

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMLERİ İLE
ÜRETİLMİŞ Al-Fe TABANLI SiC VE Y₂O₃
PEKİŞTİRİCİLİ KOMPOZİTLERİN
GELİŞTİRİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
Met. Müh. Ahmet Umut SÖYLER**

Anabilim Dalı : METALURJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ

Programı : MALZEME MÜHENDİSLİĞİ

OCAK 2008

**MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMLERİ İLE
ÜRETİLMİŞ Al-Fe TABANLI SiC VE Y₂O₃
PEKİŞTİRİCİLİ KOMPOZİTLERİN
GELİŞTİRİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
Met. Müh. Ahmet Umut SÖYLER
(506051421)**

**Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 27 Aralık 2007
Tezin Savunulduğu Tarih : 29 Ocak 2008**

**Tez Danışmanı : Prof.Dr. M. Lütfi ÖVEÇOĞLU
Diğer Jüri Üyeleri : Yrd.Doç.Dr. Burak ÖZKAL
Prof.Dr. Engin ERKMEN (Marmara Üni.)**

OCAK 2008

ÖNSÖZ

Çalışmalarım süresince, bana değerli fikirleri ve deneyimleri ile her türlü desteğini eksik etmeyerek çalışmalarımın tamamlanmasını sağlayan sayın hocam Prof. Dr. M. Lütfi ÖVEÇOĞLU'na teşekkürlerimi sunarım.

Yüksek lisans çalışmam süresince her türlü yardımda bulunan ve bana yol gösteren hocam Yard. Doç. Dr. Burak ÖZKAL'a teşekkür ederim.

Deneysel çalışmalarım boyunca her türlü cihazın kullanımı konusunda bana yardımcı olan Araş. Gör. Hasan GÖKÇE'ye teşekkür ederim.

Yaptığı deneysel çalışmalarla bana yol gösteren değerli arkadaşım Yüksek Müh. Zeynep KEÇELİ'ye teşekkür ederim.

Bütün numunelerimin taramalı elektron mikroskobu ile görüntülerinin alınmasında bana yardımcı olan Çiğdem ÇAKIR KONAK'a teşekkürler.

Yaptığım çalışma boyunca her zaman yanımda olup bana destek olan sevgili arkadaşım Tuğba UÇAR'a ve değerli dostlarım Araş. Gör. Selim COŞKUN, Araş. Gör. Demet TATAR, Araş. Gör. Cengiz HAMZAÇEBİ, Dilay PEŞTRELİ, Nil ÜNAL ve Araş. Gör. Ali Erçin ERSUNDU'ya teşekkür ederim.

Devlet Planlama Teşkilatı'na 90189 No'lu proje kapsamında sağladıkları imkan ve destek için teşekkür ederim.

Son olarak tüm eğitim hayatımda bana maddi ve manevi destek olan sevgili annem Emine SÖYLER ve babam Dursun SÖYLER'e ve her zaman yaptıkları ile bana örnek olan ve yol gösteren ablam Ş. Güneş SÖYLER'e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Ocak 2008

A. Umut SÖYLER

İÇERİK

KISALTMALAR	v
TABLO LİSTESİ	vi
ŞEKİL LİSTESİ	vii
SEMBOL LİSTESİ	xiii
ÖZET	xiv
SUMMARY	xv
1. GİRİŞ ve AMAÇ	1
2. KOMPOZİT MALZEMELER	4
2.1 Metal Matris Kompozitler	5
2.1.1 Metal Matris Kompozitlerin Üretimi	6
2.1.2 Partikül Pekiştiricili Kompozitler	7
2.1.3 Dispersiyon Pekiştiricili Kompozitler	9
3 ÜRETİM YÖNTEMLERİ	11
3.1 Toz Metalurjisi	11
3.2 Toz Üretimi	13
3.3 Mekanik Alaşımlama	14
3.3.1 Üretim Ekipmanları	18
3.4 Presleme	21
3.5 Sinterleme	23
4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	27
4.1 Malzeme Seçimi	28
4.1.1 Alüminyum	28
4.1.1 Demir	28
4.1.1 Silisyum Karbür	30
4.1.1 İttriyum Oksit	30
4.2 Mekanik Alaşımlama Süreçleri	30
4.3 Toz Karakterizasyon Deneyleri	31
4.3.1 Partikül Boyut Ölçümü	31
4.3.2 X-Işını Analizleri	32
4.3.3 Taramalı Elektron Mikroskobu Çalışmaları	33
4.3.4 Metalografik Numune Hazırlama	34
4.3.5 Optik Mikroskop Çalışmaları	35
4.3.6 Termal Analizler	35
4.3.7 Yüzey Alanı Ölçümleri	36
4.3.8 Mikrosertlik Ölçümleri	36
4.4 Presleme	37
4.4.1 Yoğunluk Ölçümleri	38
4.5 Sinterleme Çalışmaları	38
4.5.1 Bağlayıcı Giderme	38
4.5.2 Dilatometre Çalışmaları	39
4.5.3 Numunelerin Sinterlenmesi	40
4.5.4 Yoğunluk Ölçümleri	43
4.5.5 XRD Çalışmaları	43

4.5.6 Taramalı Elektron Mikroskobu Çalışmaları	43
4.5.7 Metalografik Numune Hazırlama	43
4.7.8 Optik Mikroskop Çalışmaları	43
4.5.9 Mikrosertlik Ölçümleri	44
5. KARAKTERİZASYON ÇALIŞMALARI	45
5.1 Başlangıç Tozlarının Karakterizasyonu	45
5.1.1 Başlangıç Tozları	45
5.2 Mekanik Alaşımlanmış Tozlarının Karakterizasyonu	50
5.2.1 Faz Analizleri ve Mikroyapı Karakterizasyonu	52
5.2.2 Mekanik Özellikler	69
5.2.3 Termal Analizler	74
5.3 Preslenmiş Tozların Karakterizasyonu	81
5.4 Sinterlenmiş Numunelerin Karakterizasyonu	84
5.4.1 Yoğunluk Ölçümleri	84
5.4.3 Faz Analizleri ve Mikroyapı Karakterizasyonu	87
6. SONUÇLAR	99
KAYNAKLAR	101
ÖZGEÇMİŞ	105

KISALTMALAR

HV	: Vickers Sertliđi
DSC	: Diferensiyet Taramalı Kalorimetri
MA	: Mekanik Alaşımlama
MMC	: Metal Matris Kompozit
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
TG	: Termogravimetrik Analiz
TM	: Toz Metalurjisi
XRD	: X-Işınları Difraktometresi
OM	: Optik Mikroskop

TABLO LİSTESİ

	<u>Sayfa</u>
Tablo 2.1 Metal matris kompozitlerde kullanılan seramik pekiştiriciler	8
Tablo 2.2 Al matris kompozitlerde kullanılan pekiştiricilerin özellikleri ...	10
Tablo 5.1 Başlangıç tozlarının kimyasal analizi	45
Tablo 5.2 Tozların ölçülen partikül boyutları	46
Tablo 5.3 Deneylerde kullanılan başlangıç tozlarının BET yüzey alanı değerleri.....	49
Tablo 5.4a Toz kompozisyon bilgisi (Al-Fe-SiC kompozisyonu)	51
Tablo 5.4b Toz kompozisyon bilgisi (Al-Fe-SiC-Y ₂ O ₃ kompozisyonu)	52
Tablo 5.5 Çeşitli sürelerde (20,180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-7SiC ve Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃ tozlarının BET yüzey alan değişim tablosu...	69
Tablo 5.6 Çeşitli sürelerde MA'lanmış Al-Fe-SiC numunelerinin presleme sonrası yoğunlukları.....	82
Tablo 5.7 Çeşitli sürelerde MA'lanmış Al-Fe-SiC-Y ₂ O ₃ numunelerinin presleme sonrası yoğunlukları.....	83
Tablo 5.8 Çeşitli sürelerde MA'lanmış Al-Fe-SiC numunelerinin sinter sonrası yoğunluk değerleri.....	84
Tablo 5.9 Çeşitli sürelerde MA'lanmış Al-Fe-SiC-Y ₂ O ₃ numunelerinin sinter sonrası yoğunluk değerleri.....	85

ŞEKİL LİSTESİ

		<u>Sayfa</u>
Şekil 2.1	: Kompozit malzemelerin farklı malzeme gruplarına göre sınıflandırılması	4
Şekil 2.2	: Metal matrisli kompozitlerin sınıflandırılması	7
Şekil 2.1	: SiC partiküllerinin farklı geometrik şekilleri	9
Şekil 3.1	: Toz metalurjisi akım şeması	12
Şekil 3.2	: Toz metalurjisi üretim yöntemlerinin sınıflandırılması	13
Şekil 3.3	: Karıştırıcıların şematik gösterimi	15
Şekil 3.4	: Mekanik alaşımlamada kullanılan kavanoz sistemi	16
Şekil 3.5	: Bilyaların tozlar ile çarpışmasının şematik gösterimi	16
Şekil 3.6	: Mekanik alaşımlama esnasında tozlarda meydana gelen deformasyon	17
Şekil 3.7	: Mekanik alaşımlama prosesinin son kademesinde oluşan yapı	18
Şekil 3.8	: Mekanik alaşımlamada kullanılan yüksek enerjili bilyalı öğütücü	19
Şekil 3.9	: Gezegen tipi öğütücü	19
Şekil 3.10	: Atritör karıştırıcı	20
Şekil 3.11	: Tek yönlü preste üretim kademeleri	22
Şekil 3.12	: Preslenme esnasında tozların görünümü	22
Şekil 3.13	: Sinterlemenin farklı kademelerinin şekilsel gösterimi	24
Şekil 3.14	: Sinterleme esnasında tozlarda meydana gelen boyun oluşumu	25
Şekil 3.15	: Farklı sinterleme mekanizmalarının örnekleri	25
Şekil 3.16	: (a) Katı hal sinterlemesi (b) sıvı faz sinterlemesi sonrası elde edilen mikroyapı	26
Şekil 4.1	: Deneysel süreçlerin akım şeması	28
Şekil 4.2	: RETSCH™ Titreşimli elek.....	29
Şekil 4.3	: FRITSCH™ Gezegen tipi öğütücü.....	29
Şekil 4.4	: (a) SPEX™ Yüksek enerjili bilyalı öğütücü, (b) Kapalı ortam kutusu.....	31
Şekil 4.5	: MALVERN INSTRUMENTS™ Lazer partikül boyut ölçüm cihazı.....	31
Şekil 4.6	: ELGA™ Saf su cihazı.....	32
Şekil 4.7	: BANDALIN SONOREX™ Ultrasonik banyo.....	32
Şekil 4.8	: (a) RIGAKU™ X ışınları difraktometresi, (b) BRUKER™ X Işınları difraktometresi	33
Şekil 4.9	: JEOL™ Taramalı Elektron Mikroskobu.....	34
Şekil 4.10	: (a) STRUERS™ Bakalite alma cihazı (b) STRUERS™ Parlatma cihazı.....	34
Şekil 4.11	: NIKON™ Metal optik mikroskobu.....	35

Şekil 4.12	: TA INSTRUEMTS™ Termal analiz cihazı.....	36
Şekil 4.13	: QUANTACHROME™ Yüzey alanı ölçüm cihazı.....	36
Şekil 4.14	: SHIMADZU™ Mikrosertlik test cihazı.....	37
Şekil 4.15	: Tek eksenli hidrolik el presi	38
Şekil 4.16	: QUANTACHROME™ Yoğunluk ölçüm cihazı.....	38
Şekil 4.17	: PROTHERM™ Bağlayıcı giderme fırını.....	39
Şekil 4.18	: Numunelere uygulanan bağlayıcı giderme fırın rejimi	39
Şekil 4.19	: ANTER™ Dilatometre.....	40
Şekil 4.20	: (a) Al-10Fe-2SiC 20 dak MA'lanmış, (b) Al-10Fe-2SiC 180 dak MA'lanmış numunelerin dilatometre analizi.....	41
Şekil 4.21	: Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃ 20 dak MA'lanmış, (b) Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃ 180 dak MA'lanmış numunelerin dilatometre analizi.....	41
Şekil 4.22	: LINN™ Kontrollü atmosfer sinter fırını.....	42
Şekil 4.23	: Numunelere uygulanan sinterleme rejimi.....	42
Şekil 4.24	: PRECISA™ Arşimet terazisi.....	43
Şekil 5.1a	: Alüminyum tozuna ait partikül boyut dağılım grafiği.....	46
Şekil 5.1b	: Demir tozuna ait partikül boyut dağılım grafiği.....	47
Şekil 5.1c-d	: (c) Öğütme öncesi SiC (d) Öğütme sonrası SiC tozuna ait partikül boyut dağılım grafiği.....	47
Şekil 5.1e	: Y ₂ O ₃ tozuna ait partikül boyut dağılım grafiği.....	47
Şekil 5.1f	: Çinkostearat tozuna ait partikül boyut dağılım grafiği.....	48
Şekil 5.2	: (a) Al (x1500), (b) Fe (x500), (c) SiC (x1000), (d) Y ₂ O ₃ (x1500) tozlarının taramalı elektron mikroskobu resimleri.	50
Şekil 5.3a	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 120, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC tozlarının XRD grafikleri.....	53
Şekil 5.3b	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 120, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-4SiC tozlarının XRD grafikleri.....	53
Şekil 5.3c	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 120, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-7SiC tozlarının XRD grafikleri.....	54
Şekil 5.4a	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ tozlarının XRD grafikleri.....	55
Şekil 5.4b	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-4SiC-5Y ₂ O ₃ tozlarının XRD grafikleri.....	55
Şekil 5.4c	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃ tozlarının XRD grafikleri.....	56
Şekil 5.5	: Çeşitli sürelerde (20, 180 dk) MA'lanmış (a) Al-10Fe-2SiC 20 dak. (b) Al-10Fe-2SiC 180 dak. (c) Al-10Fe-4SiC 20 dak. (d) Al-10Fe-4SiC 180 dak. (e) Al-10Fe-7SiC 20 dak. (f) Al-10Fe-2SiC 180 dak. tozlarının partikül boyut dağılımı grafikleri.....	57
Şekil 5.6	: Çeşitli sürelerde (20, 180 dk) MA'lanmış (a) Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ 20 dak. (b) Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ 180 dak. (c) Al-10Fe-4SiC-5Y ₂ O ₃ 20 dak. (d) Al-10Fe-4SiC-5Y ₂ O ₃ 180 dak. (e) Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃ 20 dak. (f) Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ 180 dak. tozlarının partikül boyut dağılımı grafikleri.....	58

Şekil 5.7	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış (a) Al-10Fe-2SiC 20 dak. (1500X) (b) Al-10Fe-2SiC 20 dak. (3500X) (c) Al-10Fe-2SiC 80 dak. (1500X) (d) Al-10Fe-2SiC 80 dak. (3500X) (e) Al-10Fe-2SiC 180 dak. (1500X) (f) Al-10Fe-2SiC 180 dak. (3500X) tozlarının SEM fotoğrafları..	60
Şekil 5.8	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış (a) Al-10Fe-4SiC 20 dak. (1500X) (b) Al-10Fe-4SiC 20 dak. (3500X) (c) Al-10Fe-4SiC 80 dak. (1500X) (d) Al-10Fe-4SiC 80 dak. (3500X) (e) Al-10Fe-4SiC 180 dak. (1500X) (f) Al-10Fe-4SiC 180 dak. (3500X) tozlarının SEM fotoğrafları.....	61
Şekil 5.9	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış (a) Al-10Fe-7SiC 20 dak. (1500X) (b) Al-10Fe-7SiC 20 dak. (3500X) (c) Al-10Fe-7SiC 80 dak. (1500X) (d) Al-10Fe-7SiC 80 dak. (3500X) (e) Al-10Fe-7SiC 180 dak. (1500X) (f) Al-10Fe-7SiC 180 dak. (3500X) tozlarının SEM fotoğrafları.....	62
Şekil 5.10	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış (a) Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ 20 dak. (1500X) (b) Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ 20 dak. (3500X) (c) Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ 80 dak. (1500X) (d) Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ 80 dak. (3500X) (e) Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ 180 dak. (1500X) (f) Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ 180 dak. (3500X) tozlarının SEM fotoğrafları.....	63
Şekil 5.11	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış (a) Al-10Fe-4SiC-5Y ₂ O ₃ 20 dak. (1500X) (b) Al-10Fe-4SiC-5Y ₂ O ₃ 20 dak. (3500X) (c) Al-10Fe-4SiC-5Y ₂ O ₃ 80 dak. (1500X) (d) Al-10Fe-4SiC-5Y ₂ O ₃ 80 dak. (3500X) (e) Al-10Fe-4SiC-5Y ₂ O ₃ 180 dak. (1500X) (f) Al-10Fe-4SiC-5Y ₂ O ₃ 180 dak. (3500X) tozlarının SEM fotoğrafları.....	64
Şekil 5.12	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış (a) Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃ 20 dak. (1500X) (b) Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃ 20 dak. (3500X) (c) Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃ 80 dak. (1500X) (d) Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃ 80 dak. (3500X) (e) Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃ 180 dak. (1500X) (f) Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃ 180 dak. (3500X) tozlarının SEM fotoğrafları.....	65
Şekil 5.13	: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış (a) Al-10Fe-2SiC 20 dak. (200X) (b) Al-10Fe-2SiC 40 dak. (200X) (c) Al-10Fe-2SiC 60 dak. (200X) (d) Al-10Fe-2SiC 80 dak. (200X) (e) Al-10Fe-2SiC 100 dak. (200X) (f) Al-10Fe-2SiC 120 dak. (200X) (g) Al-10Fe-2SiC 150 dak. (200X) (g) Al-10Fe-2SiC 180 dak. (200X) tozlarını OM resimleri.....	67

Şekil 5.14	: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış (a) Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ 20 dak. (200X) (b) Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ 40 dak. (200X) (c) Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ 60 dak. (200X) (d) Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ 80 dak. (200X) (e) Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ 100 dak. (200X) (f) Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ 120 dak. (200X) (g) Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ 150 dak. (200X) (g) Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ 180 dak. (200X) tozlarının OM resimleri.....	68
Şekil 5.15	: Vickers ucun numune üzerindeki izi.....	69
Şekil 5.16	: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC tozlarının sertlik değişim grafikleri.....	70
Şekil 5.17	: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-4SiC tozlarının sertlik değişim grafikleri.....	70
Şekil 5.18	: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-7SiC tozlarının sertlik değişim grafikleri.....	71
Şekil 5.19	: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC, Al-10Fe-4SiC, Al-10Fe-7SiC tozlarının sertlik değerlerinin karşılaştırılmalı grafiği.....	71
Şekil 5.20	: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ tozlarının sertlik değişim grafikleri.....	72
Şekil 5.21	: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-4SiC-5Y ₂ O ₃ tozlarının sertlik değişim grafikleri.....	72
Şekil 5.22	: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃ tozlarının sertlik değişim grafikleri.....	73
Şekil 5.23	: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ , Al-10Fe-4SiC-5Y ₂ O ₃ , Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃ tozlarının sertlik değerlerinin karşılaştırılmalı grafiği.....	73
Şekil 5.24	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC tozlarının DSC eğrileri.....	74
Şekil 5.25	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-4SiC tozlarının DSC eğrileri.....	75
Şekil 5.26	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-7SiC tozlarının DSC eğrileri.....	75
Şekil 5.27	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ tozlarının DSC eğrileri.....	76
Şekil 5.28	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-4SiC-5Y ₂ O ₃ tozlarının DSC eğrileri.....	76
Şekil 5.29	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃ tozlarının DSC eğrileri.....	77
Şekil 5.30	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC tozlarının TG eğrileri.....	78

Şekil 5.31	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-4SiC tozlarının TG eğrileri.....	78
Şekil 5.32	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-7SiC tozlarının TG eğrileri.....	79
Şekil 5.33	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ tozlarının TG eğrileri.....	79
Şekil 5.34	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-4SiC-5Y ₂ O ₃ tozlarının TG eğrileri.....	80
Şekil 5.35	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃ tozlarının TG eğrileri.....	80
Şekil 5.36	: Preslenmiş numune.....	79
Şekil 5.37	: Çeşitli sürelerde (20, 40,60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış (a) Al-10Fe-2SiC, (b) Al-10Fe-4SiC, (c) Al-10Fe-7SiC, (d) Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ (e) Al-10Fe-4SiC-5Y ₂ O ₃ (f) Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃ numunelerin sinter öncesi sinter sonrası yoğunluk değişim grafikleri.....	86
Şekil 5.38	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 120, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC numunelerinin sinter sonrası XRD grafikleri....	87
Şekil 5.39	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 120, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-4SiC numunelerinin sinter sonrası XRD grafikleri....	88
Şekil 5.40	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 120, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-7SiC numunelerinin sinter sonrası XRD grafikleri....	88
Şekil 5.41	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 120, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ numunelerinin sinter sonrası XRD grafikleri.....	89
Şekil 5.42	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 120, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-4SiC-5Y ₂ O ₃ numunelerinin sinter sonrası XRD grafikleri.....	89
Şekil 5.43	: Çeşitli sürelerde (20, 80, 120, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃ numunelerinin sinter sonrası XRD grafikleri.....	90
Şekil 5.44	: Sinterlenmiş (a) Al-10Fe-2SiC 20 dak. M.A. (1500X) (b) Al-10Fe-2SiC 20 dak. M.A. (3500X) numunelerinin SEM fotoğrafları.....	91
Şekil 5.45	: Sinterlenmiş (a) Al-10Fe-2SiC 180 dak. M.A. (1500X) (b) Al-10Fe-2SiC 180 dak. M.A. (3500X) numunelerinin SEM fotoğrafları.....	91
Şekil 5.46	: Sinterlenmiş (a) Al-10Fe-7SiC 20 dak. M.A. (1500X) (b) Al-10Fe-7SiC 20 dak. M.A. (3500X) numunelerinin SEM fotoğrafları.....	91
Şekil 5.47	: Sinterlenmiş (a) Al-10Fe-7SiC 180 dak. M.A. (1500X) (b) Al-10Fe-7SiC 180 dak. M.A. (3500X) numunelerinin SEM fotoğrafları.....	92
Şekil 5.48	: Sinterlenmiş (a) Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ 20 dak. M.A. (1500X) (b) Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ 20 dak. M.A. (3500X) numunelerinin SEM fotoğrafları.....	92

Şekil 5.49	: Sinterlenmiş (a) Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ 180 dak. M.A. (1500X) (b) Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ 180 dak. M.A. (3500X) numunelerinin SEM fotoğrafları.....	93
Şekil 5.50	: Sinterlenmiş (a) Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃ 20 dak. M.A. (1500X) (b) Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃ 20 dak. M.A. (3500X) numunelerinin SEM fotoğrafları.....	93
Şekil 5.51	: Sinterlenmiş (a) Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃ 180 dak. M.A. (1500X) (b) Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃ 180 dak. M.A. (3500X) numunelerinin SEM fotoğrafları.....	93
Şekil 5.52	: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC numunelerinin sinter sonrası sertlik değişim grafikleri.....	95
Şekil 5.53	: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-4SiC numunelerinin sinter sonrası sertlik değişim grafikleri.....	95
Şekil 5.54	: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-7SiC numunelerinin sinter sonrası sertlik değişim grafikleri.....	96
Şekil 5.55	: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC, Al-10Fe-4SiC, Al-10Fe-7SiC numunelerinin sinter sonrası sertlik değerlerinin karşılaştırılmalı grafiği.....	96
Şekil 5.56	: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ numunelerinin sinter sonrası sertlik değişim grafikleri.....	97
Şekil 5.57	: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-4SiC-5Y ₂ O ₃ numunelerinin sinter sonrası sertlik değişim grafikleri.....	97
Şekil 5.58	: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃ numunelerinin sinter sonrası sertlik değişim grafikleri.....	98
Şekil 5.59	: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃ , Al-10Fe-4SiC-5Y ₂ O ₃ , Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃ numunelerinin sinter sonrası sertlik değerlerinin karşılaştırılmalı grafiği.....	98

SEMBOL LİSTESİ

μm	: Mikrometre (Mikron)
nm	: Nanometre
T	: Sıcaklık
T_m	: Ergime sıcaklığı
K	: Kelvin

MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMLERİ İLE ÜRETİLMİŞ Al-Fe TABANLI SiC VE Y₂O₃ PEKİŞTİRİCİLİ KOMPOZİTLERİN GELİŞTİRİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU

ÖZET

Alüminyum ve demir, endüstriyel uygulamalarda en çok tercih edilen malzemelerdir. Ancak bu malzemeler tek başlarına sahip oldukları özelliklerle kullanım koşullarının gerekliliğini her zaman karşılayamamaktadır. Yeni malzemelere olan bu ihtiyacı karşılamak amacıyla kompozit malzemelere ihtiyaç duyulmuştur. Partikül temelli kompozit üretiminde kullanılan malzemelerin rahatlıkla temin edilebilmesi ve toz metalurjisi gibi geleneksel bir üretim yönteminin kullanılabilmesi, düşük maliyet ve üretim kolaylığı açısından da bu malzemeleri ilgi çekici bir konuma getirmiştir.

Bu çalışmada, SiC ve Y₂O₃ pekiştiricileri ile geliştirilen alüminyum ve demir bileşiminden oluşan ana yapıya sahip metal matris kompozitler, mekanik alaşımlama yöntemi ile üretilmiştir. Değişen oranlarda SiC ilavesinin ve buna ek olarak değişen oranlarda SiC ilavesinin yanında sabit oranda Y₂O₃'ün yapıya olan etkisi incelenmiştir. Ayrıca mekanik alaşımlama süresinin değişmesiyle yapıda meydana gelen farklılıklar gözlemlenmiştir. Mekanik alaşımlama sonrası tozlar ile sinterleme sonrası numunelerin faz ve mikroyapı analizleri yapılmıştır. Ayrıca mekanik alaşımlanmış tozların termal analiz yöntemleri kullanılarak termal karakterizasyonları yapılmıştır. Son olarak karşılaştırma amaçlı sinterlenmiş numunelerin yoğunlukları ve sertlikleri ölçülmüştür.

Yapılan karakterizasyon çalışmaları sonucunda mekanik alaşımlama süresinin artması ile hem toz haldeki hemde sinterlenmiş numunelerin mekanik özelliklerinde artış olduğu gözlemlenmiştir. Buna ek olarak artan SiC miktarı ile mekanik özelliklerin iyileştiği gözlemlenmiştir. Son olarak en iyi mekanik özelliklerin Y₂O₃ ilave edilmiş ve %7 SiC içeren numunelerde olduğu görülmüştür.

DEVELOPMENT AND CHARACTERIZATION OF Al-Fe BASED SiC AND Y₂O₃ REINFORCED COMPOSITES DEVELOPED VIA MECHANICAL ALLOYING

SUMMARY

Aluminum and iron are most common used materials in industrial applications. In some cases these materials can not satisfy the requirements of working conditions because of their limited properties. Composite materials are needed to meet this need of new materials. As a result of availability in providing the starting materials and using of a conventional production method as powder metallurgy, particulate based composite materials are very attractive for their cost and simplicity in production.

In this study SiC and Y₂O₃ reinforced, aluminium and iron based metal matrix composites are produced via mechanical alloying method. Effects of different amounts of SiC reinforcing and in addition to that also addition of same amount of Y₂O₃ to the structure were investigated. Moreover, differences in structure cause of various mechanical alloying times were also inspected. Microstructures and phases of mechanical alloyed powders and sintered samples were analyzed. Also thermal characterizations on powders are done by using thermal analysis techniques. Finally densities and micro hardness values of sintered samples were calculated in order to make a comparison between samples.

As a result of characterization studies done in this study, the mechanical properties of all powder and sintered samples are improved by increasing mechanical alloying time. Also with the increase in SiC amount of the samples mechanical properties also increase. At the end best mechanical properties are obtained by Y₂O₃ and %7 SiC containing samples.

1. GİRİŞ ve AMAÇ

Dünya tarihi boyunca malzeme alanındaki gelişmeler her zaman için önemli teknolojik atılımlara sebep olmuştur. Taş devri, demir çağı, endüstri devrimi, nükleer çağ, elektronik devrim ya da günümüzdeki uzay çağı, tüm hepsinin temelleri malzeme teknolojisindeki atılımlara dayanmakta veya bu atılım sonucu olarak ortaya çıkmaktadır (Schwartz, 1999).

Günümüzde gelişmiş kompozitlerin tetiklediği yeni bir devrimin ortasındayız. Bu radikal yeni sınıf malzemeler, tek olarak çeşitlilik gösteren farklı malzemelerin birleşmesi ile tek başlarına elde edemeyecekleri özelliklere sahip olan yeni malzemelerin oluşturulmasına dayanır. Kompozitlerin eşsiz özellikleri, onlara teknolojik gelişmelerde etkin bir rol kazandırmıştır (Schwartz, 1999).

Kompozit malzemelerin çok kullanılan mühendislik malzemeleri olarak ortaya çıkmasıyla uygulama alanları da gelişmiştir. Bu alanlara örnek olarak otomobil parçaları, spor araçları, uçak ve uzay araçları parçaları, tüketici ürünleri, denizcilik sektörü ve yağ endüstrisi gösterilebilir. Kompozit kullanımında meydana gelen bu artışın sebebi olarak, ürün performansına verilen önemin artması ve küresel pazarda hafif malzeme konusundaki yarış gösterilebilir. Tüm malzeme grupları ile karşılaştırıldığında, kompozit malzemeler çelik ve alüminyum gibi çok kullanılan malzemelere, gösterdiği yüksek performans sonucunda, önemli bir alternatif malzeme olarak öne çıkmaktadır. Çelik malzemelerin kompozit parçalar ile birleştirilmesi %60 ile %80 arasında ağırlık avantajı sağlarken alüminyuma göre %20 ile %50 arasında bir ağırlık kazancı sağlamaktadır. Günümüzde görülmektedir ki kompozit malzemeler birçok mühendislik uygulamaları için ideal malzeme olmaktadır (Mazumdar, 2002).

Kompozit malzemelerin üretim yöntemleri de çeşitlilik göstermektedir. Uygulanacak üretim yöntemi malzemenin çalışma koşulları göz önünde tutularak seçilmelidir (İbrahim, 1991). Üretim yöntemini farklılaştırarak aynı bileşimde ve miktarda malzemede farklı karakteristik özellikler elde edilebilir. Başlangıç malzemelerinin

üretimi, yarı bitmiş ürün üretimi ve son işlemler birbirinden ayrı düşünülmesi gereken üretim kademeleridir(Fayed, 1997).

Toz metalurjisi metal matris kompozit üretiminde en genel olarak kullanılan üretim yöntemlerinden birisidir(Liu, 1994). Geçmiş milattan önce 1200 yıllarına kadar gitmektedir. Bu dönemde demir tozları kullanılarak şekillendirme ve sinterleme işlemleri yapılmaktaydı (Kainer, 2006). Metalik tozları seramik pekiştiriciler ile birlikte öğütmek çok kullanılan bir prosestir (Fayed, 1997). Temel olarak bu yöntemde yapılan karıştırılan ya da ön alaşımlanan tozlar bir kalıp yardımıyla istenilen biçimde şekillendirilir ve daha sonra kontrollü atmosfere sahip bir fırında sinterlenerek partiküllerin birbiri ile bağlanması sağlanır (Fayed, 1997).

Toz metalurjisi diğer üretim yöntemlerine göre çok daha ekonomik bir yöntemdir. Ergitme ya da döküm içermediğinden dolayı üretim maliyetleri oldukça düşüktür. Ayrıca tozların karıştırılarak, metal bazlı kompozit üretilmesi de daha kolay bir tekniktir (Huda, 1995).

Metal matris kompozitler farklı yapıda pekiştiriciler kullanılarak üretilmektedirler. Başlarda fiber pekiştiriciler daha fazla uğraşılacak bir sınıf kompozit iken üretim maliyetlerinin yüksek olması daha düşük maliyetli olan partikül pekiştiricili kompozitlere olan ilgiyi arttırmıştır. Kullanılan malzemelerin kolay bulunup üretilmesi, kompozit üretiminde önemli bir parametredir (İbrahim, 1991). Partikül pekiştiricili kompozitler genel olarak iki grupta toplanabilirler. Bunlardan ilki daha büyük boyutlu ve miktarda yapıya daha fazla ilave edilen büyük partikül pekiştiricili kompozitlerdir. Diğer grup ise yapıya daha az ancak çok küçük boyutlarda partiküllerin ilavesi ile oluşturulan partikül pekiştiricili kompozitlerdir (Tjong 2000). Bu iki grup arasındaki temel ayrım pekiştirme mekanizmaları arasındaki farklılık ile yapılmaktadır (İbrahim, 1991).

Partikül pekiştiricili metal matrisli kompozitlerin üretiminde kullanılan tekniklerden birisi mekanik alaşımlama tekniğidir. Bu yöntem ile oldukça ince boyutlu ve yapıda düzgün dağılmış tozlar üretilmektedir (Fayed, 1997). Ayrıca bu teknik ile normalde oda sıcaklığında üretilmeyecek kimyasal kompozisyonlar ya da diğer üretim yöntemleri kullanılarak oluşturulamayacak alaşımlar üretilmektedir (Suryanarayana, 2001). Mekanik alaşımlama bilya toz çarpışmaları sonucu istenilen homojen yapının öğütme işlemi ile elde edilmesi prensibine dayanır (Totten, 2004).

Bunun yanında uygulanan kuvvet ile tozlarda oluřan plastik deformasyon sonucunda malzemede iř sertleřmesi meydana gelir (Suryanarayana, 2001).

Mekanik alařımlama ile retilen bu tozlar daha sonra uygun řekillendirme yntemi seilerek preslenir. Bu ařama toz metalurjisinde nemli bir kademedir ve sinterleme sonrası elde edilecek olan paradan beklenen zelliklere bařarılı bir presleme iřlemi ile ulařılabilir (Fayed, 1997).

Numuneler dzgn bir řekilde preslendikten sonra retimin genel olarak son kademesi olan sinterlemeye geilir. Sinterleme yksek sıcaklık etkisi ile partikllerin birbirine baėlanması iřlemidir. Ergime noktasının altındaki sıcaklıklarda atomik boyutta tařınım ile gerřekleēebileceėi gibi bazı durumlarda sıvı faz oluřumu ile de gerřekleētirilebilir (German, 1994).

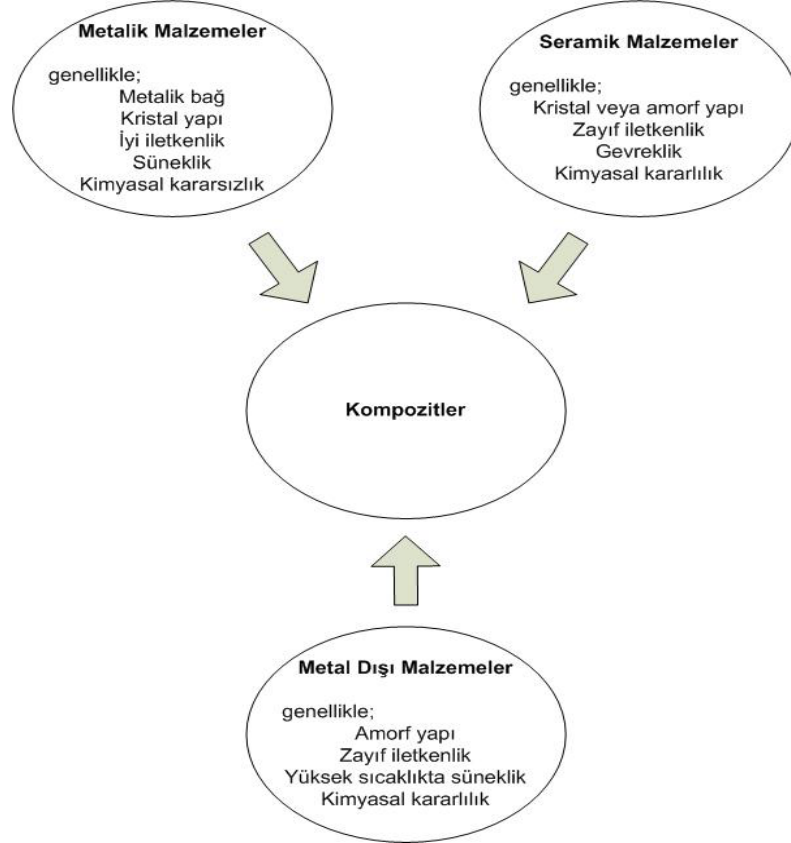
Bu yapılan alıřmanın amacı yukarıda bahsedilen retim kademelerini takip ederek mekanik alařımlama oluřturulacak kompozit malzemeye etkisinin incelenmesidir. Bu alıřmada ayrıca pekiřtirici miktarının deėiřiminin ve kullanılan farklı bileřimlerin yapıya etkisi incelenecektir. En genel olarak kullanılan alüminyum ve demir retilcek kompozitlerde yapı malzemesi olarak kullanılacaktır. Bu oluřturulan matris malzemesine yine genel olarak kullanılan bir pekiřtirici tr olan SiC ilavesi ve bu pekiřtirici miktarının deėiřiminin etkileri incelenecektir. Buna ek olarak SiC yanında Y_2O_3 ilavesinin de mekanik zelliklere etkisi arařtırılacaktır. eřitli karakterizasyon teknikleri uygulanarak tozların farklı mekanik alařımlama ve kompozisyonları incelenecek daha sonra sinterlenmiř numunelere karakterizasyon alıřmaları yapılarak retilen malzemede elde edilen zellikler karřılařtırılacaktır.

2. KOMPOZİT MALZEMELER

Kompozit malzeme, belirli bir amaca yönelik olarak, en az iki farklı maddenin bir araya getirilmesiyle meydana gelen malzeme grubudur. Üç boyutlu nitelikteki bu bir araya getirmede amaç, bileşenlerin hiçbirinde tek başına mevcut olmayan bir özelliğin elde edilmesidir. Diğer bir deyişle, amaçlanan doğrultuda bileşenlerinden daha üstün özelliklere sahip bir malzeme üretilmesi hedeflenmektedir (Ersoy, 2001).

Kompozit malzemeye, “Çok Bileşenli Malzeme”, “Çok Fazlı Malzeme”, “Donatılı Malzeme” ve “Pekiştirilmiş Malzeme” gibi adlar verilmektedir (Ersoy, 2001).

Farklı malzeme sistemlerinin (metal, seramik, metal dışı) bir araya getirilerek sınırsız olasılık oluşturulabilmesi avantajı sağlamaktadır. Bu yeni malzemeler özellikleri bileşenlerin özelliklerinden almaktadır. Şekil 2.1 kompozit malzemelerin farklı malzeme gruplarıyla olan ilişkisini göstermektedir (Kainer, 2006).



Şekil 2.1: Kompozit malzemelerin farklı malzeme gruplarına göre sınıflandırılması

Malzemelerin pekiştirilmesinin birçok farklı amacı vardır. Hafif malzemelerin pekiştirilmesi ile kompozitler ağırlığın önemli olduğu uygulamalar için yeni olasılıklar oluşturmuştur. Buradaki ön koşul bileşen özelliklerini geliştirmektir (Kainer, 2006).

2.1 Metal Matris Kompozitler

Günümüzde birçok mühendis için metal matris kompozit tanımı hafif metal matris kompozit kavramıyla eşleşmiştir. Son yıllarda hafif metal matris kompozitler (MMK) konusunda yapılan çalışmalarda önemli bir oranda ilerleme sağlanmış ve buna bağlı olarak birçok önemli uygulamada kullanılmaya başlanmıştır. Otomotiv endüstrisinde MMK'ler fiber pekiştiricili otomobil pistonları, alüminyum krank kasaları, güçlendirilmiş silindir yüzeyleri ve partikül pekiştiricilerle güçlendirilmiş fren diskleri kullanılmaktadır (Kainer, 2006).

Bu yenilikçi malzemeler modern malzeme bilimi ve geliştirilmesinde sınırsız olasılıklar yaratmıştır. Metal matris kompozitler malzemeye bağlı, isteğe bağlı ya da uygulamaya yönelik olarak üretilebilirler. Bu potansiyelleri ile metal matris kompozitler tasarımcıların beklentilerini fazlasıyla karşılamaktadır. Geleneksel malzemelerin özelliklerinin beklentileri veya sorunun çözümü için yeterli olmadığı durumlarda bu malzeme grubu yapısal ve fonksiyonel kullanım için ilgi çekici bir hal almaktadır. Buna rağmen MMK üretim teknolojisi, toz metalurjisi gibi geleneksel üretim yöntemleri ile mücadele halindedir. Kompozit malzemelerin avantajları sadece ürün üretiminde uygun fiyat-performans ilişkisi sağlandığında ortaya çıkmaktadır (Kainer, 2006).

