

173830

**Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC/TiCN KOMPOZİT MALZEMELERİNİN  
ÜRETİM YÖNTEMLERİ**

Erhan Ayas  
Yüksek Lisans Tezi

Fen Bilimleri Enstitüsü  
Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı  
Ocak - 2003

## JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

Erhan Ayas' ın  $Al_2O_3$ -TiC/TiCN Kompozit Malzemelerinin Üretim Yöntemleri başlıklı Seramik Mühendisliği Anabilim Dalındaki, Yüksek Lisans tezi ~~19.02.2003~~ <sup>26.02.2003</sup> tarihinde, aşağıdaki jüri tarafından Anadolu Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

|                     | Adı Soyadı                   | İmza |
|---------------------|------------------------------|------|
| Üye (Tez Danışmanı) | : Yrd. Doç. Dr. Alpagut Kara |      |
| Üye                 | : Prof. Dr. Hasan MANDAL     |      |
| Üye                 | : Doç. Dr. Ferhat KARA       |      |

Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun ~~19.02.2003~~ <sup>19.02.2003</sup> tarih ve ..... ~~6/3~~ <sup>6/3</sup> ..... sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Enstitü Müdürü  
Prof. Dr. Zihni ÖZER  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
444870

## ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

### Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC/TiCN KOMPOZİT MALZEMELERİNİN ÜRETİM YÖNTEMLERİ

Erhan AYAS

Anadolu Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü  
Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman : Yrd. Doç. Dr. Alpagut KARA  
2003, 61 sayfa

Alümina kesici uçlar metal işleme operasyonlarında 1930'lu yıllardan itibaren yaygın olarak kullanılmaktadır. Saf alümina kesici uçlar düşük kırılma tokluğunun yanı sıra düşük termal iletkenliğe sahiptir. Bu özelliklerin iyileştirilmesi amacı ile alüminaya farklı malzemelerin ilave edilerek seramik matrisli kompozit malzemeler üretilmiştir. İlave edilen önemli malzemelerden bazıları sahip oldukları yüksek sertlik, kırılma tokluğu ve yüksek sıcaklık özellikleri nedeni ile titanyum karbür (TiC) ve titanyum karbonitrür (TiCN) olarak ifade edilebilir. Ancak daha önce yapılan çalışmalar bu kompozit malzemenin geleneksel yöntemlerle teorik yoğunluğuna sinterlenemediğini göstermiştir.

Bu çalışmada, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tozuna ağırlıkça farklı oranlarda TiC ve TiCN ilave edilmiş ve elde edilen kompozisyonlar basınçsız ve gaz basınçlı olarak iki farklı şekilde sinterlenmişlerdir. Sinterleme sonrası sertlik ve kırılma tokluğu özellikleri incelenmiş, ayrıca faz ve mikroyapısal karakterizasyonları X-ışınları difraktometresi (XRD) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) teknikleri vasıtasıyla gerçekleştirilmiştir. Her iki sinterleme yönteminde sıcaklık artışı ile yoğunluğun yükseldiği tespit edilmiş, gaz basınçlı sinterleme yönteminde 1750° C üzerinde yapının bozulduğu gözlenmiştir.

Anahtar Kelimeler : Kompozit, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC/TiCN, Basınçsız Sinterleme, Gaz Basınçlı Sinterleme

## **ABSTRACT**

**Master of Science Thesis**

### **PRODUCTION METHODS OF Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC/TiCN COMPOSITES**

**ERHAN AYAS**

**Anadolu University  
Graduate School of Natural and Applied Science  
Ceramic Engineering Program**

**Supervisor : Assist Prof. Dr. Alpagut KARA  
2003, 61 pages**

Alumina cutting tools are using in machining operations since 1930's. The fracture toughness of pure alumina is poor along with low thermal conductivity. Different types of additives are used to alumina to improve these properties. The most common additives are TiC and TiCN materials which have superior high temperature properties, high hardness and fracture toughness. Unfortunately previous studies showed that Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC/TiCN composite materials can not be sintered to their theoretical density with traditional sintering techniques.

In this study different amounts of TiC and TiCN were added to Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> by weight and the obtained compositions were sintered with pressureless and gas pressure sintering techniques. The physical properties like hardness and fracture toughness of the sintered products were examined. In addition, X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscope (SEM) techniques were used to achieve phase and microstructural characterisation. In both sintering techniques the density values are increased with the increasing of sintering temperature but in gas pressure sintering above 1750°C, decreasing of density values and the deterioration of the products are observed.

**Keywords : Composite, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC/TiCN, Pressureless Sintering, Gas Pressure Sintering**

## TEŐEKKÜR

Bu alıŐma esnasında yapıcı ve ynlendirici fikirleri ile beraber byk emek ve fedakarlıđını esirgemeyen tez danıŐmanım Yrd. Do. Dr. Alpagut Kara'ya en iten teŐekkrlerimi sunarım. Laboratuar alıŐmalarında her trl konuda bana destek olan btn blm arkadaŐlarım ve alıŐanlara teŐekkr ederim.

Hayatım boyunca yanımda olan, maddi ve manevi desteklerini hibir zaman esirgemeyen ailem ve Ebru, bu tez sizin eserinizdir.

## İÇİNDEKİLER

|  | <u>Sayfa</u> |
|--|--------------|
| ÖZET .....   | i            |
| ABSTRACT .....   | ii           |
| TEŞEKKÜR .....   | iii          |
| İÇİNDEKİLER .....  | iv           |
| ŞEKİLLER DİZİNİ .....  | vii          |
| ÇİZELGELER DİZİNİ .....  | ix           |
| <b>1. GİRİŞ</b> .....  | <b>1</b>     |
| 1.1. Monolitik Malzemeler .....  | 2            |
| 1.2. Kompozit Malzemeler .....   | 2            |
| <b>2. SERAMİK MATRİS KOMPOZİTLER</b> .....   | <b>5</b>     |
| 2.1. S.M.K.'lar da Başlıca Kullanılan Takviye Fazlar .....                                       | 6            |
| 2.1.1. Oksit Esaslı Takviye Fazlar .....   | 6            |
| 2.1.2. Oksit Olmayan Takviye Fazlar .....  | 7            |
| 2.2. Bazı Önemli Seramik Matris Kompozit Sistemleri.....   | 12           |
| 2.2.1. ZrO <sub>2</sub> partikül takviyeli alumina.....  | 12           |
| 2.2.2. SiC visker takviyeli alumina .....  | 13           |
| 2.2.3. ZrO <sub>2</sub> matrisli kompozitler .....   | 13           |
| <b>3. SERAMİK KESİCİ UÇLAR</b> .....   | <b>15</b>    |
| 3.1 Kesici uçların metal işleme esnasındaki rolleri .....  | 17           |
| 3.2. Dünyada Seramik Kesici Uçlar .....  | 18           |
| 3.3 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Esaslı Seramik Kesici Uçlar .....                             | 19           |
| 3.4. Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiC/TiCN Kesici Uçlar .....                                 | 20           |
| <b>4. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC/TiCN KOMPOZİT MALZEMELERİNİN ÜRETİM YÖNTEMLERİ</b> .....   | <b>24</b>    |
| 4.1. Sinterleme Tanımı ve Sinterleme Mekanizmaları.....  | 24           |
| 4.2. Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiC/TiCN Kompozit Malzemelerinin Sinterleme Yöntemleri..... | 26           |

|   |           |
|---|-----------|
| 4.2.1. Sıcak presleme yöntemi ile sinterleme.....   | 26        |
| 4.2.2. Sıcak izostatik presleme (S.İ.P.).....   | 26        |
| 4.2.3. Mikrodalga yöntemi ile sinterleme (M.S.).....  | 27        |
| 4.3. Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiC/TiCN Kompozit Malzemelerinin Sinterlenmesi Üzerine<br>Daha Önce Yapılan Çalışmalar ..... | 28        |
| 4.3.1. Isıtma hızının yoğunlaşması üzerine etkisi .....   | 28        |
| 4.3.2. Basıncsız sinterleme ve toz yatağı kullanımının<br>sinterleme üzerine etkisi.....  | 30        |
| 4.3.3. Farklı katkı malzemelerinin sinterleme üzerine etkisi .....  | 31        |
| 4.3.4. Farklı toz sentezi yöntemlerinin sinterleme üzerine etkisi.....  | 32        |
| <b>5. AMAÇ .....</b>  | <b>34</b> |
| <b>6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....</b>  | <b>35</b> |
| 6.1. Kullanılan Hammaddeler .....   | 35        |
| 6.2. Toz Hazırlama .....  | 36        |
| 6.3. Tozların Şekillendirilmesi .....   | 37        |
| 6.4. Sinterleme.....  | 37        |
| 6.5. Sinterleme Sonrası Uygulanan Test ve Analizler .....   | 37        |
| 6.5.1 Yoğunluk Ölçümü .....   | 37        |
| 6.5.2 X-Işınları Difraksiyonu (XRD) Analizi.....  | 38        |
| 6.5.3. SEM ve EDX ile Mikroyapısal ve Mikrokimyasal Analiz .....  | 38        |
| 6.5.4. Sertlik ve Kırılma Tokluğu Ölçümü.....   | 39        |
| <b>7- SONUÇLAR Ve DEĞERLENDİRME .....</b>   | <b>41</b> |
| 7.1. Yoğunluk ölçümleri.....  | 41        |
| 7.2. Faz ve Mikroyapı Analizleri .....  | 44        |
| 7.2.1. XRD Analizleri .....   | 44        |
| 7.2.2. Mikroyapı Analizleri .....   | 46        |
| 7.3 Sertlik ve Kırılma Tokluğu .....  | 53        |

|                                      |           |
|--------------------------------------|-----------|
| <b>7. TARTIŞMA VE ÖNERİLER .....</b> | <b>55</b> |
| <b>8. KAYNAKLAR.....</b>             | <b>57</b> |



## ŞEKİLLER DİZİNİ

|   |    |
|---|----|
| 1.1. Takviye faz çeşidine göre kompozit malzemeler .....  | 3  |
| 1.2. Matris fazın çeşidine göre kompozit malzemeler .....   | 4  |
| 2.1. Gaz-Sıvı Katı Prosesinin şematik gösterimi.....  | 8  |
| 2.2. CVD yöntemi ile üretilmiş SiC fiberin a) kırık yüzeyden alınmış<br>SEM görüntüsü b) fiber mikroyapısının şematik gösterimi .....               | 9  |
| 3.1. Seramik kesici uçların tarihsel olarak gelişimi.....   | 16 |
| 3.2. Farklı geometrik şekillere sahip seramik kesici uçlar .....  | 17 |
| 3.2. Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiC kesici uçların sertlik ve kırılma mukavemetlerinin<br>farklı kesici uçlar ile olan karşılaştırılması ..... | 23 |
| 4.1. Şematik olarak sinterleme sistemi.....   | 24 |
| 4.2. Sıcak izostatik presleme .....   | 27 |
| 6.1. TiC tozuna ait tane boyut dağılım grafiği.....   | 35 |
| 6.2. TiCN tozuna ait tane boyut dağılım grafiği.....  | 36 |
| 6.3. Vickers indentinin şematik gösterimi.....  | 40 |
| 7.1. Sinterleme sonrası yüzeyde oluşan tabakaya ait XRD analizi .....   | 43 |
| 7.2. Sinterleme sonrası yüzeyde oluşan tabakaya ait parlatılmış<br>yüzeyden geri saçınimli elektron modu ile alınmış SEM görüntüsü .....            | 43 |
| 7.3. Farklı sıcaklıklarda basınçsız olarak sinterlenmiş Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiC<br>numunelerine ait XRD analizleri.....                 | 45 |
| 7.4. Farklı sıcaklıklarda gaz basınçlı olarak sinterlenmiş<br>Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiC numunelerine ait XRD analizleri .....             | 45 |
| 7.5. 1840°C de basınçsız olarak sinterlenmiş<br>Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiCN numunesine ait XRD analizi .....                               | 46 |
| 7.6. Basınçsız sinterlenmiş Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiC numunelerine ait<br>kırılmış yüzeyden alınmış temsili (SE) görüntüleri .....        | 47 |
| 7.7. Basınçsız sinterlenmiş Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiC numunelerine ait parlatılmış<br>yüzeyden alınmış temsili (BE) görüntüleri .....     | 47 |

|   |    |
|---|----|
| 7.8. Basıncısız sinterlenmiş $Al_2O_3$ -TiCN numunelerine ait kırılmış yüzeyden alınmış (SE) görüntüleri .....  | 48 |
| 7.9. Basıncısız sinterlenmiş $Al_2O_3$ -TiCN numunelerine ait parlatılmış yüzeyden BE ile alınmış SEM görüntüleri.....  | 48 |
| 7.10. Gaz basınçlı sinterlenmiş $Al_2O_3$ -TiC numunelerine ait kırılmış yüzeyden SE ile alınmış SEM görüntüleri .....  | 49 |
| 7.11. Gaz basınçlı sinterlenmiş $Al_2O_3$ -TiC numunelerine ait parlatılmış yüzeyden BE ile alınmış SEM görüntüleri .....   | 50 |
| 7.12. Gaz basınçlı sinterlenmiş $Al_2O_3$ -TiCN numunelerine ait kırılmış yüzeyden SE ile alınmış SEM görüntüleri .....   | 50 |
| 7.13. Gaz basınçlı sinterlenmiş $Al_2O_3$ -TiCN numunelerine ait parlatılmış yüzeyden BE ile alınmış SEM görüntüleri .....  | 51 |
| 7.14. $Al_2O_3$ -TiC/TiCN esaslı olduğu düşünülen ticari bir kesici uc numunesinden alınan temsili geri saçınımlı elektron görüntüleri.....   | 52 |
| 7. 15. $Al_2O_3$ -TiC/TiCN esaslı olduğu düşünülen ticari bir kesici uc numunesinden alınan temsili EDX analizi.....  | 52 |
| 7.16. 1750°C'de toz yatağı kullanılarak gaz basınçlı sinterlenmiş $Al_2O_3$ -TiCN numunesine ait temsili indent görüntüsü.....  | 54 |
| 7.17 a) 1750°C de gaz basınçlı sinterlenmiş $Al_2O_3$ -TiC numunesine ait çatlak oluşumu görüntüsü b) 1750°C de gaz basınçlı sinterlenmiş $Al_2O_3$ -TiCN numunesine ait çatlak oluşumu görüntüsü ..... | 54 |

## ÇİZELGELER DİZİNİ

|  |    |
|--|----|
| 1.1 Doğal ve sentetik kompozitlere örnek malzemeler .....  | 2  |
| 2.1. Bazı seramik matris kompozitler ve özellikleri.....   | 5  |
| 2.2. SiC viskerlerin özellikleri .....   | 8  |
| 2.3. Bazı Ticari SiC Fiberlerin Özellikleri .....  | 9  |
| 2.3. Si-C-N-O sisteminde bazı fiberlerin kimyasal<br>kompozisyonu ve özellikleri .....   | 10 |
| 2.4. TiC' ün fiziksel, mekanik ve kimyasal özellikleri .....   | 11 |
| 3.1. Dünya Geneline Gelişmiş Seramik Satışları .....   | 19 |
| 3.2. Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiC kesici uçların farklı malzemeler ile Karşılaştırılması .....  | 22 |
| 4.1. Sinterleme Aşamaları ve Bu Aşamalar Esnasında Meydan<br>Gelen Fiziksel Değişimler .....   | 25 |
| 4.2. Sinterleme Aşamaları .....  | 25 |
| 4.3. Farklı toz yataklarının yoğunlaşma üzerine etkisi .....   | 31 |
| 4.4. SHS prosesi ve Ticari toz karışımı ile elde edilmiş Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiC<br>kompozit malzemelerinin özelliklerinin karşılaştırılması ..... | 33 |
| 4.5. Önceden yapılan çalışmalarda hazırlanan kompozisyonlar .....  | 34 |
| 6.1. Ticari alumina tozunun kimyasal kompozisyonu .....  | 35 |
| 6.2. Hazırlanan toz karışımları .....  | 36 |
| 7.1. Basıncsız sinterleme sonucu elde edilen yoğunluk değerleri.....   | 42 |
| 7.2 Gaz Basıncılı sinterleme sonucu elde edilen yoğunluk değerleri .....   | 42 |
| 7.3. Basıncsız sinterlenmiş Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiC ve TiCN kompozitlerinin<br>sertlik ve kırılma tokluğu değerleri .....                          | 53 |
| 7.4. Gaz basınçlı sinterlenmiş Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiC ve TiCN kompozitlerinin<br>sertlik ve kırılma tokluğu değerleri .....                       | 53 |

## 1. GİRİŞ

Yüksek mukavemet, sertlik, kırılma tokluğu, yüksek sıcaklık özellikleri ve düşük üretim maliyeti gibi kriterler ile ifade edilen gelişmiş performansın devam eden sürecinde şu andaki mevcut malzemeler ile karşılanamamaktadır. Malzeme mühendisleri ve bilim adamları geleneksel malzemelerin geliştirilmesi ve ayrıca yeni malzemelerin üretimi için büyük bir uğraş vermektedir. Bu malzemeler arasında kompozit malzemeler geliştirilme sürecinde olan en önemli malzeme grubudur [1].

Kompozit malzemeler aslında hiç yabancı olmadığımız geçmiş zamanlardan beri kullanılan malzemelerdir. Örnek olarak; çamur ve saman parçalarının karıştırılması ile elde edilen tuğlalar, çimento, agrega ve taş parçaları içeren beton verilebilir. Bu tür sentetik kompozitlerin yanı sıra doğal olarak bulunan kompozitler de mevcuttur. Bu tür kompozitlere verilebilecek en güzel örnekler, kemik, tahta ve midye kabuklarıdır [2].

Son 40 yıl içerisinde sentetik kompozitlerin üretiminde yüksek bir artış görülmüştür. Bu artışı teşvik eden olaylar 1960'ların başında İngiltere'de ve Amerika Birleşik Devletlerinde üretilen boron ve karbon fiberler [2]. Yüksek elastisite (E) sabitine sahip bu yeni fiberler cam fiber içeren malzemelere göre kompozitlerin sertliğinde yükselme sağlamış, ayrıca daha hafif malzeme üretimine olanak sağlayarak özellikle havacılık sektöründe olmak üzere birçok sektörde kullanım alanı bulmuşlardır. Benzer şekilde yüksek mukavemete sahip ve özelliklerini yüksek sıcaklıklarda koruyabilen silisyum karbür (SiC) ve alumina ( $Al_2O_3$ ) fiberlerin geliştirilmesi metal ve seramik esaslı kompozit üretimine olan ilgiyi daha da arttırmıştır [2].

Çizelge 1.1. Doğal ve sentetik kompozitlere örnek malzemeler [2]

|                          | Örnek  |
|--------------------------|--|
| <b>Doğal Kompozitler</b> | odun, kemik, bambu, çimento  |
| <b>Mikro Kompozitler</b> | metalik alaşımlar; çelik,<br>güçlendirilmiş termo plastikler; polistiren |
| <b>Makro Kompozitler</b> | galvanize çelik, helikopter pervaneleri, kayak takımları                 |

Kompozit malzemeler, farklı uzmanlık alanları gerektiren ve isteğe bağlı birçok farklı bakış açısında çalışılabilen malzemelerdir. Korozyon direnci istenen bir uygulama için üretilecek bir kompozit malzeme öncelikli olarak malzeme bilimi ve kimya anabilimlerinin çalışma alanındadır. Yük dayanımı istenen bir koşulda ise bir mühendisin çalışma alanına girmektedir. Diğer yandan kompozitlerin geliştirilmesi için yapılan çalışmalarda farklı alanlarda meydana gelebilecek problemlerin tamamına birden çözüm bulunması gereklidir [2].

### 1.1. Monolitik Malzemeler

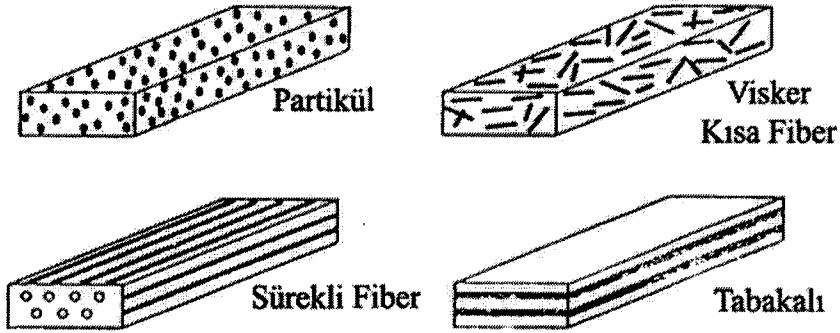
Monolitik malzemeler, farklı kompozisyona sahip olmayan tek kompozisyonlu malzemelerdir. Bu yüzden malzemelerin fiziksel ve mekaniksel özellikleri kompozisyon değişmediği için değişiklik göstermemektedir. İstenilen özellikler tek bir malzeme kullanılarak elde edilebiliyorsa monolitik malzemeler tercih edilir. Üretim maliyeti daha düşük olması ve daha yüksek yoğunluğa sahip malzeme üretilmesi açısından kompozitlere göre daha avantajlıdır [3]. Monolitik seramiklerin genel problemlerinden biri kırılma tokluklarının düşük olmasıdır. Kırılma tokluğu düşük olan malzeme ani bir kırılmaya uğrayabilir. Bu sorunu çözmek için çeşitli takviyeler (partikül, visker ve fiber gibi) kullanılarak tokluğu artırma yoluna başvurulmaktadır. [4].

### 1.2. Kompozit Malzemeler

Kompozit, kimyasal ve fiziksel olarak farklı iki fazın arzu edilen herhangi bir özelliğin kazanılması amacıyla birbiri içerisinde dağıtılması ile elde edilen malzeme olarak tanımlanabilir. Bir malzemenin kompozit malzeme olarak kabul

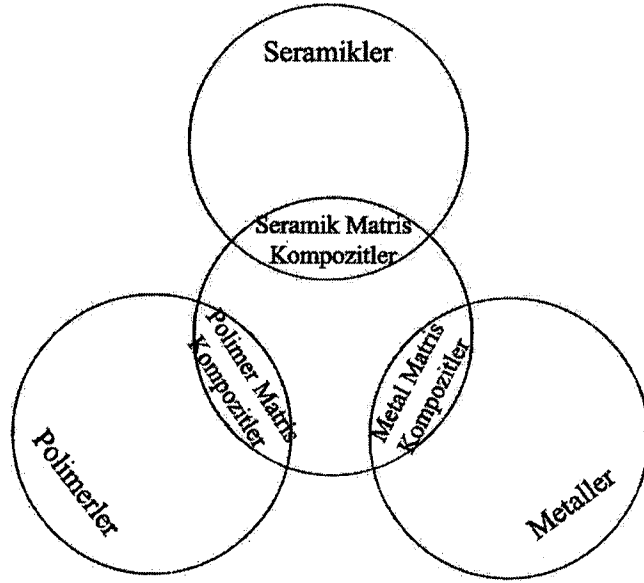
edilebilmesi için öncelikle fazlardan bir tanesi diğer faz içerisinde miktar olarak en az % 5 olmalı ve ayrıca ilave fazın özellikleri diğer fazdan daha iyi olmalıdır[5].

