

**SİLİSİYON SERAMİKLERİNİN SÜRÜNME
DAVRANIŞINA YOĞUNLUK VE ISIL
İŞLEMİN ETKİSİ VE MİKROYAPI
KARAKTERİZASYONU**

Serkan ULUKUT
Yüksek Lisans Tezi

İleri Teknolojiler Anabilim Dalı
Nanoteknoloji Bilim Dalı
Aralık-2014

JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

Serkan ULUKUT'un "**SiAlON Seramiklerinin Sürünme Davranışına Yoğunluk ve Isıl İşlemin Etkisi ve Mikroyapı Karakterizasyonu**" başlıklı **İleri Teknolojiler** Anabilim Dalı, **Nanoteknoloji** Bilim Dalındaki, Yüksek Lisans Tezi 16.06.2014 tarihinde, aşağıdaki jüri tarafından Anadolu Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

	Adı Soyadı	İmza
Üye (Tez Danışmanı)	: Prof. Dr. SERVET TURAN	
Üye	: Prof. Dr. FERHAT KARA	
Üye	: Yrd. Doç. Dr. ALPER ULUDAĞ	

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

Enstitü Müdürü

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

SiAlON SERAMİKLERİNİN SÜRÜNME DAVRANIŞINA YOĞUNLUK VE ISIL İŞLEMİN ETKİSİ VE MİKROYAPI KARAKTERİZASYONU

Serkan ULUKUT

Anadolu Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

İleri Teknolojiler Anabilim Dalı – Nanoteknoloji Bilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Servet TURAN

2014, 82 sayfa

Silisyum nitrür (Si_3N_4) esaslı malzemeler, gösterdiği yüksek mukavemet, tokluk ve düşük yoğunluk sayesinde yüksek sıcaklık uygulamalarında kullanılmaktadır. Si_3N_4 'ün mekanik ve kimyasal özellikleri, yapıya alüminyum ve oksijenin katılmasıyla daha da geliştirilebilmektedir ve bu malzemeler SiAlON olarak adlandırılmaktadır. Yüksek sıcaklık uygulamalarında sürünme deformasyonu, malzemenin kullanılabilirliğini ve ömrünü belirlemektedir. Malzemelerin yüksek sıcaklık dayanımını arttırmak için, camsı fazın ötektik sıcaklığına göre, ötektik sıcaklık altı (BET) veya ötektik sıcaklık üstü (AET) ısıl işlemler uygulanabilmektedir.

Bu çalışmada, Er-Sm-Ca çoklu katyon sistemine ve %10 SiC ikincil fazına sahip β -SiAlON malzemelerin farklı ısıl işlemler (BET, BET+AET ve oksidasyon) sonucundaki sürünme dayanımları ve ısıl işlem görmemiş numunelerde yoğunluk farkının sürünme davranışına olan etkisi incelenmiştir. Numuneler 1350 – 1390°C sıcaklıkta 100 MPa eğilme gerilimi altında 72 saat süreyle hava ortamında dört nokta eğilme testine tabi tutulmuşlardır. Sürünme öncesi ve sonrasındaki mikroyapı karakterizasyonu X-ışını difraktometresi (XRD) ve mikroskopi teknikleriyle (SEM ve EDX) yapılmıştır.

Sürünme testleri sonucunda BET ısıl işlemi görmüş numunelerin sürünme dayanımının, ısıl işlem görmemiş ve yüksek yoğunluklu malzemelerden daha iyi olduğu belirlenmiştir. Ayrıca, ısıl işlem görmemiş düşük yoğunluklu numunelerde, malzemelerin sürünme dayanımının arttığı saptanmıştır.

Anahtar Kelimeler: SiAlON, Sürünme, Isıl işlem, BET, Yoğunluk

ABSTRACT

Master of Science Thesis

INFLUENCE OF DENSITY AND HEAT TREATMENT ON CREEP BEHAVIOR OF SiAlON CERAMICS AND THEIR MICROSTRUCTURAL CHARACTERISATION

Serkan ULUKUT

Anadolu University
Graduate School of Sciences
Advanced Technologies Program – Program in Nanotechnology

Supervisor: Prof. Dr. Servet TURAN
2014, 82 pages

Silicon nitride (Si_3N_4) based materials are used in high temperature applications due to their high strength, toughness and low density. The mechanical and chemical properties of Si_3N_4 can be tailored further with the addition of aluminum and oxygen into the structure, which are called SiAlON materials. Creep deformation determines the usage and life of the materials in high temperature applications. In order to increase the high temperature resistance, materials can be subjected to below eutectic temperature (BET) or above eutectic temperature (AET) heat treatments, according to the eutectic point of the glassy phase.

In this study, the influence of different heat treatments (BET, BET+AET and oxidation) and density difference of as-received samples on the creep behavior of the β -SiAlON materials that have Er-Sm-Ca multi cation system and %10 SiC as secondary phase were investigated. Samples were subjected to four-point bending test in air atmosphere under 1350 – 1390°C temperatures and 100 MPa flexural stress for 72 hours. Microstructural characterizations of the samples were carried out by X-ray diffraction (XRD) and microscopy techniques (SEM and EDX) before and after creep tests.

According to the creep test results, samples subjected to BET heat treatment show better creep performance than the high density as-received ones. Moreover, increase in creep resistance is identified in low density as-received samples.

Keywords: SiAlON, Creep, Heat treatment, BET, Density

TEŞEKKÜR

Lisans ve yüksek lisans hayatım boyunca bilgi ve deneyimini benimle paylaşan, yapıcı eleştirileriyle tez çalışmamı yön veren ve moral dolu konuşmalarıyla bu tez çalışmamın bitmesinde çok önemli rol oynayan, saygıdeğer tez danışmanım Prof. Dr. Servet TURAN'a,

SEM, TEM, numune hazırlama ve bildiğim çoğu şeyi öğretmenim yanı sıra dostluk ve arkadaşlıklarını esirgemeyen Araş. Gör. Pınar KAYA, Yard. Doç. Dr. Hilmi YURDAKUL, Yard. Doç. Dr. Orkun TUNÇKAN ve Uzman Sinem KAYHAN'a,

Yüksek lisans hayatımın en güzel yıllarını geçirdiğim ve her zaman desteklerini yanımda hissettiğim dostlarım Atakan AKAY, Çağdaş ASLAN ve Eren SUYOLCU'ya, sürünme testlerinde ve ısıtma işlemlerinde bana yol gösteren, üniversiteye geldiğimden beri benden yardımlarını esirgemeyen Alper ÇINAR'a ve masa tenisi seanslarının vazgeçilmezleri Ayberk ÖZDEN ve Ali KANDEMİR'e

Birlikte geçirdiğimiz yıllar boyunca ilgi alanı olmayan şeyleri dinlemek zorunda kalan ama yine de sıkılmayan, sıkılsa da belli etmeyen, belli etse de anlatmaya devam ederek işkence çektirdiğim; anlayışı ve güler yüzlülüğüyle tez çalışmamda en büyük morali sağlayan Hale KARAKAYA'ya

Son olarak, bütün hayatım boyunca maddi ve manevi olarak destekleri ve fedakârlıklarıyla beni yalnız bırakmayan anneme ve babama yürek dolusu teşekkürlerimi sunarım.

Serkan ULUKUT

Aralık-2014

İÇİNDEKİLER

ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ	vi
ÇİZELGELER DİZİNİ	xi
1. GİRİŞ	1
2. SiAlON SERAMİKLERİ ve SÜRÜNME DAVRANIŞLARI	3
2.1. SiAlON Kristal Yapısı.....	3
2.2. SiAlON Mikroyapı Özellikleri.....	5
2.3. Si ₃ N ₄ ve SiAlON Seramiklerinin Sürünme Mekanizmaları.....	8
3. ÇALIŞMANIN AMACI	11
4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	13
4.1. Sürünme Numunelerinin Hazırlanması.....	13
4.2. Isıl İşlem Süreci.....	14
4.3. Dört Nokta Eğilme Sürünme Testleri.....	15
4.4. Karakterizasyon Çalışmaları.....	17
4.4.1. Faz analizleri.....	18
4.4.2. Mikroyapı analizleri.....	18
5. BULGULAR	20
5.1. Sinterlenmiş Numunelerin İçyapı Analizi.....	20
5.2. Isıl İşlem Görmemiş Numunelerde Yoğunluğun Etkisi.....	20
5.2.1. Sürünme analizleri.....	22
5.2.2. Faz ve mikroyapı analizleri.....	23
5.3. Sürünme Öncesi Oksitlenmenin Etkisi.....	33

5.3.1. Sürünme analizleri	33
5.3.2. Faz ve mikroyapı analizleri.....	35
5.4. Ötektik Sıcaklık Altı Isıl İşlemin Etkisi	39
5.4.1. Sürünme analizleri	39
5.4.2. Faz ve mikroyapı analizleri.....	42
5.5. Ötektik Sıcaklık Altı ve Ötektik Sıcaklık Üstü Isıl İşlemin Etkisi.....	55
5.5.1. Sürünme analizleri	55
5.5.2. Faz ve mikroyapı analizleri.....	57

6. TARTIŞMA **62**

6.1. Farklı Isıl İşlemlerin Mikroyapıya Etkisi	62
6.2. Sürünme Sonrasında Oluşan Mikroyapıların Karşılaştırılması.....	65
6.3. Farklı Isıl İşlemlerin Sürünme Davranışına Etkisi	70
6.3.1. Farklı yoğunluğun sürünme davranışına etkisi.....	71
6.3.2. Oksidasyonun sürünme davranışına etkisi.....	72
6.3.3. BET ısııl işleminin sürünme davranışına etkisi	73
6.3.4. BET+AET ısııl işleminin sürünme davranışına etkisi	73
6.4. Numunelerin Ağırlık Kazanımlarının Karşılaştırılması	74

7. GENEL SONUÇLAR **76**

KAYNAKLAR **78**

ŞEKİLLER DİZİNİ

2.1	(a) α -Si ₃ N ₄ ve (b) β -Si ₃ N ₄ kristal yapılarının [001] yönünden görünümü. Maviler Si, kırmızılar N atomlarını temsil etmektedir.	4
2.2	α -SiAlON kristal yapısı; maviler Si ve Al atomlarını, kırmızılar N ve O atomlarını, yeşiller ise yük dengeleyici metalik iyonları temsil etmektedir.	5
2.3	Y ₂ O ₃ katkılı Si ₃ N ₄ seramiğinde sinterleme sonrası tane sınırlarında kalan camsı fazın (a) aydınlık, (b) karanlık alan TEM görüntüsü.....	6
2.4	Sm ₂ O ₃ katkılı α -SiAlON seramiğinde çoklu tane sınırı ceplerinde kristalleşmiş samaryum melilit (Sm ₂ Si _{3-x} Al _x O _{3+x} N _{4-x}) fazının TEM görüntüsü	7
2.5	α/β -SiAlON kompozit yapısının (a)10000 ve (b)20000 büyütmede alınan geri yansıyan elektron görüntüsü.....	7
2.6	Yb ₂ O ₃ ilaveli α/β -SiAlON seramiğinde tane sınırı camsı fazın yüksek çözünürlük TEM görüntüsü.....	8
2.7	Malzemelerin sürünme davranışlarının şekilsel gösterimi	9
3.1	Er-Sm-Ca + SiC SiAlON malzemesine uygulanan AET ısıtılmasının, malzemenin sürünme davranışına etkisi (1400°C – 100 MPa)	11
4.1	Dört nokta eğilme sürünme testlerinde kullanılan numunelerin boyutları.....	13
4.2	AET ısıtılmasına tabi tutulmuş Er-Sm-Ca çoklu katyon sistemi ve SiC ikincil fazına sahip SiAlON malzemenin 72 saat boyunca 3 farklı sıcaklıktaki (1300, 1350 ve 1400°C) ve 100 MPa eğilme gerilimi altındaki sürünme uzamaları.....	15
4.3	Sürünme testlerinde numunelere uygulanan yükün şekilsel gösterimi.....	16
4.4	Numunelerin her saat başındaki sürünme uzamasıyla hesaplanan sürünme hızının şekilsel gösterimi	17
5.1	Sinterlenmiş Er-Sm-Ca ve SiC katkılı SiAlON numunenin a)1000x ve b)5000x büyütme SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri	21

5.2	Isıl işlem görmemiş numunelerin 72 saat boyunca 1390°C sıcaklık ve 100 MPa gerilim altındaki sürünme uzamaları ve hızları.....	22
5.3	Isıl işlem görmemiş numunelerde sürünme öncesi ve 1390°C – 100 MPa – 72 saat sürünme sonrası oluşan X-ışını kırınım deseni	24
5.4	Isıl işlem görmemiş, 3.29 g/cm ³ yoğunluğa sahip ve sürünmüş Er-1 numunesinin basma gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	25
5.5	Isıl işlem görmemiş, 3.29 g/cm ³ yoğunluğa sahip ve sürünmüş Er-1 numunesinin çekme gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	26
5.6	Isıl işlem görmemiş, 3.29 g/cm ³ yoğunluğa sahip ve sürünmüş Er-71 numunesinin basma gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	27
5.7	Isıl işlem görmemiş, 3.29 g/cm ³ yoğunluğa sahip ve sürünmüş Er-71 numunesinin çekme gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	28
5.8	Isıl işlem görmemiş, 3.23 g/cm ³ yoğunluğa sahip ve sürünmüş Er-74 numunesinin basma gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	29
5.9	Isıl işlem görmemiş, 3.23 g/cm ³ yoğunluğa sahip ve sürünmüş Er-74 numunesinin çekme gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	30
5.10	Isıl işlem görmemiş, 3.20 g/cm ³ yoğunluğa sahip ve sürünmüş Er-75 numunesinin basma gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	31

5.11	Isıl işlem görmemiş, 3.20 g/cm ³ yoğunluğa sahip ve sürünmüş Er-75 numunesinin çekme gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	32
5.12	OX numunelerinin 72 saat boyunca 1390°C sıcaklık ve 100 MPa gerilim altındaki sürünme uzaması ve hızı	34
5.13	Oksidasyon ısıl işlemi uygulanmış numunenin 1390°C – 100 MPa – 72 saat sürünme testi sonrası oluşan X-ışını kırınım deseni.....	35
5.14	Sürünmemiş OX numunesinin a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	36
5.15	OX numunesinin basma gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	37
5.16	OX numunesinin çekme gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	38
5.17	BET-2 numunelerinin 72 saat boyunca 1350 - 1390°C sıcaklık ve 100 MPa gerilim altındaki sürünme uzamaları ve hızları.....	41
5.18	BET-6 numunelerinin 72 saat boyunca 1350 - 1390°C sıcaklık ve 100 MPa gerilim altındaki sürünme uzamaları ve hızları.....	41
5.19	BET-6 ısıl işlemi uygulanmış numunelerde sürünme öncesi ve 1390°C – 100 MPa – 72 saat sürünme sonrası oluşan X-ışını kırınım deseni.....	42
5.20	Sürünmemiş ve BET-2 ısıl işlemi görmüş numuneden a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	43
5.21	1350°C’de sürünen BET-2 numunesinin basma gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri	44
5.22	1350°C’de sürünen BET-2 numunesinin çekme gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri	45

5.23	1390°C’de sürünen BET-2 numunesinin basma gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri	46
5.24	1390°C’de sürünen BET-2 numunesinin çekme gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri	47
5.25	Sürünmemiş ve BET-6 ısııl işleme görmüş numuneden a)1000x ve b)5000x büyütmelede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	49
5.26	1350°C’de sürünen BET-6 numunesinin basma gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri	50
5.27	1350°C’de sürünen BET-6 numunesinin çekme gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri	51
5.28	1390°C’de sürünen BET-6 numunesinin basma gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri	52
5.29	1390°C’de sürünen BET-6 numunesinin çekme gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri	53
5.30	1390°C’de sürünen a) BET-6 ve b) BET-2 numunelerinin 10000x büyütmede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri	54
5.31	BET+AET numunelerinin 72 saat boyunca 1390°C sıcaklık ve 100 MPa gerilim altındaki sürünme uzamaları ve hızları	56
5.32	BET+AET ısııl işleme uygulanmış numunelerde sürünme öncesi ve 1390°C – 100 MPa – 72 saat sürünme sonrası oluşan X-ışını kırınım deseni	57
5.33	Sürünmemiş BET+AET numunesinin a)1000x, b)5000x büyütmelede numunenin kenarından ve c)5000x büyütmede numunenin ortasından SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	58

5.34	1390°C’de sürünen BET+AET numunesinin basma gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri	60
5.35	1390°C’de sürünen BET+AET numunesinin çekme gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri	61
6.1	a)Isıl işlem görmemiş, b) 2 saat ve c) 6 saat BET ısıtma işlemi görmüş numunelerin 10000 büyütmede alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	63
6.2	a) BET-6 ısıtma işlemi görmüş numunenin ortasından, BET+AET ısıtma işlemi görmüş numunenin b) yüzeye yakın kenarından ve c) ortasından 5000 büyütmede alınan geri yansıyan elektron görüntüleri	63
6.3	a)Isıl işlem görmemiş ve b) 1390°C sıcaklıkta oksidasyona tabi tutulmuş numunelerin 5000 büyütmede alınan geri yansıyan elektron görüntüleri.....	64
6.4	1390°C sıcaklıkta oksidasyona tabi tutulmuş numunenin 500 büyütmede alınan geri yansıyan elektron görüntüsü	65
6.5	Isıl işlem görmemiş ve 1390°C sıcaklıkta sürünmüş a) 3.29 g/cm ³ ve b) 3.20 g/cm ³ yoğunluğa sahip numunelerin 1000 büyütmede alınan SEM görüntüleri	66
6.6	BET-2 ısıtma işlemi görmüş numunelerin a) 1350°C ve b) 1390°C sıcaklıkta sürünme testi sonrasında 1000 büyütmede alınan SEM görüntüleri.....	67
6.7	1390°C sıcaklıkta sürünmüş a) ısıtma işlem görmemiş, b) BET-2 ve c) BET-6 ısıtma işlemi görmüş numunelerin 1000 büyütmede alınan SEM görüntüleri	68
6.8	1390°C sıcaklıkta sürünmüş a) BET-6 ve b) BET+AET ısıtma işlemi görmüş numunelerin 1000 büyütmede alınan SEM görüntüleri.....	69
6.9	1390°C sıcaklıkta sürünmüş a) ısıtma işlem görmemiş ve b) oksidasyona tabi tutulmuş numunelerin 1000 büyütmede alınan SEM görüntüleri.....	69
6.10	1390°C sıcaklık ve 100 MPa eğilme gerilmesi altında farklı ısıtma işlemlere tabi tutulmuş numunelerin sürünme grafikleri.....	71

ÇİZELGELER DİZİNİ

4.1	Sürünme numunelerine uygulanan ısıtma işlemler	14
4.2	Numunelerin parlatılmasında kullanılan keçeler, parlatma sıvıları ve parlatma değişkenleri.....	19
5.1	Isıl işlem görmemiş numunelerin yoğunluk ölçüm sonuçları.....	20
5.2	Isıl işlem görmemiş numunelerin sürünme testi sonrasındaki ağırlık değişimleri	23
5.3	OX numunelerinin yoğunluk ölçümleri.....	33
5.4	OX numunelerinin sürünme testi sonrasındaki ağırlık değişimleri	34
5.5	BET-2 numunelerinin yoğunluk ölçümleri.....	39
5.6	BET-6 numunelerinin yoğunluk ölçümleri.....	39
5.7	BET-2 ve BET-6 numunelerinin sürünme testi sonrasındaki ağırlık değişimleri	40
5.8	BET+AET numunelerinin yoğunluk ölçümleri	55
5.9	BET+AET numunelerinin sürünme testi sonrasındaki ağırlık değişimleri	56
6.1	Isıl işlem görmemiş ve farklı yoğunluğa sahip numunelerde, EDX analizi sonucu bulunan Si / Er yüzdeleri	66
6.2	Numunelerin Sürünme testleri sonrasında hesaplanan ağırlık değişim yüzdeleri	74

1. GİRİŞ

Silisyum nitrid (Si_3N_4) ve Si_3N_4 esaslı seramik malzemeler düşük yoğunluk, yüksek tokluk ve yüksek sıcaklıklarda gösterdikleri üstün mekanik ve kimyasal özellikler sayesinde geniş uygulama alanı bulmuşlardır. Özellikle yüksek sıcaklıklarda dayanım gerektiren havacılık ve savunma endüstrilerinde, kesici uçlarda Si_3N_4 ve türevi malzemeler kullanım alanı bulmakta ve günümüzde potansiyel uygulama alanları için bu malzemelerin özellikleri geliştirilmeye devam etmektedir [1-3]. Bu gelişmeler ışığında atılan önemli adımlardan birisi, Si_3N_4 iticiye sahip Japon Venüs İklim Uydusunun (Japanese Venus Climate Orbiter – “AKATSUKI (PLANET-C)”) 21 Mayıs 2010’da fırlatılmasıyla gerçekleşmiştir. 28 Mayıs 2010’da itici, uyduyu başarıyla yörüngeye sokarak bir ilki gerçekleştirmiştir [4].

Si_3N_4 ’e üstün mekanik özelliklerini kazandıran etkenlerden olan kovalent bağ tipi diğer taraftan bu malzemelerin sinterleme sırasında yüksek yoğunluğa ulaşmasını zorlaştırmaktadır. Atomik yayınının yeterli seviyede olması için gerekli sıcaklıklar Si_3N_4 ’ün bozunum sıcaklığına ($>1850^\circ\text{C}$) yakın olduğundan dolayı alternatif yaklaşımlar denenmiştir. Si_3N_4 ile birlikte çeşitli katkı oksitleri başlangıç tozu olarak kullanılmış ve bu oksitlerin yardımıyla sıvı faz sinterlemesi gerçekleştirilerek yüksek yoğunlukta malzemeler üretilmiştir [5-8]. Katkı oksitleri malzemenin mekanik ve kimyasal yapısını önemli ölçüde etkilediği için birçok farklı oksitle çalışmalar yapılmış ve bu çalışmalar SiAlON seramiklerinin keşfedilmesini sağlamıştır [9, 10].

Sinterleme sırasında oluşan sıvı faz, soğuma sonrasına camsı olarak (veya kısmen kristal olarak) tane sınırlarında ve üçlü kesişim noktalarında görülmektedir. Camsı geçiş sıcaklığının üstünde yumuşamaya başlayan bu fazın, malzemenin özellikle yüksek sıcaklık performansını olumsuz yönde etkilediği görülmüştür [11-13].

Si_3N_4 ’ün yüksek sıcaklık performansını arttırmak için günümüze kadar yapılan çalışmalar aşağıdaki gibi gruplandırılabilir:

1. Sinterleme katkılarının kimyasal kompozisyonunun ve hacimsel oranının optimizasyonu [13-15]
2. Sinterleme sonrası oluşan taneler arası camsı fazın ısıl işlemlerle kristalleştirilmesi [11, 16-18]
3. Malzeme mikroyapısına mikro/nano ölçekte ikincil refrakter faz/parçacık ilavesi [19-22]

İçyapıya eklenen plaka halindeki ikincil fazların, malzemenin kırılma tokluğunu arttırdığı görülse de [23], mukavemet ve yüksek sıcaklık dayanımında düşüş gözlemlenmiştir [24]. İkincil faz ilavesiyle malzemelerin yüksek sıcaklık performansını arttırmak için atılan önemli adımlardan birisi nano boyutta SiC ilavesinin yapılmasıyla gerçekleşmiştir. Yapılan çalışmalarda 1400°C sıcaklıkta 970 MPa eğilme mukavemet değeri ölçülmüştür [25].

Camsı fazın, sinterleme katkı oksitlerinin Si₃N₄ tanelerinin üzerinde bulunan SiO₂ tabakası ile tepkimeye girerek oluştuğu bilinmektedir [8]. Tane sınırlarında bulunan camsı faz, uygun ısıl işlem sonucunda kristal fazlara dönüştürülebilmektedir. Si₃N₄ esaslı malzemelere uygulanan ısıl işlemler, tane sınırlarındaki camsı fazın ötektik sıcaklığına göre adlandırılarak, ötektik sıcaklık altı (BET) ve ötektik sıcaklık üstü (AET) olmak üzere ikiye ayrılabilir [26]. Oluşan kristal fazların yapısı yalnızca başlangıç kompozisyonuna değil, uygulanan ısıl işlem sıcaklığı, süresi ve atmosferine bağlı olarak farklılık gösterebilmektedir [12].

Çeşitli katyon sistemlerinin sürünme davranışı üzerindeki etkisinin incelendiği bir çalışmada, Er-Sm-Ca çoklu katyon sistemine sahip ve SiC ikincil fazı içeren SiAlON malzemelerin, çalışmada kullanılan diğer sistemlere göre daha üstün performans gösterdiği belirlenmiştir [27]. Başka bir çalışmada ise, AET ısıl işlemin, benzer kompozisyondaki malzemelerin sürünme dayanımını geliştirdiği gözlemlenmiştir [15]. Bu çalışmada, Er-Sm-Ca çoklu katyon sistemi ve SiC ikincil fazına sahip numunelere uygulanan BET ısıl işleminin ve ısıl işlem görmemiş numunelerde yoğunluk farkının sürünme davranışına olan etkisi incelenecektir.

2. SiAlON SERAMİKLERİ ve SÜRÜNME DAVRANIŞLARI

SiAlON seramikleri, Si_3N_4 esaslı ve büyük çeşitlilik gösteren seramik alaşımlarının genel adı olarak nitelendirilebilir [28]. Si_3N_4 seramiklerinin yapısına alüminyum oksidin (Al_2O_3) katılmasıyla özellikle yüksek sıcaklık uygulamalarında malzemelerin dayanımının geliştirildiği görülmüştür. SiAlON seramikleri 1970'li yıllarda birbirinden bağımsız Japon [9] ve İngiliz [10] gruplar tarafından keşfedilmiştir ve günümüzde hala bu malzemelerin performansını geliştirmek için çalışmalar yapılmaktadır.

Si_3N_4 esaslı malzemelerde mikroyapı kontrolüyle çeşitli uygulamalar için farklı fiziksel/kimyasal özelliklere sahip malzemeler üretilebilmektedir.

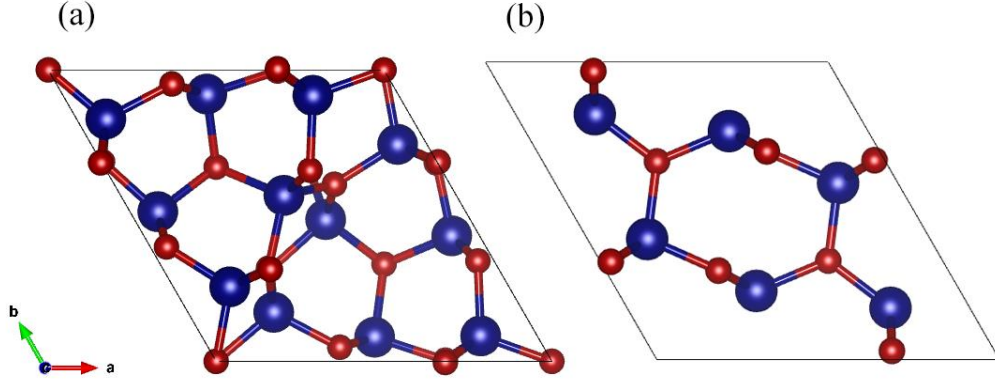
2.1. SiAlON Kristal Yapısı

İleri teknoloji seramiği olarak kullanılan SiAlON malzemeler genelde Si_3N_4 kristal yapısının modifikasyonları şeklinde bulunmaktadır. Yaygın olarak kullanılan Si_3N_4 polimorfları ise $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ ve $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ olarak adlandırılmaktadır. 1999 yılında kübik yapıya sahip $\gamma\text{-Si}_3\text{N}_4$ keşfedilmiş [29], ancak yüksek sıcaklık ve yüksek basınçta kararlı olan bu yapı henüz uygulama alanı bulamamıştır.

$\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$; trigonal kristal sistemine, $P31c$ uzay simetri grubuna, $a=7.766 \text{ \AA}$ ve $c=5.615 \text{ \AA}$ örgü sabitlerine ve $3.16 - 3.19 \text{ g/cm}^3$ yoğunluğa sahip yapıda bulunmaktadır [6, 30, 31]. Her bir silisyum atomu şekli biraz bozuluma uğramış dörtyüzlülerin ortasında bulunurken, azot atomları üç silisyum atomuyla neredeyse düzlemsel koordinasyona sahiptir. Taban düzlemi ...ABCD... şeklinde dizilmektedir ve CD katmanları AB katmanlarının c-kayma düzlemindeki ayna yansımasıdır; bu nedenle ...ABBA... şeklinde bir dizilim oluşturduğu da söylenebilir (**Şekil 2.1a**).

$\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ ise hegzagonal kristal yapıya sahiptir. Kristal yapı sabitleri $a=7.608 \text{ \AA}$ ve $c=2.911 \text{ \AA}$ olup, $3.19 - 3.20 \text{ g/cm}^3$ yoğunluğa sahiptir [6, 30]. Bu yapıda taban düzlemi ...ABAB... şeklinde dizilerek z-ekseni boyunca uzanan ve merkezleri $(\frac{2}{3}, \frac{1}{3}, 1)$ konumunda olan kanallar oluşturmaktadır (**Şekil 2.1b**) [31]. $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ 'ün uzay simetri grubunun kristal kalınlığına bağlı olduğu yapılan elektron kırınımı

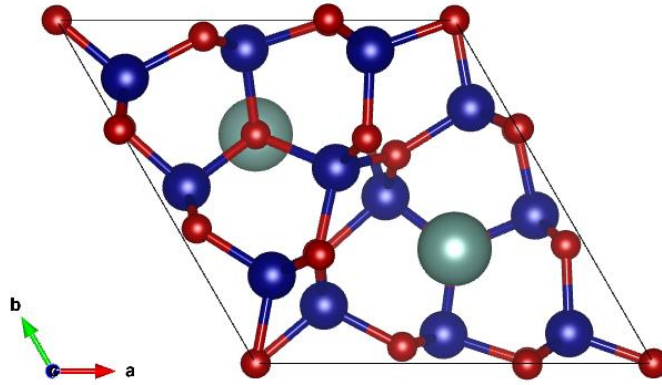
çalışmalarıyla ortaya konmuştur [32]. Bu çalışmada, ince kristallerin $P6_3/m$, yığınsal haldeki kristallerin ise $P6_3$ uzay simetri grubuna sahip olduğu gösterilmiştir.



Şekil 2.1 (a) α - Si_3N_4 ve (b) β - Si_3N_4 kristal yapılarının [001] yönünden görünümü. Maviler Si, kırmızılar N atomlarını temsil etmektedir.

α - ve β - Si_3N_4 , Al esaslı bileşikler ile katı çözelti meydana getirebilmekte ve bu katı çözeltiler α - ve β -SiAlON şeklinde adlandırılmaktadır [9, 10, 33]. α -SiAlON, Si^{4+} ile Al^{3+} iyonlarının kısmi yer değiştirmesiyle oluşmaktadır. Yük dengesi, yapıya bir veya birden çok katyonun (Li, Ca, Mg, Y ve çoğu nadir toprak elementi) katılması ile sağlanmaktadır [34-37]. Bu elementler (Si, Al)-N yapısındaki ara yer boşluklarına girerek ...ABBA... sıralamasını korurlar (**Şekil 2.2**). Katkı ilavesi olarak oksijenli bir bileşik kullanılırsa, oksijen atomları yapıda bulunan azot ile kısmi yer değiştirme göstermektedir. Yük dengesini korumak için katılan herhangi bir Me^{x+} katyonu için, α -SiAlON'un genel formülü $\text{Me}_m\text{Si}_{12-(x_m+n)}\text{Al}_{(x_m+n)}\text{O}_n\text{N}_{16-n}$ şeklinde ifade edilebilmektedir. Formülde m (Si-N) bağının (Al-N) bağıyla yer değişimini temsil ederken, n (Si-N) ile (Al-O) bağlarının yer değişimini göstermektedir. (Si-N) ve (Al-N) bağ uzunluk farkı yüksek olduğundan dolayı (sırasıyla 1.74 Å ve 1.87 Å), kafes yapısında önemli gerilimler meydana gelmektedir ve bu gerilimler m katsayısının alabileceği değerleri sınırlamaktadır [38]. Yüksek n değerleri ise β -SiAlON oluşumuna neden olmaktadır. Bu katsayılar için bulunan değerler $0.08 \leq m \leq 0.17$ ve $0.13 \leq n \leq 0.31$ şeklindedir [39-42].

β -SiAlON, (Si-N) ve (Al-O) bağlarının yer değiştirmesiyle oluşmaktadır. Yer değiştirme katsayısı m ile ifade edilmekte ve genel formülü $\text{Si}_{3-m}\text{Al}_m\text{O}_m\text{N}_{4-m}$ şeklinde gösterilmektedir. β -SiAlON yapısında m değeri sıfırdan başlayıp, 4.2'ye kadar değişkenlik gösterebilmektedir [33]. (Si-N) ve (Al-O) bağ uzunlukları birbirine yakın olduğu için (sırasıyla 1.74 Å ve 1.75 Å) kafes bozulmaları α -SiAlON'a göre daha az olmaktadır. β -SiAlON yapısı, β - Si_3N_4 gibi ...ABAB... sıralamasını göstermektedir [10].



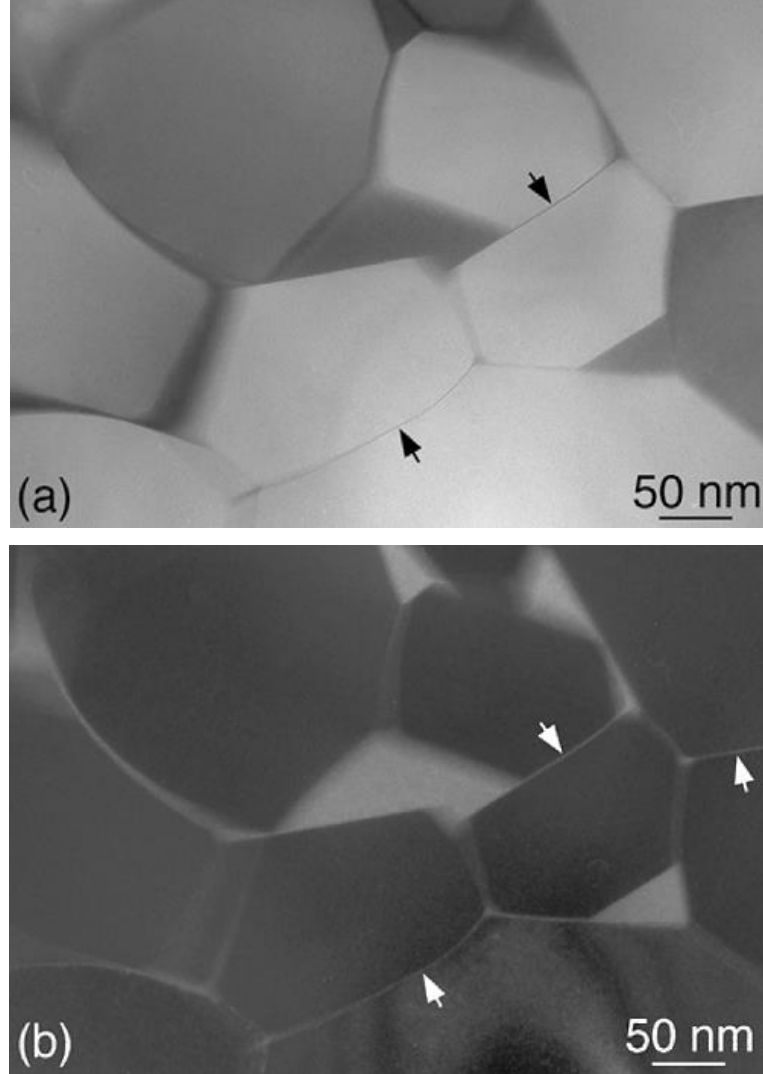
Şekil 2.2 α -SiAlON kristal yapısı; maviler Si ve Al atomlarını, kırmızılar N ve O atomlarını, yeşiller ise yük dengeleyici metalik iyonları temsil etmektedir.

