

**Al₄C₃ FAZININ KARBON VE AA2014 TOZLARINDAN KATI FAZ
REAKSİYON TEKNİĞİ İLE OLUŞTURULMASI VE
YAŞLANMAYA ETKİSİ**

Sinan AKSÖZ

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
METAL EĞİTİMİ**

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**EKİM 2009
ANKARA**

Sinan AKSÖZ tarafından hazırlanan Al_4C_3 FAZININ KARBON VE AA2014 TOZLARINDAN KATI FAZ REAKSİYON TEKNİĞİ İLE OLUŞTURULMASI VE YAŞLANMAYA ETKİSİ adlı bu tezin Yüksek Lisans tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Prof.Dr. A. Tamer ÖZDEMİR

.....

Tez Danışmanı, Metal Eğitimi Anabilim Dalı

Bu çalışma, jürimiz tarafından oy birliği ile Metal Eğitimi Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Prof.Dr. Mehmet TÜRKER

.....

Metal Eğitimi A.D., Gazi Üniversitesi

Prof.Dr. A. Tamer ÖZDEMİR

.....

Metal Eğitimi A.D., Gazi Üniversitesi

Prof.Dr. Metin GÜRÜ

.....

Kimya Mühendisliği A.D., Gazi Üniversitesi

Yrd.Doç.Dr. Ahmet GÜRAL

.....

Metal Eğitimi A.D., Gazi Üniversitesi

Yrd.Doç.Dr. Recep ÇALIN

.....

Otomotiv A.D., Kırıkkale Üniversitesi

Tarih: 30/10/2009

Bu tez ile G.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu Yüksek Lisans derecesini onamıştır.

Prof. Dr. Nail ÜNSAL

.....

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

TEZ BİLDİRİMİ

Tez içindeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edilerek sunulduğunu, ayrıca tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

Sinan AKSÖZ

**Al₄C₃ FAZININ KARBON VE AA2014 TOZLARINDAN KATI FAZ
REAKSİYON TEKNİĞİ İLE OLUŞTURULMASI VE
YAŞLANMAYA ETKİSİ**

(Yüksek Lisans Tezi)

Sinan AKSÖZ

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

EKİM 2009

ÖZET

Çalışmanın başında; ticari AA 2014 alüminyum malzemedan, gaz atomizasyon yöntemiyle, ortalama boyutu 95,43 µm olan alaşım tozları üretilmiştir. Daha sonra elde edilen bu tozlar, düşey attritör’de, karbon ile mekanik alaşımlama (MA) yapılarak katı faz reaksiyonu oluşturulmuştur. İşlem sırasında, % 2 karbon tozuna ilaveten % 0,5 çinko stearat tozları da ilave edilmiştir. MA işlemi; su soğutmalı, 20 : 1 bilya toz oranında ve 500 devir/dakika hızında en fazla 8 saat sürede gerçekleştirilmiştir. Katı faz reaksiyonu ile oluşturulmuş toz karışımı tane boyu analizleri yapıldıktan sonra, 800 MPa basınç altında soğuk olarak preslenmiş ve sonra 550 °C’de (2–24 saat) ve 600 °C’de (2–196 saat) argon atmosferinde uzun süreli ısı işlem uygulanmıştır.

MA süresinin tozların sertliğine olan etkileri incelenmiştir. Isıl işlem uygulanan numunelerin Enerji Dağılım Spektrometresi (EDS) ve X ışınları kırınımı (XRD) analizi yapılmış ve Al₄C₃ oluşumu tespit edilmiştir. Uzun süreli ısı işlem süresi ve sıcaklık değişiminin Al₄C₃ fazının miktarına olan etkileri tespit edilmiştir. Ayrıca işlem gören numunelerin optik mikroskop ve SEM

görüntüleri alınarak mikro yapısal özellikler gözlemlenmiş ve ayrıca Al_4C_3 fazının malzeme sertliğine olan olumlu etkisi belirlenmiştir.

Isıl işlem sonrası oluşturulmaya çalışılan karbürün etkisini inceleyebilmek için, numunelere daha sonra yaşlanma işlemi uygulanmıştır. Böylece, karbür oluşturulmuş parçaların dayanımlarının, sade AA2014'den hazırlanan numunelerinkinden belirgin şekilde yüksek olduğu tespit edilmiştir.

Bilim Kodu : 710.1.092

Anahtar Kelimeler : Al_4C_3 Oluşumu, Mekanik Alaşımlama, Toz Metalurjisi, Metal Matrisli Kompozitler, Yaşlanma

Sayfa Sayısı : 145

Tez Yöneticisi : Prof. Dr. A. Tamer ÖZDEMİR

**PRODUCTION OF Al_4C_3 PHASE FROM CARBON AND AA2014 ALLOY
POWDERS BY MEANS OF SOLID PHASE REACTION TECHNIQUE AND
ITS EFFECT ON AGEING
(M. Sc. Thesis)**

Sinan AKSÖZ

**GAZI ÜNİVERSİTESİ
İNSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY**

OCTOBER 2009

ABSTRACT

At the beginning of this work, powders of AA 2014 alloy were manufactured by the use of gas atomization technique, where the final powder size was found to be 95,43 μm on the average. There after, alloy powders, were first mixed with 2% graphite and 0.5% zinc stearate aggregate and then synthesized by means of Mechanical Alloying (MA). The process was performed in a gas tight vertical attritor at most for 8 hours, where running speed was approximately 500 rpm, and ball to powder ratio was fixed to be 20 : 1. After verifying the mean partical size of the synthesized product, powders were first cold pressed at about 800 MPa, and later sintered at 550 °C (for 2-24 hours) and 600 °C (for about 2–196 hours) in argon atmosphere, respectively.

Hardness values of all samples were measured and then analysed by means of XRD and Energy Dispersive Spectrometry (EDS). In this way, first the presence of the Al_4C_3 phase was verified, and later the effect of the duration of prolonged annealing and change in tempereture on the amount of Al_4C_3 phase was determined. Also, how the presence of Al_4C_3 phase affects the optimum strength of the material was measured. Further, optical microscopy and electron

microscopy (SEM) techniques were used to study the micro-structural features of the samples.

As a final treatment, all samples were age hardened, where the additional strength available from the presence of Al_4C_3 phase was verified. It was found that after aging, the strength of this new AA2014 material tends to increase substantially.

Science Code : 710.1.092

**Key Words : Al_4C_3 formation, Mechanical Alloying, Powder Metallurgy,
Metal Matrix Composite, Aging**

Page Number : 145

Adviser : Prof. Dr. A. Tamer ÖZDEMİR

TEŞEKKÜR

Araştırma ve deneysel çalışmalarında desteklerinden ve engin bilgi birikimlerinden beni mahrum etmeyen ve devamlı olarak destekleyen tez danışmanım ve hocam Prof. Dr. A. Tamer ÖZDEMİR'e teşekkür eder saygılarımı sunarım.

Çalışmalarında maddi ve manevi desteklerinden dolayı, Yrd.Doç.Dr. Bülent BOSTAN hocama teşekkürlerimi sunarım. Çalışmalarında yardımlarından dolayı Prof. Dr. Süleyman TEKELİ'ye, engin bilgisinden yararlandığım Yrd.Doç.Dr. Ahmet GÜRAL'a, yardımlarını esirgemeyen Prof. Dr. Mehmet TÜRKER hocamıza, Yrd.Doç.Dr. Tayfun FINDIK'a ve Arş. Gör. Hanifi ÇİNİCİ'ye teşekkürü bir borç bilirim. Çalışmalarında yardımlarını esirgemeyen, kimya mühendisliğinden Prof. Dr. Metin GÜRÜ ve Arş.Gör. Çetin ÇAKANYILDIRIM hocalarıma teşekkürlerimi sunarım. Beni yalnız bırakmayan ve yardımlarını esirgemeyen biricik dostlarım Alper AYTAÇ'a, Hakan GÖKMEŞE'ye ve Mustafa TÜRKAN'a teşekkürlerimi iletirim. Tezimde yardımda bulunan ve bulunmayan tüm dostlarıma saygılarımı ve minnettarlığımı iletirim.

Yüksek lisans çalışmalarında maddi ve manevi olarak benden desteğini esirgemeyen anneme, babama, biricik teyzeme ve aile bireylerimin hepsine teşekkürü bir görev bilirim.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET.....	iv
ABSTRACT.....	vi
TEŞEKKÜR.....	viii
İÇİNDEKİLER.....	ix
ÇİZELGELERİN LİSTESİ.....	xiii
ŞEKİLLERİ LİSTESİ.....	xiv
RESİMLERİN LİSTESİ.....	xviii
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xxi
1.GİRİŞ.....	1
2. MEKANİK ALAŞIMLAMA.....	5
2.1. Mekanik Alaşımlama ve Ham Madde.....	8
2.2. Mekanik Alaşımlamada Kullanılan Öğütücü Türleri.....	9
2.2.1.Bilyalı yatay değirmenler (Ticari değirmenler).....	9
2.2.2. SPEX tipi öğütücüler.....	11
2.2.3. Düzlemsel (Planeter) tip bilyalı değirmenler.....	11
2.2.4. Atritör tip değirmenler.....	13
2.3. Mekanik Alaşımlama Mekanizması	14
2.3.1. Sünek-sünek alaşımlama sistemi.....	18
2.3.2. Sünek-kırılgan alaşımlama sistemi.....	19
2.3.3. Kırılgan-kırılgan alaşımlama sistemi.....	21
2.4. Mekanik Alaşımlamada Etkin Parametreler	21
2.4.1. Değirmen (Öğütücü) tipi	23

Sayfa

2.4.2. Öğütme haznesi	23
2.4.3. Öğütme hızı.....	24
2.4.4. Öğütme süresi.....	25
2.4.5. Öğütme malzemesi	26
2.4.6. Bilya-toz ağırlık oranı.....	27
2.4.7. Öğütme haznesi doldurma miktarı.....	28
2.4.8. Öğütme atmosferi	28
2.4.9. Sıcaklık etkisi	29
2.4.10. İşlem kontrol kimyasalı	30
2.5. Presleme	31
2.6. Sinterleme	35
2.7. Mikro yapı	40
2.8. Mekanik Alaşımlamanın Avantajları	41
2.9. Kompozit Malzemeler	43
2.10. Metal Matrisli Kompozitler Malzemeler	43
2.11. Al Matrisli Kompozit Malzemeler	44
2.11.1. Parçacık takviyeli Al matrisli kompozitlerin mekanik özellikleri.....	47
2.12. Yaşlanma Isıl İşlemi.....	48
2.12.1. Solüsyona alma ısı işlemi.....	48
2.12.2. Su verme.....	49
2.12.3. Çökelme sertleşmesi (Yaşlandırma).....	50
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	53

Sayfa

3.1. Giriş.....	53
3.2. Malzeme	53
3.3. Mekanik Alaşımlama ve Atritörün Optimizasyonu	55
3.4. MA Sonrası Tozların Preslenmesi.....	57
3.5. Işıl İşlemde Kullanılan Gazın Arıtılması.....	58
3.6. Isıl İşlem.....	58
3.7. Yaşlandırma Isıl İşlemi.....	59
3.8. Metalografik Numunelerin Hazırlanması Ve İncelenmesi.....	60
3.9. Toz Boyut Analizi.....	61
3.10. Yoğunluk Ölçümleri.....	61
3.11. Sertlik Ölçümleri.....	61
3.12. SEM ve EDS İncelemeleri.....	62
3.13. XRD İncelemeleri.....	63
4. DENEYSEL BULGULAR VE DEĞERLENDİRME	65
4.1. Toz Karakterizasyonu	65
4.2. Toz Boyut Analizleri	70
4.3. Tozların EDS Analizleri.....	72
4.4. Soğuk Presleme	72
4.5. Isıl İşlem... ..	75
4.6. Isıl İşlem Sonrası EDS ve Element Dağılım Haritalaması Sonuçları.....	80
4.7. Isıl İşlem Öncesi ve Sonrası XRD Sonuçları.....	89
4.8. Sertlik Sonuçları.....	96
4.9. Makro Sertlik Sonuçları	99

Sayfa

4.10. Yoğunluk Sonuçları.....	106
5. TARTIŞMA VE SONUÇLAR.....	109
KAYNAKLAR.....	119
EKLER.....	127
Ek-1 Gaz atomizasyon yöntemi ile üretilmiş tozların tane boyutları.....	128
Ek-2 Ham tozlara 60 dakika MA uygulama sonrasında tane boyutları.....	129
Ek-3 Ham tozlara 120 dakika MA uygulama sonrasında tane boyutları.....	130
Ek-4 Ham tozlara 240 dakika MA uygulama sonrasında tane boyutları.....	131
Ek-5 Ham tozlara 360 dakika MA uygulama sonrasında tane boyutları.....	132
Ek-6 Ham tozlara 420 dakika MA uygulama sonrasında tane boyutları.....	133
Ek-7 Ham tozlara 480 dakika MA uygulama sonrasında tane boyutları.....	134
Ek-8 Al Cu ₄ 'ün XRD sonuçları.....	135
Ek-9 Al Cu ₃ 'ün XRD sonuçları	136
Ek-10 Cu ₃ Al ₂ 'nin XRD sonuçları	137
Ek-11 Cu C ₈ 'in XRD sonuçları	138
Ek-12 Al ₄ C ₃ 'ün XRD sonuçları.....	139
Ek-13 Cu Al ₂ 'nin XRD sonuçları	140
Ek-14 Cu ₉ Al ₄ 'ün XRD sonuçları	141
Ek-15 Al ₄ C ₃ 'ün XRD sonuçları	142
Ek-16 Al Cu 'nun XRD sonuçları.....	143
Ek-17 AlCu 'nun Faz Diyagramı.....	144
ÖZGEÇMİŞ.....	145

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 2.1. MMK'lerin üretim teknikleri.....	44
Çizelge 3.1. Kullanılan karbon tozunun ve AA2014 alaşımının özellikleri	54
Çizelge 3.2. AA2014 Alüminyum alaşımının kimyasal bileşimi.....	54
Çizelge 4.1. MA sonrası tozların farklı presleme basınçlarındaki yoğunlukları.....	73
Çizelge 4.2. İşlem görmemiş AA2014 malzemesinin ısıtıl işlem sonrasındaki yoğunluk değerleri.....	106
Çizelge 4.3. 550 °C'de MA uygulanmış numunelerin ısıtıl işlem sonrası yoğunluk değerleri.....	107
Çizelge 4.4. MA uygulanmış numunelerin 600 °C'de ısıtıl işlem sonrasındaki yoğunluk değerleri.....	107
Çizelge 4.5. MA uygulanmış numunelerin 600 °C'de ısıtıl işlem sonrasındaki yoğunluk değerleri.....	108

ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1. Atritör, bilyalar ve kolların şematik görünüşü.....	7
Şekil 2.2. Öğütme işleminde bilyaların karşılıklı kesişme hareketleri	10
Şekil 2.3. (a)Yüksek Enerjili Planetary Değirmen, (b) Değirmen içerisindeki bilyaların hareketinin şematik gösterimi.....	12
Şekil 2.4. Başlangıç tozları ve alaşımlamaya bağlı olarak deformasyon tavırları	15
Şekil 2.5. MA işleminde oluşan Bilya-Toz-Bilya çarpışması.....	16
Şekil 2.6. Mekanik alaşımlama işleminin şematik gösterimi. (a) öğütme işleminin başlangıcı ve (b) birkaç çarpışma işlemi sonrası.....	16
Şekil 2.7. Mekanik alaşımlama esnasında sünek-sünek tozların oluşturduğu çeşitli durumlar.....	19
Şekil 2.8. Kırılgan-sünek tozların mekanik alaşımlama esnasındaki oluşumları.....	20
Şekil 2.9. Mekanik alaşımlama işleminde üretim aşamasını etkileyen parametrelerin şematik gösterimi.....	22
Şekil 2.10. Ni-Ta sisteminde öğütme süresinin parçacık boyutuna etkisi.....	26
Şekil 2.11. Örslü presleme tek hareketli sıkıştırmanın en basit şekli.....	31
Şekil 2.12. Çift hareketli sıkıştırma ile sıkıştıran zımba.....	32
Şekil 2.13. Yüzer dişi kalıplı presleme ile çift hareketli zımba etkisi oluşturma.....	33
Şekil 2.14. a) Çift yönlü soğuk preslemenin şematik gösterimi b) Presleme basıncına bağlı toz ve kalıp etkileşimi.....	33
Şekil 2.15. Bakır tozundan sıkıştırılmış silindirlerde sabit yoğunluk çizgileri. Çizgiler g/cm^3 olarak gösterilmiş olup, tek ve çift hareketli sıkıştırmalarda boy ve yarıçapa göre çizilmiştir.....	34
Şekil 2.16. Çift-küre sinterleme modeli.....	37
Şekil 2.17. Boyun çapı X olan iki küresel parçacığın sinterleme profili. Küre çapı D ve boyunun dairesel profilinin yarıçapı P'dir. (X = boyun çapı , D = parçacık , P = boyun yarıçapı).....	38

Şekil	Sayfa
Şekil 2.18. Sinterleme basamaklarına göre gözenek yapısındaki değişim.....	38
Şekil 2.19. Sinterlemenin son aşamasında gözenek izolasyonu ve küreselleşmesi.....	39
Şekil 2.20. Al-Ta ikili sisteminde faz ilişkisi.....	41
Şekil 2.21. Parçacık takviyesinin matris üzerindeki mikro sertliğe yaşlanma süresine bağlı olarak etkisi. (a) Al 6061 + SiC _p at 180 °C (b) Al 2124 + SiC _w at 177 °C.....	46
Şekil 2.22. Çözündürme ve yaşlandırma aşamalarını içeren çökeltme sertleşmesini gösteren şekil.....	49
Şekil 2.23. Çözen atom içerisinde dağılan çözünen atom.....	50
Şekil 2.24. Kendisini çevreleyen matris ile uyumlu çökelti (ideal çökelti).....	51
Şekil 2.25. Kendisini çevreleyen matris ile uyumsuz çökelti (aşırı yaşlanmış çökelti).....	51
Şekil 2.26. Çökelti arasında oluşan yarım halka şeklindeki dislokasyonlar.....	52
Şekil 2.27. Aşırı büyük çökelti dislokasyonlar tarafından kesilmesi.....	52
Şekil 3.1. MA işleminde kullanılan deney düzeneğinin şematik görünümü.....	56
Şekil 3.2. Presleme kalıbının ön görünüşü ve katı modeli.....	58
Şekil 4.1. MA süresine bağlı olarak toz boyutlarının değişimi.....	71
Şekil 4.2. Presleme basıncının yoğunluk üzerine etkileri.....	74
Şekil 4.3. 550 °C’de 4 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunenin SEM görüntüsündeki 1. analiz.....	82
Şekil 4.4. 550 °C’de 4 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunenin SEM görüntüsündeki 2. analiz.....	83
Şekil 4.5. 550 °C’de 4 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunenin SEM görüntüsündeki 3. analiz.....	83
Şekil 4.6. 550 °C’de 4 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunenin genel EDS sonuçları.....	83

Şekil	Sayfa
Şekil 4.7. 550 °C’de 12 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunenin SEM görüntüsündeki 1. analiz.....	84
Şekil 4.8. 550 °C’de 12 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunenin SEM görüntüsündeki 2. analiz.....	85
Şekil 4.9. 550 °C’de 12 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunenin SEM görüntüsündeki 3. analiz.....	85
Şekil 4.10. 550 °C’de 12 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunenin genel EDS sonuçları.....	85
Şekil 4.11. 550 °C’de 12 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunenin genel EDS Sonuçları.....	86
Şekil 4.12. 550 °C’de 24 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunenin SEM görüntüsündeki 2. analiz.....	87
Şekil 4.13. 550 °C’de 24 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunenin genel EDS sonuçları.....	87
Şekil 4.14. 550 °C’de 24 saat ısıtıl işlem uygulanmış ve yaşlandırılmış numunenin genel EDS sonuçları.....	88
Şekil 4.15. 550 °C’de 24 saat ısıtıl işlem uygulanmış ve yaşlandırılmış numunenin genel EDS sonuçları.....	88
Şekil 4.16. 550 °C’de 24 saat ısıtıl işlem uygulanmış ve yaşlandırılmış numunenin genel EDS sonuçları.....	89
Şekil 4.17. 7 saat MA uygulanmış tozların XRD analizi.....	91
Şekil 4.18. 550 C’de 4 saat ısıtıl işlem sonrası XRD analizi.....	92
Şekil 4.19. 550 °C’de 12 saat ısıtıl işlem sonrası XRD analizi.....	93
Şekil 4.20. 550 °C’de 24 saat ısıtıl işlem sonrası XRD analizi.....	93
Şekil 4.21. 550°C’de 24 saat ısıtıl işlem ve 46 saat yaşlandırma sonrası XRD analizi.....	94
Şekil 4.22. 600 C°’de 48, 96, 144 ve 196 saat ısıtıl işlem uygulanan numunelerin XRD sonuçlarının birleştirilmesi.....	95
Şekil 4.23. Al ₄ C ₃ oluşumlarının bulunduğu 20 mesafeleri 1.....	95

