

**YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**YÜKSEK SICAKLIKTA SİNERLENMİŞ ALÜMİNA
(Al₂O₃) SERAMİKLERİN KARAKTERİZASYONU ve
NÖTRON RADYASYONUNUN MALZEME
ÖZELLİKLERİNE ETKİSİNİN ARAŞTIRILMASI**

Erdem UZUN

FBE Fizik Anabilim Dalında

Hazırlanan

YÜKSEK LİSANS TEZİ

106264

Tez Danışmanı : Doç. Dr. Yasemin YARAR

106264

**T.C. YÜKSEKÖĞRETİM KURULU
DOKÜMANİZASYON MERKEZİ**

Prof. Dr. Ahmet Bayar
Bayar

İSTANBUL, 2001

Prof. Dr. Metin Subaşı

Doç. Dr. Yasemin Yarar

2.4.2.k.	Gaz Basıncı Altında Yanma Sentezlenmesi (Gas Pressure Combustion Sintering)	39
2.5.	Alümina	40
2.5.1.	Seramiklerin Sinterlenmesi	48
2.5.2.	Alüminanın Sinterlenmesi	48
3.	DENEYSEL ÇALIŞMALAR	54
3.1.	Deney Örneklerinin Hazırlanması	54
3.1.1.	Birinci Grup Toz Malzemeler ve Toz Özelliklerinin Belirlenmesi	55
3.1.2.	Birinci Grup Toz Malzemelerin Peletlenmesi	58
3.1.2.a)	Birinci Grup Toz Malzemeleri Nemlendirmeden Şekillendirme Çalışmaları	58
3.1.2.b)	Birinci Grup Toz Malzemelerin Şekillendirilmesi İçin Uygun Nem ve Basıncın Tayini	59
3.1.2.c)	Birinci Grup Toz Malzemelerin Bağlayıcı İlavesi ile Sinterleme Çalışmaları	61
3.1.2.d)	İkinci Grup Toz Malzemelerin Şekillendirilmesi	61
3.1.3.	Deney Örneklerinin Karakterizasyonu	63
3.1.3.a)	Pişme Küçülmelerinin Tayini	63
3.1.3.b)	Renk Değişiminin Tayini	65
3.1.3.c)	Görünür Yoğunluk, Görünür Porozite ve Su Emme Oranı Tayini	65
3.1.3.d)	Yüzey Düzgünlüğü	67
3.1.3.e)	Sertlik Ölçümleri	67
3.1.3.f)	Kırılma Tokluğu Ölçümleri	69
3.1.3.g)	Kırılma Mukavemetinin Belirlenmesi	74
3.1.3.h)	Işık ve Taramalı Elektron Mikroskopu (S. E. M.) Çekimleri	75
3.2.	Işınlama Deneyleri	78
3.2.1.	Işınlama Sonrası Görünür Yoğunluk, Görünür Porozite ve Su Emme Oranlarının Tayini	85
3.2.2.	Işınlama Sonrası Sertlik Ölçümleri	86
3.2.3.	Işınlama Sonrası Kırılma Tokluğu Ölçümleri	88
3.2.4.	Işınlama Sonrası Taramalı Elektron Mikroskopu (S. E. M.) Çekimleri	89
3.3.	Akım Direnç Ölçümleri	89
4.	SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ	91
	KAYNAKLAR	97
EK-1		99
EK-2		112
	ÖZGEÇMİŞ	114

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ.....	iv
ÖZET.....	v
ABSTRACT.....	vi
1. GİRİŞ.....	1
2. BÖLÜM.....	3
2.1. Seramik.....	3
2.1.1. Tanım ve Tarihi Gelişimi.....	3
2.1.2. Seramiklerin Sınıflandırılması.....	8
2.1.3. Geleneksel Seramiklerle İleri Teknoloji Seramiklerinin Karşılaştırılması.....	10
2.1.4. İleri Teknoloji Seramikleri.....	11
2.1.4.a. İşlevsel (Fonksiyonel) Seramikler.....	12
2.1.4.b. Yapısal (Strüktürel) Seramikler.....	13
2.1.5. Oksit Seramikler.....	14
2.2. Seramiklerin Mekanik Davranışları.....	17
2.2.1. Esneklik Modülü.....	19
2.2.2. Sertlik, Mukavemet ve Örgü Direnci.....	19
2.2.3. Kırılma Mukavemeti.....	21
2.2.4. Isıl Şok Direnci.....	24
2.3. Seramik Malzemelerin Uygulama Alanları.....	26
2.3.1. Yapı Seramikleri ve İnce Seramikler.....	26
2.3.2. Refrakter Seramik Malzemeler.....	26
2.3.3. Camlar.....	27
2.3.4. Elektronik Seramik Malzemeler.....	29
2.3.5. Piezoelektrik Cihazlar.....	29
2.3.6. Nükleer Enerji Seramik Malzemeleri.....	30
2.3.7. Uzay Araçlarında Seramik Malzemeler.....	30
2.3.8. Lazer Işınları Seramikleri.....	30
2.3.9. Seramik Motorlar Makineler ve Makine parçaları.....	31
2.3.10. Seramik Aşındırıcı Malzemeler.....	31
2.3.11. Biyoseramik Malzemeler.....	31
2.3.12. Süperiletken Seramik Malzemeler.....	31
2.4. Seramik Üretimi.....	34
2.4.1. Seramik Tozların Üretimi.....	34
2.4.2. Seramik Ürünlerin Şekillendirilmesi.....	34
2.4.2.a. Slip-Döküm.....	36
2.4.2.b. Enjeksiyonla Kalıpta Şekillendirme.....	36
2.4.2.c. Ekstrüzyon.....	36
2.4.2.d. Şerit Döküm.....	36
2.4.2.e. Kuru Presleme.....	37
2.4.2.f. İsostatik Presleme.....	37
2.4.2.g. Yüksek Sıcaklıkta Presleme.....	37
2.4.2.h. Yüksek Sıcaklıkta Tek Yönlü Presleme.....	38
2.4.2.i. Yüksek Sıcaklıkta İsostatik Presleme (HIP).....	38
2.4.2.j. Kendi Kendine İlerleyerek Oluşan Yüksek Sıcaklık Sentez Yöntemi (SHS. ve SPS).....	38

ÖNSÖZ

“Yüksek Sıcaklıkta Sinterlenmiş Alümina (Al_2O_3) Seramiklerin Karakterizasyonu ve Nötron Radyasyonunun Malzeme Özelliklerine Etkisi” isimli bu tez ile birlikte, yüksek lisans çalışmalarımı bitirmiş olmalıyım

Bu yüksek lisans bitirme çalışmasının ortaya çıkmasında, gerek teorik, gerekse deneysel aşamalarında, bilgi ve tecrübelerini esirgemeyen, değerli hocam Sn. Doç. Dr. Yasemin Yazar hanımefendiye sonsuz teşekkürler.

Çalışmanın Y.T.Ü Kimya-Metalürji Fakültesi Malzeme bölümündeki mekanik deneyler kısmında gerekli laboratuvar imkanlarını sağlayan, deneylerle ilgili bilgi ve deneyimlerinden faydalandığım Sn. Doç. Dr. Ahmet Ekerim beyefendiye, mekanik deneyler kısmında yardımlarını esirgemeyen Teknisyen Sn. Şevki Şahin beyefendiye, S.E.M. çekimlerinde yardımcı olan Sn. Yük. Müh. Mustafa İlhan beyefendiye ve Yük. Müh. Uğur Kurt beyefendiye teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmanın TÜBİTAK-M.A.M. Malzeme Araştırma Bölümünde gerçekleştirilen kısmında, laboratuvar ve diğer gereçlerin kullanımı için imkan sağlayan Bölüm Başkanı Sn. Dr. Tarık Baykara beyefendiye ve buradaki tüm deneysel çalışmalarda yardımını esirgemeyen seramik laboratuvarı uzman teknisyenlerinden Sn. M. Remzi Ersoy beyefendiye teşekkür ederim.

Çalışmanın ÇNAEM Fizik bölümünde gerçekleştirilen ışınlama kısmında gerekli müsaadeyi sağlayan Bölüm Başkanı Sn. Dr. İskender Reyhancan beyefendiye, ışınlama için yardımcı olan Sn. Gökçe Tarcan beyefendiye ve buradaki tüm deneysel çalışmalarda yardımını esirgemeyen Sn. Adnan Elmalı beyefendiye teşekkür ederim.

Çalışmanın yazımı ve dilbilgisi düzeltmelerinde bana yardımcı olan kardeşim Hülya'ya da teşekkürler.

Bu çalışmada emeği geçen, ismini burada sayamadığım herkese ayrı ayrı teşekkür ederim.

Ve bana hayatımın her evresinde, ihtiyaç duyduğum desteği, maddi manevi tüm imkanları sağlayan fedakar aileme sonsuz teşekkürler.

Erdem UZUN

Temmuz 2001

ÖZET

Bu çalışmada, İleri Teknoloji Seramiklerinden alümina seramiklerin karakterizasyonu yapılmış ve enerjitik nötron radyasyonunun malzeme özellikleri üzerine etkileri araştırılmıştır. Bu amaçla, değişik alümina tozları incelenmiş ve tane boyutları, granülometrik ve sinterlenme özellikleri saptanmıştır. Bu deneyimlerin sonucu olarak, deneyler için en uygun olan alümina seçilmiştir.

Değişik boyut ve geometrilerde bir çok pelet hazırlanmış ve 1600°C’da sinterlenmiştir. Daha sonra bu örneklerin fiziksel ve mekanik özellikleri saptanmıştır. Ayrıca, mikroyapının gözlelenebilmesi için bu örneklerin optik ve SEM. fotoğrafları alınmıştır.

Karakterizasyonun tamamlanmasından sonra, alümina örnekler SAMES T-400 nötron jeneratörü ve Pu-Be (Howitzer) nötron kaynağı kullanılarak ışınlanmıştır. Mekanik testler tekrar edilerek değişik enerjili nötronların malzeme üzerindeki etkileri incelenmiştir. Deneysel çalışmaların son adımında iletken kontaklara sahip alümina örnekler hazırlanmış ve nötron radyasyonu süresince ve sonrasında elektriksel direnç ve iletkenliğin değişimi saptanmaya çalışılmıştır.

Sonuç olarak bütün deneysel veriler çizelge, grafik ve fotoğraflar halinde sunulmuş ve sonuçlar tartışılmıştır.

Anahtar kelimeler: Alümina, Seramik, Radyasyon, Karakterizasyon, Nötron

ABSTRACT

In this work, characterization of Alumina Ceramics, which is sintered at high temperature, was done and the effects of energetic neutron radiation on the material properties were investigated.

For this purpose, different kind of alumina powers was studied and their grain sizes, granulometric and sintering characteristics were determined. As a result of these experiences, the most suitable one was chosen for the experiments.

A lot of pellets in different sizes and geometries were prepared and sintered at 1600°C. Then, their physical and mechanical characteristics were determined. Besides, some optical and SEM photographs of the samples were taken for the observation of microstructure.

Having determined the characteristic properties, alumina samples were irradiated by utilizing the SAMES T-400 neutron generator and Pu-Be source (Howitzer). By performing the mechanical tests, the effect of neutrons of different energies on the material properties was examined.

In the last step of the experimental studies, some alumina samples having conductive contacts were prepared and the changes of the electrical resistivity and conductivity during and after neutron irradiation were tried to determine.

Consequently, experimental data were presented in tables, graphs and the photographs and the results were discussed.

Keywords: Alumina, Ceramic, Radiation, Characterization, Neutron

1. GİRİŞ

Yüzyıllar önce ateşin keşfedilmesi ile seramik çalışmaları, çömlekçilik olarak başlamıştır. Günümüzde ise bir çok sanayi dalının üretim teknolojisine önemli katkıları olan bir bilim dalı haline gelmiştir.

Hammadde olarak temel seramik hammaddesi olan kilden yola çıkılarak, cevher hazırlama tekniklerindeki gelişmeler ile daha saf hammaddeler elde edilmiş ve daha üstün kalitede seramikler üretilmiştir. Bu saf hammaddelerden, geliştirilen teknikler yardımıyla yeni kristal bileşikler oluşturulmuştur.

Yapılan araştırmalar sayesinde bu malzemelerin fiziksel, elektrik, elektronik, refrakter, nükleer radyasyon özellikleri incelenmiştir. Bu çalışmalar ile ileri teknoloji seramikleri, daha önceden hayal edilemeyecek kadar geniş alanlarda kullanılmaya başlamıştır. Böylece seramik malzemeler metalürji, inşaat, makine, elektrik, elektronik, enerji, telekominakasyon gibi yaşamımızın bugünkü olanaklarını sağlayan endüstri alanlarının temel girdileri haline gelmiştir.

Genel olarak tanımlandığında, seramik kapsamına metalik ve organik esaslı olmayan tüm malzemeleri almak mümkündür. Özellikle doğada bol miktarda bulunan metal oksitler başta olmak üzere silikatlar, karbürler, nitrürler, borürler, berilidler, alüminitler, titanat zirkonat, sülfürid ve tellüridler, camlar ve çimento türündeki malzemeler seramik sınıfına girmektedirler. Ayrıca seramik malzemelerin kendi aralarında, metallerle ve polimerlerle yaptıkları bileşikler ile “kompozit malzeme” oluşturmaları mümkündür. Seramik malzemelerin ortak özelliği, bu malzemelerin atomları arasındaki bağlanmaların iyonik, kovalent veya karma olmasıdır. Bu güçlü bağlardan dolayı seramikler, genellikle ısıya ve aşınmaya dayanıklı malzemeler olarak bilinirler. Ancak güçlü bağlar, seramik malzemelerde kırılgenlik olarak karşımıza çıkar. Bu malzemelerde, iç yapıda bulunabilecek en küçük bir hata, çatlak oluşmasına neden olabilir.

Bir çok seramik malzemedde, atomlar arası bağlanmadan dolayı elektronlar ısı ve elektriği yapı içerisinde iletmezler. Bu özelliği ile bazı seramikler, ısı ve elektrik yalıtımında yaygın olarak kullanılırlar. Ancak Galyum-Arsenit gibi seramik malzeme grupları yarı iletken, yitrium Bakır-Oksit gibi seramik malzeme grupları da süperiletken (sıvı azot ortamında) özellik gösterirler.

Seramikler genel olarak metallerin oksit, nitrür gibi bileşeni olduklarından, kristal yapıları metallere nazaran daha karmaşıktır. Bu bakımdan, seramiklerin bileşim ve mikro yapı olarak kontrol edilebilme özellikleri, uygulama açısından istenen kimyasal, fiziksel, ısı, mekanik ve elektriksel ihtiyaçlarına göre tasarımlarını mümkün kılar. Son yıllarda gelişen teknolojinin getirdiği tasarım kolaylığıyla, istenen niteliklere sahip kritik seramik malzeme oluşturulması yeni teknolojilerin gelişmesine yol açmaktadır.

Bu çalışma iki kısımdan oluşmaktadır. Birinci kısımda, İleri Teknoloji Seramikleri teorik olarak incelenmiş, genel özellikleri ve kullanım alanları kısaca anlatılmıştır. İkinci kısım deneysel çalışmalardan oluşmaktadır. Bu aşamada, ileri teknoloji seramiklerinden farklı geometrilerde alümina seramikler üretilmiş ve karakterizasyonu yapılmıştır. Bununla birlikte nötron radyasyonunun malzeme özellikleri üzerindeki etkisi araştırılmış, ısıtılmadan önce ve sonra sertlik, kırılma tokluğu, görünür yoğunluk değerleri belirlenmiş, mikro yapısında oluşabilecek değişiklikler incelenmiştir. Son olarak yalıtkan bir malzeme olan alüminanın nötron ısınlaması öncesi, ısınlama sırasında ve sonrasında elektriksel direnç ve elektriksel iletkenliğindeki değişimler belirlenmeye çalışılmıştır.

2. BÖLÜM

2.1. Seramik

2.1.1. Tanım ve Tarihi Gelişimi

Seramik, iki veya daha fazla metal ve metal olmayan elementlerin iyonik ve / veya kovalent bağ ile oluşturdukları bileşiklerin genel adıdır. Seramikler büyük oranda inorganik ve metal dışı malzemelerdir. (Onaran, 1995).

Seramik, geleneksel bir anlatım dili ile şu şekilde tanımlanır: Organik olmayan malzemelerin oluşturduğu bileşimlerin, çeşitli yöntemler ile şekil verildikten sonra, sırlanarak veya sırlanmayarak sertleşip dayanıklılık kazanmasına varacak kadar pişirilmesi teknolojisidir. (Doğan, 1995)

Günümüzde seramik tanımlaması şöyle de yapılabilmektedir: Metal ve alaşımları dışında kalan, inorganik sayılan tüm mühendislik malzemeleri ve bunların ürünlerinden olan her şey seramiktir. (Arcasoy, 1983)

Sodyum (Na), magnezyum (Mg), alüminyum (Al), demir (Fe) gibi elektropozitif elementler ile klor (Cl) ve oksijen (O) gibi elektronegatif elementler aralarında kolaylıkla kimyasal bir bağ kurarak NaCl, Fe₂O₃, SiO₂, MgO, Al₂O₃ gibi çok çeşitli türlerde basit yada karmaşık yapılı seramikler meydana getirebilirler. Çanak, çömlek, yapı malzemeleri, aşındırıcılar, emaye, çimento ve camın yanı sıra metal olmayan manyetik malzemeler, piezoelektrik malzemeler seramik olarak kabul edilir. Son yılların en popüler konusu olan süper iletkenler ve ferritler de bu grupta bulunurlar.

Seramik teknolojisinin kapsamına giren konular çok çeşitli ve çok yönlü olup, hepside birbirinin tamamlayıcısıdır. Seramik teknolojisi tarihi boyunca hammadde sorunları, çeşitli şekillendirme biçimleri, kullanılan aletler, pişirme sistemleri, kontrol yöntemleri gibi problemler ile uğraşmış, sürekli yeni buluşların izinde yürüyerek gelişmesini sürdürmüştür. (Arcasoy, 1983)

Seramiğin tanımının bir bütünleyicisi olan pişirme işlemi ile sonuçlanmayan hiçbir ürün seramik olmamaktadır. Seramiğin ateş ile olan ilintisi çok önemli olduğundan, ancak ateşin bulunup kullanılmasından sonraki tarihlerde seramik yapılabilmektedir. İlk seramiğin, yapılan incelemeler sonucu, M.Ö onuncu ve dokuzuncu binlerde üretildiği saptanmıştır. En eski ve

önemli seramik buluntulara Türkmenistan'ın Aşkava bölgesinde (M.Ö 8000), Filistin' in Jericho bölgesinde (M.Ö 7000), Anadolu'nun çeşitli höyüklerin de (örneğin Hacılar, M.Ö 6000) ve Mezopotamya olarak adlandırılan Dicle-Fırat nehirlerinin arasında kalan bölgede rastlanmıştır. Uruk'ta, M.Ö 3500 yıllarına ait olduğu saptanan ilk çömlekçi tornasına, dolayısı ile çarklı çömlekçiliğe rastlanmıştır. (Arcasoy, 1994)

Seramiğin ilk hammaddesi, balçık olarak bilinen, çok ince taneli, koyu kıvamlı çamur birikintileri, ilk seramik kalıplar da çömlekçi tornasının bulunmasından önceki devirlerde kullanılan balçık, ile sıvanmış sepetlerdi. Bu balçık sıvalı sepetlerin ateş ile buluşup sertlik kazanmaları sonucu oluşan seramik kaplar, kullanışlı kap-kacakları oluşturdular. Balçığa karıştırılan daha az özlü toprak ve nehir kumları ile seramik çamurunun özsüzleştirilmesi ve böylelikle ateşten daha başarılı bir sınav ile çıkması sağlandı.

İlk çamur hazırlama teknikleri yoğurma, çiğneme ve dövme idi. Kurutma açık havada ve doğal olarak yapılmaktaydı.

İlk çamur şekillendirme yöntemi de el ile serbest şekillendirme idi. Sonra devreye giren el ile çevrilen torna, yerini ayak tornasına bıraktı. Diğer bir şekillendirme yöntemi de, kutu formundaki tuğla kalıpları idi.

Pişirme başlangıçta açık ateşte, açıkta yapılmakta idi. Açık ateşin fırınlara aktarması ile büyük aşama yapıldı. İlk fırınlar odun ile ısınmaktaydılar.

Başlangıçta el ile yapılan kaba tuğlaların yerini, Mısır'da Nil nehri balçığından yapılan ve tahta kalıplar içerisinde şekillendirilen tuğlalar aldı. Düzenli çalışan tuğla üretim atölyelerinin çalışma biçimlerini gösteren en güzel duvar resimlerine, Rekhmireh'in mezar odasının duvarlarında, M.Ö 1450 yıllarına ait süslemelerinde rastlanmaktadır. Mısırlıların kutu biçimindeki tuğla kalıplarına karşın, Romalıların kullandıkları kalıplar dikdörtgen şeklindeki bir çerçeveden oluşuyordu. Güneşte kurutulan tuğlalar, başlangıçta odun ateşi ile pişirilmeye başlandı. Pişirme sıcaklığı 500 °C nin üzerine çıkmadığından, tuğlaların sağlamlığı da fazla olamıyordu. Ancak bu tuğlalar yine de yapıları su baskınlarından ve yağmurlardan koruyacak kadar dirençliydi.

Tevrat'da adı geçen ve M.Ö 2000 – 1700 yılları arasında inşa edilen 92 metre yüksekliğindeki ünlü Babil Kulesinin yapımında kısmen pişmiş tuğlalar kullanılmıştır. (Arcasoy, 1994)

Seramikte tekniğin gelişmesine büyük katkıda bulunan Mısırlılar, gözenekli tuğlayı da yapan ilk toplumdur. Saman ve çeşitli bitki tohumları ile karıştırıp Nil nehrinin çamurundan gözenekli tuğlayı yaptılar. Mısırlılar alçıyı da daha önceden tanımış ve kullanımını yaygınlaştırmışlardır.

M.Ö 300 yıllarına gelindiğinde, seramik teknolojisi tüm dünyada çömlekçilik aşamasındaydı. Pişmiş parçanın kesiti gözenekliydi. Uygulanan pişme sıcaklığı, seramiğin bileşiminde yer alan hammaddelerin tüm diğer özelliklerini ortaya çıkaracak kadar yüksek değildi.

Aradan geçen zamanla, gelişmesini sürdüren teknoloji sonucu, M.Ö 200 ile M.S 200 yılları arasında, gözenekliliği çok az olan, dirençleri yüksek ürünlerin üretilmesi de başarılı. Çömlekçi ürünlerinden pekişmiş çiniye geçişte rol alan faktörler, yüksek sıcaklığa dayanıklı hammaddelerin bulunması ve bunların seramik çamurunda yer alması, fırın sıcaklığının yükseltilmesi ve kontrolü gibi önemli etkenlerdi.

Seramik türü ürünlere ismini veren tanımlama Yunanca'dan gelmektedir. Şarap içilmesi gelenekselleşmiş törenlerde ve şöenlerde, şarap ve büyük olasılıkla diğer başka içkiler, bardak yerine geçmekte olan şekillendirilmiş boynuz kaplardan içilmekteydi. Yunanca'da boynuz sözcüğünün karşılığı olan kelime "Keramos" olduğundan, keramoslar yerlerini seramik kaplara bıraktıktan sonra da, seramik kaplar bu adlar anılmaya başlandı. Böylece seramik üreten çömlekçilere "Kerameus", bu çömlekçilerin eski Atina'da toplu olarak oturdukları bölgeye de "Keramikos" adı verildi. Çeşitli batı dillerine az çok değiştirilerek aktarılan bu sözcük, Fransızca'da "C  ramique", İngilizce'de "Ceramic", Rus  a'da "Keramika" olarak yer almaktadır.

İlk seramik ürünler çömlek olarak adlandırdığımız kap-kacak türünde idi. Bu çömlekler büyüklü küçüklü olup, içlerinde yakılan ölümlerin küllerinin saklandığı "urne" olarak adlandırılan küplerden su kaplarına, kulplu çömleklere kadar çeşitli türleri vardı.

Teknik seramik ürünlerin üretilmesindeki artış, kimyanın gelişmesi için gerekli olan kap ihtiyacının artması ile yakından ilgilidir.

1880 yılında Almanya'da J. V. Schwarz, sabun taşı atıklarından elektroteknik izolasyon malzemesi üretti. Steatit adı verilen bu malzeme, bazı özellikleri ile porseleni geride bıraktı.

Teknik amaçlar için porselenin kullanılabilirliği çok önceden beri bilinmekteydi. 1817 de kurulan Plane ve Elgersberg'deki Arnoldi porselen fabrikalarında teknik porselen ürünler

üretildi. 1850 yılında Werner von Siemens, telgraf direklerinde kullanılan ilk porselen izolatörü yaptı. Çekme kuvvetlerine dayanıklı izolatörlerin yapımını ilk kez Amerikalı M Hawlett 1907 de gerçekleştirdi. Aynı tür izolatörler 1912 yılında Rosenthal tarafından da üretildi.

Alman “Pekişmiş Çini İşletmeleri” 1923 yılında yüksek mekanik dirençli korund ve ardından da sillimanit çamurlarını üretti.

Osmanlılarda devam eden çini sanatı, 16. yüzyılda İznik’teki çok sayıda kurulmuş olan çini atölyeleri ile devam etti. Türkiye’de ilk seramik yapımı girişimleri, Osmanlı devrinde 18. yüzyıl sonlarında, İstanbul’un Haliç yöresinde, özellikle Galata ve Balat’taki küçük atölyelerde başladı. Kurulan ilk porselen fabrikası da, 1892 yılında Yıldız Porselen ve Çini fabrikasıdır.

Türkiye’de Cumhuriyet devrinde, gerçek seramik endüstrisinin kuruluşu 1960 yılı ve birkaç yıl öncesine rastlar. Eczacıbaşı’nın girişimi ile ilk kez sağlık gereçleri endüstrisi ve Bodur’un girişimi ile de duvar karoları endüstrisinin başlangıçları yapıldı. (Arcasoy, 1994)

Türkiye’de seramikçileri bir çatı altında toplamak amacı ile, büyük eksikliği duyulan seramik derneğinin ilk hazırlıkları 13 Nisan 1990 yılında başladı. Yasal kuruluşunu 19 Haziran 1992 yılında tamamlayan “Türk Seramik Derneği”, bu tarihten başlayarak çalışmalarını sürdürdü. (Arcasoy 1994, 1983)

Seramik malzemelerin fiziksel ve kimyasal özellikleri iç yapılarına bağlıdır. İç yapı en geniş anlamda atom ve elektronların malzeme içerisindeki konumlarıdır. Malzemelerin bir çok özellikleri atom veya moleküller ile doğrudan ilgilidir. İç yapı ise atomların bir araya gelmesi ile oluşur. Metalsel elementlerle metal olmayan elementler arasında valans elektronlarının alışverişi sonucu iyonlaşma oluşur. İyonlar çevrelerindeki zıt yüklü iyonları kendine çekerler, denge halinde potansiyel enerji minimum olur, dolayısı ile kararlı yapı meydana gelir. Molekül içinde net elektriksel yükün sıfır olması yapının kararlılığını artırır. Artı yüklü iyonlar ile eksi iyonlar üç boyutlu uzayda ardışık dizerek düzenli bir yapı oluşturma eğilimi gösterir. Bu nedenle saf iyonsal bağlı moleküller çoğunlukla düzenli kristal yapıya sahiptirler. Al_2O_3 buna iyi bir örnektir. Seramikler genellikle serbest elektron bulundurmadıklarından iyi elektrik ve ısı yalıtıcıdır. Güçlü bağları nedeniyle çok ağır kimyasal ortamlarda bile kararlı ve yüksek ergime noktasına sahip, sert ve kırılgan, basma mukavemetleri yüksek, çekme mukavemetleri düşük malzemelerdir.

Seramik malzemeler, farklı bileşimlerde kristal veya cam yapılı fazları ihtiva edebilmektedirler. Bu farklı yapı bileşenlerinin miktarları, dağılımları, tane boyutları ve tane sınırları seramik malzemelerin özelliklerini belirlemektedir. Örneğin, yapıda mevcut fazların yerleşim düzenini değiştirmek yalıtkan olan bir seramik malzemeyi iletken hale getirebilmekte veya bunun tersi olabilmektedir. (Onaran, 1995; Geçkinli, 1992)

Seramikler NaCl gibi basit kristal yapıda olabileceği gibi $Al_2Si_2O_5(OH)_4$ yapısında da karşımıza çıkabilirler. Bu yapıda Al, Si, O ve (OH) kökü olmak üzere dört değişik yapı bireyi vardır. Aynı kimyasal bileşime sahip fakat değişik kristal yapılı cisimlere polimorflar ve bu özelliğe de polimorfizm (çok yapılilik) denir. Örneğin, silis (SiO_2), düşük sıcaklıklarda kuvars, orta sıcaklıklarda trimidin ve yüksek sıcaklıklarda kristobalit olmak üzere üç polimorfa sahiptir.

Seramikler karmaşık yapılara ve kuvvetli bağlara sahip olduklarından, faz dönüşümleri oldukça yavaştır. Bu nedenle soğuma hızının iç yapı oluşumuna etkisi büyüktür. (Onaran, 1995)

Kırılganlık, seramik malzemelerin en önemli özelliğidir. Kırılganlık, mikro yapıdaki çeşitli fazların heterojen dağılımından ve ısı işlemlerin olumsuz etkilerinden kaynaklanmaktadır. Bu özellik yapıdaki gözeneklerin miktarı, boyutu, hacmi, dağılımı, bağlayıcı fazların bileşimi, mineralojik yapısı, ısı işlem esnasında oluşan yapı hatalarının türü ve miktarı, kristal fazların tane boyutları, yüzey özellikleri ve pişme esnasında meydana gelen değişimler ile ilgilidir. Şekillendirme aşamasında hammadde tanelerinin paketlenmesi ve bunun sonucu tane sınırlarında oluşan bileşikler, yapıdaki aykırı yerleşimler (dislokasyonlar) bu hususta etkili olan faktörlerdir. (Erdoğan, 1987)

Seramik malzemeler gözenekli yapıya sahiptirler. Seramiklerin yoğunluğu, mekanik, optik ve elektrik özellikleri gözenekli yapıya önemli ölçüde bağlıdır. Genişliği 2 nm'den küçük olan boşluklara mikro gözenek, 2 nm ile 50 nm arası olanlara mezo gözenek, 50 nm'den büyük olanlara ise makro gözenek denir.

Günümüzde ileri teknoloji malzemeleri, gelişmiş teknolojilerin vazgeçilmez üyeleridir. Özellikle gelişmiş seramikler ve seramik kompozitler çok geniş kullanım alanı bulmaktadırlar. Bu malzemeler çoğu zaman birbirileri yerine kullanım alanı bulurken, fiziksel, kimyasal, mekanik ve korozyon özelliklerinin ön plana çıkması, ekonomik yön ve üretim yöntemi de göz önüne alınarak bir optimasyon işlemi ile hangi malzemelerin

kullanılacağı belirlenmektedir. Seramikler son yıllarda kullanım alanları açısından çok büyük gelişmeler göstermişlerdir. Seramik tozlar, süper alaşımlarla fiyat yönünden kıyaslanacak olursa fiyatları oldukça düşüktür.

Özellikle oksit olmayan seramiklerin üretilmesi genel olarak yüksek sıcaklık işlemleri ile gerçekleştirilmektedir. Yüksek sıcaklıkta seramik toz veya kompakt malzeme üretiminin değişik yöntemleri vardır. (Şen ve Öveçoğlu, 1987)

Günümüz teknolojisinde seramik malzemelere ilginin artmasının nedenlerini şöyle sıralayabiliriz:

- Yüksek sıcaklıklara dayanıklılık.
- Kimyasal kararlılığın yüksek olması.
- Çok sert olmaları.
- Metallerden hafif olmaları. (% 40 mertebesinde)
- Hammadde olarak bol miktarda bulunmaları ve genellikle metallere kıyasla ucuz olmaları.
- Pahalı ve stratejik metallere ihtiyaç göstermemeleri.
- Erozyon ve aşınmaya karşı dirençli olmaları.
- Oksitlenmeye karşı dirençlerinin yüksek olması.
- Sürtünme katsayılarının düşük olması.
- Basma kuvvetinin yüksek olması.

2.1.2. Seramiklerin Sınıflandırılması

Seramik malzemelerin üretimi sırasında yapı bileşiminde meydana gelebilecek küçük değişiklikler çok çeşitli karakterlerde ürünlere neden olabileceğinden standart bir yöntem ile

sınıflandırılmaları mümkün değildir. Bu nedenle literatürde değişik yazarların farklı sınıflandırmalarına rastlanabilir.

Sanayideki en yaygın sınıflandırma aşağıdaki gibidir.

- a) Pişmiş kil ürünleri,
- b) Isıya dayanıklı (Refrakter) ürünler,
- c) İnce ve beyaz ürünler,
- d) Teknik seramikler. (Doğan, 1995)

Endüstriyel üretim için seramik ürünler ikiye ayrılır;

- a) Kaba seramikler,
- b) İnce seramikler.

Bunlarda aralarında gözenekli, gözeneksiz olarak ikiye ayrılırlar ve kırığı renkli, kırığı beyaz olarak sınıflandırılırlar. (Arcasoy, 1983)

Seramik malzemeler, hammadde kalitesi ve üretim teknolojisine göre iki grupta incelenebilirler.

- a) Geleneksel seramikler,
- b) İleri teknoloji seramikleri.

Geleneksel seramikler: Kil, kaolen ve feldspat gibi minerallerin uygun karışımlarının yüksek sıcaklıkta pişirilmesi ile elde edilirler. Bileşimlerinde silikatlar, alüminatlar ve bir miktar metal-oksit bulunur. Geleneksel seramiklerin yapısında bulunan kil, sinerlenmeden önceki işlenebilirliği sağlar ve malzemenin ana bileşenini oluşturur. Silika (SiO_2) ise yüksek ergime sıcaklığına sahiptir ve geleneksel seramiklerin sıcaklığa karşı direncini sağlar. Bir diğer bileşen olan potas feldspat ($\text{K}_2\text{OAl}_2\text{O}_3\text{6SiO}_2$) ise düşük ergime sıcaklığına sahiptir ve seramik karışım pişirildiğinde camlaşarak bileşenleri bağlar. Cam, tuğla, kiremit, beton, taş, çimento gibi yapı bileşenlerinin yanında aşındırma tozları, porselen ve refrakterler bu gruba girer. (Onaran, 1995)

İleri teknoloji seramikleri: Genellikle hammadde olarak saf bileşenlerden oluşurlar. Yapılarında oksitler, nitrürler ve karbürleri ihtiva ederler. İleri teknoloji seramikleri son yıllarda üzerinde yoğun olarak çalışılan malzemeler olup elektrik iletim ve yalıtım özellikleri, ısı iletim ve yalıtım özellikleri, manyetik özellikleri, yarıiletkenlik özellikleri, piezoelektrik özellikleri ve kimyasal kararlılık gibi üstün özelliklere sahip malzemelerdir. Bu nedenlerle elektronik alanında, bilgisayarlarda, makine parçalarının üretiminde, uzay teknolojisi çalışmalarında, nükleer enerji alanında, laboratuvar gereçlerinde geniş kullanım alanına sahiptir.

2.1.3. Geleneksel Seramiklerle İleri Teknoloji Seramiklerinin Karşılaştırılması

İleri teknoloji seramikleri ile geleneksel seramikler arasındaki temel farklılıkları şöyle sıralayabiliriz:

i) **Hammadde bakımından farklılıklar:** Geleneksel seramikler doğal hammaddelerden elde edilirler. Genellikle toz malzeme hazırlanması başlıca öğütmeden ibarettir. Buna karşın, ileri teknoloji seramikleri, ileri teknolojik yöntemler (Çözelti tekniği, Buhar fazı tekniği, Tuz bozundurma) ile ve yapay olarak hazırlanmaktadır. Bunun nedeni, yapay hammaddelerin istenmeyen safsızlıklardan arındırılmış olarak, çok saf halde ve istenilen fiziksel özelliklerde üretilebilmeleridir. İleri teknoloji seramiklerini hammadde bakımından geleneksel seramiklerden ayıran bir diğer özellik de hammaddelerinin çok ince tozlar halinde üretilebilmeleridir. Günümüzde üretilen ileri teknoloji seramiklerinde 1 µm'nin altındaki boyutlarda tozlar kullanılmakta ve böylece tamamen yoğun seramikler üretilebilmektedir. Dolayısıyla ileri teknoloji seramiklerinin mekanik özellikleri geleneksel seramiklerden çok üstündür.

ii) **Üretim yöntemleri bakımından farklılıklar:** Geleneksel seramikler, döküm, torna yada el ile şekillendirilirler ve bu hali ile fırınlarda pişirilirler. İleri teknoloji seramikleri ise slip-döküm, enjeksiyonla kalıpta şekillendirme, ekstrüzyon, şerit döküm, kuru presleme, isostatik presleme yöntemleri ile şekillendirilip sinterlenebildikleri gibi sıcakta presleme, (H. I. P., S. P. S., S. H. S.) gibi ileri teknoloji yöntemleri ile şekillendirme sırasında da sinterlenebilirler.

iii) **Ürünler:** Kullanım alanları ve mikro yapı bakımından da önemli farklara sahiptirler.

2.1.4. İleri Teknoloji Seramikleri

İleri teknoloji seramikleri, başlıca Alümina (Al_2O_3), Zirkonya (ZrO_2), Magnezya (MgO), Berilya (BeO) gibi saf oksitlerden ve oksit olmayan seramiklerden oluşmaktadır. Çizelge 2.1’de ise oksit olmayan seramiklerin sınıflandırılması verilmiştir.

Çizelge 2.1 Oksit olmayan seramiklerin sınıflandırılması.

Oksit Olmayan Seramikler	Tür	Örnekler
	Karbürler	SiC , TiC , ZrC , HfC , ...
	Nitrürler	Si_3N_4 , AlN , TiN , ZrN ,...
	Sülfürler	MoS_2 , CdS , ZnS , ...
	Silisitler	Mo_2Si , TaSi_2 , WSi_2 , ...
	Borürler	TiB_2 , LaB_6 , ZrB_2 , ...
	Fosfürler Tellüridler Titanatlar	

İleri teknoloji seramikler genel olarak iki grupta incelenir;

- i. İşlevsel (Fonksiyonel) Seramikler,
- ii. Yapısal (Strüktürel) Seramikler.

Çizelge 2.2’de bazı ileri teknoloji seramiklerin özellikleri gösterilmektedir.

Çizelge 2.2 İleri teknoloji seramiklerinin fonksiyonları ve bazı özellikleri.

Tipi	Atomsal Bağ	Örnekler	Özellikler
Oksitler	İyonik	Al_2O_3	Sert aşındırıcı. Sürünme özellikleri iyi. Çok sert.
		Cr_2O_3	
		Fe_2O_3	
		MgO	
		ZrO_2 (PSZ)	
		$LiAl_2SiO_6$	
Karbürler	Az iyonik Bileşikler	ZrC	Elastik modülü yüksek.
		TiC	
		VC	
		NbC	
	Kovalan	B_4C	Yüksek sıcaklıkta kararlı. Sürünme kötü. Kesici takımlarda, aşındırıcılarda ve kalıplarda kullanılır.
		SiC	
		WC	
Nitrürler	Kovalan	BN	Düşük yoğunluk Yüksek sıcaklıkta kararlı. Çok sert Sürünme direnci iyi Kesici takımında, gaz türbinlerinde, nozul ve potalarda kullanılır
		Si_3N_4	
		AlN	
		Sialon	
		TiN	
Borürler	Kovalan	$LaBa_6$	Çok iyi iletken. Sürünme özelliği iyi. Elctron mikroskopunda filaman olarak kullanılır
		ZrB_2	

2.1.4.a. İşlevsel (Fonksiyonel) Seramikler

İşlevsel Seramikler terimi, elektronik, elektro mekanik, optik, opto-elektronik veya manyetik fonksiyonları olan seramikleri içermektedir. Yapısal seramikler ise daha karmaşık olup özellikle yüksek sıcaklığa dayanıklı makine (veya konstrüksiyon) parçalarını içermektedir.

Geleneksel seramiklerin, refrakter özelliklerinin iyi olduğu bilinmesine rağmen, çok yüksek sıcaklık ve yükler altında, kullanımları sınırlıdır. Oysa, ileri teknoloji seramikleri yüksek saflık dereceleri ve yapılarının çok kontrollü olması nedeniyle kullanım alanları çok geniştir.

İnce seramiklerin %60'dan fazlası elektromanyetik parçalarda, %25-26'sı makine parçası olarak ve %6-7'si de biyokimyasal amaçlarla üretilmektedir. Son yıllarda, termal ve optik parçalar üretiminde gelişimler gözlenmektedir.

İşlevsel seramikler, tasarım ve proses yönünden cazip malzemelerdir. Seramiklerdeki temel araştırmaların önemli bir bölümü bu alandadır. Bunlara ilaveten, ergimiş fazın katılaştırılması, tozların şok dalgaları ile sinterlenmesi ve mikro-ışın teknolojisi gibi yeni teknolojiler işlevsel seramiklerin kullanımı için yeni kapılar açmaktadır. Örneğin, hızlı soğutulmuş LiNbO_3 ve PbTiO_3 , çok yüksek dielektrik sabitine sahiptir. Katı elektrolitler, gaz sensörü, elektronik bellek parçaları, pil ve iyon pompası olarak kullanılabilen ve genellikle polikristal seramiklerden üretilmektedir. Halen β -Alümina, sodyum sülfür pilleri için önemli bir adaydır. Kısmen stabilize zirkonya (PSZ), demir-çelik endüstrisinde ve oksijen pompalarında başarı ile kullanılmaktadır. Hızlı soğutma sonucu oluşan amorf elektrolitlerin de gelecekte bir çok kullanım alanlarının ortaya çıkacağı şüphesizdir.

