



TC

ÇANAKKALE ONSEKİZ MART ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ



SİNERLEME SICAKLIĞININ Al_2O_3 - Y_2O_3

TOZLARININ ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ

Songül KILINÇ

Biyomühendislik ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

ÇANAKKALE

TC
ANAKKALE ONSEKİZ MART ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
YÜKSEK LİSANS TEZİ

SİNERLEME SICAKLIĞININ Al_2O_3 - Y_2O_3
TOZLARININ ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ

Songül KİLİNÇ

Biyomühendislik ve Malzeme Mühendisliğı

Anabilim Dalı

Tezin Sunulduğı Tarih: 20/01/2020

Tez Danışmanı:

Dr. Öğr. Üyesi Serkan ABALI

ANAKKALE

Songül KILINÇ tarafından Dr. Öğr. Üyesi Serkan ABALI yönetiminde hazırlanan ve 20/01/2020 tarihinde aşağıdaki jüri karşısında sunulan “**Sinterleme Sıcaklığının Al_2O_3 - Y_2O_3 Tozlarının Özelliklerine Etkisi**” başlıklı çalışma, Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Biyomühendislik ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı**’nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak oy birliği ile kabul edilmiştir.

JÜRİ

Dr. Öğr. Üyesi Serkan ABALI

.....

Başkan

Doç. Dr. Uğur CENGİZ

.....

Üye

Dr. Öğr. Üyesi Raşit SEZER

.....

Üye

Prof. Dr. Levent GENÇ

Müdür

Fen Bilimleri Enstitüsü

Sıra No:

İNTİHAL (AŞIRMA) BEYAN SAYFASI



Bu tezde görsel, işitsel ve yazılı biçimde sunulan tüm bilgi ve sonuçların akademik ve etik kurallara uyularak tarafımdan elde edildiğini, tez içinde yer alan ancak bu çalışmaya özgü olmayan tüm sonuç ve bilgileri tezde kaynak göstererek belirttiğimi beyan ederim.

Songül KILINÇ

TEŞEKKÜR

Bu tezin gerçekleştirilmesinde, çalışmam boyunca benden bir an olsun yardımlarını esirgemeyen saygı değer danışman hocam Dr. Öğr. Üyesi Serkan ABALI, çalışma süresince tüm zorlukları benimle göğüsleyen ve hayatımın her evresinde bana destek olan değerli aileme sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Songül KILINÇ
Çanakkale, Ocak 2020



SİMGELER VE KISALTMALAR

DSEC	Yönlü Katılaşmış Ötektik Seramik
°C	Derece satigrat
ppm	(g çözünen/g çözelti) x 10 ⁶
YAG	İtriyum Alüminyum Garnet
µm	Mikrometre
nm	Nanometre
MPa	Megapaskal
GPa	Gigapaskal
XRD	X Işınları Kırınımı
pH	Asitlik derecesi
K	Kelvin
YAP	İtriyum Alüminyum Perovskit
YAM	İtriyum Alüminyum Mono
gr	Gram
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
EDX	Enerji Dağıtıcı Spektrometre
BET	Yüzey Alanı Ölçümü

ÖZET

SİNERLEME SICAKLIĞININ Al_2O_3 - Y_2O_3 TOZLARININ ÖZELLİKLERİNE ETKİSİ

Songül KILINÇ

Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Biyomühendislik ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı Yüksek Lisans Tezi

Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Serkan ABALI

20/01/2020, 36

Alümina, kırılma dayanımı, mükemmel kimyasal kararlılık ve yüksek sertlik özellikleri sebebiyle genellikle endüstriyel uygulamalarda kullanılır.

Bu çalışmada, alümina tozunun özelliklerini geliştirmek amacıyla Al_2O_3 - Y_2O_3 ham tozları yüksek sıcaklık fırınında çeşitli sıcaklıklarda sinterlenmiştir. Sinterlenmiş tozların malzeme özelliklerine olan etkisi incelenmiştir. Üretim aşamasında başlangıç malzemeleri olarak %99.99 saflıktaki Al_2O_3 ve %99.999 saflıktaki Y_2O_3 tozlarından yararlanılmıştır. Başlangıç malzemeleri olan ağırlıkça %33 Y_2O_3 içeren Al_2O_3 - Y_2O_3 toz karışımları öğütülerek, daha sonra etüvde kurutulmuştur. Eleme işleminden sonra tozlar 1000°C, 1050°C, 1100°C sıcaklıklarda sinterleme işlemine tabi tutulmuştur. Farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş tozların mikroyapıları, faz analizleri ve gözenek büyüklükleri incelenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Sinterleme, Alümina, İttriyum Oksit, Toz Metalurjisi, Mikroyapı, Gözenek Büyüklüğü

ABSTRACT

THE EFFECT OF SINTERING TEMPERATURE ON THE PROPERTIES OF $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ POWDERS

Songül KILINÇ

Çanakkale Onsekiz Mart University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Master of Science Thesis in Bioengineering and Materials Engineering

Advisor: Asst. Prof. Dr. Serkan ABALI

01/20/2020, 36

Alumina is generally used in industrial application due to its fracture strength, excellent chemical stability and high hardness properties.

In this study, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ raw powders were sintered at various temperatures in muffle furnace for improve the properties of alumina powder. The effect of sintered powders on the material was investigated. As the starting materials in the fabrication stage, the products %99.99 pure Al_2O_3 and %99.999 pure Y_2O_3 powders. The starting materials, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ powder mixtures including 33% by weight of Y_2O_3 were first milled, then dried in the oven. After sieving process, powders were sintered at 1000°C , 1050°C , 1100°C temperature. Microstructures, phase analyses and pore size of sintered powders at different temperatures were investigated.

Keywords: Sintering, Alumina, Yttrium Oxide, Powder Metallurgical, Microstructure, Pore Size

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

TEZ SINAVI SONUÇ FORMU	ii
İNTİHAL (AŞIRMA) BEYAN SAYFASI.....	iii
TEŞEKKÜR.....	iv
SİMGELER VE KISALTMALAR	v
ÖZET	vi
ABSTRACT.....	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ	x
TABLolar DİZİNİ.....	xi
BÖLÜM 1	
GİRİŞ	1
BÖLÜM 2	
ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR	2
2.1. Ötektik Seramik Kompozitler.....	7
2.2. Alümina (Al_2O_3)	8
2.2.1. Alüminanın Üretimi.....	9
2.2.2. Alümina Uygulama Alanları.....	9
2.2.3. Alfa Alümina	11
2.3. Y_2O_3 (İtriyum Oksit) ve Özellikleri.....	12
2.4. Alümina ve İtriyum Oksit Fazları.....	13
2.4.1. YAM (İtriyum Alüminyum Monoklinik)’ ın Özellikleri.....	14
2.4.2. YAP (İtriyum Alüminyum Perovskit)’ ın Özellikleri.....	14
2.4.3. YAG (İtriyum Alüminyum Garnet)’ ın Özellikleri	15
2.5. Toz Metalurjisi.....	16
2.5.1. Tozların Hazırlanması.....	16
2.5.2. Alümina ve Y_2O_3 Tozlarının Sinterlenmesi.....	17
BÖLÜM 3	
MATERYAL VE YÖNTEM.....	20
3.1. Tozların Hazırlanması.....	20
3.2. Al_2O_3 – Y_2O_3 Tozlarının Sinterlenmesi	20
3.3. Tozların Değerlendirilmesi ve Karakterizasyonu	21
BÖLÜM 4	
ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA	23
4.1. Tozların Faz Oluşumları	23
4.2. Tozların Mikroyapı ve Elementel Analizi	24

4.3. Tozların Gözenek Alanı ve Çapı	28
BÖLÜM 5	
SONUÇ VE ÖNERİLER.....	30
KAYNAKLAR	31
ÖZGEÇMİŞ	I



ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa No

Şekil 1. Bayer Prosesi'nin akış şeması	9
Şekil 2. α -Alüminanın atom dizilişi.....	12
Şekil 3. Alümina- itriya oksit faz diagramı.....	14
Şekil 4. Garnet'in yapısı bakımından, YAG'ın düzenlenmesinin şematik gösterimi.....	15
Şekil 5. Bilyalı öğütme	17
Şekil 6. İki küresel parçacığın sinterleme profili	18
Şekil 7. Sinterleme prosesinin gerçekleştiği aşamalar.....	18
Şekil 8. Ağırlıkça %33 Y_2O_3 ve %67 Al_2O_3 tozlarının karıştırılıp ayrılmış hali.....	20
Şekil 9. Elek sarsıcı çalışma durumu	21
Şekil 10. 1000 °C'de sinterlenen Al_2O_3 - Y_2O_3 toz karışımının X-ray difraksiyon grafiği ...	23
Şekil 11. 1050 °C'de sinterlenen Al_2O_3 - Y_2O_3 toz karışımının X-ray difraksiyon grafiği ...	23
Şekil 12. 1100 °C'de sinterlenen Al_2O_3 - Y_2O_3 toz karışımının X-ray difraksiyon grafiği ...	24
Şekil 13. Al_2O_3 - Y_2O_3 toz karışımının 1000 °C'deki SEM görüntüsü.....	25
Şekil 14. Al_2O_3 - Y_2O_3 toz karışımının 1050 °C'deki SEM görüntüsü.....	25
Şekil 15. Al_2O_3 - Y_2O_3 toz karışımının 1100 °C'deki SEM görüntüsü.....	26
Şekil 16. 1000 °C'deki Al_2O_3 - Y_2O_3 toz karışımının EDX elementel analizi	27
Şekil 17. 1050 °C'deki Al_2O_3 - Y_2O_3 toz karışımının EDX elementel analizi	27
Şekil 18. 1100 °C'deki Al_2O_3 - Y_2O_3 toz karışımının EDX elementel analizi	28

TABLÖLAR DİZİNİ

	Sayfa No
Tablo 1. Alüminanın yüksek saflıktaki genel özellikleri	8
Tablo 2. Ham tozların özellikleri	20
Tablo 3. 1000°C, 1050°C ve 1100°C’deki gözeneklerin yüzey alanı, gözenek çapı ve gözenek hacmi	28



BÖLÜM 1

GİRİŞ

Seramik malzemeler, mekaniksel, termal ve elektriksel özelliklerinden dolayı önemli ve stratejik bir yapıya sahiptirler. Gelişen teknoloji ile beraber ihtiyaç duyulan malzeme çeşitliliği de sürekli artmaktadır. İnsan ihtiyaçlarını karşılayacak istenilen özelliklerde malzeme geliştirmek için çeşitli çalışmalar sürmektedir. Özellikle malzeme bilimi alanında yapılan bu çalışmalar seramik ve kompozit malzemeler üzerine yürütülmüştür.

Seramik matrisli kompozit (CMC) malzemeler yüksek performanslı uçak motorlarının baskı/ağırlık oranını arttırmak için bir anahtar malzeme sistemi olarak tanımlanan ileri düzey malzemelerdir. Bu kompozit giderek daha fazla ABD, Avrupa ve Japonya'daki gaz türbin tasarımcıları tarafından değerlendirildi. (Ohnabe, Masaki, Onozuka, Miyahara ve Sasa, 1999) Yüksek servis sıcaklıklarında seramik matrisli kompozit malzemeler tane büyümesine, sinterlemeye ve sürünme deformasyonuna eğilimlidir, hasar toleransı ve güç kaybıyla sonuçlanır. CMC yanma ortamlarında sıcak korozyona eğilimlidir, bu yüzden çevresel bariyer kaplamalarının (EBC) geliştirilmesi zorunludur. Y_2O_3 , alümina esaslı seramik kompozit malzemeler için aday bir EBC malzemesi olarak kabul edilir, Y_2O_3 sayesinde kimyasal kararlılık ve termal özellikleri olumlu etkilenir. (Mechnich ve Braue, 2013)

Eriyikten yetişen (büyüyen) ötektik kristaller, fazlar arasında çok ince bir mikroyapıya ve mükemmel bağlanmaya sahip bir kompozit ailesi oluşturur. Eğer yönlü katılama ile üretilirlerse, küçük faz boyutuyla birlikte enine doğruda tane sınırlarının olmayışı, kusurların varlığını engeller ve kırılğan seramiklerin mekanik özelliklerini önemli ölçüde artırır. Yüksek sıcaklık uygulamaları için fazla imkanlar sunan ötektikteki fazlar, ötektik sıcaklığa yaklaşan sıcaklıklara kadar hemodinamik olarak uyumludur. Bu durumda özellikle ötektik seramik oksitlerin her bir fazı, çok yüksek sıcaklıklarda bile oksitleyici ortamlarda kimyasal olarak kararlıdır. (Stubican ve Bradt, 1991)

Bu çalışmada, yüksek sıcaklık fırınında farklı sıcaklıklarda Al_2O_3 ve Y_2O_3 ham tozları sinterlenmiş, $1000^{\circ}C$, $1050^{\circ}C$ ve $1100^{\circ}C$ 'de sinterlenen tozların faz analizleri, mikroyapı değişimleri ve gözenek oluşumları hakkında araştırma yapılmıştır. Sıcaklık değişiminin sonuçları nasıl değiştirdiği anlaşılmak istenmiştir. Bu sıcaklıklarda elde edilen faz analizleri, mikroyapı oluşumları ve gözenek boyutları hakkında bilgi edinilmiştir.

BÖLÜM 2

ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

Çoğu seramikler ve seramik kompozitler iç yapılarında kirlilik içerirler ve tane sınırlarında oluşan birçok amorf faz formu bulunmaktadır. Bunun başlıca sebebi toz sinterleme yöntemi ile üretilmeleridir. Çoğu durumda bu amorf fazlar ve tane sınırları, oda sıcaklığında mukavemeti ve kırılma tokluğunu artırır. Fakat mikroyapısal faktörlerin varlığı sürünme istatistikleri ve yüksek sıcaklık mukavemetinde zararlı bir etkiye sahip olduğu ortaya konmuştur (Waku ve Satuma, 2000). Fakat yönlü katışlaşmış ötektik seramikler (DSEC) yüksek erime noktası ve yüksek ergiyik reaktivesine sahip olmasına rağmen hazırlanmasının zor olması sebebiyle daha az ilgi görmüştür. Hazırlanma tekniklerinde son zamanlardaki gelişmeler, örneğin lazerli eritme tekniği, ötektik seramik çalışmaları incelendiğinde hem mükemmel manyetik tepki ve bu kompozitlerde termal ve kimyasal kararlılığı artırmıştır (Sayir, Farmer, Dickerson, Yun, 1993). Bunun yanında fonksiyonel uygulamalar için elverişli hale gelmişlerdir (Waku ve diğerleri, 1997). Sinterlenmiş kompozitler oda sıcaklığında taneler arası kırılma gösterir, 1400°C ve üzerinde tane büyümesi görülür. Öte yandan, Al₂O₃-YAG 1700°C'den daha yüksek sıcaklıklarda tane büyümesi gözlenmez ve kırılma tane içerisindeydir. Dahası 1800°C'ye ulaşan test sıcaklıklarında kırılma Al₂O₃ ve YAG fazlarının arasındaki ara yüzeyde taneler arası ve tane içi olarak karışık kırılma gözlenmiştir (Waku ve diğerleri, 1998a).

Alüminanın, mükemmel kimyasal kararlılık ve iyi mekanik özellikleri, örneğin kırılma dayanımı ve çok yüksek sertlik gibi özellikleri sayesinde genellikle endüstriyel uygulamalarda kullanılır. (Yoshizawa, Hira ve Kanzaki, 2004) Ayrıca polikristalin alüminanın yüksek sıcaklıkta sürünme yeteneği, katyonların küçük miktarda (100-1000 ppm aralığında) katkılarıyla birlikte etkileyici bir şekilde artırılabilir. Test edilen çeşitli katkı maddeleri arasında (Yoshida, Ikuhara ve Sakuma, 2004), alümina kafesindeki sınırlı çözünürlüğünden dolayı (Lartugue, Carry ve Priester, 2002), itriyum büyük ölçüde kullanılmıştır. (Cho, Harmer, Chan, Richman ve Thompson, 1997). İtriyum tane sınırlarından ayırılma eğilimindedir, bu yüzden taneler arası difüzyon azalır. Dahası yüksek sıcaklıkta, alümina tane sınırlarında oluşabilir ve böylece tane sınırlarındaki itriyum içeriği doyumluğa kadar artabilir. Sonuç olarak, itriyum alüminyum garnet (YAG), alüminanın oda sıcaklığında ve yüksek sıcaklık özelliklerinin her ikisini de etkileyebilir ve çökebilir (Lartugue ve diğerleri, 2002). Bu sebepten dolayı, son çalışmalar yüksek kimyasal kararlılığa ve benzer ısı genleşme katsayıları olan, karşılıklı

çözünürlük sergileyen Al_2O_3 - YAG sistemine odaklanmıştır. (Frech, Chan, Harmer ve Miller, 1996).