Sürekli olan ve daha çok bulunan faz matris olarak bilinir ve genellikle matris fazın özelliklerinin iyileştirildiği kabul edilir. Matris fazın özelliklerini iyileştiren ikinci faz takviye faz olarak adlandırılmaktadır. Bir çok durumda takviye fazı matris fazından daha sert ve güçlüdür. Takviye fazın geometrisi bu fazın ne kadar etkili olduğunu belirleyen ana parametredir. Takviye faz partikül, visker ve fiber şeklinde olabilir. Takviye faz çeşidine göre kompozit malzemeler şematik olarak Şekil 1.1.'de gösterilmiştir [5].



Şekil 1.1. Takviye faz çeşidine göre kompozit malzemeler [5]

Kompozit malzemeler polimer matrisli kompozitler (PMK), metal matrisli kompozitler (MMK) ve seramik matrisli kompozitler (SMK) olarak matris fazın çeşidine göre sınıflandırılmaktadır. Her matris fazı için takviye faz ise polimer, metal veya seramik faz olabilir [5]. Matris fazına bağlı olarak kompozitlerin sınıflandırılması Şekil 1.2.'de görülmektedir.



Şekil 1.2. Matris fazın çeşidine göre kompozit malzemeler [5]

Kompozitlerin performansını etkileyen önemli faktörler olarak özel seçilen bileşenlerin yanı sıra kompozit üretiminde izlenecek yol ve nihai ürünün mekanik özellikleri ifade edilebilir. Bunun yanı sıra daha da önemli olarak kabul edilen diğer bir faktör ise matris ve takviye faz arasında oluşan ara yüzeydir. Ara yüzeyin kompozit tasarımında birçok anahtar özelliğin optimizasyonunu sağladığı kabul edilmektedir [2].

Kompozit kullanımının getirdiği 3 temel avantaj vardır :

- 1- Farklı özelliklerin birleştirilerek daha iyi bir malzeme elde edilmesi,
- 2- Bu özelliklerin belirli aralıklarda kontrol edilebilmesi,
- 3- Bileşen fazlarda var olmayan nadir fiziksel özelliklerin elde edilebilmesidir.

İkinci ve üçüncü avantajlar termomekanik özelliklerdeki değişimi ve buna bağlı olarak da yeni uygulama alanlarını tanımlamaktadır. Ancak, teknolojik açıdan kompozitlerin diğer malzemelere olan üstünlükleri yüksek mukavemet ve birim ağırlığa düşen yüksek dayanımlarıdır [2].

## 2. SERAMİK MATRİS KOMPOZİTLER

Seramiklerin en önemli özellikleri yüksek sıcaklıklarda mukavemetlerini koruyabilmeleri, kimyasal olarak tepkimeye girme eğilimlerinin düşük olması, yüksek sertlikleri ve elektrik dirençleridir. Başlıca dezavantajları olarak ise sünek metaller ile karşılaştırıldıklarında sahip oldukları düşük kırılma mukavemetleri verilebilir [6]. Bu dezavantaj seramik malzemelerin yüksek sıcaklık uygulamalarında servis koşullarında maruz kalabilecekleri bir darbe veya etki ile zayıflamalarına ve özelliklerini yitirmesine neden olmaktadır. Bu ise seramik malzemelerin güvenilirliklerini azaltmaktadır. Kırılgan seramiklerin bu özelliklerinin iyileştirmenin bir yolu farklı bir takviye faz ilavesidir. Takviye edilmiş seramik matris kompozitlerin bazı önemli özellikleri Çizelge 2.1.'de gösterilmiştir. S.M.K.'ler 1980'li yılların başında üretilmeye başlanmış ve yaygın kullanım alanı bulmuştur. Diğer yandan, ilave edilen takviye fazlar yoğunlaşma davranışını güçleştirmiş ve üretim prosesinin daha kompleks bir hale gelmesine neden olmuştur [6].

Çizelge 2.1. Bazı seramik matris kompozitler ve özellikleri [5]

|   | Elastik Modül (GPa) | Mukavemet (MPa) | Kırılma Tokluğu ( $K_{IC}$ ) (MPa m <sup>1/2</sup> ) |
|---|---------------------|-----------------|--|
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%99 saf)        | 340                 | 300             | 4,5  |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +%25 SiC visker  | 390                 | 900             | 8,0  |
| Borosilikat Cam (Pyrex)                         | -                   | 70              | 0,7  |
| Pyrex+% 40 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> fiber | -                   | 305             | 3,7  |
| LAS cam seramik                                 | 86                  | 160             | 1,1  |
| LAS+ %50 SiC fiber                              | 135                 | 640             | 17,0   |
| Müllit  | -                   | 244             | 2,8  |
| Müllit + % 20 SiC visker                        | -                   | 252             | 4,4  |



## 2.1. S.M.K.'larda Kullanılan Takviye Fazlar

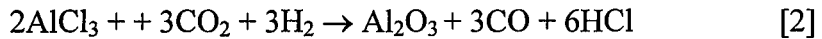
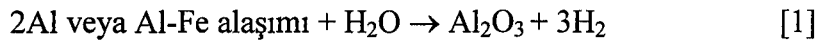
Daha önce de belirtildiği üzere matris malzemesinin içine ilave edilecek takviye malzemesi partikül, visker ve fiber şeklinde olabilir. Geleneksel yöntemler ile üretilen seramik tozları ticari olarak partikül takviye şeklinde kullanılmaktadır. Bu tip takviyelere örnek olarak zirkonya ( $ZrO_2$ ), silisyum karbür ( $SiC$ ), titanyum karbür ( $TiC$ ) ve titanyum karbonitrür ( $TiCN$ ) verilebilir. Ticari olarak kullanılabilen fiberler ise  $Al_2O_3$ ,  $SiC$ ,  $C$ , silisyum nitrid ( $Si_3N_4$ ), müllit ve diğer alumina silikat kompozisyonlarıdır [6].

### 2.1.1 Oksit Esaslı Takviye Fazlar

S.M.K.'lar da kullanılan en önemli oksit esaslı takviye fazlar partikül fiber ve visker olmak üzere  $Al_2O_3$ , müllit ve zirkonyadır.

#### a) Alumina ( $Al_2O_3$ )

$Al_2O_3$  ucuz olması, ergime sıcaklığına kadar oksitleyici atmosfer koşullarında ve  $1200^\circ C$ 'ye kadar redükleyici atmosfer koşullarında kararlı olması, ergimiş metallere dayanımı ve termodinamik olarak hiçbir karbür ile tepkime vermemesi gibi sahip olduğu özelliklerinden dolayı en önemli takviye fazlardan birisidir [7].  $Al_2O_3$  viskerler genellikle aşağıda belirtilen gaz fazı reaksiyonları ile üretilmektedir [8].



$Al_2O_3$ 'de yüksek yoğunluk eldesi ve ayrıca yüksek sıcaklıklarda meydana gelen ve istenmeyen tane büyümesinin engellenmesi için çok az miktarda  $MgO$  veya  $SiO_2$  ilave edilmektedir [6]. Fakat bu ilaveler düşük ergime sıcaklığına sahip silika ötektikleri oluşturdukları için  $Al_2O_3$ 'in yüksek sıcaklık özelliklerini kötü yönde etkilemektedir.  $Al_2O_3-SiO_2$  sisteminin en kararlı bileşiği ise müllittir [6].

## **b) Müllit**

Müllit yüksek sıcaklık uygulamaları için kullanılan en önemli malzemelerden birisidir. Yüksek sürünme dayanımı, kimyasal kararlılığı ve yüksek sıcaklıklarda mekanik özelliklerini koruyabilmesi gibi özellikleri bu malzemenin kullanımını arttırmıştır. Bu özelliklerinin yanı sıra sahip olduğu düşük kırılma tokluğu ( $2-3 \text{ MPa m}^{1/2}$ ) mülliti ideal bir matris malzemesi haline getirmiştir. Müllit matris içerisinde tokluk değerinin yükseltilebilmesi için SiC [9] ve  $\text{ZrO}_2$  [10] takviyeleri kullanılmaktadır.

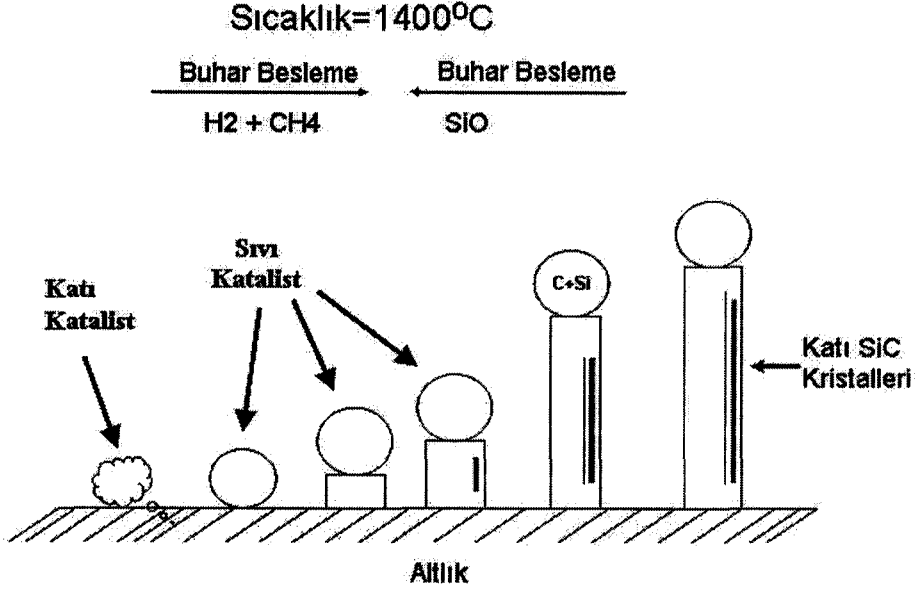
## **c) Zirkon ( $\text{ZrO}_2$ )**

Saf  $\text{ZrO}_2$  gerçekleştirdiği dönüşüm toklaştırması nedeni ile düşük kırılma mukavemetine sahip matris malzemelerin kırılma tokluğunun yükseltmek amacı ile ilave edilmektedir. Özellikle  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , müllit ve kordiyerit seramiklerinde takviye faz olarak kullanılmaktadır [10].

## **2.1.2 Oksit Olmayan Takviye Fazlar**

### **a) Silisyum Karbür (SiC)**

SiC seramik matris kompozit malzemelerde kullanılan en önemli takviye fazlardan biridir [11]. SiC visker ve tabakalı takviyeler genellikle tek kristal yapılardır ve pirinç kabuğu gibi silika ve karbonu aynı yapıda içeren malzemelerin pirolizi, organosilikon polimerlerin kimyasal olarak çöktürülmesi ve gaz-sıvı-katı prosesi (GSK) ile elde edilmektedir. GSK prosesi ile SiC visker oluşumu şematik olarak Şekil 2.1.'de görülmektedir. Ayrıca, ticari SiC viskerlerin özellikleri Çizelge 2.2.'de verilmiştir.



Şekil 2.1. Gaz-sıvı katı Prosesinin şematik gösterimi [6]

Çizelge 2.2. SiC viskerlerin özellikleri [6]

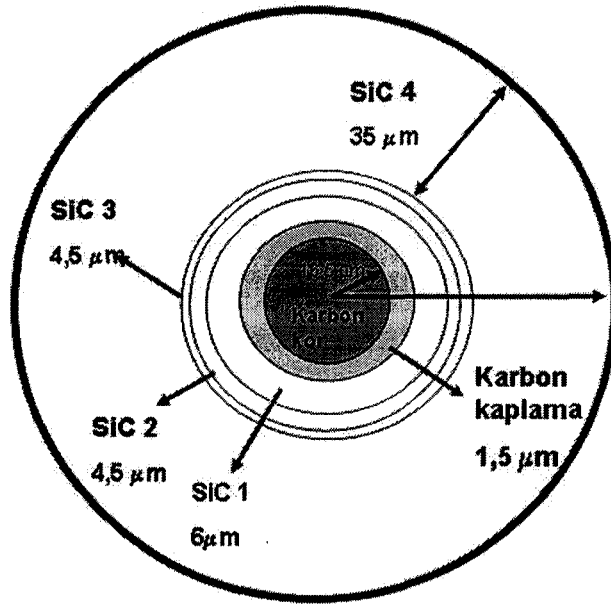
|                                   |           |
|-----------------------------------|-----------|
| Çap ( $\mu\text{m}$ )             | 0,005-3   |
| Uzunluk( $\mu\text{m}$ )          | 5-200     |
| Yoğunluk ( $\text{g cm}^{-3}$ )   | 3,18-3,21 |
| <b>Kompozisyon</b><br>(% ağırlık) |           |
| Si                                | Denge     |
| C                                 |           |
| O                                 | 27,7-29,2 |
|                                   | 0,15-1,85 |

Ticari olarak fiber şeklinde çok az seramik kullanılmaktadır. SiC fiberler ise en çok kullanılan fiber takviyeler olup kimyasal buhar çöktürme (CVD) ve polimer pirolizi gibi farklı yöntemlerle üretilmektedirler. Bazı ticari SiC fiberlerin özellikleri Çizelge 2.3.'de verilmiştir.

Çizelge 2.3. Bazı ticari SiC fiberlerin özellikleri [6]

| Üretim Yöntemi                  | CVD     | Polimer Bileşenler |
|---------------------------------|---------|--------------------|
| Çap ( $\mu\text{m}$ )           | 140-143 | 1-20               |
| Yoğunluk ( $\text{g cm}^{-3}$ ) | 2,7-3,3 | 2,29-2,8           |
| Çekme Gerilmesi (GPa)           | 3,4-4   | 1,1-4,9            |
| Elastik Modül (GPa)             | 406-430 | 45-480             |

CVD yöntemi hedef malzemenin buharlaştırılarak farklı gazlarla reaksiyona sokulup bir altlık üzerine çöktürülmesi prensibine dayanmaktadır. Bu işlemde altlığın fiber olabilmesi için elektriksel olarak yüklü olması veya karbon altlık kullanılması gerekmektedir. SiC fiberin ara kesiti Şekil 2.2.'de verilmiştir.



Şekil 2.2. CVD yöntemi ile üretilmiş SiC fiberin a) kırık yüzeyden alınmış SEM görüntüsü  
b) fiber mikroyapısının şematik gösterimi [6]

### b) Silisyum Nitrür ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )

SiC' e göre daha yüksek sıcaklıklarda daha sert koşullara dayanım istenen yerlerde kullanım için  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ve silisyum karbonitrür takviyeler geliştirilmiştir [6].  $\text{Si}_3\text{N}_4$  viskerler hakkında çok az literatür bilgisi mevcuttur.  $\text{Si}_3\text{N}_4$  viskerler bir katalist yardımı ile ergimiş Si metalinden azot gazı geçirerek elde edilmektedir.

TEM ile yapılan incelemelerde bu işlem sonucunda çoğunlukla  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  viskerler oluştuğu gözlenmiş, fakat az miktarda  $\alpha$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$  viskerler de tespit edilmiştir [12].

Nitrür esaslı fiberler genellikle silan veya silazen esaslı polimerik başlangıç malzemelerinden veya polikarbosilanın nitridasyonu sonucu üretilmektedir. Si-C-N-O fiberlerin mikroyapısı genellikle camsı ve yarı kararlıdır. Si-C-N-O sistemine ait bazı fiberlerin kimyasal kompozisyonu ve bazı özellikleri Çizelge 2.3'de belirtilmiştir.

Çizelge 2.3. Si-C-N-O sisteminde bazı fiberlerin kimyasal kompozisyonu ve özellikleri [6]

|                                 |         |
|---------------------------------|---------|
| Çap ( $\mu\text{m}$ )           | 10-15   |
| Yoğunluk ( $\text{g cm}^{-3}$ ) | 2,3-2,4 |
| Çekme Mukavemet (GPa)           | 1,8-2,8 |
| Elastik Modül (GPa)             | 150-210 |
| % Si                            | 57-60   |
| % N                             | 22-40   |
| % C                             | 0,4-13  |
| % O                             | 2,2-8   |

### c) Titanyum Karbür (TiC) ve Titanyum Karbonitrür (TiCN)

TiC ve TiCN doğada saf olarak bulunmayan ve çeşitli yöntemlerle sentezlenen mono karbürlerdendir. TiC üç farklı yöntem ile sentezlenebilmektedir. Birinci olarak; titanyum dioksitin ( $\text{TiO}_2$ ) karbon ile 1700-2100°C'de 15-20 saat süre ile reaksiyona sokulması ile, ikinci olarak direkt karbürleme yöntemi adı verilen ve titanyum metalinin saf karbon ile uzun süreler tepkimeye sokulması ile, üçüncü olarak da  $\text{TiCl}_4$ 'ün  $\text{H}_2$  ve karbon ile reaksiyona sokulması ile elde edilmektedir [13]. Üçüncü yöntemde reaksiyon çok hızlı gerçekleşmekte ve düşük miktarda TiC tozu elde edilmektedir. TiC yüzey merkezli kübik (YMK) kristal yapısına sahiptir. Ti atomları küpün köşelerinde ve yüzeylerin merkezinde, C atomları ise küpün merkezinde ve kenarların ortasındadır. TiC, geçiş metal karbürlerinden olduğundan dolayı kompozisyonu sitokiyometrik değildir. C/Ti oranı 0,5-0,9 arasında değişmektedir [14]. Yapıda

anlaşılacağı üzere C eksikliği vardır. TiC yapısında metal atomlarında karbon atomlarına doğru gerçekleşen, yük transferi sonucu doğan elektrostatik kuvvetler iyonik bağı oluşturmaktadır.

Son derece yüksek sertliğe sahip olan bu malzeme içerdiği karbon ve oksijen miktarına göre saflığı belirlenmektedir. Genel olarak sıcak presleme ve toz presleme metotları ile şekillendirilebilen TiC' ün en büyük dezavantajı diğer geçiş metal karbürlerinde olduğu gibi homojen dağıtılamazsa içinde buldukları sistemin sinterleme sonrası mekanik özelliklerini kötü yönde etkilemeleridir. TiC genellikle aşınmaya karşı direnç istenen yerlerde nozül ve kesici uç üretiminde kullanılmaktadır [15].

Çizelge 2.4. TiC' ün fiziksel, mekanik ve kimyasal özellikleri [14]

| <b>Fiziksel Özellikler</b>     | <b>Değerler</b>       | <b>Yorumlar</b>  |
|--------------------------------|-----------------------|--|
| Yoğunluk (g/c m <sup>3</sup> ) | 4.94                  | Teorik   |
| Knoop Sertliği                 | 3900                  | 1800 - 5900; 2000 - 2750 (50 g yük altında, tek kristal); 2000 - 2400 (100 g yük altında, tek kristal) |
| Rockwell Sertliği              | 93                    |  |
| Vickers Sertliği               | 3200                  | 100 g yük altında  |
| Kristal Yapısı                 | Kübik                 | NaCl yapısında   |
| <b>Mekanik Özellikler</b>      |                       |  |
| Çekme Mukavemeti (MPa)         | 258                   | 980°C de 114 ; 1200°C de 59  |
| Poisson Oranı                  | 0.19                  | Sabit basınç ve Sıcaklıkta 0.18 - 0.19   |
| Elastik Modül                  | 450                   | 448-451  |
| <b>Termal Özellikler</b>       |                       |  |
| Termal Genleşme Katsayısı      | 4,12 10 <sup>-6</sup> |  |
| Ergime Noktası(°C)             | 3065                  | 5550°F   |
| Solidüs Sıcaklığı(°C)          | 3050                  |  |
| Liküdüs Sıcaklığı(°C)          | 3080                  |  |

## 2.2. Bazı Önemli Seramik Matris Kompozit Sistemleri

### 2.2.1 ZrO<sub>2</sub> partikül takviyeli alumina

ZrO<sub>2</sub> ile toklaştırılmış Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, geleneksel Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> seramiklerine göre iyileştirilmiş tokluğa sahip yoğun bir yapı eldesi için ZrO<sub>2</sub> tozu ile Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tozunun homojen bir şekilde karıştırılarak sinterlenmesi ile elde edilmektedir. Bu kompozit malzemedeki toklaştırma mekanizması tetragonal yapıya sahip ZrO<sub>2</sub>'nin monoklinik yapıya dönüşmesi ile gerçekleşmektedir. ZrO<sub>2</sub>, müllit ve kordierit gibi birçok seramik matriste de toklaştırıcı olarak denenmektedir. Takviye olarak kullanılan ZrO<sub>2</sub> saf olarak, kararsız olarak veya çeşitli metal oksitleri ile yarı kararlı hale getirilmiş olarak kullanılmaktadır. Ancak, genellikle Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile kararlı hale getirilmiş ZrO<sub>2</sub> tercih edilmektedir [16].

Saf ZrO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> karışımları sıcak presleme ve basınçsız sinterleme yöntemleri ile 1600°C sıcaklıkta teorik yoğunluklarına sinterlenmektedir [17]. Başlangıç ZrO<sub>2</sub> taneleri sinterlenmiş nihai üründe ilk yapılarını korumakta ve bu nedenle tokluk ve mukavemet üzerine önemli etkileri olmaktadır. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> matrise ilave edilen ZrO<sub>2</sub> partikülleri eğer tetragonal → monoklinik dönüşümüne neden olacak kritik tane boyutunun altında ise yapı içinde tetragonal halde kalmakta ve kuvvetli Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> taneleri sinterlenme esnasında dönüşümü engelliyerek ZrO<sub>2</sub> tanelerinin tetragonal formda kalmalarını sağlamaktadır. Kritik tane boyutu ayrıca ZrO<sub>2</sub>'nin Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> içindeki hacimce miktarına da bağlıdır. Örneğin hacimce % 5 ZrO<sub>2</sub> için kritik tane boyutu >2 µm, hacimce %20 ZrO<sub>2</sub> için ise >0,7 µm'dur [18]. Ayrıca % 10' nun üzerinde ZrO<sub>2</sub> ilavesinde dönüşümün meydana getirdiği çekme gerilmeleri neden ile iki faz arasındaki termal uyumsuzluk da önemlidir.