$\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ (yumuşak), $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (yumuşak) ve $\text{SrO} \cdot 6\text{Fe}_2\text{O}_3$ (sert) seramikler üzerine çok sayıda araştırmalar yapılmıştır. Saydam ve opak seramikler de önemli ürünlerdir. Saydam alümina halen sodyum lambalarında kullanılmaktadır. Diğer taraftan, Sialon, yüksek sıcaklık pencereleri için en cazip malzemedir. Bu sayede, malzemelerin yüksek sıcaklıktaki durumlarını ve yüksek sıcaklıktaki proseslerini doğrudan izlemek mümkündür. Bunlara ilave olarak, termistörler, varistörler, gaz sensörleri, elektrik rezistans ısıtıcıları ve $\text{CdS-Cu}_2\text{S}$ çifti gibi lineer olmayan yarı iletkenler Japonya'da geliştirilmiştir. (Geçkinli 1992; Onaran 1995)

2.1.4.b. Yapısal (Strüktürel) Seramikler

Yüksek sıcaklığa dayanıklı yapısal seramiklerin çeşitli ısı motorlarında ve enerji santrallerinde kullanılması önemli ölçüde enerji tasarrufu sağlamaktadır. İnce seramikler ayrıca, kesici takım olarak kullanıldığında hızlı bir üretim yapma olanağı doğmakta ve sorunsuz bir üretim gerçekleşmektedir.

Yapısal seramiklerle ilgili en önemli konu, seramik motorudur. Seramik motorun termal verimi, benzinli ve dizel motorlarında sırası ile % 33,25 ve % 40,41'dir ki bu değerler metal motor için % 29,9 ve % 38,31 dir. Aslında enerji kazancı tek başına önemli bir mertebe de değildir. Fakat, seramik motorun hafif ve yüksek refrakterlik özelliği gibi bazı üstünlükleri de vardır, bunlar da motorun verimini arttırmaktadır.

Alümina, kısmen stabilize edilmiş zirkonya, mullit gibi bazı oksit seramikler, yapısal seramik olarak kullanılmakta ve buji, valf, kesici takım ve bağlantı pulu olarak üretilmektedirler. Bu malzemelerin mekanik özellikleri, yapının çok inceltilmesi ile veya ince partiküllerin dispersiyonu ile geliştirilmektedir. Kısmen stabilize zirkonya, otomobillerdeki egzoz gaz temizleme sistemlerinde kullanılan katalitik oksijen sensörlerinde ve ayrıca demir-çelik endüstrisinde kullanılan oksijen sensörlerinde, yumuşak metallerin soğuk çekme kalıplarında, manyetik kayıt bantlarının kesilebilmesi için manyetik olmayan kesici olarak kullanılmaktadır.

Silisyum nitrür, silisyum karbür ve sialon yapısal amaç ile kullanılan oksit olmayan en önemli seramiklerdir. Si_3N_4 , Y_2O_3 ve Al_2O_3 katkısı ile mukavemeti arttırılmaktadır. Silisyum karbür, başlıca aşındırıcı toz olarak ve çelik üretiminde refrakter tuğla olarak kullanılmaktadır.

Karbon-karbon kompozitler aynı zamanda nükleer ve füzyon reaktörlerinde, biyo malzeme olarak, uzay teknolojisinde, uçak fren sistemleri gibi pek çok alanlarda kullanılmaktadır. Bu kompoziti geliştirmek için, karbonlaştırma, grafitleştirme ve kimyasal buhar çökmesi (CVD) yöntemleri ile mikro yapının geliştirilmesi üzerine çalışmalar yapılmaktadır. (Geçkinli, 1992)

2.1.5. Oksit Seramikler

İleri teknoloji seramiklerinin önemli bir kısmını oksit seramikler oluşturmaktadır. Oksit seramikler, yüksek sıcaklıklarda kullanılmaya müsait metal veya metaloid elementlerin oksijen ile yaptıkları bileşiklerdir. Bir çok oksit seramik bileşikler iyonik bağlı olup, iyonik malzemelerin genel karakteristiklerine sahiptirler. Bu özellikler;

- Saydamlık,
- Elektriksel direnç,
- Isısal direnç (refrakter),
- Diamagnetizma,
- Kimyasal kararlılık,
- Yüksek elastik modül,
- Sertlik,
- Gevreklik,
- Düşük ısısal genleşme,
- Korozyona karşı direnç olarak sayılabilir.

Oksitler, başlıca tek ve karmaşık olarak iki grupta toplanabilir. Tek oksitler, sadece bir metal veya metaloit element içerirler. Buna karşılık karmaşık oksitler, iki veya daha fazla metal veya metaloit içermektedirler. Karmaşık oksitler, ya katı eriyik olarak tek faz halinde yada iki veya daha çok fazın bulunduğu oksit karışımlarını içerirler.

Oksitlerin kullanımında iki ana sınırlama söz konusudur. Bunlardan birincisi malzemenin fiyatı, diğeri ise kararlılığıdır. Kararlılık, malzemenin çeşitli ortamlarda, yüksek sıcaklık, oksidasyon, hidrasyon, buharlaşma ve redüklenmeye karşı direnç göstermesidir. Torya ve berilya gibi bazı oksitler üstün özellikleri nedeniyle fiyatları ne olursa olsun bir takım mühendislik uygulamalarının vazgeçilmez malzemeleridir. Oksitlerin bir kısmı, çok az bulundukları veya saf halde üretilmeleri çok zor olduğu için pahalıdır. Buna karşılık, silis, alümina, magnezya, kalsiya, zirkonya, zirkon ve müllit gibi kompleks oksitler doğada bol miktarda bulunmaktadır.

Magnezyum, kalsiyum, stronsiyum, baryum ve lantanın oksitleri, su ile temas halinde hidrat oluşturma eğilimi gösterirler ki bu en önemli sorunlardan birisidir. Seryum, krom, kobalt, galyum, nikel, kalay, titan ve çinko gibi metallerin oksit refrakterleri, oksitleyici atmosferde kullanılır. Buna karşılık, niobiyum, mangan, uranyum, volframın oksitleri, oksitleyici atmosferde kararlı olmayıp, nitrür veya redükleyici atmosferde kullanılır. UO_2 veya nikel oksit, değişik bir davranış göstererek oksitleyici atmosferde ısıtıldıklarında önce oksitlenirler ve daha yüksek sıcaklıklarda kısmen parçalanırlar. Çinko ve kalay oksitler refrakter olarak kullanılamazlar. Çünkü ergime noktasının altında buharlaşırlar.

Karmaşık oksitlerden refrakter olarak önemli olanlar alüminyum ve zirkonyum silikatlarıdır, (Mullit ve Zirkon). Bu refrakterler genellikle saf halde kullanılmaz ve bir çok oksitlerin karışımı şeklinde kullanılmaktadır. Hammaddeye bağlı olarak da özellikler geniş ölçüde değişmektedir. Yüksek sıcaklıkta düşük ergime noktasına sahip ötektik oluşumuna neden olabilecek empüriteler, refrakterlerin yüksek sıcaklıkta kolayca deformasyonuna ve aynı zamanda kimyasal aşınmaya karşı da refrakterlerin dayanımının düşmesine neden olmaktadır. Reaksiyona girme dirençlerine göre önemli bazı oksitler sıralandığında torya (ThO_2), berilya (BeO), zirkonya (ZrO_2), alümina (Al_2O_3) ve magnezya (MgO) elde edilir. Bunlarda ThO_2 , BeO ve ZrO_2 sadece kimyasal reaksiyonlara karşı kararlı olmayıp yüksek sıcaklıklarda düşük buhar basıncına sahiptirler. Dolayısıyla, vakum altındaki uygulamalarda kullanılmaya müsaittirler.

Bir çok refrakterin yüksek vakumdaki performansı, düşük basınçtaki davranışlarından oldukça farklıdır. Diğer taraftan sıvı metal refrakterlere yüksek vakumda daha fazla nüfus eder.

Soy gaz atmosferinde, 1800°C'daki malzemeler arasındaki reaksiyon durumu ise çizelge 2.3'deki gibidir.

Çizelge 2.3 Soygaz atmosferinde 1800 °C'daki oksit malzemeler arasındaki reaksiyon durumu.

Atmosfer Malzeme	Mo	Ni	Nb	Ti	Zr	Be	Si
Al ₂ O ₃	A	A	A	B-C'	B-C'	B-D	B-D-
ThO ₂	A	A	A-B	B-C'-D	C'	B-D	D
MgO	A	A	B-C-D	B-C'	B	A-B	B-C
TiO ₂	A	A	A-B-C	A-B	A-B	A-B	B-C
ZrO ₂	A	A	A-C	C'	C'	C	B-C
BeO	A	A	A-B	B-C'	B-C'	A-B	D

- A : Metal- Seramik arayüzeyinde herhangi bir fiziksel değişimin yer almadığını,
 B : Tane sınırları boyunca penetrasyon ve oksit fazın değişimini,
 C : Bir miktar oksit korozyonu,
 C : Önemli miktarda oksit korozyonu,
 D : Ara yüzeylerde yeni faz oluşumunu göstermektedir.

Vakumda ergimiş titanyuma karşı hiçbir refrakterin kararlı olmadığı tespit edilmekle beraber, refrakterler arasında ergimiş titanyuma karşı dirençli refrakterler sıralandığında bunların ThO₂, BeO ve Al₂O₃ olduğu tespit edilmiştir.

Çok yüksek sıcaklıklarda, bazı oksit refrakterlerin buhar basıncının önemli ölçüde artması, bu oksitlerin kullanımlarını sınırlamaktadır. Bazı oksit seramiklerin buharlaşma sıcaklığı çizelge 2.4'de verilmiştir.

Çizelge 2.4 Bazı oksit seramiklerin buharlaşma sıcaklığı.

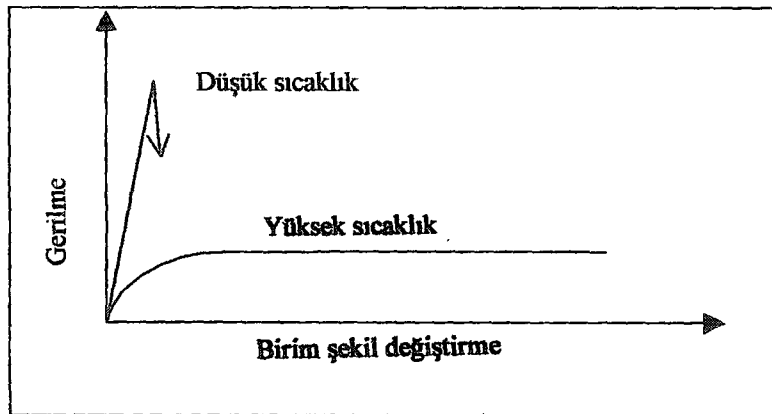
Malzeme	Buharlaşma Sıcaklığı, °C
Al ₂ O ₃	1750
MgO	1900
CeO ₂	1875
SiO ₂	1800
BeO	2400
CaO	1700
SrO	1600

2.2. Seramiklerin Mekanik Davranışları

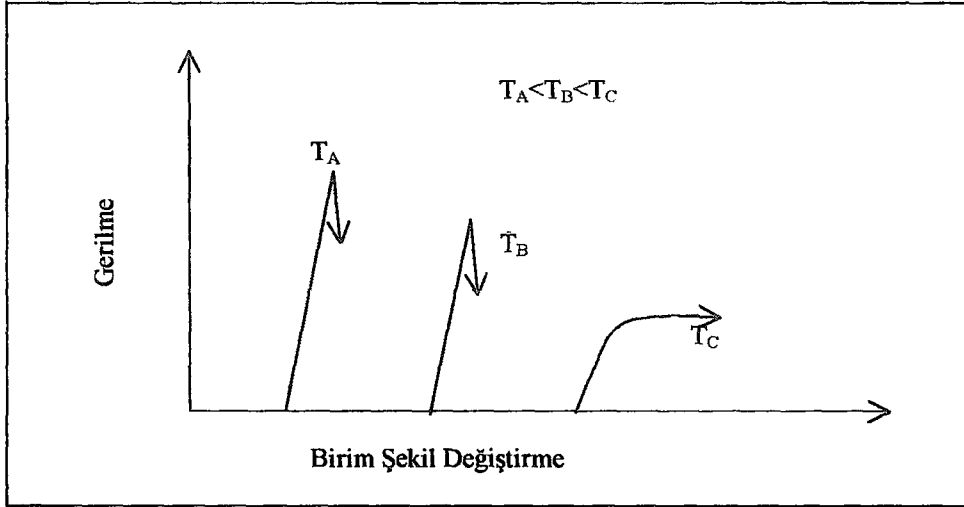
Seramiklerin özellikleri, atomlar arasındaki bağa, mikro ve makro yapılarına bağlıdır. Seramiklerin yapısı üretim yöntemine bağlı olarak oluşur ve çeşitli özelliklerini belirleyen en önemli faktördür. Seramik malzeme üretiminde kullanılan hammaddeler, şekillendirme işlemleri ile pişirme işlemleri seramik ürünün yapısını, dolayısıyla özelliklerini belirler. Bunun yanı sıra ortam, sıcaklık ve deney koşulları da özellikleri etkileyen dış faktörler olarak göze çarpar. Seramik malzemeler için mekanik özelliklerin önemi, diğer malzemelerde olduğu gibi kullanım alanına bağlı olarak artar yada azalır. Örneğin, bir seramik mıknatıs için mekanik özellikler önemli olmamasına karşın, aşındırıcı olarak kullanılan seramikler ile çeşitli mühendislik uygulamalarında kullanılan teknik seramikler için mekanik özellikler çok daha önem kazanmaktadır.

Seramik malzemelerde atomlar arası bağ tipi, atomların üç boyutta yerleşim düzeni, sinterlenmesi (katı faz veya sıvı faz sinterlenmesi), kimyasal reaksiyon ile oluşan kimyasal bileşikler, tane boyutu ve tane sınırları yapısını belirleyen en önemli faktörlerdir.

Seramikler mekanik özellikleri açısından, genellikle yüksek esneklik modülüne ve yüksek basma mukavemetine sahiptirler. Buna karşın, çekme mukavemetleri ve süneklikleri de genellikle çok düşüktür. Bu nedenlerle seramikler genellikle çok gevrek malzemeler olarak bilinirler. Fakat seramikler sıcaklığa bağlı olarak farklı mekanik davranış gösterirler. Seramiklerin gerilmeye bağlı birim şekil değişimi şekil 2.1’de, sıcaklığa bağlı birim şekil değişimi şekil 2.2’de görülmektedir.

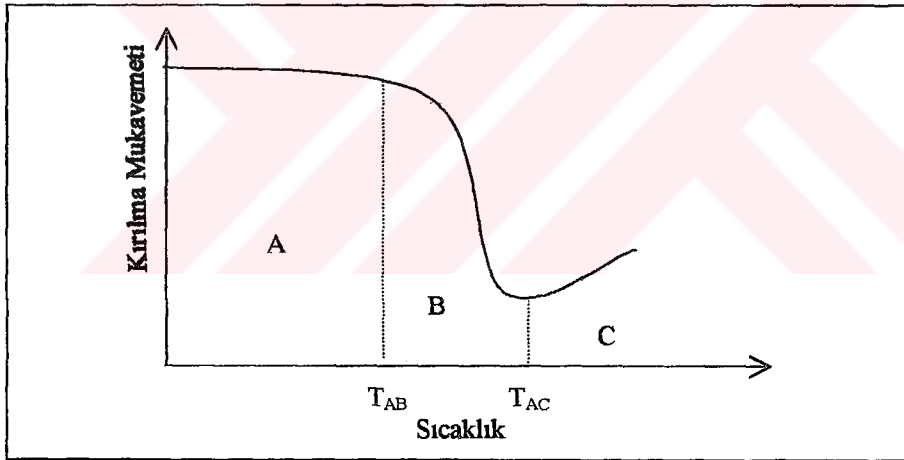


Şekil 2.1 Düşük sıcaklıkta gevrek, yüksek sıcaklıkta sünek davranış gösteren bir seramik malzemenin (örneğin cam) tipik “Gerilme-Birim şekil değiştirme” eğrisi.



Şekil 2.2 Seramiklerin gerilme altında, birim şekil değişimine sıcaklık etkisi

Seramiklerin mukavemetinin belirlenmesinde yaygın olarak kullanılan deney üç veya dört noktalı eğme deneyi olup, eğme deneyi ile belirlenen kırılma mukavemetinin sıcaklığa bağımlılığı şekil 2.3’de grafik olarak gösterilmiştir.



Şekil 2.3 Seramiklerin eğme deneyi ile belirlenen kırılma mukavemetinin sıcaklıkla değişimi.

Sıcaklığa bağlı olarak seramiklerin kırılma mukavemetleri ve kırılma davranışları şekil 2.3’de A, B ve C olmak üzere üç bölgeye ayrılmıştır.

A düşük sıcaklık bölgesinde sıcaklığın etkisi çok azdır, birim şekil değişimi (ϵ) 10^{-3} mertebesinde olup, tam gevrek kırılma davranışı görülür.

B orta sıcaklık bölgesinde yine gevrek bir kırılma gözlenir, birim şekil değişimi 10^{-3} ila 10^{-2} mertebesinde olup, bu sıcaklık bölgesinde artan sıcaklıkla kırılma mukavemetinde önemli ölçüde azalma olur.

C yüksek sıcaklık bölgesi ise (MgO ve UO_2 gibi tek fazlı bazı poli-kristal seramikler dışında) pek nadir olarak görülür. Bu bölgedeki toplam birim değişimi 10^{-1} mertebesinde. Bu A, B ve C bölgelerinin sınırları olarak tanımlanan T_{AB} ve T_{AC} kritik sıcaklıkları ise çeşitli seramikler için farklı değerlerde olabilir. Örneğin T_{AB} sıcaklığı MgO için 0°C , SiC için ise 2000°C ' ın üstündedir. Bu örnek, seramiklerin kırılma mukavemetinin sıcaklıkla değişiminin malzemeye çok bağımlı olduğunu göstermektedir.

2.2.1. Esneklik Modülü

Seramiklerde esneklik modülü basit oksidik yapıdaki iyonik bağın yüksek direngenliği ve silikatlardaki kovalent bağ yüzünden bütün metallerden daha yüksektir. Bu malzemeler geniş ölçüde oksijen, karbon, silisyum, alüminyum gibi hafif elementlerden oluştuğu için yapıları genelde sıkı paketli olmayıp yoğunlukları da düşüktür. Bu nedenle spesifik modül (E/ρ oranı) son derece yüksektir. Çizelge 2.5'de seramikler ile metallerin spesifik modülleri verilmiştir. Seramik veya fiberlerin katkısı metal bazlı kompozit malzemelerin spesifik modülünü olağanüstü artırır.

Çizelge 2.5 Seramik ve metallerin spesifik modüllerinin (E/ρ) karşılaştırılması.

Malzeme	Elastite Modülü E (Gpa)	Yoğunluk (Mg/m^3)	Spesifik Modül E/ρ ($\text{Gpa}/\text{Mg}/\text{m}^3$)
Çelikler	210	7,8	27
Alüminyum alaşımları	70	2,7	26
Alumina, Al_2O_3	390	3,9	100
Silika, SiO_2	69	2,6	27
Çimento	45	2,4	19

2.2.2. Sertlik, Mukavemet ve Örgü Direnci

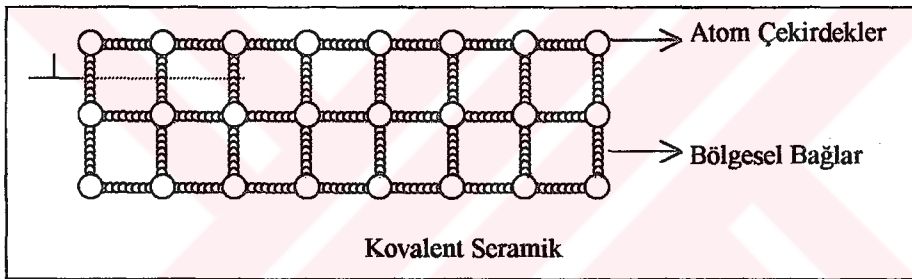
Seramik malzemeler katıların en sertleri olarak kabul edilirler. Korundum ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$), silisyum karbür (SiC) ve elmas aşındırıcı olarak kullanılırlar. Bunların kesme, öğütme, parlatma yapmayanı yok gibidir. Çizelge 2.6'de esneklik modülü (E) ile normalize edilmiş sertlik (H) birkaç saf metal, bazı alaşımlar ve dört seramik için liste halinde verilmiştir.

Sertlik ölçümü sırasında malzemeye sert bir uç batırıldığında malzeme yapısında dislokasyon hareketleri oluşur. Kendine özgü yöntemlerle yapılan her mekanik deneyde malzeme içerisindeki dislokasyon hareketlerinin zorluğu ölçülür. (Kayalı 2000)

Çizelge 2.6 Metal, alaşım ve seramiklerin esneklik modülü ile normalize edilmiş sertlik (H/E) değerleri.

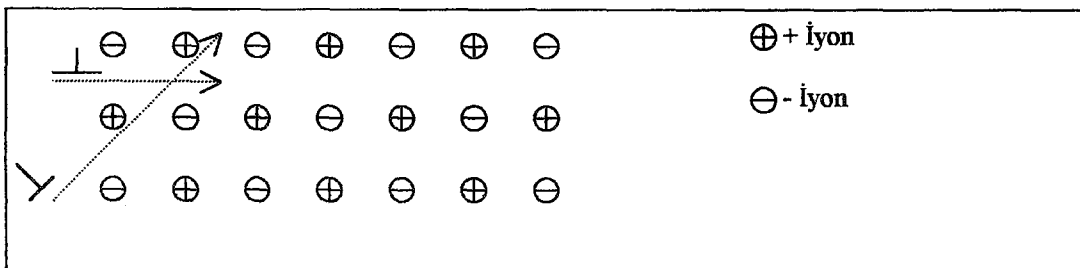
Saf Metal	H/E	Alaşım	H/E	Seramik	H/E
Bakır	$1,2 \times 10^{-3}$	Pirinç	9×10^{-3}	Elmas	$1,5 \times 10^{-1}$
Alüminyum	$1,5 \times 10^{-3}$	Al-%4 Cu	$1,5 \times 10^{-2}$	Alumina	4×10^{-2}
Nikel	9×10^{-4}	Paslanmaz çelik	6×10^{-3}	Zirkonya	6×10^{-2}
Demir	9×10^{-4}	Az alaşımlı çelik	$1,5 \times 10^{-2}$	Silisyum karbür	6×10^{-2}
Ortalama	1×10^{-3}	Ortalama	1×10^{-2}	Ortalama	8×10^{-2}

Bütün seramikler gerçekte çok serttir. İyonik veya kovalent bağlar dislokasyon hareketine karşı çok yüksek örgü direnci gösterirler. Kovalent bağ bölgeseldir. Bağı oluşturan elektronlar, bağlanan atomlar arası bölgede yoğunlaşırlar. Bunlar şekil 2.4’de görülebileceği gibi atomlara bağlanan küçük esnek kollar gibi davranırlar.



Şekil 2.4 Kovalent bağlı seramik malzemelerde dislokasyon hareketi.

Bir dislokasyon kovalent bağlı yapıda hareket ederken bu bağlar kırılıp tekrar oluşmaktadır. Küçük farklılıklar olmasına rağmen birçok iyonik bağlı seramik malzemeler de serttir. İyonik bağ, metalik bağ gibi elektrostatiktir. Eğer kristal, şekil 2.5’deki gibi 45° lik bir düzlemde kayıyorsa, aynı yüklü iyonlar ayrılmış olarak kalır ve üst üste gelmez.



Şekil 2.5 İyonik bağlı seramik malzemelerde dislokasyon hareketi.

Bu çeşit kayma nispeten kolaydır, çünkü kaymaya karşı örgü direnci küçüktür. Fakat yatay düzlemde kaymaya bırakıldığında burada aynı yüklü iyonlar birbiri üzerinden geçerken elektrostatik itme kuvveti bu kayma kuvvetini engeller. Bu durumda örgü direnci yüksektir.

Bir poli-kristalde pek çok kayma sistemi mevcut olup bazılarında kayma çok zordur. Bu nedenle poli-kristal iyonik seramiklerin sertlikleri, kovalent bağlı seramiklerinki kadar olmamasına rağmen oldukça yüksektir. Eğer yükleme örgü direncinin düşük olduğu yönde yapılırsa, aynı malzemenin tek kristalli olanı poli-kristal olanından daha düşük bir akma gerilmesine sahip olabilir.

Genelde seramikler oda sıcaklığında yüksek örgü direnci gösterdiklerinden, dislokasyon hareketini başlatmak için gereken gerilme, Young esneklik modülünün büyük bir kesri değerindedir. Bu değer seramiklerde $E/30$ mertebelerindedir. Bu oran 5000 Mpa ($\approx 500 \text{ kg/mm}^2$) seviyesinde bir akma değeri mukavemeti verir. Bu derece yüksek değerlerdeki ölçümleri yapabilmenin tek yolu seramiğe elmas bir uç batırarak sertliği ölçmektir.

Bu yüksek sertlik, küçük parçalardan oluşturularak bir yapıştırıcı veya çimento ile pekiştirilerek oluşturulmuş yüksek performanslı mühendislik seramiklerinin öğretücü çarklarda kullanılmasını sağlar.

2.2.3. Kırılma Mukavemeti

İleri teknoloji seramik malzemelerin yapısal amaçlı olan uygulamaları günümüzde gittikçe önem kazanmaktadır. Öte yandan seramik malzemelerin özellikle çekme gerilmeleri altında kolaylıkla gevrek kırılma davranışı göstererek kırılmaları, yapısal amaçlı kullanımlarında bir sınırlayıcı faktör olarak karşımıza çıkmaktadır. Seramik malzemelerin kırılma davranışlarını iyileştirici çalışmalar yoğun bir şekilde yapılmaktadır. Uygulamalarda seramik malzemelerin her hangi bir verilen şart altındaki mekanik davranışların tahmin edilebilmesi oldukça önem kazanan bir konu olarak karşımıza çıkmaktadır. (Toy 1992)

Yüksek örgü direncine sahip olan seramik malzemelerin, kırılma tokluğu da düşük olacaktır. Gerilme yoğunlaşması olan çatlak uçunda dahi örgü çok zor kayma yapar. Bu olay çatlak ucu plastisitesi ile ilgili olup, metallere yüksek tokluk özelliğini sağlar. Burada çatlak ilerlemesinin daha güç gerçekleşmesi, çatlak uçundaki plastik bölgede enerji yutulması ile sağlanır. Seramiklerde de çatlak uçunda bir miktar plastisite olmasına rağmen bu son derece sınırlıdır. Yutulan enerji çok az olup, kırılma tokluğu da düşüktür.

Bunun sonucu seramiklerin yumuşak metallere oranla kabaca ellide bir ($1/50$) gibi bir kırılma mukavemeti değerine sahip olduğu ortaya çıkar. Ayrıca hemen her zaman çatlak ve hata içerirler. Yapıda çatlakların oluşması birkaç yoldan gerçekleşir. En yaygın oluşum şekli, seramik malzemelerin üretimi sırasında yapısında küçük boşlukların kalmasıdır. Örneğin

sinterlenmiş ürünler tane sınırlarının etrafında köşeli boşluklar içerirler. Sıcaklık değişimi ile oluşan ısıl gerilmelerde yapıda küçük çatlaklar oluşabilmektedir. Hatta üretimden yada sıcaklık değişimlerinden çatlaklar oluşmasa bile, seramik malzemenin kullanımı sırasında korozyon veya aşınmada seramiğin yüzeyinde çatlaklar oluşturabilir. Çatlaklar bu yollarla oluşmadı ise, gevrek bir malzemenin yüklenmesi sırasında tek bir kayma sisteminde kolay kaymanın gerçekleşmesi ile de mümkündür.

Bazı mühendislik seramikleri yaklaşık olarak çeliğin yarısı kadar, 200 MPa civarı bir çekme mukavemetine sahiptir. Tipik kırılma tokluğu değeri olarak 2 MPa.m^{1/2} alındığında en uzun mikro çatlağın boyu 60 µm olup, bu değer hemen hemen orijinal tane boyutu ile aynı mertebededir. Çanak, çömlek, tuğla ve taş genelde çok daha düşük çekme mukavemetlerine (yaklaşık 20 MPa civarında) sahiptirler. Bu malzemeler üretim yöntemlerinde kullanılan tekniklerden dolayı mikro çatlaklar ve boşluklarla doludur. Bunların porozitesi %5-20 mertebesindedir. Mukavemeti belirleyen çatlağın boyu milimetrelerce uzunlukta olabilmektedir. (Kayalı, 2000)

Malzeme mukavemetinin ölçümünde, özellikle teknik seramik malzemelerin mikro yapısal hatalarından kaynaklanan mukavemet değerlerinin ölçülmesi, dizayn ve raporlama açısından tercih edilen ölçüm şeklidir. Metal ve ser-met kompozitleri ile kıyaslandığında seramiklerin en büyük dezavantajları ani gevrek kırılma davranışları göstermeleri ve kırılma mukavemetlerinin mikro yapıya son derece bağımlı olmasıdır. Griffith denklemi (denklem 2.1) uyarınca malzeme yapısındaki safsızlıklar ve mikro veya makro düzeydeki hatalar kırılma mukavemeti üzerinde son derece etkilidirler.

$$S_f = A \left(\frac{E \gamma_f}{C} \right)^{1/2} \quad (2.1)$$

S_f: Kırılma mukavemeti,

E: Elastiklik modülü,

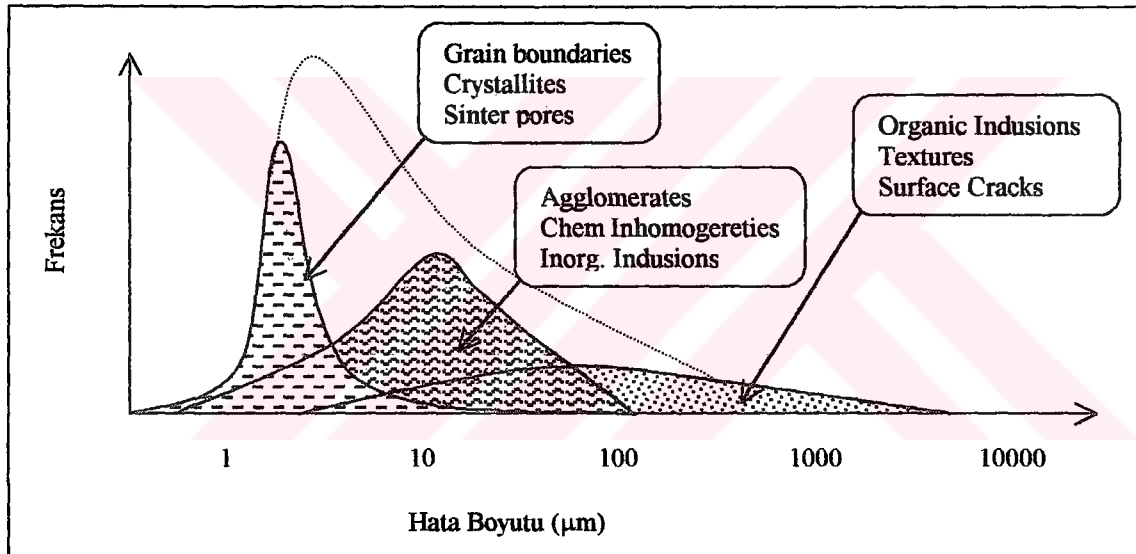
γ_f: Kırılma enerjisi,

C: Hata boyutu,

A: Hata şekil ve boyutuna bağlı bir sabittir.

Griffith'in önerdiği bu temel denklem kırılma mukavemetinin mikro yapıdaki hata boyutu ile ters orantılı bir ilişki içerisinde olduğunu göstermektedir. Seramik malzemeler için genel olarak numune mukavemetini o yapı içerisinde mevcut olan en büyük hata boyutu kontrol eder. Tipik bir seramik mikro yapısında bulunabilecek hatalar, yüzeysel ve iç hatalar olmak

üzere iki ana başlık altında incelenebilir. Yüzeysel hatalar mekanik yüzey hazırlama teknikleri sırasında istenmeden oluşturulabileceği gibi iç hataların yüzeye uzantıları şeklinde de kendisini gösterebilir. Malzeme iç hataları olarak sayılabilecek hataların başında boşluklar ve boşluk kümeleri gelmektedir. İlave olarak yapıda aşırı büyümüş tanelerin mevcudiyeti, ikincil bir faz ile bağlı tane sınırları ve mevcut iç çatlaklar iç hatalara örnek olarak gösterilebilir. Teknik seramik malzemelerde iç hataların büyük bir kısmı malzeme hazırlama süreçlerinden kaynaklanır. Toz karışımlarının homojen yapılamaması, sert topakların kırılmasına imkan vermeden gerçekleştirilen şekillendirme prosesleri, bağlayıcı olarak kullanılan malzemelerin veya diğer katkıların bazı bölgelerde yoğunlaşması ve homojen dağılım göstermemesi, tozlar ve asıtlar içerisinde sıkışmış hava kabarcıkları ham yapıdan sinterleme sırasında kolaylıkla atılamayarak nihai iç yapıda kalabilecek hataların başlıca oluşum nedenlerini olarak sayılabilirler.



Şekil 2.6 Üretim süreçlerinde bağlı olarak malzeme mikro yapısında oluşabilecek hata boyutu ile kırılma frekansının değişimi.

Şekil 2.6'da üretim süreçlerinden ileri gelen hata boyutlarının dağılımı gösterilmektedir. Bu şekle göre kalıplama hatalarından kaynaklanan hata boyutları çok geniş bir aralığa dağılarak malzemenin ölçülmek istenen iç hatalarına dayalı mukavemet değerlerinin ölçümünü engellemektedir. Öte yandan iç hatalardan dolayı oluşan kırılma frekansının daha dar bir aralık içerisinde yayılmış olması, ölçülen mukavemet değerlerindeki değişimin sistematik olarak değerlendirilmesini mümkün kılar. Bu şekil ayrıca bize mukavemet ölçümünü en fazla etkileyen ve mutlaka kontrol edilmesi gereken değişkenin, üretim süreçlerinden ileri gelen mikro yapısal hataların kontrolü olduğunu göstermektedir. (Toy, 1992)

Buna göre seramiklerin çekme mukavemetlerini geliştirmenin iki yolu vardır:

- i. Dikkatli kalite kontrolü ile çatlak boylarının azaltılması,
- ii. Alaşımlandırma ile kırılma tokluğunun artırılması yada seramik kompozit malzeme yapılmasıdır. (Toy 1992)

2.2.4. Isıl Şok Direnci

Ani sıcaklık değişiklikleri ile seramiklerde meydana gelen kırılma olayı önemli bir problemdir ve bu özellik ısı şok direnci olarak bilinir. Fakat bazı malzemeler, örneğin adi cam için ısı şok sıcaklığı 80°C olup, bu sıcaklık değişimlerinde kırılırlar. Silisyum nitrür gibi seramiklerde ise 500°C'lık ani sıcaklık değişimlerinde bile herhangi bir hasar oluşmaz. Bu durum, bu seramik malzemelerin içten yanmalı motorlardaki gibi yüksek sıcaklık değişimlerinin olduğu ortamlarda bile kullanılabilmesini sağlar.

Isıl şok direncini ölçmenin bir yolu yüksek sıcaklığa ısıtılmış bir seramik parçasını soğuk suyun içine atmaktır. Olay sırasındaki maksimum sıcaklık düşmesi (ΔT), ısı şok direncinin belirlenmesini sağlar. Eğer ısı genleşme katsayısı α ise, soğuyan yüzey tabakasındaki büzülme ile oluşan birim şekil değişiminin (ϵ) değeri 2.2 denklemi ile verilir.

$$\epsilon = \alpha \cdot \Delta T \quad (2.2)$$

Fakat yüzeyin soğumasına rağmen seramik malzemenin içi hala sıcaktır ve sıcak iç bölgeler, malzemenin soğuması ile büzülen yüzeyinde çekme gerilmesi oluştururlar. Yüzeyde oluşan bu elastik çekme gerilmesinin (σ) değeri ise 2.3 denklemi ile verilir.

$$\sigma = \alpha \cdot E \cdot \Delta T \quad (2.3)$$

Bu çekme gerilmesi, malzemenin çekme mukavemeti (σ_c) değerine ulaşırsa, seramik malzemenin yüzeyi çatlar ve dağılır. Bu durumda, ısı şok direnci değeri olan maksimum sıcaklık düşmesi ΔT , 2.4 denklemi ile hesaplanabilir.

$$E \alpha \Delta T = \sigma_c \quad (2.4)$$

Çeşitli seramik malzemeler için ΔT 'ni değeri çizelge 2.7'de verilmiştir.

Çizelge 2.7 Seramik malzemelerin ısı özellikleri.

Seramik Malzeme	Isıl Genleşme Katsayısı (MK^{-1})	Isıl Şok Direnci $\Delta T(K)$
Alümina	8,5	150
Bor silika camı	4,0	280
Porselen	3,0	220
Soda camı	8,5	84
Silisyum karbür	4,3	300
Silisyum nitrür	3,2	500
Zirkon	8	500
Çimento	10-14	50
Beton	10-14	50
Kireç taşı	8	100
Granit	8	100

Sıradan basit camlar için α yüksek, ΔT ise $80^{\circ}C$ gibi düşük bir değerdedir. Fakat yüksek performanslı mühendislik seramiklerinin pek çoğunda α düşük, σ_c ise oldukça yüksektir. Bu nedenle mühendislik seramiklerinin pek çoğu çok yüksek sıcaklıklarda herhangi bir kırılma olmaksızın aniden soğutulabilir. (Kayalı 2000)

2.3. Seramik Malzemelerin Uygulama Alanları

2.3.1. Yapı Seramikleri ve İnce Seramikler

Alışılmış inşaat malzemelerinden yapı tuğlaları, yüzey tuğlaları, kaldırım tuğlaları, yer altı künkleri, kiremit, boşluklu tuğla blokları, yer ve duvar karoları, diğer fayans ve gre ürünler zamanımızda genellikle yerel ham maddeler kullanılarak yüksek kalite ve uygun maliyetlerde üretilir hale gelmişlerdir. Şehirleşmenin, trafik koşullarının, hijyenik taleplerin, çevre şartlarının gereği olarak yeni türler ve kullanım alanları ortaya çıkmıştır. Temizlik ve görünüm araçlarından umumi yerlerin kaplanmasında, geniş alışveriş merkezlerinde, evlerde daha büyük oranlarda kullanılmaktadırlar. Yer altı geçitleri, karayolu tünelleri, tren ve metro istasyonları, hava alanları, otobüs terminalleri, şehir suyu tesisleri, şehir içi yollar bunların bolca kullanıldıkları yerlerin başlıcalarıdır.

2.3.2 Refrakter Seramik Malzemeler

Refrakter seramikler, çeşitli metal, cam, çimento, emaye gibi üretim endüstrisinin, enerji santrallerinin ve petrol rafinerilerinin çok önemli girdisini oluştururlar. Kil, kaolen, magnezit, dolomit, kromit, olivin, boksit gibi refrakter hammaddeler yeni teknikler ile saflaştırılarak daha üstün kalitede ve uzun ömürlü refrakter elde edilmektedir. Bunlardan başka çağdaş uygulamalarda karbürler, borürler, berilidler, silisidler gibi sentetik bileşikler de refrakter hammaddeleri arasına girmiş bulunmaktadır. Saflaştırılmış doğal minerallerden titan, zirkon, silis, krom oksit, alümin ile yüksek refrakter ürünler yapılmaktadır.

Bu grup seramik malzemelerin günümüzdeki uygulama alanları arasında roket motorları, izolasyon maddeleri, roket burun konileri, uzay araçlarının iniş ve kalkış düzenleri ve platformlarının yapımı sayılabilir. Uzay araçlarının dünyaya geri dönüşlerinde atmosferle temas halinde oluşan yüksek sıcaklığa ancak bu grup malzemeler, aracın ve içerisindeki astronotların uzayın ve güneşin radyasyonlarına karşı korunmalarını ve yüksek ısıdan etkilenmemelerini sağlarlar. İniş pistlerinin ısıya ve fiziksel etkilere karşı dayanımlı olmaları da genelde bu malzemeler kullanılarak sağlanır.

Refrakterlerle ilgili yeni geliştirilmiş bir uygulama türü de bunların elyaf haline getirilerek kullanılmalarıdır. Bunlar genelde ısı yalıtımı amaçları için fırınların dışı bazen de iç yüzeylerine kaplanırlar. Bazı yeni uygulamalarda, çelik konstrüksiyon elemanlarla takviye edilerek bütün fırın yapısı bu malzemelerden inşa edilmektedir. Bu suretle ısıdan, yerden ve malzemedeki ekonomi sağlanmış olmaktadır. Çağdaş yalıtım refrakterlerinden, başka bir tür

de yüksek poroziteli ve yüksek mekanik dayanımlı olarak üretilen refrakterlerdir. Bunlarla inşa edilen fırınların tekrardan yalıtılmalarına gerek kalmamaktadır. Sıvı metal ve cürufıla çalışılan fırınlarda porozitenin düşük olması önemlidir. Bu amaç için porozitesi düşük yada porsuz refrakterler de üretilmiştir. Cam fırınlar, zirkon esaslı tuğlalar, potalar için sürgülü kapak refrakterler bunlara örnek olarak verilebilirler.