Şekil	Sayfa
Şekil 4.24. Al_4C_3 oluşumlarının bulunduğu 20 mesafeleri 2.....	96
Şekil 4.25. Farklı sürelerde MA işlemine tabi tutulmuş tozların sertlik sonuçları.....	97
Şekil 4.26. 550 ve 600 °C ‘de farklı sürelerde ısıtıl işlem uygulanmış numunelerin sertlik sonuçları.....	98
Şekil 4.27. 550 °C‘ de 4 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunelerin yaşlanma sonrası sertlik değerleri.....	99
Şekil 4.28. 550 °C’ de 8 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunelerin yaşlanma sonrası sertlik değerleri.....	100
Şekil 4.29. 550 °C’ de 24 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunelerin yaşlanma sonrası sertlik değerleri.....	101
Şekil 4.30. MA sonrası 550 °C’de 4 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunelere uygulanan yaşlanma sonrası sertlik değerleri.....	102
Şekil 4.31. MA sonrası 550 °C’de 8 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunelere Uygulanan yaşlanma sonrası sertlik değerleri.....	102
Şekil 4.32. MA sonrası 550 °C’de 24 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunelere Uygulanan yaşlanma sonrası sertlik değerleri.....	103
Şekil 4.33. AA2014 ve MA sonrası 550 °C’de 4 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunelere uygulanan yaşlanma sonrası sertlik değerlerinin karşılaştırılması.....	104
Şekil 4.34. AA2014 ve MA sonrası 550 °C’de 8 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunelere uygulanan yaşlanma sonrası sertlik değerlerinin karşılaştırılması.....	104
Şekil 4.35. AA2014 ve MA sonrası 550 °C’de 24 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunelere uygulanan yaşlanma sonrası sertlik değerlerinin karşılaştırılması.....	105

RESİMLERİN LİSTESİ

Resim	Sayfa
Resim 2.1. Ticari olarak kullanılan değirmenler	10
Resim 2.2. SPEX tipi karıştırıcı (a) SPEX 800 tipi değirmen, (b) SPEX'e ait öğütme kabı, kapak, bilya ve conta.....	11
Resim 2.3. Planeter tipi bilyalı değirmen.....	12
Resim 2.4. Atritör tipi mekanik alaşımlama ünitesi.....	14
Resim 2.5. 24 saat MA yapılmış Al-Zr tozlarının mikro resmi.....	17
Resim 2.6. 6061 Alüminyum tozları ile grafit tozlarının mekanik alaşımlama işlemi süresince toz yapısının değişimi (a) Alaşımlama öncesi tozlar, (b) 20 saat sonra, (c) 30 saat sonra, (d) 40 saat sonra, (e) 60 saat sonra, (f) 70 saat sonra.....	26
Resim 3.1. Düşey gaz atomizasyon ünitesi.....	54
Resim 3.2. 2-20 Ton arası presleme basıncındaki pres.....	57
Resim 3.3. Leica marka optik mikroskop.....	60
Resim 3.4. JOEL JSM-5600 model taramalı elektron mikroskobu ve XRD bağlantısı.....	63
Resim 3.5. Bruker D8 Advanced XRD cihazının resmi.....	64
Resim 4.1. Mekanik alaşımlanmış tozlar.....	66
Resim 4.2. Mekanik alaşımlamada kullanılan tozlar.....	67
Resim 4.3. Mekanik olarak alaşımlanan tozlar.....	67
Resim 4.4. Mekanik olarak alaşımlanan tozlar.....	67
Resim 4.5. 420 dakika MA sonrası tozlar.....	68
Resim 4.6. 480 dakika MA sonrası tozlar.....	68
Resim 4.7. 240 dakika MA işlemine tabi tutulmuş tozların boyutlandırması.....	69

Resim	Sayfa
Resim 4.8. MA uygulanmış tozların optik mikroskop görüntüleri.....	69
Resim 4.9. MA işlemine tabi tutulmamış tozların preslenmiş resmi.....	73
Resim 4.10. 4 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunelerin optik mikroskop görüntüleri.....	77
Resim 4.11. 8 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunelerin optik mikroskop görüntüleri.....	77
Resim 4.12. 24 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunelerin optik mikroskop görüntüleri.....	77
Resim 4.13. 24 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunelerin optik mikroskop görüntüleri.....	78
Resim 4.14. 550 °C’de ısıtıl işlem uygulanmış numunelerin SEM görüntüleri.....	79
Resim 4.15. 550 °C’de ısıtıl işlem uygulanmış numunelerin SEM görüntüleri.....	79
Resim 4.16. 600 °C’de 48 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunelerin SEM görüntüleri.....	80
Resim 4.17. 600 °C’de 196 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunelerin SEM görüntüleri.....	80
Resim 4.18. 550 C’de 4 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunenin EDS için SEM görüntüsü.....	82
Resim 4.19. 550 °C’de 4 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunenin Element Dağılım Haritalaması.....	84
Resim 4.20. 550 C’de 12 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunenin EDS için SEM görüntüsü.....	84
Resim 4.21. 550 °C’de 12 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunenin Element Dağılım Haritalaması.....	86
Resim 4.22. 550 C’de 24 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunenin EDS için SEM görüntüsü.....	86
Resim 4.23. 550 °C’de 24 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunenin Element Dağılım Haritalaması.....	87

Resim**Sayfa**

Resim 4.24. 550 C’de 24 saat ısıt ısıt işlem uygulanmış ve yaşlandırılmış numunenin EDS için SEM görüntüsü.....	88
Resim 4.25. 550 °C’de 24 saat ısıt ısıt işlem uygulanmış ve yaşlandırılmış numunenin Element Dağılım Haritalaması.....	89

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılan bazı simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

Simgeler	Açıklama
Al	Alüminyum
AlCu	Alüminyum bakır
AlCu₃	Alüminyum bakır
AlCu₄	Alüminyum bakır
Al₂O₃	Alüminyum oksit
Al₄C₃	Alüminyum karbür
Ar	Argon
B	Bor
C	Karbon
Cu	Bakır
CuAl₂	Alüminyum bakır
CuC₈	Bakır karbür
Cu₃Al₂	Alüminyum bakır
Cu₉Al₄	Alüminyum bakır
Fe	Demir
H	Hidrojen
Mg	Magnezyum
Mo	Molibden
N	Azot
Ni	Nikel
Pb	Kurşun
Si	Silisyum
SiC	Silisyum karbür
Sn	Kalay
Ti	Titanyum

W	Wolfram
Zn	Çinko
Zr	Zirkonyum

Kısaltmalar**Açıklama**

BTO	Bilya Toz Oranı
EDH	Element Dağılım Haritalaması
EDS	Elektron Dispersion Spektrometre
G.Ü.T.E.F.	Gazi Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi
İKK	İşlem Kontrol Kimyasalı
MA	Mekanik Alaşımlama
MD	Mekanik Düzensizlik
MM	Mechanical Milling
MMK	Metal Matrisli Kompozit
MÖ	Mekanik Öğütme
MPa	Megapaskal
ODS	Oksit Dağılımla Güçlendirilmiş
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
SPEX	Titreşimli Değirmen
TEM	Geçirimli Elektron Mikroskobu
TM	Toz Metalurjisi
X-Ray	X Işını Yöntemi
XRD	X-Ray Difraksiyon Analizi

1.GİRİŞ

Malzeme bilimi alanındaki bilimsel arařtırmalar devamlı olarak malzeme özelliklerinin gelişimi ve malzemelerin performanslarını artırmak içindir. Mekanik, kimyasal ve fiziksel özellikler hakkındaki bilimsel geliřtirmeler, kimyasal iyileřtirmeler ve geleneksel termal, mekanik ve termomekanik iřlem metotlarını geliřtirmeye yöneliktir. Her ne kadarda olsa, geliřmeler daima geleneksel malzeme tasarımıından “daha yüksek sıcaklıklara dayanabilen, daha güçlü, daha katı ve daha hafif” olarak tasarlanma yönünde istenmektedir ve malzemelerin özelliklerini geliřtirme yönündedir. Yüksek teknoloji endüstrileri bu istekleri canlandırmaya izin vermektedir [1].

Modern teknolojinin kısıtlılıklarından bir tanesi de bazı metal alařımlarının şekillerinin elde edilmesindeki sorundur. Örneğın, düşük ergime ısısına sahip bir malzemeyle yüksek ergime sıcaklığına sahip diğeri bir malzemeyi normal řartlarda alařımlamak zordur. Bu tür iki metal sıvı halde çökelti oluřturmasına rağmen daha düşük ergime noktasına sahip olduğundan metal soğuma ve katılařma yönünde ayrılır [2]. Malzeme özellik ve performanslarını artırmak için ek iřlemlere bařvurmak zorunda kalırız. İřte bu durumda ihtiyaçları gidermede malzeme bilimi yardımcı olmaktadır.

Malzeme bilimi dalında yapılan bilimsel arařtırmaların temel amacı malzemelerin özelliklerini ve performanslarını geliřtirmektir. Malzemelerin mekanik, kimyasal ve fiziksel özelliklerini iyileřtirmede; kimyasal modifikasyon, ısı iřlemleri, mekanik ve termomekanik iřlemler kullanılmaktadır. Geliřen teknoloji ile ihtiyaçlarda farklılařmıřtır [3]. Bu ihtiyaçların farklılařması neticesinde günümüzde yeni yöntem ve teknikler geliřtirilmeye devam etmektedir. Bu teknik geliřmeler teknolojinin gelişmesinde önemli rol oynamaktadır. Özellikle otomotiv, denizcilik, havacılık ve uzay teknolojisinde yüksek performanslı, yüksek sıcaklıklara dayanıklı ve bunların yanında hafif malzemeler ihtiyaçları gidermede büyük önem taşımaktadır. Kullanılmakta olan metotların geliřtirilmesiyle döküm gibi geleneksel metotların modifikasyonunun yanı sıra bu gereksinimlerin çoğunu karşılamamıza yardımcı olan

Toz Metalurjisi (TM) gibi yeni üretim tekniklerinin kullanımları yaygınlaşmaya başlamıştır. TM yöntemiyle üretilmiş malzemelerin yüksek kullanım özelliklerini geleneksel metotlarla üretmek neredeyse imkânsızdır. Katı hal metotlarının başında gelen TM yöntemi diğer metotlardan en önemli üstünlüğü denge diyagramlarındaki şartların dışında hemen her tür malzemeye uygulanabilirliğidir. Böylece mekanik alaşımlama (MA) ve sonrası işlemler sayesinde teknolojik açıdan çok önemli malzeme çeşitleri üretilebilmektedir [4].

MA elementel toz karışımını harmanlayarak homojen malzemeler oluşturan bir toz işleme yöntemidir. John Benjamin ve onun Uluslararası Nikel Şirketinin Paul D. Araştırma Laboratuvarındaki meslektaşı ile birlikte yaklaşık 1966 yılında geliştirilmiştir [5–7]. Daha ileriki çalışmalarda MA yöntemi ile çeşitli Oksit Dağılımla Güçlendirilmiş (ODS) alaşımlar [8–10], intermetalik bileşikler [11] ve amorf malzemelerin [12,13] geliştirilmesine yönelik çalışmalar son yıllarda hız kazanmıştır. Ayrıca reaktif malzemeler üzerine yapılan uygulamalar MA yönteminin kullanım alanını genişletmiştir. MA yöntemi farklı değirmen (Yatay titreşimli atritör vb.) ve farklı bilyalar (seramik, metal ve türevleri) kullanılarak gerçekleştirilen yüksek enerjili kuru öğütme tekniği olarak adlandırılır [14]. İşlem sırasında toz-bilya-cidar çarpışmalarıyla, sürekli olarak oluşan kırılma ve soğuk kaynak sonucu yeni karışımlar ve bunların birleşmesinden çeşitli kompozit toz yapıları meydana gelmektedir. Çarpışmalar buna bağlı olarak oluşan katı hal difüzyonu ile alaşımlama gerçekleşmektedir [15]. MA yöntemiyle üretilmiş kompozit malzemelerin birçoğu ergime noktalarına yakın sıcaklıklara kadar dayanımlarını koruyabilmektedirler [16]. Ayrıca, korozyon direnci ve aşınmaya karşı dayanımları da bilinen alaşımlardan daha iyidir [17,18].

Öğütme, karıştırma ve presleme işlemlerinde genel olarak farklı elek aralıklarındaki tozlar kullanılır. Böylece malzemelerin sinterleme ve presleme kabiliyetleri geliştirici yönde iyileştirilmiş olur. Öğütme işlemi genellikle İşlem Kontrol Kimyasalı (İKK) ilavesi ile veya olmaksızın yapılır. Öğütme sırasında oluşabilecek topaklaşmayı giderebilmek için ilave bir iş olarak eleme işlemine başvurulabilir. MA işlemi sırasında uygulanan parametrelerin uygunluğu oldukça önemlidir. Bu

parametrelerden MA'nın yapıldığı kap, kabın doluluk oranı, bilya toz oranı, öğütme hızı, öğütme süresi, soğutma tipi ve kullanılan koruyucu atmosfer gibi birden çok etkenin optimizasyonu çok önemlidir. Malzemede istenen özellikleri elde edebilmek için bu parametrelerin birçoğunun kullanılması ve optimizasyon işlemlerinin yapılması gerekmektedir.

MA sonrası elde edilen tozlar farklı metotlar ile şekillendirilirler. Bu işlem için izostatik presleme, üç eksenli presleme, kalıpta presleme, toz enjeksiyonu, toz ekstrüzyonu ve haddeleme gibi birçok metot kullanılmaktadır. Kullanılan tüm bu metotların temel amacı tam yoğunluğa sahip ya da yakın malzeme üretimidir. Ancak ne kadar MA tozlarının özellikleri yüksek olsa da, gözeneklilik ve kalıntıların oluşturduğu problemler malzeme özelliklerini olumsuz yönde etkiler. Tozların sıkıştırılmasında; kalıp şeklinin karmaşıklığa izin vermemesi, kalıp maliyetleri, kalıp aşınması ve yüksek presleme basınçları, yaşanan problemler olarak sayılabilir [4].

Arzu edilen alaşımlama işleminin ardından malzemeler doğrudan ya da presleme sonrası sinterleme işlemine tabi tutulurlar. Bu aşamada yapılan sinterlemenin pek çok amacı vardır. Taneler arası bağların oluşması, yoğunluğun artması, gözeneklerin azalması ve bazen de ilave olarak kullanılan İKK'nın bünyeden uzaklaştırılması bunlardan bir kaçıdır. Özelliklerin iyileştirilmesi için presleme sonrası sinterleme açık atmosferde yapılabileceği gibi malzemelerin özelliklerine bağlı olarak genellikle koruyucu atmosfer de kullanılabilir. Bu işlem için argon, azot, hidrojen ve oksijen gibi farklı gazlar kullanılabilir. Kullanılan atmosfere bağlı olarak yüzeyde farklı özelliklere sahip tabakalar da oluşabilir (AlN , Al_2O_3 , TiO gibi) [4].

Sinterleme sırasında meydana gelen mikroyapısal ve boyutsal değişimler, parçanın fiziksel ve kimyasal özelliklerini çok fazla etkiler. Bu yüzden toz metalurjisinde sinterlemenin önemi büyüktür. Sinterleme işleminin ardından yoğunluk artışı, tane inceltme ve deformasyon amaçlı, ekstrüzyon gibi ilave işlemler yapılabilir. Yapılan bu işlemler her kadar ek maliyetler ve süreler doğursa da kazandırmış olduğu özellik artışı yadsınamaz. MA yöntemiyle üretimi üzerinde durulan malzemeler genellikle

özellikleri iyileştirilebilir hafif malzemelerdir. Bu tür malzemelerin ilave işlemlerle özelliklerinin iyileştirilmesi üzerine yapılan birçok çalışma vardır [19–22].

MA yönteminde genellikle hafif alaşımlardan biri olan alüminyum kullanılmaktadır. Bunun başlıca nedenlerinden kolay elde edilebilirliği, üretim ve kullanımlarındaki kolaylığından dolayı ileri teknoloji malzemesi olarak yaygın şekilde kullanılmaktadır. Ancak alüminyumun düşük ergime sıcaklığı bir dezavantaj oluşturmaktadır. Alüminyumun üretiminde farklı metotların kullanımı ile yapı ve özelliklerinin iyileştirilmesi ve performanslarının artırımı mümkün olabilmektedir.

MA yöntemiyle homojen olarak dağılmış oksit ve karbür türevi parçacıkların ilavesiyle kontrollü ve dengeli hale getirilen mikro yapı, malzemeye ergime derecesine yakın bir sıcaklığa kadar önemli ölçüde termal kararlılık sağlar. Al içerisinde Al_4C_3 dağılımıyla mukavemet kazandırılmış malzemelerin kullanımı ilk olarak uzay ve otomobil endüstrisinde gerçekleşmiştir. Alüminyum'a Al_4C_3 ve Al_2O_3 gibi parçacıkların ilavesinin özelliklerde sağladığı avantajlardan yola çıkılarak pek çok çalışma yapılmıştır. MA yöntemiyle Al içerisinde Al_4C_3 parçacıklarının üretilmesi, optimum şartlarının belirlenmesi ve özellikler üzerine etkilerinin belirlenmesi oldukça önemlidir [4].

Bu çalışmada AA2014 tozlar içerisinde MA yöntemi ile C tozları sentezlenerek ısıtma işlem öncesi ve sonrası Al_4C_3 oluşma karakteristiklerinin belirlenmesi ve tüm değişkenlerin oluşum yapısına etkileri araştırılmıştır. Çalışma esnasında dikey atritör kullanılarak AA2014 ve C mekanik olarak alaşımlanmıştır. Farklı basınçlarda preslenen numunelerde birleşme mekanizmaları ve ısıtma işlem sonrası yapısal değişiklikler incelenmiştir. Isıtma işlem sonrasında yapıda Al_4C_3 fazı tespit edilmeye çalışılmıştır. Elde edilen Al_4C_3 yapısının sertliğe, mikro yapısal özelliklere ne gibi etkilerde bulunduğu araştırılmıştır. Isıtma işlem uygulanan numunelere yaşlanma işlemi uygulanarak, karbürün yaşlanmaya olan etkileri tespit edilmeye çalışılmıştır. Yaşlanma ile sertlik kontrolleri yapılarak yaşlanma süresinin sertliğe olan etkileri kontrol edilmiştir. Yoğunluğa nelerin etki ettiği araştırılmıştır. Tüm bu tespitler; toz boyut analizi, optik mikroskop, SEM, EDS ve XRD kullanılarak yapılmıştır.

2. MEKANİK ALAŞIMLAMA

MA sağlamış olduğu yüksek avantajlar ve özellikler sayesinde günümüzde kullanım sahaları gittikçe artmaktadır. Kullanımlarındaki artış ise MA'nın kullanımının ekonomik oluşu ve uygulama alanının geniş olmasından kaynaklanmaktadır. MA genellikle homojen dağılımlı ısıtıl veya kimyasal işlemlere başvurmadan gerçekleştirilen, bir katı hal reaksiyonudur. Başka teknik ve yöntemlerle karıştırılması zor veya imkânsız olan alaşım elementlerinin MA yöntemi ile karıştırılabilmesi bu yöntemi üstün kılmaktadır. MA işlemi sırasında oluşturulan karışım katı – katı bir karışım olduğundan dolayı normal şartlar dışına çıkılabilmektedir [4].