β -SiAlON sisteminde bulunan fazlardan biri de silisyum oksinitrür ($\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$) modifikasyonu olup O-SiAlON şeklinde adlandırılmaktadır. Oluşum mekanizmaları β -SiAlON ile aynı olup $\text{Si}_{4-m}\text{Al}_m\text{O}_{1+m}\text{N}_{4-m}$ formülüyle gösterilmektedir. Bu fazın önemli özelliklerinden birisi yüksek sıcaklıklarda yüksek oksitlenme direnci göstermesidir [43].

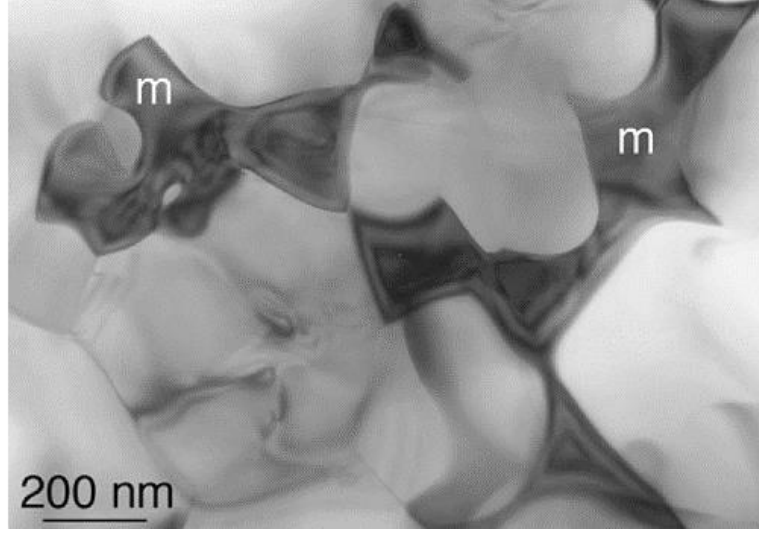
2.2. SiAlON Mikroyapı Özellikleri

Si_3N_4 esaslı malzemeler genellikle çok fazlı yapıya sahip olmaktadır. α -SiAlON taneleri eş eksenli yapıya sahipken, β -SiAlON taneleri en/boy oranı yüksek bir şekilde yapıda bulunmaktadırlar. Sıvı faz sinterlemesi sırasında oluşan sıvının belli bir kısmı soğuma sonrasında tane sınırlarında ve çoklu tane kesişim ceplerinde camsı olarak kalırken (Şekil 2.3), sıvıdan bir veya birden fazla sayıda kristal faz da

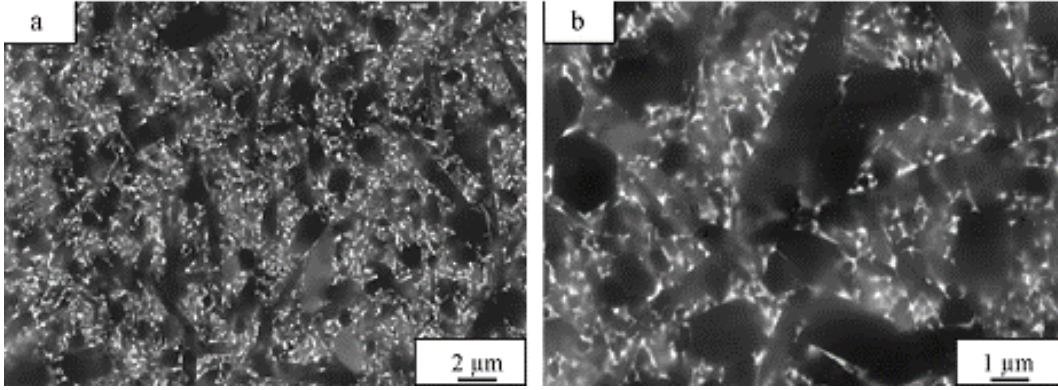
oluşabilmektedir (Şekil 2.4). Sıvı faz sinterlemesiyle üretilmiş α/β -SiAlON seramiğinin genel mikroyapısı Şekil 2.5'te gösterilmiştir. Burada koyu gri görünen taneler β -SiAlON, açık gri taneler α -SiAlON ve beyaz bölgeler ise taneler arası camsı fazı göstermektedir.



Şekil 2.3 Y_2O_3 katkılı Si_3N_4 seramiğinde sinterleme sonrası tane sınırlarında kalan camsı fazın (a) aydınlık, (b) karanlık alan TEM görüntüsü [44]



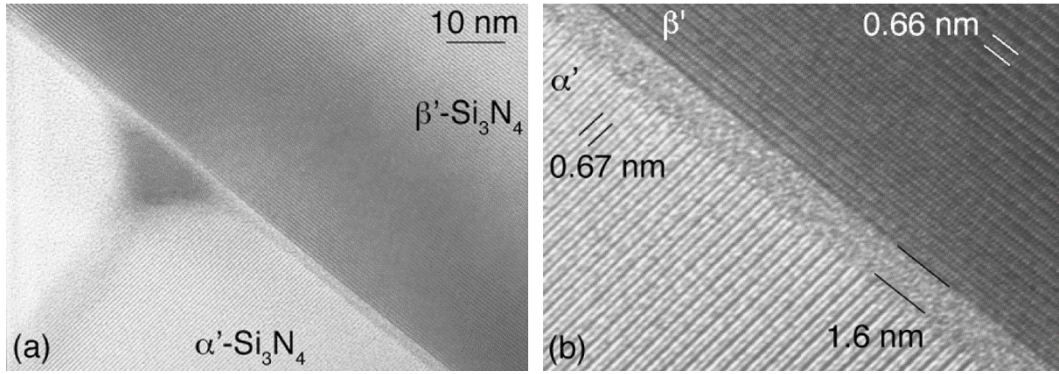
Şekil 2.4 Sm_2O_3 katkılı α -SiAlON seramiğinde çoklu tane sınırı ceplerinde kristalleşmiş samaryum melilit ($\text{Sm}_2\text{Si}_{3-x}\text{Al}_x\text{O}_{3+x}\text{N}_{4-x}$) fazının TEM görüntüsü [44]



Şekil 2.5 α/β -SiAlON kompozit yapısının (a)10000 ve (b)20000 büyütmede alınan geri yansıyan elektron görüntüsü [15]

Yüksek tokluk ($>8 \text{ MPa m}^{1/2}$) ve mukavemete ($\sim 1000 \text{ MPa}$) sahip β -SiAlON ile yüksek sertliğe ($\sim 20 \text{ GPa}$) sahip α -SiAlON fazlarının mikroyapıdaki oranını değiştirerek uygulamaya yönelik özelliklere sahip malzemeler üretilebilmektedir [45]. α -SiAlON: β -SiAlON oranı başlangıç kompozisyonuna bağlı olarak ayarlanabildiği gibi, sinterleme sonrası ısıl işlemlerle de $\alpha \leftrightarrow \beta$ SiAlON dönüşümü tersinir bir şekilde sağlanabilmektedir [46]. Metal oksitlerinin α -SiAlON kristal yapısında bulunabilmesi ancak β -SiAlON yapısına girememesinden dolayı, α -SiAlON'dan β -SiAlON'a dönüşüm esnasında bu oksitler taneler arası bölgelerde birikmektedir ve camsı fazı oluşturmaktadır.

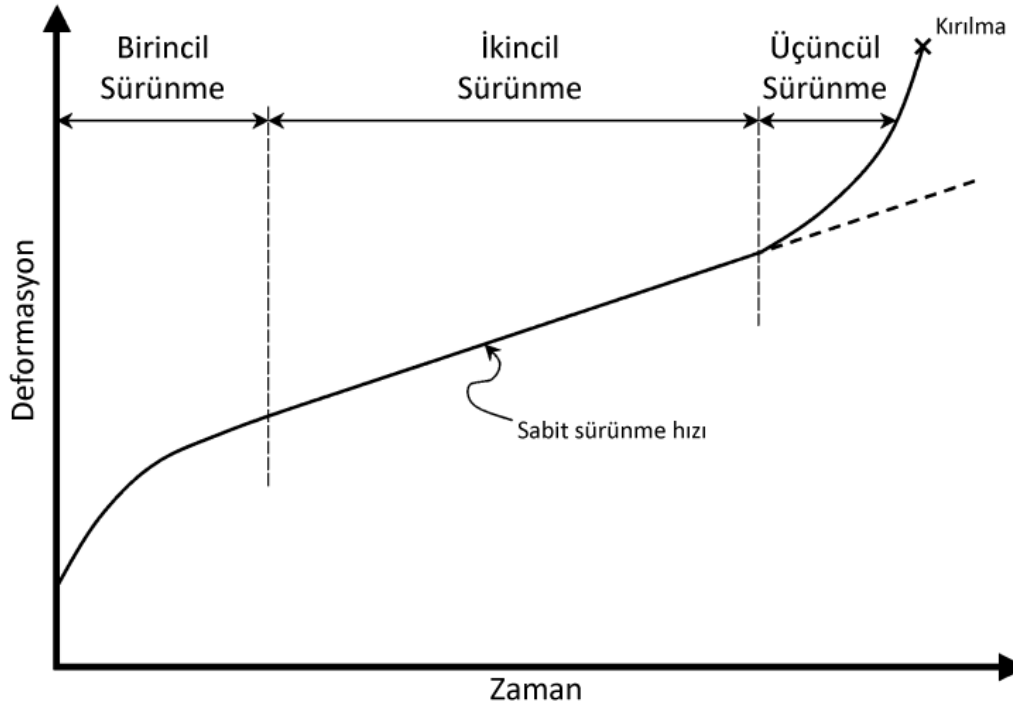
Sinterleme sonrası ısıl işlemlerle camsı fazdan ikincil kristalin fazlara dönüşüm sağlanabilmektedir. Camsı fazın büyük bir kısmı bu işlemlerle giderilebilse de tam dönüşüm sağlamak genellikle mümkün olmamaktadır. Sinterleme sırasında tane sınırlarındaki sıvı, hidrostatik etkiler nedeniyle kristalleşmemektedir (**Şekil 2.6**). Tane sınırlarındaki bu camsı fazın, Si_3N_4 esaslı seramiklerin yüksek sıcaklık performansını önemli ölçüde etkilediği yapılan çalışmalarla gösterilmiştir [14, 47-49].



Şekil 2.6 Yb_2O_3 ilaveli α/β -SiAlON seramiğinde tane sınırı camsı fazın yüksek çözünürlük TEM görüntüsü [44]

2.3. Si_3N_4 ve SiAlON Seramiklerinin Sürünme Mekanizmaları

Si_3N_4 ve SiAlON malzemelerin yüksek sıcaklık ve gerilim altındaki hizmet ömürleri zamana bağlı gelişen deformasyon yüzünden sınırlanmaktadır ve bu olay sürünme olarak adlandırılmaktadır. Malzemelerin sürünme performanslarını ölçmek için genellikle belli boyutlarda hazırlanmış numunelerin yüksek sıcaklık fırını içerisinde çekme, basma veya eğilme gerilimleri altındaki zamana bağlı olarak oluşan deformasyonları ölçülmekte ve kaydedilmektedir. Sürünme testi sonucunda malzemelerin çoğu üç belirgin deformasyon aşaması göstermektedir. Birincil sürünme bölgesinde malzemenin sürünme hızı zamanla azalmaktadır. İkincil sürünme bölgesinde sürünme hızı sabit bir değere ulaşmakta, üçüncül sürünme bölgesinde ise sürünme hızı artarak malzemenin kırılmasıyla sonuçlanmaktadır. Bu aşamaların şekilsel gösterimi **Şekil 2.7**'de verilmiştir.



Şekil 2.7 Malzemelerin sürünme davranışlarının şekilsel gösterimi

Si_3N_4 esaslı malzemeler genellikle birincil ve ikincil sürünme bölgelerini gösterirken, bu malzemelerin kırılma yapısından dolayı üçüncül sürünme bölgesi göstermeden kırılma görülmektedir [50-52]. Ancak bazı çalışmalarda, bu malzemelerin üçüncül sürünme bölgesini de gösterdiği gösterilmiştir [53]. Birincil ve üçüncül bölgelerin çok fazla sayıda etkenden etkilenmesi ve bu nedenle oldukça değişkenlik göstermesi, çalışmalarını ikincil sürünme bölgesine, yani sürünme hızının sabit olduğu bölgeye yoğunlaştırmıştır. Yapılan modellemeler sonucunda bu bölgedeki sürünme hızının bağlı olduğu değişkenler **Eşitlik 2.1**'de verilmiştir.

$$\varepsilon_{min} = A \sigma^n \exp(-Q/RT) \quad (2.1)$$

Yukarıdaki eşitlikte, ε_{min} minimum kararlı bölge sürünme hızını, A malzemenin yapısına bağlı bir katsayıyı, σ uygulanan gerilimi, n gerilim katsayısını, Q sürünme aktivasyon enerjisini, R evrensel gaz sabitini ve T sıcaklığı temsil etmektedir. Farklı gerilimler ve sıcaklıklar altında yapılan testler sonucunda bu değişkenlerin değerleri bulunabilmekte ve aktif sürünme mekanizması hakkında bilgi sağlamaktadır [54, 55].

Si_3N_4 ve $SiAlON$ seramiklerinde oluşabilecek sürtünme mekanizmaları viskoz akış, tane sınırı kayması, çözünme-çökelme ve kavitasyon olarak sıralanabilir.

Viskoz akış, sıvı faza sahip seramik malzemelerin yüksek sıcaklık deformasyonuna katkı sağlayabilmektedir. Sıcaklığın artmasıyla ikincil fazın viskozitesinde düşüş yaşanmakta, hatta ikincil faz tamamen sıvı hale geçebilmektedir. Sonuç olarak, ikincil fazın viskoz akışı deformasyona neden olmaktadır. Si_3N_4 seramiklerinde birincil sürtünme bölgesinden sorumlu mekanizmanın viskoz akış olduğu ve camsı ikincil fazın miktarıyla doğru orantılı olduğu düşünülmektedir [55].

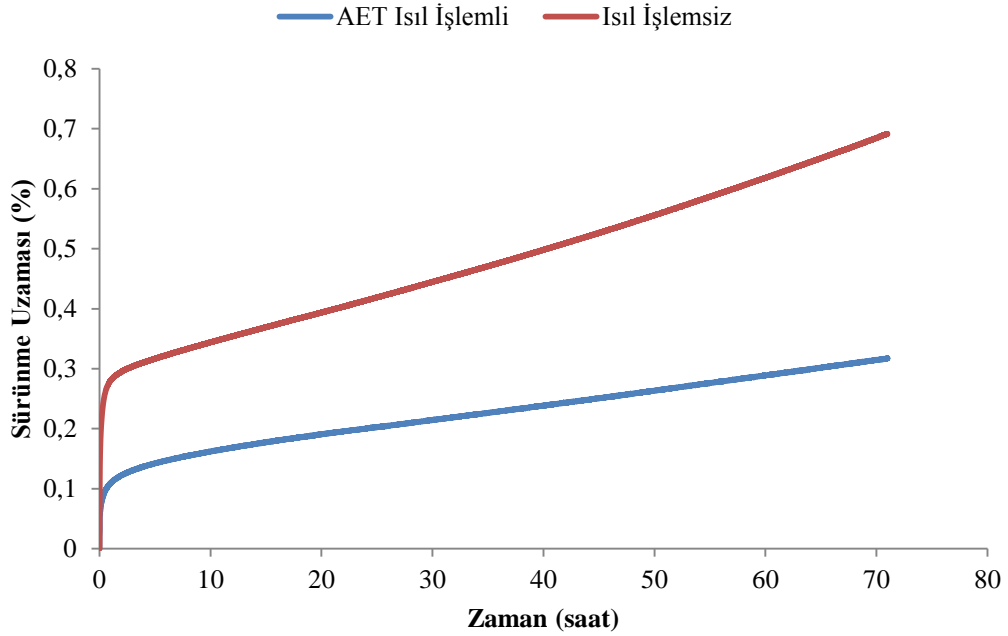
Tane sınırı kayması, camsı ikincil fazın yüksek sıcaklıklarda yumuşamaya başlamasıyla tanelerin birbiri üstünde kaymasını kolaylaştırıcı bir arayüz oluşturmasından kaynaklanmaktadır. Taneler birbiri üstünde kayarken malzemede deformasyona neden olmaktadır. Ayrıca yayılım mekanizmasıyla beraber gerçekleşen tane sınırı kayması, malzemede daha çok deformasyona yol açabilmektedir [27].

Kavitasyon mekanizmasıyla sürtünme daha çok çekme gerilmesine maruz kalan malzemelerde görülmektedir. Si_3N_4 seramiklerinde, çekme gerilmesine maruz kalan numunelerin sürtünme hızı basma gerilmesine maruz kalanlara göre daha fazla olduğu bilinmektedir ve kavitasyon mekanizması bunun nedeni olarak görülmektedir. Tane sınırı kaymasıyla birlikte çoklu tane kesişim ceplerinin hacmi değişmektedir ve hacim artışına bağlı olarak kavitasyonların oluştuğu düşünülmektedir [56].

Çözünme-çökelme, camsı faz içeren seramiklerde sıklıkla karşılaşılan mekanizmalardan birisidir. Yayılımın yeterli seviyede olması için gerekli sıcaklıklardan daha düşük sıcaklıklarda camsı faz sıvı hale geçebilmektedir. Basma gerilmesine maruz kalan kristaller bu sıvı faz içerisinde çözünmekte, sıvı fazın olduğu kanallar boyunca yayılım yoluyla ilerleyerek çekme gerilmesine maruz kalan bölgelerde tekrar çökelmektedir. Silisyum nitrür esaslı seramiklerde basma sürtünmesinin etkin mekanizmasının çözünme-çökelme olduğu düşünülmektedir [55].

3. ÇALIŞMANIN AMACI

SiAlON malzemelerin yüksek sıcaklık özelliklerini geliştirmek adına farklı katyon sistemleri ve başlangıç kompozisyonları denenmekte; çeşitli sinterleme rejimleri ve ısıt işlemler uygulanmaktadır. Önceki çalışmalarda Er-Sm-Ca çoklu katyon sisteminin ve SiC ikincil fazının, SiAlON malzemelerin sürünme dayanımını geliştirdiği gözlemlenmiştir [15, 27, 57]. Aynı çalışmalarda AET ısıt işleminin, SiAlON malzemelerin sürünme davranışını olumlu yönde etkilediği de görülmüştür (Şekil 3.1).



Şekil 3.1 Er-Sm-Ca + SiC SiAlON malzemesine uygulanan AET ısıt işleminin, malzemenin sürünme davranışına etkisi (1400°C – 100 MPa) [57]

AET ısıt işlemleri ile SiAlON malzemelerin camsı tane sınırı fazı kristalin hale getirilmektedir. AET'nin yanı sıra amorf fazı kristalleştirmek için ötektik sıcaklık altı (BET) ısıt işlemleri de uygulanabilmektedir [11, 17, 26, 55]. BET ısıt işlemleri uygulanmış Er-Sm-Ca çoklu katyon sistemine ve SiC ikincil fazına sahip SiAlON malzemelerde ısıt işlemlerin sürünme davranışına olan etkisinin belirlendiği herhangi bir çalışma literatürde yer almamaktadır. Ayrıca numune Si₃N₄ esaslı malzemelerde numune yoğunluğunun sürünme davranışına olan etkisinin

arařtırıldıđı bir alıřmaya da rastlanmamıřtır. Bu nedenle, bu alıřmanın amacı, Er-Sm-Ca oklu katyon sistemine ve SiC ikincil fazına sahip SiAlON malzemelere uygulanacak BET ısıl iřleminin ve ısıl iřlem gormemiř numunelerde yođunluk farkının surnme davranıřına etkisini incelemektir.

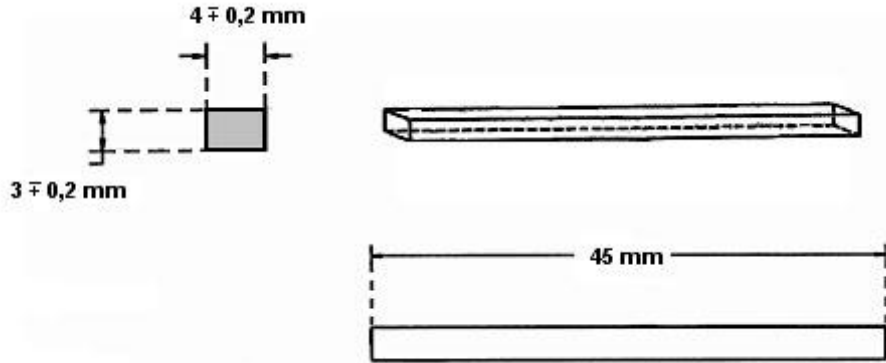
4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu çalışmada, bitmiş başka bir proje kapsamında üretilmiş Er-Sm-Ca sinterleme katkılı ve SiC ikincil fazına sahip SiAlON numuneler kullanılmıştır. Numunelerin üretim sürecinin detayları [57] numaralı kaynakta bulunmaktadır.

Deneysel çalışmalar temel olarak numunelerin hazırlanması, numunelere ısıl işlem uygulanması, sürünme testlerinin gerçekleştirilmesi ve numunelerin sürünme testi öncesi ve sonrasında XRD, SEM gibi tekniklerle mikroyapı karakterizasyonu aşamalarından oluşmaktadır.

4.1. Sürünme Numunelerinin Hazırlanması

110M735 numaralı TÜBİTAK projesi kapsamında üretilen SiAlON numuneler dört nokta eğilme sürünme testine tabi tutulmak üzere boyutları Şekil 4.1'de gösterildiği gibi taşlanmıştır (Taksan TYT-400).



Şekil 4.1 Dört nokta eğilme sürünme testlerinde kullanılan numunelerin boyutları

Taşlanan numunelerin yoğunlukları Arşimet prensibine göre ölçülmüştür. Yoğunluk hesabı aşağıdaki eşitliğe göre (Eşitlik 4.1) yapılmış olup, W_1 kuru ağırlık, W_2 askıda ağırlık, W_3 ise ıslak ağırlıktır.

$$\text{Yığınsal yoğunluk} = \frac{\text{Numune Kütlesi}}{\text{Yığınsal Hacim}} = \frac{W_1}{W_3 - W_2} \quad (4.1)$$

4.2. Isıl İşlem Süreci

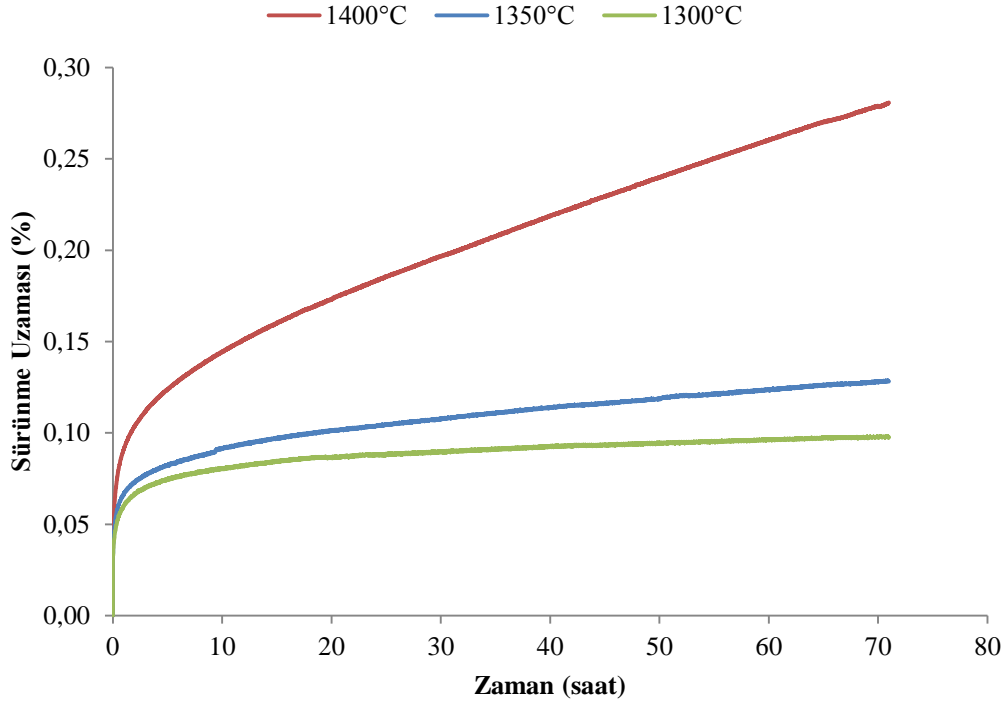
Bu tez kapsamında numunelere farklı ısıl işlemler uygulanmış ve bu işlemlerin sürünme davranışına etkisi gözlemlenmiştir. Isıl işlemler basınçsız sinterleme fırınında (Thermal Technology Astro) azot atmosferi altında gerçekleştirilmiştir. Numunelere uygulanan ısıl işlem sıcaklığı, süresi ve atmosferi **Çizelge 4.1**'de listelenmiştir.

Çizelge 4.1 Sürünme numunelerine uygulanan ısıl işlemler

Isıl İşlem Kodu	Isıl İşlem Sıcaklığı (°C)	Isıl İşlem Süresi (saat)	Isıl İşlem Atmosferi
BET-2	1375	2	N ₂
BET-6	1375	6	N ₂
BET+AET	1375 + 1700	6 + 6	N ₂
OX	1390	72	Hava

Bu çalışmada ısıl işlem görmemiş Er-Sm-Ca çoklu katyon sistemine ve SiC ikincil fazına sahip SiAlON malzemelerde BET ısıl işleminin mikroyapıya ve sürünme davranışına etkisi incelenecektir.

Aynı malzeme üstünde yapılan başka bir çalışmada 1350 - 1400°C sıcaklıklarda yapılan sürünme testlerinde büyük farklar gözlemlenmiştir (**Şekil 4.2**) [57]. Bu çalışmadan yola çıkarak BET ısıl işlem sıcaklığı 1375°C olarak belirlenmiştir.

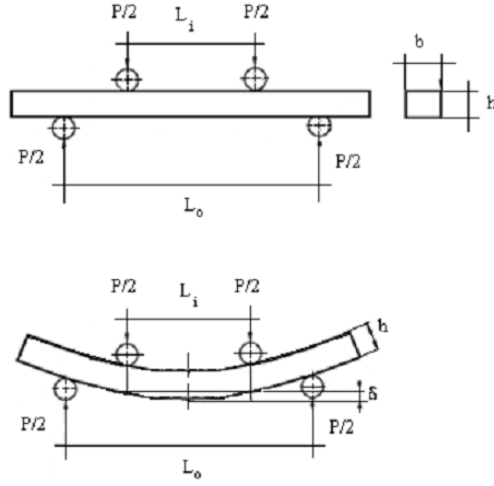


Şekil 4.2 AET ısıtılmasına tabi tutulmuş Er-Sm-Ca çoklu katyon sistemi ve SiC ikincil fazına sahip SiAlON malzemenin 72 saat boyunca 3 farklı sıcaklıktaki (1300, 1350 ve 1400°C) ve 100 MPa eğilme gerilimi altındaki sürünme uzamaları [57]

Bunun yanı sıra 6 saat BET uygulanmış malzemelere 6 saat AET uygulanarak farklı ısıtılma işlemlerinin bir arada kullanımının etkisi ve son olarak hava ortamında yapılan ısıtılma işleminin mikroyapıya ve malzemelerin sürünme davranışına etkisi incelenecektir.

4.3. Dört Nokta Eğilme Sürünme Testleri

Çizelge 4.1'de belirtilen ısıtılma işlemlerinin uygulandığı numunelerin yanı sıra ısıtılma işlemi uygulanmamış numuneler, **Şekil 4.1**'de gösterilen boyuta getirildikten sonra dört nokta eğilme sürünme testine tabi tutulmuşlardır (Instron 5581). Testler CEN/TC 184 EN 802-4:2009 standardına uygun olarak gerçekleştirilmiştir. Numunelere uygulanan yük geometrisi **Şekil 4.3**'te gösterilmiştir.



Şekil 4.3 Sürünme testlerinde numunelere uygulanan yükün şekilsel gösterimi [58]

Test sırasında numune üzerinde oluşacak en yüksek gerilimin büyüklüğü **Eşitlik 4.2**'de verilmiştir. **Eşitlik 4.3**'de ise numunede oluşan eğilme deformasyonu (δ) ile eğilme uzaması (ε) arasındaki ilişki gösterilmektedir. **Eşitlik 4.2**'de σ numune üzerinde oluşacak en yüksek gerilmeyi, P numuneye uygulanan yükü, L_0 dış silindirler arasındaki mesafeyi, L_i iç silindirler arasındaki mesafeyi, b numunenin genişliğini, h ise kalınlığını ifade etmektedir.

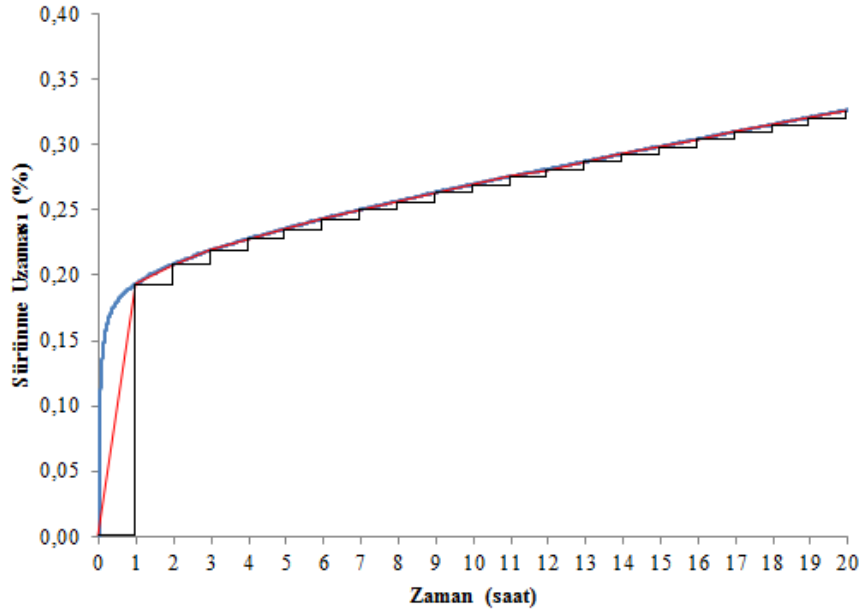
$$\sigma = \frac{3 P (L_0 - L_i)}{2 b h^2} \quad (4.2)$$

$$\varepsilon = \frac{12 h \delta}{3 L_0^2 - (L_0 - L_i)^2} \quad (4.3)$$

Testler 1350 - 1390°C sıcaklıkta, 100 MPa eğilme gerilmesi altında 72 saat süresince gerçekleştirilmiştir. Numuneler 20 N'luk ön yük altında 10°C / dk ısıtma hızıyla set sıcaklığına getirilmiş ve sonrasında sıcaklığın dengeye ulaşması için 30 dk. beklenmiştir. Bu sürenin sonunda numuneye uygulanan yük 100 N / dk hızla artırılmış ve 100 MPa olan eğilme gerilmesi set değerine ulaşılmıştır. 72 saat boyunca sabit sıcaklık ve yük altında kalan numunelerin doğrusal pozisyon sensörü (LVDT) ile her 12 saniyede bir yer değişim yüzdesi ölçülüp bilgisayar tarafından

kaydedilmiştir. 72 saatin sonunda numuneler 10°C / dk. soğuma hızıyla oda sıcaklığına soğutulmuştur.

Numunelerin sürünme hızları hesaplanırken her saat başındaki sürünme uzamaları dikkate alınmıştır (Şekil 4.4).



Şekil 4.4 Numunelerin her saat başındaki sürünme uzamasıyla hesaplanan sürünme hızının şekilsel gösterimi

Yüksek sıcaklıklarda hava ortamında sürünme testine tabi tutulan numunelerin oksitlenme sonucu ağırlık kazanımlarını ölçmek için, sürünme testinden önce ve sonra numuneler tartılmıştır.

4.4. Karakterizasyon Çalışmaları

Numunelerin mikroyapı karakterizasyonu X-ışını kırınımı ve taramalı elektron mikroskobu teknikleriyle; ısıl işlem öncesi, sonrası ve sürünme testi sonrasında gerçekleştirilmiştir.

4.4.1. Faz analizleri

Malzemelere uygulanan ısı işlemler sonucunda faz değişimini incelemek amacıyla numuneler XRD analizine tabi tutulmuşlardır (Rigaku Rint 2000). Öğütücü yardımıyla toz haline getirilen numunelere $\text{CuK}_{\alpha 1}$ ışınması kullanılarak ($\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$) ve 2θ açısı $10 - 70^\circ$ arasında olacak şekilde analiz yapılmıştır. Elde edilen veriler JCPDS indeksleriyle karşılaştırılarak faz analizi gerçekleştirilmiştir.

4.4.2. Mikroyapı analizleri

Malzemelerin sürünme davranışlarını mikroyapı ölçeğinde açıklayabilmek adına numunelere ısı işlem öncesinde, sonrasında ve sürünme testinden sonra SEM (Zeiss Supra-50 VP) analizleri yapılmıştır.

SEM analizleri için numuneler metalografik parlatma aşamalarından geçmiştir. Bu aşamalar kesme, kalıba alma, parlatma ve kaplamadır.

Kesme işlemi (Struers Secotom – 10) hassas kesme cihazı ile numunelerin ortasından gerçekleştirilmiştir. Kesici olarak metal bağlı elmas disk kullanılmıştır. Kesme işlemleri 2300 devir / dk disk dönme hızı ve 0.01 mm / s besleme hızında gerçekleştirilmiştir.

Kalıba alma işlemi, incelenecek malzemeyi daha rahat tutabilmenin yanı sıra otomatik parlatma için de hazır hale getirmektedir. Numunelerin aşınma dayanımı göz önünde bulundurularak sıcak kalıplama tercih edilmiştir. Kalıba alma işlemleri için Struers LaboPress-3 cihazı ve kalıp malzemesi olarak Struers Multifast bakalit tozu kullanılmıştır. Kalıplama, 180°C 'de, 20 kN yük altında, 5 dakikalık ısıtma ve soğutma rejimi uygulanarak gerçekleştirilmiştir.

Malzemelerin parlatılması, bir dizi farklı tane boyutuna sahip aşındırıcıların kabadan inceye doğru uygulanmasıyla gerçekleşmektedir. Parlatma işlemleri Struers TegraPol-25 otomatik parlatma cihazında gerçekleştirilmiştir. Kullanılan keçeler, parlatma sıvıları ve parlatma değişkenleri **Çizelge 4.2**'de verilmiştir.

Çizelge 4.2 Numunelerin parlatılmasında kullanılan keçeler, parlatma sıvıları ve parlatma değişkenleri

Keçe	Parlatma Sıvısı	Süre (dk)	Disk Hızı (rpm)	Kuvvet (N)
MD-Piano 600	Su	Yüzey düz olana kadar	200	20
MD-Largo	DiaPro Largo 9 μ m Elmas	10	150	20
MD-Dac	DiaProDac 3 μ m Elmas	6	150	15
MD-Nap	DiaProNap-B 1 μ m Elmas	6	130	15

Çizelge 4.2’de gösterilen süreler numuneye bağlı olarak değişkenlik gösterebilmektedir. Piano aşamasında tamamen düz bir yüzey elde ettikten sonra diğer aşamalarda çizik şekilleri düzenli olarak kontrol edilmiştir. Bir sonraki adıma geçmeden önce, bir önceki adımda oluşmuş çiziklerin tamamı giderilinceye kadar parlatma işlemine devam edilmiştir.

Parlatılmış numunelerin SEM analizinden önce numune yüzeylerinin elektriksel iletkenliğini sağlamak adına altın kaplama işlemi uygulanmıştır (Bal-Tec Med-020). Altın atomları, bir hedeften numune yüzeyine sıçratma tekniğiyle kaplanmaktadır. Kaplama kalınlığı, kaplama süresiyle doğru orantılı olup numuneler 30 saniye süresince kaplanmışlardır.

