

**KRİSTAL FAZLARIN SİLİSİYON  
SERAMİKLERİNİN SÜRÜNME  
DAVRANIŞINA ETKİSİ**

Yağmur DENİZ  
Yüksek Lisans Tezi

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Ana Bilim Dalı

Haziran-2015

**Bu tez çalışması Anadolu Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu Başkanlığı tarafından 1203F056 numaralı proje ile finansal olarak desteklenmiştir.**

## JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

Yağmur DENİZ'in "Kristal fazların SiAlON Seramiklerinin Sürünme Davranışına Etkisi" başlıklı Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı'ndaki, Yüksek Lisans Tezi 29.06.2015 tarihinde, aşağıdaki jüri tarafından Anadolu Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

	<u>Adı Soyadı</u>	<u>İmza</u>
Üye (Tez Danışmanı) :	Doç. Dr. Dilek TURAN	.....
Üye :	Prof. Dr. Alpagut KARA	.....
Üye :	Yard. Doç. Dr. Hilmi YURDAKUL	.....

Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun  
..... tarih ve ..... sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Enstitü Müdürü

## ÖZET

**Yüksek Lisans Tezi**

### **KRİSTAL FAZLARIN SiAlON SERAMİKLERİNİN SÜRÜNME DAVRANIŞINA ETKİSİ**

**Yağmur DENİZ**

**Anadolu Üniversitesi**

**Fen Bilimleri Enstitüsü**

**Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı**

**Danışman: Doç. Dr. Dilek TURAN**

**2015, 168 Sayfa**

Önemli ileri teknoloji seramiklerinden olan SiAlON'un hem oda sıcaklığındaki hem de yüksek sıcaklıktaki mekanik özellikleri, başlangıç kompozisyonuna eklenen katkı malzemelerinin çeşidi ve miktarına göre değişmektedir. Bu çalışmada  $Er_2O_3$ ,  $Yb_2O_3$  ve  $Lu_2O_3$  eklenerek farklı kompozisyonlar hazırlanmış ve farklı ısıl işlem koşulları altında  $45 \times 3 \times 4$  mm boyutunda çubuk şeklinde üretilen numuneler yüzey hazırlama işlemleri sonrasında  $1400$  °C ve  $100$  MPa yük altında hava ortamında sürünme testine tabi tutulmuştur. Her bir kompozisyonun sürünme öncesi ve sonrası mikroyapısı ve faz içerikleri x-ışınları difraksiyonu (XRD) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) teknikleri ile incelenmiştir. Ayrıca sürünme davranışına ısıl işlemin sıcaklık ve süresinin etkisini belirleyebilmek amacıyla ısıl işleme tabi tutulan numunelere sürünme testleri uygulanmıştır. Yapılan çalışmalarda sinterleme süresi ve ısıl işlem sürelerinin artmasıyla sürünme dayanımını iyileştirdiği gözlemlenmiştir. En iyi sinterleme ve ısıl işlem koşulları belirlendikten sonra sürünme deneyleri farklı sıcaklık ve yük koşulları altında tekrarlanarak farklı kompozisyonlardaki sürünme mekanizmaları belirlenmiştir. Sürünme deneyleri sonucunda en iyi sürünme direnci  $Lu_2O_3$  kompozisyonunda elde edilirken, en kötü sürünme direnci ise  $Yb_2O_3$  kompozisyonunda görülmüştür.

**Anahtar Kelimeler:** SiAlON, seramik, sürünme, mikroyapı, ikincil faz.

## **ABSTRACT**

**Master of Science Thesis**

### **EFFECTS OF CRYSTAL PHASES ON CREEP BEHAVIOUR OF SiAlON CERAMICS**

**Yağmur DENİZ**

**Anadolu University**

**Graduate School of Sciences**

**Material Science and Engineering Program**

**Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Dilek TURAN**

**2015, 168 pages**

Mechanical properties of SiAlON that is one of the important high technology ceramic at both room temperature and elevated temperature are associated with the type and the amount of the aids in starting composition. In this study, 45×3×4 mm bar shape samples were prepared with different compositions by using Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and various heat treatment were applied on the samples. After surface preparation, creep tests were applied in atmospheric environment at 1400 °C and 100 MPa. Each composition were investigated by using XRD and SEM techniques before and after creep tests. Also creep tests were applied on the heat treatment samples to determine the effects of heat treatment temperature and period. Creep resistance was increased by extending of sintering and heat treatment periods. After determining the best sintering and heat treatment condition creep mechanism were determined by creep tests that were applied at different temperatures and loads. Creep test results showed that Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composition has the best creep resistance while Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composition has the worst creep resistance.

**Keywords:** SiAlON, ceramics, creep, microstructure, secondary phases.

## TEŞEKKÜR

Öncelikle çalışmamda emeği geçen ve yüksek lisans eğitimim süresince benden ilgi ve yardımlarını esirgemeyen, değerli danışman Sayın Hocam Doç. Dr. Dilek TURAN'a en içten teşekkürlerimi sunarım.

Tez konumun seçiminde yardımcı olan, tez projem boyunca yanımda olan, bilgi ve tecrübelerinden fazlaca faydalandığım, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü laboratuvar imkanlarını kullanmam konusunda izin ve desteğini esirgemeyen değerli hocam Sayın Prof. Dr. Servet TURAN'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarında bana rehber olan, deneysel çalışmalardaki bilgi ve tecrübelerini bana aktaran Sayın Hocam Yard.Doç.Dr. Alper ULUDAĞ'a teşekkür ederim.

Ayrıca Karakterizasyon çalışmaları esnasında yardımlarını ve arkadaşlığını esirgemeyen Uzm. Sinem Kayhan BAŞKUT'a ve laboratuvar çalışmalarında bana yardımcı olan Alper ÇINAR'a ve Seyfi YAMAK'a teşekkür ederim.

Yüksek lisans eğitimime birlikte başladığım ve tez projem süresince birlikte çalışma imkanı bulduğum değerli arkadaşım Uzm. Uğurcan ÖZÖĞÜT'e ve tez yazım sürecimde ilgi ve desteğini gördüğüm sevgili arkadaşım Arş. Gör. Ali Tekin GÜNER'e teşekkür ederim.

Çalışmamın son döneminde araştırma görevlisi olarak atandığım Pamukkale Üniversitesi Teknoloji Fakültesi Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölüm Başkanı Sayın Yard.Doç.Dr. Gülbanu Çılgı KOYUNDERELİ'ye çalışmalarımı bitirmem için bana sağladığı tolerans ve anlayış için teşekkür ederim.

Çalışmamı 110M735 numaralı proje ile finansal olarak desteklenmesini sağlayan TÜBİTAK'a teşekkür ederim.

Son olarak hayatımın her aşamasında bana destek olan ve inanan anneme, babama ve kardeşime sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Yağmur DENİZ

Haziran 2015

## İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT .....	ii
TEŞEKKÜR .....	iii
İÇİNDEKİLER .....	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ .....	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ .....	xx
<b>1. GİRİŞ .....</b>	<b>1</b>
<b>2. Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ESASLI MALZEMELERİN SÜRÜNME DAVRANIŞLARI İLE İLGİLİ ÇALIŞMALAR.....</b>	<b>3</b>
2.1. Viskoz akış sürünmesi .....	4
2.2. Çözünme/çökelme sürünmesi.....	4
2.3. Kavitasyon sürünmesi .....	5
2.4. Tezin Amacı .....	15
<b>3. MATERYAL ve YÖNTEM .....</b>	<b>16</b>
3.1. Materyal.....	16
3.2. Yöntem .....	16
3.3. Sürünme Deney Numunelerinin Hazırlanması.....	17
3.3.1. Yoğunluk ölçümleri .....	18
3.3.2. Sürünme deneyleri .....	19
3.3.3. Karakterizasyon çalışmaları.....	19
<b>4. BULGULAR ve TARTIŞMA.....</b>	<b>21</b>
4.1. Yb İçeren Numunelerin Sonuçları.....	21
4.1.1. Yb içeren numunelerin sinterleme sonrası karakterizasyonu ....	21
4.1.1.1. Yb içeren numunelerin yoğunluk ölçüm sonuçları.....	21
4.1.1.2. Yb içeren numunelerin faz karakterizasyonu .....	23
4.1.1.3. Yb içeren numunelerin mikroyapı karakterizasyonu...24	
4.1.1.4. Yb içeren numunelerin sürünme testi sonuçları .....	25

4.1.1.5.	Yb içeren numunelerin sürünme testleri sonrası mikroyapı karakterizasyonu .....	27
4.1.2.	Yb içeren numunelerin sürünme davranışına ısıtılmanın etkisi.....	29
4.1.2.1.	Yb içeren numunelerde ısıtılmanın faz oluşumuna etkisi.....	29
4.1.2.2.	Yb içeren numunelerde ısıtılmanın mikroyapıya etkisi.....	32
4.1.2.3.	Yb içeren numunelerde ısıtılma sonrası sürünme testi sonuçları.....	35
4.1.2.4.	Yb içeren ve ısıtılma görmüş numunelerin sürünme testleri sonrası mikroyapı karakterizasyonu .....	37
4.1.2.5.	Yb içeren sürünmüş numunelerin kesitten ve yüzeyden kimyasal analizleri.....	42
4.1.2.6.	Yb içeren numunelerin Sürünme mekanizmasının belirlenmesi .....	47
4.2.	Er İçeren Numunelerin Sonuçları .....	57
4.2.1.	Er içeren numunelerin yoğunluk ölçüm sonuçları.....	57
4.2.1.1.	Er içeren numunelerin faz karakterizasyonu .....	59
4.2.1.2.	Er içeren numunelerin mikroyapı karakterizasyonu....	61
4.2.1.3.	Yb içeren numunelerde ısıtılma sonrası sinterleme sonrası sürünme deneyleri.....	63
4.2.1.4.	Er içeren numunelerin sürünme testleri sonrası mikroyapı karakterizasyonu .....	66
4.2.1.5.	Er içeren numunelerde ısıtılmanın faz oluşumuna etkisi.....	71
4.2.1.6.	Er içeren numunelerde ısıtılmanın mikroyapıya etkisi.....	75
4.2.1.7.	Er içeren numunelerde ısıtılma sonrası sürünme testi sonuçları.....	78

4.2.1.8. Er içeren numunelerde ısıtıl işlem ve sürünme testleri sonrası mikroyapı karakterizasyonu .....	80
4.2.1.9. Er içeren sürünmüş numunelerin yüzeyden ve kesitten kimyasal analizleri .....	86
4.2.1.10. Er içeren numunelerde WDX kimyasal analiz sonuçları.....	95
4.2.1.11. Er içeren numunelerde sürünme mekanizmasının belirlenmesi .....	97
4.3. Lu İçeren Numunelerin Sonuçları .....	115
4.3.1. Farklı oranda Lu içeren kompozisyonlar .....	115
4.3.2. Farklı oranda Lu içeren numunelerin sinterleme karakterizasyon sonuçları .....	116
4.3.2.1. Farklı oranda Lu içeren numunelerin sinterleme sonrası yoğunluk sonuçları .....	116
4.3.2.2. Farklı oranda Lu içeren numunelerin sinterleme sonrası faz karakterizasyonu.....	117
4.3.2.3. Farklı oranda Lu içeren numunelerin sinterleme sonrası mikroyapı karakterizasyonu .....	119
4.3.2.4. Farklı oranda Lu içeren numunelerin sinterleme sonrası sürünme test sonuçları.....	122
4.3.2.5. Farklı oranda Lu içeren numunelerin sürünme testleri sonrasındaki mikroyapı karakterizasyonu sonuçları.....	124
4.3.3. Farklı oranda Lu içeren numunelerin sürünme davranışına ısıtıl işlemin etkisi .....	126
4.3.3.1. Farklı oranda Lu içeren ve ısıtıl işlem görmüş numunelerin mikroyapı karakterizasyonu .....	130
<b>5. SONUÇ.....</b>	<b>132</b>
<b>KAYNAKLAR .....</b>	<b>140</b>

## ŞEKİLLER DİZİNİ

1.1	Kristal yapılar (a) $\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> , (b) , $\beta$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> .....	2
2.1	Sürünme hızını etkileyen faktörler .....	12
2.2	Farklı kompozisyonlarda 72 saat sonunda elde edilen sürünme eğrileri .....	14
3.1	Deneysel çalışma prosedürü (Şematik) .....	17
4.1	a) Kısa süreli (2 saat) ve b) uzun süreli (4 saat) sinterlenmiş Yb-SiAlON malzemesinin XRD paternleri.....	23
4.2	Kısa süreli sinterlenmiş Yb katkılı numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), 1 mm içerisinde 3000X (b), 5000X (c) ve 10000x (d) büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri .....	24
4.3	Uzun süreli sinterlenmiş Yb-SiAlON katkılı numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), 1 mm içerisinde 3000X (b), 5000X (c) ve 10000X (d) büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri .....	25
4.4	İki saat sinterleme rejimi kullanılarak üretilen Yb-SiAlON seramiğinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1400 °C’de yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri .....	26
4.5	Dört saat sinterleme rejimi kullanılarak üretilen Yb-SiAlON seramiğinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1400 °C’de yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri .....	26
4.6	Kısa süreli sinterlenmiş ve sürünmüş Yb katkılı Yb-SiAlON numunenin çekme gerilmesine maruz kalan alt kenarından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri (Sürünme test no:9) .....	28
4.7	Uzun süreli sinterlenmiş ve sürünmüş Yb katkılı Yb-SiAlON numunenin basma gerilmesine maruz kalan alt kenarından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri (Sürünme test no:9) .....	28
4.8	Rigaku XRD paternleri a) K-Y-II-16-2, b) K-Y-II-16-6.....	30

4.9	Rigaku XRD paternleri a) U-Y-II-16-2, b) U-Y-II-16-6, c) U-E-II-17-24 (devam) .....	31
4.10	K-Y-II-16-2 kodlu numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), ortasından 3000X (b), 5000X (c) ve 10000X (d) büyütmelede SEM' de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	33
4.11	K-Y-II-16-6 kodlu numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), ortasından 3000X (b), 5000X (c) ve 10000X (d) büyütmelede SEM' de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	33
4.12	U-Y-II-16-2 kodlu numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), ortasından 3000X (b), 5000X (c) ve 10000X (d) büyütmelede SEM' de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	34
4.13	U-Y-II-16-6 kodlu numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), ortasından 3000X (b), 5000X (c) ve 10000X (d) büyütmelede SEM' de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	34
4.14	U-Y-II-17-24 kodlu numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), ortasından 3000X (b), 5000X (c) ve 10000X (d) büyütmelede SEM' de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	35
4.15	Farklı koşullarda sinterlenmiş ve ısıl işlem uygulanmış Yb-SiAlON seramiğinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1400°C' de yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri .....	36
4.16	K-Y-II-16-2 kodlu numunenin çekme gerilmesine maruz kalan alt tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelede SEM' de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	37
4.17	K-Y-II-16-2 kodlu numunenin basma gerilmesine maruz kalan üst tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelede SEM' de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	38
4.18	K-Y-II-16-6 kodlu numunenin çekme gerilmesine maruz kalan alt tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelede SEM' de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	38
4.19	K-Y-II-16-6 kodlu numunenin basma gerilmesine maruz kalan üst tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelede SEM' de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	39

4.20	U-Y-II-16-2 kodlu numunenin çekme gerilmesine maruz kalan alt tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	39
4.21	U-Y-II-16-2 kodlu numunenin basma gerilmesine maruz kalan üst tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	40
4.22	U-Y-II-16-6 kodlu numunenin çekme gerilmesine maruz kalan alt tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	40
4.23	U-Y-II-16-6 kodlu numunenin basma gerilmesine maruz kalan üst tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	41
4.24	U-Y-II-17-24 kodlu numunenin çekme gerilmesine maruz kalan üst tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	41
4.25	U-Y-II-17-24 kodlu numunenin basma gerilmesine maruz kalan üst tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	42
4.26	Yb katkılı numuneye ait 20 kV’da alınmış BSE görüntüsü (a), 10 kV’da alınmış BSE görüntüsü (b), Yb <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>7</sub> kristaline 20kV’da yapılmış noktasal EDX analizi (c), Yb <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>7</sub> kristaline 10 kV’da yapılmış noktasal EDX analizi (d) .....	44
4.27	Yb katkılı numuneye ait 20 kV’da alınmış BSE görüntüsü (a), 10 kV’da alınmış BSE görüntüsü (b), amorf camsı faza 20kV’da yapılmış noktasal EDX analizi (c), amorf camsı faza 10 kV’da yapılmış noktasal EDX analizi (d) .....	45
4.28	Yb katkılı numuneye ait 20 Kv’da kesitten alınmış a) BSE görüntüsü, b) Yb <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>7</sub> kristaline yapılmış noktasal EDX analizi, c) SiO <sub>2</sub> kristaline yapılmış noktasal EDX analizi, d) camsı faza yapılmış noktasal EDX analizi .....	46

4.29	Yb-SiAlON seramiğinin 50 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1300 °C, 1350 °C, 1400 °C’da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri.....	47
4.30	Yb-SiAlON seramiğinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1300 °C, 1350 °C, 1400 °C’da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri.....	48
4.31	Yb-SiAlON seramiğinin 150 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1300 °C, 1350 °C, 1400 °C’da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri.....	48
4.32	Yb-SiAlON seramiğinin 1300 °C sabit sıcaklık altında 50, 100, 150 MPa ’da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri .....	49
4.33	Yb-SiAlON seramiğinin 1350 °C sabit sıcaklık altında 50, 100, 150 MPa ’da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri .....	49
4.34	Yb-SiAlON seramiğinin 1400 °C sabit sıcaklık altında 50, 100, 150 MPa ’da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri .....	50
4.35	1300°C’de Yb-SiAlON seramiğinin sürünme gerilme katsayıları grafiği .....	53
4.36	1350°C’de Yb-SiAlON seramiğinin sürünme gerilme katsayıları grafiği .....	53
4.37	1300°C’de Yb-SiAlON seramiğinin sürünme gerilme katsayıları grafiği .....	54
4.38	Yb-SiAlON seramiğinin 50 MPa’ da eğilme sürünme aktivasyon enerjisi grafiği .....	55
4.39	Yb-SiAlON seramiğinin 100 MPa’ da eğilme sürünme aktivasyon enerjisi grafiği .....	55
4.40	Yb-SiAlON seramiğinin 150 MPa’ da eğilme sürünme aktivasyon enerjisi grafiği .....	56
4.41	a) Kısa süreli (2 saat) ve b) uzun süreli (4 saat) sinterlenmiş Er-SiAlON malzemesinin XRD paternleri.....	60
4.42	Kısa süreli sinterlenmiş Er-SiAlON katkılı numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), 1 mm içerisinde 3000X (b), 5000X (c) ve	

	10000X (d) büyütmelelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri .....	62
4.43	Uzun süreli sinterlenmiş Er-SiAlON katkılı numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), 1 mm içerisinde 3000X (b), 5000X (c) ve 10000X (d) büyütmelelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri .....	62
4.44	İki saat sinterleme rejimi kullanılarak üretilen Er-SiAlON seramiğinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1400°C’de yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri .....	64
4.45	Dört saat sinterleme rejimi kullanılarak üretilen Er-SiAlON seramiğinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi altında ve 1400°C’de yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri .....	64
4.46	İki ve dört saat sinterleme süresinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi ve 1400°C’de Er-SiAlON seramiğinin sürünme davranışına etkisi .....	66
4.47	Kısa süreli sinterlenmiş ve sürünmüş ve sürünme testi kötü olan Er katkılı Er-SiAlON numunenin çekme gerilmesine maruz kalan alt kenarından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri (Sürünme test no:2) .....	67
4.48	Kısa süreli sinterlenmiş ve sürünmüş ve sürünme testi kötü olan Er katkılı Er-SiAlON numunenin basma gerilmesine maruz kalan alt kenarından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri (Sürünme test no:2) .....	67
4.49	Kısa süreli sinterlenmiş ve sürünmüş ve sürünme testi iyi olan Er katkılı Er-SiAlON numunenin çekme gerilmesine maruz kalan alt kenarından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri (Sürünme test no:5) .....	68
4.50	Kısa süreli sinterlenmiş ve sürünmüş ve sürünme testi iyi olan Er katkılı Er-SiAlON numunenin basma gerilmesine maruz kalan alt	

	kenarından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri (Sürünme test no:5) .....	68
4.51	Uzun süreli sinterlenmiş ve sürünmüş ve sürünme testi kötü olan Er katkılı Er-SiAlON numunenin çekme gerilmesine maruz kalan alt kenarından a)1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri (Sürünme test no:6) .....	69
4.52	Uzun süreli sinterlenmiş ve sürünmüş ve sürünme testi kötü olan Er katkılı Er-SiAlON numunenin basma gerilmesine maruz kalan alt kenarından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri (Sürünme test no:6) .....	69
4.53	Uzun süreli sinterlenmiş ve sürünmüş ve sürünme testi iyi olan Er katkılı Er-SiAlON numunenin çekme gerilmesine maruz kalan alt kenarından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri (Sürünme test no:7) .....	70
4.54	Rigaku XRD paternleri a) K-E-II-16-2, b) K-E-II-16-6 .....	73
4.55	Rigaku XRD paternleri a) U-E-II-16-2, b) U-E-II-16-6 ve c) U-E-II-17-6 (devam) .....	74
4.56	K-E-II-16-2kodlu numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), ortasından 3000X (b), 5000X (c) ve 10000X (d) büyütmelerde SEM’ de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	76
4.57	K-E-II-16-6kodlu numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), ortasından 3000X (b), 5000X (c) ve 10000X (d) büyütmelerde SEM’ de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	76
4.58	U-E-II-16-2 kodlu numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), ortasından 3000X (b), 5000X (c) ve 10000X (d) büyütmelerde SEM’ de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	77

4.59	U-E-II-16-6 kodlu numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), ortasından 3000X (b), 5000X (c) ve 10000X (d) büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	77
4.60	U-E-II-17-6 kodlu numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), ortasından 3000X (b), 5000X (c) ve 10000X (d) büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	78
4.61	Farklı koşullarda sinterlenmiş ve ısıl işlem uygulanmış Er-SiAlON seramiğinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1400 °C’de yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri .....	79
4.62	K-E-II-16-2 kodlu numunenin çekme gerilmesine maruz kalan alt tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	81
4.63	K-E-II-16-2 kodlu numunenin basma gerilmesine maruz kalan üst tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	82
4.64	K-E-II-16-6 kodlu numunenin çekme gerilmesine maruz kalan alt tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	82
4.65	K-E-II-16-6 kodlu numunenin basma gerilmesine maruz kalan alt tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüler.....	83
4.66	U-E-II-16-2 kodlu numunenin çekme gerilmesine maruz kalan alt tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	83
4.67	U-E-II-16-2 kodlu numunenin basma gerilmesine maruz kalan üst tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	84
4.68	U-E-II-16-6 kodlu numunenin çekme gerilmesine maruz kalan üst tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	84

4.69	U-E-II-16-6 kodlu numunenin basma gerilmesine maruz kalan alt tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	85
4.70	U-E-II-17-6 kodlu numunenin çekme gerilmesine maruz kalan üst tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	85
4.71	U-E-II-17-6 kodlu numunenin basma gerilmesine maruz kalan üst tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	86
4.72	Er katkılı numuneye ait a) 20 kV’da ve b) 10 kV’da alınmış geri yansıyan elektron görüntüleri, Er <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>7</sub> olduğu düşünülen kristale c) 20kV’da ve d) 10 kV’da yapılmış EDX nokta analizleri.....	88
4.73	Er katkılı numuneye ait a) 20 kV’da ve b) 10 kV’da alınmış geri yansıyan elektron görüntüleri, kristobalit olduğu düşünülen kristale c) 20kV’da ve d) 10 kV’da yapılmış EDX nokta analizleri.....	89
4.74	1400°C sıcaklık ve 72 saat süre boyunca sürünme testine tabi tutulmuş Er katkılı SiAlON seramiğinin oksit yüzeyinden alınmış (a) geri yansıyan elektron, (b) 3, (c) 4, (d) 2 bölgelerine ait SEM-EDX analizleri. ....	91
4.75	Er katkılı SiAlON seramiğinin kesitinden 20 kV’da alınmış (a) geri yansıyan elektron görüntüsü, (b) beyaz kristalden, (c) camsı faza ait, (d) kristobalit tanesine ait SEM-EDX analizleri .....	93
4.76	Er katkılı SiAlON seramiğinin kesitinden 10 kV’da alınmış (a) geri yansıyan elektron görüntüsü, (b) beyaz kristalden, (c) camsı faza ait, (d) kristobalit tanesine ait SEM-EDX analizleri .....	94
4.77	Er katkılı SiAlON seramiğinin oksit tabakasındaki taneye yapılan (a) Al ve Er (b) Er <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>7</sub> fazına yapılan WDX nicel analiz sonuçları , (c) camsı faza yapılan EDX analizi ile elde edilen spektrumda çakışan Al ve Er piklerinin WDX tekniği ile ayrıştırılması.....	96

4.78	Er-SiAlON seramiğinin 50 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1300°C, 1350°C, 1400°C’da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri.....	97
4.79	Er-SiAlON seramiğinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1300°C, 1350°C, 1400°C’da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri.....	98
4.80	Er-SiAlON seramiğinin 150 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1400°C, 1350°C, 1300°C’da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri.....	98
4.81	Er-SiAlON seramiğinin 1300°C sabit sıcaklık altında 50, 100, 150 MPa’da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri .....	99
4.82	Er-SiAlON seramiğinin 1350°C sabit sıcaklık altında 50, 100, 150 MPa’da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri .....	99
4.83	Er-SiAlON seramiğinin 1400°C sabit sıcaklık altında 50, 100, 150 MPa’da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri .....	100
4.84	Er-SiAlON seramiğinin 1300°C, 1350°C, 1400°C sıcaklıklar altında 50, 100, 150 MPa’da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri.....	100
4.85	1300°C’ de Er-SiAlON seramiğinin sürünme gerilme katsayıları grafiği .....	103
4.86	1350°C’ de Er-SiAlON seramiğinin sürünme gerilme katsayıları grafiği .....	103
4.87	1400°C’ de Er-SiAlON seramiğinin sürünme gerilme katsayıları grafiği .....	104
4.88	50 MPa’ da Er-SiAlON seramiğinin eğilme sürünme aktivasyon enerjisi grafiği .....	104
4.89	100 MPa’ da Er-SiAlON seramiğinin eğilme sürünme aktivasyon enerjisi grafiği .....	105
4.90	150 MPa’ da Er-SiAlON seramiğinin eğilme sürünme aktivasyon enerjisi grafiği .....	105
4.91	E-13-50 kodlu sürünmüş numunenin (a), çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (b), basma gerilmesine maruz kalan	

	bölgesinden 1000X (c) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 5000X (d) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 10000X büyütmelede SEM' de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri .....	107
4.92	E-13-100 kodlu sürünmüş numunenin (a), çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (b), basma gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (c) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 5000X (d) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 10000X büyütmelede SEM' de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri .....	107
4.93	E-13-150 kodlu sürünmüş numunenin (a), çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (b), basma gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (c) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 5000X (d) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 10000X büyütmelede SEM' de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri .....	108
4.94	E-135-50 kodlu sürünmüş numunenin (a), çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (b), basma gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (c) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 5000X (d) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 10000X büyütmelede SEM' de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri .....	108
4.95	E-135-100 kodlu sürünmüş numunenin (a), çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (b), basma gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (c) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 5000X (d) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 10000X büyütmelede SEM' de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri .....	109
4.96	E-135-150 kodlu sürünmüş numunenin (a), çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (b), basma gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (c) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 5000X (d) çekme gerilmesine maruz kalan	

	bölgesinden 10000X büyütmelelerde SEM' de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri .....	109
4.97	E-14-50 kodlu sürünmüş numunenin (a), basma gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (b), çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (c) basma gerilmesine maruz kalan bölgesinden 5000X (d) basma gerilmesine maruz kalan bölgesinden 10000X büyütmelelerde SEM' de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri .....	110
4.98	E-14-100 kodlu sürünmüş numunenin (a), çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (b), basma gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (c) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 5000X (d) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 10000X büyütmelelerde SEM' de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri .....	110
4.99	E-14-150 kodlu sürünmüş numunenin (a), çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (b), basma gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (c) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 5000X (d) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 10000X büyütmelelerde SEM' de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri .....	111
4.100	E-13-50, sürünmüş numunenin a), b) temsili BSE görüntüsü c), d) EDX spektrumları .....	112
4.101	E-14-50, sürünmüş numunenin a),b),c) temsili BSE görüntüsü d),e),f) EDX spektrumları .....	113
4.102	E-14-150, sürünmüş numunenin a),b),c) temsili BSE görüntüsü d),e),f) EDX spektrumları .....	114
4.103	ALu kodlu kompozisyonun XRD paterni .....	117
4.104	75Lu kodlu kompozisyonun XRD paterni .....	118
4.105	CLu kodlu kompozisyonun XRD paterni.....	118
4.106	ALu1 kodlu pelet numunenin (a) ve (b) SEM' de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	120

4.107	75Lu2 kodlu pelet numunenin (a) ve (b) SEM' de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	120
4.108	CLu2 kodlu pelet numunenin (a) ve (b) SEM' de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	121
4.109	ALu1 kodlu çubuk numunenin (a) ve (b) SEM' de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	121
4.110	75Lu2 kodlu çubuk numunenin (a) ve (b) SEM' de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	122
4.111	CLu2 kodlu çubuk numunenin (a) ve (b) SEM' de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	122
4.112	Üç farklı kompozisyonun 100 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1400 °C' de yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri	123
4.113	ALu4 kodlu sürünmüş numunenin çekme tarafından alınan (a), (b), (c) ve (d) SEM'de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	125
4.114	75Lu3 kodlu sürünmüş numunenin çekme tarafından alınan (a), (b), (c) ve (d) SEM'de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	125
4.115	CLu6 kodlu sürünmüş numunenin çekme tarafından alınan (a), (b), (c) ve (d) SEM'de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	126
4.116	ALu-SiAlON kompozisyonunun ısıtılmış ve ısıtılmamış numunelerinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1400°C'de yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri.....	127
4.117	75Lu-SiAlON kompozisyonunun ısıtılmış ve ısıtılmamış numunelerinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1400°C'de yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri.....	128
4.118	CLu-SiAlON kompozisyonunun ısıtılmış ve ısıtılmamış numunelerinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1400°C'de yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri.....	129
4.119	ALu-17-II-6 kodlu sürünmüş numunenin çekme tarafından alınan (a), (b), (c) ve (d) SEM' de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	130

4.120	75Lu-17-II-6 kodlu sürünmüş numunenin çekme tarafından alınan (a), (b), (c) ve (d) SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	131
4.121	CLu-17-II-6 kodlu sürünmüş numunenin çekme tarafından alınan (a), (b), (c) ve (d) SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	131
5.1	Yb ve Er katkılı numunelerin karşılaştırmalı XRD sonuçları .....	134
5.2	Yb ve Er içeren en iyi sürünme direnci göstermiş ısıl işlem uygulanmış numunelerin sürünme eğrileri.....	135
5.3	Yb ve Er içeren en iyi sürünme direnci göstermiş ısıl işlem uygulanmış numunelerin a) Er içeren, b) Yb içeren numunelerin mikroyapı görüntüleri.....	135
5.4	Yb ve Er katkılı numunelerin karşılaştırmalı sürünme mekanizmaları .....	136
5.5	Yb, Er ve Lu içeren numunelerde karşılaştırmalı XRD analizi .....	138
5.6	Yb, Er ve Lu içeren numunelerde karşılaştırmalı sürünme eğrileri .....	139

## ÇİZELGELER DİZİNİ

4.1	Soğuk izostatik presleme yapılarak hazırlanan, Yb katkılı ve uzun süreli (2 saat) sinterlenen numunelerin yoğunluk değerleri .....	22
4.2	Soğuk izostatik presleme yapılarak hazırlanan, Yb katkılı ve kısa süreli (4 saat) sinterlenen numunelerin yoğunluk değerleri .....	22
4.3	Farklı sinterleme sürelerinde üretilen ve $Yb_2O_3$ içeren Yb-SiAlON seramiklerinin sürünme testleri için belirlenen test numaraları .....	25
4.4	Farklı sinterleme sürelerinde üretilen SiAlON Yb-SiAlON seramiğinin sürünme testlerindeki (1400 °C - 100 MPa) 72. saat sonundaki eğilme sürünme deformasyonları ve minimum sürünme hızı değerleri.....	27
4.5	Yb katkılı numunelerin kodları .....	29
4.6	Farklı sinterleme sürelerinde üretilen Yb-SiAlON seramiğinin (1400°C - 100 MPa) altındaki sürünme testlerindeki 72. saat sonundaki eğilme sürünme deformasyonları ve minimum sürünme hızı değerleri.....	36
4.7	Yb katkılı numuneye Şekil 4.26'da yapılan EDX analizinin nicel sonuçları .....	44
4.8	Yb katkılı numuneye Şekil 4.27'de yapılan EDX analizinin nicel sonuçları .....	45
4.9	Yb katkılı SiAlON seramiğinin ara kesitinde Şekil 4.28'de yapılan EDX analizinin nicel sonuçları .....	46
4.10	Yb-SiAlON seramiğin farklı sürünme testlerindeki 72. saat sonundaki eğilme sürünme deformasyonları ve minimum sürünme hızı değerleri.....	50
4.11	Soğuk izostatik presleme yapılmadan hazırlanan, Er katkılı ve kısa süreli (2 saat) sinterlenen numunelerin yoğunluk değerleri .....	57
4.12	Soğuk izostatik presleme yapılarak hazırlanan, Er katkılı ve kısa süreli (2 saat) sinterlenen numunelerin yoğunluk değerleri .....	58
4.13	Er katkılı, uzun süreli (4 saat) sinterlenen numunelerin yoğunluk değerleri.....	59

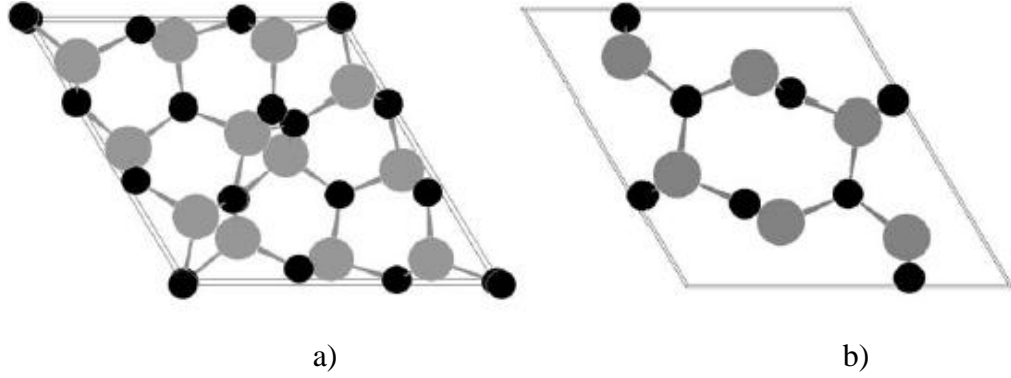
4.14	Farklı sinterleme sürelerinde üretilen ve Er <sub>2</sub> O <sub>3</sub> içeren Er-SiAlON seramiklerinin sürünme testleri için belirlenen test numaraları .....	63
4.15	Farklı sinterleme sürelerinde üretilen Er-SiAlON seramiğinin 1400°C - 100 MPa altında yapılan sürünme testlerinde 72. saat sonundaki eğilme sürünme deformasyonları ve minimum sürünme hızı değerleri.....	65
4.16	Er katkılı numunelerin kodları .....	72
4.17	Farklı sinterleme sürelerinde üretilen Er-SiAlON seramiğinin (1400°C - 100 MPa) altındaki sürünme testlerindeki 72. saat sonundaki eğilme sürünme deformasyonları ve minimum sürünme hızı değerleri.....	79
4.18	Oksidasyon tabaka kalınlıkları .....	81
4.19	Er katkılı numuneye Şekil 4.72’de yapılan EDX analizinin nicel sonuçları .....	88
4.20	Er katkılı numuneye Şekil 4.73’de yapılan EDX analizinin nicel sonuçları .....	89
4.21	Er katkılı SiAlON seramiğine Şekil 4.74’de oksit yüzeyine yapılan EDX analizinin nicel sonuçları .....	91
4.22	Er katkılı SiAlON seramiğinin ara kesitinde Şekil 4.75’de yapılan EDX analizinin nicel sonuçları .....	93
4.23	Er katkılı SiAlON seramiğinin ara kesitinde Şekil 4.76’da yapılan EDX analizinin nicel sonuçları .....	94
4.24	Er-SiAlOn seramiğin farklı sürünme testlerindeki 72. saat sonundaki eğilme sürünme deformasyonları ve minimum sürünme hızı değerleri.....	101
4.25	Er-Sialon seramiğine Şekil. 4.100’da yapılan EDX analizinin sonuçları .....	112
4.26	Er-Sialon seramiğine Şekil. 4.101’de yapılan EDX analizinin sonuçları .....	113
4.27	Er-Sialon seramiğine Şekil. 4.102’de yapılan EDX analizinin sonuçları sonuçları.....	114
4.28	Lu katkılı üç farklı kompozisyonun içerikleri.....	115

4.29	Soğuk izostatik presleme yapılarak hazırlanan, Lu katkılı 4 saat sinterlenen pelet olarak sinterlenen numunelerin yoğunluk değerleri.....	116
4.30	Soğuk izostatik presleme yapılarak hazırlanan, Lu katkılı 4 saat sinterlenen çubuk olarak sinterlenen numunelerin yoğunluk değerleri.....	116
4.31	Farklı kompozisyonlarda üretilen Lu <sub>2</sub> O <sub>3</sub> katkı malzemesi içeren ALu4, 75Lu3, CLu6 seramiklerinin sürünme testleri için belirlenen test numaraları .....	123
4.32	Farklı kompozisyonlarda üretilen Lu <sub>2</sub> O <sub>3</sub> katkı malzemesi içeren ALu4, 75Lu3, CLu6 seramiklerinin (1400 °C - 100 MPa) altındaki sürünme testlerindeki 72. saat sonundaki eğilme sürünme deformasyonları ve minimum sürünme hızı değerleri .....	123
4.33	Şekil 4.116'daki sürünme grafik verileri.....	127
4.34	Şekil 4.117'deki sürünme grafik verileri.....	128
4.35	Şekil 4.118'deki sürünme grafik verileri.....	129

## 1. GİRİŞ

Yapısal seramikler yüksek sertlik, kırılma tokluğu, basma mukavemeti, sağlamlık, aşınma direnci, korozyon direnci, ergime sıcaklığı ve düşük ısı iletkenlikleri gibi üstün mekanik ve ısı özelliklerinden dolayı geçtiğimiz 30 yıldan beri araştırmaların odak noktası olmuştur. Bu malzemeler özellikle yüksek aşınma direnci ve kimyasal kararlılık gerektiren; kesici takımlar, supap yatakları, enjektör contaları gibi yüksek verim motor ve mekanik sistem uygulamaları gibi alanlarda kullanılmaktadır.

Silisyum Nitrür ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) seramikleri yüksek sıcaklık uygulamalarında yaygın olarak kullanılan yapısal seramik malzemelerdir.  $\text{Si}_3\text{N}_4$  seramikleri  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  ve  $\gamma$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  olmak üzere üç polimorfik yapıya sahiptir.  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  ve  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  seramiklerinin kristal yapısı Şekil 1.1’de verilmiştir. SiAlON seramikleri ise  $\text{Si}_3\text{N}_4$  matrisine AlN, MgO, BeO,  $\text{Y}_2\text{O}_3$  ya da diğer metal oksit sinterleme katkılarının eklenmesi sonucu oluşan diğer yapısal seramik çeşitleridir. SiAlON seramikleri de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  seramikleri gibi  $\alpha$ -SiAlON,  $\beta$ -SiAlON ve  $\gamma$ -SiAlON olmak üzere üç farklı polimorfik yapıya sahiptir.  $\gamma$ -SiAlON fazı çok yüksek sıcaklık ve basınçlarda olduğundan genel olarak  $\alpha/\beta$  SiAlON seramikleri daha çok kullanılmaktadır.  $\alpha$ -SiAlON kristal yapısında  $\beta$ - SiAlON kristal yapısından farklı olarak Ca, Mg, Y gibi nadir toprak elementlerinden bir katyon elementi bulunmaktadır.  $\beta$ -SiAlON yapısı yüksek tokluğa, mukavemete ve ısı iletkenliğe sahipken  $\alpha$ -SiAlON yapısı düşük mukavemet ve tokluk, yüksek sertlik özelliklerine sahiptir. Bu iki yapının birlikteliği ile yüksek mukavemet ve yüksek sertlik gibi zıt özelliklerin kombine edilmesi gereken durumlarda optimum özellikler elde edilebilir.



Şekil 1.1 Kristal yapılar (a)  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ , (b)  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  (Melendez-Martinez ve Dominguez-Rodriguez 2004)

$\alpha$ -SiAlON yapısı,  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'de  $\text{Si}^{+4}$ 'ün kısmi olarak  $\text{Al}^{+3}$  ile yer değişmesi ve yük dengesinin bazı metalik katyonlar (Li, Ca, Mg, Y) kullanılarak sağlanması sonucu oluşur. Eğer oksit ilavesi kullanılırsa azotla oksijen de kısmi olarak yer değiştirir.  $\alpha$ -SiAlON yapısı  $\text{Me}_m\text{Si}_{12-(x+m+n)}\text{Al}_{(x+m+n)}\text{O}_n\text{N}_{16-n}$  formülü ile gösterilir. m değeri Si-N ve Al-N bağlarındaki yer değişimini, n değeri ise Si-N ve Al-O bağları arasındaki yer değişimini ifade eder. Si-N ve Al-N bağlarının uzunluğu sırasıyla, 1,74 Å ve 1,87 Å'dır, bu farktan dolayı  $\alpha$ -SiAlON katı çözeltilisinin oluşması sınırlıdır (Melendez-Martinez ve Dominguez-Rodriguez 2004).

$\beta$ -SiAlON ise,  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'de Si-N ve Al-O bağlarının yer değişimi sonucu oluşur ve  $\text{Si}_{3-m}\text{Al}_m\text{O}_m\text{N}_{4-m}$  formülasyonu ile gösterilir, m değeri ise 0-2,1 arasında değişebilir. Si-N ve Al-O bağlarının uzunluğu sırasıyla, 1,74 ve 1,75 Å'dur.  $\alpha$ -SiAlON'da birbirinden epey farklı bağ uzunlukların yarattığı latis gerinmesi,  $\beta$ -SiAlON'da yaklaşık aynı bağ uzunluklarının yer değiştirmesinden dolayı görülmez. Tam yoğun SiAlON malzemesinin oluşma olasılığı ikincil fazlara bağlı olarak değişebilir. Bu ikincil fazlar mekanik özellikleri özellikle yüksek sıcaklıkta gösterilen süper plastik davranışı oldukça etkiler (Mitomo ve ark. 1980; Izumi ve ark. 1982).

## 2. Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ESASLI MALZEMELERİN SÜRÜNME DAVRANIŞLARI İLE İLGİLİ ÇALIŞMALAR

Yoğun silisyum nitrür seramiklerini üretmek için sıvı faz sinterlenmesi sırasında sinterleme katkılarına ihtiyaç duyulur. Katkı maddeleri Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> yüzeyindeki SiO<sub>2</sub> ile reaksiyona girerek sıvı oluşumunu sağlar ve böylece yapının tam yoğun olarak elde edilmesini sağlar. Oluşan bu sıvı faz soğuma esnasında camsı bir yapıya ya da kısmen de kristalin ikinci bir faza dönüşür. Bu fazlar genellikle tane sınırlarında film tabakası oluşturur ya da üçlü birleşme noktalarında yer alır. Bu taneler arası faz, mekanik özellikleri, özellikle yüksek sıcaklıktaki mekanik özellikleri oldukça etkiler. Bu filmin kalınlığı sıvı fazın miktarından ziyade sinterleme ilavelerinin çeşidine bağlıdır. Sinterleme ilavelerinin miktarı ve çeşidi yoğunlaşmanın başladığı sıcaklığı belirlemekle birlikte tanelerin morfolojisini, tane büyümesini, ikincil fazın viskozitesi tarafından kontrol edilen sürünme davranışını da belirler (Melendez-Martinez ve Dominguez-Rodriguez 2004; Matovic, 2003; Hampshire 2007).

Düşük ergime sıcaklığına sahip alkali element ve alkali nadir toprak oksitleri sıvı viskozitesini düşürür ve çözelti-difüzyon-çökme süreçlerini geliştirir. Nadir toprak elementleri ise ergime sıcaklığını yükseltir ve yoğunlaşma hızını düşürür (Hampshire 1985).

Yüksek sıcaklıklarda ikincil faz temel olarak üç şekilde sürünme deformasyonunu etkiler. İlk olarak, ikincil faz bir kayganlaştırıcı gibi davranır ve camsı fazın viskoz olarak hareket etmesi geçit mekanizmasını oluşturur ve tane sınırı kaymasına neden olur. İkinci olarak, tane sınırlarında camsı fazın bulunması yayılım yollarını artırıcı bir etki yaratır ve böylece malzeme difüzyonu artar. Son olarak da ikincil faz deformasyon sırasında kaviteasyonların çekirdeklenmesi ve büyümesi için yer sağlar. Bu durumlardan hangisinin baskın olduğuna bağlı olarak mekanizma viskoz akış, çözünme/çökme ya da kaviteasyon olabilir (Melendez-Martinez ve Dominguez-Rodriguez 2004).

## 2.1. Viskoz akış sürünmesi

Camsı bağlı seramik malzemelerde, yüksek sıcaklıkta camsı fazın viskoz hareketleri makroskobik gerinmelere katkıda bulunabilir. Bunun nedeni yüksek sıcaklıklarda ikincil fazın viskozitesinin düşmesi hatta ikincil fazın sıvı hale geçmesidir. Sonuç olarak bu viskoz akış plastik deformasyona sebep olabilir.

Viskoz akış sürünmesi sürekli olmayan doğasından dolayı geçerli bir sürünme mekanizması olarak sayılmaz. Bu sürecin geçici doğası şu şekilde açıklanabilir; dış gerilmelerin etkisiyle tane sınırlarındaki ikincil fazlar taşarak taneler birbirine yaklaşır. Bunun sonucunda taneler birbirine kitlenir ve viskoz akış sürünmesi tükenmiş olur. Bu yüzden viskoz akış geçici bir süreçtir. Viskoz akışa bağlı maksimum gerinme, ikincil fazın hacimsel oranına bağlıdır, bu oran camsı bağlı polikristallerde %15'e kadar çıkabilir ve bu mekanizmayla önemli ölçüde gerinme oluşabilir. Bu nedenle geçici doğasına rağmen dikkate alınması gereken bir süreçtir (Melendez-Martinez ve Dominguez-Rodriguez 2004; Todd ve Xu 1989).

## 2.2. Çözünme/çökme sürünmesi

Bu sürünme mekanizması malzemenin ergime sıcaklığının 1,5 katının üstünde yapılan sürünme deneylerinde ve difüzyon mesafesinin birkaç mikron olduğu durumlar için geçerlidir. Düşük sıcaklıklarda yayılım sürünmesi diğer deformasyon mekanizmaları ile karşılaştırıldığında ihmal edilebilir derecededir.

Sistemde ikincil bir camsı fazın bulunması durumu değiştirir. Çoğu sistemde camsı faz düşük sıcaklıklarda ergimeye başlar ve yayılım hesaba katılması gereken bir unsur olur. Kristallerin ikincil fazda kısmi olarak çözünmesi söz konusu olur ve sürünme birbirini takip eden şu diziyle gerçekleşir; basmaya bağlı olarak tane sınırlarında kristallerin sıvı içinde çözünmeleri, sıvı faz boyunca yayılım ve son olarak çekilmeye bağlı olarak kristal malzemenin tane sınırında çökmesi. Bu mekanizma iki tane kinetik prosesle ilişkilendirilir. Bunlardan birincisi tane sınırlarındaki çözünme/çökme reaksiyonları ikincisi ise camsı faz

boyunca malzeme taşınımıdır. Bunlardan yavaş olan hızı kontrol edecektir (Melendez-Martinez ve Dominguez-Rodriguez 2004).

### 2.3. Kavitasyon sürünmesi

Gerinme hızı ve uygulanan gerilim arasındaki ilişkinin tanımlandığı *power-law* ilişkisi  $\text{Si}_3\text{N}_4$  seramiklerinin çekme sürünmesinde her zaman geçerli değildir. Çekme gerilmesi altında kavitasyonların makroskobik gerinmelere katkısı oldukça önemlidir. Yüksek sıcaklık kırınmalarında kavitasyonlar büyük rol oynar. Mikro çatlakların elastik olarak açılması sonucu gerinme oluşur. Power-law yasasında olduğu gibi uygulanan gerilmeye bağlı olarak değişen gerinme hızı yasadan farklı bir değer olur (Luecke ve ark. 1995).

Morrell ve Ashbee, viskoz akışla sürünen cam seramiklerin çekme deformasyonu için yerel deformasyonda doğrusal akış gözlemlendiğini fakat gerilme üssünün birden büyük olabileceğini söylemişlerdir. Ding ve arkadaşları ise görüngüsel bir model geliştirmiş, yüksek sıcaklık deformasyonları ve kullanım ömrü için hal değişkeni kavramını formüle etmişlerdir (Melendez-Martinez ve Dominguez-Rodriguez 2004; Ding ve ark. 1995).

Bu modellemelere rağmen  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'ün çekme sürünme davranışı yeteri kadar tanımlanamamıştır. Luecke ve Wiederhorn (1995), ikincil silikat fazları ile bağlı yüksek sürünme direncine sahip seramikler için çekme sürünmesi modelini geliştirmişlerdir. Bu modelde, gerinim sonucunda ikincil fazda kavitasyonlar oluşur ve sonrasında ikincil faz yeniden dağılır.

Uygulanan gerilim altında arayer hacminde ve taneler arası ceplerde ikincil fazların oluşturduğu hidrostatik gerilimin bileşeni ortaya çıkar. Bu yüzden ceplerin boyutlarını artırması için itici güç ortaya çıkmış olur. Tam yoğun malzemelerde kavitasyon oluşmazsa, ceplerin boyutlarının artması ikincil faz tarafından gerçekleşir. Kavitasyonların oluştuğunu düşündüğümüzde, kavitasyonun çekirdeklendiği yerde bir cep gevşer ve elastik gerilme oluşturur ve böylece bu cebin diğer ceplerle bağlandığı noktalarda gerilimsiz alanlar oluşur. Böylece ikincil faz komşu cepten ihtiyacı olan malzemeyi temin etmek amaçlı kavitasyon içeren bölgeye doğru akar. İkincil fazın hacmi çekirdeklenen

kavitasyonun hacmi kadar rahatlar (Melendez-Martinez ve Dominguez-Rodriguez 2004).

$\text{Si}_3\text{N}_4$ 'ün yüksek sıcaklıklardaki özelliklerini etkileyen en önemli faktörün tane sınırlarında oluşan silikat fazının kompozisyonu ve kristal yapısı olduğu belirlenmiştir. Yüksek sıcaklıklarda üstün özelliklerin elde edilmesi için sinterleme ilavelerinin yüksek refrakter özellikli silikat fazlarını oluşturmaları ve minimum oranda impürite içermeleri gerekmektedir.  $\text{Lu}_2\text{O}_3$  ve  $\text{Sc}_2\text{O}_3$ 'ün sinterleme ilavesi olarak kullanıldığı bir sistemde üstün yüksek sıcaklık özelliklerinin oluştuğu görülmüştür. Bunun nedeni ise  $\text{Si}_3\text{N}_4$  taneleri arasında oluşan camı fazın kristallenerek  $\text{RE}_2\text{Si}_2\text{O}_7$  fazına dönüşmesidir.  $\text{Lu}_2\text{O}_3$  ve  $\text{Sc}_2\text{O}_3$  bileşiklerinin minimum oksijen difüzyonuna izin vermesinden dolayı  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'ün oksidasyonu da kontrol edilebilmiştir (Klemm 2010).

Lantanit grubunda atom numarası arttıkça iyonik yarıçap düşer. Bunun sonucunda anyonlar arası etkileşim kuvveti ve katyonik alan gücü artar yani atom numarasının artmasıyla camı ağ daha sağlam hale gelir. Yarıçapın azalması ve camı yapıdaki kimyasal mukavemetin artması sonucu Young modülünün de arttığı belirlenmiştir. Young modülünün katyonlar arası bağ mukavemetine bağlı olduğu görülürken camı geçiş sıcaklığının ve ısıl genleşme katsayısının malzemenin viskozitesine, dolayısıyla camı fazdaki yapıya bağlı olduğu görülmüştür (Menke ve ark. 2000).

Tane sınırı kimyasının ve yapısının, arayüzey mukavemetinden dolayı çatlak yolunu ve yapıdaki ayrılmaları etkilediği görülmüştür.  $\alpha/\alpha$  ve  $\beta/\beta$  tanelerinin arasında oluşan filmin kimyasal yapısının farklı olduğu belirlenmiştir. Dy ve Sm nadir toprak elementlerinin kullanıldığı çalışmada, Dy elementinin 1450 °C civarında  $\alpha$ -SiAlON için daha uzun kararlı bir periyot oluşturduğu görülmüştür (Ekstrom ve ark. 1997).

$\text{Si}_3\text{N}_4$  seramiklerinde iki temel sürünme rejimi gözlemlenmektedir. Özellikle çok yüksek olmayan sıcaklıklarda, camı fazın viskoz akışının malzemenin sürünme davranışını kontrol ettiği görülür. Bu durumda tane sınırı film kalınlığının tane çapına oranı %0,3 akma gerinimi civarındadır. Yüksek sıcaklıklarda ise sürünme, bu akma değerinin üstünde, kavitasyonların büyümesi ve çözülme/çökme kombinasyonuna bağlı olarak devam eder (Wilkinson 1994).

$\text{Si}_3\text{N}_4$  seramiklerinin sürünme deformasyonuna ilişkin iki farklı sürünme modeli düşünülmüş ve karşılaştırılmıştır. Klasik model literatürdeki metal sürünme davranışındaki gibi, sürünmenin öncelikle atomların taneler boyunca ilerlemesi ya da tane sınırlarında ilerlemesi ile gerçekleşen sürünme modelidir. Özellikle  $\text{Si}_3\text{N}_4$  gibi tane sınırlarında ikinci bir hareketli fazdan ve rijit tanelerden oluşan bir yapıya sahip olan malzemeler için kavitasyon sürünme modeli geliştirilmiştir. Sürünme direncini artırmanın bir yolu kavitasyon oluşumlarını önleyerek, kavitasyon olmayan bir yapı elde etmektir. Tane sınırlarında kalan camsı fazın viskozitesini artırmak kavitasyonları önlemek için etkili bir yöntemdir. Oksinitrür camlara  $\text{Lu}^{+3}$  ve  $\text{N}^{-3}$  eklenmesi viskoziteyi artırıcı bir etki gösterir. Aynı durum Lu içeren  $\text{Si}_3\text{N}_4$  seramiklerinde de geçerlidir, viskozitesinin artmasıyla kavitasyon oluşumu engellenir (Lofaj ve Wiederhorn 2009).

Tane sınırlarında ikinci bir faz içeren, en güçlü ve tok yüksek sıcaklık seramiği  $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'tür. Maalesef ki bu malzemelerde tane sınırındaki silikat fazının varlığı tokluğu artırsa da,  $1400^\circ\text{C}$ 'ın üstünde ve 100 MPa gerilmenin altında malzemenin dayanımını azaltır. Ancak silikat fazının refrakter özelliği artırılırsa yüksek sıcaklıklardaki dayanımı geliştirebilir. Fakat bu durumda da malzemenin kırılma tokluğu azalır. Bunun sebebi ise taneler ve tanelerin arasında oluşan silikat fazının daha güçlü bağlanması olabilir (Wiederhorn ve ark. 1999).

Kırılğan malzemelerde, camsı geçiş sıcaklığının üstünde tanelerin arasında kalan camsı fazın viskoz akışa neden olduğu lineer olmayan bir deformasyon süreci görülür. Gaz basınçlı sinterleme (GPS) yöntemiyle taneler arasında kalan camsı faz her ne kadar kristallendirilmeye çalışılsa da bir miktar camsı faz yapıda kalır. Bu durum sonucunda oluşan tane sınır kaymaları ve kavitasyonlar çatlak ucundaki gerilmeye katkı sağlayarak malzemenin gerilme kuvvetini düşürür. Bunun sonucunda kritik altı çatlak büyümeleri gerçekleşir. Kavitasyon ve mikro çatlak gibi sürünme hasar mekanizmaları statik yorulma çatlaklarının büyümesinden sorumludur. Fakat çevrimli yorulmalarda bu hasarlar önemli değildir (Zhan ve ark. 1997).

$\text{Lu}_2\text{O}_3$  katkılı  $\alpha\text{-SiAlON}$  seramiğinin  $1400^\circ\text{C}$ 'ye kadar artan sıcaklıklarda yapılan deneylerde eğilme mukavemetindeki azalmanın çok yavaş olduğu ve oda sıcaklığındaki mukavemetinin %87'sini  $1400^\circ\text{C}$ 'de de koruduğu görülmüştür.

Bunun sebebinin ise taneler arası faz olarak yüksek ergime sıcaklığına sahip “Lu-J” fazının oluşmasıdır.  $\text{Lu}^{+3}$ 'ün küçük iyon yarıçapından dolayı oluşan yüksek kation kuvveti ve yüksek camsı geçiş sıcaklığının sonucunda yüksek sıcaklıklarda ara yüzeyde çok az bir bozunma görülür. Kısacası üstün yüksek sıcaklık özellikleri tanelerin arasında refrakter J fazının oluşmasının sonucudur (Ye ve ark. 2008).

$\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$  nanokompozitinin 1200-1450°C ve 50-100 MPa arasında yapılan sürünme deneylerinden elde edilen gerilme üssü değerinin 0,8-1,28 aralığında değiştiği görülmüştür. Temel sürünme mekanizmasını, taneler arası camsı faz boyunca difüzyonla tane sınırı kaymasının oluşturduğu belirlenmiştir. Monolitik  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ile aynı oranda sinterleme malzemesinin kullanıldığı bu malzemede yüksek sürünme direncinin elde edilmesinin nedeninin, taneler arasına oturan SiC nano parçacıklarının tane sınırı kaymasını sınırlandırması ve taneler arası fazın kimyasını değiştirmesi sonucu olduğu söylenebilir (Dusza ve ark. 2005).

$\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ve AlN katkılarının kullanıldığı çalışmada  $\alpha$  ve  $\beta$ -SiAlON fazının yanında taneler arasında Y-SiAlON camsı fazı ve YAG kristalin fazı oluşmuştur. Kaviteasyonların daha çok tanelerin üçlü birleşme noktalarında olduğu görülmüştür. Difüzyon katkılı tane sınırı kaymasının baskın sürünme mekanizması olduğu belirlenmiştir. Tane sınırındaki difüzyonu  $\text{N}^{-3}$ 'ün kontrol ettiği görülmüştür. Taneler arası fazın oksidasyonla saflaştırılması sayesinde sürünme direnci gelişmiştir (Lin ve ark. 2001).

Yüksek derece saflığa sahip SiAlON malzemesinin, tane sınırının yapısının ve içyapıdaki sürünme özelliklerinin z değeri ile değişim gösterdiği belirlenmiştir. Üç farklı z = 1, 2, 3 değerine sahip SiAlON seramiklerinde,  $z \geq 2$  olduğunda yapı,  $\beta$  fazı ve tane sınırlarında az miktarda 15R fazının çökmesinden oluşmaktadır. Ne ikili tane sınırlarında ne de üçlü birleşme noktalarında,  $z = 2, 3$  olduğunda kalıntı camsı faza rastlanmamıştır, taneler direk kristal yapılarla bağlanmıştır.  $z = 1$  olduğu durumda ise 15R fazının olmadığı ve üçlü birleşme noktalarında az miktarda kalıntı camsı fazın bulunduğu bir yapı görülmüştür. Camsı film ıslatma özelliğinden dolayı tane sınırı difüzyonu için yol oluşturur. Z değerinin 2'nin üstünde olması sayesinde, yapıdaki camsı faz miktarının azalmasıyla tane sınırı kaymasının önüne geçilmiştir (Pezzotti ve ark. 2000).

Sabit %17 azot içeren ve farklı nadir toprak elementlerinin Y, Ce, Nd, Sm, Eu, Dy, Ho, Er içeren Ln-SiAlON camlarının özelliklerinin kullanılan elemente göre değiştiği görülmüştür. Bu camlarda, Eu dışında, iyonik yarıçapın düşmesiyle artan katyon alan kuvveti ile yoğunluğun, sertliğin, camsı geçiş sıcaklığının ve viskozitenin arttığı; molar hacmin ve ısıl genleşme katsayısının ise düştüğü görülmüştür. Kısacası tüm bu özellikler katyonun iyon yarıçapına bağlı olarak doğrusal bir değişim göstermektedir. Lantanit katyonunun bir diğeri ile değişmesi toplam camsı yapıyı değiştirmese de özellikler katyon alan kuvvetine bağlı olarak değişir (Ramesh ve ark. 1997).

