

**SIAION SERAMİKLERİNİN SEAMLESS
KAYNAKLAMA TEKNİĞİ İLE BİRLEŞTİRİLMESİ**

Lale AVCI
Yüksek Lisans Tezi

Fen Bilimleri Enstitüsü
Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı
Eylül-2004

JÜRİ VE ENSTİTÜ ONAYI

Lale AVCI'nın SiAlON Seramiklerinin Seamless Kaynaklama Tekniği ile Birleştirilmesi başlıklı **Seramik Mühendisliği** Anabilim Dalındaki, Yüksek Lisans tezi 14.09.2004 tarihinde, aşağıdaki jüri tarafından Anadolu Üniversitesi Lisansüstü Eğitim-Öğretim ve Sınav Yönetmeliğinin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

	Adı-Soyadı	İmza
Üye (Tez Danışmanı)	: Doç. Dr. Servet TURAN	
Üye	: Yrd. Doç. Dr. Adnan ÖZCAN	
Üye	: Yrd. Doç. Dr. Gürsoy ARSLAN	

Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun **17.09.2004.** tarih ve **30/19..** sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Enstitü Müdürü

Prof. Dr. Altuğ İFTAR
Fen Bilimleri Enstitüsü
Müdürü

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

SiAlON SERAMİKLERİNİN SEAMLESS KAYNAKLAMA TEKNİĞİ İLE BİRLEŞTİRİLMESİ

LALE AVCI

Anadolu Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Doç.Dr. Servet TURAN
2004, 73 sayfa

Bu çalışmada, SiAlON seramikleri sinterleme katkıları aratabaka olarak kullanılarak kaynaklanmıştır. Uygun aratabaka kompozisyonun belirlenmesi için $Y_2O_3-Sm_2O_3-CaCO_3$ ve $Y_2O_3-SiO_2-Sm_2O_3-CaCO_3$ aratabaka kompozisyonları sinterlenmiş SiAlON seramiklerinin arasına konularak $1770^\circ C$ 'de 1 saat süreyle kaynaklanmıştır. Kaynaklama sıcaklığı ve aratabaka miktarının bağlanma davranışı üzerine etkisini incelemek için farklı miktarlarda $Y_2O_3-SiO_2-Sm_2O_3-CaCO_3$ aratabaka kompozisyonu kullanılarak $1600-1820^\circ C$ sıcaklık aralığında, 1 saat bekleme süresiyle kaynaklama deneyleri yapılmıştır. Aratabakaya Si_3N_4 ilavesinin etkisini incelemek için $Si_3N_4-Y_2O_3-SiO_2-Sm_2O_3-CaCO_3$ kompozisyonuyla 1600 ve $1700^\circ C$ 'de kaynaklama yapılmıştır. Kaynakların mikroyapı ve kimyasal karakterizasyonları taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve mikroskoba bağlı olarak çalışan enerji saçılımlı X-ışınları spektrometresi (EDX) kullanılarak yapılmıştır. $Y_2O_3-SiO_2-Sm_2O_3-CaCO_3$ aratabaka kompozisyonuyla SiAlON seramikleri başarılı bir şekilde kaynaklanmıştır. Buna karşılık $Y_2O_3-Sm_2O_3-CaCO_3$ ve $Si_3N_4-Y_2O_3-SiO_2-Sm_2O_3-CaCO_3$ aratabaka kompozisyonlarıyla iyi bağlanma elde edilememiştir. Sonuçlar iyi bağlanmanın, aratabakanın ıslatma ve yayılma davranışlarına bağlı olduğunu göstermiştir.

Anahtar Kelimeler: Kaynaklama, Ara Yüzey, Islatma Davranışı, SiAlON Seramikleri

ABSTRACT

Master of Science Thesis

JOINING OF SiAlON CERAMICS BY USING THE SEAMLESS JOINING TECHNIQUE

LALE AVCI

Anadolu University
Graduate School of Sciences
Ceramic Engineering Program

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Servet TURAN
2004, 73 pages

In this thesis, SiAlON ceramics were joined using sintering additives as an interlayer. To be able to determine the proper joining composition, sintered SiAlON ceramics were joined at 1770°C for an hour using either $Y_2O_3-Sm_2O_3-CaCO_3$ or $Y_2O_3-SiO_2-Sm_2O_3-CaCO_3$ interlayer compositions. To investigate the effect of joining temperature and the amount of interlayer on the bonding behaviour, joining experiments were carried out at the temperatures ranging from 1600 to 1820°C with 1 hour holding time using different amounts of $Y_2O_3-SiO_2-Sm_2O_3-CaCO_3$ interlayer composition. Effect of Si_3N_4 addition to interlayer was studied at 1600 and 1700°C joining temperatures using $Si_3N_4-Y_2O_3-SiO_2-Sm_2O_3-CaCO_3$ composition. The microstructural and chemical characterisations of joints were carried out using a scanning electron microscope (SEM) attached with an energy dispersive X-ray spectrometer (EDX). As a result, sintered SiAlON ceramics were successfully bonded by joining with an interlayer composition of $Y_2O_3-SiO_2-Sm_2O_3-CaCO_3$ whereas good bonding was not achieved with interlayer compositions of $Y_2O_3-Sm_2O_3-CaCO_3$ and $Si_3N_4-Y_2O_3-SiO_2-Sm_2O_3-CaCO_3$. The results showed that the successful joining is related to the wetting and spreading behaviour of interlayer.

Keywords: Joining, Interface, Wetting Behaviour, SiAlON Ceramics

TEŞEKKÜR

Öncelikle tez çalışmamda bana yol göstererek daha fazla konuda bilgi sahibi olmamı sağlayan ve birlikte çalışmaktan onur duyduğum değerli Danışman Hocam Doç. Dr. Servet TURAN'a,

Mekanik testlerin gerçekleşmesinde destek olan ve beni bilgilendiren Sivil Havacılık MYO Öğretim Üyesi Yrd. Doç. Dr. Dilek TURAN'a ve yardımlarından dolayı Öğr. Gör. Orkun TUNÇKAN'a,

Mekanik testlerde desteklerini aldığım hocalarım Yrd. Doç. Dr. Cemal AKSEL ve Yrd. Doç. Dr. Gürsoy ARSLAN'a,

Laboratuvar çalışmalarım süresince her konuda yardımcı olan doktora öğrencisi Nurcan ÇALIŞ'a,

Karakterizasyon çalışmalarında yardımını esirgemeyen Araş. Gör. Emel ÖZEL'e,

Yorumlarını paylaşan Araş. Gör. Ayşe KALEMTAŞ'a,

Laboratuvar çalışmalarımda yardımlarını gördüğüm Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümü asistanlarına ve teknisyenlerine,

Maddi ve manevi yönden hiçbir desteğini esirgemeyen aileme,

Sonsuz teşekkürlerimi sunuyorum.

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
İÇİNDEKİLER.....	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	x

1. GİRİŞ.....	1
---------------	---

2. KAYNAKLAMA TEKNOLOJİSİNE GENEL BAKIŞ.....	3
--	---

3. Si₃N₄ ESASLI MALZEMELERİN KAYNAKLANMASI

ÜZERİNE DAHA ÖNCEDEN YAPILMIŞ

OLAN ÇALIŞMALAR.....	5
----------------------	---

3.1. Si ₃ N ₄ ' ün Katı-Hal Bağlanması.....	5
---	---

3.2. Silisyum Nitrür Kaynaklama.....	5
--------------------------------------	---

3.3. Kaynaklanmış Silisyum Nitrür' ün Mekanik Özellikleri.....	6
--	---

3.4. β-SiAlON-Cam Kompozit Aratabaka Kullanılarak SiAlON Seramiklerin Kaynaklanması.....	8
---	---

3.5. β-SiAlON-Cam Kompozit Aratabaka Kullanılarak Kaynaklanmış β-SiAlON Seramiklerin Mekaniksel Özellikleri.....	11
---	----

3.6. Y-SiAlON Sisteminde Oksit ve Oksinitrür Camlar Kullanılarak Seramiklerin Kaynaklanması.....	12
---	----

3.7. Aratabaka Kompozisyonunun Si ₃ N ₄ Seramiklerin Kaynak Mukavemeti Üzerine Etkisi.....	14
---	----

3.8. Yüksek Sıcaklık Uygulamaları için Silisyum Nitrür Seramiklerin Kaynaklanması.....	16
---	----

3.9. Si ₃ N ₄ Esaslı Seramiklerin Oksidasyon Oluşumlu Yüzey Tabakasıyla Kaynaklanması.....	17
3.10. SiO ₂ ve Y ₂ O ₃ Aratabakalar Kullanılarak Si ₃ N ₄ 'ün Kaynaklanması.....	18
3.11. Si ₃ N ₄ Seramiklerin Bağlantı Yeri Olmaksızın Kaynaklanması.....	19
4. ÇALIŞMANIN AMACI.....	21
5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	22
5.1. Kullanılan Hammaddeler.....	22
5.2. SiAlON Numuneleri ve Aratabakanın Üretimi.....	23
5.3. Kaynaklama Deneyleri.....	25
5.3.1. GPS'de Gerçekleştirilen Kaynaklama Deneyleri.....	27
5.3.1.1. Kompozisyon Tasarımının Kaynaklamaya Uygunluğunun İncelenmesi için Gerçekleştirilen Kaynaklama Deneyleri.....	27
5.3.1.2. Kaynaklama Sıcaklığına Bağlı Olarak Bağlanma Davranışını İncelemek için Gerçekleştirilen Kaynaklama Deneyleri.....	28
5.3.1.3. Aratabaka Miktarı ve Sıcaklığa Bağlı Olarak Aratabakanın İslatma ve Yayılma Davranışlarını İncelemek için Gerçekleştirilen Kaynaklama Deneyleri.....	29
5.3.2. ASTRO'da Gerçekleştirilen Kaynaklama Deneyleri.....	30
5.3.2.1. Kaynak Bölgesinin Eliminasyonu için Minimum Miktarda Aratabakayla Gerçekleştirilen Kaynaklama Deneyleri.....	30
5.3.2.2. Aratabakanın Si ₃ N ₄ İçeriğinin Kaynaklamaya Etkisini İncelemek için Gerçekleştirilen Kaynaklama Deneyleri.....	30

5.4. Kaynaklanmış SiAlON Seramiklere Uygulanan	
Test ve Analizler.....	31
5.4.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile Mikroyapı	
Analizi.....	31
5.4.2. Mekanik Testler.....	31
6. DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMA.....	34
6.1. GPS’de Elde Edilen Kaynaklar.....	34
6.1.1. Uygun Aratabaka Kompozisyonunun Belirlenmesi.....	34
6.1.2. Kaynaklama Sıcaklığının Bağlanma Üzerine Etkisi.....	35
6.1.3. Aratabaka Miktarı ve Sıcaklığın Aratabakanın	
Islatma ve Yayılma Davranışları Üzerine Etkisi.....	48
6.1.3.1. Sıcaklığın Etkisi.....	48
6.1.3.2. Aratabaka Miktarının Etkisi.....	52
6.2. ASTRO’da Elde Edilen Kaynaklar.....	55
6.2.1. Kaynak Bölgesinin Eliminasyonu.....	55
6.2.2. Aratabakanın Si ₃ N ₄ İçeriğinin Bağlanma Üzerine Etkisi.....	61
6.3. Mekanik Test Sonuçları.....	63
7. GENEL SONUÇLAR.....	66
8. ÖNERİLER.....	69
KAYNAKLAR.....	70

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa No

2.1. Seramikleri kaynaklamada kullanılan teknikler.....	3
5.1. Aratabaka üretimi akış şeması.....	24
5.2. Aratabaka üretiminin ilk aşamasında kullanılan kalıpla elde edilen peletlerden aratabaka elde edilmesi.....	25
5.3. Kaynaklama işlemi için numune konfigürasyonu.....	26
5.4. Kaynaklama işleminde numunelerin pota içindeki yerleşimi.....	26
5.5. Kaynaklama deneylerinin şematik gösterimi.....	27
5.6. Kayma mukavemeti testi için kaynaklanmış numunenin şematik görünümü.....	32
5.7. Kayma mukavemeti ölçümü için kaynaklama işleminde numunelerin pota içindeki yerleşimi.....	32
5.8. Kayma testi aparatı.....	33
6.1. 1720°C’de kaynaklanmış numunenin BEI-SEM görüntüsü: (a) kaynak bölgesi boyunca kalınlık değişimi, (b) kristal oluşumu.....	36
6.2. (a) 1720°C’ de kaynaklanmış numunenin BEI-SEM görüntüsü, (b) kristalsiz bölge ve (c) kristal bölgesinin EDX spektrumu.....	38
6.3. Kaynak bölgesindeki kristal üzerinde 1 numaralı çizgi boyunca elementlerin değişimini gösteren çizgisel EDX analizi.....	39
6.4. Kaynak bölgesindeki 2 numaralı çizgi boyunca elementlerin değişimini gösteren çizgisel EDX analizi.....	40
6.5. Kristal oluşumunun meydana geldiği kaynak bölgesinde elementlerin dağılımını gösteren EDX haritası.....	41
6.6. Si ₃ N ₄ -YN-Y ₂ O ₃ -SiO ₂ sisteminin 1600-1750°C’deki faz diyagramı.....	43
6.7. 1770°C’de kaynaklanmış numunenin BEI-SEM görüntüsü.....	45
6.8. 1820°C’de kaynaklanmış numunenin geri yansıyan elektron görüntüsü: (a) 400x ve (b)2670x.....	46
6.9. ≈0,2 g’lık aratabaka için sıcaklığa bağlı olarak kaynak bölgesi kalınlığının değişimi.....	47

- 6.10.** (a) 1695°C, (b) 1720°C, (c) 1745°C ve (d) 1770°C’de 0,1 g’lık aratabaka ile kaynaklanmış SiAlON numunelerinin BEI-SEM görüntüleri..... 48
- 6.11.** Kaynaklama sıcaklığına bağlı olarak bağlanma davranışını gösteren BEI-SEM görüntüleri: (a) 1695°C, (b) 1720°C, (c) 1745°C ve (d) 1770°C.....50
- 6.12.** 1695°C’de kaynaklanmış SiAlON numunesinde kaynak bölgesinde kristal oluşumunu gösteren BEI-SEM görüntüsü.....50
- 6.13.** 0,1g’lık aratabaka için sıcaklığa bağlı olarak kaynak bölgesi kalınlığının değişimi..... 51
- 6.14.** 1745°C’de kaynaklanmış SiAlON numunelerinin BEI-SEM görüntüleri: (a) 0,1 g, (b) 0,15 g ve (c) 0,2 g’lık aratabaka ile kaynaklanmış numuneler..... 52
- 6.15.** Aratabaka miktarına bağlı olarak 1745°C’de bağlanma davranışını gösteren BEI-SEM görüntüleri: (a) 0,1g, (b) 0,15g ve (c) 0,2g’lık aratabaka ile kaynaklanmış SiAlON numuneleri..... 53
- 6.16.** 0,2g’lık aratabaka ile 1745°C’de kaynaklanmış numunede kaynak bölgesi boyunca farklı mikroyapı oluşumu: (a) kenarlara doğru incelen bölge ve (b) merkeze doğru kalınlaşan bölge..... 53
- 6.17.** 1745°C kaynaklama sıcaklığı için aratabaka miktarına bağlı olarak kaynak bölgesi kalınlığının değişimi..... 54
- 6.18.** ASTRO fırınında 1700°C’de 0,03g’lık aratabaka ile kaynaklanmış numunenin BEI-SEM görüntüleri: (a) kaynak bölgesinde meydana gelen kırılma ve (b) kaynak bölgesindeki kristal oluşumu.....57
- 6.19.** (a) 0,03g’lık aratabaka ile ASTRO’da kaynaklanmış numunede kaynak bölgesinin BEI-SEM görüntüsü, (b) 1 numaralı bölgenin, (c) 2 numaralı bölgenin ve (d) 3 numaralı bölgenin EDX spektrumu..... 58
- 6.20.** 0,03g’lık aratabaka ile elde edilen kaynak bölgesinde çizgi boyunca elementlerin değişimini gösteren çizgisel EDX analizi..... 60

- 6.21.** 0,1g'lık aratabaka ile ASTRO'da 1700°C'de kaynaklanmış numunenin BEI-SEM görüntüsü..... 61
- 6.22.** Si₃N₄ ilaveli aratabakayla 1700°C'de kaynaklanmış numunenin BEI-SEM görüntüsü..... 63
- 6.23.** ASTRO' da 1650°C ve 1700°C'de kaynaklanmış SiAlON seramiklerinin maksimum kayma mukavemeti değerleri.....64

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa No

2.1. Kaynaklama proseslerinin karakteristik özellikleri.....	4
5.1. Kaynaklama deneylerinde kullanılan hammaddeler.....	22
5.2. Aratabaka kompozisyonlarındaki bileşenlerin oranları.....	23
5.3. I ve II no'lu kompozisyonların kaynaklamaya uygunluğunun incelenmesi için gerçekleştirilen kaynaklama deneylerinde proses koşulları.....	28
5.4. Kaynaklama sıcaklığına bağlı olarak bağlanma davranışını incelemek için gerçekleştirilen kaynaklama deneylerinde proses koşulları.....	28
5.5. Aratabaka miktarı ve sıcaklığın etkisini incelemek için gerçekleştirilen kaynaklama deneylerinde proses koşulları.....	29
5.6. Kaynak bölgesinin eliminasyonu için gerçekleştirilen kaynaklama deneylerinde proses koşulları.....	30
5.7. Si ₃ N ₄ içeriğinin etkisini incelemek için gerçekleştirilen kaynaklama deneylerinde proses koşulları.....	31
6.1. Kompozisyon seçimi için kaynaklama sonuçları.....	34
6.2. 1720°C' de elde edilen kaynak bölgesinin EDX ile belirlenen ve oksit olarak hesaplanan kimyasal analiz sonuçları.....	38
6.3. ≈0,2 g'lık II no'lu aratabaka kompozisyonu ile 22 bar basınç altında elde edilen kaynaklama sonuçları.....	47
6.4. 0,1 g'lık II no'lu aratabaka kompozisyonu ile 22 bar basınç altında elde edilen kaynaklama sonuçları.....	51
6.5. 1745°C kaynaklama sıcaklığında ve 22 bar basınç altında farklı miktarlarda aratabakalarla elde edilen kaynaklama sonuçları.....	54
6.6. Kaynak bölgesinin eliminasyonu için ASTRO fırınında 1 bar basınç altında II no'lu aratabaka kompozisyonu ile gerçekleştirilen kaynaklama deneylerinin sonuçları.....	55

- 6.7. 0,03g'lık aratabaka ile ASTRO'da kaynaklanan numunede kaynak bölgesinin EDX ile belirlenen ve elemental olarak verilen kimyasal analiz sonuçları.....59
- 6.8. 0,03 g'lık aratabaka ile ASTRO'da kaynaklanan numunede kaynak bölgesinin EDX ile belirlenen elemental analizinden yararlanarak oksit olarak hesaplanan kimyasal analiz sonuçları..... 59
- 6.9. Si₃N₄ içeren aratabaka kompozisyonu kullanılarak 1 bar basınç altında gerçekleştirilen kaynaklama deneylerinin sonuçları.....62

1. GİRİŞ

Kaynaklama teknolojisine iki tip gereksinimi karşılamak için ihtiyaç duyulmaktadır. Bunlar; basit şekilli bileşenlerden kompleks yapıların üretildiği ve birden çok malzemenin birleştirildiği durumlardır [1].

Seramik kaynaklama, uzun yıllardır birçok araştırmaya konu olmuştur. Bununla birlikte, seramik malzemelerin dahili yanma motorlarında, türbin motorlarında ve ısı değiştiricilerde yapısal bileşen olarak kullanılması, seramik kaynaklama teknolojisinin önemini daha da artırmıştır [2].

Kaynaklama tekniklerinin en önemli fonksiyonlarından birisi; kompleks, çok bileşenli yapıların ekonomik bir şekilde üretimine imkan sağlamasıdır. Monolitik olarak üretilebilen kompleks parçalar için maliyet önemli bir sorundur. Bu nedenle seramik parçaların etkin bir şekilde kaynaklanması maliyet açısından önemlidir [2].

Seramik kaynaklama teknolojisi ayrıca seramik yapıların güvenilirliğinin artırılmasında önemli bir rol oynamaktadır. Çünkü seramikler; kırılğan malzemelerdir ve üretimde kullanılan hammaddelerden, üretim teknolojisine kadar büyük bir hassasiyet gerektirir. Önceden belirlenmemişse, tek bir kusur bile malzemenin işlev dışı kalmasına neden olabilir. Kompleks monolitik yapıda kusuru belirlemek zor olabilir. Buna karşılık basit şekilli bileşenlerde kaynaklamadan önce herhangi bir kusuru belirlemek daha kolaydır [2].

Yapısal ileri teknoloji seramikler arasında Si_3N_4 , çok iyi yüksek sıcaklık mukavemeti, aşınma ve oksidasyon direnci nedeniyle önemli bir seramik malzemedir. Geniş uygulama alanına bağlı olarak, bu malzemenin güvenilir bir şekilde birleştirilmesi için kaynaklama tekniklerinin geliştirilmesi gereklidir [3]. Temel olarak Si_3N_4 seramiklerin kaynaklanması için iki metot kullanılır. Bunlar; lehimleme ve difüzyon bağlamadır. Difüzyon bağlama tekniği ile yüksek mukavemete sahip kaynaklar elde edilebilir ancak bu metod, yüksek bağlanma sıcaklıkları ve uzun kaynaklama süreleri gerektirir [4]. Lehimleme tekniğinde ise, Si_3N_4 seramiklerin kaynaklanmasında aratabaka olarak seramik, polimerik, metalik alaşım [5] ya da cam kompozisyonları [3] kullanılmıştır. Metal aratabaka ile lehimleme tekniğinde tipik olarak kullanılan metal; ağırlıkça %1-5 oranında Ti

içeren Ag-Cu ötektik alaşımdır. Bu şekilde elde edilen Si_3N_4 kaynakların kullanım sıcaklığı 600°C ile sınırlıdır. Metal aratabaka kullanılarak elde edilen Si_3N_4 kaynakların yüksek sıcaklık mukavemetini arttırmak için Pd, Pt gibi daha refrakter lehim alaşımları kullanılmıştır fakat bunun endüstriyel kullanım için maliyeti yüksektir [6]. Ayrıca metal aratabaka kullanıldığında elde edilen kaynak bölgesinin mikroyapısının seramikten oldukça farklı olması ve termal genleşme katsayılarının uyumsuzluğu nedeniyle kaynak içinde termal gerilmeler ve çatlaklar oluşabilmektedir [7]. Kaynaklama için aratabaka malzemesi olarak saf cam kullanıldığında, cam tabakasının çatlak ilerlemesine karşı direncinin düşük olması nedeniyle kaynak kırılmaktadır. Oksit camlarla karşılaştırıldığında oksinitrür camların yüksek sıcaklık performansı daha iyidir. Geçiş sıcaklığı daha yüksektir ve azot içeriğinin artmasıyla termal genleşme katsayısı azalmaktadır. Yüksek sıcaklıklarda yüksek mukavemetli seramik kaynaklar elde etmek için, uygun aratabaka malzemesinin seçilmesi çok önemlidir [3].

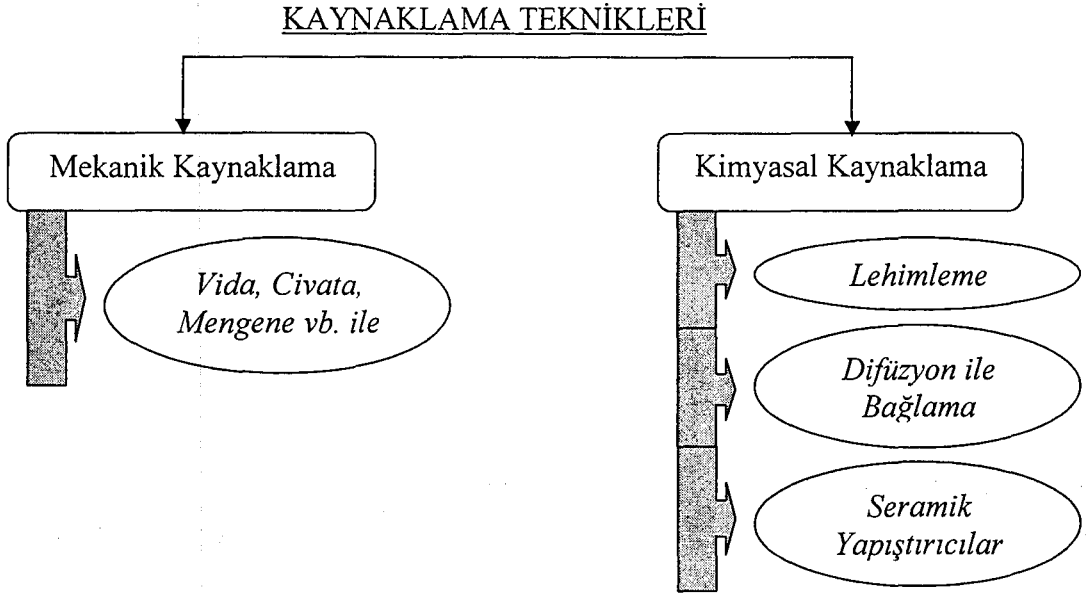
Si_3N_4 seramiklerin kaynaklanmasında aratabaka olarak sinterleme katkılarının kullanılması ilk defa Loehman ve arkadaşları [8] tarafından geliştirilmiştir. Bu yaklaşım; “eğer sinterleme ilaveleri her bir tane arasında iyi bir bağlanma sağlıyorsa, aynı zamanda bulk malzemenin bağlanması için de uygun olmalıdır” düşüncesine dayanmaktadır [5].

Kaynaklama prosesi optimize edildiği zaman, Si_3N_4 parçalarının arasındaki bağlantı yeri elimine edilebilir ve sonuç olarak yüksek sıcaklıklarda bile bulk Si_3N_4 ile karşılaştırılabilir kaynak mukavemetleri elde edilebilir [5].

Bu çalışma Si_3N_4 esaslı malzemelerin kaynaklanması ile ilgilidir. Si_3N_4 ve SiAlON seramikleri ile ilgili detaylı bilgi literatürde mevcuttur [9-13]. Bu nedenle bundan sonraki bölümde Si_3N_4 ve SiAlON’ un kaynaklanmasına yönelik çalışmalar irdelenecektir.

2. KAYNAKLAMA TEKNOLOJİSİNE GENEL BAKIŞ

Seramikleri kaynaklamak için kullanılan teknikler; mekanik kaynaklama ve kimyasal kaynaklama olmak üzere iki gruba ayrılabilir [14]. Seramikleri kaynaklamada kullanılan teknikler şematik olarak Şekil 2.1.'de görülmektedir. Kaynaklama teknikleriyle ilgili detaylı bilgi, literatürde mevcuttur [1,15,16].



Şekil 2.1. Seramikleri kaynaklamada kullanılan teknikler

Çizelge 2.1.'de kaynaklama proseslerinin karakteristik özellikleri görülmektedir. Bu teknikler arasında “en iyi” olarak nitelendirilebilecek bir teknik yoktur. Çünkü her bir tekniğin avantajları ve dezavantajları vardır. Mekanik kaynaklama ile kalıcı bir şekilde birleştirilmiş yapılar elde edilemez. Bununla birlikte, mekanik olarak kaynaklanmış parçalar, termal çevrim ya da sızdırmazlık gerektiren uygulamalar için uygun değildir. Bu tip uygulamalar için sürekli ve kalıcı bir şekilde birleştirilmiş ara yüzeyler gereklidir. Yapıştırıcı ile kaynaklama tekniğinin endüstride, düşük yatırım maliyeti ve hızlı oluşu gibi bazı avantajları olabilir, ancak servis sıcaklıkları düşüktür. Epoksi ve fenolik yapıştırıcılar 150°C, poliamid yapıştırıcılar ise 200-300°C kullanım sıcaklığına sahiptirler [1].

Kaynaklama tekniklerine genel olarak bakıldığında en çekici kaynaklama tekniklerinin lehimleme ve difüzyon ile bağlama olduğu görülmektedir [1].

Lehimleme ile kaynaklama tekniğinde, seramik yüzeylerin lehim tarafından ıslatılması gereklidir. Yapısal seramikler, bilinen en kararlı bileşenler arasındadır ve bunların kimyasal kararlılıklarının bir sonucu olarak sıvı metaller tarafından ıslatılmaları zordur. Seramik yüzeylerin metaller tarafından ıslatılması iki şekilde sağlanabilir; 1) Lehimlemeden önce seramik yüzeylerin ıslatılmasına katkıda bulunacak şekilde kaplama yapılması, 2) ıslatmayı aktive edici lehim alaşımlarının kullanılması (Ör; Ti ilavesi) [2]. Endüstride bir çok uygulama için kaynaklama tekniği olarak lehimleme tercih edilmektedir [1].

