

**T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**ALUMİNA VE ALUMİNA-ZİRKONYA KOMPOZİTİNE
KROMOKSİT KATKISININ ETKİSİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Tarık ÖREN

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

ARALIK 2023

**T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**ALUMİNA VE ALUMİNA-ZİRKONYA KOMPOZİTİNE
KROMOKSİT KATKISININ ETKİSİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Tarık ÖREN

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Mediha İPEK

ARALIK 2023

Tarık ÖREN tarafından hazırlanan “**ALUMİNA VE ALUMİNA-ZİRKONYA KOMPOZİTİNE KROMOKSİT KATKISININ ETKİSİ**” adlı tez çalışması 2023 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği/oy çokluğu ile Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı’nda Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Tez Jürisi

Jüri Başkanı :	Prof. Dr. Mediha İPEK (Danışman)
	Sakarya Üniversitesi
Jüri Üyesi :	Prof. Dr. Mehmet TARAKÇI
	Gebze Teknik Üniversitesi
Jüri Üyesi :	Doç. Dr. Nuray CANİKOĞLU
	Sakarya Üniversitesi



ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ

Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Lisansüstü Eğitim-Öğretim Yönetmeliğine ve Yükseköğretim Kurumları Bilimsel Araştırma ve Yayın Etiği Yönergesine uygun olarak hazırlamış olduğum “ALUMİNA VE ALUMİNA-ZİRKONYA KOMPOZİTİNE KROMOKSİT KATKISININ ETKİSİ” başlıklı tezin bana ait, özgün bir çalışma olduğunu; çalışmamın tüm aşamalarında yukarıda belirtilen yönetmelik ve yönergeye uygun davrandığımı, tezin içerdiği yenilik ve sonuçları başka bir yerden almadığımı, tezde kullandığım eserleri usulüne göre kaynak olarak gösterdiğimi, bu tezi başka bir bilim kuruluna akademik amaç ve unvan almak amacıyla vermediğimi ve 20.04.2016 tarihli Resmi Gazete’ de yayımlanan Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliğinin 9/2 ve 22/2 maddeleri gereğince Sakarya Üniversitesi’nin abonesi olduğu intihal yazılım programı kullanılarak Enstitü tarafından belirlenmiş ölçütlere uygun rapor alındığını, çalışmamla ilgili yaptığım bu beyana aykırı bir durumun ortaya çıkması halinde doğabilecek her türlü hukuki sorumluluğu kabul ettiğimi beyan ederim.

(15/12/2023)

Tarık ÖREN



TEŞEKKÜR

Bu çalışmanın yürütülmesi sırasında çok büyük emeği olan ve hiçbir zaman desteğini esirgemeyen tez danışmanım Prof. Dr. Mediha İPEK'e teşekkürlerimi sunarım.

Deneysel çalışmalarımız sırasında laboratuvar imkânlarını ve değerli bilgilerini bizimle paylaşan sayın jüri üyelerim Prof. Dr. Mehmet TARAKÇI ve Doç. Dr. Nuray CANİKOĞLU'na teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca yüksek lisans süresi boyunca her zaman yanımda olup, fikirlerini esirgmeden paylaşan sevgili meslektaşım Sena OLGUNSOY'a ve beni eğitim hayatım boyunca her aşamada destekleyen aileme teşekkürlerimi sunarım.

Son olarak yüksek lisans eğitimim sırasında her daim gerekli desteği sağlayan değerli yöneticilerime ve TR Mekatronik Sistemler San. Tic ve A.Ş.'deki tüm çalışma arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Tarık ÖREN



İÇİNDEKİLER

Sayfa

ETİK İLKE VE KURALLARA UYGUNLUK BEYANNAMESİ	v
TEŞEKKÜR	vii
İÇİNDEKİLER	ix
KISALTMALAR	xi
ŞİMGELER	xiii
TABLO LİSTESİ	xv
ŞEKİL LİSTESİ	xvii
ÖZET	xix
SUMMARY	xxi
1. GİRİŞ	1
2. KOMPOZİT MALZEMELER	5
2.1. Metal Matrisli Kompozitler	6
2.2. Polimer Matrisli Kompozitler	7
2.3. Seramik Matrisli Kompozitler	8
2.3.1. Soğuk presleme ve sinterleme	10
2.3.2. Tepkin sinterleme ve kendinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (SHTS)	10
2.3.3. Sıcak presleme	10
2.3.4. Tepkime bağlama	10
2.3.5. Seramik emdirmeye	11
2.3.6. Sol-Jel	11
2.3.7. Kimyasal buhar emdirmeye	11
2.3.8. DIMOX, lanxide süreci	11
2.4. Seramik Matrisli Kompozitlerin Toklaştırma Mekanizmaları	12
2.4.1. Çatlak eğilmesi	12
2.4.2. Çatlak yönlendirmesi	13
2.4.3. Çatlak köprüleme	14
2.4.4. Çatlak tutma	14
2.4.5. Faz dönüşümü	16
2.5. Alümina-Zirkonya Kompozit Sistemi	17
2.5.1. Alümina-zirkonya kompozit sisteminin kullanım alanları	17
2.5.2. Alümina-zirkonya kompozitlerinin mikroyapısı ve özellikleri	18
2.5.3. Alümina-zirkonya kompozitlerinin üretim yöntemleri	19
3. TOZ METALURJİSİ	21
3.1. Toz Karakterizasyonu	21
3.1.1. Toz numunesi alma	22
3.1.2. Topaklar ve agregalar	22
3.1.3. Dağılım	22
3.1.4. Parçacık boyut ölçümü	22
3.1.5. Eleme ve sedimentasyon	22
3.1.6. Elektriksel alan algılaması	23

3.1.7. Işık engelleme	23
3.1.8. Parçacık boyutu verileri	23
3.2. Şekillendirme Yoğunlaştırma Öncesi Toz İşlemleri	23
3.2.1. Karıştırma ve harmanlama	23
3.2.2. Toz şekillendirme	23
3.3. Sinterleme	24
4. LİTERATÜR TARAMASI	25
5. DENEYSEL ÇALIŞMA	27
5.1. Kullanılan Tozlar	27
5.2. Toz Karışımlarının Hazırlanması	28
5.3. Tozların Karıştırılması	28
5.4. Numunelerin Preslenmesi	28
5.5. Numunelerin Sinterlenmesi	29
5.6. Metalografik Hazırlama	29
5.7. Numunelerin Karakterizasyonu	29
5.7.1. SEM analizi	30
5.7.2. XRD analizi	30
5.7.3. Yoğunluk analizi	30
5.7.4. Tane boyutu	31
5.7.5. Sertlik ölçümleri ve kırılma tokluğu	31
6. BULGULAR VE TARTIŞMA	33
6.1. Toz Karakterizasyonu	33
6.2. Yoğunluk Analizi	37
6.3. SEM-EDS Mikroyapı Karakterizasyonu	38
6.4. XRD faz analizi	48
6.5. Sertlik ve Kırılma Tokluğu Analizi	52
7. SONUÇLAR	57
KAYNAKLAR	59
ÖZGEÇMİŞ	65

KISALTMALAR

SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
EDS	: Enerji Dağılımı Spektrometresi
XRD	: X Işını Difraksiyon Spektroskopisi
ESCA	: Kimyasal Analiz Elektron Spektroskopisi
Cr₂O₃	: Krom Oksit
Al₂O₃	: Alümina
ZrO₂	: Zirkonya
TiO₂	: Titanyum dioksit
SiC	: Silisyum Karbür
B₄C	: Bor Karbür
TiC	: Titanyum Karbür
Cr₃C₂	: Krom Karbür
Cr	: Krom
Al	: Alüminyum
Zr	: Zirkonyum
Ti	: Titanyum
Fe₂O₃	: Demir Oksit
MgO	: Magnezyum Oksit
µm	: Mikrometre
K_{1c}	: Kırılma Tokluğu
GPa	: Gigapascal
MMK	: Metal Matrisli Kompozit
SMK	: Seramik Matrisli Kompozit
PMK	: Polimer Matrisli Kompozit
RTM	: Reçine Transfer Kalıplama
BMC	: Bulk Molding Compound
CVI	: Kimyasal Buhar İnfiltrasyonu
SHTS	: Tepkin Sinterleme ve Kendinden İlerleyen Yüksek Sıcaklık Sentezi
ZTA	: Zirkonyumla Toklaştırılmış Alümina



SİMGELER

d_b	: Bulk Yoğunluk [gr/cm^3]
m_k	: Kuru Ağırlık [gr]
m_s	: Saf Su İçerisindeki Ağırlık [gr]
d_{su}	: Suyun Yoğunluğu [gr/cm^3]
N.Y.	: Nispi Yoğunluk
d_T	: Teorik Yoğunluk
T_b	: Tane Boyutu
l	: Fotoğraf Üzerindeki Hesap Uzunluğu
M	: Resmin Büyütme Oranı
N_i	: Bir Çizgi Üzerinde Sayılan Tane Sayısı



TABLO LİSTESİ

Sayfa

Tablo 5.1. Deneylerde kullanılan tozların kimyasal bileşimleri.....	27
Tablo 5.2. Seramik kompozit numuneler elde etmek için kullanılan tozların karışım oranları.	28
Tablo 6.1. Krom oksit ilaveli alümina ve alümina-zirkonya kompozit numunelerin relatif yoğunluk tablosu.....	38
Tablo 6.2. Sinterlenmiş numunelerin çizgi kesim metodu ile belirlenen tane boyutları, μm	47
Tablo 6.3. Sinterlenen numunelerin sertlik değerleri.	53
Tablo 6.4. Sinterlenen numunelerin kırılma tokluğu değerleri.	55



ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1. Matris malzemesine göre kompozit malzemelerin sınıflandırılması.....	6
Şekil 2.2. Takviye malzemesine göre kompozit malzemelerin sınıflandırılması.....	6
Şekil 2.3. Metal matrisli kompozit malzemelerin üretim yöntemleri.....	7
Şekil 3.1. Toz işleme yöntemlerinin şematik görüntüsü.....	24
Şekil 5.1. Sertlik izi ve çatlak görüntüsü.....	31
Şekil 6.1. Alümina tozunun farklı büyütmelerdeki SEM görüntüleri.....	33
Şekil 6.2. Krom oksit tozunun farklı büyütmelerdeki SEM görüntüsü.....	34
Şekil 6.3. Stabilize zirkonya tozunun farklı büyütmelerdeki SEM görüntüsü.....	34
Şekil 6.4. Stabilize zirkonya tozlarının EDS nokta analizi.....	34
Şekil 6.5. Krom katkılı alümina ve alümina-zirkonya kompozit numunelerin relatif yoğunluk grafiği.....	37
Şekil 6.6. 1550°C'de 2 saat sinterlenen krom oksit katkılı numunelerin SEM görüntüleri ve EDS nokta analizleri.....	39
Şekil 6.7. 1550°C'de 2 ve 6 saat sinterlenen ağ. %10 zirkonya ve %1 krom oksit katkılı numunelerin SEM görüntüleri ve EDS nokta analizleri.....	39
Şekil 6.8. 1550°C'de 4 saat sinterlenmiş Al ₂ O ₃ -ağ. %10 ZrO ₂ -ağ. %0.5 Cr ₂ O ₃ numunesinin elementel dağılım haritası.....	40
Şekil 6.9. 1550°C sıcaklıkta 2 saat sinterlenen numunelerin SEM sekonder elektron görüntüsü: (a, b, c) Saf Al, (d, e, f) Al ₂ O ₃ +%0,5 Cr ₂ O ₃ , (g, h, ı) Al ₂ O ₃ +%1 Cr ₂ O ₃ , (j, k, l) Al ₂ O ₃ +%1,5 Cr ₂ O ₃	41
Şekil 6.10. 1550°C sıcaklıkta 2 saat sinterlenen numunelerin SEM sekonder elektron görüntüsü: (a, b, c) Al ₂ O ₃ +ZrO ₂ , (d, e, f) Al ₂ O ₃ +ZrO ₂ +%0,5 Cr ₂ O ₃ , (g, h, ı) Al ₂ O ₃ +ZrO ₂ +%1 Cr ₂ O ₃ , (j, k, l) Al ₂ O ₃ +ZrO ₂ +%1,5 Cr ₂ O ₃	42
Şekil 6.11. 1550°C sıcaklıkta 4 saat sinterlenen numunelerin SEM sekonder elektron görüntüsü: (a, b, c) Saf Al, (d, e, f) Al ₂ O ₃ +%0,5 Cr ₂ O ₃ , (g, h, ı) Al ₂ O ₃ +%1 Cr ₂ O ₃ , (j, k, l) Al ₂ O ₃ +%1,5 Cr ₂ O ₃	43
Şekil 6.12. 1550°C sıcaklıkta 4 saat sinterlenen numunelerin SEM sekonder elektron görüntüsü: (a, b, c) Al ₂ O ₃ +ZrO ₂ , (d, e, f) Al ₂ O ₃ +ZrO ₂ +%0,5 Cr ₂ O ₃ , (g, h, ı) Al ₂ O ₃ +ZrO ₂ +%1 Cr ₂ O ₃ , (j, k, l) Al ₂ O ₃ +ZrO ₂ +%1,5 Cr ₂ O ₃	44
Şekil 6.13. 1550°C sıcaklıkta 6 saat sinterlenen numunelerin SEM sekonder elektron görüntüsü: (a, b, c) Saf Al, (d, e, f) Al ₂ O ₃ +%0,5 Cr ₂ O ₃ , (g, h, ı) Al ₂ O ₃ +%1 Cr ₂ O ₃ , (j, k, l) Al ₂ O ₃ +%1,5 Cr ₂ O ₃	45
Şekil 6.14. 1550°C sıcaklıkta 6 saat sinterlenen numunelerin SEM sekonder elektron görüntüsü: (a, b, c) Al ₂ O ₃ +ZrO ₂ , (d, e, f) Al ₂ O ₃ +ZrO ₂ +%0,5 Cr ₂ O ₃ , (g, h, ı) Al ₂ O ₃ +ZrO ₂ +%1 Cr ₂ O ₃ , (j, k, l) Al ₂ O ₃ +ZrO ₂ +%1,5 Cr ₂ O ₃	46
Şekil 6.15. Krom katkılı alümina numunelerin tane boyutu grafiği.....	47
Şekil 6.16. Alümina-Zirkonya kompozit numunelerin tane boyutu grafiği.....	48
Şekil 6.17. 1550°C'de 2 saat sinterlenen krom katkılı alümina numunelerin XRD faz analizi görüntüsü.....	49
Şekil 6.18. 1550°C'de 4 saat sinterlenen krom katkılı alümina numunelerin XRD faz analizi görüntüsü.....	50

Şekil 6.19. 1550°C’de 6 saat sinterlenen krom katkılı alümina numunelerin XRD faz analizi görüntüsü.	50
Şekil 6.20. 1550°C’de 2 saat sinterlenen krom katkılı alümina-zirkonya kompozit numunelerin XRD faz analizi görüntüsü.	51
Şekil 6.21. 1550°C’de 4 saat sinterlenen krom katkılı alümina-zirkonya kompozit numunelerin XRD faz analizi görüntüsü.	51
Şekil 6.22. 1550°C’de 6 saat sinterlenen krom katkılı alümina-zirkonya kompozit numunelerin XRD faz analizi görüntüsü.	52
Şekil 6.23. Sinterlenen numunelerin sertlik grafiği.	54
Şekil 6.24. Sinterlenen numunelerin kırılma tokluğu grafiği.	55
Şekil 6.25. 2kg yük ile sertlik alınan $Al_2O_3+10 ZrO_2+0,5 Cr_2O_3$ numunesinin çatlak SEM görüntüsü, a)500X, b)1000X.	56



ALÜMİNA VE ALÜMİNA-ZİRKONYA KOMPOZİTİNE KROM OKSİT KATKISININ ETKİSİ

ÖZET

Alümina, sahip olduğu optik, dielektrik, mekanik, termal özelliklerinden dolayı uzun yıllardır seramik matrisli malzemelerde sıklıkla kullanılan en önemli ileri seramik malzemelerden biridir. Yüksek elastik modül, yüksek sıcaklık kimyasal direnci, aşınma direnci, düşük yoğunluk, biyouyumluluk, korozyon direnci gibi üst düzey özelliklere sahiptir. Fakat yapısal seramiklerin neredeyse tamamı tek başlarına bütün mühendislik gereksinimlerini karşılayamamaktadır. Alüminaya ağ. %10-%20 aralığında zirkonya ilave edilerek oluşturulan yeni kompozit malzemenin kırılma tokluğunun alüminaya göre önemli derecede yükseldiği bilinmektedir. Bu artış zirkonyum dioksitin dönüşüm toklaştırma mekanizması ile gerçekleşir. Tokluğu artan alüminanın bununla birlikte sertlik değerleri de düşmektedir. Bu seramiklerden biri olan alümina nispeten düşük tokluk ve düşük eğilme mukavemeti gibi dezavantajlara sahiptir. Bu çalışmada krom oksit (Cr_2O_3) ilavesinin zirkonya ile toklaştırılmış alümina (Al_2O_3) kompozitlerinin mikroyapı ve mekanik özelliklerine etkisi incelenmiştir. Deneysel çalışmada $1550\text{ }^\circ\text{C}$ 'de ve farklı sürelerde zirkonyanın alüminanın toklaşmasına etkisini incelerken düşük oranlarda krom oksit ilavesinin etkisi, sadece alümina-zirkonya içeren kompozitlerle mukayese edilmiştir. Al_2O_3 , Al_2O_3 +Ağ. %10 Zirkonya, Al_2O_3 +Ağ. %0,5 Cr_2O_3 , Al_2O_3 +Ağ. %1 Cr_2O_3 , Al_2O_3 +Ağ. %1,5 Cr_2O_3 , Al_2O_3 +Ağ. %10Zirkonya+Ağ. %0,5-1,-1,5 Cr_2O_3 tozları kuru olarak bilyalı değirmende 200 devir/dakika ile 4 saat karıştırılmıştır. Hazırlanan tozlar 170 MPa basınç altında tek yönde sıkıştırılarak $1550\text{ }^\circ\text{C}$ 'de 2, 4, 6 saat açık atmosferli elektrik direnç fırınında sinterlenmiştir. Elde edilen tozlar taramalı elektron mikroskobu (SEM), x ışınları analizi (XRD), yoğunluk ve sertlik ölçüm testleri gerçekleştirildi. SEM incelemesi Cr_2O_3 ilavesinin sinterleme sıcaklığının artması ile alüminanın tane boyutu artışını ve anormal tane büyümesini engellediği gözlemlenmiştir. Kromun alümina matris içerisinde tamamen çözünerek %100 katı çözelti olduğu görülmüştür. ZrO_2 ilavesi ile elde edilen kompozitlerin alümina krom oksit numunelerine kırılma tokluğu değerlerinin arttığı tespit edilmiştir. Krom eklenmesi ile sinterlenen numunelerde yoğunluk değeri alüminaya oranla artmıştır. Krom oksit ilavesi ile alümina numunelerin sertlik değerleri önemli derecede yükselirken, kırılma tokluğu değerleri bir miktar azalmıştır. Alümina-zirkonya kompozitine krom oksit ilavesi ile sertlik değerleri önemli ölçüde artarken kırılma tokluğu değerleri ise saf alüminanın değerleri ile neredeyse aynı kalmıştır. Alümina-krom oksitin nispeten eş eksenli, ince taneli bir yapıya sahip olduğu ($\sim 2\text{-}5\text{ }\mu\text{m}$) ve alümina içinde çözünen kromun matris tane boyutunu az miktarda arttırırken, krom ilavesinin anormal tane büyümesini engellediği görülmüştür. Anormal tane büyümesi alümina-zirkonyalı kompozitlerde alümina kromoksit numunelerine göre daha fazla ve boyutları büyük olmasına rağmen kromoksit ilavesi ile azalmış, bazı numunelerde tamamen kaybolmuştur.



THE EFFECT OF CHROMIUM OXIDE ADDITION ON ALUMINA AND ALUMINA-ZIRCONIA COMPOSITES

SUMMARY

Alumina is one of the important advanced ceramics that has been frequently used in ceramic matrix composites for many years due to its optical, dielectric, mechanical and thermal processes. It has high-end properties such as high elastic modulus, high temperature chemical resistance, abrasion resistance, low density, biocompatibility, degradation resistance. However, almost all structural ceramics cannot meet all engineering requirements on their own. Alumina, one of these ceramics, has disadvantages such as relatively low toughness and low bending strength. It is very common to use alumina as the main component of ceramic matrix composites. Different mechanisms have been developed to improve the properties of alumina in ceramic matrix composites.

There are studies that improve the mechanical properties of alumina used for advanced engineering applications with second phase particle reinforcement such as SiC, B₄C, TiC, Cr₃C₂. Addition of chromium oxide to alumina is one of these studies.

Alumina chromium oxide is a binary system known to form a solid solution without forming eutectics throughout all composition ranges at high temperatures. This system, which contains high Chromium oxide, is known to have good refractoriness with its thermal shock resistance and mechanical properties, and is used in industrial furnaces due to its wear resistance against slag at high temperatures. The sintering mechanism, hardness and toughness relationship of alumina solid solution systems with low chromium oxide content continue to be investigated. It is well known that chromium forms an isovalent solution in the alumina lattice by exchanging with aluminum ions. The solid solution of Cr³⁺ ions in the hexagonal alumina crystal lattice is formed during sintering through diffusion processes. The radius of Cr³⁺ is slightly larger than that of Al³⁺ ions (140 vs. 125 pm). Theoretically, at sufficient chromium concentrations, a hardening effect can occur due to inhibition of dislocation motion. The larger size of Cr³⁺ compared to Al³⁺ can lead to residual stresses in the crystal lattice when only part of the Al³⁺ is replaced by Cr³⁺. These stresses can be similar to the compressive stresses produced in ceramic composites hardened by the Al₂O₃-ZrO₂ transformation, resulting in an increase in strength for Cr³⁺ doped alumina ceramics.

While zirconia exists in monoclinic phase from room temperature to 1170°C, it is tetragonal up to 2370°C. From this temperature up to 2680°C, it is in cubic form. When zirconium oxide is removed to the tetragonal phase, it returns to the monoclinic phase during recooling. During this transformation, a volume increase of approximately 4% occurs due to the crystal structure difference. Although this situation, which creates stress in the internal structure, improves the strength of the final zirconia, the material tends to crack if more than 25% monoclinic transformation occurs. For this reason, different additives are added to the structure in order to keep the zirconia stable in the

tetragonal phase. Almost the most used of these additives is the stabilized zirconia form with 3% Y_2O_3 addition.

Zirconia-toughened alumina composites are materials obtained by adding stabilized zirconia (zirconium dioxide) particles to an alumina (aluminum oxide) matrix. These composites have high mechanical properties by combining the advantages of both alumina and zirconia. The toughening effect of zirconia increases the fracture strength of the material by preventing crack formation in alumina and stopping the propagation of cracks. The presence of zirconia particles dissipates the stress on the cracks and changes the propagation direction of the cracks. Thus, the composite material absorbs more energy and prevents the rapid propagation of cracks. The addition of stabilized zirconia significantly increases the toughness of the alumina structure, while decreasing its hardness.

In this study, the aim is to sinter zirconia-dispersed aluminum with low amounts (0.5-1-1.5%) of chromium oxide added using the conventional powder metallurgy method at relatively low temperatures, and to investigate the grain size, densification behavior, and mechanical properties (fracture toughness, hardness, etc.) of the resulting composite material.

In the experimental study, alumina with 99.92% purity and grain size of 0.3 μm , chromium oxide powders with grain size of approximately 0.5 μm and 99% purity, and yttria stabilized zirconia powders with 97% purity and approximately 3-50 μm grain size were used. Powder mixtures containing pure alumina, Al_2O_3+10 Wt% Zirconia and Al_2O_3+10 wt% Zirconia+0.5%-1.0%-1.5% Cr_2O_3 were prepared from these powders. After these powders were mixed dry in a ball mill at 200 rpm for 4 hours, they were pressed under 170 MPa uniaxial pressure to obtain compact powders with a diameter of 15 mm and a height of 4-5 mm. The samples were sintered in an open atmosphere electric resistance furnace at 1550°C for 2, 4, 6 hours. Heating and cooling processes were carried out at 5°C/min. Densities of sintered samples were measured by Archimedes principle and polished by normal metallographic method. Microstructures of the samples, which were thermally etched at 1450°C for 60 minutes, were examined by SEM, and phase analysis was performed with XRD. Hardness measurements under 2 kg load and fracture toughness (K_{Ic}) values were determined in Vickers hardness device for 15 seconds. The equation found by Anstis et al. was used to determine the fracture toughness value.

In SEM examinations, the images of alumina, chromium oxide, zirconia starting powders, powder sizes and shapes were analyzed. With alumina and chromium oxide submicron powder size, the alumina powder size is finer and more homogeneous compared to the chromium oxide powder size. In the EDS analysis of alumina powders, 60.42% aluminum and 39.58% oxygen were detected. According to the chemical analysis results obtained from SEM images, the amount of chromium was 67.23%, while the amount of oxygen was 32.78%. For zirconia powder, there appears to be a non-uniform size distribution ranging from 3 microns to 30 microns. SEM and EDS examinations confirm that zirconia powders are stabilized with 8% yttrium.

A problem encountered in the sintering of alumina ceramic material is abnormal grain growth. Abnormal grain growth was not observed in any of the sintered samples with 2 hours and the addition of chromium oxide did not induce abnormal grain growth. Almost no abnormal grain growth was observed in alumina samples sintered for 2 h without chromium addition. Abnormal grain growth was observed in almost all of the samples sintered for 4 and 6 hours. Abnormal grain growth was found to be higher in

alumina zirconium composites than in alumina chromoxide samples. However, chromium addition reduced abnormal grain growth in all sample groups. After sintering, a very fine-grained ceramic with an equiaxed grain structure of 2-5 microns was obtained in the samples sintered for 2 hours. However, an interesting situation was encountered in zirconium-doped composite samples. While the matrix structure around the zirconium grains appears to be fine-grained, it is observed that the matrix structure is larger-grained in regions where zirconium is scarce.

The results obtained in the study; The relative densities determined after sintering are over 96% in all samples. With the addition of chromium oxide, it increased from 97% to 99% in alumina samples and from 96% to 98.4% in alumina zirconia samples. It is clearly seen in the density analysis that the density values increased as the sintering time increased from 2 hours to 4 hours. However, especially in alumina chromoxide samples, there is a decrease in density as the sintering time increases from 4 hours to 6 hours. This situation is thought to be related to the reaction of chromium oxide with oxygen at temperatures above 1000°C in the open atmosphere. At these temperatures, chromium passes into the gas phase when the chromium oxide compound reacts with oxygen. The thermodynamic reaction of chromium oxide depends on the sintering time. As time increases, the amount of reaction occurring and the amount of chromium removed from the structure increases. It is seen that the density of alumina zirconia composites increases with sintering time.

The grain size was measured between 3.97-4.44 microns in alumina-based samples and 1.81-3.57 microns in alumina-zirconia-based samples. The addition of chromium oxide generally caused a slight increase in grain size. Although there is no significant increase in grain sizes with increasing sintering, it is seen to increase in all samples. However, when looking at the alumina chromium oxide samples, it is seen that the addition of chromium reduces the grain size slightly in the samples sintered in 2 hours.

According to the results of hardness tests, the lowest hardness values were obtained in alumina zirconia composites. The next lowest hardness values belong to pure alumina samples. The addition of chromium oxide provided a significant increase in hardness in both alumina and alumina-zirconia-based samples. The hardness value increased from 17 GPa to 19.9 GPa in alumina-based samples, and from 14 GPa to 19 GPa in alumina-zirconia-based samples. Chromium oxide has no solubility in zirconia, it is an oxide with 100% solubility in alumina, and EDS analyzes confirmed this. Solid solution strengthening is what provides the increase in hardness.