Metal matris kompozitlerin geliştirilmesindeki amaçlar:

- Oda sıcaklığında ya da yüksek sıcaklıklarda geliştirilmiş akma ve çekme dayanımına sahip, az zarar görecektir ve tok malzemelere ihtiyaç duyulması,
- Geleneksel alaşımlara oranla yüksek sıcaklıklarda daha yüksek sürünme dayanımı elde etmek,
- Özellikle yüksek sıcaklıklarda yorulma dayanımını yükseltmek,
- Termal şok dayanımını geliştirmek,
- Korozyon direncini geliştirmek,

- Daha yüksek Young modülü değerine ulaşmak,
- Termal uzamayı azaltmak,

Metal matris kompozitler farklı şekillerde sınıflandırılabilirler. Bu sınıflandırmalardan bir çeşidi pekiştiricinin türüne göre yapılandır. Partikül pekiştiricili, tabakalı, fiber pekiştiricili ve sızdırma kompozit malzemeler sınıflandırmanın ana başlıklarıdır. Bu tip malzemelerdeki fiber pekiştiricili kompozitler ayrıca sürekli fiber, süreksiz fiber ya da viskerler olarak alt gruplara ayrılabilir (Kainer, 2006). Bu sınıflandırma şekil 2.2’de gösterilmektedir.



Şekil 2.2: Metal matrisli kompozit malzemelerin sınıflandırılması (Kainer, 2006)

2.1.1 Metal Matris Kompozitlerin Üretimi

Metal matris kompozitler üretim yöntemleri bakımından diğer kompozit üretimi yöntemlerine benzemektedir. Metal matris kompozitler sürekli döküm yöntemi (kalıptan geçirilerek kütük ya da çubuk şeklinde malzeme elde edilmesi) kullanılarak, plazma sprej yöntemi ile (ince filmler), toz metalurjisi ve sıvı sızdırma üretim yöntemlerinden bazılarıdır. Levha şeklinde malzemeler haddeleme ya da ekstrüzyon ile üretilmektedir. Sürekli döküm üretim yöntemi olarak oldukça verimlidir. Bu yöntem ayrıca malzemeyi daha kısa süre yüksek sıcaklıklara maruz bıraktığı için geniş bir yelpazade farklı malzemelerin üretimi için uygundur. Bu yöntemde metal matris ergime noktasının üstünde bir sıcaklığa çıkartılıp şekillendirme ve pekiştiric faz ile iyi yüzey teması sağlanabilmektedir. Son kademe olarak makina ile işleme yapılabilmektedir. Bu işlem geleneksel metal üretim yöntemleri ile benzerdir. Seramik matris kompozitlerde olduğu gibi fiber tarzı bir pekiştirici kullanılacaksa matris fazın onu koruması gerekmektedir. Bu nednele metal matris kompozitler iyi

yüzey bağlanma özelliği gösterdiğinden kompozit dayanımı da oldukça yüksektir (Wessel, 2004).

2.1.2 Partikül Pekiştiricili Kompozitler

Metal matris kompozitler fiziksel ve mekanik özelliklerinden dolayı otomotiv ve benzeri birçok uygulama için ilgi çekici bir aday olmuştur. Bunun yanında partikül pekiştiricili kompozitler düşük maliyetleri, iyi şekillendirilebilirlikleri ve işlenebilirlikleri ve karakteristik olarak izotropik özellik gösterdiklerinden dolayı artan bir şekilde ilgi odağı olmaya başlamışlardır (Tjong, 2000).

Metal matris kompozitlerde ilk yapılan çalışmalar genel olarak sürekli fiber pekiştiricili malzemelerin geliştirilmesine ve üretimine yönelik olarak yapılmaktaydı. Ancak daha sonra fiber üretimin maliyetinin yüksek olmasından dolayı bu ilgi azalmıştır. Bundan dolayı daha ucuz maliyetli ve daha rahat temin edilebilen pekiştiriciler üzerine çalışmalar yoğunlaşmıştır (İbrahim, 1991). Bu malzemeler seramik veya metallerde tek başına olamayacak eşsiz bir mikroyapı ve özellik birleşimine sahiptirler. Bu yapı daha çok matris fazının özelliğine, çevreye, pekiştiricinin dağılımına, boyut ve şekline ev ana faz ile pekiştiricinin ara yüzey özelliklerine göre değişmektedir. Bu parametreler uygun bir şekilde ayarlandığında malzeme özellikleri geliştirilebilir (Liu, 1994).

Partikül pekiştiricili kompozitlerde genel olarak ikiye ayrılan bir sınıflandırma yapılmaktadır. Bunlar büyük partikül pekiştiricili kompozitler ve dispersiyonla güçlendirilen kompozitlerdir. Bu iki grup arasındaki ayrım pekiştiricinin türüne ve pekiştirme mekanizmasına göre yapılmaktadır. Büyük partikül pekiştiricili yapılarda matris pekiştirici arasındaki etkileşim atomik yada moleküler seviyede değildir. Genel olarak pekiştirici faz ana faza oranla daha sert ve sıkıdır. Bu pekiştirici malzemeler matris fazın hareketini engelleyici yönde etki yaparak yapıyı güçlendirirler. Temel olarak matris fazı uygulanan gerilmenin bir kısmını pekiştiricilere iletmektedir. Pekiştirmenin seviyesi veya mekanik özelliklerdeki iyileşme matris pekiştirici ar yüzeyindeki güçlü bağlanmayla doğru orantılı artar. Dispersiyonla pekiştirilen sistemlerde pekiştirici boyutu diğer gruba oranla çok daha küçüktür. Bu tip pekiştiricilerin boyutu genel olarak 0,1 ile 0,01 μm arasında değişmektedir. Bu durumda partikül matris etkileşimi ile gerçekleşen güçlendirme mekanizması atomik ve moleküler seviyede olur (İbrahim, 1991). Metal matris

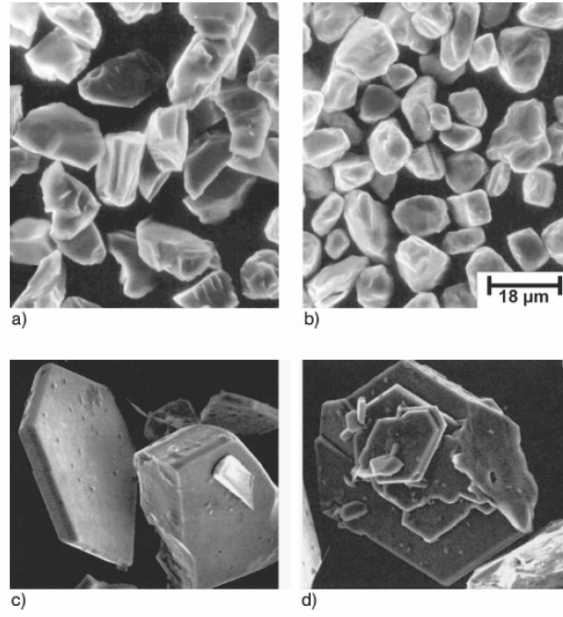
malzemelerde genel olarak kulalnılan partikül pekiştiriciler tablo 2.1 de gösterilmiştir.

Tablo 2.1: Metal matris kompozitlerde kullanılan seramik pekiştiriciler (Keçeli, 2007)

Malzeme	Karbür	Nitrür	Borür	Oksit
Bor	B ₄ C	BN	-	-
Tantal	TaC	-	-	-
Zirkonyum	ZrC	ZrN	ZrB ₂	ZrO ₂
Hafniyum	HfC	HfN	-	HfO ₂
Alüminyum	-	AlN	-	Al ₂ O ₃
Silisyum	SiC	Si ₃ N ₄	-	-
Titanyum	TiC	TiN	TiB ₂	-
Krom	CrC	CrN	CrB	Cr ₂ O ₃
Molibden	Mo ₂ C, MoC	Mo ₂ N, MoN	Mo ₂ B, MoB	-
Tungsten	W ₂ C, WC	W ₂ N, WN	W ₂ B, WB	-
Toryum	-	-	-	ThO ₂

Partikül pekiştiricili kompozitlerde pekiştirme mekanizması çökelme sertleşmesine benzemektedir. Matris fazı uyulanan yükün büyük kısmını taşıırken pekiştirici faz dislokasyon hareketini engeller. Bu sayede akma ve çekme dayanımıyla beraber sertlik artar. Buna ek olarak dispersiyonla pekiştirilmiş kompozitlerin hacim fraksiyonları %3 gibi oldukça düşük değerlerde iken diğer grup pekiştiricili kompozitlerde bu değer %70 civarı veya daha yüksektir (Demirkese, 2003).

Pekiştiricilerin geometrisi farklılık göstermektedir. Küresel, köşeli, yassı ya da iğnesel yapıda pekiştiriciler üretmek mümkündür. Ancak üretim yöntemlerine bu pekiştiriciler genel olarak daha düzensiz şekillerde ve keskin kenarlara sahip yapıdadırlar. Şekil 2.3'te silisyum karbür pekiştirici malzemesinin üretim yöntemine yönelik olarak farklı partikül yapısındaki farklılıklar gösterilmiştir. Şekil 2.3a'da düzensiz şekilli hal gösterilmiştir. Şekil 2.3b'de SiC partikülleri daha yumuşak köşeli dairesel şekillidir. Şekil 2.3c ve şekil 2.3d de yassılaştı ve tabakalaştı formada partikül yapıları görülmektedir. Bu düzensiz şekiller kompozitte olumsuz bir etki yapabilmektedir. Bu sebeple daha çok düzgün şekilli pekiştiriciler üretilmeye çalışılıp, kullanılarak yapılmak istenen iyileştirici etkinin verimi arttırılmaya çalışılmaktadır (Kainer, 2006).



Şekil 2.3: SiC partiküllerinin farklı geometrik şekilleri

2.1.3 Dispersiyon Pekiştiricili Kompozitler

Metal ve metal alaşımları, çok ince taneli sert ve inert pekiştiricilerin az miktarda hacimsel olarak ilavesi ile güçlendirilebilirler. Dispersiyonla pekiştirmede kullanılan partikül boyutları oldukça düşüktür. Ortalama olarak boyutları 10 – 250 nm arasında olabilir (Askeland, 1998). Pekiştirici faz metalik ya da metal dışı olabilir ve genel olarak oksit malzemeler pekiştirme amaçlı olarak kullanılmaktadır. Tablo 2.2 de kullanılan pekiştirici cinsi ile kullanılan partikül boyut tablosu verilmiştir.

Tablo 2.2: Al matris kompozitlerde kullanılan pekiştiricilerin özellikleri (Kainer, 2006)

Pekiştirici	Partikül Boyutu (μm)
Al ₂ O ₃	3-200
SiC, partikül	6-120
SiC, visker	5-10
Grafit, lamelli	20-60
Zirkonyum	40
Silisli kum	75-120
Zirkonyum oksit	5-80
TiC	46
Mg	40
Bor nitrür	46
Mika	40-180
B ₄ C	50-80

Pekiştirme mekanizması partiküllerin matris fazındaki dislokasyonla etkileşimi ile gerçekleşmektedir. Çökelme sertleşmesine benzer sertleşme mekanizması bu disperse olmuş partiküllerin dislokasyon hareketini engellemesi ile gerçekleşmektedir. Bu tarz sistemlerde pekiştirme mekanizması yüksek sıcaklıklarda da bozulmadan devam edebilmektedir. Bunun sebebi pekiştirici fazın ana matris malzemesiyle inert davranış gösterip reaksiyona girmemesi böylece oluşturulan yapının bozunmamasıdır (Demirkesen, 2003).

3. ÜRETİM YÖNTEMLERİ

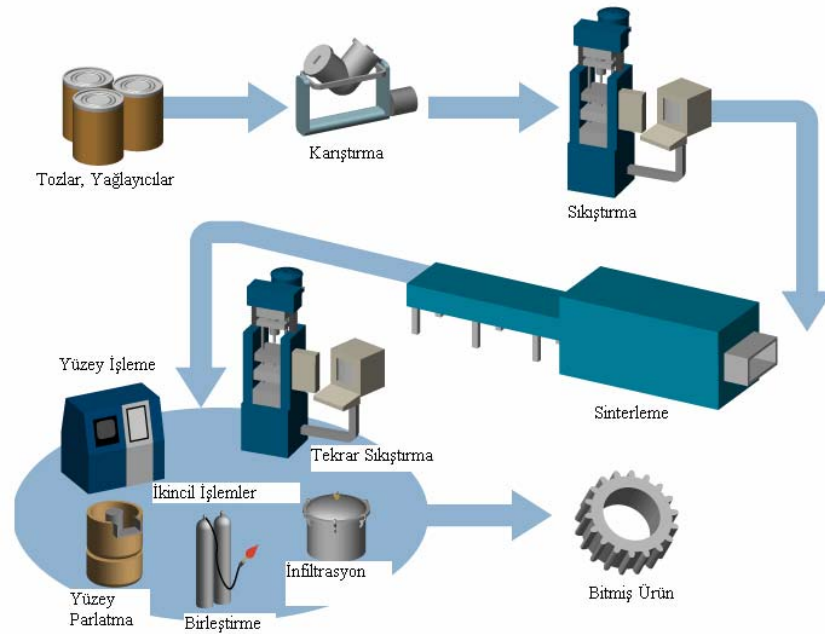
3.1. Toz Metalurjisi

Birçok metal işleme yöntemleri içerisinde toz metalurjisi çok farklı bir yere sahiptir. Toz metalurjisini ilgi çekici yapan özelliklerinden birisi yüksek kalitede, karmaşık şekilli ve düşük boyutsal toleranslara sahip parçaların ekonomik olarak üretilmesidir. Toz metalurjisinde önemli kademe tozların preslenmesi ve ardından iyi bir bağlanma sağlanması için sinterleme işlemidir. Bu yöntem nispeten otomatikleşmiş operasyonları düşük enerji tüketimi, yüksek malzeme kullanım verimi ve düşük toplam maliyetle kullanır. Bu karakteristiği toz metalurjisini verim, enerji ve hammadde konuları göze alındığında daha ilgi çekici bir pozisyona sokmaktadır. Toz metalurjisi gelişmekte ve geleneksel üretim yöntemlerini değiştirmektedir. Böylece daha esnek üretim sağlayarak geniş bir alanda yeni malzemelerin geliştirilmesi ve üretilmesi sağlanabilmektedir (German, 1994).

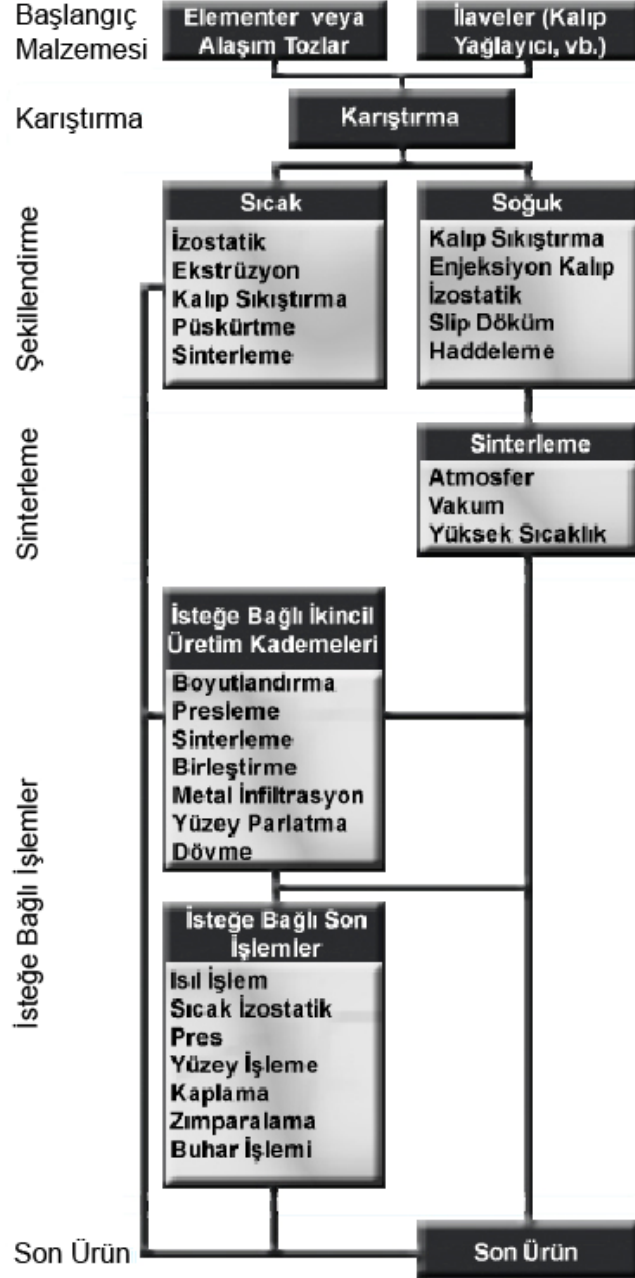
Toz metalurjisinin tarihçesi metal ve seramiklerin sinterlenmeye başlanması ile eş zamanlıdır. Sinterleme sert metal ya da seramik parçaların tozlardan başlanarak üretilmesini içermektedir (Kainer, 2006). Metal tozlarının tarihte ilk dünya üzerindeki kullanımları incelendiğinde; İknalar altın tozlarını pişirerek mücevher yapmışlardır, Mısırlılar demir tozlarını milattan önce 3000 yıllarında kullanmışlardır. Bir başka örnek milattan sonra 300 yıllarında yapılan Hindistandaki Delhi stünudur. Bu yapı yaklaşık olarak 6.5 ton demir tozu kullanılarak yapılmıştır. 1800’lerde toz metalurjisinin kullanımı gelişmeye başlamıştır. Platin laboratuvar malzemelerine olan ihtiyaçtan dolayı yüksek sıcaklıklara çıkılmadan yapılabilinecek üretim yöntemlerinin geliştirilmesi bu konuda yeni bir rotanın çizilmesini sağlamıştır. Benzer çalışmalar İngiltere ve Rusya’da da yapılmış ve tozların sıcak işleme şekillendirilerek yüksek sıcaklıklara gerek duyulmadan üretim yapılması döküm ile üretilen parçaların üretiminde alternatif bir yöntem olduğunda ortaya çıkarmıştır. Aynı zamanlarda paralar da toz halinde bakır, gümüş ve kurşun malzemelerin preslenip sinterlenmesi ile üretilmekteydi. Toz metalurjisinin modern çağı Edison’un tungsten tozlarından dayanıklı bir lamba filamanı yapması ile

başlamıştır. Sonradan sement karpürler, poroz bronz ve bakır-grafit elektrik iletkenleri 1930'larda üretilmiştir.1940,larda toz metalurjisi tungsten alaşımları, yapısal ferro alaşımlar ve refrakter malzemelerin üretimini de içermeye başladı. En genel yapısal toz metalurjisi parçaları demir tabanlıdır. Ayrıca nükleer, uçak, uzay sanayi, elektrik ve manyetik uygulamalar için de toz metalurjisi kullanılmaktadır (German, 1994).

Bu gelişimin en etkileyici yanı uygulamalardaki devrimsel gelişmedir. Toz metalurjisi kullanılmasıdaki amaç tarihsel süreçte değişmiştir. İlk zamanlarda toz metalurjisi ile üretilen malzemeler düşük maliyetlerinden dolayı tercih edilmekteydiler. Günümüze gelindikçe toz metalurjisi yönteminin tercih edilmesindeki amaç arttırılmış kalite, homojenizasyon ve özelliklerin çekici maliyetler ve üretim kolaylığı ile birleşmesidir. Yüksek sıcaklık nikel temelli süper alaşımlar, yüksek dayanımlı alüminyum uçak alaşımları, kontrollü termal genleşmeli alüminyum kompozitler bu gelişmenin örnekleridir. Sadece üretim maliyetleri konusunda toz metalurjisi avantaj sağlamamakta bunun yanında kümyasal yapının ve mikroyapının kontrolünü de sağlamaktadır. Daha saf ve eşsiz özelliklere sahip malzemeler üretilme ihtiyacı devam ettikçe toz metalurjisi de o alanlara doğru genişlemeye devame deceptir (German, 1994). Toz metalurjisinin üretim akış şeması şekil 3.1'de gösterilmektedir.



Şekil 3.1: Toz metalurjisi akım şeması



Şekil 3.2: Toz Metalurjisi üretim yöntemlerinin sınıflandırılması

3.2 Toz Üretimi

Toz metalurjisinde başarılı bir son ürün elde edebilmek için başlangıç malzemeleri çok önemlidir. Tozların kimyasal bileşimi ve saflığının yanında partikül boyutu, partikül boyut dağılımı, partikül şekli ve tozların yüzey yapısında dikkat edilmesi gereken konulardır (Newkirk, 2004). Tüm toz metalurjisi yöntemleri hangi tip parça üretilecek olursa olsun ham madde olarak toz formunda malzemeden başlamaktadır. Toz ince olarak parçalanmış katılardır. Bu boyut genel olarak 1 mm'den daha küçük

boyutludur (Demirkese, 2003). Metal tozlarının üretiminde 4 temel yöntem vardır. Bunlar mekanik küçültme, kimyasal indirgeme, elektrolitik biriktirme ve sıvı metal atomizasyonudur (Lee, 1998). Metal tozları üretim yöntemine göre şekilleri küresel den karmaşık yapıya kadar değişebilir. Partikül toz yüzeyini, tozun akış özelliklerini, yüzey alanını ve presleme sonrası yoğunluğunu etkileyen bir parametredir. Kimyasal bileşim ve saflıkta tozların preslenmesini etkileyen faktörlerdir (Demirkese, 2003).

Temelde her türlü malzeme toz haline getirilebilir. Bu işlem 3 farklı yol ile gerçekleştirilir: atomizasyon, kimyasal ve elektrolitik. Bunların içinde en genel olarak kullanılan atomizasyon yöntemidir. Atomizasyon ergimiş metalin spreyle aniden soğutulması toz haline getirilmesidir. Bunun için çeşitli yöntemler vardır. Birisi ergimiş metal akarken su püskürtülerek ani soğutma ile küçük partiküller elde edilmesidir. Su atomizasyonu metali çok hızlı soğutur bu sebeple daha düzensiz şekilli parçalar elde edilir. Su aynı zamanda bazı metalleri oksitler. Daha uygun bir atomizasyon yöntemi ergimiş metale inert bir gaz püskürtülmesidir. Bu yöntemle malzeme daha yavaş soğutulduğu için daha yuvarlak şekilli tozlar elde edilebilir. Bir başka yöntem de ergimiş metali dönen bir disk üzerine dökülmesi ile yapılır. Bu şekilde malzeme dönen diskten fırlayarak kabın duvarlarına yapışır ve toz elde edilir (Clyne, 2001).

Kimyasal indirgeme metal tozları üretimi için bir başka yöntemdir. Farklı kimyasal reaksiyonlar içeren bu yöntemle metalin elementel toz haline indirgenmesidir. Elektroliz de bir başka toz üretim tekniğidir. Bu yöntem elektriği kullanarak metali çözüp çok ince toz haline getirme işlemidir. Oldukça saf tozlar elde edilebilir bu yöntemle. Sistemde anot toz elde edilmek istenen malzemeden üretilir. Elektrik malzemeyi anottan katoda taşır ve kolayca yıkanabilen bir film üstüne yapıştırır. Bu filmler temizlenip kurutularak istenilen toz elde edilmiş olur (Newkirk, 2004).

3.3 Mekanik Alaşımlama

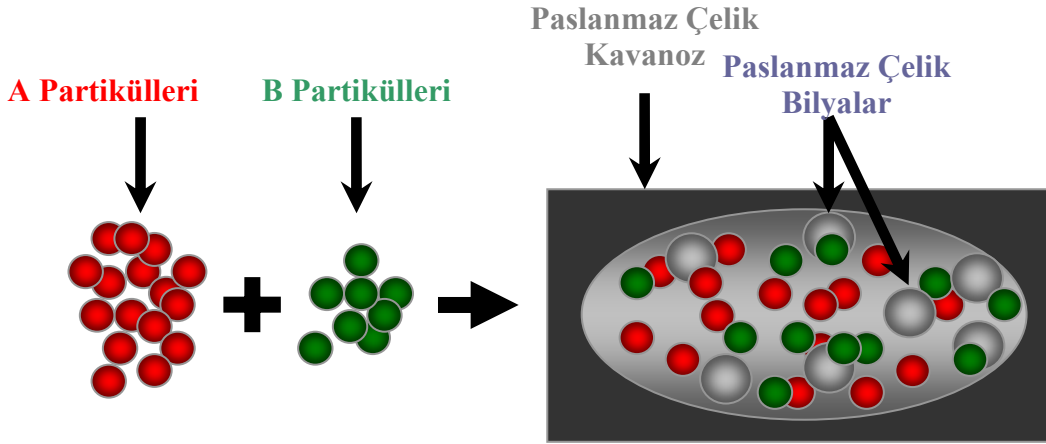
Uygun malzeme seçiminin ardından gelen kademe, tozların karıştırılmasıdır. Prosesin bundan sonraki aşamalarında istenilen özellikte parçalar elde edilmesi için tozlar iyi bir şekilde karıştırılıp öğütülmelidir. Öğütme aynı kimyasal bileşime sahip tozların partikül boyutlarının küçültülmesidir. Karıştırma ise farklı kimyasal bileşime sahip tozların karıştırılarak alaşımlanması işlemidir (Newkirk, 2004).

Mekanik alaşımlama öğütme işlemleri arasında en başarılı yöntemlerden birisidir. Bilyalar ile atritor etkisi yaparak alaşımlanmış bir kompozit üretme tekniğidir. İşlem bir miktar bilya ve elementel tozun karıştırıcı içerisinde karıştırılmasıdır. Bu karışıma esnasında mikroskopik boyutta tekrarlanan çarpışma, soğuk kaynama ve kırılma işlemleri istenilen kompozit tozunun üretilmesini sağlar. Şekil 3.3'te karıştırıcının şematik bir gösterimi verilmiştir. Bu şekilde altta mikroskopik boyutta meydana gelen homojenizasyon gösterilmektedir. Resimde görüldüğü üzere başlangıç tozları lamine hale gelerek pekiştirici faz ana matris fazı içerisinde homojen bir şekilde dağılmıştır.



Şekil 3.3: Karıştırıcıların şematik gösterimi

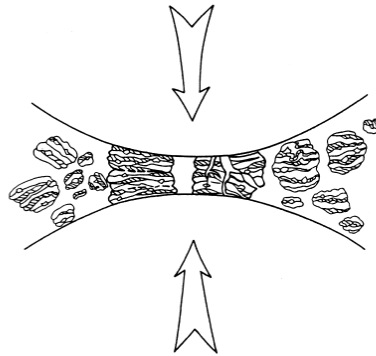
Diğer alaşımlama tekniklerinde olduğu gibi mekanik alaşımlamada da kirlenme bir sorundur. Bu sorun aynı malzemeden bilyalar karıştırıcı ve tank kullanılarak azaltılabilir. Mekanik alaşımlama esnasında organik bir sıvı ortamı kullanmak öğütme ve kaynama işlemleri arasındaki dengeyi kurmak için önemlidir. Buna ek olarak tozlar yüksek oranda deformasyon sertleşmesine maruz kalmaktadır (German, 1994). Mekanik alaşımlamada kullanılan kavanoz sisteminin şematik gösterimi şekil 3.4'te verilmiştir.



Şekil 3.4: Mekanik alaşımlamada kullanılan kavanoz sistemi

Mekanik alaşımlama esnasında meydana gelen fiziksel değişimi anlamak amacıyla bu alaşımlama prosesini üç ya da dört aşamada incelemek uygun olacaktır (Keçeli, 2007).

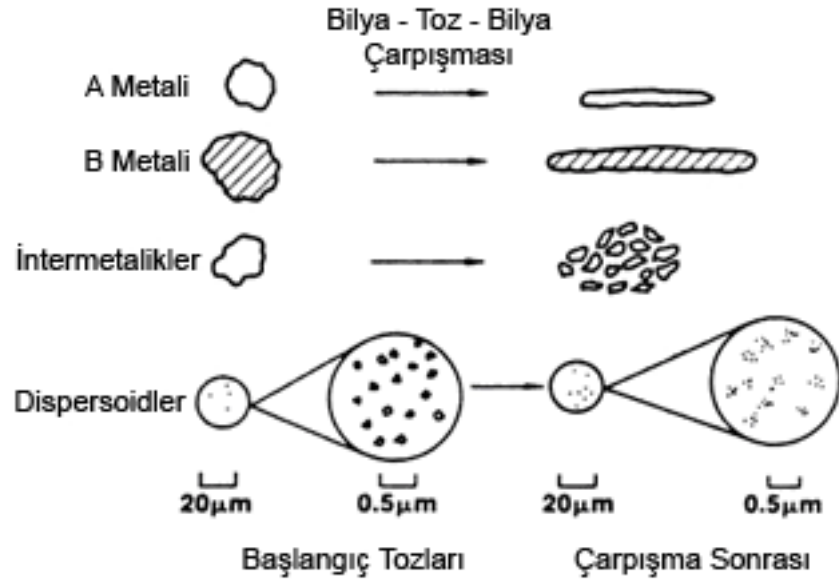
Başlangıç kademelerinde tozlar daha yumuşaktır ve birbiri ile kaynarak daha büyük boyutlu parçalar oluşturma eğilimleri daha yüksektir. Bu aşamada başlangıç tozlarına oranla üç kat daha büyük boyutlu parçalar meydana gelebilir. Kompozit partiküllerinin bu aşamada karakteristik olan katmanlı görüntüsü oluşur. Şekil 4.8’de bilyaların tozlar ile çarpışma şekli şematik olarak gösterilmiştir (Suryanarayana, 2001).



Şekil 3.5: Bilyaların tozlar ile çarpışmasının şematik gösterimi

Metalik faz bu çarpışmalar esnasında düzleşip üst üste bindikçe atomik düzeyde temiz yüzeyler birbiri ile temas eder ve birbirine soğuk şekilde kaynar. Aynı aşamada kırılkan fazlar bu kaynayan yüzeyler arasında sıkışarak kaplanır ve yapıya karışır.

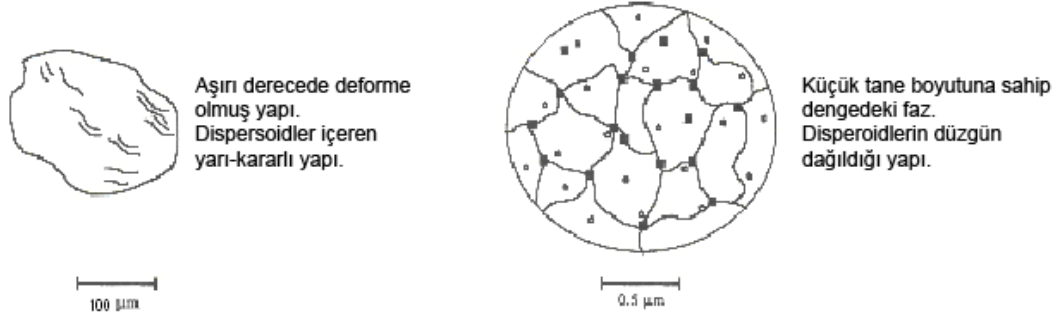
Şekil 3.6’da başlangıç tozlarının mekanik alaşımlama esnasında uğradıkları deformasyon gösterilmektedir (Suryanarayana, 2001).



Şekil 3.6: Mekanik alaşımlama esnasında tozlarda meydana gelen deformasyon

Orta kademedeki devamlı olan kırılma ve kaynama aşamalı sonucu tozlar deformasyon sertleşmesine maruz kalmış ve pekiştirici fazlar sürekli bir hal almıştır. Partikül boyutunda meydana gelen azalma mikroyapıdaki karışmayı hızlandırır. Mekanik alaşımlamada bilyalar tarafından absorblanan kinetik enerjinin etkisi ve ısı artışı ile metalik matris te çözünme meydana gelir. Bu kademedeki atomik düzeyde difüzyonun artması sonucu yeni fazlar meydana gelebilmektedir (Keçeli, 2007).

Son kademe düzenli yapı elde edilmiş ve partikül boyutunun yükselmesine sebep olan kaynama seviyesi ile partikül boyutunu düşürücü etkiye sahip kırılma mekanizmaları arasında dengeye ulaşılmıştır. Sonuçta küçük partiküller ile büyük boyutlu partiküller birbiri ile karışarak boyutsal olarak homojenleşmiş bir yapıyı oluştururlar (Suryanarayana, 2001). Şekil 3.7’de mekanik alaşımlama prosesinin son kademesinde oluşan yapı gösterilmektedir (Keçeli, 2007).



Şekil 3.7: Mekanik alaşımlama prosesinin son kademesinde oluşan yapı

Bu kademedan sonra elde edilen yapı başlangıç bileşimi ile aynıdır. İlk kademelerde oluşan lamelli yapı artık görülmektedir. Bu aşamadan sonra daha fazla alaşımlamanın dispersoidlerin daha homojen dağılına etkisi olmayacaktır (Keçeli, 2007). Partikül boyut dağılımı aralığı daralmıştır. Büyük partiküller ortalama boyuta indirgenmiş, küçük boyutlu partiküller de aglomere olarak bu seviyeye yükselmiştir (Suryanarayana, 2001).

Mekanik alaşımlama teknik üstünlüklerinden dolayı oldukça verimli bir tekniktir. En önemli avantajlarından birisi yeni alaşımların sentezlenebilmesi veya normal yöntemlerle alaşımlanamayacak elementlerin alaşımlanabilmesidir. Bunun sebebi mekanik alaşımlama tamamıyla katı halde meydana gelen bir işlemdir ve faz diyagramlarında belirtilen sınırlamalar mekanik alaşımlama işleminde geçerli değildir (Suryanarayana, 2001).

3.3.1 Üretim Ekipmanları

Farklı çeşitlerde yüksek enerjili bilyalı öğütücüler mekanik alaşımlama işlemlerinde kullanılmaktadır. Bunlar spex öğütücüler, gezegen tipi öğütücüler ve çeşitli atritörlerdir. Hepsinin farklı kapasiteleri, öğütme verimleri ya da ısıtma soğutma amaçlı düzenlemeleri vardır (Suryanarayana, 2001). Spex öğütücüler laboratuvar tipi olarak en genel kullanılan öğütücü tüpleridir. Yaklaşık olarak 10 -20 g toz öğütebilme kapasitesine sahiptirler. Bu tip öğütücüler malzemenin ve bilyaların içine konacağı kavanozdan, kilit mekanizması ve dakikada 1200 devir ile sarsıntı üreten karıştırma cihazından meydana gelmektedir. Ayrıca kullanılabilecek sertleştirilmiş çelik, alümina, tungsten karbür, zirkonya, paslanmaz çelik, silikon nitrat, agat, plastik gibi farklı tip kavanozlar mevcuttur. Şekil 3.8’de bu tip öğütücülere bir örnek görülmektedir.



Şekil 3.8: Mekanik alaşımlamada kullanılan yüksek enerjili bilyalı öğütücü

Bunun dışında kullanılan bir diğer öğütücü cihaz gezegen tipi değirmendir. Bu tip öğütücülerde birkaç yüz gram toz öğütülebilmektedir. Ancak bu tip öğütücüler spex tipi yüksek enerjili bilyalı öğütücülerle karşılaştırıldığında düşük enerjili öğütücü olarak adlandırılmaktadır. Şekil 3.9’da gezegen tipi öğütücü gösterilmektedir (Suryanarayana, 2001).



Şekil 3.9: Gezegen tipi öğütücü

Bir diğer öğütücü tüpü atrütörlerdir. Bu tüp öğütücülerde oldukça yüksek miktarlarda toz öğütülebilmektedir (0,5 – 40 kg). Dikey bir şaftın ve karıştırıcıların sistemde bulunan tankın içinde 250 devir/dakika hızda dönmesi ile öğütme işlemi gerçekleşir (Suryanarayana, 2001). Şekil 3.10’da atrütör tipi öğütücülere bir örnek gösterilmiştir.



Şekil 3.10: Atritör karıştırıcı

Öğütücülerin endüstriyel tipte olanları yukarıda bahsedilen öğütücülere oranla çok daha büyük hacimlere sahiptir. Mekanik alaşımlama için endüstriyel bir üretim 1250 kg kapasiteli bilyalı öğütücülerle yapılmaktadır (Suryanarayana, 2001). Artan enerji ile öğütme süresi azalmaktadır. Buan göre spex tipi bir öğütücüde birkaç dakika sürecek bir öğütme işlemi atritör tipi bir öğütücüde saatler sürebilirken endüstri tipi bir öğütücüde bu süre günler seviyesindedir. Öğütücünün cinsine göre mekanik alaşımlama prosesi etkileyen çeşitli parametreler vardır. Bunlar öğütücü haznesinin malzemesi ve öğütme ortamının cinsi, bilya-toz oranı, öğütme atmosferi, öğütme süresi ve kullanılan bağlayıcı cinsidir (Suryanarayana, 2001).

Kullanılan öğütücü kabın malzemesinin önemi büyüktür. Bunun sebebi öğütme esnasında kabın iç duvarlarında az miktarda olsa aşınma meydana gelebilmektedir. Bu aşınma sonucunda kopan parçalar üretilmekte olan tozu kirletmekte ve kimyasal bileşimini değiştirebilmektedir. Eğer kullanılan öğütücü ile öğütülen malzeme çok farklıysa üretilen tozlar içerisinde bu kap malzemesi çözünebilir. Eğer aynı tip malzemeler seçilirse bu çözünme meydana gelse bile sistemi çok fazla etkilemeyecektir (Suryanarayana, 2001). Bu sebeple üretilecek malzemeye uygun bir öğütme sistemi seçilmelidir. Buna ek olarak öğütme işleminde seçilen malzeme öğütmenin gerçekleşebilmesi için gerekli etkiyi gösterecek kadar da yoğun bir malzeme olmalıdır (Suryanarayana, 2001).

Bir diğer önemli parametere bilya-toz oranıdır. Bu oran 1:1 den 22:1 e kadar değişen oranlarda kullanılabilir. Genel olarak spex tipi düşük malzeme kapasiteli bir öğütücüde kullanılan oran 10:1'dir. Bilya toz oranı istenilen sürede istenilen düzeyde

bir öğütmenin meydana gelebilmesinin sağlanması açısından önemli bir parametredir (Suryanarayana, 2001).

Öğütme atmosferi de öğütme prosesi için önemli bir parametredir. Öğütme atmosferinin en önemli etkisi kirlenmedir. Bu sebeple tozlar genellikle vakum ya da inert gazlar olan argon veya helyum atmosferinde yapılmaktadır. Yüksek saflıkta argon oksidasyonu ve kirlenmeyi önlemeye yönelik en genel kullanılan gazdır. Öğütme kabında bulunan oksijen malzemede öğütme esnasında oksit ya da nitrür oluşumuna sebep olabilir. Bu sebeple tozların öğütücüye konulması ve öğütücüden alınması koruyucu bir gaz atmosferinde yapılmalıdır (Suryanarayana, 2001).

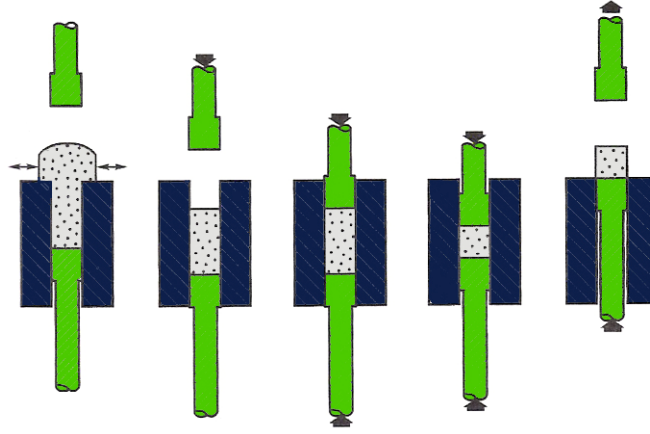
Öğütme süresi en önemli parametredir. En genel olarak iç yapıda meydana gelen düzen (partikül boyutu, kristal boyutu gibi) mekanik alaşımlama süresine bağlıdır ve başlangıç tozlarının boyutu önemini kaybetmektedir. Normalde tozların kırılma ve kaynama sonucunda kararlı fazın oluşturması için yeterli miktarda süre öğütme işlemi yapılır. Ancak bu süre kullanılan öğütücü cinsine, bilya-toz oranına, öğütme verimine ve öğütme sıcaklığına bağlı olarak değişmektedir. Bu süre tüm bu parametreler göz önüne alınarak belirlenmelidir. Buna ek olarak uzun süren mekanik alaşımlama süreleri sonunda kirlenme seviyesi artabilir ve sitenmeyen fazlar sistemde oluşabilir. Bu nedenle üretilmek istenen toz gerektiği kadar bir süre öğütülmelidir (Suryanarayana, 2001).