Süper yüksek sıcaklık karakteristikleri bu gibi çeşitli faktörlerle yakından ilişkilidir; (1) Ötektik kompozitler öyle bir mikroyapıya sahiptir ki bu mikroyapı, tek kristal Al_2O_3 ve tek kristal YAG tane sınırsız ince birleştirilmiş ve sürekli bağlanmış üç yönlüdür. (2) Al_2O_3 ve YAG fazları arasındaki ara yüzeyde amorf faz olmadan kurulur. (Waku ve diğerleri, 1998b) Waku ve diğerleri (1998c), Al_2O_3 -YAG tek kristal kompozitleri için yüksek sıcaklıkta gerilme ve basınç testlerinde, hem tek kristal Al_2O_3 hem de YAG içerisinde plastik olarak deforme olmuş örnekler gözlemlenmiştir, bu da gösteriyor ki plastik deformasyon dislokasyon hareketleriyle oluşmaktadır (Waku ve Sakuma, 2000). Ancak üretimlerinin pahalı ve zor olması kristalin yeterli büyüklüğe erişememesi endüstriyel uygulamalarda yer bulmalarını zorlaştırmaktadır.

French ve arkadaşları, Al_2O_3 hacimce %50 YAG çiftinin çekme sürünme davranışının yanı sıra yüksek sıcaklıktaki kırılma tokluğunu mikron boyutlarda araştırmışlardır (French, Zao, Harmer, Chan ve Miller, 1994; French ve diğerleri, 1996). Onların sonuçlarında gösterildiği gibi, 800°C üzerinde kompozitler tek faz bileşenlerden daha fazla tokluğa sahiptir.

Duong ve Wolfestine (1993), Al_2O_3 hacimce %50 YAG ve Al_2O_3 hacimce %75 YAG iyi tanelenmiş kompozitlerin sürünme davranışları incelemişlerdir. Yazarlar sürünme hızının, sürünmeye daha dirençli faz olan YAG tarafından kontrol edildiğini belirtmişlerdir. Benzer davranışlar Torrecillas ve diğerleri (2007) tarafından bulunmuş; kolloidal bir işleme yolu ve basınçsız sinterlemeyle Al_2O_3 /YAG nanokompoziti üreten sürünme oranının saf alüminaya göre bir kat daha düşük bir derecede olduğunu belirlemişlerdir (Torrecillas, Schehl, Diaz, Menendez ve Maya, 2007).

Yine de Waku ve diğerleri (1998b), 1873 K 'lik bir test sıcaklığında ve 10^{-4} m/s bir gerilme oranında, yönlü katılma yoluyla üretilen ötektik kompozitin, basma sürünme mukavemeti benzer kimyasal kompozisyonlarla sinterlenmiş kompozitinkinden tahminen 13 kat daha fazla olduğu sonucuna varmışlar.

Yönlü katılmış $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ ötektik kristal 1700°C 'de faaliyet gösteren yeni nesil gaz türbinlerinde en umut verici yapısal malzemelerden biri olarak büyük ilgi görmüştür. Al_2O_3 /YAG ötektik kristalin uygulamaları, tozların zayıf sünekliklerinden dolayı sınırlandırılmıştır. (Hirano, 2005) Bu yüzden, Al_2O_3 /YAG ötektik kristallerin, gelecekteki uzay araçlarının türbin kanatları ve elektrik üreten termal sistemlerde kullanılması için tokluğunun geliştirilmesi önemlidir. Yönlü katılmış Al_2O_3 /YAG ötektik

kristalin yüksek sıcaklık mukavemet tutması çok iyidir (Waku ve diğerleri, 1998a) ve dislokasyon hareketini sınırlayan $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ 'daki ara yüzeyden dolayı YAG'ın tek kristaline göre sürünme direnci özellikleri daha iyidir (Waku ve Benini, 2011). Ek olarak yönlü katılaşmış $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ ötektik kristal, çatlaklar ve heterojen faz sınırları arasındaki etkileşime bağlanabilen her iki bileşen maddeden daha yüksek tokluğa sahiptir (Haijun, Zhang, Chunjuan, Lin ve Hengzhi, 2008; Ochiai ve diğerleri, 2001). Wang ve arkadaşları YAG'ın parçalanma düzlemini başarıyla karakterize etmiş. YAG'ın yırtılma sırtında bir dizi nano boyutlu yarık düzlemi bulunmuştur. Bu bulgular, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ ötektik tek kristalin gelecekteki tasarımı için yüksek tokluğa sahip güçlü bir bilimsel temel oluşturması sağlayacaktır ve yönlü katılaşan $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ ötektik tek kristalin kristalografisi ve mekaniği arasındaki ilişki için güvenilir sonuçlar sunacaktır (Wang ve diğerleri, 2017).

Kullanılan sıcaklık ile ısı verimindeki artış, uçak ve uzay aracı uygulamalarında daha yüksek performans için artan taleple, daha yüksek sıcaklıklara dayanabilecek yapısal malzemeler ihtiyaç duymaktadır. Son teknoloji nikel esaslı süper alaşımlar 1100°C civarı ve üzerindeki metal sıcaklıklarında kullanılabilir. Seramik malzemeler, daha düşük yoğunluklu ve daha yüksek modüllü yüksek çalışma sıcaklıkları için olanak sağlamaktadır (Parthasarathy, Mah, Matson, 2004).

Polikristalin seramiklerin kısa sürede düşük sinterleme sıcaklıklarında üretimleri mümkündür. Sinterleme hızlı gerçekleştiğinden tane büyümesi engellenebilir (Zhan, Kuntz, Wan ve Mukherjee, 2003).

Avantajları olmasına rağmen, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ ötektik kompozit fabrikasyon uygulamalarında oldukça komplekstir ve onların gelişmesi iyi tanımlanan ötektik yapıyla sınırlandırılmıştır. Bu sebepler polikristalin çift faz $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ kompozitinin araştırılmasına sebep olmuştur (Duong ve Wolfestine, 1993; Isobe, Omori, Uchida, Sato ve Hirai, 2002).

Souza ve diğerleri (2013), Al_2O_3 -YAG tozlarının kompozit üretimini hedefleyen Al_2O_3 ve Y_2O_3 prekürsör çubuğu öğütürerek işlemişlerdir. Tozlar 2 saat öğütülmüş. 1200°C fırın içerisinde 48 saat kurutulmuştur. Oluşan yumuşak topaklanmış toz öğütülmüş ve elenmiştir. Tek yönlü pres ile 30 MPa'da sinterlenmiştir. Daha sonra 1000°C , 1200°C , 1400°C ve 1600°C 'de 3 saat boyunca ısı işlem uygulanmıştır. Numunelerin çatlak yüzeyleri ilk olarak altın kaplanmış ve ikinci elektron saçınım uygulanarak elektron mikroskobu (SEM) ile gözlenmişlerdir. Al_2O_3 ve Y_2O_3 'ün oluşturduğu ilk numune düzensiz şekillerden meydana gelmiş ve Y_2O_3 küçük bir kısmını oluşturmaktadır.

1000°C’de deęişiklik gözlenmemiştir. 1200°C, 1400°C, 1600°C’de ısıtıl işlem uygulanmış numunelerin morfolojik görünüşleri, sırasıyla parçacıklar arasında geniş boyun vermaye birlikte büyük boşluklar tarafından, iyi parçacık ağıyla çevrelenerek oluştuęu açıkça gözlemlenmiştir. YAG’ın tamamının toz karışımlarının 2 saat öğütölmesi ve sonra 3 saat ısıtıl işlem sonrası oluştuęu gözlemlenmiştir. (Souza Lima ve dięerleri, 2013-2(1)) Bu ağın parçacık boyutu sıcaklıęa maruz kaldıkça artmıştır. (Lima, Louro, Costa, Compos ve Costa, 2005) Kong’da araştırmasında benzer Al₂O₃-Y₂O₃ sisteminde artan tavlama sıcaklıęının bir fonksiyon olarak belirgin bir mikroyapı artışını bulmuştur. Tane boyutu, sıcaklık 1100°C’den 1500°C’ye çıkartıldıkça 0.3’den 1.5 µm artmıştır (Kong, Ma, Huang, 2002, s.56).

Wang ve Gao (2001), polikristalin Al₂O₃-YAG kompozitlerinin hazırlanmasını ve mikroyapılarını incelemiştir. Polikristalin Al₂O₃-YAG kompozitlerini birlikte çökeltme metoduyla hazırlanan tozlardan elde etmişlerdir. Farklı sıcaklıklardaki kalsinasyondan sonra, 1000°C civarında YAG’ın kristalleşmesini bulmuşlardır (Hongzhi ve Lian,). Dięer bir çalışmada 1550°C’de sıcak pres sinterlemeyle yoğun sinterlenmiş yüzey oluşturulmuştur. Al₂O₃ hacimce % 5 YAG ve Al₂O₃ hacimce % 25 YAG bükölme mukavemetleri ve kırılma toklukları 1000°C’de olanda 604 MPa ve 5.0 MPa m^{1/2}, 1500°C’de 611 MPa ve 4.5 MPa m^{1/2} bulmuşlardır. Bu sonuçlara göre, bileşimdeki YAG’ın oranının Al₂O₃ seramiklerinin mekanik özelliklerinin gelişmesinde etkili olduğunu göstermişlerdir (Wang ve Gao, 2001).

Sommer ve dięerleri (2012), YAG tozlarının farklı üretim yollarının hacim oranındaki deęişimden kaynaklanan sonuçları incelemiştir. Alümina kompozitler hacimce % 5, 10 ve 20 oranında YAG tozları karıştırılarak alçı kalıba döküm yöntemiyle üretilmiştir. Seçilmiş olan YAG tozlarının üretimi için iki farklı yol izlemiştir. Önceden hazırlanmış YAG tozunu Al₂O₃ ile karıştırarak veya alümina tozlarının itriya ile kaplanmasının ardından YAG çözeltileri oluşturmak için kalsine edilmiştir. YAG’ın üretim yollarından bağımsız olarak en iyi mekanik özelliklerin Al₂O₃-%10 YAG kompozitinde olduğunu gözlemlenmiştir (Sommer ve dięerleri, 2012).

Öksüz, Apaydın, Enbiya, Çevika ve Özer (2015), üç farklı sıcaklıkta sinterlenmiş YAG tozlarının sinterlenme yoğunluęu, faz formasyonu ve tane morfolojisini incelemiştir. Y₂O₃, Al₂O₃ ve SiO₂ tozların partiköl boyutları sırasıyla 600 nm, 1 mikron ve 5 mikron ölçölmiş, tozların karışımındaki miktarlarının sırasıyla ağırlıkları %40, %30, %30’dur. XRD ile incelendiğinde en yüksek tepe noktası Y₂O₃’e aittir, Al₂O₃ ve SiO₂ bunu XRD düzeninde daha düşük fakat daha fazla tepe noktasıyla sonuçlanan daha düşük simetrik

yapı ile takip etmiştir. Karışım 300 MPa altında 1100°C, 1200°C ve 1300°C’de 2 saat kül fırınında sinterlenmiş ve yoğunluklarını hesaplamıştır. Aktivasyon arttıkça partikül boyutunun azaldığı ve sinterlemenin (boyun ve tane sınır oluşumu) düşük sinterleme sıcaklıklarında gerçekleştiği ve partikül-partikül etkileşiminin artmasına neden olduğunu gözlemlenmiştir (Öksüz, Apaydın, Enbiya, Çevika ve Özer, 2015).

Luo ve Xu (2015), düşük sıcaklıkta mikrodalga sinterlemenin Y_2O_3 katkılı Al_2O_3 seramikler üzerindeki olumlu etkilerini incelemişlerdir. Y_2O_3 katkılı Al_2O_3 şeffaf seramik, en düşük sıcaklıktaki mikrodalga sinterleme ile başarıyla imal edilmiştir. Vakum sinterleme işlemine kıyasla, mikrodalga sinterleme, daha ince tanecik ebadı, daha yüksek mekanik ve daha iyi optik özelliklere sahip yüksek yoğunluklu Y_2O_3 katkılı Al_2O_3 şeffaf seramikler elde etmek için daha düşük bir sinterleme sıcaklığı ve daha kısa kalma süresi gerektirir. Bunun için tozları 1300°C’de 2 saat sinterlemişlerdir. Vakum sinterlenmiş örneklerle karşılaştırıldığında, mikrodalga sinterlenmiş örnekler daha ince taneciklere, daha yüksek mikro sertliğe, daha güçlü eğilme dayanımına, daha büyük kırılma tokluğuna ve daha iyi geçirgenliğe sahip olduğu sonucuna varmışlardır (Luo ve Xu, 2015).

Spina ve diğerleri (2012), itriyum ile alüminyum klorür solisyonlarını oda sıcaklığında hafif çalkalama ile karıştırmışlardır. 24 saat pH 7.5-9 olana kadar yaşlandırmış su ve etanol ile belirli zamanlarda yıkamış ve 2 gün boyunca 60°C’de kurutmuşlardır. Kuruyan tozlara 30 dakika 900-1200°C’de ısıtım işlemi uygulanmış (kalsine edilmiş) ve XRD ile incelemişlerdir. 25°C sıcaklık kademesi ile 850-1000°C’de ki faz değişimlerini takip etmişlerdir. 850°C’ye kadar tanımlanmış bir kristalin faza rastlanmamıştır. Buna karşın hegzagonal değişim fazı $YAlO_3$ 875°C’de bulunmuş, 950°C’den başlayarak saf YAG oluşumu başlamıştır (Spina ve diğerleri, 2012 ,32).

She, Mechnich, Schmücker ve Schneider (2001), mullit ($2Al_2O_3-SiO_2$.) seramiklerine Y_2O_3 ilavesiyle düşük sıcaklıkta sinterleme işlemi ve reaksiyonlarını incelemişlerdir. $\alpha-Al_2O_3$, kuvars, Y_2O_3 parçacık boyutları sırasıyla 0.3, 0.3, 0.2 μm ’dir. Tozlar bilyalı değirmende Si_2N_4 ile birlikte su içerisinde 300 rpm’de 2 saat homojenliği arttırarak karıştırılmıştır. 100 MPa’da kalıp presle preslenmiş ve XRD ile faz analizlerine tabi tutulmuşlardır. 1050°C ‘de reaksiyon oluşmamış 1100°C’de itriyum ile kuvars arasında Y_2SiO_5 oluşumunu gözlemlenmiştir (She, Mechnich, Schmücker ve Schneider, 2001).

Bu çalışma ile alümina tozunun özelliklerini geliştirmek amacıyla $Al_2O_3-Y_2O_3$ ham tozlarının farklı sıcaklıkta sinterlenerek, en iyi birleşimin hangi sıcaklıkta olduğu incelenmiştir. Sinterlenmiş tozların malzeme özelliklerine olan etkisi araştırılmıştır. Sıcaklık değişimi ile alümina ve itriyum fazlarının yapı içerisinde hangi oranlarda nasıl

değişim sergiledikleri incelenmiş, 1000°C, 1050°C, 1100°C'deki oluşum gösteren fazlar karşılaştırılmıştır. Gözenek yapılarının oluşum dereceleri irdelenmiştir. Bunun yanı sıra toz numunelerin, toplam gözenek hacmi ve gözenek boyutlarının çapı hakkında bilgi edinilmiş ve karşılaştırılma yapılmıştır.

2.1. Ötektik Seramik Kompozitler

Ötektik seramikler, monolitik ve geleneksel seramik matriks kompozitlere kıyasla üstün termal kararlılığa ve mekanik özelliklere sahip olan, mikro veya nano skalada iyi bir mikroyapıyla birlikte seramik matriks kompozitlerin bir dizinidir. (LLorca ve Orera, 2006) Kompozitler ötektik bileşim gösterdiğinde, bir mikroyapının ayrılmış tek kristal fazlarıyla birlikte, lamelleri, lifleri veya daha karmaşık bir mikro yapıya sahip morfolojileri ve katılma yönü boyunca iyi hizalanmış eriyikten katılan bir katı oluşturur. Ötektik mikro yapının morfolojisi ve boyutu büyüme değişkenleri tarafından değiştirilebilir. Böylece malzeme özellikleri de bu yolla uyarlanmış olabilir (Orera, Pena, Oliete, Merino ve Lorrea, 2012).