In order to find the hardness and fracture toughness of the samples, the sanding and polishing were determined on the surface for 15 seconds using a Vickers diamond pyramid tip on a LEICA brand microhardness measuring device. A 2 kg load was applied for both hardness measurement and fracture toughness. Fracture toughness values decreased with the addition of chromoxide. It is especially evident in alumina-zirconia based samples that are sintered for 4 and 6 hours and contain abnormal grain growth.

XRD analysis showed that alumina and chromoxide powder consisted of α -alumina and chromoxide with corundum structure, while zirconia powder consisted predominantly of tetragonal and to a lesser extent monoclinic zirconia. Sintered alumina-based samples consist of α -alumina, while alumina-zirconia-based samples consist of α -alumina and tetragonal zirconia phases.



1. GİRİŞ

Kompozit malzemeler, bir malzemenin tek başına sağlayamayacağı özellikleri kazandırabilmek için farklı malzeme takviyeleri ile birlikte oluşturulan yeni üstün özelliklere sahip olan malzemelerdir. Kompozit malzemeler birden fazla üstün özelliği bir arada bulundurabilme ve bu özellikleri konfigüre edebilme açısından mükemmeldir. Matris ve takviye fazları, ayrı ayrı mekanik ve fiziksel özellikleri oluşturulacak kompozit malzemenin özelliklerini belirler. Genel olarak kompozit malzemeleri matris ve takviye fazları olarak ikiye ayırmak mümkündür. Matris fazı tokluğu, sünekliliği ve takviye-matris tutunmasını kontrol ederken, takviye fazları ise gerekli yüksek mekanik özellikleri sağlamaktadır. Bunların yanında takviye ve matris oranı, takviyenin matris içerisindeki dağılımı, takviye elemanlarının boyut ve şekilleri, takviye fazının sertliği ve takviye-matris arayüzeyi özellikleri iyileştirildiğinde istenilen üstün özellikli malzeme elde edilebilme avantajına sahiptir. Kompozit malzemelerin bu avantajları havacılık, savunma, otomotiv, elektronik, inşaat, enerji ve biyomedikal gibi sektörlerde kullanımı için tercih sebebi olmaktadır. Özellikle yüksek sertlik ve yüksek tokluk gibi üstün özelliklerin bir arada bulunmasını sağlayan seramik matrisli kompozit malzemelerin kullanımı bu alanlarda önemli yer bulmaktadır[1–5].

Alümina, sahip olduğu optik, dielektrik, mekanik, termal özelliklerinden dolayı uzun yıllardır seramik matrisli malzemelerde sıklıkla kullanılan en önemli ileri seramik malzemelerden biridir. Yüksek elastik modül, yüksek sıcaklık kimyasal direnci, aşınma direnci, düşük yoğunluk, biyouyumluluk, korozyon direnci gibi üst düzey özelliklere sahiptir. Fakat yapısal seramiklerin neredeyse tamamı tek başlarına bütün mühendislik gereksinimlerini karşılayamamaktadır. Bu seramiklerden biri olan alümina nispeten düşük tokluk ve düşük eğilme mukavemeti gibi dezavantajlara sahiptir. Seramik matrisli kompozitlerin ana bileşeni olarak alüminanın kullanılması çok yaygındır. Seramik matrisli kompozitlerde alüminanın özelliklerinin iyileştirilebilmesi için farklı mekanizmalar geliştirilmiştir[6–10]

Zirkonya, oda sıcaklığından 1170°C sıcaklığa kadar monoklinik fazda bulunurken, 2370°C sıcaklığa kadar tetragonal yapıdadır. Bu sıcaklıktan itibaren 2680°C'ye kadar

ise kübik formdadır. Zirkonyum oksit tetragonal faza çıkarıldığında yeniden soğuma esnasında monoklinik faza geri dönmektedir. Bu dönüşüm sırasında kristal yapı farklılığı gereği yaklaşık %4'lük bir hacim artışı meydana gelmektedir. İç yapıda stres oluşturan bu durum nihai zirkonyanın mukavemetini iyileştirmesine rağmen %25'den fazla monoklinik dönüşümü gerçekleşirse malzeme çatlama eğilimi göstermektedir. Bu nedenle zirkonyanın tetragonal fazda stabil tutulabilmesi için yapıya farklı katkıları eklenmektedir. Bu katılardan neredeyse en çok kullanılanı %3 mol Y_2O_3 ilaveli stabilize zirkonya formudur[11–14].

Zirkonya, %10-%20 aralıklarında alümina sistemine ilave edilerek oluşturulan, kompozit malzemenin alüminanın özelliklerini önemli derecede yükselttiği bilinmektedir. Alümina matrisine katılan zirkonya, dönüşüm toklaşması mekanizması ile kompozitin kırılma tokluğunu artırmaktadır. Dönüşüm toklaşması, matris içerisinde dağıtılmış stabilize tetragonal fazın, dış kuvvetlere maruz kaldığında oluşan gerilmelerin etkisi ile bölgesel olarak monoklinik faza dönüşmesi ve çatlakların ilerlemesine engel olması olarak tanımlanabilir. Bu mekanizma sayesinde alümina-zirkonya kompozitler; biyomedikal sektöründe implant malzemeleri, savunma sanayinde balistik zırh malzemeleri, üretim endüstrisinde kesici uç takımları gibi yüksek dayanım gerektiren uygulamalarda yer bulmaktadır. Fakat zirkonya ilavesi ile alüminanın tokluğu artmasına rağmen sertlik değerleri oldukça düşmektedir. Bu nedenle Alümina-Zirkonya sistemini geliştirme üzerine çalışmalar hala devam etmektedir[15–22].

Geliştirilen bir diğer teknik ise farklı metal oksitlerle katı çözelti oluşturmaktır. Birbiri içerisinde tamamen çözünen farklı metal oksitlerin farklı oranlarda bir araya getirilerek yapısal, termal ve kimyasal özelliklerinin değiştirilebilmesi ilgi çeken konulardan biridir. Alüminanın yapısına Krom oksit gibi yüksek sertliğe sahip oksitlerin farklı oranlarda ilave edilmesiyle birlikte mekanik özelliklerinin artırılması çalışmaları daha önce çalışılmıştır[23, 24].

Alümina krom oksit, yüksek sıcaklıkta tüm bileşim aralıkları boyunca ötektik oluşturmada katı çözelti oluşturduğu bilinen ikili sistemdir. Yüksek Krom oksit içeren bu sistem termal şok direnci ve mekanik özellikleriyle iyi refrakterlik özelliği gösterdiği bilinmektedir ve yüksek sıcaklıkta cürufa karşı gösterdiği aşınma direncinden dolayı endüstri fırınlarında kullanılmaktadır. Düşük krom oksit içeriğine sahip alümina katı çözelti sistemlerinin ise sinterleme mekanizması, sertlik ve tokluk

ilişkisi araştırılmaya devam edilmektedir. Kromun, alüminyum iyonları ile deęiş tokuş ederek alümina kafesinde izovalent bir çözüm oluřturduęu iyi bilinmektedir. Altıgen alümina kristal kafes içindeki Cr^{+3} iyonlarının katı çözeltisi, difüzyon işlemleri yoluyla sinterleme sırasında oluřur. Cr^{+3} nın yarıçapı Al^{+3} iyonlarından biraz daha büyüktür (140'a karřı 125 pm). Teorik olarak, yeterli krom konsantrasyonlarında dislokasyon hareketinin engellenmesi nedeniyle bir sertleşme etkisi meydana gelebilir. Al^{+3} ile karřılařtırıldığında daha büyük Cr^{+3} boyutu, Al^{+3} nın yalnızca bir kısmı Cr^{+3} ile ikame edildiğinde kristal kafeste artık gerilimlere yol açabilir. Bu gerilmeler Al_2O_3 - ZrO_2 dönüşümü ile sertleştirilmiş seramik kompozitlerde üretilen sıkıřtırma gerilmelerine benzer olabilir ve Cr^{+3} katkılı alümina seramikler için mukavemette bir artışa neden olur[6, 23, 25, 26].

Bu çalışmada, geleneksel toz metalurjisi yöntemiyle, zirkonya ile toklaştırılmış alüminaya düşük miktarlarda (%0,5-1-1,5) krom oksit ilave edilerek sinterlenmesi ve oluřan kompozit malzemenin tane boyutu, yoğunlaşma davranıřı, mekanik özellikleri (kırılma tokluęu, sertlik vb.) incelenmesi amaçlanmaktadır.



2. KOMPOZİT MALZEMELER

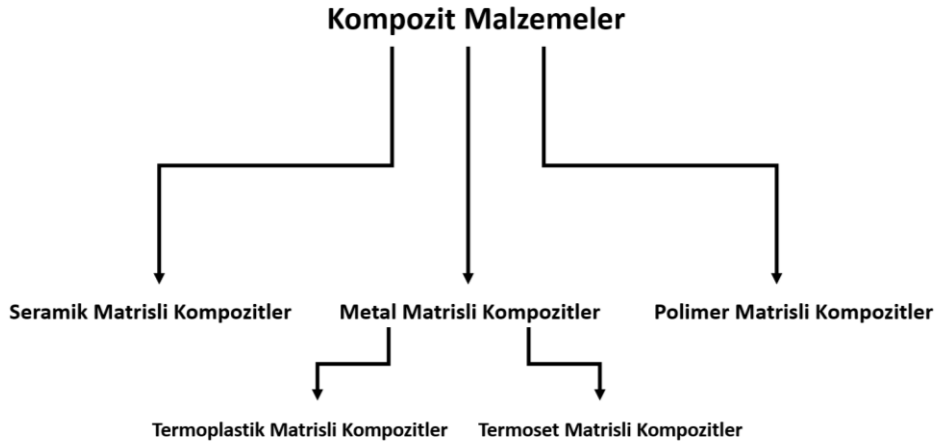
Kompozit malzemeler, en genel tabirle en az iki malzemenin ayrı ayrı oldukları durumda sağladıkları özelliklerin üzerinde performans sağlayacak şekilde bir araya getirilerek oluşturulan malzemelerdir. Bu malzemeler belirli amaçlara yönelik olarak rijitlik, mukavemet, yüksek sertlik, üstün korozyon özellikleri, elektriksel ve ısı iletkenlik, yüksek sıcaklıklarda çalışma gibi fiziksel ve mekanik özelliklerinin iyileştirilmesi amacıyla üretilirler. Bu çoklu özelliklerin bir araya getirilmesindeki amaç, kompoziti oluşturan malzemelerin önceki halinde elde edemediği özellikleri kazandırmak veya var olan özelliğini üst seviyeye çıkarmaktır. Metallerde alaşım oluşturarak malzemenin özelliklerini artırma durumuna benzer olmasına karşın kompozit malzemelerin en belirgin farkı, kompozit malzemeleri oluşturan her bileşenin ayrı ayrı kimyasal, fiziksel ve mekanik özellikleri vardır. Bu bileşenler birbirlerine mekanik olarak bağlanarak bir arayüz oluşturur. Birbiri içerisinde çözünmezler. Makro gözlem yapıldığında kompozitler homojen olarak görünmekte, mikro olarak bakıldığında ise heterojen yapıya sahip oldukları görülmektedir. Kompozit malzeme bileşenleri matris ve takviye fazı olarak ikiye ayrılmaktadır. Kompozit malzemelerde matris fazı, takviye fazını bir arada tutarak kompozit yapının genel formunu sağlamak, malzemeye gelen yükü aktarmak gibi görevlere sahiptir. Buradan sonuçla matris, kompozit malzemenin yüksek sıcaklık dayanımı gibi özellikleri sağlar. Takviye bileşenleri genellikle matrise nazaran yüksek sertlik, yüksek mukavemete sahiptirler. Genel olarak kompozitlerde matris fazı tokluk ve sünekliği sağlarken takviye fazının bu yüksek özellikleri elde edilen malzemenin nihai özelliklerini kazandırır. Genel olarak malzemenin kompozit olarak nitelendirilebilmesi için takviye fazının ağırlıkça oranı %5'in üzerinde olmalıdır[27, 28].

Kompozitler, diğer malzemelerden ayrılan önemli özelliklere sahip malzemelerdir. Bir malzemenin kompozit olarak adlandırılabilmesi için şartlar aranmaktadır. Bunlar;

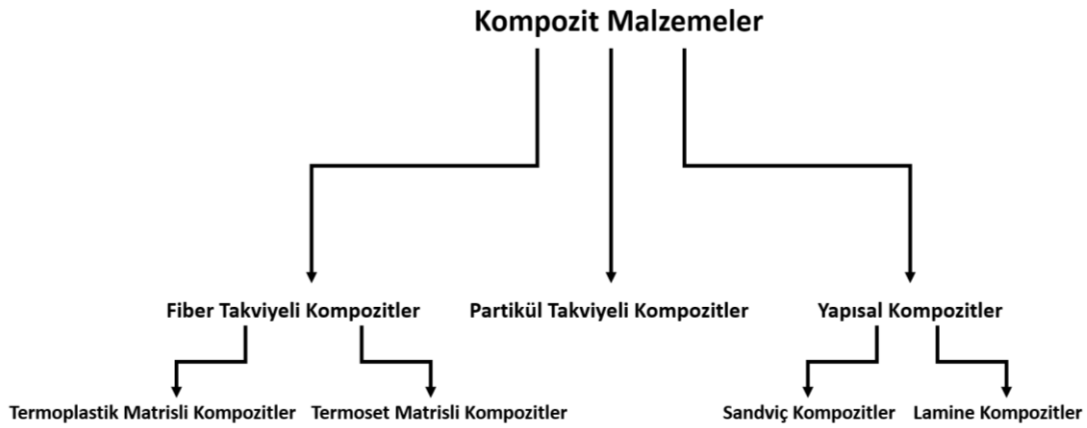
- İnsan eliyle yapılmamış doğal malzeme olması,
- Kimyasal olarak aynı olmayan birden fazla malzemenin bir araya getirilmiş olması,

- Kompoziti oluşturan malzemelerin ayrı ayrı özelliklerinin kompozitin özelliklerinden üstün olmaması,

Kompozit malzemeler, genel olarak metal malzemelere polimer ya da metal, seramik malzemelere seramik ya da polimer veya polimer malzemelere farklı polimer ilave edilerek oluşturulan sistemlerdir[27].



Şekil 2.1. Kompozit malzemelerin matris elemanına göre tanımlamaları.



Şekil 2.2. Kompozit malzemelerin takviye elemanına göre tanımlamaları.

2.1. Metal Matrisli Kompozitler

Metal matrisli kompozitler (MMK), kompoziti oluşturan malzemelerin en az birinin metal olması ile beklenen özellikleri karşılayabilmek için en az iki bileşenin bir araya gelerek oluşturulan malzemelerdir. Bu kompozitlerin sağladığı özellikleri metal

alaşımları tek başlarına sağlayamadıkları için whisker, partikül, sürekli ya da kısa fiber takviyeleri ile yeni malzemeler elde etme ihtiyacı doğmuştur[27, 28].

Takviye elemanına göre özellikleri şekillenen metal matrisli kompozitlerde takviye elemanlarının her biri farklı farklı avantajlar sunmaktadır. Partikül takviyeli MMK' ler düşük maliyetinin yanısıra rijitlik özelliklerini iyileştirir ve izotropik yapı oluştururlar. Ancak diğer yöntemlere göre mukavemeti düşük kalmaktadır[29].

Metal matrisli kompozitlerde yaygın olarak kullanılan matris malzemeler alüminyum ve alaşımları, titanyum alaşımları, magnezyum ve alaşımları, kobalt, bakır, gümüş, nikel, niyobyum ve intermetalik malzemeler örnek olarak verilebilir[29].



Şekil 2.3. Metal matrisli kompozit malzemelerin üretim yöntemleri.

2.2. Polimer Matrisli Kompozitler

Polimer matrisli kompozitler (PMK), polimer reçineden oluşturulan bir matrise fiber ya da benzeri fiziksel ve mekanik özelliklere sahip takviyeleri bulunduran kompozit malzemelerdir. Polimer birincil fazı oluştururken elyaf, tanecik veya parçacık ise ikincil fazı oluşturmaktadır. İkincil fazın mukavemeti normalde birincil fazdan çok daha yüksektir. Matrisin ise takviye elemanlarının birbirine sıkıca bağlanmasını sağlamak için yüksek yapışma özelliğine sahip olması gereklidir. Bu birbirinden farklı özelliklere sahip iki malzeme arasında bir arayüz meydana gelmekte olup, arayüzün üzerindeki mekanik, reolojik ve kimyasal etkiler kompozit performansı ve işleme özelliklerini önemli derecede etkilemektedir. Polimer matrisli kompozitler ticari olarak uygulanabilirliğinin kolay olması nedeniyle en çok kullanılan kompozit türüdür[30–34].

Yüksek elastik mukavemet ve yüksek elastik modül PMK malzemelerin öne çıkan avantajları arasındadır. Bu özelliklerinden dolayı havacılık sektöründe sıklıkla kullanılmaktadır. İyi yorulma dirençlerine sahip olmakla birlikte yüksek hasar toleransına sahiplerdir. PMK malzemelerde yorulma fiberin zayıf halkalarından başlayacağında arayüzün yüksek performans göstermesi çatlak oluşumuna izin vermeyecektir. Yüksek sönümleme özelliğine sahiptir. Bu özelliklerin yanı sıra yüksek ani sıcaklık dirençleri, üstün elektrik yalıtım performansları, yüksek frekanslı dielektrik özellikleri, mükemmel korozyon direncine sahip olmaları, özel elektriksel, optik, manyetik özelliklere sahip olmaları ve iyi sürtünme dirençleri PMK malzemelerin kullanımlarını artırmaktadır[30, 35, 36].

Üretilcek parçanın kalitesi, miktarı, parça üretim maliyetleri ve nihai üründe istenilen özelliklere göre çeşitli üretim yöntemleri bulunmaktadır[35, 37].

1- Açık kalıplama üretim yöntemleri:

- Elle yatırma (kontakt kalıplama) yöntemi
- Püskürtme yöntemi
- Torba (otoklav) ile kalıplama yöntemi
- Elyaf sarma yöntemi

2-Kapalı kalıplama üretim yöntemleri:

- Reçine transfer kalıplama (RTM) yöntemi
- Profil çekme (pultrüzyon) yöntemi
- Ekstrüzyonla kalıplama yöntemi
- Hazır kalıplama yöntemleri – Bulk kalıplama (BMC), levha kalıplama (SMC)
- Enjeksiyonla kalıplama yöntemi
- Savurma kalıplama yöntem

2.3. Seramik Matrisli Kompozitler

Seramik matrisli kompozitler (SMK), Monolitik seramik malzemelerin düşük kırılma tokluğuna sahip çatlaklara karşı direnci zayıf olmalarından, polimer malzemelerin hidrokarbon yapısından, metal matrisli kompozitlerin düşük sıcaklık dayanımından kaynaklı dezavantajları gidermek amacıyla geliştirilen kompozit malzemelerdir. Seramik matrisli kompozitler hem iyonik hem de kovalent bağlı seramik matrisin yüksek sıcaklık mukavemeti, yüksek sıcaklık kimyasal direnci, korozyon ve aşınma

direnci özelliklerini içerisinde barındırırlar. Bu avantajları seramik matrisli kompozitleri disk seramik frenler, jet motorları, gaz türbinler, seramik adyabatik motorlar, balistik zırhlar, rulmanlar, filtreleme sistemleri, implant malzemeleri kullanılır hale getirmektedir. Genel olarak seramik matrisli kompozitleri sürekli fiber takviyeli ve süreksiz fiber takviyeli olarak ikiye ayırabiliriz. Partikül, plaka, whisker, fiber gibi takviyeler süreksiz olarak adlandırılır. Takviye olarak fiberlerin yapıya eklenmesi en yüksek kırılma dayanımı sonuçlarını vermektedir[38, 39].

Seramik matrisli malzemelerde matris olarak genellikle alümina, silikon karbid, müllit ve silikon nitrit kullanılmaktadır. Seramik matrislerin dayanıklılığı ve sünekliliği oldukça düşük ve aynı zamanda termal şok dirençleri çok zayıftır. Bu sebeple takviye malzeme seçiminde öncelikli olarak bu olumsuzlukların giderilmesi amaçlanmaktadır. Seramik matrisli kompozitlerde seramik matris dayanıklılığının artırılması, düşük yoğunluğa, yüksek erime noktasına, yüksek modül ve kuvvete sahip malzeme seçimi ile mümkündür. Takviye olarak seçilen malzemeler fiber, partikül veya whisker olarak yapıya katılmaktadır. Karbidler, oksitler ve boridler takviye malzemelere örnektir[40].

Seramik matrisli kompozit malzemelerin CVI prosesinde fibrous preform önemli rol oynamaktadır. Preform, kompozitteki fiber ve matrisin hacim fraksiyonunu kontrol etmekle birlikte fiberlerin yönlendirilmesini ve anizotropisini belirlemekte önemli rol oynamaktadır. Preformlar uzun veya kısa fiberlerden oluşabilmekte olup sürekli fiberler ise dokuma ve örgü gibi birbirinden farklı şekillerde üretilebilmektedirler.

Her fiber kimyasal kararlılıklarının, elastik ve kayma modüllerinin farklı olması gerekçesiyle farklı özellikler gösterebilmektedir. Alümina fiberler yüksek yoğunluklu ve kayma dirençlerinin düşük olması gibi dezavantaja sahiptir.

Matris ve takviye faz arasındaki etkileşimden dolayı seramik matrisli kompozitin dayanıklılığı katkısız matris malzemeye oranla daha yüksektir. Bu etkileşim, matris-fiber arayüzündeki kırma sapmasından kaynaklanmaktadır. Matris boyunca fibere doğru ilerleyen çatlak fibere ulaştığında, arayüzdeki zayıf bağlanma sonucu kayar ve fiber çatlamasına engel olur. Fiberler kırılan matris boyunca sıralı köprü kurar. Bağlanma kuvvetinin çok büyük olduğu durumlarda fiber matris içinde hareket edemeyecek ve dolayısıyla kırılması kaçınılmaz olacaktır. Fiberlerde olduğu gibi arayüzün mekanik özellikleri seramik matrisli kompozitlerin performansını önemli derecede etkilemektedir [14].

Malzemeler arasındaki kimyasal etkileşim ve difüzyon kaynaklı olarak seramik matrisli kompozitlerin üretiminde kullanılan infiltrasyon malzemelerinin büyük çoğunluğunda matris ve fiber arasındaki bağlar kuvvetlidir.

2.3.1. Soğuk presleme ve sinterleme

Matris tozu ve fiberlerin önce soğuk pres yardımıyla şekillendirilmesi ve sonra sinterlenmesi esasına dayanan geleneksel seramik üretim yöntemlerinden biridir. Bağlayıcı içerisine atılan seramik toz, şekillendirilmesinin ardından yapısındaki organik bağlayıcıların giderilmesi amacıyla ısıtılma işlemine tabi tutulmaktadır. Bu işlem sinterleme işleminden hemen önce gerçekleştirilmektedir. Sinterleme prosesiyle birlikte matriste çatlaklar oluşmakta ve çekme gerçekleşmektedir[41–44].

2.3.2. Tepkin sinterleme ve kendinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi (SHTS)

İki veya daha fazla bileşenin sinterleme esnasında tepkimeye girerek yeni faz oluşturmaya tepkin sinterleme adı verilmektedir. Ekzotermik reaksiyon sonucu oluşan bu tepkime sinterlemeye büyük oranda katkı sağlamaktadır. Tepkime esnasında çok yüksek miktarda enerji açığa çıkmaktadır.

Kendinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezinin bir diğer adı ise yanma sentezidir. Başlangıç bileşenleri karışım tutuşma sıcaklığının üzerindeki bir sıcaklığa ısıtılmakta ve istenilen faz elde edilinceye kadar bu işlem devam ettirilmektedir. Çok az miktarda enerji gerektirmesi, üretiminin kolay ve kısa sürede olması aynı zamanda yüksek saflıkta ürün elde etmeye elverişli olması gibi birçok avantajlara sahiptir. Diğer yandan tepkime kontrol etmesinin zorluğu dezavantajları arasındadır[41].

2.3.3. Sıcak presleme

Partiküller arasındaki seramik malzemenin fiber yapı içerisine difüzyonunu kolaylaştırmak için yüksek basınç ve sıcaklık uygulanarak yüksek yoğunluk ve ince mikroyapıya sahip malzemelerin üretilmesinde kullanılmaktadır. Partiküller sayesinde düşük poroziteli ve yüksek mekanik özelliklere sahip ürün elde etmek mümkün olurken karmaşık şekilli ürünlerin üretiminde çok fazla tercih edilmemektedir[41].

2.3.4. Tepkime bağlama

Bu yöntemde sinterleme ilavelerine gerek duyulmadan seramik matrisli kompozit üretilmektedir. Sinterleme ilavelerine gerek duyulmaması sebebiyle oda sıcaklıklarda elde edilen özellikler yüksek sıcaklıklara kadar korunmaktadır. Sinterleme ilavesinin

gerekmemesi aynı zamanda boyutsal çekme oluşmamasını sağlamaktadır. Tepkime bağlama yönteminin bir diğer tercih sebebi olmasındaki etken tepkime bağlama sıcaklığının sinterleme sıcaklığının altında olmasıdır. Diğer yandan bu yöntemle hazırlanan ürünlerin yüksek miktarda gözenek içermesi kaçınılmaz bir gerçektir[41].

2.3.5. Seramik emdirme

Seramik emdirme yöntemi matris malzemenin maddenin üç haliyle (katı, sıvı, gaz) takviye fazına emdirilmesi yöntemidir. Bu yöntemde düşük viskoziteli sıvıların gözenekli yapıdaki gazların sistemden uzaklaştırılmasıyla yapıya emdirilmesi söz konusudur. Yöntem uygulanabilmesi için yüksek sıcaklık gerekmektedir ve farklı geometrideki parçalara uygulanabilmektedir. Seramik eriyik viskozitesi yüksek olduğu için işlem zor olmakla birlikte yüksek sıcaklık gerektirdiğinden istenmeyen fazların oluşması muhtemeldir[41, 45].

2.3.6. Sol-Jel

Bu yöntem ile düşük sıcaklıklarda bir çözelti ortamında anorganik yapı sentezlenmektedir. Prepeg hazırlama, yayma, jelleştirme ve kurutma, refiltrasyon ve jelleştirme ve yakma adımlarından oluşmaktadır. Matris, seramik partikül süspansiyonundan hazırlanır. Sol adı verilen preseramik öncü fibere infiltre edilir. Daha sonra preform kurutulur ve sonunda sol jelleşir. Nihai malzeme kızdırılır ve sıcak prese gönderilir. Düşük sıcaklıkta uygulanabilmesi fiber hasarını önlemektedir. Bileşimler rahatlıkla kontrol edilebildiğinden çok bileşenli sistemde çalışmayı mümkün kılar ve iki-üç boyutlu üretime olanak sağlamaktadır. Diğer yandan yüksek çekme ve düşük akma sergilemesi sebebiyle matriste çatlak oluşumuna ve çoklu emdirme gereksinimine neden olmaktadır[41].

2.3.7. Kimyasal buhar emdirme

Fiberlerin pelet haline getirilmesi ardından arayüzle kaplanıp, seramik matrisin içerine emdirilmesi işlemidir. Kimyasal buhar infiltrasyon (CVI) işlemi bir çöktürme işlemidir. Bu yöntemde CVI malzemeleri ısıtılan peletin de içinde bulunduğu fırına gönderilir. Gazlar pelete doğru giden fiberlerde tepkimeye girer. Fiber üzerindeki bu etkileşim sonucunda katı bir matris malzemesi oluşur[41].

