

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

**AIN VE Al_2O_3 KATKILI Ti_6Al_4V ALAŞIMININ SPARK PLAZMA
SİNERLEME YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

İlayda ÖZBAĞ

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Üretim Metalurjisi ve Teknolojileri Mühendisliği Programı

HAZİRAN 2021

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

**AIN VE Al₂O₃ KATKILI Ti6Al4V ALAŞIMININ SPARK PLAZMA
SİNERLEME YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**İlayda ÖZBAĞ
(506171216)**

Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Üretim Metalurjisi ve Teknolojileri Mühendisliği Programı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Filiz ÇINAR ŞAHİN

HAZİRAN 2021

İTÜ, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü'nün 506171216 numaralı Yüksek Lisans Öğrencisi İlayda ÖZBAĞ, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı “AlN VE Al₂O₃ KATKILI Ti6Al4V ALAŞIMININ SPARK PLAZMA SİNERLEME YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU” başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

Tez Danışmanı : **Prof. Dr. Filiz ÇINAR ŞAHİN**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Jüri Üyeleri : **Prof. Dr. Onuralp YÜCEL**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Prof. Dr. Nilgün KUŞKONMAZ
Yıldız Teknik Üniversitesi

Teslim Tarihi : 09 Haziran 2021
Savunma Tarihi : 29 Haziran 2021





Aileme,



ÖNSÖZ

Yüksek lisans tez çalışmam boyunca bilgi ve tecrübeleriyle birlikte, sevgisini, hoşgörüsünü, anlayışını benimle paylaşan ve yaptığım çalışmalarda hiçbir imkanı esirgemeyen, her zaman çözüm odaklı olup bana yol gösteren değerli hocam Prof. Dr. Filiz ÇINAR ŞAHİN'e,

Tez çalışmam süresince yönetimlerindeki laboratuvar olanaklarından yararlanmama izin veren saygı değer hocalarım Prof. Dr. Onuralp YÜCEL, Prof. Dr. Gültekin GÖLLER ve Prof. Dr. Murat BAYDOĞAN'a,

Üretim ve karakterizasyon aşalamalarında, deneylerin gerçekleşmesinde bana yardımcı olan, sabırla sorularımı cevaplayan ve yol gösteren Araş. Gör. Demet AYDOĞMUŞ'a, Araş. Gör. Leyla YANMAZ'a ve Yük. Müh. Tuğçe DEDEAĞAÇLI'ya,

Karakterizasyon çalışmalarında büyük emeği olan, her zaman güler yüzlü laboratuvar sorumlusu Tek. H. Hüseyin SEZER'e

Deneysel çalışma ve mekanik testler boyunca desteğini esirgemeyen her zaman yardımcı olan Dr. Selim ERTÜRK, Öğr. Gör. Faiz MUHAFFEL, Araş. Gör. Doğukan ÇETİNER, Araş. Gör. Faruk KAYA ve Araş. Gör. Selçuk KAN'a,

Yüksek lisans eğitimim sayesinde tanıdığım ve bu süre boyunca önerilerde bulunup yardımcı olan arkadaşlarım Yük. Müh. Mustafa YILDIZ, Müh. Cansu KARGI, Yük. Müh. Rojda ŞARA, Yük. Müh. Büşra GÜNEY ve Müh. Samet KAYA'ya,

Yüksek lisans dönemim boyunca bana yardımcı olan İstanbul Teknik Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü tüm hocalarıma, yardımcılarına ve çalışanlarına,

Lisans eğitimim boyunca üzerimde büyük emekleri olan ve yüksek lisans eğitimi için beni destekleyen Doç. Dr. Ş. Hakan ATAPEK ve Doç Dr. Rıdvan YAMANOĞLU'na,

Olağanüstü koşullarında dahil olduğu bu süreçte beni hep motive eden, destekleyen ve seven Can Buğrahan TOĞAÇAR'a,

Son olarak beni her zaman destekleyen, her an yanımda olan, anlayan ve seven annem, babam ve kardeşime,

Sonsuz teşekkür, sevgi ve saygılarımla.

Haziran 2021

İlayda ÖZBAĞ
(Metalurji ve Malzeme Mühendisi)



İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ.....	vii
SEMBOLLER	xiii
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xv
ŞEKİL LİSTESİ.....	xvii
ÖZET.....	xxi
SUMMARY.....	xxv
1. GİRİŞ.....	1
2. TEORİK İNCELEME	3
2.1 Titanyum	3
2.1.1 Titanyum üretim yöntemleri	4
2.1.2 Titanyum metalurjisi	6
2.1.2.1 Kristalografik yapı	7
2.1.2.2 Plastik deformasyon ve kayma modları	9
2.1.2.3 Titanyum alaşımları	11
2.1.3 Titanyum ve alaşımlarının kullanım alanları	21
2.2 Ti6Al4V Alaşımı.....	24
2.3 Alüminyum Nitrür (AlN)	29
2.3.1 Spark plazma sinterlemede Ti matrise katkı malzemesi olarak AlN	31
2.4 Alümina (Al ₂ O ₃).....	32
2.4.1 Spark plazma sinterlemede Ti matrise katkı malzemesi olarak Al ₂ O ₃	34
2.5 Toz Metalurjisi	35
2.5.1 Titanyum alaşımları için toz metalurjisi	36
2.6 Sinterleme.....	38
2.6.1 Katı faz sinterleme	40
2.6.2 Sıvı faz sinterleme.....	41
2.7 Basınç Destekli Sinterleme	43
2.7.1 Sıcak presleme (HP).....	43
2.7.2 Sıcak izostatik presleme (HIP).....	45
2.7.3 Spark plazma sinterleme (SPS).....	46
3. DENEYSEL ÇALIŞMA	55
3.1 Kullanılan Hammaddeler	55
3.2 Deneylerin Yapılışı	58
4. DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA.....	65
4.1 Numunelerin Sinterleme Davranışlarının İncelenmesi	65
4.2 Numunelerin Yoğunluk Ölçümleri.....	68
4.3 Numunelerin Faz Analizleri	71
4.4 Numunelerin Mikrosertlik Ölçümleri.....	73
4.5 Numunelerin Mikroyapı Karakterizasyonu.....	77
4.6 Basma Dayanımı	95
4.7 Aşınma Dayanımı.....	99

5. GENEL SONUÇLAR.....	107
KAYNAKLAR.....	111
ÖZGEÇMİŞ	119



KISALTMALAR

CP-Ti	: Ticari Saflıkta Titanyum
SPH	: Sıkı Paket Hegzagonal
HMK	: Hacim Merkez Kübik
HV	: Vickers Sertlik Ölçeği
HRC	: Rockwell Sertlik Ölçeği
TM	: Toz Metalurjisi
OM	: Optik Mikroskop
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
XRD	: X-Işınları Difraktometresi
EDS	: Enerji Dağılım Spektrometresi
DC	: Doğru Akım
SPS	: Spark Plazma Sinterleme
ECAS	: Elektrik Akımı Aktivasyonlu Sinterleme
FAST	: Alan Destekli Sinterleme
HIP	: Sıcak İzostatik Presleme
HP	: Sıcak Presleme



SEMBOLLER

$^{\circ}\text{C}$	: Santigrat derece
K	: Kelvin
ρ, d	: Yoğunluk
d_G	: Gerçek yoğunluk
d_T	: Teorik yoğunluk
d_R	: Rölatif yoğunluk
A	: Amper
Ω	: Ohm
t	: Zaman
J	: Joule, Akım yoğunluğu
W	: Watt
Δt	: Sıcaklık değişimi
ağ. %	: Ağırlıkça yüzde
cm	: Santimetre
nm	: Nanometre
μm	: Mikrometre
mm	: Milimetre
m	: Metre
N	: Newton
kN	: kilo Newton
h	: Saat
s	: Saniye
dk	: Dakika
kg	: Kilogram
g	: Gram
MPa	: Mega Paskal
GPa	: Giga Paskal



ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 2.1 : Titanyumun özelliklerinin Al, Fe ve Ni ile karşılaştırılması.....	7
Çizelge 2.2 : Titanyuma ait fiziksel özellikler	8
Çizelge 2.3 : SPH ve HMK kristal kafeslerinin karakteristik değerleri	9
Çizelge 2.4 : Endüstriyel olarak kullanılan Ti alaşımlarının listesi	15
Çizelge 2.5 : α , β ve $\alpha+\beta$ alaşımlarının fiziksel, mekanik ve kimyasal özellikleri ...	20
Çizelge 2.6 : Ti6Al4V alaşımının fiziksel özellikleri	24
Çizelge 2.7 : CP-Ti ve Ti6Al4V alaşımlarının mekanik özelliklerinin karşılaştırılması.....	28
Çizelge 2.8 : Alüminyum nitrürün fiziksel ve kimyasal özellikleri	30
Çizelge 2.9 : Alüminanın fiziksel ve kimyasal özellikleri	33
Çizelge 2.10 : Sinterleme aşamaları ve gerçekleşen fiziksel değişimler	40
Çizelge 3.1 : Ti6Al4V tozunun kimyasal kompozisyonu.....	55
Çizelge 3.2 : AlN tozunun kimyasal kompozisyonu ve fiziksel özellikleri.	56
Çizelge 3.3 : α -Al ₂ O ₃ tozunun kimyasal ve fiziksel özellikleri.	56
Çizelge 3.4 : Deneysel çalışmada kullanılan tozların kimyasal kompozisyonları.....	59
Çizelge 3.5 : Zımparalama ve parlatma sürecinde gerçekleşen aşamalar.	62
Çizelge 3.6 : Kroll çözeltisi kompozisyonu.....	62
Çizelge 4.1 : Çekilmenin gerçekleştiği sıcaklık aralıkları ve çekilme miktarları.....	67
Çizelge 4.2 : Katkısız Ti6Al4V ile ağ. %1-2-3 AlN ve Al ₂ O ₃ katkılı Ti6Al4V alaşımlarına ait yoğunluk değerleri.....	68
Çizelge 4.3 : Katkısız Ti6Al4V ile ağ. %1-2-3 AlN ve Al ₂ O ₃ katkılı Ti6Al4V alaşımlarına ait mikrosertlik ve sertlikteki yüzdesel artış değerleri.	74
Çizelge 4.4 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız Ti6Al4V ile ağ. %1-2-3 AlN ve Al ₂ O ₃ katkılı Ti6Al4V alaşımlarının ortalama tane boyutu.	77
Çizelge 4.5 : Katkısız Ti6Al4V numunesinin SEM-EDS elementel analizi.	87
Çizelge 4.6 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %1 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinin SEM-EDS elementel analizi.	89
Çizelge 4.7 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %2 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinin SEM-EDS elementel analizi.	91
Çizelge 4.8 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %3 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinin SEM-EDS elementel analizi.	93
Çizelge 4.9 : Katkısız Ti6Al4V ile ağ. %1-2-3 AlN ve Al ₂ O ₃ katkılı Ti6Al4V alaşımlarına ait basma mukavemeti değerleri.....	95
Çizelge 4.10 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen numunelerin sürtünme katsayısı değerleri.....	99
Çizelge 4.11 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen numunelerin aşınma alanı değerleri.	101

Çizelge 4.12 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız Ti6Al4V, ağ. %2 AlN katkılı Ti6Al4V ve ağ. %3 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunelerine ait aşınma hacmi ve oranı..**103**



ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1 : Kroll prosesinin şematik görüntüsü.....	5
Şekil 2.2 : Titanyumun yoğunluğunun diğer metallerle karşılaştırılması.....	6
Şekil 2.3 : Ti alaşımlarının özgül mukavemetinin diğer malzeme gruplarıyla karşılaştırılması.	7
Şekil 2.4 : SPH- α ve HMK- β fazlarının kristal yapıları	9
Şekil 2.5 : Burgers ilişkisine göre $\beta \rightarrow \alpha$ dönüşümünün şematik görseli.....	10
Şekil 2.6 : Ti6Al4V alaşımının $\alpha + \beta$ lamelar mikroyapısı.	11
Şekil 2.7 : Alaşım elementlerinin α ve β fazları üzerindeki etkileri.	12
Şekil 2.8 : Alaşım elementlerinin titanyum ikili sistemine etkileri.	13
Şekil 2.9 : Ti alaşımlarının faz diyagramında sınıflandırılması.	14
Şekil 2.10 : Ti-Al ikili faz diyagramı.	15
Şekil 2.11 : α -Ti alaşımlarının tipik mikroyapısına örnek olarak CP-Ti alaşımının optik mikroskop görüntüsünde α taneler.	16
Şekil 2.12 : Ti-1.5Al-1.2Mn-0.15Si-0.3Zr alaşımının optik mikroskop görüntüsü... ..	17
Şekil 2.13 : Ti6Al4V alaşımının optik mikroskop görüntüleri (a) eş eksenli (b) lamelar ve (c) bimodal morfoloji.	18
Şekil 2.14 : Ti-10V-2Fe-3Al alaşımının SEM görüntüsü.....	19
Şekil 2.15 : Ti-13V-11Cr-3Al alaşımının optik mikroskop görüntüsü.....	19
Şekil 2.16 : Ti ve alaşımlarının özelliklerine göre genel uygulama alanları	21
Şekil 2.17 : Havacılık uygulamalarında türbin motorunda titanyum alaşımlarının kullanımı.	22
Şekil 2.18 : Ti6Al4V alaşımından üretilmiş (a) travmatik cerrahide kullanılan çivi, cıvata ve plakalar, (b) kalça, diz ve eklem implantları.	23
Şekil 2.19 : Ti6Al4V alaşımının β dönüşüm sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklardan yavaş soğutulması ile farklı sıcaklıklarda elde edilen mikroyapılar.	25
Şekil 2.20 : Ti6Al4V alaşımına farklı sıcaklıklara su vermede oluşan fazların şematik görüntüsü.	26
Şekil 2.21 : Ti6Al4V alaşımına ait mikroyapılar. (a) eş eksenli α taneleri arasında bir miktar β . (b) eş eksenli ve lamelar α taneleri ile tane sınırlarında β . (c) β fazından dönüşmüş lamelar α matrisinde eş eksenli α taneler. (d) β fazından dönüşmüş lamelar α matrisinde bir miktar eş eksenli α taneler. (e) β fazından dönüşmüş lamelar α plakalar β tane sınırlarında. (f) β fazından dönüşmüş lamelar α kolonileri β tane sınırlarında.	27
Şekil 2.22 : Ti6Al4V alaşımının kullanım alanlarına ait uygulamalar.	28
Şekil 2.23 : Alüminyum nitrürün kristal kafesi.	29
Şekil 2.24 : Sinterleme aşamalarının şematik gösterimi.....	39
Şekil 2.25 : Sinterleme sırasında gözeneklerde meydana gelen değişimler.	40
Şekil 2.26 : Katı faz sinterlemede boyun oluşumunun şematik görüntüsü.....	41
Şekil 2.27 : Sıvı faz sinterlemesinde mikroyapıda gerçekleşen değişimler.....	42
Şekil 2.28 : Sıcak pres prosesinin şematik gösterimi.	45

Şekil 2.29 : Sıcak izostatik pres sisteminin şematik gösterimi.	46
Şekil 2.30 : SPS sisteminin şematik gösterimi: (1) üst elektrot, (2) su soğutmalı vakum haznesi, (3) toz, (4) üst baskı elemanı, (5) kalıp, (6) alt baskı elemanı, (7) alt elektrot, (8) akım jeneratörü, (9) hidrolik sistem, (10) sinterleme parametreleri kontrol sistemi, (11) sinterleme prosesi kontrol sistemi.	49
Şekil 2.31 : SPS sisteminin şematik gösterimi.	49
Şekil 2.32 : SPS sisteminde kalıp içerisinde darbeli akım ve joule ısıtmanın şematik gösterimi.	50
Şekil 3.1 : Ti6Al4V başlangıç tozuna ait XRD paterni.	56
Şekil 3.2 : AlN başlangıç tozuna ait XRD paterni.	57
Şekil 3.3 : Al ₂ O ₃ başlangıç tozuna ait XRD paterni.	57
Şekil 3.4 : Deneysel sürecin akış şeması.	58
Şekil 3.5 : Numunelere ait boyut ve geometri.	59
Şekil 3.6 : Hazırlanan grafit kalıp.	60
Şekil 3.7 : Dr. Sinter (7.40MK-VII,SPS Syntex Inc.) SPS cihazı.	61
Şekil 3.8 : 50 MPa basınç altında, 5 dakika süre ve 50 °C/dk ısıtma hızı ile 1000 °C’de Ar gazı atmosferinde Spark Plazma Sinterleme yöntemi ile üretilen numune.	61
Şekil 4.1 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız Ti6Al4V ve ağı. %1-2-3 AlN katkılı Ti6Al4V numunelerine ait çekilme eğrileri.	65
Şekil 4.2 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız Ti6Al4V ve ağı. %1-2-3 Al ₂ O ₃ katkılı Ti6Al4V numunelerine ait çekilme eğrileri.	66
Şekil 4.3 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız ve ağı. %1-2-3 AlN katkılı Ti6Al4V numunelerine ait rölatif yoğunluk diyagramı.....	69
Şekil 4.4 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız ve ağı. %1-2-3 Al ₂ O ₃ katkılı Ti6Al4V numunelerine ait rölatif yoğunluk diyagramı.....	70
Şekil 4.5 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen (a) katkısız Ti6Al4V, (b) ağı. %1 AlN+Ti6Al4V, (c) ağı. %2 AlN+Ti6Al4V ve (d) ağı. %3 AlN+Ti6Al4V numunelerinin X-ışınları difraksiyon paterni.	72
Şekil 4.6 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen (a) katkısız Ti6Al4V, (b) ağı. %1 Al ₂ O ₃ +Ti6Al4V, (c) ağı. %2 Al ₂ O ₃ +Ti6Al4V ve (d) ağı. %3 Al ₂ O ₃ +Ti6Al4V numunelerinin X-ışınları difraksiyon paterni.	73
Şekil 4.7 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız ve ağı. %1-2-3 AlN katkılı Ti6Al4V numunelerine ait rölatif yoğunluk-mikrosertlik grafiği.	74
Şekil 4.8 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız ve ağı. %1-2-3 Al ₂ O ₃ katkılı Ti6Al4V numunelerine ait rölatif yoğunluk-mikrosertlik diyagramı.....	76
Şekil 4.9 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız ile ağı. %1-2-3 AlN ve Al ₂ O ₃ katkılı Ti6Al4V numunelerine ait mikrosertlik diyagramı.....	76

Şekil 4.10 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız ve ağ. %1-2-3 AlN ile Al ₂ O ₃ katkılı Ti6Al4V numunelerinin ortalama tane boyut değişim diyagramı.	78
Şekil 4.11 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız Ti6Al4V numunesinin (a) 50x büyütme, (b) 100x büyütme, (c) 200x büyütme ve (d) 500x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri.....	79
Şekil 4.12 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %1 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinin (a) 50x büyütme, (b) 100x büyütme, (c) 200x büyütme ve (d) 500x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri.....	80
Şekil 4.13 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %2 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinin (a) 50x büyütme, (b) 100x büyütme, (c) 200x büyütme ve (d) 500x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri.....	81
Şekil 4.14 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %3 AlN katkılı Ti6Al4V (a) 50x büyütme, (b) 100x büyütme, (c) 200x büyütme ve (d) 500x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri.....	82
Şekil 4.15 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %1 Al ₂ O ₃ katkılı Ti6Al4V numunesinin (a) 50x büyütme, (b) 100x büyütme, (c) 200x büyütme ve (d) 500x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri.	83
Şekil 4.16 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %2 Al ₂ O ₃ katkılı Ti6Al4V numunesinin (a) 50x büyütme, (b) 100x büyütme, (c) 200x büyütme ve (d) 500x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri.	84
Şekil 4.17 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %3 Al ₂ O ₃ katkılı Ti6Al4V numunesinin (a) 50x büyütme, (b) 100x büyütme, (c) 200x büyütme ve (d) 500x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri.	85
Şekil 4.18 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız Ti6Al4V numunesinin (a) 150x büyütme, (b) 500x büyütme, (c) 1000x büyütme ve (d) 7500x büyütmedeki SEM görüntüleri.....	86
Şekil 4.19 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız Ti6Al4V numunesinin 7500x büyütmedeki SEM-EDS elementel analizi.....	87
Şekil 4.20 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %1 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinin (a) 150x büyütme, (b) 500x büyütme, (c) 1000x büyütme ve (d) 7500x büyütmedeki SEM görüntüleri.....	88
Şekil 4.21 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %1 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinin 7500x büyütmedeki SEM-EDS elementel analizi.	89
Şekil 4.22 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %2 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinin (a) 150x büyütme, (b) 500x büyütme, (c) 1000x büyütme ve (d) 7500x büyütmedeki SEM görüntüleri.....	90

Şekil 4.23 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %2 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinin 7500x büyütmedeki SEM-EDS elementel analizi.	91
Şekil 4.24 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %3 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinin (a) 150x büyütme, (b) 500x büyütme, (c) 1000x büyütme ve (d) 7500x büyütmedeki SEM görüntüleri.	92
Şekil 4.25 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %3 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinin 7500x büyütmedeki SEM-EDS elementel analizi.	93
Şekil 4.26 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %1 Al ₂ O ₃ katkılı Ti6Al4V numunesinin (a) 500x ve (b) 1000x büyütmedeki; ağ. %2 Al ₂ O ₃ katkılı Ti6Al4V numunesinin (c) 500x ve (d) 1000x büyütmedeki; ağ. %3 Al ₂ O ₃ katkılı Ti6Al4V numunesinin (e) 500x ve (f) 1000x büyütmedeki SEM görüntüleri.	94
Şekil 4.27 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız Ti6Al4V ile ağ. %1-2-3 AlN katkılı Ti6Al4V numunelerine ait gerilme-birim şekil değişimi diyagramları.	96
Şekil 4.28 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız Ti6Al4V ile ağ. %1-2-3 Al ₂ O ₃ katkılı Ti6Al4V numunelerine ait gerilme-birim şekil değişimi diyagramları.	97
Şekil 4.29 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız ile ağ. %1-2-3 AlN ve Al ₂ O ₃ katkılı Ti6Al4V numunelerinin kompozisyona bağlı değişen basma mukavemeti grafiği.	97
Şekil 4.30 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız Ti6Al4V, ağ. %2 AlN katkılı Ti6Al4V ve ağ. %3 Al ₂ O ₃ katkılı Ti6Al4V numunelerine ait sürtünme katsayısı-mesafe diyagramı.	100
Şekil 4.31 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız Ti6Al4V, ağ. %2 AlN katkılı Ti6Al4V ve ağ. %3 Al ₂ O ₃ katkılı Ti6Al4V numunelerine ait aşınma izi derinliği-mesafe diyagramı.	102
Şekil 4.32 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız, ağ. %2 AlN katkılı Ti6Al4V ve ağ. %3 Al ₂ O ₃ katkılı Ti6Al4V numunelerine ait aşınma hacmi-aşınma oranı diyagramı.	103
Şekil 4.33 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız Ti6Al4V numunesinin (a) 50x ve (b) 200x büyütmedeki; ağ. %2 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinin (c) 50x ve (d) 200x büyütmedeki; ağ. %3 Al ₂ O ₃ katkılı Ti6Al4V numunesinin (e) 50x ve (f) 200x büyütmedeki aşınma yüzeylerine ait SEM görüntüleri. ...	104

AlN VE Al₂O₃ KATKILI Ti6Al4V ALAŞIMININ SPARK PLAZMA SİNERLEME YÖNTEMİ İLE ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

ÖZET

1932 yılında W.J. Kroll tarafından metalik titanyum üretiminin gerçekleşmesinin ardından, sahip olduğu benzersiz özellikleri nedeniyle günümüzde çeşitli endüstrilerde titanyum ve titanyum alaşımları kullanılır hale gelmiştir. Titanyumun iki farklı kristal yapıya sahip oluşu ve bunlarla birlikte gerçekleşen faz dönüşümleri, titanyum alaşımlarının sahip olduğu çok çeşitli özelliklerin temelidir. Titanyum ve titanyum alaşımları, düşük yoğunluk, yüksek mukavemet, düşük elastisite modülü, yüksek kırılma tokluğu, mükemmel korozyon direnci, biyouyumluluk gibi üstün mekanik ve kimyasal özellikleri sayesinde endüstriyel uygulamalarda sıklıkla kullanılmaktadır.

Günümüzde en yaygın kullanılan Ti alaşımı çift fazlı, $\alpha+\beta$, Ti6Al4V alaşımıdır. Ti6Al4V alaşımı, hava araçlarında yüksek dayanım isteyen türbin motor parçalarının üretiminde ve yapısal uygulamalarda, medikal endüstrisinde protez ile dental implantların üretiminde, otomotiv sektöründe özellikle üst segment araçların motor ve egzoz parçaları gibi çeşitli uygulamalarda kullanılmaktadır. Ancak yüksek sıcaklıklarda aşınma dayanımında meydana gelen azalma, kolay oksitlenme eğilimi ve sürünme problemi göstermesi bazı uygulamalarda kullanımını kısıtlamaktadır. Bu dezavantajlarının giderilerek Ti6Al4V alaşımının mekanik özelliklerinin geliştirilmesi için çeşitli çalışmalar yapılmaktadır.

Alüminyum nitrür (AlN), nitrür seramikler arasında yüksek sıcaklık dayanımı göstermekle birlikte yüksek termal iletkenlik, düşük termal genleşme, düşük elektriksel direnç, yüksek sertlik, korozyon ve aşınma direnci gibi önemli özelliklere sahiptir. Alümina (Al₂O₃), yüksek aşınma dayanımıyla birlikte yüksek sıcaklıkta sahip olduğu yüksek sertlik, elektriksel iletkenlik ve termal stabilite gibi eşsiz özelliklerin kombinasyonuna sahiptir. AlN ve Al₂O₃ ileri teknolojik mühendislik uygulamaları için bakır, alüminyum, magnezyum ve titanyum gibi metal matrislerin özelliklerini geliştirmek için takviye malzemesi olarak tercih edilmektedir.

Spark Plazma Sinterleme (SPS) prosesi, verimli toz yoğunlaştırma ve nano yapıların konsolidasyonu için geliştirilmiş toz metalurjisi teknolojisidir. SPS yöntemi, seramik veya metalik tozun grafit kalıp içerisinde, tek eksenli basınç altında eş zamanlı ısıtma için elektrik akımından yararlanılarak Joule ısıtma etkisi ile sinterlenmesini içermektedir. Uygulanan akım, çok yüksek ısıtma oranlarına ulaşılmasını sağlayarak sinterleme süresini azaltmakta ve tane büyümesini en aza indirmektedir. Joule ısıtma etkisi, geleneksel yöntemlerle sinterlenmesi zor olduğu düşünülen malzemelerin üretiminde etkin rol oynamaktadır. Uygulanan basınç, tozun yoğunlaştırılmasına ve konsolidasyonuna yardımcı olarak yüksek yoğunluklu nano yapıli malzeme elde edilmesini sağlamaktadır. Yapılan çalışmalar ile SPS prosesinin enerji tasarrufu sağlayarak işlem verimliliğini artırdığı ve düşük maliyet sağlayarak titanyum alaşımlarının üretimine olanak tanıdığı görülmüştür.

Yapılan tez çalışması kapsamında havacılık uygulamalarında sıklıkla tercih edilen Ti6Al4V alaşımının AlN ve Al₂O₃ seramik tozlarının katkılarıyla fiziksel ve mekanik özelliklerinin geliştirilmesi amaçlanmıştır. Bu çalışmada ortalama tane boyutu yaklaşık 25 µm olan ön alaşımlı Ti6Al4V tozu katkısız ve ağırlıkça %1, %2 ve %3 gibi farklı oranlarda AlN ve Al₂O₃ seramik tozları ile katkılandırılarak Spark Plazma Sinterleme yöntemiyle üretilmiştir. Katkısız Ti6Al4V alaşımının üretimi 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızıyla 5 dk sürede argon atmosferinde gerçekleştirilmiştir. AlN ve Al₂O₃ katkısı ile gerçekleştirilen deneylerde, ilk grupta ağı. % AlN takviyesi ile Ti6Al4V+%1 AlN, Ti6Al4V+%2 AlN, Ti6Al4V+%3 AlN; ve ikinci grupta ağı. % Al₂O₃ takviyesi ile Ti6Al4V+%1 Al₂O₃, Ti6Al4V+%2 Al₂O₃, Ti6Al4V+%3 Al₂O₃ olarak hazırlanan tozlar, homojenizasyonu sağlamak amacıyla 2 saat boyunca Turbula cihazında WC bilyalar yardımıyla karıştırılmış, sonrasında belirtilen parametrelerde sinterlenmiştir.

SPS prosesi ile üretilen numunelerin çekilme davranışları incelendiğinde sırasıyla katkısız Ti6Al4V numunesinde çekilme başlangıç bitiş sıcaklık aralığı 576-826 °C’dir. Ağırlıkça %1 AlN katkısı ile bu sıcaklık değerleri 585-864 °C, ağı. %2 AlN katkısı ile 603-874 °C ve ağı. %3 AlN katkısı ile 593-826 °C arasında gözlemlenmiştir. Ağı. %1 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunesine ait çekilmenin başladığı ve tamamlandığı sıcaklık aralığı 591-872 °C iken; ağı. %2 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunesinde 603-855 °C ve ağı. %3 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunesinde 573-845 °C’dir.

Rölatif yoğunluk sonuçlarına bakıldığında katkısız Ti6Al4V numunesinin yoğunluğu %98,78 iken; bu değer ağı. %1 AlN ilavesi ile %99,17 olduğu ve ağı. %1 Al₂O₃ katkısı ile maksimum değer olan %99,44 olduğu gözlemlenmiştir.

SPS ile sinterlenerek üretilmiş numunelerde ikincil fazların oluşumu XRD analizi yapılarak incelenmiştir. Katkısız Ti6Al4V numunesinin XRD faz analizi sonuçlarında α-Ti ve β-Ti karakteristik piklerinin elde edilmesi, bu iki fazın yapıda birlikte bulunduğunu göstermektedir. Ti6Al4V alaşımına yapılan AlN katkısıyla TiN ile VN fazlarının oluştuğu ve Al₂O₃ katkısı ile yapıda Ti₃Al fazının oluştuğu görülmüştür.

Vickers mikrosertlik ölçüm sonuçlarına bakıldığında katkısız numunenin sertlik değeri 344,5 HV iken AlN katkısıyla birlikte sertlik değerinde artış meydana gelmiş ağı. %3 AlN katkısında en yüksek mikrosertlik değeri olan 524,1 HV değeri elde edilmiştir. Al₂O₃ takviyesinde ise katkı miktarı arttıkça sertlik değeri artmış ve ağı. %3 Al₂O₃ katkılı numunede 509,1 HV değerine ulaşılmıştır.

Numunelerin mikroyapı özelliklerinin belirlenmesinde optik mikroskop ve SEM görüntülerinden yararlanılmıştır. Elde edilen görüntülerde katkısız Ti6Al4V numunesinin lamelar Widmanstätten yapıda olduğu görülmüştür. AlN katkısı ile birlikte bu α+β lamelar karakteristik yapı bozularak; bimodal yapı oluşmaya başlamıştır. Katkı oranının artmasıyla bimodal yapının oluşumu desteklenmiştir. Takviye fazı olan AlN içerisindeki nitrürün, α fazının kararlılığını artırdığı görülmüştür. Alümina katkılı numunelerin mikroyapı analizinde Widmanstätten yapının daha kaba lamelar α yapıya dönüştüğü; alüminyum ve oksijenin α-stabilizatörü olduğu için Al₂O₃ oranı arttıkça kaba α-lamellerinin hacimsel olarak arttığı gözlemlenmiştir. Numunelere ait SEM-EDS analizleri sonuçlarında α-Ti ve β-Ti fazlarının varlığı doğrulanmıştır.

Numunelere ait optik mikroskop görüntüleri incelenerek yapılan tane boyut analizinde katkısız numunenin ortalama tane boyutunun 105,16 µm olarak en kaba tane yapısına sahip olduğu; AlN katkısı ile birlikte tane boyutunda ciddi bir azalma meydana geldiği görülmüştür. Benzer bir ilişki Al₂O₃ katkısı içinde geçerlidir. Yapıda ağı. % Al₂O₃ katkı

miktarı arttıkça tane boyutu azalmıştır. AlN katkısı ile birlikte ortalama tane boyutunun katkı miktarına göre 11,59-28,99 μm arasında değiştiği, Al₂O₃ katkısı ile birlikte bu değer 57,35-74,34 μm arasında değiştiği gözlemlenmiştir.

Gerçekleştirilen basma testleri sonucunda katkısız Ti6Al4V numunesine ait basma dayanımı 1719 MPa'dır. Katkılarla birlikte basma dayanım değerlerinde artış meydana gelmiştir. Ağ. %3 AlN katkılı numunenin basma dayanımı 2047 MPa ve ağ. %2 Al₂O₃ katkılı numunenin basma dayanımı 1915 MPa'dır. Takviye fazların basma mukavemetine katkı sağladığı görülmüştür.

Aşınma testleri sonrasında optik profilometre ile numunelere ait hesaplanan aşınma alanları incelendiğinde takviye fazların aşınma dayanımına da katkısı olduğu gözlemlenmiştir. Katkısız Ti6Al4V numunesinin aşınma alanı 15132 μm^2 ; AlN ilaveli numuneler içinde ağ. %2 AlN katkılı numunenin aşınma alanı 13543 μm^2 ve Al₂O₃ katkılı numuneler içinde ağ. %3 Al₂O₃ içeren numunede aşınma alanı 13127 μm^2 'dir.

Ağırlıkça %1, %2 ve %3 gibi farklı oranlarda AlN ve Al₂O₃ seramik tozları ile katkılanmış Ti6Al4V alaşımının Spark Plazma Sinterleme yöntemi ile başarılı bir şekilde üretimleri gerçekleştirilmiştir. Yapılan deneyler sonucunda değişen katkı ve katkı miktarları ile birlikte değişen mikroyapının ve oluşan fazların numunelerin yoğunluk, mikrosertlik, basma ve aşınma dayanımı gibi fiziksel ve mekanik özelliklerine katkı sağladığı ortaya konmuştur.



PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF AlN AND Al₂O₃ REINFORCED Ti6Al4V ALLOY VIA SPARK PLASMA SINTERING METHOD

SUMMARY

After the production of metallic titanium by W.J Kroll in 1932, titanium and titanium alloys have been useable in various industries today owing to its unique properties. The formation of two different crystal structures and the phase transformations taking place are essential because they are the basis of the various properties of titanium alloys. Titanium and titanium alloys are widely used in many industrial applications due to the supreme mechanical and chemical characteristics such as high strength, low density, low elastic modulus, high toughness, spectacular corrosion resistance and, biocompatibility.

Today's most widely used Ti alloy is the dual-phase $\alpha+\beta$ Ti6Al4V alloy. The alloy Ti6Al4V is used to produce turbine engine parts that require high strength in aircraft and structural applications, in the medical industry in prostheses and dental implants, in the automotive industry, especially in various applications such as engine and exhaust parts of upper segment vehicles. However, at high temperatures, a decrease in wear resistance, tends to oxidize quickly and creep problem are observed. These disadvantages have limited the usage of the alloy Ti6Al4V in industrial applications. Various studies are carried out to overcome disadvantages of the Ti6Al4V alloy and improve its properties.

Aluminum nitride (AlN) shows high-temperature resistance among nitride ceramics. It has essential properties such as high thermal conductivity, low thermal expansion, low electrical resistance, high hardness, corrosion, and wear resistance. Alumina (Al₂O₃) has a combination of unique properties such as high hardness, electrical conductivity, and thermal stability, together with its high wear resistance. AlN and Al₂O₃ are used as a reinforcement material to improve the properties of various metal matrices such as copper, aluminum, magnesium, and titanium for advanced engineering applications.

Spark Plasma Sintering (SPS) process is a powder metallurgy technology developed for efficient powder densification and nanostructure consolidation. In the SPS method, a direct or pulsed electric current is passed through a die assembly comprising a powder Joule heating, combining the effects of mechanical loading in the axial direction at high temperature. The applied current enables very high heating rates to be achieved, reducing the sintering time and minimizing grain growth. Joule heating effect plays an active role in the production of materials that are thought to be difficult to sinter with conventional methods. The compaction pressure helps the densification and consolidation of the powder, resulting in high-density nano-structured material. With the help of the studies, it has been proved that the SPS process increases the efficiency of the process by saving energy and allowing the production of titanium alloys at a low cost.

This study aims to develop physical and mechanical properties of Ti6Al4V alloy, which is frequently preferred in aviation applications, with ceramic powder additives such as AlN and Al₂O₃. In this study, pre-alloyed Ti6Al4V powder with an average particle size of approximately 25 μm was produced by the Spark Plasma Sintering method with adding them with AlN and Al₂O₃ ceramic powders in a different amount such as 1%, 2%, and 3% by weight. The Ti6Al4V alloy was produced under argon atmosphere sintered at 1000 °C, under a pressure of 50 MPa with a heating rate of 50 °C/min for 5 minutes via the SPS method. Ti6Al4V + 1% AlN, Ti6Al4V + 2% AlN, Ti6Al4V + 3% AlN in the first group with AlN addition; and with the addition of Al₂O₃, the powders prepared as Ti6Al4V + 1% Al₂O₃, Ti6Al4V + 2% Al₂O₃, Ti6Al4V + 3% Al₂O₃ in the second group were mixed for 2 hours with the help of WC balls in the Turbula device and sintered at the determined parameters.

When the displacement behavior of the samples produced by the SPS process was examined, the starting and ending temperatures range of displacement in the pure Ti6Al4V sample is 576-826 °C. These temperature values were observed between 585-864 °C with 1% AlN reinforced sample, 603-874 °C with 2% AlN reinforced sample, and 593-826 °C with 3% AlN reinforced sample. The temperature range at which the displacement started and completed for the Ti6Al4V sample with 1% Al₂O₃ was 591-872 °C; it is 603-855 °C in the 2% Al₂O₃ added sample and 573-845 °C in the 3% Al₂O₃ added sample.

Considering the relative density results, the density of the Ti6Al4V sample is 98.78%, and with the addition of AlN and Al₂O₃, this value is improved. With 1% AlN addition by weight relative density value is 99.17%. It was observed that it was 99.44%, which is the maximum value with a 1% Al₂O₃ reinforced sample.

The formation of secondary phases in samples produced by sintering with SPS was investigated by XRD analysis. Obtaining α-Ti and β-Ti characteristic peaks in the XRD phase analysis results of the Ti6Al4V sample shows that these two phases coexist in the structure. It was seen in XRD analysis results that TiN and VN phases were formed with AlN additive made to Ti6Al4V alloy and Ti₃Al phase was formed with Al₂O₃ additive by wt.

At the Vickers microhardness measurement results, the hardness of the sample without additive was 344.5 HV, while the hardness value increased with the AlN additive. The highest microhardness value of 524.1 HV was obtained with a 3% AlN additive by wt. In Al₂O₃ reinforcement by wt., as the amount of additive increased, the hardness value increased. The microhardness value of 509.1 HV was reached in the sample with a 3% Al₂O₃ reinforced sample.

An optical and scanning electron microscope was used to analyze the microstructural characterization of the samples. In the microstructure investigations at optical microscope images, it was seen that the Ti6Al4V sample was formed in the lamellar Widmanstätten structure. With the addition of AlN, these α+β lamellar characteristic structures are broken; bimodal (duplex) structure has begun to form. The formation of the bimodal structure was supported by the increase in the rate of contribution. It is thought that nitride in AlN, which is the reinforcement phase, increases the stability of the α phase. In the microstructure analysis of alumina added samples, it was found that the Widmanstätten structure turned into a coarser lamellar α structure; it was observed that the coarsening continued as the Al₂O₃ ratio increased in the structure. The presence of α-Ti and β-Ti phases was confirmed in the results of SEM-EDS analysis of the samples.

In the particle size analysis performed by examining the optical microscope images of the samples, it was found that the average particle size of the sample without additives was 105.16 μm which has a coarser grain structure. However, it was observed that there was a severe decrease in grain size with the AlN additive. A similar relationship is valid for the contribution of Al_2O_3 . As the amount of Al_2O_3 additives in the structure increased, the grain size decreased. It has been observed that with the AlN additive, the average particle size varies between 11.59-28.99 μm depending on the amount of additive, and this value changes between 57.35-74.34 μm with the Al_2O_3 contribution.

As a result of the compression test, it was understood that the reinforcing phases contributed to the compressive strength, and the results obtained had higher values compared to the sample. While the compressive strength of the Ti6Al4V sample was 1719 MPa, this value reached 2047 MPa with the addition of 3% AlN by weight. It was 1915 MPa with a 2% Al_2O_3 additive.

When the wear areas for the samples were examined with an optical profilometer after the wear test, it was observed that the reinforcement phases also contributed to the wear resistance. With the additives, there was a decrease in the wear area. The wear area of the Ti6Al4V sample is 15132 μm^2 . The wear area of the 2% AlN added sample was 13543 μm^2 which is the highest wear resistance among AlN added samples. The wear area of the sample containing 3% Al_2O_3 is 13127 μm^2 .

The Ti6Al4V alloy reinforced with AlN and Al_2O_3 ceramic powders at different rates such as 1%, 2%, and 3% by weight was successfully produced by the Spark Plasma Sintering method. As a result of the experiments, AlN and Al_2O_3 addition on Ti6Al4V alloy formed new phases and changed the microstructure. It has been revealed that the additives contribute to the physical and mechanical properties of the samples, such as density, microhardness, compression strength and wear resistance.

1. GİRİŞ

Yer kabuğunda en çok bulunan metallere biri olan titanyum, sahip olduğu düşük yoğunluk, yüksek mukavemet, farklı ortamlara karşı gösterdiği yüksek korozyon direncinden dolayı çeşitli endüstriyel uygulamalarda tercih edilmektedir. Titanyum alaşımlarının sertlik, çekme mukavemeti, aşınma ve sürünme dayanımı gibi mekanik özellikleri, fiziksel metalurjik esaslar doğrultusunda alaşımlama ve prosesleme ile geliştirilmektedir.

Titanyum ve alaşımlarının sahip olduğu yoğunluk değeri, çelik ve bazı Ni-bazlı süper alaşımların sadece yarısı olmasına rağmen gösterdiği yüksek spesifik mukavemet ve mükemmel korozyon direnci; havacılık ve kimya endüstrilerinde yaygın olarak tercih edilmesini sağlamaktadır. Medikal alanda kullanılan diğer metal ve alaşımlarına göre titanyum ve alaşımları biyouyumluluk, düşük elastisite modülü, yüksek korozyon direnci ve yorulma dayanımına sahip olduğu için daha geniş bir kullanım yelpazesi sunmaktadır. Bunun dışında mimari uygulamalar, enerji üretim sektörü, denizcilik uygulamaları, spor ekipmanları, takı ve mücevher tasarımı gibi çeşitli alanlarda da titanyum ve alaşımları kullanılmaktadır.

Günümüzde, özellikle havacılık endüstrisinde en çok tercih edilen Ti alaşımı, 1954 yılında Amerika Birleşik Devletleri'nde geliştirilen çift fazlı ($\alpha+\beta$) Ti6Al4V alaşımıdır. Titanyuma α fazını kararlı kılmak için ağırlıkça %6 Al ve β fazını kararlı kılmak için ağırlıkça %4 V ilavesinin gerçekleşmesiyle Ti6Al4V alaşımı elde edilmiştir. Çeşitli endüstrilerde yaygın olarak kullanılmakta ve dünyadaki titanyum üretiminin %50'den fazlasını Ti6Al4V alaşımı oluşturmaktadır. Benzersiz özellikleri nedeniyle Ti6Al4V alaşımının %80'den fazlası havacılık ve uzay sanayinde kullanılmaktadır; bunun dışında en yaygın kullanım alanı biyouyumlu bir malzeme olduğu için medikal sektördür. Ancak yüksek sıcaklıkta aşınma direncinin azalması, kolayca oksitlenme eğilimi ve sürünme problemi göstermesi Ti6Al4V alaşımının kullanımını kısıtlamaktadır. Ti6Al4V alaşımının kullanım alanlarını kısıtlayan bu dezavantajlar takviye fazlarıyla geliştirilebilmektedir.

Literatür çalışmalarında, Ti6Al4V alaşımının TiN, BN, AlN, TiC, TiB₂, Y₂O₃, ZrO₂ ve Al₂O₃ gibi çeşitli ileri teknolojik seramik tozlarıyla takviyelendirilerek farklı üretim prosesleri ile üretildiği incelenmiştir. Yapılan takviyelerin Ti6Al4V alaşımının sinterlenebilirliğini geliştirdiği; sertlik, çekme mukavemeti ve aşınma dayanımı gibi özelliklerine katkı sağladığı görülmüştür.

Spark plazma sinterleme (SPS), aynı anda tek eksenli basınç ve elektrik akımının uygulanmasıyla Joule ısıtmanın etkin olduğu bir sinterleme prosesidir. SPS prosesi, geleneksel sinterleme yöntemleriyle sinterlenmesi zor olan malzemelerin eldesinde yüksek ısıtma hızlarına çıkılarak üretimlerine olanak tanımaktadır. Bu sayede yoğunlaşma hızlı ve verimli bir şekilde gerçekleşirken enerji tasarrufu da sağlanmaktadır.

Bu çalışmada, AlN ve Al₂O₃ seramik tozlarının katkılarıyla Ti6Al4V alaşımının fiziksel ve mekanik özelliklerinin geliştirilmesi amaçlanmaktadır. Bu sebeple katkısız Ti6Al4V ve ağırlıkça %1-2-3 oranlarında AlN ve Al₂O₃ içeren katkılı Ti6Al4V numunelerinin uygun sıcaklık ve basınç değerlerinde spark plazma sinterleme yöntemi ile üretimleri gerçekleştirilmiştir. Hazırlanan numunelerin yoğunluk ölçümleri, XRD faz analizleri, ortalama tane boyut analizleri yapılmış; optik ve taramalı elektron mikroskobu kullanılarak mikroyapı özellikleri incelenmiştir. Numunelerin mekanik özelliklerini incelemek için mikrosertlik ölçümleri yapılmış, basma ve aşınma testleri uygulanmıştır.

2. TEORİK İNCELEME

2.1 Titanyum

Titanyum 1791’de siyah manyetik kum ilmenitinde İngiliz kimyager William Gregor tarafından keşfedilmiş olup Yunan mitolojisinde güç ve dayanımın sembolü olan Titanlara atfen isimlendirilmiştir. Yer kabuğunda alüminyum, demir ve magnezyumdan sonra dördüncü en bol bulunan yapısal metal olan titanyumun, en önemli mineral kaynakları ilmenit (FeTiO_3) ve rutildir (TiO_2) [1, 2].

Titanyumun oksijen ve azot ile reaksiyona girme eğiliminin çok yüksek olması, yüksek saflıkta titanyum üretimini zorlaştırmıştır. Ticari anlamda metalik titanyum üretimi 1932 yılında W.J. Kroll tarafından gerçekleştirilmiştir. Bu proseste inert bir gaz atmosferinde başlangıç maddesi olarak titanyum cevherinden karbo-klorinasyon yöntemi ile elde edilen TiCl_4 ’ün magnezyum ile indirgenmesi sonucunda metalik titanyum süngerinin eldesi sağlanmıştır. Kroll Prosesi olarak adlandırılan bu proses, metalik titanyum üretiminde günümüzde de kullanılan ana üretim yöntemidir [2].

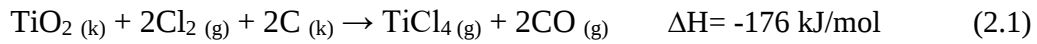
18. yüzyılın sonlarına doğru bulunan titanyumun, metal olarak kullanımı 20. yüzyılın ortalarında gerçekleştirilmiştir [2]. Titanyumun sahip olduğu benzersiz özelliklere olan ilgi 2. Dünya Savaşı’ndan sonra artmıştır. İlk olarak 1951’de ABD’de TIMET firmasında ve sonrasında 1958’de RMI firmasında titanyum sünger üretimi için büyük kapasiteli tesisler geliştirilmiştir. Avrupa’da ise büyük ölçekli üretim 1951 yılında İngiltere’de ana titanyum üreticisi olan Imperial Chemical Industries Metals Division’da başlatılmıştır. İngilteredeki gelişmelerin ardından Fransa’da da birkaç yıl boyunca titanyum sünger üretilmiş ancak 1963’te sonlandırılmıştır. 1952 yılında Japonya’da Osaka Titanyum ve Toho Titanyum şirketlerinde büyük ölçekli Ti sünger üretimine başlanmıştır. Sovyetler Birliği’nde 1954 yılında Ti üretimine başlanmış ve kapasitelerini önemli ölçüde artırarak 1979’da Ti sünger üretiminde dünya lideri olmuşlardır [3].

Titanyum sahip olduğu düşük yoğunluk, yüksek mukavemet, farklı ortamlarda gösterdiği iyi korozyon ve erozyon direnci, yüksek oksidasyon direnci gibi özellikleri sayesinde fiziksel, kimyasal ve mekanik özelliklerin istenen kombinasyonuna sahiptir.

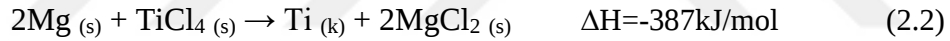
Titanyum kullanımı, önceleri havacılık ve savunma endüstrilerinde geniş yer bulsada, daha sonra bu benzersiz özellikleri nedeniyle biyomedikal, otomotiv, kimya, sportif ekipmanlar ve endüstriyel uygulamalarda da kullanılmıştır [1, 2].