Bağlayıcı benzeri kontrol ajanlarının kullanımı mekanik alaşımlamada bir diğer parametredir. Genel olarak sünek malzemeler oluşan yüksek miktardaki plastik deformasyonun etkisi ile birbirine soğuk kaynarlar. Ancak uygun alaşımlama soğuk kaynama ve kırılma arasındaki denge sağlandığında gerçekleşir. Bu nedenle proses kontrol ajanlarının ilavesi ile soğuk kaynama miktarı azaltılmaktadır. Bunlar katılar, sıvılar ya da gazlar olabilir. Genellikle yüzey aktif organik bileşikler olup malzeme yüzeyini kaplayarak toz partikülleri arasındaki soğuk kaynamayı azaltmakta ayrıca aglomerasyonda engellemektedir (Suryanarayana, 2001).

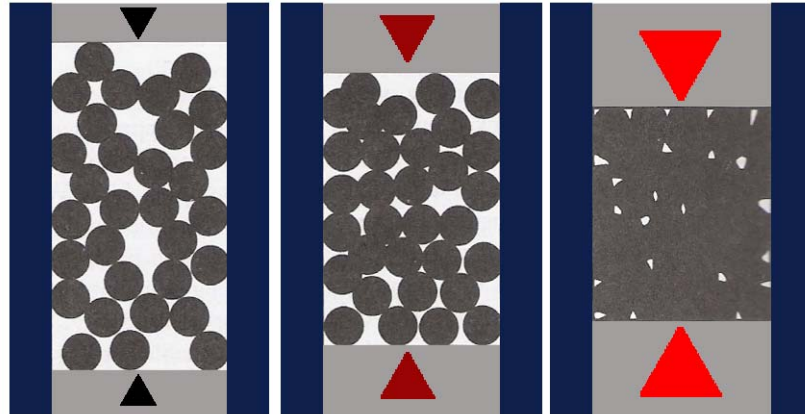
3.4 Presleme

Karıştırma ve öğütme işleminin ardından tozlar sinter öncesi şekillendirilmek amacıyla preslenirler. Bu aşama toz metalurjisinde en kritik aşamadır çünkü bu kademedeki elde edilecek ürünün yoğunluğu ve yoğunluk dağılımının düzgün olması

sağlanmaktadır. Son ürün özellikleri yoğunluğa bağlıdır ve iyi özellikler elde edebilmek için homojen bir yoğunluk dağılımı sağlanmalıdır (Newkirk, 2004). Şekil 3.11’de presleme kademeleri gösterilmektedir. Şekil 3.12’de ise uygulanan kuvvetin artması ile partiküllerin davranışı görülmektedir (German, 1994).



Şekil 3.11: Tek yönlü preste üretim kademeleri



Şekil 3.12: Preslenme esnasında tozların görünümü

Presleme kademesinin şu temel fonksiyonları vardır:

- Tozları istenen şekle getirme,
- Mümkün olduğunca sinterleme kademesinde göz önünde bulundurularak istenen son boyutlarda malzeme üretimini sağlamak,
- İstenen düzeyde porozite miktarına sahip malzeme üretmek,
- Taşıma için yeterli dayanımı sağlamak.

Geleneksel presleme yöntemlerinde basınç genellikle tek yönlü olarak uygulanır. Birçok mekanik ya da hidrolik preste sabit kalıplar kullanılmaktadır. Presleme işlemi sonrasında sadece fiziksel bağlanma meydana gelir ve preslenmiş numuneler oldukça fazla porozite içermektedir.

3.5 Sinterleme

Sinterleme, ısı enerjisi uygulayarak metal ya da seramik tozlarından oluşan bileşimlerden yoğun malzemeler elde etme tekniğidir. Son yıllardaki malzeme gelişimi, malzeme sentezinin ve üretim süreçlerinin önemini arttırdıkça malzeme üretiminde sinterlemenin önemi artmıştır (Kang, 2005).

Sinterleme insan tarihindeki en eski teknolojilerden birisidir ve çanak, çömlek pişirilmesi ile başlamaktadır. Ayrıca sünger demirden yapılan aletler de sinterleme sayesinde üretilmiştir. Ancak 1940'lerden sonra sinterleme temel ve bilimsel olarak araştırma konusu olmaya başlamıştır. Bu tarihten itibaren sinterleme teknolojisinde dikkate değer ilerlemeler olmuştur. Modern endüstride sinterlemenin en önemli ve yararlı kullanım alanları toz metalurjisi ya da seramik içerikli her türlü sinterlenmiş parçanın üretimine imkan vermesidir (Kang, 2005).

Sinterlemenin temel amacı kompakt malzemedeki porozitelerin azaltılmasıdır (Upadhyaya, 2000). Sinterleme, genel olarak $T > 0,5T_m$ (K) olacak sıcaklıklarda toz kompaktlara ısı işlem uygulanmasına denir. Uygulanan sıcaklıklarda difüzyon kontrollü kütle taşınımının meydana gelmelidir. Ancak sinterleme bölgesel olarak sadece tanelerin temas eden yüzeylerinde meydana gelmektedir (Chen, 2000).

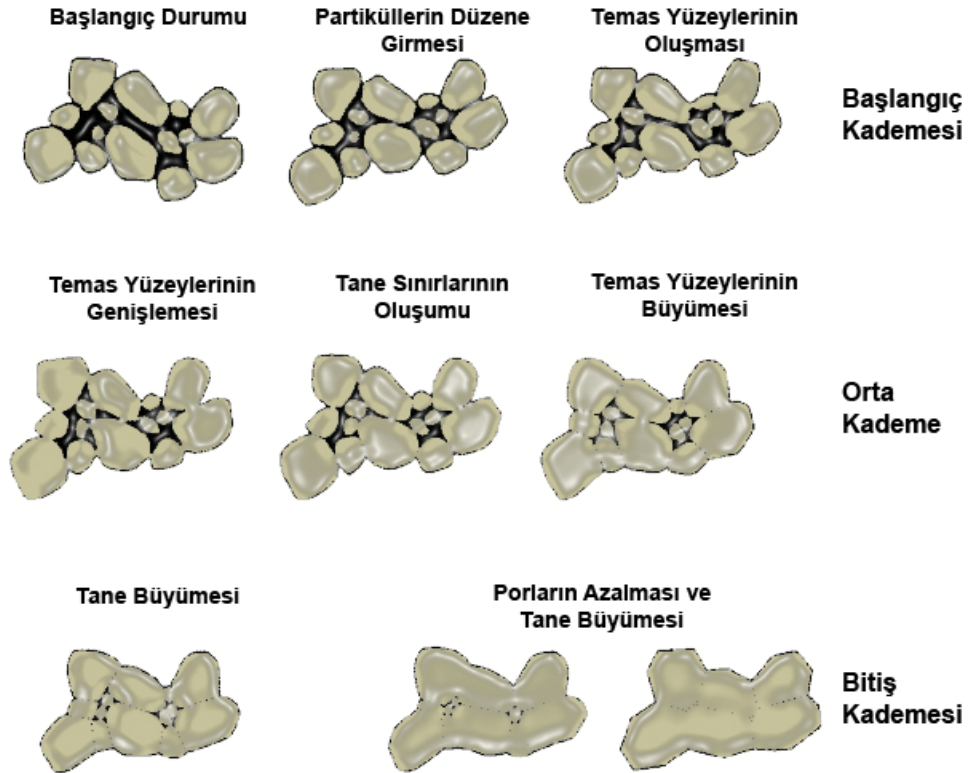
Sinterleme süreçleri malzemelerde bazı istenen ya da istenmeyen gelişmelerle birlikte oluşmaktadır. En büyük değişimler:

- Dayanım, elastik modül,
- Sertlik, kırılma tokluğu,
- Elektrik ve termal iletkenlik,
- Sıvı ve gaz geçirgenliği,
- Ortalama tane sayısı, boyutu ve şekli,
- Tane sınırlarının ve şeklinin dağılımı,

- Ortalama por boyutu ve şekli,
- Por boyutu ve şeklinin dağılımı,
- Kimyasal bileşim ve kristal yapı.

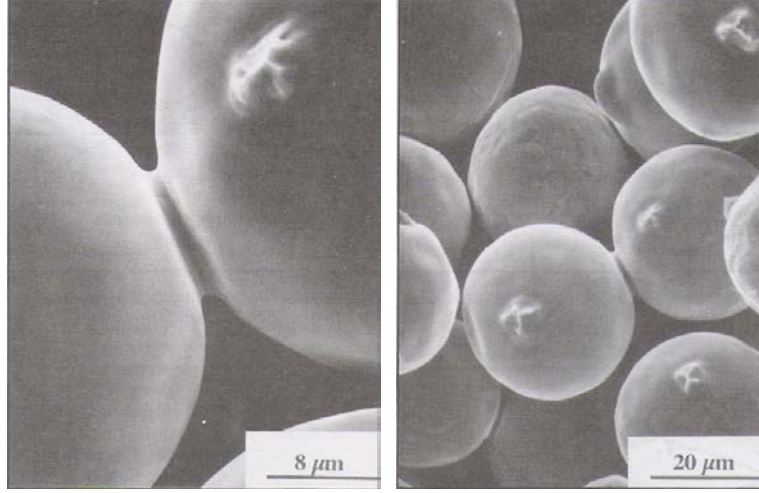
Sinterleme çok genel olarak kullanılamasına rağmen oldukça karmaşık bir mekanizmadır. Sinterlemenin temel mekanizması günümüzde halen bir tartışma konusu olmaya devam etmektedir. Şekil 3.13’de sinterleme kademeleri şekilsel olarak gösterilmektedir. Sinterleme esnasında malzemede bulunan por miktarındaki ve geometrisindeki değişim çeşitli tekniklerle kontrol ve karakterize edilebilir. Bunlar:

- Dilatometre çalışmaları,
- Gaz absorpsiyonu,
- Porozimetre,
- Endirekt metodlar (Sertlik vb.),
- Mikroskopi.



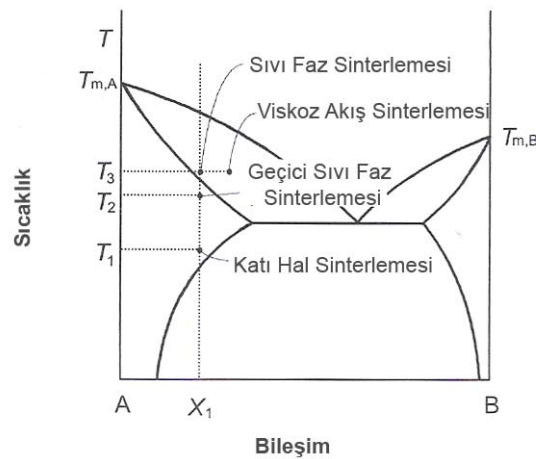
Şekil 3.13: Sinterlemenin farklı kademelerinin şekilsel gösterimi (Kang, 2005)

Şekil 3.14'te sinterleme esnasında partiküller arasında meydana gelen boyun oluşumunu gösteren taramalı elektron mikroskobu reimleri verilmiştir (German, 1994).



Şekil 3.14: Sinterleme esnasında tozlarda meydana gelen boyun oluşumu

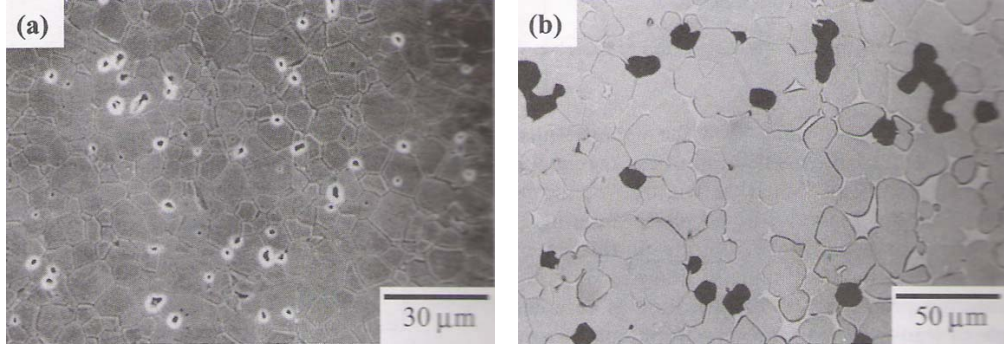
Temel olarak sinterleme prosesi iki gruba ayrılabilir. Bunlar katı hal sinterlemesi ve sıvı faz sinterlemesidir. Katı hal sinterlemesi toz kompaktın uygulanan sinterleme sıcaklığında katı haldeyken yoğunlaşmasıdır, sıvı faz sinterlemesinde ise sinterleme esnasında toz kompaktta sıvı fazın oluşması durumudur. Katı hal sinterlemesi ve sıvı faz sinterlemesinin yanında viskoz akış sinterlemesi ve geçici sıvı faz sinterlemesi gibi yöntemlerde uygulanabilmektedir. Şekil 3.14'te değişik sinterleme mekanizmalarının faz diyagramı üzerinde örneklenmiştir.



Şekil 3.15: Farklı sinterleme mekanizmalarının örnekleri

Bu şekilde T_1 sıcaklığında ve X_1 bileşiminde A ve B malzemeleri arasında katı hal sinterlemesi meydana gelmektedir. T_3 sıcaklığında ise aynı bileşimdeki malzemede sıvı faz sinterlemesi meydana gelmektedir (Kang, 2005).

Şekil 3.15'te katı hal sinterlemesi ve sıvı faz sinterlemesinde elde edilen mikroyapılar görülmektedir (Kang, 2005).



Şekil 3.16: (a) Katı hal sinterlemesi (b) sıvı faz sinterlemesi sonrası elde edilen mikroyapı

Sinterleme kinetiği genel olarak bazı parametreler ile belirlenmektedir. Bunlar preslenmiş yoğunluk, malzeme, partikül boyutu, sinterleme atmosferi ve sinterleme sıcaklığıdır. Çalışma büyük oranda koruyucu gaz atmosferinde gerçekleştirilmektedir. Metal ve alaşımların ergime sıcaklığının %60 - %90 düzeyi bir sıcaklıkta sinterleme işlemi yapılmaktadır. Ancak düşük ergime sıcaklığına sahip malzemelerde bu sinterleme sıcaklığı ergime sıcaklığından daha yüksek seçilebilmektedir. Buna bağlı olarak ta sıvı faz sinterlemesi uygulanmış olmaktadır ancak malzeme şeklini bozmamak amacıyla da oluşacak sıvı faz miktarıda kontrol edilmelidir. Doğru sinterleme sıcaklığının seçilmesi de malzemeye yoğunluk kazandırmada önemli bir parametredir. Yüksek sıcaklıklar daha hızlı yoğunlaşmayı sağlarken bozulma miktarında arttırmaktadır. Bu bozulma miktarı arttıkça aşırı tane büyümesi ve buna bağlı olarak büyük tanelerin arasına sıkışmış porlar oluşabilmektedir. Bu prosesi hızlı olmasından dolayı sinter sonrası ulaşılabilinecek yopunluk sınırlanmış olabilir (Upadhyaya, 2000).

Sinterleme çalışması birçok değişkenin göz önünde bulundurularak belirlenmesi gereken bir yöntemdir (Kang, 2005).

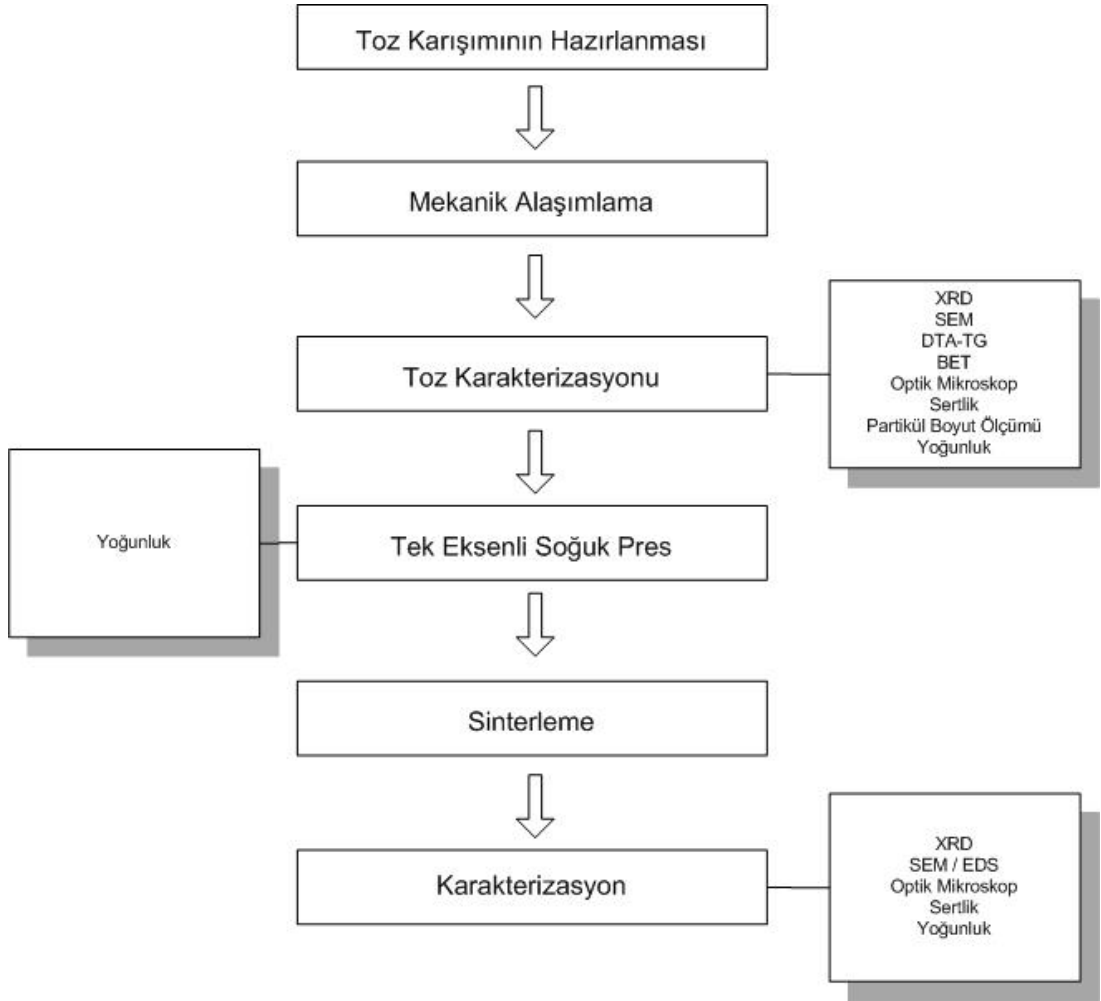
Sinterlemede ısıtma rejiminin, sıcaklığın, sürenin ve atmosferin kontrolü tekrarlanabilir sonuçlar almak açısından önemlidir (German, 1994).

4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Mekanik alaşımlama (MA) teknikleri kullanılarak alüminyum (Al) ve demir (Fe) ana matriks içersine pekiştirici fazların silisyum karbür (SiC) ve itriyum oksit (Y_2O_3) katılması ile ilgili çalışmada MA süresinin oluşturulan kompozit yapısına etkisi incelenmiştir. Çalışma konusu kapsamında çeşitli sürelerde MA'lanmış toz numuneler, tozların partikül boyut dağılımı, kimyasal kompozisyon ve mikroyapısal karakterizasyon çalışmalarını takiben MA'lanmış toz kompozitleri aynı koşullarda preslenmiştir. MA yöntemiyle üretilmiş olan kompozit tozların karakterizasyon çalışmaları, X-ışınları difraktometresi (XRD), optik mikroskop (OM) ve taramalı elektron mikroskobu (SEM) çalışmaları, yüksek çözünürlüklü yüzey alanı ölçümleri (BET), yoğunluk ölçümleri ve termal analiz deneyleri diferansiyel taramalı kalorimetri (DSC) ve termogravimetrik analiz (TG) ile tamamlanmıştır.

Çalışma esnasında kullanılacak kompozisyonlar çeşitli deneme çalışmaları ve literatür incelemesi ile belirlenmiştir. Buna göre Al ve Fe karışımından oluşacak matris bileşimi ağırlıkça %90 Al, %10 Fe olarak belirlenmiş ve bütün çalışma süresince bu matris bileşimi sabit olarak tutulmuştur. Matris bileşimin belirlenmesinin ardından ilave edilecek pekiştirici miktarı belirlenmiştir. Buna göre ağ.%2, ağ.%4 ve ağ.%7 oranında SiC ilave edilmesine karar verilmiştir. Bir başka grup numunede ise yine aynı miktarlarda SiC kullanılmış ancak bu defa yapıya etkisinin incelenmesi amacıyla %5 oranında Y_2O_3 ilave edilmiştir.

Üretilen kompozitlerin mekanik alaşımlama, pekiştirme ve gazaltı sinterleme ve karakterizasyon süreçlerine yönelik akım şeması Şekil 4.1.'de gösterilmiştir



Şekil 4.1: Deneysel süreçlerin akım şeması

4.1 Malzeme Seçimi

4.1.1 Alüminyum (Al)

Çalışmada oluşturulacak kompozisyonunda en yüksek miktarda kullanılan Al tozu Alfa Aesar Firmasında temin edilmiştir. %99.5 saflık düzeyindeki tozların ortalama tane boyutu 10 μm civarındadır. Bu parçacık boyutu oluşturulacak kompozit tozunda kullanımda herhangi bir olumsuz etki yaratmayacağından tozlara herhangi bir ön işlem yapılam gereği görülmemiştir.

4.1.2 Demir (Fe)

Kullanılan atomize Fe tozlarının ilk partikül boyutu 100 μm civarındadır. Bu büyüklükte tozların kompozitte kullanımı yapıda aglomerasyon oluşumuna ve Fe tozları çevresinde malzemelerin toplanmasına sebep olup yapının homojen olarak karışmasına imkan vermeyecektir. Bu tip olumsuz etkiler doğurabileceğinden dolayı

demir tozları ilk olarak titreşimli elekten geçirilerek 45 µm elek altı tozlar ayrılmıştır. Eleme süresi yaklaşık 200 gram toz için 30 dakika olarak uygulanmıştır. Çalışmada kullanılan titreşimli elek sistemi Şekil 4.2’de görülmektedir.



Şekil 4.2: RETSCH™ Titreşimli elek

Eleme işleminin ardından 45 µm altı Fe tozları alümina (Al_2O_3) kap ve Al_2O_3 bilyalar kullanılarak Şekil 4.3’te görülen gezegen tipi öğütücüde öğütülmüştür. Her 30 dakikalık öğütme işleminin ardından yapılan partikül boyut ölçümlerine göre 2 saatlik bir öğütme işlemi ile tozlar ortalama 20 µm boyutlarına indirgenecek sürelerde öğütülmüştür. Bu boyut demir tozunun kompozitte kullanılması için yeterli bulunmuştur.



Şekil 4.3: FRITSCH™ Gezegen tipi öğütücü

4.1.3. Silisyum Karbür (SiC)

Kullanılan SiC tozları yine Alfa Aesar firmasından alınmış olup yaklaşık olarak 35 µm ortalama tane boyutuna sahiptirler. Bu boyut yapıda pekiştirici olarak kullanılacak olan SiC için oldukça yüksektir ve genel olarak pekiştirici partikül boyutunun matris malzemesinin partikül boyutundan daha düşük olması tercih edilmektedir. Bu sebeple SiC tozları kırılğan ancak oldukça sert bir yapıda olduğundan yüksek enerjili bilyalı öğütücüde 8 saat süre ile öğütülmüştür (Woo, 2003). Öğütme işlemi sonrasında SiC tozlarının ortalama partikül boyutunun 8 µm dolayına indiği gözlemlenmiştir.

4.1.4 İttriyum Oksit (Y₂O₃)

Kullanılacak bir diğer pekiştirici olan Y₂O₃ tozları ortalama olarak 10 µm civarı bir partikül boyutuna sahiptir. Bu boyut kompozitte kullanılması için yeterli bulunmuş olup bu tozlara herhangi bir ön işlem uygulanmamıştır.

4.2 Mekanik Alaşımlama Süreçleri

Bu çalışmada üretilen kompozit tozlar 8000D™ Spex (Şekil 4.4a) öğütücü kullanılarak 1200 devir/dakika hızda mekanik olarak alaşımlanmışlardır. MA ile 20, 40, 60, 80, 100, 120, 150 ve 180 dakika öğütülmüş numuneler üretilmiştir. Öğütücü ortam olarak paslanmaz çelik öğütücü kap ve çelik bilya (¼ inç) kullanılmıştır. Çalışmada kullanılacak bilya/toz oranı olarak 7'ye 1 seçilmiştir. MA esnasında tozların hava ile teması ile oluşabilecek oksitlenmeleri önlemek amacıyla öğütme işlemine başlanmadan önce tozlar “Plaslabs™” (Şekil 4.4b) marka kapalı ortam kutusuna alınmıştır. Mekanik pompa yardımıyla kapalı ortam kutusundaki hava vakumlandıktan sonra yüksek safiyette argon (Ar) gazı geçirilmiştir. Tozlar öğütme kavanozlarına bu ortam altında yerleştirilmişlerdir ve kavanozlar kapalı ortam kutusunda kapatılmış ve hava ile tozların teması engellenmiştir. Mekanik alaşımlama işlemleri bittikten sonra, tozlar yine aynı şartlar altında açılarak yapılacak deneyler için gerekli miktarlarda çıkarılmıştır. Şekil 4.4a'da mekanik alaşımlama işlemlerinin gerçekleştirildiği çift kavanozlu Spex™ 8000D yüksek enerjili bilyalı öğütücü cihazı ile tozların hava şartlarından etkilenmemesi için harmanlanıp, kavanoza konuldukları ve mekanik alaşımlama işlemleri sonrasında kavanozlardan çıkartıldıkları “Plaslabs™” kapalı ortam kutusu görülmektedir.



Şekil 4.4: (a) SPEX™ Yüksek enerjili bilyalı öğütücü, (b) Kapalı ortam kutusu

4.3 Toz Karakterizasyon Deneyleri

4.3.1 Partikül Boyut Ölçümü

Başlangıç tozlarının ve mekanik alaşımlanmış kompozit tozlarının partikül boyut dağılım ölçümleri Malvern Instruments™ marka Mastersizer 2000 (Şekil 4.5) model lazer partikül boyut ölçüm cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Partikül boyut ölçümleri saf su ortamında yapılmıştır. Ölçüm esnasında kullanılan saf su Elga marka saf su cihazından sağlanmıştır (Şekil 4.6). Cihazda ölçüme başlamadan önce tozlar 20 dakika Bandalin Sonorex (Şekil 4.7) marka ultrasonik banyoda bekletilerek aglomerasyonların dağıtılması amaçlanmıştır. Şekil 4.5'te Malvern Instruments tane boyut ölçüm cihazı görülmektedir.



Şekil 4.5: MALVERN INSTRUMENTS™ Lazer partikül boyut ölçüm cihazı



Şekil 4.6: ELGA™ Saf su cihazı



Şekil 4.7: BANDALIN SONOREX™ Ultrasonik banyo

4.3.2 X-Işını Analizleri

Bu projede önerilen mekanik alaşımlanmış Al-esaslı kompozit tozların Rigaku™ X Işınları difraktometreleri (XRD) kullanımıyla 20 kV ve 30mA şartlarında ve CoK_α radyasyonu altında gerçekleştirilmiştir. Buna ek olarak sinter sonrası numuneler BRUKER™ D8-Advance X Işınları difraktometresi 40 kV ve 40 mA şartlarında CuK radyasyonu kullanılarak karakterizasyon çalışması yapılmıştır. Şekil 1.8a’da bu çalışmalar için kullanılan Şekil 4.8a’de Rigaku™ ve Şekil 4.8b’de BRUKER™ (XRD) görülmektedir.



Şekil 4.8: (a) RiIGAKU™ X ışınları difraktometresi (XRD)



Şekil 4.8: (b) BRUKER™ X Işınları difraktometresi

4.3.3 Taramalı Elektron Mikroskobu Çalışmaları

Taramalı elektron mikroskop çalışmaları (SEM) Jeol™-JSM-T330 model cihaz ile gerçekleştirilmiştir. Şekil 4.9’da Jeol™-JSM-T330 (SEM) görülmektedir.



Şekil 4.9: JEOL™ Taramalı Elektron Mikroskobu

4.3.4 Metalografik Numune Hazırlama

Mikroyapı ve faz karakterizasyonları optik mikroskop (OM), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve X-ışınları difraktometresi (XRD) destekli analizler ile gerçekleştirilmiştir. Sinterlenmiş numuneler öncelikle Struers™ Labopress-1 bakalite alma cihazı (Şekil 4.10.a) ile Struers™ Epofix reçine yardımıyla metalografik işlemler için soğuk bakalite alınmışlar ve Struers™ Tegrapol-15 (Şekil 4.10.b) otomatik parlatma cihazı kullanımı ile mikroyapısal gözlemler için parlatılmışlardır.



(a)



(b)

Şekil 4.10: (a) STRUERS™ Bakalite alma cihazı (b) STRUERS™ Parlatma cihazı

4.3.5 Optik Mikroskop Çalışmaları

Parlatılmış numunelerde tane sınırlarını belirginleştirmek maksadıyla Keller reaktifi kullanılarak dağlanan numuneler daha sonra Nikon™ Eclipse L150 optik mikroskop ile incelenmişlerdir



Şekil 4.11: NIKON™ Metal optik mikroskobu

4.3.6 Termal Analizler

Mekanik alaşımlanmış tozların termal karakterizasyonları TA Instruments™ SDT Q600 model simültane DTA-TG-DSC analiz cihazı ile 650 °C sıcaklığa kadar 20 °C/dakika ısıtma hızı kullanılarak Argon, Hidrojen gaz atmosferi ve Azot süpürücü gazı kullanılarak yapılmıştır. Numuneler Alümina potalarda analiz edilmiştir. Şekil 5.12’de TA Instruments™ termal analiz cihazı görülmektedir.



Şekil 4.12: TA INSTRUEMITS™ Termal analiz cihazı

4.3.7 Yüzey Alanı Ölçümleri

Mekanik alaşımlanmış tozların yüzey alanları, Autosorb-1TM cihazı kullanılarak ölçülmeye çalışılmıştır. Yüzey alanı ölçümlerinde çok tabaka gaz adsorpsiyonu yöntemi (multi-point BET) kullanılarak 5 noktadan yüzey alanı ölçümleri alınmıştır. Şekil 4.13 'de yüzey alanı ölçümlerinin gerçekleştirildiği cihaz görülmektedir.



Şekil 4.13: QUANTACHROMETM Yüzey alanı ölçüm cihazı

4.3.8 Mikrosertlik Ölçümleri

Mekanik alaşımlanmış tozların mikrosertlik ölçümleri, ShimadzuTM Mikrosertlik test ekipmanında Vickers uç kullanımı tozlar için 50 gramlık yük altında 15 saniye süre ile gerçekleştirilmiş olup, en az 15 başarılı sertlik ölçümünün ortalaması alınarak hesaplanmıştır. Şekil 4.14'de mikrosertlik ölçümlerinin gerçekleştirildiği cihaz olan ShimadzuTM Mikrosertlik test cihazı görülmektedir.



Şekil 4.14: SHIMADZU™ Mikrosertlik test cihazı

4.4 Presleme

Mekanik alaşımlanmış tozlar 600 MPa basınç altında yaklaşık 12 mm çapında silindirik rijit kalıplar içerisinde, kalıp duvarları yağlanmış 12 tonluk hidrolik pres (Ada makina) kullanımı ile soğuk preslenmişlerdir. Şekil 4.15'te bu çalışmalarda kullanılan hidrolik pres görülmektedir



Şekil 4.15: Tek eksenli hidrolik el presi

4.4.1 Yoğunluk Ölçümleri

Preslenmiş tozların yaş yoğunlukları ve sinter yoğunlukları Şekil 4.16’te görülen Quantchrome Instruments marka Ultrapynometer™ 1000 modeli gaz piknometresi yardımıyla ölçülmüştür.



Şekil 4.16: QUANTACHROME™ Yoğunluk ölçüm cihazı

4.5. Sinterleme Çalışmaları

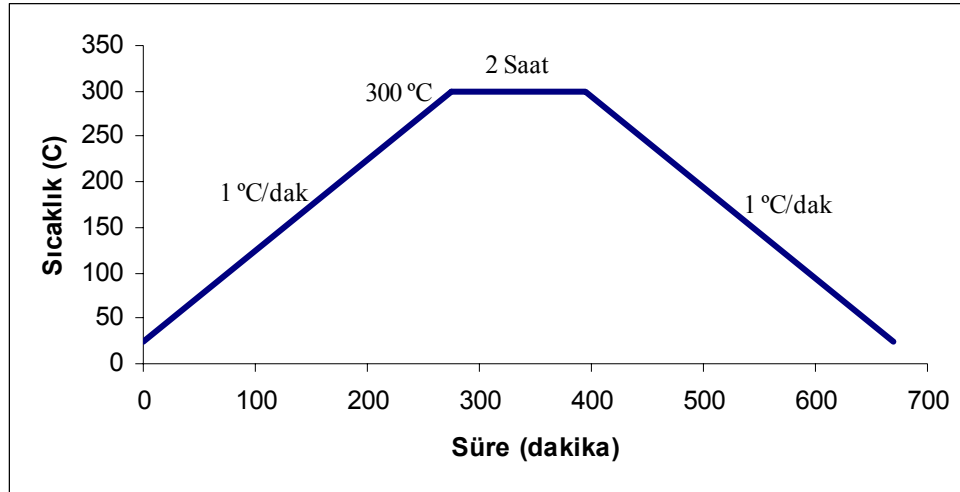
4.5.1 Bağlayıcı Giderme

Numunelerin mekanik alaşımlama esnasında kavanoz çeperlerine sıvanmaması ve presleme esnasında kolaylık sağlaması amacıyla öğütme işlemi öncesinde yapıya bağlayıcı olarak çinkostearat ilave edilmiştir. Yapıda bulunan bu çinkostearat ($\text{Zn}(\text{C}_{18}\text{H}_{35}\text{O}_2)_2$) sinterleme esnasında malzeme içerisinde sıkışıp por oluşumuna sebep olabileceği ya da daha sinterleme esnasında uçarak fırına zarar verebileceği için sinterleme öncesi preslenmiş numunelere bağlayıcı giderme işlemi uygulanmıştır. Çinkostearat 273 °C’de buharlaşmaktadır. Yapılan denemeler de 300 °C sıcaklıkta 2 saatlik bir beklemenin numunelerde bulunan çinkostearatın uçurulması için yeterli olduğu belirlenmiştir. Bağlayıcı giderme ısıtıl işlemi sayesinde numune içerisinde yaklaşık %3 oranında bulunan çinkostearat sistemden uzaklaştırılmıştır. Bağlayıcı giderme amaçlı kullanılan Protherm marka fırın şekil 4.17’te görülmektedir.



Şekil 4.17: PROTHERM™ Bağlayıcı giderme fırını

Bu bağlayıcı giderme işleminde uygulanan ısıtma rejimi aşağıda verilmiştir.



Şekil 4.18: Numunelere uygulanan bağlayıcı giderme fırın rejimi

4.5.2 Dilatometre Çalışması

İndirgeyici sinterleme atmosferine sahip olan 1700 Anter™ dilatometresi ile mekanik alaşımlanan (MA) tozların genel sinterleme davranışları ve boyutsal değişimleri test edilmiştir.

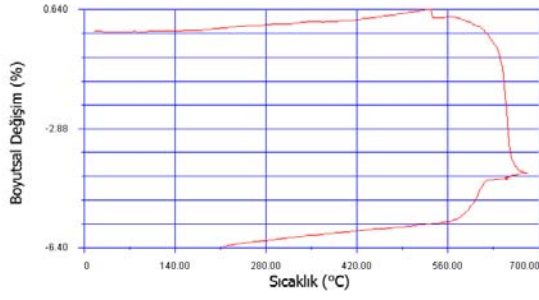


Şekil 4.19: ANTER™ Dilatometre

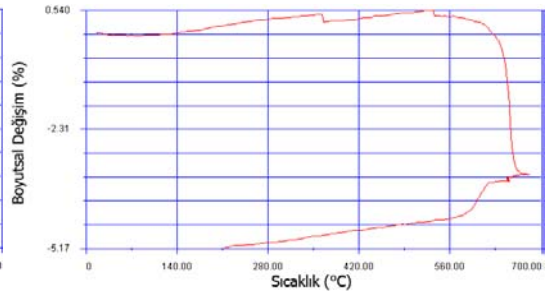
4.5.3 Numunelerin Sinterlenmesi

Preslenmiş ham numunelerin sinterleme işlemleri vakum, hidrojen (H_2), azot (N_2) ve argon (Ar) gazları altında çalışan 1800 M Vac Graphite Linn™ kullanılarak gerçekleştirilecektir. Üretilen mekanik alaşımlanmış kompozitler için uygun sinterleme sıcaklığı olarak 650 °C belirlenmiştir. Sinterleme argon koruyucu gaz atmosferinde yapılmıştır. Şekil 4.20’de 1800 M Vac Graphite Linn™ fırınının fotoğrafı verilmiştir.

Yapılan literatür çalışmaları sonucu belirlenen sinterleme rejimi dilatometre çalışmaları ile test edilmiştir. Dilatometre deney grafikleri aşağıda verilmiştir.

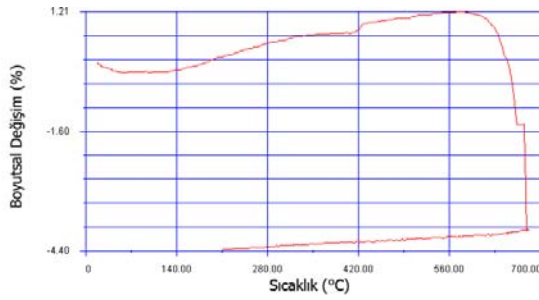


(a)

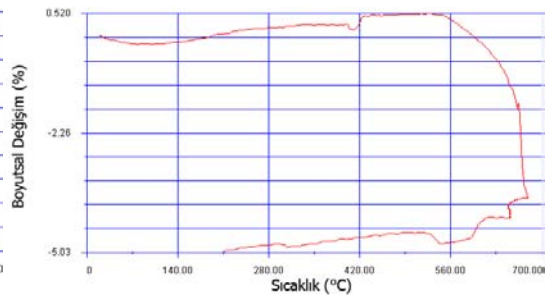


(b)

Şekil 4.20: (a) Al-10Fe-2SiC 20 dak MA'lanmış, (b) Al-10Fe-2SiC 180 dak MA'lanmış numunelerin dilatometre analizi



(a)



(b)

Şekil 4.21: (a) Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ 20 dak MA'lanmış, (b) Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ 180 dak MA'lanmış numunelerin dilatometre analizi

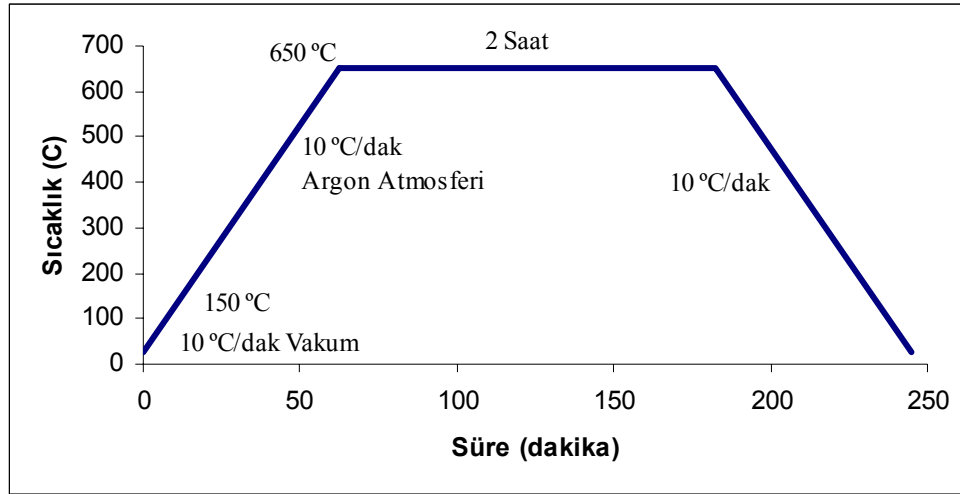
Yapılan deneylerde Argon gazı akışının sisteme etkisi incelenmiş ve sonuçta sinterleme davranışında ciddi bir değişim gözlenmemiştir. Buna ek olarak çeşitli numunelere uygulanan termal boyut değişimi deneyleri sonucunda her numunede boyutsal değişimin belirlenen 650 °C sıcaklığında meydana gelmeye başladığı gözlemlenmiştir. 650 °C sıcaklığına ulaşılmadan kısa bir süre önce boyutsal değişimin başladığı tüm numunelerde gözlenmiştir. Nispeten daha düşük sıcaklıklarda ciddi bir boyutsal farklılaşma meydana gelmemektedir. Bu yapılan deneyler doğrultusunda Şekil 4.21'de verilen sinterleme rejiminin numuneler için uygun bir sinterleme rejimi olduğuna karar verilmiştir.

