

**T.C.
GEBZE YÜKSEK TEKNOLOJİ ENSTİTÜSÜ
MÜHENDİSLİK VE FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**YÖNLENDİRİLMİŞ MÜLLİT İÇEREN
ANORTİTİN MİKRO-YAPISININ
KARAKTERİZASYONU VE MİKRO-YAPININ
MEKANİK DAVRANIŞA ETKİSİNİN
İNCELENMESİ**

**Taylan Özgür GÖK
YÜKSEK LİSANS TEZİ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI**

**GEBZE
2006**

T.C.
GEBZE YÜKSEK TEKNOLOJİ ENSTİTÜSÜ
MÜHENDİSLİK VE FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÖNLENDİRİLMİŞ MÜLLİT İÇEREN
ANORTİTİN MİKRO-YAPISININ
KARAKTERİZASYONU VE MİKRO-YAPININ
MEKANİK DAVRANIŞA ETKİSİNİN
İNCELENMESİ

Taylan Özgür GÖK
YÜKSEK LİSANS TEZİ
MALZEME BİLİMİ VE MÜHENDİSLİĞİ
ANABİLİM DALI

TEZ DANIŞMANI
Yrd. Doç. Dr. Yahya Kemal TÜR

GEBZE
2006

ÖZET

TEZ BAŞLIĞI: Yönlendirilmiş Müllit İçeren Anortitin Mikro-Yapısının Karakterizasyonu Ve Mikro-Yapının Mekanik Davranışa Etkisinin İncelenmesi

YAZAR ADI: Taylan Özgür GÖK

Anortit seramik malzeme, mühendislikte kendine özgü fiziksel ve kimyasal özelliklerinden dolayı bilinen seramiklerden birisidir. Ancak endüstriyel uygulamalarda anortit seramik malzemelerin kullanımı bu malzemelerin oldukça düşük kırılma tokluğu ve mukavemetleri nedeniyle kısıtlı kalmaktadır. Bu sebeple içnemsli müllitlerin bünyeye katılmasıyla anortit seramik malzemedeki kırılma tokluğunun ve mukavemetlerin artıp artmayacağını incelemek amacıyla bu çalışma gerçekleştirilmiştir.

Bu çalışmada kırılma tokluğu belirlenecek anortit seramik malzemeler müllitsiz ve ağırlıkça sabit oranda müllit içerecek şekilde hazırlanıp şerit döküm yöntemiyle prizmatik çubuklar halinde üretilmiş ve farklı sıcaklıklarda sinterlenmişlerdir. Üretilen numunelerin elastik modül ve üç nokta eğme mukavemetlerinin ölçülmesinin ardından kırılma tokluğu çentik çatlak uzunluğu yöntemi kullanılarak hesaplanmıştır. Bunlara ek olarak hazırlanan numuneler üzerinde, X ışını kırınım analizleri ve SEM analizleri yapılarak mikro yapı – mekanik davranış ilişkisi incelenmiştir.

Anahtar kelimeler: Seramik, anortit, mekanik özellikler, kırılma tokluğu.

SUMMARY

TITLE : Micro-structural Characterization of Anorthite Containing Oriented Mullite Whiskers and Investigating the Effect of Microstructure on Mechanical Behavior

AUTHOR: Taylan Ozgur GOK

Anorthite ceramic materials are known for their attractive physical and chemical properties. However, the use of anorthite ceramics in structural applications has been limited by their relatively low fracture toughness and strength. Therefore, this study has been conducted to study the effect of adding mullite whiskers on the toughness and strength of anorthite ceramic materials.

In the present study, anorthite ceramic specimens without and with mullite whiskers were produced by tape casting method and sintered at various temperatures. Following elastic modulus and three point bending tests, fracture toughness of the samples were measured using indentation crack length method. In addition to these, the relation between the micro structure and mechanical properties was investigated by XRD and SEM analysis on the samples.

Keywords: Ceramic, anorthite, mechanical properties, fracture toughness.

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans öğrenimim boyunca ileri ve kaliteli mühendislik yaklaşımlarımın oluşumunda ve değerli yönlendirmelerinde hiçbir zaman desteğini esirgemeyen ve her an yanımda olan danışman hocam Sayın Yrd. Doç. Dr. Yahya Kemal TÜR'e, bölümümüz imkanlarını devamlı artırarak ulaşmak istediğimiz hedeflere varmamıza değerli katkı ve emekleriyle imkan tanıyan Bölüm Başkanımız Sayın Prof. Dr. Orhan ŞAHİN'e, çalışmalarım boyunca akademik birikimlerini ve tecrübelerini bizimle paylaşan ve teknik yardımlarıyla çalışmalarına yön verdiğim hocam Sayın Doç. Dr. Ahmet ÇAPOĞLU'na, laboratuvar çalışmalarım esnasında varlığını hep hissettiğim ve yardımlarını asla göz ardı edemeyeceğim Sayın Tekniker Adem ŞEN'e, yüksek lisans öğrenimim boyunca üzerimde emeği olan ve ideallerimin oluşumunda hak sahibi olan kıymetli öğretim üyelerine, araştırma görevlilerine ve bölüm arkadaşlarıma en içten teşekkürlerimi ve minnetlerimi sunarım.

Yaşanmaya değer bir hedefti bu çalışma ve bu hedefin gerçeğe dönüşmesi sürecinde varlıklarıyla gücüme güç katan ve her an yanımda olan sevgili aileme sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

S. Filiz AYDIN, hayatıma kattığın anlamla değer kazandı her şey. Varlığınla O'na olan minnettarlığım sonsuz. Bir ömür dileğiyle...

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

| | <u>Sayfa</u> |
|--|---------------------|
| ÖZET | iv |
| SUMMARY | v |
| TEŞEKKÜR | vi |
| İÇİNDEKİLER DİZİNİ | vii |
| SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ | ix |
| ŞEKİLLER DİZİNİ | xi |
| TABLolar DİZİNİ | xiii |
| RESİMLER DİZİNİ | xiv |
| | |
| 1. GİRİŞ | 1 |
| 1.1 Seramiğin Tanımı | 1 |
| 1.1.2 Anortit Seramik Malzeme | 2 |
| 1.1.3 Müllit Etkisi | 2 |
| 1.2 Seramiklerin Tokluğu | 3 |
| 1.3 Tokluk Artırma Mekanizmaları | 4 |
| 1.3.1 Çatlak Sapması | 4 |
| 1.3.2 Çatlak Köprüleme | 5 |
| 1.3.3 Parçacık Takviyesi | 6 |
| 1.3.4 İkinci Fazın Etkisi | 7 |
| 1.4 Seramik Malzemelerin Üretimi | 8 |
| 1.4.1 Şerit Döküm Yöntemi | 8 |
| 1.5 Projenin Amacı | 9 |
| 2. SERAMİKLERİN MEKANİK DAVRANIŞININ ÖLÇÜLMESİ | 10 |
| 2.1 Eğme Mukavemeti | 11 |
| 2.2 Sertlik | 12 |
| 2.3 Kırılma Tokluğu | 13 |
| 2.3.1 Çentik Çatlak Uzunluğu | 13 |
| 3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR | 16 |
| 3.1 Anortit Bünyenin Elde Edilmesi | 18 |
| 3.1.1 Kullanılan Hammaddeler ve Karıştırılması | 18 |

| | |
|--|----|
| 3.1.2 Anortit Üretimi | 18 |
| 3.2 Şerit Döküm Yöntemiyle Numune Üretimi | 21 |
| 3.2.1 Anortit Yaş Kütle Üretimi | 21 |
| 3.2.2 Müllit İçeren Anortit Yaş Kütle Üretimi | 22 |
| 3.2.3 Numunelerin Sinterlenmesi | 23 |
| 3.3 Mekanik Karakterizasyon | 24 |
| 3.3.1 Elastik Modül Ölçümleri | 24 |
| 3.3.2 Üç Nokta Eğme Deneyi İle Mukavemet Ölçümleri | 24 |
| 3.3.3 Mikro Sertlik – Çatlak Boyu Ölçümleri | 25 |
| 3.4 Yapı Karakterizasyonu | 25 |
| 3.4.1 Yoğunluk Ölçümü | 25 |
| 3.4.2 X Işını Kırınım Analizi | 26 |
| 3.4.3 SEM İle Mikroyapı Analizi | 26 |
| 4. DENEYSEL SONUÇLAR | 27 |
| 4.1 Giriş | 27 |
| 4.2 Sinterleme Sıcaklığının Etkisi | 27 |
| 4.3 X Işını Kırınım Analizi Sonuçları | 31 |
| 4.4 Mekanik Testlerin Sonuçları | 34 |
| 4.4.1 Elastik Modül Sonuçları | 34 |
| 4.4.2 Eğme Mukavemeti Sonuçları | 35 |
| 4.4.3 Vickers Sertlik Sonuçları | 36 |
| 4.4.4 Kırılma Tokluğu Ölçümleri | 37 |
| 4.5 SEM Analizleri | 42 |
| 5. SONUÇLAR VE TARTIŞMA | 49 |
| KAYNAKLAR | 51 |
| ÖZGEÇMİŞ | 54 |

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

| | |
|----------------|---|
| % | Yüzde |
| ° | Derece |
| °C/dak | Santigrat Derece/Dakika |
| MPa \sqrt{m} | Mega Paskal Kök Metre |
| K_{Ic} | Kırılma Tokluğu MPa \sqrt{m} |
| Δa | Çatlak Yayınımı (μm) |
| μm | Mikrometre |
| K_{r} | Çatlak Büyüme Direnci (MPa \sqrt{m}) |
| Y | Geometri Faktörü |
| σ | Gerilme Mukavemeti (MPa) |
| σ_R | Artık Gerilme Mukavemeti (MPa) |
| c_R | Artık Gerilmelerden Oluşan Çatlak Boyu (μm) |
| a | Çatlak Boyu (μm) |
| M | Basma Momenti |
| y | Nötral Eksenden Uzaklık |
| I | İkinci Moment |
| P | Yük (MPa) |
| F | Kuvvet (N) |
| h | Yükseklik (mm) |
| d | Genişlik (mm) |
| L | Uzunluk (mm) |
| gr | Gram |
| E | Elastik Modül (GPa) |
| HV | Darbe Testinde Ölçülen Sertlik (gr/mm^2) |
| m | Metre |
| c | Çentik Merkezinden Çatlak Ucuna Kadar Olan Mesafe (μm) |
| N/m^2 | Newton/metrekare |
| °C | Derece Santigrat |
| l | Çentik Ucundan Çatlak Ucuna Kadar Olan Mesafe (μm) |
| dev/dak | Devir/Dakika |

| | |
|-----------------|--|
| θ | Theta |
| PVB | Poli Vinil Bütral |
| BBP | Benzil Bütil Ftaholat |
| Peg 400 | Poli Etil Glikol |
| MEK/ET | Metil Etil Ketanol/Etanol |
| cm | Santimetre |
| ml | Mililitre |
| cm/sn | Santimetre/Saniye |
| T | Sıcaklık |
| MPa | Mega Paskal |
| cm ² | Santimetre Kare |
| W_{kuru} | Numune Kuru Ağırlığı (gr) |
| W_{sat} | Numune Islak Ağırlığı (gr) |
| W_{sus} | Su İçerisindeki Numune Ağırlığı (gr) |
| mm/dak | Milimetre/Dakika |
| Kg | Kilogram |
| HF | Hidroflorik Asit |
| λ | X Işını Dalga Boyu |
| d | Kristal Kafesindeki Düzlemler Arası Mesafe (μm) |
| n | Yansıma Derecesi |
| SEM | Taramalı Elektrom Mikroskobu |
| GPa | Giga Paskal |
| TK0 | Müllit İçermeyen Küçük Taneli Anortit Numune |
| TB0 | Müllit İçermeyen Büyük Taneli Anortit Numune |
| TK10 | Ağırlıkça % 10 Müllit İçeren Küçük Taneli Anortit Numune |
| TB10 | Ağırlıkça % 10 Müllit İçeren Büyük Taneli Anortit Numune |

ŞEKİLLER DİZİNİ

| <u>Sekil</u> | <u>Sayfa</u> |
|--|---------------------|
| 1.1 Çatlak Köprüleme Mekanizması | 5 |
| 1.2 Çatlak Yer Değiştirme Miktarına Bağlı Olarak Tokluğun Değişmesi | 6 |
| 2.1 Üç-nokta-eğme testi | 11 |
| 2.2 Vickers çentik testi sonucu oluşan çatlak izi | 14 |
| 2.3 Radyal çatlak sistemi | 14 |
| 2.4 Palmqvist çatlak sistemi | 14 |
| 3.1 Müllit içeren ve içermeyen anortit numunelerin üretim süreci | 17 |
| 3.2 1380 °C’de önpişirilmiş karışımın X-ışını kırınım analizi | 19 |
| 3.3 Elde edilen anortit tozun başlangıç tane boyutu dağılımı | 19 |
| 3.4 Küçük tane boyutlu anortit tozun tane boyutu dağılımı | 20 |
| 3.5 Büyük tane boyutlu anortit tozun tane boyutu dağılımı | 20 |
| 3.6 Müllit taneciklere ait X Işını kırınım analizi | 23 |
| 3.7 Sinterleme ısı rejimi | 24 |
| 4.1 Müllitsiz küçük ve büyük taneli anortit numunelere ait karşılaştırmalı yoğunluk/sıcaklık eğrileri | 28 |
| 4.2 Müllitli küçük ve büyük taneli numunelere ait karşılaştırmalı yoğunluk/sıcaklık eğrileri | 29 |
| 4.3 Müllitsiz küçük ve büyük taneli anortit numunelere ait karşılaştırmalı elastik modül/sıcaklık eğrileri | 30 |
| 4.4 İğnemsiz müllitlere paralel yönde X ışını kırınım analizi | 31 |
| 4.5 İğnemsiz müllitlere dik yönde X ışını kırınım analizi | 31 |
| 4.6 TK0 ve TB0 numunelerine ait X Işını kırınım analizi | 32 |
| 4.7 TK10 ve TB10 numunelerine ait müllit kristallere dik yönde X Işını kırınım analizi | 32 |
| 4.8 TK10 ve TB10 numunelerine ait müllit kristallere paralel yönde X Işını kırınım analizi | 33 |
| 4.9 1380 °C’de sinterlenen numunelere ait sertlik/yük grafiği | 37 |
| 4.10 Tüm numunelere ait döküme dik yöndeki tokluk/yük eğrisi | 39 |
| 4.11 Tüm numunelere ait döküme paralel yöndeki tokluk/yük eğrisi | 39 |
| 4.12 Beklenen çatlak ilerleme davranışı | 40 |

| | | |
|------|---|----|
| 4.13 | Mevcut çatlak ilerleme davranışı | 40 |
| 4.14 | Anortit malzeme üzerindeki mevcut artık gerilmelerin varlığında yüke bağlı tokluk grafiği | 42 |

TABLolar DİZİNİ

| <u>Tablo</u> | | <u>Sayfa</u> |
|---------------------|--|---------------------|
| 4.1 | Müllitsiz küçük ve büyük taneli anortit numunelere ait ortalama yoğunluklar | 28 |
| 4.2 | Müllitli küçük ve büyük taneli numunelere ait ortalama yoğunluklar | 29 |
| 4.3 | Müllitsiz küçük ve büyük taneli büyük numunelere ait elastik modül değerleri | 30 |
| 4.4 | 1380 °C’de sinterlenen numunelere ait elastik modül değerleri | 35 |
| 4.5 | 1380 °C’de sinterlenen numunelere ait mukavemet değerleri | 36 |
| 4.6 | 1380 °C’de sinterlenen numunelere ait sertlik değerleri | 36 |
| 4.7 | Tüm numunelere ait yüke bağlı döküm yönüne dik tokluklar | 38 |
| 4.8 | Tüm numunelere ait yüke bağlı döküm yönüne paralel tokluklar | 39 |

RESİMLER DİZİNİ

| <u>Resim</u> | | <u>Sayfa</u> |
|---------------------|--|---------------------|
| 3.1 | 500 X büyütmde gözlemlenen müllit tanecikleri | 22 |
| 4.1 | Zımpara sonrası ilerleyen çatlak sistemleri | 38 |
| 4.2 | TK0 numunesine ait çatlak ilerleme davranışı | 41 |
| 4.3 | 2000X büyütmde elde edilen TK0 mikroyapı resmi | 43 |
| 4.4 | 250X büyütmde TK10 numunesinde görülen çentik izi ve yönlenmiş müllit taneleri | 44 |
| 4.5 | 500X ve 1000X büyütmde görülen çentik izi ve yönlenmiş müllit taneleri | 45 |
| 4.6 | 250X büyütmde radyal çatlak ilerlemesi | 46 |
| 4.7 | 2000X büyütmde ilerleyen çatlağın kırdığı müllit tanecikleri | 47 |
| 4.8 | 1000X büyütmde elde edilen TB10 mikroyapı resmi | 48 |

1. GİRİŞ

1.1 Seramiğin Tanımı

Seramik malzemeler yapısında metalik ve ametalik element fazları içeren bileşiklerdir. Metalik ve ametalik atomların birleşme şekillerinin çok oluşu çok sayıda seramik fazın varlığına sebep olmaktadır.

Genellikle seramik fazların özellikleri metalik ve plastik malzeme özelliklerinden farklılık göstermektedir. Buna ek olarak, özellikle fazlarında yarı-metalik elementlerin varlığı durumunda, metalik, plastik ve seramik malzeme özelliklerinde ortak bir alan bulunabilir [Acarsoy, A., 1992].

Seramik fazlarının çoğu, metaller gibi kristal yapısındadır. Bu yapılardaki bağların varlığı ve niteliklerinden dolayı metaller ile farklılık gösterirler. Elektronlar ya yandaki atomla paylaşılarak valans bağı yaparlar ya da bir atomdan diğerine geçerek iyonik bir bağlanma yaparlar. İyonik bağlar seramik malzemelere oldukça yüksek kararlık kazandırır. Bu da seramik malzemelerin, metalik ve plastik malzemelere göre daha yüksek ergime noktaları ve sertlik değerlerine ulaşmasını sağlar [Kocabağ, D., 1998].

Seramiklerin, kimyasal, fiziksel ve mekanik özelliklerine bakıldığında, mühendislik uygulamalarında hafif oluşları, yüksek sertlik değerlerine ve yüksek mukavemete sahip olmaları ile son zamanlarda ilgiyi üzerlerine çekmektedirler. Bazı uygulamalarda yüksek sıcaklık ve gerilimlere maruz kalan seramik malzemeler, nispeten daha ağır olan metalik malzemelerin yerine geçmeye aday malzemeler olarak nitelendirilirler. Ancak metallere kıyasla çok düşük olan kırılma toklukları sebebiyle kullanım alanları kısıtlıdır. Metalik malzemelerde 20–100 MPa \bar{m} değerlerinde bulunan kırılma tokluğu, seramik malzemelerde 1–3 MPa \bar{m} gibi çok düşük değerlerde yer almaktadır. Son zamanlarda seramik malzemelerin kırılma tokluğunun artırılmasında epey yol alınmıştır. Genel amaç kullanım alanına göre mekanik zorlanmaları karşılayabilecek seramik malzemelerin endüstriye kazandırılmasıdır.

