



T.C.  
KONYA TEKNİK ÜNİVERSİTESİ  
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

MEKANİK ALAŞIMLANMIŞ TiC VE Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  
PARTİKÜL TAKVİYELİ AA7075 METAL  
MATRİSLİ NANOKOMPOZİTLERİN  
ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Emin SALUR

DOKTORA TEZİ

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim  
Dalı

Mart-2021  
KONYA  
Her Hakkı Saklıdır

## TEZ KABUL VE ONAYI

Emin SALUR tarafından hazırlanan “**MEKANİK ALAŞIMLANMIŞ TiC VE Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> PARTİKÜL TAKVİYELİ AA7075 METAL MATRİSLİ NANOKOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**” adlı tez çalışması 29/03/2021 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Konya Teknik Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı’nda DOKTORA TEZİ olarak kabul edilmiştir.

### Jüri Üyeleri

### İmza

#### Başkan

Dr. Öğr. Üyesi Mehmet YILDIRIM

.....

#### Danışman

Prof. Dr. Mustafa ACARER

.....

#### Üye

Doç. Dr. Volkan KALEM

.....

#### Üye

Dr. Öğr. Üyesi İlyas ŞAVKLIYILDIZ

.....

#### Üye

Dr. Öğr. Üyesi Gökhan ARICI

.....

Yukarıdaki sonucu onaylarım.

Prof. Dr. Saadettin Erhan KESEN  
Enstitü Müdürü

## **TEZ BİLDİRİMİ**

Bu tezdeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edildiğini ve tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

## **DECLARATION PAGE**

I hereby declare that all information in this document has been obtained and presented in accordance with academic rules and ethical conduct. I also declare that, as required by these rules and conduct, I have fully cited and referenced all material and results that are not original to this work.

Emin SALUR

Tarih: 29/03 /2021

Bu tez çalışması Selçuk Üniversitesi BAP Koordinatörlüğü tarafından 20401019 nolu proje ile desteklenmiştir.

## ÖZET

### DOKTORA TEZİ

# MEKANİK ALAŞIMLANMIŞ TiC VE Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> PARTİKÜL TAKVİYELİ AA7075 METAL MATRİSLİ NANOKOMPOZİTLERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Emin SALUR

Konya Teknik Üniversitesi  
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü  
Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Mustafa ACARER

2021, 164 Sayfa

Jüri

Prof. Dr. Mustafa ACARER

Doç. Dr. Volkan KALEM

Dr. Öğr. Üyesi Mehmet YILDIRIM

Dr. Öğr. Üyesi İlyas ŞAVKLIYILDIZ

Dr. Öğr. Üyesi Gökhan ARICI

Bu çalışmanın amacı mekanik alaşımlama yöntemi ile farklı takviye türünde (TiC ve Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), farklı takviye oranlarında (ağ. %0,5, 1 ve 5) ve farklı öğütme sürelerinde (0,25, 1, 1,5, 2 ve 10 saat) AA7075 Al alaşım matrisli nano kompozit tozların üretilmesi ve bu üretilen tozların sıcak pres yardımıyla konsolidasyonunun sağlanarak hem tozların hem de üretilmiş malzemelerin detaylı karakterizasyonunun gerçekleştirilmesidir. Kıyas yapabilmek adına ayrıca hazır olarak temin edilen başlangıç AA7075 matris tozu ve bu tozdan üretilen numuneye de aynı işlemler uygulanmıştır. Takviye türü, takviye oranı ve öğütme süresinin tozların morfolojisi ve kristalografik özellikleri üzerindeki etkisi taramalı elektron mikroskobu (SEM), geçirimli elektron mikroskobu (TEM), enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi (EDS), parçacık boyutu analizi ve X-ışını kırınımı (XRD) analizleri ile karakterize edilmiştir. Farklı parametrelerin etkisi dikkate alındığında, tozların morfolojik ve kristalografik özellikleri üzerinde en etkili parametrenin öğütme süresi olduğu tespit edilmiştir.

İki farklı takviye türünde öğütülen toz grubunda da başlangıçta küresel olan tozların şekli kısa öğütme sürelerinde korunmakta iken öğütme süresinin takviye türüne bağlı olarak belirli bir değere kadar artması (1 ve 1,5 sa.) ile pulsu yapıya dönüşmüştür. Artan öğütme süresi ile bu pulsu yapılar rastgele kırılarak daha küçük toz boyutuna sahip parçacıklar oluşmuştur. Genel olarak her iki toz grubu içinde ortalama partikül boyutlarının artan öğütme süresi ile azaldığı görülmüştür ve her iki toz grubunda da en küçük partikül boyutları 10 sa. öğütme sonrasında elde edilmiştir. Hazır olarak temin edilen başlangıç AA7075 tozunun ortalama partikül boyutu 46 µm iken, 10 sa. öğütülmüş tozların partikül boyutları ise toz grubuna göre 16-20 µm aralığında değişmektedir. Bu durumun ana nedeni, Al alaşımı gibi sünek bir matris malzemesi için 10 saat gibi yüksek öğütme süresi sonunda aşırı pekleşmeye bağlı olarak küçük ve düzensiz parçacık oluşumunun artmış olmasıdır. Ayrıca, kullanılan farklı takviye türündeki nano partiküllerin matris içerisinde tamamen homojen bir şekilde dağıtılması öğütmenin son aşaması olan 10 saatlik sürede elde edilmiştir. Takviye türü ve oranına göre bu süre 1,5 ve 2 sa. olarak da değişebilmektedir. Fakat özellikle öğütmenin erken safhalarında (0,25 ve 1 sa.) ise nano takviye partiküllerinin çoğunlukla matris yüzeyinde aglomere oldukları tespit edilmiştir. Tozların X-ışını kırınım desenleri incelendiğinde ise; katı çözeltili, nano partiküllerin veya küçük alaşım elementlerinin matris içinde dağılması ve bilyeli öğütme sistemi içerisinde bulunan sert bilyelerin etkisi altında tetiklenen şiddetli plastik deformasyon nedeniyle kafes üzerindeki gerilme birikiminin artması sonucu pik yoğunluklarında bir azalma ve pik genişliklerinde ise bir artma olduğu görülmüştür. Genel olarak, tozların XRD eğrilerinden yararlanarak değerlendirilen kristalografik özellikler dikkate alındığında ise; her iki toz grubu için de öğütme süresinin ve takviye oranının artması ile

kristalit boyutunun düştüğü, kafes gerinimi ile dislokasyon yoğunluğu değerlerinin arttığı fark edilmiştir. Bu gruplar arasında en düşük kristalit boyutu, en yüksek kafes gerinimi ve yine en yüksek dislokasyon yoğunluğu 10 sa. öğütülmüş tozlarda elde edilmiştir. Toz boyutlarında olduğu gibi kristalografik özellikler üzerinde de etkili parametrenin öğütme süresi olduğu tespit edilmiştir.

Karakterizasyonu tamamlanan tozların konsolidasyonu 30 dakika boyunca uygulanan 400 MPa basınç ve 430 °C sıcaklık değerlerinde sıcak presleme yöntemi ile sağlanmış ve metal matrisli kompozit (MMK) malzemeler başarılı bir şekilde üretilmiştir. Ayrıca, farklı üretim parametrelerinin (takviye türü, oranı ve öğütme süresi) MMK malzemelerinin mikro yapıları ve mekanik özellikleri üzerindeki etkisi, optik mikroskop, SEM, TEM, EDS, yoğunluk ve sertlik sonuçları ile değerlendirilmiştir. Sonuçlar, aşırı plastik deformasyon sonucu sertleşen nano parçacıkların artan öğütme süresiyle matris içerisinde homojen olarak dağılması sonucu meydana gelen dispersiyon sertleşmesi nedeniyle başlangıç AA7075 alaşım malzemesine kıyasla üç kat daha fazla sertlik değerlerine ulaşıldığını ortaya koymuştur. AA7075 başlangıç tozundan üretilen numunenin sertlik değeri 94 Brinell sertlik değerindeyken (BSD) ağı. %5 TiC takviyeli 10 saat öğütülmüş numunenin 280 BSD , ağı. %5 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli 10 saat öğütülmüş numunenin ise 260 BSD dir. Fakat benzer bir durum bağıl yoğunluk sonuçlarında gözlemlenmemiştir. Her iki grupta bulunan MMK malzemeler için artan öğütme süresi sonucu yoğunluk değerlerinde önemli oranda bir azalmanın olduğu tespit edilmiştir. Aynı zamanda, artan takviye miktarı da malzeme yoğunluklarının azalmasına neden olmuştur. Yani, en iyi yoğunluk özelliklerinin ve tatmin edici bir yapısal bütünlüğün elde edilmesi, sadece matris içindeki nano partiküllerin homojen dağılımı ile değil, aynı zamanda optimal partikül boyutu aralığı ve partikül morfolojisinin elde edilmesiyle de ilişkilidir. Yoğunluk sonuçları incelendiğinde TiC takviyeli MMK malzemeler için en yüksek yoğunluk değerleri 1 sa. öğütme sonrası elde edilmişken, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli MMK malzeme grubunda 1,5 sa. öğütme sonrasında elde edilmiştir.

Ayrıca literatürde yapılan neredeyse tüm AA7075 matris esaslı kompozitlerin çalışmaları dikkate alındığında, üretilen bu MMK malzemelerin sertlik değerlerinin diğer üretim yöntemlerinden olan geleneksel soğuk-sıcak pres ve modern üretim teknikleriyle üretilen kompozit malzemelerden çok daha yüksek olduğu bulunmuştur. Sonuç olarak, bu tez çalışması boyunca izlenen iş akışının ve elde edilen bulguların nano partikül takviyeli Al esaslı kompozitlerin mekanik özellikleri üzerinde faydalı etkileri olduğu tespit edilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** AA7075, Karakterizasyon, Mekanik alaşımlama, Öğütme süresi, Takviye türü ve oranı, TiC, Üretim, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

## **ABSTRACT**

### **PhD THESIS**

# **PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF MECHANICALLY ALLOYED TiC AND Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> PARTICLE REINFORCED AA7075 METAL MATRIX NANOCOMPOSITES.**

**Emin SALUR**

**Konya Technical University  
Institute of Graduate Studies  
Department of Metallurgical and Materials Engineering**

**Advisor: Prof. Dr. Mustafa ACARER**

**2021, 164 Pages**

**Jury**

**Prof. Dr. Mustafa ACARER  
Assoc. Prof. Dr. Volkan KALEM  
Asst. Prof. Dr. Mehmet YILDIRIM  
Asst. Prof. Dr. İlyas ŞAVKLIYILDIZ  
Asst. Prof. Dr. Gökhan ARICI**

This study's main purpose is to utilize the mechanical alloying (ball milling) method to produce AA7075 Al alloy matrix nanomaterials with different reinforcement types (TiC and Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), different reinforcement ratios (0.5%, 1 and 5 wt.%), and different ball milling times (0.25, 1, 1.5, 2 and 10 hours). Also, it aims to perform a detailed characterization of both milled powders and composites by consolidating the produced powders with hot pressing. The same procedures were also applied to the as-received AA7075 matrix powder and the sample produced from this powder for comparison purposes. Effect of reinforcement type, reinforcement ratio, and milling time on the morphology and crystallographic properties of powders was characterized by scanning electron microscopy (SEM), transmission electron microscopy (TEM), energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS), particle size analysis, and X-ray diffraction (XRD) analysis. Considering the effects of different parameters, it was determined that the milling time was the most influential parameter on the morphological and crystallographic properties of the powders.

In each powder group, which was milled in two different reinforcement types, the initially spherical powder shape was preserved in short milling times, while the milling time increased to a specific value (1 and 1.5 hours) depending on the type of reinforcement, it turned into a flake-like morphology. These flakes were fractured randomly into smaller particles with the increasing milling time. Overall, it was observed that the average particle sizes in both powder groups decreased with increasing milling time, and the smallest particle sizes in each group were achieved after 10 hours of milling. The particle size of the as-received AA7075 powder was measured as 46 µm. However, the 10 h milled powder's particle size varied between 16-20 µm depending on the powder group. This is because increasing small and irregular particles within the ductile matrix phase due to excessive plastic deformation in the last milling stage (10 h). Besides, both nanoparticles' homogeneous dispersion in the matrix was attained in the last stage of milling. This period could be varied between 1.5 and 2 hours based on the reinforcement type and ratio. However, in the early stages of milling (0.25 and 1 hour), it was observed that the nanoparticles mostly agglomerate on the exterior surface of the matrix. According to XRD analysis, it was observed that a monolithic decrease in peak intensity with visible peak broadening attributed to solid solution mechanism, distribution of reinforcement materials or minor elements in the lattice, and stress accumulation on the lattice, triggered by commonly known ball milling phenomena because of the effect of excessive plastic deformation. For each group, a decrement in crystallite size along with an increment in lattice strain and dislocation density were observed according to crystallographic properties evaluated by using the XRD curves of the powders. Among these groups, the lowest crystallite size, the highest lattice strain, and the

highest dislocation density was obtained after 10 h of milling. It was determined that the most effective parameter on crystallographic properties was the milling time, which is similar to the change in particle sizes.

After the powder characterization, consolidation of the milled powders was performed via hot pressing under 400 MPa, and 430 °C for 30 min and MMCs were successfully produced. The effect of different production parameters (reinforcement type, ratio, and milling time) on microstructure and mechanical properties of MMCs was evaluated by optical microscope, SEM, TEM, EDS, relative density, and hardness results. Results revealed that the 10 h milled composites were almost 3 times harder than the initial AA7075 alloy due to the dispersion hardening resulting from the nanoparticles' homogeneous dispersion within the matrix as a result of excessive plastic deformation with prolonging milling time. The hardness values of initial AA7075 alloy, 10 h milled 5 wt.% TiC reinforced and 5 wt.% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> reinforced composites were measured as 94, 280, and 260 HB, respectively. However, the same singularity was not matter on the relative density results. It was determined that there is a significant decrease in density values for each MMC group with increasing milling time. Besides, increasing reinforcement ratio caused a decrement in the density of MMCs. In conclusion, the achievement of the best packing density and enhancement of the structural integrity is associated not only with the uniform distribution of nanoparticles within the matrix but also with obtaining the optimal particle size range and particle morphology. According to density results, it was found that the highest density values for TiC and Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> reinforced MMCs are 1 and 1.5 hours of ball milling, respectively.

Considering the published studies in the literature about the AA7075 matrix-based composites, it was noticed that produced MMCs in this thesis exhibit superior hardness results than the composite materials produced by the traditional cold-hot press and modern production techniques. As a result, it was concluded that the obtained findings in this thesis had beneficial effects on the mechanical properties of nanoparticle reinforced Al-based composites.

**Keywords:** AA7075, Characterization, Mechanical alloying, Milling time, Production, Reinforcement type and ratio, TiC, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

## ÖNSÖZ

İnsanlığın yaşam standartları teknolojik gelişmeler ile iyileştirilebilir ve bu gelişmeler büyük ölçüde malzeme bilimindeki ilerlemeye bağlıdır. Yirminci yüzyılın ikinci yarısından bu yana, malzeme bilimindeki araştırmalar, metal matris kompozitlerin (MMK) ortaya çıkması ile ivme kazanmıştır. Mekanik alaşımlama (MA) yöntemi de MMK malzemeleri üretmek için sıklıkla tercih edilen, takviye malzemelerinin segregasyonunu ve aglomerasyonunu önleyen ve matris içerisinde homojen bir dağılım sağlayan oldukça verimli bir tekniktir. Fakat, mekanik alaşımlanmış ürünlerin üstün mekanik özelliklere sahip olabilmesi uygulanan üretim yöntemlerine ve öğütme parametrelerine bağlı olarak değişmektedir. Ayrıca, MMK'lerin nihai özellikleri, matrisin ve takviye malzemelerinin özelliklerine, takviye malzemesi ile matris arasındaki ara yüzey bağına bağlı olarak önemli oranda değişir. Öğütme ve üretim parametrelerinin kompozit tozlarının toz morfolojisi ve kristalografik yapısı ve bu tozlardan üretilen MMK malzemelerin özellikleri üzerindeki etkisi hakkında kapsamlı bir bilgiye rastlanılmamıştır. Bu sebeple toz özelliklerinin ve toz metalurjisi ile üretilen MMK malzemelerin farklı takviye türü, oranı ve öğütme süresinden nasıl ve ne oranda etkilendikleri bu çalışmanın ana çıkış noktasıdır.

Yürütülen tez çalışması iki ana kısımdan oluşmaktadır. İlk olarak, farklı takviye türü, oranı ve öğütme süresinin mekanik alaşımlama ile üretilen tozların morfolojisi, kristalografik özellikleri, parçacık boyutu ve dağılımı üzerindeki etkisini incelemek amaçlanmıştır. İkinci aşamada ise, öğütülmüş tozların sinterlenen numunelerin yapısında ne gibi değişiklikler meydana getirdiği, üretilen MMK malzemelerin konsolidasyon davranışı, sahip oldukları yoğunluk ve sertlik değerlerinde meydana gelen değişimler mikro yapısal gelişim sonuçları ile değerlendirilmiştir. Bu çalışmadan elde edilen sonuçlar birbirleriyle karşılaştırmalı olarak değerlendirilerek deneysel sonuçlar ve tartışma kısmında belirtilmiştir. Elde edilen veriler neden-sonuç ilişkisine dayandırılmış ve malzeme biliminin temelini oluşturan işlem-yapı-özellik-performans ilişkisi dikkate alınarak değerlendirilmiştir.

Bu çalışmanın ortaya çıkmasında, büyük desteğini ve katkılarını esirgemeyen danışman hocam, Sayın Prof. Dr. Mustafa ACARER'e ve tez izleme komitesi üyeleri Dr. Öğr. Üyesi Mehmet YILDIRIM'a ve Dr. Öğr. Üyesi İlyas ŞAVKLIYILDIZ'a müteşekkirim.

Çalışmanın başından sonuna kadar yanımda olan, numunelerin üretilmesinden sonuçların değerlendirilmesine kadar her türlü konuda yardımını esirgemeyen, çalışma ile alakalı her türlü konuda ilerleyişimi hızlandıran ve çalışmamı kolaylaştıran Dr. Öğr. Üyesi Cihad NAZİK'e teşekkürü bir borç bilirim. Yapılan tüm atölye işlerinde fikir ve uygulama bazında desteğini esirgemeyen teknisyenlerimize de ayrıca teşekkür ederim. Bu çalışmaya araştırma projesi ile destek veren Selçuk Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğüne ve bölümün altyapı imkanlarını kullanımımıza olanak sunan Selçuk Üniversitesi ve Karadeniz Teknik Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümünde görev yapmakta olan öğretim elemanlarına teşekkür ederim.

Numunelerin üretilmesinde, test edilmesinde ve sonuçların işlenmesinde yardımını esirgemeyen sayın Dr. Öğr. Üyesi Gökhan ARICI'ya, Arş. Gör. Halit SÜBÜTAY'a, Arş. Gör. Salih Bilal ÇETİNKAL'a, Arş. Gör. Dr. Eyüb CANLI'ya, Kutay CANPOLAT'a, Özkan ÜZÜM'e ve Kemal DOĞAN'a ve çalışmam boyunca maddi manevi desteğini esirgemeyen ve çalışmaların tamamında yanımda olan sayın Dr. Öğr. Üyesi Abdullah ASLAN'a ve Arş. Gör. Dr. Mustafa KUNTOĞLU'na teşekkür ederim. Son olarak, bu günlere gelmemde sonsuz emeği, desteği ve duası olan; tüm hayatım boyunca olduğu gibi bu ve bundan sonraki çalışmalarım da yanımda olacak olan aileme sabırlarından ve anlayışlarından dolayı teşekkürü bir borç bilirim.

Emin SALUR  
KONYA-2021

# İÇİNDEKİLER

<b>ÖZET</b> .....	<b>iv</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>vi</b>
<b>ÖNSÖZ</b> .....	<b>viii</b>
<b>İÇİNDEKİLER</b> .....	<b>x</b>
<b>SİMGELER VE KISALTMALAR</b> .....	<b>xiii</b>
<b>1. GİRİŞ</b> .....	<b>1</b>
<b>2. METAL MATRİSLİ KOMPOZİTLER</b> .....	<b>4</b>
2.1. Alüminyum Metal Matrisli Kompozitler (AMMK) .....	4
2.1.1. Alüminyum metal matrisli kompozitlerin üretimi .....	6
<b>3. MEKANİK ALAŞIMLAMA METODU</b> .....	<b>9</b>
3.1. Bilyeli Öğütücü/Değirmen Türleri.....	11
3.2. Öğütme Prosesi Değişkenleri.....	12
3.2.1. Öğütücü tipi .....	13
3.2.2. Öğütme haznesi.....	13
3.2.3. Öğütme hızı.....	13
3.2.4. Öğütücü ortamı/bilye türü.....	14
3.2.5. Öğütme süresi .....	14
3.2.6. Bilye/toz oranı.....	14
3.2.7. Hazne dolum oranı .....	15
3.2.8. Öğütme atmosferi .....	15
3.2.9. Öğütme işlemi kontrol katkısı.....	15
3.2.10. Öğütme sıcaklığı .....	16
3.3. Öğütme Aşamaları .....	16
3.3.1. İlk aşama .....	17
3.3.2. Ara aşama .....	19
3.3.3. Son aşama .....	19
3.3.4. Tamamlanma aşaması.....	20
3.4. Mekanik Alaşımlamada Öğütme Sistemleri .....	21
3.4.1. Sünek-gevrek sistemler.....	21
3.4.2. Sünek-sünek sistemler .....	22
3.4.3. Gevrek-gevrek sistemler .....	23
<b>4. TOZ KONSOLİDASYON/BİRLEŞTİRME YÖNTEMLERİ</b> .....	<b>24</b>
4.1. Sıcak Presleme (HP) Yöntemi .....	24
<b>5. KAYNAK ARAŞTIRMASI</b> .....	<b>26</b>
5.1. Bilyeli Öğütme Parametreleri .....	26

5.2. Konuyla İlgili Yapılan Çalışmaların Özetleri .....	31
<b>6. MATERYAL VE YÖNTEM.....</b>	<b>35</b>
6.1. Giriş .....	35
6.2. Malzemeler .....	35
6.2.1. Matris ve takviye elemanı olarak kullanılan tozlara ait bilgiler .....	35
6.3. Yöntem.....	37
6.4. Mekanik alaşımlama işlemi ile MMK tozların hazırlanması.....	38
6.5. Tozların Karakterizasyonu.....	43
6.5.1. Partikül boyut analizi .....	43
6.5.2. Toz morfolojisi .....	44
6.5.3. X-ray ışınları (XRD) analizi .....	45
6.5.4. Yüksek çözünürlüklü geçirimli elektron mikroskobu (HRTEM) analizi .....	46
6.6. Sıcak Pres Yöntemi ve MMK Numunelerinin Hazırlanması .....	47
6.7. Üretilen MMK Numunelerinin Mikro Yapı ve Mekanik Özelliklerinin Karakterizasyonu .....	49
6.7.1. Yoğunluk deneyleri.....	49
6.7.2. Sertlik deneyleri.....	50
6.7.3. Metalografik numune hazırlama ve optik mikroskop analizleri.....	51
<b>7. DENEYSEL SONUÇLAR .....</b>	<b>53</b>
7.1. Toz Morfolojisi, Dağılım ve Toz Boyutu Karakterizasyonu .....	53
7.1.1. Toz morfolojisi ve dağılımları .....	53
7.1.2. Toz boyutu analizleri .....	63
7.2. XRD Analizleri ve Kristalografik Özellikler .....	65
7.3.1. TiC takviyeli tozların XRD analizleri.....	68
7.3.2. Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> takviyeli tozların XRD analizleri .....	70
7.3.3. Ögütülmüş tozların kristalit boyutlarında meydana gelen değişimler .....	71
7.3.4. Ögütülmüş tozların kafes gerinimlerinde meydana gelen değişimler .....	74
7.3.5. Ögütülmüş tozların dislokasyon yoğunluklarında meydana gelen değişimler .....	75
7.4. Üretilen MMK Malzemelerin Karakterizasyonu .....	77
7.4.1. MMK malzemelerin mikroyapı karakterizasyonu .....	77
7.4.2. MMK malzemelerin yoğunluk karakterizasyonu .....	86
7.4.3. MMK malzemelerin sertlik karakterizasyonu .....	87
<b>8. TARTIŞMA.....</b>	<b>89</b>
8.1 Toz Karakterizasyonu .....	89
8.1.1. Toz morfolojisi, boyut ve dağılım karakterizasyonu .....	89
8.1.2. XRD analizleri ve kristalografik özellikler.....	90
8.2 Tozlardan Üretilen MMK Malzemelerin Karakterizasyonu.....	91
8.2.1. Mikroyapı sonuçlarının değerlendirilmesi.....	91
8.2.2. Yoğunluk sonuçlarının değerlendirilmesi.....	92
8.2.3. Sertlik sonuçlarının değerlendirilmesi .....	93
8.3 Yüksek Sertlik ve Yoğunluk Sergileyen MMK Malzeme Gruplarının İncelenmesi .....	97
8.3.1. En yüksek yoğunluğa sahip MMK malzeme grubunun geniş kapsamlı karakterizasyonu .....	98

8.3.2. En yüksek sertliğe sahip MMK malzeme grubunun geniş kapsamlı karakterizasyonu .....	114
<b>9. SONUÇLAR VE ÖNERİLER.....</b>	<b>135</b>
9.1 Sonuçlar .....	135
9.2 Öneriler .....	138
<b>KAYNAKLAR.....</b>	<b>141</b>



## SİMGELER VE KISALTMALAR

### Simgeler

Å	:Angström
AA7075	:Al-Zn-Mg-Cu elementlerini içeren Alüminyum alaşımı
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	:Alüminyum oksit
B <sub>4</sub> C	:Bor karbür
CuO	:Bakır oksit
d <sub>50</sub>	:Ortalama parçacık boyutu
MWCNT	:Çok duvarlı karbon nano tüp
SiC	:Silisyum karbür
SiO <sub>2</sub>	:Silisyum dioksit
TiC	:Titanyum karbür
TiN	:Titanyum nitrür
TiO <sub>2</sub>	:Titanyum dioksit
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	:Yttria
WC	:Tungsten karbür
W	:Kütle
ε	:Kafes gerinimi
g	:Yoğunluk
λ	:Dalga boyu
Θ	:Bragg yansıma açısı
β	:Pik genişlemesi

### Kısaltmalar

AA7075	:Alüminyum alaşımı 7075
Ağ.	:Ağırlıkça
AMMK	:Alüminyum metal matrisli kompozit
AISI	:Amerika Demir ve Çelik Endüstrisi (American Iron and Steel Institute)
BSD	:Brinell sertlik değeri
BTO	:Bilye-toz ağırlık oranı
CP	:Soğuk pres
D	:Kristalit boyutu
DY	:Dislokasyon yoğunluğu

Dev/dk	:Devir/dakika
Dk.	:Dakika
EDS	:Enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi
FWHM	:Maksimum yarı yükseklikteki tam genişlik
HIP	:Sıcak izostatik pres
HP	:Sıcak pres
HK	:Hızlı katılaşma
HMK	:Hacim merkezli kübik
HRTEM	:Yüksek çözünürlüklü geçirimli elektron mikroskobu
HSP	:Hegzagonal sıkı paket
İKK	:İşlem kontrol katkısı
MA	:Mekanik alaşımlama
MMK	:Metal matrisli kompozit
OM	:Optik mikroskop
OPB	:Ortalama parçacık boyutu
ÖYA	:Özgül yüzey alanı
PLC	:Programlanabilir mantık denetleyici
SA	:Stearik asit
Sa.	:Saat
SEM	:Taramalı elektron mikroskobu
SPS	:Spark plazma sinterleme
TEM	:Geçirimli elektron mikroskobu
TM	:Toz metalurjisi
YMK	:Yüzey merkezli kübik
XRD	:X-Işını kırınımı

## 1. GİRİŞ

Teknolojik gelişimlerin, malzeme alanındaki ilerlemelere bağlı olduğu bilinen bir gerçektir. Servis yüklerini ve koşullarını taşıyacak yeterli malzeme yoksa, en gelişmiş türbin veya uçak tasarımının bile kullanışlı olmayacağını unutmamak gerekir. Alan ne olursa olsun, teknolojik ilerlemedeki nihai sınırlama malzemeye bağlıdır. Bu bağlamda, kompozit malzemeler, malzemelerdeki sürekli optimizasyon çabasına büyük bir katkıda bulunarak asırlardır insanlar tarafından oldukça dikkat çekmektedir (Aslan, 2018).

Net bir şekilde ifade etmek gerekirse, kompozit malzemeler fikri yeni veya yakın döneme ait bir fikir değildir. Doğa, daima bu fikrin kullanıldığı Hindistan cevizi, hurma yaprağı, kemik, vb. daha birçok örneklerle doludur. Bu doğal olarak oluşan kompozit malzemelere ek olarak, çok genel bir şekilde ve çok uzun süredir kullanımda olan birçok başka mühendislik malzemesi vardır (Chawla, 2012). Kil ile samanı karıştırarak yapılan kerpiç, Moğolların hayvanların toynak ve kemiklerinden faydalanarak yapmış oldukları kompozit yaylar, çimento veya kumla karıştırılmış asfalt ve reçinedeki cam elyaflar yaygın örneklerdir. Bu nedenle, kompozit malzemeler fikrinin o kadar yeni olmadığını görürüz. Bununla birlikte, kompozit malzemelerin üzerine yapılan farklı çalışmaların kökenini, 1960'ların başlangıcı olarak kabul edebiliriz. Bu yıllardan itibaren kompozit malzemelerde uyumlu bir araştırma ve geliştirme çabasının başladığını söylemek çok da yanlış olmayacaktır. O zamanlardan günümüze havacılık, enerji, inşaat vb. çok çeşitli alanlarda; daha sert ve daha güçlü özellikler sergileyen ancak çok daha hafif malzemeler için daima artan bir talep olmuştur. Performansı arttırmak için malzemelere karşı gösterilen talepler o kadar büyük ve çeşitlidir ki, istenilen amaca uygun üstün özelliklere sahip malzeme arayışı hiçbir zaman son bulmayacaktır. Bu durum doğal olarak, kullanıcı gereksinimlerini karşılamak için farklı malzemeleri bir kompozit malzemedeki birleştirme şeklindeki eski kavramın yeniden ele alınmasına yol açar. Bundan dolayı, malzeme bilimciler; doğal ve alaşım maddelerinden daha üstün özelliklere sahip yeni kompozit malzemeler araştırmaya yönelmiştir (Clyne ve Hull, 2019). Kompozit malzemeler kullanıldıkları alana göre basma, çekme gibi gerilmelere, yabancı cisimler tarafından darbeye, aşınmaya, sürünmeye, yorulmaya maruz kalabilirler. Bu özellikler göz önüne alındığında kompozit malzemeler kullanılması istenilen yerdeki özelliklere göre üretilmelidir (Jones, 1998).

Çok çeşitli kompozit malzeme grupları arasında, metal matris kompozitler (MMK'ler) mühendislik ve yapısal uygulamalar için en uygun malzeme gruplarından biri

olarak kabul edilir. Son yıllarda MMK'ler, hafif olmaları, uygun mekanik özellikleri, kolay erişilebilirlikleri ve belki de en önemlisi düşük maliyetleri nedeniyle otomotiv, denizcilik, havacılık ve uçak endüstrilerindeki çeşitli uygulamalarda kullanılmaktadır (Clyne ve Withers, 1995).

Alüminyum, metal matris kompozitler (MMK'ler) için en popüler matris malzemelerinden birisidir. Al alaşımları, düşük yoğunlukları, çökelme ile güçlendirme yetenekleri, iyi korozyon direnci, yüksek ısı ve elektriksel iletkenlikleri ve yüksek sönümlenme kapasiteleri nedeniyle oldukça dikkat çekmektedir. Alüminyum metal matrisli kompozitler (AMMK) 1980'lerden beri geniş çapta incelenmektedir ve günümüzde spor malzemeleri, elektronik ambalaj, havacılık ve de özellikle zırh ve otomotiv endüstrilerinde yaygın olarak kullanılmaktadır (Ren, 2007). AMMK'ler matrisin kimyasal bileşimine bağlı olarak çok çeşitli mekanik özellikler sunarlar. 7xxx serisi, içerdiği alaşım elementleri sayesinde sergilemiş oldukları yüksek mekanik özelliklerinden dolayı alüminyum alaşımları arasında en yaygın kullanılan malzeme gruplarından birisidir. Ancak bu alaşımların kullanım alanları yüksek aşınma direnci, ısı kararlılık, yüksek sıcaklık özellikleri ve yüksek sertlik istenen bazı uygulama alanlarında sınırlıdır (Prasad ve Asthana, 2004). Bu nedenle, seramik parçacıklarının geleneksel alaşım malzemelerine takviye ederek MMK'lerin dayanımı, elastisite modülü, aşınma direnci, ısı kararlılık vb. özelliklerini iyileştirmek için çeşitli çalışmalar yapılmaktadır. Ticari olarak üretilen MMK'lerdeki takviyelerin boyutu genellikle birkaç mikrometreden birkaç yüz mikrometreye kadar değişir. Ancak, işleme zorlukları ve mekanik özellikler üzerindeki nano partiküllerin rolünün anlaşılmasında nedeniyle gelişmiş kompozitlerin geniş kapsamlı kullanımı tam anlamıyla gerçekleştirilmemiştir (Torralba ve ark., 2003).

Basitlik, seri üretim, düşük maliyet, kolay uygulanabilirlik ve esneklik gibi özellikleri de barındırması gereken nedenlerle MMK'lerin üretilmesi için farklı üretim yolları vardır. Bu yöntemlerden birisi de takviye elemanının aglomerasyonunu önleyen ve matris boyunca homojen bir partikül dağılımı elde etmek için kullanılan, mekanik alaşımlama (MA) yöntemidir. MA, yüksek enerjili bir bilyeli öğütme sistemi içerisinde tekrarlanan deformasyon, soğuk kaynak ve kırılma mekanizmalarını içeren homojen nano kristal alaşımları ve nano kompozitleri üretmek için kullanılan önemli bir tekniktir (Suryanarayana, 2001). Fakat, bilyeli öğütülmüş ürünlerin üstün mekanik özelliklere sahip olabilmesi uygulanan üretim yöntemleri ve öğütme parametrelerine bağlı olarak önemli oranda değişmektedir.

Yukarıda bahsedilen veriler doğrultusunda; bu çalışma, mekanik alaşımlama işlemindeki öğütme süresi, nano partikül takviye oranı, partikül çeşidi gibi parametrelerin toz karakterizasyonuna daha sonrasında ise sıcak presleme yardımıyla konsolidasyonu sağlanarak bu tozlardan üretilen MMK malzemelerin mekanik özelliklerine ve performansına etkisini incelemeyi amaçlamaktadır. Bilindiği üzere toz metalurjisi ile üretilen malzemeler düşük yoğunluk yani yüksek gözeneklilik sergilemektedirler. Takviye ve matris malzemesi arasındaki ara yüzey uyumunun ve/veya uyumsuzluğunun mikro boşluklara neden olduğu bilinmektedir. Takviye malzemelerinin nano boyutlarda seçilmesi matris ve takviye malzemesi arasındaki ara yüzey uyumunda mikron boyutlu malzemelere kıyasla daha kaliteli bir yapısal bütünlük elde edilmesine neden olmaktadır. Bu söylemler doğrultusunda, tez çalışmasının ana çıkış noktası: Al alaşımları arasında üstün mekanik özelliklere sahip olan AA7075 Al alaşımından mekanik alaşımlama ve sıcak presleme yöntemlerinden faydalanarak toz metalurjik yöntemlerle yüksek yoğunluk ve sertlik özelliklerine sahip nanokompozit malzeme üretiminin amaçlanmasıdır.

Bu bağlamda tez çalışmasının ilk aşamasında TiC ve Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli AA7075 alüminyum esaslı MMK tozlarının mekanik alaşımlama yöntemi ile farklı takviye miktarlarında ve öğütme sürelerinde üretimi gerçekleştirilmiştir. Daha sonra öğütme süresi, takviye çeşidi ve takviye oranlarının öğütülen tozların morfolojisi ve kristalografik özellikleri üzerindeki etkileri partikül boyutu, taramalı elektron mikroskobu (SEM), geçirimli elektron mikroskobu (TEM), enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi (EDS) ve X-ışını kırınımı (XRD) analizleri kullanılarak belirlenmiştir. Bir sonraki aşamada ise bu öğütülmüş tozların konsolidasyonu sıcak pres yardımı ile gerçekleştirilmiştir. Tez çalışmasının son aşamasında ise öğütülmüş tozların sinterlenen numunelerin yapısında ne gibi değişiklikler meydana getirdiği, üretilen farklı MMK malzemelerin konsolidasyon davranışı ve sahip oldukları mekanik özellikler yoğunluk, sertlik ve mikro yapısal gelişim sonuçları ile değerlendirilmiştir. Tez çalışması sonucu elde edilen veriler birbirleriyle karşılaştırmalı olarak değerlendirilerek deneysel sonuçlar ve tartışma kısmında belirtilmiştir. Elde edilen veriler neden-sonuç ilişkisine dayandırılmış ve malzeme biliminin temelini oluşturan işlem-yapı-özellik-performans ilişkisi dikkate alınarak değerlendirilmiştir.

## 2. METAL MATRİSLİ KOMPOZİTLER

Metal matris kompozitler, sürekli matris olarak bir metal veya bir alaşım malzemesinden ve partikül, kısa fiber veya elyaf veya sürekli fiber olabilen bir takviye malzemesinden oluşur. Takviye elemanına göre üç tür metal matris kompozit (MMK) türü vardır (Kainer, 2006):

- Partikül takviyeli MMK'ler
- Kısa fiber veya elyaf takviyeli MMK'ler
- Sürekli fiber, elyaf veya levha takviyeli MMK'ler.

Matris malzemeleri olarak ise çeşitli metaller ve alaşımları kullanılabilir. Matris malzemesine göre ise yaygın olarak kullanılan MMK'leri şu şekilde sıralayabiliriz:

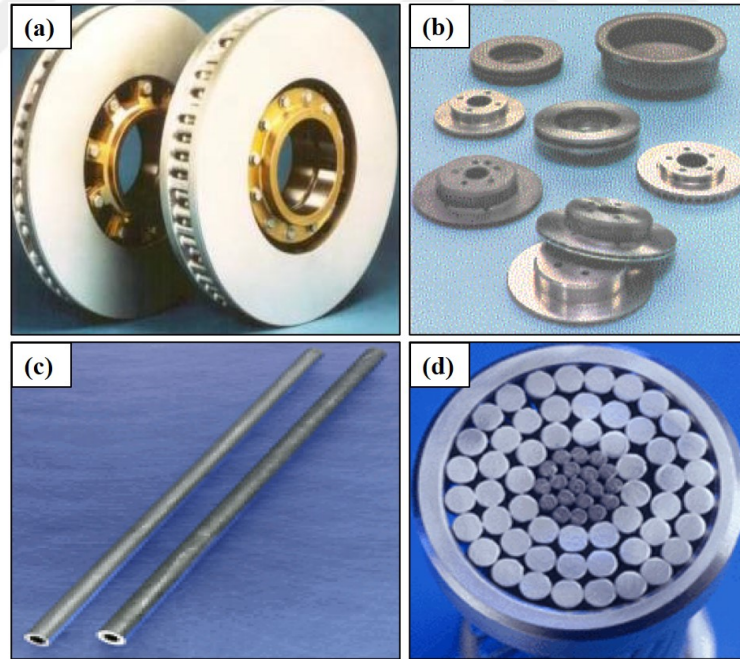
- Alüminyum ve alüminyum alaşım matrisli MMK'ler
- Titanyum ve titanyum alaşım matrisli MMK'ler
- Magnezyum ve magnezyum alaşım matrisli MMK'ler
- Bakır ve bakır alaşım matrisli MMK'ler

### 2.1. Alüminyum Metal Matrisli Kompozitler (AMMK)

Alüminyum ve alaşımları, metal matris kompozitler (MMK'ler) için en popüler matris malzemelerindedir. Al alaşımları, düşük yoğunlukları, çökme ile güçlendirilme yetenekleri, iyi korozyon direnci, yüksek ısı ve elektriksel iletkenlikleri ve yüksek sönümlenme kapasiteleri nedeniyle sıkça tercih edilmektedir (Singh ve Chauhan, 2016). Al-matrisin kimyasal bileşimine bağlı olarak çok çeşitli mekanik özellikler sunarlar. Genellikle  $Al_2O_3$ , SiC, ile güçlendirilirler ancak  $SiO_2$ , B, BN,  $B_4C$ , AlN gibi çeşitli oksit, karbür, nitrür malzemeler ile de güçlendirilebilirler. Alüminyum matrisler genel olarak Al-Si, Al-Cu, 2xxx, 6xxx ve 7xxx alaşımlarıdır (Zhao ve ark., 2004). American Aluminium Association tarafından önerildiği üzere, AMMK'ler bileşenleri tarafından şu şekilde belirtilmelidir: matris malzemesi gösterimi/takviye elemanın kısaltılması/takviye elemanın ne tür olduğunu ifade eden sembolle birlikte hacimce veya ağırlıkça miktarı. Örneğin, hacimce %20 silisyum karbür parçacıklarıyla güçlendirilmiş bir AA7075 alüminyum alaşımı, "AA7075/SiC/20p" olarak adlandırılır. 1980'lerden bu yana ulaşım endüstrilerine yapılan araştırmalar sürekli olarak güçlendirilmiş AMMK'ler geliştirmeyi amaçlamıştır. İzotropik mekanik özellikleri (güçlendirilmemiş alaşımlarından daha

yüksek) ve düşük maliyetleri nedeniyle oldukça dikkat çekmektedirler (Cayron ve ark., 1999).

Çeşitli ve çok sayıda uygulama arasından birkaç örnek Şekil 2.1'de verilmiştir: (a) Alman yüksek hızlı treni için Knorr Bremse tarafından geliştirilen partikül takviyeli alüminyum alaşım (SiC/AlSi7Mg). Dökme demirden yapılan geleneksel parçalarla (125 kg) karşılaştırıldığında, ağırlık tasarrufu potansiyeli sunan AMMK malzemeden üretilen (75 kg) bir rotor çekici. Şekil 2.1(b)'de ise Volkswagen firması tarafından sağlanan partikül takviyeli alüminyum alaşımdan yapılmış fren sistemleri (diskler, tamburlar, kaliperler) gösterilmektedir. Yarış motorları için 3M tarafından üretilen AMMK sürekli fiber takviyeli rotlar ise Şekil 2.1(c)'de gösterilmektedir. Bu rotlar, çelikten %45 oranında daha hafiftir, bunun yanında yüksek titreşim sönümlenme kabileyetine sahiptir. Şekil 2.1(d)'de ise elektrik iletkenlerinin çekirdeği için 3M tarafından da geliştirilen AMMK malzemesinden yapılan teller yer almaktadır. Bu malzemeden yapılan tellerin özellikleri, halihazırda kullanılan çelik tel takviyeli iletkenlerle karşılaştırıldığında önemli performans avantajları sunar.



**Şekil 2.1.** Bazı endüstriyel AMMK uygulamaları: (a) yüksek hızlı tren için fren rotorları, (b) otomotiv fren sistemleri, (c) otomotiv itme çubukları ve (d) elektrik kabloları için çekirdekler (Cayron, 2001).

### 2.1.1. Alüminyum metal matrisli kompozitlerin üretimi

AMMK'leri imal etmek için uygun birkaç yöntem vardır; bunlar 3 ana kategoride sınıflandırılabilir: sıvı hal, katı hal ve biriktirme işlemleri. Kompozitler, tek tip metaller için döküm endüstrisinde halihazırda geliştirilmiş sıvı hal teknikleri kullanılarak çeşitli şekilde üretilebilir. Sıvı hal üretim tekniği genellikle daha ucuzdur ve kullanımı daha kolaydır. Bununla birlikte, sıvı hal üretim işlemi ile ilgili teknik zorluklar arasında, takviye ayrımı ve kümelenmesi, zararlı ara yüzey kimyasal reaksiyonu, lokalize olmuş artık gözeneklilik ve özellikleri bozan zayıf ara yüzey bağlanması bulunur.

Katı hal süreçlerinde, en yaygın yöntemlerden birisi toz metalürjisidir (TM). Bu yöntem, yüksek mekanik özelliklere sahip partikül takviyeli AMMK'lerin elde edilmesine izin verir. Toz metalürjisi (TM) üretimi işleminde, daha düşük bir imalat sıcaklığı kullanıldığı için, güçlü ara yüzey reaksiyonunu önleyebilir ve matris ile takviye arasındaki istenmeyen reaksiyonu en aza indirebilir. TM yöntemi ile takviyenin içeriği ve dağılımı ile matrisin mikro yapısı nispeten kolay bir şekilde kontrol edilebilir. Bu nedenle, TM ürünleri normal olarak, döküm muadillerine göre üstün özelliklere sahiptir (Mondolfo, 2013).

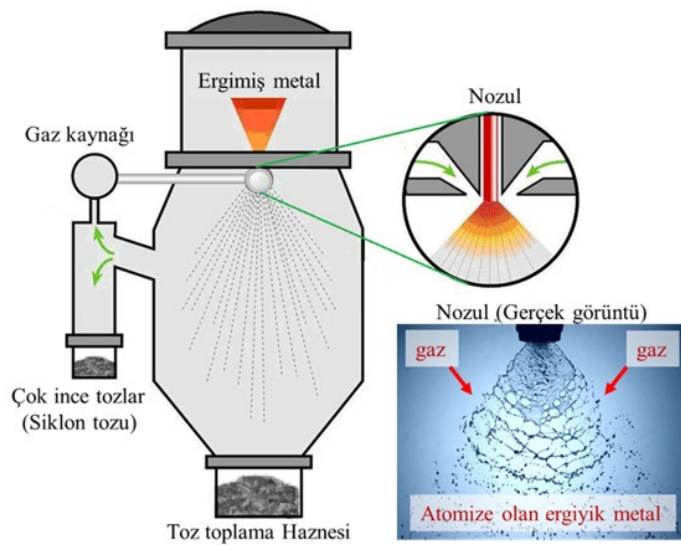
Biriktirme işlemlerinde, erimiş metal damlacıkları takviye fazı ile metal bir yüzeye püskürtülür ve üzerinde toplanır. Bu teknik, matris mikro yapısının çok ince tane boyutları ve segregasyonsuz bir yapı sergilemesi gibi ana avantajlara sahiptir, ancak birkaç dezavantajı vardır. Bunlardan bahsetmek gerekirse; bu teknik yalnızca kesintili takviyelerle kullanılabilir, maliyetler yüksektir ve ürünler, ekstrüzyon, haddeleme veya dövme ile elde edilen basit şekillerle sınırlıdır (Choy, 2003).

#### 2.1.1.1. Alüminyum alaşımlarının toz metalürjisi ile üretimi

Toz metalürjisi, Al alaşımlarının üretiminde yaygın olarak kullanılmaktadır. Geleneksel metal işleme süreçleriyle elde edilemeyen, istenen özelliklere sahip malzemeler, TM yoluyla üretilebilir. Ayrıca, TM üretim yöntemi, malzeme seçimi ve tasarımında büyük bir esneklik ile karakterize edilir. TM yolu şu anda, geleneksel metalürji seviyelerinin ötesinde özelliklere sahip yüksek mukavemetli ve/veya sürünmeye dirençli Al alaşımları üretmek için yaygın olarak kullanılmaktadır (Davis, 1993). Bu tür uygulamalar için en iyi numune, ince, aşırı doymuş mikro yapıya sahip veya kabalaşma ve çözünmeye dirençli ince kuvvetlendirici parçacıkların yoğun bir

dağılımına sahip bir tozdan elde edilmesi sonucu ortaya çıkar. Bu tür bir mikro yapı genellikle hızlı katılaşma, mekanik öğütme ve mekanik alaşımlama ile elde edilir (Schaffer, 2004).

Gaz atomizasyonu, TM ile Al alaşımlarının hazırlanmasında en yaygın kullanılan hızlı katılaştırma yöntemlerinden biridir. Atomizasyon işleminin, genel olarak geniş bir boyut aralığında küresel toz partikülleri ürettiği bildirilmiştir. Atomizasyon ortamını veya işlem parametrelerini değiştirerek, elde edilen parçacık boyutu özelleştirilebilir. Toz partikülün katılaşma hızı esas olarak katılan damlacığın boyutu tarafından belirlendiğinden, gerçek toz partikül boyutu aynı zamanda mikro yapıyı da etkiler (Wiskel ve ark., 2002). Atomize toz partiküllerinin segregasyonsuz, hücresel katılaşma veya dentritik mikro yapılar sergilediği bildirilmiştir (Rokni ve ark., 2014; Becker ve ark., 2015). Artan katılaşma hızı ve sıcaklık gradyanı, mikro yapıyı dentritikten hücresel katılaşma ve segregasyonsuz mikro yapıya değiştirir. Bu nedenle, en yavaş katılaşma hızı ile karakterize edilen en büyük toz parçacıkları dentritik mikro yapı sergiler (Bergmann ve ark., 2000). Daha hızlı katılaşma hücresel katılaşma mikro yapısına yol açar. Artan soğutma hızı aynı zamanda hücrelerin ve dendritlerin iyileştirilmesine de neden olur (Rokni ve ark., 2014; Wenming ve ark., 2017). En yüksek katılaşma oranları, metaller arası parçacıkların oluşumunu engeller ve amorf fazların oluşumuna yol açabilir. Yukarıda bahsedilen gaz atomizasyonu yönteminin şematik gösterimi Şekil 2.2'de yer almaktadır.



Şekil 2.2. Gaz atomizasyon işleminin tipik bir gösterimi ve atomize olmuş tozların görüntüsü (Nazik, 2013)

### 2.1.1.2. Al-Zn-Mg-Cu alařım sistemleri

Al-Zn-Mg-Cu alařım sistemi, ana alařım elementi Zn, en ok kullanılan minör alařım elementleri ise Mg ve Cu olan Al7xxx serisine aittir. Bu Al alařımları, yüksek mukavemetleri ve ısıl iřlem grme zellikleri sayesinde geleneksel olarak havacılık ve nakliye uygulamaları iin kullanılmaktadır (Davis, 2001).



### 3. MEKANİK ALAŞIMLAMA METODU

Yukarıda bahsedildiği gibi, hızlı katılaşma (HK) çözünebilirliği artırır ve tane boyutunu küçültür. Mikroyapısal iyileştirmenin daha fazla yapılması, hızla katılan tozun mekanik alaşımlama/mechanik öğütülmesiyle elde edilebilir. Aynı zamanda mekanik alaşımlama, HK'ya kıyasla katı çözünürlüğü artırabilir (Suryanarayana, 2001).

Mekanik alaşımlama (MA), takviye malzemelerinin segregasyonunu ve aglomerasyonunu önleyen ve takviye nano parçacıklarının alüminyum veya diğer metalik alaşım matris malzemesi içerisinde homojen dağılımını sağlayan bir yöntemdir (Suryanarayana, 2001). Mekanik alaşımlama, bilyeli öğütme sistemi içerisinde tekrarlanan deformasyon ve kırılma mekanizmaları sonucunda homojen nano kristalin alaşımların ve nanokompozitlerin üretimini sağlayan oldukça etkili bir tekniktir (Canakci ve ark., 2012). Yüksek enerjili bilyeli öğütme (mekanik alaşımlama) tekniği, geleneksel talaşlı imalat veya döküm teknolojileriyle elde edilmesi karmaşık ve pahalı olan hem sert hem de mukavemetli kompozit malzemeleri üretmek için kullanılır (Li ve ark., 2019). Fakat, bilyeli öğütülmüş ürünlerin üstün mekanik özelliklere sahip olabilmesi uygulanan üretim yöntemleri ve öğütme parametrelerine bağlı olarak değişmektedir (Varol ve Canakci, 2013).

Toz parçacıklarının yüksek enerjili değirmenlerde işlenmesini ifade eden iki farklı terim vardır. Mekanik alaşımlama, farklı toz karışımlarının birlikte öğütüldüğü prosesler için kullanılır (Benjamin, 1976). Amaç, malzeme transferi yoluyla homojen bir alaşım elde etmektir. Malzeme transferinin birincil hedef olmadığı, önceden alaşımlı tozların öğütülmesi için kullanılan yöntem ise mekanik öğütme olarak adlandırılır. Mekanik öğütme, tozların tanecik inceltmesi ve ince ikinci faz parçacıklarının homojen dağılım sonucu dispersiyonla güçlendirilmiş alaşımlar üretmek için geliştirilmiş, yaygın olarak kullanılan bir TM yöntemidir.

Mekanik alaşımlama yöntemi, malzeme mukavemetini şu şekilde iyileştirebilir:

- Yüksek dislokasyon yoğunluğunun sebep olduğu plastik deformasyon
- İnceltmiş tane boyutu ile dayanımın artması
- Katı çözeltili sertleşmesi
- İkinci faz partikülleri, dispersoidler veya çökeltilerin malzemeye dahil edilmesi veya öğütme sırasında gelişen dispersiyon veya çökelti sertleştirilmesi sonucu dayanımın artması

Makro ölçekte bakıldığında, mekanik alaşımlama yönteminde tozlar, toz parçacıklarının tekrarlanan deformasyonu, kırılması ve soğuk kaynaklanması yoluyla gelişir (Suryanarayana, 2001). Mikroskobik ölçekte ise, öğütmenin erken aşamalarında deformasyon kesme bantlarında lokalize olur. Belirli bir gerilme seviyesine ulaştıktan sonra, dislokasyonlar yeniden birleşir veya yok olur ve küçük açı sınırlarının oluşumuna yol açar. Bu aşamada nanometre boyutlu kristalitler oluşturulabilir. Daha fazla öğütme, rasgele yönlendirilmiş taneciklerin yüksek açılı sınırlarla bölündüğü “steady state” olarak adlandırılan “sabit durumlu” tane boyutu dağılımına yol açar (Lü ve Lai, 2013).

Bu özellikleri sayesinde MA metodu metal matrisli kompozitlerin üretilmesi için ilgi çeken bir yöntemdir. Tekrarlı deformasyon etkisi ile takviye malzemesi içerisindeki hataları gidererek matris malzemesi boyunca takviye malzemesinin homojen bir dağılımını sağlar.

MA yönteminin en önemli avantajlarını aşağıdaki gibi sıralayabiliriz (Suryanarayana ve ark., 2001);

- Matris boyunca takviye malzemesinin homojen dağılımını sağlaması
- Döküm, ergitme gibi geleneksel üretim yöntemleri ile bir araya getirilmesi çok zor ya da imkânsız olan metalik ve seramik gibi farklı ergime noktaları sergileyen çok çeşitli malzemelerin bir araya getirilmesi
- Geleneksel imalat yöntemlerinde çok gözlemlenen talaş kaldırma, çapak oluşumu ve ergime kayıpları vb. durumların olmaması
- Öğütme parametrelerinin kontrolünün sağlanarak farklı performans sergileyen malzemeler üretilebilmesi
- Malzemenin dayanımında yukarıda da bahsetmiş olduğumuz parametrelerle ciddi bir iyileştirme meydana getirmesi.

MA metodunun dezavantajlarından da bahsedecek olursak;

- Öğütme sistematığının (hazne, bilye, nano partiküller vb.) ilk yatırım maliyetinin biraz yüksek olması,
- Kontrol edilmesi gereken parametrelerin (süre, devir, bilye-toz oranı, hazne doluluk oranı, atmosfer vs.) çok çeşitli olmasıdır.

### 3.1. Bilyeli Öğütücü/Değirmen Türleri

Kurulum, soğutma/ısıtma düzenlemeleri, atmosfer kontrolü ve öğütme verimliliği açısından farklılık gösteren birkaç bilyeli öğütücü türü vardır. Bu öğütücülerin farklı çeşitleri endüstriyel uygulamalarda kullanılırken, istenilen amaca uygun daha spesifik özelliklere sahip özel değirmenler de özellikle laboratuvar çalışmaları için kullanılmaktadır (Varol, 2012). Genel olarak öğütücü türlerini; Spex tipi, gezegen, atritör tipi ve ticari değirmenler olarak sınıflandırabiliriz. Gezegen ve atritör tipli bilyeli değirmenler, ince taneli Al tozlarının üretiminde en yaygın olarak kullanılan değirmen türleridir. Bu tez çalışması kapsamında gezegen tipi değirmen kullanıldığı için diğer tipler hakkında detaylı bilgi verilmemiştir fakat özellikleri hakkında kısaca aşağıdaki gibi bahsedilmiştir.

#### Spex tipi

Daha çok laboratuvar uygulamaları için kullanılan ve 5-40 gr arasında tozların üretilmesine izin veren öğütücülerdir. Çok kısa süreler içinde binlerce kez ileri, geri ve çapraz hareket ederek bilyelerin tozlara çarpmasını sağlayarak hem öğütme hem de karıştırma işlemini gerçekleştirir. Sistem çok hızlı çalıştığı için açığa çıkan enerji nedeniyle sıcaklık ve atmosfer kontrolü dikkate alınması gereken temel sorunlardır. Bu sorunları ortadan kaldırmak için teknolojik cihazlara farklı soğutma ve atmosfer kontrolü teknikleri kullanılmaktadır (Maurice ve Courtney, 1996).

#### Atritör tipi

Atritör, sabit bir silindirik öğütme odası ve birbirine dik açılarda ve mil eksenine dik yerleştirilmiş çok sayıda pervaneye sahip bir tahrik milinden oluşur. Öğütme bilyelerine enerji vererek bilyeler, yük, shaft, pervaneler ve konteyner duvarı arasında darbeye neden olur. Atritör tankları cidarlıdır, böylece normal bilyeli değirmenlere kıyasla daha hassas bir sıcaklık kontrolü sağlar. Bu cidar kısmında kullanılan soğutma sıvısı tank teknesini soğutur ve öğütme sırasında ısı oluşumunun bastırılmasına yardımcı olur. Ayrıca 0,5-100 kg arasında tozun öğütmesine imkân verir (Rydin ve ark., 1993).

#### Gezegen tipi

Gezegen tip bilyeli değirmenler, alt tablanın kendi ekseni etrafında dönmesi ve eşzamanlı olarak öğütme haznesinin ters yönde dönüşüyle gezegen benzeri bir hareketle

sonuçlanarak bilyeleri ve tozları karıştırma hareketine sokar. Sistem içerisinde birden fazla öğütme haznesi bulunabilir. Tek tek hazneler ve tabla sistemi zıt yönde döndüğünden, merkezkaç kuvvetinin de etkisiyle benzer veya zıt yönlerde hazne içerisinde tozlara ve bilyelere şiddetli darbe uygulanması gerçekleşir (Benjamin, 1976). Bu, öğütme bilyelerinin haznenin duvarına çarpmasına ve tozu öğütmeye devam etmesine neden olur (Lü ve Lai, 2013). Spex tipi ile kıyaslandığında bu tip değirmenlerde o kadar yüksek öğütme devirlerine çıkılamamaktadır. Fakat 10-200 gr arasında toz üretme kapasitesine sahip olması ve uygun öğütme parametrelerinin seçimi ile yeni malzemeler sentezlenebilmesi bu yöntemi çekici kılmaktadır. Şekil 3.1’de bahsi geçen bilyeli değirmen tiplerinin şematik gösterimleri yer almaktadır.



**Şekil 3.1.** Endüstride ve laboratuvar uygulamalarında kullanılan farklı tiplerdeki değirmenler: (a) Spex, (b) atritör ve (c) gezegen tipli öğütücüler (Nazik, 2013)

### 3.2. Öğütme Prosesi Değişkenleri

Mekanik alaşımlama karmaşık bir işlemdir ve bu nedenle istenen ürün fazını ve/veya mikro yapıyı elde etmek için bir dizi değişkenin optimizasyonun sağlanması gerekmektedir. Bu değişkenlerin birbirinden tamamen bağımsız etkilere sahip olması gibi ortak etkilerinin olduğunu da belirtmek gerekir. Tozun nihai oluşumunu etkileyen en önemli parametreler alt başlıklar halinde açıklanmıştır.

### 3.2.1. Öğütücü tipi

Mekanik alaşımlama yapmak için yukarda da bahsetmiş olduğumuz gibi birkaç farklı değirmen türü vardır. Bu değirmenler, temel olarak çalışma hızları, kapasiteleri ve öğütme sıcaklığını ve tozların kirlenmesini en aza indirerek işlemi kontrol etme kabiliyetleri bakımından farklılık göstermektedir. Böylelikle tozun cinsi, miktarı ve gerekli nihai yapısı, kullanılacak olan değirmen tipine karar verir.

### 3.2.2. Öğütme haznesi

Öğütme haznesi kap, kavanoz veya kâse olarak da bilinir. Öğütme işlemi sırasında öğütme ortamı sürekli olarak haznenin iç duvarlarına çarpar ve bu nedenle toz fazına katılabilecek bazı malzemeleri yerinden çıkarabilir. Bu, tozu kirletebilir ve tozun kimyasını değiştirebilir. Haznenin şekli, özellikle kabın iç tasarımı da önemli bir parametredir. Son zamanlarda hem düz uçlu hem de yuvarlak uçlu Spex değirmen hazneleri kullanılmaktadır. Alaşımlama işleminin, yassı uçlu haznelere kıyasla daha yüksek oranlarda meydana geldiği bildirilmiştir (Harringa ve ark., 1992). Öğütme kapları için kullanılan yaygın malzemelerden bazıları sertleştirilmiş çelik, takım çeliği, sertleştirilmiş krom alaşımlı çelik, tavlanmış çelik, paslanmaz çelik, tungsten karbür (WC) kaplı çeliklerdir (Di ve Bakker, 1991).

### 3.2.3. Öğütme hızı

Değirmen ne kadar hızlı dönerse, toza enerji girişi o kadar yüksek olur. Ancak değirmenin tasarımına bağlı olarak, kullanılacak maksimum hızda belirli sınırlamalar vardır. Örneğin, geleneksel bir bilyeli değirmende dönme hızını artırmak bilyelerin hareket etme hızını artıracaktır. Kritik bir hızın üzerinde, toplar haznenin iç duvarlarına tutturulacak ve herhangi bir darbe kuvveti uygulanması sonucu duvardan düşmeyeceklerdir. Bu nedenle, maksimum hız bu kritik değerinin hemen altında olmalıdır. Maksimum hıza ilişkin bir başka sınırlama, yüksek hızlarda haznenin sıcaklığının yüksek bir değere ulaşabilmesidir. Bu, tozlarda homojenleşmeyi ve/veya alaşımlamayı desteklemek için difüzyonun gerekli olduğu bazı durumlarda avantajlı olabilir. Ancak, bazı durumlarda, sıcaklıktaki bu artış bir dezavantaj olabilir çünkü artan sıcaklık dönüşüm sürecini hızlandırır ve aşırı doymuş katı çözeltilerin veya öğütme sırasında oluşan diğer

yarı kararlı fazların ayrışmasıyla sonuçlanır (Anand ve ark., 2012). Ek olarak, üretilen yüksek sıcaklıklar tozları da kirletebilir. Nano-kristal oluşumu sırasında, artan dinamik yeniden kristalleşme nedeniyle, ortalama kristal boyutunun arttığı ve daha yüksek öğütme yoğunluklarında iç gerilimin azaldığı bildirilmiştir (Froes ve ark., 1993). Ulaşılan maksimum sıcaklık, farklı değirmen türlerinde farklıdır ve değerler büyük ölçüde değişir.

#### **3.2.4. Öğütücü ortamı/bilye türü**

Yaygın olarak kullanılan öğütme ortamlarından bazıları sertleştirilmiş krom çelik, tavllanmış çelik, paslanmaz çelik, kobalt çelik ve WC şeklindedir. Öğütme ortamının yoğunluğu, bilyelerin toz üzerinde yeterli darbe kuvveti oluşturması için yeterince yüksek olmalıdır (Suryanarayana, 2001). Kirlenmeyi önlemek için, mümkün olduğunca, öğütme kabının ve öğütme ortamının aynı malzemeden yapılması istenir. Öğütme ortamının boyutu da öğütme verimliliği üzerinde bir etkiye sahiptir. Genel olarak konuşursak, öğütme ortamının büyük boyutlu olması (yüksek yoğunluğu) kullanışlıdır, çünkü daha büyük bilyeler toz parçacıklarına daha fazla darbe enerjisi aktaracaktır (Lü ve Lai, 2013).