Sinterleme rejimine karar verilmesi aşamasında yapılan literatür araştırmalarında 650 °C sıcaklığın genel olarak alüminyum alaşımları için standart olarak uygulanan bir sinterleme sıcaklığı olduğu görülmüştür. Buna ek olarak sinterleme esnasında numunelerin mümkün olduğunca yüksek bir yoğunluğa ulaşabilmesi için difüzyonun gerçekleşebilmesi için yeterli zaman olmalıdır bunun için en yüksek sıcaklık olan 650 °C'ta 120 dakika beklenmiştir.



Şekil 4.22: LINN™ Kontrollü atmosfer sinter fırını

Numunelere uygulanan sinterleme rejimi şekil 4.23’te verilmiştir.



Şekil 4.23: Numunelere uygulanan sinterleme rejimi

Numunelere uygulanan sinterleme rejimi incelendiğinde başlangıçta fırın 10 °C/dakika ısıtma hızında 150 °C’ye ulaşana kadar fırın vakuma alınmıştır. Ardından argon koruyucu gazı sisteme verilerek yine 10 °C/dakika ısıtma hızı ile 650 °C’ye çıkılmış, bu sıcaklıkta yeterli miktarda difüzyonun meydana gelebilmesine imkan vermek amacıyla argon gazı altında 2 saatlik bir bekleme süresi uygulanmıştır. Ardından fırın yine argon gazı altında oda sıcaklığına kadar 10 °C/dakika’lık soğutma hızında soğutularak sinterleme işlemi tamamlanmıştır.

4.5.4 Yoğunluk Ölçümleri

Numunelerin sinter sonrası yoğunluk ölçümleri Precisa marka hassa terazinin arşimet yoğunluk ölçümü ekipmanları kullanılarak hesaplanmıştır. Şekil 4.24'te kullanılan hassa terazi görülmektedir.



Şekil 4.24: PRECISA™ Arşimet terazisi

4.5.5 XRD Çalışmaları

Numunelere sinter sonrası oluşmuş olabilecek fazların tesbiti amacıyla x-ışınları analizi uygulanmıştır. Kullanılan BRUKER™ marka XRD cihazı şekil 4.8b'de gösterilmiştir.

4.5.6 Taramalı Elektron Mikroskobu Çalışmaları

Sinter sonrası yapının incelenmesi amacıyla taramalı elektron mikroskop çalışmaları şekil 4.9'da görülen Jeol™-JSM-T330 taramalı elektron mikroskobu ile yapılmıştır.

4.5.7 Metalografik Numune Hazırlama

Sinterlenmiş numuneler öncelikle Struers™ Labopress-1 bakalite alma cihazı (Şekil 4.10.a) ile Struers™ Multifast siyah reçine yardımıyla bakalite alınmışlar ve Struers™ Tegrapol-15 (Şekil 4.10.b) otomatik parlatma cihazı kullanılarak parlatılmıştır.

4.5.8 Optik Mikroskop Çalışmaları

Parlatılmış olan sinterlenmiş numuneler şekil 4.11'de görülen Nikon™ Eclipse L150 optik mikroskop ile incelenmişlerdir.

4.5.9 Mikrosertlik Ölçümleri

Sinterlenmiş numunelerin mikrosertlik ölçümleri, şekil 4.14’de görülen Shimadzu™ Mikrosertlik test cihazında Vickers uç kullanımı ile 1000 g’lık yük altında 15 saniye süre ile gerçekleştirilmiştir. En az 15 başarılı sertlik ölçümünün ortalaması alınarak hesaplanmıştır.

5. KARAKTERİZASYON ÇALIŞMALARI

5.1 Başlangıç Tozlarının Karakterizasyonu

5.1.1 Başlangıç Tozları

Sunulan tez çalışmasının deneysel süreçlerinde %99,5 saflıkta alüminyum (Al) tozları ve % 98 saflıktan yüksek atomize demir (Fe) tozları ana matris malzemeleri olarak kullanılmıştır. Pekiştirici olarak %98 saflıktan yüksek silisyum karbür (SiC) tozları kullanılmıştır. Ayrıca farklı bir set kompozitte de yapıyı etkisini incelemek amacıyla itriyum oksit (Y_2O_3) tozları silisyum karbür tozları ile birlikte pekiştirici olarak kullanılmıştır. Malzemelerin kimyasal analiz sonuçları Tablo 5.1’de verilmiştir.

Tablo 5.1: Başlangıç tozlarının kimyasal analizi

Al	Fe	SiC	Y_2O_3
% 99,330 Al	%98,600 Fe	% 35,470 Si	% 99,900 Y_2O_3
% 0,400 Si	% 0,910 Cr	% 3,390 C	50 ppm Fe
% 0,102 Fe	% 0,180 Cu	% 0,050 Fe	30 ppm Ca
% 0,040 Ca	% 0,100 Al	% 0,011 Ca	20 ppm La
% 0,003 Mn	% 0,096 Mn	% 0,011 Mn	13 ppm Al

Yapılan kimyasal analiz sonuçlarına göre Al tozları içerisinde empürite olarak Si ve Fe en yüksek miktarlara sahiptir. İki malzeme de yapıya istenerek katılacağından bu empüriteler sorun teşkil etmeyecektir. Matris malzemesini oluşturan bir diğer metal, Fe tozlarının kimyasal analizi sonucunda yapıda ağırlıkça %0,91 oranında Cr ve %0,18 Cu’ya rastlanmıştır. Bu malzemelerin atomizasyon ile üretilen toz üretimi esnasında demirin yapısına karışmış olabileceği düşünülmektedir. Kullanılan silisyum karbürün yapısında %3 oranında serbest karbona rastlanmıştır. Bunun dışında yapıda önemli bir sorun teşkil edecek herhangi bir başka malzemeye rastlanmamıştır. Son olarak incelenen Y_2O_3 tozlarının yapılan kimyasal analiz sonucunda %99,9 saflıkta olduğu bulunmuştur.

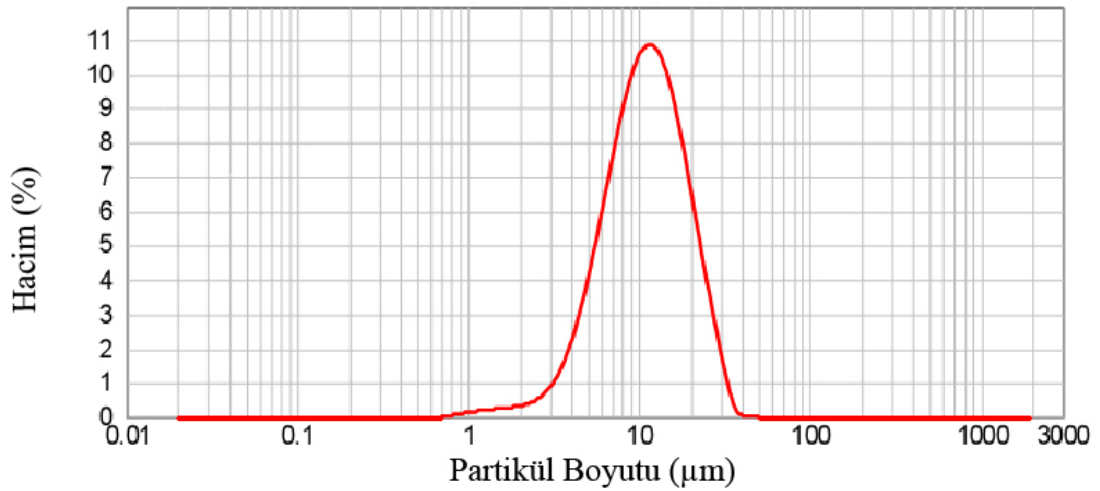
Bu çalışmada kullanılan toz malzemelerin partikül boyut ölçümleri saf su ortamında gerçekleştirilmiştir. Tozlarda meydana gelen aglomerasyonları engellemek amacıyla

tozlar 20 dakika ultrasonik banyoda bekletilmiş ve bundan sonra partikül boyut ölçümleri gerçekleştirilmiştir.

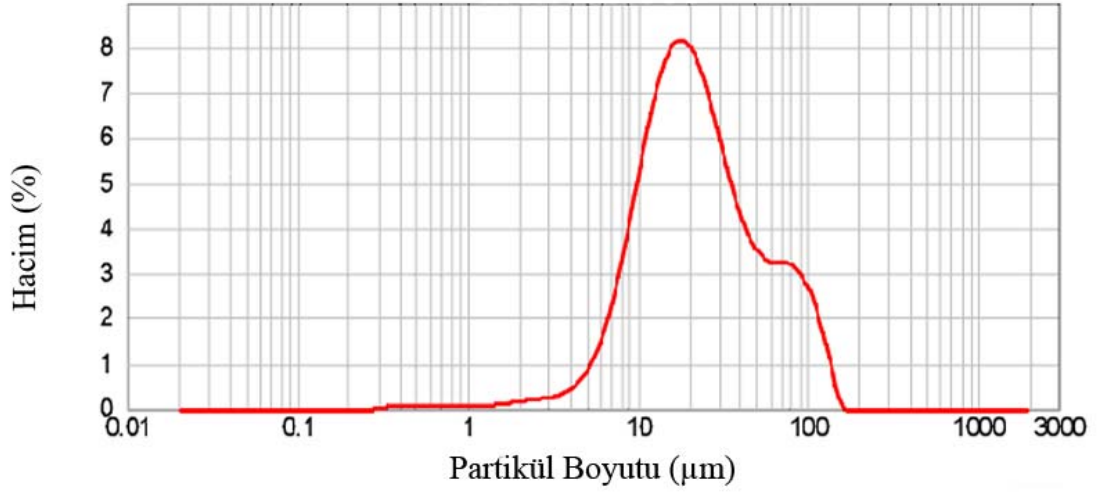
Yapılan lazer partikül boyut ölçümleri sonucu elde edilen Al, Fe, SiC ve Y_2O_3 tozlarına ait partikül boyutları Tablo 5.2’te verilmiştir. Şekil 5.1.’de kullanılan başlangıç tozlarına ait partikül boyut dağılım grafikleri gösterilmektedir. Kullanılan Al tozları ortalama 12 μm partikül boyutuna sahipken, başlangıçta yaklaşık olarak 100 μm boyutundaki Fe tozları ilk olarak eleme ile 45 μm elek altı tozları ayrılmış ve bu tozlar daha sonra gezegen tipi öğütücüde kuru ortamda yapılan 2 saatlik öğütme işlemi sonrası ortalama 20 μm ’lik partikül boyutuna indirilmiştir. SiC tozlarının ortalama partikül boyutu başlangıçta 35 μm iken yüksek enerjili bilyalı öğütücüde yapılan öğütme işlemi sonrasında 8 μm ’luk ortalama tane boyutu elde edilmiştir. Y_2O_3 ise 9 μm ’luk ortalama partikül boyutuna sahiptir. Ayrıca toz karışımlarında bağlayıcı olarak kullanılan Çinkostearat tozunun partikül boyutu da 12 μm olarak ölçülmüştür.

Tablo 5.2: Tozların ölçülen partikül boyutları

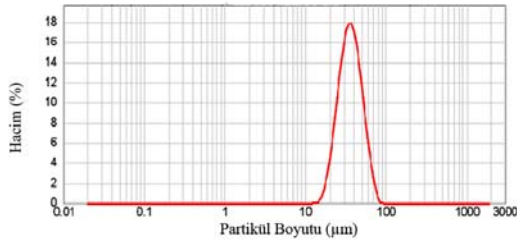
Toz Cinsi	Partikül Boyutu (μm)
Al	12
Fe	20
SiC	8
Y_2O_3	9



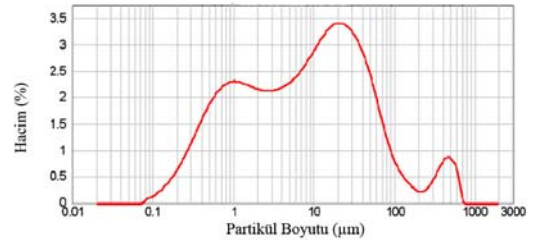
Şekil 5.1a: Alüminyum tozuna ait partikül boyut dağılım grafiği



Şekil 5.1b: Demir tozuna ait partikül boyut dağılım grafiği

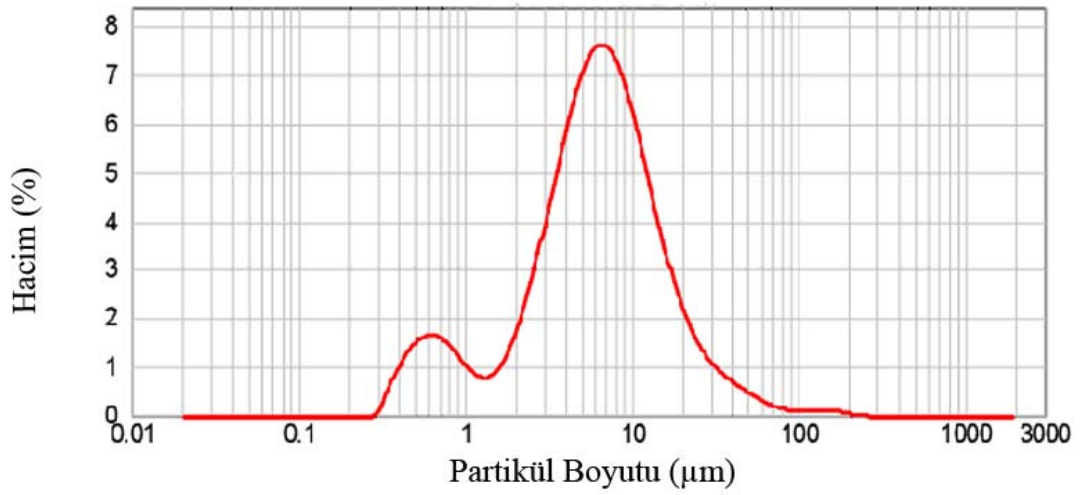


(c)

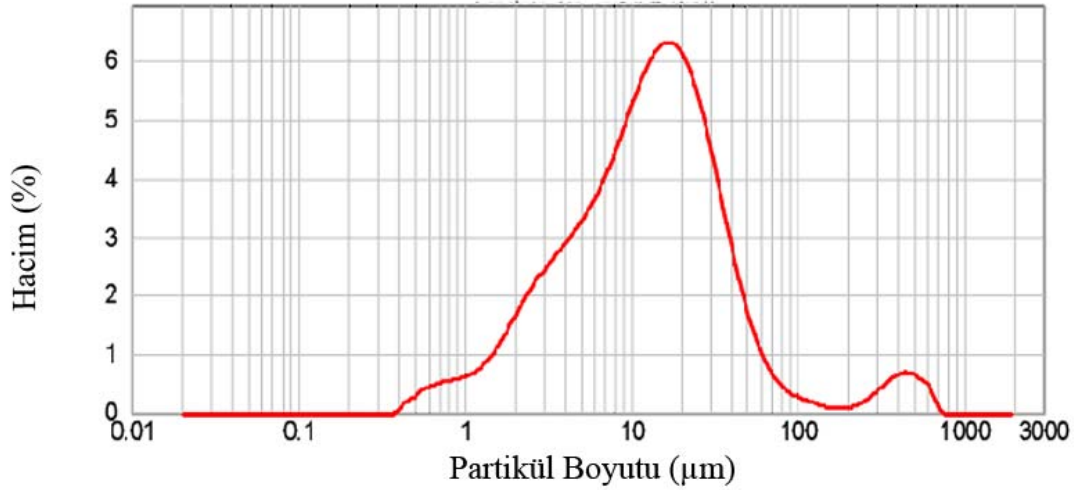


(d)

Şekil 5.1: (c) Öğütme öncesi SiC (d) Öğütme sonrası SiC tozuna ait partikül boyut dağılım grafiği



Şekil 5.1e: Y_2O_3 tozuna ait partikül boyut dağılım grafiği



Şekil 5.1f: Çinkostearat tozuna ait partikül boyut dağılım grafiği

Partikül boyut dağılım grafikleri incelendiğinde Şekil 5.1.a'da görülen alüminyuma ait partikül boyut dağılımının oldukça düzgün çıktığı görülmektedir. Alüminyum partikül boyutu dar bir alanda dağılım göstermektedir ve içerisinde çok büyük partiküller bulunmamaktadır. Demirin dağılım grafiği incelendiğinde 100 µm civarında grafik bir pik daha vermiştir. Bu taramalı elektron mikroskobu görüntüleri incelendiğinde bu boyutta partiküllere rastlanmamıştır. Bu büyüklükte pik vermesinin sebebinin yapıda oluşan aglomerasyonlar olduğu düşünülmektedir. SiC partikülleri incelendiğinde öğütmeden önce 10 ile 100 µm arasında düzgün bir dağılım gösterirken öğütme sonrası çok daha geniş bir alanda tozların dağıldığı görülmektedir. Bunun sebebi yapının öğütme sonrası aglomere olmasının yanında farklı şekilli partiküllerin de yapıda bulunmasıdır. SiC partikülleri sert bir malzeme olduğu için öğütülmesi demir gibi sünek malzemelere göre daha kolaydır. Bundan dolayı bazı SiC partiküllerinin boyutu 1 µm'un da altına indirilmiştir. Sonuç olarak SiC için ortalama olarak 8 µm civarında partikül boyutuna sahip bir dağılım ortaya çıkmıştır. Kullanılan Y_2O_3 tozları nispeten düzgün bir dağılım grafiğine sahiptir. Yapı ortalama olarak 9 µm civarındadır ancak ölçüm sonucunda görüldüğü üzere bir miktar toz 1 µm'un da altındadır. Oluşturulan sistemlerde bağlayıcı olarak kullanılan çinkostearat tozları da yapılan ölçüm sonucunda sistemin ortalama tane boyutuna uygun olarak 12 µm olarak ölçülmüştür. Kullanılan bağlayıcı daha sonra sistemden uçurulacağından partikül boyutunun toz karışımına büyük bir etkisi yoktur.

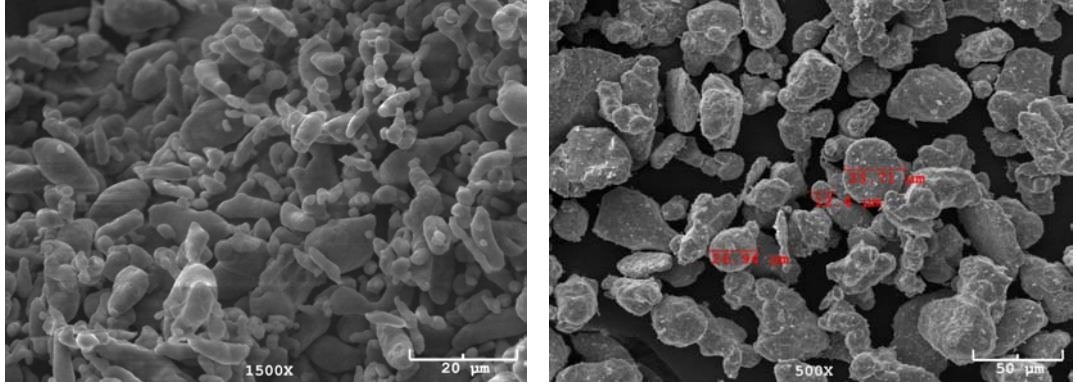
Tozların BET yüzey alanı analizi ile elde edilen yüzey alanı değerleri Tablo 5.2'de verilmiştir. Tüm BET çalışmaları sıvı azot kontrollü helyum atmosferi ve 5 noktadan

alınan çoklu nokta prensibi ile yapılmıştır. BET ölçümü sonucunda Al tozlarının yüzey alanı 4,57 m²/g, Fe tozlarının ise 1,265 m²/g olarak bulunmuştur. Pekiştirici olarak kullanılan SiC tozlarının yüzey alanı 2,225 m²/g ve bir diğer pekiştirici malzemesi olan Y₂O₃ tozlarının yüzey alanı da 5,27 m²/g olarak hesaplanmıştır. BET yüzey alanı ölçümleri helyum gazı ile yapılmıştır. Yüzey alanı ölçümünden önce tozlara üç saatten az olmayacak süre 150 °C sıcaklıkta nem alma işlemi uygulanarak numunelerdeki nem giderilmiştir.

Tablo 5.3: Deneylerde kullanılan başlangıç tozlarının BET yüzey alanı ölçümleri

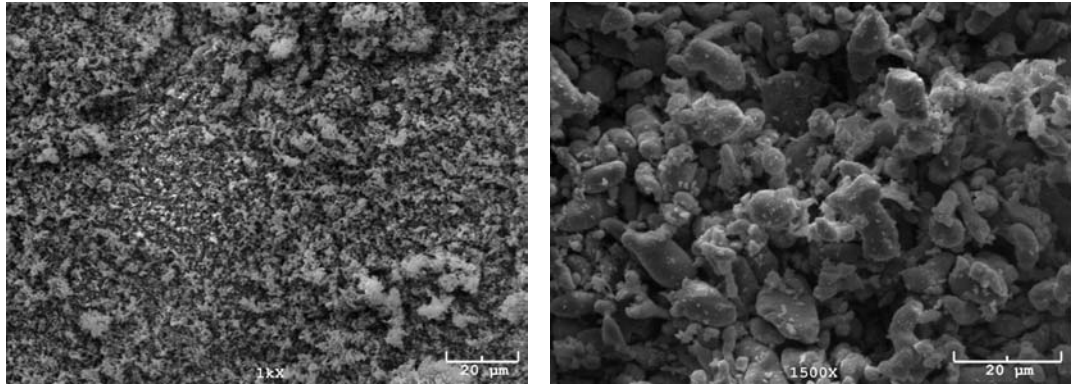
Toz Cinsi	Yüzey Alanı (m ² /g)
Al	4,570
Fe	1,295
SiC	2,225
Y ₂ O ₃	5,270

Partikül boyut ölçümünün yanısıra tozların tane boyutunun ve şeklinin incelenmesine yönelik olarak taramalı elektron mikroskobu çalışması yapıldı. Fotoğraflar 20 kV ve farklı büyütme oranları (x500–x1500) ile çekilmiştir. Bu çalışma esnasında partikül boyut incelemesi de yapılmıştır. Şekil 5.2’te kullanılan diğer başlangıç tozlara ait elektron mikroskobu resimleri gösterilmektedir.



(a)

(b)



(c)

(d)

Şekil 5.2: (a) Al (x1500), (b) Fe (x500), (c) SiC (x1000), (d) Y_2O_3 (x1500) tozlarının taramalı elektron mikroskobu resimleri

Fe tozlarının taramalı elektron mikroskobu (SEM) resimleri (Şekil 5.2b) 500x büyütme ile çekilmiş ve burada yapılan partikül boyut incelemeleri lazer partikül boyut analiz cihazından elde edilen sonuçlarla benzerlik gösteren sonuçlar elde edilmiştir. Yapılan inceleme Fe tozlarının tane boyutunun 20 mikron civarı olduğunu göstermiştir. Buna ek olarak kullanılan malzemelerin toz morfolojisi SEM kullanılarak incelenmiştir. Al, Fe ve Y_2O_3 partiküllerinin yapıları SiC tozlarına oranla daha küresel bir yapıda olduğu gözlemlenmiştir.

5.2 Mekanik Alaşımlanmış Tozların Karakterizasyonu

Çok miktarda farklı numune olmasından dolayı tozlara üretim farklılıklarını ve bileşimlerini ayırt edebilmek amacıyla farklı isimler verilmiştir. Bu kodlama Tablo 5.4a-b’de verilmiştir. Oluşturulan kompozisyonlarda alüminyum ve demirden oluşan matris fazın bileşimi sabit tutulmuş ve matris faz % 90 Al (ağ.) ve % 10 Fe (ağ.) olarak kullanılmıştır. İlk grup numunelerde sadece kompozisyonda pekiştirici faz

olan SiC miktarı değiştirilmiştir. Diğer bit deyle, toz bileşiminde ağırlıkça %2, %4 ve %7 oranında silisyum karbür kullanılmıştır. Bu bileşimdeki numunlerin kodlanmasının gösterimi tablo 5.4a’da görülmektedir.

Tablo 5.4a: Toz kompozisyon bilgisi (Al-Fe-SiC kompozisyonu)

Numune Adı	Kompozisyon Bilgisi	M.A. Süresi (dak.)
Al-10Fe-2SiC	[%90 Al - %10 Fe] - %2 SiC (ağ.)	20
		40
		60
		80
		100
		120
		150
		180
Al-10Fe-4SiC	[%90 Al - %10 Fe] - %4 SiC (ağ.)	20
		40
		60
		80
		100
		120
		150
		180
Al-10Fe-7SiC	[%90 Al - %10 Fe] - %7 SiC (ağ.)	20
		40
		60
		80
		100
		120
		150
		180

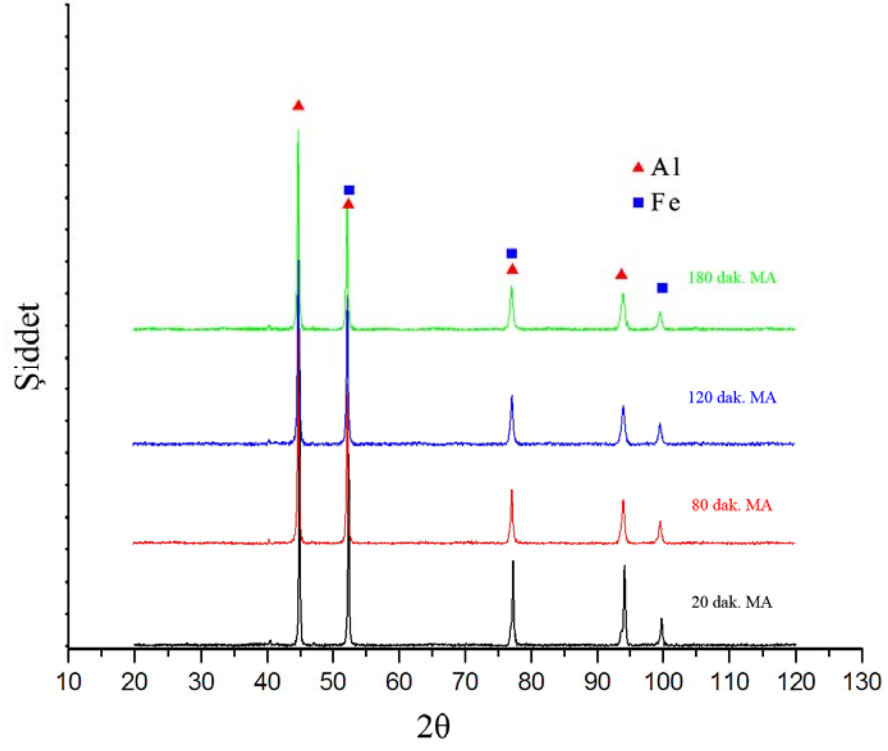
İkinci grup numunelerde de yine aynı miktarlarda kullanılan silisyum karbüre ek olarak sabit olarak ağırlıkça %5 oranında Y_2O_3 ilavesinin etkisi incelenmiştir. Bu gruba ilişkin numune kodlaması Tablo 5.4b’de sunulmuştur.

Tablo 5.4b: Toz kompozisyon bilgisi (Al-Fe-SiC-Y₂O₃ kompozisyonu)

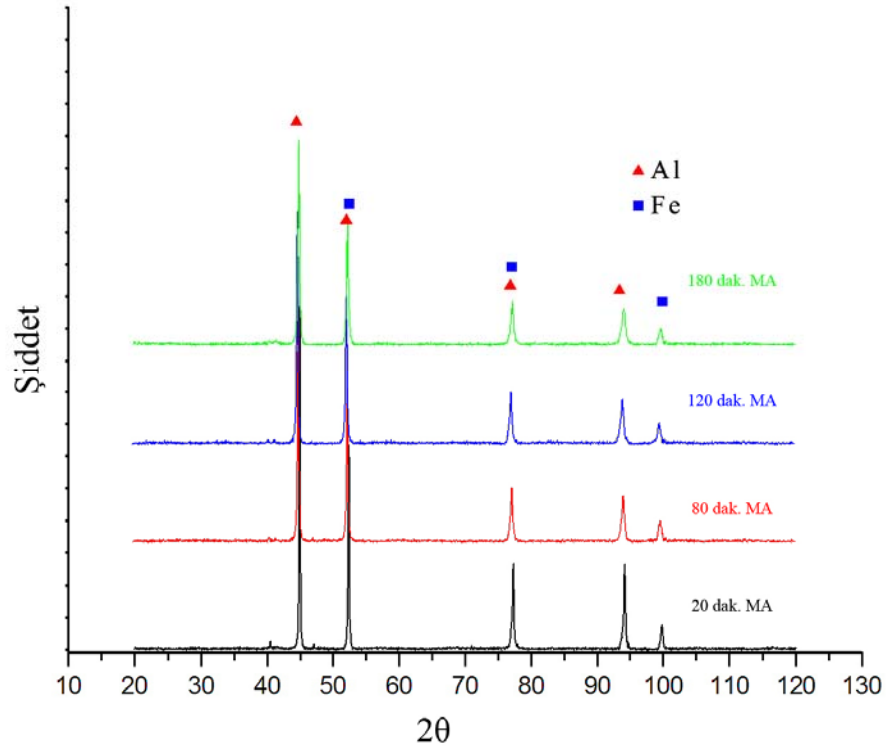
Numune Adı	Kompozisyon Bilgisi	M.A. Süresi (dak.)
Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃	[%90 Al - %10 Fe] - %2 SiC - %5 Y ₂ O ₃ (ağ.)	20
		40
		60
		80
		100
		120
		150
		180
Al-10Fe-4SiC-5Y ₂ O ₃	[%90 Al - %10 Fe] - %4 SiC - %5 Y ₂ O ₃ (ağ.)	20
		40
		60
		80
		100
		120
		150
		180
Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃	[%90 Al - %10 Fe] - %7 SiC - %5 Y ₂ O ₃ (ağ.)	20
		40
		60
		80
		100
		120
		150
		180

5.2.1 Faz Analizleri ve Mikroyapı Karakterizasyonu

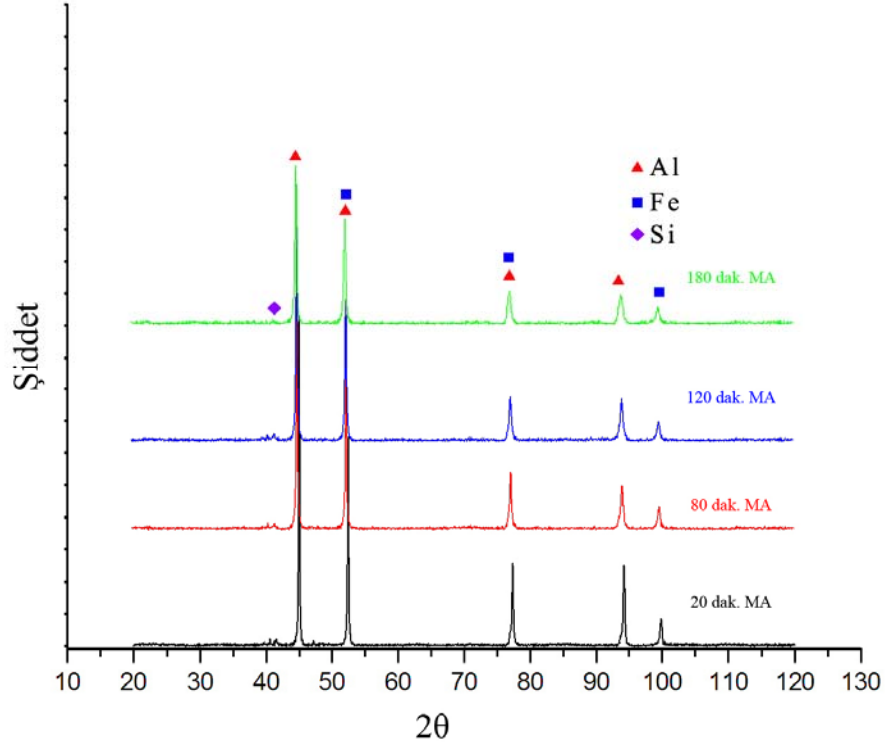
Mekanik alaşımlanmış numunelerde mevcut fazların karakterize edilmesi amacıyla X-ışınları difraktometre (XRD) deneyleri gerçekleştirilmiştir. Şekil 5.3a-b-c’de çeşitli sürelerde MA’lanmış Al-10Fe-2SiC, Al-10Fe-4SiC, Al-10Fe-7SiC numunelerinin grafikleri sunulmuştur.



Şekil 5.3a: Çeşitli sürelerde (20, 80, 120, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC tozlarının XRD grafikleri



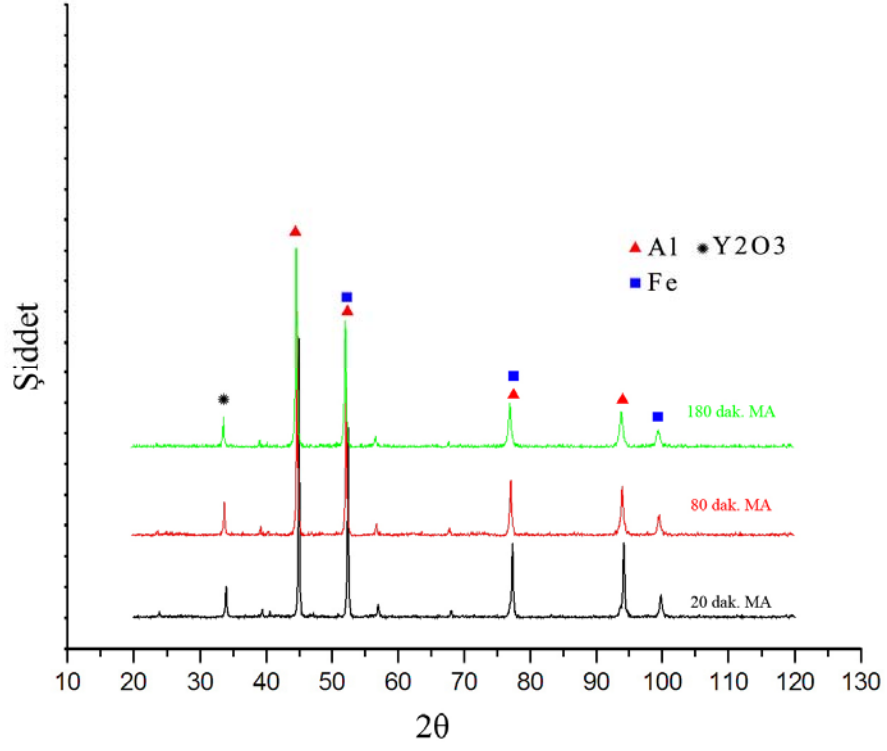
Şekil 5.3b: Çeşitli sürelerde (20, 80, 120, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-4SiC tozlarının XRD grafikleri



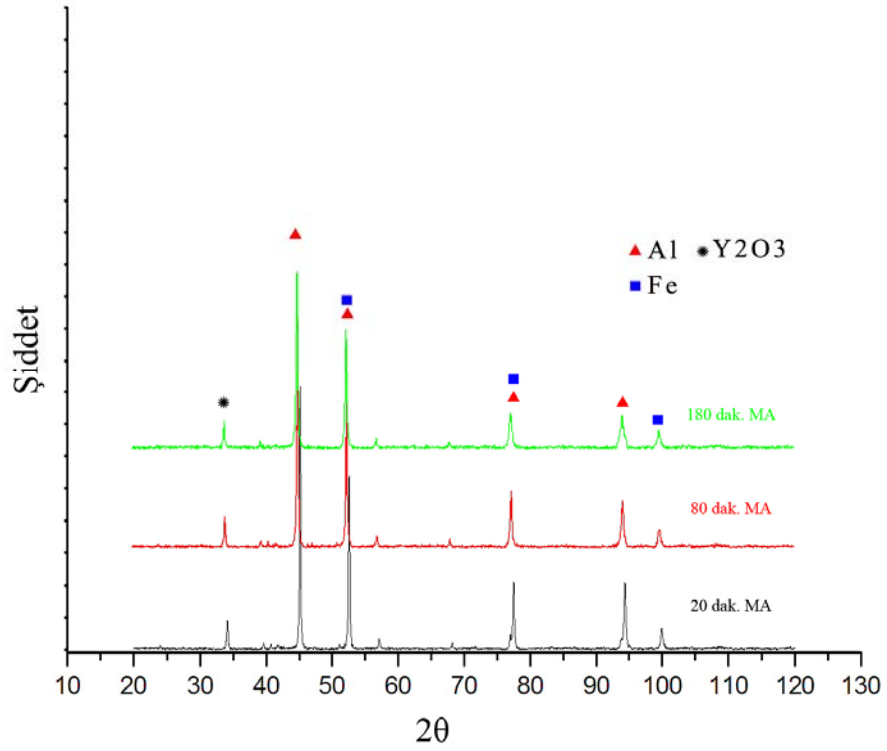
Şekil 5.3c: Çeşitli sürelerde (20, 80, 120, 180 dk) MA’lanmış Al-10Fe-7SiC tozlarının XRD grafikleri

Şekil 5.3a-b-c’de gösterilen silisyum karbür içeren numunelerde mekanik alaşımlama süresinin artması ile kristal boyutunun azalması ve latis gerilmelerinin artmasına bağlı olarak pik yüksekliklerinde azalma meydana geldiği gözlemlenmiştir. Bunun sebebinin mekanik alaşımlama esnasında oluşan tekrar kristallenme ve yüksek plastik deformasyon olduğu düşünülmektedir. Buna ek olarak artan SiC miktarı ile SiC’e ait olan pikler belirginleşmiştir.

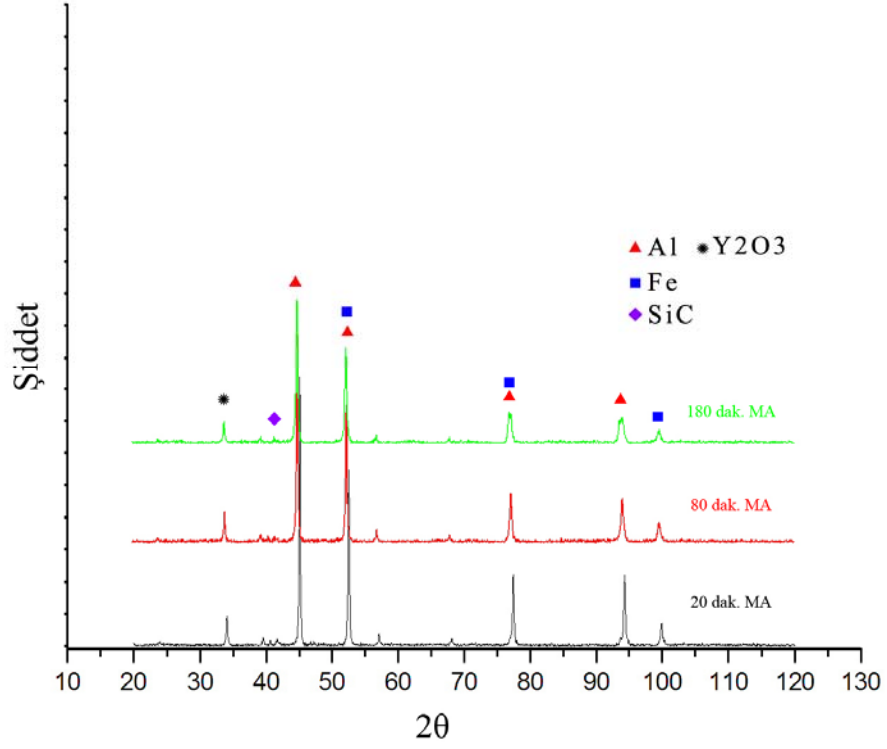
Şekil 5.4a-b-c’de SiC ve Y₂O₃ ile pekiştirilmiş numunelerin x-ışınları difraksiyon paternleri görülmektedir.



Şekil 5.4a: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ tozlarının XRD grafikleri



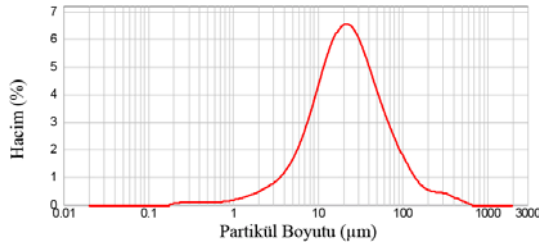
Şekil 5.4b: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-4SiC-5Y₂O₃ tozlarının XRD grafikleri



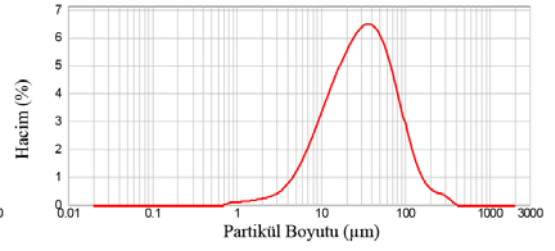
Şekil 5.4c: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ tozlarının XRD grafikleri

Şekil 5.4a-b-c de gösterilen SiC ve Y₂O₃ pekiştiricili numune grubu için olan x-ışını paternleri de sadece SiC ilave edilmiş numunelerin difraksiyon paternlerine benzer şekilde artan mekanik alaşımlama süresi ile azalan pik şiddeti eğilimindedir. Yine benzer şekilde artan SiC miktarı ile SiC pikleri belirginleşmiştir. Ayrıca Y₂O₃'e ait piklerde görülmektedir.