Difüzyon ile bağlama; yüksek sıcaklıkta basınç uygulamasıyla, temas eden yüzeyler arasında bağlanmanın gerçekleştiği difüzyon prosesine dayanan katı hal kaynaklanmasıdır. Yüksek sıcaklık ve basınç uygulaması gerektirdiği için pahalı bir tekniktir [1]. Buna karşılık difüzyon bağlama ile elde edilmiş kaynaklar yüksek sıcaklıklarda kullanılabilirler. Seramik turbo yükleyicileri buna örnek olarak verilebilir [15].

Çizelge 2.1. Kaynaklama proseslerinin karakteristik özellikleri

<i>Proses</i>	<i>Bütünlük</i>	<i>Uygulama Sıcaklığı</i>	<i>Kullanım Yaygınlığı</i>
Mekanik Kaynaklama	Düşük	Düşük ve Yüksek	Yüksek
Yapıştırıcılar	Orta	Düşük	Yüksek
Lehimleme	Yüksek	Yüksek	Yüksek
Difüzyon ile Bağlama	Yüksek	Yüksek	Düşük

3. Si₃N₄ ESASLI MALZEMELERİN KAYNAKLANMASI ÜZERİNE DAHA ÖNCE DEN YAPILMIŞ OLAN ÇALIŞMALAR

3.1. Si₃N₄' ün Katı-Hal Bağlanması

1979 yılına kadar oksit olmayan seramiklerin kaynaklanması üzerine sınırlı sayıda çalışma gerçekleştirilmiştir. Becher ve ark. [17], Si₃N₄' ün kaynaklanması üzerine yaptıkları çalışmada, 1400-1500°C sıcaklık aralığında, ara yüzeyler arası teması korumak için çok düşük bir basınç (≤ 1.5 MPa) uygulamışlar ve aratabaka malzemesi olarak ZrO₂ ve ZrSiO₄ kullanmışlardır. Sıcak preslenmiş Si₃N₄ parçalarını 1500°C kaynaklama sıcaklığında, ZrO₂ aratabakası kullanarak kaynakladıklarında 175 MPa maksimum mukavemet değerine ulaşmışlardır. Buna karşılık, aratabaka malzemesi olarak ZrSiO₄ kullandıklarında Si₃N₄' ü başarılı bir şekilde kaynaklayamamışlar ve 35 MPa mukavemet değeri elde etmişlerdir [17].

3.2. Silisyum Nitrür Kaynaklama

Si₃N₄ seramiklerin kaynaklanmasında aratabaka olarak sinterleme katkılarının kullanılması ilk defa 1985 yılında Loehman ve ark. [8] tarafından geliştirilmiştir. Bu yaklaşım; “eğer sinterleme ilaveleri her bir tane arasında iyi bir bağlanma sağlıyorsa, aynı zamanda bulk malzemenin kaynaklanması için de uygun olmalıdır” düşüncesine dayanmaktadır. Bulk yapı içinde tane ve tane sınırı fazı arasında ve bulk yapı-kaynak ara yüzeyinde fiziksel ve kimyasal uyumu sağlamışlardır. Loehman ve ark., cam ve Si₃N₄ arasında meydana gelen reaksiyonları şu şekilde tanımlamışlardır; cam, Si₃N₄' ün tane sınırlarına sızar ve Si₃N₄, cam içerisinde çözünür. Si₃N₄ çözünürlüğünün artmasıyla camdan, silisyum oksinitrür' ün kristalizasyonu gerçekleşir [8].

Loehman ve ark. [8], yaptıkları çalışmada sıcak preslenmiş Si₃N₄ parçaları kaynaklamak için, Si₃N₄' ün taneler arası fazının ortalama kompozisyonundan yola çıkarak, SiO₂-MgO-Al₂O₃ cam kompozisyonunu kullanmışlardır. Ağırlıkça %85 cam + %15 Si₃N₄ ve %20 cam + %80 Si₃N₄ olmak üzere iki farklı orana sahip kompozisyon için 1650°C' de gerçekleştirdikleri kaynaklama işlemleri sonucunda, kristalin bölgelerin α -Si₃N₄, β - Si₃N₄ ve Si₂N₂O' den oluştuğu belirlenmiştir. %85 cam + %15 Si₃N₄ kompozisyonu için

başlangıçta $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ oluşumuna eğilim olduğu ancak daha uzun süreler için $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ ' ün içerisinde çözüldüğü ve cam şeklinde soğuduğu bildirilmiştir. %20 cam + %80 Si_3N_4 kompozisyonu için 1650°C ' de başlangıçta tamamen $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ ' ün bulunduğu ve daha uzun ısıtma süreleriyle sadece relatif oranlarda değişim olduğu bildirilmiştir. Mikroyapı incelemelerinde, kaynak kalınlığının homojen olmadığı ve kaynak bölgesinin merkezinde iğne yapılı kristaller içeren, $\approx 50\mu\text{m}$ kalınlığında camsı kaynak tabakasının bulunduğu bildirilmiştir [8].

3.3. Kaynaklanmış Silisyum Nitrür' ün Mekanik Özellikleri

Johnson ve ark. [18]; $\text{SiO}_2\text{-MgO-Al}_2\text{O}_3$ cam kompozisyonunu kullanarak elde ettikleri $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Si}_3\text{N}_4$ kaynakların mukavemetini 4-nokta eğme testi ile belirlemişlerdir. $1575\text{-}1650^\circ\text{C}$ sıcaklık aralığında, 30-60 dk. süreyle kaynaklanan numunelerin mukavemet değerlerinin ≈ 400 MPa olduğunu ve bu değerlerin optimum kaynaklama koşulları olduğu belirlenmiştir. Optimum kaynaklama koşulları aralığının dışında mukavemet değerlerinin çok düşük olduğu görülmüştür [18].

Kaynak kalınlığının, mukavemet üzerine etkisini incelemek için optimum kaynaklama koşulları aralığında, 1580°C sıcaklıkta 45 dakika bekleme süresi ile kaynaklama gerçekleştirilmiştir. Elde edilen kaynak kalınlığının, yüzey üzerindeki camın miktarına bağlı olduğunu ve kaynaklama öncesinde yüzeyin pürüzsüz olması gerektiğini belirtmişlerdir. Mikroyapı incelemeleri ve mukavemet deneyleri sonucunda iki tip kırılma mekanizması olduğu belirlenmiştir. Kaynak kalınlıkları $\approx 20\text{-}25\mu\text{m}$ ' nin altında olduğunda, kalınlığın artmasıyla mukavemet artmıştır. Kaynak kalınlığı $35\mu\text{m}$ ' nin üzerinde olduğunda ise kaynak kalınlıklarının artmasıyla mukavemet azalmıştır. Geçiş zonu olan $\approx 25\text{-}35\mu\text{m}$ aralığındaki kalınlıklarda, mukavemetin oldukça kararlı olduğu görülmüştür. Elde edilen maksimum mukavemet değeri $\approx 30\mu\text{m}$ kaynak kalınlığı için ≈ 460 MPa' dır ve daha önceki çalışmalara göre, o zamana kadar elde edilen en iyi mukavemet değeridir [18].

Johnson ve ark. [18], kırılma yüzeylerinin SEM incelemeleri sonucunda iki tip kırılma mekanizması olduğunu belirtmişlerdir. Eğer kaynak $\approx 25\mu\text{m}$ ' den inceyse, $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ kristalleri kaynak boyunca gelişir ve birbirine kenetlenmiş yapıda

bulunur. Bununla birlikte, kristal gelişme süresince cam tüketilir ya da buharlaşır ve sonuçta poroz bir yapı oluşur. Kırılma, $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ tabakası içinde başlar ve çatlak $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$, arayüzey ve Si_3N_4 ' e doğru ilerler. Mukavemetin düşük olması, kaynak tabakasındaki porozitenin sonucudur. Kaynak kalınlığı artarken, $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ kristalleri arasında daha fazla cam kalacaktır. Daha yüksek mukavemete sahip kaynakta, $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ kristalleri cam içinde büyümüştür. Bununla birlikte bazı bölgeler camın tüketilmesi ve buharlaşmasıyla porozdur. İnce kaynakların düşük mukavemeti, Si_3N_4 ' ün cam tarafından tamamen örtülmemesi ve bu yüzden kaynak içinde oluşan geniş boşluklarla ilişkilendirilmiştir [18].

Kaynağın $\approx 35 \mu\text{m}$ ' den daha kalın olması durumunda kaynak daha fazla cam içermiş ve $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ kristalleri kaynak boyunca tamamen gelişmemiştir. $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ kristalleri Si_3N_4 -cam ara yüzeyi boyunca gelişmiş ve bunun sonucunda kuvvetli ara yüzeysel bağlanma oluşmuştur. Termal genişleme uyumsuzluğunun sonucu olarak, kalın kaynak içindeki cam tabakasında çatlaklar oluşmuştur. Bu çatlaklar, ara yüzeye doğru ilerlemiş ancak Si_3N_4 içerisinde sadece kısa bir mesafeye nüfuz etmiştir. Kaynak yakınındaki Si_3N_4 içinde geniş cam bölgeleri bulunmuş ve çatlaklar sadece bu bölgeler içerisinde uzamıştır. Termal genişleme uyumsuzluğundan kaynaklanan çatlaklar, bağımsız kırılma orijinlerinin oluşumuna izin verir. Bağımsız kırılma, sıklıkla cam içindeki kabarcıklar ya da porlardan başlar. İlerleyen bir çatlak, önceden var olan bir çatlakla kesiştiği zaman, bu çatlağın sonunda tekrar başlangıca yol açar. Sonuç olarak, çatlakların bitişme bölgelerinde ani kırılmalar meydana gelir. Kaynak mukavemeti, oluşan çatlakların hangi yöne doğru ilerlediğine bağlıdır. Johnson ve ark. [18], yaptıkları çalışmada yüksek mukavemetli kaynakların, kırılma orijini cam içinde ancak çatlağın daha çok Si_3N_4 ' e doğru ilerlemesi durumunda elde edildiğini bildirmişlerdir [18].

Kırılma mekanizmalarının eş zamanlı meydana geldiği bir geçiş bölgesi vardır. Bu durumda, kaynağın bazı bölgelerinde çatlaklar vardır ve diğer kısımlarda sadece $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ kristalleri mevcuttur. İdeal kaynak, cam matris içinde ve kaynak boyunca gelişmiş $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ kristalleri içeren kaynaktır. Bu tipteki mikroyapı, belirli kaynak kalınlıkları aralığında oluşmuştur. Johnson ve ark. [18] tarafından yapılan çalışmanın sonucunda, $\approx 30 \mu\text{m}$ kaynak kalınlığı için, o zamana

kadar elde edilmiş maksimum değer olan 460 MPa mukavemet değerine ulaşılmıştır [18].

3.4. β -SiAlON-Cam Kompozit Aratabaka Kullanılarak SiAlON Seramiklerin Kaynaklanması

Walls ve ark. [19] tarafından yapılan çalışmada; Si_3N_4 , Y_2O_3 , Al_2O_3 ve SiO_2 tozlarının karışımı kullanılarak ticari β -SiAlON seramikleri kaynaklanmıştır. Hacimce %100, %75, %50 ve %40 olmak üzere değişen oranlarda cam içeren, β -SiAlON-cam kompoziti şeklinde dört farklı aratabaka kullanılmış ve 1600°C ' de 10 dk. bekleme süresiyle kaynaklanmıştır. Ayrıca ısıtma ve soğutma süresince 2 MPa basınç uygulanmıştır [19].

İdeal olarak, seramikleri kaynaklamak için en iyi malzeme, seramiğin kendi kompozisyonuna benzer bir kompozisyona sahip malzemedir. Bununla birlikte, bu tip aratabakanın kullanılması bulk seramiğin sinterleme programına benzer bir kaynaklama ısıl işlemi gerektirir. Bu da; uzun proses süresi, yüksek enerji maliyetleri gibi dezavantajlara sahiptir. Diğer taraftan, eğer saf cam lehimler kullanılırsa kısa sürelerde ve oldukça düşük sıcaklıkta bağlanma gerçekleştirilebilir. Ancak saf cam içeren kaynak düşük kırılma tokluğuna sahiptir ve bu yüzden mekanik özellikleri kötüleşir. Ayrıca seramik parça ve kaynak bölgesi arasındaki ısıl genleşme katsayılarının uyumsuzluğundan dolayı gerilmeler oluşur ve çatlaklar meydana gelir. Bağlanma kinetikleri ve mukavemet düşüşü problemlerinin çözümü, SiAlON malzemesinin oldukça kısa sürede ve düşük sıcaklıkta kaynaklanmasına izin veren, ancak seramik parçanın mekanik özelliklerinde ciddi düşümlere sebep olmayan dengeli aratabakanın kullanılmasıdır [19].

Walls ve ark. [19] tarafından yapılan çalışmada, saf cam kompozisyonu (%100 cam) ile kaplanmış SiAlON altlık için test sıcaklığında, altlığın sıvı faz tarafından iyi bir şekilde ısıtıldığını göstermiştir. Bununla birlikte, cam ve β -SiAlON arasındaki termal genleşme katsayısı farklılığından dolayı soğutma süresince çatlaklar oluşmuştur. Walls ve ark.'nın [19] belirttiği gibi; Loehman [20], oksinitrür camların azot içeriğinin artmasıyla, termal genleşme katsayısının düştüğünü göstermiştir. Saf oksit cam için termal genleşme katsayısı $7,5 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$ '

den, %6 azot içeren oksinitrür cam için $4 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ ' ye düşmüştür. Aratabakanın termal genişleme katsayısı; $3,2 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ genişleme katsayısına sahip olan β -SiAlON malzemesi içermesiyle daha da düşmüştür. α -Si₃N₄ içeriğinin artmasıyla, %75 cam - %25 β -SiAlON kompozisyonundaki aratabakada, kaynaklama sıcaklığındaki ıslatabilirlik önemli derecede düşmüştür. Bu durum, kaynaklama prosesi boyunca aratabaka içindeki katı fazın miktarının artışına ve bu nedenle aratabaka viskozitesinin artışına bağlıdır. Ayrıca, yine aratabaka ve altlık arasındaki termal genişleme katsayılarının farklılığına bağlı olarak çatlaklar gözlenmiştir [19].

50:50 oranında β -SiAlON ve cam karışımı içeren aratabakada ise, termal genişleme uyumsuzluğundan kaynaklanan çatlaklar gözlenmemiştir. Ayrıca aratabakanın viskozitesi çok yüksektir ve altlık yüzeyinde çok küçük bir yayılma gözlenmiştir. α -Si₃N₄ içeriğinin artmasıyla viskozitenin artması ve buna bağlı olarak ıslatabilirliğin azalması, eğer bağlanma işlemi boyunca numuneye tek eksenli basınç uygulanırsa bir problem yaratmamaktadır [19].

Kaynaklanmanın gerçekleştirilebileceği sıcaklık, Y-SiAlON sisteminin kimyası ve kinetikleriyle sınırlandırılmıştır. Bu sistemde ötektik sıcaklık yaklaşık olarak 1350°C ' dir. Bu nedenle kaynaklama sıcaklığı 1350°C ' nin üzerinde olmalıdır. Kaynaklama sıcaklığının üst limiti ise, aratabakanın dekompoze olduğu sıcaklıkla ilişkilidir ve yine bu sistem için 1650°C ' dir. Bağlanma sıcaklığı, α -Si₃N₄' ün β -SiAlON' a dönüştüğü sıcaklığın üzerinde bir sıcaklık olmalıdır ve bu dönüşüm Si₃N₄ ve SiAlON sistemlerinin her ikisi için de 1500 - 1600°C arasında meydana gelir. Bağlanma prosesinin en önemli kısmı olan α - β faz dönüşümü yüksek sıcaklıklarda hızlanır. Bu nedenle 1600°C sıcaklığın seçilmesi, kaynaklama sıcaklığındaki ısıl işlem süresini kısaltır [19].

Özel bir sıcaklıkta yüksek bütünlüğe sahip kaynağın oluşması için gerekli süre de yine Y-SiAlON sisteminin reaksiyon kinetiklerine bağlıdır. Walls ve ark.' nın [19] yaptığı çalışmada, sürenin etkisini incelemek için %60 β -SiAlON ve %40 cam formundaki bileşenleri içeren aratabaka malzemesi 1600°C ' de 5-80 dakika arasındaki bekleme süreleriyle sıcak preslenmiştir. Bu deneyler, kaynaklanan SiAlON parçalar olmaksızın aratabaka içinde meydana gelen reaksiyonları

gözlemlemek için gerçekleştirilmiştir. 1600°C' de 5 dakika bekleme süresinden sonra aratabaka içinde hegzagonal prizmatik β -SiAlON taneleri ve henüz reaksiyona girmemiş olan α -Si₃N₄ taneleri görülmüştür. Bekleme süresinin 10 dakikaya arttırılması durumunda, her bir tanenin aspekt oranıyla β -SiAlON oranı önemli miktarda artmıştır. Kaynaklama sıcaklığında 20 dakika bekleme süresinin sonunda ise, α -Si₃N₄ tanelerinin artık görünmediği ve β -SiAlON tanelerinin büyüdüğü görülmüştür. Daha uzun bekleme süreleriyle, β -SiAlON tanelerinin uzunluğu artmıştır [19].

Walls ve ark. [19] tarafından yapılan çalışmada, kaynaklama prosesi boyunca, kaynaklanan parçalara hiç basınç uygulanmaması durumunda iyi bağlanma elde edilememiştir. Bunun nedenini ise şu şekilde açıklamışlardır; kaynaklama prosesi süresince düşük yoğunluklu aratabaka tozu sinterlenir ve hacmi azalır. Eğer oldukça yüksek viskozitedeki yayılmış aratabaka üzerine basınç uygulanmazsa, bölgesel yoğunlaşma meydana gelecek ve bunun sonucunda da kaynak içinde poroz bölgeler oluşacaktır. Diğer taraftan eğer basınç çok yüksek olursa, kaynaklanan SiAlON malzemesinde meydana gelebilecek sürünme bir problem olacaktır. Bu nedenle, ısıl işlem süresince aratabakanın yayılmasını sağlamak için yeterli derecede yüksek basınç uygulanmalı, ancak parçaların sürünmesine yol açacak kadar yüksek olmamalıdır [19].

Yapılan çalışmada Si₃N₄-Y₂O₃-Al₂O₃-SiO₂ kompozisyonundaki aratabaka kullanılarak 1600°C' de gerçekleştirilen kaynaklama işlemi sırasında, meydana gelen reaksiyonlar şu şekilde özetlenmiştir; sıcaklık \approx 1350°C' ye ulaştığında aratabakanın oksit bileşenleri reaksiyona girer ve Y-Si-Al-O sıvı fazını oluşturur. Bu durum, aratabaka malzemesinin yoğunlaşmasına ve sinterlenmesine yol açar. Kaynaklanma prosesinin bu aşamasında α -Si₃N₄ bileşeni hala reaksiyona girmemiştir. Sıcaklık 1500-1550°C arasıdayken α -Si₃N₄, Y-Si-Al-O sıvısı içinde çözünür, Si ve N içeriğinin arttırır ve kompozisyonu Y-Si-Al-O-N olarak değiştirir. Aynı zamanda kaynak içerisinde yeni β -SiAlON taneleri çökelmeye ve büyümeye başlar. 1600°C' ye ulaşıldığında ve bu sıcaklık korunduğunda, iğne yapılı β -SiAlON taneleri gelişir ve kaynak boyunca kenetlenmiş ağ yapısını oluşturur [19].

3.5. β -SiAlON-Cam Kompozit Aratabaka Kullanılarak Kaynaklanmış β -SiAlON Seramiklerin Mekaniksel Özellikleri

Walls ve ark. [19]' nın daha önce gerçekleştirdikleri çalışmanın ardından, yine Walls ve ark. [21] tarafından Si_3N_4 - Y_2O_3 - Al_2O_3 - SiO_2 karışımından oluşan β -SiAlON-cam formundaki aratabaka kullanılarak kaynaklanmış β -SiAlON seramiklerin mekanik özellikleri tanımlanmıştır [21].

Kaynaklama işlemleri 1500-1650°C arasındaki sıcaklıklarda, 5-30 dakika arasındaki bekleme süreleriyle gerçekleştirilmiştir. Kaynaklama basıncının etkisini incelemek için 0,25-7 MPa aralığındaki basınçlar, numunelere ısıtma, bekleme ve soğutma aşamalarında sürekli olarak uygulanmıştır. Kaynağın özelliklerindeki mümkün gelişmeleri değerlendirmek için kaynaklama sonrası HIP işlemi uygulanmıştır. HIP işlem koşulları, 180 MPa basınç altında ve azot atmosferinde 1750°C' de 1 saat bekleme süresi şeklindedir [21].

Kaynaklama malzemesi olarak, β -SiAlON-cam oranları 50:50' den 80:20' ye kadar değişen aralıkta olmak üzere dört kompozisyon kullanılmıştır. Aratabaka kompozisyonundaki β -SiAlON oranı %60' ın üzerine çıktığında mukavemette önemli derecede düşüş gözlenmiş, %60 β -SiAlON oranında ise en yüksek mukavemet değerleri elde edilmiştir. Bu nedenle 60:40 β -SiAlON: cam oranı, optimum kompozisyon olarak seçilmiştir [21].

Bekleme süresinin artmasıyla kaynak kalınlığı azalmıştır. Bu durum, aratabakanın yoğunlaştığını ve sıvı fazın, kaynaklanan parçalar içerisine difüzyonunu göstermektedir. 10 dakikanın üzerindeki bekleme sürelerinde mukavemette çok küçük bir değişim olmuştur. Bu nedenle, iyi kaynaklanmış malzeme elde etmek için 10 dakikayı geçen bekleme süresinin uygun olduğu belirtilmiştir [21].

Kaynaklama basıncının etkisini gözlemlemek için yapılan testler sonucunda; 0,5 MPa' dan daha düşük basınç değerlerinde elde edilen kaynak mukavemeti, bulk SiAlON' un mukavemetinin sadece %20' si kadardır. 2 MPa basınç uygulanması durumunda kaynak mukavemeti değeri olarak, bulk malzemenin 750 MPa olan mukavemet değerinin %85' i olan 650 MPa değerine ulaşılmıştır. 2 MPa' dan daha yüksek basınçlarda ise, basıncın artmasıyla kaynak mukavemetinde çok küçük artışlar gözlenmiştir. Bu nedenle 2 MPa kaynaklama

basıncı, optimum basınç değeri olarak bildirilmiştir. 2 MPa kaynaklama basıncının uygulanmasıyla, numunenin başlangıç yüksekliğinden %1 azalma olduğu gözlenmiştir. Daha yüksek basınçların uygulanmasıyla numunelerde sürünme deformasyonunun daha fazla olduğu görülmüştür. Örneğin; 7 MPa basınç altında kaynaklanmış parçaların yüksekliğinde %7 azalma olmuştur [21].

HIP işleminin mekanik özellikler üzerine etkisini gözlemlemek amacıyla, bulk malzemeye ve kaynaklama işlemi sonrasında kaynaklanmış malzemeye HIP işlemi uygulanmıştır. İşlem sonucunda, bulk malzemenin ve kaynaklanmış malzemenin mukavemet değerlerinde önemli derecede artış meydana gelmiştir. Bulk malzeme için 1010 MPa ve kaynaklanmış malzeme için 975 MPa mukavemet değerleri elde edilmiştir. Mukavemetteki bu artış, HIP işleminin malzeme içindeki geniş porları ve kaynak sonrasında kaynak bölgesinde bulunan kalıntı poroziteyi elimine etmesine bağlanmıştır. Ayrıca HIP işleminin ardından yapılan incelemelerde, bulk SiAlON ve kaynak bölgesinin sertlik değerlerinin arttığı görülmüştür. Bu durum, HIP işleminin kaynak içindeki porozite miktarını azalttığını ve kaynak bölgesindeki aşırı camın, β -SiAlON seramik içerisine difüzyonunun gerçekleştiğini göstermiştir [21].

Walls ve ark. [21] tarafından yapılan çalışmanın sonucunda; β -SiAlON:cam oranı 60:40 olan aratabakanın kullanılmasıyla, 1600°C sıcaklıkta 20 dakika bekleme süresiyle 2 MPa basınç altında gerçekleştirilen kaynaklama işleminin, optimum kaynaklama koşulları olduğu görülmüştür. Bu koşullar altında gerçekleştirilen kaynaklama işlemi sonucunda, bulk malzemenin mukavemetinin %85' i olan 650 MPa kaynak mukavemeti elde edilmiştir. Kaynaklama sonrasında HIP işleminin uygulanmasıyla, kaynak mukavemeti geliştirilmiş ve 975 MPa mukavemet değeri elde edilmiştir [21].

3.6. Y-SiAlON Sisteminde Oksit ve Oksinitrür Camlar Kullanılarak Seramiklerin Kaynaklanması

Weldon ve ark. [22] tarafından yapılan çalışmada, Si_3N_4 esaslı malzemelerin kaynaklanması için potansiyel aratabaka malzemesi olarak Y-SiAlO ve Y-SiAlON kompozisyonundaki camlar incelenmiştir. Bu kompozisyonlar, Si_3N_4 esaslı malzemelerin kaynaklanması sırasında, aratabaka

kompozisyonundaki azot içeriğinin etkisini incelemek amacıyla seçilmiştir. Kaynaklama işlemi için aratabaka malzemesi, alkol esaslı çamur şeklinde hazırlanmış ve kaynaklanacak yüzeylere püskürtülmüştür. Kaynaklama işlemleri iki farklı proses şeklinde gerçekleştirilmiştir; (1) Y-SiAlON camı kullanılarak 1130-1600°C arasındaki sıcaklıklarda, 5 MPa basınç altında, 1 saat süreyle sıcak presleme, (2) Y-SiAlON ve Y-SiAlO camlarının her ikisini de kullanarak, 1600°C' de 1 saat süreyle basınçlı sinterlemedir [22].

SEM incelemeleri sonucunda, her iki proses için de iyi kaynaklar elde edildiği görülmüştür. Cam formundaki iki aratabakanın fiziksel özellikleri karşılaştırıldığında; Y-SiAlON camının yoğunluğunun (3.78 g/cm^3), Y-SiAlO camının yoğunluğundan (3.62 g/cm^3) daha yüksek olduğu ve cam yapısı içerisine azotun dahil olmasıyla cam yoğunluğunun arttığı görülmüştür. Ayrıca, yapıya azotun dahil olmasıyla sertlik ve cam geçiş sıcaklığı değerleri de artmıştır. Y-SiAlO camının sertliği 848 kg/mm^2 ve cam geçiş sıcaklığı 937°C iken, Y-SiAlON camının sertliği 1025 kg/mm^2 ve cam geçiş sıcaklığı 985°C olarak bildirilmiştir. [22]. Weldon ve ark. [22]'nin belirttiğine göre, Messier [23], aynı cam sistemi içinde benzer eğilimler bulmuştur. Katyon oranları sabit tutulduğu zaman, cam içindeki azot oranının artmasıyla cam geçiş sıcaklığı da doğru orantılı olarak artmıştır [23].

Weldon ve ark. [22]'nin yaptığı çalışmada elde edilen kaynak kalınlıkları $0,5 \text{ }\mu\text{m}$ ve $10 \text{ }\mu\text{m}$ arasında değişmektedir. Y-SiAlON camı kullanılarak 1130°C ' de kaynaklanan numunelerde $3-10 \text{ }\mu\text{m}$ arasında üniform olmayan bir bağlanma gerçekleşmiş, 1400°C ' de ise $0,5-2 \text{ }\mu\text{m}$ arasındaki kalınlıklarla daha üniform bağlanma gerçekleşmiştir. 1130°C ' de bağlanan numunelerle karşılaştırıldığında daha az miktarda boşluk belirlenmiş ve bu durum 1400°C ' de aratabakanın viskozitesindeki artışa bağlanmıştır [22].

Y-SiAlON ve Y-SiAlO camlarının her ikisi de kullanılarak 1600°C ' de elde edilen kaynaklar karşılaştırıldığında, azot içeren cam ile kaynaklanmış numunede kaynak bölgesinde boşlukların bulunduğu belirtilmiştir. Y-SiAlO camı kullanılarak gerçekleştirilen kaynaklama işlemi sonucunda ara yüzeysel temasın mükemmel olduğu, bulk yapı ve kaynak bölgesi arasında çok küçük bir

mikroyapısal deęişim olduęu ve kaynak bölgesi boyunca kaynak kalınlıęının $\approx 0,5\mu\text{m}$ olduęu bildirilmiřtir [22].

3.7. Aratabaka Kompozisyonunun Si_3N_4 Seramiklerin Kaynak Mukavemeti Üzerine Etkisi

Xie ve ark.[3] tarafından yapılan alıřmada, Si_3N_4 seramikler, $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-Si}_3\text{N}_4$ ’ den oluřan toz karıřımı kullanılarak, 5 MPa basın altında 1600°C ’ de 30 dk. sureyle kaynaklanmıřtır. Aratabakanın $\text{Si}_3\text{N}_4/(\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2)$ oranının, kaynakların baę mukavemeti zerine etkisi incelenmiřtir. Bunun iin $\text{Si}_3\text{N}_4/(\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2)$ oranları (A) 0; (B) 0,04; (C) 0,30; (D) 0,39 ve (E) 0,82 olan 5 ayrı aratabaka kompozisyonu hazırlanmıřtır [3].