1.1.2 Anortit Seramik Malzeme

Endüstriyel uygulamalarda ve güncel hayatta geniş bir kullanım alanına sahip kemik çini diye bilinen seramik porselen malzemelere ve sert porselen malzemelere muadil olarak tasarlanan anortit seramik malzeme birçok alanda mekanik yeterliliğini muadili olduğu kemik çini ve sert porselene karşın göstermiştir.

Son zamanlardaki uygulamalarda kemik çini ve sert porselenin yüksek direnç gösteren sıra sahip olması durumunda bile düşük kırılma mukavemeti göstermesi sebebiyle kullanım alanlarında zamanla gereksinim duyulan ağır servis şartlarını karşılayamaz hale gelmişlerdir. Bu sebeple mekanik uygulamalarda ağır servis şartları altında kullanılma özelliği taşıyan anortit seramik malzeme ($\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) tasarlanmıştır. [Çapoğlu, A., 2000].

Seramik endüstrisindeki bu ihtiyacı tespit eden Çapoğlu ve Messer 1993 yılında Sheffield Üniversitesi'nde ve Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü'nde bu konu üzerine çalışmalara başlamışlardır. Yapılan çalışmaların ana amacı, mekanik özellikleri yüksek, yarısaydam, nispeten düşük maliyetli seramik üretmektir. Bu hedefler doğrultusunda en iyi neticenin bünye içerisinde geliştirilecek olan anortit fazı tarafından elde edileceği düşünülmüş ve kemik çini ile sert porselene karşılık kullanılacak anortit seramik malzemeyi geliştirmişlerdir [Üstündağ C.B., 2003].

1.1.3 Müllit Etkisi

Müllit kristallerinin ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) anortit seramik malzeme üzerindeki etkileri ilk gerçekleştirilen araştırmalardan biridir. 1908 yılında Zoellner, mukavemetin ince iğnemsiz müllit taneciklerinin kilitlenmesi ile oluşan sağlam yapı tarafından elde edileceğini dile getirmiştir. Bir başka deyişle artan müllit miktarına bağlı olarak mukavemet de artacaktır. Yüksek sıcaklıklarda birincil müllit olarak adlandırılan müllit taneciklerinin kalınlığı artar ve az sayıda geniş taneli müllitler meydana gelir. Bu oluşumda birincil müllitler küçük müllit tanecikler kadar etkili kilitlenmezler ve mukavemet azalır. İstenilen mukavemete ulaşmak için pişirim

sıcaklığı ve uygun boyuttaki ikincil müllit taneleri birincil müllite kıyasla mukavemeti daha da artırmaktadır [Zoellner, A., 1908].

İki müllit tipinden ilki olan birincil müllitler anortit yapı içerisinde oluşur ve boyutu 10 nm'den daha küçüktür ve bünyedeki kaolinitin latis yönünde ayrılması ile ortaya çıkan artık kilden meydana gelir. İkinci müllit tipi olan ikincil müllit tanecikleri ise iğnemsî yapıdadırlar ve feldspat eriyiğinden oluşurlar ve boyutları optik mikroskopta çıplak gözle görülecek şekilde 1 mm'den büyüktür. Anortit bünyeye ilave olarak eklenen ikincil müllitlerin yüksek sıcaklıkta daha az viskoz olan bir eriyik halini alması olasılığı çok düşüktür. Ancak böyle bir durumda iğnemsî müllit taneler ile anortit bünye arasında daha az reaktif olan 0,74–0,81 MPa \bar{m} değerinde tokluğa sahip camsı bir silika faz oluşturur ki bu durum söz konusu olduğunda anortit bünyede ilerleyen herhangi bir sebeple oluşmuş çatlak daha az enerjili bu tane sınırından hareket etmeyi tercih eder. Sonuç, bu mekanizmanın hayata geçtiği anortit malzemedeki kırılma tokluğunda artış olarak tespit edilir [Batista S.A.F., 2001].

1.2 Seramiklerin Tokluğu

Son zamanlarda seramik malzemeler üzerinde mühendislik uygulamalarına elverişli hale getirmek için birçok çalışma yapılmaktadır. Birçok endüstriyel alanda uygulama alanı, kullanım şekli, maliyet, geri dönüşüm gibi yatırım ve üretim safhasında önde gelen kriterler göz önünde bulundurularak hangi seramik, metalik veya kompozit malzemenin kullanılacağına karar verilmektedir. Ancak, malzeme seçimini teknolojik uygulamalardaki bazı gereksinimler etkilemiştir. Kullanımda birçok avantaj sağlayacak olan malzemenin elde edilirliliği, yatırım maliyetleri, üretim aşamaları, kullanılabilirlik, mukavemet ve tokluk gibi önemli gereksinimler malzeme seçiminde büyük etkiye sahip olmaktadır. Burada gündeme gelen nokta uygulamalarda kullanılacak olan seramik malzemeye sahip olması gereken mekanik özelliklerin nasıl kazandırılacağıdır [Tomaszewski, H. *et al*, 2001].

Mühendislikte kendine özgü kullanışlı fiziksel özellikleri bulunan birçok seramik malzemenin kullanım alanı, yapısal uygulamalarda düşük kırılma tokluğu ve

buna baęlı olarak düşük mukavemet gsterdiklerinden dolayı sınırlanmaktadır. Ancak özgül aęırlık, üretim kolaylığı, maliyet, yüksek sıcaklık dayanımı gibi faktörler nedeniyle seramik malzemeler gözde malzemelerdir. Düşük bir özgül aęırlığa sahip olan seramik malzemelerin kırılma tokluğu ve buna baęlı mukavemet gibi çok önemli mekanik özellikleri geliştirilmiş bazı mekanizmalarla ihtiyaç duyulan değerlere çıkarılmaya çalışılmaktadır [Honglai T. *et al*, 1998].

Sonuç olarak, tüm seramik malzemeler için tokluk değerlerinin ve buna baęlı mukavemetin artırılması tüm gereksinimler içerisinde en önemlileri olarak yer almaktadırlar. Ulaşılmayı hedeflenen kırılma tokluğu değeri de uygulamada seramik malzemenin kullanım şekline göre tespit edilecektir.

1.3 Tokluk Artırma Mekanizmaları

Seramik malzemelerdeki tokluk artırma mekanizmaları fiber donatılı seramik matris kompozitler bir yana bırakılırsa genellikle mikron mertebesindeki seramik tanelerine veya tane sınırlarına müdahalede bulunarak geliştirilmektedir. Esas olarak malzeme bünyesindeki herhangi bir şekilde meydana gelmiş bir çatlakın yol açacağı kırılmanın önüne geçme veya çatlak ilerlemesini yavaşlatma gibi etkilerle kırılma tokluğunda göze çarpan bir artış sağlanabilmektedir. Genel olarak tokluk artırma mekanizmaları çatlak sapması, çatlak köprüleme, çatlak eğilmesi, parçacık takviyesi ve ikinci fazın etkisi olarak sınıflandırılabilir. [Honglai T. *et al*, 1998].

1.3.1 Çatlak Sapması

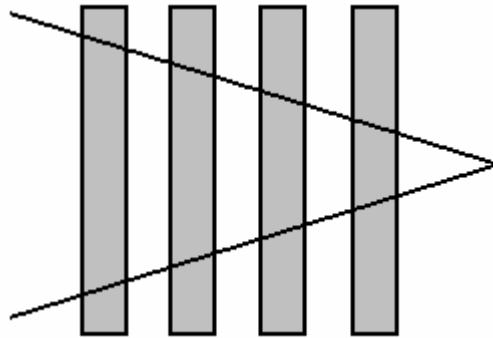
Birçok seramik malzemede tane sınırlarındaki kırılma enerjisi tanelerin kırılma enerjisinden daha düşüktür. Bir seramik materyale uygulanan herhangi bir kuvvet neticesinde eęer bu materyalde çatlak varsa, yükleme boyunca çatlak düşük enerjili tane sınırları boyunca ilerlemeyi tercih edecektir. Bu durumda tanelerin aldıkları şekil ve yönleri büyük önem kazanmaktadır. İlerleyen çatlak tane sınırlarında ne kadar çok yön deęiştirir (ki bu çatlığa verilen yönlendirme doğrultusunda gerçekleşecektir) ve engellerle karşılaşarsa sonuç her aşama sonunda toklukta bir artış olarak sonuçlanacaktır [Watchman, J.B].

Bahsi geçen mekanizma da, çatlak en çok saptırarak ve dolayısıyla ilerlemesini güçleştirecek tane yapısı dizaynının çatlakın ilerlemesine dik bir şekilde uzatılmış tane sınırlarındaki enerjiyi kırarak ilerlemesi şeklinde tariflenebilir.

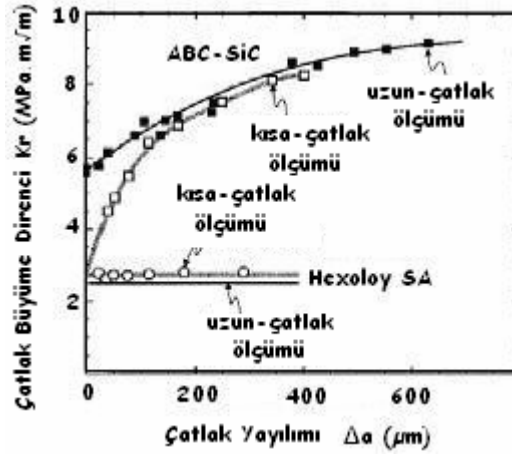
1.3.2 Çatlak Köprüleme

Çatlak köprüleme mekanizması temelde, ilerlemek için en az enerjili bölgeleri, tane sınırlarını veya tane içini tercih eden çatlak ucunun tanelerin yönelmesi ve parçacık takviyesi ile saptırılması/yönlendirilmesi ve bu parçacığın kırılma yüzeyleri arasında bağlayıcı görevi üstlenmesinden ileri gelmektedir. Her bir etkinin bu mekanizmaya destek olduğunu göz önüne getirirsek seramik malzemelerin kırılma tokluğunun belirgin olarak artacağı teorik olarak netlik kazanacaktır [Rice, R., 1983].

Şekil 1.1'de, malzeme bünyesinde ilerlemekte olan bir çatlakın tanelerin içinden geçmek yerine, daha az enerjili olan tane sınırlarını tercih ettiği gösterilmektedir. Bu durum, çatlak köprüleme mekanizmasının nasıl meydana geldiğini, ilerleyen bir çatlakın tanelerin etrafını kullanmayı tercih etmesiyle gösterilmektedir [Sherman *at al*, 1999].



Şekil 1.1: Çatlak Köprüleme Mekanizması



Şekil 1.2: Çatlak Yer Değiştirme Miktarına Bağlı Olarak Tokluğun Değişmesi

Şekil-1.2'de, malzemede oluşturulmuş bir çatlakın yer değiştirme miktarına bağlı olarak kırılma tokluğu değerlerinde farklı sonuçlar verdiğini göstermektedir. Bir SiC malzemesinde kısa çatlak için 0–400 μm 'lik bir çatlak ilerlemesine bağlı olarak kırılma tokluğu değeri 4 – 8 $MPa \sqrt{m}$ aralığında tespit edilirken, uzun çatlak için 0–600 μm 'lik bir çatlak ilerlemesine bağlı olarak kırılma tokluğu değerleri 6 – 9,5 $MPa \sqrt{m}$ aralığında gözlenmiştir. Yani mikroyapısında çatlak köprüleme mekanizmasının olmadığı Hexoloy için tokluk 2,5 $MPa \sqrt{m}$ iken, çatlak köprüleme mekanizmasının devreye girdiği ABC-SiC malzemesinde tokluk değerlerinin çatlak ilerlemesi ile arttığı görülmektedir [Lee S.G. *et al*, 2001].

1.3.3 Parçacık Takviyesi

Genellikle seramik kompozitlerde kullanılmakta olan yöntemde amaç, seramik bünyesinde homojen olarak karıştırılmış olan parçacıklarla malzeme veya kompozitin kırılma tokluğunu ve dolayısıyla mukavemetini artırmaktır. Parçacık takviyesi olarak metaller arası bileşimlerin veya ametal bileşimlerin seçildiği malzeme gurubunda avantaj, metaller arası malzemelerin yüksek sıcaklıklara karşın olan dayanımları ve düşük yoğunluklarından elde edilmektedir. Metaller arası parçacıklardaki plastik deformasyonun varlığı ve çatlak ilerlemesinde çatlakın yön değiştirmesini sağlamaları neticesinde kırılma tokluğu değerlerinde bir artış söz konusu olur [Watchman, J.B].

W.H. Tuan tarafından 1999 yılında yapılmış olan çalışmada, seramiklerin düşük kırılma tokluklarının ilave intermetalik parçacıklarla geliştirilebileceği üzerinde durulmuş, alümina seramik malzemenin 3,7 MPa \overline{m} değerindeki kırılma tokluğunun NiAl intermetalik fazının bünyeye eklenmesiyle artırılması yoluna gidilmiş ve sonuç olarak da 4,7 MPa \overline{m} değerinde bir kırılma tokluğu değerine ulaşılmıştır. NiAl'nin ergime noktası 1640 °C gibi yüksek bir sıcaklık değerindedir. Bu değer yüksek sıcaklıklarda kullanım kolaylığı sağlayan alümina malzeme için de idealdir. Buna ek olarak NiAl'nin oksidasyon direncinden dolayı da malzemedeki üstün özellikler ilave intermetalik fazın olumlu özellikleriyle daha da artmaktadır [Tuan W.H.. *et al*, 1999].

1.3.4 İkinci Fazın Etkisi

Seramik malzemelerde sıvı faz sinterlemesi veya kalsinasyon işlemi zayıf bir ara yüzeyin varlığında anizotropik bir şekilde ikinci bir faz büyümesi meydana gelmektedir. Makul boyutlarda kontrollü bir ortamda oluşan bünyedeki ikinci fazın olası bir çatlak ilerlemesindeki etkisi kaba bir tarifile çatlak sapması veya çatlak köprüleme olarak nitelendirilebilir. Öte yandan, oluşan ikinci fazla seramik malzeme arasındaki ısıl direnç farklılıkları soğuma esnasında ikinci fazla ana bileşen yüzeyleri arasında bir gerilim meydana getirecek, bu gerilim de sahip olduğu yüksek enerji nedeniyle çatlak ilerlemesinde bir bariyer görevi görecektir. Bu gibi bölgelerde genellikle bu gerilim depolanmış alanın çevresini dolaşmak isteyeceğinden hareketi kısıtlanan çatlak, sonuç itibarıyla kırılma tokluğu ve mukavemeti artırılmış olacaktır [Garvie, R. *et al*, 1975].

B. Yang ve X. M. Chen tarafından 2000 senesinde yapılan çalışmada $Nd_2Ti_2O_7$ ikinci fazının alüminanın kırılma tokluğu değeri olan 3,7 MPa \overline{m} , piezoelektrik ikinci fazın malzeme bünyesine eklenmesiyle 6,7 MPa \overline{m} gibi nispeten büyük bir değere ulaşmıştır. Piezoelektrik özellik gösteren $Nd_2Ti_2O_7$ fazı, darbe anında enerji deşarjı gösteren bir karaktere sahiptir. Bu özelliklerini kırılma tokluğu düşük alümina bünyesine eklendikten sonra da göstermeleri nedeniyle olumlu sonuçlara zemin hazırlamaktadır. Genel mekanizma, herhangi bir şekilde oluşmuş çatlakın devam etmesi durumunda malzemenin yırtılmanın önüne geçmesinde ihtiyaç duyduğu

absorbe edeceği enerjiye piezoelektrik ikinci faz sayesinde ulaşması olarak tariflenebilir [Yang B. *et al*, 1997].

1.4 Seramik Malzemelerin Üretimi

Seramikler, kristallenmeye uygun fazların çekirdeklenme ve kristal büyütme aşamalarından oluşan kontrollü kristalizasyon ile üretilen malzemelerdir. Bileşim ve ısıl işlem koşullarının uygun olarak seçilmesi şartı ile üretilen seramik malzemelerin mikroyapısında ince taneli ve düzenli dağılmış kristaller içeren bir yapının üretimi mümkündür. Değişik mühendislik uygulamaları için geliştirilen birçok seramik malzeme üretim yöntemi vardır. Bu üretim yönteminden başlıcaları asaltı döküm yöntemi, toz presleme yöntemi ve şerit döküm yöntemidir [Yılmaz Ş. *et al*, 1997].

1.4.1 Şerit Döküm Yöntemi

Şerit döküm yöntemi oksit ve oksit olmayan tozların şerit dökümü, elektronik altlıklar, kapasitörler ve sensörler gibi malzemelerin üretimi için kullanılmaktadır. Kusursuz bir şerit üretebilmek için, süreçler ve bileşenler iyi kontrol edilmelidir [Hellebrand, H.].

Şerit döküm yönteminde kullanılan doktor bıçağı metodu, ince seramik filmlerin geniş miktarlarda imalatı için düşük maliyetli bir işlemdir. Bu metotta inorganik tozlar bir bilyalı değirmende çözücü ve dağıtıcılarla birlikte karıştırılarak öğütülür. Bağlayıcı ve plastikleştiriciler süspansiyona ikinci karıştırma esnasında ilave edilirler. Homojen, iyi dağılmış ve yoğunlaştırılmış çamurun gazı giderilerek hareket eden bir taşıyıcı yüzeyine yayılması ile döküm gerçekleştirilir. Bu şekilde şekillendirilen filmde çözücüler kurutma ile uçurularak ayrılır. Şerit, uçurmadan sonra yeterli derecede mukavemetli ve tercih edilen şekilde olmalıdır. Isıl işlemin birinci adımında bağlayıcı ve diğer organik bileşikler uzaklaştırılır, ardından da organik yapı istenilen özelliklere uygun olarak sinterlenir.

Şerit döküm yönteminde çamura dışarıdan iğnemsiz taneciklerin eklenmesi de uygulamalar içerisinde [Duran, C *et al*, 2005]. Bu uygulamada iğnemsiz

taneciklerin yönlenmesi önemli bir kriterdir. Bu yönlenmede iğnemi taneciğin ilk konumu, çamurun reolojik özelliği ve şerit döküm parametreleri önemli yer tutmaktadır.

İğnemi taneciğin ilk konumu çamurun akış yönüne ne kadar paralel ise yönelme o kadar kolay olur ve bu yönlenmede iğnemi tanecikler birbirinden etkilenmezler. Başka bir deyişle; iğnemi taneciklerin akış yönü ile yaptığı açı sıfıra yaklaştıkça yönelme o kadar kolay olur.

Çamurun reolojik özellikleri bünyenin içinde bulunan çözücü, dağıtıcı, plastikleştirici, bağlayıcı, inorganik tozlar ve katkı maddeleri tarafından belirlenir. Buna bağlı olarak çamurun viskozitesi de çok önemlidir. İstenilen şekilde bir yönelme elde etmek için tüm iğnemi taneciklerin çamur tarafından sarılması gerekmektedir.