Sertlik ve sürünme direnci özelliklerinin kullanılan nadir toprak elementinin iyon yarıçapının düşmesiyle arttığı belirlenmiştir. Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kullanılan çalışmada beklenenin aksine düşük sertlik ve sürünme direnci gözlemlenmiştir. İyon yarıçapının dışında sertlik ve sürünme direncine etki eden bir diğeri faktör ise tane sınır fazında çözünen azot miktarıdır. Çünkü çözünen azot miktarı, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-Re<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> sisteminde oluşan fazın ötektik sıcaklığını ve mekanik özelliklerini etkileyecektir (Gazza 1991).

Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> seramiklerinde kırılma yapılarından dolayı yalnızca birincil ve ikincil sürünme bölgeleri gözlenir. Çekme tarafında meydana gelen sürünme, taneler arası fazın viskoz akışı ve yapının genleşmesi sonucu meydana gelen tanelerin birbiri üstünde kaymasıyla oluşur. Yapıda oluşan gerilmelerin sonucu olarak çoklu tane birleşme noktalarında ve tane sınırlarında kavite oluşur. Yani oluşan kaviteasyonlar viskoz akış ve tane sınır kayması sonucu oluşan gerilmeleri azaltmak için çekirdeklenir. Basma tarafında ise çok az miktarda kaviteasyon oluştuğu gözlemlenir. Daha çok kimyasal potansiyel farkından kaynaklı çözünmelerin ve çökeltilerin oluşmasıyla sürünme gerçekleşir (Fox 2008).

Farklı miktarlarda Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> içeren iki kompozisyonun tane sınırlarında oluşan fazın kristal yapısının kompozisyona bağlı olarak değiştiği görülmüştür. Bir kompozisyona ağırlıkça %3,33 değerine ise %12,51 Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> eklenmiştir. %3,33 Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> içeren kompozisyonda taneler arasında ikincil faz olarak, Lu<sub>4</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>7</sub>N<sub>2</sub> fazının oluştuğunu ve bu fazın tamamen kristal olduğu görülmüştür. %12,51 Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> içeren kompozisyonda ise taneler arasında fazın yaklaşık olarak %50'sinin kristallenerek Lu<sub>4</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>7</sub>N<sub>2</sub> ile birlikte az miktarda da Lu<sub>2</sub>SiO<sub>5</sub> fazını oluşturduğu

ve bir miktar camsı fazın ise kristallenmeden yapıda kaldığı görülmüştür. %3,33  $\text{Lu}_2\text{O}_3$  içeren yapıda  $\text{Si}_3\text{N}_4$  taneleri sınırlarında 0,4-1,0 nm'lik bir amorf filmin oluştuğu, %12,41  $\text{Lu}_2\text{O}_3$  içeren yapının ise tane sınırlarının yaklaşık %35'inde böyle bir amorf film tabakasının oluşmadığı görülmüştür. Bu kompozisyonların dört nokta eğme deneylerinden elde edilen sonuçlarda ise 1200 ve 1400°C'da yaklaşık olarak aynı mukavemet değerlerine, 1500 ve 1600°C'da yapılan deneylerde ise %12,51  $\text{Lu}_2\text{O}_3$  içeren kompozisyonun daha iyi mukavemet gösterdiği görülmüştür. %3,33  $\text{Lu}_2\text{O}_3$  içeren kompozisyonda tüm sıcaklıklarda doğrusal deformasyon görülürken, %12,51  $\text{Lu}_2\text{O}_3$  içeren kompozisyonda 1400°C'ın üstünde doğrusal olmayan deformasyon davranışı görülmüştür (Guo ve ark. 2003).

Kavitasyonların oluşumunun önlenmesi, tane sınırı kalınlığının azaltılması ve taneler arası filmin viskozitesinin artırılması ile gerçekleşir. Yb katyonu yerine Lu katyonun kullanılması viskoziteyi 26-32 kat artırıcı etki gösterir ve kavitasyon oluşumunu engelleyerek sürünme direncini artırır. Fakat bu katyonların değişiminin viskoziteyi artırmasından daha fazla etki gösteren bir diğer şey yapıya azot eklenmesidir ve bu eklenme viskoziteyi en az dört merteye değiştirecektir. Yani sürünme mekanizmasının değişmesi ve sürünme direncinin artması Lu katyonunun küçük yarıçapına bağlı olarak camsı yapıyı daha sıkı hale getirmesinin ve koordinasyon numarası 3 olan azot elementinin oluşturduğu yüksek miktarda çapraz bağların sonucudur (Lofaj ve ark. 2011).

Nd ve Sm nadir toprak element karışımının eklenmesiyle oluşturulan  $\text{Si}_3\text{N}_4$  kompozisyonunda 1200-1400°C' da sürünme deneyleri yapılmıştır. Bu elementlerin karışımının kristalizasyon sürecini olumsuz etkilediği ve kristalizasyonu engellediği görülmüştür. Azot ortamında yapılan ısıl işlem sonucu kristalizasyon gerçekleşmiş ve  $\text{Nd}_4\text{Si}_3\text{O}_{12}$  ve  $\text{Nd}_2\text{Si}_3\text{O}_3\text{N}_4$  fazları oluşmuştur. Oluşan bu fazların sürünme direncine katkıda bulunduğu, gerilme üssünü ve sürünme hızını düşürdüğü görülmüştür. Düşük sıcaklık, düşük gerilme ve yapıda az camsı fazın bulunduğu durumlarda sürünmenin difüzyonla gerçekleştiği, yüksek sıcaklık, yüksek gerilme ve yüksek miktarda camsı tane sınırı fazının bulunduğu durumlarda ise kavitasyon mekanizmasının aktif olduğu görülmüştür. Difüzyonun gerçekleşmediği durumlarda tane sınırı kaymasıyla gerçekleşen

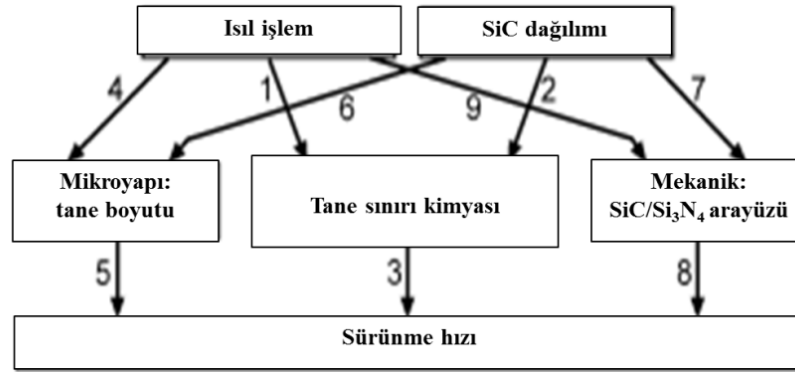
viskoz akış üçlü birleşme noktalarında elastik gerilmelere neden olmuştur. Bu durumda yapıda önceden var olan yarık ve çatlaklar tane sınır kaymasının devam etmesine izin vererek üçlü birleşme noktalarında gevşemelere neden olur. Yapıda deformasyon, çatlak genişlemelerinin ve kaymaların bir araya gelmesi sonucu devam eder (Moreira da Silva ve ark. 2010).

AlN ve nadir toprak element grubundan farklı katyonlar (Sc, Lu, Yb, Er, Y) kullanılarak sinterlenen SiC'de katyon değişiminin mekanik özellikleri oldukça etkilediği görülmüştür. Sc<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oksitleri kullanıldığında hem SiC-SiC arası tane sınırında hem de üçlü birleşme noktalarında camsı fazın bulunmadığı tespit edilmiştir. Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> katkılı kompozisyonda ise taneler arası camsı fazın varlığı tespit edilmiştir. Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub> katkılı kompozisyonda ise SiC-SiC arası tane sınırında camsı fazın bulunmadığı fakat üçlü birleşme noktalarında ise camsı fazın bulunduğu görülmüştür. Küçük yarıçaplı katyon eklenmesinin taneler arası fazın kristallenmesinde etkili rol aldığı görülmüştür. Yüksek sıcaklık mukavemetinin taneler arası fazdaki kristallerin doğasına bağlı olarak değişmediği, kullanılan dopantların kimyasından kaynaklanan taneler arası fazın yumuşama noktası değişimine bağlı olarak değiştiği görülmüştür. Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'ün 1600°C ve 600MPa'a kadar, Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'ün ise 1500°C ve 600MPa'a kadar oda sıcaklığı mukavemetini koruduğu görülmüştür. Bunun Er ve Lu'un yüksek refrakter özelliğinden kaynaklandığı bilinmektedir (Kim ve ark. 2007).

Aynı mikroyapıya sahip Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> tanelerinde, taneler arası faz kompozisyonunun basma tarafındaki sürünme hızını oldukça etkilediği görülmüştür. MgO ve La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> oksitleri eklenerek hazırlanan kompozisyonda MgO'nun sürünme direncinin oldukça düşük olduğu görülmüştür. Sürünme mekanizmasının araştırılması sonucunda, ikincil faz miktarının çok az miktarda olduğu bir durumda tane sınır kayması ile birlikte gelişen viskoz akışın uzun dönemde sürünmeyi etkileyen bir faktör olmadığı belirlenmiştir. Bunun yerine daha yavaş bir süreç sonucu gelişen çözünme/çökme mekanizması uzun dönemde sürünme deformasyonunu kontrol edecektir (Arellano-Lopez ve ark. 2002).

Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> seramiklerinde yüksek sıcaklık özelliklerini etkileyen faktörler üç ana başlıkta incelenebilir; mikroyapısal, mikromekanik ve kimyasal etkiler. Bir

mikromekanik etki olarak, yapıya SiC nano parçacıklarının eklenmesi ile matrisin tane sınırlarına bu parçacıklar yerleşir ve tane sınır kaymasını engeller böylece sürünme dayanımı geliştirilebilir. Bu partiküllerin kimyasal etkisi ise tane sınırlarında kalan amorf silika ile reaksiyona girmesi ve tane sınırı viskozitesini artırmasıdır. Bu şekilde yine sürünme dayanımının geliştirilir. Isıl işlemler mikroyapıya etki ederek, tane büyümesini sağlayarak sürünme direncine katkı sağlayabilir. Isıl işlemlerin tanelerin büyüklüğünün yanında şekline de etki etmesi sonucu eş eksenli taneler oluşturulabilir ve böylece tane sınırlarında kabalıkların artması sonucu tane sınır kayması engellenebilir. Bu etkiler kısaca Şekil 2.7'deki şema ile özetlenebilir (Rentdel ve Hubner 2002).



Şekil 2.1 Sürünme hızını etkileyen faktörler

$\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$  kompozitlerinde aynı miktarlarda fakat farklı nadir toprak elementlerinin eklenmesinin yapının mikroyapısını ve mekanik özelliklerini değiştirdiği görülmüştür. Özellikle  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$  tanelerinin en boy oranının eklenen  $\text{La}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Nd}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Yb}_2\text{O}_3$  ve  $\text{Lu}_2\text{O}_3$  oksitlerine göre değiştiği ve nadir toprak elementinin iyonik çapı düştüğünde en boy oranının arttığı gözlemlenmiştir. Küçük iyon yarıçaplı elementlerin kullanılmasıyla tokluk mekanizmasının geliştiği ve mukavemetin arttığı belirlenmiştir (Tatarko ve ark. 2010).

$\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiC}$  kompozisyonunda oluşan taneler arası faz kompozisyonun mekanik özelliklere etkisi ve SiC oluşumuna etkisi araştırılmıştır. Nadir toprak elementlerinden La, Nd, Sm, Y, Yb ve Lu kullanılmıştır. Nadir toprak elementinin iyonik yarıçapının artmasıyla kırılma tokluğunun, sertliğin ve mukavemetin

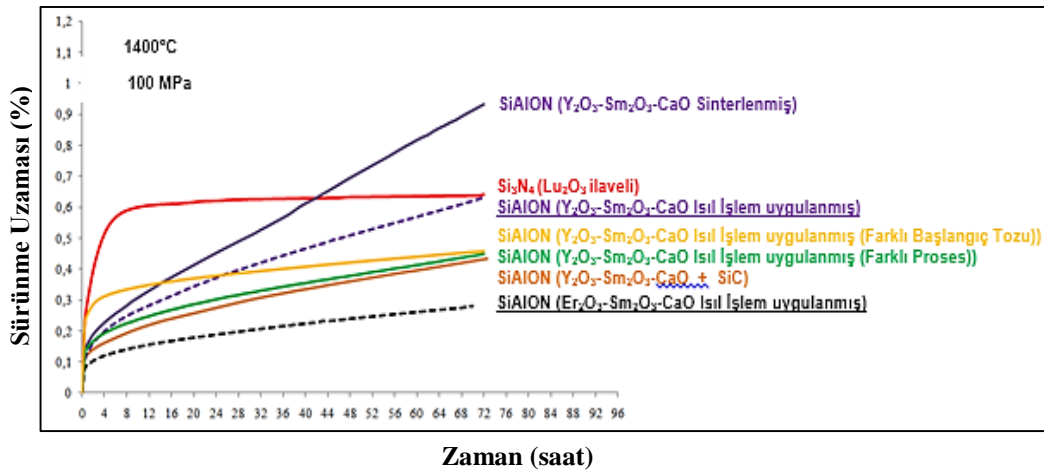
azaldığı görülmüştür. Sıvı faz sinterleme sırasında oluşan viskozitenin, SiC tanelerinin tane içine ya da taneler arasına yerleşmesinde etkin rol oynadığı görülmüştür. İyonik yarıçapın artması sonucu oluşan düşük viskozitenin tane içinde SiC, yüksek viskozitenin ise tane arasında SiC oluşumuna sebep olduğu belirlenmiştir. Sürünme direnci ise taneler arasına yerleşen SiC tanelerinin varlığı sayesinde tane sınır kaymasını önlemesi sonucu artırılmıştır (Lojanova ve ark. 2010).

Kasyon tipinin taneler arasında oluşacak fazın kristallenmesine etkisinin araştırıldığı çalışmada,  $Yb^{+3}$ ,  $Ce^{+3}$  ve  $Sm^{+3}$  kasyonlarının kullanıldığı farklı kompozisyonlar hazırlanmıştır. Küçük iyonik çapından dolayı  $Yb^{+3}$ 'ün üçlü noktalara girdiği,  $Sm^{+3}$  ve  $Ce^{+3}$  kasyonlarının ise büyük iyonik çaplarından dolayı tane sınırına ya da tane yüzeylerine girdiği görülmüştür. Sadece  $Yb^{+3}$ 'ün kasyon olarak kullanıldığı kompozisyonda  $\alpha$ ,  $\beta$ -SiAlON fazlarının yanı sıra taneler arasında silikat fazı oluşmuştur. Yalnızca  $Ce^{+3}$ 'ün kasyon olarak kullanıldığı kompozisyonda ise ikincil bir kristal faz oluşmamış ve büyük iyonik çapından dolayı  $\alpha$ -SiAlON fazı da oluşmamıştır. Her iki kompozisyona ısı işlem uygulanmış ve  $Yb^{+3}$  kompozisyonunda silikat varlığı devam ederken,  $Ce^{+3}$  kompozisyonunda ise ikincil faz olarak melilit fazı oluşmuştur. Buna göre yalnızca  $Ce^{+3}$  kasyonu kullanıldığı zaman, ikincil fazın varlığı ısı işlem sürecine bağlı olarak değişmektedir.  $Yb^{+3}$  kasyonuna  $Ce^{+3}$  ve  $Sm^{+3}$  eklenildiğinde ise bu dopantların silikat fazının kristallenmesini engellediği görülmüştür. Sonuç olarak ısı işlem koşullarının kompozisyon ve taneler arası fazın oluşumunu etkilediği anlaşılmıştır (Açıkbaş ve ark. 2007).

$Y_2O_3$ ,  $Sm_2O_3$  ve CaO kullanılan çalışmada  $\alpha$  ve  $\beta$  fazları ile birlikte ikincil faz olarak melilit fazı oluşmuştur. Sürünme deneyleri ardından yapılan XRD analizlerinde  $\alpha$  ve  $\beta$  oranının, oksidasyona ve  $\alpha$ 'dan  $\beta$ 'ya dönüşüme bağlı olarak değiştiği görülmüştür.  $\alpha$  faz oranı %20'den %12'ye düşerken, taneler arası faz olan melilit faz oranı ise yükselmiştir. Sürünme deneylerinin ardından yapılan EDX analizlerinde sinterleme ilavelerinin yüzeye doğru difüze olduğu ve yüzeyde oksit fazları oluşturduğu görülmüştür. Sürünmüş numunelerde yapılan TEM analizlerinde kaviteasyonların varlığı ortaya çıkmıştır. Gerilme katsayısı ve sürünme aktivasyon enerjisi analizleri sonucu sürünme mekanizmaları, tane sınırı

kayması ve difüzyon olarak belirlenmiştir. Melilit fazının oluşması sonucu taneler arası amorf fazın azalmasıyla, sürünme deformasyonunun azalmasıyla sürünme direncinin arttığı görülmüştür (Uludağ ve Turan 2011).

Uludağ (2010), doktora tez çalışmasında ısıl işlem uygulanması, farklı sinterleme katkıları ( $Y_2O_3$ ,  $Er_2O_3$ ,  $Lu_2O_3$ ) ve ikincil partikül ilavesinin sürünme davranışına etkilerini incelemiştir. Çalışmada 25A SiAlON seramikleri ve  $Lu_2O_3$  ilaveli  $Si_3N_4$  seramiklerinin, 1300–1400 °C sıcaklık ve 50-150 MPa gerilme aralıklarında, hava ortamında sürünme testleri gerçekleştirilmiştir (Şekil 2.1).



Şekil 2.2 Farklı kompozisyonlarda 72 saat sonunda elde edilen sürünme eğrileri (Uludağ, 2010)

Uludağ (2010), doktora tez çalışmasında, sinterleme esnasında kompozisyona eklenen oksitlerin değişmesine bağlı olarak sinterleme sonrası oluşan kristalin fazların değiştiğini görmüştür. Bu fazlar azot içerikli melilit fazı ve oksijen içerikli silikat fazlarıdır. Çalışmada  $Er_2O_3$  içerikli kompozisyonun iyi bir sürünme direncine sahip olduğu görülmüştür. Bu kompozisyonda ikincil faz olarak melilit fazı oluşmuştur.

Bu sonuçlardan yola çıkarak bu çalışmada  $Er_2O_3$ ,  $Yb_2O_3$ ,  $Lu_2O_3$  sinterleme ilaveleri kullanılmıştır. En iyi sürünme dayanım özelliği elde edebilmek için, sinterleme süresi, ısıl işlem sıcaklığı ve süresinin (dolayısıyla taneler arası kristalleşme miktarının) optimize edilmesi ve bu değişkenlerin sürünme dayanımına etkisinin çalışmanın ana hedeflerini oluşturmuştur.

## 2.4. Tezin Amacı

SiAlON seramiklerinin yüksek sıcaklıklarda sürünme dayanımını başlangıç  $\text{Si}_3\text{N}_4$  toz özellikleri ile sinterleme ilave malzemeleri, sinterleme koşulları ve uygulanan ısı işlem uygulamaları etkilemektedir. Başlangıç tozunda bulunan safsızlıklar, sinterleme ilave malzemelerinin özellikleri, sinterleme ve ısı işlem koşulları yapıda sinterleme sonrası oluşacak fazları belirlemektedir. Daha önce de bahsedildiği gibi yapıda sinterleme sonrası camsı fazlar kalmakta ve bu fazlar yüksek sıcaklıklarda yumuşayarak sürünme deformasyonunu aktif hale getirmektedir. Yani metallerdeki sürünme davranışından farklı olarak seramiklerde yapıdaki bu camsı fazın varlığı sürünme mekanizmalarını aktif hale getirmektedir. Tane sınırlarındaki bu amorf fazın varlığı viskoz akış, tane sınır kayması, çözünme/çökme ve kavitasyon sürünme mekanizmalarını aktif hale getirir. Yüksek sıcaklıklarda camsı fazın viskozitesi ve camsı geçiş sıcaklığı sürünme dayanımı için oldukça önemli terimlerdir. Yüksek sıcaklıklarda camsı fazın viskozitesinin ve camsı geçiş sıcaklığının düşmesi sürünme deformasyonlarını daha hızlı bir şekilde aktif edecektir. Yüksek sıcaklıklarda camsı fazın sürünme dayanımına olumsuz etkisinden dolayı camsı fazın yerini alacak ikincil kristal fazlar elde etmek sürünme dayanımını geliştirecektir.

Bu nedenle bu çalışmanın ilk amacı;  $\text{Er}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Yb}_2\text{O}_3$  ve  $\text{Lu}_2\text{O}_3$  gibi katkı malzemeleri kullanarak sürünme dayanımını geliştirici refrakter özellikli kristalin ikincil fazlar (melilit, silikat) elde ederek, silikat ve melilit fazlarının sürünme dayanımına etkisini belirlemektir. Bununla birlikte sinterleme süresi, ısı işlem sıcaklığı ve süresinin optimize edilmesiyle sürünme dayanımının iyileştirilmesi bir diğer amaçtır.

Taneler arası camsı fazın çeşitli ısı işlemler uygulanması sonucunda kristallenmesi mümkün olabilmektedir. Bu çalışmada ısı işlemler ötektik üstü sıcaklıklarda gerçekleştirilmiştir. Bu yöntemin avantajı taneler arası fazın ötektik sıcaklığının üstüne çıkılması sonucu kristalleşme miktarının artmasıdır. Ötektik altı ısı işlemlerin sürünmeye etkisi diğer bir tez çalışmasında araştırılmıştır (Ulukut 2014).

### 3. MATERYAL ve YÖNTEM

#### 3.1. Materyal

Bu çalışmada  $Er_2O_3$ ;  $Yb_2O_3$ ,  $Lu_2O_3$  katkıları üç farklı SiAlON kompozisyonu incelenmiştir. Bunlardan  $Er_2O_3$  ve  $Yb_2O_3$  katkıları kompozisyonlar granül halinde MDA İleri Teknoloji Seramikleri Ltd. Şti.'den edinilmiştir.

$Lu_2O_3$  katkıları kompozisyon, başlangıç toz kompozisyon tasarımının ( $Re_2O_3$ - $Sm_2O_3$ - $CaO$  +  $SiC$ ,  $Re$ ;  $Lu$ ) ardından bilya ve su ilave edilerek değirmende öğütülmüştür. Öğütülmenin ardından organik ilavelerle karıştırılarak püskürtmeli kurutmada toz haline getirilmiştir. Ardından aşağıda sıralanan yöntemler uygulanarak sürünme deneyleri gerçekleştirilmiştir.

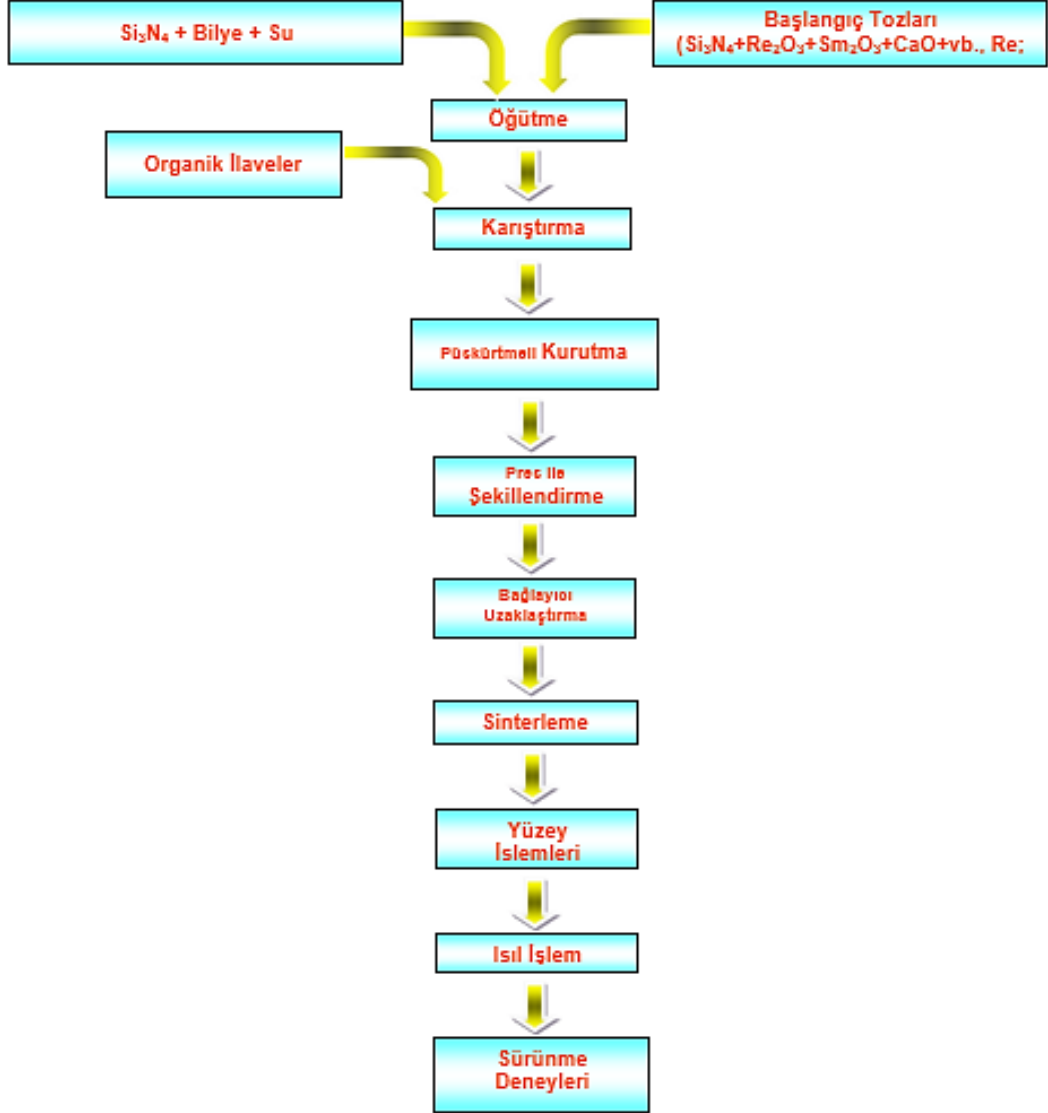
#### 3.2. Yöntem

DeneySEL çalışmalar özetle aşağıda verilen temel aşamalardan oluşmaktadır. Bu aşamalar;

- Başlangıç toz kompozisyon tasarımının ( $Re_2O_3$ - $Sm_2O_3$ - $CaO$  +  $SiC$ ,  $Re$ ;  $Er$ ,  $Yb$ ,  $Lu$ ) yapılması ve tozların püskürtmeli kurutucuda üretilmesi,
- Üretilen granüller preslenerek sürünme numunelerinin şekillendirilmesi,
- Şekillendirilen numunelerin yaş yoğunluğunun soğuk izostatik preste artırılması,
- Numunelerde mevcut olan yağlayıcı, bağlayıcı gibi organiklerin uzaklaştırılması,
- Farklı tane boyutuna sahip yoğun malzemeler elde etmek için şekillendirilen numunelerin farklı sürelerde sinterlenmesi,
- Numunelerin sinterleme sonrası uygun boyut ve yüzey düzgünlüğüne sahip olması için taşlanması,
- Sinterleme koşullarının optimize edilmesi açısından her bir sinterleme koşulunda, üç farklı çoklu katyon sistemi ( $Er_2O_3$ ,  $Yb_2O_3$ ,  $Lu_2O_3$ ) kullanılarak üretilmiş sürünme numunelerinin sürünme deneylerinin yapılması,

- Malzemelerin sürünme deneyleri öncesi ve sonrasındaki mikroyapı özelliklerinin taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve X ışını difraksiyonu (XRD) teknikleri ile karakterize edilmesi şeklindedir.

Deneysel çalışma prosedürü Şekil 3.1’de şematik olarak verilmiştir.



Şekil 3.1 Deneysel çalışma prosedürü (şematik)

### 3.3. Sürünme Deney Numunelerinin Hazırlanması

Şekil 3.1’de görüldüğü gibi yoğunlaştırma için gerekli sinterleme katkı malzemeleri ve bağlayıcı organik malzemeler ilave edilerek püskürtmeli

kurutucudan granüllerin elde edilmesi ve tek eksenli preste bar şeklinde şekil verilmesinden sonra, izostatik basınç uygulanarak hem homojen yoğunluk elde edilmiş, hem de yaş yoğunluğu arttırılmıştır. Başlangıç tozlarındaki bağlayıcı malzemelerin yapıdan uzaklaştırılması için bağlayıcı uzaklaştırma işlemine tabi tutulmuş olan numuneler daha sonra BN pota içerisinde grafit ısıtıcı elemanlı, gaz basınçlı sinterleme (GPS) fırınında üçlü katyon sistemlerine göre farklı sıcaklık ve sürelerde sinterlenmiştir. Sinterlemenin ardından numuneler sürünme testleri için yüzey işlemlerine tabi tutulmuştur. Yüzey işlemleri ile alakalı ayrıntılar doktora tez çalışmasında verilmiştir (Uludağ 2010).

Arşimet prensibine göre yoğunluğu ölçülen numunelerden yeterli yoğunluğa (>%99,5) sahip olanlar, istenen boyut ve yüzey düzgünlüğünün sağlanması açısından uzunluk olarak 45 mm, genişlik olarak  $4,0 \pm 0,2$  mm ve kalınlık olarak  $3,0 \pm 0,2$  mm ölçülerine kadar taşlanmış (Taksan TYT400) ve sonrasında parlatılarak sürünme deneyleri için hazır hale getirilmiştir.

### **3.3.1. Yoğunluk ölçümleri**

Bar şeklinde preslenen numunelere izostatik basınç uygulanarak hem homojen yoğunluk elde edilmiş, hem de yaş yoğunluk arttırılmıştır. Çalışmanın başlangıcında yoğun malzeme üretiminin sağlanması açısından üretim sürecinin daha basitleştirilmesi ve hızlandırılması amacıyla izostatik basınç uygulamasının kaldırılmasına yönelik olarak başlangıç tozlarının daha yüksek basınç değerlerinde tek eksenli pres ile şekillendirilerek bir sonraki üretim aşaması olan bağlayıcı giderme aşaması uygulanması denenmiştir.

İçeriklerindeki bağlayıcı malzemelerin yapıdan uzaklaştırılması için bağlayıcı uzaklaştırma (debinding) işlemine sokulan numunelerin bu işlem öncesi ve sonrasındaki ağırlıkları ölçülmüş, numunelerin ağırlıkça ihtiva ettikleri yaklaşık %6 civarındaki bağlayıcı malzemenin yapıdan uzaklaştırıldığı belirlenmiştir. Bağlayıcı giderme işleminden sonra numuneler farklı sürelerle (kısa süre: 2 saat, uzun süre: 4 saat) gaz basınçlı sinterleme yöntemiyle sinterlenmiştir.

Malzemenin yoğunluğu mekanik özelliklerini doğrudan etkilediğinden malzemenin farklı koşullarda sürünme davranışının incelenebilmesi ve karşılaştırma yapılabilmesi için tam yoğun olmaları gerekmektedir. Bu amaçla sinterlenen numunelerin kuru ağırlıkları alınıp, gözeneklerin içinde kalan havanın uzaklaştırılması için yaklaşık 4 saat kaynatıldıktan sonra askıdaki ağırlıkları Arşimet prensibine göre ölçülmüş, sonrasında sıvı sızdırılmış haldeki ağırlıkları ölçülerek (ıslak ağırlık) Eşitlik 3.1'e göre yoğunluk hesaplamaları yapılmıştır.

$$\text{Yoğunluk} = \frac{\text{Numune Kütlesi}}{\text{Yıgınsal Hacim}} = \frac{W_1}{W_3 - W_2} \quad (3.1)$$

Burada;  $W_1$ = Kuru ağırlık,  $W_2$ = Askıdaki ağırlık,  $W_3$ = Islak ağırlıktır.

### 3.3.2. Sürünme deneyleri

Sürünme deneyleri, hazırlanan numunelerin 1300, 1350, 1400°C sıcaklık ve 50, 100, 150 MPa eğilme gerilmesi koşulları altında hava ortamında 72 saat süre ile yüksek sıcaklık fırın ünitesine sahip Instron 5581 model universal mekanik test cihazı kullanılarak yapılmıştır. Numunelerde deney sırasında sürünme nedeniyle meydana gelen deformasyon doğrusal değişken pozisyon sensörü (LVDT) ile algılanarak bilgisayar yardımıyla kaydedilmiştir.

### 3.3.3. Karakterizasyon çalışmaları

Sürünme numunelerinden, sürünme deneyi öncesinde ve sonrasında uygun şekilde numuneler hazırlanarak SEM ve XRD karakterizasyon çalışmaları yapılmıştır. SEM incelemesi için öncelikle bar biçimindeki numuneler sürünme deneyi öncesinde ve sonrasında kesitten elmas kesici (Buehler ISOMET 1000) ile kesilmiştir. Kesilen numunelerin aşındırma ve parlatma işlemlerinde kolaylıkla tutulabilmesi için kalıba alınmış (Struers LaboPress-3), daha sonra yüzey düzgünlüklerinin sağlanması için sırasıyla 120, 240, 320, 600, 1200 numaralı SiC aşındırma kâğıtları ile yağlayıcı olarak su kullanarak ve 9, 3 ve 1,0 mikron boyutlu elmas süspansiyonları ile parlatılmıştır. Parlatmanın son adımında 0,25

mikron kolloidal silika kullanılmıştır. Parlatılan numunelerin analizi sırasında şarjlanmanın önlenmesi açısından altın ile kaplanarak (Bal-Tec MED 020) veya kaplanmaksızın numuneler SEM (Zeiss Supra 50VP) ile incelemeye hazır hale getirilmiştir. Son olarak kaplanan veya kaplanmayan numuneler FEG SEM (Zeiss Supra 50VP) ile elektron demeti altında incelenmiştir.

Farklı sürelerle sinterlemenin ve sürünmenin malzemenin faz yapısı üzerindeki etkilerini incelemek amacıyla numuneler öğütücü yardımıyla toz haline getirilmiştir. Malzemelerin faz karakterizasyonu X-ışını difraktometresi (Rigaku Rint 2000) yardımıyla  $\text{CuK}\alpha 1$  ışınması kullanılarak yapılmıştır ( $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$ ). Analiz sırasında  $2\theta$  açıları 5-80 arasında tutulmuş ve elde edilen patternler JCPDS indekslerindekiyle karşılaştırılarak faz analizi yapılmıştır.  $\alpha$  ve  $\beta$ -SiAlON fazlarının yaklaşık oranı eşitlik 3.2. kullanılarak hesaplanmaktadır.

$$\frac{I_{\beta}}{I_{\alpha}+I_{\beta}} = \frac{1}{1+K[(\frac{1}{W_{\beta}})-1]} \quad (3.2)$$

Burada;  $I_{\alpha}$  ve  $I_{\beta}$  sırasıyla elde edilmiş olan  $\alpha$  ve  $\beta$ -SiAlON piklerinin şiddetlerini göstermektedir.  $W_{\beta}$ ,  $\beta$ -SiAlON'un sistemdeki ağırlıkça oranı;  $K$ ,  $\beta$  (101) –  $\alpha$  (102) yansımaları için 0,518,  $\beta$  (210) –  $\alpha$  (210) yansımaları için ise 0,544 değerinde eşitlik sabitidir. Ancak, malzeme kompozisyonunda SiC olması ve SiC'ün,  $\alpha$ -SiAlON'un (210) piki ile çakışması nedeniyle sadece  $\beta$  (101) –  $\alpha$  (102) yansımaları kullanılarak  $\alpha$  ve  $\beta$  miktarları hesaplanmıştır. Ayrıca, üretilen ve ısıl işlem gören SiAlON fazlarında ne kadar Al ve  $\text{O}_2$  'nin yer değiştirdiğini belirlemek için öğütülen tozlara %10 Si ilave edilerek XRD çekimleri yapılmıştır.

## **4. BULGULAR ve TARTIŞMA**

Bu çalışmada kullanılan farklı kompozisyonlarda  $\text{Sm}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$ ,  $\text{SiC}$  miktarları aynı olup tek değişken  $\text{Yb}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Er}_2\text{O}_3$  ve  $\text{Lu}_2\text{O}_3$  ilavesidir. Bu nedenle bundan sonra bu malzemeler kullanılan katyona göre adlandırılacaktır. Sinterleme süresi ilk olarak 2 saat uygulanmıştır ve kısa süreli sinterleme olarak adlandırılmıştır. Sonraki aşamada ise sinterleme süresi 4 saate çıkarılarak uzun süreli sinterleme olarak adlandırılmıştır.

### **4.1. Yb İçeren Numunelerin Sonuçları**

#### **4.1.1. Yb içeren numunelerin sinterleme sonrası karakterizasyonu**

##### **4.1.1.1. Yb içeren numunelerin yoğunluk ölçüm sonuçları**

Yb katkılı Yb-SiAlON numunelerin kısa ve uzun süreli sinterleme rejimleri uygulanmıştır. Bu gruptaki bütün numunelere soğuk izostatik presleme uygulanmıştır. Çizelge 4.1 ve 4.2’de kısa ve uzun sinterleme rejimi uygulanarak hazırlanan Yb-SiAlON katkılı numunelerin yoğunlukları verilmiştir.

Çizelge 4.1 ve 4.2’deki Yb-SiAlON numunelerin tespit edilen yoğunlukları kıyaslandığında yoğunlukların yakın değerlerde olduğu gözlemlenmiştir. Elde edilen yoğunluk değerlerine göre sinterleme zamanının 2 saatten 4 saate artırılması yoğunluk değerlerini etkilememiş, iki sinterleme rejimi ile de teorik yoğunluğa yakın yoğunlukta numuneler üretildiği belirlenmiştir. Sinterlendikten sonra yoğunlukları ölçülen numuneler, sürünme deney numunesi hazırlama ve üretimi sürecinin son aşaması olan yüzey işlemleri aşamasına tabi tutulmuştur. Yüzey işlemleri aşamasında numunelere istenen boyut ve yüzey düzgünlüğünün sağlanması açısından ilk önce taşlama işlemi yapılmış sonrasında ise yüzey parlatma işlemi yapılarak sürünme deneyleri için hazır hale getirilmiştir.

Çizelge 4.1 Soğuk izostatik presleme yapılarak hazırlanan, Yb katkılı ve uzun süreli (2 saat) sinterlenen numunelerin yoğunluk değerleri

Numune No	Askıdaki Ağırlık (gr)	Yaş Ağırlık (gr)	Kuru Ağırlık (gr)	Yoğunluk (gr/cm <sup>3</sup> )
Yb3	2,3403	3,3631	3,3615	3,2865
Yb24	2,4805	3,5687	3,5679	3,2787
Yb29	2,4285	3,4862	3,4859	3,2957
Yb35	2,2643	3,2503	3,2497	3,2958
Yb40	2,4954	3,5808	3,5807	3,2989
Yb43	2,5492	3,6655	3,665	3,2831
Yb49	2,5423	3,65	3,6499	3,295

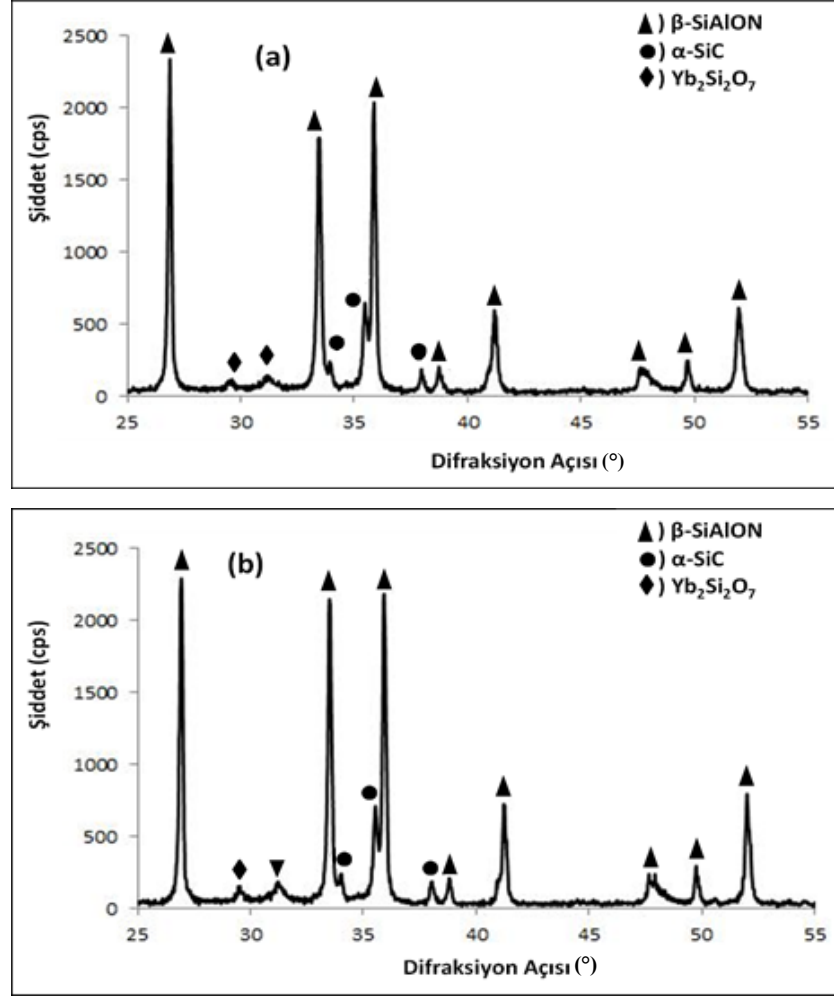
Çizelge 4.2 Soğuk izostatik presleme yapılarak hazırlanan, Yb katkılı ve kısa süreli (4 saat) sinterlenen numunelerin yoğunluk değerleri

Numune No	Askıdaki Ağırlık (gr)	Yaş Ağırlık (gr)	Kuru Ağırlık (gr)	Yoğunluk (gr/cm <sup>3</sup> )
Yb1	2,3846	3,4275	3,4274	3,2864
Yb7	2,3695	3,4108	3,4102	3,2749
Yb11	2,411	3,4641	3,4639	3,2892
Yb24	2,4541	3,5218	3,5213	3,298
Yb31	2,449	3,514	3,5133	3,2988
Yb35	2,401	3,4475	3,4475	3,2943
Yb42	2,4132	3,4624	3,4622	3,2998
Yb51	2,2398	3,2183	3,2178	3,2885
Yb59	2,4232	3,4812	3,4811	3,2902

İki farklı sinterleme rejiminin de teorik yoğunluğu sağladığı gözlemlendikten sonra yoğunluk çalışmaları sonlandırılmış ve malzemenin sürünme davranışı incelenmiş ve sürünme davranışını geliştirebilecek uygulamalara yönelinmiştir. Bundan sonraki bölümde malzemelerdeki iki farklı sinterleme süresinin faz, mikroyapı ve sürünme davranışlarındaki farklılıklar incelenmiştir. Ardından malzemelere farklı ısı işlemler uygulanıp optimum koşullar belirlenmiştir. Bunun sonucunda sürünme mekanizmasını belirlenmiştir.

#### 4.1.1.2. Yb içeren numunelerin faz karakterizasyonu

Yb-SiAlON malzemelerinden 2 ve 4 saat sinterlenen numunelerin XRD paternleri sırasıyla Şekil 4.1 a ve b’de verilmiştir.



Şekil 4.1 a) Kısa süreli (2 saat) ve b) uzun süreli (4saat) sinterlenmiş Yb-SiAlON malzemesinin XRD paternleri

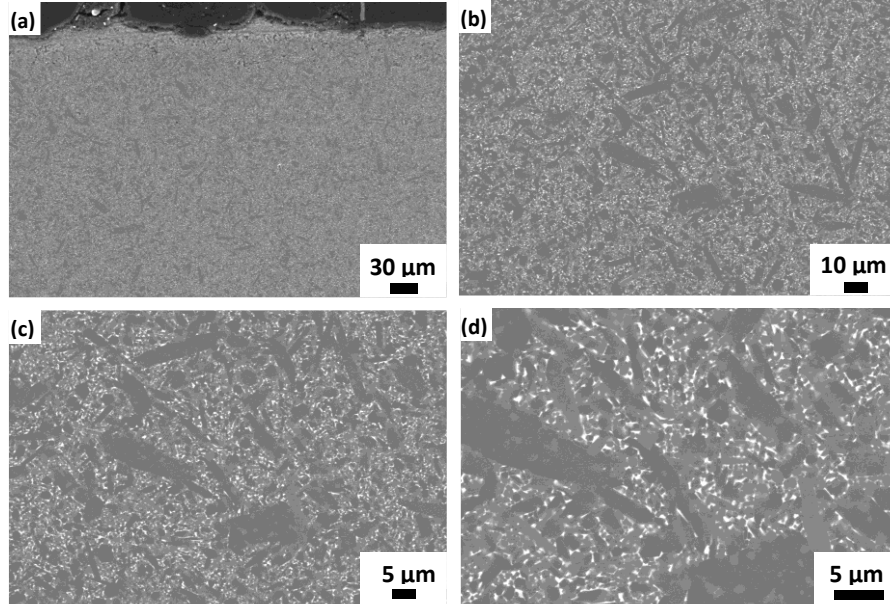
Şekil 4.1’de görüldüğü gibi malzemelerin kompozisyonlarında,  $\beta$ -SiAlON,  $\alpha$ -SiC kristal fazlarının yanı sıra Silikat ( $Ln_2Si_2O_7$ ) taneler arası kristal faz varlığı tespit edilmiştir. Yapılan faz analizinde  $\alpha$ -SiAlON fazının olmadığı gözlemlenmiştir. Sinterleme süresinin uzatılmasıyla Yb katkılı SiAlON malzemelerinde  $\alpha$ -SiAlON fazının yine de oluşmadığı,  $\beta$ -SiAlON,  $\alpha$ -SiC, Melilit ve Silikat faz miktarlarında önemli bir değişim olmadığı belirlenmiştir.

#### 4.1.1.3. Yb içeren numunelerin mikroyapı karakterizasyonu

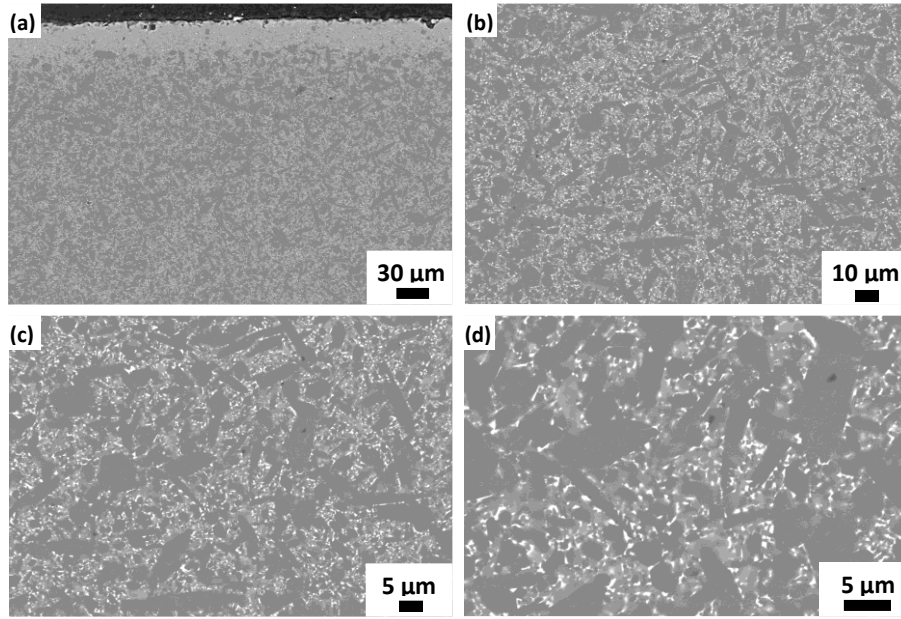
Şekil 4.2 ve 4.3’de Yb katkılı, uzun süreli (4 saat) sinterlenmiş,  $3,29 \text{ gr/cm}^3$  yoğunluğa sahip, Yb9 kodlu numunenin farklı noktalarından ve farklı büyütmelerde alınan geri yansıyan elektron SEM görüntüleri verilmiştir.

SiAlON seramiklerinde  $\alpha$  ve  $\beta$  fazları farklı morfolojilere sahiptir.  $\beta$ -SiAlON fazı  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ ’a benzer uzun, çubuksu görünümlü olmakla beraber  $\alpha$ -SiAlON fazı daha küçük ve eşeksenli yapıdadır. Atom numarasına göre karşıtlık veren bu görüntü alma tekniğine göre yüksek atom ağırlığına sahip ve sinterleme katkı malzemelerinden oluşan tane sınır fazı beyaz renkte görünürken, ortalama atom ağırlığı daha düşük olan  $\alpha$ -SiAlON taneleri gri renkli,  $\beta$ -SiAlON taneleri ise siyah renkte görünmektedir.

Şekil 4.2 ve 4.3 incelendiğinde; Yb-SiAlON numunelerinde sinterleme süresinin artışı (2 saat  $\rightarrow$  4 saat) ile mikroyapıda tane büyümesinin meydana geldiği tespit edilmiştir.



Şekil 4.2 Kısa süreli sinterlenmiş Yb katkılı numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), 1 mm içerisinde 3000X (b), 5000X (c) ve 10000x (d) büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 4.3 Uzun süreli sinterlenmiş Yb-SiAlON katkılı numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), 1 mm içerisinde 3000X (b), 5000X (c) ve 10000X (d) büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

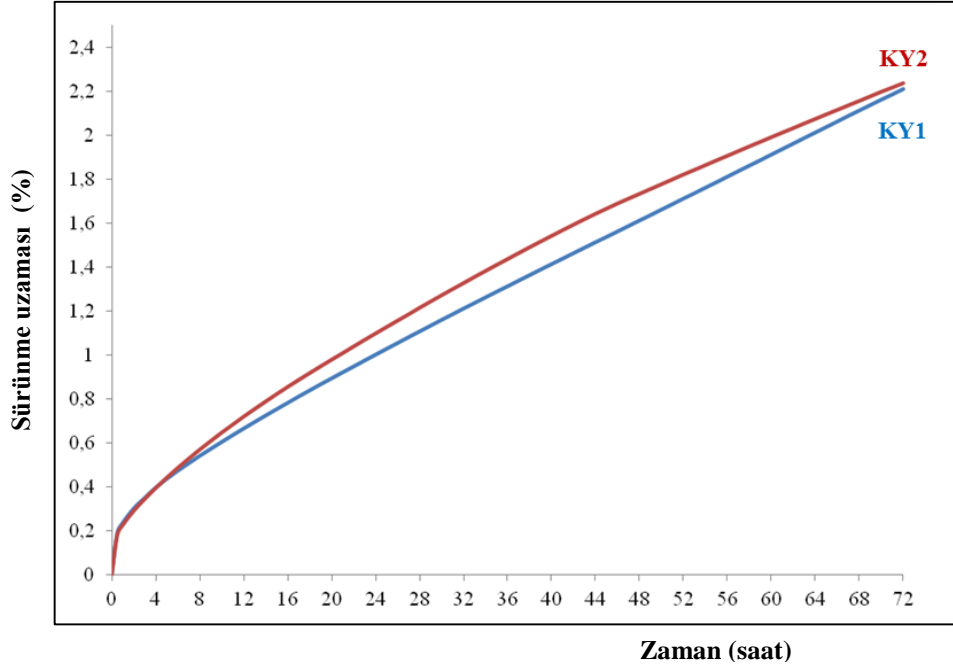
#### 4.1.1.4. Yb içeren numunelerin sürünme testi sonuçları

Yb-Sialon kompozisyonuna yapılan farklı sürünme testleri ile ilgili bilgiler Çizelge 4.3’de verilmiştir. İki ve dört saat sinterleme rejimleri kullanılarak üretilen Yb-SiAlON seramiğinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi ve 1400°C sıcaklık koşulları altında yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri sırasıyla Şekil 4.4 ve 4.5’de verilmiştir.

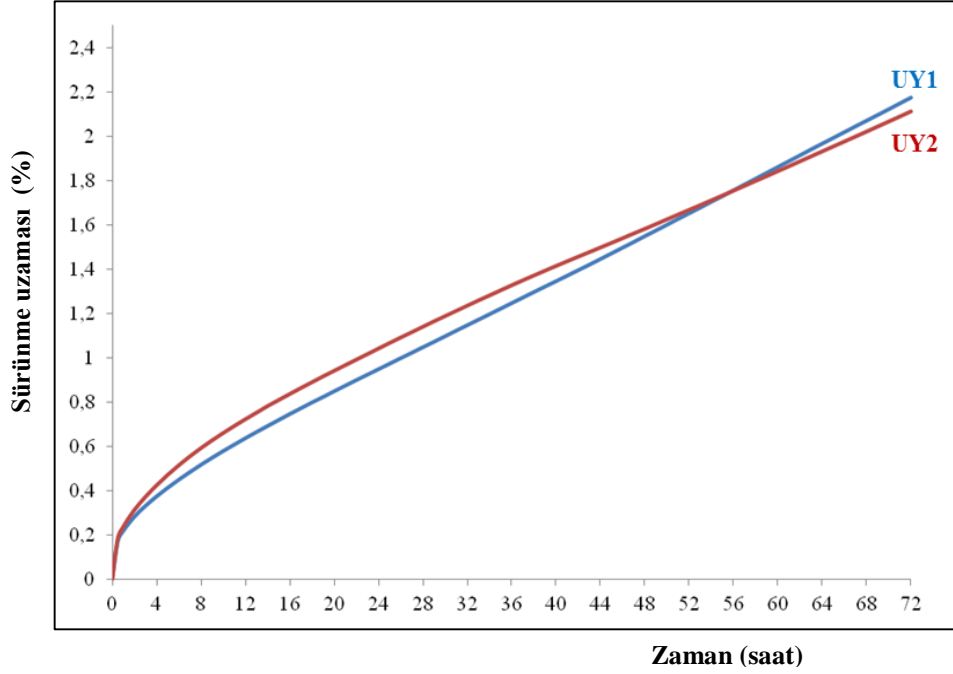
Çizelge 4.3 Farklı sinterleme sürelerinde üretilen ve Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> içeren Yb-SiAlON seramiklerinin sürünme testleri için belirlenen test numaraları

Numune Adı	KY1	KY2	UY1	UY2
Sinterleme Süresi (saat)	2		4	

\* KY: Kısa sinterlenmiş Yb numunesi, UY: Uzun sinterlenmiş Yb numunesi



Şekil 4.4 İki saat sinterleme rejimi kullanılarak üretilen Yb-SiAlON seramiğinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1400 °C’de yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri



Şekil 4.5 Dört saat sinterleme rejimi kullanılarak üretilen Yb-SiAlON seramiğinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1400 °C’de yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri

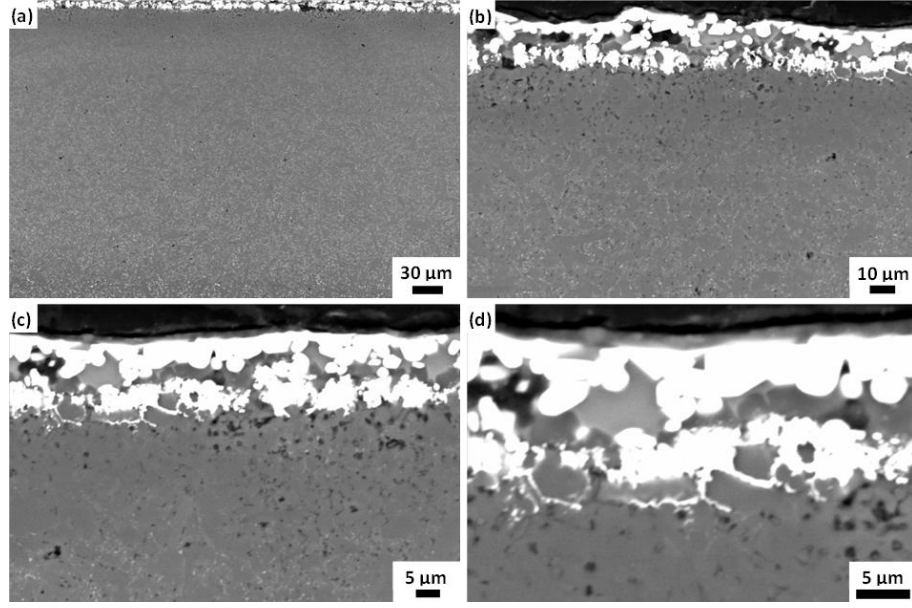
Çizelge 4.4’de verildiği gibi 2 saat süreli sinterleme rejimi ile üretilen Yb-SiAlON seramiğinin 72. saat sonundaki eğilme sürünme deformasyonlarının %2,21 ile %2,23, 4 saat süreli sinterleme rejimi ile üretilen Yb-SiAlON seramiğinin ise %2,11 ile %2,17 değerleri arasında değiştiği belirlenmiştir. Testlerden elde edilen minimum sürünme hızı değerleri ise 4 saat süreli sinterleme rejimi ile üretilen Yb-SiAlON seramiğinin  $8,82 \times 10^{-8}$  ile  $10,8 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ , 2 saat süreli sinterleme rejimi ile üretilen Yb-SiAlON seramiğinin sürünme testlerinde ise  $7,57 \times 10^{-8}$  ile  $9,18 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$  arasında değiştiği hesaplanmıştır. Sinterleme süresinin 2 saatten 4 saate çıkarılmasıyla bu malzemenin 72. saat sonundaki toplam eğilme sürünme deformasyonları ve minimum sürünme hız değerlerinde bir miktar azalma gözlenmiştir.

Çizelge 4.4 Farklı sinterleme sürelerinde üretilen SiAlON Yb-SiAlON seramiğinin sürünme testlerindeki (1400 °C - 100 MPa) 72. saat sonundaki eğilme sürünme deformasyonları ve minimum sürünme hızı değerleri

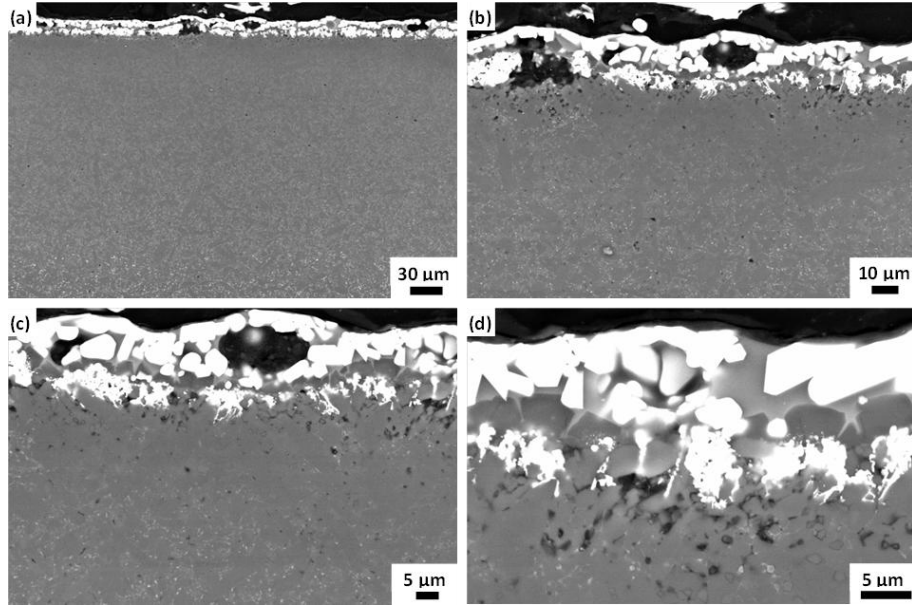
Test No	KY1	KY2	UY1	UY2
Sinterleme Süresi (saat)	2		4	
72. Saat Sonundaki Eğilme Sürünme Uzaması (%)	2,21	2,23	2,17	2,11
Minimum Sürünme Hızı ( $\text{s}^{-1}$ ) x $10^{-8}$	9,18	7,57	10,8	8,82

#### 4.1.1.5. Yb içeren numunelerin sürünme testleri sonrası mikroyapı karakterizasyonu

Yb katkılı 1400°C sıcaklık, 100 MPa gerilme koşulları altında hava ortamında 72 saat sürünmüş numunenin sürünme testleri sonrası mikroyapı görüntüleri Şekil 4.6-4.7’de verilmiştir.



Şekil 4.6 Kısa süreli sinterlenmiş ve sürünmüş Yb katkılı Yb-SiAlON numunenin çekme gerilmesine maruz kalan alt kenarından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri (Sürünme test no:9)



Şekil 4.7 Uzun süreli sinterlenmiş ve sürünmüş Yb katkılı Yb-SiAlON numunenin basma gerilmesine maruz kalan alt kenarından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri (Sürünme test no:9)

#### 4.1.2. Yb içeren numunelerin sürünme davranışına ısıl işlemin etkisi

En uygun sinterleme rejiminin belirlenmesinin ardından ısıl işlem uygulamaları yapılmıştır. Isıl işlemler farklı sıcaklık ve sürelerde denenmiştir.

##### 4.1.2.1. Yb içeren numunelerde ısıl işlemin faz oluşumuna etkisi

Isıl işlem koşullarının Yb-SiAlON seramiklerinin faz yapısı üzerindeki etkileri XRD çalışmaları ile incelenmiştir. İncelenen numunelerin XRD paternleri ise sırasıyla Şekil 4.8 ve 4.9’da verilmiştir.

