BARYUM HEGZA FERRİTİN SIVI FAZ SİNTERLEŞMESİ VE MİKROYAPI İNCELEMELERİ

Lale ERDAL

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ENDÜSTRİYEL TEKNOLOJİ EĞİTİMİ

GAZİ ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

EYLÜL 2006

ANKARA

Lale ERDAL tarafından hazırlanan "BARYUM HEGZA FERRİTİN SIVI FAZ SİNTERLEŞMESİ VE MİKROYAPI İNCELEMELERİ" adlı bu tezin Yüksek Lisans tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Prof. Dr. Mahmut İZCİLER

Bu çalışma, jürimiz tarafından oy birliği/oy çokluğuyla Endüstriyel Teknoloji Eğitimi Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan: Prof. Dr. H. Güçlü YAVUZCAN

Üye: Prof. Dr. Mahmut İZCİLER

Üye: Yrd. Doç. Dr. Bülent BARAN

Tarih: 25.09.2006

Bu tez Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygundur.

TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada orijinal olmayan her türlü kaynağa eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

Lale ERDAL

BARYUM HEGZA FERRİTİN SIVI FAZ SİNTERŞLEMESİ VE MİKRO YAPI İNCELEMELERİ

(Yüksek Lisans Tezi)

Lale ERDAL

GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
Eylül 2006

ÖZET

Günümüzde seramik endüstrisi mutfak eşyalarından uçak motorlarına kadar geniş bir uygulama alanına sahiptir. Baryum Hegza Ferrit önemli bir seramik malzemedir. Bu çalışmada ülkemizde üretimi yapılmayan Baryum Hegza Ferrit üretimi gerçekleştirilmiş ve sonuçları incelenmiştir. Değişik sıcaklıklarda sinterleme yapılarak, sinterleme sıcaklığının ve farklı katkı maddeleri kullanılarak, katkı maddelerinin sinterlemeye ve mikroyapı üzerine etkileri araştırılmıştır. Bu amaçla hazırlanan örneklerin mikro sertlik ölçümleri yapılmış, taramalı elektron mikroskop (SEM) fotoğrafları incelenmiş, noktasal analiz (EDS) çalışmaları yapılmış son olarak x-ışını kırınımı (XRD) analizi uygulanmıştır. Çalışma sonucunda ülkemizde Baryum Hegza Ferrit üretiminin sağlanabileceği ve özellikle zengin kaynaklara sahip olduğumuz Bor bileşikleri kullanılarak belirli bir sertliğe ulaşılabileceği görülmüştür. Böylelikle alışılagelmiş kullanım alanları dışında da Baryum Hegza Ferrit kullanımı mümkün kılınmaktadır.

Bilim Kodu : 705. 1. 071
Anahtar Kelimeler : Malzeme, Seramik, Sinterleme
Sayfa Adedi : 84
Tez Yöneticisi : Prof. Dr. Mahmut İZCİLER

THE LIQUID PHASE SINTERING AND MICRO STRUCTURE EXAMINATION OF BARIUM HEXZA FERRITE

(M. Sc. Thesis)

Lale ERDAL

GAZI UNIVERSITY
INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY

September 2006

ABSTRACT

Nowadays ceramics industry has a widespread use ranging from utensils to plane engines. As well as being an important ceramic material, Barium Hexza Ferrite has been focused on its magnetic properties. In this study, the production of Barium Hexza Ferrite was performed. Through sintering at different temperatures, the effects of sintering temperature on micro structure and through using different additives, the effects of additives on sintering and on micro structure were examined. To serve this purpose, the prepared samples went through micro hardness measurements, scanned electron microscope photographs were examined and dotted analysis studies were done and finally X-ray diffraction analysis were carried out. The results suggest that Barium Hexza Ferrite production can be made possible in our country and using boron compounds, rich in our country, a certain degree of hardness can be obtained. Thus, other than its ordinary treatment, the use of Barium Hexza Ferrite can be possible.

Scientific Code : **705. 1. 071**
Key Words : **Material, Ceramic, Sintering**
Number of pages : **84**
Advisor : **Prof. Dr. Mahmut İZCİLER**

TEŞEKKÜR

Bu çalışmaya değerli katkılarından dolayı Danışmanım Sayın Prof. Dr. Mahmut İZCİLER'e teşekkür ederim. Ayrıca çalışmalarım için gerekli olanakları sağlayan her türlü yardımda bulunan bölüm başkanım Sayın Prof. Dr. H. Güçlü YAVUZCAN'a ve çalışmam esnasında her türlü laboratuar imkanlarını sunan ve her türlü teknik konuda danışmanlığını esirgemeyen Sayın Yrd. Doç. Dr. Bülent BARAN'a teşekkür ederim.

Tez çalışmam süresince yanımda olan tüm sıkıntılarımı paylaşan çalışma arkadaşlarım, dostlarım ve aileme sonsuz teşekkürler.

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET iv

ABSTRACT v

TEŞEKKÜR vi

İÇİNDEKİLER vii

ÇİZELGELERİN LİSTESİ ix

ŞEKİLLERİN LİSTESİ x

RESİMLERİN LİSTESİ xii

1. GİRİŞ 1

2. SERAMİK MALZEMELER 3

2.1. Seramik Malzemelerin Çeşitleri 4

2. 2. Seramik Ürünlerin Özellikleri 8

2.2.1. Seramiklerin elektriksel özellikleri 8

2.2.2. Seramiklerin mekanik özellikleri 9

2.2.3. Seramiklerin ısıl özellikleri 9

2.2.4. Seramiklerin manyetik özellikleri 9

2.2.5. Seramiklerin kimyasal özellikleri 10

2.3. Seramiklerin Üretimi 10

2.3.1. Malzeme hazırlama 10

2.3.2. Şekillendirme 11

2.3.3. Isıl işlemler 12

3. SİNTERLEME 13

3.1. Sinterlemenin Aşamaları 15

3.2. Sinterleme Çeşitleri 17

Sayfa

3.2.1. Sıvı faz sinterlemesi.....19
3.3. Baryum Hegza Ferritin Sinterleşmesi.....30
4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....33
4.1. Kullanılan Malzemeler.....33
4.1.1. Demir Oksit.....33
4.1.2. Baryum Karbonat.....33
4.1.3. Bor Bileşikleri.....33
4.1.4. Kurşun Oksit.....33
4.2. Örneklerin Hazırlanması.....34
4.3. X-Işını Kırınımı (XRD) İncelemeleri.....35
4.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Noktasal Analiz İncelemeleri.....35
4.5. Mikro Sertlik Ölçümleri.....36
5. DENEY SONUÇLARI VE DEĞERLENDİRİLMESİ.....37
5.1. X-Işını Kırınımı (XRD) İncelemeleri Sonuçları.....37
5.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Noktasal Analiz (EDS) İncelemeleri Sonuçları.....47
5.3. Sertlik Sonuçları.....79
6. SONUÇ VE ÖNERİLER.....81
KAYNAKLAR.....82
ÖZGEÇMİŞ.....84

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge **Sayfa**

Çizelge 2.1. Bazı yeni seramiklerin özellikleri. 5

Çizelge 2.2. Seramiklerin kimyasal bileşimine göre çeşitleri 6

Çizelge 2.3. Seramiklerin kullanım alanlarına göre çeşitleri ve özellikleri 7

Çizelge 3.1. Sinterleme mekanizmaları 15

Çizelge 3.2. Sinterlemenin aşamaları 16

Çizelge 3.3. Sıvı faz sinterlemesinde daralma ve genişlemeye etki eden faktörler ...29

Çizelge 5.1. Bo-1/1100 örneğinin pik değerleri 39

Çizelge 5.2. Bo-1/1200 örneğinin pik değerleri 40

Çizelge 5.3. Bo-1/1250 örneğinin pik değerleri 41

Çizelge 5.4. Bo-1/1300 örneğinin pik değerleri 42

Çizelge 5.5. Bo-1/1350 örneğinin pik değerleri 43

Çizelge 5.6. Bx-4/1350 örneğinin pik değerleri 44

Çizelge 5.7. BP-7/1350 örneğinin pik değerleri 45

Çizelge 5.8. Pb-10/1350 örneğinin pik değerleri.....47

Çizelge 5.9. Örneklerin EDS analizi sonucu elde edilen elementlerin kütlece analizi.....77

Çizelge 5.10. Kullanılan örneklerin mikro sertlikleri 79

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil **Sayfa**

Şekil 2.1. Seramik tanelerin kuru preslenmesi 11

Şekil 3.1. Tozların birbirine kenetlenmesi ve gözenek morfolojisinin değişimi..... 14

Şekil 3.2. Sinterleme aşamalarında tozlar arası bağlanmanın gelişimi ve sinterleme sırasındaki yapısal değişiklikler 17

Şekil 3.3. Sinterleme işlemi çeşitleri 18

Şekil 3.4. Sinterleme esnasında, katı-hal malzeme taşınımı sonucu, boyun teşekkülü ile tozların kenetlenmesi 18

Şekil 3.5. Sıvı faz sinterlemesinin aşamaları..... 20

Şekil 3.6. Sinterleme aşamalarının zamanla ilişkisi 22

Şekil 3.7. Sıvı faz sinterlemesinin aşamaları ve farklı sıcaklıklarda yoğunluğun değişimi 23

Şekil 3.8. Yoğunlaşma sırasında hacimsel faz ilişkileri 25

Şekil 3.9. Sıvı faz sinterlemesinde boyunlu yapının oluşması..... 25

Şekil 3.10 . Temas açısının etkisi 27

Şekil 3.11. Çözünürlük faktörlerinin sinterleme davranışına etkisi 28

Şekil 3.12. $BaO\text{-}Fe_2O_3$ faz diyagramı. 30

Şekil 4.1. Pişirme rejim grafiği..... 35

Şekil 5.1. Tüm örneklerin aynı skalaya yerleştirilmiş XRD sonuçları 38

Şekil 5.2. Bo-1/1100 örneğinin XRD deseni..... 39

Şekil 5.3. Bo-1/1200 örneğinin XRD deseni..... 40

Şekil 5.4. Bo-1/1250 örneğinin XRD deseni..... 41

Şekil 5.5. Bo-1/1300 örneğinin XRD deseni..... 42

Şekil 5.6. Bo-1/1350 örneğinin XRD deseni..... 43

Şekil 5.7. Bx-4/1350 örneğinin XRD deseni..... 44

Şekil **Sayfa**

Şekil 5.8. BP-7/1350 örneğinin XRD deseni 45

Şekil 5.9. Pb-10/1350 örneğinin XRD deseni 46

Şekil 5.10. Bo-1/1100 örneğinin (a) noktasından EDS analizi 49

Şekil 5.11. Bo-1/1100 örneğinin (b) noktasının EDS analizi.....50

Şekil 5.12. Bo-1/1200 örneğinin (a) noktasının EDS analizi.....52

Şekil 5.13. Bo-1/1200 örneğinin (b) noktasının EDS analizi.....53

Şekil 5.14. Bo-1/1200 örneğinin (c) noktasının EDS analizi.....54

Şekil 5.15. Bo-1/1250 örneğinin (a) noktasının EDS analizi.....57

Şekil 5.16. Bo-1/1250 örneğinin (b) noktasının EDS analizi.....58

Şekil 5.17. Bo-1/1300 örneğinin (3) noktasının EDS analizi.....60

Şekil 5.18. Bo-1/1300 örneğinin (1) noktasının EDS analizi.....61

Şekil 5.19. Bo-1/1300 örneğinin (2) noktasının EDS analizi.....62

Şekil 5.20. Bo-1/1350 örneğinin (1) noktasının EDS analizi.....64

Şekil 5.21. Bo-1/1350 örneğinin (2) noktasının EDS analizi.....65

Şekil 5.22.Bx- 4/1350 örneğinin (2) noktasının EDS analizi.....67

Şekil 5.23. Bx-4/1350 örneğinin (3) noktasının EDS analizi.....68

Şekil 5. 24. BP-7/1350 örneğinin (6) noktasının EDS analizi 70

Şekil 5. 25. BP-7/1350 örneğinin (8) noktasının EDS analizi 71

Şekil 5. 26. BP-7/1350 örneğinin (11) noktasının EDS analizi.....72

Şekil 5. 27. Pb-10/1350 örneğinin 14 noktasının EDS analizi.....74

Şekil 5. 28. Pb-10/1350 örneğinin (15) noktasının EDS analizi 75

Şekil 5. 29. Pb-10/1350 örneğinin (20) noktasının EDS analizi 76

Şekil 5.30. Sertlik değerinin sıcaklıkla değişimi.....80

RESİMLERİN LİSTESİ

Resim **Sayfa**

Resim 3.1. Sıvı faz sinterlemesinde taneler arasında oluşan köprüler.....26

Resim 5.1. Bo-1/1100 örneğinin SEM görüntüsü 48

Resim 5.2. Bo-1/1100 örneğinin (a) noktasından SEM görüntüsü.....49

Resim 5.3. Bo-1/1100 örneğinin (b) noktasından SEM görüntüsü 50

Resim 5.4. Bo-1/1200 örneğinin SEM görüntüsü 51

Resim 5.5. Bo-1/1200 örneğinin (a) noktasından SEM görüntüsü 52

Resim 5.6. Bo-1/1200 örneğinin (b) noktasından SEM görüntüsü 53

Resim 5.7. Bo-1/1200 örneğinin (c) noktasından SEM görüntüsü 54

Resim 5.8. Bo-1/1250 örneğinin SEM görüntüsü 55

Resim 5.9. Bo-1/1250 örneğinin (a) noktasından SEM görüntüsü 56

Resim 5.10. Bo-1/1250 örneğinin (b) noktasından SEM görüntüsü 57

Resim 5.11. Bo-1/1300 örneğinin SEM görüntüsü 59

Resim 5.12. Bo-1/1300 örneğinin 3 noktasının SEM görüntüsü.....60

Resim 5.13. Bo-1/1300 örneğinin 1 noktasının SEM görüntüsü.....61

Resim 5.14. Bo-1/1300 örneğinin (2) noktasının SEM görüntüsü.....62

Resim 5.15. Bo-1/1350 örneğinin SEM görüntüsü 63

Resim 5.16. Bo-1/1350 örneğinin (1) noktasının SEM görüntüsü.....64

Resim 5.17. Bo-1/1350 örneğinin (2) noktasının SEM görüntüsü.....65

Resim 5.18. Bx-4/1350 örneğinin SEM görüntüsü 66

Resim 5.19. Bx-4/1350 örneğinin (2) noktasının SEM görüntüsü.....67

Resim 5.20. Bx-4/1350 örneğinin (3) noktasının SEM görüntüsü.....68

Resim 5.21. BP-7/1350 örneğinin SEM görüntüsü 69

Resim 5.22. BP-7/1350 örneğinin (6) noktasının SEM görüntüsü.....70

Resim **Sayfa**

Resim 5.23. BP-7/1350 örneğinin (8) noktasının SEM görüntüsü.....71

Resim 5.24. BP-7/1350 örneğinin (11) noktasının SEM görüntüsü.....72

Resim 5.25. Pb-10/1350 örneğinin SEM görüntüsü.....73

Resim 5.26 Pb-10/1350 örneğinin (14) noktasının SEM görüntüsü 74

Resim 5.27 Pb-10/1350 örneğinin (15) noktasının SEM görüntüsü 75

Resim 5.28 Pb-10/1350 örneğinin (20) noktasının SEM görüntüsü 76

Resim 5.29. Borik Asit ilaveli örneklerin SEM görüntüleri 78

1. GİRİŞ

Seramik, doğada bileşikler halinde bulunan elementlerin, uygun karışımlarından, ısı enerjisinden yararlanılarak ürün elde edilmesi, şeklinde tanımlanabilir. Seramik ürünler ilk olarak insanların ateşi bulmasıyla birlikte çömlek olarak ortaya çıkmıştır [1]. Yüzyıllar önce çömlekçilik olarak başlayan seramik çalışmaları günümüzde bir çok sanayi dalının üretim teknolojisine önemli katkıları olan bir bilim dalı haline gelmiştir [2]. 1985 yılından bu yana Avrupa'da "Mühendislik Seramikleri" konulu Sempozyumun düzenlenmesi konunun endüstri açısından önemini göstermektedir [3]. Seramik endüstrisinin en önemli özelliği birçok diğer endüstrilerin temel taşlarından biri olmasıdır. Örneğin; refrakterler, metalurji endüstrisinin aşındırıcılar, makine-takım ve otomobil endüstrisinin en önemli bileşenlerinden birisidir. Sahip oldukları çeşitli özelliklerden dolayı seramikler farklı endüstri alanlarında kullanılmaktadır. Endüstri alanında kullanılan bu seramikler literatürde farklı isimlerle anılmaktadır. Bu isimlerden bazıları Yeni Seramikler, İleri-Seramikler, Yüksek Performanslı Seramikler, İleri Teknoloji Seramikleri, Mühendislik Seramikleridir.

İleri Teknoloji Seramikleri ham madde, üretim yöntemleri ve mikroyapı açısından geleneksel seramiklerden bariz farklılıklar göstermektedir. İleri Teknoloji Seramikleri başlıca Alümina (Al_2O_3), Zirkonya (ZrO_2), Magnezya (MgO) gibi saf oksitlerden ve oksit olmayan seramiklerden oluşmaktadır [4].

Ferritler manyetik özellikli seramik malzeme olarak tanınır [1]. Ferritler metal dışı malzeme olup sert ve yoğun parçalara seramik metotlarla getirilirler. Metalik manyetiklere nazaran elektronik dirençleri yüksek olduğundan bu konuda yoğun araştırma ve geliştirme yapılmıştır. Baryum Ferrit ($BaO6Fe_2O_3$) malzemesinin kristal anizotropisi çok büyük ve etki gücü çok yüksek olduğundan daimi mıknatıslı malzeme gibi kullanılabilir [5]. 1945'lerden bu yana ferritlerle ilgili çalışmalar büyük gelişmeler kaydederek devam etmiştir. Yapılan araştırmalarda ferritlerin manyetik davranışları büyük ölçüde ortaya konmuştur [6]. Literatürde ferritlere aşındırıcılar kategorisinin alt sıralarında da olsa rastlanmaktadır. Elmaslar 7000 HK ile ilk sırada

yer alırken Bor Karbür 2750 HK, Aluminyum Oksit ise 2100 HK ile daha alt sırada yer alır. Ferritlere bakıldığında 550 HK olduğu görülmektedir [7].

Ancak ferritlerin manyetik özelliği çok ön plana çıktığından bu anlamdaki çalışmalara uygulamada fazla rastlanılmamaktadır. Sinterlenen ferrit mıknatısların çoğunlukla motorlar, hoparlörler, oyuncaklar, kırtasiye malzemeleri, manyetik asılı duran miller, manyetik seçiciler v.b. yapımında kullanıldığı görülmektedir [8].

Seramik malzemeler farklı bileşimde kristal ve cam yapılı fazları içermekte ve genellikle porozite ihtiva etmektedir. Bu farklı yapı bileşenlerinin miktarı ve dağılımları seramik malzemelerin özelliklerini önemli ölçüde etkilemektedir. Örneğin; yapıda mevcut fazların yerleşim düzenini değiştirmek, yalıtkan olan bir seramik malzemeyi iletken hale getirmekte veya bunun tersi olabilmektedir. Bu nedenle seramik malzemelerin geliştirilmesi konusunda ana fikir, mikro yapı üzerine yoğunlaşmıştır [4].

Sekizinci beş yıllık kalkınma planı raporunda ileri teknoloji seramiklerinin ülkemiz bazında üretim değerinin 25 milyon $ civarında olduğu belirtilmiştir. Ancak sektör rekabette güçlüklerle karşılaşmaktadır. Ar-ge çalışmalarına hız verilmiş olup proje çalışmalarının getireceği teknik avantajlarla daha iyi düzeye gelineceğine inanılmaktadır [9]. Bu nedenle bu çalışmanın sektöre malzeme geliştirme konusunda hizmet edeceği düşünülmektedir.

Bu çalışmada Baryum Hegza Ferrit ($BaO6Fe_2O_3$) kullanılmıştır. Malzemeye sıvı faz sinterleşmesini sağlamak üzere bor bileşiklerinden borik asit (H_3BO_3), bor fosfat (BPO_4), Boraks ($Na_2O_2B_2O_310H_2O$) ile kurşun oksit (PbO_2) çeşitli oranlarda ilave edilerek elde edilen örneklerin mikro sertlik, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve noktasal analiz (EDS) ve X-ışını kırınımı (XRD) analizleri yapılarak mikroyapıları incelenmiştir.

2. SERAMİK MALZEMELER

Seramik malzeme tanımı, çömlek, yapı malzemeleri, porselen, refrakter ürünleri, yalıtkan malzemeleri, cam, çimento, emaye, abrasiv (aşındırıcı), kesici, kapasitör ve piezo elektrik (kuvars kristalleri ile ultra ses eldesi) malzemeleri kapsar [2].

Seramik, geleneksel bir anlatım dili ile şu şekilde tanımlanır: Organik olmayan malzemelerin oluşturduğu bileşenlerin, çeşitli yöntemler ile şekil verildikten sonra, sırlanarak veya sırlanmayarak sertleşip dayanıklılık kazanmasına varacak kadar pişirilmesi bilim ve teknolojisidir

Literatürde farklı seramik tanımlamaları ile karşılaşmak mümkündür.

Smith, seramik malzemeleri metal ve ametal elementlerin birbirlerine birinci derecede iyonik ve/veya ortaklaşım bağıyla bağlandığı inorganik, metal dışı malzemeler olarak tanımlarken Shiraki, seramikleri metal olmayan, yüksek sıcaklıklarda işleme giren ürünler olarak belirtir [1,8].

Bütün bu tanımlamaları çoğaltmak mümkündür. Ancak tanımların birleştiği nokta kullanılan hammaddelerin değişik yöntemlerle şekillendirildikten sonra yüksek sıcaklıkta pişirilmesidir.

20. yy. başlarında kil, kuvars, feldspat gibi ana hammaddelerden üretilen klasik seramik ürünler artık gelişmekte olan kimya, metalurji sanayilerimiz ve elektroniğin isteklerini karşılayamaz hale gelmiştir. Araştırmalar üzerine steatit, kordierit gibi maddeler, saf oksitler, titanatlar, ferritlerden yararlanarak yüksek sıcaklıklara, kimyasal etkilere ve aşınmaya karşı dayanıklı, elektrik, dielektrik, yarı iletken, manyetik özellikleri olan seramik malzeme üretimine başlanmıştır [10].

Seramik malzemelerin en önemli özelliği endüstrinin diğer dallarını desteklemesidir. Seramik malzemelerin çok farklı kimyasal, elektriksel, mekanik, termal ve yapısal özelliklerinden dolayı son zamanlarda dizayn edilen birçok alet seramik malzeme

içermektedir. Seramik malzemelerin bileşimlerini ve yapılarını anlamak onların özelliklerini ve kullanışlılığını geliştirmek için gereklidir [11].

Seramik malzemelerin kimyasal bileşimi, basit bileşiklerden karmaşık fazlara kadar geniş bir aralıkta değişir. Seramik malzemelerin özellikleri atomlar arası bağlarına göre değişir. Genel olarak, düşük tokluk ve süneklikte olup sert ve kırılgandır. Seramikler, iletim elektronları olmadığından, elektrik ve ısıyı iyi yalıtır. Güçlü atom bağları nedeniyle çok ağır ortamlarda bile kimyasal olarak kararlıdır ve yüksek erime sıcaklığına sahiptir. Bu özellikleri seramik malzemeleri birçok mühendislik tasarımı için vazgeçilmez kılar [8].

2.1. Seramik Malzemelerin Çeşitleri

Seramikleri sınıflamak için bir çok çeşitli yaklaşım mevcuttur. Kimyasal bileşimine, mineral içeriklerine, üretimdeki işlem yöntemlerine, özelliklerine veya kullanımlarına göre gruplandırılabilir [1].

Seramikleri iki genel kategoride sınıflandırmak mümkündür;

1. Geleneksel Seramikler
2. Yeni Seramikler

Geleneksel seramikler kapsamına kil, çimento ve cam gibi silikat sanayi mamulleri girmektedir. Yeni seramikler ise tek kristaller, sentetik kristaller, ferro elektrikler gibi ürünleri içine almaktadır [12]. Geleneksel seramikler üç temel bileşenden oluşur. Kil, Silika ve Feldspat. Geleneksel seramiklere örnek olarak, yapı endüstrisinde kullanılan tuğlayı, fayansı ve elektrik endüstrisinde kullanılan elektro porseleni gösterebiliriz. Mühendislik seramikleri saf veya safa çok yakın olan Alüminyum Oksit (Al_2O_3), Silisyum Karbür (SiC) ve Silisyum Nitrür (Si_3N_4) gibi bileşiklerden oluşur [8].

Yeni seramikler, geleneksel seramiklerden başlıca, ham madde, üretim yöntemleri ve mikroyapı açısından bariz farklılıklar göstermektedir. Geleneksel seramikler doğal

hammaddelerden üretilirken, yeni seramiklerin hammaddesi sentezleme yöntemiyle yapay olarak hazırlanmaktadır. Bunun nedeni, yapay ham maddelerin istenmeyen maddelerden arındırılmış olarak çok saf halde ve istenilen fiziksel özelliklerde üretilebilmeleridir. Yapay hammaddelerin üretiminde de çoğu kez ileri teknoloji yöntemleri kullanılmaktadır. Yeni seramikleri geleneksel seramiklerden ayıran en önemli diğer bir özellik de, yeni seramiklerin pudra halinde çok ince tozlardan üretilmeleridir. Böylece tamamen yoğun seramikler üretilmektedir. Dolayısıyla, yeni seramiklerin mekanik özellikleri geleneksel seramiklerden çok üstündür.

Yeni seramikler başlıca Alümina (Al_2O_3), Zirkonya (ZrO_2), Magnezya (MgO), gibi saf oksitlerden ve oksit olmayan seramiklerden oluşmaktadır. Aşağıdaki çizelgede Bazı yeni seramiklerin özellikleri görülmektedir.

Çizelge 2.1. Bazı yeni seramiklerin özellikleri [4].

Tipi	Atomsal Bağ	Örnekler	Özellikler
Oksitler	İyonik	Al2O3 Cr2O3 Fe2O3 MgO ZrO2	Sert aşındırıcı Sürtünme özellikleri iyi Çok sert
Karbürler	Az İyonik Yeralan bileşikler	ZrC TiC VC NbC	Elastik modül yüksek
	Kovalant	B4C SiC WC	Yüksek sıcaklıkta kararlı Sürtünme kötü Kesici takımlarda aşındırıcılarda ve kalıplarda kullanılır.
Nitrürler	Kovalant	BN Si2N4 AlN Sialont TiN	Düşük yoğunluk Yüksek sıcaklıkta kararlı Çok sert Sürtünme direnci iyi Kesici takımlarda, gaz türbinlerinde, potalarda kullanılır
Borürler	Kovalant	LaB6 ZrB2	Çok iyi iletken Sürtünme özellikleri iyi Elektron mikroskobunda filaman olarak kullanılır.

Kimyasal bileşimine göre oksitler, karbürler nitrürler gibi seramik çeşitleri mevcuttur [1]. Çizelge 2.2'de seramiklerin kimyasal bileşimine göre çeşitleri ve bu gruplandırmalara örnek bileşimler görülmektedir.

Çizelge 2.2. Seramiklerin kimyasal bileşimine göre çeşitleri

Oksitler	SiO_2, Al_2O3, Fe2O, Fe3O4, CaO, MgO, MN3O4, TiO2, ZrO2
Karbürler	SiC, WC, TiC, TaC, ZrC, B4C
Nitrürler	Si3N4, BN, TiN, ZrN, AIN
Sülfürler	MoS2, CdS, ZnS
Silisitler	MoSi, Tasi2, WSi2
Borürler	TiB2, LaB6, ZrB2

Kullanım alanlarına göre de seramikleri farklı gruplandırmak mümkündür. Çizelge 2.3'te kullanım alanlarına göre sınıflandırılmış seramiklerin özellikleri ve kullanım alanları görülmektedir.

Çizelge 2.3. Seramiklerin kullanım alanlarına göre çeşitleri ve özellikleri [1]

Türü	Özellikleri	Kullanım Alanı
Elektroseramikler	İyi izolasyon özellikleri	Bütünleşmiş daire paket, bütünlemiş dairesel alt tabaka, ısı yayılımını izole eden alt tabaka
	Ferroelektrik özellikler Elektriksel geçirgenlik	Bellek bileşenleri, elektrooptikal kutuplaşan bileşenler, yüksek hacimli kapasitörler
	Piezoelektrik özellikler	Radyatörler, ateşleme parçaları, radyo dalga süzgeçleri, piezoelektrik transistörler, ultrasonik cihazlar, elektronik ışıklar, elastik yüzey bileşenleri, elektronik saatler
	Isı elektriği özelliği	Kızıl ötesi saptama bileşenleri, termografik, dedektörler, özel silahlar
	Elektronik özellikleri	Televizyon tüpleri içindeki elektron tabancası için sıcak katotlar, elektronik mikroskoplar, elektronik kiriş kaynağı
	Yarı iletken	Rezistans elemanı, nem sensörü, termostatlar, basınç sensörü varistörler
	İyonik iletim özellikleri	Oksijen sensörleri, yanma kontrol
Optik Seramikler	Floresan	Renkli televizyonun tüplerinde kullanılır
	Şeffaflık	Şeffaflık ile ilgili ısıl rezistans, fırınlar için gözetleme delikleri, nükleer reaktörler Gözetleme
	Işığın yansıması	Isıl rezistans ve metalik karakteristikler
	Kızıl ötesi ışığın yansıtılması	Görünür ışığın şeffaflığı
	Işığın iletimi	Haberleşme için optik fiberler, optik iletim kabloları, optik enerji iletim fiberleri
Manyetik seramikler	Yumuşak manyetik diskler	Bilgisayarlar için bellek bileşenleri, transformatörler için manyetik nüveler, manyetik
Termal Seramikler	Termal iletkenlik	Birleştirilmiş daireler için radyasyon yayılım yapan alt tabaka
	Termal yalıtım özelliği	Isı-direnç yalıtım, ateşe dayanıklı duvar malzemesi,
	Isıl direnç	Isıl direnç yapı malzemesi, füzyon reaktör malzemesi
Mühendislik seramikleri	Yüksek dayanım, aşınmaya direnç, uzamaz, yüksek ısıl direnç, büyük elastik sertlik	Yüksek performans, otomotiv mühendisliğinde yüksek etki, dizel motorlar, gaz türbin vanaları, uzay uyduları için ısıl dirençli malzemeler,
Biyo Seramikler	Biyolojik Uyum	Yapay kemik ve diş
	Taşıyıcı	Biyokimyasal reaksiyonlar için kataliz taşıyıcı
	Korozyon Direnci	Kimya mühendisliği aparatları, kimyasal cihazlar

2. 2. Seramik Ürünlerin Özellikleri

Günümüzde seramik malzemelere ilginin artmasının başlıca nedenleri aşağıda belirtilmiştir.

1. Yüksek sıcaklıklara dayanıklı olması,
2. Kimyasal kararlılığın yüksek olmaları,
3. Çok sert olmaları,
4. Metallerden hafif olmaları (%40 mertebesinde),
5. Hammadde olarak bol miktarda bulunması ve genellikle metallere kıyasla ucuz olmaları,
6. Pahalı ve stratejik ihtiyaç göstermemeleri,
7. Erozyon ve aşınmaya karşı dayanıklı olmaları,
8. Oksitlenmeye karşı dirençlerinin yüksek olması,
9. Sürtünme katsayısının düşük olmaları,
10. Basma kuvvetinin yüksek olmaları,

Bütün bu üstün özelliklere mukabil, seramik malzemelerin en önemli istenmeyen özelliği kırılgan olmalarıdır [4]. Ancak seramik ürünlerin özelliklerini böyle bir genelleme ile yeterince anlatmak mümkün değildir. Seramik ürünlerin önemli özellikleri alt başlıklarda aşağıda izah edilmiştir.

2.2.1. Seramiklerin elektriksel özellikleri

Seramik malzemeler pek çok elektrik ve elektronik uygulamasında yer almaktadır. Pek çok çeşit seramik, düşük ve yüksek gerilim elektrik akımında yalıtkan olarak kullanılır. Seramik malzemeler özellikle kondansatörlerde uygulama alanı bulmaktadır. Seramik malzemelerdeki iyonik ve ortaklaşım bağ, elektron ve iyon hareketliliğini kısıtlar ve dolayısıyla bu malzemelerin çoğunu dayanımlı fakat çok kırılgan yapar. Bazı seramik bileşikler bir takım elektrikli cihazların çalışması için gerekli yarı iletken özelliğe sahiptir [8].

2.2.2. Seramiklerin mekanik özellikleri

Bütün seramik malzemeler nispeten kırılgandır. Seramik malzemelerin gözlenen çekme dayanımları 0.70 MPa'dan daha düşük değerlerden 7x103 MPa'ya kadar değişir. Bununla birlikte, bir malzeme türü olarak çok az seramik 172 Mpa'nın üstünde çekme dayanımına sahiptir. Seramik malzemelerin çekme ve basma dayanımları arasında ise büyük fark vardır. Ayrıca seramik malzemelerin çoğu serttir ve darbe dayanımları düşüktür. Bununla birlikte bu genelleme dışında kalan bir çok seramik malzeme bulunmaktadır.

Seramik malzemeler, ortaklaşım-iyonik bağların bileşimi nedeniyle düşük tokluktadır. Seramik malzemelerin tokluğunu artırmak için katkılarla sıcak presleme ve tepkime bağlaması gibi yöntemler kullanılarak tokluğu artırılmış mühendislik seramikleri üretilmiştir. Seramiklerde yorulma kırılması pek görülmez.

Bazı seramik malzemelerin yüksek sertlikleri, onları daha düşük sertlikteki malzemelerin kesilmesi, taşlanması ve parlatılması için uygun aşındırıcı malzeme yapar [8].

2.2.3. Seramiklerin ısıl özellikleri

Çoğu seramik malzeme düşük ısıl iletkenliğe sahiptir ve iyi ısıl yalıtkandır. Yüksek ısıl dirençleri nedeniyle seramik malzemeler güç erir, yani sıvı ve gaz sıcak ortamlardaki etkilere dayanan malzeme olarak kullanılır. Güç erirler metal, kimya, seramik ve cam endüstrilerinde çok miktarda kullanılmaktadır [8].

2.2.4. Seramiklerin manyetik özellikleri

Bir çok seramik malzeme temel manyetik kutupları içerir. Dışardan bir manyetik alan etkisi altında kaldığında bu kutuplar alandakine uygun olarak yönlenir [13]. Mıknatıs taşının demiri çekmesi özelliğinin bulunuşu, seramiklerin manyetik özelliklerinin keşfini de getirmiştir. Çünkü mıknatıs taşının kimyasal formülü

$FeO.Fe_2O_3$'tür. Manyetik oksitler ferrit olarak isimlenir ve başlıca Fe_2O_3 olarak teşkil edilmiştirler [1].

2.2.5. Seramiklerin kimyasal özellikleri

Seramiklerin kimyasal özellikleri kimyasal reaksiyonlarda bazı yararlı fonksiyonların oluşmasını sağlamaktadır. Seramiklerin kimyasal özellikleri sensörlerden kondansatörlere kadar çok geniş bir yelpazede uygulama alanı bulmaktadır [10].