Şerit döküm parametresi olarak da iki ana faktörden bahsedilebilir. Bunlar, döküm hızı ve bıçak aralığıdır. Eğer döküm hızı artırılırsa kesme gerilimi de artacak ve sonuçta yönelme artacaktır. Ayrıca döküm sırasında bıçak aralığının daraltılması da aynı etki ile iğnemi taneciklerin yönelme oranını artırır [Roosen, A., 1988].

1.5 Projenin Amacı

Bu çalışmanın amacı saf anortit malzeme üretmek kaydıyla, müllit içermeyen anortit numune ve % 10 sabit müllit içeren anortit numunede müllit ilavesinin mikroyapı ve mekanik özelliklere etkisinin araştırılmasıdır.

DeneySEL çalışmalar ve titizlikle elde edilen deneySEL sonuçlar, anortit seramik malzemenin endüstriyel uygulama alanlarının tespiti ve bu alanların genişletilmesi amacıyla gerçekleştirilmiştir.

2. SERAMİKLERİN MEKANİK DAVRANIŞININ ÖLÇÜLMESİ

Seramik malzemeler maruz kaldıkları gerilimler altında metalik malzemelerin aksine bir plastik deformasyon davranışı sergilemeden kırılırlar. Seramik malzemeleri bu yönü ile metalik malzemelerden ayıran sebep, sahip oldukları kristal yapıları, metalik malzemelerin aksine kayma düzlemlerine yüksek sıcaklıklar haricinde sahip olmayışları ve atomları arasındaki iyonik ve kovalent bağların kuvvetli olmasından ileri gelmektedir.

Seramik malzemelerde kırılma katstrofik tip şeklinde adlandırılan herhangi bir uyarı olmaksızın gerçekleşen kırılma tipidir. Bünyesinde bir çatlğa sahip olan seramik malzemeler gerilim altında bu çatlğın büyümesine ve ilerlemesine engel olamaz ve kırılma meydana gelir. Kırılmanın başlamasına sebep olan çatlaklar yapıdaki gözenekler, tane sınırlarındaki çatlaklar, yüzeyde kopmuş taneler ya da yüzey kusurları olabilir. Öte yandan basma kuvvetleri altında ise bünyedeki hatalar ilerlemek yerine daha da kapanacaktır ve bu sebeple bu yük altında daha da fazla mukavemet göstereceklerdir.

Yüksek yoğunluğa sahip seramiklerin mukavemeti bünyede kırılmayı başlatan çatlğın büyüklüğüne, yerine ve malzemenin tokluğuna bağlıdır. Dolayısıyla benzer seramik ürünlerin gerilme mukavemetleri bünyelerdeki mikro çatlakların büyüklüğü, yerleri ve toklukları farklı olacağından değişkenlik göstermektedir. Bu ilişki Eşitlik 2.1’de matematiksel olarak ifade edilmiştir.

$$K=Y\sigma \sqrt{\pi a} \quad \square \quad \sigma = \frac{K}{Y \sqrt{\pi a}} \quad (2.1)$$

Burada K kırılma tokluğu, Y geometri faktörü, σ gerilme mukavemeti ve a çatlak boyudur.

Endüstriyel uygulamalarda seramik malzemeler bu özellikleri ile metalik malzemelere ve kompozit malzemelere göre daha kısıtlı bir kullanım alanına

sahiptirler. Ancak bir önceki bölümde açıklandığı üzere mikro yapıya belirli ölçütlerde kazandırılan dizaynlar ve gerilim altındaki davranışı doğudan veya dolaylı olarak etkileyecek müdahalelerle kırılma davranışında belirgin değişimler elde edilebilir ve kullanım alanlarında bir artış sağlanabilir [Üstündağ C.B., 2003].

2.1 Eğme Mukavemeti

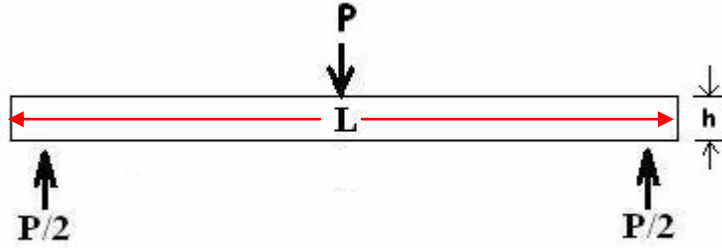
Eğme testlerinin basit ve düşük maliyetli oluşu bu testleri seramikler için oldukça popüler hale getirmiştir. Eğme testlerinde genellikle dikdörtgen veya dairesel kesitli çubuklar kullanılmaktadır. Eğme kuvveti altındaki çubuğun içerisinde herhangi bir noktanın gerilimi o noktanın çubuğun nötral eksenine olan uzaklığıyla doğru orantılıdır ve çubuktaki gerilim Eşitlik 2.2 ile hesaplanabilir.

$$\sigma = \frac{My}{I} \quad (2.2)$$

Bu eşitlikte M eğme momentini, y nötral eksenden uzaklığı, σ gerilimi ve I alanın ikinci momentini vermektedir.

Yüksekliği ve genişliği h ve d olan dikdörtgen kesitli bir numunede maksimum gerilmenin hesaplanması için aşağıdaki formül elde edilmektedir [Üstündağ C.B., 2003].

$$\sigma_{\max} = \frac{3PL}{2h^2d} \quad (2.3)$$



Şekil 2.1 Üç-nokta-eğme testi

2.2 Sertlik

Sertlik, malzemenin çentiklenmesine gösterdiği dirençtir. Bu durum malzemenin gerilime karşı vermiş olduğu dirençle ilişkilidir. Yani malzemenin mekanik özelliği ne kadar iyi olursa yükün etkisi altında deforme olan kısım artan sertliğe bağlı olarak daha da azalacaktır. Seramik malzemelerin sertlikleri, malzemenin teknik özelliklerine, mikro yapılarına ve faz durumlarına göre farklılık göstermektedir.

Vickers sertlik testi kare tabanlı ve 136° açı yapan bir prizma kullanılarak çentik açma esasına dayanır. Sertlik, yükün izin yüzey alanına bölünmesiyle hesaplanır. Pratikte izin yüzey alanı izin köşegeninin uzunluğunun ölçülmesi ve trigonometrik bağlantılarla hesaplanması ile sertlik elde edilir.

$$H_v = \frac{2P \sin(\theta/2)}{d^2} = \frac{1.854 P}{d^2} \quad (2.4)$$

Bu denklemden P uygulanan yük (Kg), d ortalama köşegen uzunluğu (mm), θ prizma açısıdır (136°) ve H_v elde edilen Vickers sertlik değeridir (kg/mm^2) [Dieter, G., Mechanical Metallurgy].

Ancak denklem seramik malzemeler üzerinde çalışan teorisyenler tarafından uygulanan yükün izin iz düşüm alanına bölünmesiyle hesaplanan şekliyle kullanılır.

$$H = \frac{2F}{d^2} \quad (2.5)$$

Bu denklemde F uygulanan yük (N) ve H elde edilen Vickers sertlik değeridir (N/mm²) [Dieter, G., Mechanical Metallurgy].

2.3 Kırılma Tokluğu

Seramik malzemelerin kırılma toklukları düşüktür (1–3 MPa $\sqrt{\text{m}}$). Bu nedenle kırılmanın başlangıç noktası olabilecek malzeme bünyesindeki tanelerin büyük oluşu, yüzeydeki poroziteler, yüzey hataları gibi unsurlar önem kazanmaktadır.

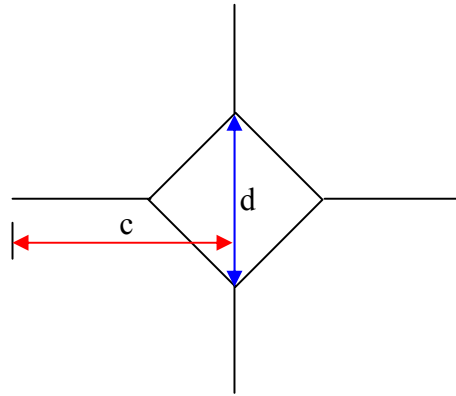
Seramik malzemelerin kırılma tokluklarını hesaplamak için çeşitli yöntemler söz konusudur. Başlıcaları:

- Çentik çatlak uzunluğu / kırılması (Indentation crack length)
- Çentikli mukavemet (Indentation strength – IS)
- Chevron çentikli eğme numunesi (Chevron notch bend specimen – CNB)
- Çiftli kiriş (Double cantilever beam – DCB)
- Ön çatlaklı kiriş (Single edge precracked beam – SEPB)

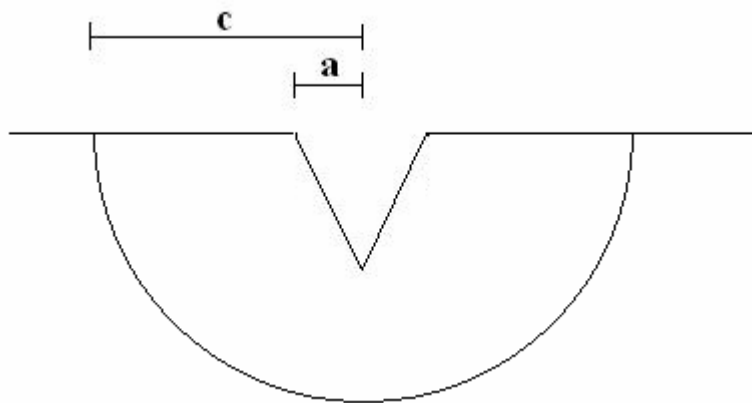
2.3.1 Çentik Çatlak Uzunluğu

Vickers mikro sertlik cihazı ile çentik çatlak uzunluğu ölçümü basit ve düşük maliyetli olması sebebiyle daha çok tercih edilen bir yöntemdir. Çentik çatlak uzunluğu yöntemi kullanılarak yapılan tokluk ölçümleri için literatürde birçok bağıntı öne sürülmüştür. Bağıntılar aynı malzemeler içerisinde dahi farklı sonuçlar ortaya koymuştur. Daha sonrasında bağıntılar iki farklı çatlak oluşumu üzerinde yoğunlaştırılmıştır. Yüke bağlı yarım daire şeklindeki radyal “half-penny” çatlak sistemidir. Diğeri ise palmiye şekilli “Palmqvist” çatlak sistemidir. Vickers çentik

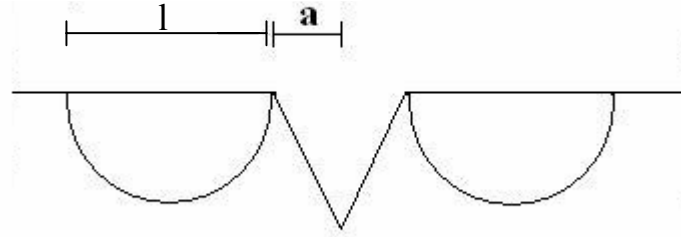
testi sonucu oluşan çatlak izi Şekil 2.2’te verilmiştir. Radyal ve Palmqvist sistemleri Şekil 2.2 ve Şekil 2.3’te gösterilmiştir [Batista S.A.F., 2001].



Şekil 2.2 Vickers çentik testi sonucu oluşan çatlak izi



Şekil 2.3 Radyal çatlak sistemi



Şekil 2.4 Palmqvist çatlak sistemi

Eşitlik 2.6'da radyal çatlak sisteminin var olduğu malzemenin kırılma tokluğu, 2.7'de ise palmqvist çatlak sisteminin var olduğu malzemeye ait kırılma tokluğu hesaplanmaktadır. Genel olarak eğer çatlak $c < 3,5a$ 'yı sağlıyor ise Palmqvist, $c >> a$ 'yı sağlıyor ise radyal çatlak sistemi olduğu kabul edilir.

$$K_c = 0.016 [(E/H)^{1/2} F] / [c^{1.5}] \quad (\text{Radyal}) \quad (2.6)$$

$$K_c = 9.052 \cdot 10^{-3} H^{3/5} E^{2/5} d l^{-1/2} \quad (\text{Palmqvist}) \quad (2.7)$$

Burada;

E = Elastik modül

H = Vickers testinde ölçülen sertlik

F = Uygulanan kuvvet

c = Çentik merkezinden çatlak ucuna kadar olan mesafe

l = Çentik ucundan çatlak ucuna kadar olan mesafe

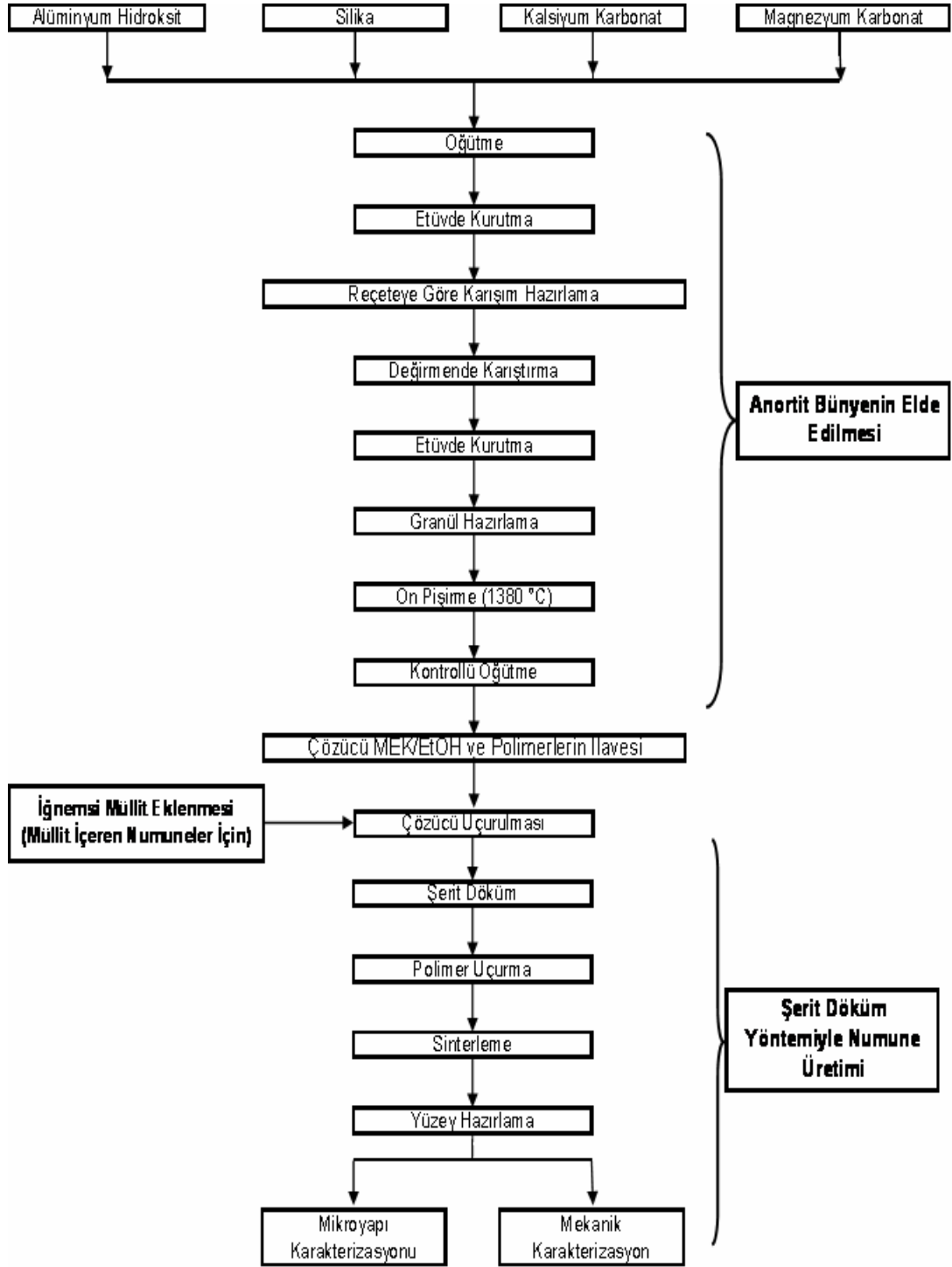
d = Çentik izi köşegen uzunluğu

a = Çentik izi yarı köşegen uzunluğu (=d/2)

K_c = Kırılma tokluğu

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Deneysel çalışmalar bölümünün ilk kısmında, seramik numune olarak kullanılan anortit seramik malzemesinin eldesi, şerit döküm yöntemi ile müllit içeren ve içermeyen anortit numunelerin üretimi açıklanmıştır. Ardından üretilen numunelerin mikro yapı ve mekanik karakterizasyonu için yapılan çalışmalar özetlenmiştir. Mikro yapı karakterizasyonu için yoğunluk ölçümleri, X ışını kırınım analizleri ve SEM görüntüsü analizleri, mekanik karakterizasyon için de elastik modül, mukavemet, sertlik ve tokluk ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Anortit malzemenin üretim safhaları Şekil 3.1 de gösterilmektedir.



Şekil 3.1 Müllit içeren ve içermeyen anortit numunelerin üretim süreci

3.1 Anortit Bünyenin Elde Edilmesi

3.1.1 Kullanılan Hammaddeler ve Karıştırılması

Anortit seramik malzemesinin üretiminde ticari yollarla elde edilen Silika (Eczacıbaşı, Doğa Mimeral), $Al(OH)_3$, $CaCO_3$ ve $MgCO_3$ (Merck KgaA, Almanya) hammaddeleri belirli oranlarda kullanılmıştır. Bu hammaddelerden $Al(OH)_3$, silika ve $CaCO_3$ yüksek tane boyutuna sahip olduğu için değirmende öğütme işlemine alınmıştır. Değirmende öğütme işlemi için ağırlıkça % 25 oranında ve 5 mm çapında küçük alümina, % 25 oranında ve 20 mm çapında büyük alümina ve % 50 oranında ve 10 mm çapında orta büyüklükte alümina bilyeler kullanılmıştır. Ortalama 60 saatlik öğütme süresinin ardından gelinen tane boyutu her bir hammadde için 4,8 μm olarak ölçülmüştür.

3.1.2 Anortit Üretimi

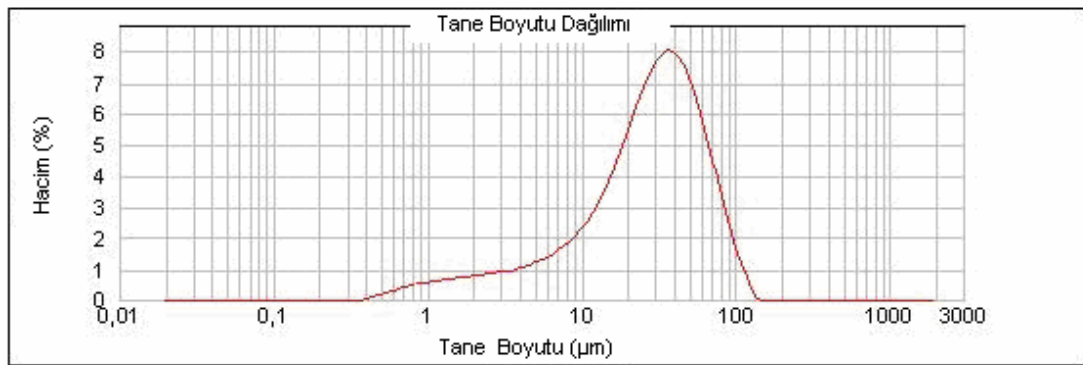
Anortit malzemenin eldesi için gerekli olan hammaddeler, belirli ağırlıkça oransal birleşimden sonra alümina bilyeler vasıtasıyla homojenliğin sağlanması için karıştırıldı. 800 gramlık karışım, 1 litre saf su ve 1 kg ağırlığındaki alümina bilyeler ile birlikte 350 dev/dak dönme hızında 3 saat boyunca değirmende karıştırılmıştır. Karışım daha sonra 53 μm 'lik elekten geçirilerek etüve alınmak üzere kaba koyulmuştur.

