



POLİTEKNİK DERGİSİ

JOURNAL of POLYTECHNIC

ISSN: 1302-0900 (PRINT), ISSN: 2147-9429 (ONLINE)

URL: <http://dergipark.org.tr/politeknik>



α -SiAlON seramiklerin optik özelliklerinin iki aşamalı yüksek enerjili öğütme yöntemi kullanılarak geliştirilmesi

Enhancing the optical properties of α -SiAlON ceramics using two-stage high energy milling method

Yazar(lar) (Author(s)): Suna AVCIOĞLU¹, Semra KURAMA², Erhan AYAS³, Kubra GÜRÇAN⁴

ORCID¹: 0000-0003-0980-2029

ORCID²: 0000-0002-7554-3419

ORCID³: 0000-0003-0592-3990

ORCID⁴: 0000-0003-0434-1518

Bu makaleye şu şekilde atıfta bulunabilirsiniz (To cite to this article): Avcioğlu S., Kurama S., Ayas E. ve Gürçan K., “ α -SiAlON seramiklerin optik özelliklerinin iki aşamalı yüksek enerjili öğütme yöntemi kullanılarak geliştirilmesi”, *Politeknik Dergisi*, 23(4): 1051-1057, (2020).

Erişim linki (To link to this article): <http://dergipark.org.tr/politeknik/archive>

DOI: 10.2339/politeknik.605397

α -SiAlON Seramiklerin Optik Özelliklerinin İki Aşamalı Yüksek Enerjili Öğütme Yöntemi Kullanılarak Geliştirilmesi

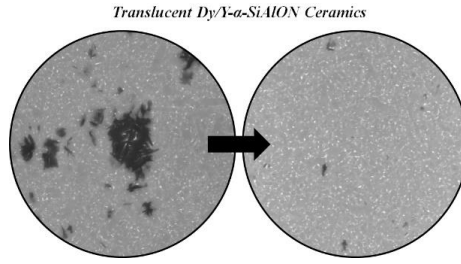
Enhancing the Optical Properties of α -SiAlON Ceramics Using Two-Stage High Energy Milling Method

Önemli noktalar (Highlights)

- ❖ Yarı saydam Dy/Y- α -SiAlON seramikler kıvılcım plazma sinterleme tekniği kullanılarak üretilmiştir. (Translucent Dy/Y- α -SiAlON ceramics were produced using spark plasma sintering technique)
- ❖ Toz karışımının hazırlanmasında iki aşamalı yüksek enerjili öğütme yöntemi kullanılmıştır. (In the preparation of the powder mixture, two-stage high-energy milling method were used.)
- ❖ AlN tozun tane boyutunun α -SiAlON seramiklerin optik özellikleri üzerine etkileri araştırılmıştır. (The effects of particle size of AlN powder on the optical properties of α -SiAlON ceramics were investigated.)

Grafik Özet (Graphical Abstract)

Bu çalışmada, (Dy/Y) α -SiAlON seramiklerin yapısında görülebilen AlN-politip fazların optik özellikleri üzerine etkisi incelenmiştir. Başlangıç toz karışımının hazırlanmasında kullanılan AlN tozlar yüksek enerjili ön öğütme işlemine tabi tutularak tane boyutu küçültülmüş, böylelikle sinterleme aşamasında yapıda kalan AlN-politip miktarının azaltılması ve faz çeşitliliği nedeni ile α -SiAlON seramiklerin kızıl ötesi dalga boyundaki geçirim değerinde meydana gelen düşüşün giderilmesi amaçlanmıştır.



Şekil. Dy/Y- α -SiAlON seramiklerinin mikroyapısında AlN politip fazının azaltılması /**Figure.** Reduction of AlN polytype phase in the microstructure of Dy/Y- α -SiAlON ceramics.

Amaç (Aim)

Çalışmanın amacı AlN esaslı ikincil fazların miktarı ve çeşitliliği azaltılarak SiAlON seramiklerin üstün mekanik özelliklerini kaybetmeden optik özellikleri iyileştirmektir. (The aim of this study to improve the optical properties of SiAlON ceramics without losing the superior mechanical properties of SiAlON ceramics by reducing the amount and diversity of AlN-based secondary phases.)

Tasarım ve Yöntem (Design & Methodology)

Yarı saydam Dy/Y- α -SiAlON seramikler kıvılcım plazma sinterleme tekniği kullanılarak üretilmiştir. (Translucent Dy/Y- α -SiAlON ceramics were produced using spark plasma sintering technique)

Özgünlük (Originality)

Başlangıç toz karışımının hazırlanmasında kullanılan AlN tozlar yüksek enerjili ön öğütme işlemine tabi tutularak tane boyutu küçültülmüş, Dy/Y- α -SiAlON seramiklerin optik özellikleri üzerine etkileri incelenmiştir.

Bulgular (Findings)

Sunulan yöntem ile α -SiAlON seramiklerde daha az miktarda AlN-politip fazının oluştuğu ve böylece optik özelliklerinin iyileştiği tespit edilmiştir. (With the presented method, it was determined that a smaller amount of AlN-politip phase was formed in α -SiAlON ceramics so its optical properties improved.)

Sonuç (Conclusion)

İkincil fazların miktarı ve faz çeşitliliği azaltılarak SiAlON seramiklerin üstün mekanik içeriği kaybetmeden optik özellikleri iyileştirilebilir. (By reducing the amount and phase diversity of the secondary phases, the optical properties of SiAlON ceramics can be improved without losing their superior mechanical content.)

Etik Standartların Beyanı (Declaration of Ethical Standards)

Bu makalenin yazar(lar)ı çalışmalarında kullandıkları materyal ve yöntemlerin etik kurul izni ve/veya yasal-özel bir izin gerektirmediğini beyan ederler. / The author(s) of this article declare that the materials and methods used in this study do not require ethical committee permission and/or legal-special permission.