ZrO<sub>2</sub> ilavesinin (>hacimce % 3) toklaştırma dışında yüksek sıcaklıklarda meydana gelen Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tanelerinin istenmeyen tane büyümesi olayını engellediği gözlenmiştir [19]. ZrO<sub>2</sub> taneleri Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tane sınırlarında köşeli taneler olarak özellikle üç tanenin arasında sınır oluşturacak şekilde yer almaktadırlar. Proses koşullarına bağlı olarak küçük ZrO<sub>2</sub> taneleri tetragonal halde kalabilirken büyük taneler genellikle monoklinik formda yer almaktadırlar.

ZrO<sub>2</sub> ile toklaştırılmış Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> seramiklerinin en önemli kullanım alanlarından birisi kesici uç uygulamalarıdır. Saf Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kesici uçlar yüksek hızda

metal işlemede belirli bir işleme derinliğine inebilmektedir. ZrO<sub>2</sub> ile toklaştırılmış Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ise daha yüksek hızlarda ve derinlikte işlemleri karşılamıştır [19].

### 2.2.2 SiC visker takviyeli alumina

Alumina matris içerisinde SiC visker takviyesi ilk olarak 1980'li yıllarına başında sıcak presleme yöntemi ile gerçekleştirilmiştir [6]. Sıcak presleme vakum fırın kullanılarak 1250-2000°C sıcaklıkta ve 280 MPa basınç altında gerçekleştirilmiştir. Yapılan testler sonucunda takviye edilmemiş alumina seramiklerinin kırılma tokluğu ve kırılma mukavemeti değerleri sırasıyla 4,6 MPa m<sup>1/2</sup> ve 600 MPa bulunurken, SiC visker ile takviye edilmiş alumina kompozit malzemesinin aynı mekanik özellikleri 9 MPam<sup>1/2</sup> ve 800 MPa tespit edilmiştir [20].

SiC viskerler fiberlere göre alumina matris içerisinde daha kararlı oldukları belirtilmiştir. Bunun nedenleri olarak ise viskerlerin tek kristal olması ve tane büyümesi ile yapılarının bozulmadığı ve ayrıca sitokiyometrik olarak saf SiC fiberlerden daha yakın olmaları, diğer bir deyişle oksijen içeriklerinin daha az olması gösterilmiştir.

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC sisteminin yoğunlaştırılması da rol oynayan en önemli faktörler basınç, ilaveler (safsızlıklar veya katkıları) ve visker miktarıdır. Wei ve Becher [20] hacimce % 60 visker içeriği ile çok düşük sıcaklıklarda teorik yoğunlukta kompozit malzeme ürettiklerini belirtmişlerdir.

### 2.2.3 ZrO<sub>2</sub> matrisli kompozitler

Daha öncede belirtildiği üzere ZrO<sub>2</sub>'nin mikroyapısı ve özellikleri proses koşullarındaki en küçük değişimlerden etkilenmektedir. Farklı ısıl genleşme katsayısına sahip partiküllerin ZrO<sub>2</sub>'ye ilavesi farklı sonuçlar doğurabilmektedir. ZrO<sub>2</sub>'nin termal iletkenlik katsayısı çok yüksektir ( $\approx 10 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ ). Bu nedenle ilave edilecek bütün takviyelerin matriste meydana gelecek ısıl gerilmeleri karşılamaları gerekmektedir. Gerilimler genellikle matris takviye faz ara yüzeyinde mikro çatlaklar oluşmasına neden olmakta, aynı



zamanda  $ZrO_2$ 'nin tetragonal  $\rightarrow$  monoklinik dönüşümü için kritik tane boyutunu etkilemektedir.

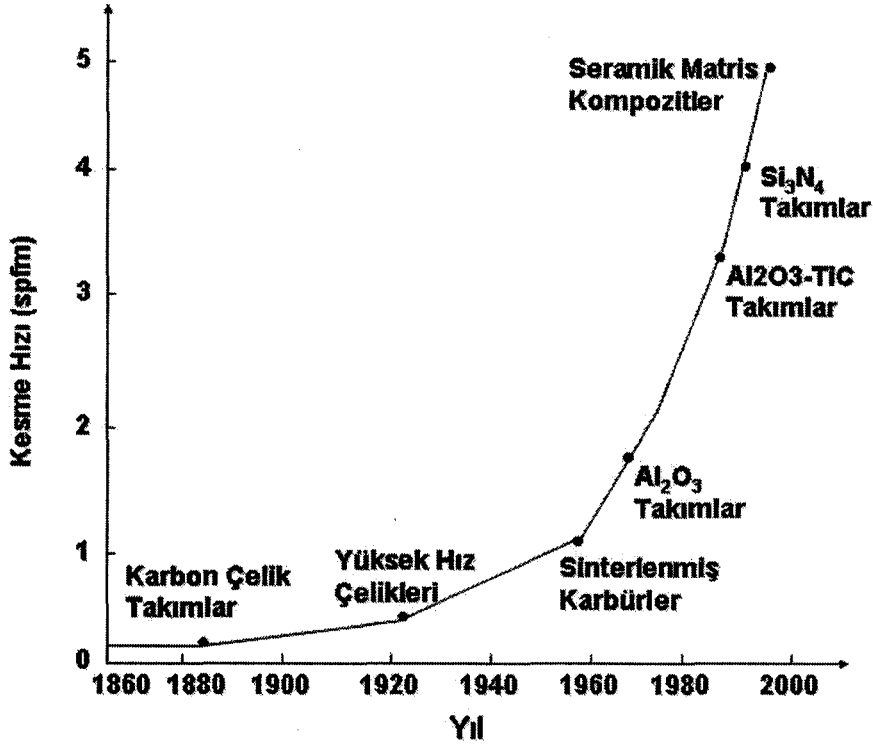
$ZrO_2$  esaslı kompozitler genellikle sıcak presleme veya sıcak izostatik presleme yöntemleri ile yoğunlaştırılmaktadır. Sıcak presleme ile üretilen seramik matris kompozitlerde takviye edici faz ilavesi matris tane boyutunun düşürülmesinde etkili olduğu belirtilmiştir [21]. Ayrıca indirgeyici ortamlarda gerçekleştirilen basınçsız sinterleme yönteminde tane boyutu düşürülmesinde ve tanelerin tetragonal formda kalmalarını desteklediği, fakat tokluk değerlerinin daha düşük olduğu tespit edilmiştir [22].

$ZrO_2$  matris içerisinde genellikle SiC visker ve partikül takviyeleri kullanılmaktadır.  $ZrO_2$ -SiC kompozitleri takviye faz olan SiC ün yüksek sıcaklıklarda oksidasyona uğraması nedeni ile yüksek sıcaklık uygulamaları için uygun bir malzeme değildir. SiC' ün oksidasyona uğraması sonucu tane ara yüzeylerindeki camsı faz miktarı artmakta ve bunun bir sonucu olarak tane ara yüzeylerinde mikro çatlak oluşumuna ve dolayısıyla  $ZrO_2$  tanelerinin dönüşümünün kolaylaşmasına neden olmaktadır [23]. Ayrıca  $ZrO_2$  ve SiC arasında meydana gelen reaksiyonlar sonucu ZrC,  $SiO_2$  ve CO gibi bileşikler oluşmaktadır. Oluşan bu bileşikler nihai malzemenin mekanik özelliklerini negatif yönde etkilemektedir.

### 3. SERAMİK KESİCİ UÇLAR

Her yıl milyonlarca ton metal çeşitli proseslerden geçirilerek işlenmektedir. Çalışma parçası ve işleme cihazı elemanlarına sahip metal işleme prosesinde yüksek hızlarda çalışan kesici uçlar çok önemli rol oynamaktadır. Buna bağlı olarak kesici uçların geliştirilmesi için bir çok faktörden bahsedilebilir. Üretim hızının artışı ve işlenebilirliğin azaltılarak yapısal alaşımların geliştirilmesi bu faktörlerden önemlileri olarak verilebilir. Tarihsel olarak kesici uçlar 1900'li yılların başında kullanılmaya başlanmış olup, ilk kullanılan kesici uç seramik-metal olarak adlandırılan kobalt bağlı tungsten karbürdür (WC-Co) [24].

Bir kesici uç uygulama esnasında aşınmaya, kimyasal reaksiyona, plastik deformasyona ve ısıl şoka dayanmalıdır. Gelişmiş seramikler sayılan özellikleri sağlayabildikleri için uzun süredir potansiyel olarak kesici uç uygulamalarında kullanılmaktadır. Seramik kesici uçlar sertliklerini yüksek sıcaklıklarda da korumaktadırlar. Ayrıca yüksek sertliğe sahip olup, çelik ve diğer metaller ile relatif olarak reaksiyona girme eğilimleri düşüktür, yüksek kesme hızları esnasında ortaya çıkan yüksek sıcaklıklarda deformasyona uğramadan diğer kesici uçlara göre daha uzun süreler dayanmaktadır. Gelişmiş seramik kesici uçlar gün geçtikçe artan üretim miktarını daha düşük maliyet ile karşılayabilmek için geliştirilme sürecindedirler. Seramik kesici uçların tarihsel olarak gelişimi Şekil 3.1.'de gösterilmiştir.



Şekil 3.1. Seramik kesici uçların tarihsel olarak gelişimi [25]

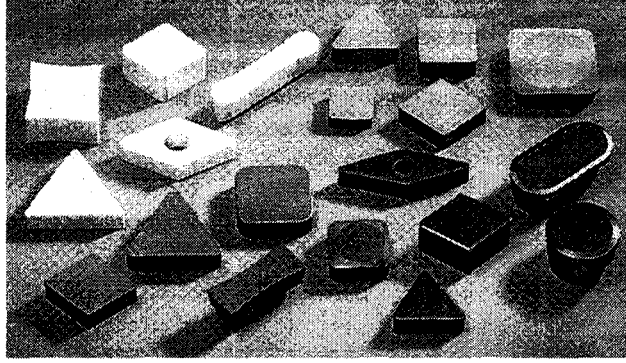
Seramik kesici uçlar metal işleme proseslerinde 1950’li yıllardan beri kullanılmaktadır [25]. Başlangıçta sahip oldukları düşük kırılma tokluğu ve çekme mukavemeti değerleri kullanım alanlarını kısıtlamış, 1970’lerden sonra ise aşağıdaki nedenlerden dolayı kullanımlarında hızlı bir gelişme gözlenmiştir [14].

- Seramik malzemelerin mikroyapıları, proses kontrolü ve geliştirilmesi ile yeniden düzenlenmiştir.
- Toklaşma mekanizması geliştirilmiş ve aynı zamanda ısıl şok dirençleri arttırılmıştır.
- Yüksek hızlarda işleme için yeni kesici uç kompozisyonları geliştirilmiştir.
- Yüzeyler gerilmelerden, çatlaklardan ve arındırılmıştır.

Seramik kesici uçları, geleneksel çelik ve tungsten karbür-kobalt kesici uçların yerine tercih edilmesinin temel nedenleri aşağıda verilmektedir:

- Birçok metalik malzeme ile tepkimeye girmeme özellikleri,
- Aşınma dirençlerinin oldukça yüksek oluşu,
- Yüksek sıcaklıklarda sertliklerini koruyabilmeleri,
- Sertlikleri.

Bu özelliklerin kombinasyonu, uzun kullanım ömrü ile birlikte, daha yüksek oranlarda metal işleyebilmeyi sağlamaktadır. Bir parçanın bitirilmesi istenilen toleranslara için operasyon zamanını kısaltır, üretimi hızlandırır ve daha verimli hale getirir. Parça başına maliyet düştükçe verim de artmış olur. Farklı geometrilere sahip seramik kesici uçlar Şekil 3.2.'de görülmektedir.



Şekil 3.2. Farklı geometrik şekillere sahip seramik kesici uçlar (NTK Grades,1995)

### 3.1 Kesici uçların metal işleme esnasındaki rolleri

Çalışma parçasından daha sert olan kesici uçlar ile malzemelerin işlenmesi esnasında kesici uçlar çok önemli bir role sahiptir. İşleme esnasında efektif bir sonuç elde etmek için kesici uçlar farklı spesifik alanlarda çok iyi özelliklere sahip olmalıdır. Bu alanlar ;

- aşınma direnci,
- yüksek sıcaklık sertliği,
- kimyasal kararlılık,
- kırılma tokluğu,
- ısıl şok direnci.

İşleme esnasında sürtünmeden dolayı meydana gelebilecek aşınmalar kesici uçların kullanım süresini azaltmaktadır. Bu nedenle iyi bir kesici uç yüksek aşınma direncine sahip olmalıdır. Kesici uçlarda işlem esnasında uç ile çalışma parçası arasında yüksek çalışma hızlarından dolayı yüksek sıcaklıklar

oluşmaktadır. Kullanılan kesici ucun bu yüksek sıcaklıklarda sertliğini koruyabilmesi istenmektedir [26].

Metal işleme esnasında meydana gelen en önemli problemlerden biriside uç ile çalışma parçası arasında meydana gelen kimyasal reaksiyonlardır. İşleme esnasında meydana gelen reaksiyonlar hem parçaya, hem de uca zarar vererek çalışma ömrünü ve üretimi azaltmaktadır. Bu nedenden dolayı kullanılacak kesici ucun kimyasal reaksiyonlara karşı kararlı olması istenen en önemli özelliktir. Bir diğer problemde işleme esnasında meydana gelen ısıl şoklardır. Eğer ısıl şok direnci düşük bir kesici uç kullanılırsa uçta çok kısa sürelerde farklı aşınma mekanizmaları ucun ömrünü azaltmaktadır. Bunun yanı sıra düşük ısıl şok direncine sahip kesici uçlar kesikli proseslere nazaran sürekli proseslerde kullanılabilir. Bir kesici uçtan istenen önemli özelliklerden biriside yüksek kırılma tokluğudur. Tokluk işleme esnasında meydana gelen kuvvetleri ve ani yükleri soğurarak uç ömrünün yüksek olmasını sağlamaktadır [26].

### **3.2. Dünyada Seramik Kesici Uçlar**

Metal işleme proseslerinde dünyada yıllık ortalama olarak 100 milyar dolar harcanmaktadır [27]. Bu miktarın 1 milyar doları ise kesici uçlara aittir. Dünya genelinde kullanılan kesici uçlar yüksek hız çeliklerini ve sementasyonlu karbür kesici uçları içermektedir. Fakat son yıllarda seramikler üzerine yapılan araştırma ve geliştirmeler sonucunda seramik kesici uçlar tungsten karbür esaslı uçların yerine kullanılmaya başlanmıştır. Kesici uç pazarına bakıldığında seramik kesici uçlar bu pazarın %3-10'unu oluşturmakta olup, Amerika'da bu miktar % 3-4 iken Japonya' da %8-10 arasında değişmektedir [28]. Bunun yanı sıra bazı metal işleme proseslerinde seramik kesici uçlar daha fazla ön plana çıkmaktadır. Örneğin; otomotiv sektörünün % 15'ini oluşturan dökme demir işlemlerinde seramik kesici uçlar % 50'lik bir pazar payına sahiptir [26]. Gelecekte yapılacak olan gelişmeler ile seramik kesici uçların tamamen yüksek hız çeliklerinin ve karbür esaslı uçların yerini alacağına kesin gözüyle bakılmaktadır. 1977-1995 yılları arasındaki gelişmiş seramiklerin satışlarını Çizelge 3.1.'de verilmektedir. Seramik kesici uçlar sayesinde 2000 yılında işleme prosesi maliyetlerinde 350 milyon dolar civarında bir düşme sağlanmıştır [29].

Çizelge 3.1. Dünya Geneline Gelişmiş Seramik Satışları (1977-1995) [29]

| Ürün          | 1977<br>(Milyar \$) | 1986<br>(Milyar \$) | 1991<br>(Milyar \$) | 1995<br>(Milyar \$) |
|---------------|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| Elektronik    | 813                 | 4808                | 10820               | 21375               |
| Kesici uçlar  | 58                  | 433                 | 885                 | 1625                |
| Isı motorları | 0                   | 0                   | 80                  | 675                 |
| Diğer         | 34                  | 167                 | 329                 | 825                 |
| Toplam        | 905                 | 5408                | 12200               | 24500               |

### 3.3 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Esaslı Seramik Kesici Uçlar

Yüksek sertlik, elastik modülü ve aşınma direnci, düşük elektrik iletkenliği, asitlere ve bazlara karşı kararlı bir yapıya sahip olması gibi özelliklerinden dolayı Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bir çok endüstriyel alanda kullanım olanağı bulmaktadır. Tipik Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ürünler olarak; kesici uçlar, sızdırmaz contalar, pompa parçaları, nozüller, öğütücü ortam, aşındırıcı plaka ve zırh gibi örnekler verilebilir. Ayrıca, yüksek saflıktaki Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> diş implantlar, protez, kalça kemikleri gibi protez ürünü olarak tıp sektöründe kullanılmaktadır [30].

Alumina seramikleri 20. yüzyılın başında ilk olarak aşındırıcı plaka ve kesici uç uygulamaları için geliştirilmeye başlanmıştır [30]. Bu malzemenin en büyük dezavantajı kırılma mukavemetinin düşük olmasıdır. Bunun nedenleri olarak sinterlenmiş malzemenin yüksek miktarda kapalı por içermesi ve tane büyümesinin engellenememesi olduğu tespit edilmiştir. Üretim süreci üzerine yapılan araştırmalar ve daha saf ve tane boyutu düşük hammaddeler kullanımı sonucu daha kaliteli Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> esaslı kesici uçların üretimini sağlamıştır. Ayrıca, sinterlemeyi kolaylaştırıcı ilaveler yüksek yoğunluğa sahip küçük taneli malzemelerin elde edilmesinde oldukça önemli rol oynamıştır. Ticari olarak en çok kullanılan ilave ağırlıkça %0,1 - 0,3 MgO'dur [30].

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> esaslı kesici uçlar düşük kırılma mukavemetlerinin yanı sıra düşük tokluk ve termal iletkenlik özelliklerine de sahiptir. 1970'lerin başında Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'e ZrO<sub>2</sub> ilave edilmesi ile bu tip dezavantajların düzeltilmesi sağlanmıştır. Bu

gelişmelerin nedeni  $ZrO_2$ 'nin özelliklerine bağlanmaktadır. Saf  $ZrO_2$ 'nin tetragonal kristal yapısı soğuma esnasında monoklinik kristal yapıya dönmekte ve bu esnada hacimsel bir genişleme meydana gelmekte, bu hacimsel büyüme oluşan çatlakların mikro çatlaklar haline dönüşmesine neden olarak çatlakların ilerleme hızını durdurmak suretiyle kırılma tokluğunu arttırmaktadır.  $ZrO_2$  tetragonal halde kalabilmesini sağlamak için farklı miktarlarda  $Y_2O_3$ ,  $MgO$ ,  $CaO$  ilaveleri kullanılmaktadır [30].

Alumina seramiklerinin düşük termal şok direncinin nedeni ise sahip oldukları düşük termal iletkenlik değeridir. Bu özelliğin iyileştirilmesi yapı içinde ağırlıkça % 20-40 TiC ve TiN gibi metalik faz ilavesi ile gerçekleştirilmektedir. Bu ilaveler yüksek termal şok direnci sağlamalarının yanı sıra yüksek sertlik, mukavemet ve tokluk değerleri elde edilmesini de sağlamaktadır. Bu tip seramikler 1960'ların başında kullanılmaya başlanmış olup, en çok tercih edilen ilave TiC'dür [30].

### 3.4. $Al_2O_3$ -TiC/TiCN Kesici Uçlar

$Al_2O_3$ /TiC seramik kesici uçları günümüzde yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Bu kompozit malzemeye neden ihtiyaç duyulduğunu anlayabilmek için öncelikle metal işleme prosesi esnasında bir kesici uçtan istenen özelliklerin bilinmesi gereklidir.

Özellikle titanyum ve alaşımları gibi kimyasal olarak aktif metallerin işlenmesi sırasında kesici uç çok yüksek sıcaklıklara ve işlenecek malzemenin kimyasal aktifliğine göre farklı aşınma mekanizmalarına maruz kalmaktadır. Bu gibi durumlarda öncelikle kesici uçtan beklenen en önemli özellik oda sıcaklığında sahip olduğu sertlik, basma mukavemeti, aşınma direnci ve kimyasal olarak tepkimeye girmeme gibi fiziksel ve kimyasal özelliklerini kullanım sıcaklığında da korumasıdır. Bu durumun sağlanabilmesi için yapılması gereken ilk şey işlenecek malzemenin özellikleri, çalışma sıcaklığı ve malzemenin çalışma sıcaklığındaki kimyasal aktifliği göz önüne alınarak kesici uç kompozisyonunun hazırlanmasıdır. Örneğin; elmas dışında tüm saf seramik kesici uçlar ve sert metal kesici uçlar Ti ve alaşımlarının işlenmesi esnasında şiddetli kimyasal etkileşim nedeni ile hızla aşınırlar [31].

Seramik kesici uçların diğer sert metal kesici uçlara tercih edilmesinin en büyük nedeni çok yüksek çalışma sıcaklıklarında bile kimyasal kararlılıklarını ve çeşitli ilaveler ile sertlik ve tokluk değerlerini koruyabilmeleridir. Sert metal kesici uçlarda ise sisteme ilave edilen ikinci faz daha çok metalik karakterde ve sünek bir fazdır (Ör: Co ve Ni gibi). Bu malzemeler kesici ucun çalışma sıcaklığındaki karakterini belirlemektedir ve genelde kimyasal olarak aktiftirler. Bunun sonucu olarak da işleme esnasında çalışma parçası yüzeyinde istenmeyen bir faz oluşumuna sebep olurlar. Seramik kesici uçlarda ise bu söz konusu değildir.

Saf  $Al_2O_3$  kesici uçlar sahip oldukları kovalent karakterden dolayı kimyasal olarak kararlıdır ve çok yüksek sıcaklıklarda bile çalışma parçası ile etkileşmezler. Örnek olarak; çelik işlenmesi esnasında sert metallere göre çözünürlükleri daha düşüktür ve pratik olarak çeliğin ergime sıcaklığına kadar herhangi bir yüzey etkileşimine girmezler. Ayrıca diğer kesici uç türlerine göre daha yüksek hızda çalışabilmektedirler.

Bu tür kesici uçların ve diğer seramik kesici uçların en büyük dezavantajları tokluk ve termal şok dayanımları değerlerinin sert metal kesici uçlara göre daha düşük olmasıdır. Yapılan çalışmalar sonucunda zamanla seramik malzemelere yapılan ikinci faz takviyeleri ile üretilen kompozit malzemeler bu dezavantajları da ortadan kaldırmıştır [30].