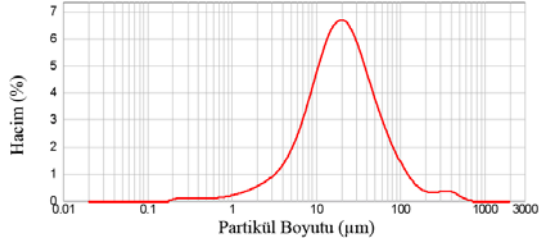
Mekanik alaşımlanmış tozlar suda çözünmediği için partikül boyut ölçümleri saf su ortamında yapılmıştır. Yapılan ölçümler sonucunda elde edilen partikül boyut dağılım grafikleri Şekil 5.5 ve Şekil 5.6'da verilmiştir.



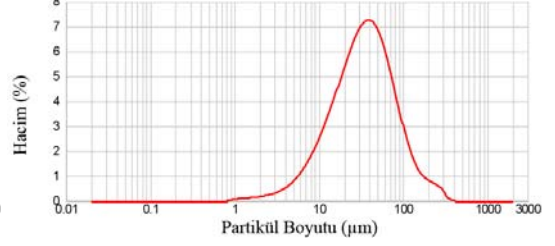
(a)



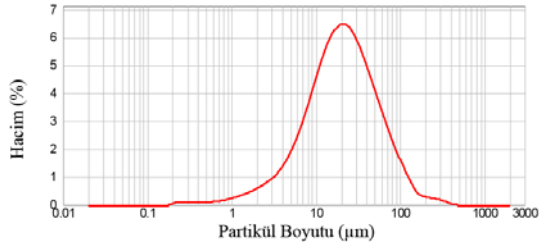
(b)



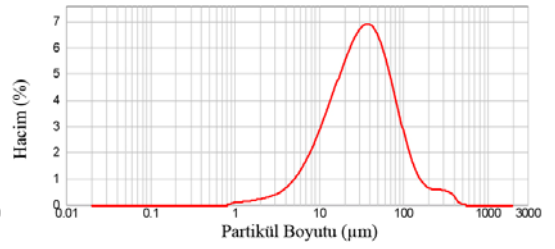
(c)



(d)



(e)



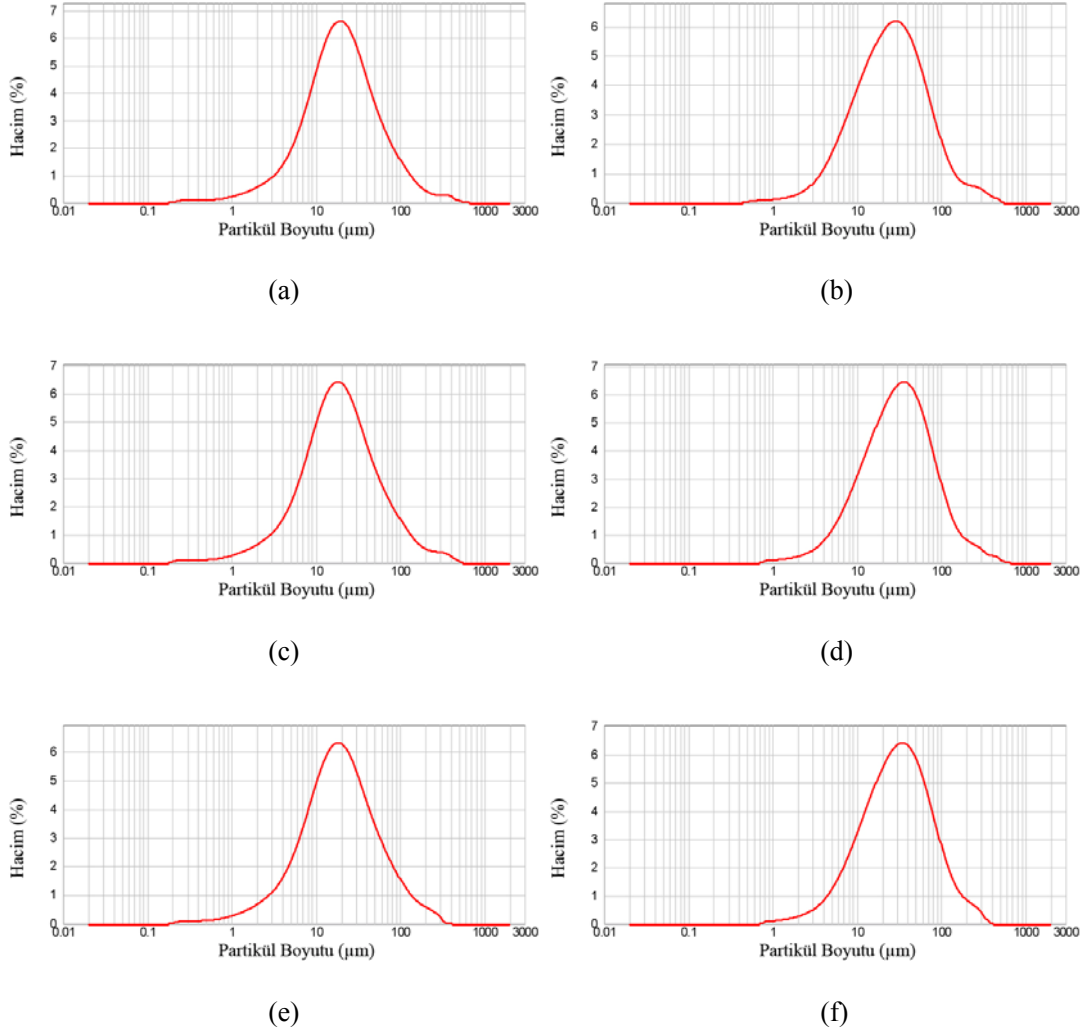
(f)

Şekil 5.5: Çeşitli sürelerde (20, 180 dk) MA'lanmış (a) Al-10Fe-2SiC 20 dak. (b) Al-10Fe-2SiC 180 dak. (c) Al-10Fe-4SiC 20 dak. (d) Al-10Fe-4SiC 180 dak. (e) Al-10Fe-7SiC 20 dak. (f) Al-10Fe-2SiC 180 dak. tozlarının partikül boyut dağılımı grafikleri

Partikül boyut analiz çalışmaları sıvı ortam koşullarında ve tozlarda meydana aglomerasyonu önlemek amacıyla deney öncesi 20 dakika ultrasonik banyoda bekletilerek gerçekleştirilmiştir.

Partikül boyut analizi sonuçlarına göre başlangıçtaki Al tozunun ortalama partikül boyutu 12 μm olarak bulunmuştu. Mekanik alaşımlama sonrası yapılan ölçümlerde ise ortalama olarak her numune için yaklaşık ortalama partikül boyutu 20–30 μm civarı bulunmuştur. Bunun yanında grafikler incelendiğinde partikül boyut dağılımının düzgün bir şekilde dağılım gösterdiği grafiklerden görülmektedir.

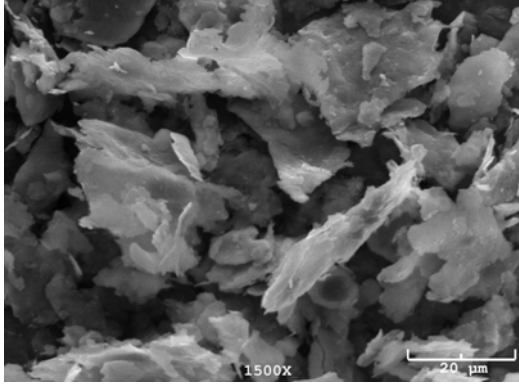
Al-10Fe-2SiC, Al-10Fe-4SiC ve Al-10Fe-7SiC SiC içeren numunelerin ilk ve son mekanik alaşımlama süreleri sonucunda ölçülen partikül boyutları karşılaştırıldığında mekanik alaşımlama süresinin artması ile partikül boyutunun arttığı görülmektedir. Bunun sebebi artan MA süresi ile partiküllerin daha fazla aglomere olmalarıdır.



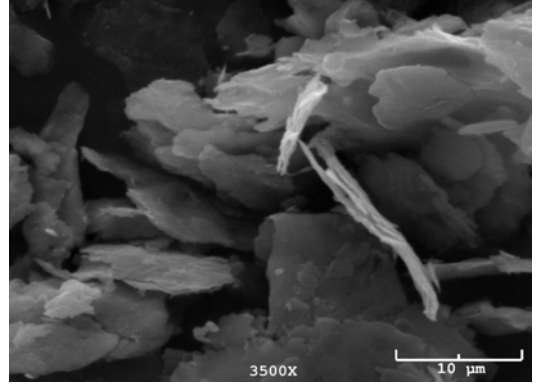
Şekil 5.6: Çeşitli sürelerde (20, 180 dk) MA'lanmış (a) Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ 20 dak. (b) Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ 180 dak. (c) Al-10Fe-4SiC-5Y₂O₃ 20 dak. (d) Al-10Fe-4SiC-5Y₂O₃ 180 dak. (e) Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ 20 dak. (f) Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ 180 dak. tozlarının partikül boyut dağılımı grafikleri

Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ , Al-10Fe-4SiC-5Y₂O₃ ve Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ numunelerinin ilk ve son mekanik alaşımlama süreleri sonucunda ölçülen partikül boyutları karşılaştırıldığında yine bir önceki grup malzemede olduğu gibi mekanik alaşımlama süresinin artması ile partikül boyutunun arttığı görülmektedir. Bunun sebebi yeniden artan mekanik alaşımlama süresi ile partiküllerin daha fazla aglomere olmalarıdır. Tozlara üzerinde gerçekleştirilen SEM çalışmalarında partikül boyutundaki beklenen azalma daha net bir şekilde görülmüştür.

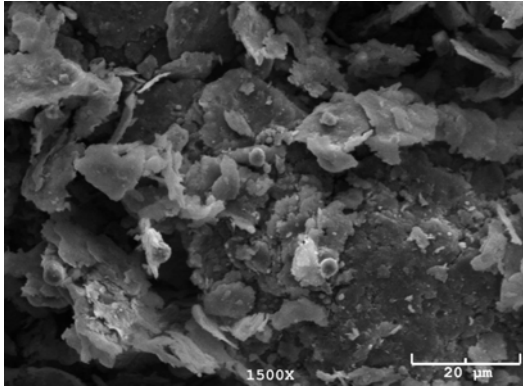
Partikül boyut analizlerinin yanında mekanik alaşımlanmış kompozitlere yapılan SEM çalışmalarına ait fotoğraflar aşağıda verilmiştir. SEM çalışmalarında 20 dakika 80 dakika ve 180 dakikalık MA'lanmış numuneler 1500x ve 3500x büyütmelelerde incelenmiştir.



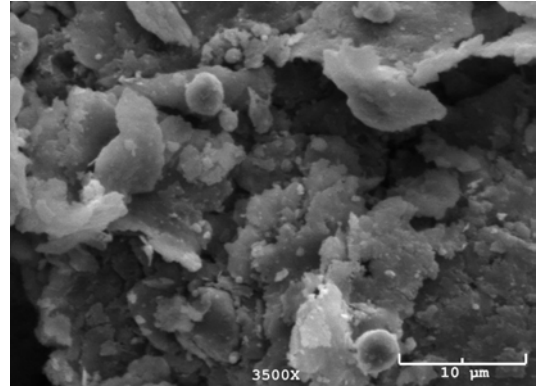
(a)



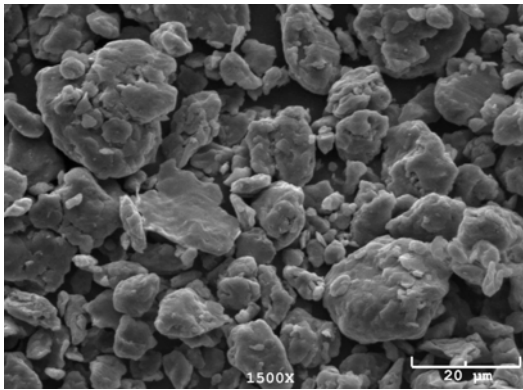
(b)



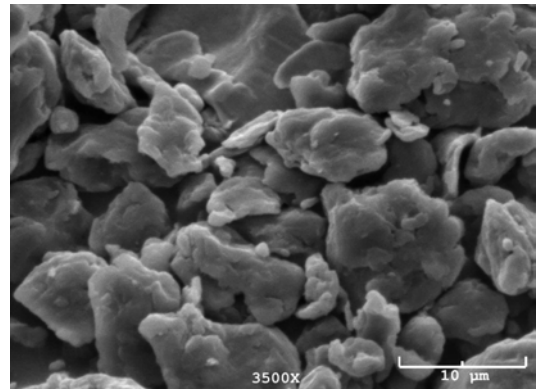
(c)



(d)

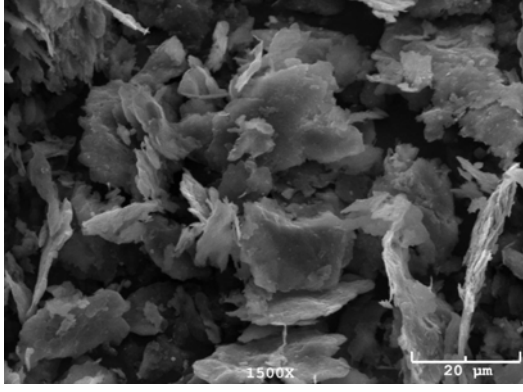


(e)

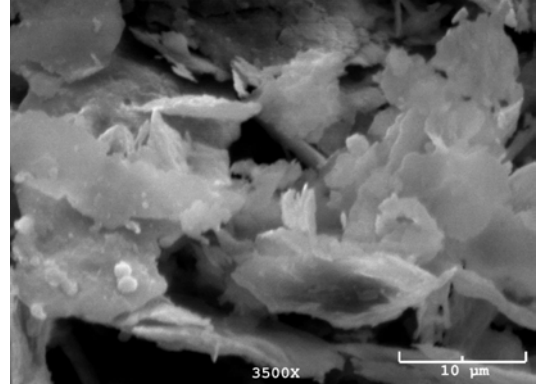


(f)

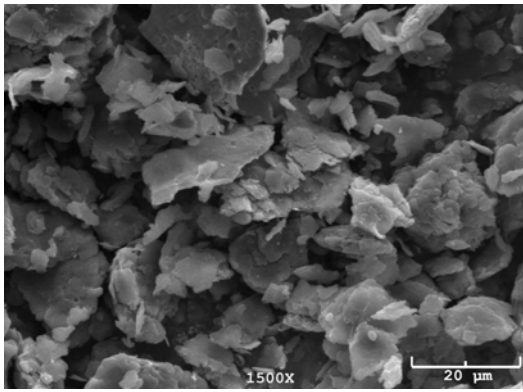
Şekil 5.7: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış (a) Al-10Fe-2SiC 20 dak. (1500X) (b) Al-10Fe-2SiC 20 dak. (3500X) (c) Al-10Fe-2SiC 80 dak. (1500X) (d) Al-10Fe-2SiC 80 dak. (3500X) (e) Al-10Fe-2SiC 180 dak. (1500X) (f) Al-10Fe-2SiC 180 dak. (3500X) tozlarının SEM fotoğrafları



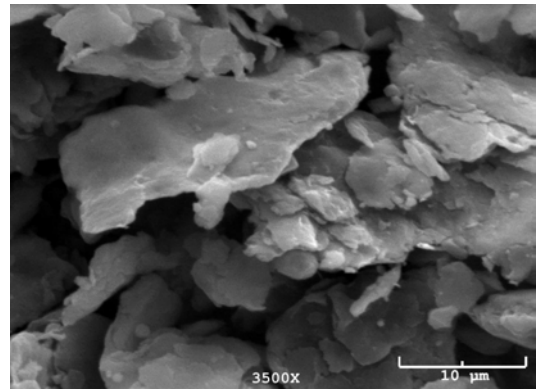
(a)



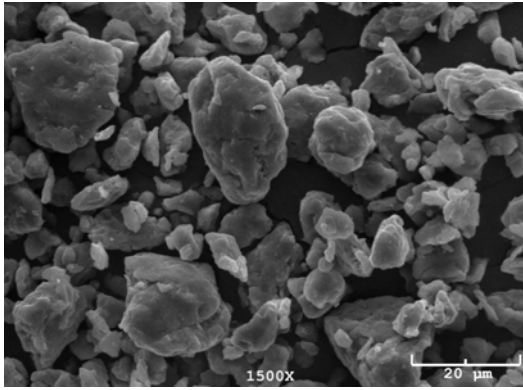
(b)



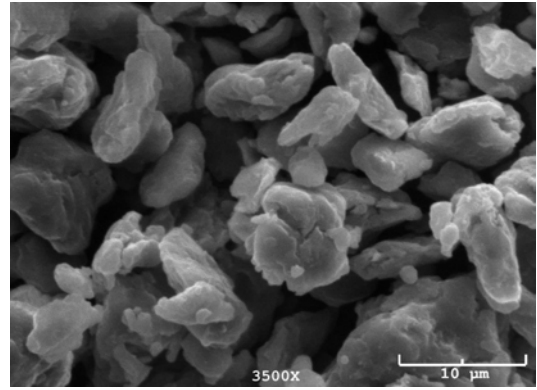
(c)



(d)

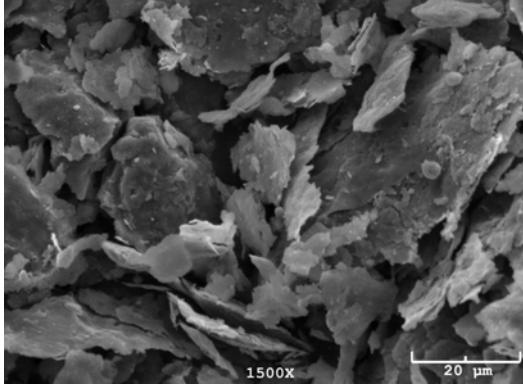


(e)

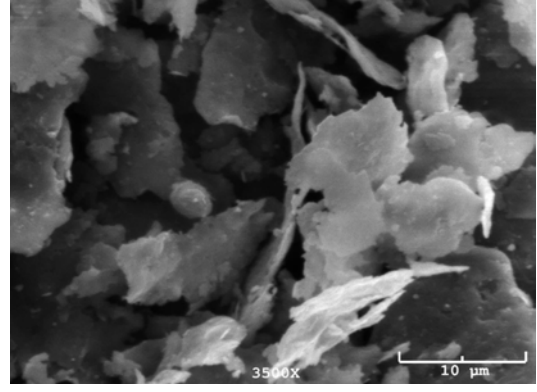


(f)

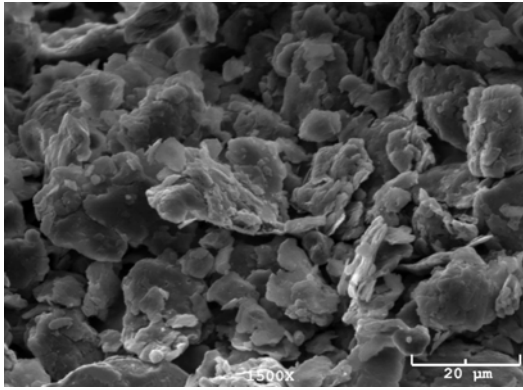
Şekil 5.8: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış (a) Al-10Fe-4SiC 20 dak. (1500X) (b) Al-10Fe-4SiC 20 dak. (3500X) (c) Al-10Fe-4SiC 80 dak. (1500X) (d) Al-10Fe-4SiC 80 dak. (3500X) (e) Al-10Fe-4SiC 180 dak. (1500X) (f) Al-10Fe-4SiC 180 dak. (3500X) tozlarının SEM fotoğrafları



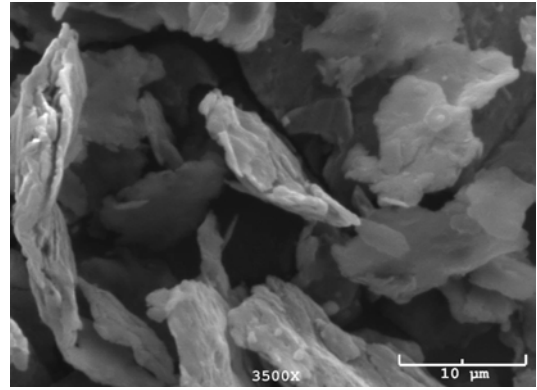
(a)



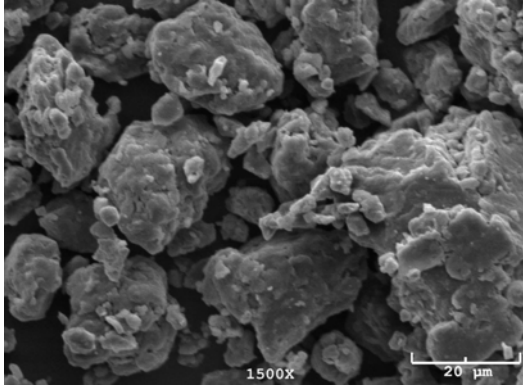
(b)



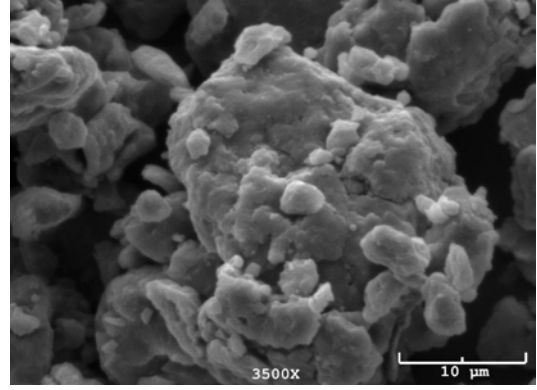
(c)



(d)

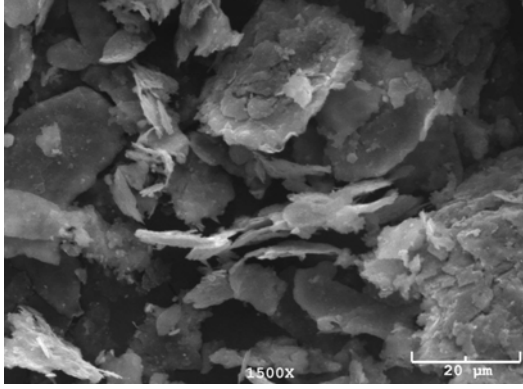


(e)

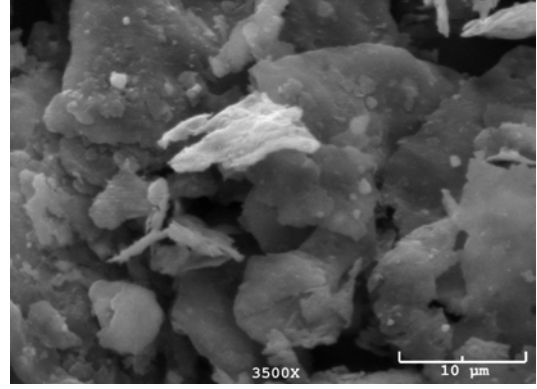


(f)

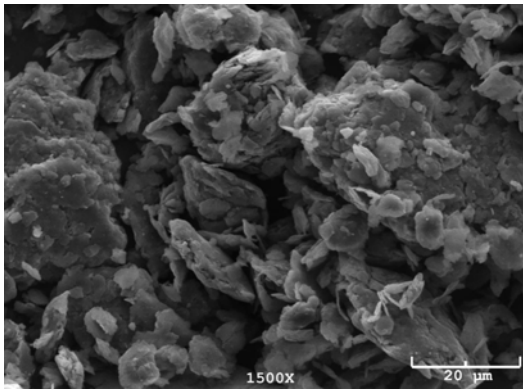
Şekil 5.9: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış (a) Al-10Fe-7SiC 20 dak. (1500X) (b) Al-10Fe-7SiC 20 dak. (3500X) (c) Al-10Fe-7SiC 80 dak. (1500X) (d) Al-10Fe-7SiC 80 dak. (3500X) (e) Al-10Fe-7SiC 180 dak. (1500X) (f) Al-10Fe-7SiC 180 dak. (3500X) tozlarının SEM fotoğrafları



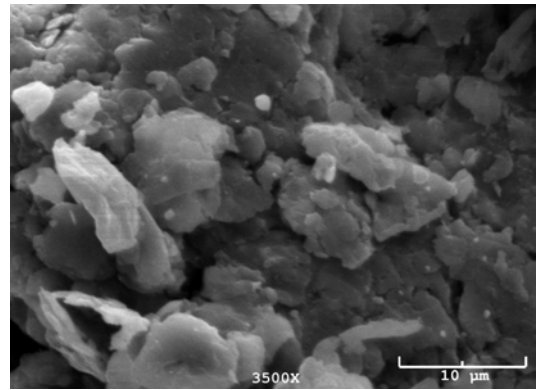
(a)



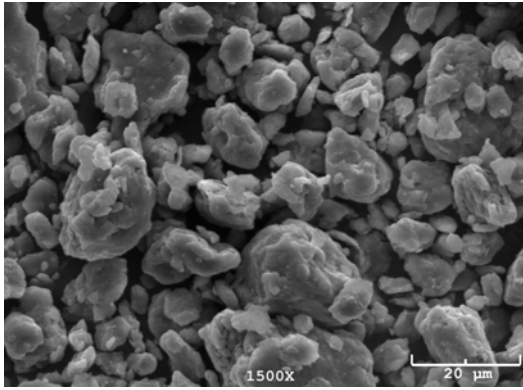
(b)



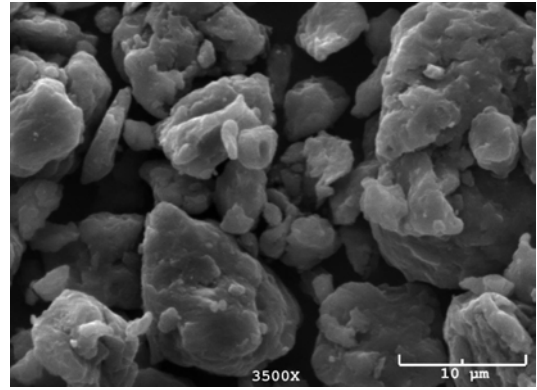
(c)



(d)

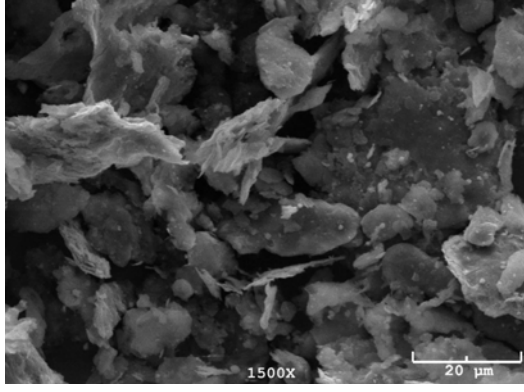


(e)

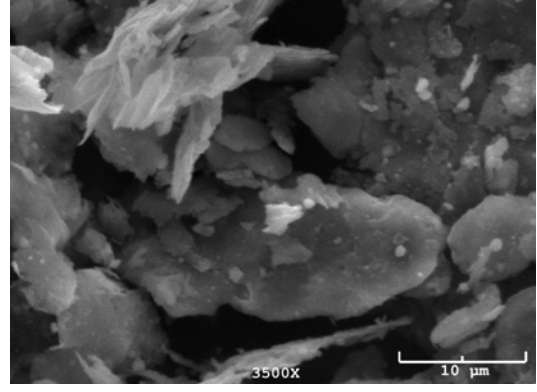


(f)

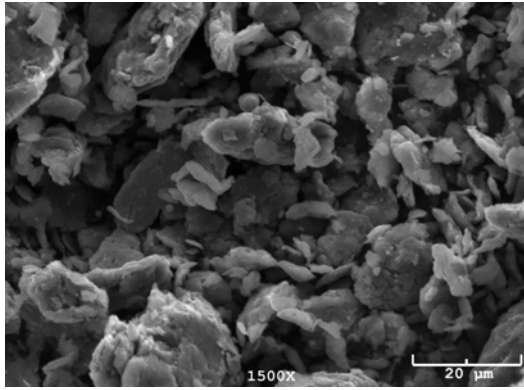
Şekil 5.10: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış (a) Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ 20 dak. (1500X) (b) Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ 20 dak. (3500X) (c) Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ 80 dak. (1500X) (d) Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ 80 dak. (3500X) (e) Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ 180 dak. (1500X) (f) Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ 180 dak. (3500X) tozlarının SEM fotoğrafları



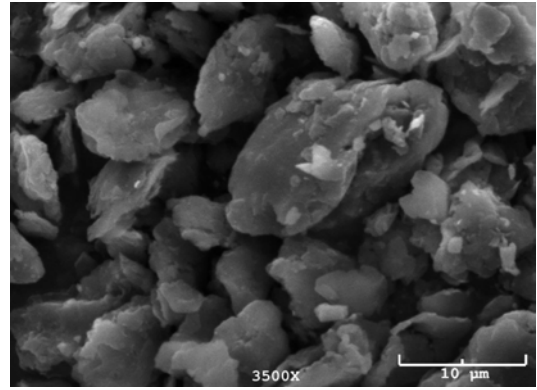
(a)



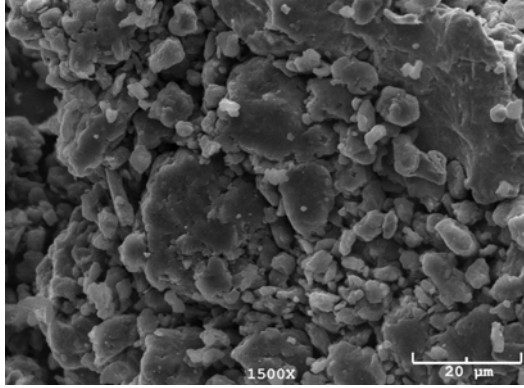
(b)



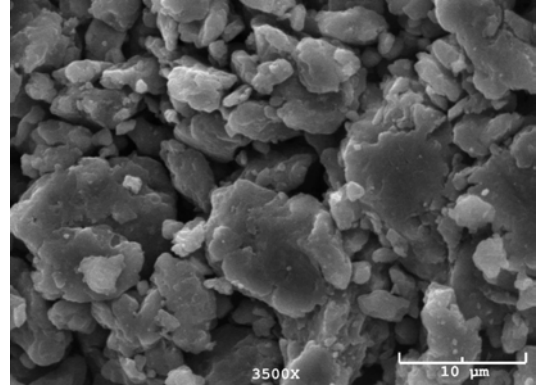
(c)



(d)

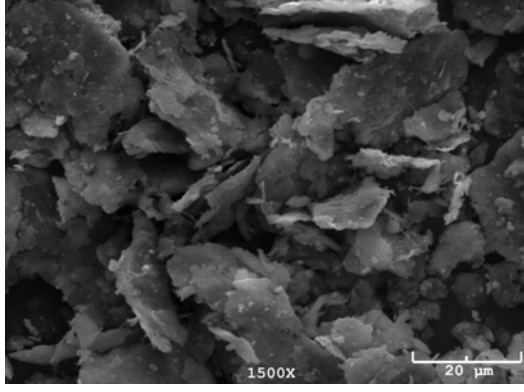


(e)

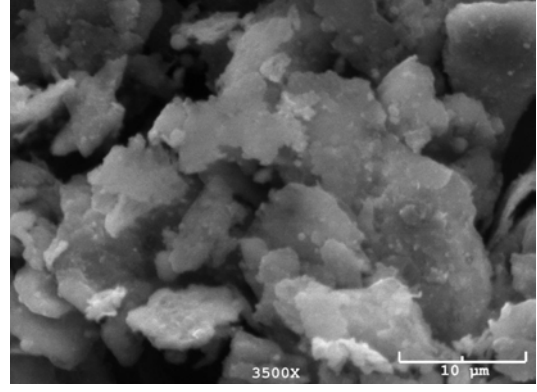


(f)

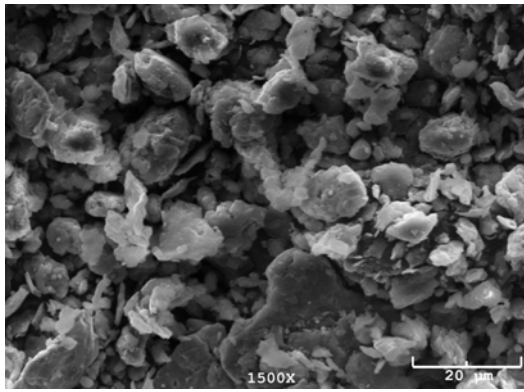
Şekil 5.11: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış (a) Al-10Fe-4SiC-5Y₂O₃ 20 dak. (1500X) (b) Al-10Fe-4SiC-5Y₂O₃ 20 dak. (3500X) (c) Al-10Fe-4SiC-5Y₂O₃ 80 dak. (1500X) (d) Al-10Fe-4SiC-5Y₂O₃ 80 dak. (3500X) (e) Al-10Fe-4SiC-5Y₂O₃ 180 dak. (1500X) (f) Al-10Fe-4SiC-5Y₂O₃ 180 dak. (3500X) tozlarının SEM fotoğrafları



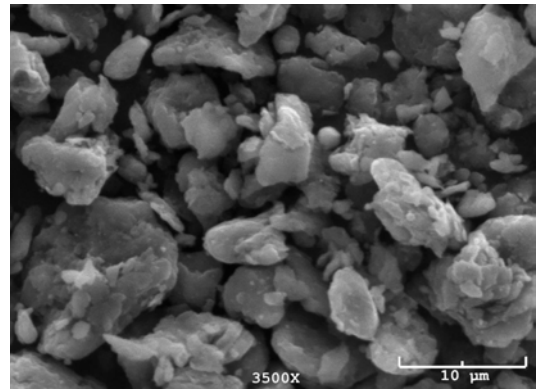
(a)



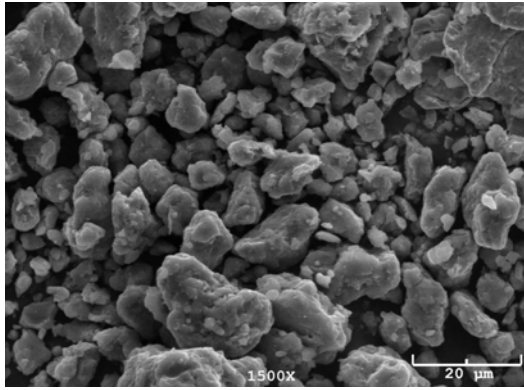
(b)



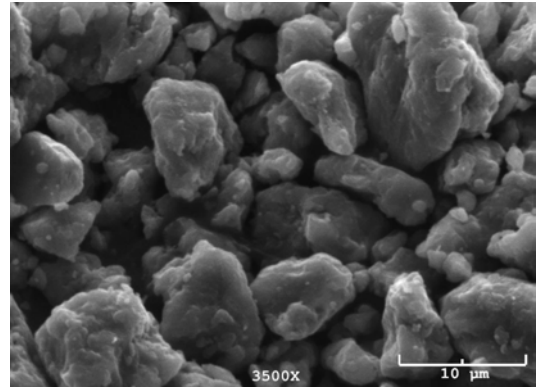
(c)



(d)



(e)



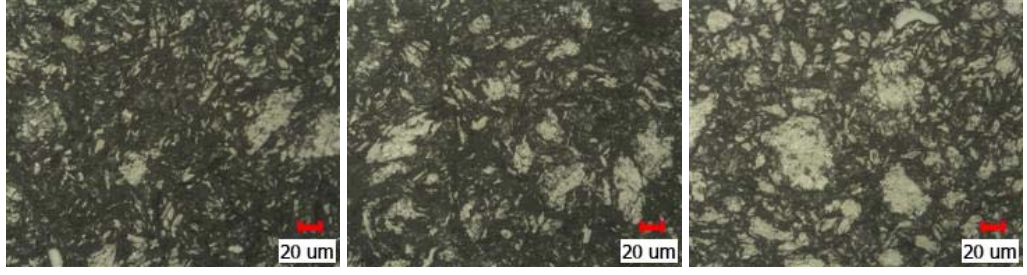
(f)

Şekil 5.12: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış (a) Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ 20 dak. (1500X) (b) Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ 20 dak. (3500X) (c) Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ 80 dak. (1500X) (d) Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ 80 dak. (3500X) (e) Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ 180 dak. (1500X) (f) Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ 180 dak. (3500X) tozlarının SEM fotoğrafları

Şekil 5.7, 5.8 ve 5.9 sırasıyla 20, 80 ve 180 dakika Al-10Fe-2SiC, Al-10Fe-4SiC ve Al-10Fe-7SiC SiC numunelerinin SEM görüntüleridir. Şekil 5.10, 5.11 ve 5.12 ise yine 20, 80 ve 180 dakika mekanik alaşımlanmış Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃, Al-10Fe-4SiC-5Y₂O₃ ve Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ numunelerinin SEM görüntüleridir. Bu resimlerde mekanik alaşımlama süresinin artması ile partikül boyutunun azaldığı görülmektedir. İlk mekanik alaşımlama sürelerinde partiküller yassı bir şekil almıştır. Mekanik alaşımlama süresinin artması ile partiküller yavaş yavaş homojen ve daha yumuşak kenarlı küresel yapıya ulaşmaya başlamıştır. 180 dakikalık mekanik alaşımlama sonucunda yapının oldukça homojen ve 10 µm altı partiküllerden oluştuğu gözlemlenmiştir. Bunun yanında yapıda aglomerasyonlar sonucu oluşmuş büyük boyutlu partiküllerde görülmektedir. Mekanik alaşımlama süreleri kısa olduğunda az bir miktar SiC partikülünün yapıya homojen yayıldığı görülmektedir. Mekanik alaşımlama süresi arttıkça partiküllerin morfolojisi değişmiş ve pekiştirici faz ile ana fazın birbirine karışması ve homojen yapının elde edilmesi sağlanmıştır. Ayrıca matris fazı ile pekiştirici faz arasında iyi ve boşluksuz bir bağlanmanın meydana geldiği görülmektedir.

Taramalı elektron mikroskopunda yapılan inceleme sonucunda 180 dakikalık mekanik alaşımlama süresi sonucunda yapının istenilen hale geldiği gözlenmiştir.

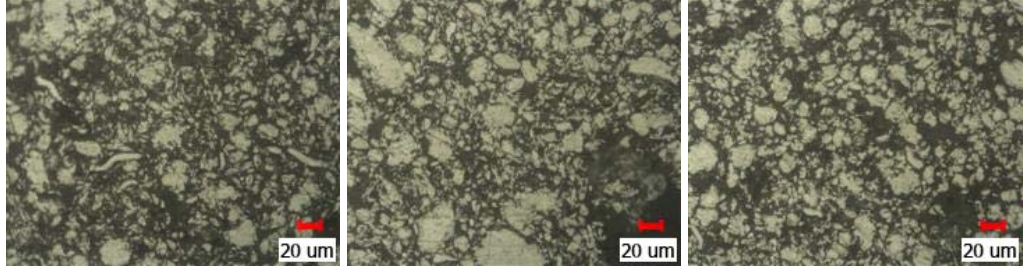
Şekil 5.13 ve Şekil 5.14’de MA’lanmış tozların soğuk reçineye alınarak partiküllerin şekillerinin incelenmesi çalışmalarına ait optik mikroskop (OM) resimleri görülmektedir.