α -SiAlON Seramiklerin Optik Özelliklerinin İki Aşamalı Yüksek Enerjili Öğütme Yöntemi Kullanılarak Geliştirilmesi

Araştırma Makalesi / Research Article

Suna AVCIOĞLU^{1*}, Semra KURAMA^{2,3}, Erhan AYAS², Kubra GÜRCAN²

¹Mühendislik Fakültesi, Metalürji ve Malzeme Müh. Bölümü, Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Türkiye

²Mühendislik Fakültesi, Malzeme Bilimi ve Müh. Bölümü, Eskişehir Teknik Üniversitesi, Türkiye

³Havacılık ve Uzay Bilimleri Fakültesi, Eskişehir Teknik Üniversitesi, Türkiye

(Geliş/Received : 15.08.2019 ; Kabul/Accepted : 17.10.2019)

ÖZ

Bu çalışmada, yarı saydam Dy/Y- α -SiAlON seramikler kıvılcım plazma sinterleme (SPS) tekniği kullanılarak üretilmiştir. Başlangıç toz karışımının iki aşamalı yüksek enerjili öğütme yöntemi ile hazırlanmasının yarı saydam α -SiAlON seramiklerin faz bileşimi, mikro yapısı ve optik özellikleri üzerine etkileri araştırılmıştır. Öğütme sürecinin ilk aşamasında, AlN tozu karışıma eklenmeden önce tane boyutunun küçültülmesi ile son üründe meydana gelebilecek olan AlN esaslı ikincil fazların (politipler) miktarının azaltılması ve faz çeşitliliği nedeni ile transparanlıkta meydana gelen kaybın giderilmesi amaçlanmıştır. Öğütme işlemi öncesi ve sonrası AlN tozların parçacık boyutu dağılımı, lazer kırınım spektroskopisi ile karakterize edilmiştir. Kıvılcım plazma sinterleme (SPS) tekniği ile üretilmiş α -SiAlON seramiklerin mikro yapısı ve faz karakterizasyonu sırasıyla taramalı elektron mikroskopu (SEM) ve X-ışını kırınım (XRD) teknikleri kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Seramiklerin kızıl ötesi (IR) geçirgenliği FT-IR kullanılarak 3000–7000 cm^{-1} dalga sayısı aralığında incelenmiştir. Sonuçlar, AlN tozunun parçacık boyutunun, α -SiAlON seramiklerin morfolojisi, faz bileşimi ve IR-geçirimi üzerinde etkili olduğunu göstermiştir.

Anahtar Kelimeler: SiAlON, optik özellik, AlN boyutu, mikroyapı, faz çeşitliliği.

Enhancing the Optical Properties of α -SiAlON Ceramics Using Two-Stage High Energy Milling Method

ABSTRACT

In this study, semi-transparent Dy/Y- α -SiAlON ceramics were produced using spark plasma sintering (SPS) technique. The effects of the production of the initial powder mixture by two-stage high-energy milling method on the phase composition, microstructure and optical properties of translucent α -SiAlON ceramics were investigated. In the first stage of the milling process, it was aimed to reduce the amount of AlN based secondary phases (polypoids) which could occur in the final product by reducing the particle size before adding the AlN powder to the mixture and to reduce the decrease in transparency due to the variety of phases. The particle size distribution of the AlN powders before and after milling was characterized by laser diffraction spectroscopy. Microstructure and phase characterization of spark plasma sintered (SPS) α -SiAlON ceramics were performed using scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffraction (XRD) techniques, respectively. The infrared (IR) transmission of the ceramics was investigated using FT-IR in the 3000-7000 cm^{-1} wavenumber range. The results showed that the particle size of the AlN powder was effective on the morphology, phase composition and optical properties of the α -SiAlON ceramics.

Keywords: SiAlON, optical properties, AlN powder size, microstructure, phase diversity.

1. GİRİŞ (INTRODUCTION)

Alüminyum oksit (safir), magnezyum alüminat (spinel), alüminyum oksinitür (AlON) gibi çok kristalin şeffaf seramik malzemeler camın mekanik ve kimyasal özelliklerinin yeterli kalmadığı lazer, gece görüş araçları, optik yükselteçler, elektromanyetik (EM) ve kızılötesi (IR) pencerelerde kullanılmaktadır. Ancak, savunma sanayinde saydam zırh ya da ısı güdümlü füze başlıkları gibi uygulamalar için malzeme seçiminde sadece kızıl ötesi dalga boyunda optik özelliklerin değil, mekanik

ve yüksek sıcaklık özelliklerinin de göz önünde bulundurulması gerekmektedir. SiAlON seramikleri, mükemmel kırılma tokluğu ve mukavemeti, üstün kimyasal kararlılığı ve aşınma direnci ile bilinen bir seramik alaşımdır ($\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ 'ün katı çözeltilisidir). Bu nedenle SiAlON esaslı yarı saydam zırhların üretilmesi fikri birçok araştırmacının ilgisini çekmiştir.

Karunatne vd. 100 μm kalınlığa sahip çok ince α -SiAlON plakaların üretilbildiğini rapor etmişlerdir [1]. Jones vd. α -SiAlON seramiklerin nadir toprak elementleri ile katılandırılması yoluyla optik özelliklerinin iyileştirilebileceğini göstermişlerdir [2]. Farklı

*Sorumlu Yazar (Corresponding Author)
e-posta : suna.avcioglu@gmail.com

kompozisyonlarda hazırladıkları $Y-\alpha$ -SiAlON seramiklerin, kompozisyondaki n değeri değişiminin son ürünün mikroyapısı ve optik özellikleri üzerine etkilerini ortaya koyan çalışmalar mevcuttur [3]. %70 geçirgenliğe sahip $Lu-\alpha$ -SiAlON seramikleri SPS yöntemi ile üretilbildiği rapor edilmiştir [4]. Xiong 0.5mm kalınlıktaki Mg katkılı α -SiAlON seramikte %66,4 geçirgenliğe ulaşmıştır [5]. Mg ve Lu dışında Yb, Nd, Dy, Y, Lu ve Gd gibi daha birçok element kattı maddesi olarak kullanılmış ve şeffaf α -sialon seramiklerin üretimindeki etkileri araştırılmıştır [6-8]. Ancak yapılan tüm bu çalışmalarda genel olarak tek katyonlu kompozisyon sistemleri üzerine yoğunlaşmış, çift katyonlu sistemler üzerinde çok fazla çalışma gerçekleştirilmemiştir.