Refrakterlerin uygulaması bakımından son zamanlarda kaydedilmiş olan başka bir gelişme de şekilsiz refrakterlerin kullanılmasının şekilli tuğlalara nazaran çok artmış olmasıdır. Toz halinde, az nemli ve plastik hale getirilen refrakter kompozisyon, fırınlarda, potalarda ve çeşitli onarım işlerinde daha ekonomik olarak kullanılmaktadır. Bu biçimdeki refrakterlerle fırınlar bazen soğutmaya gerek kalmadan da onarılabilmektedir. Bu tür uygulama esnasında soğukta mukavemetin sağlanması için karışıma refrakter çimento ilâve edilmektedir.

2.3.3. Camlar

Günümüzde cam katı ve yumuşak, elastik ve kırılğan, dayanıklı ve dayanıksız, bazen çelik kadar mukavemetli olabilmektedir. Bazı camlar suda çözünebildikleri halde bazıları kuvvetli asitlerden bile etkilenmezler.

Bor katkılı borosilikat camlar ısısal dayanımı yüksek, kimyasal etkilere dayanıklı, sıcaklık değişmelerinden etkilenmeyen camlardır. Mutfak malzemeleri, laboratuvar camları olarak kullanılırlar.

Kurşun oksit içerikli kurşunlu camlar (Kristal cam) süs eşyaları, kontrol cihazları, termometre, barometre yapımında ve nükleer radyasyonlara karşı koruyucu olarak kullanılırlar. Bunların elektrik dirençleri de yüksektir. Isıl şok dayanımı alümin ilavesi ile artmaktadır ki bunlara alüminli camlar denir. Flor bileşikleri içeren camlar genellikle aplik, karpuz gibi ışıktandırma amaçları için kullanılırlar.

Ergitilmiş silis ve silika camları tamamen SiO_2 ten oluşmuşlardır ve hem saydam hem de yarı saydam olabilirler. Bu tür camlar teleskop aynalarının yapımında, cıva buharlı ampullerin dış zarflarında, güneş pillerinin kapaklarında kullanılırlar. Bunlardan bazı türler uzay araçlarının gözetleme pencerelerinde ve bir çok endüstriyel tesislerde yer alırlar.

Yüzeyleri başka madde ile kaplanmış veya yüzeylerine başka bir maddeden zar geçirilmiş halde de olabilirler. Çeşitli aynalar, elektrik ve elektronik devreler için rezistörler, uzay

ısıtıcıları, buğulanmayan camlar, ısı yansıtıcı refrakterler olarak kullanılan camlar bu camlardır.

Hatasız ve yüksek ışık geçirgenliği olan optik camlar, gözlük camı, kamera, mikroskop ve sayısız bilimsel teknik gereçleri oluştururlar. Parlak ışıktaki kararan ışığa duyarlı camlar, lens ve güneş gözlüklerinde kullanılır. Fotoğrafçılıkta kullanılan ışığa duyarlı mercek olarak da üretilmektedirler.

Cam fiber (elyaf) haline getirildikten sonra ısı ve ses yalıtımı gibi çeşitli amaçlar için kullanılır. Cam fiberlerden, plastiklere kompozit haline getirildikten sonra hacimli eşyalar üretilmektedir. Çeşitli depo ve tanklar, otomobil karoserleri, botlar, deniz motorları fiber-glass denilen bu kompozitten yapılabilirler. Daha estetik fiberlerden yanmayan perde ve örtü gibi tekstil ürünleri, balık oltaları, tenis raketleri gibi spor malzemeleri imal edilmektedir. Bunlar, diğer tür seramik fiberlerle kompozit hale getirilerek kolon, kiriş ve benzeri inşaat elemanları olarak yapılarda kullanılmaktadırlar. Bu yapılar çok hafif ve kompozit olduklarından yangına, fırtınaya, çürümeye ve böcek tahribatına dayanıklı olmaktadır. Ses ve ısı yalıtımında fiber camlardan başka cam köpüğü veya gözenekli hale getirilen camdan da yararlanılmaktadır.

Optik cam fiberler telefon konuşmalarının ışık haline dönüştürülerek ışığın kablo içinde çeşitli açılarda yansıtılmak sureti ile iletilmesinde kullanılan kabloların üretiminde kullanılırlar.

Bazı camlar, birtakım katkı maddelerinin ilavesi ile ve özel ısı işlemleri ile kristalleşebilmektedirler. Böylece elde edilen ürün, cam ve kristalden oluşmuş bir mikroyapıya sahip olur. Bu suretle elde edilen kristal mikroyapı kompakt ve sağlam bir yapı olup yararlı özelliklere sahip olabilirler. Isıl şok dirençleri yüksek, ısıl genleşme katsayıları düşüktür. Bu yöntemlerle mutfak malzemeleri, tezgah üstü plakaları üretilmektedir. Aynı sistemle üretilmiş malzemeler roketlerin burun konilerinde de uygulanmaktadır. Cam seramik bileşikler bazı özel bileşimlerde hazırlandıkları takdirde manyetik özelliklere ve yüksek kondansasyona sahip olabilirler. Bu türler elektronik devrelerde dielektrik amaçlar için uygulanmaktadır. Bunlardan başka, manyetik camlar küçük doğru akım motorlarında, bilgisayar hafıza çekirdeklerinde, televizyon devrelerinin bağlantılarında, diğer telekomünikasyon sistemlerinde, antenlerde yalıtkan olarak kullanılmaktadır.

2.3.4. Elektronik Seramik Malzemeler

Elektronik seramiklerden bir grup silisyum, galyum arsenit, kurşun tellürid, bakır oksit, magnezyum iyodür, cıva iridyum tellurid, çinko sülfid, kadmiyum selenid gibi yarı iletkenlerdir. Bunların elektrik dirençleri metaller ile yalıtkanlar arasındadır. Baryum titanat, potasyum hidrojen fosfat, raşel tuzu bu grup bileşikler olup bunlar dielektrik yükselticilerde, akustik transduserlerde ve seramik kondansatörlerde kullanılır. Transduserler bir sistemden aldıkları enerji ile aktive olurken başka bir sisteme başka bir biçimde enerji sağlarlar. Bunlara mikrofonlar, telefon ahizeleri, hoparlörler, otomobil kornaları, kapı zilleri, barometreler, müzik pikapları, fotoelektrik cihazlar örnek olarak sayılabilir. Termisterler, varistörler, sensörler seramikleri içeren diğer elektronik sistemlerdir. Bunlar evlerde, iş yerlerinde, ticari ve sınıai alanlarda, askeri amaçlı tesislerde, uzay araçlarında, tıpta, bilimsel araştırmaların değişik aşamalarında büyük miktarlarda kullanılırlar. İletişimde telefon, radyo, televizyon, ses kayıt ve pikap cihazlarında çok çeşitli yer ve amaçlarda kullanılırlar. Bilgisayarların, yazı yazma sistemlerinin, kopya cihazlarının önemli elemanlarını teşkil ederler. Ev aletlerinde mikrodalga fırınlar, buzdolapları, çamaşır makineleri, bulaşık makineleri, güvenlik alarmları, elektrik şalter tertibatları, klima cihazları, saatler bu elemanların başlıca kullanıldıkları yerlerdir. Endüstride bunlar, malzeme akış kontrol elemanlarında, kimyasal proses, emniyet cihazları, otomasyon ve kalite kontrol ekipmanları gibi sistemlerde yer alırlar. Askeri amaçlı kullanım yerleri arasında radarlar, navigasyon araçları, roket atma sistemleri, güdümlü füzeler, ateşleme düzenleri sayılabilir. Bu seramikler tıpta radyoloji, elektrokardiyografi, elektroensefalografi, elektromiyografi, elektroşok cihazları, ultrasonik cihazlar, işitme cihazları gibi alanlarda kullanılırlar.

2.3.5. Piezoelektrik Cihazlar

Piezoelektrik seramik malzemeler, elektro mekanik transduserlerdir, mekanik titreşimleri elektrik gerilimlere çevirirler veya elektrik gerilimleri mekanik güce dönüştürürler. Baryum titanat, kurşun zirkonat titanat, potasyum sodyum niobat ve benzeri çok kristalli malzemeler bu tür seramiklerdendir. Seramik yalıtkanlar gibi üretildikten sonra, sürekli polarizasyonun sağlanması için kuvvetli doğru akıma maruz bırakılırlar. Bunların günümüzde uygulama alanları şöyle sıralanabilir;

Yüksek voltaj jeneratörleri: Gazla çalışan ev aletleri, çakmaklar, patlayıcı maddeler için ateşleyici düzenler, flaş ampulleri, küçük benzin motorları.

Ultrasonik jeneratörler: Ultrasonik temizleme, ekolu seslendirme, su altı telefonu, ultrasonik kaynakçılık, atomizasyon, pulverizasyon.

Ses ve ultrases çevirgeçleri (Transduserler): Mikrofon, telefon, alarm cihazları, uzaktan kumanda, hoparlör, sinyalizasyon.

Duyargaçlar (Sensörler): Plak çalarlar, hız ölçü aletleri, tıbbi cihazlar, müzik aletleri.

Rezonans ve filtreler: Radyo, televizyon, uzaktan kumanda ve diğer iletişim cihazları.

Diğer alanlar: Renkli televizyon, elektronik bilgisayar, telebaskı, kumar makineleri, telefon ve akış kontrol cihazları.

2.3.6. Nükleer Enerji Seramik Malzemeleri

Nükleer fisyon için gerekli yakıtın elde edilmesinde kullanılan seramik malzemeler uranyum, plütonyum, toryum oksit ve karbürleridir. Grafit, berilyum oksit seramikleri radyasyon zırhlanmasında kullanılırlar ve fisyon esnasında çıkan nötronların hızını kontrol ederek, yavaşlatırlar. Yakıt elemanları ve yavaşlatıcıların (moderatörlerin) dışında, nükleer alanda enerji santrallerinin yapımında ve buradan çıkan radyasyonların zırhlanmasında diğer birçok, seramik malzeme kullanılır. Yapı seramikleri, ince seramikler, refrakterler, elektro ve elektronik seramikler ile bunlardan yapılmış cihazlar, emaye ve refrakter malzemelerle kaplanmış metaller bunlar arasındadır. Radyasyonun mevcut olduğu bölgelerde ağır beton zırhlar kullanılır. Ağır betona agrega olarak, kum ve çakılın yanı sıra, barit gibi ağır mineraller veya kurşun ve demir parçaları katılabilir. Bu beton sayesinde radyasyonun zararlı biyolojik etkileri minimuma indirgenir.

2.3.7. Uzay Araçlarında Seramik Malzemeler

Seramik malzemeler, ham madde ve ürün halinde, her çeşit uçaklarda, füzelerde ve uzay araçlarında geniş bir uygulama alanına sahiptirler. Çimento, beton, refrakter beton, yapı seramikleri ve ince seramik ürünler uçuş pistlerinin ve platformlarının yapımında, çeşitli refrakter seramikler roket memelerinde ve ısı yalıtımlarında kullanılırlar. Cam ve seramik kaplı metaller ise elektrik, elektronik ve nükleer seramik ölçü ve kontrol cihazlarında, roket motorları, enerji üretim sistemleri, uzay ve yer kontrol sistemleri, güdüm sistemleri, ilk hareket ve dünyaya dönüş sistemlerinde kullanılırlar.

2.3.8. Lazer Işınları Seramikleri

Lazerlerin bilimsel, teknolojik, ticari, endüstriyel, askeri ve uzay çalışmaları ile ilgili sayısız uygulama alanları mevcuttur. Metal ve seramik yüzeylere tutulduğunda çok büyük bir ısı ortaya çıkar. Bu ısı ile malzemeleri delmek, yontmak, mümkündür. Bunlardan başka lazer ışınları tıpta, gece fotoğrafçılığında, meteorolojik ölçümlerinde, depremleri haber almada, güdümlü füzelerde, askeri silah ve bombalarda, bilgisayar, radyo, televizyon, ofis makinelerinde çok geniş bir uygulama alanına sahiptirler.

2.3.9. Seramik Motorlar Makineler ve Makine parçaları

Son yıllarda seramik malzemelerin en ilginç ve dikkat çekici kullanım alanı otomobil motorlarıdır. Bunlardan başka türbin rotorları, piston halkaları, silindir gömlekleri, sabit küçük motor parçaları üretilerek sürekli olarak kullanılmaktadırlar. Motor ve makinelerin yapımında reaksiyon ile sinterlenmiş Si_3N_4 , kimyasal buhardan çökeltilmiş Si_3N_4 , reaksiyonla sinterlenmiş SiO , yüksek mekanik ve ısı dayanımlı SiC , hegzagonal BN, sinterlenmiş ZrO_2 , cam fiber, SiC fiber, Al_2O_3 fiber ve SiC -epoksi reçine kompozitleri gibi seramik bileşiklerinden yararlanılmaktadır.

2.3.10. Seramik Aşındırıcı Malzemeler

Aşındırıcılar, metallerin şekillendirilmesi, rötuş ve bakımları için kullanılırlar. Ayrıca maden ve petrol sondaj araştırmalarının başlıca malzemeleridirler. Sondaj matkap uçları seramik aşındırıcılardan yapılırlar. Doğal seramik aşındırıcılar elmas, zımpara taşı, silis, alümina ve sert olan diğer seramik minerallerdir. Günümüzde bunların yerini kısmen yada tamamen sert sentetik seramikler almıştır. Alümina, silisyum karbür, bor karbür, bor nitrür, tungsten karbüryeni aşındırıcıların önemlileri arasında sayılabilirler. Bez ve kağıttan bantlara veya varaklara kaplanmış olarak, çeşitli formlarda taşlar halinde veya toz halinde çeşitli yerlerde kullanılırlar. Aşınmaya dayanıklı olan bu bileşiklerden üretilen yataklar saat ve birçok bilimsel araştırma cihazlarında kullanılmaktadırlar.

2.3.11. Biyoseramik Malzemeler

Seramik malzemelerin korozyona karşı dayanıklı olmaları nedeni ile diş hekimliğinde ve tıpta çeşitli uygulama alanları vardır. Geleneksel porselen dişler gibi yeni ortopedik protezler kemik özürlerinin tamirinde veya tamamen yenilenmesinde kullanılmaktadır. Seramiklerin gözenekli yapıları, kemiğe benzerliklerini arttırmakta, dokuların bu yapı içerisinde kemiklerinkine benzer bağlantıları oluşturmalarına yardımcı olmaktadır. Bu amaçla geliştirilmiş seramik endoprotezler, biyocamlar, ortopedik cerrahide ve yapay kalp çalışmalarında kullanılan malzemelerdir.

2.3.12. Süperiletken Seramik Malzemeler

Süper iletkenlik, iletkenin geçen elektrik akımının herhangi bir dirençle karşılaşmaması ile mümkün olur.

Süper iletken kullanımı ile enerji iletimi sırasında ısı şeklinde yitirilen % 20 civarındaki kayıplar geri kazanılmış olacaktır. Bundan başka raysız ve elektromanyetizma ile çok hızlı

giden trenlerin, çok küçük boyutlu bilgisayarların gerçekleştirilebilmesi mümkün olabilecektir. (Erdinç 1987)

Seramik malzemeleri kullanım alanlarına göre aşağıdaki şekilde sıralayabiliriz.

1) Yapı Seramikleri;

- i. Tuğla,
- ii. Kiremit,
- iii. Duvar kaplama plakaları,
- iv. Yer kaplama plakaları,
- v. Sağlık gereçleri,
- vi. Su boruları,
- vii. Kanalizasyon boruları,
- viii. Baca boruları.

2) Ev Eşyası seramikleri;

- i. Saksı, çanak, çömlek,
- ii. Süs eşyaları,
- iii. Sofra seramikleri,
- iv. Ateşe dayanıklı pişirme kapları.

3) Elektrik;

- i. Şalter parçaları,
- ii. Sigorta parçaları,
- iii. Alçak gerilim izolatörleri,
- iv. Yüksek gerilim izolatörleri,
- v. Yalıtım seramikleri,
- vi. Ateşleme buji seramikleri.

4) Elektronik Seramikler;

- i. Manyetik seramikler,
- ii. Dielektrik seramikler,
- iii. Piezoelektrik seramikler.

5) Refrakter Seramikler;

- i. Ateş tuğlası,
- ii. Silika tuğla,
- iii. Bazik tuğla,

- iv. Karbon tuğla,
 - v. Grafit,
 - vi. Silisyum karbür,
 - vii. Refrakter haçlar,
 - viii. Ateş çimentosu,
 - ix. Oksit Refrakter,
 - x. Seramik elyaflar.
- 6) Aşındırıcı Seramikler;**
- i. Zımpara taşları,
 - ii. Zımpara tozları,
 - iii. Sentetik elmas.
- 7) Bio Seramik;**
- i. Seramik kemikler,
 - ii. Seramik protezler,
 - iii. Seramik dişler.
- 8) Nükleer Seramikler;**
- i. Nükleer yakıt seramik sistemleri,
 - ii. Radyasyona karşı ağır betonlar.
- 9) Mekanik Seramikler;**
- i. Piston, yatak,
 - ii. Motor gövdesi.
- 10) Ser-metler;**
- i. Seramik metal karışımı parçaları.
- 11) Uzay Araçları Seramikleri;**
- i. Isı ve sürtünmeye karşı dayanıklı kılıflar,
 - ii. Uçuş pist platformları.
- 12) Süper iletken Seramikler;**
- i. Enerji üretim sistemleri.

2.4. Seramik Üretimi

2.4.1. Seramik Tozların Üretimi

Geleneksel Seramik endüstrisinde kullanılan hammadde üretim yöntemi karıştırma, kalisinasyon ve öğütme işlemlerini içerirler. Modern seramik üretiminde çok ince ve homojen tozlara ihtiyaç vardır. Bu nedenle, gerek laboratuvar ve gerekse endüstriyel uygulamalar için çeşitli toz üretme yöntemleri mevcuttur.

Seramik tozlarının özellikleri, seramik üretiminin en kritik faktörlerinden birisidir. Mükemmel bir tozun saf, homojen, boyutunun ise mikro mertebesinin altında ve dar bir dağılım aralığına sahip olması gerekir. Bu nitelikteki tozlar ile yapısal ve elektronik seramikler kusursuz olarak üretilabilmektedir. Üstün kalitedeki ürünler için araştırmacılar çeşitli prosesler üzerinde çalışmaktadırlar. (Geçkinli, 1992)

Mikron ve mikron altı boyutlarda toz malzeme iki yöntem ile hazırlanabilir,

1. **Geleneksel yöntem:** Geleneksel yöntem ile toz malzeme hazırlama şu aşamalardan ibarettir.

- i. Karıştırma,
- ii. Kalisinasyon,
- iii. Öğütme.

2. **Geleneksel olmayan yöntem:** Bu prosesler düşük sıcaklık yöntemleri ve yüksek sıcaklık yöntemleri olarak ikiye ayrılır.

2.4.2. Seramik Ürünlerin Şekillendirilmesi

İleri teknoloji seramiklerinin şekillendirilmesinde, değişik yöntemlerden faydalanılır. Kullanılacak şekillendirme yönteminin seçiminde, üretilecek parçaların boyutları, miktarı ve fiziksel özellikleri göz önüne alınır. Diğer taraftan, şekillendirme proseslerine bağlı olarak seramik tozları, çeşitli katkı maddelerinin ilave edilmesi ile hazırlanır.

Seramik tozların boyutlarının çok ince olması, reaksiyon yüzeyini arttıracığından sinterlenmeyi kolaylaştırmaktadır. Dolayısıyla, daha düşük sıcaklıklarda veya daha kısa sürede reaksiyonun gerçekleşmesi mümkün olmaktadır. Toz boyutunun yanı sıra, toz boyutu dağılımı da önem taşımaktadır. Bu konu özellikle yoğunlaşma için önemlidir. Tozların belli bir boyutta olmasından ziyade, belli bir boyut dağılımı göstermesi tercih edilmektedir.

Kusursuz bir ürün için homojen olarak tozların hazırlanması gereklidir. Şekillendirme prosesine bağlı olarak tozlara bir takım katkı maddeleri ilave edilir. Bunlar;

- i. Bağlayıcılar: Pişmemiş, yaş haldeki ürünlere mukavemet kazandırmak için ilave edilir. Yaş mukavemeti artırır. Tozların kaymasını, kalıptan kolayca sıyrılmayı sağlar. Seramik teknolojisinde kullanılan bağlayıcılar iki ana gruba ayrılır. Bazı seramik bağlayıcılar çizelge 2.8’de verilmiştir.
- ii. Yağlayıcılar: Presleme esnasında tozlar arasındaki sürtünmeyi azaltır.
- iii. Sinterleme amacıyla ilave edilen katkı maddeleri: Yoğunlaşmayı artırır.
- iv. Termoplastikler: Belirli bazı şekillendirme yöntemleri için gerekli kolaylığı sağlar. Plastikliği artırıcı ilaveler şekillendirme esnasında plastik deformasyonu sağlar.
- v. Defokülantlar: Çamurun PH seviyesini kontrol eder, toz yüzeylerindeki elektrik yükünü ve topaklanmayı kontrol eder.
- vi. Islatıcılar: Yüzey gerilmesini azaltır.
- vii. Suyu tutan madde: Presleme esnasında suyun seramik bünyesinde kalmasını sağlar.
- viii. Antistatik madde: Elektrik yükünü kontrol eder.
- ix. Antiform madde: Köpük oluşmasını önler.
- x. Form stabilizer: İstenen köpüğü sağlamlaştırır.
- xi. Mantar ve bakteriye karşı yapılan ilaveler: Bekletilme sırasında bozulmayı engeller.
- xii. Diğer ilaveler: İstenmeyen iyonları aktive etmez. (Geçkinli, 1992)

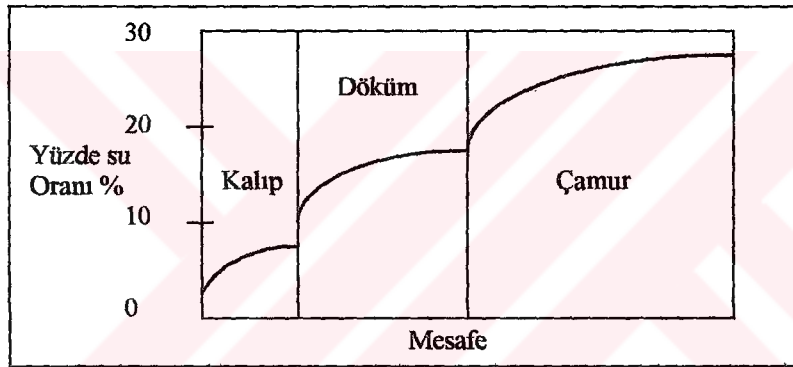
Çizelge 2.8 Seramik malzemelerin şekillendirme proseslerinde kullanılan bağlayıcılar.

Organik	İnorganik
Polivinil alkol	Kil
Balmumu	Bentonit
Selülöz	Mg-Al silikatlar
Dextrin	Çözünen silikatlar
Termoplastik reçine	Organik silikatlar
Lignin	Kolloidal silika
Lastik	Kolloidal alumina
Kazein	Alüminatlar
Albümin	Fosfatlar
Bitüm	Borofosfatlar

İleri teknoloji seramiklerinden, elektronik seramikler ile yapısal amaçlı kullanılan seramiklerin geleneksel yöntemlerle şekillendirilmesi mümkün değildir. Bu ürünlerin şekillendirilmesinde kullanılan yöntemler şunlardır: Slip-döküm, enjeksiyonla kalıpta şekillendirme, ekstrüzyon, şerit döküm, kuru presleme, isostatik presleme, yüksek sıcaklıkta tek yönlü presleme, Yüksek sıcaklıkta isostatik presleme (HIP), kendi kendine ilerleyerek oluşan yüksek sıcaklık sentez yöntemi (SHS ve SPS).

2.4.2.a. Slip-Döküm

Uygun katkıları ile hazırlanan çamur, alçı kalıplara dökülür. Çamurdaki su, gözenekli alçı kalıp tarafından emilir. Bu basit yöntem her boyut ve her şekildeki parça üretimi için elverişlidir. Pişme esnasında çekme miktarı tipik olarak % 25-30 mertebesindedir. Şekil 2.7'deki grafik döküm sırasındaki su dağılımını göstermektedir.



Şekil 2.7 Slip-Döküm sırasında kalıp, döküm ve çamurdaki su dağılımı.

2.4.2.b. Enjeksiyonla Kalıpta Şekillendirme

Bu yöntem, sürekli üretim halinde kullanılır. Bu proseste toz boyutu mikronun altındadır ve çeşitli termoplastik reçine ve plastiteyi artırıcı katkı maddeleri ilave edilir.

2.4.2.c. Ekstrüzyon

Seramik tozları, yeterli plastikliği sağlamak amacı ile % 20-30 mertebesinde organik bağlayıcı ile karıştırılır ve rutubet kontrol edilerek arzu edilen boyutlarda ekstrüzyon uygulanır.

2.4.2.d. Şerit Döküm

Şerit döküm yöntemi, inorganik seramik malzemenin sıvı içerisinde dağıldığı seramik çamurunun hazırlanması ile başlar. Burada sıvı faz, çözücü (solvent) içerisinde seyreltilmiş halde organik bağlayıcılar ile plastikliği düzenleyen eden katkı maddelerini içermektedir.

Hazırlanan çamur, düz bir yüzeye yayılır ve çözücünün bünyeden uçurularak uzaklaşması sağlanır. Böylece, kurutulan malzeme inorganik seramiği ve geçici plastik bağlayıcıyı içerir. Kurutulan şerit, yüzeyden sıyrılabilir ve kağıt veya deri gibi ele alınabilir.

2.4.2.e. Kuru Presleme

Bu yöntemde seramik tozları, uygun bir bağlayıcı ve yağlayıcı ile karıştırılarak, metal bir kap içerisinde tek eksenli yük altında kuru olarak sıkıştırılır. Bu yöntemde toz boyutunun dağılımı önem taşır. Yöntem, plaka gibi düz parçaların üretimine uygundur.

2.4.2.f. İsostatik Presleme

Bu yöntemde tozlar, kuru preslemede olduğu gibi hazırlanır ve sıvı geçirmeyen lastik kaba konulur. Sistemin havası boşaltılır. Kalıbı çevreleyen sıvı, 400 MN m^{-2} kadar sıkıştırılır. Bu şekilde pişmemiş yoğunluk % 50 mertebesine ulaşır ve pişme ile de bu değer teorik yoğunluğa ulaşabilir. (Geçkinli, 1992)

2.4.2.g. Yüksek Sıcaklıkta Presleme

Seramik ürünlerin yoğunluğunu arttırmak için genellikle sıcak preslemeye ihtiyaç duyulur. Sinterleme, yüksek sıcaklık ve uzun bir sürede bile yapılsa, son yapıda yoğunluk yayınma prosesine dayandığı için, yayınmanın hızlı bir şekilde gerçekleşmesi ancak yüksek yayınma hızlarının olduğu ergime noktasına yakın sıcaklıklarda gerçekleştirilebilir. Ancak bu uygulamalarda bazı zorluklar vardır. Örneğin, refrakter seramik malzemelerde ergime sıcaklığı çok yüksek olduğundan, yüksek sıcaklıklarda sinterleme teknik ve ekonomik açıdan mümkün değildir. Seramiklerin üretiminde faz dönüşümü nedeni ile yüksek sıcaklıkta sinterleme yapmak mümkün değildir.

Sıcakta preslemenin değişik uygulamaları mevcuttur. İki şekilde uygulanabilir. Bunlardan birincisi kuru preslemeye benzerdir. Ancak presleme fırın içerisinde yapılmaktadır. (Şen ve Öveçoğlu, 1993)

Özellikle oksit olmayan seramiklerin üretilmesi, genel olarak yüksek sıcaklık işlemleri ile gerçekleştirilmektedir. Yüksek sıcaklıkta seramik toz veya komptakt malzeme üretiminin değişik yöntemleri vardır. Bunlardan bazıları;

- i. Sıcakta presleme
- ii. HIP (High Isostatic Pressing)
- iii. SPS (Self Propagation Synthesis)
- iv. Gaz basıncında yanma sinterlenmesi (Gas Pressure Combustion Sintering)

Bu yöntemlere bağlı olarak seramiklerde görülen deformasyon özelliklerinden, sürünme olayı büyük öneme sahiptir. Bu yöntemlerle üretilen seramikler ve özellikleri hakkında da günümüzde çok geniş araştırmalar yapılmaktadır.

2.4.2.h. Yüksek Sıcaklıkta Tek Yönlü Presleme

Bu yöntem kuru preslemeye benzerdir. Ancak presleme işlemi bir fırın içerisinde gerçekleştirilir.

2.4.2.i. Yüksek Sıcaklıkta İsostatik Presleme (HIP)

Klasik yöntemlerle gözenekliliği ortadan kaldırmak için gereğinden yüksek sıcaklık ve basınç altında uzun süre malzemeyi tutmak gerektirmektedir. Oysa, işlemin daha düşük sıcaklıklarda ve kısa sürede tamamlanması hem mikro yapısının ince kalması hem de enerji tasarrufu açısından önem taşımaktadır.

Yüksek sıcaklıkta isostatik presleme yönteminin kinetiğine etki eden parametreler sıcaklık, basınç, toz boyutu ve malzemenin mekanik davranışdır. HIP prosesinde yoğunlaşma (densifikasyon), büyük ölçüde atomların yayınması ile değil, toz malzemenin hareketi ile gerçekleşir.

2.4.2.j. Kendi Kendine İlerleyerek Oluşan Yüksek Sıcaklık Sentez Yöntemi (SHS. ve SPS)

Direkt olarak seramik üretmek için kullanılan SPS / SHS tipi tepkimeler, reaksiyonun oluşum mekanizmaları ve nihai malzeme sonuçları birlikte düşünülerek gerçekleştirilir. Diğer yöntemler, bileşimler ve mikro yapılar karşısında yetersiz kalabilmektedirler. SPS / SHS için bu dezavantajların etkisi pek görülmemektedir. Bu yöntemin avantajlarından bir tanesi de düşük fiyatlı hammaddelerin kullanılabilir olmasıdır. SPS / SHS yöntemlerinde, yüksek oluşum enerjisi ile bileşiklerin birlikte şekillendirilmesi yüksek ısı veren tepkime ile birlikte olmalıdır. Tepkime ateşleme ile başlar ve ilerleme hızı 0,1-20 cm/s mertebesindedir. Bu yöntemlerle 300 den fazla gelişmiş seramik ve kompozit malzeme 1993 yılı itibarı ile üretilenmiştir. Tepkime yaklaşık 1700-3200 °C civarında gerçekleşmektedir. SHS tipi reaksiyonlar için üç temel koşul yerine getirilmelidir.

- i. Tepkime şiddetli ısı verilerek gerçekleşmelidir. Genellikle 40 Kcal/mol mertebesinde tepkime ısısı gereklidir.

- ii. Tepkime sırasında yayınlanmayı hızlandırmak için sıvı faz oluşturulmalıdır. En uygun şartlar, sıcaklığın elde edilen ürünün ergime sıcaklığına eşit veya üzerinde olduğu zaman sağlanır.
- iii. İlerleyen tepkime dalgasına ait ısı yayılımı, ısının oluşma hızından daha yavaş olmalıdır. Isının yayılımı toz boyutu, kitlenin yoğunluğu ve yüzey/hacim arasındaki oranla yakından ilgilidir.

Çizelge 2.9'da SHS yöntemi ile üretilen süper alaşımlar ve gelişmiş seramiklerden bazıları verilmiştir. (Şen ve Öveçoğlu 1993)

Çizelge 2.9 SHS. yöntemi ile üretilen süper alaşımlar ve gelişmiş seramikler.

Seramikler	TiC, TaC, SiC, B ₄ C, TiB ₂ , ZrB ₂ , ALN, SiALON, BN, TiN, TaN, NbN, MoSi ₂ , TiSi ₂ , MoS ₂ , MoSe ₂ , CdS		
Alaşımlar	TiNi, TiAl ₃ , NiAl, CoAl		
Kompozitler	Reaksiyon Öncesi		Reaksiyon Sonrası
	3TiO ₂ +4Al+3C		3TiC+2Al ₂ O ₃
	TiO ₂ +Zr+C		TiC+ZrO ₂
	3SiO ₂ +4Al+3C		3SiC+2Al ₂ O ₃
	SiO ₂ +2B+C		SiC+2MgO
	2Ti+2B+C		TiC+TiB ₂

2.4.2.k. Gaz Basıncı Altında Yanma Sentezlenmesi (Gas Pressure Combustion Sintering)

Yanma sentezlemesi yöntemi, ekonomik bir şekilde ve tek bir proseste yoğun malzeme üretimi için tasarlanmıştır.

Gaz basıncı altında yanma sinterlenmesinde, hammadde yanma tepkimelerine bağlı olarak presleme ile şekillenir ve bor silikat cam ile kaplanır. Gaz basıncında presleme metodu için HIP teçhizatları kullanılır. Farklı olarak ateşleme için iki elektrot yerleştirilmiştir. (Şen ve Öveçoğlu, 1993)

2.5. Alümina

Alüminanın bilimsel keşfi, geçen yüzyıl olarak kabul edilir. Ancak ticari olarak kullanımı 1907 yılında alümina seramik üretimine ait bir patent ile başlamıştır. Geniş çapta ticari üretimi ve kullanımı ise 1930'lu yılların başlarına rastlar. (Geçkinli, 1992)

Alüminyum oksit yer kabuğunun yaklaşık % 25'ini oluşturmaya rağmen genellikle serbest halde bulunmaz. Seramik malzemelerin üretiminde en geniş kullanım alanı bulan yine alüminyum oksit (Al_2O_3) tozlarıdır. Alümina seramikler, cam üretiminde, bio-seramiklerde, laboratuvar malzemelerinde ve elektronik devre altlıklarında kullanılmaktadır. Teknik seramikler denilen grup içerisinde en çok üretilen ve kullanım alanı bulan alümina ve alümina bazlı seramiklerdir. (Günay vd., 1994)

Üretim imkanlarının gelişmesi ve araştırmalardan oluşan bilgi birikimi sonucu günümüzde alüminanın kullanım alanı önemli miktarlarda artmıştır. Bugün alümina özellikle yüksek sıcaklık fırınlarında geniş çapta kullanılmaktadır. Bunun yanı sıra kesici takım, yatak malzemesi, tekstil endüstrisinde iplik kılavuzu olarak ayrıca, zırh yapımında, tıpta implant ve protezlerde kullanılmaktadır. (Geçkinli, 1992)

Alümina, oksit bir seramik malzemedir. Tabiatta kristal halde bulunan alüminyum oksit, "Korund" olarak isimlendirilmiştir. Korund, elmas ve elmas formundaki sentetik birkaç bileşikten sonraki en sert yapıdadır. Bazı safsızlıklar ihtiva eden şekline "zımpara taşı" denmektedir.

Alümina, kalsine ve yüksek safiyette alümina olarak sınıflandırılmaktadır. Alümina tozlarından kalsine alüminalar, sodyum oksit (NaO_2) içerikleri ve toplam safsızlık (empürite) oranına göre üç gruba ayrılmaktadır.

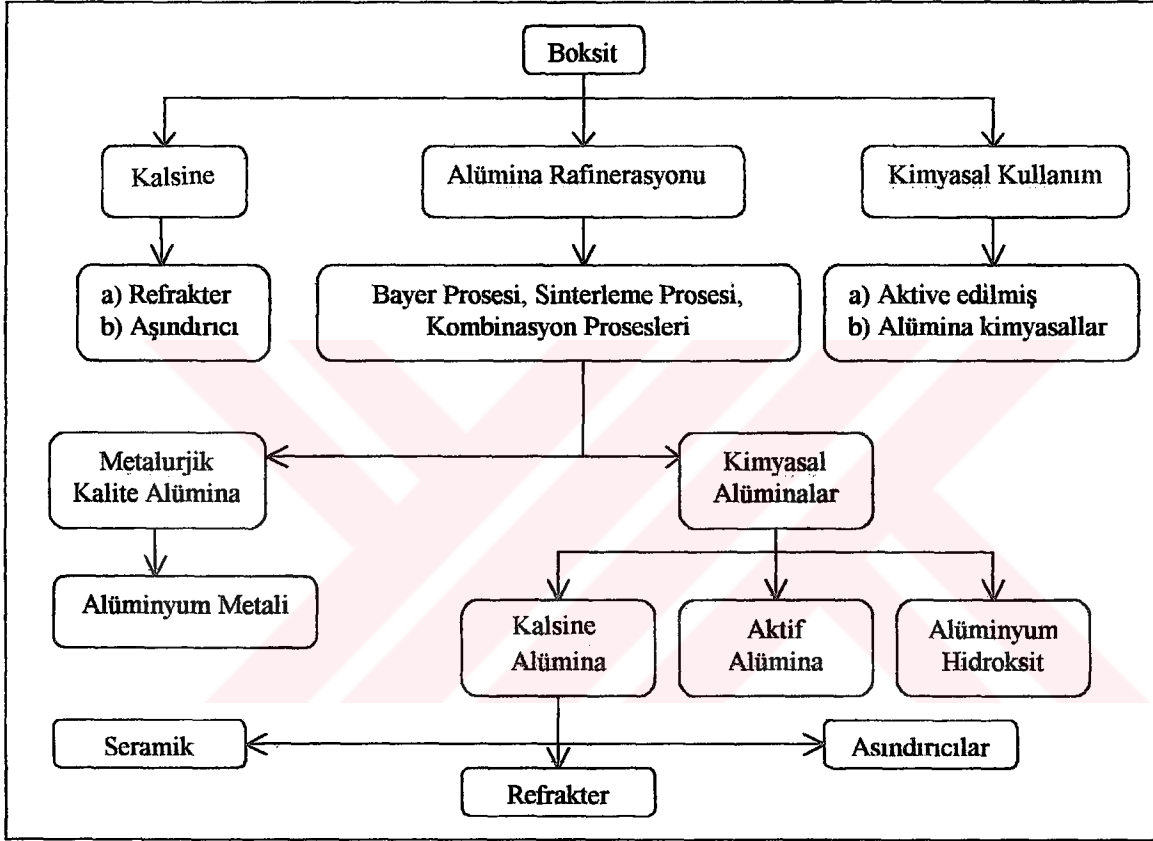
1. Grup: Normal kalsine alüminalar. Bu gruptaki alüminalar % 0,1 den fazla NaO_2 ihtiva ederler ve toplam Al_2O_3 miktarı % 99 ila % 99,5 arasındadır.

2. Grup: Bu gruptaki alüminalarda NaO_2 oranı % 0,1 den az ve Al_2O_3 oranı % 99,7 civarındadır.

3. Grup: Bu gruptaki alüminalar % 99,9 Al_2O_3 ihtiva ederler.

Kalsine alüminalar genellikle Bayer Prosesi ile üretilmektedir. Şekil 2.8'de alüminaların üretim aşamaları ve sınıflandırılmaları görülmektedir.

Bayer Prosesinde boksit cevheri, çeşitli işlemlerden geçirildikten sonra alüminyumun solüsyona geçmesi için kostik soda ile çözülür ve çözünmeyen kısmı filtre edilerek atılır. Daha sonra içerisinde alüminyum bulunan solüsyondan çöktürme işlemi ile bayerit ($\text{Al}(\text{OH})_3$) alınır. Bayerit kalsine edilerek Al_2O_3 elde edilir. Bu alüminada, cevherden gelen SiO_2 , Fe_2O_3 , safsızlık olarak kalmakta ve kostik soda ile işleminden dolayı NaO_2 gelmektedir. (Günay vd., 1994)



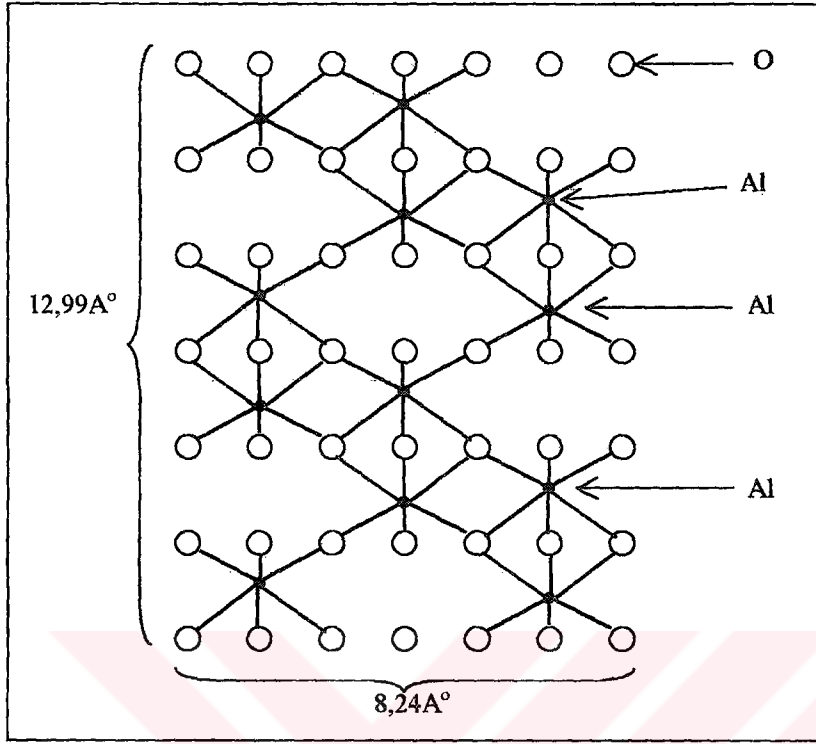
Şekil 2.8 Alüminanın üretim aşamaları ve sınıflandırılması.