Etüv ortamında 104 °C'de 12 saat bekletilen ve etüvden alınan karışım 1380 °C'de 3 saat boyunca pişirildi. Bu önpişirme işlemine 723 gr olarak alınan karışımın ağırlığı önpişirme işlemi sonrasında 620 gr olarak tartılmıştır. Önpişirme sonrasında elde edilen toz ana faz olarak anortit ($CaO \cdot Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$) kristalleri ile az miktarda cam faz içermektedir. Şekil 3.2'de önpişirilmiş karışıma ait X ışını kırınım analizi verilmiştir.

A--Anortit, (JCPDS card # 41-1486)

Şekil 3.2: 1380 °C'de önpişirilmiş karışımın X ışını kırınım analizi

Eldesi gerçekleşen anortit toz, tane boyutunun istenen düzeye gelmesi için değirmende bir öğütme işlemine daha tabi tutulmuştur. İlk etapta tane boyutu incelenen toza ait boyutların istenen tane boyutundan fazla olduğu tespit edilmiştir. Yapılan analiz sonrasında ölçülen başlangıç tane boyutu ortalama 30 µm boyutunda ve geniş bir dağılıma sahipti. Başlangıç tozuna ait tane boyutu dağılımı grafiği Şekil 3.3'te gösterilmektedir.



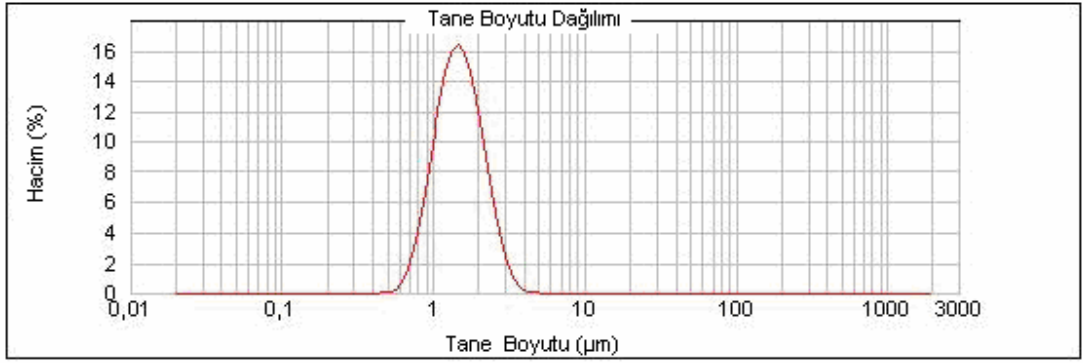
$$d(0,1)=4,603 \mu\text{m}$$

$$d(0,5)=28,704 \mu\text{m}$$

$$d(0,9)=66,888 \mu\text{m}$$

Şekil 3.3: Elde edilen anortit tozun başlangıç tane boyutu dağılımı

İstenen tane boyutuna ulaşmak için anortit toz kontrolü öğütme işlemine alındı. Öğütme işlemi için karışımda 3 mm çapında zirkonya bilye ve saf su kullanıldı. Kontrol altında gerçekleştirilen öğütmenin sonunda istenen tane boyutlarına ulaşılmıştır. Burada küçük tane boyutu ve büyük tane boyutu olarak iki grup anortit tozun eldesi hedeflenmiş ve öğütme sonunda da bu hedeflere ulaşılmıştır. Yapılan ölçümler sonucunda küçük taneli anortit tozun tane boyutunun ortalama 1,5 µm ve büyük taneli anortit tozun tane boyutunun ortalama 3 µm tespit edilmiştir. Ölçülen tane boyutlarına ait dağılım grafikleri Şekil 3.4'te ve Şekil 3.5'te gösterilmektedir. Toz büyük taneli boyuta ulaşincaya dek 72 saat, küçük taneli boyuta ulaşincaya dek de 96 saat boyunca öğütülmüştür.

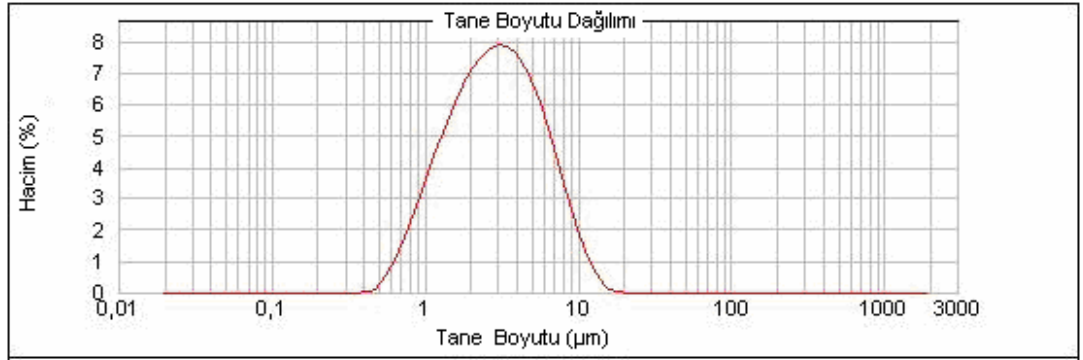


$$d(0,1)=0,936 \mu\text{m}$$

$$d(0,5)=1,484 \mu\text{m}$$

$$d(0,9)=2,361 \mu\text{m}$$

Şekil 3.4: Küçük tane boyutlu anortit tozun tane boyutu dağılımı



$$d(0,1)=1,114 \mu\text{m}$$

$$d(0,5)=2,884 \mu\text{m}$$

$$d(0,9)=7,068 \mu\text{m}$$

Şekil 3.5: Büyük tane boyutlu anortit tozun tane boyutu dağılımı

3.2 Şerit Döküm Yöntemiyle Numune Üretimi

3.2.1 Anortit Yaş Kütle Üretimi

Elde edilmiş olan küçük ve büyük tane boyutuna ait tozlar kullanılarak eş zamanlı olarak numune üretimi gerçekleştirilmiştir. Küçük tane boyutuna sahip tozlarla başlanan müllit içermeyen numuneler TK0, büyük tane boyutuna sahip tozlarla başlanan müllit içermeyen numuneler ise TB0 olarak adlandırılmıştır.

Proseste 20 gr anortit toz için bağlayıcı ve dağıtıcı görevi gören ağırlıkça % 9,3 oranında 1,86 gr PVB (Polivinil Bütral), plastikleştirici görevi gören ağırlıkça % 6,7 oranında 1,34 gr BBP (Benzil Bütil Ftaholat) ve plastikleştirici görevi gören ağırlıkça % 1,9 oranında 0,38 gr Peg 400 (Polietil Glikol) kullanılmıştır. Toz karıştırma işleminde bu kimyasallarla % 66 Metiletilketanol ve %34 Etanol içeren alkol karışımı kullanılmıştır.

İlk etapta 20 gr'lık anortit tozların dağıtma işlemi gerçekleştirildi. Bu işlemde dağıtıcı olarak 0,05 gr PVB kullanıldı. 20 gr anortit, 0,05 gr PVB ile birlikte 40 ml MEK/EtOH karışımı içerisinde 350 dev/dak dönme hızında 24 saat boyunca 3 mm'lik 160 gr zirkonya kürelerle değirmende karıştırıldı. 24 saatlik karıştırma işleminin sonunda anortit çamuru yukarıda miktarları verilen kimyasallarla beraber hot-plate ünitesinde 200 dev/dak dönme hızında çevrilmeye bırakıldı. Bu çevrimin öncesinde bahsi geçen kimyasallar yaklaşık 30 ml MEK/EtOH karışımı içerisinde yarım saat boyunca çözündürüldü.

Hot-plate ünitesinde bal kıvamına gelen çamur, şerit döküm ünitesinde cam plaka üzerine 15 cm/sn hızla döküldü. Döküm sonrasında şerit, cam plaka üzerinde alınarak döküm yönündeki kenar uzunluğu 3,5 cm olacak şekilde 3,5x3 cm² ebadında kesilerek ortalama 50 tabaka üst üste konuldu ve 30 MPa basınç altında 15 dakika süreyle bekletildi ve presten alınarak belirli bir genişlikte kesildi. Kesilen numunelerden çamuru şekillendirmek için kullanılan polimerleri uzaklaştırmak için numunelere ısı işlem uygulandı. Polimerin sıcaklıkla birlikte uçarken numunede çatlak oluşturmaması için sıcaklık çok yavaş ve kademe kademe verildi. Buna göre oda sıcaklığından 250 °C'ye 50 °C/saat ile, 250 °C'den 275 °C'ye 30 °C/saat ile ve son olarak 275 °C'den 600 °C'ye 45 °C/saat ısıtma hızları ile çıkılıp her bir kademe 1 saat bekleme süresi verilmiştir. Soğuma işlemi 100 °C/saat hızında yapılmıştır. Uçurma işleminin sonrasında ağırlıklar tekrar ölçüldü ve % 20'lik bir ağırlık kaybının olduğu tespit edildi. Bu kayıp numunelerden ayrılan polimerlere aittir.

3.2.2 Müllit İçeren Anortit Yaş Kütle Üretimi

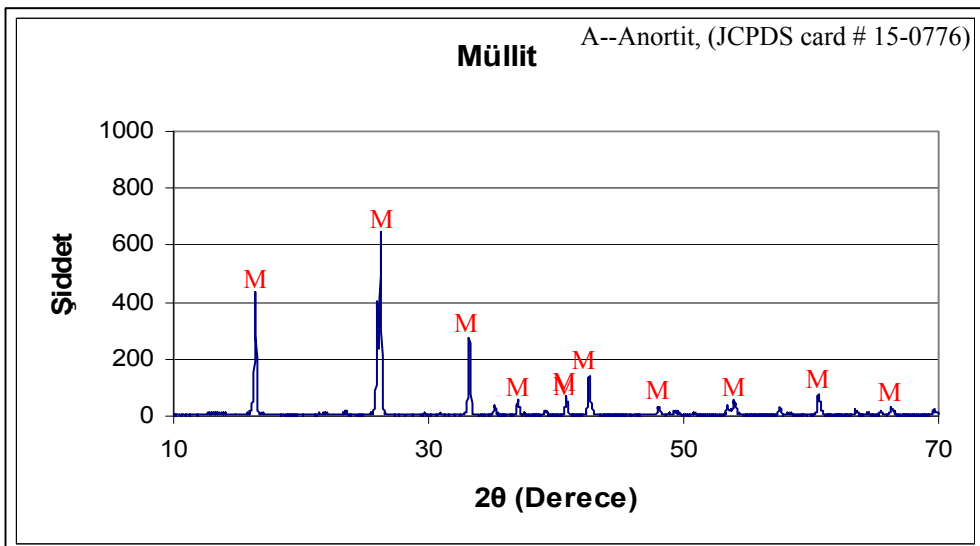
Bu proseste herhangi bir değişiklik yapmadan bünyesinde şerit döküm vasıtasıyla yönlendirilmiş iğnemsiz müllit ($3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$) tanecikler bulunduran

numuneler de üretilmiştir. Küçük tane boyutuna bağlı tozlarla başlanan ve müllit içeren numuneler TK10, büyük tane boyutuna sahip tozlarla başlanan ve müllit içeren numuneler ise TB10 olarak adlandırılmıştır. Numune üretiminde çamur hot-plate ünitesine alındıktan sonra bünyeye anortit tozun ağırlıkça % 10'u olacak şekilde iğnemsiz müllit tanecikler eklenmiştir ve müllit içeren çamur bal kıvamına geldiğinde şerit döküm yöntemiyle dökümü gerçekleştirilmiştir. Müllitlerin iğnemsiz oluşu ve çamur bünyesindeki plastikleştiricilerin etkisiyle müllit tanecikleri döküm yönünde yönlendirilmiştir.

Kullanılan iğnemsiz müllitler 25–100 μm boyutundadır. Müllitlerin iğnemsiz yapısını ve yaklaşık boyutunu gösteren Resim 3.1 aşağıda verilmiştir. Buna ek olarak müllitlerden alınan X ışını kırınım analizinde de yapının müllit olduğu teyit edilmiştir (Şekil 3.6).



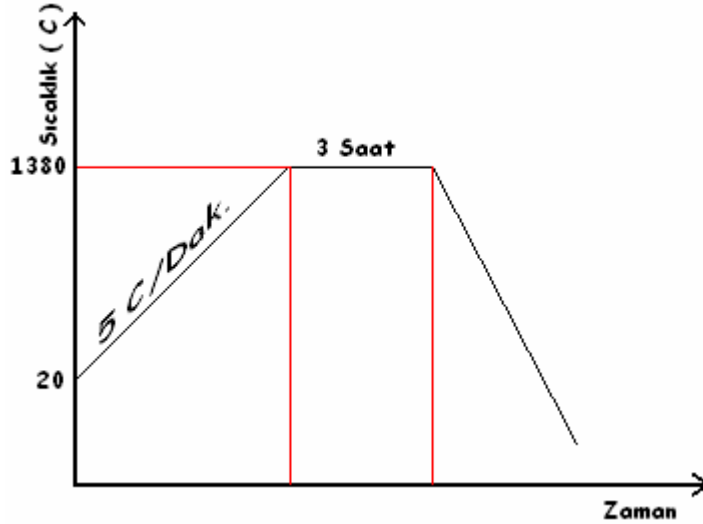
Resim 3.1: 500 X büyütmede gözlemlenen müllit tanecikleri



şlemi ilk
rilmiştir.

Kullanılan sıcaklıklar 1320 °C, 1340 °C, 1360 °C, 1380 °C ve 1400 °C'dir. Her bir ısıl işlemden numuneler 3 saat boyunca belirli olan sıcaklıkta sinterlenmiştir.

Bu sıcaklıklarda sinterlenen küçük taneli ve büyük taneli anortit tozlarının elastik modülleri ses rezonans cihazından, yoğunlukları da Archimed metoduyla hesaplanarak uygun sinterleme sıcaklıkları tespit edilmiştir. Müllit içeren numunelerin sayıca az olmasından ötürü numunelerden alınan küçük parçacıklar da belirlenmiş olan sıcaklık aralıklarında sinterlenmiş ve Archimed metodu ile yoğunlukları ölçülmüştür. Buna göre en uygun sinterleme sıcaklığı 1380 °C olarak tespit edilmiş ve bu şekilde kayıtlara geçirilmiştir. 1380 °C'de gerçekleşen sinterleme ısıl rejimi Şekil 3.7'de gösterilmiştir.



Şekil 3.7: Sinterleme ısıl rejimi

3.3 Mekanik Karakterizasyon

3.3.1 Elastik Modül Ölçümleri

Elastik modül ölçümüne alınacak numuneler 180 mesh'ten 1200 mesh'e kadarki aralıklarda zımparalandı ve paralellikleri ile kalınlığı her noktada aynı olacak şekilde dikdörtgen prizma şekline getirildi. Ardından da 3 µm'lik elmas pasta kullanılarak bütün numune yüzeyi parlatıldı. Elastik modül ölçümleri ASTM C1259–

94 standartlarına uygun şekilde yapılmış ve ölçümlerde Grindo Sonic Mk5 rezonans frekans cihazı kullanılmıştır.

3.3.2 Üç Nokta Eğme Deneyi İle Mukavemet Ölçümleri

1380 °C de sinterlenmiş her bir müllitsiz ve ağırlıkça % 10 müllit içeren anortit numunelerin, ASTM C 1161 – 90 standardı gereğince üç nokta eğme testine tabi tutularak mukavemet değerleri tespit edilmiştir. Mukavemet ölçümlerinde yükleme hızı 0,25 mm/dakika, çeneler arası mesafe de 25 mm olarak kullanılmıştır. Kırılma yükü kaydedilen maksimum yük olarak belirlenmiş, Eşitlik 2.3 kullanılarak mukavemet değerlerine ulaşılmıştır.

3.3.3 Mikro Sertlik – Çatlak Boyu Ölçümleri

Mukavemet ölçümlerinin ardından kırılan müllitli ve müllitsiz anortit numuneler bakalite alındı ve zımparalama/parlatma işlemini için hazırlandı. Bu safhada amaç, parlak ve kusursuz bir yüzeyin eldesidir. Numuneler 3 µm'lik elmas pasta ile parlatıldı ve son olarak yüzeyin çiziksiz ve hatasız olduğundan optik mikroskop yardımıyla emin olunan numuneler mikro sertlik testine tabi tutuldu.

Parlatma işlemi tamamlanmış numunelerin mikro sertlik değerleri İnstron Wolpert Testor 2100 marka Vickers çentik cihazı kullanılarak bulunmuştur. Cihaz bir bilgisayar vasıtasıyla kontrol edildiğinden çentik sonrası hem çentik izine bağlı kalarak sertlik değeri, hem de çentik sonrasında oluşan çatlak boyları ölçülebilmektedir. Tüm numuneler 0,5 kg ağırlığından 20 kg ağırlığına kadar her ağırlıkta en az beş kez mikro sertlik ölçümüne alındı ve ölçüm sonunda hem mikro sertlik değeri hem de her bir eksenindeki çatlağın uzunluğu ölçüldü.

Ölçüm sonrası numuneler tekrar 3 µm'lik elmas pasta ile parlatılarak çatlakların radyal mı yoksa palmqvist yapıda mı olduğu incelendi.

3.4 Yapı Karakterizasyonu

3.4.1 Yoğunluk Ölçümü

Sinterlenen çubuk şeklindeki numunelerin yoğunlukları Archimed yöntemiyle sulu ortamda ölçülmüştür. Bağıntıya bağlı kalarak numunelerin ilk etapta kuru ağırlıkları ölçülmüş, ardından 24 saat sulu ortamda bekletildikten sonra ıslak ağırlıkları ve su içerisinde ağırlıkları tespit edilmiştir. Eşitlik 3.1 kullanılarak yoğunluklar hesaplanmıştır.

$$d = \frac{W_{\text{kuru}}}{W_{\text{sat}} - W_{\text{sus}}}$$

(3.1)

Eşitlikte W_{kuru} numunenin kuru ağırlığı, W_{sat} numunenin ıslak ağırlığı ve W_{sus} da numunenin su içerisindeki ağırlığıdır.