Yb katkılı, farklı sinterleme sürelerinde sinterlenmiş ve farklı ısıl işlemlere tabi tutulmuş, sürünme deneyleri yapılan numunelerin kodları ve ısıl işlem koşulları Çizelge 4.5’ de verilmiştir.

Çizelge 4.5 Yb katkılı numunelerin kodları

Test No	K-Y	K-Y-II-16-2	K-Y-II-16-6	U-Y	U-Y-II-16-2	U-Y-II-16-6	U-Y-II-17-24
Sinterleme Süresi (saat)	2			4			
Isıl işlem (°C, s)	-	1600 °C +2s	1600 °C +6s	-	1600 °C +2s	1600 °C +6s	1700 °C +24s

**\*Not:**

K-Y: Kısa süreli sinterlenmiş Yb katkılı numune

U-Y: Uzun süreli sinterlenmiş Yb katkılı numune

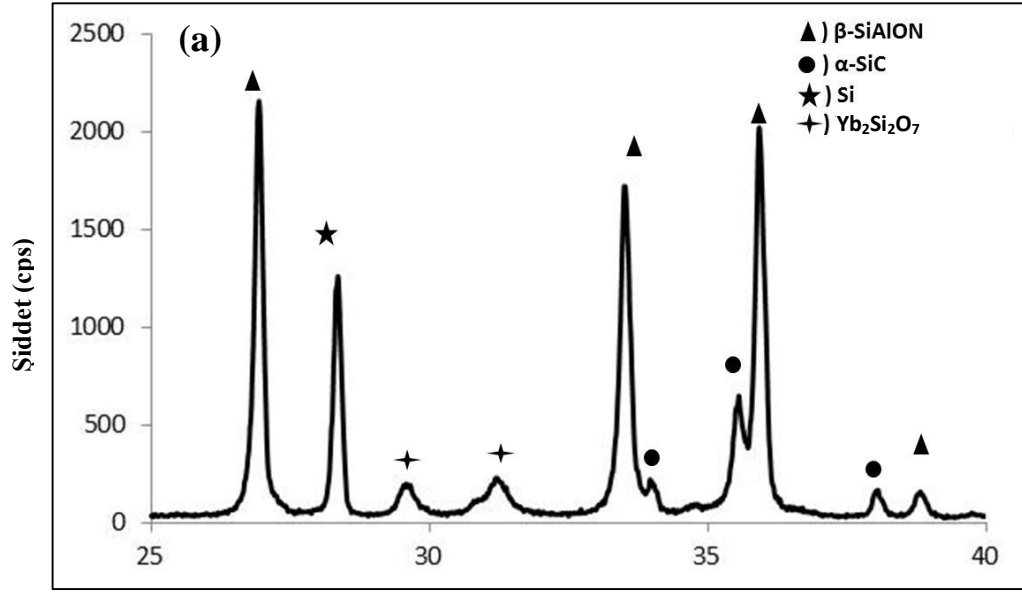
K-Y-II-16-2: Kısa süreli sinterlenmiş ve 1600°C’da 2 saat ısıl işlem görmüş Yb katkılı numune

U-Y-II-16-2: Uzun süreli sinterlenmiş ve 1600°C’da 2 saat ısıl işlem görmüş Yb katkılı numune

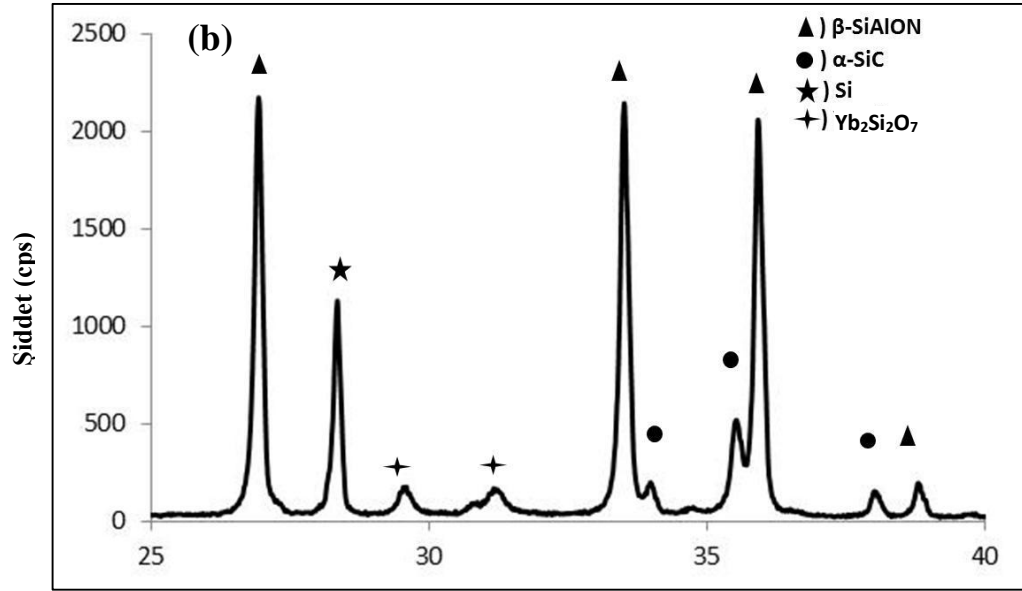
K-Y-II-16-6: Kısa süreli sinterlenmiş ve 1600°C’da 6 saat ısıl işlem görmüş Yb katkılı numune

U-Y-II-16-6: Uzun süreli sinterlenmiş ve 1600°C’da 2 saat ısıl işlem görmüş Yb katkılı numune

U-Y-II-17-24: Kısa süreli sinterlenmiş ve 1700°C’da 24 saat ısıl işlem görmüş Yb katkılı numune

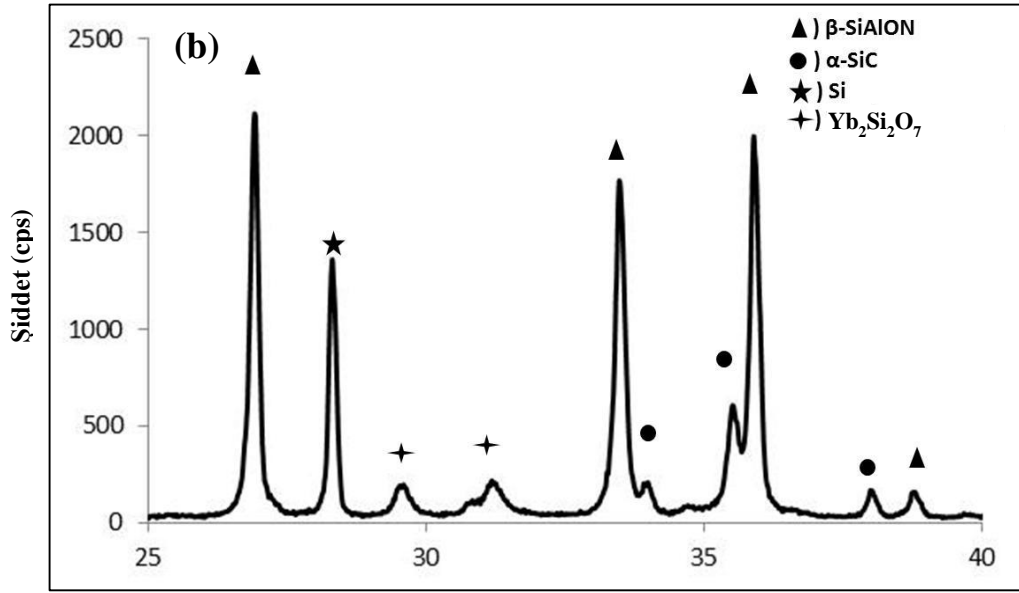
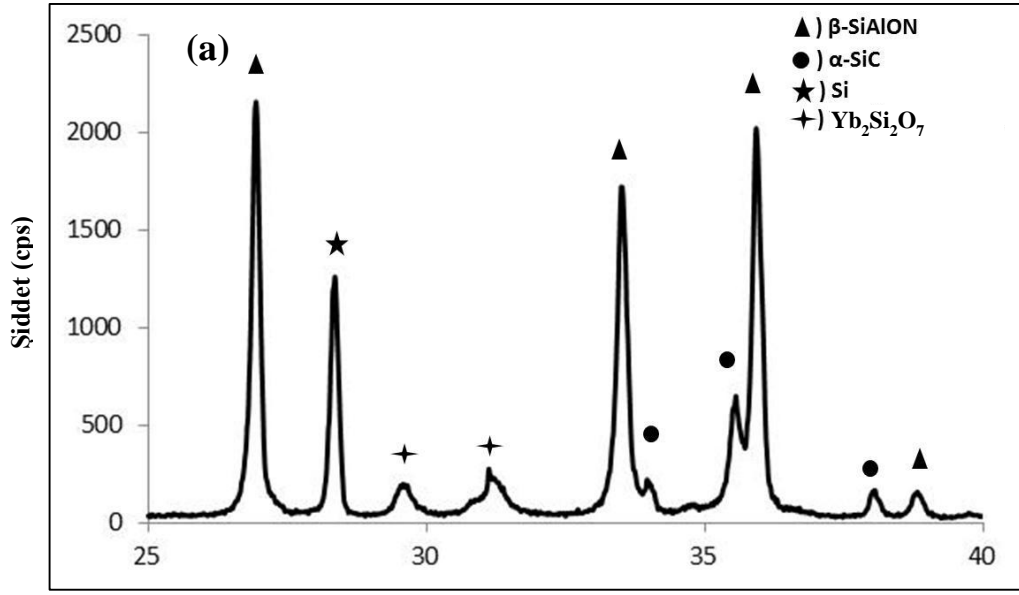


Difraksiyon açısı (°)

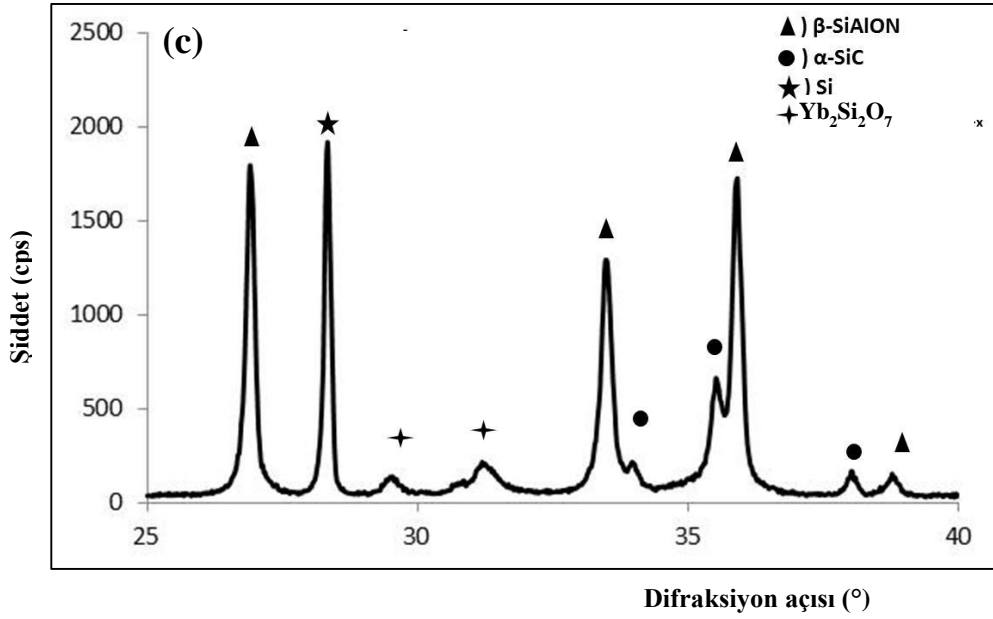


Difraksiyon açısı (°)

Şekil 4.8 Rigaku XRD paternleri a) K-Y-II-16-2, b) K-Y-II-16-6



Şekil 4.9 Rigaku XRD paternleri a) U-Y-II-16-2, b) U-Y-II-16-6, c) U-E-II-17-24 (devam)

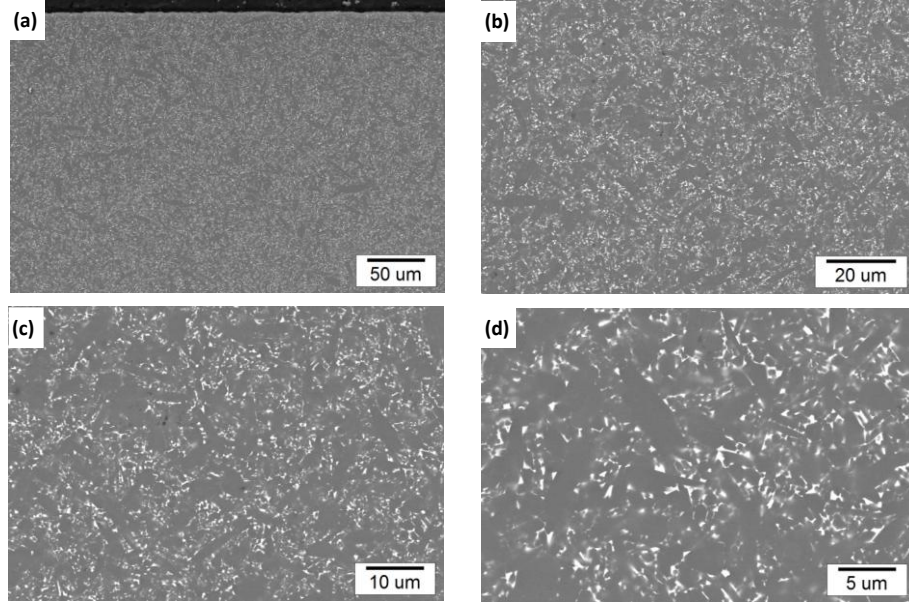


Şekil 4.9 Rigaku XRD paternleri Rigaku XRD paternleri a) U-Y-II-16-2, b) U-Y-II-16-6, c) U-E-II-17-24

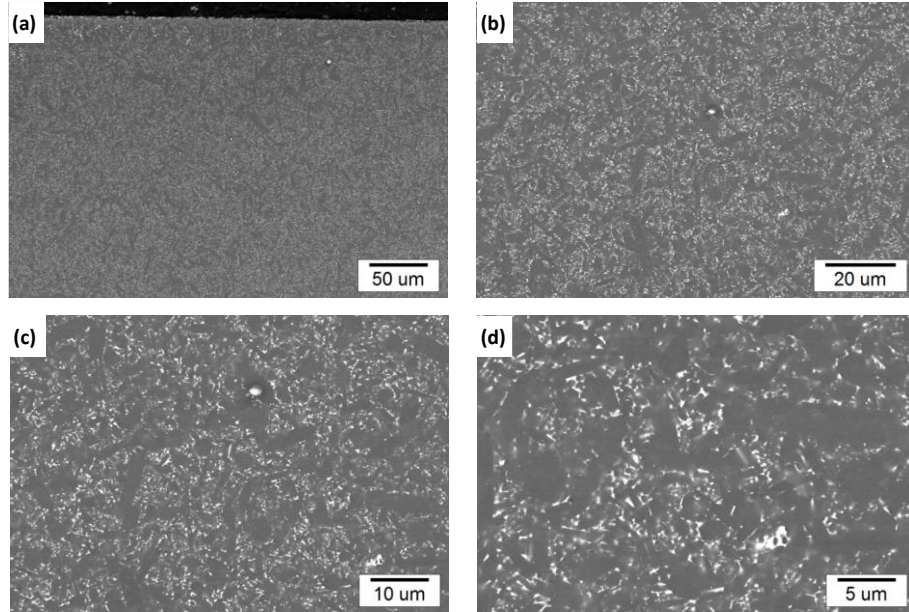
#### 4.1.2.2. Yb içeren numunelerde ısıl işlemin mikroyapıya etkisi

Farklı sinterleme süresinin ve farklı ısıl işlem koşullarının (sıcaklık ve süre) Yb-SiAlON seramiklerinin mikroyapısı üzerindeki etkileri SEM çalışmaları ile incelenmiştir. K-Y-II-16-2 ve K-Y-II-16-6 numunelerinin, farklı noktalarından ve farklı büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri Şekil 4.10 ve 4.11’de verilirken, U-Y-II-16-2, U-Y-II-16-6 ve U-Y-II-17-24 numunelerinin, görüntüleri ise Şekil 4.12, 4.13 ve 4.14’de verilmiştir.

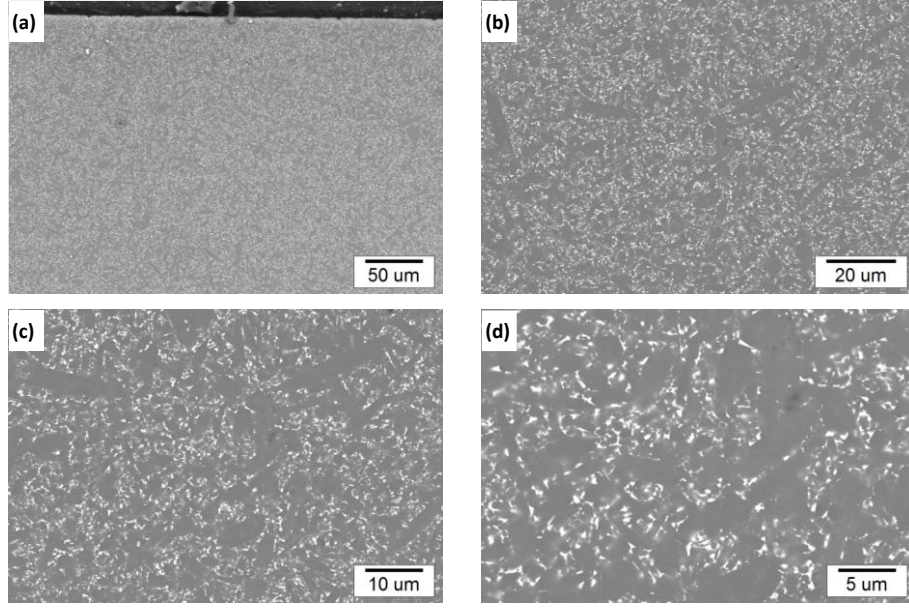
Yüksek büyütmelerde 2 ve 6 saat ısıl işlem görmüş numunelerin mikroyapıları karşılaştırıldığında (Şekil 4.12, 4.14) ısıl işlem süresinin artışı ile Yb-SiAlON’da mikroyapıda tane büyümesinin meydana geldiği tespit edilmiştir. Numunelerin kenarları incelendiğinde ısıl işlemle birlikte numunelerde mevcut sinterleme katkı oksitlerinin yüzeyde yoğunlaşmaya başladığı ve merkezde de kristalleşerek boyutlarının irileştiği tespit edilmiştir. Isıl işlem esnasında aynı zamanda bu oksitlerin belli bir miktarı da buharlaşmaktadır. Isıl işlem azot gazı altında yapıldığı için kristalleşme esnasında ikincil kristalin fazın ve amorf fazın yapısında çözünen azot miktarının da arttığı düşünülmektedir.



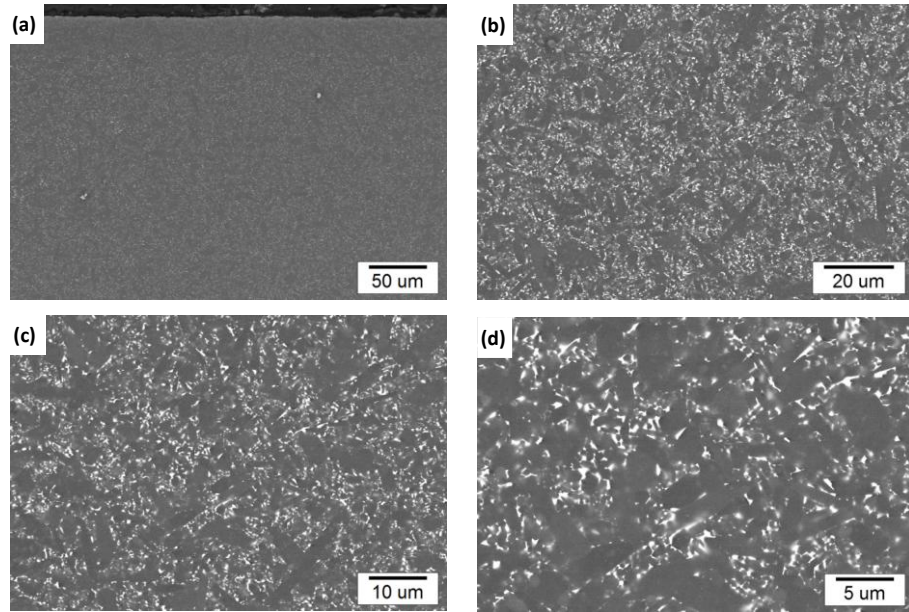
Şekil 4.10 K-Y-II-16-2 kodlu numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), ortasından 3000X (b), 5000X (c) ve 10000X (d) büyütmelerde SEM’ de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



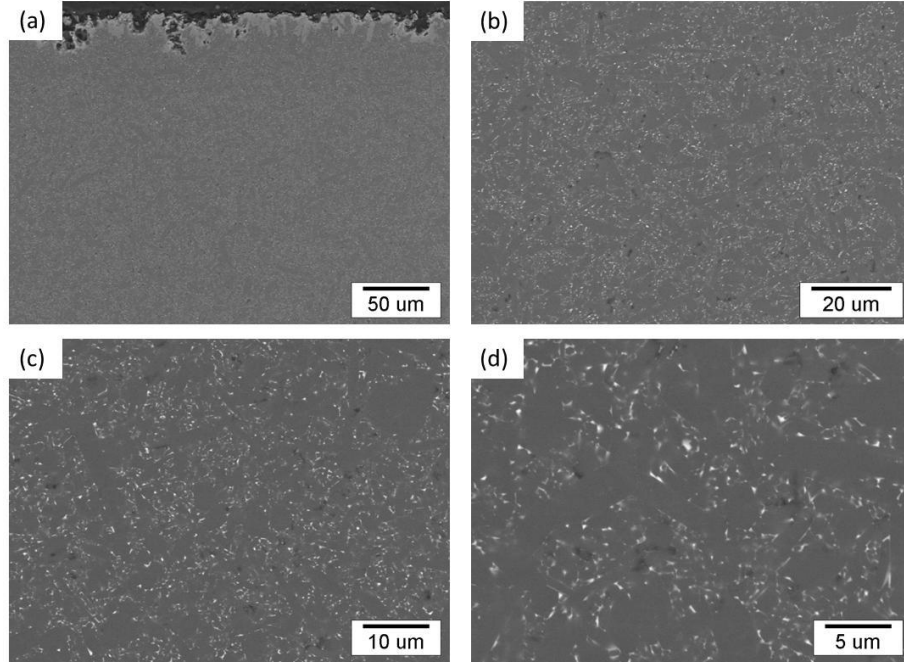
Şekil 4.11 K-Y-II-16-6 kodlu numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), ortasından 3000X (b), 5000X (c) ve 10000X (d) büyütmelerde SEM’ de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 4.12 U-Y-II-16-2 kodlu numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), ortasından 3000X (b), 5000X (c) ve 10000X (d) büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 4.13 U-Y-II-16-6 kodlu numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), ortasından 3000X (b), 5000X (c) ve 10000X (d) büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

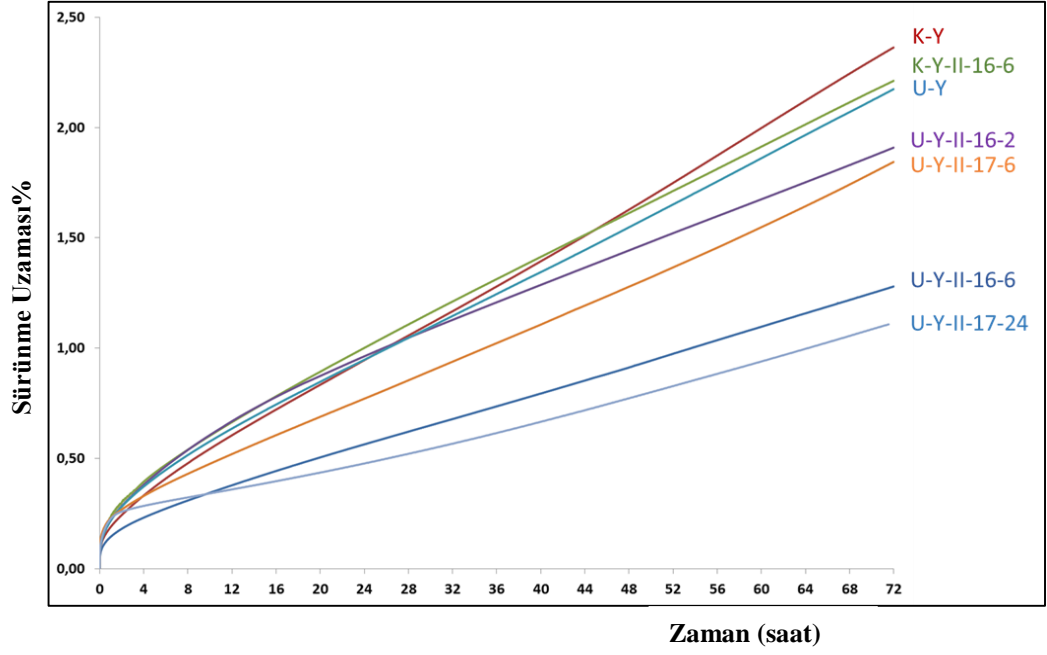


Şekil 4.14 U-Y-II-17-24 kodlu numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), ortasından 3000X (b), 5000X (c) ve 10000X (d) büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

#### 4.1.2.3. Yb içeren numunelerde ısıl işlem sonrası sürünme testi sonuçları

Farklı ısıl işlem uygulamalarının Yb-SiAlON malzemelerinin sürünme davranışlarına olan etkisi, sabit sürünme deney şartları (hava ortamında, 1400°C sıcaklık, 100 MPa eğilme gerilmesi ve 72 saat süre) altında belirlenmeye çalışılmıştır.

İki ve dört saat sinterleme rejimleri kullanılarak üretilen ve daha sonra farklı ısıl işlemler uygulanan Yb-SiAlON seramiklerinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi ve 1400°C sıcaklık koşulları altında yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri Şekil 4.15’de verilmiştir. Sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrilerinden belirlenen 72. saat sonundaki eğilme sürünme deformasyonları, minimum sürünme hızı değerleri Çizelge 4.6’da verilmiştir.



Şekil 4.15 Farklı koşullarda sinterlenmiş ve ısıl işlem uygulanmış Yb-SiAlON seramiğinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1400°C’de yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri

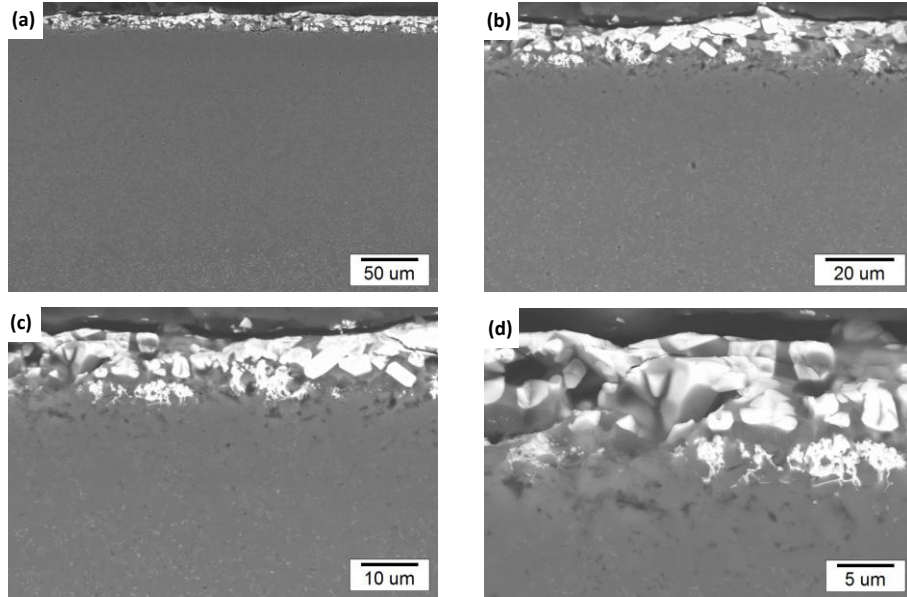
Çizelge 4.6 Farklı sinterleme sürelerinde üretilen Yb-SiAlON seramiğinin (1400°C - 100 MPa) altındaki sürünme testlerindeki 72. saat sonundaki eğilme sürünme deformasyonları ve minimum sürünme hızı değerleri

Test No	K-Y	K-Y-II-16-6	U-Y	U-Y-II-16-2	U-Y-II-16-6	U-Y-II-17-6	U-Y-II-17-24
Sinterleme Süresi (saat)	2		4				
Isıl işlem	-	1600 °C +6s	-	1600 °C +2s	1600 °C +6s	1700 °C +6s	1700°C +24s
72. Saat Sonundaki Eğilme Sürünme Uzaması (%)	2,38	2,33	2,24	1,96	1,27	1,84	1,11
Minimum Sürünme Hızı (s <sup>-1</sup> ) x 10 <sup>-8</sup>	6,76	7,4	6,51	5,29	3,84	5,61	2,15

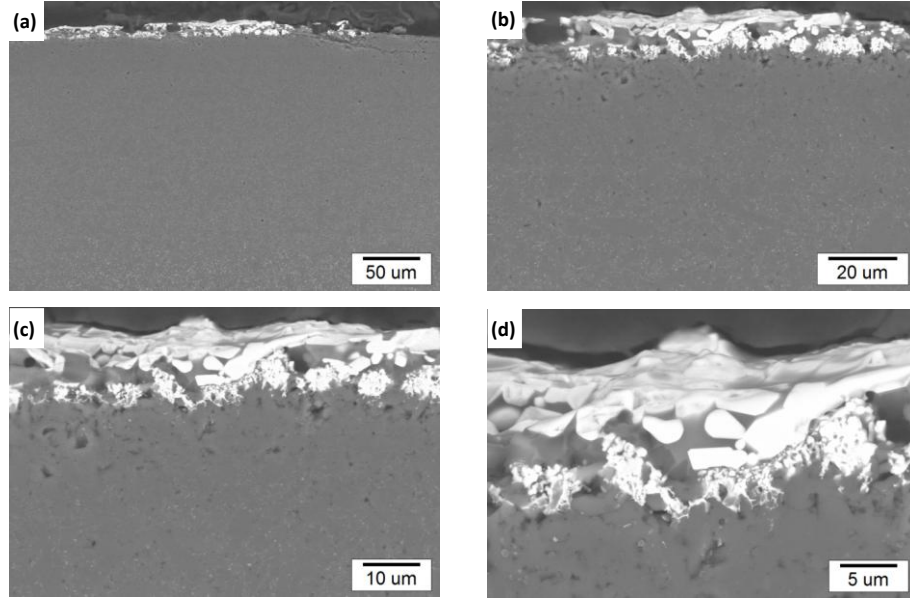
#### 4.1.2.4. Yb içeren ve ısıtılmış numunelerin sürünme testleri sonrası mikroyapı karakterizasyonu

Isıl işlem görmüş Yb katkılı SiAlON malzemelerinin sürünme testleri sonrasında numune kesitlerinden, çeşitli büyütmelerde elde edilen SEM geri yansıyan elektron görüntüleri Şekil 4.16-4.25 'de verilmiştir.

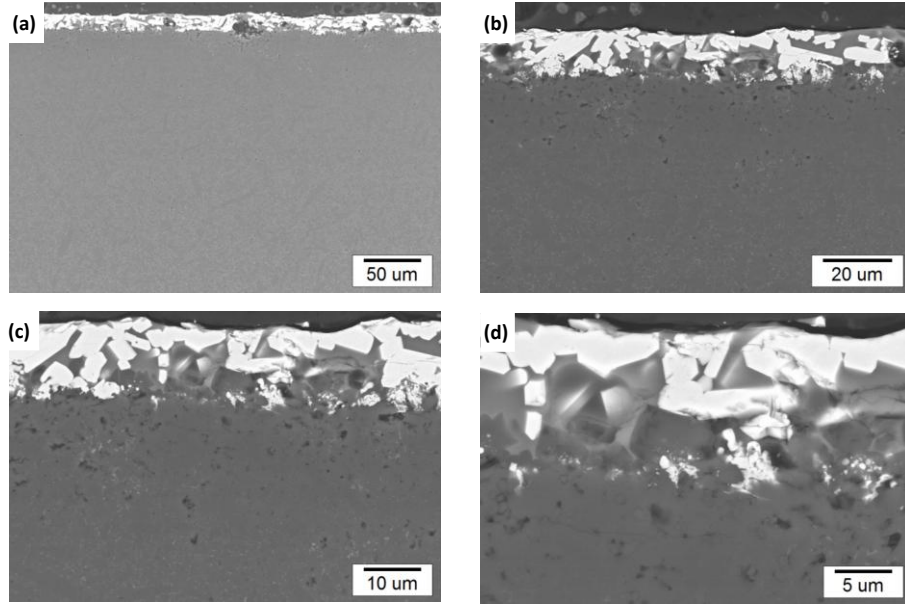
U-Y-II-17-24'ün mikroyapısı incelendiğinde (Şekil 4.16 ve 4.17) kenar kısımlarda açık gri renkli tanelerin olduğu gözlenirken oksidasyon tabakası kalınlığının ise azaldığı gözlemlenmektedir.



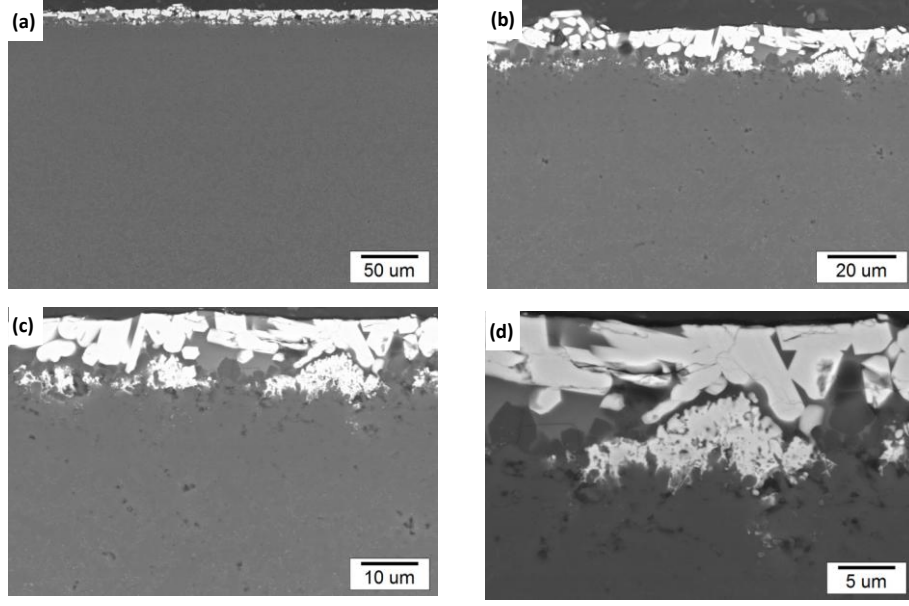
Şekil 4.16 K-Y-II-16-2 kodlu numunenin çekme gerilmesine maruz kalan alt tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM'de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



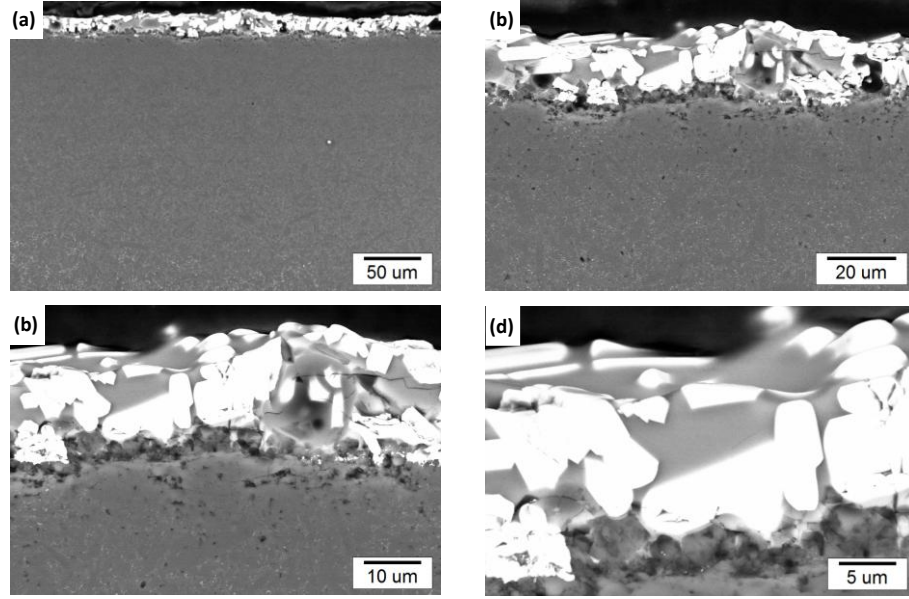
Şekil 4.17 K-Y-II-16-2 kodlu numunenin basma gerilmesine maruz kalan üst tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



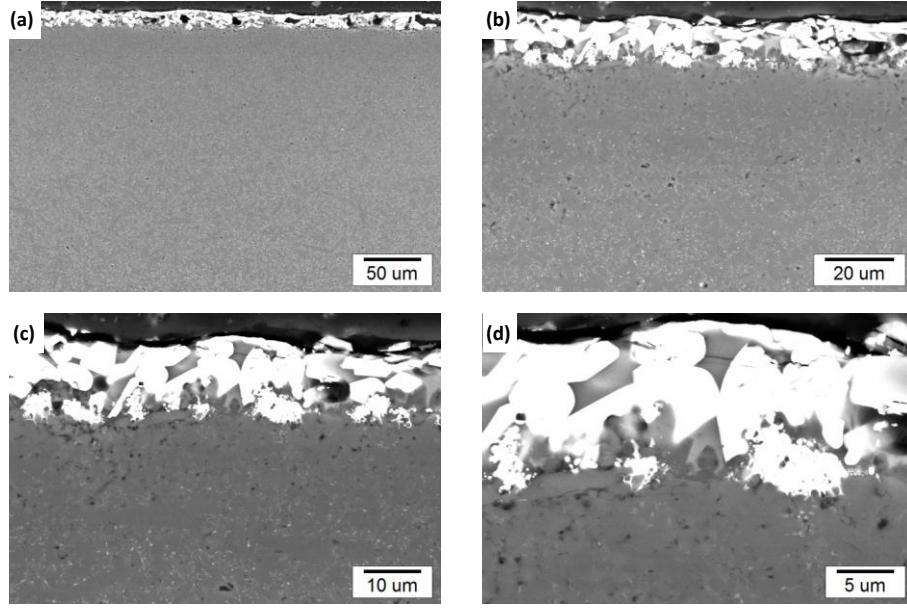
Şekil 4.18 K-Y-II-16-6 kodlu numunenin çekme gerilmesine maruz kalan alt tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



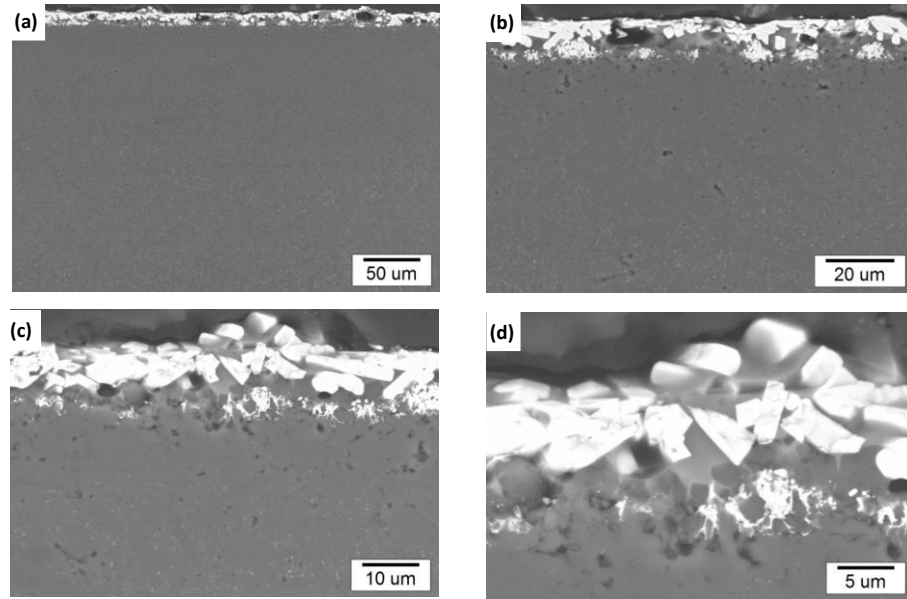
Şekil 4.19 K-Y-II-16-6 kodlu numunenin basma gerilmesine maruz kalan üst tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



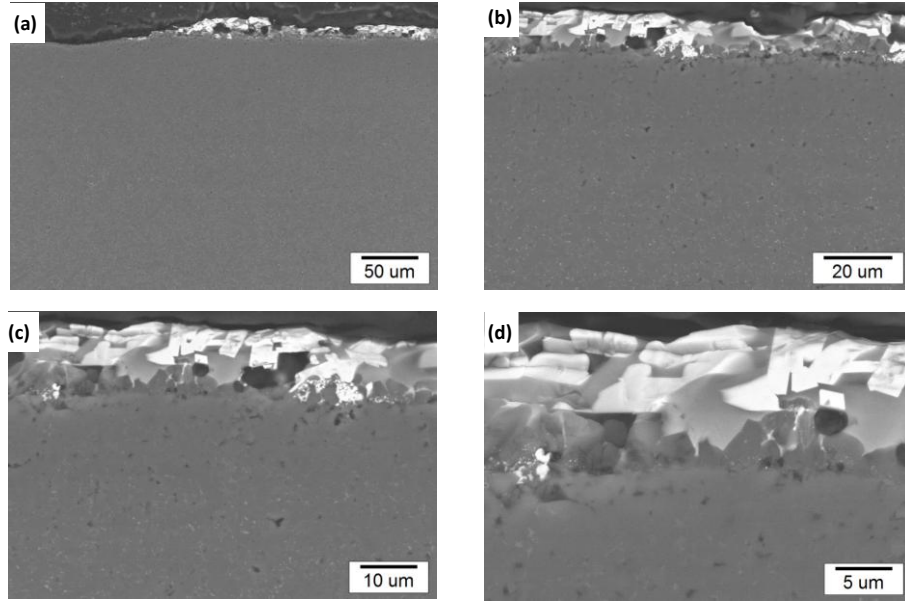
Şekil 4.20 U-Y-II-16-2 kodlu numunenin çekme gerilmesine maruz kalan alt tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



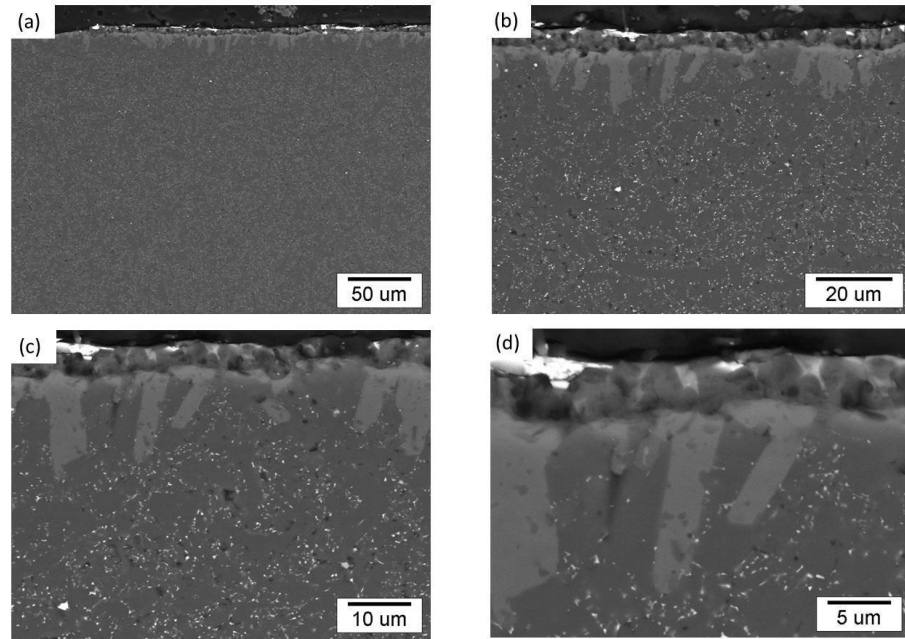
Şekil 4.21 U-Y-II-16-2 kodlu numunenin basma gerilmesine maruz kalan üst tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



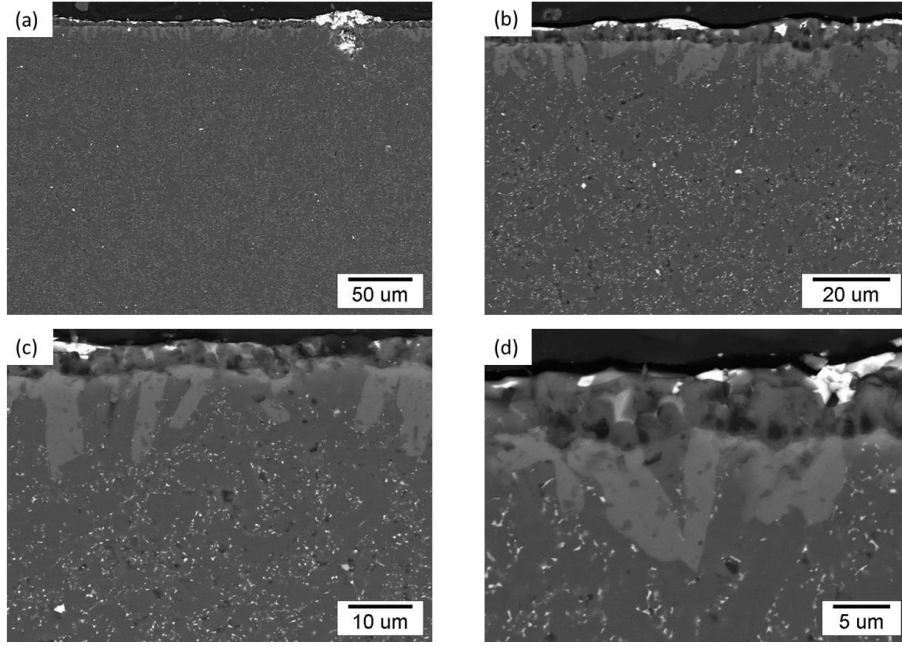
Şekil 4.22 U-Y-II-16-6 kodlu numunenin çekme gerilmesine maruz kalan alt tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 4.23 U-Y-II-16-6 kodlu numunenin basma gerilmesine maruz kalan üst tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 4.24 U-Y-II-17-24 kodlu numunenin çekme gerilmesine maruz kalan üst tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 4.25 U-Y-II-17-24 kodlu numunenin basma gerilmesine maruz kalan üst tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

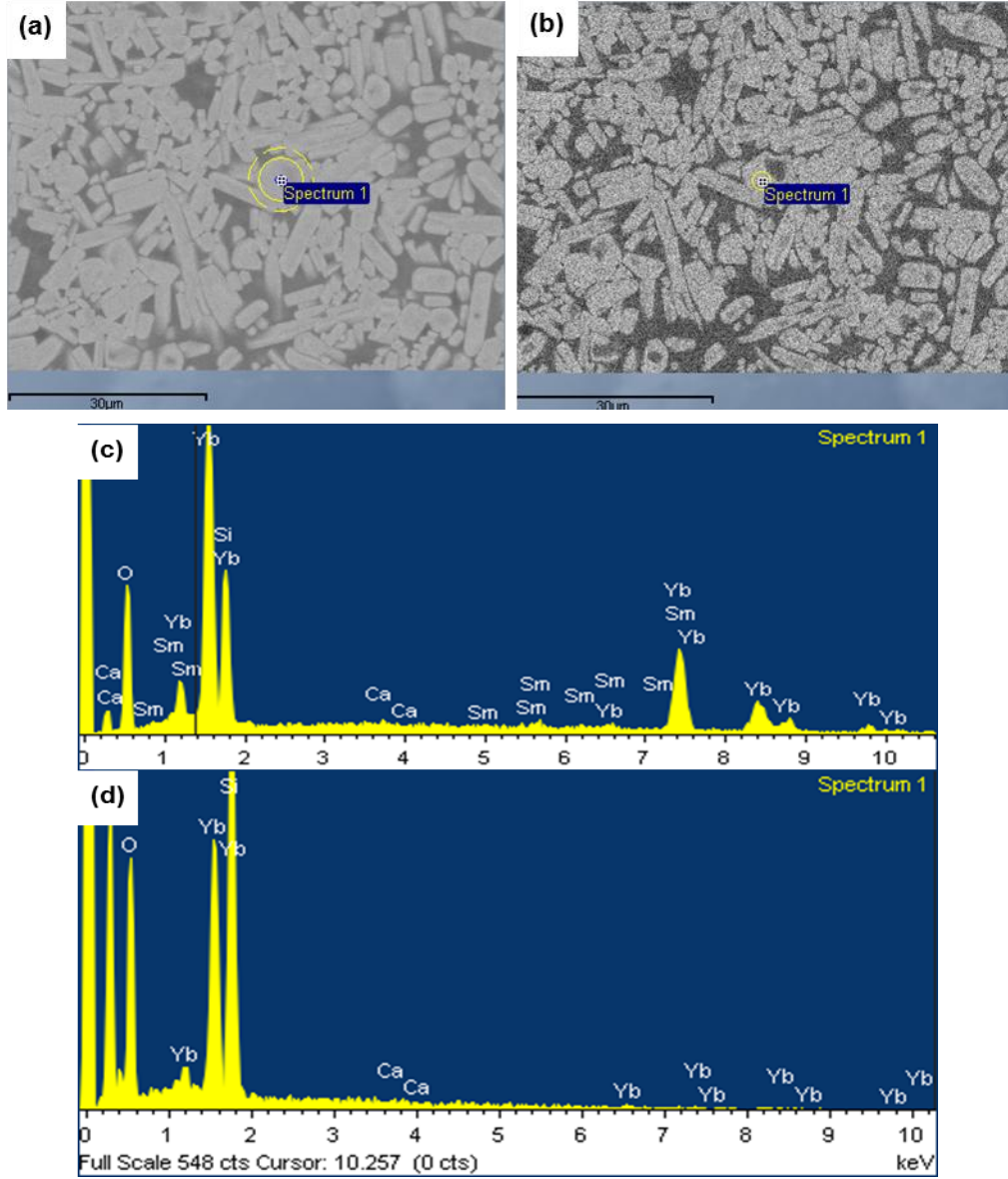
#### 4.1.2.5. Yb içeren sürünmüş numunelerin kesitten ve yüzeyden kimyasal analizleri

Sürünmüş numuneler kaplama yapılmaksızın yüzeyden SEM ile geri yansıyan elektron metodu ile incelenmiştir (Şekil 4.26-28). Silika fazı  $\text{SiO}_2$  daha az görülmekte, silikat  $\text{Yb}_2\text{Si}_2\text{O}_7$  kristalleri daha fazla belli olmaktadır. Bu fazların içeriklerinin belirlenmesi için farklı fazlarda kimyasal EDX analizi yapılmıştır. Elde edilen elementel analiz sonuçları ile oksit tabakasından yapılan XRD analizleri birleştirilerek yüzeyde hangi fazların oluştuğu belirlenmeye çalışılmıştır. SEM’de kimyasal analizlerde en büyük problem olan etkileşim hacminin etkisini azaltmak için görüntülerin alındığı 20kV ile birlikte 10kV’da EDX analizleri yapılmıştır.

Bu şekillerde kesikli sarı çizgi ile gösterilen daireler etkileşim hacmini iki boyutta göstermektedir. Şekillerden görüleceği üzere hızlandırma voltajının 20 kV’dan 10 kV’ya düşürülmesi ile etkileşim hacmi azaltmakta ve yandaki veya

alttaki fazdan gelen kimyasal bilgiler en aza indirildiđi için daha güvenilir sonuçlar vermektedir.

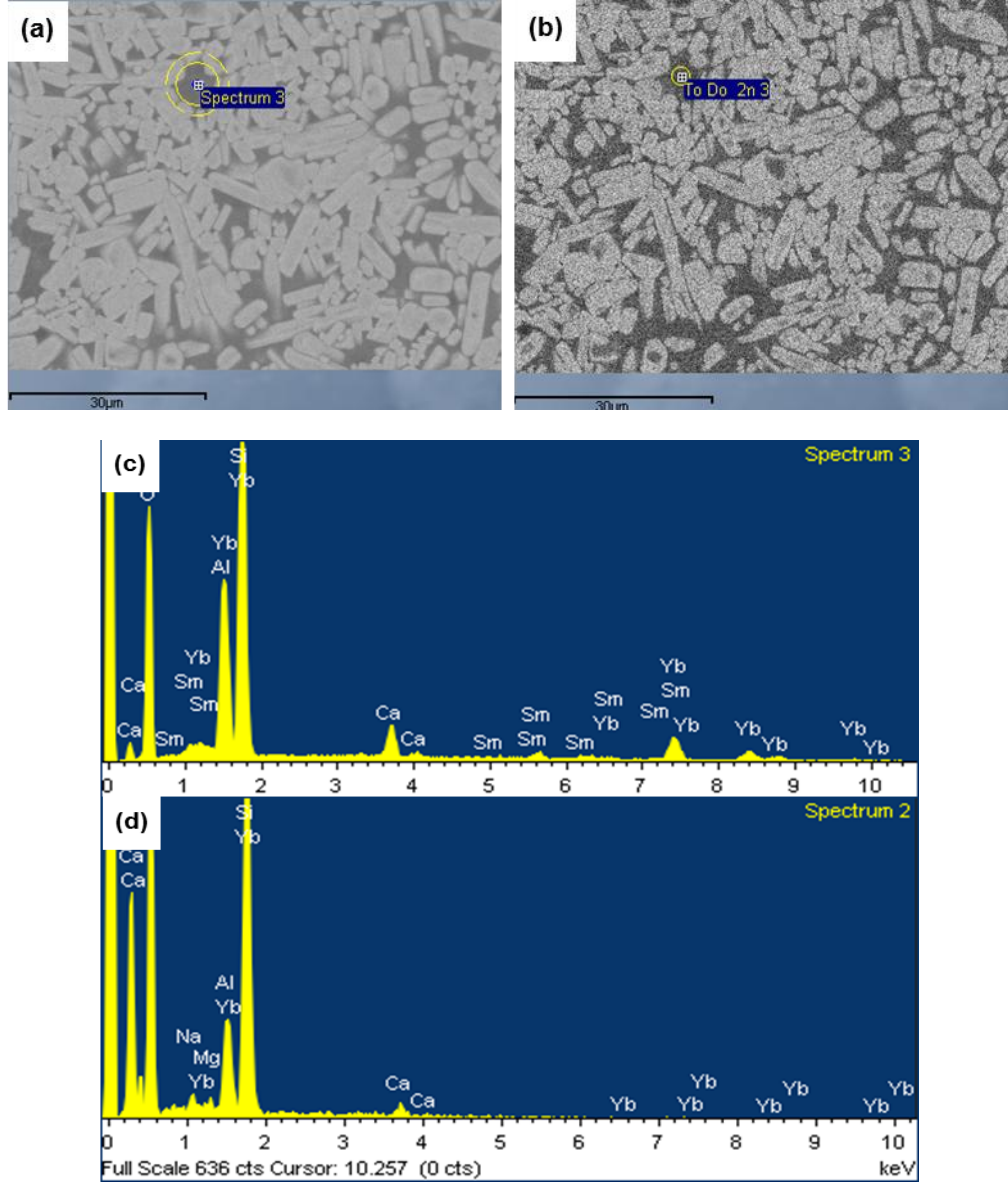
Fakat bunun bir dezavantajı olarak görüldüğü üzere görüntülerin kalitesi düşmüştür. Yapılan analizler sonucunda Yb katkılı numunede beyaz gözüken kısımlarda Yb miktarının koyu renkli kısımlara göre oldukça fazla olduğu gözükmemektedir. Koyu renkli kısımlarda ise Si miktarının arttığı görülmektedir.