5. BULGULAR

5.1. Sinterlenmiş Numunelerin İyapı Analizi

Daha önce tamamlanan bir proje kapsamında 2 saat sreyle sinterlenen Er-Sm-Ca ve SiC katkılı SiAlON numunelerin detaylı SEM analizleri başka bir alıřmada verilmiřtir [57]. Bu alıřmada da aynı malzemeler kullanıldıđından, uygulanacak farklı ısıl iřlemler sonucunda mikroyapı deđiřimini karřılařtırabilmek adına **řekil 5.1**'de verilen mikroyapı grntleri temel alınmıřtır.

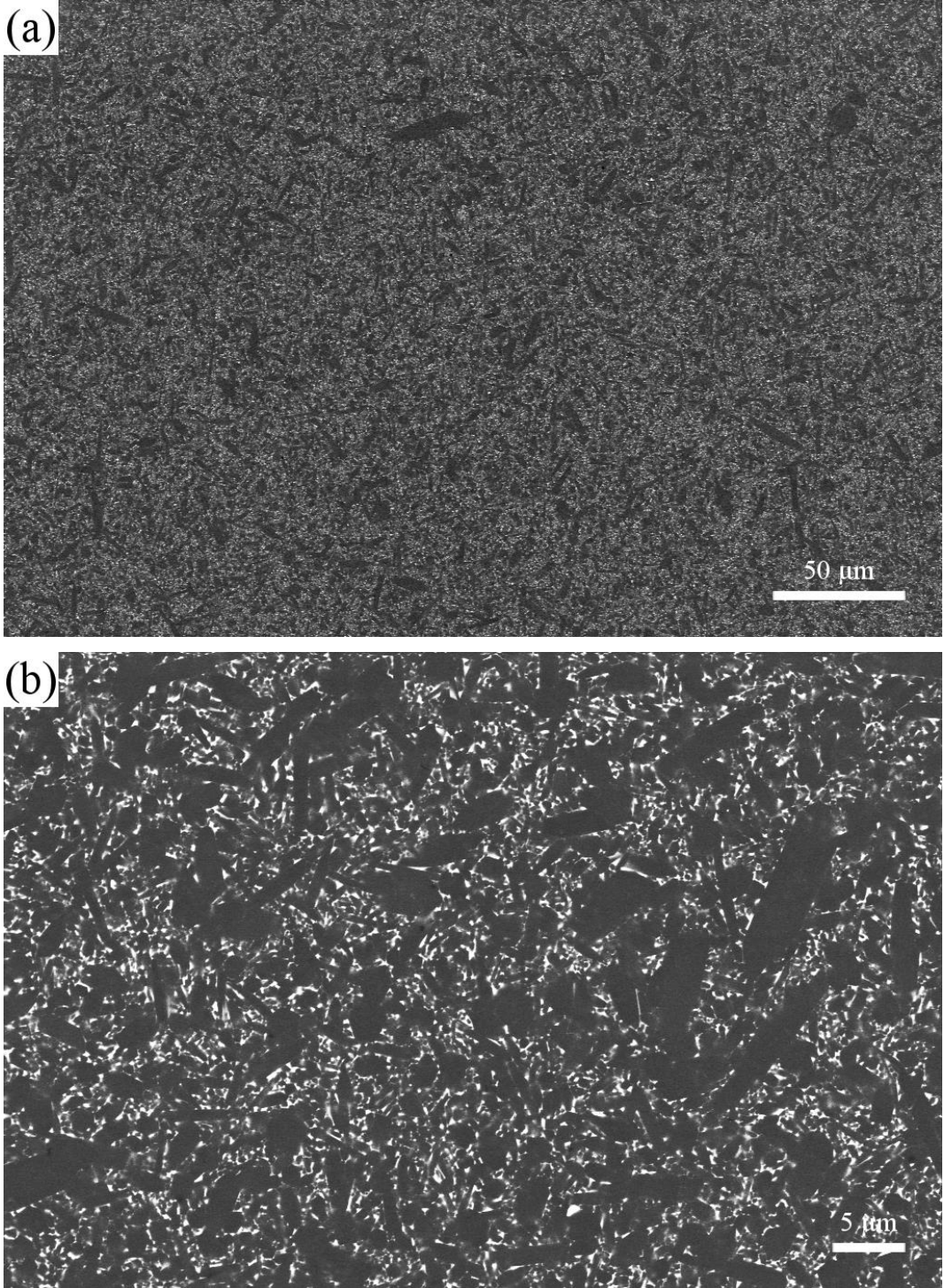
SEM grntlerinde sinterleme katkı oksitlerince zengin tane sınırı fazı yksek atom numarasına sahip olduđu iin beyaz, daha dřk atom numarasına sahip β – SiAlON taneleri ise gri tonda grlmektedir.

5.2. Isıl İřlem Grmemiř Numunelerde Yođunluđun Etkisi

Sinterleme sonrası farklı yođunluđa sahip numuneler seilerek yođunluđun srnme zerindeki etkisini belirlemek amacıyla srnme testleri gerekleřtirilmiř ve srnme sonrası oluřan mikroyapıları incelenmiřtir. Seilen numunelerin yođunlukları **Eřitlik 4.1**'e gre hesaplanmıř ve **izelge 5.1**'da verilmiřtir.

izelge 5.1 Isıl iřlem grmemiř numunelerin yođunluk lm sonuları

Numune Kodu	Kuru Ađırlık (g)	Askıda Ađırlık (g)	Yař Ađırlık (g)	Yođunluk (g/cm ³)
Er-1	1.8458	1.2859	1.8462	3.29
Er-3	2.1387	1.4896	2.1390	3.29
Er-5	2.1366	1.4883	2.1368	3.29
Er-71	1.9116	1.3300	1.9119	3.29
Er-74	1.8487	1.2774	1.8490	3.23
Er-75	1.8187	1.2509	1.8189	3.20

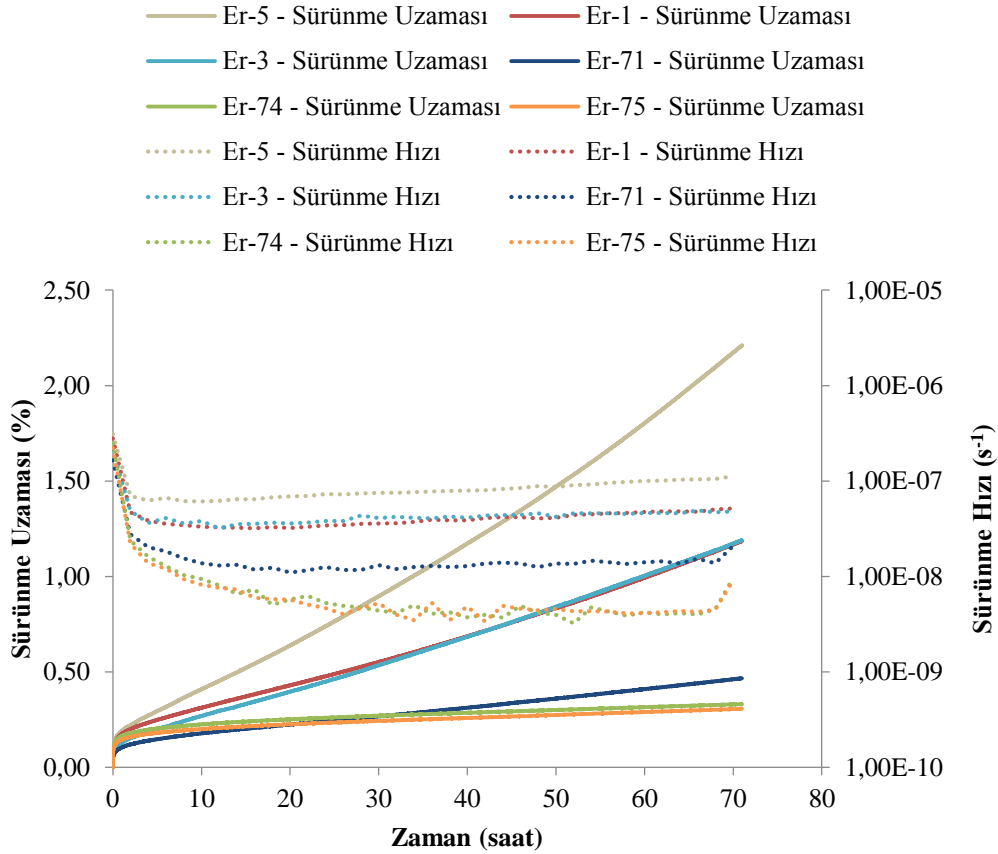


Şekil 5.1 Sinterlenmiş Er-Sm-Ca ve SiC katkılı SiAlON numunenin a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri [57]

5.2.1. Sürünme analizleri

Sinterleme sonrası oluşan üç farklı yoğunluktaki numunenin 4 nokta eğilme sürünme testleri gerçekleştirilmiştir. 1390°C sıcaklık ve 100 MPa gerilim altında 72 saat sürünen numunelerin sürünme çizgesi Şekil 5.2’de gösterilmiştir.

3.29 g/cm³ yoğunluğa sahip Er-1, Er-3, Er-5 ve Er-71 numunelerinin 72 saat sonundaki sürünme eğilme uzamaları sırasıyla %1.18, %1.19, %2.21 ve %0.47 iken, 3.23 g/cm³ yoğunluğa sahip Er-74 numunesinin %0.33 ve 3.20 g/cm³ yoğunluğa sahip Er-75 numunesinin %0.31 olarak ölçülmüştür. Burada yoğunluğun azalmasıyla numunelerin sürünme dayanımlarının arttığı gözlemlenmektedir.



Şekil 5.2 Isıl işlem görmemiş numunelerin 72 saat boyunca 1390°C sıcaklık ve 100 MPa gerilim altındaki sürünme uzamaları ve hızları

Yoğunluğu 3.29 g/cm³ olan numunelere yapılan sürünme testlerinden ilk ikisinin (Er-1 ve Er-71) sürünme sonucu birbirinden farklı çıktığı için bu

yoğunluktaki numuneler ile aynı şartlarda iki adet daha sürünme testi gerçekleştirilmiştir (Er-3 ve Er-5). Bu testlerden sonra Er-1 ile Er-3 numunelerinin çok yakın sürünme davranışı gösterdiği görülmektedir.

Testler hava ortamında gerçekleştirildiğinden, numuneler oksitlenerek ağırlık kazanmaktadır. Sürünme testi öncesi ve sonrasında yapılan ağırlık ölçümleri **Çizelge 5.2**'de gösterilmiştir.

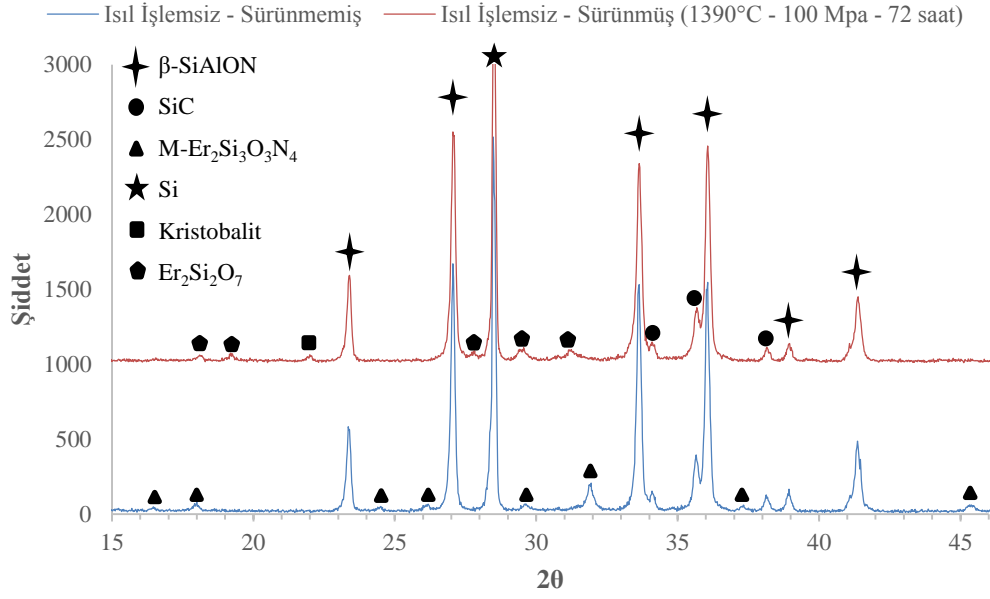
3.29 g/cm³ yoğunluğa sahip Er-1, Er-3 ve Er-5 numunelerinin ağırlık kazanımları sırasıyla %0.43, %0.54 ve %0.51 iken, 3.23 ve 3.20 g/cm³ yoğunluğa sahip Er-74 ve Er-75 numunelerinin ağırlık kazanımları %0.27 olarak ölçülmüştür. Ağırlık kazanımlarının, sinterleme katkı ilavelerinin sistemden ayrılma miktarıyla doğru orantılı olduğu düşünülmektedir.

Çizelge 5.2 Isıl işlem görmemiş numunelerin sürünme testi sonrasındaki ağırlık değişimleri

Numune Kodu	Yoğunluk (g/cm ³)	Sürünme Sıcaklığı (°C)	Sürünme Öncesi Ağırlık (g)	Sürünme Sonrası Ağırlık (g)	Değişim (%)
Er-1	3.29	1390	1,7960	1,8037	0,43
Er-3	3.29	1390	1,8910	1,9013	0,54
Er-5	3.29	1390	1,9092	1,9189	0,51
Er-74	3.23	1390	1,7760	1,7808	0,27
Er-75	3.20	1390	1,7872	1,7921	0,27

5.2.2. Faz ve mikroyapı analizleri

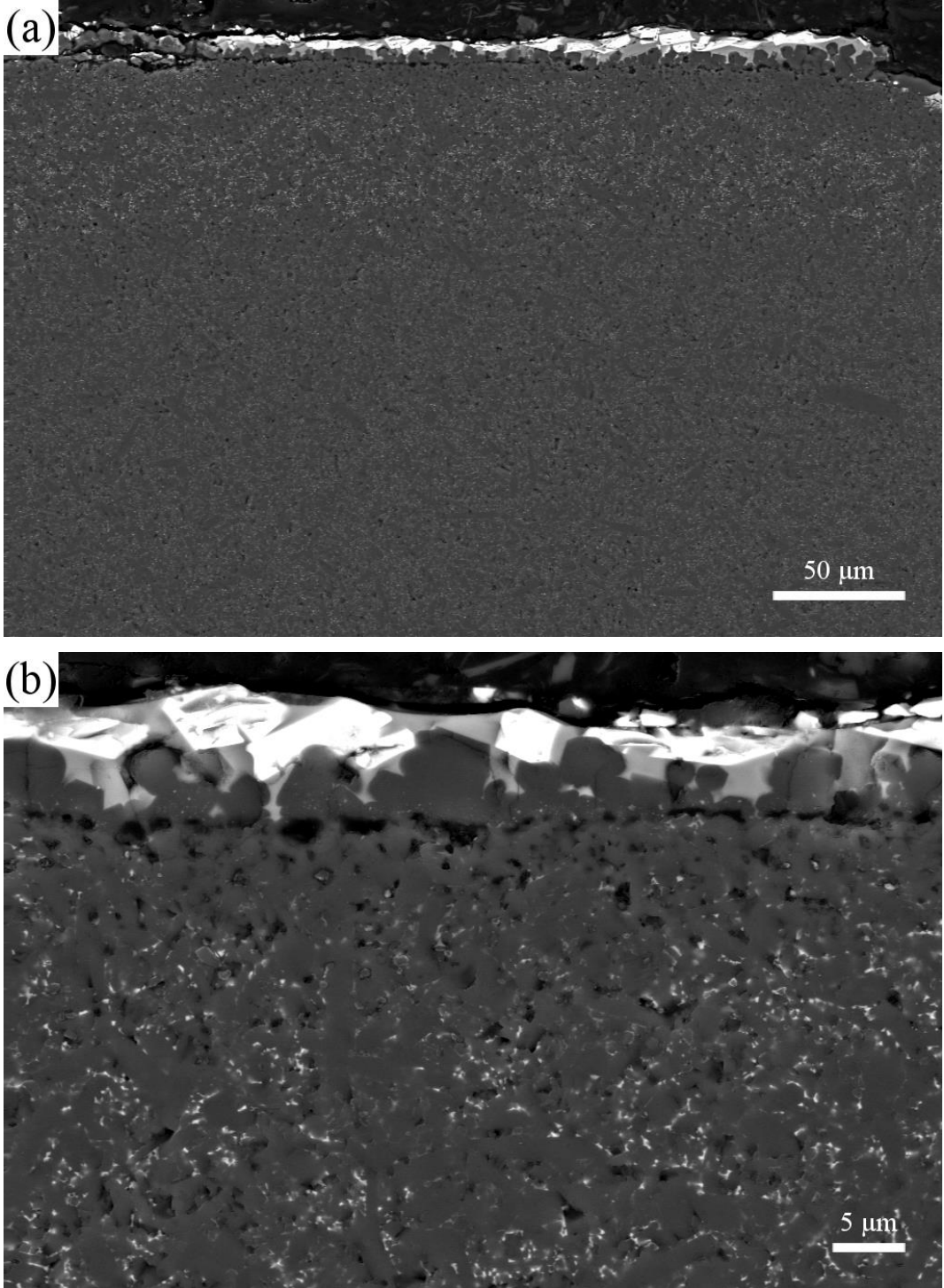
Isıl işlem görmemiş numunelere, faz değişimini görebilmek adına sürünme testi öncesinde ve sonrasında XRD analizi yapılmıştır (**Şekil 5.3**). Sürünme öncesinde yapıda melilit fazı mevcut iken sinterleme sonrasında kristobalit ve Er-silikat oluşumu belirlenmiştir. Sürünmüş numunenin XRD analizinde melilit fazı görülmemektedir.



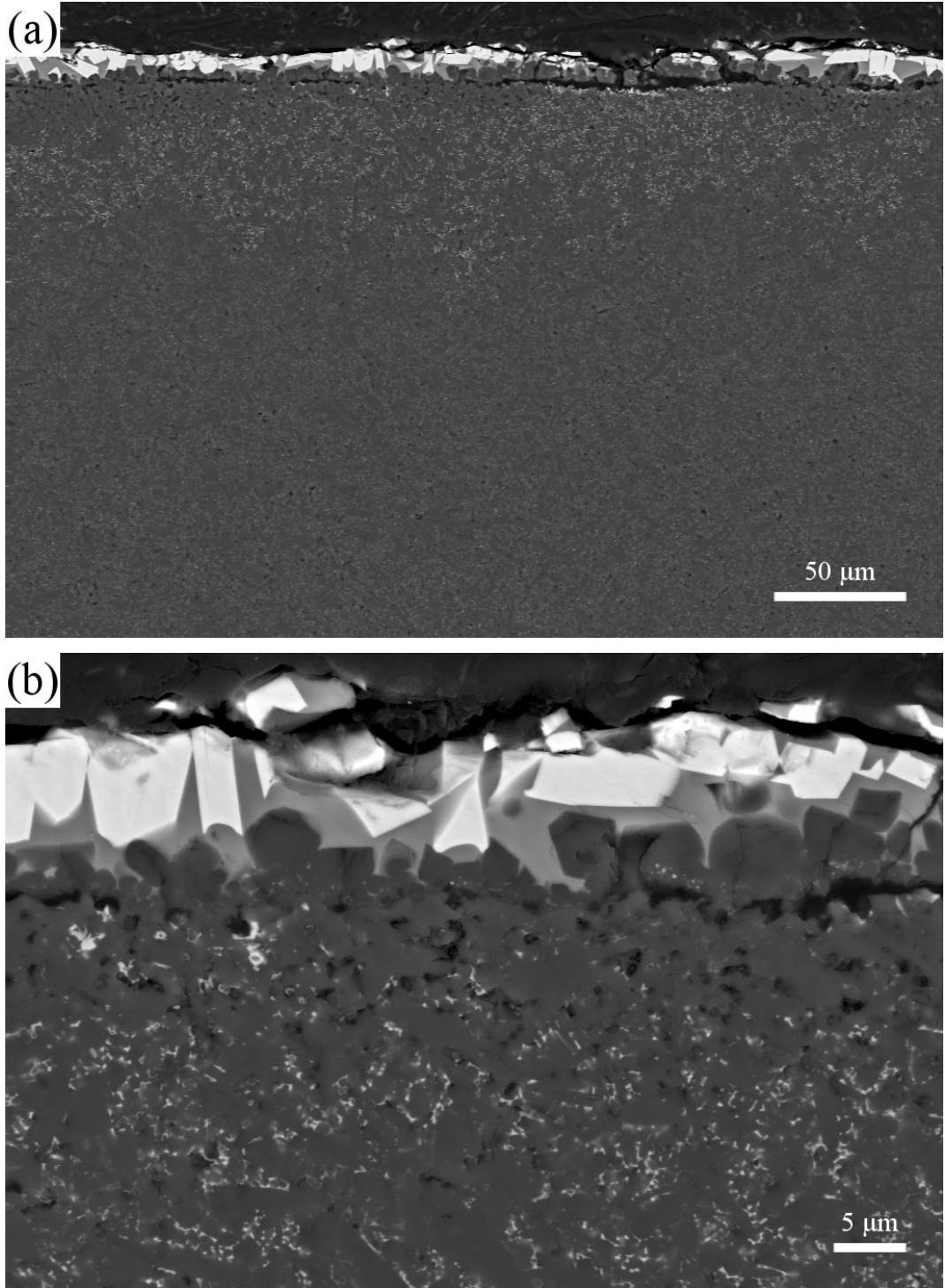
Şekil 5.3 Isıl işlem görmemiş numunelerde sürünme öncesi ve 1390°C – 100 MPa – 72 saat sürünme sonrası oluşan X-ışını kırınım deseni

Numunelerin sürünme testi sonrasında oluşan mikroyapıları SEM’de incelenmiştir (Şekil 5.4 - Şekil 5.11). Numunelerin mikroyapılarında genel olarak üç farklı bölgenin olduğu görülmektedir. Numunelerin sürünme ortamı hava olduğu için yüzeyde oksit tabakası oluşmuştur. Oksit tabakasının üst kısmında (beyaz ve açık gri tonda görünen kısımlar) sinterleme ilavelerinin yayınımlı sonucu oluşan silikatlar ve camsı faz bulunurken hemen altında kristobalit (SiO_2) tabakası bulunmaktadır.

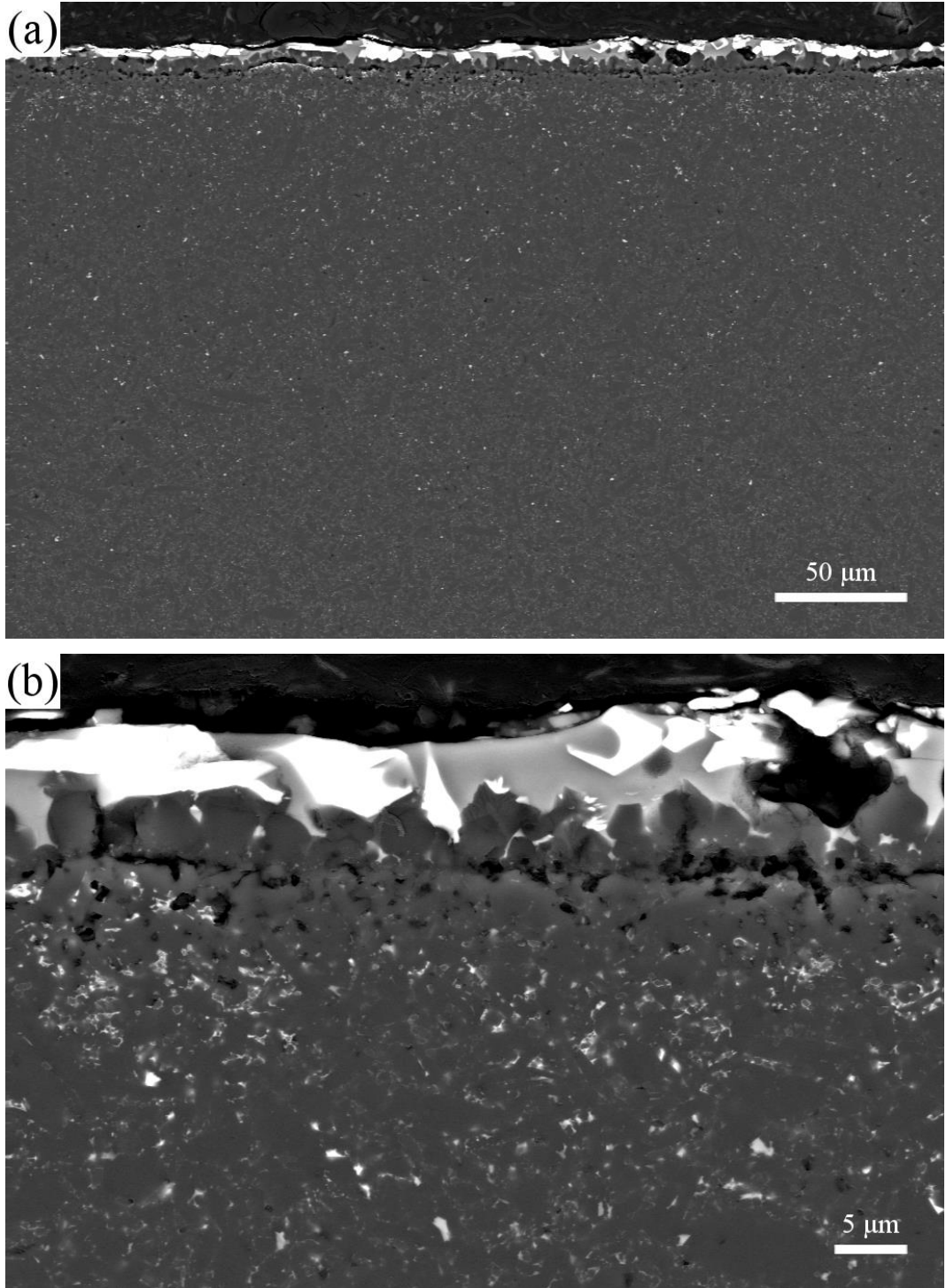
Oksit tabakasının altında sürünmeden etkilenen bir tabaka bulunmaktadır. Bu tabakada yoğunluğu yüksek numuneler ile yoğunluğu düşük numuneler arasında farklar gözlemlenmiştir. Yoğunluğu yüksek numunelerde oksit tabakasının altında sinterleme katkı ilavelerinin tane sınırlarında kristalleşerek oluşturdukları ve SEM’de beyaz ağırlıklı gözükken bir tabaka bulunmakta, bu tabakanın hemen altında da sinterleme katkı ilavelerince fakirleşmiş büyük bir alan bulunmaktadır. Yoğunluğu düşük numunelerde ise oksit tabakasının altında tane sınırı fazının kristalleşerek kümelendiği bir tabaka gözükmemekte, ancak sürünmeden etkilenen alanın daha büyük olduğu SEM görüntülerinden belirlenmiştir. Ayrıca yüzeyde oluşan ve ağır elementleri daha çok içeren tabaka kalınlığı da düşük yoğunluklu numunelerde daha az olduğu görülmektedir.



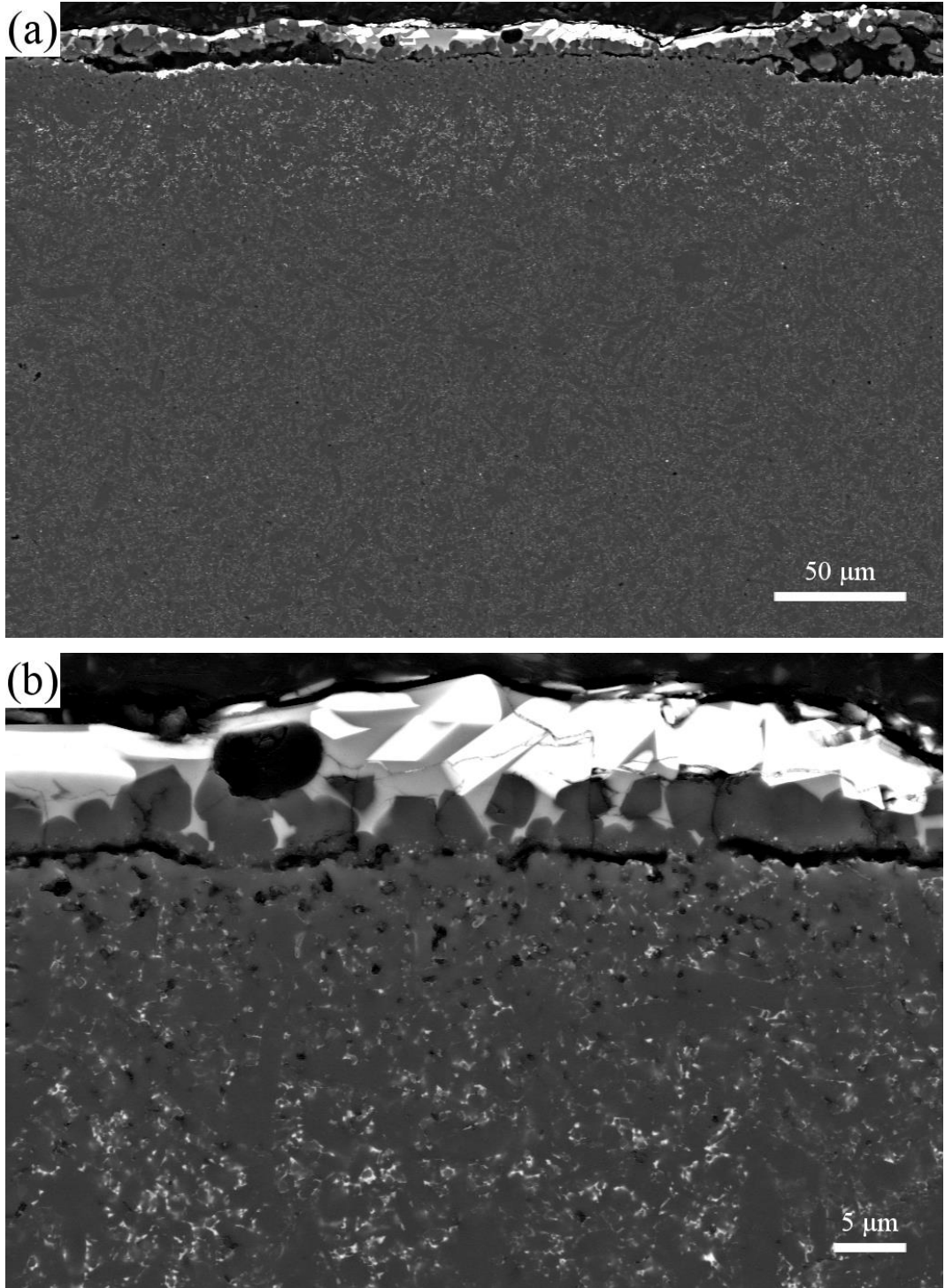
Şekil 5.4 Isıl işlem görmemiş, 3.29 g/cm^3 yoğunluğa sahip ve sürünmüş Er-1 numunesinin basma gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



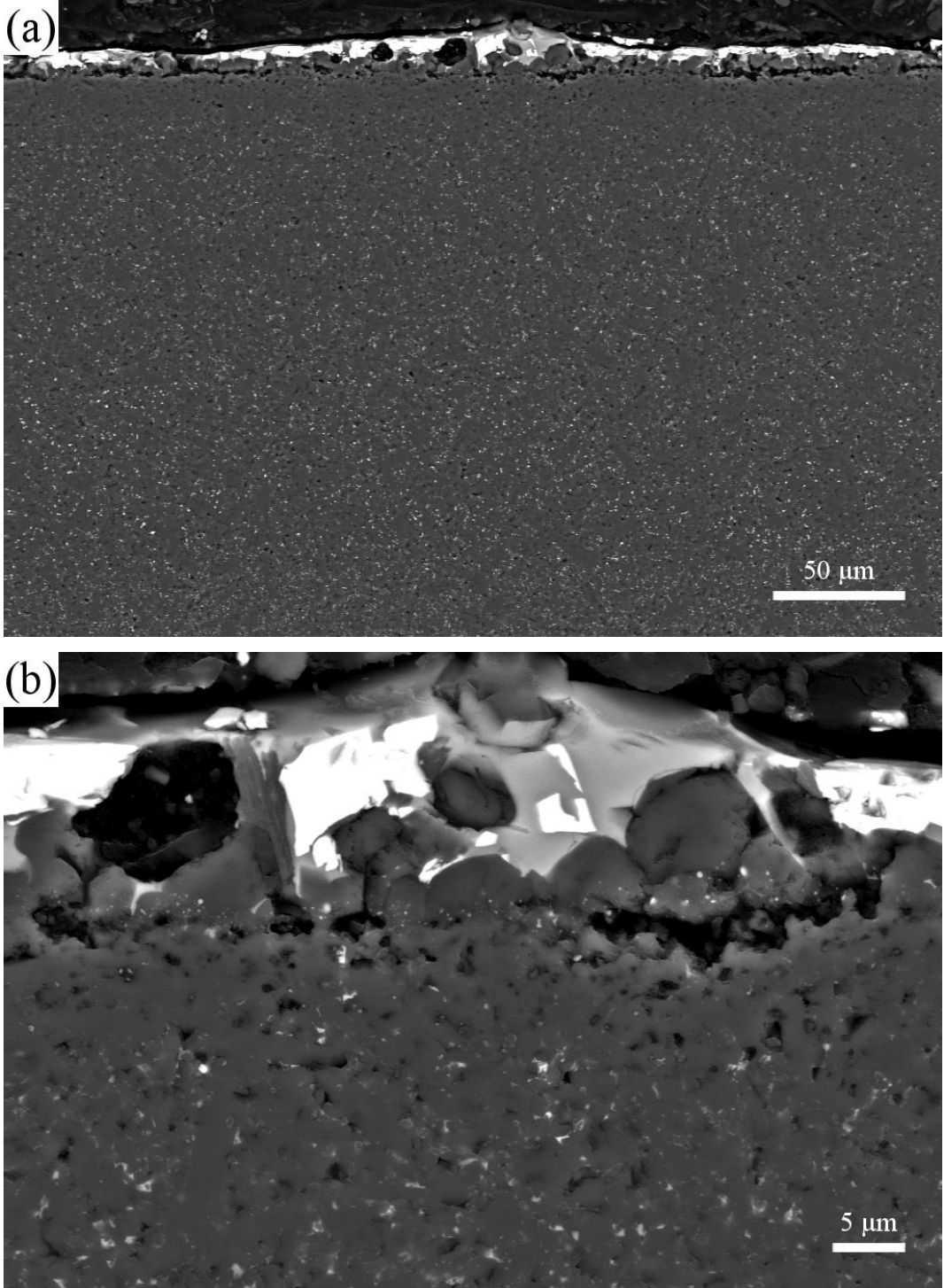
Şekil 5.5 Isıl işlem görmemiş, 3.29 g/cm^3 yoğunluğa sahip ve süzünmüş Er-1 numunesinin çekme gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