2.1.1 Titanyum üretim yöntemleri

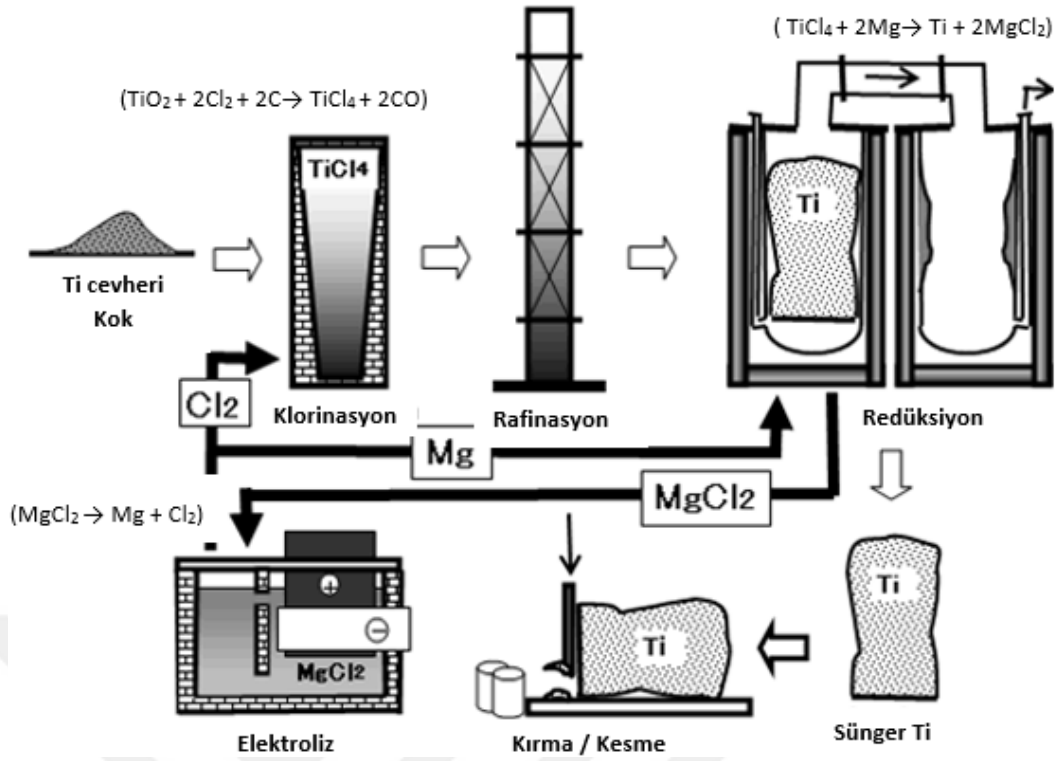
Titanyum metalinin ticari üretimi, Kroll Prosesi ile gerçekleştirilmektedir. Prosesin ilk aşaması kok veya diğer karbon formlarıyla 100-200 µm boyutunda rutil cevherinin (TiO₂) klorlanması içermektedir. Akışkan yatak altından klor gazının verilmesiyle 1000 °C’de gerçekleşen ekzotermik kimyasal reaksiyon, denklem 2.1’de verilmiştir:



Elde edilen TiCl₄ gazının soğutulmasıyla rafinasyon gerçekleştirilerek, soğumayla gaz formundaki empüriteler yoğunlaşarak yapıdan uzaklaştırılmaktadır. Rafinasyonun ardından, çelikten üretilmiş bir tanka yukarıdan sıvı haldeki TiCl₄ ve bunu indirgeyecek olan sıvı Mg verilmektedir. Redüksiyon işlemi koruyucu gaz (Ar) atmosferinde 800-850 °C arasında bir değerde gerçekleştirilmektedir. Çelik tank içerisinde gerçekleşen reaksiyon ile ilgili denklem 2.2’de verilmiştir:



Redüksiyon sonucu elde edilen sünger titanyum, vakum ortamında damıtılmasının ardından inert bir gazla süpürülmekte veya kalan tuz içeriğini azaltmak için asitle süzdürülmektedir. Sünger Ti haricinde oluşan MgCl₂ (s) ise elektrolize geri gönderilmektedir. Elektroliz sonucunda ise oluşan Mg (s) TiCl₄’ü redüklemekte kullanılmak üzere çelik tanka gönderilmekteyken; Cl₂ gazı kokla birlikte kullanılmak üzere akışkan yatağa geri gönderilmektedir [1, 4, 5]. Şekil 2.1’de kapalı döngü Kroll prosesinin şematik görüntüsü verilmiştir.



Şekil 2.1 : Kroll prosesinin şematik görüntüsü [6].

Elektrolitik, ergimiş tuz ve plazma işlemleri de dahil olmak üzere Ti sünger üretimi için bir dizi alternatif işlem bulunsa da hiçbir ticari üretim durumuna ulaşamamıştır [4].

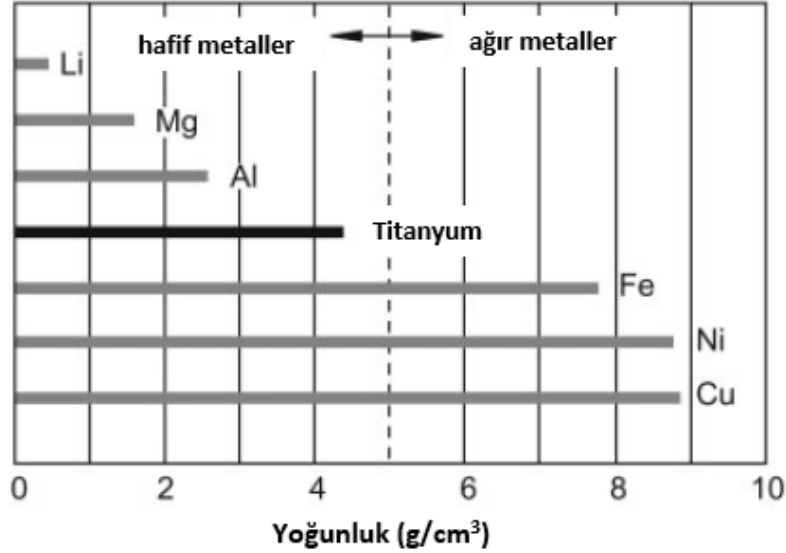
Kroll prosesinden daha önce keşfedilen Hunter prosesi 1960-1995 yılları arasında aktif olarak kullanılmıştır. Bu yöntemle önemli miktarda titanyum sünger üretilmiş olsa da bugün büyük çapta titanyum üretimi yapılmamaktadır. Kroll prosesine çok benzeyen Hunter prosesinde $TiCl_4$, ergimiş Na kullanılarak indirgenmekte ve bu şekilde sünger Ti üretilmektedir. Prosesin günümüzde kullanılamamasının sebebi ise redükleyici olarak kullanılan magnezyumun, sodyuma göre çok daha ekonomik olmasıdır [4, 5].

Bir diğer titanyum üretim yöntemi olan Cambridge prosesi, katı metal bileşiklerin, özellikle oksitlerin, ergimiş tuz çözeltisinde katodik olarak indirgendiği bir elektrokimyasal işlemdir. Bu yöntem Kroll yönteminden daha efektifir. İşlem tipik olarak 900-1100 °C sıcaklık aralığında ergimiş $CaCl_2$ banyosunda gerçekleşen reaksiyonlardan oluşur. Anot olarak grafit ve katot olarak titanyum oksit kullanılır. Bu elektrolitik prosesin maliyeti Kroll ve Hunter proseslerine göre çok daha yüksek olduğu için ticari üretim için tercih edilmemektedir [4].

2.1.2 Titanyum metalurjisi

Yer kabuğunda en çok bulunan metaller sıralamasında 4. sırada yer alan titanyum, en çok rezervi olan metaller sıralamasında ise 9. sırada yer almaktadır. Dünyanın önemli Ti yataklarına sahip ülkeleri; Çin, Avusturalya, Kanada, Hindistan, Güney Afrika, Norveç, Rusya, Vietnam, Mozambik ve Sri Lanka'dır. Dünya'da pek çok ülkede zengin titanyum yatakları olsa da; titanyumun sahip olduğu yüksek oksijen afinitesi rafinasyonu zorlaştırmakta, üretim maliyetlerini artırmaktadır. Bu durum, titanyum fiyatlarının diğer metallere göre daha yüksek olmasına neden olmaktadır. [1, 2, 6, 7]

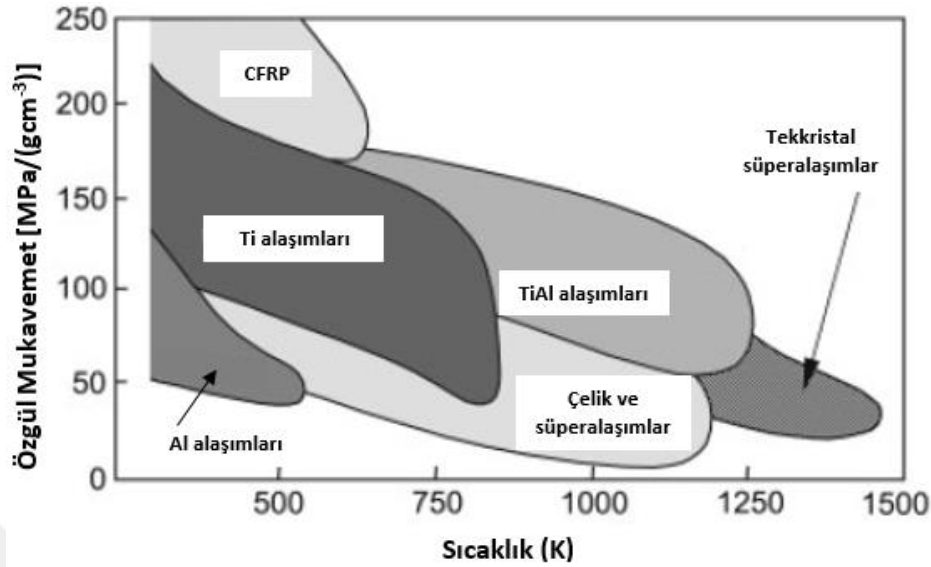
Demirdışı grubunda hafif metal olarak sınıflandırılan titanyum $4,51 \text{ g/cm}^3$ yoğunluğa sahiptir. 20. yüzyılın ortalarından günümüze kadar endüstriyel uygulamalarda kullanılan titanyumun yoğunluğu çeliğin ($7,86 \text{ g/cm}^3$) yaklaşık olarak yarısı, mukavemet değeri ise östenitik veya ferritik paslanmaz çelikten daha yüksektir. Alüminyum ($2,71 \text{ g/cm}^3$) ile kıyaslandığında ise hem yoğunluğu hem de mukavemet değeri iki katı kadardır. Titanyumun elastisite modülü, çelik ve Al arasında bir değerdedir. Şekil 2.2'de titanyumun yoğunluk değeri diğer metallerle karşılaştırmalı olarak verilmiştir [4, 8].



Şekil 2.2 : Titanyumun yoğunluğunun diğer metallerle karşılaştırılması [7].

Titanyumun sahip olduğu özellikleri sayesinde ilk olarak havacılık ve uzay sanayinde kullanılmasının sebebi, malzemenin kritik bölgelerinde mukavemetten ödün verilmeden ağırlığının azaltılabilinmesidir. Bu da titanyumu endüstriyel uygulamalarda en çok kullanılan çelik ve Al gibi metallere karşı bir alternatif olarak

sunmaktadır. Şekil 2.3'te ve Çizelge 2.1'de titanyum alaşımlarının özgül mukavemet değerleri ile bazı özelliklerinin diğer metallerle karşılaştırılması verilmiştir [7].



Şekil 2.3 : Ti alaşımlarının özgül mukavemetinin diğer malzeme gruplarıyla karşılaştırılması [7].

Çizelge 2.1 : Titanyumun özelliklerinin Al, Fe ve Ni ile karşılaştırılması [3].

Özellik	Ti	Al	Fe	Ni
Yoğunluk (g/cm ³)	4,5	2,7	7,9	8,9
Ergime noktası (°C)	1668	660	1538	1455
Termal iletkenlik (W/mK)	15-22	221-247	68-80	72-92
Elastik modül (GPa)	115	72	215	200
Oksijen afinitesi	Yüksek	Yüksek	Düşük	Düşük
Korozyon direnci	Yüksek	Yüksek	Düşük	Orta
Fiyat	Yüksek	Orta	Düşük	Yüksek

2.1.2.1 Kristalografik yapı

Titanyum, periyodik cetvelde 4B grubundadır ve son yörüngesinde yer alan 3d orbitali tam dolu olmadığı için geçiş metalleri arasındadır. Geçiş metalleri yüksek mukavemet, düşük termal genleşme katsayısı, yüksek ergime noktası ve birden fazla kristalin forma sahip olma gibi önemli karakteristiklere sahiptir. Geçiş metallerinden biri olan titanyum farklı sıcaklık aralıklarında stabil kristalin formlara sahip, allotropik bir elementtir. Dönüşüm sıcaklığı 882 ± 2 °C olan titanyumun iki farklı allotropu olmakla beraber, oda sıcaklığında sıkı paket hegzagonal (SPH) yapıdaki alfa (α) fazı kararlıyken; 882 ± 2 °C'den ergime sıcaklığı olan 1668 °C'ye kadar ise hacim merkez kübik (HMK) yapıdaki beta (β) fazı kararlıdır. Çizelge 2.2'de titanyuma ait fiziksel özellikler verilmiştir [1, 2, 6, 7].

Çizelge 2.2 : Titanyuma ait fiziksel özellikler [1].

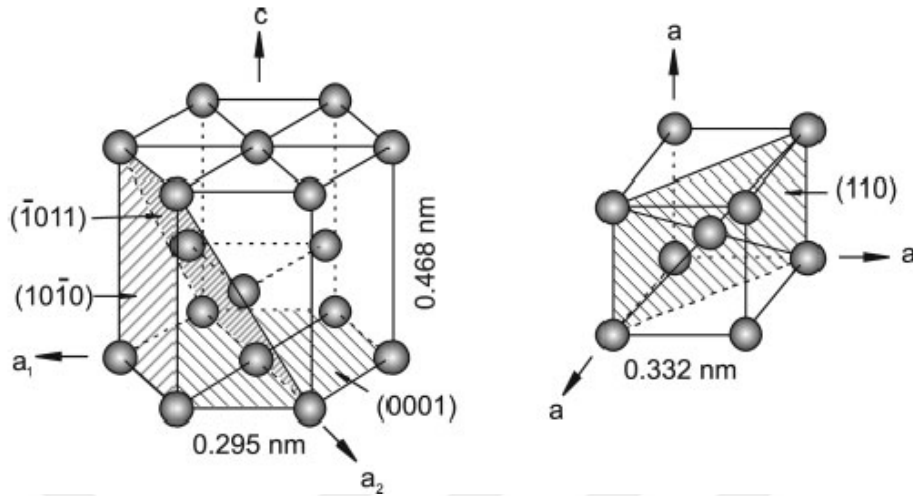
Özellik	Değer
Atom numarası	22
Atom ağırlığı	47,9
Yoğunluk (g/cm ³)	4,51
Ergime noktası (°C)	1668
Kristal yapı	
α - SPH	c = 0,468nm a = 0,295 nm c/a = 1,587
β - HMK	c/a = 1,633 nm
α/β Dönüşüm sıcaklığı (°C)	882 ± 2
Elastisite modülü (GPa)	115
Termal iletkenlik (W/mK)	14.99
Termal genleşme katsayısı (x10 ⁻⁶ /K)	8.36
Elektriksel iletkenlik (Ohm.m)	564.9 x10 ⁻⁹

Allotropik dönüşümün gerçekleştiği bu sıcaklık değeri yapıya katılan alaşımlama elementlerine ve bunların miktarlarına bağlı olarak değişebilmektedir. İki farklı kristal yapının oluşumu ve bunlarla birlikte gerçekleşen faz dönüşümleri, titanyum alaşımlarının sahip olduğu çok çeşitli özelliklerin temeli olduğu için önemlidir [2].

Sıkı paket hegzagonal kristal yapının kafes parametreleri a=0.295 nm ve c=0.468 nm olmak üzere; c/a oranı 1.587 şeklindedir ve SPH kafes için ideal c/a oranı 1.633'tür. SPH kafesinde C, N ve O gibi arayer atomlarının çözünmesi veya atomik yarıçapı titanyumdan daha küçük olan Al gibi yeralan atomları bulunması α titanyumun c/a oranında artışa sebep olmaktadır. 900 °C'de hacim merkez kübik yapıdaki β titanyumun kafes parametresi a= 0,331 nm'dir [2, 7].

HMK β fazının yoğunluğu, SPH α fazınınkinden biraz daha yüksektir. Plastik deformasyon ve difüzyon özellikleri kristal yapıyla yakından ilişkilidir. HMK kafeste bulunan kayma düzlemlerinin sayısı SPH kafeskinden fazla olduğu için α titanyumun deforme olması oldukça zordur. Ayrıca SPH yapısı mekanik özellikler açısından anizotrop bir davranış sergilemektedir; özellikle elastik anizotropi belirgindir. Elastik özellikleri c eksenine olan açıya göre farklılık göstermektedir. c eksenine dik bir yük uygulandığında elastisite modülü daha düşükken (100 GPa), yük paralel uygulandığında daha yüksektir (145 GPa). HMK yapıda ise β fazını kararlı kılan alaşım elementleri kristal yapının bağlarını zayıflattığı için bu yapının elastisite modülü SPH yapıya göre daha düşüktür. β fazındaki alaşımların elastisite modülü uygulanan ısıtma işleme göre 70 ile 100 GPa arasında değişmektedir. Sıkı paket

hegzagonal ve hacim merkez kübik yapıdaki titanyumun kafes yapıları Şekil 2.4'te şematik olarak gösterilmiştir [2, 7].



Şekil 2.4 : SPH-α ve HMK-β fazlarının kristal yapıları [2].

2.1.2.2 Plastik deformasyon ve kayma modları

Plastik deformasyon, kristal kafesteki kayma düzlemi ve bu düzlemlerin kayma yönlerinin sayısı ile ilgilidir. Çizelge 2.3'te ideal c/a oranına sahip SPH kafes ve HMK kafesin kayma düzlemi ve kayma yönleri ile yoğunlukları verilmiştir. SPH kafese ait sıkı paket düzleminde atomik yoğunluk %91 iken, HMK kafesin atomik yoğunluğu sıkı paket düzleminde %83'tür. Kayma düzlemindeki yoğunluk artışıyla dislokasyon hareketleri daha kolay ilerleyeceği için plastik deformasyon daha kolay gerçekleşmektedir. SPH kafesin daha yoğun olması kaymanın daha kolaylaşacağını gerektirir, durum gerçekte böyle değildir. SPH kristal kafesin idealin altındaki c/a değerine sahip olması kristalin yanal düzlemdeki atomların bir birinden daha uzakta olması anlamına gelmektedir. SPH yapıda $b_{min}=1-a$ kadarken HMK yapıda $b_{min}=0,87-a$ uzunluğundadır ve a değeri söz konusu yapıdaki latis parametresinin değeridir. Bu sebeple HMK yapıda dislokasyonların ilerlemesi ve deformasyon gerçekleşmesi SPH kafese göre daha kolaydır [7, 8].

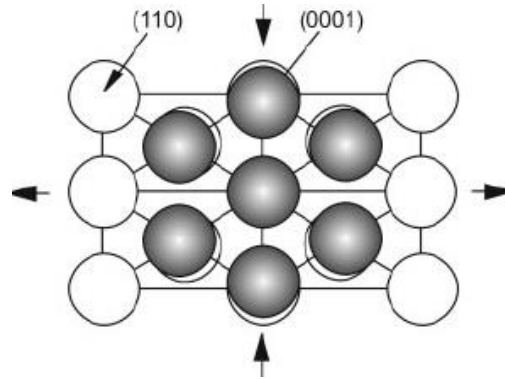
Çizelge 2.3 : SPH ve HMK kristal kafeslerinin karakteristik değerleri [7].

Kristal yapı	Atom sayısı	Kayma düzlemleri İndis - adet	Kayma yönleri İndis - adet	Kayma sistemi	Kayma düzlemi yoğunluğu
SPH (c/a=1,633)	6	{0001} - 1	<1120> - 3	1x3=3	%91
HMK	2	{110} - 6	<111> - 2	6x2=12	%83

Alfa fazında görülen sınırlı akma davranışı ve deformasyona karşı direnç kristal yapısından kaynaklanmaktadır. İkincil kayma sistemlerinde gerçekleşen deformasyon ve mekanik ikizlenme sınırlı süneklığe sebep olmaktadır. Bu ikizlenme deformasyonu, saf titanyum ve bazı α titanyum alaşımlarının deformasyon davranışı açısından önemlidir [7, 8].

HMK β fazı kaymaya ek olarak ikizlenmeyi de göstermektedir; ancak β alaşımlarında ikizlenmenin oluşumu tek fazlı durumla sınırlıdır ve yapıda çözünen içeriğin artması ile azalmaktadır. Isıl işlem görmüş, α partiküllerinin çökeltilmesiyle sertleştirilmiş β alaşımlarında ise ikizlenme tamamen baskılanmaktadır. Bu tip alaşımlarda yaşlanma öncesi şekillendirme işlemleri sırasında ikizlenme meydana gelebilmektedir [7, 8].

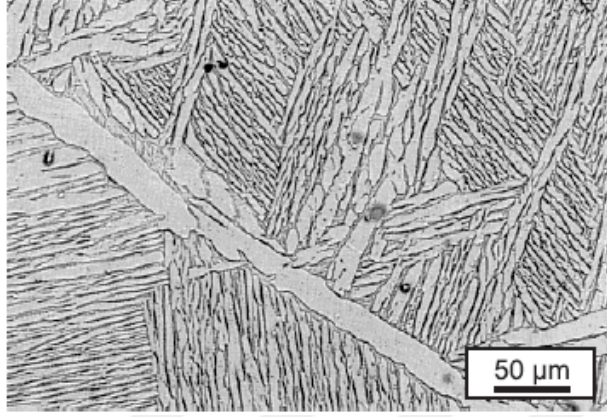
β HMK yapıdan soğutma yapıldığında, β fazının sıkı paket düzlemi olan $\{111\}$ 'den, α fazının taban düzlemi olan $\{0001\}$ 'e dönüşüm gerçekleşmektedir. Dönüşüm sırasında bir atomik distorsiyon gerçekleşmesinin sebebi taban düzlemindeki atomların birbirinden uzaklığının sıkı paket düzlemindeki atomlar arası mesafeden daha büyük olmasıdır. Distorsiyon sonucu c ekseninde çekilme gerçekleşerek ideal c/a değerinde azalma yaşanmaktadır. Soğutmadan kaynaklı gerçekleşen faz dönüşümleri sırasında hacim artışı gözlemlenebilmektedir. Hacimsel değişimin şematik gösterimi Şekil 2.5'te verilmiştir [7].



Şekil 2.5 : Burgers ilişkisine göre $\beta \rightarrow \alpha$ dönüşümünün şematik görseli [7].

Dönüşüm sırasında β -titanyumun taban düzlemi ile α -titanyumun sıkı paket düzleminin oryantasyonu Burgers vektörü ile ilgilidir. Burger vektörü kayma yönlerini tanımladığı için Burgers ilişkisi olarak adlandırılmaktadır. Bu ilişki mikroyapıya da çeşitli oryantasyonlarda lamelar yapı olarak yansımaktadır. Örneğin, hacim merkez kübik kristal kafesine sahip β -Ti 6 kayma düzlemi ve 2 kayma yönüne sahip olduğu için β -Ti içerisinde çekirdeklenen α -Ti lamelleri 12 farklı oryantasyonda

büyümektedir. Şekil 2.6'da bu şekilde β -Ti fazı içerisinde oluşup 12 farklı oryantasyonda büyüyen α -lamellerinden oluşmuş, benzediği şekil itibarıyla sepet örgüsünü andırdığı için, sepet örgüsü mikroyapı olarak adlandırılan $\alpha+\beta$ lamelar yapı görülmektedir [7].



Şekil 2.6 : Ti6Al4V alaşımlarının $\alpha+\beta$ lamelar mikroyapısı [7].

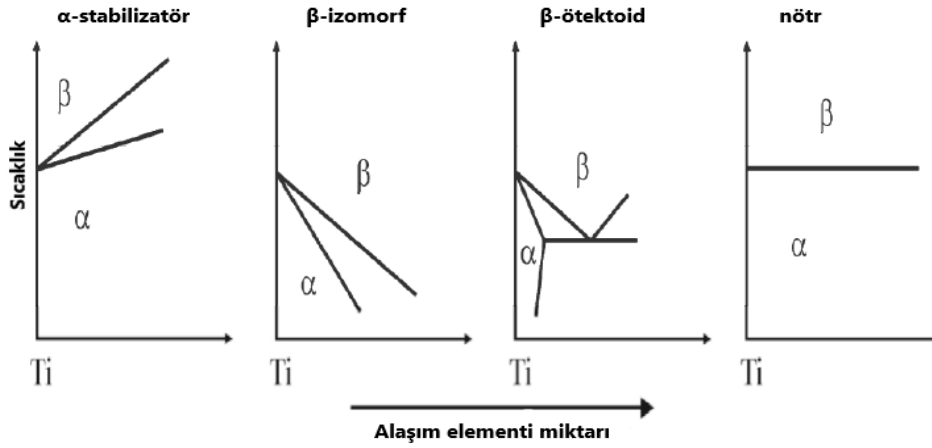
2.1.2.3 Titanyum alaşımları

Titanyumun 882 ± 2 °C ve üzeri sıcaklıklarda SPH α -Ti fazından HMK β -Ti fazına geçerek gösterdiği allotropik dönüşüm, bazı alaşımlamalarla bileşik oluşumuna ek olarak α , β veya $\alpha+\beta$ mikroyapılarının oluşumu için fırsat sağlamaktadır. Bu kristalografik çeşitliliğin alaşım elementi ilavesi ile gerçekleşmesi ve termomekanik işlemlere tabi tutulması, çok çeşitli alaşımların ve özelliklerin geliştirilmesinde etkilidir. Özellikle havacılık uygulamalarında tercih edilen titanyum alaşımları, çekme mukavemeti; sürünme ve yorulma dayanımı; kırılma tokluğu; yorulma çatlakları, gerilme-aşındırma çatlama ve oksidasyona karşı direnç gibi gerekli mekanik özelliklerin elde edilmesi için α ve β kararlaştırıcı elementler içermektedir [5, 7, 8].

Elektronik yapısı nedeniyle geçiş metallerinden olan titanyum atomik boyut faktöründen dolayı yer alan elementleriyle katı çözeltiler oluşturarak birçok alaşımlama olanağı için fırsat tanımaktadır. Ayrıca Ti, ergime noktasının altındaki sıcaklıklarda azot, oksijen ve hidrojen gibi arayer elementleriyle güçlü şekilde reaksiyona girmektedir. Titanyum diğer elementlerle de metalik, kovalent veya iyonik bağlı bileşik veya katı çözeltiler oluşturabilmektedir [5, 8].

Alaşım elementlerinin seçimi, elementin α veya β fazlarını stabilize etme kabiliyeti ile belirlenmektedir. Buna göre alaşım elementleri α -stabilizatörleri, β -stabilizatörleri ve nötr alaşım elementleri olmak üzere 3 sınıfa ayrılmaktadır. α -stabilizatörü olarak

sınıflandırılan elementler dönüşüm sıcaklığını daha yüksek sıcaklıklara çekip α fazını daha geniş bir aralıkta kararlı kılarken, β -stabilizatörü elementler dönüşüm sıcaklığını aşağı çekmektedir. Ötektoid dönüşüm gerçekleştiğinde, bu kararlaştırıcılara β -ötektoid stabilizatör; aksi takdirde β -izomorf stabilizatör denmektedir. Nötr alaşım elementleri ise β dönüşüm sıcaklığı üzerinde ihmal edilebilir düzeyde düşük bir etkiye sahiptir. Alaşım elementlerinin fazlar üzerindeki etkileri Şekil 2.7’de gösterilmiştir [6, 7, 8, 9].

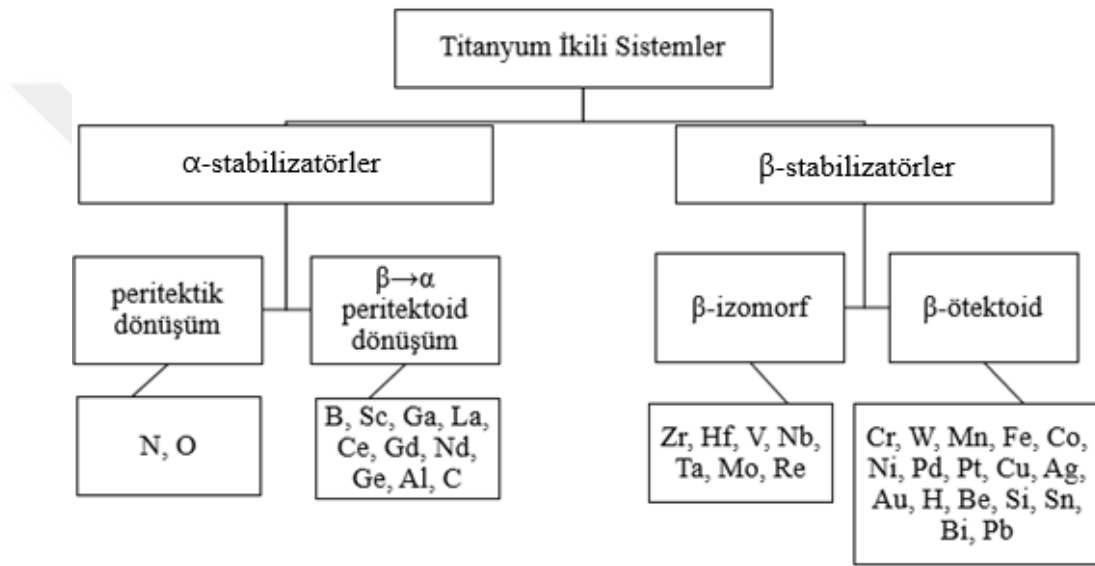


Şekil 2.7 : Alaşım elementlerinin α ve β fazları üzerindeki etkileri [9].

Al, O, Ga ve C en yaygın kullanılan α -kararlaştırıcı elementlerdir. Al, Ti alaşımlarında en yaygın kullanılan alaşım elementidir; çünkü dönüşüm sıcaklığını yükselterek hem alfa hem de beta fazlarının kararlı alanlarını artırmaktadır. Arayer elementleri arasında bulunan oksijen, istenen sertlik değerini elde etmek için alaşım elementi olarak kullanılmaktadır. Bu durum özellikle ticari saflıkta (commercial pure, CP) titanyum için geçerlidir. Diğer α -stabilizatörlerinden olan B, Ga, Ge ve nadir toprak elementlerinin katı çözünürlükleri oksijen veya alüminyuma kıyasla çok daha düşük olduğu için bu elementlerin hiçbiri alaşım elementi olarak kullanılmaz [8].

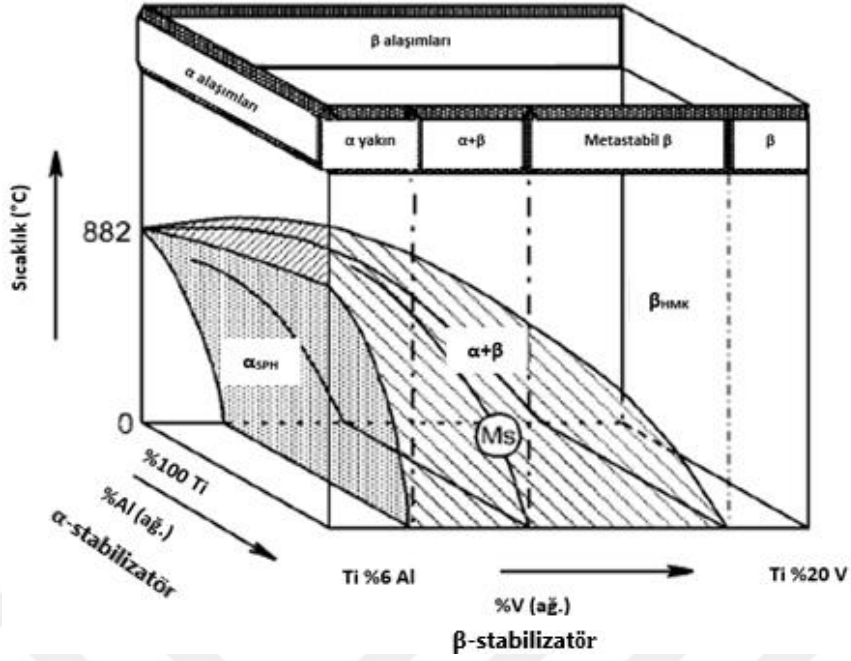
Zr, Sn ve Si her iki fazı da stabilize etme yetenekleri açısından nötr olarak görülmektedir. β fazını stabilize eden elementler, β -izomorfları ya da β -ötektoidi şeklinde ikili sistemleri oluşturmaktadır. Mo, V ve Ta elementleri izomorf tipli ikili sistemi oluştururarak; β fazına her oranda karışabilir ve alaşımının tüm kompozisyonunda β dönüşümünü teşvik etmektedir. Bu gruba ait elementlerden olan Ta ve Re ya nadiren kullanılır ya da yoğunluk problemleri nedeniyle hiç kullanılmaz. Cu, Mn, Cr, Fe, Ni, Co ve H elementleri ise ötektoid formda bileşiklerin oluşması için kullanılan stabilizatörlerdir. β -izomorflarını kararlaştırıcı elementler, intermetalik bileşik oluşturmadığı için β -ötektoid kararlaştırıcı elementlere göre daha çok tercih

edilmektedir. Buna ek olarak tercih edilmelerinin bir diğer sebebi de $\alpha+\beta$ veya β alaşımlarının sertliğini ve ısıtıl işlemlenebilirliğini artırmaktır. Ötektoid oluşturu elementlerden Cr, Fe ve Si birçok titanyum alaşımında kullanılırken Ni, Cu, Mn, W, Pd ve Bi sınırlı kullanıma sahiptir. Bu elementler sadece özel amaçlı üretilen alaşımlarda kullanılmaktadır. Co, Ag, Au, Pt, Be ve Pb gibi diğer ötektoid oluşturu elementler titanyum alaşımlarında hiç kullanılmaz. Bu ötektoid oluşturu elementlere ait olan H ise genel olarak, CP-Ti ve alaşımlarında hidrojen gevrekliğine sebep olduğu için maksimum 125-150 ppm değerleri arasında yapıya eklenmektedir. Şekil 2.8’de elementlerin titanyum ikili sistemine etkileri verilmiştir [8].



Şekil 2.8 : Alaşım elementlerinin titanyum ikili sistemine etkileri [8].

Genellikle titanyum alaşımları alfa, alfa+beta ve beta alaşımları olarak sınıflandırılmaktadır, ayrıca bunların dışında alfa-yakın, metastabil beta alaşımları ve intermetalikler de bulunmaktadır. Bu ayrım şematik olarak α ve β stabilize edici elementler içeren 3 boyutlu faz diyagramında Şekil 2.9’da gösterilmiştir [8].



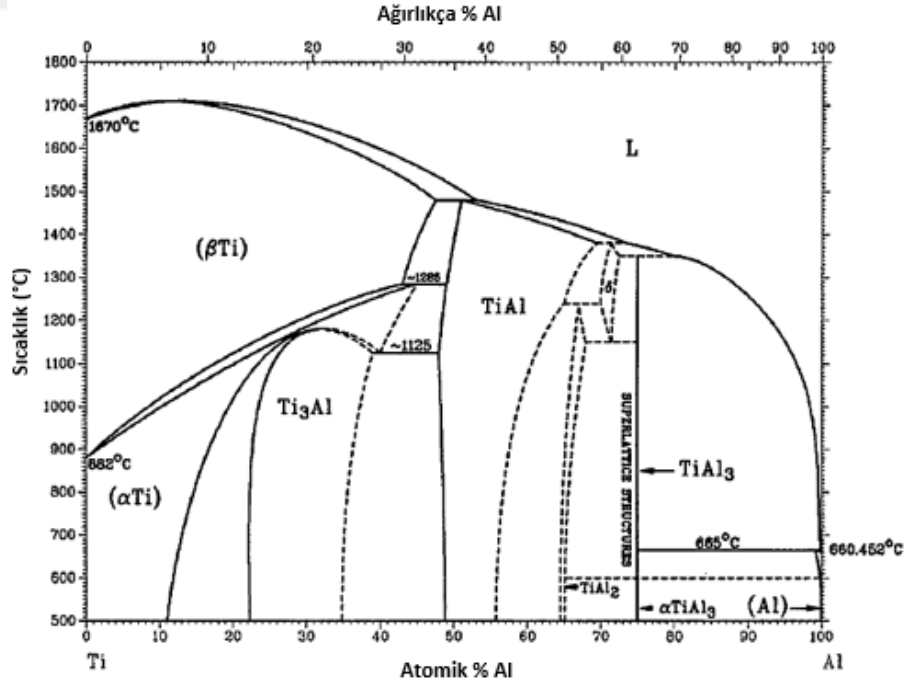
Şekil 2.9 : Ti alaşımlarının faz diyagramında sınıflandırılması [8].

Bu şemaya göre, α -alaşımları CP-Ti alaşımlarını kapsar ve bunlar α -stabilizatör veya nötr elementlerle alaşımlanmıştır. β -stabilize edici elementler küçük miktarlarda eklenirse, bunlar α -yakın alaşımlar olarak adlandırılmaktadır. En yaygın kullanılan alaşım grubu olan $\alpha+\beta$ alaşımları oda sıcaklığında yaklaşık %5 ila %40 arasında değişen bir beta hacim oranına sahiptir. β -stabilizatör elementlerin oranı, hızlı su verme sonrasında β 'nin martenzite dönüşmediği bir seviyeye yükseltilirse, alaşımlar hala iki fazlı alanda olduğu için metastabil β fazına ulaşılmaktadır. Metastabil β alaşımlarının %50'den daha fazlası dengede α hacim fraksiyonuna sahiptir. Son olarak, tek fazlı β alaşımları, geleneksel titanyum alaşımlarının alaşımlama ölçeğinin sonunu işaret etmektedir [8]. Ticari olarak kullanılan Ti alaşımlarının baskın olan fazlarına göre sıralanmış listesi Çizelge 2.4'te verilmiştir.

Çizelge 2.4 : Endüstriyel olarak kullanılan Ti alaşımlarının listesi [3, 5].

	Alaşım	Çekme mukavemeti (MPa)
CP Titanyum	CP-Ti Grade 1	240
	CP-Ti Grade 2	345
	CP-Ti Grade 3	450
	CP-Ti Grade 4	550
α alaşımları	Ti-5Al-2.5Sn Grade 6	790
	Ti-3Al-2.5V Grade 9	661
	Ti-0.3Mo-0.8Ni Grade 12	480
α yakın alaşımlar	Ti-2.25Al-11Sn- 5Zr-1Mo	1000
	Ti-8Al-1Mo-1V	900
$\alpha+\beta$ alaşımları	Ti-6Al-4V Grade 5	895-930
	Ti-6Al-4V ELI	860-965
β alaşımları	Ti-13V-11Cr-3Al	1170
	Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr	900
Metastabil β alaşımlar	Ti-11.5Mo-6Zr-4.5Sn	690
	Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo	1180
	Ti-10V-2Fe-3Al	1170

Daha önce de belirtildiği gibi alüminyum, her iki fazı stabilize etmek için kullanılan en önemli alfa stabilizatörüdür ve bu nedenle birçok titanyum alaşımında bulunmaktadır. Şekil 2.10’da ikili Ti-Al faz diyagramı verilmiştir.



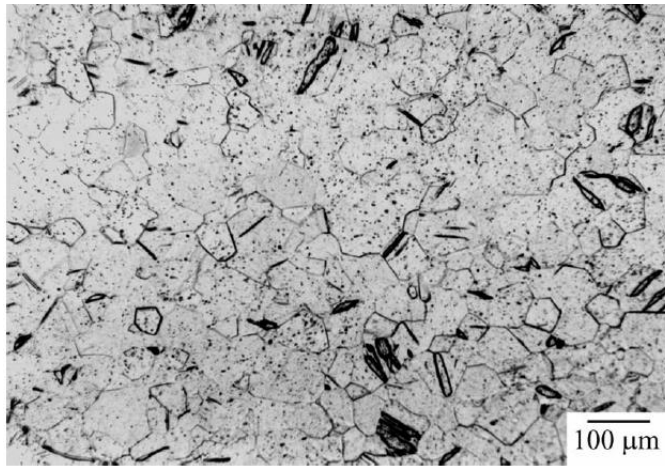
Şekil 2.10 : Ti-Al ikili faz diyagramı [2].

Bu diyagramda artan alüminyum içeriği ile Ti_3Al (α_2) fazının oluşacağı ve iki faz bölgesinin ($\alpha+Ti_3Al$) 500 °C’de yaklaşık %5 Al katkısında başladığı gösterilmektedir.

Alfa fazında kayda değer miktarda tutarlı Ti_3Al çökeltisinin oluşmaması için, çoğu titanyum alaşımında alüminyum içeriği yaklaşık %6 ile sınırlı tutulmaktadır. Diyagramdan da anlaşıldığı üzere yaklaşık %6 Al ilavesinde saf titanyum için 882 °C olan alfa/beta dönüşüm sıcaklığı ikili faz bölgesinde (alfa+beta) yaklaşık 1000 °C'ye yükselmektedir. Geleneksel titanyum alaşımlarına ek olarak Ti-Al ikili faz diyagramı, titanyum-alüminat olarak adlandırılan Ti_3Al (α_2 ve ortorombik yapıda ω fazları) ve $TiAl$ (γ fazı) intermetalikleri için temeldir [2, 7, 8]

2.1.2.3.1 α -titanyum alaşımları

α -titanyum alaşımları başta Al olmak üzere α -stabilizatörleri veya nötr alaşım elementleri ilavesiyle katı çözelti güçlendirilmiş tek fazlı alaşımlardır. Alfa alaşımları mükemmel korozyon direnci, yüksek deformasyon kabiliyeti ve yüksek sıcaklıklarda sahip oldukları yüksek mukavemet gibi özelliklere sahiptir. Bu alaşımların mikroyapı modifikasyonu ısıtılma işlemi için uygun değildir. Göstermiş oldukları özelliklerden dolayı kimya ve proses mühendisliği endüstrisinde kullanılmaktadır [1, 2, 7]. Ti-5Al-2.5Sn, Ti-3Al-2.5V ve Ti-0.3Mo-0.8Ni bu grupta bulunan Ti alaşımlarıdır. α -Ti alaşımlarının tipik mikroyapısına örnek olarak CP-Ti alaşımının optik mikroskop görüntüsü Şekil 2.11'de verilmiştir [3, 5].

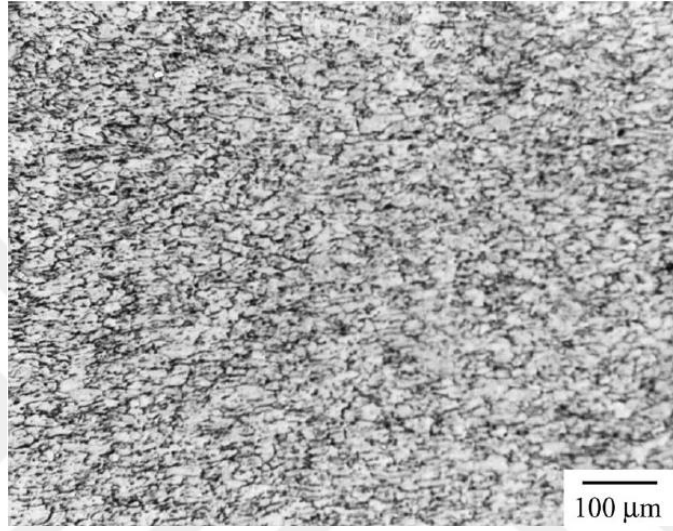


Şekil 2.11 : α -Ti alaşımlarının tipik mikroyapısına örnek olarak CP-Ti alaşımının optik mikroskop görüntüsünde α taneler [1].

2.1.2.3.2 α -yakın titanyum alaşımları

Bu alaşımlar, %1-2 gibi küçük miktarlarda β -stabilizatörlerinin ilaveleri ile mukavemet ve işlenebilirliği artırılan alaşımlardır. α -Ti alaşımlarının mükemmel sürünme davranışı ile $\alpha+\beta$ alaşımlarının yüksek mukavemetinin birleştiren α -yakın titanyum alaşımları, yüksek sıcaklıklarda kullanım için idealdir. α -yakın titanyum

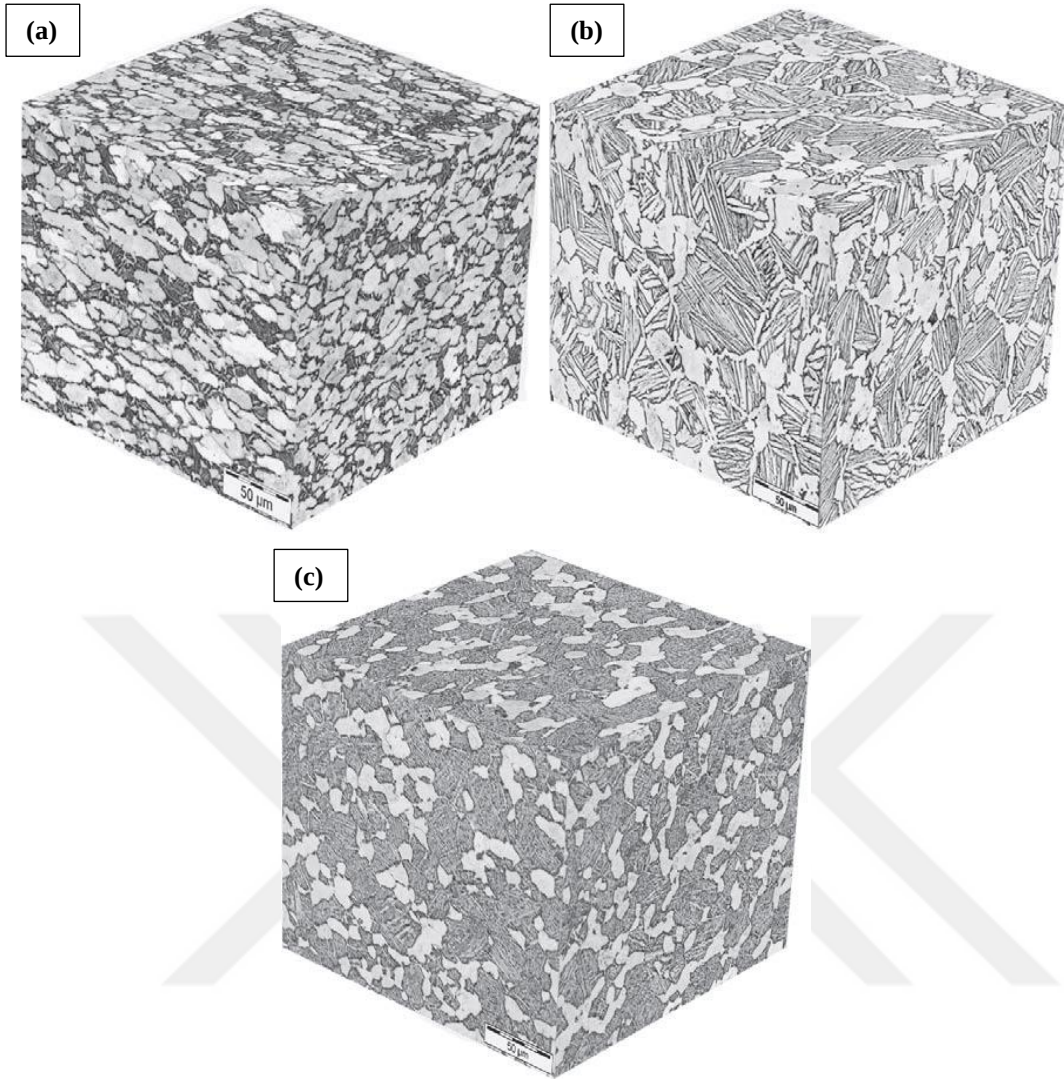
alaşımları, 500-550 °C gibi sıcaklıklarda kullanılabildiği için hava taşıtlarının motor parçalarında yaygın olarak kullanılmaktadır. Mikroyapılarında bir miktar dönüşmüş β içeren, α alaşımlarıdır. Ti-2.25Al-11Sn-5Zr-1Mo ve Ti-8Al-1Mo-1V bu grupta bulunan Ti alaşımlarıdır. α -yakın Ti alaşımlarının mikroyapısına örnek olarak Ti-1.5Al-1.2Mn-0.15Si-0.3Zr alaşımının mikroskop görüntüsü Şekil 2.12’de verilmiştir. α taneler mikroyapıda iyi dağılmış ve tane sınırlarında bir miktar β fazı içermektedir [1, 2, 7, 8].



Şekil 2.12 : Ti-1.5Al-1.2Mn-0.15Si-0.3Zr alaşımının optik mikroskop görüntüsü [1].

2.1.2.3.3 α + β titanyum alaşımları

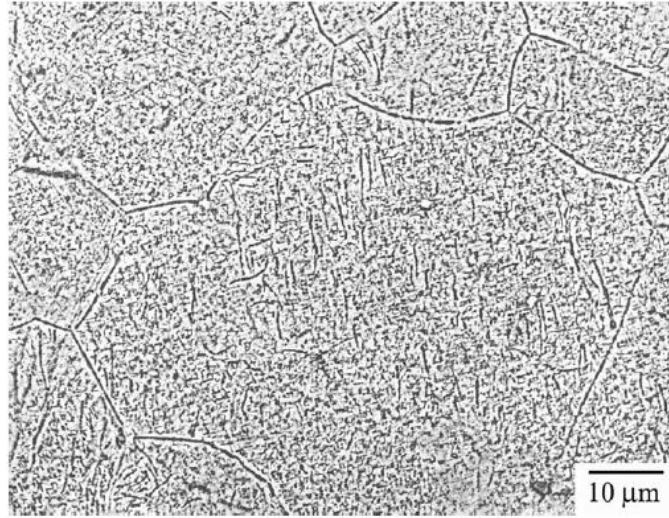
Bu alaşımlar %4 ila %6 gibi yüksek oranlarda β -stabilizatörleri içermektedirler. İçerisinde β fazı bulunmasından dolayı, çeşitli mikroyapı ve mekanik özelliklerin geliştirilebilmesi için ısıtılabilir. Termomekanik işlemler sonucunda lamelar, bimodal ve eş eksenli olmak üzere 3 farklı mikroyapıda bulunabilmektedir. Şekil 2.13’te bu gruba ait alaşımların farklı ısıtılma sonucunda sahip olduğu mikroyapılar verilmiştir. α + β titanyum alaşımları, özellikle havacılık endüstrisinde 1950’lerden beri en çok tercih edilen alaşım grubudur. Günümüzdeki kullanımının %50’den fazlasını bu grupta yer alan Ti6Al4V alaşımı oluşturmaktadır [1, 2, 7, 8]. Ticari kalitede Ti-6246, Ti-6222, Ti-17 gibi isimlendirilen diğer α + β alaşımları, gaz türbin motorlarında 400 °C’ye kadar yüksek sıcaklıklarda kullanım için geliştirilmiştir [1].



Şekil 2.13 : Ti6Al4V alaşımlarının optik mikroskop görüntüleri (a) eş eksenli (b) lamelar ve (c) bimodal morfoloji [10].

2.1.2.3.4 Metastabil β titanyum alaşımları

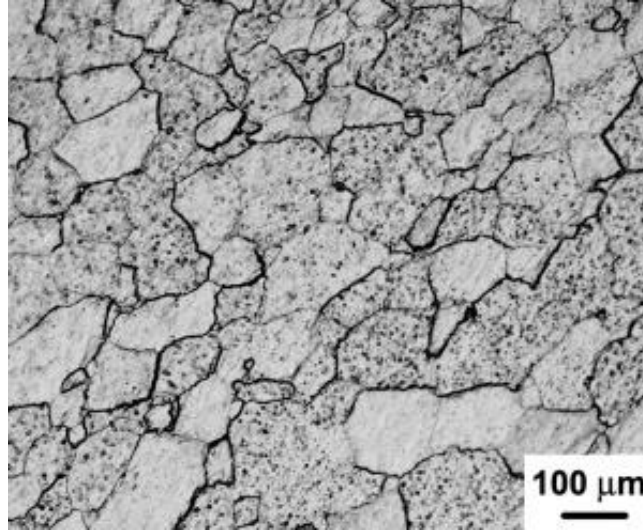
%10 ila 15 β -stabilizatörü içeren bu alaşımların önemi son yıllarda giderek artmaktadır. Bu alaşımlar 1400 MPa'dan yüksek mukavemet seviyelerine erişebilmektedir. Metastabil β alaşımlarının mikroyapıları, zengin β matrisinde çok ince Widmanstätten yapıda α fazından oluşmaktadır. Sahip oldukları bu karmaşık mikroyapı, hem yüksek mukavemet hem de yüksek tokluk için optimizasyon sağlamaktadır. Otomotiv ve havacılık endüstrisinde çeşitli uygulamalarda kullanılmaktadır. Ancak bu alaşımların sahip olduğu yüksek özgül ağırlık, düşük kaynak kabiliyeti ve zayıf oksidasyon davranışı kullanımını sınırlamaktadır. Şekil 2.14'te Ti alaşımlarının SEM ile çekilmiş mikroyapısında β taneleri içinde iyi dağılmış ince α çökeltileri görülmektedir [1, 2, 7].



