri yardımıyla saptanabilir. Klasik bağ mukavemetlerinin tersine ara yüzey kırılma enerjisi değerleri ara yüzey alanının büyüklüğünden bağımsızdır, bununla birlikte ara yüzey bölgesinin mikro yapısından etkilenir [4].

5.2. Tahribatsız Muayene

Seramik malzemeler kırılğan doğaları nedeni ile çok küçük hatalara bile duyarlıdırlar. Metallerde kritik hata boyutu birkaç milimetre olabilirken bu değer seramiklerde genellikle 100 μm ' un altındadır. Seramik malzemeler diđer seramiklere veya metallere birleřtirildiđinde oluřan ara-yüzey de ilave bazı problemler ortaya ıkarmaktadır [4].

Günümüzde, bu boyuttaki kusurları hızlı ve doğru bir şekilde saptayabilecek metotlar mevcut deđildir ve potansiyel olarak görülen birçok metotta gelişme aşamasındadır. Bununla birlikte, sözü edilen bu metotlar hâlihazırda var olan ultrasonik ve X-ışınları gibi metotların rafine edilmesi veya geliştirilmesi sonucu ortaya ıkacaktır. Son zamanlarda ısıl dalgalara dayanan muayene yöntemlerine olan ilgi de artmıştır [4].

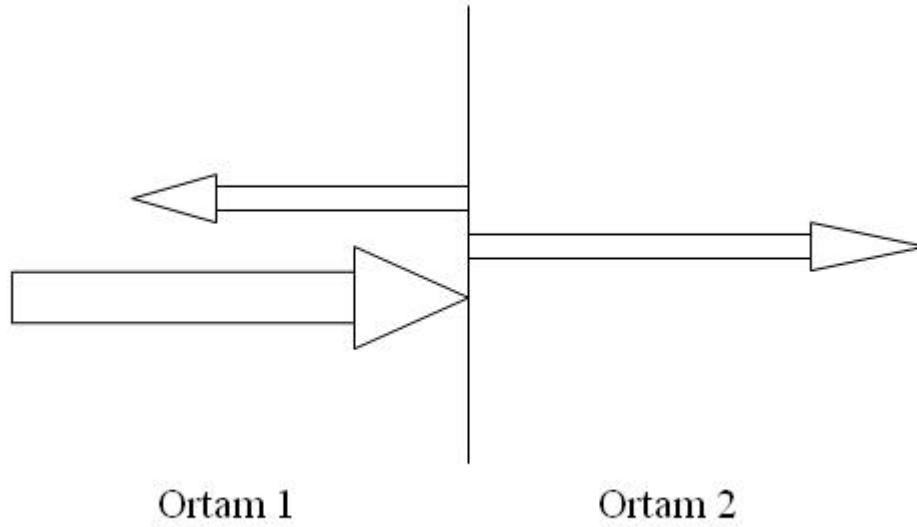
5.2.1. Ultrasonik muayene

Akustik dalgaların elastik bir ortamda davranışları sonucu ultrasonik dalgaların hız, sönüm, iletim, yansıma veya frekanslarındaki deđişikliklerden yararlanılarak malzemelerin yapıları hakkında bilgi sahibi olunabilir [4].

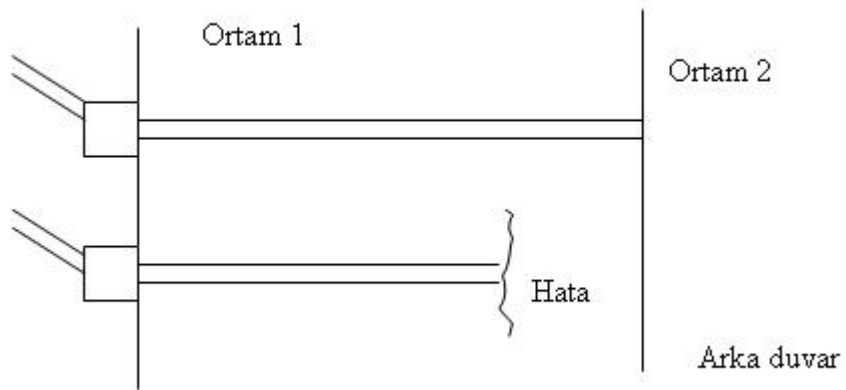
Malzeme özelliklerinin tane boyutu, mikroporozite veya mikroçatlak gibi yapısal özelliklere duyarlı olması durumunda ses hızı veya ultrasonik sönüm ölçümleri kullanılabilir. Mikroyapıdaki deđişiklikler ultrasonik dalgaların sönüm özellikleri üzerinde daha büyük bir etkiye sahip olduğundan, sönüm ölçümleri malzeme mukavemetini kontrol etmede daha kullanışlıdır [4].

Çođu ultrasonik muayenede ultrasonik dalgaların iletimi veya geri yansımından yararlanır. Ultrasonik dalgalar yardımıyla farklı ortamlar arasındaki akustik uyumsuzluđa bađlı olarak bir kusur veya ikinci bir fazın akustik görüntüleri elde edilir (Şekil 5.3.).

Klasik ultrasonik cihazlarında genellikle 5–25 MHz frekans kullanılır ve 400–1000 μm arasında dalga boyları elde edilir. Bu dalga boyları 100 μm ' un altındaki kusurların saptanabilmesi için çok büyüktür. Bu boyutun altındaki kusurların saptanabilmesi için 100–200 MHz arasında frekanslar gereklidir. Bu frekans seviyelerinde sönüm yüksek olduğundan, sadece yüzeydeki veya yüzeye yakın bölgelerdeki kusurlar saptanabilir [4].



a) Ara yüzeyde iletim ve yansımaya



b) Bir hatada yansımaya

Şekil 5.3. Ses dalgalarının iletimi ve yansıması [17]

5.2.2. Mikrodaklı X-Işını muayenesi

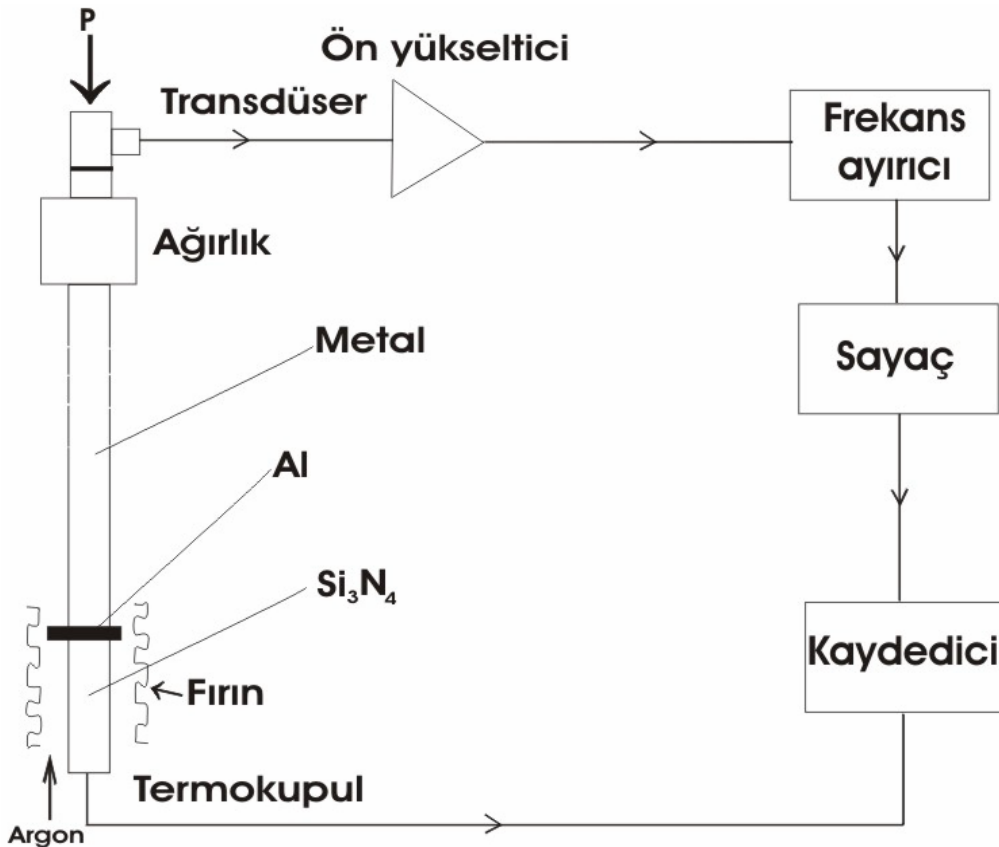
X-ışını ekipmanlarının gelişimi ile $1\mu\text{m}$ ' luk odak noktası ve 300X büyütme oranlarına ulaşılmıştır ve böylece çok küçük hataların saptanması mümkün olmuştur. Bununla birlikte, boşluk veya hataların saptanması numuneyi oluşturan bileşenlerin nispi absorpsiyon katsayılarına da bağlıdır. Işın huzmesinin yönüne paralel kusur veya ikinci fazlar eğer yeterince kalın değilse, gelen X-ışını huzmesinin absorpsiyonunda belirli bir farklılık

olmaz. Dolayısıyla, hataların saptanabilmesi için yeterli kontrast oluşmaz. Bu durum düzlemsel hataların bulunmasını güçleştirir ve özellikle difüzyon kaynağı ve lehimli bağlantılarda önemli bir sorun olarak karşımıza çıkar [4].

5.2.3. Akustik emisyon tekniği

Akustik emisyon tekniği seramik-metal bağlantıların muayenesinde en etkili yöntemlerden birisidir. Akustik emisyon, çatlakların çok küçük olması durumunda bile oldukça duyarlıdır. Bu teknik seramik kaplamalar üzerinde uygulanmış ve uygun kaplama koşullarının saptanmasında etkili olduğu bulunmuştur.

Suganuma ve Okamoto [19], bu teknik yardımıyla $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Invar}$ bağlantılarının birleştirme sıcaklığından itibaren soğumaları esnasında çatlama davranışlarını incelemiştir. Akustik emisyon ölçümleri için Şekil 5.4. 'de görülen bir deney düzeneği kullanmışlardır.



Şekil 5.4. Soğuma esnasında bağlantıların akustik emisyon kontrolü için kurulan deney düzeneğinin şematik gösterimi [19].

Deney düzeneğinde, akustik emisyon çevirgeci (1 MHz) silisyum gresi ile yağlanır, metal çubuğun bir ucuna tutturulur ve 92 gr'lık bir yük altında fırın dışına yerleştirilir. Akustik emisyon sinyalleri tüm birleştirme prosesi boyunca kontrol edilir. Çevirgeç çıktısı, 1 MHz bant geçirici süzgeçli bir ön yükselticiye bağlanır. Toplam akustik emisyon sayıları ve numune sıcaklığı zamanın fonksiyonu olarak kaydedilir. Elde edilen eğriler yardımıyla yorumlamalar yapılır.

BÖLÜM 6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

6.1. Seramik Tozlar ve Kompozisyon Hazırlama

Silisyum nitrür (Si_3N_4) seramiği toz formunda Alfa Aesar firmasından temin edildi. Tozlar Alfa Aesar firmasının %95 saflıkta %85 Alfa form içeren EG No: 234-769-8 LOT: 2809/01 kodlu malzemesidir. Sinterleme katkı maddesi olarak kullanılan Alumina (Al_2O_3), %99,5 saflıkta (EEC No: 215-691-6 LOT: J20N06), MgO %96 saflıkta (EEC No:215-171-9 LOT:370152) Alfa Aesar'dan temin edildi. Silika ise (SiO_2) Kale Maden A.Ş.'den temin edilip ürün kodu 4107-772/100'dir.