3.4.2 X Işını Kırınım Analizi

Sinterleme sonrasında anortit yapısını ve numunelerde mevcut bulunan iğnemi müllit tanelerinin mevcudiyeti ve yönlenmiş oluşları X ışını kırınım analizi ile tespit edilmiştir. X ışını kırınım analizinde 10° - 70° aralığı, 2 der/dak hızında taranmıştır. Bu çalışmada grafit monokromatorlu Rigaku 2000 marka X ışını kırınım difraktometresi kullanılarak analizler gerçekleştirilmiştir.

3.4.3 SEM İle Mikroyapı Analizi

Mikro sertlik değerlerinin ölçümünün akabinde aynı numuneler yüzeyin kusursuzluğunu korumak amacıyla tekrar $1 \mu\text{m}$ 'lik elmas pasta ile kadife yüzeyde parlatıldı. Bu parlatma işleminin sonrasında bakalite alınmış numuneler % 5'lik HF asit çözeltisi içerisinde 3 dakika süreyle kimyasal dağlanma işlemine tabi tutulmuştur. Dağlanma işleminden sonra yüzey iletkenliğin gerçekleşebilmesi amacıyla vakum ortamında altın ile kaplanmıştır. Numunelere ait tüm görüntüler Philips XL 30S marka taramalı elektron mikroskobu kullanılarak alınmıştır.

4. DENEYSEL SONUÇLAR

4.1 Giriş

Bu bölümde laboratuvar ortamında şerit döküm yöntemi ile elde edilmiş olan anortit malzeme ve müllit eklenmiş anortit malzemenin kırılması esnasında kırılma mekanizmasına müllitin etkilerini araştırmak amacıyla gerçekleştirilmiş olan deneyler ve bu deneylerden elde edilmiş sonuçlara ait yorumlara değinilecektir.

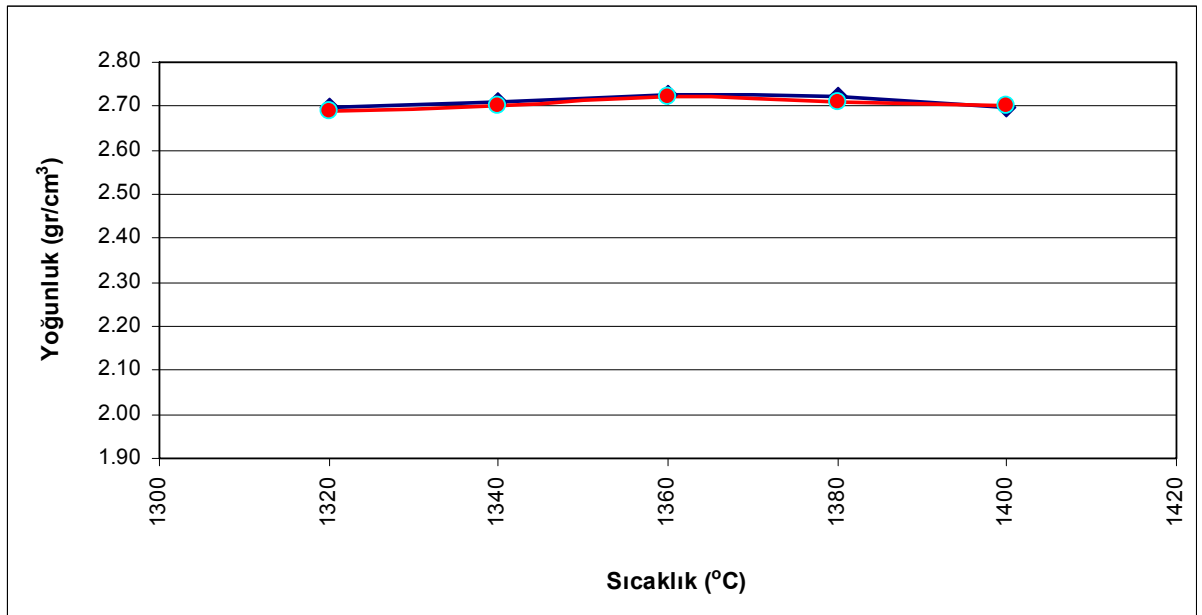
Deneyisel çalışmalarda üretilen saf anortit seramik malzeme şerit döküm yöntemiyle üretilmiş olup aynı üretimde anortit numunelerden bir kısmına da iğnemsiz müllit parçacıklar eklenmiştir. Numunelerin eldesinden sonraki aşamada da 1320 °C, 1340 °C, 1360 °C, 1380 °C ve 1400 °C’de sinterlenmiş numunelerin elastik modülleri ve yoğunlukları hesaplanmış olup sinterleme sıcaklıkları içerisinde yoğunluk ve elastik modül olarak en yüksek değere ulaşmamızı sağlayan 1380 °C’de, anortit ve müllit içeren anortit numuneler sinterlenmiştir. Bu numuneler üzerinde mukavemet ölçümü, Vickers çentik cihazında sertlik ve tokluk ölçümü ve SEM’de görüntü alma işlemleri gerçekleştirilmiştir.

4.2 Sinterleme Sıcaklığının Etkisi

1320 °C, 1340 °C, 1360 °C, 1380 °C ve 1400 °C’de sinterlenmiş anortit numunelerin ve müllit içeren anortit numunelerin yoğunlukları Archimed metoduyla hesaplanmıştır. Bu yöntemle elde edilmiş numune yoğunluk değerleri Tablo 4.1’de ve yoğunluk/sıcaklık eğrileri Şekil 4.1’de verilmiştir. Görüldüğü üzere sinterleme sıcaklığının yoğunluk üzerine etkisi son derece sınırlıdır ve tüm numunelerde % 97’nin üzerinde yoğunlaşma sağlanmıştır. TK0 ve TB0 numunelerinin yoğunlukları birbirine çok yakın olmakla birlikte Şekil 4.1’e bakıldığında TK0 numunelerinin çok az da olsa daha iyi sinterlendiğini söylemek mümkündür.

Tablo 4.1: Müllitsiz küçük ve büyük taneli anortit numunelere ait ortalama yoğunluklar

| Sıcaklık (°C) | Ortalama Yoğunluk (gr/cm ³) | |
|------------------|---|------|
| | TK0 | TB0 |
| 1320 | 2,70 | 2,69 |
| 1340 | 2,71 | 2,70 |
| 1360 | 2,73 | 2,72 |
| 1380 | 2,72 | 2,71 |
| 1400 | 2,70 | 2,70 |

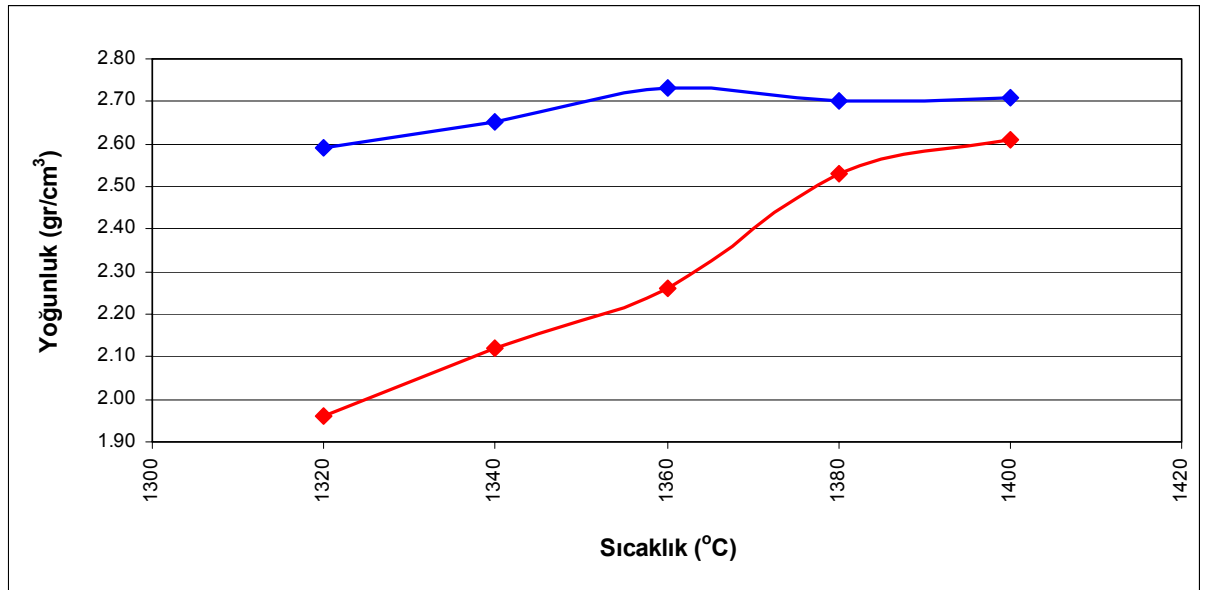


Şekil 4.1: Müllitsiz küçük ve büyük taneli anortit numunelere ait karşılaştırmalı yoğunluk/sıcaklık eğrileri (— TK0, — TB0)

Kısıtlı sayıda olmasından ötürü müllit içeren anortit numunelerden kesilen küçük parçalar da 1320-1400 °C aralığında sinterlenmelerinin ardından Archimed metoduyla yoğunlukları ölçülmüştür. Bu numunelere ait yoğunluk değerleri Tablo 4.2’de ve yoğunluk/sıcaklık eğrileri Şekil 4.2’de verilmiştir. Görüldüğü üzere TK10 için 1360 °C’a kadar yoğunlukta bir artış görülmekte ve daha sonra plato yapmaktadır. Karışımlar kuralı kullanılarak müllit içeren anortit numunelerin yoğunlukları hesaplandığında 2,79 gr/cm³ bulunmaktadır. Buna göre TK10 numunelerinde % 96’nın üzerinde yoğunluğa ulaşılmıştır. Bu değer yine de müllit içermeyen numunelerin yoğunlaşma oranlarının altında kalmaktadır. Ancak TB10 numunelerinde verilen sıcaklık aralığında aynı yoğunluklara ulaşamamış, maksimum yoğunluk 2,61 gr/cm³ değerinde kalmıştır.

Tablo 4.2: Müllitli küçük ve büyük taneli numunelere ait ortalama yoğunluklar

| Sıcaklık (°C) | Ortalama Yoğunluk (gr/cm ³) | |
|---------------|---|------|
| | TK10 | TB10 |
| 1320 | 2,59 | 1,96 |
| 1340 | 2,65 | 2,12 |
| 1360 | 2,73 | 2,26 |
| 1380 | 2,70 | 2,53 |
| 1400 | 2,71 | 2,61 |

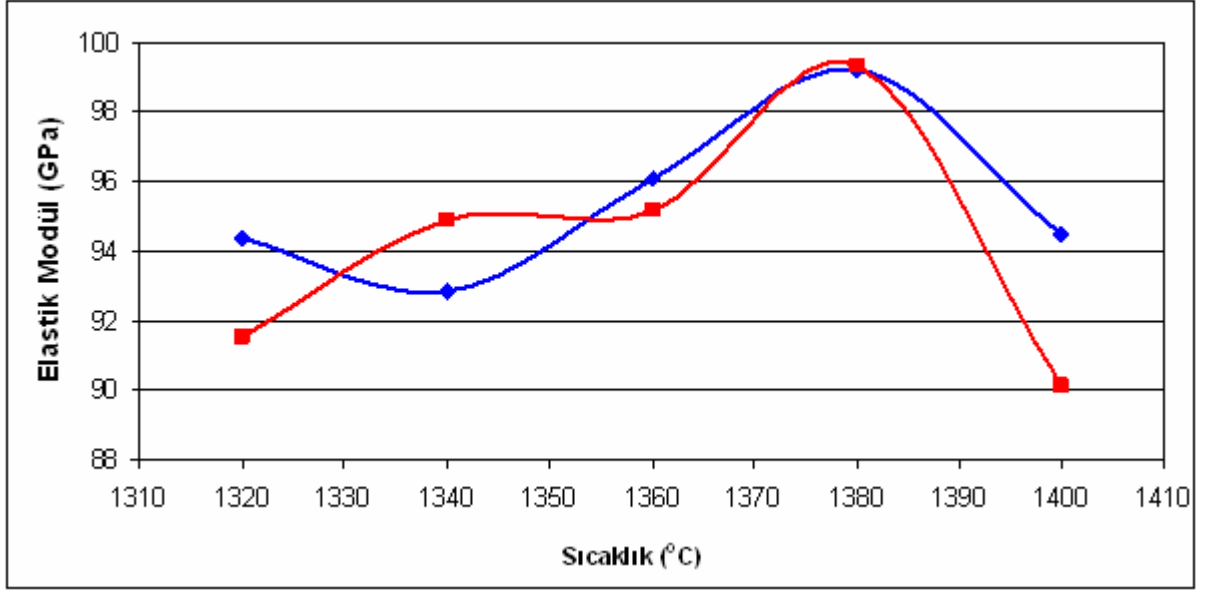


Şekil 4.2: Müllitli küçük ve büyük taneli numunelere ait karşılaştırmalı yoğunluk/sıcaklık eğrileri (— TK10, — TB10)

1320-1400 °C aralığında sinterlenen TK0 ve TB0 numunelerinin elastik modül ölçümleri de gerçekleştirilmiştir. Bu ölçümlerden elde edilen değerler Tablo 4.3'te ve bu değerlere ait eğriler Şekil 4.3'te gösterilmektedir. Her iki malzeme için de elastik modülü 1380 °C'de en yüksek değerine ulaşmakta ve ardından azalmaktadır.

Tablo 4.3: Müllitsiz küçük ve büyük taneli büyük numunelere ait elastik modül değerleri

| Sıcaklık (°C) | Elastik Modül (GPa) | |
|---------------|---------------------|------|
| | TK0 | TB0 |
| 1320 | 94,4 | 91,5 |
| 1340 | 92,9 | 94,9 |
| 1360 | 96,0 | 95,2 |
| 1380 | 99,2 | 99,3 |
| 1400 | 94,5 | 90,1 |



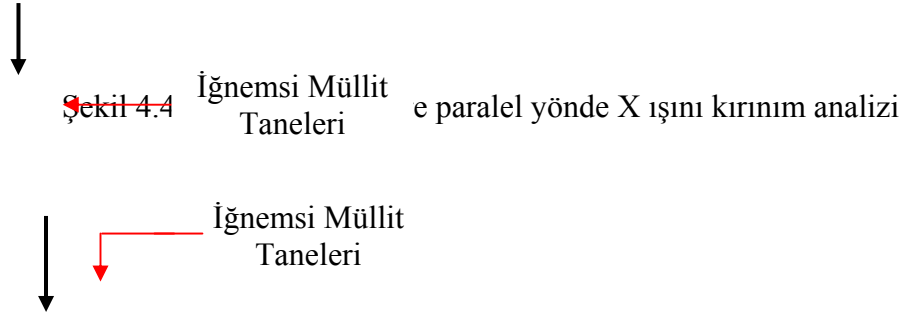
Şekil 4.3: Müllitsiz küçük ve büyük taneli anortit numunelere ait karşılaştırmalı elastik modül/sıcaklık eğrileri (— TK0, — TB0)

1320 °C'den 1400°C'ye kadarki sıcaklık aralığında sinterlenen müllit içeren ve içermeyen anortit numunelerin sıcaklık/yoğunluk ve sıcaklık/elastik modül grafikleri incelenmiştir. Bu incelemenin sonucunda en iyi sonuçların bileşiminin 1380 °C'de elde edildiği gözlemlenmiştir. Bu gözlem doğrultusunda müllit içeren ve içermeyen küçük ve büyük taneli anortit numuneler 1380 °C'de sinterlenmiştir.

4.3 X Işını Kırınım Analizi Sonuçları

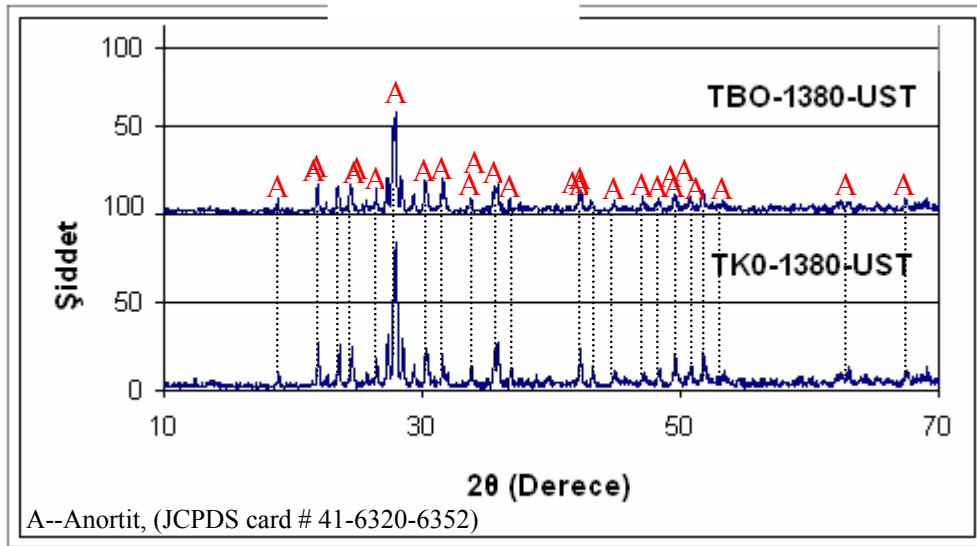
1380 °C'de sinterlenmiş her grup numuneden bir örnek X ışını kırınım analizine tabi tutulmuştur. Şekil 4.6'da müllit içermeyen küçük taneli (TK0) ve büyük taneli (TB0) numunelere ait sonuçlar gösterilmektedir. Bu şekillerden görüldüğü gibi anortit oluşumu tamamlanmıştır ve yapıda farklı bir faza rastlanmamıştır.

Müllit içeren küçük taneli (TK10) ve büyük taneli (TB10) numuneler ise hem müllit tanelere dik yönde hem de müllit tanelere paralel yönde X ışını kırınım analizine tabi tutulmuşlardır. Şekil 4.4 ve 4.5 X ışını kırınım analizlerini şematik olarak göstermektedir.