2.3. Seramiklerin Üretimi

Geleneksel ve yeni seramik parçaların çoğunda, tozlar veya taneler bir araya sıkıştırılarak şekillendirildikten sonra, yeteri kadar yüksek sıcaklığa ısıtılarak taneleri bağlanır. Seramiklerin üretiminde ana adımlar şöyle sıralanabilir.

1. Malzeme hazırlama
2. Şekillendirme veya döküm
3. Kurutarak ve pişirerek seramik şekli yeterli sıcaklığa çıkarıp tanecikleri bağlama [8].

2.3.1. Malzeme hazırlama

Seramik ürünlerin çoğu, tanelerin topaklanmasıyla elde edilir. Bu ürünler için gerekli hammaddeler, bitmiş seramik üründe istenen özelliklere göre değişir. Bağlayıcı ve yağlayıcılar gibi diğer katkılar ve tozlar kuru veya yaş karıştırılır. Tuğlalar künkler ve diğer kil ürünlerinde olduğu gibi "kritik" özellikler aranmayan ürünlerde katkıların suyla yapılması yaygın olarak kullanılan yöntemdir. Endüstriyel seramiklerde hammadde, bağlayıcılar ve katkılarla birlikte kuru olarak öğütülür. Bazen hammaddelerin yaş ve kuru işlemleri birlikte yapılır [8]. Endüstriyel seramiklerin geleneksel seramiklerden en önemli farkı hazırlanan malzemenin çok ince tanelerden meydana gelmesidir [4].

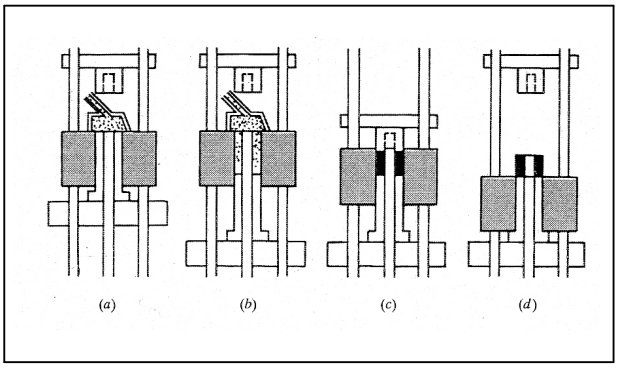
2.3.2. Şekillendirme

Seramik ürünlerde tanelerin bir araya getirilmesi kuru, plastik veya sıvı koşullarda çeşitli yöntemlerle yapılır. Seramik endüstrisinde genellikle soğuk şekillendirme yöntemleri kullanılır ve az miktarda sıcak presleme yapılır. Presleme, asıltı döküm ve ekstrüzyon genellikle kullanılan seramik şekillendirme yöntemleridir.

Preslemede seramik taneli hammaddeler belli şekildeki ürünler elde etmek için kuru, plastik veya yaş olarak bir kalıpta basılabilir.

Kuru presleme yöntemi yaygın olarak kullanılır. Kuru presleme, toz halindeki malzemenin su ve/veya organik bağlayıcıyla bir kalıp içinde tek eksenli (tek veya çift yönlü) sıkıştırılması ve şekillendirilmesi diye tarif edilebilir.

Şekil 2.1'de seramik tozların basit şekilli bir parça halinde preslenmesiyle ilgili işlemler görülmektedir. Soğuk preslemeden sonra, parçalar gerekli dayanım ve mikroyapısal özellikleri kazanması için pişirilir. Çok çeşitli şekillerin hassas ve tek biçimlilikte çok çabuk elde edilebildiği kuru presleme yaygın olarak kullanılmaktadır. Örneğin alüminalar, titanatlar, ferritler milimetrenin onda biri kadar boyuttan sekiz on santimetre büyüklüğe kadar dakikada 5000 adet kuru preslenebilmektedir.



Şekil 2.1. Seramik tanelerin kuru preslenmesi [8].

Eşbasınçlı presleme yönteminde ise seramik toz, basıncı uygulandığı hidrolik sıvı veya hava içerisinde bulunan esnek hava geçirmez bir kalıba konur. Uygulanan

basınç, tozu her yönde eşit olarak sıkıştırır ve ürün esnek kalıbın şeklini alır. Soğuk eşbasınçlı preslemeden sonra parça istenen özellikleri ve mikroyapıyı elde etmek için sinterlenmelidir.

Sıcak presleme yönteminde presleme ve sinterleme işlemleri bir arada yapılarak yüksek yoğunlukta ve daha iyi mekanik özellikte seramik parçalar elde edilmektedir. Presleme tek eksenli veya eşbasınçlı olarak yapılabilmektedir.

Seramik şekiller asıltı döküm ve ekstrüzyon yöntemleriyle üretilebilir. Asıltı döküm aynı kalınlıkta ince duvarlı ve karmaşık şekillerin üretimine elverişlidir. Tek kesitli ve içi boş seramik şekillerde ekstrüzyon yöntemi tercih edilir [8].

2.3.3. Isıl işlemler

Seramik ürünlerin çoğunun üretiminde ısıl işlem gerekli bir aşamadır. Seramikleri kurutmanın amacı, yüksek sıcaklıklarda pişirmeden önce plastik seramik bünyedeki suyun uzaklaştırılmasıdır. Genellikle, suyu uzaklaştırmak için kurutma $100^{\circ}C$ veya altında yapılır ve büyük bir parça için 24 saat kadar zaman da alabilir. Seramik bünyelerdeki organik bağlayıcılar $200^{\circ}C$ ile $300^{\circ}C$ arasındaki bir sıcaklıkta uzaklaştırılabilir. Kalan hidrokarbon kalıntıları daha yüksek sıcaklıklara çıkmayı gerektirebilir [8].

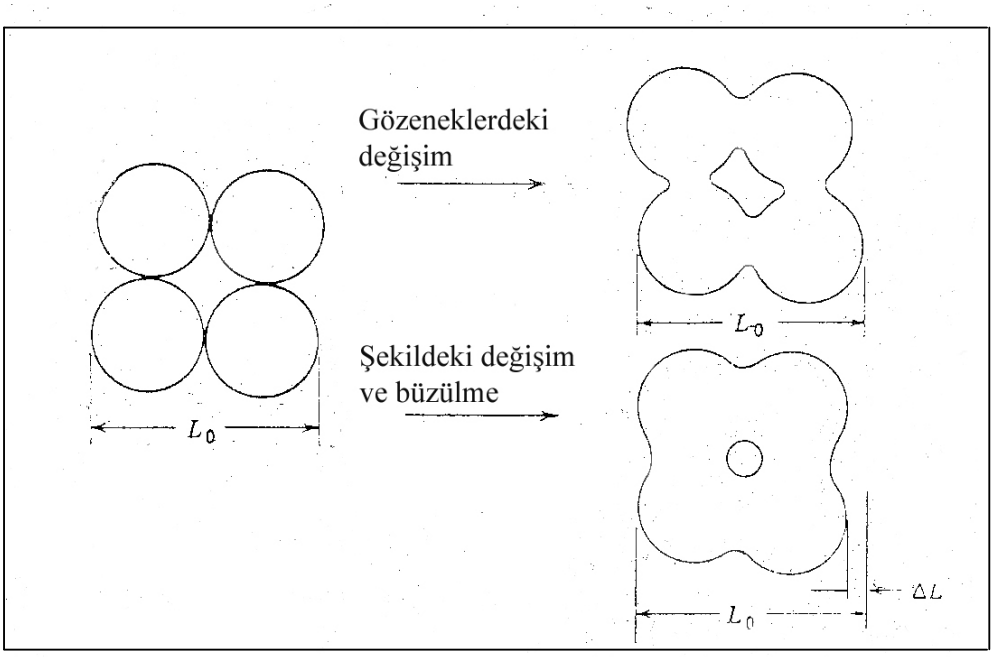
3. SİNTERLEME

Sıkıştırılmış ham parçanın mukavemeti çok düşüktür. Ham mukavemetten beklenen, kalıptan sağlamca çıkartılabilme ve bazı işlemlere müsaade etmesidir. Ham parça hiçbir zaman yük taşıyacak bir mukavemete sahip değildir. Bu nedenle değişik yöntemlerle şekillendirilen tozların sinterlenmesi gerekir. Isıtmadan dolayı parçacıklar birbirine bağlanır ve parçanın dayanımı artar [14].

Şekillendirilmiş toz karışımının ana bileşeninin, ergime sıcaklığının altında ısıtılması ile tozlar arasında bağ oluşturulması işlemine sinterleme adı verilir. Sinterlemenin itici gücü toplam yüzey alanının azaltılması ile sistemin toplam serbest enerjisinin azaltılmasıdır [15]. Sinterleme sıcaklığı malzemeden malzemeye değişiklik gösterir. Seramik malzemeler 700 ºC ila 2000 ºC arasında yarım saat ila bir saat süre ile sinterlenmektedirler [4].

Sinterleme, sıkıştırılmış toz kütlesinin belirli özelliklerde dayanıklı malzemeye dönüştüğü, bir ısıl işlem olarak da tarif edilir. Sinterleme sonucunda üretilecek parça son şeklini alır ve bir çok yeni özellikler kazanır [11]. Sinterlemenin temel sebebi, endüstrinin birincil olarak ilgilendiği, sertlik, mukavemet, yorulma ömrü, elektrik iletkenliği, ısıl genleşme, manyetik doygunluk ve korozyon direnci gibi parça özelliklerini iyileştirmektir [14]. Sinterleme işlemi sıkıştırılmış toz kütleler zayıf olduğundan ürüne gereken bu özellikleri kazandırmak için uygulanır. Sinterleme, yüksek sıkıştırılabilirliği olan parçacıklarda düşük sıcaklıkta uygulandığında sıfır boyutsal değişim elde edilebilir. Dolayısıyla bağ oluşumu herhangi bir büzülmeye veya yoğunlaşmaya sebep olmadığından yüksek kesinliğe ulaşılır. Seramik malzemelerde sıkıştırılabilirliğin az olması preslemede yüksek yoğunluğa çıkılmasını zorlaştırmaktadır. Bu nedenle büzüşmenin olduğu yüksek sıcaklıkta sinterleme yapılması bu maddeler için uygundur. Dahası seramiklerde kalan gözenekler çatlak gibi davranarak dayanımını zamanla azaltır. Sonuç olarak, mekanik özelliklerin iyi olması için tam yoğunluğa ulaşılmak istenir. Sinterlenmiş seramikler, jet motorlarının yüksek performans isteyen parçalarında, otomobil motorlarında, kesme araçlarında, manyetik kayıt sensörlerinde, biyomedikal uygulamalarda kullanılır.

Seramik tozları, şekillendirme esnasında sıkışarak malzemedeki porozite miktarı bir miktar azalır. Kuruma ile de tozlar tamamen birbiri ile temas haline gelir. Ancak, malzeme henüz kompak hale gelmemiştir. Tozlar arasında boşluklar mevcuttur. Seramik malzemenin cinsine, tane boyutuna ve şekillendirme işlemine bağlı olarak % 25-60 mertebesinde porozite içerir. Mukavemet saydamlık ısı iletkenliği gibi özellikler için yapıda mevcut porozitenin giderilmesi gerekir. Pişme esnasında, difüzyon hızlandığından birbiri ile temas halinde olan tozlar arasında özellikle yüzeyde yer alan karşılıklı atom difüzyonu sonucu tozlar birbirine aralarında boyun oluşturarak kenetlenir. Böylece, porozite miktarı azalır ve yoğunlaşma sağlanır. Bu esnada gözeneklerin şekilleri de küreleşir. İdeal bir sinterleşme sonunda porozite tamamen ortadan kalkar ve malzeme kompak bir kitle haline gelir. Şekil 3.1'de sinterleşme esnasında tozların birbirine kenetlenmesi ve porozite miktarı ile gözenek morfolojisinin değişimi görülmektedir.



Şekil 3.1. Tozların birbirine kenetlenmesi ve gözenek morfolojisinin değişimi [4].

Sinter bağı parçacıklar arasında boyun verme ile belirginleşir. Sinterleme esnasında parçacıklar atomik düzeyde yüzey enerjisini azaltmak için bir araya gelirler. Böylece ilk bakışta yüzey enerjisinin ve atomik hareketliliğin sinterleme hızını etkilediğini

söyleyebiliriz. Sinterlemeyi artıran faktörlerden birisi parçacıkların küçük olması, bir diğeri ise sıcaklıktır. Yüksek sıcaklıklarda, aktif atom sayısı sıcaklıkla doğru orantılı olarak artacağından sinterleme hızı artar. Sıcaklık, parçacık boyutu, basınç, sinterleme süresi, ısıtma hızı, atmosfer sinterlemeyi etkileyen önemli faktörlerdendir. Birçok sinterleme işlemi sinterlemeden önce malzemede oluşan hataları büyütür. Dolayısıyla sinterlemeden önce hataları tespit etmek önemlidir. Ancak çoğu zaman bu hatalar sinterlemeden önce fark edilmez, sinterlemeyle belirgin hale gelir. Üretimin daha ekonomik olması için katkı maddeleri kullanılır. Böylece istenen mikroyapıya ve özelliklere daha kolay ulaşılabilir [14].

Sinterleme mekanizması, tamamen malzemenin taşımına dayanır ve başlıca, atomların yayınması (yüzey ve hacimsel) ile viskoz akışı kapsar. Malzemenin taşınımını kolaylaştırmak için işlem ancak yüksek sıcaklıkta gerçekleştirilir. Sinterleşmeyi sağlayan itici güç, serbest yüzey enerjisindeki azalmadır. Sinterleme ile yoğunlaşmanın sağlanması değişik şekillerde yapılabilir. Bunlar çizelge 3.1.'de özetlenmiştir.

Çizelge 3.1. Sinterleme mekanizmaları [4]

Sinterleme Tipi	Taşınım Mekanizması	İtici Enerji
Buhar Fazı	Buharlaşma/süblümasyon	Buhar basıncındaki fark
Katı-Hal	Yayınma	Serbest enerjideki fark
Sıvı faz	Viskoz akış, yayınma	Yüzey gerilmesi, kapiler basınç
Reaktif sıvı	Viskoz akış, yayınma	Yüzey gerilmesi kapiler basınç

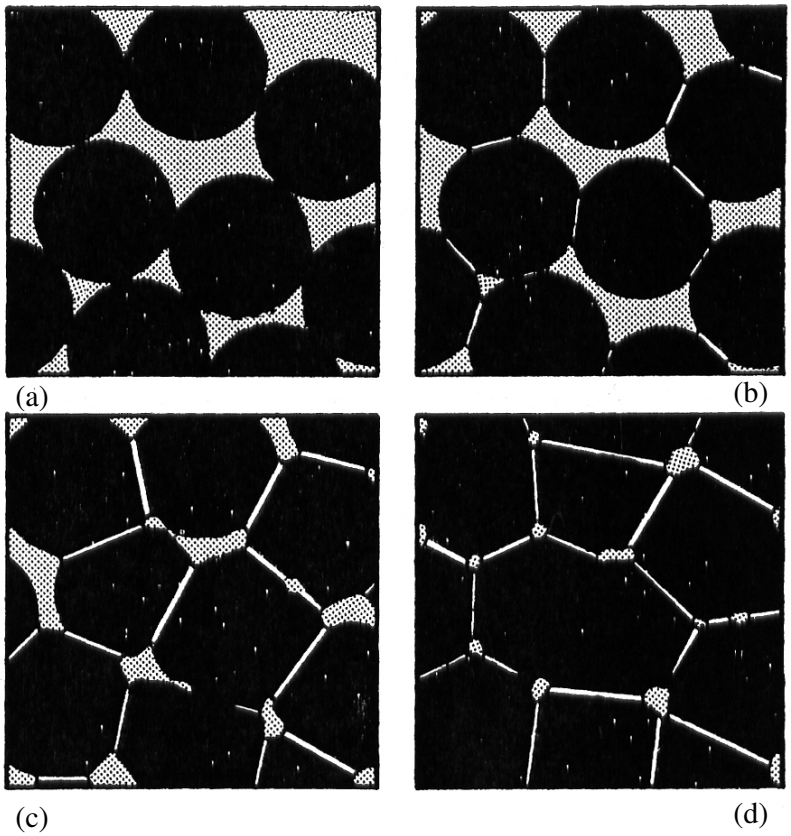
3.1. Sinterlemenin Aşamaları

Çizelge 3.2'de sinterlemenin genel olarak aşamaları görülmektedir. Çizelgede kısaca açıklandığı gibi sinterleme, tozların şekillendirildikten sonra birbirine temasıyla başlar. Tozlar üretime bağlı olarak sadece temas halinde ya da birbirlerine yapışmış ve deformasyona uğramış olabilir. Sinterlemenin ilk aşamasında boyun verme oluşur ve yüzey alanı önemli ölçüde azalır.

Çizelge 3.2. Sinterlemenin aşamaları [14]

Aşama	Süreç	Yüzey Alan Kaybı	Yoğunlaşma	Tane Büyümesi
Yapışma	Temas oluşması	En az düzeyde (çok yüksek basınçta şekillendirilmedikçe)	Yok	Yok
Başlangıç	Boyun büyümesi	Önemli ölçüde % 50'ye kadar kayıp	Başlangıçta küçük (az)	En az düzeyde
Orta	Gözeneklerin yuvarlaklaşması ve uzaması	Açık gözeneklerin çoğu kaybolur	Önemli ölçüde	Tane boyutu ve gözenek boyutu büyür
Son	Gözeneklerin kapanması ve maksimum yoğunluk	İhmal edilebilir	Çok az	Tane ve gözenek büyümesi çok fazla

Şekil 3.2 de görüldüğü gibi gözenek yapısı yuvarlaştıkça ayrı ayrı parçalar gibi duran taneler daha bütünleşik bir görünüm sergiler. Orta aşamada gözenekler yüzeye açık ince çubuk şeklinde olduğundan buralarda bünyedeki gaz atmosfere yayılabilir. Bu genelde istenmeyen bir durumdur. Bu nedenle yapılan çalışmaya bağlı olarak sinterleme bu aşamada da bırakılabilir. Son aşamada gözenekler küçülür ve yoğunluk artar. Gözenekler yuvarlaklaşır. Kompak yüzeye açık olmadığından yüzeye açık olmayan gözeneklere kapalı gözenekler denir. Bu aşamada tane büyümesi çok hızlı olur. Malzemeye ve kazandırılmak istenen özelliklere göre sinterleme istenen aşamaya kadar yapılabilir. Gözenekli yapılarda genellikle orta aşamanın sonunda sinterleme sonlandırılır.

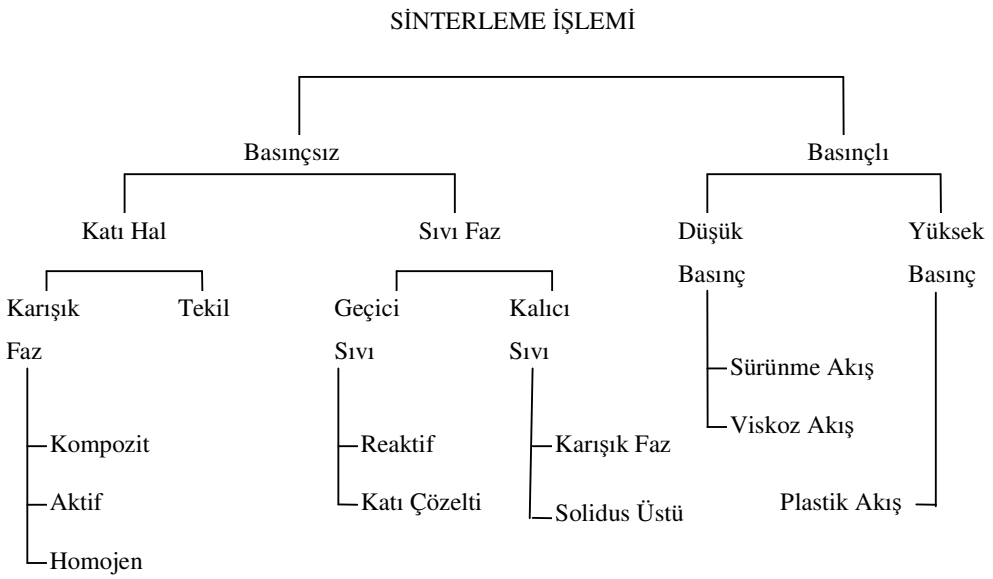


Şekil 3.2. Sinterleme aşamalarında tozlar arası bağlanmanın gelişimi ve sinterleme sırasındaki yapısal değişiklikler a) Gevşek toz b) İlk aşama c) orta aşama d) Son aşama [14]

3.2. Sinterleme Çeşitleri

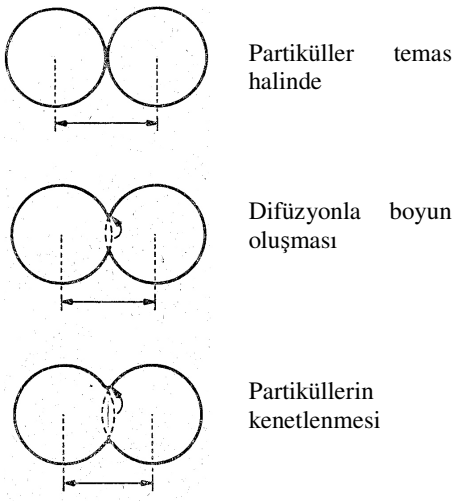
Uygulamada birçok sinterleme yöntemine rastlamak mümkündür. Sinterleme işleminin çeşitleri Şekil 3.3'de ayrıntılı olarak gösterilmiştir. Basınçla uygulanan sinterleme ve basınçsız ortamda yapılan sinterleme olarak sinterleme tekniklerini temelde ikiye ayırmak mümkündür.

Çoğu sinterleme yöntemi temelde basınçsız uygulanır. Basınçlı sinterleme yeni bir yöntemdir. Bu yöntemle kalan gözenekler daha da küçülmektedir [14].



Şekil 3.3. Sinterleme işlemi çeşitleri [14]

Katı halde sinterleme, yayınma ile malzeme taşınımını içerir. Bu işlem için gerekli itici güç, boyun bölgesi ile tozun yüzeyi arasında meydana gelen serbest enerji veya kimyasal potansiyel farkıdır. Şekil 3.4'de katı hal sinterlemesinde malzemenin taşınımı şematik olarak görülmektedir. Atomların yayınması ile atom boşluklarının yayınması zıt yöndedir. Boyun bölgesi, atom boşlukları için kaynak ve tozların yüzeyleri de göç bölgesidir [4].



Şekil 3.4. Sinterleme esnasında, katı-hal malzeme taşınımı sonucu, boyun teşekkülü ile tozların kenetlenmesi [14]

Sıvı faz sinterlemesi endüstride maliyet ve üretim kolaylığı avantajlarından dolayı çoğunlukla tercih edilmektedir. Bu yöntemde sıvı faz kütle transferini, yoğunlaşmayı, mikro yapı genişlemesini hızlandırır. Kalıcı ve geçici olmak üzere iki çeşidi vardır. Kalıcı sıvı faz sinterlemede önceden alaşımlanmış tozlar ısıtınca birisi sıvı faza dönüşür ve sıvı faz sinterlemenin yüksek sıcaklık kısmında kalıcı olur. Geçici sıvı faz sinterlemesinde ise sıvı faz katının içinde çözünmesinden dolayı yeni bir faz oluşturur dolayısıyla yok olur. Bu da yüksek sıcaklık bileşkelerinde kullanılan bir yöntemdir [14]. İlerleyen bölümde sıvı faz sinterlemesi detaylı olarak anlatılacaktır.

3.2.1. Sıvı faz sinterlemesi

Günümüzde porselen, diş porselenleri, otomobil bağlantı elemanları, kesme araçları, refraktör seramikler gibi bir çok ürün sıvı faz sinterlemesi ile üretilir [14]. Sıvı faz sinterlemesi kaliteli parça üretiminin uygun bir yoludur. Sinterleme sırasında oluşan sıvı faz kapiler etki ile parçacıklara yeterli iç basınç uyguladığından dış basınca gerek yoktur. Kapiler kuvvet büyük miktarda dış basınca eşit etki yapar.

Sıvı faz sinterlemesi bazı özelliklere sahip çok bileşenli sistemlere uygulanabilmektedir. Sinterleme işleminin herhangi bir safhasında oluşan sıvı faz, gözenekleri doldurarak yayınımı ve yoğunluk artışını hızlandırmaktadır. Yüksek performansta parça üretimi günümüzde önemli olduğu için sıvı faz sinterlemesi gibi teknikler malzeme mühendisliği için önerilmektedir.

Sıvı faz sinterlemesinde sıvı faz oluşumu için iki ana mekanizma vardır. Bunlardan birincisi, farklı kimyasal bileşimlerde toz karışımı kullanmaktır. Sinterleme sırasında farklı bileşimdeki tozların etkileşimi sonucunda sıvı faz oluşur. İkincisi ise sıvı fazın toz karışımında bulunan bileşenlerden bir tanesinin ergimesi veya ötektik faz oluşumu ile oluşmasıdır. Sıvı faz sinterlemesini;

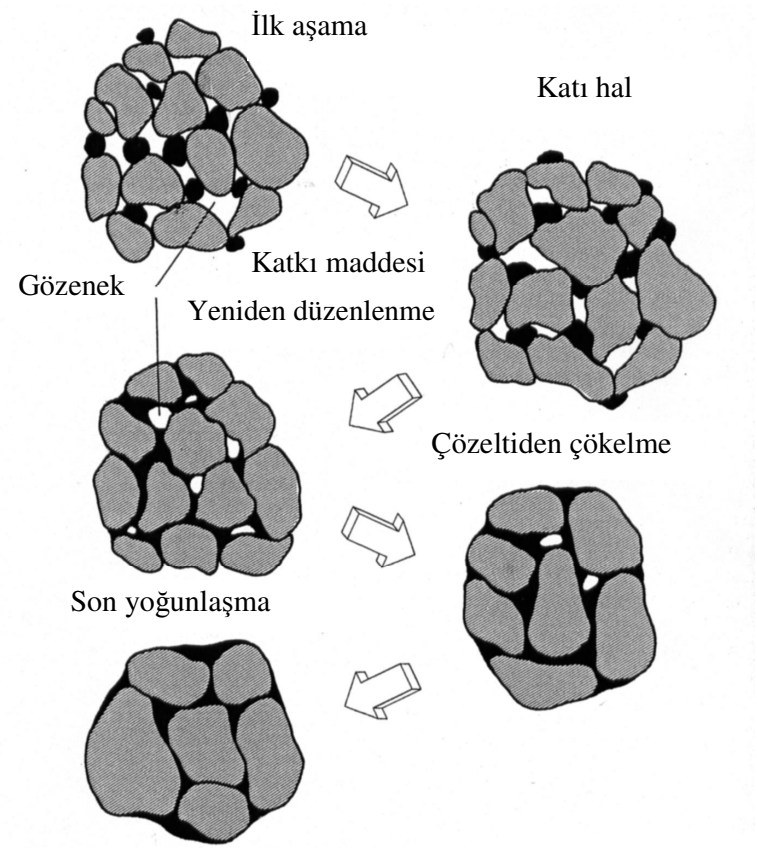
1) Geçici sıvı faz sinterlemesi
2) Sürekli sıvı faz sinterlemesi
3) Solidüs üstü sinterleme

4) Reaksiyonlu sinterleme olarak dörde ayırabiliriz.

Bu sınıflandırmada, oluşan sıvı fazın çözünme durumuna göre sinterleme sırasında alaşım oluşumu ile ortadan kalkması (geçici SFS veya reaktif sinterleme) veya sinterleme süresince iç yapıda sürekli olarak bulunabilmesi (sürekli SFS) göz önünde bulundurulur. Farklı bir yöntemde ön alaşımlı tozun katı – sıvı sıcaklığı arasında sinterlenmesi suretiyle sıvı + katı karışımı oluşturarak yapılan solidus üstü sinterlemedir [14].

Sıvı faz sinterlemesinin aşamaları

Sıvı faz sinterleme yoğunlaşması belirli aşamalarda olur. Şekil 3.5. bu aşamaları göstermektedir.



Şekil 3.5. Sıvı faz sinterlemesinin aşamaları [14]

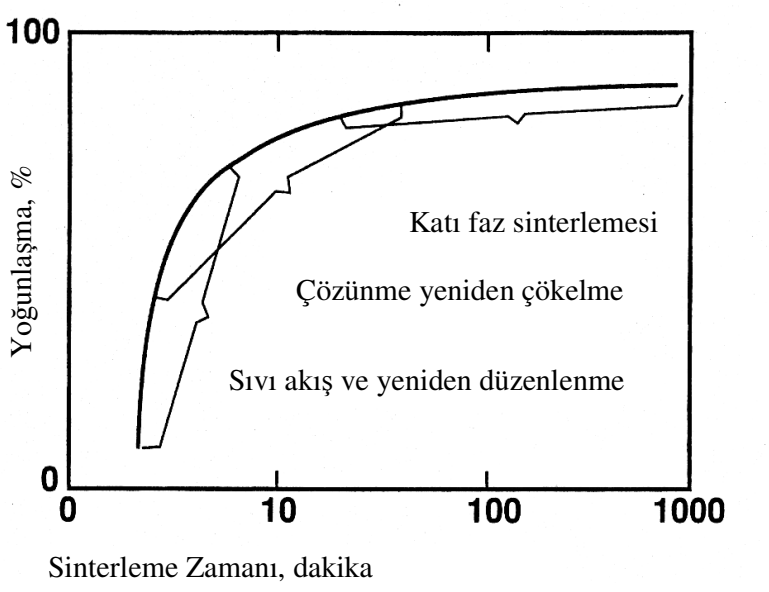
Başlangıçta tozlar kompak halde yalnızca temas halinde durmaktadır. Sıvı faz sıcaklığına kadar ısıtılır. Bu ısıtma esnasında katı faz sinterlemesi oluşur. Bir çok sistemde bu katı faz sinterlemesi sıvı faz oluşmadan önce büyük bir yoğunluğa yol açar. Bundan sonraki yoğunlaşma bulunan sıvı miktarına bağlıdır. Sıvı oluştuktan sonra yoğunlaşma 3 aşamada olur. Yeniden düzenlenme, çözeltinin yeniden çökelmesi, son aşama sinterlemesi. Yeterli miktarda sıvı varsa tam yoğunlaşmaya ulaşılabilir. Sıvı miktarı düşükse katı yapı çözelti çökelmesini engeller. Son kalan gözenekler iskelet yapının katı faz sinterlemesi ile elimine edilir.

Parçanın ısınmasıyla birlikte katı faz sinterlemesi görülür. Isınma devam ettikçe sıvı oluşumu başlar. Isıtma yüzeyden olduğundan ilk erime yüzeyde olur ve çevresel daralma gerilimleri ısıtma hızlı ise parçada çatlağa neden olabilir. Oluşan sıvı içerde parçacıkların arasına ve tane sınırlarına doluşur. Sıvı kapiler kuvvetle yeniden düzenlenmeye ve yoğunlaşmaya neden olur. Sıvı tanelerin etrafını sardığında katı sıvının içinde çözündüğünden dolayı tanelerin boyutunda küçülme olur. Katı aniden yüksek yoğunluğa ulaşır ve gözenekleri doldurması için sıvıyı bırakır.

Islatan sıvılar için katı-sıvı yüzey enerjisi katı-gaz yüzey enerjisinden daha azdır. Bu da toplam yüzey enerjisinin düşmesine neden olur. Yeniden düzenlenme esnasında viskoziteden dolayı kapiler hareketler engellenir. Bu da gözenekli yapının azaltılması ile viskozitenin artmasına zamanla yoğunlaşmanın azalmasına neden olur. Bu esnada yeterli sıvı oluşmuşsa tam yoğunluk mümkündür. Ancak yeniden düzenlenme tanelerin birbirine dokunmasından ve katı faz yayınımından dolayı engellenir. Yeniden düzenlenme esnasında yoğunlaşma yavaşladıkça çözünürlük ve yayınım daha baskın hale gelir. Bu ikinci aşamaya çözeltiden çökelme denir. Bunun sonucunda büyük taneler daha da büyür küçük taneler ortadan kalkar. Sonuç olarak tane boyutu büyürken tane sayısı azalır. Çözelti çökelmesi büyüyen tanelerin boşluğu daha iyi doldurmasından dolayı sadece tane büyümesine değil, yoğunlaşmaya da neden olur.

Sıvı faz sinterlemesinin son aşaması katı yapının yoğunlaşması ile belirlenir. Yoğunlaşma yavaştır, çünkü birbirine değen katı taneler vardır. Son aşamada baskın

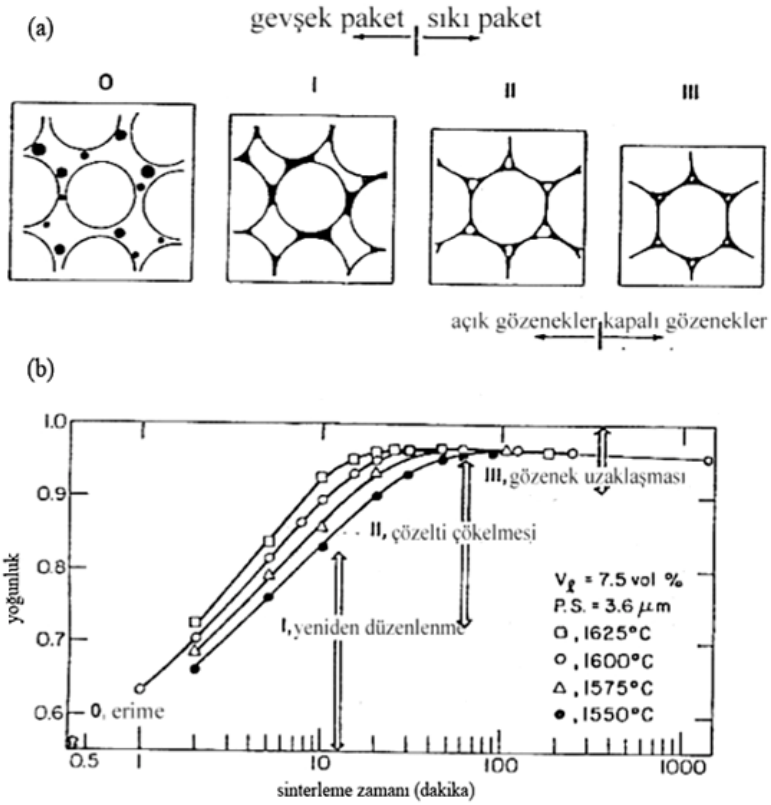
olan birbirine değen katı tanelerin yoğunlaşması katı faz sinterlemesi başlangıçta da vardır. Ancak bu kadar etkin değildir. Mikro yapı genişlemesi devam eder ve kalan gözeneklerin içinde gaz varsa kompağın önceki aşamaya göre genişlemesine neden olur. Son aşama uzun tutulursa malzemenin özellikleri bozulur. Bu nedenle uygulamada kısa sinterleme süresi tercih edilir. Şekil 3.6'da zamanla yoğunlaşma arasındaki ilişki gösterilmiştir. Yeniden düzenlenme çok hızlı olurken katı-faz sinterleme fazı oldukça yavaştır. Burada zaman ölçeği yaklaşık olarak verilmiştir. Yoğunlaşma seviyesi sıvı miktarına da bağlı olduğundan bu şeklin farklı varyasyonlarını görmek mümkündür [14].