Alüminanın piyasada kullanılan ticari şekilleri ise şunlardır.

- I. Alümina Hidrat,
- II. Kalsine Edilmiş Alümina,
- III. Aktifleşmiş Alümina,
- IV. Tabular Alümina,
- V. Ergimiş (Fused) Alümina.

$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ hekzagonal-rombohedral yapıda kristalleşir. Bu örgü yapısı, oksijen iyonlarının hekzagonal sıkı paketlenmesi şeklinde ortaya çıkar. Her alüminyum iyonu, 6 adet oksijen

iyonu tarafından oktahedral olarak sarılmıştır. Şekil 2.9'da alümina atomlarının oksijen atomları ile oktahedral olarak sarılması gösterilmektedir. (Chiang vd., 1997)



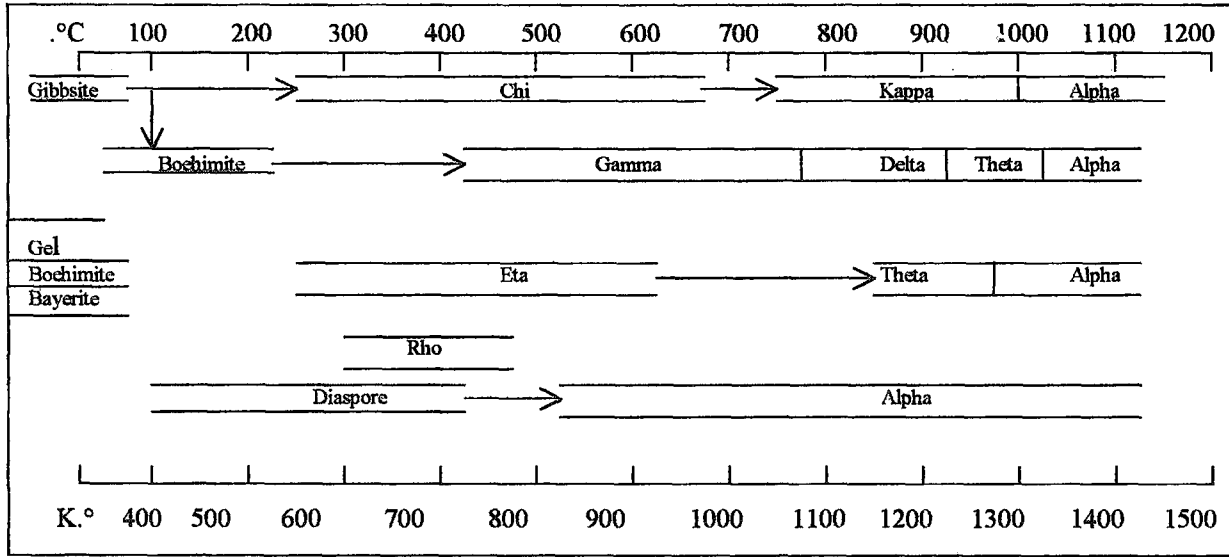
Şekil 2.9 Alümina kristal yapısındaki Al atomlarının oksijen atomları ile oktahedral olarak sarılması.

Alüminyum oksidin değişik modifikasyonları olmasına rağmen üstün özelliklerinden dolayı ticari kullanım alanına sahip olan α - Al_2O_3 alümina (Korundum)'dır.

Saf alümina, düşük sıcaklıklarda birkaç formda bulunur. Fakat bütün bu formlar, zaman, kristal boyutu ve atmosfere bağlı olarak, 750 ila 1200 °C arasında α -alüminaya dönüşür. 1200 °C üzerinde yapılan ısıtma, bu dönüşümü hızlandırır. Alüminanın, α -fazına dönüşümü tersinir değildir. (Geçkinli, 1992)

Şekil 2.10'da alüminanın değişik sıcaklıklarda alfa fazına dönüşümü görülmektedir. (Hard, 1990)

Alüminyum oksit düşük sıcaklıklarda kimyasal maddelere ve mekanik yüklere karşı en dayanıklı refrakter malzemelerden birisidir. Kullanımındaki sınırlama nispeten düşük ergime noktasından kaynaklanmaktadır. Alümina, suda ve şayet iyi kalsine edilmiş ise mineral asitlerinde ve bazlarda, HF'e karşı da dayanıklıdır. Sodyum karbonat, kostik soda ve sodyum per oksit, saf alümina potalarda çok az tahribat ile eritebilir. 1700 °C-1800 °C gibi yüksek sıcaklıklarda, flor gazı dışındaki bütün gazlara karşı direnç gösterir. Alümina, oksitleyici ve redükleyici atmosferde 1900 °C'a kadar kullanılabilir.



Şekil 2.10 Alüminanın değişik sıcaklıklarda alfa fazına dönüşümü (Hard 1990).

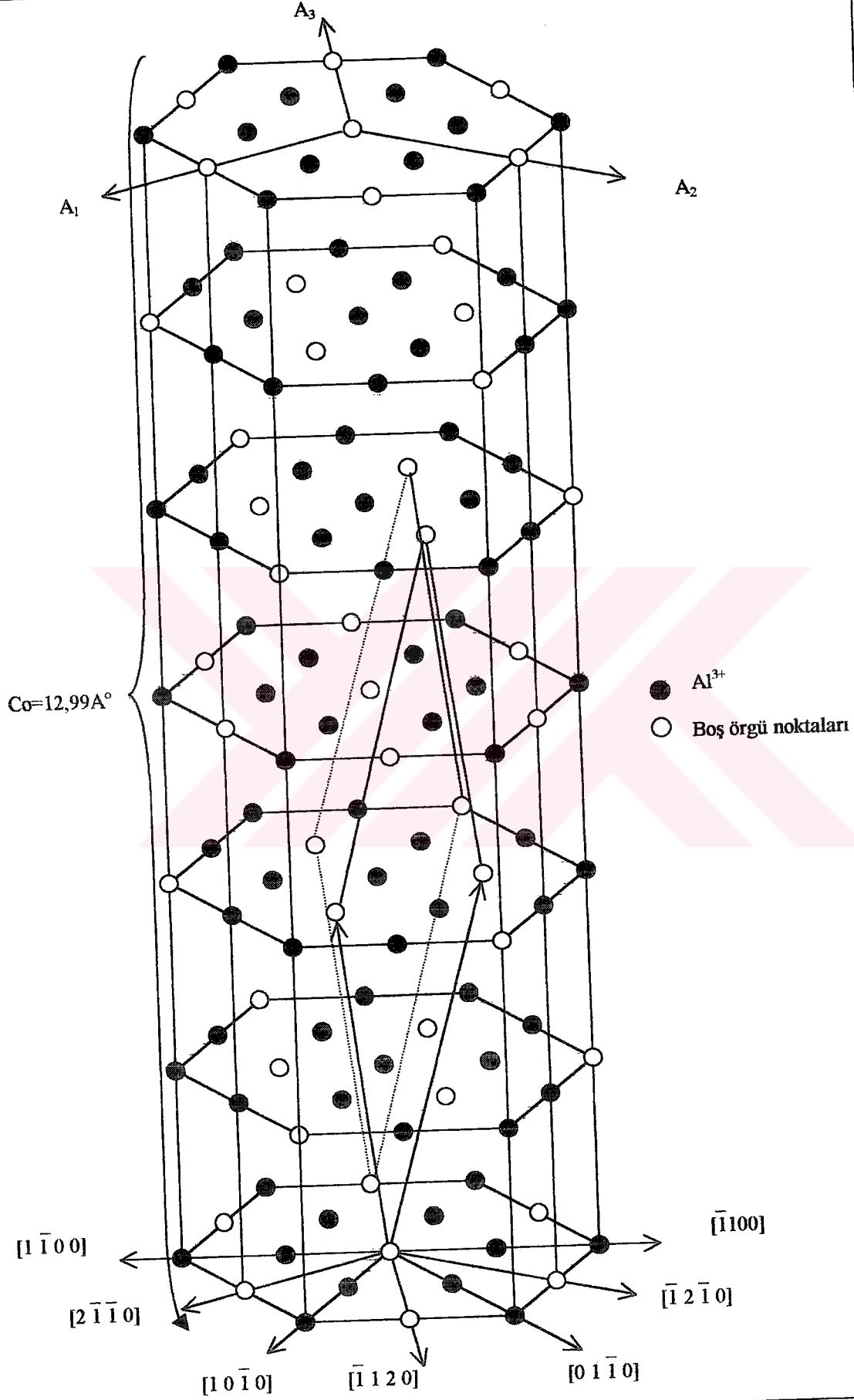
Doğal alümina, korundum halinde fakat, feldspat ve killerde olduğu gibi genellikle silikatlar ile birlikte bulunur. Alümina aynı zamanda, boksit, diaspor, kriyolit, sillimanit, kyanit, nefelit ve diğer bir çok mineralin birleşiminde yer almaktadır.

Alüminadan, yoğun ve/veya poroz ürünler yapılır. Poroz ürünler genellikle, ergimiş alüminadan yapılır ve bunlar, 1900 °C'a kadar çıkan yüksek sıcaklık fırınlarının astarı olarak kullanılır. Ergimiş alümina % 99,8 Al_2O_3 ihtiva eder. Safiyet yükseldikçe, sıcak mukavemet, elektrik ve aşınma dirençlerinde artış kaydedilir. Diğer taraftan, saf alümina tamamen saydam olarak bazı cihazlarda kullanılmaktadır. Şekil 2.11'de korundun kristal yapısı görülmektedir.

Alüminyum oksidin tüm polimorfik şekilleri ve bazı özellikleri çizelge 2.10'da verilmiştir. (Hard, 1990)

Çizelge 2.10 Alüminyum oksidin polimorfları.

Polimorfik Şekli	Kristal Düzeni	Birim Hücrelerinin Boyutu			Açı
		A (nm)	b (nm)	c (nm)	
α -Korundum	Hegzagonal	0,4758	-	1,2991	-
δ	Tetragonal	0,7943	-	2,350	-
ϵ	Hegzagonal	0,7849	-	1,6183	-
θ	Monoklinik	0,5620	0,2906	1,1790	103°42'
γ	Kübik	0,7924	-	-	-
K	Hegzagonal	0,5544	-	0,9024	-
χ	Hegzagonal	0,557	-	0,864	-



Şekil 2.11 Korund'un birim hücre yapısı (Chiang vd., 1997).

Alümina ürünler slip-dökümle, ekstrüzyonla, enjeksiyonla kalıpta, soğuk veya sıcak presleme ile şekillendirilmektedir. Şekillendirmede, un, polivinil alkol, mum, lastik lateks, doğal reçine gibi organik bağlayıcılar ve yağlayıcılar kullanılmaktadır. Şekillendirmede, su ve $\text{Al}(\text{OH})_3$ gibi inorganik bağlayıcılar kullanılmaktadır. Alümina, ısıtılmış termoplastik reçine ile karıştırılarak enjeksiyon ile şekillendirildiğinde, yüzeyi çok düzgün, hassas ölçülerde parçalar üretmek mümkündür.

Alümina, asit veya baz ilavesi ile defoküle sulu süspansiyon halinde slip-döküm ile şekillendirilebilir. Ergimiş alümina, öncelikle öğütülerek 0,5-1,0 μm toz boyutuna getirilir. Daha sonra, safsızlıklardan temizlenir ve gerekiyorsa HCl , NaOH veya $(\text{OH})_4\text{NOH}$ ile defloküle edilir. Asidik çamur, oldukça sabit döküm özellikleri gösterir fakat, alçı kalıbı tahrip eder.

Çok ince toz boyutuna sahip alümina ancak sol-jel yöntemi ile üretilir. (Geçkinli, 1992)

Alümina seramik malzemelere yapılan katkılar genellikle üç amaca yöneliktir.

- i. Sinterlenme sırasında yoğunlaşmayı arttırmak,
- ii. Mekanik özellikleri geliştirmek,
- iii. Ticari markalara özel renkler vermek. (Erkalpa vd., 1994)

En çok Cr_2O_3 , Fe_2O_3 , NiO , MgO , TiO_2 , Si , Ca , Cu ve MnO_2 gibi katkılar kullanılmaktadır. Alümina bazlı seramik malzeme araştırmalarında önce, katkılarının alüminanın sinterlenme davranışına etkisi üzerinde yoğunlaşmıştır. Daha sonraki çalışmalarda ise, alüminanın sertliğini geliştiren katkılar araştırılmıştır. Ancak yapılan çalışmalarda, hangi katkılarının ne oranda hangi özelliği geliştirmek için uygun olduğunu gösteren kesin sonuçlar ortaya konamamıştır. Bunun iki nedeni vardır ;

- i. Bu konuda yapılan çalışmalar ticari amaçlı olduğu için her firmanın sonuçları gizli tutması.
- ii. Her katkının miktarına, katkının ve alüminanın içeriği safsızlık oranına, sinterleme sıcaklığına ve fırın atmosferine göre ürün malzemelerin çok farklı özellik göstermesi.

Alüminaya, % 0,03-7 arasında MnO_2 ilavesi ile sinterlenme ve tane büyüme hızı artmaktadır. Sinterlenme hızı artan MnO_2 katkısı ile en yüksek düzeye gelmekte ve daha sonra MnO_2 miktarı % 0,3'ü geçince ikinci faz oluşumu ile sinterlenme hızında azalma görülmektedir. Cr_2O_3 ve MnO_2 katkılı alüminada mangan oksit katkısı tane büyümesini ve yoğunlaşmayı hızlandırırken krom oksit katkısı engellemektedir. MnO_2 katkısı düşük sinterlenme sıcaklıklarında, Cr_2O_3 katkısı ise yüksek sinterlenme sıcaklıklarında mukavemet ve sertlik değerleri açısından olumlu etki yapmaktadır. Seramik malzemelerde camsı faz oluşumuna

sebepler olan silika hem sertliđi hem de tokluđu olumsuz yönde etkiler. (Erkalfa vd, 1994; Mısırlı ve Uđuz, 1993)

Çizelge 2.11, 2.12, 2.13, 2.14’de alüminanın diđer bazı özelliklileri verilmiştir.

Çizelge 2.11 Alüminanın deđişik sıcaklıklarda bazı Termal Özellikleri (Hard 1990).

Sıcaklık		Isı Kapasitesi		Isıl İletkenlik		Dođrusal Isık Genleşme Katsayısı	Termal Yayınım
K	°C	cal/°C	J/g.K	cal/cm.s.°C	J/cm.s.K	$1/°K.10^{-6}$	cm ² /s
100	-173	0,03	0,126	1,0750	4,500	0,6	-
200	-73	0,12	0,502	0,1960	0,820	3,3	-
298	25	0,18	0,753	0,1100	0,460	5,5	0,075
400	127	0,22	0,920	0,0773	0,324	7,1	0,058
500	227	0,25	1,046	0,0579	0,242	7,5	0,039
600	327	0,26	1,088	0,0451	0,189	7,9	0,030
800	527	0,28	1,172	0,0310	0,130	8,5	0,022
1000	727	0,29	1,216	0,0251	0,105	9,1	0,017
1200	927	0,296	1,238	-	-	9,6	0,013
1400	1127	0,298	1,247	-	-	10,1	0,012
1600	1327	0,300	1,255	-	-	10,5	0,011

Çizelge 2.12 Alümina minerallerinin kristal yapısı ve parametreleri (Hard 1990).

			Birim Eksensel Uzunluk				
Faz	Formül	Kristal Yapı	a (nm)	b (nm)	c (nm)	Açı	Yoğunluk (g/cm ³)
Gibbsite	Al(OH) ₃	Monoklinik	0,8684	0,5078	0,9136	94° 34'	2,42
Gibbsite	Al(OH) ₃	Triklirik	1,733	1,008	0,973	94° 10'	-
						92° 08'	
						90° 0'	
Bayerite	Al(OH) ₃	Monoklinik	0,5062	0,8671	0,4713	90° 27'	2,53
Nordstrandite	Al(OH) ₃	Triklirik	0,5114	0,5082	0,5127	70° 16'	
						74° 0'	
						58° 28'	
Boehmite	AlOH	Ortorombik	0,2868	0,1223	0,3692		3,01
Diaspore	AlOOH	Ortorombik	0,4396	0,9426	0,2844		3,44
Tohdite	5Al ₂ O ₃ H ₂ O	Hegzagonal	0,5576	-	0,8768		3,72
Korundum	Al ₂ O ₃	Hegzagonal Rombohedral	0,4759	-	1,2992		3,985

Çizelge 2.13 α-Alüminanın ısısal genleşme, ısısal iletkenlik ve elektrik direnci (Munz ve Fett, 1999).

Isısal Genleşme Katsayısı (10 ⁻⁶ /K)		Isısal İletkenlik λ(W.m ⁻¹ .K ⁻¹)		Elektriksel Direnç ρ (Ω.cm)	
20-500.°C	6,0-7,6	Al ₂ O ₃ Yoğun	30	25.°C	10 ¹⁴
20-1000.°C	7,4-9,0	Al ₂ O ₃ 96 %	21	1000.°C	10 ⁸
500-1000.°C	9,5-10,5	Al ₂ O ₃ 88 %	8		

Çizelge 2.14 α-Alüminanın özgül ısı ve yoğunluğu (Munz ve Fett, 1999).

Özgün Isı (J g ⁻¹ .K ⁻¹)		Yoğunluk (gr/cm ³)
25.°C	0,8-1,0	3,99
100.°C	0,92	
500.°C	1,16	
1000.°C	1,25	

2.5.1. Seramiklerin Sinterlenmesi

Sinterlenme en genel anlamda malzemelerin ergime sıcaklığı altında pişirmesi sonucunda yoğunlaşması, toz parçacıkların birleşmesi, gözeneklerin kapanması, malzemenin büzülerek çekmesi ve kompakt bir kitle haline gelmesidir. Sinterlenme olayı ve sinterlenme mekanizmalarının ayrıntıları “Alüminanın Sinterlenmesi” başlığı altında verilmiştir.

2.5.2. Alüminanın Sinterlenmesi

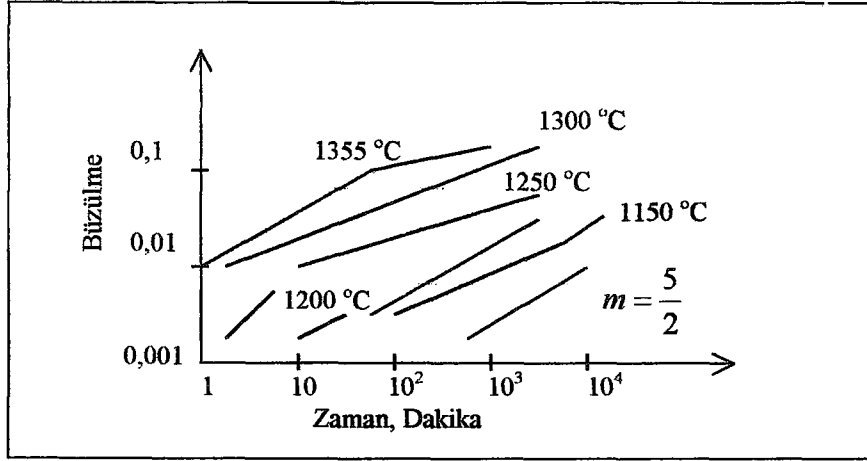
Gelişen endüstrinin ihtiyaçlarına cevap verebilecek özellikleri taşıyan oksit, nitrür ve karbür seramik malzeme üretiminde, nihai ürünlerin özelliklerini belirleyen en önemli işlem sinterlenme işlemidir. (Tola ve Üzel, 1994)

Alümina seramiklerin sinterlenmesinde karşılaşılan problem uygulanacak sıcaklığın kısmen yüksek olmasıdır.

Seramik tozları, şekillendirme sırasında bir miktar sıkışarak malzemedeki porozite miktarı küçük bir oranda azaltılır. Kurutma işlemi sonucunda tozlar birbirleri ile tamamen temas haline geçerler. Ancak malzeme henüz kompakt hale gelmemiştir. Tozlar arasında boşluklar mevcuttur. Seramik malzemeler cinslerine, tane boyutlarına ve şekillendirme prosesine bağlı olarak % 25 ila % 60 mertebesinde boşluk ihtiva ederler. Mukavemet, saydamlık, ısı iletkenliği gibi özellikler için yapıda mevcut porozitenin ortadan kaldırılması gerekir. Zira mükemmel bir seramikte, taneler arası boşluklar kalkmalı, mikro çatlak bulunmamalı, porozite olmamalı, diğer bir ifade ile bünye yekpare olmalıdır ve boyut toleranslarına tam uymalıdır. Bu ise son derece hassas kontrol edilen sinterleme tekniğini gerekli kılmaktadır.

Alüminanın sinterlenmesi çalışmalarında başlıca, sinterlenme mekanizması ve kinetiği ile katkı maddelerinin etkisi gibi konular araştırılmıştır. Seramik tozları, şekillendirme sırasında bir miktar sıkışarak malzemedeki porozite miktarı küçük bir oranda azaltılır. Yapılan araştırmalara göre, alüminanın sinterlenmesinin başlıca üç aşamada gerçekleştiği anlaşılmıştır. İlk aşamada, alümina tozlar arasında sadece boyun oluşumu yer almakta ve yoğunluk % 10 oranında artmaktadır. Şekil 2.12’de alüminanın sinterlenmesinin ilk aşamasında yer alan büzülme miktarı görülmektedir.

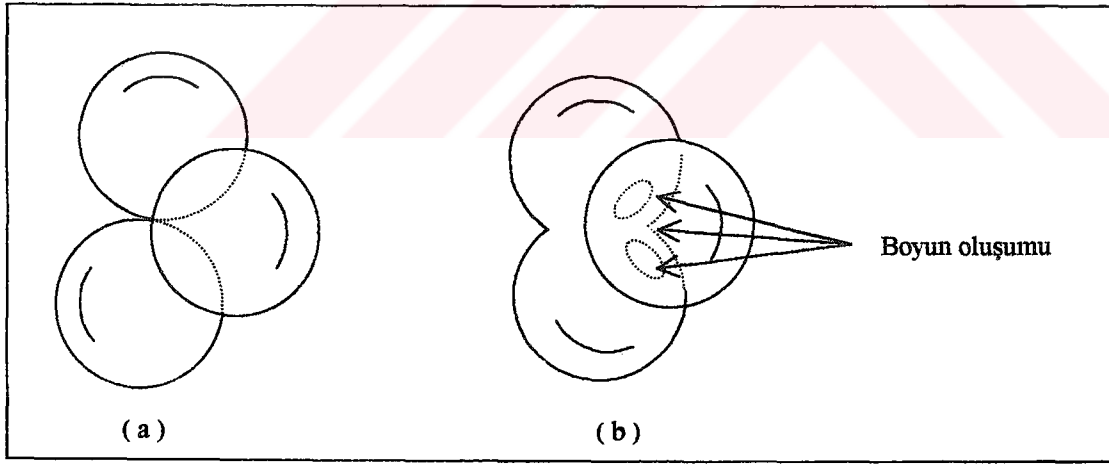
Partiküller arası ilk bağlanma, sinterlenme prosesinin ilk anlarında malzeme ısıtılırken meydana gelir. Bağlanma prosesi, tane sınırlarının hareketine neden olan atomların difüzyonunu gerektirir. Bu olay fiziksel temasın olduğu komşu partiküller arasında meydana gelir.



Şekil 2.12 Alüminanın sinterlenmesinin ilk aşamasında değişik sıcaklıklarda meydana gelen büzülme miktarları.

Pişme sırasında, difüzyon hızlandığından birbirleri ile temas halinde olan tozlar arasında, özellikle yüzeyde gerçekleşen karşılıklı atom difüzyonu sonucu, tozlar birbirlerine aralarında boyun oluşturarak kenetlenir

Şekil 2.13 a) ve b)'de birbirleri ile temas halindeki tozların temas bölgelerinde boyun oluşturması görülmektedir. (Barsoum, 1997)

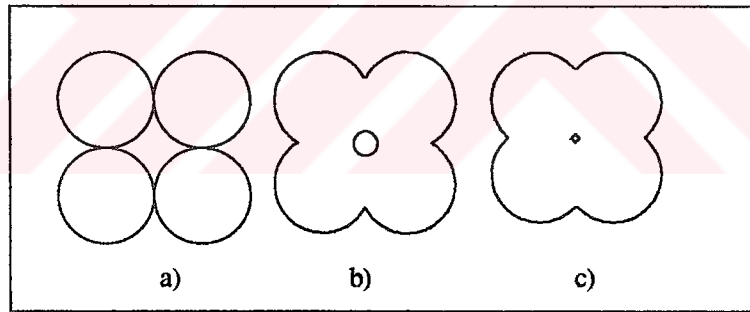


Şekil 2.13 a) Sinterlenmenin ilk safhasında küresel tozlar birbirleri ile teğet değme durumundadırlar, b) Sinterlenmenin ilk safhasının sonunda küresel parçacıkların aralarında boyun oluşturarak birleşmeleri.

Sinterlenmenin itici gücünün ısı ve çok büyük yüzey alanına sahip tozlar olduğu bilinmektedir. Çok ince taneli bu tozların tane boyutları $1 - 0,1 \mu\text{m}$ mertebesinde olmalıdır. Çok ince tozlardan yola çıkıldığında pres ile şekillendirme esnasında, partiküller arası yüzey alanına bağlı olarak büyüyen sürtünme kuvvetleri paketlenmeyi olumsuz yönde etkilemektedir. Bu problemi aşabilmenin yolu ise toz malzemenin organik bağlayıcı ve yağlayıcılarla beraber küresel şekillerde, büyüklükleri 80 – 325 mesh olan taneciklere

dönüştürmektir. Yani mikron altı tozların biraya gelerek oluşturdıkları nispeten sıkı paketlenmiş ve bağlanmış içi dolu daha büyük taneleri oluşturmaktır. İşte granül haline getirilen bu tanecikler sayesinde mikron altı malzemenin getirdiği sürtünme sorunu aşılabılır. (Toy vd., 1993)

Sinterlenmenin ara kademesi tane büyümesi ile başlamakta ve üç tanenin kenarları boyunca oluşan silindirik kanallar birbiri ile bağlanmaktadır. Dolambaçlı ve birbirleri ile bağlantılı por kanallarının kapanması kapalı porozitenin oluşmasına neden olur. Por kanallarının kapanmasının nedenlerinden biride boyun büyümesidir. Nihai aşama ise % 95 poroziteden sonra başlamaktadır. Bu aşamada silindirik porlar, küresel boşluklara dönüşerek, dört tanenin birleştiği köşelerde, birbirleri ile bağlantısı olmayan porlar oluşur. Bu boyun büyümesinin doğal bir sonucudur. Malzeme por yüzeylerinden boyun bölgelerine taşındığı zaman porlar kendiliğinden yuvarlaklaşır. Böylece porozite miktarı azalır ve yoğunlaşma sağlanır. Bu arada porların şekilleri küreselleşir. İdeal bir sinterlenme sonunda porozite tamamen ortadan kalkar ve malzeme kompakt bir kitle haline gelir. Şekil 2.14 a), b), c)'de sinterlenme esnasında, tozların birbirine kenetlenmesi ve porozite miktarı ile por morfolojisinin değişimi görülmektedir. (Geçkinli, 1992)



Şekil 2.14 Sinterlenme esnasında tozların birbirine kenetlenmesi ve zamanla porozite miktarı ile boşluk morfolojisinin değişimi. a) Kurutma ile taneciklerin (granüllerin) kısmen değme durumuna gelmesi, b) Boyun oluşumu sonucu birleşen tanelerin kenarlarındaki boşlukların silindirik kanallar haline gelmesi, c) Son safhada silindirik porlar, küresel boşluklara dönüşerek, dört tanenin birleştiği köşelerde, birbirleri ile bağlantısı olmayan porların oluşması.

Sinterlenmenin ara ve nihai aşamalarında porozite miktarı, zamanın logaritması ile doğrusal olarak azalmaktadır. Şekil 2.15'de ağırlıkça % 0,2 MgO katkısının, yoğunlaşma hızı ve nihai yoğunluğa olan etkisi görülmektedir. Şekilden de görülebileceği gibi MgO katkısız alüminanın yoğunluğu % 99'un üstüne çıkamamaktadır.

Alüminanın sinterlenme kinetiği üzerine yapılan çalışmalar porozite ve tane boyutunun, sıcaklığa olan bağımlılığının Arrhenius denklemi ile ifade edilebileceğini göstermiştir. (Geçkinli, 1992)

geliştirilebilir. Özel öğütme yöntemleri ile alümina partiküllerindeki dislokasyon yoğunluklarının artırıldığı yapılan çalışmalar ile gösterilmiştir. (Toy vd., 1993)

McDougal, Fessler ve Schwartzwalder % 85 oranında alümina içeren bir yapıda Ba, Sr, Ni, Co, Li ve Zr oksitlerin etkilerine ilişkin patentler almışlardır. Locsei % 10 $AlFe_3$ katkısının sinterlemeyi geliştirdiğini belirtmektedir. Hauttmann ise aynı gözlemi çok ince tane boyutundaki Fe_2O_3 katkısı için yinelemiştir. Kovalchev ise % 3-4 eşdeğer miktarda MnO_2 ve TiO_2 in alüminaya katılması ile sinterlenmenin $1250\text{ }^{\circ}C$ da oluştuğunu belirtmektedir. (Toy vd, 1993; Ciner, 1985)

Alüminanın sinterlenmesi üzerine yapılan çalışmalardan aşağıdaki sonuçlara ulaşılmıştır;

- a) Süreksiz tane büyümesi yok edildiğinde alüminayı teorik veya teorik yoğunluğuna yakın olarak sinterlemek mümkündür.
- b) Alüminanın ara ve nihai sinterlenmesi aşamasında sinterlenme kinetiği, örgü difüzyonu ile kontrol edilmektedir.
- c) Alüminyum iyonunun yavaş, oksijen iyonunun ise tane sınırlarında hızlı olarak yayındığı tespit edilmiştir.

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu çalışmada, “İleri Teknoloji Seramikleri” içerisinde yer alan ve oksit bir malzeme olan alümina seramiklerin karakterizasyonu yapılmıştır. Bu amaçla gerçekleştirilen çalışmalar üç ana başlık altında verilmiştir.

Birinci aşama, deney örneklerinin hazırlanmasıdır. Bu amaçla, öncelikle çalışmada kullanılacak seramik malzeme toz olarak temin edilmiş ve toz özellikleri belirlenmiştir. Daha sonra bu toz malzemelerden hazırlanan çeşitli boyut ve geometrilere sahip olan örnekler yüksek sıcaklıkta sinterlenmiştir. Sinterlenmiş örneklerin görünür yoğunlukları, görünür poroziteleri, su emme oranları, yüzey düzgünlükleri, sertlik, kırılma toklukları ve eğilme dayanımları deneysel olarak belirlenmiş, ayrıca ışık ve taramalı elektron mikroskopları (SEM) kullanılarak mikro yapı görüntüleri alınmıştır.

İkinci aşamada, örnekler farklı enerjilerdeki nötronlar ile ışınlanmış ve nötron radyasyonunun malzeme özellikleri üzerindeki etkilerinin belirlenebilmesi amacıyla, birinci aşamada gerçekleştirilen deneyler tekrar edilerek malzemenin ışınlama sonrası özellikleri yeniden belirlenmiştir.

Üçüncü aşamada, birkaç örnek üzerine iletken kontaklar yapılarak, yalıtkan bir malzeme olan alüminanın, nötron ışınlaması süresince ve ışınlama sonrası elektriksel direnç ve iletkenlik özelliklerinde herhangi bir değişimin oluşup oluşmadığı belirlenmeye çalışılmıştır.

3.1. Deney Örneklerinin Hazırlanması

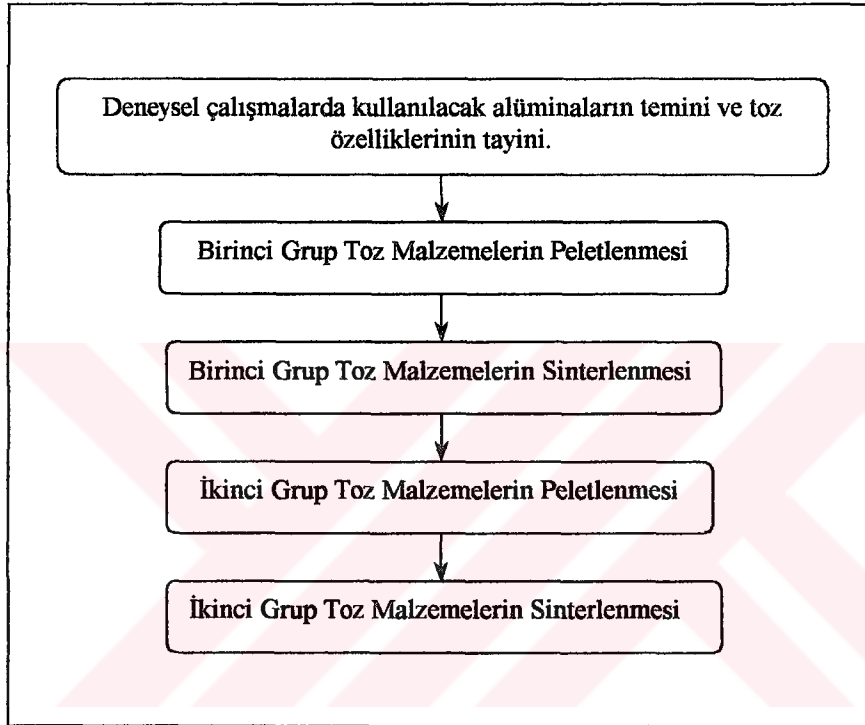
İleri teknoloji alümina seramik üretilmek istendiğinde aşağıdaki parametrelerin sağlanması gerekir :

- ✓ Alüminanın tek kararlı fazı olan “alfa (α - Al_2O_3 - Corundum)” formunda, mikron altı tozun elde edilmesi.
- ✓ Sinterleme katkılarının türü, miktarı ve sonuç ürün özelliklerine etkisi. Bunun yanı sıra katkıların, malzeme içerisinde homojen bir şekilde dağıtılması.
- ✓ Elde edilen tozun uygun yağlayıcı ve bağlayıcılar ile bağlanarak içi dolu küreler haline getirilmesi. Tozlarda şekillendirme için uygun tane iriliği dağılımının sağlanması.
- ✓ Malzemenin presle şekillendirilebilmesi için uygun nem ve basınç oranının tayin edilmesi.

✓ Son olarak uygun bir fırın rejiminde sinterlenmesi. (Tola ve Uzel, 1994)

Bu bilgiler ışığında, bu kısımda üç değişik alümina toz malzeme ile yukarıda belirtilen parametreler dikkate alınarak alümina seramik numuneler elde edilmeye çalışılmıştır.

Deney malzemelerinin üretilmesi aşamasında yapılan deneysel çalışmaların akış diyagramı şekil 3.1’de verilmiştir.



Şekil 3.1 Malzeme üretme aşamasında yapılan deneysel çalışmaların genel akış diyagramı.

3.1.1. Birinci Grup Toz Malzemeler ve Toz Özelliklerinin Belirlenmesi.

Çalışmanın ilk aşamasında Eczacıbaşı İntema seramik fabrikasından temin edilen Seydişehir alüminası ile kod adı Corund220 olan endüstri kaynaklı alümina kullanılmıştır.

Çalışmalarda, bu malzemelerden elde edilen seramik örnekler “1.grup toz malzemeler” olarak adlandırılmıştır.

Çalışmanın hazırlık aşamasında, Seydişehir ve Corund 220 alüminalarının toz boyutunun elek analizleri yapılmıştır. Corund 220 ve Seydişehir alüminalarının toz boyutlarını tespit etmek için toz halindeki malzemeye eleme işlemi uygulanmıştır. Eleme işlemi Octagon 200 marka eleme cihazında yapılmıştır. Bu aygıtta, yukarıdan aşağıya doğru sırası ile 0,250 mm, 0,125 mm, 0,106 mm ve 0,025 mm’lik elek açıklıkları bulunan Test Sieve Retsch elekler

yerleştirilmiştir. Toz halindeki bir miktar malzeme, en üstte bulunan 0,250 mm'lik eleğe yerleştirilerek aygıt çalıştırılmış ve 70 dakika eleme yapılmıştır. Bu sürenin sonunda alet kapatılmış, her bir elekte kalan elek üstü malzemeler ve aygıtın alt kısmında, tüm eleklerden geçen malzemeyi toplayan toplama kabında biriken malzemeler tartılmıştır. Tartımlar yüzde bir hassasiyetteki Metter PM 300 marka elektronik tartı cihazında yapılmıştır. Her bir toz malzeme için işlemler tekrar edilmiştir. Seydişehir ve Corund 220 alüminalarının elek analizlerinin sonuçları çizelge 3.1 ve çizelge 3.2'de, granülometri değerleri çizelge 3.3 ve çizelge 3.4'de, toz boyutu dağılım grafikleri ise şekil 3.2 ve şekil 3.3'de verilmiştir.

Çizelge 3.1 Seydişehir alüminasının elek analizi.

Elek Açıklığı (mm)	0,250	0,150	0,125	0,106	0,025	Toplama Kabı
Elekte kalan Elek Üstü Malzeme Ağırlığı (gr)	0	12.24	48.86	121.19	327.41	544.07

Çizelge 3.2 Corund 220 alüminasının elek analizi.

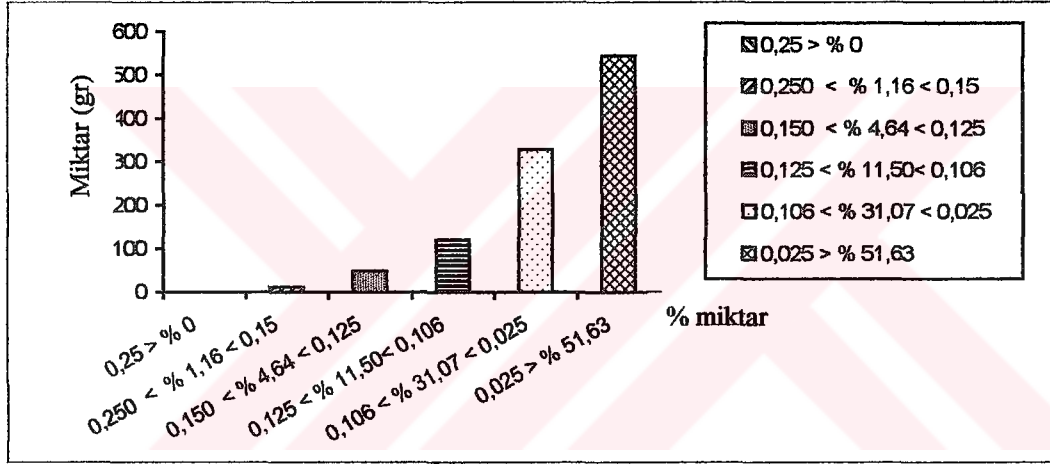
Elek Açıklığı (mm)	0,250	0,150	0,125	0,106	0,025	Toplama Kabı
Elekte kalan Elek Üstü Malzeme Ağırlığı (gr)	0	0	11,6	3,49	17,32	1284.22

Çizelge 3.3 Seydişehir alüminasının granülometri değerleri.

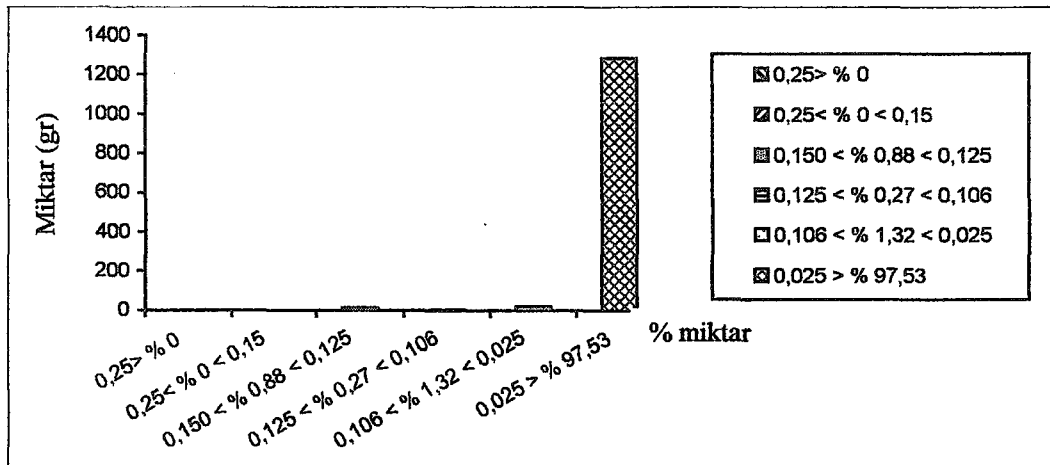
Elek No (mm)	Elek Üstünde Kalan Malzeme (gr)	P _i Elekten Geçen Malzeme (gr)	%P _i Elekten Geçen Malzeme Oranı	% (1-P _i) Elek Üstü Malzeme Oranı
0,250	0	1053,77	100	0
0,150	12,24	1041,53	98,84	1,16
0,125	48,86	992,67	94,20	5,80
0,106	121,19	871,48	82,70	17,30
0,025	327,41	544,07	51,63	48,37

Çizelge 3.4 Corund 220 alüminasının granülometri değerleri.