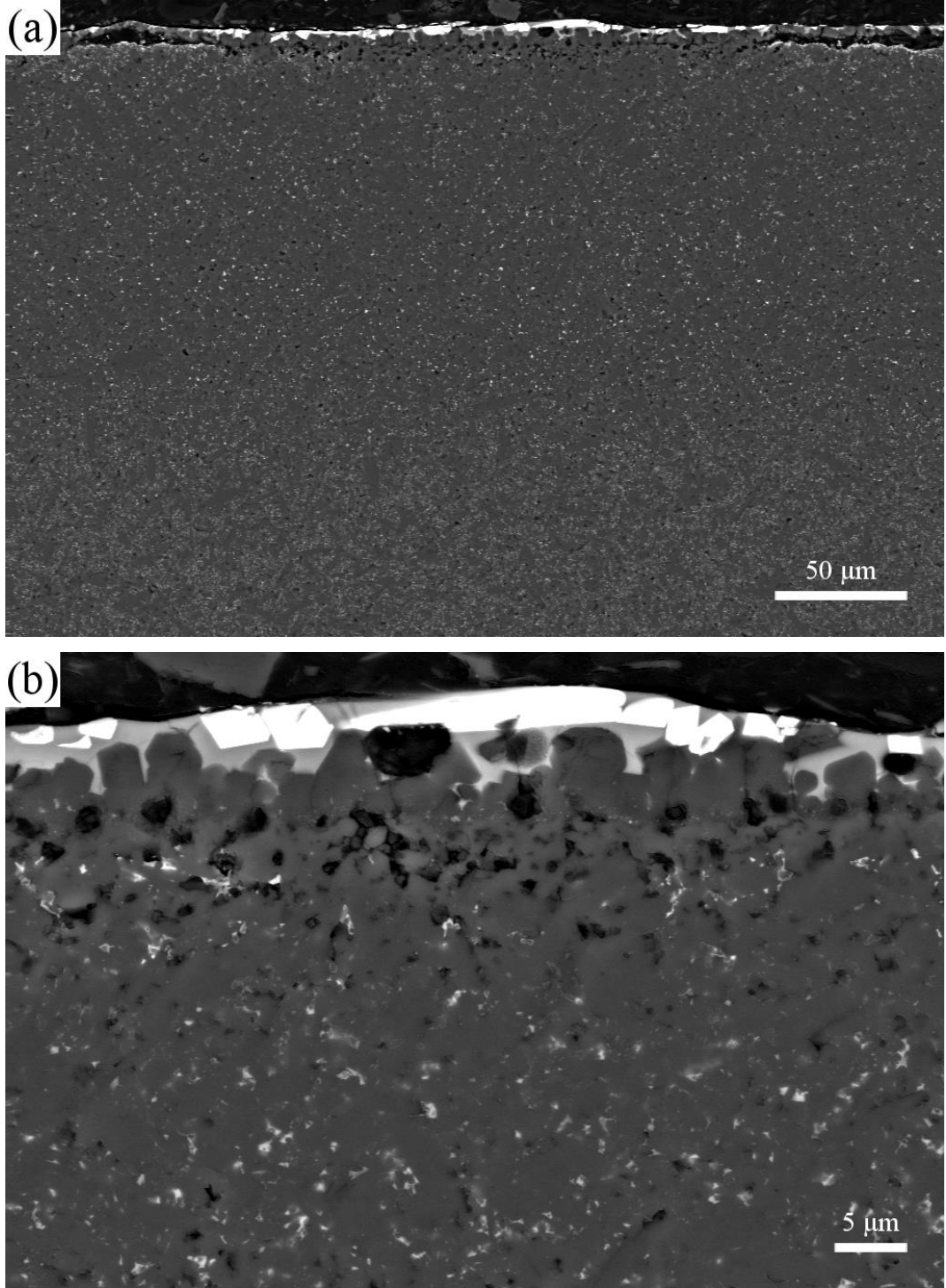
Şekil 5.6 Isıl işlem görmemiş, 3.29 g/cm^3 yoğunluğa sahip ve sürünmüş Er-71 numunesinin basma gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



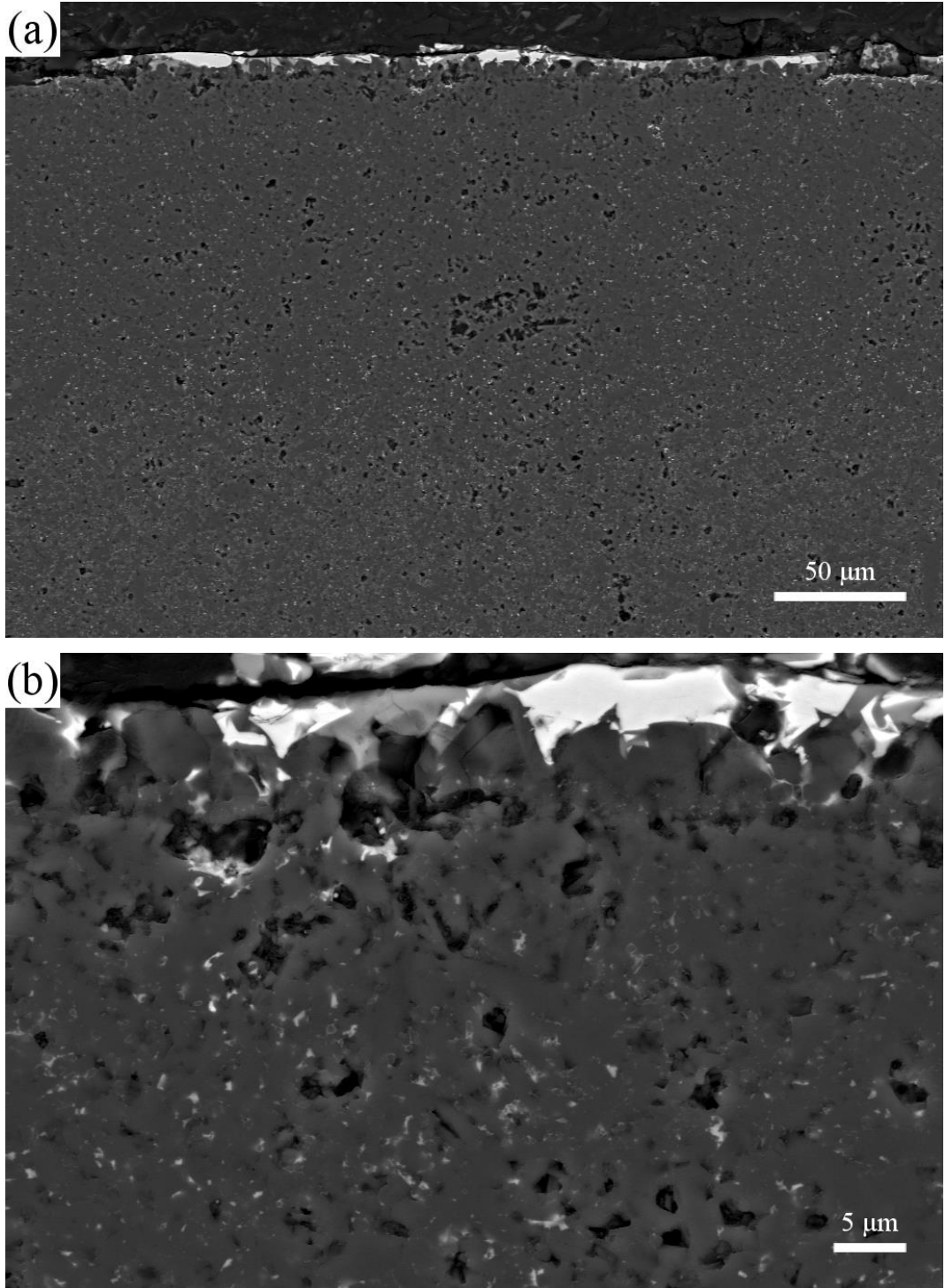
Şekil 5.7 Isıl işlem görmemiş, 3.29 g/cm^3 yoğunluğa sahip ve sürünmüş Er-71 numunesinin çekme gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



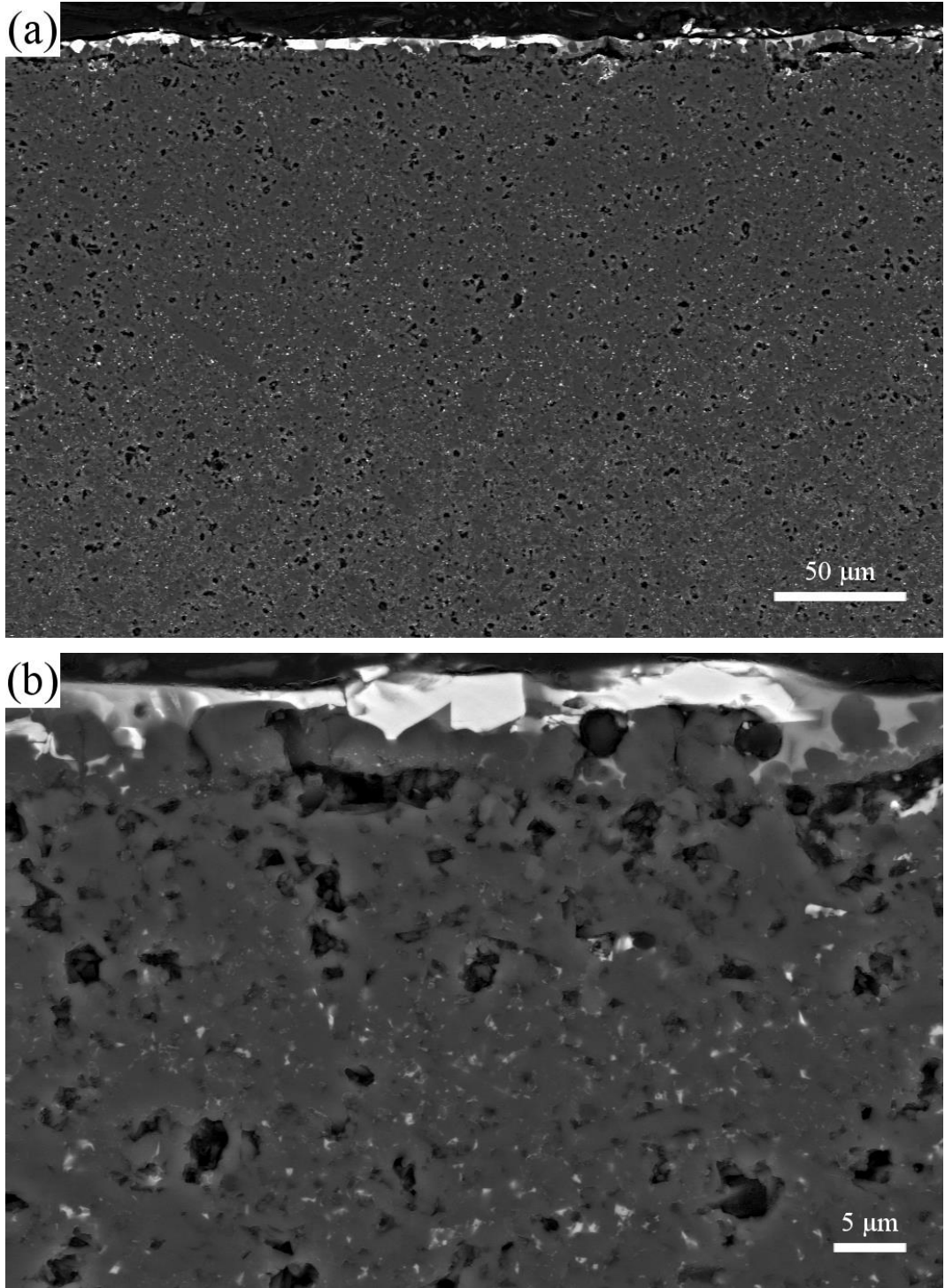
Şekil 5.8 Isıl işlem görmemiş, 3.23 g/cm^3 yoğunluğa sahip ve sürünmüş Er-74 numunesinin basma gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 5.9 Isıl işlem görmemiş, 3.23 g/cm^3 yoğunluğa sahip ve sürünmüş Er-74 numunesinin çekme gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 5.10 Isıl işlem görmemiş, 3.20 g/cm^3 yoğunluğa sahip ve sürünmüş Er-75 numunesinin basma gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 5.11 Isıl işlem görmemiş, 3.20 g/cm^3 yoğunluğa sahip ve sürünmüş Er-75 numunesinin çekme gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

5.3. Sürünme Öncesi Oksitlenmenin Etkisi

Sinterlenmiş numuneler hava ortamında 1390°C’de 72 saat boyunca oksidasyon ısıl işlemine tabi tutulmuşlardır. Numunelerin ısıl işlem sonrasında ölçülen yoğunluk değerleri **Çizelge 5.3**’de gösterilmiştir.

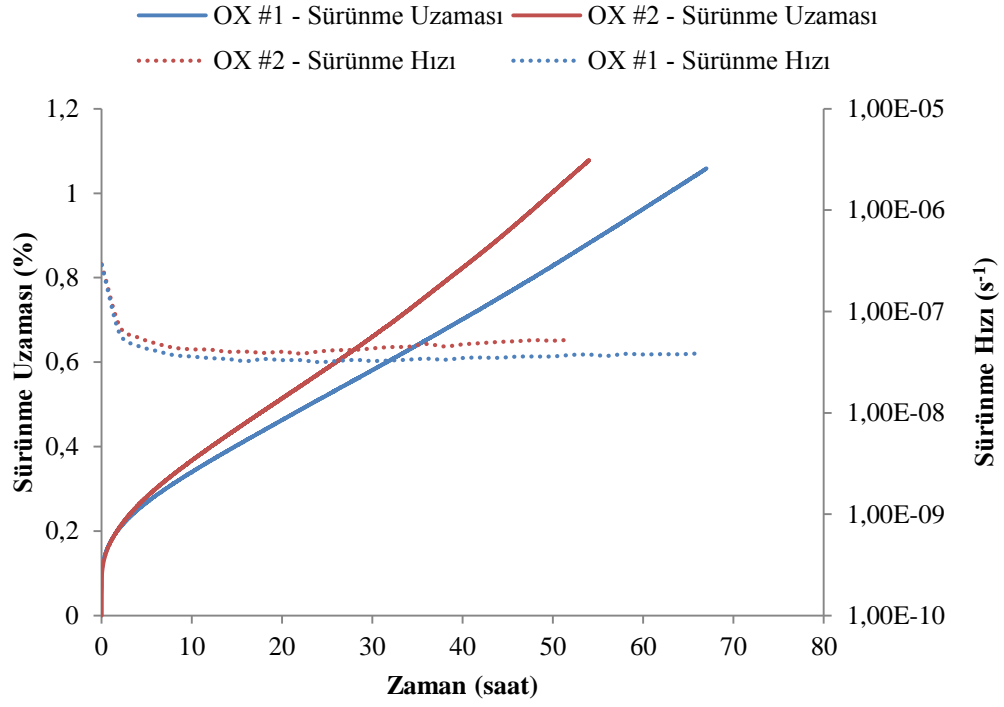
Çizelge 5.3 OX numunelerinin yoğunluk ölçümleri

Numune Kodu	Kuru Ağırlık (g)	Askıda Ağırlık (g)	Yaş Ağırlık (g)	Yoğunluk (g/cm ³)
OX #1	1,9321	1,3434	1,9325	3,28
OX #2	1,9044	1,3234	1,9047	3,28

5.3.1. Sürünme analizleri

Hava ortamında 1390°C’de 72 saat oksidasyona tabi tutulan numuneler yine 1390°C’de 100 MPa eğilme gerilimi altında 72 saat sürünme testine tabi tutulmuştur. Isıl işlem sırasında numunelerin yüzeyinde oksit tabakası oluşmuştur. OX-1 numunesi ısıl işlemden sonra herhangi bir işlem görmeden sürünme testine girerken, OX-2 numunesi sürünme testine girmeden önce yüzeyindeki oksit tabakası SiC kağıtlarla aşındırılmıştır.

OX numunelerinin sürünme test sonuçları **Şekil 5.12**’de gösterilmiştir. 1390°C’de 100 MPa eğilme gerilimi altında gerçekleştirilen sürünme testlerinin sonucunda oksit tabakası aşındırılmamış OX-1 numunesi yaklaşık 67. saatte, oksit tabakası aşındırılmış OX-2 numunesi ise yaklaşık 55. saatte kırılmıştır. İki numunenin de kırılma anındaki sürünme uzamalarının birbirine yakın olduğu görülmektedir. OX-1 numunesi kırılma anında %1.06 uzama gösterirken OX-2 numunesi %1.08 uzama göstermiştir. OX-1 numunesinin ortalama sürünme hızı $3.31 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ iken, OX-2 numunesinin sürünme hızı $4.30 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ olarak ölçülmüştür. Sürünme testine başlarken oksit tabakası aşındırılmış OX-2 numunesi, oksit tabakası bulunan OX-1 numunesine göre %23 daha fazla sürünme hızı göstermiştir. OX-1 numunesinde oluşan oksit tabakası yeni oksit tabakası oluşumunu zorlaştırırken, bu tabakanın aşındırıldığı OX-2 numunesinde oksit tabakasının tekrar oluşumu kolaylaşmış ve bu da sürünme hızını arttırmıştır.



Şekil 5.12 OX numunelerinin 72 saat boyunca 1390°C sıcaklık ve 100 MPa gerilim altındaki sürünme uzaması ve hızı

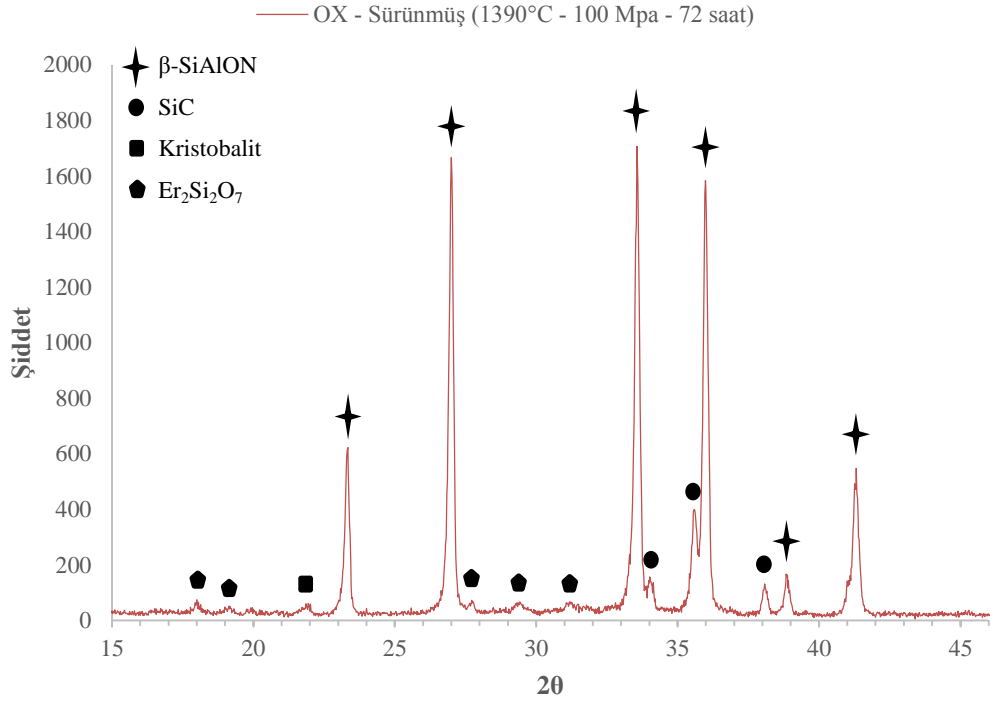
Sürünme testi öncesinde ve sonrasında yapılan ağırlık ölçümleri sonucunda OX-1 numunesi %0.20 ağırlık kazanırken, OX-2 numunesi %0.25 ağırlık kazanmıştır (**Çizelge 5.4**).

Çizelge 5.4 OX numunelerinin sürünme testi sonrasındaki ağırlık değişimleri

Numune Kodu	Sürünme Sıcaklığı (°C)	İlk Ağırlık (g)	Son Ağırlık (g)	Değişim (%)
OX #1	1390	1,9144	1,9182	0,20
OX #2	1390	1,7409	1,7453	0,25

5.3.2. Faz ve mikroyapı analizleri

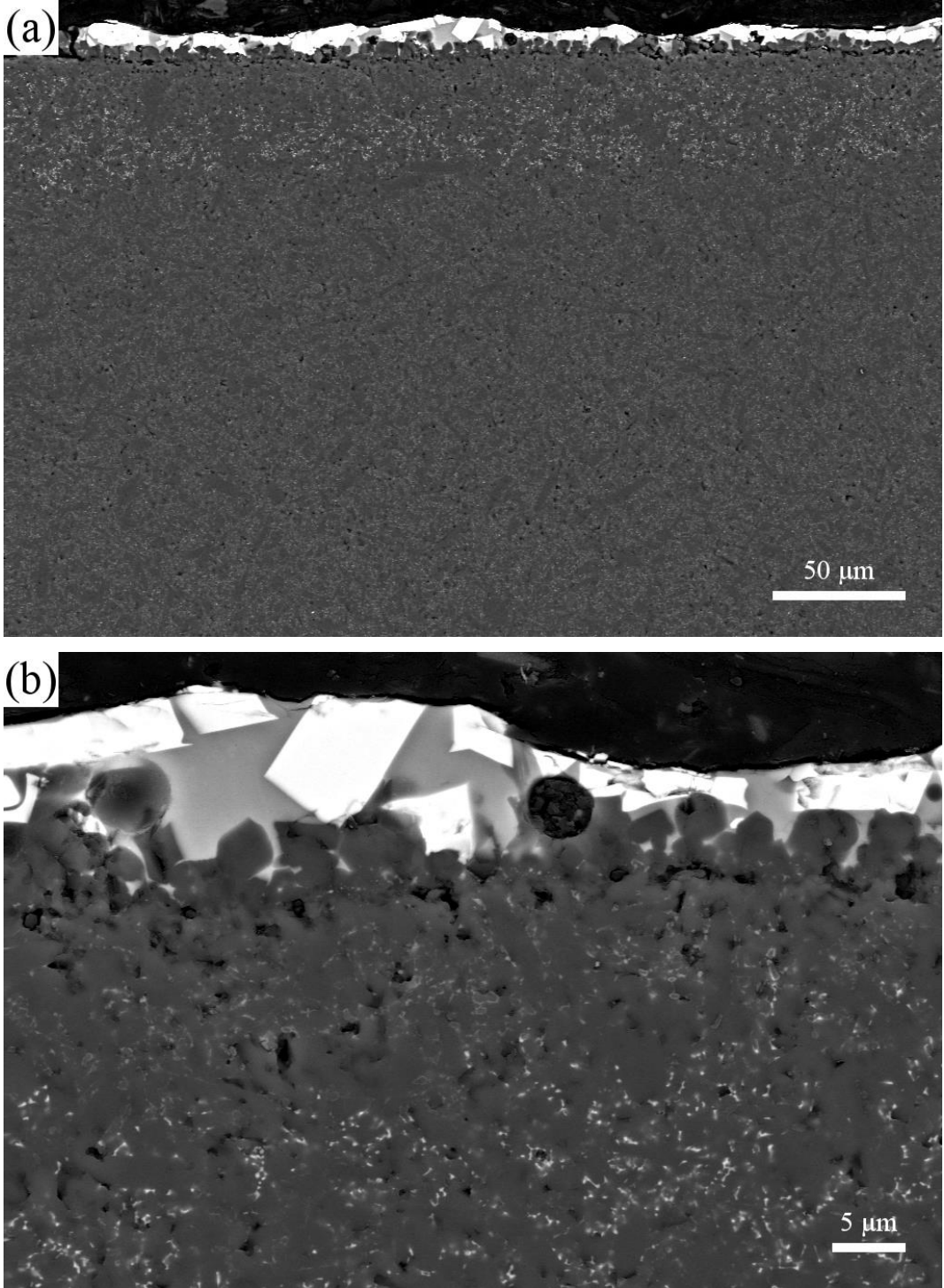
Oksidasyona tabi tutulmuş numunenin XRD analizi Şekil 5.13'te gösterilmiştir. Analiz sonucuna göre yapıda krsitobalit ve Er-silikat fazlarının oluştuğu belirlenmiştir.



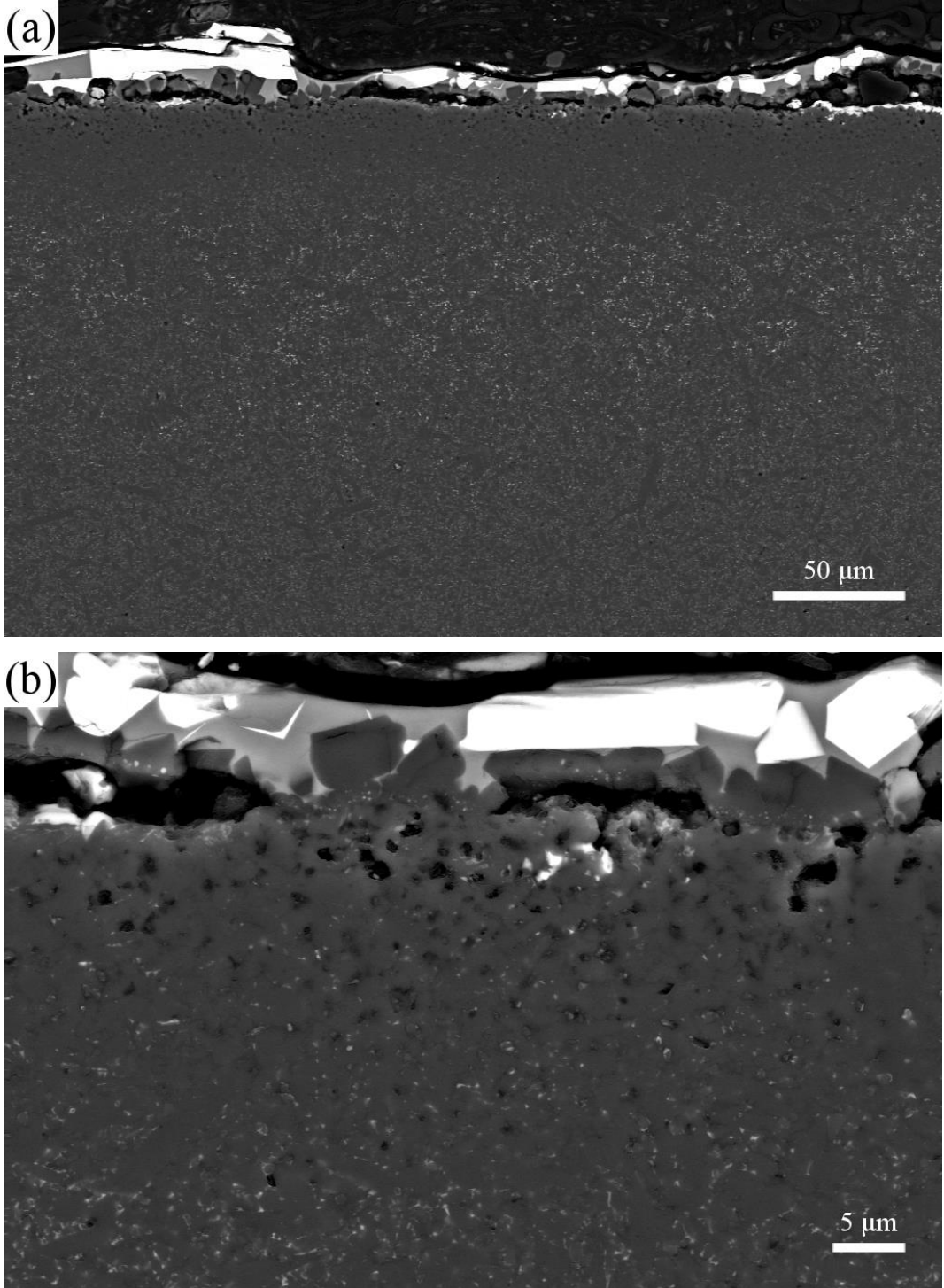
Şekil 5.13 Oksidasyon ısı işlemi uygulanmış numunenin 1390°C – 100 MPa – 72 saat sürünme testi sonrası oluşan X-ışını kırınım deseni

OX ısı işlemine tabi tutulmuş numunelerin sürünme testinden önceki SEM görüntüleri Şekil 5.14'te gösterilmiştir. Numunelerin sürünmeden önceki mikroyapısında oksit tabakası, oksitlenmenin etkilediği bölge ve oksitlenmeden etkilenmeyen bölge olmak üzere üç bölge görülmektedir. Bu mikroyapının, çalışma kapsamında incelenen diğer numunelerin sürünme sonrasındaki mikroyapılarına oldukça benzer olduğu gözlenmiştir.

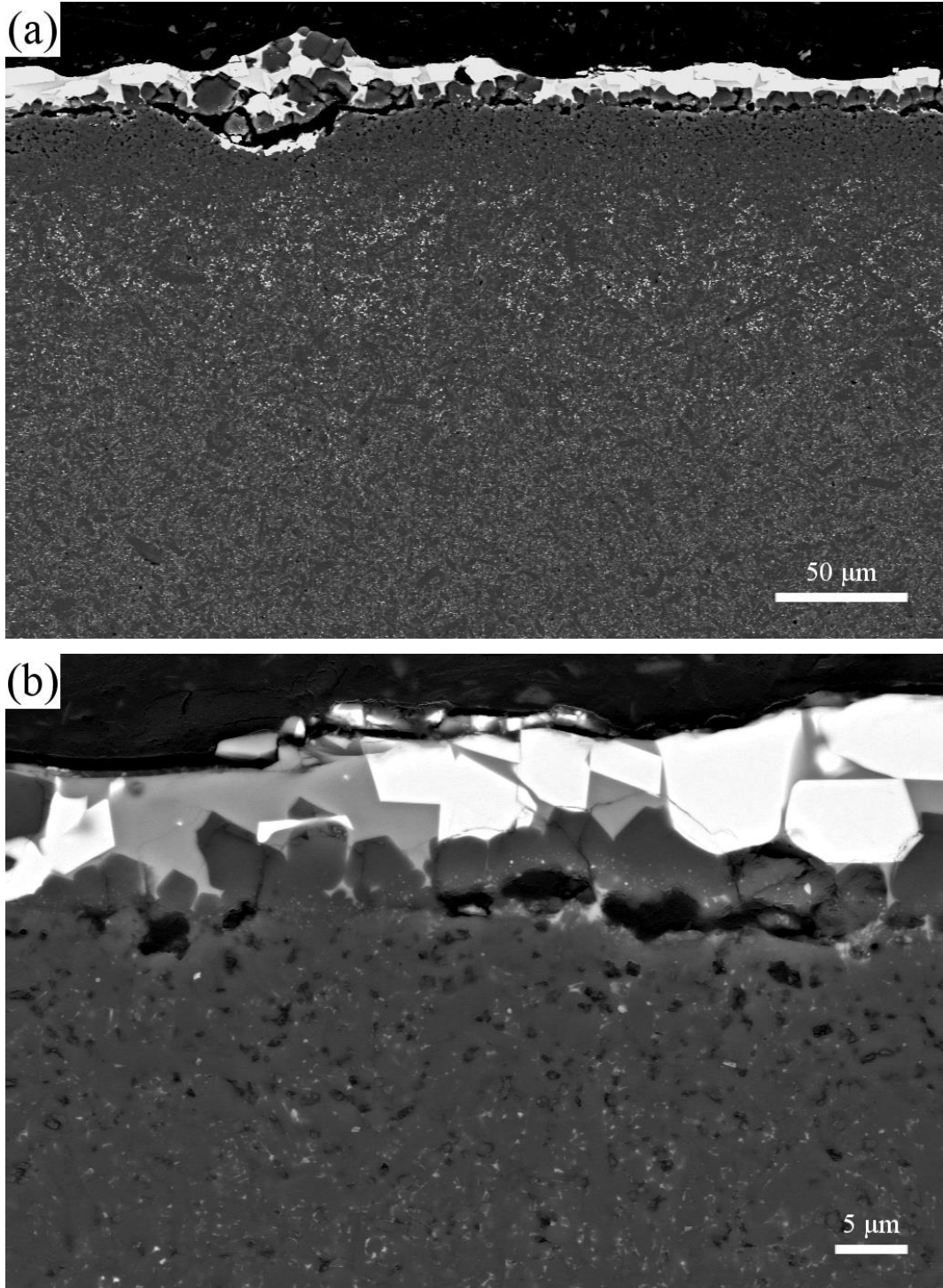
1390°C sıcaklık ve 100 MPa eğilme gerilimi altında 72 saat boyunca yapılan sürünme testleri sonrasında numunenin basma ve çekme kenarından alınan SEM görüntüleri Şekil 5.15 ve Şekil 5.16'da gösterilmiştir.



Şekil 5.14 Sürünmemiş OX numunesinin a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 5.15 OX numunesinin basma gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 5.16 OX numunesinin çekme gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

Sürünme testi sonrasında oluşan mikroyapıda, oksit tabakasının altında tane sınırı fazının fakirleştiği bir bölge gözükmemektedir. Ayrıca bu bölgenin boşluklu yapıya sahip olduğu da görülmektedir. Farklı ısıl işlemler görmüş numunelerin

genel mikroyapısına göre farklı olan bu bölgede, uzun süreli oksitlenme sonucunda tane sınırı fazının büyük bir kısmının yüzeye taşındığı görülmektedir. Bu tabakanın altındaki bölgelerin mikroyapısı, ısıl işlem görmemiş numunelerin sürünme sonrası mikroyapısına benzemektedir. Bu bölgeler sırasıyla tane sınırı fazı zengin olan bölge, tane sınırı fazı fakirleşmiş bölge ve oksitlenmeden etkilenmemiş bölgelerdir.

5.4. Ötektik Sıcaklık Altı Isıl İşlemin Etkisi

Sinterlenmiş numuneler azot atmosferi altında 1375°C'de 2 ve 6 saat süresince BET ısıl işlemine tabi tutulmuşlardır. Numunelerin ısıl işlem sonrasında ölçülen yoğunluk değerleri **Çizelge 5.5** ve **Çizelge 5.6**'da verilmiştir. Numunelerin yaklaşık olarak tam yoğunlaştıkları hesaplanmıştır.

Çizelge 5.5 BET-2 numunelerinin yoğunluk ölçümleri

Numune Kodu	Kuru Ağırlık (g)	Askıda Ağırlık (g)	Yaş Ağırlık (g)	Yoğunluk (g/cm ³)
BET-2 1350	1,8941	1,3174	1,8943	3,28
BET-2 1390 #1	1,8677	1,2977	1,8678	3,28
BET-2 1390 #2	1,9037	1,3246	1,9040	3,29

Çizelge 5.6 BET-6 numunelerinin yoğunluk ölçümleri

Numune Kodu	Kuru Ağırlık (g)	Askıda Ağırlık (g)	Yaş Ağırlık (g)	Yoğunluk (g/cm ³)
BET-6 1350	1,8581	1,2940	1,8584	3,29
BET-6 1390 #1	1,8500	1,2881	1,8502	3,29
BET-6 1390 #2	1,8500	1,2878	1,8504	3,29

5.4.1. Sürünme analizleri

1375°C sıcaklıkta 2 ve 6 saat ısıl işlem görmüş numunelerin 1350-1390°C sıcaklıkta ve 100 MPa eğilme gerilimi altında 72 saat süresince hava ortamında dört nokta eğilme sürünme testleri gerçekleştirilmiştir.

2 saat BET ısıl işlemine tabi tutulan numunelerin sürünme testi sonuçları **Şekil 5.17**'de gösterilmiştir. Yapılan testlerden alınan sonuçlarda 1390°C'de sürünen numuneler 72 saatin sonunda %0.84 ve %0.7 uzama gösterirken, 1350°C'de sürünen numune %0.2 uzama göstermiştir.

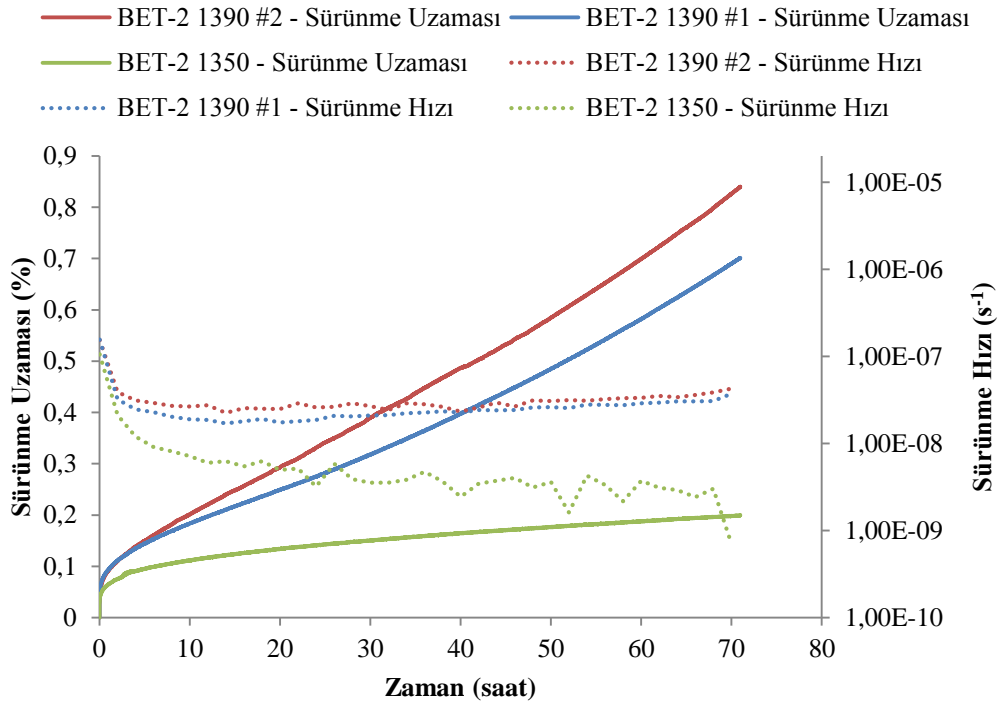
6 saat BET ısıtılmasına tabi tutulan numunelerin sürünme testi sonuçları **Şekil 5.18**'de gösterilmiştir. Bu numunelerde ise 1390°C'de sürünen numuneler %0.7 ve %0,57 uzama gösterirken 1350°C'de sürünen numune %0.18 uzama göstermiştir.