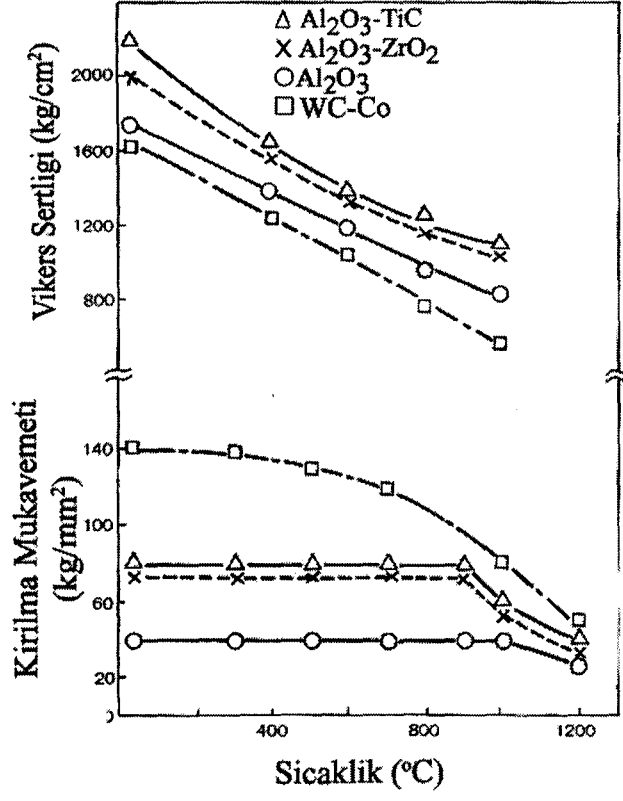
$Al_2O_3$  kesici uçlarda kullanılan en önemli takviye ilave malzemeler SiC viskerler,  $ZrO_2$ , TiC ve TiCN partikülleridir.  $Al_2O_3$ /TiC seramikleri “siyah seramik” olarak adlandırılmaktadır [31]. Genellikle ağırlıkça %30-35 TiC ilaveli olarak kullanılmaktadırlar. TiC yüzey merkezli kübik yapıda, iyonik bağlı çok sert bir karbürdür. En önemli özelliklerinden birisi yüksek sıcaklıklarda bile sertliğini ve kimyasal kararlılığını korumasıdır [31].  $Al_2O_3$  içinde TiC partiküllerinin homojen bir şekilde dağıtılması sonucu elde edilen kompozit malzemenin diğer kesici uç malzemeleri ile özelliklerinin karşılaştırılması Çizelge 3.2.’de verilmiştir.



Çizelge 3.2. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC kesici uçların farklı malzemeler ile karşılaştırılması [31]

|  | Sinterlenmiş<br>Alümina | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -ZrO <sub>2</sub> | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -% 30<br>TiC | Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> | SiAlON |
|--|-------------------------|--|---|--------------------------------|--------|
| <b>Vickers Sertliği</b>                                      | 1900                    | 2000   | 2200  | 2200                           | 2250   |
| <b>Kırılma Tokluğu<br/>(MPam<sup>-1/2</sup>)</b>             | 3,8                     | 4,5  | 5,25  | 5                              | 5,5    |
| <b>Elastik Modül<br/>(GPa)</b>                               | 440                     | 430  | 420   | 317                            | 300    |
| <b>Termal İletkenlik<br/>(W/m/K)</b>                         | 8,4                     | 2  | 17  | 10                             | 21,3   |
| <b>Termal İletkenlik<br/>Katsayısı (<math>\alpha</math>)</b> | 7,5                     | 10,6   | 7,6   | 3,2                            | 3      |

TiC ilavesi ile kırılma tokluğunun arttığı gözlenmektedir. Genelde karbürlerin kırılma tokluğu düşüktür, çünkü çoğu geçiş metal karbürlerinin kristal yapıları hegzagonal yapıdadır (Ör:WC ve TaC gibi) ve sertlikleri yüksek olduğu için yapıda herhangi bir çatlak oluştuğunda ve çatlak karbür tanesine geldiğinde transgranüler kırılma ile taneleri kırar. Bu yüzden bu tür malzemelerin kırılma tokluğu düşüktür [31]. TiC ise karesel paketlemeye sahiptir ve atomlar arası bağlar daha kısa ve kuvvetlidir. Bu nedenle diğer karbürlere göre sertliği ve tokluğu daha yüksektir [15]. TiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> matris içine ilave edildiğinde Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'in kırılma tokluğunu çatlak kalkanlama mekanizması ile arttırmaktadır. TiC ilavesinin yapıya kattığı bir diğer özellikte malzemenin yüksek çalışma sıcaklıklarında da sertliğini ve termal özelliklerini korumasıdır. Sahip olduğu yüksek termal iletkenliği Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'in düşük termal şok dayanımını yükseltmektedir [31]. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC kesici uçların sertlik ve kırılma mukavemetlerinin farklı kesici uçlar ile olan karşılaştırılması Şekil 3.2. de verilmiştir.

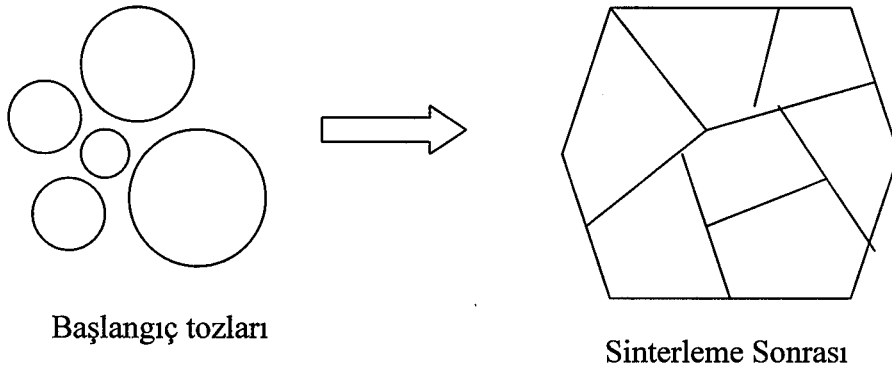


Şekil 3.2. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC kesici uçların sertlik ve kırılma mukavemetlerinin farklı kesici uçların karşılaştırılması [31]

## 4. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC/TiCN KOMPOZİT MALZEMELERİNİN ÜRETİM YÖNTEMLERİ

### 4.1. Sinterleme Tanımı ve Sinterleme Mekanizmaları

Teknik terminolojide sinterleme terimi, metalik veya metalik olmayan anorganik tozlardan oluşan katı ürünlerin ergime sıcaklıklarının  $\frac{1}{2}$  veya  $\frac{3}{4}$  üne kadar ısıtılmaları anlamına gelmektedir [32]. Bu işlem esnasında taneler farklı difüzyon mekanizmaları ile bir araya gelirler zamanla yapı içindeki boşluklar kapanır ve bu nedenle parçada çekmeler oluşur. Sonuçta yoğun bir yapı elde edilir. Genel olarak sinterleme mekanizması Şekil 4.1.'deki gibi ifade edilebilir.



Şekil 4.1. Şematik olarak sinterleme sistemi [32]

Sinterleme genellikle partiküllerin birleşmesi ve porozitenin yok olması gibi fiziksel değişimlerin sırayla gerçekleşmesi ile meydana gelmektedir. Başlangıç aşamasında taneler hareket eder, birbirine yakın taneler arasındaki temas noktaları artar ve bu şekilde boyun oluşumu sağlanır. Temas noktalarında yüzey enerjisi daha yüksek olduğu için bu bölgelerde malzeme taşınımı daha kolay gerçekleşmektedir. Başlangıç aşamasında gerçekleşen fiziksel değişimler Çizelge 4.1.'de görülmektedir [32].

**Çizelge 4.1.** Sinterleme aşamaları ve bu aşamalar esnasında meydana gelen fiziksel değişimler [33]

| <b>Sinterleme Aşamaları</b> | <b>Fiziksel Değişimler</b>         |
|-----------------------------|------------------------------------|
| <b>1. Aşama (Başlangıç)</b> | Partiküllerin yeniden düzenlenmesi |
|                             | Partiküller arası boyun oluşumu    |
| <b>2. Aşama (Ara Aşama)</b> | Boyun büyümesi                     |
|                             | Tane büyümesi                      |
|                             | Yüksek çekme                       |
|                             | Devamlı porlar                     |
| <b>3. Aşama (Son)</b>       | Tane büyümesi (devam)              |
|                             | Devamsız porlar                    |
|                             | Tane sınır porlarının eliminasyonu |

Sinterleme bir çok farklı mekanizma ile oluşmaktadır (Çizelge 4.2.) Her mekanizma tek başına veya birbirleri ile birlikte yoğunlaşmayı sağlayabilirler.

**Çizelge 4.2.** Sinterleme aşamaları [33]

| <b>Sinterleme Türü</b>         | <b>Malzeme Taşınım Mekanizması</b> | <b>Sinterleme İçin İtici Güç</b>                       |
|--------------------------------|------------------------------------|--|
| <b>Gaz fazı Sinterleme</b>     | Buharlaştırma-yoğunlaşma           | Buhar basıncı farklılığı                               |
| <b>Katı Hal Sinterleme</b>     | Difüzyon                           | Serbest enerji ve/veya kimyasal potansiyeldeki değişim |
| <b>Sıvı Faz Sinterleme</b>     | Viskoz akış, difüzyon              | Kapiler basınç, yüzey gerilimi                         |
| <b>Reaktif Sıvı Sinterleme</b> | Viskoz akış, çözültü- çökeltme     | Kapiler basınç, yüzey gerilimi                         |

## 4.2. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC/TiCN Kompozit Malzemelerinin Sinterleme Yöntemleri

### 4.2.1. Sıcak presleme yöntemi ile sinterleme

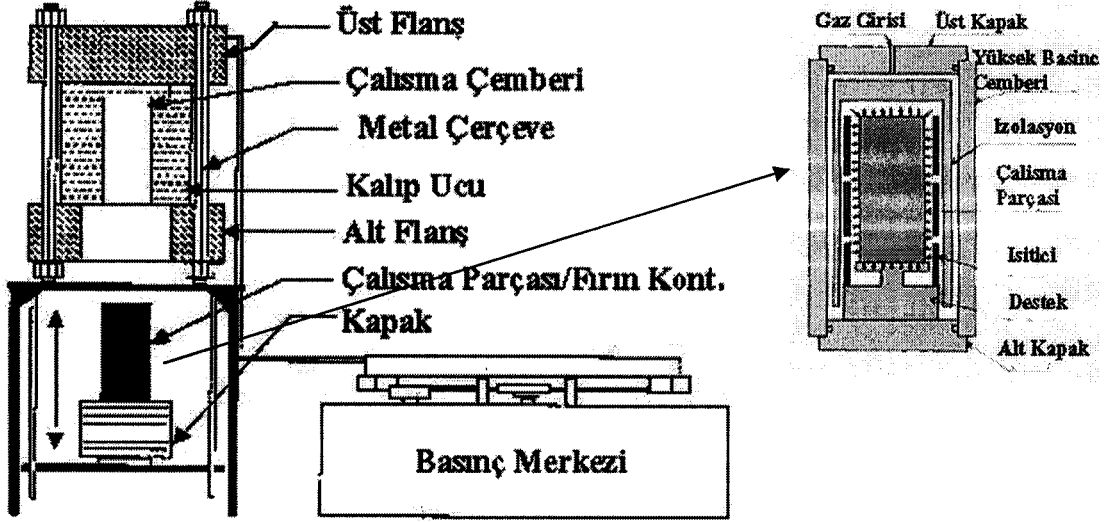
Sıcak presleme yüksek yoğunluk elde etmek için harici basınç ve sıcaklığın aynı anda uygulandığı en önemli üretim proseslerinden birisidir. Uygulanan basınç yüksek yoğunluk eldesi için itici kuvvet rolünü oynamaktadır [34].

Sıcak preslemenin kaçınılmaz bir proses olarak seçilmesinin en önemli nedenleri düşük sıcaklıklarda ve kısa sürelerde yüksek yoğunluk eldesinin yanı sıra homojen ve kuvvetli bir mikroyapının elde edilebilmesidir. Bu yöntemle tane boyutu kontrol altına alınabilmekte ve bu sayede mikroyapı kontrolü sağlanabilmektedir [34]. Ayrıca geleneksel sinterleme metotlarına göre daha az sinterleme ilavesi kullanılarak istenilen özellikler elde edilmekte ve boyut değişimi kontrol edilebilmektedir. İki farklı sıcak presleme yöntemi vardır. Bu yöntemler; tek yönlü sıcak presleme(HP) ve sıcak izostatik preslemedir(HIP). İki yöntem arasındaki tek fark tek yönlü sıcak preslemede adından da anlaşılacağı üzere basıncın tek yönlü olarak uygulanmasıdır [34].

### 4.2.2. Sıcak izostatik presleme (HIP)

Sıcak izostatik presleme tekniği farklı sıcaklıklarda her noktaya eşit basıncın uygulanması esasına dayanmaktadır (Şekil 4.3.). Basınç özel bir basınç çemberi içinde azot (N<sub>2</sub>) ve argon (Ar) gibi gazlar ile sağlanmaktadır. Basınç çemberi içinde bulunan ısıtıcı elemanlar ısıtma işlemini yerine getirmektedir. Bu teknikte uygulanabilen basınç 100-300 MPa arasında değişmekte, sıcaklık ise 2000°C' ye kadar çıkabilmektedir. Bu koşullar altında Ar gazı suyun viskozitesine sahiptir ve sıcaklık konveksiyon ve radyasyon yolu ile iletilmektedir. HIP yönteminde sıcaklık ve basıncın uygulanma süresi 1 saat ile 8 saat arasında değişebilmekte ve uygulanacak malzemeye göre basınç, sıcaklık ve zaman parametreleri değişmektedir. Modern HIP cihazlarını üç değişkenin gözlenebildiği ve işlem çevriminin kontrol edilebildiği mikro işlemcilerle sahiptir. Bu yöntemin basınçsız sinterlemeye göre en büyük avantajı sıcaklık ve basıncın aynı anda uygulanabilmesi ve bu sayede sinterleme işleminin daha kısa sürede

tamamlanmasını, ayrıca sinterlemeyi kolaylaştırıcı ilavelerin minimum düzeyde kullanılmasını sağlar. Geleneksel sinterleme yöntemlerinde genellikle ağırlıkça % 5-15 miktarda ilave kullanılmaktadır. Bu ilaveler yapı içinde buldukları miktara göre son ürünün özelliklerini kötü etkileyebilmektedir [35].



Şekil 4.2. Sıcak izostatik presleme [35]

#### 4.2.3. Mikrodalga yöntemi ile sinterleme (M.S.)

Mikrodalga enerjisi seramikler ve seramik matrisli kompozit malzemelerin üretiminde kullanılan en son tekniklerden birisidir. Geleneksel sinterleme yöntemlerinde ısı harici bir kaynak tarafından sağlanmakta, fakat mikrodalga yönteminde evlerde kullanılan mikrodalga fırınlarında olduğu gibi ısı içsel olarak malzemenin içinde oluşturulmaktadır. Bu yöntemde oluşan içsel sürtünme kayıpları hacimsel ısıtmaya neden olmaktadır. Mikrodalgalar, elektromanyetik dalgaların 0,3-300 GHz frekans aralığında üretilmesini sağlamaktadır. Bu dalgalar polarize özelliğe sahiptir. Bu yöntem ile büyük parçalar düşük ısı değişimlerinden dolayı daha kolay bir şekilde sinterlenmektedir [35].

Mikrodalga prosesinde mikrodalga yayını geleneksel ısıtma yöntemlerine göre 50 kat daha fazladır. Ayrıca ısı kaybı çok düşük olmakta ve daha az enerji kullanılmaktadır. Bu özellikleri sayesinde M.S. yöntemi geleneksel yöntemlere göre daha ekonomik bir prosestir.

Goldstein ve Singurindi [36]  $Al_2O_3$ -TiC kompozitlerinin sinterlenmesi esnasında  $1500^\circ C$  üzerinde bileşenler arasında meydana gelen istenmeyen reaksiyonların önlenmesi için daha hızlı bir sinterleme tekniği olan mikrodalga yöntemi ile sinterlemeyi denemişlerdir. Yaptıkları çalışmada  $0,7 \mu m$  boyutunda  $Al_2O_3$  tozu ile  $1-4 \mu m$  tane boyutu aralığındaki TiC tozunu bir saat süre ile atritör değirmende karıştırmışlar, daha sonra elde edilen tozu  $200 MPa$  basınç altında şekillendirerek  $2,45 GHz$  hızla mikrodalga sinterleme fırınında sinterlemeye tabi tutmuşlardır. Sinterleme esnasında ortam atmosferi olarak Ar-%12  $N_2$  gazı tercih edilmiştir. Sinterleme sonrası numune yoğunlukları teorik yoğunluğun % 96' sına kadar sağlanabilmiş ve yoğunluk arttırmak için numuneler  $1600^\circ C$  de  $200 MPa$  basınç altında yarım saat süre ile sıcak izostatik presleme işlemine tabi tutulmuştur. Bu işlem sonrası yoğunluk değerleri tekrar istenilen düzeye ulaşmamış ve teorik yoğunluğun % 98,5' inde kalmıştır.

### **4.3. $Al_2O_3$ -TiC/TiCN Kompozit Malzemelerinin Sinterlenmesi Üzerine Daha Önce Yapılan Çalışmalar**

Konu ile ilgili mevcut daha önce yapılan çalışmalar sonucunda,  $Al_2O_3$ -TiC kompozitlerinin soğuk presleme ve takiben geleneksel sinterleme metotları kullanılarak kapalı por düzeyine sinterlenmesinin gerçekleştirilemediği görülmüş ve yüksek mukavemete sahip kompozitler üretmek için sinterleme esnasında mutlaka yüksek basınçlar gerektiği belirtilmiştir [37]. Ticari olarak kullanılan bütün  $Al_2O_3$ -TiC kesici takımlar genellikle sıcak presleme yöntemi ile üretilmekte, fakat bu yöntemle üretilen takımlar daha sonra kesme ve taşlama işlemlerinden geçirildikleri için üretim maliyetleri yükselmekte ve bu yüzden malzemelerin yaygın kullanımını kısıtlamaktadır.

#### **4.3.1. Isıtma hızının yoğunlaşması üzerine etkisi**

Borom ve Lee [37] yapmış oldukları çalışmalarda  $Al_2O_3$ -TiC kompozitlerinin sinterleme esnasında yüksek ısıtma hızlarının kullanımının yoğunlaşma üzerine olan etkilerini incelemişlerdir. Çalışmada başlangıç kompozisyonu  $Al_2O_3$  ve ağırlıkça % 30 TiC olarak seçilmiştir. Sinterleme silindir

şeklinde molibden esaslı ısıtıcı elemanlara sahip atmosfer kontrollü bir yüksek sıcaklık fırınında He, H<sub>2</sub>, Ar, N<sub>2</sub> gazları kullanılarak yapılmıştır. Sinterleme esnasındaki ısıtma hızları 20°C/dak. ile 400°C/dak. arasında seçilmiş olup, 325°C üzerinde 400°C/dak. hızla maksimum sinterleme sıcaklığına (1950°C) çıkılmış ve bu sıcaklıkta çok kısa bekleme süresi ile teorik yoğunluğa % 97'nin üstünde değerlerle yaklaşmışlardır. Sinterleme sonrası meydana gelen çekme miktarları dilatometre vasıtasıyla gerçekleştirilmiş ve yaklaşık olarak % 9'luk bir çekme tespit edilmiştir. Dikkat çeken bir diğer sonuç izotermal ısıtma hızında 1800°C üzerine çıkıldığında yoğunlukta çok az bir artış olması ve yüzey bozunumunun gözlenmesi olmuştur. Yüksek ısıtma hızlarının seçilmesinin nedenleri olarak hem alüminanın yüksek sıcaklıklarda gerçekleşen tane büyümesini engellemek, ve iki faz arasında oluşan kimyasal reaksiyonların en az düzeyde oluşmasını sağlamak olduğu ifade edilmiştir. Ayrıca çalışma sonucunda bileşenler arasında meydana gelen kimyasal reaksiyonların 1500°C' de başladığı belirtilmiştir.

Bu konuda daha sonraki yıllarda yapılan bir çalışmada [38] diğer çalışmadan farklı olarak daha büyük parçalar olan kesici uç şeklindeki numuneler aynı ısıtma hızında ve aynı sıcaklıkta sinterlenmiş, fakat termal çatlaklar meydana geldiği gözlenmiştir. Bunun üzerine farklı bir sinterleme diyagramı kullanarak yapılan denemelerde çatlak oluşumu ortadan kaldırılmıştır. Borom ve Lee ayrıca sinterleme atmosferinin yoğunlaşma üzerine olan etkisini de çalışmalarında deęinmişlerdir. % 100 He atmosferi ve He + % 20 CO atmosferini karşılaştırdıklarında CO ilaveli atmosferin gaz oluşturuıcı reaksiyonlar üzerinde daha etkili olduğunu ve numunelerdeki çekme miktarının daha düşük olduklarını göstermişlerdir. Elde edilen numuneler daha sonra sıcak izostatik pres işlemine tabi tutularak yapıda %1-5 miktarında kalan gözenek miktarını düşürmek hedeflenmiştir. 1400°C üzerinde yapılan sinterlemelerde numunelerin yoğunluğunun % 99,5'in üzerinde olduğu ve çok yüksek sertlik değerine sahip olduğu belirtilmiştir.



#### 4.3.2. Basınçsız sinterleme ve toz yatağı kullanımının sinterleme üzerine etkisi

Lee ve ark. [39] bu kompozit malzemelerin sinterlenmesi esnasında en önemli rolün bileşenler arasında meydana gelen reaksiyonlar olduğu üzerinde durmuş ve çalışmalarında termodinamik olarak meydana gelen reaksiyonları incelemişlerdir. Bu amaçla 1700°C sıcaklıkta 40 MPa basınç altında vakum sıcak presleme yöntemi ile ürettikleri TiC parçasını (ingot) alumina tozuna gömerek 1650°C de 8 saat He atmosferinde sinterleyip reaksiyon çiftleri oluşturmuşlardır. Daha sonra sinterlenen numunelere optik mikroskop ve XRD teknikleri vasıtasıyla incelemişlerdir. Çalışmanın ikinci bölümünde ise karşılaştırma amacı ile önce sıcak presleme yöntemi ile Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-% 30 TiC numuneleri üretilmiş daha sonra aynı kompozisyona sahip farklı numuneler oluşabilecek kimyasal reaksiyonları minimuma indirmek için farklı toz yatakları (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + C, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + TiC, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> +C + TiC) kullanılarak He atmosferi altında 1870°C de 10 dak. basınçsız sinterlenmiştir. Termodinamik çalışmalarda bileşenler arasında farklı sıcaklıklarda (1523°C, 1727°C ve 1927°C) meydana gelen reaksiyonlar sonucu farklı oranlarda Al(g), Al<sub>2</sub>O(g), TiO(g), TiO<sub>2</sub>(s) ve CO(g) oluştuğunu belirtmişlerdir. Hazırlanan reaksiyon çiftleri incelendiğinde sinterleme başlangıcında oluşan gazların açık gözeneklerden kolayca çıktığı ve toplamda % 7,8'lik bir kütle kaybı olduğunu gözlenmiştir.