#### **3.2.5. Öğütme süresi**

Öğütme süresi, öğütme sistematigi içerisinde en önemli parametrelerin başında gelmektedir. Normalde süre, toz partiküllerinin kırılması ve soğuk kaynaklanması arasında sabit bir durum elde edecek şekilde seçilir. Gereken süreler, kullanılan değirmen tipine, öğütme yoğunluğuna, bilye-toz ağırlık oranına ve öğütme sıcaklığına bağlı olarak değişir. Bu süreler, yukarıdaki parametrelerin her bir kombinasyonu ve belirli bir toz sistemi için belirlenmelidir. Ancak, tozun gerekenden daha uzun süre öğütülmesi durumunda kirlenme seviyesinin arttığı ve istenmeyen bazı fazların oluştuğu göz önünde bulundurulmalıdır (Suryanarayana, 1995). Bu nedenle, tozun sadece gerekli süre için öğütülmesi arzu edilir ve buna göre bir öğütme süresi seçilmelidir.

#### **3.2.6. Bilye/toz oranı**

Bazen yük oranı olarak da adlandırılan bilyelerin ağırlığının toza (BTO) oranı, öğütme işleminde önemli bir değişkendir (Martínez ve ark., 2013). Bu, farklı araştırmacılar tarafından 1:1 kadar düşük bir değerden 220:1 kadar yüksek bir değere

kadar değiştirilmiştir. Genel olarak, bir Spex türü gibi küçük kapasiteli bir değirmende toz öğütülürken en yaygın olarak 5:1 oranı kullanılır. Ancak, öğütme işlemi gezegen ve atritör tipli gibi büyük kapasiteli bir değirmende gerçekleştirildiğinde, 10:1 hatta 100:1'e kadar daha yüksek bir BTO kullanılır. BTO, öğütülmekte olan tozda belirli bir faza ulaşmak için gereken süre üzerinde önemli bir etkiye sahiptir (Ozkaya ve Canakci, 2016). BTO ne kadar yüksekse, alaşımlama veya öğütme için gereken süre o kadar kısa olur. Yüksek bir BTO'da, bilyelerin ağırlık oranındaki artış nedeniyle, birim zamanda çarpışma sayısı artar ve sonuç olarak toz parçacıklarına daha fazla enerji aktarılır ve böylece alaşımlama daha hızlı gerçekleşir. Daha yüksek enerji nedeniyle daha fazla ısı üretilmesi de mümkündür ve bu da tozun yapısını değiştirebilir.

### **3.2.7. Hazne doluluk oranı**

Toz partikülleri arasında alaşımlama, üzerlerine uygulanan darbe kuvvetlerinden dolayı meydana geldiğinden, öğütme haznesi içerisinde bilyelerin ve toz partiküllerinin serbestçe hareket etmeleri için yeterli alan olması gerekir. Bu nedenle haznenin toz ve bilyelerle doldurulma derecesi önemlidir (Suryanarayana, 2001). Topların ve tozun miktarı çok küçükse, üretim oranı çok azdır. Öte yandan, miktar büyükse, topların hareket etmesi için yeterli alan yoktur ve bu nedenle çarpmanın enerjisi daha azdır. Bu nedenle, kabın geneline dikkat edilmemelidir; daha çok haznenin yaklaşık %50' si boş bırakılır.

### **3.2.8. Öğütme atmosferi**

Öğütme atmosferinin en büyük etkisi tozun kirlenmesi üzerinedir. Bu nedenle tozlar, argon veya helyum gibi bir inert gazla doldurulmuş kaplarda öğütülür. Nitrojenin metal tozlarıyla reaksiyona girdiği bildirilmiştir ve sonuç olarak, nitrür üretmekle ilgilenilmedikçe, öğütme sırasında kirlenmeyi önlemek için nitrojen kullanılamaz. Yüksek saflıkta argon, tozun oksitlenmesini ve/veya kirlenmesini önlemek için kullanılan en yaygın ortamların başında gelmektedir (Ogino ve ark., 1991).

### **3.2.9. Öğütme işlemi kontrol katkısı**

Toz parçacıkları, öğütme sırasında maruz kaldıkları ağır plastik deformasyon nedeniyle, özellikle sünek iseler birbirlerine soğuk kaynaklanır. Ancak, toz parçacıkları

arasında gerçek alaşımlama, yalnızca soğuk kaynak ve parçacıkların kırılması arasında bir denge sağlandığında gerçekleşebilir. Soğuk kaynağın etkisini azaltmak için öğütme sırasında toz karışımına bir işlem kontrol katkısı (İKK) (yağlayıcı veya yüzey aktif maddesi olarak da adlandırılır) eklenir (Canakci ve ark., 2012). İşlem kontrol katkısı katı, sıvı veya gaz olabilir. Bunlar zorunlu olmamakla birlikte çoğunlukla yüzey aktif maddeleri olarak işlev gören organik bileşiklerdir. İKK, toz partiküllerinin yüzeyine adsorbe olur ve toz partikülleri arasındaki soğuk kaynağı en aza indirir ve böylece aglomerasyonu engeller. Parçacık yüzeylerine adsorbe edilen yüzey aktif maddeler, soğuk kaynak işlemini engeller ve katı malzemenin yüzey gerilimini düşürür (Varol, 2012).

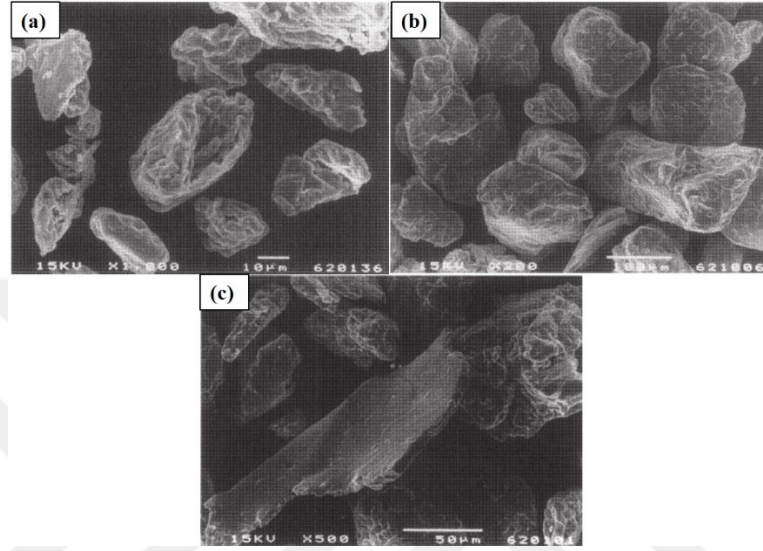
### 3.2.10. Öğütme sıcaklığı

Öğütme sıcaklığı, öğütülmüş tozun yapısına karar vermede bir diğer önemli parametredir. Nihai ürün fazının katı bir çözelti, metallar arası, nano yapı veya amorf bir faz olmasına bakılmaksızın alaşım fazlarının oluşumunda difüzyon prosesleri yer aldığından, öğütme sıcaklığının herhangi bir alaşım sisteminde önemli bir etkiye sahip olması beklenir. Öğütme sıcaklığının kasıtlı olarak değiştirildiği sadece birkaç araştırma bildirilmiştir (Chen ve ark., 1996). Bu, sıcaklığı düşürmek için öğütme kabına sıvı nitrojen damlatılarak veya öğütme sıcaklığını artırmak için öğütme haznesini elektrikle ısıtarak yapılmıştır. Bu araştırmalar, öğütme sıcaklığının katı çözünürlük seviyelerindeki değişim üzerindeki etkisini incelemek veya farklı sıcaklıklarda amorf bir faz veya nano-kristal yapının oluşup oluşmadığını belirlemek için yapılmıştır (Xu ve ark., 1997).

### 3.3. Öğütme Aşamaları

Önceden de ifade edildiği gibi, soğuk kaynak ve kırılma mekanizması, mekanik alaşımlama işleminde yer alan iki temel işlemdir. Mikroyapısal olarak, mekanik alaşımlama işlemi dört aşamaya ayrılabilir: (a) ilk aşama, (b) ara aşama, (c) son aşama ve (d) tamamlama aşaması (Lü ve Lai, 2013). Şekil 3.2, farklı bilyeli öğütme aşamalarından sonra toz parçacıklarının morfolojilerinde meydana gelen değişimi göstermektedir. Taramalı elektron mikroskobu (SEM) mikroyapı görüntüleri, bilyeli öğütülmüş parçacıkların morfolojisindeki gözlemlenen değişiklikleri belirgin bir şekilde göstermektedir. Morfolojideki değişiklikler; mikro dövme, kırılma, aglomerasyon ve

dağılma işlemlerin sonucu oluşur. Baskın sürece bağlı olarak, her öğütme aşaması, o sırada gerçekleşen işlemleri en iyi tanımlayan bir morfoloji gösterecektir. Böylece, parçacıklar kırılma nedeniyle boyut olarak küçülebilir (Şekil 3.2(a)), soğuk kaynakla aglomerasyon yoluyla büyüyebilir (Şekil 3.2(b)) ve mikro dövme yoluyla pullar halinde düzleşebilir (Şekil 3.2(c)).

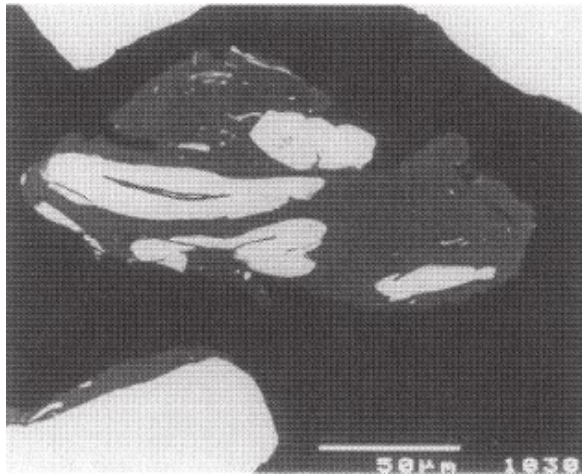


Şekil 3.2. Farklı öğütme sürelerinden sonra toz parçacıklarının morfolojileri (a) ilk aşama, (b) ara aşama ve (c) son aşama (Gilman ve Benjamin, 1983)

### 3.3.1. İlk aşama

Bilyeli öğütmenin ilk aşamasında, malzemeler genellikle bu aşamada yumuşak olduğundan, toz parçacıkları bilyelerin çarpışmasından kaynaklanan sıkıştırma kuvvetleri tarafından düzleştirilir. Mikro dövme, tüm parçacık şekillerinde değişikliklere veya yüksek kinetik enerjiye sahip öğütme bilyeleri tarafından tekrar tekrar çarpılan parçacık kümelerine yol açar. Bununla birlikte, tozların bu tür deformasyonu, kütlede net bir değişiklik göstermez. Deneysel olarak, toz partiküllerinin çok az veya hiç soğuk kaynak göstermediği gözlemlenir (Ibrahim ve ark., 1991). Sünek-sünek sistemler için, öğütmenin erken aşamasında farklı elemanlar arasında net bir ayrım sağlayan katmanlı bir yapı geliştirilir (Schaffer ve McCormick, 1990). Soğuk kaynaklı yapı, başlangıç bileşenlerinin çeşitli kombinasyonlarından oluşur. Şekil 3.3, mekanik olarak alaşımlı Ni ve Al karışımının bir örneğini vermektedir. Parlak alanlar Ni elementini, karanlık alanlar ise Al elementini gösterir. İki eleman arasında soğuk kaynak oluşumu görülebilir ancak tabakalı yapı oluşumu yoktur. Uzun süreli öğütme sadece bu katmanları inceltmek ve

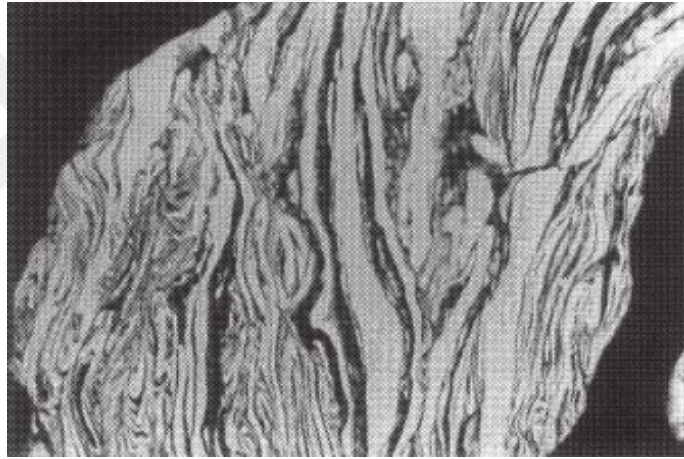
homojenleştirmekle kalmaz, aynı zamanda kompozit katmanlar boyunca difüzyon sürecini de geliştirir. Bu beklenen bir durumdur, çünkü partiküller sıkıştırma kuvvetleri tarafından düzleştikçe, temas için yüzey alanı artar. Bu nedenle hem düzleştirilmiş hem de düzleştirilmemiş partikül tabakaları, başlangıç bileşenlerinin çeşitli kombinasyonlarından oluşan tabakalı kompozit partiküllerin oluşumuna yol açan birbirleriyle yakın temasa geçer. Kompozit malzemenin kimyasal bileşimi, partikül içinde ve ayrıca partikülden partiküle önemli ölçüde değişir. Kısa öğütme süresi için, farklı boyutlardaki partiküller için bileşim dağılımında çok büyük dalgalanmalar tespit edilebilir. Büyük parçacıklar Ni açısından zengin, küçük parçacıklar ise Al açısından zengin olarak tanımlanır. Taramalı elektron mikroskobu ve toz boyutu analizleri, öğütmenin erken aşamasında mevcut olan çok çeşitli partikül boyutlarını göstermektedir. Bu kısmen parçacıkların doğasından kaynaklanmaktadır. Sünek malzemelerin tozları, sıkıştırıcı yüklem altında kolaylıkla plastik deforme olabilir ve bu nedenle ince pullar halinde düzleşir. Öte yandan, nispeten sert parçacıklar yıpranma ve sıkıştırma kuvvetlerine direnme eğilimindedir. Toz karışımı hem sünek hem de kırılman parçacıklar içeriyorsa, sünek parçacıklar sert parçacıkları birbirine bağlama eğilimindeyken sert parçacıklar daha az deforme edilmiş halde kalabilir. Yüzey merkezli kübik (YMK) metallerde soğuk kaynakla karşılaştırıldığında hacim merkezli kübik (HMK) ve hegzagonal sıkı paket (HSP) metallerde kırılmanın baskın olması beklenmektedir. Sonuç olarak, gevrek ve sünek toz partiküllerinin gevreklikleri arasındaki fark, geniş bir partikül boyutu dağılımına işaret eder (Lü ve Lai, 2013). Öğütmenin bu aşamasında dikkate alınan öğütme süresi, partikül boyutu ve şeklinin homojen dağılımını sağlamak için çok kısadır. Öğütme süresi arttığında daha homojen bir dağılım beklenir.



**Şekil 3.3.** Mekanik olarak alaşımlanmış NiAl mikro yapısının SEM görüntüsü (Lu ve ark., 1997)

### 3.3.2. Ara aşama

Mekanik alaşımlama işleminin ara (yoğun) aşamasında, ilk aşamadakilere kıyasla parçacıkların morfolojilerinde önemli değişiklikler meydana gelir. Soğuk kaynak artık önemlidir. Daha fazla plastik deformasyon, Şekil 3.4'te gösterildiği gibi katmanlı yapıların şekillenmesine yol açar. Toz bileşenlerin birbirleri ile sıkı karışımı difüzyon mesafesini mikrometre aralığına düşürür. Rastgele yönlendirilmiş lameller ile gösterildiği gibi, bu aşamada kırılma ve soğuk kaynak baskın öğütme işlemleridir. Katmanlı yapı, kırılma meydana geldikçe daha da inceltir ve lamellerin kalınlığı azalır. Bir miktar çözünme gerçekleşmiş olabilirse de alaşımlı tozun kimyasal bileşimi hala homojen değildir. Lamel kalınlığındaki değişiklik, çarpışma enerjisinin, mekanik özelliğin ve mekanik öğütme süresinin bir fonksiyonudur.

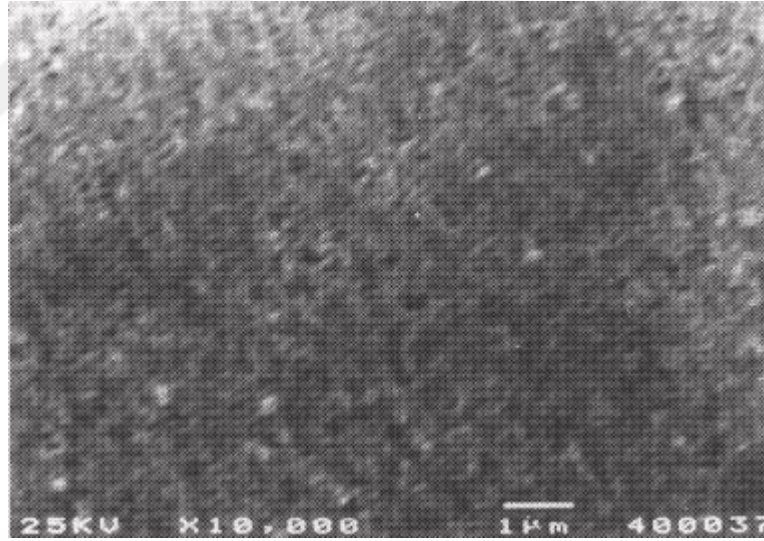


Şekil 3.4. Şiddetli plastik deformasyonun neden olduğu katmanlı yapı (Lu ve ark., 1997)

### 3.3.3. Son aşama

Mekanik alaşımlama işleminin son aşamasında, partikül boyutunda önemli ölçüde iyileştirme ve azalma belirgindir. Şekil 3.5'te gösterildiği gibi, parçacığın mikro yapısı başlangıç ve ara aşamalardakinden daha homojen görünmektedir. Bu aşamada katmanlı bir yapı bulunamaz. Parçacıkların homojenliği, kırılma ve soğuk kaynak arasındaki dengenin bir sonucudur. Sünek bileşenler için mekanik alaşımlama işlemi, parçacıkların kırılması ve soğuk kaynaklanması işlemi arasındaki bir etkileşim sonucu oluşur. Kırılma, tek tek parçacıkları daha küçük parçalara ayırma ve soğuk kaynak yapılmış parçacıkları dağıtma eğilimindedir. Kırılma nedeniyle boyut olarak daha ince hale gelen parçacıklar,

bu iki işlem döngü halinde çalıştığı için alternatif olarak birlikte soğuk kaynaklanabilir. Bununla birlikte, parçacık boyutu daha ince olduğunda soğuk kaynaklı parçacıkları birbirine bağlayan kuvvetler daha güçlü olduğundan, onları yeniden kırmak için daha yüksek bir kuvvet gerekecektir. Öte yandan, soğuk kaynak yapılmış bazı parçacıklar dağılmaya uğrayabilir çünkü onları ayıran kuvvetler, onları bir arada tutarlardan çok daha güçlüdür. Sonuç olarak, baskın kuvvetlere bağlı olarak, bir partikül ya kırılma yoluyla boyut olarak küçülebilir veya alaşımlama süresi ilerledikçe kaynaklama yoluyla topaklanabilir. Soğuk kaynak ve kırılma süreci, nihayetinde kararlı bir durum dengesine ulaşacaktır (Koch, 1997). Elde edilen ortalama partikül boyutu, onları soğuk olarak kaynatan ve onları kırmak için gereken kuvvetlerin gücü arasındaki dengenin bir sonucudur. Lameller daha ince hale gelir ve sonunda kaybolur. Başlangıç toz karışımına karşılık gelen bileşime sahip yeni bir alaşımın oluşumuyla sonuçlanan tüm parçacıklar için homojen bir kimyasal bileşim elde edilebilir. Kristalit boyutu, alaşımlanan malzeme sistemlerine bağlı olarak nanometre boyutlarına ulaşabilir.



**Şekil 3.5.** Mekanik olarak alaşımlanmış NiAl mikro yapısının son aşamadaki SEM görüntüsü (Schaffer ve McCormick, 1991).

### 3.3.4. Tamamlanma aşaması

Mekanik alaşımlama işlemi tamamlandığında, toz parçacıkları son derece deforme olmuş yarı kararlı bir yapıya sahiptir. Bu aşamada, lameller artık optik mikroskop veya taramalı elektron mikroskobu ile görülemez. Bu aşamanın ötesinde daha fazla mekanik alaşımlama işlemi dispersoid dağılımını fiziksel olarak iyileştiremez

(Gilman ve Benjamin, 1983). Böylece başlangıç bileşenlerine benzer bileşime sahip gerçek alaşım oluşturulur.

### **3.4. Mekanik Alaşımada Öğütme Sistemleri**

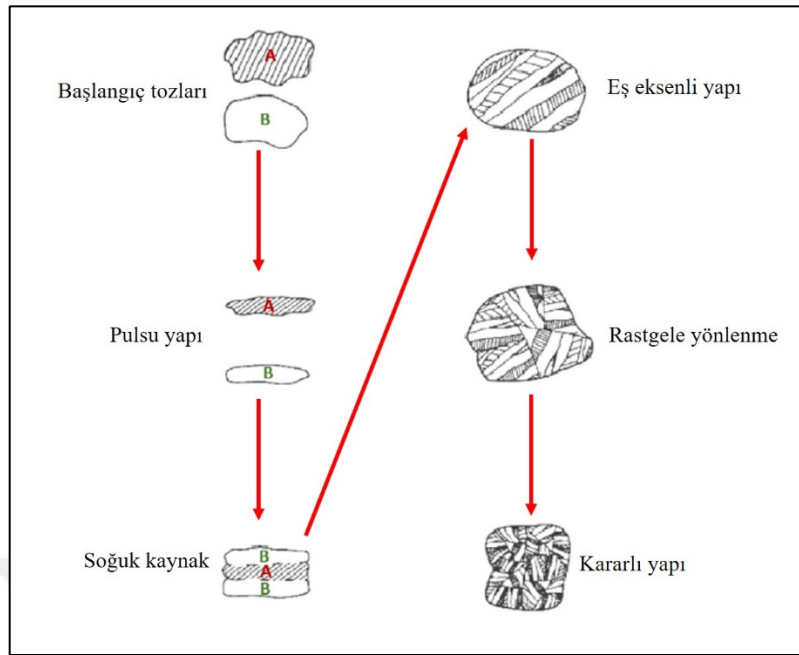
Mekanik alaşımlama işlemi 3 farklı türde öğütme sistemi için kullanılmaktadır. Bunlar:

- Sünek-gevrek,
- Sünek-sünek,
- Gevrek-gevrek sistem olarak sınıflandırılır.

#### **3.4.1. Sünek-gevrek sistemler**

Sünek malzeme parçacıkları, bilyeler arasında sıkıştığında birbirine yapışması çok muhtemeldir. Bu nedenle, geleneksel öğütme yöntemleri sünek malzemeleri nano partiküller halinde öğütmede başarısız olur. Bununla birlikte, başlangıç malzemeleriyle birlikte kırılğan parçacıklar kullanılarak, gezegen tipli öğütme yoluyla sünek parçacıklar kırılabilir ve yüksek düzeyde etkinleştirilebilir. Öğütme işlemi sırasında, kırılğan parçacıklar kolayca kırılır ve keskin kenarları, sünek ve kırılğan parçacıklar nano boyuta gelene kadar sünek malzemeyi aralıksız olarak parçalara ayırır (Varol, 2012). Ayrıca bu gevrek partiküller sünek malzeme içerisine gömülürler. Bu tür öğütme sisteminin şematik gösterimi ve deneysel bir çalışmanın öğütme sistematığına karşılık gelen tozların SEM görüntüleri Şekil 3.6'da gösterilmektedir.





Şekil 3.7. Mekanik alaşımlama işleminde sünek-sünek sistem (Suryanarayana, 2001)

### 3.4.3. Gevrek-gevrek sistemler

Öğütme sistematığı içerisinde iki veya daha fazla gevrek malzemenin bulunması sonucunda etkin bir alaşımlamanın olması beklenmez. Sistem içerisinde sünek bir yapı olmadığı için soğuk kaynaklanma veya birleşme etkisi meydana gelmez. Fakat bazı çalışmalarda özellikle Si-Ge ve Mn-Bi malzemelerinden oluşan ikili gevrek yapı içerisinde mekanik alaşımlamanın gerçekleştiği belirtilmiştir (Suryanarayana, 2001). Artan öğütme süresi ile gevrek tozlar kırılır ve partikül boyutları azalır. Artık iyice küçülmüş partiküller sünek bir davranış sergiler fakat boyutlarında azalma meydana gelmez ve kararlı hal diye de adlandırılan öğütme sınırına ulaşılmış olur.

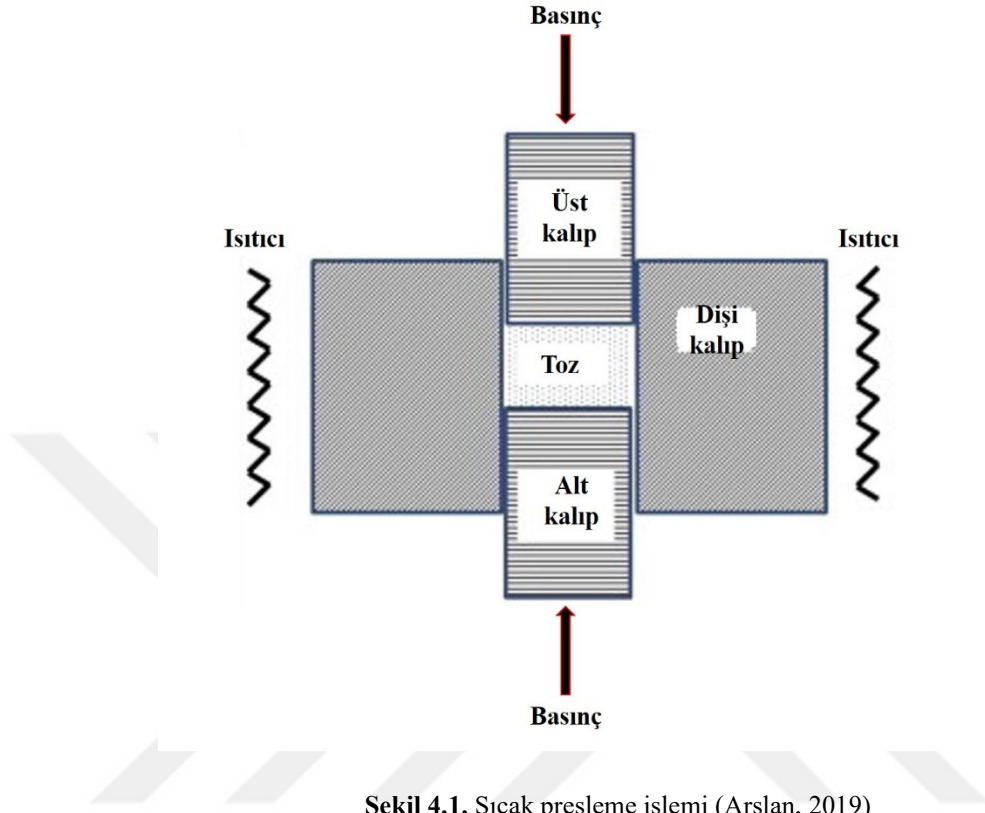
#### 4. TOZ KONSOLİDASYON/BİRLEŞTİRME YÖNTEMLERİ

Küçük boyutlu toz partikülleri, mühendislik uygulanabilirliğini sınırlayabilmektedir. Bu nedenle, uygun teknikler kullanılarak daha büyük parçalara sıkıştırılmaları gerekir. Bu teknikler, tam yoğunluklu sıkıştırmaya yol açmalı ve aynı zamanda, bunları sıkıştırmak için tozların elverişli özellikleri üzerinde minimum bir etkiye sahip olmalıdır. Tozların katı hal konsolidasyonu, bir yüzey ve tane sınırı enerji azalımı ile tahrik edilen termal olarak etkinleştirilen bir kütle taşıma yoluyla tamamlanır. Çoğu konsolidasyon yönteminde; soğuk presleme (CP), soğuk izostatik presleme (CIP), sıcak presleme (HP) ve sıcak izostatik presleme (HIP) numune üretmek için basınç kullanılır (Molnárová, 2018). Ayrıca HP ve HIP yöntemlerinde yüksek sıcaklıklara da ihtiyaç duyulmaktadır. Spark plazma sinterleme (SPS) de ise, HP ve HIP sırasında kullanılanlardan daha düşük sıcaklıklarda tam yoğunluk elde etmek için ek sinterleme mekanizmaları kullanır (Suárez ve ark., 2013). Bu çalışma kapsamında sıcak pres (HP) kullanıldığı için diğer konsolidasyon yöntemleri hakkında bilgi verilmemiştir.

##### 4.1. Sıcak Presleme (HP) Yöntemi

Sıcak pres, yoğun parçaları imal etmek için kullanılan en popüler yöntemlerdendir. Sıcak preslemede, sıcaklık ve basınç aynı anda toz parçaya uygulanır. Sıcak presleme işleminin şematik gösterimi Şekil 4.1’de yer almaktadır. Isıtma genellikle grafit dirençler veya rezistanslar kullanılarak harici olarak yapılır ve basınç hidrolik olarak uygulanır. Basınç uygulaması altında, parçacıklar arasındaki temas noktaları çok yüksek gerilme sergiler ve bu nedenle bu temas noktalarında difüzyon artar (German, 1998). Parçacık boyutu, sıcak preslenmiş parçaların yoğunluğunu ve mikro yapısını etkiler. Sıcak preslemeden önce, istenilen yöntemle hazırlanmış tozlar erkek kalıba doldurulur ve ardından eğer mümkünse vakum veya argon atmosferinde gerekli sıcaklığa kadar ısıtılır (Gökçe, 2018). Kalıp sıcaklığı istenilen sıcaklığa ulaştığında istenilen basınç değerinde ve cihazın kapasitesine göre tek veya çift eksenli olarak basınç uygulanır. Sıcak presleme sıcaklığı, basıncı, ısıtma hızı, atmosfer ve bekletme süresi, yoğunlaştırılmış parçaların özelliklerini ve mikro yapısını etkiler. Ne yazık ki, sıcak presleme yöntemi basit şekillerin üretimi ile sınırlıdır ve bu teknik kullanılarak karmaşık geometri üretilemez (Rezaie ve ark., 2007). Bu tez çalışması kapsamında takviye çeşidi, takviye oranı ve öğütme süresinin etkileri inceleneceği için sıcak presleme değişkenleri sabit

tutulmuştur. Bu nedenle bu kısımda yukarıda da bahsi geçen sıcaklık, basınç, ısıtma hızı vb. değişkenler hakkında detaylı bilgi verilmemiştir.



Şekil 4.1. Sıcak presleme işlemi (Arslan, 2019)

## 5. KAYNAK ARAŞTIRMASI

Bu bölümde alışıla gelmiş kaynak araştırma kısmından farklı olarak literatürde yer alan çalışmalarda kullanılan ve araştırılan öğütme parametreleri, matris ve takviye malzemeleri, bunların çeşidi ve oranı ve bu değişkenlerin nihai ürünlerin hangi özelliklerini ne şekilde etkilediğini belirtecek şekilde farklı başlıklar altında çalışmalar incelenmiştir.

Öncelikli olarak tozların hazırlanma aşamasında temel teknik olarak kullanılan mekanik alaşımlama işlemi için çeşitli araştırmacıların incelemiş oldukları öğütme parametreleri bir çizelge halinde sunulmuştur. Daha sonra ise bu tez çalışması ile alakalı veya benzer nitelikler taşıyan çalışmalar hakkında bilgi verilmiştir. Sonuç olarak ise, bu tez çalışmasının mevcut literatüre ne gibi katkılar sunacağı hakkında çıkarımlar yapılmıştır.

### 5.1. Bilyeli Öğütme Parametreleri

Bu başlık altında literatürde yer alan mekanik alaşımlama yöntemi ile sentezlenmiş nano malzemelerin ortalama tane boyutunda matris, takviye elemanı, öğütücü tipi, bilye tipi vb. öğütme parametrelerinin etkisi incelenmiştir. Bunun için Çizelge 5.1’de öğütme parametreleri girdi olarak tanımlanmıştır. Çizelge 5.2’de ise öğütme parametrelerinin neler olduğu hakkında daha detaylı bilgi verilmiş ve geniş kapsamlı bir inceleme olduğu için çizelgelerin daha rahat anlaşılması adına bu parametreler semboller ile ifade edilmiştir. Örneğin, Çizelge 5.2’de yer alan “öğütme atmosferi” sütununda (1) ifadesi argon atmosferini belirtmektedir. Neredeyse tüm öğütme parametrelerinin incelendiği bu çalışmalar ise Çizelge 5.3’te toplu veri halinde sunulmuştur.

**Çizelge 5.1.** Öğütme parametreleri ve kullanım aralıkları

Parametreler	Aralıklar
İKK miktarı (%)	0-5
Takviye oranı (%)	0-100
Öğütme atmosferi	1-6
Bilye tipi	1-13
BTO	3-44
Öğütücü tipi	1-9
Öğütme süresi (s)	1-350
İKK tipi	1-7
Hazne dönüş hızı (dev/dk)	100-1200
Hazne malzemesi	1-10

**Çizelge 5.2.** Öğütme parametrelerinin türleri ve Çizelge 5.3'te toplanan veriler için kullanılan semboller

Sembol	Öğütücü tipi	Hazne malzemesi	Bilye tipi	İKK tipi	Atmosfer (Atm.)
1	QM-gezegen tipi	Sert. çelik	Çelik	Stearik asit	Argon
2	Fristch	316 SS	WC	Metanol	Tolüen
3	Gezegen tip	WC	Cr çelik	Etil asetat	Hava
4	Atritör	Cr- çeliği	316 SS	Etanol	LN <sub>2</sub>
5	SPEX 8000	Agate	Sert. çelik	Tolüen	Hidrojen
6	M200 gezegen tipi	Sert. Cr- çelik	Agate	Hegzan	Hegzan
7	Zoz simoloyer	Polietilen	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Grafit	
8	RETSCH	Safir	Sert. Cr çelik		
9	Üni. bilyeli öğütücü	PSZ	ZrO <sub>2</sub>		
10		Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	Safir		
11			Sert. C çelik		
12			PSZ		
13			Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>		

**Çizelge 5.3.** Literatürde yer alan öğütme parametrelerine bağlı kristalit boyutunda meydana gelen değişimler

Matris	Takviye	Takviye oranı, (ağ.%)	Öğütücü tipi	Hazne tipi	Bilye tipi	Hız, (dev/dk)	BTO	İKK tipi	İKK oranı, (ağ.%)	Atm.	Öğütme süresi, (sa.)	Ort. KB, (nm)	Kaynak
Al	CuO, Cu	5, 4	1	1	1	230	30	1	1	1	56	73,6-130,1	(Wu ve Li, 2000)
Al	Fe	2, 2,5, 5, 10, 15, 20	2		2	300	10			2	10, 20	7,5-35	(Nayak ve ark., 2010b)
Al	AlN	2,5, 10	3	1	3	270	20	1	1,5	1	25	43, 66	(Abdoli ve ark., 2008)
Al	AlN	5, 10	3	1	3	270	20	1	1,5	1	25	43, 60	(Abdoli ve ark., 2009)
Al	CuO	50, 62, 79, 84, 87	4	2	4	250	10	1	1,5	1	15, 20, 30, 45	42-49	(Arami ve ark., 2008)
Al	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0, 5	3	1	5	250	10	1	1,5	1	20	238, 303	(Hesabi ve ark., 2006)
Al	Ti	5, 10, 15, 20	2	3	2	300	10			2	20	19-23	(Nayak ve ark., 2010a)
Al	C	2	4		1	450	6	1	2	1	5	130	(Arik, 2004)
Al	MWCNT	4	4								12	70	(Choi ve ark., 2008)
Al	MWCNT	2	3	2	4	200, 400	10	2		1	0,5, 3, 6	45-250	(Esawi ve ark., 2010)

Al	MWCNT	10	5	3	2	1200	10	1	2	1	2, 5	40, 190	(Poirier ve ark., 2009)
Al	SiC	10	2	2	4	200	20			1	24	20	(El-Eskandarany, 1998)
Al	SiC	10	1	5	6	300	20				10	50	(GU, 2006)
Al	SiC	2,5, 5	6	1	5	200	10	1	1.1		2, 4, 6, 8, 10	31-60	(Saberi ve ark., 2009)
Al	CuO	4	4	2	4	250	10	1	1,5	1	11	49,5	(Arami ve Simchi, 2007)
Al	CuO	4	4	2	4	250	10	1	1,5	1	22	48	(Arami ve Simchi, 2007)
Al	CuO	4	4	2	4	250	10	1	1,5	1	33	45,5	(Arami ve Simchi, 2007)
Al	CuO	4	4	2	4	250	10	1	1,5	1	44, 55, 61	42-44	(Arami ve Simchi, 2007)
Al	SiC, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5, 15	7	2	4	600	10			1	1, 2, 4, 6, 8	40-80	(Ozdemir ve ark., 2008)
AA6061	SiC	10	2		5	200	16	3		1	12	73	(Lu ve ark., 1998)

<b>AA6061</b>	B <sub>4</sub> C	5, 10	4	2	1	320	20			1	2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16	45-147	(Khakbiz ve Akhlaghi, 2009)
<b>AA6061</b>	SiC	10	4		1	300	10	4	2	1	2, 4, 6, 8	37-44	(Parvin ve ark., 2008)
<b>AA6061</b>	TiO <sub>2</sub>	8,3, 8,4, 8,5, 8,7	3	2	4	280	10	5		3	10, 20, 30, 40	50-73	(Sivasankaran ve ark., 2010)
<b>AA6061</b>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5	4	2		400	10	1	1,5	1	5, 10, 15, 20	50-155	(Asgharzadeh ve ark., 2010)
<b>AA7075</b>	Grafit	2	7	2	4		20			1	10	50	(Estrada-Guel ve ark., 2009)
<b>AA7075</b>	SiC	15	4	2	7	360	10	1	2	1	12	200	(Sankar ve Singh, 1998)

## 5.2. Konuyla İlgili Yapılan Çalışmaların Özetleri

Bu başlık altında yukarıda detaylı bir şekilde çizelge halinde verilen literatürde yer alan bazı çalışmaların özetinden bahsedilecektir. Çizelge 5.3'te genel olarak öğütme parametrelerinin ortalama kristal boyutu üzerine etkisi verilmiştir. Fakat çalışmalar da tozların morfolojisi, kristalografik özellikleri, partikül boyutları ve dağılımları da incelenmiştir. Çizelge 5.3'te ayrıca öğütülmüş tozlardan farklı üretim yöntemleri ile konsolidasyonu sağlanan çalışmalar da vardır. Bu çalışmalarda da üretim parametrelerinin etkisi, mekanik özelliklerde meydana gelen değişiklikler ve mikroyapısal gelişimler incelenmiştir. Tüm bu çalışmalardan bahsetmek mümkün olmadığı için bu çalışma kapsamında kullanılan matris ve takviye malzemelerine eş ya da benzer olan çalışmalar dikkate alınarak bir özet yapılmıştır.

Yapılan kaynak araştırmasına göre (Canakci ve ark., 2012; Zhao ve ark., 2015; Li ve ark., 2016) mekanik alaşımlama yöntemi ile farklı boyutlarda (mikron, mikron altı, nano) ve tiplerde (oksit, karbür, nitrür) takviye malzemelerinin farklı matris malzemeleri içerisinde dağıtılmasıyla çeşitli nano-kompozit malzemelerin üretildiği görülmektedir.

Azimi ve ark. (2015a) yaptıkları çalışmada, mekanik alaşımlama yöntemiyle yüksek mukavemetli TiC takviyeli AA7075 matrisli nano kompozit malzeme üretmeyi amaçlamışlardır. Mekanik alaşımlama sonrasındaki tozları sıcak pres yardımıyla farklı üretim parametreleri altında presleyerek kompozit malzeme üretmişlerdir. Farklı öğütme sürelerinin (10, 30 ve 50 saat) tozların ve bulk malzemelerin mikroyapı karakterizasyonları SEM, XRD cihazları yardımıyla yapılmıştır. Öğütme süresi ve üretim parametrelerinin sertliğe, çekme mukavemeti gibi mekanik özelliklere etkisini incelemişlerdir. Yapılan çalışmalar sonucunda mekanik özelliklerin değişiminde etkin olan öğütme sürelerinin sıcak presleme değerlerine göre farklılık gösterdiğini belirtmişlerdir.

Azimi ve ark. (2015b) yaptıkları bir başka çalışmada ise, mekanik alaşımlama ve ardından uygulanan sıcak presleme metoduyla AA7068 matrisli ağ. %5 TiC takviyeli nano kompozit malzeme üretimi için optimum üretim parametrelerini belirlemek için istatistiksel analiz çalışması yapmışlardır. Basma mukavemetini çıktık olarak alıp Taguchi metodu uygulamışlardır. Taguchi sonuçlarına göre, 500 MPa basınç değeri altında, 385 °C sıcaklıkta 30 dakikalık presleme sonucu yüksek basma mukavemeti ve sertlik değerleri elde etmişlerdir. Varyans analizi sonucuna göre ise (ANOVA), mekanik özellikler üzerine en etkili parametrenin uygulanan presleme basıncı olduğunu bulmuşlardır.

Liu ve ark. (2018) sinterleme sıcaklığının B<sub>4</sub>C takviyeli AA7075 matrisli kompozit malzemelerin mikro yapısına ve mekanik özelliklerine etkisini araştırmışlardır. Nano kompozit malzemeler mekanik alaşımlama ve ardından konsolidasyonu sağlanarak üretilmiştir. Farklı üretim sıcaklıklarında konsolidasyonu sağlanan AA7075/B<sub>4</sub>C malzemelerin tane boyutu karakterizasyonu için XRD ve TEM yöntemlerini kullanmışlardır. Artan sinterleme sıcaklığıyla birlikte tane boyutunun arttığını ve gözeneklilik değerlerinin azaldığını tespit etmişlerdir. En iyi mekanik özelliklere sahip olan numunelerin 450 °C’de sinterlendiğini belirtmişlerdir. Artan sinterleme sıcaklığının tane sınırı mukavemetini ve dislokasyon mukavemetini arttırarak daha iyi mekanik özelliklere neden olduklarını ifade etmişlerdir.

Ramkumar ve ark. (2019) karıştırımlı döküm yöntemiyle AA7075 matrisli (ağ. %0, 2,5, 5 ve 7.5) takviyeli TiC metal matris kompozit malzemeler üretmişlerdir. Üretilen kompozitleri XRD ve elektron mikroskopları yardımıyla karakterize etmişlerdir. Eğilme dayanımı ve sertlik özelliklerinin yanı sıra aşınma direnci ve sürtünme katsayısını belirlemek için çalışmalar yapmışlardır. Takviyesiz AA7075 alaşımına göre sünek AA7075 içerisine gömülen ve iyi bir şekilde dağılan TiC seramik partiküllü MMK malzemenin daha yüksek performansta mekanik özellikler ve yüzey davranışı sergilediğini keşfetmişlerdir. Bunun nedeninin ise yumuşak sünek fazlar içerisine sert TiC partiküllerinin gömülerek dayanımı arttırdığını belirtmişlerdir.

Cabeza ve ark. (2017) yaptıkları çalışmada, mikron boyutlu AA6005 alüminyum alaşım tozu matrisini hacimce %1,5, 3 ve 6 nano boyutlu TiC parçacıkları (TiC) ile güçlendirmişlerdir. 1’den 10 saate kadar olan her saat aralığında yüksek enerjili mekanik alaşımlama cihazıyla nano kompozit tozları sentezlemişlerdir. TiC partiküllerinin varlığının kompozit malzemelerin toz morfolojisine, ortalama tane boyutuna ve mikro yapıları üzerine çok fazla etkisi olduğunu gözlemlemişlerdir. Mekanik alaşımlama işlemi sonrasında takviye elemanın matris içerisinde ince homojen bir şekilde dağıldığını ifade etmişlerdir. Daha yüksek takviye oranı, daha kısa öğütme sürelerinde matris parçacıklarının daha ince ve daha dar boyutta dağılım sağladığını ifade etmişlerdir. Artan öğütme süresi ile nanokompozit tozların sertliğinin arttığını ve mekanik alaşımla süresinin etkisinin takviye oranı etkisine göre daha fazla olduğunu belirtmişlerdir.

Son zamanlarda, Al matris içerisinde nanometre veya alt mikrometre boyutunda mekanik alaşımlama yöntemi yardımıyla Al<sub>3</sub>Ti intermetalik parçacıkları dağıtılarak yüksek mukavemetli Al-Ti alaşımları geliştirilmiştir (Suryanarayana, 2001). Ayrıca ağırlık olarak yaklaşık %10 seviyesinde Nb ilavelerinin, Al<sub>3</sub>Nb, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> ve NbC

intermetalikler oluşturduğu ve oda sıcaklığında 400 MPa yüksek mukavemetli ince taneli bir mikroyapı meydana getirdiği rapor edilmiştir (Lee ve Moon, 1994).

Mikron altı veya nano boyut aralığında olan çok daha küçük parçacıklar, alüminyum matrisini güçlendirmek ve gelişmiş mekanik özellikler veren yüksek performanslı kompozitler üretmek için anahtar faktörlerden biridir. Literatürde son zamanlarda yüksek performanslı kompozit malzemeler üretmek üzerine birçok çalışma yapılmıştır (Bouaeshi ve Li, 2007; Ahamed ve Senthilkumar, 2011; Mobasherpour ve ark., 2013).

Mekanik alaşımlama işlemi, farklı tipte karbür (TiC, B<sub>4</sub>C, SiC) ve oksit (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) takviyelerini alüminyum bazlı veya diğer metal bazlı kompozitlere dağıtmak için yaygın olarak uygulanmaktadır (Ying ve Zhang, 2000; Nazik ve ark., 2016). Ancak bilyeli öğütme ile üretilen Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli alüminyum kompozitler üzerinde yapılan çalışmalar yok denecek kadar azdır. Ahamed ve Senthilkumar (2011), öğütme süresinin bilyeli öğütme ve sinterleme ile üretilen nano boyutlu Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli Al esaslı kompozitlerin mikroyapısal ve mekanik davranışları üzerindeki etkisini incelemiştir. Mikroyapısal gelişimin iyi bir ara yüzey bağlanması ile sağlandığını ve uygun sinterleme sıcaklığının ve öğütme süresinin seçilmesinin gözeneklerde bir azalmaya yol açtığını bulmuşlardır. Öğütme süresi arttıkça, her iki nano partikül de matris boyunca homojen bir şekilde dağıtılmış, bu da sertlikte bir artışa neden olmuştur. Liu ve ark. (2013), Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nano partikül takviyeli Fe matrisli kompozitlerin yapısal değişiminde tavlama sürecini ve öğütme zamanı değişimlerini araştırmışlardır. 48 saatlik öğütmeden sonra, tüm elementlerin matrise homojen bir şekilde dağıldığını ve Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'ün nano yapıdan amorf bir yapıya dönüştüğünü bildirmişlerdir.

Bu tez çalışmasında, nano boyutlu parçacık takviyeli alüminyum matris kompozitleri üretmek için bilyeli öğütme ve basınç destekli sinterleme (sıcak presleme) yöntemleri kullanılmıştır. Kullanılan takviye malzemelerinin türü, oranı ve öğütme süresinin etkisi incelenmek istendiği için diğer öğütme parametreleri (hız, İKK, BTO, hazne doluluk oranı, vb.) literatürde yer alan çalışmalara ve ön deneylere göre belirlenerek sabit değerler olarak alınmıştır. Daha sonrasında öğütülen tozlar sıcak pres yardımı ile preslenmiştir. Yine benzer şekilde tozların birleştirilmesini sağlayan sıcak presleme parametreleri de (sıcaklık, zaman ve basınç) sabit değerler seçilmiştir.

Bu çalışmada takviye malzemesi olarak kullanılan Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> grubu üzerine şimdiye kadar yapılan mevcut çalışmalar, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli çelik (Brocq ve ark., 2010; Karak ve ark., 2011; Zhao ve ark., 2015) ve alüminyum esaslı (Bouaeshi ve Li, 2007) kompozitlerin

bilyeli öğütme sırasında yapısında meydana gelen mikroyapısal ve mekanik özellikleri incelemişlerdir. Fakat,  $Y_2O_3$  takviyeli AA7075 matris kompozitlerinin bilyeli öğütme yoluyla üretilmesi ve ardından sıcak presleme ve mikro yapısal ve mekanik özellikler üzerindeki  $Y_2O_3$  dağılım davranışının anlaşılmasıyla ilgili önceki ve güncel araştırmalar bulunamamıştır. Bu nedenle, temel amaç, farklı öğütme sürelerinde ve takviye oranlarında  $Y_2O_3$  dispersiyonunu incelemek ve partikül boyutu aralığını ve morfolojisini optimize ederek üstün mekanik özelliklere sahip  $Y_2O_3$  takviyeli AA7075 kompozitlerini imal etmektir.

Yine tez çalışması kapsamında TiC takviyeli MMK'lerin bilyeli öğütme ve sıcak presleme işlemi yoluyla üretimi üzerine yayınlanmış çalışmalara göre (Charkhi ve ark., 2010; Cabeza ve ark., 2017; Ramkumar ve ark., 2019), öğütme süresinin öğütülmüş TiC/AA7075 kompozit tozlarının toz morfolojisi ve kristalografik yapısı üzerindeki etkisi hakkında kapsamlı bir bilgiye rastlanılmamıştır. Ayrıca, yaygın olarak kullanılan karbür parçacıkları göz önüne alındığında, titanyum karbür (TiC), sahip olduğu üstün fiziksel, mekanik özellikleri ve özellikle alüminyum ile uygun ara yüzey bağlanma yeteneğine sahip olması nedeniyle bu tez çalışması kapsamında takviye malzemesi olarak seçilmiştir. Bu nedenle, bu çalışmada, takviye çeşidinin, takviye oranının ve öğütme süresinin tozların morfolojisi, kristalografik özellikleri, parçacık boyutu ve dağılımı üzerindeki etkisini incelemek amaçlanmıştır. Ayrıca, öğütülmüş tozların sinterlenen numunelerin yapısında ne gibi değişiklikler meydana getirdiği, TiC/AA7075 ve  $Y_2O_3$ /AA7075 malzeme gruplarının konsolidasyon davranışı ve sahip oldukları bağıl yoğunluk ve sertlik değerlerinde meydana gelen değişimler mikro yapısal gelişim sonuçları ile değerlendirilmiştir.

## 6. MATERYAL VE YÖNTEM

### 6.1. Giriş

Bu tez çalışması kapsamında önceden de bahsedildiği üzere toz metalürjisi (TM) yöntemlerine (bu çalışma için sıcak pres metodu) yönelik metal matrisli nano kompozit tozların mekanik alaşımlama ve sıcak pres ile üretimi hedeflenmiştir. Matris elemanı olarak gaz atomizasyonu ile üretilen AA7075 alüminyum alaşım tozu, takviye elemanı olarak da nano boyutlarda TiC ve Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (karbür ve oksit) seramik tozları kullanılmıştır. Çalışma kapsamında kullanılan tozlar ve bu tozlara ait özellikler ve de tez çalışması kapsamında izlenen iş akışına ait bilgiler bu bölümde yer alan alt başlıklar altında ifade edilmiştir.

### 6.2. Malzemeler

#### 6.2.1. Matris ve takviye elemanı olarak kullanılan tozlara ait bilgiler

Bu çalışma kapsamında AA7075 alüminyum alaşım tozu matris malzemesi olarak kullanılmıştır. Takviye malzemesi olarak ise nano boyutta farklı oksit (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ve karbür (TiC) seramik partikül malzemesi kullanılmıştır. Kullanılan matris ve takviye malzemelerinin özellikleri Çizelge 6.1’de verilmiştir.

**Çizelge 6.1.** Matris ve takviye malzemelerinin özellikleri

Özellik	AA7075	TiC	Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Üretici firma	Kütahya Dumlupınar Üniversitesi	Sigma Aldrich Co., Ltd. (CN)	Nanografi Nanoteknoloji A.Ş.
Üretim yöntemi	Gaz atomizasyonu	-	-
Toz şekli	Küresel	Köşeli	Küresel
Teorik yoğunluk (g/cm <sup>3</sup> )	2,81	4,93	5,10
Ortalama partikül boyutu	46 µm	20-40 nm	25-50 nm
Safılık (%)	99,5	99,99	99,999
Renk	Gri	Siyah	Beyaz

Matris malzemesi olarak seçilen AA7075 alaşımı hakkında genel bilgiler önceki bölümlerde verilmiştir. Bu nedenle bu bölümde kullanılan malzemelerin daha çok fiziksel

özellikleri hakkında bilgi yer almaktadır. Matris malzemesi olarak kullanılan AA7075 tozlarının kimyasal içeriği Çizelge 6.2’de gösterilmektedir. Ayrıca matris malzemesinin mekanik ve fiziksel özellikleri Çizelge 6.3’te belirtilmiştir.

**Çizelge 6.2.** Matris malzemesinin (AA7075) ağırlık % kimyasal içeriği

<b>Cu</b>	<b>Mg</b>	<b>Zn</b>	<b>Si</b>	<b>Fe</b>	<b>Cr</b>	<b>Mn</b>	<b>Al</b>
1,8	2,9	6,1	0,2 (max)	0,3 (max)	0,2 (max)	0,3 max)	Kalan

**Çizelge 6.3.** Matris malzemesinin (AA7075) fiziksel ve mekanik özellikleri

<b>Erime noktası (°C)</b>	<b>Teorik yoğunluk (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Sertlik (BSD)</b>	<b>Çekme Mukavemeti (MPa)</b>	<b>Elastiklik modülü (GPa)</b>
580	2,81	70	218	71,5

Takviye malzemesi olarak kullanılan Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve TiC seramik partiküllerinin fiziksel ve mekanik özellikleri ise Çizelge 6.4’te verilmiştir.

**Çizelge 6.4.** Takviye malzemelerinin fiziksel ve mekanik özellikleri

<b>Takviye malzemeleri</b>	<b>Erime noktası (°C)</b>	<b>Teorik yoğunluk (g/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Sertlik (Hv)</b>	<b>Çekme Mukavemeti (MPa)</b>	<b>Elastiklik modülü (GPa)</b>
<b>TiC</b>	3060	4,93	2400	55	440
<b>Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	2450	5,1	-	-	120

Bu tezin okunmasını kolaylaştırmak ve anlaşılmasını daha rahat hale getirmek için tez yazımı boyunca kullanılan ifadelerin mantığını göstermek amacıyla aşağıdaki Çizelge 6.5 hazırlanmıştır.

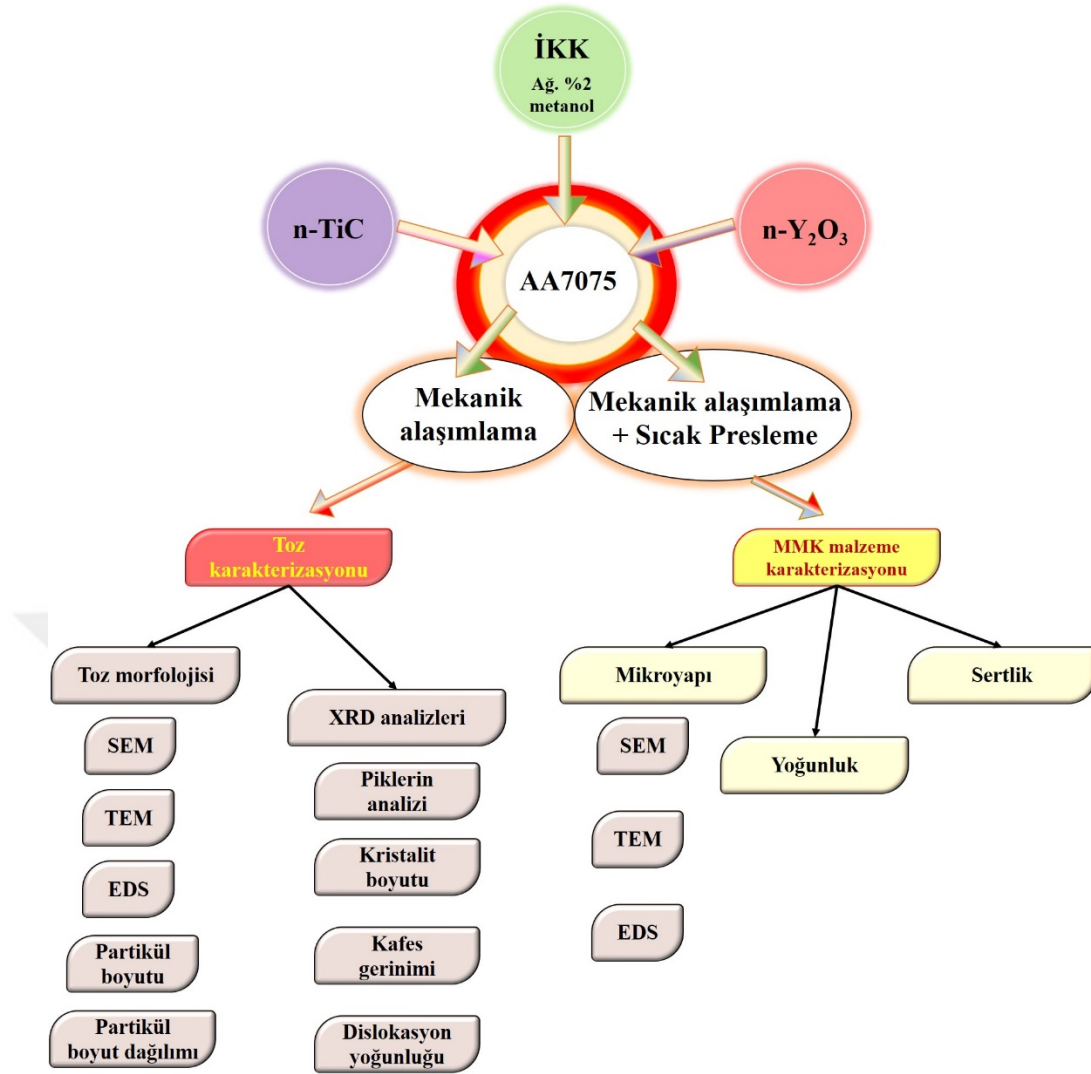
Deneysel çalışmayı dört farklı aşamada; (a) toz üretimi, (b) toz karakterizasyonu, (c) numune üretimi ve (d) numune karakterizasyonu olarak kategorize edebiliriz. İlk aşama (a)’da farklı takviye elemanı ve miktarına bağlı olarak farklı öğütme sürelerinde mekanik alaşımlama cihazında öğütülen kompozit tozları elde edilmiştir. İkinci aşama (b)’de bu üretilen tozların her birinin toz morfolojileri, partikül boyut ve dağılımları, kristalografik özellikleri ve birbirlerine göre değişimleri incelenmiştir. Üçüncü aşama (c)’de üretilen kompozit tozlarının sabit sıcaklık ve basınçta sıcak pres ile konsolidasyonları sağlanmıştır. Dördüncü ve son aşama (d)’ de ise; bu üretimi sağlanan numunelerin mekanik özellikleri ve mikro yapısal değişimleri karakterize edilmiştir.

Çizelge 6.5 Malzeme kodlaması ve tanımlaması

Numune adı	Bileşim (ağ. %)	Tanım
AA7075	Takviyesiz	Hazır olarak temin edilen AA7075 başlangıç tozu ve bu tozdan üretilen sıcak preslenmiş bulk AA7075 alaşımı
%5 TiC	%95 AA7075-%5 TiC	Ağ. %5 TiC takviyeli AA7075 matris kompozit tozu ve bu tozdan üretilen MMK (sıcak preslenmiş bulk) numune
%5 TiC-2 s	%95 AA7075-%5 TiC	Ağ. %5 TiC takviyeli 2 saat öğütülmüş AA7075 matris kompozit tozu veya bu parametrelerde öğütülen tozdan üretilen MMK numune
%1 Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	%99 AA7075-%1 Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ağ. %1 Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> takviyeli AA7075 matris kompozit tozu veya bu tozdan üretilen MMK numune
%1 Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -10 s	%99 AA7075-%1 Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ağ. %1 Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> takviyeli 10 saat öğütülmüş AA7075 matris kompozit tozu veya bu parametrelerde öğütülen tozdan üretilen MMK numune

### 6.3. Yöntem

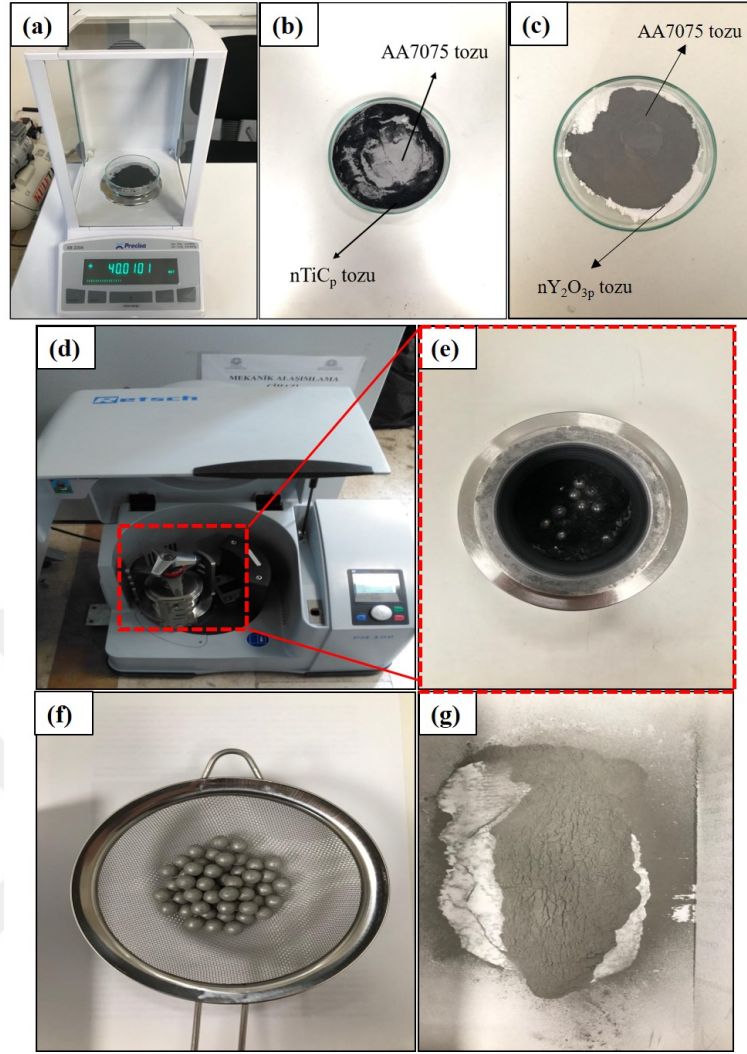
Bu bölümde seramik partikül takviyeli metal matris kompozit tozlarının üretimi ve sonrasında bu tozlardan üretilen MMK malzemeler için takip edilen iş akış şeması Şekil 6.1’de gösterilmiştir.



Şekil 6.1. Tez çalışması kapsamında izlenen süreçler

#### 6.4. Mekanik alaşımlama işlemi ile MMK tozların hazırlanması

Tez çalışması kapsamında toz karışımlarını hazırlamak için “RESTCH- PM 100” yüksek enerjili gezegen tip bilyeli değirmen kullanılmıştır. Öncelikle istenilen oranlarda ağırlıkça farklı takviye tozları ile matris tozu ve işlem kontrol katkısı tartılmıştır. Daha sonra bu tozlar mekanik alaşımlama cihazında 400 dev/dk dönme hızında öğütülmüştür ve toz karışımları elde edilmiştir. Toz hazırlama işlemi, kullanılan ekipmanlar ve öğütülmüş toz karışımları Şekil 6.2’de gösterilmiştir.