BET-2 ve BET-6 numunelerinin sürünme testi sonuçlarından yola çıkarak, ısıtılma süresinin artmasıyla numunelerin sürünme dayanımının da arttığı görülmektedir. Ancak ısıtılma görmemiş numunelerle kıyaslandığı zaman 2 ve 6 saat BET ısıtılma görmüş numunelerin sürünme dayanımında önemli ölçülerde iyileşme gözlenememiştir.

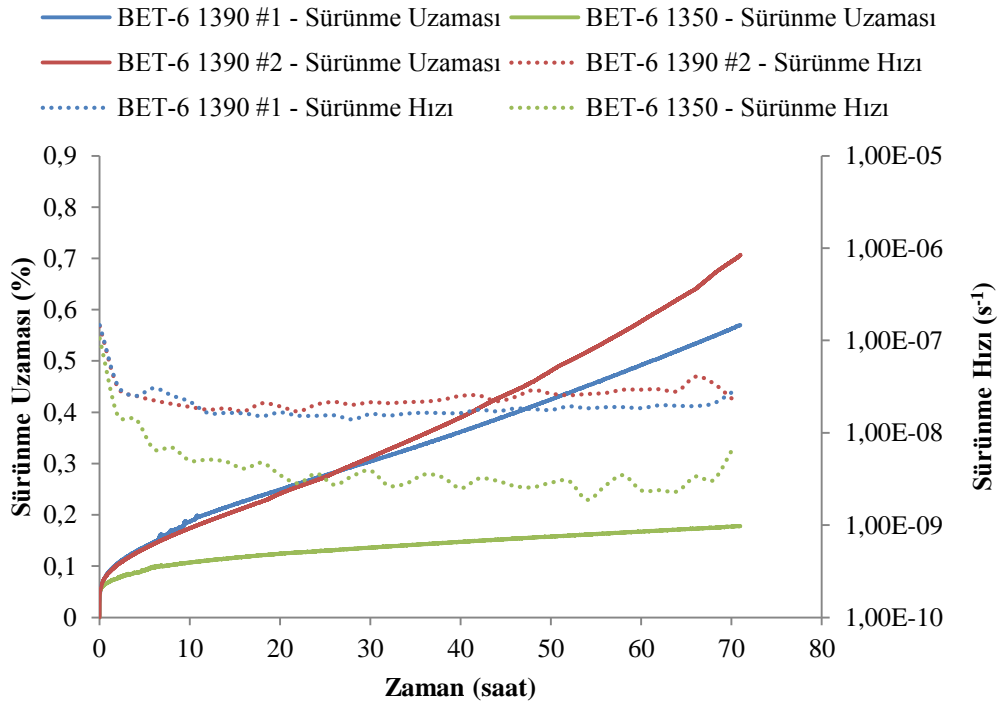
Çizelge 5.7'de numunelerin sürünme testi sonrasındaki ağırlık değişimleri verilmiştir. Ağırlık ölçümleri sonucunda BET-2 ve BET-6 numunelerinin sürünme testi sırasında yaklaşık eşit ağırlık kazandıkları belirlenmiştir.

Çizelge 5.7 BET-2 ve BET-6 numunelerinin sürünme testi sonrasındaki ağırlık değişimleri

Numune Kodu	Sürünme Sıcaklığı (°C)	İlk Ağırlık (g)	Son Ağırlık (g)	Değişim (%)
BET2	1350	1,8492	1,8529	0,20
BET2 #1	1390	1,8197	1,8281	0,46
BET2 #2	1390	1,8779	1,8879	0,53
BET6	1350	1,8208	1,8246	0,21
BET6 #1	1390	1,8018	1,8105	0,48
BET6 #2	1390	1,8170	1,8282	0,62



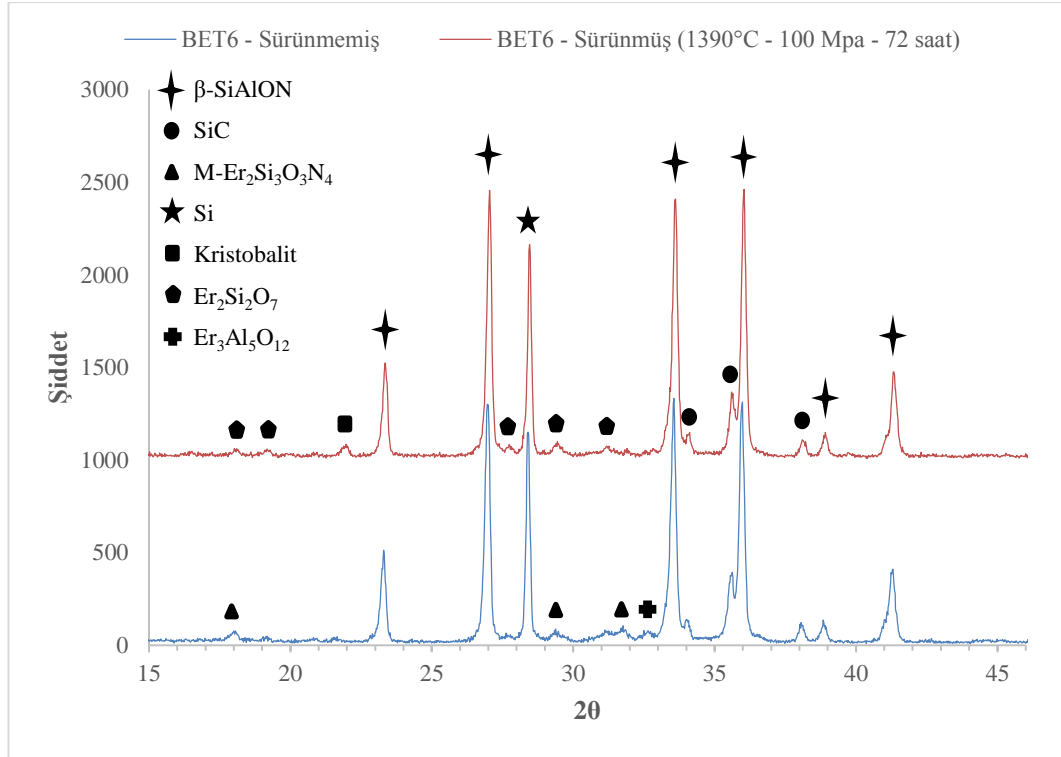
Şekil 5.17 BET-2 numunelerinin 72 saat boyunca 1350 - 1390°C sıcaklık ve 100 MPa gerilim altındaki sürünme uzamaları ve hızları



Şekil 5.18 BET-6 numunelerinin 72 saat boyunca 1350 - 1390°C sıcaklık ve 100 MPa gerilim altındaki sürünme uzamaları ve hızları

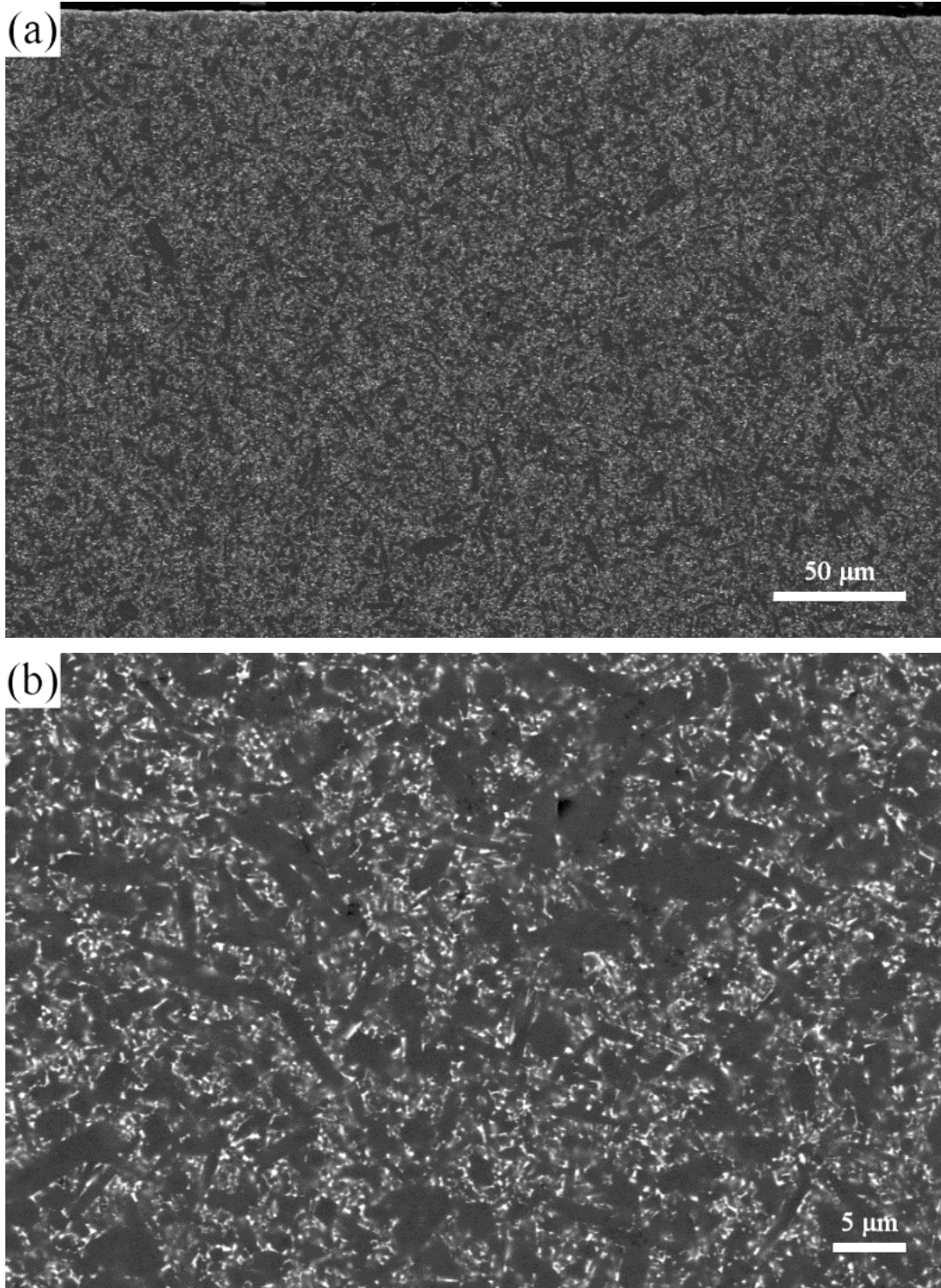
5.4.2. Faz ve mikroyapı analizleri

BET ısıtılmasına tabi tutulmuş numunelerin XRD ve SEM teknikleriyle mikroyapı analizleri yapılmıştır. Sürünme testi öncesinde ve sonrasında faz değişimi olup olmadığını gözlemleyebilmek adına BET-6 numunesi öğütülerek toz haline getirilmiş ve XRD analizi yapılmıştır (Şekil 5.19). Isıl işlem sonrasında yapıda Er-silikat ve erbiyum alüminyum garnet (EAG) oluştuğu belirlenmiştir. Sürünme testi sonrasında yapıda kristobalit ve Er-silikat fazlarının oluştuğu görülmektedir.



Şekil 5.19 BET-6 ısıtılma işlemi uygulanmış numunelerde sürünme öncesi ve 1390°C – 100 MPa – 72 saat sürünme sonrası oluşan X-ışını kırınım deseni

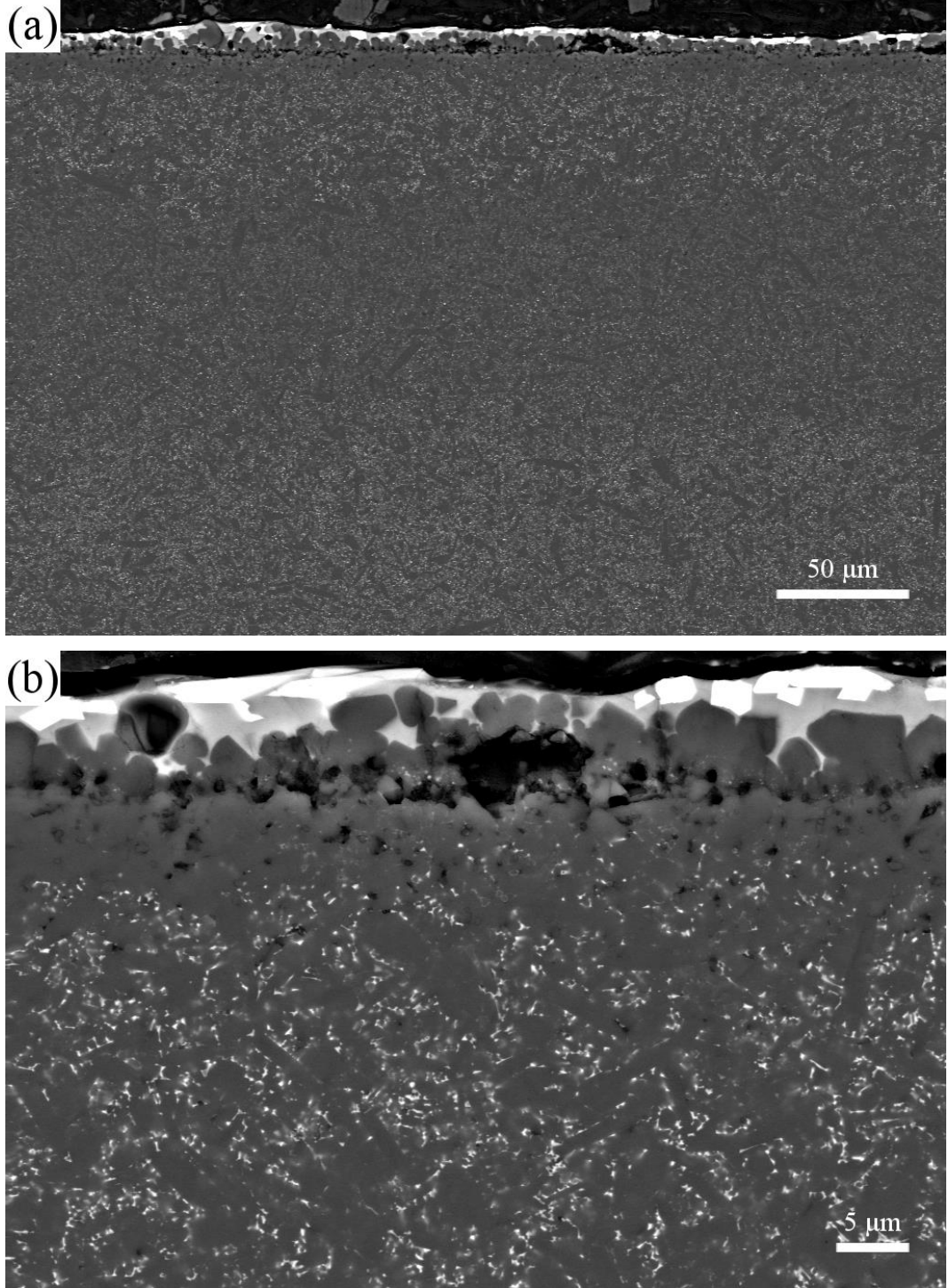
Numunelerin SEM analizlerinde geri yansıyan elektron görüntüleri kullanılmıştır. Atom numarasına göre karşıtlık veren bu teknik sayesinde yüksek atom numarasına sahip sinterleme katkı ilavelerinin (Er, Sm) bulunduğu bölgeler beyaz gözükürken, β-SiAlON taneleri gri tonda gözükmektedir. BET-2 ısıtılma işlemi görmüş numunelerin sürünmeden önceki mikroyapısı Şekil 5.20’de gösterilmiştir.



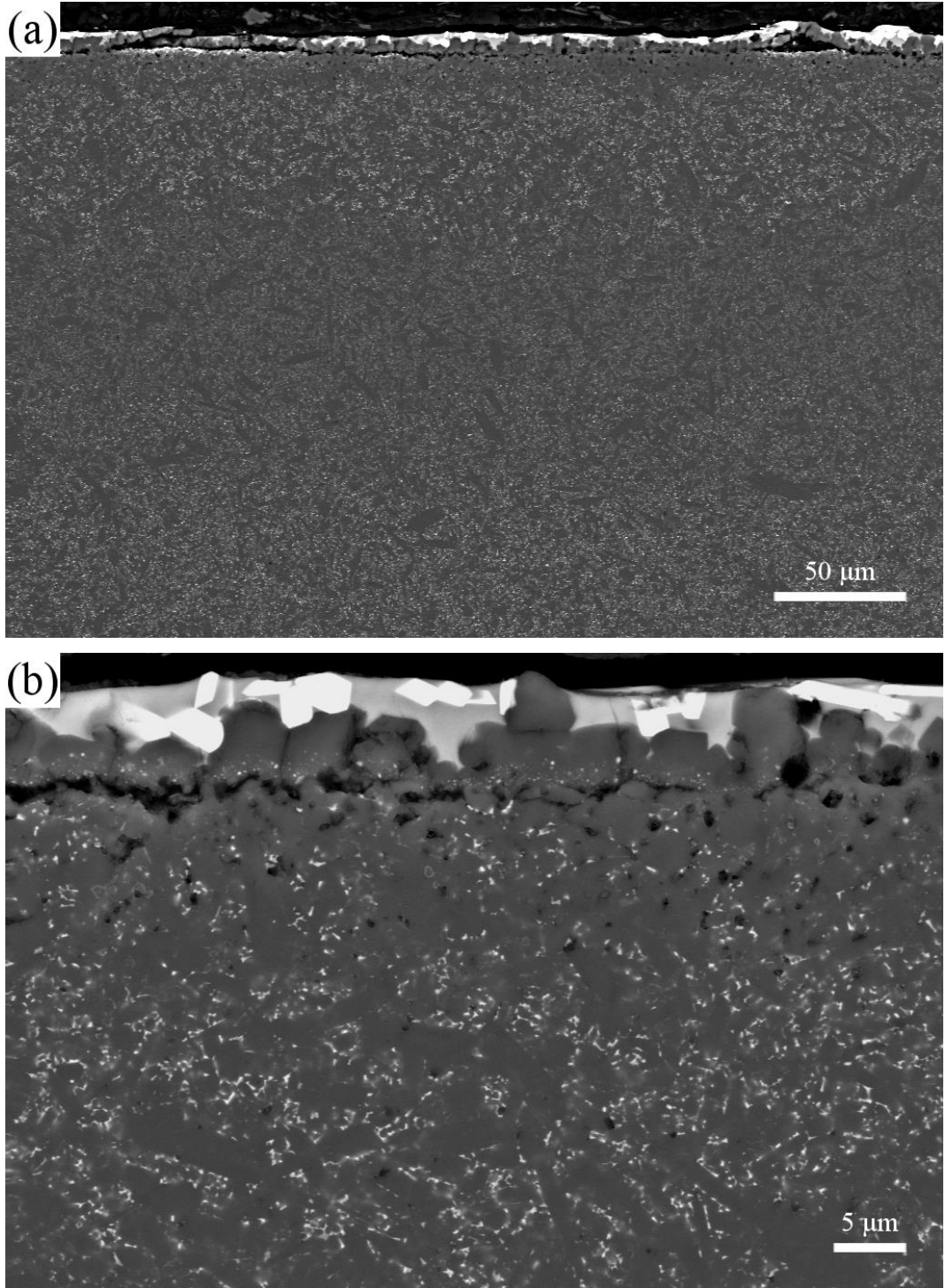
Şekil 5.20 Sürünmemiş ve BET-2 ısıtılmış numuneden a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

1350 ve 1390°C’de süründürülen BET-2 numunelerin basma ve çekme gerilmelerine maruz kalan kenarlarından SEM analizleri yapılmış ve **Şekil 5.21** –

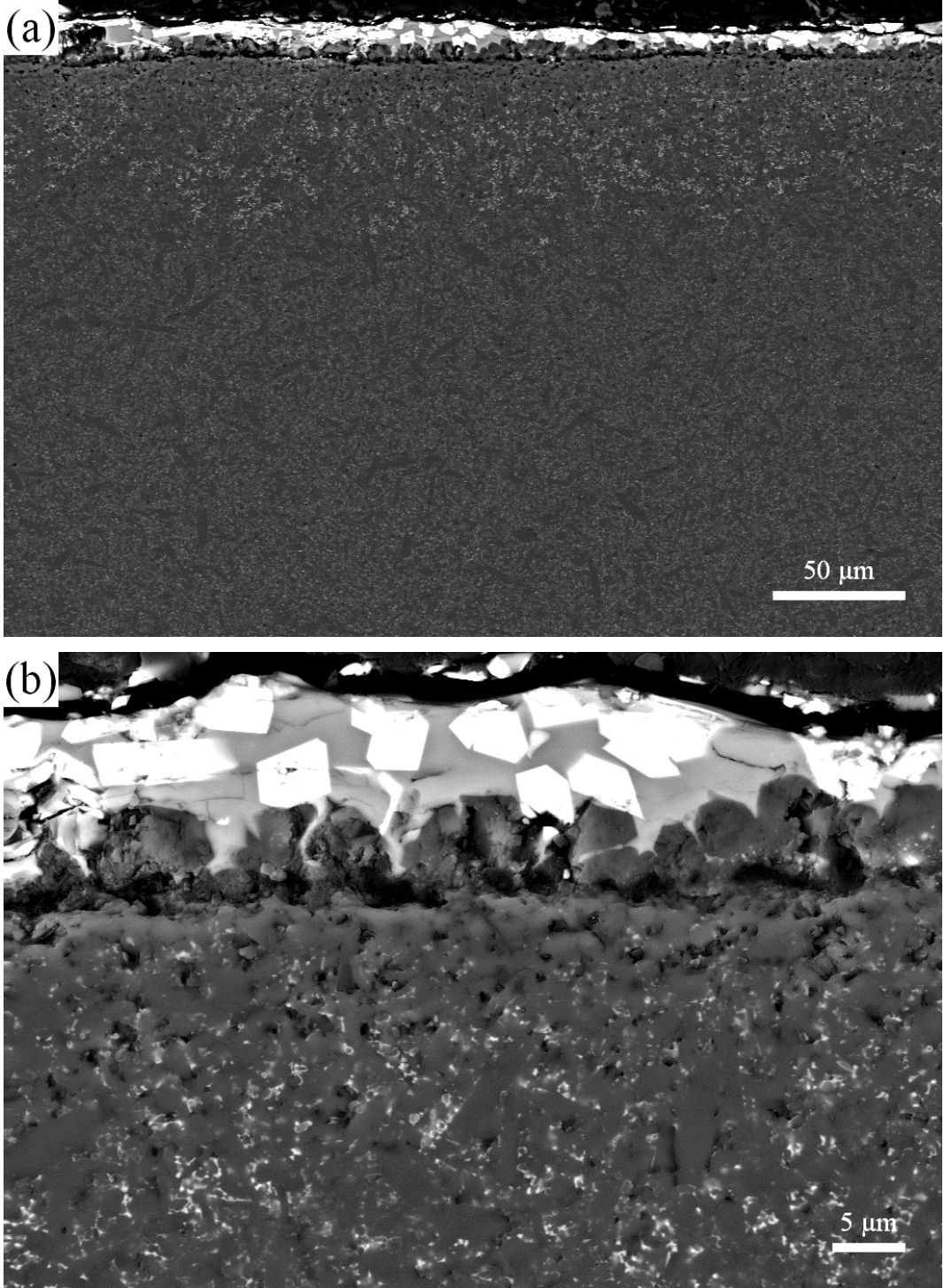
Şekil 5.24'te gösterilmiştir. Yapılan analizler sonucunda, diğer numunelerdeki gibi yine üç farklı bölgenin oluştuğu görülmüştür.



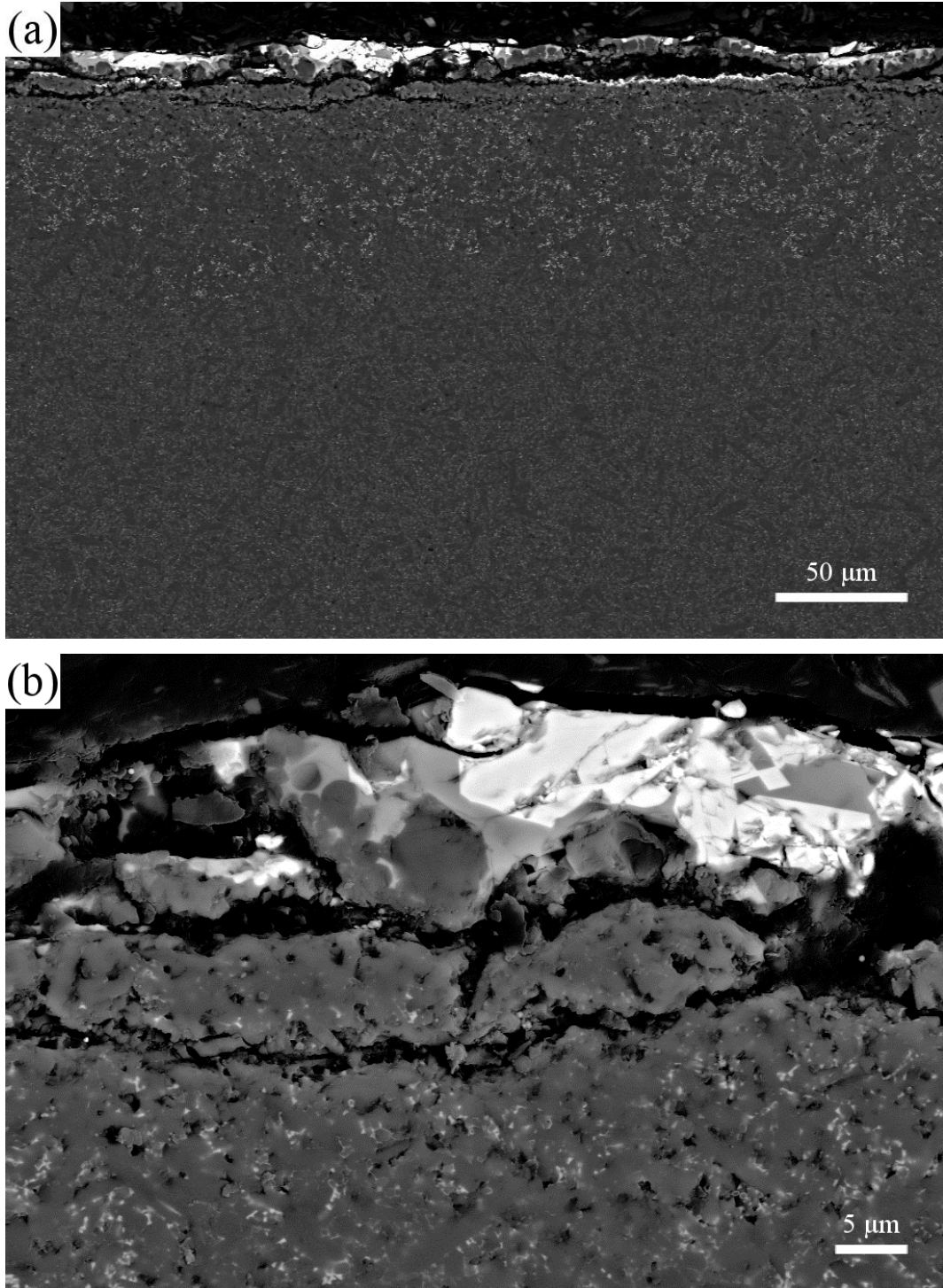
Şekil 5.21 1350°C'de sürünen BET-2 numunesinin basma gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM'de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 5.22 1350°C’de sürünen BET-2 numunesinin çekme gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 5.23 1390°C’de sürünen BET-2 numunesinin basma gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 5.24 1390°C’de sürünen BET-2 numunesinin çekme gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

Numuneler hava ortamında süründürüldüğü için yüzeyde oksit tabakası oluşmuştur. Oksit tabakasının üst kısmında (beyaz ve açık gri tonda görünen

kısımlar) sinterleme ilavelerinin yayınımlı sonucu oluşan silikatlar ve camlı faz bulunurken hemen altında SiO₂ tabakası bulunmaktadır (eş eksenli ve koyu gri taneler).

Oksit tabakasının alt kısmında sürünmenin etkilediği ikinci bölge yer almaktadır. Bu bölgenin de iki farklı kısımdan oluştuğu görülmektedir. Yüzeğe yakın olan kısımda tane sınırı fazının zengin olduğu bir tabaka bulunmaktadır ve hemen altında ise tane sınırı fazı fakirleşmiş tabaka başlamaktadır. BET-2 numunesinde sürünme sıcaklığının 1350°C'den 1390°C'ye çıkmasıyla tane sınırı fazı zengin olan tabakanın kalınlığı çok değişmezken, tane sınırı fazı fakir tabakanın kalınlığının yaklaşık olarak 3 kat arttığı görülmüştür. Buna bağlı olarak da oluşan oksit tabakasının kalınlığı artmaktadır.

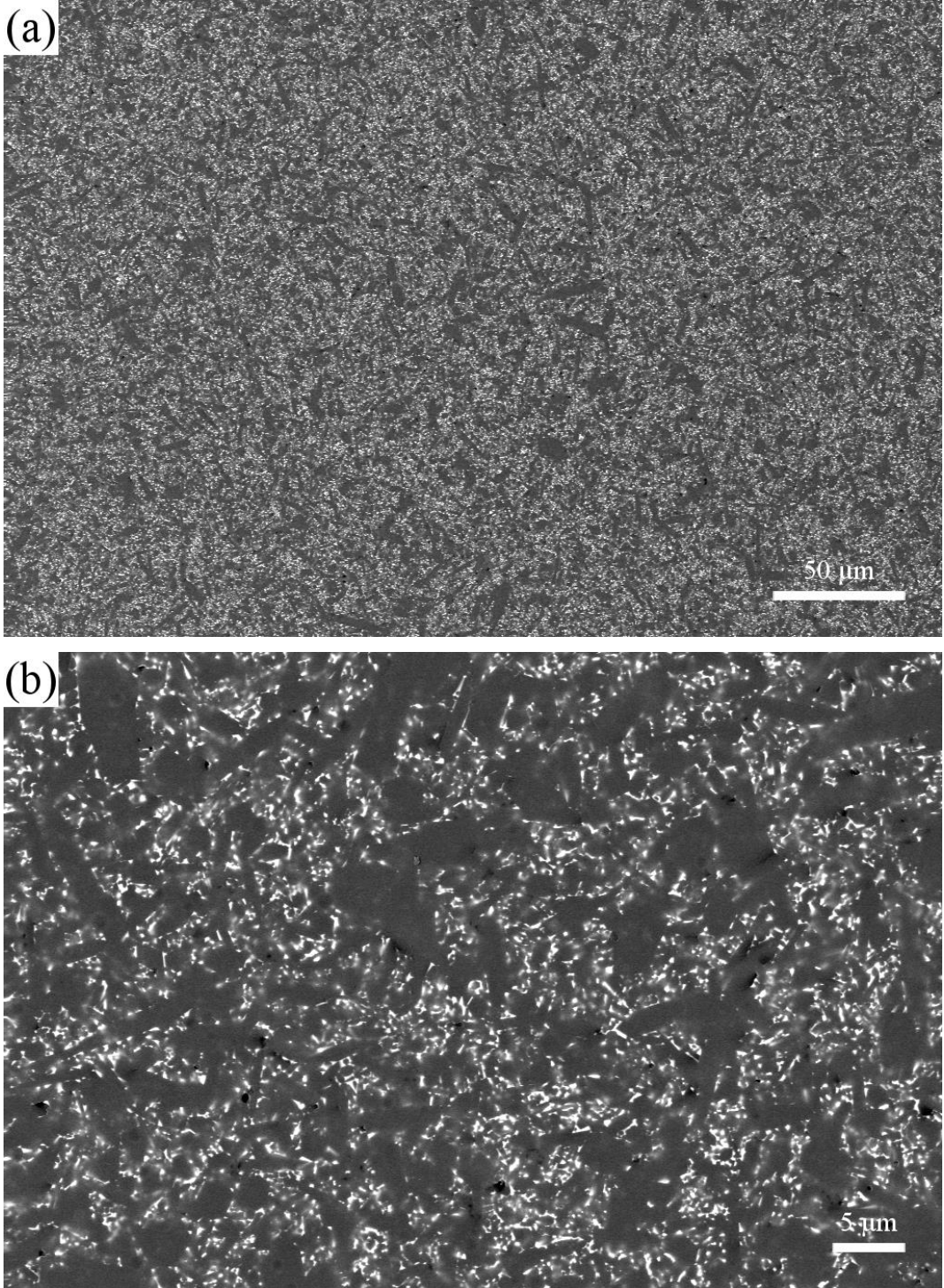
Son bölgede ise sürünmeden etkilenmemiş ve mikroyapı olarak sürünmemiş numuneye benzeyen kısım yer almaktadır.

BET-6 ısıtıl işlemi görmüş numunelerin sürünmeden önceki mikroyapısı **Şekil 5.25**'de gösterilmiştir. BET-2 numunesine kıyaslandığında, mikroyapıda önemli bir değişiklik görülemez. Ancak numune hazırlamadan kaynaklanan tane kopmaları bu numunede daha fazla boşluğa neden olmuştur.