α -SiAlON seramiklerin kristal yapısının optik olarak anizotropik olması teorik geçirim değerinin kübik kristal yapı seramiklere kıyasla daha düşük olmasına neden olmaktadır [9]. Malzemenin kızıl ötesi dalga boyunda geçirimini düşüren temel etkenlerden diğerleri farklı kırıcılık indeksine sahip ikincil fazlar ve gözeneklerdir [10]. Literatürde yüksek yoğunluklu α -SiAlON seramiklerin üretimini konu alan birçok çalışma olsa da ikincil fazların seramiğin optik özelliklerine etkilerini inceleyen çalışma sayısı oldukça sınırlıdır.

Bu çalışmada, çift katyon katkılı (Dy/Y) α -SiAlON seramiklerin üretimi sonrası yapıda görülebilen AlN-politip fazların optik özellikler üzerine etkisi incelenmiştir. Başlangıç toz karışımının hazırlanmasında kullanılan AlN tozlar yüksek enerjili ön öğütme işlemine tabi tutularak tane boyutu küçültülmüş, böylelikle sinterleme aşamasında yapıda kalan AlN-politip miktarının azaltılması ve faz çeşitliliği nedeni ile α -SiAlON seramiklerin kızıl ötesi dalga boyundaki geçirim değerinde meydana gelen düşüşün giderilmesi amaçlanmıştır. Sonuçlar son ürün yoğunluğu, faz çeşitliliği ve mikroyapının Dy/Y- α -SiAlON seramiklerin optik özellikleri üzerine etkileri göz önüne alınarak tartışılmıştır.

2. MATERYAL VE METOD (MATERIAL and METHOD)

Bu çalışmada α -SiAlON seramiklerin başlangıç kompozisyonu Dy^{+3} ve Y^{+3} çift katyon katkısı ile m ve n oranları sırasıyla 2 ve 1 olacak şekilde hazırlanmıştır. Kompozisyon hesaplamaları yapılırken oksit dışı tozların (Si_3N_4 ve AlN) yüzeyinde bulunan oksit tabakalar göz ardı edilmiştir. Bunun nedeni $m=2n$ oranına sahip kompozisyonların $Si_3N_4-9AlN:M_2O_3$ bağ doğrusu üzerinde yer alması, dolayısı ile yüzey oksitlerini ihmal etmeden oksit dengesini sağlamanın hayli güç olmasıdır. Kompozisyonların hazırlanmasında α - Si_3N_4 (UBE-10, %1,6 yüzey oksidi), AlN (Tokuyama, %1 yüzey oksidi), Dy_2O_3 (Aldrich Chemical Co., %99,9 saflıkta) ve Y_2O_3 (Aldrich Chemical Co., %99,9 saflıkta) ticari tozları kullanılmıştır.

Tozların uygun oranda tartımından sonra öğütme işlemi izopropil alkol ortamında, Si_3N_4 değirmen ve Si_3N_4 bilyeler kullanılarak, Fritsch firmasına ait Pulverisette 5

model aksel değirmende gerçekleştirilmiştir. Öncelikle ticari AlN tozu partikül boyutunun düşürülmesi amacıyla yüksek enerjili ön öğütme işlemine tabi tutulmuştur. Yüksek enerjili ön öğütme işleminde AlN tozu/izopropil alkol/bilye ağırlıkça 1/3/10 oranına uygun olarak değirmene beslenmiştir. 600 devir/dakika hızda 6 saat süresince AlN tozu öğütme işlemi sürdürülmüştür. Ön öğütme işlemi uygulanmış AlN toz kurutma aşamasının ardından kompozisyona katılacak diğer tozlar ile değirmene eklenmiş, hazırlanan toz karışımına ağırlıkça 1/1,5/2 oranında sırası ile toz/bilye/ izopropil alkol ilave edilmiştir. İkinci aşama öğütme işlemi değirmen 300 devir/dakika hızla karıştırılarak 3 saat gerçekleştirilmiştir. Hazırlanan karışımdaki alkolün toz karışımında topaklanmaya neden olmadan uzaklaştırılması amacıyla, Transpack firmasına ait WB2000 model dönel kurutucuda, 30 devir/dk hızla kurutulmuştur. İki aşamalı yüksek enerjili öğütme işlemi ile üretilen başlangıç tozları ile kıyaslamak için geleneksel öğütme yöntemi kullanılarak tüm başlangıç ham maddelerinin tek seferde değirmene beslenerek, 300 devir/dakika karıştırma hızı ile 3 saat boyunca öğütülmesi sonucu referans bir toz karışımı da hazırlanmıştır. Öğütme işlemi öncesi ve sonrası AlN tozların parçacık boyutu dağılımı, lazer kırınım spektroskopisi ile ölçülmüştür.

Dy-Y- α -SiAlON seramiklerin sinterlenmesi spark plazma sinterleme (SPS) yöntemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. FCT GmbH firmasına ait SPS fırın haznesindeki iki metal piston arasına yerleştirilen kalıp içindeki tozlar, 100 °C/dak ısıtma hızı ve 300 °C/dak soğutma hızıyla, 50MPa basınç altında 1750°C sıcaklıkta 5 dk. ile sinterlenmiştir. İşlem süresince sıcaklık grafit kalıp yüzeyinden optik pirometre ile okunmuştur. Sinterlenen numunelerin X-ışınları difraktometresi (Rigaku Rint 2000) yardımıyla 10-60° arasında faz analizi, taramalı elektron mikroskobu (SEM- Zeiss Supra 50V) ile mikroyapısal analiz gerçekleştirilmiş ve FT-IR (Brunker Tensor 27) ile 3000-7000 cm^{-1} dalga sayısı aralığında optik özellikleri karakterize edilmiştir.