Şekil 4.26 Yb katkılı numuneye ait 20 kV’da alınmış BSE görüntüsü (a), 10 kV’da alınmış BSE görüntüsü (b),  $Yb_2Si_2O_7$  kristaline 20kV’da yapılmış noktasal EDX analizi (c),  $Yb_2Si_2O_7$  kristaline 10 kV’da yapılmış noktasal EDX analizi (d)

Çizelge 4.7 Yb katkılı numuneye Şekil 4.26’da yapılan EDX analizinin nicel sonuçları

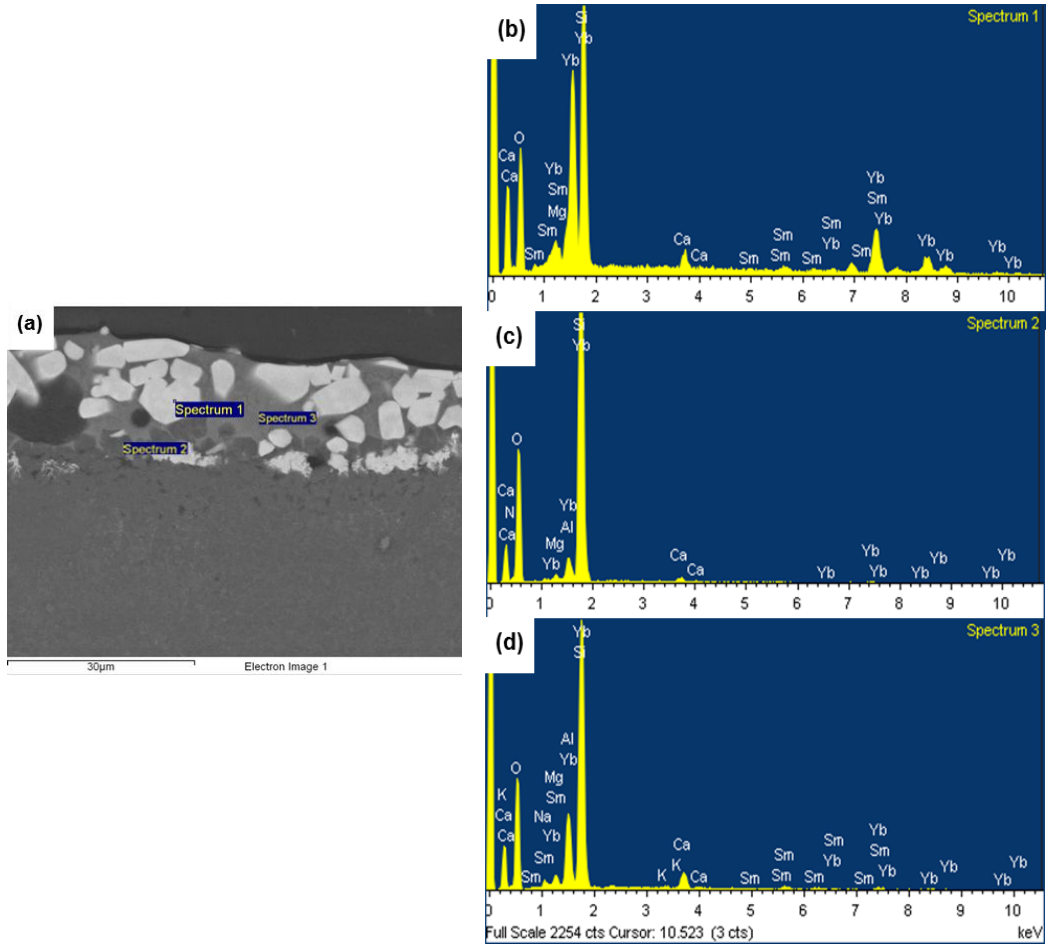
Element	O	Al	Si	Yb	Sm	Ca	Olası faz
Atomik % (20 kV)	67.21	-	17.97	14.01	0.56	0,25	$Yb_2Si_2O_7$
Atomik % (10 kV)	52.95	-	35.33	11.18	-	0,53	$Yb_2Si_2O_7$



Şekil 4.27 Yb katkılı numuneye ait 20 kV’da alınmış BSE görüntüsü (a), 10 kV’da alınmış BSE görüntüsü (b), amorf camsı faza 20kV’da yapılmış noktasal EDX analizi (c), amorf camsı faza 10 kV’da yapılmış noktasal EDX analizi (d)

Çizelge 4.8 Yb katkılı numuneye Şekil 4.27’de yapılan EDX analizinin nicel sonuçları

Element	O	Al	Si	Yb	Sm	Ca	Olası faz
Atomik % (20 kV)	68.10	4.21	22.93	2.79	0.40	1.57	Camsı faz
Atomik % (10 kV)	60.76	4.52	30.98	0.93	0,37	1.49	Camsı faz



Şekil 4.28 Yb katkılı numuneye ait 20 Kv’da kesitten alınmış a) BSE görüntüsü, b)  $Yb_2Si_2O_7$  kristaline yapılmış noktasal EDX analizi, c)  $SiO_2$  kristaline yapılmış noktasal EDX analizi, d) camsı faza yapılmış noktasal EDX analizi

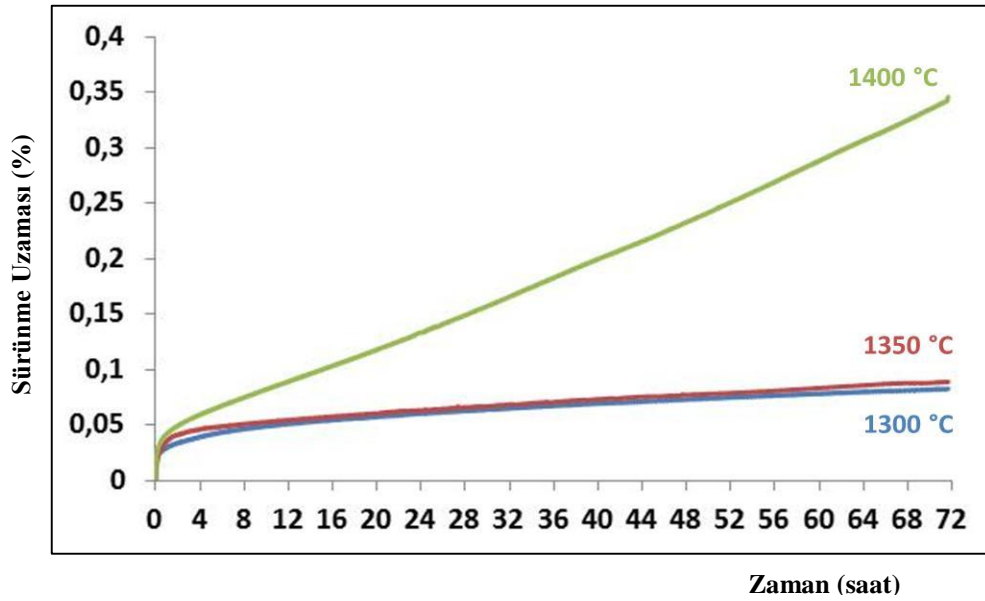
Çizelge 4.9 Yb katkılı  $SiAlON$  seramiğinin ara kesitinde Şekil 4.28’de yapılan EDX analizinin nicel sonuçları

Element	Yb	Si	O	Ca	Sm	Al	Olası faz
<b>Spectrum 1</b>	14,02	17,91	67,26	0,25	0,56	-	$Yb_2Si_2O_7$
<b>Spectrum 2</b>	0,46	35,84	62,18	0,26	-	1,28	Kristobalit ( $SiO_2$ )
<b>Spectrum 3</b>	2,79	22,93	68,1	1,57	0,4	4,21	Camsı faz

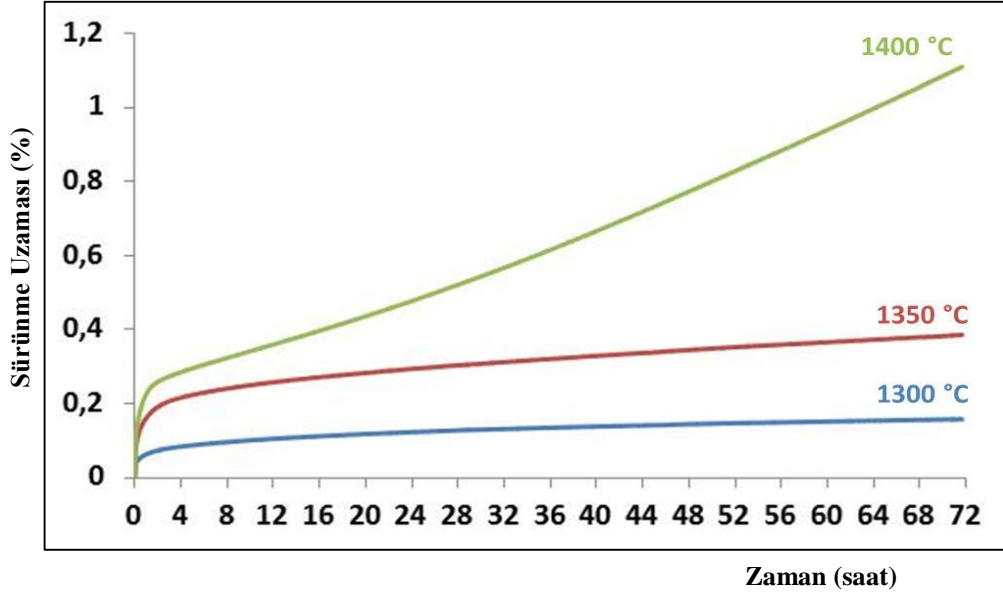
#### 4.1.2.6. Yb içeren numunelerin Sürünme mekanizmasının belirlenmesi

##### Yb içeren numunelerin farklı koşullarda sürünme davranışı

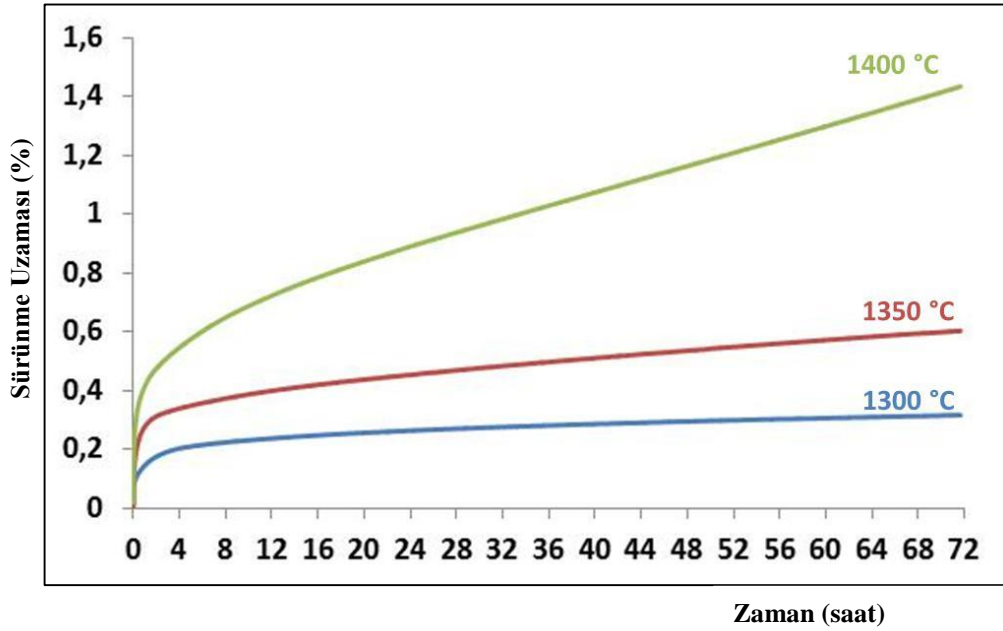
Farklı sürünme koşullarının (yük ve sıcaklık) Yb-SiAlON malzemelerinin sürünme davranışlarına olan etkisi, en iyi sürünme davranışı gösteren 4 saat sinterlenip 1700°C’da 24 saat ısıl işlem görmüş numunelere, farklı sürünme deney şartları (hava ortamında, 1300°C, 1350°C, 1400°C sıcaklık, 50, 100 ve 150 MPa eğilme gerilmesi ve 72 saat süre) altında belirlenmeye çalışılmıştır. Yb SiAlON için farklı yük ve farklı sıcaklık sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri Şekil 4.29-4.34 arasında verilmiştir. Yapılan sürünme testleri ile ilgili bilgiler ise Çizelge 4.10’da verilmiştir.



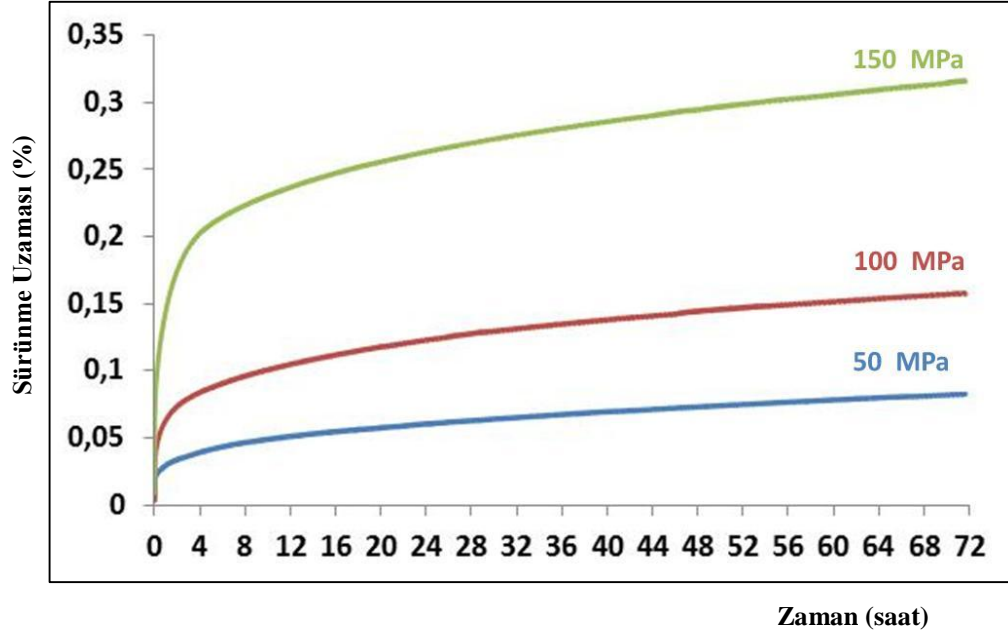
Şekil 4.29 Yb-SiAlON seramiğinin 50 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1300 °C, 1350 °C, 1400 °C’da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri



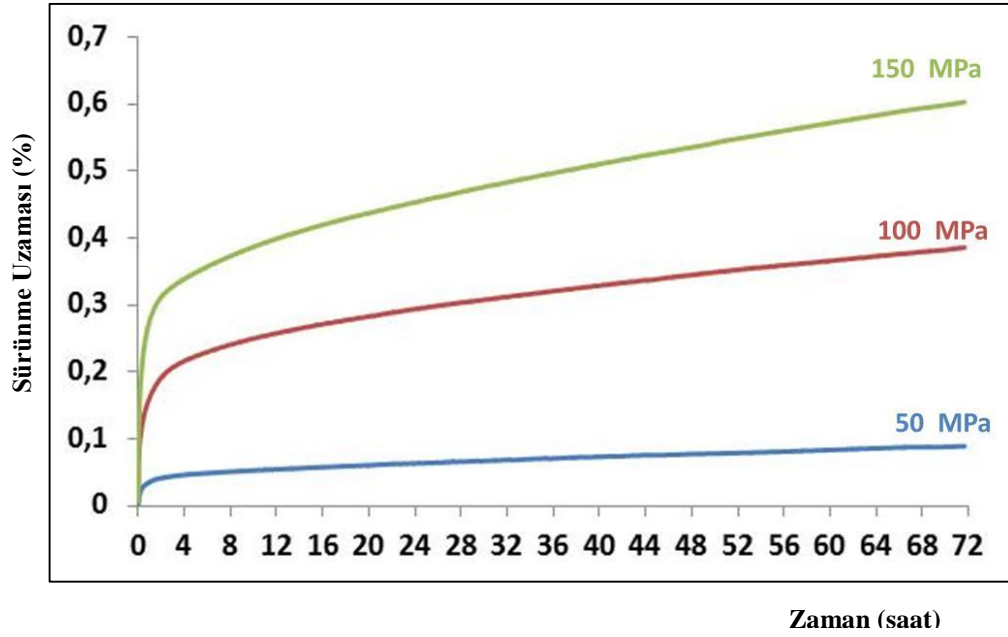
Şekil 4.30 Yb-SiAlON seramiğinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1300 °C, 1350 °C, 1400 °C’da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri



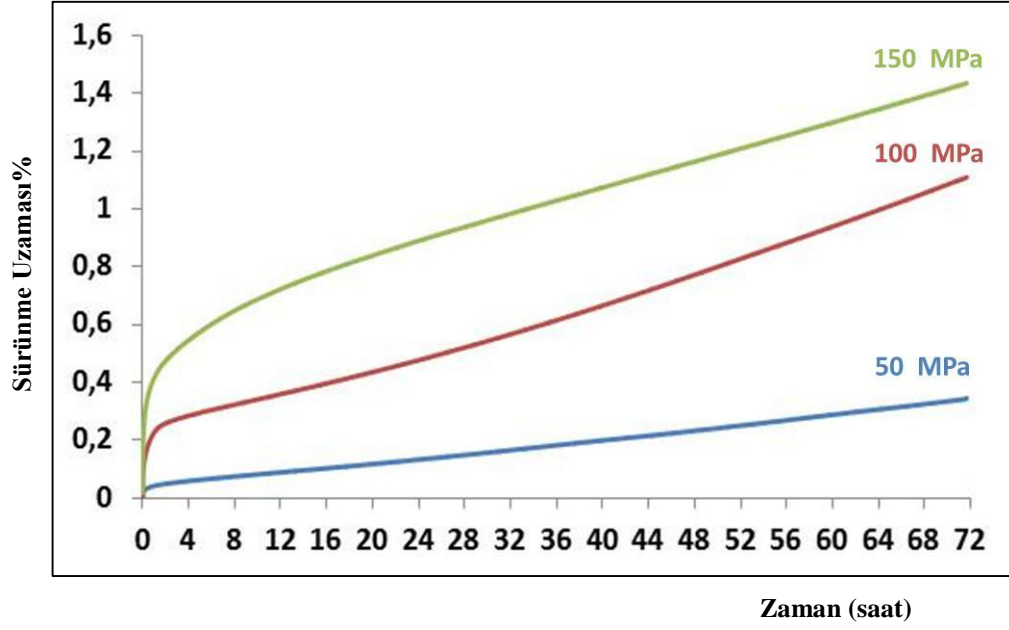
Şekil 4.31 Yb-SiAlON seramiğinin 150 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1300 °C, 1350 °C, 1400 °C’da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri



Şekil 4.32 Yb-SiAlON seramiğinin 1300 °C sabit sıcaklık altında 50, 100, 150 MPa 'da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri



Şekil 4.33 Yb-SiAlON seramiğinin 1350 °C sabit sıcaklık altında 50, 100, 150 MPa 'da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri



Şekil 4.34 Yb-SiAlON seramiğinin 1400 °C sabit sıcaklık altında 50, 100, 150 MPa 'da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri

Çizelge 4.10 Yb-SiAlON seramiğin farklı sürünme testlerindeki 72. saat sonundaki eğilme sürünme deformasyonları ve minimum sürünme hızı değerleri

Test No	Y-13-50	Y-13-100	Y-13-150	Y-135-50	Y-135-100	Y-135-150	Y-14-50	Y-14-100	Y-14-150
Yük (MPa)	50	100	150	50	100	150	50	100	150
Test Sıcaklığı	1300 °C			1350 °C			1400 °C		
Isıl işlem (°C, s)	1700 °C+24s								
72. Saat Sonundaki Eğilme Sürünme Uzaması (%)	0,082	0,158	0,316	0,089	0,384	0,604	0,34	1,11	1,43
Minimum Sürünme Hızı (s <sup>-1</sup> ) x 10 <sup>-8</sup>	0,13	0,24	0,36	0,15	0,53	0,87	1,22	3,52	3,17

## Yb içeren numunelerin sürünme test sonuçlarının analizi

SiAlON seramiklerinde taneler arasında ve birleşim noktalarında amorf fazın varlığı maruz kalınan sıcaklığın artması ile amorf fazın ısıl ve kimyasal dayanımının azalması ile beraber malzemenin sürünme özelliklerinin önemli ölçüde zarar görmesine yol açmaktadır. Tane sınırında amorf fazın varlığı meydana gelen sürünme deformasyonunu viskoz akış, tane sınır kayması, çözünme-çökme ve kavite mekanizmaları ile etkilemektedir. Sürünme deformasyonu yüksek sıcaklıklarda yük etkisi altında meydana geldiğinden amorf fazın yüksek sıcaklıklarda yumuşaması ile maruz kalınan yükün etkisi altında viskoz akış, tane sınır kayması, çözünme-çökme ve kavite mekanizmaları aktif hale gelerek malzemenin sürünmesine yol açmaktadırlar. Maruz kalınan sıcaklık, gerilme büyüklüklerinin yanı sıra zaman parametresine bağlı olarak bu mekanizmalar birbiri ile etkileşimli olarak aynı zamanda meydana gelebileceği gibi, bu mekanizmalardan biri baskın hale gelerek sürünme deformasyonunun kaynağını oluşturabilirler (Hampshire 2007; Jack 1976; Ziegler 1989; Ekström ve Nygren 1992; Ekström, 1991; Lewis ve Dobedoe 2002; Lofaj ve Wiederhorn 2009).

Sürünme deformasyonunun hava ortamında meydana gelmesi durumunda oluşan oksidasyon süresi, sıcaklıkla beraber meydana gelen faz değişimleri ve kristalizasyon etkileri sürünme sürecini daha da karmaşılaştırarak sürünme sürecini farklı şekilde etkileyebilmektedir (Lofaj ve Wiederhorn 2009).

Sürünme deformasyonuna yol açan mekanizmalar sürünme testlerinden elde edilen minimum sürünme hızı verilerinin analiz edilmesi ile belirlenen  $n$ , gerilme katsayısı ve  $Q$ , aktivasyon enerjisi parametrelerinin aldığı değerlere göre tanımlanabilmektedir.

SiAlON malzemelerin sürünme davranışını tanımlamak için yaygın olarak kullanılan bir yaklaşım olan sabit sıcaklık ve sabit gerilme altında yapılan bir sürünme testinde kararlı sürünme bölgesinde elde edilen minimum sürünme hızı ( $d\epsilon/dt$ ), Norton-Arrhenius eşitliği (Denklem 4.1) olarak da bilinen güç kanunu sürünme test veri analizinde kullanılmıştır.

$$\epsilon_{ss}=A. \sigma^n e^{-(Q/RT)} \quad (4.1)$$

Burada,

$\epsilon_{ss}$ : Kararlı sürünme hızı,

$\sigma$ : Gerilme,

$n$ : Gerilme katsayısı,

$Q$ : Aktivasyon enerjisi,

$R$ : Genel Gaz sabiti,

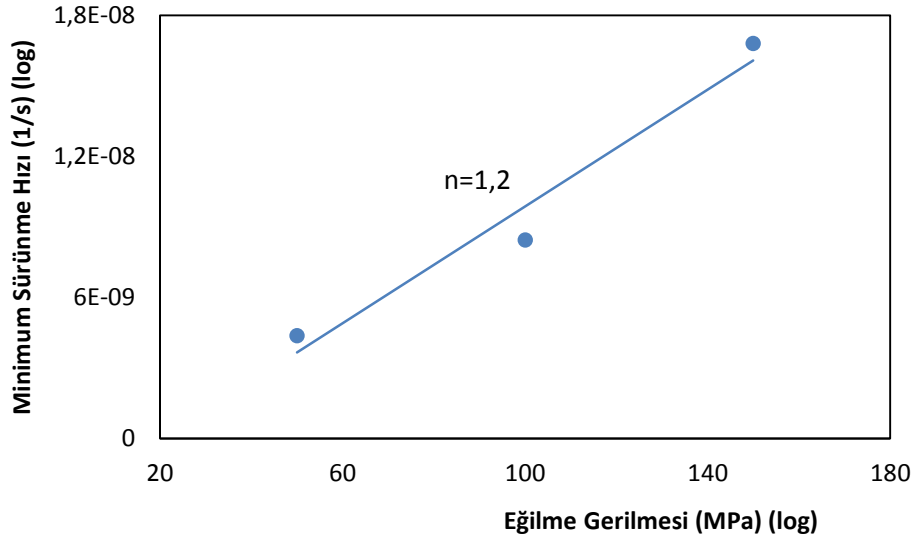
$T$ : Mutlak sıcaklık,

$A$ : Sabit sayıdır.

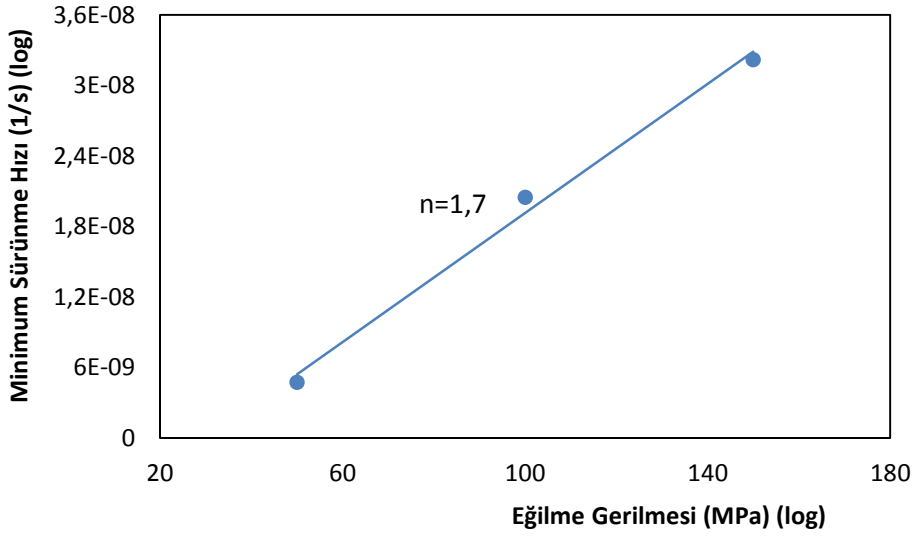
1700°C'de 24 saat ısıtıl işlem uygulanmış, Yb-SiAlON malzemenin, sürünme deformasyonunun gerilme parametresine bağımlılığı 1300, 1350, 1400°C sıcaklıklarda, 50, 100, 150 MPa eğilme gerilme koşullarında yapılan sürünme testleri yapılmıştır. Bu test sonuçları, Norton-Arrhenius eşitliği kullanılarak  $n$  (gerilme katsayısı) ve  $Q$  (aktivasyon enerjisi) hesaplanarak sürünme mekanizmalarının analizinde kullanılmıştır.

Bu test koşullarında kararlı sürünme bölgesi için sürünme deformasyonuna, 1300, 1350 ve 1400°C sıcaklıklarda  $n$  değeri sırasıyla 1,2; 1,7 ve 1,3 olarak bulunduğundan, birincil sürünme mekanizması olarak tane sınır kayması ve viskoz akış mekanizmasının sürünmeye neden olduğu düşünülmektedir.

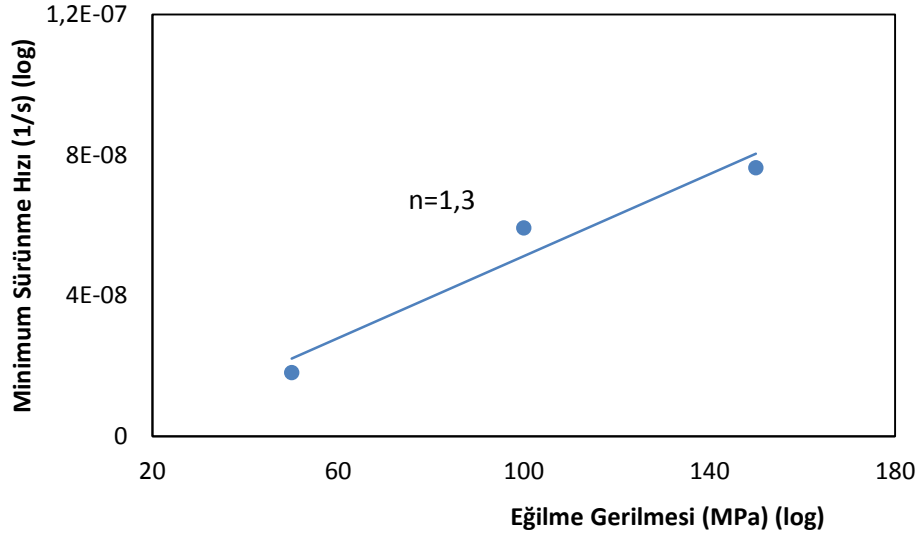
Sürünme test sonuçlarının analizi amacıyla Çizelge 4.10'da verilen minimum sürünme hızı değerleri eğilme gerilmesini fonksiyonu olarak farklı sıcaklıklar için çizilmiş ve şekil 4.35-4.37'de verilirken sıcaklığın fonksiyonu olarak da farklı gerilmeler için şekil 4.38-4.40'da verilmiştir.



Şekil 4.35 1300°C'de Yb-SiAlON seramiğinin sürünme gerilme katsayıları grafiği

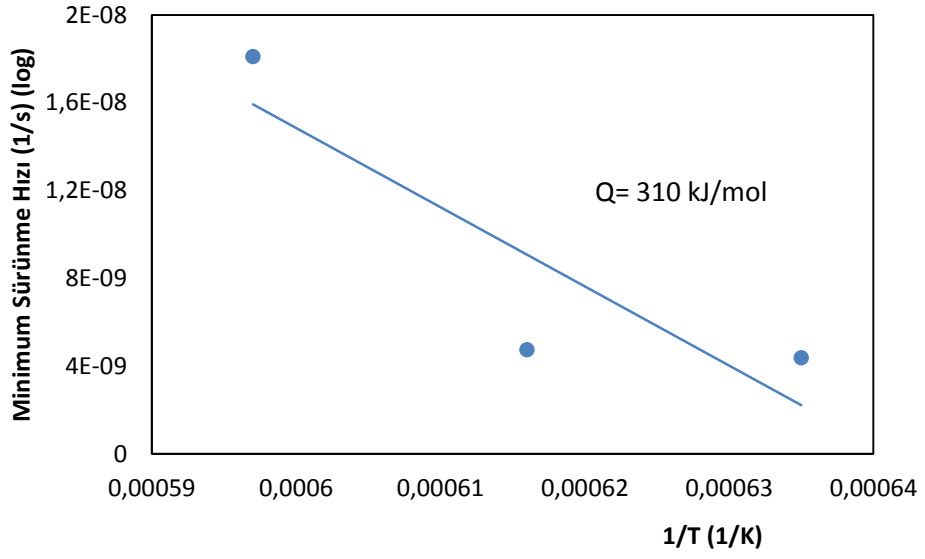


Şekil 4.36 1350°C'de Yb-SiAlON seramiğinin sürünme gerilme katsayıları grafiği

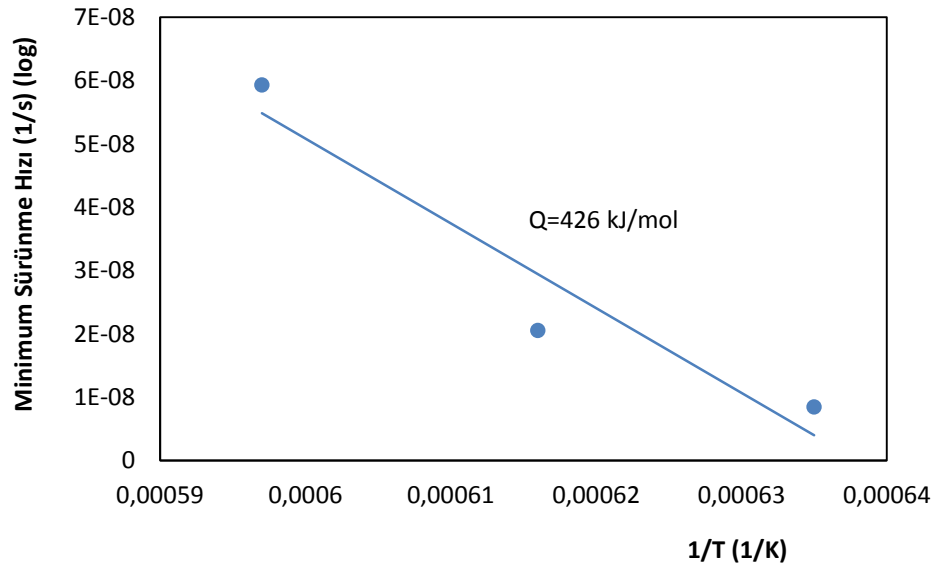


Şekil 4.37 1300°C'de Yb-SiAlON seramiğinin sürünme gerilme katsayıları grafiği

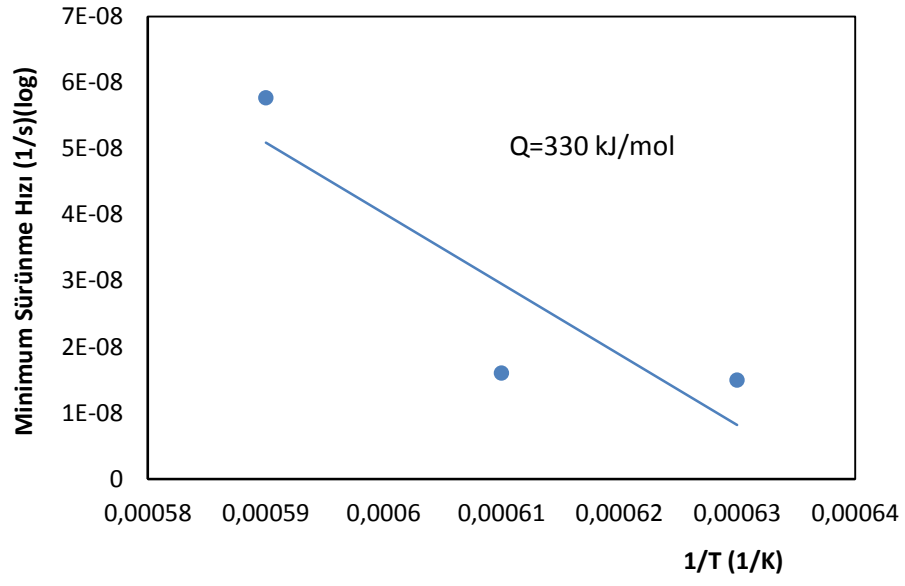
Çalışmada belirlenen diğer bir sürünme parametresi de aktivasyon enerjisidir. 50, 100, 150 MPa eğilme gerilme koşullarında, 1300, 1350, 1400°C sıcaklık koşulları altında yapılan sürünme test verilerinin analiz edilmesi ile aktivasyon enerjisi değerleri sırasıyla 310, 426 ve 330 kJ/mol olarak bulunmuştur (Şekil 4.38- Şekil 4.40). Sürünme aktivasyon enerji parametresinin  $\text{Si}_3\text{N}_4$  esaslı seramiklerin sürünme deformasyon mekanizmalarının belirlenmesinde kullanılan gerilme katsayısı gibi temel bir parametre olmadığı fakat benzer gerilme katsayılarına sahip malzemelerin karşılaştırılması durumunda sürünme mekanizmaları ile ilgili bilgiler verdiği ifade edilmektedir (Lin ve ark. 2002).



Şekil 4.38 Yb-SiAlON seramiğinin 50 MPa' da eğilme sürünme aktivasyon enerjisi grafiği



Şekil 4.39 Yb-SiAlON seramiğinin 100 MPa' da eğilme sürünme aktivasyon enerjisi grafiği



Şekil 4.40 Yb-SiAlON seramiğinin 150 MPa' da eğilme sürünme aktivasyon enerjisi grafiği

## 4.2. Er İeren Numunelerin Sonuları

### 4.2.1. Er ieren numunelerin yoęunluk lm sonuları

Soęuk izostatik presleme yapılmadan kısa rejim uygulanarak sinterlenen Er katkılı numunelerin yoęunlukları izelge 4.11’de, soęuk izostatik presleme yapılarak ve yine kısa sinterleme rejimi uygulanarak sinterlenen Er katkılı numunelerin yoęunlukları ise izelge 4.12’de verilmiřtir.

izelge 4.11 Soęuk izostatik presleme yapılmadan hazırlanan, Er katkılı ve kısa sreli (2 saat) sinterlenen numunelerin yoęunluk deęerleri

Numune No	Askıdaki Aęırlık (gr)	Yař Aęırlık (gr)	Kuru Aęırlık (gr)	Yoęunluk (gr/cm <sup>3</sup> )
Er07	2,5136	3,6562	3,6405	3,1865
Er09	2,6226	3,8061	3,7894	3,2041
Er10	2,5451	3,6924	3,678	3,2057
Er11	2,543	3,6867	3,6607	3,2007
Er01	2,5673	3,7283	3,7112	3,1965
Er21	2,5506	3,7164	3,7008	3,1741
Er27	2,5659	3,7421	3,7328	3,1736
Er44	2,5328	3,6649	3,6438	3,2186
Er06	2,565	3,7151	3,6959	3,2135
Er33	2,6357	3,813	3,801	3,2285
Er14	2,5505	3,6890	3,6772	3,225
Er39	2,5469	3,6977	3,6822	3,1996
Er30	2,5471	3,7072	3,6761	3,1687
Er22	2,4798	3,608	3,5969	3,1881
Er18	2,5708	3,7205	3,7111	3,2278
Er05	2,5092	3,6394	3,6318	3,2134
Er08	2,5149	3,6437	3,6235	3,21
Er37	2,6073	3,7867	3,7609	3,1888
Er16	2,5957	3,7616	3,7422	3,2097

Çizelge 4.12 Soğuk izostatik presleme yapılarak hazırlanan, Er katkılı ve kısa süreli (2 saat) sinterlenen numunelerin yoğunluk değerleri

Numune No	Askıdaki Ağırlık (gr)	Yaş Ağırlık (gr)	Kuru Ağırlık (gr)	Yoğunluk (gr/cm <sup>3</sup> )
Er1	2,5385	3,6417	3,6413	3,3006
Er5	2,5733	3,6965	3,696	3,2905
Er6	2,5992	3,7333	3,732	3,2907
Er7	2,5915	3,7199	3,7198	3,2965
Er9	2,6005	3,7323	3,7322	3,2975
Er12	2,5598	3,6755	3,6754	3,2942
Er15	2,5892	3,7212	3,7202	3,2863
Er17	2,5851	3,7133	3,7127	3,2908
Er18	2,5480	3,6588	3,6581	3,2932
Er21	2,5555	3,6719	3,6711	3,2888
Er34	2,5844	3,7109	3,7107	3,2940
Er58	2,5151	3,6117	3,6115	3,2933
Er59	2,5869	3,7148	3,714	3,2928
Er73 *	2,5175	3,6814	3,6791	3,1610
Er74 *	2,4846	3,5982	3,5964	3,229
Er75 *	2,3525	3,7050	3,7048	3,2145

Çizelge 4.11 ve 4.12 incelendiğinde soğuk izostatik presleme yapılarak üretilen numunelerin yoğunluklarının soğuk izostatik presleme yapılmayanlara göre daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Ek karşılaştırma yapılabilmesi açısından Çizelge 4.12'deki Er73, Er74, Er75 numaralı numuneler soğuk izostatik presleme yapılmadan üretilmiş ve bu numunelerin yoğunluklarının diğer numunelere göre yani soğuk izostatik basınç işlemi uygulanarak üretilenlere göre daha düşük oldukları gözlenmiştir. Numunelerin yoğunluk ölçüm işlemleri sonucunda hesaplanan yoğunluklarının bu malzemelerin teorik yoğunluğu olan 3,30 gr/cm<sup>3</sup>'e yakın değerler elde edildiği görülmüştür. Uzun süreli sinterleme rejimi ile üretilen numunelerin tespit edilen yoğunluk değerleri Çizelge 4.13' de verilmiştir.

Çizelge 4.13 Er katkılı, uzun süreli (4 saat) sinterlenen numunelerin yoğunluk değerleri

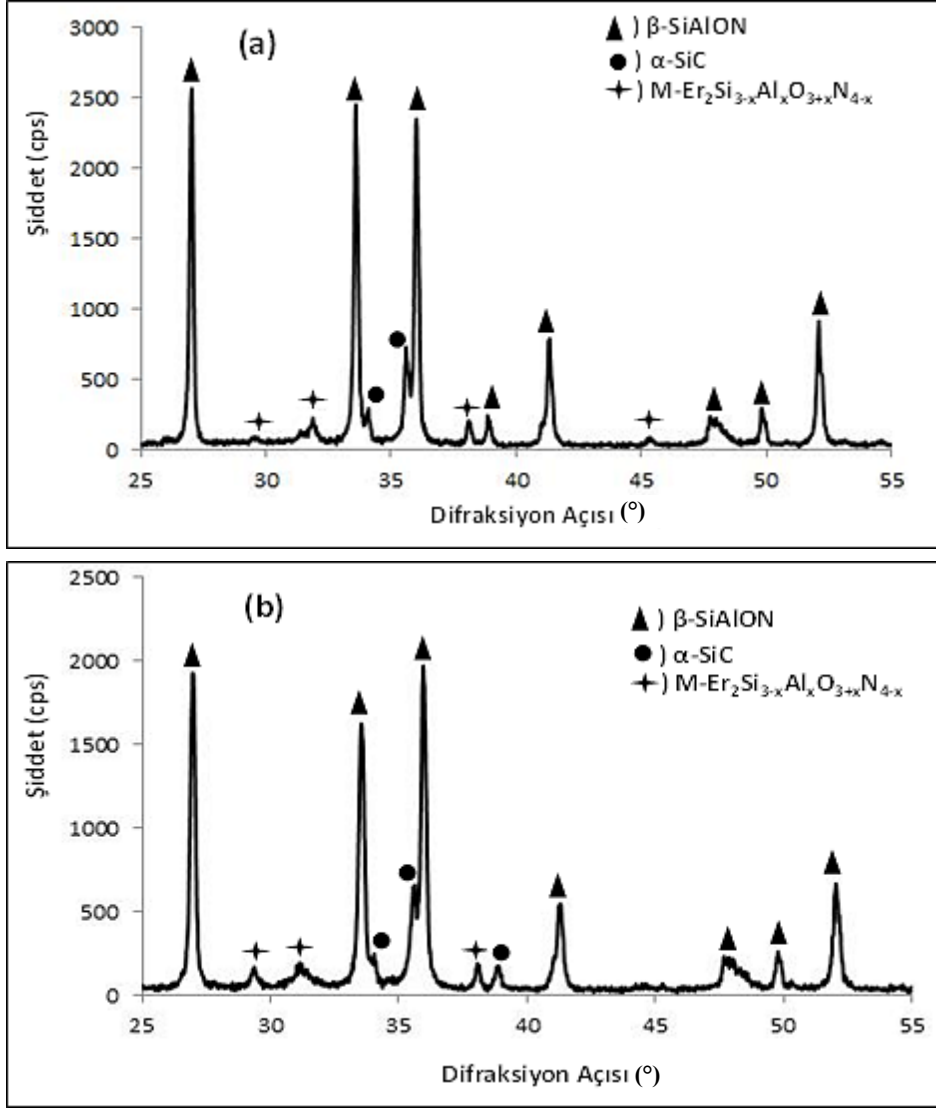
Numune No	Askıdaki Ağırlık(gr)	Yaş Ağırlık (gr)	Kuru Ağırlık (gr)	Yoğunluk (gr/cm <sup>3</sup> )
Er2	2,5509	3,6635	3,6624	3,2917
Er12	2,4418	3,5080	3,5066	3,2888
Er14	1,3228	1,8994	1,8993	3,2939
Er17	1,3166	1,8913	1,8912	3,2907
Er20	2,4845	3,569	3,568	3,2899
Er26	1,3188	1,895	1,8949	3,2886
Er30	2,4273	3,4871	3,4869	3,2901
Er47	2,488	3,5791	3,5746	3,2761
Er57	2,4387	3,5056	3,5018	3,2822
Er63	2,5392	3,649	3,6446	3,284

Çizelge 4.12 ve Çizelge 4.13'deki numunelerin tespit edilen yoğunluk değerleri kıyaslandığında yoğunlukların yakın değerlerde olduğu gözlemlenmiştir. Elde edilen yoğunluk değerlerine göre sinterleme zamanının 2 saatten 4 saate arttırılması yoğunluk değerlerini etkilememiş, iki sinterleme rejimi ile de teorik yoğunluğa yakın yoğunlukta numuneler üretildiği belirlenmiştir.

#### 4.2.1.1. Er içeren numunelerin faz karakterizasyonu

İki farklı sinterleme koşulunun Er-SiAlON seramiklerinin faz yapısı üzerindeki etkileri XRD çalışmaları ile incelenmiştir. Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> seramikleri, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> seramiklerinin yapısının anlatıldığı bölümde de değinildiği gibi  $\alpha$  ve  $\beta$ -SiAlON olmak üzere iki farklı kristal yapısına sahiptir. Sinterlenen numunelerde bu iki farklı yapıdan hangilerinin oluşabildiği XRD analizleri ile görülmüştür. Ayrıca kompozisyonda bulunan SiC malzemesinin de hangi kristal yapıda olduğu XRD analizlerinden anlaşılmıştır. Ayrıca yapıda nadir toprak elementlerinin oluşturması beklenen ikincil fazlar XRD analizleri sayesinde gözlemlenebilmiştir.

Er-SiAlON malzemelerinden 2 ve 4 saat sinterlenen numunelerin XRD paternleri sırasıyla Şekil 4.41 a ve b'de verilmiştir.



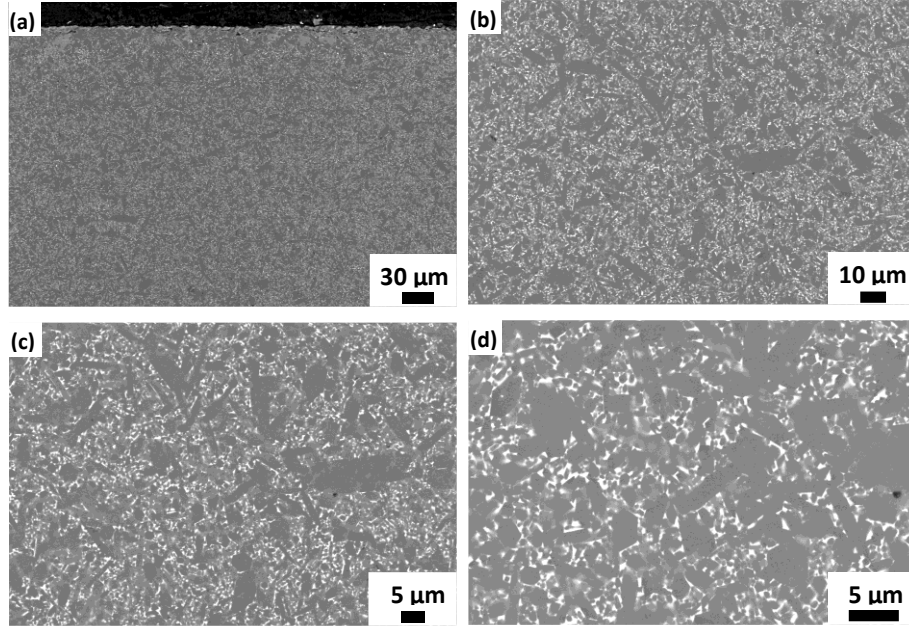
Şekil 4.41 a) Kısa süreli (2 saat) ve b) uzun süreli (4 saat) sinterlenmiş Er-SiAlON malzemesinin XRD paternleri

Şekil 4.41’de görüldüğü gibi malzemelerin kompozisyonlarında,  $\beta$ -SiAlON,  $\alpha$ -SiC kristal fazlarının yanı sıra bir de Melilit ( $Ln_2Si_{3-x}Al_xO_{3+x}N_{4-x}$ ) taneler arası kristal faz varlığı tespit edilmiştir. Sinterleme süresinin uzatılmasıyla  $\alpha$ -SiAlON fazının yine de oluşmadığı,  $\beta$ -SiAlON,  $\alpha$ -SiC, Melilit faz miktarlarında önemli bir değişim olmadığı belirlenmiştir.

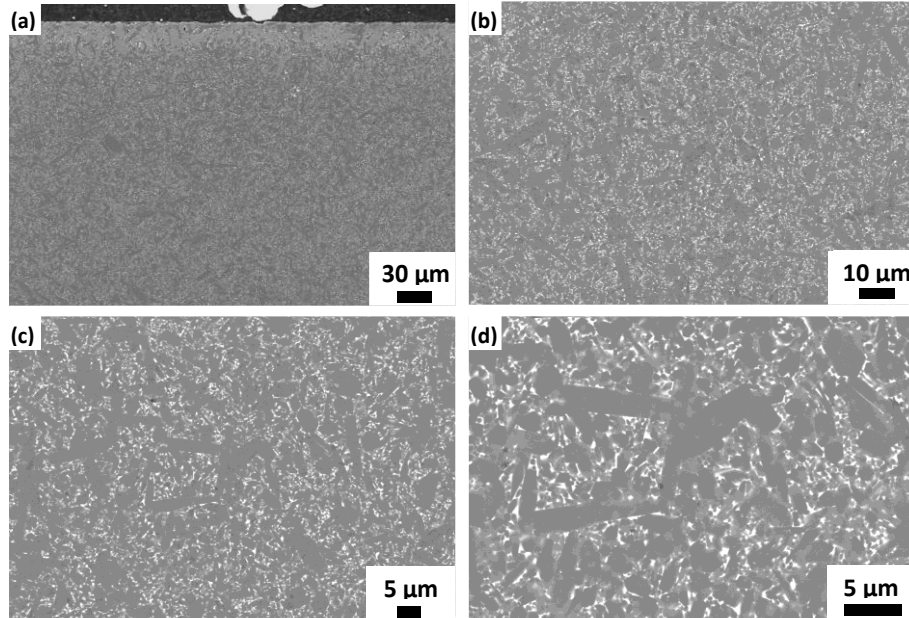
#### 4.2.1.2. Er içeren numunelerin mikroyapı karakterizasyonu

Farklı süreli sinterleme koşullarının Er-SiAlON seramiklerinin mikroyapısı üzerindeki etkileri SEM çalışmaları ile incelenmiştir. Kısa süreli (2 saat) sinterlenmiş,  $3,29 \text{ gr/cm}^3$  yoğunluğa sahip Er58 kodlu numunenin farklı noktalarından ve farklı büyütme ölçeklerinde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri Şekil 4.42’de verilmiştir.

Şekil 4.43’de ise, uzun süreli (4 saat) sinterlenmiş,  $3,29 \text{ gr/cm}^3$  yoğunluğa sahip, Er30 kodlu numunenin farklı noktalarından ve farklı büyütme ölçeklerinde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri verilmiştir. Şekil 4.42 ve 4.43 incelendiğinde; sinterleme süresinin artışı (2 saat  $\rightarrow$  4 saat) ile Er-SiAlON’ da mikroyapıda tane büyümesinin meydana geldiği tespit edilmiştir



Şekil 4.42 Kısa süreli sinterlenmiş Er-SiAlON katkılı numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), 1 mm içerisinde 3000X (b), 5000X (c) ve 10000X (d) büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 4.43 Uzun süreli sinterlenmiş Er-SiAlON katkılı numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), 1 mm içerisinde 3000X (b), 5000X (c) ve 10000X (d) büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

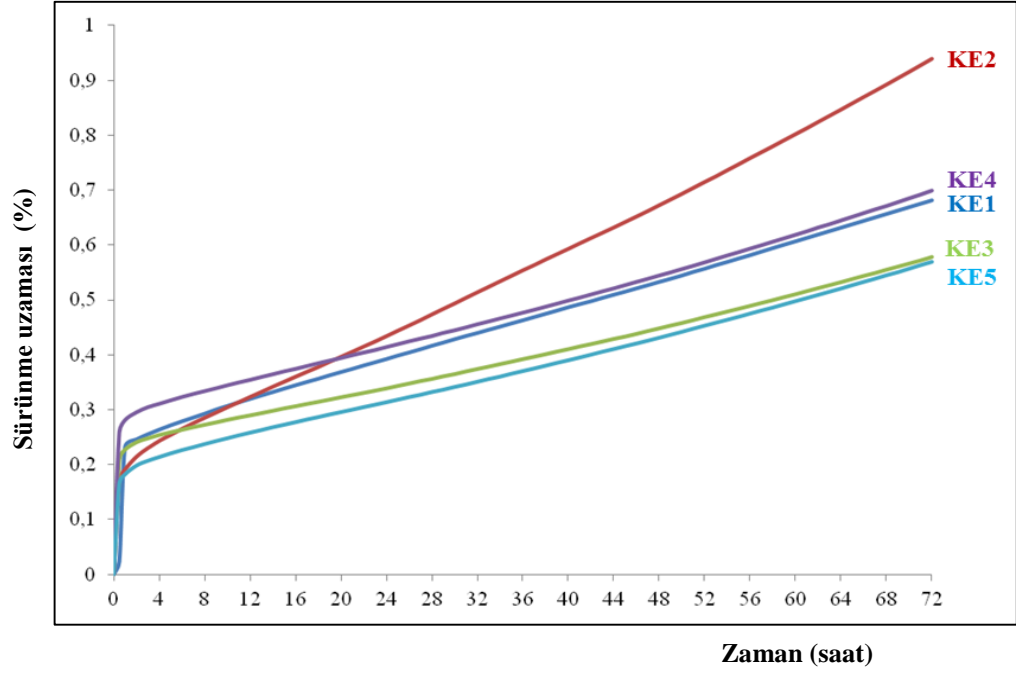
#### 4.2.1.3. Yb içeren numunelerde ısıt işlemler sonrası sinterleme sonrası sürünme deneyleri

İki farklı sinterleme süresinin (2 ve 4 saat) Er-SiAlON malzemelerinin sürünme davranışlarına olan etkisi, sabit sürünme deney şartları (hava ortamında, 1400°C sıcaklık, 100 MPa eğilme gerilmesi ve 72 saat süre) altında belirlenmeye çalışılmıştır.

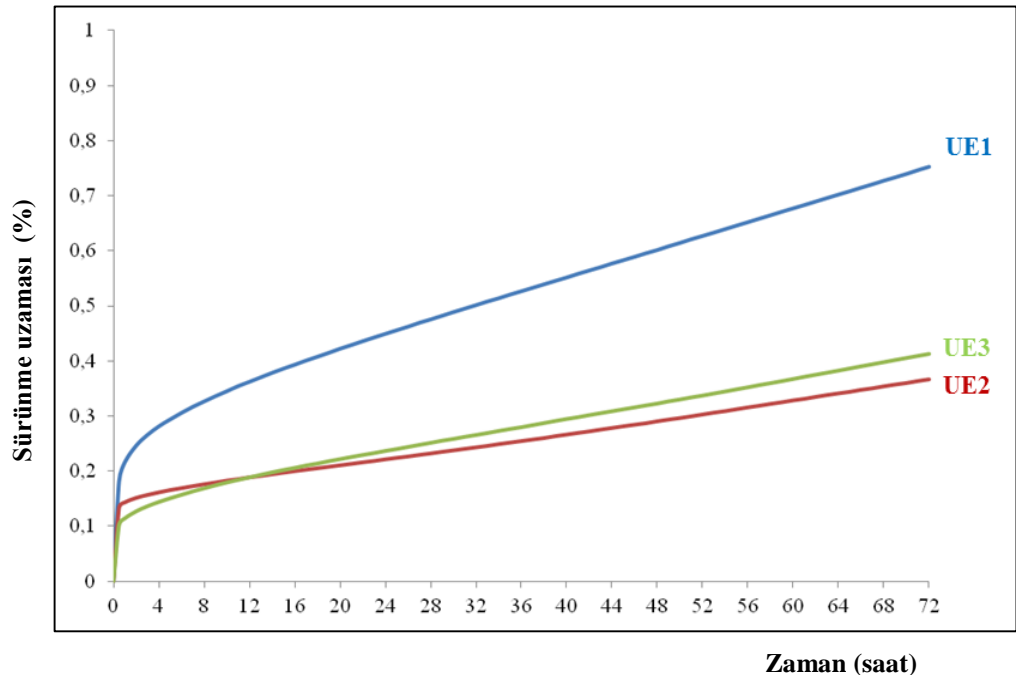
Farklı sürünme testleri ile ilgili bilgiler Çizelge 4.14’de verilmiştir. İki ve dört saat sinterleme rejimleri kullanılarak üretilen Er-SiAlON seramiğinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi ve 1400°C sıcaklık koşulları altında yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri sırasıyla Şekil 4.44 ve 4.45’de verilmiştir.

Çizelge 4.14 Farklı sinterleme sürelerinde üretilen ve Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub> içeren Er-SiAlON seramiklerinin sürünme testleri için belirlenen test numaraları

Numune Adı	KE1	KE2	KE3	KE4	KE5	UE1	UE2	UE3
Sinterleme Süresi (saat)	2					4		



Şekil 4.44 İki saat sinterleme rejimi kullanılarak üretilen Er-SiAlON seramiğinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1400°C’de yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri



Şekil 4.45 Dört saat sinterleme rejimi kullanılarak üretilen Er-SiAlON seramiğinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi altında ve 1400°C’de yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri

Sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrilerinden (Şekil 4.44 ve Şekil 4.45) belirlenen 72. saat sonundaki eğilme sürünme deformasyonları ve minimum sürünme hızı değerleri Çizelge 4.15’de verilmiştir.

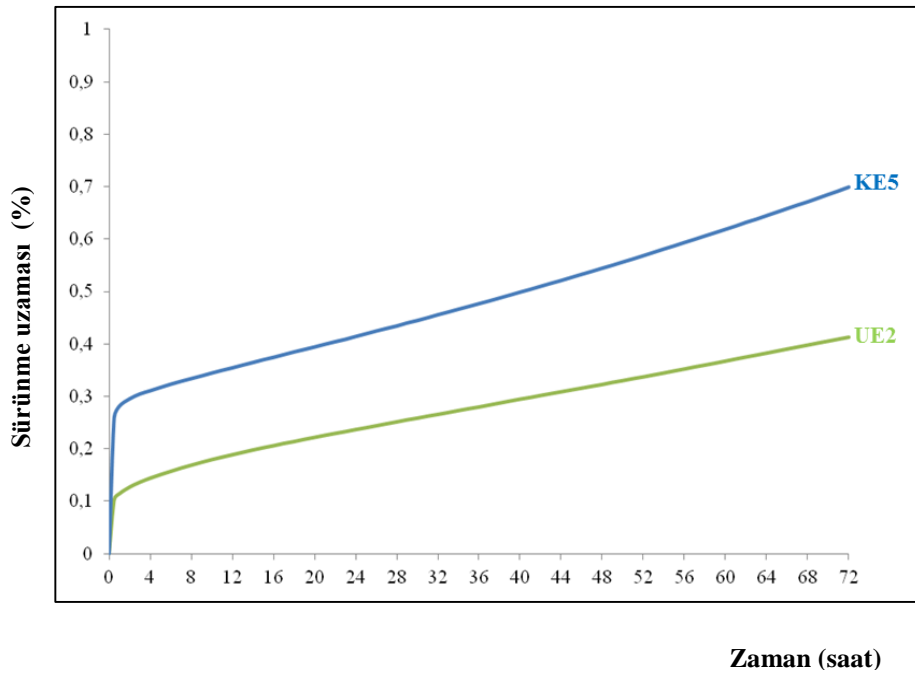
Çizelge 4.15 Farklı sinterleme sürelerinde üretilen Er-SiAlON seramiğinin 1400°C - 100 MPa altında yapılan sürünme testlerinde 72. saat sonundaki eğilme sürünme deformasyonları ve minimum sürünme hızı değerleri

Test No	KE1	KE2	KE3	KE4	KE5	UE1	UE2	UE3
<b>Sinterleme Süresi(saat)</b>	2					4		
<b>72. Saat Sonundaki Eğilme Sürünme Uzaması (%)</b>	0,68	0,93	0,57	0,69	0,56	0,75	0,36	0,41
<b>Minimum Sürünme Hızı (s<sup>-1</sup>) x 10<sup>-8</sup></b>	2,41	2,43	2,13	2,52	2,32	2,37	1,08	1,33

Çizelge 4.15’de verildiği gibi 2 saat süreli sinterleme rejimi ile üretilen Er-SiAlON seramiğinin 72. saat sonundaki eğilme sürünme deformasyonları % 0,56 ile % 0,93 arasında değişirken 4 saat süreli sinterleme rejimi ile üretilen Er-SiAlON seramiğinde ise % 0,41 ile % 0,75 arasında değiştiği görülmektedir. Testlerden elde edilen minimum sürünme hızı değerleri ise 2 saat süreli sinterleme rejimi ile üretilen Er-SiAlON seramiğinin sürünme testlerinde  $2,13 \times 10^{-8}$  ile  $2,52 \times 10^{-8}$ , 4 saat süreli sinterleme rejimi ile üretilen Er-SiAlON seramiğinin sürünme testlerinde  $1,08 \times 10^{-8}$  ile  $2,37 \times 10^{-8}$  arasında değerler almıştır. Sinterleme süresinin 2 saatten 4 saate çıkarılmasıyla bu malzemenin 72. saat sonundaki toplam eğilme sürünme deformasyonları ve minimum sürünme hız değerlerinde azalma gözlenmiştir. 72. saat sonundaki eğilme sürünme deformasyonları göz önüne alındığında maksimum ve minimum sürünme deformasyonları elde edilen testler (2 saat süreli sinterleme rejimi için 2 ve 5 numaralı testler, 4 saat süreli sinterleme rejimi için 6 ve 7 numaralı testler) elimine edildiğinde ortalama eğilme sürünme deformasyonunu 2 saat süreli sinterleme rejimi ile üretilen Er-SiAlON seramiği için 4 numaralı testin, 4 saat süreli sinterleme rejimi ile üretilen Er-SiAlON seramiği için ise 8 numaralı testin iki farklı sinterleme süresi için bu

malzemelerin sürünme davranışını yansıttığı kabul edilmiş ve 2 ve 4 saat süreli sinterleme rejiminin sürünme davranışına etkisi Şekil 4.46' da karşılaştırılmıştır.

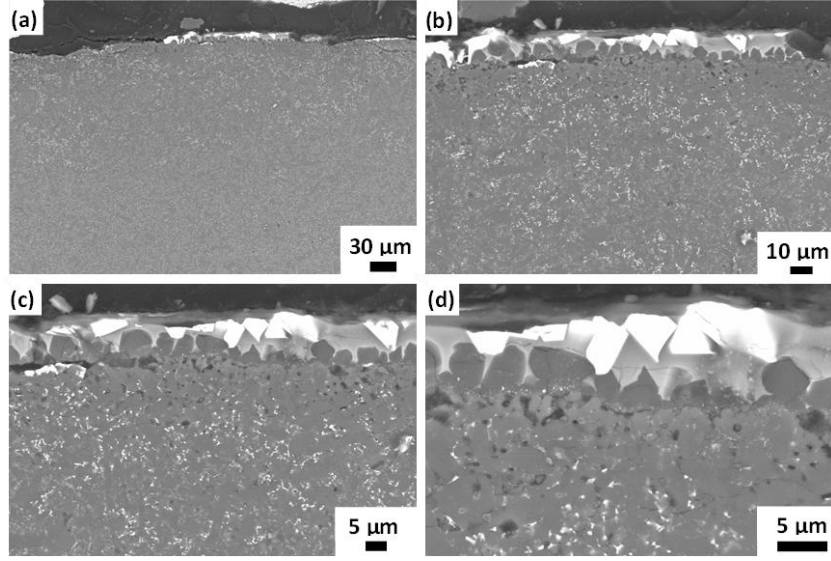
Buradan görüleceği üzere hem 72 saat sonundaki sürünme uzaması hem de minimum sürünme hızı sinterleme süresinin artması ile azalmaktadır. Bu sonuçlar doğrultusunda aynı şartlarda Er-SiALON sistemi için elde edilen sürünme uzaması ve sürünme hızı değerleri Yb-SiALON sistemi ile karşılaştırıldığında oldukça düşük olup, Er-SiALON sisteminin sürünme davranışının Yb-SiALON sistemine göre çok daha iyi olduğu belirlenmiştir.



