

# The Correlation Between Intergranular Phase Coalescence and Z Value of SiAlON-TiN Composites

<sup>1\*</sup>Nurcan Calis Acikbas, <sup>2</sup>Pinar Ozen and <sup>3</sup>Ferhat Kara

<sup>1</sup>Bilecik Seyh Edebali University, Faculty of Engineering, Department of Mechanical and Manufacturing Engineering, Turkey

<sup>2</sup>Bilecik Seyh Edebali University, Graduate School of Science, Department of Chemical Engineering, Turkey

<sup>3</sup>Anadolu University, Faculty of Engineering, Department of Materials Science and Engineering, Turkey

## Abstract

SiAlON ceramics have been known for many years as prime candidate materials in structural applications at ambient and high temperature involving good mechanical and/or chemical processes. The z (solid solution range) value of SiAlONs has very effective parameter on mechanical and chemical properties. Change in z value affects significantly chemical resistance and mechanical strength of SiAlONs. On the other hand coalescence of intergranular phase and its crystallisation has governed especially the high temperature properties and chemical wear resistance of SiAlONs. It is difficult to obtain both crystalline intergranular phase with high z ( $\geq 0.5$ ) SiAlON and coalescence of the intergranular phase, so that very limited studies exist in the literature. Firstly, the dopant system which have highest crystallisation tendency was determined and then the composites with different z values (0.3, 0.5, 0.7, 0.9 and 1.1) was prepared with this composition and sintered with gas pressure sintering route. Besides SiAlON-TiN composites was subjected to heat treatment after gas pressure sintering in order to provide crystallisation and coalescence of intergranular phase. The correlation between z value and intergranular phase crystallisation and its coalescence behaviours was presented.

**Keywords:** SiAlON, coalescence, z value, crystal phase chemistry, microstructure

## Özet

SiAlON seramikleri iyi mekanik ve kimyasal özelliklerin istendiği yapısal uygulamalarda düşük ve yüksek sıcaklıklarda kullanılmak üzere yıllardır en iyi aday malzeme olarak bilinmektedirler. SiAlON'ların katı çözünürlük değeri (z) mekanik ve kimyasal özellikler üzerine çok etkili bir parametredir. SiAlON'ların z değerindeki değişim kimyasal direnci ve mekanik mukavemeti önemli derecede etkiler. Diğer taraftan tane sınır fazının topraklanma davranışı ve kristalizasyonu özellikle yüksek sıcaklık özelliklerini ve kimyasal aşınma davranışını etkiler. SiAlON seramiklerinde, yüksek z değerlerinde ( $z \geq 0.5$ ) kristal ve toparlanabilir özellikte tane sınır fazı eldesi güç olup bu konuda literatürde çok sınırlı sayıda çalışma vardır. Çalışmada öncelikli olarak, yüksek kristalizasyon eğilimine sahip dopant sistemi belirlenmiş ve bu dopant sisteminde farklı z değerlerinde (0.3, 0.5, 0.7, 0.9 ve 1.1) kompozisyonlar hazırlanmış ve gaz basınçlı sinterleme yöntemi ile üretilmiştir. SiAlON-TiN kompozitler gaz basınçlı sinterleme sonrasında tane sınır fazının kristalizasyonunu ve topraklanma eğilimini arttırmak için ısı işlem uygulanmıştır. z değeri, tane sınır fazı kristalizasyonu ve topraklanma davranışı arasındaki ilişki açıklanmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** SiAlON, topraklanma, z değeri, kristal faz kimyası, mikroyapı

\*Corresponding author: Address: Faculty of Engineering, Department of Mechanical and Manufacturing Engineering, Bilecik S.E. University, Bilecik, TURKEY. **E-mail address:** nurcan.acikbas@bilecik.edu.tr, **Phone:** +90228 214 14 26; **Fax:** +90228 214 14 27

## 1. Giriş

SiAlON seramikleri sahip oldukları üstün mekanik ve termal özelliklerinden dolayı yapısal uygulamalarda yaygın kullanım potansiyeline sahiptirler. Özellikle yüksek sertlik ve kırılma tokluğu gerektiren kesici uç uygulama alanında yoğun bir şekilde kullanılmaktadırlar. Fakat, bazı durumlarda SiAlON kesici uçları yetersiz kalmaktadır. Kara ve arkadaşları yaptıkları çalışmada z değerinin SiAlON'un kesme performansında çok etkin bir parametre olduğu sonucuna ulaşmışlardır [1]. Süper alaşımlar mukavemeti yüksek ve işlenmesi zor malzemeler olduklarından, kesici ucun mekanik özelliklerinin yanı sıra kimyasal özellikleri de önem kazanmaktadır. SiAlON seramiklerinin kimyasal özellikleri katı çözünürlük (z değeri), tane sınır fazı kimyası, tane sınır fazının toparlanabilirliği ve ikincil fazların karakteristiği ile ilişkilidir. Tane sınır fazının toparlanma davranışı ve kristalizasyonu özellikle yüksek sıcaklık özelliklerini ve kimyasal aşınma davranışını etkiler. SiAlON seramiklerinde, yüksek z değerlerinde ( $z \geq 0.5$ ) kristal ve toparlanabilir özellikte tane sınır fazı eldesi güç olup bu konuda literatürde çok sınırlı sayıda çalışma vardır. Bu nedenle yapılan çalışmada literatürde şimdiye kadar açıklanmamış olan z değeri- tane sınır fazı kristalizasyonu ve toparlanma davranışı ilişkisi araştırılmıştır.