Yönlü katılmış ötektik seramik oksitlerin işlenmesi, yapısı ve özellikleri (mekanik ve işlevsel) son 15 yılda dikkat çekmektedir (LLorca ve Orera, 2006). Fakat yönlü katılmış ötektik seramikler, yüksek erime noktaları ve eriyiklerin yüksek reaktivitesinden dolayı hazırlık aşamasında zorluklar yaşanmaktadır. (Orera ve diğerleri, 2012) Oksit-oksit sistemlerindeki (örneğin $Al_2O_3-ZrO_2$ ya da $ZrO_2-CaZrO_3$) öncü çalışmalara rağmen, ötektik seramik için daha az çaba harcanmıştır (Hulse ve Batt, 1974).

Yönlü katılmış malzemelerin mekanik özellikleri, mikroyapılarına ve üretim yönteminin çeşitliliğine bağlıdır. Bu malzemeler yapı içersinde homojen bir fiziksel özellik dağılımı gösterebilmektedir. Tek yönlü katılarak üretildikleri için de tek kristal özelliği gösterirler. Tane sınırları yoktur ve böylece tane sınırlarında oluşabilecek amorf faz oluşmamaktadır. Sinterlenmiş oksit seramikler yüksek sıcaklıklarda deformasyona uğramaksızın ileri teknolojik uygulamalarda kullanılabilmektedirler (Abalı, 2007).

Yeni geliştirilen Al_2O_3 -YAG ötektik materyali, kristal büyümesini tam olarak kontrol etmek için ötektik bir reaksiyon kullanarak ham madde oksitlerinin eritilmesi ve tek yönlü katılmasıyla yapılan yeni bir seramik kompozittir (Waku ve diğerleri, 2000).

2.2 Alümina (Al_2O_3)

Alüminyum oksit olarak da adlandırılan alümina, Al_2O_3 şeklinde sembolize edilmektedir. Beyaz hatta neredeyse renksiz bir kristalin madde olan ve alüminyum metalinin erimesi için bir başlangıç maddesi olarak kullanılır. Bunun yanında, ilerleyen teknolojiye tercih edilen seramik malzemeler için ham madde ve kimyasal işlemlerde aranılan ürünlerdendir. Alümina, değişken oranlarda içerisinde su bulunan alüminyum oksit içeren doğada doğal olarak oluşan ve aynı zamanda cevher olan boksitten üretilir. Serbest Al_2O_3 , doğada mineral korundum ve değerli taşlar, safir ve yakut formları olarak oluşur. Bunlar sentetik olarak alüminadan üretilebilir ve gerçekte bazen alümina olarak da adlandırılabilirler, ancak alümina, daha çok alüminyum metalurjisinde, endüstriyel seramikler alanında ve kimyasal işlemede kullanılan malzemelerle sınırlıdır. (The Editors of Encyclopaedia Britannica)

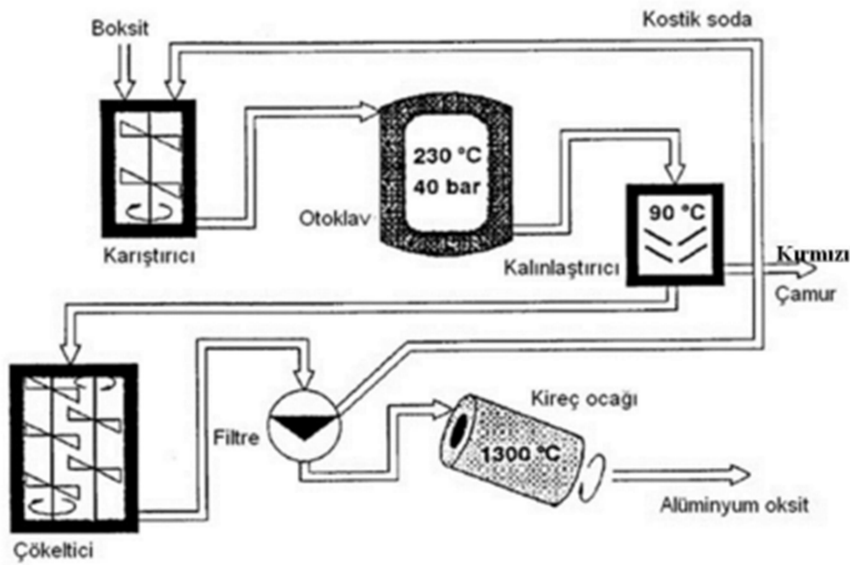
Tablo 1
Alüminanın yüksek saflıktaki genel özellikleri (Ekinci, 2007)

Termal iletkenlik katsayısı	28W/mK
Yoğunluk	3,98 Mgm^{-3}
Erime sıcaklığı	2050°C
Kaynama sıcaklığı	2080°C
Elastik modülü	~360 GPa
Genleşme katsayısı	7-8.8*10 ⁻⁶ m/K
Molekül Ağırlığı	101,96 g/mol
Oluşum serbest enerjisi	-1582,4 kJ/mol
Spesifik yüzey alanı	115 m^2g^{-1}
Mikrosertlik	25 GPa

Mekanik özellikler mikroyapıya göre değişiklik gösterebilir. Bu yüzde, alüminanın mekanik özellikleri hakkında kesin değerler vermek çok da doğru değildir. Ortalama verilen değerlere göre, ince taneli bir alüminanın, Vickers sertliği $\approx 20\text{GPa}$, Poisson oranı ≈ 0.25 , Young modülü $\approx 400\text{GPa}$ (çeliğinkinin iki katı) ve Eğilme dayanımını 300 - 500MPa'dır (Boch ve Niepce, 2007).

2.2.1. Alüminanın Üretimi

Bazı alüminalar, 20. yüzyılın başlarında aşındırıcılar endüstrisi için tasarlanan bir işlemden, elektrikli bir fırında boksit eritilerek üretilmektedir. Cevherden saf alüminyum elde edilmesi için uygulanan yöntemler arasında, 1888 yılında Carl Bayer tarafından keşfedilen Bayer metodu, yüksek tenörlü cevherlerin işlenmesinde dünya çapında kullanılan en önemli metodudur. Bu metodun yaygın olarak kullanılmasının sebebi uygulanmasının nispeten basit ve ürünlerinin saf olmasından ileri gelmektedir. Bayer Prosesi yardımıyla boksitten üretilen alüminanın %93'ü metalurjik alüminadır. Birçok Bayer Prosesi kullanılan tesislerde, alümina, kalsine alüminaya ve özel alümina kimyasallarına dönüştürülerek alüminyum üretimi için kullanılmaktadır (Devlet Personel Başkanlığı, 2001). Bayer işleminde boksit ezilir, bir sodyum hidroksit çözeltisi içinde karıştırılır ve alüminyum hidroksit çökeltirilir. Hidroksit, suyu uzaklaştırmak ve birkaç dereceli granül veya toz alümina üretmek için bir fırında ısıtılır. (The Editors of Encyclopaedia Britannica) Sonuç olarak kalsine edilerek alüminaya ulaşılmış olur. Bayer prosesi için gerekli olan toplam enerji değeri 6200-7700 kWh/t 'dır (Girgin, 1984, 3).



Şekil 1. Bayer Prosesi'nin akış şeması (Anomin, 2019)

2.2.2. Alümina Uygulama Alanları

İleri teknoloji seramikleri arasında en çok aranan ham madde alüminadır. Alümina, elektrik iletkenliğinin düşük bunu yanında mukavemetli olması ve ergime sıcaklığının yüksek olmasından dolayı, refrakter malzemelerde, kesici uçlarda, yalıtkan malzemelerde, yüksek sıcaklığa maruz kalan ısı motorlarında ve aşınmanın oluşabileceği

planlanan parçalarda yaygın olarak tercih edilmektedir. Alümina özellikle düşük yoğunluğu, yüksek aşınma direnci ve yüksek sıcaklık dayanımından dolayı tercih edilen malzemeler arasındadır. Fakat 1000°C'den yüksek sıcaklıklarda aşınma hızının arttığı da gözlemlenmiştir (Ekinci, 2007).

Alümina ile üretilen seramikler, korozyon ortamlarında korozyona karşı gösterdiği yüksek dayanımı, yüksek aşınma direnci, yüksek sertliğinden dolayı endüstrinin çeşitli alanlarında aranılan bir malzemedir (Boch ve Niepce, 2007). Alüminyum oksit önemli biyo uyumlu seramiklerden biri olarak da bilinmektedir. Alümina yapay femur (üst bacak kemiği) başı olarak kullanmasından daha sonra yük altında bulunan yapay eklemlerde (kalça ve diz eklemleri), da kullanımı gerçekleşmiştir (Burdick ve Mauck, 2011). Alümina biyoseramik uygulamalarında en kararlı formu olan α -Al₂O₃ kullanılmaktadır. α -Al₂O₃ insan vücudunda oldukça kararlıdır. Bu da onun insan vücudunda güçlü baz ve asitlerle reaksiyona girmesini engeller. Omurlar arası eklemlerde, kalça kemiği ve üst bacak kemiği başlarında alüminanın yaygın kullanımı gerçekleşmektedir. Sertliğin ve aşınma dayanımının yüksek olması ve mükemmel biyo uyumluluk sayesinde alümina metal-polimer ve metal-metal implantlarda tercih sebebidir (Burdick ve Mauck, 2011).

Alüminanın ergime sıcaklığı 2050°C civarında olduğundan dolayı yüksek modüllü alüminyumla iyi kompozit karışımı yapabilirler. Oluşturdukları kompozitlerde iyi sürtünme direnci ve aşınmaya karşı direnç oluştururlar. Bu sebeplerden dolayı piston, fren diski, silindir gömleği gibi otomobil parçalarında genellikle tercih sebebi olurlar. Sanayide ise kor renkli ergimiş alümina (yaklaşık %21 kromoksitin elektrik ark fırınlarında sıcak hava vermesi suretiyle saf alüminadan elde edilen yüksek saflıktaki alüminyum oksit) ısıtılmalı işlemleri dövülebilir dökme demirin düzgün taşlanması için kullanılabilir (Şen, 2005).

Monokristaller, Verneuil yöntemi olarak adlandırılan 19. yüzyılın sonunda icat edilen bir üretim yöntemiyle üretilirler. Bu yöntemin temelinde, alümina tozunu bir oksihidrojen üfleme borusunun alevi içerisinde eritilerek, hemen arkasında kendi eksenini etrafında dönen bir monokristal üzerine damlatılarak sıvıyı katılaştırma yatmaktadır. Kullanılan yöntem optik malzemelerin üretiminde kullanılmaktadır (Boch ve Niepce, 2007).

Otomobillerde kullanılan bujiler, içerisinde alümina bulunan malzemeler ve alüminyum katkı seramiklerle üretilen en eski parçalardır. Elektronik malzemeler için ana ürün, iletken olan ya da dirençli olan yalıtım malzemeleridir. Alüminanın en büyük avantajları, yüksek öz dirence sahip olması (çok saf olması gerekmektedir) bunu yanında üstün mekanik özellikleridir. (dayanıklılık, mukavemet) Fonksiyonel malzemeler olarak

kullanılmalarından dolayı, işlevinden kaynaklı barındırdığı özelliklerin yanında, bir de iyi düzeyde mekanik performansının da olması gerekmektedir (Boch ve Niepce, 2007).

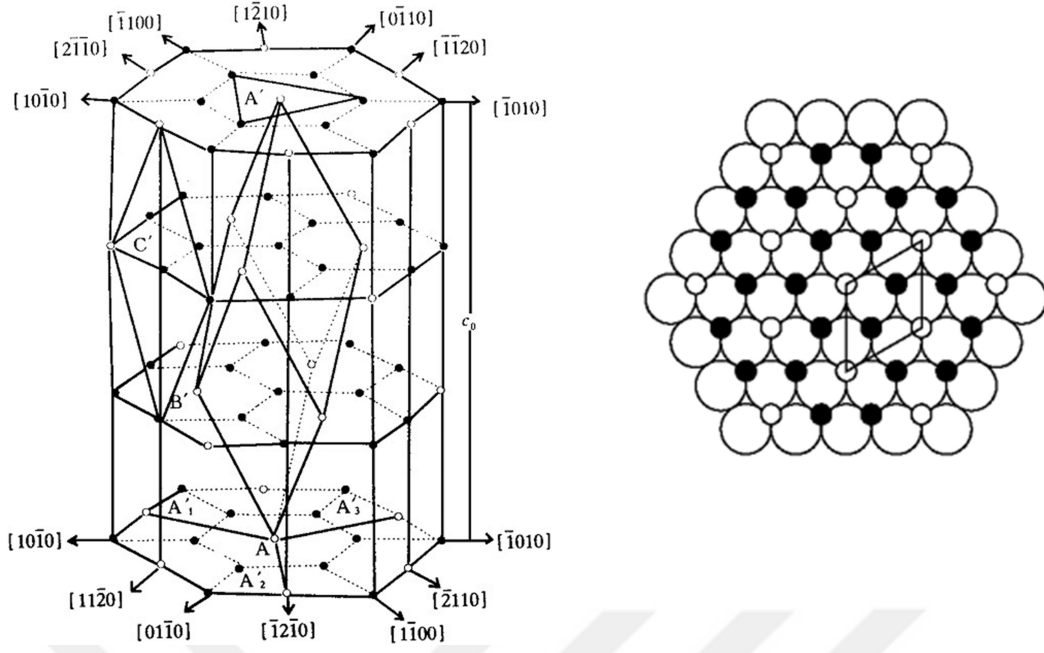
Alümina seramikleri, elektrik ve elektronik endüstrisi tarafından yaygın olarak kullanılmaktadır. Alüminyum oksit ve benzer seramikler elektriği tamamen iletmediklerinden yalıtkan malzeme uygulamalarında tercih edilirler. Elektrik iletim direklerinde kullanılan simit diskler de ve yüksek voltaj güç hatları da bu malzemeden yapılmaktadır. Bunun yanında, yüksek frekanslı akımlara geçen ince alüminyum oksit parçalar, kimyasal ve elektriksel kararlılığının çok iyi olmasından kaynaklı mikroçip malzemesi ve bu teknolojiye kullanıma imkanı sunulmaktadır (Altın, 2007).

Oksit tek kristallerin gaz türbin alanındaki uygulanmasına bakıldığında, CO₂ ve NO_x gibi kirletici gazların etkisini azaltması ve enerji verimliliğindeki artış sebebiyle gaz türbinlerinde kullanılan yüksek sıcaklık malzemeleri olarak üretilmesinin verimli olabileceği sonucuna varılmıştır (Kobayashi, Waku, Nakagawa ve Yokoi, 2003).

2.2.3. Alfa Alümina

Alfa alümina, sentetik safir olarak da bilinen Al₂O₃'ün tek kristal formudur. Safir, gözenek veya tanecik sınırları olmaksızın en saf haliyle alüminyum oksittir. Çeşitli yarı iletken uygulamalar için, alfa alümina diğer sentetik tek kristallere kıyasla en iyi seçimdir. Safir, mükemmel optik, fiziksel ve kimyasal özelliklerin eşsiz bir kombinasyonuna sahiptir. Oksit kristallerinin en zoru olan safir, yüksek sıcaklıklarda yüksek mukavemetini korur, iyi termal özelliklere ve mükemmel şeffaflığa sahiptir. 1000°C 'ye kadar sıcaklıklarda ve 300°C 'nin altındaki HF'ye karşı ortak asitlere ve alkalilere kimyasal olarak dayanıklıdır. Bu özellikler, vakum ultraviyole ile yakın kızıl ötesi arasında optik geçişin gerekli olduğu harp ortamlarında yaygın kullanımını teşvik eder. Safir anizotropik altıgen kristaldir. Özellikleri kristalografik yöne bağlıdır (optik C eksenine göre). (Water, 2019)

Alüminanın yapısı Şekil 2'de verilmiştir. Eşkenar dörtgen sistemine ve R3c uzay grubuna aittir. Kafes parametreleri oda sıcaklığında, altıgen eksenlerdedir. Sağdaki şekilde alüminanın temel yapısı gözümüze çarpmaktadır, büyük içi boş (beyaz) yuvarlaklar anyonları, küçük siyah renkli yuvarlaklar da katyonları sembolize etmektedir. Bununla beraber küçük beyaz (içi boş) yuvarlaklar da oktahedral boşluklar olarak görülmektedir. Solda ki resimde de katyon alt latisi gözükmemektedir: dolu kürelerle yeri dolmuş katyonlar boş küreler ise yeri dolmamış, boş alanları gösterdiği bilinmektedir (Boch ve Niepce, 2007).