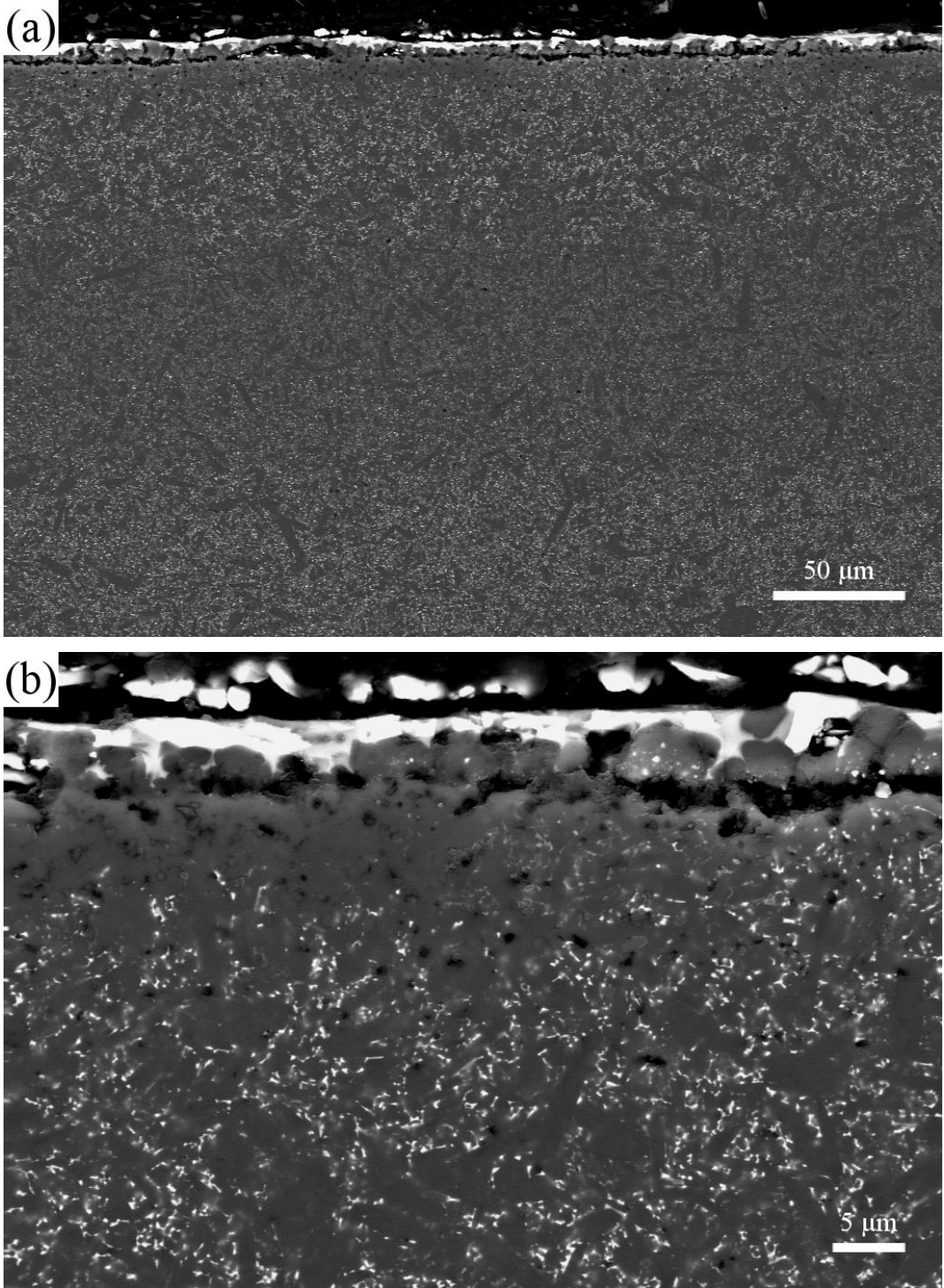
1350 ve 1390°C'de süründürülen BET-6 numunelerinin basma ve çekme gerilmelerine maruz kalan kenarlarından alınan SEM görüntüleri **Şekil 5.26 – Şekil 5.29**'da gösterilmiştir.

1350°C'de sürünen BET-6 numunesinin mikroyapısı yine üç farklı bölgeden oluşmakta ve bu bölgelerin kalınlığı 1350°C'de sürünmüş BET-2 numunesine benzemektedir.

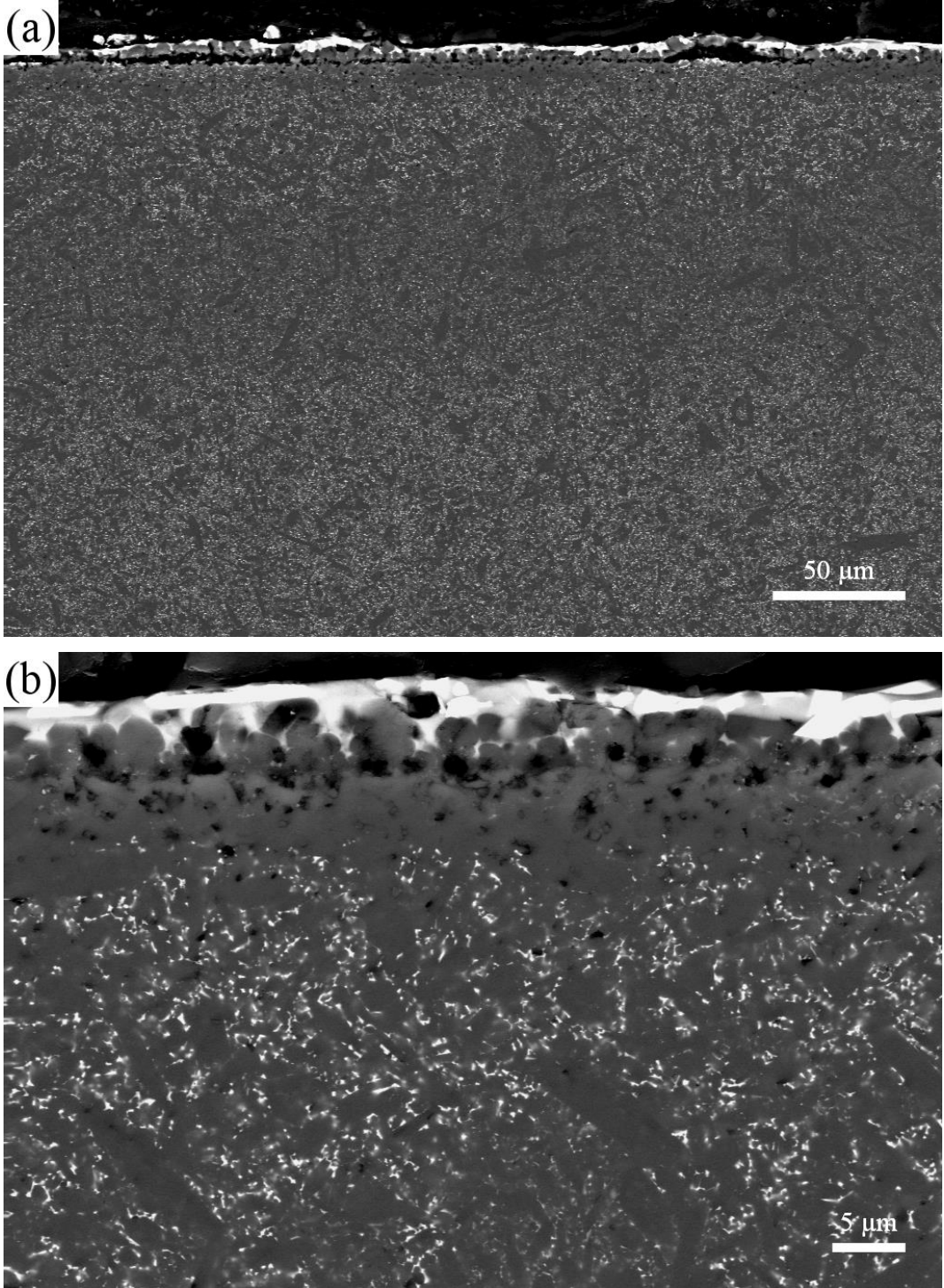
1390°C'de sürünen BET-6 numunesinin ise aynı sıcaklıkta sürünmüş BET-2 numunesinden oldukça farklı mikroyapıya sahip olduğu görülmüştür. Bu numunede oksit tabakasının altında tane sınırı fazı zengin bir tabaka bulunmamakta, bunun yerine tane sınırı fazı fakir bölge içerisinde yer yer dağılmış, katkı ilavelerinin oluşturduğu fazlar görülmektedir. Ayrıca sürünmeden etkilenen bölgede tane sınırı fazının farklı bir yapıda olduğu görülmektedir. 1390°C'de sürünmüş BET-2 ve BET-6 numunelerinin basma gerilmelerine maruz kalan kenarından 10000x büyütmede alınan SEM görüntüleri sürünme sonrası oluşan tane sınırı şeklini daha net bir biçimde göstermektedir (**Şekil 5.30**).



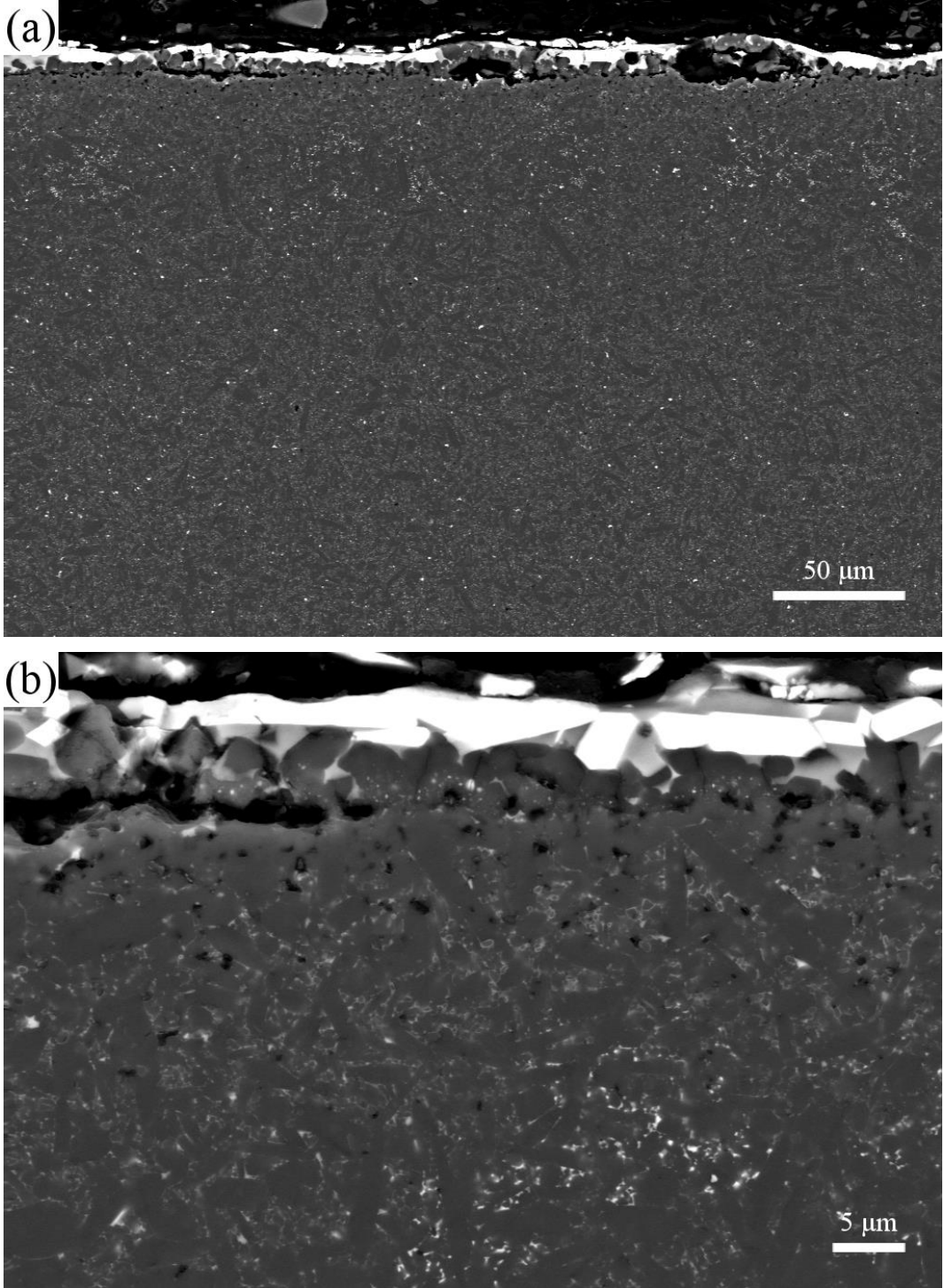
Şekil 5.25 Sürünmemiş ve BET-6 ısıt işleme görmüş numuneden a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



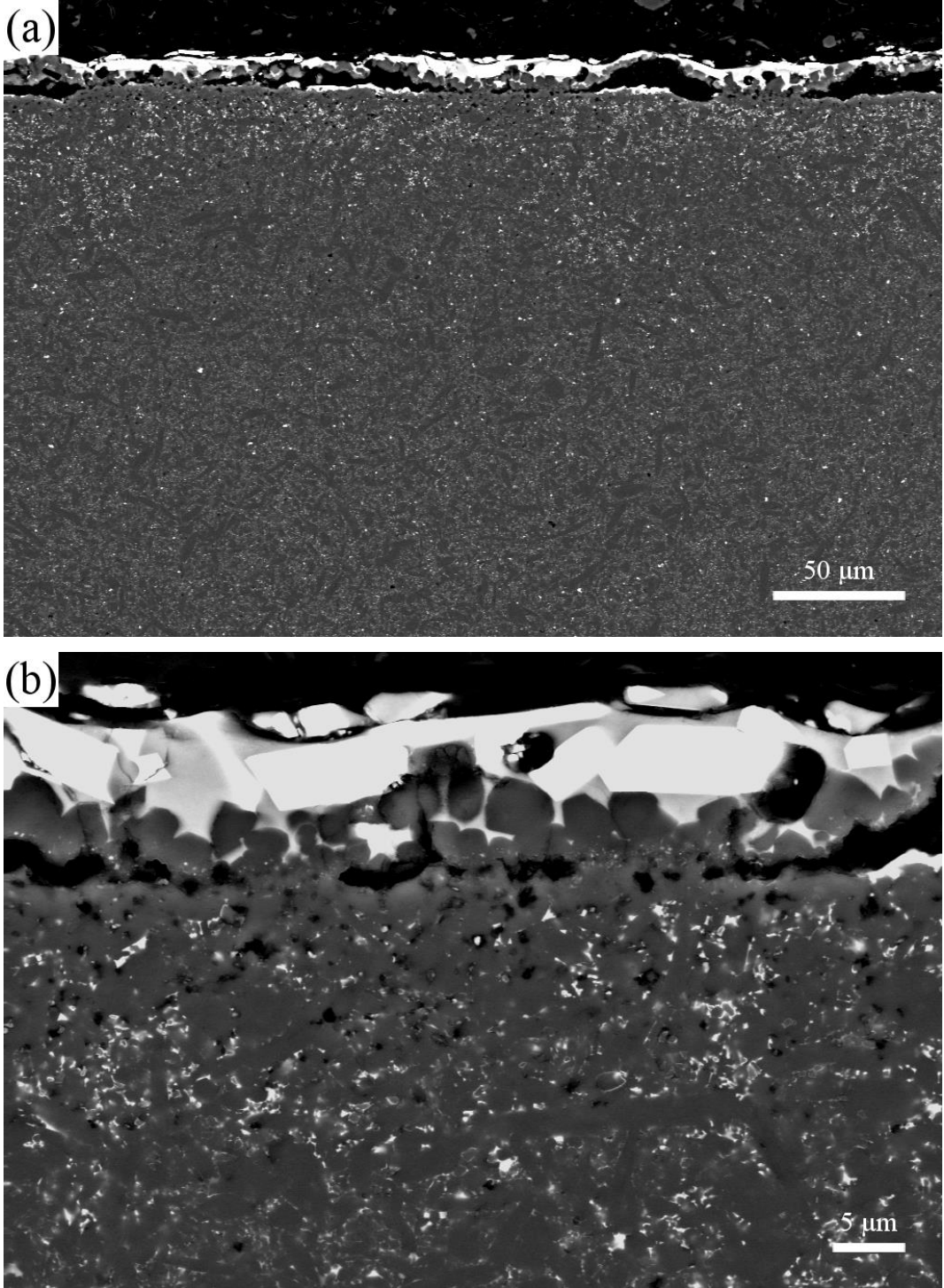
Şekil 5.26 1350°C’de sürünen BET-6 numunesinin basma gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



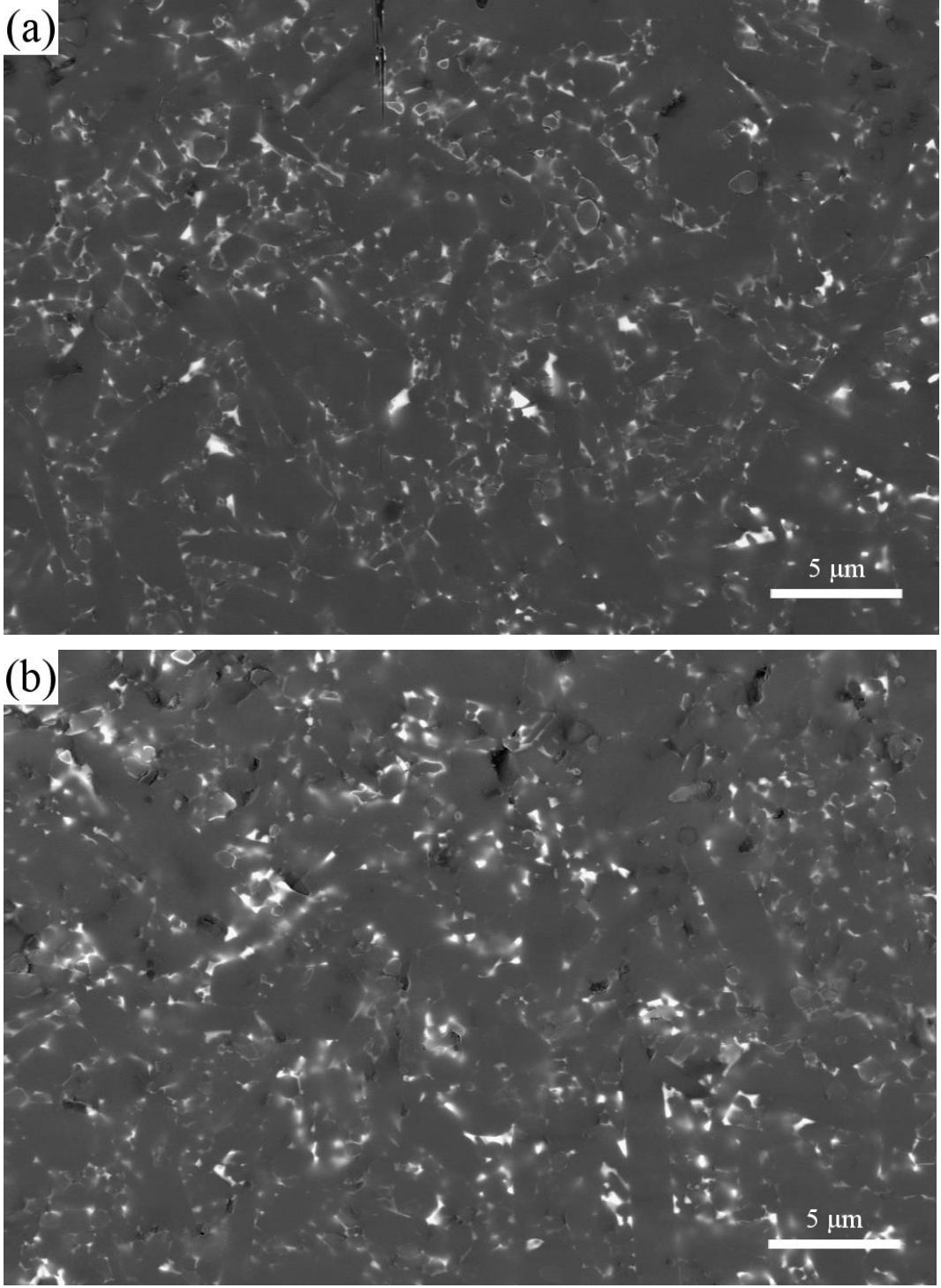
Şekil 5.27 1350°C’de sürünen BET-6 numunesinin çekme gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 5.28 1390°C’de sürünen BET-6 numunesinin basma gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 5.29 1390°C’de sürünen BET-6 numunesinin çekme gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 5.30 1390°C’de sürünen a) BET-6 ve b) BET-2 numunelerinin 10000x büyütmede SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

5.5. Ötektik Sıcaklık Altı ve Ötektik Sıcaklık Üstü Isıl İşlemin Etkisi

1375°C’de 6 saat boyunca ısıl işlem görmüş numuneler (BET-6) daha sonra 1700°C’de 6 saat boyunca AET ısıl işlemine tabi tutulmuşlardır. Önceki çalışmalarda [57] 1700°C ve 6 saat ısıl işlem görmüş numunelerin sürünme dayanımının iyileştiği görüldüğünden, AET ısıl işlemi için bu sıcaklık ve süre seçilmiştir. BET+AET numunelerinin yoğunluk ölçümleri **Çizelge 5.8**’de gösterilmiştir.

Çizelge 5.8 BET+AET numunelerinin yoğunluk ölçümleri

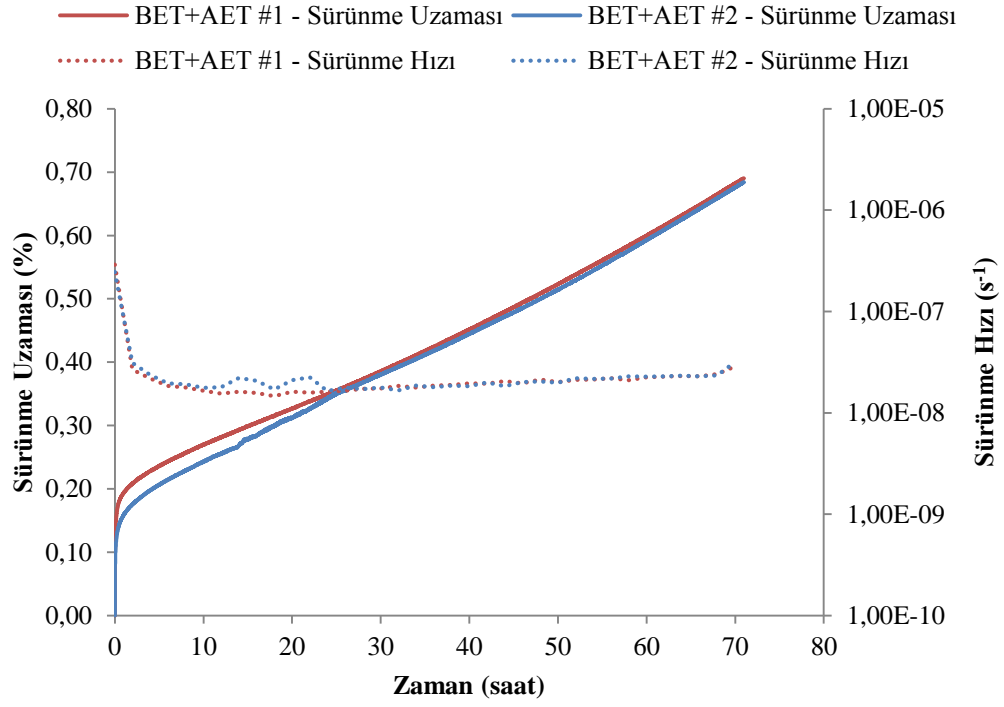
Numune Kodu	Kuru Ağırlık (g)	Askıda Ağırlık (g)	Yaş Ağırlık (g)	Yoğunluk (g/cm ³)
BET+AET #1	1,8493	1,2864	1,8494	3,28
BET+AET #2	1,8822	1,3100	1,8825	3,29

5.5.1. Sürünme analizleri

1375 ve 1700°C’de altı saat ısıl işlem görmüş numunelerin 1390°C sıcaklıkta ve 100 MPa eğilme gerilimi altında 72 saat süresince hava ortamında dört nokta eğilme sürünme testleri gerçekleştirilmiştir.

İki kez tekrarlanan testlerden alınan sonuçlar **Şekil 5.31**’de gösterilmiştir. Numunelerin test sonuçlarının birbirine çok yakın olduğu görülmektedir. İki numunenin de 72 saat sonundaki sürünme uzaması %0.68 olarak ölçülmüştür.

BET-6 numunelerinden farklı olarak, BET+AET numunelerinde birincil sürünme bölgesindeki sürünme uzamalarında yaklaşık 1.5 kat artış görülmüştür. Bunun haricinde BET-6 ve BET+AET numuneleri genel olarak benzer sürünme davranışı göstermektedir. BET-6 numunelerinin sürünme hızları ortalama $1.82 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ iken, BET+AET numunelerinin sürünme hızları ortalama $1.89 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ olarak ölçülmüştür. BET+AET numunesinin 72 saat sonundaki sürünme uzaması BET-6 numunesine göre biraz fazla olsa da aralarındaki fark ortalamasının %0.05’ten az olduğu görülmektedir.



Şekil 5.31 BET+AET numunelerinin 72 saat boyunca 1390°C sıcaklık ve 100 MPa gerilim altındaki sürünme uzamaları ve hızları

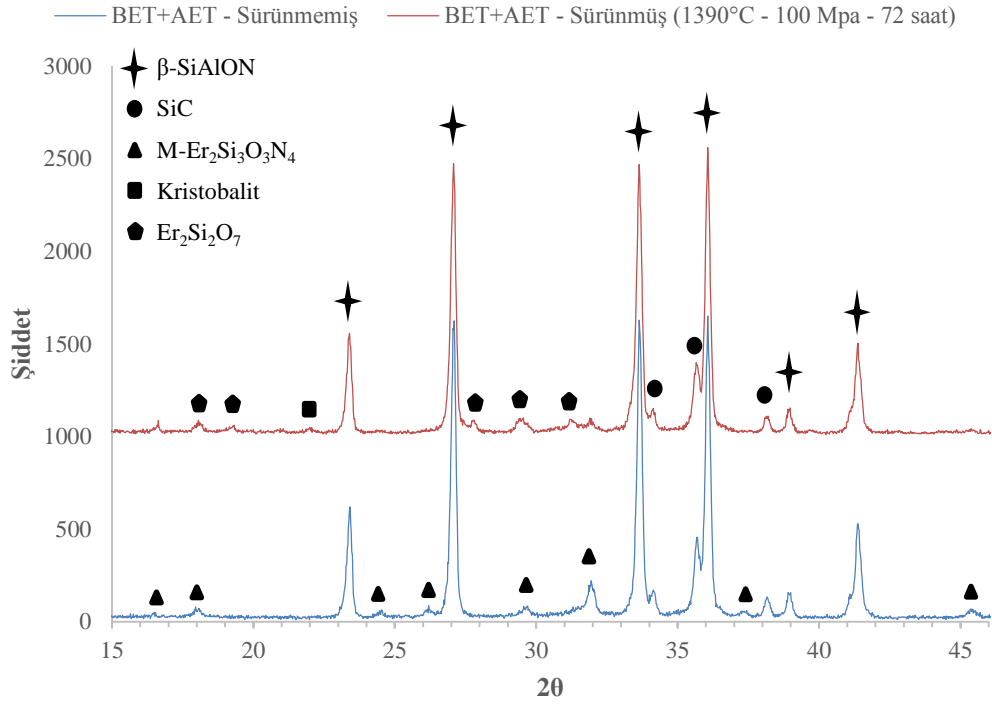
BET+AET numunelerinin sürünme testi sonrasındaki ağırlık değişimleri **Çizelge 5.9**'da gösterilmiştir. BET+AET numunelerinin BET-6 numunelerine kıyasla ortalama %25 daha az ağırlık kazandığı hesaplanmıştır.

Çizelge 5.9 BET+AET numunelerinin sürünme testi sonrasındaki ağırlık değişimleri

Numune Kodu	Sürünme Sıcaklığı (°C)	İlk Ağırlık (g)	Son Ağırlık (g)	Değişim (%)
BET+AET #1	1390	1,8022	1,8090	0,38
BET+AET #2	1390	1,6709	1,6783	0,44

5.5.2. Faz ve mikroyapı analizleri

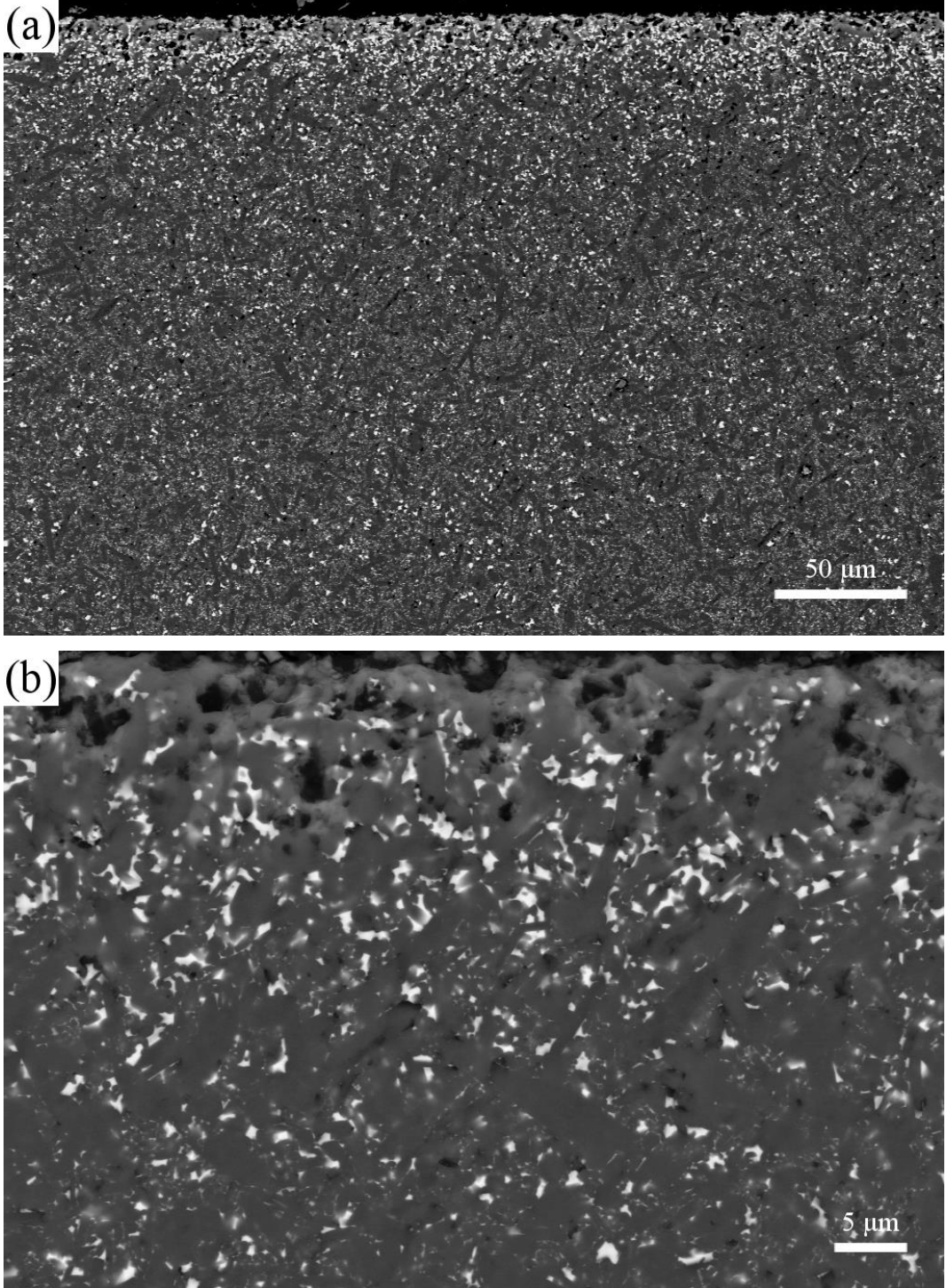
BET+AET ısıtıl işlemi görmüş numunelerin sürünme testi öncesi ve sonrasındaki XRD analiz sonuçları **Şekil 5.32**'de gösterilmiştir. BET ısıtıl işlemi sırasında oluşan fazların, AET ısıtıl işlemiyle tekrar melilit fazına dönüştüğü gözlemlenmiştir. BET+AET ısıtıl işlemi görmüş numunelerin XRD sonuçlarının ısıtıl işlem görmemiş numunelerle benzer olduğu belirlenmiştir. Sürünme testi sonrasında yine kristobalit ve Er-silikat fazlarının oluştuğu görülmüştür. Isıtıl işlem görmemiş numunelerde sürünme testi sonrası melilit fazının piki görülmüyorken, BET+AET ısıtıl işlemi görmüş numunelerde sürünme sonrası melilit fazı tespit edilmiştir.



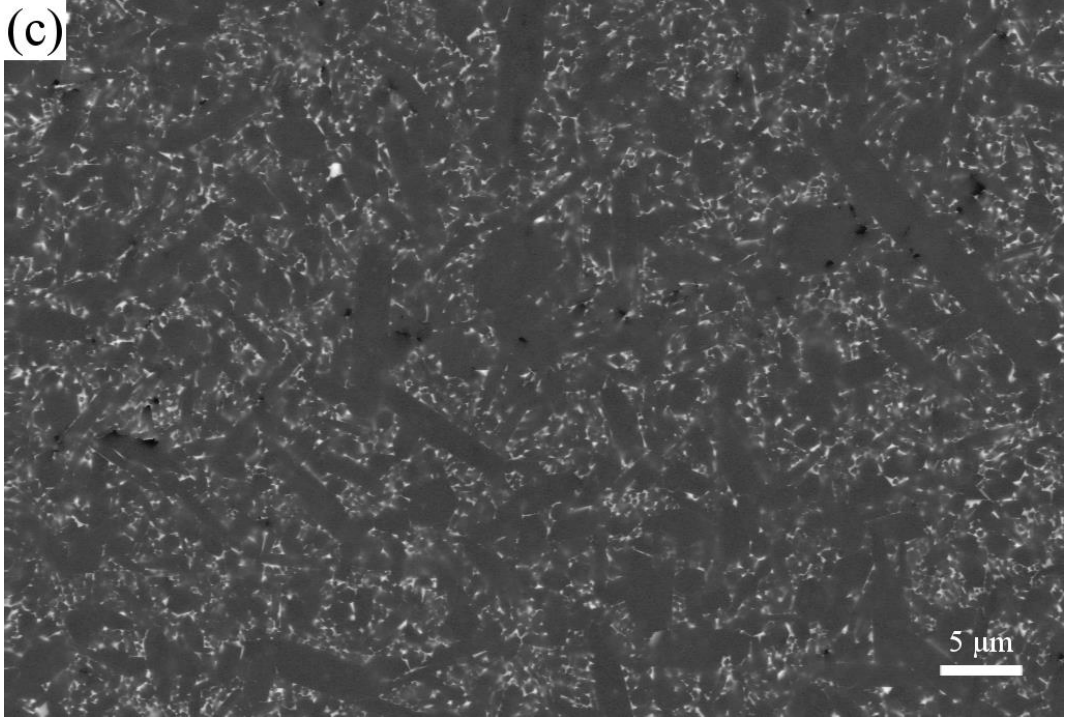
Şekil 5.32 BET+AET ısıtıl işlemi uygulanmış numunelerde sürünme öncesi ve 1390°C – 100 MPa – 72 saat sürünme sonrası oluşan X-ışını kırınım deseni

BET+AET numunelerinin sürünmeden önceki mikroyapı görüntüleri **Şekil 5.33**'te gösterilmiştir. SEM görüntülerinde özellikle yüzeye yakın bölgelerde tane sınırı fazının sonradan uygulanan AET ısıtıl işlemiyle değişime uğradığı

görülmektedir. Numunenin iç kısımlarına doğru gidildikçe yeni oluşmuş fazın oranı da azalmaktadır (Şekil 5.33-c).