MA ilk olarak 1966 yılında International Nickel Company (INCO) şirketince Benjamin ve arkadaşları tarafından geliştirilmiştir [23]. Bu yöntem ilk olarak oksit dağılımı ile sertleştirilmiş (ODS) alaşımların üretimi amacıyla yapılmıştır. Ancak daha sonraki çalışmalar ticari uygulama alanlarından Fe, Ni ve Al esaslı süper alaşımların üretimi üzerine yoğunlaşmıştır. Bu yöntemi diğer yöntemlerden ayıran en önemli özellik; normal ergitme teknikleriyle alaşım haline getirilemeyen sistemler bu yöntem sayesinde alaşımlanabilmektedir. Bunun yanı sıra son yıllarda bu yöntem ile nano boyutlu malzemelerde üretilebilmektedir [24].

MA işleminde kullanılan öğütücüler, bilya-toz-cidar çarpışması ve sürtünmeden açığa çıkan ısıdan dolayı genellikle su soğutmalıdır. Öğütme işlemi sırasında alaşımlanan veya öğütülen tozlarda devamlı bir kırılma ve birleşme meydana gelmektedir. Bu kırılan yüzeyler oksitlenmeye maruz kaldığından dolayı koruyucu bir atmosfer tarafından oksitlenme önlenmek zorundadır. Öğütme ortamındaki oksitlenmeyi azaltmak için ise Ar, He ve H gazları kullanılmaktadır [25].

MA işlemi tozların paslanmaz çelik kazanlar içerisinde karıştırılması ve arzu edilen sürede öğütülmesi (genellikle sertleştirilmiş çelik bilyalar veya tungsten bilyalar ile) işlemidir (Şekil 2.1). Kullanılan malzemenin oksitlenmesini engellemek/azaltmak için genellikle koruyucu atmosfer olarak argon gazı kullanılmaktadır. Eğer

nitrürleme gibi bir işlem de varsa atmosfer olarak azot (N_2) kullanılabilir. MA işleminde kullanılan tozlar yumuşak ise, işlem kontrol kimyasalı (örneğin: stearik asit) kullanılabilir. Üretilcek olan tozun miktarına, toz boyutuna ve daha birçok parametreye göre üretilmiş değişik kullanım amaçlı MA değirmenleri vardır [26].

Oksit dağılımı ile güçlendirilmiş malzemeler gibi parçacık takviyeli kompozitler yüksek sıcaklık sürünme dayanımı nedeniyle uzun zamandır kullanılmaktadır. Bu kompozitin üretiminde ana yapının her yerinde sert parçacıkların homojen dağılımını elde etmek zordur. Öğütme teknikleri bu kompozitleri üretmek amacıyla geliştirilmiştir. Hareketli bilyalar arasında aşındırma ile alaşımlı kompozit parçacıkları üretmek için MA, bu amaçla başarılı bir tekniktir. Mikroskobik ölçekte tekrarlanan çarpışma, soğuk kaynak ve kırılma olayları istenilen kompozit tozları üretir. Başlangıçta karışım halinde olan parçacıklar, fazların dağılımı ile kaplanmış parçacık haline gelirler. Diğer öğütme tekniklerinden farklı olarak, soğuk kaynak ve kırılma arasındaki denge, parçacık boyutunu oldukça sabit tutar [27].

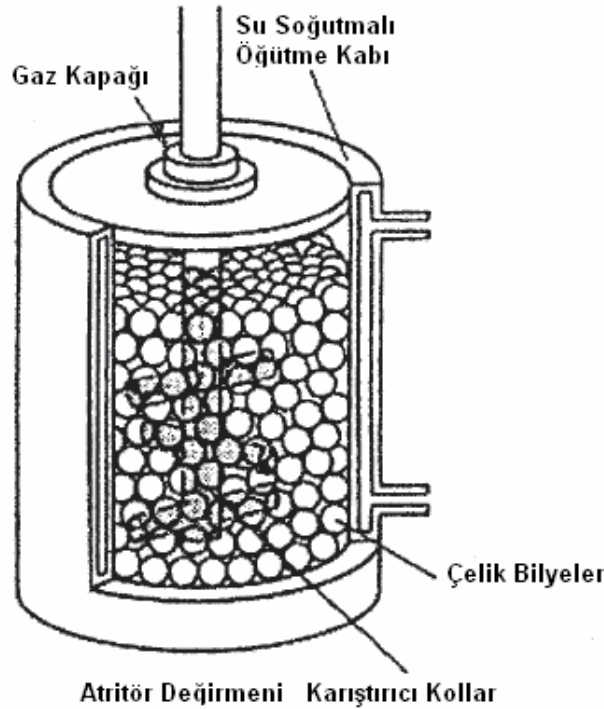
Homojen bileşime sahip saf metaller, intermetalikler ya da ön alaşımlanmış tozlar yüksek enerjili bilyalı değirmenlerde öğütülür. Homojenizasyon için öğütme sırasında malzeme transferi gerekli değildir. Yapılan bu işleme mekanik öğütme (Mechanical Milling (MM)) denir. İki metalik karışım işlendiği zaman ve bu işleme sırasında alaşımlama olduğunda bu işlem mekanik alaşımlama (Mechanical Alloying (MA)) olarak adlandırılır. Çünkü işlem sırasında malzeme transferi gerçekleşmektedir. Eğer yapılan işlemle yalnızca parçacık çapını azaltmak ve yüzey alan artırmak amacıyla saf metal ya da intermetalik tozlar işlenirse bu işlem MA olarak tanımlanır. Çünkü bu işlemde malzeme transferi gerçekleşmemektedir. İntermetaliklerdeki uzun mesafeli diziliş düzeninin deformasyonu ile düzensiz bir intermetalik ya da amorf faz üretilir. Yapılan bu işleme de Mekanik Düzensizlik (Mechanical Disordering (MD)) olarak isimlendirilmiştir [28].

Mekanik alaşımlama işleminde kullanılan tozlardan en az bir tanesi tozlarda bağlayıcılık özelliğini sağlayabilmesi için yumuşak, diğeri ise sert oksit parçacıklardan oluşmak zorundadır. Bunlar Fe ve Ni bazlı malzemeler için yumuşak

matris içerisinde takviye elemanı olarak bulunmaktadır. Ayrıca alaşımlama ortamına Al ve Ti gibi reaktif elementlerde ilave edilmektedir. Bu reaktif elementler ya elementel olarak ya da doğrudan oksit şeklinde katılır. Bunlar genellikle Al_2O_3 veya Y_2O_3 parçacıklarıdır [2].

Mekanik alaşımlama işlemi yalnızca metallere has bir çalışma olmayıp, ayrıca nitrürlerde oksitlerde ve diğer bazı malzeme çalışmalarında kullanılabilmektedir. Bu sebepten mekanik alaşımlama ile üretilen yeni malzemelerin kullanım alanları; diş protez malzemelerini, hidrojen depolama malzemelerini, kalıcı mıknatısları, süper plastik alaşımları, intermetalik bileşikler, elektrotları, süper korozyon alaşımlarını ve süper iletken metalleri kapsamaktadır [29].

MA yöntemi ile bir tozun şekli, ortalama boyutu, boyut dağılımı ve diğer özellikleri MA işlemi sırasında kontrol edilebilir. MA küçük miktarlarda veya hızlı prototip için standart dışı bileşimler veya standart bileşimin hızlı bir şekilde üretilmesine müsaade eder [30].



Şekil 2.1. Atritör, bilyalar ve kolların şematik görünüşü [31].

2.1. Mekanik Alaşımlama ve Ham Madde

MA kullanılan tozların boyut aralığı yaklaşık olarak 1µm ile 200 µm arasında olmaktadır. Kullanılan tozları saf metaller, ön alaşımlar, esas alaşımlar ve refrakterler olarak gruplandırabiliriz. Dağılımla dayanımı artırılmış malzemeler genellikle karbür, nitrür, ve oksit katkısını içerirler. Oksitler en genel olanıdır ve bu alaşımlar oksit dağılımıyla dayanımı artırılmış malzemeler olarak bilinir. MA'nın ilk uygulamalarında, değirmene konan tozların en azından %15'i tutucu görev yapması, sıkıştırılması ve deforme edilebilirliğinin artması için sünek metal tozlardan oluşmaktaydı. Bununla beraber son yıllarda, başarılı bir şekilde tamamen kırılğan malzemelerin karışımının alaşımlanması gerçekleştirilmektedir [32]. Böylece MA sırasında sünek bir malzemenin gerekliliği ortadan kalkmıştır. Sünek-sünek, sünek-kırılğan ve kırılğan-kırılğan toz karışımları kullanılarak öğütme işlemi gerçekleştirilebilmektedir. Bunlarla birlikte katı toz parçacıkları ile sıvıların karışımı da son zamanlarda kullanılmaktadır [33].

Yapılan çalışmalarda, sıvı öğütme türünün ince ürünler elde etmek için kuru öğütme türünden daha kullanışlı bir metot olduğu sonucu çıkmıştır. Bunun nedeni, çözücü moleküllerin daha düşük yüzey enerjisine sahip olması ve parçacıkların yeni şekillenen yüzeylerde absorbe edebilmesinden kaynaklanmaktadır. Islak haldeki toz parçacıklarının daha az topaklanması faydalı bir faktördür. Amorf yapıların ıslak öğütme ile elde edilmesi daha kolaydır [34]. Ancak ıslak öğütme esnasında oluşan kirlenme kuru öğütmeye göre daha fazla olduğundan bir dezavantajdır. Ara bileşiklerin oluşması gibi problemlerde ıslak öğütmeden kaynaklanabilmektedir. İşlem sonrasında uygulanan ön sinterleme işlemi de bir dezavantajdır [35]. Bundan dolayı MA işlemi tercihen kuru olarak yapılmaktadır.

Diğer mekanik toz üretim tekniklerinde olduğu gibi MA'da kirlilik sorun olabilir. Bilyalar, karıştırma mili, kolları ve tank, öğütülecek toz ile aynı malzemenin yapılarak kirlilik en aza indirilebilir. Organik bir akışkanın (heptan veya alkol gibi) ortam olarak seçilmesi, mekanik alaşımlamada öğütme ve kaynaklanma arasındaki dengeyi sağlamak için önemlidir. Muma benzer basit polimerler ve stearik asit gibi

yağ asitleri ortamı dengelemede başarılı olmaktadır. Tozların aşırı iş-sertleşmiş olmasına rağmen, sıcak yoğunlaştırma teknikleri ile yoğunlaştırılmaları mümkündür [27].

2.2. Mekanik Alaşımlamada Kullanılan Öğütücü Türleri

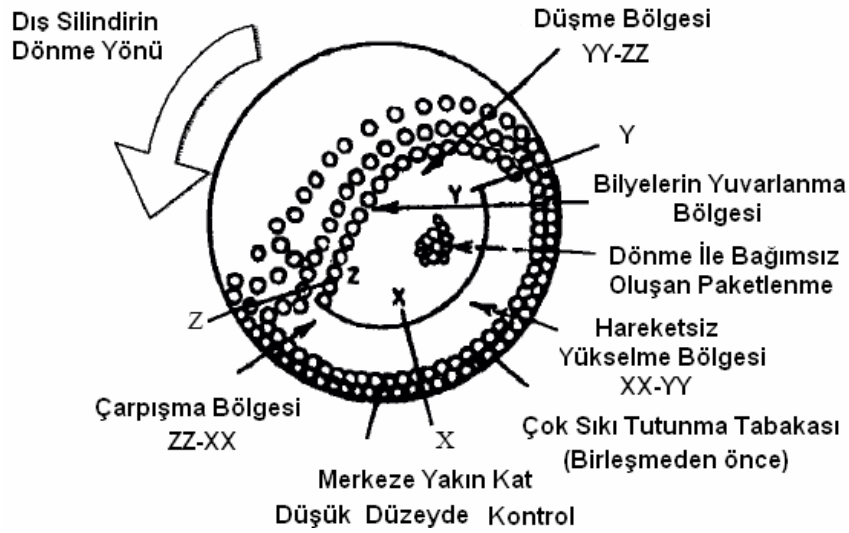
MA işleminde farklı tip ve türde alaşımlama cihazı kullanılabilmektedir. MA'nın önemli bir kısmını oluşturan öğütme işlemi, tane boyutunu azaltma, tane şeklini değiştirme, karıştırma ve alaşımlama gibi evrelerden oluşmaktadır. Bu işlemler esnasında kullanım amacına göre çok çeşitli öğütücüler kullanılmaktadır. Öğütücüler ve/veya değirmenler kapasiteleriyle, titreşimli oluşları ile işlem hızı ile öğütme verimlilikleriyle, soğutma ve ısıtma gibi ek üniteleriyle farklılık gösterirler. MA işleminde genellikle titreşimli, yatay bilyalı ve atritör tipi öğütücü cihazlar kullanılmaktadır.

2.2.1.Bilyalı yatay değirmenler (Ticari değirmenler)

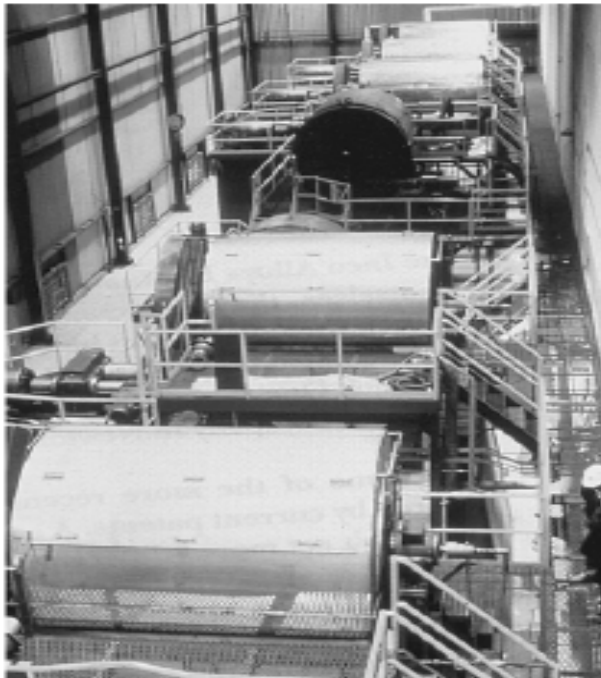
Bilyalı değirmenlerin geçmişi 1876 tarihine kadar dayanmaktadır [36]. Öğütme işleminde bilyalar (demir, çelik veya tungsten karbür) kullanılmaktadır. Öğütme işleminde kapasiteyi ayarlama da çeşitli ayarlamalar ve dengeler (öğütücü kabın çapı, haznenin dönme hızı, bilyaların büyüklüğü, kullanılan tozların büyüklüğü gibi) kullanılmaktaydı [37].

Düşme hareketi ile oluşturulan mekanik alaşımlama işlemi tozların hazırlanmasında başarılı bir şekilde kullanılmaktadır (Şekil 2.2). Bununla birlikte, düşük enerjili öğütme türünde MA işlemini tamamlamak için daha fazla zamana ihtiyaç vardır. Bu işlem homojen ve eşit dağılımlı tozları üretiminde kullanılır [38]. Bunlara ek olarak, bu tür mekanik alaşımlama işlemi diğer yüksek enerjili türlere göre daha ucuz ve daha az bakım gereksinimi sağlamaktadır [37].

Ticari olarak kullanılan değirmenler bir seferde çok büyük hacimlerde toz alabilmektedirler. Ticari ürünler için MA yaklaşık 1200 kg kapasiteli bilyalı değirmenlerde yapılabilmektedir (Resim 2.1) [39].



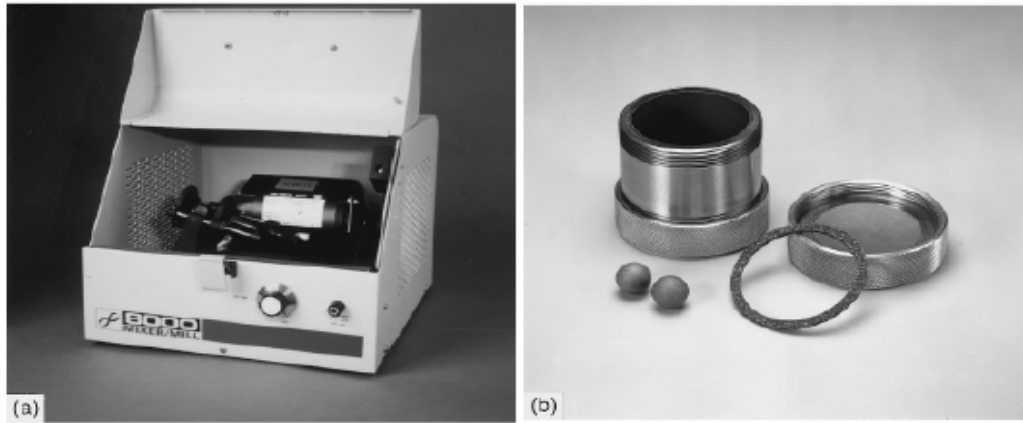
Şekil 2.2. Öğütme işleminde bilyaların karşılıklı kesişme hareketleri [40].



Resim 2.1. Ticari olarak kullanılan değirmenler [1].

2.2.2. SPEX tipi öğütücüler

SPEX tipi çalkalayıcı değirmenler kullanımları diğer türdeki atritörlere göre daha yaygındır. Diğer öğütme cihazlarına göre kapasiteleri (yaklaşık hacmi 10 ml) daha düşüktür. Değirmen, içerisine konan tozları 1200 devir/dakika gibi yüksek hızda belli doğrultularda hareket ettirerek öğütmektedir [37]. Sahip oldukları hazne, tozları ve öğütücü bilyaları muhafaza etmeye ve dakikada birkaç bin defa belli doğrultularda (ileri geri, sağa sola, gibi.) hareket ettirerek öğütme işlemini gerçekleştirmektedir. Haznenin her hareketinde hazne içerisindeki bilyalar tozlara çarparak öğütme ve karıştırma işlemini sağlamaktadır. Resim 2.2.’deki SPEX tipi öğütme cihazlarının yüksek hızda olmasından dolayı çalışma esnasında sıcaklık artışı ve koruyucu atmosfer ihtiyacı karşılaşılan problemlerdendir.



Resim 2.2. SPEX tipi karıştırıcı (a) SPEX 800 tipi değirmen, (b) SPEX’e ait öğütme kabı, kapak, bilya ve conta [1].

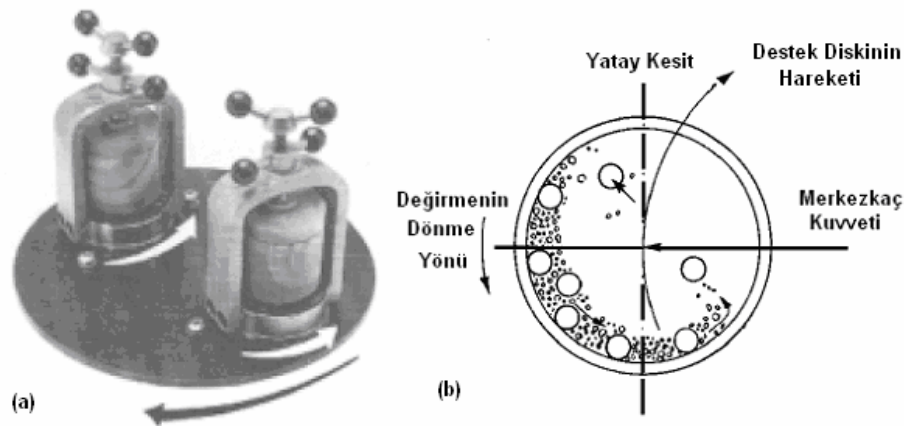
2.2.3. Düzlemsel (Planeter) tip bilyalı değirmenler

MA deneylerini yapmak için diğer bir öğütücü türü “planeter” bilyalı değirmendir (Resim 2.3). Bu değirmende birkaç yüz gram toz bir defada öğütülebilir. Bu değirmenler haznelerinin gezegen gibi hareket etmelerinden dolayı “planetary” ismini alırlar. Bunlar dönen bir destek diski üzerine yerleştirilirler ve kendi eksenleri etrafındaki hareketlerini, özel bir mekanizmadan alırlar. Kendi eksenleri etrafında dönen hazneler tarafından oluşan merkezkaç kuvveti ve dönen destek disk tarafından

oluşturulan ilave kuvvetle beraber, hazne içinde öğütülen malzeme ve öğütme bilyalarına etki ederler. Hazne ve destek diski zıt yönlerde döndüğü için merkezkaç kuvvetler sırası ile benzer ve zıt yönde etkir (Şekil 2.3). Bu öğütme bilyalarının haznenin iç duvarlarından aşağıya doğru kaymasına neden olur. Sürtünme etkisi, öğütülen malzeme ve öğütme bilyalarının serbest kalıp hazne içerisinde, serbest dolaşması ve karşı duvara çarpmasıyla devam eder. Bu tür değirmendeki bilyaların doğrusal hızı, SPEX değirmenlerinkinden daha fazla olsa bile, vuruş frekansı, SPEX değirmenlerinkinden çok daha fazladır. Bu yüzden, SPEX değirmenlere göre daha düşük enerjili değirmenler olarak düşünülebilir [41].