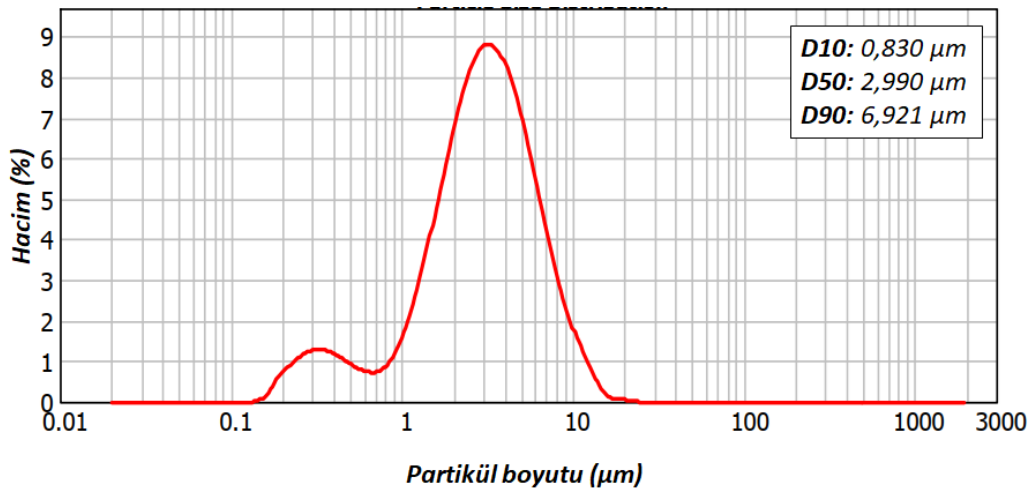
3. SONUÇLAR VE TARTIŞMA (RESULTS AND DISCUSSION)

Aluminyum nitrür tozun yüksek enerjili öğütme işlemi öncesi ve sonrası elde edilen partikül boyut ölçüm sonuçları Şekil 1'de yer almaktadır. Grafiklerde yüksek enerjili öğütme ile AlN tozların tane boyutunun düştüğü ve tane boyut dağılımının daraldığı görülmektedir. Öğütme işlemi öncesi AlN tozun tane boyutu yaklaşık olarak 11 μ m-0,8 μ m arasında değişim gösterirken, işlem sonrası 3 μ m-0,2 μ m arasında olduğu tespit edilmiştir. AlN toz örnekteki partiküllerin yüzde 90'ının daha küçük (D_{90}) ve yüzde 10'unun daha yüksek (D_{10}) olduğu partikül boyutları ise sırası ile 6.9 μ m'den 1.7 μ m'ye ve 0,830 μ m'den 0,208 μ m'ye düşürülmüştür. Öğütme işlemi öncesi ortalama tane boyutu (D_{50} değeri) 2,990 μ m olan tozun işlem sonrası D_{50} değerinin 0,525 μ m'ye düşürülmüştür.

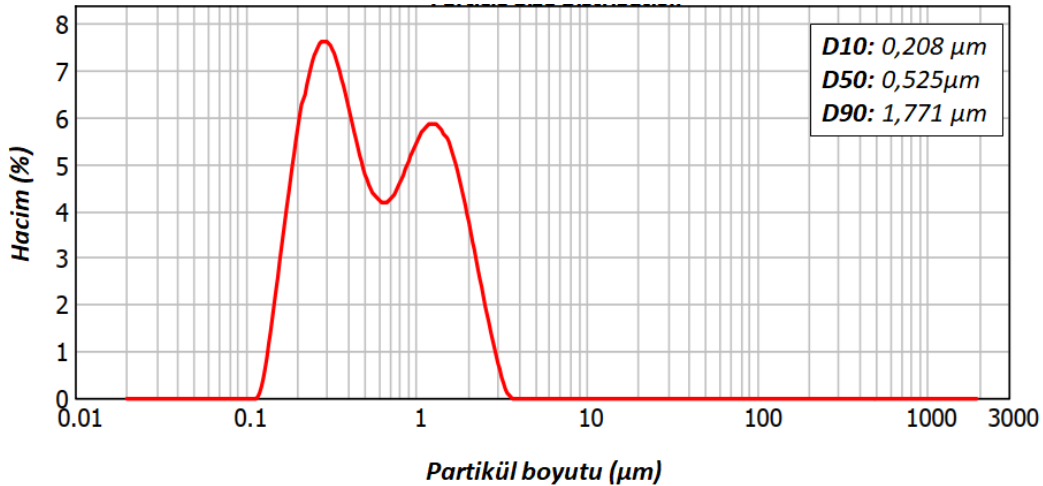
Çalışmada iki aşamalı yüksek enerjili öğütme işleminin α -SiAlON seramiklerin mikroyapısı ve optik özellikleri

üzerine etkilerini kıyaslamak amacıyla geleneksel öğütme yöntemi ile üretilmiş başlangıç tozları kullanılarak bir referans numune hazırlanmıştır. Bu örnek "DyY2010-G" şeklinde isimlendirilmiştir. AlN tozların ön öğütme işlemine tabi tutulduğu yüksek enerjili öğütme süreci ile hazırlanan başlangıç toz karışımı kullanılarak üretilen örnek "DyY2010-6S" şeklinde kodlanmıştır. **Çizelge 1**'de üretilen numunelerin kodları ve üretim koşulları yer almaktadır. Sinterlenen numunelerin XRD analiz sonuçları **Şekil 2**'de verilmiştir. Her iki numunede de tespit edilen tüm pikler 01-076-6455 COD numaralı α -SiAlON fazına aittir, ikincil bir kristalin fazın varlığına işaret eden ilave

piklere rastlanmamıştır. Ancak numunelerin kesit yüzeyinden geri yansıyan elektron detektörü kullanılarak elde edilen taramalı elektron mikroskobu görüntülerinde farklı kontrast yaratan üç fazın mevcut olduğu görülmektedir (**Şekil 3**). Görüntülerde 1 ile işaretlenmiş olan diğer iki faza kıyasla çok daha koyu renkli görülen çubuksu tane morfolojisine sahip fazın α -SiAlON seramiklerinde yüksek miktarda AlN-politipleri olduğu düşünülmektedir. Daha önceki çalışmalarımızda bu fazın α -SiAlON fazına kıyasla Al ve N yönünden çok daha zengin olduğu, dolayısı ile AlN-politiplerine ait olduğu tespit edilmiştir [11]. AlN-politiplerine ait karakteristik piklerin XRD analizi sonuçlarında tespit edilememesi