Si_3N_4 sinterlenmesi için düşük sıcaklık ötektik fazlarından yararlanıldı. Bu kapsamda ağırlıkça, %37,5 MgO, %18,75 Al_2O_3 , %43,75 SiO_2 oranlarındaki karışım hazırlandı. Bu karışım 1350°C sıcaklıkta sıvı faz ötektiği oluşturmaktadır. Sinterleme esnasında bu oksit faz karışımı 1350°C üzerindeki sıcaklıkta sıvı faza geçerek kapılar etki ile Si_3N_4 'ün yoğunluğunu arttırmakta ve böylece mukavemeti yüksek yapı elde edilmektedir.

6.2. Soğuk Şekillendirme İşlemleri

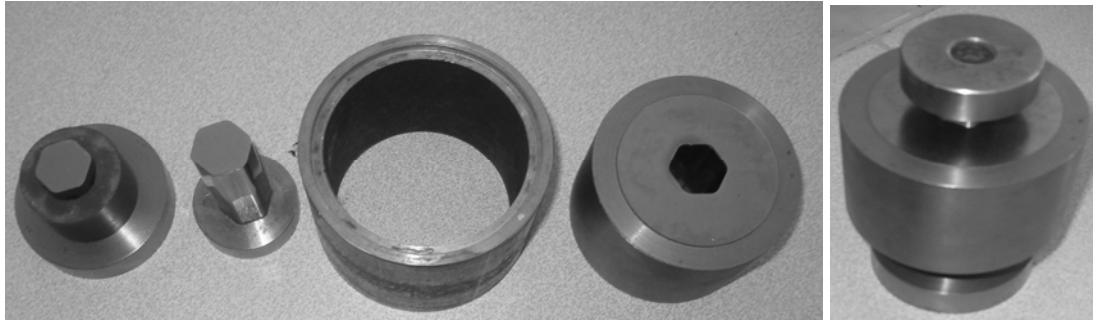
Oksit sinterleme katkısı ağırlıkça %16, 24 ve 32 olacak şekilde Si_3N_4 tozlarına ilave edilerek üç farklı kompozisyon hazırlandı. Birinci yöntemde karışım agat havanda asetonla az miktarlarda hazırlandı etüvde kurutuldu ve preslendi. İkinci yöntemde ise karışımlar asetonla birlikte 40 saat boyunca homojen bir şekilde karıştırıldı, sonrasında etüv de 1 gün süreyle 70°C' de kurutuldu ve Retsch AS200 değirmende 200 mesh'lik elek ile 60 amplitüd'de granülasyon işlemine tabi tutuldu. Üçüncü yöntemde ise karışımlar % 99 saflıktaki etil alkol ile birlikte 45 saat boyunca homojen bir şekilde karıştırıldı, sonrasında etüv de 1 gün süreyle 70°C' de kurutuldu

ve Retsch AS-200 değirmende 212 mesh'lik eleklerle 60 amplitüd'de granülasyon işlemine tabi tutuldu (Şekil 6.1).



Şekil 6.1. Eleme ve granüleme işlemlerinde kullanılan RETSCH AS200 model elek.

Hazırlanan karışımlar 10 mm çapındaki silindirik ve paralel kenar mesafesi 25 mm olan altıgen kalıplarda preslendi (Şekil 6.2).



a)

b)

Şekil 6.2. Preslemede kullanılan altıgen kalıp; a) parçaları ve b) birleştirilmiş hali.

6.3. Sinterleme İşlemleri

Sinterleme işlemi için iki tip fırından yararlanıldı. Birinci tip fırın 1600°C'ye kadar çıkabilen, ısıtma ve soğutma hızı kontrol edilebilen ve programlanabilen atmosfer kontrollü ve istenildiği takdirde düşük vakum altında çalışabilen tüp fırın (Protherm - Alser Teknik A.S.) (Şekil 6.3). İkinci tip fırın Alman menşeli GERO marka HTK8-

KE/181G model kutu tipi olup birincisine benzer şartlar altında ve 1800 °C sıcaklığa kadar kullanılabilir (Şekil 6.4).



Şekil 6.3. Deneylerde kullanılan tüp fırın



Şekil 6.4. Deneylerde kullanılan kutu tipi fırın.

Ayrıca saf ve çeşitli oranlarda SiC ilavesi yapılmış Al_2O_3 seramikleri de altıgen kalıpta preslenip sonrasında sinterlenerek farklı numuneler üretildi.

6.4. Yoğunluk Ölçümleri

Presleme sonrası yoğunluk ölçümleri düzgün geometrik şekilli olmaları nedeni ile klasik kütle ve hacim ölçümleri ile yapıldı. Sinterleme sonrası elde edilen numunelerin yoğunluk ölçümleri ise Precisa XB220A model tartı cihazı kullanılarak arşimet yöntemi ile yapıldı (Şekil 6.5). Sinterleme sonrası düşük yoğunluklu diğer bir deyişle açık gözenekli yapıların yoğunluk değerleri geometrik yöntemle hesaplandı.



Şekil 6.5. Yoğunluk ölçümlerinde kullanılan Precisa XB220A model tartı

6.5. Mikroyapı Karakterizasyon İşlemleri

Sinter sonrası elde edilen bazı seramik numunelerin eğme ve darbe testleri öncesinde ve sonrasında oluşan fazların morfolojilerinin belirlenmesi amacı ile mikroyapı incelemeleri yapıldı. Ayrıca yüksek bağ mukavemeti gösteren metal – seramik birleştirmelerin ara yüzey incelemeleri amacı ile de metalografik çalışmalar yapıldı. Mikroyapı incelemelerinde teknik eğitim laboratuvarında bulunan Nikon marka Eclipse L150 model optik mikroskoptan yararlandı (Şekil 6.6).



Şekil 6.6. Mikroyapı incelemelerinde kullanılan Nikon Eclipse L150 model optik mikroskop

6.6. Yapıştırma İşlemi

Orta karbonlu DKP (sıcak çekme bandının üzerindeki tufal yani oksit tabakasını almak için asitle temizleme uygulanmış sac) çelik sacdan 50x20x2,4 mm, 50x20x3 mm ve 50x20x4 mm ebadında plakalar kesilmek suretiyle hazırlanmıştır. Bu plakaların yüzeyleri yapışmanın daha iyi olabilmesi için asetonla silinerek yağ, pas, kir ve benzeri etkilerden temizlenmiştir. Ardından yüzeyler 120, 150, 180, 400 grid'lik SiC parlatma kâğıtları kullanılarak arzu edilen pürüzlülük formları oluşturulmuştur. Aynı şekilde temin edilen yapı mozaiklerinin (betebe) yüzeyleri de 120, 150, 180, 400 grid'lik parlatma kâğıtlarıyla benzer şekilde hazırlanmıştır. Böylece seramik ve metal parçaların daha iyi tutunabilmeleri için yapıştırıcının akabileceği pürüzlü yüzeyler elde edilmiştir. Burada amaç yapışmanın daha iyi olabilmesi için çeşitli parametreler değiştirilmesi suretiyle yapışma özelliklerinin incelenmesidir. Yapıştırılacak yüzeydeki yüzey pürüzlülüklerinin, değişik yüzey topografilerinin ve farklı yapıştırıcı çeşitlerinin yapışma mukavemetine olan etkisi araştırılmıştır.

Deneyde kullanılan yapı mozaikleri (betebe) 2x2 cm ebatlarında ve ticari kalitede olup Şekil 6.7'de verilmiştir. Betebe malzemelerin tercih edilme nedeni teknoloji seramiklerinin kullanımı öncesi gerçek test koşullarının kolayca denenebilmesine

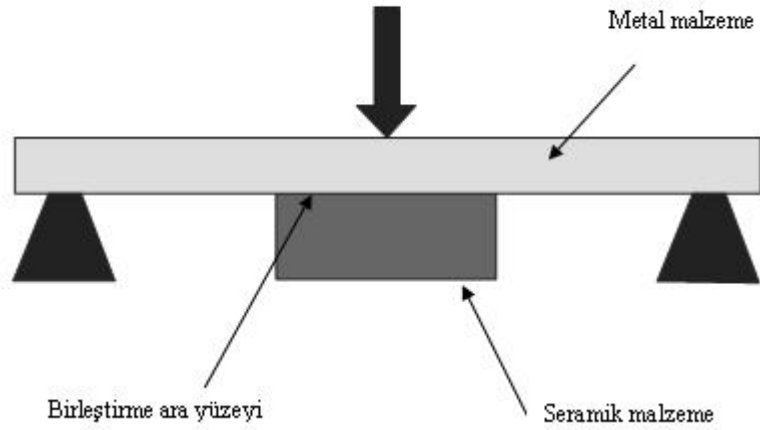
imkan sağlamasıdır. Ayrıca betebe malzemeler kolay ve ucuz bir şekilde temin edilebilmektedir.



Şekil 6.7. Deneyde kullanılan yapı mozaikleri (betebe)

6.7. Yapışma Mukavemetlerinin Ölçülmesi

Yapıştırılan parçalara Dartec çekme cihazında üç nokta eğme testi uygulanılarak yapışma mukavemetleri ölçüldü. Şekil 6.8’de bu ölçümler şematik olarak gösterildi. Bu ölçümlerde her parametre için üç farklı test yapıldı ve bunların ortalaması alınarak deneysel sonuçların analizinde kullanıldı.



Şekil 6.8. Üç nokta eğme testinin şematik gösterimi.

BÖLÜM 7. BULGULAR VE TARTIŞMA

7.1. Tek Eksenli Presleme Test Sonuçları

Bölüm 6.1`de detaylı açıklanan farklı oranlarda oksit sinter katkı içerikli Si₃N₄ esaslı kompozisyonlar tek eksenli kalıpta farklı basınçlar kullanılarak preslenmiş ve sonrasında sinterleme işlemine tabi tutulmuştur. Presleme sonrası seramik tabletlerin formunu koruduğu ve presten çıkartılması sonrasında deformasyon ve dökülmelerin/yırtılmaların görülmediği en iyi sonucun, ağırlıkça %16 oksit sinter katkılı numunelerde ve 10 kg/mm²'lik presleme basınçlarında elde edildiği gözlemlenmiştir. Daha yüksek basınç değerleri kullanıldığında ise kalıptan çıkartılan numunelerin parçalandığı veya katmanlaşarak ayrıldığı görülmüştür. Benzer durum ağırlıkça %16`dan daha yüksek oksit sinter katkısı kullanılan (%24 ve %32) karışımlarda da tespit edilmiştir. Bu nedenle preslemede ağırlıkça %16 oksit sinter katkılı Si₃N₄ tozlarının 10kg/mm² presleme basıncı optimum olarak kabul edilmiştir.

7.2. Sinterleme Sonuçları

Basıncısız ortamda yapılan sinterleme test sonuçları Tablo 7.1`de sunulmuştur. Değerler 3 farklı test sonucunun ortalamasıdır. Buna göre en düşük yoğunluk değeri 1550°C altında, 1 saat süreyle azot atmosferinde tüp fırında gerçekleşen testlerde elde edilmiştir. En yüksek yoğunluk değeri ise su soğutmalı kutu tipi atmosfer kontrollü fırında 1650°C`de 1,5 saat süreyle azot atmosferinde ve karbon karasının yatak malzemesi olarak kullanıldığı test sonuçlarında elde edildi. 1700°C sıcaklıkta 1 saat süre ile yapılan sinterleme test sonuçları 1650°C`e göre daha düşük yoğunluk değerlerinin elde edilmesine neden olmuştur. Bu durum, sinterleme sırasında oluşan ötektik fazların kararsızlığının 1650°C`nin üzerinde arttığı ve dolayısıyla sistemden uzaklaşma eğilimine girerek test numunelerinde hacimsel artışa neden olduğu ve bunun sonucu olarak ta yoğunluğun düştüğü düşünülmektedir. 1700°C` de sinterlenmiş altıgen şekilli numunelerin sinter sonrası görüntüleri Şekil 7.1`de

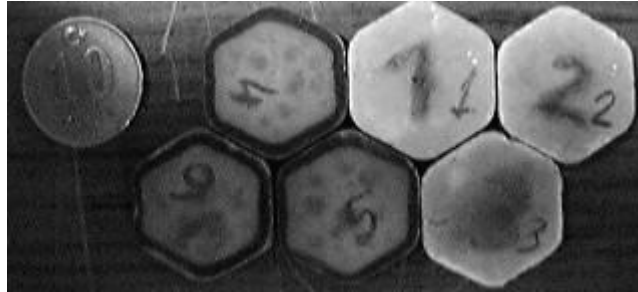
verilmiştir. Ayrıca 1650°C` de 1,5 saat süreyle sinterlenen numunelerin görüntüleri Şekil 7.2`de sunulmaktadır.