(a)

(b)

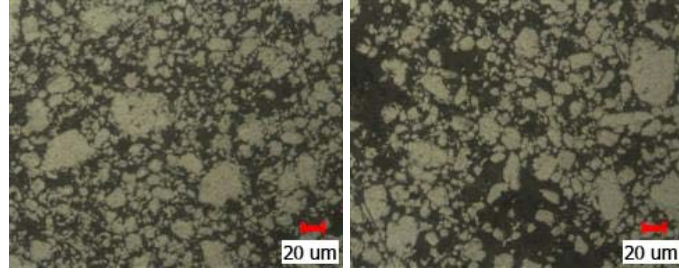
(c)



(d)

(e)

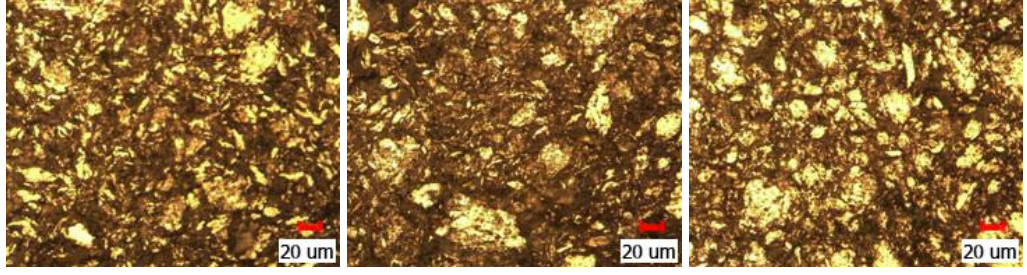
(f)



(g)

(h)

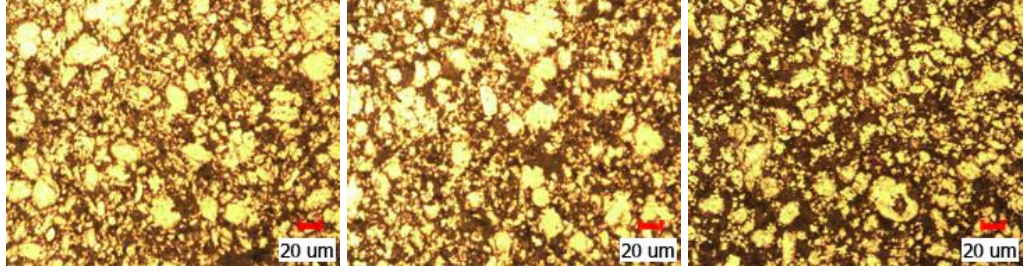
Şekil 5.13: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış (a) Al-10Fe-2SiC 20 dak. (200X) (b) Al-10Fe-2SiC 40 dak. (200X) (c) Al-10Fe-2SiC 60 dak. (200X) (d) Al-10Fe-2SiC 80 dak. (200X) (e) Al-10Fe-2SiC 100 dak. (200X) (f) Al-10Fe-2SiC 120 dak. (200X) (g) Al-10Fe-2SiC 150 dak. (200X) (g) Al-10Fe-2SiC 180 dak. (200X) tozlarını OM resimleri



(a)

(b)

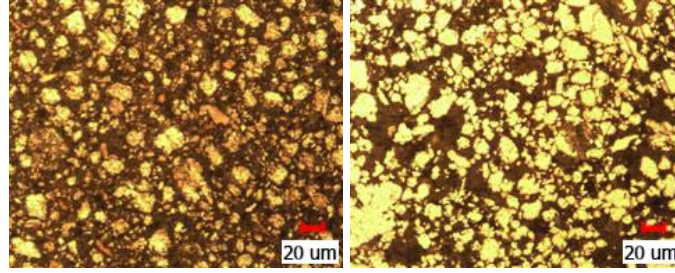
(c)



(d)

(e)

(f)



(g)

(h)

Şekil 5.14: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış (a) Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ 20 dak. (200X) (b) Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ 40 dak. (200X) (c) Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ 60 dak. (200X) (d) Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ 80 dak. (200X) (e) Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ 100 dak. (200X) (f) Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ 120 dak. (200X) (g) Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ 150 dak. (200X) (h) Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ 180 dak. (200X) tozlarının OM resimleri

Şekil 5.13 ve şekil 5.14'teki optik mikroskop resimlerine göre mekanik alaşımlamanın ilk aşamalarında iğnesel yapıya benzer taneler görülmektedir. Mekanik alaşımlama süresinin artması ile sistemde meydana gelen kırılma ve tekrar kaynama mekanizmaları sayesinde homojen bir yapı elde edildiği gözlemlenmiştir. Ayrıca optik mikroskop resimlerine göre 120 dakikalık MA süresinin ardından yapının oldukça homojen bir hale geldiği bu süreden sonra partikül şekil ve boyutunda aşırı bir değişim olmadığı gözlemlenmiştir.

Aşağıdaki tabloda Al-10Fe-7SiC ve Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ numunelerine ait yüzey alanı değerleri görülmektedir.

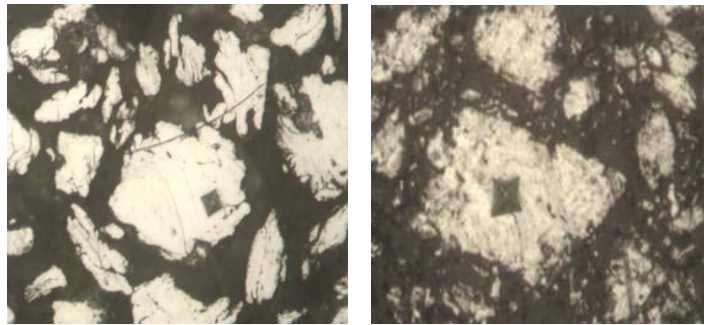
Tablo 5.5: Çeşitli sürelerde (20,180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-7SiC ve Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ tozlarının BET yüzey alan değişim tablosu

Numune	MA. Süresi (dak.)	Yüzey Alanı (m ² /g)
Al-10Fe-7SiC	20	5,747
	180	3,736
Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃	20	4,135
	180	2,200

Yapılan ölçümlere göre %7 SiC pekiştiricili numunelerin mekanik alaşımlama başlangıcındaki yüzey alanı 5,747 m²/g iken mekanik alaşımlama sonucunda bu değer 3,736 m²/g'a inmiştir. Benzer şekilde bileşiminde %7 SiC - % 5 Y₂O₃ bulunan numunelerin ilk yüzey alanı 4,135 m²/g olarak bulunmuştur. Bu bileşimdeki malzemeler için mekanik alaşımla süresi sonunda yüzey alanı 2,200 m²/g değerine inmiştir. Yapılan çalışmada MA süresinin artması ile malzemenin yüzey alanının azaldığı gözlenmiştir. Bunun sebebi olarak partikül boyut ölçümlerinde olduğu gibi MA'nın etkisi ile yapıda aglomerasyonların meydana geldiği düşünülmektedir.

5.2.2 Mekanik Özellikler

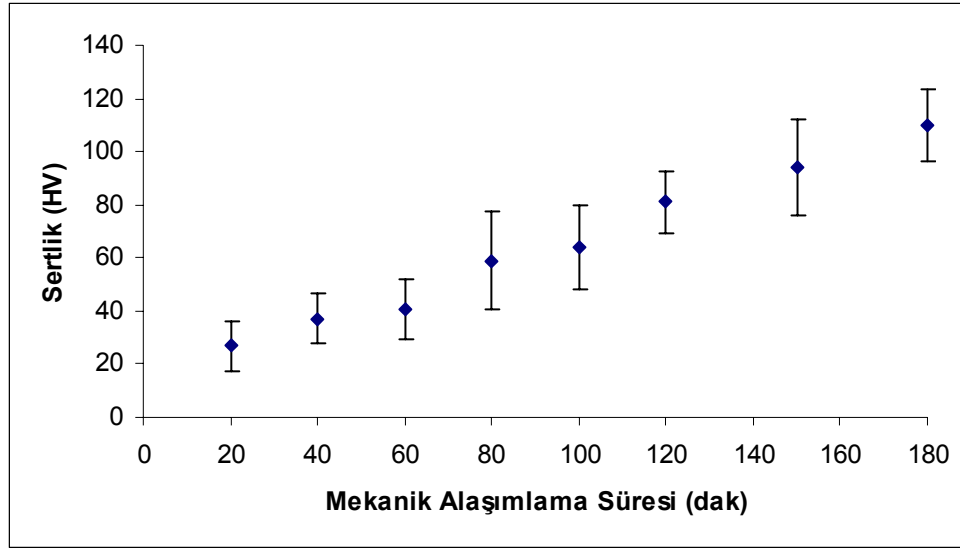
Bu çalışmada harman halinde olan ve MA'lanmış toz numunelerin mikrosertlik ölçümleri Vickers uç kullanılarak 50gr yük altında 15 saniyelik uygulama ile ölçülmüştür (Şekil 5.15). Ortalama değere ulaşmak için numunelerde başarılı 15 farklı noktadan ölçüm yapılmıştır.



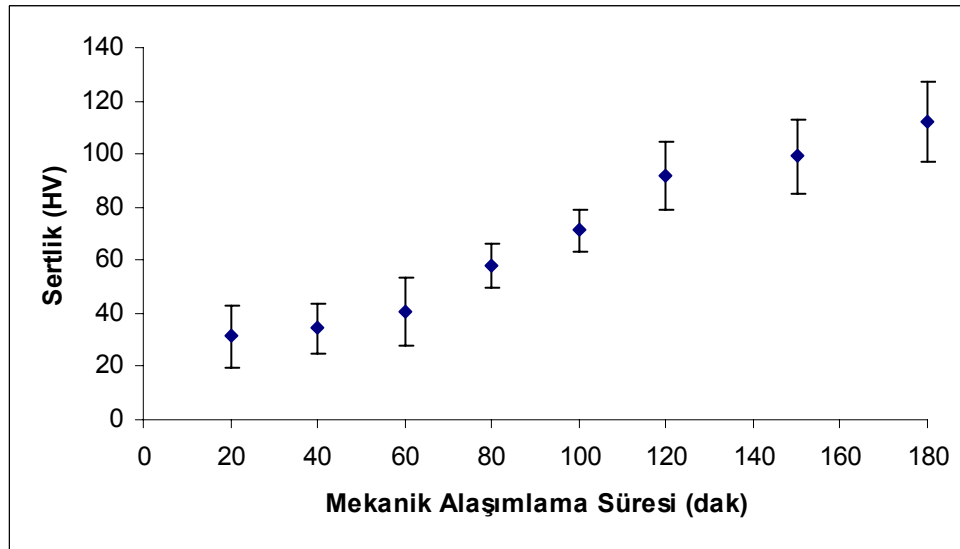
Şekil 5.15: Vickers ucun numune üzerindeki izi

Y₂O₃ içeren kompozitler sadece SiC içeren kompozitlere oranla daha yüksek sertlik değerine sahiptirler. Şekil 5.16, 5.17 ve 5.18'de farklı SiC miktarları için artan mekanik alaşımlama süresinin sertliğe etkisi görülmektedir. Şekil 5.19'da ise

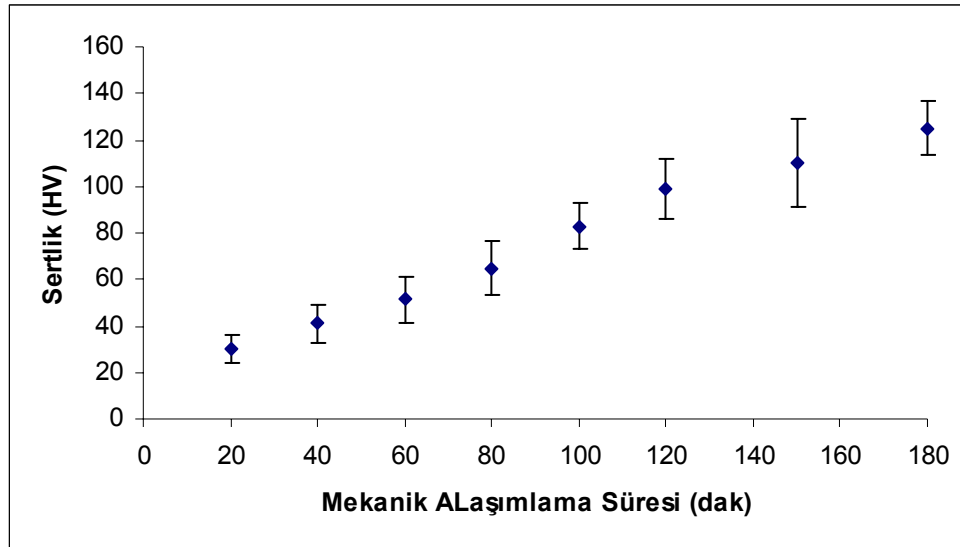
pekiştirici miktarının artması ile tozların sertlik değerlerindeki değişim gösterilmektedir.



Şekil 5.16: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC tozlarının sertlik değişim grafikleri

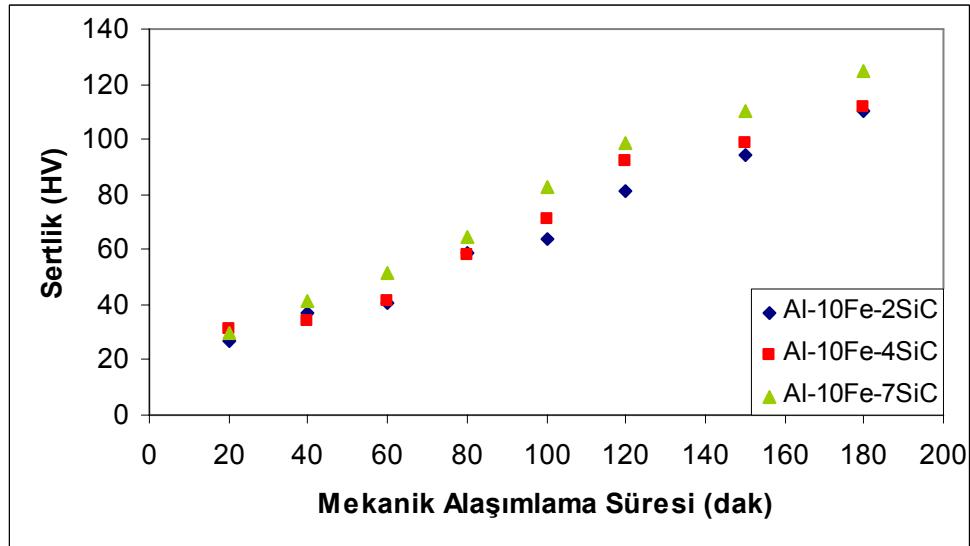


Şekil 5.17: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-4SiC tozlarının sertlik değişim grafikleri



Şekil 5.18: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-7SiC tozlarının sertlik değişim grafikleri

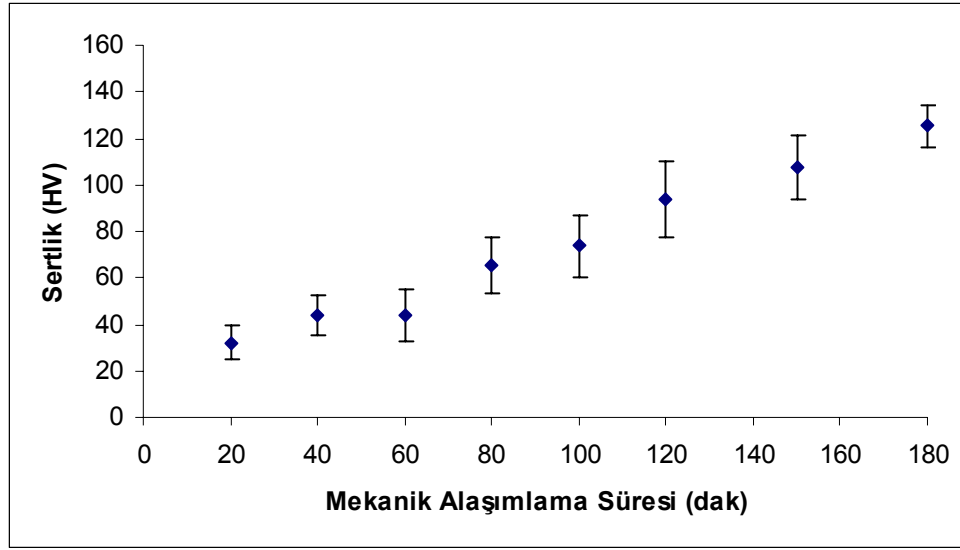
Al-10Fe-2SiC, Al-10Fe-4SiC ve Al-10Fe-7SiC numuneleri için yapılan mikrosertlik ölçümlerine göre mekanik alaşım süresinin artması ile kompozit tozlarının sertlik değerlerinde artış olduğu gözlemlenmiştir. Buna ek olarak pekiştirici miktarının artması ile sertlik değerlerinde yine artış olduğu şekil 5.19'de görülmektedir.



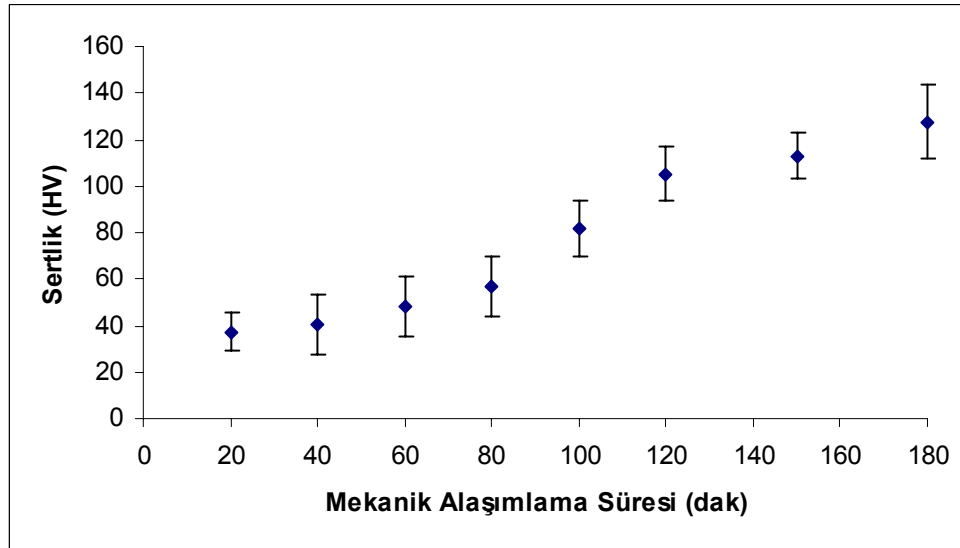
Şekil 5.19: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC, Al-10Fe-4SiC, Al-10Fe-7SiC tozlarının sertlik değerlerinin karşılaştırılmalı grafiği

Şekil 5.20'de Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃, şekil 5.21'te Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃, ve şekil 5.22'de Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ numuneleri için artan mekanik alaşım süresinin

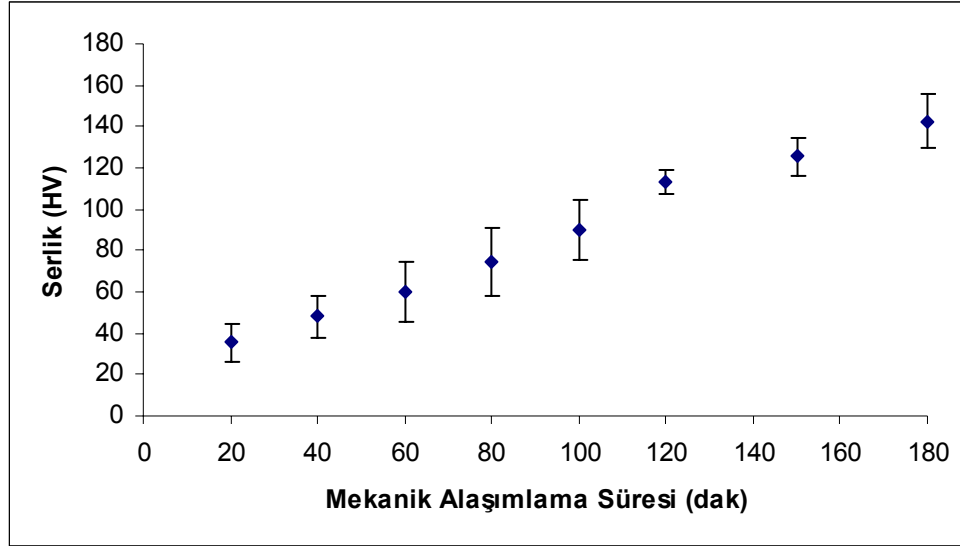
sertliğe etkisi görülmektedir. Şekil 5.23'te ise bu numuneler için pekiştirici miktarının artması ile tozların sertlik değerlerindeki değişim gösterilmektedir.



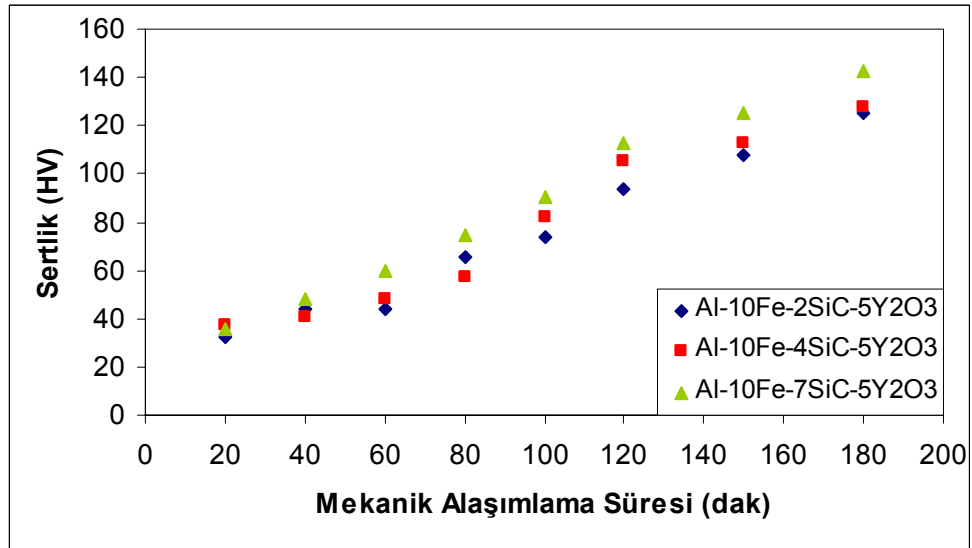
Şekil 5.20: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ tozlarının sertlik değişim grafikleri



Şekil 5.21: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-4SiC-5Y₂O₃ tozlarının sertlik değişim grafikleri



Şekil 5.22: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ tozlarının sertlik değişim grafikleri

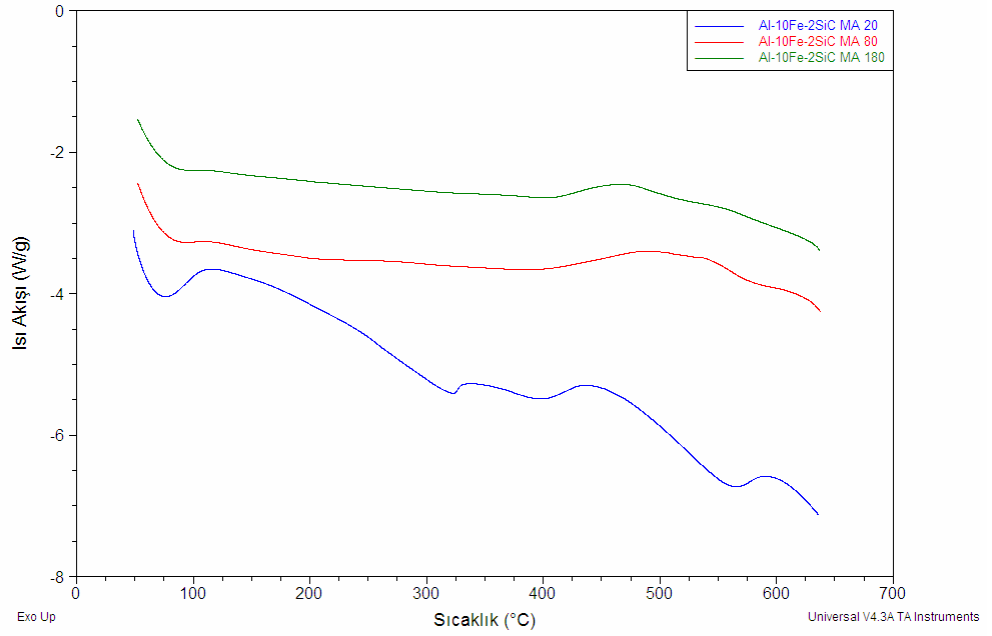


Şekil 5.23: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃, Al-10Fe-4SiC-5Y₂O₃, Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ tozlarının sertlik değerlerinin karşılaştırmalı grafiği

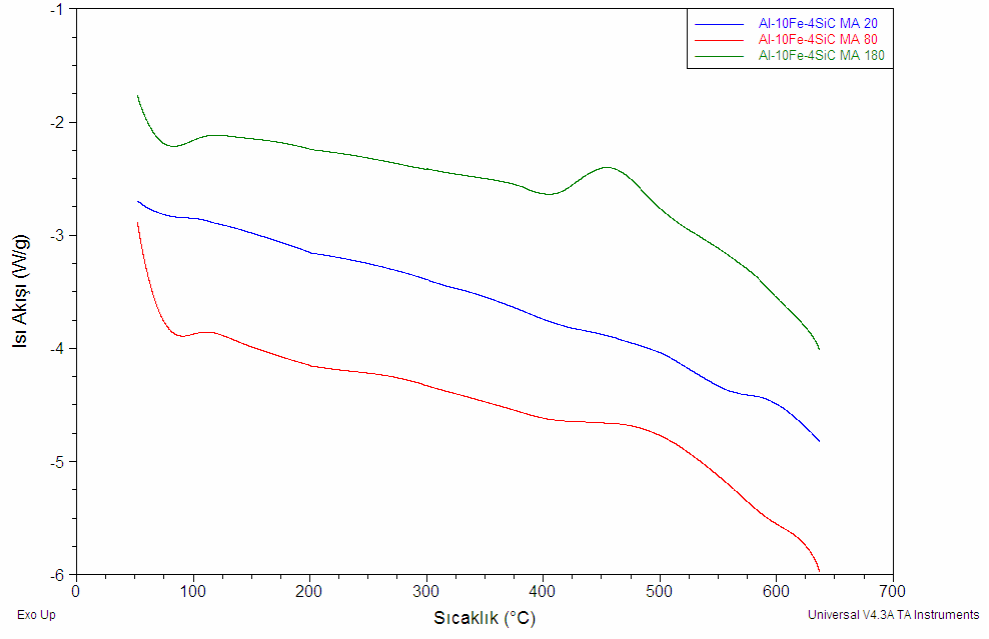
Numunelere yapılan mikrosertlik testleri sonucunda yapıya SiC ilavesi tozların sertliğini artırıcı etki göstermiştir. Buna ek olarak mekanik alaşımlamada meydana gelen soğuk deformasyonun etkisi ile yine kompozit tozlarının sertlik değerleri yükselmiştir. Y₂O₃ içeren numuneler sadece SiC ile pekiştirilmiş numunelere oranla daha yüksek sertlik değerlerine sahiptirler.

5.2.3 Termal Analizler

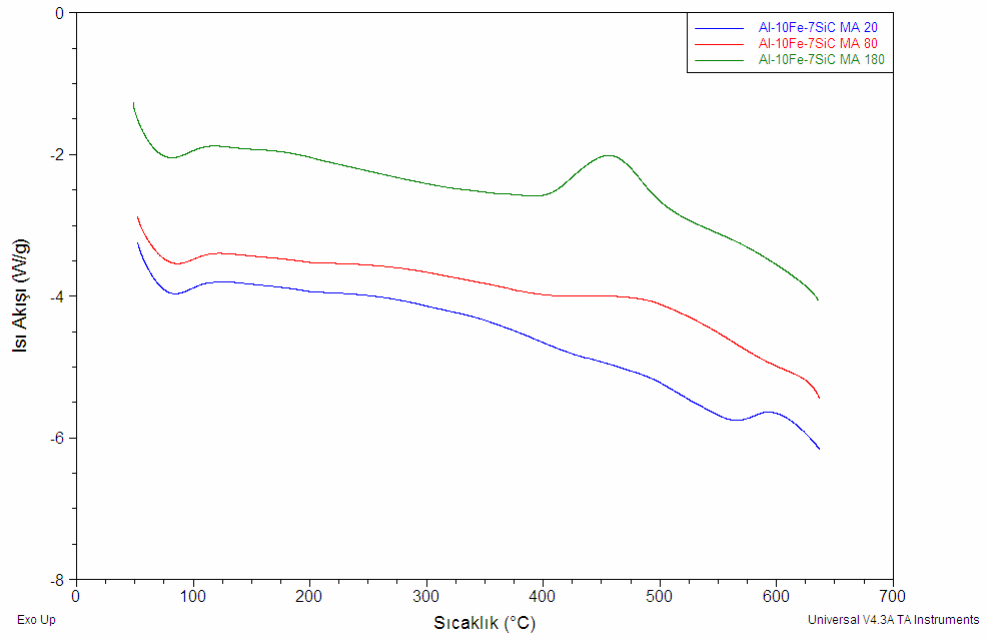
Al - Fe (Al-10Fe) matrisli numunelerin Argon (Ar) atmosferinde 650 °C sıcaklığa kadar olan termal kararlılığının tespiti amacıyla Diferensiyel Taramalı Kalorimetri – Termogravimetrik (DSC-TG) analizleri gerçekleştirilmiştir. 10 °C/dakika’lık ısıtma hızında 650 °C’ye kadar N₂-Ar-H₂ karışımı koruyucu gaz atmosferlerinde gerçekleştirilen DSC-TG termal analizlerine göre kompozit numuneler geniş bir alanda endotermik karakter gösterirken ciddi bir ani reaksiyon meydana gelmemektedir. MA süresi arttıkça 400 – 500 °C arasında pik şiddeti artmaktadır. Grafiklerin geri kalan bölümü her üç MA süresi için de benzer karakterli olduğu gözlemlenmiştir. MA’lanmış tozların DSC grafikleri aşağıda verilmiştir.



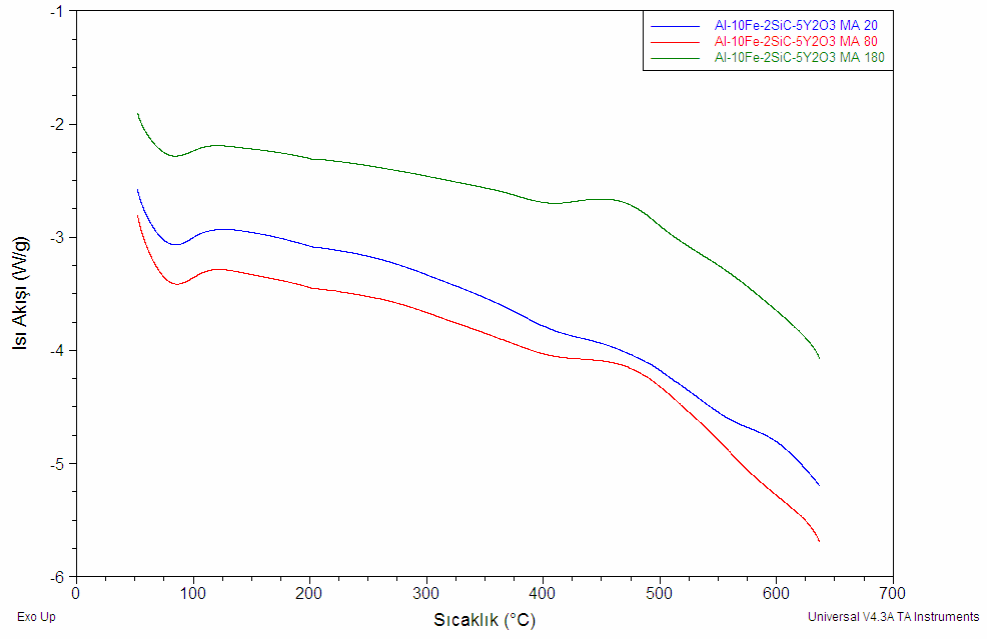
Şekil 5.24: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA’lanmış Al-10Fe-2SiC tozlarının DSC eğrileri



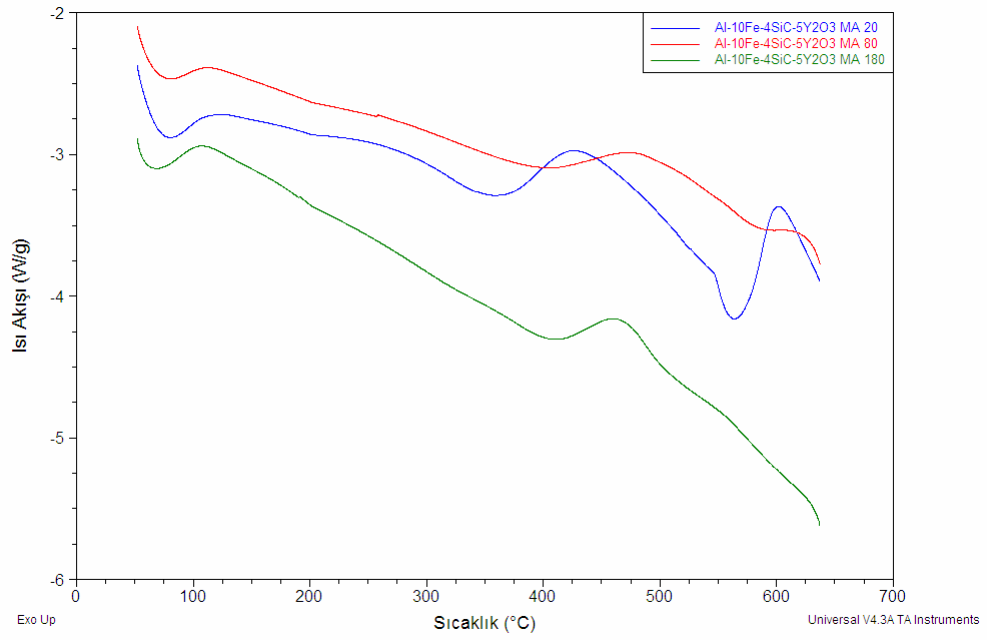
Şekil 5.25: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-4SiC tozlarının DSC eğrileri



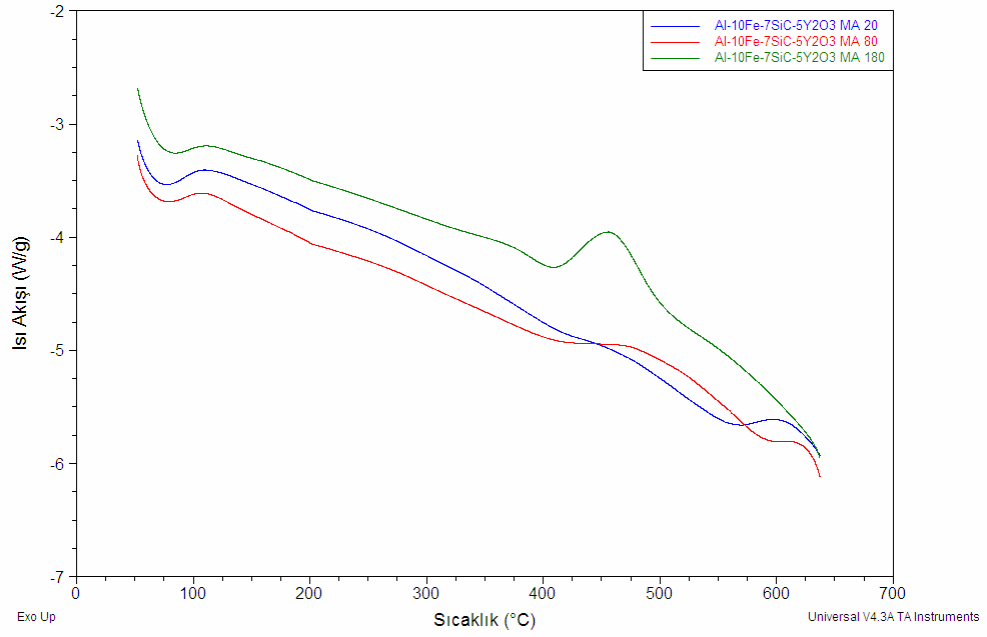
Şekil 5.26: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-7SiC tozlarının DSC eğrileri



Şekil 5.27: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ tozlarının DSC eğrileri



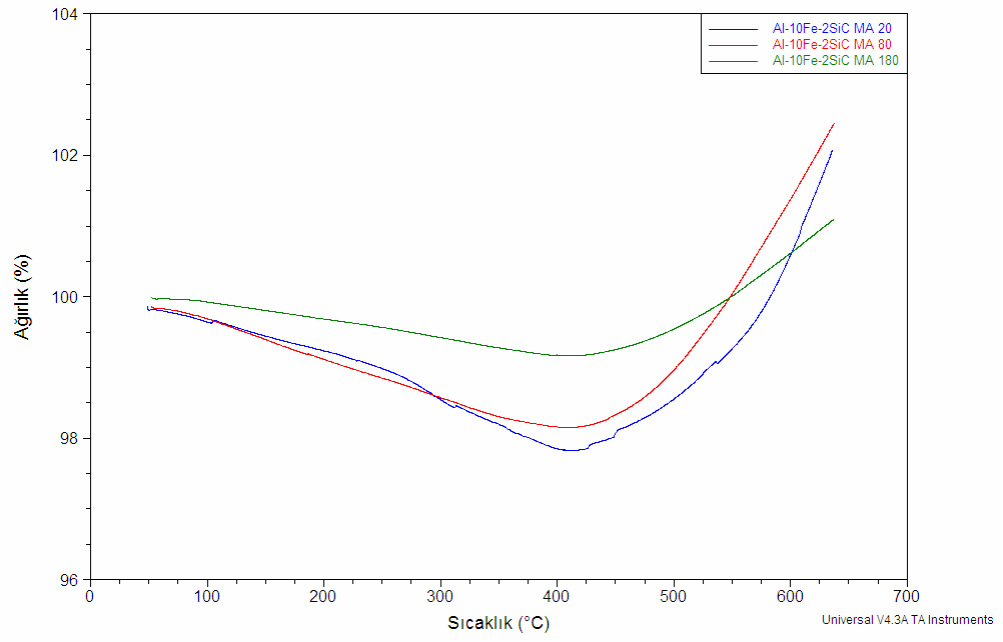
Şekil 5.28: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-4SiC-5Y₂O₃ tozlarının DSC eğrileri



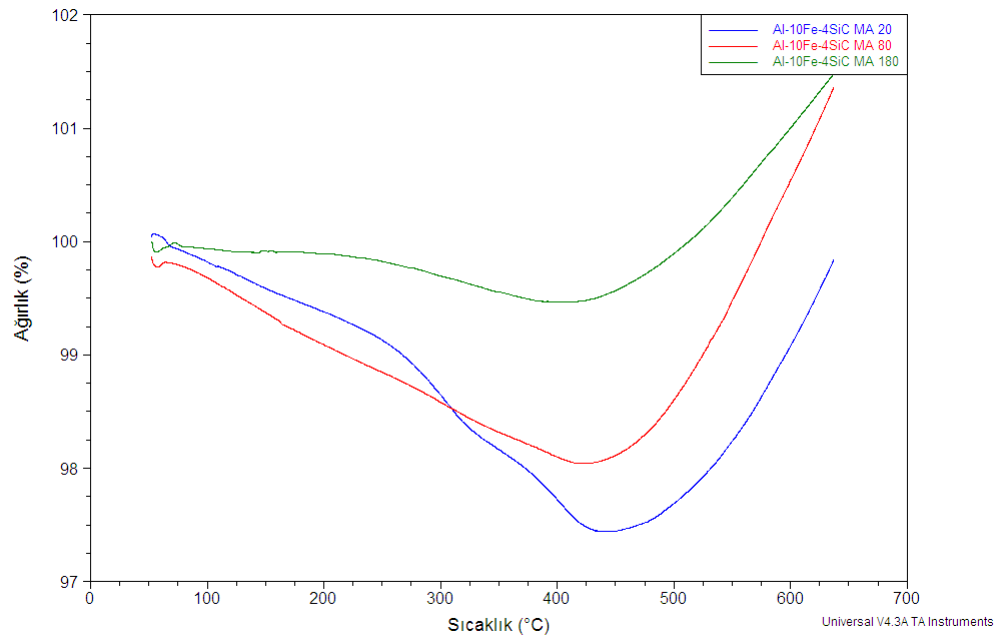
Şekil 5.29: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA’lanmış Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ tozlarının DSC eğrileri

DSC grafiklerinde 180 dakika MA’lanmış numunelerde genel olarak 450 °C sıcaklıklarda ısı akışında egzotermik değişimin meydana gelmekte olduğu görülmektedir. Bu tarz bir değişim 80 dakika ve 20 dakika MA’lanmış numunelerde görülmemektedir. DSC grafiklerinden elde edilen bilgiye göre yapılan literatür çalışmalarıyla da desteklenerek 180 dakika mekanik alşımlanmış numunelerde artan iç gerilmelerin ve azalar tane boyutunun etkisi ile yeniden kristallenme meydana gelmesi sonucu egzotermik bir reaksiyon meydana geldiği görülmüştür (Krasnowski, 2006).