(a)



(b)

Şekil 1. Alüminyum nitrür tozun (a) yüksek enerjili öğütme işlemi öncesi ve (b) sonrası partikül boyut ölçüm sonuçları (Particle size measurement results of aluminum nitride powder before (a) and after (b) high-energy milling process)

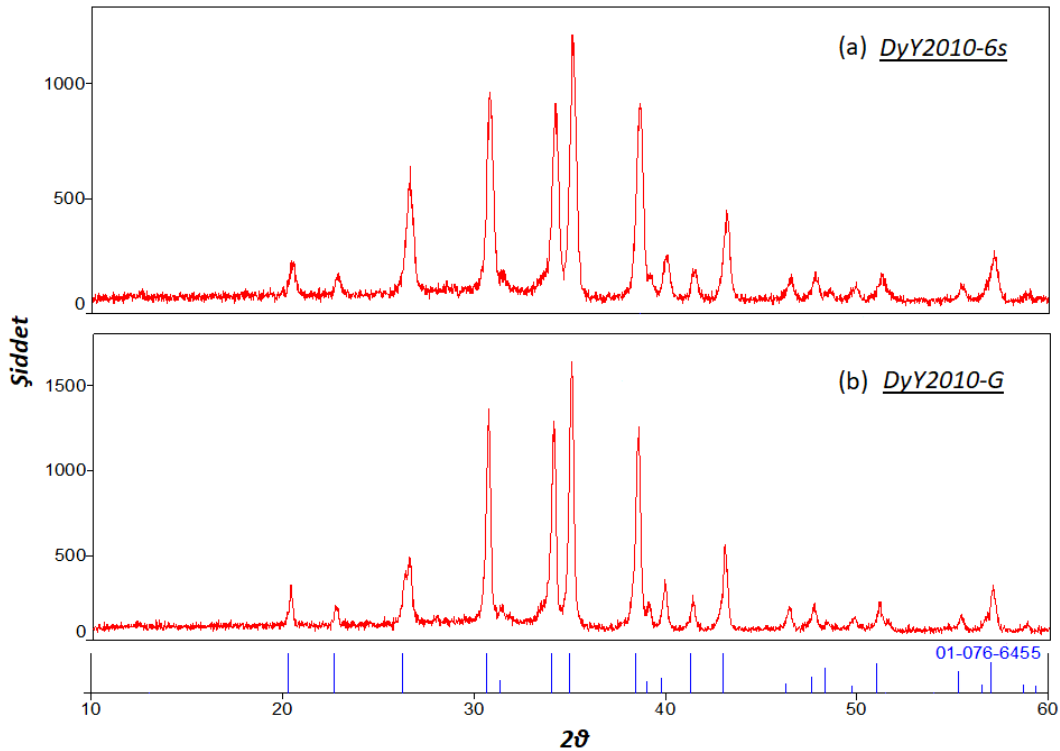
Çizelge 1. Numunelerin kodları ve üretim koşulları (Codes of samples and production conditions)

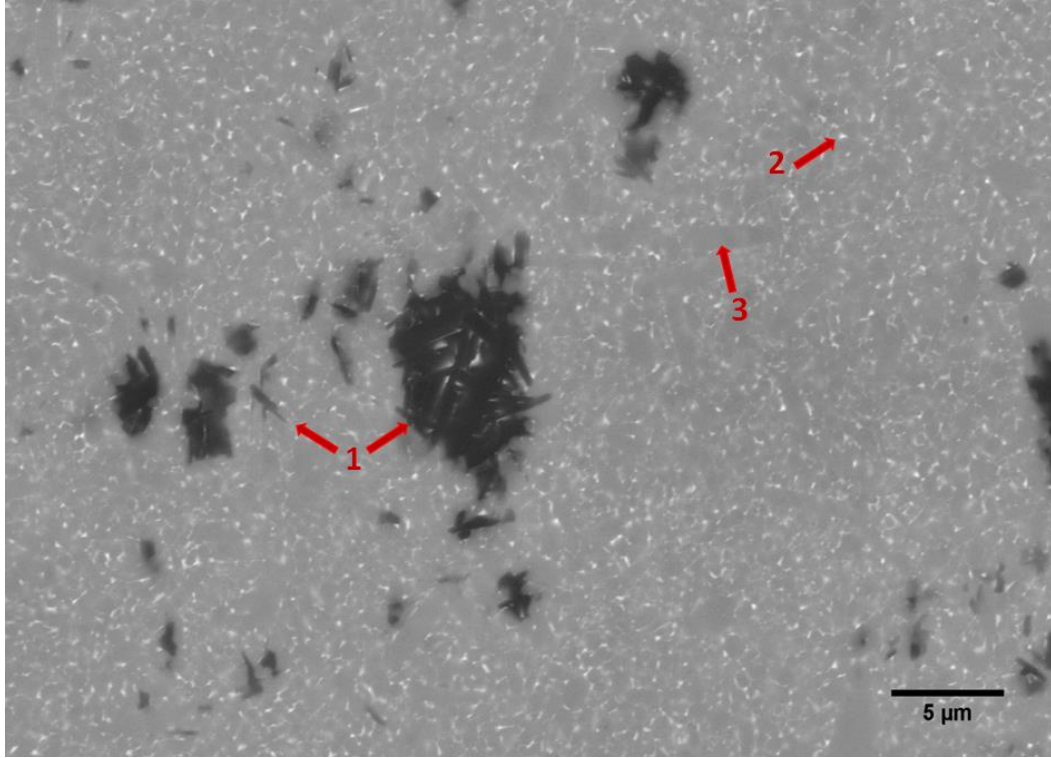
| Numune Kodu | Öğütme Yöntemi | Sinterleme Sıcaklığı (°C) | Sinterleme Süresi (dk.) |
|-------------|------------------------------------|------------------------------|----------------------------|
| DyY2010-G | Geleneksel öğütme | 1750 | 5 |
| DyY2010-6S | İki aşamalı yüksek enerjili öğütme | 1750 | 5 |