2.3.8. DIMOX, lanxide süreci

Lanxide firmasının geliştirdiği bir yöntem olması nedeniyle Lanxide yöntemi olarak da anılan DIMOX yöntemi eriyik haldeki metallerin oksitlendirilerek seramik yapılar

elde etme esasına dayanmaktadır. Bu yöntemde azot ve oksijen gibi oksidanlar; Zr, Ti, Al gibi farklı metaller kullanılmaktadır. Tepkimeden sonra oluşan nihai ürün erimiş metal havuzunun yüzeyinde meydana gelir ve daha sonra dış tarafa doğru büyür. Bu yöntemle partikül veya fiber takviyeli kompozitler üretilebilmektedir[41, 46].

2.4. Seramik Matrisli Kompozitlerin Toklaştırma Mekanizmaları

Kompozitlerin toklaştırılması, çatlak eğilmesi, çatlak köprüleme, çatlak tutma, çatlak yönlendirme ve dönüşüm toklaşması gibi birçok şekilde yapılabilir. Bu yöntemlerin her birinin ayrı ayrı avantaj ve dezavantajları bulunmaktadır. Özellikle partikül takviyeli seramik takviyeli kompozitlerde yararlanılan tokluk artırma mekanizmaları aşağıda kısaca özetlenmiştir [22].

2.4.1. Çatlak eğilmesi

Çatlak eğilmesi, seramiklerde çatlağın başlaması ve ilerlemesi sırasında gözlenen bir olayı ifade etmektedir. Temel olarak oluşan çatlağın ilerlediği yönde çatlağı eğilmeye zorlayan farklı gerilme bölgeleri oluşmasıdır. Bu mekanizma sayesinde çatlağın yayılması yavaşlamaktadır. Çünkü çatlak ilerledikçe çatlağın ucunda gerilme artmaktadır ve artan gerilme yüzeydeki parçaların eğilmesine ve çatlağın yönünün değişmesini sağlar. Çatlağın eğilerek ilerlemesi, çatlağın ilk kısımlarında bulunan gerilmelerin azalmasına ve enerjinin daha homojen absorbe edilmesine neden olur. Yani çatlağın ilerlemesi için daha fazla enerji gerekmektedir. Bu çalışan mekanizma seramiklerin kırılma tokluğunu arttırmaktadır.

Çatlak eğilmesi mekanizması genellikle seramik matrisli kompozitlerde, özellikle seramik matrisli fiber takviyeli kompozitlerde gözlenir. Fiberler, çatlak yüzeylerine yakın bölgelerde gerilmeleri yüksek olan bölgeler oluşturur. Bu yüksek gerilmeler, çatlak boyunca malzeme parçalarının bükülmesine ve çatlak yayılmasının yavaşlamasına neden olur.

Çatlak eğilmesi, seramiklerin kırılma tokluğunu artıran çatlak köprüleme (fiber köprüleme) veya çatlak yönlendirmesi gibi diğer mekanizmalarla birlikte çalışabilir. Bu mekanizmalar, seramik malzemelerin dayanıklılığını artırarak çatlakların yayılmasını durdurmak veya yavaşlatmak için birlikte etkileşime girebilir [22–25].

2.4.2. Çatlak yönlendirmesi

Çatlak yönlendirmesi mekanizması, çatlakların düz bir şekilde ilerlemesi yerine, malzeme içerisinde belirli bir açıyla yönlendirildiği bir olaydır. Bu mekanizma, çatlakların enerjiyi daha dağılımlı bir şekilde emmesini sağlar ve malzeme dayanıklılığını artırır. Bu mekanizma, çatlakların takviye malzemesi boyunca yön değiştirmesi ve çatlak uçlarında enerji tüketmesiyle çatlak yayılmasını yavaşlatır. Bu sayede, malzemenin kırılma tokluğu artar. Genellikle seramik matrisli kompozitler ve metal matrisli kompozitler gibi karmaşık yapılar ve takviye malzemeleri içeren malzemelerde gözlemlenir.

Çatlak yönlendirmesi mekanizmasının avantajları şunlardır;

Çatlak yönlendirmesi, çatlakların enerjiyi daha yaygın bir şekilde emmesini sağlar, bu da malzeme dayanıklılığını artırır. Çatlak sapması, daha fazla enerji gerektiren dalgalanmalı bir yolu takip etmesini sağlar.

Takviye malzemelerine doğru sapma, çatlakların düz bir hatta ilerlemesini engeller ve yayılma hızını yavaşlatır. Bu, malzemenin daha uzun süre kullanılabilmesini sağlar.

Çatlak yönlendirmesi, gerilim yoğunlaşmasının çatlak yüzeyinde azalmasına yardımcı olur. Bu da çatlak uçlarında stres konsantrasyonunu azaltır ve çatlak yayılmasını kontrol altına alır.

Ancak, çatlak yönlendirmesi mekanizmasının bazı dezavantajları da vardır:

Çatlak yönlendirmesi, takviye malzemelerinin mevcudiyetine bağlıdır. Eğer takviye malzemeleri kırılırsa veya zarar görürse, çatlak yönlendirmesi mekanizması etkinliğini kaybedebilir.

Çatlak yönlendirmesi, takviye malzemeleri ile matris malzemeleri arasındaki arayüzlerin zayıf olması durumunda daha etkili olabilir. Eğer arayüzler güçlü ise, çatlak yönlendirmesi mekanizması etkisiz hale gelebilir.

Çatlaklar sadece belirli bir açıda yönlendirilebilir ve çatlaklar doğru yönlendirmenin dışında yayılabilir. Bu, mekanizmanın tam kontrolünü sınırlayabilir.

Sonuç olarak, çatlak yönlendirmesi mekanizması, çatlakların düz bir şekilde ilerlemesi yerine belirli bir açıyla yönlendirilmesini sağlayarak malzeme dayanıklılığını artırır. Ancak, takviye malzemelerine ve arayüzlerin özelliklerine bağımlı olabilir ve yönlendirme sınırlamaları da göz önünde bulundurulmalıdır[47–50].

2.4.3. Çatlak köprüleme

Çatlak köprüleme mekanizması, seramik matrisli kompozit malzemelerin dayanıklılığını artırarak çeşitli endüstrilerde kullanılan güçlü ve dayanıklı kompozitler elde edilmesini sağlayan önemli bir mekanizmadır. Takviye malzemeleri ile seramik matrisi arasındaki etkileşim sonucunda gerçekleşir. Bu mekanizma, çatlakların takviye malzemesi tarafından kısmen veya tamamen kapatılmasıyla çatlakların iki tarafını birleştirerek enerji emilimi sağlayarak çalışır. Böylece çatlaklar takviye malzemesi tarafından desteklenir ve çatlak yayılması durdurulur veya yavaşlatılır. Böylece yapının kırılma tokluğunun artırılmasını sağlar[49, 50].

Çatlak köprüleme mekanizması, çeşitli şekillerde gerçekleşebilir:

Elyaf takviyeli seramik matrisli kompozitlerde, çatlaklar elyaf takviyesi ile köprülenir. Elyaf takviyeleri, çatlakların çevresinde dolanarak çatlak uçlarını birleştirir. Bu köprüleme etkisi, çatlakların ilerlemesini durdurur veya yavaşlatır.

Parçacık takviyeli kompozitlerde, çatlaklar takviye parçacıkları tarafından köprülenir. Parçacıklar, çatlakların iki tarafını birleştirerek çatlak yayılmasını engeller.

Levha takviyeli kompozitlerde, çatlaklar seramik matrisi ve takviye levha arasında yakalanır ve köprülenir. Takviye levha, çatlakların yayılmasını durdurarak kırılma tokluğunu artırır.

2.4.4. Çatlak tutma

Çatlak tutma mekanizması, çatlakların ilerlemesini durdurmak veya yavaşlatmak için bir engel sağlayan belirli bir yapı veya öge kullanılmasıdır. Bu mekanizma, çatlakların ilerlemesini sınırlayan veya durduran faktörleri içeren birçok farklı malzeme ve uygulama alanında gözlemlenebilir. Çatlakların ilerlemesini engellemek için takviye malzemesinin yüzeyinde veya içinde çatlaklar oluşur. Bu çatlaklar, asıl çatlakların yayılmasını durdurur veya yavaşlatır. Bu da malzemenin kırılma tokluğunu artırır[49, 50].

Çatlak tutturma mekanizması, çeşitli şekillerde gerçekleşebilir:

Bir malzemeye eklenen parçacıklar, çatlak ilerlemesini durduracak veya yavaşlatacak şekilde yerleştirilebilir. Çatlak, parçacıkların üzerine denk geldiğinde takılı kalır ve daha fazla ilerleme için ek enerji gerektirir.

Çatlak, malzeme içinde sıkışmış veya kısıtlanmış bir bölgeye denk geldiğinde ilerlemesi durabilir. Bu elastik sıkışma, çatlak yüzeyinde gerilme konsantrasyonunu azaltır ve çatlak ilerlemesini sınırlar.

Çatlak, malzeme arayüzleri veya farklı malzemeler arasında meydana gelen etkileşimler nedeniyle tutulabilir. Arayüzler, çatlak uçlarındaki gerilme dağılımını değiştirerek çatlak ilerlemesini sınırlayabilir.

Çatlak tutturma mekanizmasının avantajları şunlardır[47]:

Çatlak tutturma mekanizması, çatlak ilerlemesini sınırladığı veya durdurduğu için malzeme dayanıklılığını artırır. Çatlakların enerjiyi daha dağılımlı bir şekilde emmesine olanak tanır.

Çatlak tutturma mekanizması, malzemenin yorulma stresine daha iyi dayanabilmesini sağlar. Çatlakların ilerlemesini yavaşlatarak veya durdurarak malzeme ömrünü uzatır.

Çatlak tutturma mekanizması, malzeme performansını artırabilir ve beklenmedik arızaların önlenmesine yardımcı olabilir.

Ancak, çatlak tutturma mekanizmasının bazı dezavantajları da vardır;

Çatlak tutturma, çatlak ilerlemesini durdurmak için ek engeller kullanırken, bu engellerin kırılabilir olması durumunda sorunlar ortaya çıkabilir. Kırılabilir engeller, ani ve tam bir kırılmaya yol açabilir.

Çatlak tutturma mekanizması, çatlakların tamamen durdurulmasını sağlamaz, sadece ilerlemeyi yavaşlatır veya sınırlar. Bu nedenle, yüksek miktarda enerji içeren çatlaklarda tam bir durdurma sağlamak zor olabilir.

Çatlak tutturma mekanizması için uygun bir malzeme bileşimi ve tasarım seçimi gereklidir. Bu, malzeme özelliklerinin ve yapısal düzenlemelerin dikkatlice planlanmasını gerektirebilir.

Sonuç olarak, çatlak tutturma mekanizması, çatlak ilerlemesini durdurmak veya yavaşlatmak için bir engel sağlayan bir yapı veya öğenin kullanılmasıdır. Bu mekanizma, malzeme dayanıklılığını artırır ve yorulma dayanıklılığını iyileştirir. Ancak, bağlantı kırılabilirliği ve etkinlik sınırlamaları gibi bazı dezavantajları da dikkate alınmalıdır.

2.4.5. Faz dönüşümü

Bazı seramik matrisli kompozitler, stres altında kristalografik bir faz dönüşümü geçirir. Bu faz dönüşümü, çatlaklar etrafında sıkıştırma gerilmeleri oluşturarak çatlak yayılmasını durdurarak çatlak direncini artırır ve kırılabilirliği azaltır. Özellikle zirkonya temelli seramiklerde görülen bir toklaştırma mekanizmasıdır. Bu malzemeler, yüksek sertlikleri ve düşük kırılma tokluğu nedeniyle kırılabilirlik eğilimindedir. Ancak, belirli bir sıcaklıkta yapısal bir dönüşüm geçirerek, çatlaklara karşı dirençli bir morfoloji oluştururlar[50].

Bu mekanizmanın işleyişi şu şekildedir: Çatlak ilerlediğinde, malzeme içerisinde bulunan yüksek sıcaklıkta dönüşebilen bir faz, meydana gelir. Bu dönüşüm, hacim genişlemesine ve çatlak kenarlarının birbirine yaklaşmasına neden olur. Böylece, çatlak uçları arasında bir sıkışma gerçekleşir ve çatlakların ilerlemesi engellenir veya yavaşlatılır.

Dönüşüm toklaştırma mekanizmasının avantajları şunlardır:

Kırılma tokluğunu artırır: Dönüşüm sertleşmesi, çatlak direncini artırarak malzeme kırılma tokluğunu artırır. Çatlaklar, dönüşüm ile birlikte oluşan sıkışma ve gerilmeler nedeniyle daha fazla enerji gerektirir ve ilerlemeleri zorlaşır.

Yüksek mukavemet sağlar: Dönüşüm sertleşmesi, malzemenin mukavemetini artırabilir. Çatlak direncinin yükselmesiyle birlikte, malzeme daha yüksek mekanik dayanıklılık sağlar[47].

Ancak, dönüşüm sertleşmesi mekanizmasının bazı dezavantajları da vardır:

Kontrol gerektiren işlem: Dönüşüm sertleşmesi, belirli sıcaklık ve stres koşullarını gerektirir. Bu nedenle, malzeme üretimi ve işleme süreçlerinin dikkatli kontrol edilmesi gereklidir.

Yüksek sıcaklık gerektirebilir: Bazı dönüşüm sertleşme mekanizmaları, yüksek sıcaklıklarda gerçekleşir. Bu durum, malzeme işleme sürecini karmaşıktırabilir ve enerji maliyetini artırabilir.

Sonuç olarak, dönüşüm sertleşmesi mekanizması, seramik malzemelerde kırılabilirliği azaltmak ve kırılma tokluğunu artırmak için kullanılan bir yöntemdir. Bu mekanizma, çatlakların ilerlemesini engelleyerek malzemenin mukavemetini ve dayanıklılığını

artırır. Ancak, işlem kontrolü ve yüksek sıcaklık gereklilikleri gibi bazı zorlukları da beraberinde getirir[49].

2.5. Alümina-Zirkonya Kompozit Sistemi

Alümina-zirkonya ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$) kompozit sistemi, alümina (Al_2O_3) ve zirkonya (ZrO_2) bileşenlerinin bir araya getirilmesiyle oluşturulan bir malzeme sistemidir. Bu kompozit sistemi, her iki bileşenin özelliklerini birleştirerek daha üstün bir malzeme performansı sağlar[6, 51].

Alümina, yüksek sıcaklık dayanımı, kimyasal inertlik, mekanik dayanıklılık ve aşınma direnci gibi özelliklere sahip seramik bir malzemedir. Diğer yandan, zirkonya, yüksek sıcaklık mekanik özellikleri, yüksek tokluk, düşük termal iletkenlik ve düşük termal genleşme katsayısı gibi özelliklere sahiptir. Bu nedenle, alümina-zirkonya kompozitleri hem yüksek mukavemet hem de yüksek tokluk gerektiren uygulamalarda tercih edilen malzemelerdir[23].

$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ kompozitlerinin özellikleri, bileşenlerin oranına ve mikro yapıya bağlıdır. Zirkonya içeriği arttıkça malzemenin tokluğu artar, ancak aynı zamanda sinterleme zorluğu da artar. $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ kompozitleri, sinterleme işlemi sırasında zirkonya fazının faz dönüşümü özelliğinden faydalanır. Zirkonya, yüksek sıcaklıkta tetragonal fazdan monoklinik faza dönüşebilir, bu da hacimde bir artışa yol açar ve gerilmeleri emer. Bu şekilde, çatlak oluşumu ve ilerlemesi önlenerek malzeme tokluğu artırılır[12].

2.5.1. Alümina-zirkonya kompozit sisteminin kullanım alanları

Alümina-zirkonya kompozit sistemi, çeşitli endüstriyel uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Bunlardan bazıları şunlardır[6]:

Zirkonya, düşük termal iletkenliği sayesinde yüksek sıcaklık uygulamalarında iyi bir ısı yalıtımı sağlar. Alümina-zirkonya kompozitleri, bu nedenle yüksek sıcaklık fırınlarında ve ısı yalıtımlı kaplamalarda kullanılabilir [6].

Alümina-zirkonya kompozitleri, tıbbi implantlar için ideal bir seçenek olabilir. Bu malzemeler, yüksek mekanik dayanımı ve biyouyumluluğu sayesinde kemik replasmanı gibi uygulamalarda kullanılabilir [6].

Alümina-zirkonya kompozitleri, yüksek sertlikleri ve aşınma dirençleri nedeniyle kesici aletlerin yapımında kullanılır. Özellikle seramik bıçaklar, alümina-zirkonya kompozitlerinden üretilir [6].

Alümina-zirkonya kompozitleri, yüksek dielektrik sabitleri ve düşük dielektrik kayıpları nedeniyle elektronik ve yarıiletken uygulamalarda kullanılır. Bu malzemeler, bütünleşmiş devrelerde yalıtım tabakaları ve yüksek frekanslı cihazlarda substratlar olarak kullanılabilir [6].

Alümina-zirkonya kompozit sistemi, alümina ve zirkonya arasındaki sinerjik etkileşimle mükemmel mekanik özellikler sunar. Ancak, tasarım ve üretim süreçleri dikkate alındığında, malzemenin istenen performansı elde etmek için uygun oranlar ve işleme yöntemleri seçilmelidir [6].

2.5.2. Alümina-zirkonya kompozitlerinin mikroyapısı ve özellikleri

Alümina-zirkonya kompozitlerinde, genellikle alümina matris içinde dağılmış zirkonya parçacıkları bulunur [23].

Zirkonya parçacıkları genellikle tetragonal kristal yapıya sahip olup, yüksek sıcaklıkta monoklinik yapıya dönüşebilir. Zirkonya parçacıklarının varlığı, kompozitin mukavemet, tokluk ve termal şok direncinde iyileşme sağlar [23].

Alümina ve zirkonya arasındaki farklı termal genleşme katsayıları, kompozitin termal gerilmelere karşı dayanıklılığını artırır [23].

Alümina-Zirkonya kompozitlerinin bazı özellikleri aşağıda açıklanmıştır:

Yüksek sıcaklık dayanımı: Alümina-zirkonya kompozitlerinin yüksek sıcaklıkta mekanik ve kimyasal dayanımı vardır. Bu, endüstriyel fırınlar, yüksek sıcaklık reaktörleri ve egzoz sistemleri gibi uygulamalarda faydalı olur [23].

Mekanik özellikler: Zirkonya, alüminaya göre daha yüksek tokluk ve çatlak direnci gösterir. Bu nedenle, alümina-zirkonya kompozitleri, yüksek mukavemet ve çatlak direnci gerektiren uygulamalarda kullanılır [23].

Dielektrik özellikler: Alümina-zirkonya kompozitleri, yüksek dielektrik sabiti ve düşük dielektrik kaybı nedeniyle elektronik ve yarı iletken cihazlarda yalıtkan malzeme olarak tercih edilir [23].

Aşınma direnci: Zirkonya, alüminaya göre daha yüksek sertlik ve aşınma direncine sahiptir. Bu özellik, kesici aletlerin ve aşınma direnci gerektiren endüstriyel parçaların üretiminde avantaj sağlar [23].

2.5.3. Alümina-zirkonya kompozitlerinin üretim yöntemleri

Alümina-zirkonya kompozitleri, genellikle toz metalurjisi veya seramik işleme yöntemleriyle üretilir [51].

Toz metalurjisi: Alümina ve zirkonya tozları karıştırılır, preslenir ve ardından sinterleme işlemine tabi tutulur. Bu yöntemle homojen bir mikroyapı elde etmek mümkündür [51].

Seramik işleme: Zirkonya parçacıkları alümina matrisine entegre edilir ve daha sonra uygun bir işleme yöntemi kullanılarak şekillendirilir. Bu yöntem, istenen mikroyapı ve özelliklere sahip kompleks şekillerin üretilmesini sağlar [51].

Alümina-zirkonya kompozitleri, özelleştirilebilir özelliklere sahip olabilir. Örneğin, alümina ve zirkonya oranı, parçacık boyutu ve dağılımı gibi faktörler malzemenin özelliklerini etkiler [51].



3. TOZ METALURJİSİ

Toz metalürjisi, tozların birbirine bağlanarak ham malzemeden istenilen geometriyi elde etme işlemine denir. Üretim esnasında, tozlar ham hallerindeki özelliklerini kaybederek katı hale geçerler. Katı hale geçtikten sonra, elde edilen yapıyı incelediğimizde farklı kristal bölgeler gözlemleriz. Bu kristal bölgelere de tane ismi verilir[52].

Katı hale geçen parça içindeki boşlukları asgari seviye getirmek amacıyla sinterleme işlemi yapılır. Sinterleme işleminde mekanik olarak sıkıştırılmış tozların daha sonra sinterlenmesi sırasında difüzyon yoluyla birleşmesi neticesinde nihai parça oluşur. Döküm yönteminden farklı olarak, toz metalürjisi yöntemi hemen hemen her malzemeye uygulanabilir. Toz metalürjisi yönteminde kullanılan kalıplar birden fazla kullanılabilirdiği için tek bir kalıp ile çok fazla ürün elde edilebilir[53].

Toz metalürjisinde kritik parametrelerden biri de yüzey alanı hacim oranının yüksekliğidir. Tozlar yer çekimi kuvvetinin etkisi altında kalıp boşluğunu doldurur. Tozlar yüksek basınca maruz kalmadan önce sıkıştırılabilir haldedirler. Kalıp içerisinde belli bir basınç altında sıkıştırılırken plastik deformasyon sonunda katılar gibi davranmaya başlarlar. Kullanılan malzemelerin sertliklerine göre üretim işlemi için gerekli olan basınç parametresi de doğru orantılı şekilde değişir[53].

3.1. Toz Karakterizasyonu

Toz metalürjisi üretim yönteminde, kaliteli bir ürün elde edebilmek için tozların iyi anlaşılması gerekmektedir. Üretim parametreleri belirlenirken toz özelliklerinin önceden belirlenmesi ve nihai ürün performansını nasıl etkileyeceği önceden analiz edilmesi önemlidir. Bilinmesi gereken parametrelere; parçacıkların boyutu, topaklanması, yüzey alanı, parçacıkları arası sürtünme, akış, içyapı, homojenlik ve kirlilik örnek olarak verilebilir[52].

3.1.1. Toz numunesi alma

Toz partilerinin kabul aşamasında toz numuneleri bütün bir grubu temsil etmektedir. Dolayısıyla analizi yapılacak numune dikkatli bir şekilde seçilmelidir. Numune alma sırasında grup içerisinde küçük olanları seçmek daha sağlıklı olacaktır[52].

3.1.2. Topaklar ve agregalar

Parçacıkların çoğu çekim kuvveti sebebiyle birbirine yapışır. Dolayısıyla küçük parçacıklar bu çekim kuvveti sebebiyle birbirlerine yapışarak gerçek boyutlarından daha büyük gözükabilir. Bu durumun önüne geçmek adına çekim kuvvetlerini engellemek için parçacıklar bir sıvı içerisinde dağıtılır[53].

3.1.3. Dağılım

Tozun boyutsal ve diğer özelliklerini saptayabilmek için, kullanılan tozun dağıtılması gerekmektedir. Bu işlem, tozun boyutu küçüldükçe pratikte uygulaması bir o kadar zorlaşan bir işlemdir. Bunun sebebi ise, tozun boyutu küçüldükçe dağıtmaya karşı gösterdiği direnç kuvvetlerinin artmasıdır. Bu gibi durumların önüne geçmek adına toz başlangıçta kurutma işlemine tabi tutulur. Ya da su, alkol gibi çözücülerle doyurulabilirler[53].

3.1.4. Parçacık boyut ölçümü

Toz metalürjisinin en önemli parametrelerinden biri de parçacık boyut ölçümüdür. Bu parametredeki değişkenler ölçülen parçanın geometrik biçimine göre değişiklik gösterebilir. Sonuçların doğru bir şekilde anlamlandırılabilmesi için değişkenlerin doğru bir şekilde tanımlanması gerekir. Küresel bir parçacık için çap değişkeni tek başına yeterli olurken, yassı şekilde olan bir parçacık için genişliği de hesaba katılması gerekir. Parçacığın geometrik biçimi karmaşıktıkça orantılı olarak hesaba katılan parametrelerin sayısı da artar[53].

3.1.5. Eleme ve sedimentasyon

Eski bir yöntem olan elek analizi, parçacıkların boyut dağılımını saptama da kullanılır. Sedimentasyon yöntemi parçacıkların çöktürülerek boyutsal analizlerini yapmamızı sağlayan bir ölçüm yöntemidir. Sıvı içerisinde çöktürülen parçacıklar yerçekimi ve sıvının kaldırma kuvveti farkıyla ivmelenirken çökme hızlarından parçacık boyutları hesaplanır[53].

3.1.6. Elektriksel alan algılaması

Parçacıkların boyut analizinde kullanılan elektriksel alan algılaması tekniği, akımda oluşan değişimlerin ölçülerek parçacıkların boyutlarını tespit etmemizi sağlar. Parçacıklar elektrik iletimi olan sıvıdan geçerken boyutlarına göre elektrolit içindeki akımı değiştirir. Bu akım farkından parçacıkların boyu tespit edilir[53].

3.1.7. Işık engelleme

Işık engelleme tekniği, elektriksel alan algılaması tekniğiyle benzer metotlar içerir. Parçacık boyut analizi tekniklerinden biridir. Parçacık bir akışkan içerisinden geçerken ışık kaynağından çıkan ışık demetlerini kendi boyutlarıyla orantılı bir şekilde keserken, ölçümde kullanılan fotosel bu kesintileri tespit ederek parçacıkların boyutları tayin edilir[53].

3.1.8. Parçacık boyutu verileri

Yukarıdaki boyutsal ölçüm yöntemleriyle elde edilen; boyut artışları, elde edilen boyutlardaki parçacık sayıları gibi verilerin yorumlanabilmesi için istatistiksel yöntemler kullanılır. Böylelikle parçacıkların ortalama boyutları tespit edilir[52].

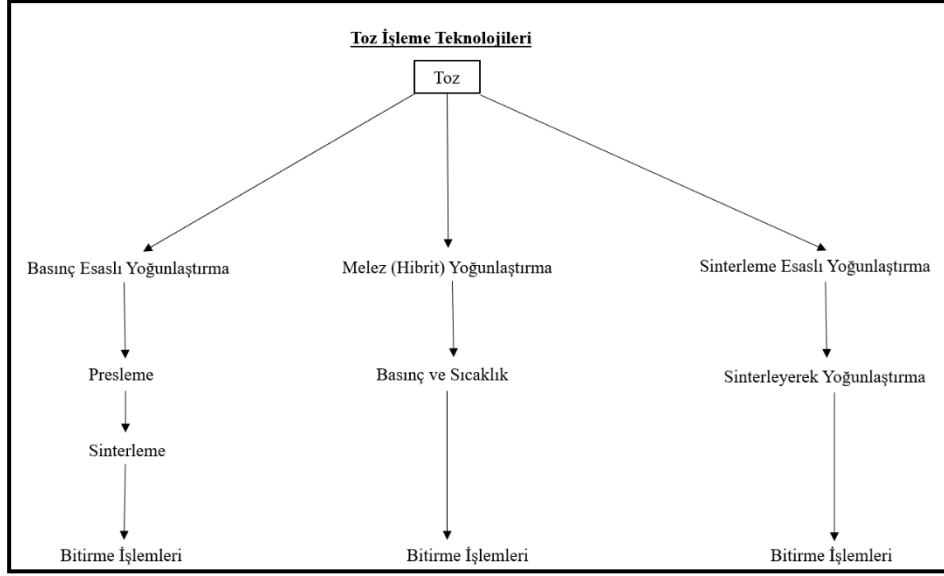
3.2. Şekillendirme Yoğunlaştırma Öncesi Toz İşlemleri

3.2.1. Karıştırma ve harmanlama

Karıştırma, tozların bağlayıcı katkılarla ve alaşım elementi tozları kullanarak karıştırılması işlemine denir. Harmanlama ise farklı ölçülere sahip tozların aynı yapılı olan bir şekilde karışım oluşturma işlemidir. Bu işlemlerden sonra karışımın homojenliği; yoğunluk, elektrik iletkenliği gibi yöntemlerle ölçülür[54].