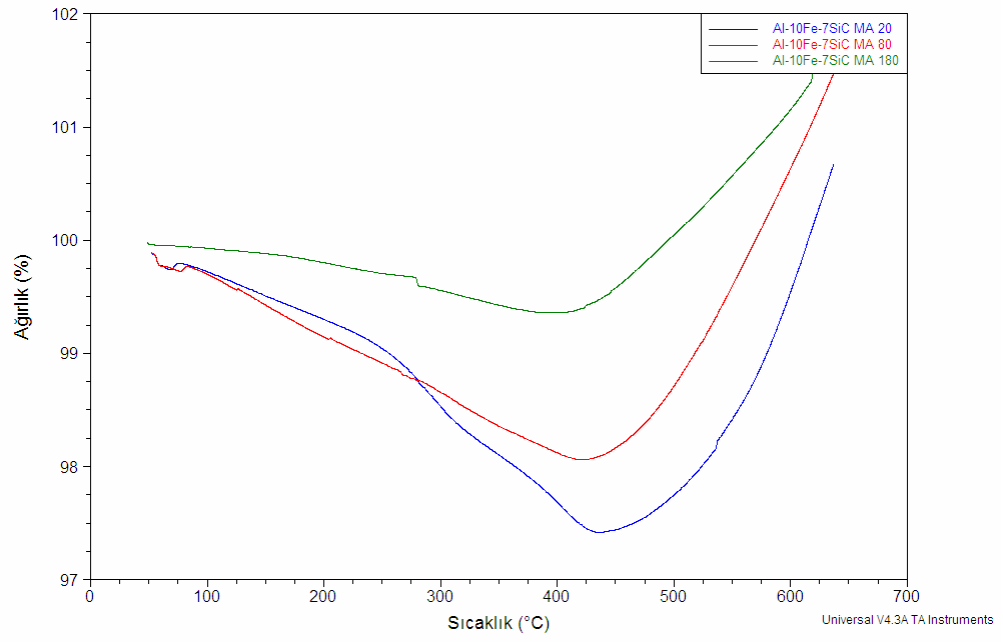
Numunelere ayrıca termogravimetrik (TG) analiz de yapılmıştır. Yapılan deneyler sonucunda elde edilen TG eğrileri Şekil 5.30, 5.31, 5.32, 5.33, 5.34, 5.35 ve 5.36’da verilmiştir.



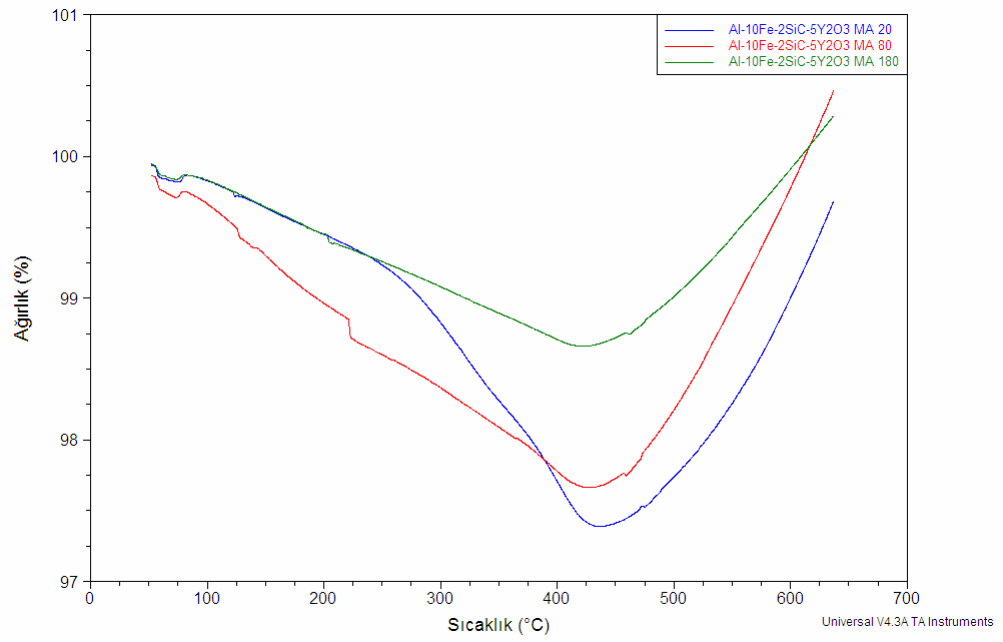
Şekil 5.30: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC tozlarının TG eğrileri



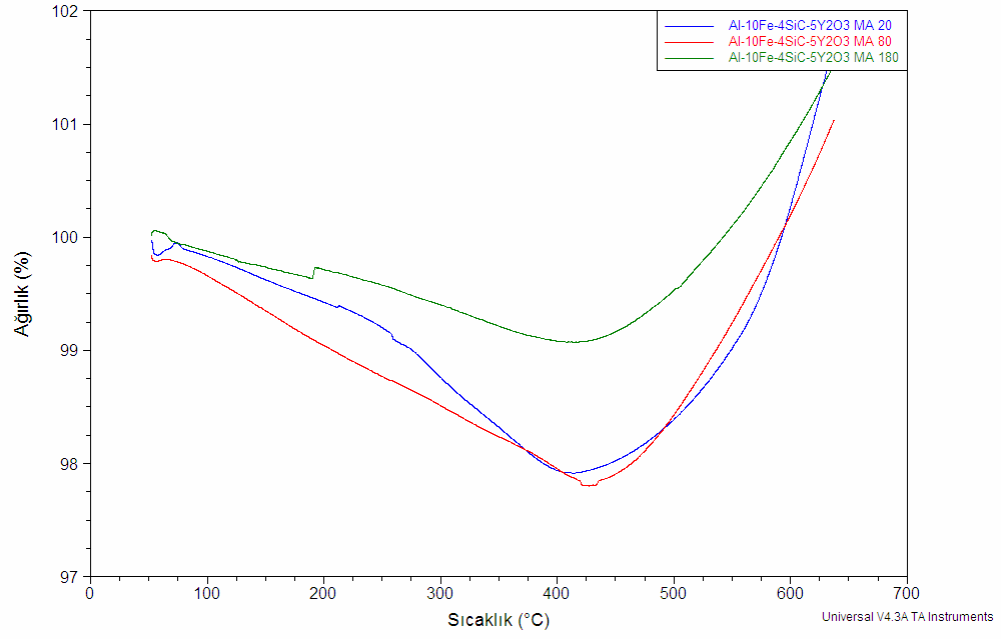
Şekil 5.31: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-4SiC tozlarının TG eğrileri



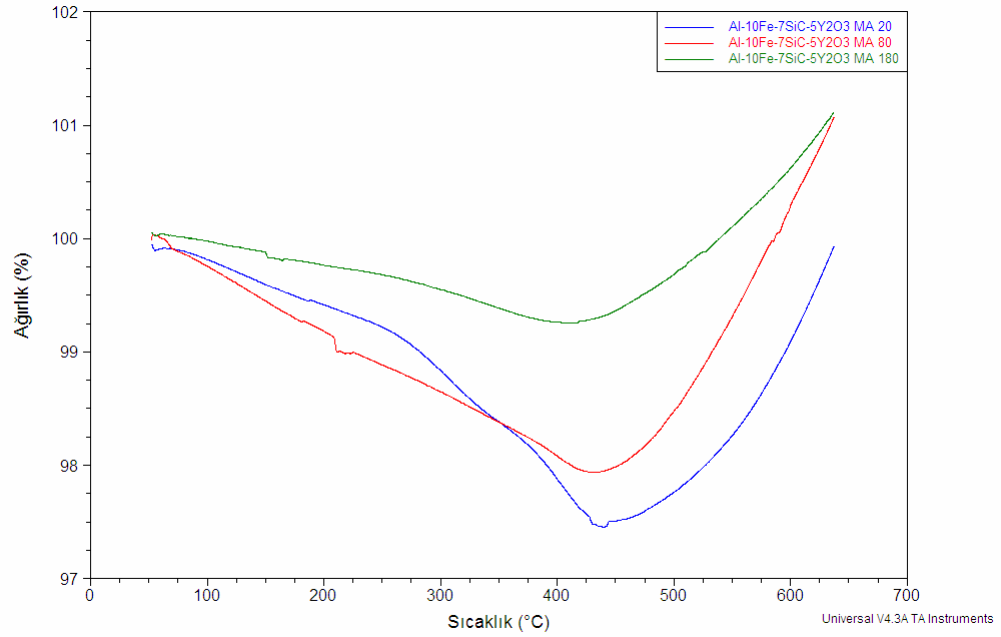
Şekil 5.32: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-7SiC tozlarının TG eğrileri



Şekil 5.33: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ tozlarının TG eğrileri



Şekil 5.34: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-4SiC-5Y₂O₃ tozlarının TG eğrileri



Şekil 5.35: Çeşitli sürelerde (20, 80, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ tozlarının TG eğrileri

Yapılan TG analizleri sonucunda yapıda yaklaşık 400°C sıcaklıklarına kadar % 2,5 - % 1 oranlarında ağırlık kaybı meydana geldiği görülmektedir. Bu ağırlık kaybı 300°C sıcaklığına kadar yapıdaki çinkostearatın uzaklaşması olduğu düşünülmektedir. Bu sıcaklıklardan sonra meydana gelen ağırlık artışının sebebi olarak koruyucu atmosferde bulunan hidrojen miktarının oksitlenmeyi engelleyecek

düzeyde olmaması ve tam olarak saf olmayan argon azot gibi kullanılan koruyucu gazlarla gelen nem hava gibi oksitleyici etkide bulunan gazların sisteme karışması sonucun oluşan oksitlenme olduğu düşünülmektedir.

5.3 Preslenmiş Tozların Karakterizasyonu

Mekanik alaşımlanmış numuneler daha sonra sinterleme işlemi öncesi şekil verilmek amacıyla 10 ton kapasiteli el presi ile 600 MPa basınçla preslenmiştir. Presleme işleminde çapı 12mm olan kalıplar kullanılmıştır. Presleme sonrası numuneler incelendiğinde üst ve alt yüzeylerinde hafif kabarıklıklar gözlemlenirken yan yüzeylerde laminasyon meydana gelmediği görülmüştür. Bu kabarıklıkların sebebi kalıp yüzeylerindeki küçük şekil bozukluklarıdır. Şekil 5.39'da preslenmiş bir numune resmi verilmiştir.



Şekil 5.36: Preslenmiş numune

Preslenmiş numunelerin ölçülen ham yoğunlukları tablo 5.6 ve tablo 5.7'de verilmiştir. Yoğunluk değerleri mekanik alaşımlama süresinin artması ile artmaktadır.

Tablo 5.6: Çeşitli sürelerde MA'lanmış Al-Fe-SiC numunelerinin presleme sonrası yoğunlukları

Numune Adı	M.A. Süresi (dak.)	Yoğunluk (g/cc)	Göreceli Y. (%)
Al-10Fe-2SiC	20	2,3736	82,6278
	40	2,2723	79,0985
	60	2,2931	79,8247
	80	2,3311	81,1451
	100	2,3411	81,4941
	120	2,2828	79,4654
	150	2,2918	79,7778
	180	2,3085	80,3612
Al-10Fe-4SiC	20	2,3266	80,8904
	40	2,2573	78,4829
	60	2,2651	78,7532
	80	2,2971	79,8669
	100	2,2495	78,2125
	120	2,2421	77,9532
	150	2,2317	77,5921
	180	2,2163	77,0567
Al-10Fe-7SiC	20	2,3686	82,4537
	40	2,287	79,6128
	60	2,3128	80,5081
	80	2,335	81,2818
	100	2,2842	79,5131
	120	2,199	76,5495
	150	2,2501	78,3255
	180	2,1942	76,3826

Tozların presleme sonrası ham yoğunluk (green density) değerleri incelendiğinde düşük mekanik alaşımlama sürelerinde daha yüksek yoğunluk değerlerine ulaşılmıştır. Bu kademede tozlar daha yumuşak karakterli ve farklı boyutlarda olduğu için boşluklar daha iyi doldurulmuş ve daha yüksek yoğunluk değerlerine ulaşılmıştır. Mekanik alaşımlama süresinin artması ile partikül boyutları daha küçük ve homojen bir boyut dağılımına ulaştığından bu tozların preslenebilirliği azalmıştır. Bundan dolayı pres sonrası yoğunluklar bir miktar düşük çıkmaktadır. Buna ek olarak farklı miktarlarda pekiştirici ilavesinin yoğunluğa önemli bir miktarda iyi ya da kötü etkisi olmadığı gözlemlenmiştir. Yoğunluk oranlarındaki değişimlerin bir başka sebebi de preslenen numunelerde meydana gelen gözeneklerin oluşumudur.

Tablo 5.7: Çeşitli sürelerde MA'lanmış Al-Fe-SiC-Y₂O₃ numunelerinin presleme sonrası yoğunlukları

Numune Adı	M.A. Süresi (dak.)	Yoğunluk (g/cc)	Göreceli Y. (%)
Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃	20	2,2604	76,9485
	40	2,259	76,9032
	60	2,2676	77,1952
	80	2,2542	76,7372
	100	2,2249	75,7416
	120	2,2624	77,0175
	150	2,2113	75,2782
	180	2,1579	73,4612
Al-10Fe-4SiC-5Y ₂ O ₃	20	2,2604	76,8517
	40	2,259	76,8065
	60	2,2676	77,0981
	80	2,2542	76,6406
	100	2,2249	75,6464
	120	2,2624	76,9206
	150	2,2113	75,1835
	180	2,1579	73,3687
Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃	20	2,2996	78,0387
	40	2,3282	79,0091
	60	2,2715	77,0853
	80	2,2493	76,3331
	100	2,1622	73,3758
	120	2,1815	74,032
	150	2,1909	74,3505
	180	2,1952	74,4965

Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃, Al-10Fe-4SiC-5Y₂O₃ ve Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ numunelerinde yoğunluk değerlerindeki değişimin Al-10Fe-2SiC, Al-10Fe-4SiC ve Al-10Fe-7SiC numunelerine oranla birbirine daha yakındır ve çok fazla sapma göstermediği gözlemlenmiştir. Y₂O₃ ilavesi numunelerin preslenebilirlik davranışını olumlu yönde etkilemiştir.

5.4 Sinterlenmiş Numunelerin Karakterizasyonu

5.4.1 Yoğunluk Ölçümleri

Sinterlenmiş numunelerin yoğunluk değerleri Tablo 5.8 ve Tablo 5.9’da verilmiştir.

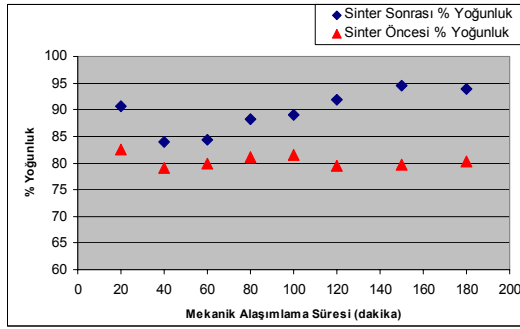
Tablo 5.8: Çeşitli sürelerde MA’lanmış Al-Fe-SiC numunelerinin sinter sonrası yoğunluk değerleri

Numune Adı	M.A. Süresi (dak.)	Yoğunluk (g/cc)	Göreceli Yoğ. (%)
Al-10Fe-2SiC	20	2,6043	90,6578
	40	2,4146	84,0523
	60	2,4242	84,3861
	80	2,5357	88,2675
	100	2,5604	89,1271
	120	2,6410	91,9334
	150	2,7148	94,5022
	180	2,6971	93,889
Al-10Fe-4SiC	20	2,6013	90,4433
	40	2,2639	78,7109
	60	2,4073	83,6971
	80	2,6798	93,1721
	100	2,7019	93,9392
	120	2,7461	95,4753
	150	2,808	97,6278
	180	2,773	96,4104
Al-10Fe-7SiC	20	2,5733	89,5791
	40	2,4636	85,7585
	60	2,7434	95,4978
	80	2,6914	93,6884
	100	2,8317	98,5729
	120	2,804	97,607
	150	2,8203	98,1776
	180	2,8303	98,524

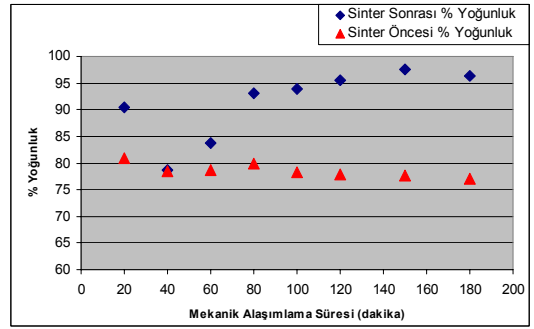
Tablo 5.9: Çeşitli sürelerde MA'lanmış Al-Fe-SiC-Y₂O₃ numunelerinin sinter sonrası yoğunluk değerleri

Numune Adı	M.A. Süresi (dak.)	Yoğunluk (g/cc)	Göreceli Yoğ. (%)
Al-10Fe-2SiC-5Y ₂ O ₃	20	2,6396	89,8582
	40	2,6426	89,9595
	60	2,7336	93,0574
	80	2,7995	95,3011
	100	2,7654	94,1407
	120	2,8211	96,0388
	150	2,8153	95,8385
	180	2,8363	96,5547
Al-10Fe-4SiC-5Y ₂ O ₃	20	2,6147	88,9007
	40	2,6008	88,427
	60	2,7613	93,8834
	80	2,7608	93,8673
	100	2,7279	92,7479
	120	2,7841	94,657
	150	2,813	95,6412
	180	2,8016	95,2536
Al-10Fe-7SiC-5Y ₂ O ₃	20	2,6146	88,729
	40	2,6695	90,5921
	60	2,7183	92,2483
	80	2,7228	92,403
	100	2,8065	95,2426
	120	2,8126	95,4478
	150	2,8327	96,1317
	180	2,8478	96,6422

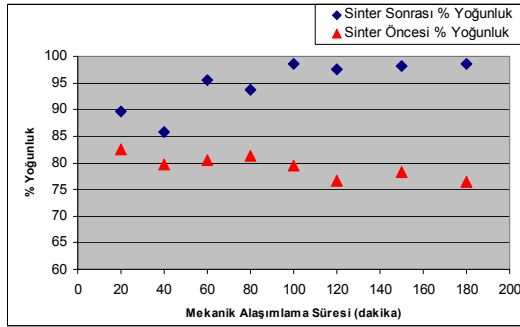
Bu ölçümler sonucunda görüldüğü üzere sinter öncesi numune yoğunlukları %60 - %70 civarında iken sinter sonrası bu yoğunluklar %80 - %90 seviyelerine ulaşmıştır. Sinter öncesi yoğunluklar ile sinter sonrası yoğunluklar arasındaki farklılık grafiği şekil 5.32'de verilmiştir.



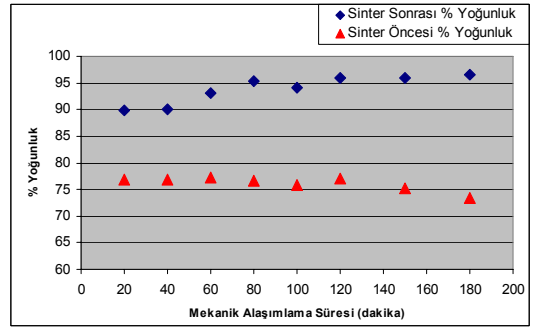
(a)



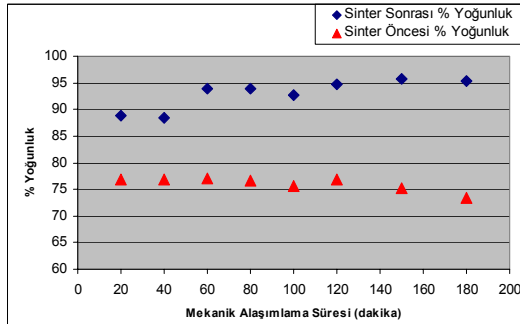
(b)



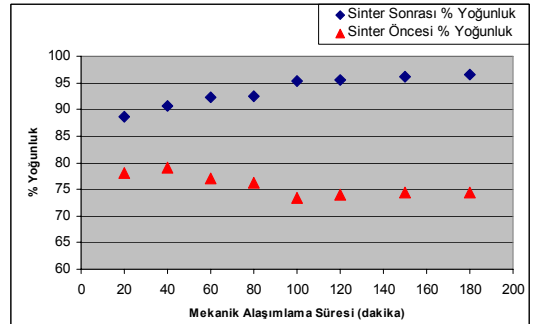
(c)



(d)



(e)



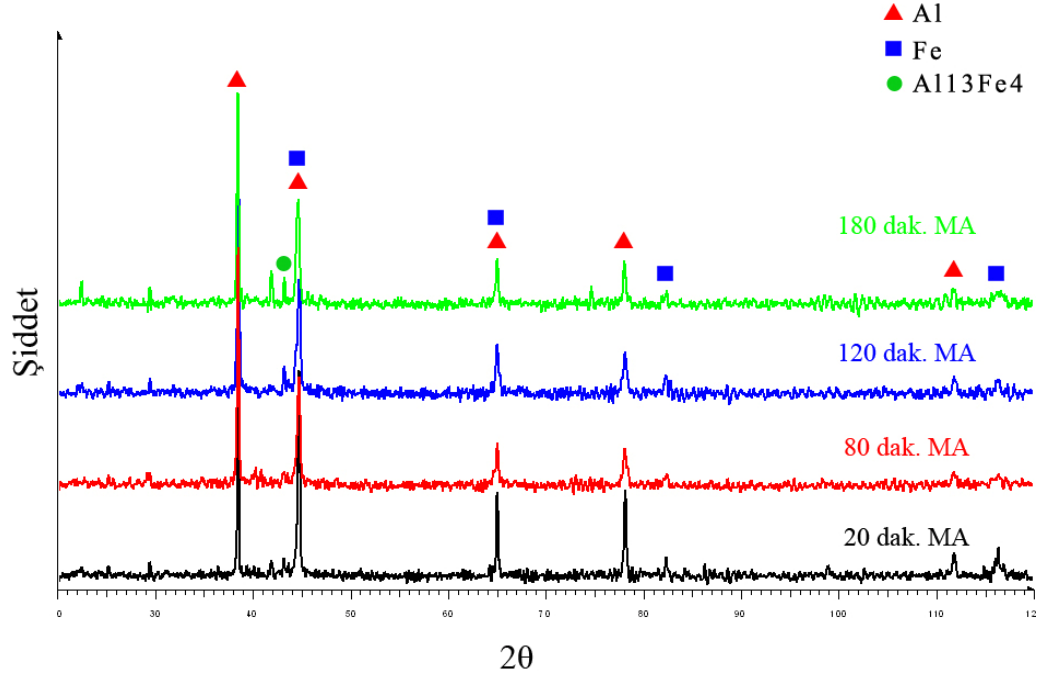
(f)

Şekil 5.37: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış (a) Al-10Fe-2SiC, (b) Al-10Fe-4SiC, (c) Al-10Fe-7SiC, (d) Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ (e) Al-10Fe-4SiC-5Y₂O₃ (f) Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ numunelerin sinter öncesi sinter sonrası yoğunluk değişim grafikleri

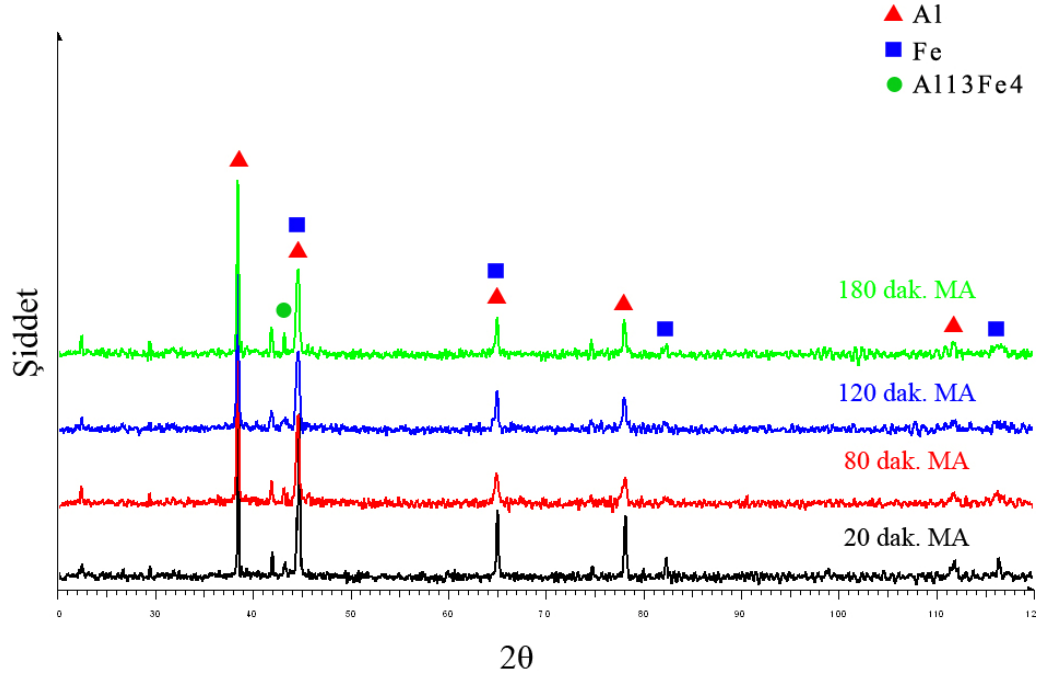
Numunelerin mekanik alaşımla süreleri arttıkça tozların yüzey alanının artmasının etkisiyle temas yüzeyi artmış ve daha yüksek verimde gerçekleşen sinterleme sonucunda yoğunluk değerleri yükselmektedir. Buna ek olarak pekiştirici miktarının artması ile de yoğunluk değerlerinin arttığı görülmektedir.

5.4.3 Faz Analizleri ve Mikroyapı Karakterizasyonları

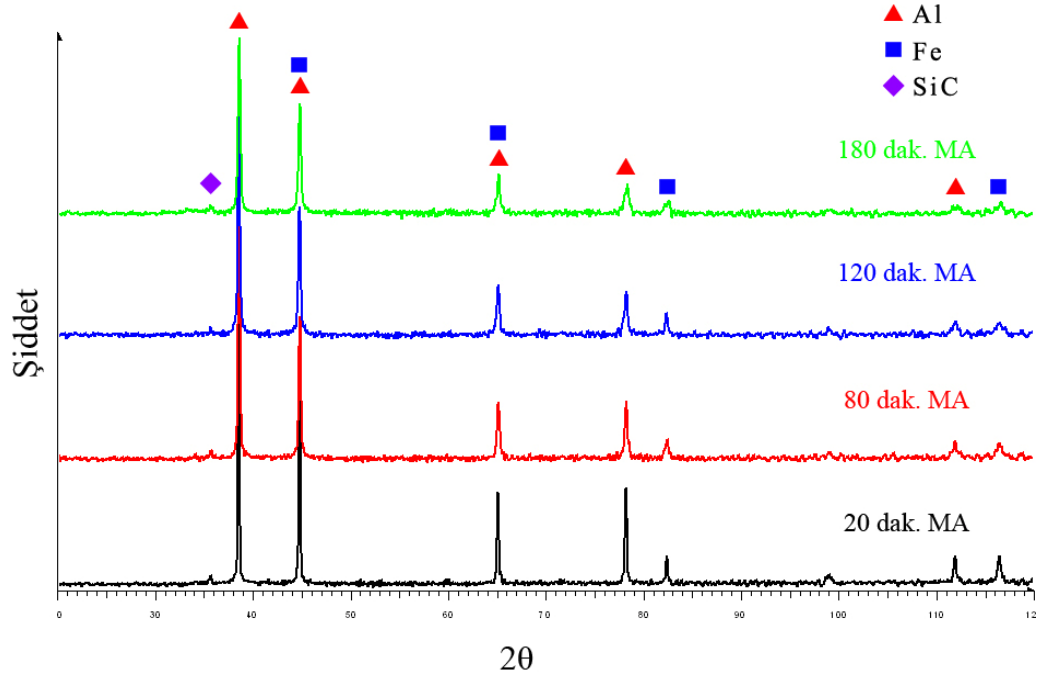
Sinterlenmiş numunelerde faz karakterizasyonu X ışınları difraktometresi ile yapılmıştır. Sinterlenmiş numunelere ait XRD grafikleri aşağıda verilmiştir.



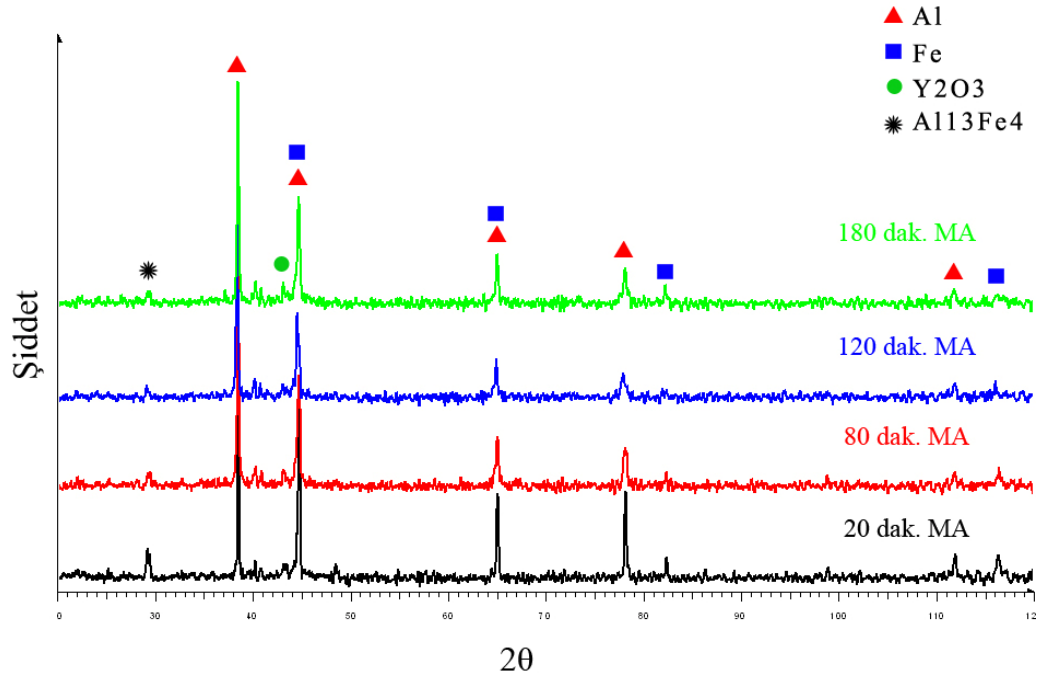
Şekil 5.38: Çeşitli sürelerde (20, 80, 120, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC numunelerinin sinter sonrası XRD grafikleri



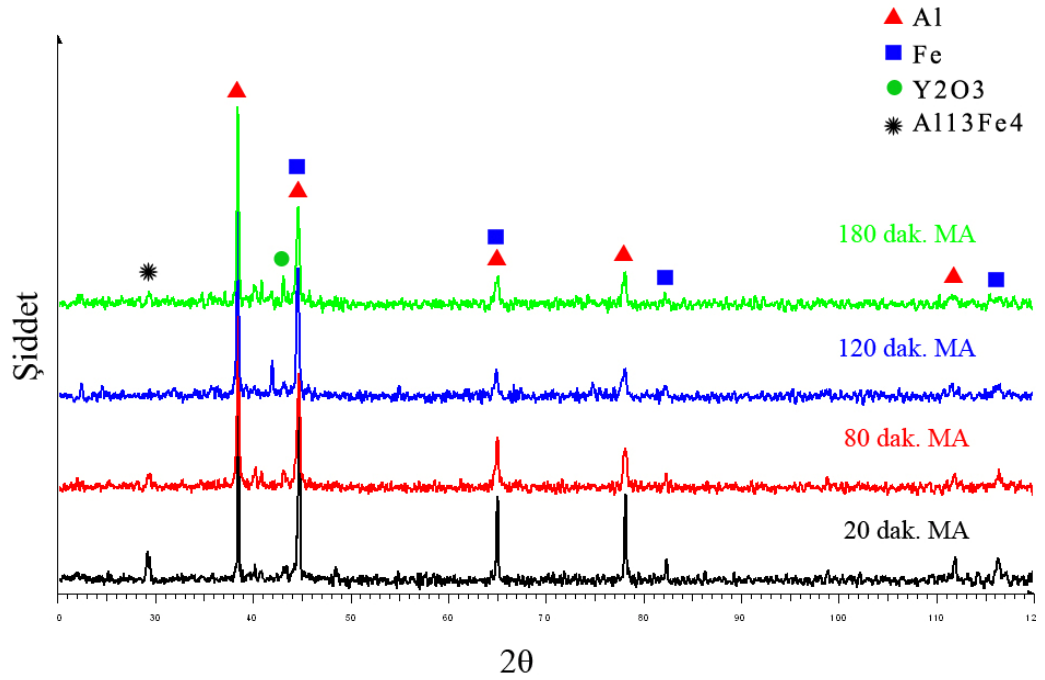
Şekil 5.39: Çeşitli sürelerde (20, 80, 120, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-4SiC numunelerinin sinter sonrası XRD grafikleri



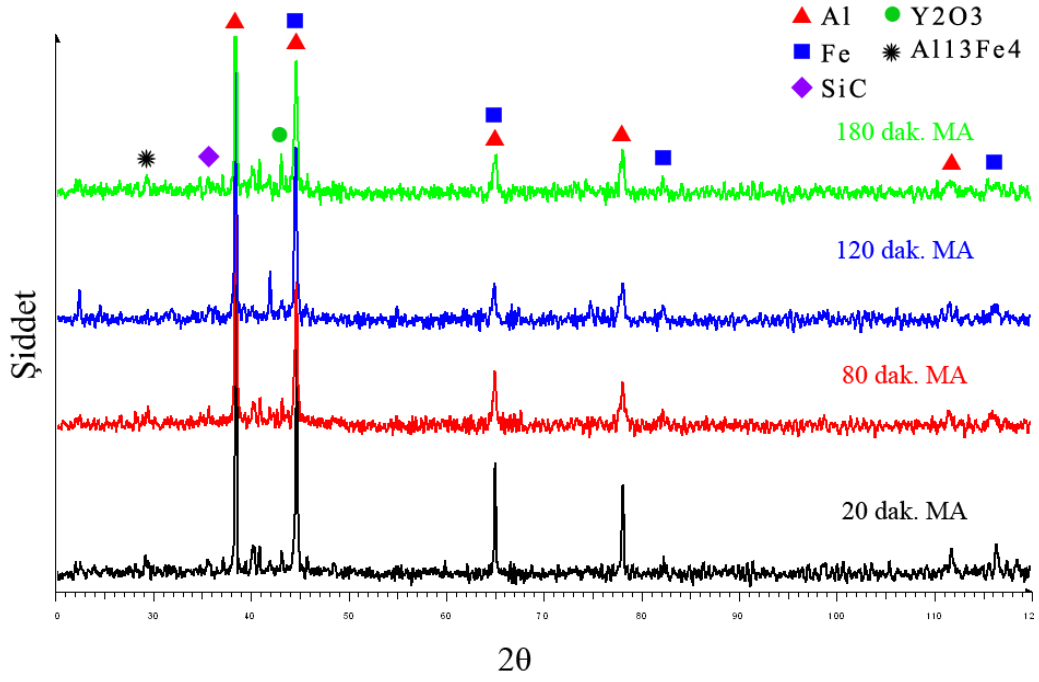
Şekil 5.40: Çeşitli sürelerde (20, 80, 120, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-7SiC numunelerinin sinter sonrası XRD grafikleri



Şekil 5.41: Çeşitli sürelerde (20, 80, 120, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ numunelerinin sinter sonrası XRD grafikleri



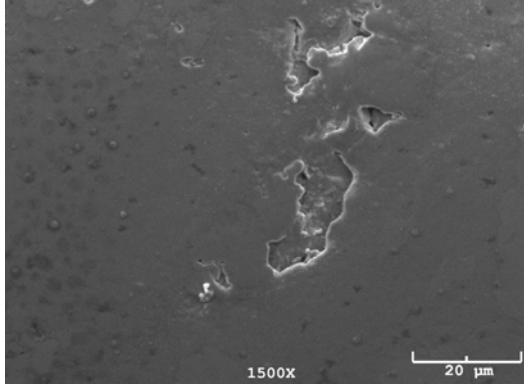
Şekil 5.42: Çeşitli sürelerde (20, 80, 120, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-4SiC-5Y₂O₃ numunelerinin sinter sonrası XRD grafikleri



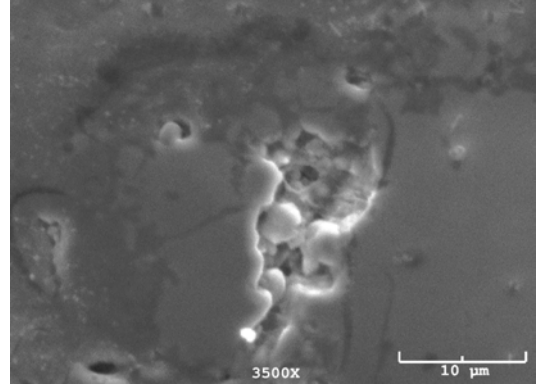
Şekil 5.43: Çeşitli sürelerde (20, 80, 120, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ numunelerinin sinter sonrası XRD grafikleri

Sinterlenmiş numunelere yapılan x-ışınları analizi sonrası elde edilen difraksiyon paternlerinde tozlarda elde edilen paternlere benzer olarak pik yükseklikleri azalmakta ve pik genişlikleri artmaktadır. Sistemlerde alüminyum ve demire ait olan pikler rahatlıkla belirlenebilmektedir. Artan SiC miktarı ile SiC pikleri de belirginleşmiştir ve %7 SiC içeren numunelerin XRD grafiklerinde bu pikler görünür hale gelmiştir. Buna ek olarak Y₂O₃ ilave edilmiş numunelerde Y₂O₃'e ait pikler görülmektedir. Bunun dışında sistemde Al₁₃Fe₄ intermetalik faz oluşumunda gözlemlenmiş ve artan mekanik alaşımlama süresi ile bu faza ait olan pik şiddetinin de arttığı görülmüştür. Ayrıca %7 SiC içeren numunelerde Al₁₃Fe₄ pikleri görülmemiştir. Bunun sebebi olarak artan SiC miktarının bu yapının oluşmasını engellemiş olabileceği düşünülmektedir.

Şekil 5.39 ve şekil 5.40'da 20 dakika ve 180 dakika mekanik alaşımlanmış Al-10Fe-2SiC numunelerine air sinterleme sonrası taramalı elektron mikroskobu resimleri görülmektedir. Şekil 5.41 ve şekil 5.42'de 20 dakika ve 180 dakika mekanik alaşımlanmış Al-10Fe-7SiC numunelerinin sinterleme sonrası SEM fotoğrafları görülmektedir.