7.3. Yoğunluk Değişimleri

Tablo 7.1`de son iki denemede kabul edilebilir değerlere ulaşıldığı düşünülmektedir. Bunlardan karbona gömülmüş malzeme en iyi yoğunluk değerlerini verdi fakat fiziksel küçülme en iyi β -Si₃N₄ içerisine gömülmüş numunelerde elde edildi. Elde edilen bu sonuçlar ışığında β -Si₃N₄ içerisine gömülmüş numuneler vakum ortamında sıcaklıklar ve süre değiştirilerek daha iyi sonuçlar elde edilebilir.



Şekil 7.1. 1700°C`ta 1 saat sinterlenen seramik tabletlerin sinter sonrası görüntüleri.



Şekil 7.2. 1650°C`ta 1,5 saat sinterlenen seramik tabletlerin sinter sonrası görüntüleri (1,2,3 numaralı seramik numuneler β -Si₃N₄ içine gömülmüştür. 4,5,6 numaralı seramik numuneler karbon karasının içine gömülmüştür.)

Tablo 7.1. Farklı sinterleme koşullarındaki yoğunluk değişimleri.

Kompozisyon (% ağı.)	Sinterleme		Yoğunluk (%TY**)	Açıklama
	°C	s		
84 Si ₃ N ₄ + 16 SK*	1450	1	70	Tüp fırında yapıldı. Karıştırma işlemi asetonla yapıldı.
84 Si ₃ N ₄ + 16 SK	1550	1	70	Tüp fırında yapıldı. Karıştırma işlemi asetonla yapıldı.
84 Si ₃ N ₄ + 16 SK	1600	2	71	CIP kullanıldı. Refrakter altlıkla reaksiyona girdi. Karıştırma işlemi asetonla yapıldı.
84 Si ₃ N ₄ + 16 SK	1600	2	70	CIP kullanıldı Refrakter altlıkla reaksiyona girdi. Karıştırma işlemi asetonla yapıldı.
84 Si ₃ N ₄ + 16 SK	1650	2	82	Toz yatak olarak β-Si ₃ N ₄ kullanıldı.
84 Si ₃ N ₄ + 16 SK	1650	2	83	Beta Si ₃ N ₄ kullanıldı. Karıştırma işlemi asetonla yapıldı.
76 Si ₃ N ₄ + 24 SK	—	—	—	Presleme sırasında yırtılmalar oldu
68 Si ₃ N ₄ + 32 SK	—	—	—	Presleme sırasında yırtılmalar oldu
84 Si ₃ N ₄ + 16 SK	1700	1	51-79	Toz yatak olarak β-Si ₃ N ₄ kullanıldı.
84 Si ₃ N ₄ + 16 SK	1650	1,5	90	Toz yatak olarak β-Si ₃ N ₄ kullanıldı. Karıştırma işlemi alkolle yapıldı ve içerideki hava 10 dk. süresince vakumlandı.
84 Si ₃ N ₄ + 16 SK	1650	1,5	90	Toz yatak olarak Vulcan 6N kodlu karbon kullanıldı. Karıştırma işlemi alkolle yapıldı ve içerideki hava 10 dk. süresince vakumlandı.

Presleme basıncı tüm numuneler için sabit olup 10 kg/mm² dir.

*: SK (Sinter Katkısı) % 37,5 MgO, % 18,75 Al₂O₃, %43,75 SiO₂

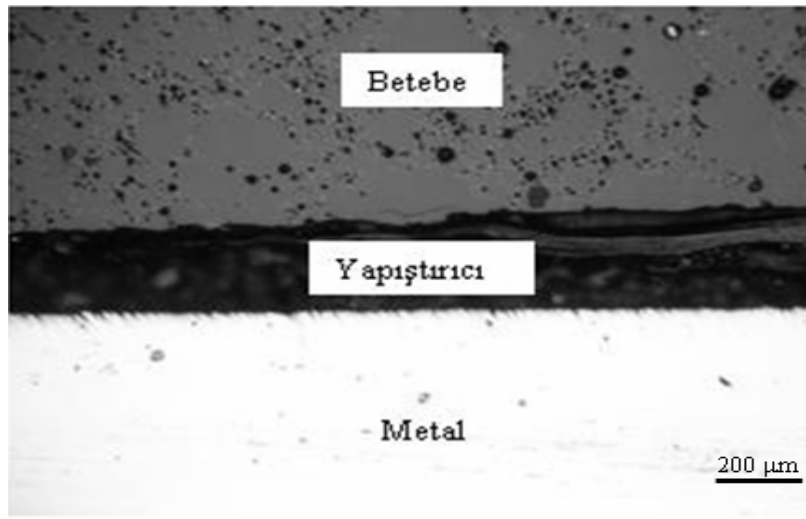
** : TY (Teorik Yoğunluk)

Tablo 7.1' de, 1650°C' de 1,5 saatlik sinterleme sonucu elde edilen yoğunluk değerinin (% 90 TY) bu çalışma için yeterli olabileceği düşünülerek sinterleme optimizasyonuna son verilmiştir. Bu parametrelerle elde edilen altıgen şekilli Si₃N₄ seramik tabletler birleştirme amaçlı kullanılmıştır. Zira bu çalışmanın temel amacı seramik – metal birleştirmeler ve bunların performanslarını incelemek olduğundan seramiklerin sinterlenmesiyle yüksek yoğunluk elde edilmesi hususunda detaylı bir araştırma yapılması bu çalışmanın kapsamı dışındadır. % 90 TY seramik numunelerle yapılan üç nokta eğme testlerinde seramik numunelerin kırılmadığı

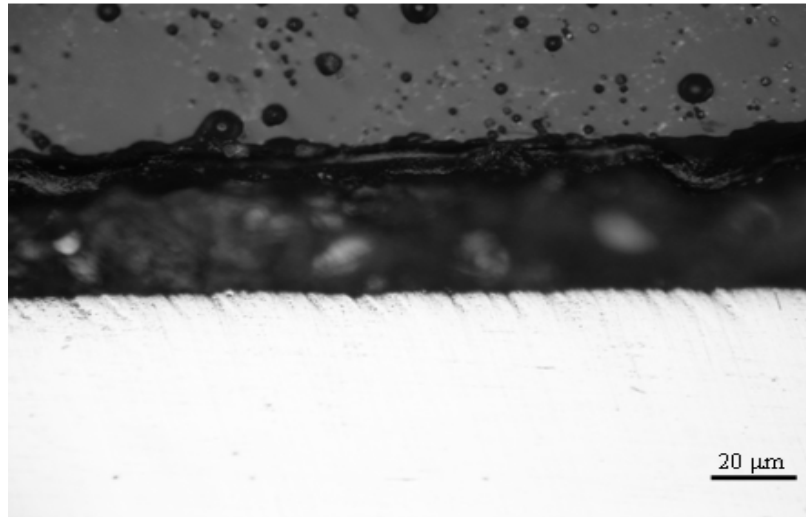
görülmüştür. Bu ise belirtilen yoğunluktaki Si_3N_4 numunelerin bu çalışma için yeterli olduğunu göstermektedir.

7.4. Mikroyapı Analizleri

Mikroyapı analizleri için çekilmiş fotoğraflarda (Şekil 7.3) metal - yapıştırıcı - betebe arayüzeyinde bulunan zımpara izleri görülmektedir. Ayrıca yapıştırıcının metal – betebe arayüzeyini çok iyi bir şekilde doldurduğu ve herhangi bir boşluk bırakmadığı görülmektedir.



a)



b)

Şekil 7.3. 150 grid'lik zımparayla hazırlanmış metal – betebe birleştirmelerin mikroyapı fotoğrafları a) 50 büyütme b) 500 büyütme

7.5. Birleştirme Mukavemet Testleri

Birleştirme işlemleri soğuk yapıştırma şeklinde gerçekleştirilmiş olup reçine esaslı 3 tür yapıştırıcı kullanılmıştır. Bunlardan Pattex Rapid Universal yapıştırıcı olanı Ticari Yapıştırıcı 1, Alfa Aesar Magnesium Oxide 2 Part Ceramic Adhesive yapıştırıcı olanı Ticari Yapıştırıcı 2 ve Çekomastik 310 Çeko Rapid yapıştırıcı olanı ise tezin bundan sonraki bölümlerinde Ticari Yapıştırıcı 3 olarak adlandırılacaktır.

Ana malzeme (metal altlık) ve ticari yapıştırıcılar kullanılarak yapılan birleştirmelerin üç nokta eğme mukavemet test sonuçları Şekil 7.4’de grafiksel olarak sunulmuştur. Metal altlık, yüzey hazırlama, kurutma ve test parametreleri gibi tüm faktörlerin sabit alınması suretiyle farklı tür yapıştırıcılarla gerçekleştirilen testlerde Ticari Yapıştırıcı 1’in en iyi sonucu verdiği gözlemlenmiştir (Şekil 7.4 – c). Seramik boyutları ile yapışma yüzeyleri sabit kabul edildiğinden yapışma mukavemetinin mukayesesinde kopma için gerekli maksimum yük miktarı esas alınmış ve grafiksel olarak sunulmuştur. Şekil 7.5’de yapıştırıcı etkisinin bağlantı mukavemetine etkisi kopma gerilmesi olarak verilmiştir. Gerilme hesaplamasında aşağıdaki formülden yararlanılmıştır.

$$\sigma = \frac{P(L/2)}{\frac{wt^2}{6}}$$

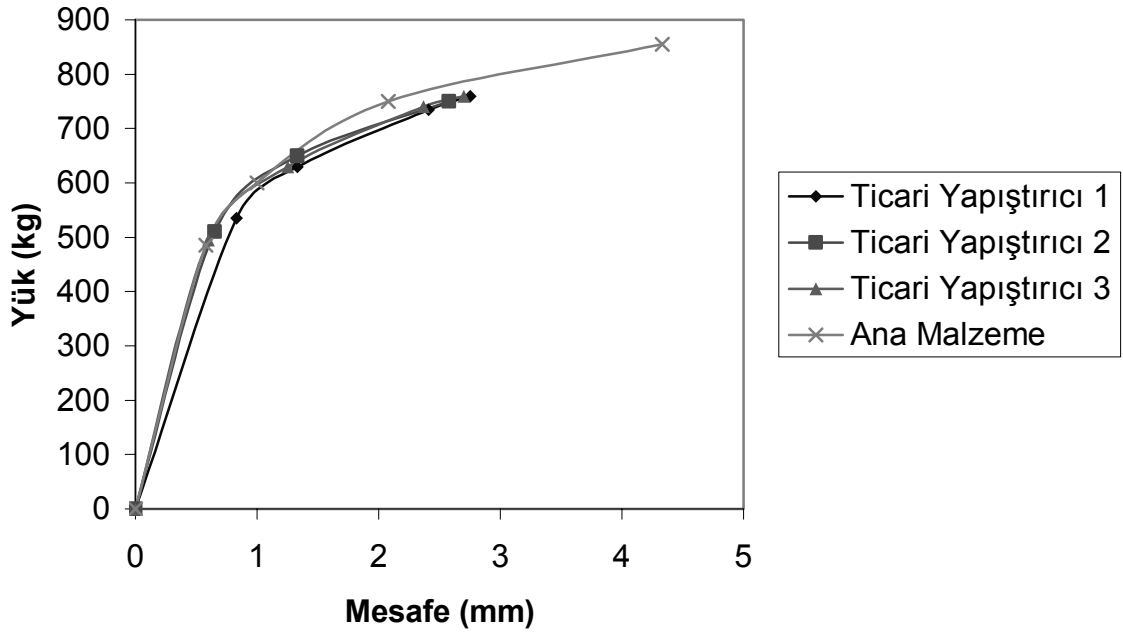
Burada;