Resim 2.3. Planeter tipi bilyalı değirmen [1].



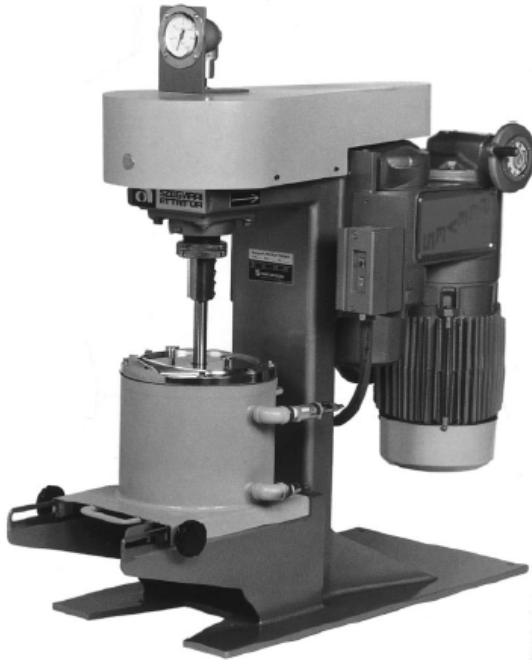
Şekil 2.3. (a)Yüksek Enerjili Planetary Değirmen, (b) Değirmen içerisindeki bilyaların hareketinin şematik gösterimi [37].

2.2.4. Atritör tip değirmenler

Szegvari bu atritör tipini 1922 yılında sanayi için üretmiştir [31]. Bu tip atritörler içerisinde bir kerede büyük oranlarda toz öğütme imkânına sahiptirler (Resim 2.4). İçerisinde bir seri karıştırıcılar bulunan dikey silindirden oluşur. Hazne içerisinde biri diğerine dik olarak yerleştirilmiş birçok karıştırıcı kol bulunmakta ve kollar dönmeye başladığında bilyalara çarparak hareket etmesini sağlamaktadır. Bilyalar duvara çarparak dönmesi ile ve dönen kollara çarparak hareket etmesi ile birbirleriyle çarpışırlar. Bilyaların arasında kalan tozlar böylece öğütülmeye başlayacaktır. Atritörler içerisinde bir seferde belli ağırlıklarda (0,5kg'dan ile 40kg'a kadar) tozun öğütülebildiği değirmenlerdir. MA işlemi sırasında oluşan ısınmayı engellemek ve dengede tutmak için kazan ile dış yüzey arasında soğutucu sıvı dolaştırılmaktadır.

Öğütme işleminde kullanılan hazneler; paslanmaz çelik, içi alümina kaplı paslanmaz çelik, silisyum karbür, silisyum nitrür, zirkonya, kauçuk ve poliüretandan yapılmaktadır. Cam, çakıl taşı, steadik, seramik, mullit, silisyum karbür, silisyum nitrür, sialon, alümina, zirkonyum silikat, zirkonya, paslanmaz çelik, sade karbonlu çelik, krom-çelik ve tungsten karbürden üretilen çeşitli öğütücü malzemelerde bulunmaktadır [1].

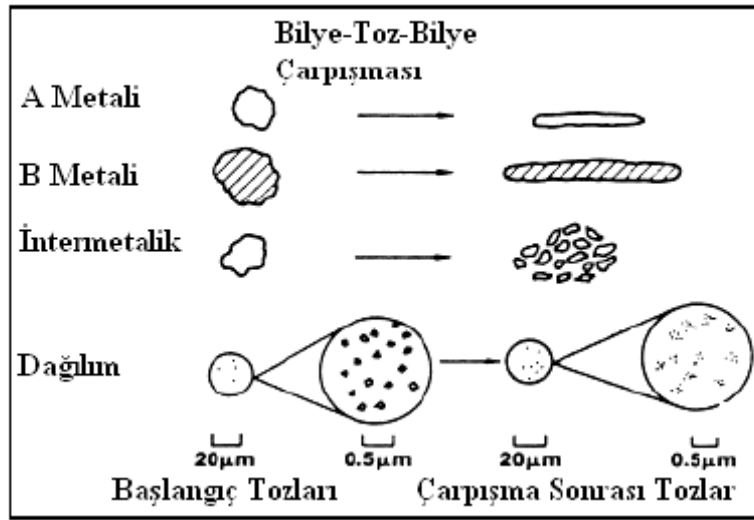
Haznenin doluluk oranı kap hacminin yarısı kadar olmalıdır. Aksi takdirde öğütme işlemi istenilen seviyede olmamaktadır. Kap doluluk oranı kirlenmeye de etki etmektedir. Hazne içerisindeki kolların dönme oranına bağlı olarak öğütme hızı da artmaktadır. Ancak belli bir hızdan sonra merkez kuvvetinden dolayı bilyalar kazan etrafında dönmeye başlayacağından öğütme işlemi oluşmayacaktır. Öğütme hızı belli bir aralıkta olmak zorundadır.



Resim 2.4. Atritör tipi mekanik alaşımlama ünitesi [1].

2.3. Mekanik Alaşımlama Mekanizması

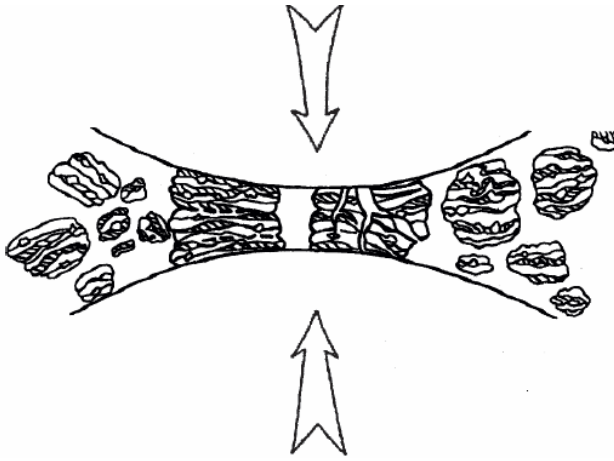
MA, temelinde mekanik olarak indirgenmiş tozlar arasındaki reaksiyonu sağlayan bir katı hal sürecidir. MA işlemi, tozların hem kompozisyonu hem de mikro yapılarının istenilen biçimde değiştirilebildiği veya oluşturulabildiği esnek bir işlemdir [29]. MA işlemi genellikle kuru ve yüksek enerjili öğütme işlemi ile oluşturulan, homojen bir dağılıma sahip, kontrollü ve oldukça ince tozlardan oluşan çoğunlukla bir katı hal reaksiyonudur [42]. MA işlemi esnasında tozun ortalama boyutunu, boyutsal dağılımını, şeklini ve diğer bazı yapısal özelliklerini kontrol etmek mümkündür (Şekil 2.4).



Şekil 2.4. Başlangıç tozları ve alaşımlamaya bağlı olarak deformasyon tavırları [43].

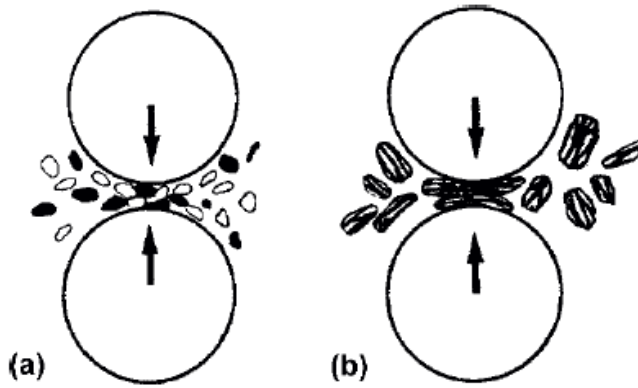
Mekanik alaşımlama işlemi esnasında, toz parçacıkların bilyaların arasında kalarak (Şekil 2.5) hızla yassılaşmaya başlar. Yassılaştıran tozlar daha sonra soğuk kaynaklanır, kırılır ve tekrar kaynaklanır. İki bilya çarpıştığında arada bir miktar toz sıkışır. Her çarpışmada, yaklaşık olarak 0,2 mg aralığında yaklaşık 1000 kadar parçacık sıkışır. Çarpma esnasında, bilya-bilya, toz-bilya, bilya-cidar, karıştırıcılar-bilya şeklinde olabilir. Bu çarpma olaylarından en etkilisi bilya-bilya olup, Şekil 2.5’de görülmektedir [3]. Çarpma kuvveti toz parçacıklarını plastik deformasyona uğratar. Deformasyon sertleşmesi belli bir süre sonra kırılmaya neden olur. Kırılma esnasında oluşan yeni yüzeyler parçacıkların birlikte kaynaklanmasını sağlar ve parçacık boyutunda artışa neden olur. Öğütmenin başlangıç aşamasında parçacıklar yumuşak olduğu takdirde (sünek-sünek ya da sünek-kırılgan tozlar kullanıldığında), parçacıkların birlikte kaynaklanması ve büyük parçacıklar oluşturması eğilimi yüksektir. Parçacıkların boyutları başlangıçtaki boyutlarının üç katına kadar ulaşabilir. Kimyasal kompozisyonunda herhangi bir değişiklik oluşmaksızın katmanlı bir yapı oluşur. Devam eden deformasyonla birlikte deformasyon pekleşmesi artar, bunun sonucunda, yorulma mekanizmasıyla ve/veya oluşmuş katmanların ayrılmasıyla kırılma devam eder. Bu mekanizma ile oluşan parçacıklar, birleştirici kuvvetler olmadığı zaman boyut olarak küçülmeye devam ederler. Bu aşamada kırılmaya olan eğilim soğuk kaynaklanmaya olan eğilimden daha etkindir. Darbelere

bağlı olarak parçacıkların kalınlığı sürekli incelirken parçacık boyutu aynı kalmaya devam eder. Bunun sonucunda katmanlar arası mesafe azalır ve parçacık içerisindeki katmanların sayısı artar.

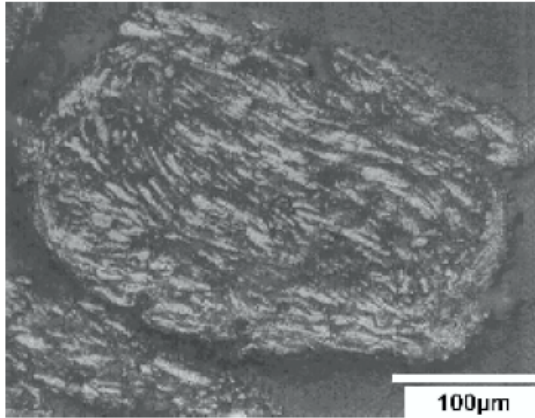


Şekil 2.5. MA işleminde oluşan Bilya-Toz-Bilya çarpışması [31].

Mekanik alaşımlama mekanizması nispeten düşük sıcaklıklarda tozların birbirleri içerisine gömülmesi işlemidir. Toz parçacıkları, çarpışan bilyalar sayesinde sürekli olarak soğuk kaynak oluştururlar (Şekil 2.6) [44]. Bu olay, kompozit toz parçacıklarının mikro yapısal olarak tabakalaşarak şekillenmesidir (Resim 2.5) [45].



Şekil 2.6. MA işleminin şematik gösterimi.
(a) öğütme işleminin başlangıcı ve
(b) birkaç çarpışma işlemi sonrası [44].



Resim 2.5. 24 saat MA yapılmış Al-Zr tozlarının mikro resmi [45].

Öğütme işlemi esnasında parçacıkların boyutlarındaki küçülme kabiliyeti oldukça düşüktür. Bu oran geleneksel bilyalı öğütücülerde % 0,1 civarında iken, yüksek enerjili bilyalı öğütme işleminde hala % 1'in altındadır. Öğütme esnasında kullanılan enerjinin çoğu ısı olarak ortaya çıkar. Fakat küçük bir miktar enerji toz parçacıklarının elastik ve plastik deformasyonunda kullanılır.

MA sırasında aşırı deformasyona maruz kalan parçacıklarda dislokasyonlar, boşluklar, istiflenme hataları ve artan altyapı tane sınırı gibi çeşitli kristal hatalar görülür. Bu hatalı yapı, çözen elementlerin matris içerisinde çözebilme kabiliyetini artırır. İncelen yapıyla birlikte difüzyon mesafeleri de azalır [4].

Bunlarla birlikte, öğütme esnasındaki sıcaklıkta artış difüzyon hızını artırır ve böylece alaşım elementlerinin homojenleştirilmesi artar. Alaşımlama normalde oda sıcaklığında gerçekleşirken, bazı durumlarda alaşımlamanın yapılabilmesi için mekanik alaşımlanmış tozun yüksek sıcaklıkta tavllanması gerekebilir. Bu işlem özellikle metaller arası bileşiklerin oluşumu istendiğinde kullanılır.

Metal tozları nadiren de olsa sıvı ilavesiyle öğütülebilmektedir. Bu öğütme türüne ıslak olarak öğütme denir. Hiçbir sıvı kullanılmadığı takdirde kuru olarak öğütme denmektedir. (Düşük sıcaklıktaki öğütme de eğer kullanılan sıvı düşük sıcaklıkta kullanılırsa ıslak öğütmedir). İnce öğütülmüş ürünler elde etmek için ıslak öğütmenin kuru öğütmeden daha iyi olduğu rapor edilmektedir. Bunun nedeni çözücü

moleküller parçacıkların yeni oluşan yüzeylerine emilirler ve bu parçacıkların yüzey enerjilerini azaltırlar. Islak durumda toz parçacıkların daha az topaklanmaları durumu da faydalı bir faktördür. Amorf yapı oluşturma hızının ıslak öğütme sırasında kuru öğütmeye göre daha fazla olduğu rapor edilmiştir [46]. Ancak ıslak öğütme ile tozlarda kirlenme problemi de ortaya çıkmaktadır. Ayrıca öğütme işlemi sonrası tozların kurutulması da ek bir işlem gerektirdiğinden mekanik alaşımlama işlemi kuru olarak yapılmaktadır.

MA işlemini gerçekleştiren özel ekipmanların yanı sıra pek çok etkin parametre vardır (başlangıç toz karakteristiği, içeriği, zaman v.b.). Ancak, çoğu durumda içyapının incelme hızı, öğütme hızıyla kabaca bir logaritmik ilişkidir. Bu yüzden başlangıç tozlarının boyutu nispeten önemsizdir. Karışım çeşidine bağlı olarak, lameller arası mesafeler birkaç dakika ile bir iki saatte nanometre boyutlarına inebilir. MA'nın nano-kristalli malzeme üretmek için yaygınca kullanımının nedeni budur [4].

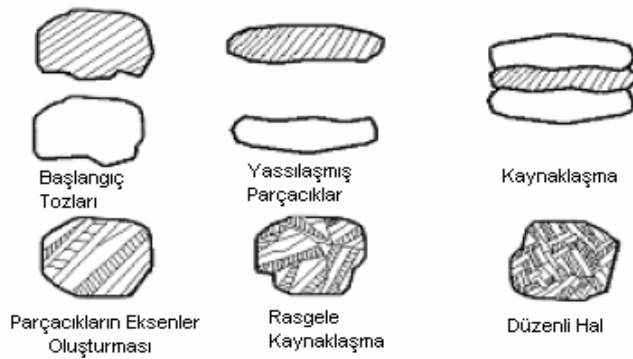
Metal ve metal alaşımlarının MA işlemi üç ana karışımda gerçekleşmektedir. Bunlar sünek-sünek, sünek-kırılgan, kırılgan-kırılgan türleridir.

2.3.1. Sünek-sünek alaşımlama sistemi

Sünek malzemelerin mekanik alaşımlama işlemindeki güçlendirme amacını daha iyi anlamak için, Aikin ve Courtney'in [47], Benjamin ve Volin'in [48] yaptığı çalışmalarından yararlanarak oluşturduğu grafiği tanımlamak yardımcı olmaktadır (Şekil 2.7).

Sünek-sünek kırılma mekanizması, kaynaklanmanın soğuk gerçekleşmesinden dolayı oldukça etkindir. Benjamin ve arkadaşları iki farklı sünek tozla yaptıkları çalışmalarda bu oluşumu incelemişlerdir [5]. Benjamin alaşımlamayı başarabilmek için en az %15 sünek toz olması gerektiğini söylemektedir [2]. Bunun nedenini de, toz parçacıklarının tekrar eden soğuk kaynaklanması ve kırılması ile oluştuğundan, parçacıklar sünek değilse soğuk kaynaklanma oluşmayacağı söylenebilir.

MA'nın ilk safhalarında, sünek tozlar mikro dövme işlemine maruz kalarak yassılaştır ve pul şeklini alır. İlk aşamalarda katmanlaşma olur. Sünek tozlar genellikle işlem esnasında bilya üzerine sıvanarak kirlenmeyi engeller. Sıvanma ayrıca öğütme elemanlarının da aşınmasını önler. Ancak öğütme malzemelerinin üzerindeki toz kalınlığı ileriki safhalarda heterojen bir karışıma neden olabileceğinden minimum seviyede olmalıdır [31,49]. Tozlar katmanlaşmaya devam ederken, toz boyutlarının arttığı gözlenir. MA zamanı ilerledikçe deformasyon sertleşmesine bağlı olarak tozların kırılma eğilimi artar. Artan sertlik ve kırılmalığa bağlı olarak daha homojen bir kompozisyona ve şekle sahip tozlar oluşur. MA işlemine devam edildiğinde, katı çökelti, intermetalikler ve hatta amorf fazların oluşumu söz konusudur. Katmanlar arası mesafe öyle azalır ki optik olarak gözlenemez [4].

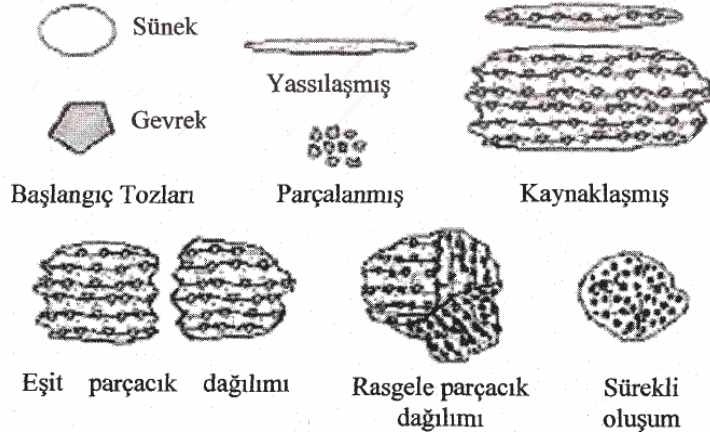


Şekil 2.7. MA esnasında sünek-sünek tozların oluşturduğu çeşitli durumlar [4].

2.3.2. Sünek-kırılğan alaşımlama sistemi

Geleneksel Oksit Dağılımlı Güçlendirilmiş alaşımlar (ODS) bu kategoriye girmektedir. ODS alaşımlarda kırılğan oksit parçacıkları sünek bir matris içerisinde dağıtılmıştır. Öğütmenin ilk safhasında, sünek metal parçacıkları bilya-toz-bilya çarpışmaları ile yassılaştırırken, kırılğan oksit parçacıkları parçalanır. Parçalanan kırılğan parçacıklar ezilen sünek tozlar ve sünek bileşimlerin arasında kalırlar. Kırılğan bileşim, lameller arası boşluklar boyunca sıkıca yerleşir. Daha ileri öğütme ile sünek toz parçacıklar, deformasyon sertleşmesine uğramış, tabakalar karışmış ve

incelmiş olur. Toz tanelerinin bileşimi, başlangıçtaki toz kompozisyonuna doğru yaklaşır. Eğer bir ODS alaşımında olduğu gibi sünek matriste bu katmanlar çözünemezse, devam eden öğütlemeyle daha da inceler. Böylece katmanlar arası boşluklar azalır ve gevrek tozlar üniform olarak dağılır. Diğer yandan, eğer kırılgen faz çözünebilir ise sünek ve kırılgen yapılar arasında alaşımlama da olur ve kimyasal homojenlik elde edilir. Sünek malzeme olarak saf Zr ve kırılgen malzeme olarak da NiZr_2 toz parçacıklarının karışımının öğütülmesi ile amorf bir faz oluşumu bu tip bir sistemin örneklerindendir [50]. Bu oluşumu göstermek için aşağıdaki sünek-kırılgen tozların mekanik alaşımlama işlemindeki oluşumu Şekil 2.8 de gösterilmektedir.