Şekil 3.6. Sinterleme aşamalarının zamanla ilişkisi [14]

Şekil 3.7. farklı sıcaklıklarda alumina cam sistemlerinde sinterleme zamanının bir fonksiyonu olarak gerçek yoğunluğunun değişimini sıvı faz sinterlemesinin aşamalarında göstermiştir. Şekilde yoğunlaştırma işlemleri aşama I, II, III olarak gösterilen üç farklı denetim mekanizmasına bölünmüştür. Yoğunlaştırma için en önemli fiziksel ve kimyasal işlemler erime ve ıslanma yanında, katı ve sıvı arasındaki tepkimelerdir. Sıfırıncı aşama kısa sürer ve oluşan yoğunlaştırma ihmal edilecek kadar küçüktür. Yoğunluğun artması ile birlikte yoğunlaşmayı denetleyen mekanizma tekrar düzenleme aşamasından (I. aşama) çözeltiden çökelme (II. aşama)

aşamasına kadar giderek gelişir ve son olarak da gözenek uzaklaşır (III. aşama). Şekilde 3.6'da görüleceği gibi sıkıştırılmış toz kütlesinin sinterleme aşamaları arasındaki eğride belirli bir yer çakışmaktadır. Genelde sinterleme işlemi ilerledikçe yoğunlaşma oranı önemli bir miktar azalır. Tipik olarak 10-3 s'den 10-6 s'ye bir azalma gözlenir. Sıvı faz sinterlemesinin sonlarında sinterleme süresi uzadıkça Şekil 3.8.'de görüleceği gibi sinterlenmeme gözlenir. Sinterleme zamanının uzaması ile birlikte yoğunlaşmanın miktarı sabitlenir.



Şekil 3.7. Sıvı faz sinterlemesinin aşamaları ve farklı sıcaklıklarda yoğunluğun değişimi [16]

Sinterlemenin üç aşamasını nicel olarak tanımlamak için şekil 3.8.'de verilen üçlü sıvı faz diyagramı geliştirilmiştir. Bu diyagramda sıvı faz sinterleşmesinin aşamaları ve baskın olan sinterleme mekanizmaları, katının bağıl hacminin V_s, sıvının V_l ve gözeneklerinin V_p oranlarının fonksiyonları olarak çizilmiştir.

$0,74<V_s<0,92$ Katının bağıl hacmi

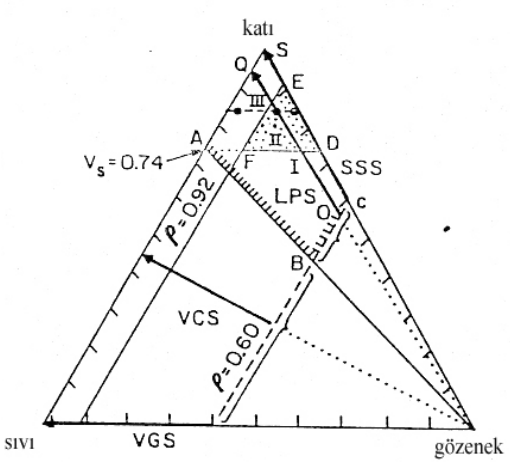
$0<V_l<0,20$ Sıvının bağıl hacmi

$0,08<V_p<0,26$ Gözeneklerin bağıl hacmi

Oklar fazların hacimsel değişimlerini ve sinterleme sırasında yoğunluk değişimini göstermektedir. Sıvı faz sinterlemesi bölgesinde, -ABCS- baskın olan mekanizmalar görülmektedir.

I. Yeniden düzenlenme
II. Çözeltiden çökelme
III. Gözeneklerin uzaklaşması

Katı faz sinterlemesi (SSS), sıvı faz sinterlemesi (LPS), viskoz kompozit sinterlemesi (VCS) ve viskoz cam sinterlemesi (VGS) için yoğunlaşma sırasında relatif hacim oranındaki değişmeler yoğunlaşma bölgeleri olarak gösterilmektedir. Sıvı faz sinterleşmesi için, 0 noktasındaki gözenekli sıkıştırılmış toz kütlesi (I, II, III) mekanizmalarını boydan boya geçerek yoğunlaşır. 0 noktası en yoğun kütleyi gösterir. Üç bölge arasıdaki iki sınır, sıkıştırılmış yapının geometrik analizi ile belirlenebilir. Eriyiğin çökelmesi sonucu yoğunlaşma sınırı DEF bölgesindeki üçgenden belirlenmiştir. Sinterleşme aşamanın sonunda (gözeneklerin uzaklaşması) gözeneklerin kapanmasıyla aniden başlayabilir. Yani $p(=V_s+V_l)>0,92$ olduğu zaman çözeltiden çökelme aşaması sonlanır. Sıkıştırılmış toz kütlesinin hacimsel olarak aşırı miktarda (20-100 % hacimsel: VCS ve VGS) sıvı ile sinterleme davranışı sıvı faz sinterlemesinden (LPS) tamamen farklıdır. Viskoz kompozit sinterlemesi (VCS), viskoz cam sinterlemesinde (VGS) yoğunlaşma mekanizmasında çözeltinin çökelmesi aşaması her zaman olamayabilir. Bu yüzden bu iki işlemin sıvı faz sinterlemesi (LPS) ile karıştırılmaması gerekir [16].

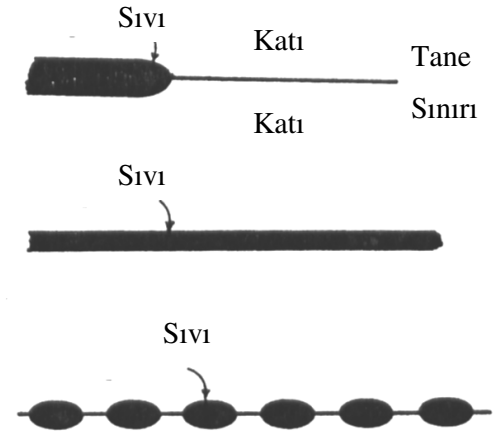


Şekil 3.8. Yoğunlaşma sırasında hacimsel faz ilişkileri [16]

Sıvı faz sinterlemesini etkileyen faktörler

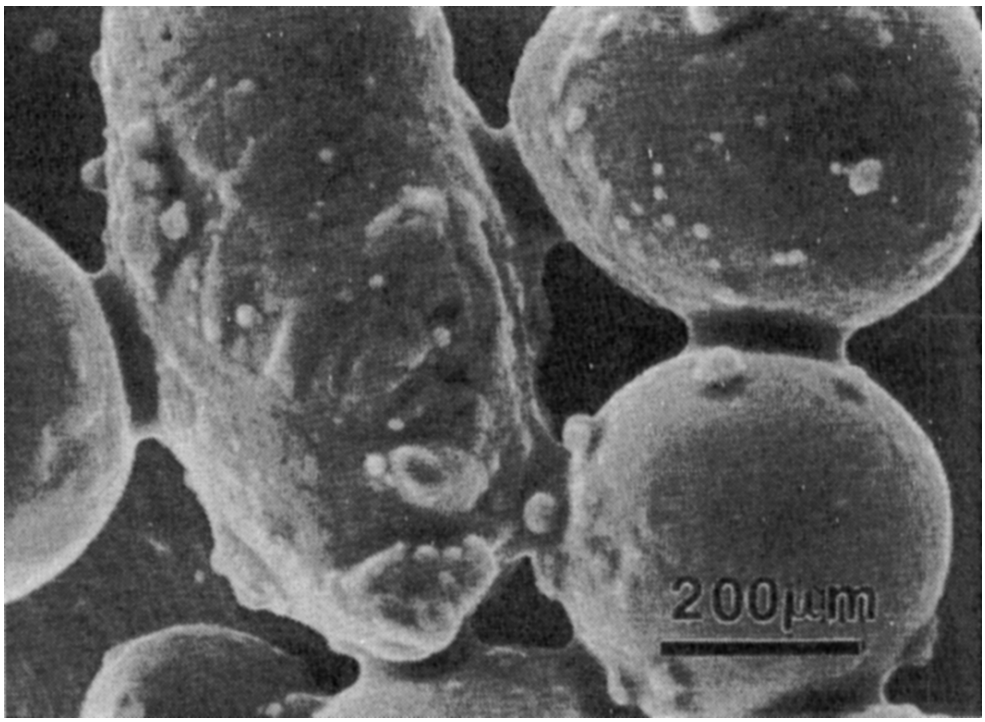
Sıvı faz sinterlemesinde yüzey enerjisi yoğunlaşma için itici gücü oluşturur. İlk aşama yeniden düzenlenme aşamasıdır. Bu aşamada sıvı oluşur ve katı yapı ıslanır.

Yayılma kimyasal reaksiyonlar tarafından desteklenir. Kimyasal reaksiyonların tamamlanması ile yüzey enerjisi artar ve tane sınırı boyunca sıvı, katı üzerinde boyunlu bir yapıya ulaşır. Bu durum Şekil 3.9'da gösterilmiştir.



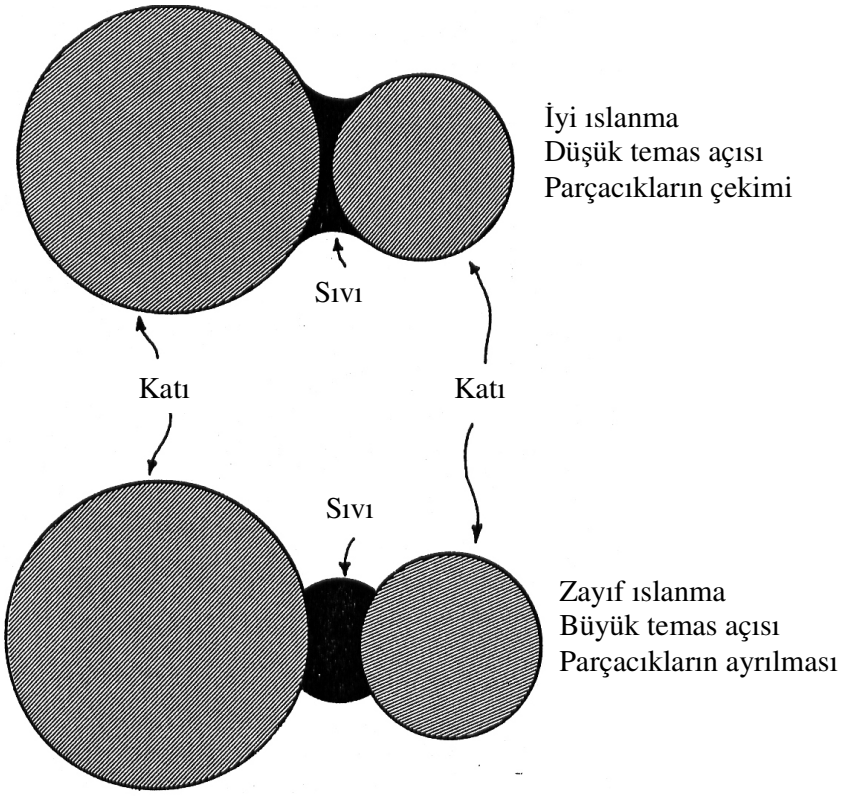
Şekil 3.9. Sıvı faz sinterlemesinde boyunlu yapının oluşması [14]

Yeniden düzenlenme aşamasında taneler enerjiyi azaltma eğiliminde olduklarından dolayı, ıslatan sıvı ile küçük gözeneklere giderler. Islatan sıvı bu taneleri birbirine çeker. Şekil 3.10'da sıvı faz sinterlemesinin ilk aşamasında ıslanma ile taneler arasında kurulan köprüler görülmektedir. Islatan sıvı parçacıklar arasında bağ kuvveti oluşturur.



Resim 3.1. Sıvı faz sinterlemesinde taneler arasında oluşan köprüler [14]

Sıvı faz dar gözeneklerden akmak ister ve kapiler bir etki yaratır. Kapiler enerji yeniden düzenlenme, yoğunlaşma ve yüzey düzleşmesine neden olur. Burada sıvının temas açısı önemli bir rol oynar. Islatan sıvı küçük temas açısına sahipse parçacıkların birbirine yapışmasını sağlar. Temas açısı büyüdükçe parçacıklar bir birinden ayrılır. Bu durum Şekil 3.10.'da gösterilmiştir. Tamamen ıslatmayan sıvılarda bir köprü ile parçacıklar birbirine bağlanır.



Şekil 3.10 . Temas açısının etkisi [14]

Kapiler etkiden dolayı ıslatılmış parçacıkların arasındaki temaslar basınç altındadır. Bu temas basıncı, tane büyüklüğüne, yüzey enerjisine ve temas büyüklüğüne göre değişir. Küçük parçacıklı sıvı faz sinterlemesinde ilk aşamasında bu kuvvet parçaların tekrar düzenlemesine yol açar. Bununla birlikte gözenek boyutu değişir. Büyük gözenekler daha da büyür küçük gözenekler daha da küçülür. İlk başlangıçta yüksek yoğunluğa sahip olan yerler daha fazla yoğunlaşır.

Yeniden düzenlenme katı taneler arasında yeni temas alanlarının oluşumuna yol açar. Temas oluşumu tanelerin bir araya toplanmasının bir ön işaretidir. Tane sınırlarının düşük açılı olarak temas oluşturma olasılığı % 0,5 ile % 5 arasındadır. Böyle temaslar için hızlı birleşim olması beklenir [14].

Sıvı faz sinterlemesi ana gruplarının içinde malzeme özelliklerine bağlı olarak ortaya çıkan bazı farklı durumlar vardır. Örneğin katı, oluşan sıvı içinde çözünür veya

çözünmeyebilir. Bu farklılık sinterleme hızını ve mikroyapı oluşumunu önemli ölçüde etkiler [14].



Şekil 3.11. Çözünürlük faktörlerinin sinterleme davranışına etkisi [14]

Şekil 3.11'de çözünürlük faktörlerinin sinterleme davranışına etkisinin kavramsal özeti gösterilmektedir. Buna göre sıvının katı içerisinde çözünürlüğü düşük ya da yüksek olabilir. Bunun yanında katının sıvı içersindeki çözünürlüğü de düşük veya yüksek olabilir ve bunlar sinterleme davranışlarını farklı etkilerler. Şekilden anlaşılacağı gibi katıda sıvı çözünürlüğü ve sıvıda katı çözünürlüğü düşük ise yoğunlaşma ve yeniden düzenlenmede sınırlılık gözlenir. Karşıt olarak sıvıda katı çözünürlüğü yüksekken, katıda sıvı çözünürlüğü düşük ise yüksek bir yoğunluğa çıkılabilir. Yani katı çözünürlüğü yoğunlaşmaya yol açar. Sıvı çözelti veya katı çözeltinin fazla olması kütle akış yönünde farklılık yaratır. Katı ve sıvı birbiri içerisinde çözünmüyorsa, yoğunlaşma az olur. Katının sıvı içinde çözünmesi ilk başta tanenin küçülmesine neden olur, bu da katı taneleri birbirinden ayırarak yeniden düzenlenmeye yardım eder. Katıda sıvı çözünürlüğü yüksek ancak, sıvıda katı çözünürlüğü düşük ise malzemede şişme gözlenir, geçici sıvı bu şekilde oluşur. Sıvı katı içerisinde alaşım oluşturur. Sonuç olarak katı çözünürlüğünün küçük olması genişlemeye neden olur. Katkı maddelerinin çözeltisi geride gözenek bıraktığından genişleme madde daha homojen yapılarak ya da küçük katkı maddeleri kullanarak azaltılabilir. Katının sıvı içindeki çözünürlüğü azsa katkı maddesi daha etkin hale gelir.

Sıvıda katı çözünürlüğü ve katıda sıvı çözünürlüğünün ikisinin de yüksek olması durumunda karışık etki gözlenir. Yani bir yandan malzemede genişleme gözlenirken bir yandan yoğunlaşma olur.

Özet olarak sıvı faz sinterlemesinde sıvıda katı çözünürlüğü ve katıda sıvı çözünürlüğü olmak üzere iki tür çözünürlük söz konusudur. Katıda sıvı çözünürlüğünün fazla olması, geçici sıvı faza, aşırı duyarlılığa ve ısıtma esnasında kompağın genişlemesine yol açar .

Sinterlemede diğer önemli bir faktör de sıvı katı fazlar arasındaki ara yüzey enerjisi (ıslatma ve ıslatmama durumu) ve sıvı fazın katı – katı tane sınırlarına nüfuziyet durumuyla ilgilidir. Bu değişkenler parçacık boyutu, sinterleme sıcaklığı, sinterleme atmosferi ve ham yoğunluk gibi işlem parametreleriyle birlikte oluşacak iç yapıyı önemli ölçüde etkilerler. Bu değişkenlik sıvı faz sinterlemesini hem metal hem de seramikler için esnek bir üretim yöntemi haline getirir.

Sıvı oluşumu başlangıçta yüzeyde oluşur ve kapilarite ile yayılır. Yeniden düzenlenme ile yoğunlaşma eriyik oluşumundan hemen sonra oluşur. Daralma kapiler basınç ve sıvı kalınlığı ile doğru parçacık boyutu ve viskozite ile ters orantılıdır Daralma davranışını süreç esnasındaki şartlar ve malzeme özellikleri etkiler. Çizelge 3.3'te daralma ve genişleme üzerine etki eden faktörler görülmektedir.

Çizelge 3.3. Sıvı faz sinterlemesinde daralma ve genişlemeye etki eden faktörler

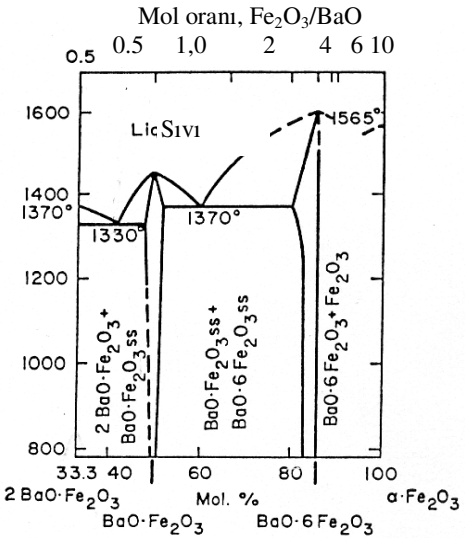
Faktör	Genişleme	Daralma
Sıvıda katı çözünürlüğü	Düşük	Yüksek
Katıda sıvı çözünürlüğü	Yüksek	Düşük
Yayılma gücü	Eşit değil	Eşit
Katkı maddesi boyutu	İri	Küçük
Temel parçacık boyutu	İri	Küçük
Ham yoğunluk	Yüksek	Düşük
Temas açısı	Yüksek	Düşük
Sıcaklık	Düşük	Yüksek
Süre	Kısa	Uzun

3.3. Baryum Hegza Ferritin Sinterleşmesi

Baryum Hegza Ferrit ($BaO6Fe_2O_3$) daimi mıknatıs olarak bilinen bir malzemedir. Hammadde maliyeti hayli düşük ve üretim süreci basit olduğundan ferrit mıknatısları diğer kalıcı mıknatıslara göre çok daha ucuzdur. Sert ve kırılgan/ gevrek olduğundan elmas takım ucu kullanılarak kesilebilir.

Sinterlenen ferrit mıknatıslarının ham maddesi oksittir, bu nedenle zor koşullar altında paslanmazlar ve çoğu kimyasaldan (bazı güçlü asitler hariç) etkilenmezler. Sinterlenen ferrit mıknatısının manyetik etkileri oldukça güçlüdür. Bu nedenle sinterlenen ferrit mıknatısları çoğunlukla motorlar, hoparlörler, oyuncaklar, kırtasiye malzemeleri, manyetik asılı duran miller, manyetik seçiciler v.b. yapımında kullanılır. Bu madde çoklu conta (hava geçirmeyi engellemek için) üretimi ve buzdolabı kapıları için mıknatıslı kapanma özelliği oluşturmada da kullanılmaktadır. Ayrıca televizyon tüplerinde kullanılan mıknatısları odaklamada kullanılmaktadır [4, 8].

Şekil 3.12'te Baryum Oksit-Demir Oksitin faz diyagramı verilmiştir. Faz diyagramında da görüldüğü gibi % 50-80 oranında Demir Oksit ilaveli bileşimde 1370 °C'nin altında katı-katı fazda Baryum Hegza Ferrit oluşmaktadır.



Şekil 3.12. $BaO\text{-}Fe_2O_3$ faz diyagramı [17].

Bu araştırmada Baryum Hegza Ferritin üretilmesinde Demir Oksit ve Baryum Karbonat kullanılmıştır. Baryum Karbonat seramikte erimeyi kolaylaştıran bir madde ve ince, optik camların imalatında katkı malzemesi ve çelikleri sertleştirme işleminde karbon taşıyıcısı olarak kullanılır. Baryum Hegza Ferritin oluştuğu tepkimeyi aşağıdaki şekilde ifade edebiliriz.

$$Fe_2O_3 + BaCO_3 \longrightarrow BaO6Fe_2O_3 + CO_2$$

Tepkimeye giren bileşiklerin molekül ağırlıkları hesaplanarak Baryum Hegza Ferrit üretimi için kullanılacak Demir Oksit ve Baryum Karbonat miktarları bulunur. Stokiyometrik oran olarak isimlendirilen bu oran 958 gr Demir Oksit, 197 gr Baryum Karbonat şeklindedir. Teorik olarak elementer analizi baryum hegza ferritin molekül formülünden hesaplanabilir. Toplam molekül kütlesi 1111, 35 gr olarak bulunur. Bu ağırlığın 137,327 gr'la % 12,35'i Baryum, 670.15 gr'la % 60.30'u Demir ve 303, 98 gr'la % 27, 35'i Oksijendir.

Borik Asit, Boraks ve Bor Fosfat sıvı faz sinterlemesini sağlamak amacıyla kullanılmıştır. Düşük erime sıcaklığına sahip olan bor bileşikleri tercih edilmiştir.

Bor minerallerinin ergime noktaları düşük olmakla beraber, diğer maddeleri eritme yetenekleri vardır. Bu nedenle seramik ve cam yapımı ile lehim ve kaynak işlerinde kullanılır [18]. Bor oksit üçlü kuvvetli bağlar yapmasıyla bilinen önemli bir bileşiktir. Aynı zamanda sıcaklığı düşürmesi (ötektik) ve camsı faz oluşumunu arttırması ile de bilinmektedir. BPO_4 de bir çok seramik bileşimine giren ve hem borun hem de fosforun 3lü, 5li bağlar yapmasıyla ve çamsı faz oluşumuna katkısıyla bilinmektedir. Boraks hem B_2O_3 hem de Na_2O içermesi sebebiyle sıcaklığı düşüren bir yapıya sahiptir. Aynı zamanda bor camının oluşmasında da etkilidir. Borik asit ve boraks kristal suyu içermesi sebebiyle sinterleşme sırasında bazı dezavantajları bulunmaktadır. Boraks pişme sırasında çatlamaların oluşması yapıdaki kristal suyunun genleşme sırasında aniden yapıdan çıkmasından kaynaklanmaktadır Borik Asit seramik sanayinde, seramiği çizilmeye karşı korumaktadır [19,20].

Kurşun Oksit sıcaklığı son derece aşağılara çeken bağları gevşeterek cam oluşumuna yardımcı olan eritici bir maddedir. Birçok cam yapısında eritici olarak kullanılmaktadır [21].

4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

4.1. Kullanılan Malzemeler

Bu araştırmada Baryum Hegza Ferrit kullanılmıştır. Baryum Hegza Ferrit eldesi için Demir Oksit ve Baryum Karbonat stokiyometrik oranda karıştırılmıştır. Karışıma sıvı faz sinterlemesini sağlamak üzere değişik oranlarda Borik Asit, Bor Fosfat, Boraks ve Kurşun Oksit ilaveleri yapılmıştır.

4.1.1. Demir Oksit

Bu araştırmada kullanılan demir oksit Merck firmasından temin edilmiştir. Molekül ağırlığı 159, 69 g/mol'dür ve % 99 saflığa sahiptir.

4.1.2. Baryum Karbonat

Çalışmada kullanılan Baryum Karbonat Merck firmasından temin edilmiştir. Molekül ağırlığı 197.34 g /mol'dür ve % 99 saflığa sahiptir.

4.1.3. Bor Bileşikleri

Bu araştırmada kullanılan Borik Asit Etibank Boraks fabrikasından temin edilmiştir. Molekül ağırlığı 61,83 gr/mol'dür ve ticari saflıktadır. Boraks ve Bor Fosfat ise Gazi Üniversitesi Mesleki Eğitim Fakültesi Uygulamalı Sanatlar Eğitimi Bölümünün Seramik laboratuarında imal edilmiştir.

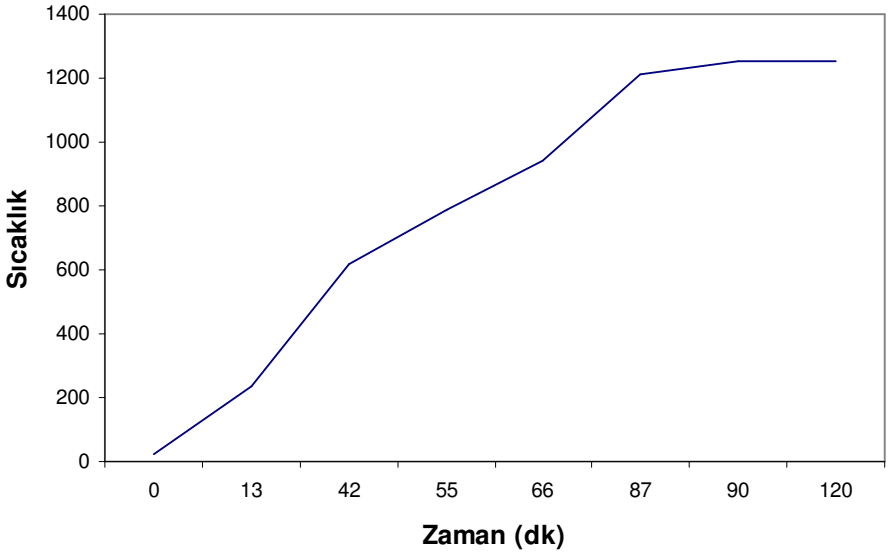
4.1.4. Kurşun Oksit

Bu çalışmada kullanılan kurşun oksit Merck firmasından temin edilmiştir. Molekül ağırlığı 223,19 g/mol'dür ve % 99 saflığa sahiptir.

4.2. Örneklerin Hazırlanması

Baryum hegza ferrit oluşturmak üzere stokiyometrik oranda Demir Oksit (Fe_2O_3) ve Baryum Karbonat ($BaCO_3$) kullanılmıştır. Demir Oksit tartılmadan önce 750 °C'de kalsine edilmiştir. 479 gr Demir Oksit, 98,5 gr Baryum Karbonat ile karıştırılmıştır. Karışıma 750 ml Metil Alkol (CH_3OH) ilave edilerek bilyalı değirmende 3 saat süreyle öğütülmüştür. Elde edilen karışım, sıvının uzaklaştırılması için 100 °C'de etüvde kurutma işlemine tabi tutulmuştur. 1000 °C'de 1 (bir) saat süreyle yapışmaları önlemek için kalsine edilerek toz karışım elde edilmiştir. Elde edilen tozlar 100'er gr'lık bölümlere ayrılarak % 3, 5 ve 7 ağırlık oranlarında Kurşun Oksit (Pb_3O_4), Borik Asit (H_3BO_3), Boraks ($Na_2O_2B_2O_310H_2O$) ve Bor Fosfat (BPO4) ilaveleri yapılmıştır. Her bir karışım Planeter ball mill'de 300 dev/dak hızda 30 dakika süreyle homojenize edilmiştir. Hazırlanan toz metal kalıba 2,5 gr dökülerek hidrolik preste kuru olarak şekillendirilmiştir. Presleme esnasında taneler arasındaki havayı çıkarmak ve tabakalanma olayına meydan vermemek amacıyla iki aşamalı presleme yapılmıştır. Son preslemede maksimum 10 ton/cm^2 basınç uygulanmıştır.

Elde edilen peletler silisyum karbür ısıtma elemanlı elektrikli laboratuar fırınında normal hava ortamında 1100, 1200, 1250, 1300 ve 1350 °C'lere ayrı ayrı pişirilerek sinterleşmeleri sağlanmıştır. Şekil 4.1'de 1250 °C'ye kadar pişirme rejim grafiği görülmektedir. Grafikten anlaşılacağı gibi başlangıçta fırın ortamı 25 °C iken zamanla orantılı olarak sıcaklık artmıştır. 90 dakikada 1250 °C'ye ulaşılmıştır. Bu sıcaklıktan sonra sıcaklık sabit tutulmuş 30 dakika bu sıcaklıkta beklenmiştir. Grafikten dakikada 13.8 °C hızla fırının ısındığı hesaplanmıştır. Diğer sıcaklıklar için de aynı fırın kullanılmıştır. Dolayısıyla dakikada 13.8 °C ısınmaktadır. Sinterleme süresi tüm örnekler için bütün sıcaklıklarda 30 dakika olarak sabit tutulmuştur.



Şekil 4.1. Pişirme rejim grafiği

4.3. X-Işını Kırınımı (XRD) İncelemeleri

Bu araştırmada, % 3 ağırlık oranında Borik asit ilaveli 1100, 1200, 1250, 1300 ve 1350 °C'de sinterlenmiş örnekler ile % 3 ağırlık oranında Boraks, Bor Fosfat ve Kurşun Oksit ilaveli 1350 °C'de sinterlenmiş örnekler incelenmiştir. Araştırmanın XRD analizleri Anadolu Üniversitesi Malzeme Mühendisliği Bölümünde yapılmıştır. XRD analizinde Bakır (Cu) katotlu XRD RINT-2200 cihazı kullanılmıştır.

4.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Noktasal Analiz İncelemeleri

Taramalı elektron mikroskobu (SEM)'de yukarıda belirtilen tüm örneklerin farklı büyütme oranlarında mikroyapı resimleri çekilmiştir. SEM ve EDS çalışmaları yine Anadolu Üniversitesi Malzeme Mühendisliği laboratuarlarında yapılmıştır. Çalışma esnasında ilk üç örneğin ölçümü yapıldıktan sonra SEM ve EDS cihazında meydana gelen bir arıza nedeniyle aynı özellikte farklı bir cihazda ölçümlere devam edilmiştir. Cihazların çalışma şekli aynı fakat sonuçları görüntülemede küçük farklılıkları (renk, yazı karakteri gibi) mevcuttur.

4.5. Mikro Sertlik Ölçümleri

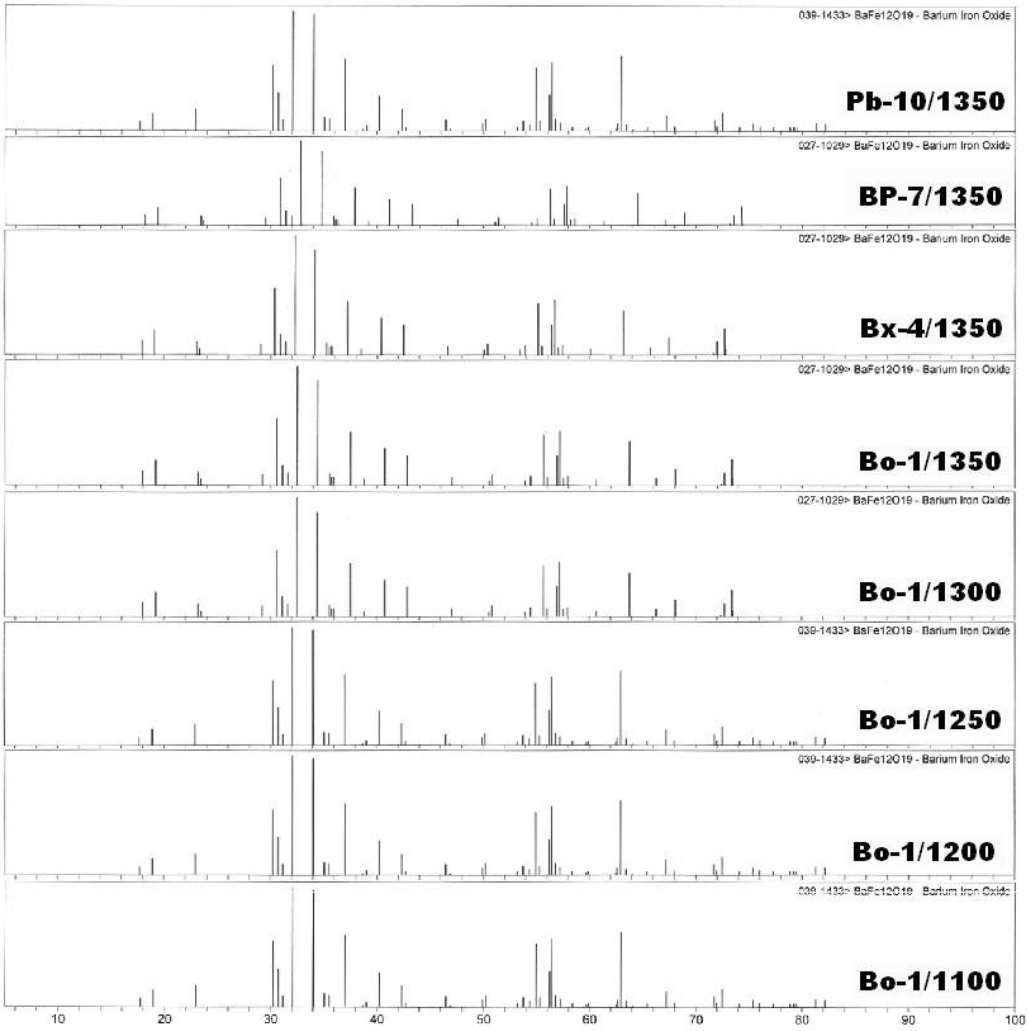
Her örnek ayrı ayrı parlatıldıktan sonra mikro sertlikleri ölçülmüştür. Ölçme işlemi EMCO-TEST M1C010 marka elektronik mikro sertlik ölçme cihazında yapılmıştır. 1 kg'lık yük, 10 saniye süreyle uygulanarak farklı bölgelerden Vickers (HV) biriminde ölçme yapılmış ve ortalamaları alınmıştır. Bu çalışma Anadolu Üniversitesi Malzeme Mühendisliği Fakültesi araştırma laboratuarlarında yapılmıştır.

5. DENEY SONUÇLARI VE DEĞERLENDİRİLMESİ

Örnekler incelenirken ve değerlendirilirken kolaylık sağlaması için her bir örneğe bir isim verilmiştir. İsimlendirme yapılırken örnekte kullanılan katkı maddesinin ve sinterleme sıcaklığının belirtilmesine özen gösterilmiştir. Buna göre 1100 °C'de sinterlenen Borik Asit ilaveli örnek Bo-1/1100, 1200 °C'de sinterlenen Borik Asit ilaveli örnek Bo-1/1200, 1250 °C'de sinterlenen Borik Asit ilaveli örnek Bo-1/1250, 1300 °C'de sinterlenen Borik Asit ilaveli örnek Bo-1/1300 ve 1350 °C'de sinterlenen Borik asit ilaveli örnek Bo-1/1350 ismini alırken, 1350 °C'de sinterlenen Boraks ilaveli örnek Bx-4/1350, Bor Fosfat ilaveli örnek BP-7/1350 ve son olarak Kurşun Oksit ilaveli örnek Pb-10/1350 şeklinde isimlendirilmiştir. Bundan sonra örnekler adıyla anılacaktır.