Şekil 2. α -Alüminanın atom dizilişi

2.3. Y_2O_3 (İtrium Oksit) ve Özellikleri

Y_2O_3 ; İtriyum oksit, 17 nadir toprak oksitten biridir ve kübik, altıgen ve monoklinik gibi üç yapısal fazda bulunur. İtriyum oksidin kübik ve altıgen yapısı çeşitli kimyasal yöntemlerle üretilir ve monoklinik yapı gaz fazı yoğunlaşma teknikleri ile oluşturulur. İtriyumun kübik fazı, ortam koşullarında oldukça stabildir ve $2400^\circ C$ civarında bir erime sıcaklığına sahip olduğundan yüksek sıcaklıkta bile dayanır. Y_2O_3 yaygın olarak alümina seramikte tanecik büyüme inhibitörü olarak kullanılır, küçük tanecik ebadı elde etmek için kullanılır, bu saydam şeffaf seramik üretmek için önemli bir önkoşuldur. (Yijun, Tai ve Baoxiang, 2005)

Mikrodalga işlemi, daha hızlı ve düzgün ısıtma, daha kısa işlem süresi, daha ince mikro yapı, gelişmiş yoğunlaştırma ve gelişmiş malzeme özellikleri gibi birçok avantaj sunar. (Bykov, Egonov ve Eremeev, 2013)

İtriya ve itriya bazlı malzemenin özelliklerinin çoğu, malzemenin kristal yapısına ve malzemenin içinde bulunan kusurlara bağlıdır. (Brecher, Wei ve Rhodes, 1990, 73) Seramik malzemelerin mukavemeti ve tokluğu, itriyum oksit eklenerek arttırılır. (Bondar V., 2000,) Ayrıca dielektrik özelliklerinden dolayı SiO_2 yerine kullanılır ve nadir toprak katkılı itriya nanoparçacıkları yararlı ışıklandırma uygulamalarında bulur. (Bondar, 2000) Öğrenilen son gelişmelere göre, oksijen eksikliğinin mekanik özellikler üzerinde önemli etkilere sebep olduğu gösterilmiştir (LLorca ve Orera, 2006).

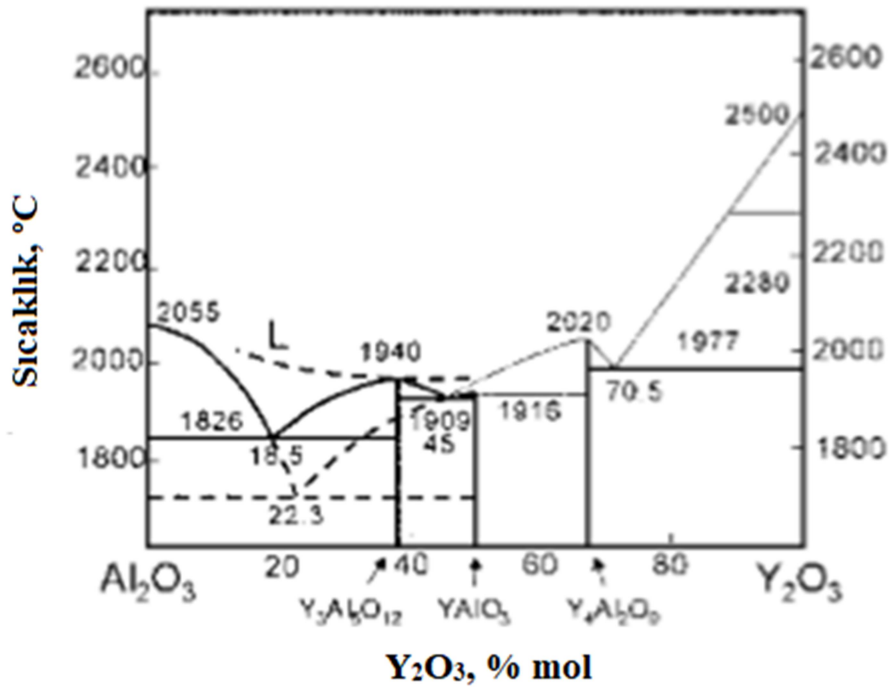
İttriyum oksit (itriyum), samaryum, erbiyum, gadolinyum ve europium gibi nadir toprak iyonları için konakçı malzeme olarak kullanılan en iyi nadir toprak oksitlerinden biridir. Nadir toprak katkılı itriya nanopartikülleri, yüksek kimyasal stabiliteye ve iyi korozyon direncine sahip olduğundan, lüminesans uygulamaları için uygun bir malzemedir. (Srinivasan, Yogamalar ve Base, 2009, 2; Traina, Dennes ve Schwartz, 2009)

2.4. Alümina ve İttriyum Oksit Fazları

Seramik malzemeler daha düşük yoğunluklu ve daha yüksek modüllü daha yüksek çalışma sıcaklıkları için potansiyel sunmaktadır. 1200°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda uzun süreli kullanımı sayesinde, oksit seramikleri oksidasyona karşı kararlılıkta doğal avantaja sahiptir. Oksidasyon sorunu olmamasına ek olarak, alümina ve nadir toprak oksitlerine dayalı seramikler, yüksek sıcaklık ve basınçlarda nemden kaynaklanan saldırılara karşı direnç gösterir. (Parthasarathy ve diğerleri, 2004) Mah, Parthasarathy, Boothe, Petry and Matson (1990), alümina-YAG ötektik sistemi, bir ultra yüksek sıcaklık malzemesi olarak tanımlamıştır. (Mah ve diğerleri, 1990) Alümina, YAG ile oluşturduğu stabil ötektik nedeniyle bariz bir seçimdir. (Mah, Parthasarathy ve Matson, 1990)

Bu sistemle ilgili en eski çalışmalardan biri olan Warshaw ve Roy (1959), alümina yttria sisteminde ötektik reaksiyonları oluşturmuştur. (Roy ve Warshaw, 1959) Bu çalışmaya takiben Viechnicki ve Schmid, ötektik sıcaklığı 1800°C ve ötektik bileşimi %18,7 mol Y_2O_3 ve %81,3 mol Al_2O_3 olarak tespit etmişler. Bu çalışma, Bridgman kristal büyütme tekniği kullanılarak yetiştirilen alümina-YAG ötektik'in mikroyapıları hakkında ilk bilgi veren çalışmadır. (Viechnicki ve Schmid, 1969) Fazlar alümina ve YAG'ın 1760°C 'de ötektik oluşturduğu bildirildi. Perovskit fazının metastabil olduğu önerildi ve bu nedenle ilk faz diagramı eksik kalmıştır.

Yaklaşık on yıl sonra, Caslavsky ve Viechnicki (1980), YAG'ın erime noktasının 1940°C $\pm$ 17°C olduğunu doğrulamak için kapsamlı çalışmalar yapmış. Ayrıca, perovskit fazını içeren ilk tam faz diyagramını sunmuşlar. Metastatik (yarı kararlı) ötektik reaksiyonu 1702°C $\pm$ 7°C ve %77 mol Al_2O_3 - %23 mol Y_2O_3 olarak sunmuşlar. Ayrıca, 1418°C $\pm$ 7°C de bu metatif ötektikten kararlı YAG fazının oluşumunu bildirmişlerdir. (Viechnicki ve Caslavsky, 1980) Son olarak, erime sıcaklıkları 1940°C 'yi geçmediğinde en ilginç gözlemi yaptılar. %10 ile %45 mol Y_2O_3 arasında değişen bileşimin eriyikleri 4 kat koordinasyonunda alüminyum tutar ve böylece soğutma üzerine denge faz diyagramına uyar.



Şekil 3. Alümina- itriya oksit faz diagramı (Parthasarathy ve diğerleri, 2004)

Al₂O₃-Y₂O₃ ikili sistemi YAM (Y₄Al₂O₉), YAP (YAlO₃), YAG (Y₃Al₅O₁₂) bileşenlerini oluşturmaktadır. Al₂O₃-Y₂O₃ sisteminin faz diyagramı Şekil 3’ de görülmektedir. Faz diyagramına bakıldığında Al₂O₃-YAG tam kararlı denge ötektik reaksiyonu ve Al₂O₃-YAP yarı kararlı ötektik reaksiyonu olan fazlar oluşmaktadır.

2.4.1. YAM (İttriyum Alüminyum Monoklinik)’ ın Özellikleri

YAM, İttriyum alüminyum monoklinik, Y₄Al₂O₉ olarak sembolize edilmektedir. Y₄Al₂O₉ (YAM) 'ın faz geçişi yüksek sıcaklık diferansiyel taramalı kalorimetre (DSC) ve yüksek sıcaklık X-ışını toz kırınımı (XRD) ile incelemiştir. XRD sonuçlarına göre yüksek sıcaklık kırınım desenleri ile oda sıcaklığındaki fazlar arasında fark gözlenmemiştir. (Yamane ve diğerleri, 1995)

2.4.2. YAP (İttriyum Alüminum Perovskit)’ ın Özellikleri

YAP, İttriyum alüminyum perovskit (YAlO₃) olarak adlandırılan bir seramik malzemedir. Tm, Nd, Pr, Er ve Cr katkılı şekilde kullanılır. Tek kristal YAP, Czochralski tekniği veya dikey yönlü katılaşma ile elde edilebilir.

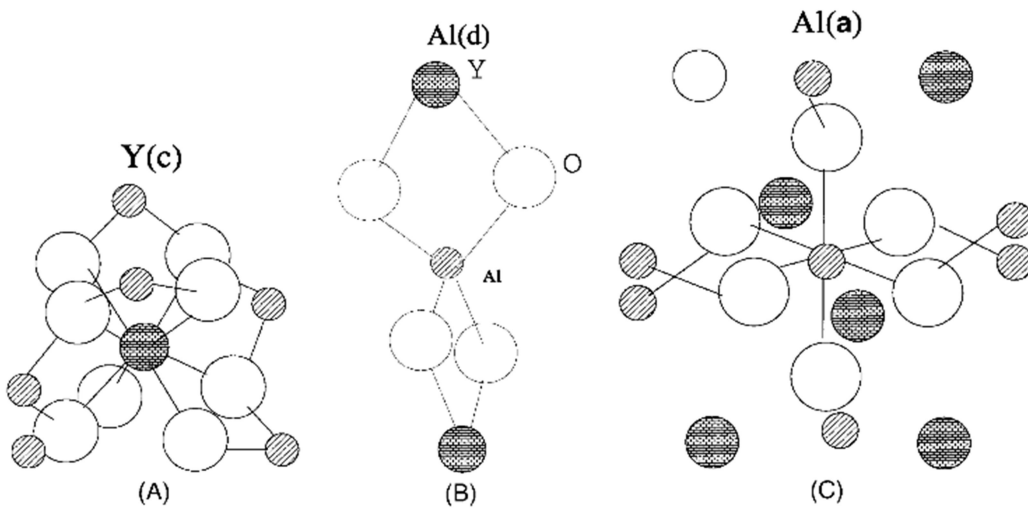
YAP dayanıklılık ve termal kararlılıkta YAG ile benzerdir, fakat yüksek oranda anizotropik bir termal genleşme katsayısı sergiler ve çift kırılımandır. YAlO₃ (YAP), medya,

sintilatörler ve akustik-optik için kazanç sağlayan mükemmel bir malzemedir. (Maier ve Savinova, 1996)

2.4.3. YAG (İttriyum Alüminyum Garnet)' ın Özellikleri

YAG, $Y_3Al_5O_{12}$ (İttriyum alümina garnet) önemli bir seramik malzemedir. Lazer sistemlerinde saf bir kullanım alanı vardır. Bununla birlikte, uygun iyon ile takviye edildikten sonra YAG genellikle çeşitli bir ev sahibi materyal olarak kullanılmaktadır. Yıllar boyunca, deneysel çabaların çoğu, YAG kafesinde dopant iyonlarının optik ve manyetik özelliklerini anlamaya odaklanmıştır. Granat yapılı bir dizi kristalde elektro iletkenlik ölçümleri ve difüzyon katsayılarının analizi, YAG'ın iyonik bir iletken olduğunu ortaya koymuştur. (Neiman, Tkachenko ve Zhukovski, 1978) Son çalışmalar, YAG ve Al_2O_3 -YAG ötektiğinin, yapısal uygulamalarda kullanılan seramik ve inter metalik kompozitlerde takviye elyafları için potansiyel aday malzeme olduğunu göstermektedir. (Jin ve Chen, 1995; Mah ve Patry, 1992) YAG, Nd ile birlikte lazer malzemesi olarak yaygın olarak kullanılmaktadır.

Şekil 4 (A), on iki yüzlü koordinasyon olan (Y (c)) ve merkezinde Y atomu bulunan bir küme parçasını göstermektedir. Şekil 4 (B), tetrahedral koordine edilmiş Al atomu (Al(d)). Şekil 4 (C), Kristalde oktahedral olarak koordine edilmiş (Al(a)) Al atomu. (Kuklja ve Pandey, 1999)



Şekil 4. Garnet'in yapısı bakımından, YAG'ın düzenlenmesinin şematik gösterimi

Alümina matriks içerisine YAG dağıtarak, alümina seramiklerin sürünme direnci ve mekanik özellikleri geliştirilebilir. (Torrecillas ve diğerleri, 2007) Katı hal reaksiyonu ile

YAG oluşumunun tamamı yalnızca 1600°C'de 20 saat veya 1700°C'de ısıtma ile mümkündür. (Li, Ikegami, Lee, Mori ve Yajima, 2000; Wen, Sun ve Xiu, 2004) YAG tam oluşumunun en düşük sıcaklığı, Li ve diğerleri (2011) çökeltme yöntemiyle, 800°C'de, 2 saat boyunca elde etmiştir. (Li, Li, Wan, Zhang ve Cui, 2011) Lima ve arkadaşları, YAG oluşumu için normal büyüklük hammaddeleri için literatürde bildirilen en az 1600°C'ye kıyasla daha düşük bir sıcaklıkta sağlamışlar. (Souza Limaa ve diğerleri, 2013)

İtريum alüminyum garnet tek kristali, YAG'ın uygun bir matris ve / veya takviye malzemesi olması gerektiğini gösteren, Parthasarathy ve arkadaşlarının ileri sürdüğü gibi, mükemmel sürünme direncine sahip ve çok kristalli kompakt malzemedir. (Mah ve diğerleri, 1990)

2.5. Toz Metalurjisi

2.5.1. Tozların Hazırlanması

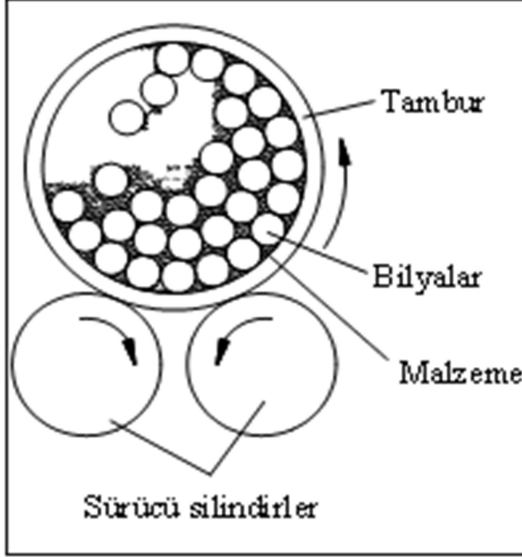
Toz metalürjisi teknolojisi parçacıkların birleşmesiyle ortaya çıkan tozlarla başlamaktadır. Yoğunlaştırma işlemi sırasında oluşabilecek her türlü olayın bilinebilmesi için tozun iyi analiz edilmesi gerekmektedir. Teknik detayları planlarken işlem kontrolünün sağlanmasında tozun özelliklerinin analizi ve bu özelliklerin ürün performansına etkisinin önceden tahminlerde bulunulması açısından oldukça önemlidir. Toz işleme teknolojileri çoğunlukla dumandan daha büyük (0,01-1µm), fakat kumdan daha küçük parçacıklarla (0,1-3mm) ilgilidir.