Elek No (mm)	Elek Üstünde Kalan Malzeme (gr)	P _i Elekten Geçen Malzeme (gr)	%P _i Elekten Geçen Malzeme Oranı	%(1-P _i) Elek Üstü Malzeme Oranı
0,250	0	1316,63	100	0
0,150	0	1316,63	100	0,00
0,125	11,6	1305,03	99,12	0,88
0,106	3,49	1301,54	98,85	1,15
0,025	17,32	1284,22	97,54	2,46



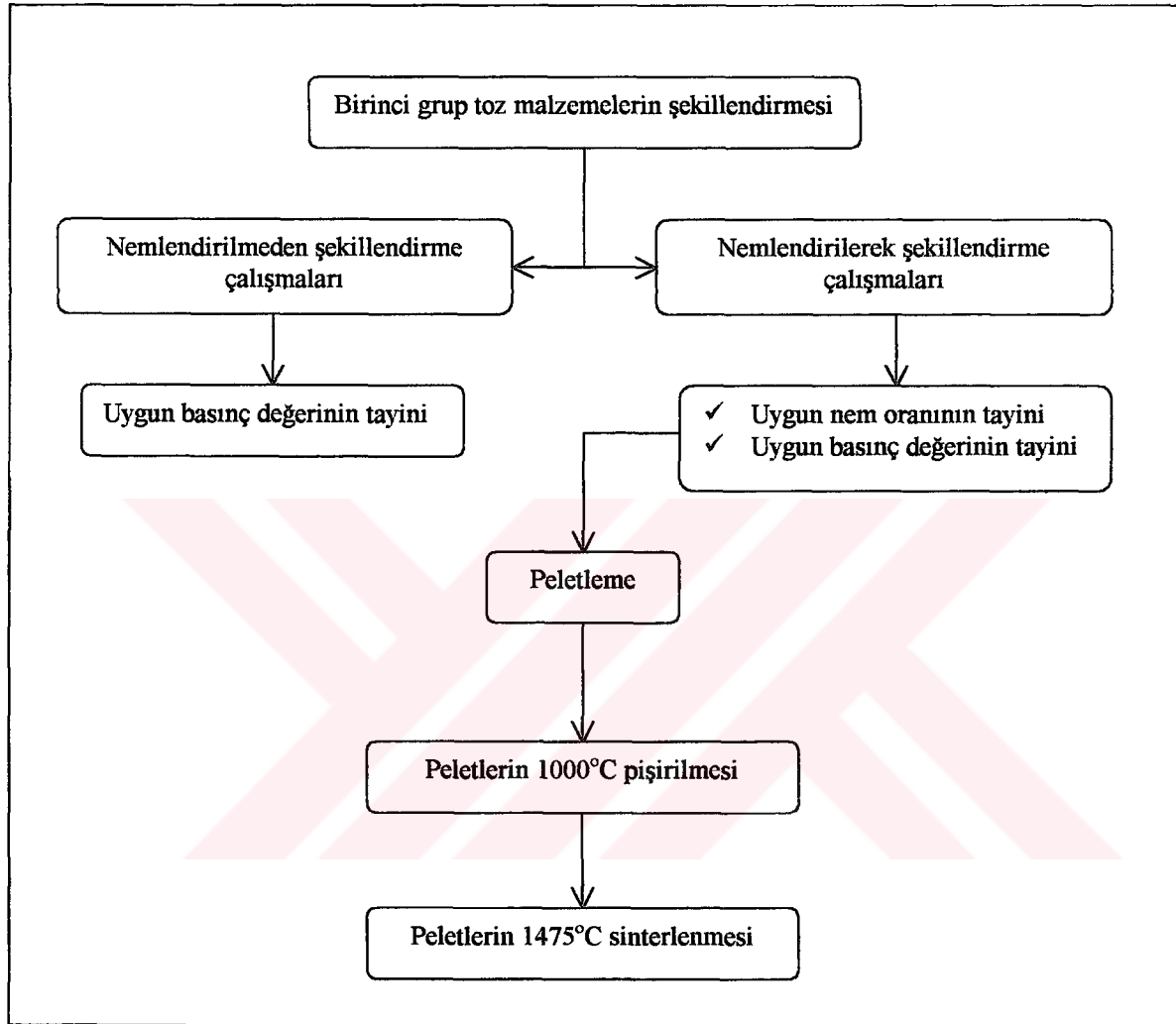
Şekil 3.2 Seydişehir alüminasının toz boyutu dağılımı.



Şekil 3.3 Corund 220 alüminasının toz boyutu dağılımı.

3.1.2. Birinci Grup Toz Malzemelerin Peletlenmesi

Şekil 3.4’de birinci grup toz malzemelerin peletlenmesi aşamasında yapılan deneysel çalışmaların akış diyagramı verilmiştir.



Şekil 3.4 Birinci grup toz malzemelerin peletlenmesi aşamasında yapılan deneysel çalışmaların akış diyagramı.

3.1.2.a) Birinci Grup Toz Malzemeleri Nemlendirmeden Şekillendirme Çalışmaları

Başlangıçta elek analizleri yapılan toz halindeki malzemeler, herhangi bir bağlayıcı ve yağlayıcı kullanılmadan şekillendirilmeye çalışılmıştır. Bu amaçla malzemeler tek eksenli kuru pres ile farklı yükler altında preslenmişlerdir. Ancak nemlendirilmeden, herhangi bir bağlayıcı ve yağlayıcı ilavesi de yapılmadan tek eksenli kuru pres ile eldeki Seydişehir ve Corund 220 alümina malzemeler şekillendirilememiştir. Kalıp içerisinde pres ile sıkıştırılan tozlar, kalıptan çıkarılınca tekrar dağılmışlardır. Uygulanan yükün miktarı arttırıldığında da şekillendirilme sağlanamamıştır. Corund 220 ve Seydişehir alüminaları nemlendirilmeden ve

herhangi bir bağlayıcı yada yağlayıcı kullanılmadan değişik yükler altında şekillendirilememiştir.

3.1.2.b) Birinci Grup Toz Malzemelerin Şekillendirilmesi İçin Uygun Nem ve Basıncın Tayini

Çalışmanın bu kısmında toz malzemelere şekillendirilebilmeleri için ağırlıkça %1-10 oranlarında su katılarak şekillendirme için en uygun su-malzeme oranı tayin edilmeye çalışılmıştır. Bu amaçla, her iki toz malzeme, ayrı ayrı 10'ar gruba bölünerek, her birisi ağırlıkça %1'den %10'a değişen oranlarda nemlendirilmiştir. Karıştırma kabına konulan ve çamur halinde hazırlanan malzemeler, 15'er dakika elde karıştırılarak, homojen bir nem dağılımı elde edilmeye çalışılmıştır. Çamur halindeki malzemeler, kalıplara dikkatlice doldurularak kalıp içerisinde hiç boşluk kalmamasına özen gösterilmiştir. Kalıplara yerleştirilen malzemeler aynı basınçta ve diğer deney koşulları değiştirilmeksizin tek eksenli olarak presle şekillendirilmişlerdir. Pelet haline getirilen toz malzemelerin, en iyi hangi oranda su ilavesi ile şekillendirilebildiği tespit edilmiştir. Burada, en uygun şekillendirme için gerekli olan nem oranı tespitinde kabul edilen kriter, toz halindeki malzemelerin presleme esnasında kalıp ve pres yüzeyine yapışmaması, kalıptan çıkarıldıktan sonra peletlerin elde tutulabilecek kadar mekanik dayanıma sahip olması ve bu koşulları sağlayabilecek en yüksek basınç değeri (yoğunluğunun maksimum olması için) esas alınmıştır. Mevcut koşullarda Seydişehir alüminası için bu oran % 6-7, corund 200 alüminası için ise % 2-3 olduğu saptanmıştır. Gereğinden az nemlendirilen Seydişehir alüminalarının toz olarak dağıldığı, gereğinden fazla nemlendirilen Corund 220 alüminalarının ise fazla sularını presleme işlemi sırasında kaybettiği ve bununla şekillendirmeyi olumsuz yönde etkilediği gözlenmiştir.

Tüm Seydişehir alüminaları ağırlıkça % 6 oranında nemlendirilerek kalıplara doldurulmuş ve tek eksenli olarak şekillendirilmiştir. Corund 220 alüminaları ise ağırlıkça % 3 su ile nemlendirilerek kalıplara doldurulmuş ve şekillendirilmiştir.

Şekillendirilen Seydişehir alüminaları ve corund 220 alüminaları bir saat süre ile oda sıcaklığında kurutulduktan sonra pişirme işlemine geçilmiştir. Peletler, ortalama 10 derece/dakika ısınma hızında, 1000°C'de bir saat süre ile hava atmosferinde pişirilmiştir. Pişirme işleminden sonra fırın kendi halinde soğumaya bırakılmıştır. Fırın dışına alınan peletlerden, Seydişehir alüminasından üretilen peletlerin sinterlenmeden dağıldığı ve Corund 220 alüminasından üretilen peletlerin de sinterlenmediği gözlenmiştir. Sonuçlar, bu

konuda daha önce yapılmış çalışmalar ile karşılaştırıldığında, pişirme sıcaklığının yetersiz olduğu tespit edilmiştir. (Mısırlı vd., 1993; Toy vd., 1993; Ciner 1985)

Bu sonuçlardan yola çıkarak toz malzemelerin, literatürde önerilen sıcaklıklarda sinterlenmesine karar verilmiştir. Bu amaçla, çamur halinde hazırlanacak toz malzemelerin su ile nemlendirilme oranları, daha önceki kısımda tayin edilen Seydişehir alüminası için % 6, Corund 220 alüminası için % 3 olarak alınmıştır. Bu oranlarda su ile nemlendirilen toz malzemelerin, homojen bir karışım için bir karıştırma kabında, bir saat karıştırılmıştır. Hazırlanan çamur, kalıp içerisine, görünür bir boşluk kalmayacak şekilde yerleştirilmiştir. Kalıplara doldurulan çamur halindeki toz malzemeler, tek eksenli preste sırası ile, 25, 50, 75, 100, 125, 150, 175, 200, 225 KPa basınçlar altında preslenerek pelet haline getirilmeye çalışılmıştır. 100 KPa ve altındaki basınçlarda şekillendirilen peletler çabuk dağılırken, en iyi şekillendirmenin, aletin kullanılabilirlik sınırları dahilinde, 200 KPa olduğu tespit edilmiştir. Bu değerlendirmede, peletlerin kalıptan ayrılırken ve taşınırken mekanik dayanımının en iyi olması ölçüt alınmıştır. Şekillendirme işlemi için gerekli olan nemlendirme oranı ve basınç yukarıda tayin edildikten sonra, bu nem ve basınç altında şekillendirilme işlemine geçilmiştir. Seydişehir alüminaları ağırlıkça % 6 su ile nemlendirilip 200 KPa basınç altında, Corund 220 alüminaları ise ağırlıkça % 3 su ile nemlendirilip 200 KPa basınç altında şekillendirilmişlerdir. Bazı peletlerin şekillendirme sonrası kalıptan ayrılırken kırıldığı gözlenmiştir. Kırılmanın, kalıp ve pres yüzeyinin pürüzlülüğü, kalıntı malzeme, nemlendirmenin homojen olarak yapılamaması ve pres yüzeyinin kalıp yüzeyine tam paralel olmamasından kaynaklanabileceği düşünülmüş ve bu amaçla kırılma problemini en aza indirilebilmek için, her presleme işlemi sonrası kalıp ve pres yüzeyi temizlenmiş, fakat diğer etkenler için herhangi bir işlem yapılamamıştır.

Pelet haline getirilen toz malzemeler, oda sıcaklığında bir gün süre ile kurutulmaya bırakılmıştır. Oda sıcaklığında bir gün süre ile kurutulmaya bırakılan Seydişehir alüminalarından üretilen peletlerin bir kısmında çatlaklar olduğu ve bazılarının da tamamen dağıldıkları gözlenmiştir. Corund 220 alüminalarından üretilen peletlerde ise herhangi bir sorun yaşanmamıştır. Kurutulmaya bırakılan Seydişehir alüminalarından üretilen peletlerde gözlenen çatlak ve dağılma probleminin, şekillendirme işlemi için bünyesine katılan suyun bir kısmının (özellikle yüzeye yakın bölgelerde) buharlaşması sonucu mekanik dayanımının azalmış olmasından kaynaklanmış olabileceği, buna karşın Seydişehir alüminasına oranla daha ince toz yapısına sahip Corund 220 alüminalarından üretilen peletlerin su kaybının aynı şartlarda daha az olduğu düşünülmüştür.

Pelet halindeki numuneler 8 derece/dakika ısınma hızında 1475°C da bir saat süre ile hava atmosferinde sinterlenmiş ve oda sıcaklığında kendi halinde soğumaya bırakılmıştır. Bu süre sonunda örneklerin sinterlenmedikleri gözlenmiştir.

Bu deneyimler sonucu, mevcut koşullarda, mevcut toz malzemelere herhangi bir bağlayıcı katmadan sinterlemenin gerçekleştirilemediği gözlenmiştir.

3.1.2.c) Birinci Grup Toz Malzemelerin Bağlayıcı İlavesi ile Sinterleme Çalışmaları.

Çalışmanın bu kısmında toz malzemelerde, bağlayıcı olarak ağaç tutkalı denenmiştir. Önceki kısımlarda anlatıldığı oranlarda nemlendirilen toz malzemelere, bağlayıcı olarak ağaç tutkalı katılmıştır. Seydişehir alüminasına, literatürde önerildiği şekilde, ağırlıkça % 5 oranında, corund 220 alüminasına ise ağırlıkça % 3 oranında ağaç tutkalı katılmıştır. Karışımların homojen olması için ağaç tutkalı suda çözünerek toz malzemelere katılmıştır. Hazırlanan çamur halindeki karışım tek eksenli preste 200 KPa basınçta pelet haline getirilmiştir. Hazırlanan peletler bir gün süre ile oda sıcaklığında kurumaya bırakılmıştır.

Bir gün süre ile oda sıcaklığında kurutulmaya bırakılan peletler 8°C/dakika ısınma hızı ile 1475 °C'da hava atmosferinde bir saat süre ile pişirilmiş ve kendi halinde soğumaya bırakılmıştır. Pişirilen peletlerin sinterlenmediği gözlenmiş, buna karşın Corund 220 alüminalarından üretilen peletlerde sertleşme olduğu ve bazı bölgelerde camsı faz oluşumuna rastlanmıştır.

Bu kısma kadar yapılan çalışmalarda, toz haldeki alüminalardan üretilen peletler değişik oranlarda nemlendirilmiş, değişik basınçlarda şekillendirilmiş ve bağlayıcı ilavesi ile sinterlenmeye çalışılmıştır. Ancak sinterleme gerçekleştirilememiştir. Yapılan literatür taramalarından (Toy vd., 1993; Tola ve Üzel, 1994) ve konuyla ilgili uzmanlar (Erkalfa, 2001) ile yapılan görüşmeler sonucunda elde edilen toz malzemelerin verilen granülometri ve koşullarda sinterleme için yeterli özelliklere sahip olmadığı sonucuna varılmıştır.

3.1.2.d) İkinci Grup Toz Malzemelerin Şekillendirilmesi

Çalışmanın bundan sonraki kısmında TÜBİTAK-M.A.M., Malzeme Araştırma Bölümünden temin edilen ALCOA SG 3000 kalitesinde kalsine alümina kullanılmıştır. Ayrıca çalışmanın malzeme üretme aşamasına, daha geniş imkanlara sahip olan TÜBİTAK-M.A.M., Malzeme Araştırma Bölümü Seramik laboratuvarında devam edilmiştir.

Çizelge 3.5 ve çizelge 3.6'da ALCOA SG 3000 alüminasının literatürdeki toz boyutu ve kimyasal analizleri verilmiştir. (ALCOA Industrial Chemicals. Europe)

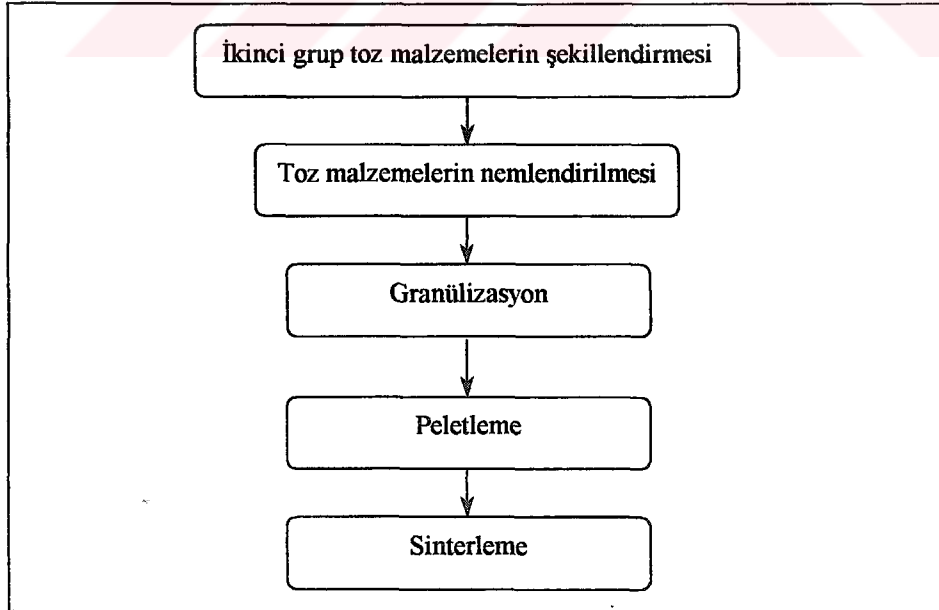
Çizelge 3.5 ALCOA 3000 SG alüminasının toz boyutu analizi

Özellik/ Metot	Birim	Tipik Değer	Minimum	Maksimum
Özgün Yüzey Alanı/BET	m ² /g	3,8	3,2	4,5
Toz Boyutu Elek Açıklığı>63µm	%	80,0	50,0	95,0

Çizelge 3.6 ALCOA 3000 SG alüminasının kimyasal analizi

İçerik		Tipik Değer	Limit Değerler
Al ₂ O ₃	%	99,85	
Na ₂ O	%	0,08	≤0,1
Fe ₂ O ₃	%	0,02	≤0,03
SiO ₂	%	0,01	≤0,02
CaO	%	0,01	≤0,02

Şekil 3.5’de ikinci grup toz malzemelerin şekillendirilmesi aşamasında yapılan deneysel çalışmaların akış diyagramı verilmiştir.



Şekil 3.5 İkinci grup toz malzemelerin şekillenmesi aşamasında yapılan deneysel çalışmaların akış diyagramı.

Toz malzemeler öncelikle ağırlıkça % 6 oranında saf (distile) su ile nemlendirilmiştir. Nemlendirilen toz malzemeler su ilavesi ile topaklanmış, bu topaklar cam bir küvetin içerisine yayılarak spatula yardımı ile ezilmiş ve homojen bir karışım sağlamak için 15 dakika

kariřtirilmiřtir. Yeniden toz haline gelinceye kadar ezilen malzemelere, blm 2.5.2’de anlatılan nedenlerden dolayı, granlizasyon yapılmıřtır. Granlizasyon, toz halindeki alminaları, 425 mikronluk (40 mesh) eleklerden geirerek saėlanmıřtır. Bu iřlem sonucunda toz malzemeler 425 mikrondan kk granller haline gelmiřtir.

řekillendirme iřlemi iin 23,25 mm aplı disk ve 40 mm x 8 mm boyutlarında ubuk řeklinde ısı iřlem grmř elik kalıplar kullanılmıřtır. Presleme iřleminden nce kalıp yzeyleri, stearik asit - aseton zeltisi ile temizlenmiřtir. Bu iřlem her beř presleme iřleminden sonra tekrar edilmiřtir. Bylece kalıp ve pres arasındaki srtnme azaltılmakta, peletlerin kalıptan ıkarılması kolaylařtırılmıř olmaktadır.

Her bir disk řeklindeki numune iin 4’er gram, ubuk řeklindeki numuneler iin 3’er gram toz almina, binde bir hassas Metter PM marka elektronik tartı cihazı ile tartılıp kalıba yerleřtirilmiřtir. Presleme, Uselchoztechnicka marka hidrolik pres ile, her bir numuneye 1’er sn, 1 ton/cm² yk uygulanarak gerekleřtirilmiřtir.

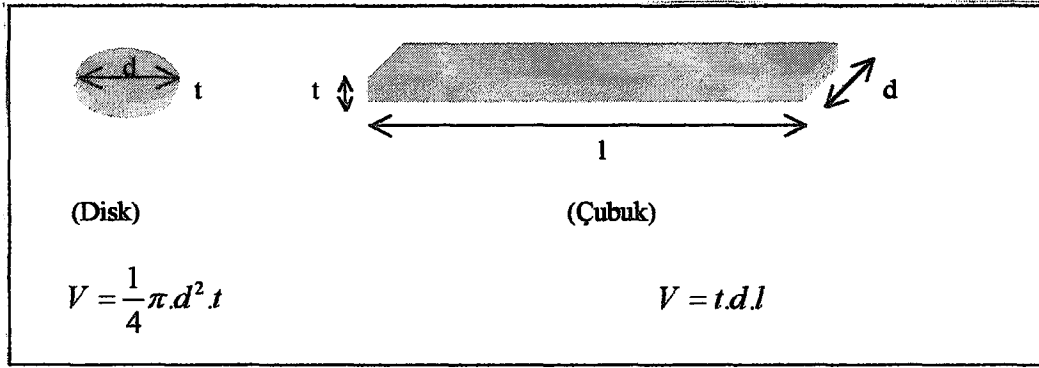
Hazırlanan peletler, TBİTAK-M.A.M., Malzeme Arařtırma Blm Naber Term fırınında, hava atmosferinde, 3°C/dakika ısınma hızı ile, 1600°C’de 1 saat sre ile sinterlenmiř ve bu sre sonunda, aynı fırın rejiminde soėumaya bırakılmıřlardır. Fırından alınan numunelerin sinterlendiėi gzlenmiřtir. Bylelikle alıřmanın malzeme retme ařaması tamamlanmıřtır.

Ayrıca, alıřmada elde edilen almina seramik numuneler ile mukayese edebilmek iin, TBİTAK-M.A.M., Malzeme Arařtırma Blmnden, 1200°C ve 1650°C’de sinterlenmiř numuneler temin edilmiřtir.

3.1.3. Deney rneklerinin Karakterizasyonu

3.1.3.a) Piřme Klmelerinin Tayini

Deney seramiklerinin retimi gerekleřtirildikten sonra, bu rneklerin bazı fiziksel ve mekanik zelliklerinin belirlenebilmesi iin bir dizi testler gerekleřtirilmiřtir. İlk olarak numunelerin boyutlarında, piřme sonucunda meydana gelen klmeler tespit edilmiřtir. Disk řeklindeki numunelerin apları ve kalınlıkları llmřtr. Sinterlenmiř 20, sinterlenmemiř 10 adet numunede lm yapılmıřtır. Benzer řekilde, ubuk numunelerin boyları, geniřlikleri ve kalınlıkları llmřtr. Sinterlenmemiř ve sinterlenmiř 20’řer adet numunede lm yapılmıřtır. Bu deėerlerin ortalamaları alınarak piřme klmeleri hesaplanmıřtır. lm iřlemleri kumpast ile yapılmıřtır. Disk ve ubuk řeklindeki numunelerin geometrik řekilleri řekil 3.6’da grlmektedir. Sonular izelge 3.7 ve izelge 3.8’de verilmiřtir.



Şekil 3.6 Disk ve çubuk şeklindeki numunelerin ölçüm geometrileri.

i. Disk şeklindeki numunelerin ortalama çap, kalınlık ve hacim küçülmeleri.

Çizelge 3.7 Sinterlenmemiş ve sinterlenmiş disk numunelerin ortalama çap ve boyları.

Ölçülen Boyut	Sinterlenmemiş 10 Adet örneğin ort	Sinterlenmiş 20 Adet örneğin ort
Kalınlık (t), mm	4,00	3,33
Çap (d), mm	23,25	19,57

$$\% \frac{\Delta d}{d_0}, (\text{Ortalama Çap Küçülmesi}) = \frac{d_0 - d}{d_0} * 100 = \frac{23,25 - 19,57}{23,25} * 100 = \%15,82$$

$$\% \frac{\Delta t}{t_0}, (\text{Ortalama Kalınlık Küçülmesi}) = \frac{t_0 - t}{t_0} * 100 = \frac{4 - 3,33}{4} * 100 = \%16,75$$

$$\% \frac{\Delta V}{V_0}, (\text{Ortalama Hacim Küçülmesi}) = \frac{V_0 - V}{V_0} * 100 = \frac{\frac{\pi}{4} \cdot (23,25)^2 \cdot 4 - \frac{\pi}{4} \cdot (19,57)^2 \cdot 3,33}{\frac{\pi}{4} \cdot (23,25)^2 \cdot 4} * 100 = \%41,01$$

ii. Çubuk şeklindeki numunelerin ortalama boy, kalınlık, genişlik ve hacim küçülmeleri.

Çizelge 3.8 Sinterlenmemiş ve sinterlenmiş çubuk numunelerin ortalama boy, kalınlık ve genişlikleri.

Büyüklik	Sinterlenmemiş 20 Adet örneğin ort	Sinterlenmiş 20 Adet örneğin ort
Boy (l), mm	41	34,5
Kalınlık (t), mm	3,59	3,054
Genişlik (d), mm	8	7

$$\% \frac{\Delta l}{l_0}, (\text{Ortalama Boy Küçülmesi}) = \frac{l_0 - l}{l_0} * 100 = \frac{41 - 34,5}{41} * 100 = \% 15,85$$

$$\% \frac{\Delta t}{t_0}, (\text{Ortalama Kalınlık Küçülmesi}) = \frac{t_0 - t}{t_0} * 100 = \frac{3,59 - 3,054}{3,59} * 100 = \% 14,93$$

$$\% \frac{\Delta d}{d_0}, (\text{Ortalama Genişlik Küçülmesi}) = \frac{d_0 - d}{d_0} * 100 = \frac{8 - 7}{8} * 100 = \% 12,5$$

$$\% \frac{\Delta V}{V_0}, (\text{Ortalama Hacim Küçülmesi}) = \frac{V_0 - V}{V_0} * 100 = \frac{(41 * 3,59 * 8) - (34,5 * 3,054 * 7)}{(41 * 3,59 * 8)} * 100 = \% 37,36$$

3.1.3.b) Renk Değişiminin Tayini

Sinterlenme sırasında, pres ile sıkıştırılmış ve birbirleri ile yalnızca temas durumunda olan seramik tozları, aralarında boyun oluşturarak birbirlerine bağlanmakta ve kompakt bir yapı meydana getirmektedirler. Artan sinterlenme sıcaklığı ile boyun oluşumu hızlanmakta ve yapı daha kompakt bir hale gelmektedir. Böylece numunelerin renkleri sinterlenmenin de etkisi ile değişmektedir. Sinterlenmenin, örneklerin renginde meydana getirdiği değişikliklerin tespit edilebilmesi için sinterlenmemiş ve aynı şartlarda 1200°C, 1550°C, 1600°C, 1650°C sıcaklıklarda sinterlenmiş örneklerin renkleri incelenmiştir. Kıyaslamalar çıplak göz ile yapılmıştır. Sinterlenme öncesinde beyaz renge sahip olan malzemenin sinterleme işlemi sonrasında kremi-beyaz bir renk aldığı, ayrıca artan sinterlenme sıcaklığı ile birlikte numunelerin renklerinin sinterlenmemiş numunelere oranla koyulaştığı tespit edilmiştir.

3.1.3.c) Görünür Yoğunluk, Görünür Porozite ve Su Emme Oranı Tayini

Seramikler değişik biçim ve büyüklükte boşluklar içerirler. Boşluklar, malzemenin su emmesini, mukavemetini, ısı ve ses yalıtımını etkiler. Bir boşluğun boyutu içerisine sığabilen en büyük kürenin çapı ile belirlenir.

Moleküller arası boşlukların büyüklükleri birkaç angström mertebesinde. Mikro boşluklar, 0,1 mikrondan küçük boşluklar, kılcal boşluklar, 0,1 mikron ile 2,5 milimetre arasındaki boşluklardır. Makro boşluklar ise 2,5 milimetreden büyük boşluklardır. Boşlukların bir kısmı kenarlara yakın ve dışa açıktır. Açık ve kılcal boşluklar, su emme yönünden önemlidirler.

Görünür yoğunluk, görünür porozite ve su emme oranı saptanacak disk şeklindeki numuneler, öncelikle saf su içerisinde 4 saat kaynatılmış ve 6 gün süre ile saf su içerisinde bekletilmiştir. Çubuk şeklindeki numuneler ise, saf su içerisinde 4 saat kaynatılmış ve 2 gün süre ile saf su

içerisinde bekletilmiştir. Bu süreler sonunda numuneler su içerisinde tartılmışlardır. Sudan çıkarılan numuneler ıslak bir bez yardımı ile yüzeyindeki fazlalık suları alınıp yaş olarak tekrar tartılmışlardır. Islak numuneler 110°C'lık etüvde 2 saat kurutulup kuru ağırlıkları ölçülmüştür. Ölçümler yüzde bir hassas elektronik tartı cihazında, disk şeklindeki beş, çubuk şeklinde 20 numune için yapılmıştır. Hesaplama kullanılan bağıntılar denklem 3.1, denklem 3.2 ve denklem 3.3'de verilmiştir. Ölçüm sonuçları disk numuneler için çizelge 3.9, çubuk şeklindeki numuneler için ise çizelge 3.10'da verilmiştir.

$$\text{Görünür Yoğunluk (D)} = \frac{M_1}{M_3 - M_2} \quad (3.1)$$

$$\text{Su Emme (\% A)} = \frac{M_3 - M_1}{M_1} * 100 \quad (3.2)$$

$$\text{Görünür Gözeneklilik (\% a)} = \frac{M_3 - M_1}{M_3 - M_2} * 100 \quad (3.3)$$

Burada;

M_1 : Kuru ağırlık.

M_2 : Su emmiş, sudaki ağırlık.

M_3 : Su emmiş, su dışındaki ıslak ağırlık.

D : Görünür yoğunluk.

A : Su emme.

a : Görünür gözeneklilik tir.

Çizelge 3.9 Disk numunelerin görünür yoğunluk, görünür porozite ve su emme tayini için kuru ağırlık, sudaki ağırlık, su dışındaki ıslak ağırlık ölçümleri ve hesaplamaları.

Numune No	M_1 Kuru ağırlık. (gr)	M_2 Su emmiş, sudaki ağırlık. (gr)	M_3 Su emmiş, su dışındaki ıslak ağırlık. (gr)	D Görünür Yoğunluk (gr/cm ³)	% A Su Emme	% a Görünür Porozite
1	3,98	2,96	3,98	3,90	0	0
2	3,92	2,91	3,92	3,88	0	0
3	3,92	2,93	3,92	3,95	0	0
4	3,90	2,90	3,90	3,90	0	0
5	3,89	2,90	3,89	3,92	0	0
Ortalama				3,91±0,02	0	0

Çizelge 3.10 Çubuk şeklindeki numunelerin görünür yoğunluk, görünür gözeneklilik (porozite) ve su emme tayini için kuru ağırlık, sudaki ağırlık, su dışındaki ıslak ağırlık ölçümleri ve hesaplamaları.

Numune No	M ₁ Kuru ağırlık. (gr)	M ₂ Su emmiş, sudaki ağırlık. (gr)	M ₃ Su emmiş, su dışındaki ıslak ağırlık. (gr)	D Görünür Yoğunluk (gr/cm ³)	% A Su Emme	% a Görünür Porozite
1	2,91	2,15	2,91	3,82	0	0
2	2,87	2,14	2,87	3,93	0	0
3	2,9	2,15	2,9	3,86	0	0
4	2,88	2,15	2,88	3,94	0	0
5	2,82	2,1	2,82	3,91	0	0
6	2,85	2,12	2,85	3,90	0	0
7	2,81	2,09	2,81	3,90	0	0
8	2,87	2,14	2,87	3,93	0	0
9	2,86	2,13	2,86	3,91	0	0
10	2,84	2,12	2,84	3,94	0	0
11	2,82	2,1	2,82	3,91	0	0
12	2,82	2,1	2,82	3,91	0	0
13	2,93	2,18	2,93	3,90	0	0
14	2,81	2,1	2,81	3,95	0	0
15	2,87	2,14	2,87	3,93	0	0
16	2,83	2,1	2,83	3,87	0	0
17	2,83	2,11	2,83	3,93	0	0
18	2,85	2,12	2,85	3,90	0	0
19	2,87	2,14	2,87	3,93	0	0
20	2,83	2,1	2,83	3,87	0	0
Ortalama				3,91±0,03	0	0

3.1.3.d) Yüzey Düzgünlüğü

Numunelerin yüzey düzgünlüğü Power Drive Mittutoyo elektronik yüzey pürüzlülüğü ölçme cihazında ölçülmüştür. Bu işlem için fırından alınmış ve herhangi bir yüzey işlemi uygulanmamış disk numuneler seçilmiştir. Cihazın hassas ucu malzeme üzerinde gezdirilerek yüzey pürüzlülüğü aletin göstergesinden okunmuştur. 1600°C’da sinterlenmiş numunelerin yüzey pürüzlülüğü 0,5 mikron olarak belirlenmiştir.

3.1.3.e) Sertlik Ölçümleri

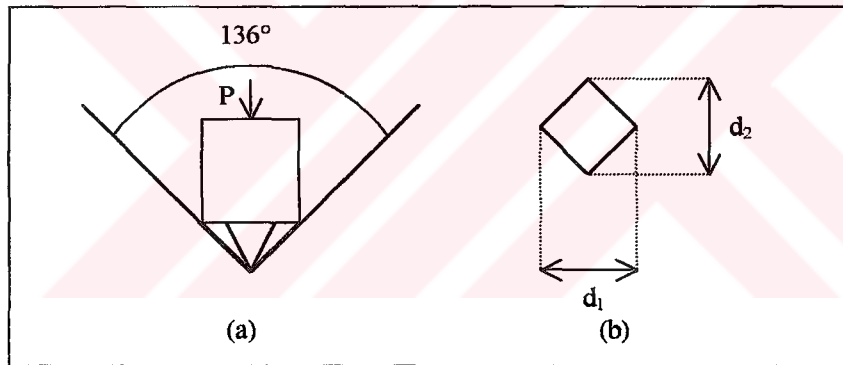
Sertlik bir malzemenin yüzeyine batırılmak istenen sert bir cisme karşı gösterdiği direnç olarak tanımlanır. Sertlik bir anlamda malzemenin plastik (kalıcı) şekil değiştirmeye karşı

gösterdiği direnç sayılır. Seramik malzemelerde sertlik ölçümleri, genellikle Vickers mikro sertlik cihazı kullanılarak yapılır. (Erkalfa vd.,1994; Mısırlı vd., 1992; Uğuz ve Mısırlı 1993) Bu yöntemde batıcı uç, tepe açısı 136° olan bir piramit şeklinde olup elmasan yapılmıştır. Şekil 3.7’de Vickers elmas uç ve malzeme yüzeyinde oluşturacağı iz görülmektedir. Belirli bir yükte malzeme yüzeyine batırılan uç, yüzeyde bir eşkenar dörtgen oluşturur. Eşkenar dörtgenin köşegenlerinin ortalaması denklem 3.4 yardımı ile bulunur ve DIN 50133 standardına göre 3.5 bağıntısında yerine yazıldığında HV Vickers mikro sertlik sayısı hesaplanır. Bu yöntem ile sertlik ölçme uzun süre almasına karşın en duyarlı sertlik ölçme yöntemidir.

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad (3.4)$$

$$HV = 0,184 \frac{P}{d^2} \quad (3.5)$$

burada P iz yüküdür.

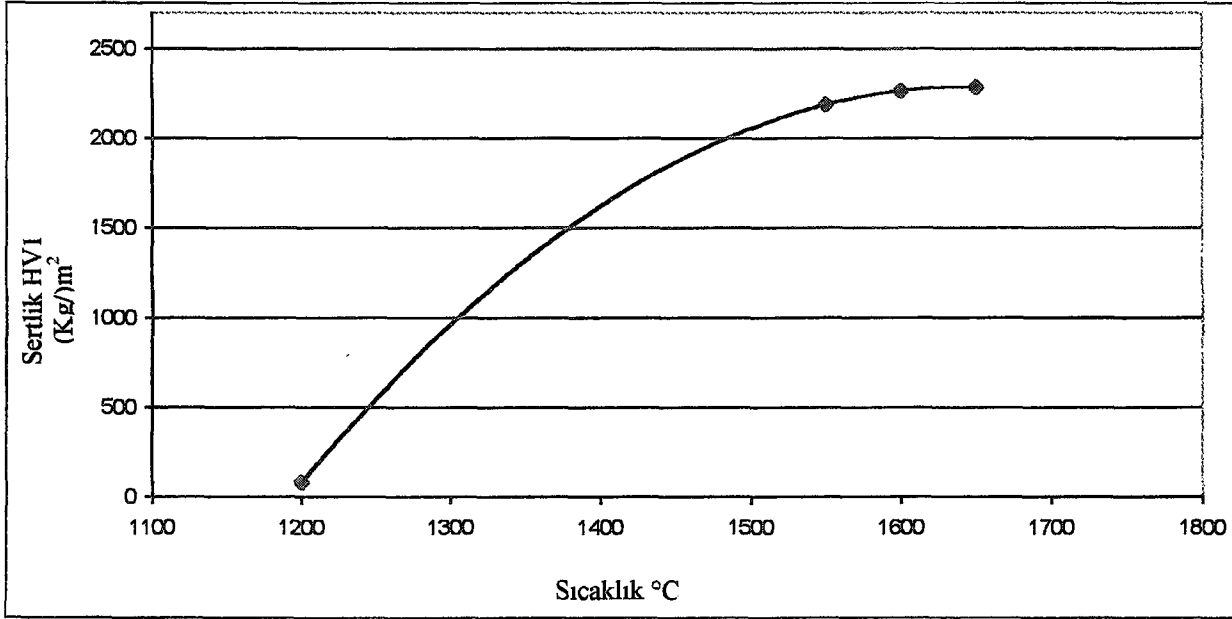


Şekil 3.7 Vickers mikro sertlik cihazı ile sertlik alma yöntemi. (a) Elmas uç. (b) Malzeme yüzeyindeki iz

Sertlik deneylerinde, her örneğe 20 saniye süre ile 1 Kg iz yükü uygulanarak ve her bir örnekten 5 adet iz alınarak d değeri belirlenmiş, denklem 3.5’den HV değerleri hesaplanmıştır. Sonuçlar çizelge 3.11’de verilmiştir. Numunelere ait sertlik değerlerinin sinterlenme sıcaklığı ile değişimi şekil 3.8’de verilmiştir.

Çizelge 3.11 Sertlik ölçümü sonuçları

Numune	Sertlik Ortalama (HV 1) Kg/mm ²
1200 °C’de sinterlenmiş	80,3 ± 1,5
1550 °C’de sinterlenmiş	2190 ± 27
1600 °C’de sinterlenmiş	2266 ± 42
1650 °C’de sinterlenmiş	2287 ± 47

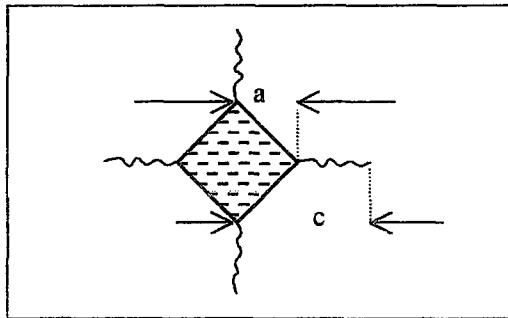


Şekil 3.8 Sinterlenme sıcaklığının malzemenin sertliğine etkisi

3.1.3.f) Kırılma Tokluğu Ölçümleri

Çalışmada kırılma tokluğu, “İz Çatlak Uzunluğu” yöntemi ve “Üç Nokta Eğme Deneyi” olmak üzere iki farklı yöntem ile ölçülmüştür. Disk şeklindeki numunelerin kırılma tokluğu, “İz Çatlak Uzunluğu” yöntemi ile, çubuk şeklindeki numunelerin kırılma tokluğu ise “Üç Nokta Eğme Deneyi” yardımı ile hesaplanmıştır. Bu nedenle, yöntemlerin kısaca tanıtılması yararlı olacaktır.

i) **İz çatlak uzunluğu yöntemi** : Vickers mikro sertlik cihazı ile malzeme yüzeyinde meydana getirilen izin etrafında oluşturulan radyal çatlakların, izin köşelerinden başlayarak ilerleyen uzunluğunun ölçülmesi şeklinde uygulanır. Oluşan radyal çatlaklar şekil 3.9’da görülmektedir.



Şekil 3.9 İz çatlak uzunluğu yönteminde elde edilen iz. Burada c çatlak uzunluğu Kırılma tokluğu ölçümünde kullanılır.

İz nedeni ile oluşan kalıcı gerilmeler çatlak oluşturur. Bu yöntemin çekici yönleri, pratikte numune boyutu sınırlamasının olmaması ve çatlağın pozisyonunun ve boyunun kolaylıkla kontrol edilebilmesidir. En önemli sorun, izden oluşan kalıcı gerilmelerin kritik altı çatlak ilerlemesine sebep olabilmesidir. Bu durumda kırılma tokluğu (**K_{İC}**) esas değerinden düşük bulunur.