**Şekil 6.2.** Toz hazırlama işlemi ve kullanılan ekipmanlar (a) İstenilen oranlarda tartılan matris ve takviye tozları, (b) Alaşımlama öncesi TiC takviyeli tozlar, (c) Alaşımlama öncesi Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli tozlar, (d) Gezegeen tipi öğütme cihazı, (e) Öğütücü hazne, (f) Tungsten karbür bilyeler, (g) Mekanik alaşımlanmış tozlar

Tez çalışması kapsamında kullanılacak olan takviye malzemeleri, oranları, öğütme parametreleri literatürde yer alan çalışmalar ve ön deney çalışmaları ile belirlenmiştir. Takviye çeşidi, oranı ve öğütme süresi etkisini incelemek amaçlandığı için öğütme süresi hariç diğer öğütme parametreleri sabit değerler seçilmiştir. Seçilen değerler ve neden bu değerlerin seçildiğine dair açıklamalar Çizelge 6.6'da açıklanmıştır.

Çizelge 6.6. Kullanılan parametreler, özellikleri ve kullanma nedenleri

PARAMETRE	SEÇİLEN DEĞER-ÖZELLİK	SEBEP
<b>AA7075 matris tozu (boyutu ve şekli)</b>	Ort. $\approx 47 \mu\text{m}$ – Küresel	Geniş kapsamlı yürütülen literatür araştırmasına göre en çok tercih edilen boyut aralığının (20-80 $\mu\text{m}$ ) olması  Tozun şekli: (preslenebilirlik ve paketlenebilirlik özelliklerinin daha yüksek yoğunluklu malzeme üretimine imkân verdiği için küresel olması istenir)
<b>TiC takviye tozu (boyutu ve şekli)</b>	Ort. $\approx 20\text{-}40 \text{ nm}$ - Köşeli	Nanokompozit malzemelerde kullanılan nano boyutlu malzemelerden dolayı hata olasılığının azaltılması ve matrisle uyumlu bir ara yüzeyin sağlanması hedeflendiği için  Karbür partiküllerinin etkisinin incelenmesi amaçlandıği için
<b>Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviye tozu (boyutu ve şekli)</b>	Ort. $\approx 25\text{-}50 \text{ nm}$ - Küresele yakın	Nanokompozit malzemelerde kullanılan nano boyutlu malzemelerden dolayı hata olasılığının azaltılması ve matrisle uyumlu bir ara yüzeyin sağlanması hedeflendiği için  Oksit partiküllerinin etkisinin incelenmesi amaçlandıği için
<b>Takviye miktarı</b>	ağ. % 0,5, 1, ve 5	<b><u>ağ% 0</u></b> : Takviyesiz toz özelliklerini belirleyebilmek için <b><u>ağ% 0.5, 1, ve 5</u></b> : Takviye oranı ve öğütme süresinin değişmesiyle, TiC parçacıkların keskin köşeli şeklinden dolayı AA7075 matris tozunun küreselliği bozulmaktadır. Literatürde yer alan miktarlar seçilerek küreselliğin korunduğu ve bozulduğu değerleri incelemek hedeflenmiştir.
<b>Bilye/toz oranı (BTO)</b>	(10:1)	Çalışmalarda en çok 5:1 ve 10:1 oranları tercih edilmiştir. Bu nedenle, 10:1 oranının küreselliği de etkileyeceği düşünülerek bu oran seçilmiştir.
<b>Öğütme hızı</b>	400 (dev/dk)	Öğütme işlemi sonrasında farklı toz morfolojilerinin elde edilmesi için uygun olduğu tespit edilmiştir.

PARAMETRE	SEÇİLEN DEĞER-ÖZELLİK	SEBEP
<b>Öğütme süresi</b>	0,25, 1, 1,5, 2 ve 10 (saat)	Kısa öğütme süresinde (0,25 sa.) tozların başlangıç şekillerini nispeten koruduğu 1 ve 1,5 sa. öğütme sonunda ise pulsulaşma eğiliminde oldukları fark edilmiştir. Daha uzun öğütme sürelerinde ise kırılmaların etkin olarak başladığı tespit edilmiştir. 10 saatten fazla yapılan öğütmelerde ise gözle görülür ciddi bir farklılık görülmediği için ve toz boyutları kararlı yapıya ulaştıkları için bu değerler seçilmiştir. Ayrıca, Al matrisli tozlar için literatürde en çok tercih edilen aralıklara da yakın değerler seçilmiştir.
<b>Öğütme sıcaklığı</b>	Oda sıcaklığı	Aşırı sıcaklığın önüne geçmek için hazne sürekli çalıştırılmaktan ziyade 10 dk. çalıştırılıp 5 dk. dinlendirilmiştir. Öğütme sürelerini hesap ederken ise bu bekleme süreleri hariç tutulmuştur. Hazneyi ısıtma gibi bir imkânımız da olmadığı için ortam sıcaklığında çalışılması uygun bulunmuştur. Kaynaklarda yer alan çalışmaların da neredeyse tamamı ortam sıcaklığında yapılmıştır.
<b>Öğütücü tipi</b>	Gezegen	Literatürde en çok kullanılan tip olması başlıca tercih etme nedenlerimizden birisidir.
<b>Öğütücü hazne ve bilye malzemesi</b>	Tungsten karbür (WC)	Takviye malzemesi olarak kullanılan sert seramik partiküllerin hazneyi ve bilyeleri aşındırmaması için bu malzemelerden daha sert özellikler sergileyen WC kavanoz ve bilyeler kullanılmıştır.
<b>İKK (ağ. %) (sisteme eklenme modeli)</b>	Metanol ağ. % 2 (direkt)	Literatürde yer alan çalışmaların sonuçları dikkate alınarak seçilmiştir. Seçilen İKK ve miktarı öğütme işlemini hızlı bir şekilde gerçekleştirebileceği düşünülmüştür. Bu değerlerin seçilmesinin ana nedeni ise uygulamaya yönelik malzeme üretmek istenirse gereken zaman ve iş yükünü azaltıp seri üretime uygun geleneksel üretim yöntemlerine alternatif bir üretim yönteminin öne sunulmak istenmesidir.

İlk başta farklı tür takviye malzemelerinin (TiC ve Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ağırlık %0,5, 1, 3, 5 ve 10 AA7075 matrisine ilave edilmesi planlanmıştır. Bu karışımı hazırlanan tozlar daha sonra 0,25, 2 ve 10 sa. öğütmeye tabi tutulmuştur. Fakat bu planlanan ön deney sonuçlarının karakterizasyonu yapıldıktan sonra deney parametrelerinde bazı değişikliklere gidilmiştir. Parametrelerde bu şekilde bir değişikliğe gidilmesinin sebebi ise aşağıdaki maddeler halinde sıralanmıştır.

- Takviye oranı olarak seçilen ağırlık %10 değerinin hali hazırda yüksek yüzey alanına sahip olan nano partiküllerin 10 sa. öğütme sonrasında bile homojen olarak matriste dağılamadığı ve aglomerasyona neden olmaları. Bu aglomere olmuş alanlardan kaynaklanan tozların sıcak pres yardımı ile preslenememesi ve istenilen yapısal bütünlüğün sağlanamaması.
- İşlem kontrol katkısı olarak ağırlık %2 metanolun etkin yüzey alanı oluşturması sonucu tozlarda meydana gelen yassılaşıma ve kırılma mekanizmalarının 2 saatlik süreden daha önceki safhalarda elde edileceğinin düşünülmesi.
- Takviye oranı olarak tercih edilen ağırlık %3 ve %5 oranlarının toz morfolojisinde, nano partikül dağılımında, toz boyutlarında ve mekanik özelliklerde önemli bir değişikliğe sebep olmaması ve bu nedenle sadece %5' in etkisinin incelenmesi.

Nihai olarak AA7075 matrisi TiC ve Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> seramik partikülleri ile ağırlık %0,5, 1 ve 5 oranlarında güçlendirilmiştir. Bu tozlar daha sonrasında 0,25, 1, 1,5, 2 ve 10 sa. öğütülmüştür. Ayrıca kıyaslama amacıyla hazır olarak temin edilen AA7075 başlangıç tozu ile toplam 31 farklı toz ve kompozit malzeme üretilmiştir. Bu üretilen farklı tozlar ve MMK malzemelerin detaylı karakterizasyonu incelenmiştir. Tez çalışması kapsamında yapılan analizleri iki başlık altında toplayabiliriz. Bunlar başlangıç ve öğütülmüş tozların karakterizasyonu ve daha sonra bu tozların sıcak presle birleşimi sağlandıktan sonra elde edilen MMK numunelerin karakterizasyon işlemleridir.

## 6.5. Tozların Karakterizasyonu

Bu bölümde farklı üretim parametrelerinde üretilen tozların mikroyapısal karakterizasyonlarını incelemek için izlenen adımlardan bahsedilmiştir. Ayrıca öğütülmeden önce hazır olarak temin edilen matris (AA7075) ve nano takviye tozları (TiC ve Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) da incelenmiştir.

### 6.5.1. Partikül boyut analizi

Matris malzemesi (AA7075), takviye malzemeleri (TiC, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ve öğütülmüş tozların partikül boyutları Şekil 6.3'te gösterilen "Malvern Instruments™ Mastersizer 2000e" model lazer kırınım yöntemini kullanan partikül boyut ölçüm cihazı ile ölçülmüştür. Cihazdan alınan ham veriler partikül boyutunu, özgül yüzey alanını ve partikül boyutu dağılımını sağlamaktadır. Cihazın ölçüm esnasında kullandığı parametreler Çizelge 6.7'de belirtilmiştir.



Şekil 6.3. Partikül boyut ölçüm cihazı (Nazik, 2019)

Çizelge 6.7. Partikül boyutu ölçüm cihazı parametreleri

Parametre	AA7075 tozları	TiC-Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> tozları	Kompozit tozları
Kırıcılık indisi	2,50	3,15	2,86
Ölçüm ortamı	Saf su	Saf su	Saf su
Ölçüm sayısı	5 + ortalama değer	5 + ortalama değer	5 + ortalama değer
Pervane hızı	2700 dev/dk	2700 dev/dk	2700 dev/dk

### 6.5.2. Toz morfolojisi

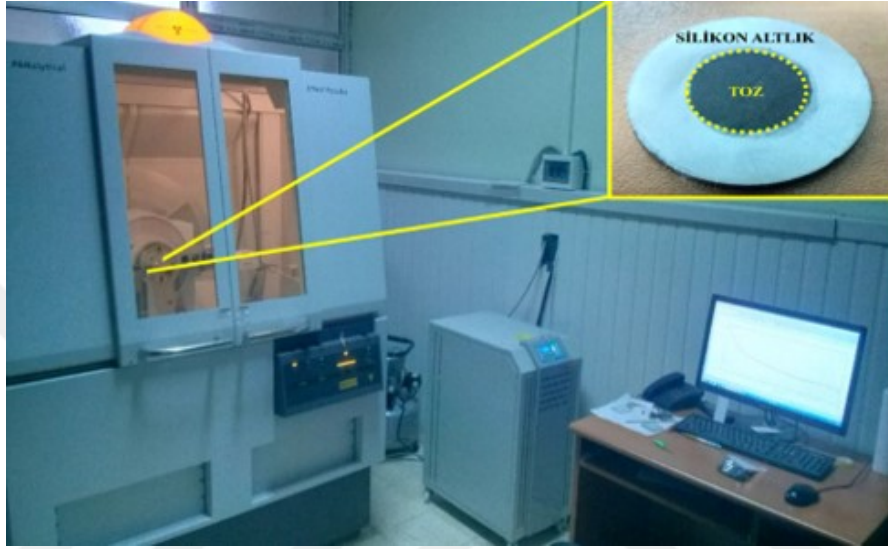
Matris malzemesi olarak kullanılan AA7075 tozunun ve farklı oranlarda ve öğütme sürelerinde öğütülen kompozit tozlarının yapısında meydana gelen değişimler Selçuk Üniversitesi İleri Teknolojiler ve Araştırma Uygulama Merkezi bünyesinde bulunan “ZEISS EVO LS 10” ve Karamanoğlu Mehmetbey Üniversitesi Bilimsel ve Teknolojik Araştırmalar Uygulama ve Araştırma Merkezi bünyesinde bulunan “HITACHI SU5000” model alan emisyonlu taramalı elektron mikroskopları (SEM) ile ölçülmüştür. Ayrıca iki cihazda da bulunan EDS (enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi) özelliğiyle de tozların elementel analizi yapılmıştır. Şekil 6.4’te kullanılan SEM cihazlarının görüntüsü yer almaktadır.



Şekil 6.4. Alan emisyonlu (a) ZEISS, (b) Hitachi marka SEM cihazları

### 6.5.3. X-ray ışınları (XRD) analizi

Farklı takviye çeşitleri, oranları ve öğütme sürelerinde öğütülen tozların kristalografik özelliklerinde meydana gelen değişimleri incelemek için Karadeniz Teknik Üniversitesi Merkezi Araştırma Laboratuvarı bünyesinde bulunan Şekil 6.5'te gösterilen "Panalytical X'Pert3 Powder" X-ray kırınım cihazı kullanılmıştır.



Şekil 6.5. X-ray kırınım (XRD) cihazı (Nazik, 2019)

Veriler Cu-K $\alpha$  radyasyonu ( $\lambda = 0,15406$  nm) ile adım başına  $2\Theta=0,5$  derece ve her adımda 5 saniye kalma süresi olan bir adım tarama prosedürü kullanılarak toplanmıştır. Ayrıca 45 kV ve 40 mA değerlerinde ölçümler gerçekleştirilmiştir. Şekil 6.5'te de görüldüğü gibi tozlar silikon altlık yardımı ile cihaza yerleştirilmiştir. Silikon altlık  $0-95^\circ$  de tarandığı zaman sadece  $2\Theta= 0,29$  derecesinde pik sergilemektedir. Bu nedenle tozlara  $5-95^\circ$  aralığındaki değerlerde tarama işlemi uygulanmıştır. Meydana gelen değişimleri güvenli bir şekilde kıyaslamak için tüm tozlar aynı parametreler uygulanarak taranmıştır.

Öğütülmüş tozların ortalama kristalit boyutu (D, tutarlı olarak kırınım alanı boyutu) ve kafes gerinimi, Williamson-Hall denklemi (Denklem 6.1) kullanılarak XRD verilerinden hesaplanmıştır. Kristalin malzemenin birim alanı başına düşen dislokasyon çizgilerinin sayısı olarak belirlenen dislokasyon yoğunluğu ( $\delta$ ), Williamson-Smallmans formülüne (Denklem 6.2) göre hesaplanmıştır.

$$\beta^* \cos \theta = 0.9\lambda/D + 4\varepsilon^* \sin \theta \quad (6.1)$$

“ $\beta$ ”, gözlenen genişlemeden enstrümantal genişlemeyi çıkardıktan sonra toplam genişlemeyi, “ $D$ ”, tepe noktalarının yarısındaki tam genişlikte (FWHM) hesaplanan kristalit boyutunu, “ $\varepsilon$ ” kafes gerinimini göstermektedir. “ $\theta$ ” ise Bragg yansıma açısını ve “ $\lambda$ ” ise Cu-K $\alpha$  radyasyonunun dalga boyunu ( $\lambda = 0,15406$  nm) ifade etmektedir.

$$\delta = n / D^2 \quad (6.2)$$

Bu denklem de ise “ $D$ ” kristalit boyutunu ifade etmektedir ve “ $n$ ” değeri literatürde belirtildiği üzere  $\approx 1$  olarak alınmıştır (Velumani ve ark., 1998).

#### 6.5.4. Yüksek çözünürlüklü geçirimli elektron mikroskobu (HRTEM) analizi

Takviye malzemesi olarak kullanılan nano boyutlu seramik partiküllerin matris içerisinde nasıl dağıldığını ve matris-takviye malzemesi ara yüzeyinde nasıl bir uyum sergilediğini belirlemek için Selçuk Üniversitesi İleri Teknolojiler ve Araştırma Uygulama Merkezi bünyesinde bulunan Şekil 6.6’da gösterilen “JEOL JEM-2100” yüksek çözünürlüklü geçirimli elektron mikroskop (HRTEM) cihazı kullanılmıştır. Ayrıca nano partiküllerin ve matris tozunun dağılımını ve elementel analizlerini belirlemek için EDS (enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi) ve haritalama metodundan faydalanılmıştır. Bu cihaz ayrıca tozların kafes yapılarını, düzlemler arası mesafelerini belirlemek için 10-50 nm aralıklarında görüntülerin alınmasına yardımcı olmuştur.



Şekil 6.6. Yüksek çözünürlüklü geçirimli elektron mikroskobu (HRTEM)

## 6.6. Sıcak Pres Yöntemi ve MMK Numunelerinin Hazırlanması

Öğütülen tozların karakterizasyonu başarıyla tamamlandıktan sonra, bu tozların konsolidasyonu Selçuk Üniversitesi Teknoloji Fakültesi bünyesinde bulunan basınç kilitleme valfine sahip 150 ton kapasiteli pres ünitesi ile gerçekleştirilmiştir. Üretim için kullanılan ekipmanların bir kısmı hazır olarak temin edilmişken bir kısmı da istenilen özelliklere uygun olarak tasarlanmış ve imal ettirilmiştir. Üretim için kullanılan ekipmanlar: bir adet toz metalurjik numune üretimine uygun şekilde hazırlanmış yüksek sıcaklık çeliğinden (Uddeholm, Unimax EN) imal edilmiş dişi kalıp, iki adet yine dişi kalıpla aynı malzemeden üretilen erkek zımba, dört adet fişek rezistans, kalıp tutucu sehpa, PLC kontrollü sıcaklık ünitesi şeklindedir. Bu konuyla ilgilenen araştırmacılar için kullanılan tezgahlar ve ekipmanlardan bahsetmenin faydalı olacağı düşünülmektedir. Bu nedenle, alt başlıklar altında kullanılan ekipmanlar ve tezgahlar hakkında bilgilendirmeler yer almaktadır.

### *Sıcak pres:*

Sıcak presleme işlemi 400 MPa basınç ve 430 °C sıcaklıkta 30 dk. süreyle uygulanmıştır. Üretim sürecinin parametreleri ön denemelere ve literatürde yer alan çalışmalara göre seçilmiştir. Öğütülen tozlar, kalıbın dişi kısmına dökülmüştür. Tozlar, eşit sıcaklık dağılımı için dişi kalıpta 30 dk. boyunca sabit bir sıcaklıkta bekletilmiştir. Isıtma işleminden sonra erkek kalıpların eş zamanlı hareketi ile sıkıştırma işlemi gerçekleştirilmiş ve tüm aşamalar bittikten sonra MMK'ler kalıptan çıkarılmıştır. Presin sahip olduğu basınç kilitleme valfi ile sistemin sürekli çalıştırılmasına gerek kalmamıştır. İstenilen basınç değerine gelindiğinde valf kapatılmış ve o basınç değerinde pres basınç uygulamaya devam etmiştir. Sistem çalışırken ve valf kapalıyken uygulanan presleme basıncını teyit edebilmek için cihaza iki adet manometre yerleştirilmiştir.

### *Kullanılan dişi ve erkek kalıplar:*

Gelecekte yapılacak çalışmalar için üretilen MMK numunelerin çekme mukavemetlerinde meydana gelen değişimlerin incelenmesi planlandığı için papyon şeklinde numune oluşturulacak şekilde kalıplar gerekli yazılımlarla tasarlanmış ve “Kurşunel Çelik” firması aracılığıyla üretilmiştir. Tasarım ve malzeme özellikleri yüksek sıcaklık ve basınç altındaki çalışma şartlarına göre belirlenmiştir. Bu durumlar göz önünde bulundurularak dişi ve erkek kalıplar yüksek sıcaklıklarda yüksek dayanım

özellikleri sergileyebilen “Uddeholm Unimax EN” sıcak iş takım çeliğinden imal ettirilmiş daha sonrasında da uygun ısı işlemi yapılarak hazır hale getirilmiştir. Kalıpların sertliği yaklaşık 60 HRC değerindedir. Numunelerin kalıptan daha rahat bir şekilde çıkarılması için kalıbın üst yüzeyinden altına doğru 0,4 mm fark olacak şekilde hafif bir konikleşme eğilimi verilmiştir. Ayrıca üretim sırasında sıcaklık altında basınç uygulandığı için meydana gelecek sıkışmayı önlemek için de kalıp yüzeyleri grafit tozu ile çok az bir şekilde yağlanmıştır.

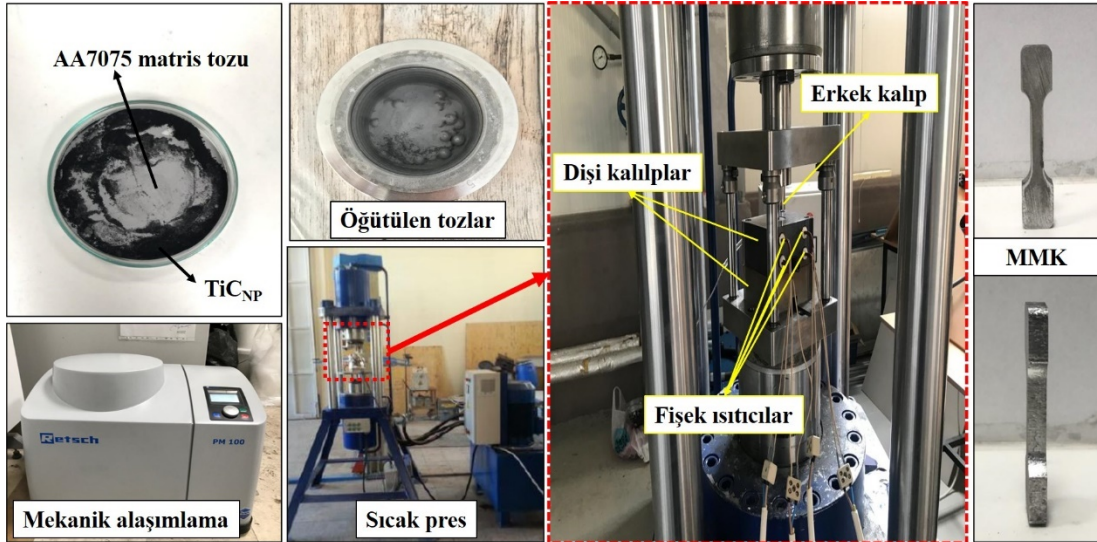
#### *Fişek rezistanslar:*

Kalıbı istenilen sıcaklık değerlerine çıkarmak için gerekli olan en önemli malzemelerden birisi de fişek rezistanslardır. Daha önceki çalışmalarda kalıba direkt olarak elektrik vermek ve farklı tür de ısıtma teknikleri denenmiştir. Fakat bu çalışmalar direkt olarak elektrik verilmesi sonucu meydana gelen manyetik alan etkisinden dolayı başarısızlıkla sonuçlanmıştır. Yapılan araştırmalar neticesinde kalıba uygun birbirlerine seri bağlanarak yaklaşık olarak 2200 Watt kapasitede bir ısı gücü sergileyen ve 750 °C'ye kadar ısıtma yapabilen fişek rezistansların kullanılmasına karar verilmiştir.

#### *İzolasyon malzemeleri:*

Üretim esnasında yüksek sıcaklıklara çıkıldığı için hem meydana gelecek ısı kaybını önlemek hem de kalıbın ısınmasıyla presin de ısınmasının önüne geçerek çalışma ortamının iş güvenliğini arttırmak için dışı kalıp ve pres arasına sıcaklık ve basınca dayanabilen seramik malzemedan üretilmiş izolasyonu sağlayan bir levha yerleştirilmiştir. Ayrıca kalıbın ısınması sırasında meydana gelecek ısı kaybının önüne geçmek için 1200 °C'ye kadar sıcaklığa dayanıklı cam yünü ile kalıp sistemi kaplanmıştır.

Tüm bu bahsedilen ve MMK'lerin üretimi için kullanılan deneysel ekipmanlar ve hazırlık aşamaları Şekil 6.7'te gösterilmektedir.



Şekil 6.7. MMK numunelerin üretimi için gerekli olan çift etkili pres ve kullanılan ekipmanlar

## 6.7. Üretilen MMK Numunelerinin Mikro Yapı ve Mekanik Özelliklerinin Karakterizasyonu

### 6.7.1. Yoğunluk deneyleri

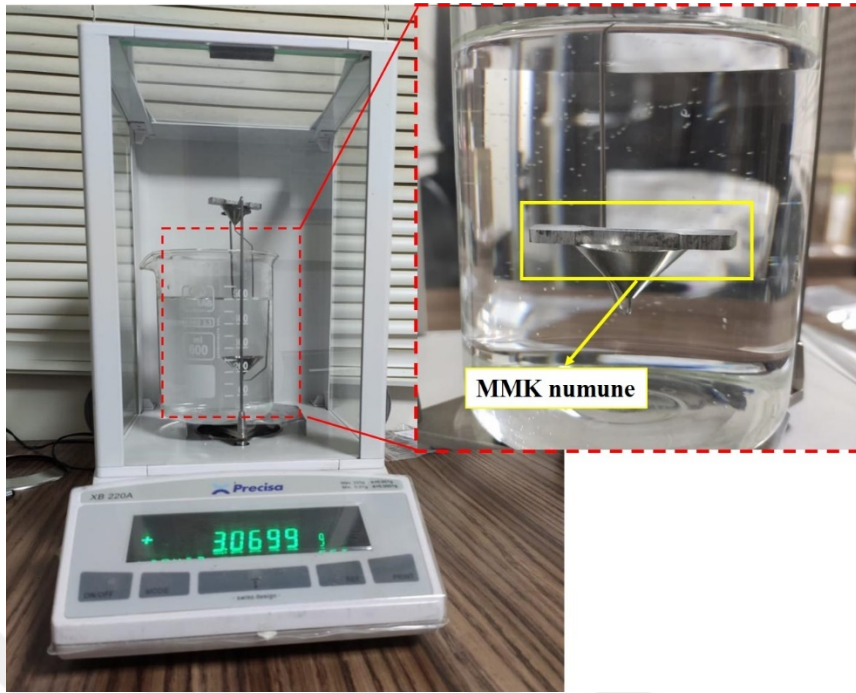
Sıcak pres ile üretilen MMK numunelerin teorik yoğunlukları karışım kuralına (Denklem 6.3) göre hesaplanmıştır. Deneysel yoğunlukları ise Şekil 6.8'de gösterilen "Precisa XB 220A" model hassas terazi ile ölçülmüştür. MMK'lerin deneysel yoğunluğunu hesaplamak için Arşimet prensibinden (Denklem 6.4) faydalanılmıştır.

$$\rho_c = w_m \rho_m + w_r \rho_r \quad (6.3)$$

$\rho_m$  ve  $\rho_t$  sırasıyla matris ve takviye malzemelerinin yoğunluğunu,  $w_m$  ve  $w_t$ , sırasıyla matris ve takviye malzemelerinin ağırlıkça oranını ifade etmektedir.

$$\rho = \frac{W_a}{W_a - W_w} \times \rho_w \quad (6.4)$$

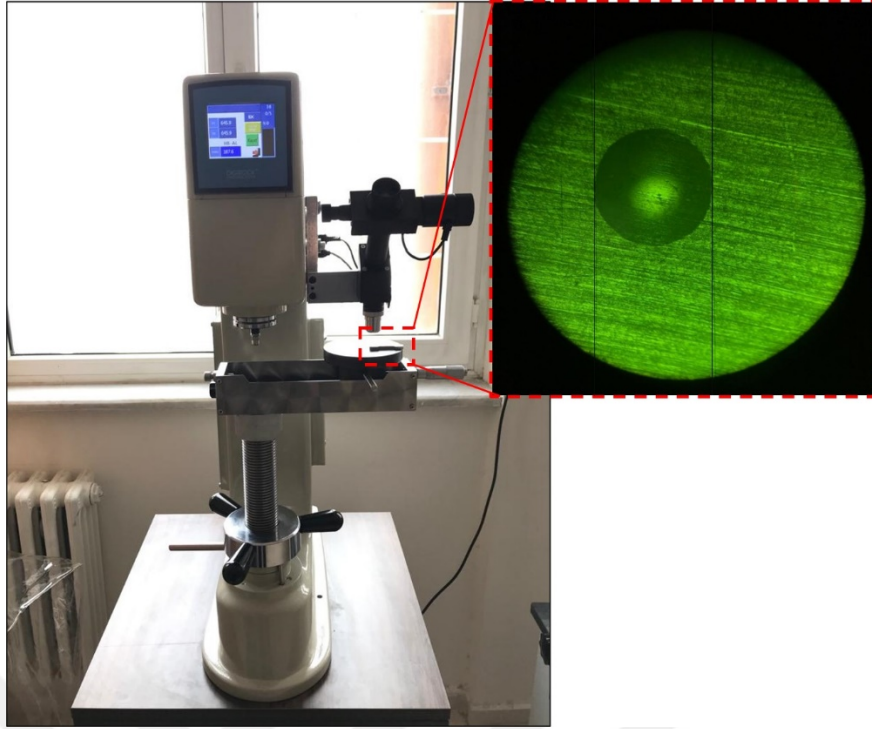
$W_a$ , numunelerin havadaki ağırlığı,  $W_w$ , numunelerin sudaki görünen ağırlığı,  $\rho_w$  ise suyun yoğunluğudur. Bu yoğunluk değerlerinin birbirlerine göre yüzdesi (deneysel/teorik yoğunluk) kullanılarak MMK'lerin bağıl yoğunlukları hesaplanmıştır. Verileri doğrulamak için tüm yoğunluk ölçme testleri üçer kez tekrarlanmıştır.



Şekil 6.8. MMK numunelerinin yoğunluklarının ölçümü için kullanılan hassas terazi

### 6.7.2. Sertlik deneyleri

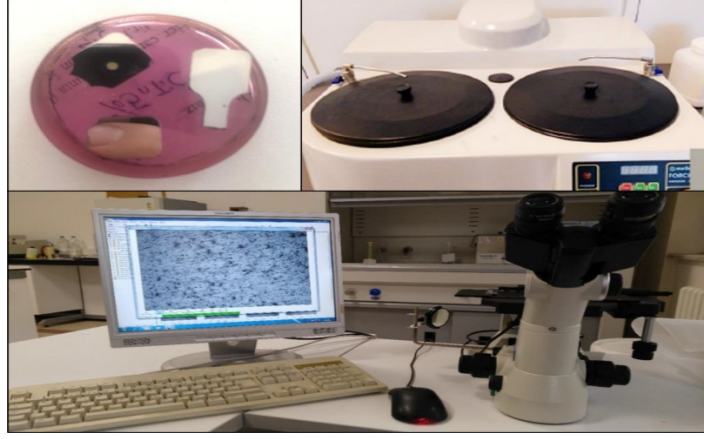
MMK'lerin Brinell sertlik deneyleri 62,5 kg yük altında ve 2,5 mm çaplı bilyeli uç yardımıyla Selçuk Üniversitesi Teknoloji Fakültesi bünyesinde bulunan "DIGIROCK-LC-RBOV" sertlik test cihazı kullanılarak ölçülmüştür. Cihazın ekran görüntüsü olarak verdiği değerlerden ziyade her bir ölçüm için Şekil 6.9'da gösterildiği gibi mikroskop yardımıyla iz çapları ölçülmüş ve sertlik değerleri hesaplanmıştır. Her bir numunenin iki taraflı uç kısımlarından ve ortalarından önlü arkalı olacak şekilde üçer ölçüm alınmıştır. Yani bir numuneden toplam 18 ölçüm alınmıştır ve sonuçlar bu değerlerin ortalaması ve standart sapmaları ile verilmiştir. Bu ölçümler bir yandan da malzemenin preslenmesi esnasında yoğunluk gradyanı meydana gelip gelmediğini yorumlamamıza da yardımcı olmuştur.



Şekil 6.9. Brinell sertlik ölçüm cihazı

### 6.7.3. Metalografik numune hazırlama ve optik mikroskop analizleri

Üretilen MMK numunelerde meydana gelen mikro yapı değişimlerini incelemek için numuneler soğuk bakalite alındıktan sonra Selçuk Üniversitesi Teknoloji Fakültesi bünyesinde bulunan Şekil 6.10’da gösterilen “Metkon Forcipol V2” model metalografik numune hazırlama cihazında geleneksel zımparalama (60-2000 grid zımpara) ve parlatma yöntemi kullanılarak hazırlanmıştır. Son aşamada ise 1 mikron elmas pasta kullanılmıştır. Görüntü alınamayan bazı numunelerde ise nihai işlem olarak 0,05 mikron alümina pasta kullanılmıştır. Daha sonra MMK numunelerin mikro yapıları “Nikon MA100 Eclipse” model optik ters metal mikroskobu kullanılarak incelenmiştir. Daha detaylı mikro yapı karakterizasyonu yapabilmek için numuneler “modifiye Keller” çözeltisi ile dağlanmış. Ayrıca, toz karakterizasyonu için kullanılan SEM ve TEM cihazları üretilen MMK malzemelerin daha detaylı mikro yapı karakterizasyonlarını gerçekleştirebilmek için de kullanılmıştır. Yukarıda bu cihazlardan bahsedildiği için tekrar burada cihazlar hakkında bilgi verilmemiştir.



Şekil 6.10. Metalgrafik olarak numune hazırlama işlemi ve optik mikroskop



## 7. DENEYSEL SONUÇLAR

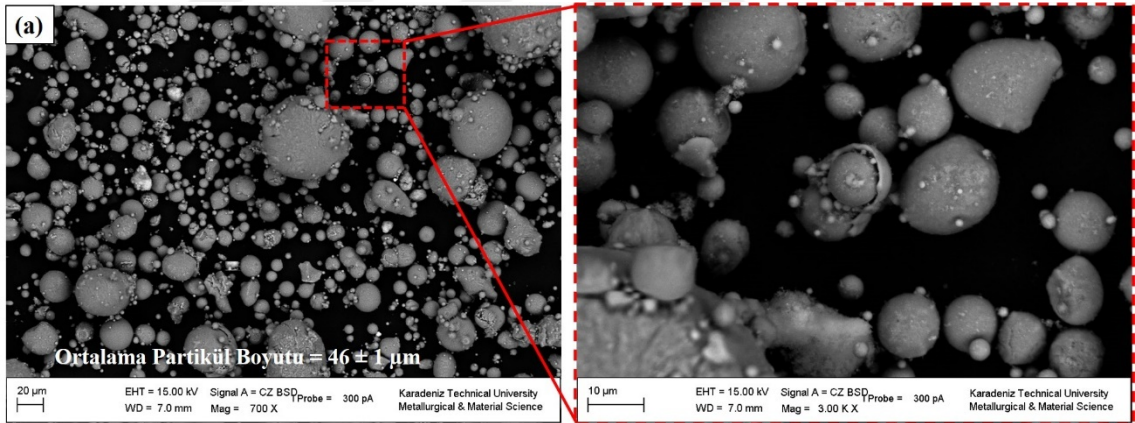
Bu bölümde tez çalışması kapsamında mekanik alaşımlama yöntemi ile öğütülmüş kompozit tozların ve daha sonrasında sıcak presleme ile bu tozlardan üretilen MMK malzemelerin mikro yapı ve mekanik karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. Bu ana bölüm başlığı altında yürütülen karakterizasyon işlemleri toz ve tozlardan üretilen MMK malzeme karakterizasyonu olmak üzere iki ana başlık altında incelenmiştir. Başlıklar altında ise çeşitli alt başlıklar yer almaktadır. Deneysel sonuçlar herhangi bir yorum yapılmadan, literatürde bulunan çalışmalarla kıyaslanmadan sadece uygulanan deneyler sonucunda ortaya çıkan veriler şeklinde verilmiştir. Genel olarak takviye türü, takviye oranı ve öğütme süresine bağlı olarak deneysel sonuçlarda ne tür farklılıkların meydana geldiği kısaca ifade edilmiştir. Bu bölümde elde edilen sonuçların yorumu, diğer çalışmalarla kıyaslanması ve meydana gelen değişikliklerin muhtemel sebep-sonuç ilişkisi daha detaylı olarak bir sonraki ana bölüm olan “Tartışma” başlığı altında yapılmıştır. Deneysel çalışmalar çok geniş kapsamlı yürütüldüğünden tüm etkileri aynı anda değerlendirmek oldukça zor olduğu için böyle bir yol izlenmiştir. Ayrıca bu tez çalışmasının literatüre ne gibi bir katkı sunacağı, çalışmanın odak noktası ve çalışma sonrası elde edilen önemli bulguların ayrı bir başlık altında incelenmesinin bu konuyla ilgilenen araştırmacılara daha yararlı olacağı düşüncesiyle bu şekilde bir sunum tarzı benimsenmiştir.

### 7.1. Toz Morfolojisi, Dağılım ve Toz Boyutu Karakterizasyonu

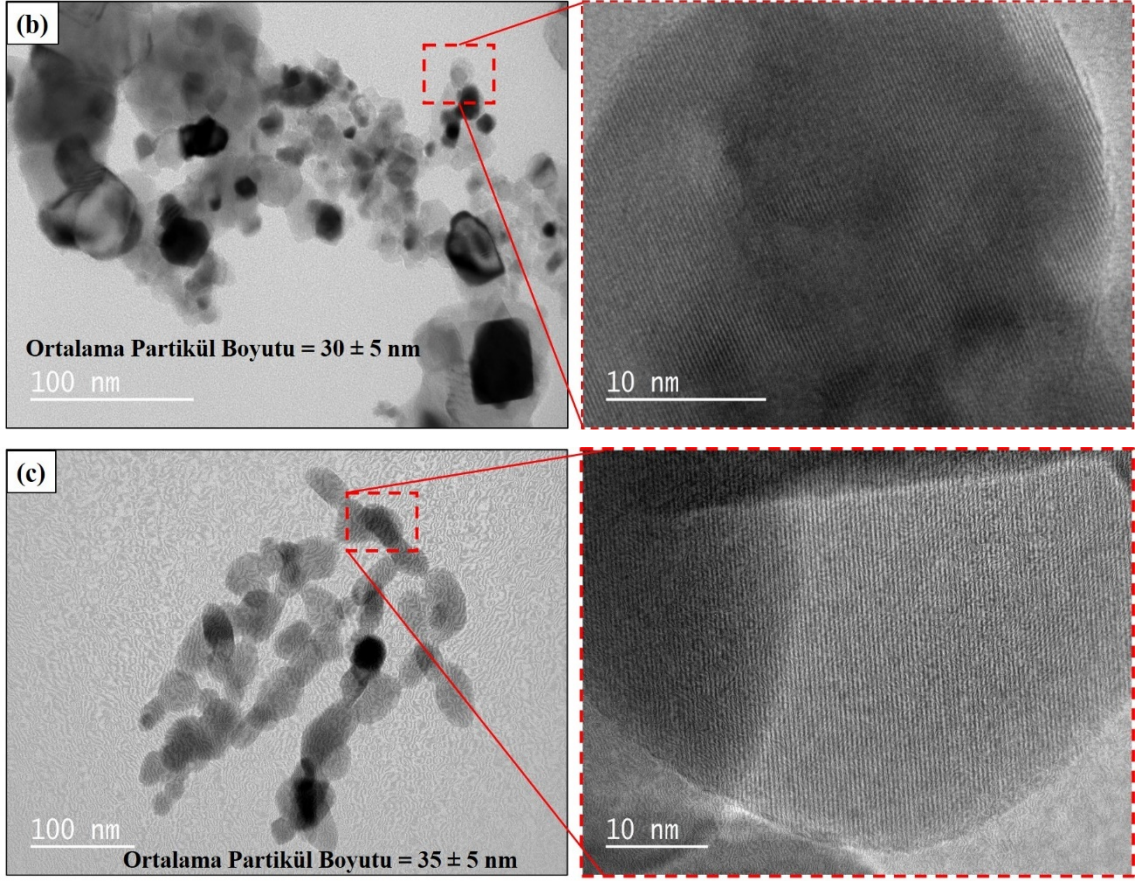
#### 7.1.1. Toz morfolojisi ve dağılımları

Öğütme sonrası tozların morfolojik değişiminin incelenebilmesi için tozların başlangıç şeklinin ve boyutunun bilinmesi gerekmektedir. Çünkü üretilecek olan son ürünün özellikleri üzerinde olumlu veya olumsuz etkisi olduğu bilinmektedir. Bu nedenle, bu bölümde ilk iş olarak, daha rahat kıyaslama yapabilmek için hazır olarak temin edilen başlangıç matris (AA7075) tozunun SEM görüntüsü ve takviye tozlarının (TiC ve Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) TEM görüntüleri ve boyut dağılımları Şekil 7.1’de gösterilmiştir. Şekil 7.1(a)’da görüldüğü üzere AA7075 başlangıç tozlarının şekli küresel (spherical) iken, TiC başlangıç tozlarının (Şekil 7.1(b)) şekli ise köşeli (angular) ve Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> başlangıç tozlarının şekli ise köşeleri yuvarlatılmış nispeten küresel şekildedir (Şekil 7.1(c)). Farklı üretim

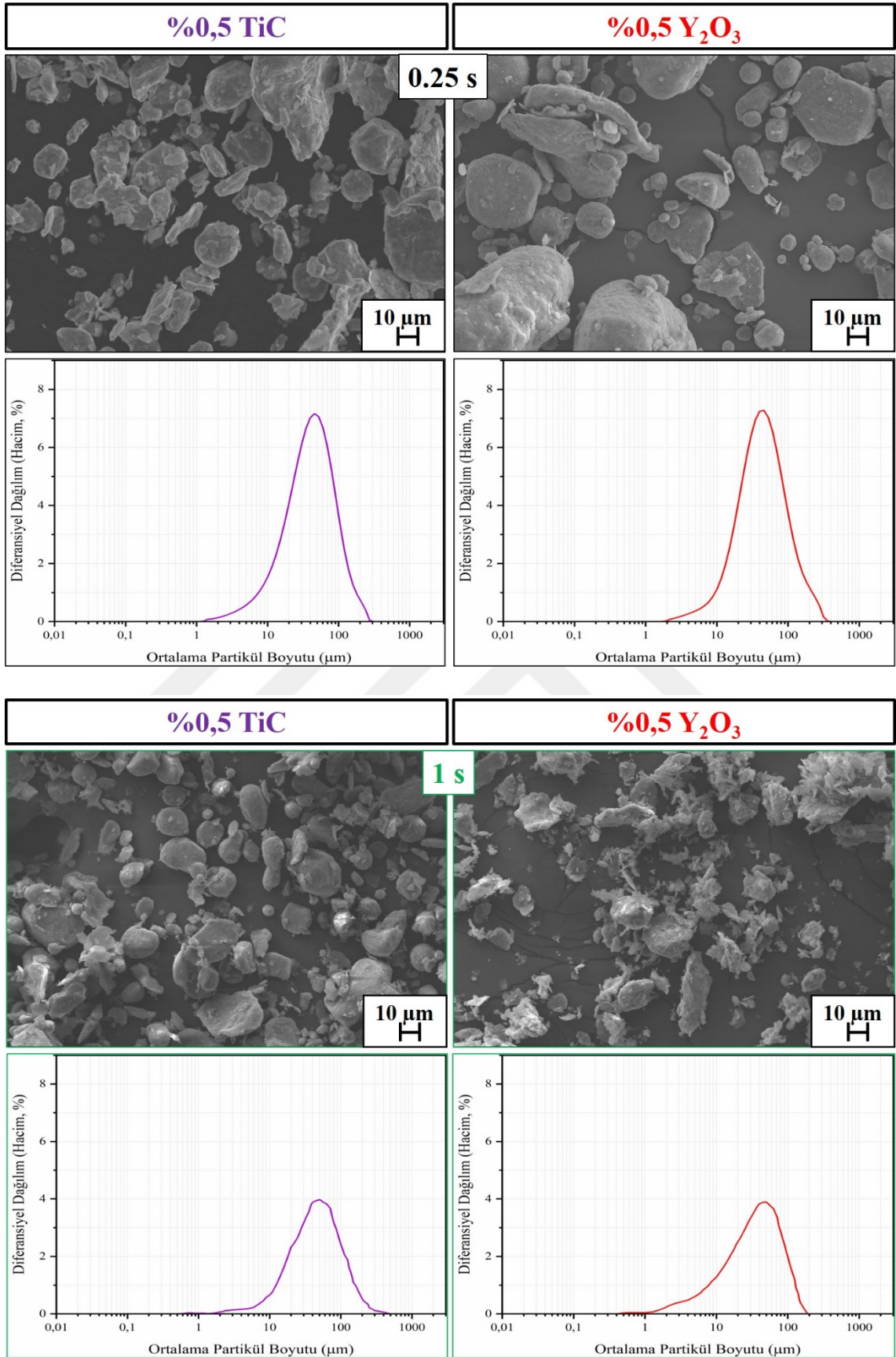
parametrelerinde (takviye türü, oranı ve öğütme süresi) hazırlanan tozların morfolojilerinde meydana gelen değişimler ve bu tozların dağılım eğrileri Şekil 7.2’de gösterilmiştir. Şekilden de fark edileceği üzere her üretim parametresinin sonuçlara farklı bir etkisi vardır. Bu etkilerden ilerleyen bölümlerde detaylı olarak bahsedilecektir. Fakat ilk bakışta, takviye türü ve oranından ziyade öğütme süresinin toz morfolojisi ve dağılımları üzerinde güçlü bir etkisinin olduğu söylenebilir. Her iki takviye türü içinde genel olarak bahsederseniz: 0,25 sa. öğütme sonucunda başlangıçta küresel olan tozların bir kısmının şekillerini muhafaza ederken bir kısmının da yassılaşıma veya kırılma eğiliminde oldukları tespit edilmiştir. Bu durum farklı takviye oranı ve türüne göre 1 ve 1,5 saat öğütme sonrasında farklı bir karakteristik sergilemiştir. Genel olarak 1 ve 1,5 sa. öğütülen tozların büyük kısmı hem yassılaşıp hem de kırılmıştır ve özellikle  $Y_2O_3$  grubu için kesiti incelenmiş oldukça yassı tozlar ile karşılaşmıştır. 2 saatlik öğütme sonrasında ise, her iki grupta yer alan tozlar bilye-toz-haznenin tekrarlı çarpışmaları sonucu kırılmaya ve küçülmeye başlamıştır. 10 saatlik öğütmeye gelindiğinde ise toz partikül boyutları artık minimum seviyelerine ulaşmıştır.



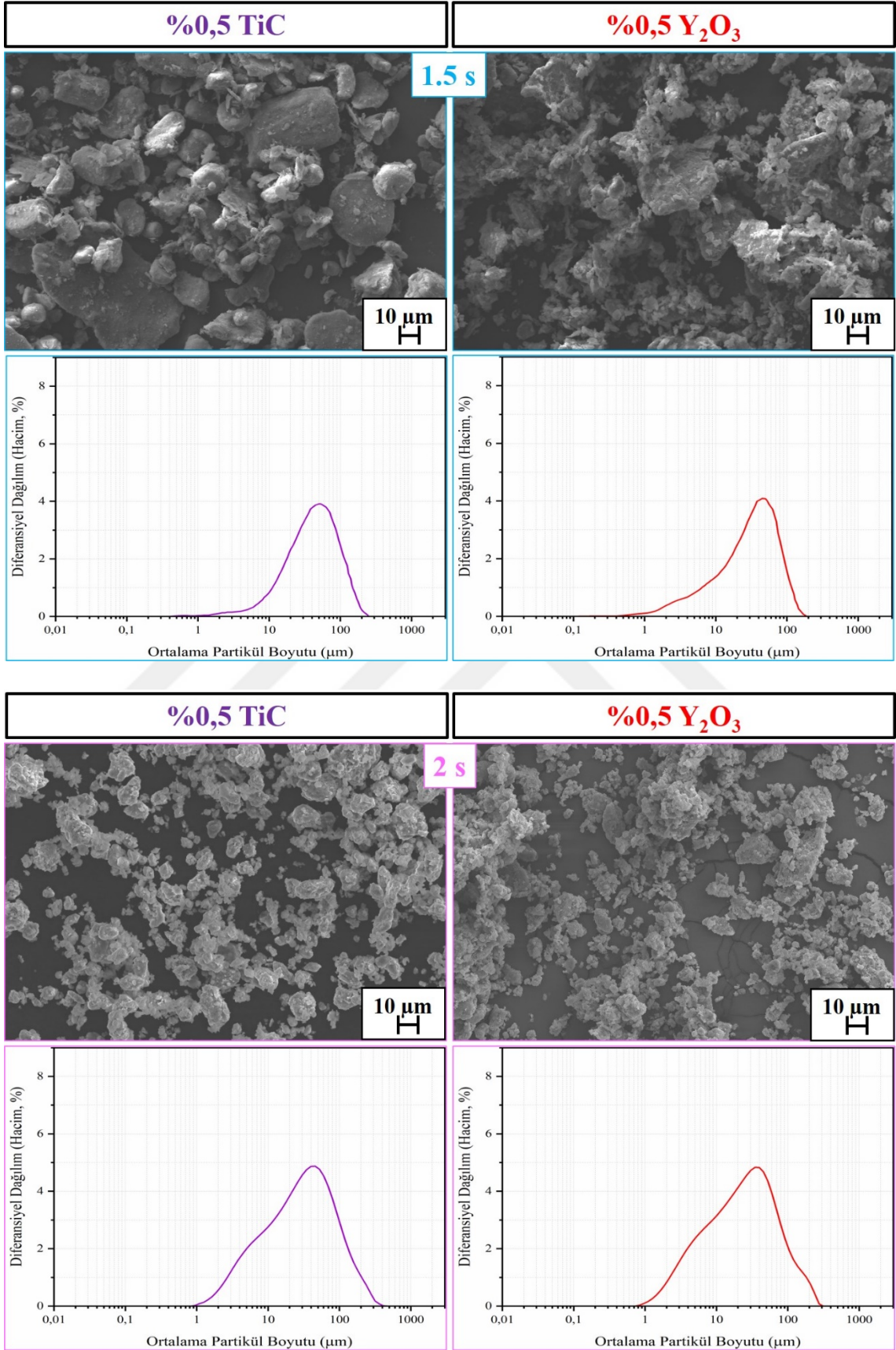
Şekil 7.1. (a) AA7075 başlangıç matris tozunun morfolojisi ve ortalama toz boyutu, (b) TiC takviye tozunun morfolojisi ve ortalama toz boyutu ve (c)  $Y_2O_3$  takviye tozunun morfolojisi ve ortalama toz boyutu



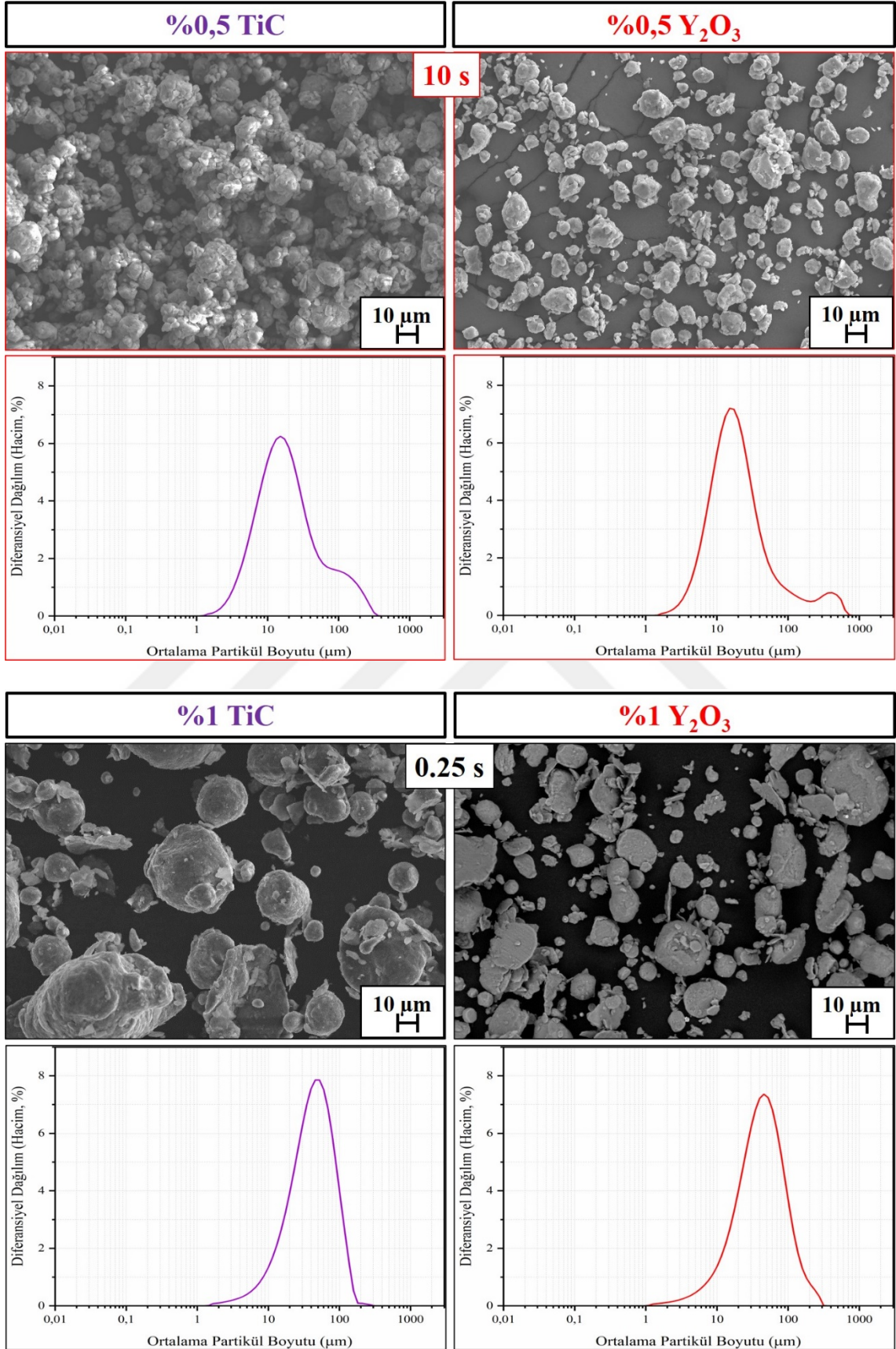
Şekil 7.1. (devam ediyor)



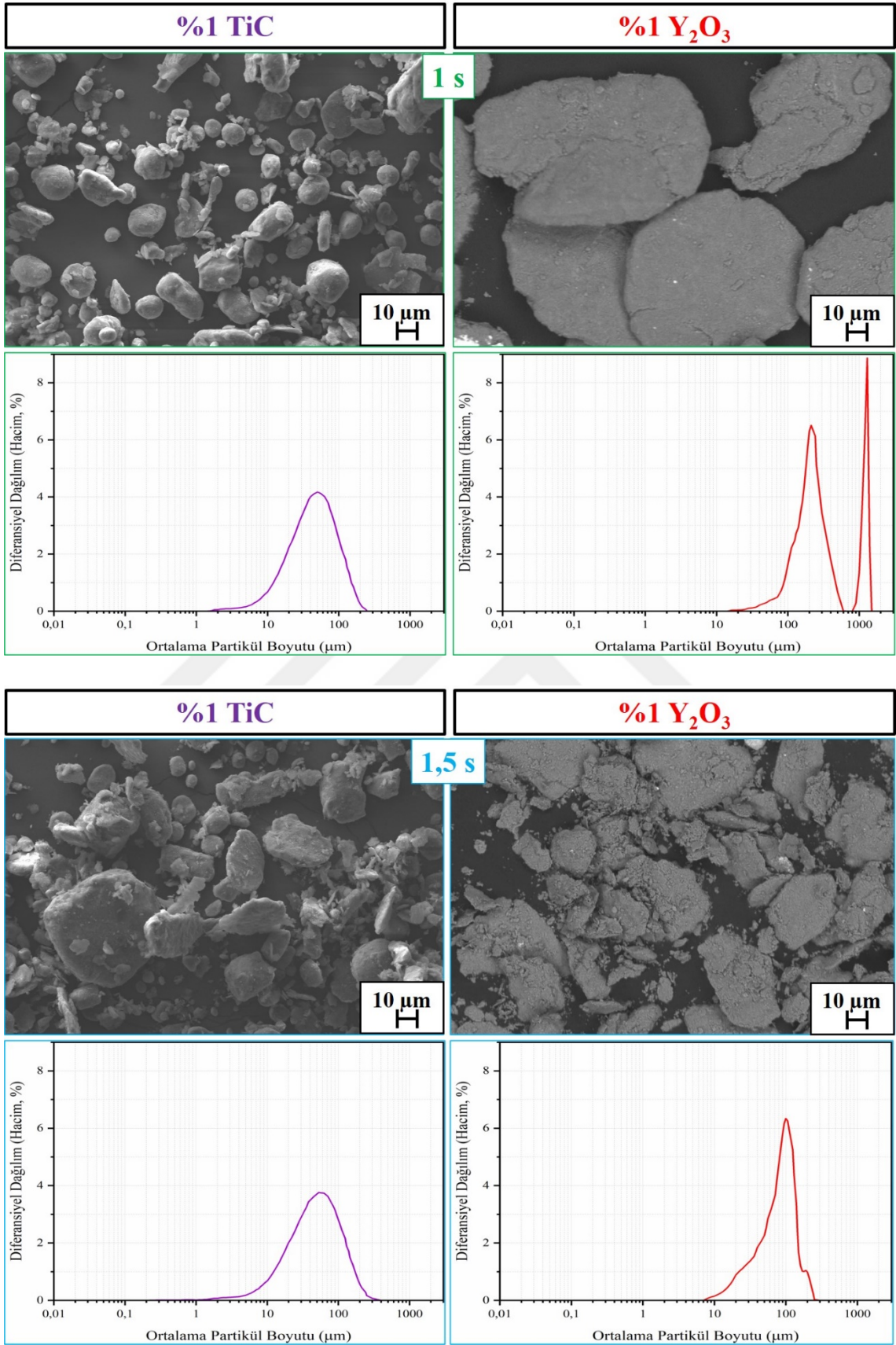
**Şekil 7.2.** Farklı üretim parametrelerinde (takviye türü, oranı ve öğütme süresi) tozların morfolojisi ve partikül boyut dağılımında meydana gelen değişimler



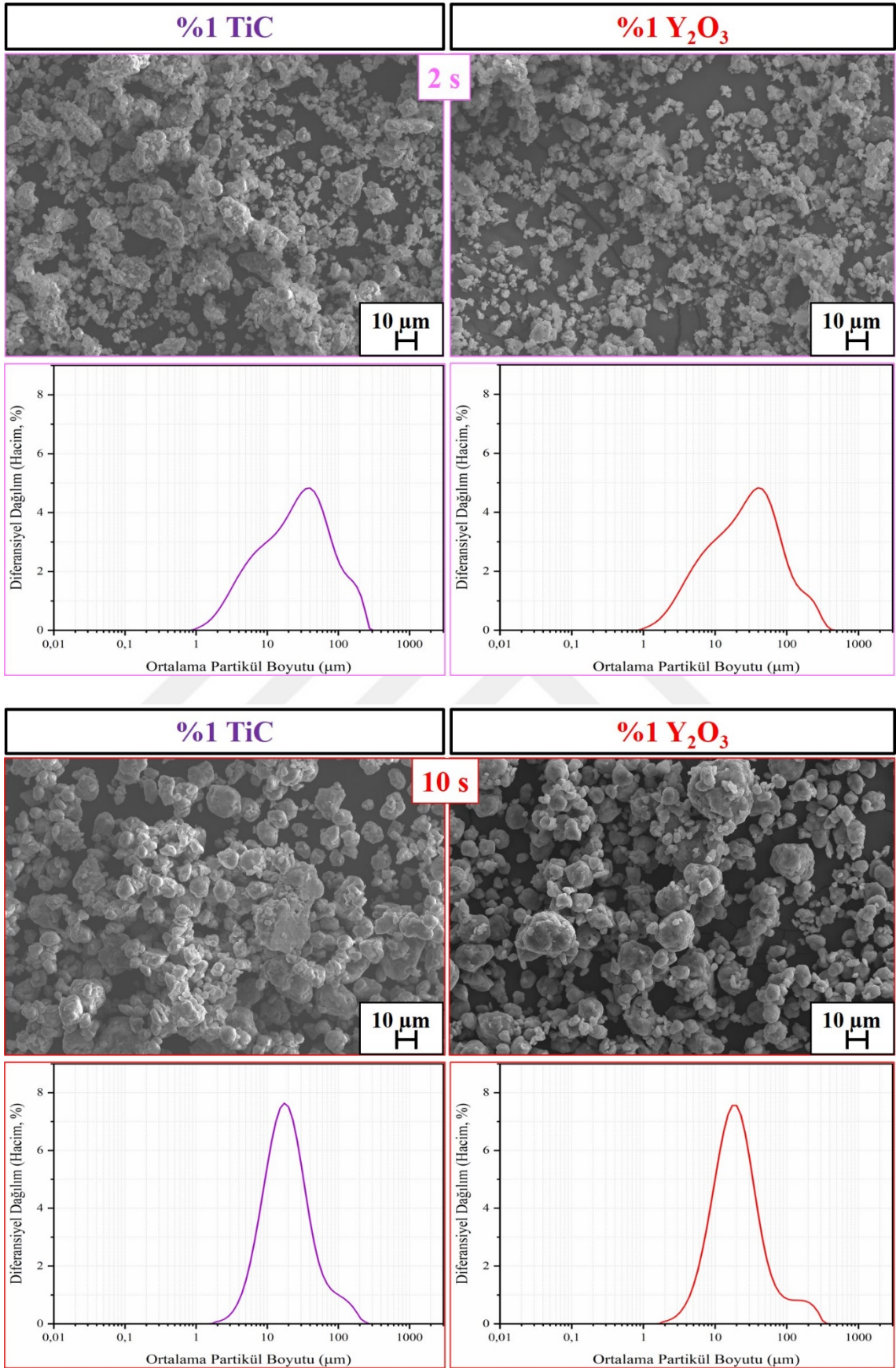
Şekil 7.2. (devam ediyor)