Parçacıklar doğal olarak birbirine yapışma eğilimindedirler bu yüzden çoğu kohezyonludur. Parçacık boyutu azaldıkça topaklanma için itici güç daha büyük olur ve bu durum toz özelliklerinin belirlenmesinde önemli problem oluşturur. Bunun sorumlusu, topaklanmaya sebep olan yüzey nemidir. (Saritaş, Turker ve Durlu, 2007)

Tozların hazırlanmasında kullanılan bir yöntem eleme yapmaktır. Eleme işlemi, boyutlarına göre ayrılmış tozları elde etmek için kullanılır. Bu uygulama, sınıflandırma olarak adlandırılır. Bir elek üzerinde kalan belirli boyuttaki parçacıklar, filtrelerde olduğu gibi kontrollü mikroyapıların oluşturulmasında yararlıdır. Eleme, belirli boyuttaki parçacıkların ayırımında kolaylık sağlar. (Saritaş ve diğerleri, 2007)

Seramiklerin toz haline getirilmesi için kullanılan bir yöntem olmasının yanında, diğer yöntemlerle imal edilen tozların kırılmasında da kullanılan öğütme işlemi, genellikle bilyalı değirmenlerde yapılır. Bu yöntemle kırılğan malzeme tozları imal edilip, temel prensibi sert bir cisim ile parçalanacak malzeme arasında darbe oluşturmaktır. Gevrek bir malzeme öğütülüyorsa, bilyalarla çarpışmasından dolayı daha ufak toz haline gelir. İri

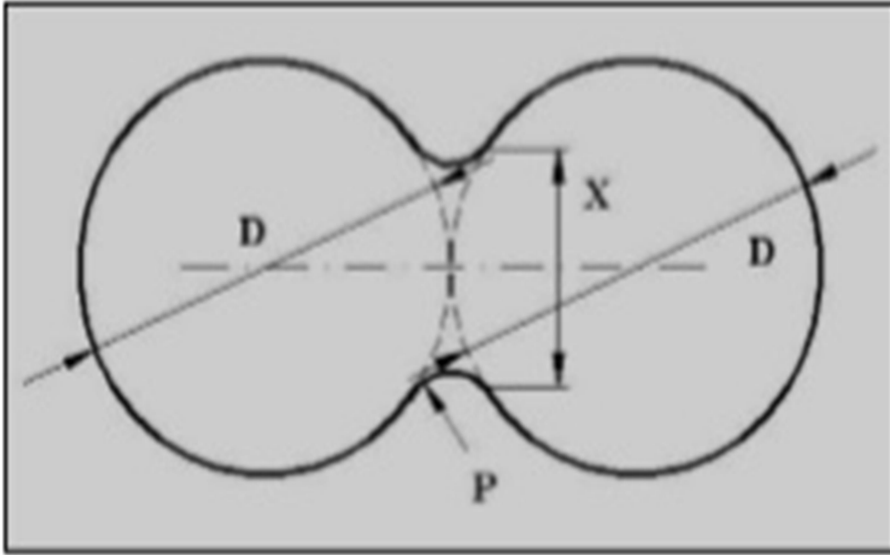
taneler halindeki öğütölmek istenen malzeme bulunduđu kabin içerisinde haznedeki bilyalarla döndürölüp veya titreştirilip darbenin etkisi ile daha ufak toz haline gelir. (Suryanarayana, 2001)



Şekil 5. Bilyalı öğütme

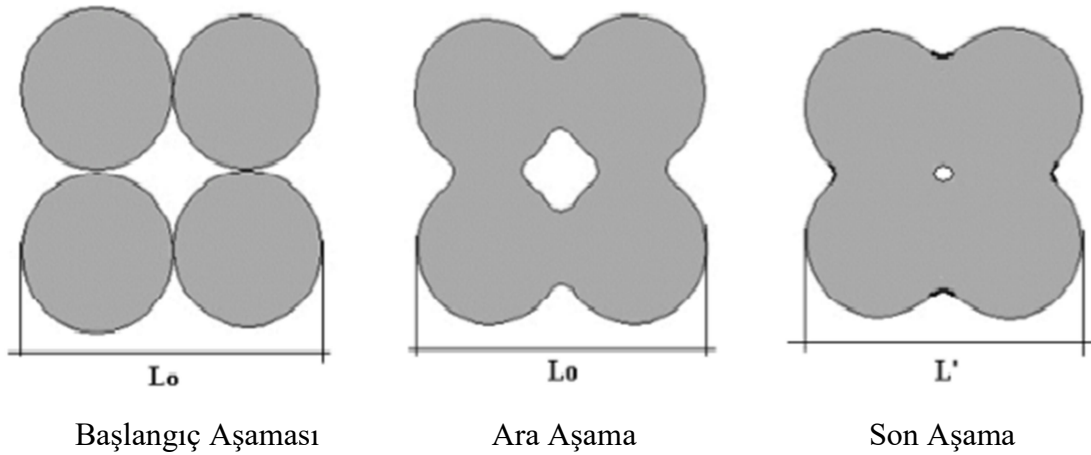
2.5.2. Alümina ve Y_2O_3 Tozlarının Sinterlenmesi

Sinterleme, temas halinde bulunan parçacıkların yüksek sıcaklık ile birlikte birbirlerine tutunması ile gerçekleşmektedir. Parçacıkların bağlanması, ergime sıcaklığının altındaki bir sıcaklıkta katı halde atom hareketleriyle oluşmaktadır. (Saritas ve diğerleri, 2007) Sinterlemenin gerçekleşebilmesi için sistemin serbest enerjisinin azalması gerekmektedir. Serbest yüzeylerdeki eğim, sinterleme için gerekli olan bu itici gücün temelidir. (Kang, 2005) Toz üretim işlemi, malzemeye enerji vererek yüzey alanı veya yüzey enerjisi oluşturmaktır. Oluşan yüzey enerjisini gidermek için de sinterleme işlemi uygulanır. Parçacığın boyutu ile birim hacimdeki yüzey enerjisi ters orantılıdır. Bu sebepten dolayı, küçük boyuttaki toz parçacıkları daha yüksek özgül yüzey alanına ve yüksek enerjiye sahiptir ayrıca daha hızlı sinterlenirler. Sinterlemedeki ısıtma işlemi ile geometrik değişimler ve atomların hareketi sağlanır. Atomların yer değiştirebilmesi için gerekli olan en düşük enerjiye de aktivasyon enerjisi denilmektedir. E ile sembolize edilir (Saritas ve diğerleri, 2007).



Şekil 6. İki küresel parçacığın sinterleme profili

Şekil 6’da verilen tozların sinterleme sırasında çapı D olan küreler ve boyun verdikleri yerin yarıçapı da P ’dir. Sinterleme anında atom hareketi görülmez, fakat hacim değişimleri gözlemlenir ve işlem bu değişimlere göre yorumlanır. Boyun büyümesi de gözlemlenen değişimlerde başlıcasıdır. X/D , boyun çapının parçacık çapına oranıdır. Boyun büyüklük oranı sinterlemenin temel ölçülerinden biridir (Saritas ve diğerleri, 2007).



Şekil 7. Sinterleme prosesinin gerçekleştiği aşamalar

Başlangıç Aşaması: Başlangıçta gözenekler amorf ve köşeli şekildedir (Anstis, Chantikul, Lawn ve Marshall, 1981). Birbirine temas eden taneler boyun oluşturur. Parçacıklar yeniden düzenlenir. Oluşan boyunun çapının tane çapına oranı $\approx 1/5$ olmaktadır. Yukarıdaki şekilde boyun oluşumu görülmektedir.

Ara Aşama: Parçacıkların özelliklerinin gelişmesi ve boyut değişiminin önemli bir kısmı sinterlemenin bu aşamasında gerçekleşir. Malzemenin yoğunluğu teorik yoğunluğun %90-95 değerlerine gelir. Gözeneklerin birbirlerine teması devam etmektedir. Ara aşamanın sonlarına doğru tane büyümesi oluşmasından dolayı tane boyutu ilk parçacığın boyutundan daha büyüktür (Anstis ve diğerleri, 1981). Tane büyümesine rastlanmıyorsa gözenek boyutunun azalması zamanla doğru orantılı olarak değişir.

Son Aşama: Oldukça yavaş gerçekleşmektedir. Son aşamada gözenek boyutu artar. Tane büyümesi sırasında, kapalı gözenekler hareketli ise tane sınırları ile birlikte hareket ederek yoğunlaşmanın devamlılığını sağlarlar. (Anstis ve diğerleri, 1981) Taneler arasında sıkışıp kalan gözeneklerin tane sınırlarından uzaklaştırılması da difüzyon ile gerçekleşir. Bu nedenle klasik sinterlemede teorik yoğunluğa %100 ulaşmak zordur. Sinterleme sırasında hızlı tane büyümesi gerçekleşirse tane içerisinde gözenekler oluşur ve malzemede gözeneksiz bir yapı elde etmek hemen hemen imkansız bir hal alır.

Sinterlemenin oluşum mekanizması, tam anlamıyla atomların taşınımına dayanır ve en önemlisi atomların difüzyonu (hacimsel ve yüzeysel) ile viskoz akışını kapsamaktadır. Atomların difüzyonunu, yüksek sıcaklıkta gerçekleştirilirse işlem daha kolaylaştırılmış olur. Serbest yüzey enerjisindeki azalma, sinterlenmeyi sağlayan itici gücün oluşumunu sağlar (Çalışkan ve Demir).

Çoğu geleneksel seramikler ve bunların kompozitleri oluşumları, toz sinterleme yöntemi kullanılarak üretilir. Bundan dolayıdır ki, birçok safsızlık içerirler ve tane sınırlarında şekillenen birçok amorf faz vakası vardır. Çoğu durumda, bu amorf fazlar ve tane sınırları, oda sıcaklığında kırılma tokluğunu ve mukavemetini arttırmada etkilidir, ancak yüksek sıcaklık dayanımı ve sürünme özellikleri üzerinde zararlı bir etkiye sahip olduğu düşünülen mikroyapısal faktörler vardır. (Waku ve Sakuma, 2000)

Sinterleme de mikroyapıyı etkileyen parametreler mevcuttur. Bunlar kullanılan malzeme ve işleme sırasında oluşan etkilere sahiptir. Ham maddelerin özellikleri, aglomerasyon derecesi, toz şekli, toz partikül boyutu, tozların saflık derecesi, tane boyut dağılımı tane büyümesini ve densifikasyonu etkileyen değişkenler arasındadır. Proses değişkenleri ise ısıtma ve soğutma hızları, sıcaklık, bekleme süresi, basınç, atmosfer gibi faktörlerdir (Saritaş ve diğerleri, 2007).

Sinterlemeyi gerçekten kontrol eden süreci bilerek üretilen tozların özelliklerini kontrol etmek ve böylece, üst düzey özelliklere sahip seramikler üretmek mümkündür. İncelenen faktörlerden kinetik işlem üzerine, elde edilmek istenilen seramik malzeme için alümina oksidin cinsi, sinterleme ve dayanım artırma etkisi görülmektedir.

BÖLÜM 3

MATERYAL VE YÖNTEM

3.1. Tozların Hazırlanması

Tozların kompozisyonları ağırlıkça %33 Y_2O_3 ve %67 Al_2O_3 olacak şekilde belirlenmiştir. Tablo 2’de tozlar hakkında bilgi verilmiştir. Belirlenen oranda karıştırılan tozlar titreşimli mikro değirmende öğütülmüştür ve 1 saat $1000^\circ C$ ’de sinterlenerek granülize edilmiştir. Sinterlenen toz karışımı bilyalı jet değirmende kuru olarak karıştırılmıştır. Ardından elek sarsma makinesinde $106\mu m$ elek ile eleme işlemi yapılmıştır. Her numune için eşit ve 19,5 gr olacak şekilde hassas terazide ölçülmüş kaplara konulmuştur. (Şekil 8)



Şekil 8. Ağırlıkça %33 Y_2O_3 ve %67 Al_2O_3 tozlarının karıştırılıp ayrılmış hali

Tablo 2
Ham tozların özellikleri

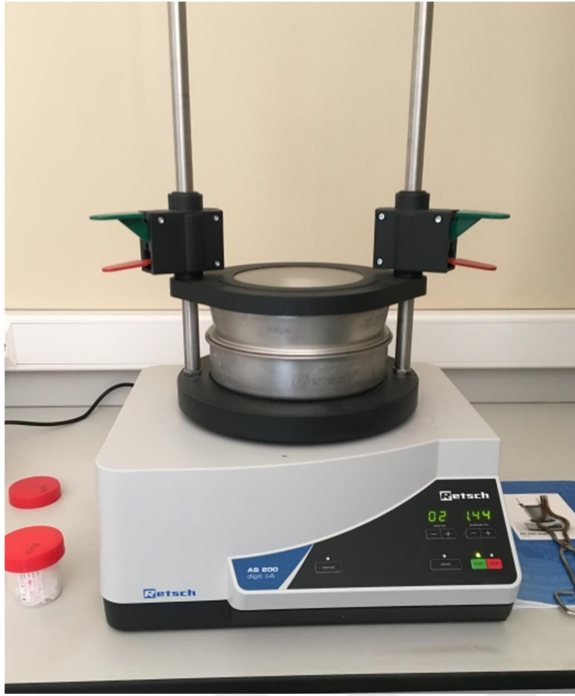
Ham Malzemeler	$\alpha-Al_2O_3$	Y_2O_3
Üretici	Aldrich	Alfa Aesar
Tane Boyutu (Meş)	325*	<1250
Saflık (%)	99.99	99.999

*>100 meş %30, >200 meş %80, >325meş %99

3.2. $Al_2O_3 - Y_2O_3$ Tozlarının Sinterlenmesi

Her bir kap içerisindeki numuneler kül fırınında (Protherm PLF 110/8, Malzeme Laboratuvarı) üzerlerinde yazan sıcaklıklarda yani $1000^\circ C$, $1050^\circ C$, $1100^\circ C$ ’de sinterlenmiştir. Toz karışımı sinterlenme işlemleri, istenilen sıcaklıklara ($1000^\circ C$, $1050^\circ C$, $1100^\circ C$) en hızlı şekilde ulaştırılıp ($\approx 60dk$) bu sıcaklıklarda 2 saat bekletildikten sonra oda sıcaklığına $\approx 65dk$ ‘da düşürülmüştür. Bu işlem her bir sıcaklık için tek tek uygulanmıştır.

Ayrı kaplara alınan tozlar havanda öğütüldükten sonra Şekil 9’da gösterildiği gibi elek sarsıcıda (ÇOBİLTUM) 106µm tane boyutuna kadar elenmiştir. (2 dakika)



Şekil 9. Elek sarsıcı çalışma durumu

3.3. Tozların Değerlendirilmesi ve Karakterizasyonu

XRD (Panalytical Empyrean, ÇOBİLTUM) analizi için toz numuneler boşluk kalmayacak şekilde kalıplara sıkıştırılmıştır ve Cu-K α radyasyonunu kullanılarak X ışınları difraktometresinde $2\theta=10-80$ arasındaki açılarda, $2^\circ/\text{dk}$ tarama hızıyla gerçekleştirilmiştir. Bu işlem X-ışınlarının belirli bir düzen içerisinde kırılması temeline dayanmaktadır. Her bir kristalin faz için bu kırınım profilleri başka bir deyişle parmak izi gibi o kristali tanımlamaktadır. Numunelerin katı halde mikroyapı görüntüleri alınmıştır. Sıcaklık değişiminin faz oluşumları üzerindeki etkisi incelenmiştir.

Toz karışımının homojenliğini anlayabilmek, sıcaklık ile tanelerde gerçekleşen boyut değişimi gözlemleyebilmek ve kristalleşmenin hangi sıcaklıklarda oluşmaya başladığını anlayabilmek için SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) görüntüleri incelenmiştir (JEOL SEM-7100, COBİLTUM). SEM’de görüntülenen iç yapıların elementel kompozisyonunu tanımlamak için EDX analizi yapılmıştır. Böylece sinterlemedeki sıcaklık değişiminin malzeme özellikleri ve oluşan elementlerin oranları üzerindeki etkisi hakkında bilgi edinilmiştir.