Toz yatağı kullanılarak üretilen numunelere bakıldığında sinterleme esnasında oluşan Al<sub>2</sub>O(g), CO(g) ve TiO(g) bileşenlerinin buharlaşmayı engellediği ve teorik yoğunluğun % 94 ve üstünde olduğunu tespit etmişlerdir. Toz yatağı etkisi Çizelge 4.3.'de gösterilmiştir. Ayrıca sıcak presleme ile üretilen numuneler ile karşılaştırıldıklarında sertlik ve kırılma tokluğu değerlerinin yakın oldukları belirtilmiştir.

Çizelge 4.3. Farklı toz yataklarının yoğunlaşma üzerine etkisi [39]

| Toz Yatağı  | Oluştugu Kabul Edilen Gaz Bileşenleri | Yoğunluk (% Teorik Yoğ.) |
|---|---------------------------------------|--------------------------|
| -   | -                                     | 89,5                     |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +% 30 TiC          | Al <sub>2</sub> O, CO, TiO            | 93,6                     |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +% 20 TiC          | Al <sub>2</sub> O, CO                 | 95,3                     |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + %10 C + % 15 TiC | Al <sub>2</sub> O, CO, TiO            | 96,7                     |

#### 4.3.3. Farklı katkı malzemelerinin sinterleme üzerine etkisi

Chae ve ark. [40] Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilavesinin ve alternatif bir sinterleme yöntemi olan geleneksel sinterleme sonrası sıcak izostatik presleme tekniğinin bu kompozit malzemelerin yoğunlaşması üzerine olan etkisini incelemişlerdir. Hazırladıkları numuneleri önce aynı kompozisyona sahip bir toz yatağına gömerek 1600°C ve 1700°C sıcaklıklarda 1 saat basınçsız sinterleyip kapalı por durumuna getirmişlerdir. Daha sonra 1600°C de 30 dk boyunca 120 MPa basınç altında sıcak izostatik preslemeye tabi tutmuşlardır. Elde edilen sonuçlara göre de ağırlıkça % 0,35 den düşük Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilaveleri yoğunlaşmayı arttırmakta, ayrıca ilave edilen Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>' in alumina tanelerinin yüzeyini kaplayarak TiC ile aralarında oluşan gaz oluşturucu reaksiyonları önlediği savunulmuştur. Ağırlıkça % 0,35 in üzerinde Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilavesinin de yoğunlaşma üzerinde negatif etkisi olduğu gözlenmiştir.

Yapılan diğer bir çalışmada tamamen kapalı gözenek durumunda sinterleme için TiC yerine Ti(CO) kullanımı veya sinterlemeye yardımcı olarak çeşitli metal oksitler sisteme ilave edilmiş, fakat bu ilavelerin kompozit malzemelerin mekanik özelliklerini beklenildiğinin aksine düşürdüğü tespit edilmiştir [40].

Cai ve arkadaşları [41] yaptıkları bir çalışmada farklı oranlarda TiC ( hacimce %16-30) ilaveleri ile hazırlanan kompozisyonlara hem sinterleme sıcaklığını düşürmek, hem de gaz oluşturucu reaksiyonları önlemek amacı ile % 1 oranında Al metali ilave ederek toz yataklı bir sistemde 1750-1800°C' de 30 dak.

boyunca basınçsız sinterleme uygulamışlardır. Sonuçlara göre en yüksek yoğunluk değeri ve en iyi mekanik özellikler % 30 TiC ilaveli kompozisyon ile elde edilmiş (%98,4 teorik yoğunluk) ve Al ilavesinin poroziteye neden olan gaz oluşturuvcu reaksiyonlar üzerinde olumlu etkisi olduğu savunulmuştur.

Li ve arkadaşları [42] daha öncede bahsedilen  $Al_2O_3$  ve TiC arasında meydana gelen bozucu reaksiyonları engellemek ve ayrıca kompozit malzemenin tokluğunu arttırmak için düşük miktarda kobalt ilavesini denemişlerdir. Deneysel çalışmalarda kimyasal çöktürme metodu ile  $Al_2O_3$  ve TiC partiküllerin etrafını kobalt film ile kaplamışlar, kaplanan tozlar daha sonra pelet haline getirilerek sıcak presleme yöntemi ile sinterlenmiştir. Yapılan analizler sonucunda yeni malzemenin kırılma tokluğu  $5,2 \text{ MPa m}^{-1/2}$  den  $7,9 \text{ MPa m}^{-1/2}$  a yükseldiği, ancak sertlik değerinin daha düşük olduğu belirtilmiştir. Ayrıca yapılan aşınma ve erozyon direnci testlerinde taneler arasında yer alan kobaltın oluşan stresi sönümleyerek plastik deformasyona neden olduğu ve çatlak oluşum enerjisini daha düşük seviyelere çektiği belirtilmiştir.

#### **4.3.4. Farklı toz sentezi yöntemlerinin sinterleme üzerine etkisi**

Lee ve arkadaşları [43] yaptıkları çalışmada geleneksel yöntemlerden farklı olarak SHS prosesini kullanarak elde ettikleri  $Al_2O_3$ -TiC tozlarının basınçsız sinterleme ve sıcak presleme ile yoğunlaşma davranışlarını incelemişlerdir. Toz sentezi için  $TiO_2/C/Al$  toz sistemini kullanarak silindirik şekilli peletler elde edilmiş ve bu peletler SHS reaktörüne bağlı olan bir ön ısıtma fırınında Ar atmosferi altında yanma reaksiyonuna tabi tutulmuştur. Ayrıca, karşılaştırma amaçlı olarak ticari  $Al_2O_3$  ve TiC tozları kullanılarak ayrı bir kompozit toz elde edilmiş ve her iki örnek aynı sinterleme koşullarında sinterlenmiştir. Elde edilen yoğunluk ve mekanik özellik değerleri Çizelge 4.4' de verilmiştir.

**Çizelge 4.4.** SHS prosesi ve ticari toz karışımı ile elde edilmiş  $Al_2O_3 - \% 48 TiC$  kompozit malzemelerinin özelliklerinin karşılaştırılması [43]

| Teknik               |        | % Teorik Yoğ. | Sertlik (GPa) | Eğilme Mukavemeti (MPa) | Kırılma Tokluğu (MPa m <sup>-1/2</sup> ) |
|----------------------|--------|---------------|---------------|-------------------------|--|
| Basınçsız Sinterleme | SHS    | 95,2          | 17,5          | 468 ± 43                | 4,9 ± 0,2                                |
|                      | Ticari | 95,1          | 16,9          | 420 ± 54                | 5,2 ± 0,3                                |
| Sıcak Presleme       | SHS    | 98,8          | 20,5          | 775 ± 40                | 4,2 ± 0,3                                |
|                      | Ticari | 99,2          | 20,9          | 810 ± 70                | 4,7 ± 0,4                                |

## 5. AMAÇ

Bu tez çalışmasının amacı, genellikle sıcak presleme ve sıcak izostatik presleme gibi sinterleme sonrası işlem gerektiren pahalı teknikler ile üretilen  $Al_2O_3$ -TiC kompozit malzemelerini geleneksel basınçsız sinterleme ve daha önce hiç denenmemiş gaz basınçlı sinterleme yöntemleri ile sinterleyerek yüksek yoğunluk sağlamaktır. Çalışmada ayrıca takviye faz olarak kullanılan TiC yerine aynı oranlarda TiCN ilavesi yapılarak bu yeni tip kompozitlerin yoğunlaşma ve mekanik özellikleri incelenmiştir

Anadolu Üniversitesi, Seramik Mühendisliği Bölümünde bu konu üzerine gerçekleştirilen daha önceki çalışmalarda  $Al_2O_3$ ' ya farklı ağırlıkça TiC, TiCN, ve  $ZrO_2$  ilaveleri yapılarak basınçsız sinterleme denemeleri gerçekleştirilmiştir [44, 45]. Hazırlanan kompozisyonlar Çizelge 4.5 de verilmiştir.

**Çizelge 5.1.** Önceden yapılan çalışmalarda hazırlanan kompozisyonlar [44]

| <b>Kompozisyonlar</b>                       |
|---|
| % 25 TiC + % 75 $Al_2O_3$                   |
| % 25 TiCN + %75 $Al_2O_3$                   |
| %30 TiC + % 70 $Al_2O_3$                    |
| % 30 TiCN + % 70 $Al_2O_3$                  |
| % 28,8 TiCN + % 67,2 $Al_2O_3$ +%4 $ZrO_2$  |
| % 28,8 TiC + % 67,2 $Al_2O_3$ + % 4 $ZrO_2$ |

Bu çalışmalarda en yüksek yoğunluk değerleri % 30 TiC ve % 30 TiCN içeren numunelerde elde edilmiştir[44].

## 6. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

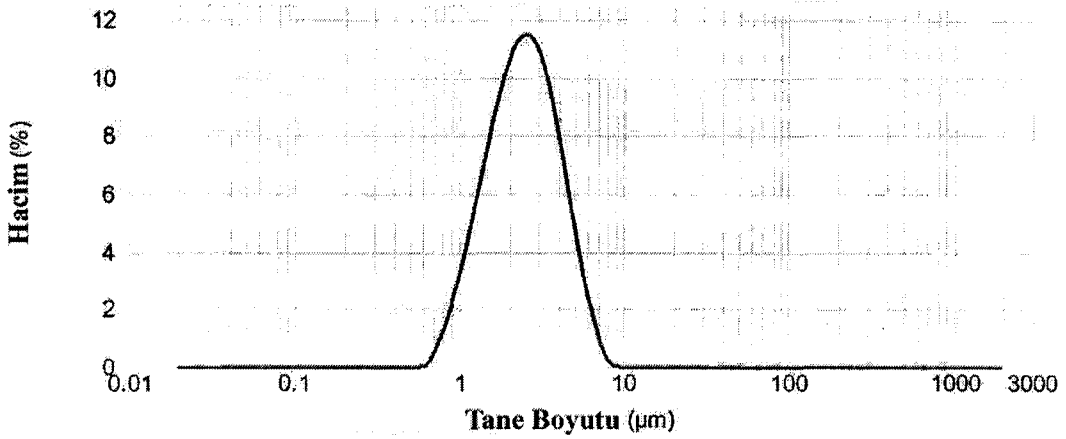
### 6.1. Kullanılan Hammaddeler

$Al_2O_3$ -TiC ve  $Al_2O_3$ -TiCN kompozit malzemelerinin hazırlanması için Sumitomo (Japonya) firmasından temin edilen AES 11C kodlu alumina tozu, H. C. Stack firmasından temin edilen TiC ve TiCN tozları kullanılmıştır. Tozlara ait teknik spesifikasyonlar Çizelge 6.1’ de verilmektedir.

Çizelge 6.1. AES 11C tozunun kimyasal bileşimi

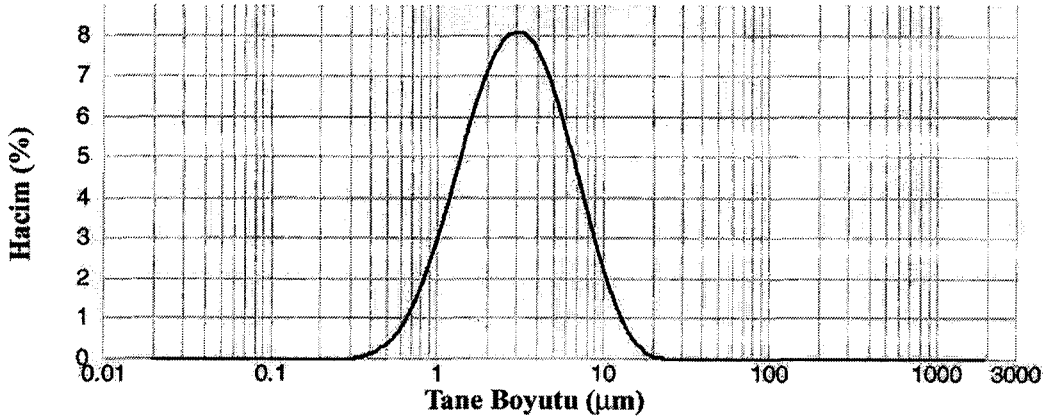
| Oksit | $Al_2O_3$ | $Fe_2O_3$ | $SiO_2$ | $Na_2O$ | $MgO$ |
|-------|-----------|-----------|---------|---------|-------|
| %     | 99,8      | 0,01      | 0,06    | 0,04    | 0,05  |

Kullanılan TiC ve TiCN tozlarının başlangıç tane boyutlarını tespit etmek için Malvern Instruments (İngiltere) tane boyut ölçüm cihazı kullanılmıştır (Şekil 6.1 ve 6.2).



Şekil 6.1. TiC tozuna ait tane boyut dağılım grafiği

$$d(0,1)= 1,24 \mu\text{m}, d(0,5)=2,42 \mu\text{m}, d(0,9)=4,54 \mu\text{m}.$$



Şekil 6.2. TiCN tozuna ait tane boyut dağılım grafiği

$$d(0,1)= 1,17 \mu\text{m}, d(0,5)=3,01 \mu\text{m}, d(0,9)=7,54 \mu\text{m}.$$

## 6.2. Toz Hazırlama

Yapılan çalışmada literatürde mevcut diğer çalışmalar göz önüne alınarak  $\text{Al}_2\text{O}_3$  tozuna aynı miktarda TiC ve TiCN tozu ilavesi ile edilen iki farklı toz kompozisyonu üzerinde yoğunlaştırılmıştır. Hazırlanan toz kompozisyonları Çizelge 6.2.'de verilmektedir.

Çizelge 6.2. Hazırlanan toz karışımları

| Karışımlar (% Ağırlıkça)                 |
|--|
| % 30 TiC + % 70 $\text{Al}_2\text{O}_3$  |
| % 30 TiCN + % 70 $\text{Al}_2\text{O}_3$ |

Bileşimleri verilen toz kompozisyonları Fritsch firmasına ait Pulverisette marka eksenel bilyeli değirmende 100 gr'lık toz karışımları halinde, 150 ml izopropil alkol ve 150 gr  $\text{Al}_2\text{O}_3$  bilya kullanılarak  $\text{Al}_2\text{O}_3$  esaslı değirmenlerde 300 dev./dak. hızla 3 saat boyunca karıştırılmıştır. Karıştırma işlemi sonrası alkol, Heidolph firmasına ait WB2000 marka döner kurutucuda 30 dev./dak. hızda  $50^\circ\text{C}$  su sıcaklığında sistemden uzaklaştırılmıştır. Alkolü buharlaştırılan çamur  $100^\circ\text{C}$  sıcaklıktaki etüvde 24 saat boyunca bekletilerek alkolün tamamen uzaklaşması

sağlanmıştır. Alkolü uzaklaştırılan tozlar Retsch marka titreşimli elek cihazında 250 µm' luk elekten elenerek şekillendirmeye hazır hale getirilmiştir.

### **6.3. Tozların Şekillendirilmesi**

Hazırlanan tozlar sinterleme öncesi belirli bir mukavemet kazanmaları amacıyla önce Alfa Firmasına ait tek yönlü el presi ile 15 kg/mm<sup>2</sup> yük altında tablet haline getirilmiş, daha sonra elastik kalıpların içine yerleştirilerek Stansted Fluid (İngiltere) firmasına ait soğuk izostatik preste 300 MPa yük altında preslenmişlerdir.

### **6.4. Sinterleme**

Hazırlanan numuneler basınçsız ve gaz basınçlı sinterleme (GPS) yöntemleri kullanılarak farklı sıcaklıklarda sinterlenmiştir. Numuneler her iki yöntemde de BN potaya yerleştirilerek toz yataksız ve toz yataklı olmak üzere iki farklı yöntemle sinterlenmişlerdir. İlk olarak basınçsız sinterleme tekniği kullanılarak Thermal Technology (İngiltere) firmasına ait atmosfer kontrollü yüksek sıcaklık fırınında Ar atmosferinde sinterlenmiştir (1700°C, 1800°C ve 1840° C). Sinterleme 600°C'ye kadar 15°C/dak. ve 600°C'den maksimum sıcaklığa 20°C/dak. ısıtma hızı ve maksimum sıcaklıkta 1 saat sinterleme şeklinde gerçekleştirilmiştir. Daha sonra fırın maksimum hızla oda sıcaklığına soğutulmuştur. Gaz basınçlı sinterlemede ise basınçsız sinterlemeden farklı olarak maksimum sinterleme sıcaklığında numunelere 22 bar gaz basıncı uygulanmıştır. Bu nedenle gaz basınçlı sinterleme esnasında maksimum sinterleme sıcaklıkları basınçsız sinterleme sıcaklıklarına göre daha düşük değerlerde seçilmiştir (1700°C, 1750°C ve 1800°C).

### **6.5. Sinterleme Sonrası Uygulanan Test ve Analizler**

#### **6.5.1 Yoğunluk ölçümü**

Hazırlanan malzemelerin yoğunlukları Arşimet prensibi ile hesaplanmıştır. Numuneler porların içinde kalan havanın uzaklaştırılması için 3 saat süreyle kaynatıldıktan sonra 24 saat su içinde bekletilmiştir. Sinterleme işlemi sonunda numunelerin yığınsal yoğunlukları aşağıdaki eşitlik kullanılarak hesaplanmıştır.



$$\text{Yığınsal Yoğunluk} = \left[ \frac{W_A}{(W_C - W_B)} \right] \times \rho_{Su} \quad (6.1)$$

Burada;

$W_A$ , Numunenin kuru ağırlığı (gr),

$W_B$ , Numunenin sıvı içinde asılı ağırlığı (gr),

$W_C$ , Numunenin su sızdırılmış haldeki ağırlığı (gr),

$\rho_{Su}$ , suyun yoğunluğu  $\text{gr/cm}^3$  dur.

### 6.5.2. X-ışınları difraksiyonu (XRD) analizi

X-ışınları difraksiyonu analizi elde edilen malzemelerin faz kompozisyonunun tayininde kullanılan en önemli yöntemlerinden biridir. Bragg kanununa göre çalışan bu sistemde açı sapmaları dolayısı ile hatalı veriler toplamamak için XRD analizi öncesinde numunelerin yüzeyleri SiC zımpara kağıtları ile kaba parlatma işlemine tabi tutularak numune yüzeyleri düzleştirilmiştir. Numunelerin faz analizleri daha sonra Rigaku Rint 2000 Series (Japonya) XRD cihazında  $2^\circ/\text{dak.}$  tarama hızında  $30^\circ-50^\circ$  arasında gerçekleştirilmiştir.

### 6.5.3. SEM ve EDX ile mikroyapısal ve mikrokimyasal analiz

SEM ve EDX analizleri için yuvarlak şekilli peletler ortadan kesilerek polimer reçine ile kalıba alınmıştır. Kalıba alınan numuneler ilk olarak farklı SiC zımparalar ile kaba parlatma işlemine tabi tutulmuştur. Yüzeyleri düzeltilen numuneler daha sonra  $10\ \mu\text{m}$ 'luk polimer diskte 30 dk. tutulmuştur. Numuneler son olarak ince parlatma aşaması için  $6\ \mu\text{m}$  ve  $1\ \mu\text{m}$ 'luk elmas pastalar kullanılarak çuha üzerinde parlatılmışlardır. Parlatma işlemi sonrası numuneler saf su ile temizlenerek analize hazır hale getirilmişlerdir.

SEM için parlatılan numunelerin yüzeyleri yüzey şarjlanmasını engellemek ve yüzeyi daha iletken bir duruma getirmek için vakum ortamında Au-Pd alaşımı ile kaplanmıştır. Hazırlanan numunelerin mikroyapı analizlerinde Camscan S4 series SEM ve buna bağlı Oxford Instruments firmasına ait 5108 model EDX cihazı kullanılmıştır. Elde edilen fazların dağılımı, tane ve kristalin

fazların morfolojisi ve boyutları, yapıda oluşan ikincil fazlar ve porozite ile elde edilen yapının homojenliği SEM ile kontrol edilmiştir. EDX ile kalitatif analizleri gerçekleştirilmiştir

#### 6.5.4. Sertlik ve kırılma tokluğu ölçümü

Çeşitli seramografik aşamalardan geçirilerek hazırlanan numunelerin sertlik ölçümleri piramit şeklindeki elmas uç kullanılarak, oda sıcaklığında 10 sn süre ile 10 kg yük uygulanarak gerçekleştirilmiştir. Daha sonra indentlerin ve oluşan çatlakların görüntüleri SEM vasıtası ile standart büyüklükte alınmıştır. İndent ve çatlak boyutları Adobe Photoshop 6.0 programı kullanılarak hassas bir şekilde ölçülmüştür. Elde edilen değerler ile 6.2 eşitliği kullanılarak sertlik ve 6.3 eşitliği [42] kullanılarak kırılma toklukları hesaplanmıştır.

$$H_v \text{ (GPa)} = \frac{0,47 \times P}{a^2} \quad (6.2)$$

Burada; P, uygulanan yük (N),

a, vickers indentinin köşegeninin yarısına karşılık gelen değerdir (Şekil 6.3.).

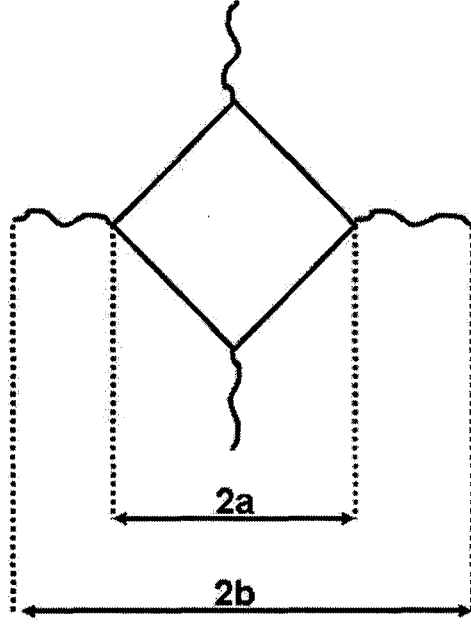
$$K_{IC} \text{ (Mpa m}^{1/2}\text{)} = 0,16 \times H_v \times \sqrt{a} \times \left(\frac{b}{a}\right)^{-\frac{3}{2}} \quad (6.3)$$

Burada;  $K_{IC}$ , kırılma tokluğu (MPa m<sup>-1/2</sup>),

$H_v$ , numunenin sertlik değeri (GPa),

a, değeri indentin köşegeninin yarısına karşılık gelen değer,

c, ise çatlak uzunluğunun yarısıdır (Şekil 6.1.)