## 2. Materyal and Metod

### 2.1. Kompozisyon Tasarımı ve Hazırlanması

SiAlON-TiN kompozit numunelerini hazırlama prosesi, toz hazırlama, şekillendirme ve sinterme olmak üzere temel üç aşamadan oluşmaktadır. İlk etapta Çizelge 2.1.' de verilen tozların katı çözünürlük (z değeri) değerine göre ( $z = 0.3, 0.5, 0.7, 0.9$  ve  $1.1$ ) Yb:Sm:Ca katyon sisteminde hazırlanan kompozisyonların tartımı alınmıştır.

Çizelge 2.1. Kompozisyon hazırlamada kullanılan tozlar ve özellikleri

Malzeme	Ticari İsim	Kompozisyon (Ağ.%)
$\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	UBE-SN E-10, UBE Industries Ltd., Japonya	98 $\alpha$ -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> : 2 -Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Alcoa (A16SG) Pittsburgh, Amerika	0.08 Na <sub>2</sub> O, 0.03 SiO <sub>2</sub> , 0.03 CaO
AlN	H Type, Tokuyama Corp., Japonya	1.6 O
Sm <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Stanford Materials Corp., Amerika	99.9 saf
CaCO <sub>3</sub>	Reidel-de Haen, Almanya	99.75 saf
Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Treibacher, Avusturya	99.99 Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
TiN	H.C. Starck Berlin, Almanya	99 saf

Laboratuvar ölçekli toz üretimi için tasarlanan kompozisyonlar (z değeri 0.3, 0.5, 0.7, 0.9 ve 1.1 olan numuneler) izopropil alkol ile Fritsch, Pulverisette 5 model Plenary değirmende 300 dev/dak dönme hızıyla 1,5 saat karıştırılmıştır. Hazırlanan çamur içerisindeki alkol, döner kurutucu yardımıyla uzaklaştırılmış ve elde edilen SiAlON-TiN kompozisyonları titreşimli elek düzeneğinde 250 m'lik elek ile elenerek granül tozları elde edilmiştir. Ermak Torna'nın el presi

ile granül tozların ön şekillendirmesi 20 MPa basınç altında tek eksenli presleme ile gerçekleştirilmiş ve yaş yoğunluğu arttırmak için MSE\_CIP\_3500\_50\_WB model soğuk izostatik pres (CIP) ile 200 MPa basınç altında preslenmiştir.

## 2.2. Sinterleme ve Isıl İşlem

Numuneler KCE marka FPW 100/150–2200–25 tipi, grafit ısıtıcı elemanlı, gaz basınçlı sinterleme (GPS) fırınında N<sub>2</sub> atmosferinde 1890°C’de 1,5 saat, 22 bar azot gaz basıncı altında sinterlenmiştir. Gaz basınçlı sinterlemenin temelini yüksek azot basınçlarında ısıtma ile Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>’ün bozunumunu önlemek oluşturmaktadır. Gaz basınçlı sinterlemede artan azot gaz basıncı Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>’ün elementlerine ayrışma sıcaklığının yükselmesine sebep olarak daha yüksek sıcaklıklarda sinterlemeye imkân tanır. Sinterleme işlemi iki aşamalı olarak gerçekleştirilmiştir. İlk aşamada Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>’ün bozunumunu engelleyecek azot basınçlarında (5 bar) tamamen kapalı gözenek seviyesine ulaşıp ikinci basamakta azot gaz basıncı artırılarak (22 bar) yüksek yoğunlaşma elde edilmiştir. Yüksek gaz basınçlarında tek basamaklı sinterleme yapıldığı durumda, gaz gözeneklerin içerisinde kalarak yoğunlaşma davranışını kötü etkilemektedir. Tüm sıcaklık artış basamaklarında ısıtma hızı 10°C/dk tutulmuştur. Soğutma aşamasında sinterleme sonrası kristal faz eldesi için soğutma hızı yavaşlatılarak 5°C/dk seçilmiştir. z değeri- tane sınır fazı kristalizasyonu – tane sınır fazı topaklanma davranışına etkisini araştırılmak amacıyla 1700°C’de 2 saat süreyle 5 bar azot gaz basıncı altında tane sınır fazı toparlanma davranışını arttırmak için ısıl işlem uygulanmıştır.