P = kopmada elde edilen maksimum yük,

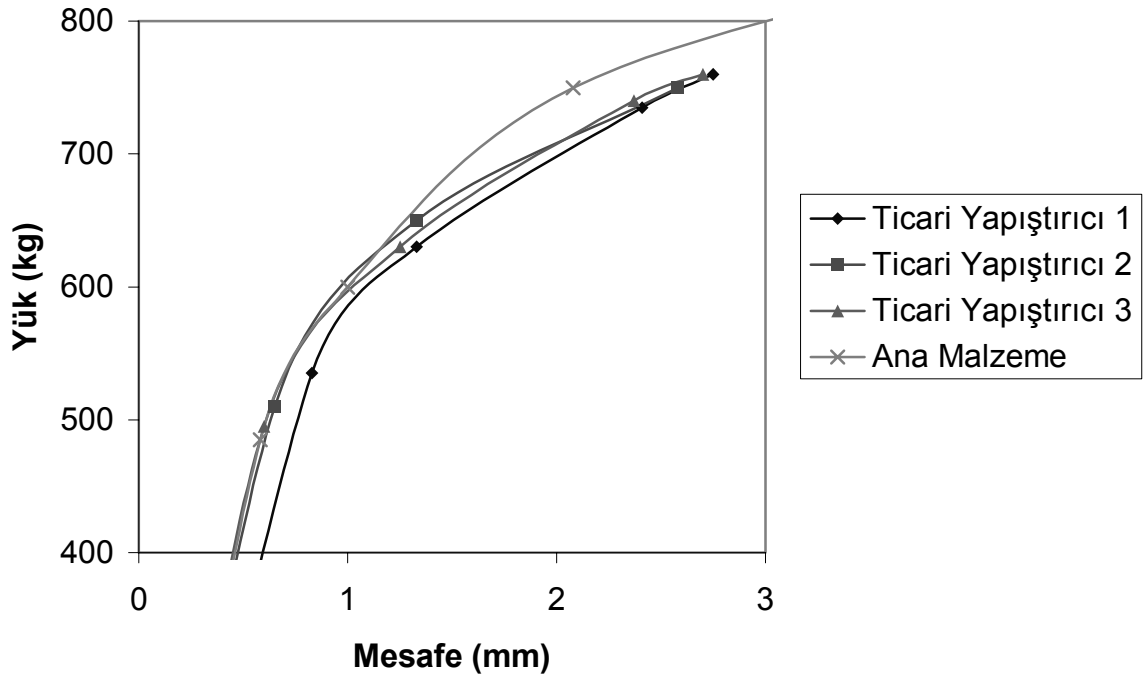
L = mesnetler arası uzaklık ,

w = betebe genişliği, ve

t = toplam kalınlık.

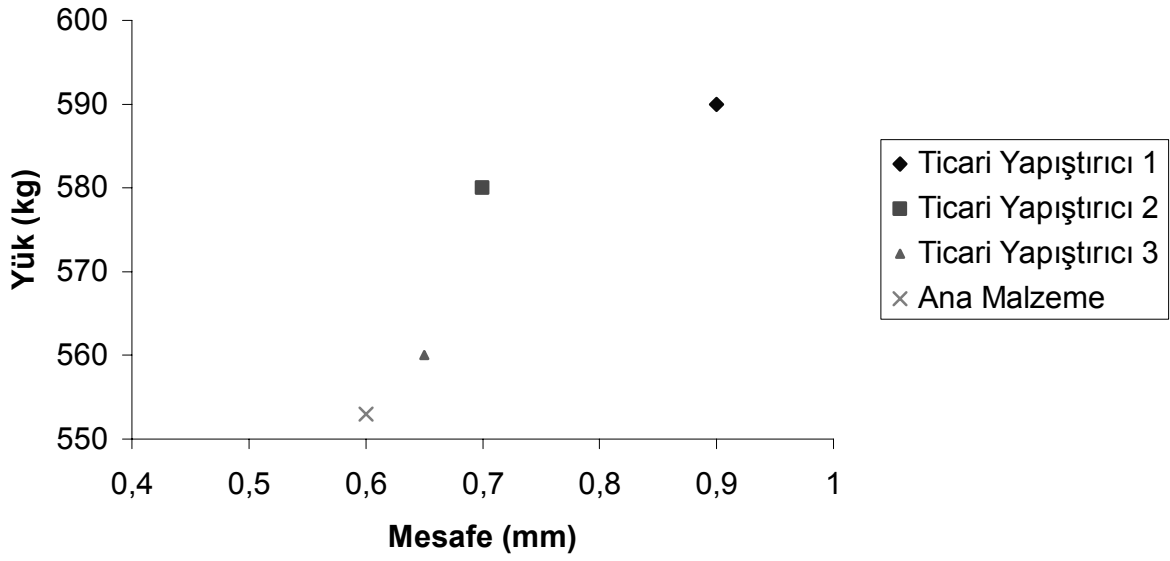


a)



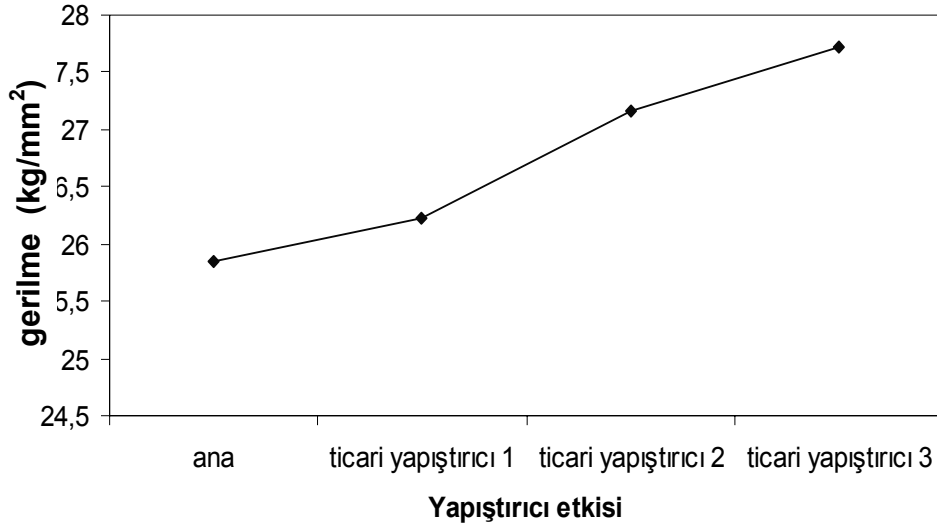
b)

Şekil 7.4. Metal – seramik birleştirmelerde yapıştırıcının eğme mukavemetine olan etkisi; a) tüm veriler, b) kırılma/kopma bölgesi c) kırılma/kopma noktaları



c)

Şekil 7.4. (Devamı) Metal – seramik birleştirmelerde yapıştırıcının eğme mukavemetine olan etkisi; a) tüm veriler, b) kırılma/kopma bölgesi c) kırılma/kopma noktaları



Şekil 7.5. Yapıştırıcı etkisinin bağlantı mukavemetine etkisi

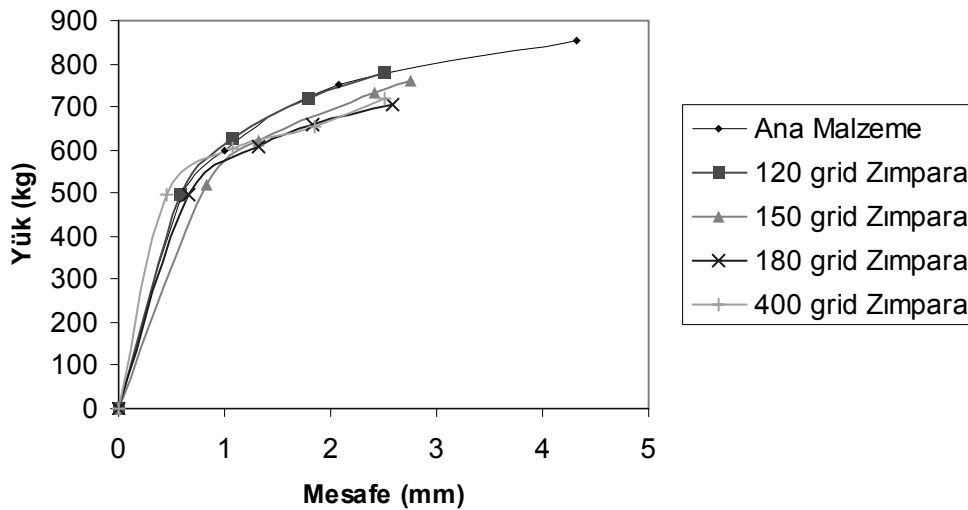
Yapıştırıcı etkisi belirlendikten sonra birleştirilen metal ve seramik malzemelerin yüzey pürüzlülüklerinin ve yüzey geometrisinin yapışma mukavemetine olan etkisi incelenmiş ve elde edilen sonuçlar Şekil 7.6'de sunulmuştur. Şekillerden yola çıkarak 150 grid'lik zımpara ile zımparalanmış yüzeyin daha iyi sonuç verdiği görüldü (Şekil 7.6 – c). Bunun nedeni Şekil 7.8 ve 7.9' da verilen yüzey pürüzlülüğü (R_a ve R_z) kullanılarak açıklanabilir.

Burada R_a : Yüzey profili ortalama çizgisine göre oluşan profil sapmalarının matematiksel ortalamasıdır ($R_a = \frac{1}{L} \int_0^L |y(x)| dx$). L değeri ölçüm bölgesi uzunluğudur.

R_z : ise beş en yüksek ve beş en derin noktanın ortalama pürüzlülüğüdür ($R_z = \frac{(y_1 + y_3 + \dots + y_9) + (y_2 + y_4 + \dots + y_{10})}{5(V_v)}$). V_v değeri pürüzlülük ölçümü yapan makinenin ölçüm yaptığı mesafedir.

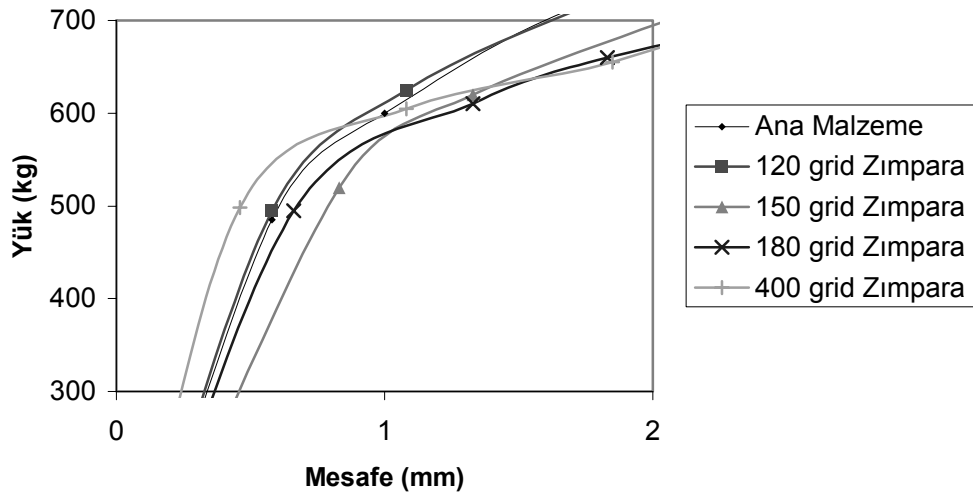
Buna göre yapıştırma mukavemetinin iyi olabilmesi için düşük pürüzlülük değerleri gereklidir. Ancak burada bir sınırlama söz konusudur. Zira pürüzlülük değerleri azaldıkça yapıştırıcının birçok sayıda ve daha düşük alanlara tutunmaya çalışması gerekmektedir. Daha büyük pürüzlülük değerlerinde ise yapıştırıcı daha geniş alanda az miktarda yüzeye tutunmaya çalışmaktadır.