Şekil 2.8. Kırılgen-sünek tozların mekanik alaşımlama esnasındaki oluşumları [4].

Sünek-kırılgen bir alaşımlama sisteminde alaşımlamanın oluşması sünek matris içerisindeki kırılgen parçacıkların katı çözünebilirliğine bağlıdır. Eğer bir element başka bir element içinde ihmal edilebilir katı çözünebilirliğe sahipse alaşımlamanın oluşması muhtemel değildir, mesela demir içerisinde bor gibi. Bu sebepten, MA sırasında sünek-kırılgen parçacıkların alaşımlaması kısa mesafeli difüzyona imkan sağlaması için sadece kırılgen parçacıkların parçalanmasını gerektirmez. Aynı zamanda sünek matris elemanı içinde makul katı çözünebilirliği de gerektirir [30].

2.3.3. Kırılğan-kırılğan alaşımlama sistemi

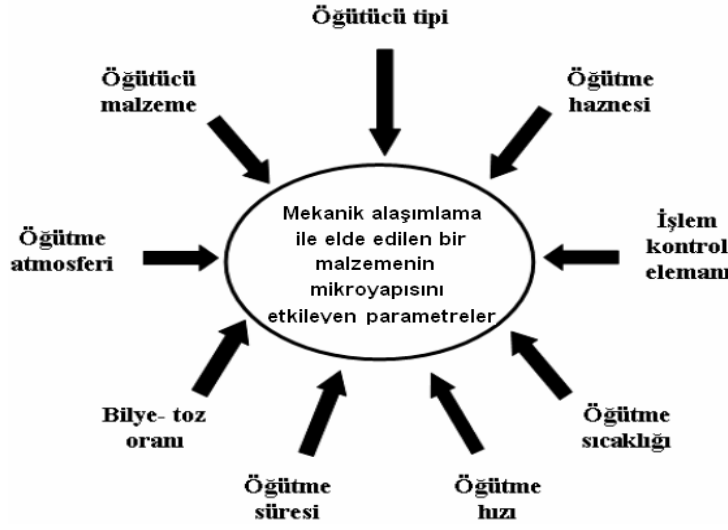
Kırılğan-kırılğan malzemelerden oluşan bir sistemde alaşımlamanın oluşmayacağı düşünülebilir. Çünkü sünek bileşenin olmaması kaynaklanmayı engeller ve bu durumda alaşımlamanın oluşması beklenemez. Ancak Si-Ge ve Mn-Bi gibi bazı kırılğan-kırılğan sistemlerde alaşımlamanın oluştuğu da bildirilmiştir [1]. İntermetaliklerin de üretiminde bu yöntem başvurulmaktadır [51].

Kırılğan malzemelerin öğütülmesinde malzeme transferine katkıda bulunan mekanizmalar sıcaklık atışını, kusursuz hacimlerde mikro deformasyonu, yüzey deformasyonu ve/veya öğütme sırasında tozlarda hidrostatik gerilim durumuyla oluşabilen plastik deformasyonu içerir [52].

Kırılğan tozlar öğütme esnasında parçalanır ve boyutları sürekli azalır. Ayrıca çok küçük boyutlardaki tozlar sünek bir davranış gösterir. Daha fazla boyut azalması mümkün değildir. Bu duruma ufalanma sınırı denilir.

2.4. Mekanik Alaşımlamada Etkin Parametreler

MA işlemi karmaşık bir işlemdir. Bu sebepten istenilen ürün ve/veya mikro yapıyı elde etmek için bazı parametrelerin uygun bir şekilde ayarlanması ve optimizasyonu gerekmektedir. MA işleminde etkin parametreler Şekil 2.9'da görülmektedir.



Şekil 2.9. MA işleminde üretim aşamasını etkileyen parametrelerin şematik gösterimi [37].

Tozun son şeklini etkileyen parametreler:

- Değirmen tipi (Yüksek ve düşük enerji seviyeli)
- Öğütme haznesi
- Öğütme hızı
- Öğütme süresi
- Öğütme malzemelerinin şekli, boyutu, yapıldığı malzeme türü
- Bilya - toz ağırlık oranı
- Kazan doldurma miktarı
- Öğütme atmosferi
- Öğütme sıcaklığı
- İşlem kontrol kimyasalı (İKK)

Tüm bu parametrelerin hepsi birbirinden bağımsız değildir. Örneğin; uygun bir öğütme süresi, öğütücü tipine, işlem kontrol kimyasalına, öğütme sıcaklığına, öğütücü bilyalarının boyutuna, bilya-toz oranına ve benzerlerine bağlıdır.

2.4.1. Değirmen (Öğütücü) tipi

MA işleminde farklı türlerde kullanılan yüksek enerjili öğütme cihazları bulunmaktadır. Bu değirmenler kapasitelerine, işlem hızlarını ve öğütme sıcaklığının değişimlerini kullanarak işlemi kontrol etmede kullanılır. Değirmenler tozların kirlenme azaltmak için farklılıklar gösterir. Toz çeşidine, tozun miktarına ve gerekli olan son içeriğine bağlı olarak uygun bir değirmen seçilir. Özellikle, üretilecek olan tozun oksitlenme karakteristiğine bağlı olarak kullanılacak olan atmosfer seçimi önemlidir. Genellikle, laboratuvar çalışmalarında SPEX türü karıştırıcı değirmenler kullanılmaktadır. Tozları karıştırmak için Planeter ve Atritör tip değirmenler, fazla miktardaki tozu alaşımlamada kullanılırlar. Ayrıca ticari amaçlı ve farklı amaçlarda kullanım için değişik tasarımlar mevcuttur [53].

Değirmenlerde çarpışma hızı ve değirmen içi enerji miktarı, toz boyutunu ve özelliklerini etkileyen önemli parametrelerdendir. Bu sebepten dolayı yeni tasarımlarla hem yüksek miktarda toz elde etmeye çalışırken, hem de problem oluşturan kirlenme olayını en aza indirmeye çalışılmaktadır [54].

Değirmen kapasiteleri arttıkça öğütme kabındaki ısı transferi problemleri de artmaktadır. Yaklaşık olarak pratikte limit genellikle 40 kg toz kapasitesidir. Bu oran ticari amaçlı kullanılan MA işleminde ise 1250 kg'a kadar çıkmaktadır [55].

2.4.2. Öğütme haznesi

Öğütme haznesi, MA uygulanacak malzeme için çok önemlidir. Çünkü öğütme malzemesinin haznenin iç duvarlarına çarpması ile bir kısım malzeme hazneden koparak tozun içerisine karışabilir. Bu olay, tozun kirlenmesine ve/veya bileşiminin değişmesine neden olabilir. Eğer kullanılacak malzeme hazne ile aynı malzemeden kullanılırsa, haznede oluşacak kayıp göz önüne alınarak hesaplama yapıldığında problem engellenebilir. Ancak, bu da MA işleminde problemler oluşturabilir. Hazne yapımında çelik, takım çeliği, sertleştirilmiş kromlu çelik, temperlenmiş çelik, paslanmaz çelik, WC-Co çelik [56] ve rulman çeliği kullanılmaktadır. Öğütme

malzemesi ile herhangi bir etkileşimi engellemek için kaplanmış haznelerde kullanılmaktadır. Alaşımlanacak malzeme çeşidine göre kazan türü de değişmektedir.

2.4.3. Öğütme hızı

MA işleminin en önemli parametrelerinden biri de öğütme hızıdır. Değirmenin dönme hızı arttıkça toza aktarılan enerji de daha fazla olacaktır. Fakat değirmen tasarımına bağlı olarak elde edilebilecek maksimum hızda belli sınırlamalar olacaktır. Örneğin; geleneksel bilyalı değirmenlerde artan dönme hızına bağlı olarak bilyaların hareket hızları da artacaktır. Kritik hızın üzerine çıkıldığında, bilyalar merkezkaç kuvvetinin artmasından dolayı haznenin iç duvarlarına yapışır ve darbe kuvveti oluşturmak için aşağı düşmezler. Bu sebepten, kullanılacak olan maksimum hız kritik hızdan biraz daha az olmalıdır ki bilyalar etkin bir şekilde çarpışma enerjisini oluşturmak için tepe yükseklikten aşağıya düşebilsinler. Böylece çarpışma süreci etkin olabilsin [1]. Eğer değirmenin dönme hızı çok yavaş olursa bu seferde öğütme işleminin süresi artacaktır. Eğer öğütme hızı kritik hızın çok altında ise MA yerine mekanik bir karışma işlemi gerçekleşeceğinden, MA işlemi gerçekleşmeyecektir. Bu sebeplerden dolayı öğütme hızı bir denge içerisinde olmalıdır.

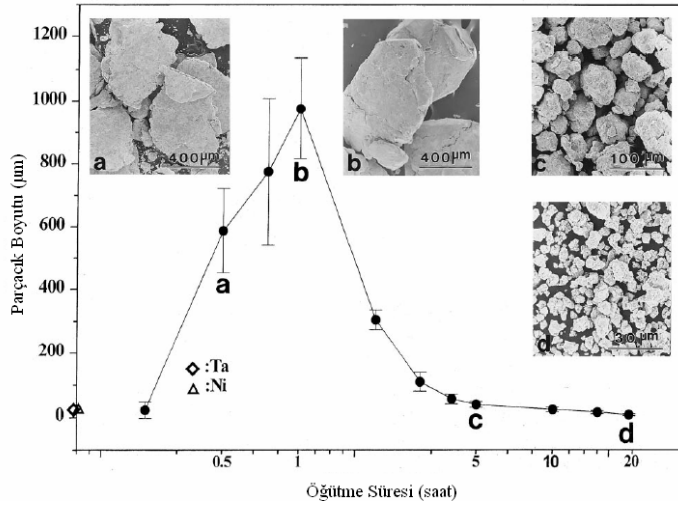
Maksimum hızda diğer bir sınırlama ise yüksek öğütme hızlarında (veya yüksek öğütme yoğunluklarında) hazne sıcaklığının yüksek değerlere ulaşmasıdır. Bazı sebeplerden dolayı örneğin, tozun homojenleştirilmesini ve alaşımlamayı iyileştirmek için difüzyonun gerektiği yerlerde, sıcaklık artışı faydalı olabilir. Ancak yoğunlukla bu sıcaklık artışı dönüşüm işlemini hızlandırdığı için aşırı doymuş katı çözeltilerin veya öğütme esnasında oluşan kararsız fazların ayrışmasına neden olduğundan dolayı zararlı olabilir [57]. Fakat oluşan yüksek sıcaklık tozu kirletebilir. Nano-kristal oluşumu sırasında ortalama kristal boyutunun arttığı ve artan dinamik yeniden kristalleşmeden dolayı yüksek öğütme yoğunluklarında iç deformasyonun azaldığı gözlenmiştir [58]. Değirmen çeşidine göre ulaşılan maksimum sıcaklıklar da

farklı olacaktır. Isının istenmediği durumlarda, soğutma işlemine başvurulmaktadır. Soğutma işleminde sistemin türüne bağlı olarak sıvı ve gaz sistemler kullanılabilir.

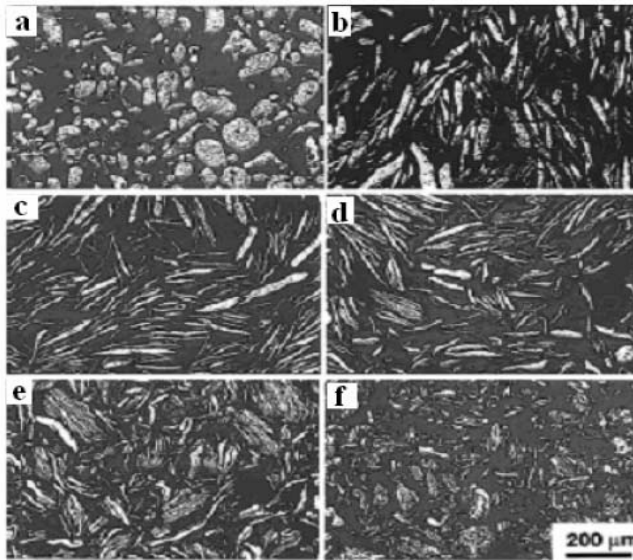
2.4.4. Öğütme süresi

Öğütme süresi en önemli parametredir. Normalde süre, toz parçacıkları arasındaki kırılma ve soğuk kaynaklanmanın sabit duruma eriştiği an olarak seçilir. Kullanılan sistemin hızı arttıkça toz boyutu daha kısa sürede küçülür ve homojen bir dağılım elde edilir (Resim 2.6). Gerekli MA/öğütme süresi kullanılan değirmenin tipine, öğütme yoğunluğuna, bilya-toz oranına ve öğütme sıcaklığına bağlı olarak değişir. Süre belirlenirken yukarıda saydığımız her bir kombinasyon için ve her özel toz için belirlenmelidir. Ancak tozlar gereğinden fazla öğütme işlemine tabi tutulursa kirlenmenin artacağı ve bazı istenmeyen fazların oluşacağı bilinmelidir [59]. Ayrıca kirlenme ile toz kaybının da artacağı unutulmamalıdır. Toz öğütme işleminin süresi gereğinden fazla tutulursa bilya yüzeyine ve hazneye toz yapışabilir. Bu yapışma bilyaların çarpışma esnasında sürtünmelerine ve sürtünmeyle birlikte sıcaklığın da giderek artmasına neden olacaktır. Bu sebeplerden dolayı tozun sadece yeterli miktarda öğütülmesi istenir.

Şekil 2.10'daki, Ni-Ta sisteminde de görüldüğü gibi parçacık boyutu önce artmakta ve belli bir sınıra (deformasyon sertliği) ulaşan tozlar kırılma eğilimine girecektir. Böylece ortalama boyutu da öğütme süresine paralel olarak azalacaktır.



Şekil 2.10. Ni-Ta sisteminde öğütme süresinin parçacık boyutuna etkisi [1].



Resim 2.6. 6061 Alüminyum tozları ile grafit tozlarının mekanik alaşımlama işlemi süresince toz yapısının değişimi (a) Alaşımlama öncesi tozlar, (b) 20 saat sonra, (c) 30 saat sonra, (d) 40 saat sonra, (e) 60 saat sonra, (f) 70 saat sonra [60].

2.4.5. Öğütme malzemesi

Sertleştirilmiş çelik, takım çeliği, sertleştirilmiş kromlu çelik, temperlenmiş çelik, paslanmaz çelik, WC-Co ve rulman çeliği en çok kullanılan öğütme malzemeleridir. Bunlar dışında özel amaçlı seramik esaslı bilyalar da kullanılmaktadır. Bilyaların, toz üzerine yeterli vuruş kuvveti oluşturabilmesi için yeterli büyüklükte olması gerekmektedir. Hazneden karışabilecek toz kirlenmeye neden olacağından, hazne ile

öğütme malzemesinin aynı malzemeden yapılması istenir. Öğütme elemanının boyutu da öğütme verimliliği ile doğrudan etkilidir. Genellikle büyük boyutlu öğütme elemanı daha verimlidir. Bilyaların artan ağırlığı toz parçacıklarına daha fazla vurma enerjisi transfer eder [1]. Ancak aşırı iri bilyalar toz boyutunun incelmelerini engelleyebilir. Bilya boyutu küçüldükçe yüzey alanı artacaktır. Yüzey alanı artacağından aynı orandaki tozu daha kısa sürede öğütecektir. Bilyaların seçiminde genellikle yapılacak alaşım tozun cinsine ve bileşimine göre farklılık gösterebilir.

Çoğunlukla yapılan çalışmalar tek bir öğütücü bilya boyutu kullanılmasına rağmen, farklı boyutlardaki bilyaların da kullanıldığı çalışmalarda vardır [61]. Öğütme işleminde, farklı boyutlardaki bilyaların kullanımının çarpışma enerjisini artıracığı tahmin edilmektedir [62]. Öğütmenin ilk aşamalarında öğütülmüş tozlar öğütücü bilyaların yüzeyini kaplar ve soğuk kaynak olur. Bu bir avantaj olarak kabul edilebilir. Çünkü öğütücü bilyaların aşınması sırasında tozun kirlenme sakıncası ve öğütme malzemelerinin aşırı aşınmasını engeller. Bununla birlikte bu seviyenin kalınlığı heterojen bir son ürünün şeklini muhafaza etmek için minimum seviyede tutulmalıdır. Fakat bu toz kaplamanın dezavantajı da vardır. Tozun bilya yüzeyinden ayrılması zor bir işlem gerektirir. Büyük ve küçük boyutlu bilyaların kombinasyonu, öğütme sırasında bilyaların yüzeyinde kaplanmış toz miktarı ve soğuk kaynak miktarını minimuma indirir. Bu şartlar altında akmayı iyileştirmek için bilimsel bir açıklama olmamasına rağmen, farklı boyutlardaki bilyaların kesme kuvvetleri üretmesini, bilyaların yüzeyinden tozların ayrılmasına yardım edeceği düşünülmektedir [49].

2.4.6. Bilya – Toz ağırlık oranı

Bilya toz oranı (BTO) öğütme işleminde önemli parametrelerden bir tanesidir. Bu oran 1:1 gibi düşük bir değerden 220:1 gibi yüksek değerlerde değişen aralıklarda kullanılmaktadır [49]. Genellikle SPEX tipi değirmenler küçük kapasitedeki tozların öğütülmesinde yaygın olarak 10:1 oranında kullanılırlar. Ancak öğütme işlemi atritör gibi kapasite olarak geniş bir değirmende yapıldığında bu oran 50:1 veya 100:1 gibi

yüksek değerlere kullanılmaktadır. Bu oranlardaki artış elde edilen toplam enerjiye bağlı olarak alaşımlama zamanını azaltır. Ancak bilya toz oranındaki artış tozun kirlenme problemi oluşturabilmektedir.

Kullanılan bilya malzemesi genellikle yüksek dayanımlı, aşınma direnci yüksek olan malzemelerdir. Kullanılan bilyalar tek tip olabileceği gibi farklı boyutlara sahip bilyalar da kullanılabilir. Farklı boyutlardaki bilyaların kullanımı, enerji miktarını artırabileceği rapor edilmiştir [62]. Bilya seçiminde genellikle kullanılacak olan tozun yapısına ve kimyasal özelliklerine bağlıdır. Bilyalar farklı malzemelerden yapılabilir. Ancak kullanılan malzeme ve aynı özelliklerde bilya seçimi ile kirlenme ve oluşabilecek herhangi bir alaşım farklılaşması giderilebilir.

2.4.7. Öğütme haznesi doldurma miktarı

Bilyaların metal tozlara etkili bir şekilde çarpma kuvvetinin oluşabilmesi için kullanılan hazne içerisinde yeterli bir boşluğa ihtiyaç vardır. Bu sebepten haznenin bilya ve tozlarla dolma oranını önemli bir yer tutmaktadır. Eğer bilya ile toz miktarı oranı çok düşük ise üretilen alaşım miktarı da çok düşük olacaktır. Eğer bilya ve toz miktarı çok fazla olursa, bu seferde üretim hızı çok yavaşlayacaktır ve bilyaların hazne içerisinde dolaşımı için yeterli alan bulamayarak tozlara etkin bir şekilde çarpma kuvveti oluşturamayacaktır. Eğer kabın doluluk oranı az ise, enerji artışından dolayı kirlenme problemi oluşabilir. Bu nedenle, genellikle haznenin doluluk oranı %50 olarak alınır [1].

2.4.8. Öğütme atmosferi

Mekanik alaşımlama işleminde öğütme işlemi sırasında kullanılan atmosferin en önemli etkisi tozun kirlenmesidir. Ayrıca kullanılan malzemeye göre direkt olarak oksitlenme ile de ilişkilidir. Bu sebepten kullanılan haznenin, oksitlenme tavrını ve kirlenmeyi önlemek için ya havası boşaltılarak ya da argon, helyum gibi asal gazlar ile kontrol altında tutulmalıdır. Yüksek saflıktaki argon ve helyum tozların mekanik alaşımlama işlemi esnasında oksitlenmesini ve kirlenmesini önlemede yaygın olarak

kullanılan atmosfer ortamıdır. Ancak azotun azda olsa elementel tozlarla reaksiyona girdiği bilinmektedir. Ancak azot atmosferi kullanılarak tozların oksidasyonunu önlemek veya en aza indirmek mümkündür.