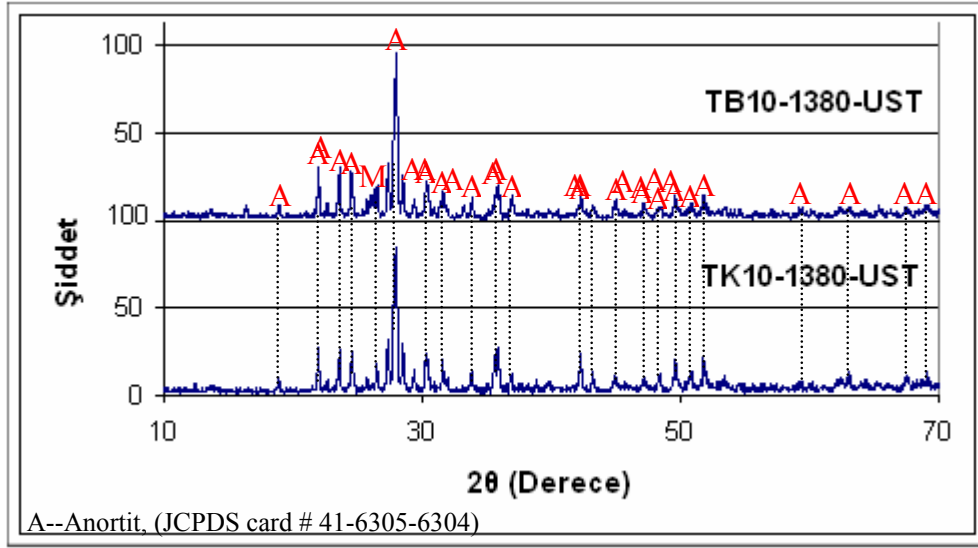


Şekil 4.5: İğnemsiz müllitlere dik yönde X ışını kırınım analizi

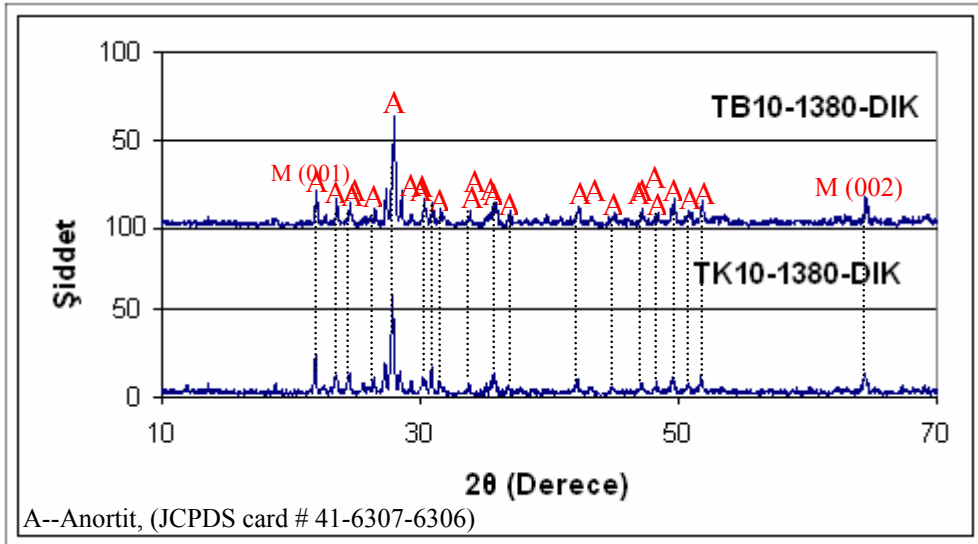
Dik yönde yapılan analiz sonuçları Şekil 4.7’de gösterilmiştir ve yapıda müllit kristallerinin varlığını kanıtlamaktadır. Öte yandan Şekil 4.8’de müllit kristallerinin sadece (001) ve (002) piklerinin görülmesi, müllit tanelerinin döküm yönünde yönlendiğini ispatlamaktadır.



Şekil 4.6: TK0 ve TB0 numunelerine ait X Işını kırınım analizi



Şekil 4.7: TK10 ve TB10 numunelerine ait müllit kristallere dik yönde X Işını kırınım analizi



Şekil 4.8: TK10 ve TB10 numunelerine ait müllit kristallere paralel yönde X Işını kırınım analizi

4.4 Mekanik Testlerin Sonuçları

4.4.1 Elastik Modül Sonuçları

1380 °C’de sinterlenmiş her bir numune için rezonans frekans yöntemi kullanılarak elastik modül değerleri ölçülmüştür. Buna göre elde edilen sonuçlar Tablo 4.4’te verilmiştir. Tablodan da görüldüğü üzere TK0 numunelerinin ortalama elastik modülü (95,4 GPa) TB0 numunelerinin ortalama elastik modülünden (93,1 GPa) biraz daha yüksektir. Bu numunelerin ortalama yoğunlukları eşit ölçülmüştür ($2,72 \text{ gr/cm}^3$). Elastik modül sonuçlarına bakıldığında, her ne kadar yoğunlukları eşit ölçülmüş olsa da, TK0 numunelerinin daha iyi yoğunlaştıkları sonucu çıkarılabilir. Bu sonuç Bölüm 4.2’de ulaşılan TK0 numunelerinin az da olsa daha iyi yoğunlaştığı sonucu ile de uyumludur. Öte yandan numuneler arasında görülen elastik modül

farkları şerit döküm yöntemiyle kararlı numune üretiminin zorluğunu ortaya koymaktadır.

Müllit içeren küçük taneli anortit numunelerde (TK10) ortalama elastik modül 98.3 GPa olarak ölçülmüştür. Literatürde müllitin elastik modülü 225 GPa olarak geçmektedir [Donald, I.W., *et al*, 1976]. Anortit için deneysel olarak bulunan 95,4 GPa ve müllit için 225 GPa değerleri kullanılarak müllit içeren anortit malzemenin elastik modülü karışımlar kuralı kullanılarak hesaplandığında 104,8 GPa değeri bulunmaktadır. Yani deneysel olarak bulunan 98,3 GPa değeri beklenenin altındadır. Bu da Bölüm 4.2’de belirtilen TK10 numunelerin yoğunlaşmalarını müllit içermeyen numunelere göre daha düşük olduğu sonucuyla uyumludur. Öte yandan, müllit içeren büyük taneli numunelerde (TB10) elastik modül 82.4 GPa’a kadar düşmüştür. Müllit içeren numunelerin, özellikle de TB10 numunelerinin yeterince yoğunlaşmadığı ve delamine olduğu, dolayısıyla da elastik modülün düşük olduğu sonucuna varılmıştır.

Tablo 4.4: 1380 °C’de sinterlenen numunelere ait elastik modül değerleri

| Elastik Modül (GPa) | | | |
|---------------------|-----------|-----------|-----------|
| TK0 | TB0 | TK10 | TB10 |
| 95 | 96.6 | 101,9 | 80,5 |
| 96.7 | 90.8 | 98,1 | 83,0 |
| 93.4 | 91.5 | 98,1 | 80,9 |
| 96.5 | 93.5 | 96,7 | 89,4 |
| | | 97,0 | 78,2 |
| Ort: 95.4 | Ort: 93.1 | Ort: 98.3 | Ort: 82.4 |

4.4.2 Eğme Mukavemeti Sonuçları

1380 °C’de sinterlenmiş her bir numune için üç nokta eğme cihazında mukavemet testi yapılmıştır. Yapılan eğme mukavemeti testinden elde edilen sonuçlar Tablo 4.5’te gösterilmektedir. Tablodan da görüldüğü üzere TK0 ve TB0

numunelerinde görece olarak yüksek mukavemet değerlerine ulaşılmıştır. Yoğunluk ve elastik modül gözlemlerine paralel olarak TB0 numunelerinin mukavemet değerleri TK0 numunelerine göre az da olsa daha düşüktür. Müllit içeren TK10 numunelerinden elde edilen mukavemet değerlerine bakıldığında en yüksek değer (157 MPa) müllit içermeyen numunelerle uyumlu olsa da diğer numunelerde benzer değerlere ulaşılammış, ortalama 87 MPa gibi düşük bir değer çıkmıştır. 157 MPa mukavemete ulaşılan numunenin elastik modülü de 101,9 GPa olarak ortalamadan daha yüksek ölçülmüştür. TB10 numunelerinde ise en yüksek mukavemet yalnızca 107 MPa olarak ölçülmüş, ortalama ise 68 MPa’da kalmıştır. Burada da en yüksek mukavemet değeri elastik modülü en yüksek (89,4 GPa) ölçülen numunede görülmüştür. Müllit içeren anortit malzemelerde delaminasyondan kaynaklanan numune içindeki boşlukların mukavemetin düşmesine sebep olduğu sonucuna ulaşılmıştır. Sonuç olarak 1380 °C’de teorik % 98,4 yoğunlaşmanın sağlandığı anortit numunelerde yüksek mukavemet değerlerine ulaşılırken delaminasyon sonunun yaşandığı müllit içeren anortit malzemelerde mukavemet değerleri düşük çıkmıştır.

Tablo 4.5: 1380 °C’de sinterlenen numunelere ait mukavemet değerleri

| σ max (MPa) | | | |
|--------------------|----------|---------|---------|
| TK0 | TB0 | TK10 | TB10 |
| 160 | 150 | 157 | 33 |
| 142 | 139 | 113 | 52 |
| 150 | 157 | 41 | 86 |
| 160 | 129 | 48 | 107 |
| | | 76 | 64 |
| Ort: 153 | Ort: 144 | Ort: 87 | Ort: 68 |

4.4.3 Vickers Sertlik Sonuçları

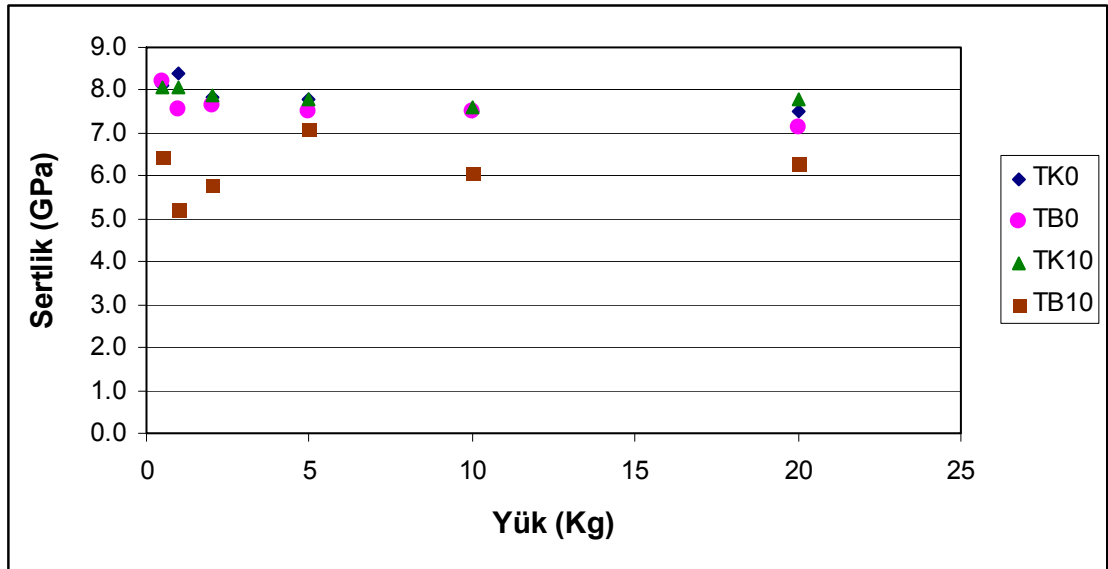
1380 °C’de sinterlenmiş ve üç nokta eğme testinde kırılmış numuneler 0,5 – 20 kg aralığında Vickers sertlik testine tabi tutulmuşlardır. Her bir yük için elde edilen ortalama sertlik değerleri Tablo 6’da ve grafik olarak Şekil 4.9’da gösterilmiştir.

Görüldüğü üzere TK0, TB0 ve TK10 numuneleri hemen hemen aynı sertlik sonuçlarını vermektedir ve artan yüke bağlı olarak sertlik değerlerinde bir azalma gözlenmektedir. Bu azalış literatürle uyum göstermektedir [Sherman *at al*, 1999]. Sertlik yaklaşık olarak 7,5 GPa’da plato yapmaktadır.

Bu üç grup numune için her bir yük değerinde ortalamadan sapma maksimum $\pm 0,5$ GPa ile sınırlı kalmıştır. Öte yandan TB10 numunesi için sadece sertlik değerleri düşük çıkmakla kalmamış ortalamadan sapma da 1,5 GPa’a kadar çıkmıştır. Bu da TB10 numunelerinin üretiminde sorun yaşandığının bir diğer göstergesidir.

Tablo 4.6: 1380 °C’de sinterlenen numunelere ait sertlik değerleri

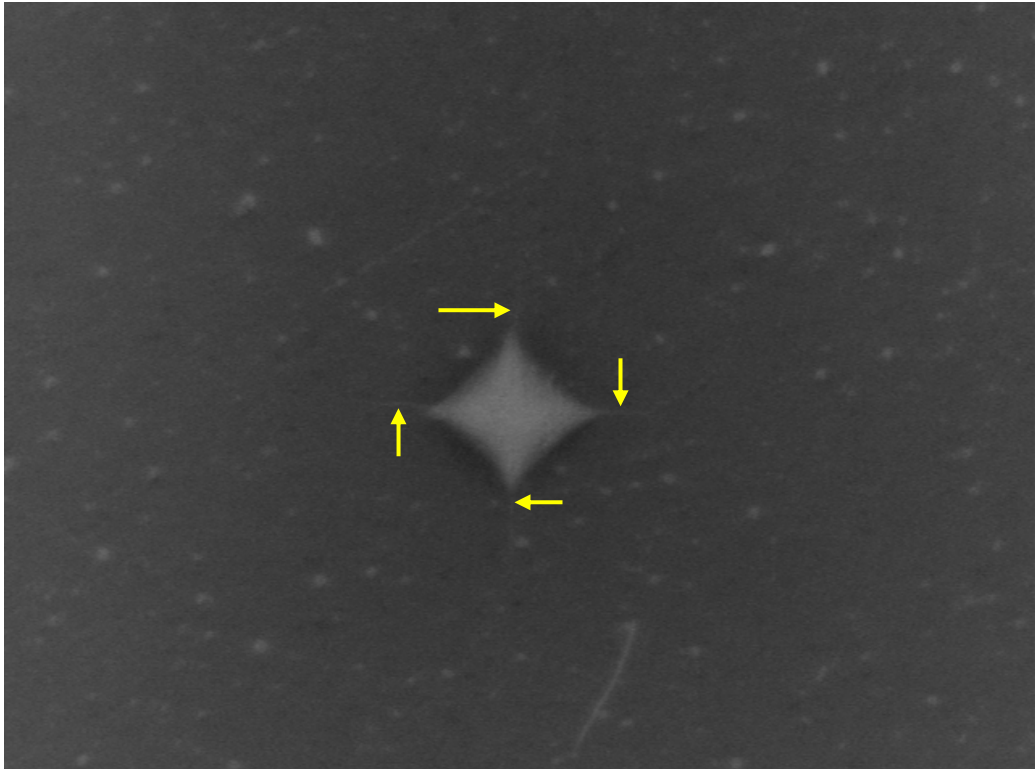
| YÜK (kg) | Vickers Sertlik (GPa) | | | |
|----------|-----------------------|-----|------|------|
| | TK0 | TB0 | TK10 | TB10 |
| 0,5 | 8.1 | 8.2 | 8.1 | 6.5 |
| 1 | 8.4 | 7.6 | 8.1 | 5.2 |
| 2 | 7.8 | 7.6 | 7.9 | 5.8 |
| 5 | 7.8 | 7.5 | 7.8 | 7.1 |
| 10 | 7.5 | 7.5 | 7.6 | 6.1 |
| 20 | 7.5 | 7.1 | 7.8 | 6.3 |



Şekil 4.9: 1380 °C’de sinterlenen numunelere ait sertlik/yük grafiği

4.4.4 Kırılma Tokluğu Ölçümleri

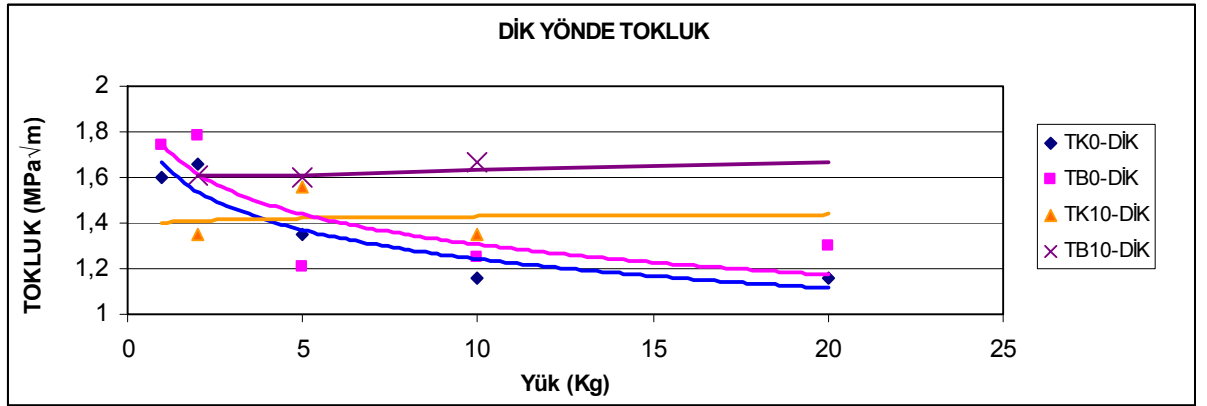
Vickers çentik testlerinde müllit içermeyen TK0 ve TB0 numunelerinde 1 kg'da, müllit içeren TK10 ve TB10 numunelerinde 2 kg'da çentik köşelerinden çatlak oluşumu gözlenmiştir. Ancak TK10 ve TB10 numuneleri için 20 kg'da çatlak sistemlerinin ölçülemeyecek kadar bozuk oldukları görülmüştür. Çentik sonrası yüzeylerin zımparalanarak üst tabaka kaldırıldığında çatlakların sürekliliğini koruduğu, dolayısıyla radyal çatlak tipine uydukları görülmüştür. Resim 4.1, 1 kg'da oluşan çatlak sisteminin zımpara sonrası çentik köşeleri ile sürekliliklerini koruduklarını göstermektedir. Bu gözlem doğrultusunda numunelerin tokluk hesaplarında Eşitlik 2.6'da verilen ilişki kullanılmıştır. Her bir yük için tokluklar şerit döküm yönüne paralel ve dik olmak üzere iki yönde ayrı ayrı hesaplanmışlardır. Toklukların ortalama değerleri ölçülürken beş farklı tokluk değerinin ortalaması alınmıştır. Bu değerlere ait tablo ve eğriler aşağıda verilmiştir.