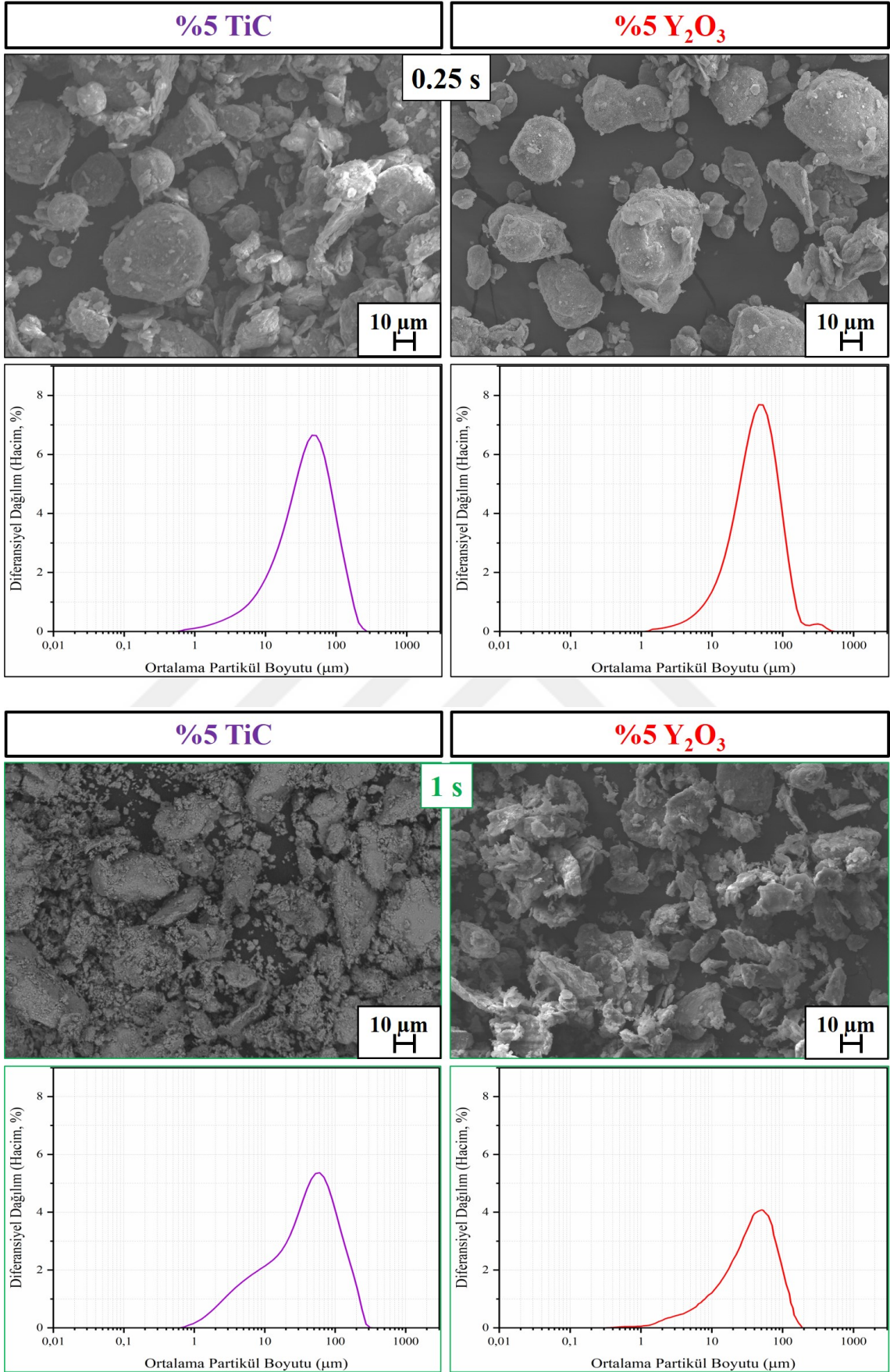
Şekil 7.2. (devam ediyor)



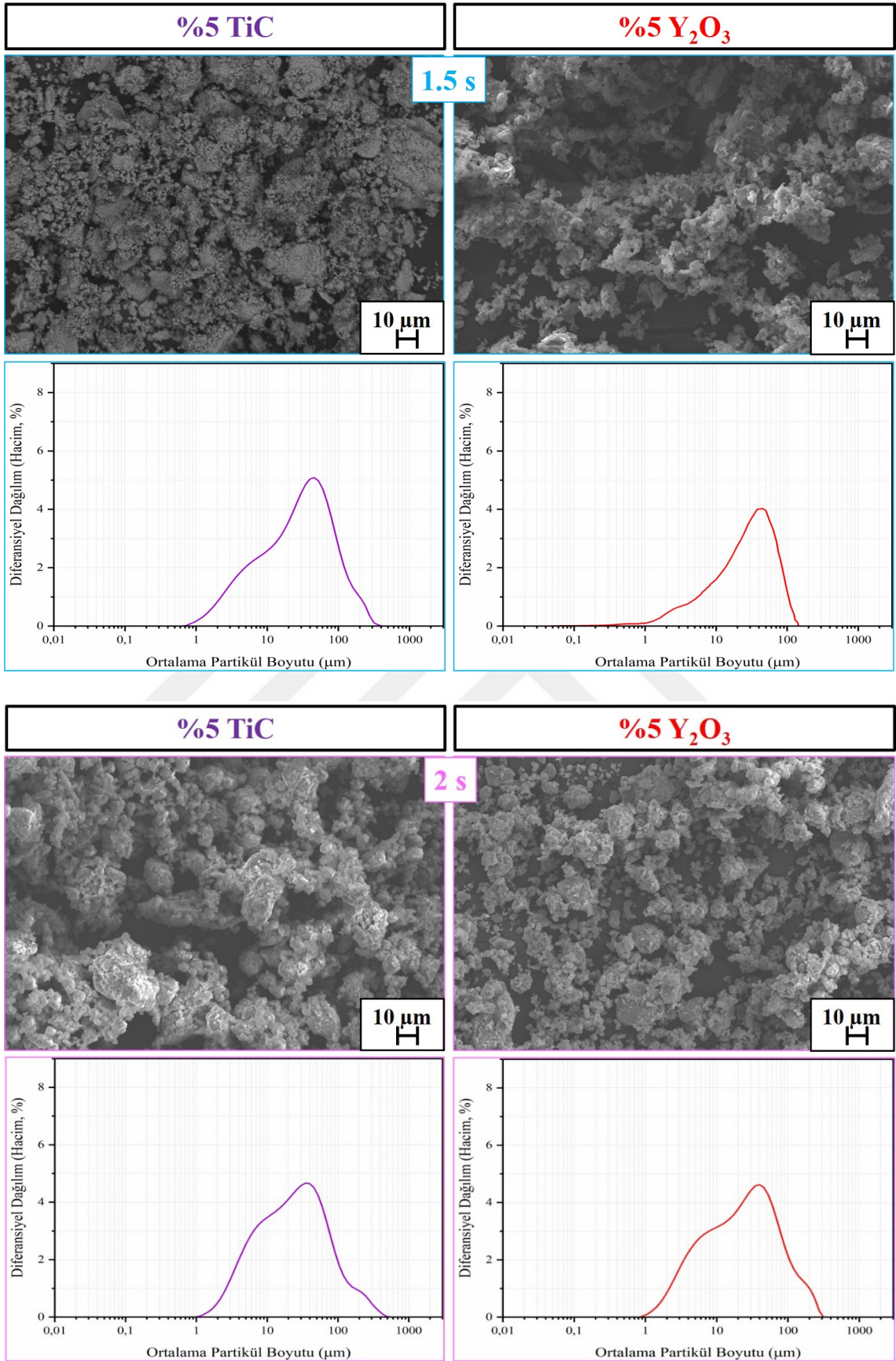
Şekil 7.2. (devam ediyor)



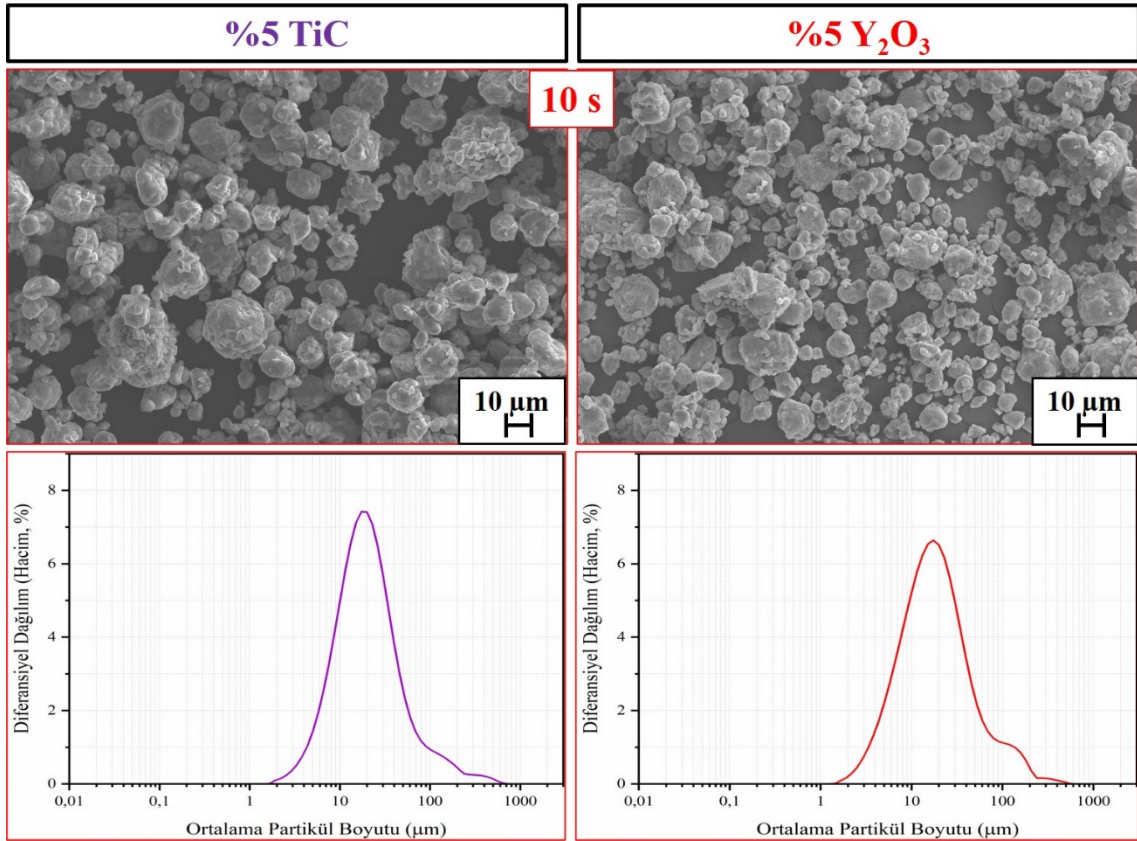
Şekil 7.2. (devam ediyor)



Şekil 7.2. (devam ediyor)



Şekil 7.2. (devam ediyor)

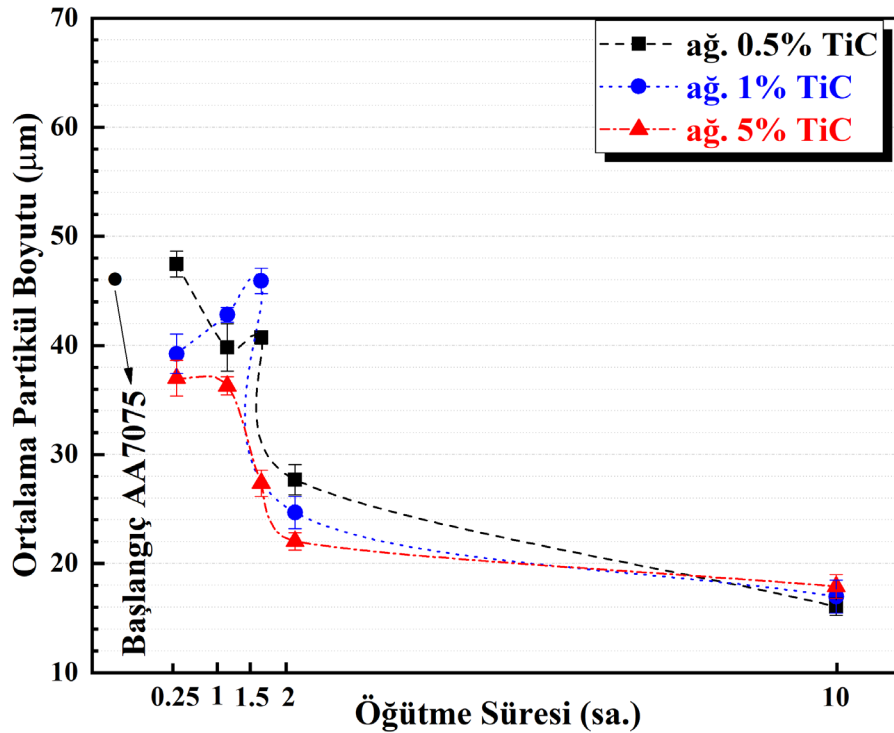


Şekil 7.2. (devam ediyor)

### 7.1.2. Toz boyutu analizleri

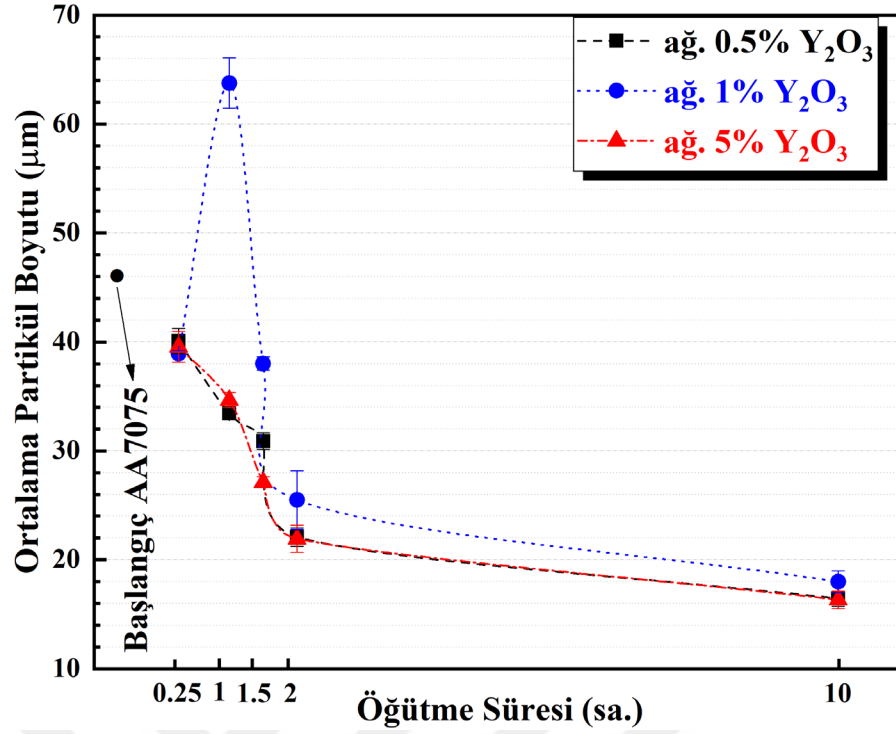
Bu bölümde farklı takviye türlerinde öğütülen tozların ortalama partikül boyutları üzerine farklı takviye oranı ve öğütme süresinin etkisi incelenmiştir. TiC takviyeli tozların ortalama boyutları üzerinde takviye oranı ve öğütme süresinin etkisi Şekil 7.3'te verilmiştir. Birkaç istisnai durum hariç genel olarak incelendiğinde öğütme süresinin artmasıyla toz boyutlarının azaldığı tespit edilmiştir. AA7075 başlangıç tozunun ilk boyutu yaklaşık 46 µm iken, farklı oranlarda TiC takviyeli 10 sa. öğütülmüş tozların boyutları 17-20 µm aralığında değişmektedir. Öğütmenin ilk aşamalarında etkin olan İKK nedeniyle ortalama toz boyutlarında hızlı bir azalma meydana gelmiştir. 2 saat öğütme sonrasında ise 20-26 µm aralığında tozlar elde edilmiştir. 2 saatten 10 saatlik öğütme süresine geçildiğinde ise minimum toz boyutları elde edilmiştir. Fakat, 2 ve 10 saat arasında meydana gelen toz boyutu değişimi öğütmenin erken safhalarında meydana gelen değişime kıyasla daha azdır. Takviye oranının etkisi dikkate alındığında ise, genel olarak takviye miktarının artması ile toz boyutları azalmıştır diyebiliriz. Fakat şekilden

de açıkça görüldüğü üzere öğütme süresinin toz boyutu üzerindeki etkisi takviye oranının etkisine göre oldukça fazladır.



Şekil 7.3. TiC takviyeli gruplarda yer alan tozların ortalama toz boyutları üzerine takviye oranı ve öğütme süresinin etkisi

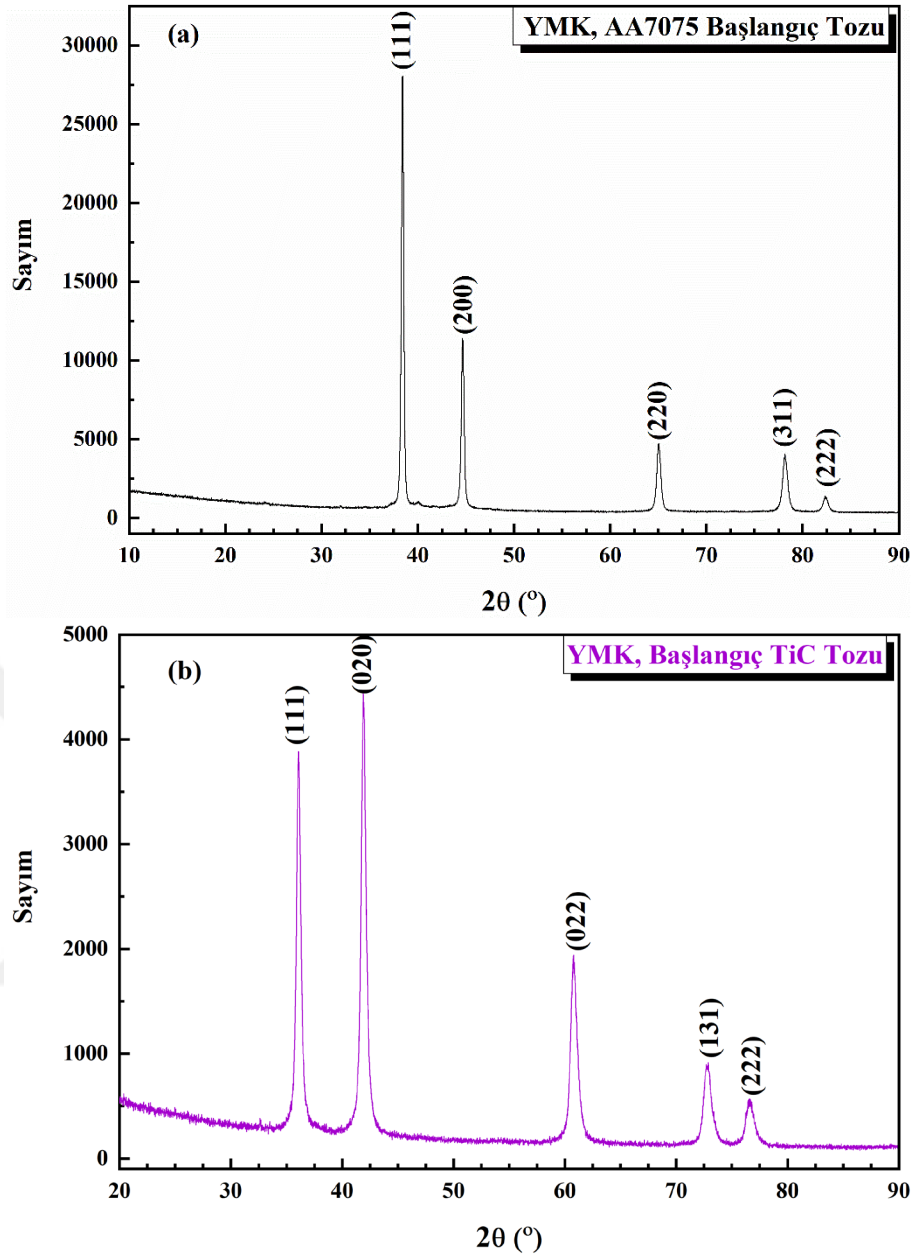
$Y_2O_3$  takviyeli tozların ortalama toz boyutları üzerine takviye oranı ve öğütme süresinin etkisi ise Şekil 7.4'te verilmiştir. Bir durum hariç genel eğilime bakıldığında, artan öğütme süresi ile toz boyutlarının azaldığı görülmektedir. TiC takviyeli grupta olduğu gibi  $Y_2O_3$  takviyeli tozlarda da 10 sa. öğütme sonunda yaklaşık olarak 18-20  $\mu m$  aralığında tozlar elde edilmiştir. Benzer şekilde 2 sa. öğütmeye kadar tozların boyutları yapıda etkin olan İKK nedeniyle daha hızlı azalmışken, 10 sa. öğütmeye doğru bu azalma hızı yavaşlamıştır. Literatürde de karşılaşılan bu durum kararlı durum (steady-state) olarak adlandırılmaktadır. Takviye oranının etkisi incelendiğinde ise gözle görülür bir fark tespit edilememiştir ve toz boyutlarındaki değişimler daha düzensizdir. Öğütme sistematüğünü etkileyen çok fazla parametre olduğu için böyle bir durumla karşılaşılması normaldir. Her iki grupta da meydana gelen değişimler sebep-sonuç ilişkisi kurularak "Tartışma" kısmında daha detaylı bir şekilde yorumlanmıştır.



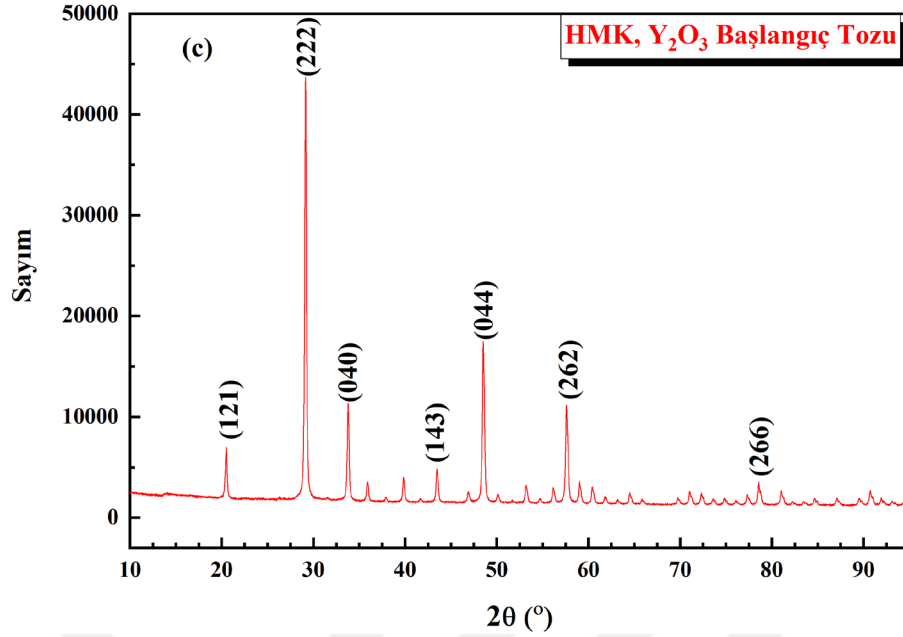
Şekil 7.4. Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli gruplarda yer alan tozların ortalama toz boyutları üzerine takviye oranı ve öğütme süresinin etkisi

## 7.2. XRD Analizleri ve Kristalografik Özellikler

Bu bölümde takviye çeşidi, takviye oranı ve öğütme süresinin tozların kristalografik özellikleri üzerinde meydana getirdiği değişimler incelenecektir. Daha sonra meydana gelen bu değişimler birbirleri ile kıyaslanacaktır. Bu nedenle ilk aşamada hazır olarak temin edilen başlangıç tozlarının (matris ve takviye) XRD eğrileri sırasıyla Şekil 7.5'te gösterilmiştir. Şekil 7.5(a)'da yer alan AA7075 başlangıç matris tozu dikkate alındığında, yüzey merkezli kübik (ymk) yapıya sahip olan Al'un ana pikleri görülmektedir. Şekil 7.5(b)'de ise nano boyutlu ymk yapıya sahip TiC tozlarının XRD sonuçları gösterilmektedir. TiC takviyeli tozlar 5 farklı açıda farklı düzlemler oluşturacak şekilde pikler göstermiştir. Takviye malzemesi olarak kullanılan Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tozlarının XRD sonuçları ise Şekil 7.5(c)'de gösterilmektedir. Şekil göz önünde bulundurulduğunda, hacim merkezli kübik yapıya sahip Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tozlarının farklı derecelerde farklı düzlemlere sahip olduğu görülmektedir.



Şekil 7.5. Hazır olarak temin edilen (a) AA7075 başlangıç tozu, (b) TiC takviye tozu ve (c)  $Y_2O_3$  takviye tozunun XRD analiz sonuçları



Şekil 7.5. (devam ediyor)

Yapılan XRD analizleri sonucu, ön alaşımlı olarak temin edilen AA7075 tozu içerisinde Zn, Mg, Cu, vb. alaşım elementleri Al matrisi içerisinde çözülmüş olarak yer aldığı için XRD eğrilerinde sadece Al'a ait kırınım ışınları yansımaktadır. Ayrıca, başlangıç tozlarının XRD eğrilerine ait miller indisleri, düzlemler arası mesafeleri, ana yansıma açıları ve referans kartları Çizelge 7.1'de verilmektedir. Şekil 7.5(c)'de görüldüğü üzere Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'e ait pikler çok fazla olduğu için en yoğun piklerin olduğu düzlemler Çizelge 7.1'de gösterilmiştir. Tozlarda meydana gelen kristalografik değişimleri detaylı bir şekilde incelemeye önce beklenen durumlar şu şekildedir:

- ✓ Pik şiddetlerinde artma veya azalma şeklinde değişimlerin olması
- ✓ Pik genişliklerinde ise genişleme veya daralmanın meydana gelmesi
- ✓ Oksit, karbür veya intermetalik fazların oluşma ihtimali.

Her toz grubunda gözlemlenen X-ışını kırınımını tek tek verilmekten ziyade takviye çeşidine göre ayrılarak iki farklı grafik üzerinde takviye oranı ve öğütme süresinin etkisini daha rahat görmek amacı ile toplu olarak verilmiştir. Deneysel çalışmada çok fazla toz grubu olması nedeniyle tozların kristalografik özelliklerinde meydana gelen değişimler ise bir arada verilmek yerine: takviye çeşidi ve oranı dikkate alınarak öğütme süresinin bir fonksiyonu olarak sonraki bölümlerde değerlendirilmiştir. Kristalografik özellikler olarak incelenen parametreler ise şunlardır:

- Kristalit boyutunda meydana gelen değişim

- Kafes gerinimlerinde farklılıklar
- Kristalit boyutu ve kafes gerinimlerine bağlı olarak dislokasyon yoğunluğunda meydana gelen değişimlerdir.

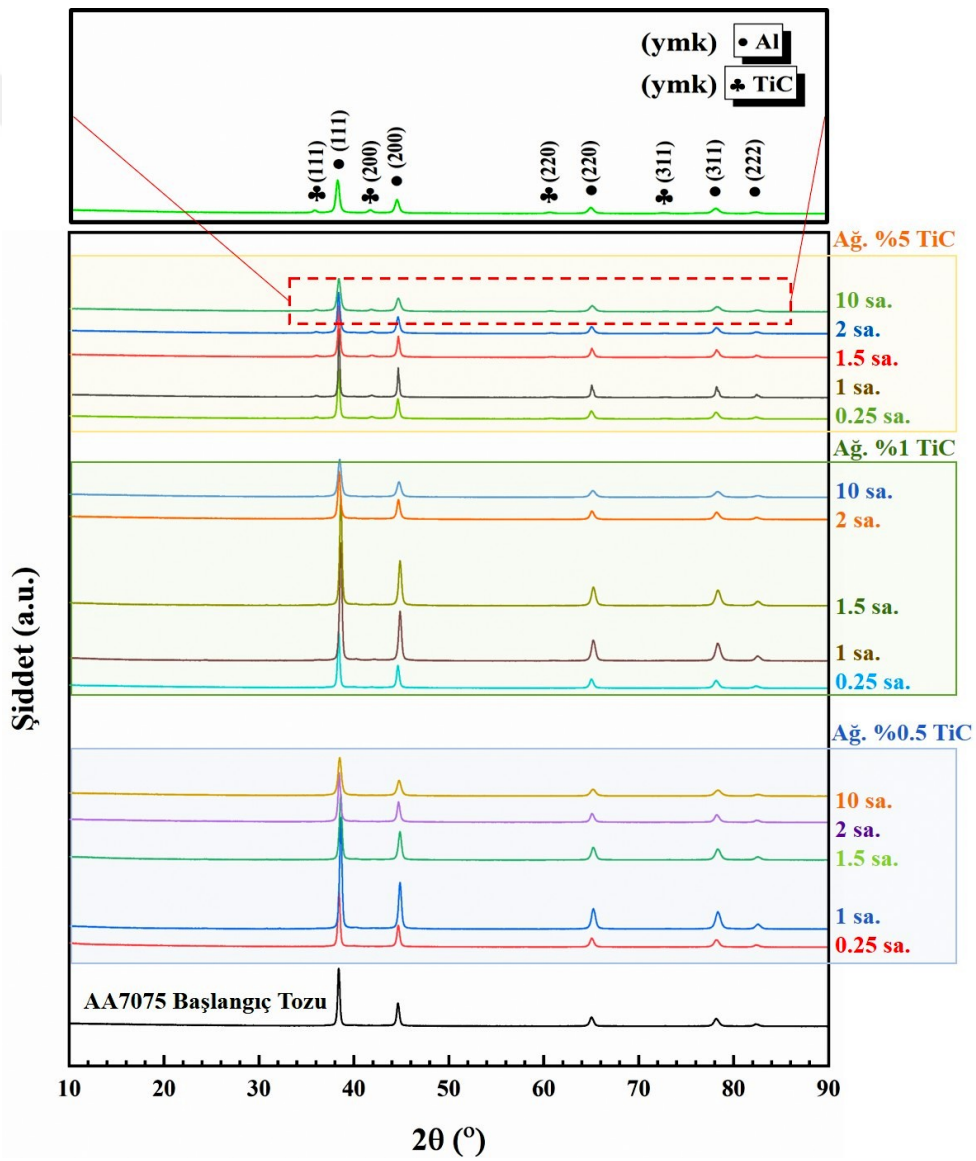
**Çizelge 7.1.** Başlangıç tozlarının XRD eğrilerine ait ana yansıma açıları, miller indisleri, düzlemler arası mesafeleri ve referans kartları

	No	h	k	l	d (Å)	2θ (derece)	Sayım (%)	Referans Kart
<b>AA7075</b>	<i>i</i>	1	1	1	2,34346	<b>38,380</b>	<b>100</b>	ICDD: 98-004-3492
	<i>ii</i>	0	0	2	2,02950	44,612	47,8	
	<i>iii</i>	0	2	2	1,43507	64,928	28,8	
	<i>iv</i>	1	1	3	1,22383	78,014	32,0	
	<i>v</i>	2	2	2	1,17173	82,204	9,1	
<b>TiC</b>	<i>i</i>	1	1	1	2,49127	36,031	89,3	ICDD: 98-061-8946
	<i>ii</i>	0	0	2	2,15750	<b>41,846</b>	<b>100</b>	
	<i>iii</i>	0	2	2	1,52558	60,668	54,2	
	<i>iv</i>	1	1	3	1,30102	72,628	28,3	
	<i>v</i>	2	2	2	1,24563	76,420	16,1	
<b>Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<i>i</i>	1	1	2	4,33233	20,484	9,7	ICDD:98-029-0965
	<i>ii</i>	0	0	2	3,06342	<b>29,127</b>	<b>100</b>	
	<i>iii</i>	0	0	4	2,65300	33,758	26,1	
	<i>iv</i>	1	4	3	2,08118	43,447	4,1	
	<i>v</i>	0	4	4	1,87595	48,487	42,0	
	<i>vi</i>	2	2	6	1,59982	57,566	28,8	
	<i>vii</i>	2	6	6	1,21728	78,515	8,2	

### 7.3.1. TiC takviyeli tozların XRD analizleri

Takviye oranı ve öğütme süresine bağlı olarak TiC takviyeli tozların XRD eğrilerinde meydana gelen değişimler Şekil 7.6'da gösterilmiştir. Genel eğilim dikkate alındığında, takviye oranı ve öğütme süresinin artmasıyla pik şiddetleri azalmış, pik genişlikleri ise artmıştır. Tüm pikler bir arada verildiği için ilk bakışta düşük miktarlarda ilave edilen TiC takviye partiküllerinin pikleri belirgin değildir. Bu nedenle şeklin üzerinde daha rahat bir şekilde görülmesi için ağ. %5 TiC takviyeli 10 sa. öğütülmüş

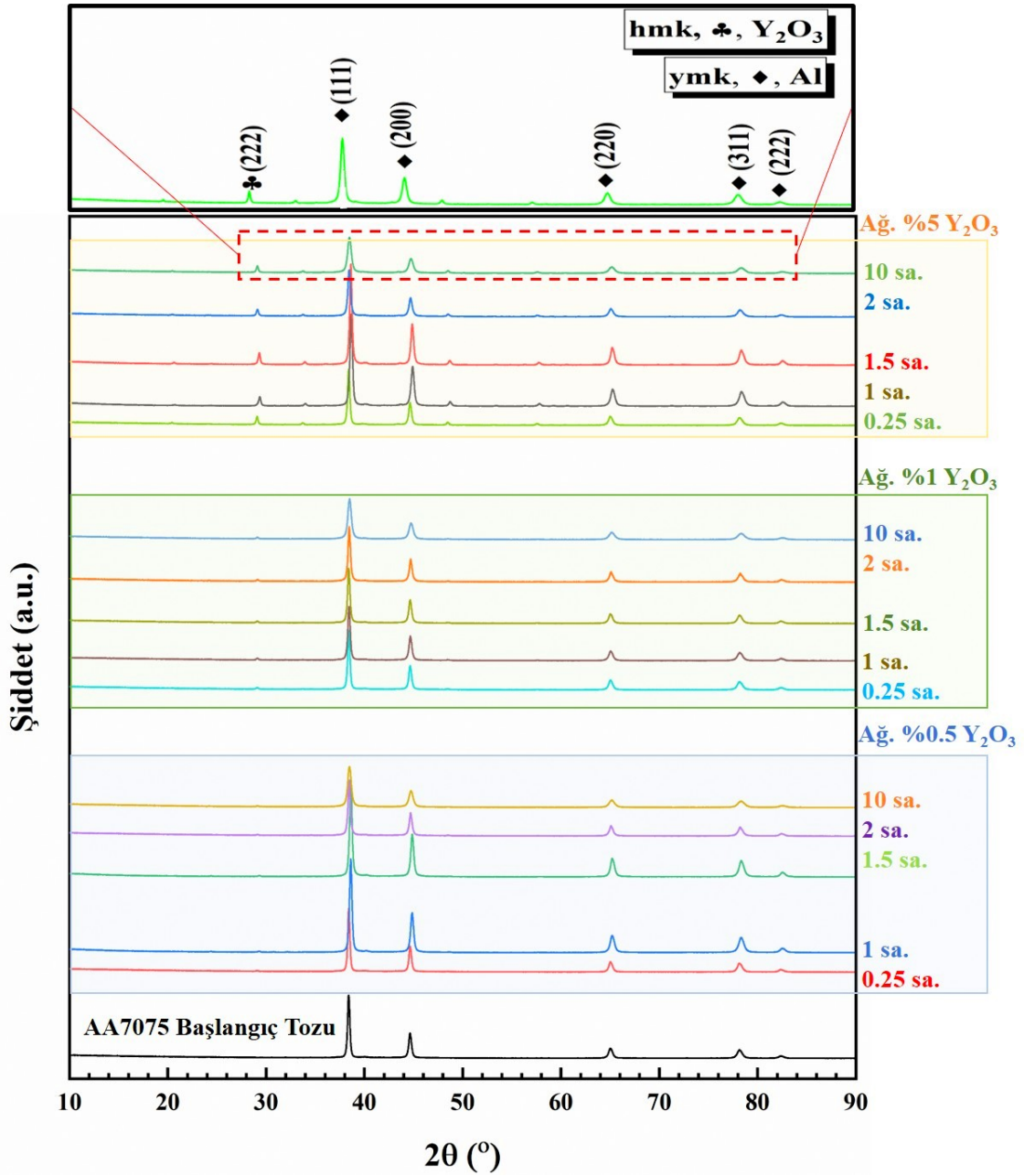
tozun X-ışını kırınımını tek başına ayrı olarak verilmiştir. Şekilde de görüldüğü üzere daha yüksek yoğunluklu kırınım zirveleri Al'a ait iken daha düşük yoğunluklu pikler ise TiC'e aittir. Ayrıca artan öğütme süresi ile neredeyse tüm toz gruplarında pik kayması gözlemlenmektedir. Bu kısımda tozların genel davranışlarından söz edileceği için piklerde meydana gelen (şiddetin azalması, pik genişlemesi ve pik kayması) gibi durumlar ilerleyen bölümlerde daha detaylı bir şekilde açıklanacaktır. Çok fazla veri olduğu için ve bunların hepsinin birbirine etkisini incelemek oldukça zor olduğu için takviye oranı sabit tutularak tozların XRD verilerinde öğütme süresine bağlı meydana gelen değişimler daha detaylı bir şekilde incelenecektir.



Şekil 7.6. TiC takviyeli tozların XRD sonuçlarına farklı öğütme süresi ve takviye oranının etkisi

### 7.3.2. Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli tozların XRD analizleri

Farklı öğütme süresi ve takviye oranlarında Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli tozların X-ışını kırınımları Şekil 7.7’de gösterilmektedir. TiC takviyeli toz gruplarındakine benzer şekilde grafikler oluşturulmuştur. Daha yakın görüntü incelendiğinde hmk yapıya sahip Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ana pikleri ve ymk yapıya sahip Al’a ait ana yansıma zirveleri görülmektedir. Hem TiC grubu hem de Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> için referans kart numaraları daha öncesinde Çizelge 7.1’de belirtildiği için bundan sonraki değerlendirmelerde tekrar belirtilmemiştir. İlk bakışta, TiC grubuna benzer şekilde artan öğütme süresi ve takviye oranına bağlı olarak pik şiddetlerinde azalma ve genişleme göze çarpmaktadır. Daha önce de belirtildiği gibi bu değişimlerin neden kaynaklandığı ile detaylı incelemeler ilerleyen konu başlıklarında gerçekleştirilecektir. Fakat genel olarak piklerde meydana gelen genişlemeler, kimyasal dalgalanmalar, kafeste meydana gelen gerinim birikmesi, katı çözelti mekanizması, takviye veya alaşım elementlerinin matris içerisinde dağıtılması gibi şiddetli deformasyona neden olan mekanik alaşımlama işleminin doğal bir sonucu olarak ortaya çıkmaktadır.

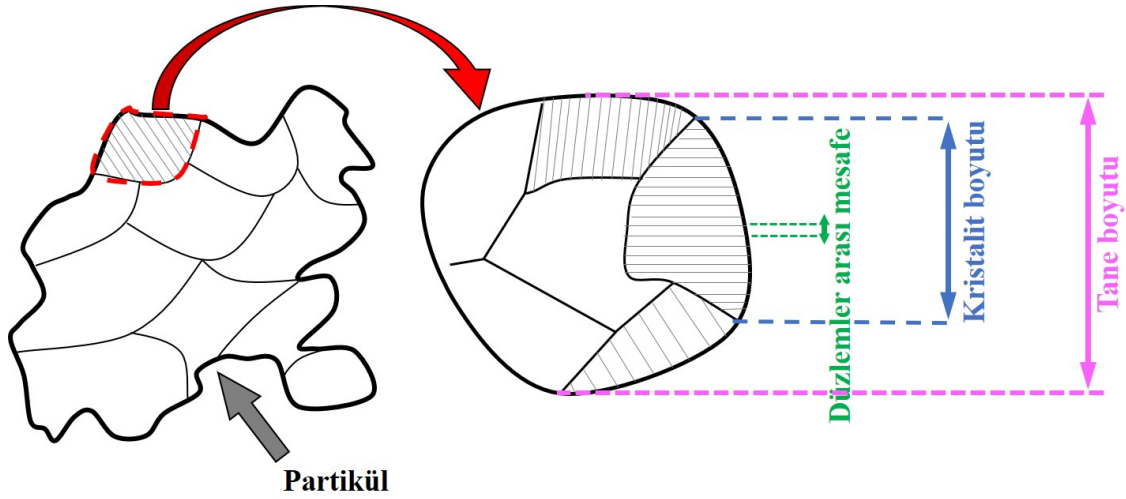


Şekil 7.7.  $Y_2O_3$  takviyeli tozların XRD sonuçlarına farklı öğütme süresi ve takviye oranının etkisi

### 7.3.3. Öğütülmüş tozların kristalit boyutlarında meydana gelen değişimler

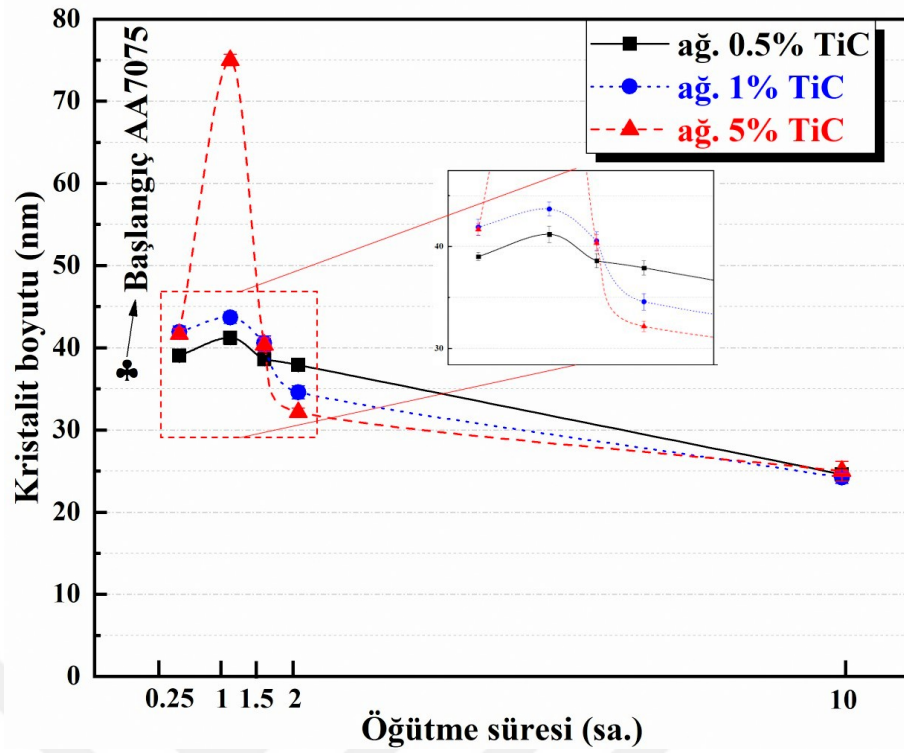
Kristalit boyutu kavramı aslında mekanik alaşımlanmış tozlar için ifade edebileceğimiz tane boyutudur diyebiliriz. Diğer bir deyişle, toz halindeki en küçük kristal boyutunu ifade eder ve genellikle XRD analizinden faydalanarak hesaplanır. Eğer tek kristalli bir malzemeden bahsederseniz kristalit boyutu tane boyutunu temsil eder. Çok kristalli malzemelerde ise bu durum daha farklıdır. Kristallerin yönelme farkının olduğu (alt-tane sınırları) sınıra kadar gözlemlenen uzunluk o tane içerisindeki kristalit boyutu

gösterir. Tane ise, tek veya çok kristalli kütle halinde veya ince film halindeki malzemelerde gözlemlenen durumdur. Yani bir toz partikülü için kristalit/tane boyutu hiçbir şekilde partikül boyutundan daha büyük olamaz. Bu durumun daha iyi şekilde anlaşılabilmesi için: partikül, tane ve kristalit boyutlarını ifade eden Şekil 7.8’de yer alan şematik bir çizim hazırlanmıştır.

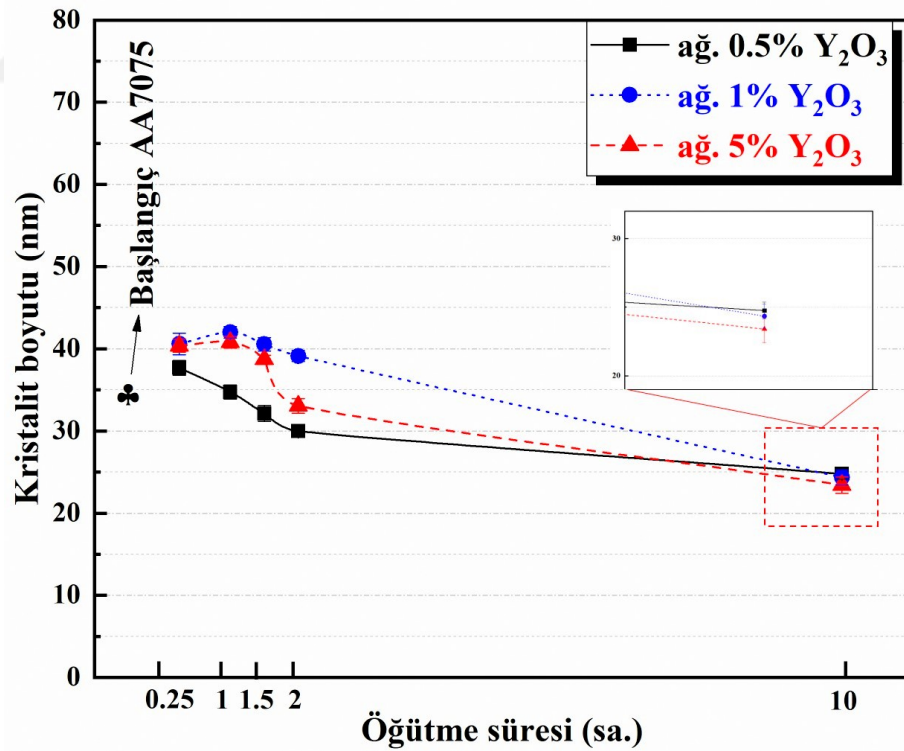


Şekil 7.8. Partikül boyutu, tane boyutu ve kristalit boyutu kavramlarını ifade eden şematik bir çizim

Öğütme süresi ve takviye oranının TiC ve Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli toz gruplarının kristalit boyutları üzerine etkisi sırasıyla Şekil 7.9 ve Şekil 7.10’da verilmiştir. Her iki şekil göz önünde bulundurulduğunda, takviye oranının etkisi kesin olarak saptanamamaktadır. Benzer şekilde takviye türünün değişmesinin de kristalit boyutu üzerinde çok fazla bir etkisinin olmadığı söylenebilir. Fakat, öğütme süresinin tozların kristal boyutlarında ciddi değişikliklere sebep olduğunu söyleyebiliriz. Öğütmeye tabi tutulmamış başlangıç AA7075 tozunun kristalit boyutu 35,21 nm olarak ölçülmüşken, her iki grup için de öğütmenin son aşaması olan 10 saatlik tozlarda ise 22-24 nm arasında değişen boyutlar hesaplanmıştır. Genel olarak her iki takviye türünde de 1 saatlik öğütmeye kadar kristalit boyutlarında bir artış olduğu tespit edilmiştir. 1 saatten daha uzun sürelerde öğütmenin yapılması ise kristalit boyutunda sürekli bir azalmaya neden olmuştur.



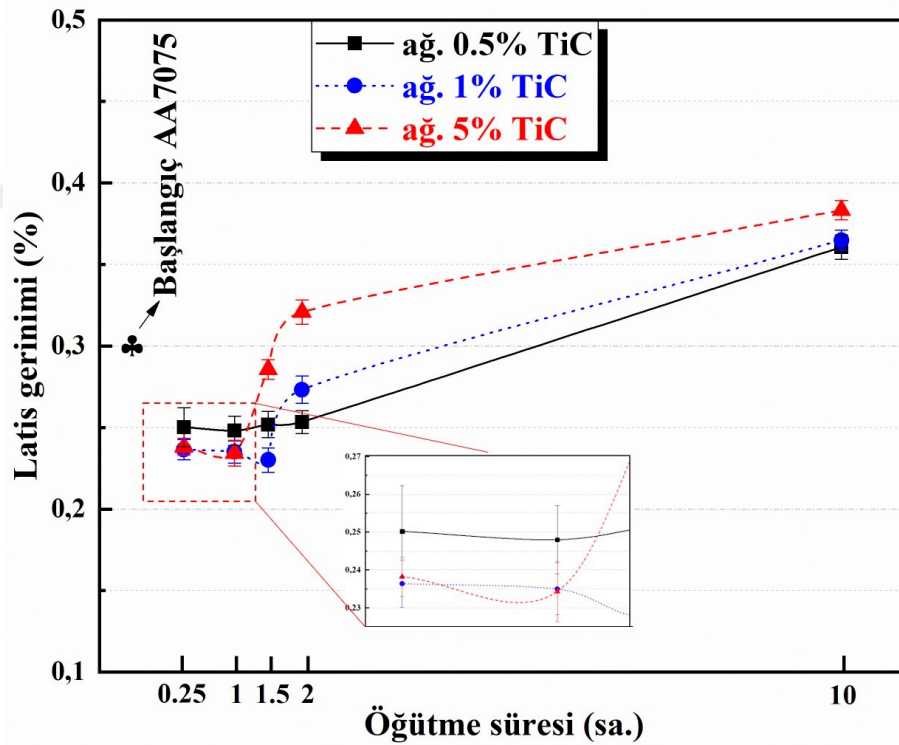
Şekil 7.9. TiC takviyeli tozların kristalit boyutlarına farklı öğütme süresi ve takviye oranının etkisi



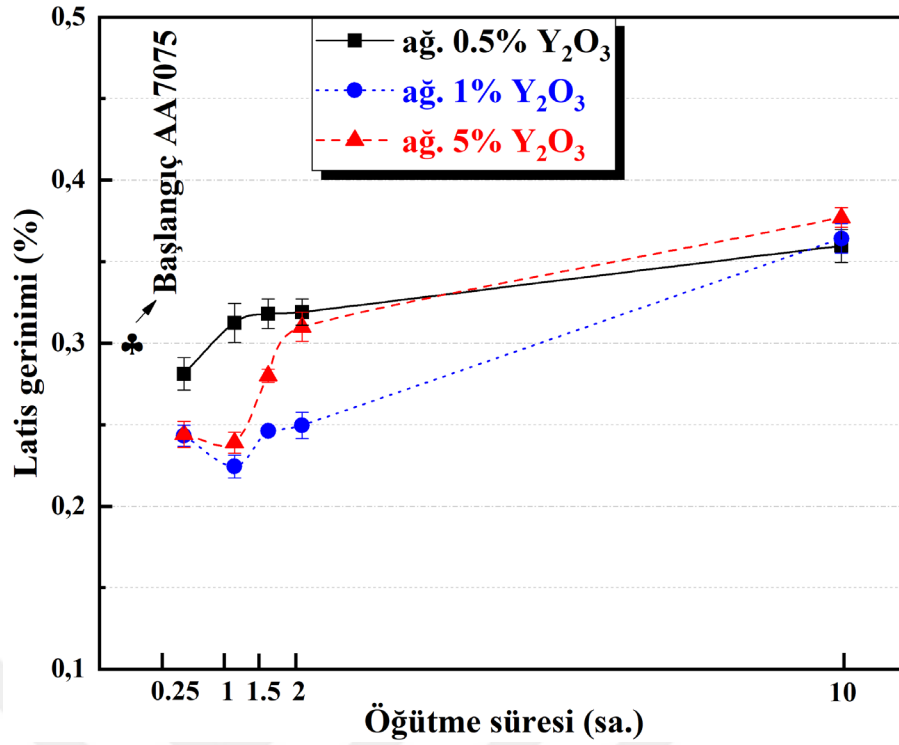
Şekil 7.10. Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli tozların kristalit boyutlarına farklı öğütme süresi ve takviye oranının etkisi

### 7.3.4. Öğütülmüş tozların kafes gerinimlerinde meydana gelen değişimler

Kafes gerinimi ve dislokasyon yoğunluğu deneysel çalışmalar bölümünde de ifade edildiği üzere kristalit boyutu ile ilişkili olan özelliklerdir. Fakat çok fazla toz grubu olduğu için ve 3 farklı girdinin (takviye türü, oranı ve öğütme süresi) kristalografik özellikler üzerine etkisini daha rahat inceleyebilmek için sonuçlar toplu sunulmak yerine ayrı alt başlıklar halinde sunulmuştur. Takviye oranı ve öğütme süresine bağlı olarak TiC ve Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli toz gruplarında meydana gelen kafes gerinimleri sırasıyla Şekil 7.11 ve Şekil 7.12’de gösterilmiştir. Yine her iki şekil dikkate alındığında, takviye türü ve oranının etkisinin öğütme süresi etkisine göre çok daha düşük olduğu fark edilmektedir. Genel olarak 1 saat öğütme sonrası artan öğütme süresiyle kafes geriniminin de arttığı tespit edilmiştir. Her iki toz grubu içinde en yüksek kafes gerinim değerleri ağ. %5 takviyeli 10 saat öğütülmüş tozlarda elde edilmiştir.



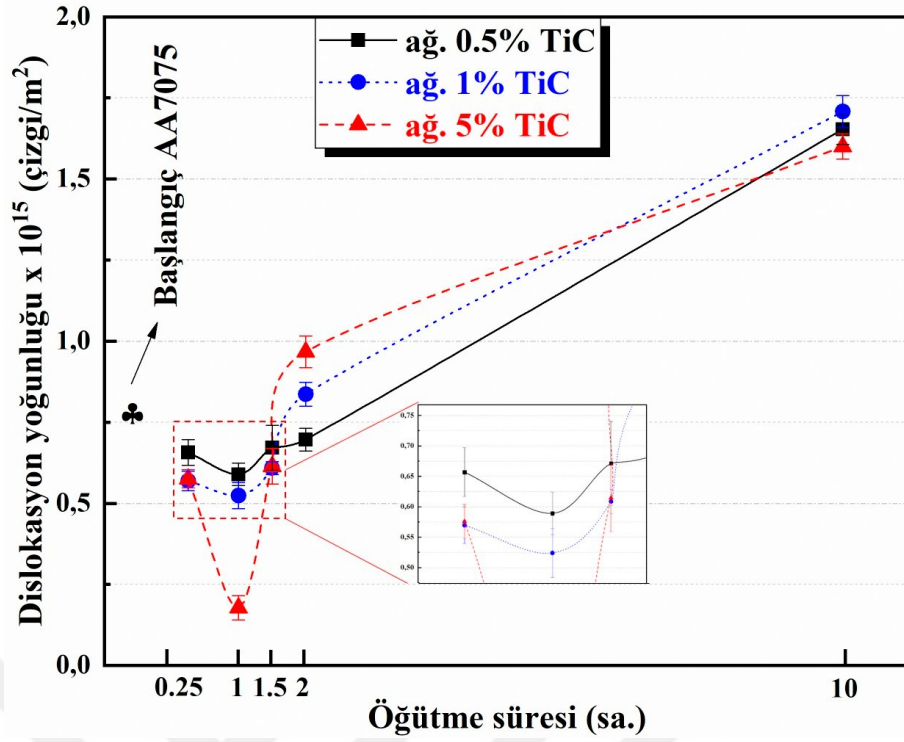
Şekil 7.11. TiC takviyeli tozların kafes gerinimlerine farklı öğütme süresi ve takviye oranının etkisi



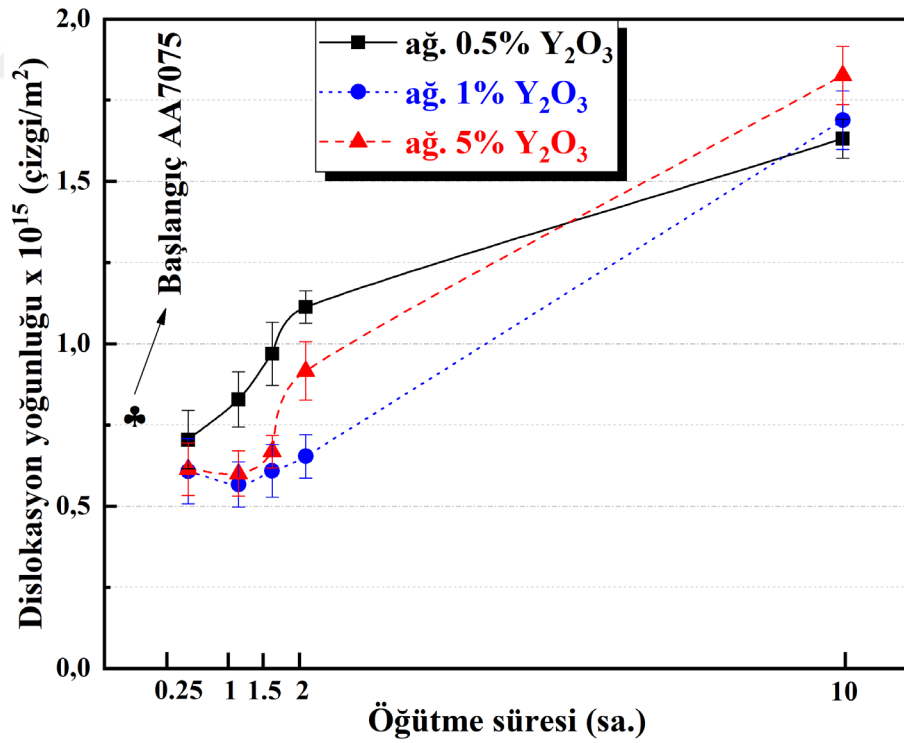
Şekil 7.12. Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli tozların kristalit boyutlarına farklı öğütme süresi ve takviye oranının etkisi

### 7.3.5. Öğütülmüş tozların dislokasyon yoğunluklarında meydana gelen değişimler

Üretilen farklı tür takviyeli tozların öğütme süresi ve takviye oranlarına göre dislokasyon yoğunluklarında gözlemlenen farklılıklar Şekil 7.13 ve Şekil 7.14'te sırası ile TiC ve Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> grubu için gösterilmiştir. Daha önceden de bahsedildiği üzere dislokasyon yoğunluğunun kafes gerinim sonuçlarına benzer bir eğilim gösterdiği tespit edilmiştir. Bu sonuçlar da dikkate alınırca tozların kristalografik özellikleri üzerine öğütme süresinin açık bir etkisinin olduğundan bahsedilebilir. Fakat takviye çeşidi ve oranı ile dislokasyon yoğunluğu arasında doğrudan bir ilişki kurmak çıkan sonuçlara göre çok doğru bir yaklaşım sunmamaktadır. Tozların kristalografik özelliklerinin genel olarak 1 saatlik öğütme öncesi ve sonrası olarak farklılıklar gösterdiğini ifade edebiliriz. Beklenildiği gibi 1 saat öğütme sonrası artan kafes gerinimine bağlı olarak dislokasyon yoğunluklarında da bir artış gözlenmiştir.



Şekil 7.13. TiC takviyeli tozların dislokasyon yoğunluklarına farklı öğütme süresi ve takviye oranının etkisi



Şekil 7.14. Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli tozların dislokasyon yoğunluklarına farklı öğütme süresi ve takviye oranının etkisi

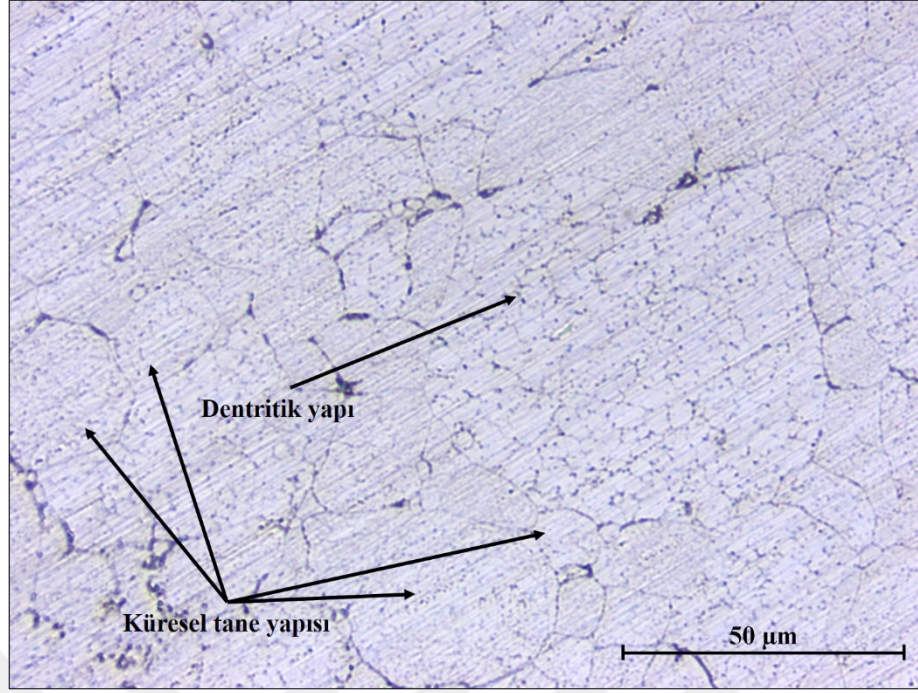
#### 7.4. Üretilen MMK Malzemelerin Karakterizasyonu

Üretimi ve karakterizasyonu tamamlanan öğütülmüş tozların konsolidasyonu sıcak pres yardımı ile sağlanmıştır. 2 farklı takviye türü (TiC ve Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), 3 farklı takviye (ağ. 0,5%, 1% ve 5%) oranı ve 5 farklı öğütme süresinde (0,25, 1, 1,5, 2 ve 10 sa.) üretilen tozlar aynı sıcak pres parametreleri (400 °C, 400 MPa, 30 dk.) altında preslenerek MMK malzemeler üretilmiştir. Bu parametreler doğrultusunda 30 farklı malzeme üretilmiştir. Ayrıca kıyaslama amacı ile aynı üretim parametreleri altında hazır olarak temin edilen başlangıç AA7075 tozundan da numune üretilmiştir ve toplam 31 farklı numune elde edilmiştir. Karakterizasyonu gerçekleştirilecek olan her bir numune grubundan üçer tane numune üretilmiştir. Üretim sırasında kaynaklanan herhangi bir hata varsa bunun önüne geçmek ve daha güvenilir sonuçlar elde edebilmek için böyle bir yol izlenmiştir. Deney sonuçlarını teyit etmek ve güvenilirliğini doğrulamak için tüm deneyler üçer kez tekrar edilmiştir. Tüm araştırma sonuçları ve tartışma kısmında yer alan sonuçlar bu doğrultuda yürütülen deneylerin ortalaması alınarak standart sapmaları ile verilmiştir.

Bu bölümde üretimi tamamlanan yukarıda bahsedilen 31 farklı numunenin mikroyapı ve mekanik özellikler açısından karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir.

##### 7.4.1. MMK malzemelerin mikroyapı karakterizasyonu

İlk olarak farklı üretim parametrelerinde üretilen MMK malzemelerin mikro yapıları ile karşılaştırabilmek için, başlangıç AA7075 tozundan üretilen malzemenin dağlanmamış optik mikroskop (OM) görüntüsü Şekil 7.15'te gösterilmiştir. Sıcak presleme işleminden kaynaklanan herhangi bir tane büyümesi gözlemlenmemiştir. Başlangıçta 46 µm boyutuna sahip tozlardan üretilen AA7075 alaşımında ortalama tane boyutları da yaklaşık 45-50 µm arasındadır. Tozlar presleme esnasında küresel yapılarını muhafaza etmişler ve Al alaşımlarında gözlemlenen tipik dentritik yapı sergilemişlerdir.