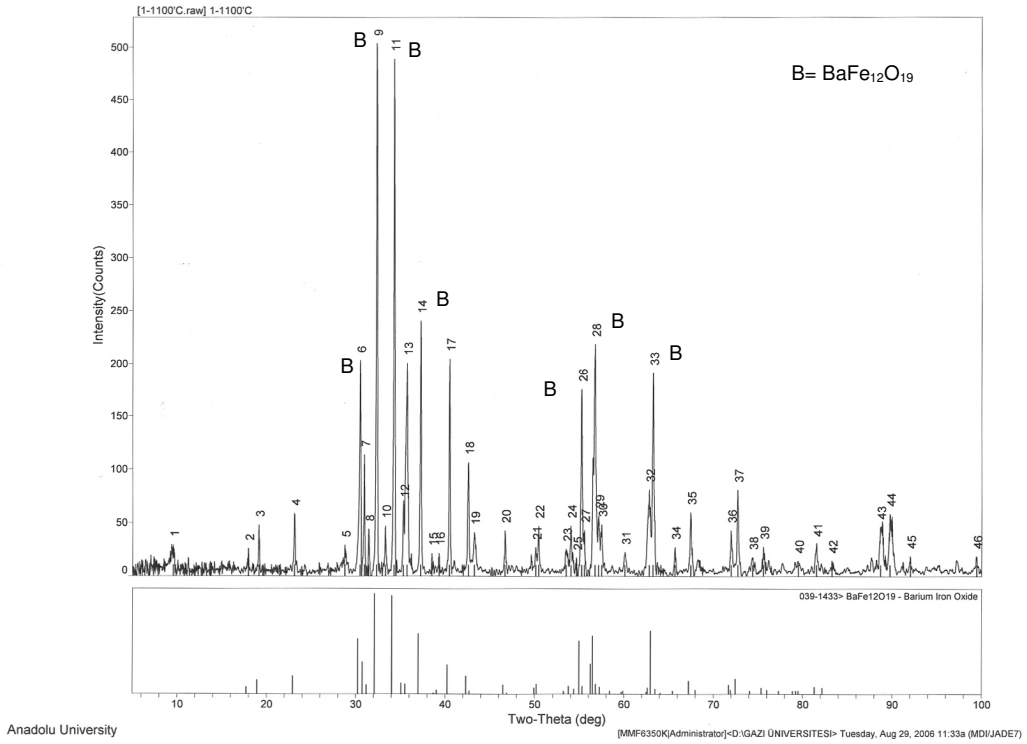
5.1. X-Işını Kırınımı (XRD) İncelemeleri Sonuçları

Örneklerin her biri Baryum Hegza Ferrit fazının oluşumunu görmek amacıyla XRD analizine tabi tutulmuştur. XRD analizi değerlendirmesi için örneklerden alınan sonuçlar 2 Θ değerleri aynı skala üzerine gelecek şekilde yerleştirilmiştir. Bu yerleştirme üzerinde yoğunluk değerleri (% Intensity/cpc) kıyaslanmıştır. İlk olarak 1100, 1200, 1250, 1300 ve 1350 °C'de sinterlenen Borik Asit ilaveli örneklerin sonuçları birbiriyle kıyaslanmıştır. Ayrıca 1350 °C'de sinterlenen Boraks, Bor Fosfat ve Kurşun Oksit ilaveli örneklerin pikleri kıyaslanmıştır. Sonuçlardaki tüm pikler ASTM değerlerine göre kıyaslanarak en az sapmanın olduğu örnek tespit edilmiştir. Şekil 5.1'de tüm örneklerden elde edilen sonuçların aynı skalaya yerleştirilmiş XRD sonuçları görülmektedir. Borik Asit ilaveli örneklerde büyük piklerin aynı açılarda oluştuğu, katkı maddesi değiştiğinde bazı farklı piklerin oluştuğu saptanmıştır.



Şekil 5.1. Tüm örneklerin aynı skalaya yerleştirilmiş XRD sonuçları

XRD analizlerinin değerlendirilmesi için ASTM standart değerleri ile en yüksek değer veren ilk yedi pik karşılaştırılmıştır. Bunun için ASTM standart değerlerini ve seçilen en yüksek değer veren ilk yedi pikin standartlara en yakın 2 Θ değerindeki yoğunluklarını (% I) içeren çizelgeler çıkartılmıştır. Şekil 5.2'de Bo-1/1100 örneğinin XRD deseni görülmektedir. Buradan yararlanılarak en yüksek değer veren yedi pik alınmış bulunan fazlar değerlendirilmiş ve Çizelge 5.1'de gösterilmiştir.

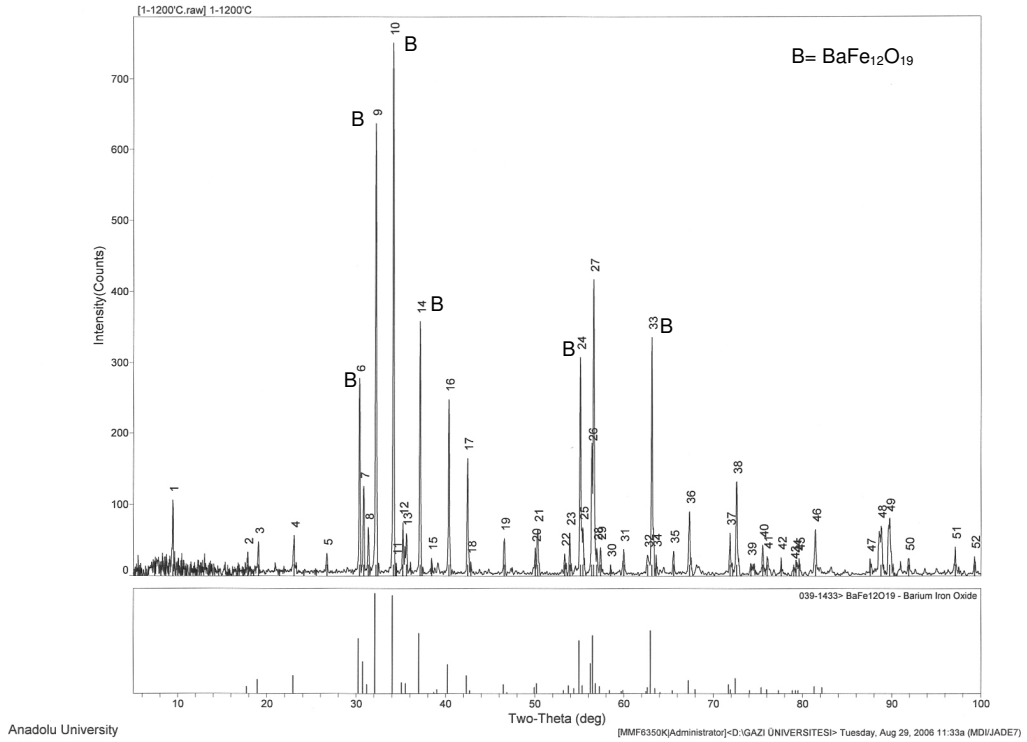


Şekil 5.2. Bo-1/1100 örneğinin XRD deseni

Çizelge 5.1. Bo-1/1100 örneğinin pik değerleri

Örneklerin XRD Değerleri				Değerlendirme Sonuçları			
Pik No	2- Θ	d (Å)	% I	Oluşan Faz	2- Θ	d (Å)	% I
9	32,322	2,7675	100	$BaFe_{12}O_{19}$	32,089	2,7871	100
11	34,277	2,6139	96,1	$BaFe_{12}O_{19}$	34,030	2,6324	98
14	37,242	2,4124	47,6	$BaFe_{12}O_{19}$	36,987	2,4285	60
33	63,239	1,4692	42	$BaFe_{12}O_{19}$	63,485	1,4642	10
28	56,738	1,6212	39,9	$BaFe_{12}O_{19}$	56,808	1,6193	29
26	55,237	1,6616	39,2	$BaFe_{12}O_{19}$	55,300	1,6599	55
6	30,480	2,9304	37,4	$BaFe_{12}O_{19}$	30,236	2,9535	5

Örneklerin XRD analizleri sonucunda elde edilen 2Θ, d(Å), % I değerleri XRD cihazının standart XRD değerleriyle karşılaştırılması sonucu bütün piklerin Baryum Hegza Ferrite ait olduğu belirlenmiştir.

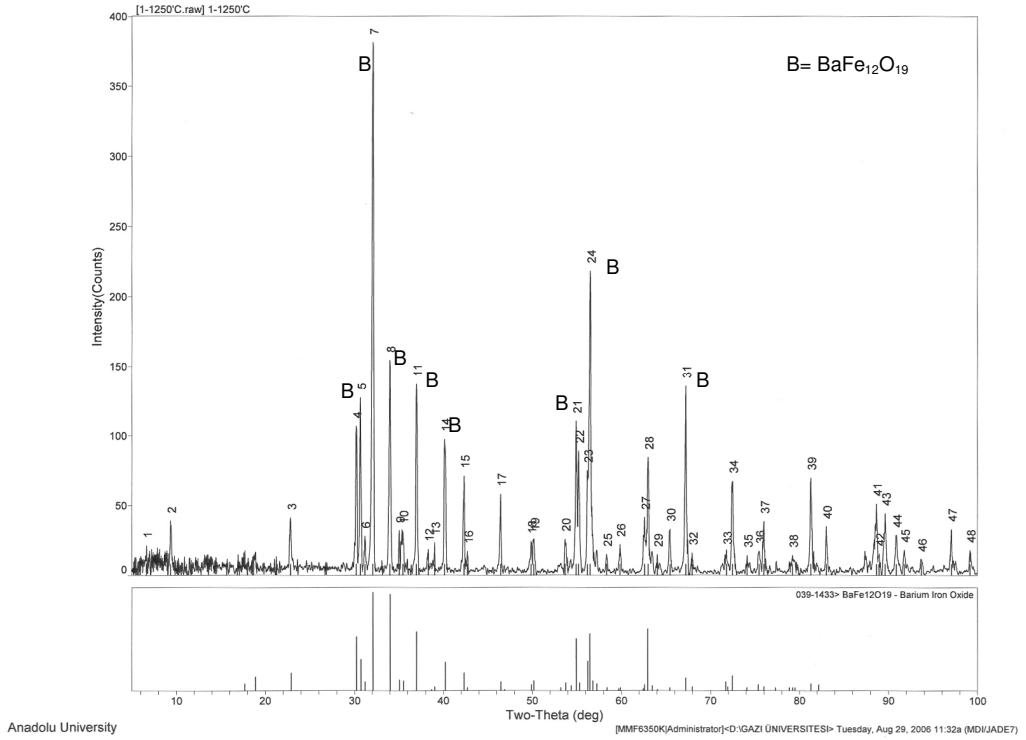


Şekil 5.3. Bo-1/1200 örneğinin XRD deseni

Şekil 5.3'de Bo-1/1200 örneğinin XRD deseni görülmektedir. Buradan yararlanılarak en yüksek değer veren yedi pik alınmış bulunan fazlar değerlendirilmiş ve Çizelge 5.2'de gösterilmiştir. Örneklerin XRD analizleri sonucunda elde edilen 2Θ, d(Å), % I değerleri XRD cihazının standart XRD değerleriyle karşılaştırılması sonucu 27 nolu pikin fazı saptanamamış diğer bütün piklerin Baryum Hegza Ferrite ait olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 5.2. Bo-1/1200 örneğinin pik değerleri

Örneğin XRD Değerleri				Değerlendirme Sonuçları			
Pik No	2- Θ	d (Å)	% I (cpc)	Oluşan Faz	2- Θ	d (Å)	% I (cpc)
10	34,161	2,6226	100	$BaFe_{12}O_{19}$	34,030	2,6324	98
9	32,218	2,7762	84,6	$BaFe_{12}O_{19}$	32,089	2,787,1	100
27	56,599	1,6248	55,4	-	-	-	-
14	37,138	2,4189	47,1	$BaFe_{12}O_{19}$	36,987	2,4285	60
33	63,121	1,4717	44,3	$BaFe_{12}O_{19}$	62,963	1,4750	63
24	55,098	1,6655	41,0	$BaFe_{12}O_{19}$	54,946	1,6697	53
6	30,379	2,9399	35,5	$BaFe_{12}O_{19}$	30,236	2,9535	55



Şekil 5.4. Bo-1/1250 örneğinin XRD deseni

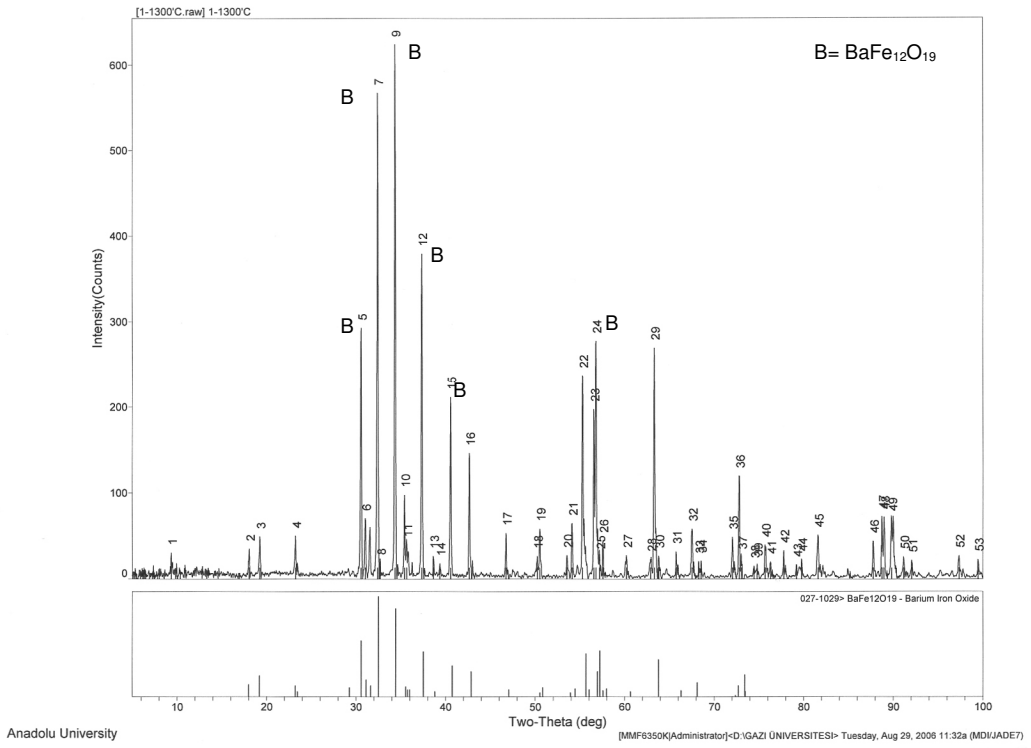
Şekil 5.4'te Bo-1/1250 örneğinin XRD deseni görülmektedir. Buradan yararlanılarak en yüksek değer veren yedi pik alınmış bulunan fazlar değerlendirilmiş ve Çizelge 5.3'de gösterilmiştir.

Çizelge 5.3. Bo-1/1250 örneğinin pik değerleri

Örneğin XRD Değerleri				Değerlendirme Sonuçları			
Pik No	2- Θ	d (Å)	% I (cpc)	Oluşan Faz	2- Θ	d (Å)	% I (cpc)
7	32,080	2,7878	100	$BaFe_{12}O_{19}$	32,089	2,7871	100
8	34,001	2,6346	40	$BaFe_{12}O_{19}$	34,030	2,6324	98
28	63,020	14738	21,9	$BaFe_{12}O_{19}$	62,963	1,4750	63
11	36,982	2,4288	35,6	$BaFe_{12}O_{19}$	36,987	2,4285	60
24	56,520	1,6269	57,1	$BaFe_{12}O_{19}$	56,477	1,6280	58
5	30,679	2,9119	32,4	$BaFe_{12}O_{19}$	30,740	2,9062	32
21	54,942	1,6699	28,4	$BaFe_{12}O_{19}$	54,946	1,6697	53

Örneklerin XRD analizleri sonucunda elde edilen 2Θ, d(Å), % I değerleri XRD cihazının standart XRD değerleriyle karşılaştırılması sonucu bütün piklerin Baryum Hegza Ferrite ait olduğu belirlenmiştir.

Şekil 5.5'te Bo-1/1300 örneğinin XRD deseni görülmektedir. Buradan yararlanılarak en yüksek değer veren yedi pik alınmış bulunan fazlar değerlendirilerek Çizelge 5.4'de gösterilmiştir.

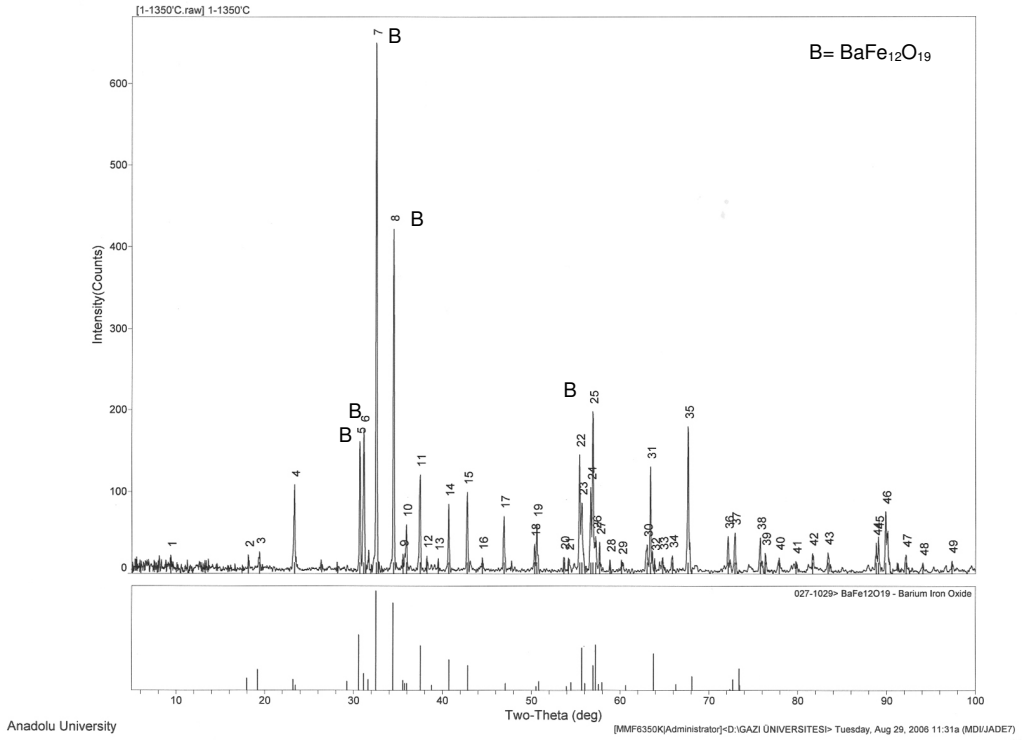


Şekil 5.5. Bo-1/1300 örneğinin XRD deseni

Çizelge 5.4. Bo-1/1300 örneğinin pik değerleri

Örneğin XRD Değerleri				Değerlendirme Sonuçları			
Pik No	2- Θ	d (Å)	% I (cpc)	Oluşan Faz	2- Θ	d (Å)	% I (cpc)
7	32,420	2,7593	91,5	$BaFe_{12}O_{19}$	32,512	2,7518	100
9	34,360	2,6079	100	$BaFe_{12}O_{19}$	34,422	2,6033	88
12	37,336	2,4065	60	$BaFe_{12}O_{19}$	37,516	2,3954	45
5	30,577	2,9213	46,2	$BaFe_{12}O_{19}$	30,591	2,9201	56
24	56,779	1,6201	44,6	$BaFe_{12}O_{19}$	56,958	1,6154	25
29	63,301	1,4680	43,6	-	-	-	-
15	40,560	2,2224	33,9	$BaFe_{12}O_{19}$	40,734	2,2133	31

Örneklerin XRD analizleri sonucunda elde edilen 2Θ, d(Å), % I değerleri XRD cihazının standart XRD değerleriyle karşılaştırılması sonucu 29 nolu pikin fazı saptanamamış, diğer bütün piklerin Baryum Hegza Ferrite ait olduğu belirlenmiştir.



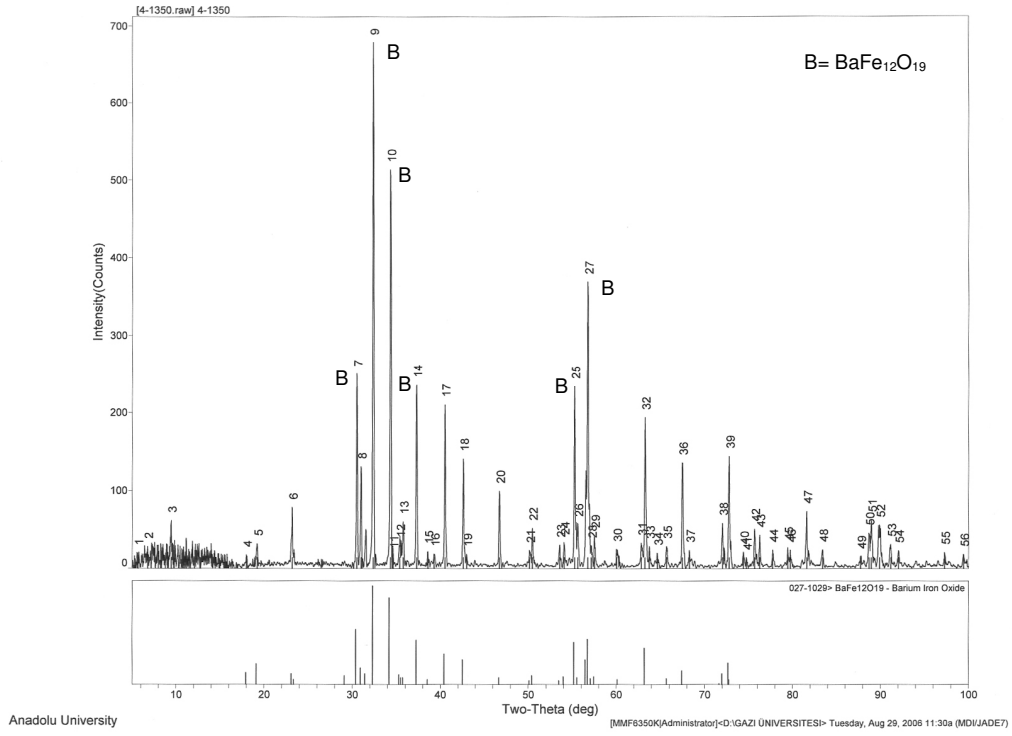
Şekil 5.6. Bo-1/1350 örneğinin XRD deseni

Çizelge 5.5. Bo-1/1350 örneğinin pik değerleri

Örneğin XRD Değerleri				Değerlendirme Sonuçları			
Pik No	2- Θ	d (Å)	% I (cpc)	Oluşan Faz	2- Θ	d (Å)	% I (cpc)
7	32,562	2,7477	100	$BaFe_{12}O_{19}$	32,512	2,7518	100
8	34,498	2,5977	65	$BaFe_{12}O_{19}$	34,422	2,6033	88
25	56,918	1,6165	30	$BaFe_{12}O_{19}$	56,958	1,6154	25
5	30,701	2,9098	24,3	$BaFe_{12}O_{19}$	30,591	2,9201	56
6	31,142	2,8696	26,3	$BaFe_{12}O_{19}$	31,131	2,8706	17
22	55,417	1,6566	22	-	-	-	-
31	63,422	1,4655	19,8	-	-	-	-

Şekil 5.6'da Bo-1/1350 örneğinin XRD deseni görülmektedir. Şekil 5.6'dan yararlanılarak en yüksek değer veren yedi pik alınmış bulunan fazlar değerlendirilerek Çizelge 5.5'de gösterilmiştir. Örneklerin XRD analizleri sonucunda

elde edilen 2Θ, d(Å), % I değerleri XRD cihazının standart XRD değerleriyle karşılaştırılması sonucu 22 ve 31 nolu pikin fazı saptanamamış diğer bütün piklerin Baryum Hegza Ferrite ait olduğu belirlenmiştir.



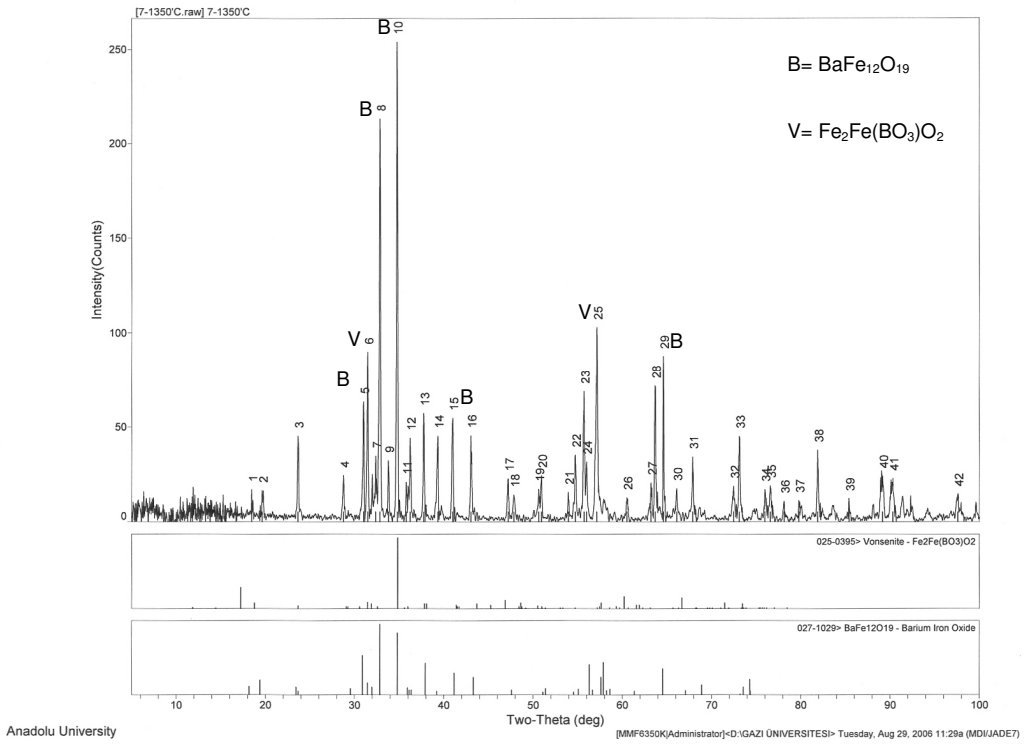
Şekil 5.7. Bx-4/1350 örneğinin XRD deseni

Şekil 5.7'de Bx-4/1350 örneğinin XRD deseni görülmektedir. Buradan yararlanılarak en yüksek değer veren yedi pik alınmış bulunan fazlar değerlendirilerek Çizelge 5.6'da gösterilmiştir.

Çizelge 5.6. Bx-4/1350 örneğinin pik değerleri

Örneğin XRD Değerleri				Değerlendirme Sonuçları			
Pik No	2- Θ	d (Å)	% I (cpc)	Oluşan Faz	2- Θ	d (Å)	% I (cpc)
9	32,379	2,7627	100	$BaFe_{12}O_{19}$	32,293	2,7699	100
10	34,323	2,6106	75,5	$BaFe_{12}O_{19}$	34,182	2,6210	88
27	56,760	1,6206	54,1	$BaFe_{12}O_{19}$	56,712	1,6218	46
7	30,523	2,9264	36,5	$BaFe_{12}O_{19}$	30,393	2,9386	56
14	37,297	2,4090	34,4	$BaFe_{12}O_{19}$	37,241	2,4125	45
25	55,258	1,6610	34	$BaFe_{12}O_{19}$	55,163	1,6637	43
17	40,521	2,2244	30,7	$BaFe_{12}O_{19}$	40,422	2,2296	31

Örneklerin XRD analizleri sonucunda elde edilen 2Θ, d(Å), % I değerleri XRD cihazının standart XRD değerleriyle karşılaştırılması sonucu bütün piklerin Baryum Hegza Ferrite ait olduğu belirlenmiştir.



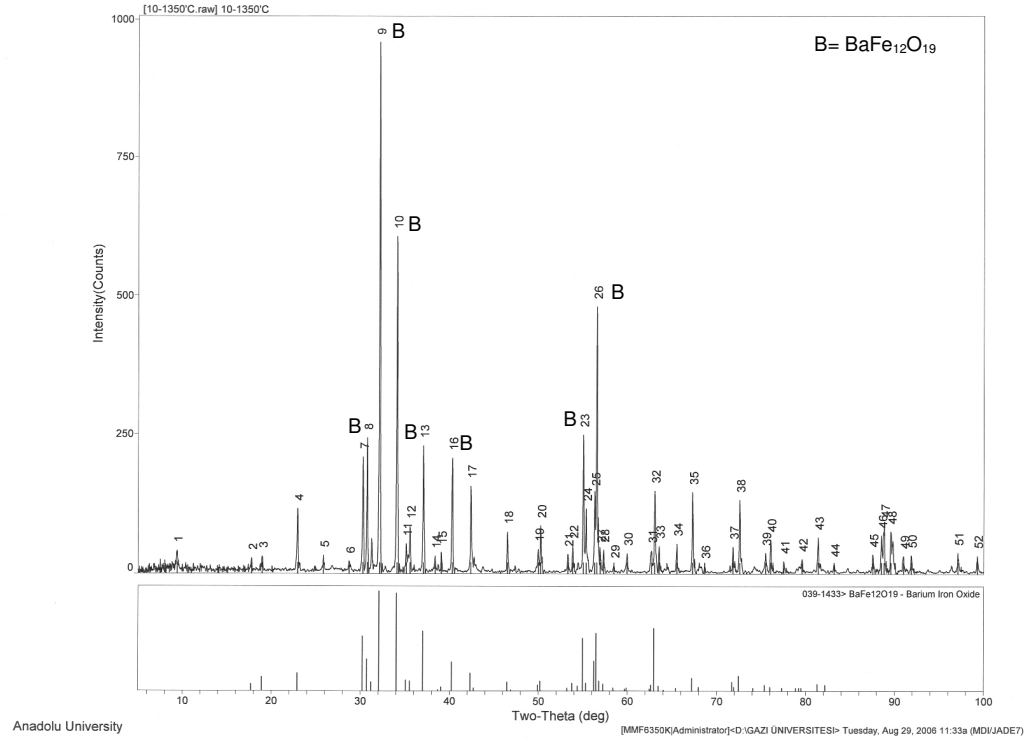
Şekil 5.8. BP-7/1350 örneğinin XRD deseni

Çizelge 5.7. BP-7/1350 örneğinin pik değerleri

Örneğin XRD Değerleri				Değerlendirme Sonuçları			
Pik No	2- Θ	d (Å)	% I (cpc)	Oluşan Faz	2- Θ	d (Å)	% I (cpc)
10	34,778	2,5775	100	$BaFe_{12}O_{19}$	34,790	2,5766	88
8	32,861	2,7233	82,7	$BaFe_{12}O_{19}$	32,858	2,7236	100
25	57,139	1,6107	39,3	Vonsenite	57,188	1,6095	1
6	31,495	2,8382	33,5	Vonsenite	31,472	2,8402	9
29	64,602	1,4415	32,2	$BaFe_{12}O_{19}$	64,522	1,4431	37
5	31,020	2,8806	22,9	$BaFe_{12}O_{19}$	30,915	2,8901	56
15	40,998	2,1997	16,7	$BaFe_{12}O_{19}$	41,174	2,1906	31

Şekil 5.8'de BP-7/1350 örneğinin XRD deseni görülmektedir. Buradan yararlanılarak en yüksek değer veren yedi pik alınmış bulunan fazlar değerlendirilerek Çizelge 5.7'de gösterilmiştir.

Örneklerin XRD analizleri sonucunda elde edilen 2Θ, d(Å), % I değerleri XRD cihazının standart XRD değerleriyle karşılaştırılması sonucu 25 ve 6 nolu piklerin Vonsenite, diğer bütün piklerin Baryum Hegza Ferrite ait olduğu belirlenmiştir. Böylece Bor Fosfat ilaveli örnekte Vonsenite oluşumu gözlenmiştir.



Şekil 5.9. Pb-10/1350 örneğinin XRD deseni

Şekil 5.9'da Pb-10/1350 örneğinin XRD deseni görülmektedir. Buradan yararlanılarak en yüksek değer veren yedi pik alınmış bulunan fazlar değerlendirilerek Çizelge 5.7'de gösterilmiştir.

Örneklerin XRD analizleri sonucunda elde edilen 2Θ, d(Å), % I değerleri XRD cihazının standart XRD değerleriyle karşılaştırılması sonucu bütün piklerin Baryum Hegza Ferrite ait olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 5.8. Pb-10/1350 örneğinin pik değerleri

Örneğin XRD Değerleri				Değerlendirme Sonuçları			
Pik No	2- Θ	d (Å)	% I (cpc)	Oluşan Faz	2- Θ	d (Å)	% I (cpc)
9	32,141	2,7826	100	$BaFe_{12}O_{19}$	32,089	2,7871	100
10	34,082	2,6285	63,3	$BaFe_{12}O_{19}$	34,030	2,6324	98
26	56,540	1,6264	50,6	$BaFe_{12}O_{19}$	56,477	1,6280	58
23	55,022	1,6676	25,9	$BaFe_{12}O_{19}$	54,946	1,6697	53
8	30,761	2,9043	24,3	$BaFe_{12}O_{19}$	30,740	2,9062	32
13	37,042	2,4250	23,6	$BaFe_{12}O_{19}$	36,987	2,4285	60
16	40,297	2,2363	21,3	$BaFe_{12}O_{19}$	40,219	2,2404	29

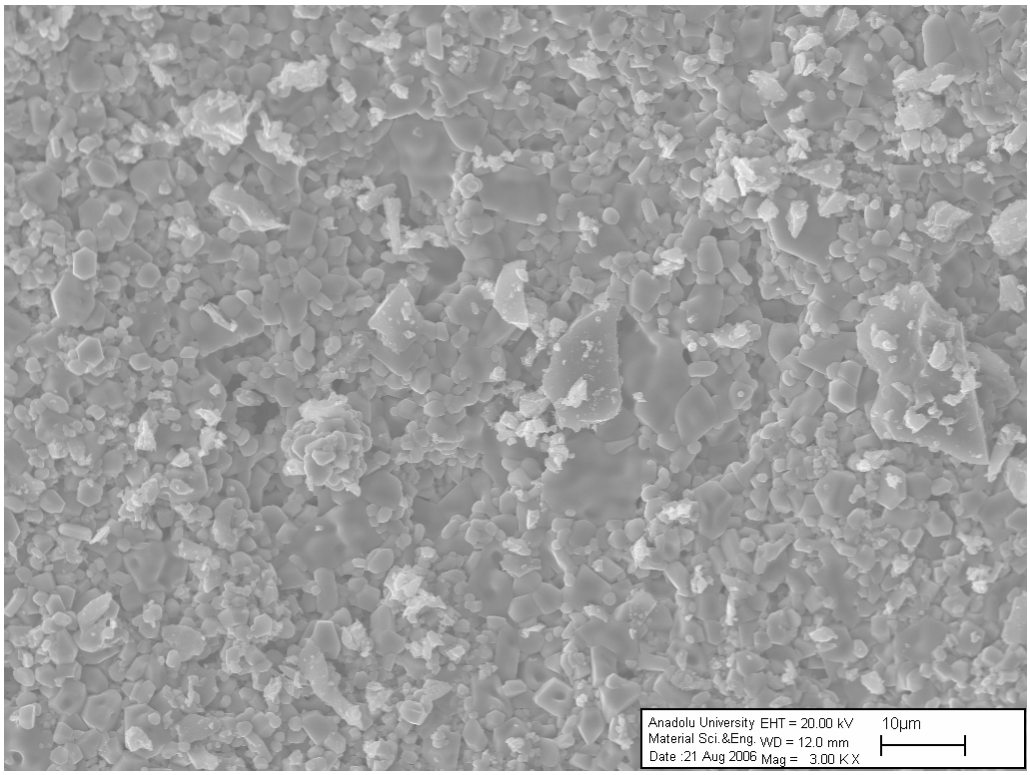
XRD sonuçlarına bakıldığında tüm örneklerde Baryum Hegza Ferrit fazının oluştuğu gözlenmiştir. Borik Asit katkılı örneklerin farklı sıcaklıklarda pişirilmesi sonucu elde edilen XRD desenlerinde en iyi Baryum Hegza Ferrit oluşumunun 1200 °C' de olduğu saptanmıştır. Bu örnekte toplam 52 XRD pikinin 42'si Baryum Hegza Ferrit oluşumunu göstermektedir. Diğer sıcaklıklarda çekilen XRD desenlerinde bu orana kadar yüksek sayıya ulaşılamamıştır. Ancak elde edilen değerler temelde Baryum Hegza Ferrit oluştuğunu göstermektedir. Geriye kalan 10 pik tepkime sonucu oluşan diğer bileşiklere veya tepkimeye girmeyen bileşenlere aittir. Şekil 3.12'de gösterilen $BaO–Fe_2O_3$ faz diyagramı incelendiğinde Baryum Hegza Ferritin 1370 °C'nin altındaki sıcaklıklarda katı-katı fazı olarak oluşabileceği görülmektedir. Şekil 5.8'e bakıldığında Bor Fosfat katkılı bu örnekte ana bileşenin Baryum Hegza Ferrit ve yan bileşenlerin Vonsenite oluştuğu saptanmıştır. Vonsenite kimyasal formülü $Fe_2Fe(BO_3)O_2$ formülüne sahip bir bileşik olup bileşiminde fosfat bulunmamaktadır. Ancak oluşan sıvı fazın analizinde fosforun görülmesi Baryum Ferritin sıvı faz oluşumunu desteklediğini açıklamaktadır.