3.2.2. Toz şekillendirme

Toz şekillendirmede, büyük taneli tozlar için basınç esaslı yoğunlaştırma uygulanırken, küçük taneli tozlar için ise sinterleme esaslı yoğunlaştırma teknikleri kullanılır. Toz şekillendirme esnasında, taneler basınç esnasında birbirleri üzerinden kaymaya başlarlar, basınç arttıkça taneler plastik deformasyona uğramaya başlarlar ve taneler arası boşluk azalır. Plastik deformasyondan dolayı tanelerin şekil değiştirmeye direnci artar. Dolayısıyla sıkıştırma için gerekli basınç değerleri de orantılı olarak artar. Bu parametreler dışında tanelerin sertliği de sıkıştırma işlemi için önemli bir parametredir. Küçük taneli yapıların sıkıştırılması büyük tanelilere göre daha zordur[54].



Şekil 3.1. Toz işleme yöntemlerinin şematik görüntüsü.

3.3. Sinterleme

Sinterleme, bir malzemenin yoğunlaştırılması veya şekillendirilmesi için kullanılan bir üretim yöntemidir. Bu işlem, genellikle metal tozlarının veya seramik tozlarının belirli bir sıcaklıkta ve basınç altında ısıtılmasıyla gerçekleşir. Sinterleme işlemi, toz malzemelerin parçacıklarının bir araya gelerek sıkıca bağlanmasını ve bir bütün oluşturmasını sağlar. Bu, malzemenin dayanıklılığını ve mekanik özelliklerini artırır. Sinterleme ayrıca kompleks şekillerin elde edilmesine olanak tanır, çünkü toz malzeme, kalıplama veya benzeri yöntemlerle şekillendirilemeyen ince detaylara sahip olan bölgelere de nüfuz edebilir[54–56].

Sinterleme, birkaç adımdan oluşan bir süreçtir. İlk olarak, toz malzeme istenilen şekli vermek için önceden hazırlanır ve bir kalıba doldurulur. Sonra, malzeme bir fırına veya sinterleme fırınına yerleştirilir. Fırında belirli bir sıcaklık ve süre boyunca ısıtılır. Bu ısıtma işlemi, toz partiküllerinin yüzeylerindeki kimyasal reaksiyonları tetikler ve partiküllerin birbirine sıkıca bağlanmasını sağlar. Son olarak, malzeme soğutulur ve istenen son özelliklere sahip sinterlenmiş bir parça elde edilir. Sinterleme, metal ve seramik endüstrilerinde yaygın olarak kullanılan bir üretim yöntemidir. Bu yöntemle, yüksek mukavemetli metal parçalar, porselen ürünler, seramik bileşenler, ısıya dayanıklı malzemeler ve daha birçok ürün üretilir[54–56].

4. LİTERATÜR TARAMASI

Singh ve arkadaşları, Cr_2O_3 katkılı zirkonya ile toklaştırılmış alüminadan (ZTA) seramik kesici uçlar elde ederek, fazları mekanik dayanımla ilişkilendirmek için kesici ucun mekanik özelliklerini ve mikroyapısını incelemişlerdir. Numuneler tek eksenli olarak kesici uçlar şeklinde preslenmiş ardından 1600'de sinterlenmiştir. Aynı bileşimden elde edilen kesici uç ile, AISI 4340 çeliğini tornalayıp minimum takım arızası ve maksimum takım ömrü için gerekli optimizasyon parametrelerini bulmayı hedeflemişlerdir. Tornalama farklı 3 kesme hızında yapılmış olup her parametre varyans analizi kullanarak araştırılmış ve regreasyon analizi kullanarak modellenmiştir. Sertlik ve kırılma tokluklarını %0,6 Cr_2O_3 katkılı ZTA'da maksimum olarak 17,40 GPa ve 7,20 MPa ($\text{m}^{1/2}$) olarak bulmuşlardır Minimum kesme kuvveti için karakteristik hız, kesici uç için 340–350 m/dak aralığında elde edilmiştir. Çalışmanın sonucunda üretilen kesici ucun orta ila yüksek hızlı işlemede kullanılabileceğini belirtmişlerdir[57].

Azhar ve arkadaşları, Al_2O_3 - ZrO_2 - Cr_2O_3 kompozitlerinin kesici uçlarda kullanımı için aşınma ve sürtünme özelliklerini incelemek amacıyla çalışma yapmışlardır. Çalışmada kesici uçların bileşimi %20 zirkonyum ilavesi ile farklı miktarlarda krom oksit katılarak üretilmiştir. Karıştırmadan sonra tozlar soğuk izostatik presleme yöntemiyle 350 Mpa basınç ile preslenmiştir. Daha sonra 9 saat boyunca sinterlenmiştir. Sertlik, yoğunluk, aşınma ve sürtünme davranışlarını incelemişler. Üretilen seramik kompozitlere bakıldığında en yüksek sertlik ve eğilme mukavemetinin ağ. %0,6 Krom oksit içeren numunelerde elde etmişlerdir. Krom oksit miktarı arttıkça kompozitlerin yoğunluklarının düştüğünü belirtmişler. Ayrıca sürtünme katsayısı aynı numunelerde zirkonyalı ve saf alümina ile üretilmiş numunelere kıyasla daha düşük olduğunu belirtmişlerdir[58].

Ahmad ve arkadaşları, krom oksit ilaveli ZTA kompozitlerinin mekanik özelliklerini incelemek amacıyla %1' e kadar krom oksit ilavesi yaparak numuneler üretmişlerdir. 295 Mpa tek eksenli pres makinası ile karışımları hazırlamışlar ve 1600 °C sıcaklıkta

4 saat sinterlemişlerdir. Yapılan testlerin sonucunda krom oksit ilavesinin ZTA'nın dönüşüm toklaşmasını artırdığını belirtmişlerdir[59].

Kuntz ve Krüger, ticari olarak kullanılan bir malzemeye eşdeğer zirkonya ile toklaştırılmış alümina üreterek; farklı krom bileşimlerinde ve mikroyapısında ZTA mekanik özelliklerin değişimini incelemişlerdir. Mikroyapı değişimini saptayabilmek için farklı sinterleme koşulları ve değişken bileşimler ile üretimler gerçekleştirilmiştir. Sinterleme koşullarının değişmesi ile malzeme sertliğinin de değişkenlik gösterdiği görülürken kırılma tokluğu tam tersi bir performans sergilemektedir. Yapılan çalışmada maksimum %0,5 olan krom içeriğinin yalnızca renk değişimine neden olduğu, mekanik özelliklere bir etkinin olmadığı görülmüştür[51].

Tadahisa, sıcak presleme yöntemi ile alümina matrisini sertleştirmek için zirkonya ile toklaştırılmış alümina üretmiştir. Çeşitli bileşimlerdeki numuneler nitrojen kullanılarak 2 saat boyunca 1500 °C' de ve 20.7 MPa basınç ile sıcak preslenmiştir. Mikroyapı ve mekanik özellikleri SEM, ESCA, Vickers, XRD ve eğilme sertliği testleri ile saptanmıştır. Yapıya katılan ZrO_2 'nin tanelerinin büyümesine ve aynı zamanda $Al_2O_3-Cr_2O_3$ için tam tersi bir etki yaparak tane büyümesine engel olduğu görülmüştür. Kompozite eklenen CrO_2 ile kırılma tokluğu artmış aynı zamanda zirkonyanın monoklinik fazının da arttığı gözlenmiştir. Maksimum sertlik hacimce %10 ZrO_2 ve ağırlıkça %10 CrO_2 bileşimlerinde elde edilmiştir[60].

Ahmad ve arkadaşları tarafından, $TiO_2 - Cr_2O_3$ ilavesi ile ZTA'nın fiziksel özelliklerin değişimini gösteren bir çalışma gerçekleştirilmiştir. Bileşimdeki Cr_2O_3 oranı sabit tutulmak üzere; TiO_2 ağırlıkça %0-3,5 arasında değiştirilerek 6 farklı bileşime ait numune hazırlanmış ardından 1600 °C' de 1 saat sinterlenmiştir. Yapıya %2'ye kadar eklenen TiO_2 'nin yoğunluğu ve sertliği arttırdığı gözlenmiştir. %2'den daha yüksek TiO_2 ilavesi ile yoğunluk ve eş zamanlı olarak da sertlik düşmesine sebep olduğu görülmüştür[61]

5. DENEYSEL ÇALIŞMA

Deneysel çalışmada, alümina, zirkonya, krom oksit tozları uygun saflıkta ve boyutta temin edilmiştir. Bileşim, sıcaklık ve süre parametreleri belirlenerek deneylere geçilmiştir. Belirlenen karışım oranları hesaplanarak tozlar hazırlama, karıştırma, presleme, sinterleme ve numune hazırlama gibi aşamalardan geçirilmiştir. Elde edilen kompakt tozlar karakterizasyon amacıyla SEM, XRD analizleri ile mikroyapı ve faz tespiti, sertlik testi, yoğunluk testine tabi tutuldu. Deney sürecinin tamamı çeşitli üniversite ve işyerinde gerçekleştirildi. Sinterleme işlemleri, Gebze Teknik Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği laboratuvarı, Sinterleme ve karakterizasyon işlemleri Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Laboratuvarlarında gerçekleşmiştir. Zımpara ve parlatma işlemleri ise TR Mekatronik Sistemler San. Tic. ve A.Ş.'de gerçekleştirildi.

5.1. Kullanılan Tozlar

Bu çalışmada, METKON firmasından temin edilen %99,92 saflıkta alümina tozları kullanılmıştır. Krom oksit tozlarının saflığı ise %99 olarak bilinmektedir. Zirkonya tozları ise SEPR firmasından %97 saflıkta sahip olarak temin edilmiştir. Tablo 5.1'de kullanılan tozların detaylı kimyasal bileşimleri verilmektedir.

Tablo 5.1. Deneylerde kullanılan tozların kimyasal bileşimleri.

Toz Cinsi	Kimyasal Bileşim, ağı. (%)					
	Al ₂ O ₃	ZrO ₂	Cr ₂ O ₃	MgO	TiO ₂	Fe ₂ O ₃
Al ₂ O ₃	99,92	-	-	-	-	-
ZrO ₂	-	97,76	-	0,4	0,07	0,03
Cr ₂ O ₃	-	-	99	-	-	-

Tozların kimyasal bileşimi EDS analizleri ile detaylı olarak toz karakterizasyonu bölümünde verilmiştir. Tozların tane boyutu ve şekli Jeol JSM-6335F marka taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelenmiştir.

5.2. Toz Karışımlarının Hazırlanması

Toz karışımları hazırlanırken öncelikle karar verilen karışım denemeleri oranları belirlendi. Karakterizasyonlardan sonra sağlıklı karşılaştırma yapabilmek için Saf alümina, Alümina- Zirkonya, Alümina-Krom ve Alümina-Zirkonya-Krom oksit numune tozları hazırlan. Bu oranlara göre elde edilmesi istenen numunenin ağırlığına oranları ile karışımlar için gerekli ağırlık hesaplamaları yapılır. Ağırlıkları belirlenen (Bkz. Tablo 5.2) tozların ayrı ayrı hassas terazide tartımları yapılır ve kap içerisinde birleştirilir.

Tablo 5.2. Seramik kompozit numuneler elde etmek için kullanılan tozların karışım oranları.

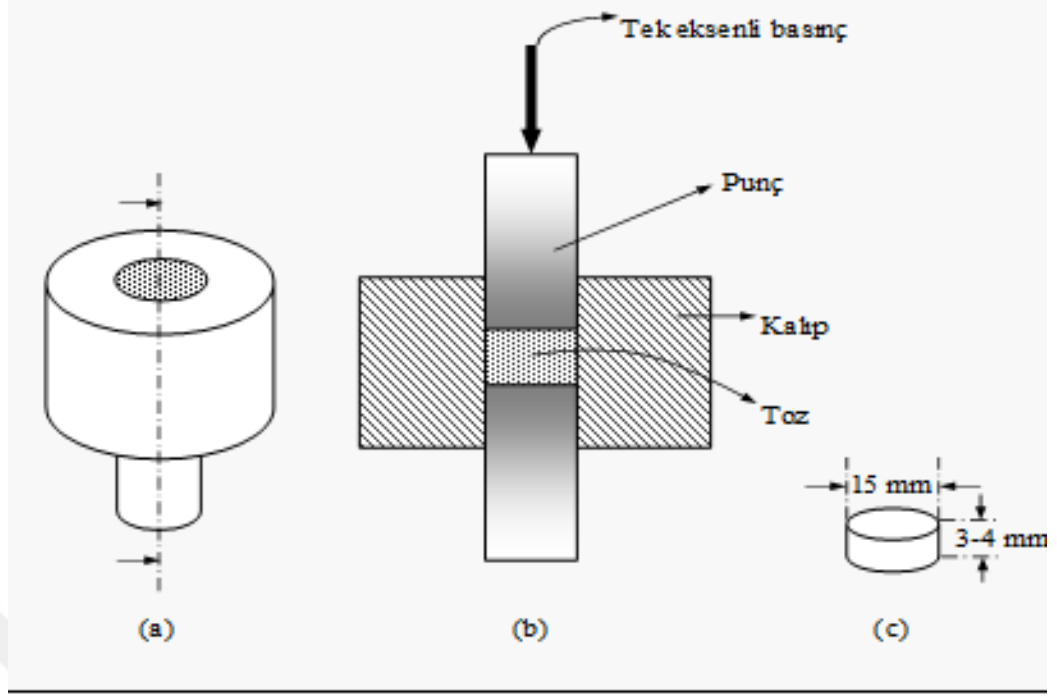
Toz Cinsi	Saf Alümina (%)	Alümina-Krom oksit (%)	Alümina-Zirkonya (%)	Alümina-Zirkonya-Krom oksit (%)
Al ₂ O ₃	100	Denge	90	Denge
ZrO ₂			10	10
Cr ₂ O ₃		0.5-1-1.5		0.5-1-1.5

5.3. Tozların Karıştırılması

Hassas terazide tartılan tozlar, içerisinde farklı çaplarda zirkonyum öğütücü taşlar bulunan polimer esaslı kaba konuldu. Plastik öğütme kabı MSE marka döner bilyalı değirmende 4 saat boyunca 200 devir/dakika hız ile karıştırıldı.

5.4. Numunelerin Preslenmesi

Hazırlanan toz karışımları hassas terazide Alümina, Alümina-Zirkonya, Alümina-Krom oksit-Zirkonya tozları ayrı ayrı olacak şekilde 2,5 gr'lık numuneler üretilcek şekilde tartıldı. Kalıp boşluğundan çıkarılırken basılan tozların dağılmaması için, kalıp önceden temizlenerek çinko sterat ile yağlandı. Şekil 5.1'de gösterildiği gibi, yağlamadan sonra tartılan tozlar katkısız şekilde 15 mm silindir boşluğa sahip çelik presleme kalıp boşluğuna serbest şekilde doldurulur. Daha sonra kalıp içerisindeki tozlar 170 MPa basınç altında tek eksenli olarak hidrolik pres makinasında sıkıştırılır. Neticede 15mm çapında, 4-5 mm yüksekliğinde kompakt tozlar elde edilir.



Şekil 5.1. Presleme işleminde kullanılan çelik kalıbın şematik görüntüsü; a) kalıp, b) kalıbın içerisi toz ile dolu şekilde alınan kesit görüntüsü, c) nihai numunenin şekli.

5.5. Numunelerin Sinterlenmesi

Elde edilen kompakt toz kütleleri hassas şekilde bir alümina altlık üzerine yerleştirildi. Deneyde kullanılan açık atmosferli elektrik dirençli fırın içerisine altlıkla yerleştirilen numuneler 1550 °C sıcaklıkta 2,4 ve 6 saat olmak üzere sinterlendi. Isıtma ve soğutma işlemleri 5 °C/dakika hızda gerçekleştirildi.

5.6. Metalografik Hazırlama

Sinterlemeden sonra numuneler 200, 600, 1200 mesh Struers marka elmas zımpara kullanılarak her kademedede bir önceki kademenin aşınma izlerini kaybedecek şekilde zımparalandı. Parlatma aşamasında 15 µm boyutundan 1 µm boyutlarına kadar METKON marka elmas süspansiyon kullanarak numunelere parlatıldı.

5.7. Numunelerin Karakterizasyonu

Üretilen kompozit ve katı çözeltilerin mikroyapısı ve mekanik özelliklerini değerlendirebilmek için SEM, XRD, Yoğunluk, Sertlik ve kırılma tokluğu testleri uygulandı.

5.7.1. SEM analizi

Seramik malzemelerin mikroyapılarını incelerken tane sınırlarını görebilmek için termal dağlama yapılmaktadır. Parlatılmış numuneler açık atmosferli elektrik direnç fırınında Sinterleme sıcaklığının 100 °C altındaki sıcaklıkta 1 saat termal olarak dağlandı.

Metalografik olarak hazırlanan numuneler Heraeus marka açık atmosferli fırında 1400 °C’ de 1 saat termal dağlama yapıldıktan sonra mikroyapıları Jeol JSM-6335F marka SEM mikroskobu ile incelenmiş ve EDS analizleri alınmıştır. Ayrıca SEM ile kırık yüzeyleri ve sertlik izleri ile çatlak yolu değerlendirilmiştir.

5.7.2. XRD analizi

Sinterlenmiş numunelerde bulunan fazlar Rigaku marka x-ışınları (XRD) cihazı ile $10 \leq 2\theta \leq 80$ açılarında Cu K α ($\lambda=1,5418$ °A) radyasyonu kullanılarak belirlenmiştir.

5.7.3. Yoğunluk analizi

Sinterlenmiş numunelerin yoğunlukları Archimedes Prensibi ile ölçülmüştür. Bunun için numunelerin önce havada kuru ağırlıkları sonra da saf su içerisindeki ağırlıkları ölçülmüştür. Aşağıda verilen denklem 1 ile numunelerin yoğunlukları, denklem 2 ile de nispi yoğunlukları belirlenmiştir.

$$d_b = \frac{m_k}{m_k - m_s / d_{su}} \quad (5.1)$$

d_b = bulk yoğunluk (sinterlenmiş numunenin yoğunluğu), gr/cm³

m_k = numunenin kuru ağırlığı, gr

m_s = numunenin saf su içindeki ağırlığı, gr

d_{su} = suyun yoğunluğu, gr/cm³

$$\%N.Y. = (d_b / dT) \times 100 \quad (5.2)$$

N.Y. = nispi yoğunluk

dT = teorik yoğunluk

Alumina-zirkonya kompozitlerin teorik yoğunluklarını hesaplamak için karışımlar kuralından yararlanılmıştır.

5.7.4. Tane boyutu

Sinterlenmiş numunelerin tane boyutları SEM mikrografları üzerinden çizgi kesim metodu denklem 3 ile belirlenmiştir. Değerler en az 20 ölçümün ortalamasıdır.

$$T_b = 1,56 \times l / (M \times N_i) \quad (5.3)$$

T_b = Tane boyutu

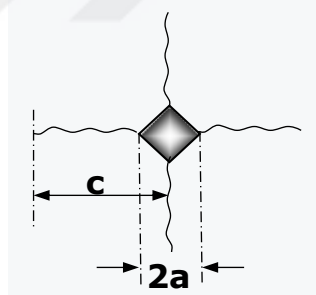
l = Fotoğraf üzerindeki hesap uzunluğu

M = Resmin büyütme oranı

N_i = Bir çizgi üzerinde sayılan tane sayısı

5.7.5. Sertlik ölçümleri ve kırılma tokluğu

Numunelerin sertlik ve kırılma tokluklarını bulabilmek için zımpara ve parlatma yüzey üzerinde LEİCA marka mikrosertlik ölçüm cihazında Vickers elmas piramit uç kullanılarak 15 saniye süre ile belirlenmiştir. Hem sertlik ölçümü için hem de kırılma tokluğu için ise 2 kg yük uygulanmıştır. Sertlik izleri ve çatlak boyları aynı cihazda ölçülmüş, kırılma toklukları ise çatlak uzunluklarına bağlı olarak Denklem 5.4 yardımı ile hesaplanmıştır.



Şekil 5.2. Sertlik izi ve çatlak görüntüsü.

$$K_{Ic} = 0,0752 \times P/c^{3/2} \quad (5.4)$$

K_{Ic} = Kırılma Tokluğu

P = Uygulanan yük(N)

c = çatlak uzunluğu(μm)



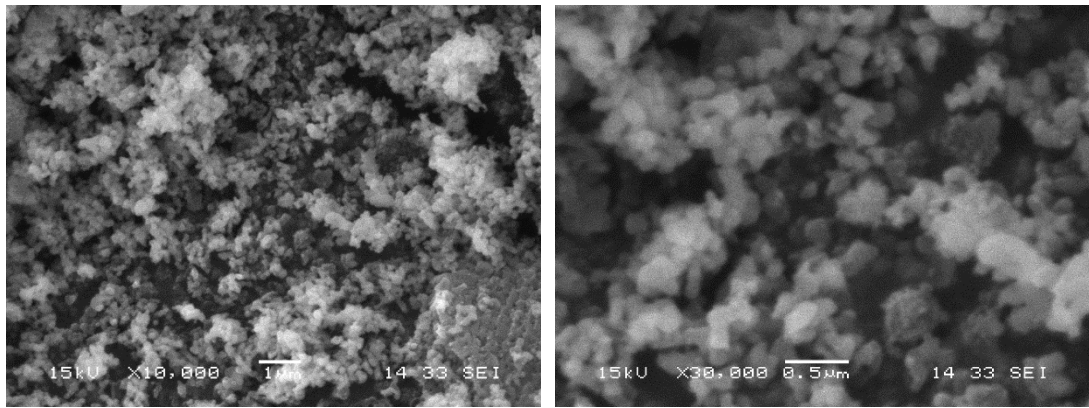
6. BULGULAR VE TARTIŞMA

6.1. Toz Karakterizasyonu

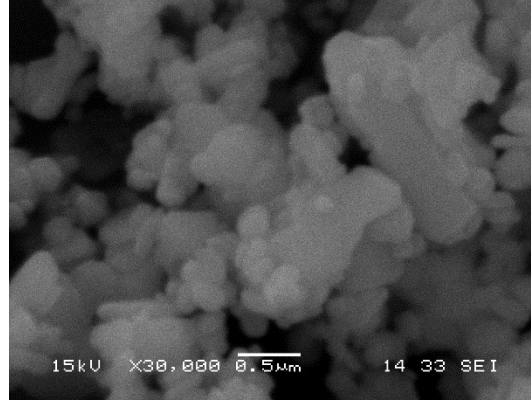
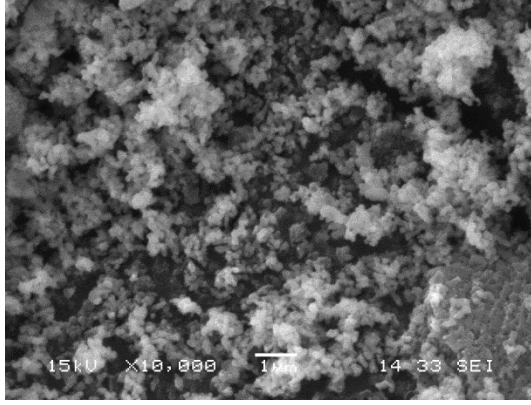
SEM incelemelerinde alümina, krom oksit, zirkonya başlangıç tozlarının görüntüleri, toz boyutları ve şekillerini incelemek amacıyla analiz yapılmıştır. Şekil 6.1’de alümina ve şekil 6.2’de krom oksit tozunun, şekil 6.3’te stabilize zirkonyum tozunun SEM mikroyapı görüntüsü verilmektedir. Alümina ve krom oksit tozları mikron altı toz boyutuna sahip, alümina toz boyutu krom oksit toz boyutuna kıyasla daha ince ve homojendir.

Şekil 6.1’de verilen alümina tozlarının EDS analizinde %60,42 alüminyum, %39,58 oksijen tespit edilmiştir. Şekil 6.2’de verilen SEM görüntülerinden elde edilen kimyasal analiz sonucuna göre krom miktarı %67,23 iken, oksijen miktarı %32,78 bulunmuştur.

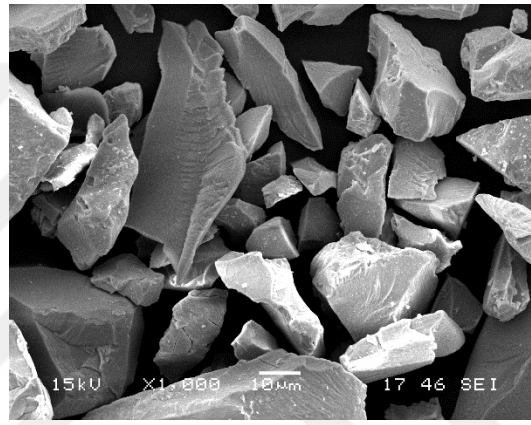
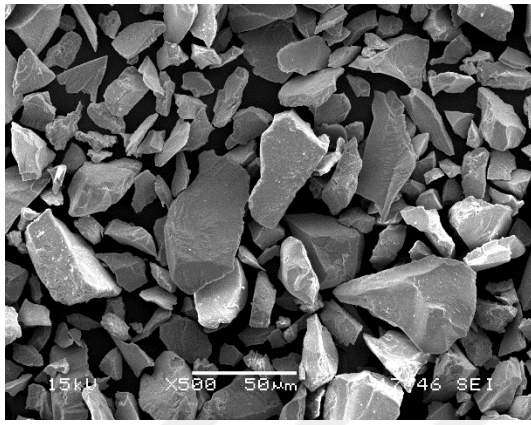
Şekil 6.3’e bakıldığında zirkonya tozu için 3 mikron ile 30 mikron arasında değişen homojen olmayan boyut dağılımı gözükmemektedir. Şekil 6.4’te ise zirkonya tozlarından EDS analizi bulunmaktadır. Zirkonya tozları ağırlıkça %8 itriyum ile stabilize edilmiştir. Şekil 6.4’te verilen nokta analizleri ise bunu doğrulamaktadır.



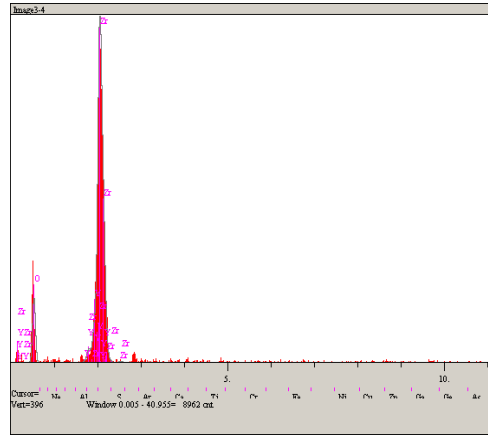
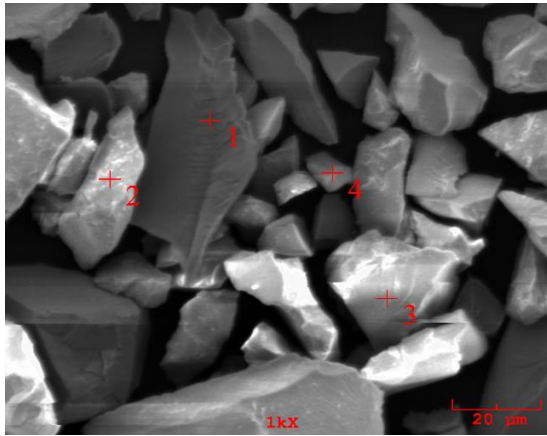
Şekil 6.1. Alümina tozunun farklı büyütme ölçeklerindeki SEM görüntüleri.