## 2.3. Yoğunluk Ölçümü

Sinterlenen numunelerin yığinsal yoğunluk ölçümü Arşimet, su ile yer değiştirme prensibine göre yapılmıştır. Bu prensibe göre, bir maddenin sıvı içindeki ağırlığı, o maddenin kuru ağırlığı ile batmaya karşı gösterdiği direnç kuvvetinin farkına eşittir. Arşimet prensibiyle yoğunluk ölçümü için, sinterlenen numunelerin kuru ağırlıkları (W<sub>1</sub>) alınıp, gözeneklerin içinde kalan havanın uzaklaştırılması için yaklaşık 4 saat kaynatıldıktan sonra, askıdaki ağırlıkları (W<sub>2</sub>) ölçülmüş, sonrasında sıvı sızdırılmış haldeki ağırlıkları (W<sub>3</sub>) ölçülerek aşağıdaki denkleme göre yığinsal yoğunluk hesaplamaları yapılmıştır (ρ<sub>su</sub>: suyun özkütlesi).

$$\text{Yığinsal Yoğunluk} = \frac{W_1}{W_3 - W_2} \times \rho_{su} \quad (2.1)$$

## 2.4. Mikroyapı ve Faz Analizi

Mikroyapı analizleri Zeiss marka Supra 40 VP model SEM kullanılarak, geri saçılımlı elektron (BEI) görüntü ile gerçekleştirilmiştir.

Panalytical Empyrean model X-ışınları cihazı yardımıyla  $\text{CuK}_\alpha$  ışınması kullanılarak sinterlenmiş ve ısı işlem görmüş malzemelerin faz analizi yapılmıştır. Ortalama  $\alpha$ : $\beta$ -SiAlON miktarları,  $\alpha$ -SiAlON için (102) ve (210) düzlemlerinden elde edilen yansıma pik şiddetleri ve  $\beta$ -SiAlON için (101) ve (210) düzlemlerinden elde edilen şiddetler kullanılarak Eşitlik 2.2 yardımıyla hesaplanmıştır.

$$\frac{I_\beta}{I_\beta + I_\alpha} = \frac{1}{1 + K \left[ \left( \frac{1}{w_\beta} \right) - 1 \right]} \quad (2.2)$$

Sinterleme sonrası oluşan krsital tane sınır fazının miktarı, eşit  $\alpha$ : $\beta$ -SiAlON oranına sahip malzemeler için düzlemler arası mesafesi en yakın  $\beta$ -SiAlON pik şiddetine oranı referans alınarak hesaplanmıştır.  $\beta$ - $\text{Si}_{6-z}\text{Al}_z\text{O}_z\text{N}_{8-z}$ 'un z (katı çözünürlük) değeri  $z_a$  ve  $z_c$  değerlerinin ortalaması alınarak hesaplanmıştır.

$$z_a = \frac{a - 7.6044}{0.031} \quad (2.3)$$

$$z_c = \frac{c - 2.9075}{0.026} \quad (2.4)$$

Bu eşitliklerde a ve c,  $\beta$ -SiAlON'un hesaplanan birim hücre boyutlarını ifade eder. Hesaplamalarda  $\beta$ - $\text{Si}_3\text{N}_4$ 'ün a ve c boyutları (a=7.6044 ve c=2.9075) referans olarak alınmıştır.

## 2.5. Sertlik ve Kırılma Tokluğu Ölçümü

Kesit yüzeyleri parlatılmış olan numunelerin sertlikleri Vickers indentasyon sertlik ölçme yöntemi kullanılarak belirlenmiştir. Bu yöntemle göre numune yüzeyine 10 kg yük 10 sn süreyle uygulanmıştır. Ölçümler sonucunda elde edilen izlerin ve oluşan çatlakların boyutları 2.5 ve 2.6 formülleri kullanılarak malzemelerin Vickers sertlik değeri ile Palmqvist eşitliği kullanılarak kırılma tokluğu değerleri hesaplanmıştır.

$$HV = \frac{0,47 \times F}{a^2} \quad (2.5)$$

$$K_{IC} = 0,018 * HV * a^{0,5} * (E/HV)^{0,4} * (c/a - 1)^{-0,5} \quad (c/a < 3.5 \text{ ve } l/a < 2.5 \text{ için}) \quad (2.6)$$