yapıda az miktarda mevcut olmasından kaynaklanabilir. İki aşamalı yüksek enerjili öğütme işlemi uygulanarak üretilen numunenin (DyY2010-6S) taramalı elektron mikroskobu (SEM) görüntüsünde (**Şekil 3-b**) geleneksel yöntemle üretilmiş referans numuneye (DyY2010-G) (**Şekil 3-a**) kıyasla daha az miktarda AlN-politip fazın mevcut olduğu tespit edilmiştir. Bunun yanı sıra, DyY2010-G (**Şekil 3- a**) kodlu numunede AlN-politip tanelerinin yapıda topraklar halinde mevcut olduğu, iki aşamalı yüksek enerjili öğütme işlemi uygulanarak üretilen numunede (DyY2010-6S) (**Şekil 3-b**) ise bu tanelerin daha homojen dağıldığı ve tane boyutlarının daha küçük olduğu gözlenmiştir.

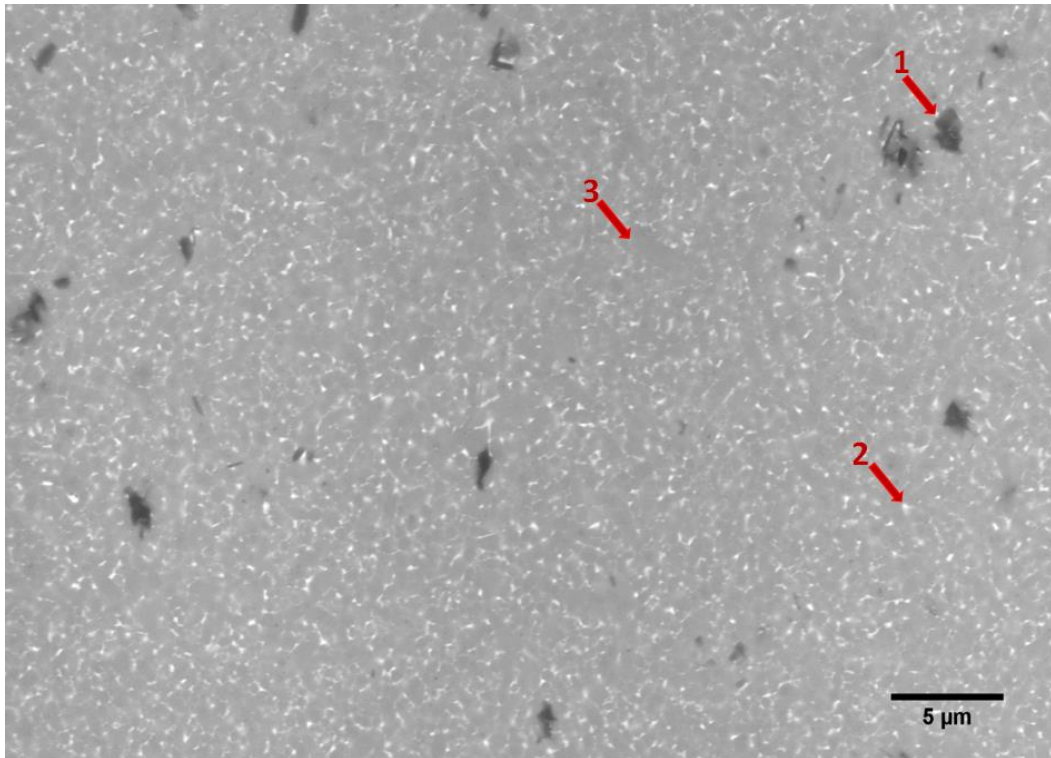
SEM görüntülerinde AlN-politiplerine kıyasla daha açık gri renkli görünen matris fazı XRD sonuçlarında tespit edilen α -SiAlON fazına aittir. α -SiAlON tanelerinin genel olarak eş eksenli morfolojiye sahip oldukları görülmektedir. Bunun yanı sıra az miktarda da olsa uzamış çubuksu α -SiAlON tanelerinin varlığı tespit edilmiştir. SEM görüntülerinde çubuksu α -SiAlON tanelerinden bazıları 3 ile işaretlenerek gösterilmiştir. AlN tozlarına yüksek enerjili ön öğütme işlemi

uygulanarak üretilen numunede (**Şekil 3-b**) geleneksel yöntemle üretilmiş referans numuneye kıyasla (**Şekil 3-a**) daha az miktarda uzamış α -SiAlON tanelerinin olduğu görülmektedir. Sinterleme esnasında oluşan oksitçe zengin, düşük viskoziteye sahip sıvı fazın çubuksu α -SiAlON tanelerinin oluşumunu desteklediği bilinmektedir [12]. Yüksek enerjili ön öğütme işlemi ile AlN partikül boyutunun düşürülmesi, α -SiAlON oluşumunu hızlandırarak, sıvı fazın α -SiAlON tarafından daha çabuk tüketilmesini ve eş eksenli α -SiAlON tanelerinin oluşumuna katkı sağladığı düşünülmektedir. Görüntülerde 2 ile işaretlenmiş olan tane sınırı camısı fazın her iki numunede de üçlü tane birleşim noktalarında yer alarak mikro yapıda homojen bir dağılıma sahip olduğu tespit edilmiştir. Tane sınırı camısı fazın α -SiAlON seramiklerin mekanik özelliklerini etkilediği bilinmektedir [13]. Bu nedenle yapıda az miktarda mevcut olması ve homojen olarak dağılması önemlidir. Tane sınırı camısı fazın çeşitli ısıl işlem aşamaları uygulanarak kristallendirilmesi sonucu SiAlON seramiklerin mekanik özelliklerinin iyileştirilmesini

**Şekil 2.** Numunelerin XRD analiz sonuçları, (a) DyY2010-6S ve (b) DyY2010-G (XRD analysis results of the samples (a) DyY2010-6S and (b) DyY2010-G).