Şekil 2.14 : Ti-10V-2Fe-3Al alaşımlarının SEM görüntüsü [1].

2.1.2.3.5 β -titanyum alaşımları

β -stabilizatörlerin %30 gibi yüksek oranlara katkısı ile β fazının oda sıcaklığında stabilizasyonu sağlanmaktadır. Beta alaşımları, yüksek yoğunluklu ve zayıf süneklikteki refrakter metallere benzerdir ve son derece özel yanma dayanımı ve korozyon direnci uygulamaları için kullanılmaktadır [2, 7]. Ti-13V-11Cr-3Al ve Ti-3Al-8V-6Cr-4Mo-4Zr alaşımları bu gruptadır. Şekil 2.15'te Ti-13V-11Cr-3Al alaşımlarının mikroyapısında β taneleri içinde iyi dağılmış α fazı görülmektedir [1].



Şekil 2.15 : Ti-13V-11Cr-3Al alaşımlarının optik mikroskop görüntüsü [1].

Titanyum alaşımlarının sahip oldukları özellikler, α ve β fazlarının yapıda bulunma oranlarına, düzenlerine ve bu iki fazın özelliklerine bağlı olarak artıp azalmaktadır. Çizelge 2.5'te α , β ve $\alpha+\beta$ alaşımlarının fiziksel, mekanik ve kimyasal özellikleri karşılaştırmalı olarak verilmiştir [1, 2, 7].

Çizelge 2.5 : α , β ve $\alpha+\beta$ alaşımlarının fiziksel, mekanik ve kimyasal özellikleri [7].

Özellik	α alaşımları	β alaşımları	$\alpha+\beta$ alaşımları
Yoğunluk	+	+	-
Mukavemet	-	+	++
Süneklik	-/+	+	+/-
Kırılma tokluğu	+	-/+	+/-
Sürünme mukavemeti	+	+/-	-
Korozyon davranışı	++	+	+/-
Oksidasyon davranışı	++	+/-	-
Kaynaklanabilirlik	+	+/-	-
Soğuk şekillendirilebilirlik	--	-	-/+

En önemli α -stabilizatörü olan Al, titanyumun özgül ağırlığının sadece yarısına sahip olduğundan, alfa alaşımları beta alaşımlarından daha düşük bir yoğunluğa sahiptir; ayrıca β fazı Mo veya V gibi ağır elementlerle alaşımlanmaktadır [7].

Genellikle tek fazlı alfa alaşımları orta derecede mukavemet göstermektedir. Bununla birlikte, iki fazlı alfa+beta alaşımları ve metastabil β alaşımları sırasıyla yüksek ve çok yüksek mukavemet seviyelerine sahiptir [7].

Metastabil beta alaşımlarının çok yüksek mukavemet seviyelerine sahip olması düşük süneklik ile dengelenmektedir. Yaşlandırmayla sertleştirilmiş, α ve $\alpha+\beta$ alaşımları nispeten daha iyi süneklik göstermektedir. Süneklik, mikroyapı ile ilişkilidir ve eş eksenli mikroyapılar, genellikle yüksek süneklığe sahiptir [7].

Titanyum alaşımlarının kırılma tokluğu, mikroyapıya ve yaşlanmaya bağlıdır. Özellikle, kaba ve lamelli mikroyapılar ince mikroyapılara göre daha yüksek kırılma tokluğu değeri göstermektedir. Lamelar mikroyapıların sahip olduğu yüksek kırılma tokluğunun sebebi, farklı yönelimler gösteren lameller sayesinde ilerleyen çatlakları saptırma kabiliyeti ile açıklanabilmektedir [7].

Lamelar mikroyapı, yüksek kırılma tokluğunun yanı sıra yüksek sürünme mukavemeti ve yorulma dayanımı da göstermektedir [7].

Titanyumun oksijen ile yüksek afinitesi, oda sıcaklığında metal yüzey üzerinde çok ince yoğun bir oksit tabakası (TiO_2) oluşturması, titanyum alaşımlarının mükemmel korozyon davranışının temel nedenidir. Alaşım sınıfları arasında alfa fazı, beta fazından daha karardır [7].

Titanyum alaşımlarının maksimum çalışma sıcaklığı zayıf oksidasyon davranışlarıyla sınırlıdır. Burada, β fazının oksidasyon direnci α 'ya göre daha yüksektir [7].

Ortamdaki oksijen ve hidrojenle yüksek reaktivlik, alaşımların gevrekleşmesine neden olmaktadır. Bu nedenle, titanyum alaşımlarının kaynaklanması vakumda veya inert bir gaz atmosferinde gerçekleştirilmelidir. α ve $\alpha+\beta$ alaşımlarının kaynaklanması, β alaşımlarına göre daha kolaydır [7].

Alfa fazının sınırlı deformasyon kabiliyeti, alfa ve alfa+beta alaşımlarının sadece yüksek sıcaklıklarda deforme olabileceği anlamına gelmektedir. Deformasyon sıcaklığı artan β hacim oranı ile azalır; bazı metastabil β alaşımları oda sıcaklığında bile deforme olabilmektedir [7].

2.1.3 Titanyum ve alaşımlarının kullanım alanları

Titanyum ve alaşımları sahip oldukları çeşitli mekanik özellikler sayesinde havacılık, uzay, kimya, mühendislik, denizcilik ve biyomedikal uygulamalarda kullanılmaktadır. Şekil 2.16'da titanyumun özelliklerine göre kullanıldığı uygulamalar şematik olarak verilmiştir.

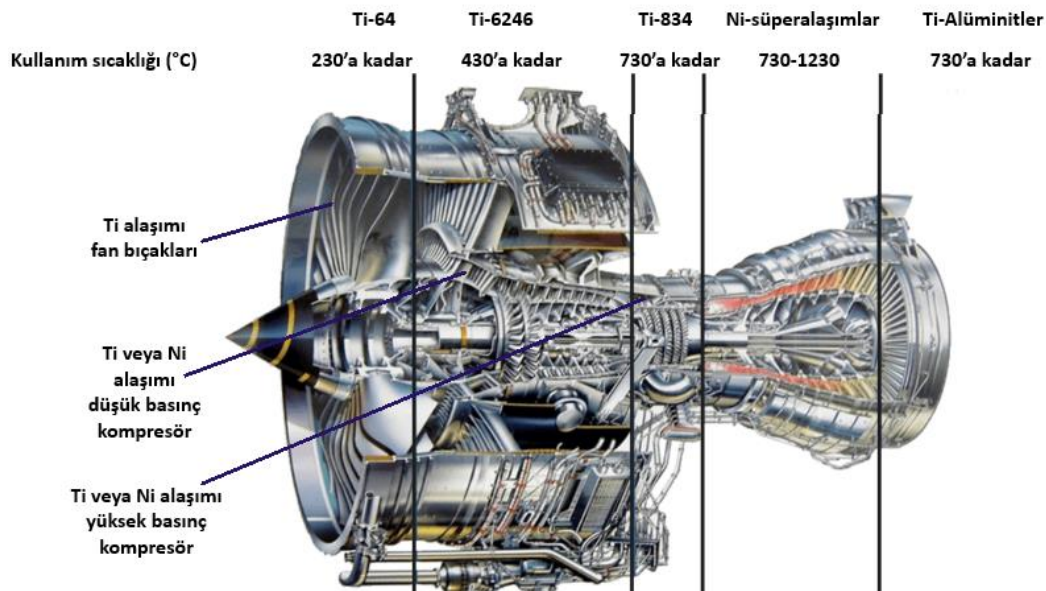


Şekil 2.16 : Ti ve alaşımlarının özelliklerine göre genel uygulama alanları [1]

Endüstriyel uygulamalarda özellikle havacılık endüstrisinde geniş bir yer bulan titanyum, düşük yoğunluğuna rağmen sahip olduğu yüksek mukavemet, kolay şekillendirilebilirlik ve yüksek yorulma direnci sayesinde roket motor parçaları, yakıt depoları, iniş takımı kırımları, hidrolik borular, kanat kutuları, cıvatalar vb. gibi hava

araçlarının gövde yapılarında ve büyük ön fanların gerekli olduğu türbin motorlarında kullanılmaktadır [11].

Titanyum ve alaşımlarının yüksek özgül mukavemeti, yüksek sıcaklıklarda gösterdikleri metalurjik kararlılık ve yüksek sürünme dayanımı, kompresör bıçakları ve fan diskler gibi jet motoru bileşenlerinde kullanımını elverişli kılmaktadır [1, 7]. Ti alaşımları hava taşıtlarının motor parçalarıyla beraber gövdelerinde de kullanılmaktadır. Boeing 777’de galvanik korozyon riskini minimize etmek amacıyla titanyum alaşımlarının uçak gövdesinde kullanımı artmıştır. Titanyum alaşımları içinde Ti6Al4V-ELI (extra low interstitial / ekstra düşük ara yer) alaşımı maksimum hasar tolerans özelliği sağlamaktadır. Boeing 777, gövde ağırlığının yaklaşık %10’u titanyum ve alaşımlarından oluşan ilk ticari uçaktır. Ti6Al4V alaşımının geliştirilmesiyle birlikte Ti alaşımlar iniş takımlarında da kullanılmaya başlanmıştır. İniş takımı yaylarında oluşan çeşitli performans ve servis arızalarıyla bu alaşım güçlendirilmiş, farklı kompozisyon ve ısıl işlem koşullarıyla uçaklarda yer bulmaya devam etmiştir [2, 12]. Şekil 2.17’de türbin motorunda Ti alaşımlarının uygulamalarıyla birlikte kullanıldıkları sıcaklık aralıkları şematik olarak gösterilmiştir.



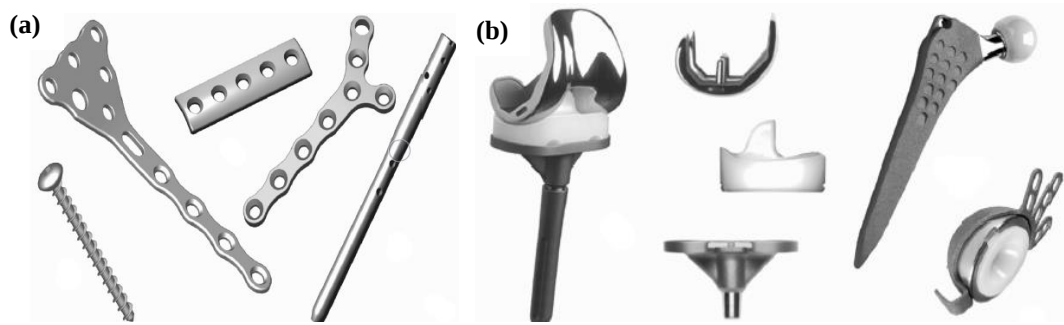
Şekil 2.17 : Havacılık uygulamalarında türbin motorunda titanyum alaşımlarının kullanımı [13].

Titanyum alaşımlarının diğer kullanım alanları içerisinde kimya endüstrisi ve genel mühendislik uygulamaları bulunmaktadır. Titanyumun çeşitli ortamlara karşı gösterdiği üstün korozyon direnci bu endüstrilerde kullanımının ana nedenidir. Düşük

yük ve yüksek korozyon direnci gerektiren kimyasal işleme, tuzdan arındırma ve enerji üretim tesislerinde sırasıyla tanklar, ısı eşanjörleri ve reaktör kaplarında CP-Ti (Grade 1-2-3-4-7-8-11) alaşımları kullanılırken yüksek dayanımlı uygulamalar için Ti6Al4V alaşımları tercih edilmektedir. Petrokimya endüstrilerinde, olağanüstü korozyon direnci nedeniyle CP-Ti ile Ta veya Pd içeren alaşımlar kullanılmaktadır [3, 6, 7].

Titanyum alaşımlarının denizcilik uygulamalarında tercih edilme nedeni, deniz suyu ve hidrokarbon atmosferinde gösterdiği mükemmel korozyon direncidir [5].

Biyomedikal sektöründe daha düşük dayanım gerektiren uygulamalarda CP-Ti Grade 2 kullanılırken; daha yüksek mukavemet gerektiren uygulamalarda Ti6Al4V (Grade 5) veya Ti6Al7Nb alaşımları kullanılmaktadır [3, 6, 7]. Özellikle Ti6Al4V diğer metalik biyomalzemelere kıyasla düşük elastik modül, yüksek mukavemet ve biyouyumluluk gibi niteliklerinden dolayı medikal sektöründe diş implantlarında; ortopedik olarak kemik ve eklem implantları ile diz protezlerinde; kardiyolojik olarak yapay kalp, kalp kapakçıkları ve kalp pili uygulamalarında; travmatik cerrahide plakalar, çiviler ve cıvatalar şeklinde kullanılmaktadır [14, 15]. Ti implantlar galvanik korozyona sebep olmadığı için de titanyum insan vücuduyla uyumludur. Ti parçalar, düşük elektriksel iletkenliğe sahip paramanyetik malzemeler olduğundan fizik tedavi ve MRI (manyetik rezonans görüntüleme) ihtiyacı duyan hastalarda da kullanılabilir. Şekil 2.18'de şematik olarak travmatik cerrahide kullanılan Ti6Al4V parçalar ve ortopedik implantlar verilmiştir [9, 15].



Şekil 2.18 : Ti6Al4V alaşımından üretilmiş (a) travmatik cerrahide kullanılan çivi, cıvata ve plakalar, (b) kalça, diz ve eklem implantları [9].

Otomotiv sektöründe titanyum ve alaşımları, Formula-1 gibi yarış arabaları veya arazi yarış kamyonları gibi yüksek performanslı araçların motor bölümündeki valfler, valf yayları ve bağlantı çubukları ile süspansiyon yayları, cıvatalar, bağlantı elemanları ve egzoz sistemi gibi potansiyel parçalarda kullanılırken; motosikletlerinde motor egzoz

valf ve bağlantı çubuklarında kullanılmaktadır [7]. Ancak bir aile otomobilindeki herhangi bir parça için titanyum alaşımlarının kullanımı yüksek maliyet sebebiyle gerçekleşmemektedir [2].

Bu uygulamaların yanı sıra titanyum tenis racketleri, golf sopaları, dağ kramponları, koşu ayakkabılarının çivileri, sualtı dalış ekipmanları, buz baltaları, bisiklet çerçeveleri gibi spor ekipmanlarında da kullanılmaktadır. Titanyum aynı zamanda estetik bir albeniye sahip olması nedeniyle de mücevher ve moda endüstrisinde artan bir kullanım alanı bulmaktadır [2, 6, 7].

2.2 Ti6Al4V Alaşımı

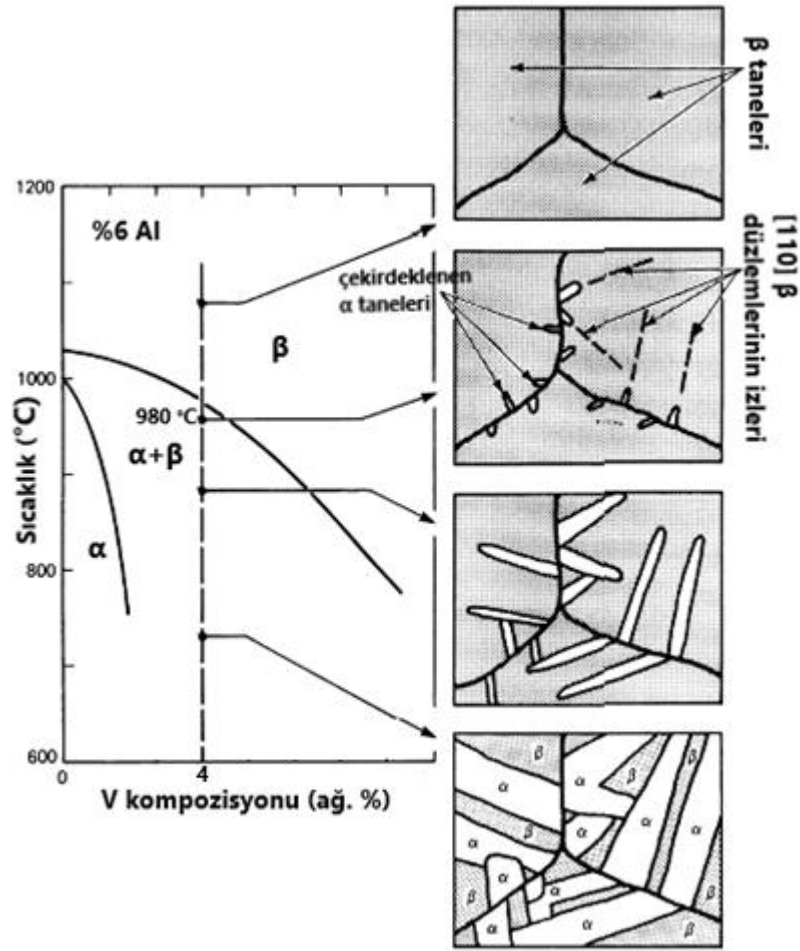
Ti6Al4V alaşımı, titanyuma α fazını kararlı kılmak için ağırlıkça %6 Al ve β fazını kararlı kılmak için %4 V ilavesinin gerçekleşmesiyle 1954 yılında Amerika Birleşik Devletleri'nde keşfedilmiştir [8]. Ti6Al4V alaşımı, $\alpha+\beta$ tipi çift fazlı alaşımın bir örneğidir. Çok iyi işlenebilirliği, yüksek korozyon direnci, düşük yoğunluğu, yüksek sertlik, mukavemet, yorulma ve sürünme dayanımı gibi gelişmiş mekanik özellikleri nedeniyle, titanyum alaşımları arasında çeşitli uygulamalarda en yaygın kullanılan bileşimdir [9]. Ti6Al4V alaşımında β fazı, yapıda mukavemet ve süneklik gibi özelliklerin iyileştirilmesini sağlarken; α fazı oksidasyon direncini artırmaktadır. Bu alaşıma ait fiziksel özellikler Çizelge 2.6'da verilmiştir [2, 7, 11].

Çizelge 2.6 : Ti6Al4V alaşımının fiziksel özellikleri [7].

Özellik	Değer
Yoğunluk (g/cm^3)	4,43
Ergime noktası ($^{\circ}\text{C}$)	1649
β dönüşüm sıcaklığı ($^{\circ}\text{C}$)	980-995
Sertlik değeri (HRC)	35
Çekme dayanımı (MPa)	890-935

Bu alaşımın özellikleri, beta veya alfa+beta bölgesinden su verilmesiyle birlikte oluşan martenzit fazını dağıtmak için düşük sıcaklıkta gerçekleştirilecek yaşlanmaya dayanılarak geliştirilmektedir. Bu alaşım β bölgesinden yavaşça soğutulduğunda yaklaşık 980°C olan beta dönüşüm sıcaklığının altında α fazı oluşmaya başlamaktadır. Beta fazından dönüşmüş olan SPH yapıda α , Burgers ilişkisiyle β taneleri içinde plakalar halinde oluşmaktadır. α plakaları, β fazından dönüşerek özel bir düzleme paralel olarak sıkı paketlenmiş düzlemde oluşmaktadır. Yavaş soğutmayla, tane sınırlarında oluşan α çekirdekleri yavaş bir şekilde irileşerek plakalar boyunca hızlı

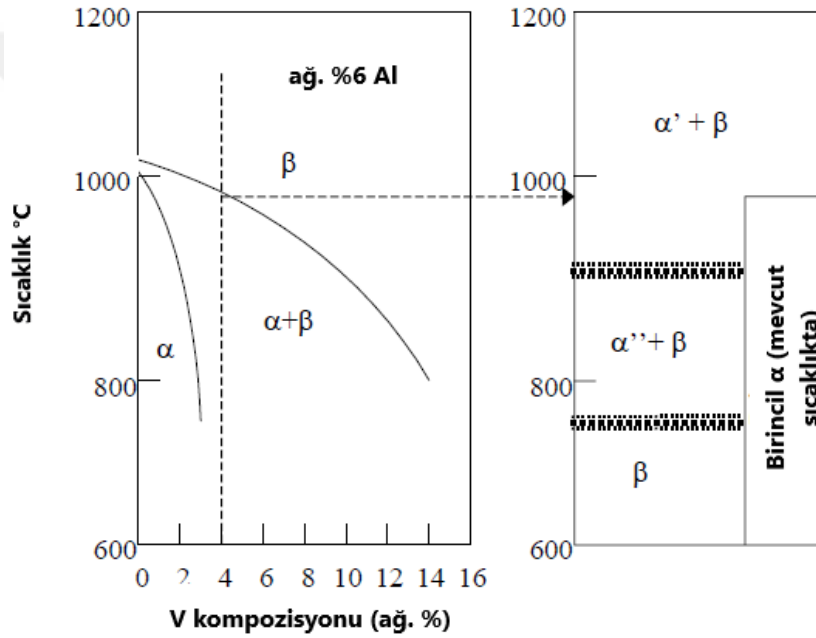
büyümektedir. Böylece α plakalar atomların en yoğun bulunduğu düzlemde gelişmektedir. Gelişen α plakaları aynı doğrultuda yönelim göstererek α kolonilerini oluşturmaktadır. Bu paralel plaka ve koloni setlerinden oluşan mikroyapısal morfolojiye Widmanstätten yapısı denilmektedir. Widmanstätten mikroyapısı içerisinde α kolonileri rastgele dizilmişlerdir ve yavaş soğutma sonucunda yaşlanma etkisiyle kabalaşmaktadır. Ti6Al4V mikroyapısı, paralel α plaka ve kolonileri ile bu α fazının aralarında bulunan β fazından oluşmaktadır. Şekil 2.19'da β dönüşüm sıcaklığı üzerinden yavaşça soğutularak çeşitli ara sıcaklıklarda elde edilen morfolojik değişimler şematik olarak verilmiştir. Oluşan α plakalar arasında kalan daha koyu bölgeler, β fazıdır [2, 5].



Şekil 2.19 : Ti6Al4V alaşımının β dönüşüm sıcaklığının üzerindeki sıcaklıklardan yavaş soğutulması ile farklı sıcaklıklarda elde edilen mikroyapılar [5].

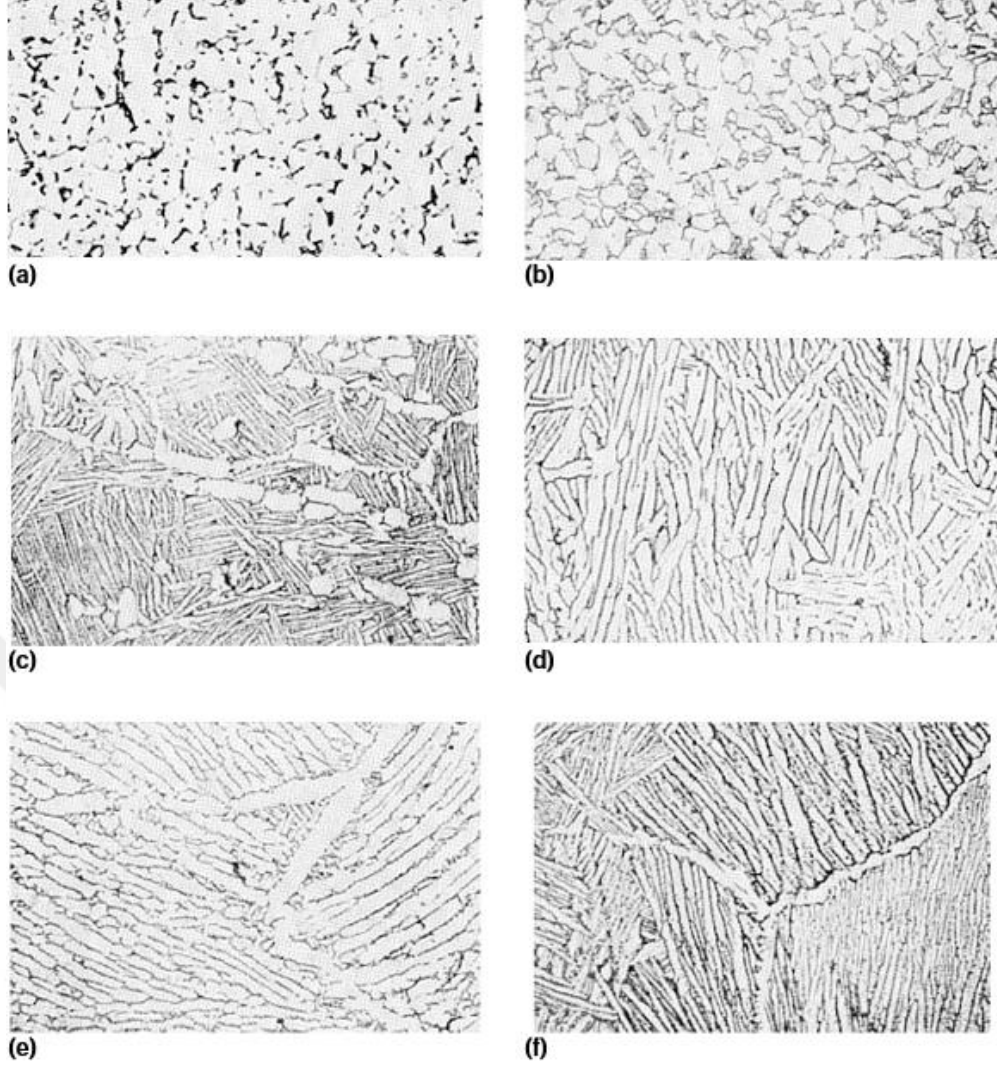
Martenzitik dönüşüm başlangıç sıcaklığı (M_s) altında hızla soğutma ya da su vermeye β fazında, saf titanyumdakine benzer Widmanstätten yapısı oluşturulabilmektedir. Bu şekilde alaşımın kompozisyonuna ve su verme sıcaklığına bağlı olarak farklı martenzit

yapıları olan birincil (α') ve ikincil (α'') alfa fazları oluşmaktadır. Difüzyonsuz taşıma ile martenzitik dönüşüm sonucu oluşan α' metastabil haldedir ve mikroyapıda iğnemsî şekilde görülmektedir. Beta dönüşüm sıcaklığının üzerinden martenzit dönüşümün bittiği sıcaklık (M_f) olan 25 °C'ye su verme işlemi yapıldıktan sonra yapıda beta fazından dönüşmüş alfa fazı oluşması için bir miktar kalıntı beta fazı bulunmalıdır. Vanadyum bir beta stabilizatörüdür ve bir Ti+%6 Al alaşımına %4 V eklenmesi, martenzit dönüşüm bitme sıcaklığını 25 °C'nin altına yerleştirmek için gereklidir ki böylece, 25 °C'ye su verme işleminin ardından, β 'nın tamamı α' ve α'' fazına dönüşmemektedir. Ti6Al4V alaşımına farklı sıcaklıklara su vermede oluşan fazların şematik görüntüsü Şekil 2.20'de verilmiştir [5, 16].



Şekil 2.20 : Ti6Al4V alaşımına farklı sıcaklıklara su vermede oluşan fazların şematik görüntüsü [16].

Ti6Al4V alaşımına ait farklı sıcaklıklarda oluşan mikroyapı görüntüleri Şekil 2.21'de şematik olarak verilmiştir.



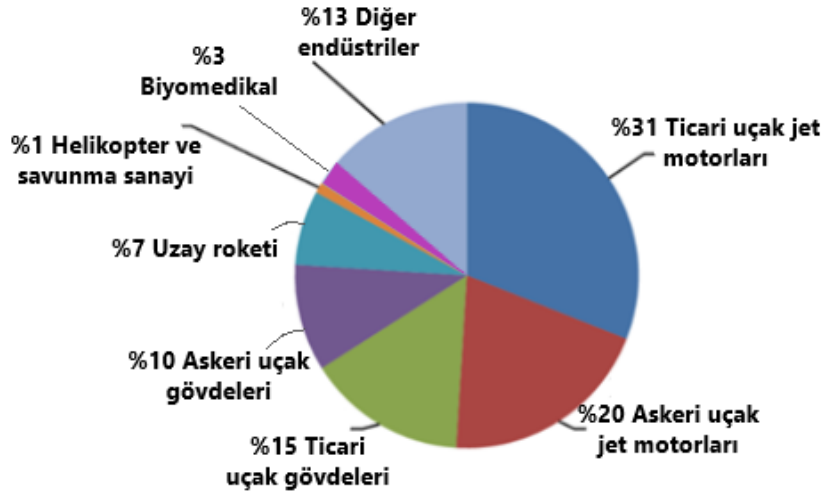
Şekil 2.21 : Ti6Al4V alaşımına ait mikroyapılar. (a) eş eksenli α taneleri arasında bir miktar β . (b) eş eksenli ve lamelar α taneleri ile tane sınırlarında β . (c) β fazından dönüşmüş lamelar α matrisinde eş eksenli α taneler. (d) β fazından dönüşmüş lamelar α matrisinde bir miktar eş eksenli α taneler. (e) β fazından dönüşmüş lamelar α plakalar β tane sınırlarında. (f) β fazından dönüşmüş lamelar α kolonileri β tane sınırlarında [5].

Amerika’da geliştirilen bu alaşımın, CP-Ti ve diğer titanyum alaşımlarıyla kıyaslandığında bu kadar yaygın kullanılmasının en önemli sebeplerinden biri kimyasal ve mekanik özelliklerinin dengeli bir biçimde optimize olmasıdır [11]. Ti alaşımlarının çoğu çelikten daha yüksek mukavemet / ağırlık oranına sahiptir. Ticari olarak Grade 5 olarak adlandırılan Ti6Al4V alaşımı CP-Ti alaşımına göre daha mukavimdir. Grade 5 haricinde Grade 23 olarak adlandırılan Ti6Al4V-ELI (extra low interstitial / ekstra düşük arayer) alaşımı da bulunmaktadır. Grade 23 alaşımı, Ti6Al4V alaşımına göre daha yüksek tokluk ve süneklik değerlerine sahiptir. Çizelge 2.7’de CP-Ti ve Ti6Al4V alaşımlarının mekanik özellikleri karşılaştırmalı olarak verilmiştir [9, 14].

Çizelge 2.7 : CP-Ti ve Ti6Al4V alaşımlarının mekanik özelliklerinin karşılaştırılması.

Malzeme	Çekme mukavemeti (MPa)	Akma mukavemeti (MPa)	Uzama (%)	Elastik modül (GPa)
α alaşımları				
CP-Ti Grade 1	240	170	24	102,7
CP-Ti Grade 2	345	275	20	102,7
CP-Ti Grade 3	450	380	18	103,4
CP-Ti Grade 4	550	485	15	104,1
$\alpha+\beta$ alaşımları				
Ti6Al4V Grade 5	895-930	825-869	6-10	110-114
Ti6Al4V-ELI Grade 23	860-965	795-875	10-15	101-110

Çeşitli endüstrilerde yaygın olarak kullanılan ve dünyadaki titanyum üretiminin %50'den fazlasını oluşturan Ti6Al4V, ticari öneme sahip olan en önemli titanyum alaşımıdır. Üretilen Ti6Al4V alaşımının %80'den fazlası havacılık ve uzay sanayinde kullanılırken bunun dışında en yaygın kullanım alanı %3'lük oranla medikal sektördür. Günümüzde $\alpha+\beta$ Ti alaşımları ABD titanyum pazarının %70'ini oluştururken; Ti6Al4V alaşımı tüm ABD titanyum pazarının % 56'sını kapsamaktadır [3, 5]. Şekil 2.22'de Ti6Al4V alaşımının kullanım alanlarına ait uygulamalar şematik olarak verilmiştir.



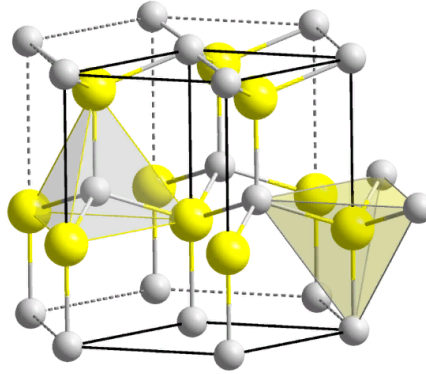
Şekil 2.22 : Ti6Al4V alaşımının kullanım alanlarına ait uygulamalar [17].

2.3 Alüminyum Nitrür (AlN)

Alüminyum nitrür, nitrür seramikler arasında yüksek sıcaklık dayanımı gösteren ileri teknolojik seramik malzemelerinden biridir [18, 19]. AlN, yüksek termal iletkenlik, düşük termal genleşme, düşük elektriksel direnç, yüksek sertlik, korozyon ve aşınma direnci gibi önemli özelliklere sahiptir [20]. Gösterdiği termal, elektriksel ve mekanik özellikler sayesinde SiC, Al₂O₃, BeO gibi oksit ve karbürlerin yerine tercih edilebilecek rakip bir malzemedir [21].

Alüminyum nitrür, ileri teknolojik seramikler arasında yüzyıl öncesine dayanan bir geçmişe sahiptir. AlN, 1862’de F. Briegler ve A. Geuther tarafından keşfedilmiş ve ilk olarak 1877’de J. W. Mallets tarafından sentezlenmiştir. Alüminyum nitrürün keşif tarihi bu kadar eski olmasına rağmen yapılan çalışmalar ve seramik teknolojisindeki gelişmeler sonucunda ilk olarak 1990’lı yıllarda elektronik altlık olarak kullanılmaya başlanmıştır [20].

Alüminyum ve azot ikili sisteminin tek kararlı bileşiği olan AlN yüksek sıcaklıklara karşı dayanımı olsa da 2300 °C üzerinde hızla Al ve N olarak ayrışmaktadır. Alüminyum nitrür, a=0,311 nm ve c=0,498 nm kafes parametreleri ile tıpkı BeO, ZnS, GaN ve SiC gibi Wurtzite tipinde hegzagonal kristal yapıya sahiptir [21]. Kristal kafes yapısı Şekil 2.23’te yer almaktadır.



Şekil 2.23 : Alüminyum nitrürün kristal kafesi [22].

Düşük atomik kütleli elementlerden oluşan kovalent bağlı bir malzeme olan AlN, atomlar arasındaki güçlü kovalent bağlar sayesinde yüksek termal iletkenlik göstermektedir. Termal iletkenlik değerleri 80 ile 260 W arasında değişmekte ve düşük bir termal genleşme katsayısına sahiptir. Elektriksel yalıtımı iyidir ve dielektrik sabiti 1 MHz’de 9 şeklinde düşüktür [19]. Alüminyum nitrürün sahip olduğu fiziksel ve kimyasal özellikler Çizelge 2.8’de verilmiştir.

Çizelge 2.8 : Alüminyum nitrürün fiziksel ve kimyasal özellikleri [20, 22, 23].

Özellik	Değer
Yoğunluk (g/cm ³)	3,26
Moleküler ağırlık (g/mol)	40,988
Ergime noktası (°C)	2300
Termal iletkenlik (W/m.K)	140-200
Termal genleşme katsayısı (x10 ⁻⁶ / K)	4,5
Dielektrik sabiti (@ 1 MHz)	9
Elektriksel direnç (Ohm.cm)	>10 ¹⁴
Kırılma tokluğu (MPa.m ^{1/2})	2.6
Elastik modülü (GPa)	330
Young modülü (GPa)	310
Basma dayanımı (GPa)	2.1

Ticari olarak AlN üretimi karbotermal redüksiyon ve nitrürleme ya da doğrudan nitrürleme ile gerçekleşmektedir. Karbotermal redüksiyon ve nitrürleme ile üretilen tozlar daha kolay sinterlenebilirken daha düşük yaş yoğunluğa sahiptir. Doğrudan nitrürlenmiş tozlar ise daha yüksek yaş yoğunluğa sahiptir. Tozlar iki farklı yöntemle üretilse de termal iletkenlik değerleri yüksektir [20, 21]. Üretim yöntemine bağlı olarak AlN tozlarının fiyatı değişmektedir. Karbotermal redüksiyon ile üretilmiş tozların fiyatı 60-200 \$/kg arasındayken doğrudan nitrürleme yöntemiyle üretilen tozların fiyatı 30-100 \$/kg arasında değişmektedir [21].

AlN bazlı malzemeler, yüksek ergime sıcaklığına sahip olup yüksek sıcaklıklarda stabil kalabildikleri için endüstriyel açıdan refrakter malzemesi olarak kullanılan ileri teknoloji seramiklerdendir [21]. Ayrıca yapısal uygulamalarda da geniş bir kullanım alanına sahiptir [19]. Düşük termal genleşme katsayısı sayesinde kompozit malzemeler için iyi bir altlık malzemesidir [18]. Altlıklar için yüksek termal iletkenlik ve elektriksel yalıtkanlık önemlidir. Toksik bir yapıda olmayan AlN, yarı iletkenler için altlık malzemesi olarak kullanılan toksik yapıdaki berilyanın (BeO) yerini almıştır [20]. AlN seramikler yüksek yoğunluğa sahip olması için, yüksek sıcaklıklarda uzun süreler boyunca sinterlenmektedirler. Artan sıcaklık ve süreler üretim maliyetlerinin artmasına sebep olmaktadır [19]. Bu da elektronik ve diğer uygulamalar için Alüminyum nitrürün tercih edilmesinde dezavantaja sebep olmaktadır. AlN tozların maliyeti, elektronik amaçlı kullanılan α -Al₂O₃'ün 4 katı kadardır; ancak termal iletkenliği Al₂O₃'ün 10 katı kadar yüksektir [21, 24].

2.3.1 Spark plazma sinterlemede Ti matrisine katkı malzemesi olarak AlN

Ti6Al4V alaşımı, yüksek mukavemet, düşük yoğunluk ve mükemmel korozyon direnci gibi benzersiz özellikleri nedeniyle havacılık, biyomedikal ve otomotiv endüstrisinde yaygın olarak kullanılan önemli bir malzemedir. Ti6Al4V matrisi, kompozisyonunda Al ve V gibi alfa ve beta stabilizatörleri bulunduran metastabil iki fazlı bir alaşımdır [25]. Bununla birlikte açıkça görülen faydalarına rağmen, yüksek sıcaklıkta aşınma direncinin düşük olması, oksidasyon direncinin yetersizliği ve düşük sertlik nedeniyle Ti6Al4V alaşımının otomotiv ve havacılık gibi mühendislik uygulamalarında kullanımı kısıtlanmaktadır [26]. Bu nedenle araştırmacılar, yüksek sıcaklıklarda mekanik özelliklerin iyileştirilmesi ve kullanımındaki sınırlamalarının kaldırılması için metal matrisli kompozit malzemelerin geliştirilmesinde çalışarak titanyum matrisine farklı seramik takviyelerinin ilavesiyle Titanyum Matris Kompozitlerinin üretimlerini gerçekleştirmişlerdir. Ti matris kompozitler, yapılan takviyeler sayesinde yüksek sıcaklıkta da iyi aşınma direncine, yüksek sertliğe ve yüksek mukavemet stabilitesine sahip olup gelişmiş mekanik ve kimyasal özellikler sergilemektedirler. Bununla birlikte, partikül seramik takviyeli titanyum matris kompozitler imalat kolaylığı, daha düşük maliyet ve daha fazla izotropik özellikleri nedeniyle daha yoğun kullanılmaktadır. Seramik takviyeli titanyum matris kompozitler, karakteristik olarak sürekli (filamentler veya lifler dizisi) veya süreksiz (parçacıklar veya doğranmış lifler) takviye tiplerini içermektedirler. Bir kompozit yapı içinde termal olarak stabil ve iyi dağılmış seramik partiküller optimum mekanik özelliklerin elde edilmesini sağlamaktadır. Bu tür kompozitler, kimyasal stabiliteleri, aşırı sertlikleri ve mekanik direnç ile kırılma tokluğunun iyi birleşimi nedeniyle kullanım için önemlidir. Yaygın olarak kullanılan seramik takviyeler, karbürler, oksitler, boridler ve nitrürlerdir. Yapılan son çalışmalar, havacılık endüstrisinde kullanılmak üzere hedeflenen malzemelere gelişmiş refrakter nitrür takviyeleri yapılmasının büyük avantajlar sağladığını ortaya koymuştur [18, 26].

Abe ve arkadaşları yaptıkları çalışmada Ti6Al4V matrisine ayrı ayrı ağırlıkça %3 oranında AlN, TiN ve h-BN takviyeler yaparak argon atmosferi altında 30 MPa basınçta, 100 °C/dk ısıtma hızında, 1000 °C sıcaklıkta 10 dk sürede spark plazma sinterleme yoluyla üretmişlerdir. Sonuçlar göstermektedir ki yoğunluk ve mikrosertlik değerleri incelendiğinde %3 AlN takviyeli yapı katkısız Ti6Al4V yapısına göre %48 daha üstündür. Benzer şekilde, matrisin akma ve çekme mukavemetleri, AlN takviyeli

yapıda katkısız yapıya göre yaklaşık %47 oranında iyileştirilmiştir. Yapıda gerçekleşen bu iyileşmelerin AlN katkısı sonucunda oluşan TiN ve VN fazlarından kaynaklandığı düşünülmektedir. Numuneye ait SEM görüntülerinde $\alpha+\beta$ matrisinde AlN partikülleri görülmüştür [26].

2.4 Alümina (Al_2O_3)

Bilimsel olarak geçtiğimiz yüzyıl içinde keşfedilen alümina 1907 yılından beri araştırılmış olup endüstriyel ürün haline gelmesi 1930 yılında gerçekleşmiştir [27, 28]. Biyoinert malzeme olarak kabul edilen alüminanın kalça eklemlerinde kullanılması ilk olarak 1965 yılında gerçekleşmiştir; bundan öncesinde yeterli sertlik ve tokluğu karşılayabilen başka bir malzeme olmamıştır [29]. Yer kürede en fazla bulunan boksit mineralinin içinde bulunan alümina üretiminin yaklaşık %90'ı metal Al üretiminde kullanılmaktayken; %10'luk kısım refrakterler, aşındırıcılar ve seramik malzemelerin üretiminde kullanılmaktadır. Doğal korundum yüksek saflıktaki alüminanın ana kaynağıdır. Dünyanın ticari alümina ihtiyacının çoğu hammadde olarak boksitin kullanıldığı Bayer prosesi ile üretilen alüminadan karşılanmaktadır. Bayer prosesi ile alümina üretiminin başlıca 3 işlem kademesi vardır. Bunlar sırasıyla çözündürme, çöktürme ve kalsinasyon işlemleridir [21]. Çok ince toz boyutuna sahip, tamamen saf alümina, ancak sol-jel yöntemi ile üretilmektedir [30].

Düşük sıcaklıklarda korozyif ortamlara ve mekanik yüklere karşı en dayanıklı malzemelerden biri olan alüminanın ergime noktası 2000 ± 30 °C ve yoğunluğu 3,8-4,0 g/cm³ değerleri arasındadır [31]. Alümina, suda ve ayrıca iyi kalsine edilmişse mineral asitlerinde ve bazlarda çözünme göstermemektedir. 1700-1800 °C gibi yüksek sıcaklık değerlerinde, flor gazı haricinde diğer gazlara karşı direnç göstermektedir. Al_2O_3 , oksitleyici ve redükleyici atmosferde 1900 °C'ye kadar kullanılabilir [32]. Alüminaya ait özellikler Çizelge 2.9'da verilmiştir [27].

Çizelge 2.9 : Alüminanın fiziksel ve kimyasal özellikleri [27, 29].

Özellik	Değer
Yoğunluk (g/cm ³)	3,8-4,0
Ergime sıcaklığı (°C)	2000 ±30
Termal iletkenlik (W/mK)	25
Termal genleşme katsayısı (x10 ⁻⁶ / K)	8,30
Elektriksel direnç (Ohm.cm)	10 ¹⁸
Elastik modülü (GPa)	210
Eğme mukavemeti (MPa)	400-600
Sertlik (HV)	1800-2000
Kırılma tokluğu (K _{IC} , MPa.m ^{1/2})	4,2

Oksit bir malzeme olan alümina saf halde düşük sıcaklıklarda birkaç formda bulunmaktadır. Birden çok kristal sistemi olmasına rağmen ticari uygulamalarda en kararlı form olan α -Al₂O₃ kullanılmaktadır. Sıkı paket hegzagonal kristal kafesine sahip α -alüminanın ergime sıcaklığı 2053 °C yoğunluğu 3,95 g/cm³'tür [27, 28]. Diğer polimorflarının çoğu sıkı paket kübik kafes yapısına sahiptir. Bu polimorflar, süre, kristal boyut ve atmosfere bağlı olarak tersinir reaksiyon olmaksızın 750-1200 °C arasında α -alüminaya dönüşmektedir [30].

Alüminanın sahip olduğu yüksek aşınma dayanımı, yüksek sıcaklıkta gösterdiği yüksek sertlik, düşük maliyet, elektriksel iletkenlik ve termal stabilite gibi eşsiz özellikler, araştırmacıları ileri teknolojik mühendislik uygulamalarında bakır, alüminyum, magnezyum ve titanyum gibi çeşitli metal matrislerin özelliklerini geliştirmek için takviye malzemesi olarak kullanma konusunda teşvik etmiştir [33].

Yüksek kimyasal direnç, yüksek sertlik, yetersiz sürtünme katsayısı ve aşınma oranları ile ihmal edilebilir aşınma kalıntılarından dolayı mühendislik seramikleri içerisinde, günümüzde en çok kullanım payı, %85 ile alüminaya aittir [30, 32, 34]. Alüminadan üretilmiş ilk endüstriyel ürünler buji ve laboratuvar malzemeleri olsa da günümüzde özellikle yüksek sıcaklık fırınlarında kullanılmaktadır. Bunun yanı sıra kesici takımlar, taşıma elemanları ve yatak malzemesinde, madencilik sektöründe kullanılan aşınmaya dirençli plaka kaplamalarında, düşük maliyeti sebebiyle Alüminyum nitrüre alternatif olarak elektronik altlıklarda, balistik uygulamalarda zırh yapımında geniş bir uygulama alanına sahiptir [27]. Yüksek yoğunluklu sinterlenmiş alümina gösterdiği biyouyumluluk sebebiyle medikal endüstrisinde kalça ve diz protezleri ile dental implantlarda yaygın olarak kullanılmaktadır [28, 35].

2.4.1 Spark plazma sinterlemede Ti matrise katkı malzemesi olarak Al_2O_3

Çeşitli endüstriyel, yapısal ve biyomedikal uygulamalarda kullanılan Ti6Al4V alaşımının özelliklerini geliştirme arayışı, yüksek aşınma direnci, yüksek sıcaklıkta gösterdiği sertlik ve mukavemet, elektriksel iletkenlik ve termal stabiliteye sahip olan alümina gibi seramik partikülleri titanyum alaşımının yapısına takviyesini teşvik etmiştir. Bu sayede tek tek her bir malzemenin saf formuna kıyasla üstün özelliklere sahip yeni malzemeler elde edilecektir [32, 33]. Titanyum alaşımlarının kolayca oksitlenme eğilimi göstermesi, 400 °C ve üzeri yüksek sıcaklıklarda mekanik özelliklerinde meydana gelen düşüş ve 300 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda sürünme problemi bu alaşımın havacılık uygulamalarındaki kullanımında büyük bir problemdir. Ti alaşımının bu dezavantajlarını gidermek için, metalik esaslı matristen alümina partiküllerine yükün aktarılması gerçekleştirilmelidir. Yükün matris malzemesinden takviye fazına etkili bir şekilde aktarılması için, parçacık halindeki fazın matris fazı içinde homojen bir şekilde dağılması ve birleştirme için uygun üretim parametrelerinin belirlenmesi gerekmektedir. Bu sayede ana matristen daha iyi özelliklere sahip bir kompozit yapı oluşturulabilir [33].

Moses ve arkadaşları, yaptıkları çalışmada farklı hacim fraksiyonuna (%5-10-15) sahip alümina tozları dakikada 150 devir (rpm) öğütme hızında, 6 saat öğütme süresinde düşük enerjili bilyalı değirmen kullanarak Ti6Al4V tozlarıyla karıştırmış ardından bu toz karışımını 50 MPa basınç altında 100 °C/dk ısıtma hızında, 10 dk tutma süresi ile 1000 °C ve 1100 °C gibi iki farklı sıcaklıkta spark plazma sinterleme yoluyla üretmişlerdir. Çalışma sonucunda takviyenin matriste homojen dispersiyon sergilemesi için düşük enerjili bilyalı öğütme tekniğini kullanmanın etkili olduğu, yüksek sıcaklıkta sinterlenen numunelerde yapıda alümina varlığının arttığı ve mikroyapıda lamelar taneden pulsu taneye geçiş olduğu gözlemlenmiştir [33].

Dudek yaptığı çalışmada %20 ve %40 oranlarında alümina ile katkılanmış Ti6Al4V alaşımını homojenizasyonun ardından ayrı ayrı 20 MPa ve 35 MPa basınçla sıkıştırmış ve 1000 °C'de inert gaz atmosferinde spark plazma sinterleme prosesine tabi tutmuştur. Elde edilen numunelerin yoğunluk, mikroyapı özellikleri ve korozyon davranışları incelenmiştir. Numunelerin yoğunluk değerlerinin artan Al_2O_3 katkısıyla azaldığı gözlemlenmiştir [15].

Titanyum esaslı alaşımlara %20 ve %40 oranlarında Al_2O_3 'ün eklenmesi, biyomedikal uygulamalar açısından, kompozitlerin yoğunluğu ve gözenekliliği üzerine olumlu bir

etki yaratsa da korozyon direncini önemli ölçüde etkilememiştir. Seramik takviyeli metal matris kompozitlerin üretimi haricinde fonksiyonel derecelendirilmiş malzemelerin üretimi de titanyum alaşımının zayıflıklarının üstesinden gelmek için tercih edilmektedir. Bu sayede, seramik ve metal bileşenlerin farklı özellikleri pratik olarak tek bir malzeme sisteminde birleşebilmektedir. Alüminanın fizyolojik ortamlarındaki korozyon direnci ve stabilitesi, implantların metalik parçalarından iyon salınımı ve dökme seramik bileşenlerin kırılabilirliği ile ilgili mevcut endişeleri ortadan kaldırmak için yüksek tokluğa sahip Ti ile kombin edilebilmektedir. Bahraminasab ve arkadaşları yaptıkları çalışmada farklı hacimsel oranlarda Ti6Al4V ve alümina tozları kullanarak spark plazma yöntemiyle fonksiyonel derecelendirilmiş malzemeyi, 1350 °C sinter sıcaklığında, 3 dk tutma süresinde toplam 30 dk sinterleme süresi olacak şekilde üretmişlerdir. Fonksiyonel derecelendirilmiş malzemenin her bir katmanı hacimsel olarak farklı oranlarda (%0-25-50-75-100) alümina içermektedir Sinterleme sonrası yapılan XRD analizinde, mikroyapıda titanyum içeriğinin artmasıyla kompozitlerde Ti_3Al ve $TiAl$ gibi intermetalik yapıların ortaya çıktığı gözlemlenmiştir. Yapılan SEM incelemelerinde Ti ile alümina arasında ve katmanlar arasında iyi bir bağlanma gerçekleştiği görülmüştür. Kompozit katmanlarında alüminanın hacimsel artışının, sertlik ve eğme mukavemetinde artış sağladığı yapılan incelemelerde ortaya konmuştur [32].