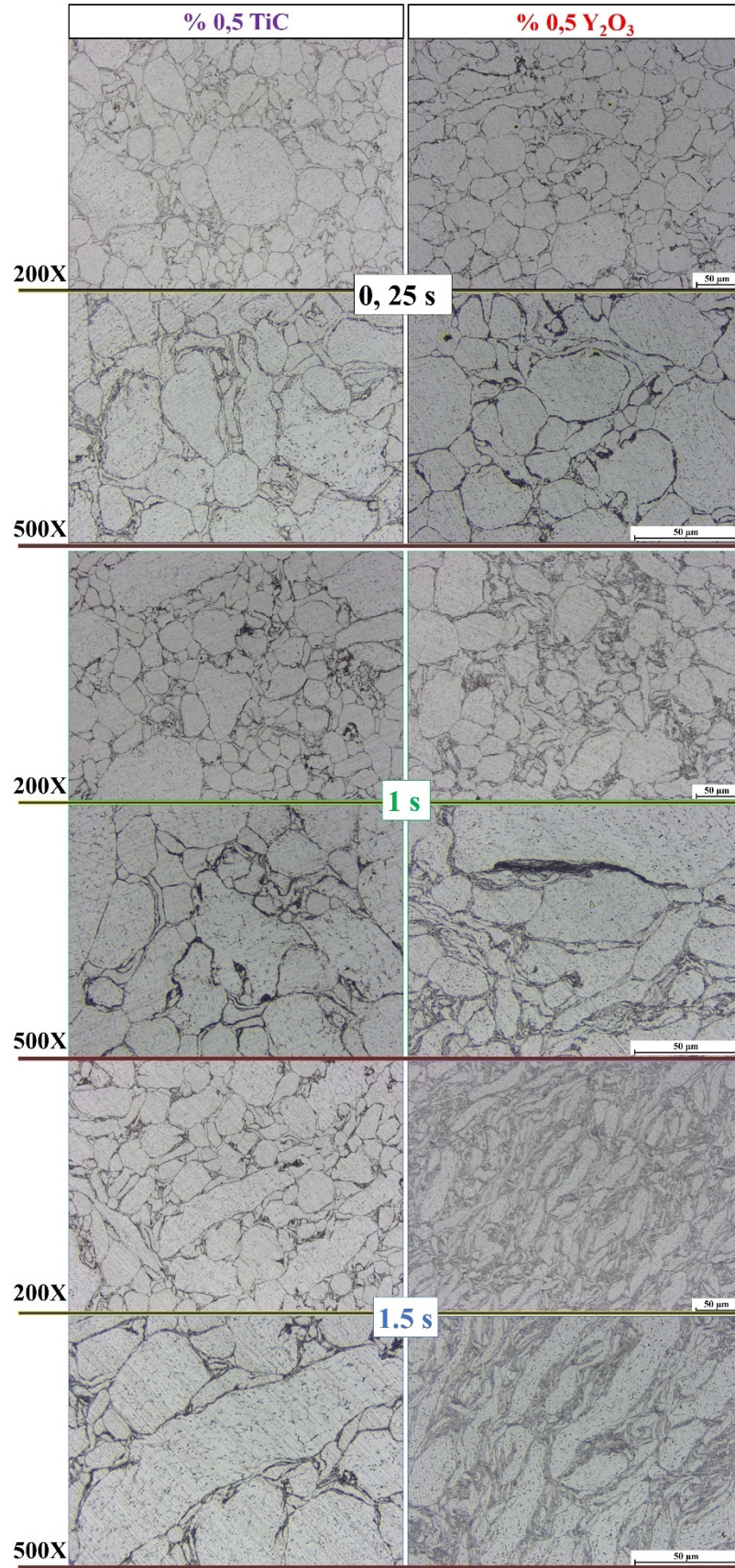


Şekil 7.15. AA7075 başlangıç tozundan üretilen alaşımın optik mikroskop görüntüsü (500X)

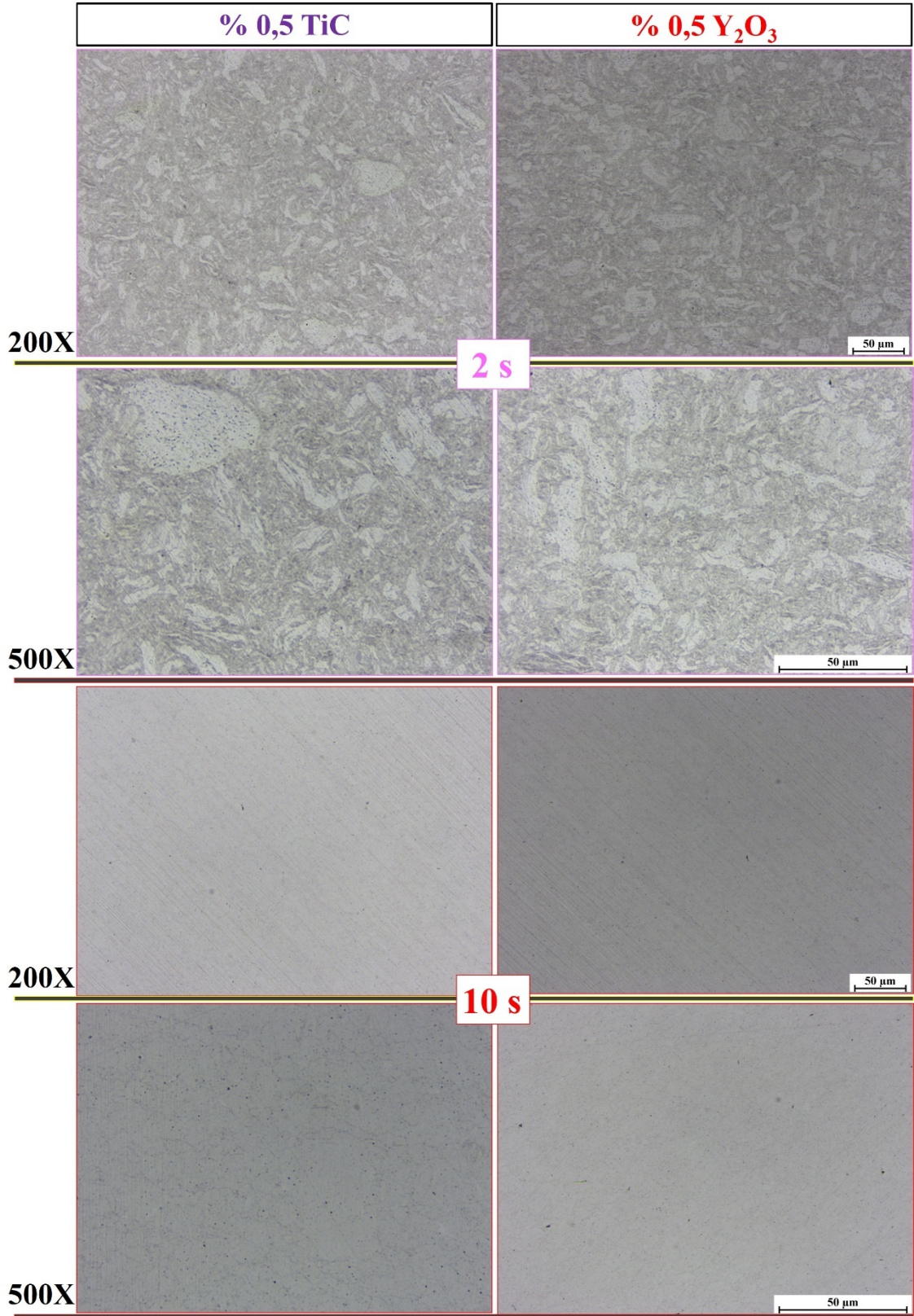
MMK malzemelerde meydana gelen mikroyapısal değişimi daha rahat incelemek için aynı takviye oranı ve aynı öğütme süresindeki TiC ve  $Y_2O_3$  takviyeli MMK malzemelerin 200X ve 500X büyütmedeki dağlanmamış optik mikro yapı görüntüleri Şekil 7.16’da gösterilmiştir. Takviye malzemesi olarak kullanılan oksit ve karbür partiküller nano boyutta oldukları için takviye elemanlarının yapı içerisinde nasıl bir davranış sergilediği optik mikroskop yardımı ile tespit edilememiştir. Toz boyutu ve toz morfolojisi karakterizasyonu bölümünde yer alan sonuçlara benzer şekilde tane yapılarının oluştuğu görülmektedir. Birkaç istisnai durum haricinde genel olarak, artan öğütme süresi ile toz boyutlarında olduğu gibi tane boyutlarının da azaldığı görülmektedir. İncelenen toz özelliklerine benzer şekilde, MMK malzemelerin mikroyapısal gelişimi üzerinde en etkili parametrenin öğütme süresi olduğu açık bir şekilde görülmektedir. Takviye türü ve oranının değişimi ile muhakkak farklı yapılar oluşmaktadır. Fakat ilk bakışta bunların etkisini tespit etmek mümkün değildir.

Her iki MMK grubunda da 1 saat öğütmeden sonraki öğütme sürelerinde ortalama tane boyutları da toz boyutlarına benzer şekilde azalmaktadır. Fakat farklı takviye oranlarındaki TiC ve  $Y_2O_3$  takviyelerinin artan öğütme sürelerine göre farklı etkilerinin olduğu da görülmektedir.  $Y_2O_3$  takviyeli MMK malzemelerin mikro yapılarının genel eğilimine bakıldığında 1,5 saatlik öğütme süresinde yapıda “flake powder technology” olarak adlandırılan pulsu tane yapılarının elde edildiği görülmektedir. TiC takviyeli

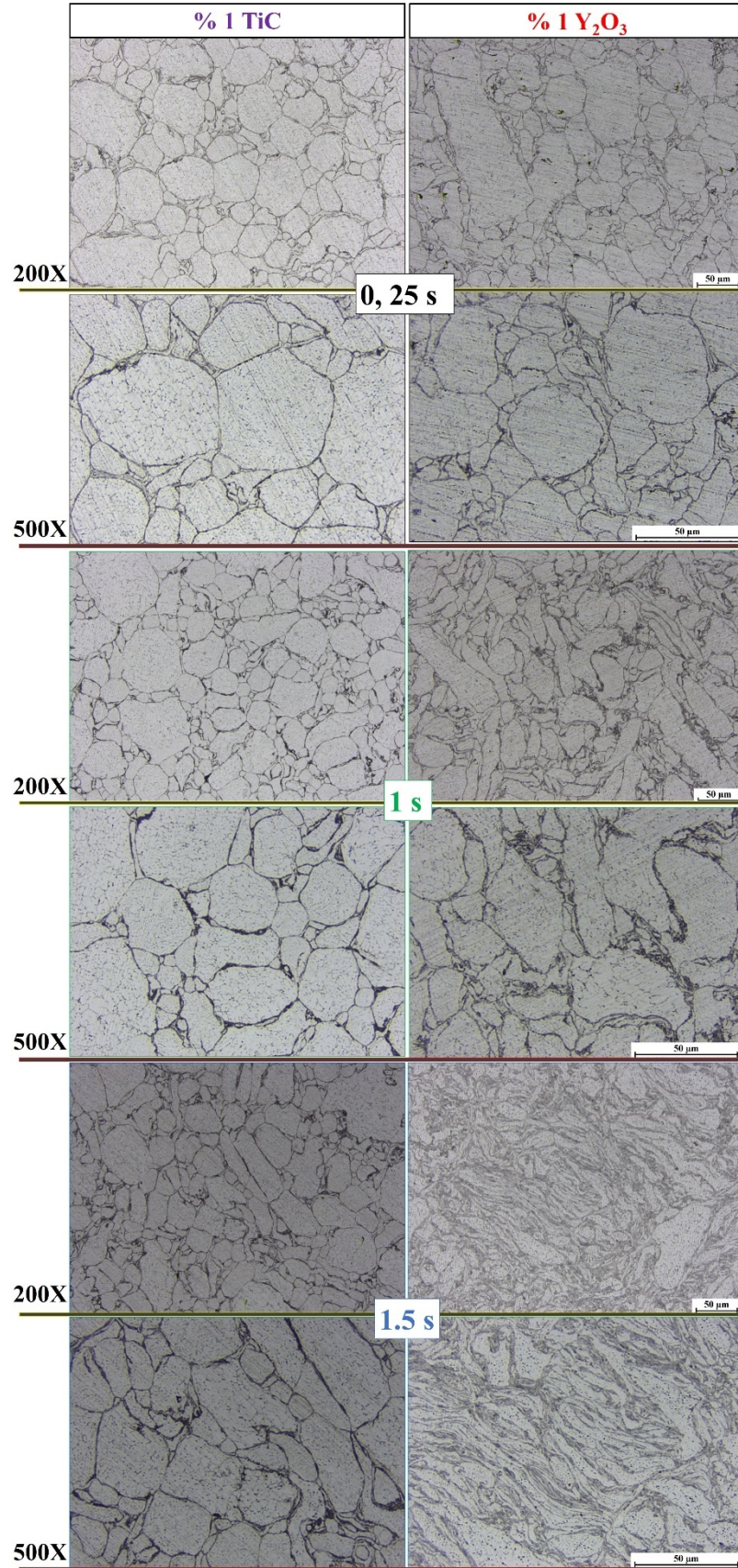
MMK malzeme grupları incelendiğinde ise bu yapının daha az oluştuğu fark edilmektedir. Daha uzun öğütme sürelerinde ise her iki grupta da ortalama partikül boyutundaki azalmadan kaynaklanan tane boyutunun azalması dikkat çekmektedir. Bu durum artan öğütme ile birlikte şiddetli plastik deformasyonun ve toz-bilye-hazne çarpışmalarının tekrarlı olarak meydana gelmesinden dolayı kaynaklanmaktadır. Ayrıca 10 saat öğütülmüş tozlardan üretilen MMK malzemelerin OM görüntüleri dikkate alındığında taneler belirgin değildir. Bunun nedeni bir sonraki bölümde de bahsedileceği üzere malzemelerin sertliğinin ciddi oranda artması sonucu geleneksel metalografik numune hazırlama yöntemleri ile yüzeyleri parlatılan numunelerin dağlama işlemi yapılmadan yüzeylerinin aşındırılmamasıdır. Optik mikroskop görüntüleri yapısal bütünlüğü değerlendirmemize yardımcı olmaktadır. Fakat sadece OM görüntüleri dikkate alınarak kesin bir kanıya varılmaz. Bu nedenle ilerleyen bölümlerde üretilen MMK malzemelerin sertlik ve yoğunlukları göz önünde bulundurularak mekanik karakterizasyonları gerçekleştirilmiştir.



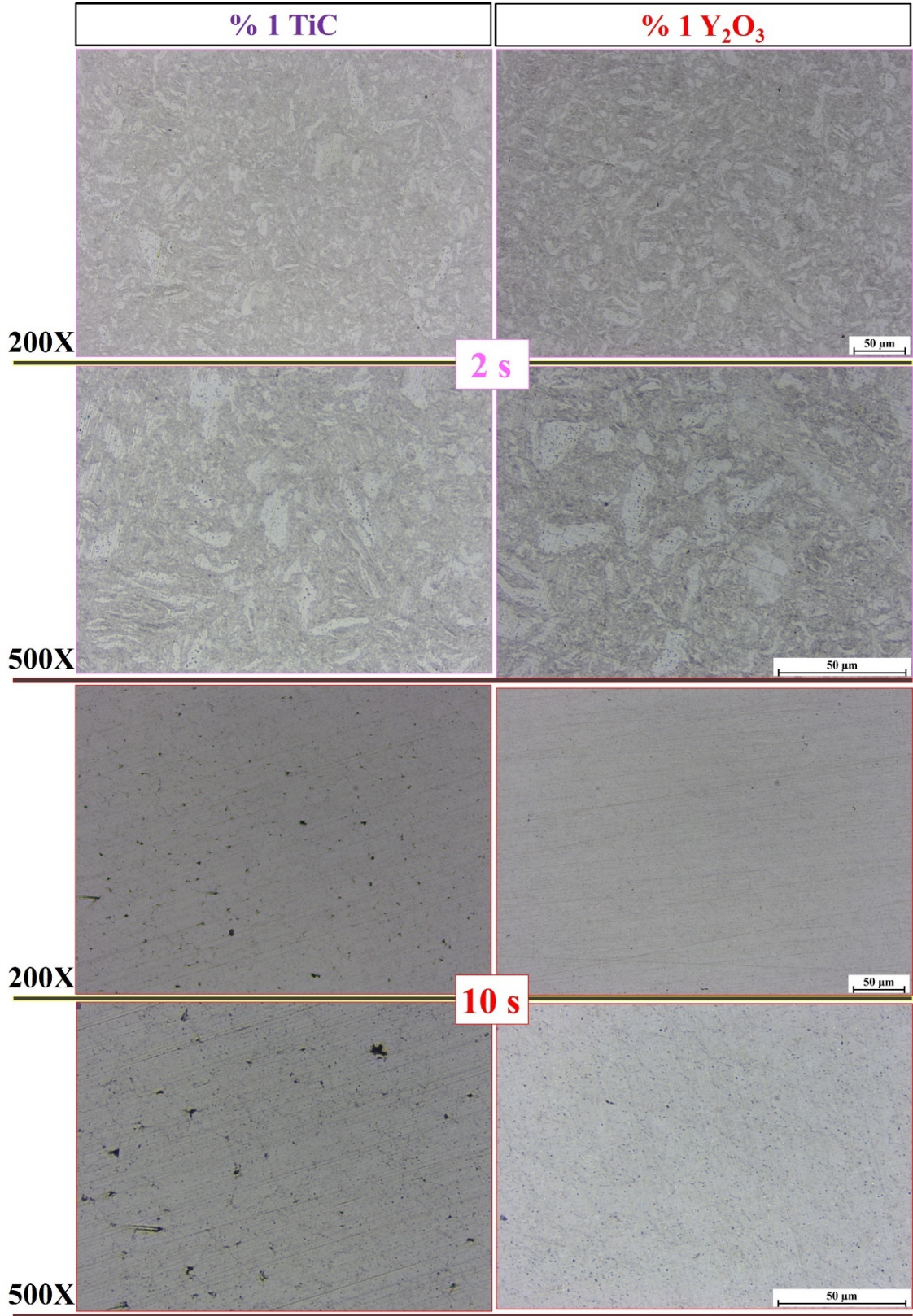
Şekil 7.16. Farklı takviye türü, takviye oranı ve öğütme süresi ile üretilen MMK malzemelerin optik mikroskop görüntüsü (200X ve 500X)



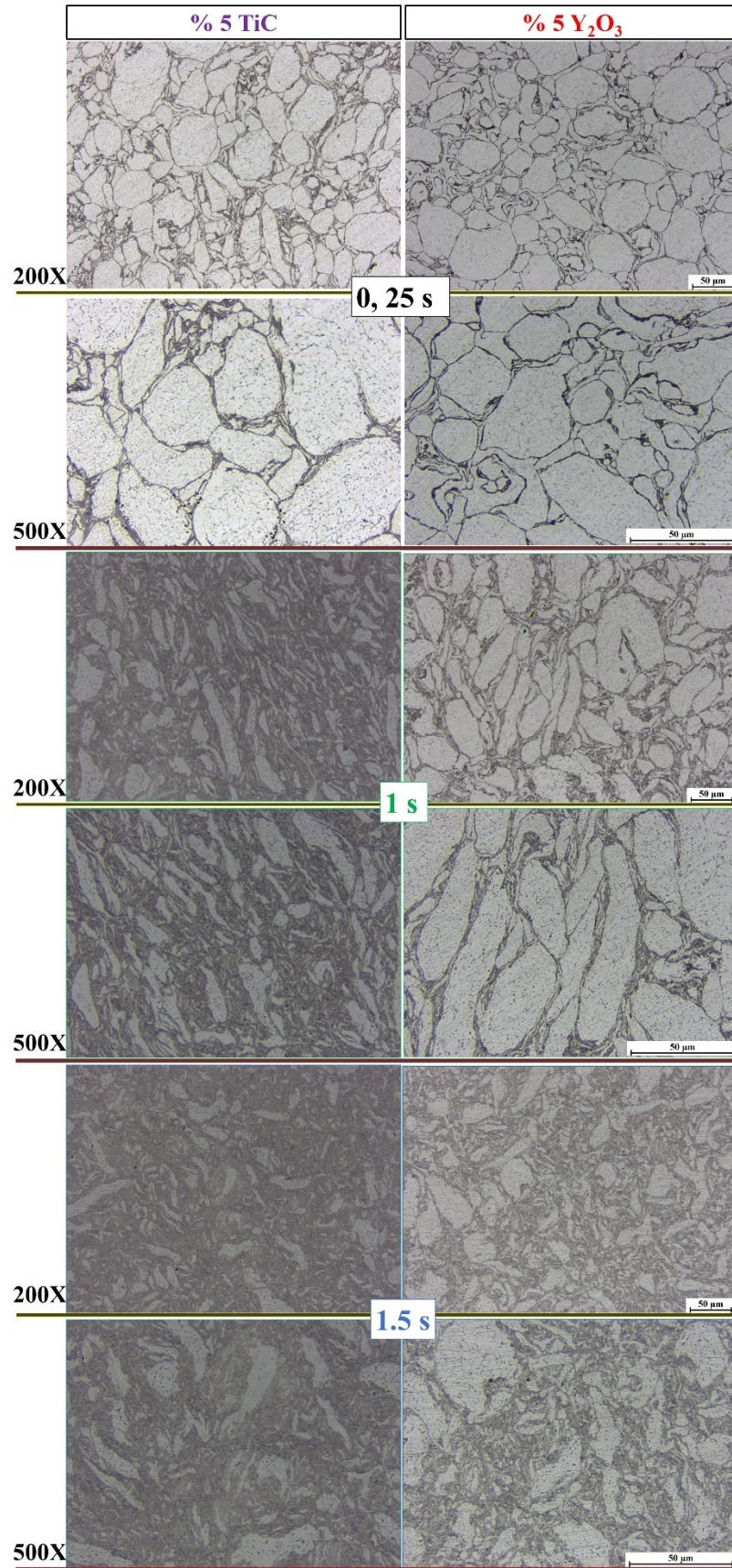
Şekil 7.16. (devam ediyor)



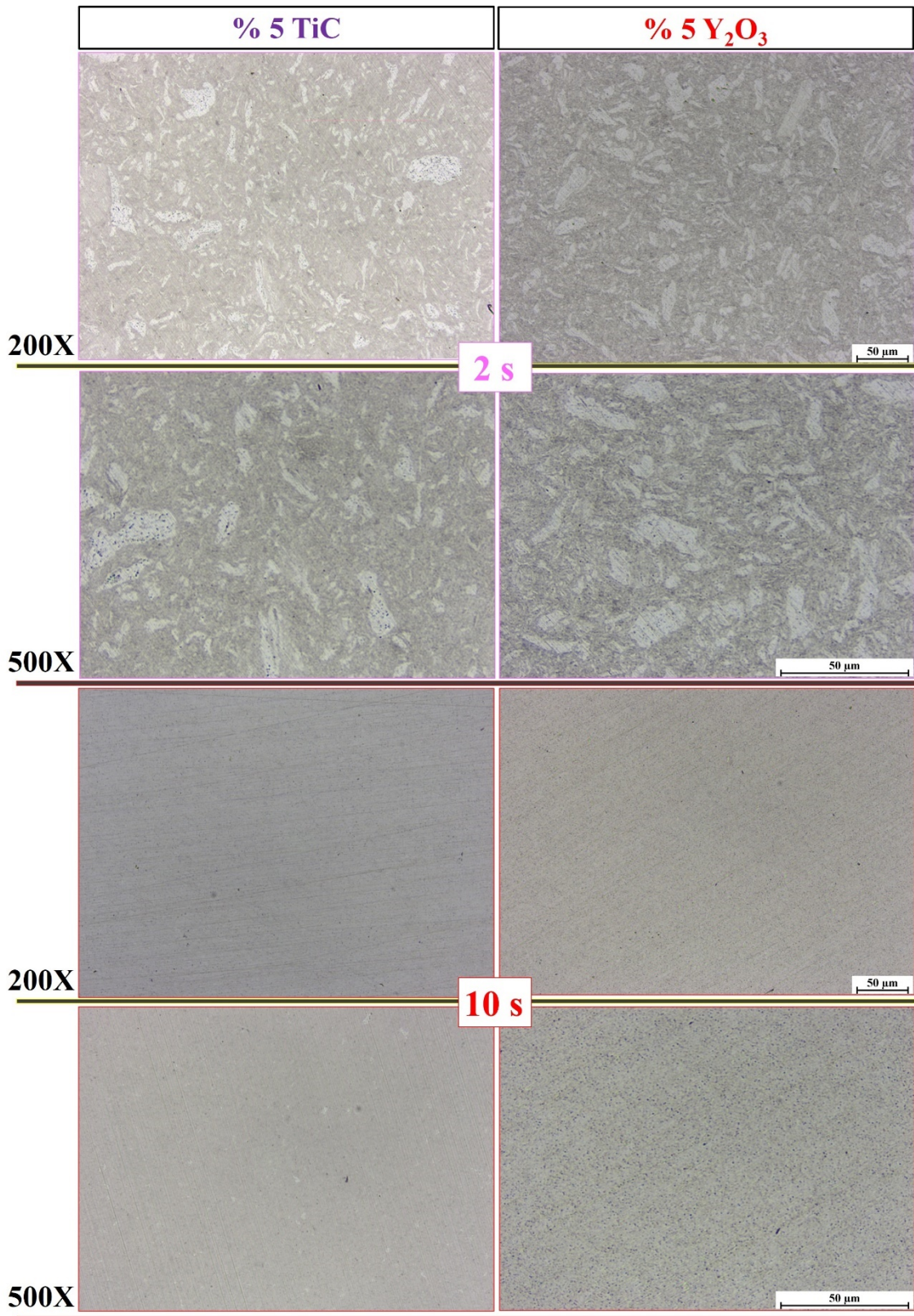
Şekil 7.16. (devam ediyor)



Şekil 7.16. (devam ediyor)



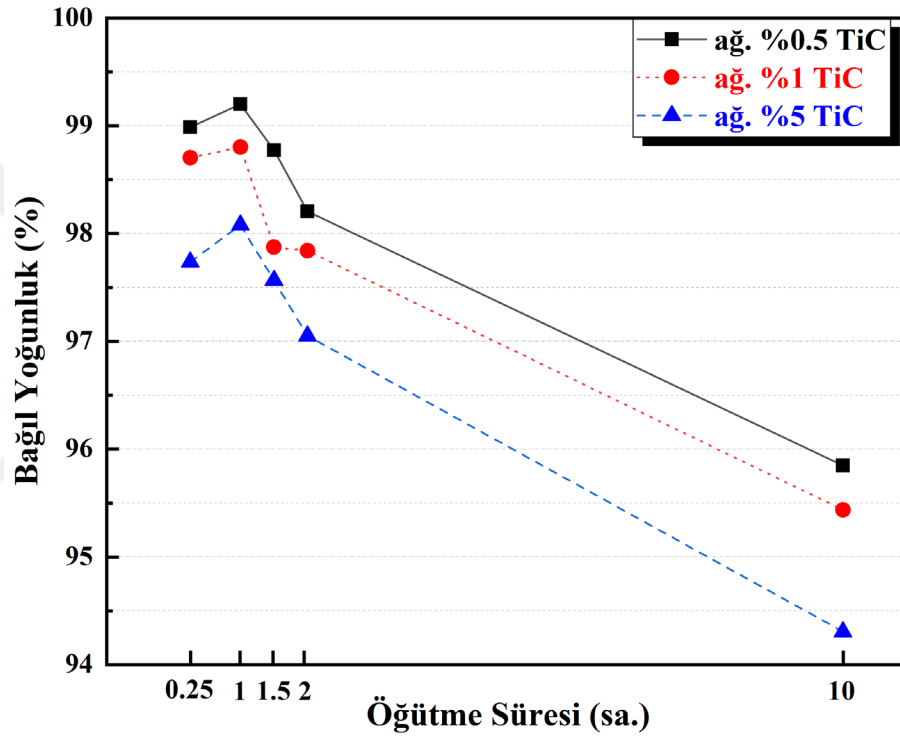
Şekil 7.16. (devam ediyor)



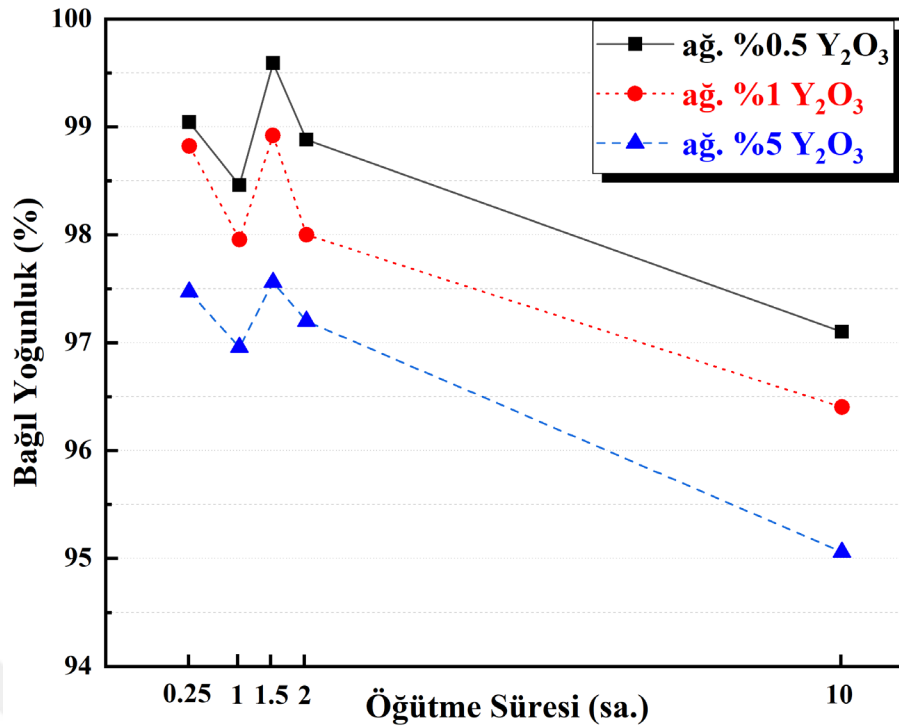
Şekil 7.16. (devam ediyor)

#### 7.4.2. MMK malzemelerin yoğunluk karakterizasyonu

Şekil 7.17 ve Şekil 7.18 sırasıyla TiC ve  $Y_2O_3$  takviyeli MMK malzemelerin bağlı yoğunluklarına takviye oranı ve öğütme süresinin etkisini göstermektedir. Her iki grupta bulunan MMK malzemeler için artan öğütme süresi sonucu yoğunluk değerlerinde önemli oranda bir azalmanın olduğu dikkat çekmektedir. Aynı zamanda, artan takviye miktarı da malzeme yoğunluklarının azalmasına neden olmuştur. TiC takviyeli MMK malzemeler için en yüksek yoğunluk değerleri 1 saat öğütme sonrasında elde edilmişken,  $Y_2O_3$  takviyeli malzemelerde 1,5 saat öğütme sonrasında elde edilmiştir.



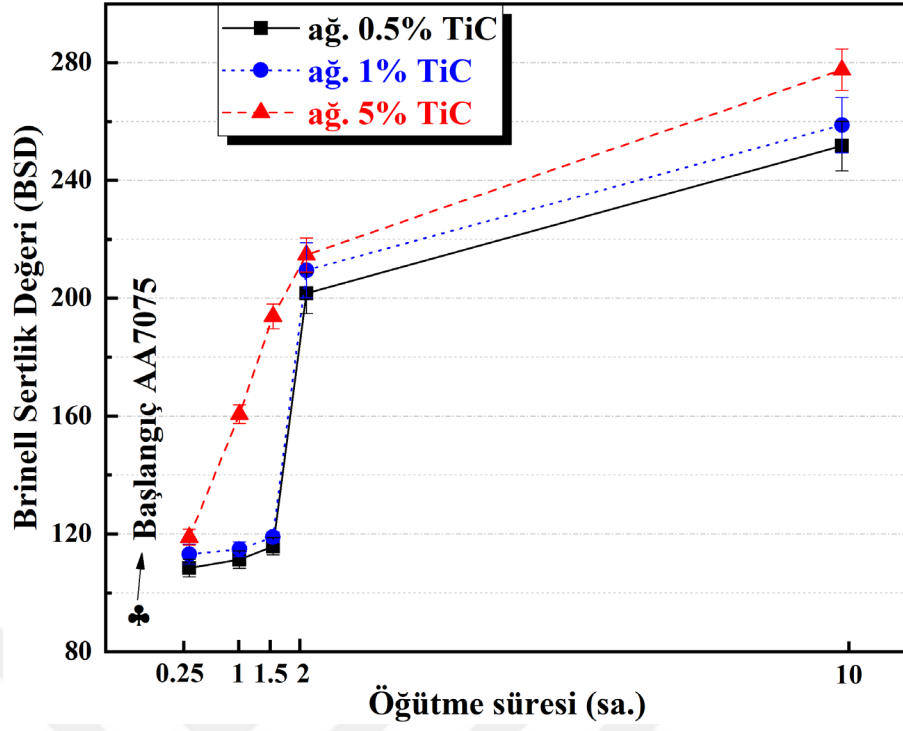
Şekil 7.17. TiC takviyeli MMK malzemelerin bağlı yoğunlukları üzerinde takviye oranı ve öğütme süresinin etkisi



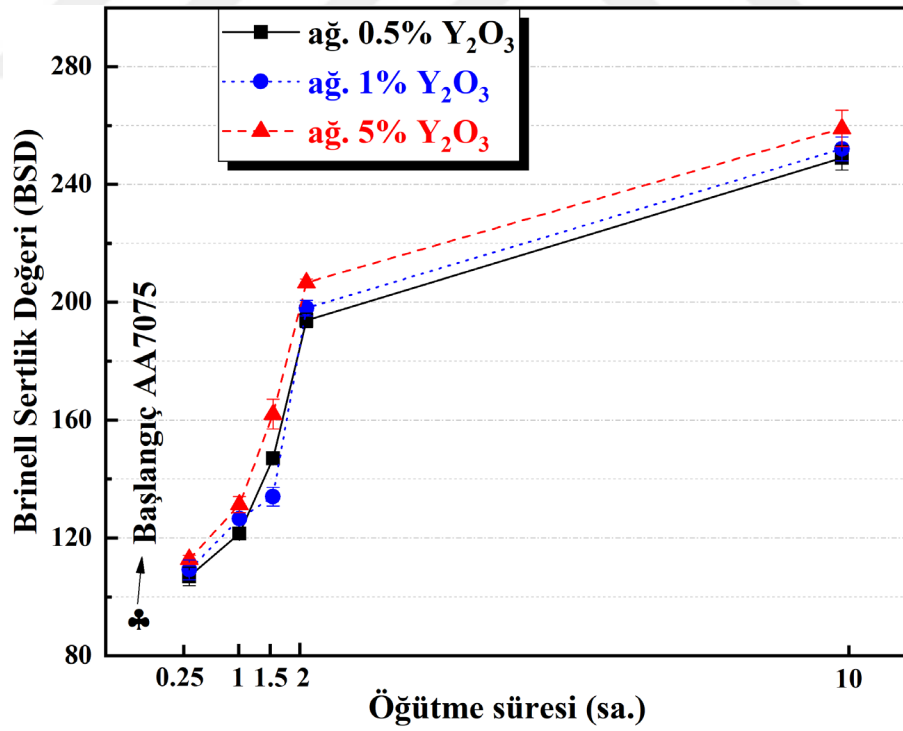
Şekil 7.18. Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli MMK malzemelerin bağıl yoğunlukları üzerinde takviye oranı ve öğütme süresinin etkisi

### 7.4.3. MMK malzemelerin sertlik karakterizasyonu

Yoğunluk ölçümleri tamamlanan numunelere daha sonra Brinell sertlik deneyi uygulanmıştır. Deneyler gerçekleştirilirken ön, arka ve yan yüzeylerin her birinden 3'er ölçüm alınmış ve toplam 18 ölçüm sonucu standart sapmaları ile verilmiştir. Takviye türüne göre farklı grafiklerde gösterilen sertlik sonuçlarına takviye oranı ve öğütme süresinin etkisi sırasıyla Şekil 7.19 ve Şekil 7.20'de sunulmuştur. Yine her iki farklı türdeki takviyeli MMK grubu göz önüne alınırsa, artan öğütme süresine bağlı olarak artan plastik deformasyon etkisi ile MMK malzemelerin sertlik değerinde düzenli bir artış gözlemlenmiştir. Takviye oranının etkisi incelendiğinde ise artan takviye miktarı da sertlik değerlerinde artışa neden olmuştur. Fakat takviye oranı etkisinin öğütme süresi etkisine kıyasla daha az olduğu fark edilmektedir. AA7075 başlangıç tozundan üretilen numunenin sertlik değeri 94 BSD değerindeyken ağ. %5 TiC takviyeli 10 saat öğütülmüş numunenin 280 BSD , ağ. %5 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli 10 saat öğütülmüş numunenin ise 260 BSD dir. Aynı üretim parametrelerinde üretilen MMK malzemeler dikkate alındığında TiC takviyesinin Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyesine kıyasla 5-20 BSD aralığında daha fazla sertlik artışına neden olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 7.19. TiC takviyeli MMK malzemelerin sertlik değerlerine takviye oranı ve öğütme süresinin etkisi



Şekil 7.20. Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli MMK malzemelerin sertlik değerlerine takviye oranı ve öğütme süresinin etkisi

## 8. TARTIŞMA

Bu bölümde deneysel çalışmalar sonucunda elde edilen araştırma sonuçlarının yorumu yapılmıştır ve yapılan yorumlar literatürde yer alan çalışmalarla kıyaslanmıştır. Deneysel sonuçlarda olduğu gibi bu bölümde de tartışmalar toz karakterizasyonu ve MMK malzeme karakterizasyonu olmak üzere iki ana başlık ve bu ana başlıkların altında yer alan alt başlıklarda gerçekleştirilmiştir. Elde edilen veriler neden-sonuç ilişkisine dayandırılarak ve malzeme biliminin temelini oluşturan işlem-yapı-özellik-performans ilişkisi dikkate alınarak değerlendirilmiştir. Ayrıca yapılan yorumları, çalışmanın literatürle uyumlu ve literatürden farklı sonuçlarını daha somut bir şekilde doğrulamak için belirlenen bazı malzeme grupları üzerinde daha detaylı (nano-mikro-makro) karakterizasyon işlemleri gerçekleştirilmiştir.

### 8.1 Toz Karakterizasyonu

#### 8.1.1. Toz morfolojisi, boyut ve dağılım karakterizasyonu

[Şekil 7.1\(a\)](#)'da morfolojisi görülen başlangıç AA7075 alaşım tozlarının OPB'u  $46,40 \pm 1,4 \mu\text{m}$  olarak ölçülmüştür. Farklı takviye türü, oranı ve öğütme sürelerinde üretilen tozların SEM görüntüleri [Şekil 7.2](#)'te verilmiştir. Genel olarak şekilde de görüldüğü gibi, 0,25 sa. öğütülmüş tozlar hafifçe yassılaşılmaya başlamıştır ve her iki grup için ayrı ayrı verilen [Şekil 7.3](#) ve [Şekil 7.4](#)'te gösterildiği üzere ortalama parçacık boyutlarının azaldığı görülmüştür. Yassılaştıran toz parçacıklarının sayısının artmasından dolayı parçacık boyutunda bir artış beklenirken, gaz atomizasyonu ile üretilen takviyesiz AA7075 alaşım tozları üzerindeki uydulaşmış tozların ([Şekil 7.1\(a\)](#)) kırılmasının sonucu olarak OPB'u azalmıştır. Başlangıç AA7075 alaşım tozları dikkate alındığında, bu tozların hemen hemen homojen bir parçacık boyutu dağılımı sergilediği [Şekil 7.1\(a\)](#)'da fark edilir. 0,25 sa. bilyeli öğütmeden sonra ise yassılaştıran nispeten büyük parçacıkların kademeli olarak kırılmaya başladığı [Şekil 7.2](#)'de görülmektedir. Aynı zamanda şekilde gösterilen boyut dağılım grafikleri dikkate alındığında ise, 0,25 sa. öğütme sonrasında parçacık boyut dağılımının pik noktasında küçük bir azalma ve sola doğru küçülme eğilimi görülmüştür. Farklı takviye türü ve oranında farklı sonuçlar ortaya çıksa da genel eğilime bakıldığında 1 ve 1,5 sa. öğütme sonrasında 0,25 sa. sonrası hafifçe yassılaştıran tozların bir kısmının daha çok yassılaştırma eğilimine girdiği görülmüştür. Fakat aynı

zamanda çok sayıda kırılan küçük partiküllerden dolayı Şekil 7.3 ve Şekil 7.4'te gösterildiği üzere OPB'da azalmalar görülmüştür. Bu sonuçlar tozların SEM fotoğrafları ile de bir uyum içerisindedir. 2 saatlik bilyeli öğütmeden sonra, bu parçalanmış ve yassılaştırmış parçacıklar OPB'unda azalmaya neden olarak asimetrik bir davranış sergiler (Şekil 7.2). 0,25 saatten 2 saate kadar öğütme süresinin artması ile OPB'unda ciddi bir azalma gözlemlenir ve her iki toz grubu içinde farklı takviye oranlarına bağlı olarak 17-27 µm boyutuna sahip tozlar oluşur. Bu sert indirgemenin ana nedenlerinden biri, yassılaştırmış tozların, 15 dakikalık (0,25 sa.) gibi kısa bir öğütmeden sonra parçalanmış uydur tozlara ek olarak daha küçük toz parçacıklarına kırılmasıdır. 10 saat öğütüldükten sonra, tozların OPB'u [Şekil 7.3](#) ve [Şekil 7.4](#)'te gösterildiği gibi minimum 17-20 µm seviyelerine ulaşır. [Şekil 7.2](#)'de gösterildiği üzere 10 saat boyunca öğütülen tozlar genelde dar bir boyut dağılımı sergiler. Bunun nedeni yüksek enerjili bilyeli öğütmenin son aşamasında olan kırılma ve soğuk kaynak mekanizması arasındaki yaklaşık olarak aynı oranda değişen parçacık hızının neden olduğu dinamik dengenin sağlanmasıdır. Başka bir deyişle, daha büyük parçacıklar küçülür ve daha küçük parçacıklar benzer bir oranda büyür. Bu, yaklaşık olarak eş eksenli parçacıkların oluşmasına yol açar. Bu arada, yine Şekil 7.2 göz alınırsa, parçacık boyutu dağılımında 10 saat öğütme süresine gelindiğinde çok modlu davranıştan tek modlu davranışa doğru bir eğilim olduğu gözlemlenmiştir. Genel olarak, öğütme işleminin ilk aşamasından son aşamasına kadar OPB'u azaldığı ifade edilebilir. Bunun nedeni, öğütme işlemi sırasında şiddetli plastik deformasyon ve kırılma mekanizmasına ek olarak şiddetli bir şekilde bilye-hazne, bilye-bilye ve toz-toz çarpışmalarının meydana gelmesidir.

### 8.1.2. XRD analizleri ve kristalografik özellikler

Başlangıç AA7075 alaşım tozuna ve TiC ve Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli AA7075 öğütülmüş tozlarına karşılık gelen X-ışını kırınım eğrileri [Şekil 7.5](#), [Şekil 7.6](#) ve [Şekil 7.7](#)'de gösterilmiştir. Şekil 7.6 ve Şekil 7.7 de yer alan hem başlangıç hem de öğütülmüş tozların XRD verilerinde AA7075 'in yansıma zirveleri ile hafif TiC ve Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> zirveleri gözlemlenir. Aynı zamanda XRD eğrilerinde, Al (111)'in ana yansıma pikinde artan öğütme süresiyle tepe noktalarında pik kayması olarak da adlandırılan durum görülmektedir. Bu durum katı çözelti mekanizması, takviye malzemelerinin dağılımı veya mekanik alaşımlama işlemi tarafından tetiklenen aşırı plastik deformasyonun etkisinden dolayı kafes üzerindeki gerilme birikimi veya kafes üzerinde yer alan küçük

alaşım elementleri nedeniyle ortaya çıkabilir. Bu nedenle mekanik alaşımlama sırasında takviye elemanlarının uygun şekilde matris içerisinde çözündüğü veya Al matrisine gömüldüğü söylenebilir. Genel olarak, artan öğütme süresi ile mekanik ve katı çözeltili kaynaklı kristalit boyutu azalması ve şiddetli plastik deformasyon mekanizmasına bağlı olarak parçalanmış büyük parçacıklara atfedilen görünür tepe genişlemesiyle pik yoğunluğunda bir azalma vardır. Artan öğütme süresi ile kafes geriniminde bir artış meydana gelir. Kafes gerinmesi sonucu dislokasyon yoğunluğunda artış oluşur. Kafes gerinmesi ve dislokasyon yoğunluğundaki artış; öğütme işlemi sırasında kısmi plastik deformasyonlardan kaynaklanan dislokasyonlar, kafes yapısının bozulması, boşluklar, ara boşluklar ve diğer benzer kusurlar sonucu ortaya çıkar. Yani, mekanik alaşımlama işlemi sadece tozların kristalit boyutunu azaltmaz, aynı zamanda hem kafes geriniminin hem de dislokasyon yoğunluğunun artışına neden olabilmektedir. Ayrıca nano parçacıkların dislokasyonlarla ilişkisi dislokasyonların hareketliliğini engeller ve bu da dislokasyon yoğunluğunda artışa ve kafeste gerilme birikimine neden olur (Toozandehjani ve ark., 2017). Kristalit boyutundaki azalma, mekanik alaşımlama işlemi sırasında meydana gelen artan öğütme süresine bağlı olarak aşırı plastik deformasyon sonucu dislokasyon hareketliliğinin engellenmesi sonucu tane sınırlarında yönlenme bozukluğundan da kaynaklanabilir (Suryanarayana, 2001). Bunlara ek olarak AA7075 alaşımı ile bu alaşımdan önemli ölçüde daha sert olan nano seramik takviye elemanların (TiC ve Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) arasındaki etkileşim, kristalit boyutunda azalmaya neden olur. Bu parametreler, mekanik alaşımlama işlemi, malzemenin mekanik özelliklerini doğrudan etkilediği için geleneksel yöntemlerden farklı kılmaktadır (Jafari ve ark., 2012).

## 8.2 Tozlardan Üretilen MMK Malzemelerin Karakterizasyonu

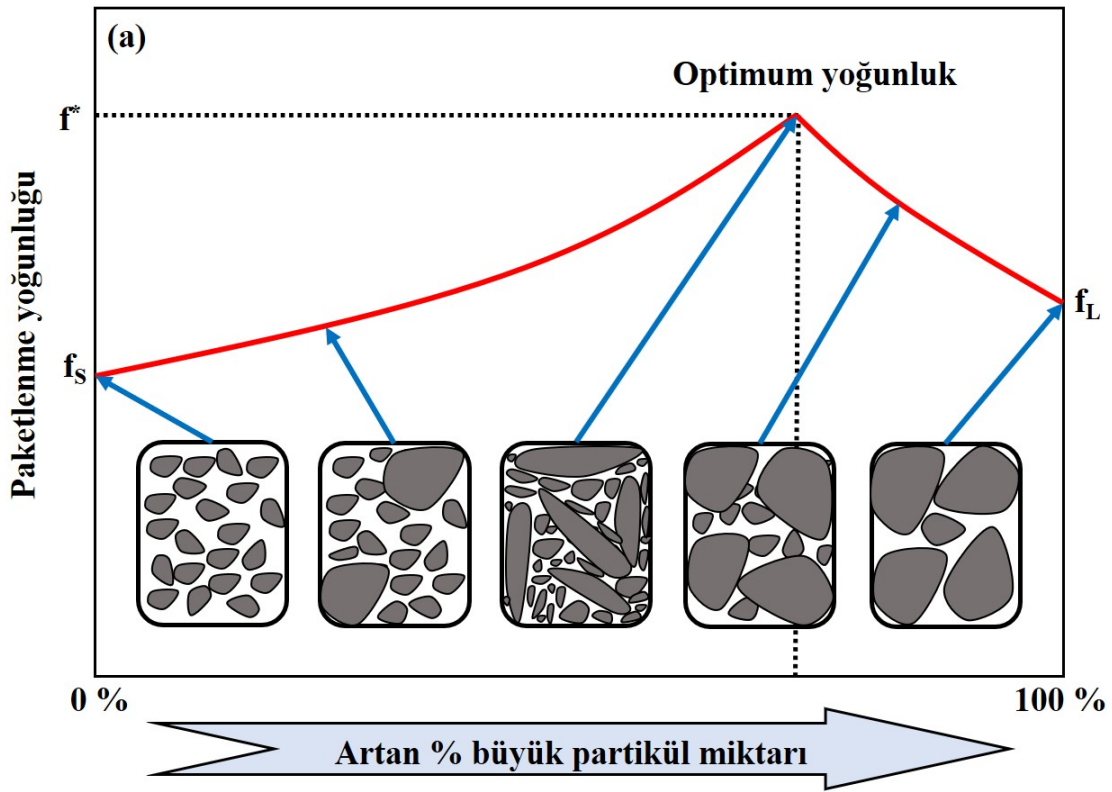
### 8.2.1. Mikroyapı sonuçlarının değerlendirilmesi

Tozların SEM ([Şekil 7.2](#)), partikül boyutu ([Şekil 7.3](#) ve [Şekil 7.4](#)) ve tozlardan üretilen MMK malzemelerin optik mikroskop ([Şekil 7.16](#)) analizlerine göre, 10 saatlik öğütmeden sonra homojen partikül boyutu dağılımına sahip ince tozların elde edildiği bulunmuştur. Fakat, nano partiküllerin homojen dağılımı veya ince tozların elde edilmesi, yapısal bütünlüğün tam olarak sağlanabilmesi için yeterli değildir. Bu nedenle, sinterlenebilirliği ve paketlenme yoğunluğunu artırmak için optimum partikül boyutu aralığı ve partikül morfolojisi sağlanmalıdır. Her bir toz numunesinin partikül boyutu,

dağılımı ve partikül morfolojisi, sinterlenmiş numunelerin nihai mikro yapısını doğrudan etkiler. MMK malzemelerin mikroyapı karakterizasyonu bölümünde, sıcak preslenmiş AA7075 alaşımının, TiC ve Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli AA7075 kompozitlerinin OM mikro yapıları gösterilmektedir. Sıcak preslenmiş ilk AA7075 alaşımı, ortalama tane boyutu yaklaşık 50 µm olan küresel bir yapı gösterir ([Şekil 7.15](#)). Şekil 7.16 yer alan MMK malzemelerin optik mikroskop görüntülerindeki genel davranış dikkate alındığında; 0,25 sa. öğütmeden sonra bazı küresel tanelerin hafif pulsu tanelere dönüşme eğiliminde olduğu çoğunluğunun ise başlangıç şekillerini kısmen muhafaza ettikleri görülmektedir. Takviye türüne bağlı olarak 1 ve 1,5 saatlik öğütmeden sonra, başlangıçtaki küresel tanelerin neredeyse tamamen pulsu tanelere dönüştüğü tespit edilmiştir. Öğütme süresinin 10 saate kadar uzatılmasıyla, başlangıçta öğütülmüş toz partikülleri ve öğütmenin ilk aşamalarında yer alan toz partiküllerinin sert küçük WC bilyelerin tekrarlayan çarpışmaları nedeniyle pulsu tane yapısının rastgele parçalanmış morfolojiye dönüştüğü fark edilir.

### 8.2.2. Yoğunluk sonuçlarının değerlendirilmesi

Nispeten daha büyük partiküllere sahip malzemeler tam yoğunluk gösteremez. Küçük partiküllerin aynı üretim parametrelerine sahip büyük partiküllere göre daha kolay konsolidasyonu beklenmesine rağmen, onların da tam yoğunluğu göstermeleri beklenemez. En iyi paketlenme özelliklerine veya tam yoğunluğa ulaşmak için, istenen partikül boyutu aralığına ve partikül morfolojisine ulaşmak gerekir. Şekil 8.1, toz morfolojisi ve boyutuna göre paketleme yoğunluğunun değişimini göstermektedir. Şekilden de görüldüğü üzere optimum paketlenme yoğunluğu yapıda hem iri hem de küçük tanelerin olduğu durumda elde edilir. Ek olarak, nano partiküllerin homojen olmayan dağılımı ve bazı kümelenmiş alanların oluşumu, takviye ve matris ara yüzü arasında daha düşük bağlanma kalitesine neden olur. Bu tür mikroyapısal özellikler, kümelenmiş alanda yüksek plastik gerilmeye neden olur ve boşlukların ve çatlakların gelişmesine izin verir. Sonuç olarak, optimum partikül paketlenme özelliklerinin ve tatmin edici bir yapısal bütünlüğün elde edilmesi, sadece matris içindeki nano partiküllerin homojen dağılımı ile değil, aynı zamanda optimal partikül boyutu aralığı ve partikül morfolojisinin elde edilmesiyle de ilişkilidir. Deneysel sonuçlar kısmında yer alan yoğunluk sonuçları incelendiğinde TiC takviyeli MMK malzemeler için en yüksek yoğunluk değerleri 1 sa. öğütme sonrası elde edilmişken ([Şekil 7.17](#)), Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli MMK malzeme grubunda 1,5 sa. öğütme sonrasında elde edilmiştir ([Şekil 7.18](#)).



Şekil 8.1. Partikül morfolojisi ve partikül boyutuna göre paketlenme yoğunluğunda meydana gelen değişim

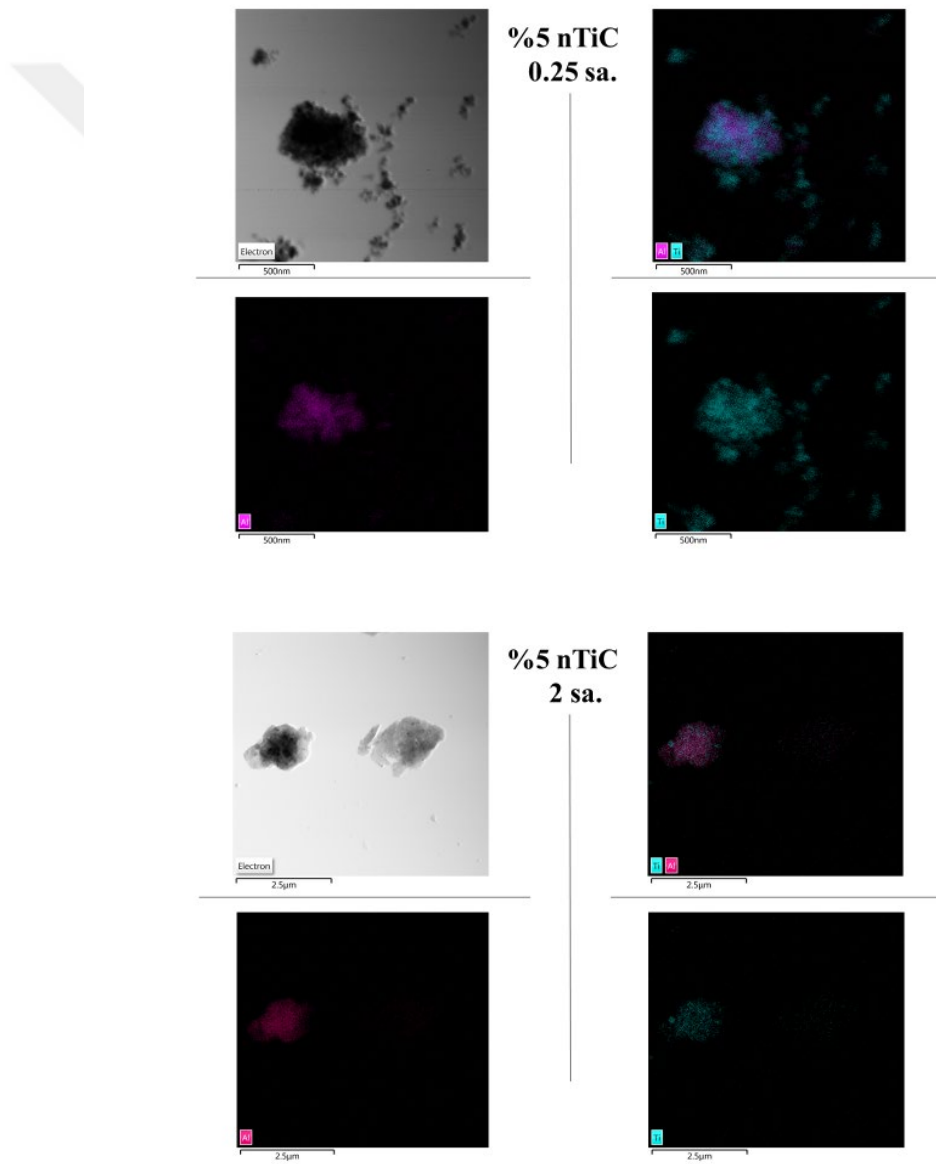
### 8.2.3. Sertlik sonuçlarının değerlendirilmesi

Şekil 7.19 ve Şekil 7.20'de yer alan sertlik sonuçları dikkate alındığında, sinterlenmiş MMK'lerin Brinell sertliğinin, öğütme süresinin bir fonksiyonu olarak arttığı tespit edilmiştir. 10 saat öğütülmüş tozlardan üretilen numunelerin, başlangıç AA7075 alaşım tozundan üretilen numuneye kıyasla neredeyse 3 kat daha sert oldukları tespit edilmiştir. Tüm öğütülmüş tozlardan üretilen kompozitlerin sertlik değerlerinin ilk AA7075 alaşım matrisinden daha yüksek olduğu görülmektedir. AA7075 matrisinden önemli ölçüde daha sert olan sert seramik takviye parçacıklarının varlığı, MMK'lerin sertliğinde bir artışa neden olmuştur. Mekanik alaşımlamanın etkisiyle toz parçacıkları üzerinde meydana gelen aşırı plastik deformasyon, bilyeli öğütülmüş tozların geleneksel deformasyon mekanizmalarına kıyasla daha üstün sertlik değerlerine ulaşılmasına neden olmuştur (Zebarjad ve Sajjadi, 2006). Bu tozlar, uzun öğütme süresinden dolayı sertleştirme mekanizmasına maruz kalır ve bu, tozların sertliğinde ve kırılabilirliğinde bir artışa neden olur. Öğütülmüş tozların sertlik değerlerinin artması birkaç parametre ile açıklanabilir. Dispersiyon sertleştirme ve katı çözelti sertleştirme mekanizmaları

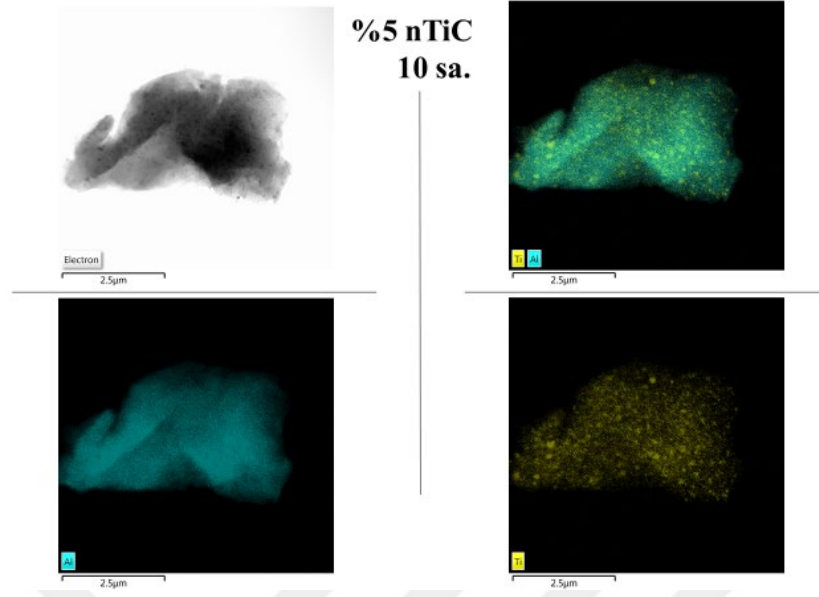
tozların sertliğini arttırmada etkilidir. Matris içinde homojen olarak dağılmış olan seramik parçacıklar, tozların dispersiyon sertleşmesine neden olabilir ve bu da sonuçta sinterlenmiş numunelerin sertliğinin artmasına neden olur. Diğer bir önemli parametre ise, öğütme sırasında artan dislokasyon yoğunluğundan kaynaklanan kafes gerilmesidir. Dahası, seramik takviye parçacıklarının homojen dağılımının iyileştirilmesi ve öğütme süresinin uzatılması, parçacıklar arasındaki mesafeyi azaltır. Bu kısa mesafede dizilmiş olan nano parçacıklar bir engel görevi görür ve sıcak pres sinterleme işlemi sırasında nanokompozit numunelerin tane büyümesi gecikebilir. Diğer bir yandan polikristalin malzemelerin sertlik/mukavemet ile tane boyutu arasındaki ilişkiyi açıklayan Hall-Patch denkleminde göre tane boyutundaki azalma sertlikte artma ile sonuçlanır. Aynı denklem farklı sabitlerle nanokristalin malzemelerin özellikleri için de kullanılabilir (Suryanarayana, 2001).

Sonraki “Tartışma” bölümünde en yüksek sertlik değerinin elde edildiği MMK grubu için daha detaylı analiz yapılacaktır, fakat genel olarak hem TiC hem de  $Y_2O_3$  takviye tozlarının en yüksek sertlik değerlerinin edildiği 10 sa. öğütme sonrasında matris tozu içerisinde nasıl bir dağılım sergilediklerini incelemek için TEM-EDS haritalama analizleri gerçekleştirilmiştir. TEM analizlerinde nano partiküllerin davranışını daha rahat bir şekilde tespit edebilmek ve aynı zamanda en yüksek sertlik değerlerinin elde edildiği en fazla takviye oranı (ağ. 5%) ile güçlendirilen MMK malzemelerin üretiminde kullanılan tozların davranışını incelemek için 0,25, 2 ve 10 sa. öğütme sonrasındaki tozların EDS haritalama analizleri gerçekleştirilmiştir. Şekil 8.2 TiC takviyeli tozların, Şekil 8.3 ise  $Y_2O_3$  takviyeli tozların EDS haritalama görüntülerini göstermektedir. Her iki şekilde de görüldüğü gibi 0,25 sa. öğütme sonrasında bile takviye elemanlarının homojen dağılım sergileme eğilimine girdiği görülmektedir. Fakat bu süre içerisinde, siyah-beyaz TEM görüntülerini incelediğimizde takviye partiküllerinin daha çok matris tozu yüzeylerinde aglomere oldukları fark edilmektedir. 2 sa. öğütme sonrasında ise kısmen daha homojen bir dağılım vardır. 10 sa. öğütme sonrasında ise özellikle TiC takviyeli tozda 2.5  $\mu m$  gibi büyük bir toz partikülü içerisinde bile neredeyse tamamen homojen bir dağılım sergilendiği ifade edilebilir.  $Y_2O_3$  takviyeli tozun 10 sa. öğütme sonrasındaki görüntüsü incelendiğinde ise yine benzer büyüklükteki toz partikülü içerisinde homojen bir dağılımdan söz edebiliriz. Fakat  $Y_2O_3$  partiküllerinin TiC partikülleri kadar homojen bir dağılım gösteremediği ve yer yer aglomere oldukları tespit edilmiştir. Yani TiC partikülleri kırılarak matris içerisinde homojen bir dağılım sergilerken  $Y_2O_3$  partikülleri bazı bölgelerde toplanmıştır ve TiC kadar olmasa da yine

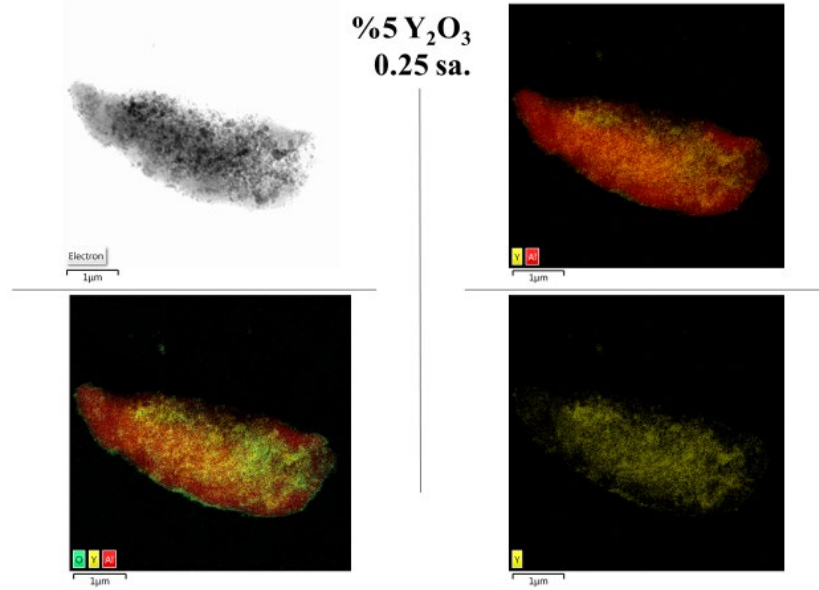
de 10 sa. öğütme sonrasında homojene yakın bir dağılım sergilemiştir. Bunun ana nedeni ise deneysel sonuçlarda gösterilen [Şekil 7.1\(b\)](#) ve [Şekil 7.1\(c\)](#) de yer alan başlangıç TiC ve  $Y_2O_3$  partikül morfolojisindeki farklılıktır. Dikkat edilirse TiC partikülleri daha köşeli iken  $Y_2O_3$  partikülleri kenarları yuvarlatılmış gibi durmaktadır. Bu da TiC partiküllerinin matris tozunu kırmasını ve matris içerisine küçülerek daha homojen dağılmasını sağlamıştır.  $Y_2O_3$  ise daha çok sanki bir mikro-haddeleme etkisi göstermiştir. Bu durum MMK malzemelerin OM görüntülerinde de fark edilmektedir ([Şekil 7.16](#)).  $Y_2O_3$  partikülleri yönlenme etkisi göstererek pulsu toz ve dolayısıyla pulsu tanelerin oluşmasına neden olmuştur.