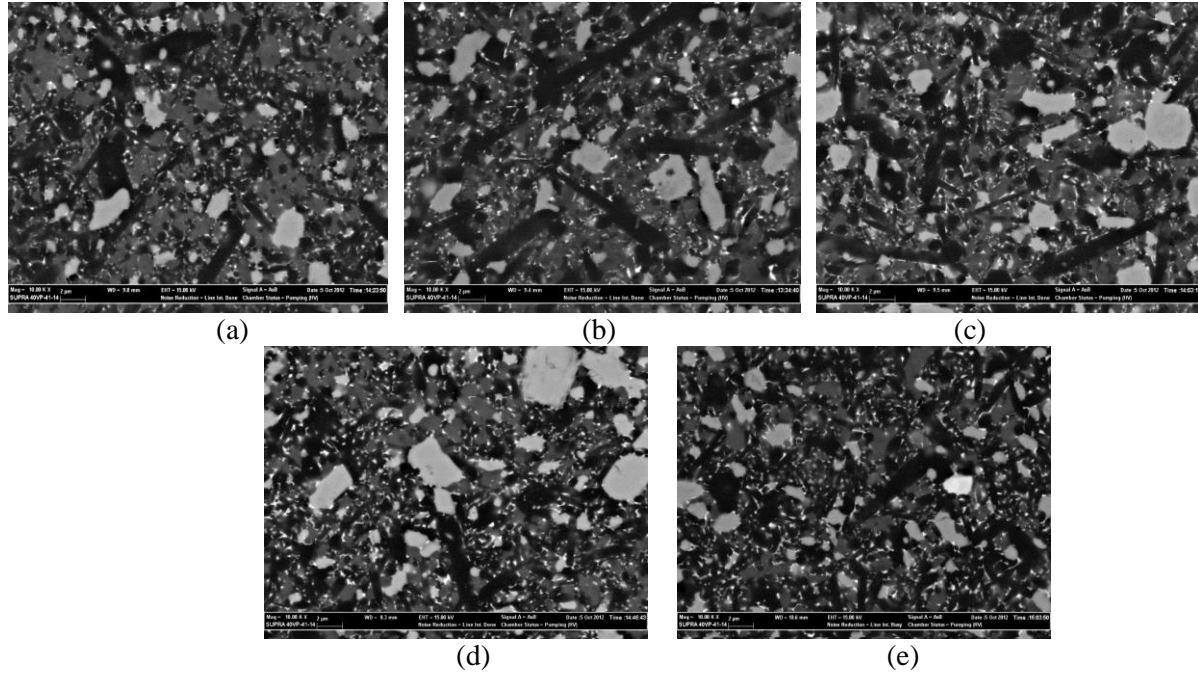
$F$  : uygulanan yük (kg);  $E$ : Elastiklik modülü (GPa);  $a$  : izin köşegen uzunluğunun yarısı ( $\mu\text{m}$ );  
 $c$  : çatlak uzunluğu ( $\mu\text{m}$ )

### 3. Sonuçlar

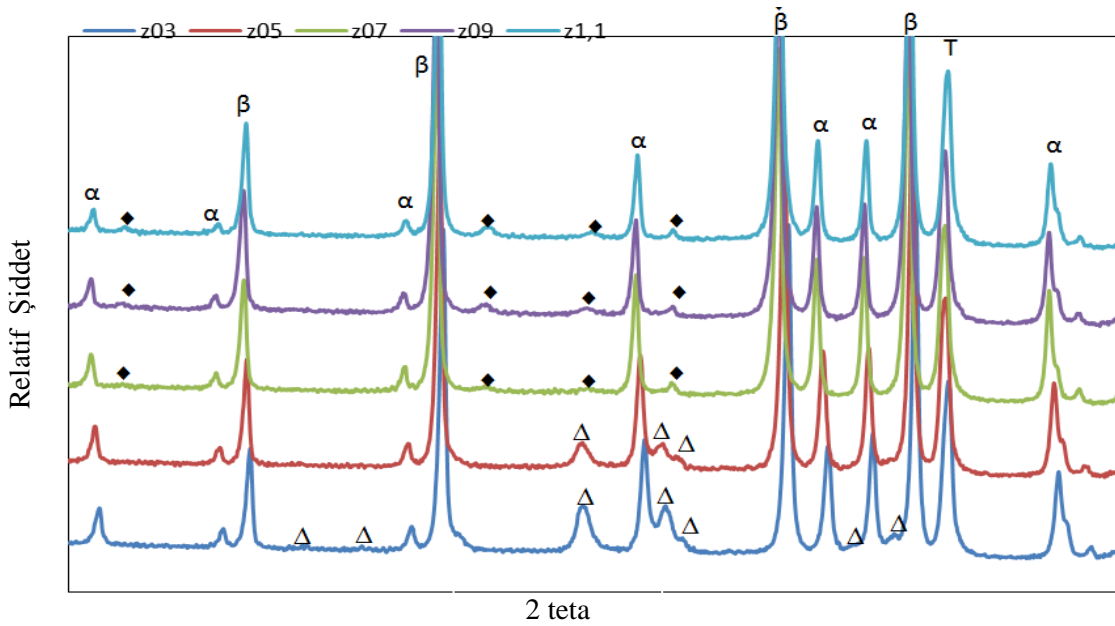
#### 3.1. Katı Çözünürlük (z) Değerinin Tane Sınır Fazı Kristalizasyonu ve Topaklanma Davranışına Etkisi

Mikroyapı incelemeleri sonrasında z değeri 0.3 olan sinterlenmiş üründe bile tane sınır fazının topaklanma davranışı sergilediği gözlenmiştir (Şekil 3.1.a). z değeri 0.3 değerinden 0.5'e çıkarıldığında sinterlenmiş malzemenin Jss fazı miktarı azalmıştır ( $I_{Jss}/I_{\beta}$  : 0.05). z:0.5 malzemesinin sinterleme sonrasında tane sınır fazı topaklanma eğiliminin az olduğu tespit edilmiştir (Şekil 3.1. b). Bu durum tane sınır fazının kristalizasyon derecesi azaldıkça topaklanma davranışının da kötüleştiğini göstermektedir. z değeri 0.7 olan sinterlenmiş malzemede az miktarda ( $I_{Jss}/I_{\beta}$  : 0.027) Jss fazı gözlenmiş (Şekil 3.2) ve mikroyapı incelemeleri ile tane sınır fazının topaklanma davranışının oldukça az olduğu görülmüştür (Şekil 3.1). Sonuç olarak tane sınır fazının kristalleşme derecesinin artmasıyla topaklanma davranışı iyileşmektedir. Farklı z değerlerine sahip malzemeler arasında en az tane sınır fazı kristalleşmesine ve topaklanma davranışına sahip olan malzeme z değeri 0.7 olan malzemedir.