Aratabakanın ıslatma davranıřını incelemek amacıyla B, D ve E kompozisyonları kullanılmıřtır. Saf cam formundaki B tabakası, kaynaklama sıcaklıęında tamamen ergimiř ve iyi bir řekilde altlık yzeyinde akmıřtır. Bununla birlikte, cam ve Si_3N_4 ’ n termal genleřme katsayıları arasındaki farklılıęa baęlı olarak soęutma suresince cam tabakası iinde atlaklar oluřmuřtur. D ve E kompozisyonları kullanıldıęında ise kpklenme oluřtuęu bildirilmiřtir. Si_3N_4 oranının artmasıyla ıslatma ve yayılma davranıřlarının ktleřtięi ve kpklenmenin arttıęı grlmřtr. Xie ve ark. [3], kpklenme oluřumunu Si_3N_4 ’ n bozunmasıyla uucu bileřen olan N_2 gazının buharlařmasına baęlamıřlardır. E kompozisyonu kullanıldıęında termal genleřme uyumsuzluęundan kaynaklanan atlaklar grlmemiřtir. Ancak aratabaka viskozitesini arttıran, reaksiyona girmemiř $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ miktarının artıřına baęlı olarak ıslatma ve yayılma davranıřı ktleřmiřtir [3].

Xie ve ark. [3], aratabakadaki Si_3N_4 miktarının artmasıyla kaynak mukavemetinin arttıęını ve $\text{Si}_3\text{N}_4/(\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2)$ oranı 0,39’ a ulařtıęında 550 MPa deęerinde maksimum mukavemet elde edildięini bildirmiřlerdir. $\text{Si}_3\text{N}_4/(\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2)$ oranı 0,39’ un zerine ıktıęında ise mukavemet dřmřtr. Numunelerin kırılma modu, kaynak mukavemeti deęerlerine baęlıdır. Dřk mukavemete sahip numuneler iin kırılma doęrudan kaynak tabakasının iinde meydana gelmektedir. Yksek mukavemetli numuneler iin kırılma,

kaynak ara yüzeyinden başlayıp Si_3N_4 ' ün içerisine doğru yayılmaktadır. Bu durum, daha sağlam bir şekilde bağlanmış ara yüzeyin oluşumunu göstermektedir [3].

Aynı kaynaklama sıcaklığı, bekleme süresi ve basınç altında B kompozisyonu kullanılarak kaynaklanmış numunede kaynak kalınlığı $\approx 2 \mu\text{m}$ ' dir. D kompozisyonu kullanıldığında ise, kaynak tabakasının kalınlığı $\approx 12 \mu\text{m}$ ' dir. Xie ve ark. [3], bu sonuca göre kaynaklama kompozisyonunun, bağ mukavemetini etkileyen kaynak kalınlığı üzerinde etkisi olduğunu belirtmişlerdir. Ayrıca kaynak bölgesindeki Si_3N_4 tane boyutunun, bulk yapıdaki Si_3N_4 tane boyutundan daha küçük olduğu bildirilmiş ve bu durum, sinterlemedeki ısı ileme karşılaştırıldığında kaynaklama sıcaklığının daha düşük ve bekleme süresinin daha kısa oluşuyla ilişkilendirilmiştir [3].

Xie ve ark.' nın [7] yaptığı diğer bir çalışmada, Si_3N_4 seramikler, farklı oranlarda α - Si_3N_4 toz ilaveleri içeren Y_2O_3 - Al_2O_3 - SiO_2 cam sistemi kullanılarak 1450 - 1750°C arasında değişen sıcaklıklarda 10 - 120 dk. süreyle basınçlı olarak kaynaklanmıştır. Optimum mukavemet değeri olan 400 MPa, kaynaklama işlemi 1650°C ' de 30 dk. süreyle gerçekleştirildiğinde elde edilmiştir. Çalışmada kullanılan üç farklı aratabaka kompozisyonu; hiç Si_3N_4 içermeyen, ağırlıkça %5 ve %10 Si_3N_4 içeren Y_2O_3 - Al_2O_3 - SiO_2 - Si_3N_4 toz karışımı şeklinde hazırlanmıştır. Sonuç olarak Si_3N_4 içeriğinin artmasıyla kaynak mukavemeti düşmüştür. 1450 - 1750°C sıcaklıkları arasında 30 dk. süreyle gerçekleştirilen kaynaklama işlemleri sonucunda, 1650°C sıcaklıkta maksimum mukavemet değerine ulaşılmıştır. Ayrıca kaynaklama sıcaklığında bekleme süresinin artmasıyla kaynak kalınlığının azaldığı ve her üç aratabaka için de sürenin artmasıyla mukavemetin arttığı görülmüştür. Ancak bekleme süresi 30 dakikanın üzerine çıktığında mukavemet değerlerinde çok küçük bir değişiklik olduğu, bu nedenle yeterli bağ mukavemetinin elde edilmesi için 30 dk. bekleme süresinin yeterli olduğu bildirilmiştir [7].

Aratabaka kompozisyonunun Si_3N_4 seramiklerin bağlanması üzerine etkisini incelemek için diğer bir çalışma da Zhou [4] tarafından gerçekleştirilmiştir. Yapılan çalışmada, Y_2O_3 - Al_2O_3 - SiO_2 , Y_2O_3 - La_2O_3 - Al_2O_3 - SiO_2 , Y_2O_3 - CeO_2 - Al_2O_3 - SiO_2 aratabakaları kullanılarak kaynaklama işlemleri

gerçekleştirilmiştir. Kaynaklama işlemi, 1823K (1550°C) sıcaklıkta 15 dk. süreyle gerçekleştirilmiştir. Aratabaka kompozisyonunun ara yüzeysel ıslatma ve bağ mukavemeti üzerine etkisi araştırılmıştır. Zhou' nun [4] elde ettiği sonuçlara göre; $Y_2O_3-Al_2O_3-SiO_2$ kompozisyonuyla elde edilen kaynak kalınlığı 40µm ve kaynak mukavemeti 315 MPa' dır. $Y_2O_3-La_2O_3-Al_2O_3-SiO_2$ kompozisyonuyla elde edilen kaynak kalınlığı 20µm ve kaynak mukavemeti 350 MPa' dır. $Y_2O_3-CeO_2-Al_2O_3-SiO_2$ kompozisyonuyla elde edilen kaynak kalınlığı ise 50µm ve kaynak mukavemeti 280 MPa' dır. Zhou [4] tarafından gerçekleştirilen çalışmanın sonucuna göre; La_2O_3 ilavesi, $Y_2O_3-Al_2O_3-SiO_2$ cam lehiminin Si_3N_4 seramik üzerindeki ıslatma davranışını geliştirmiş ve böylece kaynak mukavemetini arttırmıştır. CeO_2 ilavesi ise $Y_2O_3-Al_2O_3-SiO_2$ cam lehiminin Si_3N_4 seramik üzerindeki ıslatma davranışını kötüleştirmiştir ve bu nedenle kaynak mukavemetinin düşmesine yol açmıştır [4].

3.8. Yüksek Sıcaklık Uygulamaları için Silisyum Nitrür Seramiklerin Kaynaklanması

Xie ve ark.[24] tarafından yapılan bir başka çalışmada yine $Y_2O_3-Al_2O_3-SiO_2-Si_3N_4$ sistemindeki aratabaka kullanılarak 1450-1650°C arasındaki sıcaklıklarda 0-5 MPa basınç değerlerinde 30 dk. bekleme süresiyle kaynaklama işlemleri gerçekleştirilmiştir. Kaynaklanmış numunelere, kaynak mukavemeti üzerine etkisini incelemek amacıyla kaynaklama sonrası sıcak isostatik presleme uygulanmıştır. HIP işlem koşulları; 150 MPa azot atmosferinde 1780°C' de 2 saat süreyle beklenmesi şeklindedir [24].

HIP uygulanmamış numunelerde kaynak mukavemeti değerlerinde 25°C' den 900°C' ye kadar olan sıcaklık aralığında küçük değişimler gözlenmiştir. 900°C' de 557 MPa olan kaynak mukavemeti değeri, oda sıcaklığı mukavemetinden biraz daha yüksektir. Xie ve ark. [24], mukavemetteki bu artışı yüksek sıcaklıkta kısa bir süre için numune yüzeyinde silika tabakası oluşumu şeklindeki oksidasyon iyileştirmesine bağlamışlardır. Sıcaklık 900°C' yi aştığında ise mukavemette hızlı bir düşüş gözlenmiştir. Mukavemet değerleri, 1000°C' de 332 MPa ve 1200°C' de 252 MPa' dır [24].

1600°C' de 5 MPa basınç altında elde edilen kaynakların mukavemet değerleri, kaynaklama sonrası HIP işlemi ile önemli ölçüde artmıştır. Oda sıcaklığındaki mukavemet değeri 550 MPa' dan 668 MPa' a artarken 1000°C' deki mukavemet değeri 332 MPa' dan 464 MPa' a yükselmiştir. Diğer sıcaklıklarda elde edilen kaynakların mukavemet değerleri de HIP işlemi sonrasında benzer şekilde artmıştır. Xie ve ark. [24], kaynaklama sonrası HIP işleminin, kaynak zonu içindeki geniş porların eliminasyonu ya da azaltılmasında ve çatlakların iyileştirilmesinde rol oynadığını belirtmişlerdir. Ayrıca HIP işleminden sonra kaynak zonunun kırılma tokluğu ve sertlik değerlerinde de artış olduğu ve bulk seramiğin kırılma tokluğu ve sertlik değerlerine yaklaştığı bildirilmiştir [24].

Xie ve ark. [24], kaynaklama sonrası HIP işleminin etkisini şu şekilde açıklamışlardır; a) sıcaklık ve basıncın eş zamanlı olarak uygulanması, yeniden düzenlenme ve çözünme-difüzyon reaksiyonlarına katkıda bulunarak kaynak zonundaki yoğunlaşmayı geliştirerek sertliği artırır, b) taneler arasındaki aşırı camsı fazın kaynak bölgesinden, kenarlardaki bulk yapı içerisine difüzyonunu sağlayarak kaynak bölgesindeki cam konsantrasyonunu azaltır ve bu şekilde daha ince kaynak tabakası oluşur [24].

3.9. Si₃N₄ Esaslı Seramiklerin Oksidasyon Oluşumlu Yüzey Tabakasıyla Kaynaklanması

Plucknett [25] tarafından yapılan çalışmada, Si₃N₄ esaslı seramiklerin kaynaklanması için kaynaklanacak yüzeyler üzerinde düşük sıcaklık oksidasyonuna (1200°C' de) bağlı olarak ince (<5µm), amorf ya da kısmen kristalin SiO₂ esaslı yüzey tabakası oluşturulmuştur. Yapılan çalışmada iki ayrı Si₃N₄ esaslı malzeme kullanılmıştır. Kullanılan malzemelerden ilki β'-SiAlON / α'-SiAlON kompoziti ve diğeri ise, ağırlıkça %5 Y₂O₃ sinterleme ilavesi içeren HIP' lenmiş β- Si₃N₄' dür. Kaynaklama öncesi oksidasyon işlemleri; hava atmosferinde, 1200°C' de, ≤24 saat süreyle oksitlenmesi şeklinde gerçekleştirilmiştir. Takip eden kaynaklama işlemleri ise 1500°C' de 0,1 MPa N₂ atmosferinde 2 saat süreyle ve 1700°C' de 0,5 MPa N₂ atmosferinde 2 saat süreyle olmak üzere iki ayrı koşulda gerçekleştirilmiştir [25].

Oksidasyon süresinin oksit tabakası kalınlığı üzerine etkisi incelendiğinde SiAlON kompozit seramiğinin HIP' lenmiş Si_3N_4 ' den daha hızlı oksitlenme davranışı gösterdiği bildirilmiştir. Plucknett' in [25] belirttiği gibi, benzer HIP' lenmiş malzemeler üzerinde daha önce yapılan oksidasyon çalışmalarında, bu tip malzemelerin $\leq 1400^\circ\text{C}$ sıcaklıklarında bile oldukça yüksek oksidasyon direncine sahip olduğu bildirilmiştir [26]. Plucknett [24] tarafından yapılan çalışmada, 1200°C ' de 12 saat oksidasyondan sonra SiAlON kompozit malzemesinin yüzeyinde oluşan oksit tabakasının, HIP' lenmiş Si_3N_4 yüzeyinde oluşan tabakadan daha kalın ve pürüzlü olduğu görülmüştür [25].

Plucknett [25] tarafından yapılan çalışmada, 1500°C ' de 0,1 MPa N_2 atmosferinde gerçekleştirilen kaynaklama işlemlerinin sonucunda Si_3N_4 - Si_3N_4 birbirine kaynaklanmamış, buna karşılık SiAlON-SiAlON parçalar bu sıcaklıkta kaynaklanabilmiştir. Ayrıca SiAlON- Si_3N_4 malzemeleri de yine bu koşullarda kaynaklanmıştır. 1700°C ' de 0,5 MPa N_2 atmosferinde gerçekleştirilen kaynaklama işlemlerinin sonucunda ise tüm kombinasyonlar başarılı bir şekilde kaynaklanmıştır. Si_3N_4 - Si_3N_4 arasında oluşan kaynağın sürekli ve por içermeyen yapıya sahip olduğu belirtilmiştir. Buna karşılık, SiAlON-SiAlON arasında oluşan kaynak bölgesinin geniş porlar içerdiği belirtilmiştir. Sonuç olarak; yüzeyde oksidasyon oluşumuyla elde edilen tabaka kullanılarak, Si_3N_4 malzemesi 1700°C ' de başarılı bir şekilde kaynaklanmış ve $\approx 1\mu\text{m}$ kalınlığında kaynak tabakası elde edilmiştir. Buna karşılık SiAlON malzemesinde oksidasyon işlemi sonrasında yüzey pürüzlülüğünün yüksek oluşuna bağlı olarak poroz yapıya sahip kaynaklar elde edilmiştir. Plucknett [25] tarafından gerçekleştirilen bu çalışmada kaynak mukavemeti incelemesi yapılmamıştır.

3.10. SiO_2 ve Y_2O_3 Aratabakalar Kullanılarak Si_3N_4 'ün Kaynaklanması

Sainz ve ark. [27], β - Si_3N_4 seramikleri SiO_2 ve SiO_2 - Y_2O_3 olmak üzere iki farklı aratabaka kompozisyonu kullanarak kaynaklamışlardır. Aratabaka kompozisyonundaki Y_2O_3 'ü Si_3N_4 için sinterleme katkısı olarak kullanılması nedeniyle seçmişlerdir. Sadece SiO_2 'den oluşan aratabaka kompozisyonunu ise karşılaştırma yapmak amacıyla kullanmışlardır. Sainz ve ark. [27], SiO_2 kompozisyonu için 1550°C ve SiO_2 - Y_2O_3 kompozisyonu için 1650°C kaynaklama

sıcaklığının gerekli olduğunu bildirmişlerdir. Yaptıkları çalışmanın sonucunda iki kompozisyon için elde edilen kaynak bölgesi mikroyapılarının birbirinden farklı olduğunu; bununla birlikte her iki aratabaka kompozisyonu için de ~30-35µm kalınlığındaki kaynak bölgesiyle sürekli bağlanmanın elde edildiğini bildirmişlerdir [27].

3.11. Si₃N₄ Seramiklerin Bağlantı Yeri Olmaksızın Kaynaklanması

Gopal ve ark. [5], Si₃N₄ seramikleri kaynaklamak için Loehman ve ark.'nın [8] geliştirdiği yaklaşımı izlemiş ve aratabaka kompozisyonu olarak sinterleme katkıları kullanmıştır. Yapılan çalışmanın sonucunda, kaynaklama prosesi optimize edildiği zaman Si₃N₄ parçaları arasındaki bağlantı yerinin elimine edilebildiği ve yüksek sıcaklıklarda bile bulk Si₃N₄ ile karşılaştırılabilir kaynak mukavemetleri elde edildiği görülmüştür.

Gopal ve ark.'nın [5] belirttiği gibi, Cinibulk ve ark. [28-30] tarafından yapılan detaylı analizler göstermiştir ki Si₃N₄ sinterleme sonrası istenen tane sınırı fazı, nadir toprak disilikatıdır (RE₂Si₂O₇). Bu faz; en iyi sürünme, oksidasyon direnci ve yüksek sıcaklık mukavemeti sağlar. Bu nedenle Gopal ve ark.'nın [5] yaptığı çalışmada Si₃N₄'ün kaynaklanması için aratabaka kompozisyonu olarak RE₂Si₂O₇ seçilmiştir. Aratabaka, Y₂O₃, Yb₂O₃ ve SiO₂ tozlarının karışımıyla hazırlanmıştır ve kompozisyonu (Y₂O₃+Yb₂O₃).2SiO₂'dir. Kaynaklama işlemleri, 1400-1900°C aralığındaki sıcaklıklarda, 0-4 saat bekleme süreleriyle gerçekleştirilmiştir. Kaynaklama prosesi boyunca arayüzeysel teması korumak için küçük bir basınç (≈0,01-0,1 MPa) uygulanmıştır. Gopal ve ark.'nın [5] kullandığı deney düzeneğindeki önemli bir faktör, numunenin kenarlarında bir baskının bulunmayışıdır. Bu durum, kaynaklama sıcaklığında sıvı fazda bulunan aratabaka malzemesindeki fazlalığın dışarı akmasına izin verir [5].

Gopal ve ark. [5], yaptıkları mikroyapı incelemelerinin sonuçlarına göre elde ettikleri kaynakları üç kategoride sınıflandırmışlardır. Bunlar; a) kalıntı cam içeren kaynaklar, b) kalıntı porozite içeren kaynaklar ve c) bağlantı yeri olmaksızın elde edilen kaynaklardır. Üçüncü kategorideki numunelerde kaynak bölgesinin, bulk yapıdan ayırt edilemediğini ve kaynak mikroyapısının dikkate değer bir şekilde bulk malzemenin mikroyapısına benzediğini belirtmişlerdir.

Kaynaklama sıcaklığı ve kaynaklama süresinin mikroyapı üzerine etkisini ise şu şekilde açıklamışlardır; düşük sıcaklık ve kısa bekleme süresinde (ör: 1600°C' de 30 dk.) kaynak zonunda kalıntı cam bölgesi bulunmaktadır. Yüksek sıcaklıklarda ve uzun bekleme süresinde (ör: 1700°C' de 120 dk.) ise, camın viskozitesinin düşük olması ve difüzyon katsayısının yüksek olması nedeniyle kaynak içinde kalıntı porozite oluşmuştur. Proses koşulları optimize edildiğinde ise (1650°C' de 60 dk.) kaynak bölgesi ve bulk yapının dikkate değer bir şekilde benzer mikroyapıya sahip olduğu görülmüştür [5].

Gopal ve ark. [5] tarafından gerçekleştirilen çalışmada, optimum proses koşullarında elde edilen kaynakların eğme mukavemeti değerlerinin, bulk yapının mukavemeti ile karşılaştırılabilir değerlerde olduğu bildirilmiştir. Kaynağın ortalama oda sıcaklığı mukavemeti (937 MPa), bulk Si_3N_4 ' ün ortalama mukavemetinin (1041 MPa) %92' sidir. 1000°C' de kaynağın ortalama mukavemeti (666 MPa), bulk Si_3N_4 ' ün bu sıcaklıktaki mukavemetinin (670 MPa) %99' udur. 1200°C' de ise kaynağın ortalama mukavemetinin (340 MPa), bulk Si_3N_4 ' ün mukavemetinin (360 MPa) %94' ü olduğu bildirilmiştir [5].

4. ÇALIŞMANIN AMACI

Si_3N_4 ve Si_3N_4 esaslı bir malzeme olan SiAlON seramikleri birçok üstün özelliklerinden dolayı yapısal seramikler içinde önemli bir yere sahiptir. Yüksek sertlik ve aşınma direnci, düşük termal genişleme katsayısı ve yüksek ısı iletkenlik, çok iyi termal şok direnci ve düşük yoğunluğa sahip olması nedeniyle bu iki malzeme birçok uygulama alanına sahiptir. Bu geniş uygulama alanı içerisinde kompleks şekilli bileşenlerin bulunması ve bu bileşenlerin üretimindeki zorluklar nedeniyle kaynaklama tekniklerinin geliştirilmesi gereklidir.

Bu çalışmada, Si_3N_4 esaslı bir malzeme olan SiAlON seramiklerinin kaynaklanmasında aratabaka olarak sinterleme katkılarının kullanılmasıyla, SiAlON seramiklerinin kaynaklanma koşullarının optimizasyonu, kaynakların elektron mikroskobu ile karakterizasyonu ve mekanik özelliklerinin tesbit edilmesi amaçlanmıştır.

5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu çalışmada SiAlON seramikleri, aratabaka olarak sinterleme katkıları kullanılarak kaynaklanmıştır.

5.1. Kullanılan Hammaddeler

SiAlON numunelerinin ve kaynaklamada kullanılan aratabaka tozunun üretilmesi için kullanılan hammaddeler, Çizelge 5.1.'de belirtilmiştir.

Çizelge 5.1. Kaynaklama deneylerinde kullanılan hammaddeler

<i>Malzeme</i>	<i>Ticari İsmi</i>	<i>Safsızlıklar ve Yüzey Oksitleri</i>	<i>Fazlar</i>
Si_3N_4	UBE (E-10)	ağ. % 1.4 O	% 95 α - Si_3N_4 % 5 β - Si_3N_4
AlN	H Type Tokuyama Corp. Japan	ağ. % 1.6 O	% 100 AlN
Y_2O_3	H.C. Starck Berlin	ağ. % 99.9 saf	% 100 Y_2O_3
Sm_2O_3	Stanford Materials Corp.	ağ. % 99.9 saf	% 100 Sm_2O_3
CaCO_3	Reidel-de Haen	ağ. % 99.75 saf	% 100 CaCO_3
BN	H.C. Starck Berlin	ağ. % saf	% 100 BN

Çizelgede görülen BN, istenmeyen olası reaksiyonları önlemek için numuneleri astarlamada kullanılmıştır.

5.2. SiAlON Numuneleri ve Aratabakanın Üretimi

Kaynaklama işlemlerinde kullanılan SiAlON numunelerinin üretimi için Si_3N_4 , AlN , Y_2O_3 , Sm_2O_3 , CaCO_3 ’ den oluşan toz karışımı kuru preslenmiş ve 550°C ’ de bağlayıcı uzaklaştırma işleminin ardından gaz basınçlı sinterleme (GPS) fırınında 1800°C ’de, 22 bar (2,2 MPa) basınç altında, 1 saat süreyle basınçlı sinterlenmiştir. Elde edilen numunelerin boyutları ortalama $13 \times 13 \times 5\text{mm}^3$ ’ dir.

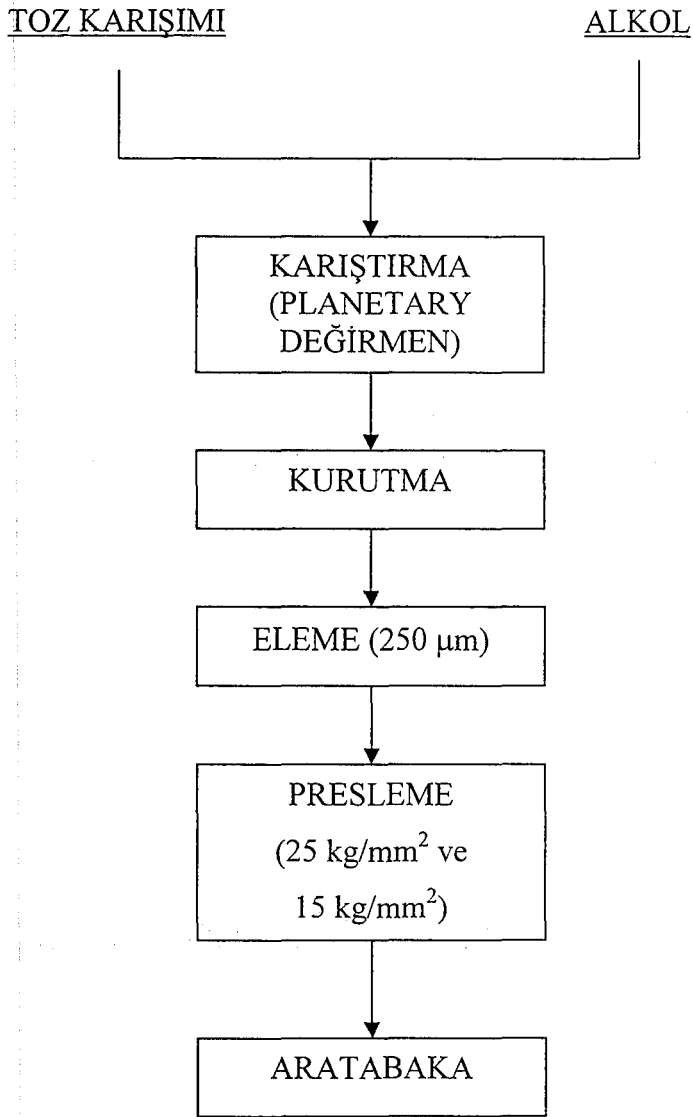
Numuneleri kaynaklamak için kullanılan aratabaka kompozisyonları, SiAlON kompozisyonundan yola çıkılarak sinterleme katkılarından oluşacak şekilde hazırlanmıştır. Kompozisyon tasarımının ilk aşamasında, SiO_2 içeren ve içermeyen sinterleme katkılarından oluşan iki farklı kompozisyon hazırlanmıştır. Deneysel çalışmaların ilerleyen aşamalarında yapılan üçüncü kompozisyon tasarımında; Si_3N_4 içeriğinin kaynak özelliklerine etkisini araştırmak için, SiO_2 içeren kompozisyona hacimce %30 Si_3N_4 ilave edilerek üçüncü kompozisyon hazırlanmıştır. Aratabaka kompozisyonlarındaki bileşenlerin ağırlıkça % miktarları Çizelge 5.2.’ de görülmektedir.

Çizelge 5.2. Aratabaka kompozisyonlarındaki bileşenlerin oranları

Kompozisyon	Bileşenlerin Ağırlıkça % Miktarları				
	SiO_2	Y_2O_3	Sm_2O_3	CaCO_3	Si_3N_4
I	-	90,05	7,74	2,2	-
II	36	57,6	5	1,4	-
III	26,5	42,4	3,6	1	26,5

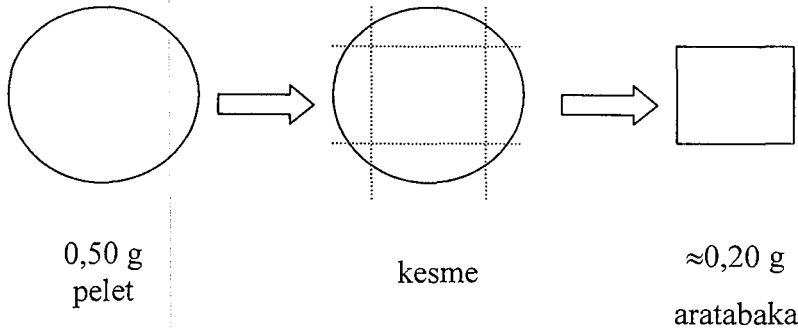
Aratabaka üretimi için, başlangıç hammaddeleri Ohaus marka analitik terazide tartılarak karışım kompozisyonu hazırlanmıştır. Hazırlanan toz karışımına izopropanol ilave edilerek oluşturulan alkol esaslı sistem, SiAlON öğütücü ortamında, Pulversitte 5 Planetary değirmende 300 dev/dk hızla 90 dakika süreli karıştırma işlemine tabi tutulmuştur. Bu işlemin ardından döner kurutucuda kurutulan toz, $250 \mu\text{m}$ ’lik elekten elenerek aratabaka kompozisyonu elde

edilmiştir. SiAlON numunelerini kaynaklamak için kullanılan aratabakanın üretimi için, hazırlanan kompozisyon iki farklı kalıp kullanılarak el presinde preslenmiş ve 17,6 mm ve 12 mm çapında peletler elde edilmiştir. Büyük çaplı kalıp için 25 kg/mm^2 ve küçük çaplı kalıp için 15 kg/mm^2 yük uygulanmıştır. Kaynaklamada kullanılan aratabakaların üretim aşamaları Şekil 5.1.' de verilmiştir.