Normal şartlarda yüzey pürüzlülüğü değerlerinin küçükten büyüğe doğru 400, 180, 150 ve 120 olarak gitmesi beklenmesine rağmen bu çalışmada sıralama 400, 150, 180 ve 120 olarak ölçülmüştür. Bunun nedeni tam olarak anlayamamıştır. Şekil 7.7 da elde edilen gerilme değerleri verilmiştir.

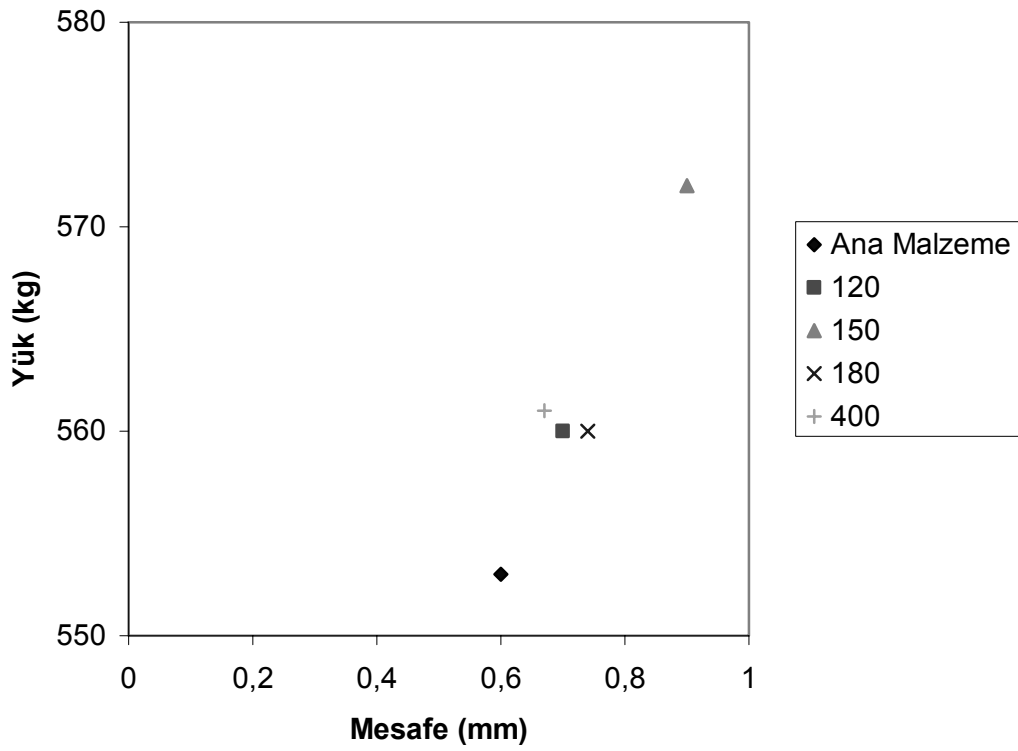


a)

Şekil 7.6. Yüzey pürüzlülüklerinin birleştirme mukavemetine etkisi a) tüm veriler, b) kırılma/kopma bölgesi c) kırılma/kopma noktaları

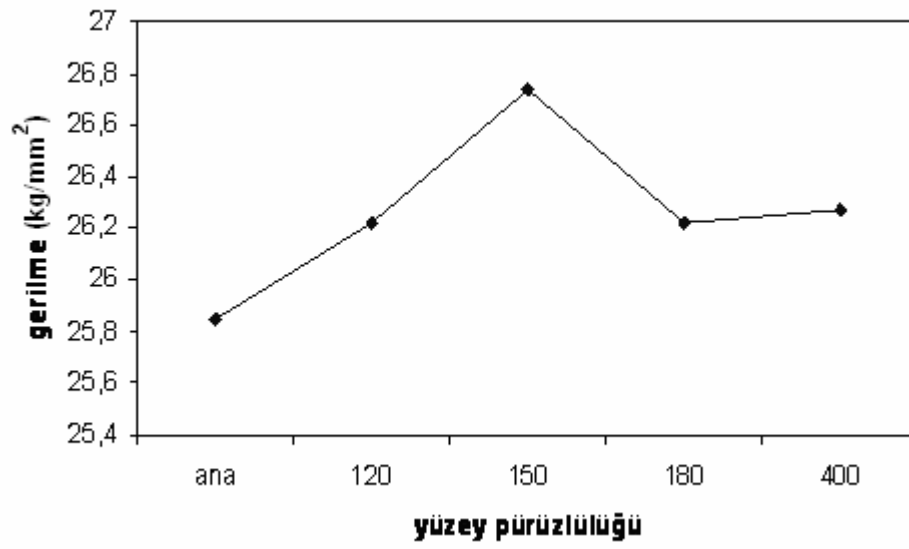


b)

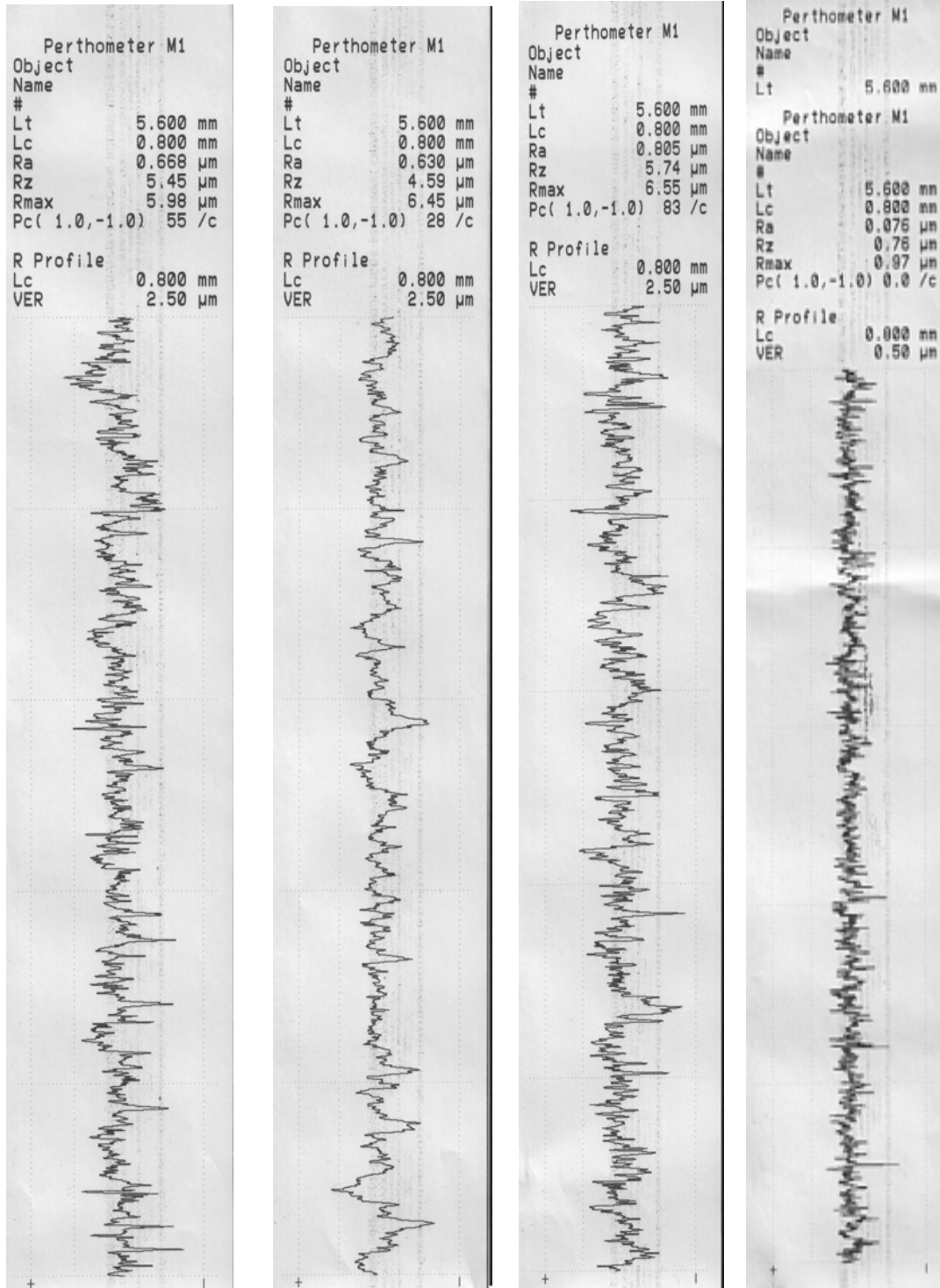


c)

Şekil 7.6. (Devamı) Yüzey pürüzlülüklerinin birleştirme mukavemetine etkisi a) tüm veriler, b) kırılma/kopma bölgesi c) kırılma/kopma noktaları



Şekil 7.7. Yüzey pürüzlülüğünün bağlantı mukavemetine etkisi



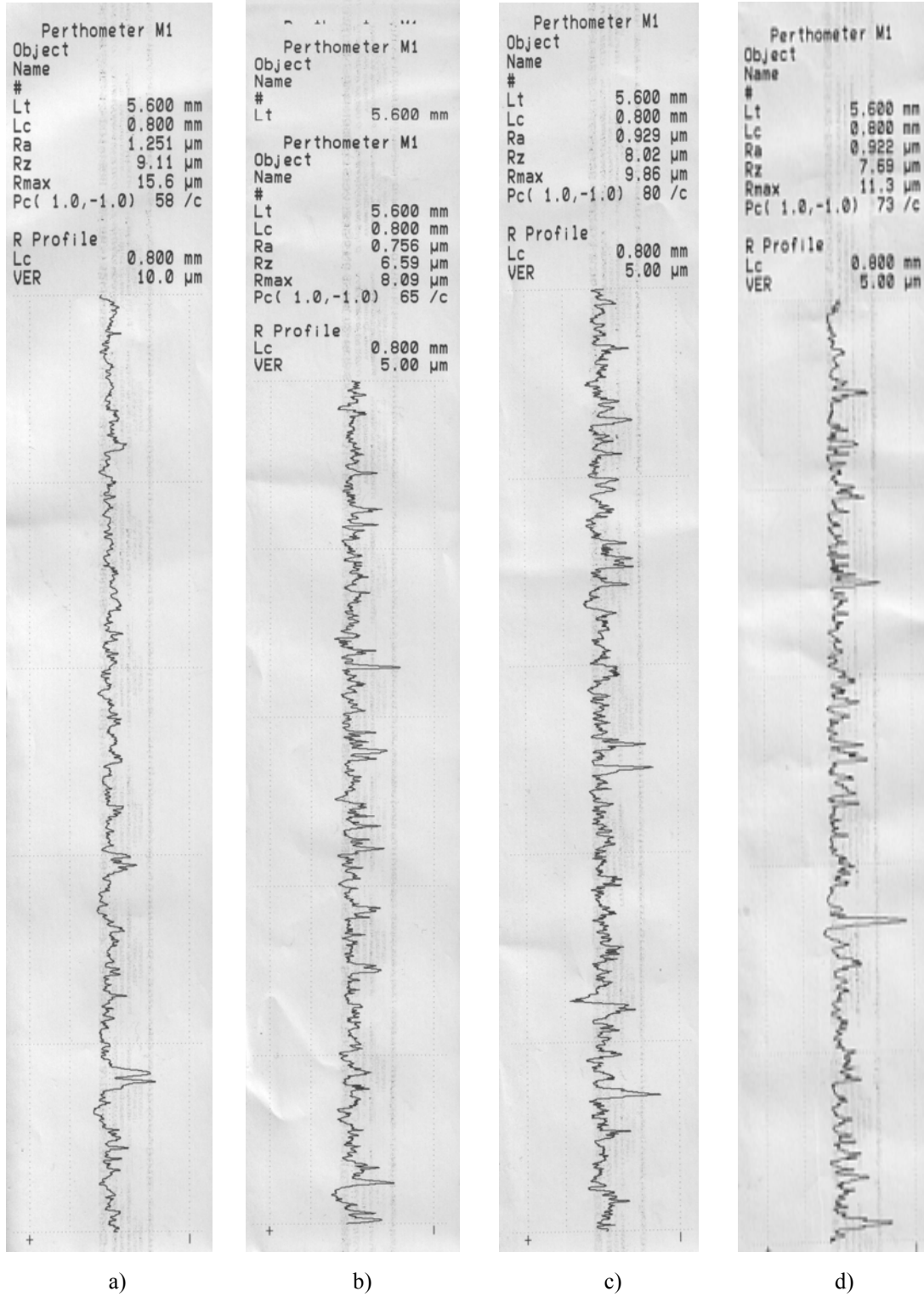
a)

b)

c)

d)