5.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Noktasal Analiz (EDS) İncelemeleri Sonuçları

SEM ve EDS sonuçları incelenirken öncelikle örneğin 3000 K büyütme oranlı genel SEM görüntüsü verilmiştir. Daha sonra farklı noktalardan alınan EDS analizleri için EDS analizinin yapıldığı noktayı gösteren farklı büyütme oranlarında olan SEM görüntüsü ve altında EDS analizi verilmiştir. EDS analizleri ağırlık yüzdesi incelenmiştir. Son olarak sıcaklık değişimlerindeki değişimi daha net görebilmek için

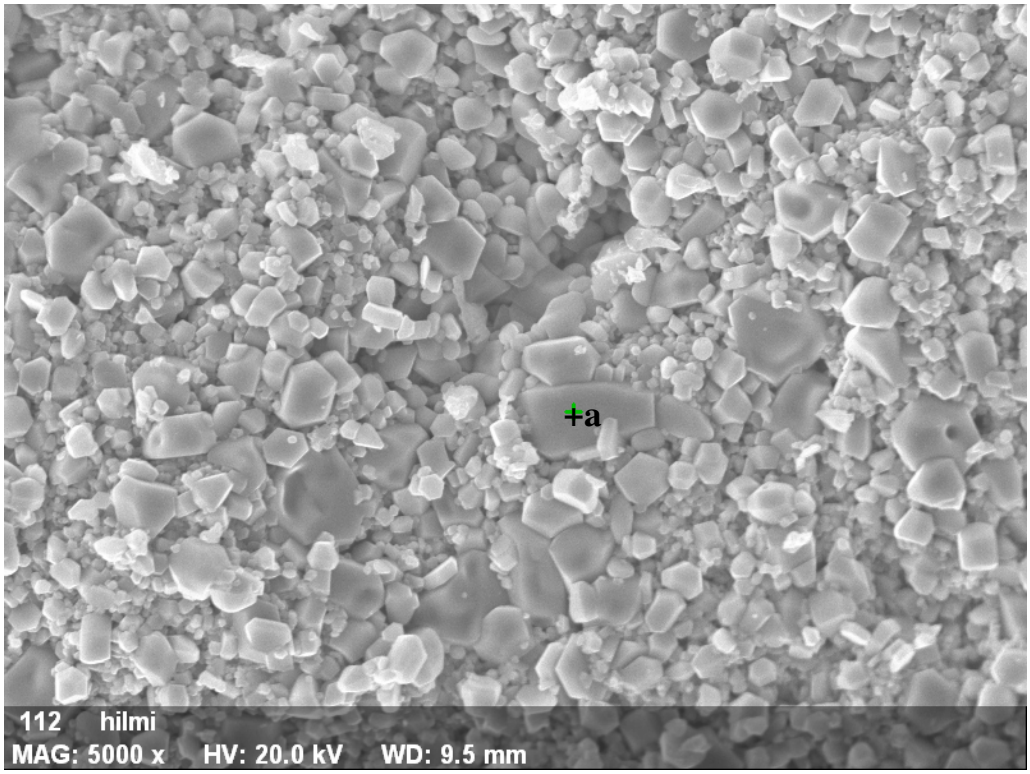
Borik Asit katkılı farklı sıcaklıkta sinterlenmiş örneklerin SEM görüntüleri bir arada verilmiştir.

Resim 5.1'de 1100 ° C'de sinterlenmiş % 3 ağırlık oranında borik asit ilave edilmiş Bo-1/1100 örneğinin SEM fotoğrafı görülmektedir.

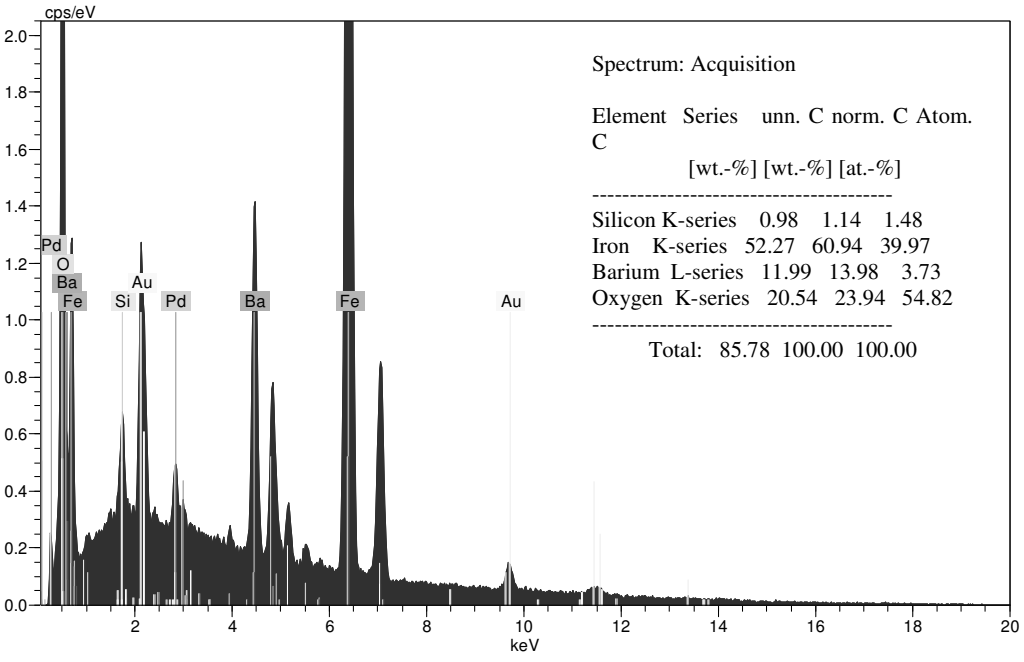


Resim 5.1. Bo-1/1100 örneğinin SEM görüntüsü

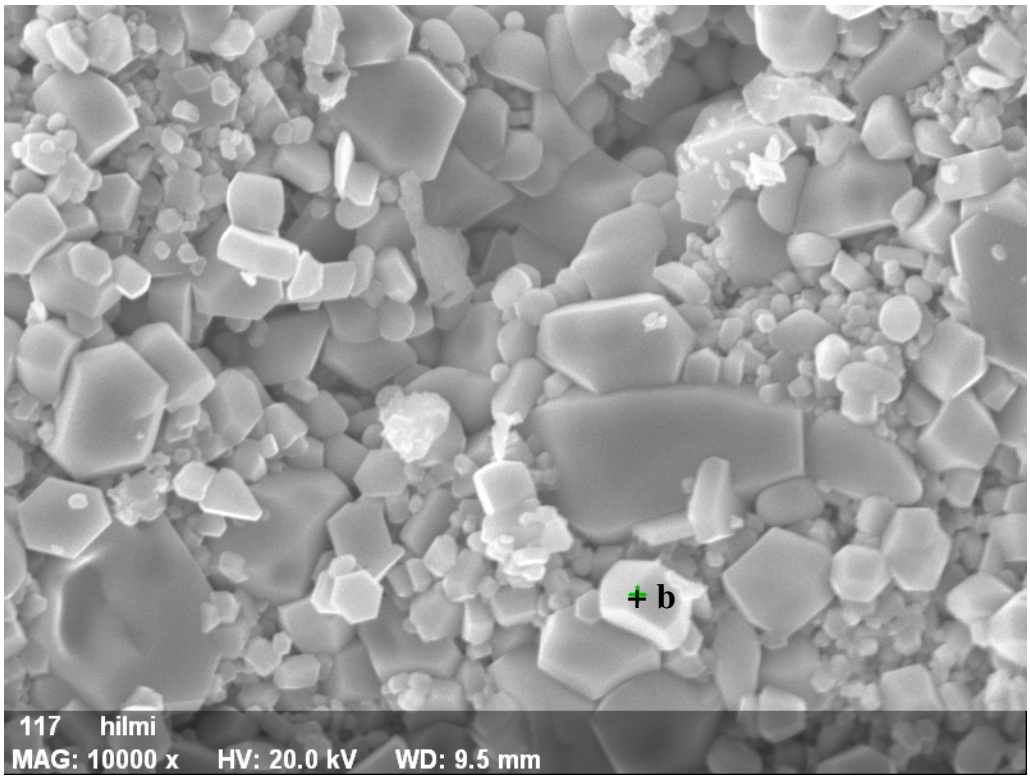
Resim 5.1 incelendiğinde tanelerin ayrı ayrı durduğu henüz birleşmenin olmadığı gözlenmektedir. Bununla birlikte bazı noktalarda çok az da olsa yakınlaşma ve birleşme görülmektedir. Buradan hareketle 1100 °C'de örneğin henüz sinterlemenin başlangıç aşamasında olduğu söylenebilir. Örneğin noktasal analiz çalışmaları için çekilmiş SEM fotoğrafları Resim 5.2 ve 5.3'te görülmektedir. Şekil 5.10 ve 5.1'de ise bu resimlerin noktasal analizleri görülmektedir.



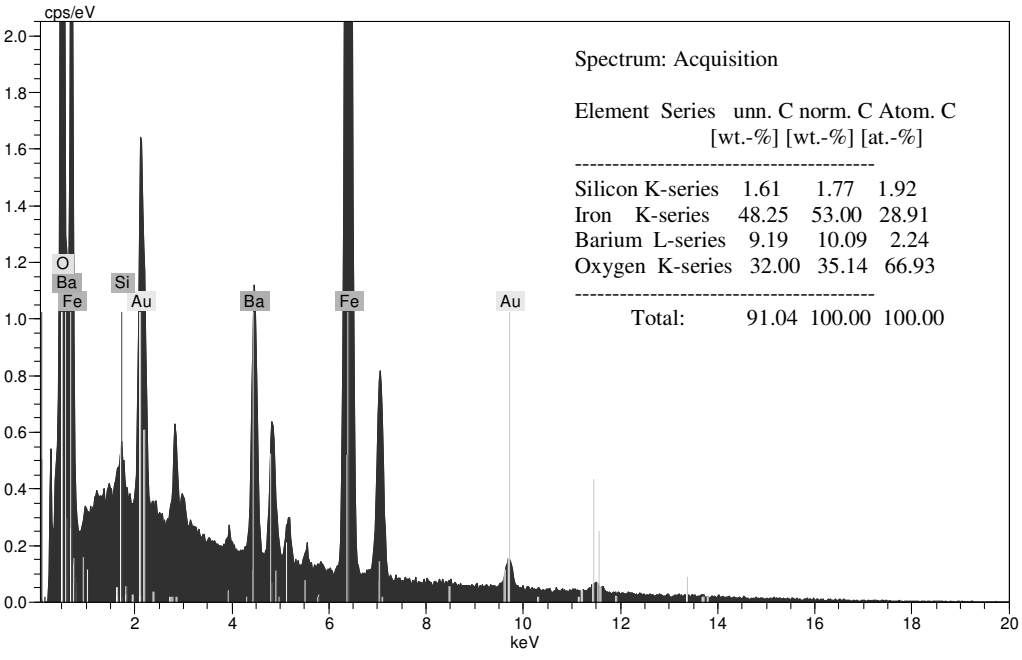
Resim 5.2. Bo-1/1100 örneğinin (a) noktasından SEM görüntüsü



Şekil 5.10. Bo-1/1100 örneğinin (a) noktasından EDS analizi

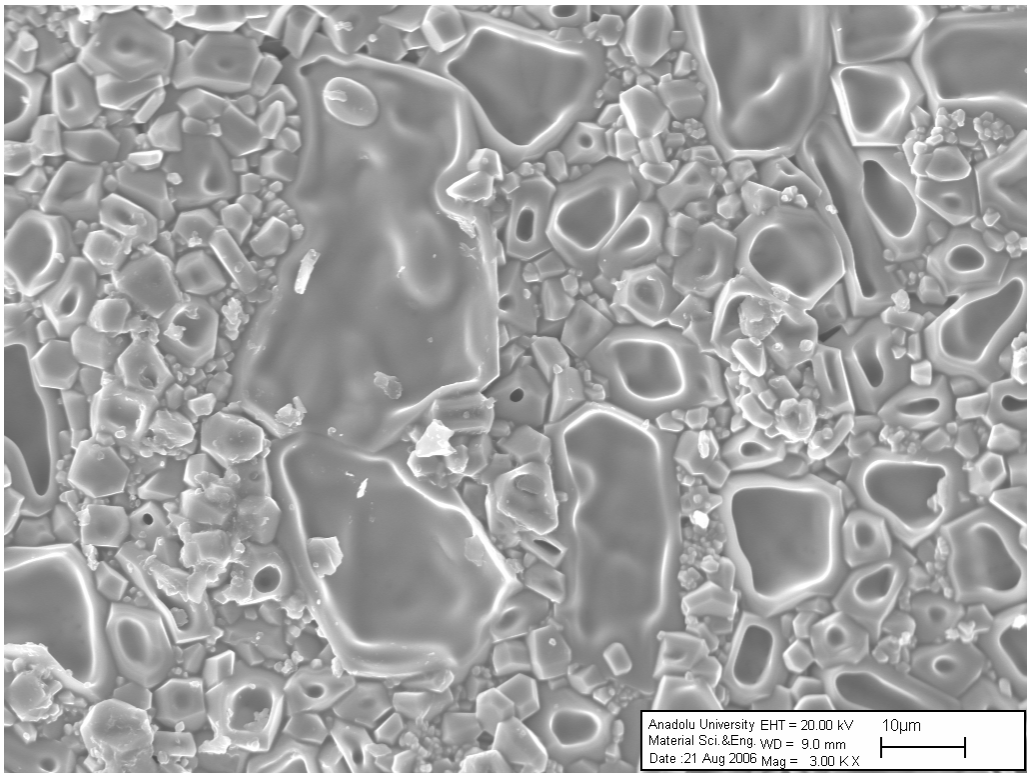


Resim 5.3. Bo-1/1100 örneğinin (b) noktasından SEM görüntüsü



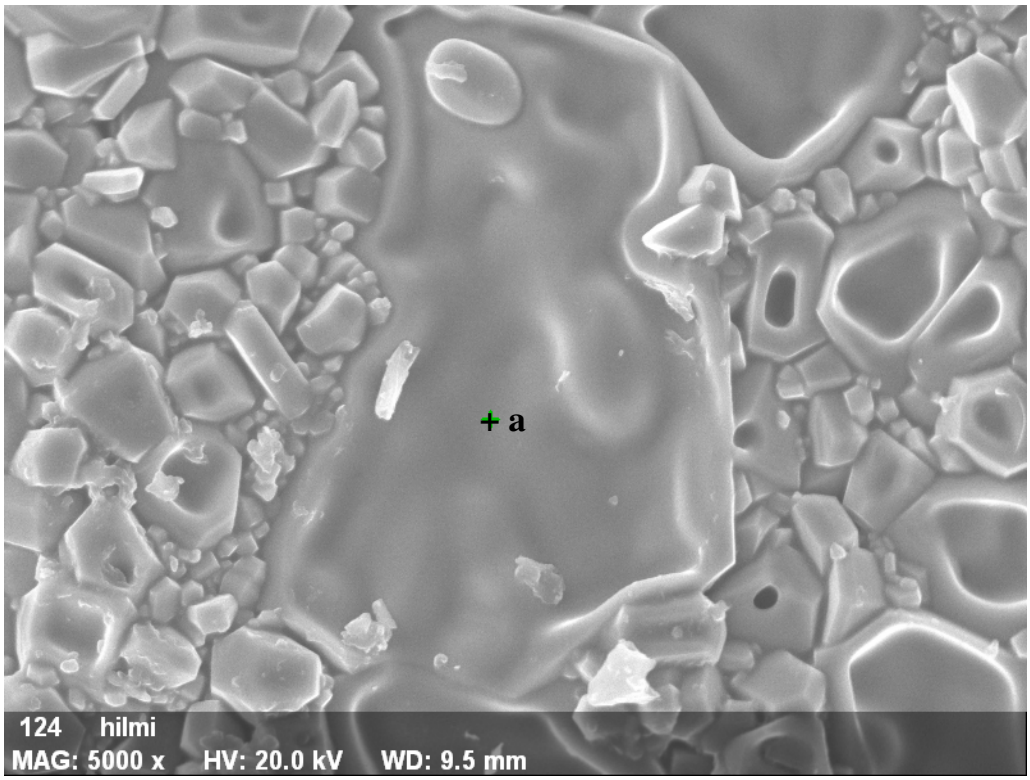
Şekil 5.11. Bo-1/1100 örneğinin (b) noktasının EDS analizi

Resim 5.2 ve 5.3'deki a ve b noktalarından alınan Şekil 5.10 ve 5.11'de verilen EDS analizleri incelendiğinde a noktasının % 61 Demir, ve % 24 Oksijen ve % 14 Baryumdan oluştuğu görülmektedir. % 1 oranında görülen Silikonun fırın yüzeyinden bulaştığı düşünülmektedir. Benzer şekilde b noktasında da oranlar % 53 Demir % 35 Oksijen ve % 10 Baryumdur. Yine yaklaşık % 2 oranında silikona rastlanmıştır.

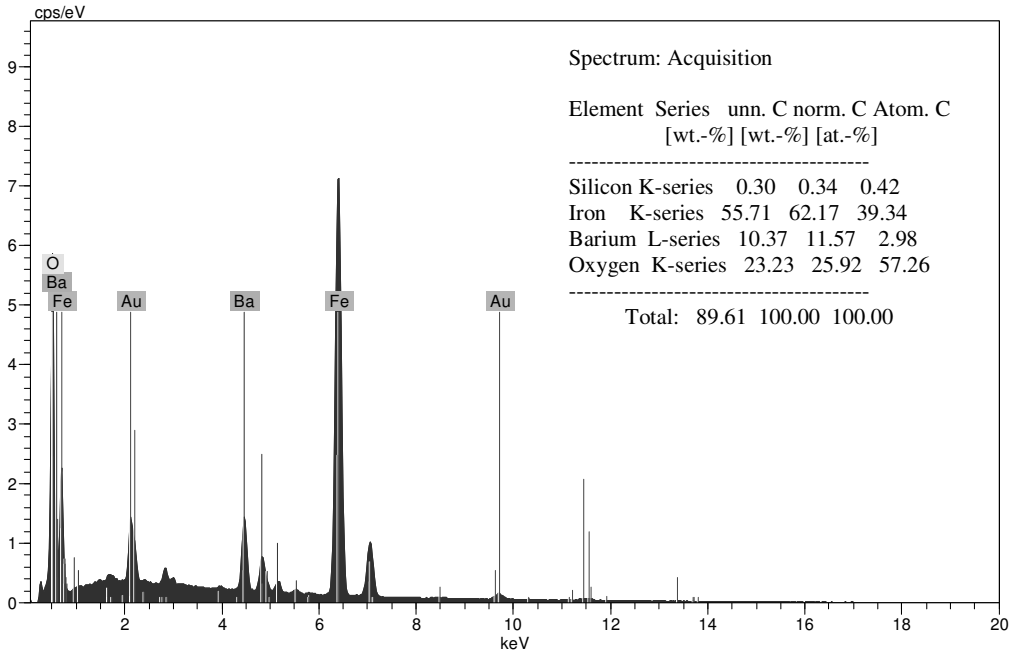


Resim 5.4. Bo-1/1200 örneğinin SEM görüntüsü

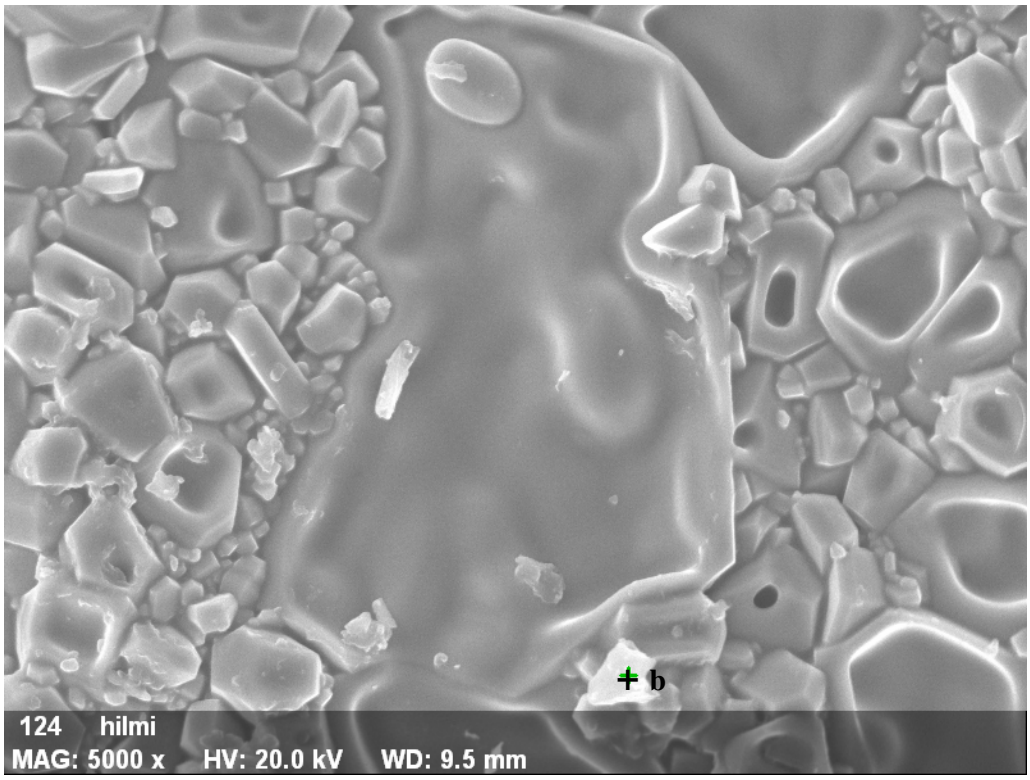
Resim 5.4'de 1200 ° C'de sinterlenmiş % 3 ağırlık oranında Borik Asit ilave edilmiş Bo-1/1200 örneğinin SEM fotoğrafı görülmektedir. Resim 5.4 incelendiğinde Sinterlemenin başladığı ve taneler arası boşlukların kapanmaya başladığı görülmektedir. Ancak örneğin tamamına henüz nüfuz etmiş değildir. Resim 5.5, 5.6 ve 5.7'de Bo-1/1200 örneğinin EDS analizleri alınan SEM görüntüleri verilmiştir. Bu resimlerin EDS analizleri sırasıyla Şekil 5.12, 5.13 ve 5.14'de verilmiştir.



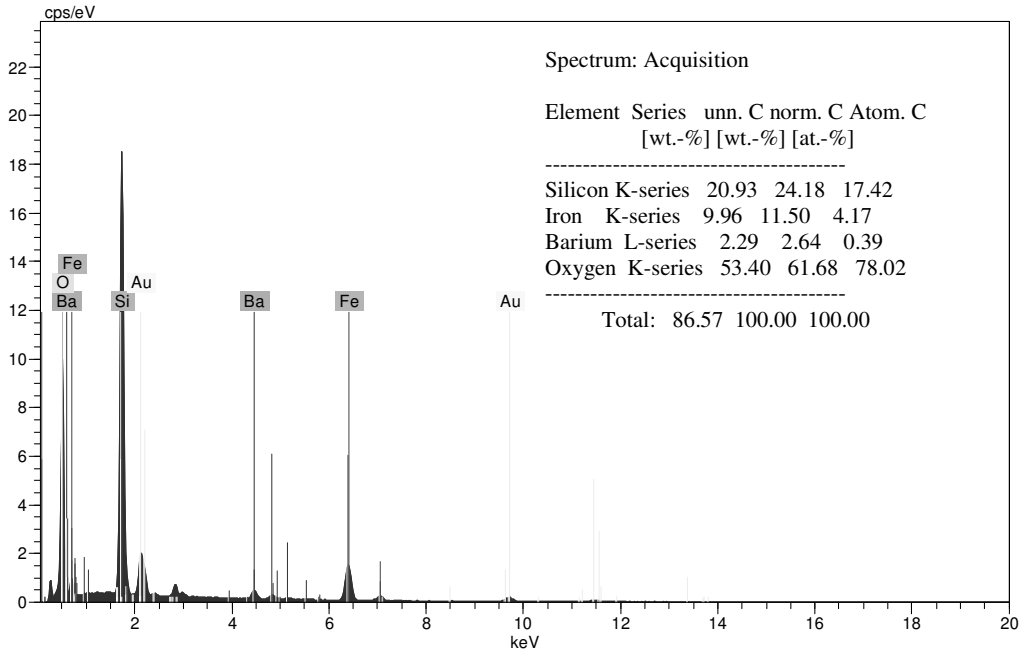
Resim 5.5. Bo-1/1200 örneğinin (a) noktasından SEM görüntüsü



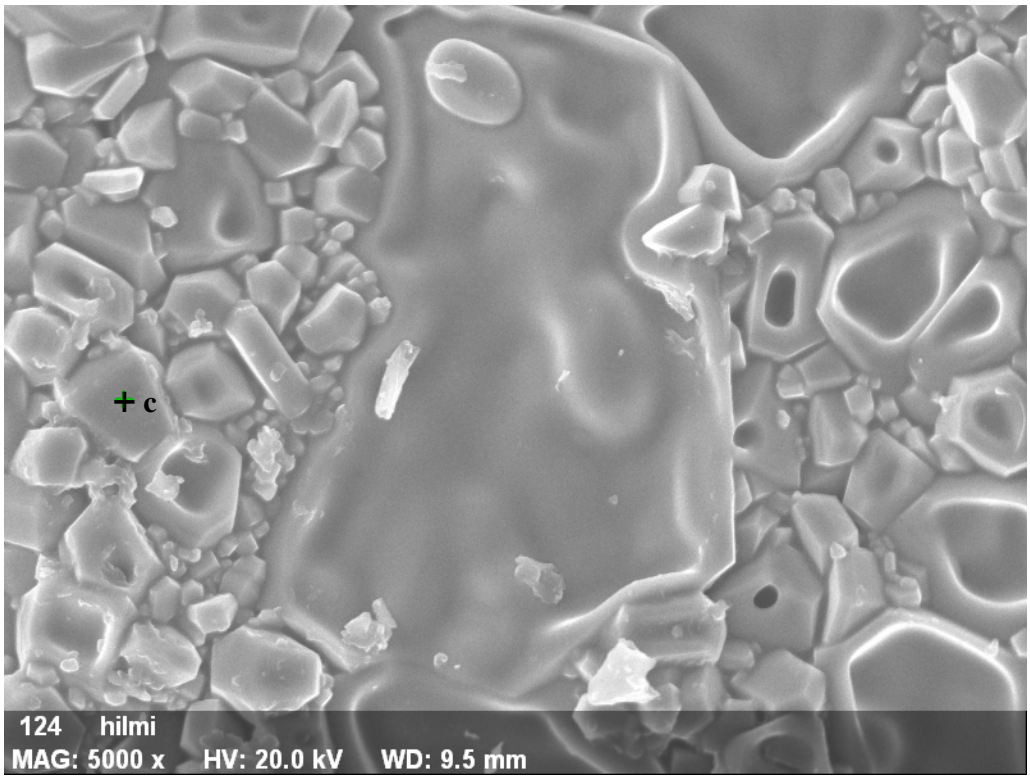
Şekil 5.12. Bo-1/1200 örneğinin (a) noktasının EDS analizi



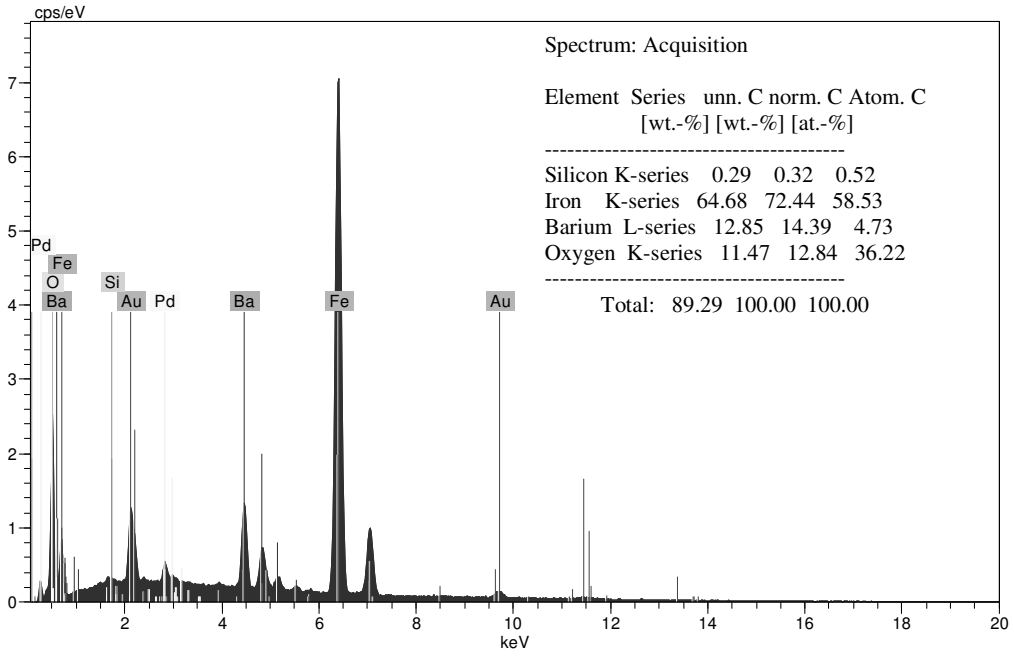
Resim 5.6. Bo-1/1200 örneğinin (b) noktasından SEM görüntüsü



Şekil 5.13. Bo-1/1200 örneğinin (b) noktasının EDS analizi



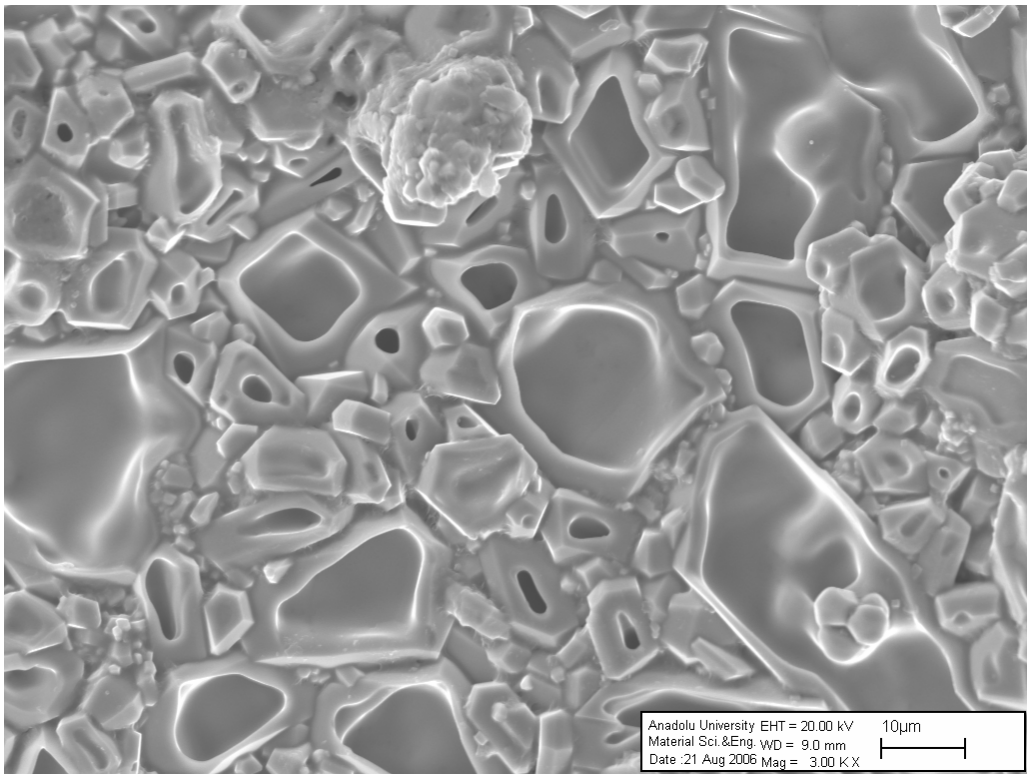
Resim 5.7. Bo-1/1200 örneğinin (c) noktasından SEM görüntüsü



Şekil 5.14. Bo-1/1200 örneğinin (c) noktasının EDS analizi

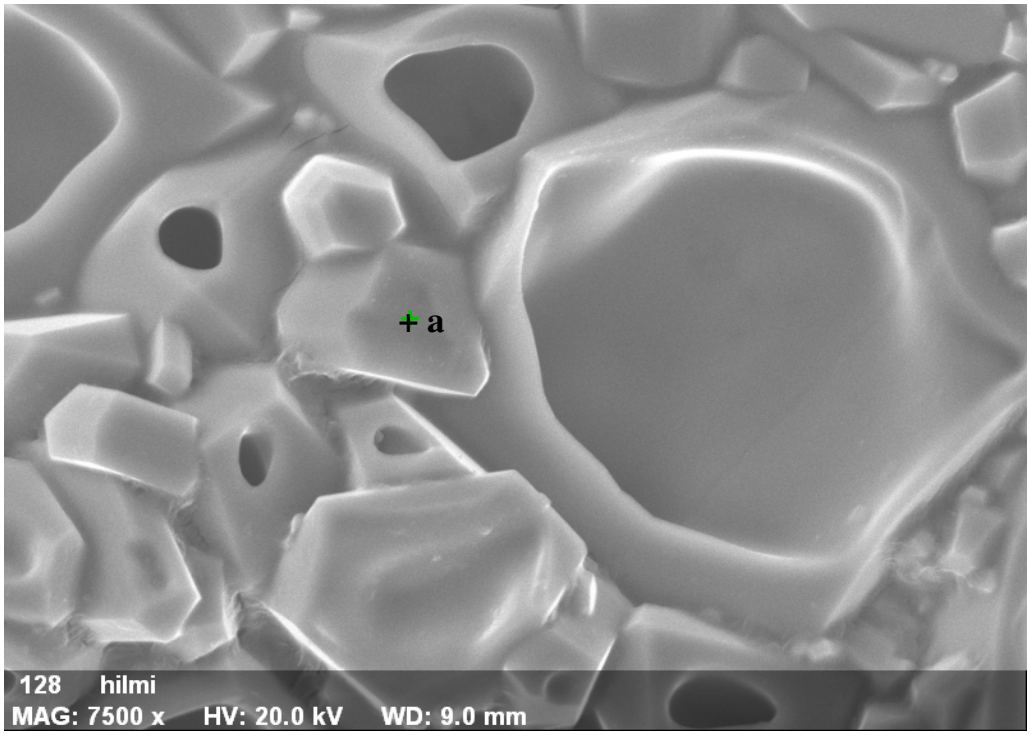
Resim 5.5, 5.6 ve 5.7'deki a, b ve c noktalarından alınan Şekil 5.12, 5.13 ve 5.14'de verilen EDS analizleri incelendiğinde a noktasının % 62 Demir, ve % 26 Oksijen ve % 12 Baryumdan oluştuğu görülmektedir. b noktasında oranlar % 62 Oksijen % 24 Silikon % 12 Demir ve % 0,5 Baryum şeklindedir. Burada analiz alınan nokta genel yapıdan farklılık arz etmektedir. Sonuçlara da bu farklılık Silikon olarak yansımıştır. Bu silikonun fırın yüzeyinden bulaştığı ve yüzeysel olduğu düşünülmektedir. c noktasında ise % 72 Demir, % 13 Oksijen ve % 14 Baryum görülmektedir. Bu noktada Oksijen miktarı düşerken Demir miktarında artış gözlenmektedir. Bu nedenle bir miktar Demirin reaksiyona girmemiş olduğu düşünülmektedir.