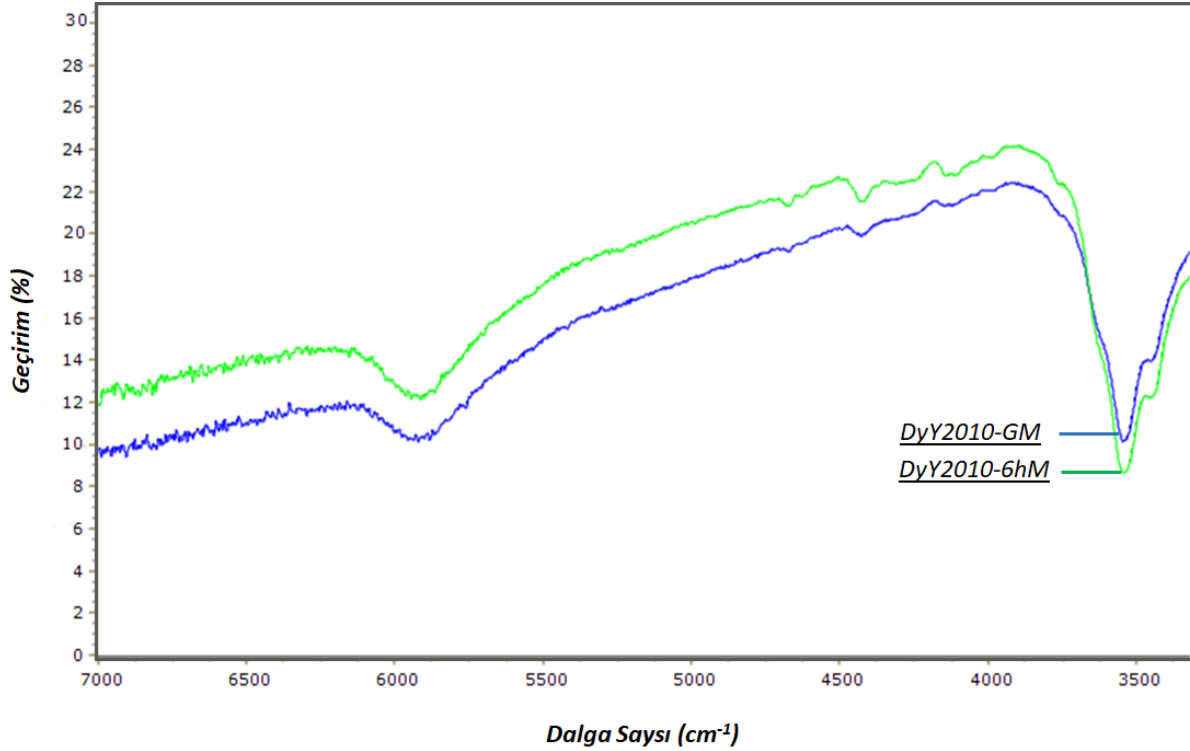


(a)



(b)

Şekil 3. (a) DyY2010-G ve (b) DyY2010-6S kodlu α -SiAlON seramiklerin 7500 X büyütme ile 2.5 kV hızlandırma voltajı kullanılarak elde edilen geri yansıyan elektron mikroskobu görüntüleri (Backscattered electron microscopy images of (a) DyY2010-G and (b) DyY2010-6S coded α -SiAlON ceramics using an acceleration voltage of 2.5 kV at 7500 X magnification).



Şekil 4. DyY2010-G (mavi) ve DyY2010-6S (yeşil) kodlu α -SiAlON seramiklerin FT-IR analizi sonuçları (FT-IR analysis results of α -SiAlON ceramics, DyY2010-G (blue) and DyY2010-6S (green))

seramiklerin üstün mekanik özelliklerini kaybetmeden optik özelliklerinin geliştirilmesi sürecinde, tane sınırı camı fazının kırıcılık indeksi α -SiAlON fazından farklılık gösterdiğinden, yapıda az miktarda tane sınırı fazının mevcut olması ve homojen olarak dağılması geçirgenliği arttırmak amacı ile tercih edilir. Bu açıdan çalışmada tasarlanan başlangıç kompozisyonlarının ve sinterleme rotasının başarılı bir şekilde çalıştığı söylenebilir. **Şekil 4**'te DyY2010-G ve DyY2010-6S kodlu α -SiAlON seramik numunelerin FT-IR analizi sonuçları yer almaktadır. Grafikler incelendiğinde 0,5 mm kalınlığındaki her iki numunenin de IR-dalga boyunda yarı geçirgen olduğu tespit edilmiştir. Geçirgenlik eğrilerinde yaklaşık 3540 cm^{-1} bölgesinde görülen soğurma pikleri daha önceki çalışmalarda da rapor edildiği üzere, kompozisyonların Dy^{+3} içermesi nedeni ile gerçekleşen $6\text{H}_{15/2} \rightarrow 6\text{H}_{11/2}$ elektron geçişinden kaynaklanmaktadır [14]. İki aşamalı yüksek enerjili öğütme işlemi uygulanarak üretilmiş DyY2010-6S kodlu numunenin IR geçirgenliğinin 3000-7000 cm^{-1} aralığında referans numuneye kıyasla yaklaşık %2 daha yüksek olduğu tespit edilmiştir. Bu farkın temel nedenleri DyY2010-6S kodlu numunede daha az miktarda ve daha homojen dağılmış AlN-politip fazının mevcut olması ve daha az miktarda uzamış α -SiAlON tanelerinin oluşmasıdır. Bu yaklaşım literatürde yer alan bulguları destekler niteliktedir. Daha önce rapor edilmiş çalışmalarda α -SiAlON seramiklerin eş eksenli tane morfolojisine sahip olması ve faz çeşitliğinin az olması ile optik özelliklerini iyileştirebileceği bilgileri yer almaktadır [15, 16].