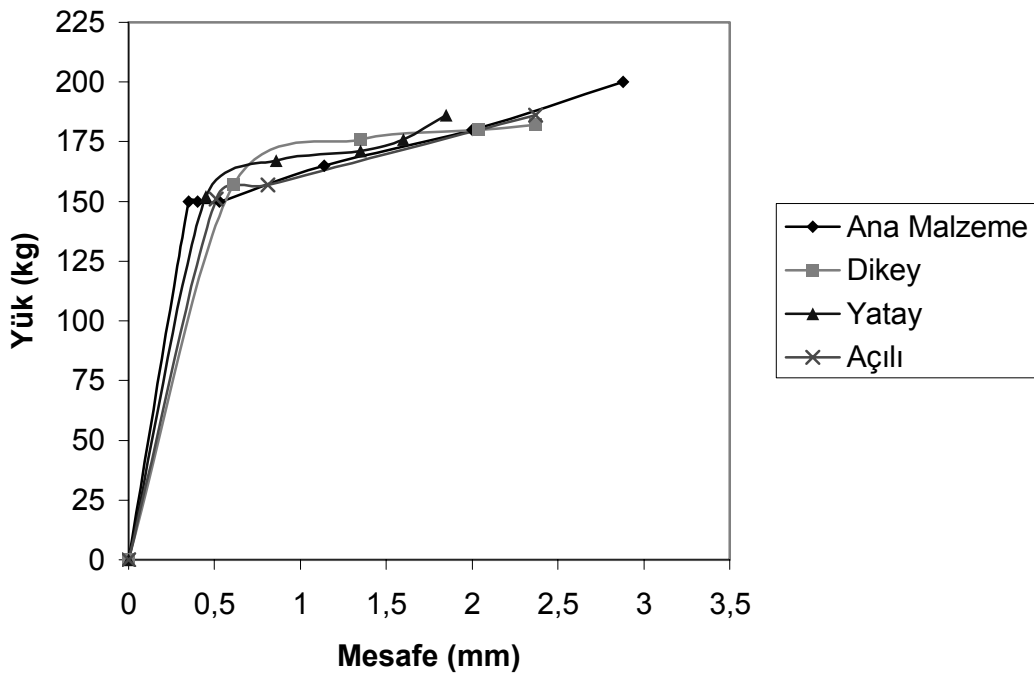
Şekil 7.8. Yapıştırma işleminde kullanılan metallerin yüzey pürüzlülüğü değerleri a) 120 grid, b) 150 grid, c) 180 grid d) 400 grid



Şekil 7.9. Yapıştırma işleminde kullanılan betebe malzemelerin yüzey pürüzlülüğü değerleri a) 120 grid, b) 150 grid, c) 180 grid d) 400 grid

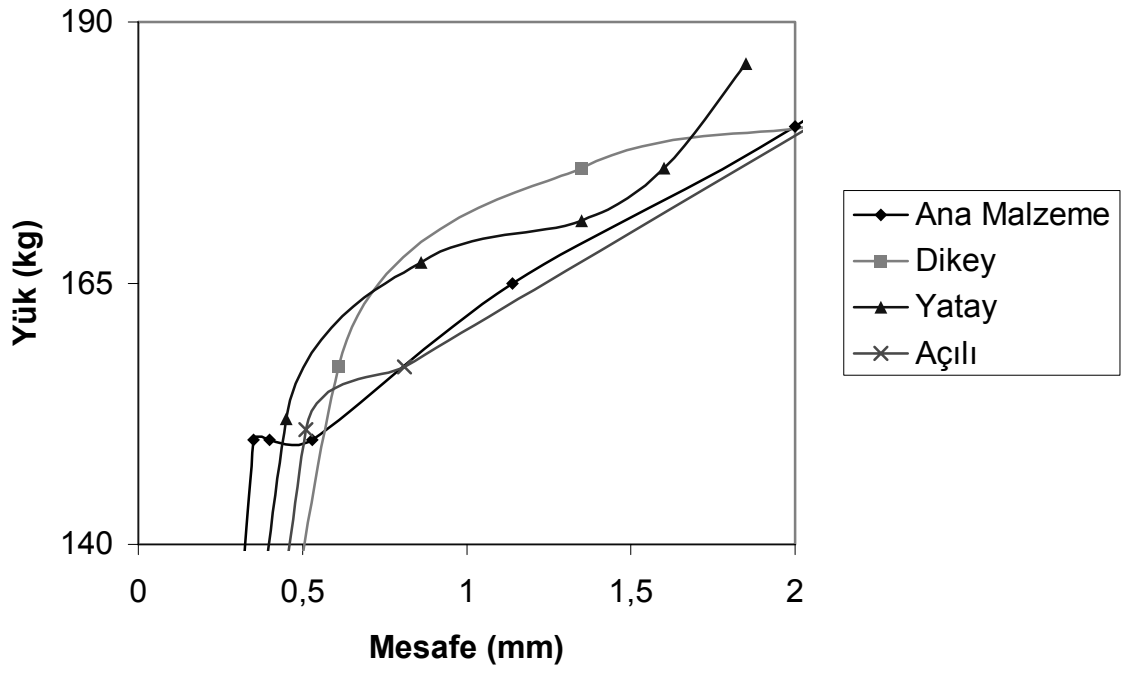
Yüzey pürüzlülükleri incelendikten sonra Ticari Yapıştırıcı 1 ile 150 grid'lik zımpara kullanılarak dikey, yatay ve açılı zımparalama yönleriyle yüzey morfolojisinin

yapıştırma mukavemetine etkisi incelenmiş ve dikey zımparalama yönünde daha iyi sonuç alındığı gözlemlenmiştir (Şekil 7.10). Bunun nedeni çekme gerilmesine maruz metal üst yüzeyinin gerinmeye çalışması ve buna mukabil metal malzeme ile aynı yönde ve birbirine paralel mikro ölçekli kanallara sahip seramik malzemenin ise bu gerinmeye karşı kilitleme etkisi ile direnç göstermesidir (Şekil 7.12). Dik yüzey morfolojisi eğmeye zorlanan çekme gerilmesine maruz ara yüzeyde gerilmenin uygulama yönüne dik zımparalama ile oluşan aşınma kanalları mevcuttur (Şekil 7.13 ve Şekil 7.14). Eğme testinde metal birleşme ara yüzeyi çekme gerilmesine maruz kalırken seramik birleşme ara yüzeyi ise basma gerilmesine maruz kalmaktadır. Birbirine paralel aşınma kanalları eğme gerilmesi altında mekaniksel etki ile kilitlemeye neden olmakta, bu ise bağlantı mukavemet artışı sağlamaktadır.

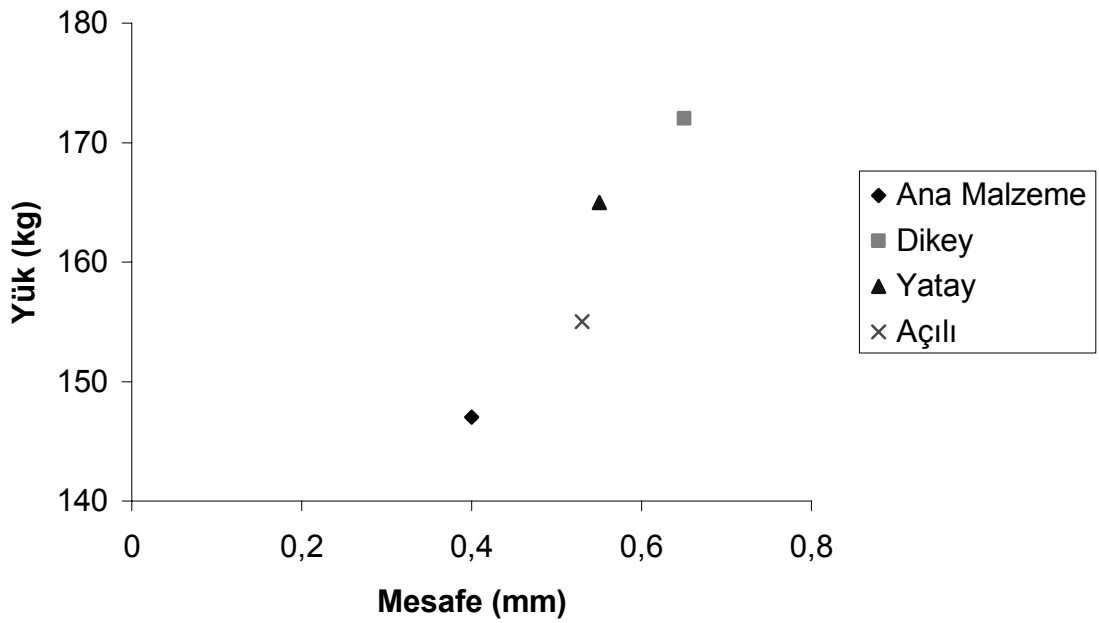


a)

Şekil 7.10. Yüzey morfolojisinin birleştirme mukavemetine etkisi a) tüm veriler, b) kırılma/kopma bölgesi c) kırılma/kopma noktaları

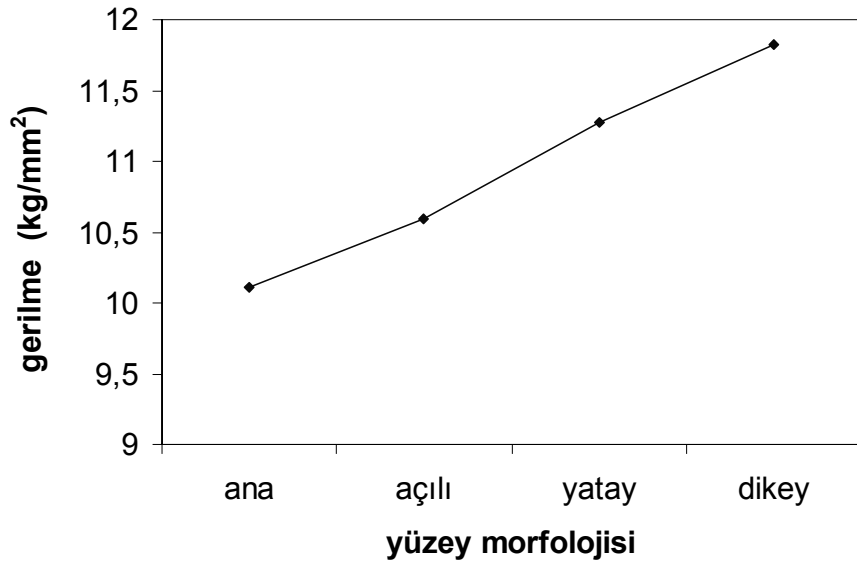


b)