z değeri 0.9 olan malzemede sinterleme sonrasında az miktarda Jss vardır ( $I_{Jss}/I_{\beta}$  : 0.02) (Şekil 3.2) ve tane sınır fazının topaklanma eğilimi zayıftır (Şekil 3.1). Tane sınır fazının kristalleşme derecesi arttıkça topaklanma davranışının da iyileştiği aşikârdır. Z1.1 kodlu (z:0.91) malzemede sinterleme işlemi sonrasında az miktarda alüminat fazı ( $I_{\alpha}/I_{\beta}$  : 0.017) oluşumu gerçekleşmiştir (Şekil 3.2 ). Alüminat fazının en şiddetli pikleri d: 2.67 (I:100) ve d: 3.19 (I:25) da gözlenmektedir. Düzlemler arası mesafe 2.67 değeri aynı zamanda  $\beta$ -SiAlON fazının en şiddetli piki ile çakışmaktadır. Bu nedenle tane sınır fazının kristalleşme miktarını hesaplarken d: 3.19 olan pik şiddeti kullanılmıştır. Mikroyapı incelendiğinde sinterleme sonrasında tane sınır fazı topaklanma eğiliminin z:0.3 malzemesine göre daha az ama z:0.5,0.7 ve 0.9 malzemelerine göre daha iyi olduğu tespit edilmiştir (Şekil 3.1.e).



**Şekil 3.1.** Farklı z değerindeki sinterlenmiş malzemelerin mikroyapıları (a) z:0.3, (b) z:0.5, (c) z:0.7, (d) z:0.9, (e) z:1.1



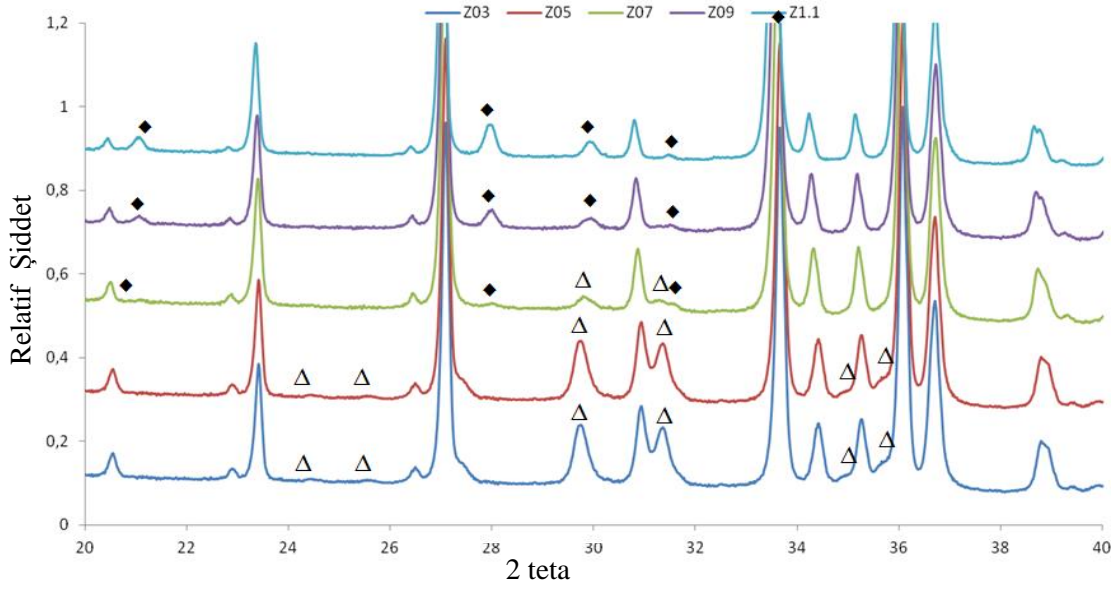
**Şekil 3.2.** Farklı z değerlerindeki sinterlenmiş malzemelerin faz gelişimi  
( $\alpha$ :  $\alpha$ -SiAlON;  $\beta$ :  $\beta$ -SiAlON; T: TiN;  $\Delta$ :  $Jss- Yb_4Si_{2-x}Al_xO_{7+x}N_{2-x}$ ;  $\blacklozenge$ :  $Yb_3Al_5O_{12}$ )