6. SONUÇ (CONCLUSION)

Sonuç olarak, çalışmada yarı saydam çift katyon (Dy ve Y) katkılı α -SiAlON seramikler kıvılcım plazma sinterleme (SPS) tekniği kullanılarak başarılı bir şekilde üretilmiştir. Başlangıç toz karışımının iki aşamalı yüksek enerjili öğütme yöntemi ile hazırlanması sayesinde AlN-politip fazının oluşmasını destekleyen büyük partikül boyutuna sahip AlN tozların ortalama tane boyutu 2,990 μm 'den 0,525 μm 'ye düşürülmüştür. Böylelikle sinterleme sonrası α -SiAlON seramiklerin morfolojisinde daha az miktarda AlN-politip fazının oluştuğu ve bu fazın yapıda daha homojen olarak dağıldığı tespit edilmiştir. İki aşamalı öğütme işleminin α -SiAlON tanelerinin morfolojisine de etki ettiği, uzamış tanelerin oluşmasını engelleyerek eş eksenli tane morfolojisini desteklediği görülmüştür. İki aşamalı yüksek enerjili öğütme tekniği ile hazırlanan tozlar kullanılarak üretilen yarı saydam α -SiAlON seramiğin kızıl ötesi (IR) geçirgenlik değerleri 3000-7000 cm^{-1} dalga sayısı aralığında yaklaşık %2 oranında artırılmıştır. AlN esaslı ikincil fazların (politipler) miktarı ve faz çeşitliliği azaltılarak SiAlON seramiklerin üstün mekanik özelliklerini kaybetmeden optik özellikleri iyileştirilebilir.

ETİK STANDARTLARIN BEYANI (DECLARATION OF ETHICAL STANDARDS)

Bu makalenin yazar(lar)ı çalışmalarında kullandıkları materyal ve yöntemlerin etik kurul izni ve/veya yasal-özel bir izin gerektirmediğini beyan ederler.

KAYNAKLAR (REFERENCES)

- [1] Karunatne B. S. B., Lumby R. J., Lewis M. H., “Rare-Earth-Doped α -Sialon Ceramics with Novel Optical Properties”, *J. Mater. Res.*, 11: 2790–2794, (1996)
- [2] Jones M.I., Hyuga H., Hirao K., “Optical and Mechanical Properties of α/β Composite Sialons”, *J. Am. Ceram. Soc.*, 86 (3): 520-522, (2003)
- [3] Shan Y., Xu J., Guan C., Li J., “Preparation and Properties of Translucent Y- α -Sialon Ceramics by Two-Steps Hot Pressing”, *Key Engineering Materials*, 434: 661-663, (2010)
- [4] Jones M.I., Hyuga H., Hirao K., Yamauchi Y., “Highly Transparent Lu- α -SiAlON” *J. Am. Ceram. Soc.*, 87 (4) (2004) 714-716.
- [5] Xiong Y., Fu Z., Wang H., Wang W., Zhang J., Zhang Q., Wohn S., Niihara L. K., “Translucent Mg- α -Sialon Ceramics Prepared by Spark Plasma Sintering”, *J. Am. Ceram. Soc.*, 90(5): 1647-1649, (2007)
- [6] M. Mitomo, Y. Moriyoshi, T. Sakai, T. Ohsaka, and M. Kobayashi, “Translucent β -SiAlON Ceramics,” *J. Mater. Sci. Lett.*, 1: 25–26, (1982)
- [7] Mandal H., “New Developments in α -Sialon Ceramics,” *J. Eur. Ceram. Soc.*, 19:2349-2357, (1999)
- [8] Xinlu S., Peiling W., Weiwu C., Bo Z., Yibing C., Dongsheng Y., “Translucent α -Sialon Ceramics by Hot Pressing”, *J. Am. Ceram. Soc.* 87(4):730-732, (2004)
- [9] Krell A., Blank P., Ma H., Hutzler T., Van B. M., Apetz, R., “Transparent sintered corundum with high hardness and strength”. *J. Am. Ceram. Soc.*, 86(1):12–18 (2003)
- [10] Krell, A., Hutzler, T., Klimke, J., “Transmission physics and consequences for materials selection, manufacturing, and applications”, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 29:207–221, (2009)
- [11] Kurama S., Avcioğlu S., Ayas E., “Optimization of the optical properties of α -SiAlON through a decrease in starting powder size”, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 35(12):3229-3235, (2015)
- [12] Camuscu N., Thompson D. P., Mandal H., “Effect of starting composition, type of rare earth sintering additive and amount of liquid phase on $\alpha \rightleftharpoons \beta$ sialon transformation” *J. Eur. Ceram. Soc.*, 17(4):599-613, (1997)
- [13] Kurama S., Herrmann M., Mandal H., “The effect of processing conditions, amount of additives and composition on the microstructures and mechanical properties of α -SiAlON ceramics” *J. Eur. Ceram. Soc.* 22(1):109-119, (2002)
- [14] Gschneidner K. A., “Handbook on the Physics and Chemistry of Rare Earths”, Optical Spectroscopy, Volume: 37, North Holland; 1st Edition (2007)
- [15] Krell A, Klimke J. “Effects of the homogeneity of particle coordination on solid-state sintering of transparent alumina”, *J. Am. Ceram. Soc.* 89(6): 1985-1992, (2006)
- [16] Avcioğlu S., Kurama S., “Investigation of the influence of initial powder size on the optical properties of Dy- α -SiAlON ceramics fabricated by gas pressure sintering”, *Ceramics International*, 43(S1): S449-S454, (2017)