Resim 4.1: Zımpara sonrası ilerleyen çatlak sistemleri

Tablo 4.7: Tüm numunelere ait yüke bağlı döküm yönüne dik tokluklar

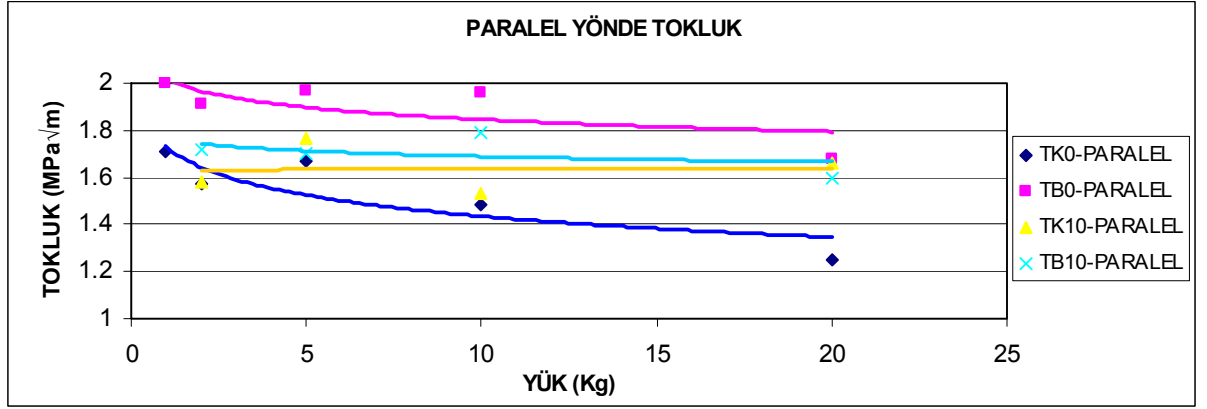
| YÜK (kg) | Tokluk (MPa \overline{m}) | | | |
|-------------|------------------------------|------|------|------|
| | TK0 | TB0 | TK10 | TB10 |
| 1 | 1,60 | 1,74 | | |
| 2 | 1,66 | 1,78 | 1,35 | 1,61 |
| 5 | 1,35 | 1,21 | 1,56 | 1,60 |
| 10 | 1,16 | 1,25 | 1,35 | 1,67 |
| 20 | 1,16 | 1,30 | | |



Şekil 4.10: Tüm numunelere ait döküme dik yöndeki tokluk/yük eğrisi

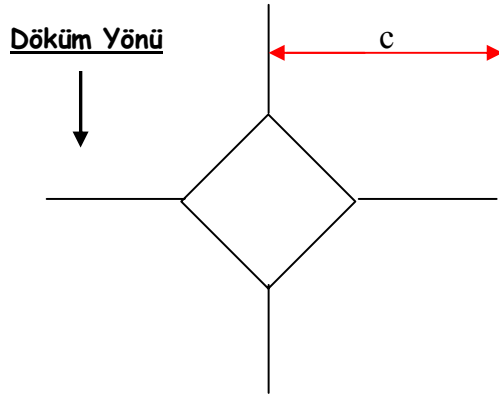
Tablo 4.8: Tüm numunelere ait yüke bağlı döküm yönüne paralel tokluklar

| YÜK (kg) | Tokluk (MPa \overline{m}) | | | |
|-------------|------------------------------|------|------|------|
| | TK0 | TB0 | TK10 | TB10 |
| 1 | 1.71 | 2.00 | | |
| 2 | 1.57 | 1.91 | 1,58 | 1,72 |
| 5 | 1.67 | 1.97 | 1,77 | 1,70 |
| 10 | 1.48 | 1.96 | 1,53 | 1,79 |
| 20 | 1.25 | 1.68 | | |



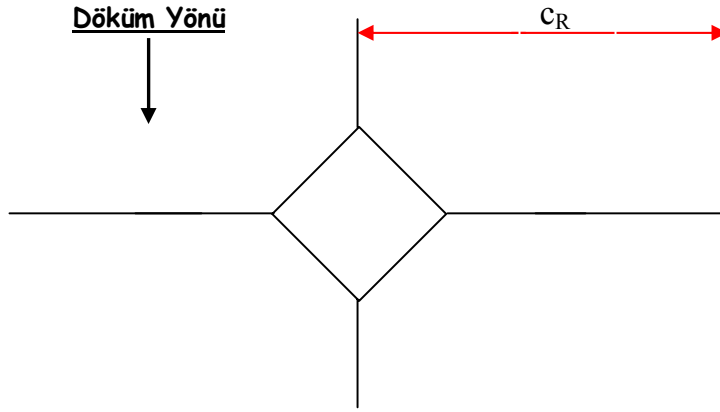
Şekil 4.11: Tümü numunelere ait döküme paralel yöndeki tokluk/yük eğrisi

Müllit içermeyen numunelerde çatlak boyunun döküm yönünde ve dökme dik yönde aynı olması beklenir. Şekil 4.12’de beklenen duruma ait çatlak ilerleme davranışı gösterilmektedir.

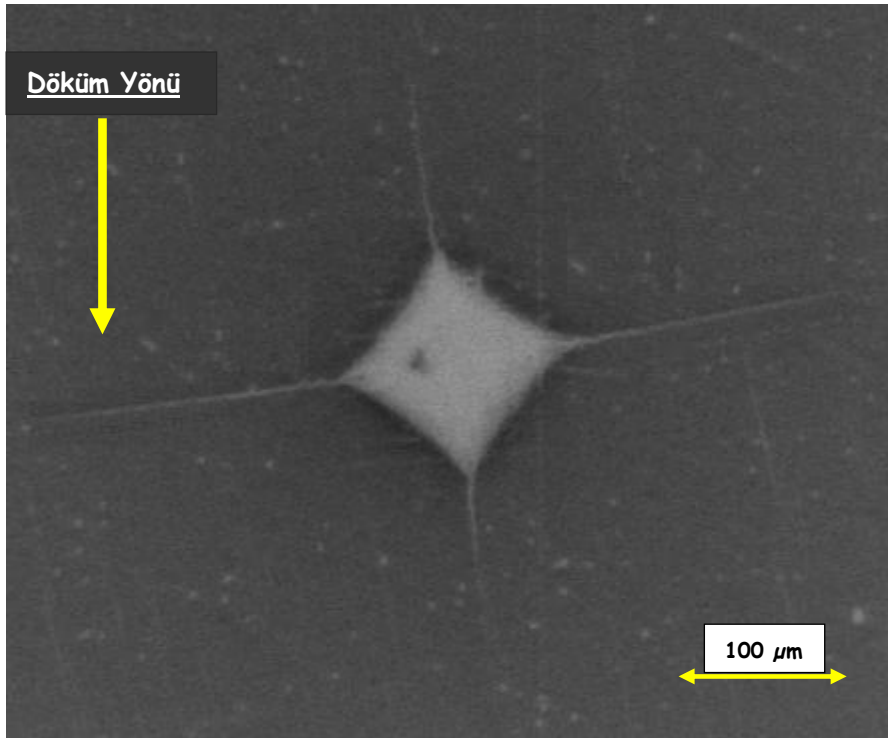


Şekil 4.12: Beklenen çatlak ilerleme davranışı

Ancak numuneler üzerinde yapılan çentik testlerinde elde edilen çatlak ilerleme şekilleri beklenenden farklı olduğu gözlenmiştir. Tutarlı olarak döküm yönüne paralel çatlak boyunun döküm yönüne dik çatlak boyundan kısa olduğu ölçülmüştür. Resim 4.1’de bu durumu gösteren bir çatlak ilerleme davranışı görülmektedir. Şekil 4.13’te ise bu çatlak ilerleme davranışı şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 4.13: Mevcut çatlak ilerleme davranışı



Resim 4.2: TK0 numunesine ait çatlak ilerleme davranışı

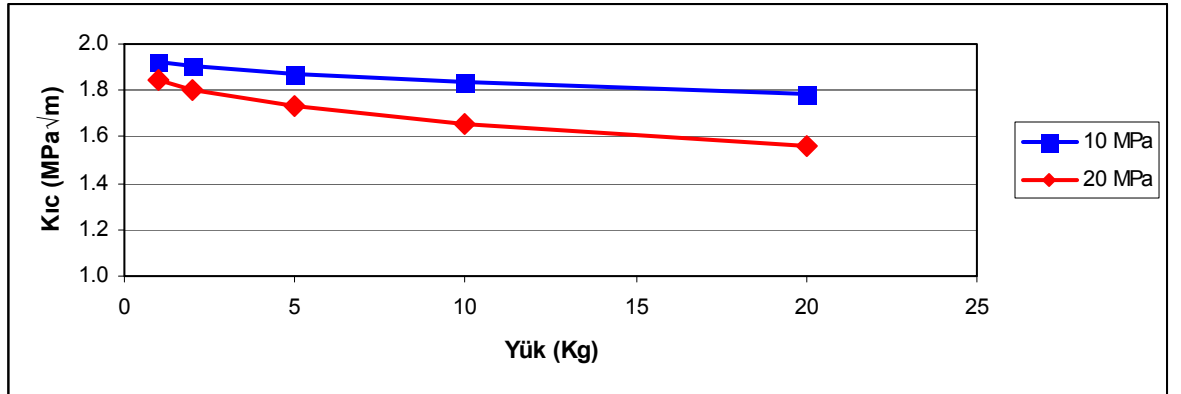
Mevcut durumdaki çatlak boyunun c_R olarak gösterilmesindeki sebep, beklenenden uzun olan döküme dik yöndeki çatlak ilerlemesinin nedeninin artık gerilmeler olduğunun düşünülmesidir. Artık gerilmelerin varlığında tokluk hesabında

kullandığımız Eşitlik 2.6'nın artık gerilmelerin çatlak ilerlemesi üzerindeki etkisini hesaba katacak şekilde değiştirilmesi gerekir. Bu durumda;

$$Kc = 0.016 [(E/H)^{1/2} F] / [c_R^{1.5}] + Y\sigma_R \sqrt{c} \quad (4.1)$$

Eşitliğine ulaşırız. Burada Y geometri faktörü, σ_R artık gerilme ve c_R de artık gerilmelerin etkisinde oluşan çatlak boyudur.

Eşitlik 4.1 kullanılarak, anortit numunelerde 10 MPa ve 20 MPa büyüklüğünde kalıntı gerilmeler olduğunu ve malzemenin tokluğunun da 2 MPa \sqrt{m} olduğunu kabul ederek deneysel olarak ölçülmesi beklenen tokluk değerlerini hesaplayabiliriz. Bu kalıntı gerilmelerin varlığındaki tokluk değişimleri Şekil 4.14'te verilen yüke bağlı tokluk grafiğinde gösterilmektedir.



Şekil 4.14: Anortit malzeme üzerindeki mevcut artık gerilmelerin varlığında yüke bağlı tokluk grafiği

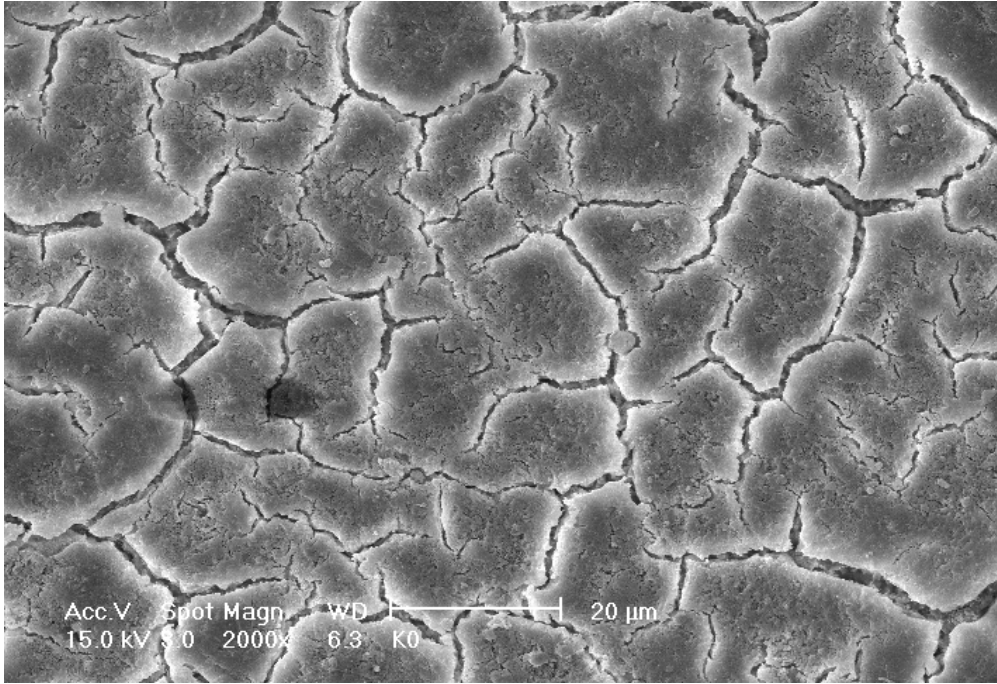
Bu grafiklerin daha önce döküme dik yönde ve döküme paralel yönde elde edilmiş olan TK0 ve TB0 numunelerine ait tokluk/yük grafikleri ile uyum içerisinde olduğu açıkça görülmektedir. Bu da müllit içermeyen anortit numuneler üzerinde kalıntı gerilmelerin varlığını ortaya koymaktadır.

Öte yandan, müllit içeren numunelerde döküm yönüne dik yönde artık gerilmeler tokluğu düşük gösterirken, döküm yönüne paralel yönde uzayan müllit taneleri çatlığa kolay ilerleme yolları sağlamış ve tokluğun düşmesine neden

olmuştur. Sonuç olarak, müllit içeren numunelerde her iki yönde de ortalama 1,60 MPa \sqrt{m} tokluk değerine ulaşılmıştır.

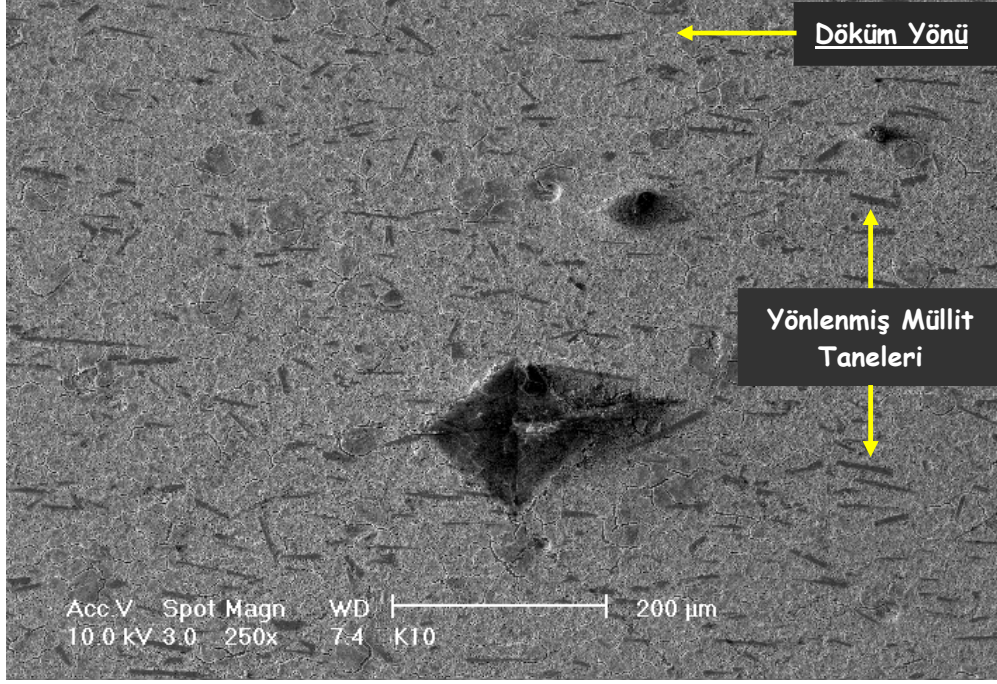
4.5 SEM Analizleri

SEM görüntülerinin sağlıklı alınabilmesi için parlatma işlemine tekrar tabi tutulan numuneler vakum ortamında altın ile kaplandıktan sonra SEM analizine alınmıştır. Resim 4.3'te küçük taneli anortit numunesi olan TK0'a ait 2000X büyütmede elde edilmiş SEM resmi yer almaktadır. Resimde anortit malzemeye ait kristal yapı net bir şekilde gözlenmektedir.

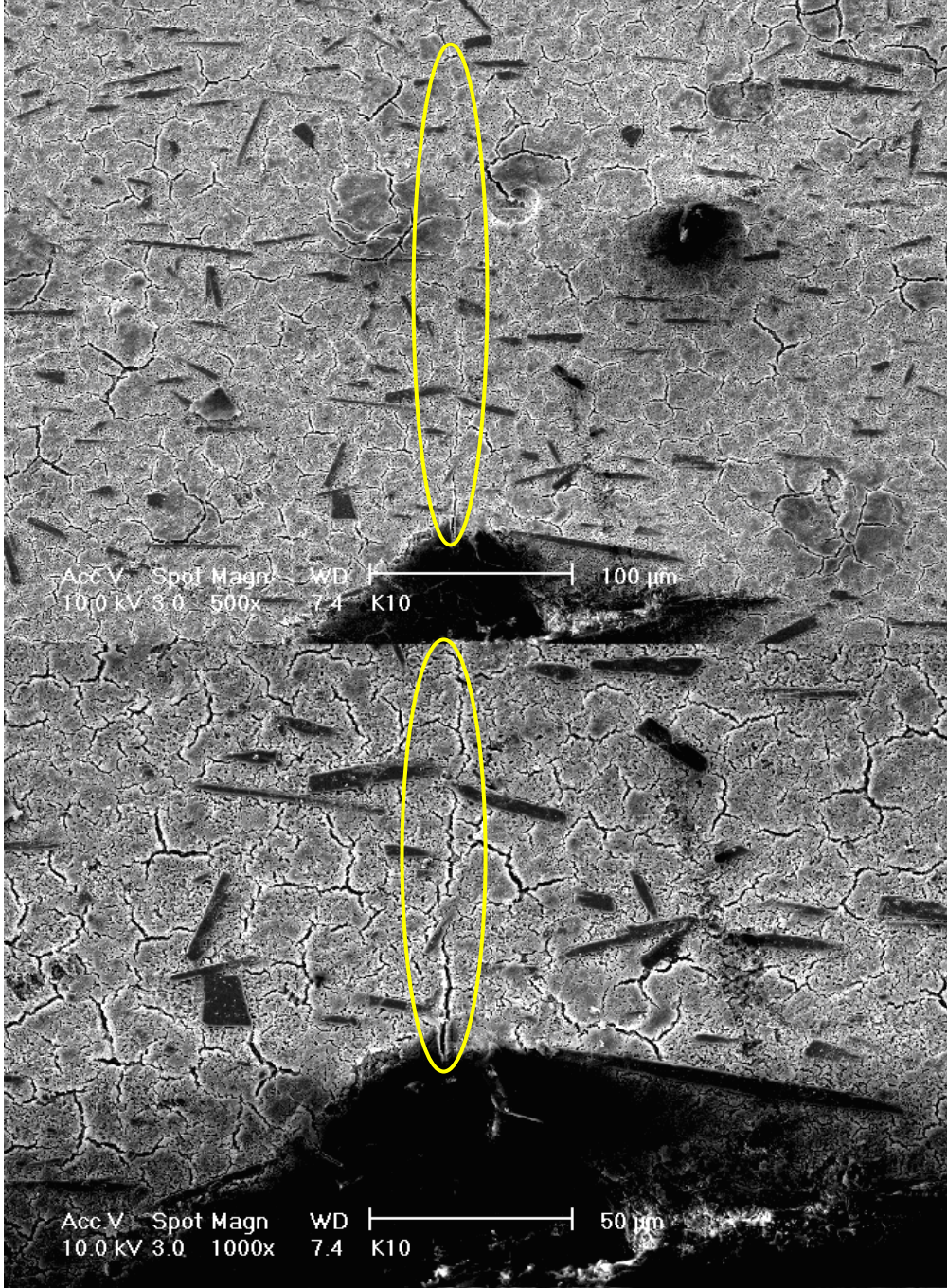


Resim 4.3: 2000X büyütmede elde edilen TK0 mikroyapı resmi

Resim 4.4'te TK10 numunesine uygulanan çentik izi ve iz etrafında döküm yönüne paralel iğnemsî müllit tanecikleri görülmektedir. Resim 4.5'te ise TK10 numunesi üzerinde gerçekleştirilen çentik testinde elde edilen çatlakların ilerlerken ne şekilde yol aldıkları görülmektedir.