Numunelerin tek/çok noktalı yüzey alanı, mikro gözenek boyut dağılımı/hacmi ve gözenek boyutunun çapı hakkında bilgi sahibi olabilmek için BET (Quantachrome Quadrasorb SI, ÇOBİLTUM), yüzey alanı ölçüm analizi yapılmıştır. 77 K sıvı azot ortamında azot gazı ile fiziksel absorpsiyon ölçümleri alınmıştır. Cihazın ölçüm aralığı mezo ve mikro gözenekleri kapsamaktadır. Farklı sıcaklıklarda sinterlenen tozlar için yüzey alanında oluşabilecek gözenek boyutlarındaki farklılıklar karşılaştırılmıştır. Gözenek hacmi ve gözenek çapında da oluşan farklılıklar karşılaştırmalı incelenmiştir.

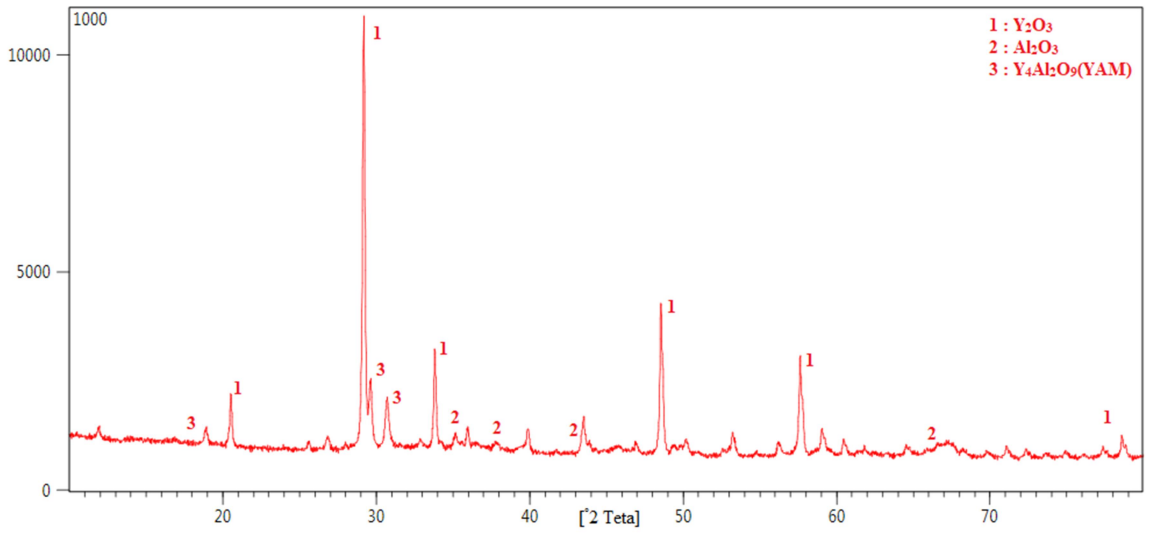


BÖLÜM 4

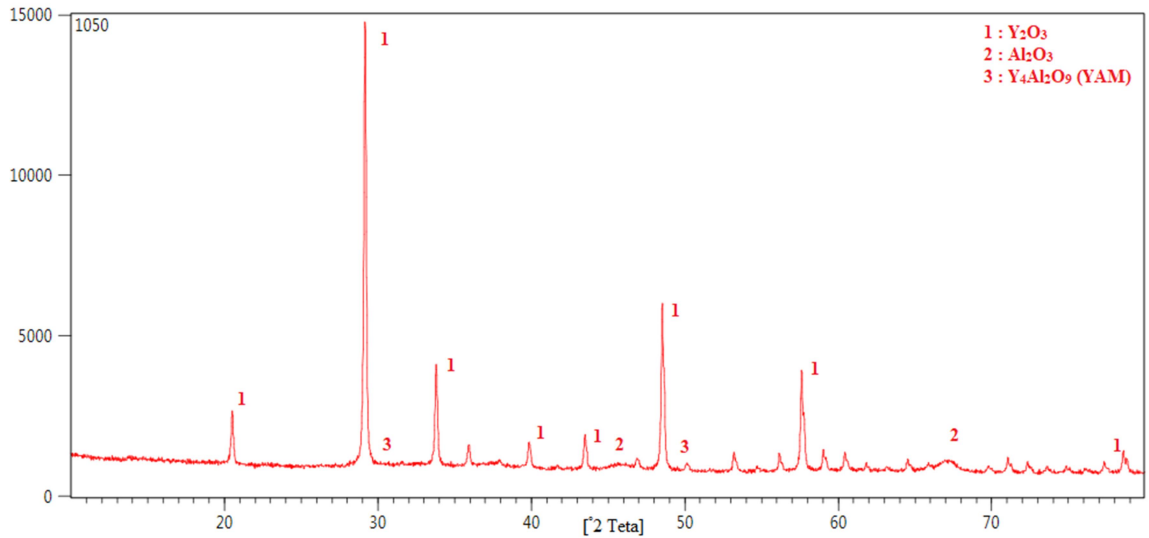
ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

4.1. Tozların Faz Oluşumları

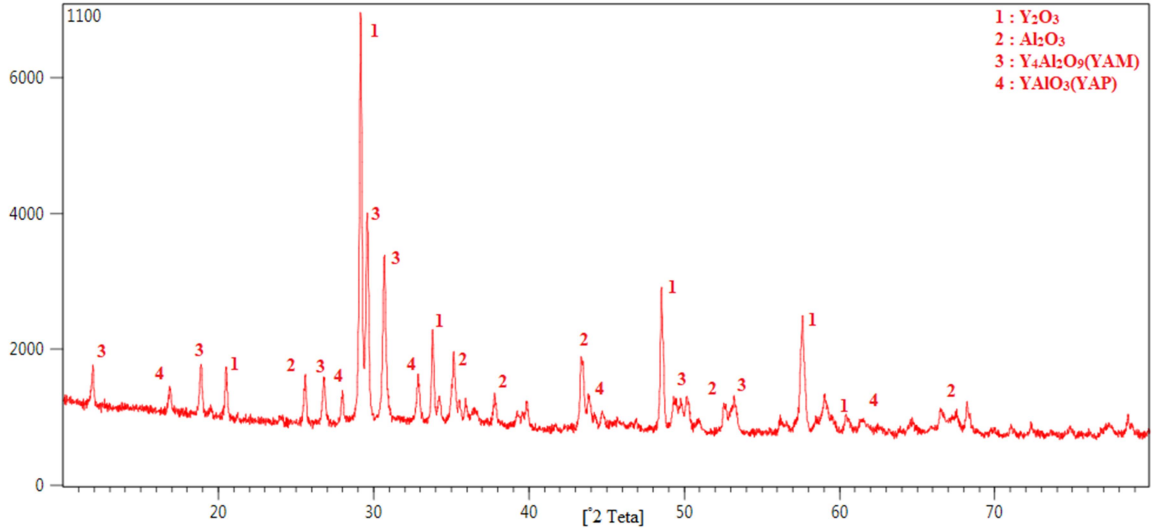
Farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş, ağırlıkça %67 Al_2O_3 ve %33 Y_2O_3 içeren toz karışımlarına ait faz analizleri Şekil 10, Şekil 11 ve Şekil 12’ de görülmektedir. Sırasıyla 1000°C , 1050°C , 1100°C ’de sinterlenen tozların 3 farklı numune olarak faz oluşumları incelenmiştir.



Şekil 10. 1000°C ’de sinterlenen Al_2O_3 - Y_2O_3 toz karışımının X-ray difraksiyon grafiği



Şekil 11. 1050°C ’de sinterlenen Al_2O_3 - Y_2O_3 toz karışımının X-ray difraksiyon grafiği

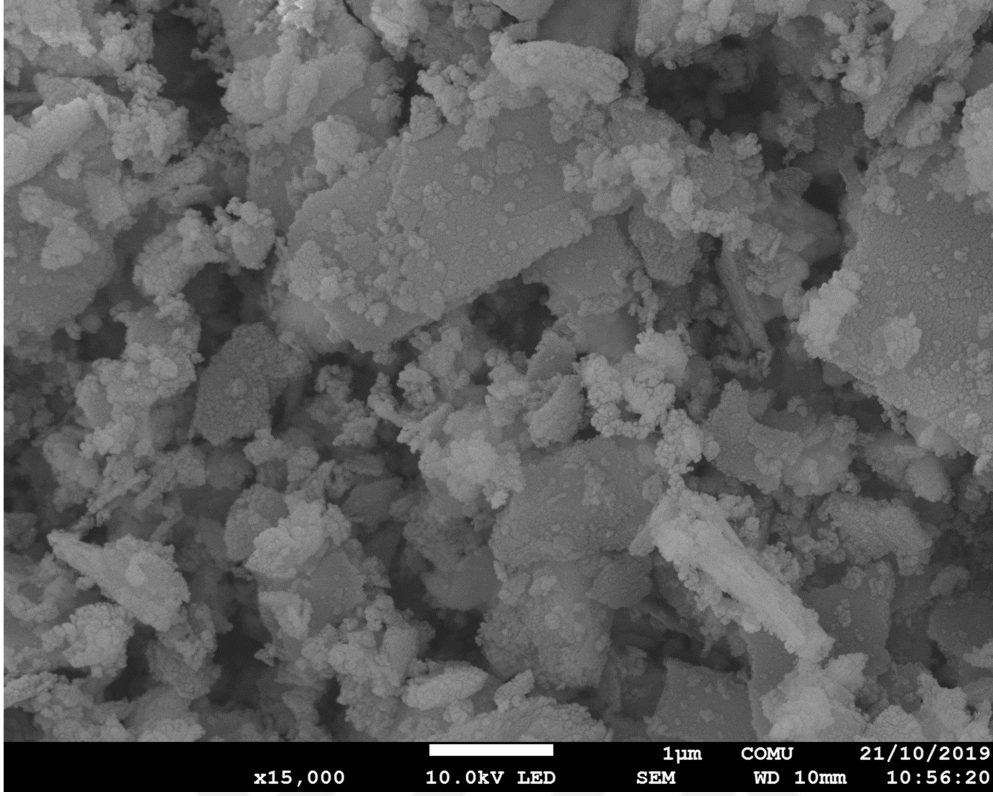


Şekil 12. 1100°C’de sinterlenen Al₂O₃- Y₂O₃ toz karışımının X-ray difraksiyon grafiği

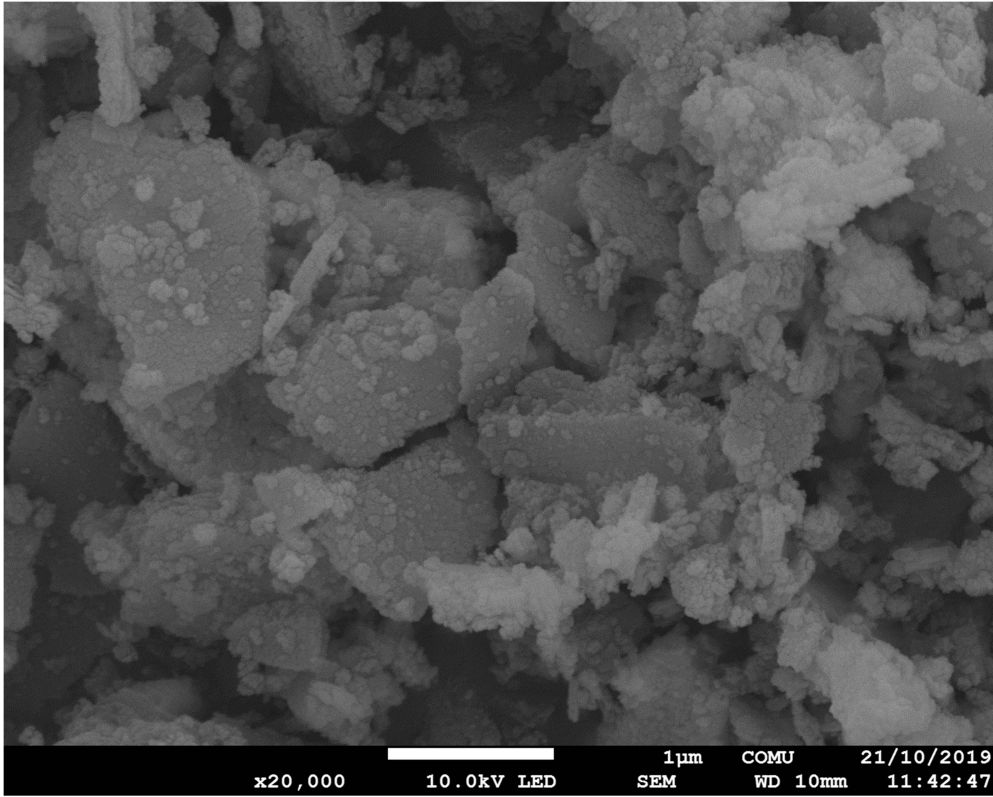
Şekillerdeki grafiklerden görüldüğü gibi 1000°C ve 1050°C’de Y₂O₃, Al₂O₃ ve Y₄Al₂O₉(YAM) fazları oluşmaktadır. Bu fazların oranlarının 1000°C’de %55.9 Y₂O₃, %18.2 Al₂O₃, %25.8 Y₄Al₂O₉(YAM) ve 1050°C’de %44.8 Y₂O₃, %54.5 Al₂O₃, %0.6 Y₄Al₂O₉(YAM) şeklinde olduğu tespit edilmiştir. 1100°C’de ise oluşan fazların oranları %23 Y₂O₃, %38.5 Al₂O₃, %31.9 Y₄Al₂O₉(YAM) ve %6.6 YAlO₃(YAP) şeklindedir.

4.2. Tozların Mikroyapı ve Elementel Analizi

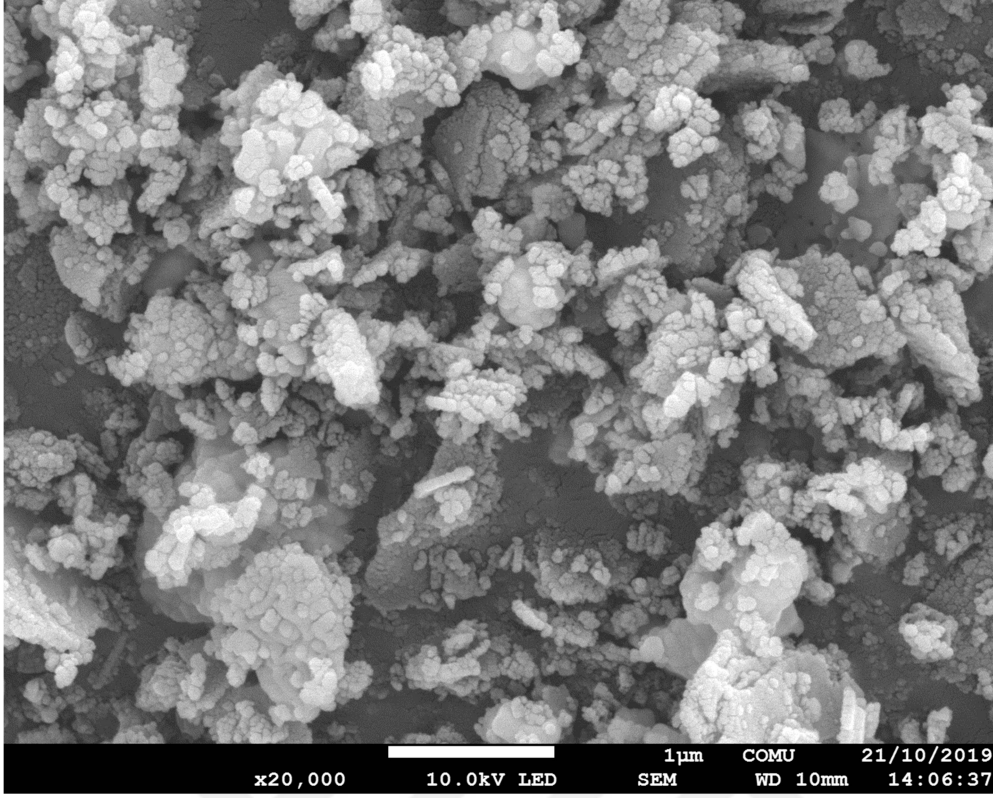
Şekil 13, Şekil 14 ve Şekil 15’ de görüldüğü üzere farklı sıcaklıkta sinterlenen 3 Al₂O₃ - Y₂O₃ toz karışımı numunelerim SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu) görüntüleri verilmiştir.