Şekil 6.3. Vickers indentinin şematik gösterimi

## 7- SONUÇLAR ve DEĞERLENDİRME

### 7.1. Yoğunluk ölçümleri

DeneySEL çalışmalar kısmında ifade edildiği üzere hazırlanan temsili numuneler basınçsız sinterleme fırınında sırası ile 1700°C, 1800°C ve 1840°C’ de sinterlenmişlerdir. Sinterleme sonrası her kompozisyondan 6’şar adet numunenin yoğunlukları 6.1 eşitliği kullanılarak ölçülmüştür. Hesaplamalar esnasında teorik olarak kullanılan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, TiC ve TiCN’ ün yoğunlukları sırası ile 3,96 gr/cm<sup>3</sup>, 4,90 gr/cm<sup>3</sup> ve 4,90 gr/cm<sup>3</sup> olarak kabul edilmiştir. Elde edilen yoğunluk değerleri Çizelge 7.1.’de verilmektedir. Gaz basınçlı sinterleme işleminde de numuneler hem toz yataklı hem de toz yataksız olarak sinterlenmiştir. İlk yapılan çalışmalarda Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> –TiC kompozisyonu 1650°C, 1750°C ve 1800°C’de sinterlenmiştir. Elde edilen yoğunluk değerleri Çizelge 7.2.’de verilmiştir.

Çizelge 7.1. Basınçsız sinterleme sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

| Kompozisyon                          | Sıcaklık (°C)  | Teorik Yoğunluk (gr/cm <sup>3</sup> ) | Yığınsal Yoğunluk (gr/cm <sup>3</sup> ) | % Teorik Yoğunluk |
|--------------------------------------|----------------|---------------------------------------|---|-------------------|
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiC  | 1700           | 4,26                                  | 4,02                                    | 94,3              |
|                                      | 1800           | 4,26                                  | 4,13                                    | 97                |
|                                      | 1840           | 4,26                                  | 4,20                                    | 98                |
|                                      | Toz Yat. 1840  | 4,26                                  | 4,21                                    | 99                |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiCN | 1800           | 4,26                                  | 4,15                                    | 97,5              |
|                                      | 1840           | 4,26                                  | 4,17                                    | 98,6              |
|                                      | Toz. Yat. 1840 | 4,26                                  | 4,23                                    | 99,3              |

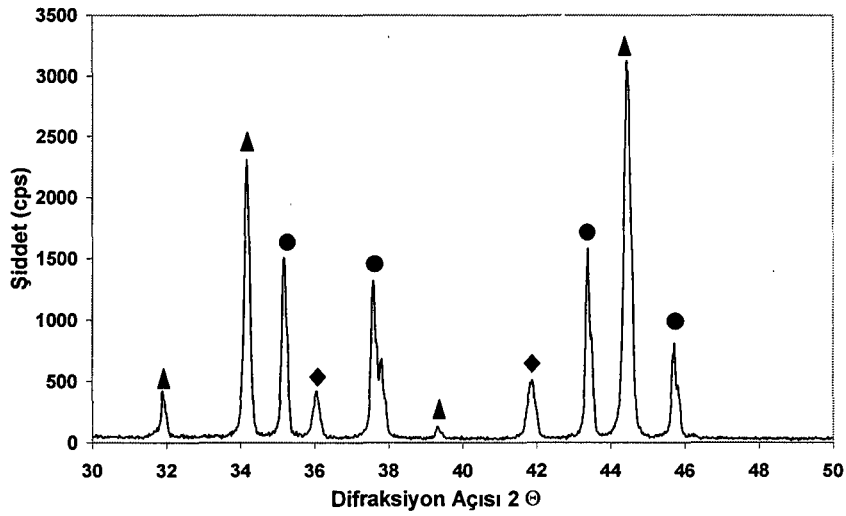
Çizelge 7.2 Gaz basınçlı sinterleme sonucu elde edilen yoğunluk değerleri

| Kompozisyon                          | Sıcaklık (°C)  | Teorik Yoğunluk (gr/cm <sup>3</sup> ) | Yığımsal Yoğunluk (gr/cm <sup>3</sup> ) | % Teorik Yoğunluk |
|--------------------------------------|----------------|---------------------------------------|---|-------------------|
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiC  | 1650           | 4,26                                  | 4,04                                    | 95                |
|                                      | 1750           | 4,26                                  | 4,20                                    | 98,7              |
|                                      | Toz Yat. 1750  | 4,26                                  | 4,23                                    | 99,3              |
|                                      | 1800           | 4,26                                  | 3,91                                    | 96                |
| Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -TiCN | 1750           | 4,26                                  | 4,21                                    | 98,9              |
|                                      | Toz. Yat. 1750 | 4,26                                  | 4,24                                    | 99,6              |
|                                      | 1800           | 4,26                                  | 4,12                                    | 96,8              |

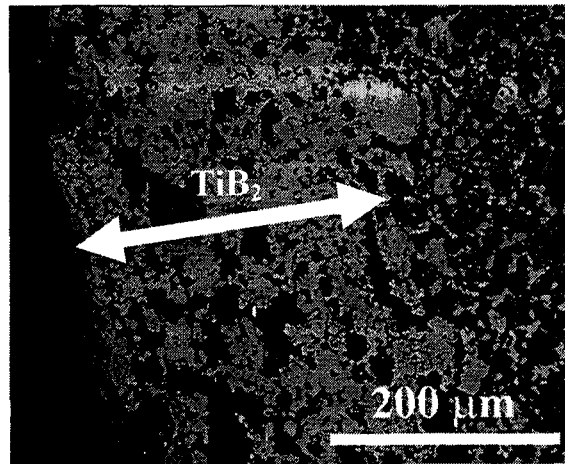
Ticari Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> –TiC seramiklerinin sinterlenmesi üzerine daha önce yapılan çalışmalarda bahsedildiği üzere bu kompozitler içerdiği TiC fazından dolayı geleneksel sinterleme yöntemleri kullanılarak sinterlenmesi zor olan bir malzemedir. TiC ün sahip olduğu kuvvetli kovalent bağ ve yüksek ergime sıcaklığından dolayı yüksek sinterleme sıcaklıklarında uzun süreler gerektirmesi, ayrıca 1500°C üzerinde Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve TiC arasında meydana gelen bozucu reaksiyonlar yüksek yoğunluklara ulaşılmasını engellemektedir [37]. Geleneksel basınçsız sinterleme metodu kullanılarak elde edilebilen en yüksek yoğunluk değeri % 98,9'dur [37]. Ayrıca, sinterleme sonrası elde edilen sertlik ve tokluk değerleri sıcak presleme ve sıcak izostatik presleme yöntemi ile üretilen malzemelere göre daha düşüktür [37].

Yapılan çalışmada hazırlanan kompozisyonlar hem basınçsız sinterleme ile hem de gaz basınçlı sinterleme yöntemleri kullanılarak % 99'un üzerinde yoğunluk değerlerine ulaşılmıştır. Deneysel çalışmalar esnasında numuneler öncelikle BN potaya yerleştirilerek üzerlerine BN sprey uygulanmış ve bu vesile ile ortamdan izole edilmeye çalışılmıştır. Fakat, her iki sinterleme yönteminde de sinterleme sonrası numunelerin yüzeyinde beyaz bir tabaka ile kaplandığı gözlenmiş ve yapılan XRD (Şekil 7.1) ve SEM (Şekil 7.2) çalışmaları sonucu yüzeyde TiB<sub>2</sub> fazının oluştuğu belirlenmiştir. Yapı içindeki TiC yüksek

sıcaklıklarda BN ile tepkimeye girerek bu fazı oluşturduğu düşünülmektedir. Sinterleme sonrası 120 µm'lik SiC parlatma diskleri kullanılarak oluşan bu tabaka yüzeyden kaldırılmak istenmiş, fakat yüzeyler tamamen temizlenememiştir. Numunelerin kırık yüzeyleri incelendiğinde numunelerin belirli bir kalınlığa kadar sinterlendiği fakat belirli bir bölümün yoğunlaşmadığı görülmüştür. Bunun nedeni olarak maksimum sinterleme sıcaklığından daha düşük bir sıcaklıkta bu tabakanın oluşması olduğu sonucuna ulaşılmıştır.



Şekil 7.1. Sinterleme sonrası yüzeyde oluşan tabakaya ait temsili XRD analizi. [●; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(Korund), ◆; TiC( Khamrabaevite), TiB<sub>2</sub>]



Şekil 7.2. Sinterleme sonrası yüzeyde oluşan tabakaya ait parlatılmış yüzeyden alınan temsili geri saçınımlı elektron (BE) görüntüsü.

Sinterleme esnasında meydana gelen bu istenmeyen tabakanın oluşmasını engellemek amacı ile numune yüzeyleri BN sıkılmayarak temiz bırakılmıştır. Bu

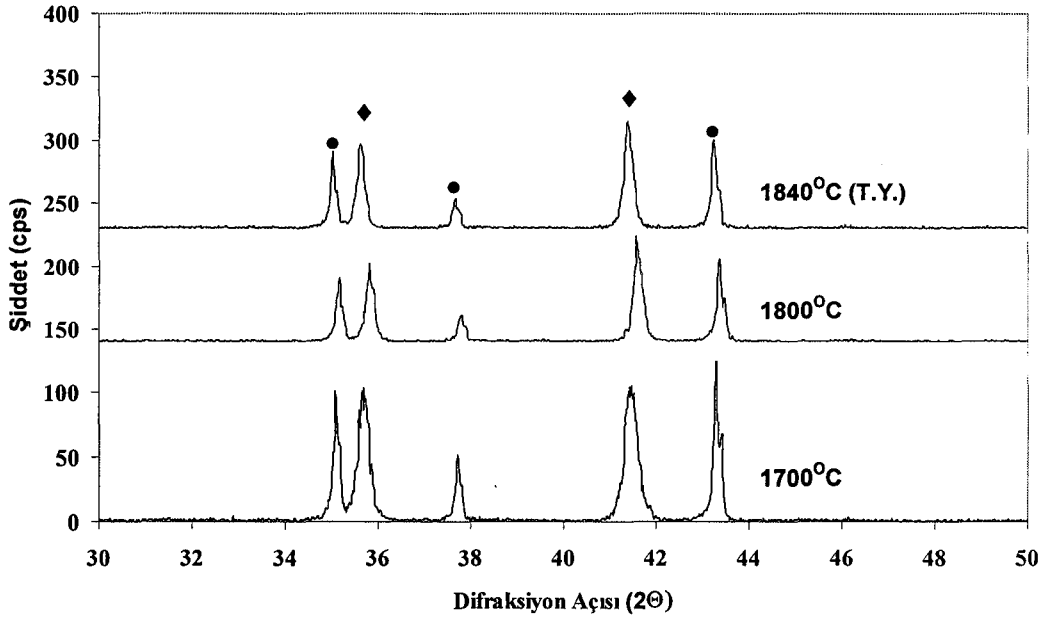
şekilde sinterlenen numunelerin yüzeyinde potadan kaynaklandığı düşünülen daha ince bir  $TiB_2$  fazının oluştuğu görülmüş ve tabaka aşındırma sonucu tamamen yüzeyden temizlenebilmiştir. Yoğunluk ölçümleri de her numune için bu tabaka kaldırıldıktan sonra gerçekleştirilmiştir. Arşimet prensibine göre yapılan yoğunluk ölçümleri sonucu teorik yoğunluğun maksimum % 98,9' una ulaşılmıştır.

Daha yüksek yoğunluklar elde edebilmek ve sinterleme sonrası oluşan tabakanın yüzeyden kaldırılabilmesi için numuneler aynı kompozisyondaki toz yataklarının içine gömülerek sinterleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçlar doğrultusunda  $1850^{\circ}C$ 'de basınçsız sinterleme sonucu teorik yoğunluğun %99,3'üne ve gaz basınçlı sinterleme sonucu teorik yoğunluğun % 99,6'sına ulaşılmıştır. Diğer yandan, kullanılan toz yatağı da sinterleme esnasında özelliğini kaybederek bir sonraki sinterleme için kullanılamaz hale gelmiştir.

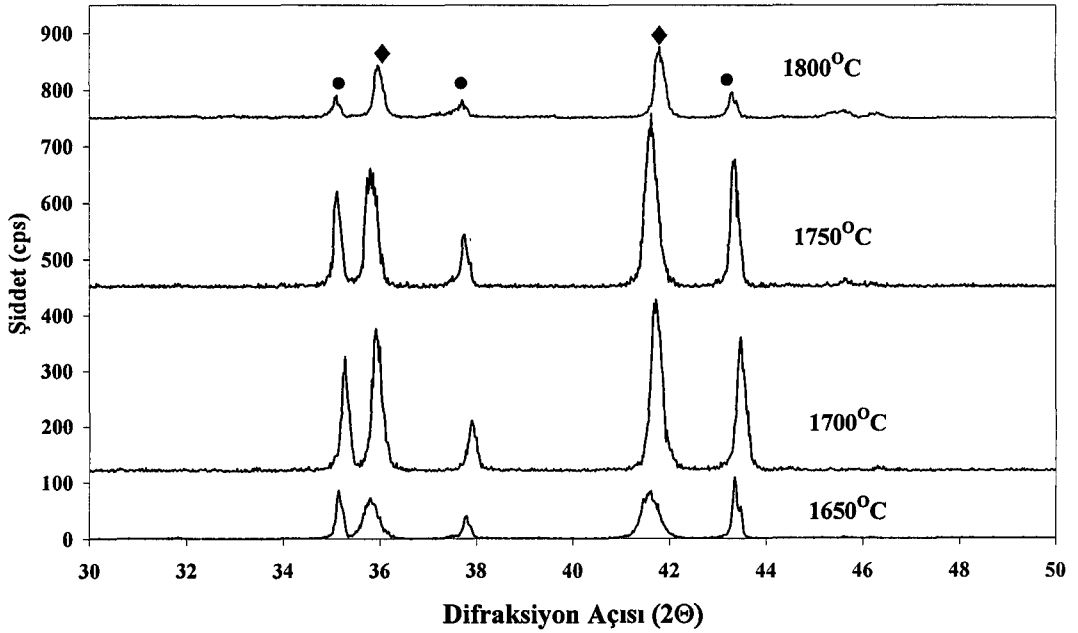
## **7.2. Faz ve Mikroyapı Analizleri**

### **7.2.1. XRD analizleri**

XRD analizleri sonucu yeni bir faz tespit edilememiş olup oluşan fazlar  $Al_2O_3-TiC$  sistemi için korund ve  $TiC_x$  ( khamrabaevite)  $Al_2O_3-TiCN$  için ise korund ve  $TiC_{0,7}N_{0,3}$  olarak bulunmuştur (Şekil 7.3, 7.4 ve 7.5.). Oluşan  $TiC_x$  fazının JSPDS kartı incelendiğinde  $TiC$ 'ün yüksek sıcaklıklarda sahip olduğu karbonun bir kısmını kaybetmesi sonucu sitokiyometrik olarak daha az karbon içeren farklı bir  $TiC$  fazı olduğu tespit edilmiştir. Bu faz kübik kristal yapıya sahiptir.  $TiC_{0,7}N_{0,3}$  fazında ise belli olduğu üzere başlangıç kompozisyonundan bir miktar elementel karbon ve azot kaybettiği görülmektedir. Bu kayıpların önemi 8. bölümde daha detaylı olarak tartışılmıştır.

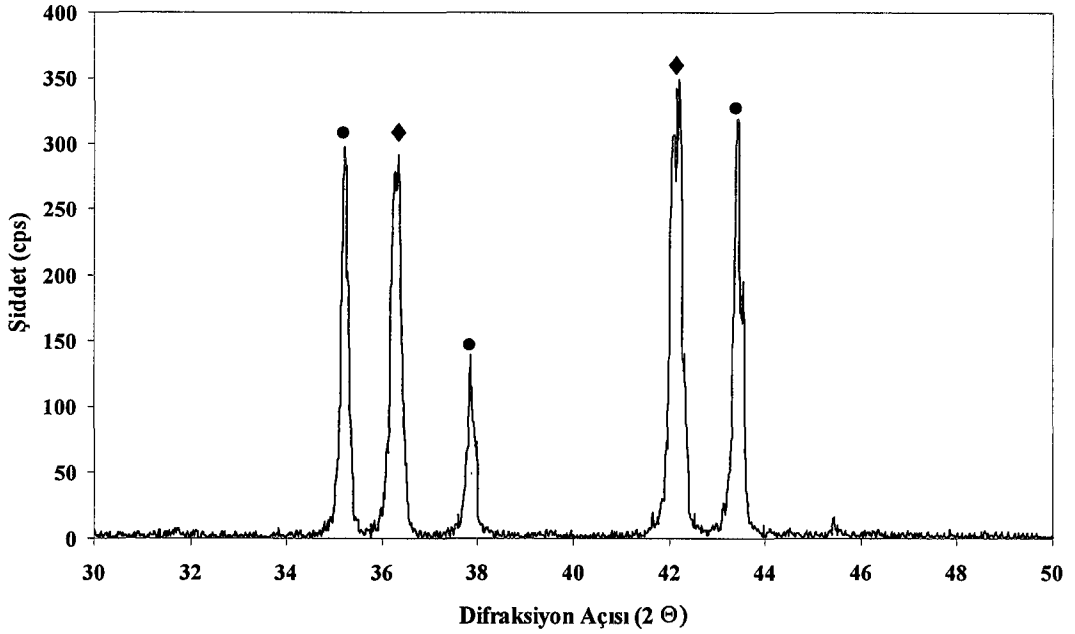


Şekil 7.3. Farklı sıcaklıklarda basınçsız olarak sinterlenmiş Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC numunelerine ait XRD analizleri [●; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Korund), ♦; TiC ( Khamrabaevite)].



Şekil 7.4. Farklı sıcaklıklarda gaz basınçlı olarak sinterlenmiş Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC numunelerine ait XRD analizleri [●; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Korund), ♦; TiC ( Khamrabaevite)].





Şekil 7.5. 1840°C basınçsız olarak sinterlenmiş Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiCN numunesine ait XRD analizi.

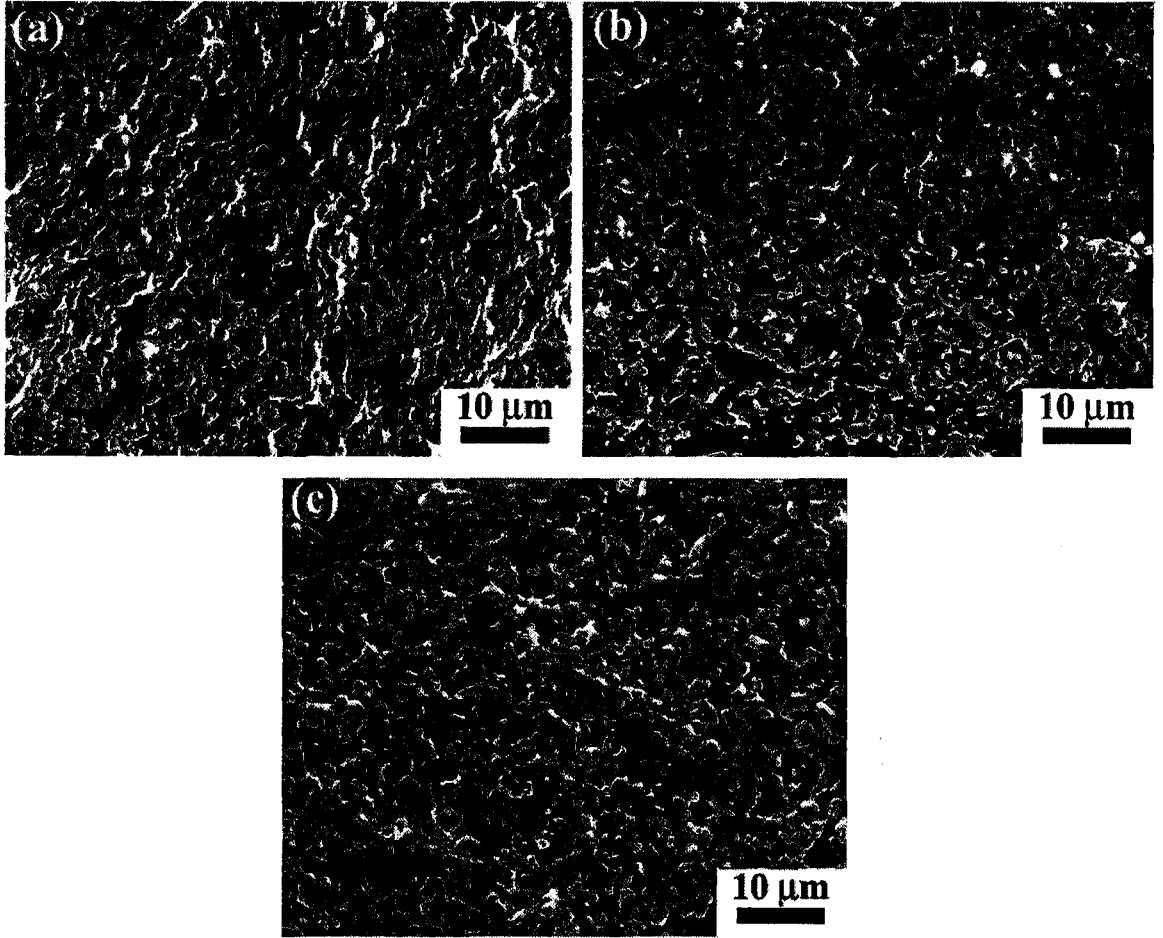
[●; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Korund), ◆; TiC<sub>0.3</sub>N<sub>0.7</sub>]

Her iki yöntemde de sıcaklık artışı ile pik şiddetlerinde değişme gözlenmektedir. Korund pikleri sıcaklık artışı ile relatif olarak azalmaktadır. Bu da sıcaklık artışı ile yapıdan bir miktar alüminanın buharlaşarak ayrıldığını göstermektedir.