Resim 5.8'de 1250 ° C'de sinterlenmiş % 3 ağırlık oranında borik asit ilave edilmiş Bo-1/1250 örneğinin SEM fotoğrafı görülmektedir.

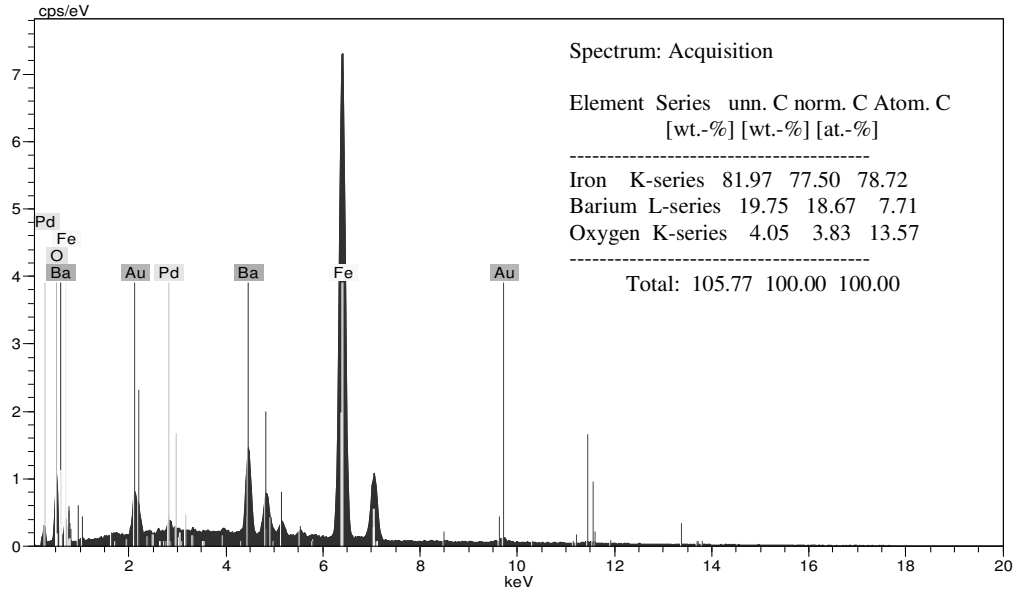


Resim 5.8. Bo-1/1250 örneğinin SEM görüntüsü

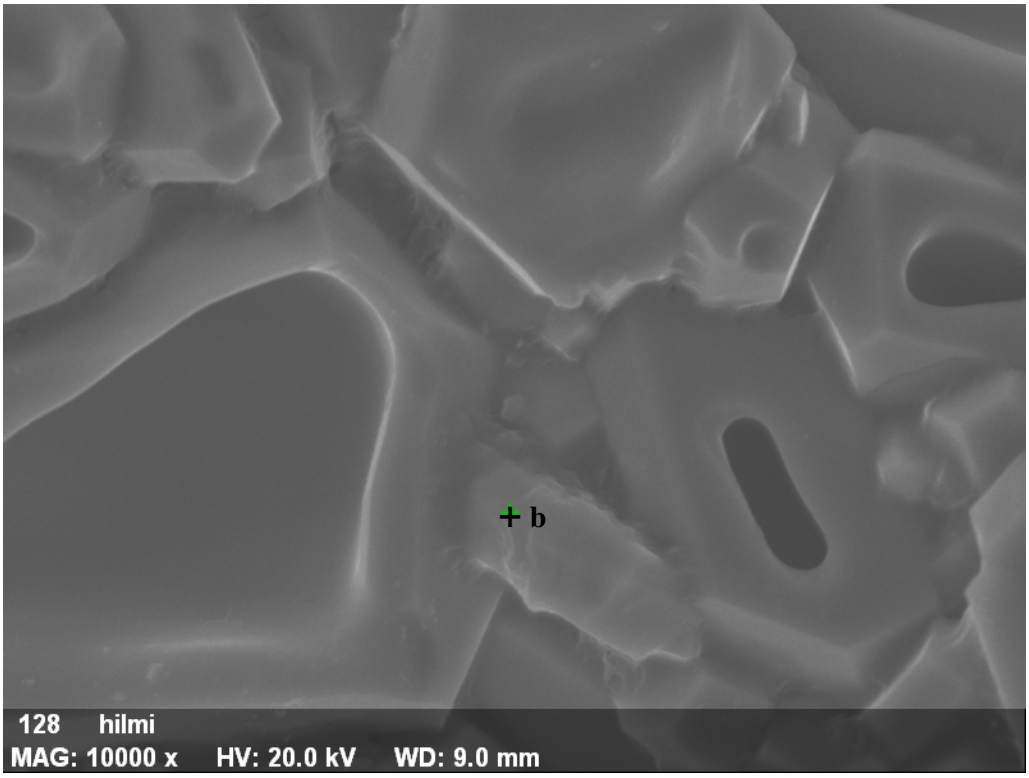
Resim 5.8 incelendiğinde tane sınırlarının belirginliğinin yanında tanelerin köşegenlerinin yuvarlaklaşmaya başladığı görülmektedir. Sinterlemenin bazı noktalarda başladığı gözlenmektedir. Yapının gözenekliliği çok olmakla birlikte kapanmaya başlayan gözenekler mevcuttur. Bo-1/1250 örneğine ait çeşitli noktalardan alınmış SEM görüntüleri Resim 5.9 ve 5.10'de verilmiştir. Bu resimlerde belirtilen (a) ve (b) noktalarından EDS analizleri alınmıştır. EDS analizleri Şekil 5.15 ve 5.16'da verilmiştir. Noktaların daha net görülebilmeleri için EDS analizleri alınan SEM görüntülerinin büyültme oranı genel görüntü alınan SEM resimlerinden farklılık arzetmektedir. Büyültme oranı EDS analizi alınmak istenen noktanın yerine bağlı olarak değişmektedir.



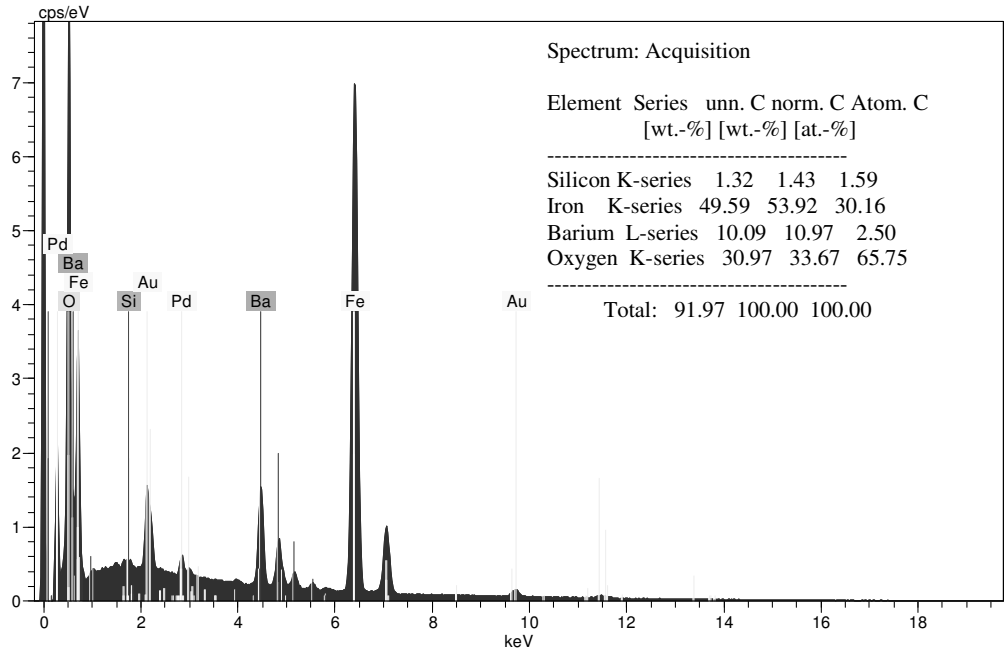
Resim 5.9. Bo-1/1250 örneğinin (a) noktasından SEM görüntüsü



Şekil 5.15. Bo-1/1250 örneğinin (a) noktasının EDS analizi



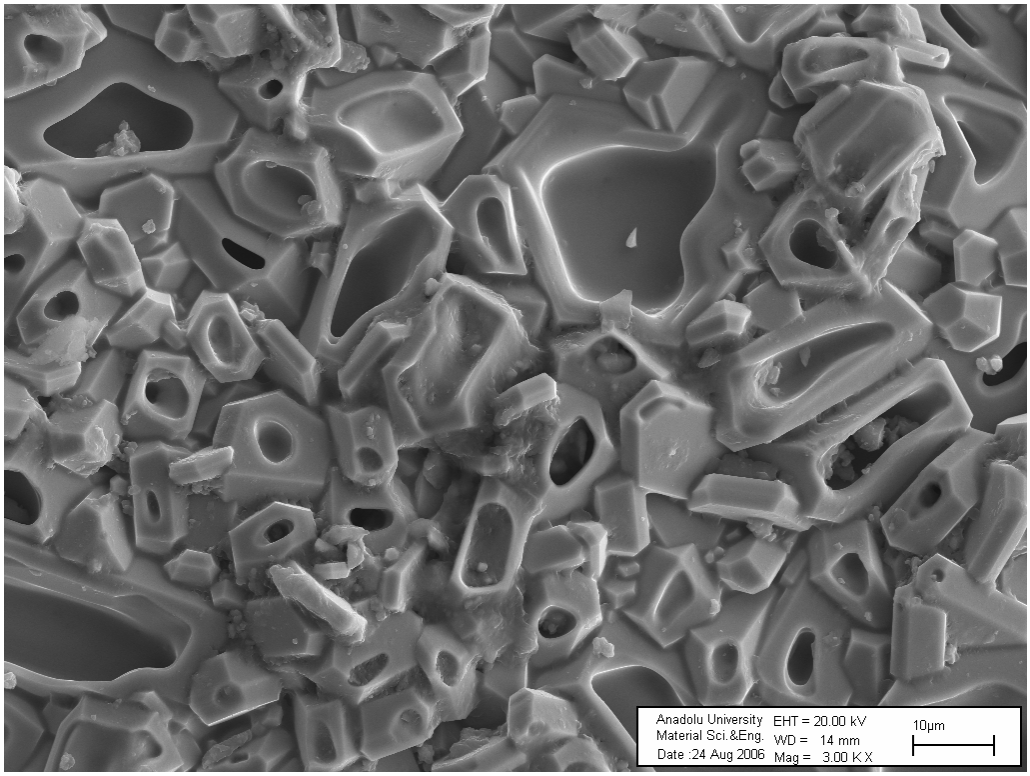
Resim 5.10. Bo-1/1250 örneğinin (b) noktasından SEM görüntüsü



Şekil 5.16. Bo-1/1250 örneğinin (b) noktasının EDS analizi

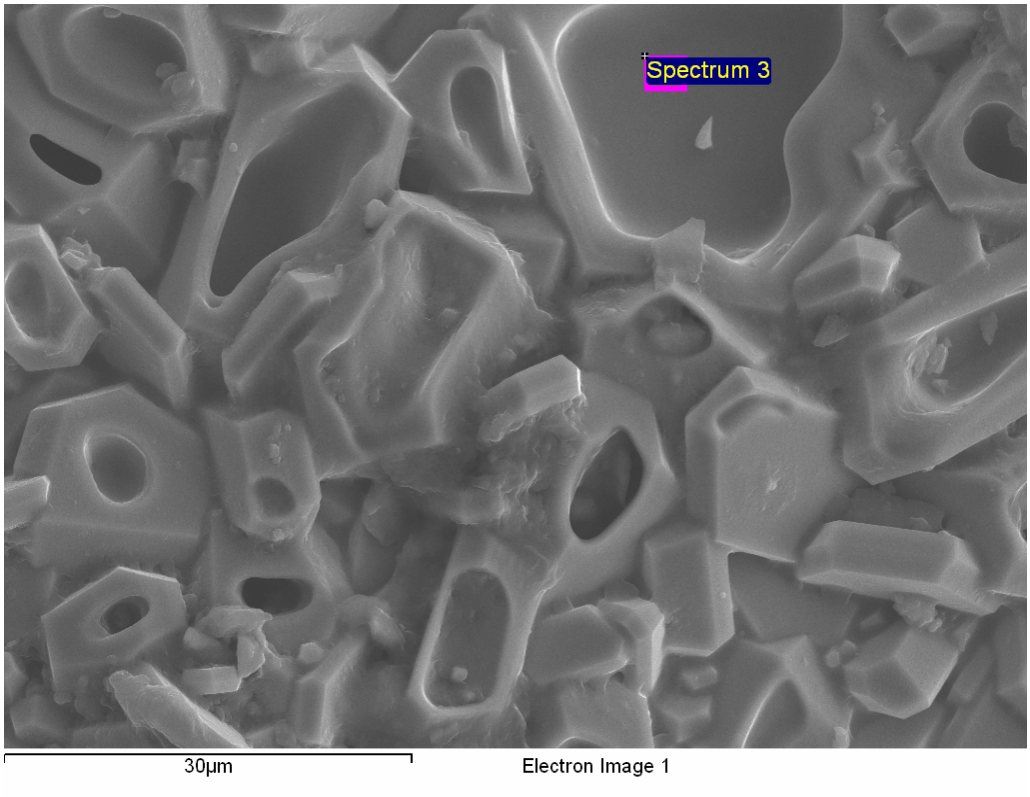
Resim 5.9 ve 5.10'daki a ve b noktalarından alınan Şekil 5.15 ve 5.16'da verilen EDS analizleri incelendiğinde a noktasının % 78 Demir, % 4 Oksijen ve % 19 Baryumdan oluştuğu görülmektedir. b noktasında oranlar % 34 Oksijen, % 54 Demir ve % 11 Baryum ve % 1 silikon şeklindedir.

Resim 5.11'de 1300 °C'de sinterlenmiş % 3 ağırlık oranında Borik Asit ilave edilmiş Bo-1/1300 örneğinin SEM fotoğrafı görülmektedir. Resim 5.11 incelendiğinde tanelerin belirginliği dikkat çekmektedir. Sinterleme devam etmektedir. Ancak 1200 °C ve 1250 °C de gözlenen gözenekliliğin azalmasının aksine burada gözeneklilik miktarında artış görülmektedir. Sinterlemenin orta aşamasında olunduğu ve bu aşamanın sonunda gözlenen gaz çıkışının bu duruma sebep olduğu söylenebilir. 1300 °C'de gaz çıkışından kaynaklı gözenekliliğin artması gözlenmiştir.

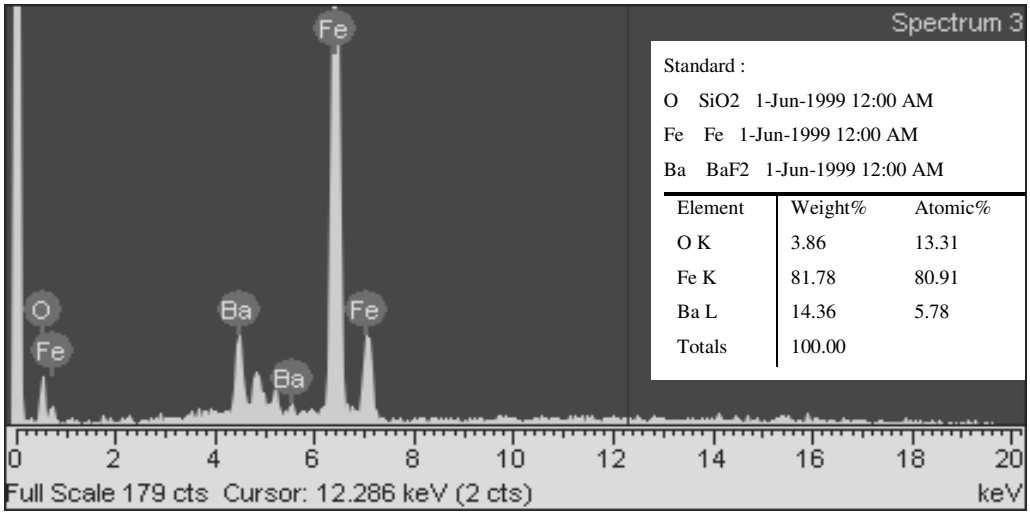


Resim 5.11. Bo-1/1300 örneğinin SEM görüntüsü

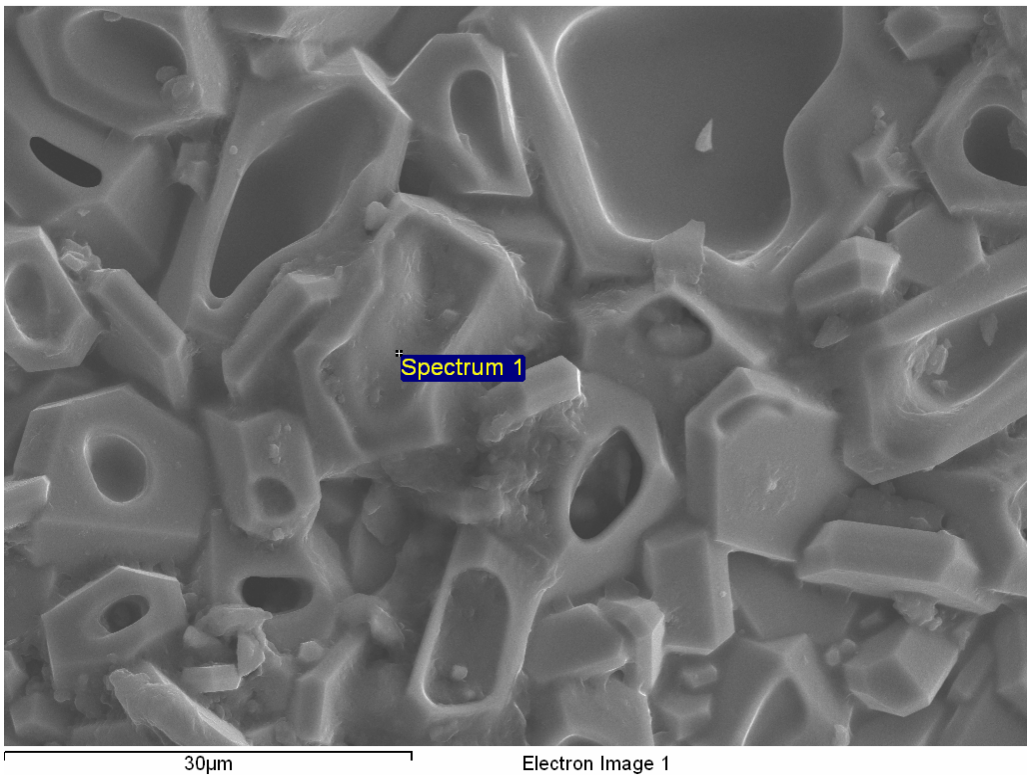
Bo-1/1300 örneğine ait EDS analizleri için çeşitli bölgelerden çekilen SEM görüntüleri Resim 5.12, 5.13 ve 5.14'de verilmiştir. Bu resimlerdeki (3), (1) ve (2) noktalarından alınan EDS analizleri sırasıyla 5.17, 5.18 ve 5.19'da gösterilmiştir. EDS görüntülerinin bir önceki analizden farklı görüntülenmesi daha önce de belirtildiği üzere cihazda meydana gelen arızadan dolayı analiz cihazının değiştirilmesinden kaynaklanmaktadır. Analiz cihazı bir önceki cihazla tamamen aynı özelliklere sahip olup yalnızca çıktılarını farklı görüntülemekte ve noktaları farklı isimlendirmektedir. Bu nedenle bundan sonraki EDS analizlerinde harf yerine noktalar numara ile tanımlanmıştır. Numaralandırma esnasında da cihaz farklı sıralamalar yapmıştır.



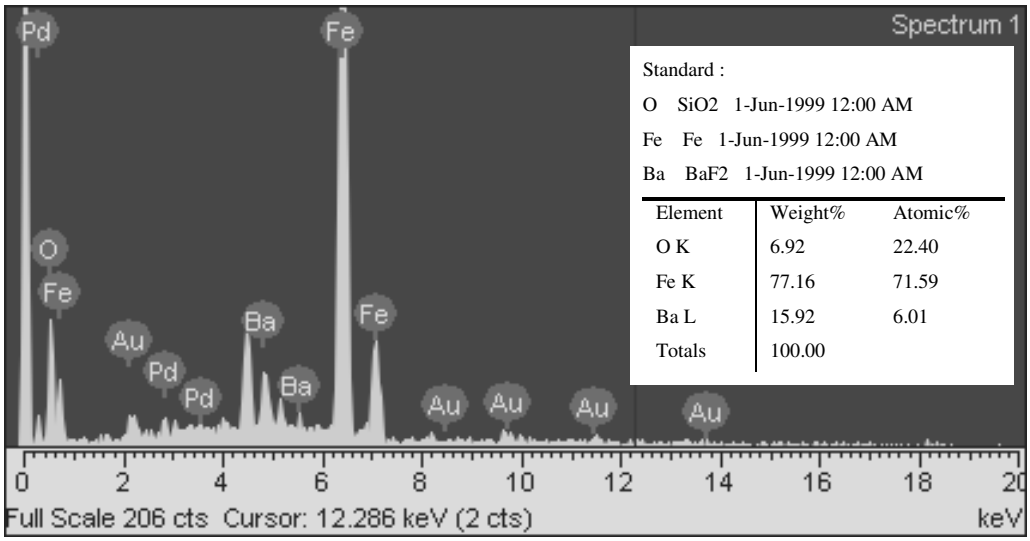
Resim 5.12. Bo-1/1300 örneğinin 3 noktasının SEM görüntüsü



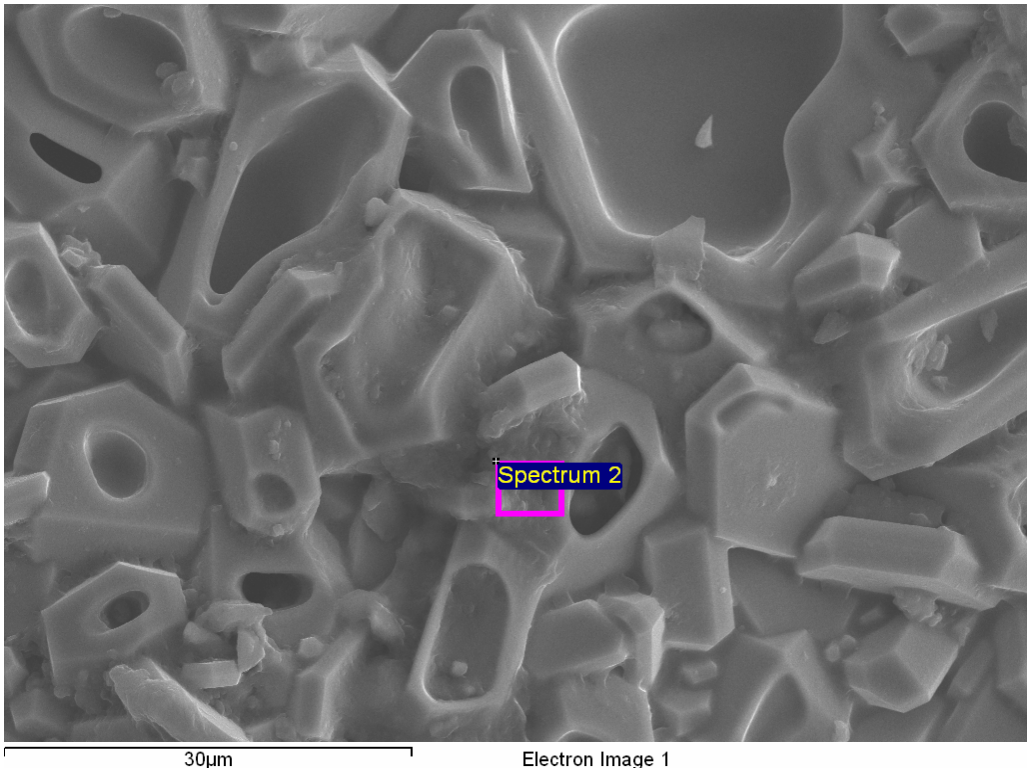
Şekil 5.17. Bo-1/1300 örneğinin (3) noktasının EDS analizi



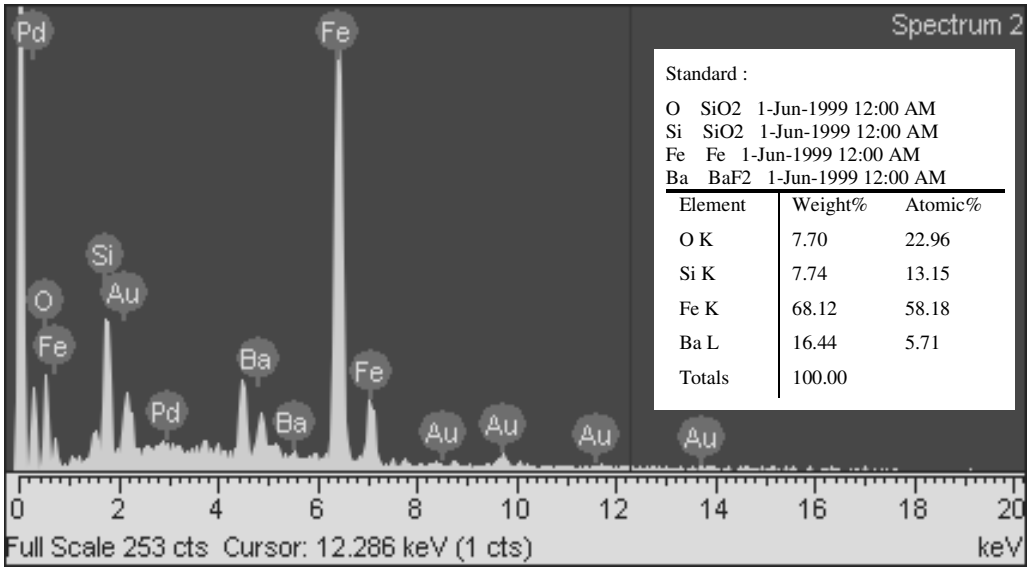
Resim 5.13. Bo-1/1300 örneğinin 1 noktasının SEM görüntüsü



Şekil 5.18. Bo-1/1300 örneğinin (1) noktasının EDS analizi



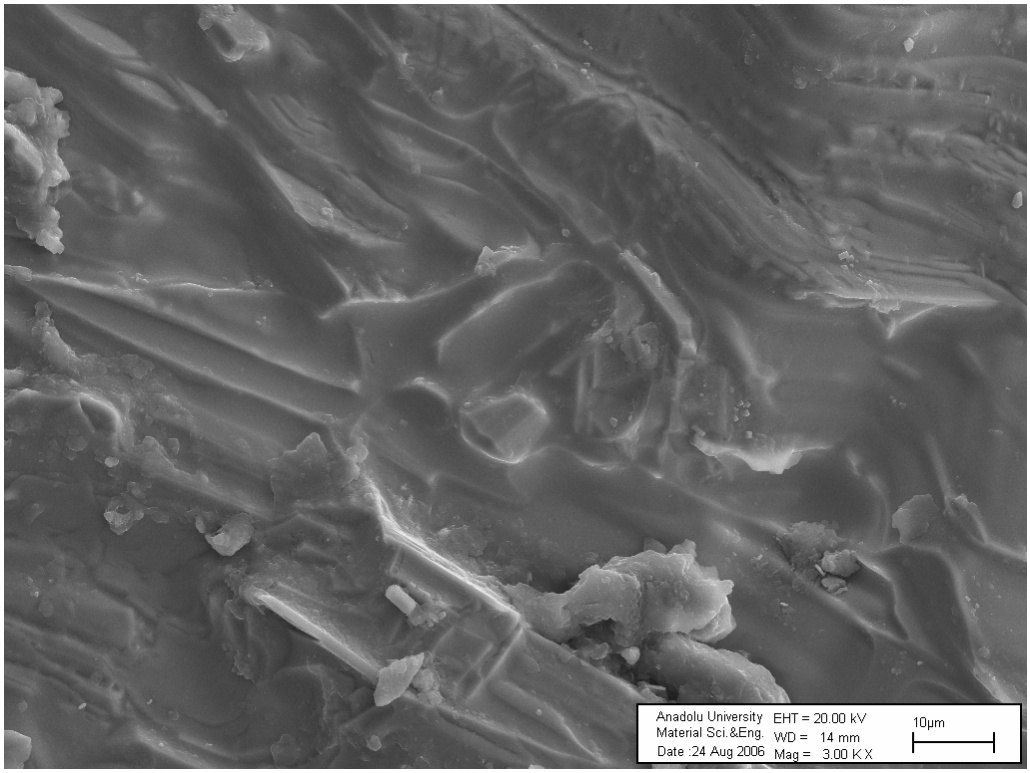
Resim 5.14. Bo-1/1300 örneğinin (2) noktasının SEM görüntüsü



Şekil 5.19. Bo-1/1300 örneğinin (2) noktasının EDS analizi

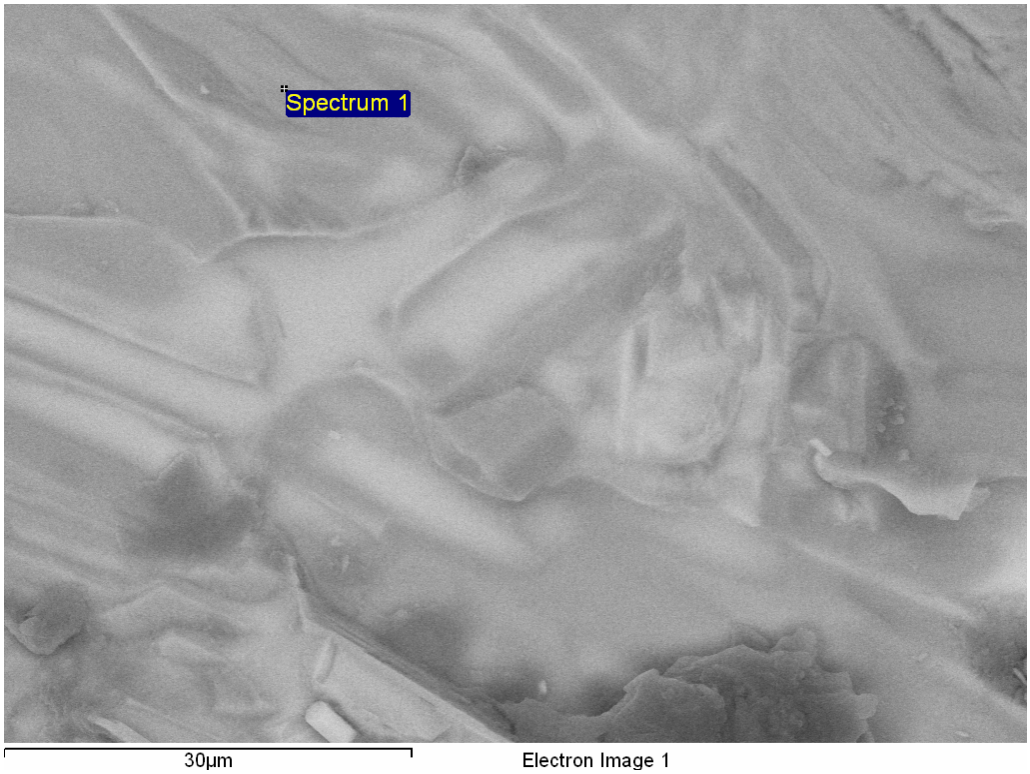
Resim 5.12, 5.13 ve 5.14'deki 1, 2 ve 3 noktalarından alınan Şekil 5.1, 5.18 ve 5.19'da verilen EDS analizleri incelendiğinde 1 noktasının % 77 Demir, % 16 Baryum ve % 7 Oksijenden oluştuğu görülmektedir. 2 noktası % 68 Demir, % 16 Baryum ve % 8 Oksijenden oluşmaktadır. 2 noktasında fırın yüzeyinden bulaştığı düşünülen daha önceki örneklerde de görülen silikona % 8 oranında rastlanmıştır. 3 noktasında ise % 82 Demir, % 14 baryum ve % 4 oksijen saptanmıştır. Demir miktarının artış gösterirken Oksijen miktarında düşüş görülür. Reaksiyona girmemiş Demir olduğu düşünülmektedir. Silikona bu noktada rastlanmamıştır.

Resim 5.15'de 1350 ° C'de sinterlenmiş % 3 ağırlık oranında borik asit ilave edilmiş Bo-1/1350 örneğinin SEM fotoğrafı görülmektedir.