### 3.2. Ötektik Üstü Isıl İşlemin (AET) Tane Sınır Fazı Kristalizasyonu ve Topaklanma Davranışına Etkisi

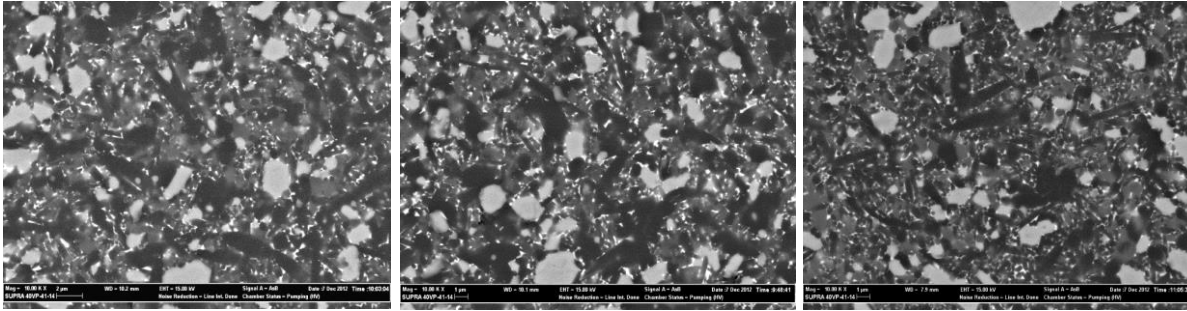
Literatürde SiAlON seramiklerinde kristal tane sınır fazı gelişimi kompozisyona ve sinterleme sonrası uygulanan ısı işlem rejimine bağlı olduğu bilinmektedir [1-14]. SiAlON seramiklerinin yüksek sıcaklık özelliklerinin iyileştirilmesi için diğer ve yeni bir yöntem ise ötektik üzerinde ısı işlem (AET) ile tane sınırı fazının tamamına yakınının kristalleştirilmesidir [15]. Başlangıç kompozisyonunun uygun seçimiyle azotun sistem içinde maksimum çözünürlüğü sağlanıp, sistemin tane sınır sıvısı muhafaza edilerek, ötektik üzerinde ısı işlem ile kristalleşme sağlanabilir.

Z0.3 malzemesinde sinterleme ve ısı işlem sonrasında Jss tane sınır fazı gözlenmiştir. Z0.3 malzemesinin ısı işlemi sonrasında Jss fazının miktarı neredeyse hiç değişmemiştir (Sinterleme sonrası  $I_{Jss}/I_{\beta}$  : 0.18, Isıl işlem sonrası,  $I_{Jss}/I_{\beta}$  : 0.19) (Şekil 3.3). Tane sınır fazının kristalleşme derecesini  $\alpha:\beta$  SiAlON oranı benzer kompozisyonlar için Jss fazının en şiddetli pikinin ( $\sim d=3.01$ ), düzlemler arası mesafesi ( $d$ ) 3.2806'da olan en yakın  $\beta$ -SiAlON pik şiddetine oranı referans alınarak hesaplamak mümkündür. Mikroyapı incelemeleri sonrasında sinterlenmiş üründe bile tane sınır fazının topaklanma davranışı sergilediği gözlenmiştir (Şekil 3.1a). Isıl işlem sonrasında tane sınır fazı şeklinde neredeyse hiç değişiklik olmamıştır (Şekil 3.4a). Sonuç olarak tane sınır fazı kristalleşme derecesi değişmediği için mikroyapıdaki toparlanma davranışında da değişiklik gözlenmemiştir.  $z$  değeri 0.3 değerinden 0.5'e çıkarıldığında sinterlenmiş malzemenin Jss fazı miktarı azalmıştır.  $z:0.5$  malzemesine ısı işlem uygulandığında Jss fazı miktarı  $z:0.3$  malzemesinin kristalizasyon derecesine ulaşmıştır ( $I_{Jss}/I_{\beta}:0.17$ ). Sinterlenmiş malzemenin tane sınır fazı topaklanma eğilimi az iken ısı işlem ile birlikte topaklanma eğilimi artarak  $z:0.3$  malzemesinin tane sınır fazı şekline benzemiştir (Şekil 3.4b).  $z$  değerinin 0.7 olmasıyla sinterlenmiş malzemede az miktarda ( $I_{Jss}/I_{\beta}$  : 0.027) Jss fazı gözlenirken ısı işlem sonrasında Jss yanında alüminat fazı kristalleşmesi elde edilmiştir.  $z:0.7$  malzemesinde sinterleme sonrasında tane sınır fazının topaklanma davranışı oldukça az olup ısı işlem ile birlikte tane sınır fazının kristalizasyonu bir miktar artmış ( $I_{Jss}/I_{\beta}$  : 0.05) ve paralelinde tane sınır fazının topaklanma eğiliminin de iyileştiği gözlenmiştir.  $z$  değeri 0.9 olan malzemede sinterleme sonrasında az miktarda Jss var iken ( $I_{Jss}/I_{\beta}$  : 0.02), ısı işlem sonrasında alüminat fazı gelişimi ( $I_a/I_{\beta}$  : 0.06), gözlenmiştir. Alüminat fazının en şiddetli pikleri  $d:2.67$  (I:100) ve  $d:3.19$  (I:25) da gözlenmektedir. Düzlemler arası mesafe 2.67 değeri aynı zamanda  $\beta$ -SiAlON fazının en şiddetli piki ile çakışmaktadır. Bu nedenle tane sınır fazının kristalleşme miktarını hesaplarken  $d: 3.19$  olan pik şiddeti kullanılmıştır.  $Z:0.9$  malzemesinde sinterleme sonrasında tane sınır fazının toparlanma eğilimi az iken, ısı işlem ile birlikte tane sınır fazının toparlanma davranışı artmıştır. Tane sınır fazının kristalleşme derecesi arttıkça toparlanma davranışının da iyileştiği aşikârdır. Z1.1 kodlu ( $z:0.91$ ) malzemede sinterleme işlemi sonrasında az miktarda alüminat fazı ( $I_a/I_{\beta}$  : 0.017) var iken ısı işlem birlikte alüminat kristalleşmesi bir hayli artmıştır ( $I_a/I_{\beta}$  : 0.1). Mikroyapılar incelendiğinde sinterleme sonrasında tane sınır fazı topaklanma eğilimi az iken ısı işlem sonrasında topaklanma eğiliminin bir hayli arttığı gözlenmiştir (Şekil 3.4e).