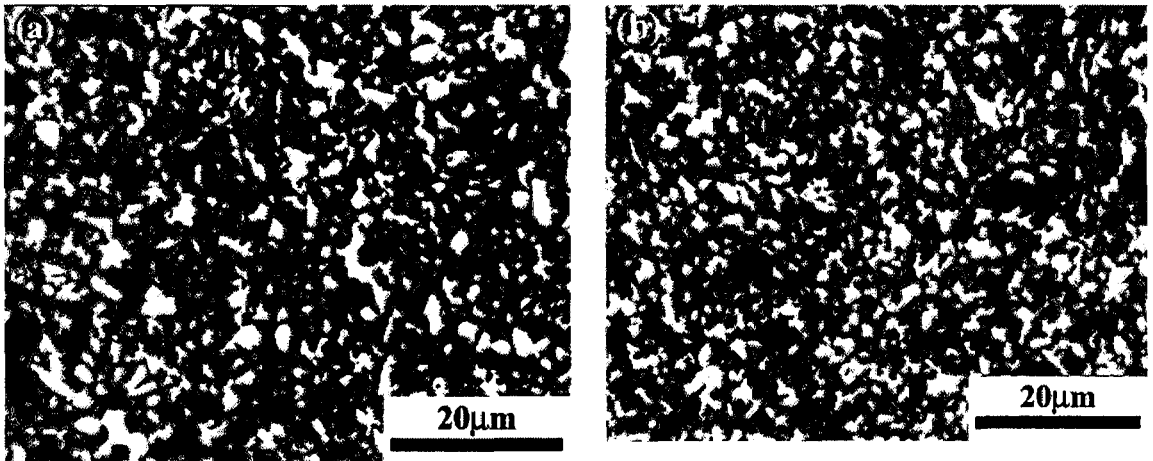
### 7.2.2. Mikroyapı analizleri

Sinterlenen numunelerin öncelikle kırılma yüzeyleri, daha sonra parlatılmış kesitleri incelenmiştir.

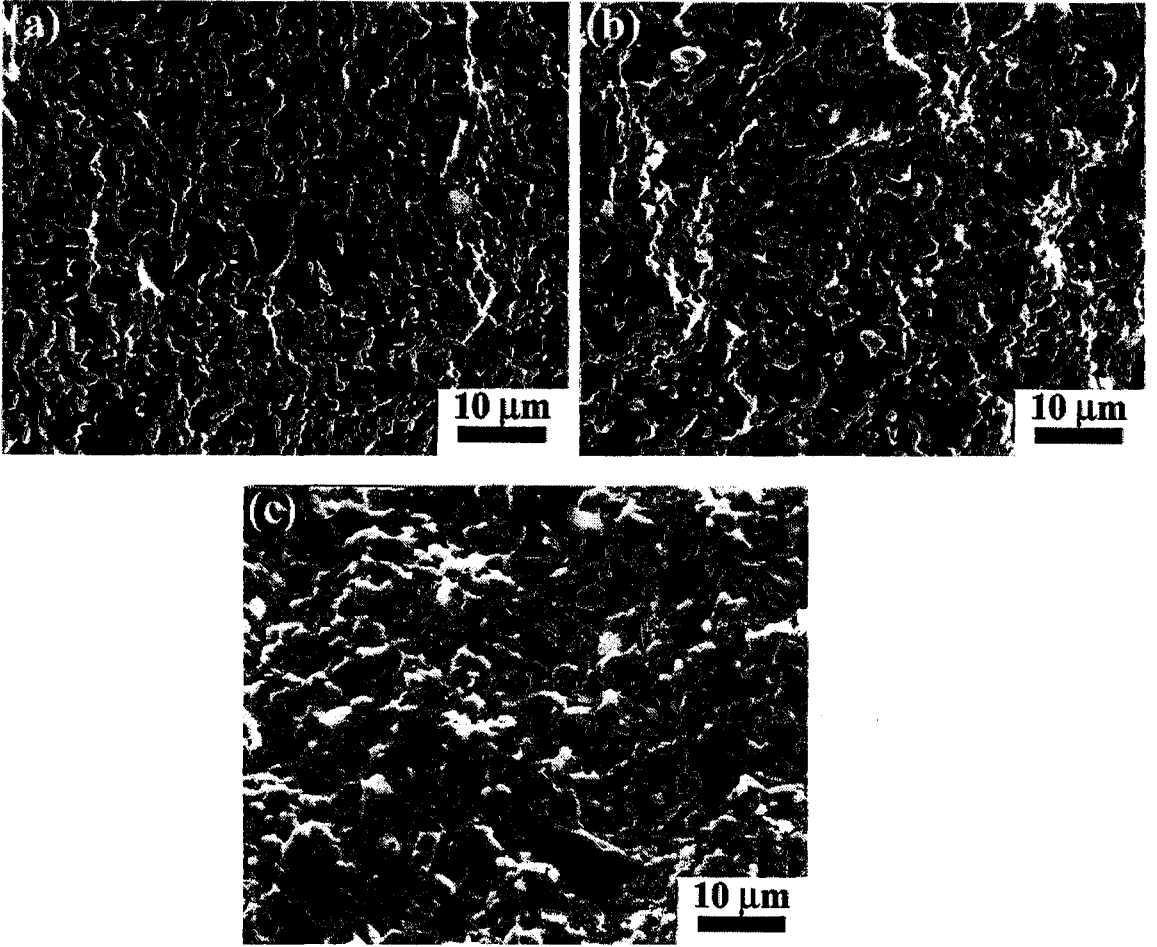
Görüntülerin hepsi geri saçınımlı elektron modunda ve kıyaslama açısından kolaylık sağlaması için standart büyütmelerde (x750, x1750) gerçekleştirilmiştir. Bütün görüntülerde koyu bölgeler Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tanelerini, açık bölgelerde TiC<sub>x</sub> ve TiC<sub>0.7</sub>N<sub>0.3</sub> tanelerini işaret etmektedir. Ayrıca görüntülerde mevcut bulunan çizikler ve köşeli boşluklar parlatma esnasında meydana gelen tane çıkımlarıdır.



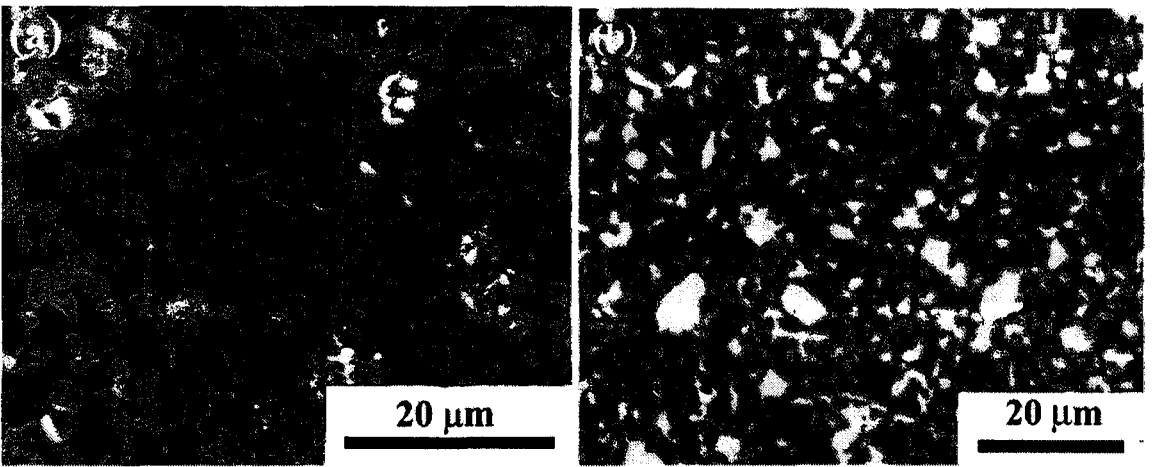
Şekil 7.6. Basınçsız sinterlenmiş Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC numunelerine ait kırılmış yüzeyden alınmış ikincil elektron (SE) görüntüleri a) 1700°C'de sinterlenmiş, b) 1800°C de sinterlenmiş, c) 1840°C'de toz yataklı sinterlenmiş



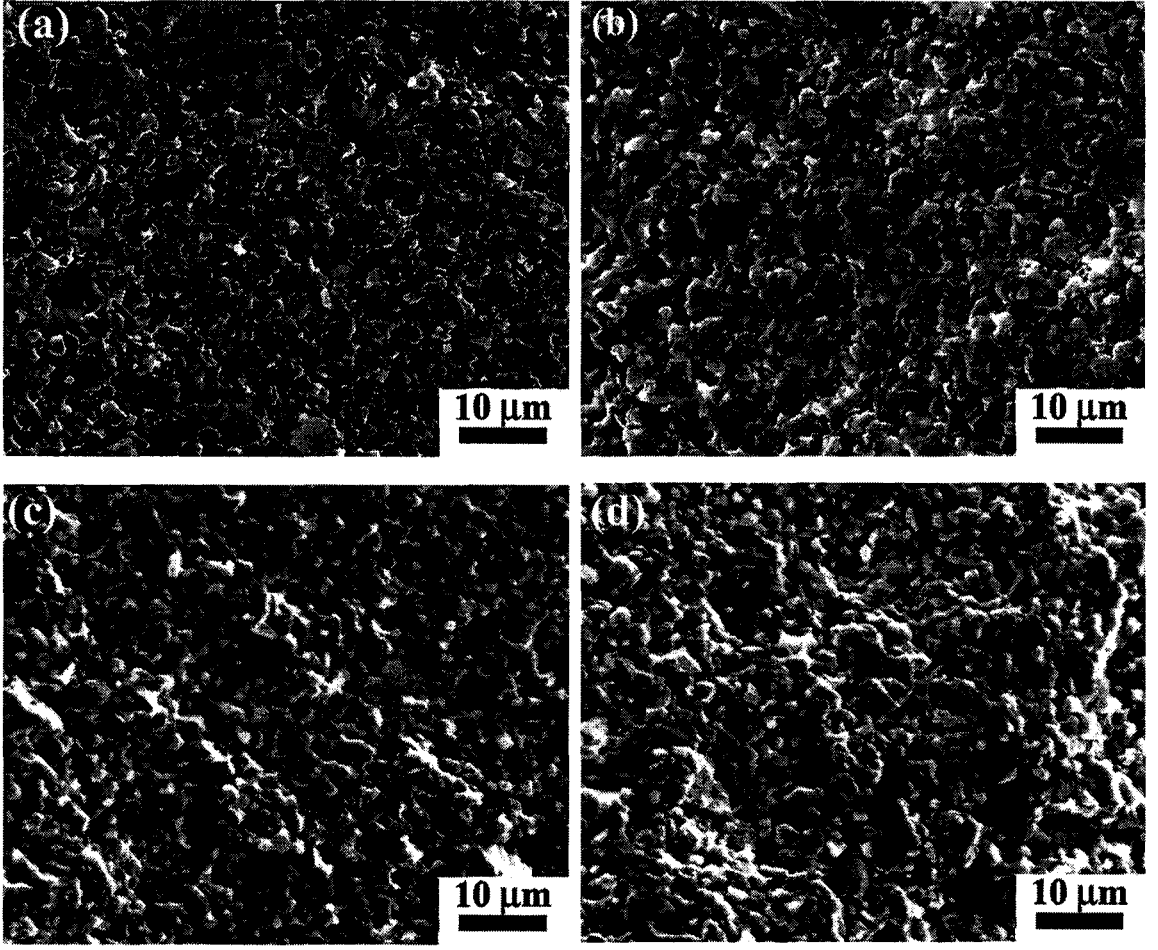
Şekil 7.7. Basınçsız sinterlenmiş Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC numunelerine ait parlatılmış yüzeylerden alınan geri saçınımlı elektron (BE) görüntüleri a) 1800°C'de sinterlenmiş, b) 1840°C'de toz yataklı sinterlenmiş



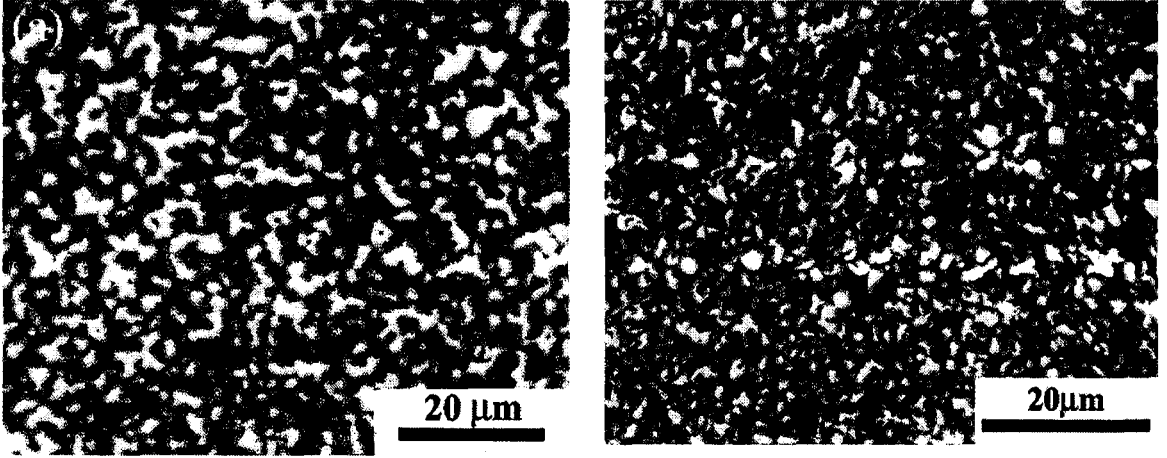
Şekil 7.8. Basınçsız sinterlenmiş Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiCN numunelerine ait kırılmış yüzeylerden alınmış temsili ikincil elektron (SE) görüntüleri a) 1800°C’de sinterlenmiş, b) 1840°C’de sinterlenmiş, c)1840°C’de toz yataklı sinterlenmiş.



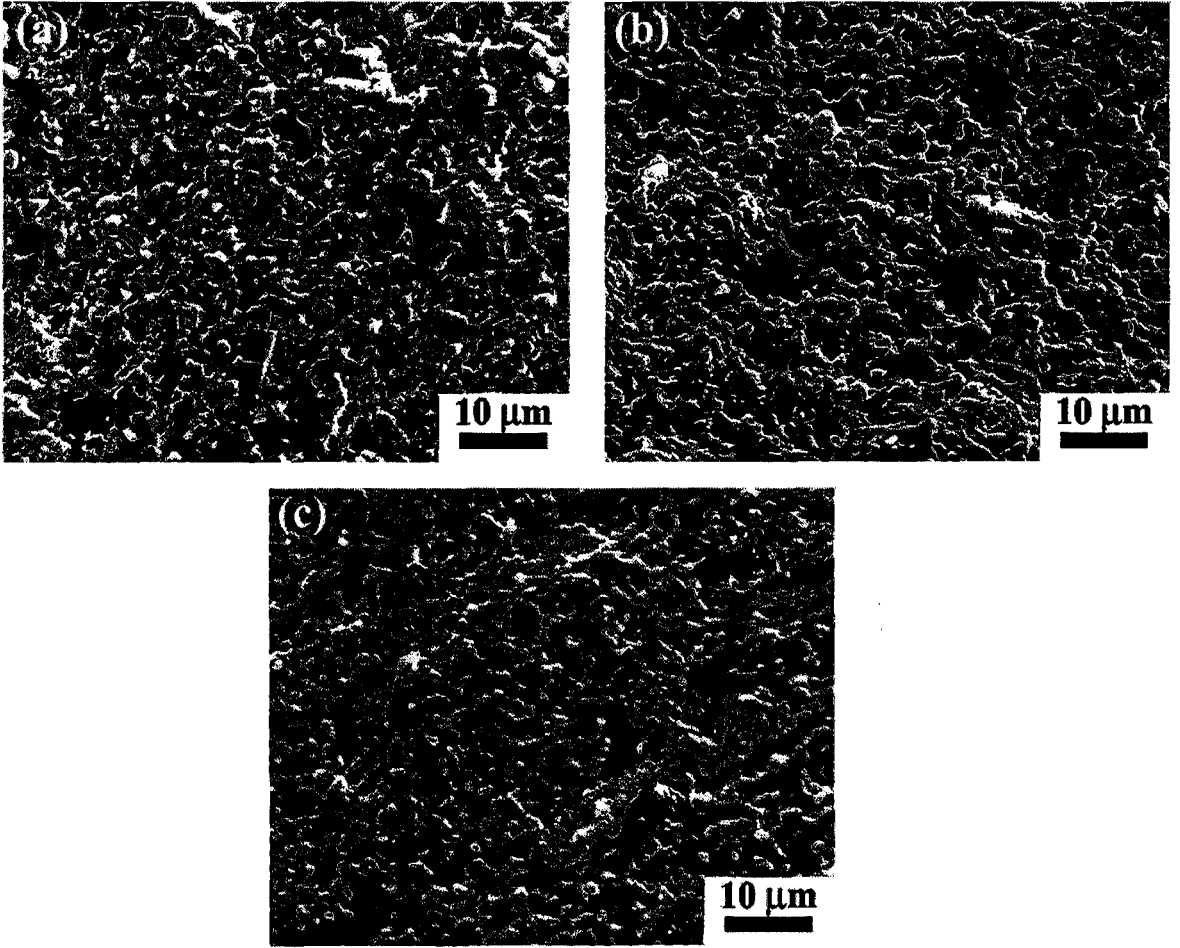
Şekil 7.9. Basınçsız sinterlenmiş Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiCN numunelerine ait parlatılmış yüzeylerinden alınan temsili geri saçınımlı elektron (BE) görüntüleri a) 1800°C’de sinterlenmiş, b) 1840°C’de toz yataklı sinterlenmiş



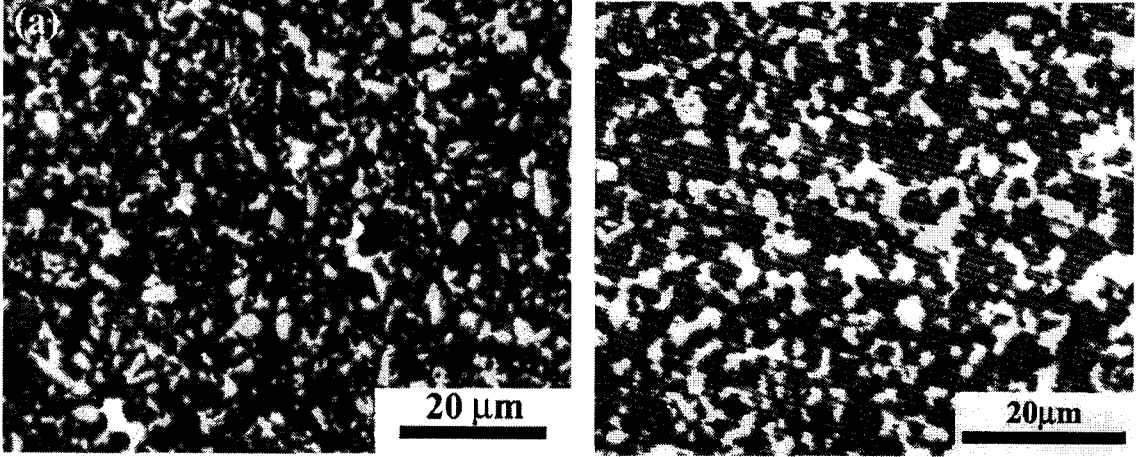
**Şekil 7.10.** Gaz basınçlı sinterlenmiş Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC numunelerine ait kırılmış yüzeylerinden alınan temsili ikincil elektron (SE) görüntüleri a) 1650°C'de sinterlenmiş, b) 1750°C'de sinterlenmiş, c) 1750°C de toz yataklı sinterlenmiş, d) 1800°C' de sinterlenmiş



Şekil 7.11. Gaz basınçlı sinterlenmiş  $Al_2O_3$ -TiC numunelerine ait parlatılmış yüzeylerinden alınan temsili geri saçınımlı elektron (SE) görüntüleri a) 1650°C'de sinterlenmiş, b) 1750°C'de toz yataklı sinterlenmiş



Şekil 7.12. Gaz basınçlı sinterlenmiş  $Al_2O_3$ -TiCN numunelerine ait kırılmış yüzeylerinden alınan ikincil elektron (SE) görüntüleri a) 1750°C'de sinterlenmiş, b) 1800°C'de sinterlenmiş, c) 1750°C'de toz yataklı sinterlenmiş

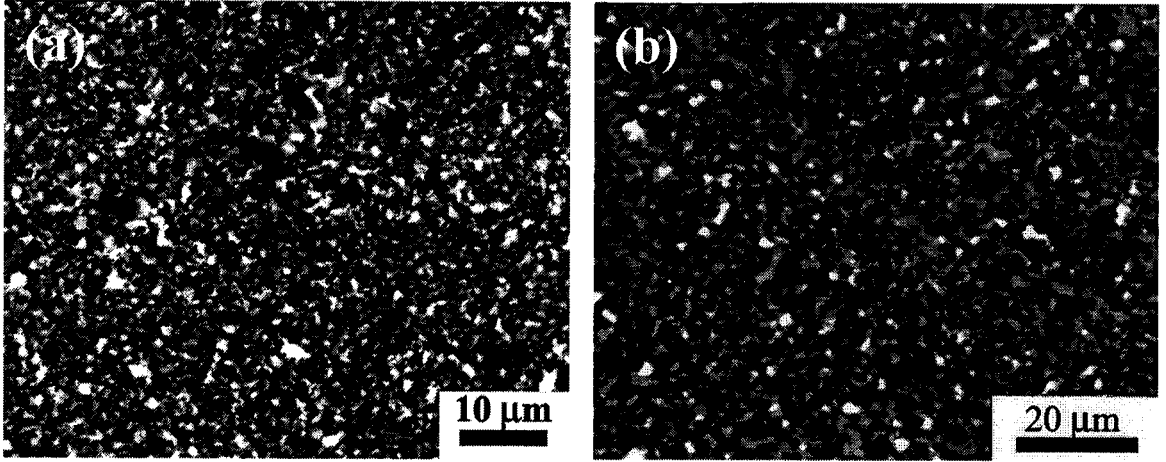


Şekil 7.13. Gaz basınçlı sinterlenmiş  $Al_2O_3$ -TiCN numunelerine ait parlatılmış yüzeylerinden alınmış temsili geri saçınımlı elektron görüntüleri a) 1750°C’de sinterlenmiş, b) 1750°C’de toz yataklı sinterlenmiş

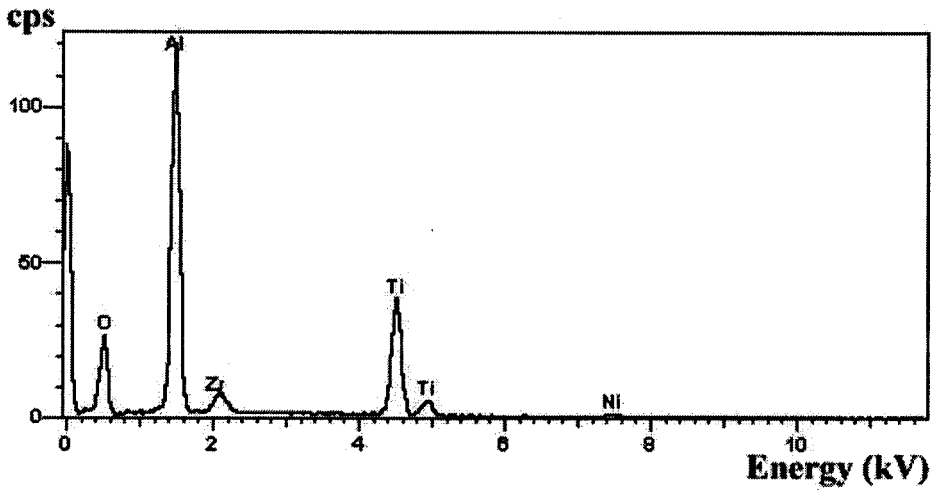
Genel olarak  $Al_2O_3$ -TiC ve  $Al_2O_3$  TiCN mikroyapıları karşılaştırılacak olursa; TiC tanelerinin TiCN tanelerine göre daha küçük olduğu ve yapı içinde daha homojen olarak kaldıkları söylenebilir. TiCN taneleri nispeten daha büyüktür ve birbirine yakın olan taneler arasındaki birleşme rahatlıkla görülmektedir. Bu tozların yeterli karıştırılmamasından ve başlangıç tane boyutunun TiC tanelerine göre yüksek olmasından kaynaklanmaktadır. Toz karışımları daha öncede belirtildiği üzere 3 saat süre ile aksel bilyeli değirmende hazırlanmıştır. Deneysel çalışmada kullanılan  $Al_2O_3$  tozu üzerine daha önce yapılan çalışmalarda bu süre üzerinde  $Al_2O_3$  tozların aglomere olduğu tespit edildiği için daha uzun sürelerde öğütmelerin yapıya zarar verebileceği kanısına varılarak daha uzun süreli bir karıştırma uygulanamamıştır.