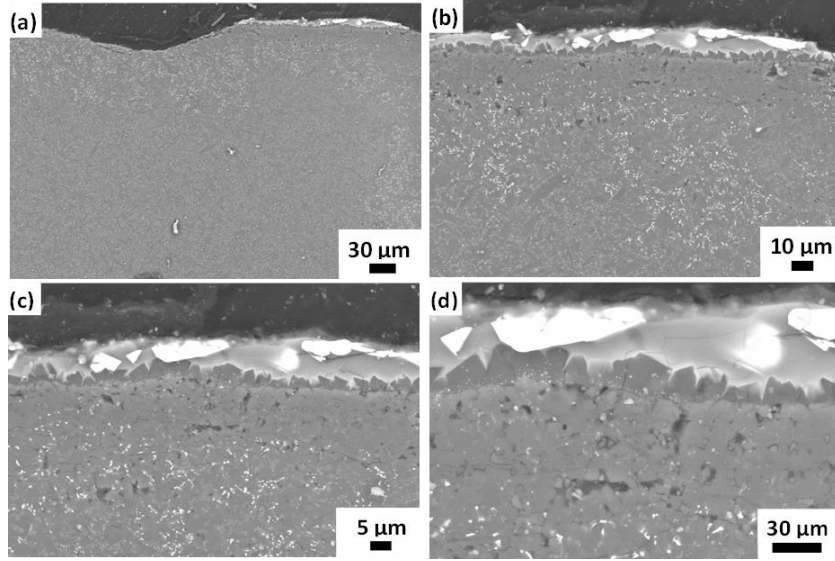
Şekil 4.46 İki ve dört saat sinterleme süresinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi ve 1400°C'de Er-SiALON seramiğinin sürünme davranışına etkisi

#### 4.2.1.4. Er içeren numunelerin sürünme testleri sonrası mikroyapı karakterizasyonu

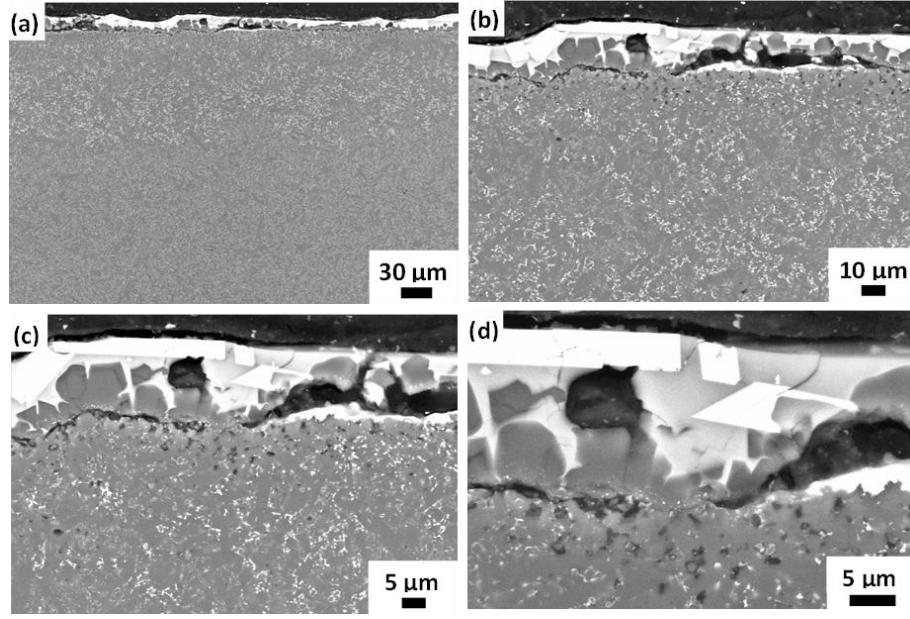
Sürünme testleri sonrasında numuneler kesilerek iletken kalıba alınmış ve ardından parlatılarak geri yansıyan elektron tekniği ile SEM'de incelenmiştir. Hem çekme hem de basma gerilmesine maruz kalan kenarlardan 1400°C sıcaklık, 100 MPa gerilme koşulları altında hava ortamında 72 saat sürünmüş numunenin farklı büyütmeyle elde edilen görüntüleri Şekil 4.47- 4.53'de verilmiştir.



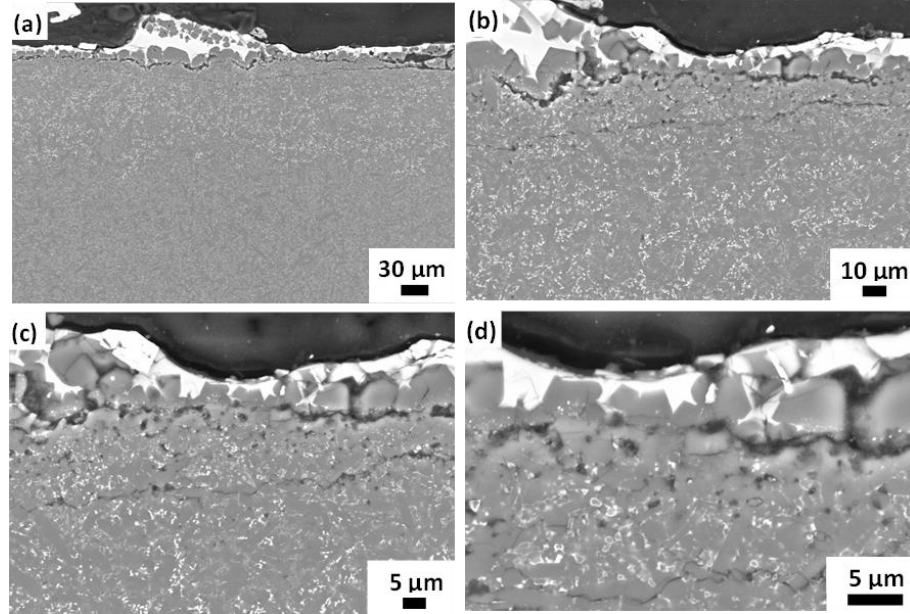
Şekil 4.47 Kısa süreli sinterlenmiş ve sürünmüş ve sürünme testi kötü olan Er katkılı Er-SiAlON numunenin çekme gerilmesine maruz kalan alt kenarından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri (Sürünme test no:2)



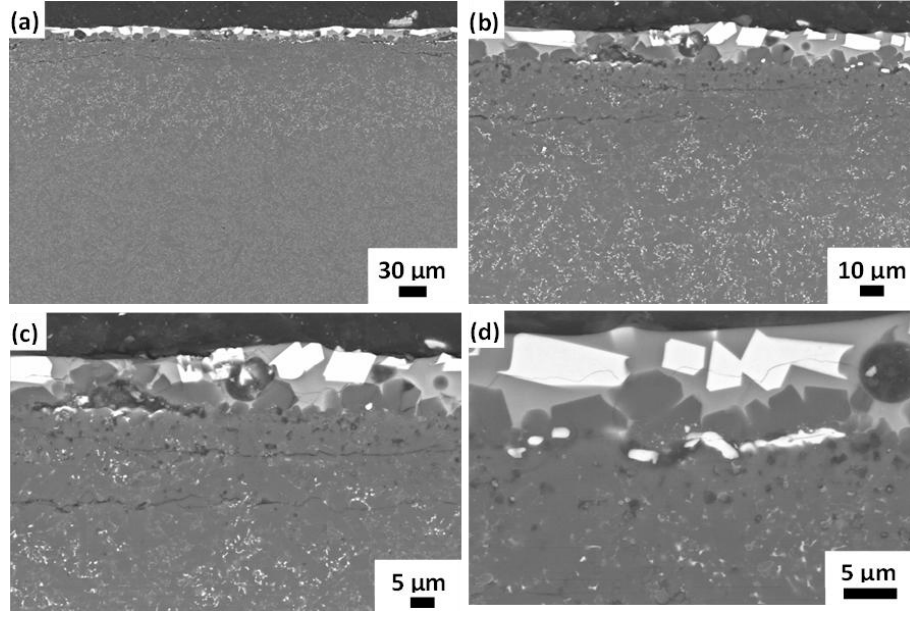
Şekil 4.48 Kısa süreli sinterlenmiş ve sürünmüş ve sürünme testi kötü olan Er katkılı Er-SiAlON numunenin basma gerilmesine maruz kalan alt kenarından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri (Sürünme test no:2)



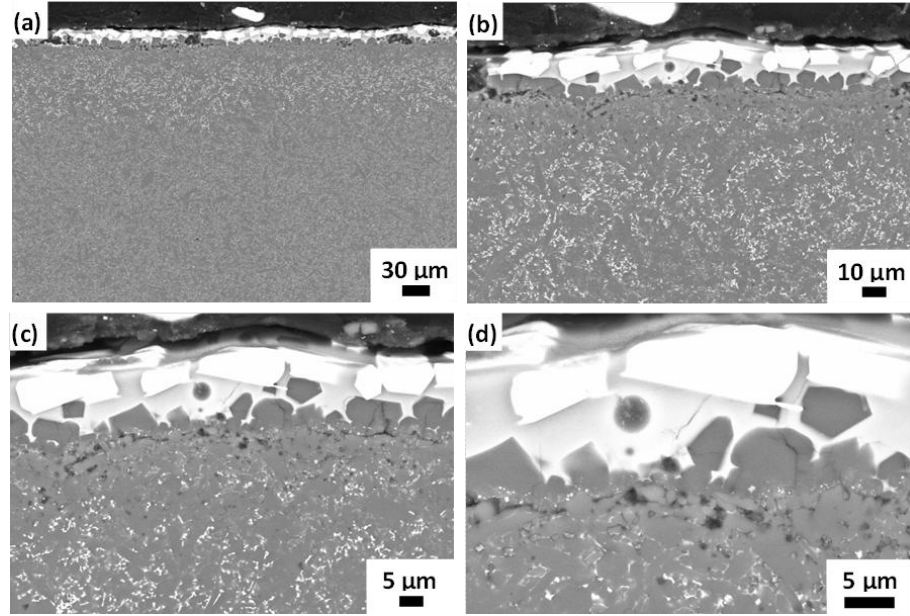
Şekil 4.49 Kısa süreli sinterlenmiş ve sürünmüş ve sürünme testi iyi olan Er katkılı Er-SiAlON numunenin çekme gerilmesine maruz kalan alt kenarından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri (Sürünme test no:5)



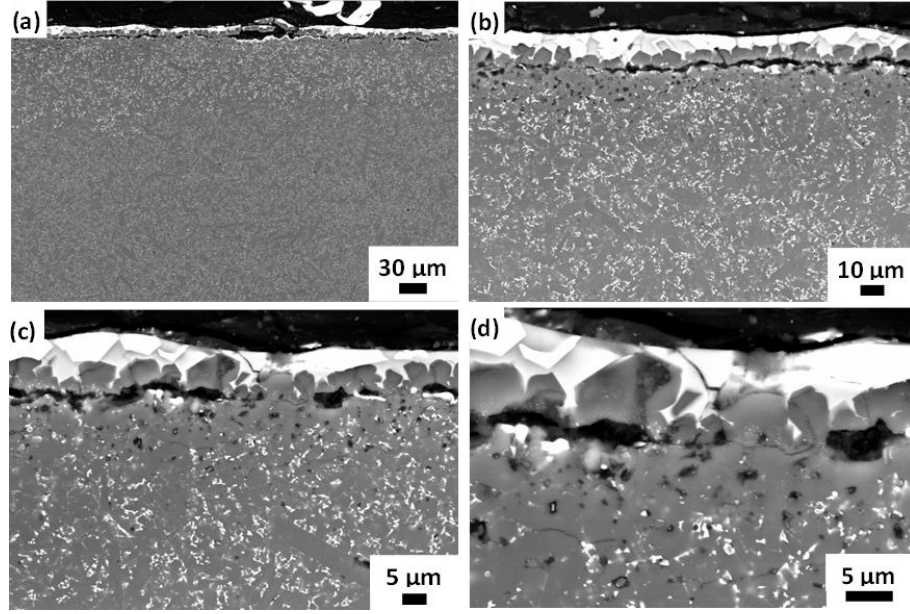
Şekil 4.50 Kısa süreli sinterlenmiş ve sürünmüş ve sürünme testi iyi olan Er katkılı Er-SiAlON numunenin basma gerilmesine maruz kalan alt kenarından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri (Sürünme test no:5)



Şekil 4.51 Uzun süreli sinterlenmiş ve sürünmüş ve sürünme testi kötü olan Er katılı Er-SiAlON numunenin çekme gerilmesine maruz kalan alt kenarından a)1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri (Sürünme test no:6)



Şekil 4.52 Uzun süreli sinterlenmiş ve sürünmüş ve sürünme testi kötü olan Er katılı Er-SiAlON numunenin basma gerilmesine maruz kalan alt kenarından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri (Sürünme test no:6)



Şekil 4.53 Uzun süreli sinterlenmiş ve sürünmüş ve sürünme testi iyi olan Er katkılı Er-SiAlON numunenin çekme gerilmesine maruz kalan alt kenarından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri (Sürünme test no:7)

Silisyum nitrür ve SiAlON seramiklerinin yüksek sıcaklıklardaki oksidasyon özellikleri bu malzemelerin taneler arası amorf ve/veya kristal faz özelliklerine bağlı olarak yayılım mekanizması süreci ile ilgili olmaktadır. Yayılım mekanizması ile ilgili itici güç malzeme yüzeyi ile kütlesi arasındaki elementlerin konsantrasyon farklılığından kaynaklanmaktadır. Bu süreç sırasında ilk etapta malzeme yüzeyinde genellikle SiO<sub>2</sub> koruyucu film tabakası oluşmaktadır (Şekil 4.47 (d) ve 4.48 (d)). Bu oksit tabakası, viskozitesi düşük amorf taneler arası faz yayılım ikilisi oluşturarak; taneler arası amorf fazdaki katkı malzemelerinin katyonları, azot ve safsızlık katyonları için malzemelerin yüzeyi yönünde yayılım hattı sağlarken, oksijene iç kısımlara doğru yayılım hattı sağlamaktadır. Er katkılı SiAlON malzemelerinin sürünmüş kesit mikroyapı görüntüleri olan Şekil 4.47-4.53 incelendiğinde bu mekanizmanın varlığı görülmektedir (Uludağ, 2010).

Kısa süreli sinterlenip sürünmeye tabi tutulan numunelerden ikisini karşılaştırdığımızda iyi sürünme direnci gösteren numunede sürekli bir oksit tabakasının oluştuğu, kötü sürünme direnci gösteren diğer test numunesinde süreksiz bir oksit tabakası oluştuğu görülmektedir. Kötü sürünme direnci gösteren

numunede oksit tabakasının kalınlığı yaklaşık 5-6  $\mu\text{m}$  civarındır. İyi sürünme direnci gösteren numunenin ise yaklaşık 10-12  $\mu\text{m}$  kalınlığında bir oksit tabakası bulunmaktadır. Ayrıca bu iki numune de geçiş bölgesini karşılaştırdığımızda, yine kötü sürünme direnci gösteren numunede sürekli bir bölgenin oluşmadığı sadece bazı alanlarda değişimin olduğu görülmektedir. İyi sürünme direnci gösteren numunede sürekli bir geçiş bölgesi bulunmaktadır ve bunun kalınlığı yaklaşık 70-90  $\mu\text{m}$  kalınlığındadır. Uzun süreli sinterlenmiş ve test edilmiş iki numuneye ait mikroyapılar karşılaştırıldığında ikisinde de oksit tabakalarının sürekli olarak oluştuğu, bunların kalınlıkların hemen hemen aynı olduğu ve yaklaşık 10-15  $\mu\text{m}$  arasında değiştiği gözlemlenmektedir. Ayrıca geçiş bölgesi düzenli olarak oluşmuş ve kalınlığı 55-65  $\mu\text{m}$  arasında değiştiği görülmüştür ( Şekil 4.47- 4.53).

#### **4.2.1.5. Er içeren numunelerde ısıl işlemin faz oluşumuna etkisi**

En uygun sinterleme rejiminin belirlenmesinin ardından ısıl işlem uygulamaları yapılmıştır. Isıl işlemler farklı sıcaklık ve sürelerde denenmiştir. Isıl işlem koşullarının Er-SiAlON seramiklerinin faz yapısı üzerindeki etkileri XRD çalışmaları ile incelenmiştir. İncelenen numunelerin XRD paternleri ise Şekil 4.54, 4.55’de verilmiştir.

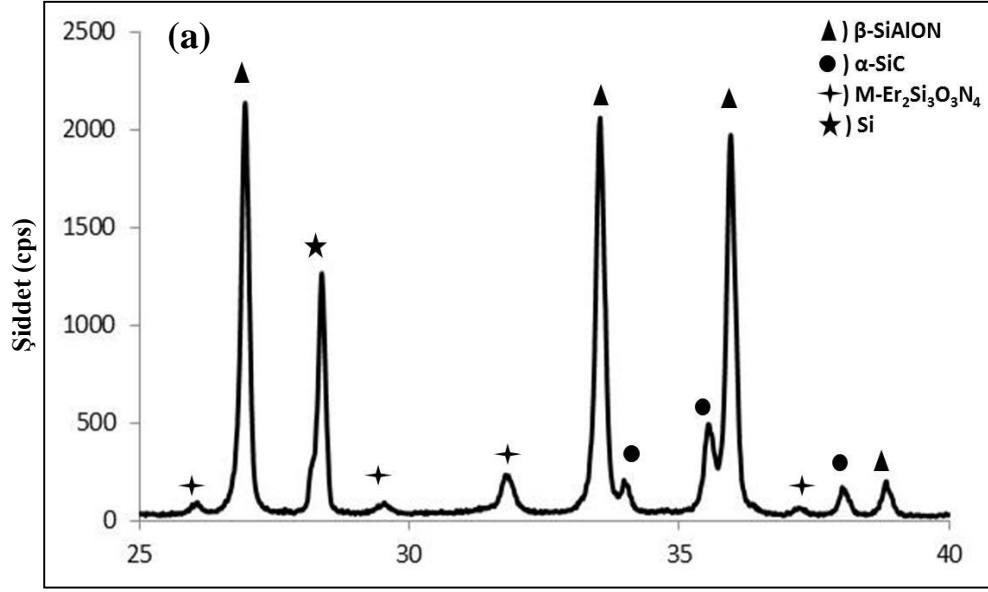
Er katkılı, farklı sinterleme sürelerinde sinterlenmiş ve farklı ısıl işlemlere tabi tutulmuş, sürünme deneyleri yapılan numunelerin kodları ve ısıl işlem koşulları Çizelge 4.16’da verilmiştir.

Çizelge 4.16 Er katkılı numunelerin kodları

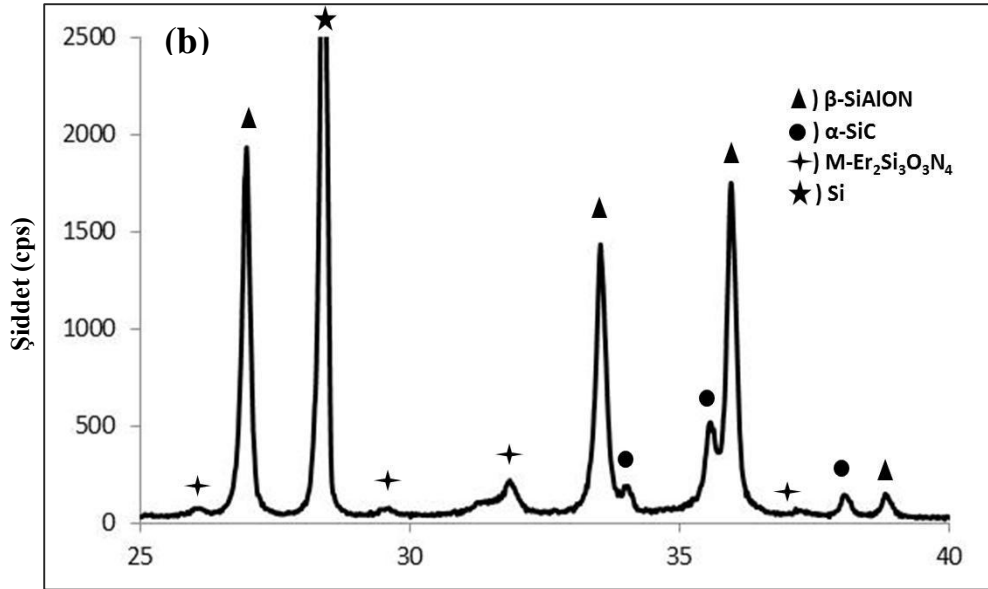
Test No	K-E	K-E-II-16-2	K-E-II-16-6	U-E	U-E-II-16-2	U-E-II-16-6	U-E-II-17-6
<b>Sinterleme Süresi (saat)</b>	2			4			
<b>Isıl işlem (°C, s)</b>	-	1600 °C +2s	1600 °C +6s	-	1600 °C +2s	1600 °C +6s	1700 °C +6s

**\*Not:**

- K-E: Kısa süreli sinterlenmiş Er katkılı numune  
U-E: Uzun süreli sinterlenmiş Er katkılı numune  
K-E-II-16-2: Kısa süreli sinterlenmiş ve 1600°C'da 2 saat ısıl işlem görmüş Er katkılı numune  
U-E-II-16-2: Uzun süreli sinterlenmiş ve 1600°C'da 2 saat ısıl işlem görmüş Er katkılı numune  
K-E-II-16-6: Kısa süreli sinterlenmiş ve 1600°C'da 6 saat ısıl işlem görmüş Er katkılı numune  
U-E-II-16-6: Uzun süreli sinterlenmiş ve 1600°C'da 2 saat ısıl işlem görmüş Er katkılı numune  
U-E-II-17-6: Kısa süreli sinterlenmiş ve 1700°C'da 2 saat ısıl işlem görmüş Er katkılı numune

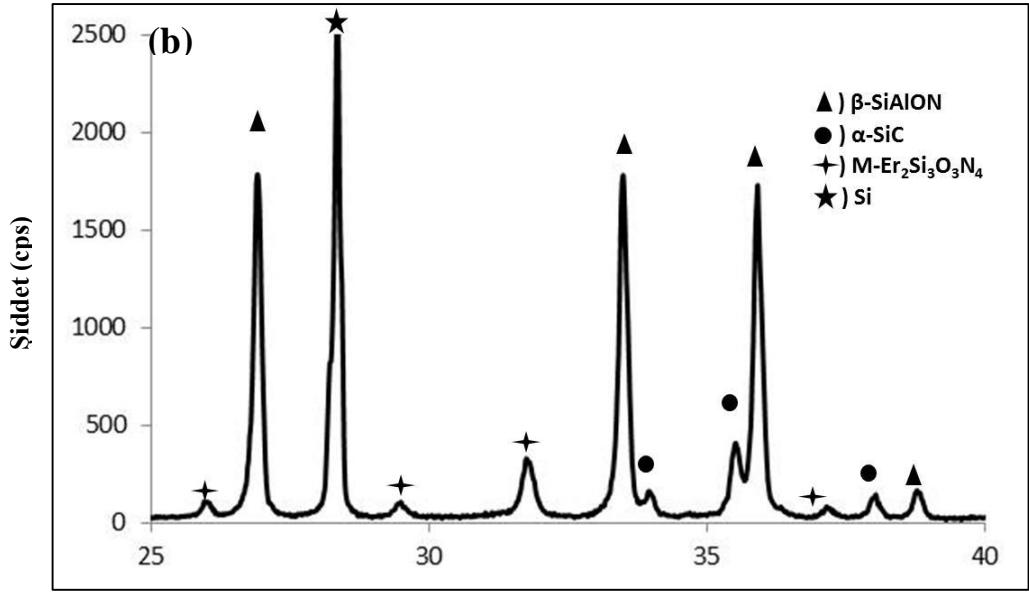
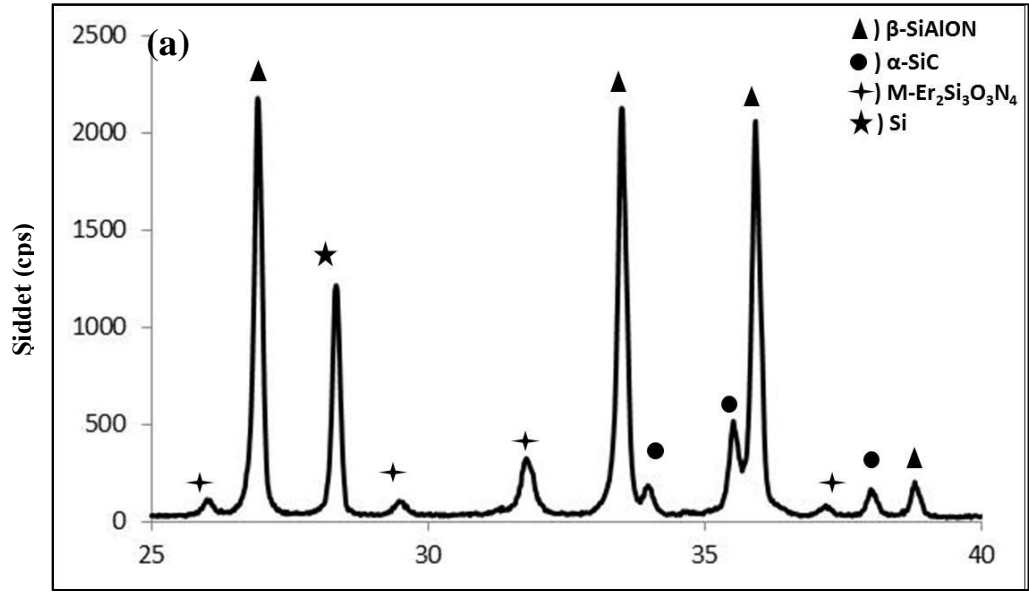


Difraksiyon açısı (°)

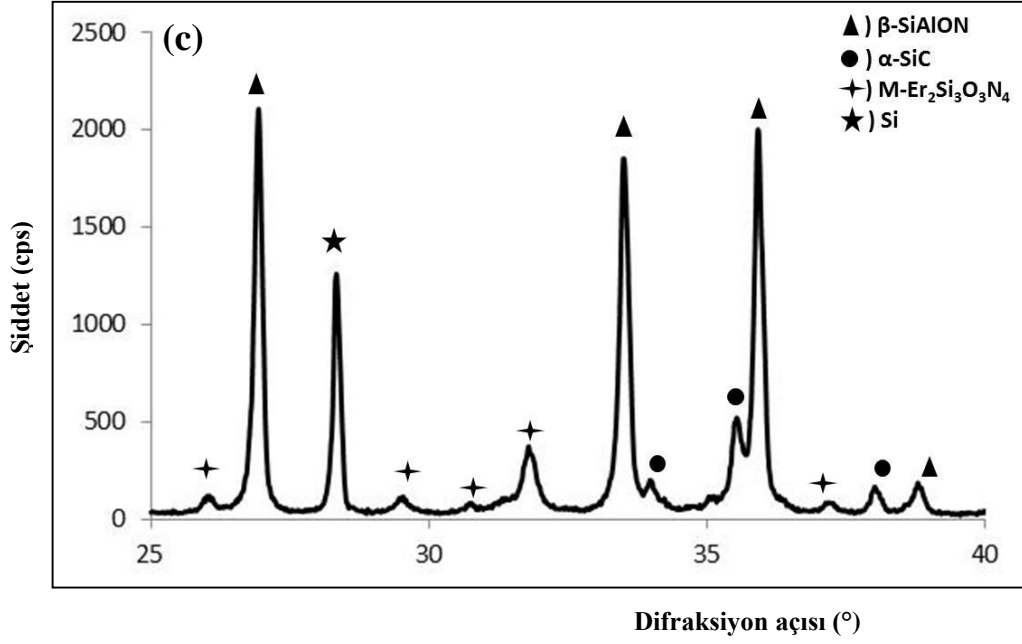


Difraksiyon açısı (°)

Şekil 4.54 Rigaku XRD paternleri a) K-E-II-16-2, b) K-E-II-16-6



Şekil 4.55 Rigaku XRD paternleri a) U-E-II-16-2, b) U-E-II-16-6 ve c) U-E-II-17-6 (devam)



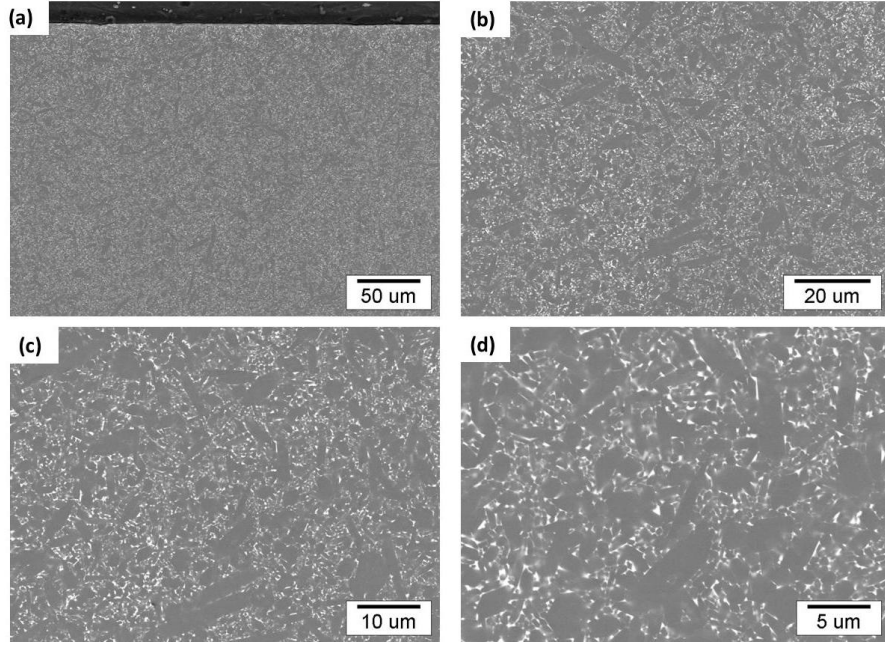
Şekil 4.55 Rigaku XRD paternleri a) U-E-II-16-2, b) U-E-II-16-6, c) U-E-II-17-6

#### 4.2.1.6. Er içeren numunelerde ısıl işlemin mikroyapıya etkisi

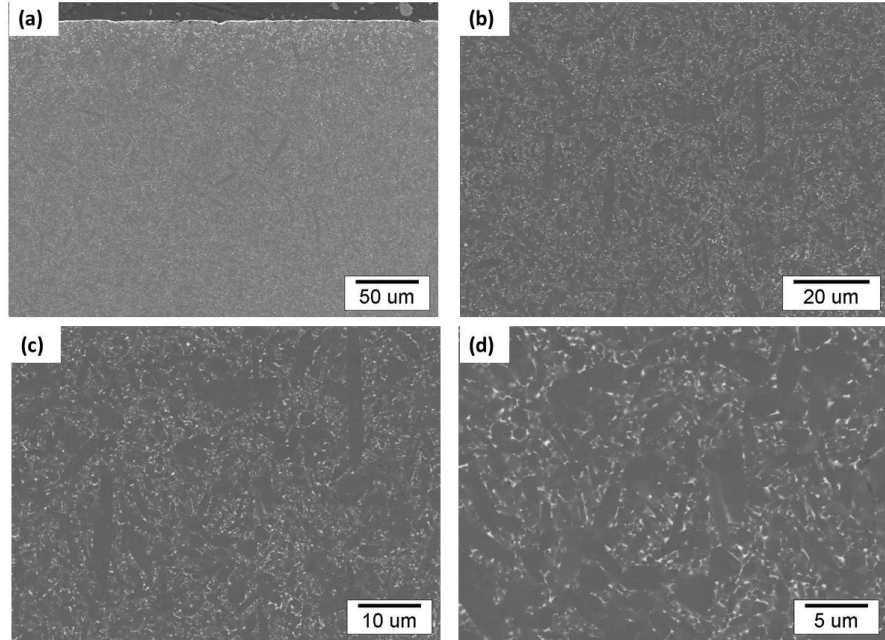
Farklı sinterleme süresinin ve farklı ısıl işlem koşullarının (sıcaklık ve süre) Er-SiAlON seramiklerinin mikroyapısı üzerindeki etkileri SEM çalışmaları ile incelenmiştir.

K-E-II-16-2 ve K-E-II-16-6 numunelerinin, farklı noktalarından ve farklı büyütme oranlarında SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri Şekil 4.56 ve 4.57’de verilmiştir. U-E-II-16-2, U-E-II-16-6 ve U-E-II-17-6 numunelerinin, farklı noktalarından ve farklı büyütme oranlarında SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri Şekil 4.58, 4.59 ve 4.60’de verilmiştir.

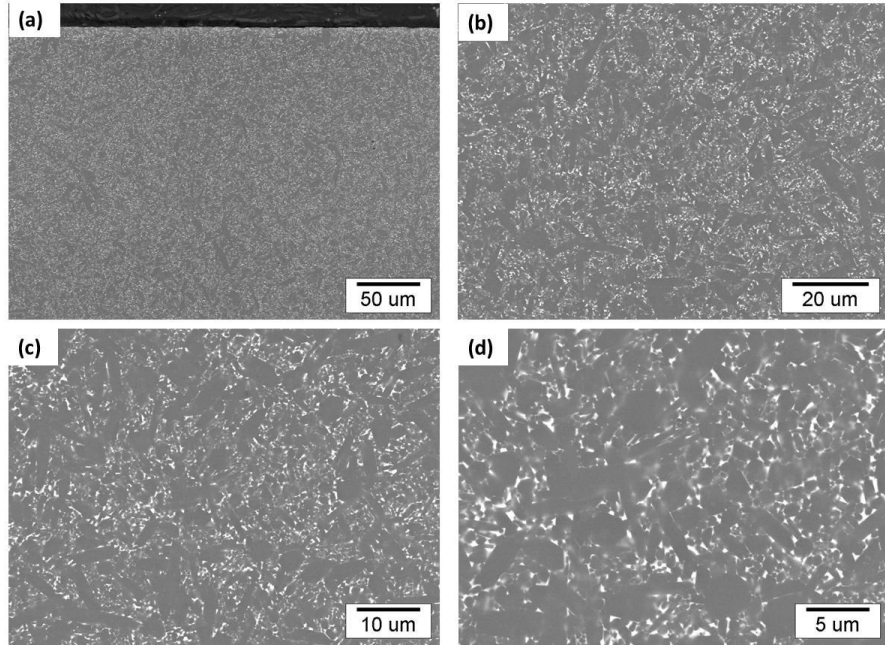
Yüksek büyütme oranlarında 2 ve 6 saat ısıl işlem görmüş numunelerin mikroyapıları karşılaştırıldığında (Şekil 4.56, Şekil 4.57 ) ısıl işlem süresinin artışı (2 saat → 6 saat) ile Er-SiAlON’da mikroyapıda tane büyümesinin meydana geldiği tespit edilmiştir. Numunelerin kenarları incelendiğinde ısıl işlemle birlikte numunelerde mevcut sinterleme katkı oksitlerinin yüzeyde yoğunlaşmaya başladığı ve merkezde de kristalleşerek boyutlarının irileştiği tespit edilmiştir. Isıl işlem esnasında aynı zamanda bu oksitlerin belli bir miktarı da buharlaşmaktadır. Isıl işlem azot gazı altında yapıldığı için kristalleşme esnasında ikincil kristalin fazın ve amorf fazın yapısında çözünen azot miktarının da arttığı düşünülmektedir.



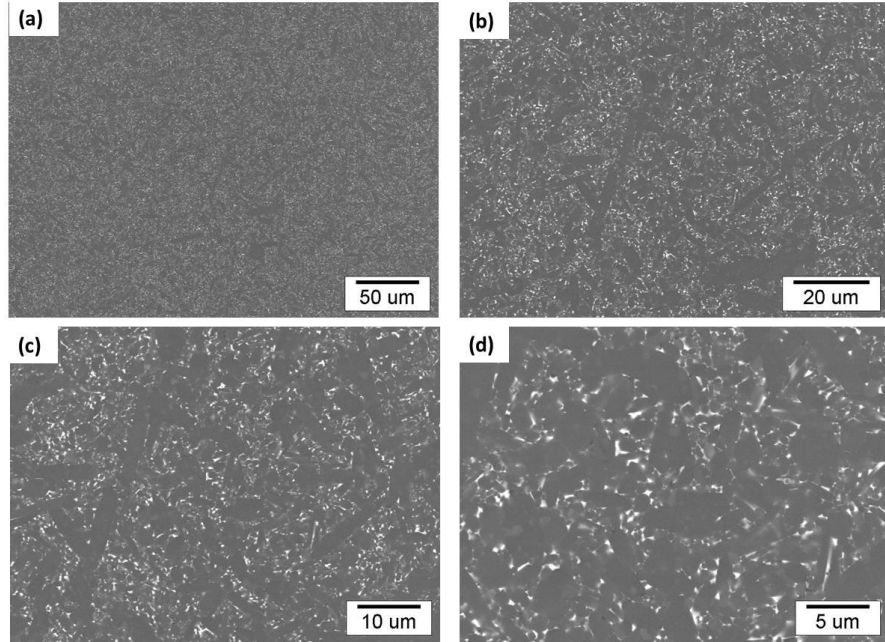
Şekil 4.56 K-E-II-16-2kodlu numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), ortasından 3000X (b), 5000X (c) ve 10000X (d) büyütmelerde SEM’ de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



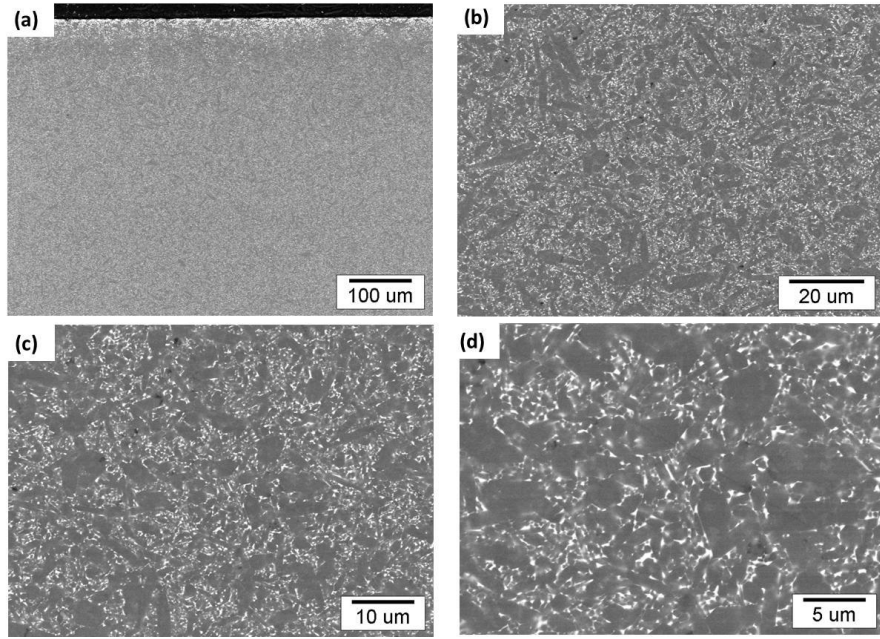
Şekil 4.57 K-E-II-16-6kodlu numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), ortasından 3000X (b), 5000X (c) ve 10000X (d) büyütmelerde SEM’ de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 4.58 U-E-II-16-2 kodlu numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), ortasından 3000X (b), 5000X (c) ve 10000X (d) büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 4.59 U-E-II-16-6 kodlu numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), ortasından 3000X (b), 5000X (c) ve 10000X (d) büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

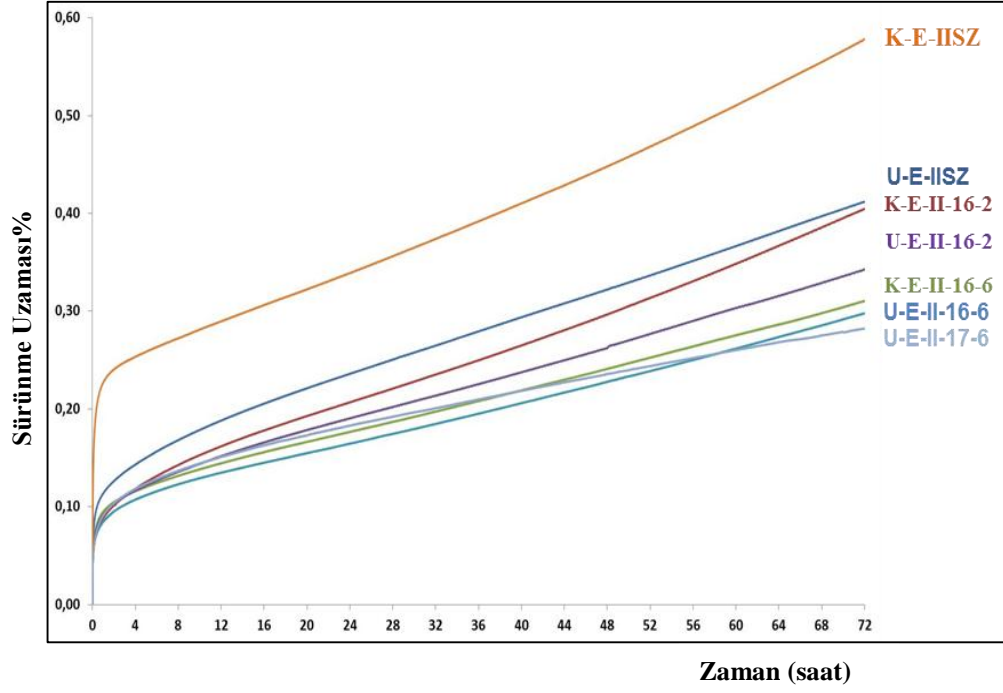


Şekil 4.60 U-E-II-17-6 kodlu numunenin kenarından 1000X büyütmede (a), ortasından 3000X (b), 5000X (c) ve 10000X (d) büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

#### 4.2.1.7. Er içeren numunelerde ısıt işlemler sonrası sürünme testi sonuçları

Farklı ısıt işlemler uygulamalarının Er-SiAlON malzemelerinin sürünme davranışlarına olan etkisi, sabit sürünme deney şartları (hava ortamında, 1400°C sıcaklık, 100 MPa eğilme gerilmesi ve 72 saat süre) altında belirlenmeye çalışılmıştır.

İki ve dört saat sinterleme rejimleri kullanılarak üretilen ve daha sonra farklı ısıt işlemler uygulanan Er-SiAlON seramiklerinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi ve 1400°C sıcaklık koşulları altında yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri Şekil 4.61’de verilmiştir. Sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrilerinden belirlenen 72. saat sonundaki eğilme sürünme deformasyonları ve minimum sürünme hızı değerleri Çizelge 4.17’de verilmiştir.



Şekil 4.61 Farklı koşullarda sinterlenmiş ve ısıl işlem uygulanmış Er-SiAlON seramiğinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1400 °C’de yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri

Çizelge 4.17 Farklı sinterleme sürelerinde üretilen Er-SiAlON seramiğinin (1400°C - 100 MPa) altındaki sürünme testlerindeki 72. saat sonundaki eğilme sürünme deformasyonları ve minimum sürünme hızı değerleri

Test No	K-E	K-E-II-16-2	K-E-II-16-6	U-E	U-E-II-16-2	U-E-II-16-6	U-E-II-17-6
Sinterleme Süresi (saat)	2			4			
Isıl işlem	-	1600 °C +2s	1600 °C +6s	-	1600 °C +2s	1600 °C +6s	1700 °C +6s
72. Saat Sonundaki Eğilme Sürünme Uzaması (%)	0,58	0,40	0,31	0,41	0,34	0,29	0,28
Minimum Sürünme Hızı (s <sup>-1</sup> ) x 10 <sup>-8</sup>	1,07	0,882	0,593	0,449	0,725	0,599	0,341

#### **4.2.1.8. Er içeren numunelerde ısıtma işlemi ve sürtünme testleri sonrası mikroyapı karakterizasyonu**

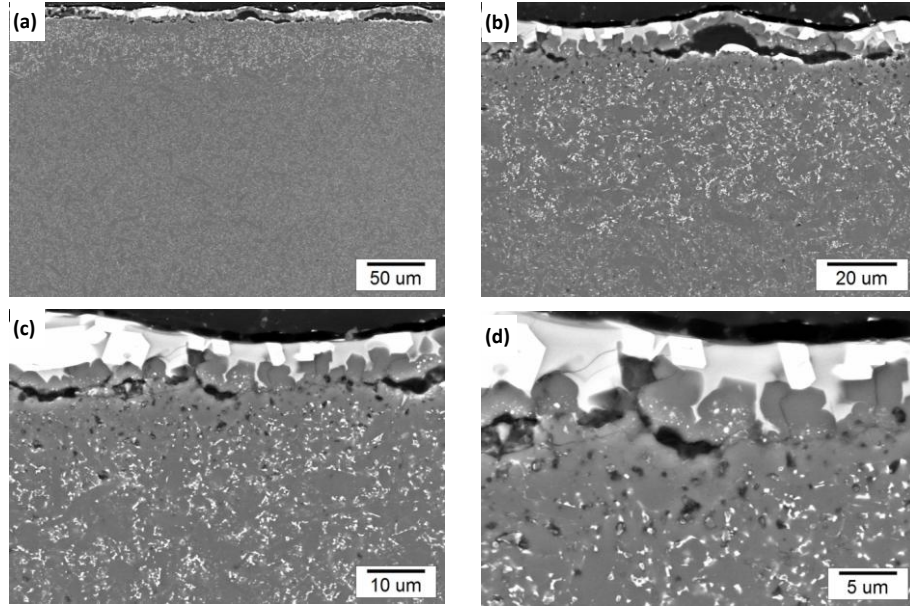
Isıtma işlemi görmüş Er katkılı SiAlON malzemelerinin sürtünme testleri sonrasında numune kesitlerinden, çeşitli büyütme oranlarında elde edilen SEM geri yansıyan elektron görüntüleri Şekil 4.62-4.71’de verilmiştir.

Kısa süreli sinterlenmiş ve sürtünmüş Er katkılı SiAlON numunenin kesitinden, çekme gerilmesine maruz kalan yüzeyine yakın bölgenin görüntüsü olan Şekil 4.62 (a) incelendiğinde, sürtünmemiş numunedeki farklı olarak (Şekil 4.56 (a)) sürtünmüş numunede sinterleme katkıları içeren ve açık gri kristallerde oluşan beyaz tabaka hemen altında sürtünme deneylerinin havada yapılması nedeniyle SiAlON’un oksitlenmesi sonucu oluşan SiO<sub>2</sub> kristallerinden oluşan bir tabaka (bu tabakanın altında boşluklar oluşmuştur) ve bu tabakayı izleyen bölgede sinterleme katkı oksitlerinin zenginleşip üçlü noktalarda büyüdüğü bir tabaka ve son olarak da sinterleme katkı malzemelerinin azaldığı bir tabaka gözlemlenmektedir.

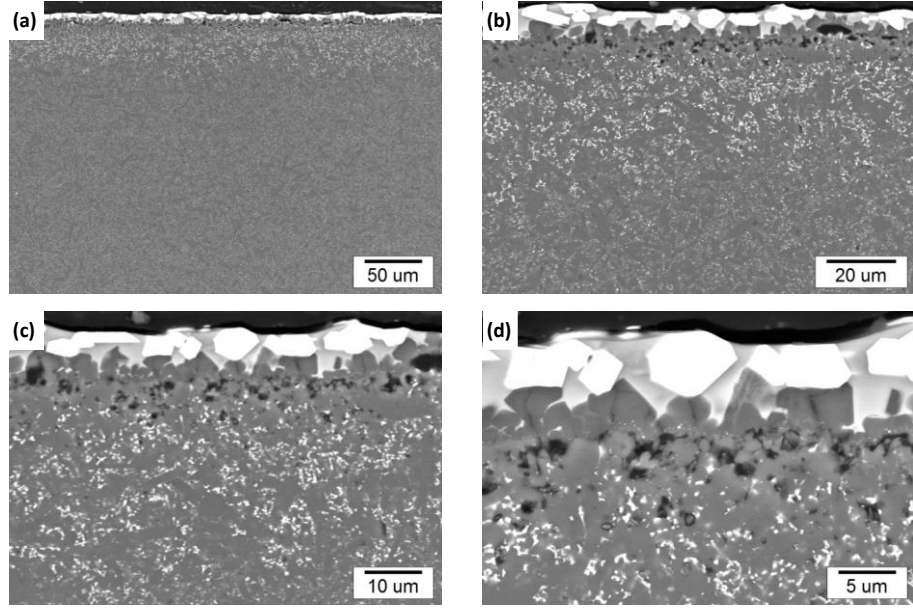
K-E-II-16-2 test numunesine bakıldığında yaklaşık 9-15 µm bir oksidasyon tabakasının oluştuğu görülmektedir. Geçiş bölgesinin kalınlığının ise 30-55 µm arasında değiştiği görülmüştür. Bir diğer grup olan K-E-II-16-6 test numunesi incelendiğinde, oksidasyon tabakası kalınlığının 5-9 µm arasında değiştiği, geçiş bölgesinin kalınlığının ise 25-45 µm arasında değiştiği görülmüştür. U-E-II-16-2 test numunesinde ise oksidasyon tabakasının kalınlığının 7-9 µm, geçiş bölgesinin ise 20-40 µm arasında değiştiği görülmüştür. Bu iki numune karşılaştırıldığında U-E-II-16-2 numunesinin oksidasyon tabakasında azalmanın meydana geldiği görülmüştür. Yine geçiş bölgesinde kalınlığın azaldığı görülmektedir. U-E-II-16-6 test numunesinde oksidasyon kalınlığı 5-9 µm iken, geçiş bölgesi ise 20-40 µm arasında değişmektedir. Oksidasyon tabaka kalınlıkları çizelge 4.18’de verilmiştir.

Çizelge 4.18 Oksidasyon tabaka kalınlıkları

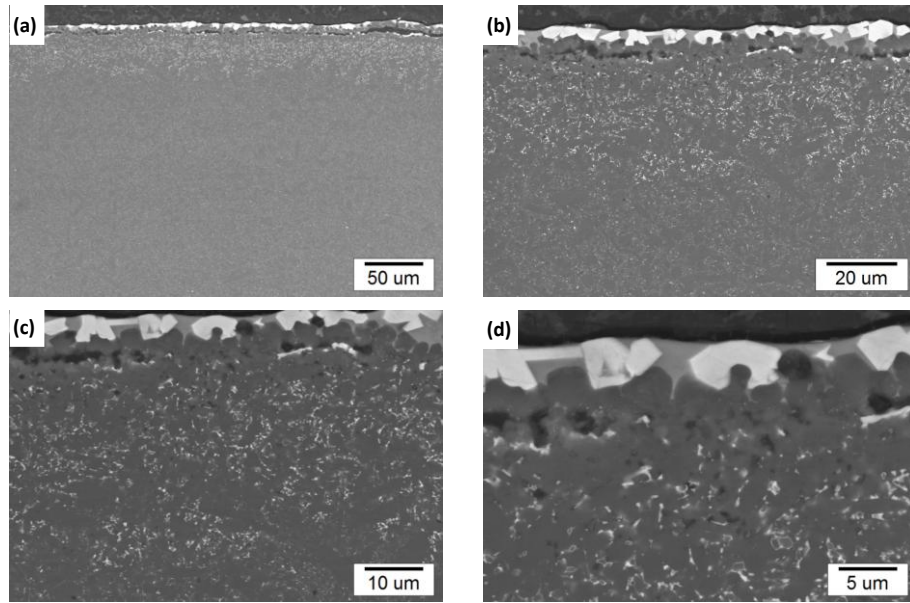
Numune Adı	K-E-II-16-2	K-E-II-16-6	U-E-II-16-2	U-E-II-16-6	U-E-II-17-6
Oksidasyon Kalınlığı ( $\mu\text{m}$ )	9-15	5-9	7-9	5-9	5-7
Geçiş Bölgesi kalınlığı ( $\mu\text{m}$ )	30-55	25-45	20-40	20-40	20-40



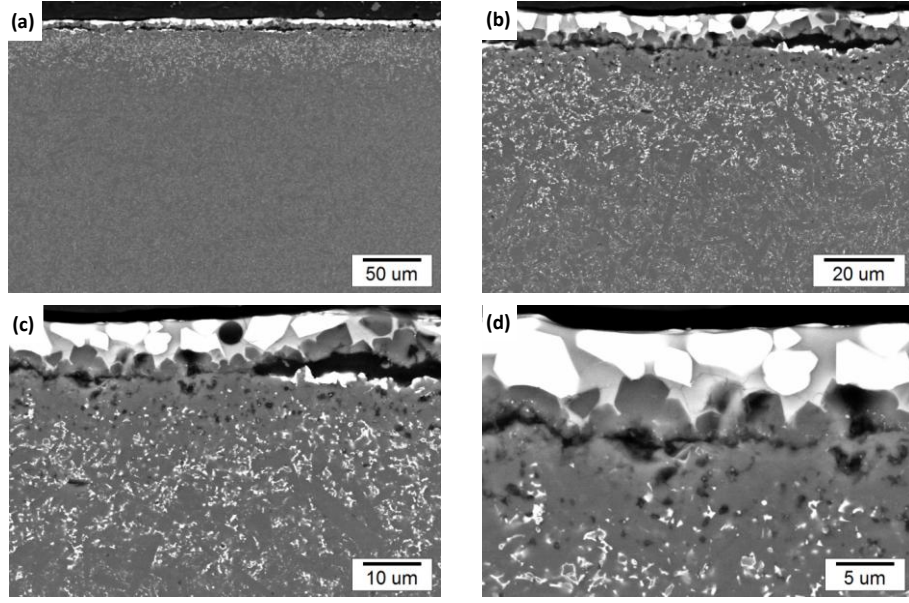
Şekil 4.62 K-E-II-16-2 kodlu numunenin çekme gerilmesine maruz kalan alt tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



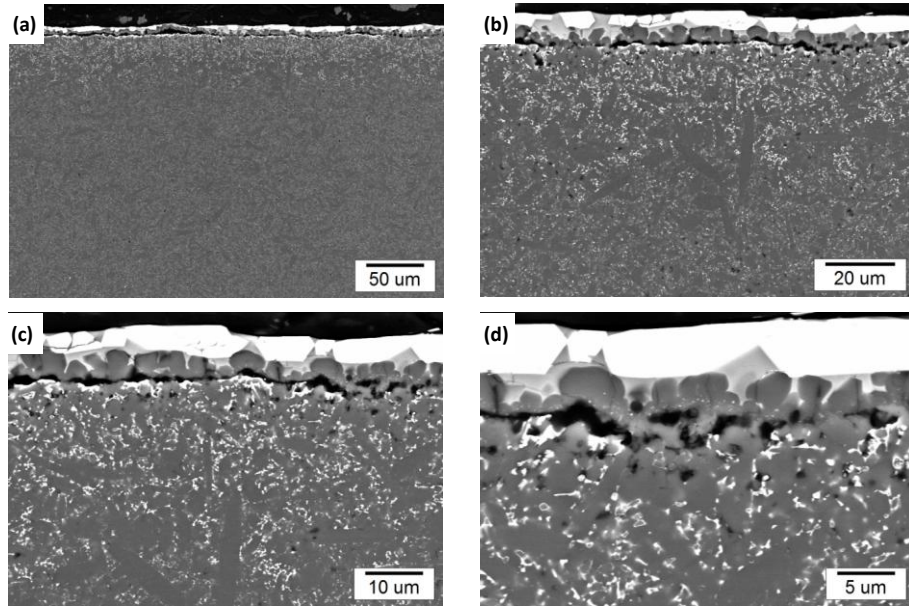
Şekil 4.63 K-E-II-16-2 kodlu numunenin basma gerilmesine maruz kalan üst tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



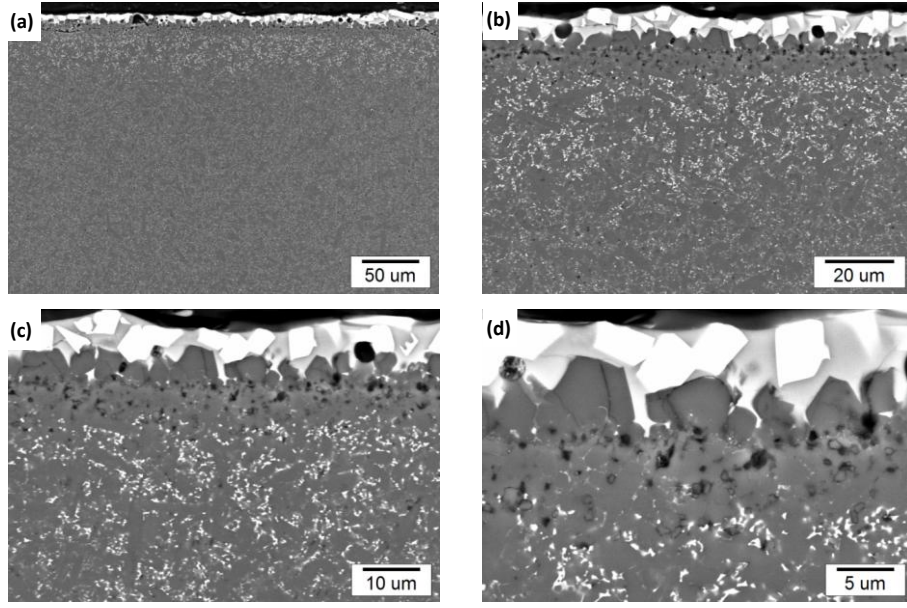
Şekil 4.64 K-E-II-16-6 kodlu numunenin çekme gerilmesine maruz kalan alt tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



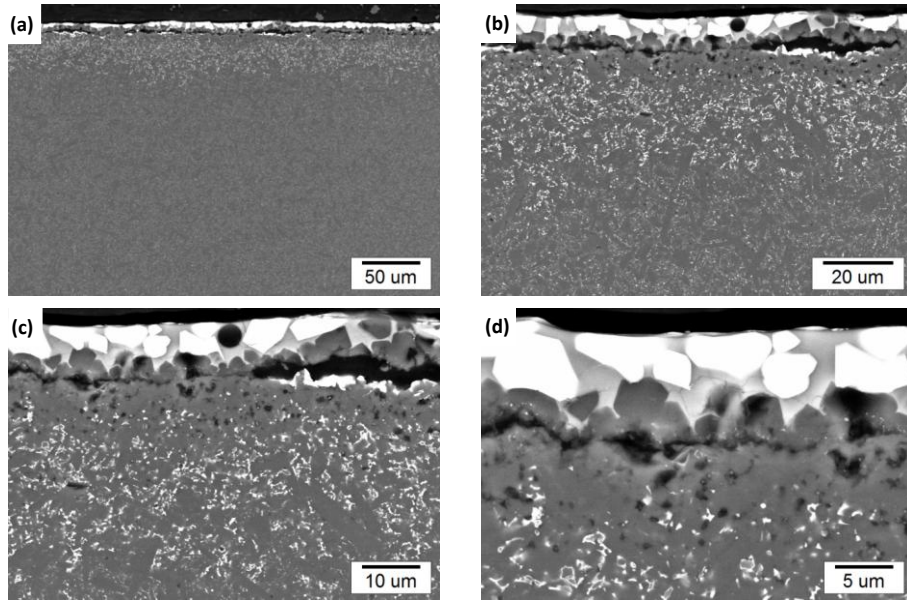
Şekil 4.65 K-E-II-16-6 kodlu numunenin basma gerilmesine maruz kalan alt tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



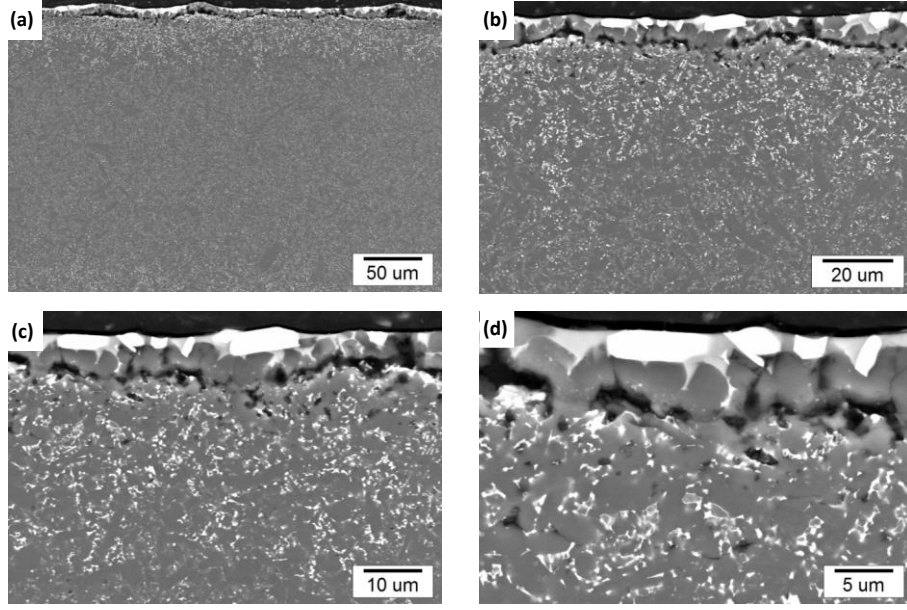
Şekil 4.66 U-E-II-16-2 kodlu numunenin çekme gerilmesine maruz kalan alt tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



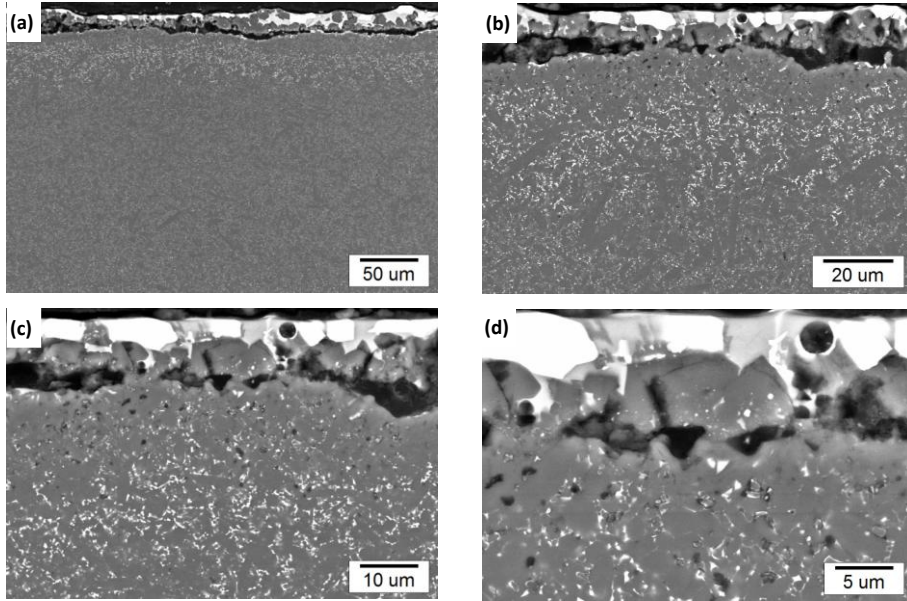
Şekil 4.67 U-E-II-16-2 kodlu numunenin basma gerilmesine maruz kalan üst tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



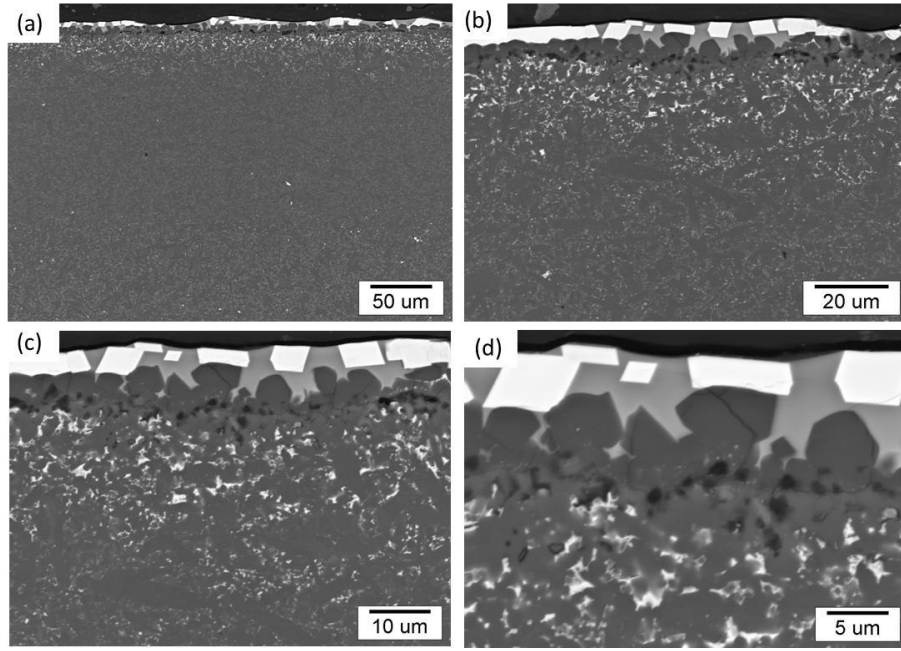
Şekil 4.68 U-E-II-16-6 kodlu numunenin çekme gerilmesine maruz kalan üst tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 4.69 U-E-II-16-6 kodlu numunenin basma gerilmesine maruz kalan alt tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 4.70 U-E-II-17-6 kodlu numunenin çekme gerilmesine maruz kalan üst tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 4.71 U-E-II-17-6 kodlu numunenin basma gerilmesine maruz kalan üst tarafından a) 1000X, b) 3000X, c) 5000X, d) 10000X büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

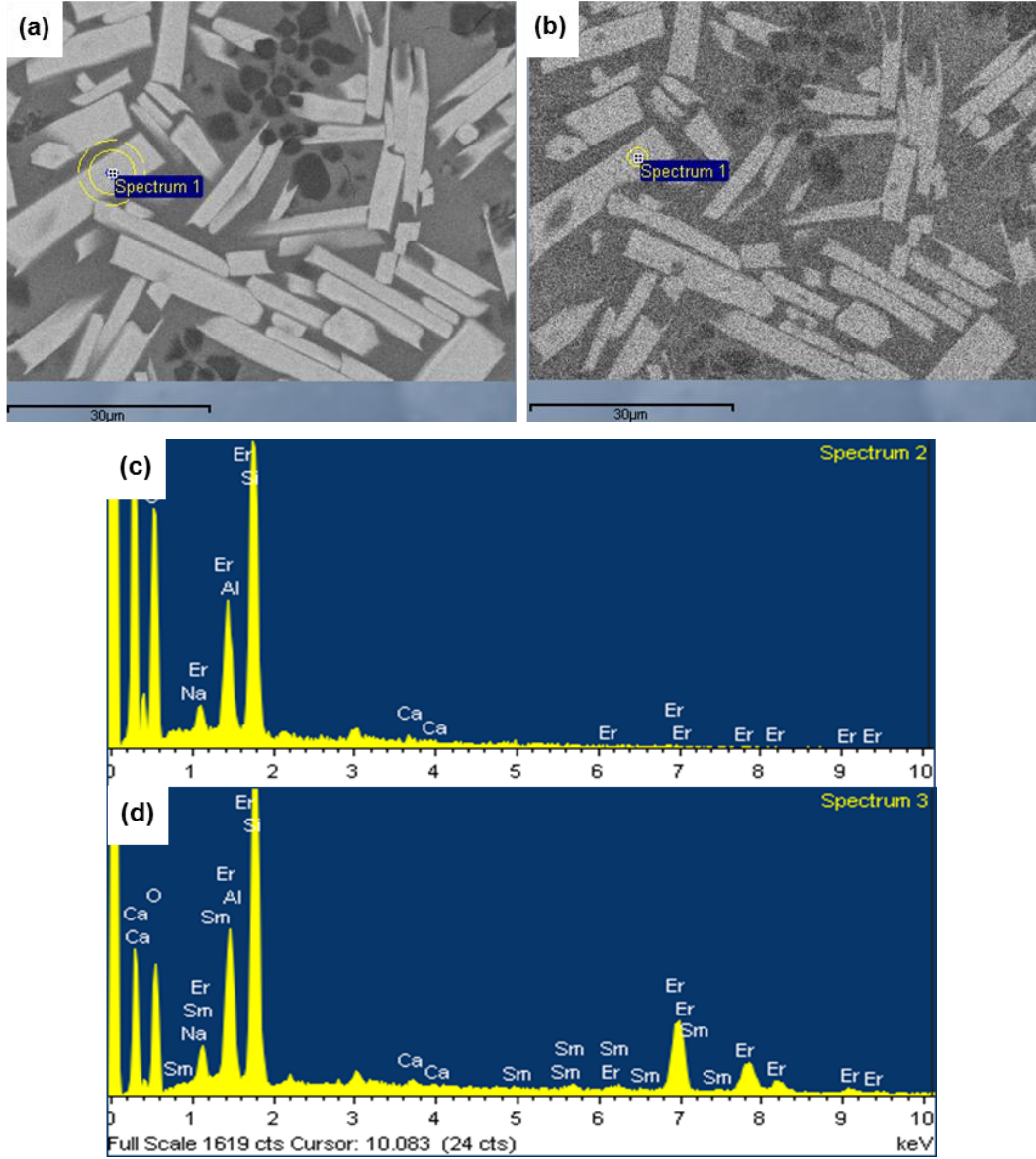
#### 4.2.1.9. Er içeren sürünmüş numunelerin yüzeyden ve kesitten kimyasal analizleri

Sürünmüş numuneler kaplama yapılmaksızın yüzeyden SEM ile geri yansıyan elektron metodu ile incelenmiştir. Şekil 4.72-76’da görüleceği üzere üç farklı faz kolayca tespit edilmiştir; (i) beyaz renkli kristalin faz, (ii) siyaha yakın koyu gri kristalin silika fazı ve (iii) açık gri amorf faz. Bu fazların içeriklerinin belirlenmesi için farklı fazlarda kimyasal EDX analizi yapılmıştır. Elde edilen elementel analiz sonuçları ile oksit tabakasından yapılan XRD analizleri birleştirilerek yüzeyde hangi fazların oluştuğu belirlenmeye çalışılmıştır. SEM’de kimyasal analizlerde en büyük problem olan etkileşim hacminin etkisini azaltmak için görüntülerin alındığı 20 kV ile birlikte 10 kV’da EDX analizleri yapılmıştır.