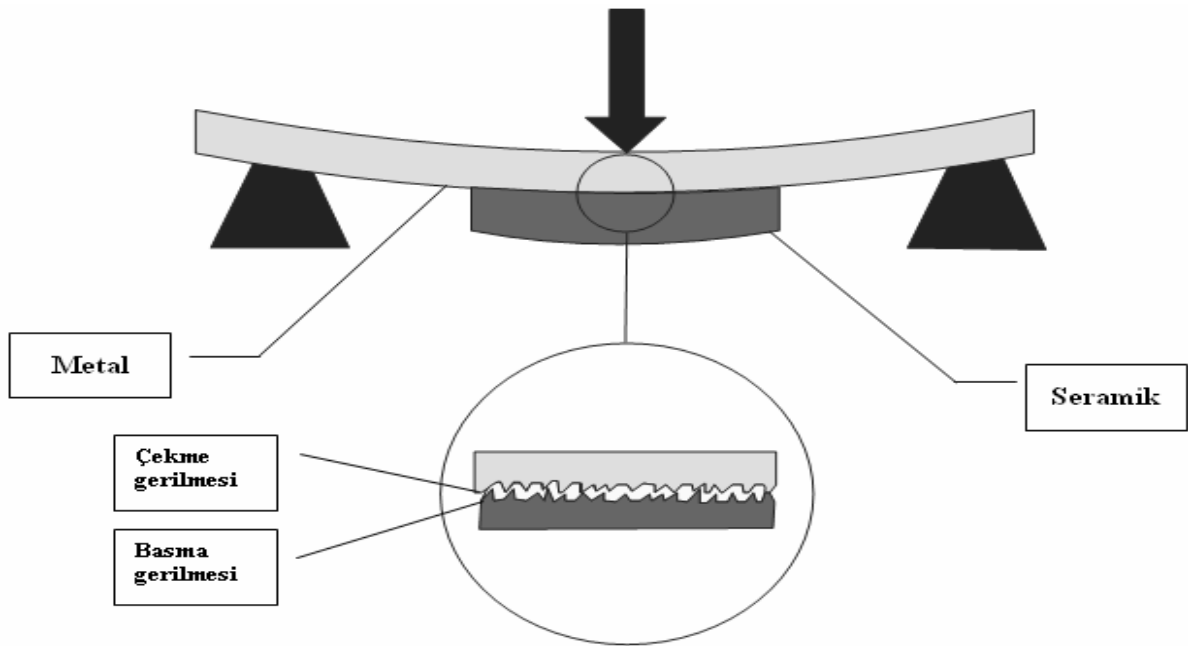


c)

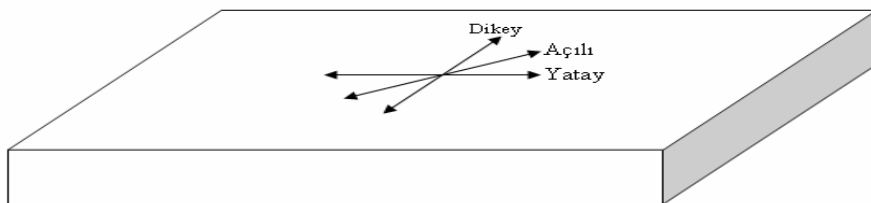
Şekil 7.10. (Devamı) Yüzey morfolojisinin birleştirme mukavemetine etkisi a) tüm veriler, b) kırılma/kopma bölgesi c) kırılma/kopma noktaları



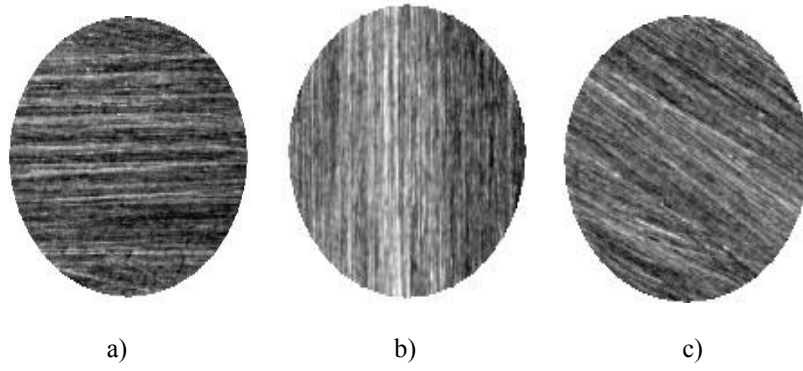
Şekil 7.11. Yüzey morfolojisinin bağlantı mukavemetine etkisi



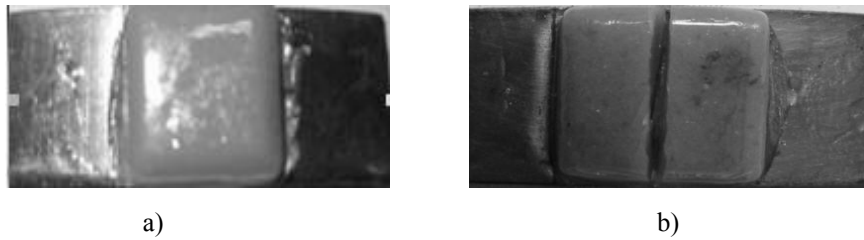
Şekil 7.12. Dikey yüzey morfolojisinin kopmaya etkisi.



Şekil 7.13. Yüzey morfolojisi testi için kullanılan yönlerin şematik olarak gösterimi

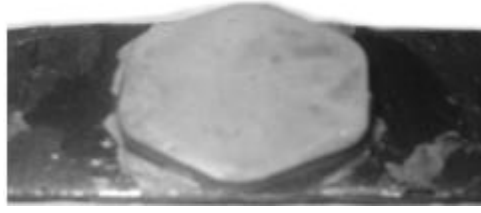


Şekil 7.14. Birleştirme ara yüzey morfolojileri; a) yatay, b) dikey ve c) açılı.

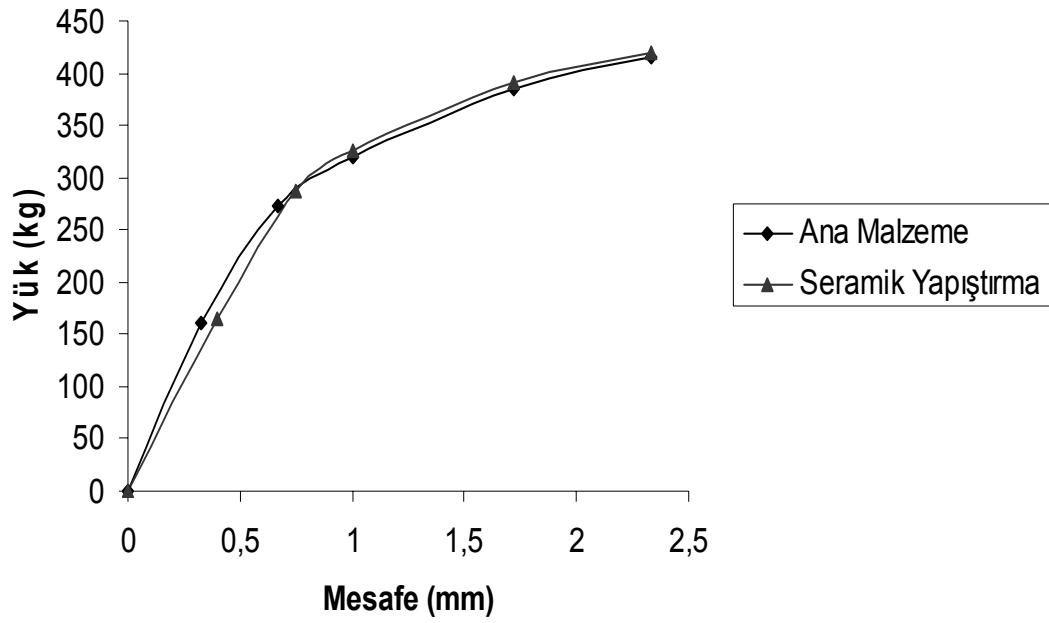


Şekil 7. 15. Üç nokta eğme testlerinin uygulandığı metal- betebe birleştirmelerin eğme testi sonrası görünümleri; a) betebe kırılmamış, b) betebe kırılmış

Betebe ve metal altlıklarla yapılan çalışmalardan sonra betebe yerine Si_3N_4 seramik malzemeler konarak ticari yapıştırıcı 1 ile 150 grid zımparayla dikey zımparalama yönünde yapıştırma işlemleri yapılmıştır. Daha sonra üç nokta eğme testi uygulanmış (Şekil 7.16) ve mukavemet test sonuçları Şekil 7.17’de verilmiştir. Elde edilen sonuçların incelenmesi sonrasında betebe malzemelerle yapılan testlerden pek farklı olmayan değerlerin elde edildiği görülmüştür. Ancak burada sonuçların biraz daha düşük çıktığı tespit edilmiştir. Bunun nedeni Si_3N_4 seramik numunelerin SiC zımparalarla zımparalandığında istenilen yüzey pürüzlülük değerlerine ulaşamamış olmasıdır. Bu nedenle de birleştirmeler betebe ile yapılanlara kıyasla daha az yüklere dayanabilmiştir. Şekil 7.18’de Metal – seramik (Si_3N_4) birleştirmelerde yapıştırıcının eğme mukavemetine olan etkisinin incelenmesinden elde edilen gerilme gösterilmiştir.

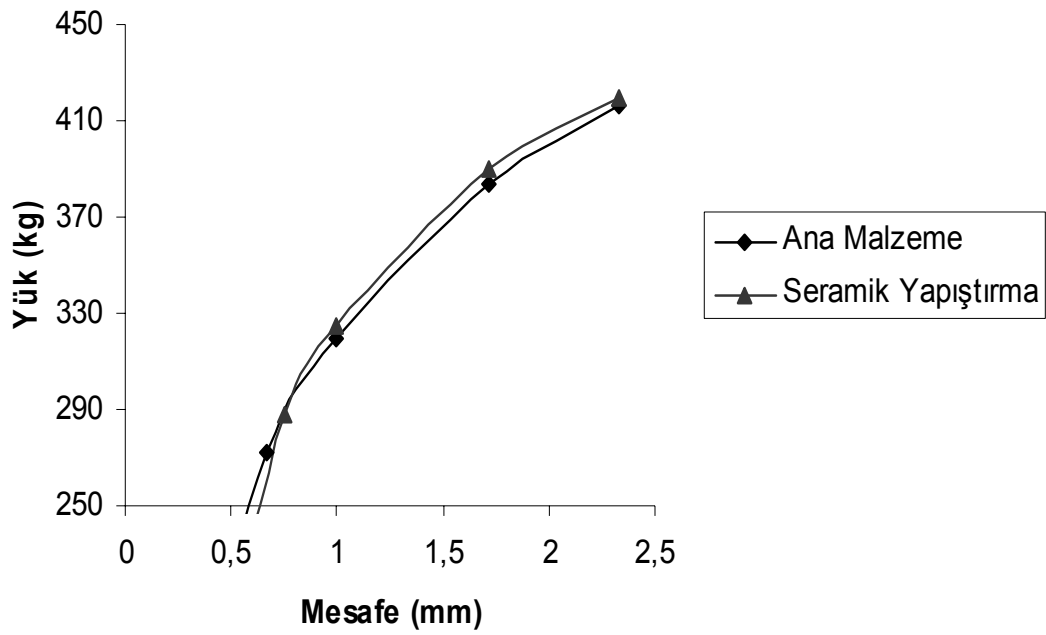


Şekil 7.16. Üç nokta eğme testlerinin uygulandığı metal – seramik (Si_3N_4) birleştirmelerin eğme testi sonrası görünümü.