Özel amaçlar için öğütme sırasında farklı atmosferler de kullanılmıştır. Nitrür oluşturmak için azot ve amonyak yaygın olarak kullanılmaktadır. Hidrojen atmosferi ise hidrid üretmek için kullanılmıştır. Haznenin içerisinde havanı olması toz içerisinde oksitlerin ve nitrürlerin oluşmasına neden olur. Özellikle tozlar, yapıları itibari ile reaktiflerse, öğütme esnasında asal bir atmosferin kullanılması doğru alaşımlamanın yapılabilmesi için önemlidir. Reaktif malzemelerde, oksit türevi takviye elemanlarının alaşımlama sırasında kendiliğinden oluşturulması da mümkündür. Ancak, oluşturulan oksidin büyüklüğünün ve miktarının kontrol edilmesi güçtür [4].

Kullanılan atmosfer türü öğütme işleminde kullanılan metal tozunun faz yapısını etkileyebilir. Örneğin, Cr-Fe toz sistemi farklı türdeki atmosfer altında öğütüldüğünde üretilen malzemenin yapısının farklı olduğu ortaya çıkmıştır. Argon gazı ile öğütme ortamında öğütülen tozlarda amorf faz oluşmazken, hava veya azot gazı kullanıldığında yapının tamamen amorf hale dönüştüğü belirlenmiştir [63].

2.4.9. Sıcaklık etkisi

Öğütme ısısı üretilmek istenen alaşımın mikro yapısını etkileyen diğer önemli bir parametredir. Sıcaklık değişimi ile üretilen alaşımda meydana gelen intermetaliklerde, katı çözelti oluşumunda, difüzyon işleminde, nano-yapı oluşumunda ve bir amorf fazın oluşumunda önemli bir etkiye sahiptir olduğu söylenebilir.

MA işleminde metal toz parçacıklarının öğütülmesi sırasında yüksek difüzyon hızıyla birlikte oluşan sıcaklık fazla ise oluşan alaşımın yeniden kristalize olmasına neden olur ve kararlı intermetalik fazlar oluşur. Sıcaklıktaki artış az ise yeniden kristalleşme söz konusu olamayacağından amorf veya nano-kristal yapıların oluşumu

mümkündür. Metal toz parçacıklarındaki bu sıcaklık artışının başlıca iki nedeni vardır. Bunlardan ilki, bilyaların hareketinden dolayı oluşan kinetik enerji diğeri ise öğütme sırasında oluşan ekzotermik reaksiyonlardır. Ayrıca öğütme haznesinin yapıldığı malzemenin de sıcaklık artışına sebep olacağı söylenebilir [1]. Bu sorun belli bir seviyeye kadar kullanılan soğutma sıvısı veya gazı ile durdurulabilir. Ayrıca cihaz belli bir süre durdurularak soğutma işlemi yapılabilir.

2.4.10. İşlem kontrol kimyasalı

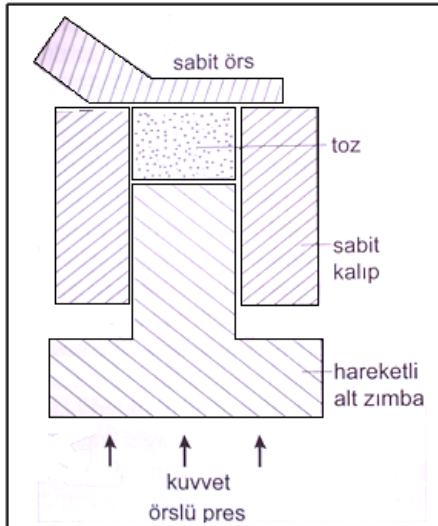
MA işlemi esnasında tane boyutunu küçültmek ya da kontrol edebilmek için çeşitli işlem kontrol elemanları kullanılmaktadır. Metal olmayan bu organik maddelerin ilavesi ile öğütme davranışı önemli bir derecede etkilenir. Bu gibi maddelerin ilavesi sayesinde tanelerin yüzeylerinde film tabakası oluşturularak soğuk kaynaklanmayı kontrol altına alabilir, tane büyümesini ve safsızlıkların topaklaşmasını engelleyebiliriz. İşlem kontrol kimyasalı olarak çeşitli yağlar, sabunlar, alkoller ve bazı asitler (stearik asit gibi) yaygın bir şekilde kullanılmaktadır [64].

Sünek tozların kaynaklanma ve sıvanmaya olan eğilimi yüksektir. Bu tozların kırılmaya olan direncinden dolayı incelmeleri gecikir. MA işlemi esnasında ilave edilen kimyasallar yardımıyla kaynaklanmanın yanı sıra kırılmada etkin hale gelir. Kullanılan kimyasallar da katı, sıvı ve gaz halde olabilmektedirler (hegzan, heptan, oktan, etanol, etil asetat, grafit metanol, sodyum klorür, stearik asit, çinko stearat gibi). İlave edilen kimyasallar genellikle kırılmayı hızlandırırken, yağ türevleri de tozlar tarafından emilebilir. Genellikle ilave edilen işlem kontrol kimyasalı %1,5 civarında olmaktadır. İlave edilen kimyasal, yapı içerisinde sürekli olarak kalabildiği gibi, işlem sonrası sinterleme gibi ilave işlemler sırasında bünyeden atılabilirler. İlave edilen bazı kimyasallar bileşik oluşturup (hidrokarbonlar, karbonhidratlar, oksitler, karbürler gibi.) matris içerisinde homojen ya da heterojen olarak dağılırlar. Oluşan bu ince parçacıklar genellikle dayanım ve sertlik üzerinde olumlu yönde etki yapmaktadır [65]. Sinterleme sonrasında uzaklaşan İKK ilaveleri yoğunlukta düşüşe neden olabilmektedir. Yoğunluk hesapları yapılırken bu faktör göz ardı edilmemelidir.

İşlem kontrol kimyasalının kullanılan tozun hacmine oranlanarak katılması gerekmektedir. İşlem esnasında oluşabilecek bileşiklerine dikkat edilmelidir. Özellikle sinterleme esnasında bünyeden uzaklaştırılacak olan İKK'larının gaz dönüşümlerinde ekstra gözenek oluşturmamasına dikkat edilmelidir. Gözenek oluşumunun yoğunluğa etkisi olacağından, sinterleme sonrası malzeme içerisinde uzaklaştırılan kimyasalın yoğunluğa etkisi olacağı bilinmelidir.

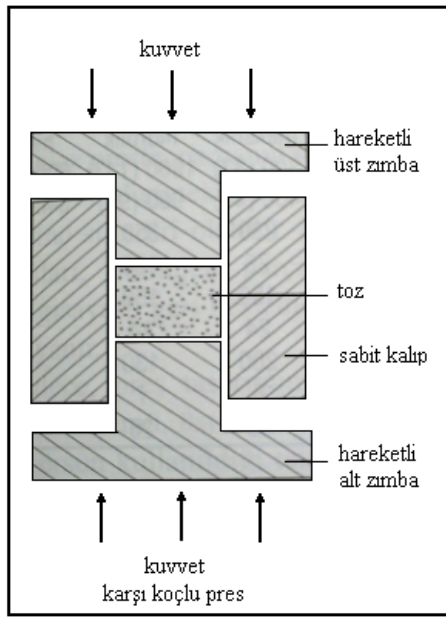
2.5. Presleme

Presleme; tozun kalıp boşluğuna beslenmesi, toza basınç uygulanması ve ham parçanın kalıptan çıkartılması işlemlerinden oluşur. En basit olanı; dişi ve alt erkeğin sabit kalarak, üst erkeğin ilerlemesi ile yapılır. En basit halde tek zımba hareket eder, alt zımba ve dişi kalıp sabittir. Düz parçalarda üst zımbanın yerine sabit bir plaka konarak presleme yapılabilir ve buna örs tipi presleme denir. Bu presleme tekniği şematik olarak Şekil 2.11'de gösterilmiştir. Burada alt zımba tozu bir plakayla üst kısmı kapatılmış dişi kalıp içinde sıkıştırmaktadır. Örs tipi presleme, basit parçaların çok sayıda üretimi için kullanılmaktadır [27].

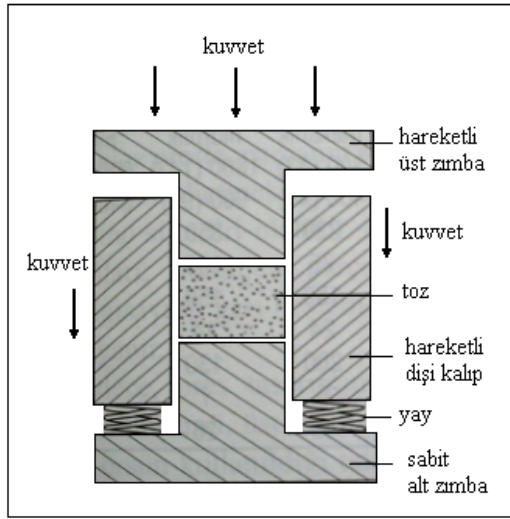


Şekil 2.11. Örsü presleme tek hareketli sıkıştırmanın en basit şekli [27].

Kalıpta sıkıştırmanın çoğu en az iki presleme hareketi ile yapılmaktadır. Genellikle alt ve üst zımbalar dişi kalıp merkezine doğru hareket eder. Bu hareketler şekil 2.12 de çift hareketli pres için gösterilmiştir. Presleme sırasında her iki zımba da dişi kalıbın merkezine doğru hareket eder. Çıkartma için alt zımba parçayı dişi kalıbın üstüne iter. Çok kullanılan bir alternatif ise sabit bir alt zımba ve yüzer (hareketli) dişi kalıp ile yapılan preslemedir. Üst zımbaya basınç uygulandıkça, dişi kalıp duvarlarındaki sürtünme kuvveti, dişi kalıbın bir yaya karşı hareketlenmesine sebep olur. Böylece, sabit olan alt zımba dişi kalıbın merkezine doğru relatif hareket yapmış olur. Kavram Şekil 2.13’de gösterilmiştir. Çıkartma için dişi kalıbın sabit zımbaya doğru hareketlenmesi gerekir [27].

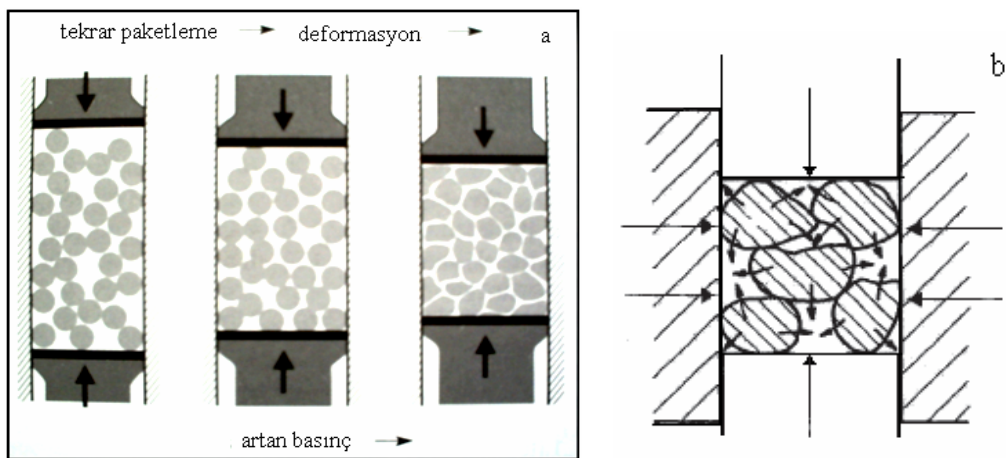


Şekil 2.12. Çift hareketli sıkıştırma ile sıkıştıran zımba [27].



Şekil 2.13. Yüzer dişi kalıplı presleme ile çift hareketli zımba etkisi oluşturma [27].

Yüksek performanslı tam yoğunlukta mamul üretmek için hızlı katılaştırılmış tozlar, şerit malzemeler veya MA uygulanmış tozlar kullanılabilir. Hızlı katılaştırılmış veya MA ile üretilmiş tozların birleştirilmesinde genellikle, sıcak presleme, sıcak haddeleme, sıcak dövme ve izostatik presleme kullanılır. Tüm bu işlemler preslenecek malzeme türüne bağlı olarak soğuk şartlarda veya oda sıcaklığının üstünde yapılabilir. Ancak, bazı soğuk şartlarda presleme basıncının yüksek olması kullanılan kalıp ve malzemeye uygun olmayabilir [4]. Şekil 2.14'te çift yönlü preslemede basıncın artması ile tozlara uygulanan basıncın etkisi gözlemlenmektedir.

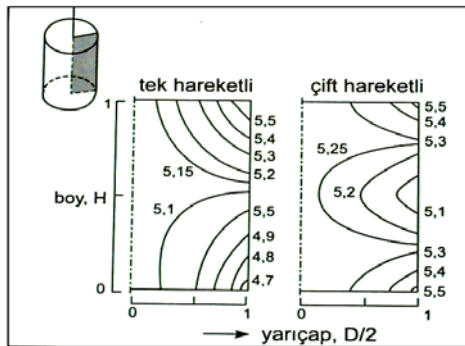


Şekil 2.14. a) Çift yönlü soğuk preslemenin şematik gösterimi [27]

b) Presleme basıncına bağlı toz ve kalıp etkileşimi [4].

Kalıp içersine doldurulan tozlar basıncın etkisi ile sıkışır ve deforme edilebilme özelliğine bağlı olarak son şeklini alır. Genellikle, soğuk presleme aşamalarında tam yoğun kütle elde etmek için, tozların sıkışabilirliğini ve akışkanlığını artıran yağlayıcılar kullanılabilir. Kullanılan bu yağlayıcılar, kalıptan kütlenin çıkarılmasını kolaylaştırır, tozlar arasında sürtünmeyi azaltır ve enerji kayıplarını minimuma indirir. Bazı işlem kontrol kimyasalları hem MA sırasında hem de presleme aşamasında işlevsel rol oynar. Kullanılan bazı yağlayıcıların sinterleme sonrası gözenekliliğe ve istenmeyen kimyasal tepkimelere yol açması başlıca problemlerdir. Bu nedenle kullanılan kimyasalların malzemeye uygunluğu önemlidir. Sıcak presleme işlemine tabi tutulan numunelerin yoğunlukları, soğuk olarak üretilmiş olanlara göre daha iyidir. Aynı zamanda sıcak işleme tabi tutulan malzemelerin, sinterleme süresi ve sıcaklıkları aşağılara çekilebilir [4].

Soğuk presleme teorisine bakıldığında, kullanılan presleme çeşidine göre (tek taraflı zımba, yüzer kalıp, izostatik presleme, titreşimli presleme vb.) yoğunluklarında farklılıklar oluşmaktadır. Şekil 2.15’de gözlemlendiği gibi tek yönlü kalıbın eş basınç eğrileri ile, çift yönlü kalıp karşılaştırılmıştır. Gözlemlendiği gibi çift taraflı preslemede, presleme yüzeylerinin iki tarafında da presleme sonrası yoğunluklar aynı ancak tek taraflı preslemede presin bastığı nokta ile sabit kısımdaki yüzey arasında yoğunluk farkı vardır. Preslenen yüzeyin alt kısımlarına doğru inildikçe yoğunluk giderek azalmaktadır.



Şekil 2.15. Bakır tozundan sıkıştırılmış silindirlerde sabit yoğunluk çizgileri. Çizgiler g/cm^3 olarak gösterilmiş olup, tek ve çift hareketli sıkıştırılmalarda boy ve yarıçapa göre çizilmiştir [27].

Son yıllarda soğuk presleme metotlarıyla elde edilen tozlara ilave edilen sıvı faz sinterlemesi sağlayıcı elemanlarla ve yüzey işlem metotlarıyla yoğunluk artışı sağlanmıştır. Yüksek presleme basınçlarında bilhassa Al, Ni, Fe, Cu gibi tozların %99 yoğunluğu sağlanmıştır. Ancak 0,3 GPa varan bu presleme basınçlarında, presleme yapılacak kalıbın ve basma parçasının iyi tasarlanmış olması gerekir. Bu işlemler için genellikle T15 gibi yüksek hız çelikleri kullanılır. Basınç değerlerinin arttırılmasının zorunlu olduğu durumlarda (4,5 GPa) karbür esaslı malzemelerin kullanılması gerekebilir. Ancak dikkat edilecek hususların başında kalıbın birkaç kullanımdan sonra aşınması ve/veya yapı içerisine girmesi gelir. Soğuk preslemede diğer bir problem de, tozun deforme olabilirliliğine ve akışkanlığına bağlı olarak kaptaki yoğunluk dağılım profilidir. Presleme yapılacak toz miktarının ve kalıp tasarım hesaplarının yapılmasında, bu dağılım profilide göz önünde bulundurulmalıdır. Bunlara ilave olarak, soğuk presleme-sinterleme sonrası tam yoğunluğa ulaşmak için deformasyon, çift presleme, çift sinterleme ve ekstrüzyon gibi işlemler de yapılabilir [4].

2.6. Sinterleme

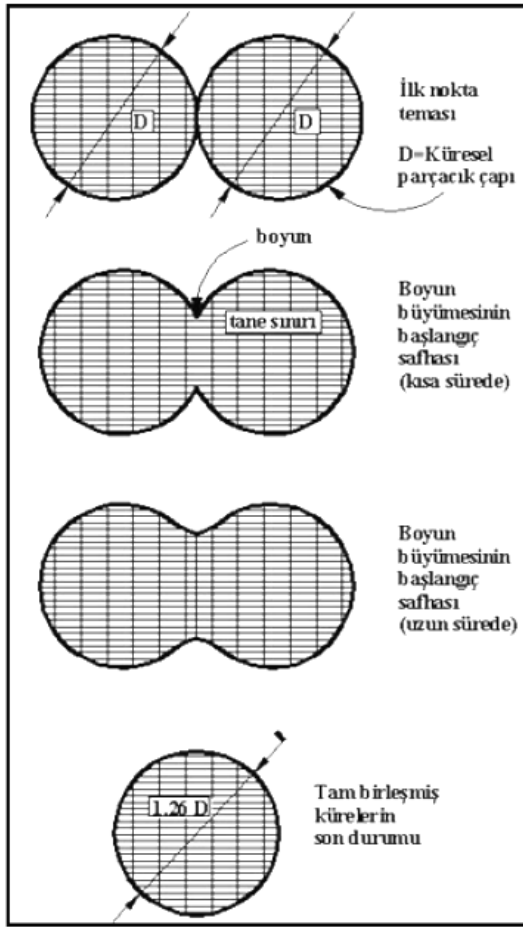
Preslenerek sıkıştırılan tozlar, ergime sıcaklığının altındaki bir sıcaklığa kadar ısıtılarak difüzyon yolu ile kimyasal bağlanmasını sağlamak ve böylece gözenek miktarını azaltma işlemine tozların sinterlenmesi denir [66]. Ergime sıcaklığının altındaki bir sinterleme işlemi sayesinde TM parçalarına çalışma şartlarında dayanabilecek özellikler kazandırılabilir.

Tek bileşenli sistemlerde sinterleme sıcaklığı genellikle metalin ergime sıcaklığının 2/3 veya 4/5 alınarak tespit edilirken, birden fazla bileşenli sistemlerde ise sinterleme sıcaklığı, ergime sıcaklığı düşük olan bileşenin ergime sıcaklığının üzerinde, ergime sıcaklığı yüksek olan bileşenin ergime sıcaklığının altında seçilir. Sinterleme süresi kullanılan malzemeye göre değişir. Sinterleme süresi ile sinterleme sıcaklığı arasında ters orantılı bir ilişki vardır. Sinterleme sıcaklığı yükseldikçe sinterleme süresi azalır [2].

Sinterlemeyi etkileyen pek çok faktör vardır. Bunlar; Toz boyutu, sıcaklık, alaşım elementleri, ham yoğunluk, sinterleme atmosferi, vb. Sinterleme mekanizmasının etkin olabilmesinde en önemli etken preslenecek ve sinterlenecek tozların yüzeyinde oksit veya sinterlemeyi olumsuz etkileyecek tabakaların oluşmamasıdır. Eğer oksit tabakaları oluşmuşsa ve presleme sırasında kırılmamışsa sinterleme hiç olmaz ya da çok verimsiz gerçekleşir [4].