Şekil 13. Al_2O_3 - Y_2O_3 toz karışımının 1000°C'deki SEM görüntüsü



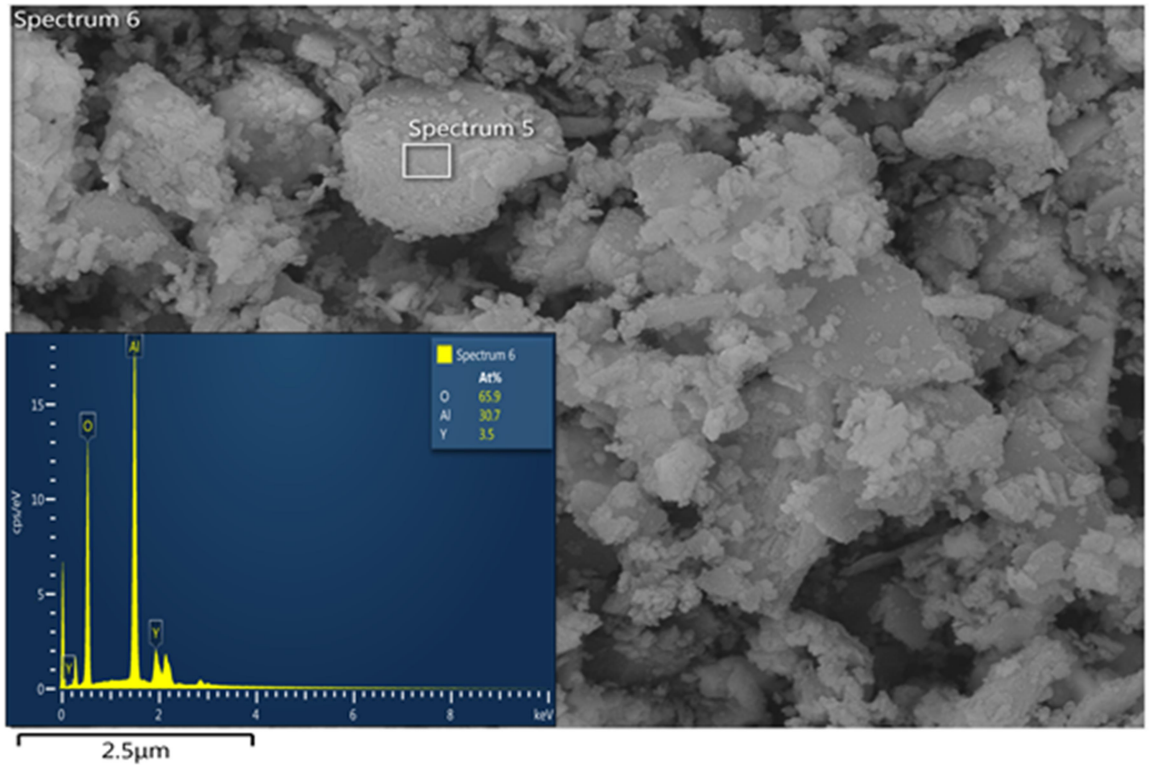
Şekil 14. Al_2O_3 - Y_2O_3 toz karışımının 1050°C'deki SEM görüntüsü



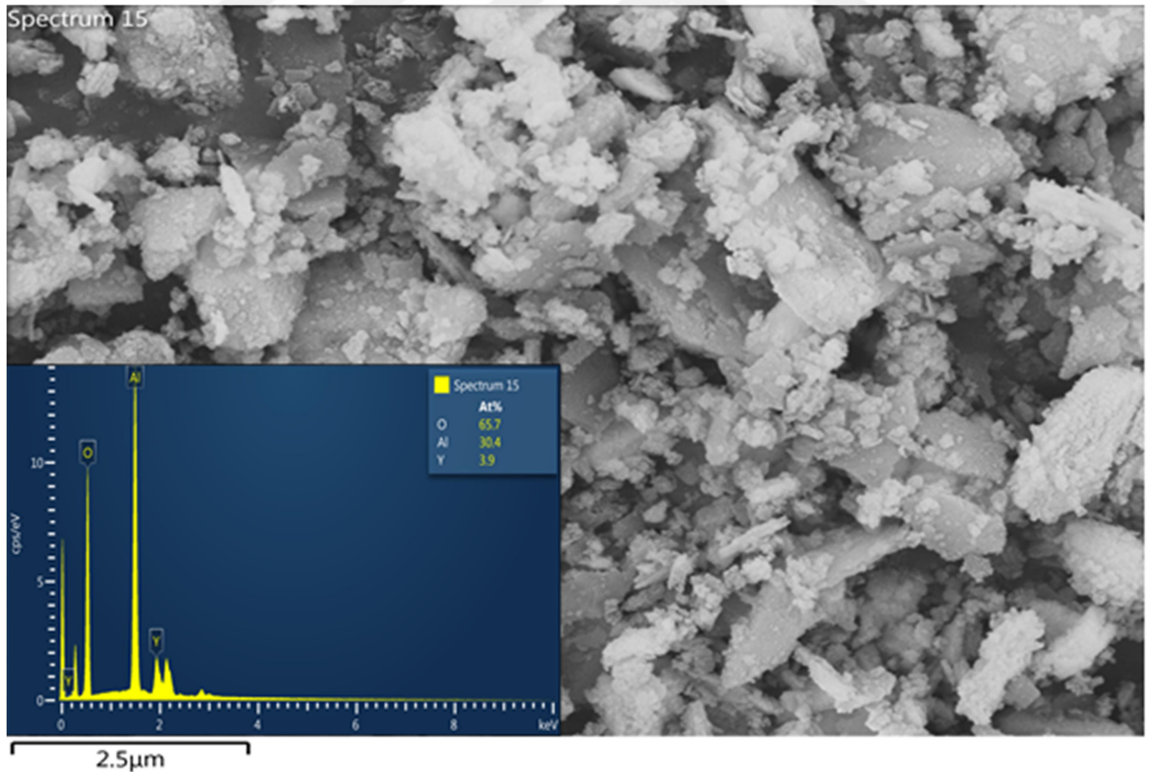
Şekil 15. Al_2O_3 - Y_2O_3 toz karışımının 1100°C 'deki SEM görüntüsü

Şekillerde görüldüğü üzere siyah ve beyaz alanlar bulunmaktadır. Siyah alanlar alümina beyaz alanlar yitriya içerikli fazları temsil atmektedir. Sıcaklık 1000°C 'den 1100°C 'ye doğru gidildikçe beyaz alanların çoğaldığı gözle görülmektedir. 1100°C 'deki SEM görüntüsünde tane oluşumları net bir şekilde ortaya konulmaktadır. Aynı zamanda 1000°C 'de tanelerin daha iri, 1100°C 'de tanelerin az da olsa küçüldüğü anlaşılmaktadır.

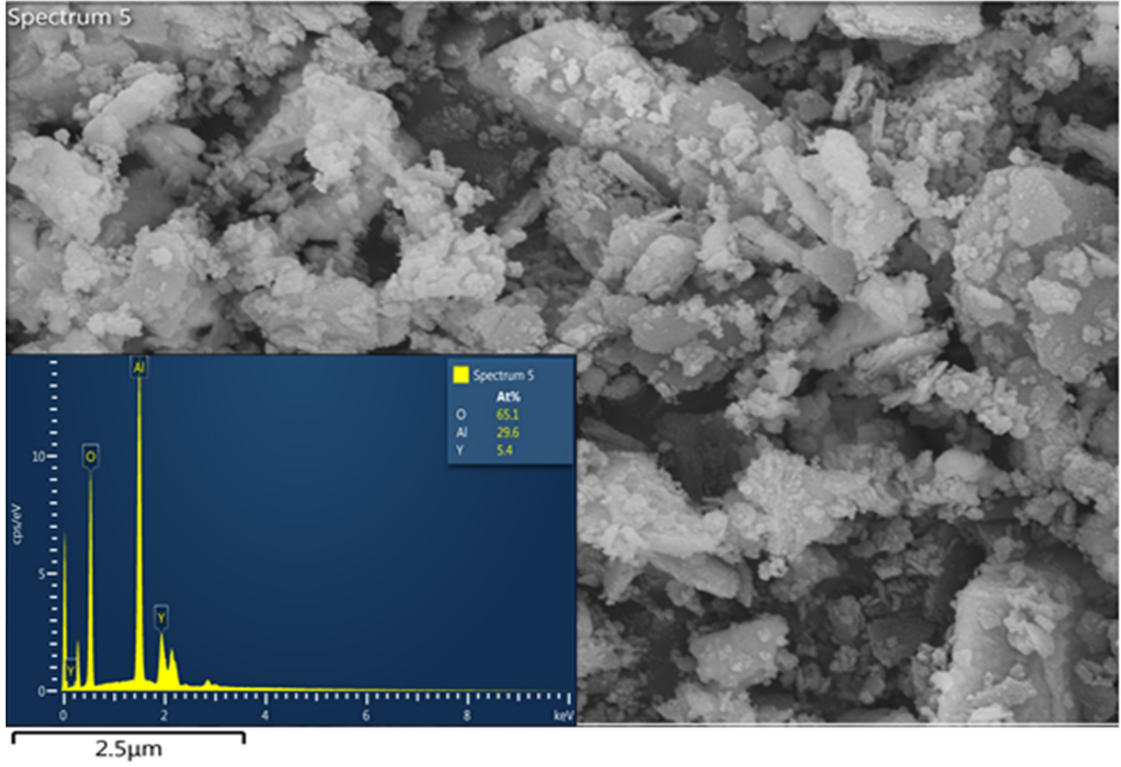
Şekil 16, Şekil 17 ve Şekil 18'de ise SEM görüntülerinden yararlanarak numunelerin EDX (X- Işını Analizi) elementel analizi gerçekleştirilmiştir.



Şekil 16. 1000 °C'deki Al₂O₃- Y₂O₃ toz karışımının EDX elementel analizi



Şekil 17. 1050 °C'deki Al₂O₃- Y₂O₃toz karışımının EDX elementel analizi



Şekil 18. 1100°C'deki Al₂O₃- Y₂O₃ toz karışımının EDX elementel analizi

Şekillerde görüldüğü üzere 1000°C'de seçilen alana göre alüminyum oranı %30.7 ve itriyum oranı %3.5 olarak belirlenmiştir. 1050°C'de seçilen alana göre alüminyum oranı %30.4 ve itriyum oranı %3.9'dur. 1100°C'deki sıcaklıkta ise seçilen alana göre alüminyum oranının %29.6 ve itriyum oranının %5.4 olduğu görülmektedir. Siyah ve beyaz alan olarak bakıldığında 1100°C'deki beyaz alanların çoğalması Y₂O₃ olarak düşünülmektedir.

4.3. Tozların Gözenek Alanı ve Çapı

Tablo 3

1000°C, 1050°C ve 1100°C'deki gözeneklerin yüzey alanı, gözenek çapı ve gözenek hacmi

	1000°C	1050°C	1100°C
Toplam Yüzey Alanı (m²/g)	56.849	91.291	33,294
Ortalama Gözenek Çapı (nm)	5.70738	4.74155	5.45759
Toplam Gözenek Hacmi (cm³/g)	8.742×10 ⁻²	11.72×10 ⁻²	5.036×10 ⁻²

Tablo 3’de görüldüğü gibi sıcaklıktaki değişim tozların gözenek oluşumlarında da farklılık göstermektedir. 1100°C’de gözenek toplam yüzey alanında önemli ölçüde küçülme ve gözenek hacminde de düşüş mevcuttur. 1100°C’de gözlenen bu farklılıkların asıl kristalleşmenin bu sıcaklıkta oluştuğunu göstermektedir.



BÖLÜM 5

SONUÇ VE ÖNERİLER

Çalışmamızda, değişen sinterleme sıcaklığının ağırlıkça %67 alüminyum oksit ve ağırlıkça %33 itriyum oksit tozlarındaki mikro yapı değişimi, faz oluşumları ve gözenek boyutları üzerinde durulmuştur. 1100°C’de sinterlenen $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ toz karışımında arzu edilen faz $\text{YAlO}_3(\text{YAP})$ en yüksek orandadır ve daha yüksek sıcaklıklarda $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}(\text{YAG})$ ’a doğru bir kristalleşme olacağının işaretidir. Bu sıcaklıkta bu faz oranları ile gözenek hacmi ve boyutunda da belirgin küçülmeler vardır.

Ağırlıkça %67 Al_2O_3 - %33 Y_2O_3 tozlarının, 1100°C’de sinterlenmesinde yeni faz oluşumları ve gözenek çapındaki küçülmelerin yanı sıra $\text{YAlO}_3(\text{YAP})$ faz oranının en fazla olması sebebiyle diğer sıcaklıklara göre üstün özelliklere sahiptir. X-ışını kırınım, grafikleri incelendiğinde 1000°C ve 1050°C’de $\text{Y}_4\text{Al}_2\text{O}_9(\text{YAM})$, Y_2O_3 ve Al_2O_3 fazları oluşmaktadır. Fakat oluşum oranlarında farklılıklar gözlenmektedir. 1100°C’de $\text{YAlO}_3(\text{YAP})$ fazının oluşumu daha belirgin olarak karşımıza çıkmaktadır. 1050°C ve 1100°C arasında sıcaklıkta tek bir pikten polikristale dönüşüm görülmektedir. Yani kimyasal reaksiyonlarda yeni bir oluşum vardır. 1050°C bir geçiş sıcaklığı olarak da kabul edilebilir. 1100°C’de en yüksek pik (Y_2O_3) 1050°C’ye göre azalmıştır. Bu da yeni faz oluşumlarının olduğunun göstergesidir. 1100°C’de görülen belirgin kristal tanelerin oluşumu SEM görüntülerinden de tespit edilmiştir. Sıcaklığın artması ile görüntülerdeki beyaz alanların oranının artmasıyla da EDX ile yapılan elementel analizde Y_2O_3 esaslı fazların oranının giderek artması arasında ilişki bulunmaktadır. Gözenek çapında ve alanında görülen farklılık ve 1100°C’deki belirgin küçülme de yeni kristal oluşumunu ispatlar niteliktedir.

Bu çalışmada sıcaklığın yükselmesiyle birlikte alüminyum oksit ve itriyum oksit tozlarının nasıl etkileneceği düşünülerek işlemler uygulanmıştır. Sinterleme sıcaklığı yükseldikçe yeni malzeme özellikleri daha belirgin bir şekilde ortaya çıkmaktadır.

Ötektik yapıların içerisinde son zamanlarda popüler olan ve yönlü katılaştırma işlemine göre hazırlama maliyetleri daha düşük olan sinterlenmiş $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ tozları, sıcaklığın artması ile farklı fazlar elde edilebileceği ve yüksek sıcaklıklarda metallerin yerine tercih edilebileceği düşünülmektedir. Bunun için bu tozlara 1100°C’den daha yüksek sıcaklıklarda da bahsi geçen testlerin uygulanması sonuçlarının da karşılaştırılması gerekmektedir.