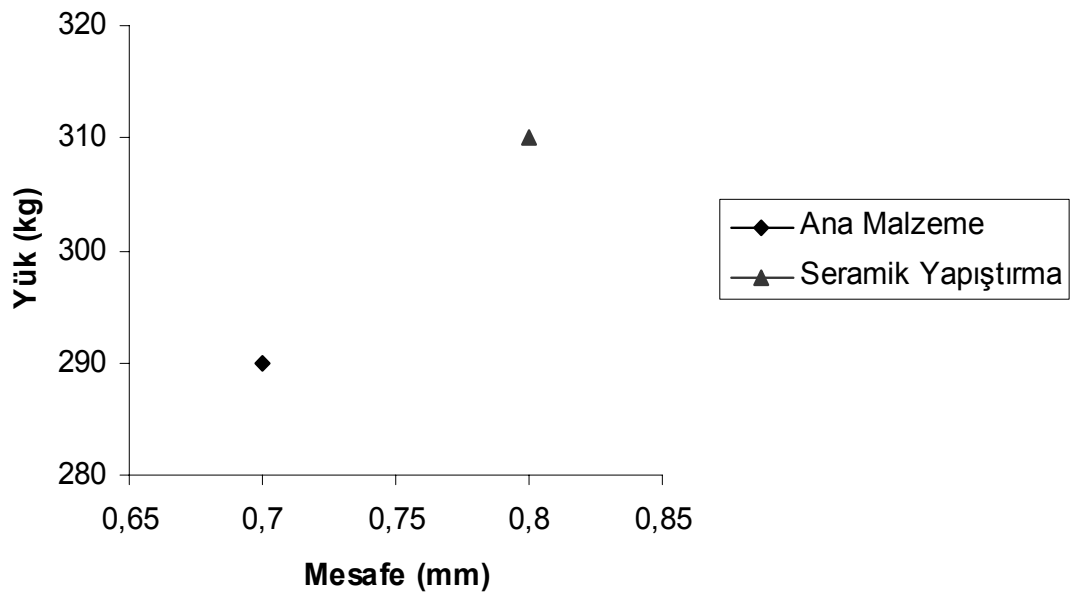


a)

Şekil 7.17. Metal – seramik (Si_3N_4) birleştirmelerde yapıştırıcının eğme mukavemetine olan etkisi; a) tüm veriler, b) kırılma/kopma bölgesi c) kırılma/kopma noktaları

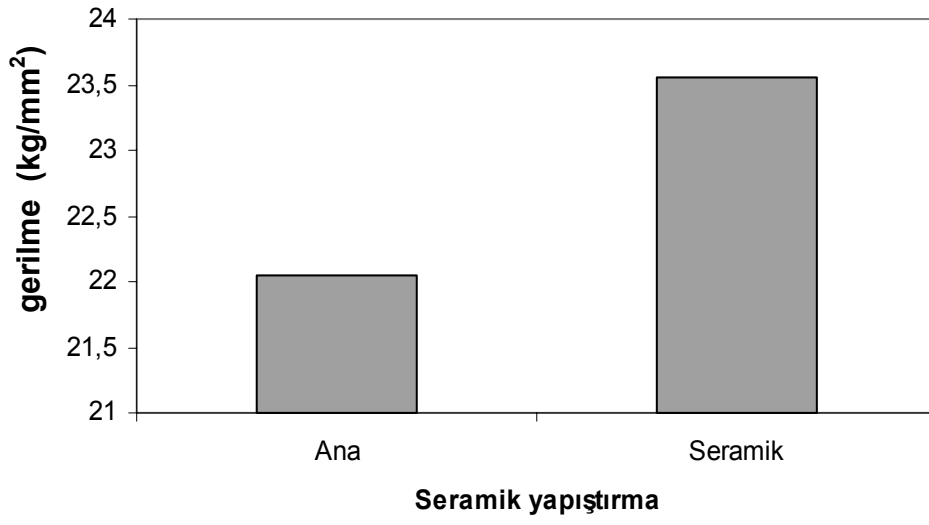


b)



c)

Şekil 7.17. (Devamı) Metal – seramik (Si_3N_4) birleştirmelerde yapıştırıcının eğme mukavemetine olan etkisi; a) tüm veriler, b) kırılma/kopma bölgesi c) kırılma/kopma noktaları



Şekil 7.18. Metal – seramik (Si_3N_4) birleştirme mukavemetinin ana yapı ile mukayesesi

BÖLÜM 8. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

8.1. Sonuçlar

1) Metal – seramik yapıştırıcıların dayanabileceği yük 20-40 kg aralığındadır. Literatürde bu konuda veri bulunamadığından elde edilen sonuçların karşılaştırılması yapılamamıştır.

2) Pattex Rapid Universal yapıştırıcı kullanılan diğer iki yapıştırıcı olan Alfa Aesar Magnesium Oxide 2 Part Ceramic Adhesive yapıştırıcı ve Çekomastik 310 Çeko Rapid yapıştırıcıyla karşılaştırıldığında en iyi sonucu vermiştir.

3) Zımparalanmış yüzeylerden 150 grid zımpara en iyi sonucu vermiştir. Buna göre yapıştırma mukavemetinin iyi olabilmesi için düşük pürüzlülük değerleri gerektiği ve belli bir sınır değerinin olduğu tespit edilmiştir. Pürüzlülük değerleri azaldıkça yapıştırıcının birçok sayıda ve daha düşük alanlara tutunmaya çalışması gerekmektedir. Daha büyük pürüzlülük değerlerinde ise yapıştırıcı daha geniş alanda az miktarda yüzeye tutunmaya çalışmaktadır.

4) Dikey zımparalama yönü en iyi sonucu vermiştir. Bunun nedeni eğme testinde metal birleşme ara yüzeyi çekme gerilmesine maruz kalırken seramik birleşme ara yüzeyi ise basma gerilmesine maruz kalmaktadır. Birbirine paralel aşınma kanalları eğme gerilmesi altında mekaniksel etki ile kilitlemeye neden olmakta, bu ise bağlantı mukavemet artışı sağlamaktadır.

8.2. Öneriler

1) Yapılan bu çalışmada elde edilen sonuçlar ışığında daha farklı parametreler kullanılarak örneğin farklı yapıştırıcılar kullanılarak farklı testler yapılabilir.

2) Ağırlıkça %16 sinter oksit faz katkısı (MgO , Al_2O_3 , SiO_2) ve % 84 Si_3N_4 `den oluşan karışım kapılar etki ile Si_3N_4 `ü düşük sıcaklıklarda sinterlemek için yeterli ıslatmayı sağlamaya yakın bir durumda olup sinterlemede optimizasyona gidilerek daha yüksek yoğunluklar elde edilebilir.

3) Seramik – metal birleştirme performansları balistik testler yapılması suretiyle yüksek enerjili çarpma kuvvetlerine karşı davranışları tespit edilebilir. Bu kapsamda karmaşık (rastgele) zımparalama yönü yükün dağılımının homojen ve öngörülebilir olmamasından dolayı tercih edilebilir.

KAYNAKLAR

- [1] GEÇKİNLİ, E., İleri Teknoloji Malzemeleri, İ.T.Ü. Matbaası, Sayı:1454, 1992
- [2] ARCASOY, A., Seramik Teknolojisi, Marmara Üniversitesi, Güzel Sanatlar Fakültesi, Seramik Anasanat Dalı Yayınları, 1983
- [3] ARIK, H., “Sepiyolitten Karbo-Termal İndirgeme ve Nitrürleme Yoluyla Silisyum Nitrür (Si_3N_4) Seramik Tozu Üretimi Parametrelerinin Araştırılması”, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi – Fen Bilimleri Enstitüsü, Mayıs 1996, s.3-36
- [4] AKKOCA, O., “Seramik Birleştirme Teknolojisi ve Yapısal Seramiklerin Lehimlenmesi”, İstanbul Teknik Üniversitesi - Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Haziran 1994.
- [5] ERTUĞ, B., ADDEMİR, O., : “Hegzagonal Bor Nitrür Seramik Tozlarının Temel Endüstriyel Üretim Yöntemleri”, İTÜ Kimya-Metalurji Fakültesi, Metalurji Dergisi 136. Sayı, 2003, s. 54-58
- [6] KURT, T., : “Diyomit'ten Karbo-Termal İndirgeme ve Nitrürleme Yoluyla Silisyum Nitrür (Si_3N_4) Seramik Toz Üretimi”, Gazi Üniversitesi - Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Eylül 2002,
- [7] KUŞKONMAZ, N., “Pirinç Kabuğundan Silisyum Nitrür Tozunun Sentezi”, Doktora, İstanbul Teknik Üniversitesi - Fen Bilimleri Enstitüsü, Eylül 1993, s.1-33.
- [8] KUŞHAN, Ş.R., “ Si_3N_4 Başlangıç Tozlarının α -SiALON Seramiklerinin Mikroyapısına Etkisi”, Anadolu Üniversitesi - Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Eylül 2000, s. 1-41
- [9] ARIK, H.ve SÜLEYMAN, S., : “Silisyum Nitrür Tipi Seramiklerin Üretilmesi ve Mekanik Özellikleri”, I. Ulusal Toz Metalurjisi Konferansı, Gazi Üniversitesi -ANKARA, 16-17 Eylül 1996, s. 247-263.
- [10] SAYGINER, A.S., “Pirinç Kabuklarından Karbotermik Redüksiyon ve Nitrürleme Yöntemiyle SiC- Si_3N_4 Seramik Kompozit Tozu Sentezi”, İstanbul Teknik Üniversitesi - Fen Bilimleri Enstitüsü, Ekim 1995, s. 1-19.

- [11] SİLAN, M., : “Pressureless Sintering of Silicon Nitride With Yttrium Oxide and Aluminum Oxide As Sintering Additives”, Middle East Technical University, Yüksek Lisans Tezi, Temmuz 1993, s. 5-8
- [12] MAZZONI, A.D., AGLIETTI, E. F., : "Mechanism of the carbonitriding reactions of SiO_2 - Al_2O_3 minerals in the Si-Al-O-N system", Applied Clay Science, Volume 12, Number 6, May 1998 , s. 447-461
- [13] ŞAHİN, F.Ç., : "Kaolenden Karbotermal Redüksiyon ve Nitrürleme ile Sinterlenebilir β -Sialon Tozlarının Sentezi", İstanbul Teknik Üniversitesi - Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Ekim 1997, s. 1 – 44
- [14] SANTELLA, M.L., American Ceramic Society Bulletin, Vol/Issue: 71:6; DOE Project, 1992 Jan 01
- [15] BAILEY, F.P. and BLACK, K.J.T, Journal of Material Science, 13, 1606, 1978
- [16] WACHTMAN, J.B., Structural Ceramics, (Treatise on Materials Science and Technology v. 29), ISBN: 0123418291, 1989
- [17] NICHOLAS, M.G., (Ed.) Joining of ceramics. London; Springer, 215 pp. ISBN 0-412-36750-5, 1990.
- [18] Uçak Teknisyenleri Derneği
http://www.uted.org/dergi/2005/aramlik/aramlik_10.htm
- [19] K. Sukanuma, T. Okamoto, M. Koizumi and M. Shimada: J. Am. Ceram. Soc., 68 (1985), C-334.

ÖZGEÇMİŞ

İbrahim ÜNAL 01 Ocak 1981 günü Kastamonu'da doğdu. İlkokul 3. sınıfa kadar Kastamonu'da Candaroğulları İlkokulu'nda okudu. İlkokulu Sakarya'da Şeker İlkokulu'nda tamamladı. Ortaokulu Dr. Nuri Bayar Ortaokulu'nda okudu. Daha sonra bir sene Fatih Endüstri Meslek Lisesi Metal Bölümü ve sonrasında ise 3 yıl Sakarya Teknik Lisesi Makina Bölümü'nde okudu.

1999 – 2003 öğretim yılları arasında Sakarya Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Metal Eğitimi Bölümü'nde öğrenim gördü.

2004 yılında Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metal Eğitimi Bölümü'nde Yüksek Lisans Eğitimine başladı.