2.5 Toz Metalurjisi

Toz metalurjisi, tozların belirli oranlarda karıştırılarak, hassas kalıplarda alt ve üst baskı elemanlarıyla istenilen değerlere uygun basınçlarda sıkıştırılması ve sonrasında kontrollü atmosfer ortamında sinterlenmesiyle parça üretim yöntemidir. Bu yöntem parça üretimi; toz üretimi, toz karışımı hazırlama, toz karakterizasyonu gibi metalik/alaşım toz karakteristikleriyle, presleme ve sinterleme gibi işlem kademelerini içermektedir ve bu proses son ürünün tüm özelliklerini doğrudan etkilemektedir [36, 37].

5000 yıllık geçmişe sahip toz metalurjisinin gelişimi, 1800'lü yıllarda gerçekleşmiştir. İlk olarak bu yıllarda karmaşık şekilli parçalar üretilmiş ve sinterlenmiştir. Toz metalurjisinin modern tarihçesi ise tungsten tozu kullanılarak dayanıklı lamba filamanları üreten Coolidge ile başlamaktadır. 1910'da Coolidge volfram tozunu presleyip, sinterleyerek malzemenin sünekliliğini iyileştirmiş ve gittikçe daha düşük

sıcaklıklarda tel formuna sokabilmiştir. Coolidge'ın geliştirdiği bu proses, günümüzde de ticari ampul telleri üretiminde halen uygulanmaktadır. 1940'lı yıllarda ise toz metalurjisi demir esaslı yapısal alaşımların ve özellikle refrakter metal ve alaşımların üretimi açısından önemlidir. O yıllarda çok az sayıda malzemenin toz metalurjisi ile üretimi gerçekleşmekteyken; günümüzde Nb, W, Mo, Zr, Ti ve Re gibi refrakter metal ve alaşımları üretilebilir hale gelmiştir [36, 37].

Toz metalurjik yöntemle parça üretim işleminde tozlar hiçbir zaman üretim hattından geldiği veya satın alındığı şekliyle kalıba doldurulup preslenmemektedir. Toz boyut analizinin yapılması, tozların akıcılık ve görünür yoğunluklarının belirlenmesi, toz yüzey oksitlerinin temizlenmesi ve yağlayıcı vb. katkıları ilave edilerek tozun karıştırılması gibi presleme öncesi yapılması gereken işlemler bulunmaktadır ve genellikle bu işlemler toz numune hazırlama olarak adlandırılmaktadır. Tozların karıştırılması sonrası preslemenin ardından parça elle tutulabilecek şekilde mukavemet kazansada; asıl mukavemet toz parçacıkları arasında bağ oluşumuna imkan veren sinterleme işlemiyle gerçekleşmektedir [36, 38].

Döküm, dövme, talaşlı imalat gibi geleneksel üretim yöntemlerine kıyasla toz metalurjisiyle parça üretiminin birçok avantajı bulunmaktadır. Genellikle ikinci bir işlem gerektirmemesi, çapak kayıpları oluşturmaması, başlangıç tozunun yaklaşık % 97'sinin ürüne dönüştürülmesi, boyutsal toleransının çok hassas olması ve çok karmaşık şekilli parçaların üretilebilmesi, diğer yöntemlerle üretilemeyecek alaşım sistemlerinin oluşturulabilmesi ve mikroyapısal kontrolün sağlanması toz metalurjisiyle üretimin avantajları arasındayken; geleneksel üretim yöntemlerine göre toz prosesinde sıcaklığın, basıncın yüksek olması üretimde maliyeti artıran faktörler arasındadır. Bunun yanı sıra kullanılan başlangıç tozları ve kalıplarda maliyetleri artırmaktadır [36, 37].

2.5.1 Titanyum alaşımları için toz metalurjisi

Titanyumun yüksek oksijen afinitesi sebebiyle cevherden ekstrasyonu ve ardından yapılan fabrikasyon işlemleri üretim maliyetlerini yükseltmektedir [37]. Üstün ve benzersiz özelliklerinden dolayı havacılık, uzay, kimya endüstrisi, biyomateryal ve denizcilik uygulamalarında kullanılan titanyum ürünlerinin üretim maliyetlerinin yüksek olması kullanım alanlarını sınırlamaktadır [11, 39].

Genellikle uçak iniş takımları, gaz türbin motor çarkları ve biyomedikal malzemelerin üretimi için tercih edilen Ti6Al4V alaşımının, geleneksel döküm yöntemiyle üretiminden sonra talaşlı imalat proseslerini gerektirmesi, ve parça imalatının işleme zorlukları ile birlikte malzeme sarfıyatı yüksek maliyetleri doğurmaktadır. Bu yüzden, bu alaşımlardan parça imalatı yapılırken, nihai ürüne yakın parça üretim tekniklerinin kullanılması zorunlu hale gelmiştir [39]. Toz metalurjik proseslerle titanyum alaşımlı tozlardan üretilmiş malzemelerin mekanik özelliklerinin, geleneksel işlemlerle üretilmiş dövme malzemeye eşit ve hatta daha yüksek değerlerde olduğu yapılan çalışmalarla kanıtlanmıştır. Geleneksel üretim yöntemlerinden biri olan dökümde titanyumu ergitmek için yüksek sıcaklıklara çıkılması ve bunun kontrollü bir ortamda yapılması gerekmektedir. Burada harcanan süre ve enerji maliyetleri artırmaktadır [36]. Döküm, dövme, plastik şekillendirme gibi konvansiyonel yöntemler ile parça üretimi yüksek enerji ve zaman kayıplarına neden olduğu için toz metalurjik prosesler bunlara iyi bir alternatif oluşturmaktadır [11]. Başarılı bir toz metalurjik prosesin tasarımcılara sağladığı birçok avantaj bulunmaktadır. Titanyum parça üretiminde net şekilli parçaların üretimi, yüksek seri üretim oranları, çok aşamalı dövme işlemlerinin azaltılması ve böylece önemli maliyet tasarruflarına imkan tanınması bu avantajlar arasındadır [11]. Toz metalurjisinin titanyum açısından bir diğer önemli avantajı ise, titanyumun oksijene olan yüksek afinitesinden dolayı, malzemenin katı halde kararlı kalmasıdır [7]. Toz metalurjisi prosesi, tozları ergitmeden katı cisimler yapmak amacıyla tozların birleştirilme işlemi olan sinterleme aşamasıyla sonuçlanmaktadır [36].

Sinterlenen titanyum ve titanyum alaşım tozlarının özellikleri birçok faktöre bağlıdır. Tek bir parametrede yapılan değişikliğe bağlı olarak önemli ölçüde farklı özellik kombinasyonlarına ulaşmak mümkündür. Titanyumun tam yoğunlukta sinterlenmesi zordur. Sinterlemedeki en büyük sorun safsızlıklar ile ilgilidir. Kullanılan tozun saflığından sinterleme parametrelerine kadar her şey önemlidir. Sinterleme için tek bir optimal döngü önermek güçtür. Titanyum tozlarının sinterlenmesinde α/β arayüzü yüksek yoğunluk eldesinde önemlidir. 800-1100 °C sıcaklık aralığında gerçekleşen α/β dönüşümü ile kusurlar ve arayüzler yoğunlaşmayı hızlandıran gerilmeyi sağlamaktadır. Nihai yoğunlaşma, β hacim difüzyonunu ve tane sınır difüzyonunu içermektedir. Tane büyümesi ve tane sınırlarının kaybı nedeniyle yoğunlaşma yavaşlamaktadır. Genellikle sinterleme sonunda teorik yoğunluk yaklaşık olarak %95

ile sınırlanmaktadır. Daha yüksek yoğunluk değerleri için yavaş ısıtma yapılarak porlar kapanmadan önce safsızlıkların buharlaştırılması veya ara sıcaklıklarda daha uzun süreler boyunca tutulması gereklidir [40].

Yalçın ve Varol yaptıkları çalışmada Ti6Al4V ve Ti5Al2.5Fe alaşımlarını sert kalıp içinde 550 MPa basınç altında preslemiş ve argon atmosferi altında kapalı tüp fırın içinde 2 saat 1250 °C sıcaklıkta sinterlemişlerdir. Toz metalurjisi yoluyla imal edilen ortalama %10 gözenek içeren numunelerde, sinter sonrası ortalama %90 yoğunluk elde etmişlerdir. İncelenen numunelerde yaklaşık 80 GPa elastik modül ve 450-550 MPa çekme mukavemeti elde edilmiş ve bu mekanik özelliklerin diğer araştırmalara göre implant uygulamaları için yeterli olduğunu gözlemlemişlerdir [39].

2.6 Sinterleme

Sinterleme, metal veya seramik tozların termal enerji uygulanarak yoğunlaşmasıyla malzeme veya bileşenler üretmek için kullanılan bir süreçtir. Tarih öncesi çağlardan beri bilinen sinterleme, en eski teknolojilerden biri olsada bilimsel olarak incelenmesi ancak 1940'lerden sonra gerçekleşmiştir. 1940'lerden bu yana sinterleme teknolojisinde dikkate değer gelişmeler kaydedilmiştir. Geçmişte basit seramik parçaları pişirmek için kullanılan sinterleme süreci günümüzde karmaşık şekilli yüksek performanslı toz metalurjik parçaların üretiminde kullanılmaktadır [41].

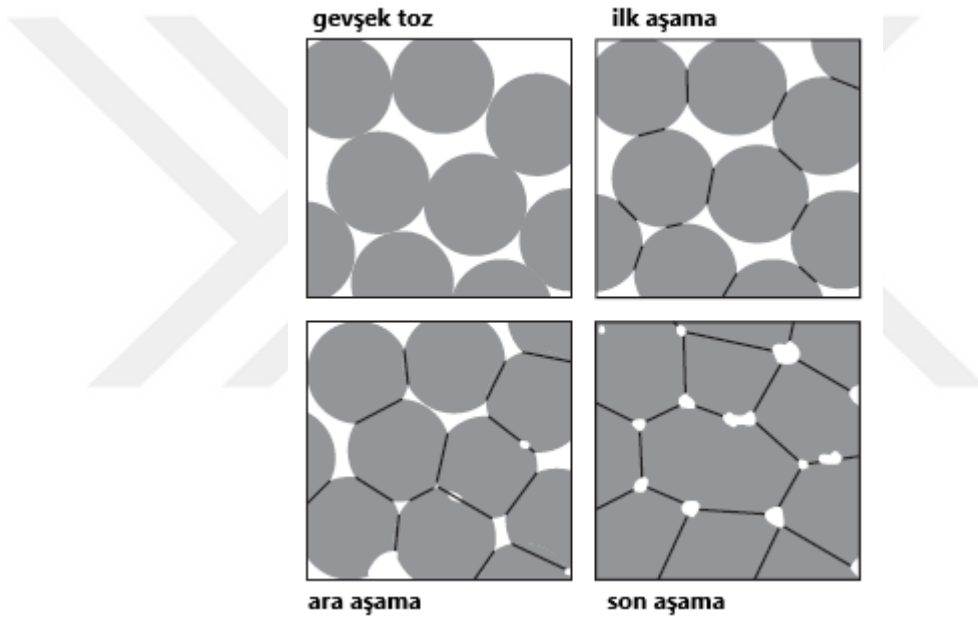
Sinterleme, birbirleriyle temas halindeki toz parçacıkların ergime sıcaklığının yaklaşık olarak 2/3'ü altındaki sıcaklıklarda bir araya gelerek kimyasal bağlanmanın gerçekleşmesiyle kompakt yapıların oluşmasıdır. Sinterleme difüzyon, sürünme, viskoz akış, plastik akış ve buharlaşmayı içeren çeşitli atom seviyesi olayların bir kombinasyonudur. Sinterlemenin amacı taneleri ergitmeden bir araya getirip yoğun kütleyi oluşturmaktır [37, 42, 43].

Sinterleme sıcaklığı, uygulanan basınç, sinterlemenin yapıldığı atmosfer, ısıtma ve soğutma sıcaklığı gibi bazı parametreler ile sinterlenecek tozun, tane boyut dağılımı ve kompozisyonu sinterlenebilirliği etkileyen faktörlerdir [37, 42, 44].

Tozların tane boyutları sebebiyle sahip oldukları yüzey enerjileri ve termal enerji sinterleme için itici güçtür. Sıcaklık altında toz partikülleri, birbirleri arasında bağlar oluşturmak için yüzey enerjisini tüketmektedir. Tane boyutu küçük olan parçacıklar daha yüksek yüzey enerjisine sahip oldukları için büyük parçacıklardan daha hızlı

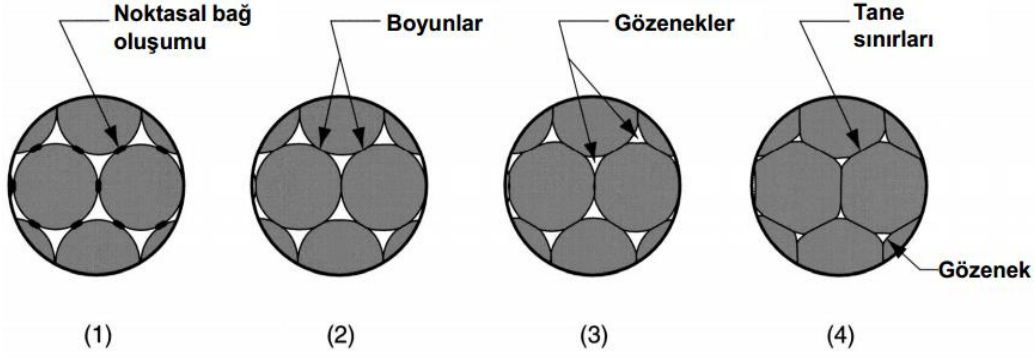
sinterlenmektedir. Atomik hareket sıcaklıkla arttığından, sinterleme artan sıcaklıklarla hızlanmaktadır [43].

Sinterlemenin ilk aşamasında kavisli yüzeyden temas eden parçacıklar arasındaki yüksek yüzey enerjisinden kaynaklı olarak boyun adı verilen sinter köprüleri oluşmaktadır. Ara aşamada boyun bölgesi gelişmekte ve tane büyümesi başlamaktadır. Ara aşama sırasında, temas yüzeyleri birbirine bağlı kalmakta ve tane şekli tanınabilirliğini kaybedene kadar böyle devam etmektedir. Dahaz fazla boyun oluşumu gerçekleştiği için gözenek kanalları birbirine bağlanarak gözeneklerin hacmi azalmaktadır. Proses esnasında gerçekleşen aşamaların şematik gösterimi Şekil 2.24'te verilmiştir [43].



Şekil 2.24 : Sinterleme aşamalarının şematik gösterimi [43].

Sinterlemenin son aşamasında, por hacminin küçülmesine paralel olarak yoğunluk artmaktadır. Sinterleme esnasında gözeneklerde meydana gelen değişimler Şekil 2.25'te şematik olarak verilmiştir. Yoğunluğu daha da arttırmak amacıyla malzemeye sıcaklık ile birlikte basınç da uygulanmaktadır [42, 44].



Şekil 2.25 : Sinterleme sırasında gözeneklerde meydana gelen değişimler [45].

Her üç aşamada da atomlar yüzey difüzyonu ve tane sınır difüzyonu dahil olmak üzere mikroyapı değişikliklerini oluşturmak için çeşitli taşıma mekanizmaları ile hareket etmektedirler. Sinterleme aşamaları ve bu aşamalarda gerçekleşen önemli fiziksel değişimler Çizelge 2.10’da verilmiştir [45].

Çizelge 2.10 : Sinterleme aşamaları ve gerçekleşen fiziksel değişimler [44, 45].

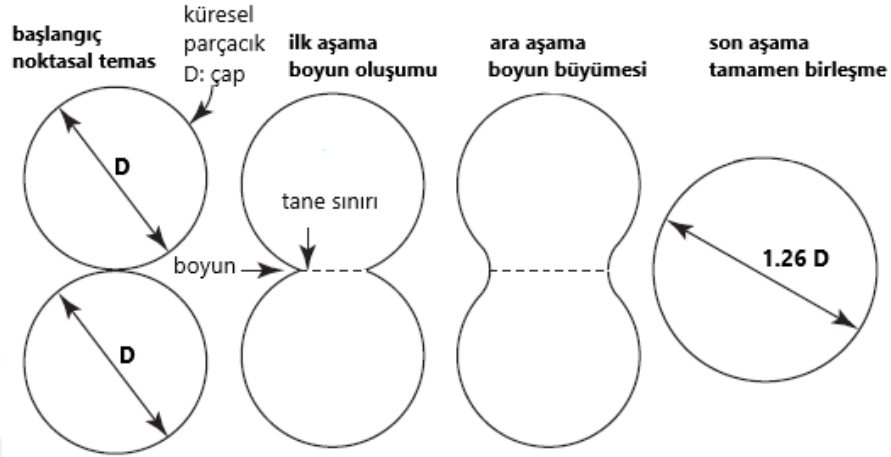
Sinterleme aşamaları	Fiziksel değişimler
İlk aşama	Partiküllerin yeniden düzenlenmesi.
Ara aşama	Partiküller arası boyun oluşumu. Boyun bölgesinin gelişimi. Tane sınırlarının oluşumu. Temas yüzeylerinin büyümesi. Tane büyümesi.
Son aşama	Yüksek oranda çekilme. Tane büyümesinin devam etmesi. Tane sınırı porlarının azalması.

2.6.1 Katı faz sinterleme

Katı faz sinterleme, sıkıştırılmış tozun sinterleme sıcaklığında tamamen katı halde yoğunlaştırılmasıdır. Katı faz sinterlemede atom veya boşluklar yüzey ya da tane sınırı boyunca hareket etmektedir. Bu tip sinterlemede itici güç tanelerin yüzey enerjileri ile temas noktaları arasındaki serbest enerji veya kimyasal potansiyel farktır [41, 42].

Sinterleme başlangıcında birbirleriyle temas haldeki tozlar arasında boyun oluşumu ve buna bağlı olarak %2-3’lük hacim değişimi gerçekleşmektedir. Bu esnada gözenekler tane sınırlarında yoğunlaşmaktadır. Tane sınırlarına yerleşen gözenekler tanelerin büyümesini engellemektedir. Ara aşamada boyunlar birbiri ile etkileşerek büyümekte ve taneler morfolojik değişime uğramaktadır. Son aşamadaysa porların tamamı ya da tamamına yakını kapanırken taneler büyüyerek gözeneklerin küçülmesi sonucu teorik yoğunluğun yaklaşık olarak %93’üne kadar ulaşılmaktadır. Prosesin sonunda,

tamamen birleşen iki farklı partikülün oluşturduğu yeni parçacığın çapı, başlangıç çapının 1,26 katı kadardır. Şekil 2.26’da katı hal sinterlemenin aşamalarında partiküllerin birbirleri ile teması ve boyun oluşumu şematik olarak gösterilmiştir [41, 43, 44].



Şekil 2.26 : Katı faz sinterlemede boyun oluşumunun şematik görüntüsü [43].

2.6.2 Sıvı faz sinterleme

Sıvı faz sinterleme, bileşenlerinden bir veya daha fazlasının sıvı olduğu ve bu sıvının varlığında ergime sıcaklığının üzerindeki bir sıcaklıkta toz karışımının kompakt hale gelmesiyle oluşan bir sinterleme prosesidir. Katı faz sinterlemesinden farklı olarak, sıvı faz sinterleme sırasında mikroyapı değişikliği, sıvı içinde hızlı malzeme taşınması nedeniyle daha hızlı gerçekleşmektedir [41].

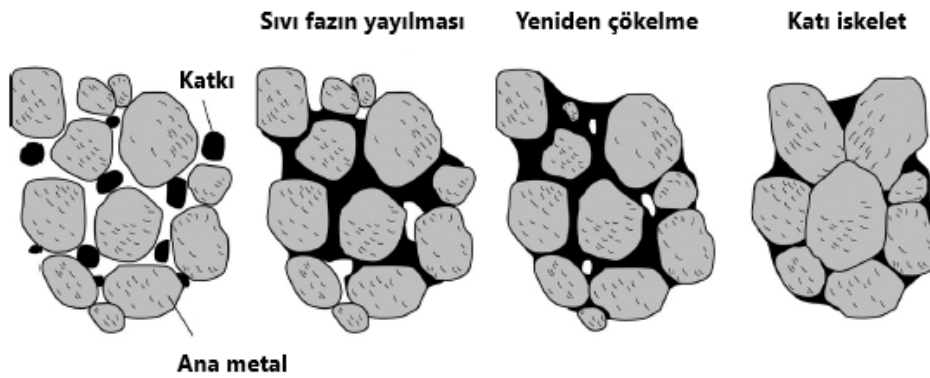
Toz karışımın ısıtılması sırasında oluşan sıvı faz, katı toz partiküllerini ıslatarak viskoz bir yapı oluşturmaktadır. Bu viskoz yapıda, oluşan yeni sıvı ve sıvıdan kaynaklı meydana gelen kapiler basınç farkı nedeniyle toz taneleri yeniden düzenlenmeye tabi tutulmaktadır. Tanelerin yeniden düzenlenmesi, daha yüksek paketleme yoğunluğuna sebep olmakta ve kalan gözenekleri doldurmak için sıvıyı serbest bırakmaktadır. Tane boyutu küçük parçacıklar, yüksek kapiler gerilmeye neden olmaktadır. Kapiler basıncın artması sinterleme prosesini kolaylaştırmaktadır. Partikül yeniden düzenlenmesi, sadece oluşan sıvının hacmine değil, aynı zamanda dihedral açı, sıvı oluşumu anındaki sinterleme derecesi ve tozların tane büyüklüğü gibi çeşitli faktörlere bağlıdır [41]. Sıvı faz sinterlemede mikroyapı oluşumunda şu koşullar oluşmalıdır:

- Sinterleme sıcaklığında katı ve sıvı faz bir süre birlikte bulunmalıdır.
- Katı fazın sıvı faz içerisinde sınırlı bir çözünürlüğü olmalıdır.
- Yeni oluşan sıvı, katı faz tanelerini çözünürlük nedeniyle ıslatmalıdır.

- Hızlı yoğunlaşmayı sağlamak için katı faz tozları oldukça küçük olmalıdır [43, 44, 45].

Artan sıcaklık değerleri, oluşan sıvı miktarını ve difüzyon hızını artırmada çift rol oynadığı için sıcaklık sıvı faz sinterleme için kritik bir kontrol parametresidir. Oluşan fazla sıvı yoğunlaşmaya yardımcı olsa da aşırı sıvı bozulmaya neden olmaktadır. Bu sebeple sinterleme sırasında sıvı miktarı hacimce %15'ten az olmalıdır. Ayrıca dihedral açı değeri 0 °'den büyük olduğunda, yeniden düzenlenme zorlaşmaktadır [43].

Sıvı faz sinterlemede ilk aşamada oluşan sıvı, taneler arasındaki boşluğun çoğunu doldurarak katı tanelere kapiler kuvvet uygulamakta ve böylece katı taneleri birbirine bağlayarak taneler yeniden düzenlenmektedir. Yeniden düzenlenme boyunca mikroyapı, kılcal hareketler doğrultusunda viskoz bir katı olarak davranmaktadır. Sıvı yayıldıkça, katı sıvı içinde çözünmektedir; bu sayede malzeme difüzyonu hızlı gerçekleşerek yoğunluk artışı meydana gelmektedir. Gözeneklerin giderilmesi, sinterlenen kompaktın viskozitesi ile ters orantılı olarak artmakta ve yoğunlaşma hızı sürekli olarak azalmaktadır. Sinterleme ilerledikçe çözünme ve yeniden çökme gerçekleşmekte ve mikroyapıdaki taneler boyutsal olarak büyümektedir. Son olarak tam yoğunluğa ulaşıldığında katı faz sinterlemesi baskındır. Geleneksel sıvı faz sinterlemenin kademeleri ve mikroyapıda gerçekleşen değişimleri Şekil 2.27'de verilmiştir [42, 43, 44, 45].



Şekil 2.27 : Sıvı faz sinterlemesinde mikroyapıda gerçekleşen değişimler [45]

2.7 Basınç Destekli Sinterleme

Dışarıdan uygulanan basınçla sinterleme, basitçe basınç destekli sinterleme olarak adlandırılmaktadır [46]. Bazı ileri teknolojik seramik uygulamaların üretimi için (transparan seramikler, biyoseramikler, yapısal seramikler, vb.) basınç destekli sinterleme yönteminin kullanılması avantajlıdır. Konvansiyonel sinterleme yöntemlerinde toz parçacıklarının sahip olduğu yüzey enerjisi itici güçken; bu yöntemde uygulanan basınç ile sinterleme için itici güç artarak yoğunlaşmaya önemli ölçüde fayda sağlamaktadır [47].

Basınç destekli sinterlemenin önemli avantajları, yüksek yoğunluk, ince tane boyutu eldesi ve tane kabalaşma hızına göre yoğunlaşma oranının önemli ölçüde artırılmasıdır. Bu yöntem özellikle SiC ve Si₃N₄ gibi yüksek kovalent bağlı seramikler ile geleneksel sinterleme yöntemleriyle yoğunlaştırılması zor olan seramik matrisli kompozitler için etkilidir. Yüksek yoğunluklu ve ince tane boyutuna sahip malzeme eldesi ile mekanik özellikler orantılı olarak gelişmektedir [46].

Basınç destekli sinterlemenin bir dezavantajı ise yüksek üretim maliyetidir; bu nedenle endüstriyel uygulamalarda yöntem yalnızca yüksek yoğunluğun gerekli olduğu seramiklerin üretimi için kullanılmaktadır. Basınç destekli sinterleme ile üretimde boyut sınırlaması da bir dezavantajdır [46].

Dışarıdan basınç uygulanarak sinterleme yöntemleri arasında basıncın tek ekseninde uygulandığı sıcak presleme, basıncın her yönden eşit olarak uygulandığı sıcak izostatik presleme ve spark plazma sinterleme gibi farklı yöntemler bulunmaktadır. Bu yöntemler ile çok katmanlı yüksek sıcaklığa dayanıklı malzemelerin üretimi gerçekleştirilmektedir [47].

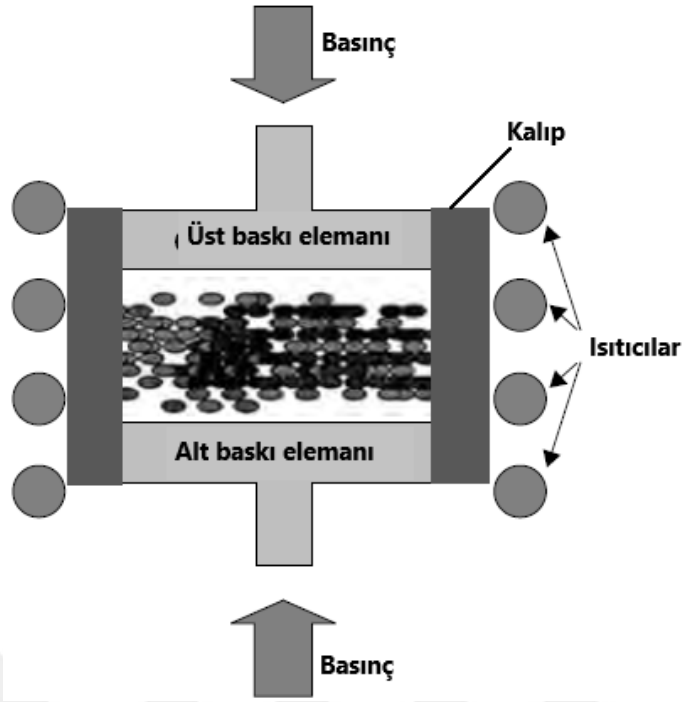
2.7.1 Sıcak presleme (HP)

Sıcak presleme yöntemi yoğun, kompakt bir malzeme oluşturmak için tasarlanmış yüksek sıcaklık ve tek eksenli yüksek basıncın birlikte uygulandığı toz metalurjik bir sentez işlemidir. Sinterleme sırasında, aynı anda ısıtma ve presleme ile yoğunlaşma elde edilmektedir. Sıcak presleme yöntemi karbür, borür, nitrür ve oksit seramikleri sentezlemek için kullanılsada yalnızca seramik malzemelerin üretimiyle sınırlı değildir. Sıcak presleme ile çeşitli seramik/metal kompozitler ve metal kompozitler imal edilmektedir [48].

Bu proseste gevşek toz veya önceden sıkıştırılmış toz, yüksek sıcaklığa ısıtılan grafit bir kalıba konulmakta ve tek ekseninde yüksek basınç uygulanmaktadır. Genel olarak yoğunlaşma tanelerin yeniden düzenlenmesi, plastik akış, tane sınırı difüzyonu ve gözenek eliminasyonunu içermektedir [48]. Tanelerin yeniden düzenlenmesi ve temas noktalarında gerçekleşen plastik akış ile sinterlemenin ilk aşamalarında yoğunlaşmanın gerçekleşmesi bu yöntemin avantajlarından [47]. Bu prosesin avantajları arasında şunlarda sıralanabilir:

- Kullanılan tozun en yüksek kalitede ve saflıkta olması gerekmemektedir.
- Karıştırmadan kaynaklı tozlar arasında oluşan büyük gözenekler kolayca giderilmektedir.
- Geleneksel basınçsız sinterleme yönteminde gerekenden daha düşük sıcaklıklarda (genellikle malzemenin ergime sıcaklığının yarısı) yoğunlaştırma gerçekleşmektedir.
- Yoğunlaştırma sırasında sıcaklık düşük tutulduğunda, aşırı tane büyümesi veya ikincil yeniden kristalleşme meydana gelmemektedir [49].

Fırına bağlı olarak, 2000 °C veya daha yüksek çalışma sıcaklıkları kullanılabilen ve çalışma basınçları 10 ila 75 MPa arasında değişmektedir [46]. Sinterlemede pik sıcaklığa ulaşıldığında, uygulanan basınç maksimuma çıkarılmaktadır. Genellikle uygulanan basınç soğuma döneminde de korunmaktadır [50]. Bu proseste, maliyetinin uygun olmasının yanı sıra kolayca işlenmesi ve yüksek sıcaklıklarda mükemmel sürünme direncine sahip olmasından dolayı kalıp malzemesi olarak genellikle grafit tercih edilmektedir. 40 MPa'nın altındaki basınçlar için standart grafit kullanılmaktayken; daha yüksek basınç altında sinterleme için özel grafit veya daha pahalı refrakter metal ve seramik kalıplar kullanılabilir. Grafit kalıbın grafit folyo ile kaplanması kalıbın ömrünü uzatmak için de yararlıdır [46]. Sıcak presleme prosesinin şematik gösterimi Şekil 2.28'de verilmiştir.



Şekil 2.28 : Sıcak pres prosesinin şematik gösterimi [48].

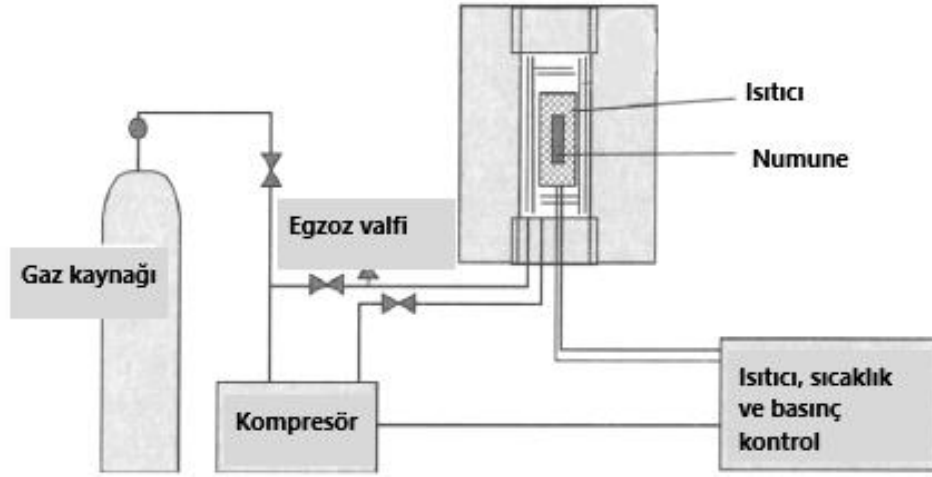
Karmaşık şekilli parçaların sıcak presleme ile üretilmemesi yöntemin dezavantajlarından. Sıcak preslemede uygulanan tek eksenli basıncın bir sonucu olarak, gözeneklerde çözünmeyen gazların tutulması, yüksek sıcaklıklarda seramiğin şişmesine neden olabilmektedir. Bu durum ancak vakumda sıcak presleme ile önlenabilmektedir [50].

2.7.2 Sıcak izostatik presleme (HIP)

Sıcak izostatik presleme, sıcaklık ve izostatik basıncın aynı anda uygulanması ile gerçekleşen sentez işlemidir. Sıcak preslemenin aksine, basınç her yöne eşit olarak uygulanmaktadır. HIP ile karmaşık şekiller, yüksek yoğunluklu seramikler ve kompozitler dahil olmak üzere seramik ve metalik malzemeler üretilmektedir. Ayrıca yapısal olarak benzer veya benzer olmayan malzemelerin katı faz bağlanması için de tercih edilmektedir [48]. Piezoelektrik seramik malzemelerin üretiminde de kullanılan bir prosestir [49].

Her yönden homojen basınç dağılımı ve bileşenlerin çeşitli şekillerle sinterlenmesinin olasılığı yöntemin avantajlarından. Yüksek sıcaklık ve artan basıncın eşzamanlı etkileri, yapıdaki bazı kusurları iyileştirebilmekte ve nihai yoğunluklarını arttırabilmektedir; böylece ek özellikler elde edilmektedir [47]. Bu işlem malzemenin mekanik özelliklerini ve işlenebilirliğini geliştirmektedir [48].

1955 yılında geliştirilen sıcak izostatik presleme yönteminde, önceden sıkıştırılmış toz, cam veya metal bir kapta vakum altında kalıplanmakta ve basınçlı kap içine yerleştirilmektedir [50]. Alternatif olarak kapalı gözeneklilik aşamasına kadar önceden sinterlenebilir. Daha sonra yüzlerce MPa'ya kadar basınçlandırılabilen bir fırına yerleştirilerek yüksek sıcaklıkta sinterlenmektedir [47]. Şekil 2.29'da sıcak izostatik presleme sistemi şematik olarak verilmiştir.



Şekil 2.29 : Sıcak izostatik pres sisteminin şematik gösterimi [50].

Belirli bir başlangıç basıncına ulaşmak için bir kompresör vasıtasıyla sisteme basınçlı gaz verilmekte ve numune sinterleme sıcaklığına kadar ısıtılmaktadır [46]. Basınçlı kap, dışarıdan soğutmanın sağlandığı termal olarak izole edilmiş fırın şeklinde olup soğuk duvar tasarımına sahiptir. Sistemde elektrik direnç fırınları ve inert gazlar yaygın olarak kullanılmaktadır [46]. Fırına bağlı olarak, inert gazlarla kullanılmak üzere tasarlanmış HIP sisteminde genellikle sinterleme sıcaklığı 2000 °C'ye kadar çıkabilir ve basınç 200 MPa değerindedir [46, 49]. Isıtma elemanları tipik olarak grafit, molibden, tungsten veya tantalyumdur [50]. Isıtma sırasında, gaz basıncı istenen seviyeye kadar arttırılmaktadır [46]. Sıcak izostatik preslemede, basınç sıvısı olarak en yaygın kullanılan inert gazlar Ar veya He olsada oksitleyici ve reaktif gazlar da kullanılabilir [49]. Sinterleme sırasında, arayüz izostatik basıncı elde etmek için kullanılan gaz, basınç ortamından izole edilmelidir. Sinterleme sırasında aynı anda tozlar veya gözenekli cisimler yoğunlaştırılarak kompakt hale gelmektedir [48].

2.7.3 Spark plazma sinterleme (SPS)

Spark (kıvılcım) plazma sinterleme, yüksek darbeli elektrik akımının ve yüksek mekanik basıncın birlikte uygulandığı bir katı faz sentez işlemidir [51, 52].

Sinterlemede aktivasyonu sağlamak için elektrik akımının kullanılması fikri, ilk olarak 1933'te ortaya atılmıştır. Bu doğrultuda yapılan çalışmalarda sert metal alaşımlarının kaynaklanması ve sinterlenmesi sırasında tozların ısıtılması için elektrik akımının kullanılması araştırılmıştır.

1960'ların başında Japon şirketi JAPAX tarafından geliştirilen yöntem, 1968'de patentli bir ihracat teknolojisi olarak Lockheed Missile Corporation'a (Amerika Birleşik Devletleri) aktarılmış ve berilyum ile titanyum alaşımlarının hızlı sinterlenmesi için yeni bir üretim teknolojisi olarak kullanılmaya başlanmıştır. Ancak başlangıç aşamasındaki yöntem, seri üretimde uygulama ile ilgili çeşitli sorunlar gösterdiği için kullanımı bilimsel yayınlarla sınırlandırılmıştır [52].

Modern formdaki SPS yöntemi, 1989 yılında Japon firması Sumitomo Coal Mining Ltd. tarafından geliştirilmiş olup ticari uygulaması da yine ilk olarak Japonya'da gerçekleştirilmiştir [51, 52].

SPS yönteminin en önemli özelliği, aynı anda mekanik basınç ve DC darbeleri uygulamasıyla iletken bir kalıpta sinterlemedir; bu da yoğunlaştırma ve sinterleme işlemlerinin aynı anda gerçekleşmesini sağlamaktadır. Toz malzeme üretim teknolojisinde enerji verimliliği ile çevreye çok az zararlı etki ve yüksek üretim kapasitesi olması bu yöntemin avantajları arasındadır.

SPS yöntemi, seramik ve metal nanomalzemelerin, kompozit malzemelerin, fonksiyonel derecelendirilmiş malzemelerin, karbon nanotüplere ve nanoliflere dayalı kompozit malzemelerin, sert malzemelerin, elektronik materyallerin ve biyomalzemelerin yoğunlaşmasında yüksek verimliliğe sahip bir üretim prosesidir. Polikristalin malzemelerin üretiminde, yüksek yoğunluk ve daha ince tane boyutu ile gelişmiş özellikler elde edilmektedir. Spark plazma sinterleme, mekanik özellikleri iyileştirilmiş malzemelerin üretiminde etkin rol oynamaktadır [52, 53, 54]

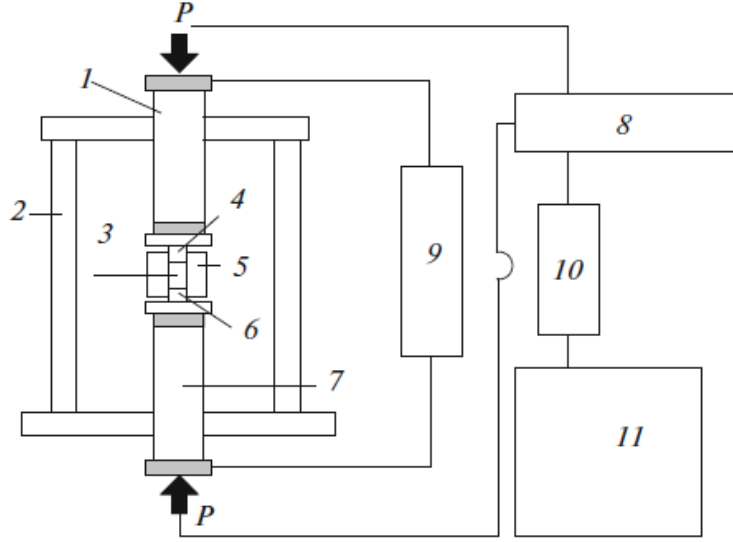
Geleneksel sinterleme teknolojileriyle karşılaştırıldığında SPS, yeni malzemelerin geliştirilmesi için geniş olanaklar sunan bazı özelliklere sahiptir:

- Hızlı sinterleme (2000 °C/dakikaya kadar ısıtma hızı).
- Sinterleme işlemi parametrelerinin güvenilir kontrolü ve bunun sonucunda malzeme mikroyapısının kontrolü.

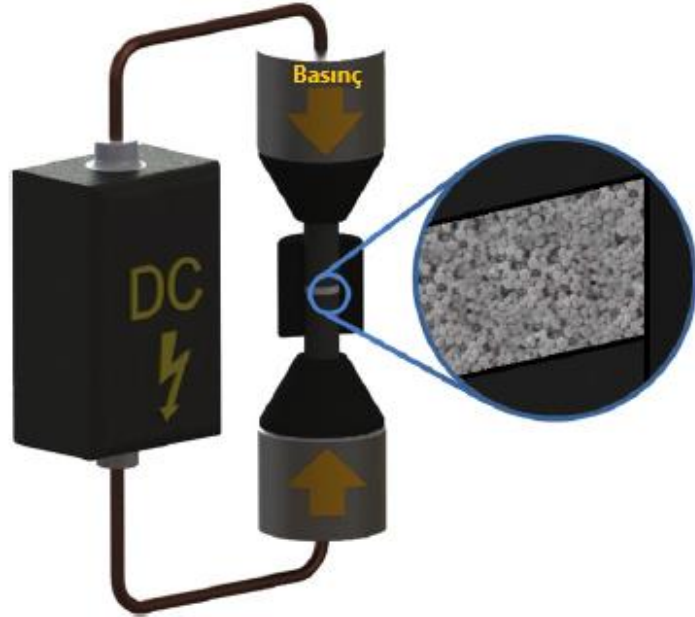
- Fonksiyonel derecelendirilmiş malzemelerin sinterlenmesini sağlayan sinterleme sırasında sıcaklık gradyanının oluşturulması.
- Katı faz sinterleme (ek bağlayıcılar olmadan yüksek yoğunluğa kadar SiC ve WC'nin sinterlenmesi).
- Düşük sıcaklıkta sinterleme (amorf malzemelerin ve manyetik malzemelerin Curie sıcaklığının altında sinterlenmesi).
- Elektromanyetik alan enerjisi ile sinterlenmiş malzemeyi etkileme.
- Sinterleme yöntemlerini birleştirme olasılığı: SPS-HP, manyetik alanda SPS sinterleme, SPS-SHF (mikrodalga) sinterleme vb [52].

SPS prosesi, Darbeli Elektrik Akımı Sinterleme (PECS), Darbe Deşarjlı Sinterleme (PDS), Plazma ile Aktifleştirilmiş Sinterleme (PAS), Direnç Sinterleme (RS), Darbe Akımlı Sinterleme (PCS), Plazma Basıncıyla Sıkıştırma (P^2C) ve Alan Aktivasyonlu Sinterleme Tekniği (FAST) gibi çeşitli isimlerle de anılmaktadır [51].

SPS prosesinde, tozun hızlı sinterlenmesi için yüksek darbeli elektrik akımı (DC) ve tek eksenli basınç kullanılmaktadır. SPS'nin tipik bir kurulumu Şekil 2.30 ve Şekil 2.31'de gösterilmektedir [51]. Sistemin görünümü, dış ısıtma elemanı olmayan geleneksel bir sıcak pres sistemine benzese de enerji tasarrufu ve yüksek hızlı konsolidasyona sahip bir sinterleme işlemi olmasından dolayı basınçsız sinterleme (PLS), sıcak pres (HP) ve sıcak izostatik presleme (HIP) gibi sinterleme tekniklerine kıyasla %20 ila %30 arasında düşük bir güç tüketimine sahiptir [55]. SPS süreci, toz üzerindeki termal, mekanik ve elektromanyetik etkiye dayanmaktadır. SPS sürecini kontrol eden temel mekanizma, hızlı ısıtma ve elektrik alanının varlığı ile uyarılan yüzeyel difüzyondur [52].



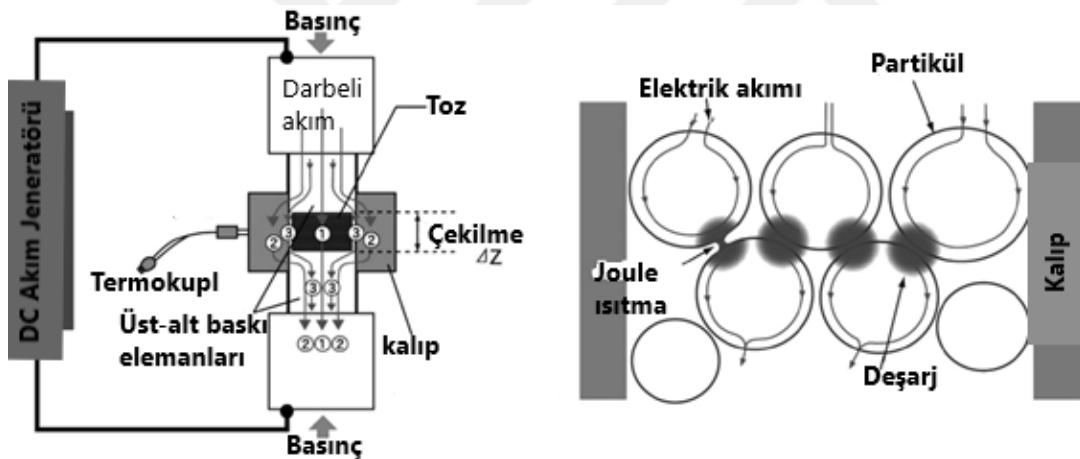
Şekil 2.30 : SPS sisteminin şematik gösterimi: (1) üst elektrot, (2) su soğutmalı vakum haznesi, (3) toz, (4) üst baskı elemanı, (5) kalıp, (6) alt baskı elemanı, (7) alt elektrot, (8) akım jeneratörü, (9) hidrolik sistem, (10) sinterleme parametreleri kontrol sistemi, (11) sinterleme prosesi kontrol sistemi [52].



Şekil 2.31 : SPS sisteminin şematik gösterimi [47].

Elektriksel olarak iletken veya yalıtkan olabilen başlangıç tozları grafit veya metal kalıba doldurularak sinterleme işlemi vakum, inert gaz ya da reaktif gaz ortamında gerçekleştirilmektedir [51, 53]. Sinterleme kalıpları çelikten, sert alaşımlardan, seramiklerden vb. malzemelerden yapılabilmektedir. Dikey eksen boyunca kalıba mekanik basınç (20-100 MPa) ile düşük voltajlı (yaklaşık 4-20 V) ve yüksek güçlü (0.5-40 kA) doğrudan elektrik akımı uygulanmaktadır. Uygulanan basıncın değeri 1 GPa'ya ulaşabilmektedir. Isıtma hızı genellikle 20-200 K/dk'dır; ancak süper hızlı

ısıtma 500-1000 K/dk değerindedir [52, 54]. Tozlar başlangıçta darbeli elektrik akımıyla etkinleştirilmekte ve belirli bir aktivasyon seviyesine ulaşıldıktan sonra tozu pekiştirmek için basınç uygulanmaktadır. Uygulanan basıncın mekanik etkisi parçacıkları yeniden düzenlenmeye tabi tutarak bir tür aglomerasyonu kırmaktadır. Dış basıncın etkisiyle birlikte sinterleme için itici güç artmaktadır. Tek eksenli basıncın uygulandığı sıcak presleme ile SPS arasındaki en büyük fark akımın uygulanmasıdır [51]. Akım grafit kalıptan ve kalıbın içindeki tozdan geçtiğinde, iç direnç Joule ısınmasına neden olarak tozların hızlı bir şekilde konsolidasyonunu sağlamaktadır [53]. Tozlar joule ısıtmanın etkisiyle, kalıplardan ve baskı elemanları tarafından ısı transferi ile ısıtılmaktadır. SPS işleminde yüksek ısıtma hızı, yüzey difüzyonunun kütle taşınımına hakim olduğu düşük sıcaklık aşamalarını atlamaya yardımcı olan büyük termal gradyanlar nedeniyle ek bir itici güç sağlamaktadır. Böylece tane kabalaşması gecikmekte ve toz sinterlenebilirliği artmaktadır. Darbeli elektrik akımının akışı ve joule ısıtma şematik olarak Şekil 2.32’de gösterilmiştir [51].



Şekil 2.32 : SPS sisteminde kalıp içerisinde darbeli akım ve joule ısıtmanın şematik gösterimi [55].

SPS prosesinde, 20-30 mm çapa sahip numuneler için, önceden ayarlanmış bir sıcaklıkta ısıtma ve bekleme süresi yaklaşık 20 dakika sürmektedir; numune çapının büyüklüğüne göre bu süre 2 saate kadar çıkabilse de SPS prosesi, yüksek yoğunluklu ve yüksek kaliteli ürünler elde etmeyi mümkün kılan oldukça hızlı bir döngüdür. SPS kullanımı, geleneksel sinterleme yöntemleriyle karşılaştırıldığında sinterleme sıcaklığında 100-200 K azalma sağlamaktadır [52]. Kristalleşmeyi önlemek için hızlı ve düşük sıcaklıklarda da SPS gerçekleştirilebilmektedir; bu nedenle kritik soğutma hızı artık bir sınırlama olmamaktadır. Kısa sinterleme döngüleriyle tane büyümesinin istenmediği malzemelerin üretiminde de geleneksel yöntemlere kıyasla, SPS

kullanılabilmektedir. SPS, nanoyapılı malzemeleri geliřtirmek için de etkili bir teknoloji olduğundan optik uygulamalarda kullanılan malzemelerin ve termoelektrik jeneratörlerin SPS ile üretimi üzerine çalışmalar yapılmaktadır. Ayrıca, sinterleme için nano boyutlu tozların kullanımı sinterleme sıcaklıkları ve sürelerini azaltabildiğinden sinterlenmeyi artırarak sinerjik bir etki sağlamaktadır. Bu da ergime sıcaklığı 2000 °C'yi aşan kovalent bağı ultra yüksek sıcaklık seramiklerinin üretimi için özellikle önemlidir [52, 53].

HP ve SPS arasındaki temel fark, ısıtma yöntemidir. SPS ile benzer veya daha iyi özelliklere sahip malzemeler daha hızlı ısıtma oranlarında daha kısa sürede üretebilmektedir. Daha düşük sıcaklıklar kullanılarak malzemeleri sinterlemek de mümkündür. SPS için azaltılmış süre ve sıcaklık, numune başına daha az enerji gerektirmektedir. Örneğin, tipik sinterleme döngüleri ile %99,9 yoğunlukta Ti-Al₂O₃-TiC kompozitleri elde etmek için gereken süre SPS için 5 dakika iken; HP prosesi için 5 saattir ve SPS işlemi tarafından tüketilen enerji HP işleminin %10'undan daha azdır [53].