Şekil 6.2. Krom oksit tozunun farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüsü.



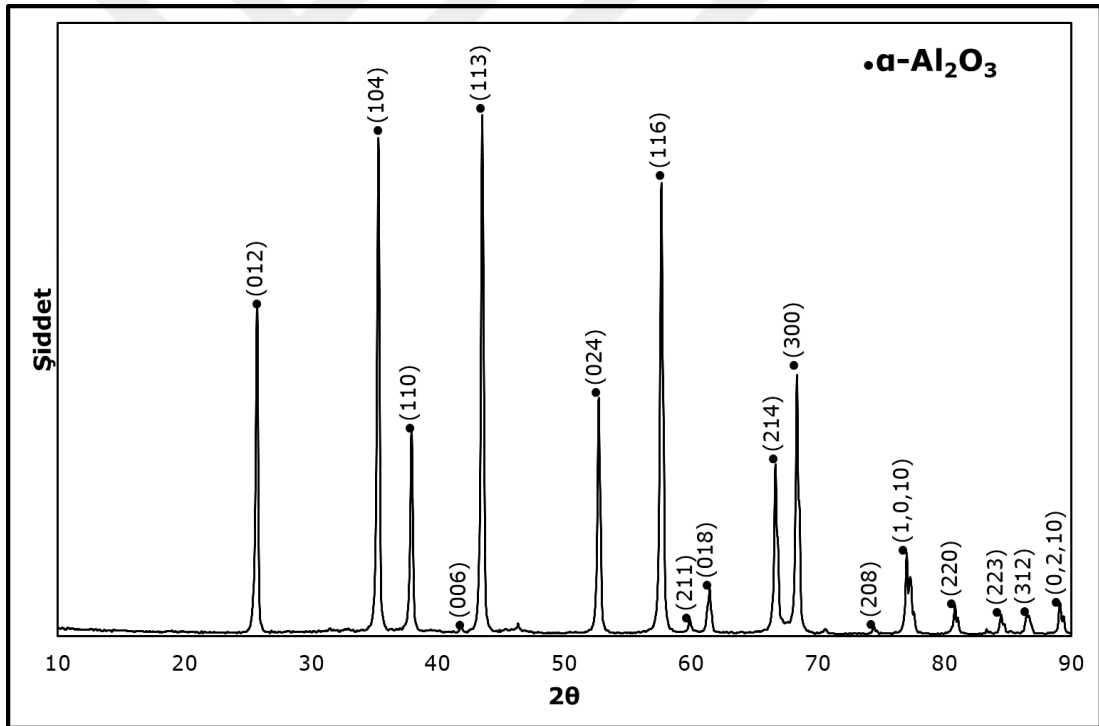
Şekil 6.3. Stabilize zirkonya tozunun farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüsü.



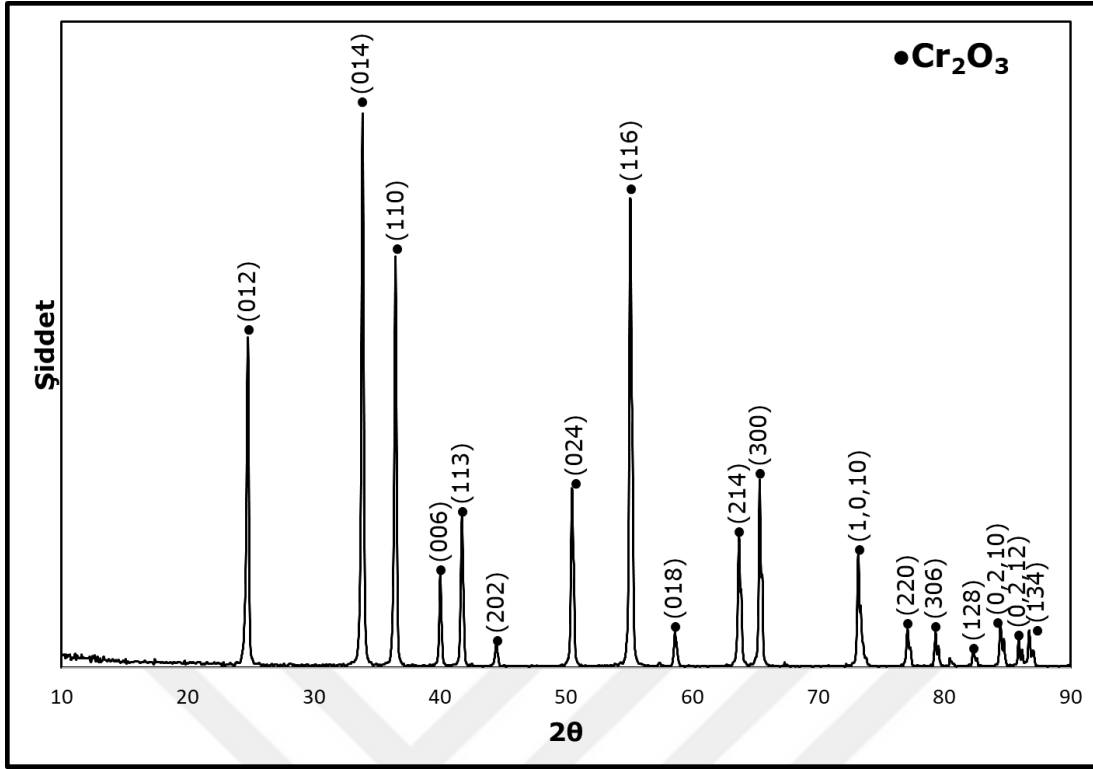
Element	1550°C			
	1 (ağ. %)	2 (ağ. %)	3 (ağ. %)	4 (ağ. %)
O	17.473	20.536	17.014	24.022
Y	8.769	7.694	7.921	7.296
Zr	73.759	71.769	75.065	68.682

Şekil 6.4. Stabilize zirkonya tozlarının EDS nokta analizi.

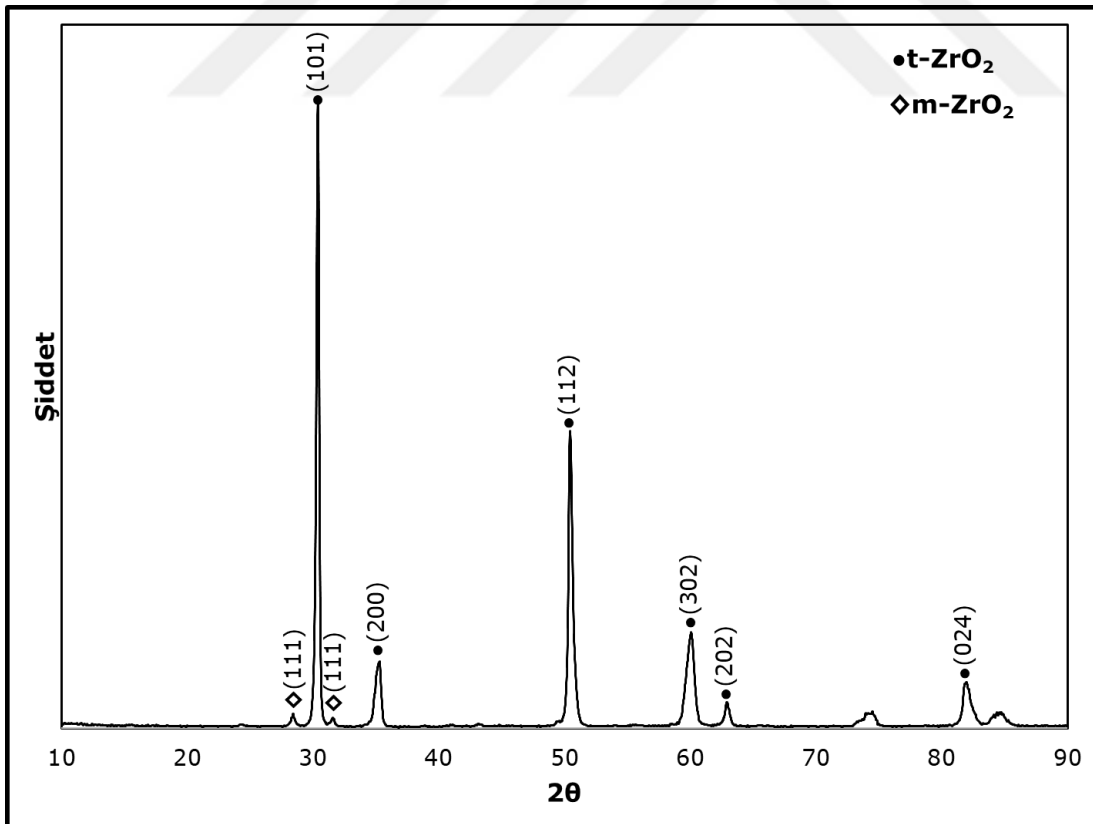
Şekil 6.5'te deneylerde kullanılan alümina tozlarına ait XRD grafiği verilmektedir. Grafiğe bakıldığında yapının tamamen alfa alüminadan oluştuğu görülmektedir. Herhangi farklı bir faz veya emprüte bulunmamaktadır. Şekil 6.6'da deneylerde kullanılan başlangıç kromoksit tozlarının XRD grafiği verilmektedir. Grafiğe bakıldığında kromoksit tozlarının tamamen tek bir kristal yapıya sahip olduğu görülmektedir. Kromoksit kristal kafesi alümina gibi korundum yapısına sahiptir [62–64]. XRD analiziyle de bu doğrulanmıştır. Analiz sonucunda tozların tamamen krom oksit olduğu, herhangi bir safsızlığa rastlanmamıştır. Şekil 6.7'ye bakıldığında başlangıç zirkonya tozlarının XRD grafiği görülmektedir. Bilindiği üzere %3 mol itriyum ile stabilize edilen zirkonya neredeyse tamamen tetragonal kristal yapıya sahip olmaktadır [65–67]. Grafikteki piklere bakıldığında kullanılan tozların tamamen tetragonal faza sahip olduğu söylenebilir. Analize göre zirkonya dışında herhangi bir safsızlığa rastlanmamıştır.



Şekil 6.5. Alümina başlangıç tozlarına ait XRD grafiği.



Şekil 6.6. Başlangıç kromoksit tozlarına ait XRD grafiği.

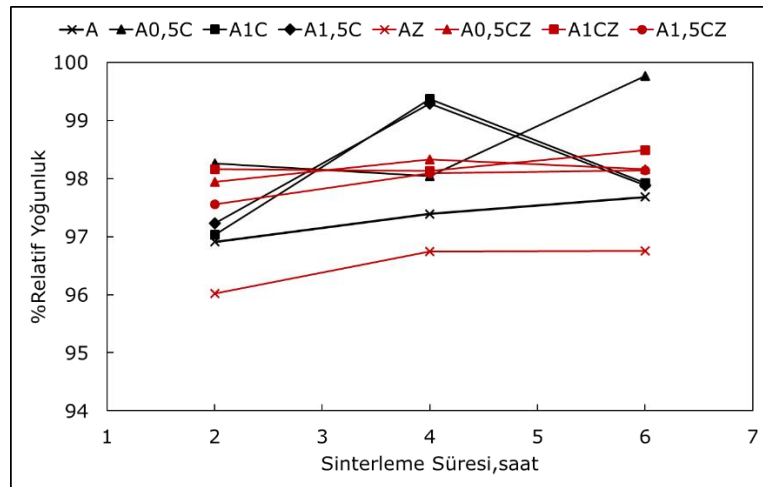


Şekil 6.7. Başlangıç zirkonya tozlarına ait XRD grafiği.

6.2. Yoğunluk Analizi

Sinterlenmiş numunelerin Archimedes prensibi ile ölçülen nispi yoğunluklarının sinterleme süresi ve krom oksit katkı miktarına bağlı olarak değişimi tablo 6.1’de verilmiştir. Genel olarak sinterleme süresi ile yoğunlukların arttığı görülmüştür. Krom oksit ve zirkonya ilavelerinin her iki grup numunelerinde de yoğunlaşma davranışını iyileştirdiği görülmektedir. 2 saatte sinterlenen numunelere bakıldığında krom oksit ilavesi ile saf alüminanın yoğunluğunun arttığı söylenebilmektedir. Krom oksit ilavesi ağı. %0,5 olan numunelerde yoğunluk artışı daha net gözlenmektedir. Krom oksit miktarı arttıkça yoğunluk değerleri bazı numunelerde değişmezken, bazı numunelerde azalmaktadır.

Şekil 6.8’de krom katkılı alümina ve alümina-zirkonya kompozit numunelerin sinterleme süresine karşı relatif yoğunluk grafiği verilmektedir. Bu grafikte de açıkça görülmektedir ki, sinterleme süresinin 2 saatten 4 saate çıkması ile yoğunluk değerleri artmıştır. Fakat özellikle saf alüminanın aksine, alümina kromoksit numunelerinde sinterleme süresinin 4 saatten 6 saate çıkması ile yoğunluklarda azalma meydana gelmektedir. Bu durumun krom oksitin açık atmosferde 1000°C’ nin üzerindeki sıcaklıklarda oksijen ile reaksiyona girmesiyle alakalı olduğu düşünülmektedir. Bu sıcaklıklarda krom oksit bileşiğinin oksijen ile reaksiyona girmesiyle krom gaz fazına geçmektedir. Krom oksitin termodinamik olarak gerçekleşen reaksiyonu sinterleme süresine bağlıdır. Süre arttıkça gerçekleşen reaksiyon miktarı ile yapıdan uzaklaşan krom miktarı artmaktadır. Alümina zirkonya kompozitlerinin sinterleme süresiyle birlikte yoğunluklarının arttığı görülmektedir [68–71].



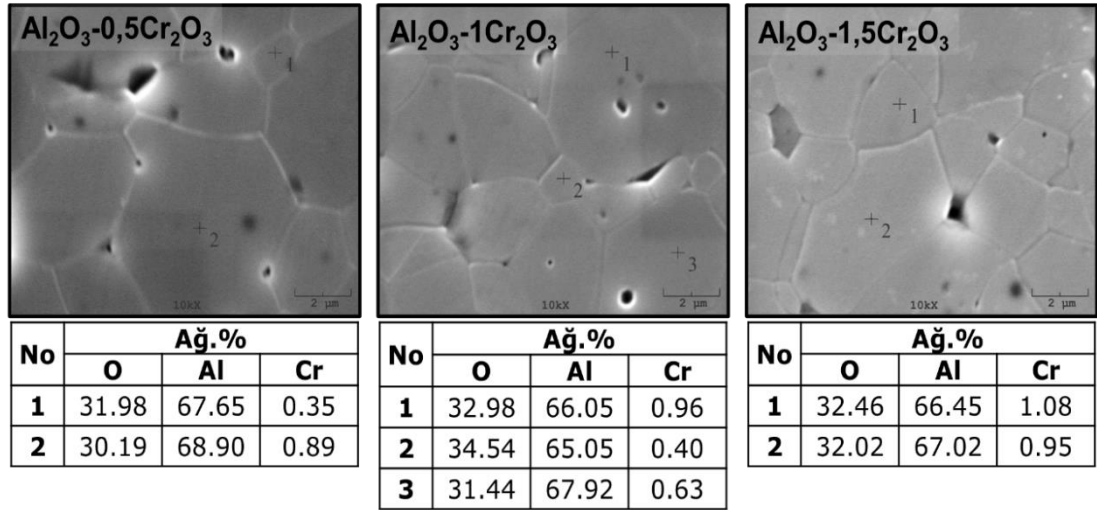
Şekil 6.8. Krom katkılı alümina ve alümina-zirkonya kompozit numunelerin relatif yoğunluk grafiği.

Tablo 6.1. Krom oksit ilaveli alümina ve alümina-zirkonya kompozit numunelerin relatif yoğunluk tablosu.

Alümina-Krom oksit			
Numune	1550 °C		
Süre	2 saat	4 saat	6 saat
Al_2O_3	96.23	97.09	97.13
$Al_2O_3 + \%0,5Cr_2O_3$	97.04	99.21	97.93
$Al_2O_3 + \%1Cr_2O_3$	97.48	99.01	98.07
$Al_2O_3 + \%1,5Cr_2O_3$	96.89	98.76	97.54
Alümina-Zirkonya-Krom oksit			
Numune	1550 °C		
	2 saat	4 saat	6 saat
$Al_2O_3 + \%10ZrO_2$	95,90	96,50	96.02
$Al_2O_3 + \%10ZrO_2 + \%0,5Cr_2O_3$	97.28	97.94	98.38
$Al_2O_3 + \%10ZrO_2 + \%1Cr_2O_3$	96.57	97.8	97.54
$Al_2O_3 + \%10ZrO_2 + \%1,5Cr_2O_3$	96.58	97.62	98.22

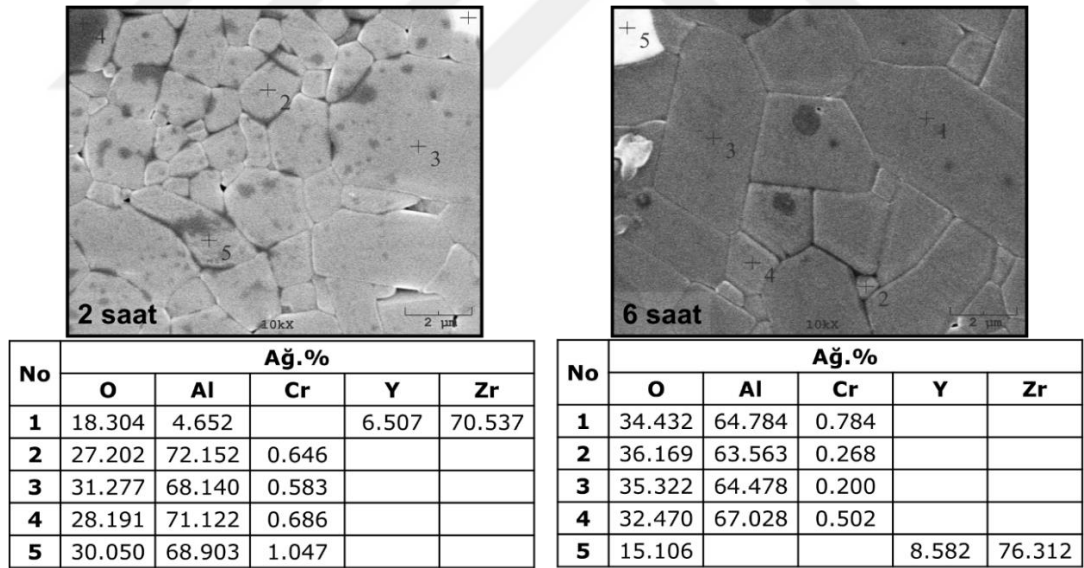
6.3. SEM-EDS Mikroyapı Karakterizasyonu

Şekil 6.9'da 1550 °C sıcaklıkta 2 saat sinterlenen sırasıyla ağ. %0,5, 1 ve 1.5 krom oksit ilaveli alümina numunelerin 1450 °C'de termal olarak dağlanmış yüzeylerinden alınan SEM görüntüleri ve bu görüntülerden alınan EDS nokta analizleri verilmektedir. Şekil 6.10'da ise 1550 °C'de sırasıyla 2 ve 6 saat sinterlenen alümina-zirkonya-ağ. %1 krom oksit ilaveli numunelerin SEM görüntülerinden alınan EDS nokta analizleri verilmektedir. SEM görüntülerinde koyu gri bölgeler alüminayı temsil ederken açık gri-beyaz bölgeler zirkonyum oksiti temsil etmektedir. Farklı büyüklükte alümina tanelerinden alınan noktalara bakıldığında krom ilavesinin katkı yapılan miktarlarda analiz edildiği görülmektedir. Şekil 6.10'da beyaz bölgelerden alınan nokta analiz sonucunda beyaz fazın tamamen zirkonyum, oksijen ve itriyumdan oluştuğu görülmektedir. Ayrıca stabilize zirkonyanın %8 itriyum ilavesi ile stabilize edildiği de analiz sonucunda gözlenmektedir. Nokta analizi sonuçları şekil 6.9'da görüldüğü üzere, numunelerde saf alüminyum, oksijen ve krom dışında herhangi bir elemente rastlanmamıştır.



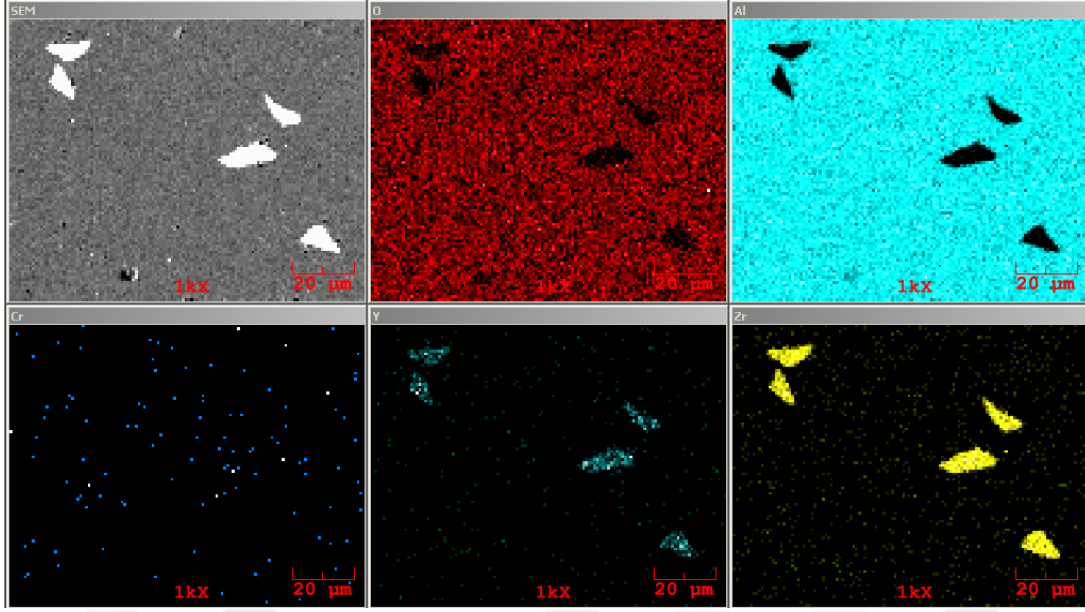
Şekil 6.9. 1550 °C'de 2 saat sinterlenen krom oksit katkılı numunelerin SEM görüntüleri ve EDS nokta analizleri.

Şekil 6.11'de 4 saat sinterlenen ağ. %0,5 krom katkılı alümina-zirkonya kompozitinin elementel dağılım haritası verilmektedir. EDS nokta analizi ile elementel dağılım haritası stabilize zirkonyumun SEM görüntülerinde beyaz bölge ile temsil edilen alan olduğunu doğrulamıştır.



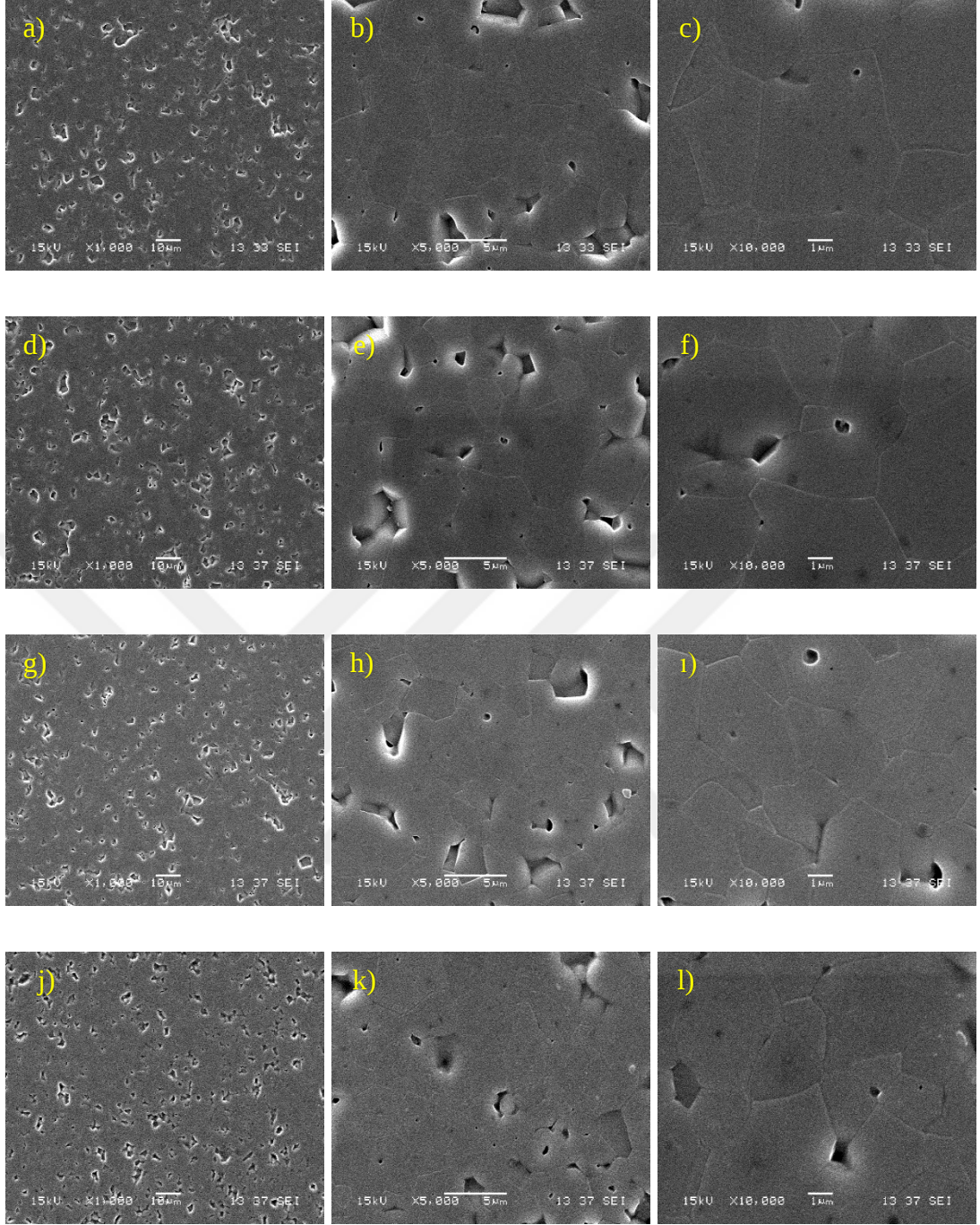
Şekil 6.10. 1550 °C'de 2 ve 6 saat sinterlenen ağ. %10 zirkonya ve %1krom oksit katkılı numunelerin SEM görüntüleri ve EDS nokta analizleri.

Alüminyum oksit ile krom oksit birbiri içerisinde %100 çözünürlük gösteren izomorf denge diyagramına sahiptir. Şekil 6.11'de Kromun alümina matris içerisinde çözünmüş olduğu görülmektedir. Şekil 6.9 ve şekil 6.10'da bulunan nokta analizleri de bunu desteklemektedir.