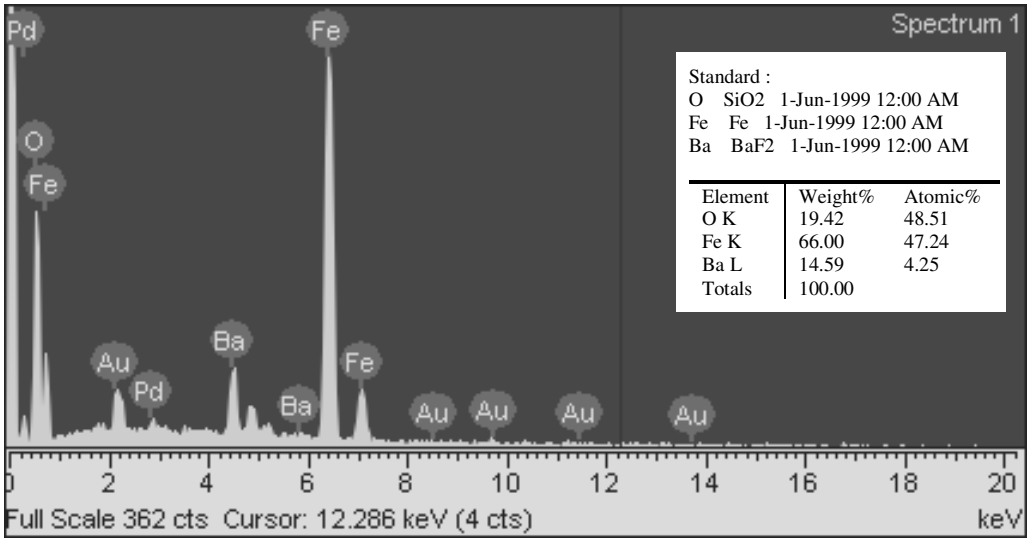


Resim 5.15. Bo-1/1350 örneğinin SEM görüntüsü

Resim 5.15 incelendiğinde 1300 °C'de sinterlenen örnekte belirgin olan tanelerin yok olduğu birleşmenin sağlandığı görülmektedir. Aşağıda Bo-1/1350 örneğine ait çeşitli noktalardan alınmış SEM görüntüleri ve EDS analizleri verilmiştir.



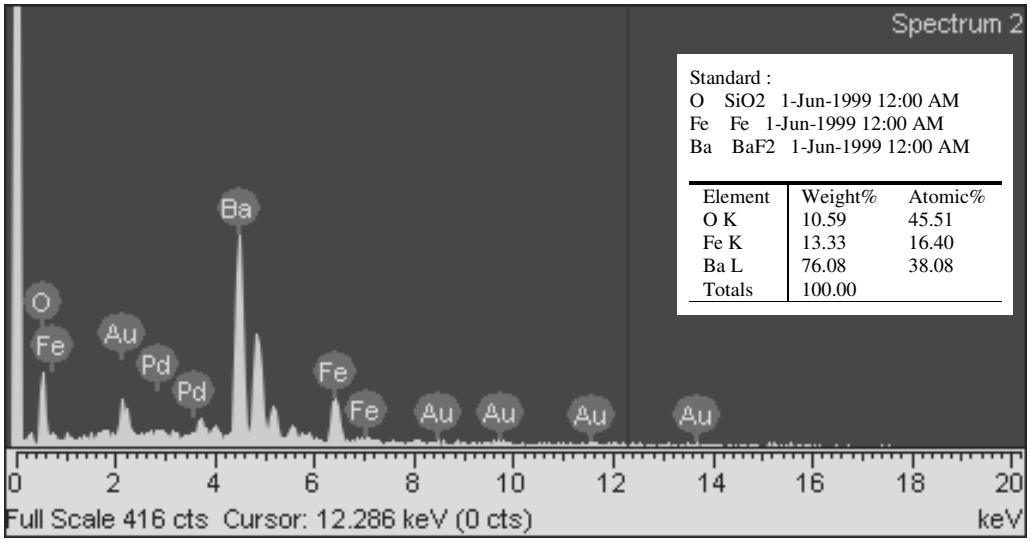
Resim 5.16. Bo-1/1350 örneğinin (1) noktasının SEM görüntüsü



Şekil 5.20. Bo-1/1350 örneğinin (1) noktasının EDS analizi



Resim 5.17. Bo-1/1350 örneğinin (2) noktasının SEM görüntüsü

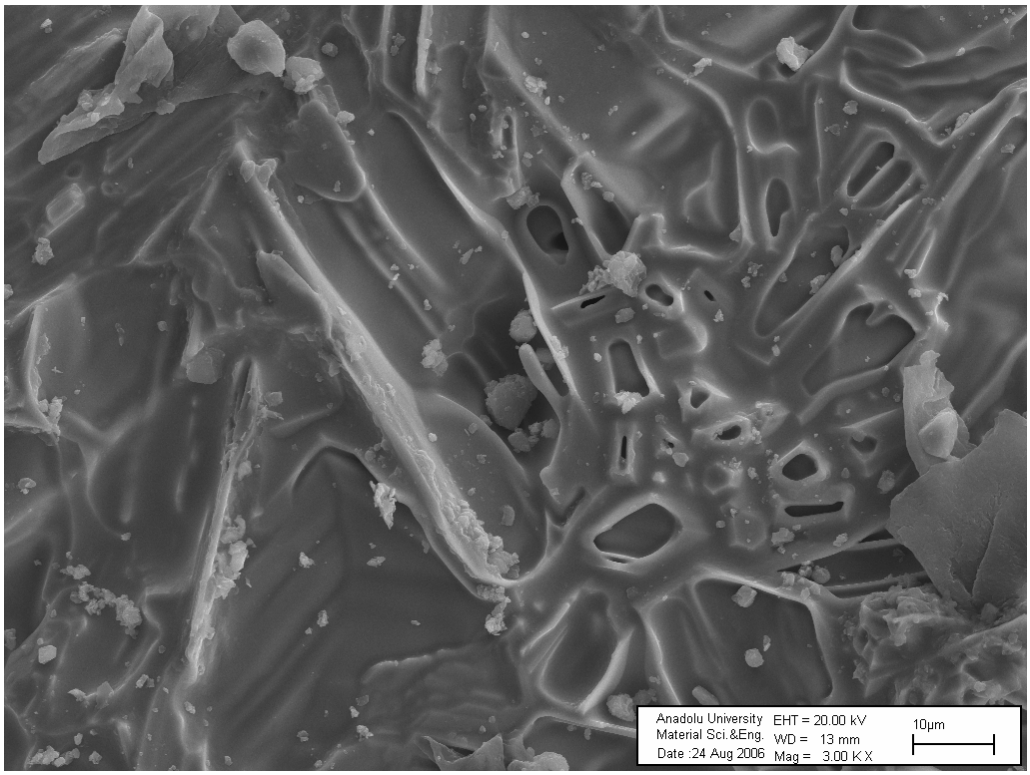


Şekil 5.21. Bo-1/1350 örneğinin (2) noktasının EDS analizi

Resim 5.16 ve 5.17'deki 1 ve 2 noktalarından alınan ve Şekil 5.20 ve 5.21'de verilen EDS analizleri incelendiğinde 1 noktasının % 66 Demir, % 19 Oksijen ve % 15

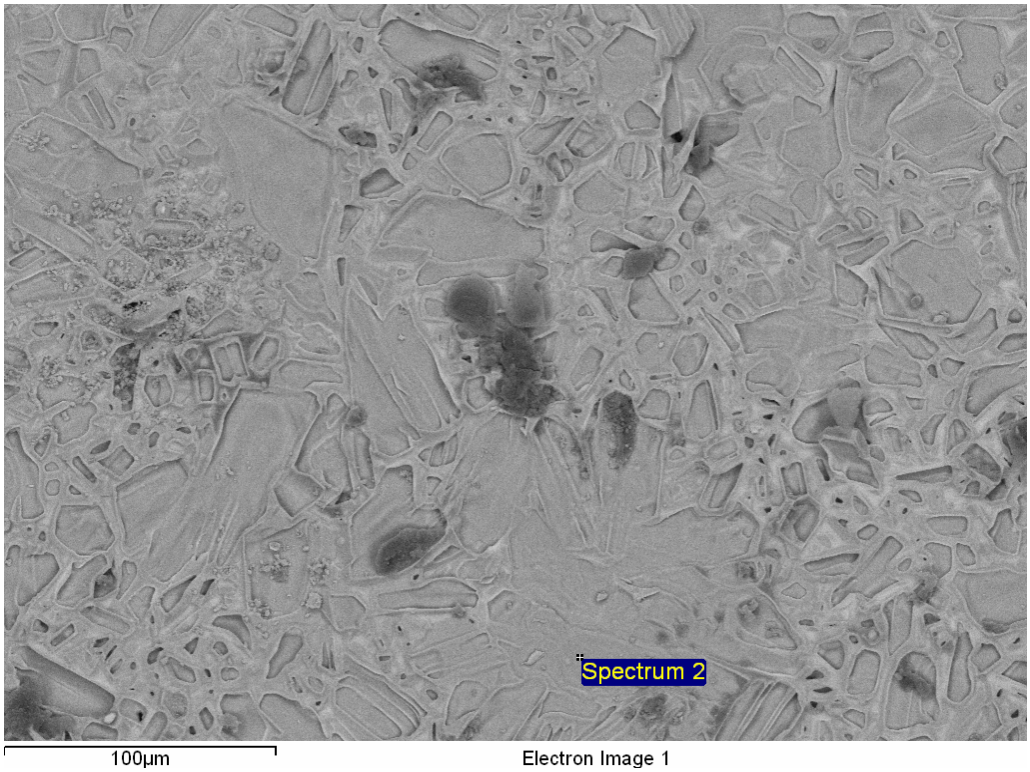
Baryumdan oluştuğu görülmektedir. 2 noktası, % 76 Baryum, % 13 Demir ve % 11 Oksijenden oluşmaktadır. Bu noktada Baryum miktarı oldukça yüksek oranda çıkmıştır. Bu durumun reaksiyona girmemiş Baryumdan kaynaklanabileceği düşünülmektedir.

Resim 5.18'de 1350 ° C'de sinterlenmiş % 3 ağırlık oranında boraks ilave edilmiş Bx-4/1350 örneğinin SEM fotoğrafı görülmektedir.

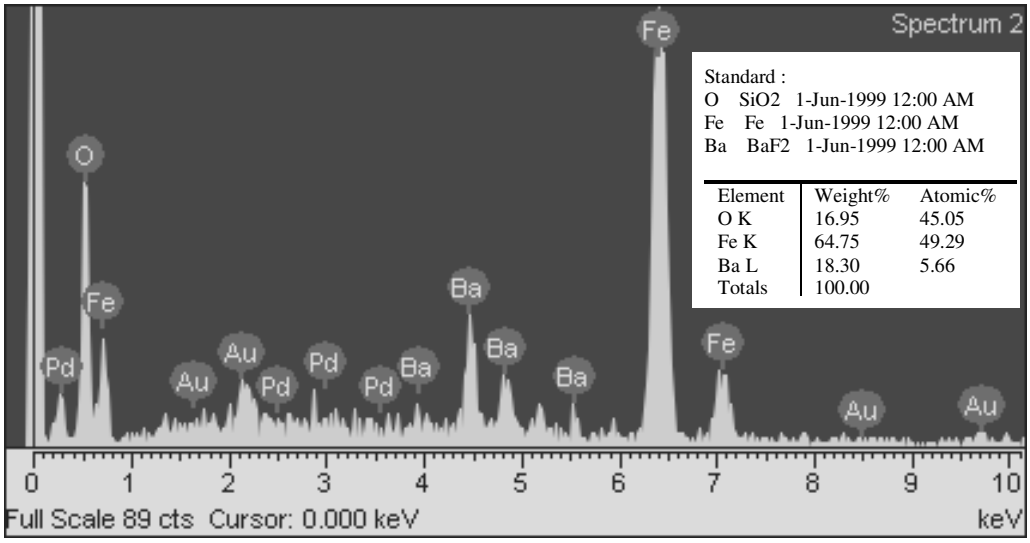


Resim 5.18. Bx-4/1350 örneğinin SEM görüntüsü

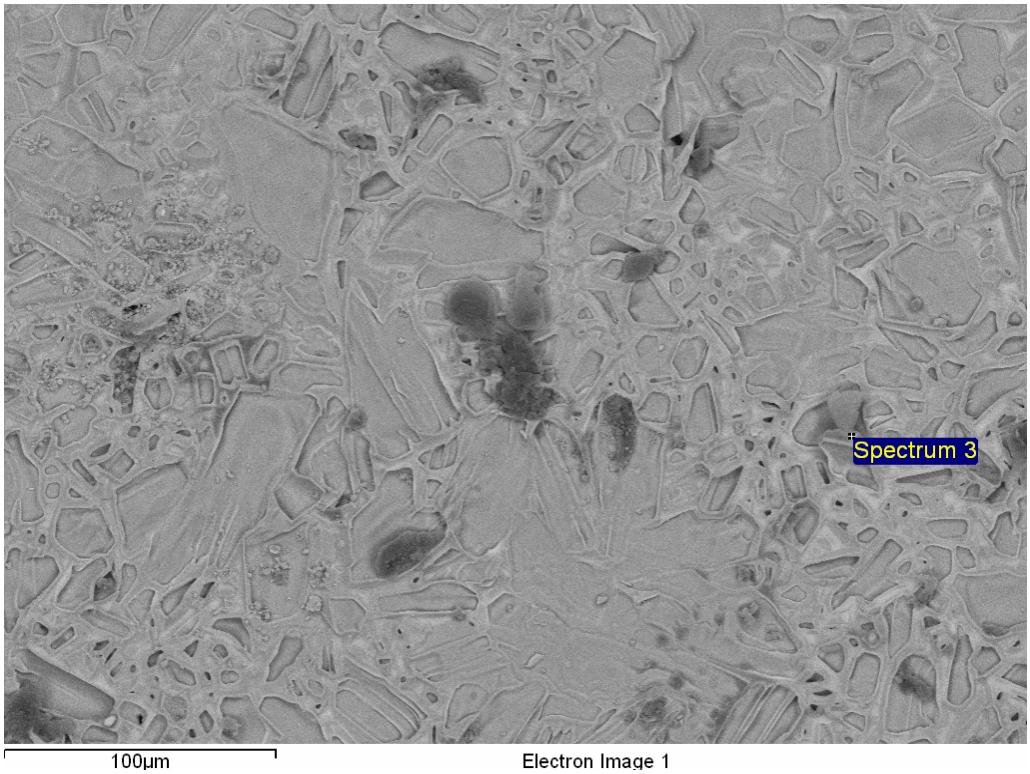
Resim 5.18 incelendiğinde sinterlemenin parçanın büyük bir bölümünde meydana geldiği dikkat çekmektedir. Aşağıda Bx-4/1350 örneğinin çeşitli noktalarından alınan SEM görüntüleri ve EDS analizleri verilmiştir.



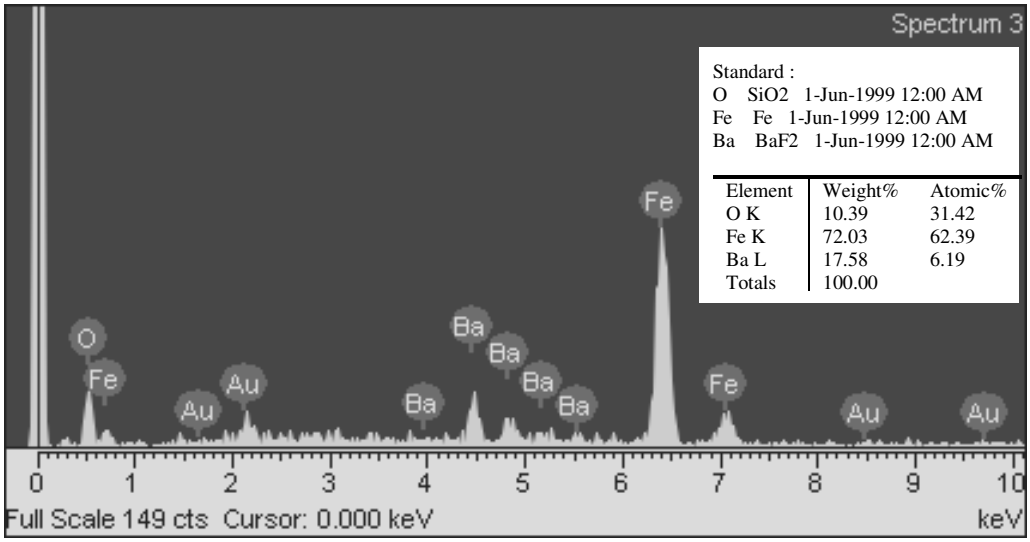
Resim 5.19. Bx-4/1350 örneğinin (2) noktasının SEM görüntüsü



Şekil 5.22.Bx- 4/1350 örneğinin (2) noktasının EDS analizi



Resim 5.20. Bx-4/1350 örneğinin (3) noktasının SEM görüntüsü

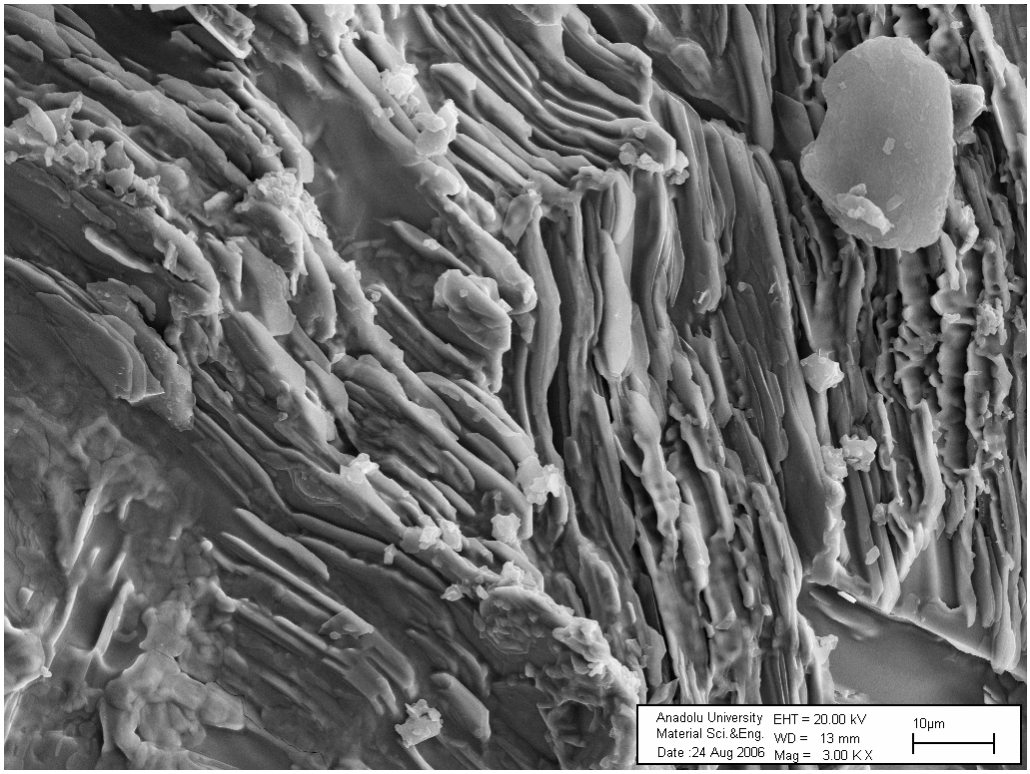


Şekil 5.23. Bx-4/1350 örneğinin (3) noktasının EDS analizi

Resim 5.19, 5.20'deki 2 ve 3 noktalarının Şekil 5.22 ve 5.23'te verilen EDS analizleri incelendiğinde 2 nolu noktada ve 3 nolu noktada benzer şekilde Demir,

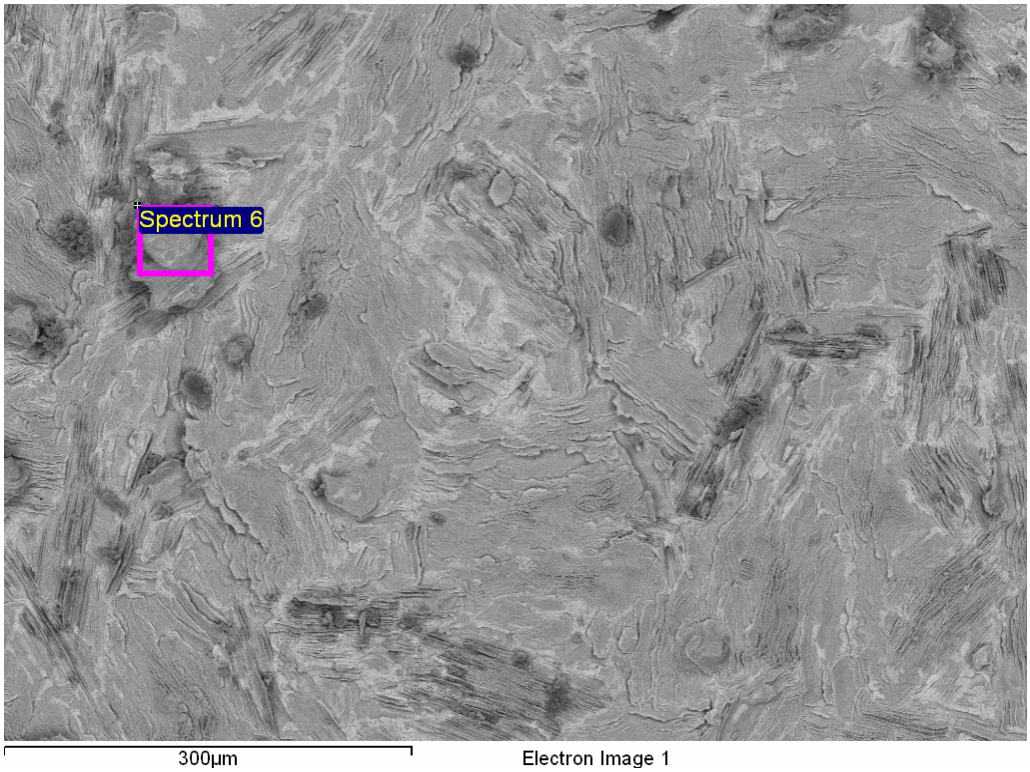
Baryum ve Oksijen görülmektedir. 2 noktasında % 65 Demir, % 17 Oksijen ve % 18 Baryum görülürken 3 noktasında oranlar % 72 Demir, % 10 Oksijen ve % 18 baryum şeklindedir.

Resim 5.21'de 1350 °C'de sinterlenmiş % 3 ağırlık oranında Bor Fosfat ilave edilmiş BP-7/1350 örneğinin SEM fotoğrafı görülmektedir.

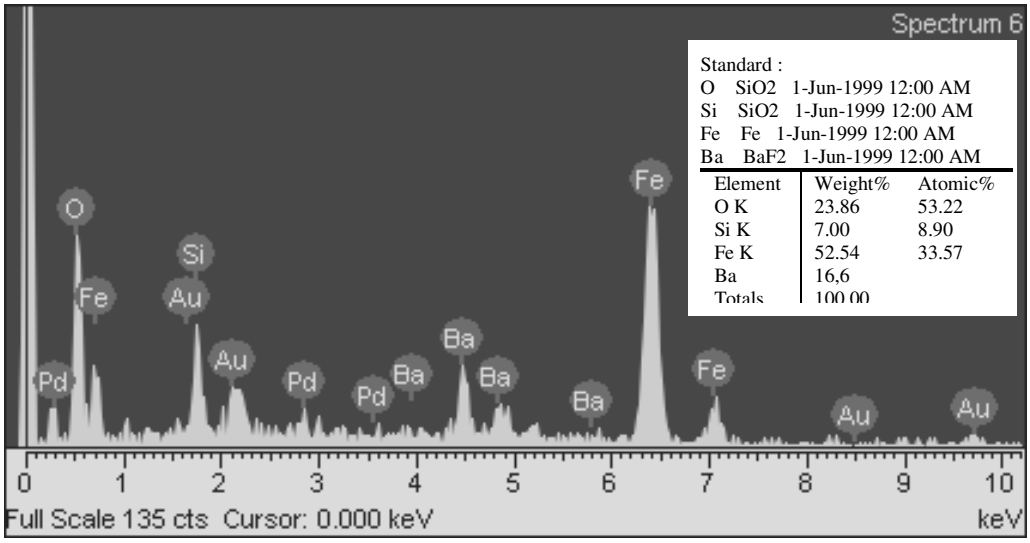


Resim 5.21. BP-7/1350 örneğinin SEM görüntüsü

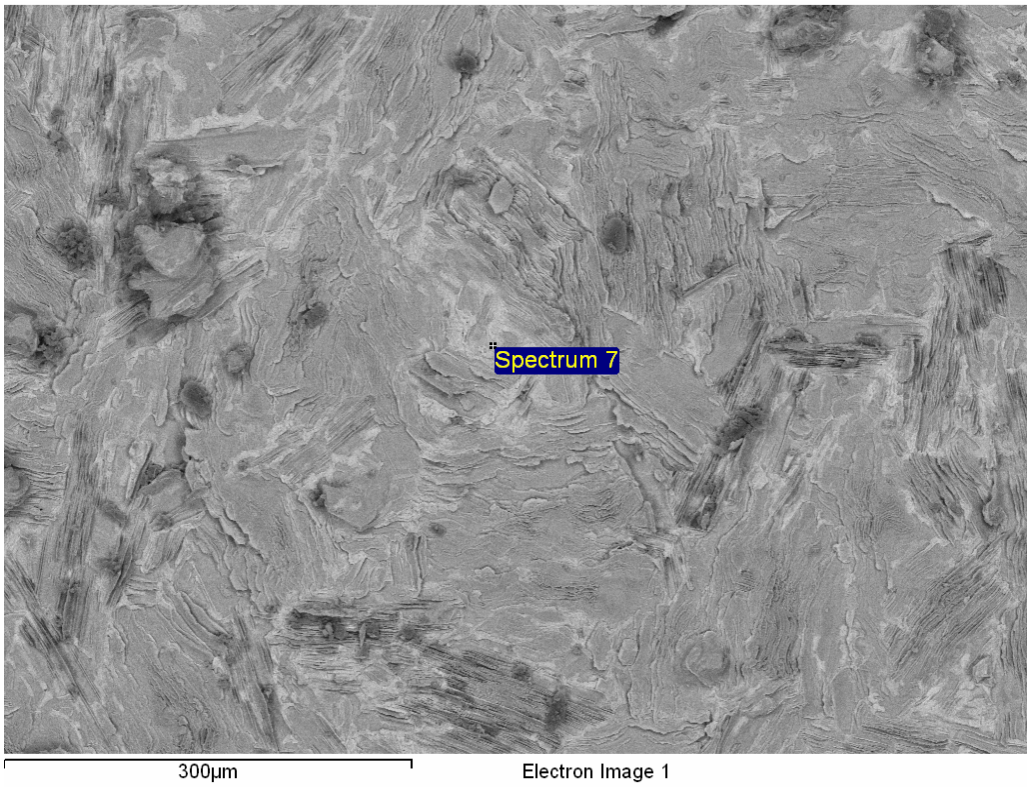
Resim 5.21 incelendiğinde üzerinde yabancı cisimlerin yapıştığı dikkate alınmazsa homojen bir dağılım ve sinterlemenin oluştuğu görülmektedir. Aşağıda BP-7/1350 örneğinin çeşitli noktalarından alınan SEM görüntüleri ve EDS analizleri verilmiştir. Noktasal analiz çalışması esnasında çok fazla noktadan analiz yapılmış ancak burada bir kısmı sunulmuştur. Bu nedenle noktasal analiz numaraları sıralı gitmemektedir.



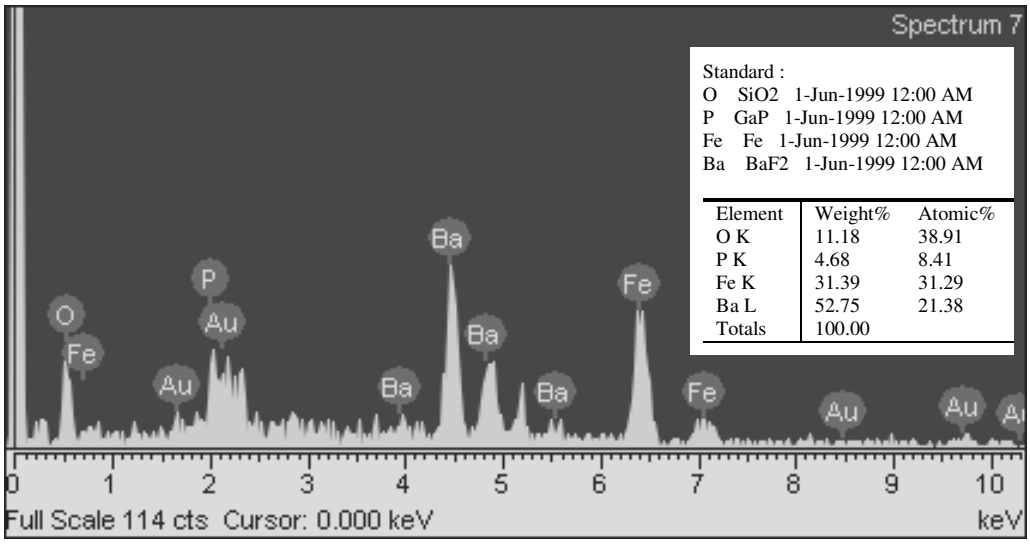
Resim 5.22. BP-7/1350 örneğinin (6) noktasının SEM görüntüsü



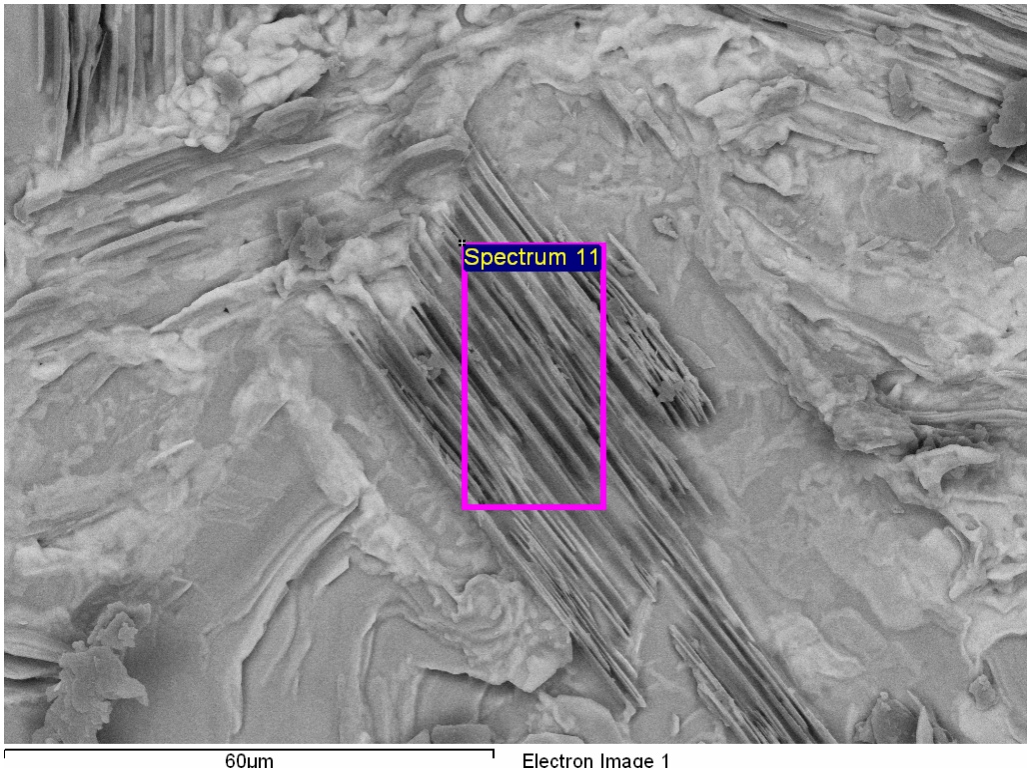
Şekil 5. 24. BP-7/1350 örneğinin (6) noktasının EDS analizi



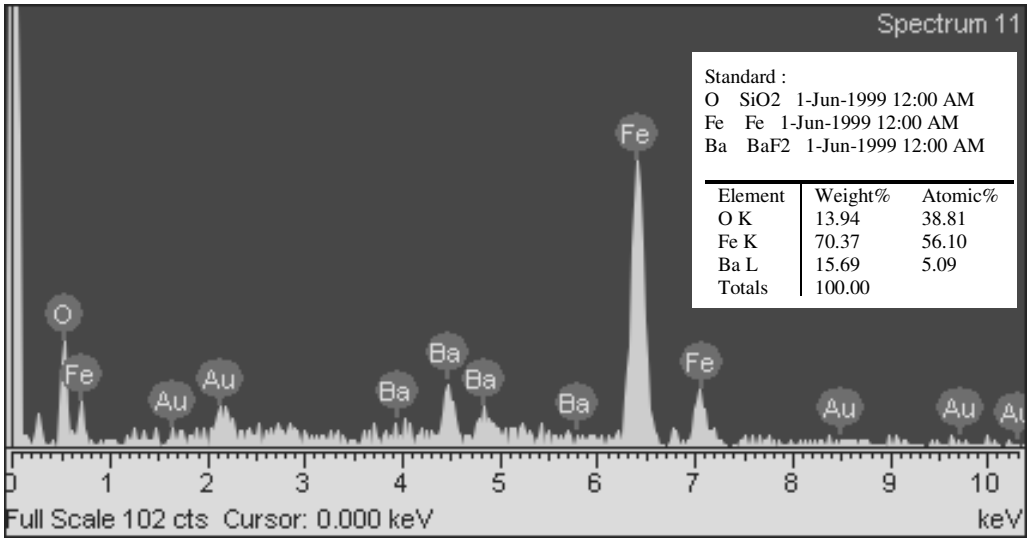
Resim 5.23. BP-7/1350 örneğinin (8) noktasının SEM görüntüsü



Şekil 5. 25. BP-7/1350 örneğinin (8) noktasının EDS analizi



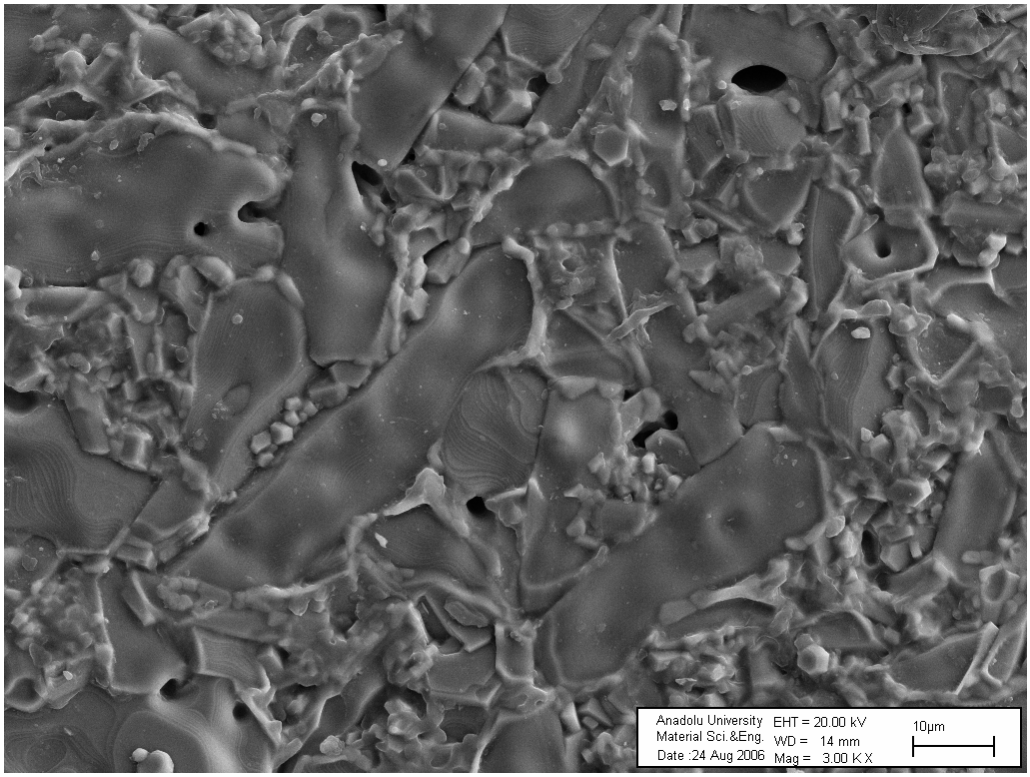
Resim 5.24. BP-7/1350 örneğinin (11) noktasının SEM görüntüsü



Şekil 5. 26. BP-7/1350 örneğinin (11) noktasının EDS analizi

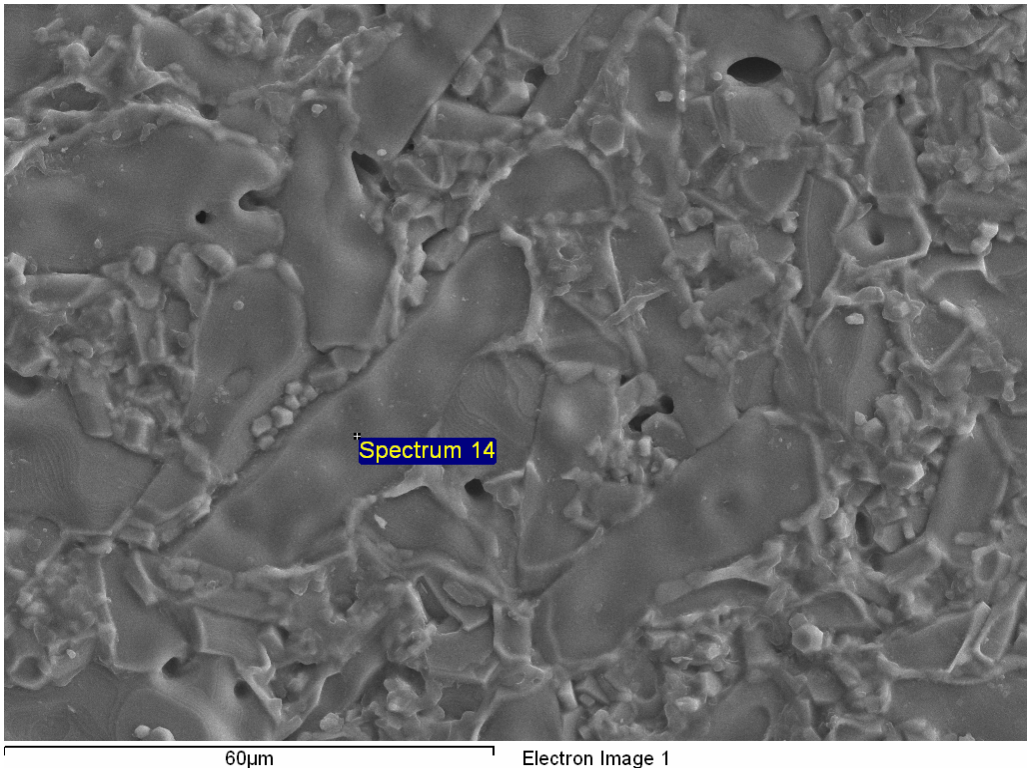
Resim 5.22, 5.23 ve 5.24'deki 6, 8 ve 11 noktalarının Şekil 5.24, 5.25 ve 5.26'da verilen EDS analizleri incelendiğinde 6 nolu noktada % 24 Oksijen, % 52 Demir ve % 16 Baryum görülmüştür. % 7 oranında Silikona rastlanmıştır. 8 nolu noktada ve 11 nolu noktada benzer şekilde Demir, Baryum ve Oksijen görülmektedir. 8 noktasında % 77 Demir, % 9 Oksijen ve % 14 Baryum görülürken 11 noktasında oranlar % 70 Demir, % 14 Oksijen ve % 15 Baryum şeklindedir.