Vickers iz çatlak uzunluğu yöntemi ile cam ve seramiklerin kırılma tokluğunun ölçümünün avantajları aşağıdaki gibi sıralanabilir:

- i- Başka bir kırılma tokluğu metodu uygulanamayacak kadar küçük numunelerde uygulanabilir.
- ii- Standart bir numune boyutu gerekmediğinden numune hazırlamak çok kolaydır. Metalografik olarak iyi hazırlanmış bir kesit yüzeyi yeterlidir.
- iii- Yöntemde, bir sertlik cihazı veya test makinesi ile birlikte temin edilen standart Vickers elmas ucu kullanılır. Dolayısıyla başka araştırmacıların bu yöntemi kullanarak yaptığı çalışmalar ile karşılaştırma yapmak mümkündür.
- iv- Çatlak uzunlukları optik olarak bir çok durumda kolaylıkla ölçülebilir.
- v- Sonuç olarak, ucuz ve kolay uygulanabilen bir yöntemdir.

Bu avantajları yanında yöntem, bazı sorunlar da içerir:

- i- Çatlak boyu ölçümündeki hassasiyet bazı durumlarda düşük olabilir.
- ii- Literatürde, idealize edilmiş iz çatlak modelleri birkaç tane olarak verilmiş olup pratikte incelenen malzemelere uygulanamayabilir. İncelediğimiz malzemelerde oluşan çatlakların hangi tip olduğunun saptanması aşağıda ayrıntıları ile açıklanmıştır.
- iii- Kırılma tokluğu hesaplamalarında kullanılan eşitlikler literatürde büyük farklar göstermektedir.
- iv- Çoğunlukla iz çatlak uzunluğu yöntemi ile ölçülen kırılma tokluğu değerleri ve diğer metotlar (örneğin tek tarafı çentikli eğme numunesi) ile ölçülen değerler arasında farklılıklar bulunmaktadır. Bu konudaki yorum da aşağıda verilmiştir. (Uğuz ve Mısırlı, 1993)

Daha önce de bahsedildiği gibi, seramiklerin kırılma tokluğu ölçümlerinde değişik metotlar farklı sonuçlar vermektedir. Bu konuda yapılan bir çalışmada Vickers iz çatlak uzunluğu yöntemi ile $2,3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ olarak hesaplanan bir alümina esaslı malzemenin kırılma tokluğu, Vickers iz dayanımı yöntemi ile $3,1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ olarak bulunmuştur. Benzer bir numunenin, tek tarafı çentikli eğme numunesi ile kırılma tokluğu $4,1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ olarak ölçülmüştür. Lemaitre ve Piller yayınladıkları bir çalışmada Vickers iz çatlağı, Vickers iz dayanımı ve tek tarafı çentikli eğme numunesi ile bir alümina seramiği üzerinde ölçülen K_{İC} değerini karşılaştırmışlardır. Sonuç olarak; “Vickers iz çatlağı” yöntemi ile ölçülen

$K_{Ic}=2,28 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, “Vickers iz dayanımı yöntemi” ile $3,44 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ bulunurken “Tek taraflı çentikli” numunelerde $a/c=0,66$ olduğunda $4,18 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$, $a/c=0,80$ olduğunda $6,563 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ olarak ölçülmüştür. (Uğuz ve Mısırlı, 1993)

Bu örneklerden de görülebileceği gibi değişik gerilme koşullarında, değişik çatlak boyu ve morfolojilerinde seramik malzemelerin davranışları farklı olmaktadır.

Literatürde kritik gerilme yoğunluğu saptanmasında çok sayıda formül verilmektedir. Ponton ve Rawlings bu formülleri çalışmalarında toplayarak özetlemişleridir. Vickers iz alma tekniği ile kırılma tokluğu hesaplamalarındaki birinci aşama izin köşelerinden başlayıp ilerleyen çatlakların yarım daire (radyal) şekilde mi yoksa palmqvist tipi mi olduğunun saptanmasıdır. (Uğuz ve Mısırlı, 1993; Mısırlı vd., 1992)

Bu amaçla iz köşegenleri ve çatlak uzunlukları ölçülmüş numunelerin belirli bir derinlikte üst tabakası iz kaybolmadan zımparalanarak kaldırılmalı ve çatlakların hala iz köşelerinden başlayarak sürekliliğini kaybetmediği gözlenmelidir. Buda oluşan çatlakların radyal tipi olduğunu gösterir. Literatürde radyal tipi çatlaklar için verilen formüller $c/a \geq 2$ olduğu durumda geçerlidir. Bu çalışmada $0,6 \leq a/c \leq 4,5$ aralıklarında geçerli olan 3.6 formülü kullanılarak kırılma tokluğu değerleri hesaplanmıştır. (Ponton ve Rawlings, 1989)

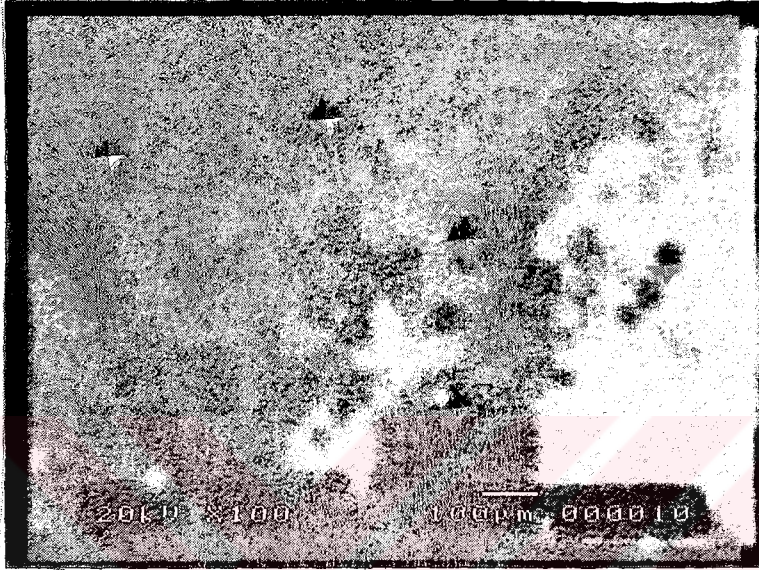
$$K_{Ic} = 0,79 \cdot \left(\frac{P}{a^{3/2}} \right) \log \left(4,5 \cdot \frac{a}{c} \right) \quad (3.6)$$

Deney örneklerinin kırılma tokluklarının hesaplanabilmesi için her örneğe 20 saniye süreyle 5 Kg iz yükü uygulanmış ve her örnekten 4 adet iz alınmıştır. Metalografik olarak hazırlanmış numunelerin üzerindeki iz ve çatlaklara SEM. ile bakılmış ve izlerin bazılarının fotoğrafları alınmıştır. İz ve çatlak boyları yukarıda anlatıldığı şekilde, SEM fotoğrafı yardımı ile ölçülerek denklem 3.6’dan kırılma tokluğu hesaplanmıştır. Sonuçlar çizelge 3.12’de verilmiştir.

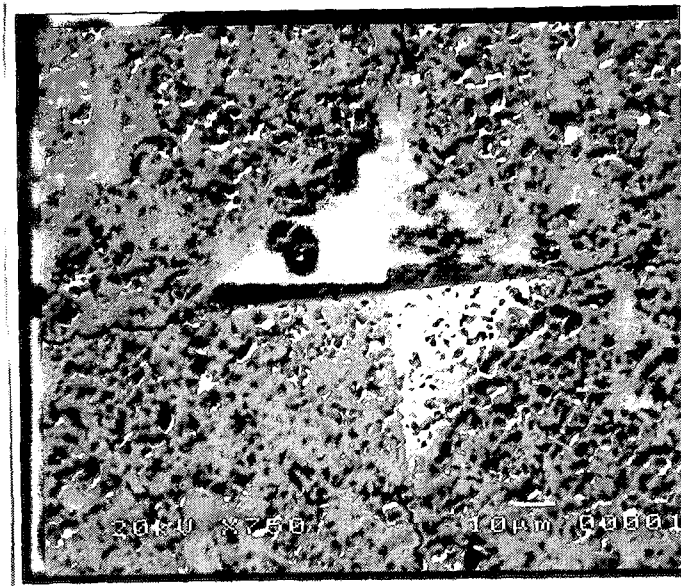
Çizelge 3.12 Kırılma tokluğu değerleri

K_{Ic} Kırılma Tokluğu ($\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$)	K_{Ic} Kırılma Tokluğu $10^6 \text{ Kg}\sqrt{\text{m}}/\text{m}^2$
$4,50 \pm 0,06$	$0,46 \pm 0,01$

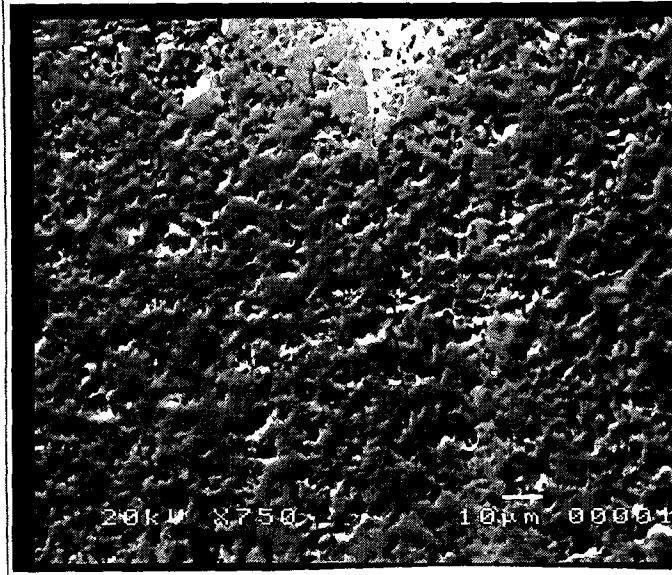
Kırılma tokluğu hesaplamaları için kullanılan bazı SEM. görüntüleri şekil 3.10 a, b ve c’de görülmektedir.



Şekil 3.10. a) Malzeme yüzeyindeki izlerin genel görüntüsü

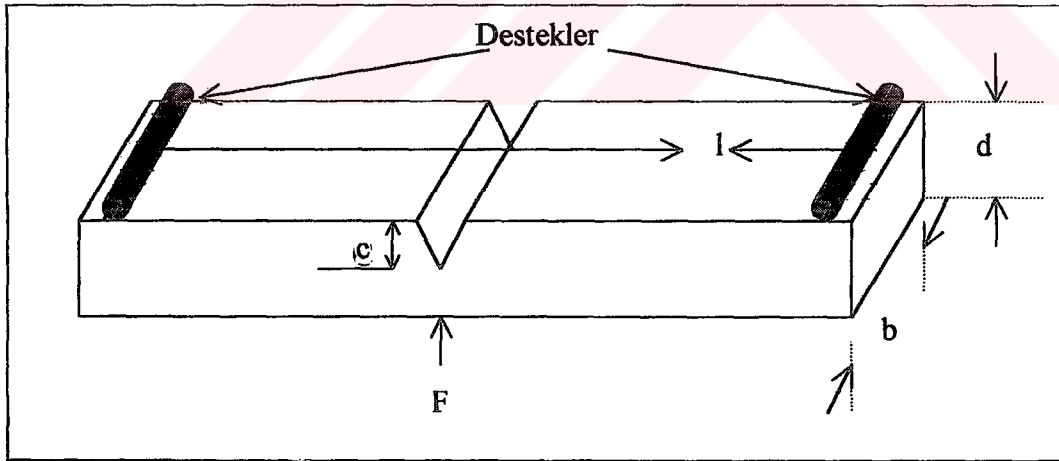


Şekil 3.10. b) İz köşegenlerinden başlayan çatlakların SEM görüntüsü.



Şekil 3.10. c) İz köşegenlerinden başlayan çatlakların SEM görüntüsü.

ii) Üç noktadan eğme deneyi : Seramiklerin kırılma tokluğunun ölçümünde faydalanılan diğer bir yöntem “Üç noktalı eğme deneyidir.” Bu deneylerde, şekil 3.11’de şematik olarak görülen, çentikli eğme numuneleri kullanılır.



Şekil 3.11 Tek taraflı çentikli eğme numuneleri

Çentikli eğme numuneleri ile kırılma tokluğunun hesaplanmasında denklem 3.7’den faydalanılır.

$$K_{IC} = Y \frac{3 \cdot P \cdot l \cdot c^{3/2}}{2 \cdot b \cdot d^2} \quad (3.7)$$

Burada; P; kırılma yükü,
l; mesnetler arası uzaklık, (m),

b; genişlik, (m)
d; kalınlık, (m)
c; çentik derinliği, (m)
Y; geometri faktörüdür.

Geometri faktörü, Y'nin değeri çentik derinliği/ kalınlık (c/d) oranına bağlı olarak standart grafiklerden bulunur. (Kayalı, 2000)

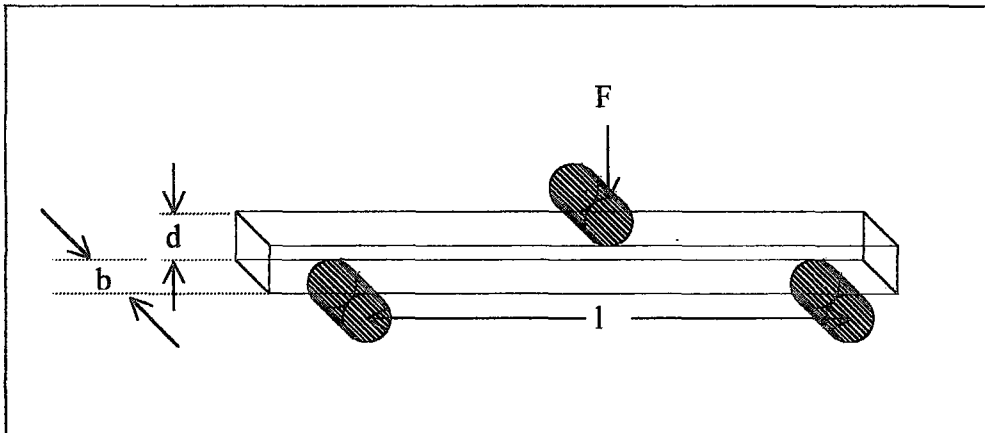
Çubuk şeklindeki numunelerin, kırılma tokluğu ölçümleri için, numunelere çentik açılarak çentikli eğme deneyi numuneleri hazırlanmış ve üç nokta eğme deneyi yardımıyla kırılma yükü belirlenmiştir. Kırılma tokluğu değerleri, deneyden elde edilen kırılma yükünün 3.7 denkleminde kullanılmasıyla hesaplanmıştır. Çubuk şeklindeki numunelerin kırılma tokluğu ölçümleri 5 numune için tekrarlanmış, sonuçlar çizelge 3.13'de verilmiştir.

Çizelge 3.13 Kırılma tokluğu ölçümleri

Numune No	l (m)	d (m)	b (m)	c (m)	P (Kg)	Y	K_{ic} Kırılma Tokluğu $10^6 \text{ Kg} \sqrt{\text{m}} / \text{m}^2$
1	0,02	0,0031	0,00706	0,00061	12	1,7	0,21
2	0,02	0,0032	0,00707	0,0004	24,6	1,7	0,35
3	0,02	0,0032	0,00705	0,00068	12,8	1,6	0,22
4	0,02	0,0034	0,00707	0,00081	11	1,7	0,19
5	0,02	0,0031	0,00716	0,00054	12	1,7	0,20
Ortalama							0,23±0,05

3.1.3.g) Kırılma Mukavemetinin Belirlenmesi

Seramik malzemelerde kırılma mukavemeti "Eğme deneyi" ile belirlenir. Şekil 3.12'de üç nokta eğme deneyinin basit düzeni görülmektedir.



Şekil 3.12 Üç nokta eğme deneyinin şematik görüntüsü

Seramik malzemelerde genellikle kırılma oluncaya kadar elastik davranış gözlenir. Bu durumda malzemeyi kırmak için uygulanan F kuvveti kritik bir değere gelince numune kırılır. Malzemenin kırılma mukavemeti, kritik P değerinin 3.8 denkleminde kullanılması ile hesaplanır.

$$S = \frac{3.P.l}{2.b.d^2} \quad (3.8)$$

burada; P, kırılma yükü (Kg)
 l, mesnetler arası uzaklık (m)
 b, numunenin genişliği (m)
 d, numunenin kalınlığı (m)
 S, kırılma mukavemeti (Kg/m²). (Toy, 1992)

Deneyde, çubuk şeklindeki numunelere kırılana kadar orta noktalarından bir P yükü uygulanmıştır. Numuneyi kıran kritik P yükü ölçülmüş ve 3.8 denkleminde yerine yazılarak malzemenin kırılma mukavemeti (S) hesaplanmıştır. Ölçümler 4 numune için tekrarlanmış ve sonuçlar çizelge 3.14’de verilmiştir.

Çizelge 3.14 Kırılma mukavemeti ölçümleri

Numune No	l (m)	b (m)	d (m)	P (Kg)	S Kırılma Mukavemeti (10 ⁶ Kg/m ²)
1	0,02	0,00712	0,00318	30,84	12,85
2	0,02	0,00706	0,002	33,56	35.65
3	0,02	0,00707	0,00308	67,13	30.02
4	0,02	0,00701	0,00307	53,07	24.09
Ortalama					25.65±8,4

3.1.3.h) Işık ve Taramalı Elektron Mikroskobu (S. E. M.) Çekimleri

Işık ve elektron mikroskop çekimleri, Y.T.Ü. Metalürji Bölümü laboratuvarında gerçekleştirilmiştir. Elektron mikroskobu çekimlerinde, JOEL JSM 5410 LV taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmış, çekimler sırasında düşük ve yüksek vakumlarda çalışılmıştır.

Herhangi bir yüzey işlemi uygulanmamış numunelerin yüzeyleri mat, pürüzlü ve ışık mikroskobunda 100X ve 200X büyütmelerde net bir görüntü alınamayacak durumdadır. Bu nedenle, SEM ve ışık mikroskobuyla görüntü elde etmek amacı ile kullanılan örnekler çeşitli

yüzey işlemleri uygulanmıştır. Metalografik yüzey işlemleri uygulanan numuneler 8 tip olarak hazırlanmışlardır:

- 1.) **Birinci tip numuneler:** Kırık yüzey numuneleridir. Bu numuneler 1600°C'da sinterlenmiş numunelerin kırılması ile oluşturulmuştur ve kırık yüzeylerine herhangi bir yüzey işlemi uygulanmamıştır.
- 2.) **İkinci tip numuneler:** Bu grup, 1600°C'da sinterlenmiş numunelerden oluşmaktadır. Numuneler sırası ile 600 ve 800 nolu zımparalar ile zımparalanmışlardır. Zımparalama işlemi, numune yüzeyine ışık mikroskobu ile bakıldığında, görüntü alınabilen parlak bölgeler oluşuncaya kadar uygulanmıştır. Daha sonra 6 mikronluk elmas pasta ile parlatılmışlardır.
- 3.) **Üçüncü tip numuneler:** Bu gruptaki numuneler ikinci tip numuneler gibi hazırlanıp, kaynayan HCl içerisinde 15 dakika dağlanarak elde edilmiştir.
- 4.) **Dördüncü tip numuneler:** Bu gruptaki numuneler, ikinci tip numuneler gibi hazırlanıp kaynayan HCl içerisinde 30 dakika dağlanarak elde edilmiştir.
- 5.) **Beşinci tip numuneler:** TÜBİTAK M.A.M. Malzeme Araştırma Bölümünden, mukayese amacı ile temin edilen 1650°C'da bir saat sinterlenmiş numunelerin, sırası ile 600 ve 800 nolu zımparalar ile zımparalanmasından elde edilmiştir.
- 6.) **Altıncı tip numuneler:** TÜBİTAK M.A.M. Malzeme Araştırma Bölümünden, mukayese amacı ile temin edilen 1200°C'da bir saat sinterlenmiş numunelerin, sırası ile 600 ve 800 nolu zımparalar ile zımparalanmasından elde edilmiştir.
- 7.) **Yedinci tip numuneler:** 1600°C'da bir saat sinterlenmiş numuneler, sırası ile 600 ve 800 nolu zımparalar ile yüzeydeki parlak bölgeler kaybolup, homojen bir yüzey elde edinceye kadar zımparalanıp, 6 mikronluk elmas pasta ile parlatılmışlardır. Daha sonra 1400°C'de bir saat ısı dağlama yapılarak elde edilmişlerdir.
- 8.) **Sekizinci tip numuneler:** İkinci tip numunelerin, kaynar HCl ile 2 saat dağlanması sonucu elde edilmişlerdir.

Metalografik olarak hazırlanmış numuneler SEM de 7500X büyötmeye kadar incelenmiştir. Ancak mikroskoba etkiyen çevre koşulları nedeni ile 2000X büyötmenden sonra görüntülerin netliklerini kaybettikleri gözlenmiş, bu nedenle daha küçük büyötmelerde çalışılmıştır.

Ek-1’de metalografik olarak hazırlanmış değişik numunelerin mikro yapı görüntüleri verilmektedir.

İlk olarak 2. 3, 4, 5 ve 6. tip numunelerin ışık mikroskobu ile 100X ve 200X büyütmelerde yüzeylerine bakılmış, 100X büyütmede yüzey fotoğrafları alınmıştır. Ancak malzeme yüzeylerinin çok düzgün olması nedeni ile ışık yansıması net görüntü almayı engellemiştir. Bu durum yüzeylerin Ek 1, Şekil E-1 a, b, c, d’de verilen ışık mikroskobu fotoğraflarından da görülebilir.

Numunelerin mikroyapısının incelenebilmesi için her bir tip numunenin yüzeyi elektron mikroskobu (SEM) ile değişik büyütmelerde, düşük ve yüksek vakumlarda incelenmiştir. SEM mikroyapı fotoğrafları numuneler ışınlanmadan önce ve sonra olmak üzere iki kez alınmıştır. Işınlama öncesi ve sonrası alınan görüntüler kıyaslanarak nötron ışınlamasının mikroyapıda meydana getirebileceği olası değişiklikler tespit edilmeye çalışılmıştır. Işınlama öncesi yapılan çekimlerden elde edilen fotoğrafların incelenmesi sonucu numunelerin tane sınırları gözlenebilmiştir. Kırık yüzey fotoğrafı incelendiğinde, yapıdaki bir boşluk çok net bir şekilde görülmektedir. Bu ise, numunelerin yapısında benzer boşluklar bulunabileceğini düşündürmektedir. Ek-1 de verilen görüntüler (E-3 a) incelendiğinde numunelerin kenara yakın bölgelerinde kenara paralel olarak meydana gelen çatlaklar görülmektedir. Şekil E-6 a ve b’den ise metalografik yüzey hazırlama işlemlerinin aynı numunelerin yüzeylerinde oluşturduğu farklı etkiler ve ayrıca bu işlemler sonucunda malzeme yüzeyinde meydana gelen boşluklar görülmektedir. Ek-1’deki şekil E 7 a ve b incelendiğinde ise 1200°C’da sinterlenmiş numunenin, sinterlenmenin tam olarak gerçekleşmemesi nedeni ile daha yüksek sinterlenmiş numunelere oranla yumuşak olan yüzeyinde metalografik yüzey hazırlama işlemleri sırasında oluşan izler görülmektedir.

3.2. Işınlama Deneyleri

Işınlamalar Çekmece Nükleer Araştırma ve Eğitim Merkezi (ÇNAEM), Fizik Bölümü laboratuvarında gerçekleştirilmiştir.

Yüksek enerjili nötronlar ile yapılan ışınlamalar ÇNAEM Fizik Bölümü laboratuvarındaki SAMES T-400 tipi iyon hızlandırıcısı ile yapılmıştır. SAMES T-400 iyon hızlandırıcısı üç ana üniteden oluşmaktadır:

1. Ana hızlandırma ünitesi
2. Kontrol ünitesi
3. Yüksek gerilim ünitesi. (Tarcan vd., 1989)

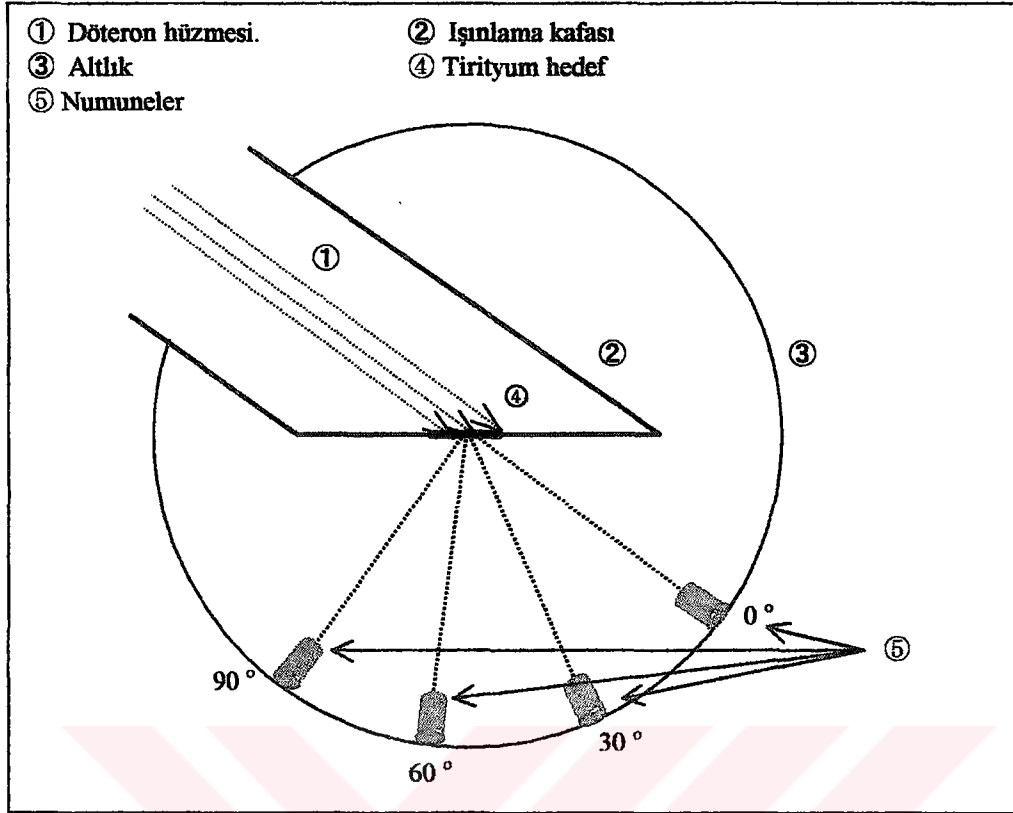
SAMES T-400 iyon hızlandırıcısı, döteryum-trityum reaksiyonu ile nötron üretmektedir. İyon hızlandırıcısı ile üretilen yaklaşık 14.5 MeV enerjili nötronlarla uyarılabilecek (n,p) tepkileşmeleri ile malzeme özelliklerinde meydana gelebilecek bazı değişiklikler bu kısımda incelenmiştir.

Sistemin ışınlamaya hazırlanması aşamasında, döteronlar ile elde edilen hedef akımı 350 μ A olarak göstergeden okunmuştur. Sistemin hazırlanmasından sonra ışınlamaya başlanmış ve ışınlama süresince hedef akımının 375-400 μ A arasında salındığı gözlenmiştir. Hedef akımı, döteryum plazmasından elde edilen döteronların hızlandırıldıktan sonra hedef plakası üzerinde oluşturdıkları akımdır.

Malzemenin özellikleri üzerinde nötron enerjisinin etkisinin incelenebilmesi için ışınlama, şekil 3.13'de gösterilen geometrik düzende yapılmıştır. Bu geometride, değişik açılarda, 4 farklı enerji konumuna karşılık gelen nötronlar elde edilmektedir. Çizelge 3.15'de her bir açıya karşılık gelen nötron enerjileri görülmektedir.

Çizelge 3.15 Her açıya karşılık gelen nötron enerjileri (Durusoy, 1999)

Açı	Nötron enerjisi (MeV)
0	14,86 $\pm$ 0,12
30	14,72 $\pm$ 0,11
60	14,46 $\pm$ 0,11
90	14,10 $\pm$ 0,10



Sekil 3.13 Hızlı nötronlar ile yapılan ışınlama geometrisi

Işınlama süresi,

$$\left({}^{27}\text{Al}(n,p){}^{27}\text{Mg} \right)^* \quad (3.9)$$

tepkileşmesi sonucu açığa çıkan ${}^{27}\text{Mg}$ 'nin 9,45 dakika olan yarılanma ömrünün yaklaşık üç katı, 1800 s olarak belirlenmiştir.

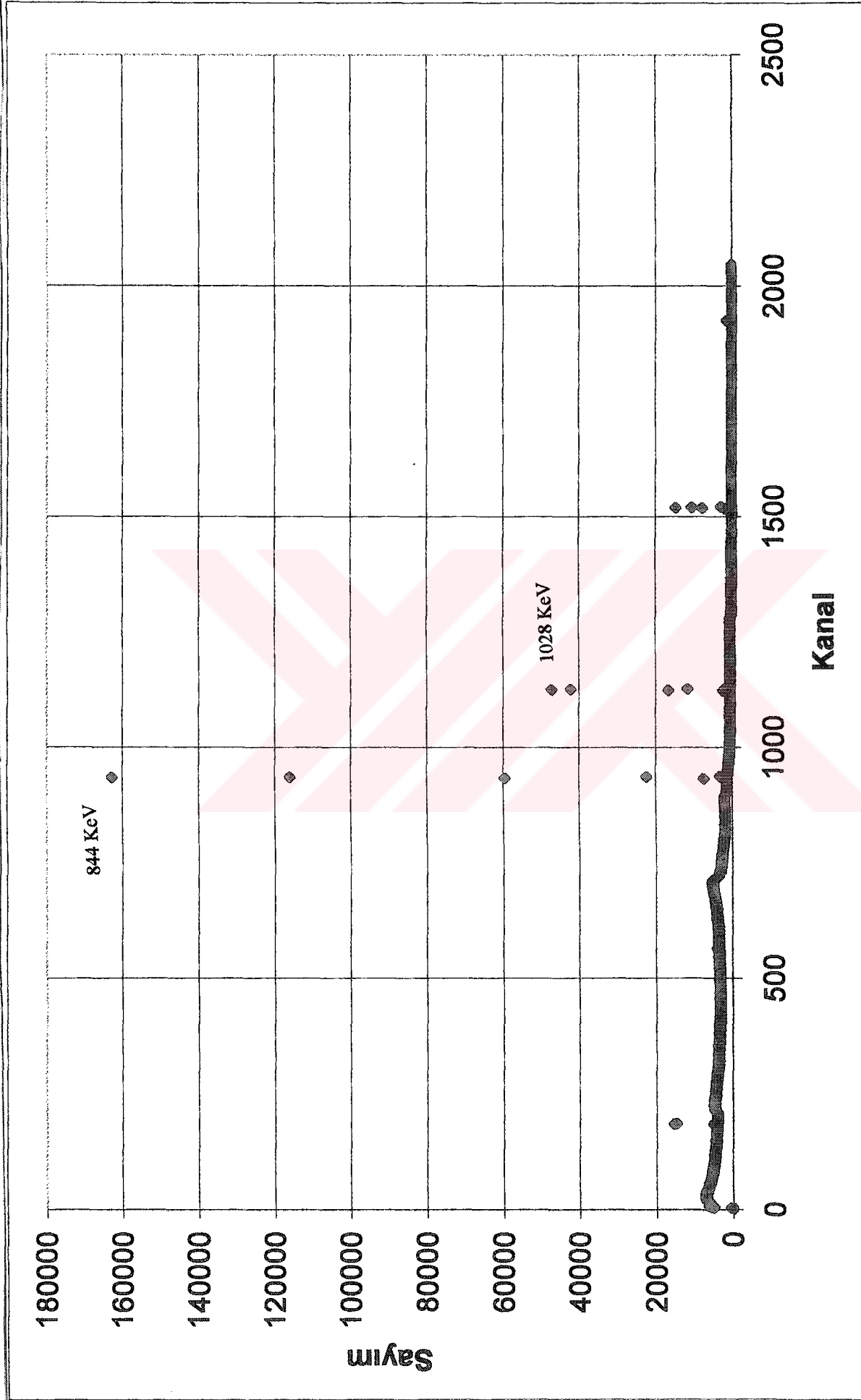
Işınlama sonrası sayımdan önce radyasyon güvenliğinin sağlanması açısından, kısa yarı ömürlü radyasyonların etkisiz hale gelmesinin temini için 300s beklenmiştir. Bu süre sonunda, ışınlama odasından alınan örneklerden, 90° 'deki bir adet örnek, gama spektrumu alınmak üzere HPGe detektörüne yerleştirilmiştir. Detektörün sayım almaya başladığı an ile ışınlamanın bittiği an arasında 360s geçtiği saptanmıştır. Bu örnek için 998 s sayım alınmıştır. Elde edilen spektrum şekil 3.14'de görülmektedir. Bu spektrumda 3.9 etkileşiminin 844 KeV ve 1028 KeV'lik pikleri görülmektedir. Ancak 3.10 etkileşiminin 6129 KeV ve 7115 KeV'lik pikleri görülememektedir. Bunun nedeni, ışınlamanın bitişi ile sayıma başlanması arasında geçen sürenin

$$\left({}^{16}\text{O}(n,p){}^{16}\text{N} \right)^* \quad (3.10)$$

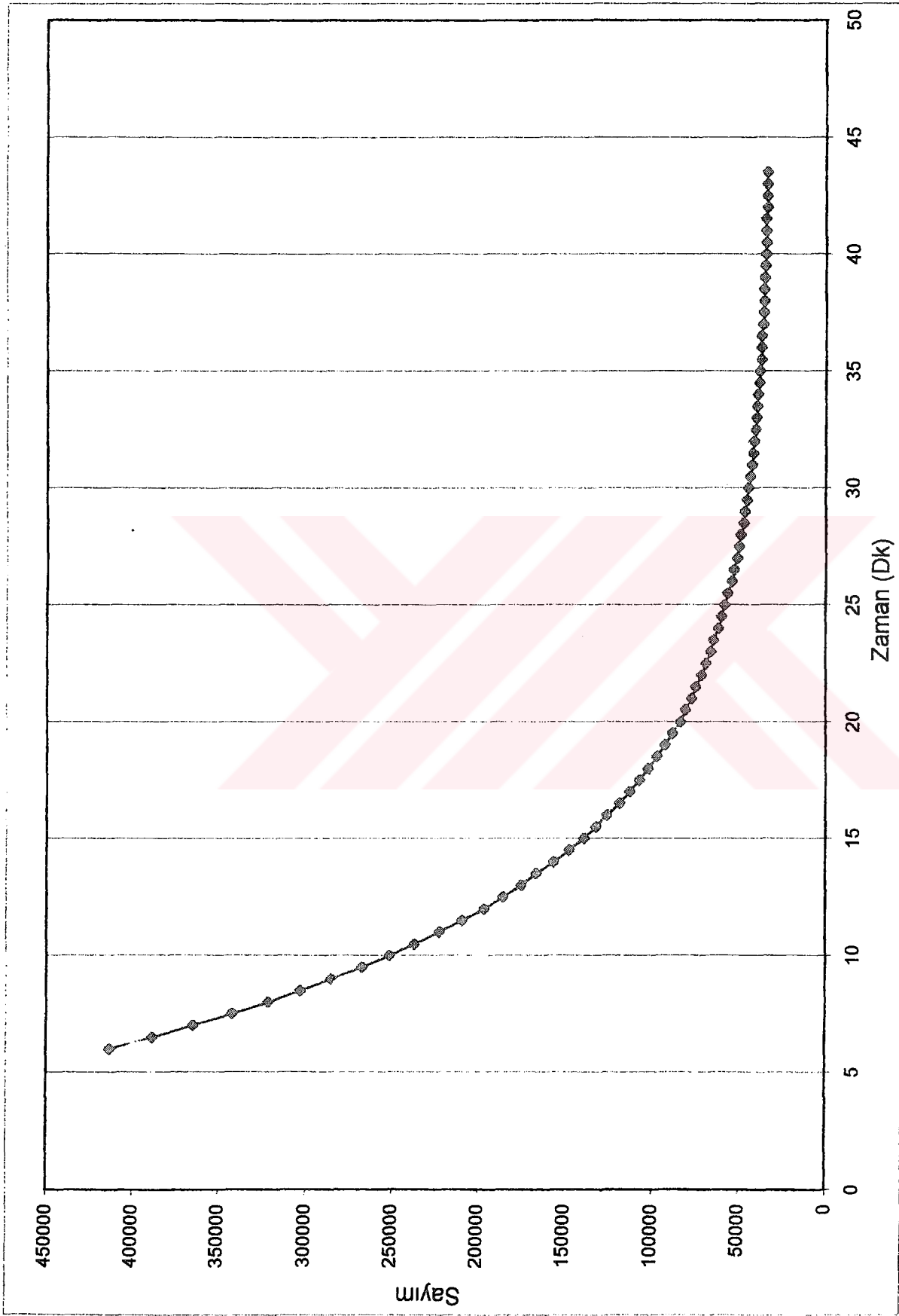
tepkileşmesinin yarı ömründen (7,13 s) çok fazla (yaklaşık $50 T_{1/2}$) olmasıdır.

Bu spektrumdan faydalanılarak akı hesabı yapan bir bilgisayar programı yardımı ile nötron akısı tayin edilmiştir. Çalışmada, yüksek enerjili nötronlar ile ışınlama sabit akıda gerçekleştirilmiştir. Işınlama konumundaki nötron akısı, ışınlanan örneklerdeki alüminyum miktarının aktivasyonu belirlenerek deneysel olarak saptanmıştır. Akının hesaplanabilmesi için algoritması şekil 3.18’de verilen ÇNAEM’de geliştirilmiş olan bir bilgisayar programı kullanılmıştır. Bu programda, şekil 3.14’de verilen gama spektrumundaki 844 KeV’lik ışına ait pik alanı referans olarak alınmıştır. Programda belirli bir akıya karşılık gelen teorik pik alanı hesaplanmaktadır. Deneysel pik alanına eşit teorik pik alanı elde edilinceye dek akı girdisi değiştirilmektedir. Böylece ortalama nötron akısı $1,38 \times 10^7 \pm \%5$ nötron/cm².s olarak belirlenmiştir.

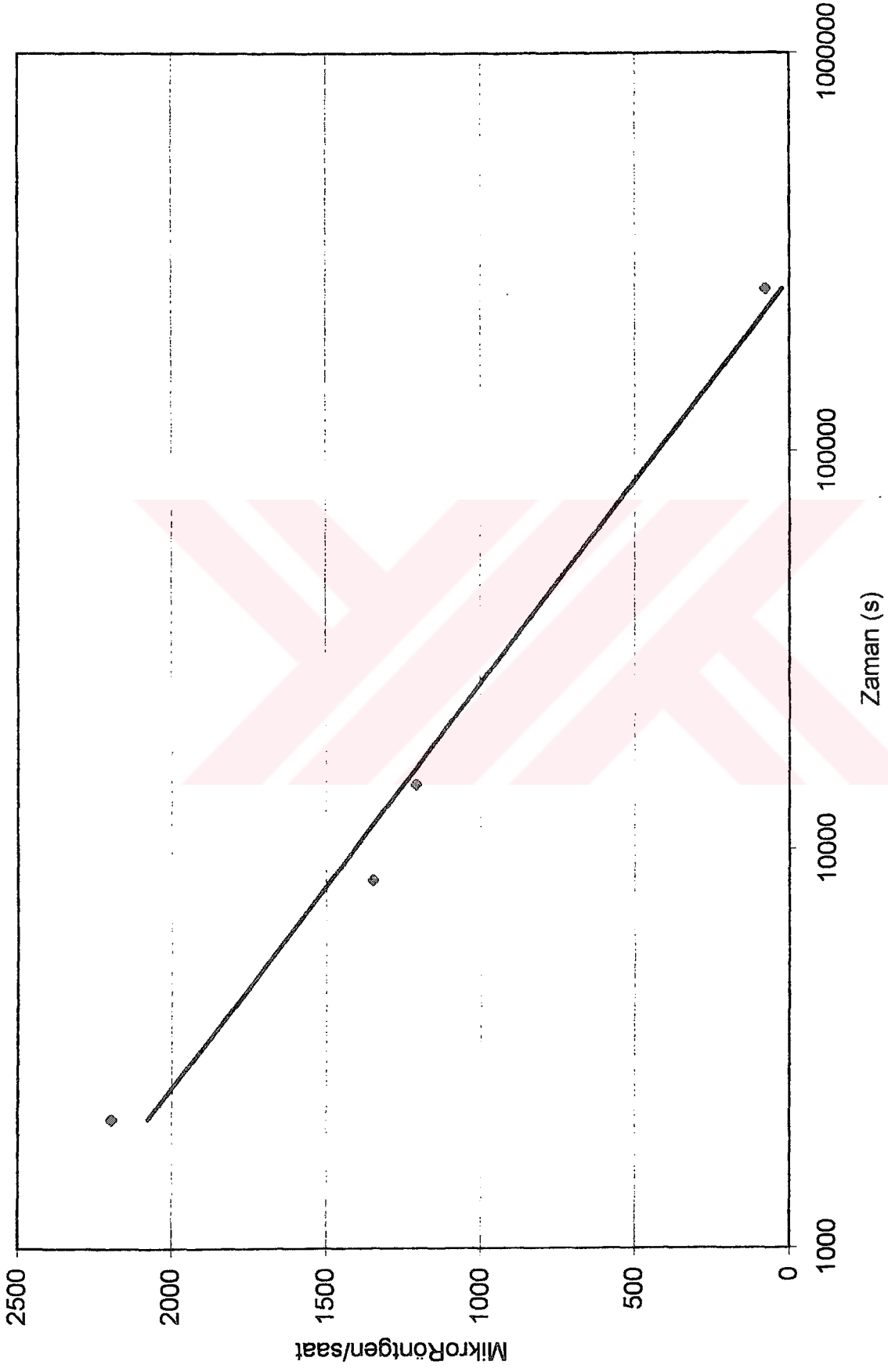
Aktivitenin zamana bağlı değişimi şekil 3.15’de verilmiştir. Ayrıca örnekler ile gerçekleştirilecek deneylerin radyasyon açısından güvenli bir şekilde yapılabilmesi için, örneklerin gama dozları ışınlamanın durdurulmasından itibaren 4 gün süre ile aralıklı olarak ölçülmüştür. Ölçümlenen gama dozunun zamana bağlı değişimi şekil 3.16’da verilmiştir.