KAYNAKLAR

- Abalı S. (2007). Mechanical Behaviour of Unidirectionally Solidified Oxide Materials. Journal of Engineering and Natural Sciences, 2.
- Altın V. (2007, Aralık). Bilim Teknik 4. Nükleer Santraller. Ekim 19, 2019 tarihinde Erişim adresi:
http://www.bilimteknik.tubitak.gov.tr/system/files/4_nesil_nukleer.pdf
- Anomin. (2019). Alüminyum alaşımlarının kaynağı. Ekim 19, 2019 tarihinde Slide Player: Erişim adresi: <http://slideplayer.biz.tr/slide/2737722/>
- Anstis G.R., Chantuka P., Lawn L.B., Marshall B.D., Lukin E.S. ve Makarov N.A. (1981). A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements. J. American Ceramic Society, 64, 533-538.
- Boch P.J. ve Niepce C. (2007). Ceramic Materials Processes, Properties and Applications. USA: ISTE.
- Bondar V. (2000.). Structure and Luminescence Properties of Individual and Multi-Layer Thin-Film Systems Based on Oxide Phosphors. Mater. Sci. Eng. B, 69-70, 505.
- Brecher C., Wei G.C. ve Rhodes W.H. (1990, 73). Point Defects in Optical Ceramics: High-Temperature Absorption Processes in Lanthana-Strengthened Yttria. J. Am. Ceram. Soc., 1473.
- Britannica. Chemical Compound, Alümina. Britannica içinde, See Article History. The Editors of Encyclopaedia.
- Burdick J. ve Mauck R. (2011). Biomaterials for Tissue Engineering Applications. Springer, USA. DOI:10.1007/978-3-7091-0385-2
- Bykov Y., Egorov S. ve Eremeev A. (2013). Fabrication of Transparent Ceramics by Millimeter-Wave Sintering. Phys. Status Solidi (C), 10 (6), 945-951.
- Cho. J., Harmer M.P., Chan H.M., Rickman J.M. ve Thomson A.M. (1997). Effect of Yttrium and Lanthanum on Tensile Creep Behaviour of Aluminum Oxide. J.Am.Ceram.Soc.80, 1013-1017.
- Çalışkan F. ve Demir A. Sakarya Üniversitesi. Seramik Malzemeler Dersi. Erişim adresi: <https://studylibtr.com/doc/844898/serami%CC%87k-malzemeler-dersi%CC%87-do%C3%A7-dr.-fatih-%C3%A7ali%C5%9Fkan>

- Devlet Personel Başkanlığı. (2001). Sekizinci Beş Yıllık Kalkınma Planı: Madencilik Özel İhtisas Komisyonu Metal Madenler Alt Komisyonu Boksit Çalışma Grubu Raporu. Ankara: DPT. 2625 - ÖİK. 636.
- Duong H. ve Wolfestine J. (1993). Creep Behaviour of Fine-Grained Two Phase Al_2O_3 - $Y_3Al_5O_{12}$ Materials. Mater. Sci. Eng. A 172, 173-179.
- Ekinci V.Ş. (2007). Alümina Takviyeli Alüminyum Matrisli Kompozit Malzeme Üretimi ve Mekanik Özelliklerinin Araştırılması. Yüksek Lisans Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 1-57.
- Frech J.D., Chan H.M., Harmer M.P. ve Miller G.A. (1996). High-Temperature Fracture Toughness of Dublex Microstructures. J. Am. Ceram. Soc. 79, 58-69.
- French J.D., Zeo J., Harmer M.P., Chan H.M. ve Miller G.A. (1994). Creep of Dublex Microstructure. J. Am. Ceram. Soc. 77, 2857-2865.
- Gallium nitride wafer. (2019). Ekim 20,2019 tarihinde turkish.galliumnitridewafer.com Erişim Adresi: <http://turkish.galliumnitridewafer.com/sale-11040076-single-crystal-glass-sapphire-lens-99-999-al2o3-materials-with-hole-high-hardness.html>
- Girgin İ. (1984, 3). Boksit Dışı Kaynaklardan Alümina Üretimi. Madencilik cilt.
- Haijun Su, Zhang J., Chunjuan C., Lin L. ve Thengzhi F. (2008). Rapid Solidification Behaviour of $Al_2O_3/Y_3Al_5O_{12}$ (YAG) Binary Eutectic Ceramic in situ Composites. Material Science and Engineering, 380-388.
- Hirano K. (2005). Application of Eutectic Composites to Gas Turbine System and Fundamental Fracture Properties up to 1700 °C. J. Eur. Ceram. Soc. 25, 1191-1199.
- Hulse C.O., Batt J.A. (1974). Effect of Eutectic Microstructures on the Mechanical Properties of Ceramic Oxide. Final Tech Rept UARL, 140.
- Isobe T., Omori M., Uchida S., Sato T. ve Hirai T. (2002). Consolidation of Al_2O_3 - $Y_3Al_5O_{12}$ (YAG) Eutectic Powder Prepared from Induction-Melted Solid and Strength at High Temperature. J Eur Ceram Soc, 22-2621-5.
- Javier LLorca ve Victor M.O. (2006). Directionally solidified eutectic ceramic oxides. Process in Materials Science, 711-809.
- Jin Z. ve Chen Q. (1995). An Assessment of the Al_2O_3 - Y_2O_3 System. CALPHAND, 69-79.
- Kang L. (2005). Sintering: Densification, Grain Growth and Microstructure. Elsevier.
- Kobayashi K., Waku Y., Nakagawa Y. ve Yokoi S. (2003). Proceedings of the International Gas Turbine Congress. Tokyo, Japan.

- Kong L.B., Ma J. ve Huang H. (2002;56). Low Temperature Formation of Yttrium Aluminum Garnet from Oxides via a High-Energy Ball Milling Process. *Mater Lett.*, 344-8.
- Kuklja M.M. ve Pandey R. (1999). Atomistic Modeling of Native Point Defects in Yttrium Aluminum Garnet Crystals. *J. Am. Ceram. Soc.* 82 , 2881-86.
- Lartigue K.S., Carry C. ve Priester L. (2002). Multiscale Aspects of the Influence of Yttrium on Microstructure, Sintering and Creep of Alumina. *J. Eur. Ceram. Soc.* 22, 1525-1541.
- Li J.G., Ikegami T., Lee H.H., Mori T. ve Yajima T. (2000, 20). Co-precipitation Synthesis and Sintering of Yttrium Aluminum Garnet (YAG) Powder: The Effect of Precipitant. *J Eur Ceram Soc.*, 2395-405.
- Li X., Li H., Wan J., Zhang X. ve Cui H. (2011, 31). Preparation and Properties of YAG Nano-Sized Powder from Different Precipitating Agent. *Opt Mater. Opt Mater.*, 507-16.
- Lima E.S., Louro L.H.L., Costa C.R.C., Compos J.B. ve Costa J.A. (2005). Microstructure of Al₂O₃/YAG Eutectic Composite. *Brazilian Journal of Morphological Sciences*, 306.
- LLorca J. ve Orera V.M. (2006). Directionally-Solidified Eutectic Ceramic Oxides. *Prog. Mater. Sci.*, 711-809.
- Lukin E.S. ve Makarov N.A., (2000). Sintering Kinetics of Aluminum Oxide Ceramics With an Additive of Eutectic Composition. Translated from *Steklo i Keramika*, No. 1, 22-24.
- Luo J. ve Xu J. (2015). Y₂O₃-Doped Al₂O₃ Transparent Ceramics Prepared by Low Temperature. 5th International Conference on Advanced Design and Manufacturing Engineering.
- Mah T. ve Petry M. (1992). Eutectic Composition in the Pseudobinary of Y₄Al₂O₉ and Y₂O₃. *J. Am. Ceram. Soc.*, 2006-2009.
- Mah T., Parthasarath T.A., Boothe L., Petry M.D. ve Matson L.E. (1990). Directional Solidification of Refractory Oxide Ceramic Eutectic Composites. *WRDC-TR-90-408*.
- Mah T., Parthasarathy T. ve Matson L.E. (1990). Processing and Mechanical Properties of Al₂O₃/Y₃Al₅O₁₂(YAG) Eutectic Composite. *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, 11, 1617-1627.
- Maier A. ve Savinova I. (1996, 10(32)). Melting Behavior and Crystal Growth of YAlO₃. *J. Inorg. Mater.*, 1078-1080.

- Mechnich P. ve Brave W. (2013). Air plasma-sprayed Y_2O_3 coatings for Al_2O_3/Al_2O_3 ceramic matrix composite. *Journal of the european ceramic Society* 33, 2645-2653.
- Neiman A.Y., Tkachenko E.V. ve Zhukouski V.M. (1978). Nature of Defect Formation in Complex Oxides of the Composition $Me_3E_5O_{12}$ with a Garnet Structure,. *Dokl. Akad. Nauk SSSR*, 240, 876-79.
- Ochiai S., Ueda T., Sato K., Hojo M., Waku Y., Nakagawa Y., Sakato S. ve Mitani A. (2001). Deformation and Fracture Behavior of an Al_2O_3/YAG Composite from Room Temperature to 2023 K. *Composite Science and Technology*, 2117-2128.
- Ohnabe H., Masaki S., Onozuka M., Miyahara K. ve Sasa T. (1999). Potential application of ceramic matrix composites to aero-engine components. *Composite Part A*, 489-496.
- Orera V.M., Pena J.I., Oliete P.B., Merino R.I. ve Lorrea A. (2012). Growth of Eutectic Ceramic Structures by Directional Solidification Methods. *Journal of Crystal Growth* 360, 99-104.
- Öksüz E.K., Apaydın F., Enbiya Bozdağ A., Çevika M. ve Özer A. (2015). Phase and Morphological Evaluation of Mechanically Activated Sintered YAG Powders. *Procedia Materials Science* 11, 44-48.
- Parthasarathy T.A., Mah T. ve Matson L.E. (2004). Processing, Structure and Properties of Alumina-YAG Eutectic Composite. *J. Ceram. Pro. Res.*, 380-390.
- Roy I. ve Warshaw R. (1959). Stable and Metastable Equilibria in the Systems $Y_2O_3-Al_2O_3$, and $Gd_2O_3-Fe_2O_3$. *Journal of Amer. Ceram. Soc.* 42, 434-438.
- Saritas S., Türker M. ve Durlu N. (2007). Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, (Powder Metallurgy & Particulate Materials Processing, German, R. M. Türk Toz Metalurjisi Derneği, 235-246.
- Sayir A., Farmer S.C., Dickerson P.O. ve Yun A.M. (1993-365). High Temperature Mechanical Properties of $Al_2O_3/ZrO_2(Y_2O_3)$ Fibers. *Materials Research Society Symposium Proceedings*, 21-27.
- She J., Mechnich P., Schmücker M. ve Schneider H. (2001). Low-temperature Reaction-Sintering of Mullite Ceramics with an Y_2O_3 Addition. *Ceramics International* 27, 847-852.
- Sommer F., Kern F., El-Maghraby H.F., Abou El-Ez M., Avaad M., Gadav R., Naga S.M. (2012). Effect of Preparation Route on the Properties of Clip Casted Al_2O_3/YAG Composites. *Ceramics international* 38, 4819-4826.

- Souza Limaa E., Leme Louroa L.H., Cabralb R.F., Camposc J.B., Avillezd R.R. ve Cost C.A. (2013-2(1)). Processing and Characterization of Al_2O_3 -Yttrium Aluminum Garnet Powders. J. Mater. Res. Technol., 18-23.
- Spina G., Bonnefont G., Palmera P., Fantozzi G., Chevalier J. ve Montanoro L. (2012 (32)). Transparent YAG Obtained by Spark Plasma Sintering of Co-Precipitated Powder. Influence of Dispersion Route and Sintering Parameters on Optical and Microstructural Characteristic. Journal of the European Ceramic Society, 2957-2964.
- Srinivasan R., Yogomalar R. ve Bose A.C. (2009, 2). Synthesis and Structural Studies on Nanocrystalline Yttrium Oxide. Adv. Sci. Lett., 65.
- Stubican V.S. ve Brandt R.C. (1991). Eutectic Solidification in Ceramic Systems. Ann. Rev. Mater. Sci. 11, 267.
- Suryanarayana C. (2001). Mechanical Alloying And Milling, Progress In. Materials Science, 46, 1-184.
- Şen O. (2005). TiO_2 Partikül Takviyeli Alüminyum Matrisli Kompozit Malzemelerin Mekanik Özelliklerinin İncelenmesi. Celal Bayar Üniversitesi Yüksek Lisans Tezi, Erişim adresi: <https://www.ulusaltezmerkezi.net/>
- Torrecillas R., Shehl M., Diaz L.A., Menendez J.L. ve Maya J.S. (2007). Creep Behaviour of Alümina/YAG Nanocomposite Obtained by Colloidal Processing Route. J. Eur. Ceram. Soc. 27, 143-150.
- Traina C.A., Dennes T.J. ve Schwartz J. (2009). A Modular Monolayer Coating Enables Cell Targeting by Luminescent Yttria Nanoparticles. Bioconjugate Chem. 20, 437.
- Viechnicki D. ve Schmid F. (1969). Eutectic Solidification in the System $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$. Journal of Materials Science, 84-85.
- Viechnicki J.L. ve Caslavsky D. (1980). Melting Behavior and Metastability of Yttrium and Alüminum Garnet (YAG) and YAlO_3 Determined by Optical Diferantio Thermal Analysis. JI of Mater. Sci. 15, 1709-1718.
- Waku Y. ve Benini E. (2011). Advances in Gas Turbine Technology. İntech, Rijeka, 371-398.
- Waku Y., Nakagava N., Wakamoto T., Ohtsubo H., Shimizu Y. ve Kahtoku Y. (1997). A Dictule Ceramic Eutectic Composite With High Strength at 1873K. Nature 398, 49-52.

- Waku Y., Nakagawa N., Wakamoto T., Ohtsubo H., Shimizu Y. ve Kahtoku Y. (1998a). High-Temperature Strength and Thermal Stability of a Unidirectionally Solidified $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ Eutectic Composite. *Journal of Material Science*, 1217-1225.
- Waku Y., Nakagawa N., Wakamoto T., Ohtsubo H., Shimizu Y. ve Kahtoku Y. (1998b). The Creep and Thermal Stability Characteristics of a Unidirectionally Solidified $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{YAG}$ Eutectic. *J. Met. Sci.* 33, 4943-4951.
- Waku Y., Nakagawa N., Wakamoto T., Ohtsubo H., Shimizu Y. ve Kahtoku Y. (1998c,33). High-Temperature Strength and Thermal Stability of a Unidirectionally Solidified Al_2O_3 -YAG Eutectic Composite. *Journal of Materials Science*, 1217-1225.
- Waku Y. ve Satuma T. (2000). Dislocation Mechanism of Deformation and Strength of Al_2O_3 -YAG Single Crystal Composites at High Temperatures Above 1500C. *Journal of the European Ceramic Society* 20, 1453-1458.
- Wang H. ve Gao L. (2001). Preparation and Microstructure of Polycrystalline Al_2O_3 -YAG Composites. *Ceramics International* 27, 721-723.
- Wang X., Zhang Y., Wang D., Xian Q., Wang J., Lou L. ve Zhang J. (2017). Fracture Morphology and Mechanism of a Directionally Solidified $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ Eutectic Single Crystal. *Scripta Materialia*(Elsevier), 46-49.
- Wen L., Sun X. ve Xiu Z. (2004, 24). Synthesis of Nanocrystalline Yttria Powder and Fabrication of Transparent YAG Ceramics. *J Eur Ceram Soc*, 2681-8.
- Yamane H., Omori M. ve Harai T. (1995). Thermogravimetry and Rietveld Analysis for the High-Temperature X-ray Powder Diffraction Pattern of $\text{Y}_4\text{Al}_2\text{O}_9$. *Journal of Materials Science Letters*, 470-473.
- Yijun Y., Tai Q. ve Baoxiang J. (2005). Effect of Y_2O_3 , La_2O_3 , Sm_2O_3 on Behaviors of Alumina Ceramics. *Journal of the chinese rare earth socirty*, 23(2), 158-161.
- Yoshida H., Ikuhara Y. ve Sakuma T. (2004). High Temperature Plastic Deformation Related to Grain Boundary Chemistry in Cation-Doped Alumina. *Material Sci. Eng.* A387-384, 723-727.
- Yoshizawa Y., Hirao K. ve Kanzaki S. (2004). Fabrication of Low Cost Fine-Grained Alumina Powders by Seeding for High Performance Sintered Bodies. *J.Eur.Ceram*, 325-330.
- Zhan G.D., Kuntz J. ve Mukhejee A.K. (2003). Single-Wall Carbon Nanotubes as Attractive Toughening Agents in Alumina-Based Nanocomposites. *Nature Materials* 2, 38-42.

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı : Songül KILINÇ
Doğum Yeri : Çan-Çanakkale
Doğum Tarihi : 16.07.1992

EĞİTİM DURUMU

Lisans Öğrenimi : Karadeniz Teknik Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi,
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 2016
Yüksek Lisans Öğrenimi : Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi, Fen Bilimleri
Enstitüsü, Biyomühendislik ve Malzeme Bilimi Anabilim
Dalı, 2020
Bildiği Yabancı Diller : İngilizce

BİLİMSEL FAALİYETLERİ

a) Bildiriler

1) Ulusal

KILINÇ Songül, ABALI Serkan, ‘Sinterleme Sıcaklığının Al₂O₃-Y₂O₃ Tozlarının
Özelliklerine Etkisi’ 4. Lisansüstü Konseyi, TUBLOK, Kırklareli, 14-15 Kasım

İLETİŞİM

E-posta Adresi : songulklnc1@gmail.com

ORCID : 0000-0003-1035-477X