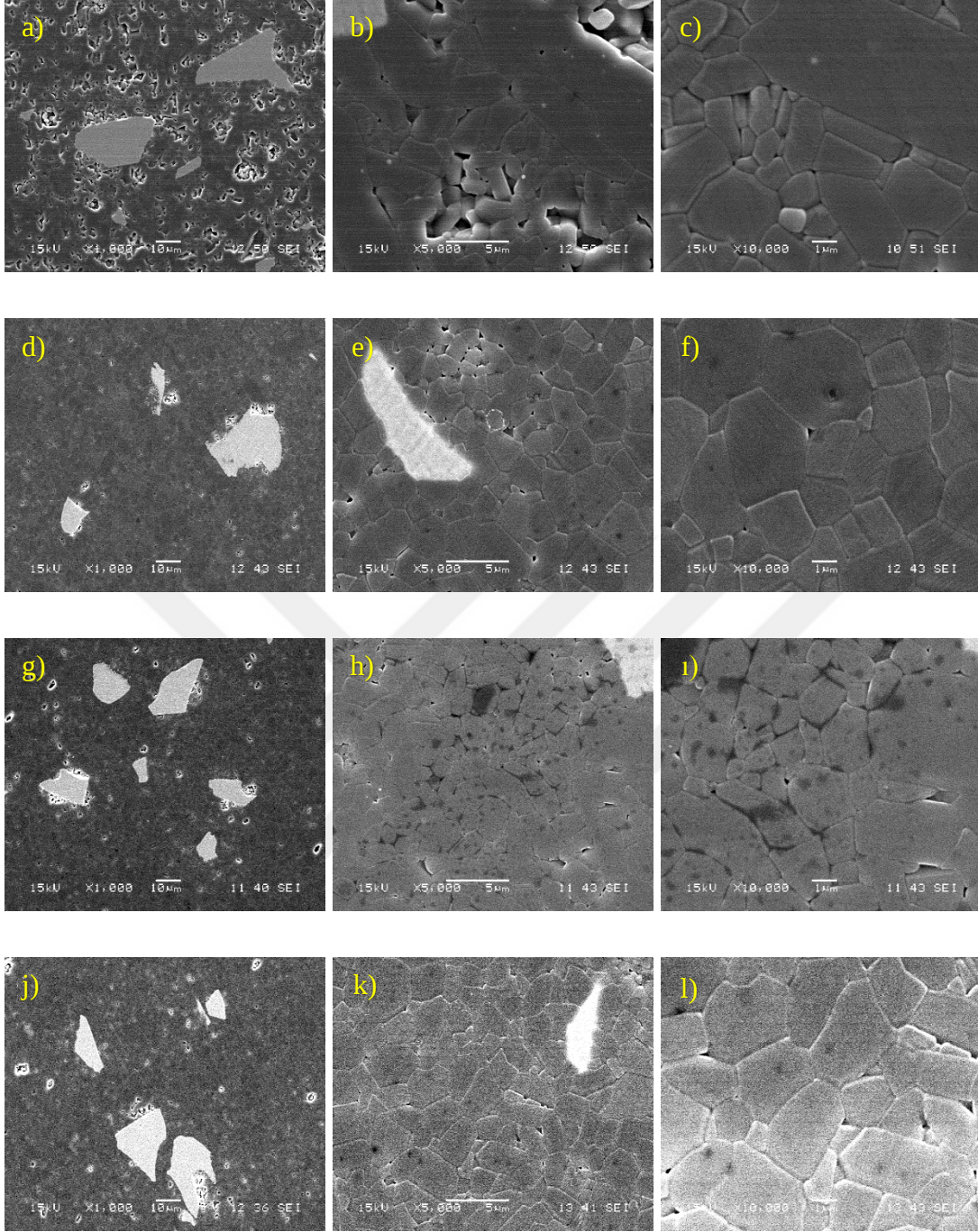


Şekil 6.11. 1550 °C'de 4 saat sinterlenmiş Al_2O_3 -ağ. %10 ZrO_2 -ağ. %0.5 Cr_2O_3 numunesinin elementel dağılım haritası.

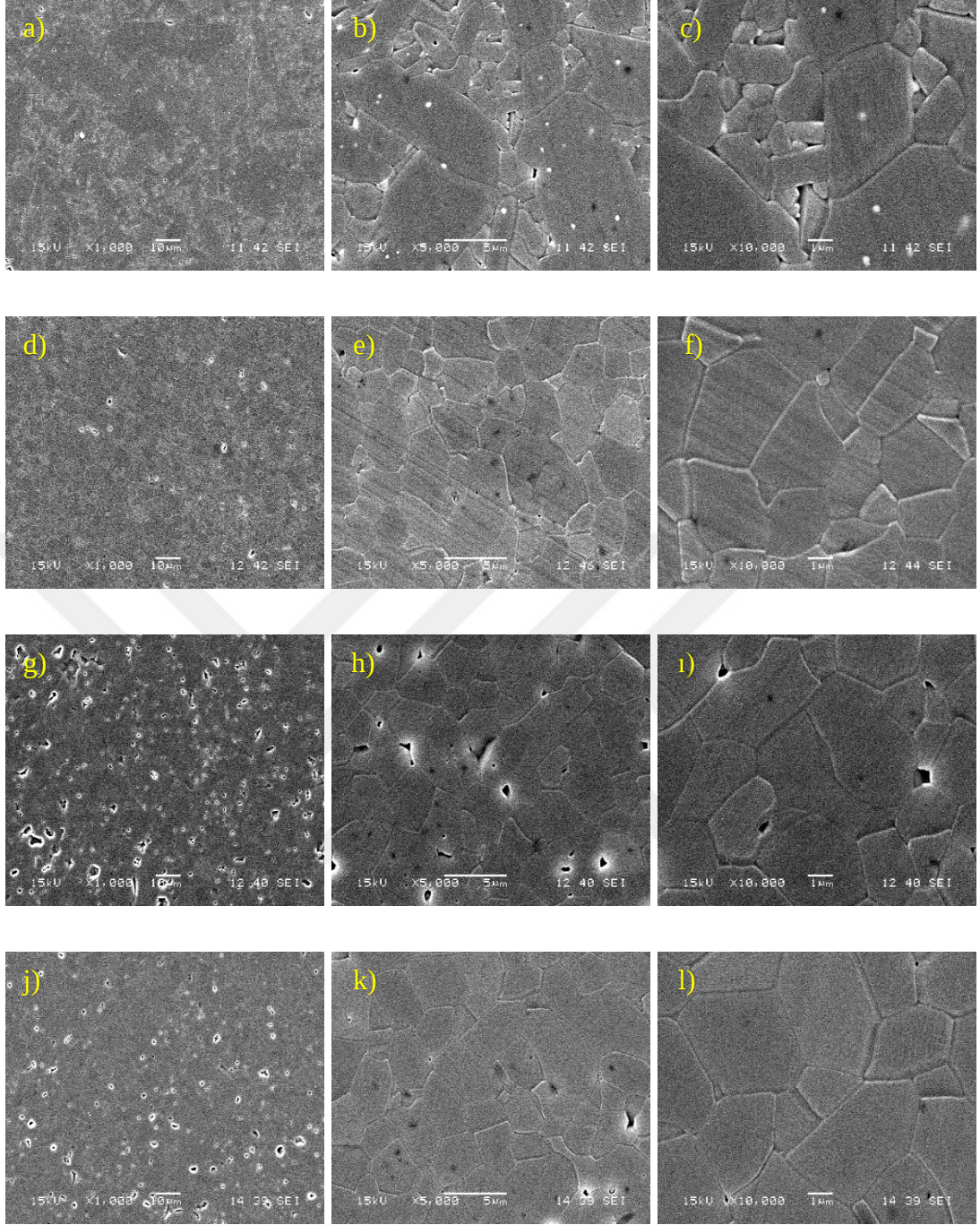
1550 °C'de 2,4 ve 6 saat sinterlenen numunelerin SEM mikroyapı görüntüleri Şekil 6.12-Şekil 6.17'de verilmiştir. Şekil 6.12' de krom oksit katkılı alümina numunelerin görüntülerine bakıldığında, krom oksit ilavesi ile sinterlenen numunelerin tane boyutlarında belirgin bir artış olmadığı görülse de ağ. %1 krom oksit ilavesi ile tane boyutunun küçüldüğü görülmektedir. Zirkonyum ile oluşturulan kompozitlere bakıldığında (şekil 6.13, şekil 6.15, şekil 6.17) tane boyutunun mikroyapıda homojen olarak dağılmadığı gözükmemektedir. Zirkonyum tozlarının başlangıç tane boyutunun homojen olmaması ve nispeten büyük olması sebebiyle yapıdaki zirkonyum tanelerinin, etrafında oluşan alümina-krom oksit tanelerinin büyümesine engel olduğu düşünülmektedir. Şekil 6.13e, şekil 6.13k ve şekil 6.13f görüntüleri bunu desteklemektedir. Zirkonyum tanelerinin yapıda az bulunduğu bölgelerde özellikle yüksek sinterleme süresi olan numunelerde anormal tane büyümesi görülmektedir (şekil 6.13, şekil 6.15, şekil 6.17). Alümina seramikler gibi bazı sistemlerde sinterleme sırasında küçük taneler diğerlerine göre çok daha hızlı büyüme gösterebilmektedir. Bu durum “anormal tane büyümesi” olarak adlandırılır. Bu olay sistemin mekanik özelliklerini olumsuz etkilemektedir. Şekil 6.14c ve şekil 6.16c görüntülerine bakıldığında anormal tane büyümesi görülmektedir. Anormal tane büyümesi yapıdaki porozitelerin tane içerisine hapsolmasına da sebep olmaktadır. Bu yapılara krom oksit ilave edilmesiyle anormal tane büyümesinin azaldığı ve bazı numunelerde tamamen ortadan kalktığı görülmektedir.



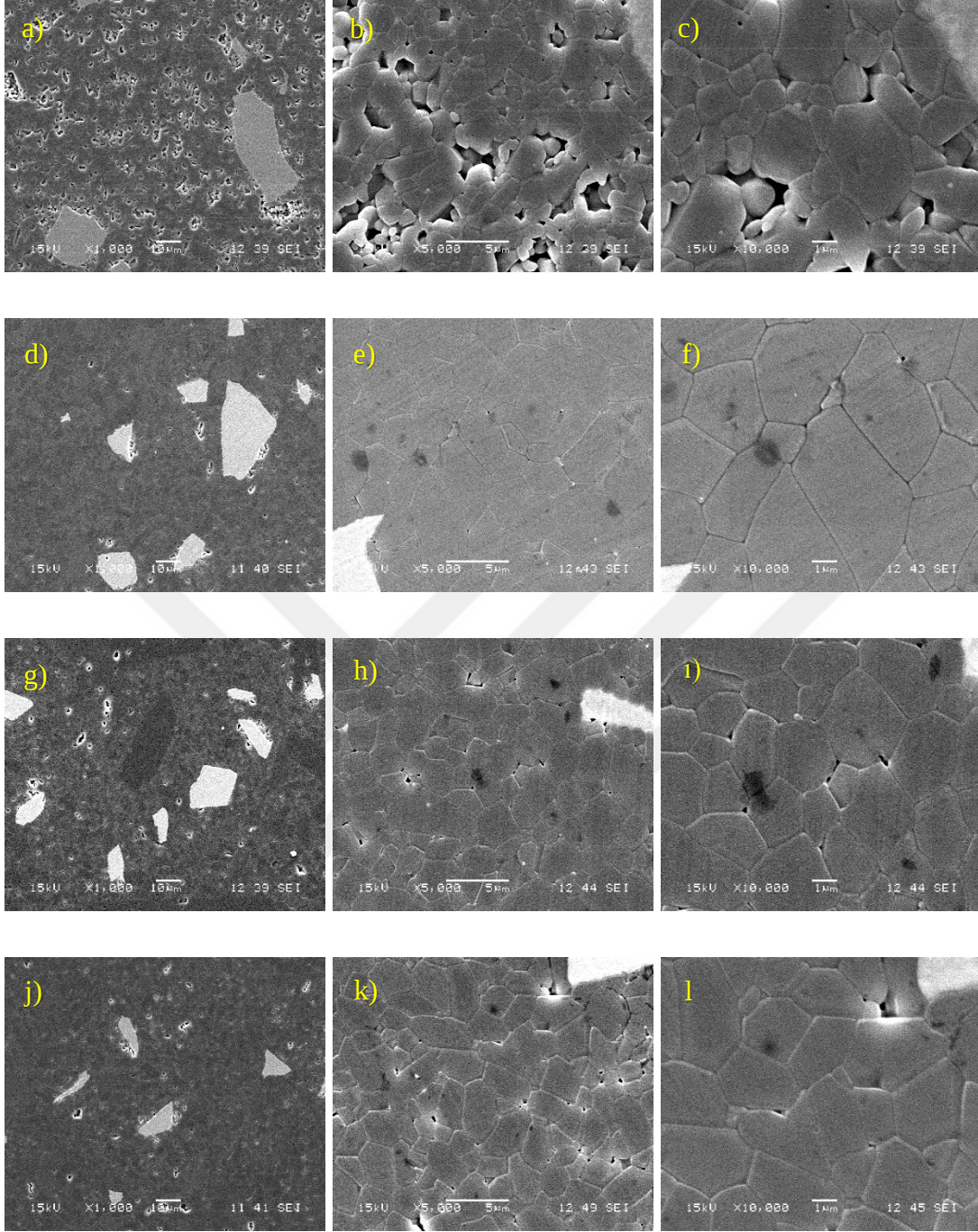
Şekil 6.12. 1550 °C sıcaklıkta 2 saat sinterlenen numunelerin SEM sekonder elektron görüntüsü, (a, b, c) Saf Al, (d, e, f) Al_2O_3 +%0,5 Cr_2O_3 , (g, h, ı) Al_2O_3 +%1 Cr_2O_3 , (j, k, l) Al_2O_3 +%1,5 Cr_2O_3 .



Şekil 6.13. 1550 °C sıcaklıkta 2 saat sinterlenen numunelerin SEM sekonder elektron görüntüsü: (a, b, c) $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2$, (d, e, f) $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + 0,5\% \text{Cr}_2\text{O}_3$, (g, h, i) $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + 1\% \text{Cr}_2\text{O}_3$, (j, k, l) $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + 1,5\% \text{Cr}_2\text{O}_3$.



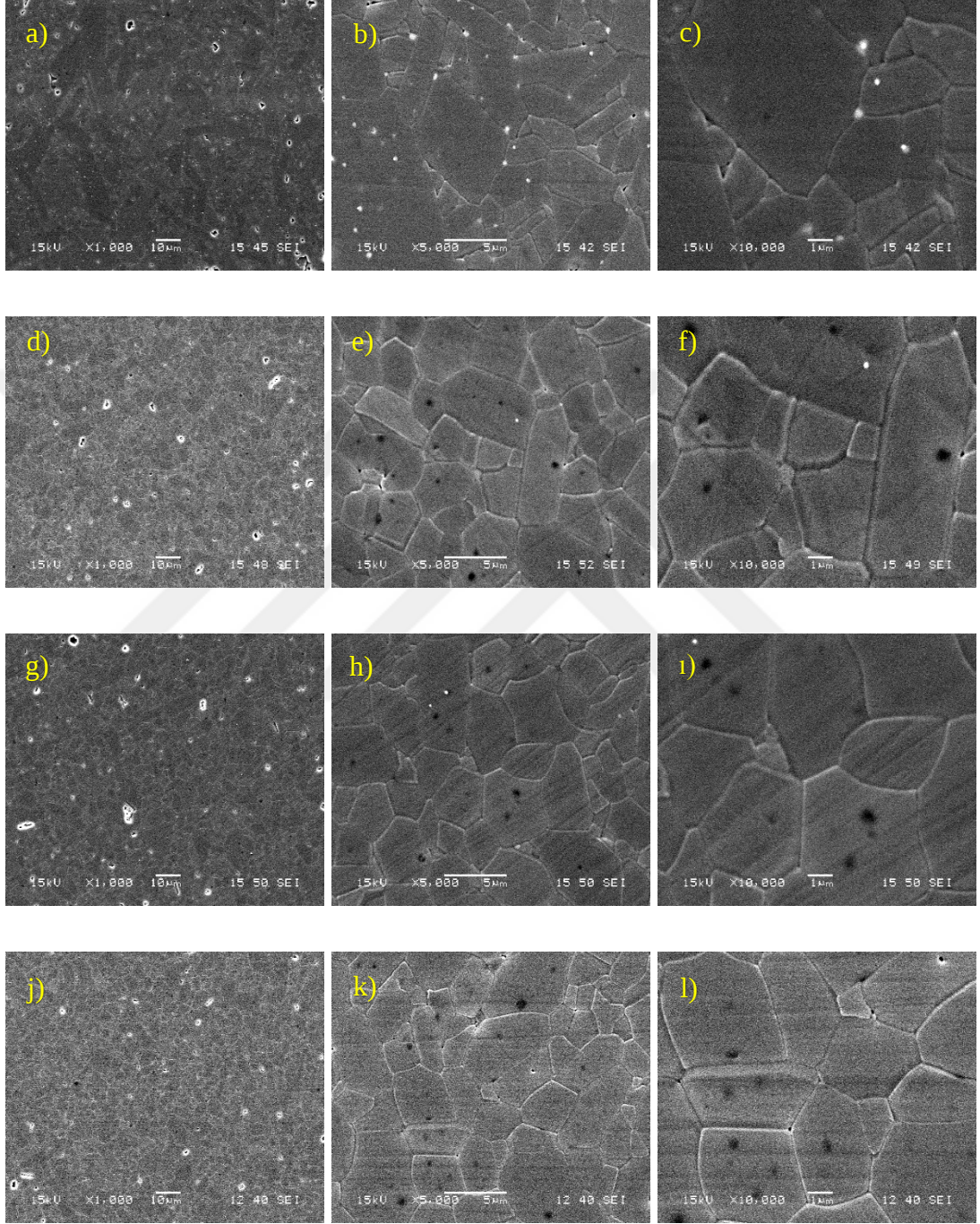
Şekil 6.14. 1550 °C sıcaklıkta 4 saat sinterlenen numunelerin SEM sekonder elektron görüntüsü: (a, b, c) Saf Al, (d, e, f) $\text{Al}_2\text{O}_3 + 0,5\% \text{Cr}_2\text{O}_3$, (g, h, i) $\text{Al}_2\text{O}_3 + 1\% \text{Cr}_2\text{O}_3$, (j, k, l) $\text{Al}_2\text{O}_3 + 1,5\% \text{Cr}_2\text{O}_3$.



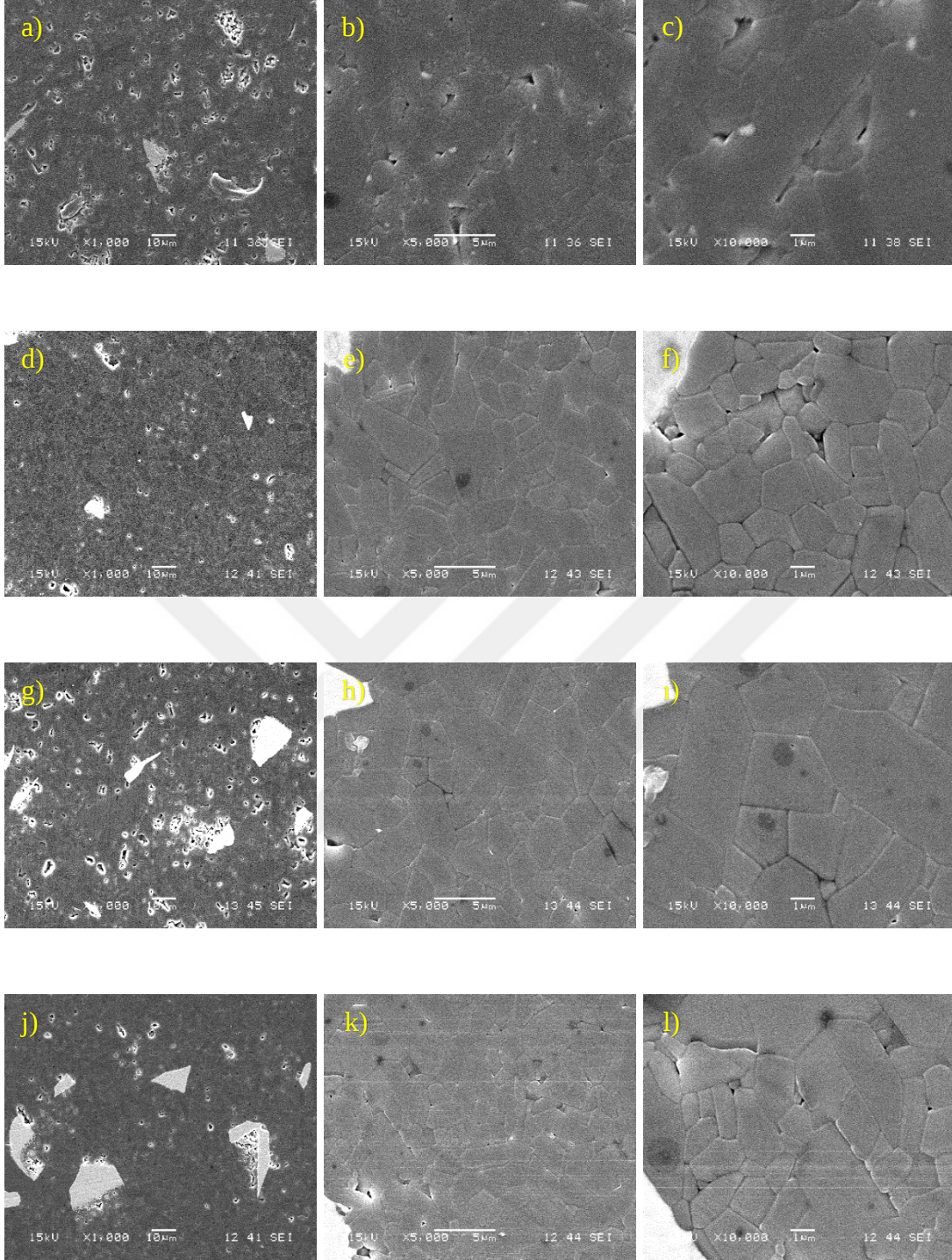
Şekil 6.15. 1550 °C sıcaklıkta 4 saat sinterlenen numunelerin SEM sekonder elektron görüntüsü: (a, b, c) $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2$, (d, e, f) $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + 0,5\% \text{Cr}_2\text{O}_3$, (g, h, i) $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + 1\% \text{Cr}_2\text{O}_3$, (j, k, l) $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + 1,5\% \text{Cr}_2\text{O}_3$.

Şekil 6.13c, şekil 6.15c ve şekil 6.17c’ de görüldüğü üzere alümina zirkonya kompozitlerinde anormal tane büyümesi vardır. Şekil 6.17f ve şekil 6.17l görüntülerinde zirkonyum tane etrafında anormal tane büyümesinin azaldığı net bir şekilde görülmektedir. Bunun yanı sıra neredeyse tüm alümina-zirkonya kompozitlerinde düşük büyütme oranlarında daha net şekilde görülmektedir ki krom oksit

ilavesi anormal tane büyümesinin engellenmesine katkı sağlamıştır. Özellikle saf alümina görüntülerine bakıldığında anormal tane büyümesinin sinterleme süresinin artışına bağlı olarak artmaktadır.



Şekil 6.16. 1550 °C sıcaklıkta 6 saat sinterlenen numunelerin SEM sekonder elektron görüntüsü:(a, b, c) Saf Al, (d, e, f) Al_2O_3 +%0,5 Cr_2O_3 , (g, h, i) Al_2O_3 +%1 Cr_2O_3 , (j, k, l) Al_2O_3 +%1,5 Cr_2O_3 .

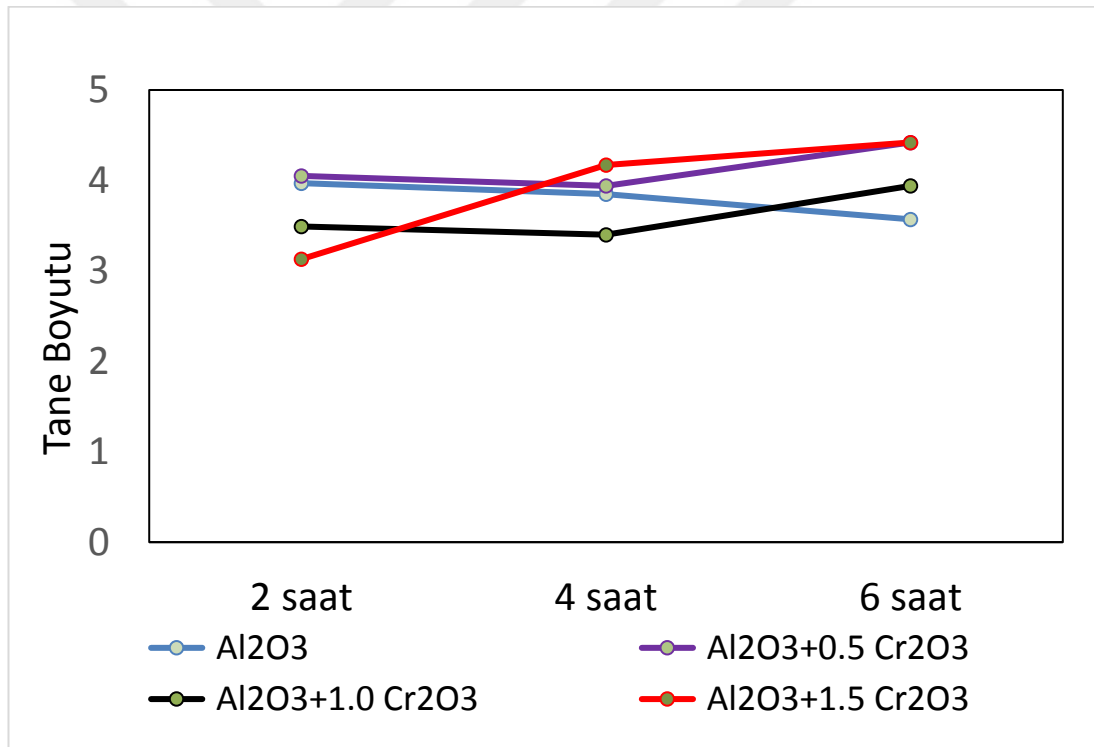


Şekil 6.17. 1550 °C sıcaklıkta 6 saat sinterlenen numunelerin SEM sekonder elektron görüntüsü: (a, b, c) $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2$, (d, e, f) $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + 0,5\% \text{Cr}_2\text{O}_3$, (g, h, i) $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + 1\% \text{Cr}_2\text{O}_3$, (j, k, l) $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{ZrO}_2 + 1,5\% \text{Cr}_2\text{O}_3$.