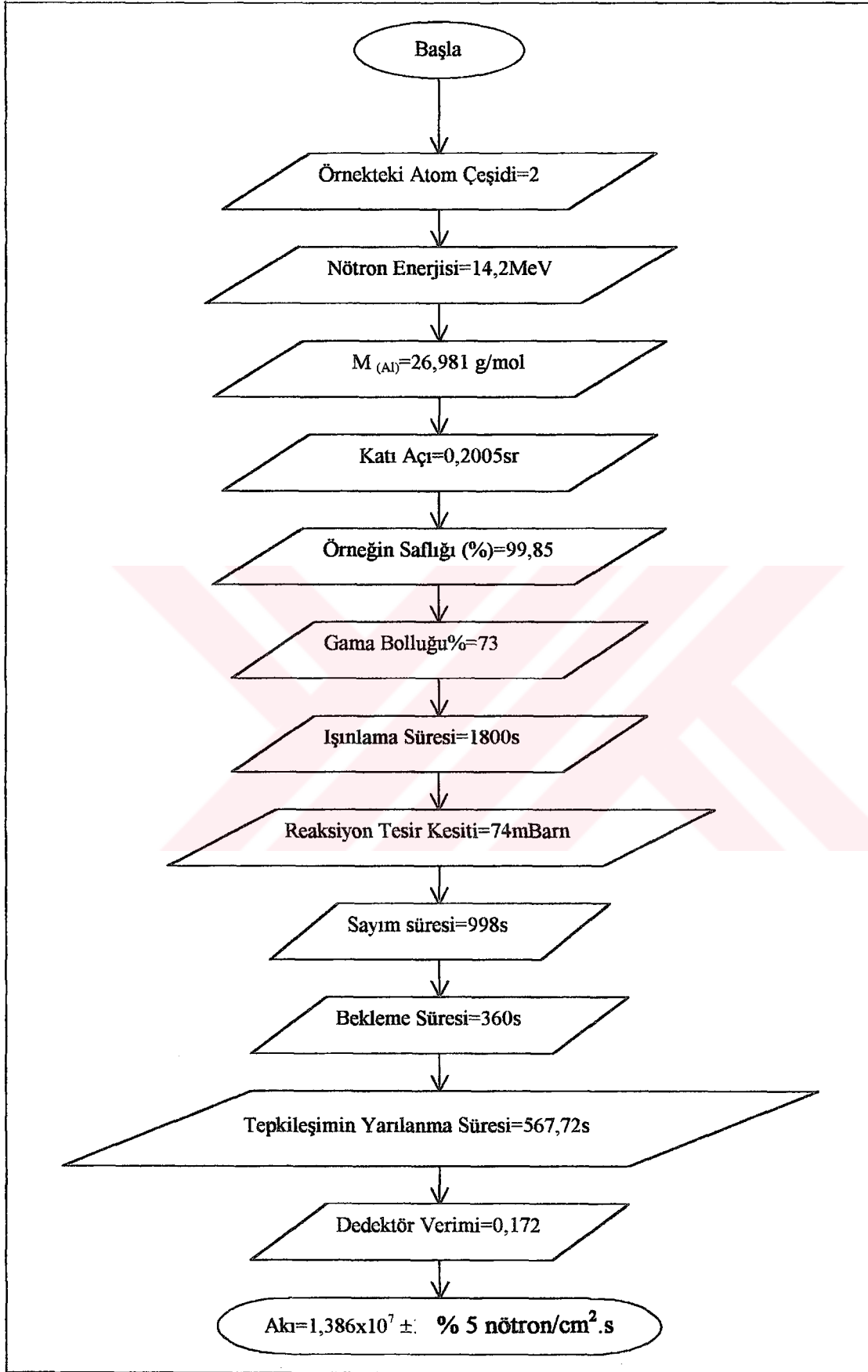
Şekil 3.14 14,10 $\pm$ 0,10 MeV'lik nötronlar ile ışınlanmış örneğin gama spektrumu



Şekil 3.15 Aktivitenin zamana bağlı değişimi

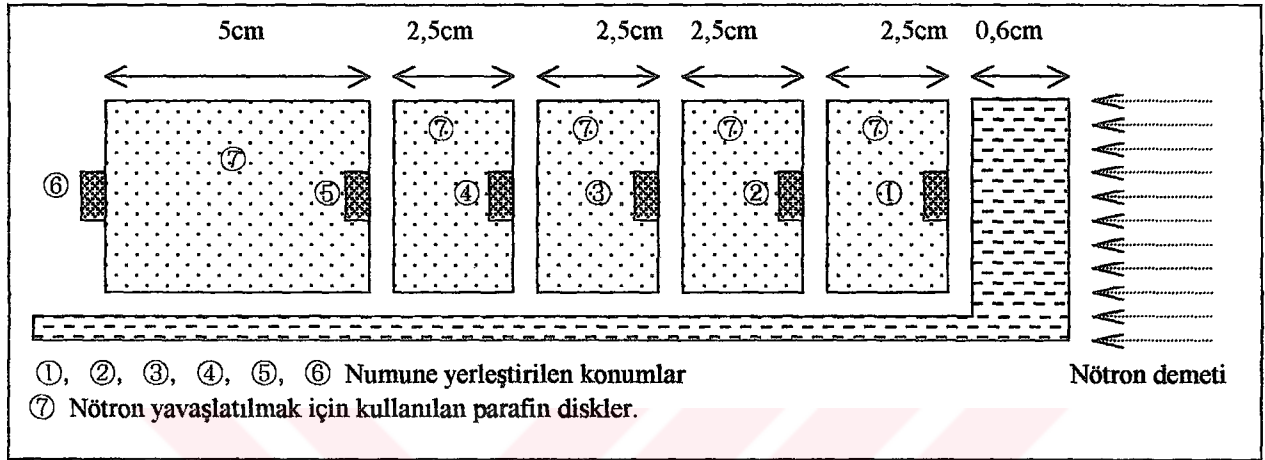


Şekil 3.16 Gama dozunun zamana bağlı değişimi



Şekil 3.18 Akı tayininde kullanılan bilgisayar programının çalıştırılmasına ait algoritma

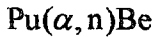
Deneyleri farklı nötron enerjilerinde ve akılarında gerçekleştirmek için ÇNAEM Fizik bölümü laboratuvarlarında bulunan (Pu-Be) nötron kaynağı (Howitzer) kullanılarak, ısınlama yapılmıştır. Bu amaçla, şekil 17'de gösterilen yerleştirme düzeninde, 6 adet alümina seramik örnek, nötron akısının sağlandığı kanala yerleştirilmiş ve 150 saat süre ile ısınlanmaya bırakılmıştır.



Şekil 3.17 Pu-Be nötron kaynağı (Howitzer) ile yapılan ısınlamada örneklerin yerleştirilme düzeni

Bu yerleştirme düzenine göre, 1 numaralı örnek, (Pu-Be) kaynağında 3.11 etkileşmesi sonucu açığa çıkan ve yaklaşık 5 MeV enerjili nötronlara doğrudan maruz bırakılmıştır. (IAEA, 1973) 1 nolu örnekten 6 nolu örneğe gelindikçe nötron, yerleştirme kanalında bulunan parafin diskler tarafından yavaşlatılmakta, böylelikle 6. örnek ısıl nötron (0,025 eV) olarak kabul edilecek düzeyde yavaşlatılmış nötronlara maruz kalmaktadır.

Ek-2'de SAMES T-400 ve Howitzer nötron kaynakları ile yapılan ısınlamaların bazı fotoğrafları verilmiştir.



(3.11)

3.2.1. ısınlama Sonrası Görünür Yoğunluk, Görünür Porozite ve Su Emme Oranlarının Tayini

ısınlama öncesi yapılan suda kaynatma deneyi tekrar edilerek nötron radyasyonu ile ısınlanmış disk biçimli numunelerin görünür yoğunluk, görünür porozite ve su emme oranları hesaplanmış ve sonuçlar Çizelge 3.16'da verilmiştir.

Çizelge 3.16 Disk biçimli numunelerin ışınlama sonrası görünür yoğunluk, görünür porozite ve su emme oranlarının tayini.

Enerji (MeV)	Pelet No*	M ₂ Su emmiş, sudaki ağırlık. (gr)	M ₃ Su emmiş, su dışındaki ıslak ağırlık. (gr)	M ₁ Kuru ağırlık. (gr)	D Görünür Yoğunluk (gr/cm ³)	% A Su Emme	% a Görünür Porozite
14,86±0,12	1	2,76	3,7	3,7	3,94	0	0
	2	2,8	3,76	3,76	3,92	0	0
	3	2,79	3,76	3,76	3,88	0	0
	4	2,79	3,75	3,75	3,91	0	0
	5	2,8	3,76	3,76	3,92	0	0
	6	2,77	3,72	3,72	3,92	0	0
Ortalama					3,91	0	0
14,72±0,11	1	2,78	3,73	3,73	3,93	0	0
	2	2,89	3,88	3,88	3,92	0	0
	3	2,89	3,88	3,88	3,92	0	0
	4	2,79	3,75	3,75	3,91	0	0
	5	2,8	3,76	3,76	3,92	0	0
	6	2,92	3,91	3,91	3,95	0	0
Ortalama					3,92	0	0
14,46±0,11	1	2,79	3,74	3,74	3,94	0	0
	2	2,78	3,74	3,74	3,9	0	0
	3	2,89	3,88	3,88	3,92	0	0
	4	2,81	3,77	3,77	3,93	0	0
	5	2,81	3,77	3,77	3,93	0	0
	6	2,75	3,7	3,7	3,89	0	0
Ortalama					3,92	0	0
14,10±0,10	1	2,77	3,73	3,73	3,89	0	0
	2	2,8	3,76	3,76	3,92	0	0
	3	2,78	3,73	3,73	3,93	0	0
	4	2,82	3,78	3,78	3,94	0	0
	5	2,93	3,93	3,93	3,93	0	0
	6	2,85	3,84	3,84	3,88	0	0
Ortalama					3,91	0	0
Howitzer	1	2,74	3,69	3,69	3,88	0	0
	2	2,78	3,73	3,73	3,93	0	0
	3	2,81	3,78	3,78	3,9	0	0
	4	2,77	3,72	3,72	3,92	0	0
	5	2,92	3,92	3,92	3,92	0	0
	6	2,78	3,73	3,73	3,93	0	0
Ortalama					3,91	0	0

* Bakınız şekil 3.20

3.2.2. Işınlama Sonrası Sertlik Ölçümleri

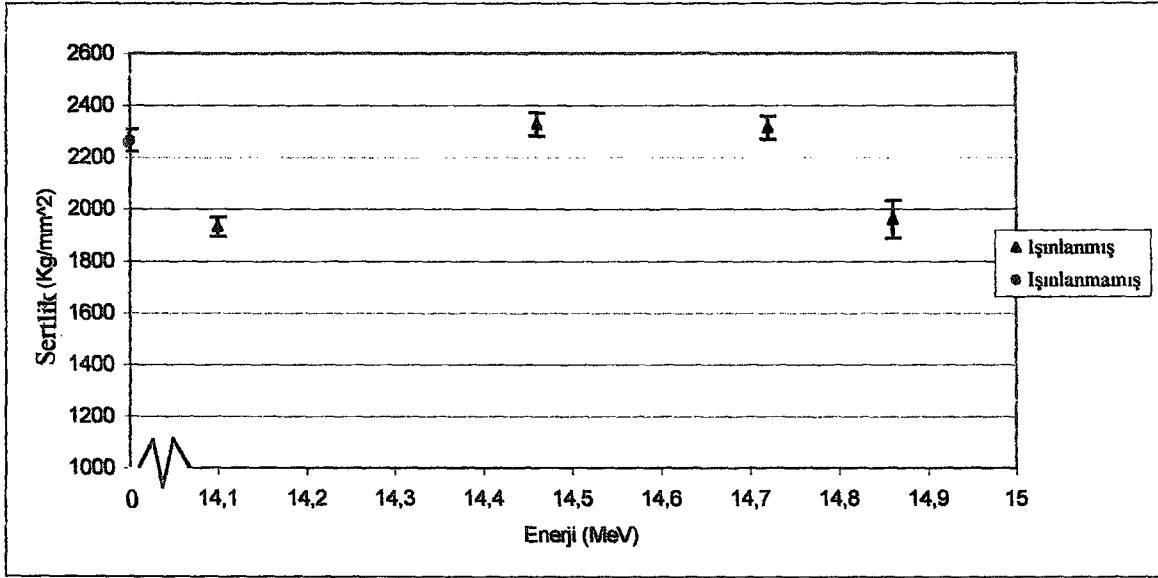
Işınlama sonrası gama dozları ölçülen örneklerin güvenli doz sınırları üzerinde aktiflenmiş olduğu anlaşılmıştır. (Bkz şekil 3.16) Bu nedenle, malzemenin eser miktarda içerdiği ²³Na elementinin nötronlar ile olası (n,γ) reaksiyonu sonucunda açığa çıkan ²⁴Na radyoizotopundan yayınlanan gamalarının 15 saatlik yarı ömrü esas alınarak, bu aktivitenin sönümlenmesi ve

güvenli doz koşullarının sağlanabilmesi için bir hafta ($\sim 10 T_{1/2}$) beklenmiş ve sertlik ölçümleri tekrar edilmiştir. Her açıdaki, disk biçimli her bir örneğe 1 Kg iz yükü, 20 s süre ile uygulanmıştır. Her bir numuneden dört adet iz alarak sertlik değerleri hesaplanmış ve sonuçlar çizelge 3.17'de verilmiştir. Şekil 3.19'da ise numunelerin sertlik değerlerinin nötron enerjisine bağımlılığı grafik olarak sunulmuştur

Çizelge 3.17 Işınlanmış alüminaların sertlik değerleri

Enerji (MeV)		Pelet No*	Işınlanmış numunelerin sertlikleri HV 1 Kg/mm ²	Işınlanmamış numunelerin sertlikleri HV1 Kg/mm ²
SAMES T-400	14,86	1	1960 ± 73	2266 ± 42
		2	1849 ± 45	
		3	1905 ± 75	
		4	2289 ± 84	
		5	2448 ± 64	
		6	2469 ± 44	
	14,72	1	2314 ± 45	
		2	2484 ± 0	
		3	2321 ± 52	
		4	2499 ± 27	
		5	2106 ± 25	
		6	2267 ± 52	
	14,46	1	2327 ± 44	
		2	2179 ± 81	
		3	2397 ± 54	
		4	2382 ± 32	
		5	2281 ± 65	
		6	1998 ± 60	
	14,10	1	1933 ± 37	
		2	1897 ± 39	
		3	2412 ± 72	
		4	2523 ± 70	
		5	2492 ± 54	
		6	2287 ± 56	
Howitzer		1	2084 ± 59	
		2	1887 ± 74	
		3	1819 ± 57	
		4	2044 ± 63	
		5	1820 ± 46	
		6	1915 ± 69	

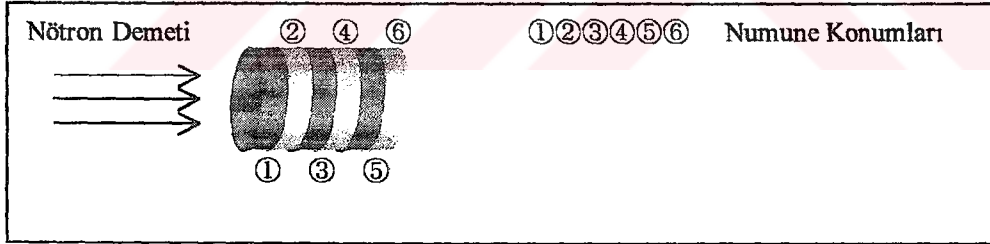
* Bakınız şekil 3.20



Şekil 3.19 Disk biçimli ve "1" nolu numunelerin ışınlama öncesi ve sonrası sertlik değerlerinin nötron enerjisi ile değişimi

3.2.3. Işınlama Sonrası Kırılma Tokluğu Ölçümleri

Her açıya yerleştirilmiş olan ardışık 6 adet disk şeklindeki numunelerden en önde bulunan "1. örneklere" (Bkz. Şekil 3.20) 5 Kg iz yükü 20s süre ile uygulanarak, Vickers iz çatlak uzunluğu yöntemi ile, kırılma tokluğu hesaplanmıştır. Sonuçlar çizelge 3.18'de verilmiştir.

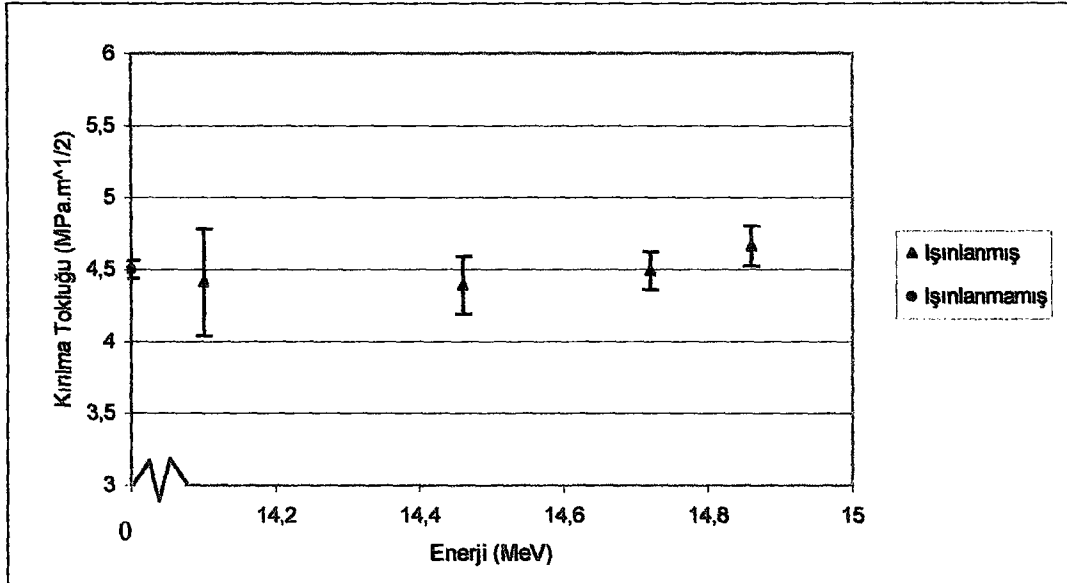


Şekil 3.20 Her bir açıya yerleştirilen 6'şar adetlik numune balyaları

Çizelge 3.18 Işınlanmış alüminaların kırılma tokluğu hesaplamaları

Enerji (MeV)		Tokluk (MPa $\sqrt{m}$)		Tokluk (10 ⁶ Kg $\sqrt{m}$ /m ²)
		Işınlanmamış	Işınlanmış	
SAMES T-400	14,86±0,12	4,50 ± 0,06	4,66± 0,37	0,48±0,04
	14,72±0,11		4,49± 0,20	0,46±0,02
	14.46±0,11		4,39± 0,13	0,45±0,01
	14,10±0,10		4,41±0,14	0,45±0,01
Howitzer				4,47±0,12

Şekil 3.21’de disk numunelerin ışınlama öncesi ve sonrası kırılma tokluklarının nötron enerjisine bağımlılığı görülmektedir.



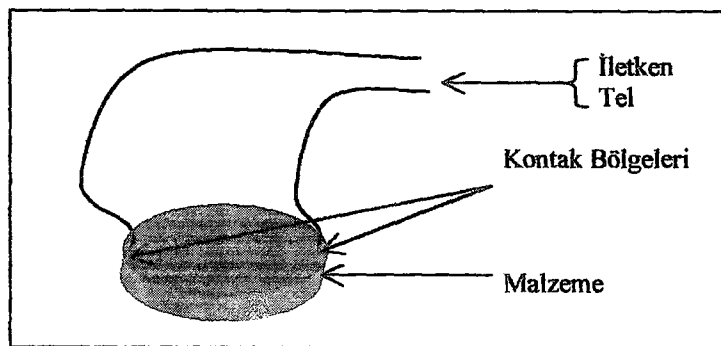
Şekil 3.21 Hızlı nötronlar ile ışınlanmış numunelerin kırılma tokluğunun nötron enerjisi ile değişimi

3.2.4. Işınlama Sonrası Taramalı Elektron Mikroskobu (S. E. M.) Çekimleri

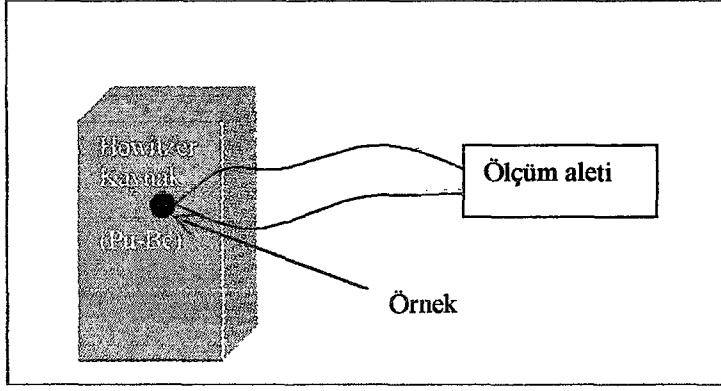
Işınlama sonrası örneklerin elektron mikroskobu çekimlerinin yapılabilmesi için ışınlamadan sonra iki hafta süre ile beklenmiş ve çekimler yapılmıştır. Işınlama öncesi ve ışınlama sonrası alınan mikroyapı görüntüleri kıyaslandığında aralarında kesin ve ortaya konabilir bir fark oluşmadığı gözlenmiştir.

3.3. Akım Direnç Ölçümleri

İletkenlik ve direnç ölçümü için numunelere, şekil 3.22’de gösterilen şekilde iletken kontaklar yapılmıştır. Numuneler Howitzer kaynağının numune kabının (bkz şekil 3.17) en iç bölgesine yerleştirilerek ışınlama yapılmıştır. Deney düzeneği şekil 3.23’de görülmektedir. Işınlama anında direnç değerleri KEITHLEY 199 System DMM marka ölçüm cihazı yardımı ile okunmuştur. Bu ölçüm aleti 100 MΩ’a kadar ölçüm yapabilmektedir.



Şekil 3.22 Numunelere yapılan iletken kontaklar



Şekil 3.23 İletkenlik ve direnç ölçümleri için yapılan ışınlamanın geometrisi

İşnlama işlemine 60 dakika süre devam edilmiştir. Bu süre içerisinde ve sonrasında aletin hassasiyet sınırları dahilinde, direnç değerlerinde herhangi bir değişme gözlenememiştir.

4. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

İleri teknoloji alümina seramikleri, yüksek sıcaklıklara dayanıklılık, kimyasal kararlılık, çok sert olmaları, aşınmaya ve oksitlenmeye karşı dirençlerinin yüksek olması, sürtünme katsayılarının düşük, basma mukavemetlerinin yüksek olması, düşük ısısal genleşme, ısısal ve elektriksel yalıtkanlık gibi üstün mekanik özellikleri nedeni ile günümüz teknolojisinde sayısız uygulamalara sahiptirler. Bugün alümina seramikler, cam üretiminde, tıpta, elektronik endüstrisinde, yüksek sıcaklık fırınlarında, kesici ve aşındırıcı malzemelerde, yatak malzemesi olarak, tekstil endüstrisinde, askeri ve nükleer amaçlı zırh yapımında, sprey nozullarında, öğütme bilyelerinde, buji ve laboratuvar gereçlerinde yaygın olarak kullanılmaktadırlar.

Son yıllarda yapılan çalışmalar ile birlikte, geleceğin füzyon reaktörleri için seramiklerin önemli malzemeler olduğu düşünülmektedir. Kullanımı ise ışınlama esnasında seramik malzemelerin doyurucu bir performans göstermesine bağlıdır. Bu malzemelerin reaktörlerde kullanımı sırasında, yapısal ve elektriksel bütünlüklerini devam ettirmeleri, sürekli yada değişken ışınlama koşulları altında özelliklerinin bozulmaması beklenir. Seramik malzemeler füzyon reaktörlerinde çeşitli fonksiyonel problemleri çözmek için kullanılmaktadır. Seramik içeren modüller, birinci duvar battaniyesi, saptırıcılar, gözlem sensörleri, yüksek sıcaklık ve yüksek akılarda çalışan diğer aksamalarda (plazmayı çevreleyen ve plazmayla temas halinde olan yüzeylerde), radyo-frekans pencerelerinde vb... kullanılmaktadır. Bu yapılarda seramiğin kullanım kapasitelerinin saptanabilmesi için ışınlama sonrası fizikomekanik özellikleri üzerinde deneysel verilere sahip olmak gerekir.

İleri teknoloji seramikleri içerisinde yer alan ve yalıtkan bir malzeme olan alümina seramikler füzyon reaktörü malzemesi olarak önerilmektedir. Alüminanın içerdiği elementler (Al, O), yüksek enerjili nötronlar ile en yüksek olasılıkla (n,p) tipi etkileşmeler yapmaktadırlar. Bu reaksiyonlar sonucu açığa çıkan radyoizotopların yarı ömürleri oldukça kısadır. [$^{27}\text{Al}(n,p)^{27}\text{Mg}$, $T_{1/2}=9,4$ dk, $^{16}\text{O}(n,p)^{16}\text{N}$, $T_{1/2}=7,13$ s]. Yarılanma sürelerinin böyle kısa olması, ışınlamanın durdurulmasının hemen ardından alüminanın aktivitesinin hızlı bir şekilde azalmasına neden olmaktadır. Dolayısı ile reaktör durdurulduktan sonra alüminadan kaynaklanan radyasyon riski, kısa bir bekleme süresi (~30 dakika) sonucunda ihmal edilebilecek düzeylere düşecektir. Böylece bu süre sonunda reaktörde yapılabilecek bakım-onarım çalışmaları engellenmemiş olacaktır. Bu ise alüminanın füzyon reaktörlerinde kullanımını olumlu yönde etkilemektedir.

Deney malzemelerinin üretilmesi aşamasında, Seydişehir alüminası, kod adı Corund 220 olan endüstri kaynaklı alümina ve ALCOA SG 3000 kalitesindeki kalsine alümina olmak üzere üç farklı cins alümina toz ile alümina seramik üretilmeye çalışılmıştır.

Çalışmalarda öncelikle Seydişehir ve Corund 220 alüminalarının toz boyutu dağılımları belirlenmiş ve çizelge 3.3, çizelge 3.4'den de görülebileceği şekilde, Corund 200 alüminasının toz boyutunun Seydişehir alüminasından daha küçük olduğu saptanmıştır. Bunun yanı sıra şekil 3.2 ve şekil 3.3'de numunelerin toz boyutu dağılımları verilmiş, Corund 220 alüminasının toz boyutunun Seydişehir alüminasına oranla daha dar bir aralıkta dağıldığı belirlenmiştir. Bu ise sinterlenmeye yardımcı olması açısından olumlu bir sonuçtur. (Geçkinli 1992)

Toz halindeki Seydişehir ve Corund 220 alüminaları, herhangi bir bağlayıcı ve yağlayıcı ilavesi yapılmadan, değişik basınçlar altında preslenerek şekillendirilememişlerdir. Toz malzemeler şekillendirilebilmeleri için ağırlıkça % 1'den başlayarak değişen oranlarda % 10'a kadar nemlendirilmiş, artan nem oranı ile birlikte şekillendirilme için en uygun nem oranının, Seydişehir alüminası için ağırlıkça % 6-7, Corund 220 alüminası içinse ağırlıkça % 2-3 olduğu tespit edilmiştir. Nemlendirme oranlarının, tespit edilen miktarlardan daha fazla arttırıldığı durumlarda, şekillendirme işlemi sırasında fazla suların basınç etkisi ile bünyeden atıldığı ve bunun ise şekillendirmeyi olumsuz yönde etkilediği saptanmıştır. Bunun yanı sıra seramik bünyesine katılan fazla nemin sinterlenme esnasında bünyeden buharlaşması ile birlikte yerlerinde boşluklar ve yüzeye açılan kılcal çatlaklar oluşturduğu bilinmektedir. Deneylerden tespit edilen oranlarda nemlendirilen numuneler, farklı basınçlar altında şekillendirilmiş, mevcut deney koşullarında en uygun şekillendirilmenin 200 KPa'da gerçekleştirildiği saptanmıştır. Şekillendirilme işlemi sırasında preslenen numuneler kalıptan çıkarıldıklarında, bazılarının presleme sırasında, bazılarının kalıptan çıkarılırken kırıldıkları ve dağıldıkları gözlenmiştir. Presleme esnasındaki kırılmanın, numunelerin homojen olarak nemlendirilememesinden ve kalıp ile pres yüzeylerinin birbirlerine tam olarak paralel olmamasından kaynaklanabileceği, kalıptan çıkarılırken meydana gelen kırılma ve dağılmanın ise kalıp ve pres yüzeylerinin pürüzlülüğünden ve nemlendirmenin homojen olarak yapılamamasından kaynaklanabileceği düşünülmüştür. Sinterleme çalışmalarından önce, bir gün süre ile kurutulmaya bırakılan Seydişehir alüminasından üretilmiş peletlerde çatlaklar ve dağılmalar gözlenmiştir. Buna karşın Corund 220 alüminasından üretilmiş pelelerde çatlak yada dağılma gözlenmemiştir. Seydişehir alüminasından üretilmiş pelelerde yaşanan çatlak ve kırılma probleminin nedeni olarak, şekillendirme işlemi için seramik tozun bünyesine katılan

suyun bir kısmının (özellikle yüzeye yakın bölgelerde) oda sıcaklığında buharlaşarak pelet bünyesinden uzaklaşması olduğu düşünülmüştür. Buna karşın Seydişehir alüminasına oranla daha ince toz yapısına sahip olan Corund 220 alüminasından üretilen peletlerdeki nem kaybının, aynı şartlarda daha az olduğu düşünülmüştür.

Ağırlıkça % 6 su ile nemlendirilen Seydişehir numuneleri ile ağırlıkça % 3 oranında su ile nemlendirilen Corund 220 numuneleri 200 KPa basınç altında şekillendirilmiş ve 8 derece / dakika ısınma hızında 1475 °C’da bir saat süre ile hava atmosferinde sinterlenmiştir. Fırın, kendi halinde soğumaya bırakılmış, ancak bu koşullarda numunelerin sinterlenemedikleri gözlenmiştir. Yapılan çalışmalar sonucu mevcut numunelerin bu koşullarda, herhangi bir bağlayıcı ilavesi olmadan sinterlenemeyecekleri sonucuna varılmıştır.

Seydişehir ve Corund 220 alüminalarına sinterlenebilmeleri için bağlayıcı olarak ağaç tutkalı katılarak şekillendirme ve sinterlenme işlemi tekrar edilmiştir. Bunun için Seydişehir alüminasına literatürde önerilen ağırlıkça % 5 oranında ve Corund 220 alüminasına ağırlıkça % 3 oranında ağaç tutkalı katılmıştır. 200 KPa basınç altında şekillendirilen peletler 8 derece/ dakika pişirme hızında, hava atmosferinde 1 saat süre ile 1475 °C’da pişirilmiş ve bu süre sonrasında fırın kendi halinde soğumaya bırakılmıştır, fakat peletlerin sinterlenemedikleri ve fırın tabanına yapıştıkları gözlenmiştir.

Sinterlenme aşamaları başarısız olan denemelerde, Seydişehir alüminası ve Corund 220 alüminası değişik oranlarda nemlendirilerek malzeme için en uygun nem oranı tayin edilmiş, değişik basınçlar altında şekillendirme yapılarak şekillendirme için mevcut koşullardaki en uygun basınç oranı tayin edilmiş ve numunelere sinterlenebilmeleri için bağlayıcı ilavesi yapılmıştır.

Yapılan deneylerin sonuçları göz önünde bulundurularak, konu ile ilgili uzmanlarla görüşülmüş ve bu konuda yapılan başka çalışmalar incelenmiştir. Tüm bu bilgiler ışığında Seydişehir ve Corund 220 alüminalarının bu şartlarda sinterlenme için yeterli özelliklere sahip olmadıkları sonucuna varılmıştır. Yüksek kalitede ve sinterlenebilir alümina tozu % 99 oranında alfa fazı ihtiva etmelidir.(Tola ve Uzel, 1994) Yapılan denemeler sonucunda, sinterlenme işlemi için yeterli özelliklere sahip olmadıkları anlaşılan Seydişehir ve Corund 220 alüminalarına alternatif olarak temin edilen ALCOA SG 3000 kalitesindeki kalsine alümina ile çalışmalara devam edilmiştir. Çizelge 3.5’de bu alüminanın literatürdeki toz boyutu analizleri ve çizelge 3.6’da ise literatürdeki kimyasal analizleri verilmiştir. Çizelge 3.6’dan da görülebileceği gibi, ALCOA SG 3000 kalitesindeki kalsine alümina % 99,85

oranında alfa fazı ihtiva etmektedir. Toz halindeki alümina numuneler, daha önceden belirlenen, ağırlıkça % 6 oranında nemlendirilmiş, granülizasyon yapılarak toz boyutunun belli bir aralıkta dağılımı sağlanmıştır. Şekillendirme işlemi sırasında, kırılma ve dağılma problemini en aza indirebilmek için önceki denemeler sırasında yaşanan sorunlar çözülmüş, kalıp ve pres yüzeyleri stearik asit-aseton çözeltisi ile temizlenerek yüzeylerdeki kalıntıların önüne geçilmiş, kalıp ve pres hassas bir su terazisi ile birbirlerine paralel hale getirilmiş ve nemlendirmenin homojen olabilmesi için karıştırma işlemi daha uzun tutulmuştur. Böylece şekillendirilme işlemi sırasında numunelerde herhangi bir kırılma yada dağılma sorunu ile karşılaşmamıştır. Bu sonuç, şekillendirme işlemi sırasında karşılaşılan kırılma ve dağılma probleminin nedenlerinin doğru olarak tespit edildiğini ve doğru şekilde giderildiğini göstermektedir. Şekillendirilen alümina tozları 3 derece/dakika ısınma hızında, hava atmosferinde ve 1600 °C bir saat süre ile sinterlenmiş ve aynı fırın rejiminde soğumaya bırakılmıştır. Bu süreç sonrasında numunelerin sinterlendikleri gözlenmiştir. Böylece ileri teknoloji alümina seramik üretilmesi aşamasında aşağıdaki genel sonuçlara ulaşılmıştır:

1. Alüminanın tek kararlı fazı olan korund formunda, dar bir toz boyutu dağılımına sahip ve boyutları mikron altı mertebesinde alümina tozların sağlanması.
2. Elde edilen tozun şekillendirilebilmesi için granülizasyon yapılarak içi dolu küreler haline getirilmesi. Tozlarda, şekillendirme için uygun tane iriliğinin sağlanması.
3. Alümina tozlarının şekillendirilebilmeleri için uygun nem ve basınç oranının tayin edilmesi.
4. Numunelerin uygun bir fırın rejiminde sinterlenmesi. Sinterlenme işlemi sırasında, numunelerin fırın tabanına çökmemeleri için, sinterlenen numunelerin tozunun ince bir film tabakası halinde fırın tabanına yayılması.

Deney numunelerinin karakterizasyonu aşamasında ilk olarak numunelerin pişme küçülmeleri tespit edilmiş ve 1600 °C'deki sinterlenmelerde malzemenin boyutlarında (çap, en, boy, kalınlık) % 14 ila % 16 arasında, hacimde ise % 37 ila % 41 arasında pişme küçülmesi gerçekleştiği tespit edilmiştir. Alüminanın literatürdeki boyutsal pişme küçülmeleri ise sıcaklığa bağlı olarak değişmekle beraber, 1600 °C'da yaklaşık olarak % 16 civarındadır. Üretilen alümina seramik malzemelerin görünür yoğunluğu tespit edilmiş ve $3,91 \pm 0,03 \text{ gr/cm}^3$ olarak hesaplanmıştır. Bu sonuç alüminanın teorik yoğunluğu olan 3,98

gr/cm³ ile karşılaştırıldığında, teorik yoğunluğunun yaklaşık % 98'ine ulaşıldığı anlaşılmaktadır. Malzemenin görünür porozite ve su emme oranı sıfır olarak tespit edilmiştir.

Malzemelerin sertlikleri, Vickers Mikrosertlik cihazı ile yüzeylerinde oluşturan izlerin ölçümü sonrası yapılan hesaplamalarda, 1600 °C'da sinterlenmiş örnekler için ortalama $2266 \pm 42 \text{ Kg/mm}^2$ olarak elde edilmiştir. Bu sonuç, alüminanın literatürde belirtilen (2000-2300 Kg/mm²) sertlik değerleri ile karşılaştırıldığında bu değerlerle uyum içerisinde olduğu görülmektedir. (Erkalfa vd.,1994; Mısırlı vd., 1992; Uğuz ve Mısırlı 1993) Şekil 3.8'de, sertliğin, sinterlenme sıcaklığı ile değişimi verilmiştir. Bu grafikten, sinterlenmeye yardımcı herhangi bir ilave olmadan, alümina seramiklere 1200 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda yapılan sinterlemenin, sertlik değeri üzerinde olumlu etki yaptığı görülmektedir. Ancak, sinterleme sıcaklığı ergime noktasına yaklaştığı zaman malzemedeki deformasyon başladığı ve alüminanın 2035°C'de ergidiği göz önüne alınmalıdır.

Işınlama sonrası tekrar edilen sertlik değerlerinin sonuçları, sertlik değerlerinin nötron enerjisine bağımlılığını görmek açısından hem çizelge hem de grafik olarak verilmiştir. Ancak şekil 3.19'da artan nötron enerjisi ile sertlik değerlerinde, çok sayıda yapılan ölçümlerin standart sapmaları da göz önüne alındığında belirgin bir değişim görülememektedir.

Malzemenin kırılma tokluğu birbirinden bağımsız olarak iz çatlak uzunluğu yöntemi ile ve şekil 3.10' a,b,c, de örnekleri görülen SEM fotoğrafları kullanılarak, ortalama $0,458 \times 10^6 \text{ Kg}\sqrt{m}/m^2$, tek taraflı çentikli eğme numunesi yardımı ile ortalama $0,24 \times 10^6 \text{ Kg}\sqrt{m}/m^2$ olarak hesaplanmıştır. Bu sonuç, literatür ile karşılaştırıldığında, iz çatlak uzunluğu yöntemi ile elde edilen değerlerin literatür değerleri [0,2-0,4 Kg $\sqrt{m}/m^2$ Uğuz ve Mısırlı, 1993] ile uyumlu olduğu görülmektedir. Buna karşın tek taraflı çentikli eğme numunesi yardımı ile hesaplanan kırılma tokluğu değerlerinin literatür değerlerinden [0,4-0,7 Kg $\sqrt{m}/m^2$ Uğuz ve Mısırlı, 1993] küçük olduğu görülmektedir. Bu sonuçta, çentikli eğme deneyi sırasında, çentik açma işlemi esnasında oluşmuş olabilecek yüzey gerilmeleri, yüzey çatlakları gibi olumsuz gelişmelerin etkili olduğu düşünülmektedir.

Işınlama sonrası malzemelerin kırılma tokluğu ölçümü, iz çatlak uzunluğu yöntemi ile tekrarlanmıştır. Şekil 3.21, nötron enerjisinin malzemenin kırılma tokluğu üzerindeki etkisini göstermektedir. Bu grafikten kırılma tokluğunun, yapılan ölçümlerin standart sapmaları göz önünde bulundurulduğunda, nötron enerjisine bağlı olarak herhangi bir fark gözlemlenememiştir. Işınlama sonrası düşük düzeyde de olsa örneklerin aktifleşmiş olması SEM çekimlerinde bir kısıtlama oluşturmuştur. Bu da, daha çok ölçüm ve dolayısı ile tokluğun nötron enerjisine bağımlılığının kesin yorumunun yapılamamasına neden olmuştur.

Fakat, bu etkinin tam olarak ortaya konabilmesi için, bu denemelerin çok sayıda örnek ile yapılması kuşkusuz daha yararlı olacaktır.

Ayrıca, yalıtkan bir seramik malzeme olan alüminanın nötron radyasyonu altındaki direnç ve iletkenlik karakteristiklerinde oluşabilecek değişiklikler tespit edilmeye çalışılmış fakat, ışınlama süresince ve sonrasında malzemenin direnci ve iletkenliğinde herhangi bir değişiklik gözlemlenmemiştir.

Ek-1’de verilen SEM fotoğraflarından mikroyapılar incelendiğinde, yüzey yapısına ilişkin olarak görünür bir değişiklik gözlemlenmemektedir. Bu konuda daha ayrıntılı bilginin, daha yüksek radyasyon koşulları altında elde edilmesi olasıdır.