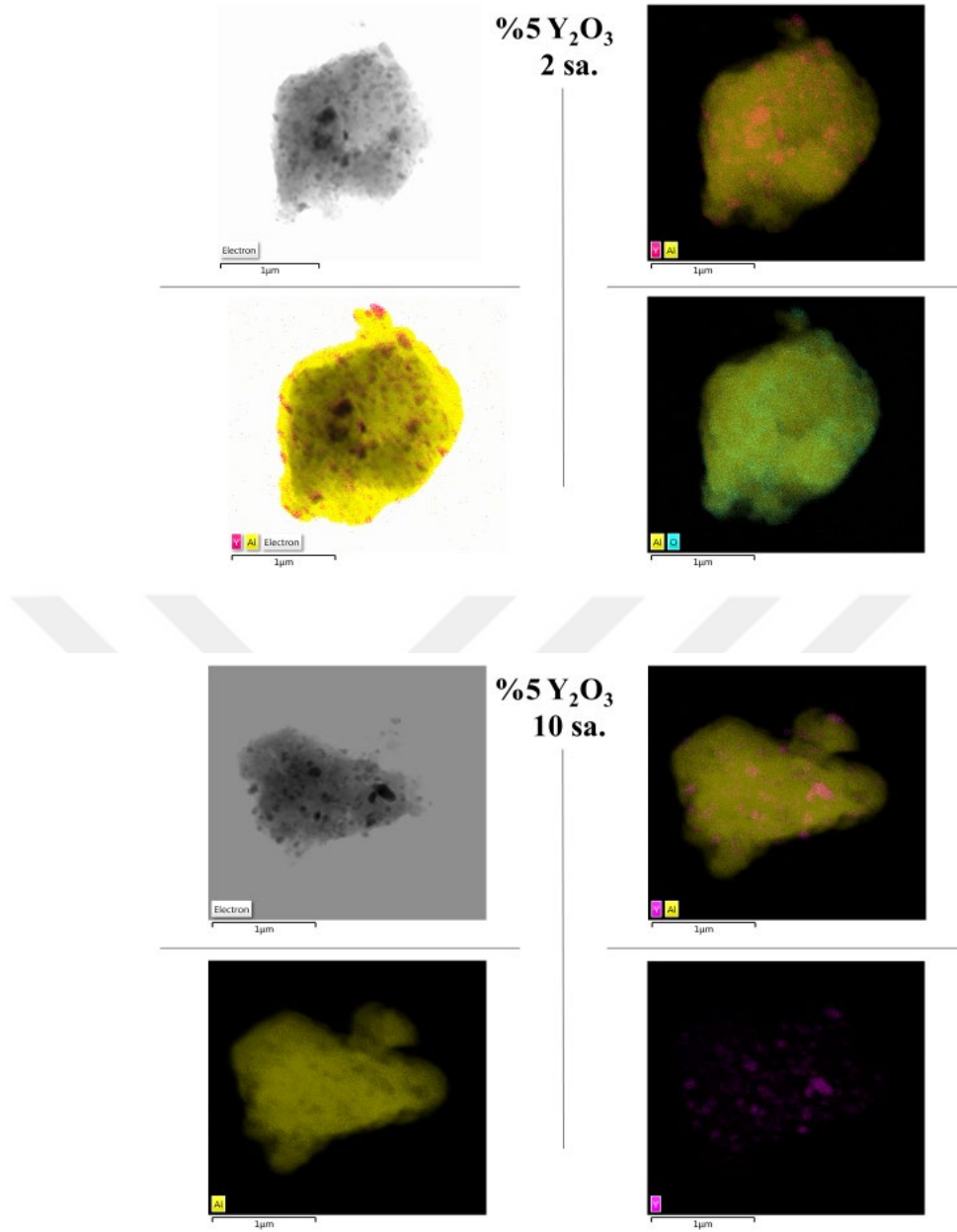
**Şekil 8.2.** Ağ. %5 TiC takviyeli tozlarda farklı öğütme sürelerinde TiC partiküllerinin dağılım davranışlarını gösteren TEM-EDS haritalama analiz sonuçları



Şekil 8.2. (devam ediyor)



Şekil 8.3. Ağ. %5 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli tozlarda farklı öğütme sürelerinde TiC partiküllerinin dağılım davranışlarını gösteren TEM-EDS haritalama analiz sonuçları



Şekil 8.3. (devam ediyor)

### 8.3 Yüksek Sertlik ve Yoğunluk Sergileyen MMK Malzeme Gruplarının İncelenmesi

Bu bölümde buraya kadar gözlemlenen deneysel çalışma sonuçları ve bu sonuçlar üzerine yapılan yorumlar ve tartışmalar doğrultusunda en yüksek sertlik ve bağlı yoğunluk özelliklerin elde edildiği MMK malzeme gruplarının nano ölçekten makro ölçeğe kadar çok geniş kapsamlı karakterizasyonun işlem-yapı-özellik-performans ilişkisinin kurularak değerlendirilmesinin çok daha faydalı olacağı düşünülmüştür.

Araştırma sonuçları ve bunlar üzerine yapılan değerlendirme ve tartışmalar sonucu 3 farklı isim de adlandırdığımız takviye türü, takviye oranı ve öğütme süresi gibi girdi parametrelerinden öğütme süresinin toz ve tozlardan üretilen MMK malzemelerin özellik/performansları üzerine çok daha etkili olduğu sonucuna varılmıştır. Bu nedenle çalışmanın ana amacını da ortaya koyacak şekilde yüksek sertlik ve yoğunluk özelliklerin elde edildiği MMK malzeme grupları üzerinde öğütme süresinin etkisi ve bu uygulanan işlemin yapıyı nasıl etkilediği ve sonuç olarak malzemelerin performansına ne tür etkilerinin olduğu alt başlıklar altında detaylı bir şekilde ilişkilendirilecektir. Ayrıca önceki bölümlerde ortaya koyduğumuz hipotezleri, tartışmaları ve yorumları destekleyecek şekilde yapılan analizlerin sonuçları değerlendirilecektir. Son olarak, bu tez çalışmasının literatüre ve endüstriyel uygulamalara ne tür bir katkı sunacağı da detaylı incelemeler sonucunda karşılaştırmalı olarak çalışmanın son kısmında sunulacaktır.

### **8.3.1. En yüksek yoğunluğa sahip MMK malzeme grubunun geniş kapsamlı karakterizasyonu**

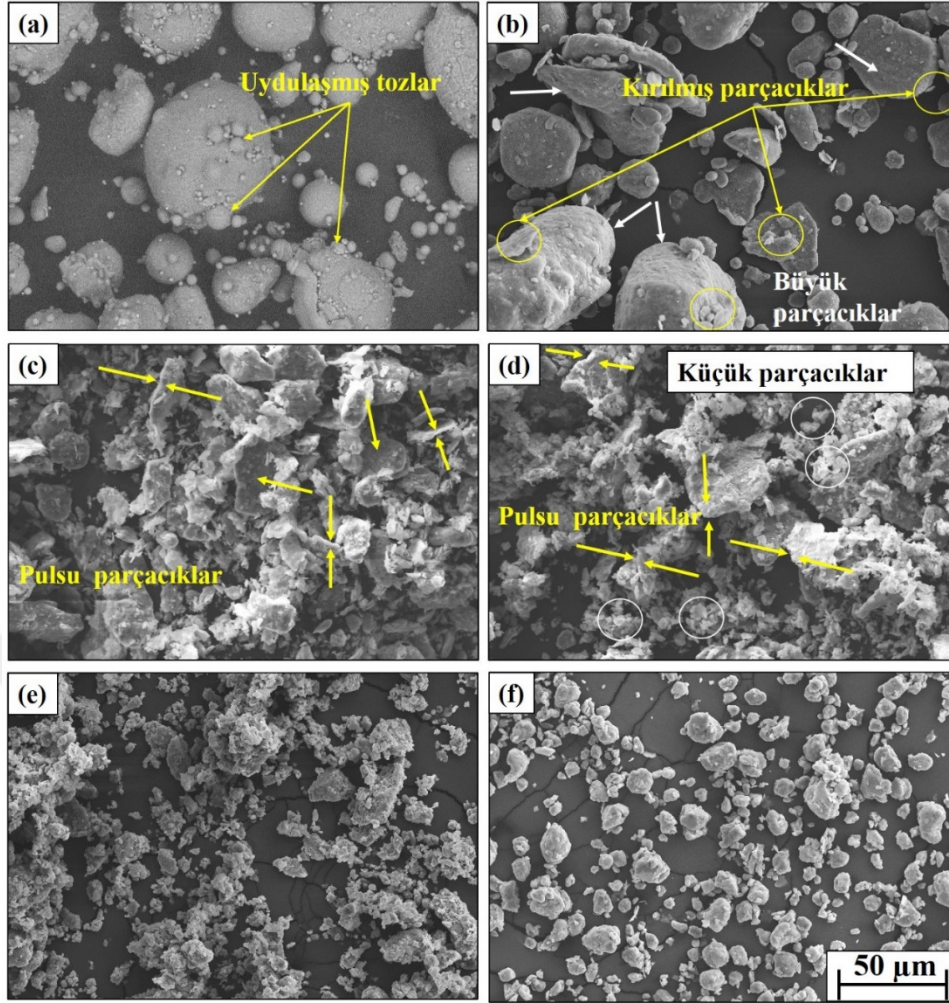
Araştırma sonuçları kısmında yer alan yoğunluk sonuçları ([Şekil 7.17](#) ve [Şekil 7.18](#)) dikkate alındığında en yüksek yoğunluğa sahip grubun ağ. 0.5% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli MMK grubu olduğu tespit edilmiştir. Bu nedenle, bu grup için öğütme süresinin etkisi detaylı bir şekilde analiz edilecektir. Tezin genel akış diyagramında olduğu gibi burada da öncelikle toz karakterizasyonu ardından tozlardan üretilen MMK malzemelerin karakterizasyonu detaylı bir şekilde gerçekleştirilecektir. Daha sonra elde edilen sonuçların yorumu ve tartışması yapılacaktır.

#### **8.3.1.1. Toz karakterizasyonu**

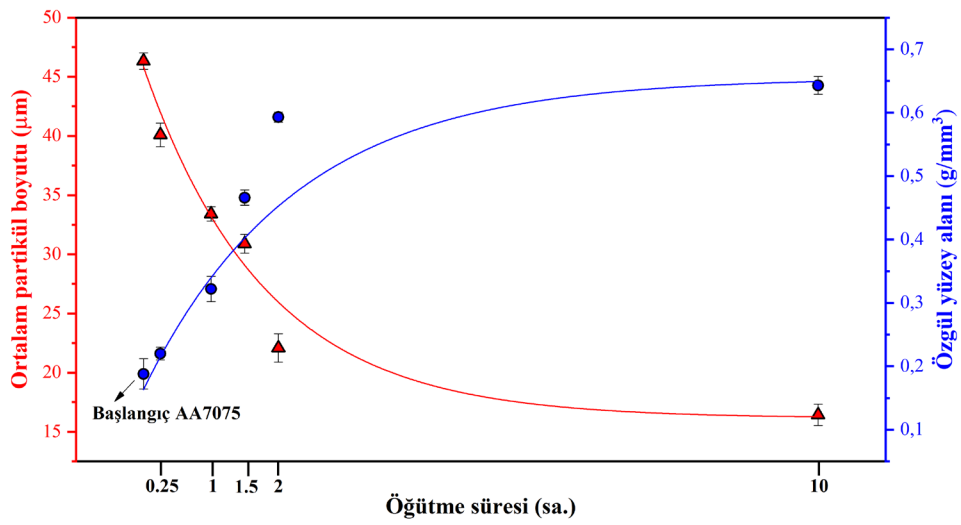
##### *Tozların mikroyapısal analizi ve boyut gelişimi*

Başlangıç AA7075 tozunun ve farklı öğütme süreleri için ağ. %0,5 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-AA7075 tozlarının öğütülmüş SEM görüntüleri Şekil 8.4'te gösterilmektedir. Şekil 8.4(a), başlangıç AA7075 tozunun küresel şeklini gösterirken bu tozların Şekil 8.5'te gösterilen partikül boyutu analizi sonuçlarına göre ortalama ~ 46 µm boyutunda olduğu görülmektedir. Şekil 8.4(b)'de gösterildiği gibi, bazı öğütülmüş tozların hafifçe yassılaştığı ve bazılarının ise 0,25 saatlik kısa bir öğütmeden sonra herhangi bir soğuk kaynak olmadan parçalandığı görülmektedir. 0,25 saat öğütülen tozların ortalama partikül

boyutu, Şekil 8.5'in yardımıyla  $\sim 40 \mu\text{m}$  olarak belirlenmiştir. 1 saat boyunca öğütülmüş tozların morfolojisi (Şekil 8.4(c)), bilyelerin kesme etkisinden dolayı pulsulaşma eğiliminde bir oluşum sergilemiştir. Pulsu partiküller nedeniyle partikül boyutunda bir artış beklenmesine rağmen, çok sayıda kırılan partiküller nedeniyle OPB  $\sim 33 \mu\text{m}$  olacak şekilde azalmıştır (Şekil 8.5). Tozların partikül boyutları, Şekil 8.4(d)'de görüldüğü gibi hem puls partiküllerin hem de küçük partiküllerin kırılmasına bağlı olarak artan öğütme süresiyle birlikte azalmış ve şekillerini nispeten korumuşlardır. Sonuç olarak, Şekil 8.5'in yardımıyla 1,5 saat öğütülmüş tozlarda partikül boyutunda küçük bir azalma ( $\sim 31 \mu\text{m}$ ) gözlemlenmiştir. Öğütme süresi 2 saat olduğunda, tozların ortalama boyutu  $\sim 22 \mu\text{m}$  olacak şekilde azalmıştır (Şekil 8.5). Bunun nedeni puls partiküllerin, önceden var olan küçük parçacıkların parçalanmasına ek olarak daha küçük parçacıklara yavaş yavaş kırılmış olmasıdır (Şekil 8.4(e)). Partiküllerin ortalama boyutu, Şekil 8.5'te belirtildiği gibi, 10 saat boyunca öğütüldükten sonra  $\sim 16 \mu\text{m}$ 'ye ulaşmıştır. Gözlemlenen partikül morfolojisi (Şekil 8.4(f)), uzun süreli kesme eyleminden ve tekrarlanan öğütme sırasında tungsten karbür (WC) bilyelerin etkisi altında kırılmadan dolayı kaynaklanmaktadır. Öte yandan, öğütme süresi arttıkça, öğütülmüş tozların özgül yüzey alanı (ÖYA), Şekil 8.5'te gösterildiği gibi, azalan parçacık boyutuna bağlı olarak kademeli olarak artmıştır.

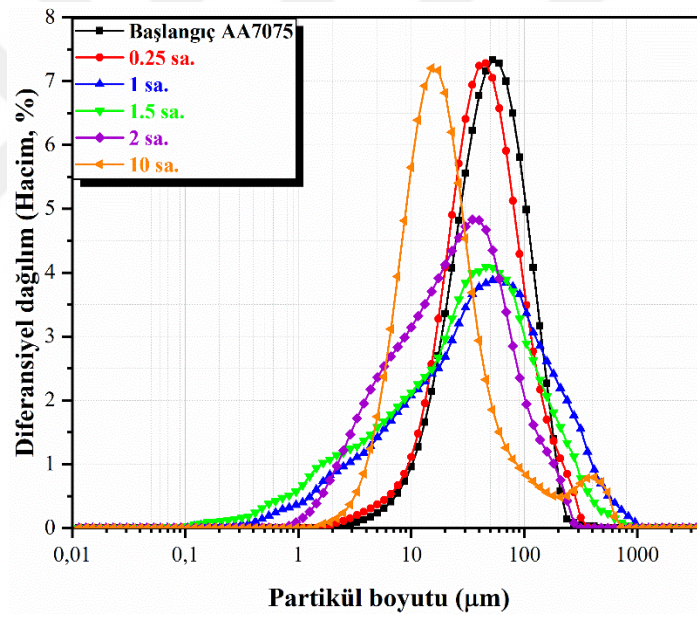


Şekil 8.4. (a) AA7075 başlangıç tozunun ve ağı. %0,5  $Y_2O_3$  takviyeli tozların morfolojisini gösteren SEM görüntüleri (b) 0,25, (c) 1, (d) 1,5, (e) 2 ve (f) 10 saat öğütme sonrasında



Şekil 8.5. AA7075 başlangıç tozunun ve ağı. %0,5  $Y_2O_3$  takviyeli tozların farklı öğütme sürelerinde meydana gelen boyut değişimleri

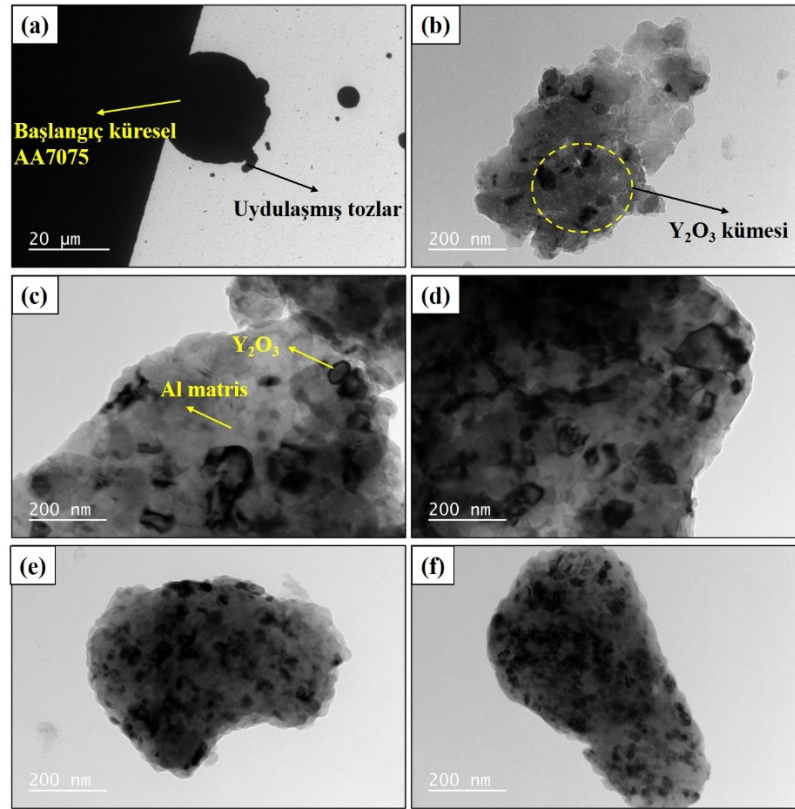
Ayrıca, öğütülmemiş ve 0,25 saat öğütülmüş tozların partikül boyutu dağılımlarının (PBD), Şekil 8.6'da gösterildiği gibi tek modlu ve dar bir eğilim sergilediği görülmüştür. Şekil 8.6 dikkate alınarak başlangıç AA7075 tozlarına kıyasla 1 ve 1,5 saat öğütülmüş tozların geniş bir PBD sergilediği gözlemlenmiştir. Bu davranış, WC bilye darbelerinin neden olduğu kuvvetli öğütme nedeniyle tozların yassılaştırılmasına atfedilebilir. Hem Şekil 8.4 hem de Şekil 8.6'da görüldüğü gibi, morfoloji ve parçacık boyutu dağılımı eğiliminin 10 saatlik öğütmeye doğru tamamen değiştiği fark edilmektedir. Parçacık boyutu dağılımı daralma yönünde meyillenmiş ve oldukça etkili kırılma mekanizması nedeniyle daha küçük parçacıkların alanına doğru sapma göstermişlerdir. Bu nedenle, 10 saat öğütülmüş tozların gözlemlenen görünür partikül boyutu, dağılımı ve morfolojisi, tozların şiddetli soğuk deformasyona bağlı olarak kırılması sonucu elde edilmiştir.



Şekil 8.6. AA7075 başlangıç tozunun ve ağırlık %0,5  $Y_2O_3$  takviyeli tozların farklı öğütme sürelerindeki partikül boyut dağılımları

$Y_2O_3$  nano partiküllerinin matris içerisindeki davranışlarını daha detaylı incelemek için TEM analizleri gerçekleştirilmiştir. Başlangıç ve takviyeli tozların farklı öğütme sürelerinde TEM görüntüleri Şekil 8.7'de gösterilmektedir. AA7075 matrisi içindeki  $Y_2O_3$  nanopartiküllerinin dağılım homojenliği, öğütme süresinin uzatılmasıyla gelişmiştir. Daha kısa öğütme işlemlerinin (0,25 ve 1 saat) matristeki nano boyutlu  $Y_2O_3$  parçacıklarının dağılımı üzerinde gözlemlenebilir bir etkisinin olmadığı fark edilmiştir.  $Y_2O_3$  parçacıkları, öğütmenin erken aşamalarında AA7075 parçacıklarının yüzeylerine

eşit olmayan bir şekilde dağılmıştır. Sarı daireler içinde ifade edilen  $Y_2O_3$  parçacıkları rastgele bir şekilde topaklanmış ve  $Y_2O_3$  nano partikülleri, matris yüzeylerinin büyük bir bölümünü tamamen kaplayamamıştır. Öğütme süresi arttıkça, Şekil 8.7(b)'de belirtildiği gibi  $Y_2O_3$  partiküllerinin bu sistematik olmayan kümelenmeleri, etkili bir şekilde kırılarak matris boyunca istenen homojenlikte yeniden dağıtılmıştır. Jeyasimman ve ark. (2015) ve Pournaderi ve ark. (2012) ayrıca nano partiküllerin aglomerasyonunun kademeli olarak dağıtıldığını ve partiküller arasındaki ortalama ayrımların öğütme süresinin artmasıyla azaldığını bildirmişlerdir.

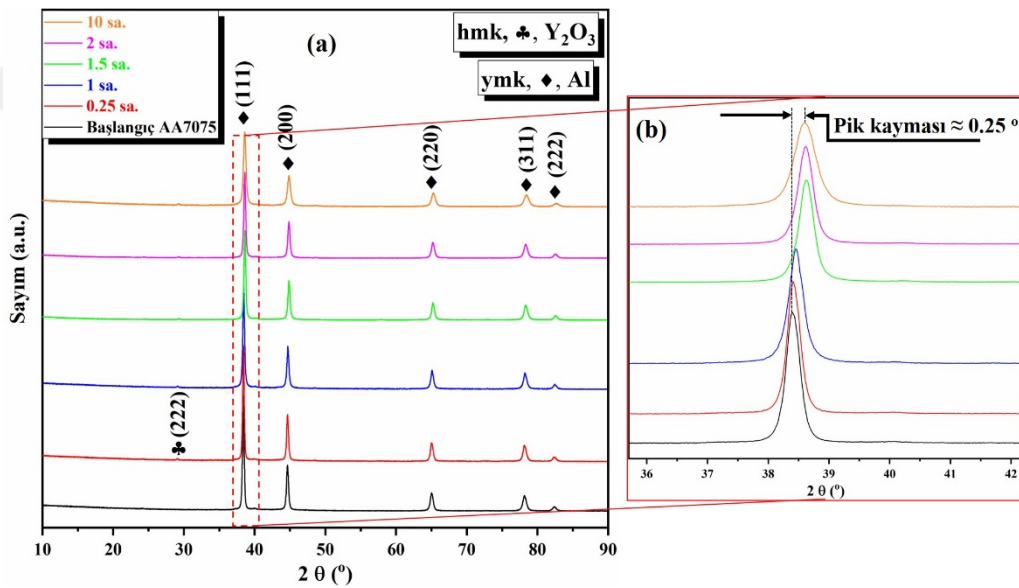


Şekil 8.7. (a) AA7075 başlangıç tozunun ve ağırlık %0,5  $Y_2O_3$  takviyeli tozların farklı öğütme sürelerindeki TEM görüntüleri (b) 0,25, (c) 1, (d) 1,5, (e) 2 ve (f) 10 sa. öğütme

### XRD analizi ve kristalografik özellikler

Başlangıç ve farklı öğütme sürelerinde öğütülmüş tozların X-ışını toz kırınımları Şekil 8.8'de gösterilmektedir. Gözlemlenen yansıma zirveleri (Şekil 8.8(a)), Al'ın ymk yapısına ve  $Y_2O_3$ 'ün hmk yapısına aittir. Öğütme süresi arttıkça yansımaların tepe yoğunluğunun azaldığı ve genişlediği görülmüştür. Şekil 8.8(b)'de gösterildiği gibi pik genişlemesinin, literatürde yer alan bazı çalışmalarda da (Klug ve Alexander, 1974; Krivoglaz, 2012) bildirildiği gibi, kendilerini mikro gerilim olarak gösterecek olan

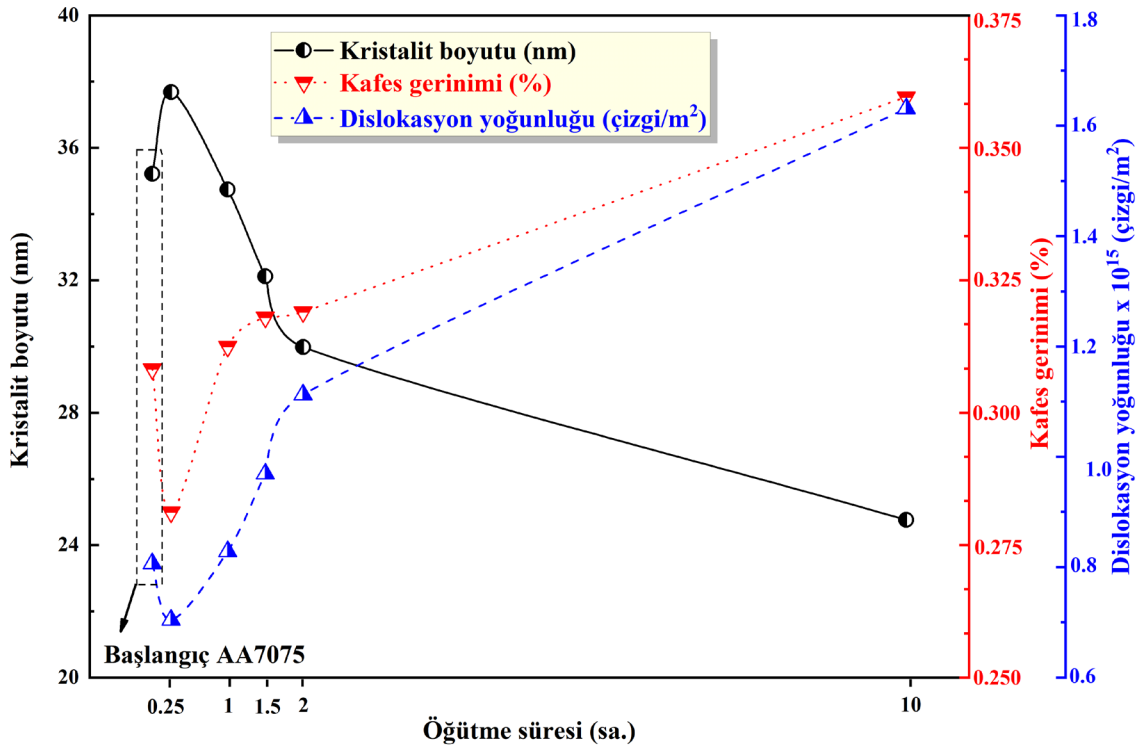
kimyasal dalgalanmalar, atomların yakın çevresinde gerinim birikimi ve yığılma hataları nedeniyle oluşabileceği düşünülmektedir. Bu durum, katı çözelti, nano partiküllerin veya küçük alaşım elementlerinin matris içinde dağılması ve bilyeli öğütme sistemi içerisinde bulunan sert bilyelerin etkisi altında tetiklenen şiddetli plastik deformasyon nedeniyle kafes üzerindeki gerilme birikiminden de kaynaklanabilir. Bu nedenle, artan öğütme süresiyle  $Y_2O_3$ 'ün uygun şekilde çözüldüğü veya Al matrisine gömüldüğü sonucuna varılabilir. Ayrıca, 0,25 saatlik öğütme işleminden sonraki sürelerde  $Y_2O_3$ 'ün kaybolması, matris içindeki dağılımına ve buna bağlı olarak partikül boyutundaki azalmaya bağlanmıştır.



Şekil 8.8. (a) AA7075 başlangıç tozunun ve ağı. %0,5  $Y_2O_3$  takviyeli tozların farklı öğütme sürelerindeki XRD analizleri, (b) Pik kaymasını gösteren yakınlaştırılmış görüntü

Tozların kristalit boyutu, kafes gerinimi ve dislokasyon yoğunluğundaki değişiklikler ise Şekil 8.9'da gösterilmektedir. Referans (öğütülmemiş) saf tozun kristalit boyutu (D) 35.2 nm olarak ölçülmüştür. 0,25 saat öğütülmüş tozların kristalit boyutunda artma ve kafes gerinimi ve dislokasyon yoğunluğunda ise bir azalma görülmüştür. Bu durum, Şekil 8.4(b) de gösterildiği gibi öğütmenin erken aşamalarında etkili olan daha büyük partiküllerin yassılaşmasına bağlanmıştır. Dillamore ve Roberts (1964), bu tür özelliklerin pul benzeri partikülleri ve ymk yapısında tekstür oluşumunu tetiklediğini bildirmişlerdir. Öğütme süresi arttıkça, kristalit boyutu nihai değer olarak 24,45 nm'ye düşmüştür. Kristalit boyutundaki azalma, artan öğütme süresinden kaynaklanan aşırı plastik deformasyon ile artan kafes gerinimi ve dislokasyon yoğunluğuna atfedilir. Touse

ve ark. (2009), kristalit boyutun, bilye-hazne-tozun aşırı ve tekrarlayan çarpışmalarından dolayı yüksek dislokasyon yoğunluğuna neden olarak azaldığını bildirmişlerdir. Hem kafes gerinimi hem de dislokasyon yoğunluğu, öğütme sırasında yerel plastik deformasyona yol açan kafes çarpımları, boşluklar, katı çözelti, istif hataları, safsızlık ve diğer yapısal kusurlar nedeniyle artmış olacağı yorumu da yapılabilir (Tavoosi ve ark., 2008; Suryanarayana ve Norton, 2013). Artan öğütme süresi, daha düşük enerji durumuna sahip yeniden yönlendirilmiş dislokasyonlar nedeniyle düşük açılı alt tane oluşumlarını tetikler. Safari ve ark. (2011), artan öğütme ile yüksek dislokasyonların, nano ölçekli boyutlarda alt tane sınırlarının ve yüksek açılı alt tanelerin yönelim bozukluğuna yol açtığını belirtmişlerdir. Ayrıca, nano partiküller ve dislokasyonlar arasındaki etkileşimin dislokasyon hareketini engelleyerek, dislokasyon yoğunluğunda ve kafesteki gerilme birikiminde artışa neden olduğu rapor edilmiştir (Toozandehjani ve ark., 2017). Deneysel sonuçlar kısmında da belirtildiği üzere; bu durumlar, temel işlem-yapı-özellik-performans ilişkilerini doğrudan etkilediği için mekanik alaşımlama yöntemini geleneksel işlemden farklı kılar (Poirier ve ark., 2010).

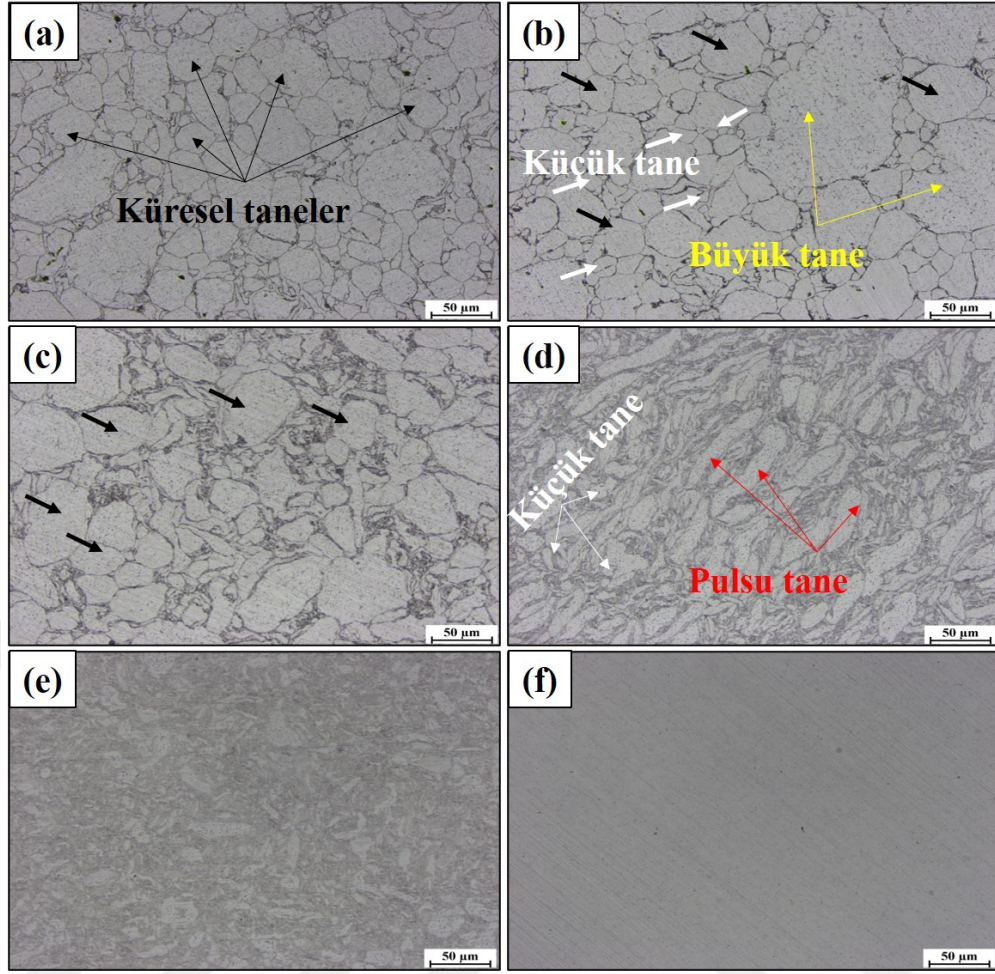


Şekil 8.9. AA7075 başlangıç tozunun ve ağ. %0,5 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli tozların farklı öğütme sürelerindeki kristalit boyutu, kafes gerinimi ve dislokasyon yoğunlukları

### 8.3.1.2. Üretilen MMK malzemelerin mikroyapısal karakterizasyonu ve mekanik özellikler

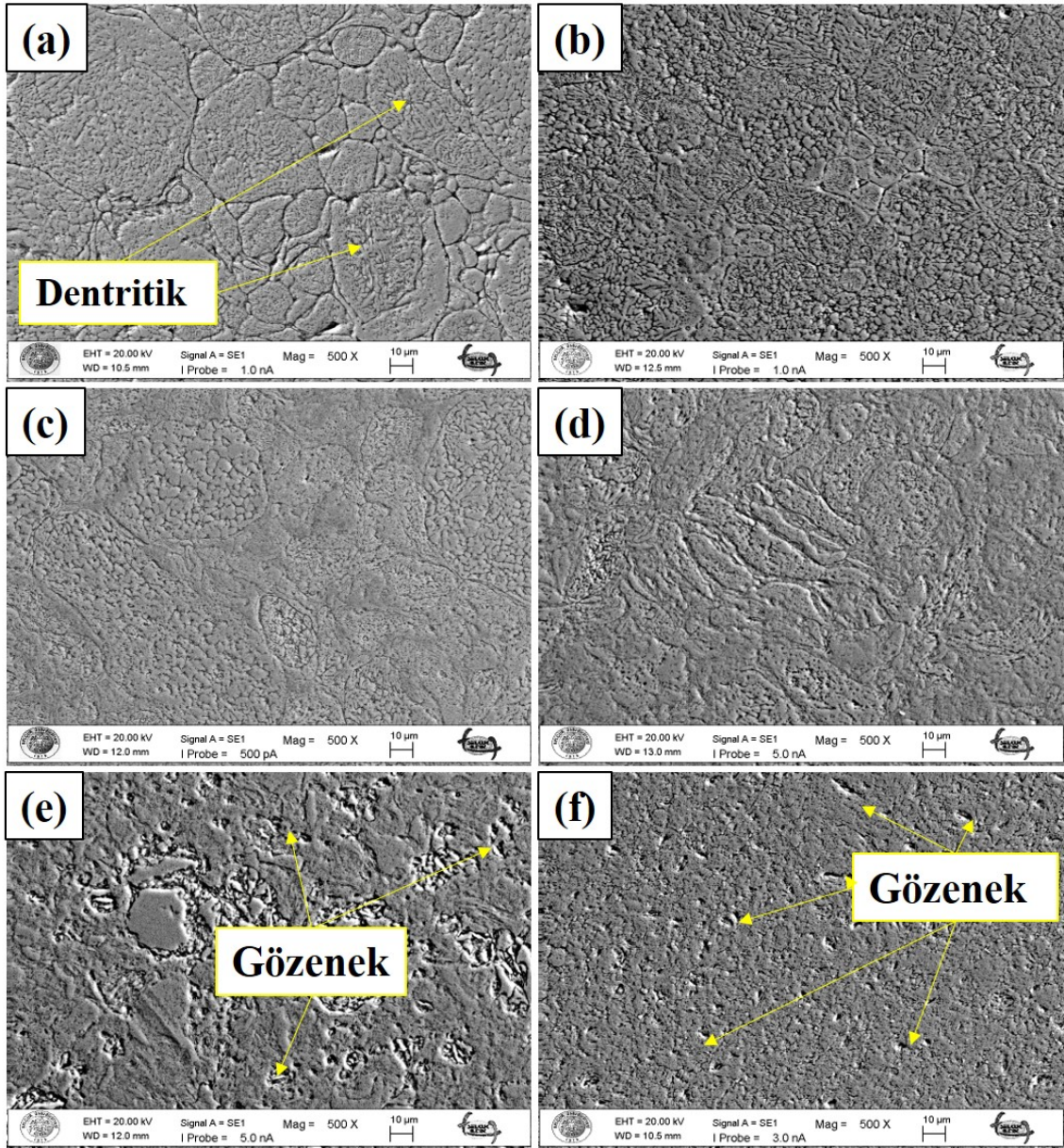
#### Mikroyapı karakterizasyonu

Partikül morfolojisi, boyutu ve dağılımı, doğrudan veya dolaylı olarak sıcak preslenmiş numunelerin nihai mikro yapısını etkiler. Bu nedenle, sinterleme ve paketleme kabiliyetini geliştirmek için karakterizasyonlarının dikkatlice ele alınması gerekir. Başlangıç AA7075 ve farklı öğütme zamanlarında öğütülen tozlardan üretilen  $Y_2O_3/AA7075$  kompozitlerinin dağlanmamış OM mikro yapıları Şekil 8.10'da gösterilmektedir. Başlangıçta, saf AA7075 numunesi, ortalama boyutu yaklaşık 50  $\mu m$  olan küresel tane morfolojisine sahiptir. Küresel taneler (siyah oklarla gösterildiği gibi) artan öğütme süresiyle küçük hale gelmiştir. Artan öğütme süresiyle iki eylemin gerçekleştiği görülmektedir. Bir yandan, öğütme sırasındaki bilye darbelerinden kaynaklanan kesme kuvveti, 1,5 sa. öğütme süresine kadar parçacıkların pulsu morfolojiye dönüşmesine neden olmuştur. Öte yandan, sert bilyelerin uzun süre tekrarlayan çarpışmalarından dolayı nano parçacıklar matris içinde yeniden dağıtılmış ve soğuk deformasyon mekanizmasına bağlı olarak daha küçük bir boyutta rastgele kırılan parçacıklar oluşmasına neden olmuştur. Daha sonra, TEM sonuçlarında belirtildiği gibi,  $Y_2O_3$  partikülleri, etkili bilye çarpışmaları altında parçacıkların şiddetli plastik deformasyonu ile matris içerisinde başarılı bir şekilde gömülmüştür. Bazı araştırmacılar tarafından da (Esawi ve Morsi, 2007; Liu ve ark., 2012b) nano partikül takviyeli Al alaşımının bilyeli öğütülmesi sırasında benzer gözlemler bulunmuştur. 1,5 saatlik bilyeli öğütmeden sonra, çok sayıda küçük tane morfolojisi ile birlikte pul benzeri tanelerin elde edilmesi, daha önce de bahsedildiği gibi daha iyi paketleme yoğunluğu ve sıkıştırılabilirlik sağlayabilir. Bu nedenle, mekanik özellikler bölümünde açıklandığı gibi bağlı yoğunluğu geliştirmek için tatmin edici bir bağlama kalitesi elde edilmiştir. Ayrıca, nano partiküllerin homojen dağılımı ve artan öğütme süresi ile azalan partikül boyutu, kompozitlerin sertliğinde bir iyileşmeye yol açmıştır ve bu durum SEM ve TEM sonuçlarıyla da tutarlılık göstermektedir.



**Şekil 8.10.** (a) AA7075 başlangıç tozundan ve ağı. %0,5  $Y_2O_3$  takviyeli farklı öğütme sürelerindeki öğütülmüş tozlardan üretilen MMK malzemelerin OM görüntüleri (b) 0,25, (c) 1, (d) 1,5, (e) 2 ve (f) 10 sa.

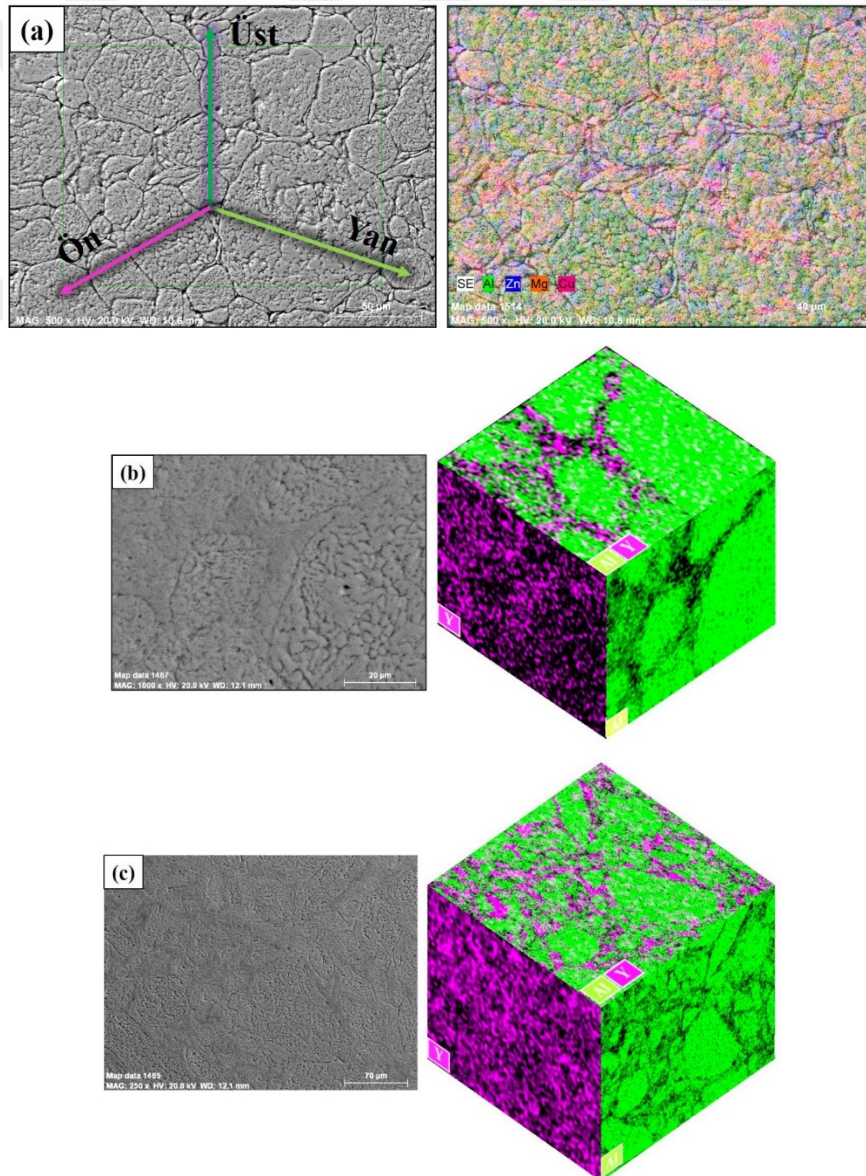
Paketleme yoğunluğu ile ters yönde ilişkili olan gözeneklilik, toz metalurjisi yöntemleriyle üretilen makine parçasının kaçınılmaz bir sonucudur (German, 1998; Aqıda ve ark., 2004; Ahmad ve ark., 2005). Bu amaçla, Şekil 8.11'de gösterildiği gibi öğütme süresine bağlı olarak yapısal bütünlük ve gözeneklerdeki değişiklikleri anlamak için dağlanmış numunelerin SEM analizi yapılmıştır. Öğütme süresi arttıkça tane boyutu azalır ve homojen bir takviye malzemesi dağılımı elde edilir. Fakat, daha fazla öğütme süresi sonrasında, özellikle (2 ve 10 sa. öğütme), yapıda mikro boşluklar ve gözenekler ortaya çıkabilir, bu da hem Şekil 8.11(e) hem de Şekil 8.11(f)'de gösterildiği gibi daha zayıf birleşim kalitesi ve yapısal bütünlük ile sonuçlanır. Yoğunluk ile doğrudan ilgili bu tür mikroyapısal özellikler, mekanik özellikler bölümünde tartışılacaktır.

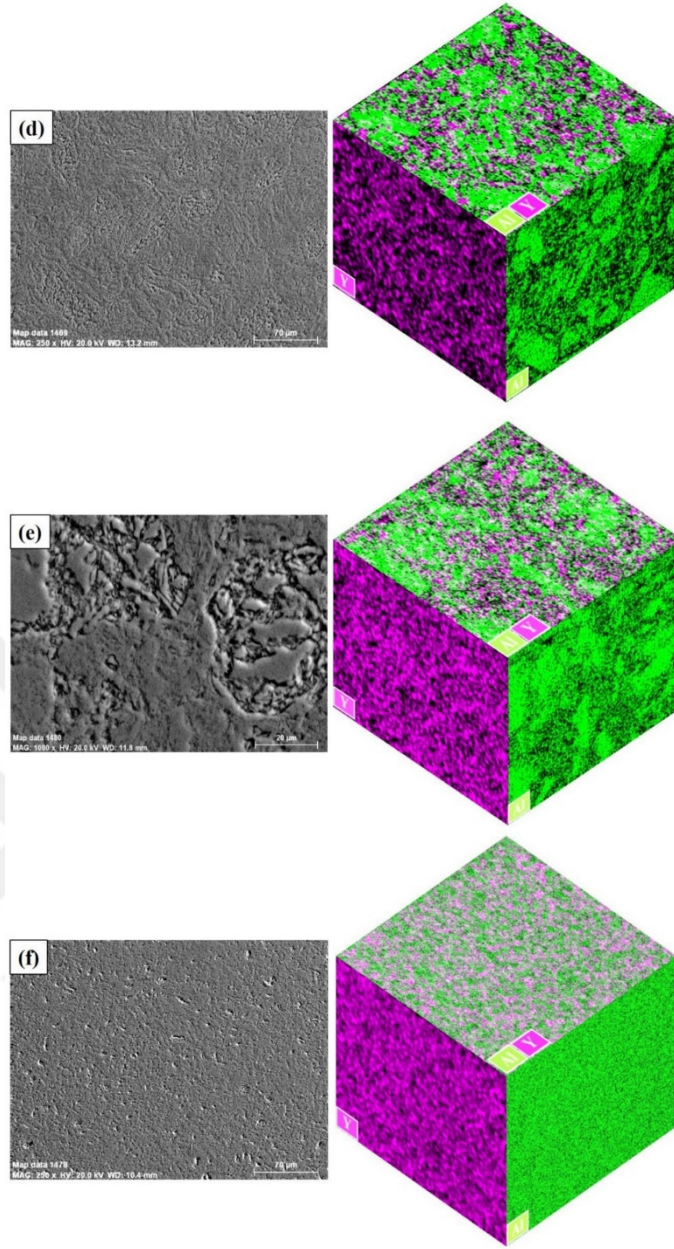


**Şekil 8.11.** (a) AA7075 başlangıç tozundan ve ağırlık %0,5  $Y_2O_3$  takviyeli farklı öğütme sürelerindeki öğütülmüş tozlardan üretilen MMK malzemelerin dağlanmış yüzeylerinin SEM görüntüleri (b) 0,25, (c) 1, (d) 1,5, (e) 2 ve (f) 10 sa.

Öğütme süresinin artmasıyla homojen nano partikül dağılımının elde edilmesine ilişkin varsayımı doğrulamak için haritalama modunda SEM-EDS analizi yapılmıştır. Farklı öğütme zamanlarında öğütülen tozların alüminyum (Al) ve itriyum (Y) elementlerinin eşleşme görüntüleri Şekil 8.12’de gösterilmektedir. Soldaki sütun, eşleşme analizinin gerçekleştirildiği siyah-beyaz orijinal SEM görüntülerini gösterir. Sağdaki sütun ise, 3B kompakt elementel dağılım gruplarını gösterir. Ön ve yan yüzeyler sırasıyla takviye (Y) ve matris (Al) elementlerinin dağılımını gösterir ve bu elemanların her ikisinin olduğu görüntü ise üst yüzeyde gösterilmiştir. Öğütme süresinin artmasıyla,  $Y_2O_3$

nanopartiküllerinin birbirlerine olan uzaklıkları kademeli olarak kısaltılmış ve  $Y_2O_3$ 'ün matris içinde dağılması sağlanmıştır. Son olarak, tekrarlayan bilye-hazne-toz darbeleri sonucu meydana gelen aşırı plastik deformasyonla  $Y_2O_3$ 'ün homojen bir dağılımı (Şekil 8.12(e)) elde edilmiştir. Ayrıca, rasgele dizilmiş yakın aralıklı tanelerle tane inceltmesi sağlanmıştır. Bu tür davranış, Al alaşımlı matris sisteminin (Fogagnolo ve ark., 2003; Ahamed ve Senthilkumar, 2010) bilyeli öğütmesinde de rapor edilmiştir. Bununla birlikte, öğütmenin ön aşamalarında (0,25 ve 1 sa.),  $Y_2O_3$  nanopartiküllerinin çoğu, Şekil 8.12(b-c)'de gösterildiği gibi tane sınırlarında kümelenmiştir. Daha önce belirtildiği gibi, bu kümelenmiş alanlar, sinterleme işlemi için gerekli difüzyon aktivitesini olumsuz etkileyerek tozların paketlenme kabiliyetini azaltmıştır.



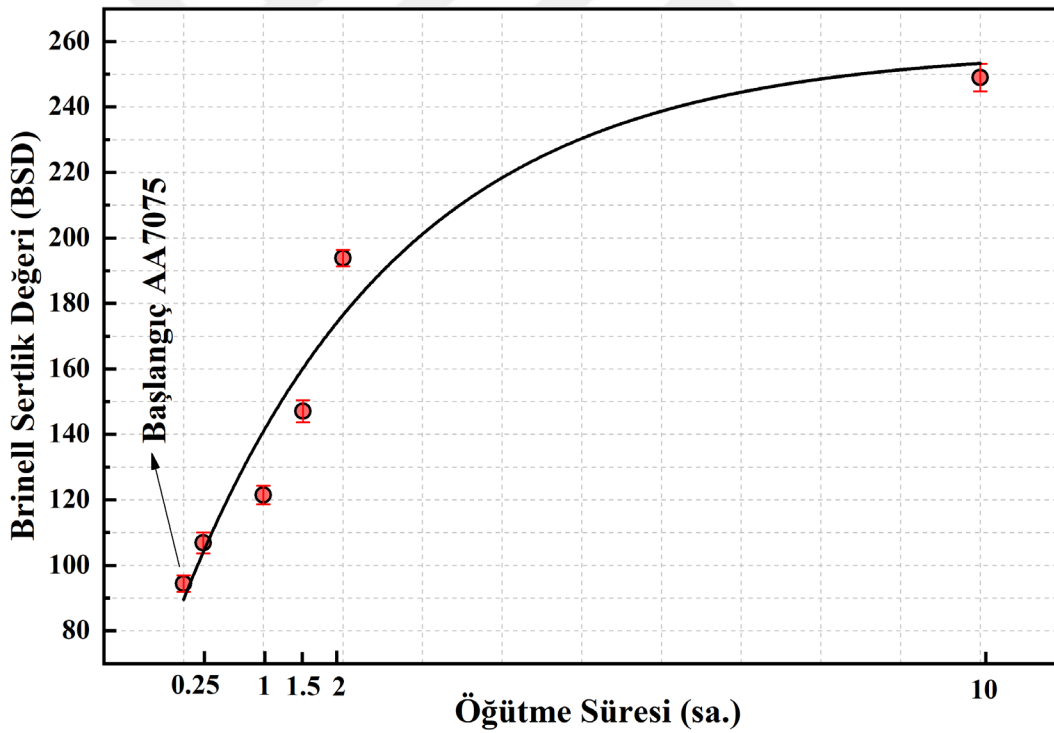


**Şekil 8.12.** (a) AA7075 başlangıç tozunun ve ağırlık %0,5  $Y_2O_3$  takviyeli farklı öğütme sürelerindeki öğütülmüş tozlardan üretilen MMK malzemelerin EDS haritalama analizleri (b) 0,25, (c) 1, (d) 1,5, (e) 2 ve (f) 10 sa.

### Sertlik sonuçları

Üretilen MMK malzemelerin öğütme süresine göre sertlik değişimleri Şekil 8.13'te gösterilmektedir. Şekilden açıkça görüleceği gibi öğütme süresi arttıkça numunelerin sertliği artmıştır. Özellikle, 10 saat öğütme yapıldığında, referans numuneye kıyasla sertlikte  $\sim$ %164 oranında dikkate değer bir artış gözlemlenmiştir. Bu artış geleneksel deformasyon mekanizmalarıyla plastik deforme edilmiş metal ve alaşımların değerlerinden oldukça yüksek bir değerdir. Bu durum ise mekanik alaşımlama işlemini

geleneksel üretim yöntemlerinden üstün kılan özelliklerinden biridir. Sertlikte gözlemlenen artışın kaynağı birkaç temel parametre ile bağlantılı olabilir: (i) Matristen önemli ölçüde daha sert  $Y_2O_3$  seramik partiküllerinin varlığı. (ii) Özellikle 10 saatlik öğütme (16  $\mu m$ ) için, Hall-Patch denklemi (Suryanarayana ve Norton, 2013) ile de açıklanan partikül boyutundaki azalma. (iii) Homojen dağılmış  $Y_2O_3$  parçacıkları, dispersiyon sertleştirme işlemi içinde Orowan mekanizması ile soğuk işlemeyi sağlar (Orowan, 1949). (iv) Artan öğütme süresi ile partiküllerin sertliğinde ve kırılabilirliğinde meydana gelen artış. (v) Ayrıca, XRD sonuçlarıyla da iyi bir uyum içinde olan artan öğütme ile artan kafes gerinmesinden kaynaklanan yüksek dislokasyon yoğunluğunun olması. Gözlemlenen veriler, beş parametrenin tümünün birleşik etkisinin, burada ele alınan kompozitler için sertlikte %164 artışa neden olduğunu göstermektedir. Bu etkin mekanizmalar, literatürde rapor edilen bazı çalışmalarla da uyumludur (Estrada-Guel ve ark., 2009; Pérez-Bustamante ve ark., 2009; Akbari ve ark., 2013; Han ve ark., 2020).



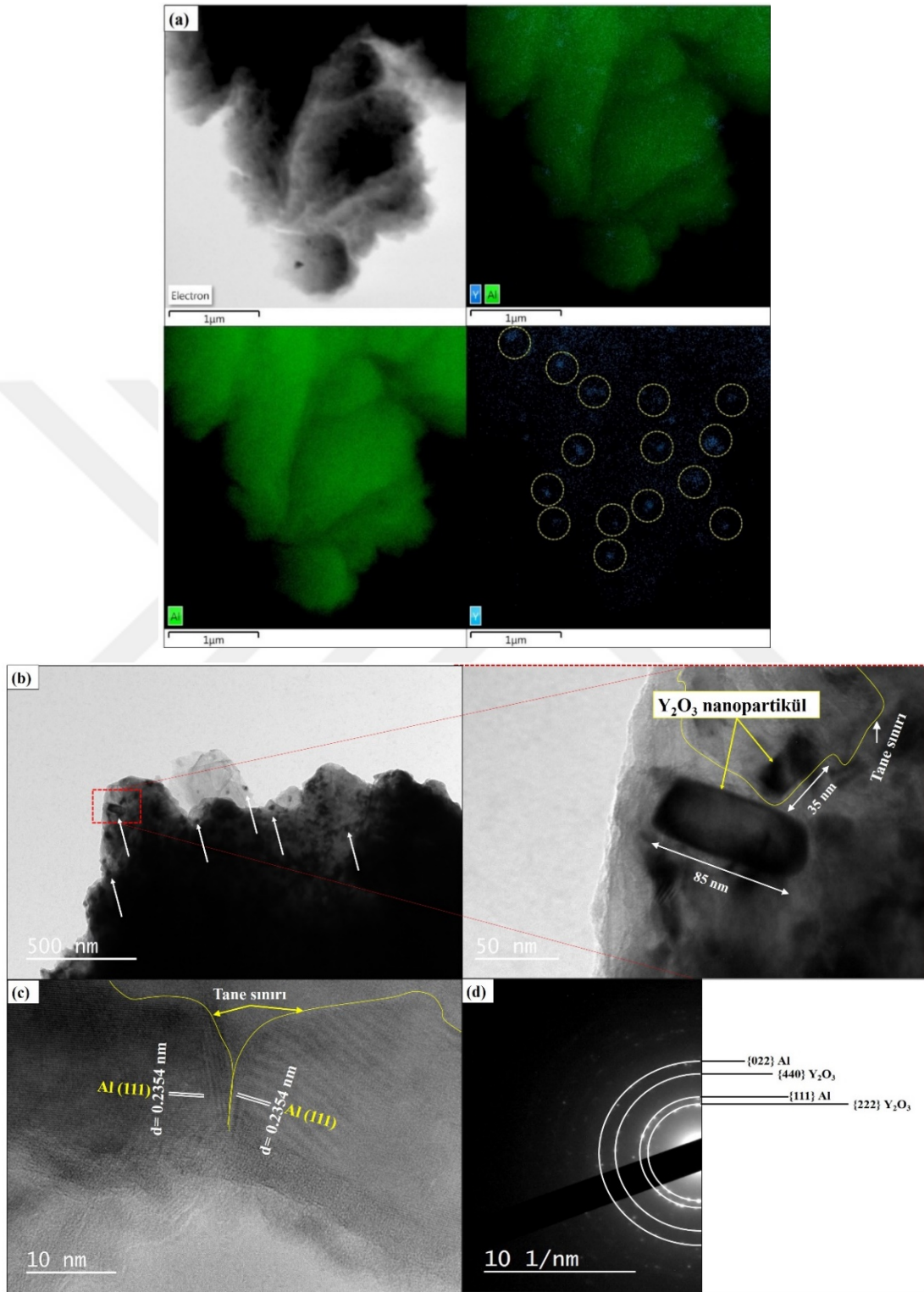
Şekil 8.13. AA7075 başlangıç alaşımının ve ağırlık %0,5  $Y_2O_3$  takviyeli MMK malzemelerin sertlik değerleri

Sertlik üzerinde etkili olana üç baskın mekanizma (ii, iii ve v) hakkındaki yorumları doğrulamak için, özellikle 10 sa. öğütülmüş kompozit için HR-TEM ve EDS haritalama analizleri gerçekleştirilmiştir. Şekil 8.14(a)'da gösterildiği gibi,  $Y_2O_3$  nano partiküllerinin dağılımının matris boyunca homojen olduğu ve tane boyutlarının 20-50

nm aralığında deđiřtiđi grlmektedir. Bu durum dayanım arttırma mekanizmalarının katkısına iliřkin yorumları desteklemektedir.  $Y_2O_3$ 'n homojen dađılımını đtme sresi artırılarak sađlandığından partikller arası mesafe azaltılmıřtır. Nano partikllerin bu kısa menzilli dađılımları dislokasyon hareketliliđini engelleyerek partiklleri evreleyen yksek yođunluklu dislokasyonlara neden olur (Mazilkin ve Myshlyaev, 2006; Wang ve ark., 2010). Yksek dislokasyon yođunluđu, tane inceltme mekanizmasını tetikler ve matris iinde ok eřitli daha ince alt tanelerin oluřumunu sađlar. Bitiřik alt taneciklerin farklı konumlandırılması ve tane sınırlarında byk miktarda kafes arpılmasının bulunması, kayma dzleminde yer deđiřtirme hareketini engeller ve bu da sertlikte bir artıřa neden olur. Casati ve ark. (2014) ve Liu ve ark. (2012a) ayrıca, tane sınırlarında nano partikllerin homojen dađılımının, tane inceltme ve sertleřtirme mekanizmasına katkıda bulunan gl bir etkisi olduđunu ifade etmiřlerdir. Ek olarak, Argon (2008), homojen olarak dađılmış nano partikllerin, paracıklar arasındaki dislokasyonların bklmesini tanımlayan Orowan mekanizması ile matrisi sertleřtirebildiđini belirtmiřtir. nceki blmlerde belirtildiđi gibi, bu sonular TEM, XRD ve SEM-EDS sonularıyla byk lde uyumludur.

10 saat đtlmř tozdan retilen kompozitin TEM parlak alan grnts řekil 8.14(b)'de gsterilmektedir. řekil 8.14(b)'nin yakınlılařtırılmıř grnmnde gsterildiđi gibi, bazı  $Y_2O_3$  paracıklarının tane sınırları boyunca (sarı izgi) konumlandığı ve bazılarının tanelerin i blgelerine dođru dađıldıđı fark edilmiřtir. Ayrıca, hazır olarak temin edilmiř bařlangı  $Y_2O_3$  nanopartikllerinin kresel morfolojisi, bilyeli đtme sresinin artması sonucu řiddetli bilye arpıřmalarına maruz kalarak deđiřmiřtir. Bilyelerin kesme kuvveti ve mikro-haddeleme etkisine bađlı olarak; matris iinde dzleřtirilmiř, daha ince uzun veya kısa  $Y_2O_3$  nanopartikllerinin dađıldıđı grlmřtir. řekil 8.14(c), 10 saat đtlmř kompozitin HR-TEM grntsn gstermektedir. Konsantrasyon farklılıkları, tane sınırlarını ifade etmektedir (sarı eđri ile gsterilen). AA7075 matrisinin tane boyutlarının 40-120 nm aralıđında olduđu gzlenmiřtir. Her iki tane tarafında gsterildiđi gibi, dzlemler arası mesafe  $0,2354 \pm 0,01$  nm olarak llmřtir ve bu, Al'ın (111) ana yansıma zirvesinde yer alan dzlemler arası mesafe ile eřleřmiřtir. Ek olarak, kristallerin farklı ynlerde dizilmesinden dolayı nano metrik tane boyutlarına sahip tane sınırları tespit edilmiřtir. Ayrıca, řekil 8.14(d)'de gsterildiđi gibi, 10 saat đtlmř numunedeki fazları ve/veya varsa intermetalikleri belirlemek iin seilmiř alan elektron kırınımı (SAED) gerekleřtirilmiřtir. Takviye ( $Y_2O_3$ ) ve matris (Al) elemanları, SAED analizi ve EDS analizi ile tanımlanmıřtır. Dıřa dođru radyal ynde

sırasıyla (222)  $Y_2O_3$ , (111) Al, (440)  $Y_2O_3$  ve (022) Al'a ait sürekli kırınım noktalarından oluşan dört halka tespit edilmiştir.