Şekil 5.1. Aratabaka üretimi akış şeması

Çalışmanın ilk aşamasında; 0,5 g'lık tartım alınarak, el presinde 25 kg/cm^2 yük uygulanarak 17,6 mm çapında ve $\approx 0,97 \text{ mm}$ kalınlığında peletler elde edilmiştir. Elde edilen peletlerin çapı, SiAlON numunelerinin boyutundan büyük olduğu için kaynaklama işleminden önce aratabakanın kenarlarından kesilerek küçültülmüş ve miktarı $\approx 0,20 \text{ g}$ olan aratabaka elde edilmiştir (Şekil 5.2.).



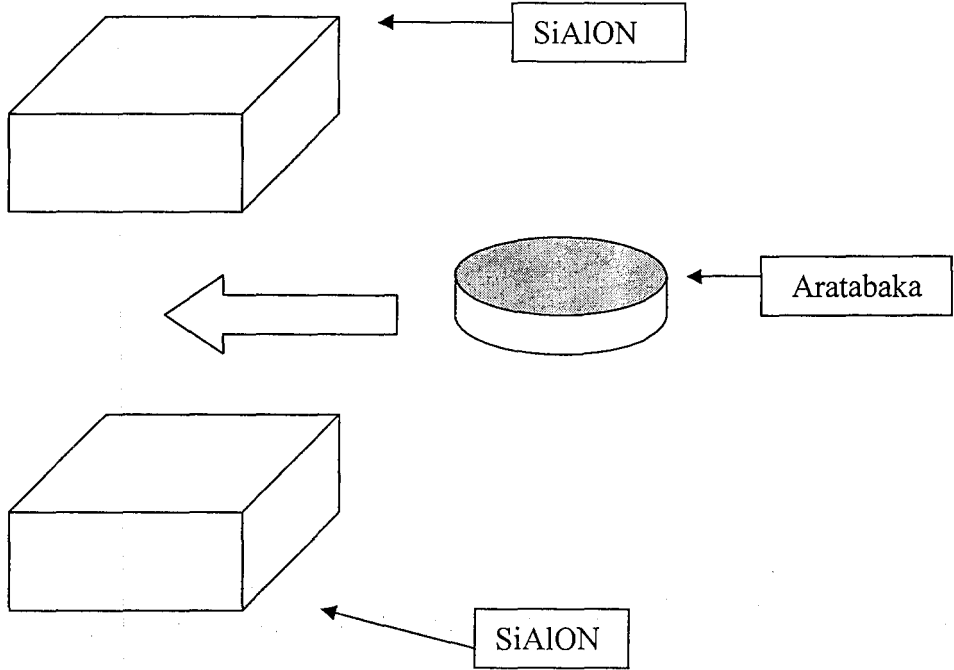
Şekil 5.2. Aratabaka üretiminin ilk aşamasında kullanılan kalıpla elde edilen peletlerden aratabaka elde edilmesi

Çalışmanın ilerleyen aşamalarında aratabaka miktarının, kaynak özelliklerine etkisini incelemek amacıyla 0,20 - 0,005g arasında değişen miktarlarda ve presleme işleminde çapı daha küçük olan bir kalıp kullanılarak 15 kg/cm^2 yük uygulamasıyla, peletler basılmıştır. Bu şekilde elde edilen peletlerin çapı küçük olduğu için, kaynaklama işleminden önce kesilmemiştir. Bu nedenle aratabaka miktarı daha hassas olarak değerlendirilebilmiştir.

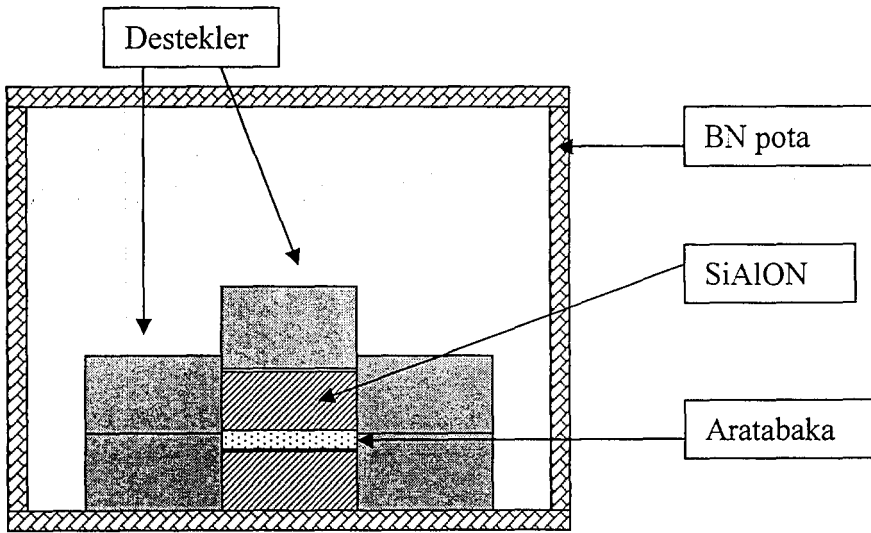
5.3. Kaynaklama Deneyleri

Birbirine kaynaklanacak olan SiAlON numunelerinin yüzeyleri, kaynaklama işleminden önce $180 \mu\text{m}$ 'lik SiC ile düzgünleştirilmiştir. Kaynaklama işleminde; pelet formundaki aratabaka, SiAlON numunesinin üzerine yerleştirilmiş ve ardından diğer SiAlON numunesi de aratabakanın üzerine konularak sandviç formunda birleştirilmiştir. Şekil 5.3.'de kaynaklama deneyi esnasında numune konfigürasyonu görülmektedir. Numuneler bu şekilde BN pota

içerisine yerleştirilmiş ve pota içinde numunelerin kaymasını önlemek ve ara yüzeyler arası teması korumak için, numune kenarlarına ve üstüne SiAlON kesici uçlar yerleştirilerek desteklenmiştir. Numunelerin pota içindeki yerleşimi Şekil 5.4.'de verilmiştir.



Şekil 5.3. Kaynaklama işlemi için numune konfigürasyonu



Şekil 5.4. Kaynaklama işleminde numunelerin pota içindeki yerleşimi

Kaynaklama deneyleri, GPS ve ASTRO fırınlarında farklı parametrelerin etkilerini incelemek için gerçekleştirilmiştir. Gerçekleştirilen kaynaklama deneyleri şematik olarak Şekil 5.5.'de görülmektedir.



Şekil 5.5. Kaynaklama deneylerinin şematik gösterimi

5.3.1. GPS'de Gerçekleştirilen Kaynaklama Deneyleri

5.3.1.1. Kompozisyon Tasarımının Kaynaklamaya Uygunluğunun İncelenmesi için Gerçekleştirilen Kaynaklama Deneyleri

Bu çalışmada tasarlanan kompozisyonların daha önceki çalışmalarda denenmemiş olması nedeniyle, ilk aşamada kaynaklanmanın mümkün olup olmadığını görmek amacıyla kaynaklama deneyleri gerçekleştirilmiştir. Çalışmanın bu aşamasında her iki kompozisyon için de yaş ve sinterlenmiş numuneler kaynaklanmıştır. Çalışmanın sonraki tüm aşamalarında ise sinterlenmiş numuneler kaynaklanmıştır. Kaynaklama için 17,6 mm çapındaki 0,5 g'lık

peletlerin kesilmesiyle elde edilen $\approx 0,20$ g' lık aratabakalar kullanılmıştır. Bu aşamada gerçekleştirilen kaynaklama deneyleri için proses koşulları Çizelge 5.3.'de verilmektedir.

Çizelge 5.3. I ve II no'lu kompozisyonların kaynaklamaya uygunluğunun incelenmesi için gerçekleştirilen kaynaklama deneylerinde proses koşulları

<i>Aratabaka Kompozisyonu</i>	<i>Aratabaka Miktarı (g)</i>	<i>Kaynaklama Sıcaklığı (°C)</i>	<i>Kaynaklama Basıncı (bar)</i>	<i>Kaynaklama Süresi (dk)</i>
(I)	$\approx 0,20$	1770	22	60
(II)	$\approx 0,20$	1770	22	60

5.3.1.2. Kaynaklama Sıcaklığına Bağlı Olarak Bağlanma Davranışını İncelemek için Gerçekleştirilen Kaynaklama Deneyleri

Çalışmanın sonraki aşamasında, 1770°C'de elde edilen sonuç dikkate alınarak, II. kompozisyon için kaynaklama sıcaklığı düşürülmüş ve 1670°C ve 1720°C'de kaynaklama gerçekleştirilmiştir. Ayrıca aratabakanın ıslatma davranışı ve bağlanma özelliklerini incelemek amacıyla 1770°C'den daha yüksek bir sıcaklık olan 1820°C'de kaynaklama yapılmıştır. Bu aşamada gerçekleştirilen kaynaklama deneyleri için proses koşulları Çizelge 5.4.'de verilmektedir.

Çizelge 5.4. Kaynaklama sıcaklığına bağlı olarak bağlanma davranışını incelemek için gerçekleştirilen kaynaklama deneylerinde proses koşulları

<i>Aratabaka Kompozisyonu</i>	<i>Aratabaka Miktarı (g)</i>	<i>Kaynaklama Sıcaklığı (°C)</i>	<i>Kaynaklama Basıncı (bar)</i>	<i>Kaynaklama Süresi (dk)</i>
(II)	$\approx 0,20$	1670	22	60
(II)	$\approx 0,20$	1720	22	60
(II)	$\approx 0,20$	1770	22	60
(II)	$\approx 0,20$	1820	22	60

5.3.1.3. Aratabaka Miktarı ve Sıcaklığa Bağlı Olarak Aratabakanın Islatma ve Yayılma Davranışlarını İncelemek için Gerçekleştirilen Kaynaklama Deneyleri

Kaynaklama sıcaklığına bağlı olarak aratabakanın ıslatma ve yayılma davranışlarını incelemek için; GPS fırınında, 4 farklı kaynaklama sıcaklığında kaynaklama deneyleri gerçekleştirilmiştir. Ayrıca aratabaka miktarının mikroyapıya etkisini görmek amacıyla her bir kaynaklama sıcaklığında 3 farklı miktarda aratabaka kullanılmıştır. Çalışmanın bu aşamasında ve ilerleyen aşamalarda 12 mm çaplı peletler kesilmeden kullanılmıştır. Bu aşamada gerçekleştirilen kaynaklama deneyleri için proses koşulları Çizelge 5.5.'de verilmektedir.

Çizelge 5.5. Aratabaka miktarı ve sıcaklığın etkisini incelemek için gerçekleştirilen kaynaklama deneylerinde proses koşulları

<i>Aratabaka Kompozisyonu</i>	<i>Kaynaklama Sıcaklığı (°C)</i>	<i>Aratabaka Miktarı (g)</i>	<i>Kaynaklama Basıncı (bar)</i>	<i>Kaynaklama Süresi (dk)</i>
(II)	1695	0,20	22	60
(II)	1695	0,15	22	60
(II)	1695	0,10	22	60
(II)	1720	0,20	22	60
(II)	1720	0,15	22	60
(II)	1720	0,10	22	60
(II)	1745	0,20	22	60
(II)	1745	0,15	22	60
(II)	1745	0,10	22	60
(II)	1770	0,20	22	60
(II)	1770	0,15	22	60
(II)	1770	0,10	22	60

5.3.2. ASTRO’da Gerçekleştirilen Kaynaklama Deneyleri

5.3.2.1. Kaynak Bölgesinin Eliminasyonu için Minimum Miktarda Aratabakayla Gerçekleştirilen Kaynaklama Deneyleri

Çalışmanın bu aşamasında aratabaka miktarı mümkün olduğunca düşürülerek, kaynaklanmış numunelerde kaynak bölgesinin eliminasyonu için kaynaklama deneyleri yapılmıştır. Minimum miktarda aratabakayla gerçekleştirilen kaynaklama deneyleri için proses koşulları Çizelge 5.6.’da verilmiştir.

Çizelge 5.6. Kaynak bölgesinin eliminasyonu için gerçekleştirilen kaynaklama deneylerinde proses koşulları

<i>Aratabaka Kompozisyonu</i>	<i>Aratabaka Miktarı (g)</i>	<i>Kaynaklama Sıcaklığı (°C)</i>	<i>Kaynaklama Basıncı (bar)</i>	<i>Kaynaklama Süresi (dk)</i>
(II)	0,03	1600	1	60
(II)	0,03	1650	1	60
(II)	0,02	1650	1	60
(II)	0,01	1650	1	60
(II)	0,005	1650	1	60
(II)	0,03	1700	1	60
(II)	0,1	1700	1	60

5.3.2.2. Aratabakanın Si₃N₄ İçeriğinin Kaynaklamaya Etkisini İncelemek için Gerçekleştirilen Kaynaklama Deneyleri

Aratabakanın Si₃N₄ içeriğinin kaynaklamaya etkisini incelemek amacıyla; SiO₂ içeren ikinci kompozisyona hacimce %30 Si₃N₄ ilave edilerek elde edilen üçüncü kompozisyon kullanılarak kaynaklama deneyleri gerçekleştirilmiştir. Bu aşamada yapılan kaynaklama deneyleri için proses koşulları Çizelge 5.7.’de verilmiştir.

Çizelge 5.7. Si₃N₄ içeriğinin etkisini incelemek için gerçekleştirilen kaynaklama deneylerinde proses koşulları

<i>Aratabaka Kompozisyonu</i>	<i>Aratabaka Miktarı (g)</i>	<i>Kaynaklama Sıcaklığı (°C)</i>	<i>Kaynaklama Basıncı (bar)</i>	<i>Kaynaklama Süresi (dk)</i>
(III)	0,1	1600	1	60
(III)	0,1	1700	1	60

5.4. Kaynaklanmış SiAlON Seramiklere Uygulanan Test ve Analizler

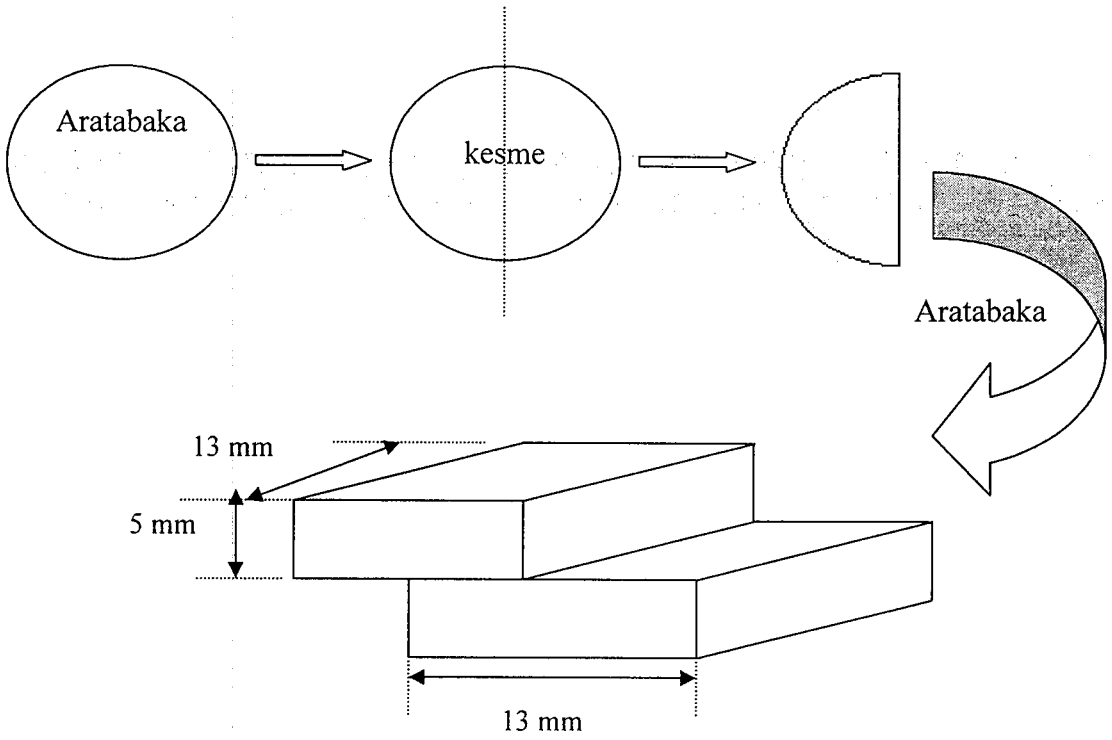
5.4.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile Mikroyapı Analizi

Kaynak bölgesinin mikroyapı incelemesi için kaynaklanmış numuneler kesilmiş ve ardından polimer kalıba alınmıştır. Kalıba alınan numunelerin yüzeyleri sırasıyla 120, 600, 800 ve 1000 µm'lik SiC diskler ve ardından polimere gömülü 10 µm'lik elmas disk ve 3 µm'lik elmas çözeltisi ile parlatılmıştır. Camscan S4 serisi taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve bu mikroskoba bağlı olan enerji saçılımlı X-ışınları spektrometresi kullanılarak mikroyapı görüntü ve kimyasal analizleri yapılmıştır.

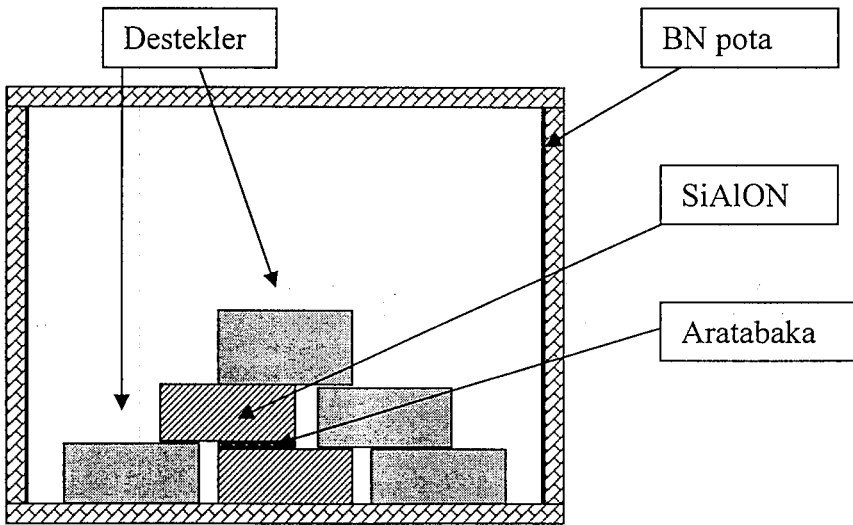
5.4.2. Mekanik Testler

Kaynak mukavemeti ölçümü için numunelere kayma testi uygulanmıştır. Mukavemet ölçümü için 13x13x5mm³ boyutundaki numuneler Şekil 5.6.'da görüldüğü gibi kaynaklanmıştır. Kaynaklama öncesinde numunelerin yüzeyleri parlatılarak düzgünleştirilmiştir. Kayma mukavemeti ölçümü için numuneler kaynaklanırken Şekil 5.6.'da görüldüğü gibi aratabakanın yarısı kullanılmıştır.

Kayma mukavemeti ölçümü için kaynaklama işleminde numuneler pota içerisine Şekil 5.7.'deki gibi yerleştirilmiştir. Şekilde görüldüğü gibi, destek amaçlı yerleştirilen numuneler yüzeyleri bor nitrürlü olmasına rağmen, biraz uzak olacak şekilde yerleştirilmiştir. Bunun nedeni kaynaklama sıcaklığında sıvı fazda bulunan aratabakanın kenarlara taşması nedeniyle destek numunesinin yapışmasını önlemektir.

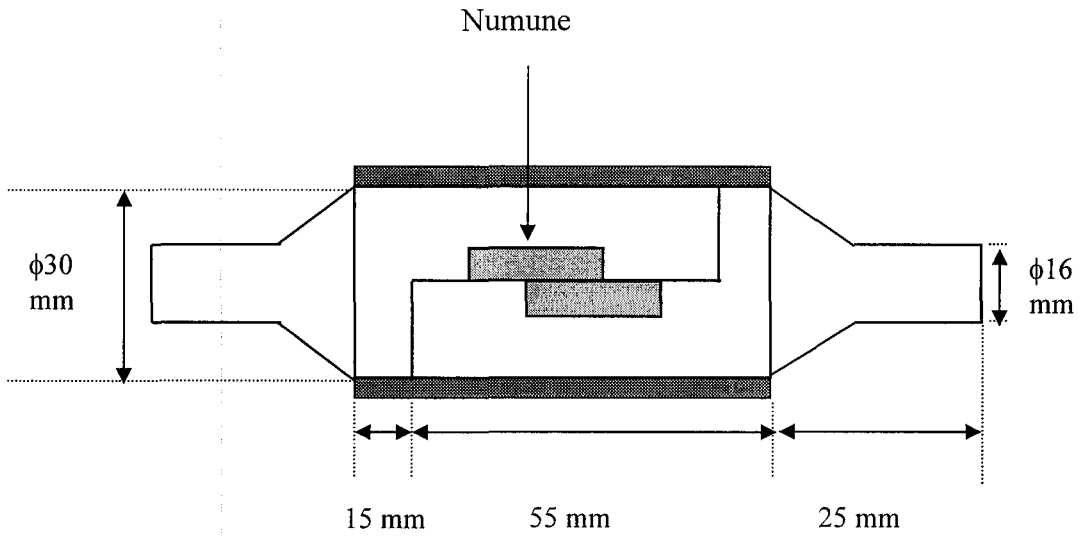


Şekil 5.6. Kayma mukavemeti testi için kaynaklanmış numunenin şematik görünümü



Şekil 5.7. Kayma mukavemeti ölçümü için kaynaklama işleminde numunelerin pota içindeki yerleşimi

Kaynaklanan numuneler, Şekil 5.8.'de görülen kayma testi aparatı içerisine yerleştirilmiştir. Kayma testi aparatı; aralarında numunenin yerleştirildiği bir boşluk bulunan ve birbirine paralel olarak kayabilen iki parça ve bu iki parçanın bütünlüğünü sağlayan dıştaki silindirik bir parçadan oluşmaktadır. Numunenin test sırasında aparat içinde hareket etmesini önlemek için; numuneyi aparatın içine yerleştirdikten sonra kenarlarda kalan boşluklar, macun ile doldurularak numune sabitlenmiştir. Aksi takdirde test esnasında numunenin dönmesi nedeniyle yük, istenilen bölgeye uygulanamamaktadır.



Şekil 5.8. Kayma testi aparatı

İçine numune yerleştirilmiş olan kayma testi aparatı, kontrollü hızda ayarlı yük sağlayan Instron test cihazının çeneleri arasına bağlandıktan sonra 0,5 mm/dk hızla 100 kN'luk yük uygulanarak kayma testi gerçekleştirilmiştir. Kayma mukavemeti değerleri (σ); maksimum yükün (P) kaynak bölgesi alanına (A) bölünmesiyle elde edilmiştir.

$$\sigma = P / A \quad (5.1)$$

II. kompozisyon kullanılarak, 0,1 g'lık aratabakayla, ASTRO fırınında 1650°C'de kaynaklanmış 2 adet ve 1700°C'de kaynaklanmış 8 adet numune test edilmiştir.

6. DENEY SONUÇLARI VE TARTIŞMA

6.1. GPS’de Elde Edilen Kaynaklar

Yapılan bu çalışmada, literatürde daha önce yapılan diğer çalışmalar göz önünde bulundurularak, GPS fırınında gerçekleştirilen kaynaklama deneyleri için sıcaklık aralığı olarak 1500-1650°C seçilmiş ve deneyler bu aralıkta gerçekleştirilmiştir. Ancak GPS fırınında yapılan kalibrasyon sonucu, fırın sıcaklığının okunan değerden 170°C fazla olduğu belirlenmiştir. Bu nedenle çalışmada GPS’de 1670 ile 1820°C arasında çalışılmıştır.

6.1.1. Uygun Aratabaka Kompozisyonunun Belirlenmesi

I. ve II. kompozisyonların kaynaklamaya uygunluğunu belirlemek için 1770°C’de, sinterlenmiş numunelerle gerçekleştirilen kaynaklama deneylerinin sonucunda; SiO₂ içermeyen I. kompozisyonun bu sıcaklıkta yayılmadığı ve iyi bir bağlanma gerçekleşmediği görülmüştür. II. kompozisyonda bulunan SiO₂, ötektik sıcaklığını düşürerek aratabakanın ıslatma ve yayılma davranışlarını iyileştirmiştir (Çizelge 6.1.). Elde edilen sonuca göre çalışmanın diğer aşamalarında II. kompozisyonun kullanılmasına karar verilmiştir.

Çizelge 6.1. Kompozisyon seçimi için kaynaklama sonuçları

<i>Aratabaka Kompozisyonu</i>	<i>Sıcaklık (°C)</i>	<i>Basınç (bar)</i>	<i>Aratabakanın Yayılma Davranışı</i>	<i>Kaynağın Tanımlanması</i>
(I)	1770	22	Yayılma yok	Bağlanma çok az
(II)	1770	22	Yayılma iyi	Bağlanma iyi

Sainz ve ark. [27] tarafından yapılan çalışmada Si₃N₄ seramiklerin kaynaklanmasında aratabaka kompozisyonu olarak SiO₂-Y₂O₃ kullandıklarında kaynaklama sıcaklığı olarak 1650°C’nin gerekli olduğunu, buna karşılık aratabaka kompozisyonu olarak sadece SiO₂ kullandıklarında 1550°C’nin gerekli olduğunu bildirmişlerdir [27].

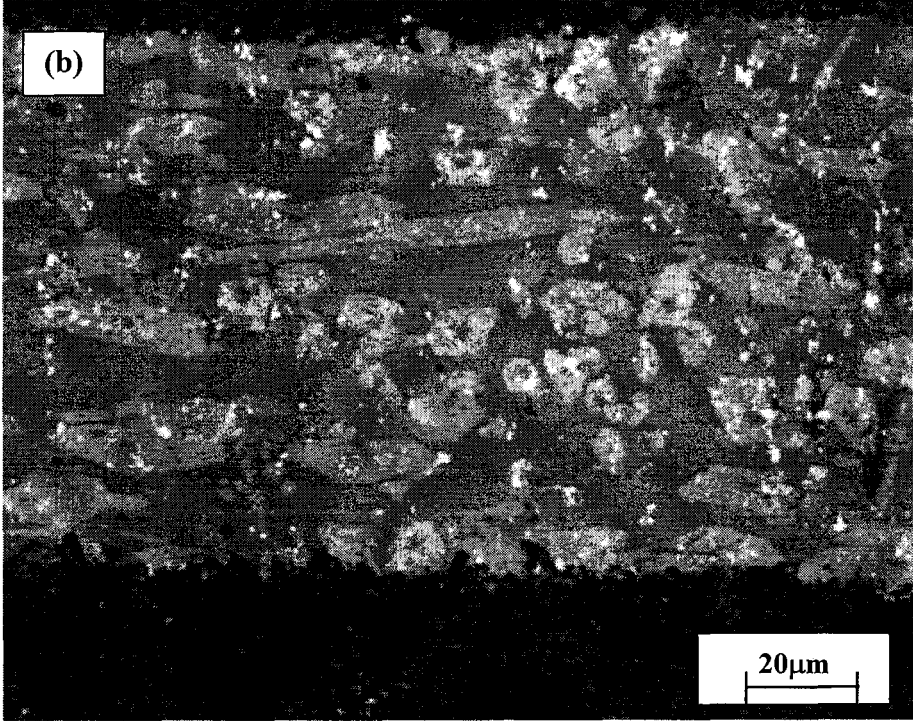
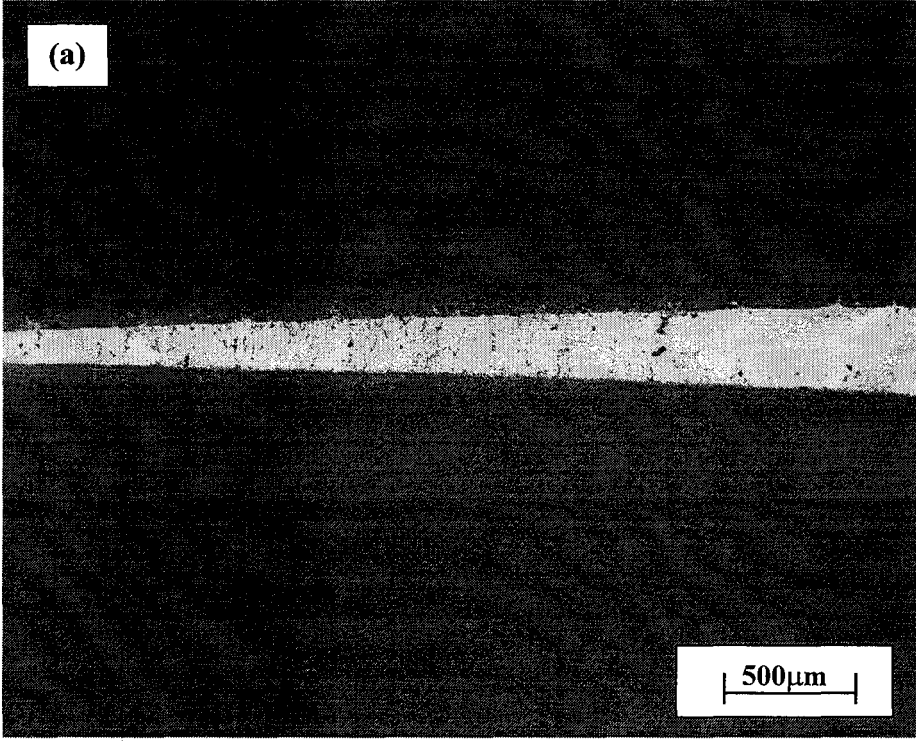
Gopal ve ark. [31], gerçekleştirdikleri çalışmada aratabaka kompozisyonu olarak $\text{Re}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ sistemini kullanmışlar ve kaynak bölgesinde oluşması istenen fazın kristalin $\text{Re}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ fazı olduğunu bildirmişlerdir. Kristalin $\text{Re}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ fazı oluşumunun iki avantajı vardır: mukavemet, yüksek sıcaklıklarda hızlı bir şekilde düşmez ve oksidasyon direnci iyileşir. Gopal ve ark. [31]'nin bildirdiği gibi bu davranış, kullanılan spesifik nadir toprak oksitine bağlı değildir ve Y_2O_3 , Sm_2O_3 , Gd_2O_3 , Dy_2O_3 , Er_2O_3 ve Yb_2O_3 olabilir [31].