Mikroyapıdaki porlar genellikle TiC ve TiCN tanelerinin  $Al_2O_3$  matris ile temas ettiği bölgelerde olduğu görülmektedir. Sinterleme esnasında yüksek sıcaklıklarda iki bileşen arasında meydana gelen reaksiyonlar sonucu [37] bu porların olduğu düşünülmektedir.

Kırılma yüzeyleri incelendiğinde ise  $Al_2O_3$  tanelerinde kapalı porların bulunduğu ve özellikle sıcaklık artışı ile bu porların azaldığı görülmektedir.



Şekil 7.14.  $Al_2O_3$ -TiC/TiCN esaslı olduğu düşünülen ticari bir kesici uc numunesinden alınan temsili geri saçınımlı elektron görüntüleri a) kırık yüzey b) parlatılmış kesit.



Şekil 7.15.  $Al_2O_3$ -TiC/TiCN esaslı olduğu düşünülen ticari bir kesici uc numunesinden alınan temsili EDX analizi

$Al_2O_3$ -TiC/TiCN esaslı olduğu düşünülen ticari bir kesici uca ait SEM ve EDX görüntüleri Şekil 7.14 ve Şekil 7.15 de verilmiştir. Mikroyapı görüntülerinde koyu renkteki alanlar  $Al_2O_3$ , gri renkteki bölgeler TiC veya TiCN, büyük beyaz bölgeler  $ZrO_2$  ve küçük beyaz noktalar NiO fazını temsil ettiği düşünülmektedir. Kırık yüzey görüntüleri ve parlatılmış yüzey görüntüleri hazırlanan malzemelerin görüntüleri ile karşılaştırıldığında daha küçük tane boyutuna sahip TiC veya TiCN

tozlarının kullanıldığı görülmekte ve  $Al_2O_3$  tanelerinde tane büyümesi olduğu gözlenmiştir.  $ZrO_2$  ve  $NiO$  ilavelerinin kompozitin sinterlenmesine ve tokluğunun artırılması amacı ile ilave edildiği düşünülmektedir. Bu konu hakkında yapılan bir çalışmada saf aluminaya farklı oranlarda  $ZrO_2$  ve  $NiO$  ilaveleri yapılarak tokluk artırılmak istenmiştir. Ni sünek bir faz olduğu için tokluğu arttırmakta ayrıca  $ZrO_2$  de dönüşüm toklaştırması mekanizması ile tokluğu arttırdığı belirtilmiştir [46].

### 7.3 Sertlik ve Kırılma Tokluğu

DeneySEL çalışmalar sonucunda basınçsız sinterleme metodu ile elde edilen numunelere 10 kg yük uygulanması sonrasında ölçülen sertlik ve tokluk değerleri Çizelge 7.3.'de, gaz basınçlı sinterlenmiş numunelerin değerleri ise Çizelge 7.4.'de verilmiştir. Şekil 7.16 ve Şekil 7.17'de ise 1750°C'de toz yatağı kullanılarak gaz basınçlı sinterlenmiş  $Al_2O_3$ -TiCN numunesine ait indent ve oluşan çatlaklara ait temsili SEM görüntüsü verilmiştir.

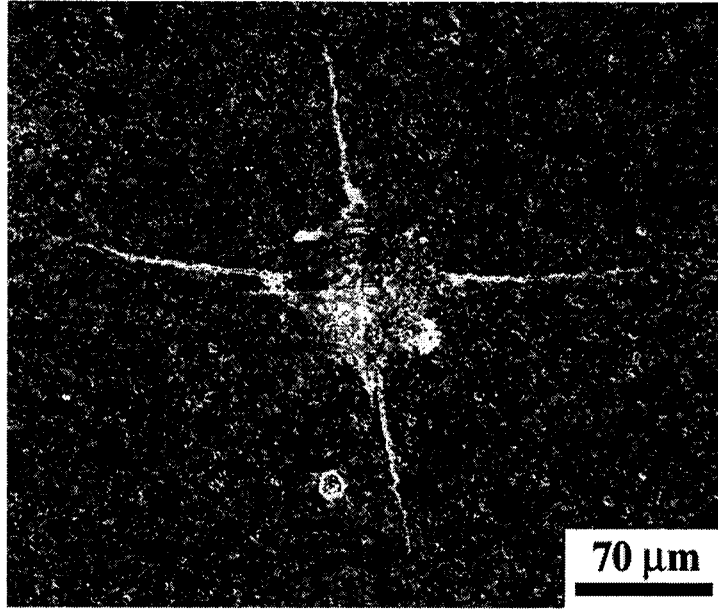
Çizelge 7.3. Basınçsız sinterlenmiş  $Al_2O_3$ -TiC ve TiCN kompozitlerinin sertlik ve kırılma tokluğu değerleri (T. Y.: Toz Yataklı)

|                 | Sinterleme Sıcaklığı (°C) | Sertlik (GPa) | Kırılma Tokluğu (MPa m <sup>-1/2</sup> ) |
|-----------------|---------------------------|---------------|--|
| $Al_2O_3$ -TiC  | 1840                      | 19,6          | 3,62                                     |
|                 | 1840(T. Y.)               | 20,3          | 3,84                                     |
| $Al_2O_3$ -TiCN | 1840                      | 20,8          | 3,75                                     |
|                 | 1840 (T.Y.)               | 21,6          | 3,94                                     |

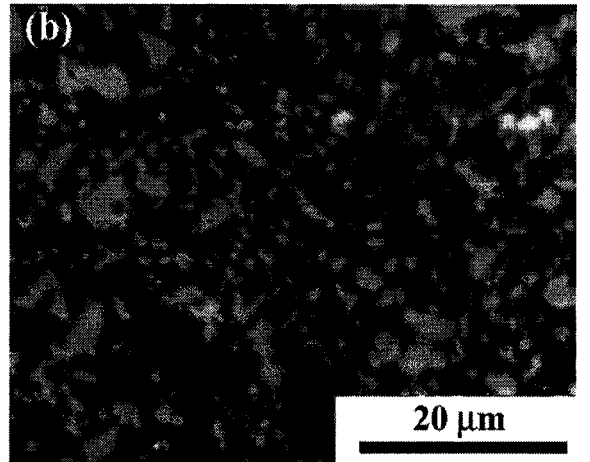
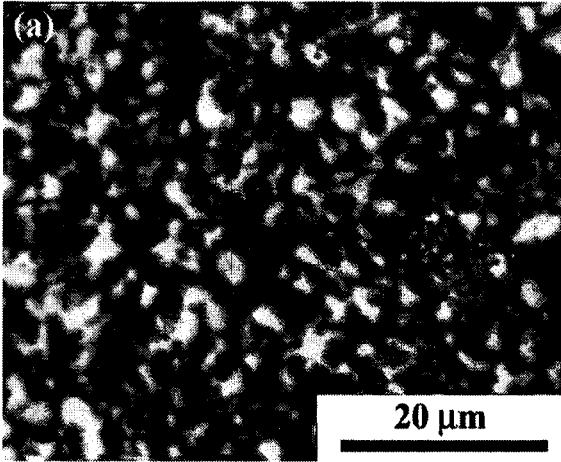
Çizelge 7.4. Gaz basınçlı sinterlenmiş  $Al_2O_3$ -TiC ve TiCN kompozitlerinin sertlik ve kırılma tokluğu değerleri (T. Y.: Toz Yataklı)

|                 | Sinterleme Sıcaklığı (°C) | Sertlik (GPa) | Kırılma Tokluğu (MPa m <sup>-1/2</sup> ) |
|-----------------|---------------------------|---------------|--|
| $Al_2O_3$ -TiC  | 1750                      | 20,5          | 4,11                                     |
|                 | 1750 (T. Y.)              | 21,3          | 4,50                                     |
| $Al_2O_3$ -TiCN | 1750                      | 21,5          | 4,35                                     |
|                 | 1750 (T.Y.)               | 21,9          | 4,62                                     |





Şekil 7.16. 1750°C’de toz yatağı kullanılarak gaz basınçlı sinterlenmiş  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -TiCN numunesine ait temsili indent görüntüsü



Şekil 7.17 a) 1750°C de gaz basınçlı sinterlenmiş  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -TiC numunesine ait temsili çatlak oluşumu görüntüsü, b) 1750°C de gaz basınçlı sinterlenmiş  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -TiCN numunesine ait çatlak oluşumu görüntüsü

Sertlik ölçümleri esnasında elde edilen mikroyapılarda çatlak ilerlemeleri incelendiğinde TiC içeren numunelerde çatlakların TiC tanelerini kırarak geçtiği fakat TiCN tanelerinin etrafından dolaşarak devam ettiği görülmektedir.

## 7. TARTIŞMA VE ÖNERİLER

Yapılan bu çalışmada TiC ve TiCN partikül takviyeli Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kompozit malzemelerinin basınçsız ve gaz basınçlı sinterleme yöntemleri ile üretimi araştırılmıştır. Elde edilen sonuçlar literatürde bahsedildiği üzere basınçsız sinterleme metodu ile Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC kompozitlerinin teorik yoğunluğuna sinterlenemediği bir kez daha göstermiştir. Diğer yandan, TiC yerine TiCN kullanılması ve 1750°C'de gaz basınçlı sinterleme yönteminin toz yatağı ile beraber kullanımı sonucu en yüksek yoğunluk değerine ve mekanik özelliklere ulaşılmıştır. Bu malzemelerin sinterlenmesi esnasında karşılaşılan başlıca problemler olarak Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve TiC arasında gerçekleştiği düşünülen kimyasal reaksiyonlar ve TiC'ün içerdiği karbonun yüksek sıcaklıklarda yapıdan ayrılması verilebilir. Oluşan reaksiyonların 1500°C üzerinde gerçekleşmekte olup reaksiyonlar esnasında oluştuğu varsayılan CO ve Al<sub>2</sub>O gazlarının özellikle yüzeyde bozulmalara neden olduğu görülmüştür. TiC bilindiği üzere en sert karbürlerden birisidir ve genellikle karbürlerin sertlikleri kendilerine atomik olarak bağlı olan karbon miktarına bağlıdır. Sertlik ve kırılma tokluğu değerleri incelendiğinde görülmektedir ki TiCN esaslı kompozitlerin TiC esaslı kompozitlere göre daha sert ve toktur. TiCN'ün içerdiği N miktarı ile bağlı olarak sinterleme esnasında Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ile tepkimeye daha az girerek yapıdan C uzaklaşmasını azalttığı ve yapı içinde TiC'e göre daha kararlı kaldığı düşünülmektedir. Fakat, mikroyapı incelemeleri TiCN tanelerinin TiC tanelerine göre yapı içinde daha büyük kaldığını göstermektedir. Bu fazın tane boyutunun azaltılması ile daha yüksek sertlik ve tokluk değerlerine ulaşılabileceği tahmin edilmektedir. Bu malzemenin kesici uç uygulamalarında kullanımı için daha homojen bir mikroyapıya sahip olması gerekmektedir. Atritör öğütme gibi daha etkili bir öğütme ve püskürtmeli kurutucu ile granül üretimi ile mikroyapı iyileştirilmesinin sağlanabileceği düşünülmektedir.

Sinterlemedeki yüksek sıcaklıklardan dolayı Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tanelerinde istenmeyen tane büyümesi olayının gerçekleştiği ve nihai malzemenin mekanik özelliklerini olumsuz etkilemektedir. Bu nedenle ileride yapılacak olan çalışmalarda daha

düşük sıcaklarda yüksek yoğunluklara ulaşmak ve tane büyümesinin engellenmesi için yapıya MgO ve/veya  $Y_2O_3$  ilavesinin etkilerinin araştırılması faydalı olacaktır.

Deneysel çalışmalar sonucunda karşılaşılan en büyük problem her iki sinterleme metodunda da kullanılan toz yataklarının tekrar kullanılamamasıdır. Çalışmalarda toz yatağı kullanımının amacı numuneleri ortam izole ederek dış sinterleme esnasında meydana gelebilecek dış etkenleri ve sinterlenen malzemelerdeki kütle kayıplarını en aza indirmektir. Kullanılan BN pota ve spreyn numunelere zarar verdiği daha önce belirtilmiştir. BN pota yerine karbon esaslı grafit pota kullanılması sinterleme esnasında ortamın karbonca zengin bir duruma gelmesini sağlayarak  $TiB_2$  gibi istenmeyen fazları oluşumunu önleyebileceği ve bu sayede toz yatağına gerek duyulmayacağı düşünülmektedir.

## 8. KAYNAKLAR

- [1] HULL, D., *An Introduction to Composite Materials*, Cambridge University Press, Cambridge, U.K. (1981).
- [2] MATHEWS, F.L. ve RAWLINGS, R.D., *Composite Materials: Engineering and Science*, Chapman & Hall, London, U.K. (1995).
- [3] Mc COLM, J. J., *Dictionary of Ceramic Science and Engineering*, Plenum Press, (1994).
- [4] KALEMTAS, A., *Yüksek tokluğa sahip  $\alpha$ -SiAlON seramikleri*, Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, Seramik Müh. Böl., Eskişehir, Türkiye (2000).
- [5] CHAWLA, K. K., *Ceramic matrix composites*, Chapman & Hall, London, U.K. (1995).
- [6] MUHAMMAD E.F. ve LAMBERT O., *Handbook of powder science & technology*, 2nd ed. Chapman & Hall, N.Y. (1997).
- [7] STACEY, M. H., *Developments in continuous alumina-based fibres.*, Brit. Ceram.Trans. J., **87**, 168-72 (1988).
- [8] WHITE, E. A. D. ve WOOD, J. D. C., *The growth of highly perfect alumina platelets and other oxides by solvent vapour transport*, J. Mater. Sci., **9**, 1996-2006 (1974).
- [9] KAMIKA, H., YAMAGISHI, C ve ASAMUI, J., *Mechanical properties and microstructure of Mullite-SiC-ZrO<sub>2</sub> particulate composite*, Ceram. Trans., **6**, 509-18 (1990)

- [10] WALLACE, J.S., PETZOW, G. ve CLAUSSEN, N., *Microstructure and property developments of in situ-reacted mullite-ZrO<sub>2</sub> composites*, Science and Technology of Zirconia II, Advances in Ceramic, **12**, 436-42 (1984).
- [11] BECHER, P.F. ve WEI, G.C., *Toughening behaviour in SiC-whisker reinforced alumina*, J. Am. Ceram. Soc., **67**, C267-69 (1984)
- [12] ROY, T., *A TEM investigation of silicon nitride whiskers*, Proc. 45th Meeting of the Electron Microscopy Society of America, San Fransisco Press, 160-1 (1987).
- [13] RICHERSON, W. D., *Modern ceramic engineering*, Marcel Dekker Inc., 134,530 (1992).
- [14] CHAN, R.W., HAASEN, P. ve KRAMER, E.J., *Materials Science and Technnology (A Comprehensive Treatment) Structure and Properties of Ceramics*, **11**, 119-173, Germany, (1994).
- [15] CHAN, R.W., HAASEN, P. ve KRAMER, E.J., *Materials Science and Technnology (A Comprehensive Treatment) Structure and Properties of Ceramics*, **11**, 9, Germany, (1994).
- [16] KOSMAC, T., SWAIN, M. V. ve CLAUSSEN, N., *The role of tetragonal and monoclinic ZrO<sub>2</sub> particles in the fracture toughness and strength of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>- ZrO<sub>2</sub> composites*, Mater. Sci. & Eng., **71**, 57-64 (1985).
- [17] LANGE, F.F., *Fabrication and facture toughness and strength of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – ZrO<sub>2</sub> composites*, J. Mater. Sci., **17**, 247-54 (1982).
- [18] GREEN, D.J., *Critical microstructures for microcracking in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – ZrO<sub>2</sub> composites*, J. Am. Ceram. Soc., **65**(12), 610-14 (1982).

- [19] HORI, S., KURITA, R., YOSHIMURA, M. ve SOMIYA, S., *Influence of small ZrO<sub>2</sub> additions on the microstructure and mechanical properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>*, Advances in Ceramics : Science and Technology of Zirconia III , **24**, 423-29 (1988).
- [20] BECHER, P. F. ve WEI, G. C., *Toughening behaviour in SiC-whisker reinforced alumina*, J. Am. Ceram. Soc., **67**, C267-69 (1984).
- [21] YASADU, E., KIMURA; S., KATANO, Y. ve AKUMINE, Y., *Mechanical properties of SiC whisker-reinforced PSZ*, Advances in Ceramics Vol: 24: Science and Technology of Zirconia III, 701-8, Japan (1988).
- [22] MIAO, X., RAINFORTH, W.M. ve LEE, W.E., *Pressureless sintering of SiC platelet-ZrO<sub>2</sub> composites*, Brit. Cer. Trans., **7** , 265-7 (1993).
- [23] CLAUSSEN, N.,Weisskopf, K.L. ve RUHLE, M., *Tetragonal zirconia polycrystals reinforced with SiC-whiskers*, J. Am. Ceram. Soc., **69(3)**, 288-92 (1986).
- [24] SHACKELFORD J.F., ALEXANDER W. ve RATON B., *CRC Materials Science And Engineering Handbook*, CRC Pres, (2002).
- [25] ADAMS, J.H., ANSCHUETZ B. ve WHITFIELD G., *Engineering Materials Handbook; Ceramic Cutting Tools*, Vol. 4, 258-69 (1996).
- [26] LI, X.S., *Ceramic cutting tools*, Key Engineering Materials, **96**, Trans Tech Publications, Switzerland, 1-18 (1994).
- [27] BALDONI, J.G. ve BULJAN, S.T., *Ceramics for machining*, Am. Cer. Soc. Bull., **67**, 381-87 (1988).
- [28] NORTH, B., *Ceramic cutting tool*, Carbide Tool Journal, **18**, 23-28 (1986).

- [29] BLUM, S. L. ve KALOS S. H., *Cutting tools, heat engine ceramics begin growth curve*, Ceramic Industry, **125**, 22-24 (1985).
- [30] BROOK, R.J., *Concise Encyclopedia of advanced ceramic materials*, Pergamon Press, MIT Cambridge, 98 (1991).
- [31] TRENT E. M., *Metal Cutting*, Third Edition, Oxford Press, 587 (1991).
- [32] BURKE, J.E. ve ROSOLOWSKI, J.H., *Sintering*, J. Eur. Ceram. Soc., **08**, 758-769 (2000).
- [33] REED, J.S., *Principles of ceramics processing*, John Wiley & Sons Inc., Second Edition, 596-606 (1994).
- [34] WANG. F.F.Y., *Ceramic Fabrication Processes*, Treatise on Materials Science and Technology, **9**, Academic Pres, London, 135-51 (1976).
- [35] CHAWLA, K.K., *Ceramic matrix composites*, Chapman & Hall, London, U.K. 20-28(1995).
- [36] GOLDSTEIN, A. ve SINGIRUNDI, A., *Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> based cutting tools by microwave sintering followed by hot isostatic pressing*, Am. Ceram. Soc. Bull., **83** [6], 1530-32 (1996).
- [37] BOROM, M.P. ve LEE, M., *Effect of heating rate on densification of alumina-titanium carbide composites*, Advanced Ceramic Materials, **1** [4], 335-40 (1986).
- [38] BOROM, M.P. ve LEE, M., *Rapid rate sintering of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiC composites for cutting tool applications*, Advanced Ceramic Materials, **3** [1], 38-44 (1988).
- [39] KIM, Y.W. ve LEE J.G., *Pressureless sintering of alumina-titanium carbide composites*, J. Am. Ceram. Soc., **72**, 1333-37 (1989).

- [40] CHAE, K.W. ve KIM D.Y., *Effect of  $Y_2O_3$  addition on the densification of an  $Al_2O_3$ -TiC composite*, J. Am. Ceram. Soc., **76**, 1957-60 (1993).
- [41] CAI, K.F., McLAHLAN, D.S., AXEN, N. ve MANYATSA R., *Preparation, microstructures and properties of  $Al_2O_3$ -TiC composites*, Cer. Inter., **28**, 217-222 (2002).
- [42] LI, J., SUN, J. ve HUANG, L., *Effects of ductile cobalt on fracture behaviour of  $Al_2O_3$ -TiC ceramic*, Mater. Sci. & Eng., **A323**, 17-20 (2002).
- [43] LEE, J.H., KO, S.K. ve WON, C.W., *Sintering behaviour of  $Al_2O_3$ -TiC composite powder prepared by SHS process*, Mat. Res. Bull., **36**, 989-96 (2001).
- [44] SARIKAYA, H.,  *$Al_2O_3$ -TiC Kompozitlerinin Basınçsız Sinterleme ile Üretimi*, Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, Seramik Müh. Böl., Eskişehir, Türkiye (2001).
- [45] KAYMAKCI, İ.,  *$Al_2O_3$ -TiC Kompozitlerinin Gaz Basıncılı Sinterleme ile Üretimi*, Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, Seramik Müh. Böl., Eskişehir, ; Türkiye (2001).
- [46] CHEN, R.Z., CHIU, Y.T. ve TUAN, W.H., *Toughening of alumina with both nickel and zirconia inclusions*, J. Eur. Ceram. Soc., **20**, 1901-1906 (2000).