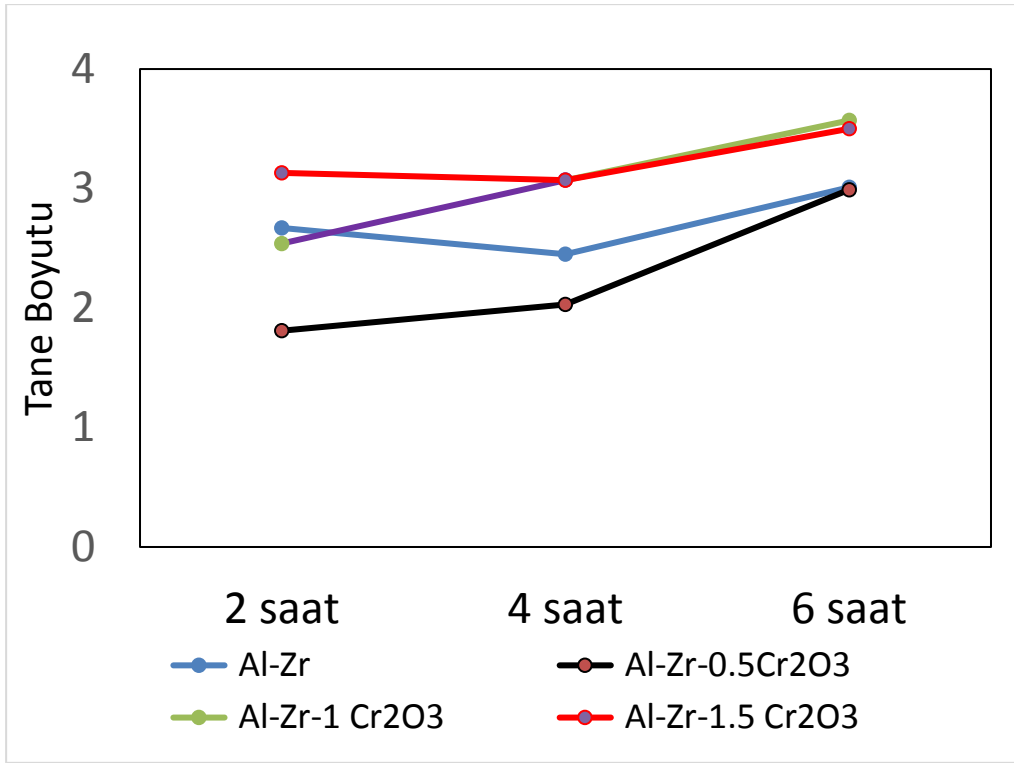
Tablo 6.2’de tüm sinterlenen numunelerin tane boyutları verilmektedir. Sinterleme süresinin artışı ile tane boyutlarında önemli bir artış görünmese de tüm numunelerde yükseldiği görülmektedir.

Tablo 6.2. Sinterlenmiş numunelerin çizgi kesim metodu ile belirlenen tane boyutları, μm .

Numune	2 saat	4 saat	6 saat
alumina+krom oksit			
Al_2O_3	3,97	3,85	3,57
$\text{Al}_2\text{O}_3+0,5 \text{ Cr}_2\text{O}_3$	4,05	3,94	4,42
$\text{Al}_2\text{O}_3+1,0 \text{ Cr}_2\text{O}_3$	3,49	3,40	3,94
$\text{Al}_2\text{O}_3+1,5 \text{ Cr}_2\text{O}_3$	3,13	4,17	4,42
alumina+krom oksit+zirkonya			
$\text{Al}_2\text{O}_3+10 \text{ ZrO}_2$	2,67	2,45	3,01
$\text{Al}_2\text{O}_3+10 \text{ ZrO}_2+1,0 \text{ Cr}_2\text{O}_3$	1,81	2,03	2,99
$\text{Al}_2\text{O}_3+10 \text{ ZrO}_2+1,5 \text{ Cr}_2\text{O}_3$	2,54	3,07	3,57
$\text{Al}_2\text{O}_3+10 \text{ ZrO}_2+0,5 \text{ Cr}_2\text{O}_3$	3,13	3,07	3,50



Şekil 6.18. Krom katkılı alümina numunelerin tane boyutu grafiği.



Şekil 6.19. Alümina-Zirkonya kompozit numunelerin tane boyutu grafiği.

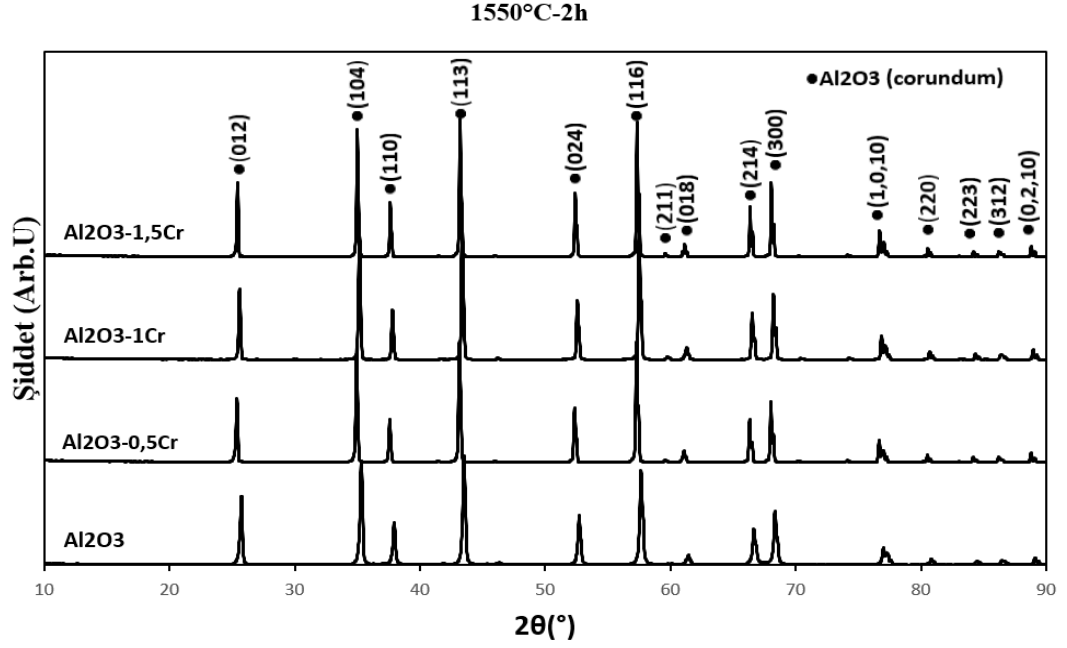
Şekil 6.18 ve 6.19’da sırasıyla krom katkılı alümina numuneler ve alümina-zirkonya kompozit numunelerin sinterleme süresine karşı tane boyutu grafikleri verilmiştir. Grafiklere bakıldığında 2 saatte sinterlenen numunelerde krom ilavesinin tane boyutunu az da olsa azalttığı görülmektedir. Neredeyse tüm numuneler için sinterleme süresinin artması ile tane boyutunun da arttığı söylenebilir.

6.4. XRD faz analizi

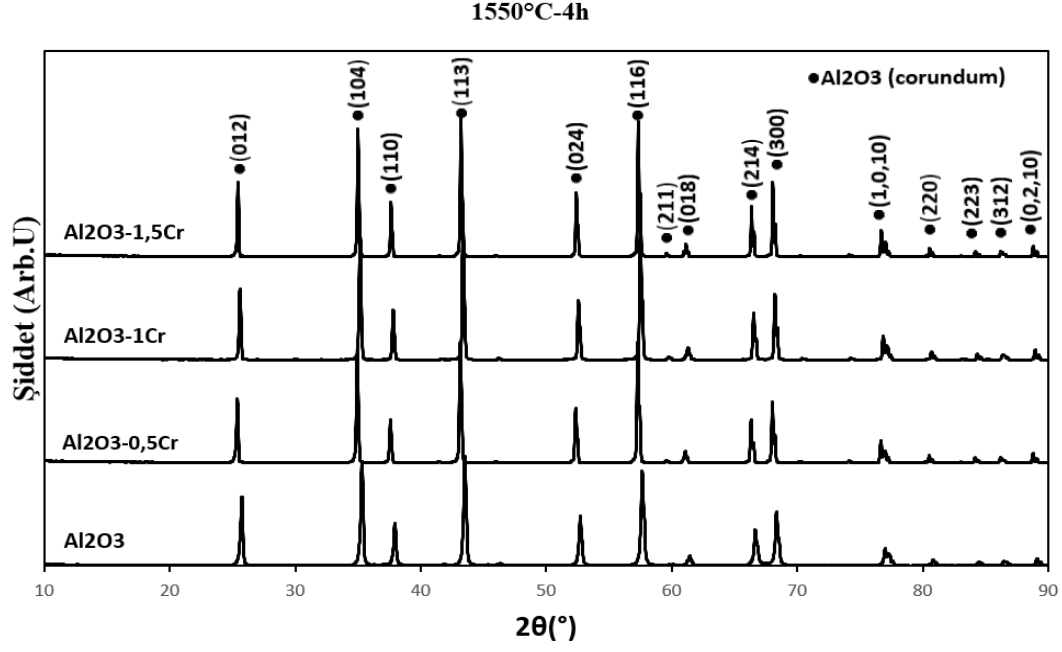
Şekil 6.20-Şekil 6.22’de 1550 °C’de sırasıyla 2,4 ve 6 saat sinterlenmiş krom oksit katkılı alümina numunelerin XRD analizi verilmiştir. Saf alümina ve farklı oranlarda krom oksit katkılı sinterlenmiş numunelerin XRD analizi yapının α -Al₂O₃ (Korundum)’dan oluştuğunu göstermiştir. Faz analizi literatürle bulunan saf alümina numunelerin XRD sonuçları ile uyum içerisindedir. Krom oksit içeriğinin artması ile özellikle (104) düzlemi ile gösterilen pike bakıldığında daha küçük 2 teta açısında olduğu görülmektedir. Bu durum daha büyük krom iyonlarının alüminyum ile yer değiştirmesi neticesinde oluştuğu söylenebilir [72].

Şekil 6.23-şekil 6.25’ de 1550 °C’ de sırasıyla 2,4 ve 6 sinterlenmiş krom oksit katkılı alümina zirkonya kompozit numunelerin XRD analizi verilmiştir. Tüm numunelerde görülen fazlar α -Al₂O₃ (Korundum) ve tetragonal zirkonyadır. En alttaki faz analizi

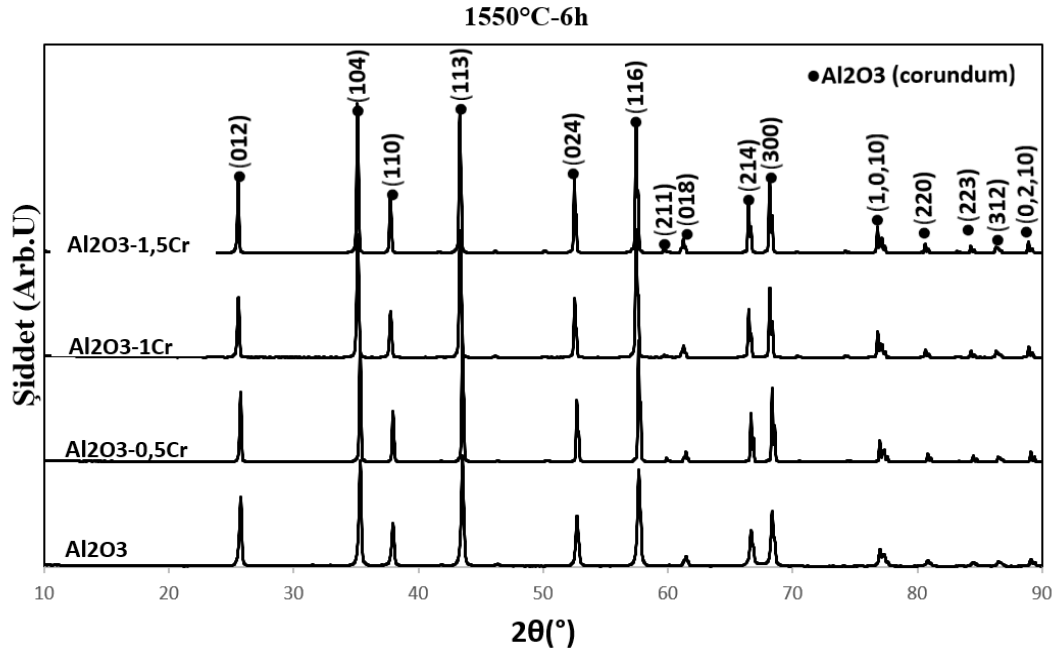
krom oksit katkısı olmayan kompoziti göstermektedir. Zirkonyumu temsil eden piklerine bakıldığında tetragonal fazda olduğu görülmektedir. Krom oksit ilavesi bulunan numunelerin fazları krom ilavesiz olanlardan farklı pik sergilememektedir. Krom oksit ilaveli alümina ve alümina kompozit numunelerin fazları sinterleme sonrasında herhangi farklı yeni faz gözlenmemiştir.



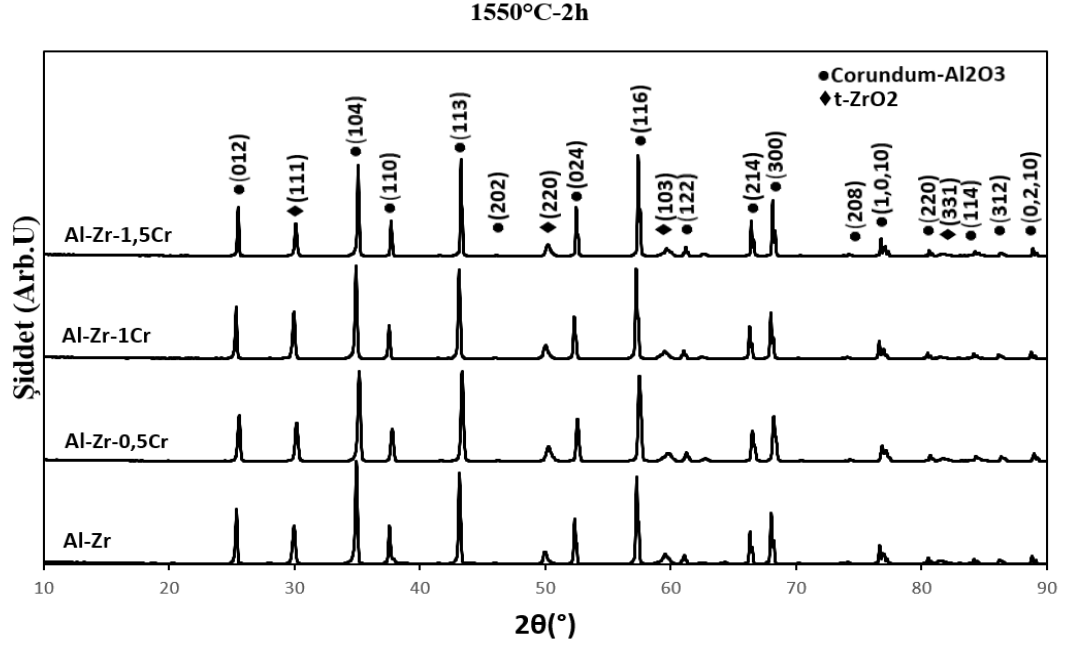
Şekil 6.20. 1550 °C’de 2 saat sinterlenen krom katkılı alümina numunelerin XRD faz analizi görüntüsü.



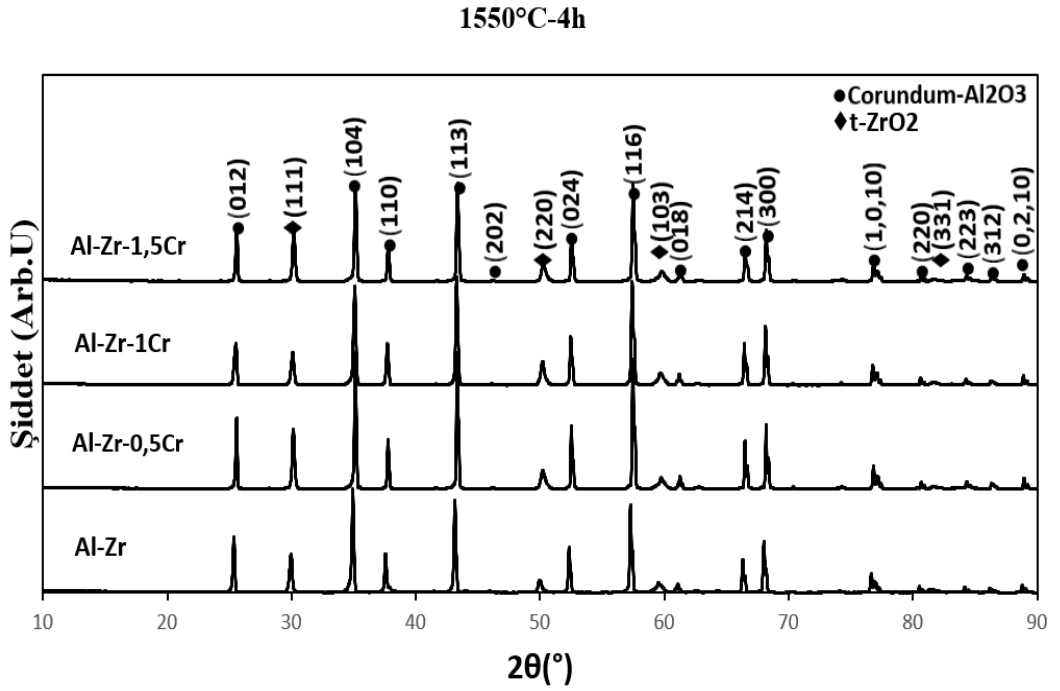
Şekil 6.21. 1550 °C’de 4 saat sinterlenen krom katkılı alümina numunelerin XRD faz analizi görüntüsü.



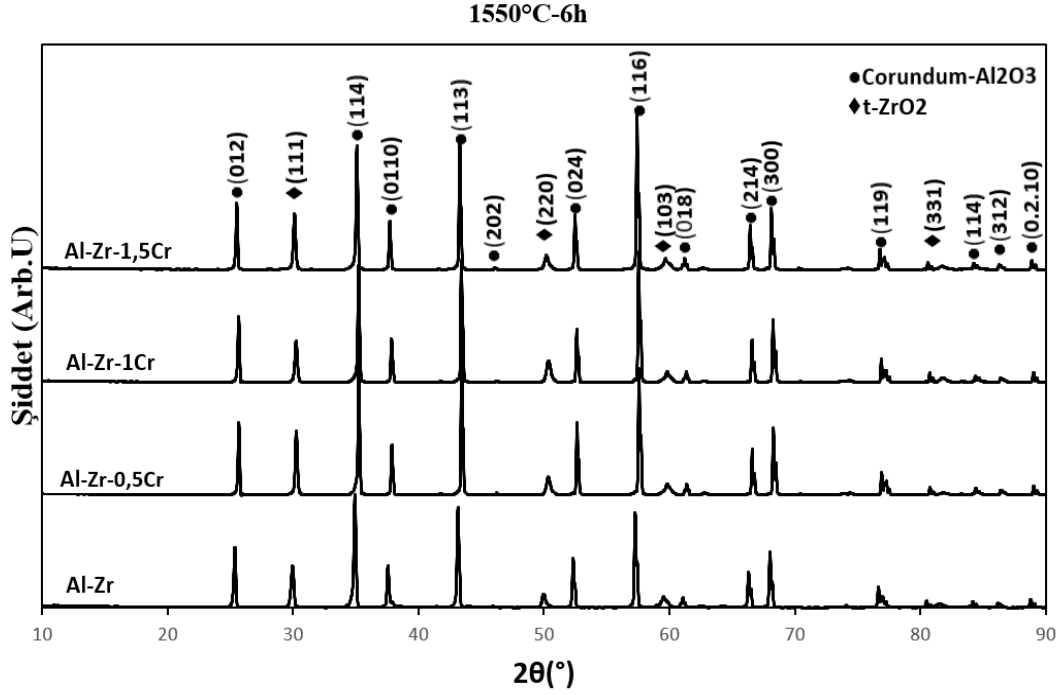
Şekil 6.22. 1550 °C’de 6 saat sinterlenen krom katkılı alümina numunelerin XRD faz analizi görüntüsü.



Şekil 6.23. 1550 °C’de 2 saat sinterlenen krom katkılı alümina-zirkonya kompozit numunelerin XRD faz analizi görüntüsü.



Şekil 6.24. 1550 °C’de 4 saat sinterlenen krom katkılı alümina-zirkonya kompozit numunelerin XRD faz analizi görüntüsü.



Şekil 6.25. 1550 °C’de 6 saat sinterlenen krom katkılı alümina-zirkonya kompozit numunelerin XRD faz analizi görüntüsü.

6.5. Sertlik ve Kırılma Tokluğu Analizi

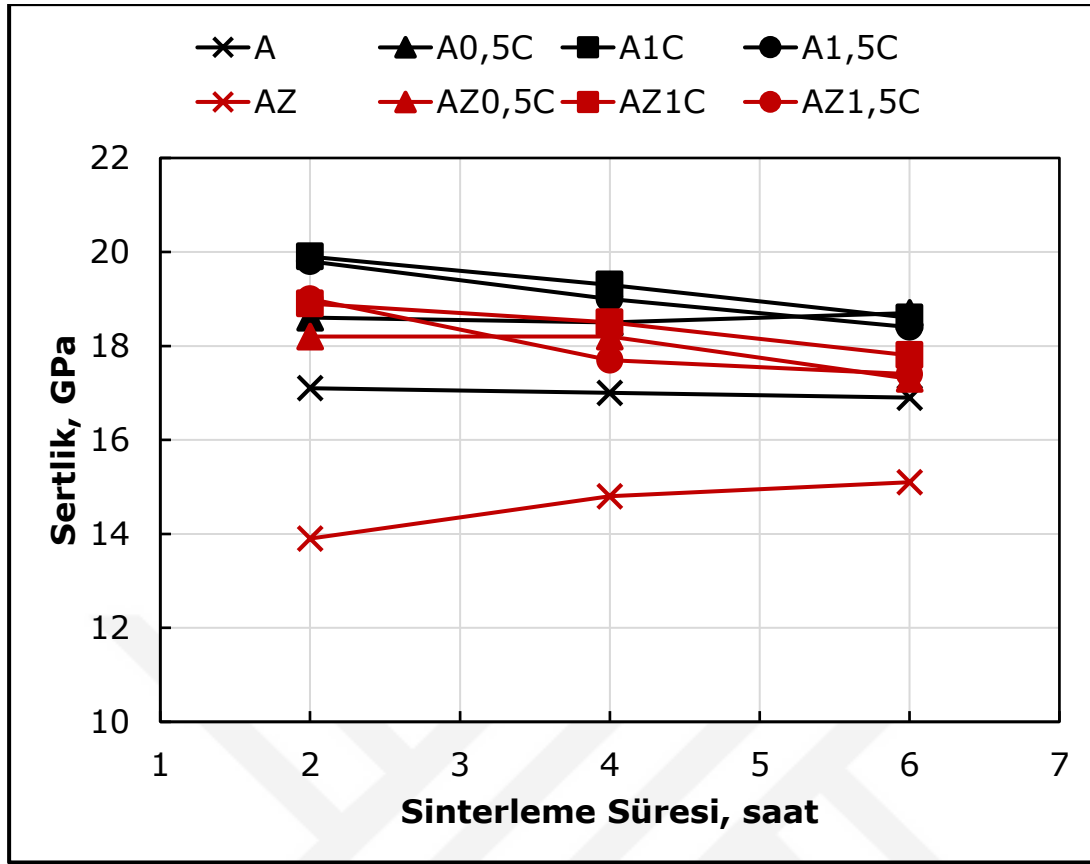
Sinterlenmiş numunelerin sertlik değerleri tablo 6.3’te verilmiştir. Saf alüminanın sertlik değeri diğer numunelere göre düşük gelmektedir. Saf alüminanın literatürdeki sertlik değerleri ile uyduğu görülmektedir [73]. Alüminaya krom oksit ilavesi ile sinterlenen numunelerin sertlik değerleri 1-2 GPa artmıştır, buna katı çözelti sertleştirme neden olmuştur. Sertlik değerleri krom oksit miktarındaki artış ile doğru orantılı olduğu söylenebilir. Ağ. %1 ve ağ. %1,5 krom oksit ilaveli numunelerin sertlik değerleri birbirine yakın olsada tüm sinterleme süreleri dikkate alındığında en yüksek sertlik değerleri alümina + ağ. %1 krom oksit numunesinde elde edilmiştir.

Alüminaya zirkonyum ilavesi ile elde edilen kompozitlerin sertlik değerleri saf alüminaya kıyasla oldukça düşük gelmektedir. Elde edilen sertlik değerleri literatürde verilen Alümina-zirkonya kompozit malzemelerin sertlik değerleri(13-15GPa) ile uyum içerisinde [73]. Alümina-zirkonya kompozit numunelere krom oksit ilavesi ile sertliğin önemli ölçüde arttığı görülmektedir. Saf alüminaya kıyasla sertlik değerleri yüksek gelmektedir ve krom oksit katkılı alümina numunelerin sertlik değerlerine oldukça yakındır.

Tablo 6.3. Sinterlenen numunelerin sertlik deęerleri.

Numune	2 saat	4 saat	6 saat
alumina+krom oksit			
Al_2O_3	17,1	17,0	16,9
$\text{Al}_2\text{O}_3+0,5 \text{ Cr}_2\text{O}_3$	18,6	18,5	18,7
$\text{Al}_2\text{O}_3+1 \text{ Cr}_2\text{O}_3$	19,9	19,3	18,6
$\text{Al}_2\text{O}_3+1,5 \text{ Cr}_2\text{O}_3$	19,8	19,0	18,4
alumina+krom oksit+zirkonya			
$\text{Al}_2\text{O}_3+10\text{ZrO}_2$	13,9	14,8	16,0
$\text{Al}_2\text{O}_3+10 \text{ ZrO}_2+0,5 \text{ Cr}_2\text{O}_3$	18,2	18,2	17,3
$\text{Al}_2\text{O}_3+10 \text{ ZrO}_2+1,0 \text{ Cr}_2\text{O}_3$	18,9	18,5	17,8
$\text{Al}_2\text{O}_3+10 \text{ ZrO}_2+1,5 \text{ Cr}_2\text{O}_3$	19,0	17,7	17,4

Şekil 6.26'e bakıldığında sinterleme süresine karşı sertlik grafięi sunulmuştur. Sinterleme süresi arttıkça sertlikte düşüş gerçekleşmektedir. Bu deęerler tane boyutu analizinde de paylaşılan deęerlerle uyum içerisinde. Yapının tane boyutu arttıkça sertliklerinin azaldığı görülmektedir. Tane boyutunun yanı sıra numunelerin yoğunluęun da sertlik deęerlerinin düşmesine etkisi olduğu bilinmektedir. Sinterleme süresinin 4 ile 6 saat arasında az da olsa gerçekleşen yoğunluk düşüşü sertlik deęerlerini etkilemiştir.



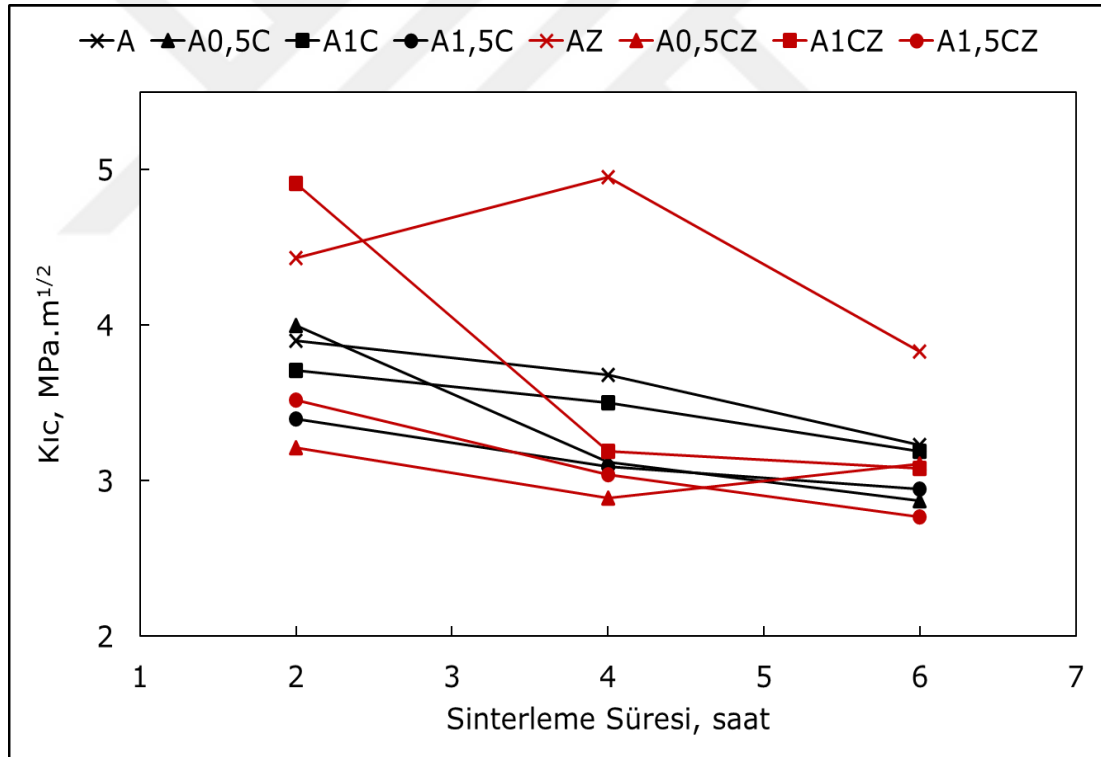
Şekil 6.26. Sinterlenen numunelerin sertlik grafiği.