6.1.2. Kaynaklama Sıcaklığının Bağlanma Üzerine Etkisi

Çalışmanın bu aşamasında 17,6 mm çaplı peletlerin kesilmesiyle elde edilen $\approx 0,2$ g'lık aratabakalar kullanılmıştır.

II. kompozisyon kullanılarak 1670°C , 1720°C , 1770°C ' ve 1820°C 'de gerçekleştirilen kaynaklama deneylerinin sonucunda; 1670°C 'de aratabakanın yayılmadığı ve bu sıcaklığın kaynaklama için düşük bir sıcaklık olduğu görülmüştür. 1720°C , 1770°C ve 1820°C sıcaklıklarında ise SiAlON seramik parçalar başarılı bir şekilde kaynaklanmıştır.

1720°C 'de kaynaklanmış numunenin SEM görüntüsü Şekil 6.1.'de görülmektedir. Şekil 6.1(a)'da kaynak bölgesindeki kalınlık değişimi görülmektedir. Kaynak kalınlığı, kaynak bölgesi boyunca aynı değildir ve orta kısımlarda ≈ 350 μm 'den kenara doğru ≈ 110 μm 'ye kadar azalmaktadır. Bu durum, 1720°C 'de aratabakanın tamamen yayılmadığını ve bu nedenle kaynak bölgesi kalınlığının kaynak boyunca aynı olmadığını göstermiştir. Şekil 6.1(b)'de görüldüğü gibi kaynak bölgesinde kristal oluşumunun meydana geldiği görülmüştür. Kaynak bölgesi, açık renkli kristaller ve bu kristalleri çevreleyen gri renkteki sürekli fazdan oluşmaktadır.

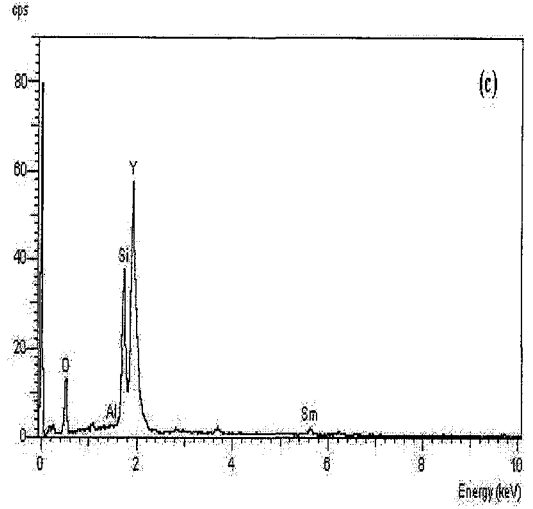
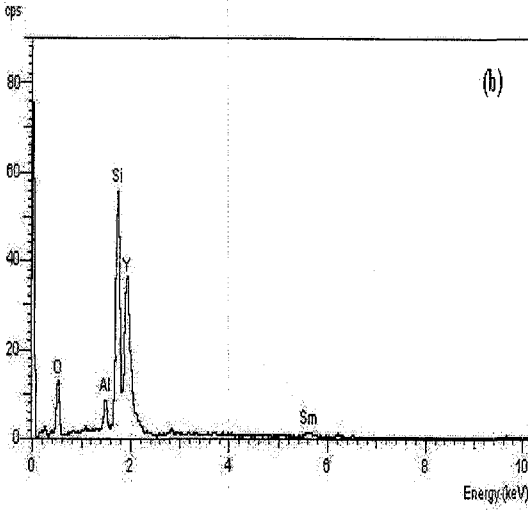
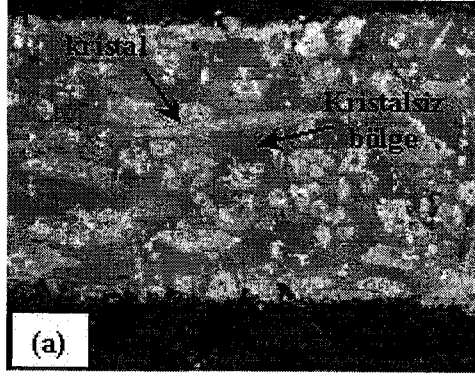


Şekil 6.1.1720°C’de kaynaklanmış numunenin BEI-SEM görüntüsü: (a) kaynak bölgesi boyunca kalınlık değişimi, (b) kristal oluşumu

1720°C’de kaynaklanmış numunenin kaynak bölgesi içindeki kristalden ve kristalsiz bölgeden elde edilen EDX spektrumları Şekil 6.2.’de, bu bölgelerin EDX ile belirlenen ve oksit olarak hesaplanan kimyasal analiz sonuçları ise Çizelge 6.2.’de verilmiştir. Analiz sonuçlarından görüldüğü gibi kristal bölgesinde Y_2O_3 miktarı daha fazlayken SiO_2 miktarı daha azdır. Ayrıca analiz sonuçlarında elde edilen Al_2O_3 miktarları da dikkat çekicidir. Aratabaka kompozisyonunda Al_2O_3 olmadığı halde kaynak bölgesinde Al_2 bulunduğu görülmektedir. Bu durum, kaynaklama işlemi sırasında Al’ un bulk SiAlON’dan kaynak bölgesine difüzyonunun meydana geldiğini göstermektedir. Bununla birlikte Al_2O_3 miktarı kaynak bölgesi içindeki kristalsiz bölgede daha fazlayken, kristal içerisinde çok daha azdır. Bu sonuca göre; bulk SiAlON içindeki Al çözünerek kaynak bölgesine sızmış ancak kaynak bölgesi içindeki kristal yapısına girmemiştir.

1720°C’de elde edilen kaynak bölgesi içindeki kristal boyunca yapılan çizgi analizi Şekil 6.3.’de ve bulk SiAlON-kaynak bölgesi ara yüzeyinden başlayarak kaynak bölgesi boyunca yapılan çizgi analizi Şekil 6.4.’de verilmiştir. Bu analizlerde çizgi boyunca elementlerin konsantrasyonundaki değişimler görülebilir. Aratabaka kompozisyonunda ve bulk yapıda Ti elementinin bulunmaması nedeniyle çizgi analizlerinde Ti elementi referans olarak verilmiştir. Bu durum dikkate alınarak diğer elementlerin konsantrasyonları Ti çizgisiyle karşılaştırılarak yorumlanabilir. Kristal boyunca yapılan çizgi analizi sonucunda (Şekil 6.3.) kristal içerisinde net bir şekilde Y artışının meydana geldiği ve Al yoğunluğunun azaldığı görülmüştür. Kaynak bölgesi boyunca yapılan çizgi analizinde ise (Şekil 6.4.) Y ve Al elementlerinin yoğunluklarının kaynak bölgesi boyunca net bir şekilde farklılık gösterdiği görülmüştür.

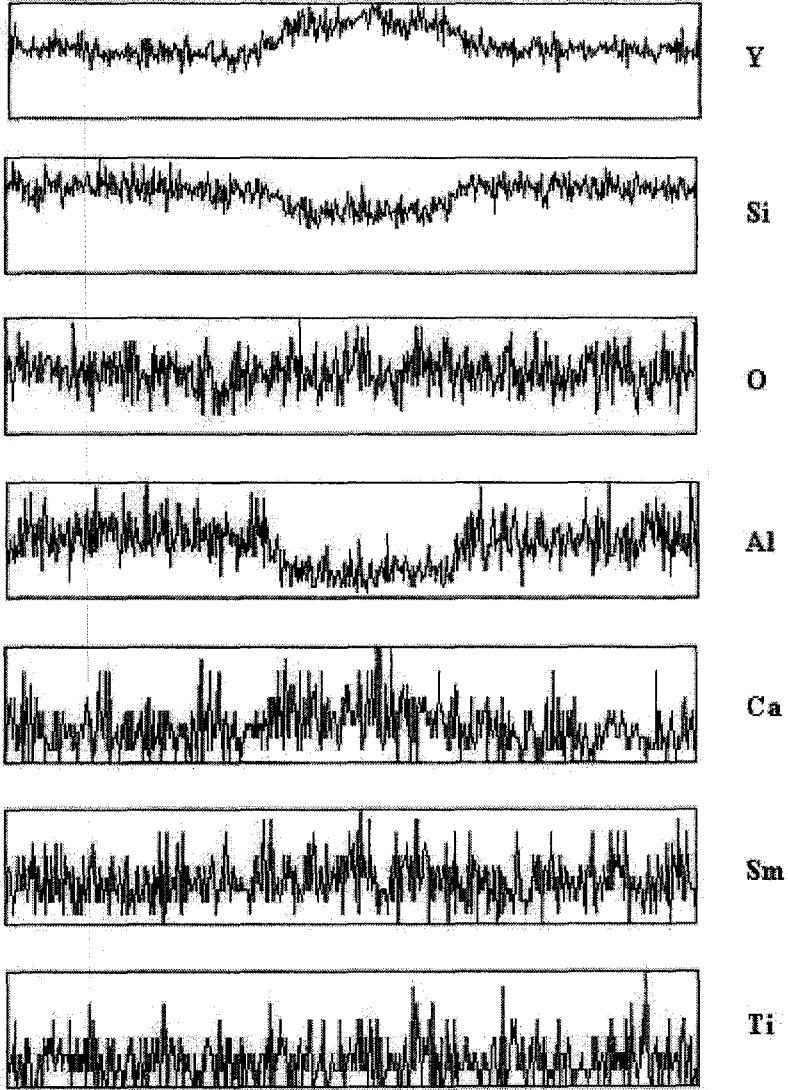
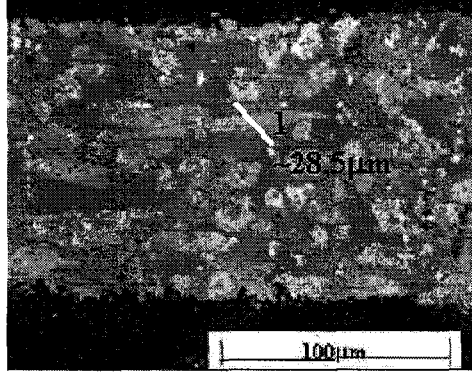
1720°C’de kaynaklanmış numunede kristal oluşumunun meydana geldiği kaynak bölgesinde elementlerin dağılımını gösteren EDX haritası Şekil 6.5.’de verilmiştir. Nokta ve çizgi analizlerinin sonuçlarına benzer olarak, EDX haritasında da kaynak bölgesinde Y yoğunluğunun fazla olduğu ve aratabaka kompozisyonunda Al bulunmadığı halde kaynak bölgesinde Al elementinin bulunduğu görülmektedir.



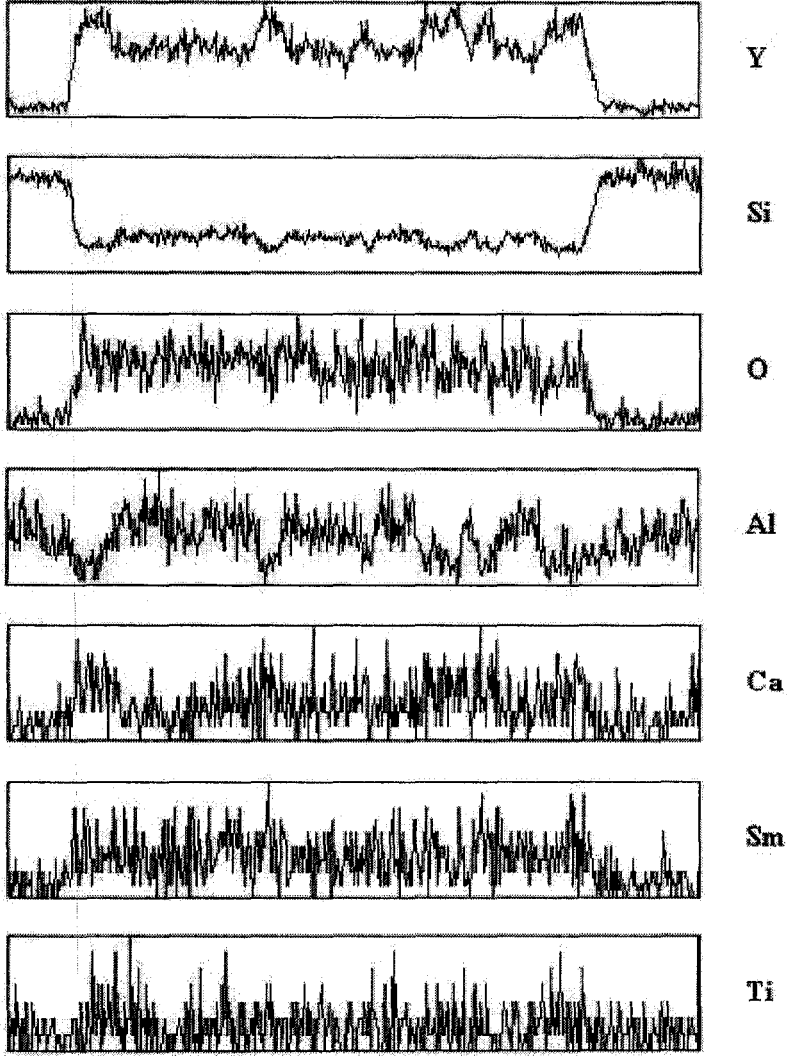
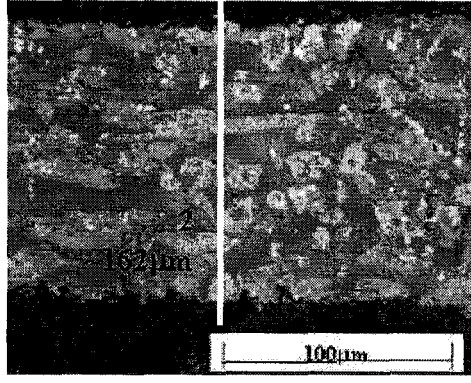
Şekil 6.2. (a) 1720°C’ de kaynaklanmış numunenin BEI-SEM görüntüsü, (b) kristalsız bölge ve (c) kristal bölgesinin EDX spektrumu

Çizelge 6.2 1720°C’ de elde edilen kaynak bölgesinin EDX ile belirlenen ve oksit olarak hesaplanan kimyasal analiz sonuçları

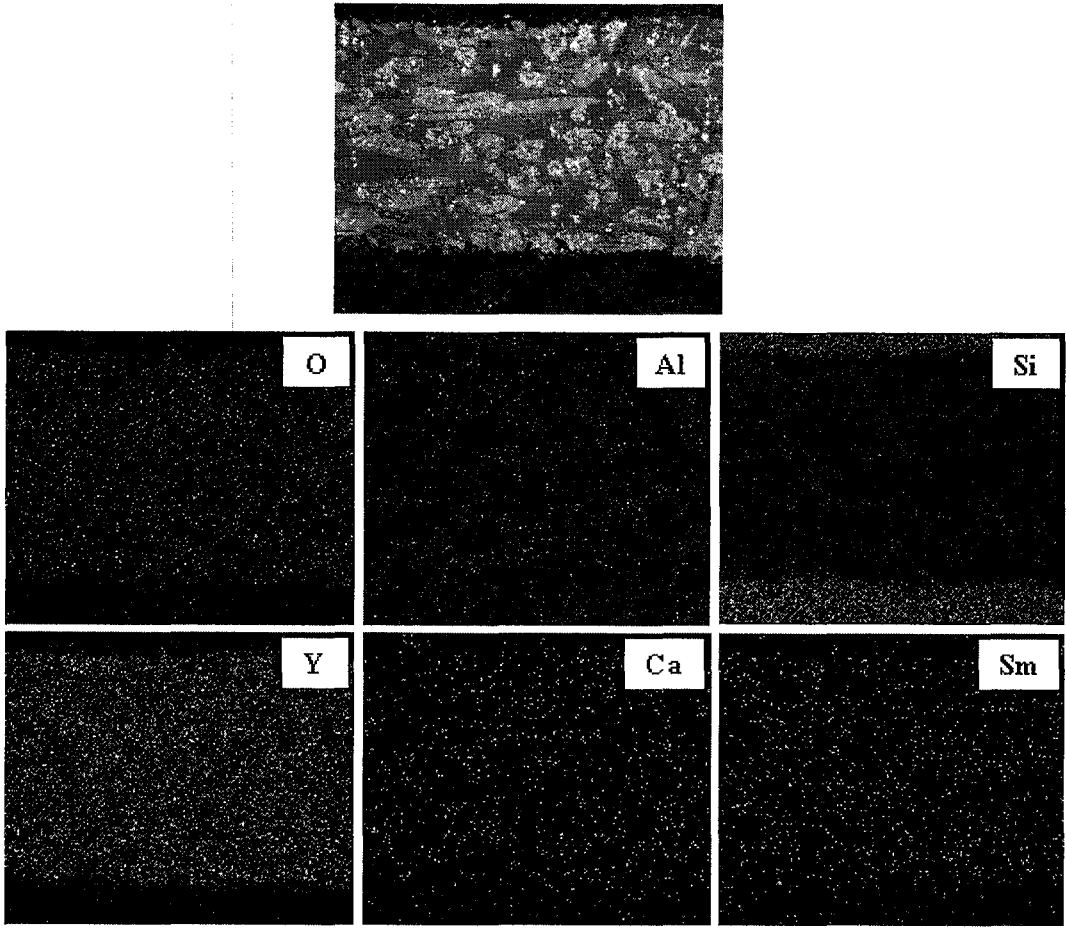
Oksitler	Kaynak Bölgesi	
	Kristalsız Bölge	Kristal
Y ₂ O ₃	50,6	69,2
SiO ₂	40,8	24,7
Al ₂ O ₃	4,9	0,3
CaO	0,3	1,3
Sm ₂ O ₃	3,4	4,5



Şekil 6.3. Kaynak bölgesindeki kristal üzerinde 1 numaralı çizgi boyunca elementlerin değişimini gösteren çizgisel EDX analizi



Şekil 6.4. Kaynak bölgesindeki 2 numaralı çizgi boyunca elementlerin değişimini gösteren çizgisel EDX analizi



Şekil 6.5. Kristal oluşumunun meydana geldiği kaynak bölgesinde elementlerin dağılımını gösteren EDX haritası

Yapılan bu çalışmada 1720°C’de GPS’de kaynaklanan numunede elde edilen kaynak bölgesinin mikroyapısı daha önce Sainz ve ark.[27] tarafından yapılan çalışmada elde edilen kaynak bölgesi mikroyapısıyla benzerlikler göstermektedir.

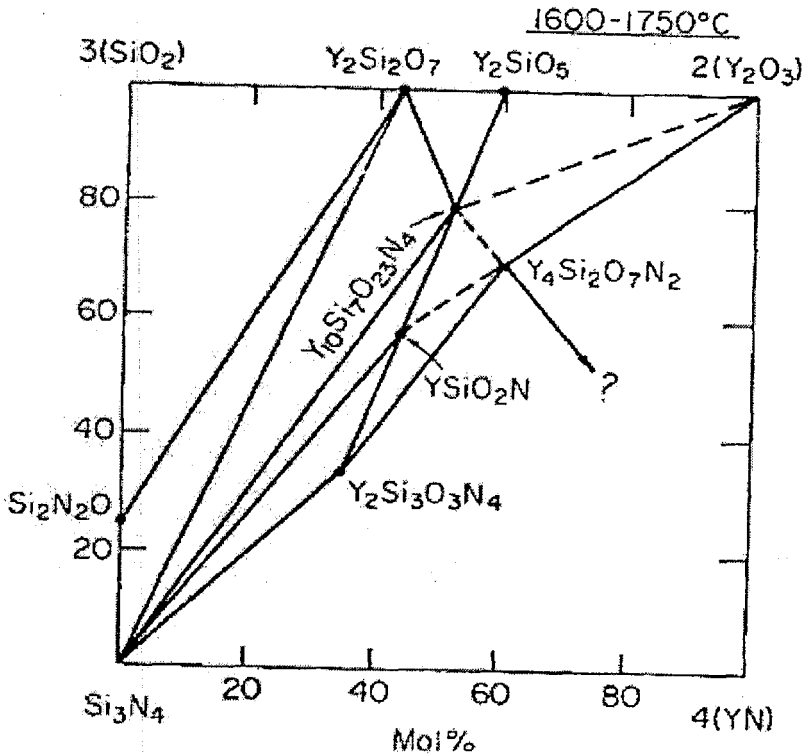
Sainz ve ark. [27], β -Si₃N₄ seramikleri SiO₂ aratabaka kullanarak 1550°C’de ve SiO₂-Y₂O₃ aratabaka kullanarak 1650°C’de kaynaklamışlardır. Elde ettikleri sonuçlara göre; iki kompozisyon için kaynak bölgesi mikroyapısının ve reaksiyon ürünlerinin çok farklı olduğunu bildirmişlerdir. SiO₂ aratabakasıyla elde ettikleri kaynak bölgesinde beyaz ve gri olmak üzere iki farklı renkte faz bulunduğunu ayrıca kaynak bölgesi ve bulk yapı ara yüzeyinde uzanan koyu gri renkli diğer bir faz bulunduğunu görmüşlerdir. Kaynak bölgesindeki beyaz faz,

10-15 µm boyutundaki küresel tanelerden oluşurken, gri fazın beyaz taneleri çevreleyen sürekli faz olduğu görülmüştür [27].

Sainz ve ark. [27], elde ettikleri XRD sonuçlarına göre, ara yüzey ve aratabakada $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ ve $\text{Y}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ (γ ve z polimorfları) fazlarının bulunduğunu ancak aratabakanın orta kısmına yaklaşırken $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ difraksiyon pikinin şiddetinin azaldığını belirlemişlerdir. Bunun sonucu olarak $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ fazını, ara yüzey yakınında uzanan gri taneler olarak tanımlamışlardır. Yaptıkları çizgi analizleri sonucunda ise, aratabakada net bir şekilde yitrium artışının görüldüğünü ve gri faz bölgesinde ise yitrium yoğunluğunun azaldığını belirtmişlerdir. Ayrıca aratabaka boyunca bir kısım azot yoğunluğu belirlenmiştir. Bu sonuçlar, yitrium ve azotun SiO_2 fazıyla reaksiyona girerek bağlayıcı aratabaka içerisine göç ettiğini göstermiştir. Kantitatif EPMA (Elektron Prob X-ışını Mikro Analizi) analizleri sonucunda, aratabakadaki iki fazın farklı Y/Si oranına sahip olduğu; beyaz taneler için bu oran 3,03 (52,51/17,34 ağırlık %) iken açık gri renkli bölge için Y/Si oranının 1,08 (25,42/23,46 ağırlık %) olduğu görülmüştür. Beyaz tanelerin Y/Si oranının $\text{Y}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ fazındaki orana (3,17) çok yakın olması nedeniyle bu faz $\text{Y}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ olarak tanımlanmıştır. Açık gri renkli fazın ise amorf fazla ilgili olabileceği belirtilmiştir. EPMA analizi sonucunda aratabaka ve Si_3N_4 ara yüzeyinde ise oksijen zenginleşmesi olduğu; Si/O/N oranlarının aratabakaya yakın bölgede 55,5/27,2/12,3 (ağırlık %) iken Si_3N_4 kenarına yakın bölgede bu oranın 57,8/41,4/0,12 (ağırlık %) olduğu görülmüştür. Bu sonuca göre aratabakaya yakın olan bölgedeki fazın $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ fazına benzediği, diğer fazın ise Si_3N_4 yapısına benzediği görülmüştür. Bu nedenle aratabakadaki SiO_2 'nin yüksek sıcaklıkta temas bölgesindeki β - Si_3N_4 taneleriyle reaksiyona girdiği, $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{SiO}_2$ temas alanındaki sıvının çekirdeklenmesi ve büyümesiyle $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ fazını oluşturduğu belirtilmiştir. Si_3N_4 tetrahedral yapısındaki azotun oksijen ile yer değiştirmesiyle SiON_3 yapısı oluşur ve bu, $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ 'nun yapısal birimidir. Sonuç olarak Sainz ve ark., bağlanma süresince ara yüzeyde meydana gelen reaksiyonları şu şekilde tanımlamışlardır; 1) Sinterleme ilavesi olarak kullanılan yitriumun aratabaka içerisine göç etmesi ve ara yüzeyde sıvı Si-Y-O-N içinde Si_3N_4 ve SiO_2 'nin çözünmesi, 2) β - Si_3N_4 -sıvı ara yüzeyinde $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O}$ 'nun çekirdeklenmesi ve büyümesi ve aratabaka içinde $\text{Y}_2\text{Si}_2\text{O}_7$ polimorflarının çökmesidir [27].

Sainz ve ark. [27], Y_2O_3 - SiO_2 aratabaka kullanarak gerçekleştirdikleri kaynaklama işleminin sonucunda ise, kaynak bölgesindeki temel ürünün N-apatit fazı [$Y_{10}(SiO_4)_6N_2$] olduğunu ve az miktarda z- $Y_2Si_2O_7$ polimorfu bulunduğunu belirlemiştir. Kaynak bölgesindeki sürekli kompozisyonun hemen hemen tek faz olduğu ve Y/Si oranının 5,16 (60,81/11,79 ağırlık %) değerinde olduğu bildirilmiştir. Bu oran $Y_{10}(SiO_4)_6N_2$ fazıyla ilişkilendirilmiştir. Aratabakada geriye kalan diğer bölgelerde yapılan analizlerde iki farklı kompozisyon belirlenmiştir. Birisinde Y/Si oranı 3,07 olup $Y_2Si_2O_7$ fazıyla ve diğerinde Si/N oranı 1,49 olup Si_3N_4 ile uyumlu olduğu belirlenmiştir. Geniş miktarda kalıntı camsı fazın bulunduğu SiO_2 bağlanması farklı olarak Y_2O_3 - SiO_2 bağlanmasında N-apatit ve $Y_2Si_2O_7$ devitrifikasyonu meydana gelmiştir. Kaynak bölgesi kristalin ve temel olarak N-apatit tanelerinden oluşmuştur [27].

Si_3N_4 -YN- Y_2O_3 - SiO_2 sisteminin 1600-1750°C'deki faz diyagramı Şekil 6.6.'da verilmiştir.