Şekillerde kesikli beyaz çizgi ile gösterilen daireler etkileşim hacmini iki boyutta göstermektedir. Şekillerden görüleceği üzere hızlandırma voltajının 20 kV’dan 10 kV’ya düşürülmesi ile etkileşim hacmini azaltmakta ve yandaki veya

alttaki fazdan gelen kimyasal bilgiler en aza indirgendiği için daha güvenilir sonuçlar elde edilmektedir.

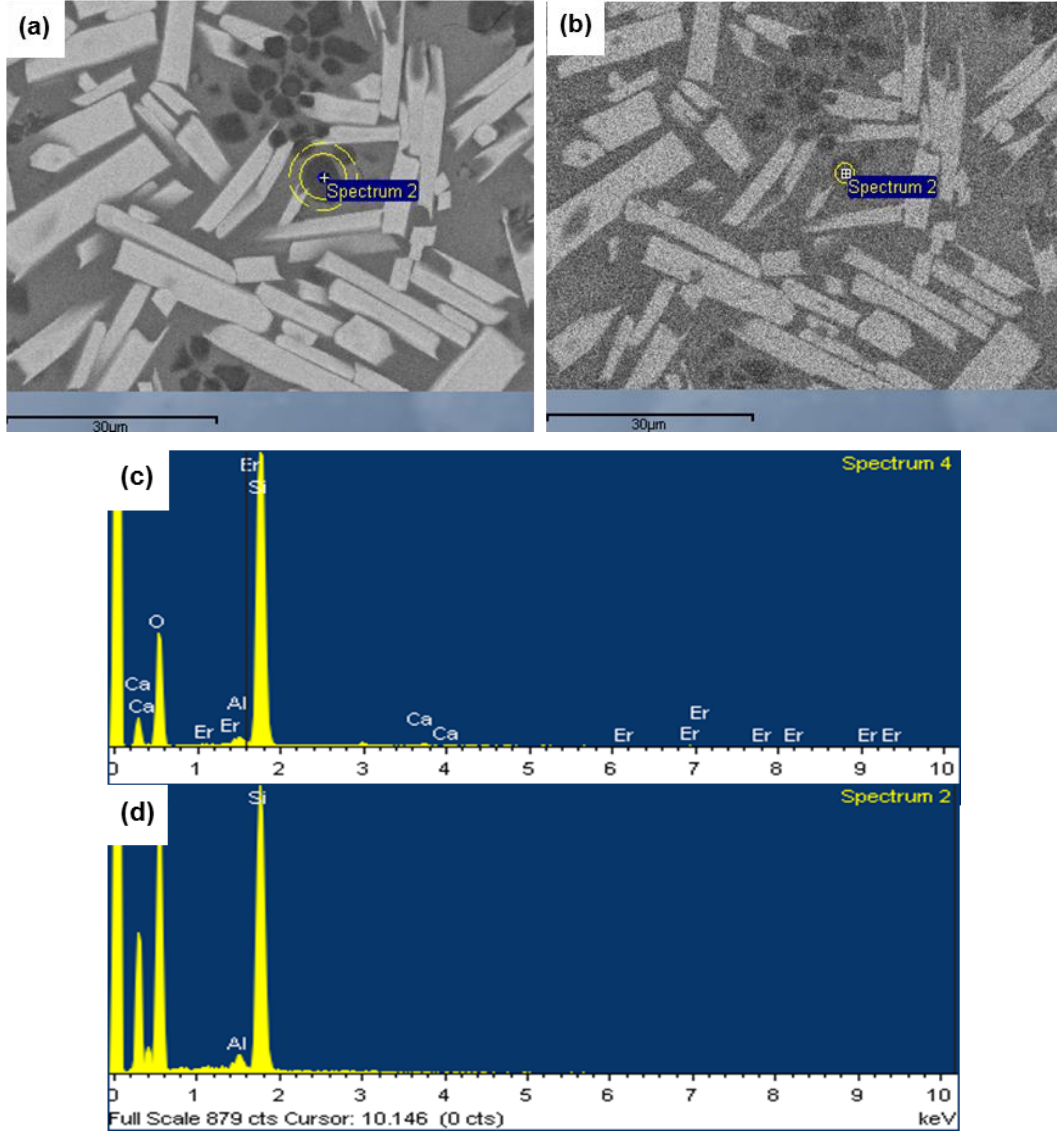
Fakat bunun bir dezavantajı olarak görüldüğü üzere görüntülerin kalitesi düşmüştür. Yapılan analizler sonucunda Er katkılı numunede beyaz gözükten kısımlarda Er miktarının koyu renkli kısımlara göre oldukça fazla olduğu gözükmektedir. Koyu renkli kısımlarda ise Si miktarının arttığı görülmektedir. Şekil 4.32 (d)'den görüleceği üzere 10kV'da çevreden gelen sinyaller azalmıştır. Ancak, halen daha XRD analizlerine göre SiO<sub>2</sub> olduğu düşünülen c ve d noktalarında 10 kV ile analiz edildiğinde Er ve Al miktarının azalması beklenirken artış göstermiştir. Bunun sebebi büyük bir ihtimalle SiO<sub>2</sub> tanelerinin yüzeyinin ince bir camsı faz ile kaplanmış olması olabilir. Çünkü hızlandırma voltajının azalması ile etkileşim hacminin azalmasına rağmen toplam hacimde yüzeydeki camsı fazın oranı artmıştır.



Şekil 4.72 Er katkılı numuneye ait a) 20 kV'da ve b) 10 kV'da alınmış geri yansıyan elektron görüntüleri,  $\text{Er}_2\text{Si}_2\text{O}_7$  olduğu düşünülen kristale c) 20kV'da ve d) 10 kV'da yapılmış EDX nokta analizleri

Çizelge 4.19 Er katkılı numuneye Şekil 4.72'de yapılan EDX analizinin nicel sonuçları

Element	Al	Si	Er	Sm	O	Ca	Olası faz
Atomik % (20 kV)	2.40	18.84	11,15	0,56	66.74	0.17	$\text{Er}_2\text{Si}_2\text{O}_7$
Atomik % (10 kV)	1.49	29.85	10.75	1.04	56.07	0.39	

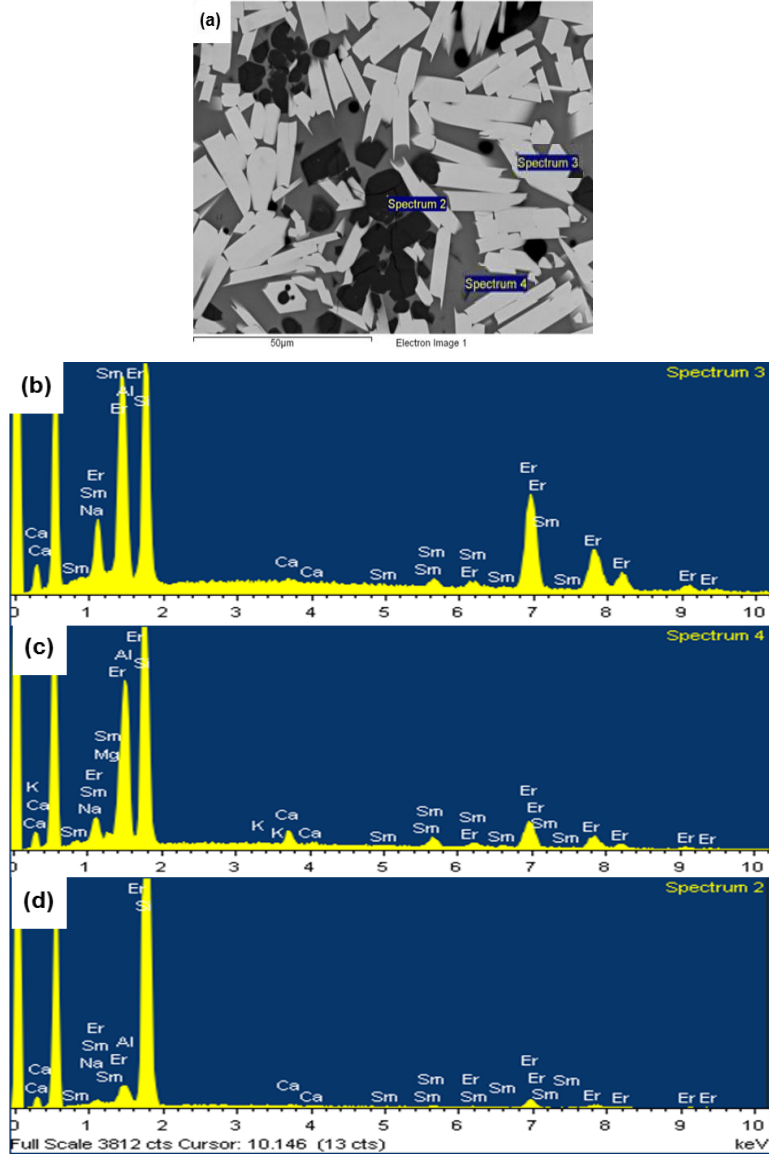


Şekil 4.73 Er katkılı numuneye ait a) 20 kV'da ve b) 10 kV'da alınmış geri yansıyan elektron görüntüleri, kristobalıt olduğu düşünülen kristale c) 20kV'da ve d) 10 kV'da yapılmış EDX nokta analizleri

Çizelge 4.20 Er katkılı numuneye Şekil 4.73'de yapılan EDX analizinin nicel sonuçları

Element	Al	Si	Er	Sm	O	Ca	Olası Faz
Atomik % (20 kV)	0.37	32.02	0.24	-	67.18	0.20	Kristobalıt
Atomik % (10 kV)	0.76	32.86	-	-	66.38	-	

Sonuç olarak hızlandırma voltajının azaltılması belki alttan ve yandan gelen ve gerçeği yansıtmayan sinyal miktarını azaltırken yüzeyde bulunan ancak BSE görüntüsünde görülmeyen ince camsı fazdan gelen sinyal miktarını artırmıştır. Bu nedenle daha sağlıklı analizler için farklı bir taneden ve/veya kesitten analiz yapmak daha uygundur. Ayrıca Al ve Er piklerinin çakışması nedeniyle WDX ile analiz yapılması gerekmektedir. Şekil 4.74’de farklı bir bölgeden yapılan EDX analizleri verilmiştir. Bu analizlerde  $\text{SiO}_2$  olarak beklenen siyaha yakın tanede yapılan EDX analizinde Si ve O’nun yanında Er, Al, Sm ve Ca’dan da sinyal gelmektedir. Literatürden bilindiği kadarı ile  $\text{SiO}_2$  latisine başka bir atom girmemektedir. Bu nedenle, bu elementleri çıkardığımızda %31 Si varken % 66,7  $\text{O}_2$  mevcuttur. Normalde %66,7  $\text{O}_2$  ve %33,33 Si olması gerekir. Ölçümde O’nun fazla olduğu görülmektedir. Bunun da sebebi hafif elementlerin etkileşim hacminin aynı hızlandırma voltajında ağır elementlere göre daha büyük olmasıdır.



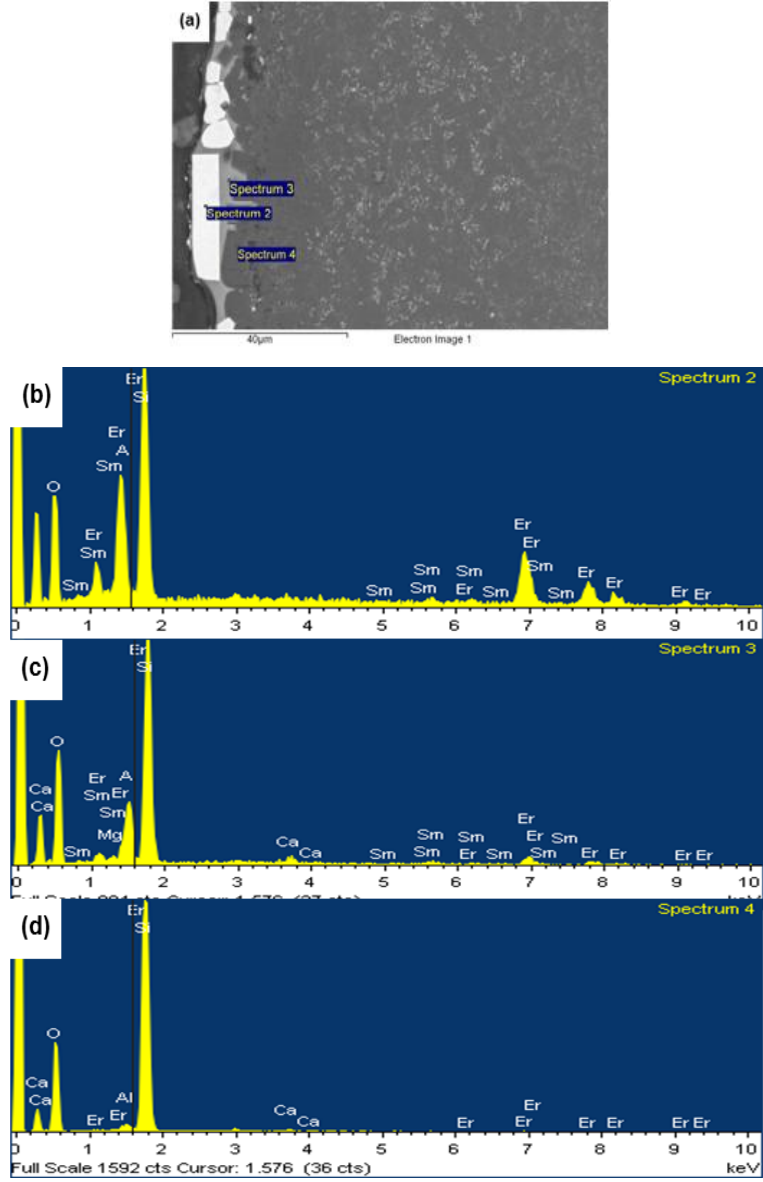
Şekil 4.74 1400°C sıcaklık ve 72 saat süre boyunca sürünme testine tabi tutulmuş Er katkılı SiAlON seramiğinin oksit yüzeyinden alınmış (a) geri yansıyan elektron, (b) 3, (c) 4, (d) 2 bölgelerine ait SEM-EDX analizleri.

Çizelge 4.21 Er katkılı SiAlON seramiğine Şekil 4.74’de oksit yüzeyine yapılan EDX analizinin nicel sonuçları

Element	O	Al	Si	Ca	Sm	Er
<b>Spectrum 3</b>	66.63	2.83	18.45	0,19	0,55	11.35
<b>Spectrum 4</b>	67,42	9.03	18,46	0,8	0,63	3.17
<b>Spectrum 2</b>	63.59	0.5	29.29	0.09	0,14	1.19

3. bölge olarak adlandırılan çubuksu açık renkli tanede Er, Si, O, Sm elementlerinin varlığı ve atomca % miktarları bu fazın erbiyum silikat ( $\text{Er}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ ) olduğunu göstermektedir. Diğer elementlerin miktarları yok sayıldığında çubuksu açık renkli tanede Er, Si, ve O elementlerinin miktarları formülasyon hesaplamalarıyla uyumludur. Samaryum elementinin atomik çapı Er'den büyük olduğu için oksidasyon süresince oksit tabakasında oluşan dopant-silikat fazı içerisinde bulunmasına rağmen kafes bozulmasına uğrar ve XRD analizinde belirlenemez. Bu sonuçlar doğrultusunda çubuksu açık renkli fazın  $\text{Er}_2\text{Si}_2\text{O}_7$  olduğunu, 2. bölge olarak adlandırılan yuvarlak siyah renkli bölgede bulunan Si ve O elementlerinin atomca yüzdeleri fazın kristobalit olduğunu ve son olarak açık gri renkli olan 4. bölgede bulunan elementler ise fazın camsı faz olduğunu göstermektedir (Şekil 4.74). EDX spektrumlarında görülen Na ve Mg'nin başlangıç kompozisyonunda olmadığı bilindiğinden dolayı üretim sırasında fırın atmosferinden geldiği düşünülmektedir. Bu sebeple nicel sonuçlarda yok sayılmıştır. SiAlON seramiklerinde yüksek sıcaklıklarda oluşan oksidasyon tabakası ile ilgili daha ayrıntılı analizler diğer bir tez çalışmasında araştırılmıştır (Başkut 2013).

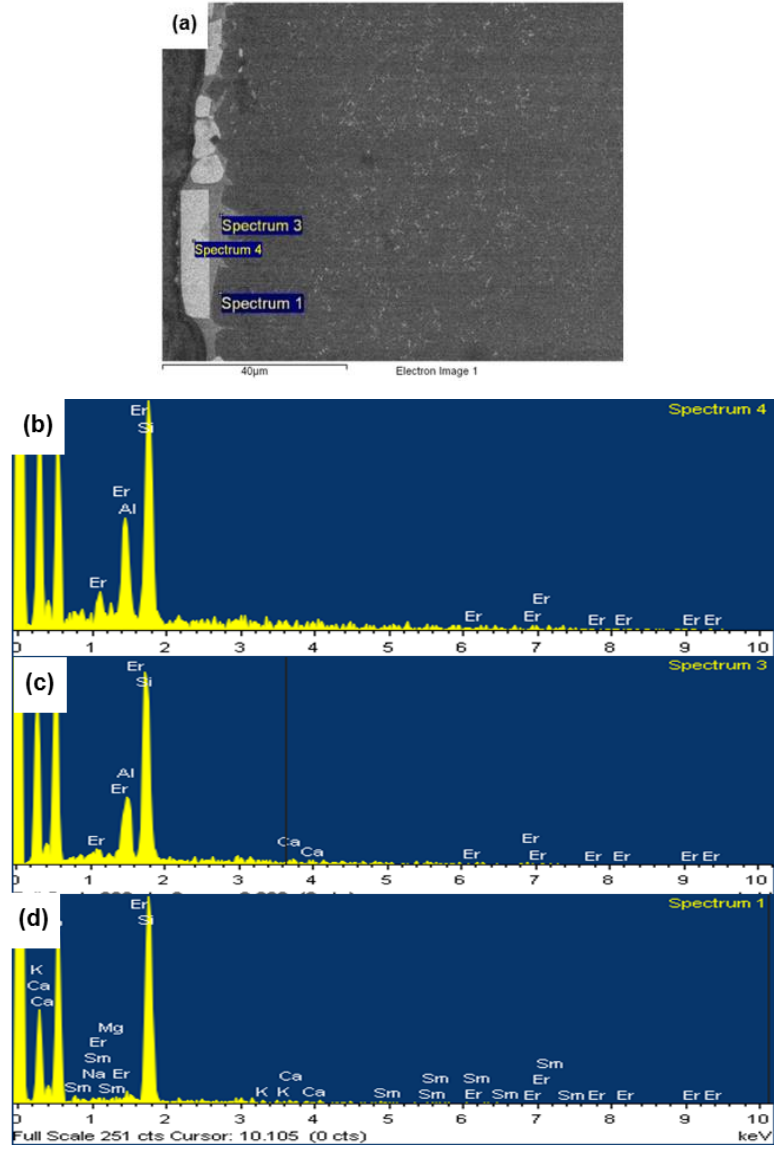
Sürünme sonrası numunelerde oluşan fazlara yüzeyden yapılan analizler sonrası kesitten de analizler yapılmıştır. XRD ile belirlenmiş ve benzer fazların varlığı yüzeyden yapılan SEM-EDX analizleri ile teyit edilmiştir. Ancak, bu fazların homojen dağılıp dağılmadığı ve oluşumlarının nerelerde başladığını belirlemek amacıyla kesitten parlatılan numuneler SEM-EDX ile incelenmiştir. Şekil 4.75 ve 4.76'da farklı hızlandırma voltajları için örnek birer çalışma verilmiştir.



Şekil 4.75 Er katkılı SiAlON seramiğinin kesitinden 20 kV’da alınmış (a) geri yansıyan elektron görüntüsü, (b) beyaz kristalden, (c) camsı faza ait, (d) kristobalite tanesine ait SEM-EDX analizleri

Çizelge 4.22 Er katkılı SiAlON seramiğinin ara kesitinde Şekil 4.75’de yapılan EDX analizinin nicel sonuçları

Element	O	Al	Si	Ca	Sm	Er	Olası Faz
Spectrum 2	66.46	1,05	18.45	0,19	0.55	13.32	Er <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>7</sub>
Spectrum 3	64.44	9.38	21.74	0,76	0.82	2.88	Camsı faz
Spectrum 4	67.18	0.37	32.01	0,20	-	0.24	Kristobalite



Şekil 4.76 Er katkılı SiAlON seramiğinin kesitinden 10 kV’da alınmış (a) geri yansıyan elektron görüntüsü, (b) beyaz kristalden, (c) camsı faza ait, (d) kristobalite tanesine ait SEM-EDX analizleri

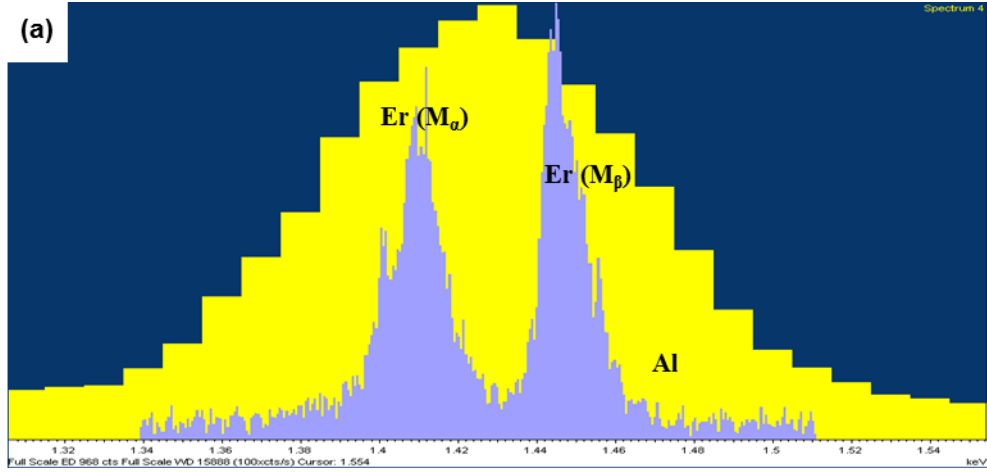
Çizelge 4.23 Er katkılı SiAlON seramiğinin ara kesitinde Şekil 4.76’da yapılan EDX analizinin nicel sonuçları

Element	O	Al	Si	Ca	Sm	Er	Olası Faz
Spectrum 4	57.36	1.10	29.81	-	-	11.74	Er <sub>2</sub> Si <sub>2</sub> O <sub>7</sub>
Spectrum 3	62.24	7.38	26.82	0,65	0.82	2.90	Camsı faz
Spectrum 1	65.81	1.09	33.10	-	-	-	Kristobalite

#### 4.2.1.10. Er içeren numunelerde WDX kimyasal analiz sonuçları

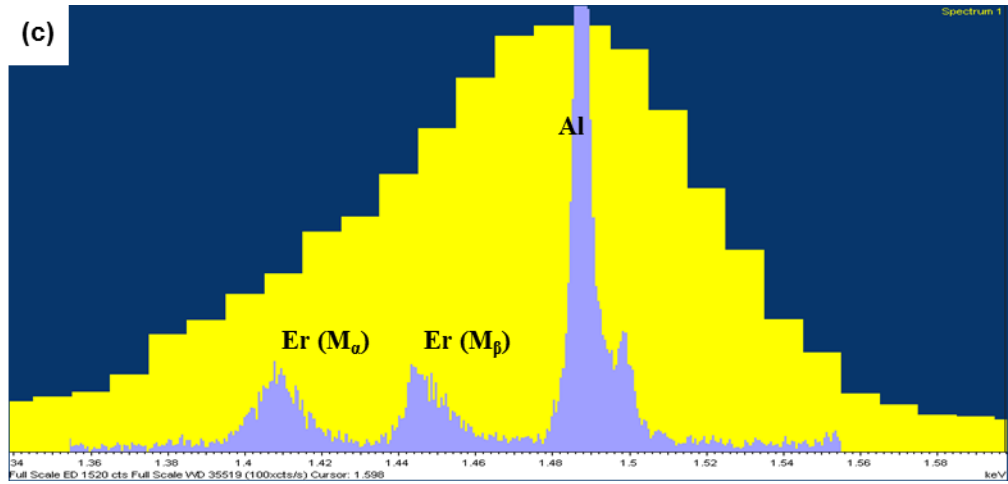
XRD analizleri sonucu oksidasyon tabakasında  $Er_2Si_2O_7$  olduğu düşünülen taneye yapılan EDX analizleri sonuçlarında bu tanelerin Al da içerdiği belirlenmiştir. Ancak, Al- $K_\alpha$  piki ile Er  $M_\beta$  piki EDX'in ayırma gücünün kötü olması nedeniyle çakışmaktadır. Bu nedenle Al'nin var olup olmadığını anlamak için ve daha iyi nicel analiz yapabilmek için EDX-WDX analizi birleşik kullanılmıştır. Bunun sonucunda çakışan pikte Er elementinin  $M_\alpha$  ve  $M_\beta$  pikleri bulunurken Al- $K_\alpha$  pikinin bulunmadığı görülmüştür (Şekil 4.77 (a)). Bu durumdan emin olabilmek için bir de  $Er_2Si_2O_7$  tanesine WDX ile nicel analiz yapılmıştır. Yapılan nicel analize göre tanede atomca %15,208 Er, %18,497 Si ve % 66,295 O olduğu belirlenirken Al miktarı %0 çıkmıştır.

Aynı durum camsı faz için de geçerlidir. Camsı faza ait olup 1,34 - 1,54 keV aralığında sarı renge sahip pik WDX ile taranıp mor olarak verildiğinde Er piklerinin yanı sıra Al pikinin de varlığı belirlenmiştir. Buradan hareketle WDX tekniğinin daha duyarlı bir teknik olduğunu söyleyebiliriz (Şekil 4.77 (b)).



(b)

Element	Er	Si	O	Al
Atomca (%)	15.208	18.497	66.295	-

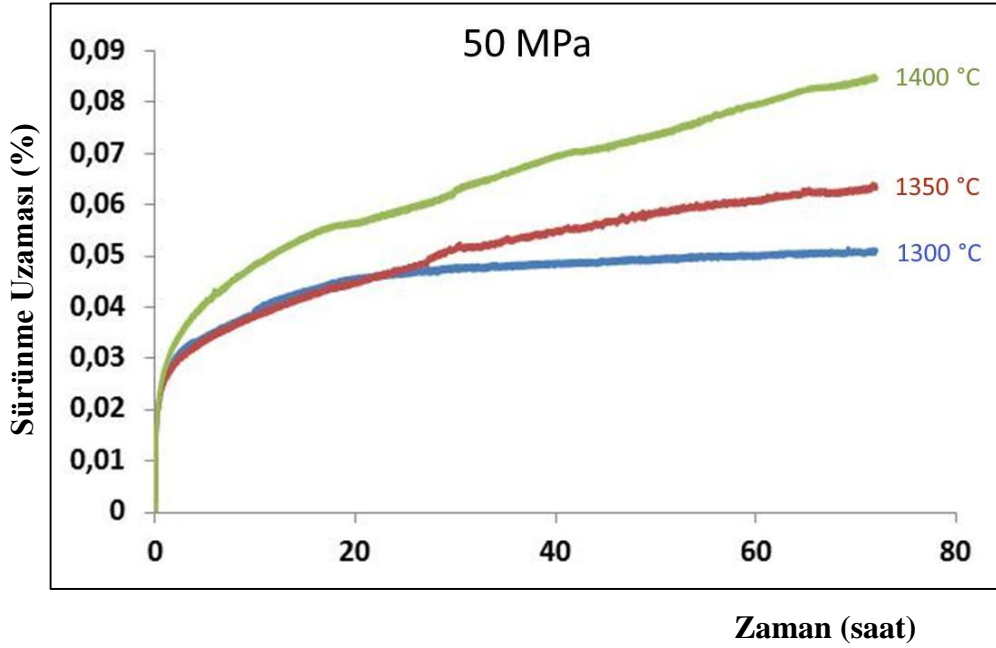


Şekil 4.77 Er katkılı SiAlON seramiğinin oksit tabakasındaki taneye yapılan (a) Al ve Er, (b)  $Er_2Si_2O_7$  fazına yapılan WDX nicel analiz sonuçları , (c) camsı faza yapılan EDX analizi ile elde edilen spektrumda çakışan Al ve Er piklerinin WDX tekniği ile ayrıştırılması

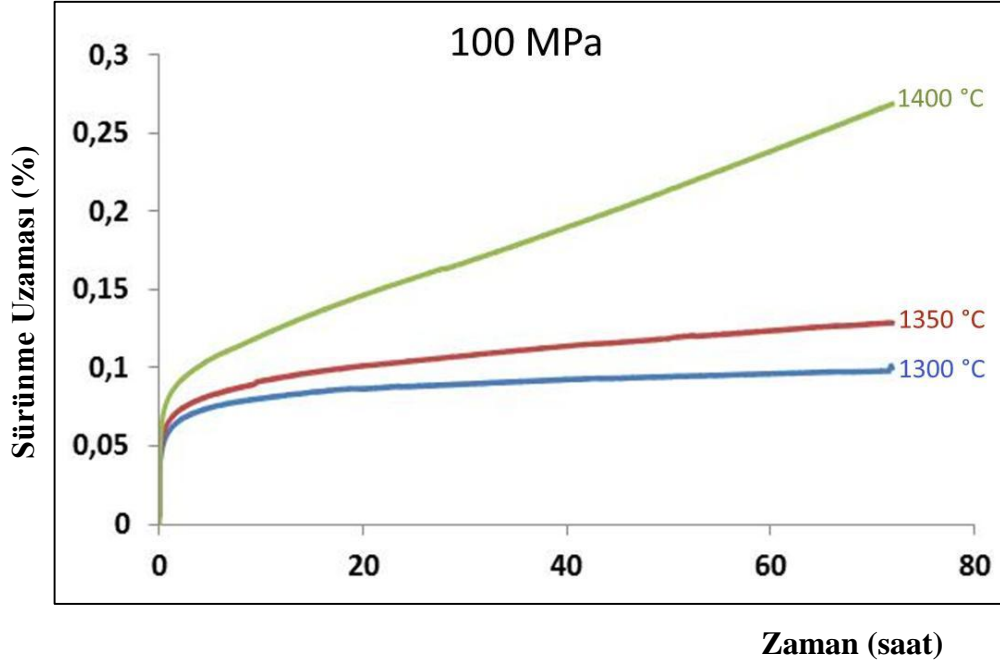
#### 4.2.1.11. Er içeren numunelerde sürünme mekanizmasının belirlenmesi

##### Er içeren numunelerin farklı koşullarda sürünme davranışı

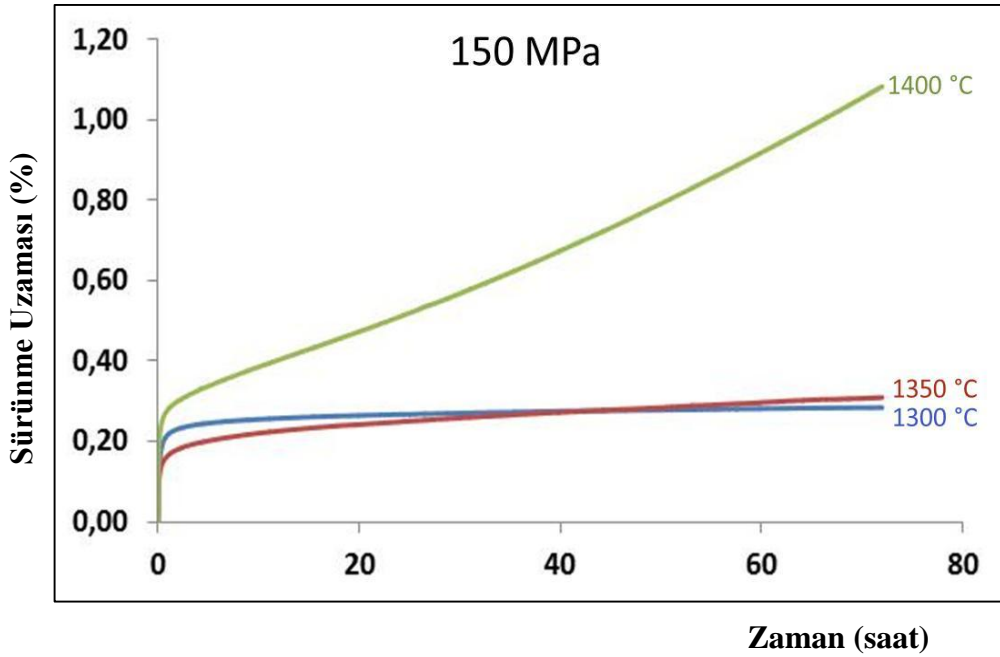
Farklı sürünme koşullarının (yük ve sıcaklık) Er-SiAlON malzemelerinin sürünme davranışlarına olan etkisi, en iyi sürünme davranışı gösteren 4 saat sinterlenip 1700°C'da 6 saat ısıl işlem görmüş numunelere, farklı sürünme deney şartları (hava ortamında, 1300°C, 1350°C, 1400°C sıcaklık, 50, 100, 150 MPa eğilme gerilmesi ve 72 saat süre) altında belirlenmeye çalışılmıştır. Er SiAlON için farklı yük ve farklı sıcaklık sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri Şekil 4.78-4.84 arasında verilmiştir. Yapılan sürünme testleri ile ilgili bilgiler ise Çizelge 4.24'de verilmiştir.



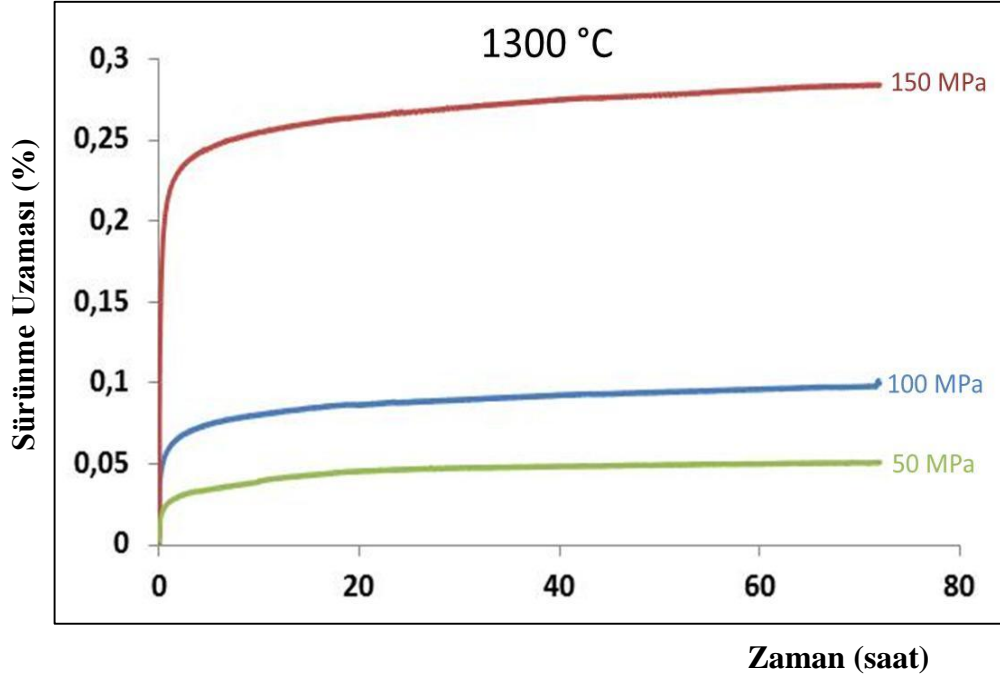
Şekil 4.78 Er-SiAlON seramiğinin 50 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1300°C, 1350°C, 1400°C'da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri



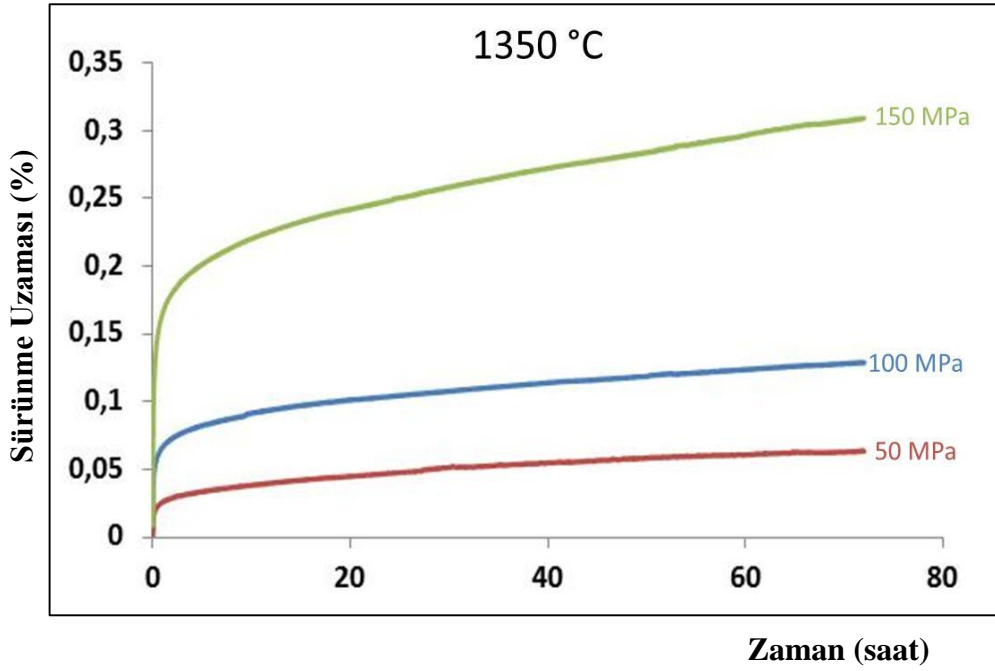
Şekil 4.79 Er-SiAlON seramiğinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1300°C, 1350°C, 1400°C'da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri



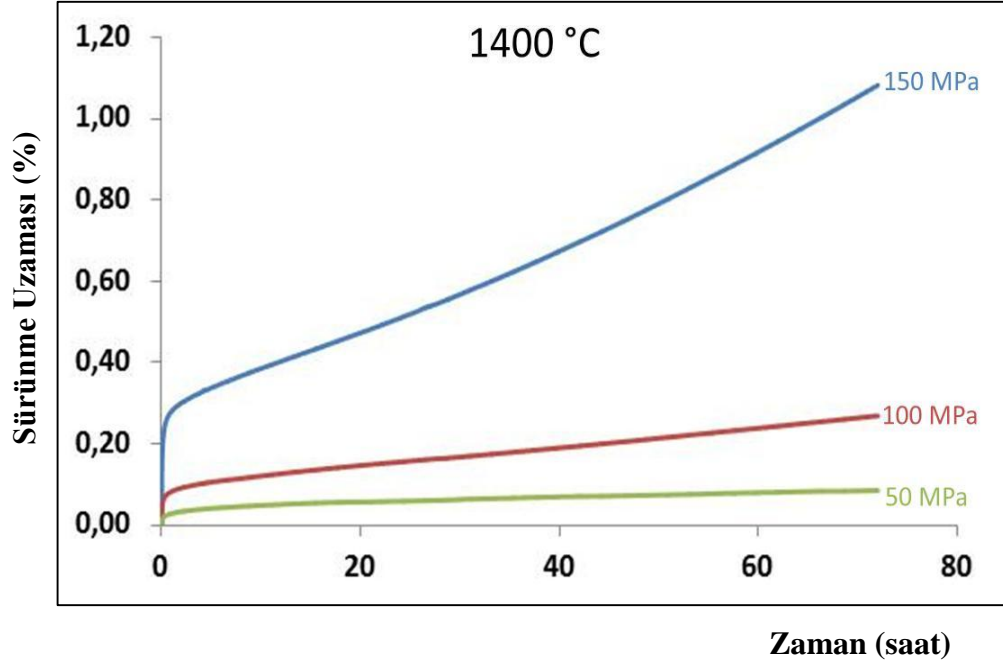
Şekil 4.80 Er-SiAlON seramiğinin 150 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1400°C, 1350°C, 1300°C'da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri



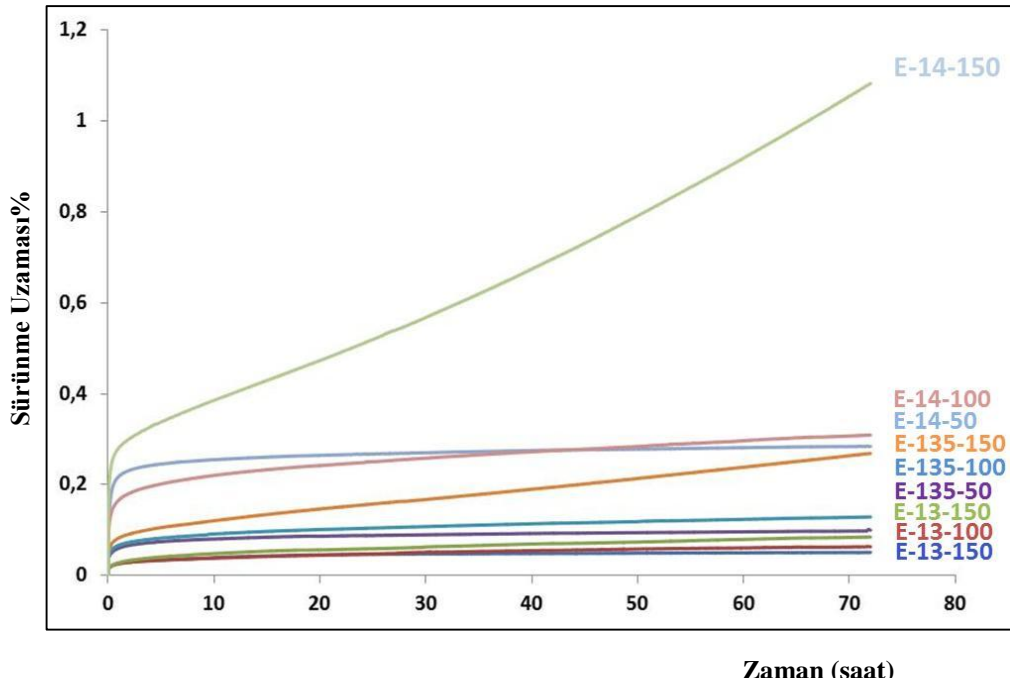
Şekil 4.81 Er-SiAlON seramiğinin 1300°C sabit sıcaklık altında 50, 100, 150 MPa’da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri



Şekil 4.82 Er-SiAlON seramiğinin 1350°C sabit sıcaklık altında 50, 100, 150 MPa’da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri



Şekil 4.83 Er-SiAlON seramiğinin 1400°C sabit sıcaklık altında 50, 100, 150 MPa'da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri



Şekil 4.84 Er-SiAlON seramiğinin 1300°C, 1350°C, 1400°C sıcaklıklar altında 50, 100, 150 MPa'da yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri

Çizelge 4.24 Er-SiAlOn seramiğin farklı sürünme testlerindeki 72. saat sonundaki eğilme sürünme deformasyonları ve minimum sürünme hızı değerleri

Test No	E-13-50	E-13-100	E-13-150	E-135-50	E-135-100	E-135-150	E-14-50	E-14-100	E-14-150
<b>Yük (MPa)</b>	50	100	150	50	100	150	50	100	150
<b>Test Sıcaklığı (°C)</b>	1300			1350			1400		
<b>Isıl işlem</b>	1700 °C+6s								
<b>72. Saat Sonundaki Eğilme Sürünme Uzaması (%)</b>	0,05	0,09	0,28	0,06	0,12	0,3	0,08	0,26	1,08
<b>Minimum Sürünme Hızı (s<sup>-1</sup>) x 10<sup>-8</sup></b>	0,005	0,013	0,013	0,006	0,019	0,141	0,012	0,51	2,309

### Er içeren numunelerde sürünme test sonuçlarının analizi

SiAlON seramiklerinde taneler arasında ve birleşim noktalarında amorf fazın varlığı maruz kalınan sıcaklığın artması ile amorf fazın ısıl ve kimyasal dayanımının azalması ile beraber malzemenin sürünme özelliklerinin önemli ölçüde zarar görmesine yol açmaktadır. Tane sınırında amorf fazın varlığı meydana gelen sürünme deformasyonunu viskoz akış, tane sınır kayması, çözünme-çökme ve kavite mekanizmaları ile etkilemektedir. Sürünme deformasyonu yüksek sıcaklıklarda yük etkisi altında meydana geldiğinden amorf fazın yüksek sıcaklıklarda yumuşaması ile maruz kalınan yükün etkisi altında viskoz akış, tane sınır kayması, çözünme-çökme ve kavite mekanizmaları aktif hale gelerek malzemenin sürünmesine yol açmaktadırlar. Maruz kalınan sıcaklık, gerilme büyüklüklerinin yanı sıra zaman parametresine bağlı olarak bu mekanizmalar birbiri ile etkileşimli olarak aynı zamanda meydana gelebileceği gibi, bu mekanizmalardan biri baskın hale gelerek sürünme deformasyonunun kaynağını oluşturabilirler (Hampshire 2007; Jack 1976; Ziegler 1989; Ekström ve Nygren 1992; Ekström, 1991; Lewis ve Dobedoe 2002; Lofaj ve Wiederhorn 2009).

Sürünme deformasyonunun hava ortamında meydana gelmesi durumunda oluşan oksidasyon süresi, sıcaklıkla beraber meydana gelen faz değişimleri ve kristalizasyon etkileri sürünme sürecini daha da karmaşıklaştırarak sürünme sürecini farklı şekilde etkileyebilmektedir (Lofaj ve Wiederhorn 2009).

Sürünme deformasyonuna yol açan mekanizmalar sürünme testlerinden elde edilen minimum sürünme hızı verilerinin analiz edilmesi ile belirlenen  $n$ , gerilme katsayısı ve  $Q$ , aktivasyon enerjisi parametrelerinin aldığı değerlere göre tanımlanabilmektedir.

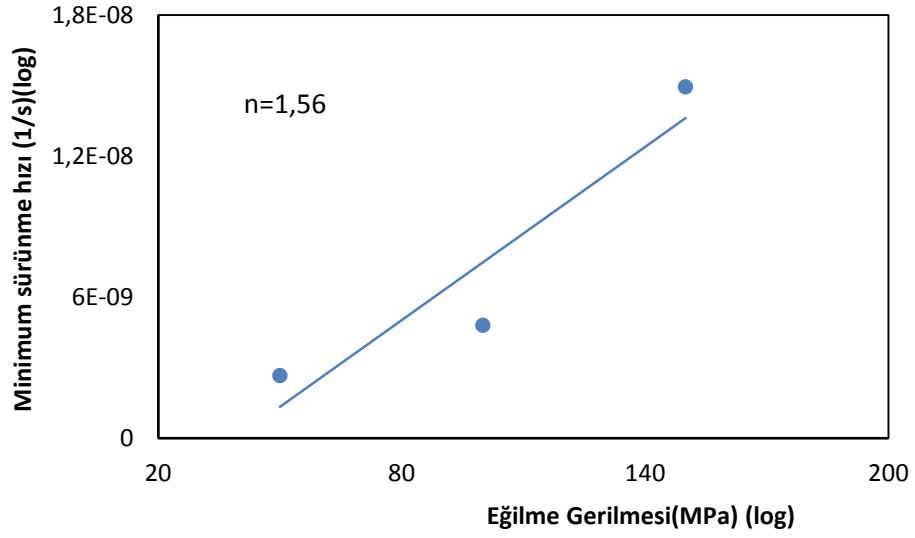
SiAlON malzemelerin sürünme davranışını tanımlamak için yaygın olarak kullanılan bir yaklaşım olan sabit sıcaklık ve sabit gerilme altında yapılan bir sürünme testinde kararlı sürünme bölgesinde elde edilen minimum sürünme hızı ( $de/dt$ ), Norton-Arrhenius eşitliği (Denklem 4.1) olarak da bilinen güç kanunu sürünme test veri analizinde kullanılmıştır.

Bu çalışmada, 1700°C' de, 6 saat ısıtma işlemi görmüş, Er-SiAlON malzemenin, sürünme deformasyonunun gerilme parametresine bağımlılığı 1300, 1350, 1400 °C sıcaklıklarda, 50, 100, 150 MPa eğilme gerilme koşullarında yapılan sürünme testleri ile test edilmiştir. Er-SiAlON malzemenin bu test koşullarında kararlı sürünme bölgesi için, 1300 ve 1350 °C sıcaklıklarda  $n$  değeri 1,56 ve 1,46 bulunmuştur (Şekil 4.85 ve 4.86). Birincil sürünme mekanizması olarak tane sınır kayması ve viskoz akış olduğu düşünülmektedir.

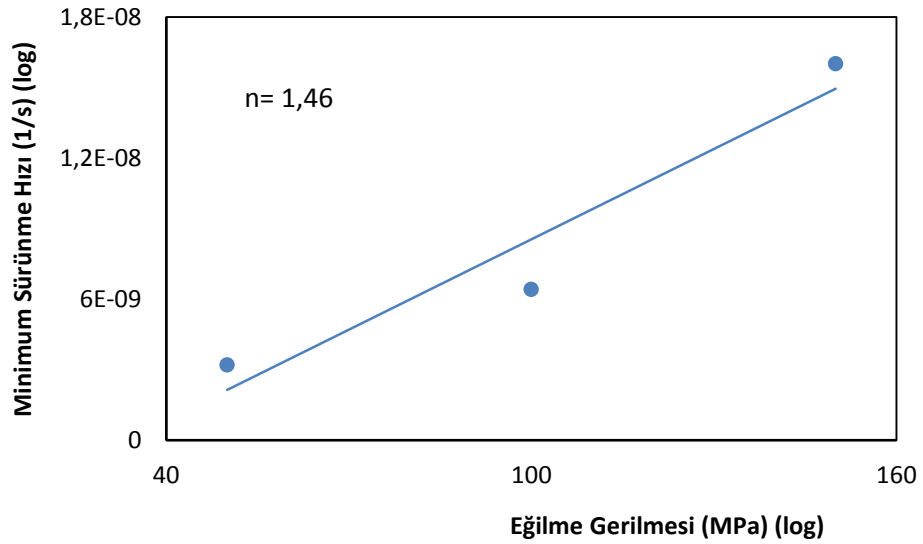
Er-SiAlON malzemenin aynı şartlar altında, 1400°C'de,  $n$  değeri 2,36 bulunmuştur (Şekil 4.87) ve birincil sürünme mekanizması olarak ise tane sınır kayması ve kavite mekanizmasının sürünmeye neden olduğu düşünülmektedir. Er-SiAlON malzemeleri için bulunan gerilme katsayı değerleri çözünme-çökme ve yayılma mekanizmaları için geçerli olan 1 ve 1'den küçük değerlerde değildir.

Belirlenen diğer bir sürünme parametresi olan aktivasyon enerjisi, 50, 100 ve 150 MPa eğilme gerilme koşullarında, 1300, 1350, 1400°C sıcaklık koşulları altında yapılan sürünme test verilerinin analiz edilmesi ile 376, 351 ve 568 kJ/mol olarak bulunmuştur (Şekil 4.88, 4.89 ve 4.90). Sürünme aktivasyon enerjisi parametresinin Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> esaslı seramiklerin sürünme deformasyon mekanizmalarının belirlenmesinde kullanılan gerilme katsayısı gibi temel bir parametre olmadığı

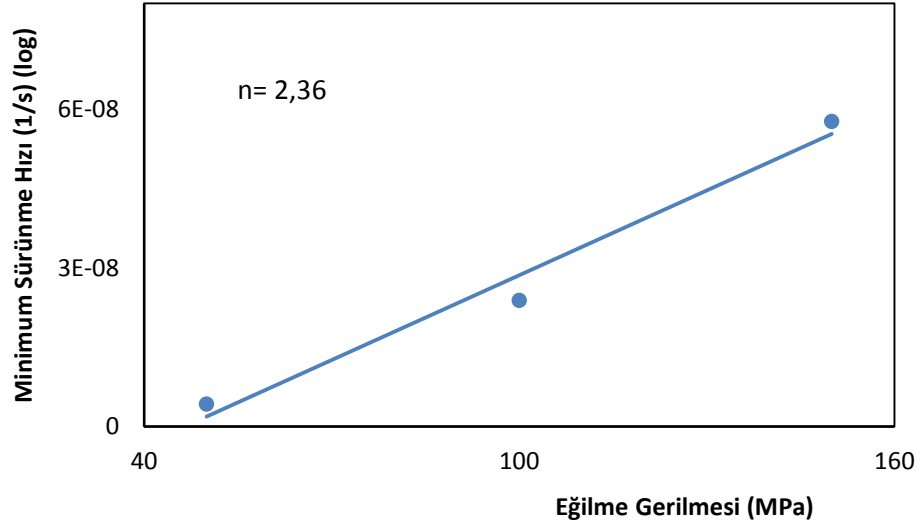
fakat benzer gerilme katsayılarına sahip malzemelerin karşılaştırılması durumunda sürünme mekanizmaları ile ilgili bilgiler verdiği ifade edilmektedir (Lin ve ark. 2002).