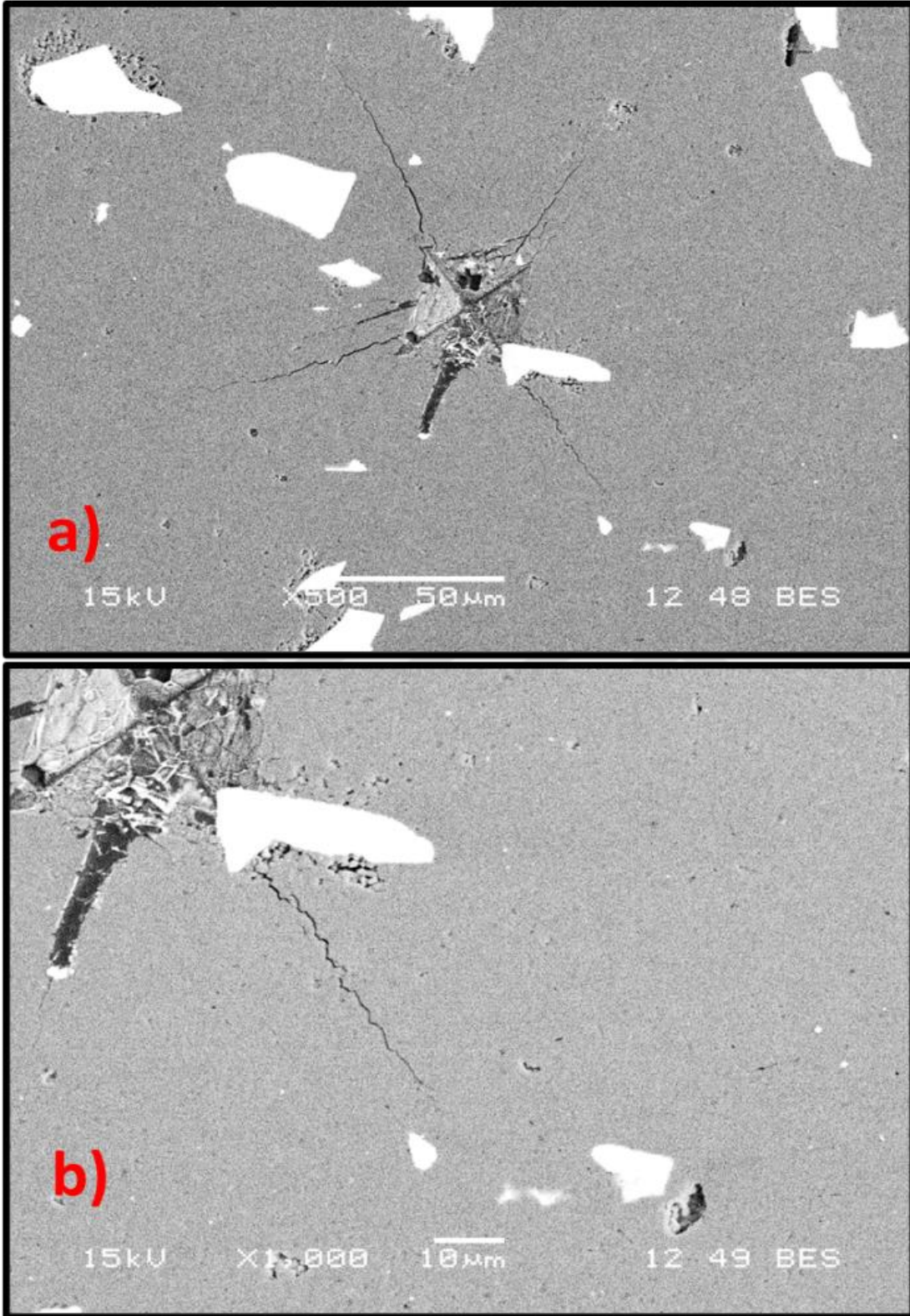
Tablo 6.4'te kromoksit katkılı alümina ve alümina zirkonya kompozitlerin kırılma tokluğu değerlerini vermektedir. Şekil 6.27'de sinterlenen tüm numunelerin sinterleme süresine karşı kırılma tokluğu değerlerini veren grafik bulunmaktadır. Sinterleme süresi ile kırılma tokluğunun tüm numunelerde azaldığını söylemek mümkündür. Bu durum sertliğin fazla yükselmesi ile açıklanabilir. Kırılma tokluğu ve sertlik arasında ters ilişki bulunmaktadır. Grafik ve tabloya bakıldığında en yüksek kırılma tokluğu değerini veren numuneler alümina-zirkonya kompozitleri olmuştur.

Şekil 6.28'de örnek olarak alınan indentasyon sertlik izinin SEM görüntüsü verilmiştir. Çatlak izine bakıldığında zirkonyum tanesinin çatlak yolunda olduğu görülmektedir. Bu görüntü zirkonyumlu numunelerin kırılma tokluğu değerlerinin yüksek olmasının nedenini açıklamaktadır. Çatlağın ilerlemesine neden olan gerilmenin zirkonyum tanesi tarafından absorbe edilmesiyle tokluk artmaktadır [74].

Tablo 6.4. Sinterlenen numunelerin kırılma tokluğu değerleri.

Numune	2 saat	4 saat	6 saat
alumina+krom oksit			
Al_2O_3	3,90	3,68	3,23
$\text{Al}_2\text{O}_3+0,5 \text{ Cr}_2\text{O}_3$	4,00	3,12	2,87
$\text{Al}_2\text{O}_3+1,0 \text{ Cr}_2\text{O}_3$	3,71	3,50	3,19
$\text{Al}_2\text{O}_3+1,5 \text{ Cr}_2\text{O}_3$	3,40	3,09	2,95
alumina+krom oksit+zirkonya			
$\text{Al}_2\text{O}_3+10 \text{ ZrO}_2$	4,43	4,95	3,83
$\text{Al}_2\text{O}_3+10 \text{ ZrO}_2+0,5 \text{ Cr}_2\text{O}_3$	3,21	2,89	3,11
$\text{Al}_2\text{O}_3+10 \text{ ZrO}_2+1 \text{ Cr}_2\text{O}_3$	4,91	3,19	3,08
$\text{Al}_2\text{O}_3+10 \text{ ZrO}_2+1,5 \text{ Cr}_2\text{O}_3$	3,52	3,04	2,77





Şekil 6.28. 2kg yük ile sertlik alınan $\text{Al}_2\text{O}_3+10 \text{ ZrO}_2+0,5 \text{ Cr}_2\text{O}_3$ numunesinin çatlak SEM görüntüsü, a)500X, b)1000X.

7. SONUÇLAR

Saf alümina ve Alümina-Krom oksit, Alümina-Zirkonya ve Alümina-Zirkonya-Krom oksit oksit tozları hidrolik preste tek eksenli sıkıştırılmış, 1550 °C sıcaklıkta 2, 4, ve 6 saat açık atmosferli direnç fırınında sinterlenmiştir. Üretilen numunelerin sertlik, kırılma tokluğu, yoğunlukları, tane boyutları belirlenmiş ve SEM-EDS analizleri ile mikroyapıları incelenmiştir. Yapılan çalışmada elde edilen sonuçlar;

- Sinterleme sonrası belirlenen relatif yoğunluklar tüm numunelerde %96 üzeridir. Kromoksit ilavesi ile alümina numunelerde %97'den %99'a, alümina-zirkonya numunelerde ise %96'dan %98,4'e kadar artış sağlamıştır.
- Alumina esaslı numunelerde tane boyutu 3,97-4,44 mikron, alümina-zirkonya esaslı numunelerde 1,81-3,57 mikron arasında ölçülmüştür. Kromoksit ilavesi genel olarak tane boyutunda bir miktar artışa neden olmuştur.
- Alumina sinterleme sırasında anormal tane büyümesi gösteren bir seramik oksittir. Hem saf alümina hem de alümina-zirkonya numunelerde anormal tane büyümesi sinterleme süresinin 4 saat olması ile görülmüştür. Kromoksit ilavesi alumina numunelerde anormal tane büyümesini belirgin bir şekilde engellemiştir. Alumina zirkonya numunelerde ise ağ. %0,5 ve %1 kromoksit içeren numunelerde çok daha belirgin anormal tane büyümesi ağ. %1,5 kromoksit ilaveli numunelerde ise daha küçük anormal büyümüş taneler mevcuttur.
- Kromoksit ilavesi hem alümina hem de alümina zirkonya esaslı numunelerde sertlikte önemli artış sağlamıştır. Alumina esaslı numunelerde sertlik değeri 17 GPa'dan 19,9 GPa'a, alümina-zirkonya esaslı numunelerde ise 14 GPa'dan 19 GPa'a yükselmiştir. Kromoksitin zirkonya içerisinde çözünürlüğü yoktur, alümina içerisinde %100 çözünürlük gösteren bir oksittir ve EDS analizleri de bunu doğrulamıştır. Sertlik artışını sağlayan da katı çözelti sertleştirmesidir.
- Kırılma tokluğu değerleri kromoksit ilavesi ile azalmıştır. Özellikle 4 ve 6 saat sinterlenen ve anormal tane büyümesi içeren alümina-zirkonya esaslı numunelerde daha belirgindir.

- XRD analizi alümina ve kromoksit tozunun korundum yapısına sahip α -alumina ve kromoksit, zirkonya tozunun ise baskın olarak tetragonal ve daha az olarak da monoklinik zirkonyadan oluştuğunu göstermiştir. Sinterlenmiş alümina esaslı numuneler α -alümina, alümina-zirkonya esaslı numuneler ise α -alumina ve tetragonal zirkonya fazından oluşmaktadır.



KAYNAKLAR

- [1] D. D. L. Chung. (2009). Composite materials Science and applications. (2th. ed.). 1-33.
- [2] S. M. Sapuan, (2017). “Composite Materials”, içinde *Composite Materials*, Elsevier, 2017, ss. 57-93. doi: 10.1016/B978-0-12-802507-9.00003-9.
- [3] M. A. Leeds, (1972). *Electronic Properties of Composite Materials*. Springer US. doi: 10.1007/978-1-4615-9612-7.
- [4] V. K. Choo. (1990). Fundamentals of Composite Materials-Knowen Academic Press, Incorporated.
- [5] B. Cantor et al. Fundamentals of Fibre Reinforced Composite Materials. (2005)
- [6] H. Manshor, A. W. Ramli, A. Z. Ahmad Azhar, E. C. Abdullah, and Z. A. Ahmad. (2016). Effect of Cr₂O₃-TiO₂ addition on the physical properties of zirconia toughened alumina”, içinde *Materials Science Forum*, Trans Tech Publications Ltd, ss. 34-38. doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.840.34.
- [7] A. Ruys. (2019). Refractory and other specialist industrial applications of alumina. *Alumina Ceramics*, Elsevier. ss. 473-499. doi: 10.1016/b978-0-08-102442-3.00015-4.
- [8] J. L. Huang and P. K. Nayak. (2018). Strengthening alumina ceramic matrix nanocomposites using spark plasma sintering”, içinde *Advances in Ceramic Matrix Composites: Second Edition*, Elsevier Inc., ss. 231-247. doi: 10.1016/B978-0-08-102166-8.00010-4.
- [9] H. Awaji, S. Choi, and E. max Al., *HOW TO TOUGHEN CERAMICS-NANOCOMPOSITES SYSTEM*. 1T9. Failure of nanocomposites. 91-93.
- [10] C. B. Emrullahoglu Abi. (2015). Toughening mechanisms in dental composites”, içinde *Toughening Mechanisms in Composite Materials*, Elsevier Inc., ss. 321-337. doi: 10.1016/B978-1-78242-279-2.00012-3.
- [11] W. H. Tuan, R. Z. Chen, T. C. Wang, C. H. Cheng, and P. S. Kuo. (2002). Mechanical properties of Al₂O₃/ZrO₂ composites. *J Eur Ceram Soc*, c. 22, sy 16, ss. 2827-2833, doi: 10.1016/S0955-2219(02)00043-2.
- [12] Y. X. Li, P. P. Jing, J. Guo, Y. Xiang, D. G. Liu, and Y. X. Leng. (2023). Mechanical properties and wear behaviors of Cu-doped zirconia-toughened alumina ceramics. *Ceram Int.*, doi: 10.1016/j.ceramint.2023.01.023.
- [13] M. Çelik, C. Bural, G. Bayraktar. (2013). Diş hekimliğinde zirkonya uygulamaları. *Atatürk Üniv. Diş Hek. Fak. Derg.*, ss. 106-116, 2014, doi: 10.04.2013.
- [14] H. L. C. Pulgarín and M. P. Albano. (2015). Sintering and Microstruture of Al₂O₃ and Al₂O₃-ZrO₂ Ceramics. *Procedia Materials Science*, c. 8, ss. 180-189, doi: 10.1016/J.MSPRO.2015.04.062.

- [15] P. G. Rao, M. Iwasa, T. Tanaka, I. Kondoh, and T. Inoue. (2003). Preparation and mechanical properties of Al₂O₃–15wt.%ZrO₂ composites. *Scr Mater*, c. 48, sy 4, ss. 437-441, doi: 10.1016/S1359-6462(02)00440-2.
- [16] A. C. O. Lopes *et al.*, (2020). Microstructural, mechanical, and optical characterization of an experimental aging-resistant zirconia-toughened alumina (ZTA) composite. *Dental Materials*, c. 36, sy 12, ss. e365-e374. doi: 10.1016/j.dental.2020.08.010.
- [17] C. Bei, C., L. Cheng, L. A. Xiong, and Wung. (2007). Transformation toughening of AlOZrO laminated ceramics with residual compressive stress. [Çevrimiçi]. Erişim adresi: www.sciencedirect.com
- [18] N. A. Rejab, A. Z. A. Azhar, M. M. Ratnam, and Z. A. Ahmad. (2013). The effects of CeO₂ addition on the physical, microstructural and mechanical properties of yttria stabilized zirconia toughened alumina (ZTA)”, *Int J Refract Metals Hard Mater*, c. 36, ss. 162-166. doi: 10.1016/j.ijrmhm.2012.08.010.
- [19] D. B. Marshall and R. H. J. Hannink. (2016). Ceramics: Transformation Toughening”, içinde *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*, Elsevier. doi: 10.1016/b978-0-12-803581-8.03229-x.
- [20] L. Ma. (2010). Fundamental formulation for transformation toughening”, *Int J Solids Struct*, c. 47, sy 22-23, ss. 3214-3220. doi: 10.1016/j.ijsolstr.2010.08.002.
- [21] J. Chen, Z. Xie, W. Zeng, ve W. Wu. (2017). Toughening mechanisms of ZTA ceramics at cryogenic temperature (77 K). *Ceram Int*, c. 43, sy 5, ss. 3970-3974. doi: 10.1016/j.ceramint.2016.11.072.
- [22] A. M. Hassan, S. M. Naga, and M. Awaad. (2015). Toughening and strengthening of Nb₂O₅ doped zirconia/alumina (ZTA) composites”, *Int J Refract Metals Hard Mater*, c. 48, ss. 338-345. doi: 10.1016/j.ijrmhm.2014.10.006.
- [23] A. Z. A. Azhar, L. C. Choong, H. Mohamed, M. M. Ratnam, and Z. A. Ahmad. (2012). Effects of Cr₂O₃ addition on the mechanical properties, microstructure and wear performance of zirconia-toughened-alumina (ZTA) cutting inserts. *J Alloys Compd*, c. 513, ss. 91-96. doi: 10.1016/J.JALLCOM.2011.09.092.
- [24] (2014). The strength and strengthening of ceramics. *Solid Mechanics and its Applications*, c. 213, ss. 351-415. doi: 10.1007/978-3-319-04492-7_5.
- [25] R. C. Bradt. (1966). Table I. X-Ray Difiaction Data for Metastable ScB₀₃ Quenched from Liquid.
- [26] H. P. Kirchner. *Strengthening of ceramic: treatments, test and design applications*. Taylor and Francis. 1-79.
- [27] K. K. Chawla. (2012). *Composite materials: Science and engineering, third edition*. Springer New York. doi: 10.1007/978-0-387-74365-3.
- [28] A Mortensen, M. N. Gungor, J. A. Cornie, and M. C. Flemings. (1986). *Alloy Microstructures in Cast Metal Matrix Composites*. Journal of Metals.
- [29] K. K. Chawla. (1986). *Chapter 6. Metal Matrix Composites*. K. K. Chawla, Composite Materials.

- [30] R.-M. Wang, S.-R. Zheng, and Y.-P. Zheng. (2011). Introduction to polymer matrix composites”, *Polymer Matrix Composites and Technology*, ss. 1-548, doi: 10.1533/9780857092229.1.
- [31] Polymer matrix composites. 1999. doi: 10.3139/B978-1-85573-473-9.50008-4.
- [32] R. Wang, S. Zheng, and Y. Zheng. (2011). *Polymer matrix composites and technology*. Woodhead Pub.
- [33] Dimitriou, Eros, Petralia, and Marco. POLYMER SCIENCE AND TECHNOLOGY CERAMIC AND POLYMER MATRIX COMPOSITES: PROPERTIES, PERFORMANCE AND APPLICATIONS.
- [34] Polymer matrix composites. 1999. doi: 10.3139/B978-1-85573-473-9.50008-4.
- [35] K. Bin Liew, C. F. Goh, S. Asghar, and H. K. Syed. (2021). Overview of Mechanical and Physicochemical Properties of Polymer Matrix Composites”, *Encyclopedia of Materials: Composites*, c. 1, ss. 565-576. doi: 10.1016/B978-0-12-819724-0.00049-5.
- [36] R. Wang, S. Zheng, and Y. Zheng. (2011). *Polymer matrix composites and technology*. Woodhead Pub.
- [37] F. C. Campbell. (2004). Manufacturing Processes For Advanced Composites.
- [38] I. W. Donald and P. W. Mcmi Llan. (1976). Ceramic-matrix composites.
- [39] I. M. Low. (2018). Advances in ceramic matrix composites: Introduction”, içinde *Advances in Ceramic Matrix Composites: Second Edition*, Elsevier Inc., ss. 1-7. doi: 10.1016/B978-0-08-102166-8.00001-3.
- [40] A. R. Bunsel, M. R. Berger. (1999). *Ceramic matrix composites matrices and processes*. doi: 10.3139/B978-1-85573-473-9.50007-2.
- [41] A. Kalemtaş. (2015). Seramik Matrisli Kompozit Malzemeler Processing of functionally graded ceramic-metal composites View project Processing of porous ceramics and ceramic composites View Project. [Çevrimiçi]. Erişim adresi: <https://www.researchgate.net/publication/276275185>
- [42] R. Raj and R. K. Bordia. (1984). Sintering behavior of bi-modal powder compacts”, *Acta Metallurgica*, c. 32, sy 7, ss. 1003-1019. doi: 10.1016/0001-6160(84)90003-8.
- [43] B. J. Kellett and F. F. Lange. (1989). *Thermodynamics of Densification: I, Sintering of Simple Particle Arrays, Equilibrium Configurations, Pore Stability, and Shrinkage*.
- [44] K. K. Chawla, (2012). *Composite materials: Science and engineering, third edition*. Springer New York. doi: 10.1007/978-0-387-74365-3.
- [45] W. B. Hillig. (1988). Melt Infiltration Approach to Ceramic Matrix Composites.
- [46] M. S. Newkirk, A. W. Urquhart, H. R. Zwicker, and E. Breval. (2015). *Formation of Lanxide™ Ceramic composite materials*. [Çevrimiçi]. Erişim adresi: <http://journals.cambridge.org>
- [47] R. W. Rice. (1981). *Mechanisms of Toughening in Ceramic Matrix Composites*. Ceramic Engineering and Science Proceedings. 661-701.

- [48] R. B. Heimann. (2010). Classic and Advanced Ceramics: From Fundamentals to Applications.
- [49] Q. H. Qin. (2015). Introduction to the composite and its toughening Mechanisms. *Toughening Mechanisms in Composite Materials*, Elsevier Inc., ss. 1-32. doi: 10.1016/B978-1-78242-279-2.00001-9.
- [50] Barry C. C., Grant N. M. (2007). Ceramic Materials_ Science and Engineering. ss. 335-350.
- [51] M. Kuntz ve R. Krüger. (2018). The effect of microstructure and chromia content on the properties of zirconia toughened alumina. *Ceram Int*, c. 44, sy 2, ss. 2011-2020. doi: 10.1016/J.CERAMINT.2017.10.146.
- [52] J. Konstanty. (2006). Powder metallurgy Diamond Tools-Elsevier Science.
- [53] G. S. Upadhyaya. (2002). *POWDER METALLURGY TECHNOLOGY*. CAMBRIDGE INTERNATIONAL SCIENCE PUBLISHING. ss.4-95.
- [54] Theory and practice both addressed in sintering volume. (1996). *Metal Powder Report*, c. 51, sy 10, s. 5, doi: 10.1016/S0026-0657(96)93539-0.
- [55] S. A. TSUKERMAN. (1965). SINTERING. *Powder Metallurgy*, ss. 58-73. doi: 10.1016/B978-0-08-010676-2.50009-7.
- [56] D. D. L. Chung. (2017). Ceramic-Matrix Composites. *Carbon Composites*, Elsevier, ss. 467-531. doi: 10.1016/B978-0-12-804459-9.00008-7.
- [57] B. K. Singh, B. Mondal, and N. Mandal. (2016). Machinability evaluation and desirability function optimization of turning parameters for Cr₂O₃ doped zirconia toughened alumina (Cr-ZTA) cutting insert in high speed machining of steel. *Ceram Int*, c. 42, sy 2, ss. 3338-3350. doi: 10.1016/J.CERAMINT.2015.10.128.
- [58] A. Afuza Azhar, M. Hadzley, A. Bakar, N. Tamin, U. Al-Amani Azlan, and M. H. Hassan. (2020). Friction and wear analysis of ceramic cutting tool made from Alumina-Zirconia-Chromia. *Jurnal Tribologi*. ss.27-38.
- [59] A. Z. A. Azhar, L. C. Choong, H. Mohamed, M. M. Ratnam, and Z. A. Ahmad. (2012). Effects of Cr₂O₃ addition on the mechanical properties, microstructure and wear performance of zirconia-toughened-alumina (ZTA) cutting inserts”, *J Alloys Compd*, c. 513, ss. 91-96. doi: 10.1016/J.JALLCOM.2011.09.092.
- [60] T. Arahori and E. Dow Whitney. (1988). Microstructure and mechanical properties of Al₂O₃-Cr₂O₃-ZrO₂ composites.
- [61] H. Manshor, A. W. Ramli, A. Z. Ahmad Azhar, E. C. Abdullah, and Z. A. Ahmad. (2016). Effect of Cr₂O₃-TiO₂ addition on the physical properties of zirconia toughened alumina. *Materials Science Forum*, Trans Tech Publications Ltd, ss. 34-38. doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.840.34.
- [62] M. Cattit, G. Sandronet, G. Valeriot, and R. Doves. (1995). ELECTRONIC, MAGNETIC AND CRYSTAL STRUCTURE OF Cr₂O₃ BY THEORETICAL METHODS. *Pergamoo 1. Phys. Chem Solids* Vol57, No. 1735-1741, 1 I.
- [63] S. Rajagopal, M. Bharaneswari, D. Nataraj, O. Y. Khyzhun, and Y. Djaoued. (2016). Crystal structure and electronic properties of facile synthesized Cr₂O₃ nanoparticles. *Mater Res Express*, c. 3, sy 9, doi: 10.1088/2053-1591/3/9/095019.

- [64] E. D. Dona, A. Sivakumar, S. S. Jude Dhas, P. Sivaprakash, S. Arumugam, and S. A. Martin Britto Dhas. (2021). Sustainability of corundum-type Cr_2O_3 nanoparticles at shock wave loaded conditions. *Solid State Sci*, c. 119. doi: 10.1016/j.solidstatesciences.2021.106701.
- [65] I. Yamashita, K. Tsukuma, T. Tojo, H. Kawaji, and T. Atake. (2008). Synchrotron X-ray study of the crystal structure and hydrothermal degradation of yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystal”, *Journal of the American Ceramic Society*, c. 91, sy 5, ss. 1634-1639. doi: 10.1111/j.1551-2916.2007.02191.x.
- [66] P. Vult von Steyern, E. Bruzell, L. Vos, F. S. Andersen, and A. Ruud. (2022). Sintering temperature accuracy and its effect on translucent yttria-stabilized zirconia: Flexural strength, crystal structure, tetragonality and light transmission. *Dental Materials*, c. 38, sy 7, ss. 1099-1107. doi: 10.1016/j.dental.2022.04.023.
- [67] B. Basu. (2005). Toughening of yttria-stabilised tetragonal zirconia ceramics. *International Materials Reviews*, c. 50, sy 4. IOM Communications Ltd., ss. 239-256. doi: 10.1179/174328005X41113.
- [68] Y.-W. Kim and G. R. Belton. The Thermodynamics of Volatilization of Chromic Oxide: Part I. The Species CrO_3 and CrO_2OH .
- [69] J. Graham. (1960). LATTICE SPACINGS AND COLOUR IN THE SYSTEM ALUMINA-CHROMIC OXIDE. *J. Phys. Chem. Solids Pergamon Press*.
- [70] S.-A. Cho, F. J. Arenas, ve & J. Ochoa, “Densification and Hardness of Al_2O_3 - Cr_2O_3 System With and Without Ti Addition”, 1990.
- [71] V. der and A. (2017). Soleimani. Oxidation-Nitridation of Chromium at High Temperatures and its Mitigation by Alloying.
- [72] H. Liu et al. (2022). Preparation of Al_2O_3 - Cr_2O_3 Solid Solutions as Buoyancy Markers and Their High Pressure Synchrotron X-ray Diffraction Analysis. *Pure Appl Geophys*, c. 179, sy 4, ss. 1241-1252. doi: 10.1007/s00024-022-02964-7.
- [73] A. Ruys. (2019). Processing, structure, and properties of alumina ceramics. *Alumina Ceramics*, Elsevier, ss. 71-121. doi: 10.1016/b978-0-08-102442-3.00004-x.
- [74] Fracture mechanics and toughening Mechanisms. (1999). doi: 10.3139/B978-1-85573-473-9.50014-X.



ÖZGEÇMİŞ

Ad-Soyad : Tarık ÖREN

ÖĞRENİM DURUMU:

- Lisans** : 2020, Sakarya Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

MESLEKİ DENEYİM VE ÖDÜLLER:

- 2022 yılından itibaren TR Mekatronik Sistemler SAN. TİC. ve A.Ş. firmasında ARGE-Metalurji ve Malzeme Mühendisi olarak çalışmakta.