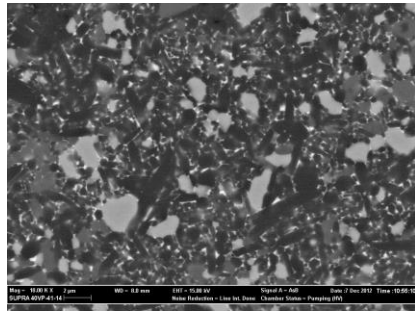
**Şekil 3.3.** Farklı z değerlerindeki ısı işlem görmüş malzemelerin faz gelişimi ( $\alpha$ : $\alpha$ -SiAlON;  $\beta$ : $\beta$ -SiAlON; T: TiN;  $\Delta$ :  $Jss$ -  $Yb_4Si_{2-x}Al_xO_{7+x}N_{2-x}$ ;  $\blacklozenge$ :  $Yb_3Al_5O_{12}$ )



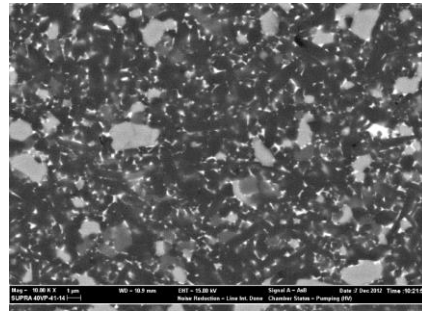
(a)

(b)

(c)



(d)



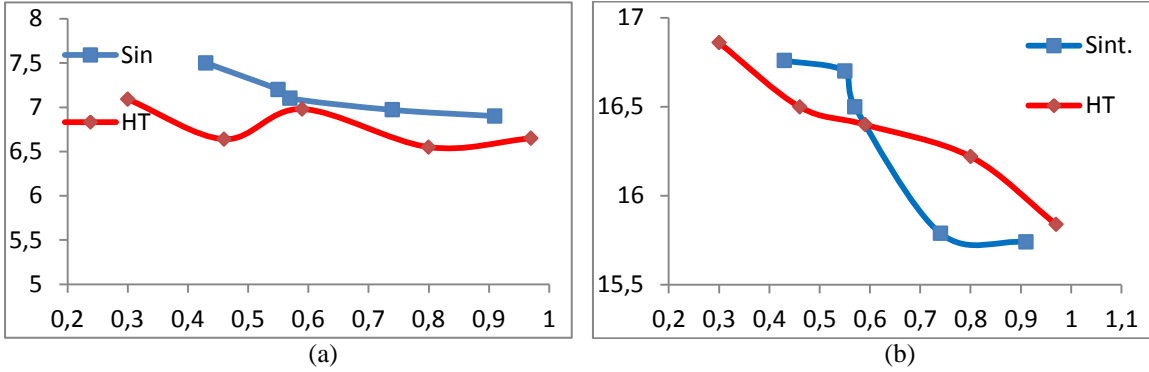
(e)

**Şekil 3.4.** Farklı z değerindeki ısı işlem görmüş malzemelerin mikroyapıları (a) z:0.3, (b) z:0.5, (c) z:0.7, (d) z:0.9, (e) z:1.1

### 3.3. Mekanik Özellikler



Farklı  $z$  değerindeki malzemelerin (0.3 - 0.97),  $z$  değerine bağlı olarak sertlik ve kırılma tokluğu ölçümleri yapılmıştır (Şekil 3.5 a-b). Elde edilen sonuçlar değerlendirildiğinde beklendiği üzere  $z$  değeri arttıkça sertlik ve kırılma tokluğu değerlerinin azaldığı gözlenmiştir. [13-17].



Şekil 3.5.  $z$  değerine bağlı olarak kırılma tokluğu ve sertlikteki değişimi

#### 4. Sonuçlar

Sonuç olarak  $z$  değeri - tane sınır fazı kristalizasyonu ve topraklama eğilimi davranışı incelendiğinde,  $z$  değerinin artmasıyla birlikte (0.3→0.9) tane sınır fazı kristalizasyonu azalırken,  $z$  değeri 0.9 < çıktığında tane sınır fazının kristalizasyon eğilimi artmıştır. Paralelinde tane sınır fazı kristalizasyonunun artmasıyla birlikte tane sınır fazının topraklanma davranışı da iyileşmiştir. Tane sınır fazının kristalleşme eğilimi ne kadar fazla ise tane sınır fazı toparlanma eğilimi de o derecede atmaktadır. Farklı  $z$  değerlerindeki malzemelerin tane sınır fazı topraklama eğilimi karşılaştırıldığında,  $z$  değeri ile tane sınır fazı toparlanma eğilimi arasında doğrudan bir ilişki olmadığı görülmüştür. Tane sınır fazı toparlanma davranışını en fazla etkileyen ısıl işlemdir. Isıl işlem sonrasında tüm malzemelerin tane sınır fazı toparlanma eğilimlerinin arttığı gözlenmiştir. Tane sınır fazının kristalleşme eğilimi ne kadar fazla ise tane sınır fazı toparlanma eğilimi de o derecede atmaktadır.