Malzeme üretiminde mevcut HP süreçlerini SPS ile değiřtirmek, üretim hacmini artırarak, enerji maliyetlerini düşürerek önemli tasarruf sağlayabilmektedir. SPS teknolojisinin diğere yöntemlere kıyasla daha düşük maliyeti de yeni üretim fırsatları sağlamaktadır. Bu nedenle, daha iyi özelliklere sahip ancak önceden çok pahalı olan malzemeler, SPS teknolojisi kullanılarak rekabetçi hale gelebilmektedir [53].

Choe ve ekibi, soğuk ve sıcak izostatik preslemeyi birleřtirerek Ti6Al4V matrisi ağı. %7,5 TiC ve ağı. %7,5 W ile takviyelendirerek hibrit kompozitler üretmişlerdir. Arařtırmacılar, katkılı Ti6Al4V numunelerinde yüksek sertlik, yüksek gerilme ve akma mukavemeti gibi üstün mekanik özelliklere rağmen katkısız matris ve diğere kompozitlere kıyasla daha düşük süneklik değeri elde etmişlerdir. Cao ve arkadaşları ile Matizanhuka, geleneksel sinterleme yöntemleriyle nano boyutlu malzemelerin sentezinde sık karşılaşılan zorlukları bildirmişlerdir. SPS prosesinin konvansiyonel sinterleme yöntemlerine göre daha hızlı yoğunlařtırma ve ince tane boyutu eldesi ile seramik, polimer, kompozit, metal ve daha fazlasını içeren çok çeřitli tozların gelişmiş mekanik özellikleriyle birlikte gelişmiş mikroyapı sunduğunu ortaya koymuşlardır [11].

Geleneksel sıcak presleme ile karşılaştırıldığında SPS'nin enerji verimliliği Musa ve ekibi tarafından araştırılmıştır. Ti-Al₂O₃-TiC kompozitlerinin SPS prosesi ile; daha düşük sıcaklıkta, daha kısa sürede ve %90-95 enerji tasarrufu sağlanarak geliştirilmiş özelliklere sahip malzeme üretimi gerçekleştirilmiştir. Mali tasarruf, SPS koşullarına ve kullanılan malzemelere göre değişse de Musa ve ekibi yaptıkları çalışmada mümkün olan önemli maliyet düşüşlerini göstermişlerdir [56].

Nicula ve Sakamoto araştırma ekipleriyle yürüttükleri çalışmalarda, titanyumun biyouyumluluğunu iyileştirmek için SPS yöntemini kullanarak gözenekli Ti kompaktlar üretmişlerdir. Her iki araştırma ekibinde amacı, insan kemiği ile uyumlu Young modülüne sahip olup, insan kemiğinden daha güçlü bir yapı elde etmektir. Her iki araştırma ekibi de kemik özellikleri ile yakından eşleşen yapıyla ilgili başarılar bildirmişlerdir [26].

Yüksek mekanik özellikleri ve biyouyumlulukları sebebiyle çeşitli uygulamalarda kullanılan gözenekli Ti ve Ti alaşımları, farklı sinterleme teknikleri kullanılarak incelenmiştir. SPS ile üretilen poroz yapıda Ti ve Ti6Al4V alaşımlarından elde edilen numuneler (yaklaşık %30 gözeneklilik), gerilim-gerinim ve biyouyumluluk açısından karakterize edilmiştir. Kompakt yapının vakumda 1000 °C'de 24 saat tavlandıktan sonra basınç dayanımının arttığı gözlemlenmiştir.

Titanyum ve titanyum alaşım (Ti6Al4V ve Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo) tozlarının dirençli sinterleme (RS/SPS) yoluyla üretiminde sinterleme koşullarının elde edilen nihai ürünün mekanik özellikler ve korozyon direnci üzerine etkileri, Zenshiro ve Kiyooki tarafından geniş çapta araştırılmıştır. Sinterleme sırasında elektrik direncindeki değişimin uygulanan basınç, partikül boyutu, tozların ön işlemden geçirilmesi ve diğer alaşım tozlarının varlığıyla ilişkili olduğu bulunmuş; molibden ve kromun elektrik direncinde bir azalmaya yol açarken, Al ilavesi tam tersi pozitif etkiye sebep olduğu yapılan çalışmayla ortaya konmuştur.

%96 yoğunlukta kompakt Ti, 2 saniye içinde direnç sinterleme (RS/SPS) yöntemi ile üretilmiş ve ilgili mikroyapı ve mekanik özellikler araştırılmıştır. Elde edilen sinterlenmiş Ti numunelerinin, diğer TM teknikleriyle elde edilen benzer ürünlere kıyasla nispeten daha yüksek akma ve çekme mukavemeti sergilediği ortaya konmuştur.

Maziarz ve ekin-bi tarafından yapılan çalışmada, nanokristal yapıya sahip α -Ti(x) (x=Ta veya Nb), Ti-10Ta ve Ti-10Nb'nin (ağ. %) öğütülerek hazırlanan katı çözeltileri spark plazma sinterleme yöntemiyle üretilmiş ve sırasıyla %99,5 ile %92 nispi yoğunluk değerleri elde edilmiştir. Numunelerin mikroyapıları incelendiğinde, her iki alaşımında da ortalama tane boyutu 220 nm olan spark plazma sinterlemiş numunelerin α + β yapısına sahip olduğu görülmüştür [57].

Mroz ve ekibi, iki ayrı basınç ve sinterleme sıcaklığında deneyler yaparak sinterleme parametrelerinin numuneler üzerindeki etkilerini incelemişlerdir. Ti6Al4V tozu vakum altında, 100 °C/dk ısıtma hızında, 2.5 dk bekletme süresiyle 1200 ve 1300 °C'de 25 ve 50 MPa basınç altında sinterlenmiştir. Elde edilen 10 mm kalınlık ve 40 mm çapa sahip numuneler mekanik testlere tabi tutulmuştur. Yapılan testler sonucunda sinterleme parametreleri değiştirildiğinde sinterlenmiş Ti6Al4V kompaktında tane boyutunun etkilendiği görülmüştür. Elde edilen verilerin analizinde, sinterleme sıcaklığındaki bir artışın, incelenen materyallerin nispi yoğunluğunu artırmada hafif bir etkiye sahipken; basınç etkisinin ikincil olduğu sonucuna varılmıştır. Yapılan testlerden, sinterleme sıcaklığının yükselmesinin, incelenen malzemelerin mikrosertliğinde olağanüstü değişikliklere neden olmadığı görülmüştür. Basıncın 25 MPa'dan 50 MPa'ya artmasının, elde edilen malzemelerin mikrosertliğini 1200 °C sıcaklık için ortalama %6 ve 1300 °C sıcaklık için ortalama % 4,5 azaltma etkisine sahip olduğu gözlemlenmiştir. Sinterleme sıcaklığı ve basınçtaki artışın, spark plazma sinterlenmiş Ti6Al4V alaşımının basma dayanımında önemli değişikliklere neden olmadığı sonucuna varılmıştır. Bu çalışmada tane boyutunun, 1200 °C'den 1300 °C'ye artan sinterleme sıcaklığı ile doğru orantılı artışı görülmüştür. Aşınma test parametreleri 0,36 m/s kayma hızı, 220 N yük ve 1000 m aşınma yolu şeklindedir. Tribolojik aşınmaya karşı en yüksek direnç gösteren numune 1300 °C sıcaklıkta ve 50 MPa basınç altında sinterlenen numune iken; 1200 °C sıcaklık ve 25 MPa basınç altında sinterlenen numune en düşük aşınma direncini göstermiştir. 1300 °C sıcaklıkta ve 50 MPa basınç altında sinterlenen numunede artan β -Ti varlığının, aşınmaya karşı direnci artırdığı görülmüştür [58].

Amorim ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, PREP (Plazma Döner Elektrot Prosesi) yöntemiyle üretilmiş tane boyutu 200 μ m'nin altında olan, ön alaşımlı Ti6Al4V tozu mekanik bilyalı öğütmenin ardından; 100 °C/dk ısıtma hızında, 10 dk bekleme süresinde, 50 MPa basınç altında ve 800 °C'lik sinterleme sıcaklığında vakum

ortamında SPS prosesi ile sinterlemiştir. Amorim ve ekibi, SPS ile ürettikleri numunelerde Ti6Al4V alaşımının harmonik yapısını, dövme ile üretilen numunelere göre geliştirmeyi amaçlamıştır. 20 mm çapında ve yaklaşık 5 mm kalınlığında sinterlenmiş numunelerin incelenen sonuçlarında harmonik yapıda, kaba alfa çekirdeklerinin etrafını saran çok ince boyutlu eş eksenli tanelerden oluşan 3 boyutlu bir ağ yapısı görülürken; dövülerek üretilmiş malzemenin mikroyapısında beta matrisinde eş eksenli alfa taneleri içerdiği görülmüştür. Sinterlenmiş yapıda az bir miktarda gözenek bulunduğu ancak dövülmüş mikroyapıda tanelerin homojen disperse olduğu ve hiç gözeneğe rastlanmadığı gözlemlenmiştir. Sinterlenmiş malzemenin çok ince tane boyutuna sahip olduğu için dövme alaşımından daha yüksek sertlik değerine sahip olduğu görülmüştür [59].

Lu ve ekibi, Ti6Al4V tozunu ısıtma hızı 100 °C/dk, 5 dakika tutma süresi ile 50 MPa basınç altında 1050 °C sıcaklıkta spark plazma sinterleme (SPS) ile sinterlemiştir. Araştırmacılar SPS prosesinin, parçacıkların aktivasyonu ve yeniden düzenlenmesi, parçacıkların bağlanması, sinterleme boynunun büyümesi ve toplu deformasyon gibi 4 aşamada gerçekleştiği sonucuna varmışlar ve bu aşamaları incelemek için farklı sıcaklık aralıklarında sinterlenen numunenin fraktografik görüntülerini incelemiştir. Sinterleme sıcaklığı 1150 °C olan Ti6Al4V kompaktının nispi yoğunluğunun %99,5'i aştığını, çekme mukavemeti ve uzamasının sırayla 901 MPa ve %13,9 değerleriyle iyi mekanik özelliklere sahip olduğunu tespit etmişlerdir [60].

3. DENEYSEL ÇALIŞMA

Yapılan tez çalışmasında katkısız Ti6Al4V ile ağırlıkça %1-2-3 oranlarında AlN ve Al₂O₃ tozlarıyla katkılandırılmış Ti6Al4V tozları, homojen dağılımı sağlamak amacıyla Turbula karıştırıcıda hazırlanmış ve bu toz karışımları spark plazma sinterleme (SPS) prosesi ile üretilmiştir. Üretilen numunelerin yoğunluk değerleri belirlenmiş, faz analizleri yapılmış, mikroyapı görüntüleri incelenmiş ve sertlik değerleri ile basma ve aşınma dayanımları hesaplanmıştır.

Katkısız ile AlN ve Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V'nin SPS ile üretimi ve karakterizasyon çalışmaları aşağıda detaylı bir şekilde anlatılmıştır.

3.1 Kullanılan Hammaddeler

Bu çalışma kapsamında kullanılacak tozların kompozisyonları ve üretim parametreleri literatür incelemeleriyle belirlenmiştir. Başlangıç tozu olarak Almanya menşeli TLS Teknik GmbH firmasından tedarik edilen ortalama tane boyutu yaklaşık 25 µm olan ön alaşımlı Ti6Al4V tozu, Tokuyama Soda Ltd. şirketinden tedarik edilen 1,01 µm partikül boyutuna sahip AlN tozu ve Inframat Advanced Materials firmasından tedarik edilen 0,034 µm tane boyutuna sahip α-Al₂O₃ tozu kullanılmıştır. Ti6Al4V ve katkı olarak kullanılan AlN ve α-Al₂O₃ tozlarının özellikleri sırasıyla Çizelge 3.1, Çizelge 3.2 ve Çizelge 3.3'te verilmiştir.

Çizelge 3.1 : Ti6Al4V tozunun kimyasal kompozisyonu.

Özellik	Değer
Partikül boyutu (µm)	25
Kimyasal kompozisyon (ağ.%)	
Ti	Denge
Al	5,50-6,75
V	3,50-4,50
C	<0,08
Fe	<0,40
N	<0,05
H	<0,015
O	0,11-0,16

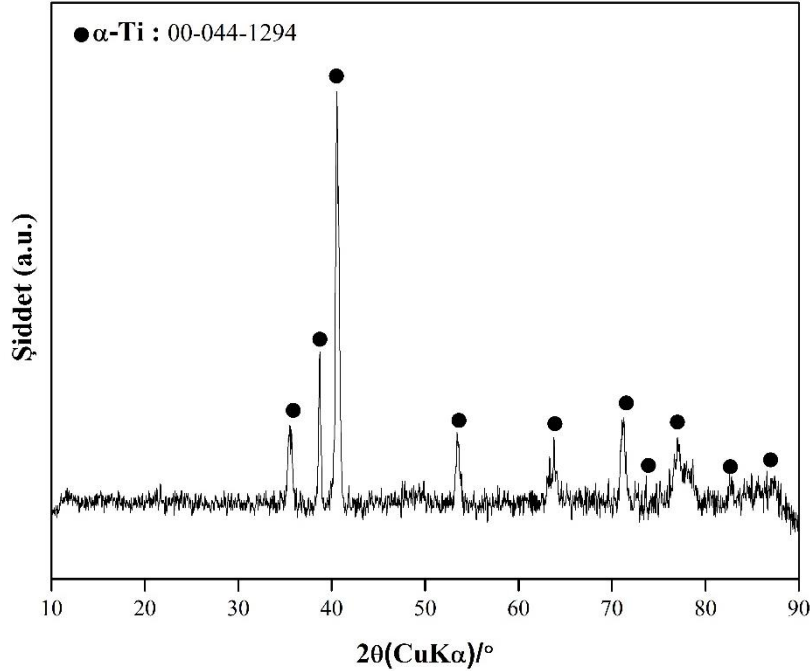
Çizelge 3.2 : AlN tozunun kimyasal kompozisyonu ve fiziksel özellikleri.

Özellik	Değer
Partikül boyutu (μm)	1,01
Yüzey alanı (m^2/g)	3,31
Kimyasal kompozisyon (ağ.%)	
O	0,83
C	0,034
Ca	0,007
Fe	<0,001

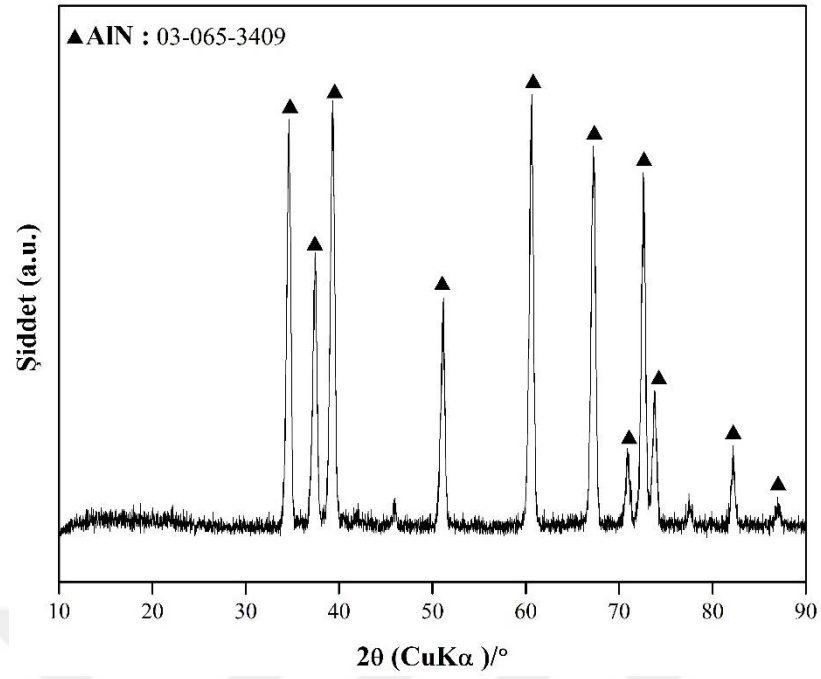
Çizelge 3.3 : $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ tozunun kimyasal ve fiziksel özellikleri.

Özellik	Değer
Partikül boyutu (μm)	0,0034
Yüzey alanı (m^2/g)	0,007
Safılık (%)	83
Yoğunluk (sinterlenmiş) (g/cm^3)	0,001

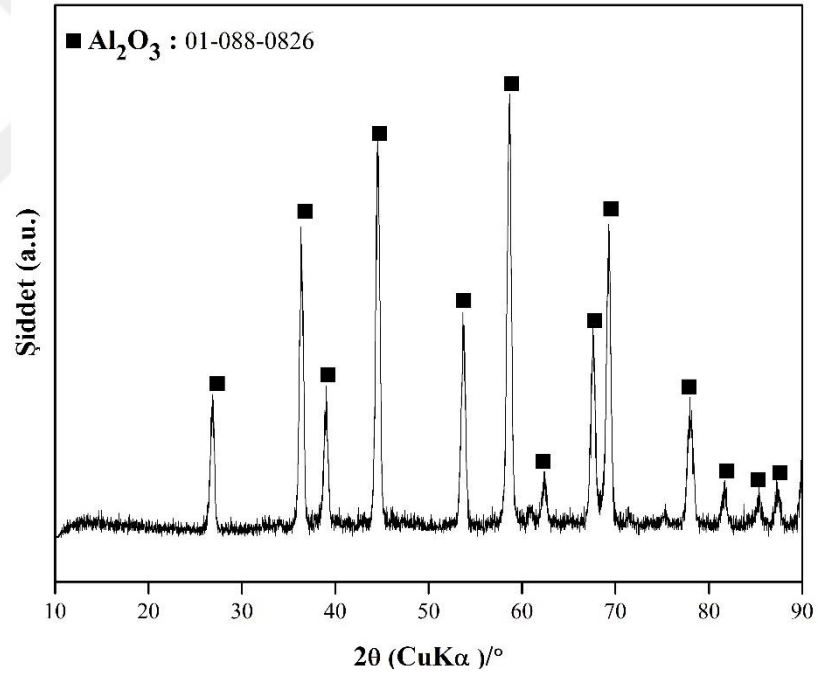
Çalışmada kullanılan başlangıç tozlarının faz analizleri Rigaku marka Miniflex X-ışını difraktometresi ile $2\theta=10\text{-}90^\circ$ arasında, $5^\circ/\text{dk}$ tarama hızında Cu-K α radyasyonu kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Ti6Al4V, AlN ve $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ tozlarına ait analiz sonuçları sırasıyla Şekil 3.1, Şekil 3.2 ve Şekil 3.3'te verilmiştir.



Şekil 3.1 : Ti6Al4V başlangıç tozuna ait XRD paterni.



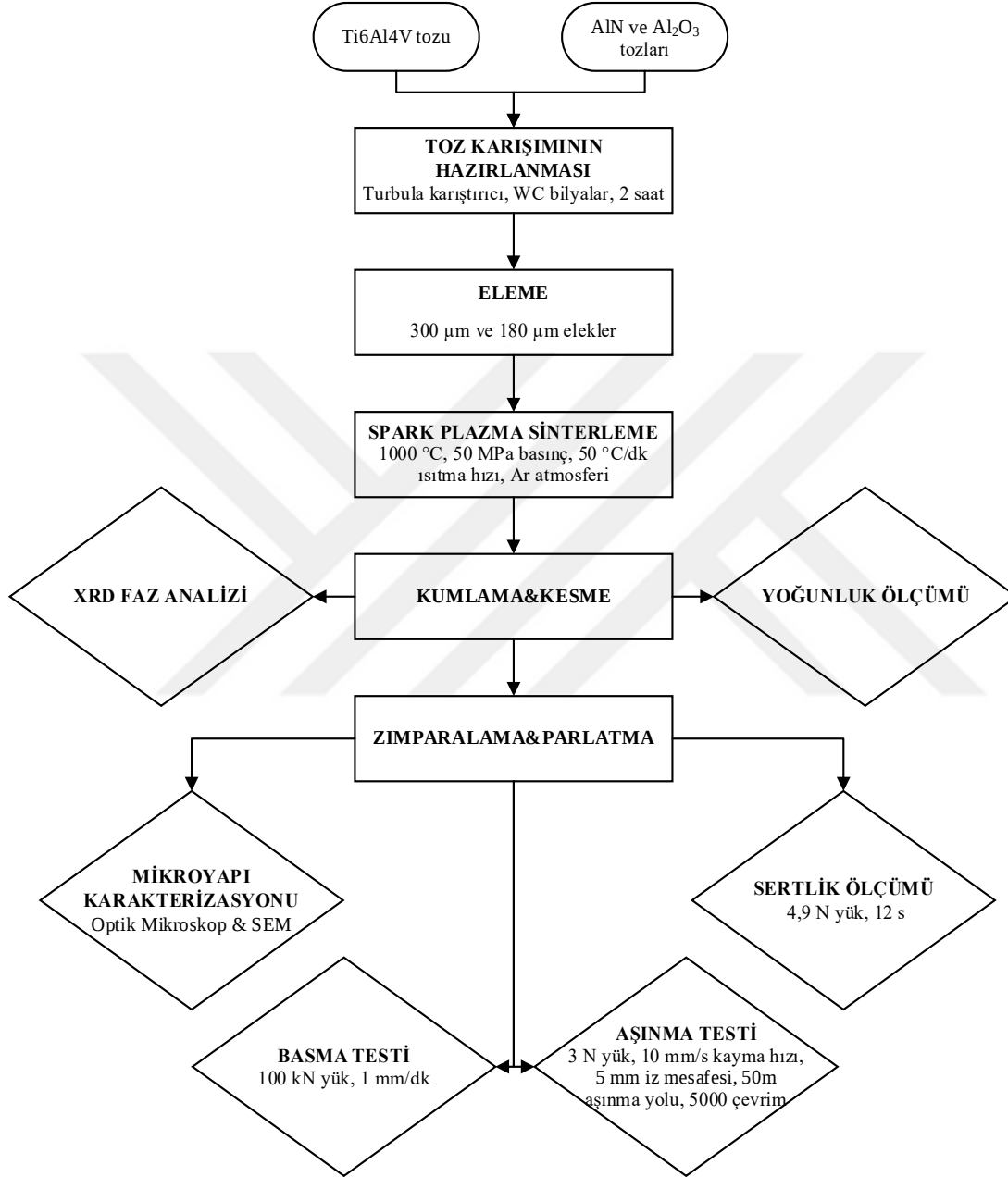
Şekil 3.2 : AlN başlangıç tozuna ait XRD paterni.



Şekil 3.3 : Al₂O₃ başlangıç tozuna ait XRD paterni.

3.2 Deneylerin Yapılışı

Katkısız Ti6Al4V ile AlN ve Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunelerinin, üretim ve karakterizasyon aşamalarını içeren akış şeması Şekil 3.4'te verilmiştir.



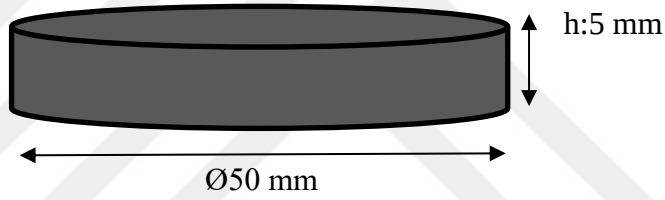
Şekil 3.4 : Deneysel sürecin akış şeması.

Deneyisel çalışmalar iki grup halinde gerçekleştirilmiştir. İlk grup deneylerinde Ti6Al4V alaşımını ağırlık %1-2-3 oranlarında AlN ile, ikinci grup deneylerinde ise Ti6Al4V alaşımını ağırlık %1-2-3 oranlarında Al₂O₃ ile katkılandırılmıştır. Çizelge 3.4'te kullanılan tozların kimyasal kompozisyonları verilmiştir.

Çizelge 3.4 : Deneysel çalışmada kullanılan tozların kimyasal kompozisyonları.

Deney numarası	Numune (ağ.%)
1	Ti6Al4V
2	%1 AlN + Ti6Al4V
3	%2 AlN + Ti6Al4V
4	%3 AlN + Ti6Al4V
5	%1 Al ₂ O ₃ + Ti6Al4V
6	%2 Al ₂ O ₃ + Ti6Al4V
7	%3 Al ₂ O ₃ + Ti6Al4V

SPS prosesiyle üretilcek numunelerin boyutları 50 mm çapa ve 5 mm yüksekliğe sahip disk şeklindedir. Numunelerin boyut ve geometrisi Şekil 3.5'te verilmiştir. Bu geometriye sahip numunelerin üretimi için gerekli olan toz miktarı hesaplamaları denklem 3.1 ve denklem 3.2'de verilmiştir.



Şekil 3.5 : Numunelere ait boyut ve geometri.

$$V = \pi r^2 \times h = \pi 25^2 \times 5 = 9812,5 \text{ mm}^3 = 9,81 \text{ cm}^3 \quad (3.1)$$

V = hacim

r = yarıçap

h = yükseklik

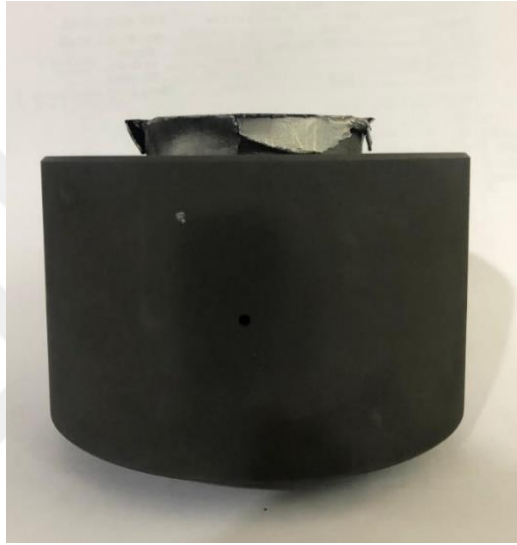
$$d = m/V \Rightarrow m = 4,43 \times 9,81 = 43,46 \text{ g} \cong 44 \text{ g} \quad (3.2)$$

d = öz kütle

m = kütle

Deneysel çalışmada kullanılan başlangıç tozları ağırlıkça yüzdeleri hesaplandıktan sonra hassas terazi kullanılarak tartılmıştır. Tartılan tozlar 3 eksenli Turbula T2F karıştırıcı cihazında 1:5 oranında WC bilya kullanılarak 2 saat boyunca karıştırılmıştır. İstenilen bileşimde karıştırılan tozlar sırasıyla 300 µm ve 180 µm'lik eleklerden geçirilmiş ve tozların hazırlanma süreci tamamlanmıştır.

Sinterleme işlemi için 50 mm çapında grafit kalıp ile alt-üst baskı elemanları kullanılmıştır. Hazırlanan tozlar kalıp içerisine boşaltılmadan, tozun kalıp ile temasını engellemek için kalıbın iç yüzü grafit folyo ile kaplanmış, alt ve üst baskı elemanları grafit folyoya zarar vermeyecek şekilde, kalıbın yan duvarları ile boşluk kalmamasına dikkat edilerek yerleştirilmiştir. Alt-üst baskı elemanlarının yüzeylerinin birbirine paralel olması düzgün geometriye sahip numune eldesi için çok önemlidir. Hazırlanan grafit kalıp, sinterleme işlemi öncesinde hidrolik pres yardımıyla 10 MPa basınç altında sıkıştırılmıştır. Hazırlanan grafit kalıba ait görsel Şekil 3.6’da verilmiştir.



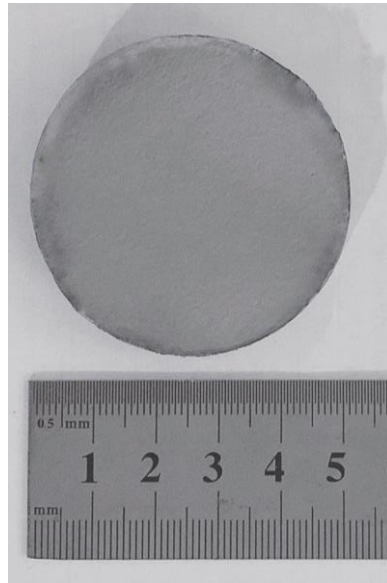
Şekil 3.6 : Hazırlanan grafit kalıp.

Üretim prosesi, Dr. Sinter (7.40MK-VII,SPS Syntex Inc.) SPS cihazında belirlenen sinterleme parametrelerinde gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.7’de kullanılan spark plazma sinterleme cihazı verilmiştir. Literatür incelemelerinde Ti6Al4V alaşımının β geçiş sıcaklığının 995 °C olduğu ve sinterlemenin bu sıcaklığın üzerinde gerçekleşmesi gerektiği belirlenmiştir. Bu sebeple sinterleme işlemi 50 MPa basınç altında, 5 dakika bekletme süresi ve 50 °C/dk ısıtma hızı ile 1000 °C’de Ar gazı atmosferinde gerçekleştirilmiştir. Sinterleme esnasında voltaj, akım, sıcaklık, basınç, çekilme hızı ve çekilme miktarı gibi parametreler sürekli olarak kontrol edilmiştir. Çekilmenin tamamlandığı sıcaklık sinterleme sıcaklığı olarak kabul edilmiştir.



Şekil 3.7 : Dr. Sinter (7.40MK-VII,SPS Syntex Inc.) SPS cihazı.

Sinterleme sonrasında grafit folyonun uzaklaştırılması amacıyla sinterlenen tüm numuneler kumlama işlemine tabi tutulmuştur. 50 mm çapında ve 5 mm kalınlıkta SPS ile üretildikten sonra kumlanmış numunelere ait görsel Şekil 3.8’de verilmiştir.



Şekil 3.8 : 50 MPa basınç altında, 5 dakika süre ve 50 °C/dk ısıtma hızı ile 1000 °C’de Ar gazı atmosferinde Spark Plazma Sinterleme yöntemi ile üretilen numune.

Numunelerin faz analizleri, X-ışınları difraktometresi ile $2\theta=10-90^\circ$ arasında, $5^\circ/\text{dk}$ tarama hızında Cu-K α radyasyonu kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Merkezlerinden parçalar kestirilen numunelerin yoğunluk ölçümleri, Arşimed prensibinden yararlanılarak AND marka 1653 model yoğunluk ölçüm cihazı kullanılarak yapılmıştır. Elde edilen yoğunluk değerleri ile denklem 3.3'teki formül kullanılarak numunelerin rölatif yoğunluk değerleri hesaplanmıştır.

$$d_T = d_1/d_2 \times 100 \quad (3.3)$$

d_1 = numunenin ölçülen yoğunluğu

d_2 = numunenin teorik yoğunluğu

d_T = numune yoğunluğunun teorik yoğunluğa oranı

Mikroyapı özelliklerinin belirlenmesi ve mekanik testler için numuneler ATM Opal 410 marka bakalit cihazı kullanılarak sıcak bakalite alınmıştır. Bakalitleme sonrasında zımparalama ve parlatma işlemleri için otomatik parlatma cihazı kullanılmış olup gerçekleştirilen zımparalama ve parlatma kademeleri Çizelge 3.5'te verilmiştir.

Çizelge 3.5 : Zımparalama ve parlatma sürecinde gerçekleşen aşamalar.

Disk	Dönüş hızı (rpm)	Yük (N)	Solüsyon	Süre (dk)
MD-Piano 220	300/150	35	Su	3 dk
MD-Piano 1200	300/150	35	Su	3 dk
Largo	150/150	30	DiaPro Largo 9 μm	5 dk
Chem	150/150	20	OP-S	5 dk

Parlatma sonrası numune yüzeyi, 5-8 saniye kadar pamuk yardımıyla Kroll solüsyonu ile dağlama işlemi yapılmış ardından su ile temizlenmiş ve kurutulmuştur. Hazırlanan Kroll çözeltisi Çizelge 3.6'da verilmiştir.

Çizelge 3.6 : Kroll çözeltisi kompozisyonu.

Sıvı	Miktar (ml)
Hidroflorik asit (HF)	3
Nitrik Asit (HNO ₃)	5
Saf Su	92

Numunelerin mikroyapı özelliklerinin belirlenmesi için önce Leica marka optik mikroskop, ardından JEOL JSM 7000F marka taramalı elektron mikroskobundan

alınan görüntüler incelenmiştir. Ayrıca taramalı elektron mikroskopunda 7500x büyütmede incelenen bölgede elementel analiz gerçekleştirilmiştir.

Numunelerin sertlik ölçümleri, Leica VH-MOT Vickers mikrosertlik cihazında 4,9 N değerinde yük uygulanarak 12 saniye sürede gerçekleştirilmiştir. Her bir numune için 10 ölçüm alınmış ve ortalama değerleri hesaplanmıştır. Basma deneyi için her numuneden 5 mm kalınlık, 5 mm genişlik ve 12,5 mm yüksekliğe sahip 3 parça tel erozyon yöntemi ile kestirilmiştir. Bu parçalara Shimadzu marka basma cihazında 1 mm/dk hızda 100 kN'luk yük uygulanarak basma deneyi gerçekleştirilmiştir. Aşınma testi için yine tel erozyon kesme yöntemi kullanılarak 10 mm x 10 mm boyutlarında kare parçalar hazırlanmıştır. Aşınma testi Tribo Technic Oscillating Tribo Tester cihazı kullanılarak 3 N yük, 10 mm/s kayma hızı, 5 mm iz mesafesi, 50 m toplam aşınma mesafesi ve 5000 çevrim parametrelerinde gerçekleştirilmiştir. Aşınma testi ardından aşındırılan alanın 3 boyutlu yüzey profili, optik profilometre cihazı kullanılarak çıkarılmıştır.

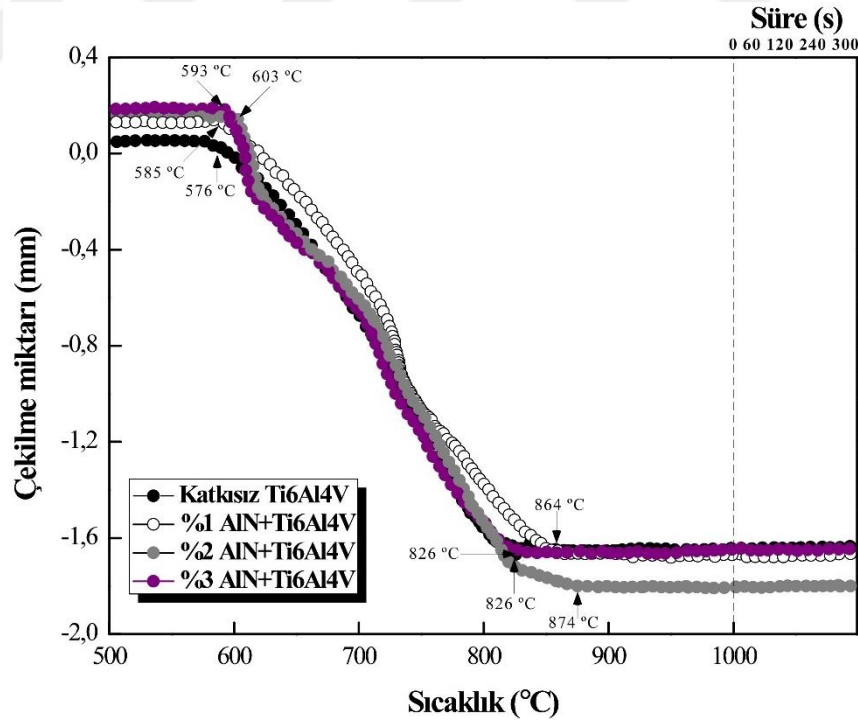


4. DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1 Numunelerin Sinterleme Davranışlarının İncelenmesi

Literatür çalışmaları incelenerek belirlenen sinterleme parametreleri ile spark plazma sinterleme yöntemi kullanılarak, katkısız Ti6Al4V ile AlN ve Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunelerinin üretimi gerçekleştirilmiştir. Uygulanan sinterleme sıcaklığı ve basıncın numunelerin densifikasyon davranışları üzerine etkisinin anlaşılabilmesi için çekilme eğrileri incelenmiştir.

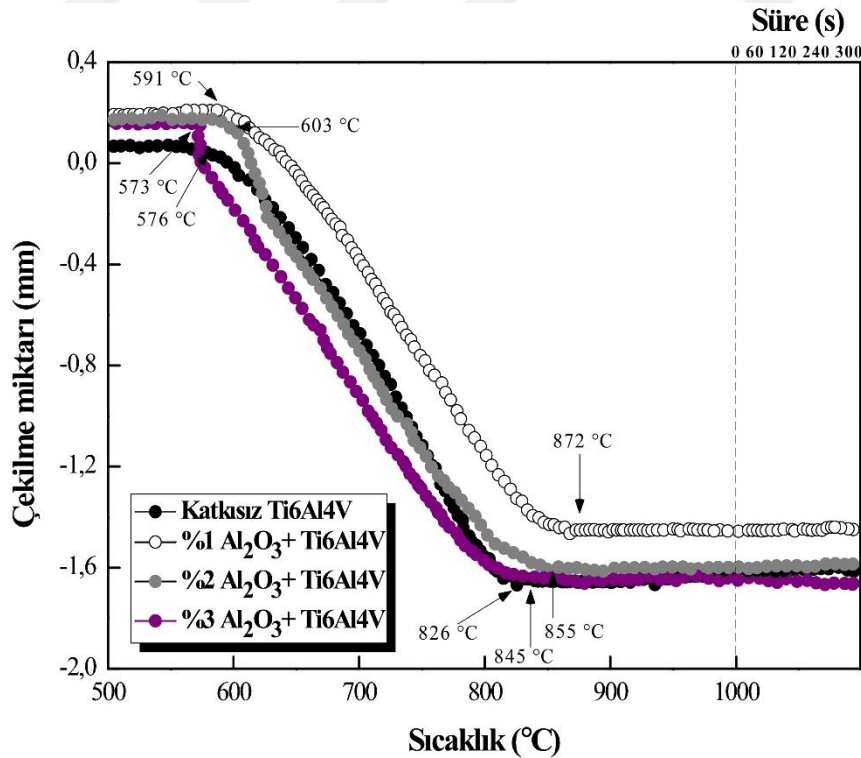
Buna göre 1000 °C sıcaklıkta, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızıyla 5 dk sürede argon atmosferinde üretilen numunelerin sinterleme davranışları, çekilme eğrilerine bağlı olarak yorumlanmıştır. Katkısız Ti6Al4V ile AlN katkılı numunelere ait sıcaklığa bağlı çekilme eğrileri Şekil 4.1’de ve Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V alaşımlarının sıcaklığa bağlı çekilme eğrileri Şekil 4.2’de verilmiştir.



Şekil 4.1 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız Ti6Al4V ve ağı. %1-2-3 AlN katkılı Ti6Al4V numunelerine ait çekilme eğrileri.

Alt-üst grafit baskı elemanlarının yer değiştirmesi ile belirlenen çekilme miktarı, yoğunlaşma prosesinin hangi sıcaklık-süre aralığında gerçekleştiğini göstermektedir. Yoğunlaşmanın, çekilme değerindeki pozitiften negatife dönüşüm ile başladığı ve değer sabitlenene kadar devam ettiği kabul edilmektedir. Buna göre Şekil 4.1'deki çekilme eğrisinde katkısız Ti6Al4V alaşımının yoğunlaşma süreci yaklaşık olarak 576 °C'de başlamış ve 826 °C'de sonlanmış olup çekilme miktarı 1,665 mm'dir. Ağırlıkça %1 AlN katkılı Ti6Al4V numunesine ait çekilme başlangıç bitiş sıcaklık aralığı 585-864 °C iken; ağı. %2 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinde bu sıcaklık aralığı 603-874 °C ve ağı. %3 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinde 593-826 °C'dir. Aynı sinterleme parametresinde üretilen katkısız ve AlN katkılı Ti6Al4V numunelerin çekilme aralıkları arasında çok önemli bir fark oluşmadığı görülmüştür.

Ağırlıkça %1 AlN katkılı numunede çekilme miktarı 1,668 mm olup katkısız Ti6Al4V numunesiyle benzerlik göstermektedir. Çekilme eğrileri incelendiğinde en yüksek çekilme miktarının ağı. %2 AlN katkılı numuneye ait olduğu ve çekilme yer değiştirmesinin 1,811 mm olduğu görülmektedir. Ağırlıkça %3 AlN katkılı numunenin çekilme miktarı 1,647 mm'dir. Çekilme miktarları artan katkı oranı ile artsa da ağı. %3 AlN katkılı numunede bu durum tersine dönmektedir.



Şekil 4.2 : 1000 °C'de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız Ti6Al4V ve ağı. %1-2-3 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunelerine ait çekilme eğrileri.

Şekil 4.2’de verilen çekilme eğrilerine göre, Al_2O_3 katkılı Ti6Al4V numunelerinin çekilme sıcaklık değerleri arasında çok önemli bir fark gözlemlenmemiştir. Ağ. %1 Al_2O_3 katkılı Ti6Al4V numunesine ait çekilmenin başladığı ve tamamlandığı sıcaklık aralığı 591-872 °C iken; ağ. %2 Al_2O_3 katkılı Ti6Al4V numunesinde 603-855 °C ve ağ. %3 Al_2O_3 katkılı Ti6Al4V numunesinde 573-845 °C’dir. Elde edilen sonuçlar doğrultusunda artan katkı miktarının çekilme sıcaklıklarına belirgin bir etkisi olmadığına karar verilmiştir.

Numunelerin çekilme miktarları incelendiğinde ağ. %1 Al_2O_3 katkılı numunenin çekilme miktarı 1,452 mm, ağ. %2 Al_2O_3 katkılı numunenin çekilme miktarı 1,611 mm ve ağ. %3 Al_2O_3 katkılı numunenin çekilme miktarı 1,665 mm’dir. Artan katkı miktarıyla çekilme yer değiştirmeleri de artmıştır.

Sinterleme esnasında SPS cihazı tarafından otomatik olarak kaydedilen çekilme yer değiştirmeleri ile çekilmenin gerçekleştiği sıcaklık aralıkları Çizelge 4.1’de verilmiştir. AlN katkılı numuneler; Al_2O_3 katkılı numunelere kıyasla daha yüksek çekilme yer değiştirmesine sahiptir. Alümina ve alüminyum nitrürün termal iletkenliğindeki farklılıktan dolayı çekilmelerinde böyle bir farklılık yaşandığı düşünülmektedir.

Çizelge 4.1 : Çekilmenin gerçekleştiği sıcaklık aralıkları ve çekilme miktarları.

Deney numarası	Katkı miktarı (ağ. %)	Sıcaklık aralığı (°C)	Çekilme miktarı (mm)
1	-	576-826	1,655
2	1 AlN	585-864	1,668
3	2 AlN	603-874	1,811
4	3 AlN	593-826	1,647
5	1 Al_2O_3	591-872	1,452
6	2 Al_2O_3	603-855	1,611
7	3 Al_2O_3	573-845	1,665

Numunelere ait çekilme eğrileri genel olarak incelendiğinde; numunelerin çekilmeye başladıktan yaklaşık 1 dk sonrasında ısınmaya başladığı görülmüştür. Her iki toz grubu içinde farklı katkılar olsa da çekilmenin başladığı ve bittiği sıcaklıklarda büyük bir farklılık görülmemiştir. Katkisız Ti6Al4V ile AlN ve Al_2O_3 katkılı numunelerde sıcaklık 800 °C üzerine çıktığı alanda çekilme eğrisinin sabitlendiği gözlemlenmiştir. Çekilme eğrisinin sabitlendiği bu aralık çekilmenin bittiği anlamına gelmektedir.

Deneyler sırasında, sıcaklık 1000 °C'ye ulaştığında sinterleme prosesi başlamış olup 5 dk sürede bu proses tamamlanmıştır. Bu aralıkta kompaktlanmayla birlikte porların minimum seviyeye inmesi ve numunelerin maksimum yoğunluğa ulaşması beklenmektedir.

4.2 Numunelerin Yoğunluk Ölçümleri

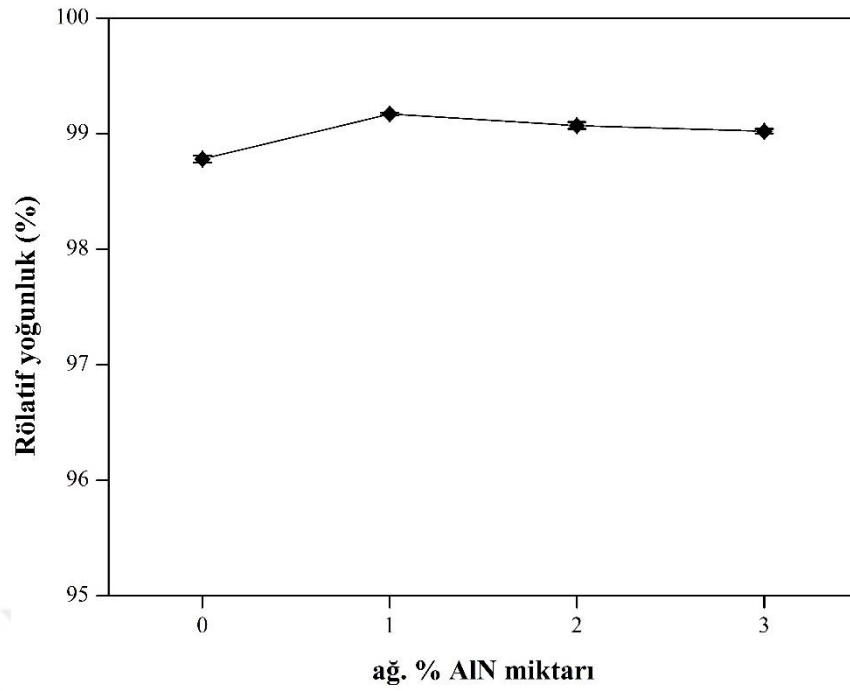
Spark plazma sinterleme prosesiyle üretilmiş numunelerin, karışımlar yasasına göre hesaplanan teorik yoğunluk değerleri ile Arşimet prensibine göre hesaplanan yoğunluk değerleri oranlanarak rölatif yoğunluk değerleri belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar Çizelge 4.2'de verildiği gibidir.

Çizelge 4.2 : KatkıSIZ Ti6Al4V ile ağı. %1-2-3 AlN ve Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V alaşımlarına ait yoğunluk değerleri.

Deney numarası	Katkı miktarı (ağı. %)	Rölatif yoğunluk (%)
1	-	98,78 ± 0,03
2	1 AlN	99,17 ± 0,01
3	2 AlN	99,07 ± 0,03
4	3 AlN	99,02 ± 0,02
5	1 Al ₂ O ₃	99,44 ± 0,02
6	2 Al ₂ O ₃	97,77 ± 0,10
7	3 Al ₂ O ₃	98,94 ± 0,03

Sinterleme prosesinde artan sıcaklık ile birlikte artan hacim difüzyonuyla yapıdaki por miktarı azalır böylece üretilen numunenin yoğunluğu artmaktadır. Spark plazma sinterlemede ise hacim difüzyonuna ek olarak gerçekleşen plazma difüzyonu da kompaktlaşmaya pozitif bir etki sağlamaktadır. Çekilmenin tamamlandığı sıcaklık, numunelerin sinterleme sıcaklığı olarak belirlenmekte ve sinterlemenin tamamlandığı sıcaklıkta maksimum yoğunluk elde edilmektedir [42].

Katkısız Ti6Al4V numunesine ait rölatif yoğunluk değeri %98,78'dir. Ağırlıkça %1-2-3 AlN katkılı numunelerde elde edilen rölatif yoğunluk değerleri sırasıyla %99,17, %99,07 ve %99,02 şeklindedir. AlN katkılı numunelerin ortalama yoğunluğu katkısız Ti6Al4V numunesine göre artış göstermiştir. Numunelere ait rölatif yoğunluğun artan ağı. % AlN katkısıyla değişim grafiği Şekil 4.3'te verilmiştir. Artan katkıyla birlikte rölatif yoğunluk değeri çok düşük miktarlarda da olsa azalmaktadır.



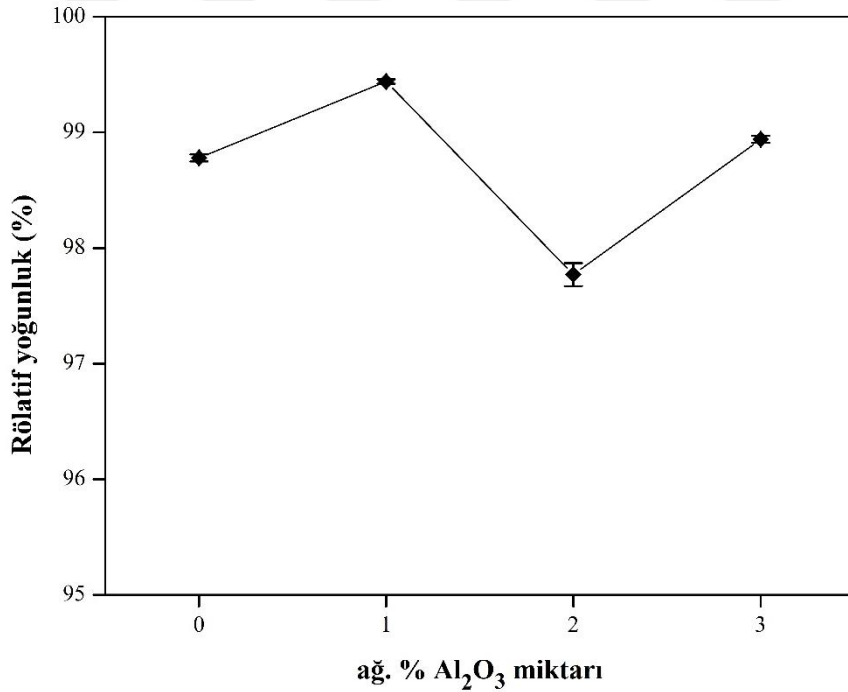
Şekil 4.3 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız ve ağ. %1-2-3 AlN katkılı Ti6Al4V numunelerine ait rölatif yoğunluk diyagramı.

Literatür çalışmaları incelendiğinde, Abe ve arkadaşları yaptıkları çalışmada Ti6Al4V matrisine ayrı ayrı ağ. %3 oranında AlN, TiN ve h-BN takviyeler yaparak argon atmosferi altında 30 MPa basınçta, 100 °C/dk ısıtma hızında, 1000 °C sıcaklıkta 10 dk sürede spark plazma sinterleme yoluyla üretmişlerdir. Bu sinterleme koşullarında ağ. %3 AlN katkılı numunede %99,10 rölatif yoğunluk elde etmişlerdir [26].