Sinterleme, yüksek sıcaklıkta atomların yayınımları ve küçük parçacıkların yüzey enerjisinin azalmasıyla gerçekleşir. Toz üretiminde malzeme yüzeyine belli bir enerji verilerek yüzey alanı veya yüzey enerjisi oluşturulur. Sinterleme ile bu yüzey enerjisi giderilir. Birim hacimdeki yüzey enerjisi parçacık boyutu ile ters orantılıdır. Bu nedenle, daha yüksek özgül yüzey alanına sahip olan küçük boyuttaki parçacıklar daha yüksek enerjiye sahiptir ve daha hızlı sinterlenir. Fakat yüzey enerjisinin tamamı sinterlemeye harcanmaz [27].

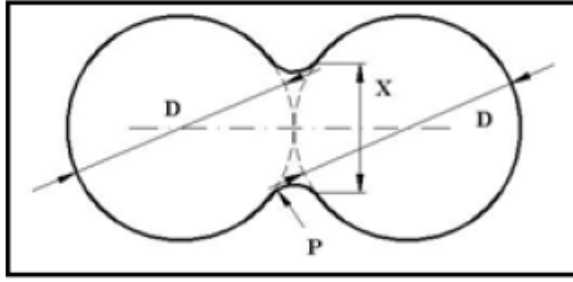
Sinterleme işleminde, yüksek sıcaklıklarda parçacıklar birbirine kaynaşır. Katı hal atomik geçiş olaylarının görüldüğü sinterleme işlemi, ergime noktasının altındaki sıcaklıklarda uygulanmasına rağmen birçok durumda sıvı-faz oluşumu gerçekleşir. Mikro yapı boyutundaki kaynaklaşma, parçacıkların birbirine değdiği temas noktalarında yapışma boyunlarının büyümesi şeklinde oluşur. Bu şekildeki boyun büyümesi toz özelliklerinin değişmesine de neden olur. Sinterleme işlemi esnasında, nokta teması ile başlayan, ara parçacık bağının gelişmesi ile devam eden mekanizmaya çift-küre sinterleme modeli denmektedir (Şekil 2.16.). Bu modelde, parçacık temasının sonucunda oluşan boyun büyümesiyle yeni tane sınırı oluşur. İki parçacık ilk çapın 1.26 katı olan bir son çapla tek bir parçacık oluşturacak şekilde birleşir.



Şekil 2.16. Çift-küre sinterleme modeli [67].

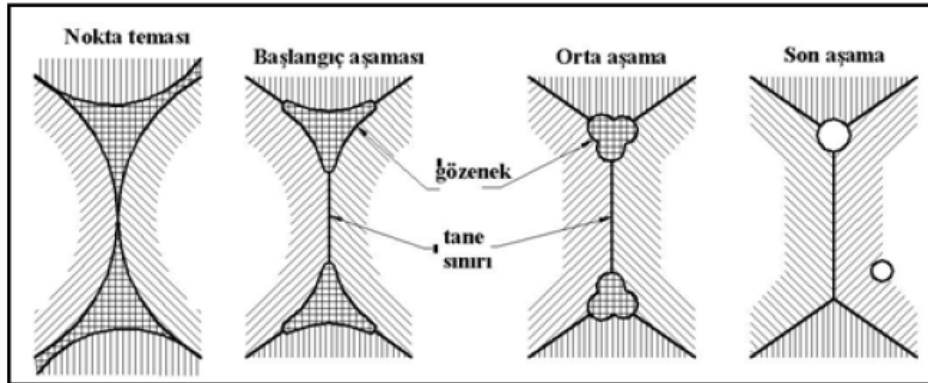
Sinterleme esnasında numunede bazı aşamalar oluşmaktadır. Bunalar;

- Sinterleme esnasında yağlayıcılar giderilir
- Oksitlerin indirgenmesi olur (Fırın atmosferindeki indirgeyici gazlar sayesinde)
- Difüzyon oluşur: Tozlar arası atomsal yayılım sonucu kaynaklaşma
- Gözenek küreselleşmesi ve küçük gözeneklerin kaybolması
- Yoğunlaşma: Sinterlenmiş parça yoğunluğu ham parça yoğunluğundan yüksek
- Ayrıca sinterleme esnasında (yağlayıcıların, bağlayıcıların giderilmesi ve bazı alaşım elementlerinin buharlaşması nedeniyle) kütle kaybı olabilir.



Şekil 2.17. Boyun çapı X olan iki küresel parçacığın sinterleme profili. Küre çapı D ve boyunun dairesel profilinin yarıçapı P'dir. (X = boyun çapı, D = parçacık, P = boyun yarıçapı) [27].

Sinterleme sırasında atom hareketi görülmez, ancak hacim değişimleri meydana geldiğinden, işlem genelde bu değişimler ile izlenir. Boyun büyümesi bunlardan bir tanesidir. Sinterlemenin temel ölçülerinden biri, Şekil 2.17 de tanımlandığı gibi boyun büyüklük oranıdır. X/D , boyun çapının parçacık çapına oranıdır [27]. Şekil 2.18 de ise sinterleme işlemi esnasında parçacıklar arasındaki bağlar ve gözeneklerdeki değişimler şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 2.18. Sinterleme basamaklarına göre gözenek yapısındaki değişim [27].

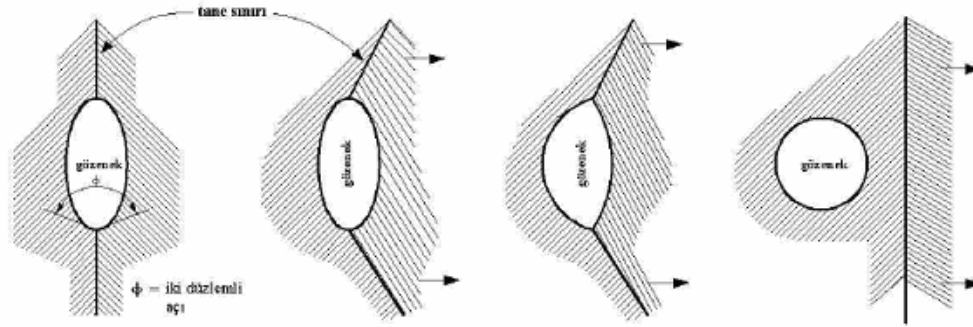
Sinterleme sonrası malzemelerin mekanik ve tüm işlevsel özelliklerine en etkin sonuç parça içerisinde oluşan boşluk ya da gözenek miktarıdır. Her ne kadar bu oluşumlarda presleme basıncı ve malzemenin özellikleri etkinse de, sinterleme sonrası gözeneklilik miktarı da çok önemlidir. Sinterleme sırasında her ne kadar ebatlarda değişiklik istenmese de, boşlukların giderilmesi için katı transfer

işlemlerinin olması beklenir. Bunlar; hacimsel difüzyon, tane sınırı difüzyonu, plastik akış ve sıvı akışı şeklindedir [4].

Sinterleme ilerledikçe, gözenek-tane sınır etkileşimi üç şekil alabilir:

- Gözenekler tane sınırlarında kalarak tane büyümesini engeller,
- Gözenekler hareket eden tane sınırları tarafından sürüklenerek tane büyümesini yavaşlatır.
- Tane sınırları gözeneklerden koparak ayrılır.

Son durumda, tane içinde izole edilmiş gözenekler oluşur ve yoğunlaşma ilerlemez. Tipik sinterleme sıcaklıklarında, malzemelerin çoğu orta veya aşırı düzeyde tane büyüme hızları gösterir. Yüksek sıcaklıklarda, Şekil 2.19’da gösterildiği gibi tane sınırı hareketi gözenekten ayrılmaya yol açar. Düşük sıcaklıklarda, tane büyümesi yavaş olduğundan gözenekler tane sınırına bağlı kalır. Gözenek hareketi yüzey yayını ve buharlaşma-yoğunlaşma ile mümkündür. Sonuç olarak, sinterlemede mikro yapı gelişiminin ana belirleyicisi sıcaklıktır [27].



Şekil 2.19. Sinterlemenin son aşamasında gözenek izolasyonu ve küreselleşmesi [27].

Son zamanlarda tam yoğun malzeme elde etmek için sıkça kullanılan bir metotta sıvı faz sinterlemesidir. Bu işlemde, katı fazların yanı sıra sıvı faz da oluşur. Sıvı faz difüzyon hızını büyük ölçüde artırarak parçacıklar arası bağ oluşum hızını artırır. Bu oluşum gözenek yapısı, mukavemeti, iletkenliği, manyetik özellikleri korozyon dayanımını büyük oranda etkiler [68].

Sinterleme işleminde en önemli parametrelerden biri de sinterleme atmosferidir. Sinterleme için gerekli olan atmosfer prensip olarak parçaların ve fırının oksitlenmesini önlemek, yüzey oksitlerini indirgemek, fırında buharlaşan yağlayıcı gazları dışarı atmak ve demir karbon alaşımlarında olduğu gibi blok parçanın bileşimini kontrol etmek için kullanılır. Endüstride, genellikle oksitlenmeyi minimuma indirmek için koruyucu atmosfer olarak Ar, H veya N gazları kullanılır [69].

2.7. Mikro yapı

Mekanik alaşımlama sırasında oluşan mikro yapı, katılan tozların özelliklerine, şekline, boyutlarına, sünekliğine ve benzeri birçok özelliklerine büyük ölçüde bağlıdır. Sünek toz parçacıkları kullanımı durumunda öğütmenin erken safhalarında kompozit tabakalı bir yapı oluşur. Bu tabakalar başlangıç öğelerinin çok çeşitli birleşimleridir. Bu işlem aşamalı olarak toz tabakaları arasındaki difüzyonun da yardımıyla mekanik yorulma vasıtası ile tozlar inceltir ve homojenleştirilir [70,71].

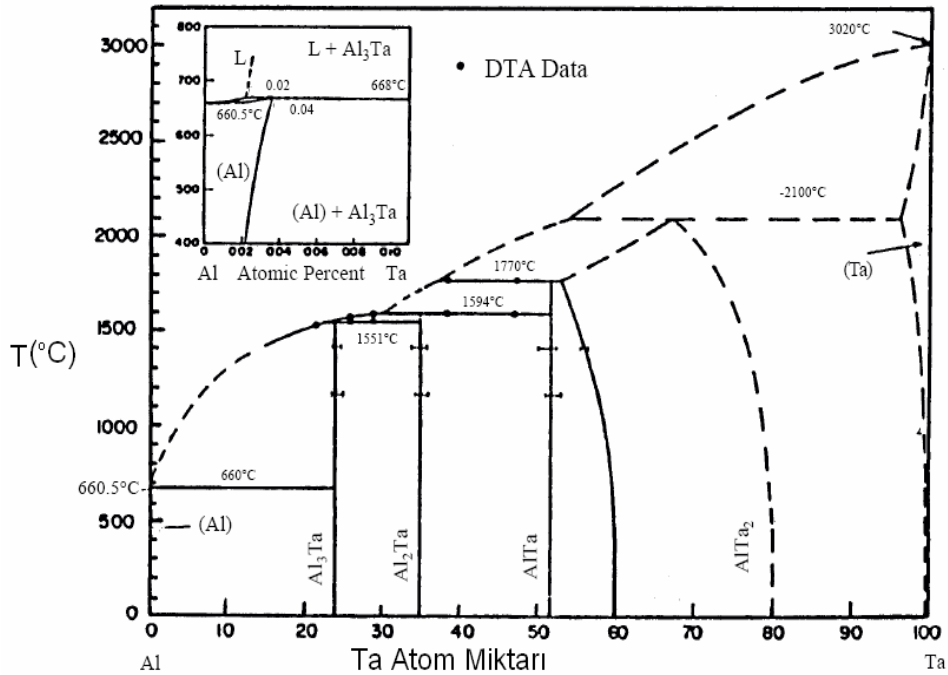
Geleneksel toz karakterizasyon metotları MA sonrası tozlar için de kullanılabilir. Toz boyut ve şekilleri için doğrudan ölçme, optik mikroskop veya SEM çalışması da yapılabilir. Toz boyutları ölçülürken genellikle topaklanmış tozlara dikkat edilmelidir. Bir toz parçacığı birçok tozun birleşmesi (yapışması) şeklinde görülebilir. Topaklanmış (aglomera olmuş) tozlar sarsıntı ile ayrışabileceği gibi kimi zaman topak halinde kalarak tek toz tanesi gibi de görünebilmektedir. Hatta bu difüze olmuş aynı kristal diziliminde birkaç toz şeklinde de olabilir. Amorf yapıya sahip malzemelerde çok farklı metotlarla analizi sonuçlandırmak mümkündür (XRD difraksiyonu, Nötron difraksiyonu v.b.). Bunların belirlenmesinde diferansiyel termal analiz gibi (DTA) metotları da kullanılabilir. Nano-fazlı yapıların tespit edilmesinde tane yapısının çok küçük olması gibi problemler yaşanabilir. Tek başına mikro yapı incelemelerinin yetersiz kaldığı durumlarda farklı analiz metotları kullanılabilir [4].

Resim 2.6'da TM 6061 alaşımlarının farklı zamanlarda mekanik alaşımlanması ile oluşan mikro yapıları görülmektedir. İlk aşamada tozlar küresel iken mekanik

alaşımlama ile incelmeye başlamaktadır. Belli bir mekanik alaşımlama süresine kadar taneler incelmeye devam etmiş ve daha sonra kırılarak katmanlaşmaya başlamıştır. Zaman ilerledikçe katmanlar arası mesafe azalmaya başlamış ve tane boyutu küçülmeye başlamıştır. Bu oluşum malzemeden malzemeye göre farklılık gösterebilmektedir. İşlem parametreleri de bu oluşum üzerinde etkiye sahiptir.

2.8. Mekanik Alaşımlamanın Avantajları

Mekanik Alaşımlama ile döküm ve ergitme gibi geleneksel yöntemlerle üretilmesi çok zor veya imkânsız olan alaşımları üretmede eşsiz bir yöntemdir. Örneğin, Al-Ta çiftli sistemi (Şekil 2.20.) Al (933 K) ve Ta (3293 K) arasındaki ergime noktalarındaki olağanüstü farkı göstermektedir. Bu aşırı sıcaklık farkı bu tip alaşımların endüstriyel olarak üretilmesini kısıtlamaktadır. MA yöntemi bu tarz yeni amorf malzemeleri geniş bir alanda oluşturmayı sağlamaktadır [37].



Şekil 2.20. Al-Ta ikili sisteminde faz ilişkisi [72].

MA birçok nano-kristalli ve nano-kompozit malzemelerin imalinde kullanılmaktadır. Bu yöntem özellikle metal karbit ve metal nitrit gibi refrakter malzemelerin

üretiminde kullanılan çok basit bir tekniktir. Son günlerde, MA yöntemi, çeşitli metal oksitlerin oda sıcaklığında üretiminde kullanılmaktadır. Ayrıca birçok amorf malzemenin oda sıcaklığında üretiminde kullanılmaktadır [37].

MA yöntemi, deneysel ve üretim süreçleri olarak bütün ikili, üçlü ve çoklu sistemlerde kolaylıkla kullanılabilir. Bu sebepten MA yöntemi, üretim ve ticari anlamda çeşitli avantajlar sağlamaktadır [1,3]. Bu avantajları şu şekilde sıralayabiliriz.

- MA işlemi, bir katı hal işlemi olduğundan dolayı, geleneksel ergitme teknikleriyle üretilmesi çok zor veya imkânsız olan elementlerin (WC-Co gibi) üretilebilmesi,
- Birbiri içinde sıvı fazda (Cu-Pb) veya katı fazda (Fe-Cu) çözünmeyen elementlerin alaşımlanabilmesi,
- Ergime sıcaklıkları arasındaki fark oldukça fazla olan malzemelerle intermetaliklerin üretilebilmesi,
- Katı-sıvı-gaz şeklinde alaşımlama sırasında oksit, nitrür ve karbürlerin takviye edilebilmesi
- Termodinamik olarak, alaşımlamada kompozisyon sınırlaması yoktur. Böylece çok geniş ve sıra dışı alaşımların elde edilmesi mümkündür.
- Matris içindeki homojen dağılmış parçacıklar sayesinde dislokasyon hareketlerini engelleyen bariyerlerin oluşturulması,
- Parçacıklar sayesinde, toparlanmayı ve yeniden kristalleşmeyi engellemesi veya yavaşlatması, böylece malzemelerin yüksek sıcaklık kırılabilirliğinin artırılması,
- MA ile elde edilen tozların yapısında tamamen homojenlik sağlanabilir. Böylece segregasyon problemi minimuma indirilebilir.
- Korozyon ve aşınma direnci yüksek, termal kararlılığı gelişmiş uygun malzeme üretilebilmesi,
- Bir seferde oldukça fazla miktarda tozun üretilebilmesi ve alaşımlanabilmesi,
- Depolanması ve fabrikasyonu kolaydır,
- Sinterleme ile birlikte kritik sıcaklıklarda ısıtım işlemi imkanı,
- Nano-kristalli malzemelerin üretimine olanak sağlaması,
- İstenilen reaksiyonları oluşturmaları ve hızlandırması,

- Presleme ve sinterleme işlemleriyle %100'e yakın yoğunlukta parça üretilebilmesi,

2.9. Kompozit Malzemeler

Kompozit, iki veya daha fazla ayrı malzemelerin makro yapıda kombinasyonu ile yapılan, aralarındaki bileşimi fark edilebilen bir yapıdır. Kompozit malzemeler sadece yapısal özelliklerinden dolayı değil, onların elektriksel, termal ve çevresel uygulamaları için kullanılır. Modern kompozit malzemeler genellikle istenen belirli özellikteki parçaları üretmekte kullanılır [73].

İdeal bir kompozit malzeme içerisinde bulundurduğu her bileşenin noksanlıklarını azaltıp, uygun özelliklerini kullanarak oluşturulur. Kompozit malzemeler güçlü, daha mukavemetli ve daha hafif olup her bir bileşenin özelliklerinden daha üstündür[74].

2.10. Metal Matrisli Kompozit (MMK) Malzemeler

Hafif, mukavemetli ve rijit malzemelere olan gereksinim metal matrisli kompozitlere olan ilgiyi artırmakta ve teknolojik gelişmelerle birlikte büyük ölçekte MMK kullanımı da artmaktadır. MMK'lerde alüminyum, magnezyum, titanyum ve bunların alaşımları ile bazı süper alaşımlar matris malzemesi olarak kullanılmaktadır. Sürekli fiber, kısa fiber, wisker veya parçacık şeklinde üretilen, örneğin bor, karbon silisyum karbür ve alümina gibi seramikler veya çelik, tungsten gibi bazı teller ise takviye elemanı olarak kullanılmaktadır. MMK'lerde kompozit özellikleri, katkı ve matris alaşımlarının özelliklerine ve makro yapı özellikleri gibi çeşitli etkenlere bağlıdır [41].

Parçacık takviyeli MMK'ler, genellikle düşük dayanımlı bir matris yapı ile sert, kırılğan, yüksek dayanıklı seramik parçaların değişik yöntemlerle bir araya getirilmesi ile üretilen 2 ve/veya fazla malzemenin bileşimidir. Bu malzemelerin özellikleri, bileşimi oluşturan bileşen özellikleri ile karşılaştırıldığında önemli derecede farklılıklar gözlemlenmektedir. Ana malzemeye göre akma, çekme ve bazı durumlarda da yorulma dayanımı oda sıcaklığında ve yüksek sıcaklıklarda önemli

derecede artar. Parçacık takviyeli MMK'ler ana yapıya göre yüksek modül, düşük ısı genleşme katsayısı, yüksek aşınma direnci ve yüksek sertlik gibi fiziksel özelliklere sahiptir [75].

Bu malzemelerin seçiminde neredeyse hiçbir sınırlama yoktur. Deneysel çalışmalara bakıldığında çok farklı türlerin kullanıldığı görülmektedir. Ancak bunların optimum kullanım şartlarının belirlenmesinde ve pratikte kullanılmasında temel bazı şartlar aranır. Matris malzemesi, takviye elemanı ve / veya elemanlarını bir arada tutarken, aynı zamanda yük aktarımını, kayma, basma, akma, diaelektirik ve sürünme özellikleri gibi nitelikleri de bünyesinde toplar. Matris içerisindeki takviye elemanları, sertlik artışının yanı sıra, korozyon direnci, aşınma direnci ve yüksek sıcaklık performansı gibi özellikleri de iyileştirir. MMK'lerin üretim teknikleri oldukça fazladır. Kısaca; bu kompozitlerin üretim teknikleri Çizelge 2.1'deki gibi sıralanabilir.