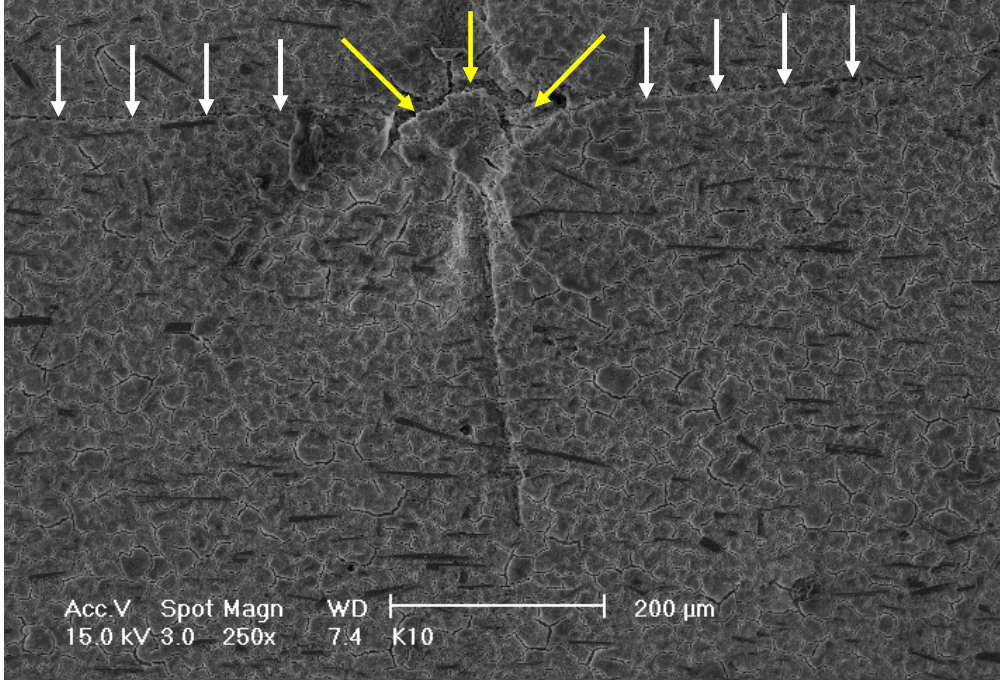


Resim 4.4: 250X büyütmede TK10 numunesinde görülen çentik izi ve yönlendirilmiş müllit taneleri



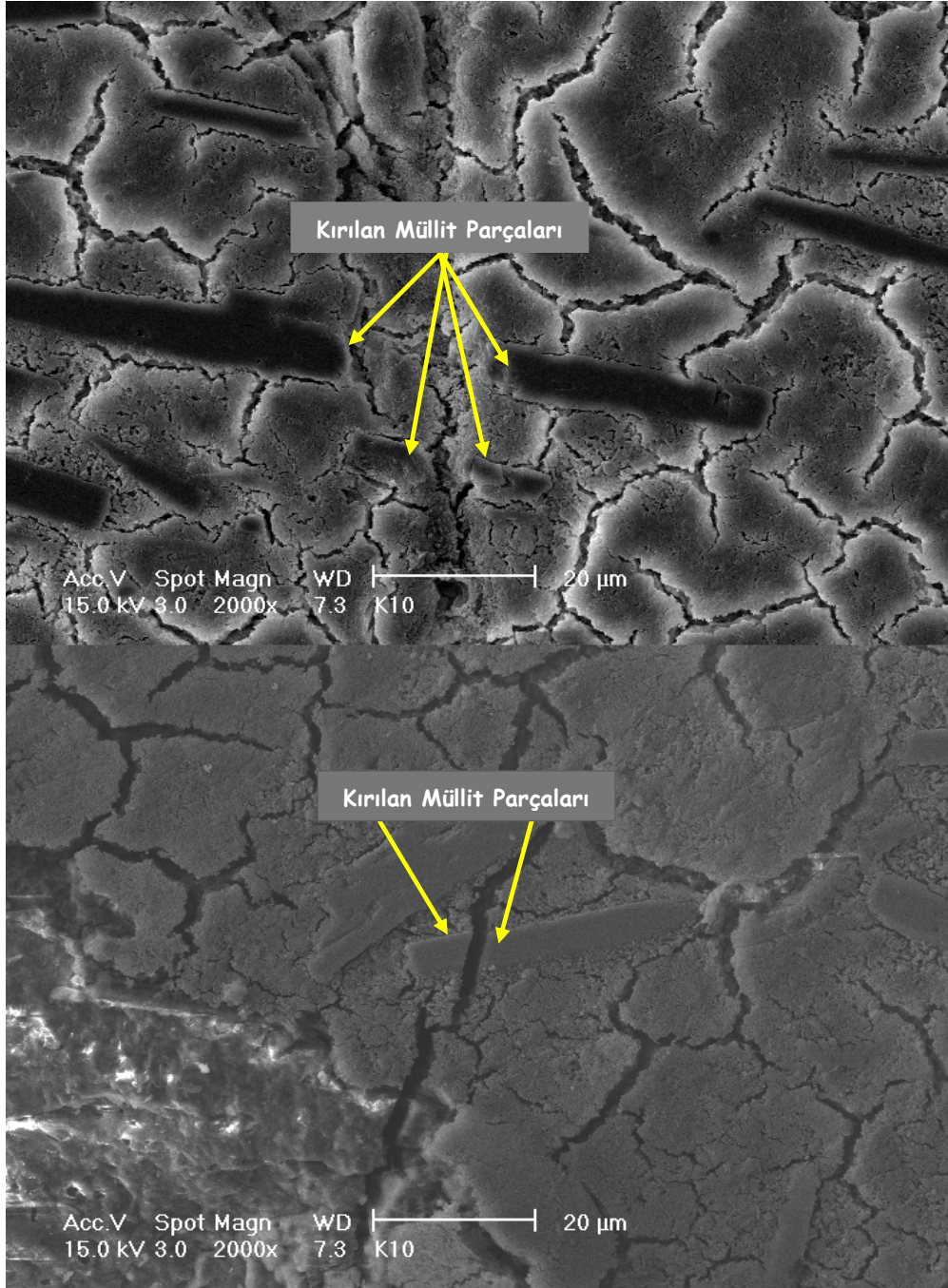
Resim 4.5: 500X ve 1000X büyütmede görülen çentik izi ve yönlendirilmiş müllit taneleri

Resim 4.6'da ise çentik uygulanan bölgeyi boydan boya geçen radyal çatlak sisteminin varlığı açıkça gözlenmektedir.



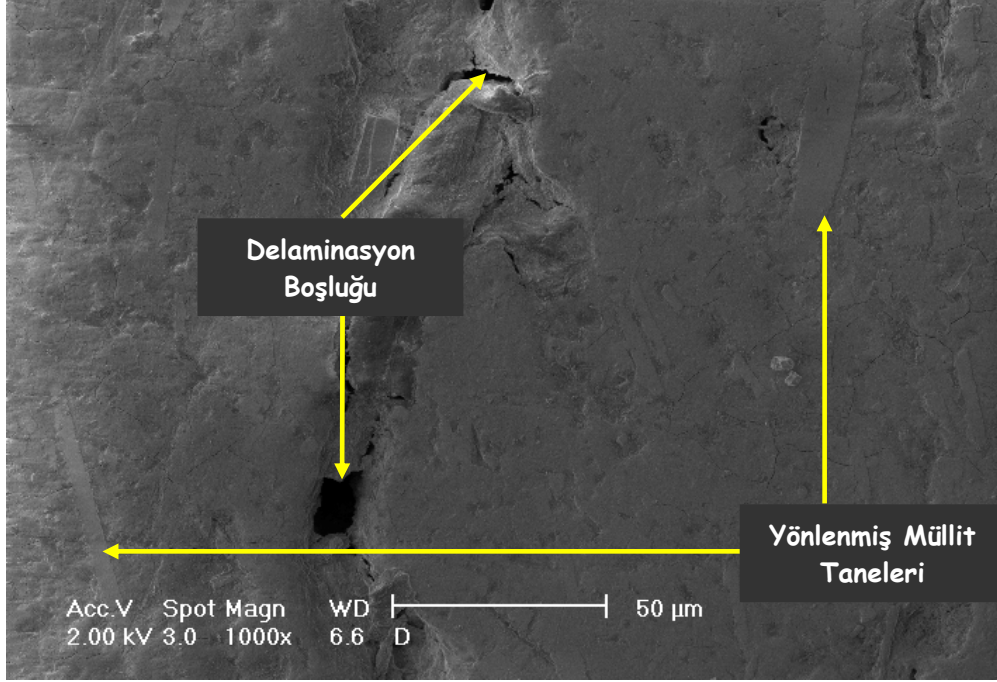
Resim 4.6: 250X büyütmede radyal çatlak ilerlemesi

Resim 4.7’de ise çatlağın ilerlerken iğnemsli müllit tanelerini kırdığı görülmektedir. İğnemsli müllitlerin anortit içerisinde sınırlanmak yerine kırılması nedeniyle müllit içeren anortit malzemelerin döküme dik yöndeki tokluğunda artış sağlanamamıştır. Öte yandan döküm yönüne paralel iğnemsli müllit tanelerin çatlak ilerlemesini kolaylaştırmasından ötürü, müllit içeren anortit numunelerde hesaplanan tokluk değeri müllit içermeyen anortit numunelere göre düşük kalmıştır.



Resim 4.7: 2000X büyütmede ilerleyen çatlağın kırdığı müllit tanecikleri

Yoğunlaşmanın sağlanamamasından dolayı istenilen yapının ve yoğunluğun ulaşılamadığı TB10 numunelerindeki delaminasyon boşlukları, SEM mikroyapı analizi ile Resim 4.8’de gösterilmektedir. Numune yüzeylerinde delaminasyon boşlukları ve iyi yoğunlaşmamadan kaynaklanan gözenekler açıkça görülmektedir.



Resim 4.8: 1000X büyütmede elde edilen TB10 mikroyapı resmi

5. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmada küçük ve büyük tane boyutuna sahip tozlar kullanılarak şerit döküm yöntemiyle üretilen ve TK0, TB0 olarak adlandırılan anortit numunelerde $2,72 \text{ gr/cm}^3$ (% 98,4 teorik yoğunluk) yoğunluğa ulaşılmıştır. Bu değer ağırlıkça % 10 iğnemsiz müllit içeren TK10 numunelerde $2,68 \text{ gr/cm}^3$ (% 96 teorik yoğunluk), TB10 numunelerde ise $2,65 \text{ gr/cm}^3$ (% 95 teorik yoğunluk) olarak kaydedilmiştir. Müllit içeren TK10 numunelerinde gözenek, öte yandan TB10 numunelerinde üretimden kaynaklanan delaminasyon boşluklarının varlığından ötürü ve sinterleşme rejiminin yetersiz kalmasının bir sonucu olarak düşük yoğunluk değerlerine ulaşılmıştır.

TK0 ve TB0 numunelerinde ölçülen elastik modül değerleri 95,4 GPa ve 93,1 GPa'dır. Anortit için deneysel olarak bulunan sonuçlar ve müllit için literatürde [Donald, I.W., *et al*, 1976] belirtilen 225 GPa değerleri kullanılarak müllit içeren anortit malzemenin elastik modülü karışımlar kuralı ile 104,8 GPa olarak hesaplanmıştır. Yani deneysel olarak bulunan 98,3 GPa değeri beklenenin altındadır. Öte yandan, müllit içeren büyük taneli numunelerde (TB10) elastik modül değeri 82,4 GPa'a kadar düşmüştür. Müllit içeren numunelerin, özellikle de TB10 numunelerinin yeterince yoğunlaşmadığı ve delamine olduğu, dolayısıyla da elastik modülün düşük olduğu sonucuna varılmıştır.

TK0 ve TB0 numunelerinde görece olarak yüksek mukavemet değerlerine ulaşılmıştır. Yoğunluk ve elastik modül gözlemlerine paralel olarak TB0 numunelerinin mukavemet değerleri TK0 numunelerine göre az da olsa daha düşüktür. Müllit içeren TK10 numunelerinden elde edilen mukavemet değerlerine bakıldığında en yüksek değer (157 MPa) müllit içermeyen numunelerle uyumlu olsa da diğer numunelerde benzer değerlere ulaşılamamış, ortalama 87 MPa gibi düşük bir değer çıkmıştır. 157 MPa mukavemete ulaşılan numunenin elastik modülü de 101,9 GPa olarak ortalamadan daha yüksek ölçülmüştür. Ancak diğer numunelerde bu değerlerin düşük çıkma sebebi, bünyede var olan büyük gözeneklerden kaynaklanmaktadır. TB10 numunelerinde ise en yüksek mukavemet yalnızca 107 MPa olarak ölçülmüş, ortalama ise 68 MPa'da kalmıştır. Sertlik değerlerinde TB10

numuneleri hariç hemen hemen tüm numunelerde aynı değere ulaşılmıştır ki bu değer ortalama 7,5 GPa civarındadır. Tokluk değerlerine bakıldığında; TB0 numunelerinde yüke bağlı olarak azalan tokluk değerleri görülmektedir. Sinterleme rejiminden gelen artık gerilmelerin varlığı ile bu düşüş gerçekleşmiştir. TK10 numunelerinde ölçülen 1,60 MPa tokluk değeri literatürle uyumludur. TB10 için ölçülen tokluk değeri çatlak boyunun delaminasyondan etkileneceği göz önüne alınırca anlamlı değildir.

SEM analizlerine bakıldığında müllit taneler ilerleyen çatlığa dik konumda ise kırılmakta, açılı ise çatlak yolunu değiştirmektedirler. Bu gözlemden yola çıkarak ilerleyen çatlaklara açılı olarak bünyede mevcut bulunan iğnemsî müllit tanelerin kırılmadan çatlak yolunu değiştirebileceği ve tokluk değerlerinde belirgin bir artış sağlayacağı sonucuna varılabilir. Daha sonraki çalışmalarda saf anortit malzemedeki ve bünyesinde artık gerilme kalmayacak şekilde ve delaminasyon sorununa yer vermeden üretilen müllit içeren anortit malzemedeki çatlak ilerleme davranışları daha detaylı incelenecektir.

KAYNAKLAR

1. Acarsoy, A., Seramik Teknolojisi, Marmara Üniversitesi Güzel Sanatlar Fakültesi, İstanbul, 1992.
2. Batista, S.A.F., Messer, P.F., Hand, R.J., Fracture toughness of bone china and hard porcelain, British Ceramic Transactions, 256-259, 2001.
3. Chandler, H.W., Merchant, I.J., Henderson, R.J., Macphee, D.E., Enhanced crack-bridging by unbonded inclusions in a brittle matrix, Journal of the European Ceramic Society, 129-134, 2002.
4. Çapoğlu, A., Seramik, Sanat, Bilim ve Teknoloji, 12, P:38-42, 2000.
5. Çapoğlu, A., Tür, Y.K., Üstündağ, C.B., Mechanical behaviour of a low-clay translucent whiteware, Journal of European Ceramic Society, 169-177, 2004.
6. Dieter, G., Mechanical Metallurgy, SI Metric Edition, University of Maryland.
7. Donald, I.W., McMillan, P.W., Review Ceramic-Matrix Composites, Journal of materials science, 949-972, 1976.
8. Duran, C., Tur, Y.K., Phase formation and texture development in mullite/zirconia composites fabricated by templated grain growth, Journal of Materials Science, 245-249, 2005.
9. Garvie, R., Hannink, R.H.J., Pascoe, R.T., Nature 258, P:703, (4), 1975.
10. Gilbert, C. J., Cao, J. J., De Jonghe, L. C., Ritchie, R. O., Crack-Growth Resistance-Curve Behavior in Silicon Carbide, Small versus Long Cracks, Journal of American Ceramic Society, 2253-2261, 1997.

11. Green, D.J., *An Introduction to the Mechanical Properties of Ceramics*, Penn State University, 1998.
12. Hellebrand, H., *Material Science and Technology, A Comprehensive Treatment*, vol. 17, *Processing of Ceramics Part 1*, Edit by Brook, R.J.
13. Honglai, T., Toughening mechanisms of nano-composite ceramics, *Journal of Mechanics of Materials*, 111-123, 1998.
14. Kim, J.S., Kwon, Y.N., Sohn, K.S., Dynamic visulation of crack propagation and bridging stress using the mechano-luminescence of SrAl_2O_4 , *Acta Materialia*, 6437-6442, 2003.
15. Kocabağ, D., Cam Üretimi, *Chemist Dergisi*, 50-56, Bilecik, 1998.
16. Lee, S.G., Kim, Y.W., Relationship between microstructure and fracture toughness of toughened silicon carbide ceramics, *Journal of American Ceramic Society*, 1347-1353, 2001.
17. Peillon, F.C., Thevenot, F., Microstructural designing of silicon nitride related to toughness, *Journal of the European Ceramic Society*, 271-278, 2002.
18. *Physical constants of inorganic compounds handbook of chemistry and physics*, 75th edition.
19. Roosen, A., Basic requirements for tape casting of ceramic powders, *Ceramic Powder Science*, 1988.
20. Rice, R., *Chemtech* 13, P:236 (5), 1983.
21. Sherman, D., Brandon, D., Mechanical properties of hard materials and their relation to microstructure, *Advanced Engineering Materials*, 161-181, 1999.

22. Tomaszewski, H., Boniecki, M., Weglarz, H., Effect of grain size and residual stresses on R-curve behaviour of alumina based composites, Journal of the European Ceramic Society, 1021-1026, 2001.
23. Tuan. W.H., Toughening alumina with nickel aluminide inclusions, Journal of the European Ceramic Society, 895-899, 2000.
24. Üstündağ, C.B., Yeni Geliştirilen Anortit Bazlı Porselenin Mekanik Özelliklerinin Araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Gebze İleri teknoloji Enstitüsü Mühendislik ve Fen Bilimleri Enstitüsü, Gebze, 2002.
25. Watchman, J.B., Mechanical Properties of Ceramics.
26. Yang, B., Chen, X.M., A new approach for toughening of ceramics, Journal of Materials Letters, 237-240, 1997.
27. Yılmaz, Ş., Günay, V., Cam-seramik malzemeler, Metalurji Dergisi, Cilt:123, S: 6-8, 2004.
28. Zoellner, A., Zur Frage der chemischem und physikalischen natur der porzellans, Sprechsaal, 41, P:471-473, 1908.

ÖZGEÇMİŞ

1979 yılında Kırşehir’de doğdu. Orta ve lise öğrenimini Gebze’de tamamladı. 1997 yılında Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Metalurji Mühendisliği Bölümü’nde lisans eğitimine başladı ve 2001 yılında tamamladı. 2003 yılında Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Bölümünde Yüksek Lisans Öğrenimine başladı. 2003 yılından beri özel sektörde mühendislik görevini sürdürmektedir.