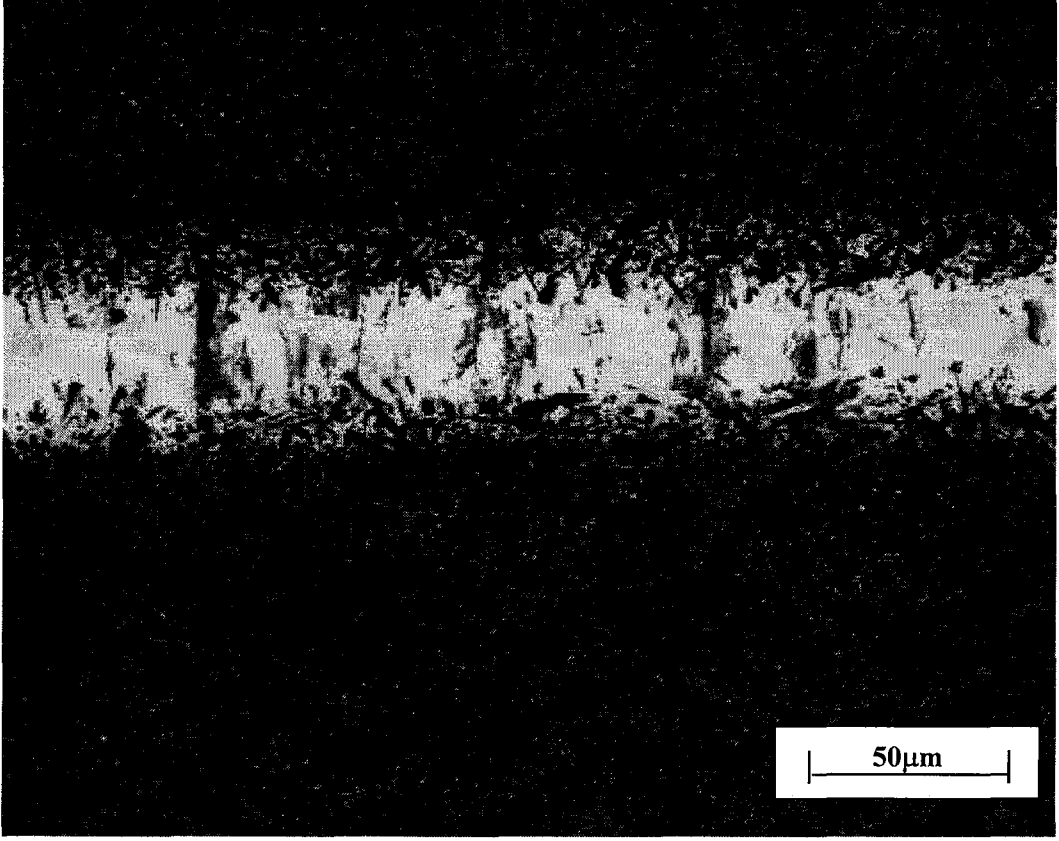
Şekil 6.6. Si_3N_4 -YN- Y_2O_3 - SiO_2 sisteminin 1600-1750°C'deki faz diyagramı [32]

1770°C’de kaynaklanmış numunenin SEM görüntüsü Şekil 6.7.’de verilmiştir. Kaynak bölgesi kalınlığının kaynak boyunca değişmediği ve $\approx 50\mu\text{m}$ olduğu görülmüştür. Kaynak bölgesi boyunca kalınlığın aynı olması, 1770°C’de aratabakanın iyi bir şekilde yayıldığı ve ıslatma davranışının iyi olduğunu göstermiştir. Kaynak bölgesi ve bulk yapı ara yüzeyinde iğnemi yapıdaki kristallerin oluşumu görülmektedir.

Kaynaklama prosesi boyunca meydana gelen reaksiyonlar şu şekilde tanımlanabilir: Kaynaklama sıcaklığında aratabaka bileşenleri sıvı fazı oluşturur, sıvı faz bulk SiAlON içerisine sızar, kaynak bölgesi ve bulk yapı ara yüzeyinde SiAlON kristallerinin sıvı faz içerisinde çözünmesi ve yeniden çökmesiyle ara yüzeyde iğnemi yapıdaki β -SiAlON taneleri gelişir ve kaynak boyunca kenetlenmiş kaynak bölgesi oluşur.

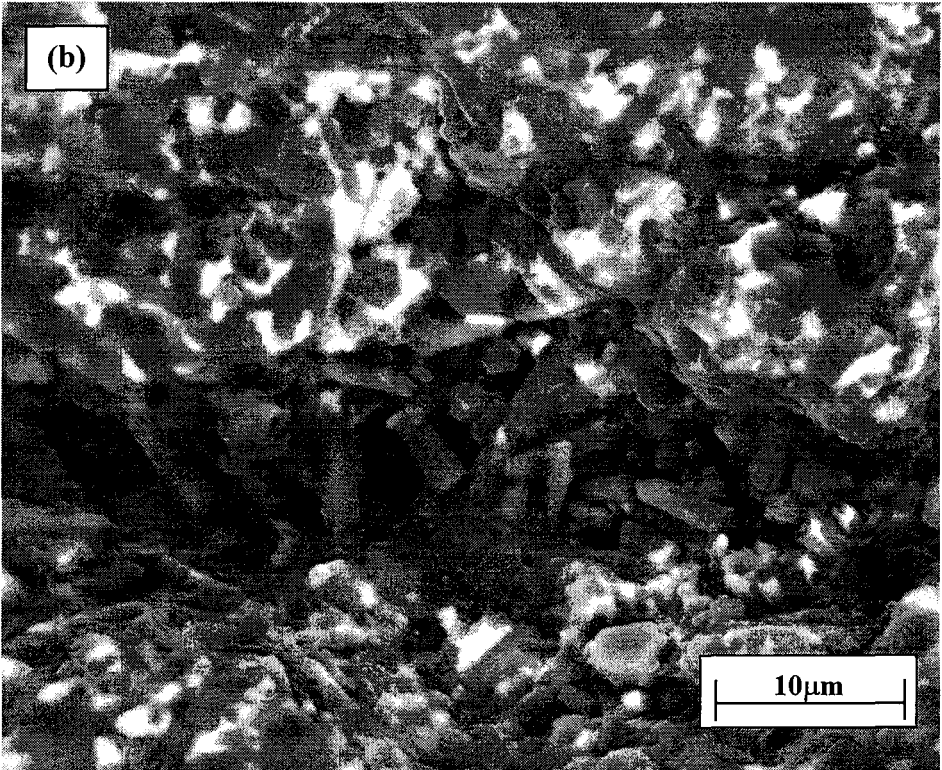
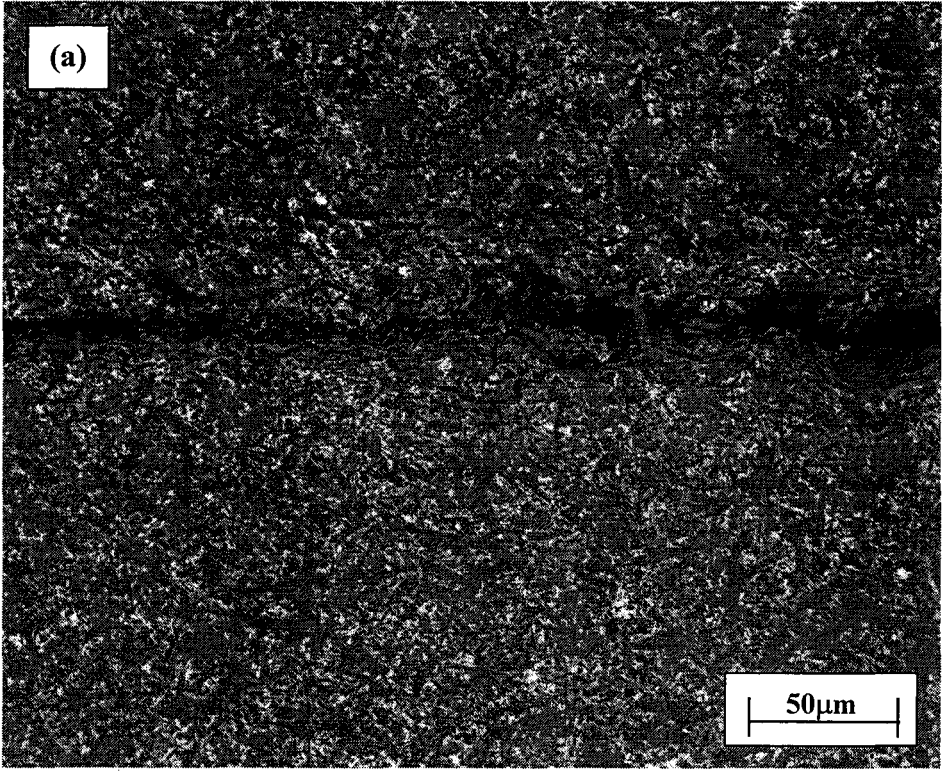
1820°C’de kaynaklanmış numunenin SEM görüntüsü Şekil 6.8.’de verilmiştir. Bu kaynaklama sıcaklığında kaynak bölgesi kalınlığı $\approx 15\mu\text{m}$ ’dir ve bazı bölgelerde aratabaka neredeyse kaybolmuştur. Bununla birlikte kaynak bölgesinde poroz bölgeler mevcuttur. Ayrıca kaynak bölgesi kalınlığı, iç kısımlarda daha az olup kenarlara doğru nispeten artmıştır. Bu durum, 1720°C sıcaklık için elde edilen sonucun tam tersidir. Sonuç olarak; 1820°C’nin kaynaklama için yüksek bir sıcaklık olduğu görülmüştür.

SiO₂ içeren II. kompozisyonla bu aşamada kaynaklanan numuneler için, sıcaklığa bağlı olarak kaynak bölgesi kalınlığının değişimi Şekil 6.9.’da verilmiştir. Şekilde görüldüğü gibi kaynaklama sıcaklığının artmasıyla kaynak bölgesinin kalınlığı çok net bir şekilde azalmıştır. Özellikle sıcaklığın 1720°C’den 1770°C’ye artmasıyla kaynak bölgesinin kalınlığı önemli ölçüde azalmıştır. 1820°C’de ise aratabaka neredeyse kaybolmuştur.

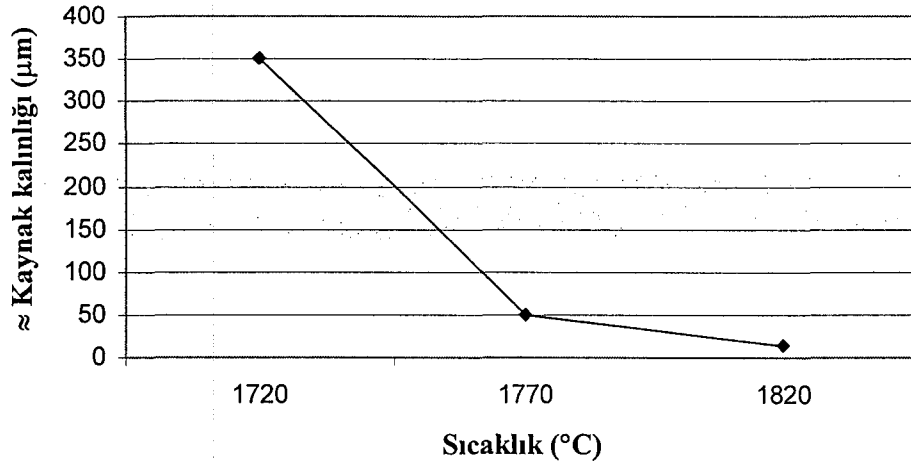


Şekil 6.7. 1770°C’de kaynaklanmış numunenin BEI-SEM görüntüsü

≈0,2 g’ lık aratabaka ile farklı sıcaklıklarda gerçekleştirilen kaynaklama deneylerinin sonuçları Çizelge 6.3.’ de özetlenmiştir. Çizelgede görüldüğü gibi; 1670°C sıcaklık kaynaklama için yetersiz kalırken, 1820°C kaynaklama için yüksek bir sıcaklıktır. Ayrıca, 50 ve 100°C’lik sıcaklık artışının kaynak bölgesi kalınlığı üzerinde önemli etkisi olduğu görülmüştür. Bu sonuca dayanarak bir sonraki aşamada daha dar bir sıcaklık aralığında inceleme yapılmıştır.



Şekil 6.8. 1820°C'de kaynaklanmış numunenin geri yansıyan elektron görüntüsü:
(a) 400x ve (b)2670x



Şekil 6.9. ≈0,2 g'lık aratabaka için sıcaklığa bağlı olarak kaynak bölgesi kalınlığının değişimi

Çizelge 6.3. ≈0,2 g'lık II no'lu aratabaka kompozisyonu ile 22 bar basınç altında elde edilen kaynaklama sonuçları

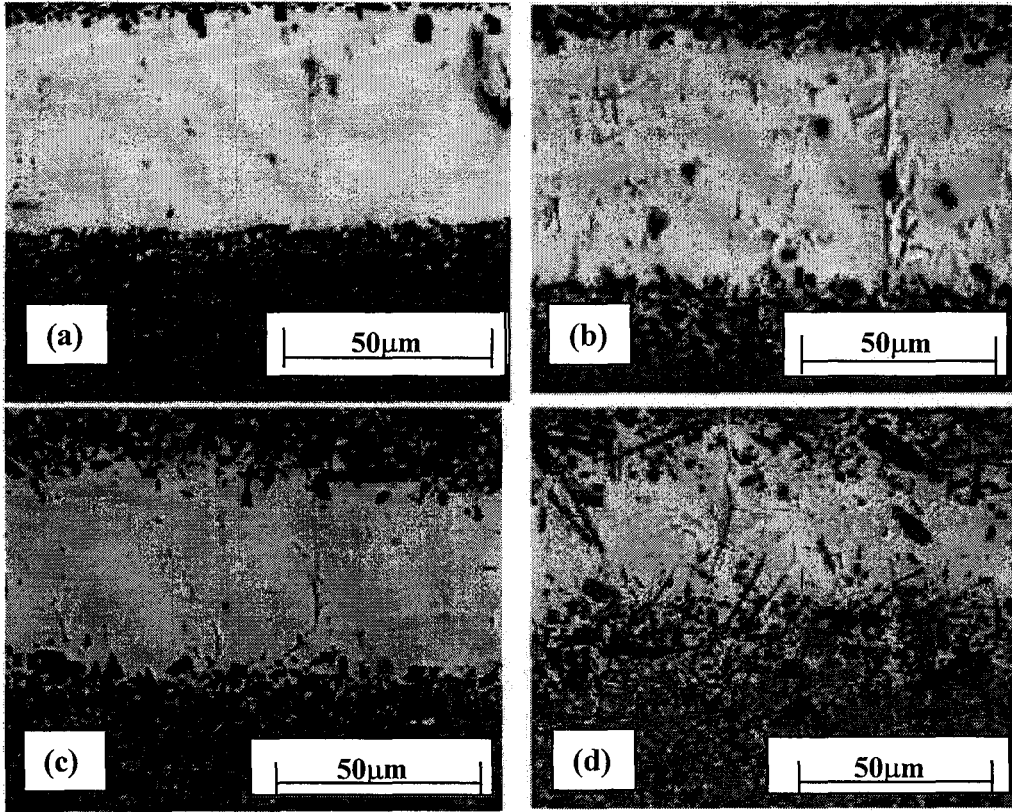
Sıcaklık (°C)	Aratabakanın Yayılma Davranışı	Kaynağın Tanımlanması
1670	Yayılma yok	Bağlanma yok
1720	Yayılma kötü	Bağlanma kötü, kaynak bölgesi boyunca ≈350-≈110 μm arasında değişen kalınlık, ince bölgede kristal oluşumu, kaynağın bir kenarında boşluk mevcut
1770	Yayılma iyi	Bağlanma iyi, kaynak bölgesi boyunca kalınlık aynı (≈50 μm)
1820	Yayılma iyi	Bağlanma iyi, ≈15 μm kaynak kalınlığı, mikroyapıda boşluklar mevcut

6.1.3. Aratabaka Miktarı ve Sıcaklığın Aratabakanın İslatma ve Yayılma Davranışları Üzerine Etkisi

Kaynaklama sıcaklığının bağlanma üzerine etkisini incelemek için yapılan deneylerden elde edilen sonuçlar doğrultusunda, daha dar bir sıcaklık aralığında (25°C sıcaklık farkı), üç farklı miktarda aratabaka kullanılarak aratabakanın ıslatma ve yayılma davranışları incelenmiştir.

6.1.3.1. Sıcaklığın Etkisi

Şekil 6.10. ve Şekil 6.11.'de 0,1 g'lık aratabaka ile 1695°C , 1720°C , 1745°C ve 1770°C 'de kaynaklanan SiAlON numunelerinin SEM görüntüleri verilmiştir.



Şekil 6.10. (a) 1695°C , (b) 1720°C , (c) 1745°C ve (d) 1770°C 'de 0,1 g'lık aratabaka ile kaynaklanmış SiAlON numunelerinin BEI-SEM görüntüleri.

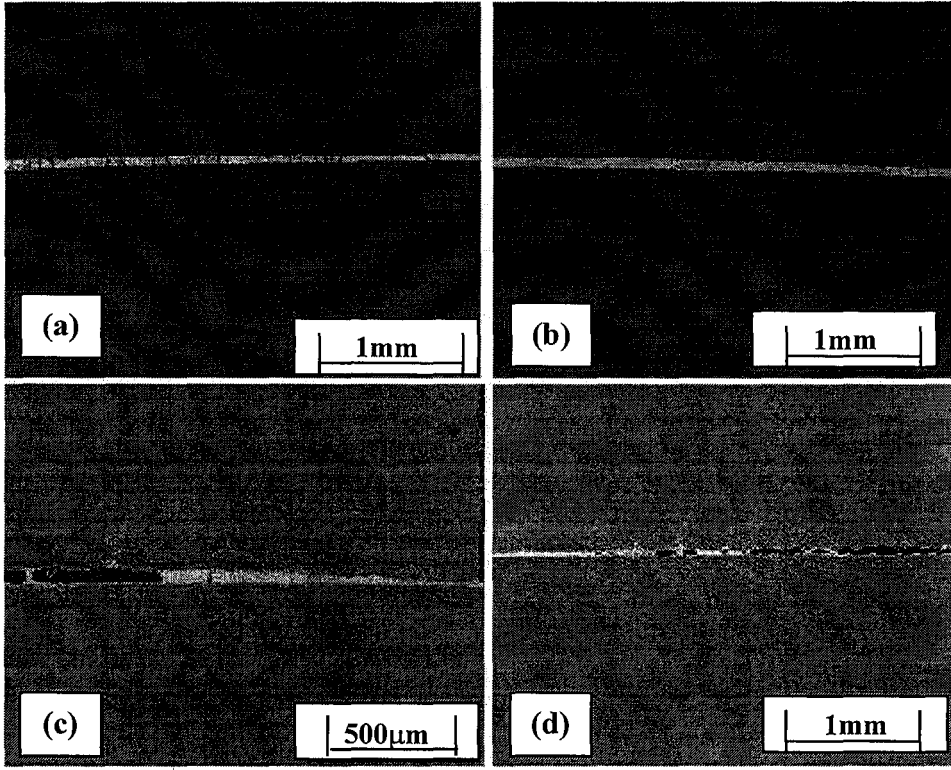
0,1 g'lık aratabaka için 1695°C 'de kaynaklanan numunede kaynak bölgesi kalınlığının kaynak boyunca aynı olmadığı görülmüştür. Kalınlık $\approx 30 \mu\text{m}$

ile ≈ 60 μm arasında deęişmektedir ve ince olan bölgede kristal oluşumu gözlenmiştir (Şekil 6.12.). 1720°C 'de kaynaklanan numunede ise kaynak bölgesi kalınlığının kaynak boyunca ≈ 60 μm olduğu görülmüştür. Kaynak bölgesi ve SiAlON ara yüzeyinde difüzyon tabakası bulunmaktadır. Kaynaklama sıcaklığının 1745°C 'ye yükselmesiyle kaynak bölgesi kalınlığının azaldığı ve $\approx 45\mu\text{m}$ olduğu görülmüştür. Ayrıca kaynak bölgesinde boşluklar bulunmaktadır. Bu boşluklar, kesme sırasında kaynak tabakasının kopması şeklinde oluşmuş olabilir. 1770°C 'de kaynaklanan numunede ise kaynak bölgesinin büyük bir kısmının boş olduğu görülmüştür (Şekil 6.11.). Ancak boş olmayan kısımlarda iğnemi yapıdaki β -SiAlON taneleri kaynak bölgesi ve bulk yapı ara yüzeyinde büyümüş ve ≈ 35 μm kalınlığında kaynak tabakası elde edilmiştir (Şekil 6.10).

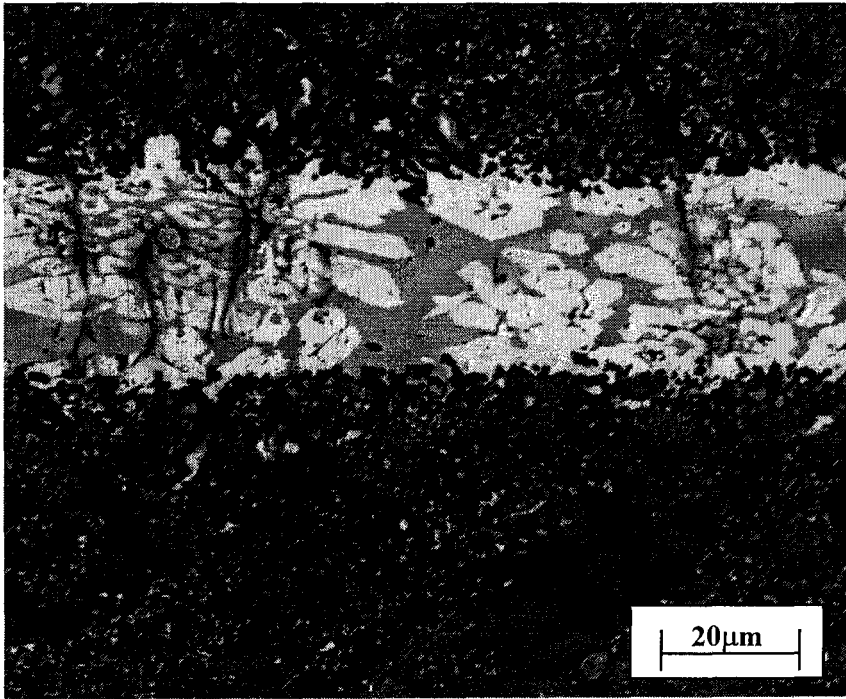
Aynı aratabaka miktarı için kaynaklama sıcaklığının artmasıyla kaynak bölgesi kalınlığının azaldığı (1695°C 'de ≈ 60 μm ve 1770° 'de ≈ 35 μm) görülmüştür. Ayrıca sıcaklığın artmasıyla SiAlON ve kaynak bölgesi ara yüzeyinde SiAlON tanelerinin büyüdüğü gözlenmiştir.

Şekil 6.12.'de 1695°C ' de kaynaklanan SiAlON numunesinin SEM görüntüsü görülmektedir. Şekilde görüldüğü gibi kaynak bölgesinde kristal oluşumu meydana gelmiştir.

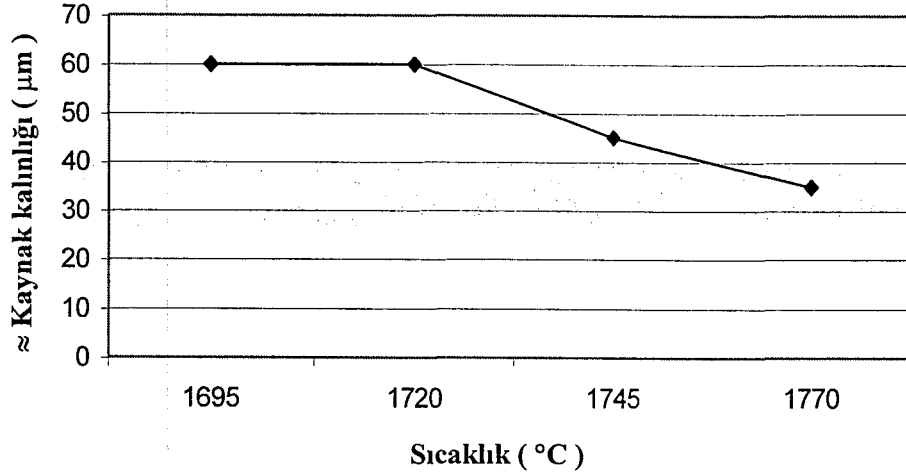
0,1 g'lık aratabaka için kaynaklama sıcaklığına baęlı olarak kaynak bölgesi kalınlığının deęişimi Şekil 6.13.'de verilmiştir. 1695 ve 1720°C 'de kaynaklanmış numunelerde kaynak bölgesi kalınlığı aynıdır. 1720°C 'den sonra kaynaklama sıcaklığının artmasıyla kaynak kalınlığı azalmaktadır. 0,1 g'lık aratabaka ile farklı sıcaklıklarda elde edilen kaynaklama sonuçları ise Çizelge 6.4.' de özetlenmiştir.



Şekil 6.11. Kaynaklama sıcaklığına bağlı olarak bağlanma davranışını gösteren BEI-SEM görüntüleri: (a) 1695°C, (b) 1720°C, (c) 1745°C ve (d) 1770°C



Şekil 6.12. 1695°C'de kaynaklanmış SiAlON numunesinde kaynak bölgesinde kristal oluşumunu gösteren BEI-SEM görüntüsü



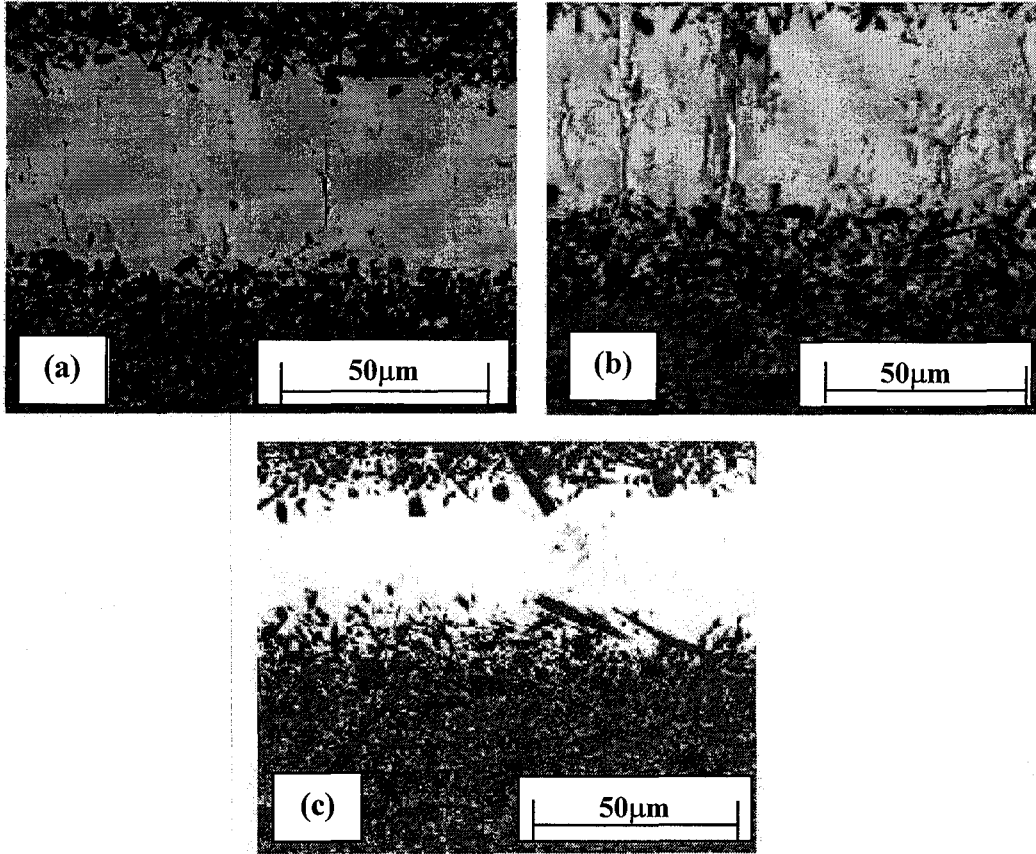
Şekil 6.13. 0,1 g'lık aratabaka için sıcaklığa bağlı olarak kaynak bölgesi kalınlığının değişimi

Çizelge 6.4. 0,1 g'lık II no'lu aratabaka kompozisyonu ile 22 bar basınç altında elde edilen kaynaklama sonuçları

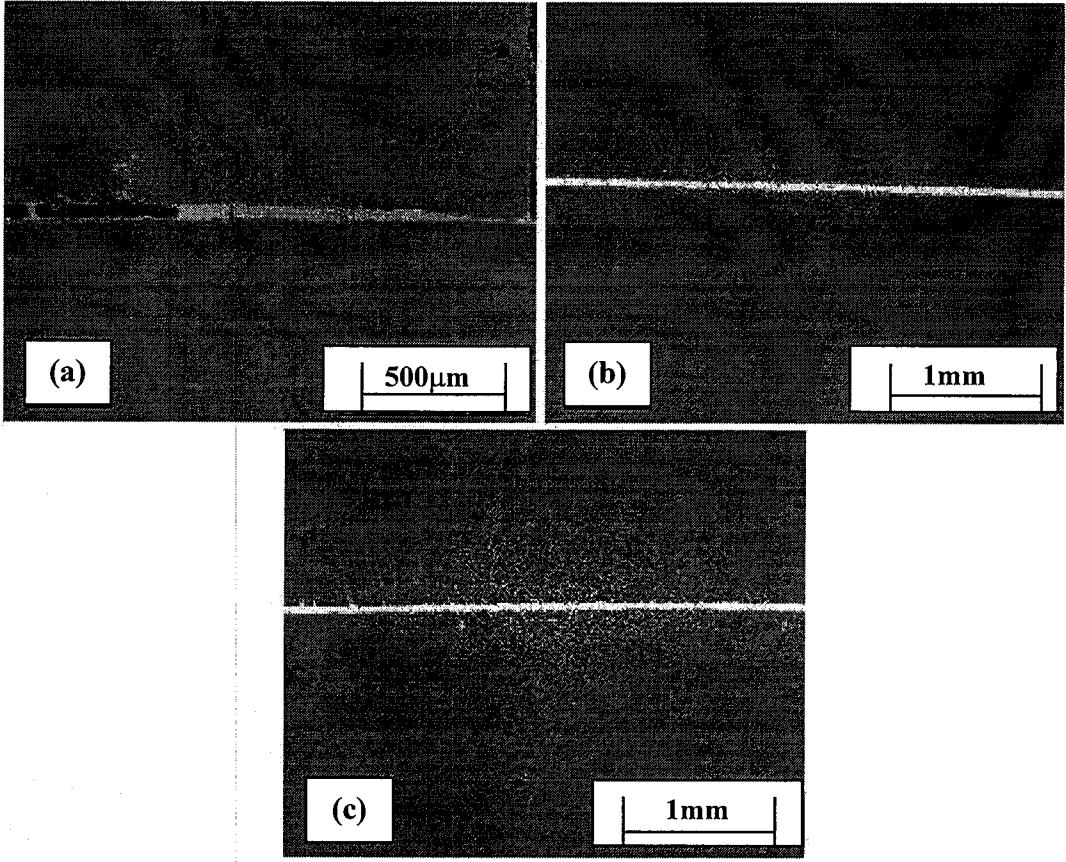
Sıcaklık (°C)	Aratabakanın Yayılma Davranışı	Kaynağın Tanımlanması
1695	Yayılma orta derecede	Bağlanma iyi, kaynak bölgesi boyunca ≈ 30 - ≈ 60 μm arasında değişen kalınlık, ince bölgede kristal oluşumu
1720	Yayılma iyi	Bağlanma iyi, kaynak bölgesi boyunca kalınlık aynı (≈ 60 μm)
1745	Yayılma iyi	Kaynak bölgesinde geniş boşluklar mevcut, kaynak kalınlığı ≈ 45 μm
1770	Yayılma iyi	Kaynak bölgesinin büyük bir bölümü boş, bağlanan kısımlarda ≈ 35 μm kaynak kalınlığı