Kgoete ve arkadaşları, Ti6Al4V matrisine ağ. %5-10-15 TiN ekleyip Ar atmosferinde 50 MPa basınçta, 1000 °C sıcaklıkta, 6 dk sürede spark plazma sinterlemişlerdir. Katkısız numunede %98,6 yoğunluk değeri elde edilirken; ağ. %5 titanyum nitrür katkılı numunede %98,3 yoğunluk değerini elde etmişler ve artan katkıyla birlikte yoğunluk değerinde azalma olduğunu gözlemlemişlerdir [61]. Falodun ve ekibi, Ti6Al4V alaşımını hacimce %1-2-3-4-5 TiN ile katkılandırıp 50 MPa basınç altında, 100 °C/dk ısıtma hızında, 1000 °C sıcaklıkta, 10 dk sürede SPS ile sinterlediklerinde hacimce %1 AlN katkısı ile rölatif yoğunluğun %99,32’ye ulaştığını ve artan katkılarla birlikte bu değer %97,07’ye kadar gerilediği tespit etmişlerdir [62]. Nguyen ve ekibi, katkısız TiC ve ağ. %5 AlN katkılı TiC toz karışımları hazırlayıp 40 MPa basınçta, 1900 °C sıcaklıkta, 10 dk sürede SPS ile sinterlemişlerdir. AlN katkılı numunede %101,3 maksimum yoğunluk elde etmişler ve bunun intermetalik fazlardan kaynaklandığını gözlemlemişlerdir [63]. Bu çalışmada yapılan ağ. % AlN katkılarıyla,

%99 oranında rölatif yoğunluk değerleri elde edilmiş ve daha önceki yapılan çalışmalarla elde edilen sonuçlar benzerlik göstermiştir.

Katkısız Ti6Al4V numunesine ait rölatif yoğunluk değeri %98,78 iken; ağ. %1 Al₂O₃ takviyesiyle bu değer %99,44'e çıkmıştır. Ağırlıkça %2 Al₂O₃ ilavesiyle rölatif yoğunluk değeri %97,77 değerine gerilemiştir. Çalışmada yapılan iki farklı katkı grubu içinde elde edilen en düşük yoğunluk değeridir. Ağırlıkça %3 Al₂O₃ katkılı numunede ise rölatif yoğunluk değeri yeniden artış göstermiş %98,94'e ulaşmıştır. Numunelere ait rölatif yoğunluğun artan ağ. % Al₂O₃ katkısıyla değişim grafiği Şekil 4.4'te verilmiştir. Yoğunluk değerindeki gerilemenin sebebi Al₂O₃ yapıların kendisine kıyasla daha sünek bir yapı olan Ti6Al4V matrisinde difüzyona engel olması [64]; ayrıca alümina katkısıyla birlikte oluşan yeni fazlardan kaynaklı olduğu düşünülmektedir.



Şekil 4.4 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız ve ağ. %1-2-3 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunelerine ait rölatif yoğunluk diyagramı.

Literatüre bakıldığında Dudek yaptığı çalışmada %20 ve %40 oranlarında alümina ile katkılanmış Ti6Al4V alaşımını homojenizasyonun ardından ayrı ayrı 20 MPa ve 35 MPa basınçla sıkıştırmış ve 1000 °C’de inert gaz atmosferinde spark plazma sinterleme prosesine tabi tutarak alumina katkısının korozyon davranışına etkisini araştırmıştır. Her iki sinterleme parametresinde üretilen Al₂O₃ katkılı numunelerin

yoğunluk değerlerinin katkısız Ti6Al4V numunesiyle karşılaştırıldığında daha düşük olduğunu görmüştür [15]. Moses ve arkadaşları, yaptıkları çalışmada hacimce % 5-10-15 Al₂O₃ tozları kullanarak Ti6Al4V tozlarıyla karıştırmış ardından bu toz karışımını 50 MPa basınçta, 100 °C/dk ısıtma hızında, 10 dk tutma süresi ile 1000 °C ve 1100 °C gibi iki farklı sıcaklıkta spark plazma sinterleme yoluyla üreterek, alümina katkısının sinterleme davranışına etkilerini araştırmışlardır. Al₂O₃ katkısıyla birlikte sinterleme davranışında iyileşme olduğu ve Al₂O₃'nın termal iletkenliğinden kaynaklı çekilme hızında ve çekilme oranında artış olduğu sonucunu elde etmişlerdir [33].

Oke ve ekibi, ağ. %5 Ti katkılı Al matrisli kompoziti ağ. %5-10-15-20 Al₂O₃ ile katkılanarak SPS ile üretmişler ve çekilme eğrilerini incelemişlerdir. Buna göre katkısız Al matrisli kompozitin çekilme oranının katkılı numunelere göre daha düşük olduğu ve Al₂O₃ katkısıyla birlikte rölatif yoğunluk değerinin %99,08'den %97,5'e gerilediğini görmüşlerdir [64].

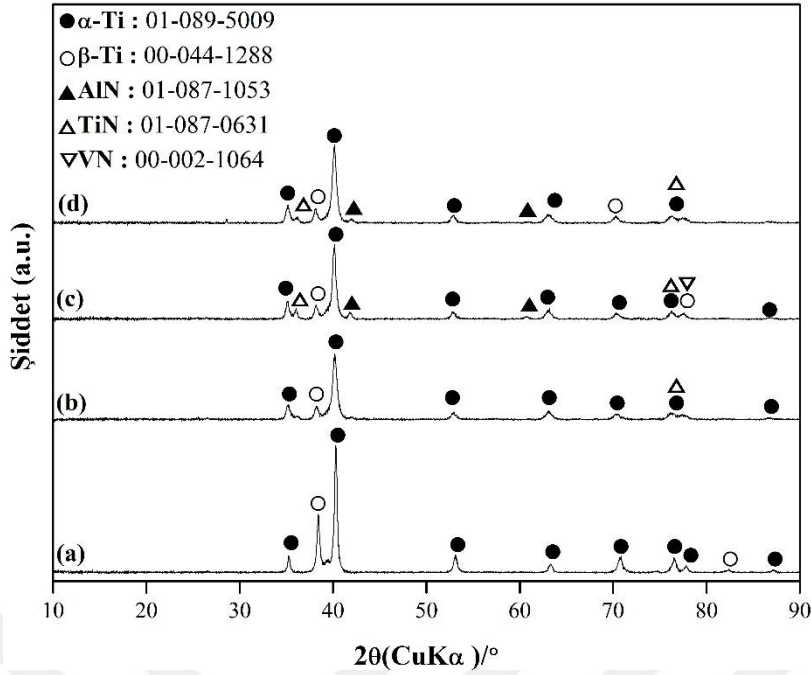
Ghasali ve ekibi, whisker yapıda ağ. %5 Al₂O₃ katkılı Magnezyum toz karışımı hazırlayarak vakum atmosferinde 30 MPa basınç altında, 430 °C'de 5 dk süreyle SPS prosesiyle sinterlemişlerdir. Çekilme eğrilerinde Al₂O₃ katkısının sinterlenme davranışını incelemişler ve %99,7 rölatif yoğunluk elde etmişlerdir [65].

Deneyssel çalışmada Al₂O₃ katkısıyla elde edilen rölatif yoğunluk değerleri ve çekilme eğrileri incelendiğinde ulaşılan sinterlenme karakterinin, literatür bilgileri ile karşılaştırıldığında yapılan çalışmalar ile uyumlu olduğu görülmektedir.

4.3 Numunelerin Faz Analizleri

Üretimleri gerçekleştirilen katkısız Ti6Al4V ve ağ. %1-2-3 katkılı AlN numunelerinin XRD faz analizleri Şekil 4.5'te verilmiştir.

Katkısız Ti6Al4V alaşımına ait XRD sonuçları incelendiğinde sıkı paket hegzagonal α -Ti ve hacim merkez kübik β -Ti karakteristik piklerinin elde edilmesi bu iki fazın yapıda birlikte bulunduğunu göstermektedir.



Şekil 4.5 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen (a) katkısız Ti6Al4V, (b) ağı. %1 AlN+Ti6Al4V, (c) ağı. %2 AlN+Ti6Al4V ve (d) ağı. %3 AlN+Ti6Al4V numunelerinin X-ışınları difraksiyon paterni.

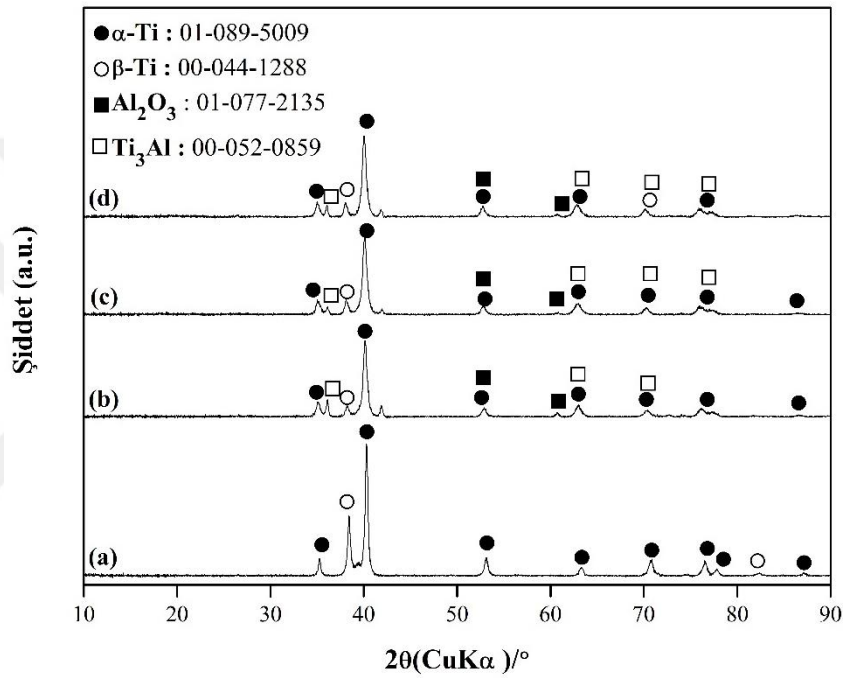
Ağırlıkça %1 AlN katkılı numunede karakteristik AlN pikine rastlanamamıştır; ancak alüminyum nitrürün Ti6Al4V ile gerçekleştirdiği reaksiyon sonucu oluşan TiN fazına ait pik görülmektedir. AlN katkısının miktarı arttığında difraksiyon paterninde karakteristik AlN piklerinin de görüldüğü; oluşan reaksiyon sonucu TiN ile birlikte VN fazının da oluştuğu görülmektedir.

Literatür incelendiğinde Abe ve arkadaşları yaptıkları çalışmada Ti6Al4V matrisine ağı. %3 AlN ilavesinde yapıda VN ve TiN fazlarının oluştuğunu bununla birlikte karakteristik α -Ti ve β -Ti fazlarının bir arada bulunduğunu tespit etmişlerdir [26]. Nguyen ve ekibi [63], titanyum karbürü ağı. %5 AlN ile katkılandırması sonucunda TiN fazının oluştuğunu; ayrıca F. Júnior ve ekibi [18], hacimce %30 AlN katkılı TiB₂ bazlı numunede h-BN, AlB₂ ve TiN gibi üç farklı yeni faz tespit etmişlerdir.

XRD analiz sonucunda katkısız yapıda farklı kristal yapılara sahip alfa ve beta titanyum fazlarının karakteristik piklerine rastlanırken; AlN katkısıyla birlikte, Ti piklerinin haricinde, gerçekleşen reaksiyonlar sonucunda TiN ve VN gibi iki farklı faz oluştuğu görülmüştür.

Spark plazma sinterleme yöntemi ile üretimleri gerçekleştirilen katkısız Ti6Al4V ve ağı. %1-2-3 Al₂O₃ ilaveli numunelerin faz analizi sonuçları Şekil 4.6’da X-ışınları difraksiyon paterninde verilmiştir.

Katkısız Ti6Al4V numunesinde yapıda, oda sıcaklığında kararlı olan alfa titanyum ile yüksek sıcaklıkta kararlı olan beta titanyum fazlarının bir arada bulunduğu tespit edilirken; Al₂O₃ katkısı ile birlikte Ti6Al4V alaşımının etkileşimi sonucu Ti₃Al fazının oluştuğu; ağı. %1 Al₂O₃ katkısında da bu iki faza ait karakteristik piklerin elde edildiği görülmüştür.



Şekil 4.6 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen (a) katkısız Ti6Al4V, (b) ağı. %1 Al₂O₃+Ti6Al4V, (c) ağı. %2 Al₂O₃+Ti6Al4V ve (d) ağı. %3 Al₂O₃+Ti6Al4V numunelerinin X-ışınları difraksiyon paterni.

Literatür çalışmalarına bakıldığında Mas-Guindal ve ekibinin Ti-TiC-Al₂O₃ içeren titanyum matrisli kompoziti SHS (Kendiliğinden İlerleyen Yüksek Sıcaklık Yanma Sentezi) prosesi ile ürettikten sonra faz analizinde TiAl ve Ti₃Al gibi titanyum alüminidlerin oluştuğunu gözlemlemişlerdir [66].

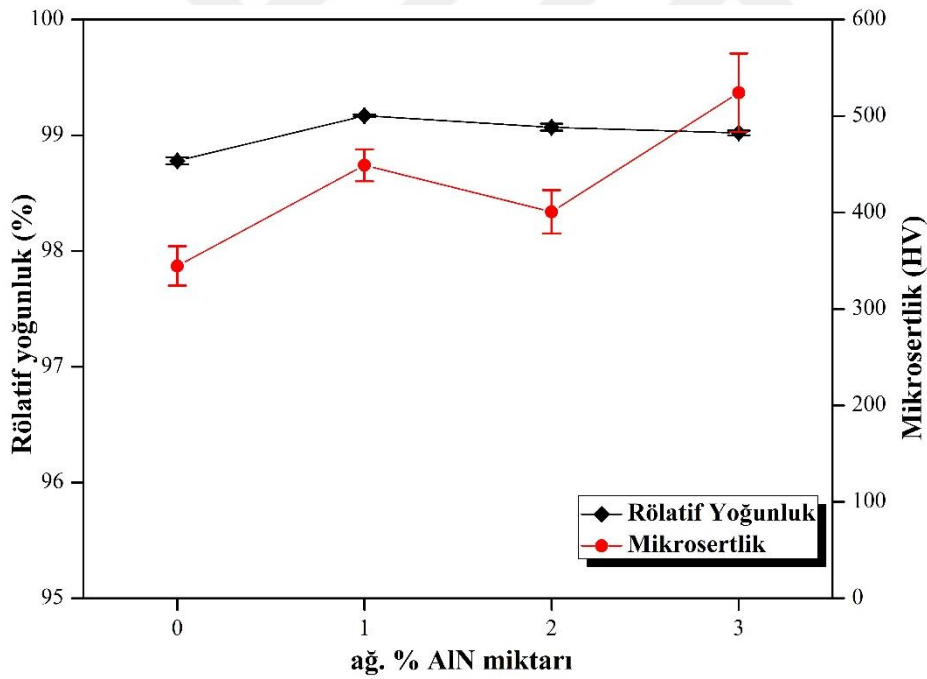
4.4 Numunelerin Mikrosertlik Ölçümleri

Numunelerin farklı bölgelerden alınan 10’ar ölçüm ile elde edilen mikrosertlik değerleri Çizelge 4.3’te verilmiştir.

Çizelge 4.3 : Katkısız Ti6Al4V ile ağı. %1-2-3 AlN ve Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V alaşımlarına ait mikrosertlik ve sertlikteki yüzdesel artış değerleri.

Deney numarası	Katkı miktarı (ağı.%)	Vickers Sertlik (HV)	Sertlikte Artış (%)
1	-	344,5 ± 20,47	-
2	1 AlN	449 ± 16,59	30,33
3	2 AlN	400,7 ± 22,52	16,31
4	3 AlN	524,1 ± 40,71	52,13
5	1 Al ₂ O ₃	408,5 ± 37,07	18,58
6	2 Al ₂ O ₃	461,8 ± 26,36	34,05
7	3 Al ₂ O ₃	509,1 ± 39,83	47,78

Katkısız Ti6Al4V numunesinin ortalama sertlik değeri 344,5 HV olarak ölçülürken, katkılı numunelerde bu mikrosertlik değerinin arttığı görülmektedir. Şekil 4.7’de katkısız ve ağı. % AlN katkılı Ti6Al4V numunelerine ait rölatif yoğunluk-mikrosertlik grafiği verilmiştir.

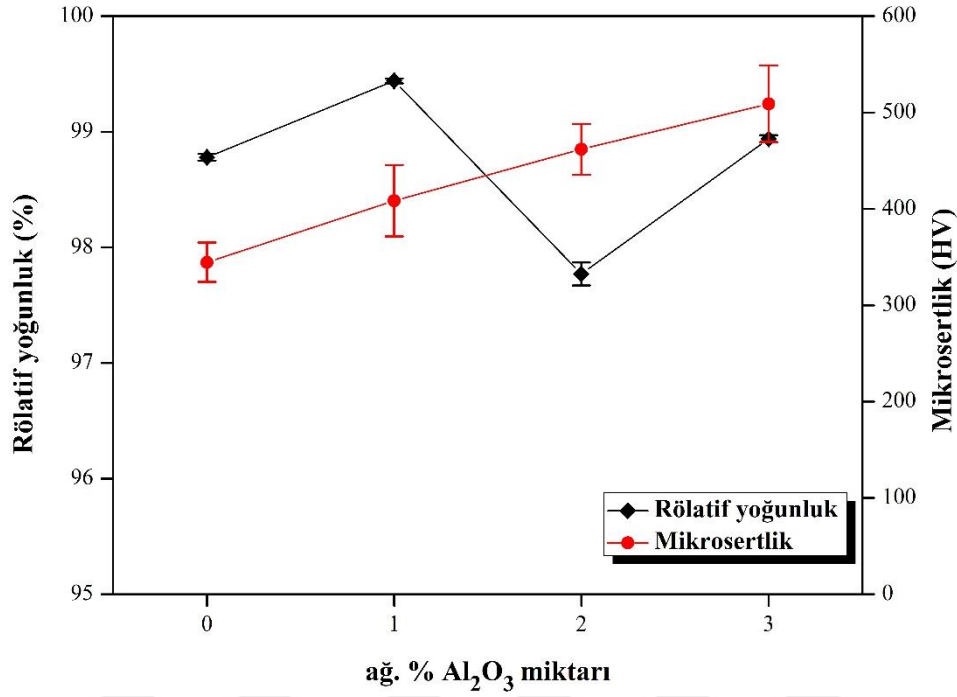


Şekil 4.7 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız ve ağı. %1-2-3 AlN katkılı Ti6Al4V numunelerine ait rölatif yoğunluk-mikrosertlik grafiği.

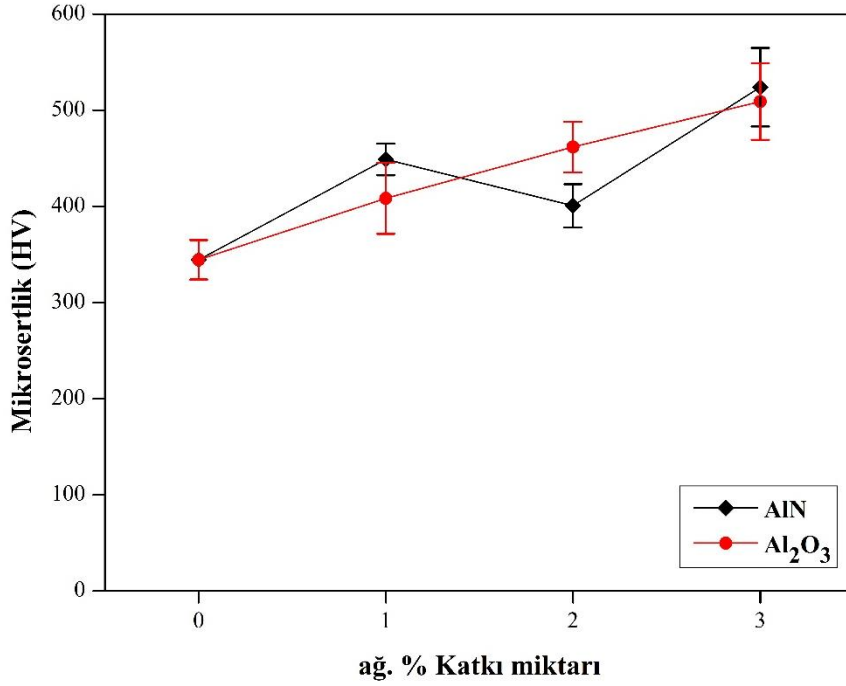
Numunelere ait rölâtif yoğunluk-mikrosertlik grafiğinde görüldüğü üzere AlN katkılı numunelerde mikrosertlik değeri katkısız Ti6Al4V numunesine göre artış göstermiştir. Yoğunluk oranları birbirine çok yakın olan numunelerin mikrosertliklerindeki artışın sebebinin katkılarla birlikte oluşan TiN ve VN fazlarından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Kgoete ve arkadaşlarının [61], yaptığı çalışmada ağ. %5-10-15 TiN ile katkılanırılan Ti6Al4V matrisinde ağ. %5 titanyum nitrür katkısı ile numunede mikrosertlik değerin 700 HV'ye arttığı; artan katkıyla birlikte bu değerin 400 HV'ye gerilediğı görülmüştür. Benzer bir çalışma yapan Falodun ve arkadaşları [62], Ti6Al4V alaşımını hacimce %1-2-3-4-5 TiN ile katkılandırıldıklarında 1000 °C sıcaklıkta SPS ile sinterlenen katkısız Ti6Al4V'nin mikrosertliğinin 389 HV olduğunu; katkıyla birlikte bu değerin artarak hacimce %5 TiN katkısında 488 HV elde edildiğini gözlemlemişlerdir. Maja ve arkadaşları, aynı çalışmayı TiN katkısını hacimce maksimum %4 oranında tutarak nanoizle incelediklerinde hacimce %4 TiN katkısında 696 HV mikrosertlik değeri ne ulaşmışlardır [67]. Falodun ve ekibi, benzer bir çalışma olan Ti6Al4V matrisi aynı oranda aynı katkı ile 1100 °C sıcaklıkta SPS ile sinterlediklerinde hacimce %4 TiN katkılı numunede 602 HV mikrosertlik değeri elde etmişlerdir [68].

Alümina katkısı ile birlikte sertlik değeri ne meydana gelen artış Şekil 4.8'de katkısız ve ağ. % Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunelerine ait rölâtif yoğunluk-mikrosertlik diyagramında görülmektedir. Katkısız numunede sertlik değeri 344,5 HV ölçülürken alümina katkısı arttıkça sertlik değeri ne artış gözlemlenmiştir. Buna göre sırasıyla mikrosertlik değeri ne ağ. %1 Al₂O₃ katkılı numunede 408,5 HV, ağ. %2 Al₂O₃ katkılı numunede 461,8 HV ve ağ. %3 Al₂O₃ katkılı numunede 509,1 HV olarak görülmüştür. Şekil 4.9'da yapılan AlN ve Al₂O₃ katkılarıyla birlikte numunelerin mikrosertliğindeki değişim grafiğı verilmiştir. Takviye fazların mikrosertlik değeri ne katkı sağladığı elde edilen sonuçlardan anlaşılmaktadır.



Şekil 4.8 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız ve ağ. %1-2-3 Al_2O_3 katkılı Ti6Al4V numunelerine ait rölatif yoğunluk-mikrosertlik diyagramı.



Şekil 4.9 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız ile ağ. %1-2-3 AlN ve Al_2O_3 katkılı Ti6Al4V numunelerine ait mikrosertlik diyagramı.

Oke ve ekibi, ağ. %5 Ti katkılı Al matrisli kompoziti ağ. %5-10-15-20 Al_2O_3 ile katkılandırarak SPS ile üretmişler ve mikrosertlik değerlerini incelediklerinde alümina

katkısı arttıkça sertlik değeri artışı meydana geldiğini görmüşlerdir. Sertlikteki bu artışın sebebinin yapıda homojen dağılmış alümina katkısından olabileceğini düşünmüşlerdir [64].

Soufiani ve arkadaşları Ti6Al4V alaşımını ağ. %10 nano Al₂O₃ ile takviyelendirerek mekanik alaşımlamışlar ve sertlik sonuçlarını incelediklerinde; alümina katkısı ile sertlik değerinin, katkısız Ti6Al4V toz karışımına göre yaklaşık 2 katına yükseldiğini görmüşlerdir [69].

4.5 Numunelerin Mikroyapı Karakterizasyonu

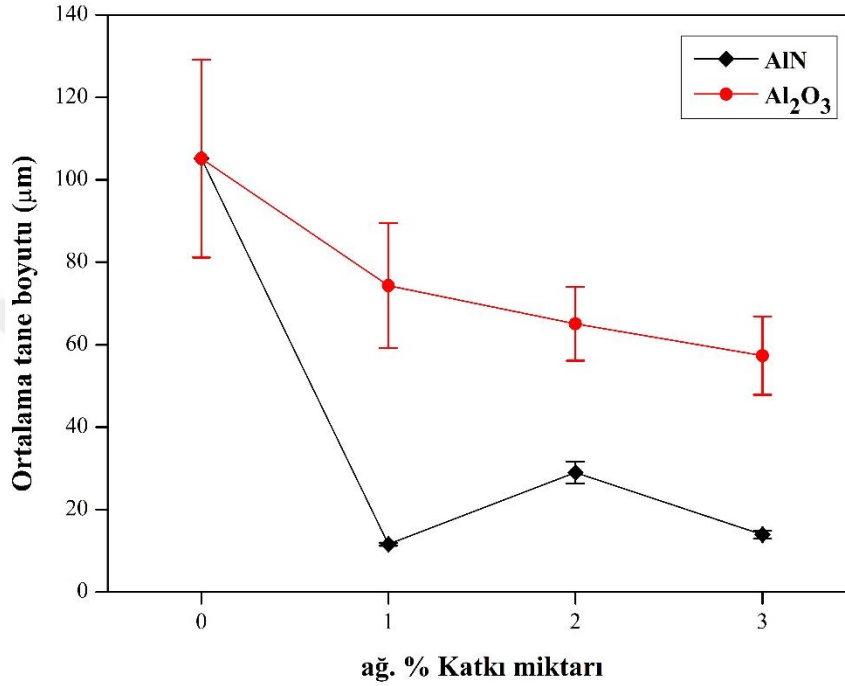
Numunelerin mikroyapı özelliklerinin belirlenmesi için optik mikroskop ve taramalı elektron mikroskobu kullanılarak alınan görüntüler incelenmiştir. Numunelerin ortalama tane boyutlarındaki değişim Çizelge 4.4'te ve Şekil 4.10'da verilmiştir.

Çizelge 4.4 : 1000 °C'de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız Ti6Al4V ile ağ. %1-2-3 AlN ve Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V alaşımlarının ortalama tane boyutu.

Deney numarası	Katkı miktarı (ağ.%)	Ortalama tane boyutu (μm)
1	-	105,16 ± 23,99
2	1 AlN	11,59 ± 0,36
3	2 AlN	28,99 ± 2,64
4	3 AlN	13,91 ± 0,95
5	1 Al ₂ O ₃	74,34 ± 15,18
6	2 Al ₂ O ₃	65,05 ± 8,94
7	3 Al ₂ O ₃	57,35 ± 9,51

AlN ve Al₂O₃ gibi farklı seramik tozları ilave edilen katkısız Ti6Al4V alaşımının tane boyutu azalmış ve azalan tane boyutuyla sertlik değeri artmıştır. Numunelere ait ortalama tane boyut değişim grafiği ile mikrosertlik grafiği benzerlik göstermektedir. Buna göre ağ. % AlN katkılı Ti6Al4V numunelerde artan katkı miktarıyla tane boyutunda yüksek oranda azalma yaşanırken; numunelerin sertlik değerleri artmış ve ağ. %3 AlN katkılı numunede en yüksek sertlik değeri elde edilmiştir. Benzer durum ağ. % Al₂O₃ katkılı numuneler içinde geçerlidir. Ağ. %1 Al₂O₃ katkısı ile tane boyutu %30 oranında azalmış; Al₂O₃ katkısı %3'e çıktığında tane boyutu %45 oranında azalmıştır. Daha ince tane yapısına sahip Al₂O₃ katkılı numunelerde sertlik değerleri artmıştır.

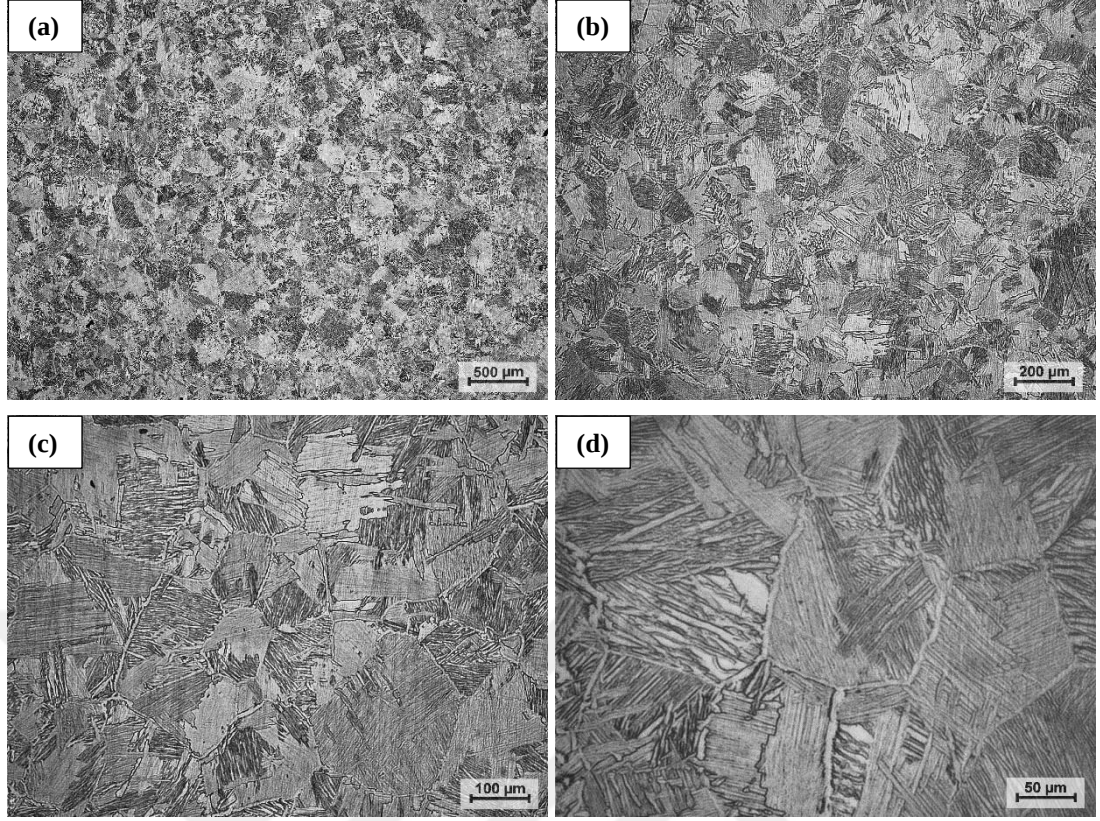
Nguyen ve ekibi, %5 AlN katkılı, grafen katkılı ve katkısız TiC numunelerinde yaptıkları tane boyut analiz sonuçlarında katkısız numunenin en yüksek tane boyutuna sahip olduğunu; AlN katkılı numunenin ise ortalama tane boyutunun %20'ye yakın oranda azaldığını ve azalan tane boyutuyla birlikte sertlik değerinde artış olduğunu gözlemlemişlerdir [63].



Şekil 4.10 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız ve ağ. %1-2-3 AlN ile Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunelerinin ortalama tane boyut değişim diyagramı.

Artan katkı miktarıyla birlikte tane boyutu azalmış ve bununla birlikte sertlik değeri artış göstermiştir. Yapılan katkıların mikroyapı morfolojisinde meydana getirdiği değişikliklerin ve oluşan yeni fazların yanı sıra tane boyutundaki değişimin de mekanik özelliklerin gelişimine etkisi oldukça yüksektir.

Şekil 4.11’de katkısız Ti6Al4V numunesine ait ile 50x, 100x, 200x, 500x büyütmelemlerde optik mikroskop ile çekilmiş mikroyapı görüntüleri yer almaktadır. Görüntüler incelendiğinde karakteristik Ti6Al4V mikroyapısına ait lamelar yapı görülmektedir. Mikroyapıda taneler ve tane sınırları çok belirgin bir şekilde gözükmemektedir. Widmanstätten yapıda, tane sınırlarındaki açık renkli bölgelerde β fazı içerisinde oluşmuş koyu gri renkli ince α plakaları bulunmaktadır.

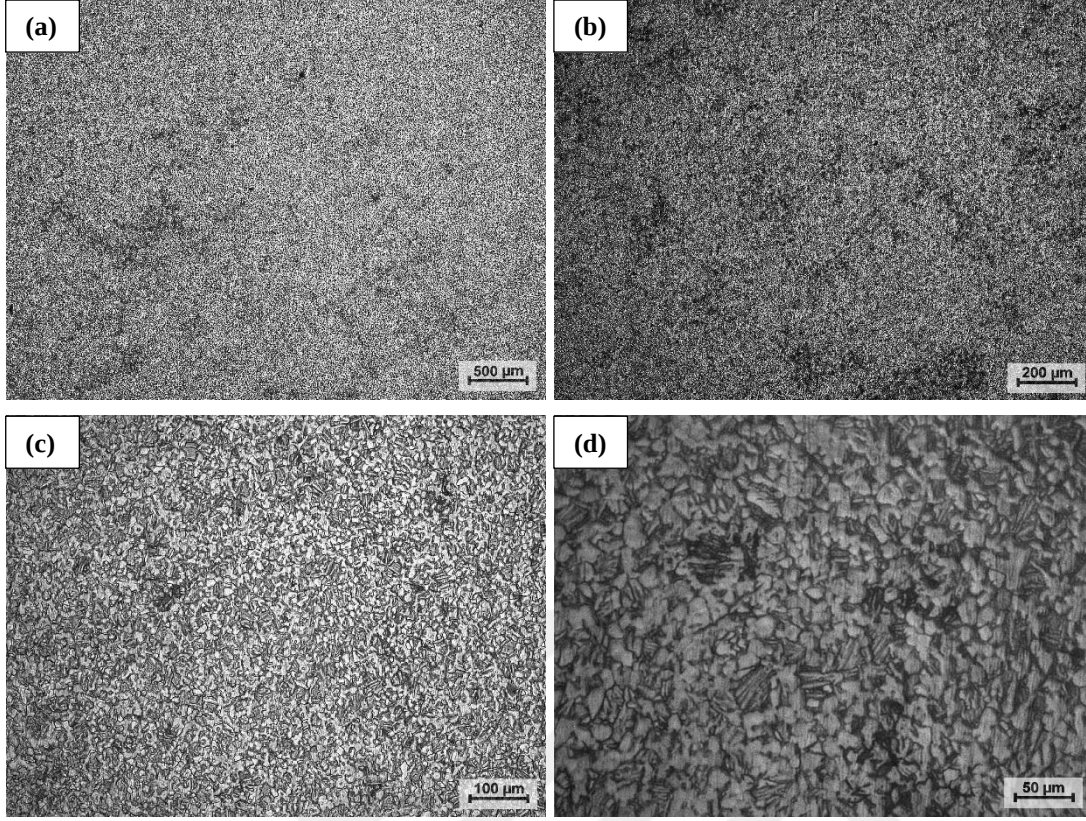


Şekil 4.11 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız Ti6Al4V numunesinin (a) 50x büyütme, (b) 100x büyütme, (c) 200x büyütme ve (d) 500x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri.

Ağırlıkça %1-2-3 AlN ilaveli Ti6Al4V alaşımının mikroyapı görüntüleri sırasıyla Şekil 4.12, Şekil 4.13 ve Şekil 4.14’te verildiği gibidir. AlN katkısı ile birlikte $\alpha+\beta$ lamelar yapı bozularak; bimodal yapı oluşmaya başlamıştır. Açık renkli alanlar bimodal yapıyı; koyu renkli alanlar ise beta içerisindeki α -katmanlarını göstermektedir. Eş eksenli α taneleri, dönüşmüş kaba β yapısında bulunmaktadır.

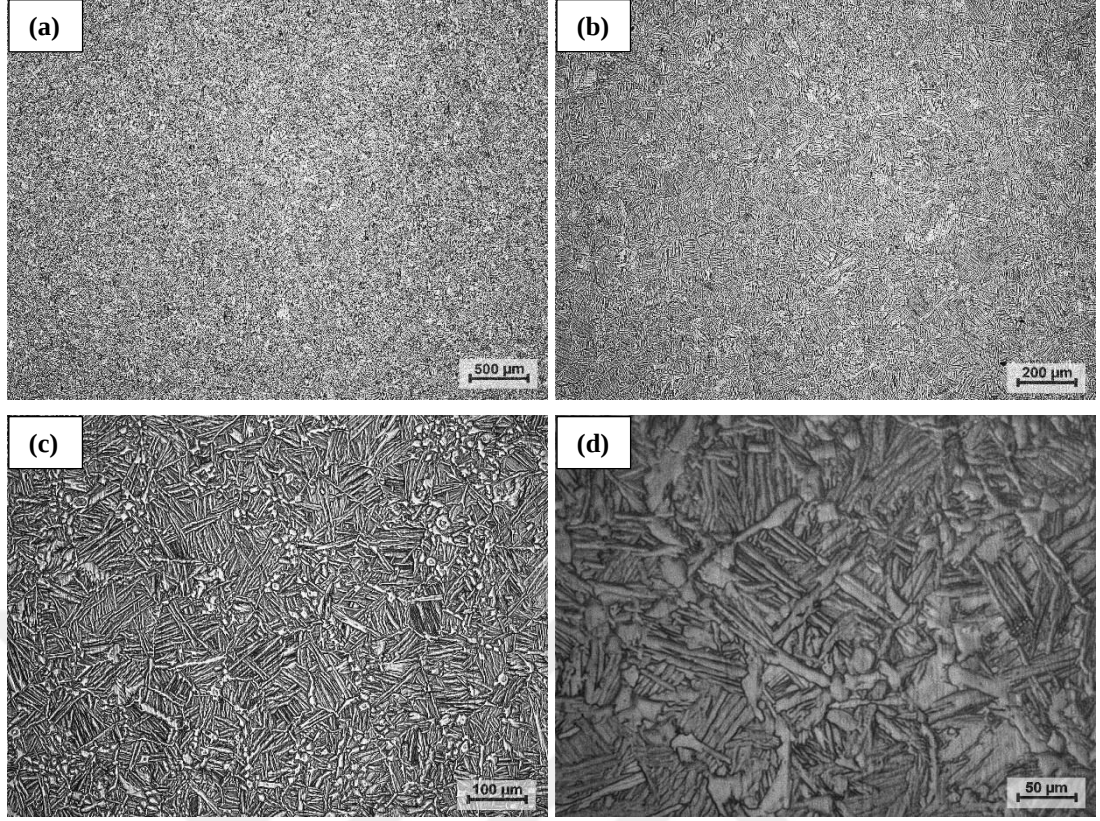
Kaba taneli katkısız Ti6Al4V mikroyapısı ile karşılaştırıldığında alüminyum nitrid katkılı numunelerin daha ince taneli olduğu mikroyapılarda görülmektedir.

Şekil 4.12’de ağ. %1 AlN katkısıyla lamelar yapının bozularak; bimodal yapıya geçiş olduğu ayrıca tane boyutunun incelendiği görülmektedir. Katkısız Ti6Al4V numunesinin ortalama tane boyutu 105,16 μm iken; ağ. %1 AlN katkısı ile azalan tane boyutunun ortalama değeri 11,59 μm ’dir.



Şekil 4.12 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %1 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinin (a) 50x büyütme, (b) 100x büyütme, (c) 200x büyütme ve (d) 500x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri.

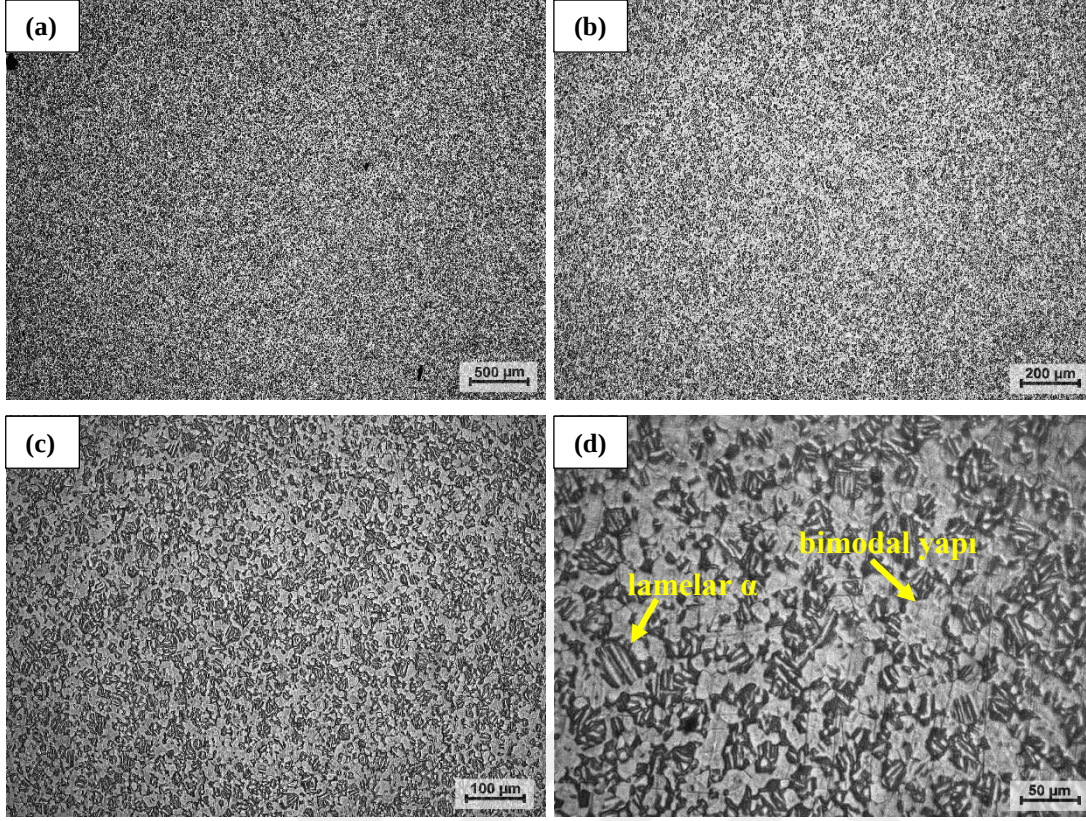
Şekil 4.13’te ağ. %2 AlN katkısı ile ortalama tane boyutu ağ. %1 AlN katkılı numuneye göre bir miktar artmış olsa da; katkısız numuneye göre %72 oranında azalmıştır. Mikroyapıda koyu gri renkli β -fazı içerisinde oluşmuş α -katmanları görülmektedir. Ayrıca lamelar zonların haricinde, homojen dağılmış açık renkli α -Ti fazına ait olduğu düşünülen eş eksenli taneler görülmektedir. Ağ. %2 AlN katkısı ile eş eksenli α ve lamelar $\alpha+\beta$ katmanlarından oluşan tipik bimodal mikroyapı görülmektedir.



Şekil 4.13 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağı. %2 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinin (a) 50x büyütme, (b) 100x büyütme, (c) 200x büyütme ve (d) 500x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri.

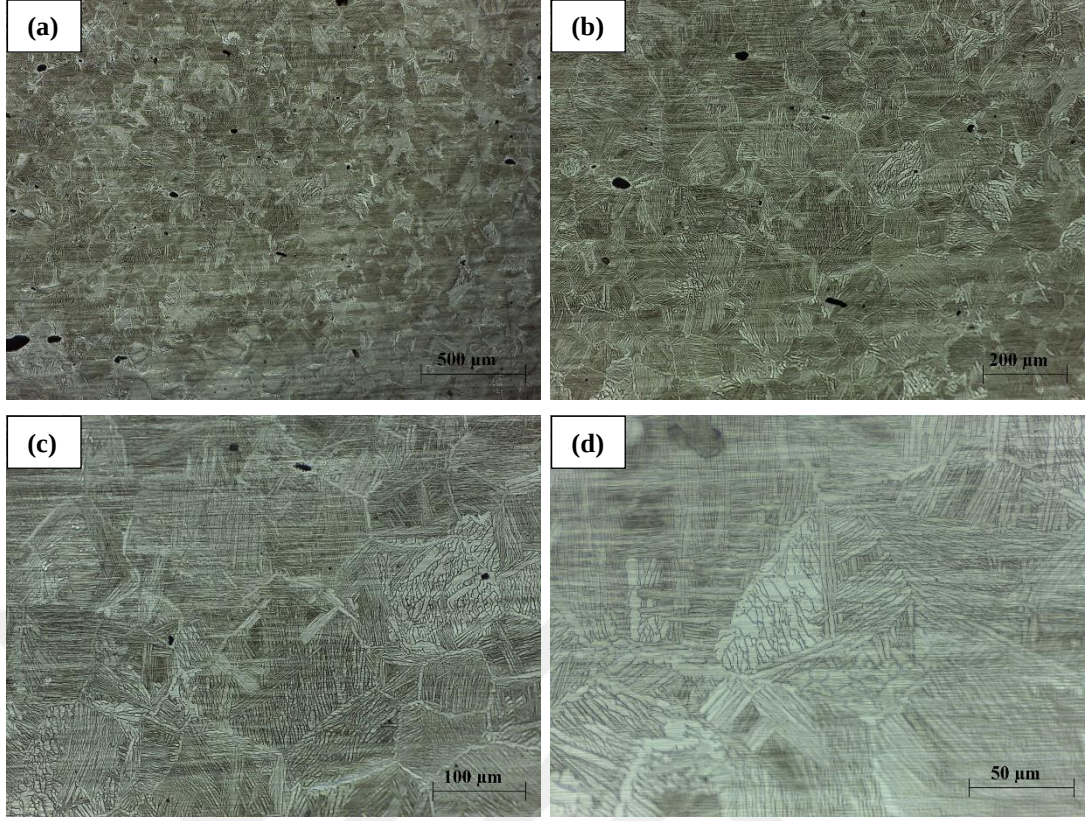
Şekil 4.14’te ağı. %3 AlN katkısı ile birlikte hacimsel olarak bimodal yapının artış göstererek bu yapıya geçişin tamamen gerçekleştiği görülmektedir. İncelenen tüm mikroyapılarda homojen dağılım söz konusudur. Ti6Al4V alaşımının karakteristik mikroyapısı olan lamelar Widmanstätten yapı AlN katkısıyla birlikte bimodal yapıya dönüşmüş ve katkı arttıkça bimodal fazda artış gözlemlenmiştir.

Lamelar ve eş eksenli fazların bir arada bulunduğu bu bimodal yapıda mekanik özelliklerin geliştiği daha önceki yapılan çalışmalarda tespit edilmiştir. Kgoete ve ekibi [61] ile Falodun ve ekibi [67] tarafından yapılan çalışmalarda bu çalışmada elde edilen sonuçları destekler niteliktedir.



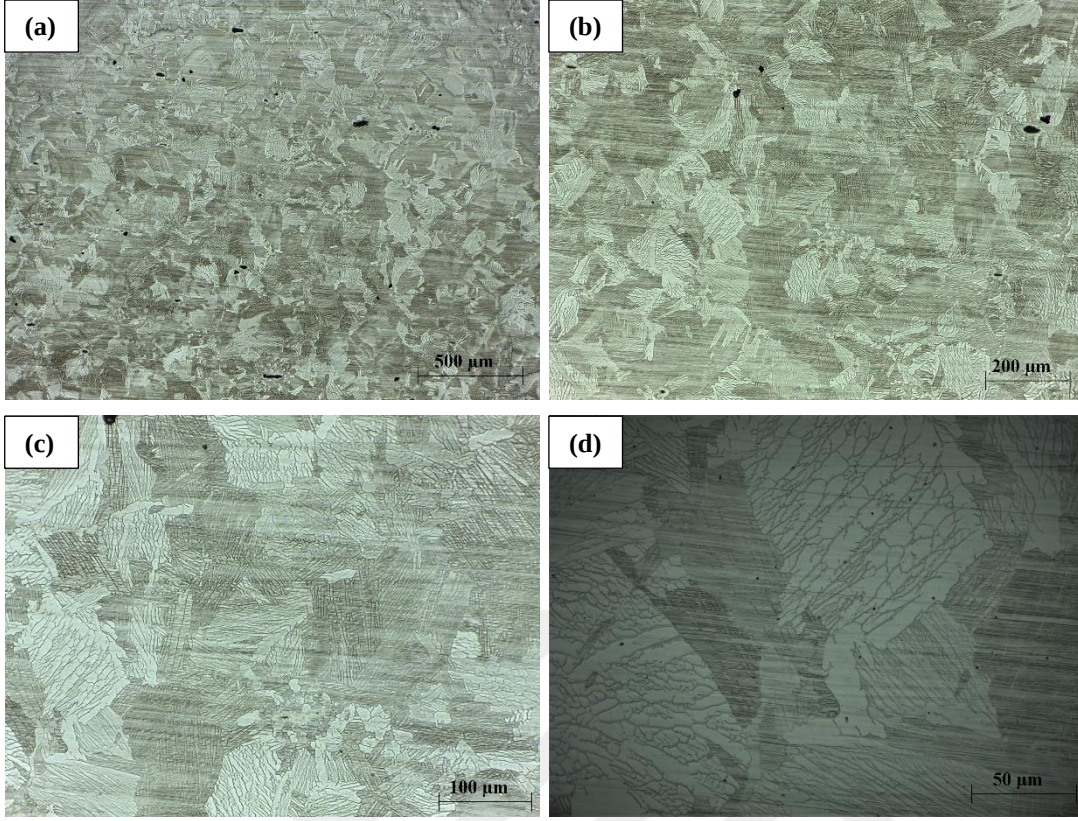
Şekil 4.14 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %3 AlN katkılı Ti6Al4V (a) 50x büyütme, (b) 100x büyütme, (c) 200x büyütme ve (d) 500x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri.

Optik mikroskopla 50x, 100x, 200x ve 500x büyütmede görüntülenen ağ. %1-2-3 Al_2O_3 katkılı Ti6Al4V numunelerin incelenen görüntülerinde Ti6Al4V alaşımının karakteristik $\alpha+\beta$ mikroyapısı ile benzerlik gösterdiği açıkça görülmektedir. Şekil 4.15’te ağ. %1 Al_2O_3 katkılı Ti6Al4V numunesine ait optik mikroskopla çekilmiş mikroyapı görüntüleri yer almaktadır. Widmanstätten yapıda α fazı ile tane sınırlarında bulunan açık renkli β fazı içerisinde oluşan α çekirdeklerinin büyüyerek oluşturduğu koyu renkli kaba lamelar α plakaları gözlemlenmiştir. Ti6Al4V yapısıyla kıyaslandığında ağ. % Al_2O_3 katkısıyla birlikte daha kaba lamelar yapı olduğu söylenebilir. Taneler ve tane sınırları belirgindir. Katkı malzemesiyle birlikte yapıda tane boyutunun azaldığı görülmüştür. Ağ. %1 Al_2O_3 takviyesinde, katkısız numuneye göre ortalama tane boyutu %30 oranla azalmıştır. Artan katkı miktarı ile tane boyutu azalmaktadır.



Şekil 4.15 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağı. %1 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunesinin (a) 50x büyütme, (b) 100x büyütme, (c) 200x büyütme ve (d) 500x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri.