#### Teşekkür

Yapılan çalışma TÜBİTAK-110M727 nolu proje kapsamında TÜBİTAK tarafından desteklenmiştir.

#### Referanslar

- [1] Kara, F., Mandal, H., Turan, S., Kara, A. and Acikbas C. N., Development Strategies for SiAlON Ceramics, 2nd International Congress on Ceramics, 2008
- [2] Acikbas Calis, N. Kara A., Turan S., Kara F., Mandal H., and Bitterlich B. Influence of Type of Cations on Intergranular Phase Crystallisation of SiAlON Ceramics. Mater. Sci. Forum. 2004;554: 119-122.

- [3] Satet, R.L., and Hoffmann M. J., Grain Growth Anisotropy of  $\beta$ -Silicon Nitride in Rare-Earth Doped Oxynitride Glasses. *J. Eur. Ceram. Soc.* 2004;24:3437–3445.
- [4] Ziegler, A., Kisielowski C., Hoffmann M.J. and Ritchie R.O., Atomic Resolution Transmission Electron Microscopy of Silicon Nitride and the Intergranular Structure of a  $Y_2O_3$ -Silicon Nitride Ceramic. *J. Am. Ceram. Soc.* 2003;86:1777-1785.
- [5] Shibata, N., Pennycook, S. J. Gosnell, T. R., Painter, S. G., Shelton W.A., and Becher, P. F., Observation of Rare-Earth Segregation in Silicon Nitride Ceramics at Subnanometre Dimensions, *Nature* 2004;428:730-733.
- [6] Satet R. L. and Hoffmann, M. J. Influence of the Rare- Earth Element on the Mechanical Properties of RE-Mg- Bearing Silicon Nitride, *J. Am. Ceram. Soc.*, 2005;88:2485-2490.
- [7] Ziegler, A. Idrobo, J.C. Cinibulk, M. K. Kisielowski, C. Browning N.D. and Ritchie, R.O. The Effect of the Crystal-Intergranular Phase Interface on the Fracture Toughness of Silicon Nitride Ceramics, *Science*, 2004;306:1768-1770.
- [8] Mandal, H., Kara, F., Turan, S., Kara, A., Multication Doped Alpha-Beta SiAlON Ceramics, U.S. Patent No. 7,064,095 B2, 2002.
- [9] Mandal, H., Heat-treatment of SiAlON ceramics. Phd Thesis, University of Newcastle upon Tyne, U. K. 1992
- [10] Yurdakul, H. Idrobo, J. C. Pennycook, S. J. and Turan, S. Towards Atomic Scale Engineering of Rare-Earth-Doped SiAlON Ceramics Through Aberration-Corrected Scanning Transmission Electron Microscopy. *Scripta Mater.* 2011;65:656–659.
- [11] Acikbas N.C., Yurdakul, H., Mandal, H., Kara, F., Turan, S., Kara, A., Bitterlich, B., Effect of Sintering Conditions and Heat Treatment on The Properties, Microstructure and Machining Performance of  $\alpha$ : $\beta$ -SiAlON Ceramics, *J. Eur. Ceram. Soc.* 2012;32:1321–1327.
- [12] Zhang, C., Sun, W.Y., Yan, D.S., Optimizing Mechanical Properties and Thermal Stability of Ln- $\alpha$ - $\beta$ -SiAlON by Using Duplex Ln Elements (Dy and Sm), *J. Eur. Ceram. Soc.* 1999;19:33-39.
- [13] . N. Calis Acikbas, O. Demir, The effect of cation type, intergranular phase amount and cation mole ratios on z value and intergranular phase crystallisation of SiAlON ceramics, *Ceramics International*, Volume 39, 3249–3259, (2013)
- [14] Acikbas, N.C., Tribolojik Uygulamalara Yönelik SiAlON Seramiklerinin Geliştirilmesi, Doktora Tezi, Anadolu Üniversitesi, Eskişehir, Türkiye, (2009).
- [15] Mandal, H. and Thompson D.P., Reversible  $\alpha \rightarrow \beta$  Phase Transformation in Heat Treated SiAlON Ceramics”, *J. Euro. Ceram. Soc.*, 1993;12:421-429.
- [16] Basu, B., Kumar, R., Calis Acikbas, N., Kara, F., ve Mandal, H., Microstructure-Mechanical Properties–Wear Resistance Relationship of SiAlON Ceramics. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2009;40:2321.
- [17] Yeckley, R. L., North, B., Ceramic Material and Method of Manufacture, U.S. Patent, 4,563,433, Jan. 7, 1986.