6.1.3.2. Aratabaka Miktarının Etkisi

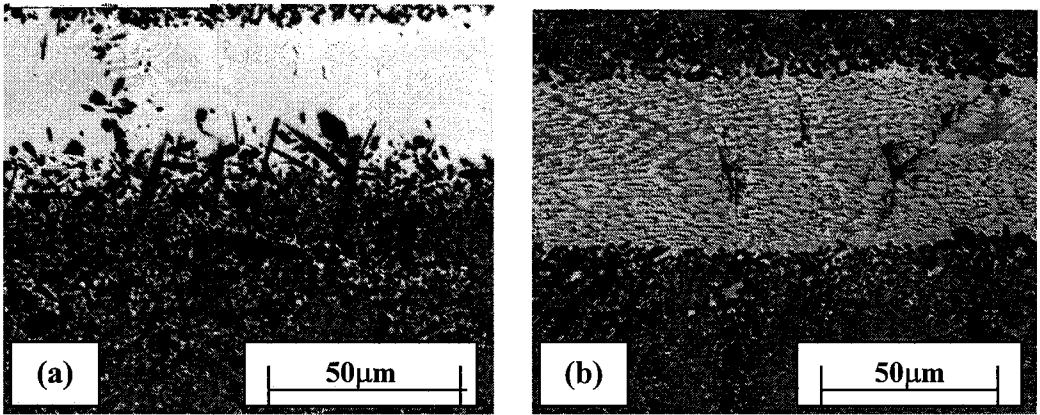
Şekil 6.14. ve Şekil 6.15.'de 0,1 g, 0,15 g ve 0,2 g'lık aratabakalar ile 1745°C'de kaynaklanmış SiAlON numunelerinin SEM görüntüleri verilmiştir. 1745°C'de 0,1 g'lık aratabaka kullanılarak elde edilen kaynak mikroyapısında daha önce belirtildiği gibi kaynak bölgesinde boşlukların mevcut olduğu ve kalınlığının $\approx 45 \mu\text{m}$ olduğu görülmüştür. Kaynak bölgesi ve bulk yapı ara yüzeyinde SiAlON taneleri büyümüştür. Aynı kaynaklama sıcaklığı için 0,15 g'lık aratabaka kullanıldığında kaynak bölgesi kalınlığının $\approx 50 \mu\text{m}$ olduğu ve bulk yapı-kaynak bölgesi ara yüzeyinde SiAlON tanelerinin büyüdüğü görülmüştür. 1745°C'de 0,2 g'lık aratabaka ile elde edilen kaynak mikroyapısında yine benzer olarak kaynak bölgesi-bulk yapı ara yüzeyinde SiAlON tanelerinin büyüdüğü görülmüştür. Ancak diğer iki aratabaka miktarından farklı olarak kaynak bölgesinin kalınlığı $\approx 55 \mu\text{m}$ ile $\approx 40 \mu\text{m}$ arasında değişmektedir (Şekil 6.16.).



Şekil 6.14. 1745°C'de kaynaklanmış SiAlON numunelerinin BEI-SEM görüntüleri: (a) 0,1 g, (b) 0,15 g ve (c) 0,2 g'lık aratabaka ile kaynaklanmış numuneler.

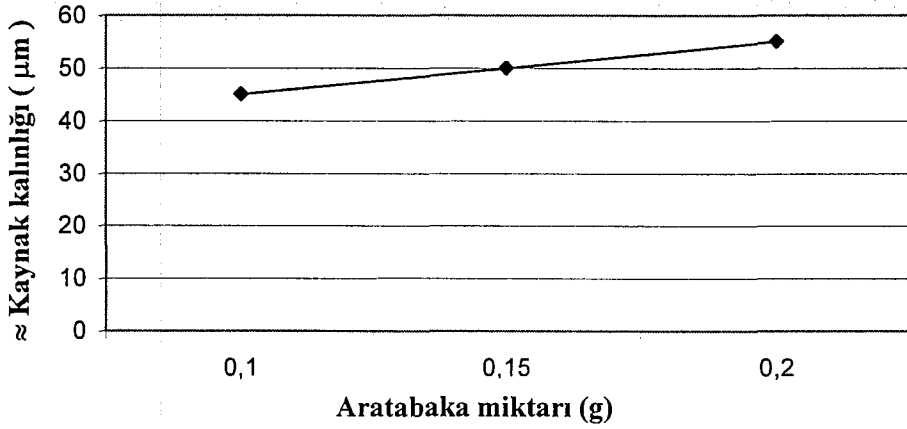


Şekil 6.15. Aratabaka miktarına bağlı olarak 1745°C’de bağlanma davranışını gösteren BEI-SEM görüntüleri: (a) 0,1 g, (b) 0,15 g ve (c) 0,2 g’lık aratabaka ile kaynaklanmış SiAlON numuneleri



Şekil 6.16. 0,2 g’lık aratabaka ile 1745°C’de kaynaklanmış numunede kaynak bölgesi boyunca farklı mikroyapı oluşumu: (a) kenarlara doğru incelen bölge ve (b) merkeze doğru kalınlaşan bölge

1745°C kaynaklama sıcaklığı için aratabaka miktarına bağlı olarak kaynak bölgesi kalınlığının değişimi Şekil 6.17.'de verilmiştir. Bu sıcaklıkta farklı miktardaki aratabakalarla elde edilen kaynaklama sonuçları ise Çizelge 6.5.'de özetlenmiştir.



Şekil 6.17. 1745°C kaynaklama sıcaklığı için aratabaka miktarına bağlı olarak kaynak bölgesi kalınlığının değişimi

Çizelge 6.5. 1745°C kaynaklama sıcaklığında ve 22 bar basınç altında farklı miktarlarda aratabakalarla elde edilen kaynaklama sonuçları

Aratabaka Miktarı (g)	Aratabakanın Yayılma Davranışı	Kaynağın Tanımlanması
0,1	Yayılma iyi	Kaynak bölgesinde geniş boşluklar mevcut, kaynak kalınlığı $\approx 45 \mu\text{m}$
0,15	Yayılma iyi	Bağlanma iyi, kaynak bölgesi boyunca kalınlık aynı ($\approx 50 \mu\text{m}$)
0,2	Yayılma iyi	Bağlanma iyi, kaynak bölgesi boyunca $\approx 55\text{-}\approx 40 \mu\text{m}$ arasında değişen kalınlık

6.2. ASTRO'da Elde Edilen Kaynaklar

6.2.1. Kaynak Bölgesinin Eliminasyonu

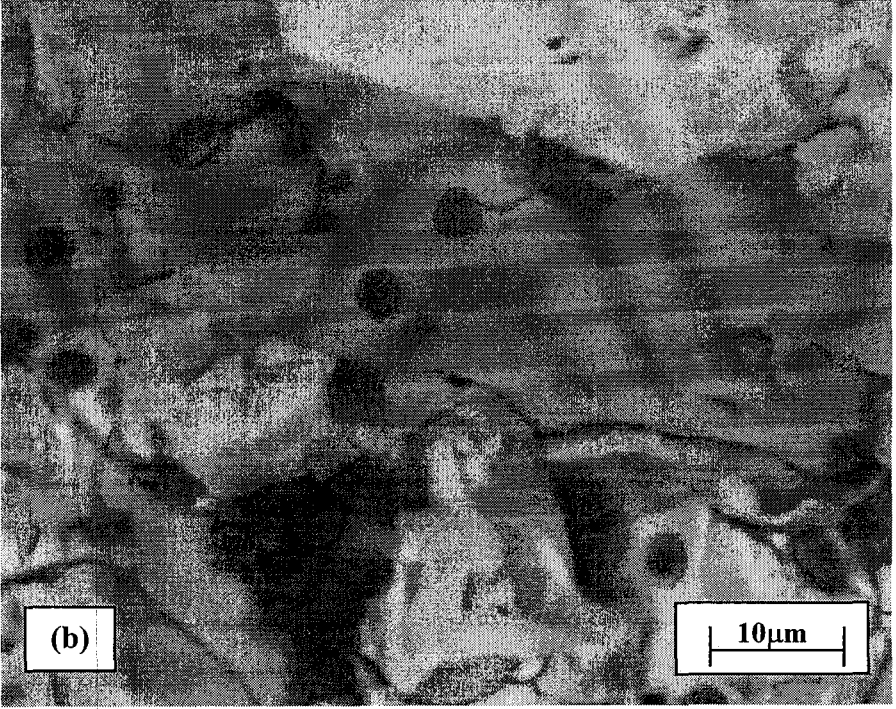
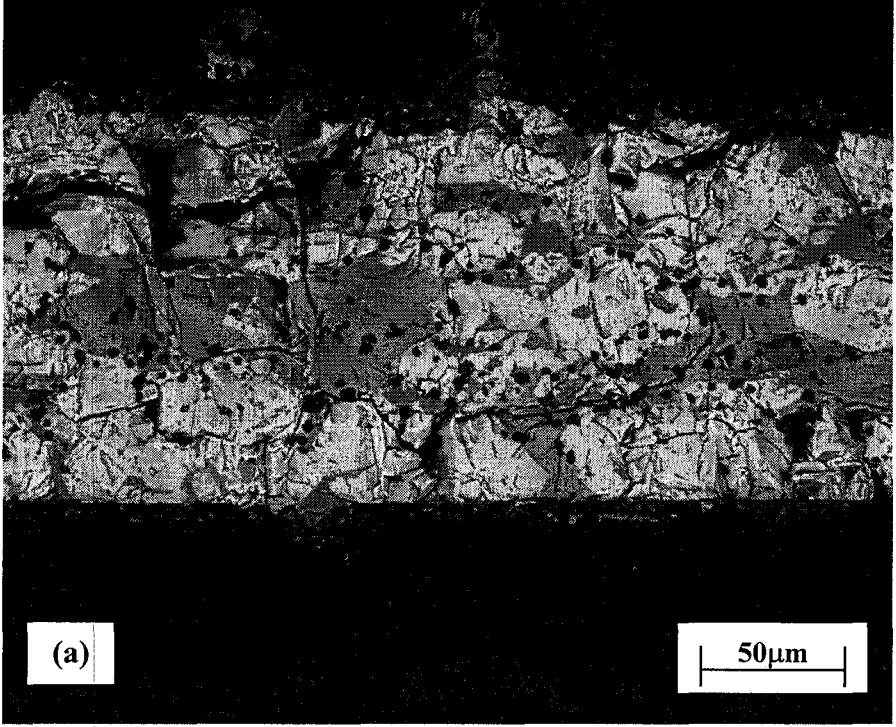
Kaynak bölgesinin eliminasyonu için ASTRO fırınında gerçekleştirilen kaynaklama deneylerinin sonuçları Çizelge 6.6'da verilmiştir. Sonuç olarak 0,1 g ve 0,03 g'lık aratabakalarla 1700°C'de iyi bağlanma sağlandığı ancak 0,03 g'lık aratabakayla kaynaklanan numunede kesme sonrasında kaynak bölgesinin büyük bölümünün boş olduğu görülmüştür.

Çizelge 6.6. Kaynak bölgesinin eliminasyonu için ASTRO fırınında 1 bar basınç altında II no'lu aratabaka kompozisyonu ile gerçekleştirilen kaynaklama deneylerinin sonuçları

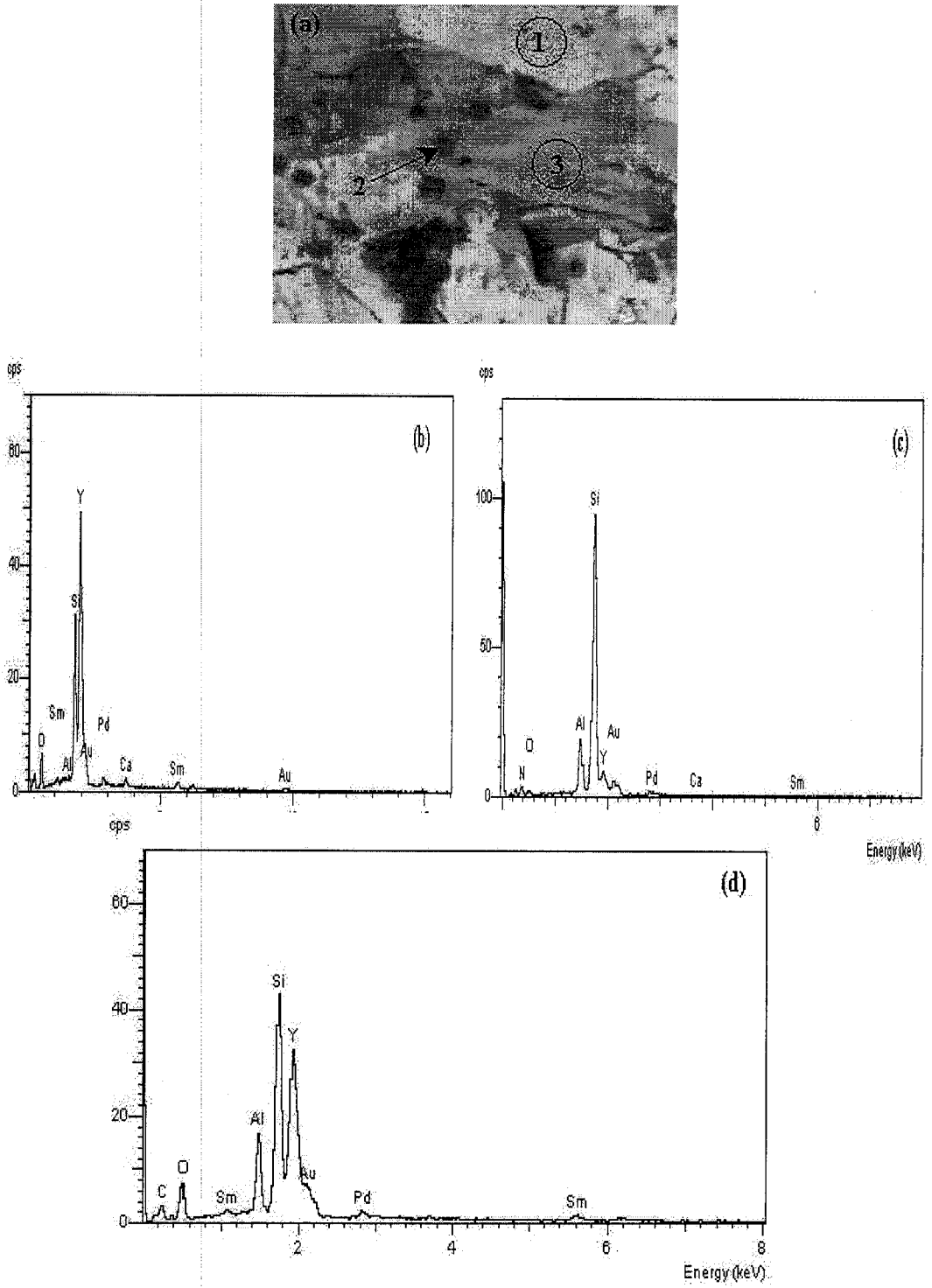
<i>Aratabaka Miktarı (g)</i>	<i>Kaynaklama Sıcaklığı (°C)</i>	<i>Kaynağın Tanımlanması</i>
0,03	1600	Yayıma kötü, bağlanma yok
0,03	1650	Bağlanma kötü, kesme sonrasında kaynak bölgesi hemen hemen boş
0,02	1650	Bağlanma kötü, kesme sonrasında kaynak bölgesi hemen hemen boş
0,01	1650	Bağlanma kötü, elle kolayca ayrıldı
0,005	1650	Bağlanma kötü, elle kolayca ayrıldı
0,03	1700	Bağlanma iyi, kaynak bölgesinde kristal oluşumu var ancak kesme sonrasında kaynak bölgesinin büyük bölümü boş.
0,1	1700	Bağlanma iyi

0,03 g'lık aratabakayla ASTRO'da 1700°C'de kaynaklanmış numunede kesme sonrasında kaynak bölgesinde büyük boşluklar bulunmasına rağmen bağlanmanın görüldüğü küçük bölgelerden alınmış mikroyapı görüntüsü Şekil 6.18.'de verilmiştir. Kaynak bölgesindeki boşluklar kesme esnasında oluşmuş olabilir. Çünkü Şekil 6.18.(a)'da kaynak bölgesi boyunca ilerleyen kırılmanın meydana geldiği açıkça görülmektedir. Ayrıca kaynak bölgesinde kristal oluşumu meydana gelmiştir. Şekil 6.18.(b)'de görüldüğü gibi kaynak bölgesi; beyaz, açık gri ve koyu gri renkte olmak üzere üç farklı fazdan oluşmaktadır. Bu üç farklı bölgeden elde edilmiş olan EDX spektrumları Şekil 6.19.'da verilmiştir. Spektrumlarda görülen Au ve Pd pikleri, SEM incelemesi için numuneye iletkenlik kazandırmak amacıyla yapılan kaplamadan kaynaklanmaktadır.

Kaynak bölgesinin EDX ile belirlenen ve elementel olarak verilen kimyasal analiz sonuçları ise Çizelge 6.7.'de verilmiştir. Çizelgede 6.7.'de görüldüğü gibi 2 no'lu kaynak bölgesinde 1 ve 3 no'lu bölgelerden farklı olarak N₂ elementi bulunmaktadır. Kaynak bölgesinin EDX ile belirlenen ve oksit olarak hesaplanan kimyasal analiz sonuçları ise Çizelge 6.8.'de verilmiştir. Burada 2 no'lu bölge için N₂ dışında kalan elementlerin oksit olarak yüzdeleri verilmiştir. GPS fırınında 1720°C'de kaynaklanmış numune için elde edilen sonuçlara benzer olarak, ASTRO'da 0,03 g'lık aratabaka ile 1700°C'de elde edilen kaynak bölgesindeki kristal içinde Y miktarının yüksek olduğu görülmektedir. Şekil 6.19. ve Çizelge 6.7.' de görüldüğü gibi beyaz bölgedeki Y miktarı diğer iki bölgeye oranla daha fazladır. Özellikle 1 no'lu beyaz bölge ile 2 no'lu koyu gri bölgedeki Y miktarları arasında büyük bir fark olduğu görülmektedir. Ayrıca bu üç bölge içindeki Al miktarları da dikkat çekicidir. 2 no'lu koyu gri bölgedeki ve 3 no'lu açık gri bölgedeki Al miktarları neredeyse aynıken 1 no'lu beyaz bölgede Al miktarının çok düşük olduğu görülmektedir. Yine GPS'de kaynaklanmış numune için elde edilen sonuca benzer olarak Al'un bulk yapıdan çözünerek kaynak bölgesine difüzyonu gerçekleşmiş ancak oluşan kristallerin girmemiştir.



Şekil 6.18. ASTRO fırınında 1700°C'de 0,03 g'lık aratabaka ile kaynaklanmış numunenin BEI-SEM görüntüleri (a) kaynak bölgesinde meydana gelen kırılma ve (b) kaynak bölgesindeki kristal oluşumu



Şekil 6.19. (a) 0,03 g'lık aratabaka ile ASTRO'da kaynaklanmış numunede kaynak bölgesinin BEI-SEM görüntüsü, (b) 1 numaralı bölgenin, (c) 2 numaralı bölgenin ve (d) 3 numaralı bölgenin EDX spektrumu

Çizelge 6.7. 0,03 g'lık aratabaka ile ASTRO'da kaynaklanan numunede kaynak bölgesinin EDX ile belirlenen ve elemental olarak verilen kimyasal analiz sonuçları

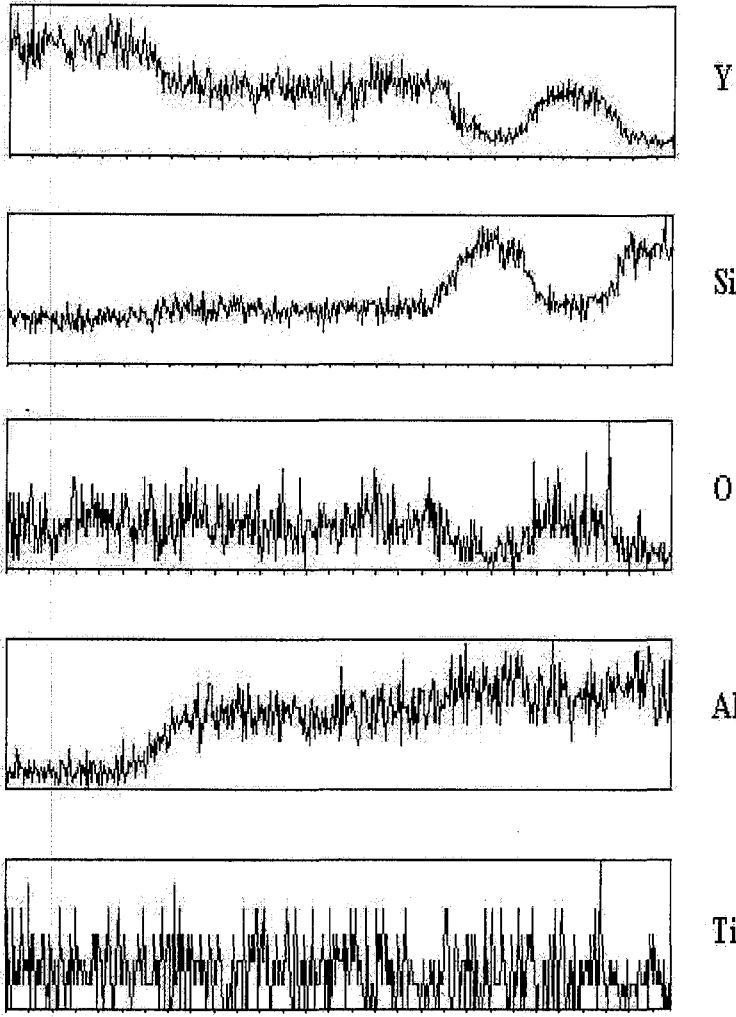
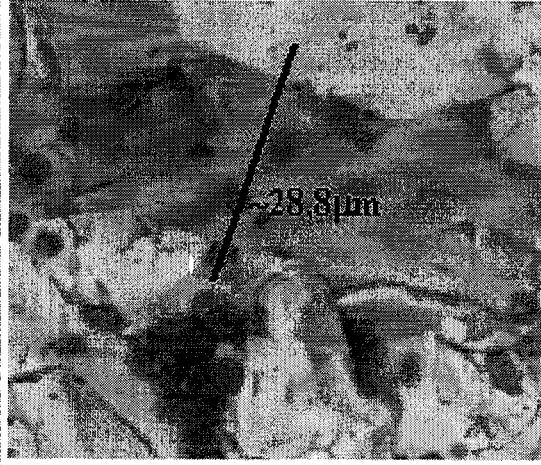
Elementler	Kaynak Bölgesi		
	1 no'lu bölge	2 no'lu bölge	3 no'lu bölge
N	-	2,4	-
Y	54,4	4,9	37,6
Si	11,5	33,6	17,1
Ca	1,3	0,1	-
Sm	3,9	0,6	3,3
Al	0,03	6,3	6,3
O	28,9	52,1	35,7

Çizelge 6.8. 0,03 g'lık aratabaka ile ASTRO'da kaynaklanan numunede kaynak bölgesinin EDX ile belirlenen elemental analizinden yararlanarak oksit olarak hesaplanan kimyasal analiz sonuçları

Oksitler	Kaynak Bölgesi		
	1 no'lu bölge	2 no'lu bölge	3 no'lu bölge
Y ₂ O ₃	69,1	7	47,7
SiO ₂	24,5	79,1	36,6
CaO	1,8	0,2	-
Sm ₂ O ₃	4,6	0,8	3,8
Al ₂ O ₃	0,05	12,9	11,9

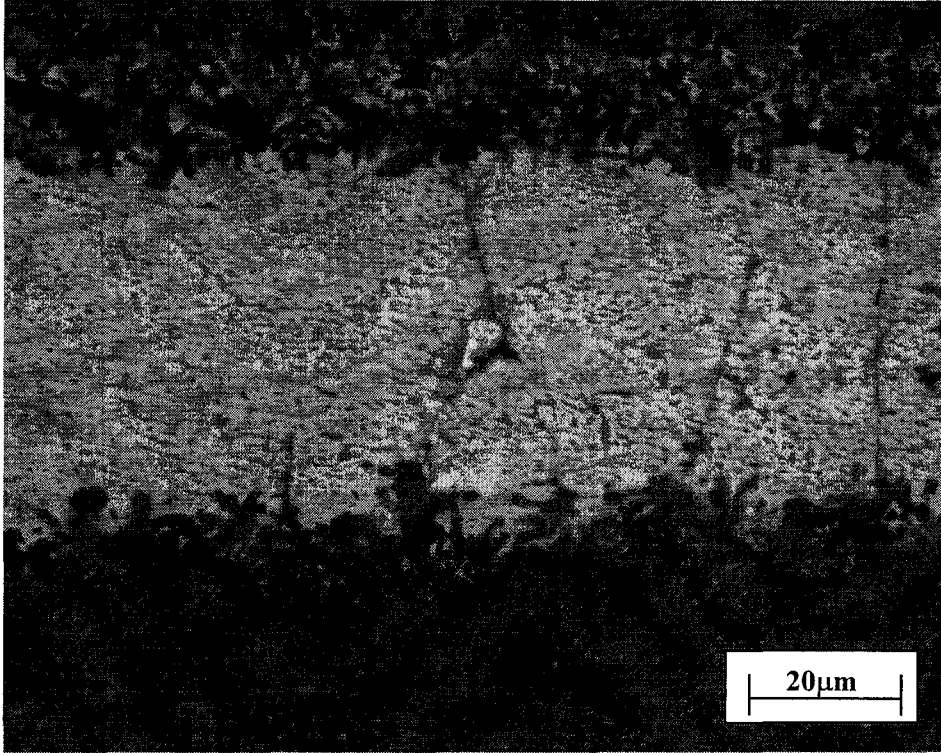
0,03 g'lık aratabaka ile elde edilen kaynak bölgesinde elementlerin değişimini gösteren çizgisel EDX analizi Şekil 6.20.'de verilmiştir. Çizgi analizinde görüldüğü gibi beyaz bölgeden koyu gri bölgeye doğru gittikçe Y konsantrasyonu azalmakta, Si ve Al konsantrasyonları ise artmaktadır.

ASTRO'da 1700°C'de 0,03 g'lık aratabaka ile kaynaklanmış numune için elde edilen EDX analiz sonuçları daha önce GPS'de 1720°C'de kaynaklanmış numune için elde edilen sonuçlara benzemektedir.



Şekil 6.20. 0,03 g'lık aratabaka ile elde edilen kaynak bölgesinde çizgi boyunca elementlerin değişimini gösteren çizgisel EDX analizi

Kaynak bölgesinin eliminasyonu için aratabaka miktarı azaltılarak ASTRO fırınında gerçekleştirilen kaynaklama deneylerinin sonucunda en iyi bağlanma 0,1 g'lık aratabakayla 1700°C'de elde edilmiştir. 0,1 g'lık aratabakayla kaynaklanmış numunenin SEM görüntüsü Şekil 6.21.'de görülmektedir. Kaynak bölgesi ve bulk yapı ara yüzeyinde SiAlON kristallerinin büyüdüğü ve bu bölgede difüzyon tabakasının bulunduğu görülmektedir. Kaynak bölgesi kalınlığı $\approx 50 \mu\text{m}$ 'dir.