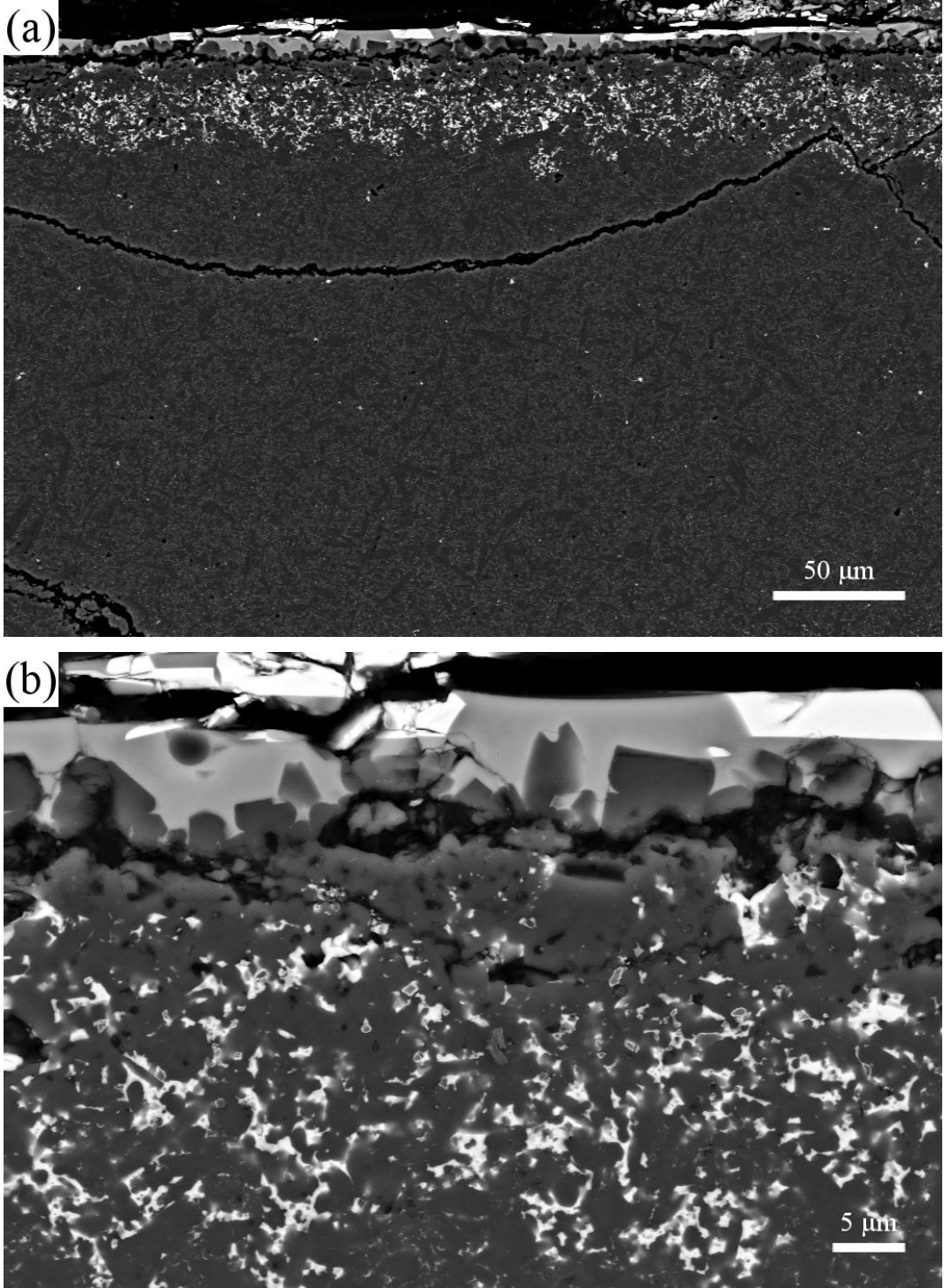


Şekil 5.33 Sürünmemiş BET+AET numunesinin a)1000x, b)5000x büyütmelerde numunenin kenarından ve c)5000x büyütmede numunenin ortasından SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

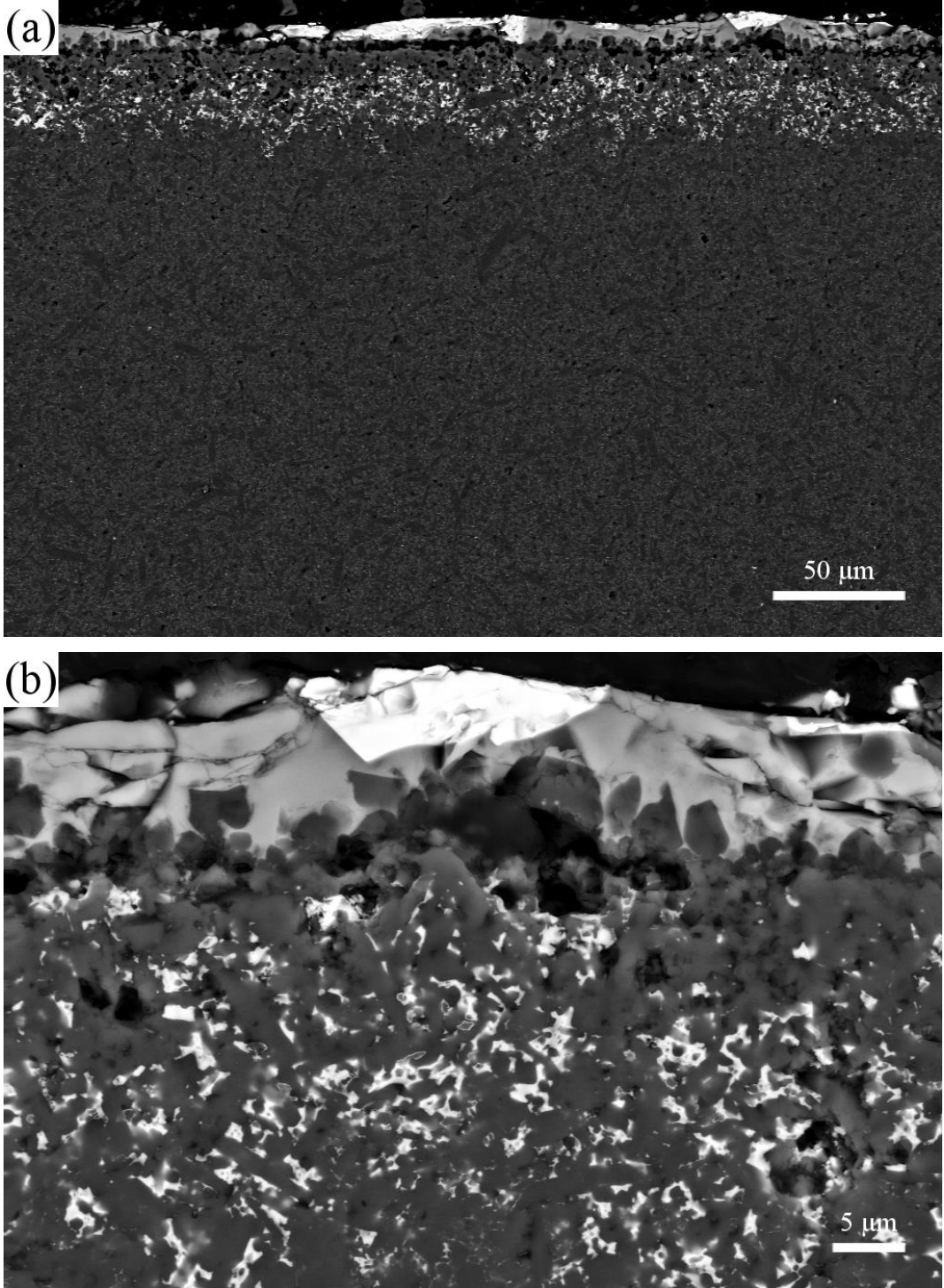


Şekil 5.33 (Devam) Sürünmemiş BET+AET numunesinin a)1000x, b)5000x büyütmelemede numunenin kenarından ve c)5000x büyütmede numunenin ortasından SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

1390°C’de 100 MPa eğilme gerilimi altında 72 saat boyunca sürünen numunelerin basma ve çekme gerilmelerine maruz kalan kenarlarından yapılan SEM analizleri sırasıyla **Şekil 5.34** ve **Şekil 5.35**’de gösterilmiştir. Bu numunelerde de üç belirgin bölge gözlemlenmiştir. BET-6 numunesiyle kıyaslandığı zaman BET+AET numunesinin oksit tabakasının daha fazla camsı faz içerdiği görülmektedir. Ayrıca oksit tabakasının hemen altındaki bölgede çok yoğun biçimde tane sınırı fazı görülmektedir.



Şekil 5.34 1390°C’de sürünen BET+AET numunesinin basma gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri



Şekil 5.35 1390°C’de sürünen BET+AET numunesinin çekme gerilmesine maruz kalan kenarından a)1000x ve b)5000x büyütmelerde SEM’de alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

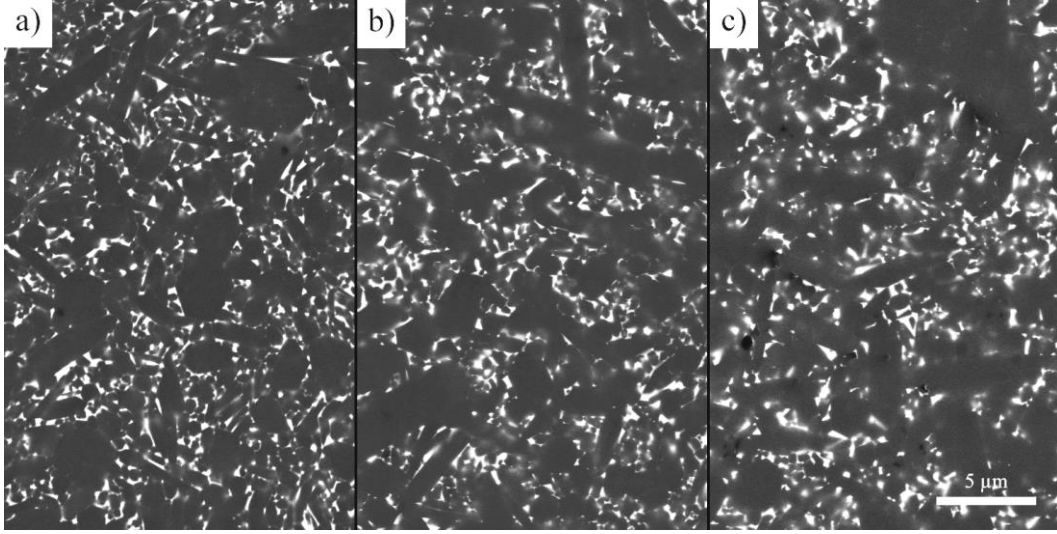
6. TARTIŞMA

Bu çalışmada ısıtıl işlem görmemiş numunelerde yoğunluk farkının ve çeşitli ısıtıl işlemlerin (BET, BET+AET ve oksidasyon), %10 SiC içeren β -SiAlON malzemelerin yüksek sıcaklık sürünme performanslarına etkisi incelenmiştir. Numuneler hava ortamında 72 saat süresince 100 MPa eğilme gerilimi ve 1350 – 1390°C sıcaklık altında dört nokta eğilme testine tabi tutularak sürünme testleri gerçekleştirilmiştir. Sürünme testi öncesinde ve sonrasında yapılan mikroyapı analizleriyle, malzemelerin sürünme performansına mikroyapının etkisi açıklanmaya çalışılmıştır.

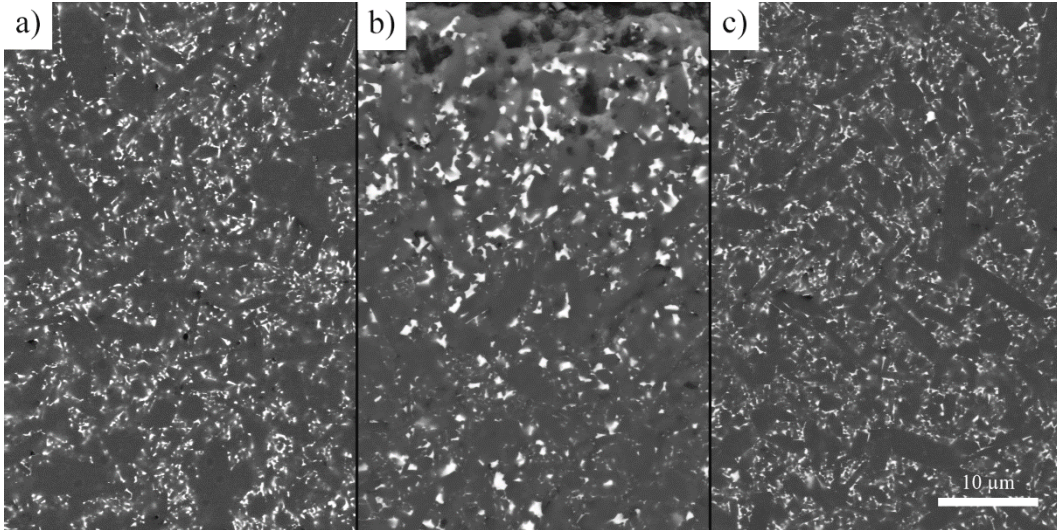
6.1. Farklı Isıtıl İşlemlerin Mikroyapıya Etkisi

Sinterlenmiş numunelere farklı ısıtıl işlemler uygulanmış ve bu ısıtıl işlemlerin mikroyapıya etkisi incelenmiştir. BET ısıtıl işlemi uygulanmış numunelerin (2 ve 6 saat) geri yansıyan elektron görüntüleri **Şekil 6.1**'de ısıtıl işlem görmemiş numuneyle karşılaştırılmış ve mikroyapılarda belirgin bir değişim görülmemiştir. Yapılan XRD analizlerinde ısıtıl işlemsiz numunelerde sinterleme sonrası yapıda melilit fazının bulunduğu görülmektedir (**Şekil 5.3**). BET ısıtıl işlemi sonrasında bu yapının değişime uğradığı ve yeni fazların oluştuğu (Er-silikat, EAG) belirlenmiştir (**Şekil 5.19**).

BET+AET ısıtıl işlemi görmüş numunelerde oluşan mikroyapının, BET ısıtıl işlemi görmüş olanlara göre oldukça farklı olduğu gözlemlenmiştir (**Şekil 6.2**). BET ısıtıl işlemi uygulanmış numunelere uygulanan AET ısıtıl işlemi sırasında, numunelerin yüzeye yakın bölgelerinde tane sınırı fazlarının toplanarak kristalleştiği görülmüştür. Yapılan XRD analizlerinde, BET-6 ısıtıl işlemiyle oluşan fazların AET ısıtıl işlemiyle tekrar melilit fazına dönüştüğü görülmektedir. SEM görüntülerinde de bu melilit fazının yüzeye yakın kısımlarda biriktiği görülmüştür.



Şekil 6.1 a) Isıl işlem görmemiş, b) 2 saat ve c) 6 saat BET ısıl işlemi görmüş numunelerin 10000 büyütmede alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

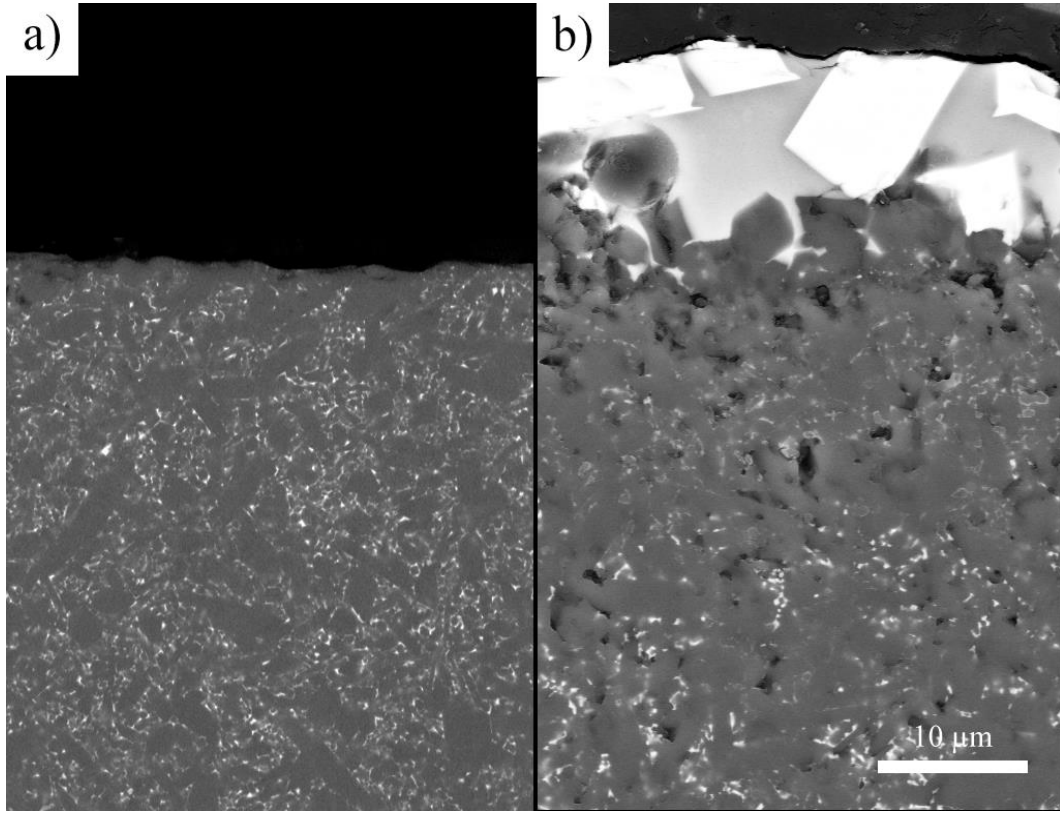


Şekil 6.2 a) BET-6 ısıl işlemi görmüş numunenin ortasından, BET+AET ısıl işlemi görmüş numunenin b) yüzeye yakın kenarından ve c) ortasından 5000 büyütmede alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

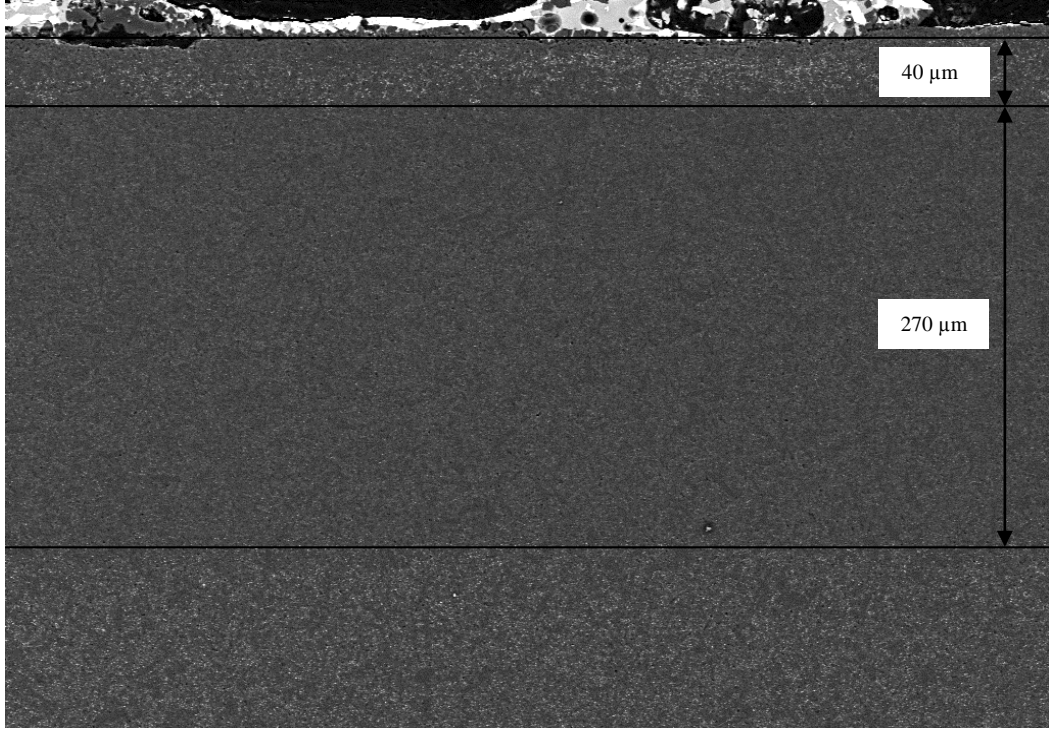
Oksidasyon öncesi ve sonrasında oluşan mikroyapı görüntüleri **Şekil 6.3**'te görülmektedir. Yapıdan yüzeye yayılım yoluyla taşınan Er, Sm, Ca, Al, Si, N gibi elementler yüzeyde bir tabaka oluşturmuşlardır. Yapılan XRD analizlerinde yüzeyde beyaz renkli gözükken fazın erbiyum silikat ($\text{Er}_2\text{Si}_2\text{O}_7$) olduğu tespit edilmiştir. Camsı faz ise yüzeyde gri tonda gözükmemektedir. Oksitlenme sırasında Si_3N_4 ile ortamdaki oksijen tepkimeye girerek yüzeyde kritsobalit tabakası

oluşturmuştur. Kristobalit tabakasının altında tane sınırı fazının yoğun olarak görüldüğü bir tabaka ($\sim 40 \mu\text{m}$), onun altında da tane sınırı fazının azaldığı büyük bir tabaka ($\sim 270 \mu\text{m}$) bulunmaktadır. Bu tabakanın altında ise oksidasyondan etkilenmeyen bölge görülmektedir (Şekil 6.4).

Oksitlenme sırasında sıcaklığa bağlı olarak yapı içerisinde bulunan camsı fazın kristalleşmesi mümkün olabilmektedir. Ancak, SEM görüntülerinden anlaşılacağı üzere bu kristaller yayınımdan dolayı yüzeye yakın yerlerde birikmektedirler.



Şekil 6.3 a) Isıl işlem görmemiş ve b) 1390°C sıcaklıkta oksidasyona tabi tutulmuş numunelerin 5000 büyütmede alınan geri yansıyan elektron görüntüleri

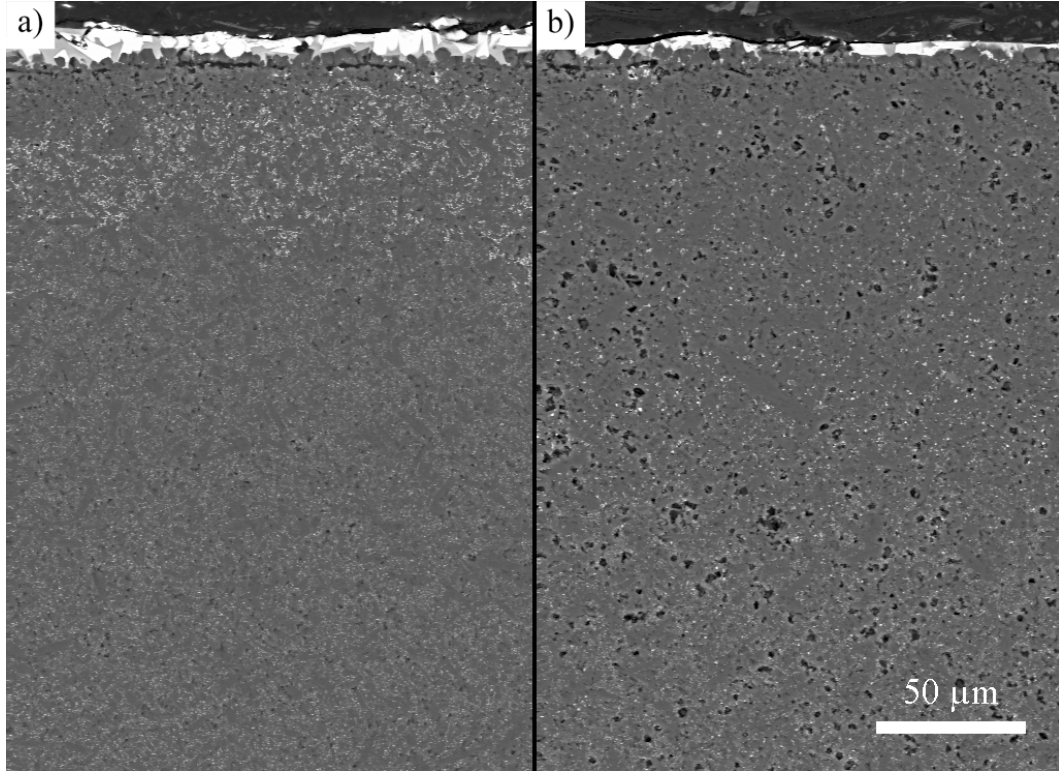


Şekil 6.4 1390°C sıcaklıkta oksidasyona tabi tutulmuş numunenin 500 büyütmede alınan geri yansıyan elektron görüntüsü

6.2. Sürünme Sonrasında Oluşan Mikroyapıların Karşılaştırılması

1350 - 1390°C sıcaklıkta sürünme testleri gerçekleştirilen numunelerin sürünme sonrası oluşan mikroyapıları, özellikle oksitlenmeye bağlı olarak değişime uğramıştır. Oksitlenme etkisi tane sınırı fazındaki katyonların ve atmosfer ortamındaki oksijenin yayılımı ile faz dönüşümlerine neden olarak göstermektedir. Yüzeyde kristobalit tabakası oluşarak oksijen için güçlü bir difüzyon bariyeri oluştursa da, sinterleme katkı ilavelerinin yüzeyde birikmesiyle düşük ötektik sıcaklığa sahip camsı ve kristalin fazlar oluşmaktadır. Yüzeye yayılım sonucunda yüzeyin altında kalan belli bir tabaka tane sınırı fazınca fakirleştiği görülmektedir. Düşük yoğunluğa sahip ısıtılmış numuneler haricindeki numunelerde, oksit tabakasıyla tane sınırı fakir bölgenin arasında tane sınırı fazınca zengin bir ara geçiş bölgesi görülmektedir (**Şekil 6.5**). Isıl işlem görmemiş numunelerde düşük yoğunluğun nedenini anlamak adına oksidasyondan etkilenmeyen bölgede geniş bir alandan SEM-EDX analizi yapılmış ve Si/Er oranının farklı yoğunluğa sahip numunelerdeki değişimi belirlenmeye çalışılmıştır (**Çizelge 6.1**). Yapılan

analizlerde, farklı yoğunluğa sahip numunelerde Si/Er oranının birbirine oldukça yakın olduğu görülmüştür. Bu nedenle yoğunluk farkının sinterleme ilavelerinin oranından kaynaklanmadığı belirlenmiştir.



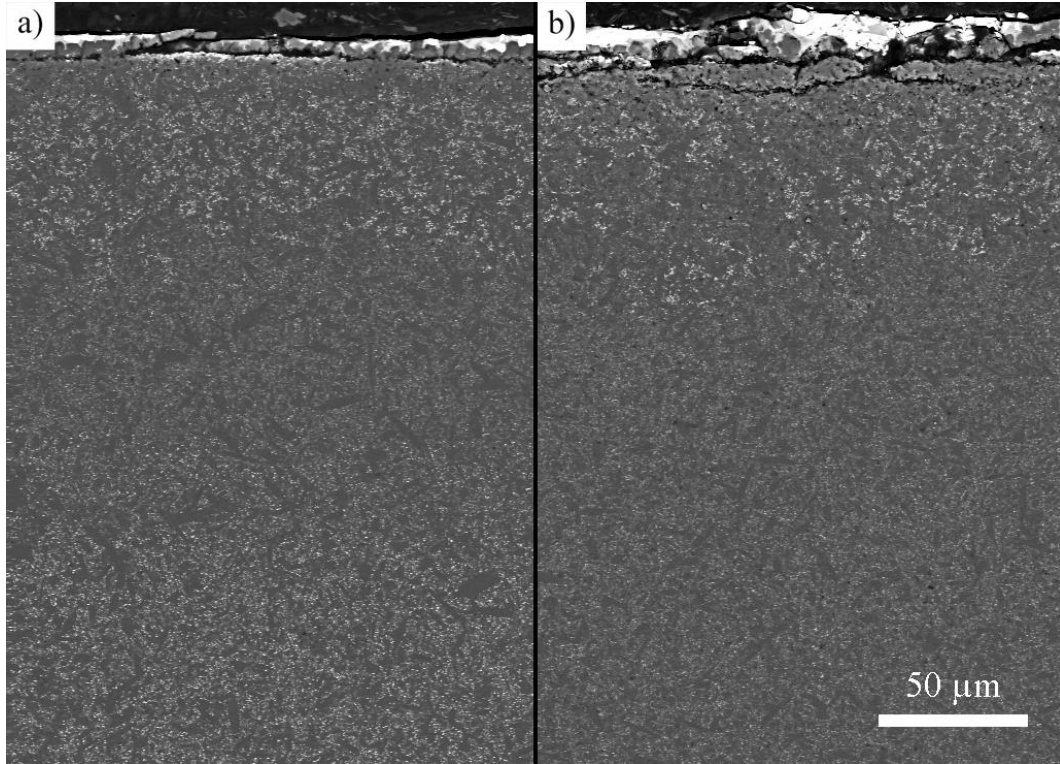
Şekil 6.5 Isıl işlem görmemiş ve 1390°C sıcaklıkta sürünmüş a) 3.29 g/cm³ ve b) 3.20 g/cm³ yoğunluğa sahip numunelerin 1000 büyütmede alınan SEM görüntüleri

Çizelge 6.1 Isıl işlem görmemiş ve farklı yoğunluğa sahip numunelerde, EDX analizi sonucu bulunan Si / Er yüzdeleri

Numune	Element	Analiz 1 (%)	Analiz 2 (%)	Analiz 3 (%)	Ortalama (%)
No:1	Si	98,88	98,84	98,88	98,87
	Er	1,12	1,16	1,12	1,13
No:71	Si	98,94	98,83	98,93	98,90
	Er	1,06	1,17	1,07	1,10
No:74	Si	98,78	98,85	98,90	98,84
	Er	1,22	1,15	1,10	1,16
No:75	Si	98,80	98,95	98,88	98,88
	Er	1,20	1,05	1,12	1,12

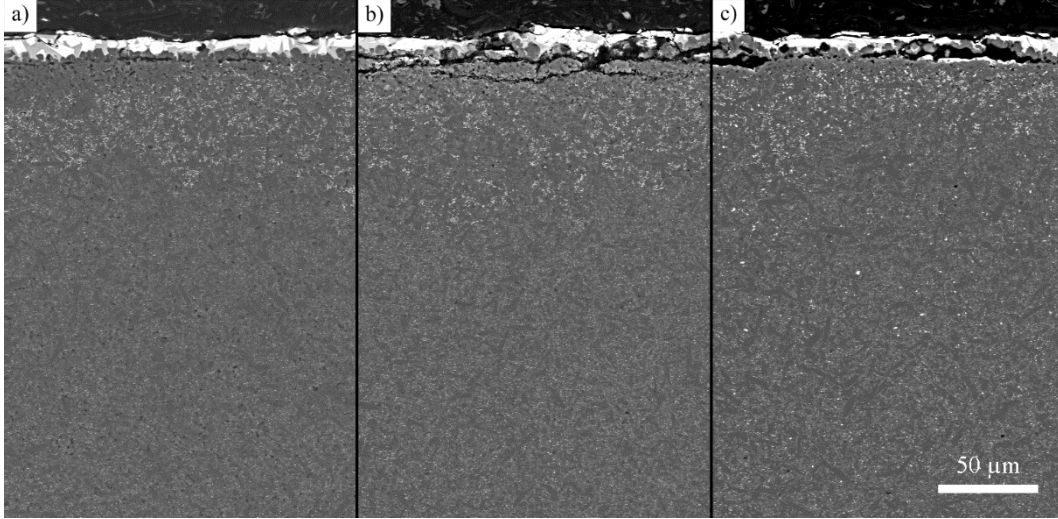
Sürünme testleri sonrasında oluşan mikroyapıya sürünme sıcaklığının etkisi Şekil 6.6'da gösterilmiştir. 1350°C sıcaklıkta sürünün numunenin mikroyapısı

1390°C sıcaklıkta sürünen numuneye kıyasla daha küçük oksidasyondan etkilenen tabaka göstermektedir. Yüzeyde oluşan oksit tabakasının ve tane sınırı fazının azaldığı tabakanın daha küçük olduğu görülürken, oksit tabakasının altındaki tane sınırı fazının zengin olduğu tabaka kalınlığı iki numunede de birbirine yakın gözükmektedir. Tane sınırı fazının zengin olduğu tabaka iki numunede yaklaşık eşit kalınlıkta olsa da 1390°C sıcaklıkta sürünmüş numunedeki tabakanın içerdiği tane sınırı fazı daha az gözükmektedir.



Şekil 6.6 BET-2 ısıtılmış numunelerin a) 1350°C ve b) 1390°C sıcaklıkta sürünme testi sonrasında 1000 büyütmede alınan SEM görüntüleri

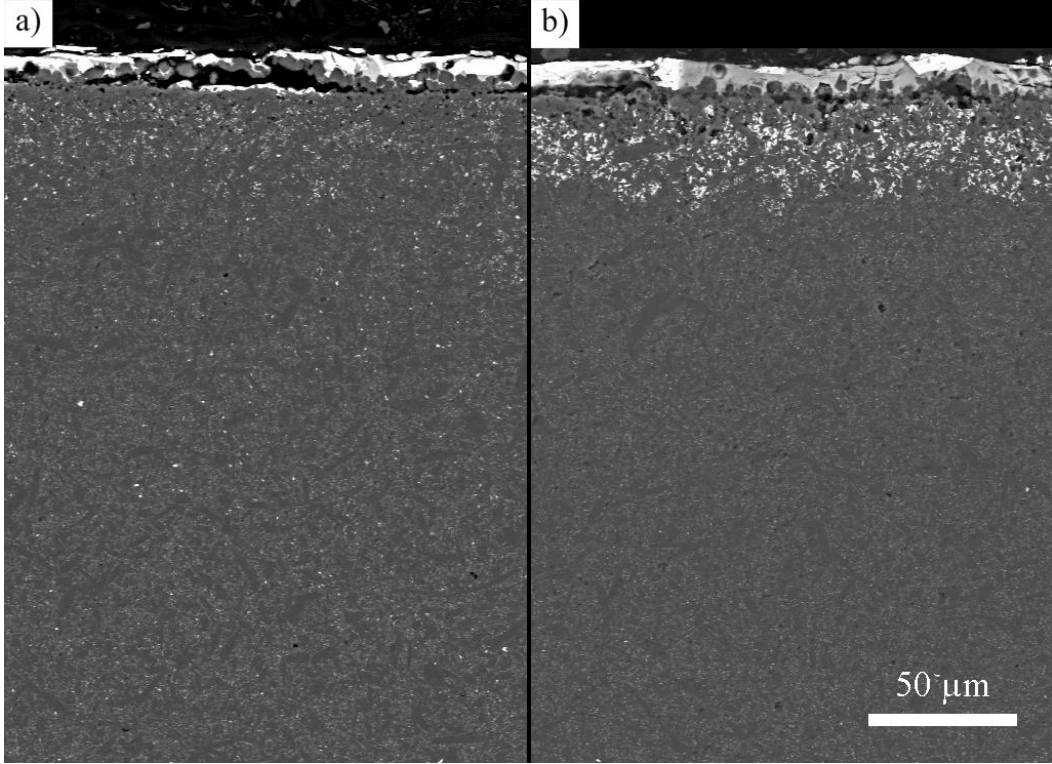
2 ve 6 saat BET ısıtılmış numunelerin sürünme testi sonrasında oluşan mikroyapıları, sürünmüş ve ısıtılmış numunenin mikroyapısıyla kıyaslandığında, tane sınırı fazı dağılımının değişiklik gösterdiği görülmektedir (Şekil 6.7). Özellikle BET-6 numunesinde tane sınırı fazı zengin tabakanın biraz daha dar olduğu ve kristal haldeki tane sınırı fazının yapının daha derinlerinde olduğu gözlemlenmiştir.