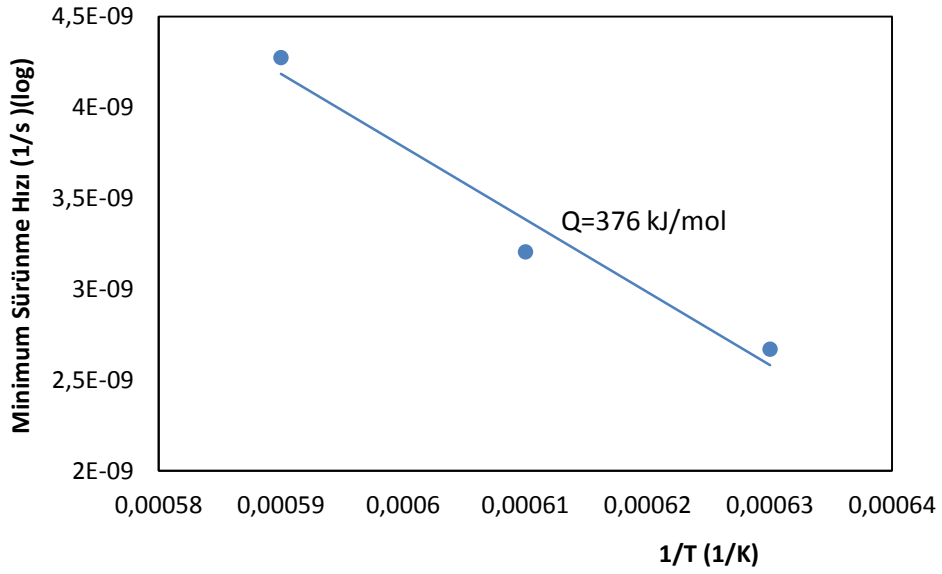
Şekil 4.85 1300°C' de Er-SiAlON seramiğinin sürünme gerilme katsayıları grafiği



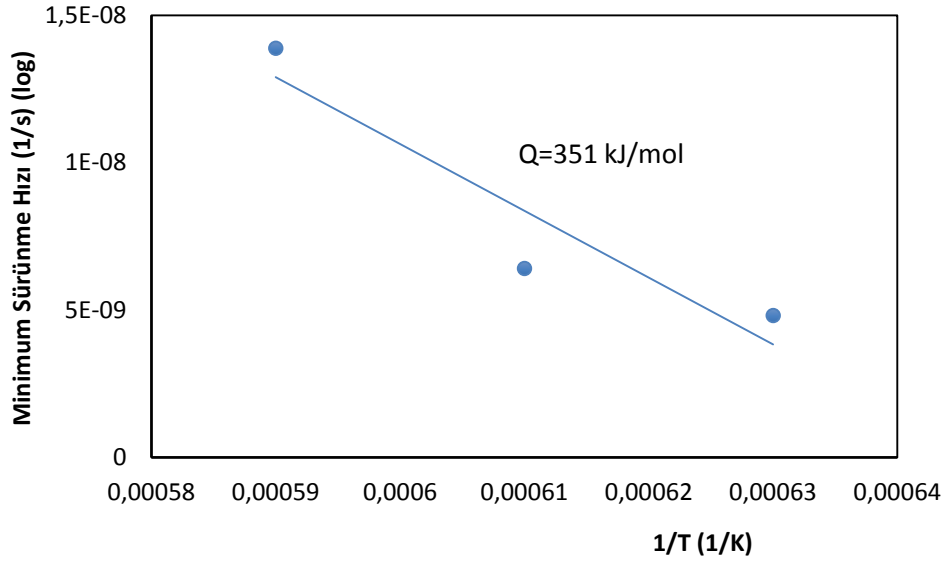
Şekil 4.86 1350°C' de Er-SiAlON seramiğinin sürünme gerilme katsayıları grafiği



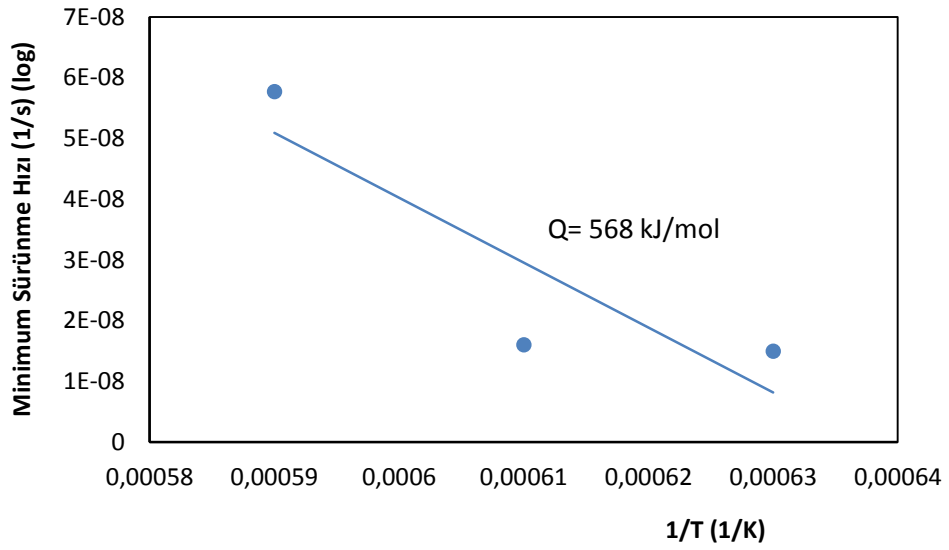
Şekil 4.87 1400°C’ de Er-SiAlON seramiğinin sürünme gerilme katsayıları grafiği



Şekil 4.88 50 MPa’ da Er-SiAlON seramiğinin eğilme sürünme aktivasyon enerjisi grafiği



Şekil 4.89 100 MPa' da Er-SiAlON seramiğinin eğilme sürünme aktivasyon enerjisi grafiği

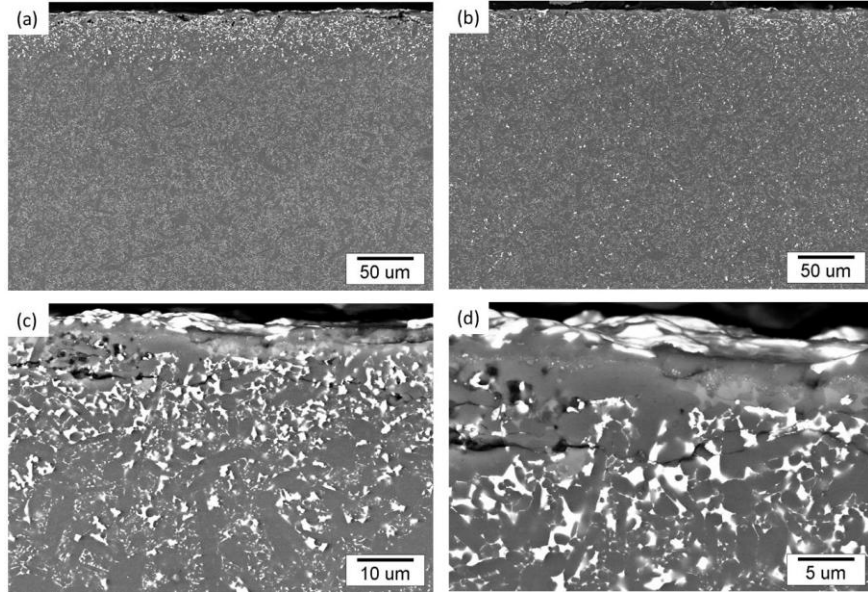


Şekil 4.90 150 MPa' da Er-SiAlON seramiğinin eğilme sürünme aktivasyon enerjisi grafiği

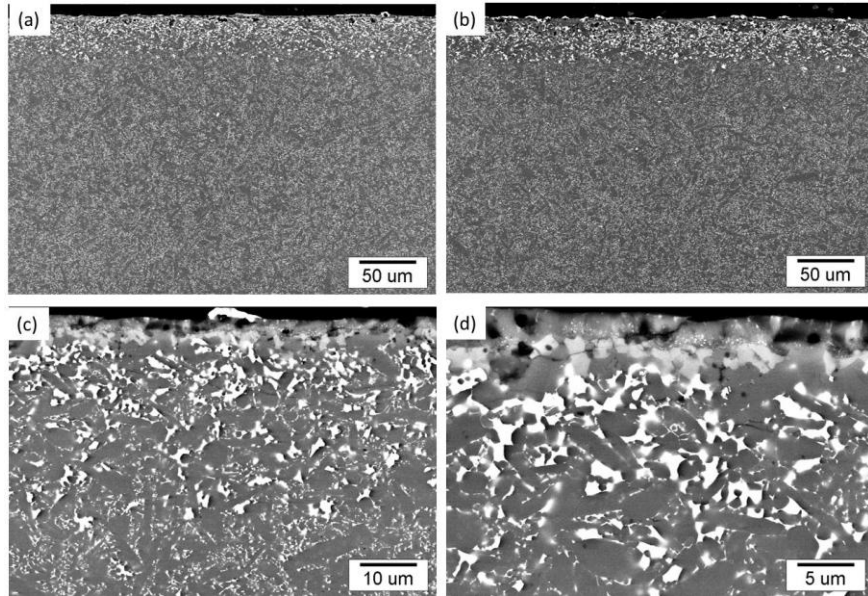
## **Er içeren numunelerde farklı sürünme koşullarının mikroyapıya etkisi**

Farklı sürünme (sıcaklık ve yük) koşullarının Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub> katkılı Er-SiAlON mikroyapısı üzerindeki etkileri SEM çalışmaları ile incelenmiştir. Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub> katkılı numunelere üç farklı yükte (50, 100 ve 150 MPa) ve sıcaklıkta (1300°C, 1350°C, 1400°C) sürünme deneyleri yapılmış ve bu numunelerin farklı noktalarından ve farklı büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri Şekil 4.91-4.99 arasında verilmiştir.

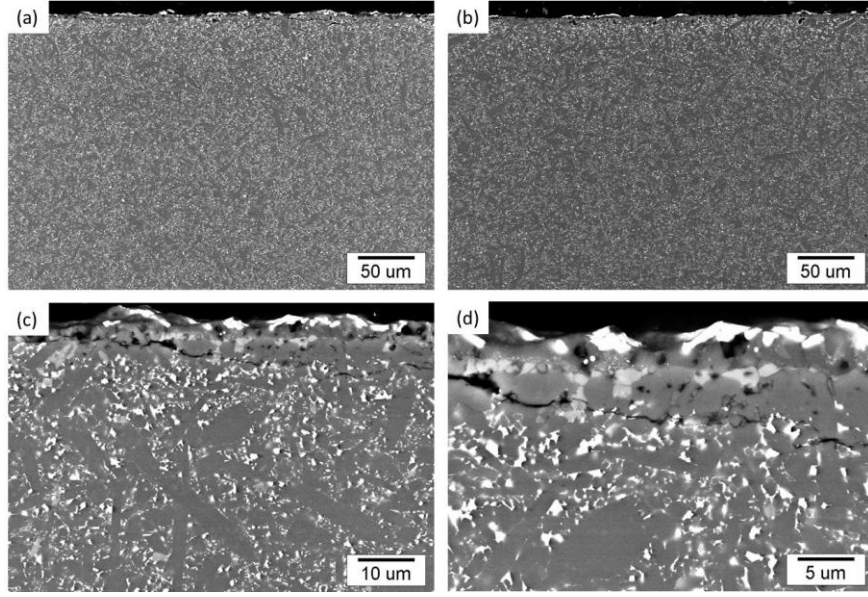
Deneylerin farklı sıcaklık ve farklı yük koşulları altında yapılması sonucu numunelerde bazı farklılar gözlemlenmektedir. Örneğin sıcaklığın 1300°C, 1350°C ve 1400°C’e çıkmasıyla birlikte numunelerin kenarlarında oluşan oksit tabakalarının kalınlıkları değişmekte ve sıcaklığın yükselmesiyle birlikte bu kalınlıkların arttığı gözlemlenmektedir. Ayrıca sıcaklığın ve yükün artmasıyla birlikte mikroyapılarda daha fazla çeşitliliğin olduğu gözlemlenmektedir. Buna örnek olarak sıcaklığın 1400°C’ye ve yükün 100MPa ve üzerine çıkmasıyla, sinterleme katkılarını içeren ve açık gri kristallerde oluşan bir beyaz tabaka hemen altında sürünme deneylerinin havada yapılması nedeniyle SiAlON’un oksitlenmesi sonucu oluşan SiO<sub>2</sub> kristallerinden oluşan bir tabaka bulunmaktadır. Bu tabakanın altında boşluklar oluşmuştur. Bu tabakayı izleyen bölgede sinterleme katkı oksitlerinin zenginleşip üçlü noktalarda büyüdüğü bir tabaka ve son olarak da sinterleme katkı malzemelerin azaldığı bir tabaka göze çarpmaktadır. Elde edilen mikroyapı görüntüleri beyaz renkli bir oksit tabakası ve oksit tabakadan etkilenen bir bölge ve son olarak da oksidasyondan etkilenmeyen bir geçiş bölgesi bulunması itibarı ile SEM geri yansıyan elektron mikroyapı görüntüleri ile görülmektedir.



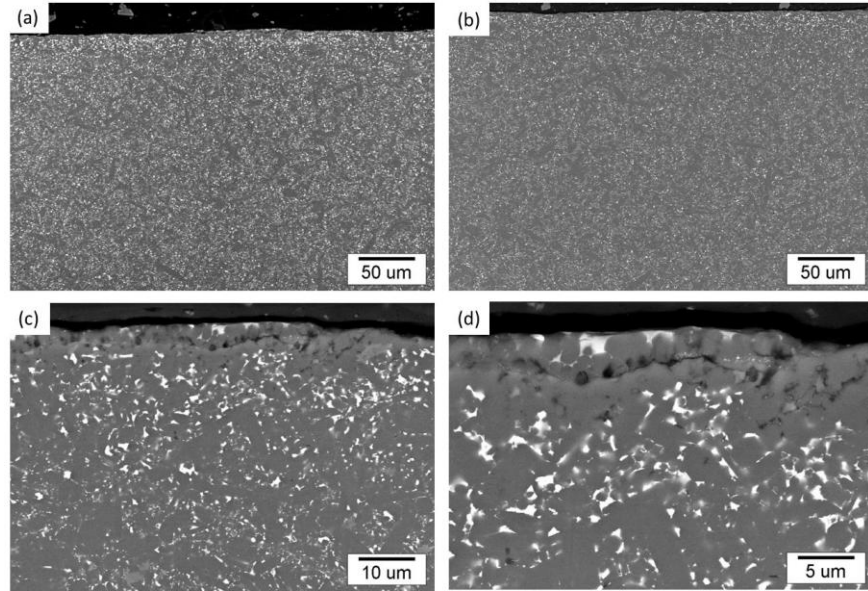
Şekil 4.91 E-13-50 kodlu sürünmüş numunenin (a), çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (b), basma gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (c) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 5000X (d) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 10000X büyütme SEM’ de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



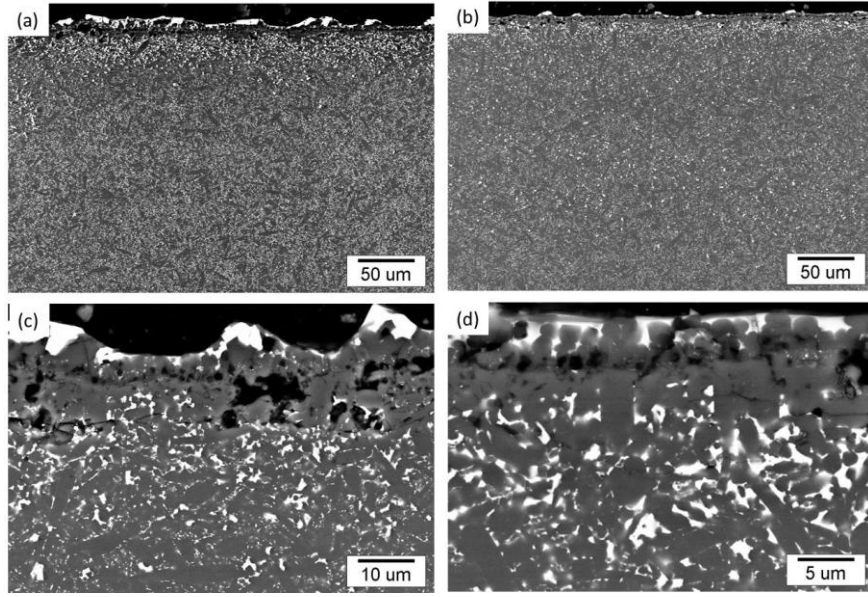
Şekil 4.92 E-13-100 kodlu sürünmüş numunenin (a), çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (b), basma gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (c) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 5000X (d) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 10000X büyütme SEM’ de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



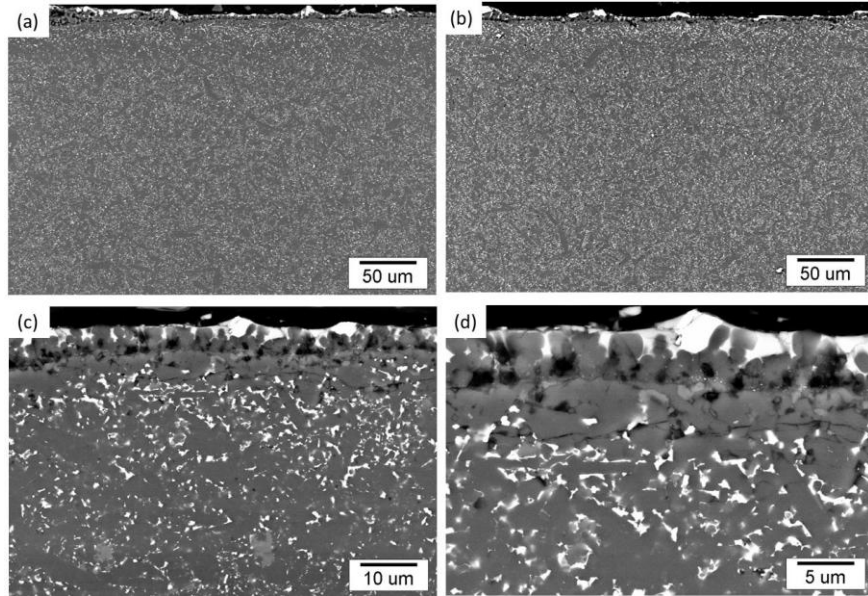
Şekil 4.93 E-13-150 kodlu sürünmüş numunenin (a), çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (b), basma gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (c) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 5000X (d) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 10000X büyütme SEM’ de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



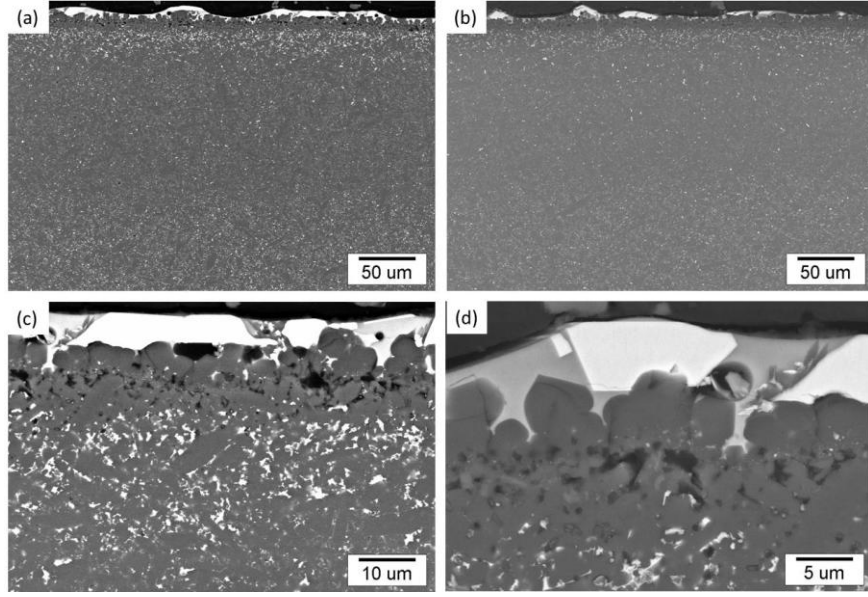
Şekil 4.94 E-135-50 kodlu sürünmüş numunenin (a), çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (b), basma gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (c) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 5000X (d) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 10000X büyütme SEM’ de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



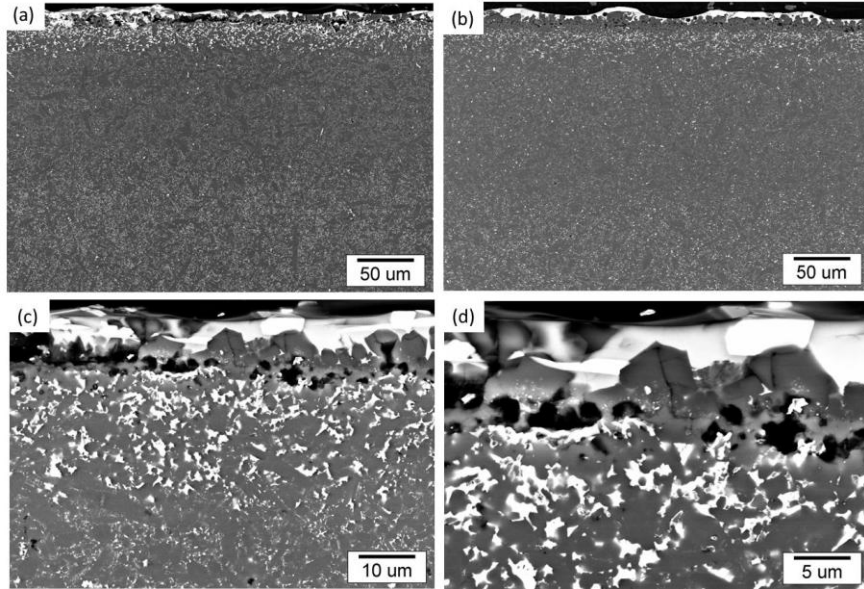
Şekil 4.95 E-135-100 kodlu sürünmüş numunenin (a), çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (b), basma gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (c) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 5000X (d) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 10000X büyütmelede SEM’ de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



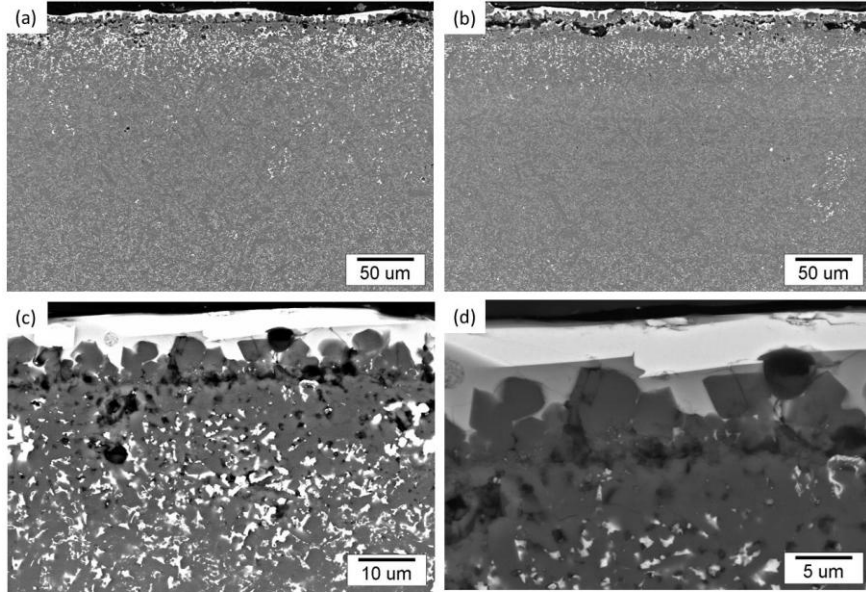
Şekil 4.96 E-135-150 kodlu sürünmüş numunenin (a), çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (b), basma gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (c) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 5000X (d) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 10000X büyütmelede SEM’ de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 4.97 E-14-50 kodlu sürünmüş numunenin (a), basma gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (b), çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden tarafı 1000X (c) basma gerilmesine maruz kalan bölgesinden 5000X (d) basma gerilmesine maruz kalan bölgesinden 10000X büyütmelerde SEM’ de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



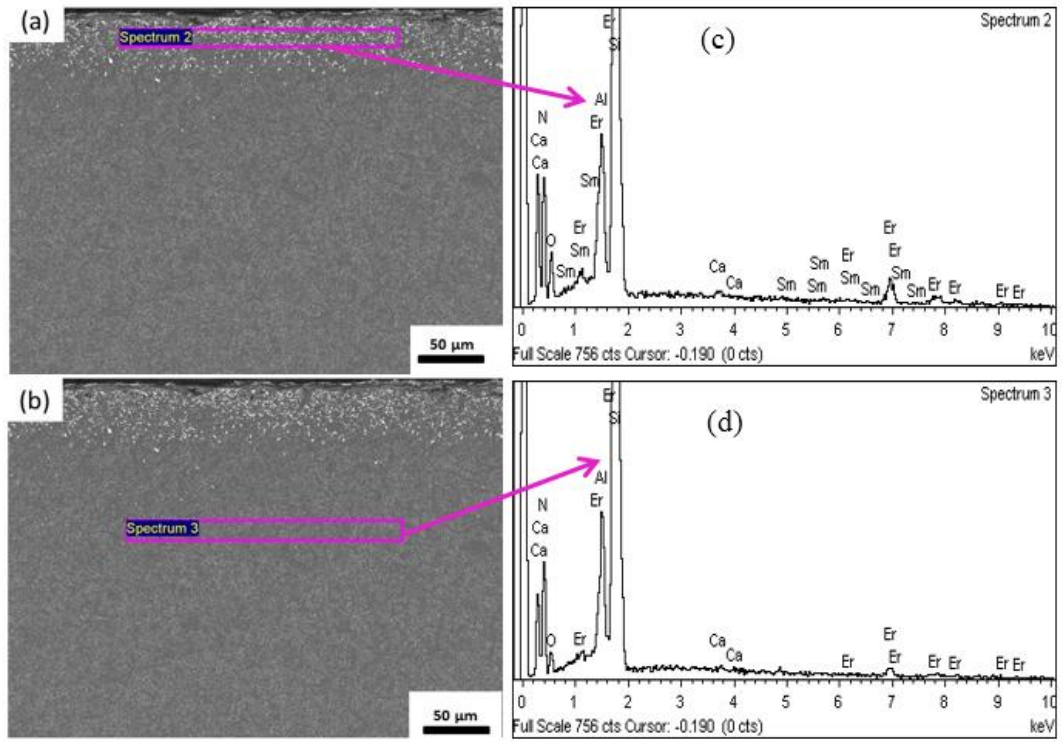
Şekil 4.98 E-14-100 kodlu sürünmüş numunenin (a), çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (b), basma gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (c) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 5000X (d) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 10000X büyütmelerde SEM’ de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 4.99 E-14-150 kodlu sürünmüş numunenin (a), çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (b), basma gerilmesine maruz kalan bölgesinden 1000X (c) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 5000X (d) çekme gerilmesine maruz kalan bölgesinden 10000X büyütme SEM’ de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

### **Er içeren numunelerde sürünme sonrası kimyasal analiz sonuçları**

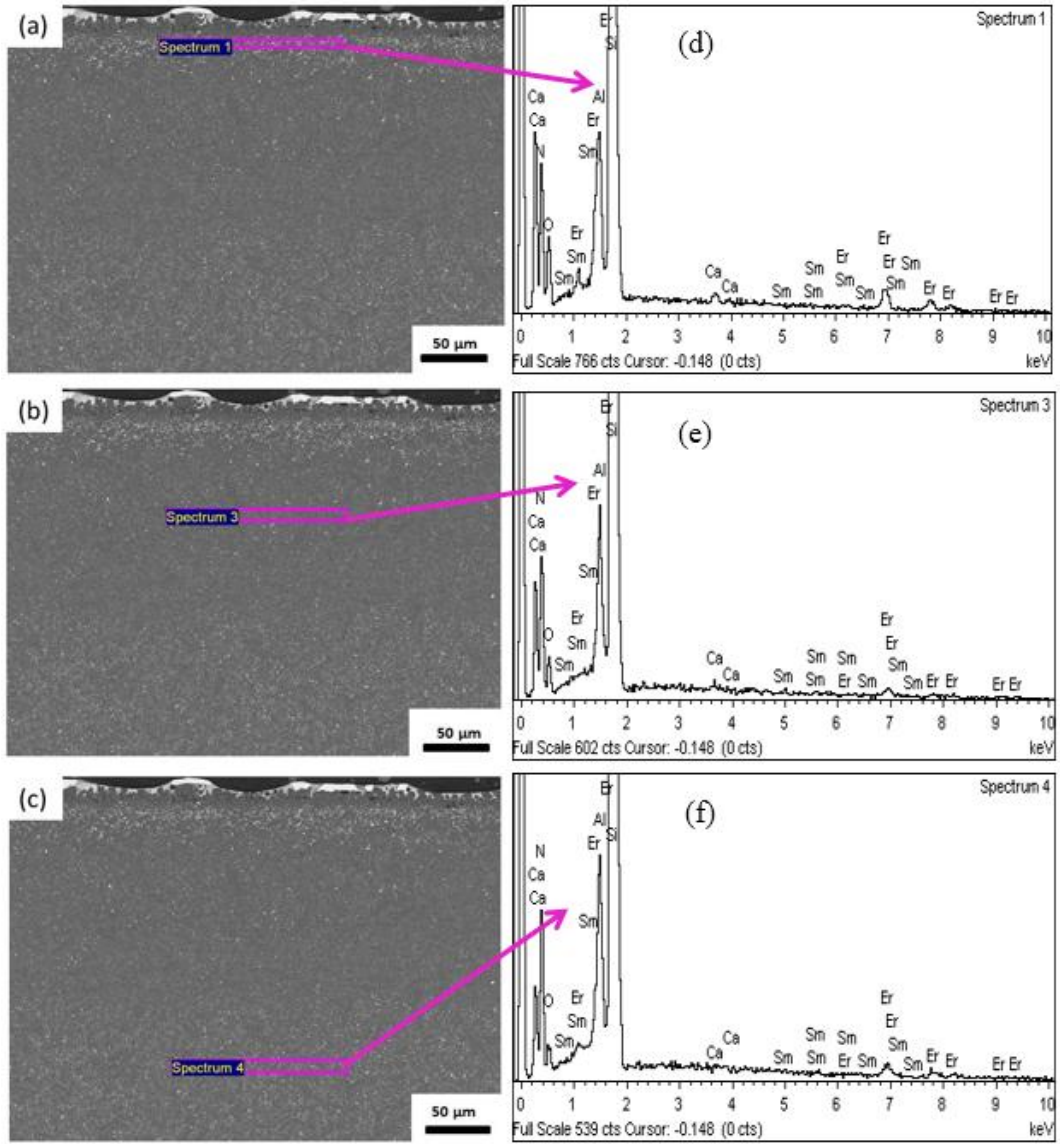
SEM mikroyapı analizlerinin ardından Er test numunelerinden örnekler alınarak yüzeylerine hiçbir işlem yapılmadan oksit tabakalarında yer alan farklı fazlardan ve ara kesitten yine aynı fazlara kimyasal EDX analizleri yapılmıştır. Ayrıca mikroyapılarda oluşan farklı tabakalara da kimyasal EDX analizleri yapılmıştır. Elde edilen elementel analiz sonuçları ile oksit tabakasından yapılan XRD analizleri birleştirilerek yüzeyde hangi fazların oluştuğu belirlenmeye çalışılmıştır (Şekil 4.100-4.102).



Şekil 4.100 E-13-50, sürünmüş numunenin a), b) temsili BSE görüntüsü c), d) EDX spektrumları

Çizelge 4.25 Er-Sialon seramiğine Şekil. 4.100'da yapılan EDX analizinin sonuçları

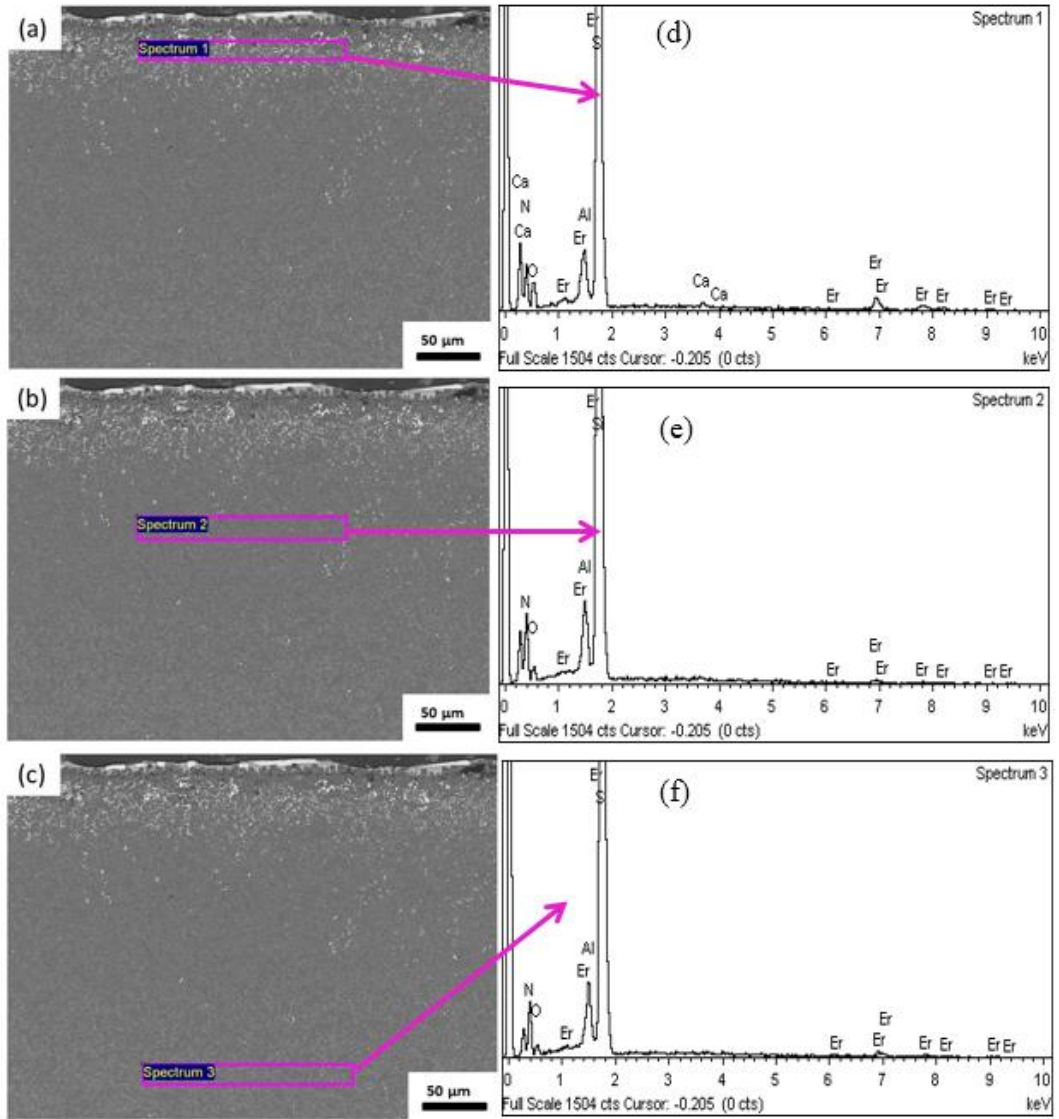
Element	Al	Si	N	O	Er	Sm	Ca
<b>Spectrum 2</b>	1,46	34,33	53,63	9,61	0,81	0,05	0,1
<b>Spectrum 3</b>	1,49	38,38	53,86	5,93	0,3	-	0,04



Şekil 4.101 E-14-50, sürünmüş numunenin a),b),c) temsili BSE görüntüsü d),e),f) EDX spektrumları

Çizelge 4.26 Er-Sialon seramiğine Şekil. 4.101’de yapılan EDX analizinin sonuçları

Element	Al	Si	N	O	Er	Sm	Ca
<b>Spectrum 1</b>	1,4	33,2	51,69	12,82	0,7	0,04	0,14
<b>Spectrum 3</b>	1,49	36,24	54,27	7,64	0,28	0,03	0,04
<b>Spectrum 4</b>	1,45	37,89	55,32	4,94	0,3	0,05	0,05



Şekil 4.102 E-14-150, sürünmüş numunenin a),b),c) temsili BSE görüntüsü d),e),f) EDX spektrumları

Çizelge 4.27 Er-Sialon seramiğine Şekil. 4.102’de yapılan EDX analizinin sonuçları sonuçları

Element	Al	Si	N	O	Er	Sm	Ca
Spectrum 1	1,31	33,14	48,97	15,42	1,01	-	0,14
Spectrum 2	1,96	37,29	54,87	6,72	0,18	-	-
Spectrum 3	1,59	38,55	53,89	5,64	0,34	-	-

Yüzeye doğru oluşan ve daha fazla beyaz tanecik içeren bölge iç bölgeye göre daha fazla Er, Sm, O<sub>2</sub> ve Ca içerirken iç bölgede Sm saptanamamıştır. Sürünme test sıcaklığının 1400°C'ye çıktığı durumda ise farklı bir bölge daha oluşmuştur. Şekil 4.101'deki sonuçlara göre spectrum 4 ile gösterilen iç bölge orijinal numuneyi temsil ederken, spectrum 3'ün temsil ettiği bölgede O<sub>2</sub> miktarı artıp Er miktarı azalırken, spectrum 1'in temsil ettiği bölgede O<sub>2</sub> ve Er miktarı artmaktadır.

### 4.3. Lu İçeren Numunelerin Sonuçları

#### 4.3.1. Farklı oranda Lu içeren kompozisyonlar

Bu çalışmada kullanılan (Re<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CaO + SiC, Re; Lu) miktarları farklı olup üç farklı kompozisyon hazırlanmıştır. Bu nedenle bundan sonra bu malzemeler Alfa Lu (ALu), 75 Lu (75Lu) ve Kompozisyon Lu (CLu) olarak adlandırılacaktır. Bu kompozisyonlardan önce deneme amacıyla, ikişer pelet numune basılmış, sinterlenmiş ve ardından yoğunluk sonuçlarının teorik yoğunluğa yakın olması sonucu çubuk sürünme numuneleri basılmıştır.

Çizelge 4.28 Lu katkılı üç farklı kompozisyonun içerikleri

Kompozisyon adı	ALu	75Lu	CLu
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (gr)	26,04	30	32
AlN (gr)	4,43	2,8	1,618
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (gr)	0,16	-	0,2
Lu <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (gr)	5,39	3	2,2
Sm <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (gr)	0,123	0,3	0,1
CaCO <sub>3</sub> (gr)	0,030	0,044	0,53
SiC (gr)	4	4	4

### 4.3.2. Farklı oranda Lu içeren numunelerin sinterleme karakterizasyon sonuçları

#### 4.3.2.1. Farklı oranda Lu içeren numunelerin sinterleme sonrası yoğunluk sonuçları

Soğuk izostatik presleme yapılarak 4 saat sinterlenen üç farklı kompozisyondan basılan pelet numunelerin yoğunlukları Çizelge 4.29'da, soğuk izostatik presleme yapılarak, yine 4 saat sinterlenen üç farklı kompozisyonun çubuk numunelerinden birer örnek alınarak ölçülen yoğunlukları ise Çizelge 4.30'da verilmiştir.

Çizelge 4.29 Soğuk izostatik presleme yapılarak hazırlanan, Lu katkılı 4 saat sinterlenen pelet olarak sinterlenen numunelerin yoğunluk değerleri

Numune No	Askıdaki Ağırlık (gr)	Yaş Ağırlık (gr)	Kuru Ağırlık (gr)	Yoğunluk (gr/cm <sup>3</sup> )
ALu1	0,7425	1,0392	1,0375	3,49
ALu2	0,7359	1,0333	1,0314	3,46
75Lu1	0,6398	0,9154	0,9117	3,30
75Lu2	0,3724	0,54	0,5348	3,19
CLu1	0,707	1,0155	1,0136	3,28
CLu2	0,7179	1,0293	1,0272	3,29

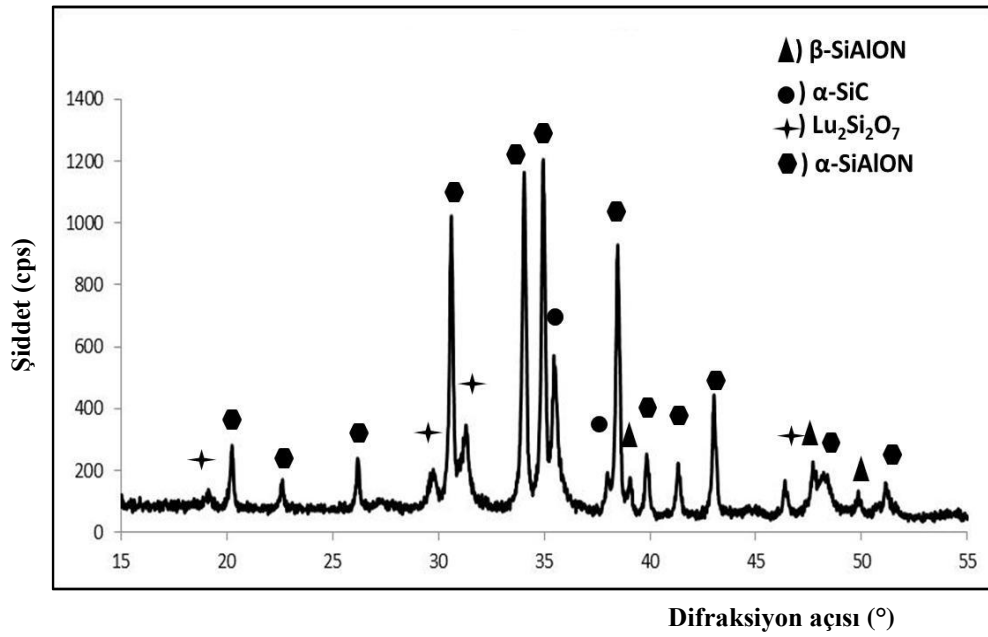
Çizelge 4.30 Soğuk izostatik presleme yapılarak hazırlanan, Lu katkılı 4 saat sinterlenen çubuk olarak sinterlenen numunelerin yoğunluk değerleri

Numune no	Askıdaki Ağırlık (gr)	Yaş Ağırlık (gr)	Kuru Ağırlık (gr)	Yoğunluk (gr/cm <sup>3</sup> )
ALu3	2,7603	3,87	3,8680	3,48
75Lu7	2,7297	3,8811	3,8801	3,36
CLu4	2,6804	3,8693	3,8674	3,25

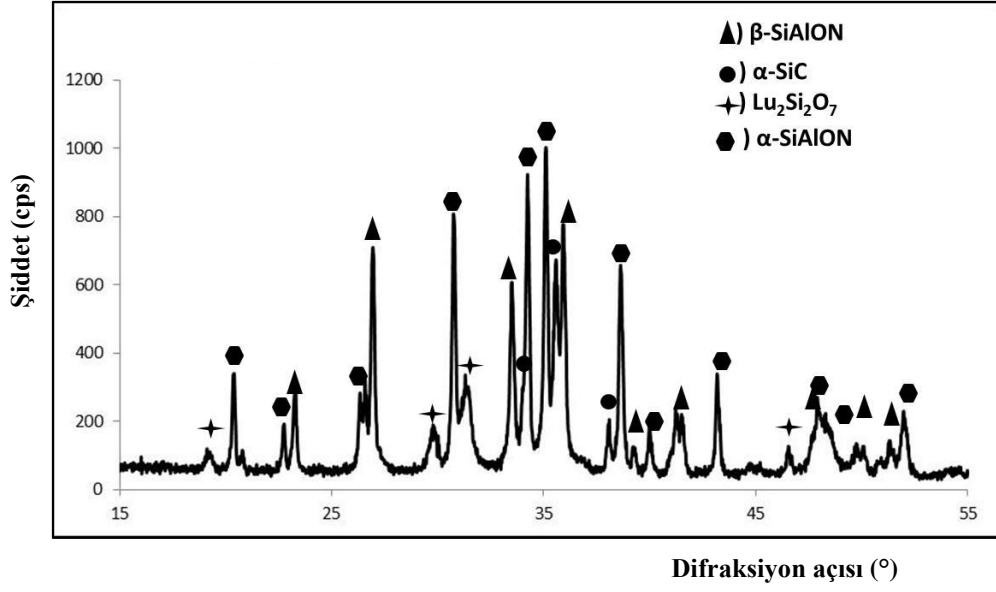
Yoğunluk sonuçlarından görüleceği üzere pelet olarak basılan numunelerle çubuk olarak basılan numunelerinin birbirine yakın yoğunluk değerlerine sahip olduğu görülmektedir. Numunelerin yoğunluk ölçüm işlemleri sonucunda hesaplanan yoğunluklarının bu malzemelerin teorik yoğunluğuna yakın değerler elde edildiği görülmüştür.

#### 4.3.2.2. Farklı oranda Lu içeren numunelerin sinterleme sonrası faz karakterizasyonu

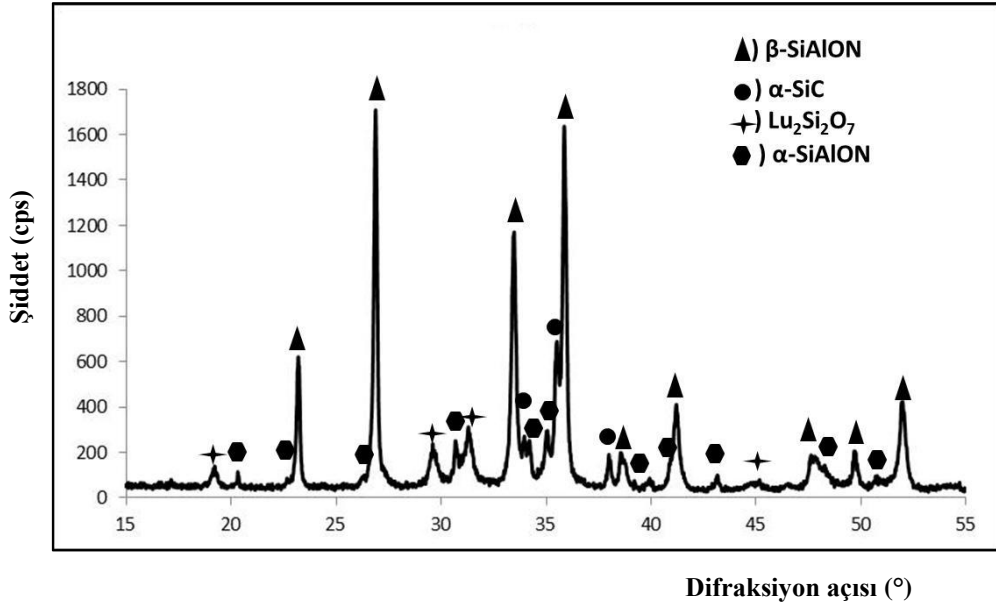
Farklı kompozisyonda hazırlanmış ve pelet olarak sinterlenmiş ALu, 75Lu ve CLu numunelerinin faz yapısı üzerindeki etkileri XRD çalışmaları ile incelenmiştir. Lu katkılı Lu-SiAlON malzemelerinden 3 farklı kompozisyondaki numunelerin XRD paternleri sırasıyla Şekil 4.103-4.105’de verilmiştir.



Şekil 4.103 ALu kodlu kompozisyonun XRD paterni



Şekil 4.104 75Lu kodlu kompozisyonun XRD paterni



Şekil 4.105 CLu kodlu kompozisyonun XRD paterni

Üç farklı kompozisyonda hazırlanan ve aynı koşullarda sinterlenen numunelerin XRD paternlerinden de anlaşılacağı üzere aynı fazlar oluşmuştur. Fakat pik şiddetlerinden görüleceği üzere oluşan fazların miktarları farklıdır. ALu kompozisyonunda  $\beta$ -SiAlON fazının az miktarda olduğu,  $\alpha$ -SiAlON fazının ise yüksek oranda olduğu görülmektedir. 75Lu kompozisyonunda ise ALu 'ya göre daha fazla  $\beta$ -SiAlON oluştuğu görülmektedir. CLu kompozisyonunda ise  $\beta$ -SiAlON miktarının  $\alpha$ -SiAlON miktarına göre daha fazla olduğu görülmektedir. Aynı zamanda üç farklı kompozisyonda da aynı ikincil fazın  $\text{Lu}_2\text{Si}_2\text{O}_7$  silikat fazının oluştuğu görülmüştür.

#### **4.3.2.3. Farklı oranda Lu içeren numunelerin sinterleme sonrası mikroyapı karakterizasyonu**

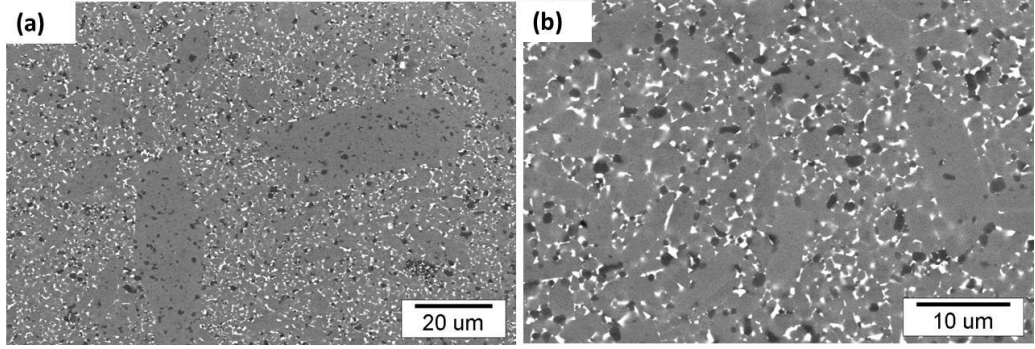
Kompozisyon farkının  $\text{Lu}_2\text{O}_3$  katkılı SiAlON seramiklerinin mikroyapısı üzerindeki etkileri SEM çalışmaları ile incelenmiştir. 4 saat sinterlenmiş,  $3,49 \text{ gr/cm}^3$  yoğunluğa sahip ALu1 kodlu pelet numunenin farklı noktalarından ve farklı büyütme oranlarında SEM'de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri Şekil 4.106'da verilmiştir.

SiAlON seramiklerinde  $\alpha$  ve  $\beta$  fazları farklı morfolojilere sahiptir.  $\beta$ -SiAlON fazı  $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 'a benzer uzun, çubuksu görünümlü olmakla beraber  $\alpha$ -SiAlON fazı daha küçük ve eşeksiz yapıdadır. Atom numarasına göre karşıtlik veren bu görüntü alma tekniğine göre (Şekil 4.106) yüksek atom ağırlığına sahip ve sinterleme katkı malzemelerinden oluşan tane sınır fazı beyaz renkte görünürken, ortalama atom ağırlığı daha düşük olan  $\alpha$ -SiAlON taneleri gri renkli,  $\beta$ -SiAlON taneleri ise siyah renkte görünmektedir.

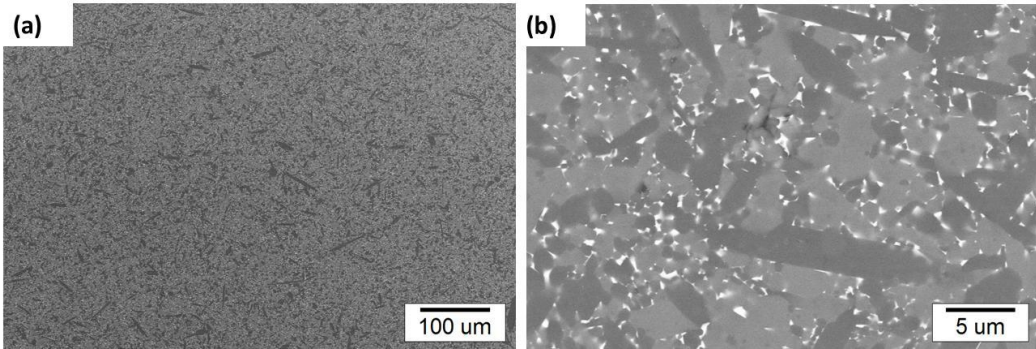
Şekil 4.107'de, 4 saat sinterlenmiş,  $3,30 \text{ gr/cm}^3$  yoğunluğa sahip, 75Lu2 kodlu pelet numunenin; Şekil 4.108'de ise 4 saat sinterlenmiş,  $3,29 \text{ gr/cm}^3$  yoğunluğa sahip, CLu2 kodlu pelet numunenin farklı noktalarından ve farklı büyütme oranlarında SEM'de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri verilmiştir.

Mikroyapılardan görüleceği üzere, XRD sonuçlarına da paralel olarak  $\alpha/\beta$  oranının kompozisyona göre değiştiği görülmüştür. ALu kompozisyonunda kontrast farkına bağlı olarak gri kısımların yani  $\alpha$ -SiAlON tanelerinin çoğunlukta olduğu

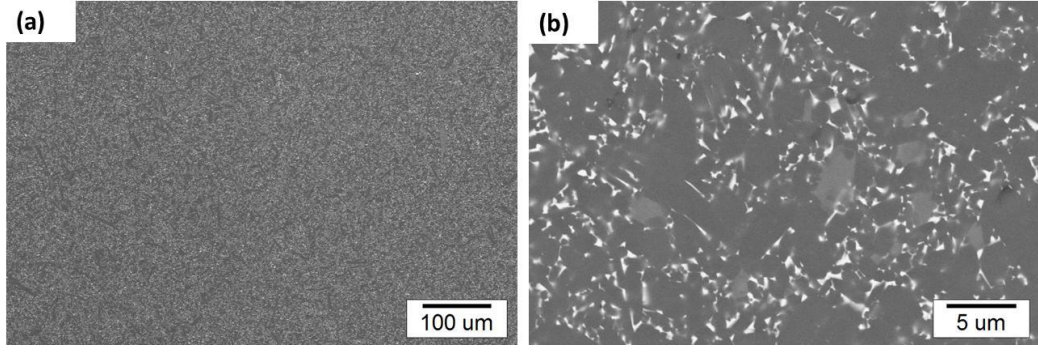
görülmektedir. 75Lu kompozisyonunda ise gri tanelerinin ALu kompozisyonuna göre azaldığı görülmektedir. CLu kompozisyonunda ise siyah tanelerin yani  $\beta$ -SiAlON tanelerinin çoğunlukta olduğu görülmektedir.



Şekil 4.106 ALu1 kodlu pelet numunenin (a) ve (b) SEM’ de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

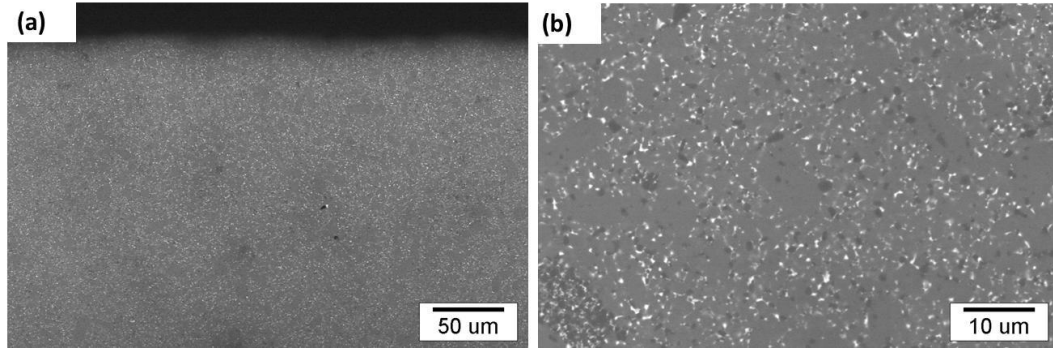


Şekil 4.107 75Lu2 kodlu pelet numunenin (a) ve (b) SEM’ de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

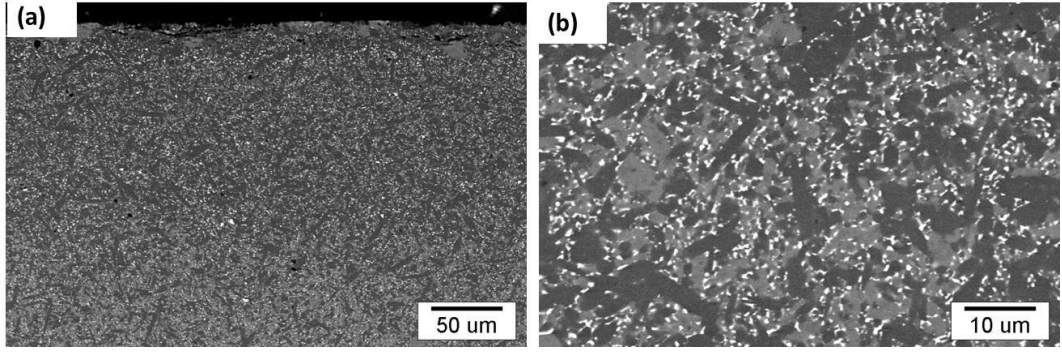


Şekil 4.108 CLu2 kodlu pelet numunenin (a) ve (b) SEM’ de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

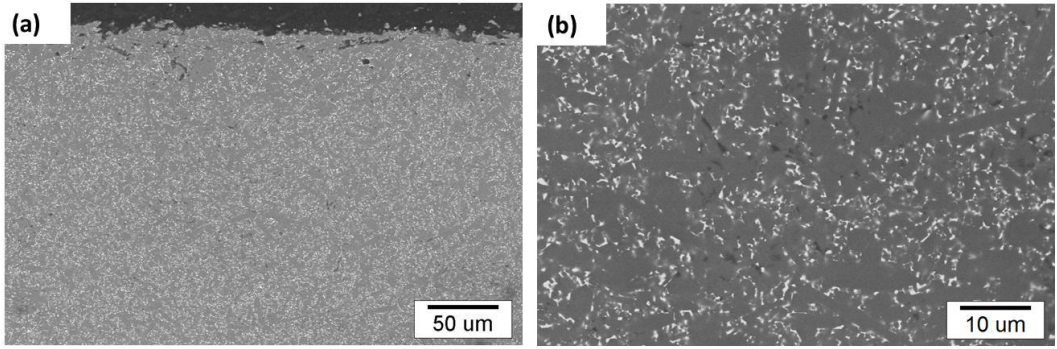
Pelet numunelere yapılan yoğunluk, XRD ve SEM analizlerinin sonuçlarının istenildiği gibi çıkması üzerine, sürünme testleri için çubuk şeklinde numuneler basılmıştır. Bu numunelerin mikroyapı görüntüleri ALu, 75Lu ve CLu kompozisyonlarına ait olmak üzere sırasıyla Şekil 4.109-4.111’de verilmiştir.



Şekil 4.109 ALu1 kodlu çubuk numunenin (a) ve (b) SEM’ de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 4.110 75Lu2 kodlu çubuk numunenin (a) ve (b) SEM’ de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



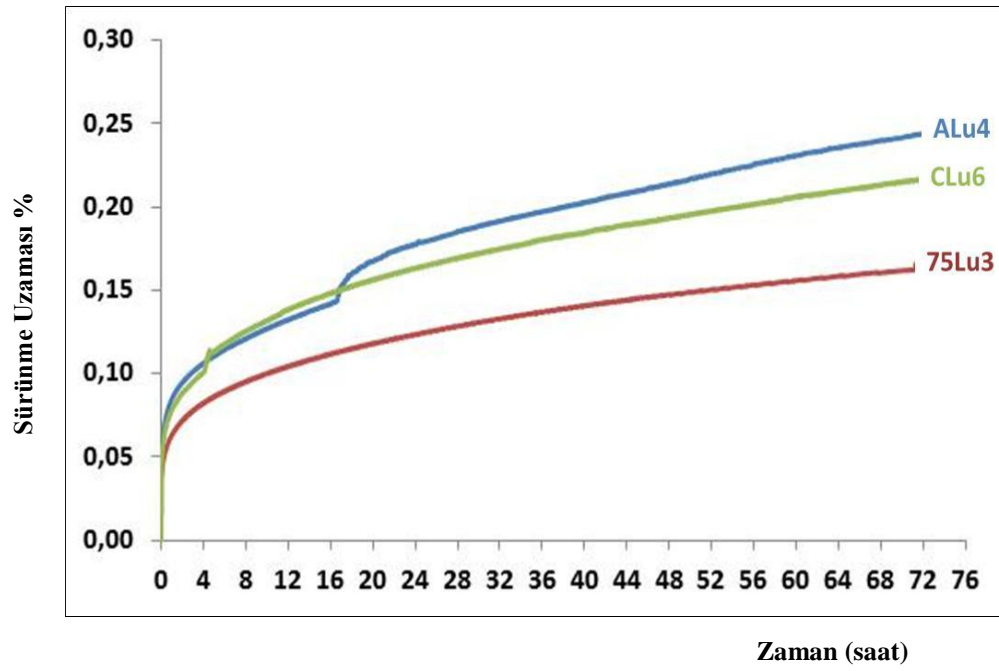
Şekil 4.111 CLu2 kodlu çubuk numunenin (a) ve (b) SEM’ de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

#### 4.3.2.4. Farklı oranda Lu içeren numunelerin sinterleme sonrası sürünme test sonuçları

Çalışmanın amaçlarından olan farklı kompozisyonların SiAlON malzemelerinin sürünme davranışlarına olan etkisi, sabit sürünme deney şartları (hava ortamında, 1400°C sıcaklık, 100 MPa eğilme gerilmesi ve 72 saat süre) altında belirlenmeye çalışılmıştır. Yapılan farklı sürünme testleri ile ilgili bilgiler Çizelge 4.31-4.32’de verilmiştir.