Şekil 6.21. 0,1 g'lık aratabaka ile ASTRO'da 1700°C'de kaynaklanmış numunenin BEI-SEM görüntüsü

6.2.2. Aratabakanın Si_3N_4 İçeriğinin Bağlanma Üzerine Etkisi

Aratabakadaki Si_3N_4 içeriğinin bağlanma üzerine etkisini incelemek amacıyla II no'lu kompozisyona hacimce %30 Si_3N_4 ilave edilerek elde edilen III no'lu kompozisyonla 1600°C ve 1700°C'de kaynaklama işlemleri yapılmıştır. Sonuç olarak 1600°C'de aratabakanın erimediği ve hiçbir bağlanmanın gerçekleşmediği görülmüştür. 1700°C'de ise aratabakanın tamamen

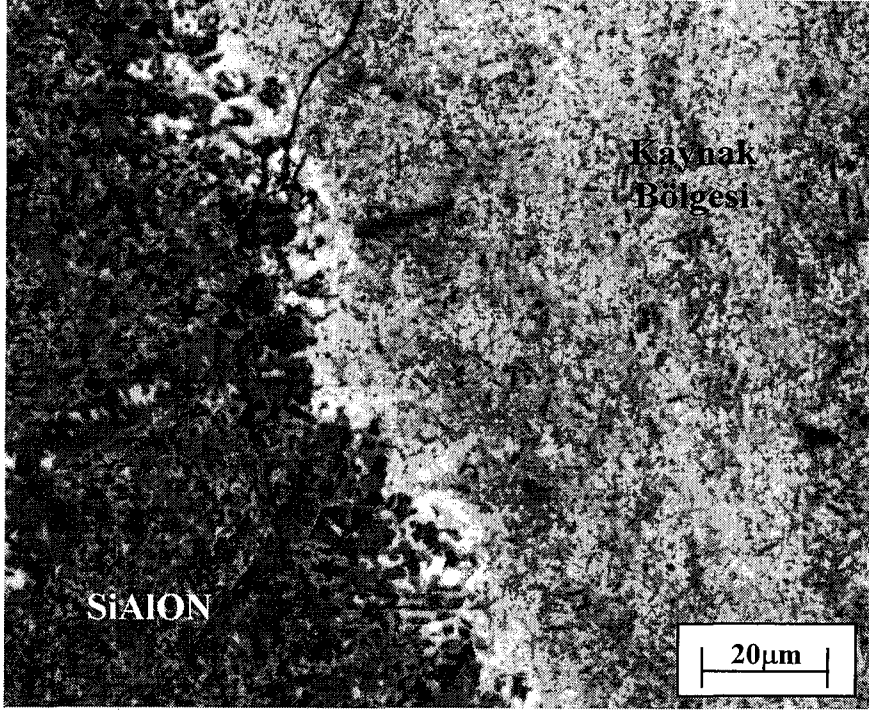
yayılmamasına rağmen bağlanma olduğu görülmüştür. Si_3N_4 ilaveli kompozisyonla 1700°C 'de kaynaklanmış numunenin mikroyapı görüntüsü Şekil 6.22.'de verilmiştir.

Si_3N_4 ilaveli kompozisyonla gerçekleştirilen kaynaklama deneylerinin sonuçları Çizelge 6.9.'da verilmiştir. Aratabaka kompozisyonuna Si_3N_4 ilavesiyle kaynaklama için gerekli olan sıcaklık değeri yükselmiştir. 1600°C ve 1700°C III no'lu kompozisyon için yeterli olmamıştır. İyi bir bağlanma elde edilebilmesi için daha yüksek sıcaklıklara çıkılması gereklidir.

Çizelge 6.9. Si_3N_4 içeren aratabaka kompozisyonu kullanılarak 1 bar basınç altında gerçekleştirilen kaynaklama deneylerinin sonuçları

<i>Aratabaka Kompozisyonu</i>	<i>Kaynaklama Sıcaklığı ($^\circ\text{C}$)</i>	<i>Aratabakanın Yayılma Davranışı</i>	<i>Kaynağın Tanımlanması</i>
(III)	1600	Yayılma yok	Bağlanma yok
(III)	1700	Yayılma tam değil	Bağlanma var

Weldon ve ark. [22] tarafından kaynaklama üzerine yapılan çalışmada aratabaka olarak Y-SiAlO ve Y-SiAlON kompozisyonları kullanılmış ve Si_3N_4 esaslı malzemelerin kaynaklanmasında aratabaka kompozisyonunun N_2 içeriğinin etkisi incelenmiştir. Yapılan çalışmanın sonucunda aratabaka olarak kullanılan cam kompozisyonu içerisine azotun dahil olmasıyla; yoğunluk, sertlik ve cam geçiş sıcaklığı değerlerinde artış meydana geldiği görülmüştür. Three-fold koordinasyonundaki azotun, two-fold koordinasyonundaki oksijen ile yer değiştirmesi sonucunda cam içindeki atomlar daha sıkı paketlenmiştir. Bunun sonucunda; ağ içindeki $\text{Si}(\text{O},\text{N})_x$ tetrahedreleri arasındaki bağların sayısı artmış ve sonuç olarak cam yoğunluğu artmıştır. Si-O bağıyla karşılaştırıldığında Si-N bağının daha kuvvetli kovalent bağ yapısı da önemli bir faktördür. Ayrıca cam içindeki N_2 içeriğinin artmasıyla cam geçiş sıcaklığı artmaktadır [22,23].



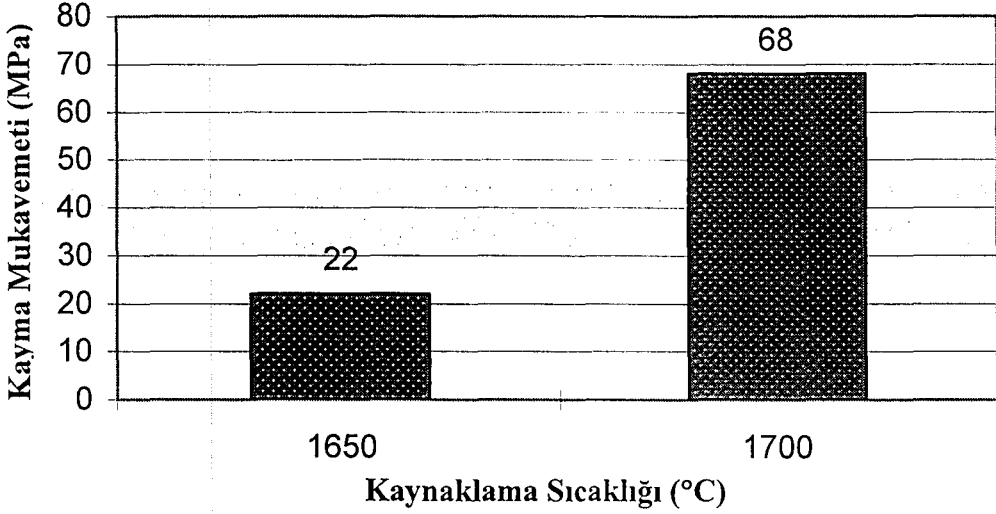
Şekil 6.22. Si_3N_4 ilaveli aratabakayla 1700°C 'de kaynaklanmış numunenin BEI-SEM görüntüsü

6.3. Mekanik Test Sonuçları

ASTRO fırınında II. kompozisyonla 0,1 g'lık aratabakalarla 1 saat süreyle kaynaklanmış numuneler için elde edilen maksimum kayma mukavemeti değerleri Şekil 6.23.'de verilmiştir.

Şekilde görüldüğü gibi kaynaklama sıcaklığının düşmesiyle mukavemet değerleri de düşmüştür.

Si_3N_4 esaslı seramiklerin kaynaklanması üzerine daha önce yapılmış olan çalışmalarda [3-5, 7, 18, 21, 24, 33] camsı aratabaka kullanılarak elde edilen kaynakların oda sıcaklığında eğme mukavemeti değerleri bildirilmiştir. Bu çalışmada ise elde edilen kaynakların kayma mukavemetleri belirlenmiştir. Bu nedenle bu çalışmada elde edilen kayma mukavemeti değerleri literatür açısından önemlidir.



Şekil 6.23. ASTRO' da 1650°C ve 1700°C'de kaynaklanmış SiAlON seramiklerinin maksimum kayma mukavemeti değerleri

Walls ve ark. [19, 21] tarafından SiAlON seramiklerinin kaynaklanması üzerine gerçekleştirilen çalışmalarda; iyi bağlanmanın sağlanabilmesi için kaynaklama işlemi boyunca basınç uygulamasının gerekli olduğu görülmüştür. Kaynaklama işleminde basınç uygulanmadığı takdirde aratabakanın yayılmaması ve bölgesel yoğunlaşma meydana gelmesi nedeniyle kaynak içinde poroz bölgeler oluşmuş ve iyi bağlanma sağlanamamıştır [19, 21]. Walls ve ark. [21], 2 MPa'ın altındaki kaynaklama basınçlarında elde ettikleri eğme mukavemeti değerlerinde ciddi düşüşler olduğunu, bununla birlikte 2 MPa'ın üzerindeki basınçlarda ise mukavemette küçük artışlar gözlemlendiğini, bu nedenle 2 MPa kaynaklama basıncının optimum değer olduğunu bildirmişlerdir. Ayrıca kaynaklama sonrası HIP işleminin, kaynak mukavemetini önemli ölçüde arttırdığını belirlemişlerdir. 2 MPa basınç altında kaynakladıkları SiAlON seramikleri için 650 MPa eğme mukavemeti değeri elde ederken, kaynaklama sonrası HIP işlemiyle 975 MPa eğme mukavemeti değerine ulaşmışlardır. Walls ve ark. [21], bu durumu HIP işleminin kaynak bölgesi içindeki kalıntı poroziteyi elimine etmesine bağlamışlardır [21].

Xie ve ark. [24] tarafından yapılan çalışmada Si_3N_4 seramikler 0 ve 5 MPa arasında değişen basınçlarda kaynaklanmış ve Walls ve ark. [21]'nin elde

ettikleri sonuçlara benzer olarak kaynaklama basıncının kaynak mukavemeti üzerine önemli etkisi olduğunu belirlemişlerdir. Xie ve ark. [24], hiç basınç uygulamadan kaynaklanmış Si_3N_4 seramikleri için 100 MPa civarında eğme mukavemeti değeri elde ederken, 5 MPa basınç altında kaynaklama işlemi sonucunda 550 MPa eğme mukavemeti değerine ulaşmışlardır. Ayrıca, Xie ve ark.[24] da kaynaklama sonrası HIP işlemi uygulamışlar ve yine Walls ve ark.[21]'nin elde ettiği sonuca benzer olarak HIP işleminin kaynak mukavemetini önemli ölçüde arttırdığını bildirmişlerdir [24].

Walls ve ark.[19, 21] ve Xie ve ark.[24] tarafından elde edilen sonuçlar dikkate alınırsa; bu çalışmada GPS fırınında 2,2 MPa basınç altında kaynaklanmış numuneler için elde edilecek olan mukavemet değerlerinin, ASTRO fırınında 0,1 MPa basınç altında elde edilen mukavemet değerlerinden daha yüksek olması beklenir.

7. GENEL SONUÇLAR

Si_3N_4 esaslı bir malzeme olan SiAlON seramikleri, aratabaka kompozisyonu olarak sinterleme katkıları kullanılarak kaynaklanmıştır.

Yapılan bu çalışmada, daha önce yapılmış olan çalışmalar [3, 8, 18, 19, 21, 22, 27] dikkate alınmış ve GPS fırınında kaynaklama için sıcaklık aralığı 1670-1820°C olarak belirlenerek kaynaklama deneyleri bu sıcaklık aralığında gerçekleştirilmiştir.

I: ($\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Sm}_2\text{O}_3\text{-CaCO}_3$) ve II: ($\text{SiO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Sm}_2\text{O}_3\text{-CaCO}_3$) kompozisyonlarıyla 1770°C kaynaklama sıcaklığında GPS fırınında sinterlenmiş numunelerle gerçekleştirilen kaynaklama deneylerinin sonucunda SiO_2 içeren II no'lu kompozisyonla 1770°C kaynaklama sıcaklığında iyi bir bağlanma elde edilmiştir. Buna karşılık SiO_2 içermeyen I no'lu kompozisyonun bu sıcaklıkta yayılmadığı ve iyi bir bağlanma elde edilemediği belirlenmiştir. Daha önce kaynaklama üzerine yapılmış, literatürde mevcut olan çalışmaların büyük bir kısmında [3-5, 18, 19, 21, 22, 25, 27, 31], kullanılan kaynaklama kompozisyonları SiO_2 içermektedir. Bu çalışmada da elde edilen sonuçlar doğrultusunda, SiO_2 'nin kaynaklama için gerekli bir bileşen olduğu görülmektedir.

II. kompozisyon kullanılarak $\approx 0,2$ g'lık aratabaka ile GPS'de 1670, 1720, 1770 ve 1820°C sıcaklıklarda gerçekleştirilen kaynaklama deneyleri sonucunda; 1670°C'de bağlanma elde edilemez iken 1720°C'de ≈ 350 μm 'den ≈ 110 μm 'ye kadar değişen kalınlıkta kaynak bölgesi oluşmuştur. 1770°C'de ise kaynak kalınlığı tüm kaynak bölgesi boyunca ≈ 50 μm 'dir ve iyi bir bağlanma elde edilmiştir. Kaynaklama sıcaklığı 1820°C'ye çıktığında aratabakanın neredeyse kaybolduğu ve ≈ 15 μm kalınlığında kaynak bölgesinin oluştuğu görülmüştür. Bununla birlikte mikroyapıda boşluklar mevcuttur. Sonuç olarak; GPS fırınında $\approx 0,2$ g'lık aratabaka için en iyi bağlanma 1770°C kaynaklama sıcaklığında elde edilmiştir.

0,1 g'lık aratabaka ile GPS'de 1695, 1720, 1745 ve 1770°C sıcaklıklarda gerçekleştirilen kaynaklama deneyleri sonucunda; tüm sıcaklıklarda bağlanma elde edilmiştir. 1695°C'de ≈ 60 μm ve ≈ 30 μm arasında değişen kalınlıkta kaynak

bölgesi oluşmuştur. 1720°C sıcaklıkta kaynak bölgesi boyunca ≈ 60 μm kalınlığında ve iyi bağlanma gösteren kaynak elde edilmiştir. 1745°C'de kaynaklanmış numunede kaynak bölgesinde geniş boşluklar gözlenmiştir, boş olmayan bölgelerde ise kaynak kalınlığı ≈ 45 μm 'dir. Kaynaklama sıcaklığı 1770°C'ye çıktığında kaynak bölgesinin büyük bir bölümünün boş olduğu görülmüştür. Sonuç olarak; 0,1 g'lık aratabaka için GPS fırınında en iyi bağlanma 1720°C sıcaklıkta gerçekleştirilmiştir.

$\approx 0,2$ g ve 0,1 g'lık aratabakalarla elde edilen sonuçlar birbiriyle karşılaştırıldığında; 0,2 g için 1770°C'de iyi bağlanma elde edilirken 0,1 g'lık aratabaka için 1720°C'de iyi bağlanma elde edilmiştir. Aratabaka miktarının azalmasıyla kaynaklama sıcaklığı da düşmüştür. Ayrıca her iki aratabaka miktarı için de; kaynaklama sıcaklığının artmasıyla kaynak bölgesi kalınlığı azalmıştır.

GPS fırınında 1745°C'de 0,1; 0,15 ve 0,2 g'lık aratabakalarla kaynaklanan numunelerde 0,1 g için belirtildiği gibi kaynak bölgesinde geniş boşluklar mevcuttur. Buna karşılık 0,15 ve 0,2 g'lık aratabakalar ile başarılı bir şekilde kaynaklama sağlanmıştır.

ASTRO fırınında 1600, 1650 ve 1700°C sıcaklıklarında 0,005; 0,01; 0,02; 0,03 ve 0,1 g'lık aratabakalarla gerçekleştirilen kaynaklama deneylerinin sonucunda ise en iyi kaynaklanma 0,1 g'lık aratabaka ile 1700°C'de sağlanmıştır. ASTRO'da 1600°C sıcaklık kaynaklama için yeterli olmamıştır.

Aratabaka kompozisyonuna Si_3N_4 ilavesi; kaynaklama için gerekli olan sıcaklığın artmasına yol açmıştır. ASTRO'da 1700°C'de aratabaka yayılmamıştır.

Bu çalışmada elde edilen kaynakların bir bölümünün oda sıcaklığında kayma mukavemeti değerleri belirlenmiştir. SiO_2 içeren kompozisyonla ASTRO fırınında 1650°C ve 1700°C'de kaynaklanmış SiAlON seramiklerine uygulanan mekanik testler sonucunda, 1700°C'de kaynaklanmış numuneler için maksimum 68 MPa ve 1650°C'de kaynaklanmış numuneler için maksimum 22 MPa kayma mukavemeti değerleri elde edilmiştir. Konuyla ilgili daha önce yapılmış olan çalışmalarda [3-5, 7, 18, 21, 24, 33] camsı aratabaka kullanılarak elde edilen kaynakların oda sıcaklığında eğme mukavemeti değerleri bildirilmiştir. Bu çalışmalar arasında en yüksek mukavemet değerini; β -SiAlON-cam aratabaka

kullanarak kaynakladıkları β -SiAlON seramikleri için 975 MPa eğme mukavemeti değeriyle Walls ve ark. [21] elde etmişlerdir. Ayrıca Gopal ve ark. [5], sinterleme katkıları kullanarak kaynakladıkları Si_3N_4 seramikleri için oda sıcaklığında 950MPa eğme mukavemeti elde etmişlerdir. Literatürde verilen bu sonuçlarla karşılaştırma yapabilmek için bu çalışmada elde edilen kaynakların eğme mukavemetlerinin belirlenmesi gereklidir. Bununla birlikte, Osendi ve ark. [34], Si_3N_4 seramikleri Ni aratabaka kullanarak kaynaklamışlar ve 1150°C'de elde ettikleri kaynaklar için hem kayma hem de eğme testi sonuçlarını bildirmişlerdir. Osendi ve ark.'nın [34] Ni aratabaka kullanarak 1150°C'de kaynakladıkları Si_3N_4 seramiklerinin eğme mukavemeti 235 MPa iken kayma mukavemeti 52±6 MPa'dır [34]. Aynı koşullarda elde edilen kaynaklar için eğme ve kayma mukavemeti değerleri arasında büyük bir fark olduğu görülmektedir. Bu durum dikkate alındığında, yapılan bu çalışmada elde edilen kaynakların kayma mukavemetlerinin düşük olmasına rağmen eğme mukavemetlerinin daha yüksek olması beklenebilir.

8. ÖNERİLER

Bu çalışmada kaynaklama süresi 1 saat olarak sabit tutulmuştur. Gopal ve ark. [5] tarafından yapılan çalışmada Si_3N_4 seramiklerini kaynaklamak için aratabaka olarak sinterleme katkıları kullanılmış ve uygun kaynaklama sıcaklığında optimum kaynaklama süresi 1 saat olarak belirlenmiştir [5]. Bununla birlikte, Walls ve ark. [21] tarafından gerçekleştirilen çalışmada β -SiAlON seramiklerini kaynaklamak için β -SiAlON-cam kompozisyonu kullanılmış ve 5-30 dakika bekleme süreleriyle gerçekleştirdikleri deneyler sonucunda uygun kaynaklama sıcaklığında 10 dakikayı aşan bekleme süresinin iyi bir bağlanma sağlamak için yeterli olduğunu görmüşlerdir. Gerçekleştirdikleri mekanik testler sonucunda 10 dakikanın üzerindeki bekleme sürelerinde, mukavemet değerlerinde küçük bir değişim olduğunu bildirmişlerdir [21]. Bu sonuçlar değerlendirilerek bu çalışmada kullanılmış olan aratabaka kompozisyonuyla kaynaklama süresinin etkisi araştırılabilir.

Bu çalışmada kullanılan aratabaka pelet formundadır. Ancak kaynaklama üzerine yapılmış olan diğer çalışmalarda; altlık yüzeyini kaplayarak [3, 19, 27], cam formunda [6, 8], slip ve enjeksiyonla kalıplanmış [35, 36] aratabaka formlarıyla da çalışılmıştır. Bu çalışmalar dikkate alınarak EPD ve şerit döküm teknikleri ile aratabakanın başlangıç formunun kaynaklanma üzerine etkisi araştırılabilir.

Farklı oranlarda Si_3N_4 içeren aratabaka kompozisyonlarıyla çalışılarak Si_3N_4 içeriğinin oda sıcaklığı ve yüksek sıcaklık mukavemetleri üzerine etkisi incelenebilir.

Loehman ve ark. [8] aratabaka kompozisyonunda düşük Si içeriğinin istendiğini çünkü SiO_2 içeriğinin azalmasıyla oksit eriyik içinde Si_3N_4 çözünürlüğünün arttığını ve Si_3N_4 çözünmesinin kaynaklanma için gerekli olduğunu bildirmişlerdir. Bu durum dikkate alınarak farklı oranlarda SiO_2 içeren aratabaka kompozisyonlarıyla çalışılıp, kaynaklanma üzerine etkisi detaylı olarak araştırılabilir.

Sinterlenmemiş, yaş haldeki SiAlON seramiklerinin kaynaklanması üzerine çalışılabilir.

KAYNAKLAR

- [1] NICHOLAS, M.G., "*Joining of Ceramics*," Materials Science and Technology, (Ed. Brook, R.J.), **17 B**, Weinheim, New York, Basel, Cambridge, Tokyo, 263-289 (1996).
- [2] SANTELLA, M., "*A Review of Joining Techniques for Joining Advanced Ceramics*," Am. Ceram. Soc. Bull., **71**, 947-954 (1992).
- [3] XIE, R., HUANG, L., FU, X. ve CHEN, Y., "*Effects of Adhesive Composition on Bond Strength of Joined Silicon Nitride Ceramics*," J. Eur. Ceram. Soc., **18**, 901-905 (1998).
- [4] ZHOU, F., "*Effect of Adhesive Composition on Bonding of Silicon Nitride*," Ceramics International, **29**, 293-298 (2003).
- [5] GOPAL, M., SIXTA, M., JONGHE, L. ve THOMAS, G., "*Seamless Joining of Silicon Nitride Ceramics*," J. Am. Ceram. Soc., **84**, 708-12 (2001).
- [6] CHEN, J., WEI, P., MEI, Q. ve HUANG, Y., "*The Wettability of Y-Al-Si-O-N Oxynitride Glasses and its Application in Silicon Nitride Joining*," J. Eur. Ceram. Soc., **20**, 2685-2689 (2000)
- [7] XIE, R., HUANG, L., CHEN, Y. ve FU, X., "*Effects of Chemical Compositions of Adhesive and Joining Processes on Bond Strength of Si_3N_4/Si_3N_4 Joints*," Ceramics International, **25**, 101-105 (1999).
- [8] LOEHMAN, R.E., MECARTNEY, M.L. ve SINCLAIR, R., "*Silicon Nitride Joining*," J. Am. Ceram. Soc., **68**, 472-478 (1985).
- [9] ROSENFLANZ, A., "*Silicon Nitride and SiAlON Ceramics*," Current Opinion in Solid State and Materials Science, **4**, 453-459 (1999).

- [10] EKSTROM, T. ve NYGREN, M., "SiAlON Ceramics," J. Am. Ceram. Soc., **75**, 259-276 (1992).
- [11] HAMPSHIRE, S., "Nitride Ceramics," Materials Science and Technology, (Ed. Swain, M. S.), **11**, Weinheim, New York, Basel, Cambridge, Tokyo, 123-161 (1996).
- [12] LEE, W.E. ve RAINFORTH, W M., "Ceramic Microstructures: Property Control by Processing," Chapman & Hall, London, Glasgow, Weinheim, New York, Tokyo, Melbourne, Madras, 388-447 (1994).
- [13] ÇALIŞ, N., "Fonksiyonel Aşamalı SiAlON Seramikleri," Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eskişehir (2004).
- [14] TURAN, S., BUCKLOW, I.A. ve WALLACH, R., "Capacitor-Discharge Joining of Oxide Ceramics," J. Am. Ceram. Soc., **82**, 1242-1248 (1999).
- [15] NICHOLAS, M.G., "Joining of Ceramics," Surface Science and Technology Department, Harwell Laboratory, U.K., (1990).
- [16] BRANDON, D. ve KAPLAN, W.D., "Joining Processes: An Introduction," Technion, Israel Institute of Technology, Israel, (1997).
- [17] BECHER, P.F. ve HALEN, S.A., "Solid-State Bonding of Si_3N_4 ," Am. Ceram. Soc. Bull., **58**, 582-583 (1979).
- [18] JOHNSON, S.M. ve ROWCLIFFE, D.J., "Mechanical Properties of Joined Silicon Nitride," J. Am. Ceram. Soc., **68**, 468-472 (1985).
- [19] WALLS, P.A. ve UEKI, M., "Joining SiAlON Ceramics using Composite β -SiAlON-Glass Adhesives," J. Am. Ceram. Soc., **75**, 2491-2497 (1992).
- [20] LOEHMAN, R.E., "Oxynitride Glasses," J. Non-Cryst. Solids, **42**, 433-446 (1980).

- [21] WALLS, P.A. ve UEKI, M., “*Mechanical Properties of β -SiAlON Ceramics Joined using Composite β -SiAlON-Glass Adhesives,*” J. Am. Ceram. Soc., **78**, 999-1005 (1995).
- [22] WELDON, L.M., HAMPSHIRE, S. ve POMEROY, M.J., “*Joining of Ceramics using Oxide and Oxynitride Glasses in the Y-Sialon System,*” J. Eur. Ceram. Soc., **17**, 1941-1947 (1997).
- [23] MESSIER, D., “*Preparation and Properties of Y-Si-Al-O-N Glasses,*” Int. J. High Tech. Ceram. Soc., **3**, 33-41 (1987).
- [24] XIE, R.J., MITOMO, M., HUANG, L.P. ve FU, X.R., “*Joining of Silicon Nitride Ceramics for High Temperature Applications,*” J. Mater. Res., **15**, 136-141 (2000).
- [25] PLUCKNETT, K.P., “*Joining Si_3N_4 -Based Ceramics with Oxidation-Formed Surface Layers,*” J. Am. Ceram. Soc., **83**, 2925-2928 (2000).
- [26] PLUCKNETT, K.P. ve LEWIS, M.H., “*Microstructure and Oxidation Behaviour of HIPed Silicon Nitride,*” Ceram. Eng. Sci. Proc., **13**, 991-999 (1992).
- [27] SAINZ, M.A., MIRANZO, P. ve OSENDI, M.I., “*Silicon Nitride Joining using Silica and Yttria Ceramic Interlayers,*” J. Am. Ceram. Soc., **85**, 941-946 (2002).
- [28] CINIBULK, M.K., THOMAS, G. ve JHONSON, S.M., “*Fabrication and Secondary-Phase Crystallization of Rare-Earth Disilacate-Silicon Nitride Ceramics,*” J. Am. Ceram. Soc., **75**, 2037-43 (1992).

- [29] CINIBULK, M.K., THOMAS, G. ve JHONSON, S.M., "*Strenght and Creep Behaviour of Rare-Earth Disilacate-Silicon Nitride Ceramics,*" J. Am. Ceram. Soc., **75**, 2050-55 (1992).
- [30] CINIBULK, M. K., THOMAS, G. ve JHONSON, S. M., "*Oxidation Behaviour of Rare-Earth Disilicate-Silicon Nitride Ceramics,*" J. Am. Ceram. Soc., **75**, 2044-49 (1992).
- [31] GOPAL, M., DE JONGHE L. C. ve THOMAS, G., "*Silicon Nitride: From Sintering to Joining,*" Acta Matter., **46**, 2401-2405 (1998).
- [32] ROTH, R. S., NEGAS, T. ve COOK, L. P., *Phase Diagrams for Ceramists*, (Ed: The American Ceramic Society), **V**, 308, (1983).
- [33] LOEHMAN, R. E., "*Recent Progress in Ceramic Joining,*" Key Eng. Mat., **161-163**, 657-662, (1999).
- [34] OSENDI, M. I., DE PABLOS, A. ve MIRANZO, P., "*Microstructure and Mechanical Strength of Si_3N_4 / Ni Solid State Bonded Interfaces,*" Materials Science. and Engineering, **A308**, 53-59 (2001).
- [35] SUNDBERG, G.J. ve FERBER, M.K., "*Joining of Silicon Nitride for Heat Engine Applications,*" Ceram. Eng. Sci. Proc., **10**, 823-831 (1989).
- [36] BATES, C.H., FOLEY, M.R., ROSSI, G.A., SUNDBERG, G.J. ve WU, F.J., "*Joining of Non-Oxide Ceramics for High Temperature Applications,*" Ceramic Bulletin, **69**, 350-356 (1990).