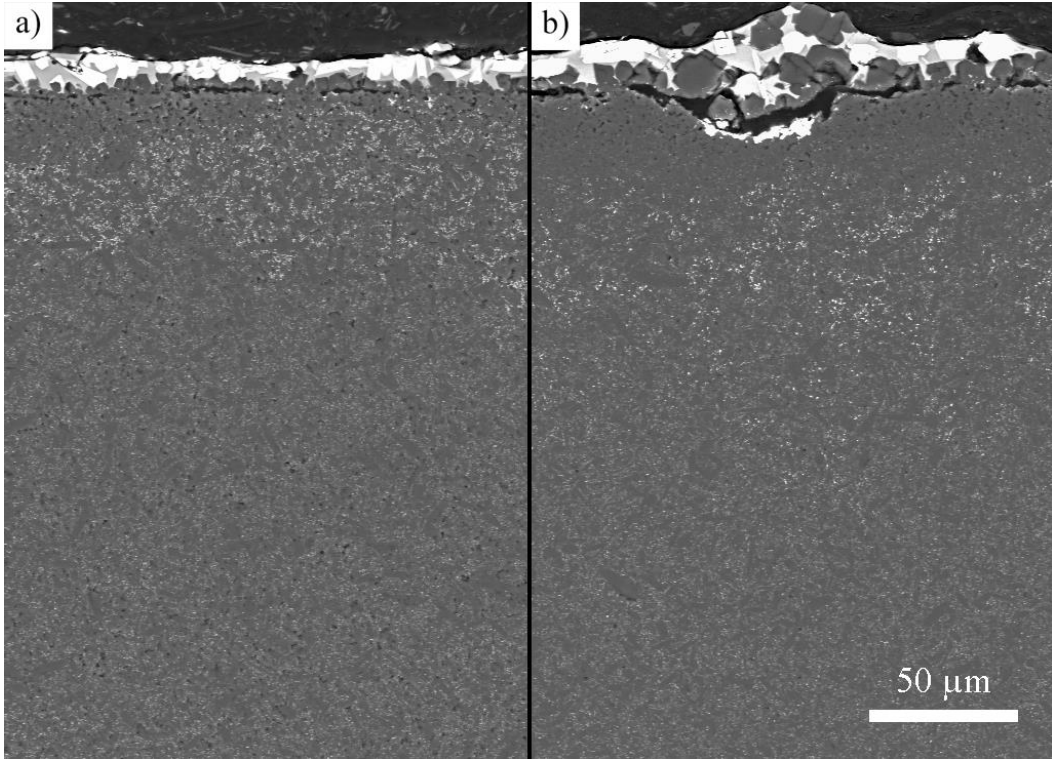
Şekil 6.7 1390°C sıcaklıkta sürünmüş a) ısıt işlem görmemiş, b) BET-2 ve c) BET-6 ısıt işlemi görmüş numunelerin 1000 büyütmede alınan SEM görüntüleri

BET-6 ısıt işleminden sonra AET ısıt işlemine sokulan BET+AET numunelerinin sürünme testi öncesi mikroyapısında, tane sınırı fazının yüzeye doğru biriktiği görülmüştür (**Şekil 5.33**). Sürünme testi öncesinde yüzeye toplanan tane sınırı fazı, sürünme testi sonrasında oksit tabakasının altında oldukça yoğun bir şekilde gözükmektedir (**Şekil 6.8**). BET-6 numunesine kıyasla oksit tabakasının kalınlığının yaklaşık aynı olmasına karşın, BET+AET numunesinin oksit tabakası daha çok camsı faz içerirken, BET-6 numunesinin oksit tabakası daha çok Er-silikat fazı içerdiği görülmektedir. BET-6 numunelerine uygulanan AET ısıt işlemiyle numunelerin oksitlenme direncinin arttığı görülse de, sürünme dayanımında herhangi bir iyileşme görülememiştir.

Sürünme testinden önce oksidasyona tabi tutulan OX numunesinin sürünme testi sonrasında oluşan mikroyapı ile ısıt işlem görmemiş numunenin sürünme sonrası oluşan mikroyapısının karşılaştırılması **Şekil 6.9**'da gösterilmiştir. Sürünme sonrasında oluşan oksit tabakasında özellikle kristobalit tanelerinin daha da büyüdüğü saptanmıştır. Ayrıca oksit tabakasının altındaki tane sınırı fazı zengin tabakanın üst kısımlarından yüzeye yayılım gerçekleştiği ve burada tane sınırı fazının neredeyse hiç kalmadığı bir tabaka oluştuğu belirlenmiştir.



Şekil 6.8 1390°C sıcaklıkta sürünmüş a) BET-6 ve b) BET+AET ısııl işlemi görmüş numunelerin 1000 büyütmede alınan SEM görüntüleri

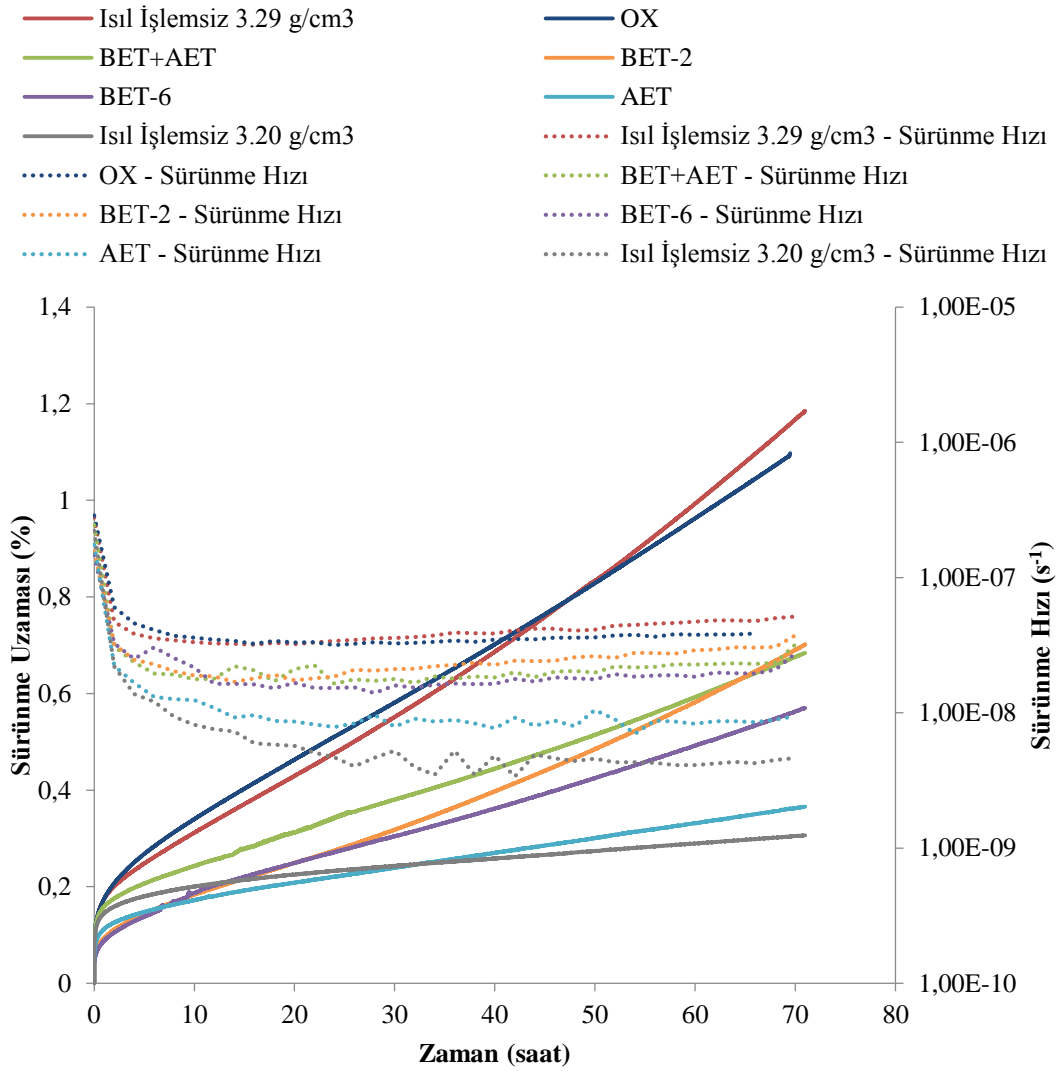


Şekil 6.9 1390°C sıcaklıkta sürünmüş a) ısııl işlem görmemiş ve b) oksidasyona tabi tutulmuş numunelerin 1000 büyütmede alınan SEM görüntüleri

6.3. Farklı Isıl İşlemlerin Sürünme Davranışına Etkisi

Bu çalışma kapsamında yapılan ısıl işlemlerin Er-Sm-Ca çoklu sistemi ve SiC ikincil fazına sahip numunelerin, 1390°C sıcaklık ve 100 MPa eğilme gerilimi altındaki sürünme davranışına olan etkileri **Şekil 6.10**'da toplu olarak gösterilmiştir. Yapılan testler sonucunda her bir ısıl işlem için en iyi sonucu veren numuneler seçilmiştir. Yalnızca yoğunluğu 3.29 g/cm³ olan ısıl işlem görmemiş numunelerde çok farklı sürünme uzamaları gözlemlendiğinden, en düşük ve en yüksek sürünme uzamalarına sahip numuneler elenirken, kalan numunelerden en iyi sonucu veren Er-1 numaralı numune seçilmiştir.

AET ısıl işlemine sahip numune karşılaştırmak adına konmuş olup, ısıl işlem 1700°C sıcaklıkta ve 24 saat süreyle azot atmosferi altında gerçekleştirilmiştir. AET ısıl işlemi görmüş numunenin 72 saat sonundaki sürünme uzaması, ısıl işlem görmemiş numuneye göre yaklaşık %70 daha iyi olduğu gözlemlenmektedir. Yüksek sıcaklıkta yapılan bu ısıl işlem sonucu camsı fazın azalmasıyla, malzemenin sürünme performansı önemli ölçüde iyileştirilmiştir.



Şekil 6.10 1390°C sıcaklık ve 100 MPa eğilme gerilmesi altında farklı ısıl işlemlere tabi tutulmuş numunelerin sürünme grafikleri

6.3.1. Farklı yoğunluğun sürünme davranışına etkisi

Isıl işlem görmemiş ve farklı yoğunluğa sahip olan numunelerde yapılan sürünme testleri sonucunda 3.29 g/cm³ yoğunluğa sahip olan Er-1, Er-3, Er-5 ve Er-71 numunelerinin 72 saat sonundaki ortalama sürünme uzamaları % 1.26 olarak ölçülmüştür. 3.23 g/cm³ yoğunluğa sahip Er-74 numunesinde bu değer %0.33 iken, 3.20 g/cm³ yoğunluğa sahip numunede %0.31 olarak belirlenmiştir. Ayrıca yüksek yoğunluklu numunelerin sürünme hızlarının ortalaması $4.26 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ iken düşük yoğunluklu numunelerin ortalaması $4.96 \times 10^{-9} \text{ s}^{-1}$ olarak ölçülmüştür.

Literatürde Si_3N_4 esaslı numunelerde yoğunluğun sürünme davranışına olan etkisinin tartışıldığı bir yayına rastlanmamıştır. Er-74 ve Er-75 numunelerinin düşük yoğunluğuna, sinterleme sırasında pota içerisindeki konumlarının etkili olduğu düşünülmektedir. Sinterlenme sırasında numuneler, fırın içerisindeki konumlarına bağlı olarak farklı sıcaklıklara maruz kalabilmektedir. Pota içerisinde kenardaki numuneler, orta kısımdaki numunelere göre daha yüksek sıcaklıklara maruz kalmaktadır ve bu nedenle kenardaki numunelerde sıvı faz daha hızlı bir şekilde sistemden uzaklaşmaktadır. Sıvı fazın uzaklaşmasıyla, yüzeye yakın bölgelerde çok daha fazla boşluklu yapı görülmekte ancak numunenin yoğunluğu düşmesine rağmen özellikle gerilme kuvvetlerinin yüksek olduğu yüzeye yakın bölgelerde sıvı faz azaldığı için numunenin sürünme dayanımının arttığı düşünülmektedir.

Ayrıca ikincil sürünme bölgesinde etkili olduğu düşünülen çözünme-çökme mekanizması göz önünde bulundurulursa, yapıdaki boşluklar nedeniyle yayının zorlaştığı ve bu mekanizmanın malzemenin sürünmesine olan katkısının azaldığı düşünülmektedir.

6.3.2. Oksidasyonun sürünme davranışına etkisi

Oksidasyon ısıl işlemine tabi tutulan numunenin, ısıl işlemsiz numuneyle yaklaşık olarak eşit sürünme hızına eşit olduğu **Şekil 6.10**'da görülmektedir. Ancak, OX numunesi 67. saatte, %1.06 sürünme uzamasında gevrek kırılma göstermiştir. **Şekil 5.12**'de görüleceği üzere, iki OX ısıl işlemi görmüş numune de çok yakın sürünme uzamalarında kırılmışlardır fakat sürünme testinden önce yüzeyindeki oksit tabakası kaldırılmış OX-2 numunesi 55. saatte kırılma yaşamıştır. Isıl işlem sırasında oluşan oksit tabakasının kaldırılmasıyla ortamda bulunan oksijenin malzeme içine ve yapıda bulunan azot, silisyum, alüminyum ve erbiyum gibi iyonların yüzeye yayılımı daha da kolaylaşmış, bu nedenle sürünme hızı daha da artarak kırılma yaşanmıştır. Oksitlenme sonucu oluşan $\text{Si}_3\text{N}_4 \rightarrow \text{SiO}_2$ faz dönüşümü sonucu kristal yapıdaki hacim artışından dolayı yapıda gerilimlere neden olmaktadır [13, 20, 47]. Bu gerilimlerin, numunenin daha düşük sürünme uzamalarında kırılmasına neden olduğu düşünülmektedir.

6.3.3. BET ısıt işleminin sürünme davranışına etkisi

BET ısıt işlemini görmüş numunelerin sürünme analizleri sonrasında 3.29 g/cm^3 yoğunluğa sahip ısıt işlem görmemiş numunelere göre daha iyi sürünme performansı gösterdiği gözlemlenmiştir. 72 saat sonundaki sürünme uzamalarına göre BET-2 ısıt işlemini görmüş numunenin yaklaşık %40 daha iyi performans gösterdiği görülmüştür. BET-6 ısıt işlemine tabi tutulmuş numunede ise bu oran yaklaşık %50'ye çıktığı görülmektedir. Numunelerin sürünme hızlarında da iyileşme görülmüş ve bu oran BET-2 ve BET-6 için sırasıyla %40 ve %56 olarak saptanmıştır. Ayrıca ısıt işlem görmüş numunelerde birincil sürünme bölgesinde de iyileşmeler görülmüştür. Isıt işlem görmemiş numunede birincil sürünme bölgesinde yaklaşık %0.2 uzama görülürken, BET-2 ve BET-6 numunelerinde yaklaşık %0.13 uzama görülmüştür. Birincil sürünme bölgesinde viskoz akış mekanizmasının baskın olduğu ve bu mekanizmanın camsı faz ile orantılı olduğu yapılan çalışmalarda belirtilmiştir [55]. Yapılan XRD analizlerinden yola çıkarak (Şekil 5.3), ısıt işlemsiz numunede tane sınırı fazının kısmen kristalin halde bulunduğu ve BET ısıt işlemleriyle camsı faz oranının daha da azaltıldığı düşünülmektedir. Isıt işlem süresi arttıkça sürünme performansının iyileşmesi de yine camsı fazdan kristal faza dönüşümün artmasıyla açıklanabilmektedir.

Numuneler üstünde gerçekleştirilen BET ısıt işleminin, AET ısıt işlemi kadar iyi sonuçlar vermediği görülmektedir. Bunun nedeni olarak AET ısıt işleminde camsı fazın tamamına yakını kristalleşebilirken, BET ısıt işleminde kalan camsı faz oranının daha fazla olması gösterilebilir. Ayrıca, BET ısıt işleminden sonra kristalleşen faz daha düşük hacme sahip olmakta ve üçlü tane sınırlarında boşluklara neden olmaktadır [27].

6.3.4. BET+AET ısıt işleminin sürünme davranışına etkisi

Numunelere uygulanan AET ısıt işleminin, BET ısıt işlemine göre sürünme performansını daha çok geliştirdiği gözlemlendiğinden dolayı 6 saat BET ısıt işlemi uygulanmış numunelere 1700°C sıcaklıkta 6 saat AET ısıt işlemi uygulanmıştır.

Sürünme testi sonuçlarına göre BET+AET numunesinin birincil sürünme bölgesinde gösterdiği sürünme uzaması BET numunelerine göre artmıştır (**Şekil 6.10**). BET+AET ve BET numunelerinin sürünme hızlarının birbirine oldukça yakın olduğu gözlemlenmiştir.

6.4. Numunelerin Ağırlık Kazanımlarının Karşılaştırılması

Sürünme testleri hava ortamında gerçekleştiğinden test sırasında numuneler oksidasyona uğramaktadır. Oksidasyon sonucunda numuneler ağırlık kazanmaktadır; bu nedenle oksitlenme direncini oksitlenme direncini ölçmek için numunelerin ağırlık kazanımı kullanılabilir. Bu çalışmada yapılan sürünme testlerinden sonra ölçülen ağırlık kazanım değerleri **Çizelge 6.2**'de toplu olarak gösterilmiştir.

Çizelge 6.2 Numunelerin Sürünme testleri sonrasında hesaplanan ağırlık değişim yüzdeleri

Numune		Sürünme Sıcaklığı (°C)	Ağırlık Değişimi (%)	Ortalama (%)
Isıl İşlemsiz (3.29 g/cm ³)	Er1	1390	0,43	0,49
	Er3	1390	0,54	
	Er5	1390	0,51	
Isıl İşlemsiz (3.23-3.20 g/cm ³)	Er71	1390	0,27	0,27
	Er75	1390	0,27	
OX	OX#1	1390	0,20	0,23
	OX#2	1390	0,25	
BET-2	BET2	1350	0,20	0,20
	BET2#1	1390	0,46	
	BET2#2	1390	0,53	
BET-6	BET6	1350	0,21	0,21
	BET6#1	1390	0,48	
	BET6#2	1390	0,62	
BET+AET	BET+AET#1	1390	0,38	0,41
	BET+AET#2	1390	0,44	

BET-2 ve BET-6 numunelerinin 1350°C sıcaklıkta yapılan sürünme testleri sonrasındaki ağırlık değişimleri bütün numuneler içinde en az ağırlık kazanımına sahip, dolayısıyla en az oksidasyona uğramış numuneler olarak belirlenmiştir.

Düşük sıcaklıklarda yayınının da düşük olması nedeniyle numunelerin oksitlenmesi daha yavaş ilerlemiştir.

1390°C sıcaklıkta yapılan sürünme testleri sonrasında ağırlık değişimi en az olan numunenin, önceden oksidasyona tabi tutulmuş OX numunesi olduğu belirlenmiştir. Si₃N₄ esaslı malzemelerde oksitlenme; yapıda bulunan sinterleme ilavelerinin, azotun ve alüminyum iyonlarının yüzeye doğru, havada bulunan oksijenin ise yapının içine doğru yayınımla gerçekleşmektedir. OX numunesinde, sürünme testi öncesinde oluşmuş oksit tabakası sürünme testi sırasında etkili bir difüzyon bariyeri görevi görmüştür. Bu nedenle oksit tabakası kaldırılmış OX-2 numunesinin ağırlık değişiminin, oksit tabakası olan OX-1 numunesinden daha fazla olduğu görülmüştür (**Çizelge 5.4**).

Oksidasyona uğramış numunelerden sonra en düşük ağırlık kazanımını düşük yoğunluklu (3.23 – 3.20 g/cm³) ısıtılmış işlem görmemiş numuneler göstermiştir. SEM görüntülerinde (**Şekil 6.5**), düşük yoğunluğun nedeninin yapıdaki porozitelerden kaynaklandığı belirlenmiştir ve bu porozitelerin yapıda yayınımlı engelleyici bir rol oynadığı düşünülmektedir. Yüksek yoğunluğa sahip (3.29 g/cm³) ısıtılmış işlem görmemiş numunelerin ağırlık değişimleri düşük yoğunluklulara göre ortalama %80 daha fazla olduğu hesaplanmıştır. Isıtılmış işlem görmemiş yüksek yoğunluklu numuneler ile 1390°C sıcaklıkta sürünmüş BET-2 ve BET-6 numunelerinin ağırlık değişimleri, sapma göstermekle birlikte, birbirlerine yakın çıktığı görülmüştür ve bu numuneler, diğer bütün numunelerden daha fazla ağırlık kazanmışlardır. Yüksek sıcaklıklarda yayınının daha hızlı gerçekleştiği camlı tane sınırı fazının, ısıtılmış işlem görmemiş yüksek yoğunluklu numunelerde daha fazla olduğu düşünülmektedir. BET ısıtılmış işlemiyle camlı fazın kısmen kristalleşmesi sağlansa da, hem kalan camlı faz hem de ısıtılmış işlemle oluşan fazların kararlılığının düşük oluşu oksidasyon direncini kötü yönde etkilemiştir.

BET+AET ısıtılmış işlemi görmüş numunelerde, AET ısıtılmış işleminden sonra oluşan melilit fazı ve camlı fazın daha da azaltılmış olması, bu numunelerin oksitlenme direncini iyi yönde etkilemiş ve BET-6 ısıtılmış işlemi görmüş numunelere göre %25 iyileşme belirlenmiştir.

7. GENEL SONUÇLAR

Bu çalışmada, Er-Sm-Ca sinterleme katkı ilavelerine ve %10 SiC ikincil fazına sahip β -SiAlON malzemelerde yoğunluk farkının ve üretim sonrasında uygulanan farklı ısıl işlemlerin, bu malzemelerin sürünme davranışına olan etkileri incelenmiştir. 1350 – 1390°C sıcaklıkta, 100 MPa eğilme gerilimi altında ve 72 saat süresince eğilme sürünme testine tabi tutulan numunelerin sürünme testi öncesinde ve sonrasında XRD ve SEM teknikleriyle mikroyapı analizleri yapılmıştır. Yapılan çalışmalar sonucunda elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibidir:

1. Bu çalışmada, 1390°C sıcaklıkta ve 100 MPa eğilme gerilimi altında 72 saat boyunca sürünme testine tabi tutulan numuneler arasında en düşük sürünme uzaması gösteren numune ısıl işlem görmemiş ve 3.20 g/cm³ yoğunluğa sahip numune olduğu gözlemlenmiştir.
2. Isıl işlem görmemiş numunelerde yapılan testler sonucunda numunelerin yoğunluğu arttıkça sürünme dayanımının azaldığı gözlemlenmiştir.
3. Farklı yoğunluktaki numunelere yapılan SEM-EDX analizleriyle, numunelerin yaklaşık aynı miktarda sinterleme katkı ilavesi içerdiği görülmüştür. Yoğunluk farkının yapıdaki porozitelerden kaynaklandığı SEM görüntüleriyle belirlenmiştir.
4. Numunelerdeki yoğunluk farkının sinterleme sırasında pota içerisindeki konumlarına bağlı olarak farklı sıcaklıklara maruz kalması ve yüksek sıcaklıklara maruz kalan kenardaki numunelerde sıvı fazın yüzeye yakın bölgelerde sistemden uzaklaşmasından kaynaklandığı düşünülmektedir. Numuneden uzaklaşan sıvı faz arkasında sıvı fazca fakir ve boşluklu bir yapıya neden olduğu düşünülmektedir.
5. Yoğunluğu yüksek numunelerde sürünme sonrasında oluşan mikroyapıda, oksit tabakası altında sinterleme katkı ilavelerince zengin bir tabaka gözükürken, yoğunluğu düşük numunelerde bu tabaka gözükmemektedir.
6. Numunelerin oksitlenme sonrası oluşan mikroyapılarının genel olarak yüzeyde oksit tabakası, onun altında oksidasyondan etkilenen bir bölge ve

iç kısımda oksidasyondan etkilenmeyen bölge olarak üçe ayrıldığı gözlemlenmiştir.

7. Oksidasyon ısı işlemi görmüş numunelerin sürünme testi sırasında yaklaşık aynı sürünme uzamasında (~%1.06) kırıldıkları gözlemlenmiştir. Ayrıca, sürünme testi öncesinde oksit tabakası aşındırılmış numunenin sürünme hızının, oksit tabakası aşındırılmamış numuneye kıyasla daha fazla olduğu gözlemlenmiştir.
8. 1390°C sıcaklıkta gerçekleştirilen sürünme testlerinde, BET ısı işlemine tabi tutulan numunelerin, ısı işlem görmemiş ve yoğunluğu yüksek olan numunelerden daha iyi, yoğunluğu düşük olan numunelerden daha kötü sürünme performansı gösterdiği belirlenmiştir.
9. BET ısı işlemi uygulanmış numunelere yapılan sürünme testlerinde 6 saat ısı işlem görmüş numunelerin, 2 saat ısı işlem görmüş numunelere göre sürünme dayanımının daha iyi olduğu belirlenmiştir.
10. Yapılan SEM analizlerinde, ısı işlemsiz numuneler ile BET ısı işlemi görmüş numuneler arasında belirgin bir fark görülememesine karşın, XRD analizleri sonucunda erbiyum alüminyum garnet fazının oluştuğu belirlenmiştir.
11. BET ısı işlemine tabi tutulmuş numunelerin sürünme testlerinde ısı işlem görmemiş numunelere göre birincil sürünme bölgelerinde iyileşme belirlenmiştir.
12. BET ısı işlemi görmüş numunelerin sürünme dayanımları, AET ısı işlemi görmüş numunelerden daha düşük çıkmıştır.
13. BET+AET ısı işlemi görmüş numunelerde AET ısı işleminden önce yapıda bulunan erbiyum alüminyum garnet fazının AET ısı işlemiyle tekrar melilit fazına dönüştüğü belirlenmiştir.
14. BET+AET ısı işlemi görmüş numunelerin SEM analizlerinde numunelerin yüzeye yakın bölgelerinde camsı fazın kristalleştiği görülmüştür, ancak bu numunelerin sürünme testi sonuçlarının BET ısı işlemi görmüş numunelerle yakın çıktığı belirlenmiştir.

KAYNAKLAR

- [1] Yoshida, M. ve ark., *Development of silicon nitride components for Ceramic Gas Turbine engine (CGT302)*. Industrial Ceramics, **19**(3): s. 188-192, 1999
- [2] Lin, H.T. ve Ferber, M.K., *Mechanical reliability evaluation of silicon nitride ceramic components after exposure in industrial gas turbines*. Journal of the European Ceramic Society, **22**(14-15): s. 2789-2797, 2002
- [3] Klemm, H., *Silicon Nitride for High-Temperature Applications*. Journal of the American Ceramic Society, **93**(6): s. 1501-1522, 2010
- [4] Matsuo, T. ve ark., *Development of 500N Ceramic Thruster for the PLANET-C Venus Explorer*. Mitsubishi Heavy Industries, Ltd. Technical Review, **45**(4): s. 32-35, 2008
- [5] Patel, J.K., *The role of mixed additives in the densification of silicon nitride*, Doktora Tezi, University of Newcastle Upon Tyne, İngiltere, 1992
- [6] Riley, F.L., *Silicon Nitride and Related Materials*. Journal of the American Ceramic Society, **83**(2): s. 245-265, 2000
- [7] Gnilitiya, I., *Sintering Densification and Microstructure Formation Kinetics in Silicon Nitride Ceramics*. Powder Metallurgy and Metal Ceramics, **41**(7-8): s. 360-365, 2002
- [8] Hampshire, S., *Silicon nitride ceramics—review of structure, processing and properties*. Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, **24**(1): s. 43-50, 2007
- [9] Yoichi, O., *Solid Solution in the Ternary System, Si₃N₄-AlN-Al₂O₃*. Japanese Journal of Applied Physics, **11**(5): s. 760, 1972
- [10] Jack, K. ve Wilson, W., *Ceramics based on the Si-Al-ON and related systems*. Nature, **238**(80): s. 28-29, 1972
- [11] Mandal, H. ve Thompson, D.P., *New heat treatment methods for glass removal from silicon nitride and sialon ceramics*. Journal of Materials Science, **35**(24): s. 6285-6292, 2000
- [12] MacLaren, I. ve ark., *Effect of Composition and Crystallization Temperature on Microstructure of Y- and Er-SiAlON Iw-Phase Glass-Ceramics*. Journal of the American Ceramic Society, **84**(7): s. 1601-1608, 2001

- [13] Rosenflanz, A., *Glass-Reduced SiAlONs with Improved Creep and Oxidation Resistance*. Journal of the American Ceramic Society, **85**(9): s. 2379-2381, 2002
- [14] Lin, M.T. ve ark., *High temperature bending creep of a Sm-alpha-beta Sialon composite*. Journal of Materials Science, **37**(3): s. 655-662, 2002
- [15] Uludağ, A. ve Turan, D., *High temperature bending creep behavior of a multi-cation doped α/β -SiAlON composite*. Ceramics International, **37**(3): s. 921-926, 2011
- [16] Wei, Q., Sankar, J. ve Narayan, J., *Microstructural changes due to heat-treatment of annealing and their effect on the creep behavior of self-reinforced silicon nitride ceramics*. Materials Science and Engineering: A, **299**(1-2): s. 141-151, 2001
- [17] Rendtel, A. ve Hübner, H., *Effect of heat treatments on microstructure and creep behaviour of silicon nitride based ceramics*. Journal of the European Ceramic Society, **22**(14-15): s. 2517-2525, 2002
- [18] Acikbas, N.C. ve ark., *Influence of β -Si₃N₄ particle size and heat treatment on microstructural evolution of α - β -SiAlON ceramics*. Journal of the European Ceramic Society, **31**(4): s. 629-635, 2011
- [19] Niihara, K., *New design concept of structural ceramics—ceramic nanocomposites*. The Centennial Memorial Issue of The Ceramic Society of Japan, **99**(10): s. 974-982, 1991
- [20] Rendtel, A. ve ark., *Silicon Nitride/Silicon Carbide Nanocomposite Materials: II, Hot Strength, Creep, and Oxidation Resistance*. Journal of the American Ceramic Society, **81**(5): s. 1109-1120, 1998
- [21] Wan, J. ve Mukherjee, A., *The creep behavior of Si₃N₄/SiC nanocomposites*. JOM, **55**(1): s. 28-33, 2003
- [22] Wan, J. ve ark., *Highly Creep-Resistant Silicon Nitride/Silicon Carbide Nano-Nano Composites*. Journal of the American Ceramic Society, **89**(1): s. 274-280, 2006
- [23] Pezzotti, G., *Si₃N₄/SiC-Platelet Composite without Sintering Aids: A Candidate for Gas Turbine Engines*. Journal of the American Ceramic Society, **76**(5): s. 1313-1320, 1993
- [24] Baril, D., Tremblay, S.P. ve Fiset, M., *Silicon-carbide platelet-reinforced silicon-nitride composites*. Journal of Materials Science, **28**(20): s. 5486-5494, 1993

- [25] Niihara, K., Izaki, K. ve Kawakami, T., *Hot-pressed Si₃N₄-32% SiC nanocomposite from amorphous Si-C-N powder with improved strength above 1200 °C*. Journal of Materials Science Letters, **10**(2): s. 112-114, 1991
- [26] Mandal, H., *Heat treatment of sialon ceramics*, Doktora Tezi, University of Newcastle Upon Tyne, İngiltere, 1992
- [27] Uludag, A., *α/β -SiAlON Seramiklerinin Sürünme Davranışlarının İncelenmesi*, Doktora Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Sivil Havacılık Anabilim Dalı, Eskişehir, 2010
- [28] Jack, K.H., *Sialons and related nitrogen ceramics*. Journal of Materials Science, **11**(6): s. 1135-1158, 1976
- [29] Zerr, A. ve ark., *Synthesis of cubic silicon nitride*. Nature, **400**(6742): s. 340, 1999
- [30] Jennings, H., Edwards, J. ve Richman, M., *Molecular structure, microstructure, macrostructure and properties of silicon nitride*. Inorganica Chimica Acta, **20**: s. 167-181, 1976
- [31] Wang, C.-M. ve ark., *Silicon nitride crystal structure and observations of lattice defects*. Journal of materials science, **31**(20): s. 5281-5298, 1996
- [32] Bando, Y., *Weak asymmetry in-Si₃N₄ as revealed by convergent-beam electron diffraction*. Acta Crystallographica Section B: Structural Science, **39**(2): s. 185-189, 1983
- [33] Ekström, T. ve Nygren, M., *SiAlON Ceramics*. Journal of the American Ceramic Society, **75**(2): s. 259-276, 1992
- [34] Hampshire, S. ve ark., *α' -Sialon ceramics*. Nature, **274**: s. 880-881, 1978
- [35] Huang, Z.-K., Sun, W.-Y. ve Yan, D.-S., *Phase relations of the Si₃N₄-AlN-CaO system*. Journal of Materials Science Letters, **4**(3): s. 255-259, 1985
- [36] Kuang, S.F. ve ark., *Phase relationships in the Li₂O-Si₃N₄-AlN system and the formation of lithium- α' -sialon*. Journal of Materials Science Letters, **9**(1): s. 72-74, 1990
- [37] Ekström, T. ve ark., *Formation of an Y/Ce-doped α -sialon phase*. Journal of the European Ceramic Society, **8**(1): s. 3-9, 1991
- [38] Mandal, H., *New developments in α -SiAlON ceramics*. Journal of the European Ceramic Society, **19**(13-14): s. 2349-2357, 1999

- [39] Izumi, F., Mitomo, M. ve Suzuki, J., *Structure refinement of yttrium α -sialon from X-ray powder profile data*. Journal of Materials Science Letters, **1**(12): s. 533-535, 1982
- [40] Huang, Z.K., Greil, P. ve Petzow, G., *Formation of α -Si₃N₄ solid solutions in the system Si₃N₄-AlN-Y₂O₃*. J. Am. Ceram. Soc., **66**(6), 1983
- [41] Izumi, F., Mitomo, M. ve Bando, Y., *Rietveld refinements for calcium and yttrium containing α -sialons*. Journal of Materials Science, **19**(9): s. 3115-3120, 1984
- [42] Mitomo, M. ve ark., *The strength of α -sialon ceramics*. Journal of Materials Science, **15**(10): s. 2661-2662, 1980
- [43] Persson, J., Käll, P.-O. ve Nygren, M., *Oxidation Kinetics of Si₂N₂O Ceramics*. MRS Online Proceedings Library, **287**: s. 3377, 1992
- [44] Falk, L.K.L., *SiAlON microstructures*. Journal of the Ceramic Society of Japan, **116**(1354): s. 685-687, 2008
- [45] Yu, Z.B. ve Thompson, D.P., *Sialons, Ceramic Matrix Composites - Microstructure, Properties and Applications*, I.M. Low, Editor. 2006, Woodhead Publishing.
- [46] Mandal, H. ve Thompson, D.P., *$\alpha \rightarrow \beta$ Sialon Transformation in Calcium-containing α -SiAlON Ceramics*. Journal of the European Ceramic Society, **19**(5): s. 543-552, 1999
- [47] Lin, M.T. ve ark., *High temperature creep of a hot-pressed β -sialon*. Materials Science and Engineering: A, **300**(1-2): s. 61-67, 2001
- [48] Gnilitza, I.D. ve Kril, Y.A., *Improvement in the Mechanical Properties of Silicon Nitride Ceramic in High-Temperature Deformation Processes*. Powder Metallurgy and Metal Ceramics, **44**(9-10): s. 441-445, 2005
- [49] Tanaka, I. ve ark., *Impurity - Enhanced Intergranular Cavity Formation in Silicon Nitride at High Temperatures*. Journal of the American Ceramic Society, **74**(4): s. 752-759, 1991
- [50] Luecke, W.E. ve ark., *Cavitation Contributes Substantially to Tensile Creep in Silicon Nitride*. Journal of the American Ceramic Society, **78**(8): s. 2085-2096, 1995
- [51] Menon, M.N. ve ark., *Creep and Stress Rupture Behavior of an Advanced Silicon Nitride: Part II, Creep Rate Behavior*. Journal of the American Ceramic Society, **77**(5): s. 1228-1234, 1994

- [52] Wereszczak, A.A. ve ark., *Asymmetric tensile and compressive creep deformation of hot-isostatically-pressed Y₂O₃-doped -Si₃N₄*. Journal of the European Ceramic Society, **19**(2): s. 227-237, 1999
- [53] Todd, J.A. ve Xu, Z.-Y., *The high temperature creep deformation of Si₃N₄-6Y₂O₃-2Al₂O₃*. Journal of Materials Science, **24**(12): s. 4443-4452, 1989
- [54] Cannon, W.R. ve Langdon, T.G., *Creep of ceramics*. Journal of materials science, **23**(1): s. 1-20, 1988
- [55] Meléndez-Martínez, J.J. ve Domínguez-Rodríguez, A., *Creep of silicon nitride*. Progress in Materials Science, **49**(1): s. 19-107, 2004
- [56] Wilkinson, D.S., *Creep Mechanisms in Multiphase Ceramic Materials*. Journal of the American Ceramic Society, **81**(2): s. 275-299, 1998
- [57] Turan, D., Uludag, A. ve Deniz, Y., *SiAlON Seramiklerinin Sürünme Dayanımlarının Geliştirilmesi ve Sürünme Mekanizmalarının Belirlenmesi*, TÜBİTAK Raporu, 110M735, Ankara, 2013
- [58] CEN, *EN 820-4, Determination of flexural creep deformation at elevated temperatures*, in *Advanced technical ceramics - Thermomechanical properties of monolithic ceramics - Part 4*. 2009.