Ağırlıkça %2 Al₂O₃ katkılı numunenin 50x, 100x, 200x ve 500x büyütmedeki optik mikroyapı görüntüleri Şekil 4.16’da yer almaktadır. Ağırlıkça %2 Al₂O₃ katkısı ile β fazından dönüşmüş kaba lamelar α plakaların, β tane sınırlarında oluştuğu görülmektedir. Ayrıca bazı bölgelerde bir miktar eş eksenli α tanelerin oluştuğu da gözlemlenmiştir. Alümina katkısının mikroyapıya etkisi incelendiğinde ağı. %1 katkıda olduğu gibi α -lamellerin kabalaştığı ve açık renkteki β fazı içerisinde oluşan bu kaba lamellerin hacimsel olarak arttığı görülmektedir. Ağırlıkça %2 Al₂O₃ katkılı mikroyapıda ortalama tane boyutu ağı. %1 Al₂O₃ katkılı yapıya göre %13 oranla daha da azalmıştır.



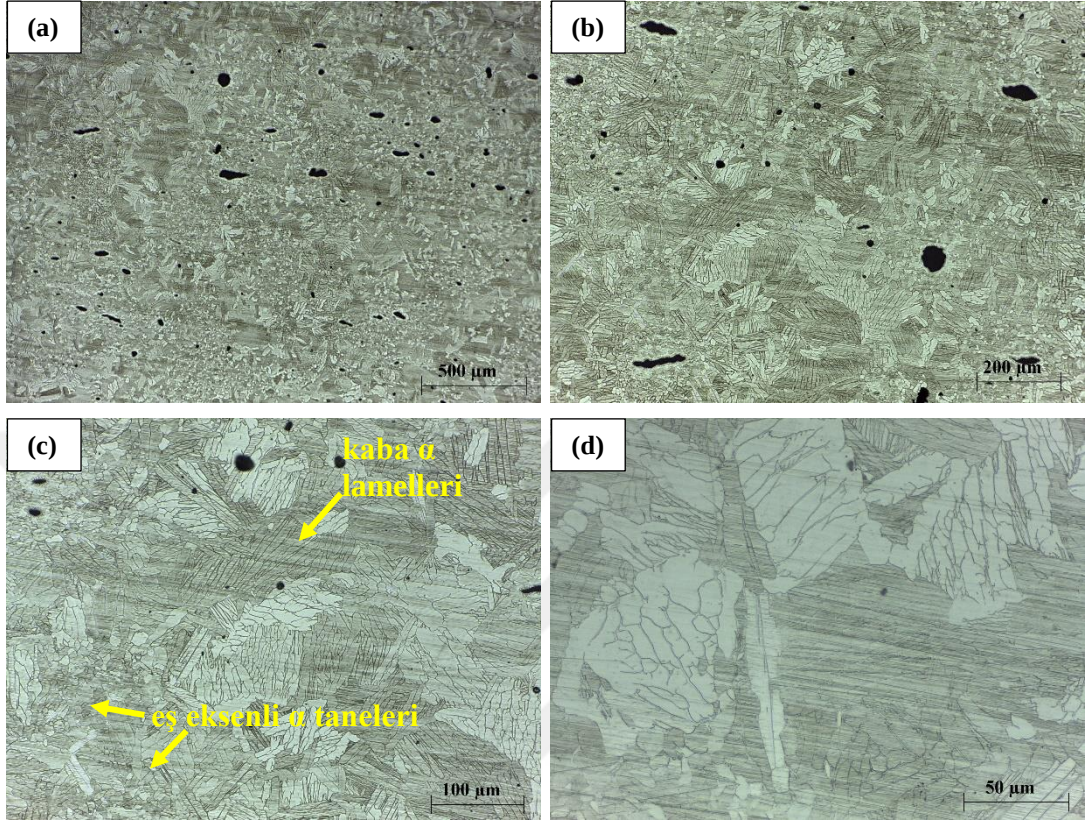
Şekil 4.16 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %2 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunesinin (a) 50x büyütme, (b) 100x büyütme, (c) 200x büyütme ve (d) 500x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri.

Şekil 4.17’de ağ. %3 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunesinin optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde ağ. %3 katkı ile açık renkli alanın hacimsel artışa devam ettiği ve açık renkteki β fazı içerisinde oluşan bu kaba lamellerin irileştiği gözlemlenmektedir. Al₂O₃ katkısının ağ. %3’e ulaşmasıyla β fazından dönüşmüş lamelar α matrisinde eş eksenli α tanelerinin hacimsel olarak artışı da mikroyapıda görülmektedir.

Ayrıca ağ. %1 ve ağ. %2 Al₂O₃ katkısına göre tane yapısı ve tane boyutunda da değişimler gözlemlenmiş; alümina katkılı numuneler içerisinde en ince tane boyutu ağ. %3 Al₂O₃ katkısında elde edilmiştir.

Semetse ve ekibi, SPS yöntemini kullanarak Ti6Al4V matrisi hacimce %5 ve %10 oranlarında ZrO₂ ile takviyelendirmişlerdir. Optik mikroskopla yapılan incelemelerde katkısız Ti6Al4V alaşımının tipik $\alpha+\beta$ yapısında olduğunu; %5 zirkonyum oksit katkısıyla birlikte lamelar $\alpha+\beta$ yapısının kabalaştığını ve bu kaba lamelli matriste küresel şekilli ZrO₂ oluştuğunu gözlemlemişlerdir. Zirkonyum oksit oranı %10’a ulaştığında matrisin kaba lamelar yapı ile birlikte eş eksenli tanelerden oluştuğunu görmüşlerdir [70].

Al_2O_3 katkısı ile lamelar $\alpha+\beta$ morfolojisinden kaba lamelar α ve eş eksenli α tanelerine geçiş olduğu ve Semetse [70] tarafından yapılan çalışmada da yapılan oksit katkısının bu çalışmada elde edilen sonuçlarla benzerlik gösterdiği görülmüştür.



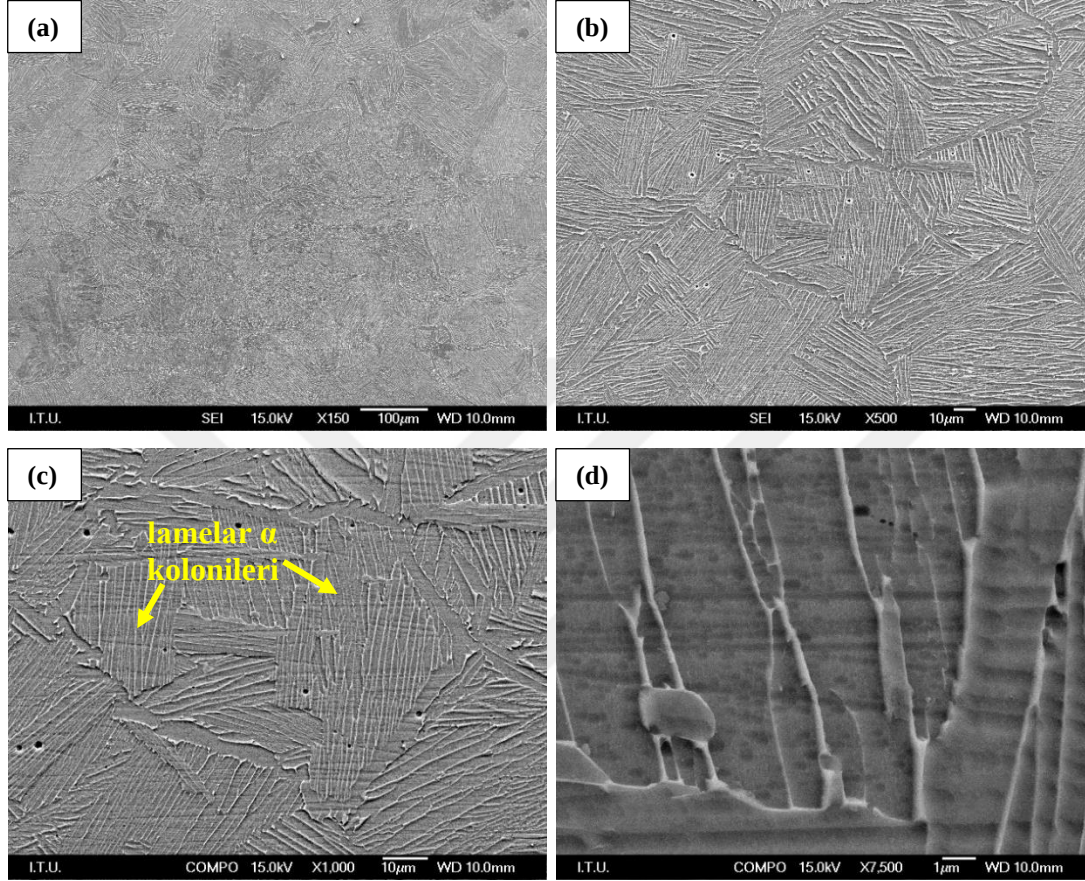
Şekil 4.17 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %3 Al_2O_3 katkılı Ti6Al4V numunesinin (a) 50x büyütme, (b) 100x büyütme, (c) 200x büyütme ve (d) 500x büyütmedeki optik mikroskop görüntüleri.

Ti6Al4V numunesine ağ. %1, %2 ve %3 AlN katkısı yapıldığında Widmanstätten lamellar bozularak bimodal yapı olarak adlandırılan yapıya dönüştüğü ve ağ. %1, %2 ve %3 Al_2O_3 katkısının ise Ti6Al4V yapısında α lamellerin kabalaşmasına ve eş eksenli α tanelerinin oluşmasına sebep olduğu görülmüştür. Ti6Al4V numunesine yapılan her iki farklı katkısında farklı morfolojileri oluşturduğu açıkça görülmektedir.

Optik mikroskopla mikroyapı değişimlerinin incelenmesinin ardından taramalı elektron mikroskopunda yapılan incelemelerde SEM-EDS elementel analizi de gerçekleştirilmiştir. Katkısız Ti6Al4V numunesine ait elektron mikroskobu görüntüleri Şekil 4.18’de, elementel analiz alanı Şekil 4.19’da ve elementel analiz sonuçları Çizelge 4.5’te verilmiştir.

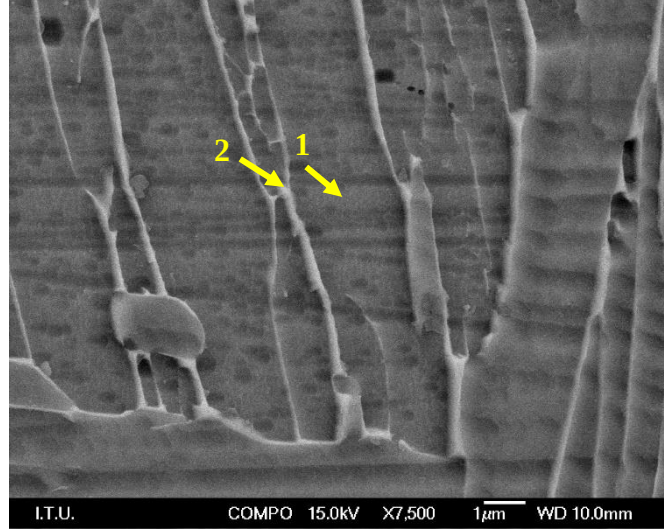
SEM görüntüsü incelendiğinde ilk olarak karakteristik katmanlı $\alpha+\beta$ yapısı dikkat çekmektedir. Soğuma sırasında önceden oluşmuş tane sınırlarındaki β ’dan

çekirdeklendirerek β -tane içine doğru büyüyen α -kolonileri ile taneler arasında oluşan β 'dan büyüyen lamelar α fazı görülmektedir. Görüntüde koyu renkli alanlar alfa fazlı plakaları; α -plakaları arasındaki açık renkli bölgeler ise beta fazını işaret etmektedir. Elementel analiz sonuçları varılan bu kararları doğrular niteliktedir.



Şekil 4.18 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız Ti6Al4V numunesinin (a) 150x büyütme, (b) 500x büyütme, (c) 1000x büyütme ve (d) 7500x büyütmedeki SEM görüntüleri.

Çizelge 4.5’te verilen elementel analiz sonuçları incelendiğinde Şekil 4.19’da 1 no’lu okla gösterilen koyu renkli bölgeden alınan spektrum 1’de ağ. %Al içeriğinin %V’dan fazla olduğu görülmektedir. Alüminyum α -stabilizatörü olduğundan; koyu renkli bölgelerin α -Ti fazı olduğu doğrulanmıştır. Çizelge 4.5’te spektrum 2 incelendiğinde ağ. %Ti içeriği, spektrum 1’e göre daha düşük ve ağ. %V içeriğinin ağ. %Al’dan fazla olduğu görülmektedir. Vanadyum β stabilizasyonunu etkin kıldığı için açık renkli bölgelerin β -Ti olduğunu doğrulamaktadır.

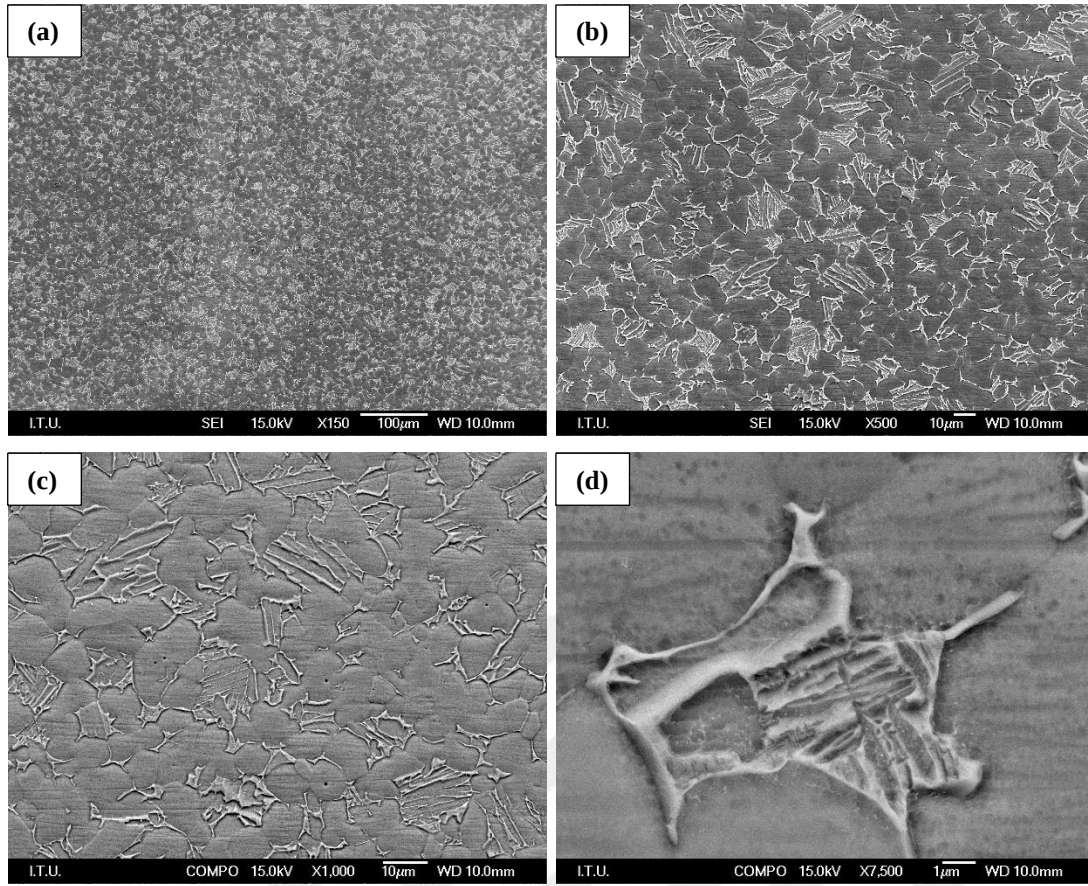


Şekil 4.19 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız Ti6Al4V numunesinin 7500x büyütmedeki SEM-EDS elementel analizi.

Çizelge 4.5 : Katkısız Ti6Al4V numunesinin SEM-EDS elementel analizi.

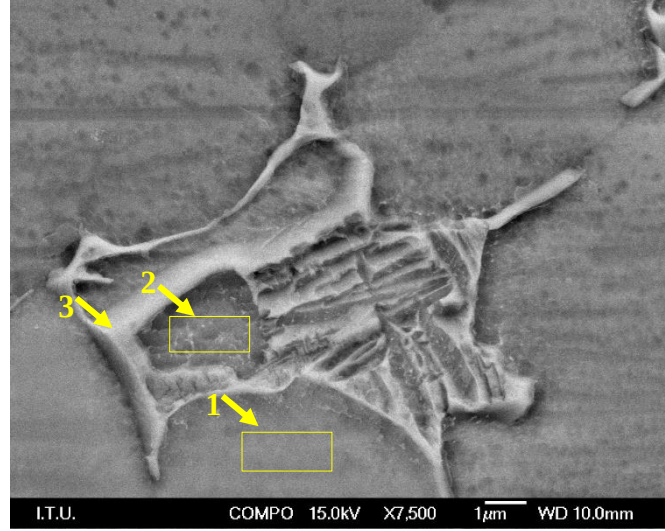
Spektrum	Ti (ağ. %)	Al (ağ. %)	V (ağ. %)
Spektrum 1	90,66	6,49	2,85
Spektrum 2	85,07	4,89	10,05

Ağırlıkça %1 AlN ilaveli Ti6Al4V numunesine ait ikincil elektron görüntüleri Şekil 4.20’de, SEM-EDS elementel analiz bölgesi Şekil 4.21’de ve elementel analiz sonuçları Çizelge 4.6’da verilmiştir. Numuneye ait SEM görüntüleri incelendiğinde alüminyum nitrür katkısı ile Widmanstätten yapının bozulduğu; bimodal yapıların oluşmaya başladığı ve yapıda homojen dağılımın söz konusu olduğu görülmüştür.



Şekil 4.20 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağı. %1 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinin (a) 150x büyütme, (b) 500x büyütme, (c) 1000x büyütme ve (d) 7500x büyütmedeki SEM görüntüleri.

Ti6Al4V alaşımında kompozisyon içeriği oluşacak fazı etkilemektedir. Analiz sonuçları incelenirken yapıda bulunun elementlerin oranlarına bakılarak faz bölgeleri belirlenmiştir. Yapıdaki β -Ti fazını stabil kılan vanadyum β -stabilizatörü, Al ve N ise α -Ti fazını kararlı kılan α -stabilizatörüdür. Ancak nitrojen pikinin titanyum ile çakışmasından dolayı elementel analiz çizelgelerinde ağı. %N yer almamaktadır. Yapılan elementel analiz neticesinde Şekil 4.21’de 1 numaralı okla gösterilen bölgede Al oranının ağı. %7,01 iken; V oranının ağı. %1,90 olması, Al bir α -stabilizatörü olduğu için, bu gri renkte bölgenin α -Ti bölgesi olduğunu göstermektedir. Şekil 4.21’de 2 numaralı okun gösterdiği alanda Al ve V oranı spektrum 1’e göre artarken; Ti oranı düşmüştür ve gri renk α -Ti fazında açık renkli ince çökeltiler gözükmemektedir. Bu çökeltilerin yapılan katkı sonucu oluştuğu söylenebilir. Açık renkli bölgede ise Ti ve Al oranı düşmüş; maksimum V oranı elde edilmiştir. β -kararlayıcısı olan vanadyumun burada ağı. %11,41 oranında bulunması bu alanın β -Ti fazı olduğunu göstermektedir.

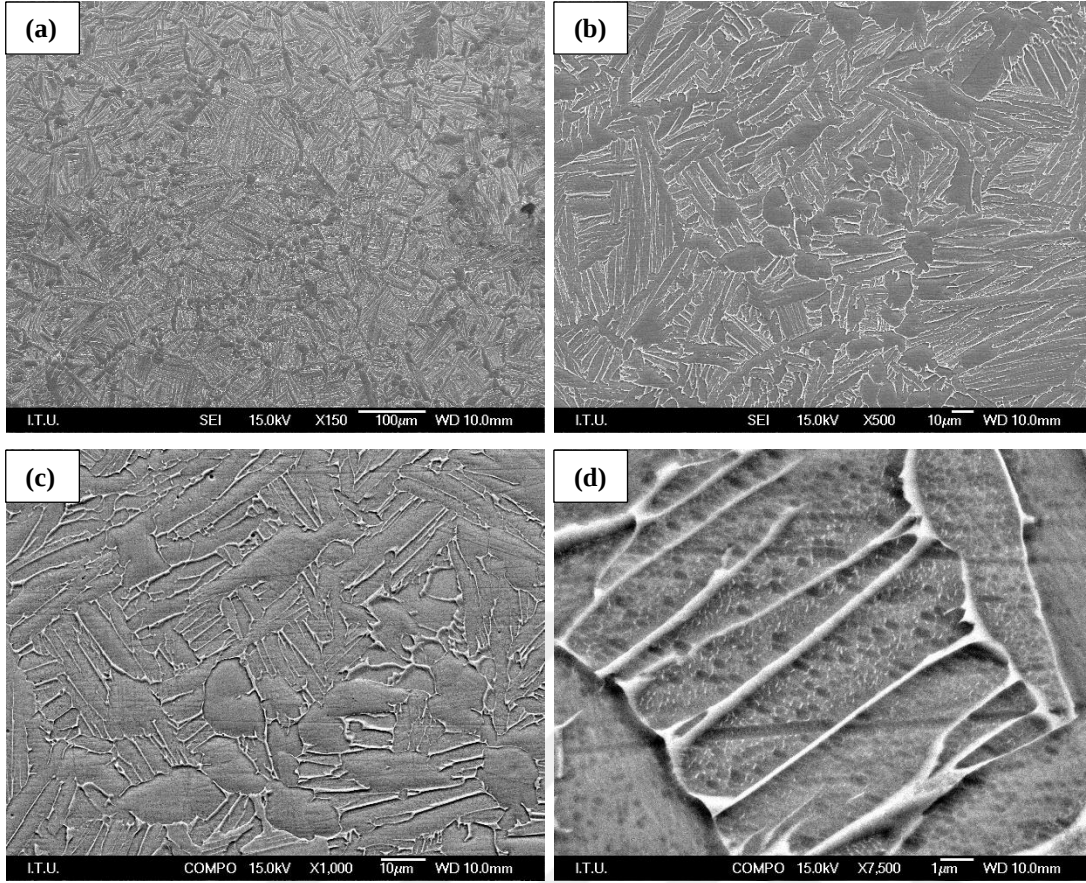


Şekil 4.21 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %1 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinin 7500x büyütmedeki SEM-EDS elementel analizi.

Çizelge 4.6 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %1 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinin SEM-EDS elementel analizi.

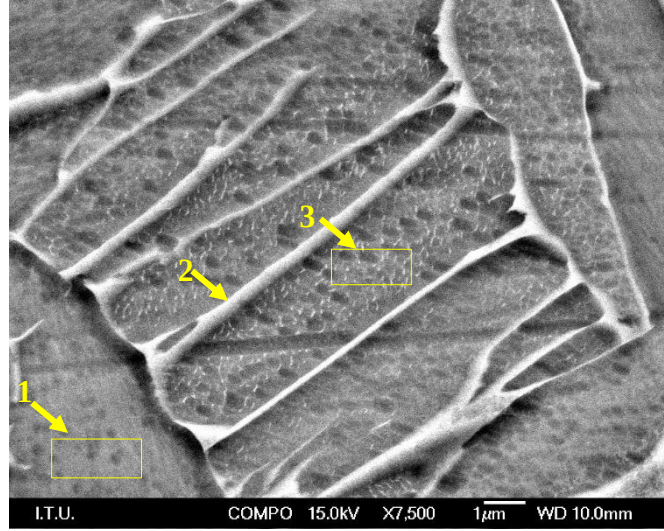
Spektrum	Ti (ağ. %)	Al (ağ. %)	V (ağ. %)
Spektrum 1	91,09	7,01	1,90
Spektrum 2	89,01	7,62	3,37
Spektrum 3	82,67	5,92	11,41

Şekil 4.22’de ağ. %2 AlN katkılı Ti6Al4V numunesine ait SEM görüntüleri, Şekil 4.23’te SEM-EDS elementel analiz bölgesi ve Çizelge 4.7’de elementel analiz sonucu yer almaktadır. İncelenen SEM görüntülerinde yapıda farklı oryantasyonlara sahip lamelar zonların homojen dağılımı görülmektedir. Ayrıca lamelar alfa kolonileriyle birlikte bimodal fazlarda yapıda bulunmaktadır.



Şekil 4.22 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %2 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinin (a) 150x büyütme, (b) 500x büyütme, (c) 1000x büyütme ve (d) 7500x büyütmedeki SEM görüntüleri.

SEM-EDS elementel analiz sonucu incelendiğinde Şekil 4.23’te 1 numaralı okla gösterilen bölgeden alınan spektrumda ağ. %V oranının, ağ. %Al oranından düşük olması koyu renkli bölgenin α olduğunu kanıtlamaktadır. Çizelge 4.7’de spektrum 2’de aynı şekilde ağ. %V/Al oranına bakılarak açık renkli bölgenin β fazı olduğu söylenebilir. Şekil 4.23’te 3 numaralı okun bulunduğu bölge ağ. %1 AlN katkılı numune ile benzerlik göstermektedir. Bu bölgenin ağ. %Al/V oranına bakılarak α fazına ait olduğu düşünülmektedir, ayrıca matriste α fazından farklı olarak açık renkli ince dağılmış çökelti fazı gözölmektedir. Bu yapının AlN katkısı ile birlikte oluşan, XRD analizinde de karakteristik piki görölen, TiN fazı olduğu düşünülmektedir. Ancak titanyum ve nitrojen piklerinin üst üste çakışmasından dolayı bu durum elementel analiz sonuçlarına yansımamıştır.

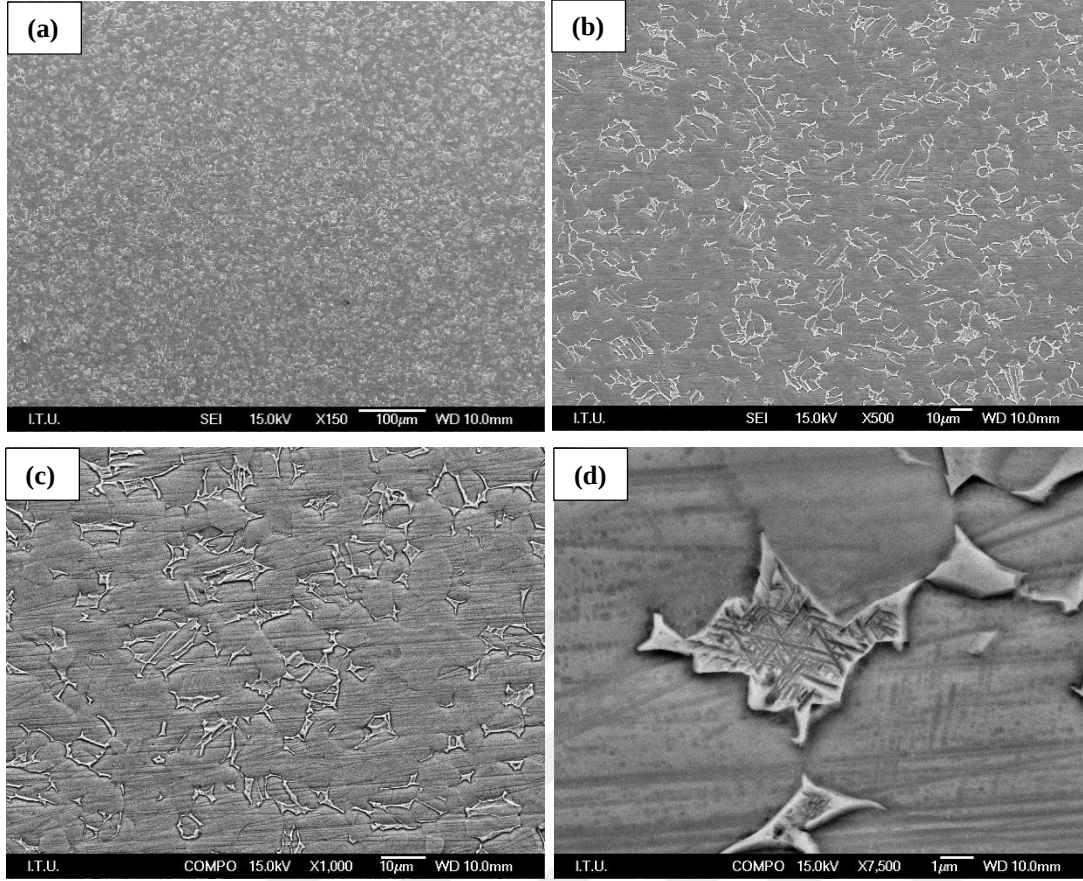


Şekil 4.23 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %2 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinin 7500x büyütmedeki SEM-EDS elementel analizi.

Çizelge 4.7 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %2 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinin SEM-EDS elementel analizi.

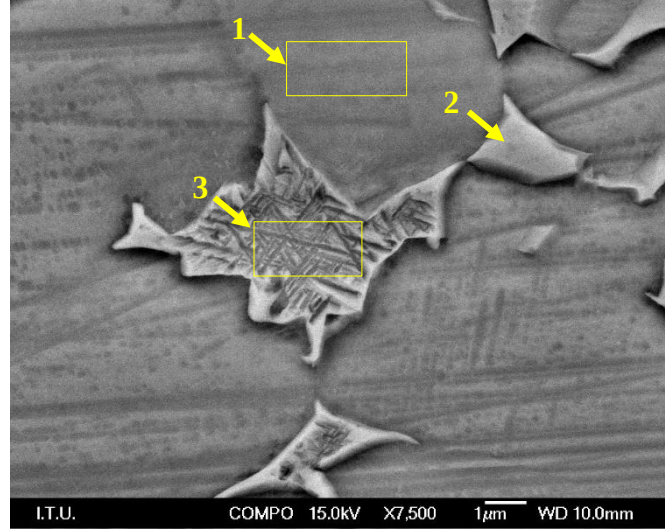
Spektrum	Ti (ağ. %)	Al (ağ. %)	V (ağ. %)
Spektrum 1	90,33	7,30	2,38
Spektrum 2	86,08	5,92	8,00
Spektrum 3	89,39	6,95	3,67

Şekil 4.24’te ağ. %3 AlN katkılı Ti6Al4V numunesine ait SEM görüntüleri, Şekil 4.25’te SEM-EDS elementel analiz bölgesi ve Çizelge 4.8’de elementel analiz sonucu yer almaktadır. Mikroyapıda eş eksenli ve lamelar fazların homojen dağılımı açık bir şekilde gözükmemektedir. Artan alüminyum nitrür katkısı ile karakteristik lamelar yapı bozunmuş yerini bimodal yapıya bırakmıştır.



Şekil 4.24 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %3 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinin (a) 150x büyütme, (b) 500x büyütme, (c) 1000x büyütme ve (d) 7500x büyütmedeki SEM görüntüleri.

Elementel analiz sonucu incelendiğinde gri renkli bölgenin, Çizelge 4.8’deki spektrum 1’in ağ. %Al oranına bakılarak, α fazı olduğu söylenebilir. Çizelge 4.8’de spektrum 1 ile spektrum 2 kıyaslandığında alüminyum oranının düştüğü vanadyum oranının arttığı görülmektedir; buna göre bu bimodal yapının β fazı olduğu ve β fazı içerisinde oluşmuş ikincil α -lamelleri olduğu söylenebilir. Şekil 4.25’te 3 numaralı okun gösterdiği bölgede ise β -stabilizatörü olan vanadyumun ağ. %9,55 değerinde olduğu görülmektedir. Katkının sınırlı çözünmesiyle birlikte β fazı bölgesinde metastabil β ile birlikte ikincil α -lamelleri gözlemlenmiştir. İlk olarak G. Lütjering tarafından tanımlanan çift katmanlı bu mikroyapının, mekanik özelliklerin gelişimine etkisini araştırmak için Chong ve ekibi, Ti6Al4V alaşımına çeşitli ısı işlemleri uygulayarak elde ettikleri farklı mikroyapılarda β tane sınırlarında oluşmuş iri α -lamelleri ile ince yapıda ikincil α -lamellerini gözlemlenmiştir [71].



Şekil 4.25 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %3 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinin 7500x büyütmedeki SEM-EDS elementel analizi.

Çizelge 4.8 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %3 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinin SEM-EDS elementel analizi.

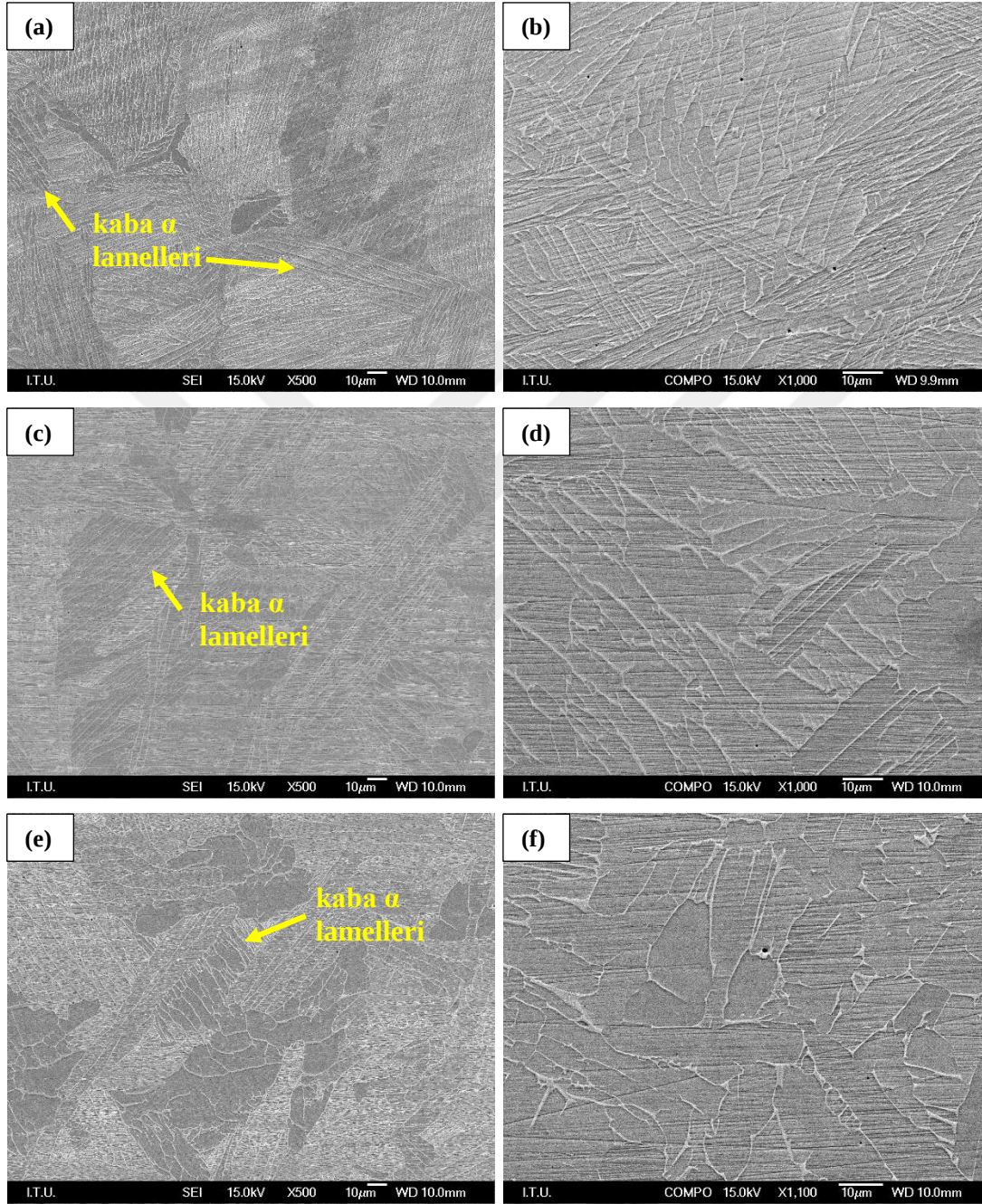
Spektrum	Ti (ağ. %)	Al (ağ. %)	V (ağ. %)
Spektrum 1	89,49	7,70	2,81
Spektrum 2	87,21	6,97	5,82
Spektrum 3	84,06	6,39	9,55

Maja ve arkadaşları [25], Kgoete ve ekibi [61] ile Falodun ve ekibinin [67] yaptığı çalışmalarda, TiN katkılı Ti6Al4V numunelerinde SEM görüntülerini incelediklerinde benzer sonuçlar elde etmişlerdir. Jackson ve Dring [72], makalelerinde titanyum matrisine yapılan katkıların sınırlı çözünürlük göstererek yeni fazların oluşumuna sebep olduğunu belirtmişlerdir.

SPS ile sinterlenmiş ağ. %1, %2 ve %3 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunelerin morfolojik değişimlerini incelenmesi için taramalı elektron mikroskobunda 500x ve 1000x büyütmelerde çekilen SEM görüntüleri Şekil 4.26’da verilmiştir.

İncelenen SEM görüntülerinde tane sınırlarında oluşmuş β ’dan çekirdeklenerek farklı oryantasyonlarda β fazı içinde büyüyen kaba α -lamellerinden oluşan $\alpha+\beta$ yapısı görülmektedir. Görüntülerde koyu renkli alanlar lamellar α -fazını; kaba α -plakaları arasındaki açık renkli bölgeler ise β fazını göstermektedir. Bu kaba lamellar zonlardan oluşan yapı sepet örgüsüne benzediği için sepet örgüsü mikroyapı olarak adlandırılmaktadır. Ti6Al4V yapısında, Al₂O₃ katkısı ile birlikte oranı artan Al ve O, α -stabilizatördür ve $\beta \rightarrow \alpha$ dönüşümünü desteklemektedir. Yapıda Al ve O miktarı

arttıkça, açık renkli β fazı içerisinde farklı oryantasyonlarda büyüyen α lamellerinin irileşmesi sonucunda bu sepet örgüsü yapı elde edilmiştir. Alümina katkısının Ti6Al4V yapısında artışıyla birlikte sepet örgüsü yapının daha da kabalaştığı ve koyu renkli alanların hacimsel olarak arttığı görülmektedir.



Şekil 4.26 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen ağ. %1 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunesinin (a) 500x ve (b) 1000x büyütmedeki; ağ. %2 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunesinin (c) 500x ve (d) 1000x büyütmedeki; ağ. %3 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunesinin (e) 500x ve (f) 1000x büyütmedeki SEM görüntüleri.

Moses ve arkadaşları, hacimce %5-10-15 Al_2O_3 ile takviyelendirdikleri Ti6Al4V alaşımını 1000 °C ve 1100 °C gibi iki farklı sıcaklıkta spark plazma sinterleme yoluyla üretmişlerdir. Numunelerin mikroyapı özelliklerini incelediklerinde 1000 °C’de sinterlenen numunede lamelar yapının etkin olduğu; 1100 °C’de sinterlenen numunelerde ise pulsu fazların oluştuğunu gözlemlemişlerdir. Ayrıca alüminanın α -stabilizatörü olarak, yapıda tane sınırları boyunca α -fazında dağıldığını kaydetmişlerdir [33].

Semetse ve ekibi, korozyon davranışlarını incelemek için ağı. %5 ve %10 ZrO_2 katkılı Ti6Al4V alaşımını SPS ile üretmişler ve çalışmalarında SEM görüntülerinde benzer sepet örgüsü mikroyapıda globüler ZrO_2 çökeltileri gözlemlemişlerdir [73].

Daha önce yapılan çalışmalara bakıldığında, Al_2O_3 katkısının α fazını kararlı kılarak sepet örgüsü yapının oluşumuna katkı sağladığı ve yapıda oranı arttıkça hacimsel olarak artış gösterdiği görülmüştür. Önceki çalışmalar ve bu çalışmada elde edilen sonuçlar benzerlik göstermektedir.

4.6 Basma Dayanımı

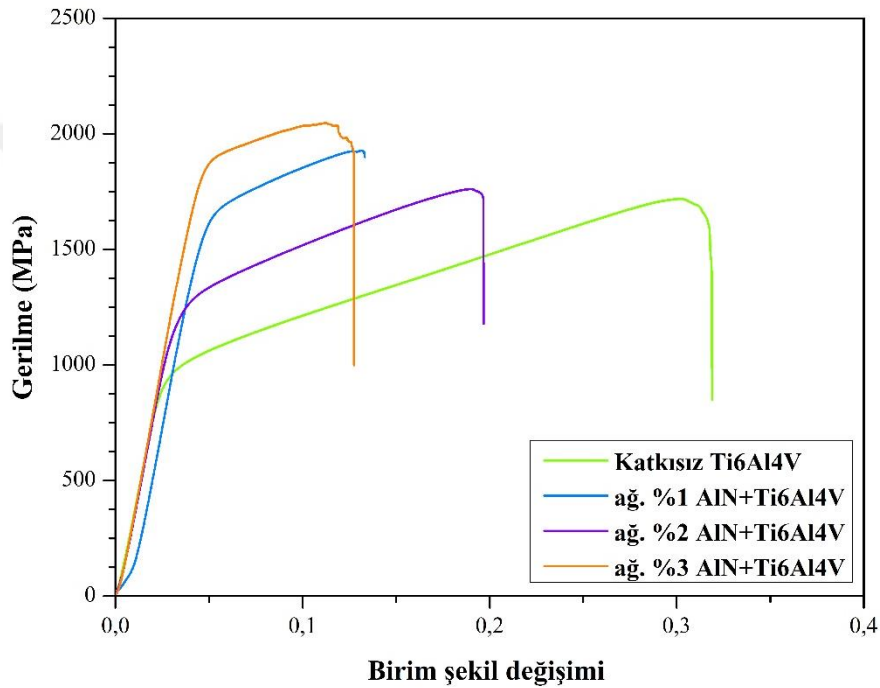
Basma testi sonrasında elde edilen numunelere ait basma mukavemeti değerleri Çizelge 4.9’da verilmiştir. Beklenildiği gibi takviye malzemelerin varlığı basma dayanımına katkı sağlamıştır.

Çizelge 4.9 : Katkısız Ti6Al4V ile ağı. %1-2-3 AlN ve Al_2O_3 katkılı Ti6Al4V alaşımlarına ait basma mukavemeti değerleri.

Deney numarası	Katkı miktarı (ağı. %)	Basma mukavemeti (MPa)
1	-	1719 ± 15,4
2	1 AlN	1953 ± 39,8
3	2 AlN	1770 ± 84,8
4	3 AlN	2047 ± 109,3
5	1 Al_2O_3	1801 ± 25,9
6	2 Al_2O_3	1915 ± 12,7
7	3 Al_2O_3	1850 ± 19,7

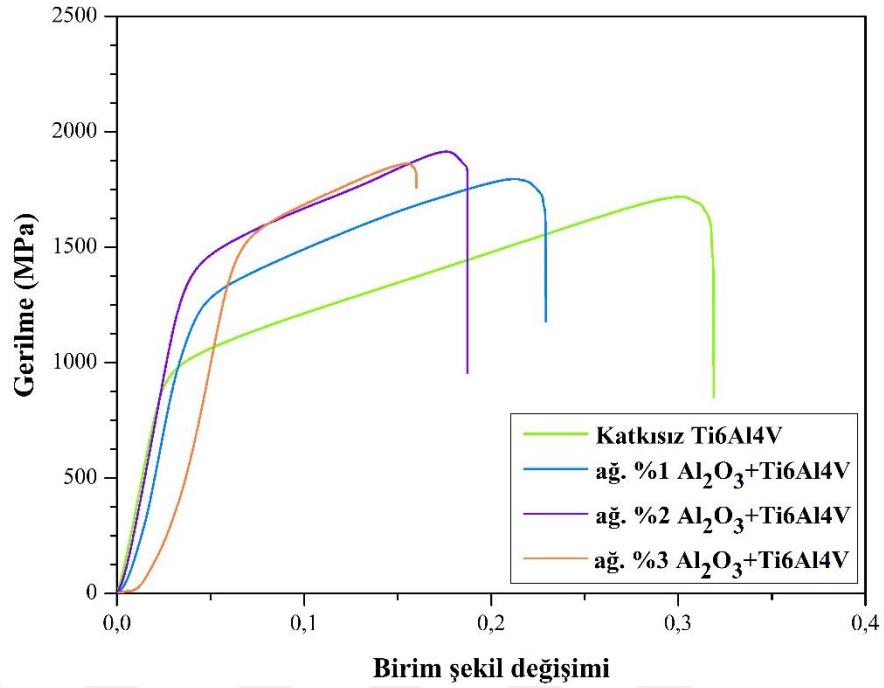
AlN katkılı Ti6Al4V numunelerine ait gerilme-birim şekil değişimi diyagramı Şekil 4.27’de verilmiştir. Gerilme-birim şekil değişimi diyagramları incelendiğinde basma dayanımı en düşük ve plastik deformasyon miktarı en fazla olan numune beklenildiği gibi katkısız Ti6Al4V numunesidir.

Katkı malzemesi olarak kullanılan AlN miktarı arttıkça; elde edilen gerilme değerleri katkısız numuneye göre artmış; plastik deformasyon kabiliyeti ise azalmıştır. Ti6Al4V alaşımının sünek karakteristiğinden dolayı yüksek şekil değişim değerine sahip olduğu düşünülmektedir.

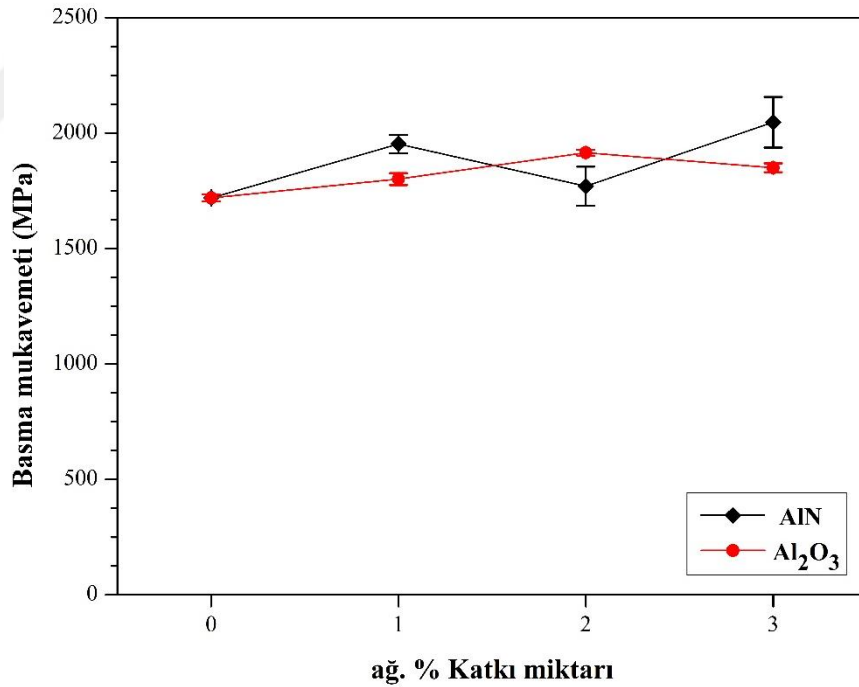


Şekil 4.27 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız Ti6Al4V ile ağı. %1-2-3 AlN katkılı Ti6Al4V numunelerine ait gerilme-birim şekil değişimi diyagramları.

Basma testi sonrasında elde edilen Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunelerine ait gerilme-birim şekil değişimi diyagramı Şekil 4.28’de ve mukavemet değerlerinin AlN ve Al₂O₃ katkıları ile değişim grafiği Şekil 4.29’da verilmiştir.



Şekil 4.28 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız Ti6Al4V ile ağ. %1-2-3 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunelerine ait gerilme-birim şekil değişimi diyagramları.



Şekil 4.29 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız ile ağ. %1-2-3 AlN ve Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunelerinin kompozisyona bağlı değişen basma mukavemeti grafiği.

Şekil 4.28’deki gerilme diyagramına bakıldığında alümina katkısı arttıkça, katkısız numuneye göre daha yüksek gerilme değerleri elde edilirken; daha düşük plastik

deformasyon değeri elde edilmiştir. Katkı miktarı arttıkça birim şekil değişim değeri azalmakta; gerilme değerleri artmaktadır.

Katkısız Ti6Al4V numunesine ait basma dayanımı 1719 MPa iken, ağ. %1-2-3 AlN katkılı numunelere ait basma mukavemetleri sırasıyla 1953 MPa, 1770 MPa ve 2047 MPa olarak görülmüştür. AlN katkılı numunelere ait basma mukavemet grafiği mikrosertlik grafiğiyle benzerlik göstermektedir. Her iki grafikte de ağ. %1 AlN katkısı ile katkısız numuneye göre artış olmuş; ağ. %2 AlN katkısında azalma gerçekleşmiş ancak ağ. %3 AlN katkı ile basma mukavemet değeri tekrar artışa geçerek maksimum değer elde edilmiştir.

Alümina katkısı ile birlikte 1719 MPa değerindeki katkısız Ti6Al4V numunesine ait basma dayanımı değerinde artış gözlemlenmiştir. Ağırlıkça %1, 2 ve 3 Al₂O₃ katkılı numunelere ait basma dayanımları sırasıyla 1801 MPa, 1915 MPa ve 1850 MPa olarak elde edilmiştir. Alümina ilavesiyle birlikte artış gösteren basma mukavemet değeri ağ. %3 Al₂O₃ ilavesiyle gerileme gösterebilir; elde edilen bu değer katkısız Ti6Al4V numunesine ait değerden yüksektir. Alüminyum nitrür katkılı numunelerin gerilme değerine etkisi, alümina katkılı numunelere göre daha yüksektir.

Abe ve arkadaşları, 30 MPa basınçta, 100 °C/dk ısıtma hızında, 1000 °C sıcaklıkta 10 dk sürede spark plazma sinterleme yoluyla ağ. %3 AlN takviyeli Ti6Al4V numunesinin çekme mukavemetini incelediklerinde matrisin katkısız yapıya göre %47 oranında geliştiğini gözlemlemişlerdir [26].

Lagos ve ekibi yaptıkları çalışmada Ti6Al4V alaşımını %5 ve %10 TiC ile katkılandırırlar SPS ile ürettiklerinde mukavemet değerinde artış gözlemlemişlerdir. Uzama değeri ise katkısız numunede %13'lerde iken TiC katkılı numune %3 ile sınırlı kalmıştır [74]. Ti6Al4V alaşımının sünek karakteristiğinden ötürü %uzamasının katkılı numuneye göre daha yüksek olduğunu düşünmüşlerdir.

Li ve ekibi, Ti6Al4V matrisi farklı oranlarda Y₂O₃ ile katkılandırıp SPS ile ürettiklerinde, ağ. %2 Y₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunesinde uzamanın %19 oranında azalırken çekme mukavemetinin %37 oranında arttığı ve kırılma karakteristiğinin sünekten gevrek+sünek yapıya değiştiğini gözlemlemişlerdir [75]. Li ve arkadaşları, Ti6Al4V matrisi grafen ile katkılandırıldığında; çekme mukavemetinde %42 oranında bir gelişme kaydetmişlerdir [76].

4.7 Aşınma Dayanımı

Aşınma testleri gerçekleştirilen numunelerin sürtünme katsayısı değerleri Çizelge 4.10'da verilmiştir.