Resim 5.25'da 1350 °C'de sinterlenmiş % 3 ağırlık oranında Kurşun Oksit ilave edilmiş Pb-10/1350 örneğinin SEM fotoğrafı görülmektedir.

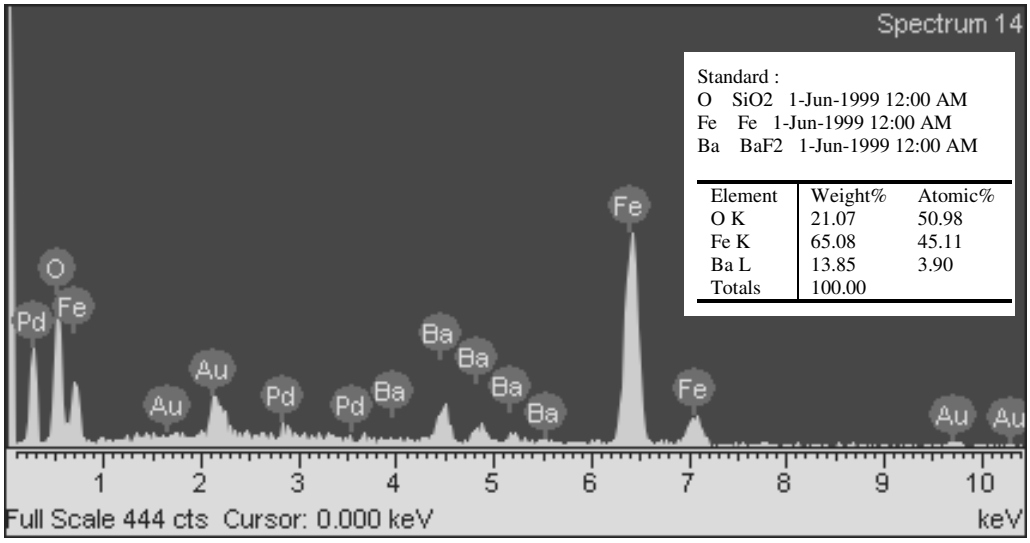


Resim 5.25. Pb-10/1350 örneğinin SEM görüntüsü

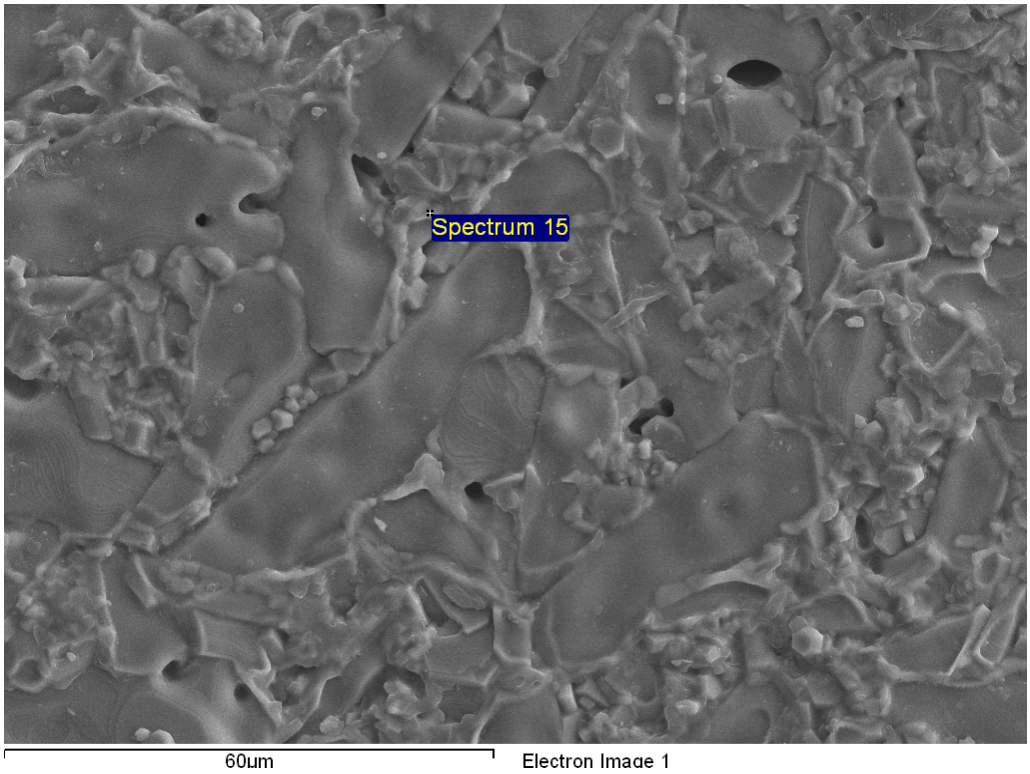
Resim 5.25 incelendiğinde tane sınırlarının sinterlemeden kaynaklı olarak yok olmaya başladığı görülmektedir. Gözeneklerin varlığı dikkat çekicidir. Pb-10/1350 örneğinin çeşitli SEM görüntüleri ve bunlara ilişkin EDS analizleri aşağıda verilmiştir.



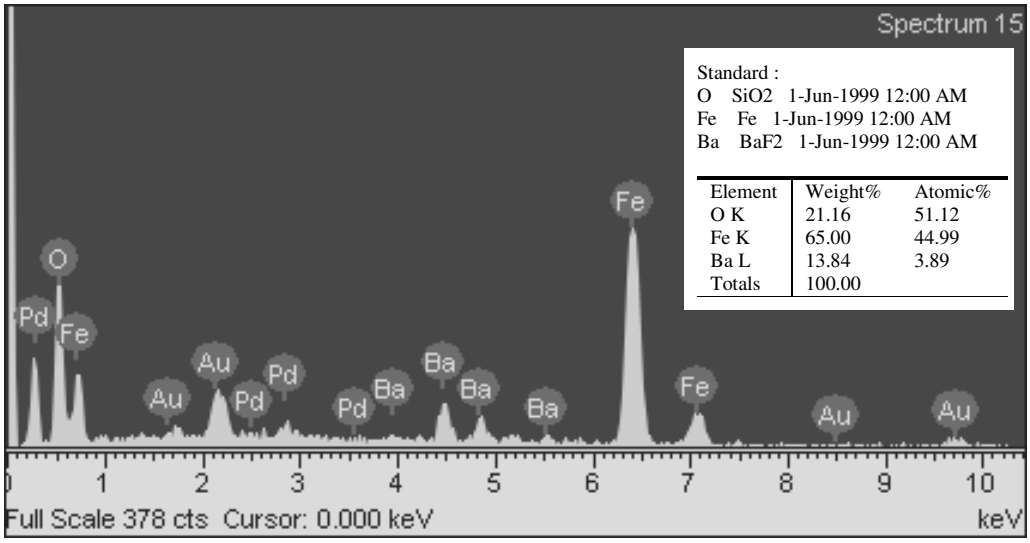
Resim 5.26 Pb-10/1350 örneğinin (14) noktasının SEM görüntüsü



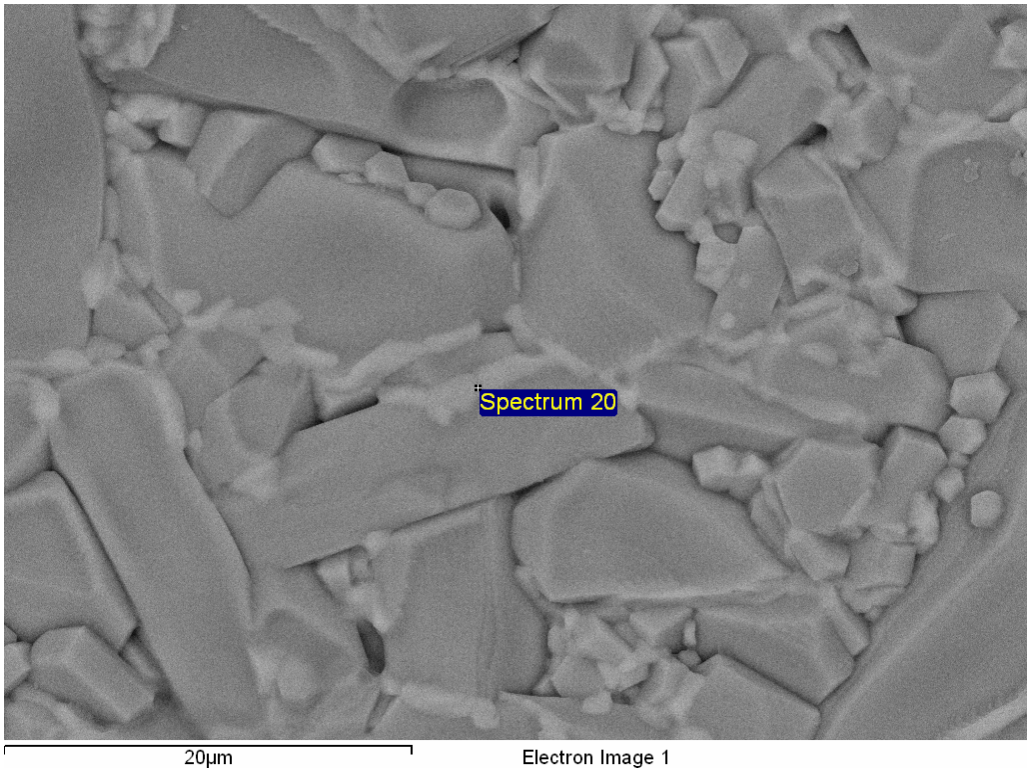
Şekil 5. 27. Pb-10/1350 örneğinin 14 noktasının EDS analizi



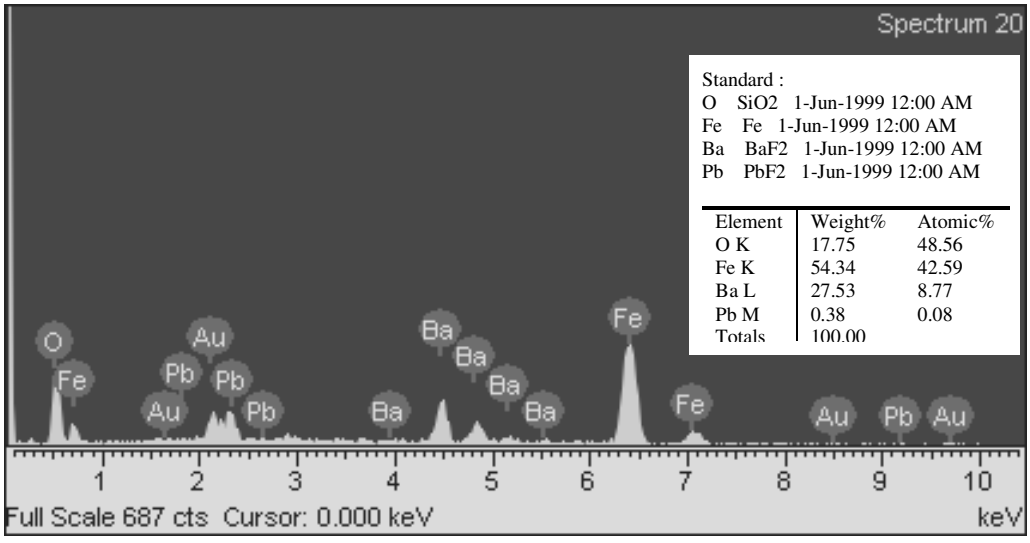
Resim 5.27 Pb-10/1350 örneğinin (15) noktasının SEM görüntüsü



Şekil 5. 28. Pb-10/1350 örneğinin (15) noktasının EDS analizi



Resim 5.28 Pb-10/1350 örneğinin (20) noktasının SEM görüntüsü



Şekil 5. 29. Pb-10/1350 örneğinin (20) noktasının EDS analizi

Resim 5.26, 5.27, 5.28'daki 14, 15, 20 nolu noktaların Şekil 5.27, 5.28 ve 5.29'da verilen EDS analizleri incelendiğinde 14 ve 15 nolu noktalarda önceki örneklerle

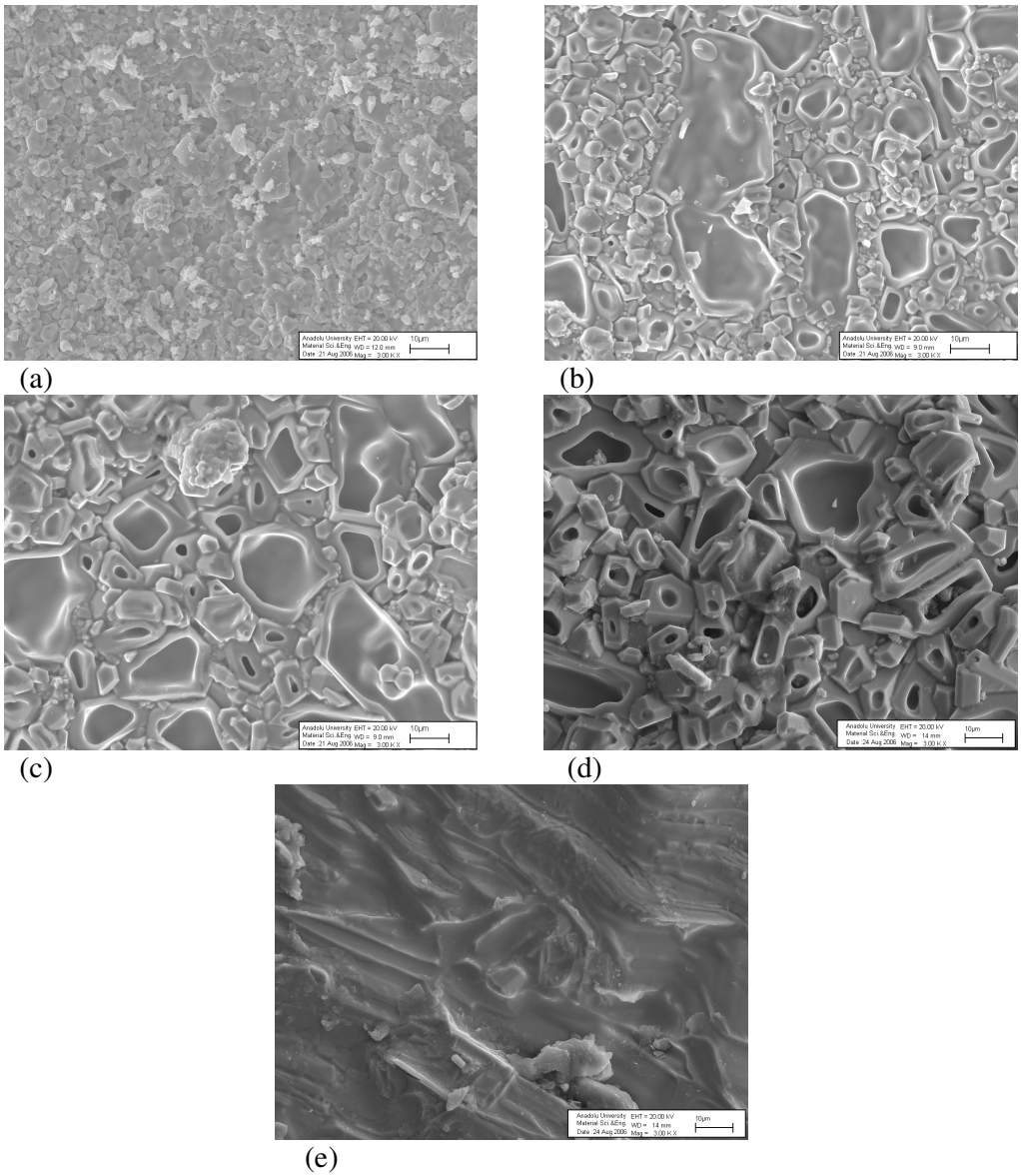
benzer içeriklerde Demir, Baryum ve Oksijen oluşumu birbirine çok yakın oranlarda gözlenmektedir. 14 ve 15 nolu noktalarda oranlar % 65 Demir, % 21 Oksijen ve % 13 Baryum şeklindedir. 20 nolu noktanın analizinde bunlara ilaveten kurşuna rastlanmaktadır. % 43 Demir, % 28 Baryum, % 27 Oksijene ilaveten % 1 Kurşun oranları görülmektedir. Belirtilen bu elementer analizlerin teorik elementer analizle karşılaştırılabilmesi amacıyla Çizelge 5.9'da örneklerin ağırlıkça elementer analizi verilmiştir.

Çizelge 5.9. Örneklerin EDS analizi sonucu elde edilen elementlerin kütlece analizi

$BaFe_{12}O_{19}$'in molekül formülünden hesaplanan kütlesel teorik element yüzdeleri	Baryum Hegza Ferrit						
	Ba %		Fe %			O %	
	12,35		60.30			27, 35	
E D S ANALİZİ SONUCU ELDE EDİLEN ELEMENT ANALİZİ							
Örnekler	Elementler			İlaveler			Safsızlıklar
Bulunan Elementler	Ba %	Fe %	O %	B %	P %	Pb %	Si %
Bo-1/1200 (a)	11,57	62,17	25,92	-	-	-	0,34
Bo-1/1200 (b)	2,64	11,50	61,68	-	-	-	17,42
Bo-1/1200 (c)	14,39	72,44	12,84	-	-	-	0,32
Bo-1/1250 (a)	18,67	77,50	3,83	-	-	-	-
Bo-1/1250 (b)	10,97	53,92	33,67	-	-	-	1,43
Bo-1/1300 (3)	14,36	81,78	3,86	-	-	-	-
Bo-1/1300 (1)	15,92	77,16	6,92	-	-	-	-
Bo-1/1300 (2)	16,44	68,12	7,70	-	-	-	7,74
Bo-1/1350 (1)	14,59	66,00	19,42	-	-	-	-
Bo-1/1350 (2)	76,08	13,33	10,59	-	-	-	-
Bx-4/1350 (2)	18,30	64,75	16,95	-	-	-	-
Bx-4/1350 (3)	17,58	72,03	10,39	-	-	-	-
BP-7/1350 (6)	16,60	52,54	23,86	-	-	-	7,00
BP-7/1350 (7)	52,75	31,39	11,18	-	4,68	-	-
BP-7/1350 (11)	15,69	70,37	13,94	-	-	-	-
Pb-10/1350 (14)	13,85	65,08	21,07	-	-	-	-
Pb-10/1350 (15)	13,84	65,00	21,16	-	-	-	-
Pb-10/1350 (20)	27,53	54,34	17,75	-	-	0,38	-

Elementer analize bakıldığında örneklerde temel element oranlarına yakın elementer

dağılım gözlenirken, bazı noktalarda safsızlıktan ve ilave maddelerden kaynaklanan farklı dağılımlara rastlanmaktadır. Bazı noktalarda reaksiyona girmeyen Demirden dolayı Demir miktarında artış gözlenirken oksijen miktarının düştüğü gözlenmiştir.



(a) (b) (c) (d) (e)

Resim 5.29. Borik Asit ilaveli örneklerin SEM görüntüleri a) 1100 ° C b) 1200 ° C c) 1250 ° C d) 1300 ° C e) 1350 ° C

Sıcaklık değişiminin mikroyapı üzerine etkisini görebilmek için Resim 5.29'da farklı sıcaklıklarda sinterlenmiş Borik Asit ilaveli örneklerin SEM görüntüleri bir arada

verilmiştir. 1100 °C de sinterlemenin henüz başlamadığı kristal yapıdaki teneciklerin ayrı ayrı ve keskin köşelere sahip olmasından anlaşılmaktadır. 1200 °C'de bu yapı tamamen kaybolmuş taneler birbirine giderek yaklaşması ve temas alanlarını arttırmasından sinterleşmenin başladığını göstermektedir. 1300 °C'de yapının korunması ve temas alanlarının artması sinterleşmenin bu sıcaklıklarda da devam ettiğini göstermektedir. Taneler 1300 °C'de daha fazla deformasyona uğramışlardır. 1350 °C'de kristal yapı bozunmuştur. Bu sıcaklıkta sinterleşmenin son aşamaya geldiği tane sınırlarının kaybolmasından anlaşılmaktadır. Sıvı faz miktarı arttığından gözeneklerin miktarı da büyük ölçüde azalmıştır.

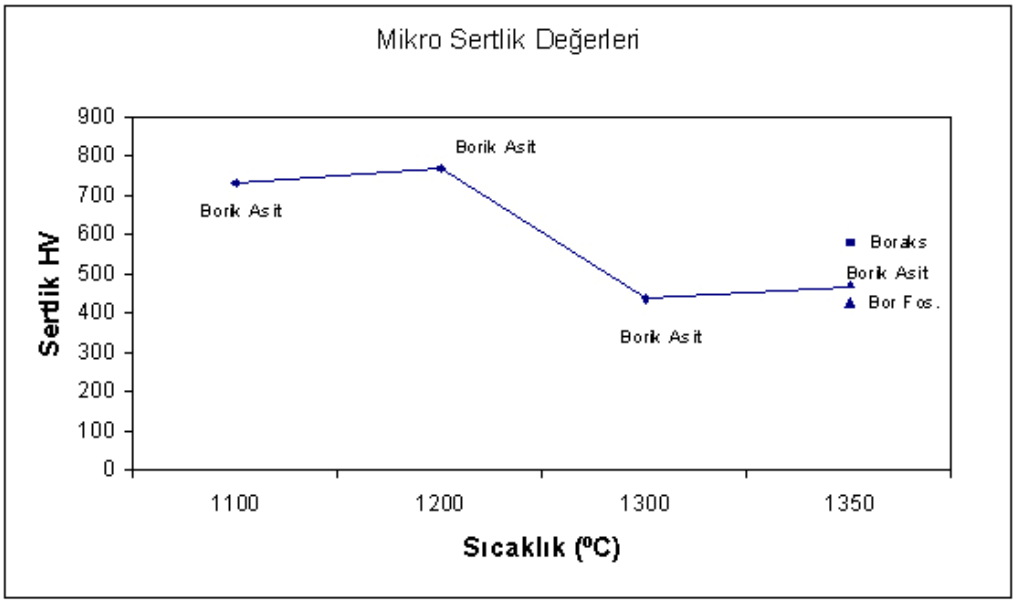
5.3. Sertlik Sonuçları

Çizelge 5.10.'da mikrosertlik değerleri gösterilmiştir. En yüksek sertlik değeri 1200 °C'de sinterlenen Borik Asitli örnekte görülürken en düşük sertlik değeri Bor Fosfat ilaveli örnekte görülmektedir. Borik Asit ilaveli örnekte 1200 °C'den 1300 °C arasındaki sertlik farkı ve sertliğin düşmesi dikkat çekicidir. Bu çalışmada beklenen sonuç sinterleme sıcaklığı arttıkça gözenekliliğin azalması ve sertliğin artmasıdır. Ancak mikroyapının gözenekli olması beklenen sonuçların alınmasını etkilemiştir. Bu durum Şekil 5.30'da gösterilmiştir.

Çizelge 5.10. Kullanılan örneklerin mikro sertlikleri

Örnek Adı	Katkı Maddesi	Sinterleme Sıcaklığı (°C)	Ortalama Sertlik Değeri (VH)
Bo-1/1100	Borik Asit	1100	730.67
Bo-1/1200	Borik Asit	1200	766.67
Bo-1/1250	Borik Asit	1250	*
Bo-1/1300	Borik Asit	1300	435
Bo-1/1350	Borik Asit	1350	469
Bx-4/1350	Boraks	1350	473.67
BP-7/1350	Bor Fosfat	1350	424
Pb-10/1350	Kurşun Oksit	1350	*

* Gözeneklilik miktarı fazla olduğundan sertlik sonucu elde edilememiştir.



Şekil 5.30. Sertlik değerinin sıcaklıkla değişimi

Katkı maddelerinin sertlik değerlerini değiştirdiği gözlenmektedir. En iyi sertlik değerine Borik Asit ilaveli örneklerde ulaşılmıştır. Borik Asit ilaveli örnekler kıyaslandığında ise en yüksek sertlik değerine 1200 °C'de sinterlenen örnekte ulaşılmıştır. XRD analizi incelemeleri Baryum Hegza Ferrit kristallerinin en iyi 1200 °C'de Borik Asit ilaveli örnekte oluştuğunu göstermektedir. Buna göre Baryum Hegza Ferrit oluşumu arttıkça sertlik artmaktadır. Diğer katkılar ve sıcaklığın artması mikroyapıyı değiştirmekte ve sertliği azaltmaktadır.

6. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada aşağıdaki sonuçlar bulunmuştur.

1. Tüm katkı malzemelerinin bulunduğu örneklerde Baryum Hegza Ferrit oluşumuna rastlanmıştır.
2. Borik Asit katkılı numunelerde en iyi Baryum Hegza Ferrit oluşma koşulu 1200 ° C olarak saptanmıştır. Bu sonuç sertlik ölçümleriyle de desteklenmektedir.
3. Baryum Hegza Ferritin sıvı faz sinterlemesi 1200-1300 °C aralığında oluşmuştur. 1350° C'de sıvı faz miktarının fazla oluşması nedeniyle erime başlangıcı görülmüştür.
4. Bor Fosfat katkılı örneklerde 1350 °C'de Baryum Hegza Ferritin yanında Vonsenite bileşeninin oluştuğu ortaya çıkmıştır.
5. Elde edilen sonuçlar faz diyagramları ile uyum içerisindedir. 1200 °C'de katı-katı faz içerisinde Baryum Hegza Ferit oluşumu belirlenmiştir.
6. Baryum Hegza Ferit oluşumu sırasında sinterlemenin aşamaları sıcaklık artışıyla net bir şekilde görülmektedir. Ancak 1300-1350 °C'de gaz oluşumu porozitenin artmasına ve mikroyapının gözenekli bir hal almasına sebep olmuştur. Bu durum bu sıcaklıklarda sertlik değerinin düşüşüyle de görülmektedir.
7. Malzemelerin tümü gözenekli yapıdadır. Bu haliyle aşındırıcı olarak kullanılması mümkün değildir. Ancak gözeneklilik azaltılıp teorik yoğunluğa ulaşıldığında malzeme aşındırıcı olarak kullanılabilir.

Çalışmada sınırlı sayıda örnek ile analiz yapma imkanı olduğundan değişik numunelerin yapımına imkan bulunamamıştır. Sinterleşmeyi daha da iyi hale getirebilmek için uzun süre fırında bekletilmesi ile sinterleme süresinin uzatılması ve kinetik çalışmaların yapılması gerekmektedir. Takım ucu olarak kullanılabilmesi için bu koşulların sağlanması gereklidir. Sınırlı zaman ve araştırma imkanları nedeniyle sinterleşmeyi daha net ortaya koyacak olan porozite, dayanım, yoğunluk ve diğer mekanik özellikler belirlenememiştir. İleriki çalışmalarda bu analizler uygulanarak daha kapsamlı çalışmak mümkündür.

KAYNAKLAR

1. Somiya, S., Hiraga, T., "Advanced Technical Ceramics", ***Academic Press Inc,*** 3-11, 126, (1984).

2. Doğan, Ş., "Açıklamalı Seramik Teknolojisi" ***Birsen Yayınevi***, 1.

3. Wurm, J. G., "Ceramic Research Co-operation within the European Communities" ***2nd European Symposium On Engineering Ceramics,*** London 1-3, (1987).

4. Geçkinli, E., "İleri Teknoloji Malzemeleri" ***İstanbul Teknik Üniversite Matbaası***, 1-9, 82-90, (1991).

5. Sümer, G., "Endüstriyel Seramikler, Cilt II" ***Anadolu Üniversitesi Basımevi***, Eskişehir, 597, 598, (1992).

6. Clevenger, T., R., "Advances in Ferrite Technology" ***Ceramic Bulletin***, 44, 216-217, (1965).

7. Subramanian, K., "Finishing", Materials Science and Technology, 17B, Cahn, R., W., Haasen, P., Kramer, E., J., ***VCH***, New York, 243-246, (1996).

8. Smith, W., F., "Malzeme Bilimi ve Mühendisliği" Çeviri Kınıkoğlu, N., G., ***Literatür Yayıncılık***, İstanbul, 547-597, 637-651, (2001).

9. Devlet Planlama Teşkilatı, "Taş ve Toprağa Dayalı Ürünler Sanayi", ***DPT 2552, Ankara***, 65-81, (2001).

10. Sözüdoğru, T., "Uygulamalı Seramik Teknolojisi", ***Bizim Büro Basımevi***, Ankara, 4-18, (1993).

11. Kingery, W., D., Bowen, H., K., "Uhlmann, D., R., Introduction to Ceramic", ***John Wiley & Sons***, 1-21, (1975).

12. Sümer, G., "Seramik Sanayi El Kitabı", ***Anadolu Üniversitesi***, Eskişehir, 1, 223-226, (1988).

13. Pampuch, R., "Ceramic Materials" ***American Elsevier Publishing Company***, New York, 296, (1976).

14. German, R., M., "Sintering Theory and Practice", ***John Wiley & Sons***, 1-23, 225-304, (1996).

15. German, R., M., "Liquid Phase Sintering", ***Plenum Press***, 185 (1985).

16. Kwon, O., "Liquid-Phase Sintering", Materials Science and Technology, 17B, Cahn, R., W., Haasen, P., Kramer, E., J., ***VCH***, New York, 102-120, (1996).

17. Levin, E., M., Robbins, C., R., Mc Murdie, H., F., "Phase Diagrams for Ceramics", ***American Ceramic Society,*** Ohio, 151 (1974).

18. Maden Tetkik ve Arama Enstitüsü, "Türkiye Bor Mineralleri Envanteri" ***MTA, 162, Ankara,*** 12-13, (1976).

19. İnternet: Schiber, M., Aicklberg, J., Flicstein, J., "Growth of Barium Ferrite for Magnetik Optical Devices", ***Defense Technical Information Center,*** AD0786666: 1-2, (2005).

20. Çalık, A., "Türkiye'nin Bor Madenleri ve Özellikleri", ***Mühendis ve Makine***, 508, 14-17, (2002).

21. Rezlescu, N., Sachelarie, L., Rezlescu, L., Popa, P.D., "Influence of PbO and Ta_2O_3 on some physical properties of MgCuZn ferrites" ***Institute of Technical Physics, Cryst.Res.Technology,*** 36 (2):157-167, (2001).

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Soyadı, adı : ERDAL, Lale

Uyruğu : T.C.

Doğum tarihi ve yeri : 08.08.1976 Ankara

Medeni Hali : Bekar

Telefon : 0 312 212 67 67

e-mail : lalerdal@gazi.edu.tr

Eğitim

Derece	**Eğitim Birimi**	**Mezuniyet tarihi**
Lisans	G.Ü. End. Tek. Eğt.	1999

İş Deneyimi

Yıl	**Yer**	**Görev**
1999-2006	Milli Eğitim Bakanlığı	Öğretmen
2006	Gazi Üniversitesi	Araştırma Görevlisi

Yabancı Dil

İngilizce