**Şekil 8.14.** (a) 10 sa. öğütülen MMK malzemenin TEM görüntüsü ve matris içinde homojen  $Y_2O_3$  dağılımını gösteren haritalama görüntüsü, (b) 10 saat öğütülmüş kompozitin parlak alan TEM görüntüsü, (c) 10 saat öğütülmüş kompozitin HR-TEM görüntüsü ve (d) Al (matris),  $Y_2O_3$  nano partikül varlığını gösteren, 10 saat öğütülmüş kompozitin seçilmiş alan elektron kırınım modeli.

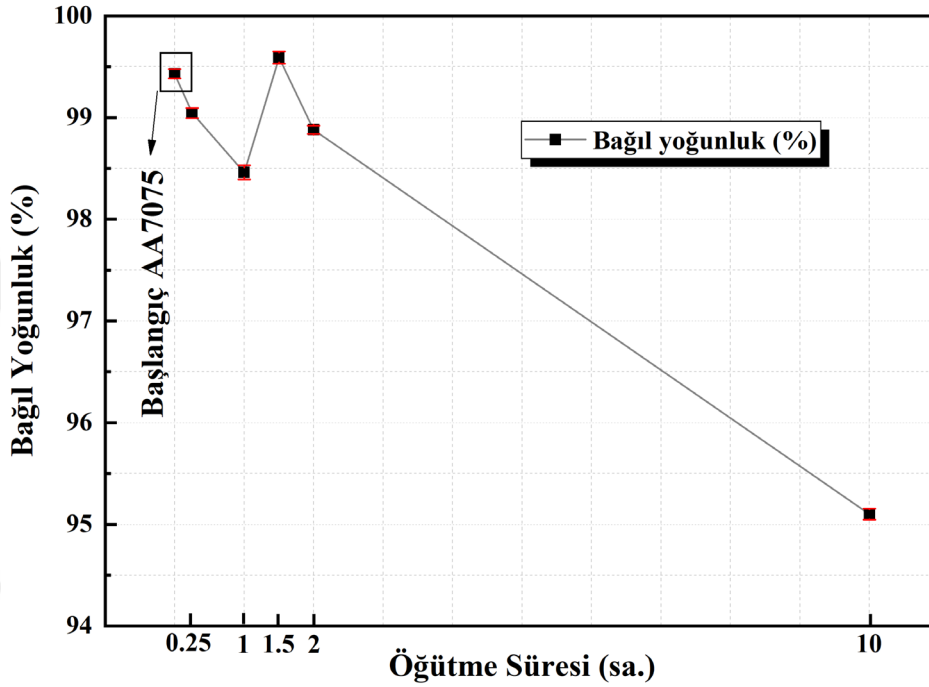
### Yoğunluk sonuçları

Üretilen MMK kompozitlerinin bağıl yoğunluk değerleri Şekil 8.15'te gösterilmektedir. Numunelerin yoğunluğu 1 saatlik öğütmeye kadar kademeli olarak azalmış ve 1,5 saatte ise %99,59 gibi yüksek bir değere yükselmiştir. Bu öğütme süresinden 10 saate kadar uzanan sürelerde yoğunluk değerlerinde keskin bir düşüş gözlenmiştir. Malzemelerin mekanik özellikleri, özellikle MMK'ler, altı faktörden büyük ölçüde etkilenir: yapısal bütünlük, matris ve takviye dayanımı, ara yüzey bağlanma kalitesi, seramik parçacıkların dağılması veya tahrip edilmesi, sinterlenebilirlik ve belki de en önemlisi, paketlenme yeteneğidir (German, 1998; Estrada-Guel ve ark., 2009; Liu ve ark., 2012b).

Yukarıdaki söyleme dayanarak, 1 saate kadar öğütme sonrasında yoğunluğun azalmasının birincil nedeni,  $Y_2O_3$  nano partiküllerinin matris içinde homojen olmayan dispersiyonu ve bunların tane sınırlarında kümelenmesi nedeniyle partiküllerin sinterlenebilirliğinin ve paketlenme kabiliyetinin kötüleşmesidir. Bu durum mikroyapı karakterizasyonu bölümünde yer alan SEM-EDS görüntüleri ile de doğrulanmıştır. Toozandehjani ve ark. (2017) ayrıca nano partiküllerin kümelenmesinin sinterleme işlemi için gerekli olan difüzyon aktivitesini yavaşlatan bir engel görevi gördüğünü belirtmiştir. German (1989), yoğunluğu ve gerilme özelliklerini iyileştirmenin sadece matris içindeki nano partiküllerin homojen dağılımıyla değil, aynı zamanda optimum partikül boyutu aralığı ve partikül morfolojisine ulaşılmasıyla da ilişkili olduğunu ifade etmiştir. Önceki bölümde bahsedildiği gibi, öğütme süresinin artması  $Y_2O_3$ 'ün daha homojen dağılımına ve parçacık boyutunun azalmasına yol açtığı için kompozitlerin sertliği artmıştır. Ozkaya ve Canakci (2016) ve Long ve ark. (2013) ayrıca öğütme süresinin uzamasıyla partiküllerin sertliğinin arttığını bildirmişlerdir. Ancak bağıl yoğunluk değerlerinde aynı artış gözlenmemiştir. Bunun nedeni, artan öğütme süresinin neden olduğu şiddetli plastik deformasyondan kaynaklanan partiküllerin yüksek kırılabilirliği ve yüksek yoğunluğun elde edilmesi için gereken partikül boyutu ve morfolojisindeki farklılıklardır. Dolayısıyla bu durum, partiküllerin sinterlenebilirliğini ve paketlenme kabiliyetini olumsuz etkilemiş ve matris ile takviye arasında zayıf ara yüzey bağlanmasına neden olmuştur. Benzer gözlemler bazı araştırmacılar tarafından da rapor edilmiştir (Hewitt ve Kibble, 2009; Nouri ve ark., 2011; Nazari ve ark., 2015).

Ayrıca, artan öğütme süresi sonucu oluşan tozlar üzerindeki etkili sertleştirme mekanizması, [Şekil 8.11\(f\)](#)'de açıklandığı gibi matriste nano boyuttan mikro boyuta varıncaya kadar çeşitli gözlemlerin oluşumuna neden olur. Ek olarak, kompozitlerin

deneysel yoğunluğunun teorik yoğunluklarından daha az olması yapıdaki bazı gözeneklerin varlığını göstermektedir. Tozların yetersiz paketlenme ve sinterleme kabiliyetine (Ye ve ark., 2018) bağlı olarak oluşan bu gözenekler yapısal bütünlüğü olumsuz etkiler ve gerilim artırma görevi görür, sonuç olarak kompozitlerin yoğunluğu azalır. Dolata-Grosz ve ark. (2006) ve Zebarjad ve Sajjadi (2006), gözenekliliğin yoğunluk ve gerilme özelliklerinde kritik bir rol oynadığını doğrulamışlardır.



Şekil 8.15. AA7075 başlangıç alaşımının ve ağ. %0,5  $Y_2O_3$  takviyeli farklı öğütme sürelerinde üretilen MMK malzemelerin bağlı yoğunluk sonuçları

### 8.3.2. En yüksek sertliğe sahip MMK malzeme grubunun geniş kapsamlı karakterizasyonu

Bu bölümde bir önceki bölümde yer alan en yüksek yoğunluk değerlerinin elde edildiği ağ. %0,5  $Y_2O_3$  takviyeli gruba benzer şekilde en yüksek sertliğin elde edildiği ağ. %5 TiC grubu da detaylı bir şekilde analiz edilmiştir.  $Y_2O_3$  grubunda gözlemlenen bazı etkin mekanizmalar TiC takviyeli grupta da görülmüştür. Bu nedenle yukarıda detaylı bir şekilde yorumlanan bazı benzer etkili mekanizmalara bu bölümde tekrar olmasın diye çok fazla değinilmemiştir.

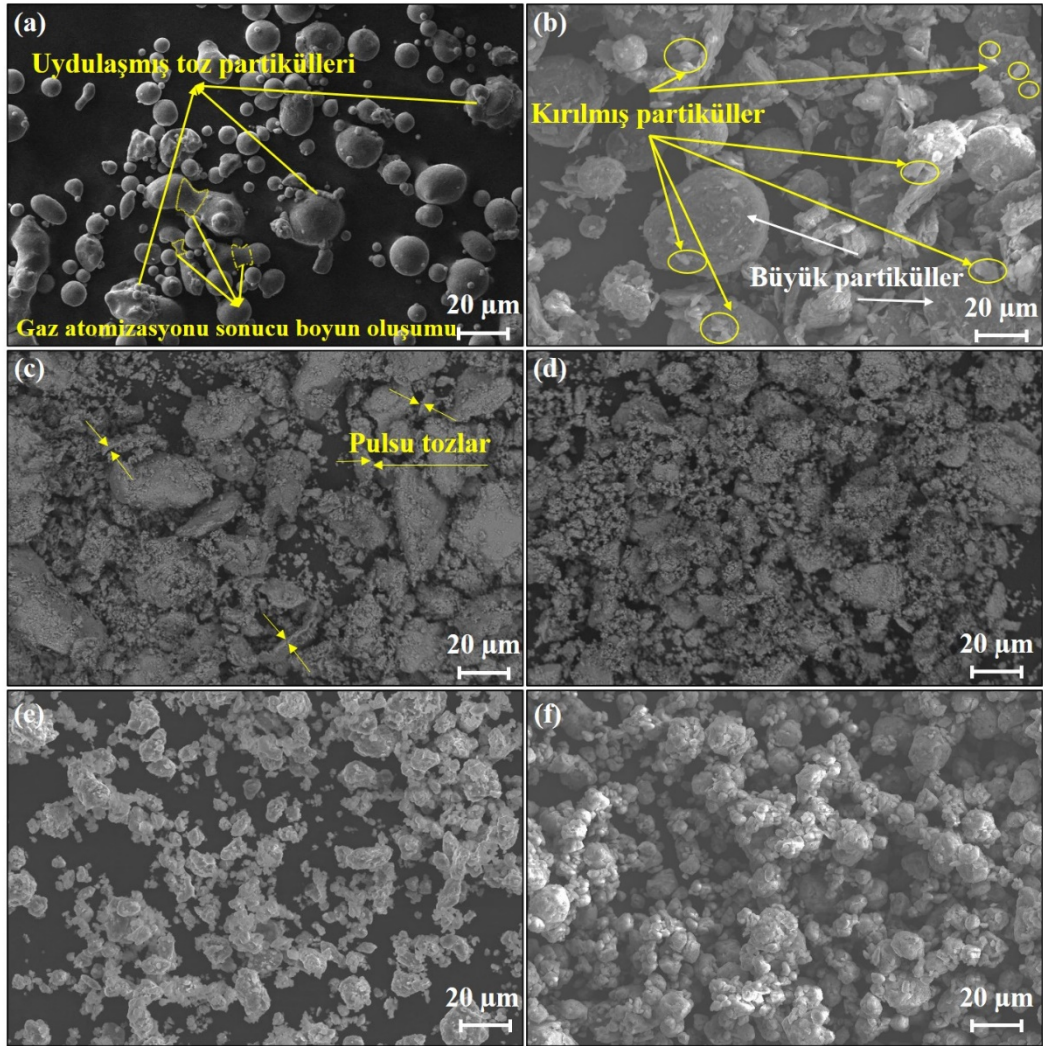
### 8.3.2.1. Toz karakterizasyonu

#### Tozların mikroyapısal analizi ve boyut gelişimi

Başlangıç AA7075 tozunun (a) ve farklı öğütme sürelerinde öğütülen kompozit tozlarının (b-e) SEM görüntüleri Şekil 8.16'da gösterilmektedir. Başlangıç AA7075 tozlarının ortalama partikül boyutu daha önce de belirtildiği üzere 46,4 µm olarak ölçülmüştür. Şekil 8.16(a) 'da gösterildiği gibi, 0,25 sa. öğütme işlemi, küçük parçalanmış uydusal tozlar ile bazı parçacıklarda hafifçe pulsulaşmaya yol açmıştır. Yeterli miktarda kullanılan işlem kontrol katkısı sonucu kırılan parçacıklar arasında bir yüzey filmi oluşur. Bunun sonucu, hızlı ve etkili kırılma mekanizması meydana gelerek partikül boyutunda azalma gözlemlenir (Suryanarayana, 2001). İlk AA7075 alaşım tozu göz önüne alındığında, bu tozların neredeyse homojen bir parçacık boyutu dağılımı gösterdiği fark edilmiştir (Şekil 8.19). 1, 1,5 ve 2 saat öğütülmüş tozlarda ise aynı eğilim gözlenmez. Şekil 8.17'de gösterildiği gibi, 1 saatlik öğütmeden sonra ortalama parçacık boyutunda hafif bir azalma olur. Ortalama partikül boyutundaki bu davranış, düzleştirilmiş partiküllerin kenarlarında meydana gelen daha fazla kırılmaya bağlanabilir (Şekil 8.18). Bu nedenle, partikül boyutu dağılımı (Şekil 8.19) asimetrik davranış sergiler. Daha büyük parçacıkların alanına doğru güçlü bir sapma gösterir, bu da düzleştirme mekanizmasının bu öğütme zamanında baskın fenomen olduğunun bir göstergesidir. 1 saat öğütme işleminden sonra düzleşen nispeten büyük parçacıkların kademeli olarak kırılmaya başladığı görülmektedir. 1,5 ve 2 saatlik öğütmeden sonra, bu parçalanmış ve yassılaştırmış parçacıklar Şekil 8.19'da gösterildiği gibi asimetrik bir davranış sergiler ve bu da ortalama parçacık boyutunda bir azalmaya neden olur. Öğütme süresinin 10 saate kadar artmasıyla ortalama partikül boyutunda ciddi bir azalma gözlenir ve toz boyutu minimum seviyesine ulaşır (Şekil 8.17). Bu büyük azalmanın başlıca nedenlerinden biri, pulsu tozların, 0,25 sa. öğütmeden sonra parçalanmış uydur parçacıklarına ek olarak daha küçük toz parçacıklarına kırılmasıdır. Parçacıkların yaklaşık olarak aynı oranda değişmesi nedeniyle öğütmenin son aşamasında kırılma ve soğuk kaynak mekanizması arasında dinamik bir denge oluşur. Bu hareket, Şekil 8.16(e) ve Şekil 8.19'da görüldüğü gibi yaklaşık olarak eş eksenli parçacıkların oluşumuna yol açar. Öğütme süresi 0,25 saatten 10 saate çıktıkça partikül boyutu dağılımında iki modludan tek modlu davranışa geçiş gözlenir (Şekil 8.16(b-e) ve Şekil 8.19). Genel olarak, öğütme süresi arttıkça ortalama parçacık boyutunun azaldığı bulunmuştur. Bu azalma,  $Y_2O_3$  grubunda da izah edildiği

üzere deformasyon sertleşmesi, baskın kırılma mekanizması ve bilye-hazne, bilye-toz ve toz-toz arasındaki şiddetli çarpışmalar nedeniyle oluşur.

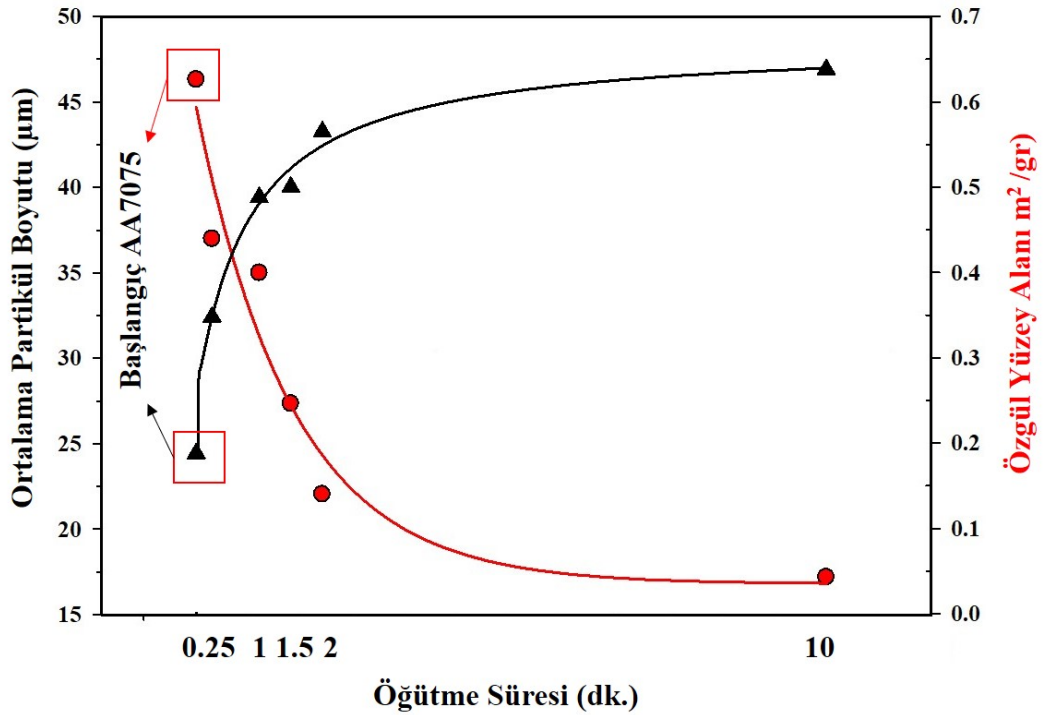
Parçacık boyutunun azaltılması, doğal olarak özgül yüzey alanında bir artışa neden olur. Şekil 8.17'de ve  $Y_2O_3$  grubunda da görüldüğü gibi, kısa öğütme süresi için (0,25 sa.) özgül yüzey alanında önemli bir artış vardır. Bunun nedenlerinden birisi de yüksek özgül yüzey alanına sahip nano partiküllerin, 0,25 sa. (15 dk.) gibi kısa öğütme süresi nedeniyle AA7075 alaşım tozlarının yüzeyinde kümelenmeleridir.



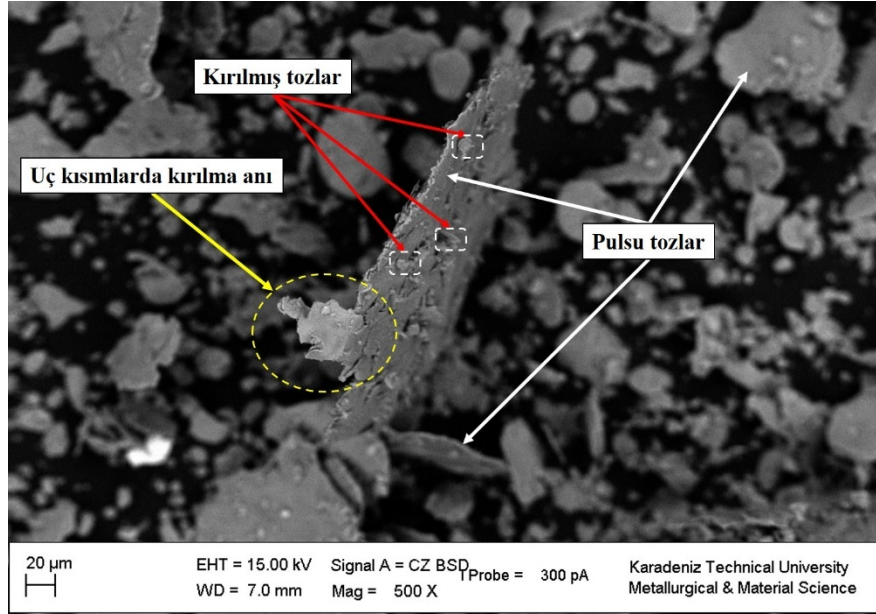
**Şekil 8.16.** (a) AA7075 başlangıç tozunun ve ağ. %5 TiC takviyeli tozların morfolojisini gösteren SEM görüntüleri (b) 0,25, (c) 1, (d) 1,5, (e) 2 ve (f) 10 saat öğütme sonrasında

$Y_2O_3$  grubunda değinilmeyen bir diğer önemli parametre olan işlem kontrol katkısının (İKK) türü ve miktarı, mekanik alaşımlamayı etkileyen en kritik faktörler arasındadır. Sistemde yetersiz miktarda İKK bulunduğu, toz yüzey alanı yeterince

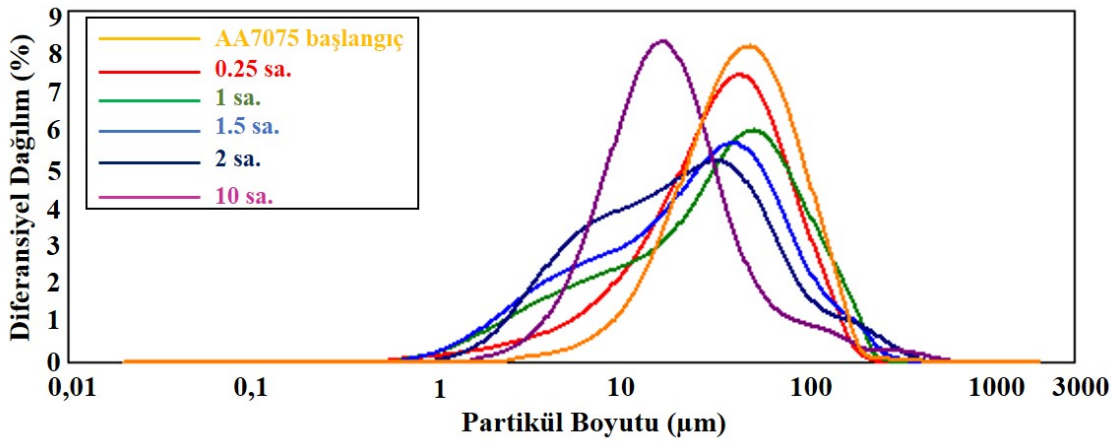
İKK ile kaplanmaz, bu da sonuç olarak aşırı soğuk kaynağa yol açar ve alaşımlama etkisiz hale gelir. Ancak, yeterli İKK tozların yüzeyini kaplarsa, parçalanma ve aşırı soğuk kaynak mekanizması yine oluşmaz. Soğuk kaynak ve kırılma mekanizması arasında denge sağlandığında, alaşımlama meydana gelir. İşlem kontrol katkısının etkinliği hem  $Y_2O_3$  grubunda hem de Şekil 8.16'da gösterildiği gibi artan özgül yüzey alanı ile istenen seviyeye ulaşır. Bu durum ise, soğuk kaynak ve kırılma mekanizmasının dengeye gelmesi ve alaşımlama mekanizmasının gerçekleştirilmesi anlamına gelir (Suryanarayana, 2001).



Şekil 8.17. AA7075 başlangıç tozunun ve ağ. %5 TiC takviyeli tozların farklı öğütme sürelerinde meydana gelen boyut değişimleri



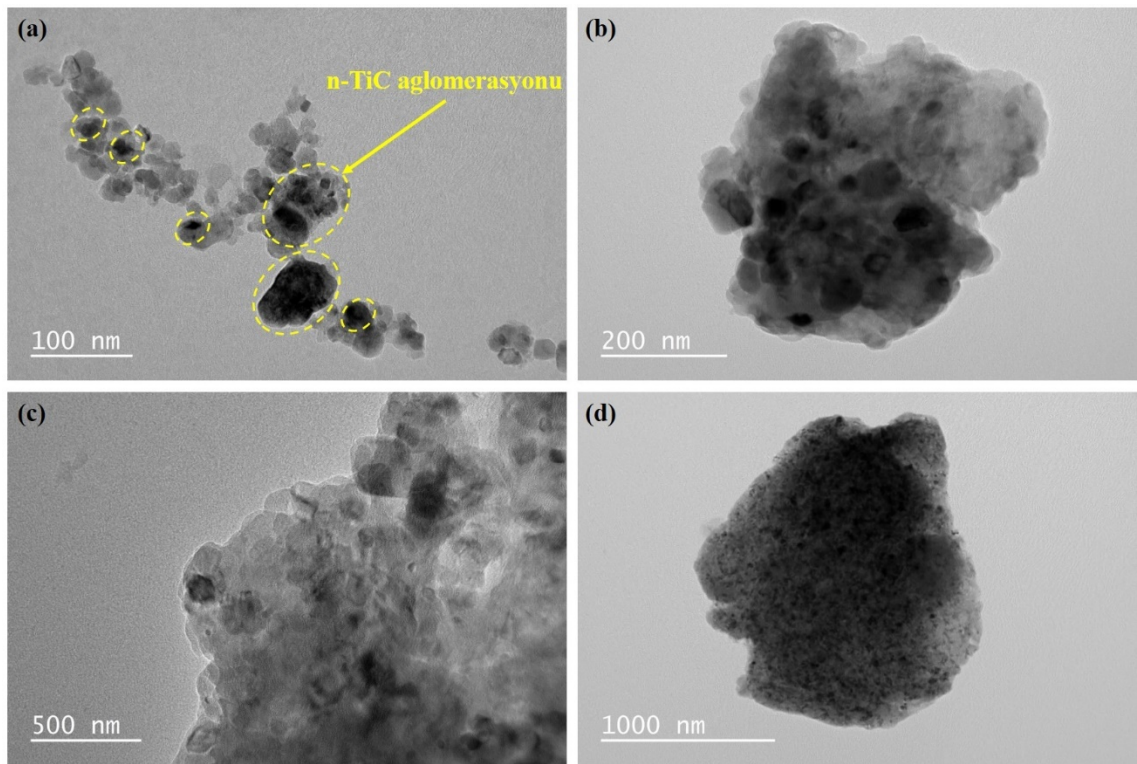
Şekil 8.18. Pulsu tozlarda meydana gelen kırılmayı gösteren SEM görüntüsü



Şekil 8.19. AA7075 başlangıç tozunun ve ağı. %5 TiC takviyeli tozların farklı öğütme sürelerindeki partikül boyut dağılımları

0,5  $Y_2O_3$  grubunda olduğu gibi bu bölümde de nano partiküllerin dağılım davranışını daha hassas bir şekilde incelemek için bazı seçilmiş öğütülen tozların TEM görüntüleri Şekil 8.20'de gösterilmektedir. AA7075 matrisi içindeki TiC dağılımı, öğütme süresinin uzatılmasıyla daha homojen hale gelmiştir. Şekil 8.20(a)'da gösterildiği gibi, 0,25 saatlik kısa öğütme süresinde matris içindeki TiC dispersiyonunda görünür bir değişiklik gözlenmez. TiC'ün AA7075 partiküllerinin yüzeylerinde homojen olmayan bir şekilde dağıldığı tespit edilmiştir. TiC'ün bu rastgele aglomerasyonları etkili bir şekilde parçalanır ve artan öğütme süresiyle AA7075 matrisi boyunca tercih edilen bir homojenlikle dağılmaya başlar. Bazı bölgelerde TiC'ün aglomerasyonları hala görülse de

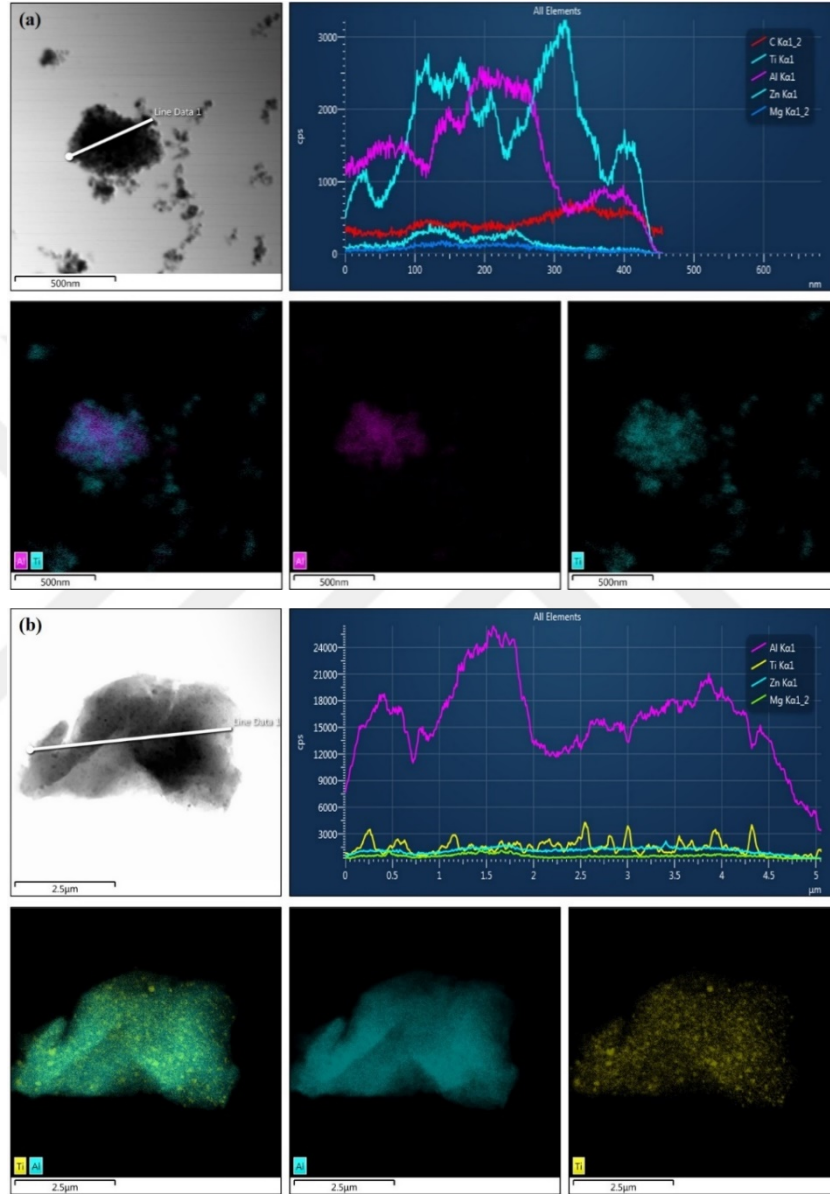
daha kısa öğütme süresine kıyasla sayıları oldukça azdır. Şekil 8.20(c)'de gösterildiği gibi, matris boyunca düzgün bir TiC dağılımının 2 saatlik öğütmeden sonra elde edildiği gözlemlenmiştir. Şekil 8.20(c) ve Şekil 8.17'de gösterildiği gibi, kararlı durum eğilimine bağlı olarak 2 saatlik öğütmeden sonra TiC dağılımında ve ortalama partikül boyutlarında önemli bir fark olmadığı görülmektedir. 10 saatlik öğütmeden sonra matris içindeki nano partiküllerin homojen bir dağılım sergilediği görülmektedir (Şekil 8.20(d)). Literatürdeki bazı çalışmalarda (Lloyd, 1994; Sohi ve ark., 2014; Jeyasimman ve ark., 2015), nano partikül aglomerasyonlarının matris boyunca kademeli olarak kaybolduğu ve öğütme süresi arttıkça partiküller arasındaki mesafelerin azaldığı bildirilmektedir.



**Şekil 8.20.** (a) 0,25, (b) 1 , (c) 2 ve (d) 10 saat öğütülmüş ağırlık %5 TiC takviyeli AA7075 tozlarının TEM görüntüleri.

Şekil 8.21'de gösterildiği gibi öğütme işleminin ilk ve son aşamalarında nano partiküllerin matris içindeki dağılım davranışındaki önemli değişikliği görmek için TEM-EDS haritalama analizleri de gerçekleştirilmiştir. AA7075 matrisine TiC takviye partiküllerinin gömülmesi için 0,25 sa. (15 dakikalık) kısa öğütmenin yetersiz olduğu görülmüştür ve Şekil 8.21(a)'da gösterildiği gibi, nano partiküllerin matrisin yüzeyinde topraklandıkları tespit edilmiştir. Bu durum 10 saatlik öğütmeye doğru ortadan kalkmıştır. TiC partiküllerinin, Şekil 8.21(b)'de görüldüğü gibi AA7075 matrisi içinde homojen bir

dağılım sergilediği gözlenmiştir. Bu durumun sebebi  $Y_2O_3$  grubunda da açıklandığı gibi, TiC'ün yüksek öğütme saatleri sırasında tekrarlayan kırılma ve soğuk kaynak mekanizmalarının art arda gelmesi sonucunda matris içinde düzgün bir dağılım göstermesidir.

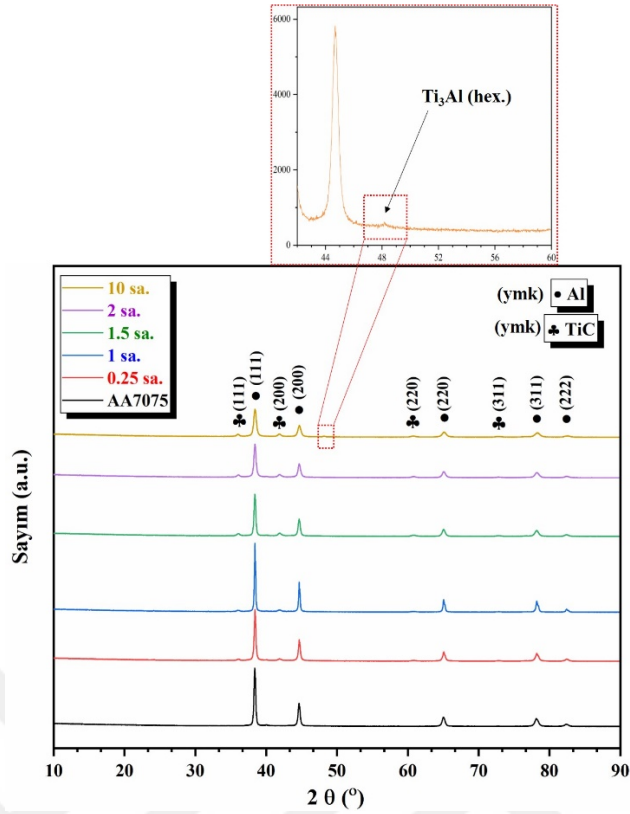


**Şekil 8.21.** Öğütmenin ilk aşamasında (a) 0,25 sa. ve son aşamada (b) 10 sa. öğütme süresinde matris içindeki TiC nanopartiküllerinin dağılım davranışındaki değişikliklerin TEM-EDS haritalama analizi.

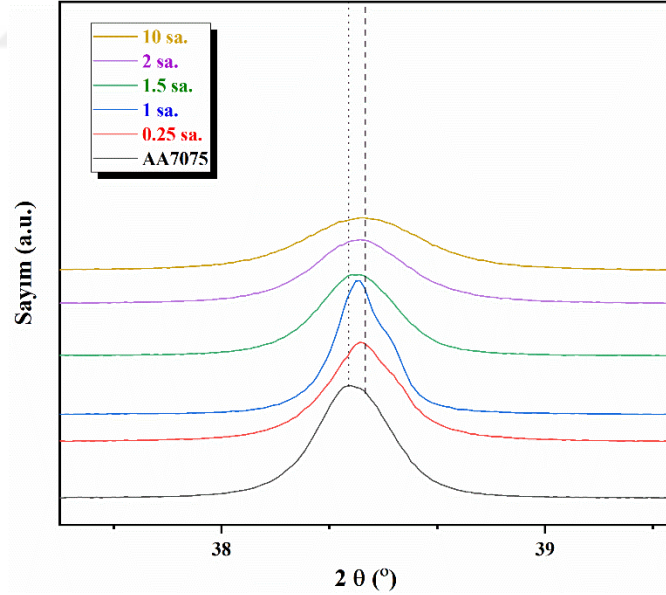
*XRD analizi ve kristalografik özellikler*

Başlangıç AA7075 tozuna ve ağırlık %5 TiC takviyeli öğütülmüş tozlara karşılık gelen X-ışını kırınım eğrileri Şekil 8.22'de gösterilmektedir. Öğütülmüş tozların XRD verilerinde hafif şiddetli TiC zirveleri ile Al pikleri görülmektedir. Al (111)' in ana yansımasının XRD verilerine daha yakından bakıldığında, Şekil 8.23'te gösterildiği gibi artan öğütme süresi ile tüm numunelerde pik kayması görülür. Bu durumun sebebi 0,5 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> grubunda açıklanan nedenlere benzer olduğu için burada tekrardan bahsedilmemiştir. Yansıma tepe noktalarının yoğunluğu, 1 sa. öğütmeye kadar artma eğilimindedir. Bu davranış, AA7075 alaşım malzeme sisteminin ymk yapısındaki kristalit boyutundaki artışla (Şekil 8.24) ilişkilidir (Dillamore ve Roberts, 1964). Soğuk işleme, haddeleme, deformasyon sertleştirilmesi gibi çeşitli plastik deformasyon mekanizmaları böyle bir etkiye neden olabilir (Suryanarayana, 2001). Bu nedenle, bu tür plastik deformasyon mekanizmaları hem Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> hem TiC grubu tozlar için SEM görüntülerinde gösterilen pulsu toz morfolojisinin (Şekil 8.16(c)) yanı sıra tekstür oluşumuna ve kristalit boyutunda bir artışa (Salvo ve ark., 2017) neden olur (Şekil 8.24). Öğütme süresinin artması ile, mekanik ve katı çözeltili kaynaklı kristalit boyutu azalmasına ve şiddetli plastik deformasyon mekanizmasına bağlı olarak parçalanmış büyük partiküllere atfedilen görünür tepe genişlemesiyle (Şekil 8.23'te görüldüğü gibi) tepe yoğunluğunda bir azalma elde edilir.

Ayrıca, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> grubundan farklı olarak TiC grubu için, Şekil 8.22'de gösterildiği gibi 10 sa. öğütülen tozların XRD eğrilerine daha yakından bakıldığında, Ti<sub>3</sub>Al (JCPDS kart No. # 98-009-9779) intermetalik fazının izleri görünür hale gelmiştir.



Şekil 8.22. AA7075 başlangıç tozunun ve ağı. %5 TiC takviyeli tozların farklı öğütme sürelerindeki XRD analizleri

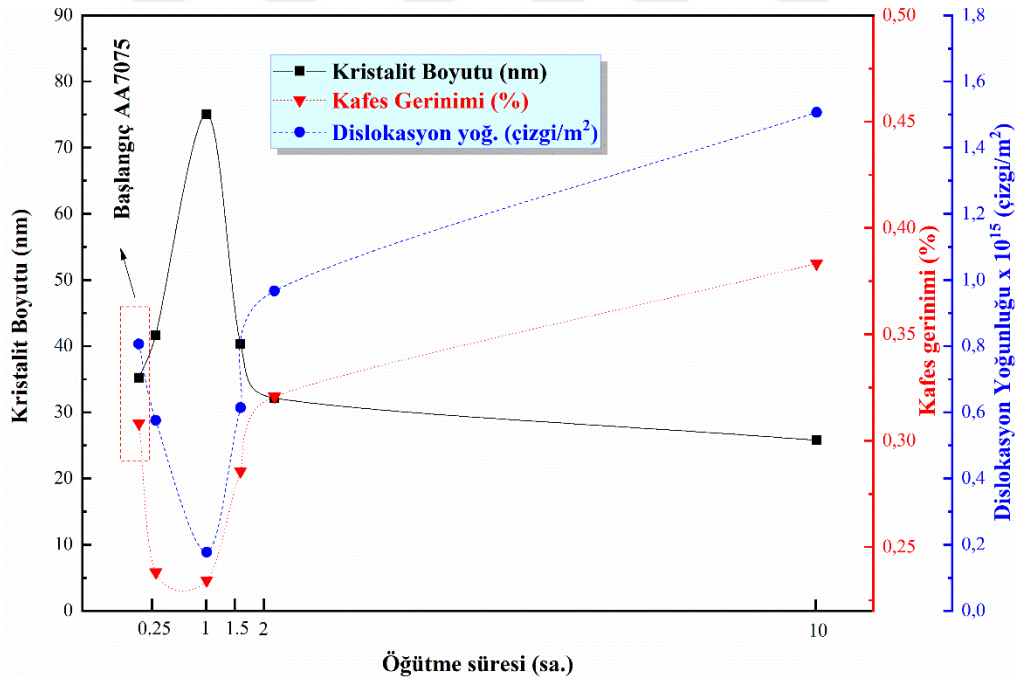


Şekil 8.23. Pik kaymasını gösteren yakınlaştırılmış görüntü

Başlangıç ve ağı. 5% TiC takviyeli öğütülmüş tozların kristalit boyutu, kafes gerinimi ve dislokasyon yoğunluğunun değişimi Şekil 8.24'te verilmiştir. Tozların kristalit boyutu, başlangıçtan 1 sa. öğütme işlemine kadar sırasıyla 35,21 nm'den 75,07 nm'ye çıkmıştır. Bununla birlikte, kafes gerinimi 0,0031'den 0,0023'e ve dislokasyon

yoğunluğu ise  $0,81 \times 10^{15}$ ten  $0,17 \times 10^{15}$  çizgi/m<sup>2</sup>'ye düşmüştür. 1 saate kadar öğütme işleminde, kristalit boyutunda anormal bir artış ve kafes geriniminde ve dislokasyon yoğunluğunda bir azalma gözlenir. Bu durum, yukarıda bahsedilen tekstür mekanizması ve pulsu toz morfolojisine atfedilebilir. Bilyeli öğütme işleminin doğası olan soğuk işleme etkisi, metallerde ve metal esaslı alaşım kristal yapılarda tekstür oluşumuna neden olabilmektedir. Haddemeleme işlemi sonrasında ymk metallerde görünen tekstür (Dillamore ve Roberts, 1964; Barrett ve ark., 1980), mekanik alaşımlama işleminde ise aşırı plastik deformasyonla başlatılır (Kocks ve ark., 2000).

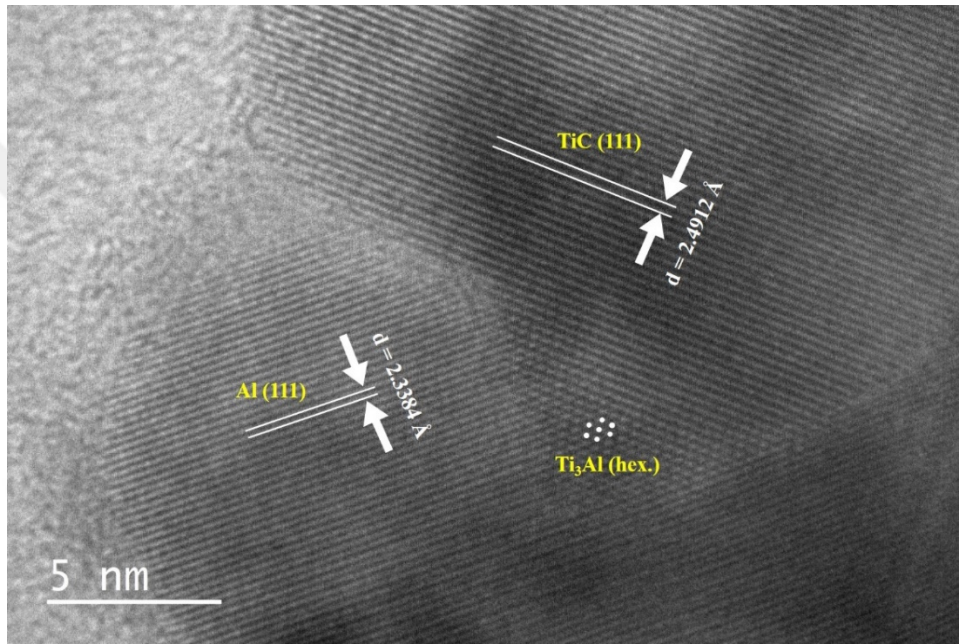
[Bölüm 8.3.1.1](#) başlığı altındaki XRD analizlerinde Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> grubu için açıklanan kristalit boyutu azalması ve kafes geriniminin artması ile ilgili etkin parametreler burada da geçerlidir. Bu nedenle tekrar bu kısımda bahsedilmemiştir. Burada ek olarak matristen önemli ölçüde daha sert olan ve prizmatik parçacık formuna sahip olan TiC nano partikülleri AA7075 tozlarını kırma işlemini daha hızlı gerçekleştirmiş olabilir ve iş sertleşmesinin yanı sıra tane inceltme mekanizmasını tetiklemiş olabilir. Bu durum OPB analiz sonuçları ile tutarlıdır ([Şekil 8.17](#)).



**Şekil 8.24.** AA7075 başlangıç tozunun ve ağ. %5 TiC takviyeli tozların farklı öğütme sürelerindeki kristalit boyutu, kafes gerinimi ve dislokasyon yoğunlukları

10 saatlik öğütülmüş tozların HRTEM görüntüleri Şekil 8.25'te gösterilmektedir. Şeklin sol tarafında gösterildiği gibi, düzlemler arası mesafe Al'un (111) yansıması ile

eşleşen  $0,23384 \pm 0,010$  nm olarak ölçülmüştür. Üst bölge ölçümlerinden hesaplanan mesafe ise  $0,24912 \pm 0,015$  nm'dir ve TiC'e ait (111) düzlemini temsil etmektedir. Bu HRTEM görüntüsü, TiC'ün uygun bir şekilde Al matrisine gömüldüğünü göstermektedir. Ayrıca, Al ve TiC bölgesine daha yakından bakıldığında, mekanik alaşımlama işlemi, katı bir çözelti mekanizmasını ortaya çıkaran intermetalik  $Ti_3Al$  (JCPDS kart No. # 98-009-9779) fazının oluşumuna yol açar. Bu nedenle, HRTEM sonuçlarıyla iyi uyuşan XRD sonuçları da dikkate alındığında, TiC'ün Al matrisine uygun şekilde gömüldüğünü ve Al ile katı çözelti oluşturduğu görülmektedir.



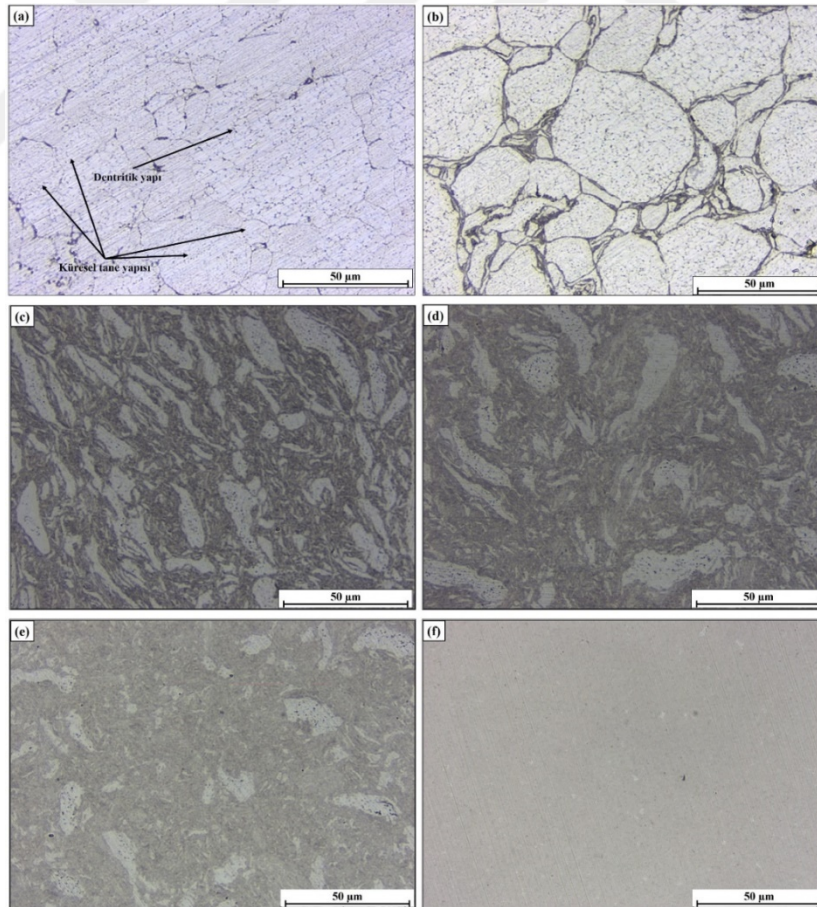
Şekil 8.25. 10 saat öğütülmüş ağırlık %5 TiC takviyeli tozun HRTEM görüntüsü

### 8.3.2.2. Üretilen MMK malzemelerin mikroyapısal karakterizasyonu ve mekanik özellikler

#### Mikroyapı karakterizasyonu

SEM, TEM ve partikül boyutu analizlerine göre, 10 saatlik öğütmeden sonra homojen nano partikül dağılımına sahip ince tozların elde edildiği bulunmuştur. Fakat, nano partiküllerin homojen dispersiyonu ve ince tozların elde edilmesi, mekanik özellikleri, özellikle de yoğunluk ve çekme özelliklerini iyileştirmek için yeterli değildir. Bu nedenle, sinterlenebilirliği ve paketlenme yoğunluğunu artırmak için optimum partikül boyutu aralığı ve partikül morfolojisi sağlanmalıdır. Bu durum  $Y_2O_3$  grubu için yapılan

analizlerde detaylı olarak bahsedildiği için burada tekrar bahsedilmemiştir.  $Y_2O_3$  grubuna benzer şekilde yapıda hem iri veya yassı hem de küçük tozların olduğu aşama optimum yoğunluk için gereklidir.  $Y_2O_3$  grubundan farklı olan durum ise, TiC grubu için en iyi paketlenme yoğunluğu 1 sa. öğütme sonrasında elde edilmiş olmasıdır.  $Y_2O_3$  için bu durum genel olarak 1,5 saat öğütmeden sonra elde edilmektedir. Fakat, araştırma sonuçlarında yer alan yoğunluk sonuçları da dikkate alındığında TiC grubu için (Şekil 7.17) bu sürenin genellikle 1 sa. olduğu fark edilmiştir. Ayrıca daha önce de belirtildiği gibi her bir tozun partikül boyutu, dağılımı ve partikül morfolojisi, sinterlenmiş numunelerin nihai mikro yapısını doğrudan etkiler. Şekil 8.26(a-f), AA7075 alaşımının ve MMK malzemelerin OM görüntülerini göstermektedir.  $Y_2O_3$  grubunda meydana gelen mikroyapısal gelişime benzer bir davranış ve etkin mekanizmalar burada da görülmektedir. Fakat yukarıda da bahsedildiği üzere TiC grubu için en iyi paketlenme karakteristiği 1 sa. öğütme sonrası elde edilmiştir. Tozların SEM görüntüleri (Şekil 8.16) ile tutarlı olan tane boyutları da kademeli olarak azalır.

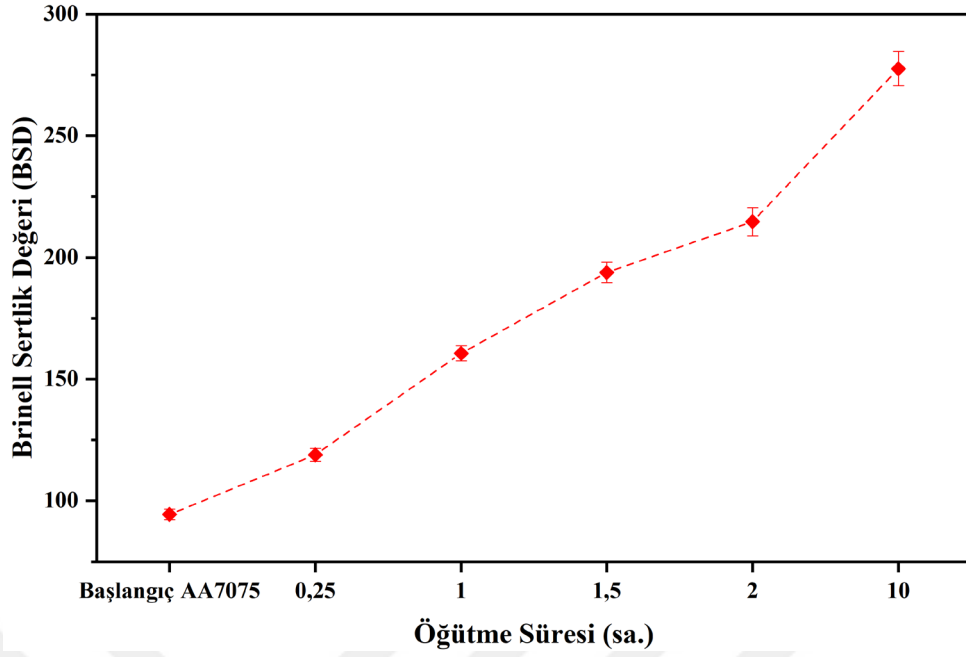


**Şekil 8.26.** (a) AA7075 başlangıç tozundan ve ağı. %5 TiC takviyeli farklı öğütme sürelerindeki öğütülmüş tozlardan üretilen MMK malzemelerin OM görüntüleri (b) 0,25, (c) 1, (d) 1,5, (e) 2 ve (f) 10 sa.

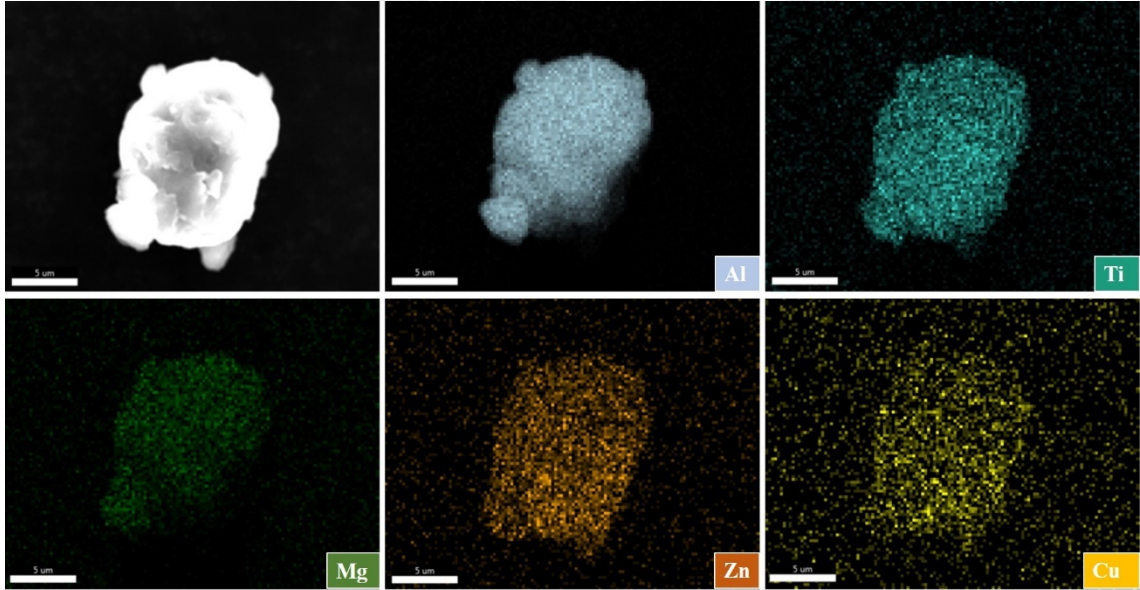
### Sertlik sonuçları

Başlangıç AA7075 alaşımı ve farklı öğütme sürelerinde üretilen ağ. %5 TiC takviyeli malzemelerin Brinell sertlikleri Şekil 8.27’de gösterilmektedir. Tüm öğütülmüş tozlardan üretilen kompozitlerin sertlik değerlerinin başlangıç AA7075 alaşım matrisinden daha yüksek olduğu gözlemlenebilir. 10 sa. öğütülmüş tozdan üretilen kompozit, ilk AA7075 alaşımından neredeyse 3 kat daha serttir. Bu sertlikteki artışın nedenleri ve etkili mekanizmalar ağ. 0,5% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli grup için detaylı olarak açıklanmıştı. Burada da o mekanizmalar geçerlidir. Onlardan farklı olarak sertliği arttıran etkenlerden biri de XRD ve HRTEM sonuçlarında görülen boyut incelmeye eşlik eden Ti<sub>3</sub>Al intermetalik fazının oluşması olabilir.

Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> grubu için MMK malzemelere gerçekleştirilen EDS haritalama analiz sonuçları kompakt halde sunulmuştu. TiC takviye grup için ise bu sefer MMK malzemeler üzerinden ziyade öğütülmüş tozların, özellikle 10 sa. öğütülen için, haritalama analizi gerçekleştirilmiştir ve sonuçlar Şekil 8.28’de gösterilmiştir. Artan öğütme süresi ile oluşan aşırı plastik deformasyon sonucu nano TiC partiküllerinin AA7075 matrisinde homojen dağılımı elde edilmiştir. Bu dağılım mekanizması, dislokasyon hareketini engelleyerek parçacıkları çevreleyen yüksek dislokasyon yoğunluğuna neden olur (German, 1989; Mazilkin ve Myshlyayev, 2006). Yapıda yüksek dislokasyon yoğunluğunun varlığı tane inceltme mekanizmasını hızlandırır ve matriste çok sayıda ince alt tane sağlar. Bu durumla ilgili daha ayrıntılı yorumlar Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> grubu için yapıldığı için tekrar detaylı olarak bahsedilmemiştir. Bu bağlamda, öğütülmüş kompozitlerin sertlik değerlerinin başlangıç AA7075 alaşımından daha yüksek olduğu görülmektedir.



Şekil 8.27. AA7075 başlangıç tozundan ve ağırlıkça %5 TiC takviyeli farklı öğütme sürelerindeki öğütülmüş tozlardan üretilen MMK malzemelerin sertlik sonuçları

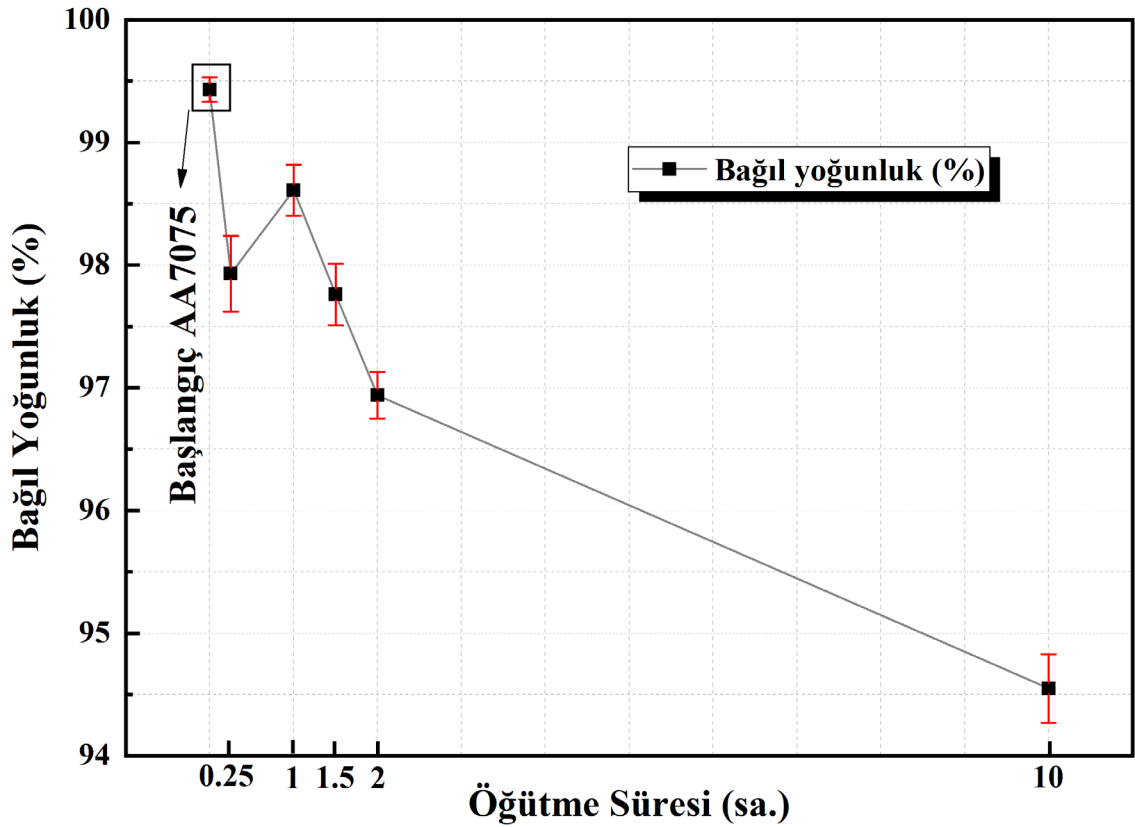


Şekil 8.28. Ağırlıkça %5 TiC takviyeli 10 sa. öğütülmüş tozların SEM-EDS haritalama analizi

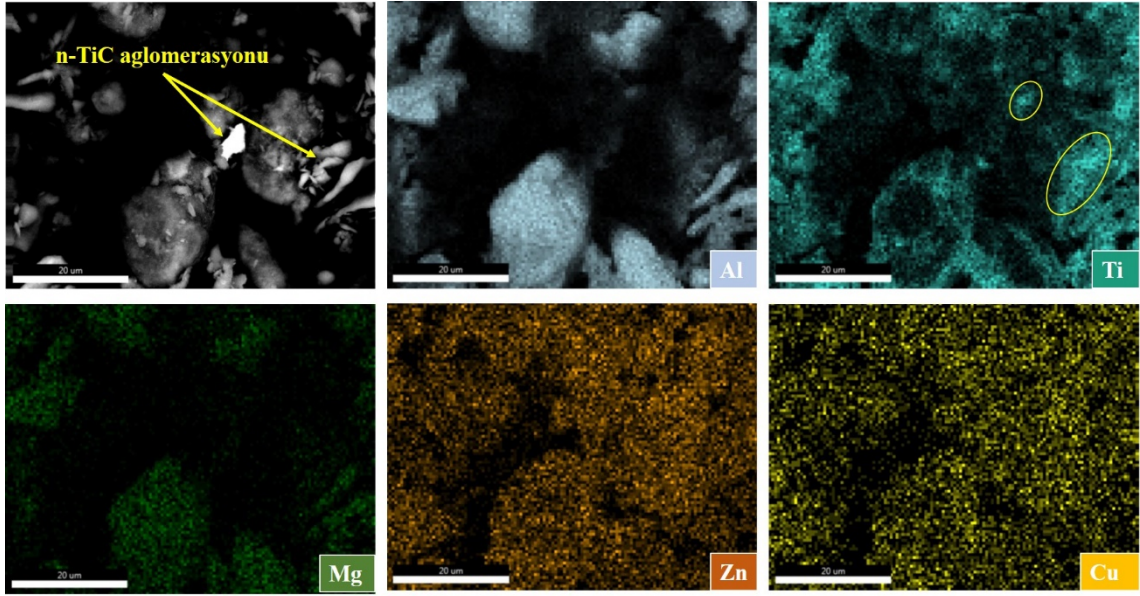
### Yoğunluk sonuçları

Başlangıç AA7075 alaşımı ve öğütülmüş TiC takviyeli tozlardan üretilen MMK malzemelerin yoğunluk sonuçları Şekil 8.29'da yer almaktadır. İlk tozların şekilleri küresele yakın olduğundan, presleme sırasında paketlenme kapasiteleri yüksektir ve malzemenin deneysel yoğunluğu neredeyse teorik değerine yaklaşır. TiC' ün ( $4,93 \text{ g/cm}^3$ )

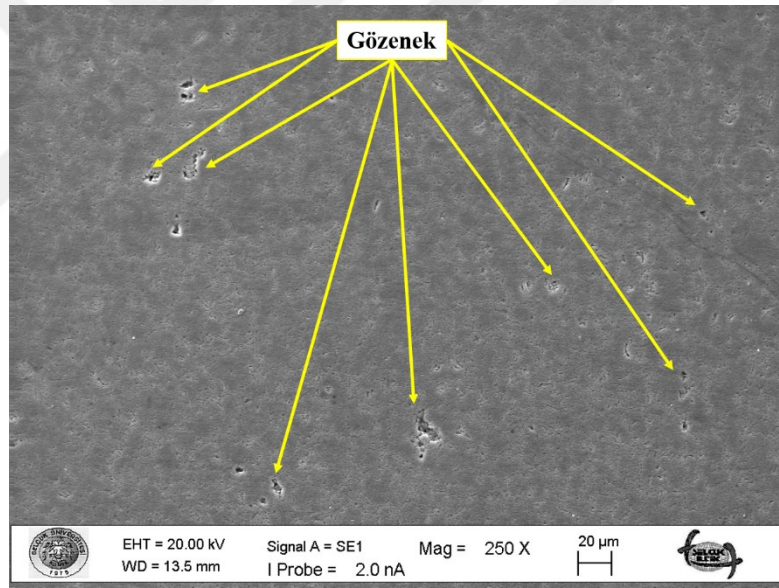
yoğunluğunun, AA7075 alaşımından ( $2,81 \text{ g/cm}^3$ ) çok daha yüksek olmasından dolayı, 0,25 sa. öğütülmüş tozlardan sinterlenen ürünün teorik yoğunluğunun artması beklenmektedir. Fakat hem TEM (Şekil 8.21(a) ↗) hem de SEM (Şekil 8.30) görüntülerinde gösterildiği gibi, AA7075 matris yüzeyinde TiC nanopartiküllerinin aglomerasyonu nedeniyle daha düşük yoğunluk gözlemlenmiştir. TiC aglomerasyonu (Şekil 8.30), sıcak presleme işlemi için gereken difüzyon aktivitesini yavaşlatan bir engel görevi görür. Bu davranış, tozların paketleme kabiliyetini azaltır ve gözenekli bir yapıya neden olur. Bu durum Şekil 8.31’de yer alan 10 sa. öğütülen tozdan üretilen kompozitin SEM fotoğrafında da açıkça görülmektedir. Dolayısıyla, bu gözeneklerin bir sonucu olarak, kompozit malzemenin nispi yoğunluğu azalır.