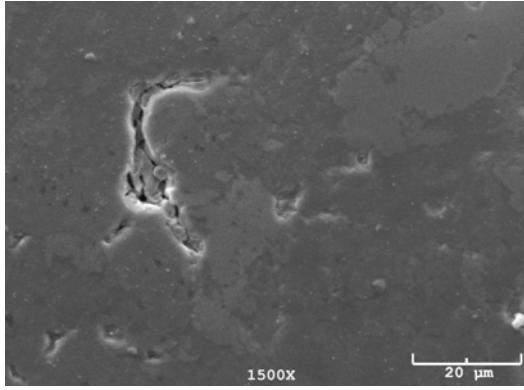


(a)

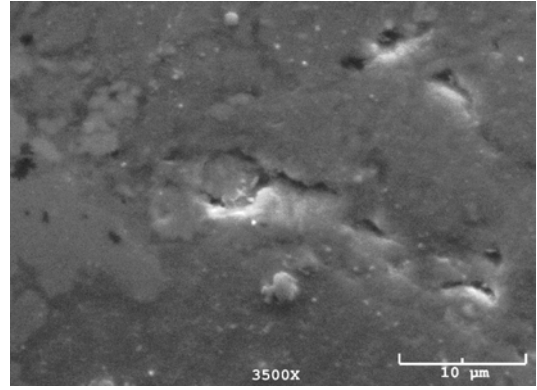


(b)

Şekil 5.44: Sinterlenmiş (a) Al-10Fe-2SiC 20 dak. M.A. (1500X) (b) Al-10Fe-2SiC 20 dak. M.A. (3500X) numunelerinin SEM fotoğrafları

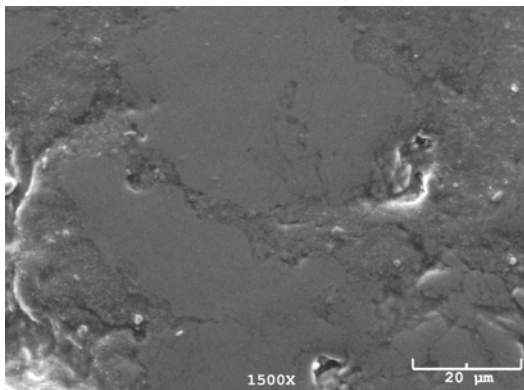


(a)

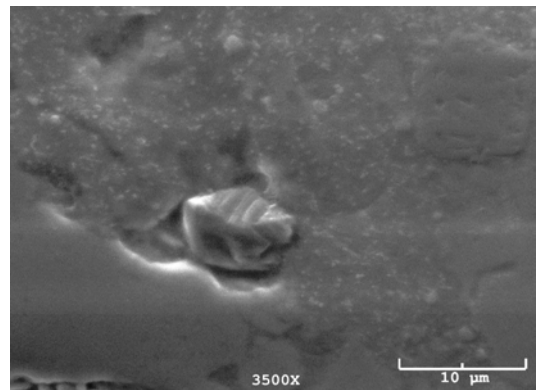


(b)

Şekil 5.45: Sinterlenmiş (a) Al-10Fe-2SiC 180 dak. M.A. (1500X) (b) Al-10Fe-2SiC 180 dak. M.A. (3500X) numunelerinin SEM fotoğrafları

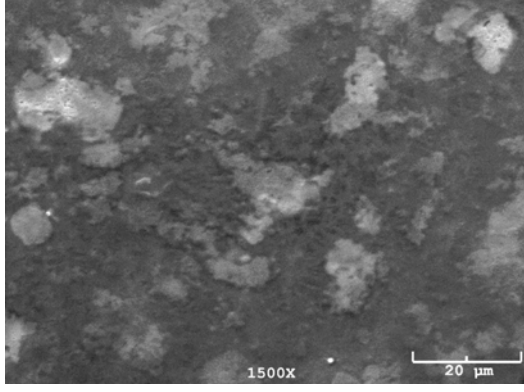


(a)

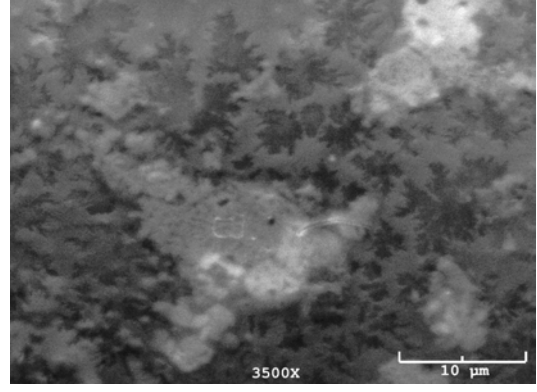


(b)

Şekil 5.46: Sinterlenmiş (a) Al-10Fe-7SiC 20 dak. M.A. (1500X) (b) Al-10Fe-7SiC 20 dak. M.A. (3500X) numunelerinin SEM fotoğrafları



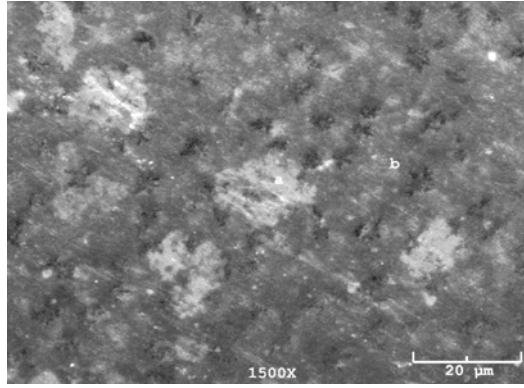
(a)



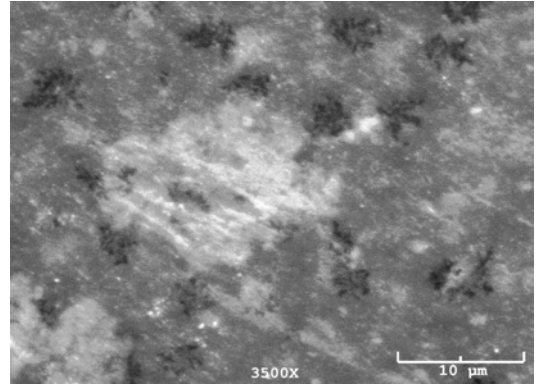
(b)

Şekil 5.47: Sinterlenmiş (a) Al-10Fe-7SiC 180 dak. M.A. (1500X) (b) Al-10Fe-7SiC 180 dak. M.A. (3500X) numunelerinin SEM fotoğrafları

Şekil 5.43 ve şekil 5.44’da 20 dakika ve 180 dakika mekanik alaşımlanmış Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ numunelerine air sinterleme SEM resimleri görülmektedir. Şekil 5.45 ve şekil 5.46’de 20 dakika ve 180 dakika mekanik alaşımlanmış Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ numunelerinin sinterleme sonrası SEM fotoğrafları görülmektedir.

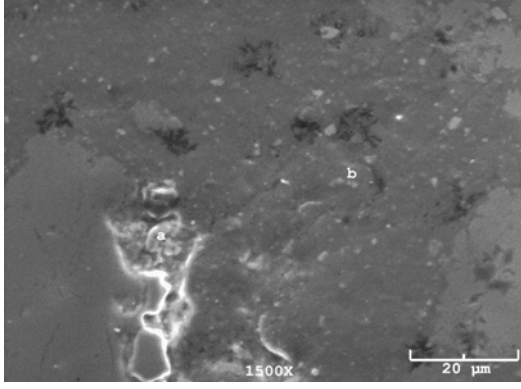


(a)

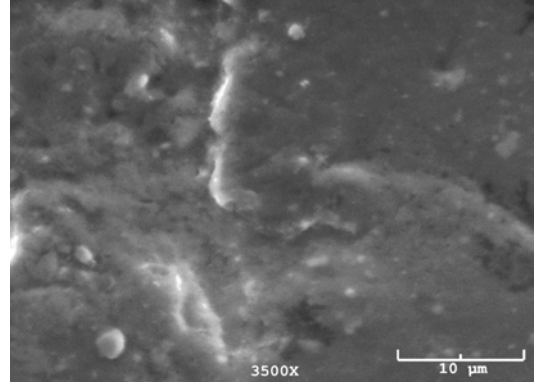


(b)

Şekil 5.48: Sinterlenmiş (a) Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ 20 dak. M.A. (1500X) (b) Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ 20 dak. M.A. (3500X) numunelerinin SEM fotoğrafları

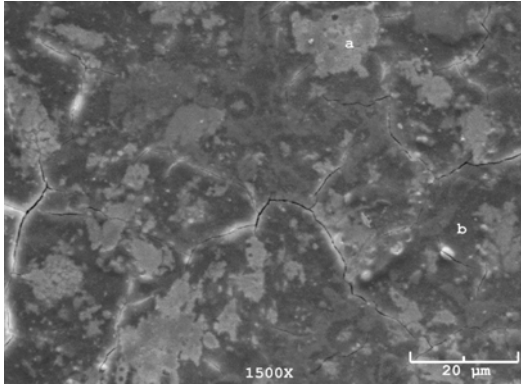


(a)

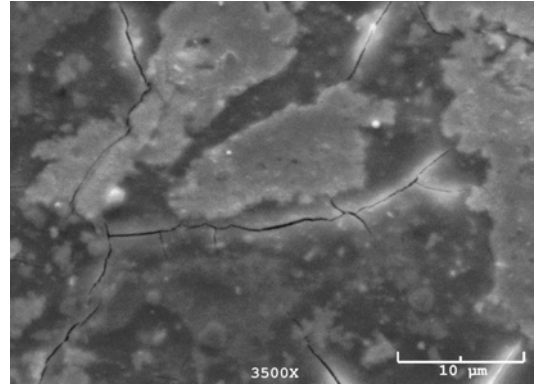


(b)

Şekil 5.49: Sinterlenmiş (a) Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ 180 dak. M.A. (1500X) (b) Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ 180 dak. M.A. (3500X) numunelerinin SEM fotoğrafları

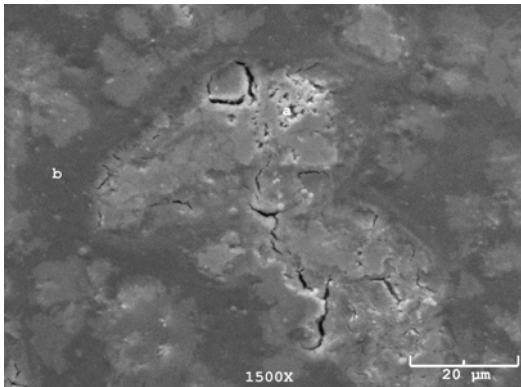


(a)

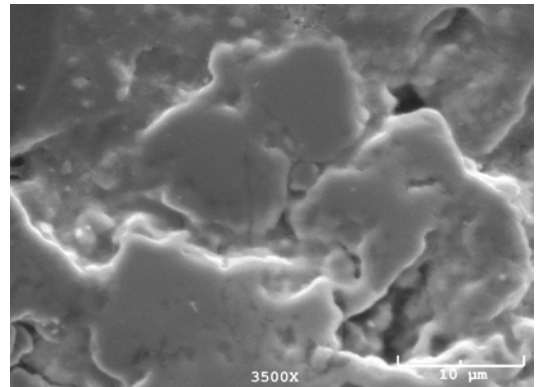


(b)

Şekil 5.50: Sinterlenmiş (a) Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ 20 dak. M.A. (1500X) (b) Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ 20 dak. M.A. (3500X) numunelerinin SEM fotoğrafları



(a)



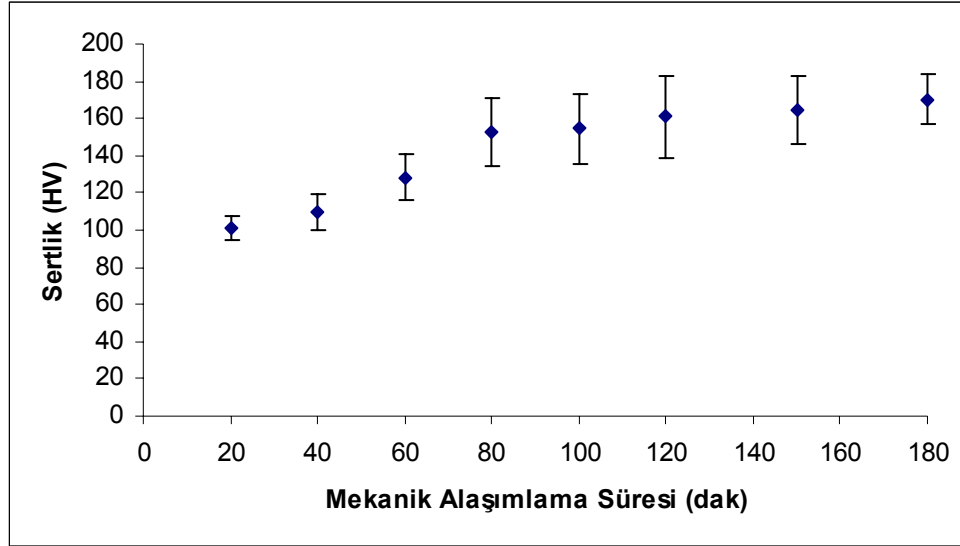
(b)

Şekil 5.51: Sinterlenmiş (a) Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ 180 dak. M.A. (1500X) (b) Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ 180 dak. M.A. (3500X) numunelerinin SEM fotoğrafları

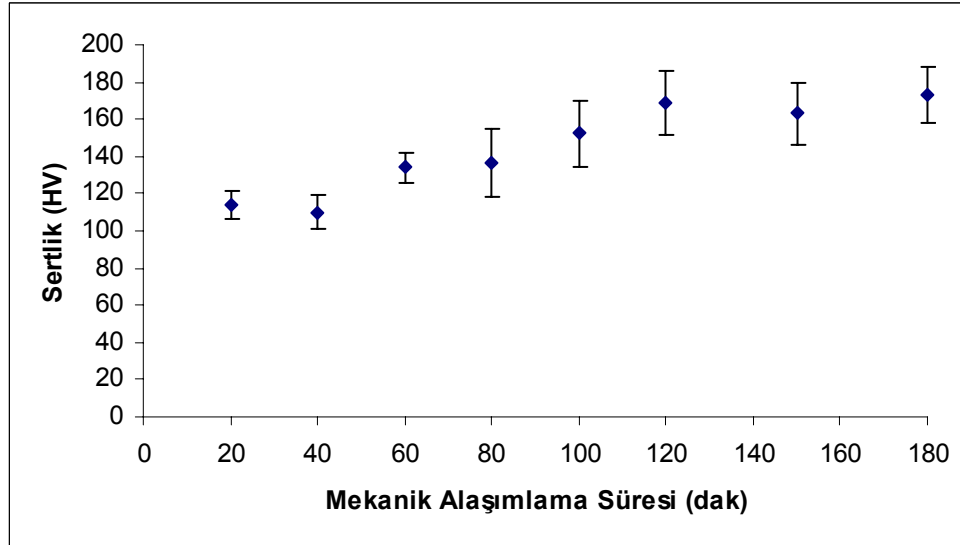
Sintelenmiş Al-10Fe-2SiC ve Al-10Fe-7SiC numunlerin yukarıda verilen SEM fotoğraflarında açık renkli olan bölgelerde Fe'ye rastlanmıştır. Koyu renkli olan bölgelerde ise sadece Al ve SiC görülmektedir. Bu resimlerdeki açık bölgelerde Al, Fe ve SiC homojen olarak karışmıştır bunun yanında Fe miktarının az olmasından dolayı bu şekilde bölgesel farklılıklar olmaktadır. Diğer koyu renkli olan bölümlerde ise Al ve SiC'nin homojen bir şekilde karıştığı görülmektedir.

Benzer şekilde Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ ve Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ numunelerinde de aynı durum görülmektedir. Açık renkli bölgelerde Fe bulunmaktayken koyu renkli bölgelerde Fe'ye rastlanmamıştır.

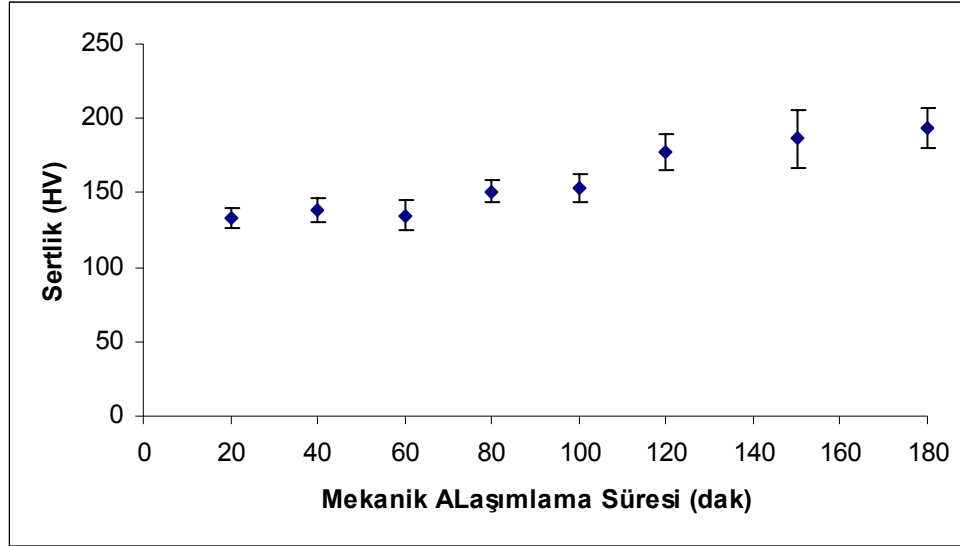
Şekil 5.52, 5.53 ve 5.54'de farklı SiC miktarları için artan mekanik alaşımlama süresinin sertliğe etkisi görülmektedir. Şekil 5.55'de ise pekiştirici miktarının artması ile tozların sertlik değerlerindeki değişim gösterilmektedir.



Şekil 5.52: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC numunelerinin sinter sonrası sertlik değişim grafikleri

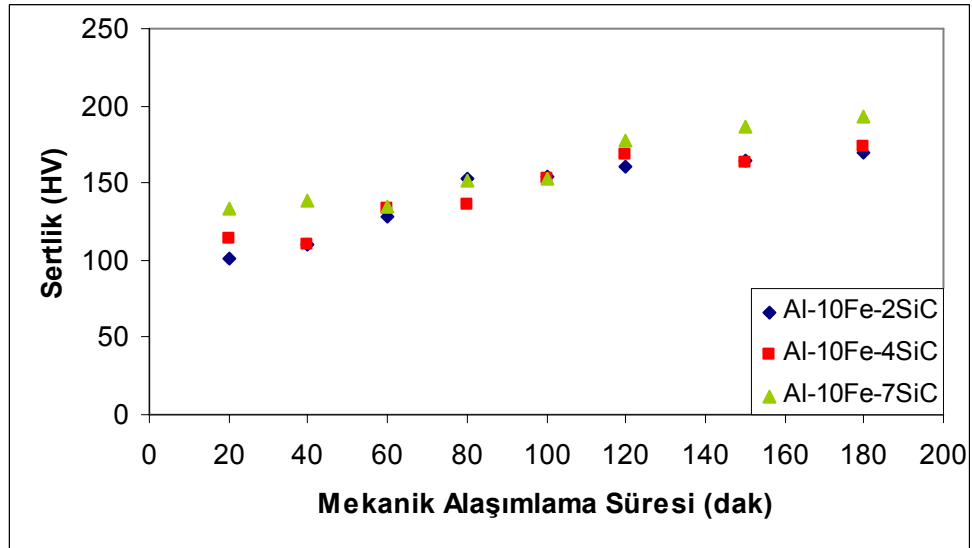


Şekil 5.53: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-4SiC numunelerinin sinter sonrası sertlik değişim grafikleri



Şekil 5.54: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-7SiC numunelerinin sinter sonrası sertlik değişim grafikleri

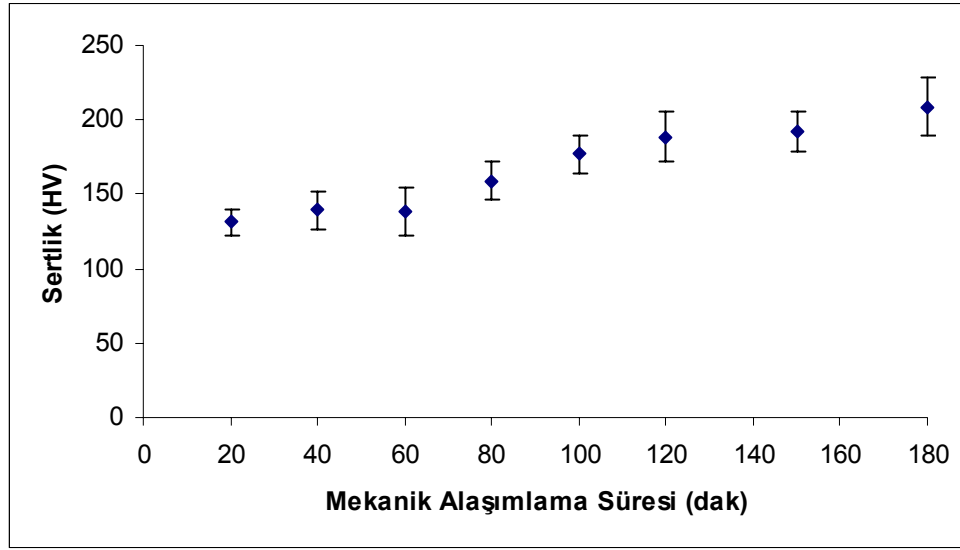
Al-10Fe-2SiC, Al-10Fe-4SiC ve Al-10Fe-7SiC numuneleri için yapılan mikrosertlik ölçümlerine göre mekanik alaşım süresinin artması ile kompozit tozlarının sertlik değerlerinde artış olduğu gözlemlenmiştir. Buna ek olarak pekiştirici miktarının artması ile sertlik değerlerinde yine artış olduğu şekil 5.50'de görülmektedir.



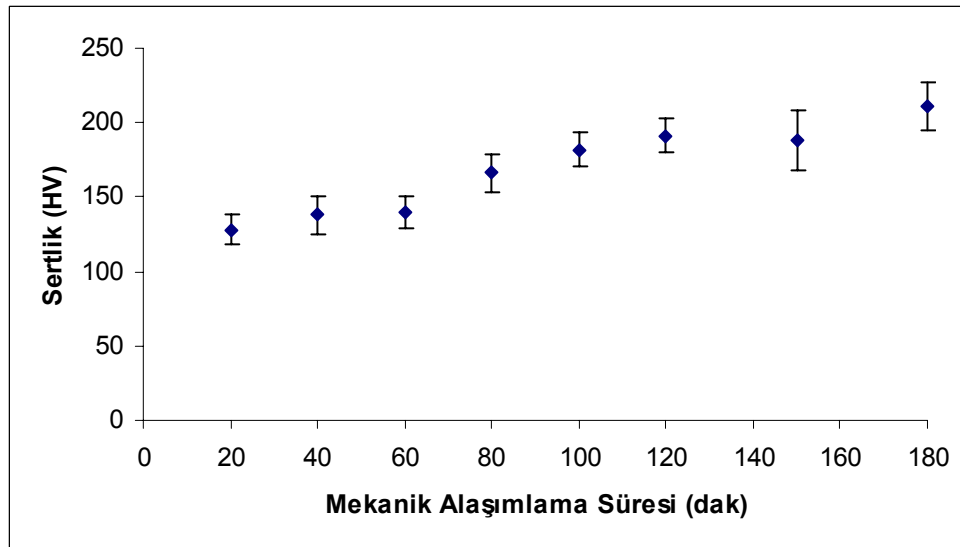
Şekil 5.55: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC, Al-10Fe-4SiC, Al-10Fe-7SiC numunelerinin sinter sonrası sertlik değerlerinin karşılaştırmalı grafiği

Şekil 5.56'de Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃, şekil 5.57'te Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃, ve şekil 5.58'te Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ numuneleri için artan mekanik alaşım süresinin

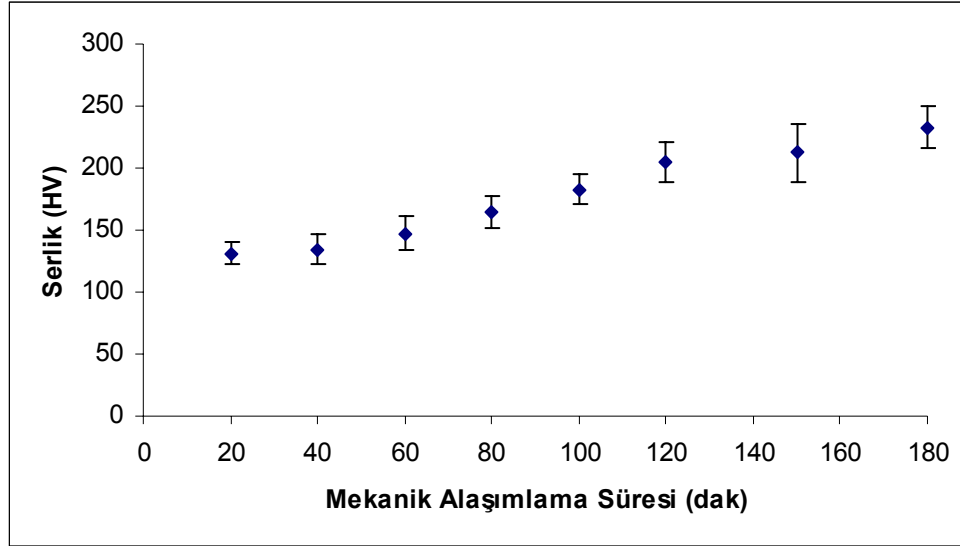
sertliğe etkisi görülmektedir. Şekil 5.59’te ise bu numuneler için pekiştirici miktarının artması ile tozların sertlik değerlerindeki değişim gösterilmektedir.



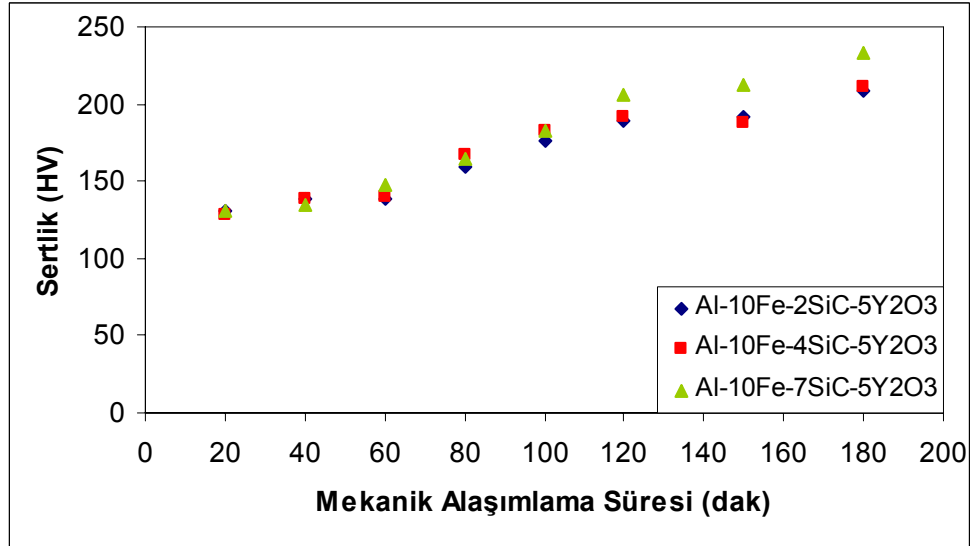
Şekil 5.56: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA’lanmış Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃ numunelerinin sinter sonrası sertlik değişim grafikleri



Şekil 5.57: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA’lanmış Al-10Fe-4SiC-5Y₂O₃ numunelerinin sinter sonrası sertlik değişim grafikleri



Şekil 5.58: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ numunelerinin sinter sonrası sertlik değişim grafikleri



Şekil 5.59: Çeşitli sürelerde (20, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 180 dk) MA'lanmış Al-10Fe-2SiC-5Y₂O₃, Al-10Fe-4SiC-5Y₂O₃, Al-10Fe-7SiC-5Y₂O₃ numunelerinin sinter sonrası sertlik değerlerinin karşılaştırılmalı grafiği

Numunelere yapılan mikrosertlik testleri sonucunda yapıya SiC ilavesinin artması ile sinterlenmiş numunelerin sertlik değerleri yükselmiştir. Ayrıca MA. Süresinin artması ile numunelerin sertlik değerlerinde de belirgin bir artış olmaktadır. Y₂O₃ içeren numuneler sadece SiC ile pekiştirilmiş numunelere oranla daha yüksek sertlik değerlerine ulaşmışlardır.

6. SONUÇLAR

1. Mekanik alaşımlamanın toz parçacıklarının şekillerini ve boyutlarını değiştirdiği gözlemlenmiştir. Tozlar, kısa öğütme sürelerinde yassı bir yapıya sahipken öğütme süresi arttıkça eşekslenli ve daha homojen görünümlü bir yapıya sahip olmuştur.
2. Kompozit tozlarının numunelerin mekanik alaşımlama sonrası X-ışınları difraksiyon paternleri incelendiğinde artan mekanik alaşımlama süresi ile birlikte, numunelerin kristal tane boyutlarındaki azalma ve mekanik alaşımlama süresinin artışı ile yapıya kazandırılan iç gerilmelerin ve deformasyonun etkisiyle tüm difraksiyon paternlerindeki pikler genişlemiş ve pik yükseklikleri azalmıştır.
3. Taramalı elektron mikroskobu resimlerinin incelenmesi sonucunda mekanik alaşımlama süresindeki artışa paralel olarak toz parçacık boyutlarında azalma ve şekil değişikliği gözlenmiştir.
4. Tozlara uygulanan tane boyut analizlerine göre mekanik alaşımlama başlangıcında tozların partikül boyut dağılımları başlangıç tozlarına yakın değerlerde iken yükek mekanik alaşımlama sürelerinde ortalama boyut beklentilerin tam tersi yönde 2-3 kat artmıştır. Bunun sebebi yapının aglomere olmasıdır.
5. Tozlara yapılan BET yüzey alanı analizlerine göre de tozların yüzey alanı değerlerinde beklentinin tersine azalma olduğu görülmüştür. Bu azalmanın sebebi de yapının aglomere olması sonucu yüzey alanının azalmasıdır.
6. Öğütme süresinin artması toz haldeki kompozitlerin mikrosertlik değerlerini arttırmaktadır, bunun sebebi mekanik alaşımlama sırasında tozların devamlı olarak kırılıp tekrar kaynaması ile devamlı bir deformasyona maruz kalması sonucu oluşan deformasyon sertleşmesidir.
7. Sinter öncesi yoğunluk değerleri incelendiğinde yüksek sürelerde mekanik alaşımlanmış numunelerin yaş yoğunluk değerleri kısa sürelerde mekanik alaşımlanmış numunelere oranla az bir miktar daha düşüktür. Bunun sebebi malzeme sertliğindeki artışın numunelerin preslenebilirliğini azaltmasıdır.
8. Sinterlenmiş numunelere yapılan yoğunluk ölçümlerinde artan mekanik alaşımlama süresi ile yoğunluk artmaktadır. Bunun yanında sadece SiC içeren

numunelerin yoğunluk değerleri bir miktar farklılık gösterirken Y_2O_3 ilave edilmiş numunelerin yoğunluk değerlerinin birbirine daha yakın seviyelerde olduğu görülmüştür. Y_2O_3 ilavesi numunelerin sinterlenme davranışına olumlu etki yapmıştır.

9. Sinterlenmiş numunelerin mekanik alaşımlama sonrası X-ışınları difraksiyon paternleri incelendiğinde artan mekanik alaşımlama süresi ile birlikte, tüm difraksiyon paternlerindeki pikler genişlemiş ve pik yükseklikleri azalmıştır. Artan SiC miktarına bağlı olarak sistemde SiC'ye ait pikler belirginleşmiştir. Buna ek olarak yapıda $Al_{13}Fe_4$ intermetalik bileşiğinin oluşumu gözlemlenmiştir. Ancak yapılan XRD çalışmalarında Al-10Fe-7SiC numunesinde $Al_{13}Fe_4$ intermetalik bileşiğine rastlanmamıştır.
10. Sinterlenmiş numunelere yapılan SEM çalışmalarında numunelerde genel olarak iki farklı bölge gözlemlenmiştir. Bunlar daha açık renkte görülmekte olan Al, Fe ve pekiştirici fazın bulunduğu bölgeler ve buna ek olarak resimlerde koyu renkte görülen Fe'nin bulunmadığı bölgelerdir. Bu görünümün Y_2O_3 içeren sinterlenmiş numunelerde de benzerdir.
11. Sinterlenmiş numunelere yapılan mikro sertlik ölçümleri sonucunda artan pekiştirici miktarı ile numunelerin sertlik değerleri artmaktadır. Bunun yanında mekanik alaşımlama süresinin artması ile de sinterlenmiş numunelerin sertlik değerleri belirgin bir şekilde artmaktadır. Son olarak SiC ve Y_2O_3 içeren numuneler sadece SiC ilave edilmiş numunelere oranla daha yüksek sertlik değerlerine sahiptirler. Üretilen numunelerde en iyi mekanik özellikler Al-10Fe-7SiC-5 Y_2O_3 numunesine aittir.

KAYNAKLAR

- Ahlatçı, H.**, 2003. Alüminyum-Silisyum Karbür Kompozitlerin Mekanik Özelliklerine ve Aşınma Davranışına Takviye Boyutunun ve Matris Bileşiminin Etkisi, *Doktora Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Aigbodion, V.S. and Hassan, S.B.**, 2006. Effect of silicon carbide reinforcement on microstructure and properties of cast Al-Si-Fe/SiC particulate composites, *Materials Science & Engineering A*, **447**, 355-360.
- Askeland, D.R.**, 1998. The Science and Engineering of Materials, Nelson Thornes Ltd., United Kingdom.
- Callister, W.D-Jr.**, 2000, Materials Science and Engineering: An Introduction, Wiley, New York.
- Chen, I.W.**, 2000. Low Temperature Processing and Kinetics of Ceramics and Ceramic Matrix Composites with Large Interfacial Areas. Department of Energy, Basic Energy Sciences, *Final Technical Report*, Philadelphia, USA.
- Clyne, T.W.**, 2001. Metal Matrix Composites: Matrices and Processing, in *Encyclopaedia of Materials: Science and Technology*, Ed. Mortensen, A., Elsevier.
- Demirkesen, E.**, 2003. Kompozit Malzemeler Ders Notları, İstanbul Teknik Üniversitesi.
- El-Eskandarany, M.S.**, 2001. Mechanical Alloying for Fabrication of Advanced Engineering Materials, Noyes Publications, New York.
- Ersoy H.Y.**, 2001. Kompozit Malzeme, Literatür Yayınları, İstanbul.
- Fayed, M.E. and Otten L.**, 1997. Handbook of Powder Science and Technology, Chapman & Hall, New York.
- Flinn, R.A. and Trojan, P.K.**, 1995. Engineering Materials and Their Applications, Wiley, New York.
- German, R.M.**, 1994. Powder Metallurgy Science, Princeton, New Jersey.

- Huda, M.D., Hashmi, M.S.J. and El-Baradie, M.A.,** 1995. MMCs: Materials, Manufacturing and Mechanical Properties, *Key Engineering Materials*, **104-107**, 37-64.
- Ibrahim, I.A., Mohamed, F.A. and Lavernia, E.J.,** 1991. Particulate Reinforced Metal Matrix Composites - a review. *Journal of Materials Science*, **26**, 1137-1156.
- Illekova, E., Janickovic, D., Kubecka, P., Svec, P. and Gachon, J.C.,** 2003. Thermodynamic analysis of the clustering in the $\text{Al}_{90}\text{Fe}_7\text{Nb}_3$ alloy, *Materials Science & Engineering A*, **375-377**, 946-950.
- Inoue, M., Nagao, H., Suganuma, K. and Niihara, K.,** 1998. Fracture properties of Fe-40 at. % Al matrix composites reinforced with ceramic particles and fibers, *Materials Science & Engineering A*, **258**, 298-305.
- Inoue, M., Suganuma, K. and Niihara, K.,** 1999. Fracture mechanism of FeAl matrix composites with discontinuous ceramic reinforcements, *Materials Science & Engineering*, **A265**, 240-245.
- Kainer, K.U.,** 2006. Metal Matrix Composites-custom Made Materials for Automotive and Aerospace Engineering, Wiley VCH-Verlag GmbH, Weinheim.
- Kang, S.J.L.,** 2005. Sintering: Densification, Grain Growth, and Microstructure, Elsevier, Butterworth-Heinemann, Amsterdam.
- Keçeli, Z.,** 2007. Characterization investigations of powder and sintered Al-SiC and Al-B₄C composites developed via mechanical alloying, *Yüksek Lisans Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Ko, S.H., Park, B.G., Hashimoto, H., Abe, T. and Park, Y.H.,** 2002. Effect of MA on microstructured and synthesis path of in-situ TiC reinforced Fe-28at. % Al intermetallic composites, *Materials Science & Engineering A*, **329**, 78-83.
- Ko, S.H. and Hanada, S.,** 1999. In-situ production and microstructures of iron aluminide/TiC composites, *Intermetallics*, **7**, 947-955.
- Koch, C.C.,** 1998. Intermetallic matrix composites prepared by mechanical alloying – a review, *Materials Science & Engineering A*, **224**, 39-48.
- Krasnowski, M., Fadeeva, V.I. and Matyja, H.,** 1999. Nanocomposites Produced by Mechanical Alloying of the $\text{Al}_{50}\text{Fe}_{25}\text{Ti}_{25}$ Powders Mixture, *Nanostructured Materials*, **12**, 455-458.

- Krasnowski, M., Grabias, A. and Kulik, T.,** 2006. Phase transformation during mechanical alloying of Fe-50% Al and subsequent heating of the milling product, *Journal of Alloys and Compounds*, **424**, 119-127.
- Krasnowski, M., Witek, A. and Kulik, T.,** 2002. The FeAl-30%TiC nanocomposite produced by mechanical alloying and hot-pressing consolidation, *Intermetallics*, **10**, 371-376.
- Kubalova, L.M., Sviridov, I.A., Vasilyeva, O.Y. and Fadeeva, V.I.,** 2007. Structural transformation in mechanosynthesized bcc Fe-Al-Si(Ge) solid solutions during heating, *Journal of Alloys and Compounds*, **4343-435**, 467-471.
- Lee, P.W.,** 1998. ASM Handbook: Powder Metallurgy Technologies and Applications, Volume 7, ASM International.
- Lindroos, V.K., Hellman, J.T., Lou, D., Nowak, R., Pagounis, E., Liu, X.W. and Penttinen, I.M.,** 2004. Designing with metal matrix composites, in *Handbook of Mechanical Alloy Design*, Eds. Totten, G.E., Xie, L. and Funatani, K, M. Dekker, New York.
- Liu, Y.B., Lim, S.C., Lu, L. and Lai, M.O.,** 1994. Recent Development in the Fabrication of Metal Matrix Particulate Composites Using Powder Metallurgy Techniques. *Journal of Materials Science*, **29**, 1999-2007.
- Mazumdar, S.K.,** 2002. Composite Manufacturing: Materials, Product and Process Engineering, CRC Pres, London
- Nair, S.V., Tien, J.K. and Bates, R.C.,** 1985. SiC-Reinforced Aluminium Metal Matrix Composites, *International Metal Reviews*, **30**, 275-288.
- Newkirk, J.W. and Kosher, R.A.,** 2004. Designing with Powder Metallurgy Alloys, in *Handbook of Mechanical Alloy Design*, Eds. Totten, G.E., Xie, L. and Funatani, K.M., Dekker, New York.
- Öveçoğlu, M.L.,** 1987. Development of a dispersion-strengthened Al-Fe-Ce alloy by mechanical alloying and related theoretical modeling of dislocations in composite materials. *Doktora Tezi*, Stanford University, Los Angeles, CA.
- Peng, L.M., Li, H., Wang, J.H. and Gong, M.,** 2005. High strenght and high fracture toughness ceramic-iron aluminade (Fe_3Al) composites, *Materials Letters*, **60**, 883-887.
- Randall, M.G.,** 1996. Sintering theory and practice, Wiley, New York.

- Schwartz, M.M.**, 1999. Composite materials: Mechanical Behavior and Structural Analysis, Springer, New York.
- Seleznev, M.L., Cornie, J.A., Mason, R.P. and Ryals, M.A.**, 1995. High Volume Fraction Ceramic Reinforced Aluminium Matrix Composites for Automotive Applications: *mechanical properties and microstructural characterization. Technical paper*, MMCC Inc.
- Suryanarayana, C.**, 2004. Mechanical Alloying and Milling, Marcel Dekker, New York.
- Suryanarayana, C., Ivanov, E. and Boldyrev, V.V.**, 2001. The Science and Technology of Mechanical Alloying, *Materials Science and Engineering A*, **304-306**: 151-158.
- Tjong, S.C. and Ma, Z.Y.**, 2000. Microstructural and mechanical characteristics of in situ, metal matrix composites, *Materials Science and Engineering*, **29**, 49-113.
- Totten, G.E., Xie, L., and Funatani, K.**, 2004. Handbook of Mechanical Alloy Design, Marcel Dekker Inc., New York.
- Upadhyaya, G.S.**, 2000. Sintered Metallic and Ceramic Materials: Preparation, Properties, and Applications, Wiley, New York.
- Wessel, J.K.**, 2004. Handbook of Advanced Materials: Enabling New Designs, Wiley-Interscience Publication, New Jersey.
- Woo, K.D. and Zhang, D.L.**, 2003. Fabrication of Al-7wt%Si-0.4wt%Mg/SiC nanocomposite powders and bulk nanocomposites by high energy ball milling and powder metallurgy, *Current Applied Physics*, **4**, 175-178.
- Yoshikawa, N., Hattori, A. and Taniguchi, S.**, 2002. Growth rates and microstructures of reacted layers between molten Al-Fe alloy and SiO₂, *Materials Science & Engineering A*, **342**, 51-57.
- Zambon, A., Badan, B. and Maddalena, A.**, 2003. Production, microstructural and mechanical characterization of spray formed Al-6 wt.% Fe alloy and pre-mixed Al-6 wt.% Fe/SiC composite, *Materials Science & Engineering*, **375-377**, 645-650.
- Zou, Y., Shigeoki, S., Kiyoshi, K.**, 2002. Fast amorphization and crystallization in Al-Fe binary system by high-energy ball milling, *Materials Research Bulletin*, **37**, 123-131.

ÖZGEÇMİŞ

Ahmet Umut SÖYLER 11 Mart 1982’de Bursa’da doğdu. Bursa Şükrü Şankaya Anadolu Lisesi’ndeki eğitiminin ardından 2001 yılında İstanbul Teknik Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümünü kazandı. Metalurji ve Malzeme Mühendisliği lisans eğitimini 2005’de tamamladı. Aynı yıl içerisinde İstanbul Teknik Üniversitesi Malzeme Mühendisliği Yüksek Lisans Programına başladı.