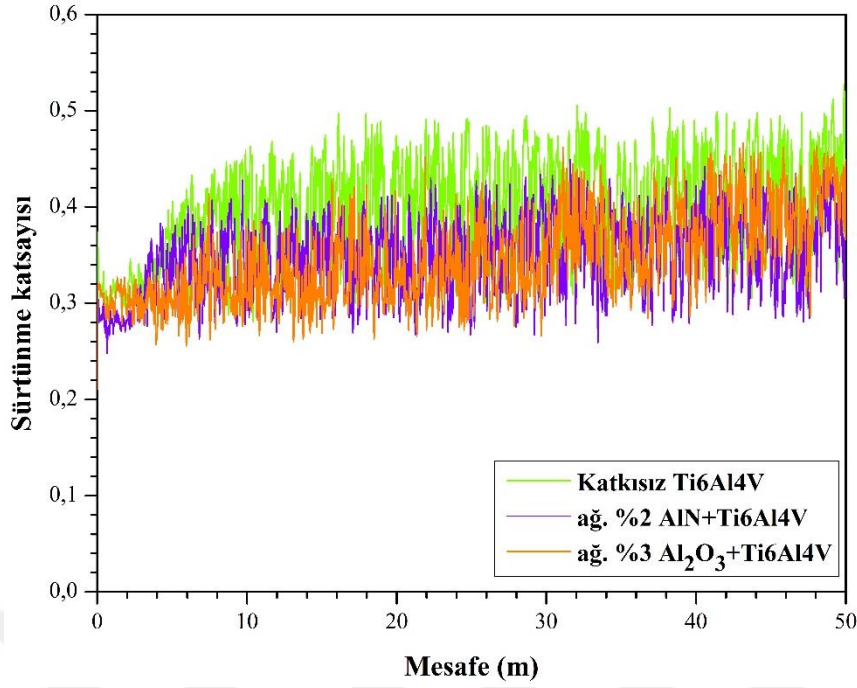
Çizelge 4.10 : 1000 °C'de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen numunelerin sürtünme katsayısı değerleri.

Deney numarası	Katkı miktarı (ağ.%)	Sürtünme katsayısı
1	-	0,400 ± 0,05
2	1 AlN	0,393 ± 0,04
3	2 AlN	0,349 ± 0,04
4	3 AlN	0,442 ± 0,03
5	1 Al ₂ O ₃	0,351 ± 0,03
6	2 Al ₂ O ₃	0,351 ± 0,04
7	3 Al ₂ O ₃	0,346 ± 0,05

Çizelgedeki sonuçlar incelendiğinde AlN katkısı ile sürtünme katsayısında katkısız alaşıma göre azalma görülmüş en düşük sürtünme katsayısı ağ. %2 AlN katkılı numunede elde edilmiş ve ağ. %3 AlN katkısı ile sürtünme katsayısı değerinde artış gözlemlenmiştir. Alümina katkısında ise katkı miktarı arttıkça sürtünme katsayısı azalmıştır. En düşük sürtünme katsayısı değeri ağ. %3 Al₂O₃ katkılı numunede elde edilmiştir. Alümina katkısının aşınma direnci üzerine pozitif bir etkisi olduğu elde edilen sonuçlarla da kanıtlanmıştır.

Sürtünme testleri sırasında aşındırıcı bilyanın numunelerin yüzeyinde yaptığı hareket sonucunda, yüzeyden kalkan partiküllerin de aşındırıcı parça gibi davranıp sürtünme katsayısı değerini etkilemiş olabileceği düşünülmektedir. Birbirine temas eden iki cisim arasındaki sürtünmeden kaynaklı gerçekleşen aşınma esnasında daha sert olan cisim, yumuşak olan malzemeyi çizerek mikro talaş kaldırmaktadır. İki cisimli aşınma sırasında sert cismin, yumuşak yüzeyden kaldırdığı partiküllerde üçüncü cisim olarak aşınmayı hızlandırmaktadır. Üçüncü cisim olarak ortaya çıkan partiküller, çizilme sonunda serbest hale gelen mikro talaşlar ve parçalanmış oksit parçacıkları olabilmektedir [77].

Katkısız Ti6Al4V numunesi ile en düşük sürtünme katsayısı değerlerine sahip ağ. %2 AlN ve ağ. %3 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunelerine ait sürtünme katsayısı-mesafe diyagramı Şekil 4.30'da verilmiştir.



Şekil 4.30 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız Ti6Al4V, ağ. %2 AlN katkılı Ti6Al4V ve ağ. %3 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunelerine ait sürtünme katsayısı-mesafe diyagramı.

Sabit yüklenme altında kaydedilen sürtünme katsayısı-mesafe diyagramı incelendiğinde katkısız Ti6Al4V numunesinin kararlı durumda sürtünme katsayısı 0,3-0,5 arasında iken; katkılı numunelerde bu değer 0,25-0,45 değişmektedir. Aşındırıcı bilyanın yüzeyden kaldırdığı parçacıkların bir kısmı yüzeyden atılırken; bir kısmı aşındırıcı veya yağlayıcı gibi davranabilir. Bu da sürtünme katsayısı değerlerini etkilemektedir. Elde edilen sürtünme katsayısı değerleri sırasıyla katkısız numunede $0,400 \pm 0,05$; ağ. %2 AlN katkılı numune $0,349 \pm 0,04$ ve ağ. %3 Al₂O₃ katkılı numunede $0,346 \pm 0,05$ şeklindedir. Yapılan AlN ve Al₂O₃ katkıların, Ti6Al4V alaşımının aşınma dayanımını geliştirdiği elde edilen sürtünme katsayısı sonuçlarından anlaşılmaktadır.

Falodun ve ekibinin yaptığı çalışmada, hacimce %1-2-3-4-5 TiN ile katkılanırılan Ti6Al4V matrisininin aşınma testi sonuçlarında da TiN katkısıyla birlikte sürtünme katsayısında azalma olduğu görülmüş benzer sonuçlar elde edilmiştir [62].

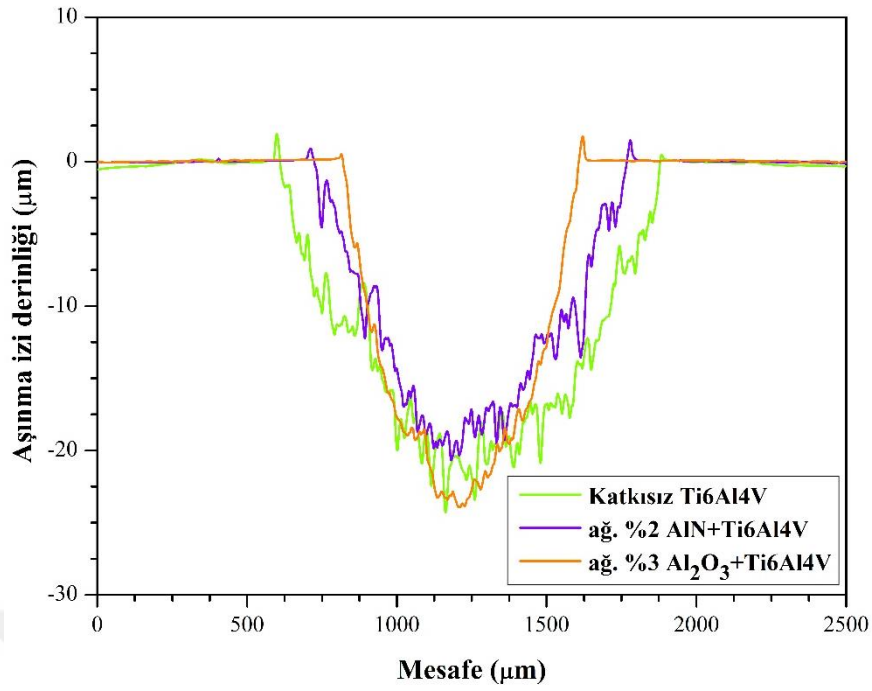
Optik profilometre kullanılarak katkısız Ti6Al4V, ağ. %2 AlN katkılı Ti6Al4V ve ağ. %3 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numuneleri için üç boyutlu yüzey ölçümleri yapılmış ve aşınma izlerinin kesit uzunluğu ve aşınma alanları ölçülmüştür. Numunelerin aşınma alanı değerleri Çizelge 4.11’de verilmiştir.

Çizelge 4.11 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen numunelerin aşınma alanı değerleri.

Deney numarası	Katkı miktarı (ağ.%)	Aşınma alanı (µm ²)
1	-	15232
2	1 AlN	17311,2
3	2 AlN	13543,6
4	3 AlN	15675,4
5	1 Al ₂ O ₃	14410,4
6	2 Al ₂ O ₃	13996,6
7	3 Al ₂ O ₃	13127

Sonuçlara bakıldığında en düşük sertlik ve en yüksek sürtünme katsayısına sahip olan katkısız Ti6Al4V numunesinin aşınma alanı da beklenildiği gibi en yüksek aşınma alanı değerine sahiptir. Yapılan katkılarla birlikte aşınma alanında azalma gözlemlenmiştir. Sürtünme katsayısı en az olan numunelerde aşınma alan miktarı en azdır. Buna göre Ti6Al4V numunesinin aşınma alanı 15232 µm² iken; ağ. %2 AlN katkısında bu değer 13543,6 µm² ve ağ. %3 Al₂O₃ katkısında 13127 µm² olarak görülmüştür.

Katkısız Ti6Al4V ve en düşük aşınma alanına sahip ağ. %2 AlN ile ağ. %3 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunelerine ait optik profilometreden elde edilen aşınma izi derinliği-mesafe diyagramı Şekil 4.31’de verilmiştir.



Şekil 4.31 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız Ti6Al4V, ağ. %2 AlN katkılı Ti6Al4V ve ağ. %3 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunelerine ait aşınma izi derinliği-mesafe diyagramı.

Optik profilometrede gerçekleştirilen 3 boyutlu yüzey ölçümlerinde de katkısız numunenin en geniş aşınma alanına sahip olduğu; katkılarla birlikte bu alanın daraldığı ve en yüksek aşınma dayanımı gösteren ağ. %3 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunesinin en dar aşınma alanına sahip olduğu görülmektedir. Katkısız Ti6Al4V ile tüm numuneler içerisinde en dar aşınma alanına sahip ağ. %2 AlN ve ağ. %3 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunelerinin aşınma alan değerleri denklem 4.1’deki formülde kullanılarak numunelerin aşınma oranları hesaplanmış ve elde edilen sonuçlar Çizelge 4.12 ve Şekil 4.32’de verilmiştir.

$$W = V/F \times L \quad (4.1)$$

W = aşınma oranı (mm³/N.m)

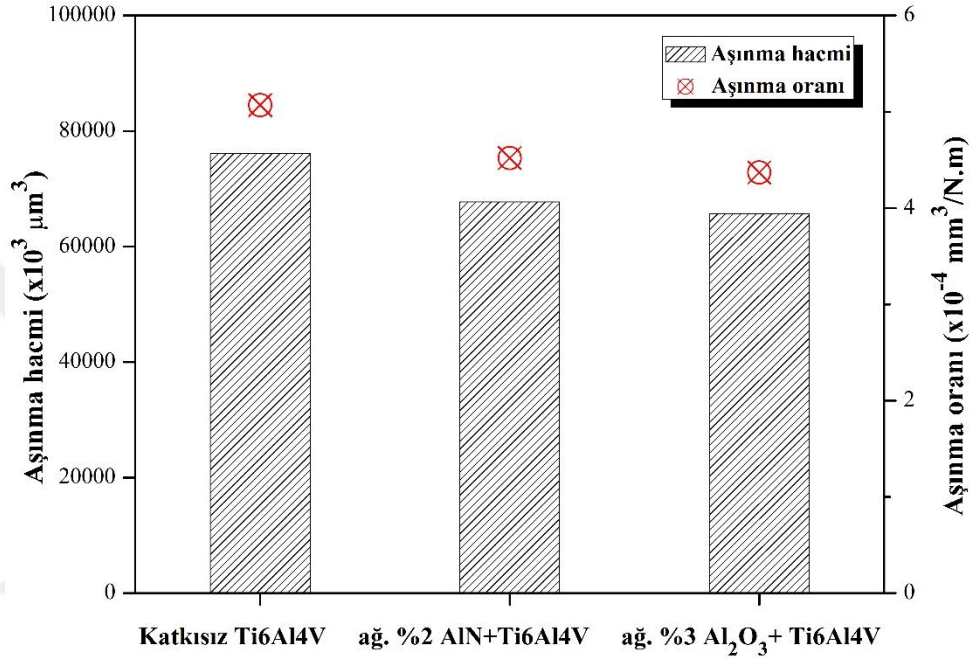
V = aşınma hacmi (μm³)

F = uygulanan yük (N)

L = aşınma mesafesi (mm)

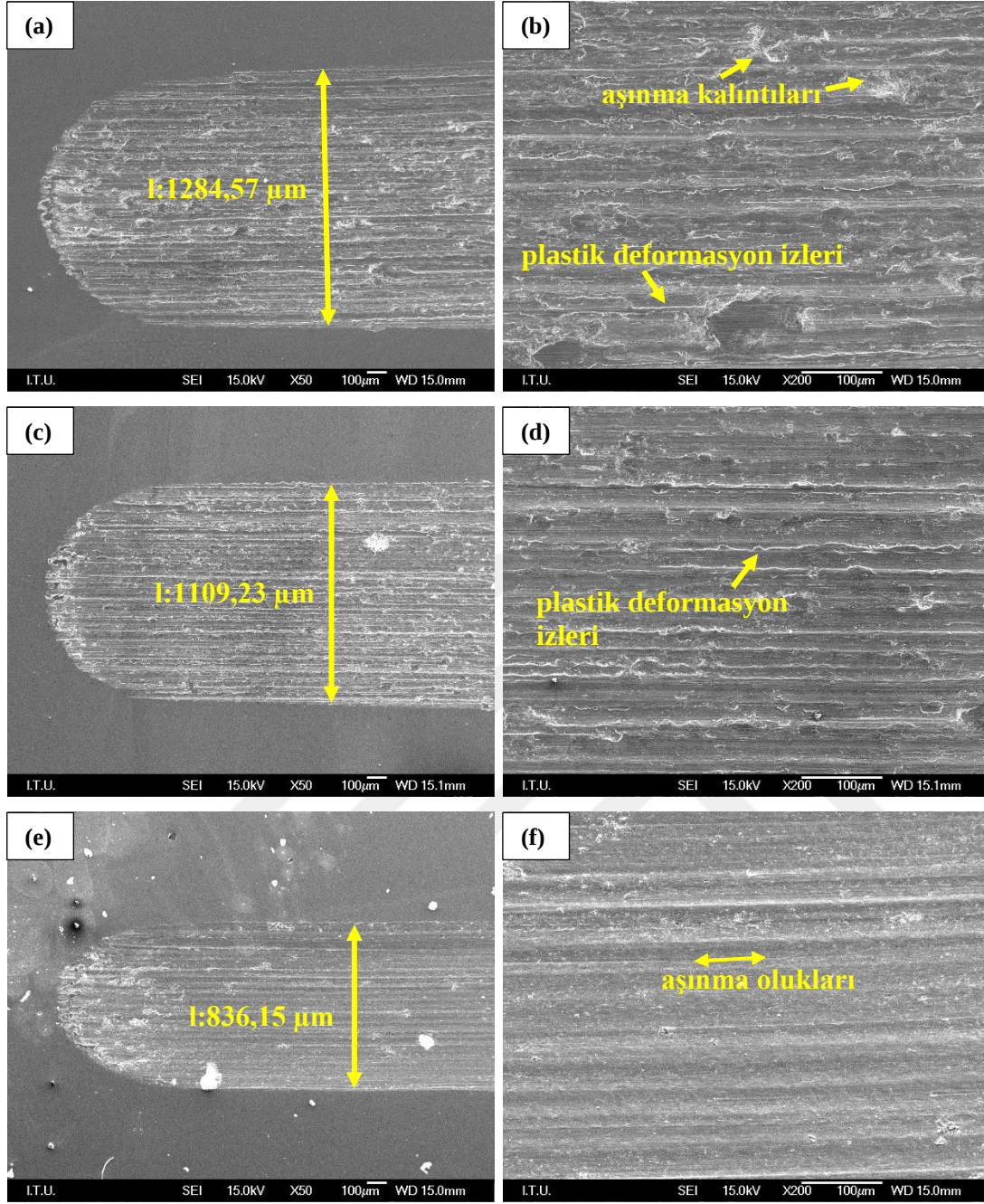
Çizelge 4.12 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız Ti6Al4V, ağı. %2 AlN katkılı Ti6Al4V ve ağı. %3 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunelerine ait aşınma hacmi ve oranı.

Deney numarası	Katkı miktarı (ağı.%)	Aşınma hacmi (x10 ³ µm ³)	Aşınma oranı (x10 ⁻⁴ mm ³ /N.m)
1	-	76160	4,99
2	2 AlN	67718	4,44
7	3 Al ₂ O ₃	65635	4,31



Şekil 4.32 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız, ağı. %2 AlN katkılı Ti6Al4V ve ağı. %3 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunelerine ait aşınma hacmi-aşınma oranı diyagramı.

Aşınma testi sonrasında elde edilen sonuçlara göre en yüksek aşınma dayanımına sahip ağı. %2 AlN katkılı Ti6Al4V ile ağı. %3 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numuneleri ve katkısız numunenin aşınma yüzeylerinin incelenmesi için taramalı elektron mikroskopunda çekilen SEM görüntüleri Şekil 4.33’te verilmiştir.



Şekil 4.33 : 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında SPS ile 5 dk sinterlenen katkısız Ti6Al4V numunesinin (a) 50x ve (b) 200x büyütmedeki; ağ. %2 AlN katkılı Ti6Al4V numunesinin (c) 50x ve (d) 200x büyütmedeki; ağ. %3 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunesinin (e) 50x ve (f) 200x büyütmedeki aşınma yüzeylerine ait SEM görüntüleri.

Tribolojik karakterizasyonun belirlenmesi için SEM görüntüleri incelendiğinde, meydana gelen abradif aşınma sebebiyle kayma yönüne paralel oluşmuş kayma izleri tüm numunelerde gözlemlenmiştir. Katkısız ve ağ. %2 AlN katkılı numunede oluşan aşınma izleri ağ. %3 Al₂O₃ katkılı numuneye göre daha pürüzlüdür. Katkısız ve ağ. %2 AlN katkılı bu iki numunede adhezif aşınmanında etkin rol oynayarak plastik

deformasyona sebep olduğu, plastik deformasyondan dolayı derin çizik ve çukurların oluştuğu görülmüştür. Özellikle katkısız Ti6Al4V numunesinde ana malzemeden kopan partiküllerin soğuk kaynaklanarak tekrar yüzeye yapıştığı gözlemlenmiştir. Ayrıca katkısız ve ağı. %2 AlN katkılı Ti6Al4V numunelerinin görüntülerine bakıldığında oluşan aşınma izlerinin yalnızca aşındırıcı bilyadan kaynaklı olmadığı; yüzeyden kopan partiküllerin pekleşerek daha kırılğan hale gelip aşındırıcı bilya gibi davranarak yüzeyi çizdiği düşünülmektedir. Titanyum ve titanyum alaşımları gibi kolay oksitlenebilen alaşımlarda, yüzeyde oluşan oksit tabakaları da aşınma esnasında yüzeyden kopup kayıplara sebep olmaktadır [62]. Katkısız Ti6Al4V yüzeyinde oksitlenmeden kaynaklı aşınma kalıntıları görülmüştür.

Numune yüzeylerinde yüklenmeyle birlikte bilyanın oluşturduğu aşınma kesit uzunluklarına bakıldığında katkısız numunede 1284,57 μm , ağı. %2 AlN katkılı numunede 1109,23 μm ve ağı. %3 Al₂O₃ katkılı numunede ise 836,15 μm şeklindedir. En düşük aşınma dayanımına sahip Ti6Al4V alaşımı en yüksek aşınma kesit uzunluğuna sahiptir.

Katkısız Ti6Al4V alaşımının, aşınma yüzey görüntülerinden yola çıkılarak zayıf aşınma dayanımı gösterdiği ve bunun sebebinin katkılı numunelere kıyasla sahip olduğu düşük mikrosertlik ve sünek karakteristiğinden kaynaklandığı söylenebilir. Ağırlıkça %3 Al₂O₃ katkılı numunenin kayma yönüne paralel oluşmuş aşınma izleri ve derinliği ise diğer iki numuneye kıyasla oldukça sığ ve pürüzsüzdür. Katkılarla birlikte mikrosertlik değerinde gözlemlenen artışın numunelerin aşınma karakteristiğindeki etkisi büyüktür.

Falodun ve ekibi, hacimce %1-2-3-4-5 TiN ile katkılandırılmış Ti6Al4V ve katkısız Ti6Al4V numunelerinin aşınma yüzey incelemelerinde, katkısız numunenin düşük sertlik ve sünek davranış sergilemesinden dolayı plastik deformasyon miktarının fazla olduğunu bu sebeple yüzeyde adhezif tabakaların oluştuğunu gözlemlemişlerdir. TiN katkısıyla birlikte aşınma karakteristiğinin abrazif aşınmaya döndüğü yüzeyde derin oluklarla birlikte yüzeye yapışmış aşınma kalıntıları olduğunu görmüşler ve bu izlerin artan titanyum nitrür oranıyla birlikte azaldığını kaydetmişlerdir [62]. Nguyen ve arkadaşları da, %5 AlN katkılı TiC numunesine ait aşınma yüzey görüntülerinde abrazif aşınmadan kaynaklı derin oluklar oluştuğunu gözlemlemişlerdir [63].

Zhou ve arkadaşları, titanyum(C,N) esaslı sermeti ağı. %0,5, %1 ve %1,5 oranlarında AlN tavsiyesi ile sinterlemiş ve aşınma dayanımına etkilerini incelemişlerdir. Katkısız ve AlN katkılı numunelerin aşınma yüzey görüntülerinde, katkısız numunede derin aşınma çizikleri ve izleri oluştuğunu ayrıca plastik deformasyon oranının yüksek olduğunu ancak artan AlN oranıyla birlikte aşınma çiziklerinin daralıp sıkıştığını gözlemlemişlerdir [78].

Falodun ve ekibi, Ti6Al4V alaşımını TiN ve TiCN gibi katkılarla sinterlediklerinde, katkısız numunenin aşınma yüzeyinde oluşan izlerin katkılı numunelere kıyasla daha kalın ve derin olduğunu ayrıca katkısız numunenin sürtünme katsayısının en yüksek değere sahip olduğunu kaydetmişlerdir. Ti6Al4V alaşımının düşük aşınma direnci göstermesinin sebebinin düşük mikrosertlik değerinden kaynaklandığını düşünmüşlerdir [79].

Aşınma yüzey görüntülerinde aşınma iz ve derinliklerine bakılarak yapılan incelemelerde; katkısız numunenin düşük aşınma dayanıma sahip olduğu, yapılan takviyelerin aşınma dayanımının gelişmesine katkı sağladığı görülmektedir. Daha önce yapılan çalışmalarda elde edilen sonuçlar, bu çalışmada elde edilen sonuçları destekler niteliktedir.

5. GENEL SONUÇLAR

Katkısız Ti6Al4V ve ayrı ayrı ağırlıkça AlN ve Al₂O₃ katkılı iki grup halinde spark plazma sinterleme yöntemi ile üretimi gerçekleştirilen numunelere ait elde edilen genel sonuçlar aşağıda verilmiştir.

1. Bu çalışmada ön alaşımlı Ti6Al4V tozu, ağırlıkça %1, %2 ve %3 oranlarında AlN ve Al₂O₃ seramik tozları ile katkılanmış Spark Plazma Sinterleme yöntemi ile üretilmiştir. 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızıyla 5 dk sürede argon atmosferi altında katkısız Ti6Al4V alaşımının üretimi gerçekleştirilmiştir. İlk grupta ağı. % AlN takviyesi ile Ti6Al4V+%1 AlN, Ti6Al4V+%2 AlN, Ti6Al4V+%3 AlN; ve ikinci grupta ağı. % Al₂O₃ katkısı ile Ti6Al4V+%1 Al₂O₃, Ti6Al4V+%2 Al₂O₃, Ti6Al4V+%3 Al₂O₃ olarak hazırlanan tozlar belirlenen sinterleme parametresinde, 50 mm çapa ve 5 mm yüksekliğe sahip olacak şekilde üretimleri gerçekleştirilmiştir.
2. Çekilme eğrileri incelenmiş çekilme sıcaklık aralıkları tespit edilmiştir. Ar atmosferinde 1000 °C’de, 50 MPa basınç altında, 50 °C/dk ısıtma hızında, 5 dk bekleme süresi ile sinterlenen katkısız Ti6Al4V numunesinde çekilmenin başladığı ve bittiği sıcaklıklar 576-826 °C iken, ilk grupta ağı. %1 AlN katkısı ile 585-864 °C, ağı. %2 AlN katkısı ile 603-874 °C ve ağı. %3 AlN katkısı ile bu değer 593-826 °C olarak gözlemlenmiştir. İkinci grupta ağı. %1 Al₂O₃ katkısı ile çekilmenin başladığı ve bittiği sıcaklıklar 591-872 °C, ağı. %2 Al₂O₃ katkısı ile 603-855 °C ve ağı. %3 Al₂O₃ katkısı ile bu değer 573-845 °C sıcaklık değerleri arasında gözlemlenmiştir. Yapılan katkıların, çekilmenin başladığı ve tamamlandığı sıcaklık değerlerine çok büyük bir etkisi olmadığı, çekilme miktarını artırdığı gözlemlenmiştir.
3. Katkısız Ti6Al4V alaşımının yoğunluk değeri, ağı. %1 AlN katkısı ve ağı. %1 Al₂O₃ katkısı ile artış göstermiştir.
4. SPS ile sinterlenen numunelerin XRD paternleri incelendiğinde α + β faz yapısına sahip titanyuma ait α -Ti ve β -Ti pikleri ile birlikte AlN katkılı numunelerde TiN ve VN fazlarına ait piklerin elde edilmesi ana matris ile katkı

arasındaki etkileşimi doğrulamaktadır. Al_2O_3 katkılı numunelerde ise XRD analiz sonuçlarında Ti_3Al fazının oluştuğu görülmüştür.

5. Vickers mikrosertlik ölçüm sonuçları incelenmiş ve katkısız Ti6Al4V numunesinin sertlik değeri 344,5 HV olarak ölçülmüştür. AlN katkısıyla birlikte sertlik değerinde artış gerçekleşmiş ağı. %3 AlN katkısında en yüksek mikrosertlik değeri olan 524,1 HV değeri elde edilmiştir. Al_2O_3 takviyesinde ise katkı miktarı arttıkça sertlik değerinin de arttığı görülmüştür. Ağırlıkça %3 Al_2O_3 katkılı numunede 509,1 HV değerine ulaşmıştır. Sertlik değerinde gerçekleşen bu artışların, seramik bazlı takviye fazların Ti matrisle etkileşiminden oluşan yeni fazlardan dolayı olduğu düşünülmektedir.
6. Optik mikroskop ve SEM görüntüleri incelendiğinde katkısız Ti6Al4V numunesinin Widmanstätten yapıdaki α fazı ile tane sınırlarında yoğunlaşmış β fazı içerisinde oluşan α plakalarından oluşan karakteristik lamelar yapıya sahip olduğu görülmüştür. AlN takviyesi ile karakteristik $\alpha+\beta$ yapının bozularak bimodal yapının oluşmaya başladığı ve katkı miktarı arttıkça hacimsel olarak bimodal yapı miktarının arttığı gözlemlenmiştir. Katmanlı ve eş eksenli tanelerin bir arada bulunduğu bu bimodal yapı, mekanik özelliklerin gelişimini desteklemiştir. Alümina katkısı ile Widmanstätten yapıdaki ince α lamelleri kabalaşmaya başlamış; katkı miktarı arttıkça kaba katmanlı bir yapı elde edilmiştir. Ayrıca katkı miktarı arttıkça kaba α -lamelleri ile birlikte eş eksenli α taneleri de görülmüştür. Optik mikroskop görüntülerinde yapılan tane boyut analizine bakıldığında katkısız numunenin en yüksek tane boyutuna sahip olduğu; AlN katkısı ile birlikte ortalama tane boyutunda ciddi bir azalma olduğu görülmüştür. Katkısız numunenin ortalama tane boyutunun 105,16 μm iken; AlN katkısı ile birlikte ortalama tane boyutunun katkı miktarına bağlı olarak 11,59-28,99 μm arasında değiştiği görülmüştür. Benzer şekilde Al_2O_3 katkısında da katkı miktarı arttıkça tane boyutu azalmış ve katkı ile bu değerin 57,35-74,34 μm arasında değiştiği gözlemlenmiştir. Takviyelerle birlikte mikrosertlik değerlerinde gerçekleşen artışın; tane boyutundaki azalmadan kaynaklandığı düşünülmektedir.
7. Numunelerin SEM-EDS analizleri incelendiğinde katkısız numunede Widmanstätten yapıdaki lameller arasındaki fazların α -Ti ve β -Ti olduğu elementel analiz ile doğrulanmıştır. AlN katkılı Ti6Al4V numunelerinin SEM

görüntülerinde bimodal yapıda homojen dağılmış ince çökelti fazı görülmüştür. Bu çökeltilerin XRD faz analizlerinde saptanan TiN ve VN fazları olduğu düşünülse EDS analiz sonuçlarında Ti ve N piklerinin çakışmasından dolayı doğrulanamamıştır. Al₂O₃ katkılı numunelerin SEM görüntüleri incelendiğinde koyu renkli alanlarda lamelar α -fazı ve kaba α -plakaları arasındaki açık renkli bölgelerde ise β fazı gözlemlenmiş; Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V yapısının sepet örgüsü mikroyapı olarak adlandırılan kaba α -lamellerinden oluştuğu görülmüştür.

8. Numunelerin basma dayanımları incelendiğinde, katkısız Ti6Al4V numunesine ait basma dayanımı 1719 MPa, ağ. %3 AlN katkılı numunede 2047 MPa ve ağ. %2 Al₂O₃ katkılı numunede ise 1915 MPa'dır. Elde edilen sonuçlardan takviye fazların basma mukavemetine katkı sağladığı anlaşılmıştır.
9. Aşınma testi sonrasında sürtünme katsayısı-mesafe diyagramları çizilmiştir. Buna göre sürtünme katsayısının, katkısız numunede 0,400, ağ. %2 AlN katkılı numunede 0,349 ve ağ. %3 Al₂O₃ katkılı numunede ise 0,346 olduğu görülmüştür. Bu sonuçlar neticesinde takviye fazların sürtünme katsayısında azalmaya sebep olarak aşınma dayanımı artırdığı görülmüştür. Optik profilometre kullanılarak katkısız ve en düşük sürtünme katsayısına sahip katkılı numunelere ait aşınma alanları incelenmiştir. Katkısız Ti6Al4V numunesinin aşınma alanı 15132 μm^2 ; AlN ilaveli numuneler içinde en yüksek aşınma dayanımına sahip ağ. %2 AlN katkılı numunenin aşınma alanı 13543 μm^2 ve Al₂O₃ katkılı numuneler içinde ağ. %3 Al₂O₃ içeren numunede aşınma alanı 13127 μm^2 'dir.
10. Numunelerin aşınma yüzeylerine ait SEM görüntülerinde aşınma iz ve derinliklerine bakılarak yapılan incelemelerde; katkısız numunede abrazif ve adhesif aşınma mekanizmalarının etkin olduğu, yüzeyde yüksek oranda plastik deformasyon gerçekleştiği buna bağlı olarak aşınma kalıntılarının oluştuğu ve aşınma oluklarının da derinleştiği görülmüştür. Ağ. %2 AlN katkılı numunede oluşan çiziklerin derinliğinin katkısız numuneye göre daha sığ olduğu ve abrazif aşınma mekanizmasının etkin olduğu görülmüştür. Her iki numunede de yüzeyden kopan parçacıklarında aşındırıcı partikül gibi davranarak yüzeyi çizdiği düşünülmektedir. Ağ. %3 Al₂O₃ katkılı Ti6Al4V numunesinin

yüzeyinde oluşan aşınma iz ve derinliklerinin diğer iki numuneye göre daha sığ ve pürüzsüz olduğu görülmüş; incelenen numunelerde kayma yönüne paralel oluşan aşınma olukları gözlemlenmiştir. Yüzey incelemeleri sonucunda yapılan AlN ve Al₂O₃ katkılarının, Ti6Al4V alaşımının aşınma karakteristiğinde pozitif etki sağladığı ortaya konmuştur.



KAYNAKLAR

- [1] **Joshi, V. A.** (2006). Titanium Alloys an Atlas of Structures and Fracture Features, CRC Press.
- [2] **Lütjering, G., Williams, J. C.** (2003). Titanium, *Engineering Materials and Processes*, Berlin.
- [3] **Veiga, C., Davim, J.P., Loureiro A.J.R.** (2012). Properties and Applications of Titanium Alloys: A Brief Review, *Review on Advance Materials Science*, sayı 32, ss. 133-148, Portugal.
- [4] **ASM International Handbook Committee** (1990). Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, *ASM Metals Handbook*, sayı 2, ASM International, ABD.
- [5] **Donachie, M.** (2000). Titanium A Technical Guide Second Edition, ASM International, Ohio.
- [6] **Froes, F. H.** (2015). Mechanical Properties and Testing of Titanium Alloys, *Titanium-Pysical Metallurgy, Processing and Applications*, ASM International.
- [7] **Peters M., Leyens C.** (2003). Titanium and Titanium Alloys, Wiley-VCH.
- [8] **Wessel, James K.** (2004). The Handbook Of Advanced Materials, John Wiley&Sons.
- [9] **Jackson, M.J., Ahmet, W.** (2007). Titanium and Titanium Alloy Applications in Medicine, *Surface Engineered Surgical Tools and Medical Devices*, Springer Scines&Business.
- [10] **Sommitsch, C., Radis, R., Krumphals, A., Stockinger, M., Huber, D.** (2012). Microstructure control in processing nickel, titanium and other special alloys, *Microstructure evolution in metal forming processes*, Woodhead Publishing Limited.
- [11] **Weston, N.S., Derguti, F., Tudball, A., Jackson, M.** (2015). Spark Plazma Sintering Of Commercial And Development Titanium Alloy Powders, *Journal of Materials Science*, sayı 50, ss. 4860-4878.
- [12] **Smith, B.** (2003). The Boeing 777, *Advanced Materials&Process*, ss. 41-44.

- [13] **Url-1** <<https://amg-nv.com/innovation/titanium-aluminides/>> erişim tarihi: 02.07.2019.
- [14] **Brunette, D.M., Tengvall, P., Textor, M., Thomsen, P.** (2001). Titanium in Medicine: Material Science, Surface Science, Engineering, Biological Responses and Medical Applications, *Engineering Materials*, Springer.
- [15] **Dudek, A., Adamczyk L., Lisiecka, B., Janik, M.** (2016). Corrosion resistance of composites Ti-6Al-4V/Al₂O₃ obtained by spark plasma sintering, *Ochrona przed Korozją*, sayı 59.
- [16] **Peterson, R.** (2002). Microstructure and Phase Transformation of Ti-6Al-4V, Lulea University of Technology (Licentiate thesis), Department of Applied Physics and Mechanical Engineering Division of Engineering Materials, Lulea, Sweden.
- [17] **Rajurkar, A., Thesiya, D., Dave, J., Prajapati, V.** (2015). Study on influence of EDM process parameters during machining of Ti6Al4V, *Journal of Manufacturing Technology Research*, sayı 7.
- [18] **F.Jr., L.A., Tomaz, I.V., Oliveira, M.P., Simao, L., Monteiro, S.N.** (2016). Development and evaluation of TiB₂-AlN ceramic composites sintered by spark plasma, *Ceramic Internationals*, sayı 42, ss. 18718-18723.
- [19] **Gogotsi, Y.G., Andrievski, R.A.** (1999). Materials Science of Carbides, Nitrides and Borides, *NATO Science Series 3. High Technology*, sayı-68, Springer Science&Business Media, B.V, Russia.
- [20] **González, J.C., Rodríguez, M.A., Figueroa I.A., Villafuerte-Castrejón, M.A., Díaz, G.C.** (2017). Development of AlN and TiB₂ Composites with Nb₂O₅, Y₂O₃ and ZrO₂ as Sintering Aids, *Materials*, MDPI.
- [21] **Erçayhan, S.** (2003). Seydişehir Alüminyum Hidroksitinden Alüminyum Nitrür Toz Üretimi (Yüksek lisans tezi), İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul.
- [22] **Kocakaya, H.** (2011). AlN Seramiklerinin Hidroliz ve Sinterleme Özelliklerinin Bir Polifosfat İlavesinde İncelenmesi (Yüksek lisans tezi), Dumlupınar Üniversitesi, Kütahya.
- [23] **Url-2** <<https://www.coorstek.com/media/4240/aluminum-nitride-technical-data-sheet.pdf>> (2017). Aluminium Nitride Technical Data Sheet, *CoorsTek Anceram*, erişim tarihi: 18.04.2020, Germany.

- [24] **Peçenha Jr., L.A.F., Simao, L., Skury, A.L.D., Oliveira M.P., Bolzan, L.T., Monteiro, S.N.** (2016). Harder and Denser AlN-TiB₂ Ceramic Composites Processed by Spark Plasma Sintering, *Materials Science Forum*, sayı 869, ss. 52-57, Trans Tech Publications Ltd, Switzerland.
- [25] **Maja, M.E., Falodun, O.E., Obadele B.A., Oke, S.P., Obubambi, P.A.** (2018). Nanoindentation studies on TiN nanoceramic reinforced Ti-6Al-4V matrix composite, *Ceramics International*, sayı 44, ss. 4419-4425.
- [26] **Abe J.O., Popoola A.P.I., Popoola O.M.** (2020). Consolidation of Ti6Al4V alloy and refractory nitride nanoparticles by spark plasma sintering method: Microstructure, mechanical, corrosion and oxidation characteristics, *Materials Science & Engineering A* 774.
- [27] **Batıbay, A.** (2013). Alümina-Geçiş Metali İkili Sistemlerin Zırh Malzemesi Olarak İncelenmesi (Yüksek lisans tezi), İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul.
- [28] **Ormancı, Ö.** (2012). Titanyum oksit ilaveli alümina zirkonya kompozitlerinin spark plazma sinterleme yöntemi ile üretimi ve karakterizasyonu (Yüksek lisans tezi), İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul.
- [29] **Chevalier, J., Gremillard, L.** (2008). Ceramics for medical applications: A picture for the next 20 years, *Journal of the European Ceramic Society*, sayı 29, ss. 1245-1255, Lyon.
- [30] **İlgar, F.** (2008). TiO₂ katkısının alüminanın sinterleme davranışına etkisinin incelenmesi (Yüksek lisans tezi), Sakarya Üniversitesi, Sakarya.
- [31] **Yılmaz, T.** (2013). AA 2014/Al₂O₃ metal matrisli kompozitin mekanik alaşımlama yöntemi ile üretimi ve yaşlandırılabilme özelliklerinin araştırılması (Yüksek lisans tezi), Gazi Üniversitesi, Ankara.
- [32] **Bahraminasab, M., Ghaffarib, S., Eslami-Shahed H.** (2017). Al₂O₃-Ti functionally graded material prepared by spark plasma sintering for orthopaedic applications, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, sayı 72, ss. 82-89.
- [33] **Moses, O.A., Edmonda, C.T., Preciousa, T.T., Sipho, L.S., Ranti, O.S., Apata, O.P.** (2019). Dispersion characteristics, microstructural evolution and sintering behaviour of Al₂O₃-Ti6Al4V composites fabricated by spark plasma sintering, *Materials Today: Proceedings*, sayı 18, ss. 3791-3797.

- [34] **Karabulut, H.** (2011). Toz metalurjisi yöntemiyle Al₂O₃, SiC ve B₄C takviyeli Al matrisli Kompozit Üretiminde mekanik alaşımlama süresinin kompozit özelliklerine etkisi (Doktora tezi), Gazi Üniversitesi, Ankara.
- [35] **Ormancı, Ö., Akın, I., Şahin, F., Yücel, O., Simon, V., Cavalu, S., Göller, G.,** (2014). Spark plasma sintered Al₂O₃–YSZ–TiO₂ composites: Processing, characterization and in vivo evaluation, Elsevier.
- [36] **ASM International Handbook Committee** (1998), Powder metal technologies and applications, *ASM Metals Handbook*, sayı 7, Ohio, ABD.
- [37] **Karagöz, Ş., Yamanoglu, R., Atapek, H.** (2009). Metalik Toz İşleme Teknolojisi ve Prosesleme Kademeleri Açısından Parametrik İlişkiler, *Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi Dergisi*, c. 22, sayı 3.
- [38] **German, R. M.** (1984). Powder Metallurgy Science, Metal Powder Industries Federation, New Jersey.
- [39] **Yalçın, B., Varol, R.,** (2008). Ti-6Al-4V ve Ti-5Al-2.5Fe Alaşımlarının Toz Metalürji Yöntemiyle İmalatı ve Bazı Mekanik Özelliklerinin Araştırılması, *Politeknik Dergisi*, c. 11, sayı 3.
- [40] **German, R. M.** (2020). Titanium sintering science: A review of atomic events during densification, *International Journal of Refractory Metals & Hard Materials*, sayı 89.
- [41] **Kang, S-J. L.** (2005). Sintering Process, *Sintering: Densification, Grain Growth and Microstructure*, ss. 3-7.
- [42] **Akın, İ.** (2010). ZrB₂ Esaslı Kompozitlerin Spark Plazma Sinterleme (Sps) Yöntemi İle Üretimi Ve Karakterizasyonu (Doktora tezi), İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul.
- [43] **German, R.** (2014). Thermodynamics of sintering, *Sintering: From Empirical Observations to Scientific Principles*, ABD.
- [44] **Sarıtaş, S., Türker, M., Durlu, N.** (2007). Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, *Türk Toz Metalurjisi Derneği*, ss. 235-246.
- [45] **Kang, S-J L.** (2010). Liquid phase sintering, *Sintering of Advanced Materials*, Woodhead Publishing Ltd.
- [46] **Rahaman, M.** (2007). Sintering of Ceramics: Fundamentals, Boca Raton, CRC Press.

- [47] **Shen, J.Z., Kosmac, T.** (2014). Advanced Ceramic Processes, *Advanced Ceramic for Dentistry*, Butterworth-Heinemann.
- [48] **Hu, C., Li, F., Qu, D., Wang, W., Xie, R., Zhang H., Peng, S., Bao, Y., Zhou, Y.** (2014). Developments in hot pressing (HP) and hot isostatic pressing (HIP) of ceramic matrix composites, *Advances in Ceramic Matrix Composites Second Edition*, ss. 164-190, Woodhead Publishing.
- [49] **Carter, C.B., Norton M.G.** (2013). Shaping and Forming, *Ceramic Materials Science and Engineering*, ss. 423-435.
- [50] **Jonghe, L.C.D., Rahaman, M.N.** (2003). Sintering of Ceramics, *Handbook of Advanced Ceramics*, Academic Press.
- [51] **Ghosh, N.C., Harimkar, S.P.** (2012). Consolidation and synthesis of MAX phases by Spark Plasma Sintering: a review, *Advances in science and technology of $M_{n+1}AX_n$ phases*, Woodhead Publishing Limited, ABD.
- [52] **Tokita, M.** (2015). Recent and Future Progress on Advanced Ceramics Sintering by Spark Plasma Sintering, *Nanotechnologies in Russia*, c. 3-4, sayı 10, ss 261-267.
- [53] **Kelly, J.P., Graeve O.A.** (2015). Spark Plasma Sintering as an Approach to Manufacture Bulk Materials: Feasibility and Cost Savings, *The Minerals, Metals & Materials Society*, c. 1, sayı 67.
- [54] **Awotundea, M.A., Adegbenjoa, A.O., Obadelea, B.A., Okoro, M., Shongwe, B.M., Olubambi, P.A.** (2019). Influence of sintering methods on the mechanical properties of aluminium nanocomposites reinforced with carbonaceous compounds: A review, *Journal of Materials Research and Technology*, sayı 8, ss. 2432-2449.
- [55] **Tokita, M.** (2013). Spark Plasma Sintering (SPS) Method, Systems, and Applications, *Handbook of Advanced Ceramics*, ss. 1149-1175.
- [56] **Musa, C., Licheri, R., Locci, A.M., Orru, R., Cao, G., Rodriguez, M.A., Jaworska, L.** (2009). Energy efficiency during conventional and novel sintering processes: the case of Ti-Al₂O₃-TiC composites, *Journal of Cleaner Production*, sayı 17, ss. 877-882.
- [57] **Orru, R., Licheri, R., Locci, A.M., Cincotti, A., Cao, G.** (2009). Consolidation/synthesis of materials by electric current activated/assisted sintering, *Materials Science and Engineering R*, sayı 63, ss. 127-287.

- [58] **Mroz, A., Garbiec, D., Wielowiejska-Giertuga, A., Wisniewski, T., Gierzyńska-Dolna, M., Martyla, A.** (2016). Structural, mechanical and tribological properties of spark plasma sintered Ti6Al4V alloy, *Archives of Metallurgy and Materials*, c. 2, sayı 61, ss. 665-670.
- [59] **Amorim, L.M., Jr. N.V., Berton, M.A.C., Marino, C.E.B.** (2017). Harmonic Structured Ti6Al4V by Spark Plasma Sintering, *Materials Science Forum*, sayı 899, ss. 452-457.
- [60] **Lu, J., Zhang, Z., Liu, Z., Wang, F.** (2015). Sintering Mechanism of Ti-6Al-4V Prepared by SPS, *Applied Mechanics and Materials*, sayı 782, ss. 97-101.
- [61] **Kgoete, F.M., Popoola, A.P.I., Fayomi, O.S.I.** (2018). Data on influence of TiN on wear and corrosion behaviour of Ti-6Al-4V alloy fabricated through spark plasma sintering, *Data in Brief*, sayı 19, ss. 1989-1996.
- [62] **Falodun, O.E., Obadele, B.A., Oke, S.R., Ige, O.O., Olubambi, P.A., Lethabane, M.L., Bhero, S.W.** (2018). Influence of spark plasma sintering on microstructure and wear behaviour of Ti-6Al-4V reinforced with nanosized TiN, *Transaction of Nonferrous Metals Society of China*, sayı 28, ss. 47-54.
- [63] **Nguyen, V., Delbari, S.A., Asl, M.S., Le, Q.V., Jang, H.W., Shokouhimehr, M., Mohammadi, M., Namini, A.S.** (2020). A novel TiC-based composite co-strengthened with AlN particulates and graphene nano-platelets, *International Journal Of Refractory Metals&Hard Materials*, sayı 92.
- [64] **Oke, S.R., Falodun, O.E., Motsa, B.G., Ige, O.O., Olubambi, P.A.** (2019). Spark plasma sintering of Al-Ti-AL₂O₃ composite, *Materials Today:Proceedings*, sayı 18, ss. 3946-3951.
- [65] **Ghasali, E., Alizadeh, M., Shirvanimoghaddam, K., Mirzajany, R., Niazmand, M., Faeghi-Nia, A., Ebadzadeh, T.** (2018). Porous and non-porous alumina reinforced magnesium matrix composite through microwave and spark plasma sintering processes, *Materials Chemistry and Physics*, sayı 212, ss. 252-259.
- [66] **Mas-Guindal, M.J., Turrillas, X., Hansen, T., Rodrigues, M.A.** (2008). Time-resolved neutron diffraction study of Ti-TiC-Al₂O₃ composites obtained by SHS, *Journal of the European Ceramic Society*, sayı 28, ss. 2975-2982.

- [67] **Falodun, O.E., Maja, M.E., Obadele, B.A., Oke, A.R., Olubambi, P.A.** (2018). Nanoindentation studies on TiN nanoceramic reinforced Ti-6Al-4V matrix composite, *Ceramics International*, sayı 44, ss. 4419-4425.
- [68] **Falodun, O.E., Maja, M.E., Obadele, B.A., Oke, A.R., Olubambi, P.A.** (2018). Effect of sintering parameters on densification and microstructural evolution of nano-sized titanium nitride reinforced titanium alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, sayı 736, ss. 202-210.
- [69] **Soufiani, A.M., Enayati M.H., Karimzadeh, F.** (2010). Mechanical alloying behavior of Ti6Al4V residual scraps with addition of Al₂O₃ to produce nanostructured powder, *Materials and Design*, sayı 31, ss. 3954-3959.
- [70] **Semetse, L., Obadele, B.A., Raganya, L., Olubambi, P.A.** (2019). Wear studies of spark plasma sintered ZrO₂ reinforced Ti-6Al-4V alloy, *Materials Today: Proceedings*.
- [71] **Chong, Y., Bhattacharjee, T., Tsuji, N.** (2019). Bi-lamellar microstructure in Ti-6Al-4V: Microstructure evolution and mechanical properties, *Materials Science & Engineering A*, sayı 762.
- [72] **Jackson, M., Dring, K.** (2006). A review of advances in processing and metallurgy of titanium alloys, *Materials Science and Technology*, ss. 881-887.
- [73] **Semetse, L., Obadele, B.A., Raganya, L., Geringer, J., Olubambi, P.A.** (2019). Fretting corrosion behaviour of Ti-6Al-4V reinforced with zirconia in foetal bovine serum, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, sayı 100.
- [74] **Lagos, M.A., Agote, I., Atxaga, G., Adarraga, O., Pambaguian, L.** (2016). Fabrication and characterisation of Titanium Matrix Composites obtained using a combination of Self propagating High temperature Synthesis and Spark Plasma Sintering, *Materials Science & Engineering A*, sayı 655, ss. 44-49.
- [75] **Li, A., Ma, S., Yang, Y., Zhou, S., Shi, L., Liu, M.** (2018). Microstructure and mechanical properties of Y₂O₃ reinforced Ti6Al4V composites fabricated by spark plasma sintering, *Journal of Alloys and Compounds*, sayı 768, ss. 49-56.
- [76] **Li, A., Zhang, W., Ma, S., Yang, Y., Zhou, S., Shi, L., Liu, M., Sun, Y.** (2019). A simple way to fabricate Ti6Al4V matrix composites reinforced by graphene with exceptional mechanical properties, *Materials Letters*, sayı 257.

- [77] **ASM International Handbook Committee** (1992). Friction, lubrication, and wear technology, *ASM Metals Handbook*, sayı 8, ABD.
- [78] **Zhou, W., Zheng, Y., Zhao, Y., Ma, Y., Xiong, W.** (2015). Microstructure characterization and mechanical properties of Ti(C,N)-based cermets with AlN addition, *Ceramics international*, sayı 41, ss. 5010-5016.
- [79] **Falodun, O.E., Obadele, B.A., Oke, S.R., Akinwamide, O.S., Olubambi, P.A.** (2019). Spark Plasma Consolidation and Wear Behaviour of Nanoceramic addition into Titanium Alloy, *Materials Today: Proceedings*, sayı 18, ss. 2234-2241.



ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : İlayda ÖZBAĞ

ÖĞRENİM DURUMU:

- **Lisans** : 2015, Kocaeli Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği.
- **Yükseklisans** : 2021, İstanbul Teknik Üniversitesi, Kimya-Metalurji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Üretim Metalurjisi ve Teknolojileri Mühendisliği.