Şekil 8.29. AA7075 başlangıç tozundan ve ağırlık %5 TiC takviyeli farklı öğütme sürelerindeki öğütülmüş tozlardan üretilen MMK malzemelerin yoğunluk sonuçları



Şekil 8.30. Ağırlıkça %5 TiC takviyeli 0,25 sa. öğütülmüş tozların SEM-EDS haritalama analizi



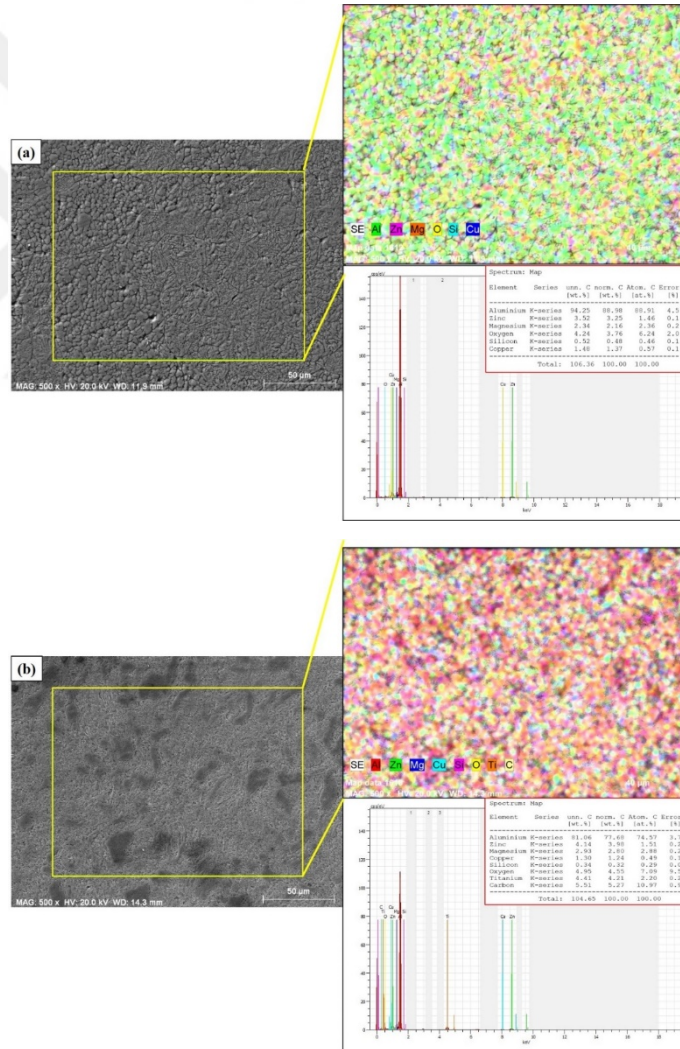
Şekil 8.31. Ağırlıkça %5 TiC takviyeli 10 sa. öğütülmüş tozlardan üretilen MMK malzemede gözenekleri gösteren SEM görüntüsü

Daha fazla öğütme süresi, yüksek içerikli nano partiküllerin AA7075 matrisi içinde homojen olarak dağılımını iyileştirmiştir. Nano partiküller, AA7075 matris yüzeylerinden iç bölgelere, öğütme süresinin uzatılmasıyla yeniden dağıtılabilir. Daha önce de belirtildiği gibi, bu durum MMK'lerin Brinell sertliğini arttıran faktörlerden biridir. Fakat, artan öğütme süresinin neden olduğu aşırı plastik deformasyon, yüksek partikül sertliğine ve partikül morfolojisinde değişikliklere yol açar. Bilyeli öğütmenin bir sonucu olarak, literatürde de (Long ve ark., 2013; Ozkaya ve Canakci, 2016)

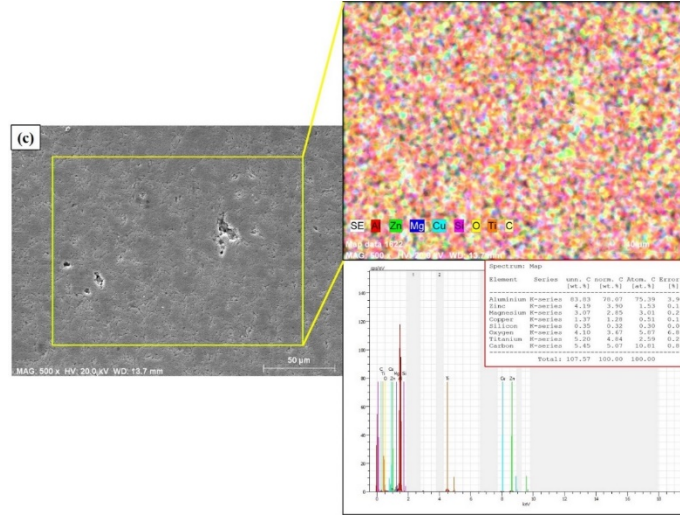
bildirildiği gibi, deformasyon sertleştirme etkisine bağlı olarak plastisite azalırken toz partiküllerinin sertliği artar. Bu nedenle partiküllerin sinterlenebilirliği ve paketlenme kapasiteleri azalır. Bu durum, matris ve takviye malzemesi arasında zayıf bir ara yüz oluşumuna neden olur ve sonuç olarak, [Şekil 8.15](#) ve Şekil 8.29'da gösterildiği gibi, belirli bir öğütme süresinden sonra artan öğütme süresi ile yoğunluk kademeli olarak azalır. Ayrıca farklı sinterleme sıcaklıkları ve üretim basınçları da mekanik özelliklerde ciddi değişikliklere neden olabilir. Fakat tez çalışması kapsamında sinterleme ve presleme parametreleri sabit değerler alındığı için bu etkiler hakkında net bir şey söylemek pek mümkün değildir. MMK'lerin bağlı yoğunluk değerlerinde, özellikle 10 sa. öğütülen numunelerde önemli bir azalma gözlenmiştir. Yukarıda bahsedilen parametrelere ek olarak, bu durum, artan plastik deformasyonun bir sonucu olarak küçük partiküller arasında gözenekler oluşturan pulsu partiküllerin parçalanması ile de açıklanabilir ([Şekil 8.18](#)). Aşırı plastik deformasyon nedeniyle artan öğütme süresi ile soğuk kaynak ve deformasyon sertleşmesi mekanizmaları aktif hale gelir. Bu hareket, mikroyapı bölümünde açıklandığı gibi, yapıda büyük miktarda nano boyuttan mikro boyuta kadar gözenek oluşumunu etkinleştirir (Şekil 8.31) (Nazari ve ark., 2015). Dolata-Grosz ve ark. (2006), takviye ve matris malzemesi arasında düşük bağlanmaya neden olan gözenekliliğin yoğunluk için çok önemli olduğunu vurgulamışlardır. Bu faktörler göz önüne alındığında, Şekil 8.31'de gösterildiği gibi, 10 sa. öğütülen numunede sinterlenebilirliğinin önemli ölçüde azaldığı ve yüksek miktarda gözenek nedeniyle yoğunluğun düştüğü yorumlanabilir. Ayrıca, deneysel yoğunluk değerleri teorik değerlerden ne kadar düşük ise, bu da malzemede yüksek miktarda gözenek bulunduğunun göstergesidir. Zebarjad ve Sajjadi (2006), nano partiküllerin aglomerasyonun çatlak ve gözenek oluşumuna izin verdiği için nanokompozit malzemelerin daha büyük miktarlarda boşluk içerdiğini bildirmişlerdir.

Ayrıca,  $Y_2O_3$  grubundan farklı olarak TiC grubu için yoğunluklardaki irrasyonel değişiklikleri anlamak için EDS ve haritalama analizleri yapılmıştır. Bu analizin TiC grubu için yapılmasının esas nedeni yapıda oksidasyon oluşumu var mı bunu belirlemek içindir. Aslında oksidasyonu ölçmek için spektral analiz ve/veya oksijen (O), kükürt (S) tayin cihazını kullanmak daha kesin bir sonuç verecektir. EDS analizi ise bize kesin bir sonuç vermemekle birlikte oksitlenme üzerine ön değerlendirme yapmamıza yardımcı olmuştur.  $Y_2O_3$  ün yapısı gereği içerisinde bulundurduğu oksijen elementinden dolayı,  $Y_2O_3$  takviyeli grupta oksit analizi yapmamız bize doğru sonuçlar vermeyecektir. Bu nedenle EDS analizi, TiC takviyeli tozların bilyeli öğütülmesi sırasında bir miktar

oksidasyon olup olmadığını ve varsa nispi yoğunluk üzerindeki etkisini incelemek için özellikle başlangıç, 2 ve 10 sa. öğütülmüş numuneler için gerçekleştirilmiştir. Şekil 8.32'de gösterildiği gibi az miktarda oksijen tespit edilmiştir. Başlangıç, 2 ve 10 sa. öğütülmüş numunelerin EDS spektrumlarına bakıldığında, öğütme işlemi ve/veya artan öğütme süresi nedeniyle oksijen seviyesinde önemli bir değişiklik olmadığı görülmektedir. Dolayısıyla, hiç öğütülme yapılmamış başlangıç AA7075 tozu ve öğütülen tozların oksijen seviyeleri birbirine yakın değerler çıkmıştır. Oksidasyon oluşumu, muhtemelen tozların bilyeli öğütme işlemi ve/veya artan öğütme süresinden ziyade üretim ve hazırlık aşamaları sırasında hava atmosferine maruz kalmasından kaynaklanmaktadır.



Şekil 8.32. (a) AA7075 başlangıç tozu, ağ. %5 TiC takviyeli (b), 2 sa. ve (c) 10 sa. öğütülmüş tozlardan üretilen MMK'lerden alınan EDS haritalama ve spektrum sonuçları

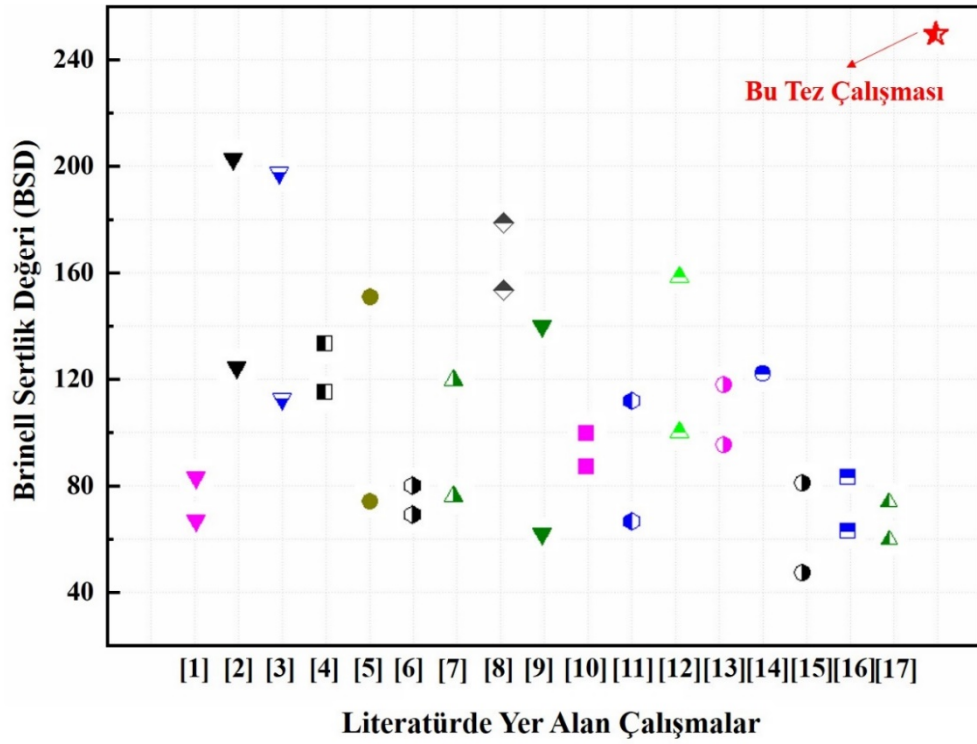


Şekil 8.32. (devam ediyor)

Deneysel sonuçlar, morfoloji ve boyut dağılımı, oksidasyon inklüzyonları, öğütme ile meydana gelen artık gerilme, tane boyutu, nano karbürlerin dağılımı, sinterlenebilirlik ve tozların paketlenme kabiliyeti gibi birçok faktörün mekanik özellikleri muhtemelen etkilediğini ortaya koymuştur. Homojen nano partikül dağılımı ve artan öğütme süresi ile kademeli olarak etkinleştirilen deformasyon sertleştirme, kompozitlerin sertleşmesinde en önemli parametrelerdir. Fakat, öğütme süresinin uzatılması, yoğunluk üzerinde zararlı bir etkiye neden olur. Bu durum, partiküllerin sertliğindeki artışa bağlı olarak azaltılmış paketlenme ve sinterleme kabiliyetinin neden olduğu kötü ara yüzey bağlanma kalitesinden kaynaklanmaktadır. Shaffer ve ark. (1998), partiküllerdeki yüksek sertliğin partiküllerin paketlenme ve sinterleme özelliklerini olumsuz etkilediğini ve partiküller arasındaki zayıf ara yüzey bağlanması nedeniyle partikül tabakalarının ayrılmasına neden olduğunu bildirmişlerdir. Uygun partikül boyutu aralığı ve morfolojisi ile elde edilen daha yüksek yoğunluklu optimum paketlenme ve sinterlenebilirlik davranışları, kompozitlerin yoğunluğu üzerinde güçlü bir etkiye sahiptir. Farklı öğütme zamanlarında farklı geliştirilmiş mekanik özellikler (sertlik ve yoğunluk) elde edildiğinden, makine parçasının kullanım alanına göre uygun bilyeli öğütme süresinin seçimi, dikkate alınması gereken oldukça kritik bir konudur.

Ayrıca Şekil 8.33'te yer alan güncel literatürde yer alan neredeyse tüm AA7075 matris esaslı kompozitlerin çalışmaları incelendiğinde; bu tez çalışması kapsamında üretilen MMK malzemelerin sertlik değerlerinin çok daha yüksek olduğu görülmüştür. Bu çalışmaların kimler tarafından gerçekleştirildiği ve çalışmalarda kullanılan geleneksel soğuk-sıcak pres ve/veya modern üretim tekniklerine dair bilgilere Çizelge 8.1'de yer

alan kaynaklardan ulařılabilir. Aynı zamanda literatürde yer alan alıřmalarda ve bu tez alıřması kapsamında elde edilen sertlik deęerleri de izelgede yer almaktadır. Sonu olarak, bu tez alıřmasının ana ıkıř noktası olan; mekanik alařımlama ve sıcak pres yntemi ile yksek sertlik ve yoęunluk deęerlerine sahip nano partikl takviyeli MMK malzemelerin retiminin gerekleřtirildięini ifade edebiliriz.



řekil 8.33. Literatrde yer alan AA7075 matrisli kompozit malzemelerin sertlik deęerleri

izelge 8.1. Yapılan alıřmaların kaynakları ve bu alıřmalarda elde edilen sertlik deęerleri

Numaralar	Kaynaklar	Brinell Sertlik Deęeri (BSD)
1	(Canakci ve Varol, 2014)	65-80
2	(Mobasherpour ve ark., 2013)	218-204
3	(Baradeswaran ve Perumal, 2013)	110-200
4	(Baradeswaran ve Perumal, 2014)	115-134
5	(Kannan ve Ramanujam, 2017)	75-150
6	(Mohanavel ve ark., 2018)	68-80
7	(Raghuvaran ve ark., 2020)	76-120
8	(Rajesh ve ark., 2020)	150-185
9	(Selvam ve Dinaharan, 2017)	60-40
10	(Imran ve ark., 2016)	87-100
11	(Kumar ve ark., 2012)	70-116

12	(Bandhu ve ark., 2018)	100-160
13	(Bhushan, 2020)	96-118
14	(Baradeswaran ve Elaya Perumal, 2015)	120
15	(Parthiban ve ark., 2021)	48-81
16	(Manjunatha ve ark., 2018)	64-84
17	(Al-Salihi ve ark., 2019)	60-72
*	Bu tez çalışması	260-280



## 9. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu tez çalışması kapsamında 2 farklı takviye türünde (TiC ve Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), 3 farklı takviye oranında (ağ. %0,5, 1 ve 5) ve 5 farklı öğütme süresinde (0,25, 1, 1,5, 2 ve 10 sa.) kompozit tozlar mekanik alaşımlama yöntemi ile üretilmiştir. Daha sonra bu tozların birleştirme işlemi aynı üretim parametrelerinde (400 MPa, 400 °C ve 30 dk.) sıcak pres yardımı ile gerçekleştirilmiştir ve metal matrisli kompozit malzemeler üretilmiştir. Aynı zamanda hem toz gruplarıyla hem de tozlardan üretimi yapılan bulk numunelerle kıyaslayabilmek adına hazır olarak temin edilen AA7075 başlangıç tozu ve bu tozdan üretilen numune de çalışma kapsamında kullanılmıştır. Toplamda üretilen 31 farklı tozun ve tozlardan üretilmiş numunelerin mikroyapı karakterizasyonu ve mekanik özellikleri incelenmiştir. Tozların morfolojileri ve boyutları; taramalı elektron mikroskobu (SEM), partikül boyut ve dağılım ölçme cihazı ve geçirimli elektron mikroskobu (TEM) ile incelenmiştir. Daha sonra tozların X-ışını kırınım (XRD) eğrileri incelenmiş ve bu eğrilerden faydalanarak tozların kristalografik özellikleri (kristalit boyutu, kafes gerinimi ve dislokasyon yoğunlukları) belirlenmiştir. Tozlardan üretilen bulk malzemelerin mikro yapı karakterizasyonu ise OM, SEM ve TEM cihazları kullanılarak karakterize edilmiştir. Üretilen bulk numunelerin mekanik özellikleri ise yoğunluk ve sertlik açısından değerlendirilmiştir.

### 9.1 Sonuçlar

Tez çalışması kapsamında yapılan deneylerden elde edilen tüm sonuçlar maddeler halinde aşağıda verilmektedir.

- Toz morfolojisi, toz boyutu ve dağılımı üzerine takviye türünün, takviye oranının ve öğütme süresinin etkisi olduğu tespit edilmiştir. Fakat sonuçlar dikkate alındığında öğütme süresinin etkisinin diğer parametrelerden çok daha fazla olduğu fark edilmiştir.
- Her iki toz grubunda ortalama partikül boyutlarının artan öğütme süresi ile azaldığı görülmüştür ve her iki toz grubunda da en küçük partikül boyutları 10 sa. öğütme sonrasında elde edilmiştir. Hazır olarak temin edilen başlangıç AA7075 tozunun partikül boyutu 46 µm iken, 10 sa. öğütülmüş tozların partikül boyutları ise toz grubuna göre 16-20 µm aralığında değişmektedir.

- Tozların XRD verileri göz önüne alındığında ise, genel olarak artan öğütme süresi ve takviye oranına göre piklerin yoğunluğunda azalma ve pik genişliklerinde ise bir artışın olduğu tespit edilmiştir. Bu durum, katı çözelti, nano partiküllerin veya küçük alaşım elementlerinin matris içinde dağılması ve bilyeli öğütme sistemi içerisinde bulunan sert bilyelerin etkisi altında tetiklenen şiddetli plastik deformasyon nedeniyle kafes üzerindeki gerilme birikiminden kaynaklanabilir.
- Genel olarak, tüm toz gruplarında öğütme süresinin ve takviye oranının artması ile kristalit boyutu düşmüş , kafes gerinimi ile dislokasyon yoğunluğu değerleri artmıştır. Bu gruplar arasında en düşük kristalit boyutu, en yüksek kafes gerinimi ve yine en yüksek dislokasyon yoğunluğu 10 sa. öğütülmüş tozlarda elde edilmiştir. Takviye oranının etkisi dikkate alındığında ise net bir etkiden söz etmez pek mümkün değildir. Toz boyutlarında olduğu gibi kristalografik özellikler üzerinde de en etkili parametrenin öğütme süresi olduğu açık bir şekilde görülmektedir.
- Tozlardan üretilen numunelerin mikro yapısal gelişimleri incelendiğinde ise, sıcak presleme sonucu tane boyutlarında meydana gelen herhangi bir büyüme gözlenmemiştir. Toz karakterizasyonuna benzer şekilde takviye türü ve oranına kıyasla öğütme süresinin mikro yapı değişimleri üzerinde etkisinin daha fazla olduğu fark edilmiştir.
- Her iki numune grubunda da 1 saat öğütmeden sonraki öğütme sürelerinde ortalama tane boyutları da toz boyutlarına benzer şekilde azalmaktadır. Fakat farklı takviye oranlarındaki TiC ve Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyelerinin artan öğütme sürelerine göre farklı etkilerinin olduğu da görülmektedir. Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> takviyeli MMK malzemelerin mikro yapılarının genel eğilimine bakıldığında 1,5 saatlik öğütme süresinde yapıda pulsu tanelerin elde edildiği görülmektedir. TiC takviyeli MMK malzeme grupları incelendiğinde ise bu yapının daha az oluştuğu fark edilmektedir. Daha uzun öğütme sürelerinde ise her iki grupta da ortalama partikül boyutundaki azalmadan kaynaklanan tane boyutunun azalması dikkat çekmektedir.
- Her iki grupta bulunan MMK malzemeler için artan öğütme süresi sonucu yoğunluk değerlerinde önemli oranda bir azalmanın olduğu dikkat

çekmektedir. Aynı zamanda, artan takviye miktarı da malzeme yoğunluklarının azalmasına neden olmuştur. En iyi yoğunluk özelliklerinin ve tatmin edici bir yapısal bütünlüğün elde edilmesi, sadece matris içindeki nano partiküllerin homojen dağılımı ile değil, aynı zamanda optimal partikül boyutu aralığı ve partikül morfolojisinin elde edilmesiyle de ilişkilidir. Yoğunluk sonuçları incelendiğinde TiC takviyeli MMK malzemeler için en yüksek yoğunluk değerleri 1 sa. öğütme sonrası elde edilmişken,  $Y_2O_3$  takviyeli MMK malzeme grubunda 1,5 sa. öğütme sonrasında elde edilmiştir.

- Yine her iki farklı türdeki takviyeli MMK grubu göz önüne alınırsa, artan öğütme süresine bağlı olarak artan plastik deformasyon etkisi ile MMK malzemelerin sertlik değerinde düzenli bir artış gözlemlenmiştir. Takviye oranının etkisi incelendiğinde ise artan takviye miktarı da sertlik değerlerinde artışa neden olmuştur. Fakat takviye oranı etkisinin öğütme süresi etkisine kıyasla daha az olduğu fark edilmektedir. AA7075 başlangıç tozundan üretilen numunenin sertlik değeri 94 BSD değerindeyken ağ. %5 TiC takviyeli 10 saat öğütülmüş numunenin 280 BSD , ağ. %5  $Y_2O_3$  takviyeli 10 saat öğütülmüş numunenin ise 260 BSD dir. Aynı üretim parametrelerinde üretilen MMK malzemeler dikkate alındığında TiC takviyesinin  $Y_2O_3$  takviyesine kıyasla 5-20 BSD aralığında daha fazla sertlik artışına neden olduğu tespit edilmiştir.
- Ayrıca literatürde yer alan neredeyse tüm AA7075 matris esaslı kompozitlerin çalışmaları incelendiğinde bu çalışma kapsamında üretilen kompozitlerin sertlik değerlerinin çok daha yüksek olduğu görülmüştür. Ek olarak, bu çalışmada elde edilen sonuçların, seramik partikül takviyeli Al esaslı kompozitler üzerinde mekanik alaşımlama yönteminin faydalı etkileri gösterilmektedir.
- Sonuç olarak bu çalışmada kullanılan üretim yöntemleri, bu konuyla ilgilenen araştırmacılara ve endüstriyel uygulamalara alternatif bir yaklaşım sunar. Bu sonuçlar, bu tez çalışmasının başlıca ana bulguları ve literatüre katkı sağlamış olduğu yeniliklerdir.

## 9.2 Öneriler

Bu çalışma kapsamında edinilen bilgiler ışığında aşağıda maddeler halinde verilen öneriler detaylı bir şekilde incelenerek bu konudaki çalışmalar ilerletilebilir. Bu kapsamda yapılan öneriler ise mekanik alaşımlama yöntemi, sıcak presleme yöntemi ve genel tavsiyeler olmak üzere üç ayrı alt başlık halinde sunulmuştur.

### Mekanik alaşımlama yöntemi için öneriler;

- Farklı işlem kontrol katkısı (İKK) çeşitleri ve oranlarının etkisi çalışılabilir (Stearik asit, etanol, oleik asit, toluen , polietilen glikol vs.). Böylece İKK çeşidinin toz özellikleri üzerine etkisi araştırılabilir.
- Yine benzer şekilde öğütme sistematiği içerisinde yer alan ve tez çalışmasında bunlar hakkında detaylı bilgi verilen farklı öğütme parametrelerinin (devir, bilye toz oranı, hazne doluluk oranı, bilye ve hazne türü, öğütme süresi, atmosfer ortamı, vb.) etkisi incelenebilir.
- Matris ve takviye malzemesi türleri ve oranları değiştirilebilir. Matris malzemesi olarak farklı Al, Mg, Cu, Fe esaslı metaller ve alaşımları kullanılabilir. Takviye elemanı olarak ise farklı türlerdeki oksit, karbür, nitrür ( $Al_2O_3$ , SiC,  $B_4C$ , BN, vb.) malzemelerin etkisi incelenebilir.

### Sıcak presleme yöntemi için öneriler;

- Tez çalışması kapsamında çok fazla değişken olduğu için sıcak presleme parametreleri sabit değerler seçilmiştir. Farklı presleme parametrelerinin (sıcaklık, basınç ve süre) sinterlenebilirlik, paketlenebilirlik, mikro yapı ve mekanik özelliklere etkisi incelenebilir.
- Toz metalurjisine uygun olarak farklı kalıp tasarımları gerçekleştirilerek üretilecek olan numunelerin çekme, basma ve eğme özellikleri incelenebilir.
- Tez kapsamında kullanılan sıcak pres yöntemi ile kıyas yapabilmek adına tozlar soğuk olarak birleştirilebilir. Bu birleştirme işleminde ise yine benzer şekilde basıncın etkisi incelenebilir. Daha sonrasında ise preslenen numunelere sinterleme işlemi uygulanabilir. Sinterleme sıcaklığı ve

süresinin mikro yapı ve mekanik özelliklere etkisi detaylı bir şekilde araştırılabilir ve sıcak pres yöntemi ile kıyaslama yapılabilir.

Genel öneriler;

- Deneysel sonuçlar incelendiği zaman, öğütme süresinin tozların morfolojilerine, kristalografik özelliklerine ve tozlardan üretilen numunelerin mekanik özelliklerine etkisinin takviye türü ve oranına göre çok daha fazla olduğu ve baskın bir karakteristik sergilediği tespit edilmiştir. Bu bağlamda takviye türü ve oranından ziyade daha dar aralıklarda daha fazla öğütme süresinin etkisi incelenebilir. Fakat bu çalışma kapsamında kullanılan İKK katkısının ağı. %2 metanol olduğu unutulmamalıdır. Öneriler kısmında yer alan mekanik alaşımlama yöntemi için de yapılan tavsiyeler doğrultusunda İKK katkısı türü ve oranı incelenebilir. Literatür taramasında ve ön deneyler sonucunda fark edildiği üzere, stearik asit gibi hem yağlayıcı hem bağlayıcı özelliği olan İKK kullanıldığında paketlenme özelliklerini olumlu yönde etkileyen pulsu yapılar daha uzun öğütme sürelerinde (4-8 sa.) oluşmaktadır. Tez kapsamında kullanılan metanolün etkisi incelendiğinde ise bu pulsu yapılar takviye malzemesinin türüne göre 1 ve 1,5 sa. öğütme sonrasında elde edilmiştir.
- Sıcak presle üretilen numuneler çekme deneyine uygun papyon şeklinde üretilmiştir. Bu numunelerin çekme özellikleri belirlenebilir. Yine benzer şekilde farklı kalıp tasarımları kullanılarak üretilen numunelerin basma ve eğme özellikleri de araştırılabilir.
- Bu çalışma kapsamında mekanik özellikler yoğunluk ve sertlik açısından irdelenmiştir. Fakat ilerleyen çalışmalarda üretilen malzemelerin korozyon, aşınma, elektriksel ve ısıl özellikleri karakterize edilebilir.
- Detaylı bir şekilde yürütülen literatür çalışmalarının incelenmesi sonucu, eklemeli imalat işlemlerinde üretim parametrelerinin etkisinin detaylı bir şekilde incelendiği fark edilmiştir. Fakat eklemeli imalat için araştırılması gereken en önemli özelliklerden tozların morfolojileri, boyutları ve akışkanlık (reolojik) özellikleri hakkında detaylı çalışmalarla

karşılaşılmalıdır. Bu bağlamda, çalışma kapsamında üretilen tozların akış özellikleri irdelenerek eklemeli imalata uygunlukları araştırılabilir.

- Bu çalışma kapsamında farklı tür takviye malzemelerin etkisi incelenmiştir. Fakat öğütme sistematiği içerisine aynı anda oksit, karbür ve nitrür yapıları takviye malzemeleri eklenerek hibrit olarak adlandırılan kompozit malzemelerin sentezi ve bunların karakterizasyonu gerçekleştirilebilir.
- Son olarak, talaş kaldırma işlemleri sonrasında sanayide bol miktarda atık olarak bulunan metal talaşlarının bu tez çalışması kapsamında izlenen yöntemler kullanılarak geri kazandırılması üzerine geniş kapsamlı bir çalışma yürütülebilir.



## KAYNAKLAR

- Abdoli, H., Salahi, E., Farnoush, H. ve Pourazrang, K., 2008, Evolutions during synthesis of Al–AlN-nanostructured composite powder by mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds*, 461 (1-2), 166-172.
- Abdoli, H., Asgharzadeh, H. ve Salahi, E., 2009, Sintering behavior of Al–AlN-nanostructured composite powder synthesized by high-energy ball milling, *Journal of Alloys and Compounds*, 473 (1-2), 116-122.
- Ahamed, H. ve Senthilkumar, V., 2010, Role of nano-size reinforcement and milling on the synthesis of nano-crystalline aluminium alloy composites by mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds*, 505 (2), 772-782.
- Ahamed, H. ve Senthilkumar, V., 2011, Consolidation behavior of mechanically alloyed aluminum based nanocomposites reinforced with nanoscale Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles, *Materials characterization*, 62 (12), 1235-1249.
- Ahmad, S., Hashim, J. ve Ghazali, M. I., 2005, The effects of porosity on mechanical properties of cast discontinuous reinforced metal–matrix composite, *Journal of Composite Materials*, 39 (5), 451-466.
- Akbari, M. K., Baharvandi, H. ve Mirzaee, O., 2013, Fabrication of nano-sized Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> reinforced casting aluminum composite focusing on preparation process of reinforcement powders and evaluation of its properties, *Composites Part B: Engineering*, 55, 426-432.
- Al-Salihi, H. A., Mahmood, A. A. ve Alalkawi, H. J., 2019, Mechanical and wear behavior of AA7075 aluminum matrix composites reinforced by Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles, *Nanocomposites*, 5 (3), 67-73.
- Anand, K., Vadlamoodi, K. ve Roy, S. D., 2012, Synthesis and Characterization of Al-4.5% Cu Alloy Powder Using Mechanical Alloying.
- Aqida, S., Ghazali, M. ve Hashim, J., 2004, Effect of porosity on mechanical properties of metal matrix composite: an overview, *Jurnal Teknologi*, 17â€“32-17â€“32.
- Arami, H. ve Simchi, A., 2007, Reactive milling synthesis of nanocrystalline Al–Cu/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite, *Materials Science and Engineering: A*, 464 (1-2), 225-232.
- Arami, H., Simchi, A. ve Reihani, S. S., 2008, Mechanical induced reaction in Al–CuO system for in-situ fabrication of Al based nanocomposites, *Journal of Alloys and Compounds*, 465 (1-2), 151-156.
- Argon, A., 2008, Strengthening mechanisms in crystal plasticity, Oxford University Press on Demand, p.
- Arik, H., 2004, Production and characterization of in situ Al<sub>4</sub>C<sub>3</sub> reinforced aluminum-based composite produced by mechanical alloying technique, *Materials & Design*, 25 (1), 31-40.
- Arslan, E. C., 2019, TiC/AA7075 Kompozitlerin Toz Metalurjisi Yöntemi ile Üretimi ve Karakterizasyonu, *Konya Teknik Üniversitesi*.
- Asgharzadeh, H., Simchi, A. ve Kim, H., 2010, In situ synthesis of nanocrystalline Al<sub>6</sub>063 matrix nanocomposite powder via reactive mechanical alloying, *Materials Science and Engineering: A*, 527 (18-19), 4897-4905.
- Aslan, A., 2018, Korozif ortamın yapıştırıcı ve yapıştırıcı bağlantıları üzerine etkilerinin incelenmesi, *Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*.
- Azimi, A., Shokuhfar, A. ve Nejadseyfi, O., 2015a, Mechanically alloyed Al7075–TiC nanocomposite: Powder processing, consolidation and mechanical strength, *Materials & Design (1980-2015)*, 66, 137-141.
- Azimi, A., Shokuhfar, A., Nejadseyfi, O., Fallahdoost, H. ve Salehi, S., 2015b, Optimizing consolidation behavior of Al 7068–TiC nanocomposites using

- Taguchi statistical analysis, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 25 (8), 2499-2508.
- Bandhu, D., Thakur, A., Purohit, R., Verma, R. K. ve Abhishek, K., 2018, Characterization & evaluation of Al7075 MMCs reinforced with ceramic particulates and influence of age hardening on their tensile behavior, *Journal of Mechanical Science and Technology*, 32 (7), 3123-3128.
- Baradeswaran, A. ve Perumal, A. E., 2013, Influence of B4C on the tribological and mechanical properties of Al 7075–B4C composites, *Composites Part B: Engineering*, 54, 146-152.
- Baradeswaran, A. ve Perumal, A. E., 2014, Study on mechanical and wear properties of Al 7075/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/graphite hybrid composites, *Composites Part B: Engineering*, 56, 464-471.
- Baradeswaran, A. ve Elaya Perumal, A., 2015, Effect of graphite on tribological and mechanical properties of AA7075 composites, *Tribology Transactions*, 58 (1), 1-6.
- Barrett, C. S., CS, B. ve TB, M., 1980, Structure of metals. Crystallographic methods, principles and data.
- Becker, H., Dopita, M., Stráská, J., Málek, P., Vilémová, M. ve Rafaja, D., 2015, Microstructure and properties of spark plasma sintered Al-Zn-Mg-Cu alloy, *Acta Phys. Pol. A*, 128, 602-605.
- Benjamin, J., 1976, Mechanical alloying, *Scientific American*, 234 (5), 40-49.
- Bergmann, D., Fritsching, U. ve Bauckhage, K., 2000, A mathematical model for cooling and rapid solidification of molten metal droplets, *International journal of thermal sciences*, 39 (1), 53-62.
- Bhushan, R. K., 2020, Effect of SiC particle size and weight% on mechanical properties of AA7075 SiC composite, *Advanced Composites and Hybrid Materials*, 1-12.
- Bouaeshi, W. ve Li, D., 2007, Effects of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> addition on microstructure, mechanical properties, electrochemical behavior, and resistance to corrosive wear of aluminum, *Tribology international*, 40 (2), 188-199.
- Brocq, M., Radiguet, B., Le Breton, J.-M., Cuvilly, F., Pareige, P. ve Legendre, F., 2010, Nanoscale characterisation and clustering mechanism in an Fe–Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> model ODS alloy processed by reactive ball milling and annealing, *Acta Materialia*, 58 (5), 1806-1814.
- Cabeza, M., Feijoo, I., Merino, P., Pena, G., Pérez, M., Cruz, S. ve Rey, P., 2017, Effect of high energy ball milling on the morphology, microstructure and properties of nano-sized TiC particle-reinforced 6005A aluminium alloy matrix composite, *Powder Technology*, 321, 31-43.
- Canakci, A., Varol, T. ve Nazik, C., 2012, Effects of amount of methanol on characteristics of mechanically alloyed Al–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite powders, *Materials Technology*, 27 (4), 320-327.
- Canakci, A. ve Varol, T., 2014, Microstructure and properties of AA7075/Al–SiC composites fabricated using powder metallurgy and hot pressing, *Powder Technology*, 268, 72-79.
- Casati, R., Wei, X., Xia, K., Dellasega, D., Tuissi, A., Villa, E. ve Vedani, M., 2014, Mechanical and functional properties of ultrafine grained Al wires reinforced by nano-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> particles, *Materials & Design*, 64, 102-109.
- Cayron, C., Sagalowicz, L., Beffort, O. ve Buffat, P., 1999, Structural phase transition in Al-Cu-Mg-Si alloys by transmission electron microscopy study on an Al-4 wt% Cu-1 wt% Mg-Ag alloy reinforced by SiC particles, *Philosophical Magazine A*, 79 (11), 2833-2851.

- Cayron, C., 2001, TEM Study of Interfacial Reactions and Precipitation Mechanisms in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Short Fiber Or High Volume Fraction SiC Particle Reinforced Al-4Cu-1Mg-0.5 Ag Squeeze-cast Composites, Empa, p.
- Charkhi, A., Kazemian, H. ve Kazemini, M., 2010, Optimized experimental design for natural clinoptilolite zeolite ball milling to produce nano powders, *Powder Technology*, 203 (2), 389-396.
- Chawla, K. K., 2012, Composite materials: science and engineering, Springer Science & Business Media, p.
- Chen, Y., Halstead, T. ve Williams, J., 1996, Influence of milling temperature and atmosphere on the synthesis of iron nitrides by ball milling, *Materials Science and Engineering: A*, 206 (1), 24-29.
- Choi, H., Kwon, G., Lee, G. ve Bae, D., 2008, Reinforcement with carbon nanotubes in aluminum matrix composites, *Scripta Materialia*, 59 (3), 360-363.
- Choy, K., 2003, Chemical vapour deposition of coatings, *Progress in materials science*, 48 (2), 57-170.
- Clyne, T. ve Withers, P., 1995, An introduction to metal matrix composites, Cambridge university press, p.
- Clyne, T. ve Hull, D., 2019, An introduction to composite materials, Cambridge university press, p.
- Davis, J. R., 1993, Aluminum and aluminum alloys, ASM international, p.
- Davis, J. R., 2001, Alloying: understanding the basics, ASM international, p.
- Di, L. ve Bakker, H., 1991, Phase transformation of the compound V<sub>3</sub>Ga induced by mechanical grinding, *Journal of Physics: Condensed Matter*, 3 (20), 3427.
- Dillamore, I. ve Roberts, W., 1964, Rolling textures in fcc and bcc metals, *Acta Metallurgica*, 12 (3), 281-293.
- Dolata-Grosz, A., Śleziona, J. ve Formanek, B., 2006, Structure and properties of aluminium cast composites strengthened by dispersion phases, *Journal of Materials Processing Technology*, 175 (1-3), 192-197.
- El-Eskandarany, M. S., 1998, Mechanical solid state mixing for synthesizing of SiCp/Al nanocomposites, *Journal of Alloys and Compounds*, 279 (2), 263-271.
- Esawi, A. ve Morsi, K., 2007, Dispersion of carbon nanotubes (CNTs) in aluminum powder, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 38 (2), 646-650.
- Esawi, A. M., Morsi, K., Sayed, A., Taher, M. ve Lanka, S., 2010, Effect of carbon nanotube (CNT) content on the mechanical properties of CNT-reinforced aluminium composites, *Composites Science and Technology*, 70 (16), 2237-2241.
- Estrada-Guel, I., Carreño-Gallardo, C., Mendoza-Ruiz, D., Miki-Yoshida, M., Rocha-Rangel, E. ve Martínez-Sánchez, R., 2009, Graphite nanoparticle dispersion in 7075 aluminum alloy by means of mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds*, 483 (1-2), 173-177.
- Fogagnolo, J., Velasco, F., Robert, M. ve Torralba, J., 2003, Effect of mechanical alloying on the morphology, microstructure and properties of aluminium matrix composite powders, *Materials Science and Engineering: A*, 342 (1-2), 131-143.
- Froes, F., DeBarbadillo, J. J. ve Schwarz, R., 1993, Mechanical alloying for structural applications, ASM International, p.
- German, R. M., 1989, Particle packing characteristics.
- German, R. M., 1998, Powder metallurgy of iron and steel, *John! Wiley & Sons, Inc, 605 Third Ave, New York, NY 10016, USA, 1998. 496.*
- Gilman, P. ve Benjamin, J., 1983, Mechanical alloying, *Annual review of materials science*, 13 (1), 279-300.

- Gökçe, O., 2018, Sıcak Pres ile Partikül Takviyeli Magnezyum Kompozitlerin Üretimi ve Kaplanması, *Yüksek lisans tezi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği. Ana bilim dalı ....*
- GU, W.-l., 2006, Bulk Al/SiC nanocomposite prepared by ball milling and hot pressing method, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 16, s398-s401.
- Han, T., Li, J., Zhao, N. ve He, C., 2020, Microstructure and properties of copper coated graphene nanoplates reinforced Al matrix composites developed by low temperature ball milling, *Carbon*, 159, 311-323.
- Harringa, J., Cook, B. ve Beaudry, B., 1992, Effects of vial shape on the rate of mechanical alloying in Si 80 Ge 20, *Journal of Materials Science*, 27 (3), 801-804.
- Hesabi, Z. R., Simchi, A. ve Reihani, S. S., 2006, Structural evolution during mechanical milling of nanometric and micrometric Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> reinforced Al matrix composites, *Materials Science and Engineering: A*, 428 (1-2), 159-168.
- Hewitt, S. A. ve Kibble, K. A., 2009, Effects of ball milling time on the synthesis and consolidation of nanostructured WC-Co composites, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 27 (6), 937-948.
- Ibrahim, I., Mohamed, F. ve Lavernia, E., 1991, Particulate reinforced metal matrix composites—a review, *Journal of Materials Science*, 26 (5), 1137-1156.
- Imran, M., Khan, A. A., Megeri, S. ve Sadik, S., 2016, Study of hardness and tensile strength of Aluminium-7075 percentage varying reinforced with graphite and bagasse-ash composites, *Resource-Efficient Technologies*, 2 (2), 81-88.
- Jafari, M., Abbasi, M., Enayati, M. ve Karimzadeh, F., 2012, Mechanical properties of nanostructured Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MWCNT composite prepared by optimized mechanical milling and hot pressing methods, *Advanced Powder Technology*, 23 (2), 205-210.
- Jeyasimman, D., Sivaprasad, K., Sivasankaran, S., Ponalagusamy, R., Narayanasamy, R. ve Iyer, V., 2015, Microstructural observation, consolidation and mechanical behaviour of AA 6061 nanocomposites reinforced by  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles, *Advanced Powder Technology*, 26 (1), 139-148.
- Jones, R. M., 1998, *Mechanics of composite materials*, CRC press, p.
- Kainer, K. U., 2006, *Basics of metal matrix composites*, Wiley Online Library, p.
- Kannan, C. ve Ramanujam, R., 2017, Comparative study on the mechanical and microstructural characterisation of AA 7075 nano and hybrid nanocomposites produced by stir and squeeze casting, *Journal of advanced research*, 8 (4), 309-319.
- Karak, S., Chudoba, T., Witczak, Z., Lojkowski, W. ve Manna, I., 2011, Development of ultra high strength nano-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dispersed ferritic steel by mechanical alloying and hot isostatic pressing, *Materials Science and Engineering: A*, 528 (25-26), 7475-7483.
- Khakbiz, M. ve Akhlaghi, F., 2009, Synthesis and structural characterization of Al-B<sub>4</sub>C nano-composite powders by mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds*, 479 (1-2), 334-341.
- Klug, H. P. ve Alexander, L. E., 1974, *X-ray diffraction procedures: for polycrystalline and amorphous materials*, p.
- Koch, C., 1997, Synthesis of nanostructured materials by mechanical milling: problems and opportunities, *Nanostructured Materials*, 9 (1-8), 13-22.
- Kocks, U. F., Tomé, C. N. ve Wenk, H.-R., 2000, *Texture and anisotropy: preferred orientations in polycrystals and their effect on materials properties*, Cambridge university press, p.

- Krivoglaž, M. A., 2012, X-ray and neutron diffraction in nonideal crystals, Springer Science & Business Media, p.
- Kumar, G. V., Rao, C. ve Selvaraj, N., 2012, Mechanical and dry sliding wear behavior of Al7075 alloy-reinforced with SiC particles, *Journal of Composite Materials*, 46 (10), 1201-1209.
- Lee, K.-M. ve Moon, I.-H., 1994, High temperature performance of dispersion-strengthened Al-Ti alloys prepared by mechanical alloying, *Materials Science and Engineering: A*, 185 (1-2), 165-170.
- Li, J.-J., Hu, Y.-X., Liu, M.-C., Kong, L.-B., Hu, Y.-M., Han, W., Luo, Y.-C. ve Kang, L., 2016, Mechanical alloying synthesis of Ni<sub>3</sub>S<sub>2</sub> nanoparticles as electrode material for pseudocapacitor with excellent performances, *Journal of Alloys and Compounds*, 656, 138-145.
- Li, X., Wen, X., Zhao, H., Ma, Z., Yu, L., Li, C., Liu, C., Guo, Q. ve Liu, Y., 2019, The formation and evolution mechanism of amorphous layer surrounding Nb nano-grains in Nb-Al system during mechanical alloying process, *Journal of Alloys and Compounds*, 779, 175-182.
- Liu, R., Wu, C., Zhang, J., Luo, G., Shen, Q. ve Zhang, L., 2018, Microstructure and mechanical behaviors of the ultrafine grained AA7075/B4C composites synthesized via one-step consolidation, *Journal of Alloys and Compounds*, 748, 737-744.
- Liu, T., Shen, H., Wang, C. ve Chou, W., 2013, Structure evolution of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticle/Fe composite during mechanical milling and annealing, *Progress in Natural Science: Materials International*, 23 (4), 434-439.
- Liu, Z., Xiao, B., Wang, W. ve Ma, Z., 2012a, Singly dispersed carbon nanotube/aluminum composites fabricated by powder metallurgy combined with friction stir processing, *Carbon*, 50 (5), 1843-1852.
- Liu, Z., Xu, S., Xiao, B., Xue, P., Wang, W. ve Ma, Z., 2012b, Effect of ball-milling time on mechanical properties of carbon nanotubes reinforced aluminum matrix composites, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 43 (12), 2161-2168.
- Lloyd, D., 1994, Particle reinforced aluminium and magnesium matrix composites, *International materials reviews*, 39 (1), 1-23.
- Long, Y., Zhang, H., Wang, T., Huang, X., Li, Y., Wu, J. ve Chen, H., 2013, High-strength Ti-6Al-4V with ultrafine-grained structure fabricated by high energy ball milling and spark plasma sintering, *Materials Science and Engineering: A*, 585, 408-414.
- Lu, L., Lai, M. ve Zhang, S., 1997, Diffusion in mechanical alloying, *Journal of Materials Processing Technology*, 67 (1-3), 100-104.
- Lu, L., Lai, M. ve Ng, C., 1998, Enhanced mechanical properties of an Al based metal matrix composite prepared using mechanical alloying, *Materials Science and Engineering: A*, 252 (2), 203-211.
- Lü, L. ve Lai, M. O., 2013, Mechanical alloying, Springer Science & Business Media, p.
- Manjunatha, T., Basavaraj, Y., Nagaral, M., Venkataramana, V. ve Harti, J. I., 2018, Investigations on mechanical behavior of Al7075-nano B4C composites, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 012091.
- Martínez, C., Ordoñez, S., Guzmán, D., Serafini, D., Iturriza, I. ve Bustos, O., 2013, Phase evolution and thermal stability of 2 Mg-Cu alloys processed by mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds*, 581, 241-245.

- Maurice, D. ve Courtney, T., 1996, Milling dynamics: Part II. Dynamics of a SPEX mill and a one-dimensional mill, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 27 (7), 1973-1979.
- Mazilkin, A. ve Myshlyaev, M., 2006, Microstructure and thermal stability of superplastic aluminium—lithium alloy after severe plastic deformation, *Journal of Materials Science*, 41 (12), 3767-3772.
- Mobasherpour, I., Tofigh, A. ve Ebrahimi, M., 2013, Effect of nano-size Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> reinforcement on the mechanical behavior of synthesis 7075 aluminum alloy composites by mechanical alloying, *Materials chemistry and physics*, 138 (2-3), 535-541.
- Mohanavel, V., Kumar, S. S., Sathish, T., Adithiyaa, T. ve Mariyappan, K., 2018, Microstructure and mechanical properties of hard ceramic particulate reinforced AA7075 alloy composites via liquid metallurgy route, *Materials Today: Proceedings*, 5 (13), 26860-26865.
- Molnárová, O., 2018, Advanced aluminium alloys prepared by powder metallurgy and spark plasma sintering.
- Mondolfo, L. F., 2013, Aluminum alloys: structure and properties, Elsevier, p.
- Nayak, S., Pabi, S. ve Murty, B., 2010a, Al–(L12) Al<sub>3</sub>Ti nanocomposites prepared by mechanical alloying: Synthesis and mechanical properties, *Journal of Alloys and Compounds*, 492 (1-2), 128-133.
- Nayak, S., Wollgarten, M., Banhart, J., Pabi, S. ve Murty, B., 2010b, Nanocomposites and an extremely hard nanocrystalline intermetallic of Al–Fe alloys prepared by mechanical alloying, *Materials Science and Engineering: A*, 527 (9), 2370-2378.
- Nazari, K. A., Nouri, A. ve Hilditch, T., 2015, Effects of milling time on powder packing characteristics and compressive mechanical properties of sintered Ti-10Nb-3Mo alloy, *Materials Letters*, 140, 55-58.
- Nazik, C., 2013, Alüminyum matrisli B<sub>4</sub>C parçacık takviyeli kompozitlerin toz metalurjisi yöntemiyle üretimi ve mekanik özelliklerinin incelenmesi, *Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*.
- Nazik, C., Tarakcioglu, N., Ozkaya, S., Erdemir, F. ve Canakci, A., 2016, Determination of effect of B 4 C content on density and tensile strength of AA7075/B 4 C composite produced via powder technology, *International Journal of Materials, Mechanics and Manufacturing*, 4 (4), 251-261.
- Nazik, C., 2019, TiC/316L Kompozit Tozların Mekanik Alaşımlama Yöntemi ile Üretimi ve Karakterizasyonu, PhD, *Konya Teknik Üniversitesi*.
- Nouri, A., Hodgson, P. D. ve Wen, C., 2011, Effect of ball-milling time on the structural characteristics of biomedical porous Ti–Sn–Nb alloy, *Materials Science and Engineering: C*, 31 (5), 921-928.
- Ogino, Y., Murayama, S. ve Yamasaki, T., 1991, Influence of milling atmosphere on amorphization of chromium and Cr-Cu powders by ball milling, *Journal of the less common metals*, 168 (2), 221-235.
- Orowan, E., 1949, Fracture and strength of solids, *Reports on progress in physics*, 12 (1), 185.
- Ozdemir, I., Ahrens, S., Mücklich, S. ve Wielage, B., 2008, Nanocrystalline Al–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>p and SiCp composites produced by high-energy ball milling, *Journal of Materials Processing Technology*, 205 (1-3), 111-118.
- Ozkaya, S. ve Canakci, A., 2016, Effect of the B<sub>4</sub>C content and the milling time on the synthesis, consolidation and mechanical properties of AlCuMg-B<sub>4</sub>C nanocomposites synthesized by mechanical milling, *Powder Technology*, 297, 8-16.

- Parthiban, A., Krishnan, A. M., Krishnan, B. R. ve Vijayan, V., 2021, Experimental Investigation of Mechanical and Wear Properties of AL7075/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/MICA Hybrid Composite, *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*, 31 (3), 1026-1034.
- Parvin, N., Assadifard, R., Safarzadeh, P., Sheibani, S. ve Marashi, P., 2008, Preparation and mechanical properties of SiC-reinforced Al6061 composite by mechanical alloying, *Materials Science and Engineering: A*, 492 (1-2), 134-140.
- Pérez-Bustamante, R., Gómez-Esparza, C., Estrada-Guel, I., Miki-Yoshida, M., Licea-Jiménez, L., Pérez-García, S. ve Martínez-Sánchez, R., 2009, Microstructural and mechanical characterization of Al–MWCNT composites produced by mechanical milling, *Materials Science and Engineering: A*, 502 (1-2), 159-163.
- Poirier, D., Gauvin, R. ve Drew, R. A., 2009, Structural characterization of a mechanically milled carbon nanotube/aluminum mixture, *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40 (9), 1482-1489.
- Poirier, D., Drew, R. A., Trudeau, M. L. ve Gauvin, R., 2010, Fabrication and properties of mechanically milled alumina/aluminum nanocomposites, *Materials Science and Engineering: A*, 527 (29-30), 7605-7614.
- Pournaderi, S., Mahdavi, S. ve Akhlaghi, F., 2012, Fabrication of Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites by in-situ powder metallurgy (IPM), *Powder Technology*, 229, 276-284.
- Prasad, S. ve Asthana, R., 2004, Aluminum metal-matrix composites for automotive applications: tribological considerations, *Tribology Letters*, 17 (3), 445-453.
- Raghuvaran, P., Baskaran, J., Aagash, C., Ganesh, A. ve Krishna, S. G., 2020, Evaluation of mechanical properties of Al7075-SiC composites fabricated through stir casting technique, *Materials Today: Proceedings*.
- Rajesh, S., Kumar, R. S., Madhankumar, S., Sheshan, M., Vignesh, M. ve Kumar, R. S., 2020, Study of the mechanical properties of Al7075 alloy, silicon carbide and fly ash composites manufactured by stir casting technique, *Materials Today: Proceedings*.
- Ramkumar, K., Sivasankaran, S., Al-Mufadi, F. A., Siddharth, S. ve Raghu, R., 2019, Investigations on microstructure, mechanical, and tribological behaviour of AA 7075-x wt.% TiC composites for aerospace applications, *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 19, 428-438.
- Ren, Z., 2007, Mechanical properties of 7075 aluminum matrix composites reinforced by nanometric silicon carbide particulates, University of New South Wales-School of Materials Science and Engineering.
- Rezaie, A., Fahrenholtz, W. G. ve Hilmas, G. E., 2007, Effect of hot pressing time and temperature on the microstructure and mechanical properties of ZrB<sub>2</sub>-SiC, *Journal of Materials Science*, 42 (8), 2735-2744.
- Rokni, M., Widener, C. ve Crawford, G., 2014, Microstructural evolution of 7075 Al gas atomized powder and high-pressure cold sprayed deposition, *Surface and Coatings Technology*, 251, 254-263.
- Rydin, R., Maurice, D. ve Courtney, T., 1993, Milling dynamics: Part I. Attritor dynamics: Results of a cinematographic study, *Metallurgical Transactions A*, 24 (1), 175-185.
- Saberi, Y., Zebarjad, S. M. ve Akbari, G. H., 2009, On the role of nano-size SiC on lattice strain and grain size of Al/SiC nanocomposite, *Journal of Alloys and Compounds*, 484 (1-2), 637-640.
- Safari, J., Akbari, G., Shahbazkhan, A. ve Chermahini, M. D., 2011, Microstructural and mechanical properties of Al–Mg/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite prepared by mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds*, 509 (39), 9419-9424.

- Salvo, C., Aguilar, C., Cardoso-Gil, R., Medina, A., Bejar, L. ve Mangalaraja, R., 2017, Study on the microstructural evolution of Ti-Nb based alloy obtained by high-energy ball milling, *Journal of Alloys and Compounds*, 720, 254-263.
- Sankar, R. ve Singh, P., 1998, Synthesis of 7075 Al/SiC particulate composite powders by mechanical alloying, *Materials Letters*, 36 (1-4), 201-205.
- Schaffer, G. ve McCormick, P., 1990, Displacement reactions during mechanical alloying, *Metallurgical Transactions A*, 21 (10), 2789-2794.
- Schaffer, G. ve McCormick, P., 1991, Anomalous combustion effects during mechanical alloying, *Metallurgical Transactions A*, 22 (12), 3019-3024.
- Schaffer, G., 2004, Powder processed aluminium alloys, *Materials forum*, 65-74.
- Selvam, J. D. R. ve Dinaharan, I., 2017, In situ formation of ZrB<sub>2</sub> particulates and their influence on microstructure and tensile behavior of AA7075 aluminum matrix composites, *Engineering Science and Technology, an International Journal*, 20 (1), 187-196.
- Shaffer, M. S., Fan, X. ve Windle, A., 1998, Dispersion and packing of carbon nanotubes, *Carbon*, 36 (11), 1603-1612.
- Singh, J. ve Chauhan, A., 2016, Characterization of hybrid aluminum matrix composites for advanced applications—A review, *Journal of Materials Research and Technology*, 5 (2), 159-169.
- Sivasankaran, S., Sivaprasad, K., Narayanasamy, R. ve Iyer, V. K., 2010, Synthesis, structure and sinterability of 6061 AA100– x–x wt.% TiO<sub>2</sub> composites prepared by high-energy ball milling, *Journal of Alloys and Compounds*, 491 (1-2), 712-721.
- Sohi, M. H., Hojjatzadeh, S., Moosavifar, S. S. ve Heshmati-Manesh, S., 2014, Liquid phase surface melting of AA8011 aluminum alloy by addition of Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite powders synthesized by high-energy milling, *Applied Surface Science*, 313, 76-84.
- Suárez, M., Fernández, A., Menéndez, J., Torrecillas, R., Kessel, H., Hennicke, J., Kirchner, R. ve Kessel, T., 2013, Challenges and opportunities for spark plasma sintering: a key technology for a new generation of materials, *Sintering applications*, 13, 319-342.
- Suryanarayana, C., 1995, Does a disordered  $\gamma$ -TiAl phase exist in mechanically alloyed TiAl powders?, *Intermetallics*, 3 (2), 153-160.
- Suryanarayana, C., 2001, Mechanical alloying and milling, *Progress in materials science*, 46 (1-2), 1-184.
- Suryanarayana, C., Ivanov, E. ve Boldyrev, V., 2001, The science and technology of mechanical alloying, *Materials Science and Engineering: A*, 304, 151-158.
- Suryanarayana, C. ve Norton, M. G., 2013, X-ray diffraction: a practical approach, Springer Science & Business Media, p.
- Tavoosi, M., Karimzadeh, F. ve Enayati, M., 2008, Fabrication of Al–Zn/ $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite by mechanical alloying, *Materials Letters*, 62 (2), 282-285.
- Toozandehjani, M., Matori, K. A., Ostovan, F., Abdul Aziz, S. ve Mamat, M. S., 2017, Effect of milling time on the microstructure, physical and mechanical properties of Al–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposite synthesized by ball milling and powder metallurgy, *Materials*, 10 (11), 1232.
- Torralba, J. D., Da Costa, C. ve Velasco, F., 2003, P/M aluminum matrix composites: an overview, *Journal of Materials Processing Technology*, 133 (1-2), 203-206.
- Tousi, S. R., Rad, R. Y., Salahi, E., Mobasherpour, I. ve Razavi, M., 2009, Production of Al–20 wt.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite powder using high energy milling, *Powder Technology*, 192 (3), 346-351.

- Varol, T., 2012, AA 2024 Matrisli B4C Parçacık Takviyeli Metal Matrisli Kompozitlerin Toz Metalurjisi Yöntemiyle Üretimi ve Özelliklerinin İncelenmesi, *Yüksek Lisans Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü ....*
- Varol, T. ve Canakci, A., 2013, Effect of particle size and ratio of B4C reinforcement on properties and morphology of nanocrystalline Al2024-B4C composite powders, *Powder Technology*, 246, 462-472.
- Velumani, S., Narayandass, S. K. ve Mangalaraj, D., 1998, Structural characterization of hot wall deposited cadmium selenide thin films, *Semiconductor science and technology*, 13 (9), 1016.
- Wagih, A., 2014, Effect of milling time on morphology and microstructure of Al-Mg/Al2O3 nanocomposite powder produced by mechanical alloying, *Int. J. Adv. Eng. Sci.*, 4 (2), 1-7.
- Wang, H., Li, G., Zhao, Y. ve Chen, G., 2010, In situ fabrication and microstructure of Al2O3 particles reinforced aluminum matrix composites, *Materials Science and Engineering: A*, 527 (12), 2881-2885.
- Wenming, T., Songmei, L., Jianhua, L., Mei, Y. ve Yujie, D., 2017, Preparation of bimodal grain size 7075 aviation aluminum alloys and their corrosion properties, *Chinese Journal of Aeronautics*, 30 (5), 1777-1788.
- Wiskel, J., Navel, K., Henein, H. ve Maire, E., 2002, Solidification study of aluminum alloys using impulse atomization: Part II. Effect of cooling rate on microstructure, *Canadian Metallurgical Quarterly*, 41 (2), 193-204.
- Wu, J. ve Li, Z., 2000, Nanostructured composite obtained by mechanically driven reduction reaction of CuO and Al powder mixture, *Journal of Alloys and Compounds*, 299 (1-2), 9-16.
- Xu, J., He, J. ve Ma, E., 1997, Effect of milling temperature on mechanical alloying in the immiscible Cu-Ta system, *Metallurgical and Materials Transactions A*, 28 (7), 1569-1580.
- Ye, X., Li, Y., Ai, Y. ve Nie, Y., 2018, Novel powder packing theory with bimodal particle size distribution-application in superalloy, *Advanced Powder Technology*, 29 (9), 2280-2287.
- Ying, D. ve Zhang, D., 2000, Processing of Cu-Al2O3 metal matrix nanocomposite materials by using high energy ball milling, *Materials Science and Engineering: A*, 286 (1), 152-156.
- Zebarjad, S. M. ve Sajjadi, S., 2006, Microstructure evaluation of Al-Al2O3 composite produced by mechanical alloying method, *Materials & Design*, 27 (8), 684-688.
- Zhao, Q., Yu, L., Liu, Y. ve Li, H., 2015, Morphology and structure evolution of Y2O3 nanoparticles in ODS steel powders during mechanical alloying and annealing, *Advanced Powder Technology*, 26 (6), 1578-1582.
- Zhao, Y., Liao, X., Jin, Z., Valiev, R. ve Zhu, Y. T., 2004, Microstructures and mechanical properties of ultrafine grained 7075 Al alloy processed by ECAP and their evolutions during annealing, *Acta Materialia*, 52 (15), 4589-4599.