Fisyon reaktörlerinin çevreye duyarlı kamuoyu açısından en fazla itiraza neden olan özelliği, fisyon sonucu açığa çıkan uzun yarı ömürlü radyoizotoplar ve fisyon nötronlarının malzemelerde indüklediği aktivasyondur. Son yıllarda yapılan çalışmalarda, bilim dünyası da aynı duyarlılıkta hareket etmektedir. Özellikle düşük aktifleşme özelliğine sahip malzemeler üzerinde yoğun çalışmalar yapılmaktadır. Alümina da, bu çalışmada gözlendiği gibi kısa yarı ömürlü radyoizotoplar yayınlaması nedeni ile nükleer reaktör malzemeleri arasında önemli bir yere sahiptir.

Deney sonuçları, alüminanın fiziksel özelliklerinin iyi, mekanik dayanımının ise yüksek olduğunu, verilen düşük akı ışınlama koşulları altında kararlı bir malzeme olduğunu göstermektedir. Ayrıca malzemedeki, ışınlama sonrası kısa yarı ömürlü radyoizotop oluştuğundan, bunlar hızlı bir şekilde bozunmaktadırlar. Işınlama sonrası oluşan kısa yarı ömürlü radyoizotoplar özellikle malzemenin füzyon reaktörlerinde kullanımı açısından önemlidir. Bu açıdan malzemenin çok daha yüksek nötron akılarında tavrının belirlenmesi uygun olacaktır.

KAYNAKLAR

- ALCOA Industrial Chemicals. "Calcined and Reactive Alüminas for the Ceramic Industry Product Data" 1998
- Arcasoy, A. (1983), Seramik Teknolojisi, Güzel Sanatlar Fak. Seramik Anasanat Dalı Yayınları, İstanbul.
- Arcasoy, A. (1994), "Seramik Teknolojisinin Tarihçesi", II. Uluslar Arası Seramik Kongresi, 24-28 Ekim 1994, İstanbul.
- Chiang, Y.-M., Birnie III, D. ve Kingery, W. D., (1997), Physical Ceramics, M.I.T. Series in Materials Science and Materials, U.S.A.
- Ciner, N. A. (1985) "Alüminyumun sinterlenmesi, $MgTiO_3$ katkısının etkisi", Seramik Teknik Kongre Sergi, 15-19 Nisan 1985, Ankara.
- Doğan, Ş. (1995), Açıklamalı Seramik Teknolojisi, Birsen Yayınevi, İstanbul
- Durusoy, A. Ş, "Çok Kısa Yarı Ömürlü Çekirdek Oluşumuna Neden Olan 14 MeV Nötron Tepkileşmelerinin İncelenmesi", Y.T.Ü. FBE Doktora Tezi. 1999
- Erdinç, Ş. Ş. (1987), "Seramik Malzemelerin Çağdaş Uygulama Alanları", Seramik Teknik Kongre Sergi, 24-28 Ağustos 1987, İstanbul.
- Erkalfa, H. ve Mısırlı, Z. ve Baykara, T. (1994), " Cr_2O_3 ve MnO_2 Katkısının Alüminanın Özelliklerine Etkisi", II. Uluslar Arası Seramik Kongresi, 24-28 Ekim 1994, İstanbul.
- Erkalfa, H., Kişisel görüşme, TÜBİTAK-M.A.M. Malzeme Araştırma Bölümü, (2001)
- Ersoy, M. R., Kişisel görüşme, TÜBİTAK-M.A.M. Malzeme Araştırma Bölümü, (2001)
- Geçkinli, E. (1992), İleri Teknoloji Malzemeleri, Teknik Üniversite Matbaası, İstanbul
- Günay, E. ve Toy, Ç. ve Baykara, T. (1994) "Yerli ve Ticari Alümina Tozlarının Elektrokinetik Davranışlarının İncelenmesi", TÜBİTAK-MAM. Merkez Raporu 1994, Gebze
- Hard, L. D. (1990), Alümina Science and Technology Handbook, The American Society Ohio, 1990
- IAEA., (1973) "Radiation Protection Procedures", Safety Series No: 38 1973
- Kayalı, E. S. "Seramik Malzemelerin Mekanik Davranışları", İ.T.Ü Yüksek Lisans Ders Notları 2000, İstanbul
- Mısırlı, Z., Uğuz, A., Günay, E. ve Baykara, T. (1993) "Ticari Alüminalarda Karakterizasyon I", TÜBİTAK-MAM Dizi Seminerleri 1993, Gebze
- Munz, D. ve Fett, T. (1999), Ceramics Mechanical Properties, Failure Behaviour, Materials Selections, Springer-Verlag New York, 1999
- Onaran, K. (1995), Malzeme Bilimi, Bilim Teknik Yayınevi, İstanbul
- Ponton, C. B., Rawlings, R. D., (1989), "Vickers Indentation Fracture Toughness Test Part 1 Review of Literature and Formulation of Standardised Indentation Toughness Equations", Mater. Sci. Tech., 5, 865-872.
- Şen, U. ve Öveçoğlu, L. (1993) "Yüksek Sıcaklık Süreçleri İle İleri Teknoloji Seramik Malzemelerin Üretilmesi", Seramik Dünyası, Ekim 1993: 23-26

Tarcan, G., Gültekin, E., Özbir, Y., Baykal, A., Subaşı, M., Erduran, N., Atasoy, H. ve İpekci, E., (1989) "Hızlı Nötron Işınlama Ünitesi SAMES T-400 Tanıtımı ve Karakteristiklerinin Tayini", Ç.N.A.E.M. Araştırma Raporu-262, 1989, İstanbul

Tola, A. Ç. ve Üzel, A. (1994), "Yüksek Alüminalı Malzeme Üretiminde Sub Mikronize α -Alümina Üretim Yöntemleri ve Sinterleme Teknikleri", II. Uluslar Arası Seramik Kongresi, 24-28 Ekim 1994, İstanbul.

Toy, A. Ç., Demirci, M. ve Baykara, T. (1993), "Seydişehir Alüminasının Sinterlenebilirliğinin Geliştirilmesi", 7. Uluslar Arası Metalurji ve Malzeme Kongresi, 4-8 Mayıs 1993, Ankara.

Toy, Ç., (1992), "Seramiklerin Kırılma Mukavemetlerinin Weibull Analizi", TÜBİTAK MAM Malzeme Bölümü Semineri 1992, Kocaeli

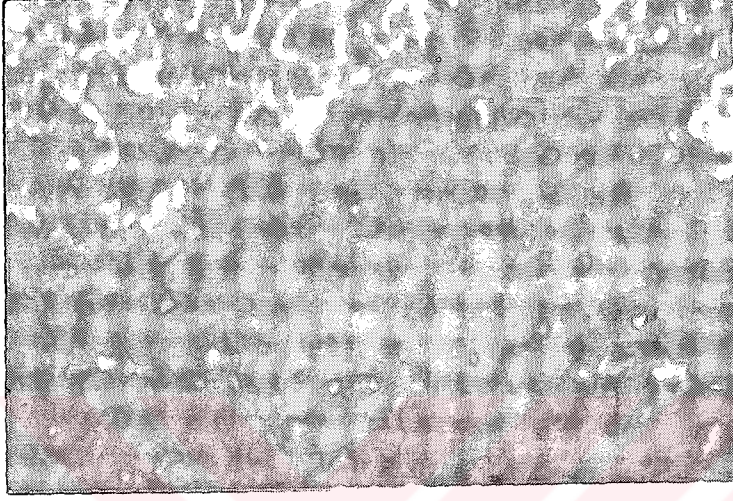
Uğuz, A ve Mısırlı, Z., (1993) "Ticari Alüminalarda Karakterizasyon II", TÜBİTAK-MAM Dizi Seminerleri 1993, Gebze

Uğuz, A ve Mısırlı, Z. (1993) "Ticari Alüminalarda Karakterizasyon 2", TÜBİTAK-MAM Dizi Seminerleri 1993, Gebze

Yanagida, H., Koumoto, K. ve Miyayama, M., (1996), The Chemistry of Ceramics, John Wiley & Sons, G.B.

EK-1

Işık Mikroskobu görüntüleri



Şekil E.1 a) 2.Tip numunelerin 100X büyütmede yüzeyinin ışık mikroskobu görüntüsü



Şekil E.1 b) 3.Tip numunelerin 100X büyütmede yüzeyinin ışık mikroskobu görüntüsü



Şekil E.1 c) 4.Tip numunelerin 100X büyütmede yüzeyinin ışık mikroskobu görüntüsü.

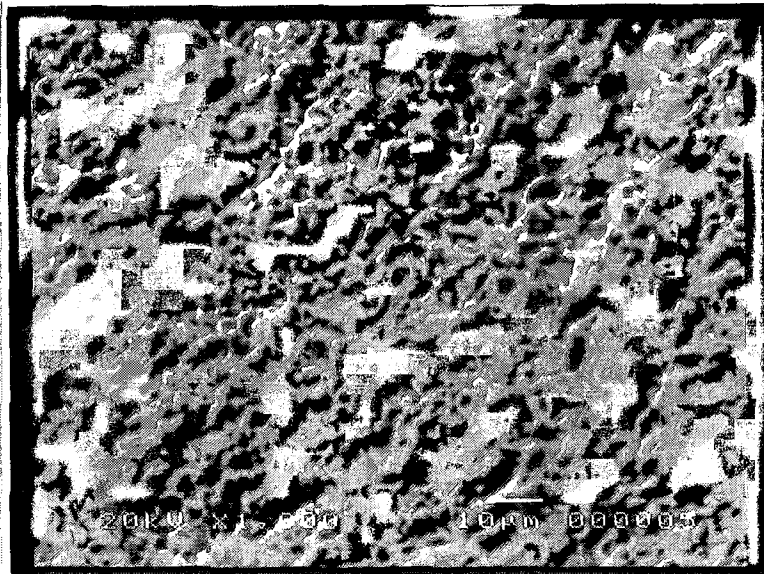


Şekil E.1 d) 5.Tip numunelerin 100X büyütmede yüzeyinin ışık mikroskobu görüntüsü.

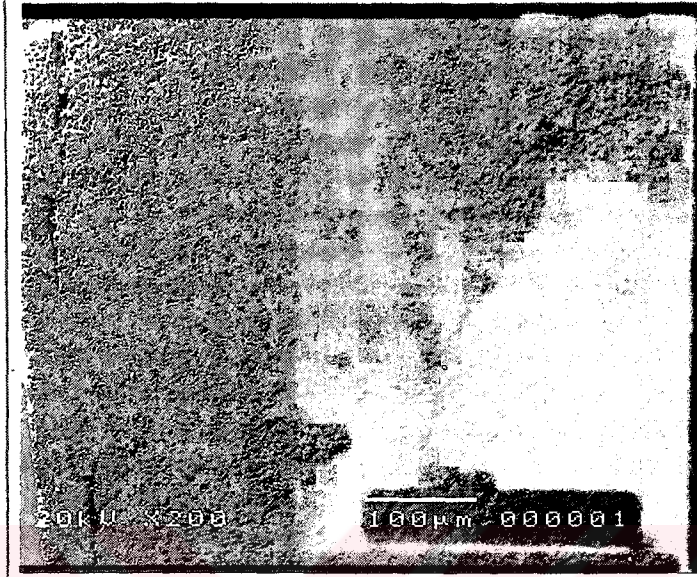
Düşük vakum S.E.M. görüntüleri



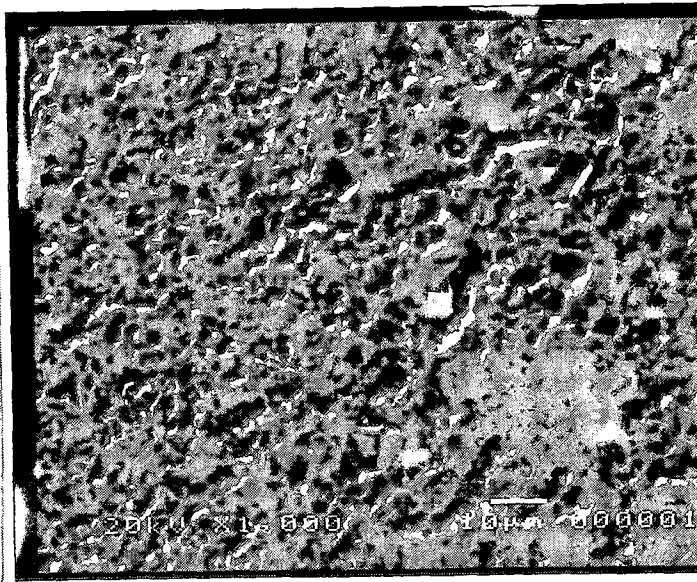
Şekil E.2 a) 5. Tip numunelerin yüzeylerinin SEM görüntüsü.



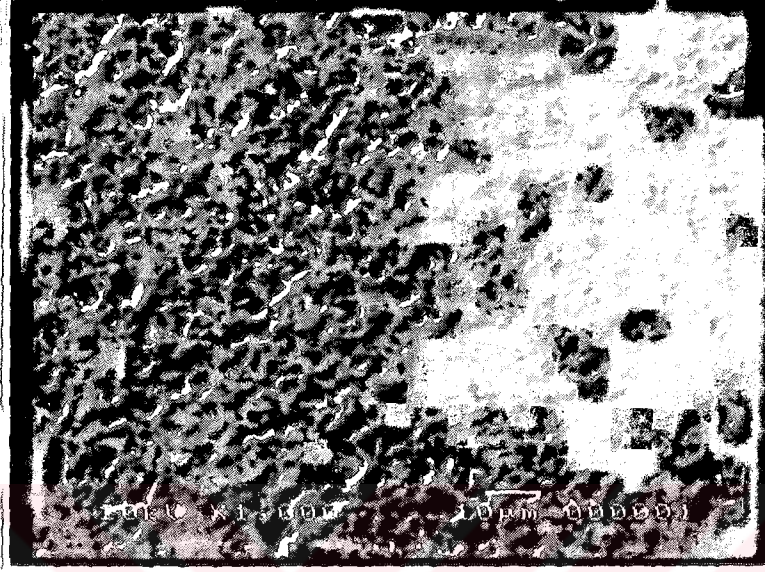
Şekil E.2 b) 5. Tip numunelerin yüzeylerinin SEM görüntüsü.



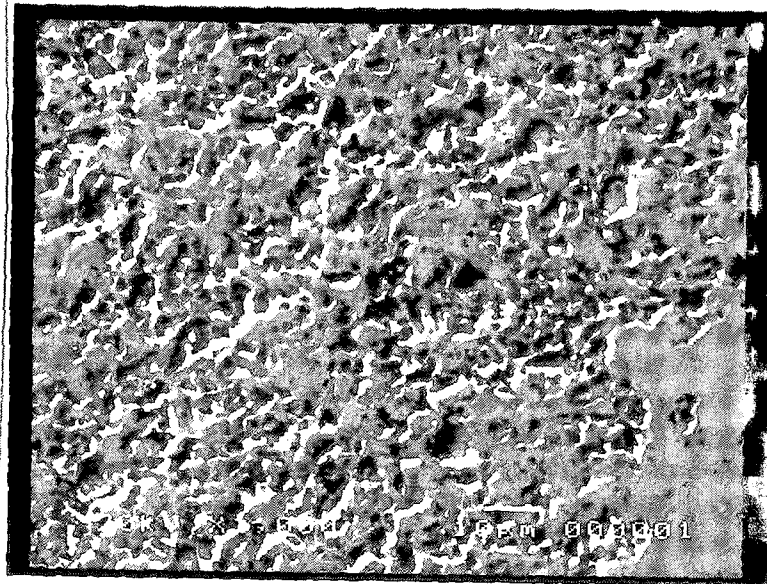
Şekil E.3.a) 2.Tip numunelerin yüzeylerinin SEM görüntüsü.



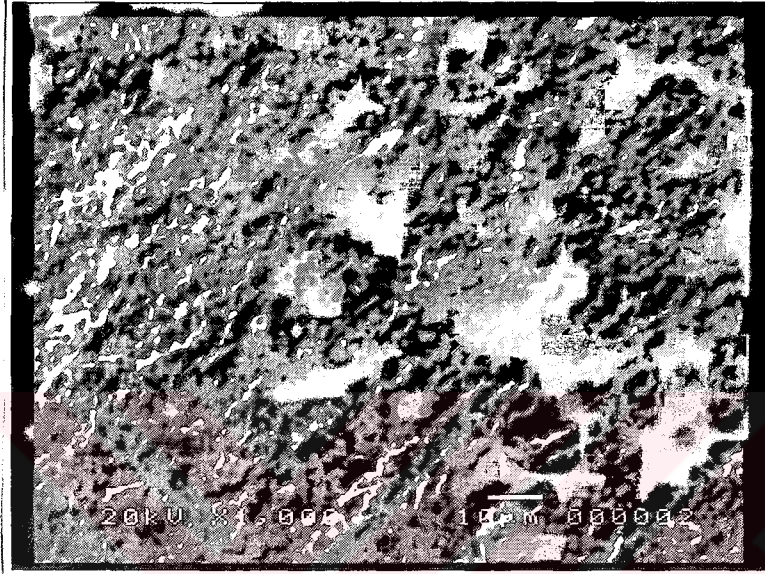
Şekil E.3 b) 2.Tip numunelerin yüzeylerinin SEM görüntüsü.



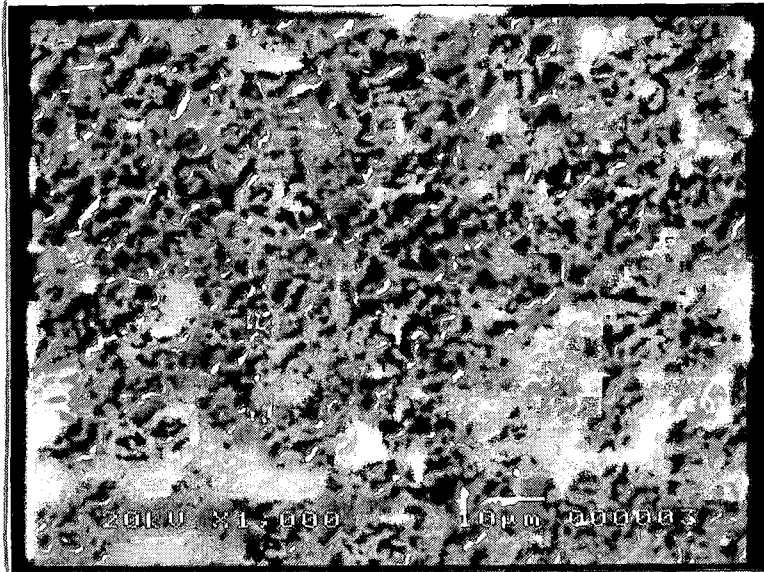
Şekil E.3 c) 2. Tip numunelerin yüzeylerinin SEM görüntüsü.



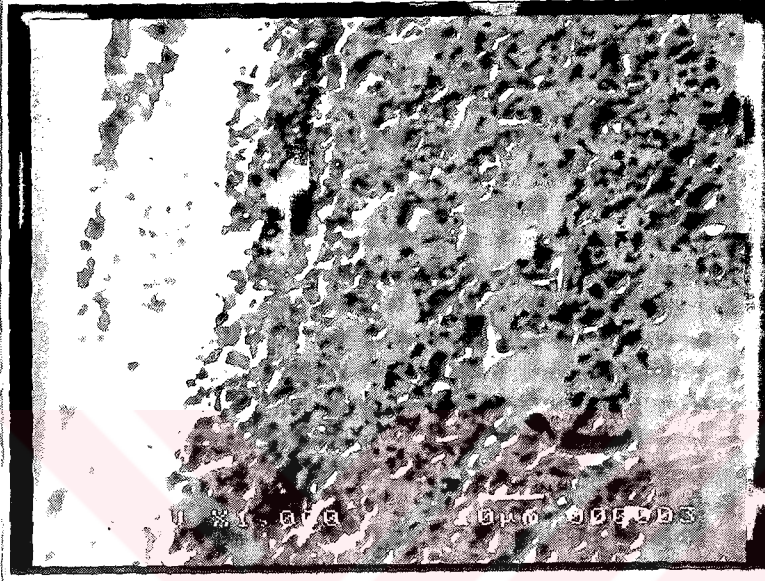
Şekil E.3 d) 2. Tip numunelerin yüzeylerinin SEM görüntüsü.



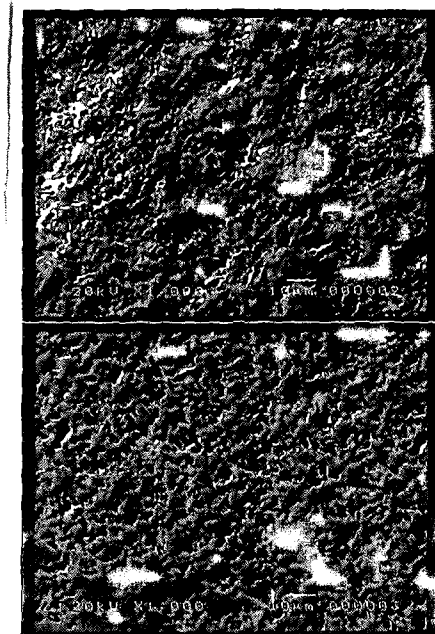
Şekil E.4. 3.Tip numunelerin yüzeylerinin SEM görüntüsü.



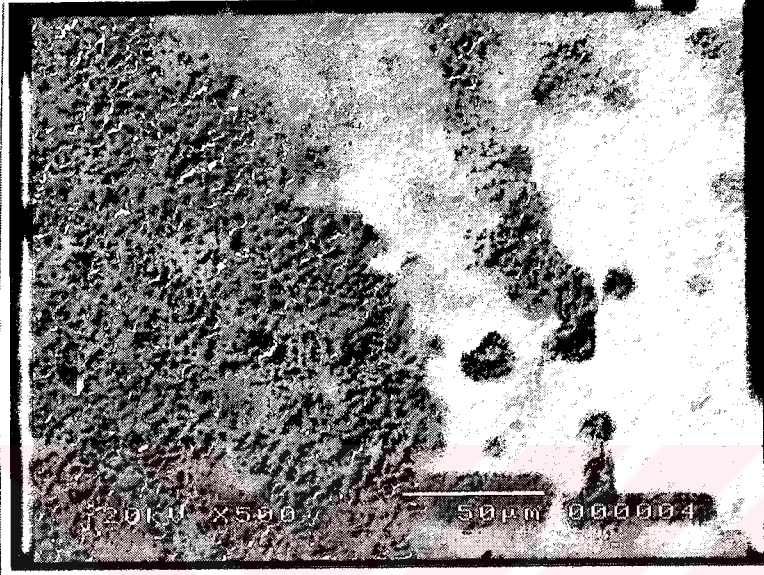
Şekil E.5 a) 4.Tip numunelerin yüzeylerinin SEM görüntüsü.



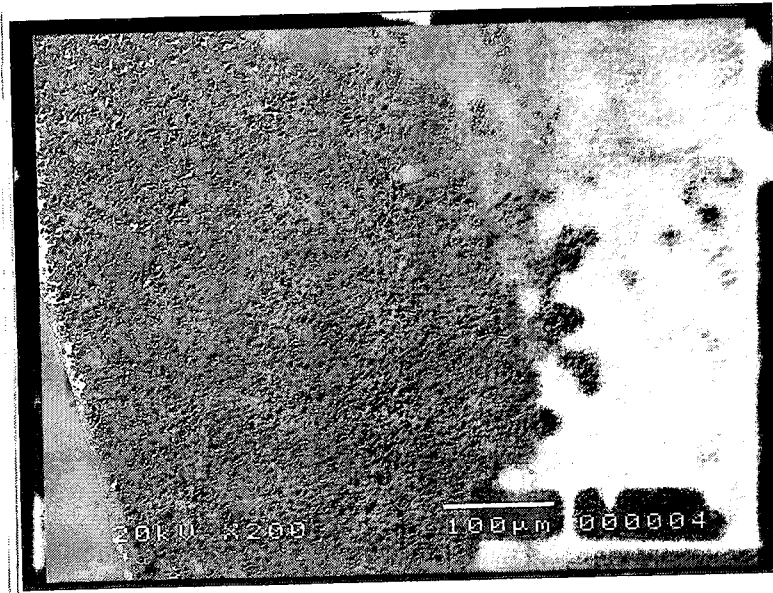
Şekil E.5 b). 4.Tip numunelerin yüzeylerinin SEM görüntüsü.



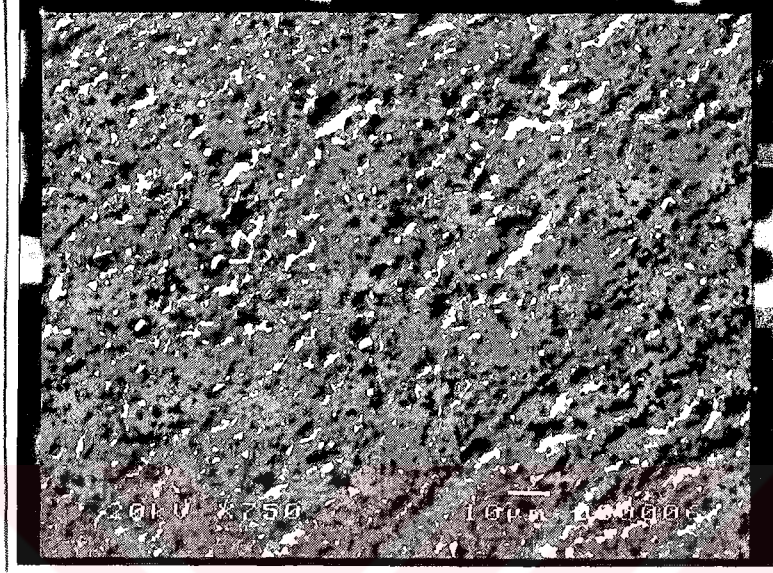
Şekil E.5 c) 3. ve 4.Tip numunelerin yüzeylerinin SEM görüntüsü.



Şekil E.6 a) 5. Tip numunelerin yüzeylerinin SEM görüntüsü.



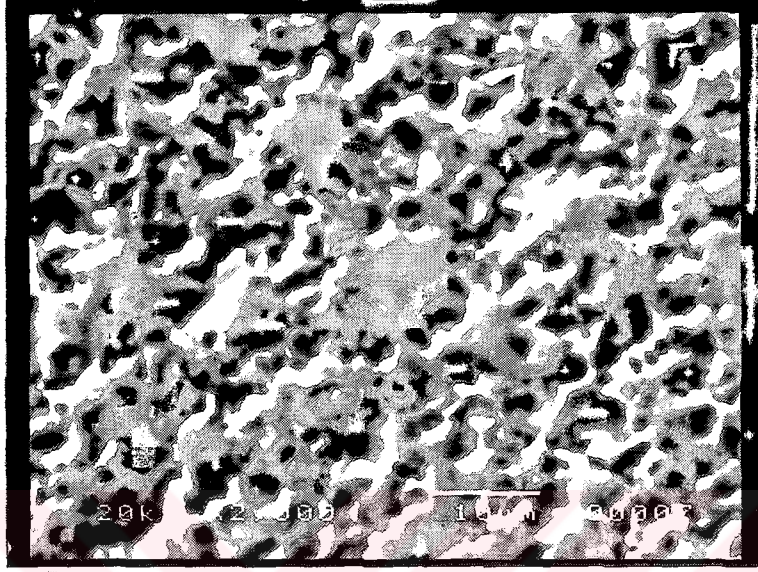
Şekil E.6 b) 5. Tip numunelerin yüzeylerinin SEM görüntüsü.



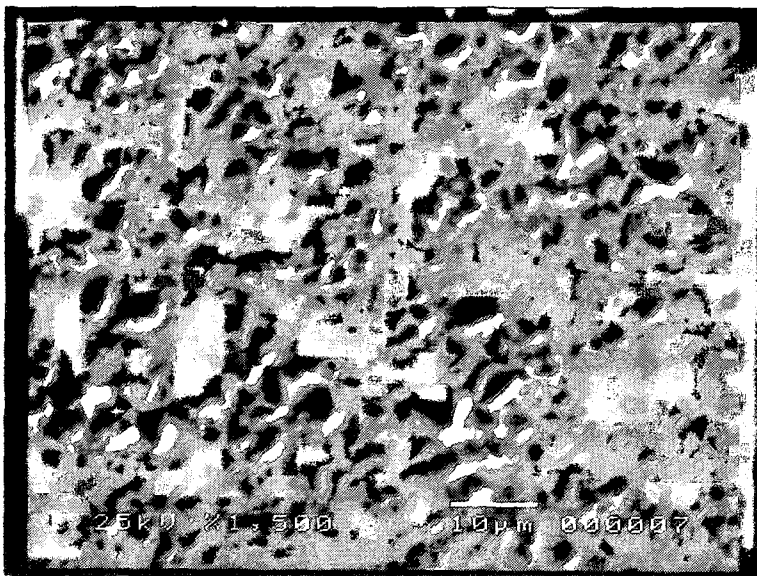
Şekil E.7.a) 6.Tip numunelerin yüzeylerinin SEM görüntüsü.



Şekil E.7 b) 6.Tip numunelerin yüzeylerinin SEM görüntüsü.

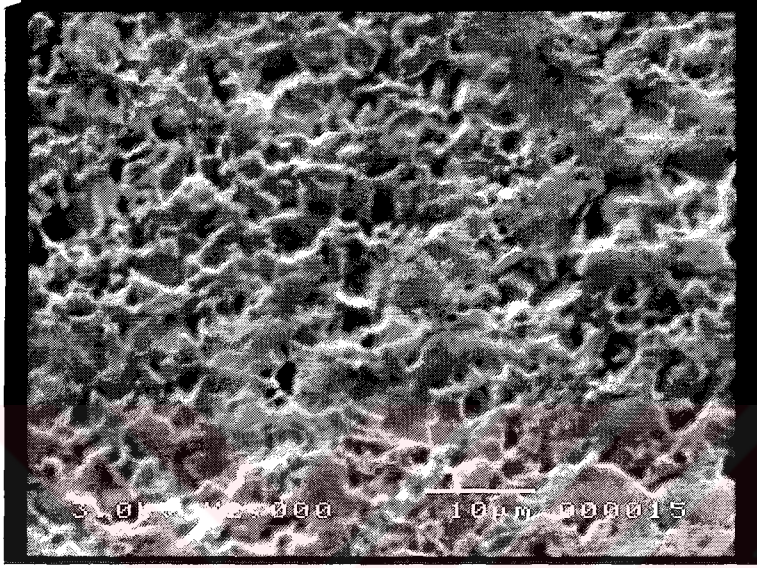


Şekil E.8 a) 7.Tip numunelerin yüzeylerinin SEM görüntüsü.

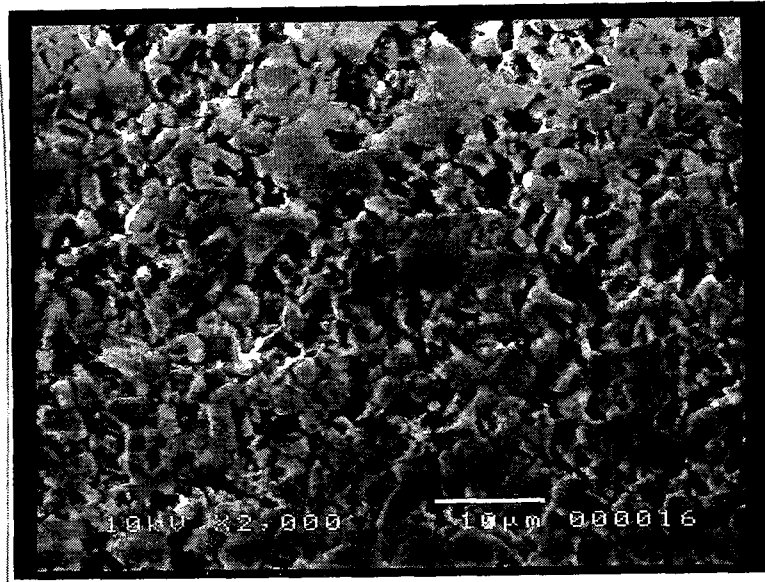


Şekil E.8 b) 7.Tip numunelerin yüzeylerinin SEM görüntüsü.

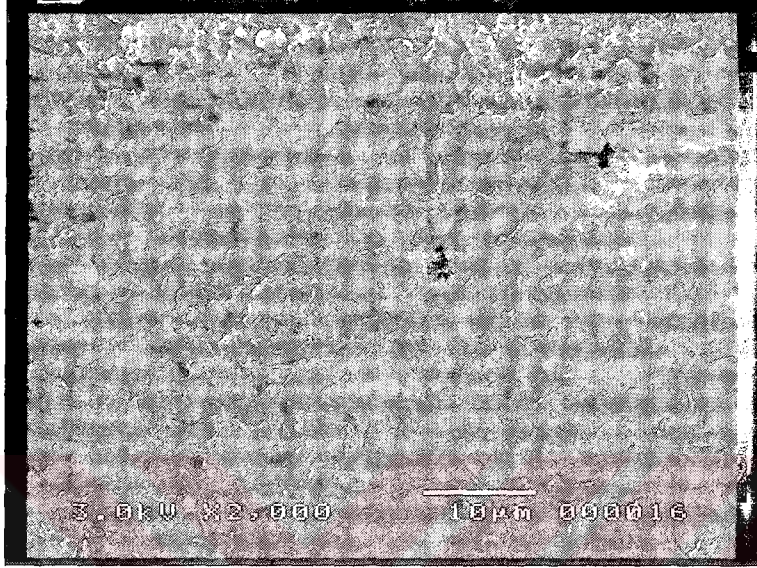
Yüksek vakumda S.E.M görüntüleri



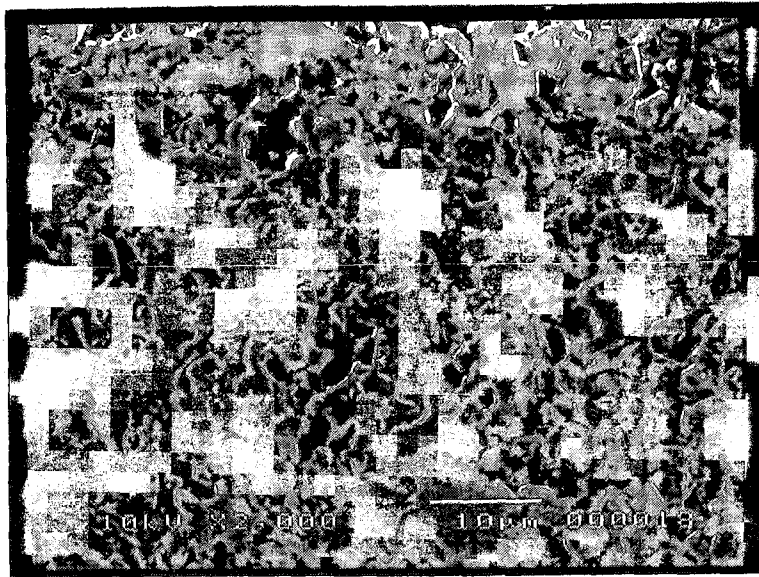
Şekil E.9. 8.Tip numunelerin yüzeylerinin SEM görüntüsü.



Şekil E.10. Işınlanmış numunelerin yüzeylerinin SEM görüntüsü ($14,86 \pm 0,12$).



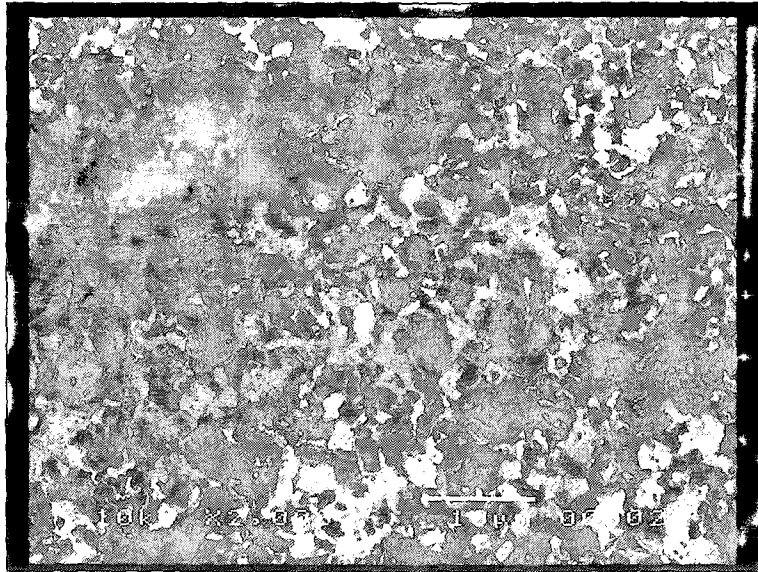
Şekil E.11. Işınlanmış numunelerin yüzeylerinin SEM görüntüsü ($14,72 \pm 0,11$ MeV).



Şekil E.12. Işınlanmış numunelerin yüzeylerinin SEM görüntüsü ($14,86 \pm 0,12$ MeV).



Şekil E.13. Işınlanmış numunelerin yüzeylerinin SEM görüntüsü ($14,46 \pm 0,11$ MeV).

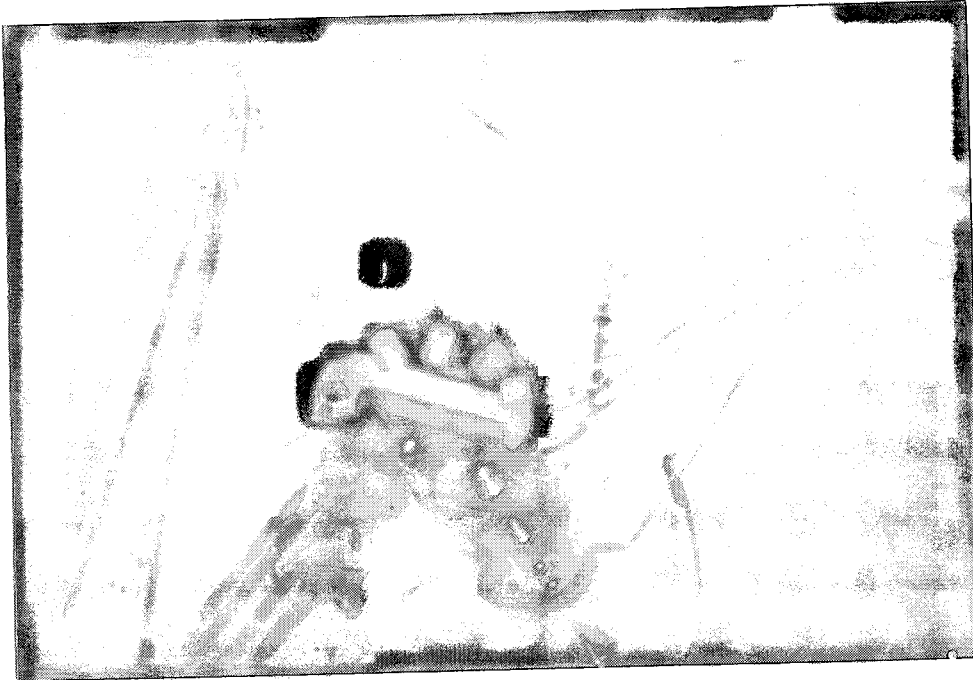


Şekil E.14. Işınlanmış numunelerin yüzeylerinin SEM görüntüsü ($14,10 \pm 0,10$ MeV).

EK-2



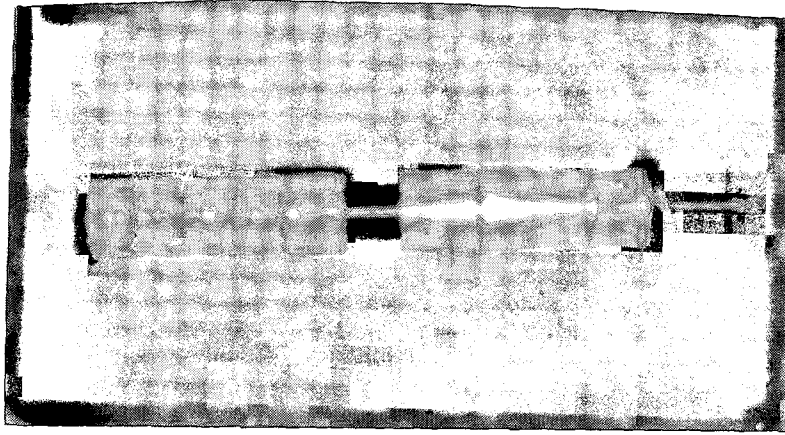
Şekil E.2 a) SAMES T-400 nötron kaynağı ile yapılan ışınlama



Şekil E.2. b). SAMES T-400 nötron kaynağı ile yapılan ışınlama.



Şekil E.2 c) Howitzer nötron kaynağının görünümü.



Şekil E.2 d) Howitzer nötron kaynağının numune yerleştirme kabı.

ÖZGEÇMİŞ

Doğum tarihi	06.09.1976	
Doğum yeri	İstanbul	
Lise	1990-1993	Beykoz Fevzi Çakmak
Lisans	1994-1998	Yıldız Teknik Üniversitesi Fizik Bölümü
Yüksek Lisans	1998-2001	Yıldız Teknik Üniversitesi Fizik Bölümü



ÖZGEÇMİŞ

Doğum tarihi	06.09.1976	
Doğum yeri	İstanbul	
Lise	1990-1993	Beykoz Fevzi Çakmak
Lisans	1994-1998	Yıldız Teknik Üniversitesi Fizik Bölümü