Çizelge 4.31 Farklı kompozisyonlarda üretilen Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> katkı malzemesi içeren ALu4, 75Lu3, CLu6 seramiklerinin sürünme testleri için belirlenen test numaraları

Test No	ALu4	75Lu3	CLu6
<b>Kompozisyon</b>	ALu	75Lu	CLu6
<b>Sinterleme Süresi (saat)</b>	4		



Şekil 4.112 Üç farklı kompozisyonun 100 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1400 °C' de yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri

Çizelge 4.32 Farklı kompozisyonlarda üretilen Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> katkı malzemesi içeren ALu4, 75Lu3, CLu6 seramiklerinin (1400 °C - 100 MPa) altındaki sürünme testlerindeki 72. saat sonundaki eğilme sürünme deformasyonları ve minimum sürünme hızı değerleri

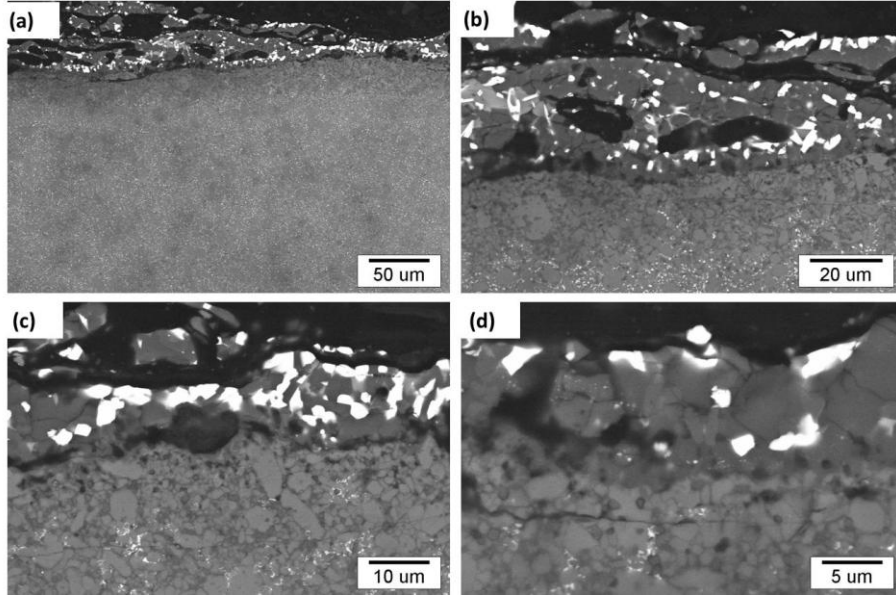
Test No	ALu4	75Lu3	CLu6
<b>Kompozisyon</b>	ALu	75Lu	CLu6
<b>72. Saat Sonundaki Eğilme Sürünme Uzaması (%)</b>	0,24	0,13	0,21
<b>Minimum Sürünme Hızı (s<sup>-1</sup> x 10<sup>-8</sup>)</b>	0,083	0,063	0,07

#### **4.3.2.5. Farklı oranda Lu içeren numunelerin sürünme testleri sonrasındaki mikroyapı karakterizasyonu sonuçları**

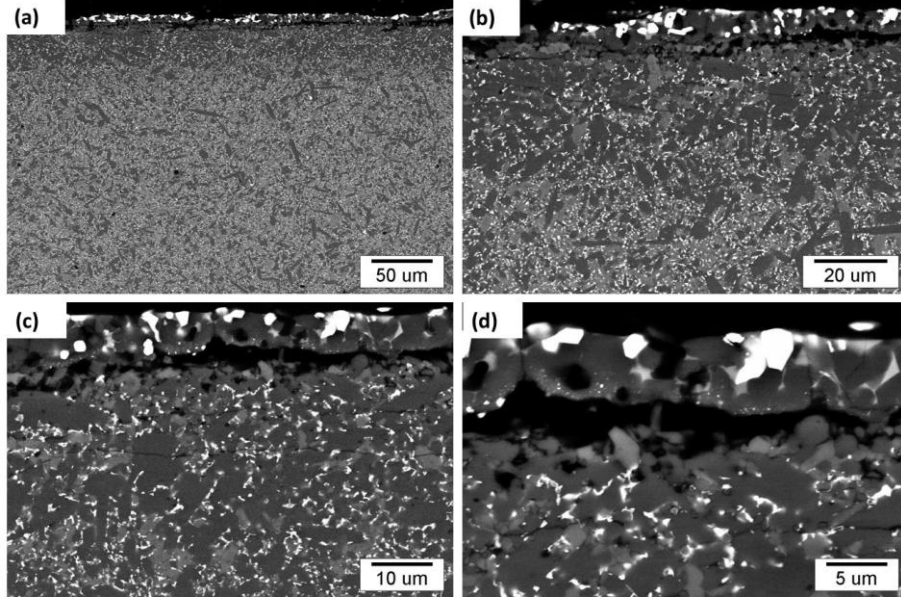
Lu katkılı 3 farklı SiAlON malzemelerinin sürünmüş numuneleri, sürünme testleri sonrasında kesilerek sıcak iletken kalıba alınmış ve ardından parlatılarak geri yansıyan elektron tekniği ile SEM’de incelenmiştir. İncelemeler çekme gerilmesine maruz kalan kenarlardan yapılmıştır. ALu4; 1400°C sıcaklık, 100 MPa gerilme koşulları altında hava ortamında 72 saat sürünmüş numunesinin SEM’de farklı büyütmelemlerle elde edilen geri yansıyan elektron görüntüleri Şekil 4.113’de verilmiştir.

ALu4 numunesinin kesitinden, çekme gerilmesine maruz kalan yüzeyine yakın bölgenin görüntüsü olan Şekil 4.113 incelendiğinde, sürünmemiş numuneden farklı olarak (Şekil 4.109) sürünmüş numunede testlerin yüksek sıcaklıkta hava ortamında gerçekleştirilmesinden kaynaklanan beyaz renkli bir oksit tabakasının meydana geldiği görülmektedir. 75Lu3 sürünme testleri sonrasında numune kesitlerinden, çeşitli büyütmelemlerle elde edilen geri yansıyan elektron SEM görüntüleri Şekil 4.114 verilmiştir. CLu6 kodlu sürünmüş numunenin mikroyapı görüntüleri Şekil 4.115’de verilmiştir.

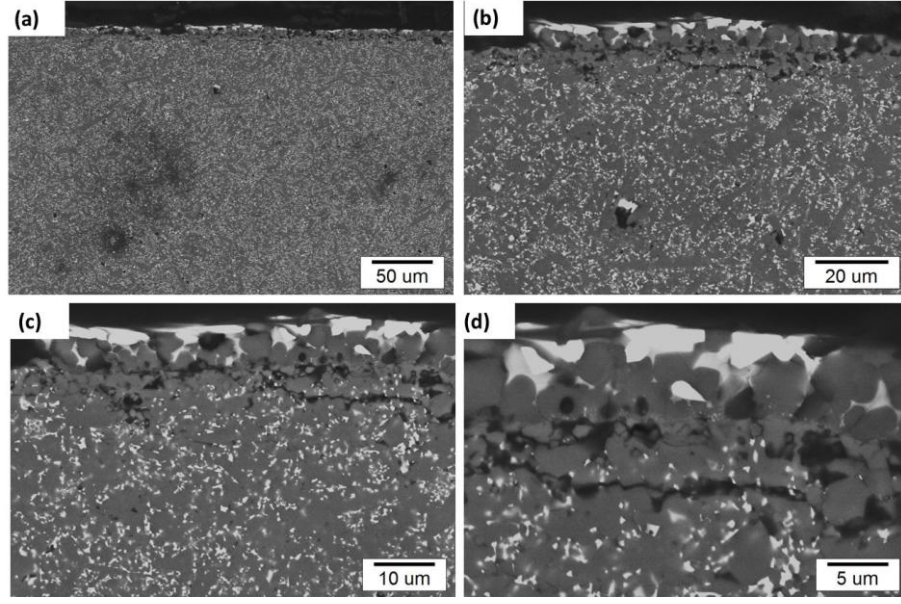
Silisyum nitrür ve SiAlON seramiklerinin yüksek sıcaklıklardaki oksidasyon özellikleri bu malzemelerin taneler arası amorf ve/veya kristal faz özelliklerine bağlı olarak yayılım mekanizması süreci ile ilgili olmaktadır. Yayılım mekanizması ile ilgili itici güç malzeme yüzeyi ile kütlesi arasındaki elementler arasındaki konsantrasyon farklılığından kaynaklanmaktadır. Bu süreç sırasında ilk etapta malzeme yüzeyinde genellikle SiO<sub>2</sub> koruyucu film tabakası oluşmaktadır. Bu oksit tabakası yapıdaki tanelerinden ziyade viskozitesi düşük amorf taneler arası faz yayılım ikilisi oluşturmakta; taneler arası amorf faz katkı malzemeleri katyonları, azot ve safsızlık katyonlarında malzemelerin yüzeyi yönünde yayılım hattı sağlarken oksijene iç kısımlara doğru yayılım hattı sağlamaktadır. Lu katkılı SiAlON malzemelerinin sürünmüş kesit mikroyapı görüntüleri olan Şekil 4.113-4.115 incelendiğinde bu mekanizmanın varlığı görülmektedir (Uludağ, 2010).



Şekil 4.113 ALu4 kodlu sürünmüş numunenin çekme tarafından alınan (a), (b), (c) ve (d) SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 4.114 75Lu3 kodlu sürünmüş numunenin çekme tarafından alınan (a), (b), (c) ve (d) SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

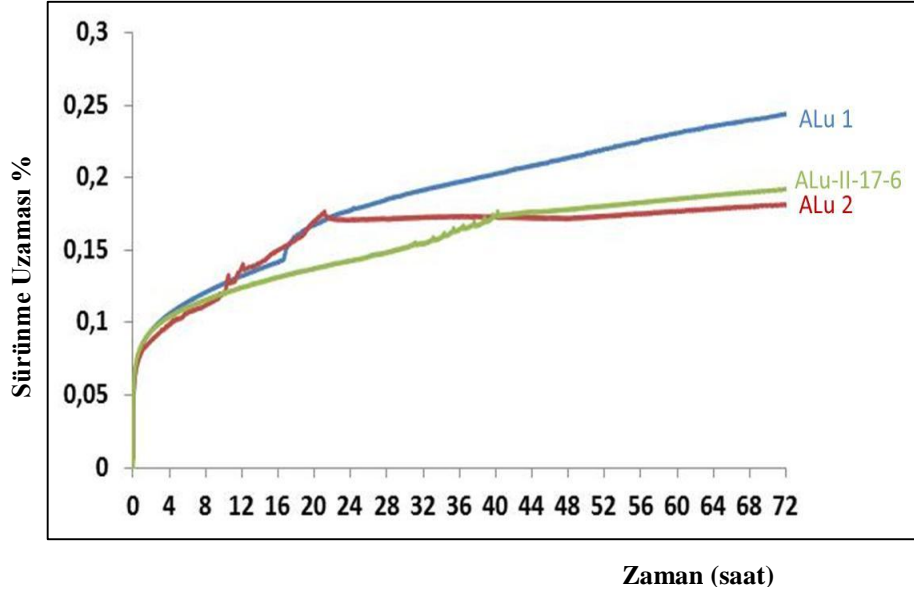


Şekil 4.115 CLu6 kodlu sürünmüş numunenin çekme tarafından alınan (a), (b), (c) ve (d) SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

### 4.3.3. Farklı oranda Lu içeren numunelerin sürünme davranışına ısıl işlemin etkisi

Kompozisyonlara yapılan ısıl işlem ardından sürünme testleri yapılmıştır. Sürünme testleri ısıl işlem görmemiş numunelere yapıldığı gibi yine sabit sürünme deney şartları (hava ortamında, 1400°C sıcaklık, 100 MPa eğilme gerilmesi ve 72 saat süre) altında yapılmıştır. Sonuçlar Şekil 4.116-4.118’de verilmiştir.

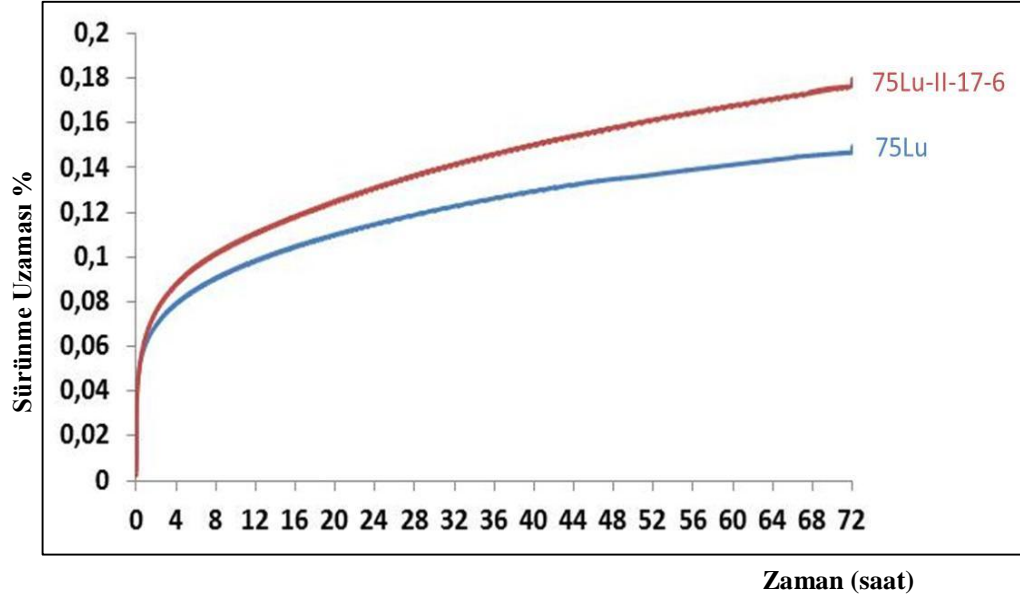
Sürünme deneyleri sonucu, sürünme grafiklerinden elde edilen veriler Çizelge 4.33-4.35’te farklı kompozisyonlar için verilmiştir.



Şekil 4.116 ALu-SiAlON kompozisyonunun ısı işlemlenmiş ve ısı işlemlenmemiş numunelerinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1400°C’de yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri

Çizelge 4.33 Şekil 4.116’deki sürünme grafik verileri

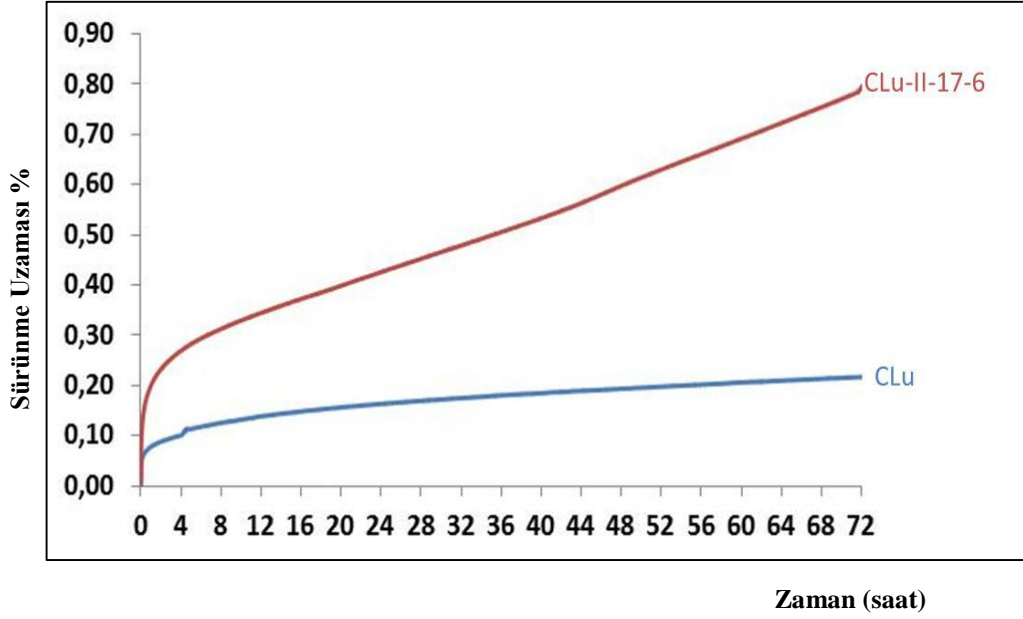
Test No	ALu1	ALu2	ALu-II-17-6
<b>Sinterleme Süresi (saat)</b>	4	4	4
<b>Isıl işlem (°C, s)</b>	-	-	1700°C +6s
<b>72. Saat Sonundaki Eğilme Sürünme Uzaması (%)</b>	0,24	0,19	0,18
<b>Minimum Sürünme Hızı (s<sup>-1</sup>) x 10<sup>-8</sup></b>	1,36	0,9	0,47



Şekil 4.117 75Lu-SiAlON kompozisyonunun ısı işlemlenmiş ve ısı işlemlenmemiş numunelerinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1400°C’de yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri

Çizelge 4.34 Şekil 4.117’deki sürünme grafik verileri

Test No	75Lu	75Lu-II-17-6
Sinterleme Süresi (saat)	4	4
Isıl işlem (°C, s)	-	1700°C +6s
72. Saat Sonundaki Eğilme Sürünme Uzaması (%)	0,14	0,17
Minimum Sürünme Hızı (s <sup>-1</sup> ) x 10 <sup>-8</sup>	1,38	1,14



Şekil 4.118 CLu-SiAlON kompozisyonunun ısı işlemsiz ve ısı işlemlili numunelerinin 100 MPa sabit eğilme gerilmesi altında 1400°C’de yapılan sürünme testlerinden elde edilen sürünme eğrileri

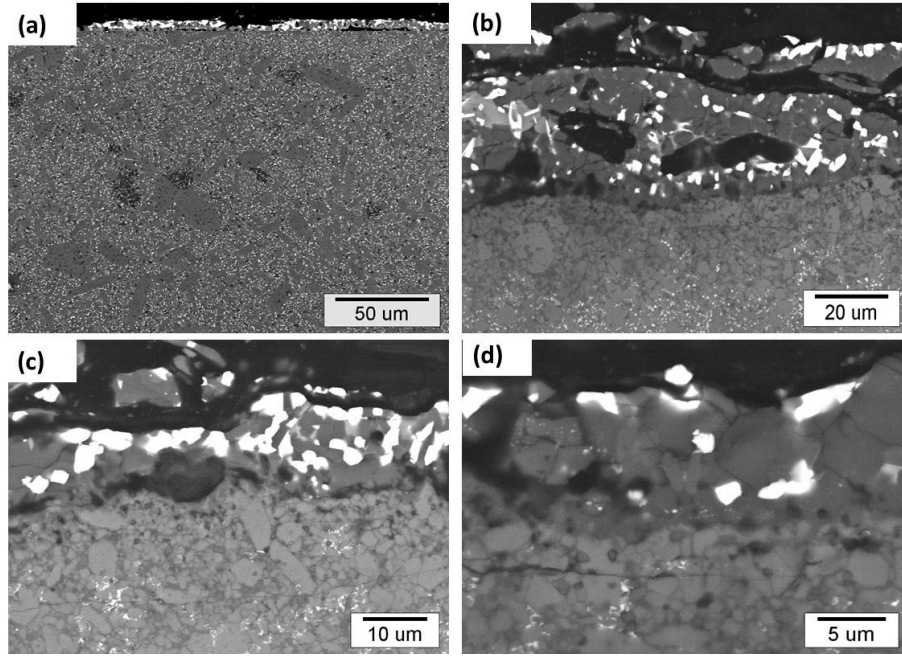
Çizelge 4.35 Şekil 4.118’deki sürünme grafik verileri

Test No	CLu	CLu-II-17-6
Sinterleme Süresi (saat)	4	4
Isıl işlem (°C, s)	-	1700 °C +6s
72. Saat Sonundaki Eğilme Sürünme Uzaması (%)	0,21	0,78
Minimum Sürünme Hızı (s <sup>-1</sup> ) x 10 <sup>-8</sup>	0,74	2,17

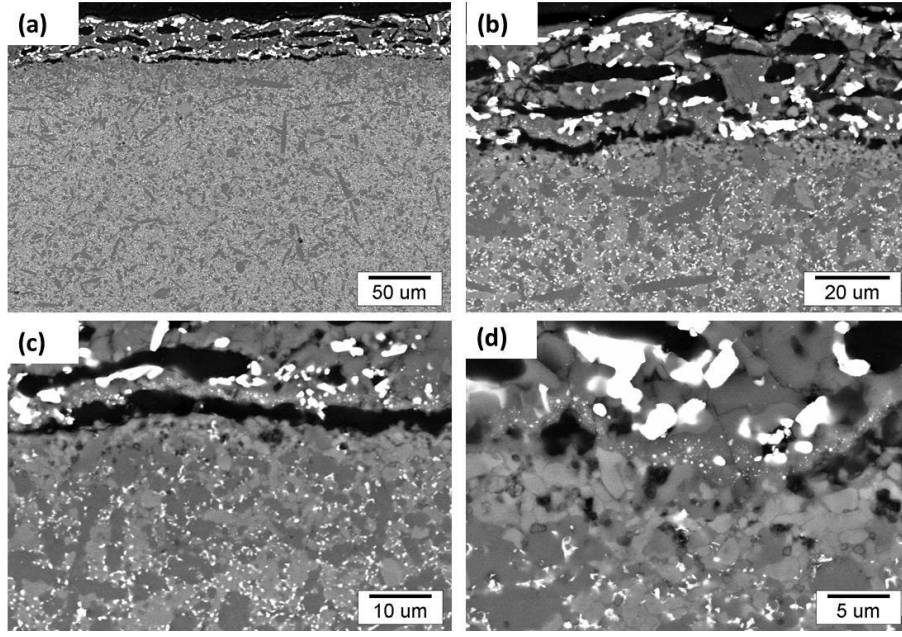
#### 4.3.3.1. Farklı oranda Lu içeren ve ısıtılmış numunelerin mikroyapı karakterizasyonu

Isıl işlem uygulanmış numunelere yapılan sürünme testleri sonrası SEM geri yansıyan elektron metodu ile incelemeler yapılmıştır. Yapılan analizler sonucu elde edilen mikroyapı görüntüleri Şekil 4.119-4.121’de verilmiştir.

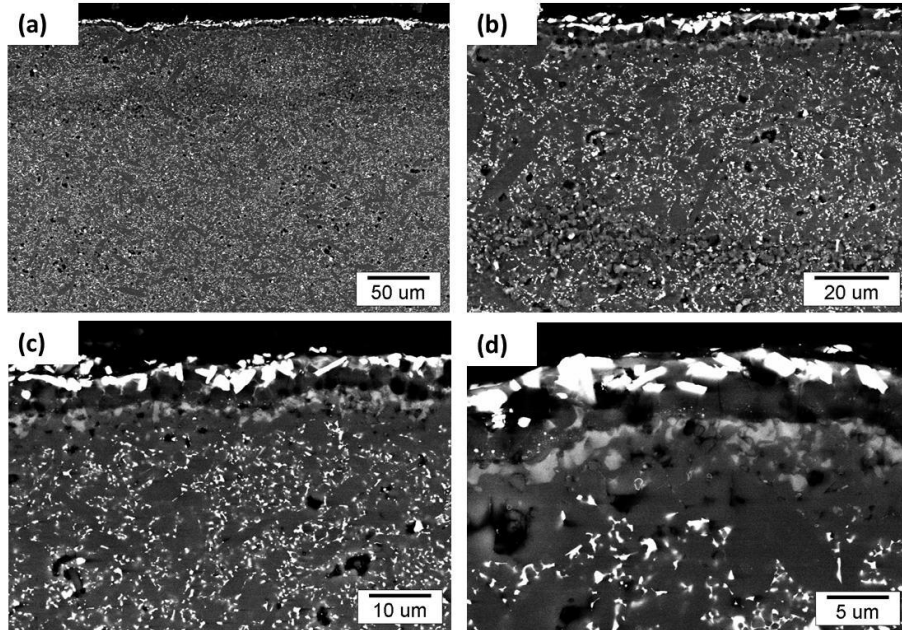
Sürünme sonrasında numunelerin yüzeyinde belli bir oksit tabakasının oluştuğu gözlemlenmektedir. Bu tabakalar yaklaşık 10-20 µm kalınlığında ve bazı bölgelerde sürekli bazı bölgelerde ise süreksiz olarak oluşmuştur.



Şekil 4.119 ALu-17-II-6 kodlu sürünmüş numunenin çekme tarafından alınan (a), (b), (c) ve (d) SEM’ de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 4.120 75Lu-17-II-6 kodlu sürünmüş numunenin çekme tarafından alınan (a), (b), (c) ve (d) SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 4.121 CLu-17-II-6 kodlu sürünmüş numunenin çekme tarafından alınan (a), (b), (c) ve (d) SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

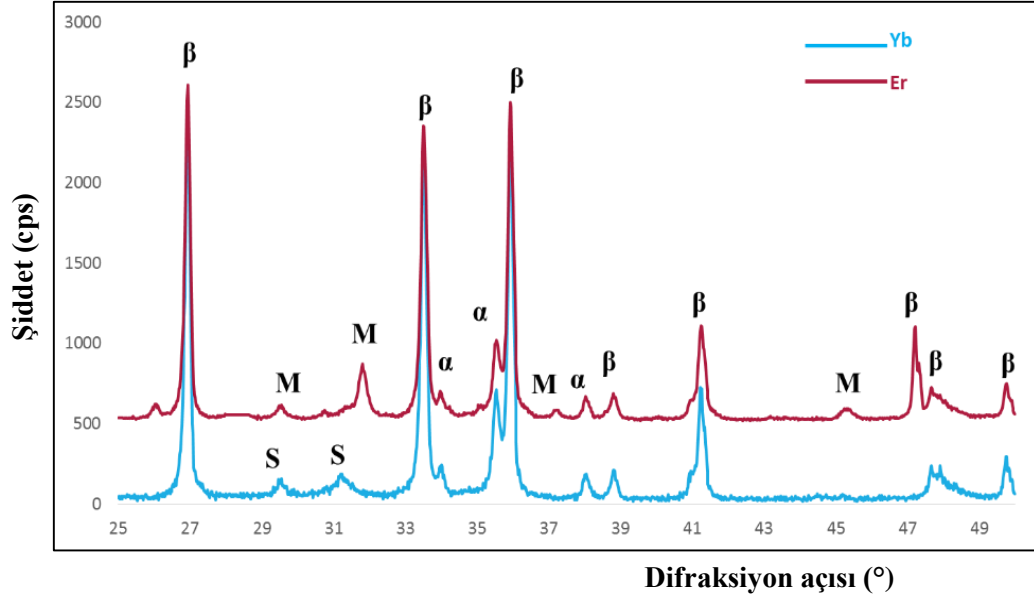
## 5. SONUÇ

SiAlON seramiklerinin sürünme dayanımlarının anlaşılması ve sürünme mekanizmalarının belirlenmesi için yapılan çalışmalar kısaca özetlenirse; başlangıç toz kompozisyon tasarımının ( $\text{Re}_2\text{O}_3\text{-Sm}_2\text{O}_3\text{-CaO} + \text{SiC}$ , Re; Er, Yb, Lu) yapılmasından sonra tozlar püskürtmeli kurutucuda üretilmiş, üretilen granüllerden sürünme numuneleri preslenerek şekillendirilmiş, farklı tane boyutuna sahip yoğun malzemeler elde etmek için şekillendirilen numuneler sinterleme koşullarının optimize edilmesi açısından iki kompozisyona  $\text{Er}_2\text{O}_3$  ve  $\text{Yb}_2\text{O}_3$  kompozisyonlarında farklı sinterleme süreleri denenmiştir. Üretilmiş sürünme numunelerinin  $1400^\circ\text{C}$  sıcaklık, 100 MPa gerilme koşulları altında, hava ortamında, 72 saat süreli sürünme deneyleri yapılmış ve malzemelerin sürünme deneyleri öncesi ve sonrasındaki mikroyapı ve kimyasal özellikleri XRD ve SEM teknikleri ile karakterize edilmiştir.

1. Er sisteminde yoğunluklar  $3,29 \text{ gr/cm}^3$  olarak belirlenmiş ve bu numunelerin her iki sinterleme süresi için teorik yoğunluğa ulaştıkları SEM görüntülerinden teyit edilmiştir.
2. Yb sisteminde ise yoğunluklar  $3,29 \text{ gr/cm}^3$  olarak belirlenmiş ancak Yb'un Er'a göre daha ağır olması nedeniyle her iki sinterleme süresi için teorik yoğunluğa ulaşamadıkları düşünülmüş ve SEM görüntülerinden teyit edilmiştir.
3. Sinterlenmiş malzemelerin kompozisyonlarında  $\beta\text{-SiAlON}$ ,  $\alpha\text{-SiC}$  kristal fazlarının yanı sıra Er katkılı Er-SiAlON'da Melilit ( $\text{Ln}_2\text{Si}_{3-x}\text{Al}_x\text{O}_{3+x}\text{N}_{4-x}$ ), Yb katkılı Yb-SiAlON'da ise Silikat ( $\text{Ln}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ ) taneler arası kristal fazlarının varlıkları tespit edilmiştir. Beklentilerin aksine  $\alpha\text{-SiAlON}$  fazı ya oluşmamış (Er sistemi) veya çok az (Yb sistemi) oluşmuştur.
4. XRD ile başlangıç tozlarına ilave edilen SiC miktarının benzer olduğu yani yapıda kararlı kaldığı belirlenmiştir.
5. XRD ile Er ve Yb katkılı SiAlON numunelerinde oluşan kristalin fazların miktarının sinterleme süresinin (2 ve 4 saat) süresinin artışı ile arttığı belirlenmiştir.
6. SEM ile sürünmemiş numunelerin ısıtılma sonrası kesitleri incelendiğinde ısıtılma süresi ve sıcaklığının artışı ile tanelerin irileştiği ve katkı oksitlerinin bir araya toplanarak kristalleştiği (XRD sonuçlarına

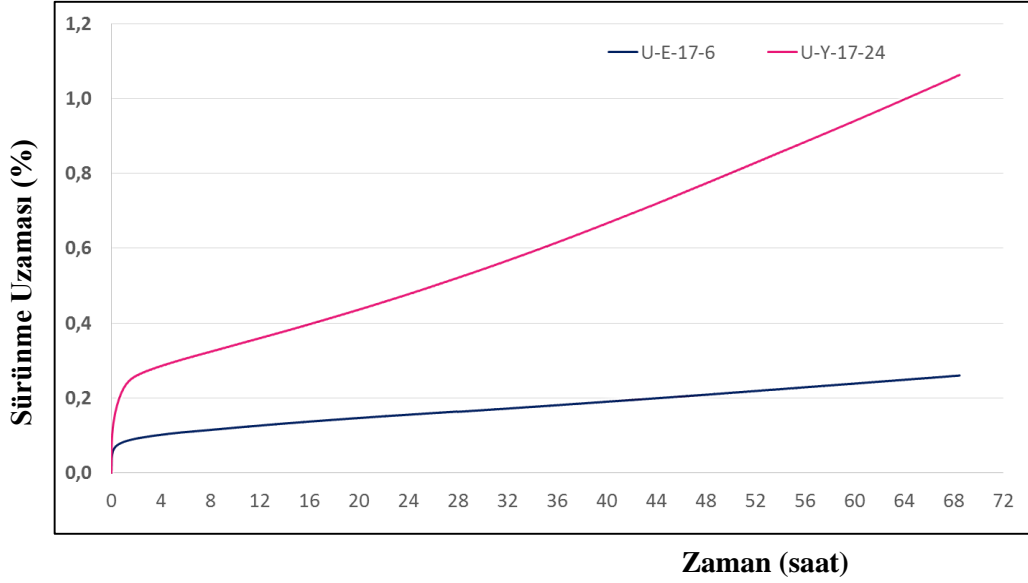
göre) belirlenmiştir. Kristalleşme ve tane büyümesinin sürünme direncini artırması beklenmektedir.

7. Sinterleme süresinin iki saatten dört saate çıkartılması ile yüzey kısımlarında  $\alpha$ -SiAlON fazı oluştuğu ancak bu fazın Yb katkılı SiAlON malzemesinde Er katkılı SiAlON malzemesine oranla çok daha fazla olduğu belirlenmiştir.
8. Er katkılı SiAlON malzemesi için sinterleme süresinin arttırılması (2 saat → 4 saat) sonucunda daha düşük sürünme hızına bağlı olarak daha az toplam sürünme eğilme deformasyonu meydana geldiği görülmüştür. Yani, uzun süreli sinterlenmiş numunelerin sürünme dayanımının kısa süreli sinterlenmiş olanlara göre daha iyi olduğu belirlenmiştir.
9. Yb katkılı Yb-SiAlON malzemesi için sinterleme süresinin arttırılması (2 saat → 4saat) sonucunda minimum sürünme hızı ve toplam sürünme eğilme deformasyonu değerlerinde kayda değer bir değişimin meydana gelmediği görülmüştür.
10. Sürünme testlerinden elde edilen sürünme % eğilme uzama - zaman grafikleri birincil ve ikincil sürünme bölgelerine sahip olup, üçüncül sürünme bölgesi gözlenmemiştir. Hiçbir test koşulunda üçüncül sürünme bölgesinin karakteristik özelliği olan sürünme hızının artması ile numune kırılması yaşanmamıştır.
11. Er ve Yb katkılı SiAlON malzemelerinin sürünme dayanımları karşılaştırıldığında minimum sürünme hızı ve toplam sürünme eğilme deformasyonu açısından Er katkılı malzemenin sürünme dayanımının, Yb katkılı malzemeye göre daha iyi olduğu belirlenmiştir. İki kompozisyonda oluşan fazlar değerlendirildiğinde Yb'de silikat fazı oluşurken Er'de melilit fazı oluşmuştur (Şekil 5.1).

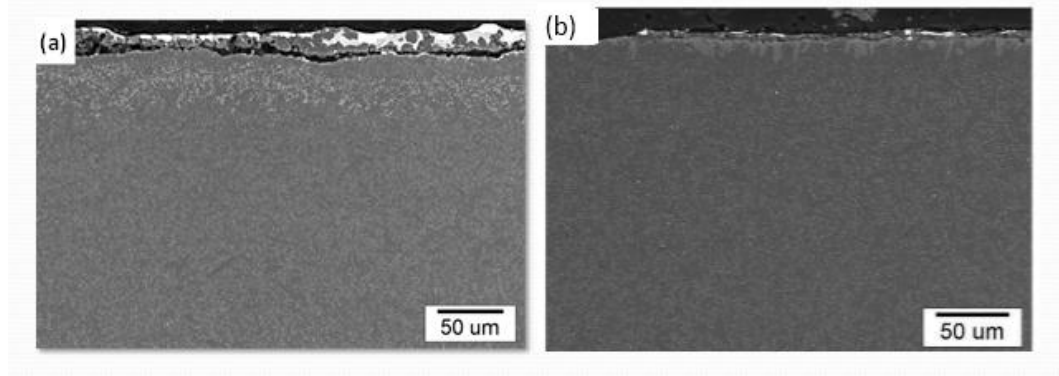


Şekil 5.1 Yb ve Er katkı numunelerin karşılaştırmalı XRD sonuçları

12. Sürünme testleri sonrasında elde edilen kesit mikroyapı görüntülerinde; numunelerin yüzeyinde beyaz renkli bir oksit tabakası ve oksit tabakasından etkilenen bir bölge ve son olarak da oksidasyondan etkilenmeyen bölge şeklindeki mikroyapı oluşumu gözlenmiştir. Bu çeşit mikro yapının oluşumu Er ve Yb katkı SiAlON malzemelerine ait bütün geri yansıyan elektron görüntülerinde belirlenmiştir.
13. XRD ve SEM analizleri ile oksidasyon tabakasında silikat fazı, kristobalit ve amorf faz oluşumu gözlenmiştir.
14. Yb SiAlON'da ısıl işlem süresinin 6 saatten 24 saate çıkarılması hem sürünme uzaması hem de minimum sürünme hızında çok yüksek miktarda iyileşmeye sebep olmuştur. Ancak halen daha Er sistemi daha iyi sürünme dayanımı göstermektedir.
15. Isıl işlem sıcaklık ve süresinin artışına paralel olarak sürünme dayanımının iyileştiği belirlenmiştir. Her iki kompozisyon için en iyi sürünme dayanımı elde edilen ısıl işlem uygulanmış numunelerin karşılaştırılması Şekil 5.2' de, sürünme sonrası mikroyapıları ise Şekil 5.3'te verilmiştir.



Şekil 5.2 Yb ve Er içeren en iyi sürünme direnci göstermiş ısıl işlem uygulanmış numunelerin sürünme eğrileri



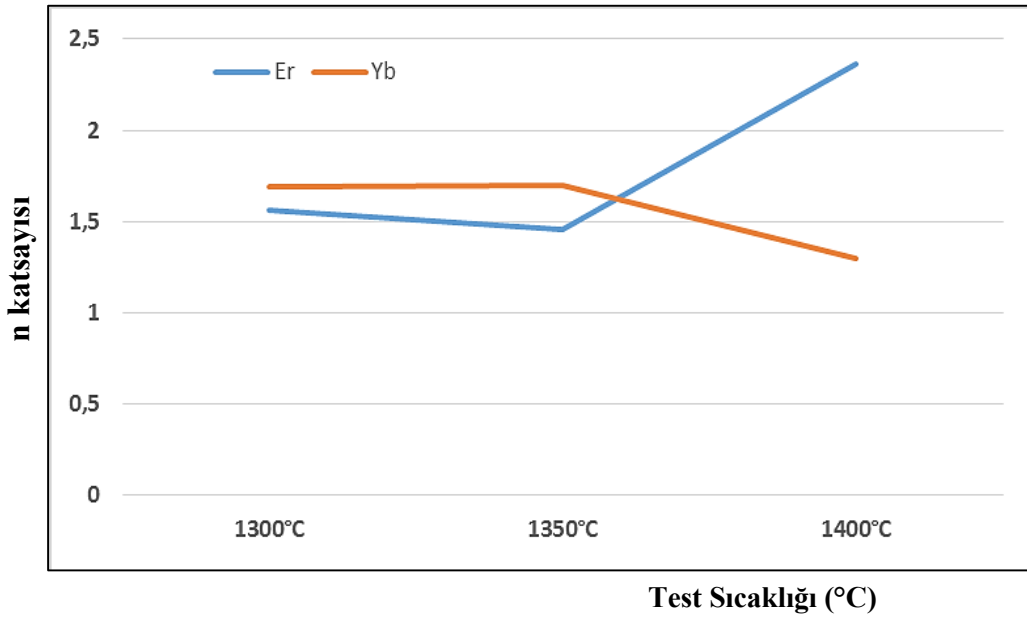
Şekil 5.3 Yb ve Er içeren en iyi sürünme direnci göstermiş ısıl işlem uygulanmış numunelerin a) Er içeren, b) Yb içeren numunelerin mikroyapı görüntüleri

16. Er-SiAlON'un 1300, 1350 ve 1400°C sıcaklık ve 50, 100 ve 150 MPa eğilme gerilmesi koşullarında gerçekleştirilen sürünme testlerinde artan sıcaklık ve gerilme değerlerinde 72 saat sonundaki eğilme sürünme deformasyonları ve minimum sürünme hız değerlerinin arttığı belirlenmiştir.

17. 1700°C'de, 6 saat ısıl işlem görmüş, Er-SiAlON malzemenin sürünme test sonuçları değerlendirildiğinde, sürünme mekanizmalarının belirlenmesinde kullanılan  $n$  gerilme katsayısı 1300, 1350 ve 1400°C'de 50, 100 ve 150 MPa gerilme değerlerinde sırasıyla 1,56; 1,46 ve 2,36 olarak hesaplanmıştır. Yapılan çalışmada bu değerlere göre sürünme

deformasyonuna tane sınırı kayması ve viskoz akışın yol açtığı belirlenmiştir. Q aktivasyon enerji parametresi sürünme mekanizması hakkında fikir veren bir değer olup 50 MPa'da 376 kJ/mol, 100 MPa'da 351 kJ/mol, 150 MPa'da 568 kJ/mol olarak hesaplanmıştır.

18. 1700°C'de 24 saat ısıl işlem uygulanmış, Yb-SiAlON malzemenin sürünme test sonuçları değerlendirildiğinde,  $n$  gerilme katsayısı 1300, 1350 ve 1400°C'de 50, 100 ve 150 MPa gerilme değerlerinde sırasıyla 1,69; 1,70 ve 1,30 olarak hesaplanmıştır. Sürünme deformasyonuna tane sınırı kayması ve viskoz akışın yol açtığı belirlenmiştir. Q aktivasyon enerji parametresi 50 MPa'da 310 kJ/mol, 100 MPa'da 426 kJ/mol ve 150 MPa'da 330 kJ/mol olarak hesaplanmıştır.
19. Her iki kompozisyonda belirlenen sürünme mekanizmaları Şekil 5.4'de karşılaştırmalı olarak verilmiştir. Elde edilen sonuçlara göre sıcaklığın 1350°C'den 1400°C'e çıkmasıyla  $n$  katsayısının epey değiştiği görülmüştür. Özellikle Er içeren kompozisyonda  $n$  katsayısında sıcaklığın 1400°C'e çıkmasıyla büyük bir artış olduğu görülmüştür. Bu artışla birlikte bu kompozisyonda sürünme mekanizması değişmiştir. Yb içeren kompozisyonda ise  $n$  katsayısı 1400°C'da daha küçük bir değere ulaşmıştır. Bunun nedeninin ise bu sıcaklıkta tane sınır kimyasının değişmesinin olabileceği düşünülmektedir. Bu kompozisyonlardan sonra hazırlanan Lu içeren kompozisyonda bu mekanizma çalışmaları, Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tozunun pahalı olmasından bu nedenle yeteri kadar numune üretilmemiş olmasından yapılamamıştır.



Şekil 5.4 Yb ve Er katkılı numunelerin karşılaştırmalı sürünme mekanizmaları

20. Yukarıda verilen tüm sonuçlar değerlendirildiğinde, Er sisteminin Yb sistemine göre çok daha yüksek sürünme dayanımına sahip olduğu belirlenmiştir. Er ve Yb kompozisyonundan sonra Lu ilaveli üç farklı kompozisyon hazırlanmış ve sonuçlar Er ve Yb ile karşılaştırılmıştır.

Bu kompozisyonların ardından literatürde yüksek sıcaklıklarda kararlı fazlar oluşturarak yüksek sıcaklık dayanımının epey iyi olduğu bilinen Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilaveli üç farklı (ALu, 75Lu, CLu) kompozisyon hazırlanmıştır. Bu kompozisyonlardan CLu kompozisyonu Er<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'le aynı kompozisyona sahip sadece katyon tipleri değişmiştir. CLu kompozisyonu önceki çalışmalardan elde edilen verilere dayanarak sadece uzun süreli yani 4 saat süreyle sinterlenmiştir. Bu kompozisyonların sonuçları aşağıda verilmiştir.

22. Lu katkılı  $\alpha/\beta$ -SiAlON malzemelerindeki eş biçimli gri renkli  $\alpha$ -SiAlON tanelerinin, uzamış koyu renkli  $\beta$ -SiAlON tanelerinin ve açık renkli taneler arası amorf fazın varlıkları farklı nokta ve farklı büyütmelerle elde edilen geri yansıyan elektron görüntüleriyle tespit edilmiştir.

21. Lu ilaveli numunelerin sürünme testlerinden elde edilen sürünme % eğilme uzama-zaman grafikleri birincil ve ikincil sürünme bölgelerine sahip olup, üçüncül sürünme bölgesi gözlenmemiştir. Hiçbir test koşulunda üçüncül sürünme bölgesinin karakteristik özelliği olan sürünme hızının artması ile numune kırılması yaşanmamıştır.

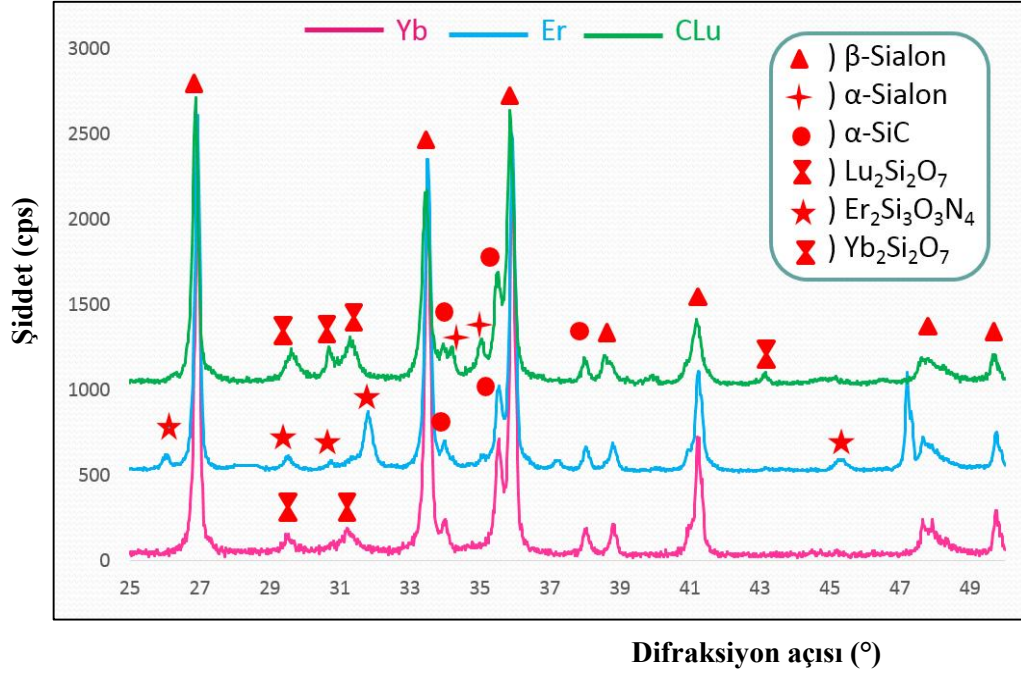
23. Lu kompozisyonunda her bir test için maksimum sürünme deformasyon ve minimum sürünme hızı değerleri tespit edilmiştir. Isıl işlem uygulanmamış ALu, 75Lu ve CLu kompozisyonları için sırasıyla maksimum sürünme deformasyonu değerleri 0,24; 0,13 ve 0,21'dir. Minimum sürünme değerleri ise sırasıyla 0,083; 0,063 ve 0,07'dir. Isıl işlem uygulanmamış kompozisyonlardan en iyi sürünme direncini sahip kompozisyonun 75Lu kompozisyonu olduğu anlaşılmıştır.

24. Lu katkılı üç farklı SiALON malzemesi için  $\alpha/\beta$  SiALON oranının değişmesi sonucunda sürünme eğilme deformasyonun değiştiği görülmüştür.

25. Sinterlenmiş malzemelerin kompozisyonlarında  $\alpha$ -SiAlON,  $\beta$ -SiAlON,  $\alpha$ -SiC kristal fazlarının yanı sıra Lu katkılı, Silikat (Ln<sub>2</sub>Si<sub>2</sub>O<sub>7</sub>) taneler arası kristal fazlarının varlıkları tespit edilmiştir.

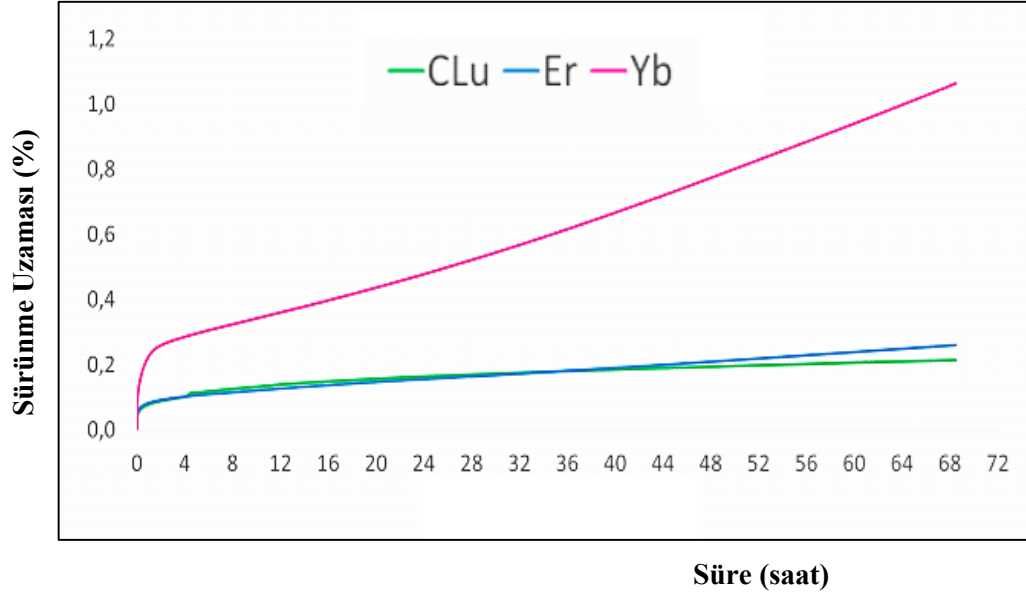
26. XRD pik şiddetlerinde  $\alpha$ -SiAlON ve  $\beta$ -SiAlON fazının ana pik şiddeti göz önüne alınarak  $\alpha/\beta$  faz oranları değiştiği görülmüştür.

27. Lu katkılı kompozisyonlardan CLu kompozisyonu, Er ve Yb katkılı kompozisyonlarla aynı içeriğe sahiptir bu üç kompozisyonun XRD analizleri Şekil 5.5'te verilmiştir.



Şekil 5.5 Yb, Er ve Lu içeren numunelerde karşılaştırmalı XRD analizi

28. Isıl işlem uygulanan üç Lu kompozisyonunun da için maksimum sürünme deformasyon ve minimum sürünme hızı değerleri tespit edilmiştir. Isıl işlem uygulanmış ALu, 75Lu ve CLu kompozisyonları için sırasıyla maksimum sürünme deformasyonu değerleri 0,18; 0,17 ve 0,78 olarak tespit edilmiştir. Minimum sürünme değerleri ise sırasıyla 0,47; 1,14 ve 2,17'dir.
29. Sürünme testleri sonrasında elde edilen kesit mikroyapı görüntülerinde; numunelerin yüzeyinde beyaz renkli bir oksit tabakasının oluştuğu görülmüştür.
30. Tüm kompozisyonlar için sonuçlar değerlendirildiğinde Lu kompozisyonunun ısıl işlem uygulanmaksızın en iyi sürünme direncine sahip olduğu görülmüştür (Şekil 5.6)



Şekil 5.6 Yb, Er ve Lu içeren numunelerde karşılaştırmalı sürünme eğrileri

Bu sonuçlar literatürdeki bilgilerle de örtüşmektedir (Klemm 2010; Menke ve ark. 2000; Lofaj ve Wiederhorn 2009, Ye, 2008). Bu çalışmaların sonuçlarına göre  $\text{Lu}^{+3}$  katyonunun yüksek sıcaklıklarda kararlı bir yapı oluşturduğu düşünülmektedir. Yapılan bir çalışmada  $\text{Yb}^{+3}$  katyonun yerine  $\text{Lu}^{+3}$  katyonunun kullanılması sonucu viskozitenin 26-32 kat arttığı gözlemlenmiştir. Hem Yb hem de Lu kompozisyonların taneler arası faz olarak silikat varlığı tespit edilmiştir (Lofaj ve ark. 2011). Aynı ikincil fazların oluşmasına rağmen aradaki sürünme direnci farkının taneler arası fazdaki kristallerin yapısına bağlı olarak değişmediği, kullanılan dopantların kimyasından kaynaklanan taneler arası fazın yumuşama noktası değişimine bağlı olarak değiştiği sonucuna varılmıştır (Kim ve ark. 2007). Bu nedenle atom numarası arttıkça iyonik yarıçapın azalmasından dolayı camsı ağın daha sağlam hale gelerek viskozitesinin arttığı düşünülmektedir. Aynı zamanda taneler arasında kalan bu camsı fazın viskozitesinin artmasının kavite oluşumunu engelleyen bir mekanizmayı oluşturduğu düşünülmektedir. Camsı fazın tane sınır kaymasını kolaylaştırarak sürünme deformasyonuna neden olmasından dolayı bu camsı fazın viskozitesi ne kadar yüksek olursa tane sınır kayması da o kadar zorlaşacaktır (Klemm 2010; Menke ve ark. 2000; Lofaj ve Wiederhorn 2009, Ye, 2008; Lin ve ark. 2001, Ramesh ve ark. 1997; Gazza 1991, Lofaj ve ark. 2011, Rentdel ve ark. 2002).

## KAYNAKLAR

- Açıkbaş, N. C., Kara, A., Turan, S., Kara, F., Mandal, H. and Bitterlich, B. (2007), “Influence of type of cations on intergranular phase crystallisation of SiAlON ceramics”, *Materials Science Forum*, **554**, 119-122.
- Arellano-Lopez, A.R., Varela-Feria, F.M., J. Martinez F. and Singh M. (2002), “Compressive creep of silicon nitride with different secondary phase compositions”, *Material Science and Engineering A*, **332**, 295–300.
- Başkut, S., (2013), “*Farklı katyon içeren SiAlON seramiklerinin oksidasyon davranışlarının karakterizasyon teknikleri ile belirlenmesi*“, Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İleri Teknolojiler Anabilim Dalı, Eskişehir.
- Ding, J.L., Liu, K.C. and Brinkman, C.R. (1995), “Development of a high-temperature deformation and life prediction model for an advanced Silicon nitride ceramic”, *Journal of the American Ceramic Society*, **78**, 3057-3066.
- Dusza, J., Kovalwick, J. and Hvizdog, P. (2005), “Enhanced creep resistant Silicon nitride based nanocomposite”, *Journal of American Ceramic Society*, **88**, no.6, 1500–1503.
- Ekström, T. (1991), “Transient liquid phase sintering of silicon nitride”, *Key Engineering Materials*, **53**, 586-591.
- Ekström, T. and Nygren, M. (1992), “SiAlON ceramics”, *Journal of the American Ceramic Society*, **75**, 259-276.
- Ekström, T., Falk, L.K:L. and Shen, Z. (1997), “Duplex  $\alpha,\beta$ -Sialon ceramics stabilized by dysprosium and samarium”, *Journal of the American Ceramic Society*, **80**, no.2, 301-312.
- Fox, K.M. (2008), “Microstructure and creep behavior of silicon nitride and SiAlONs”, *International Journal Applied Ceramic Technology*, **5**, no. 2, 138–154.

- Gazza G.E. (1991), "Examining Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> base materials with various rare earth additions", *U.S. Army Materials Technology Laboratory*, Report no. MTL TR, 91-45.
- Guo, S., Hirosaki, N., Yamamoto, Y., Nishimura, T., Kitami, Y. and Mitomo, M. (2003), "Microstructural characterization and high temperature strength of hot-pressed silicon nitride ceramics with Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub> additives", *Philosophical Magazine Letters*, **83**, no. 6, 357–365.
- Hampshire, S., Drew, R. A. and Jack, K. H. (1985), "Oxynitride glasses", *Physic of Chemical Glasses*, **26**, 182-195.
- Hampshire, S. (2007), "Silicon nitride ceramics – Review of structure, processing and properties", *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, **24**, no. 1, 43-50.
- Izumi, F, Mitomo, M, Suzuki, J. (1982), "Structure refinement of yttrium  $\alpha$ -SiAlON from X-Ray powder profile data", *Journal of Materials Science Letters*, **1**, 533-535.
- Jack, K. H. (1976), "Review SiAlONs and related nitrogen ceramics", *Journal of Materials Science*, **11**, 1135-1158.
- Kim, Y.W., Chun, Y.S., Nishimura, T., Mitomo, M. and Lee, Y. (2007), "High-temperature strength of silicon carbide ceramics sintered with rare-earth oxide and aluminum nitride", *Acta Materialia*, **55**, 727–736.
- Klemm, H. (2010), "Silicon Nitride for high-temperature applications", *Journal of American Ceramic Society*, **93**, no. 6, 1501–1522,.
- Lin, M.T., Shi, J.L., Wang, L., Jiang, D.Y., Ruan M.L. and Rai, T.R. (2001), "Microstructure and creep behavior of an Y- $\alpha$ - $\beta$  SiAlON composite", *Journal of the European Ceramic Society*, **21**, 833-840.
- Lin, M. T., Wang, L., Jiang, D. Y., Zhu, G. Q. and Shi, J. L. (2002), High temperature bending creep of a Sm- $\alpha$ - $\beta$  SiAlON composite, *Journal of Materials Science*, **37**, 655-662.
- Lewis, M. H. and Dobedoe, R. S. (2002), "Creep of ceramics", *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*.

- Lofaj, F. And Wiederhorn, S.M. (2009), “Creep processes in silicon nitride ceramics”, *Journal of Ceramic Processing Research*, **10**, no. 3, 269-277.
- Lofaj, F., Wiederhorn, S.M., Dorčáková, F. and Hoffmann, M.J. (2011), “The Effect of glass composition on creep damage development in Silicon Nitride ceramics”, *International Congress on Fracture*.
- Lojanová, S., Tatarko, P., Chlup, Z., Hnatko, M., Dusza, J., Lencé Z. and Sajgalik, P. (2010), “Rare-earth element doped Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/SiC micro/nano-composites—RT and HT mechanical properties”, *Journal of the European Ceramic Society*, **30** 1931–1944.
- Luecke W.E., Wiederhorn, S.M., Hockey, B.J., Krause, R.F. and Long, G.G. (1995), “Cavitation contributes substantially to tensile creep in Silicon Nitride”, *Journal of American Ceramic Society*, **78**, 2085-2096.
- Luecke, W. E., Wiederhorn, S. M. (1999), “A new model for tensile creep of silicon nitride”, *Journal of the American Ceramic Society*, **82**, no. 10, 2769–2778.
- Matovic, B. (2003), *Low Temperature sintering additives for Silicon nitride*, Ph.D. Thesis, Max Planck Institute for Metal research, Germany.
- Melendez-Martinez, J.J. and Dominguez-Rodriguez , A. (2004), “Creep of silicon nitride”, *Progress in Materials Science*, **49**, p. 19–107,.
- Menke, Y., Peltier-Baron, V., and Hampshire, S. (2000), “Effect of rare-earth cations on properties of SiAlON glasses”, *Journal of Non-Crystalline Solids*, **276**, 145-150,.
- Mitomo, M., Tanaka, H., Muramatsu, K., and Fujii, Y. (1991), “Plasma etching of  $\alpha$ -Sialon ceramics”, *Journal of the American Ceramic Society*, **74**, no. 4, 856–858.
- Moreira da Silva, C.R., Pereira Reis, D.A., Dos Santos, C. (2010), “Creep of heat treated silicon nitride with neodymium and yttrium oxides additions”, *Materials Science and Engineering A*, **527**, 6893–6898.

- Pezzotti, G., Kleebe, H.J., Okamoto, K. and Ota, K. (2000), "Structure and viscosity of grain boundary in high purity SiAlON ceramics", *Journal of American Ceramic Society*, **83**, no.10, 2549–2549.
- Ramesh, R., Nestor, E., Pomeroy, M.J., and Hampshire, S. (1997), "Formation of Ln-SiAlON glasses and their properties", *Journal of the European Ceramic Society*, **17**, 1933-1939.
- Rendtel, A. and Hubner, H. (2002), "Effect of heat treatments on microstructure and creep behavior of silicon nitride based ceramics", *Journal of the European Ceramic Society*, **22**, 2517–2525.
- Shen, Z., Ekström, T. and Nygren, M. (1996), Homogeneity region and thermal stability of Neodymium-doped  $\alpha$ -Sialon ceramics, *Journal of American Ceramic Society*, **79**, no. 3, 721-732.
- Tatarko, P., Lojanová, S., Dusza, J. and Sajgalik, P. (2010), "Influence of various rare-earth oxide additives on microstructure and mechanical properties of silicon nitride based nanocomposites", *Material Science and Engineering A*, **527**, 4771-4778.
- Todd, J.A. and Xu, Z.Y. (1989), "The high temperature creep deformation of  $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-6Y}_2\text{O}_3\text{-2Al}_2\text{O}_3$ ", *Journal of Material Science*, **24**, 4443-4475.
- Uludağ, A., (2010),  *$\alpha/\beta$ -SiAlON Seramiklerinin sürünme davranışlarının incelenmesi*, Doktora Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Sivil Havacılık Anabilim Dalı, Eskişehir.
- Uludağ, A. and Turan, D. (2011), "High temperature bending creep behavior of a multi-cation doped  $\alpha/\beta$ -SiAlON composite", *Ceramics International*, **37**, 921-926.
- Ulukut, S., (2014), *SiAlON Seramiklerinin Sürünme Davranışına Yoğunluk ve Isıl İşlemin Etkisi ve Mikroyapı Karakterizasyonu*, Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü Anabilim Dalı, Eskişehir.

- Wilkinson D.S. (1994), "Creep mechanisms in Silicon Nitride ceramics, Tailoring of mechanical properties of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ceramics", *NATO ASI Series*, **276**, 327-338.
- Wiederhorn, S.M., Hockey, B.J. and French, J.D. (1999), "Mechanisms of deformation of silicon nitride and silicon carbide at high temperatures", *Journal of the European Ceramic Society*, **19**, 2273-2284.
- Ye, F., Liu, C., Zhou, Y. And Meng, Q. (2008), Microstructure and properties of self-reinforced  $\alpha$ -SiAlON ceramics doped with Lu<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, *Materials Science and Engineering A*, **496**, no. 1, 143-149.
- Zhan, G.D., Shi, J.L., Lai, T.R. and Yen, T.S. (1997), "Micromechanisms of creep-fatigue crack growth in  $\alpha$ ,  $\beta$ -SiAlON at 1200°C", *Journal of the European Ceramic Society*, **17**, 1267-1276.
- Ziegler, G. (1989), "Thermo-mechanical properties of silicon nitride and their dependence on microstructure", *Material Science Forum*, **47**, 162-203.