Çizelge 2.1. MMK'lerin üretim teknikleri [4].

Sıvı hal metotları	Katı hal metotları	In-situ metotları
İnfiltrasyon	Toz metalurjisi	Yönlü katılaştırma
Sıkıştırma döküm	Difüzyonla birleştirme	Tercihli yönlendirilmiş metal oksidasyonu
Basınçlı döküm	Sıcak haddeleme	
Yarı katı döküm		
Karıştırmalı döküm		
Püskürtme döküm		

2.11. Al Matrisli Kompozit Malzemeler

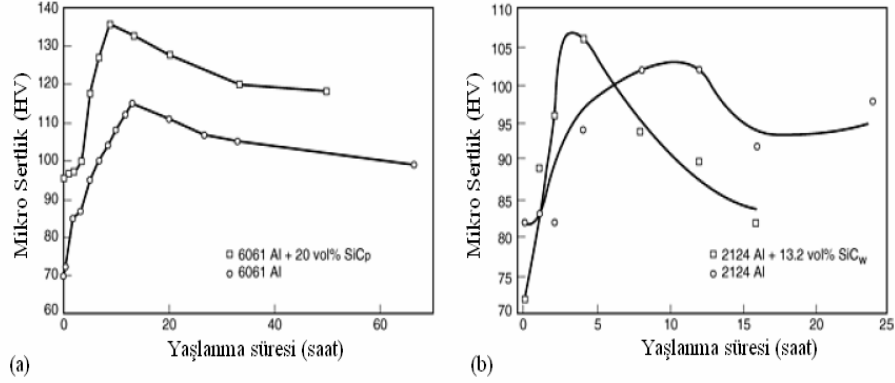
Devamlı olmayan şekilde güçlendirilebilen Al esaslı MMK malzemeler ticari olarak en çok kullanılanlarından bir tanesidir. Sert parçacıkların bir araya gelmesi sertliği ve dayanıklılığı artırmakta ancak sünekliliği azaltmaktadır. İlave edilen yumuşak grafit parçacıkları ise sertliği ve sünekliliği artırmaktadır. Al MMK'ler metalurjik üretim yöntemlerinden dövme ve dökme yöntemlerinin ikisi birden kullanılabilir [76].

Parçacık takviyeli MMK'lerin klasik üretim yöntemlerinden en fazla kullanılanları toz metalurjisi ve dökümdür. Döküm yöntemi ile üretimde sıkça karşılaşılan problemler, ilave edilen parçacıkların yüzmesi, çökmesi ve gözenekliliktir. TM Al için genelde tercih edilen yöntem olmasına rağmen, sinterleme sıcaklığının yüksekliği, sinterleme süresinin uzun olması, tam yoğunluk için sinterleme sonrası ikincil işlemlere ihtiyaç duyulması, (ekstrüzyon gibi) bazı sorunları da gündeme getirmektedir [4].

Alüminyum oksit gibi takviye yardımıyla güçlendirilmiş kompozitler yaygın olarak kullanılmaktadırlar. Son zamanlarda Al- %30 SiC kompozit malzemelerin alüminyum oksitle birlikte takviyesi sürünme özelliklerini geliştirmiştir. Al_2O_3 ve Al_4C_3 gibi ince parçacıklar alüminyum bazlı kompozit malzemelerde takviye elemanı olarak yaygınca kullanılmaktadır. Alüminyum oksit matris içinde ince çatlaklar şeklindedir, bunların matris içerisine takviye edilmesi ancak TM veya MA yöntemleri sağlanabilmektedir. Takviye edilmiş Al-SiC kompozit malzemelerde matris içerisine Al_4C_3 ilavesi ve bunların takviye oranlarının artmasıyla sürünme dayanımını olumlu yönde etkileyeceği söylenmektedir [77].

Değişik metal karbürleri (IV-VI grubu) ticari olarak önem kazanmıştır. Çünkü sıra dışı sertlik değerlerine sahiptirler. Bunların yüksek sıcaklık dayanımları ve performansları kullanım alanlarını artırmıştır. Çoğu karbür türünün mikro sertlik değerleri $2000-3000 \text{ kg/mm}^{-2}$ arasındadır ve alüminyum oksit ile elmas arası sertlik değerlerine sahiptirler [4].

Yaşlandırılabilen kompozitlerden, herhangi bir yaşlandırılabilir MMK'nin özellikleri (ör: 2xxx, 6xxx ve 7xxx alaşım serileri) ısı işlem ile güçlendirilebilir [78].



Şekil 2.21. Parçacık takviyesinin matris üzerindeki mikro sertliğe yaşlanma süresine bağlı olarak etkisi. (a) Al 6061 + SiC_p at 180 °C (81). (b) Al 2124 + SiC_w at 177 °C [79].

Alüminyum için en yaygın kullanılan alaşımlardan bir tanesi Al-Ti alaşımları havacılık sektöründe büyük yer tutmaktadır. Hafif olmaları, yüksek sıcaklık dayanımlarının iyi olması, iyi korozyon direncine sahip olmaları ve nispeten ucuz olmaları tercih nedenlerindendir. MA yöntemi ile Al-Ti alaşımlarına ikincil fazlarında ilavesi mümkündür. Genellikle bu işlemler asal gaz ortamında yapılmaktadır (Oksit oluşumunu engellemek için) [80–83].

Jangg ve arkadaşları alüminyum alaşımlarının takviyesinde kullanılan parçacıkların etkinliği üzerinde araştırmalar yapmışlardır. Bu alaşımlar için kullanılan klasik yöntemlerde (döküm, karıştırma v.b.) takviye olarak Al₂O₃ yüksek sıcaklıklarda büyümesi ve homojen bir dağılım elde edilememesi gibi sorunlarla karşılaşmaktadır. Bu sebepten alüminyuma karbon ilavesi sonucu oluşan Al₄C₃ parçacıklarının malzemeyi daha da geliştireceği düşünülerek çalışmalar yapılmaktadır. Elde edilen alaşımlarda sertliğinin arttığını, aşırı yaşlanmanın yavaşladığını ve dikkat çekici derecede aşınma direncinin arttığı gözlemlenmiştir [84].

Barlow ve arkadaşları Al-Ti-O-C sistemlerinde MA sonrası farklı sinterleme ve termomekanik işlemler ile Al₄C₃ oluşumunu ve gelişme kinetiği üzerine çalışmalar yapmışlardır. Sinterleme 600 °C sıcaklıkta farklı sürelerde gerçekleştirilmiş ve

değişik oluşumlar tespit edilmiştir (Al_4C_3 , Al_2O_3 , Al_3Ti). 504 saat sinterlemenin sonrasında alüminyum karbürlerin boyutları 60–80 nm, genişliklerinin ise 10–20 nm olarak tespit edilmiştir. Aynı sıcaklıkta 1500 saat ısıtıl işlem uygulanan numunelerde ise Al_4C_3 boyutlarının 200 nm'ye kadar ulaştığı tespit edilmiştir. Oluşan parçacıkların genellikle tane sınırlarında meydana geldiğini tespit etmişlerdir. Ekstrüze edilmiş malzemelerde ise birim miktar olarak en fazla parçacığın ilk 24 saat içerisinde meydana geldiğini tespit etmişlerdir. Veriler ile Al_4C_3 oluşumunda 24 saat ile 504 saat aralığında lineer bir seyir tespit etmişlerdir [85].

Barlow ve arkadaşlarının benzer bir diğer çalışmalarında Al_4C_3 büyüme kinetiğinde dislokasyonların etkisini incelemişlerdir. Aynı iki kompozisyondaki malzemeyi MA sonrası 520 ve 560 °C'ta ekstrüze etmişlerdir. Ekstrüze edilen malzemeleri daha sonrasında 1500 saate kadar 600 °C sıcaklıkta sinterlemişlerdir. MA işlemi esnasında ve ekstrüzyonda meydana gelen deformasyon etkileri oluşum sırasında önemli rol oynamaktadır. Her iki malzemede de yeni tane sınırlarının oluşumu ve Al_4C_3 parçacıklarının büyümesi yapıda bulunan dislokasyonlarla doğrudan ilgilidir. Isıl işlem esnasında karbürler tercihen tane sınırlarını ve yoğun dislokasyon bölgelerini seçmektedirler. Her iki malzeme karşılaştırıldığında, 520 °C'ta ekstrüze edilen malzemede Al_4C_3 parçacıklarının 560 °C'ta ekstrüze edilene kıyasla daha hızlı büyüdüğü tespit edilmiştir. Bunun nedeni olarak MA esnasında eklenen Mg ve Li'un pekleşmeyi artırması ve ekstrüzyon sıcaklığının düşük olması olarak gösterilmiştir. Yine her iki malzemede, 500–1500 saat aralığında karbürlerin kararlı oldukları ve büyüme hızlarının çok yavaşladığı gözlemlenmiştir [86].

2.11.1. Parçacık takviyeli Al matrisli kompozitlerin mekanik özellikleri

Yapılan araştırmaların çoğunda matris malzemesiyle, parçacık takviyeli Al alaşımlarının mekanik özellikleri kıyaslanmış ve mukavemetlendirilmiş Al alaşımlarının mekanik özelliklerinde belirgin bir artışın olduğunu tespit etmişlerdir. Haksin ve arkadaşları, ısıtıl işlem sonrası elde edilen yapı içerisinde homojen dağılmış alumina parçacıklarının matrisin çekme özelliklerini yükselttiğini gözlemişlerdir. Ayrıca aynı araştırma grubu bu tür kompozitlerin aşınma dirençlerinin de arttığını

rapor etmişlerdir. Sato ve arkadaşları da benzer sonuçları püskürtme ile üretilmiş kompozit malzemelerde tespit etmişlerdir. Bu malzemelerin kesit daralması ve uzama miktarları parçacık miktarlarındaki artışla ters orantılıdır [4].

Birçok araştırmacı SiC takviyesinin özellikle alüminyumun aşınma direncini ve elastik modülünü olumlu yönde etkilediğini rapor etmişlerdir. Sıcaklık arttıkça Al-Al₄C₃ kompozitlerinin plastik özellikleri düşmektedir. Şekillendirilmeleri sırasında sert takımların kullanımına ihtiyaç vardır. Genellikle bu tür ince parçacıkla güçlendirilmiş kompozitlerin kombinasyona göre sıcaklıkları yükselmekte ve yüksek çekme hızları süper plastik davranışı etkilemektedir. Bu sağlamış olduğu avantajlar parçacık takviyesinin önemini artırmıştır [4].

2.12. Yaşlanma Isıl İşlemi

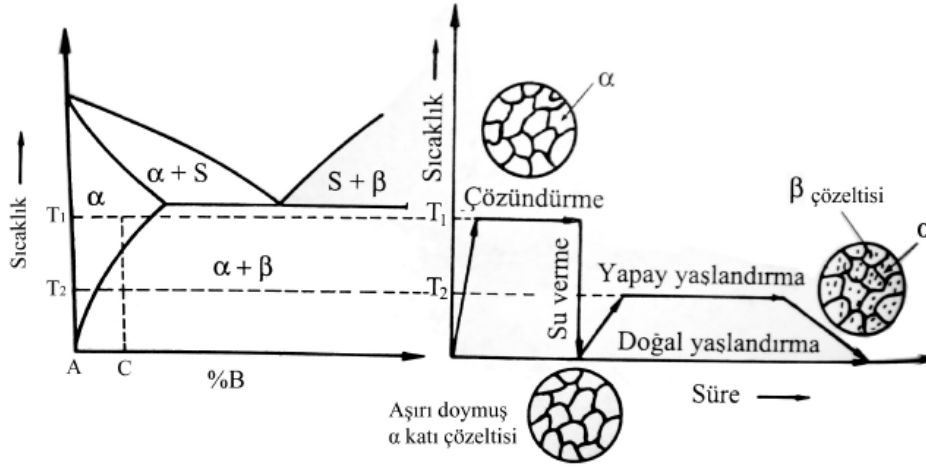
Yaşlandırma ısıl işlemi, yumuşak ve sünek matriste ince, sert ve matrisle uyumlu çökeltilerin oluşumunu sağlamak için uygulanır [87]. Matris içinde uygun şekilde dağılan çökeltiler, dislokasyon hareketlerini engelleyerek, alaşımların mukavemet değerlerinde artışa neden olurlar. Yaşlandırma ısıl işlemi ile, bakır alaşımlarının, martenzitik paslanmaz çeliklerin ve ısıl işlem uygulanabilen alüminyum alaşımlarının (Ör: 2xxx, 6xxx ve 7xxx alaşım serisi), sertleşmesi sağlanarak dayanımları artırılabilir. Yaşlandırma ısıl işlemi, üç aşamadan meydana gelmektedir. Bunlar; solüsyona alma, su verme, yaşlandırma işlemleridir.

2.12.1. Solüsyona alma ısıl işlemi

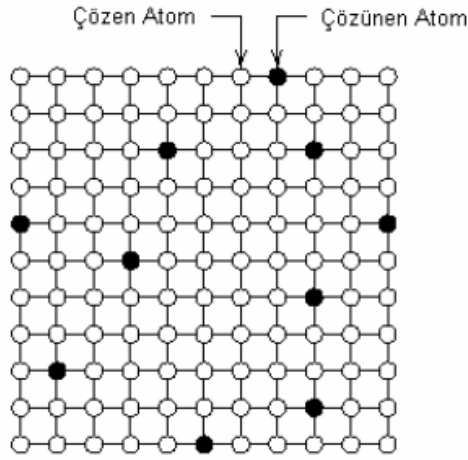
Sıvı durumda her oranda, katı durumda ise kısmen çözünen yapıya sahip bir alaşım, tek fazlı bir yapı (α) elde etmek amacıyla, alaşımın faz diyagramında belirtilen solvüs sıcaklığının üzerinde T1 sıcaklığına kadar ısıtılır (Şekil 2.22). Bu sıcaklıkta alaşımdaki bütün fazların (α ve β) tek faz içinde çözünmesi sağlanıncaya kadar bekletilir. Bekleme süresi, alaşımların yapısına göre değişiklik gösterir. Alaşımlara uygulanan bu isleme çözündürme uygulaması veya solüsyona alma ısıl işlemi denir [88].

2.12.2. Su verme

Su verme işlemi, solüsyona alma ısıtıl işlemi ile elde edilen tek fazlı (α) katı çözeltisini, çökeltilerin oluşmasına izin vermeyecek şekilde, T_1 sıcaklığından süratle soğutmaktan ibarettir (Sekil 2.22). T_1 sıcaklığındaki malzemenin, ani olarak uygun bir sıvı içerisinde soğutulması nedeni ile aşırı doymuş (supersaturated) bir yapı elde edilir. Aşırı doymuş yapı, malzeme içinde bulunan çözenin (Sekil 2.23) (örneğin alüminyum alaşımlarında alüminyum, magnezyum alaşımlarında magnezyum), denge koşullarında, alaşım elementinin çözebileceği miktardan daha fazla madde çözmesi anlamına gelir ve kararsız bir durumdur. Kararlı bir yapının oluşması, orta dereceli dayanıma ve önemli oranda sünekliğe sahip bu yapının yaşlandırılması ile mümkündür. Su verme işleminden sonra ısıtılarak gerçekleştirilen yaşlandırmaya yapay yaşlandırma, oda sıcaklığında kendiliğinden olan yaşlandırmaya ise doğal yaşlandırma adı verilir [88].



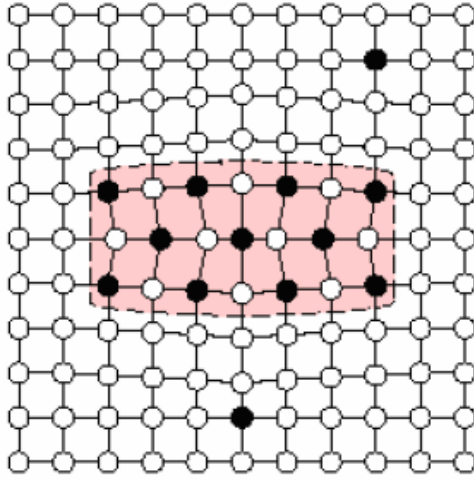
Şekil 2.22. Çözündürme ve yaşlandırma aşamalarını içeren çökelme sertleşmesini gösteren şekil [88].



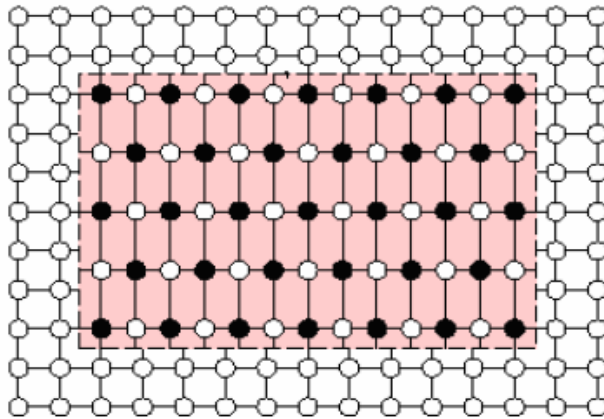
Şekil 2.23. Çözen atom içerisinde dağılan çözünen atom

2.12.3. Çökelme sertleşmesi (Yaşlandırma)

Solüsyona alma ısısal işleminde elde edilen, orta dereceli dayanıma ve önemli oranda süneklığe sahip aşırı doymuş yapının mukavemet değerleri, çökelme sertleşmesi ile daha da arttırılabilir. Yaslandırmanın ilk aşamasında, aşırı doymuş yapı içerisindeki fazlalık atomları kümeleşir ve ilerleyen aşamalarda, çekirdekleşme mekanizmasının etkin hale gelmesiyle, β fazının (çökelti) çekirdeklerini oluşturur (Şekil 2.22) [88]. Çökelme sertleşmesinin oluşumu, matris içinde, çözünen atomların meydana getirdiği uyumlu çökelti oluşmasına bağlıdır (Şekil 2.24). Uyumlu bir çökelti oluştuğunda, çökelti kafesinin atom düzlemleri ile matris kafesinin düzlemleri arasında süreklilik oluşur. Süreklilik oluşumu, çökelti etrafında geniş bir gerilme alanı oluşturur ve bu alan içerisinde geçen dislokasyonların hareketleri zorlaşır [87]. Alaşımın matris yapısı ile uyumlu çökelti, dislokasyon hareketlerine engel olarak, alaşımın sertliğini ve mukavemetini önemli ölçüde arttırırlar. Ancak, aşırı yaşlandırma durumunda, çökelti daha da büyüyerek, matrsten bağımsız olarak kendi kristal yapılarını oluşturur ve kendisini çevreleyen matris ile uyumsuz bir yapı meydana getirirler (Şekil 2.25). Bu durumda malzemenin mukavemet değerlerinde düşüş görülür.

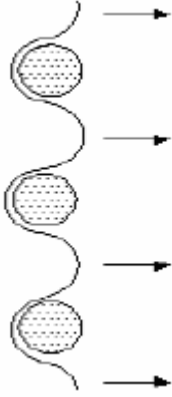


Şekil 2.24. Kendisini çevreleyen matris ile uyumlu çökelti (ideal çökelti).

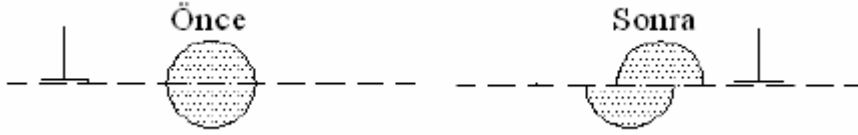


Şekil 2.25. Kendisini çevreleyen matris ile uyumsuz çökelti (aşırı yaşılanmış çökelti).

Buna ilave olarak, çökelme sertleşmesinde, alaşımın sertliğini ve dayanımı arttıran bir diğer etken ise, çökelti boyutlarıdır. Yaşlandırma zamanı arttırıldığında, çökelti boyutları büyüyerek aralarındaki mesafe azalır ve bu ise dislokasyon hareketlerini engelleyerek sertlikte artışa neden olurlar (Şekil 2.26). Çökelti boyutları aşırı derecede artar ise, dislokasyonlar çökeltiyi kesebilir (Şekil 2.27) ve bu durum sertlikte düşüşe neden olur.



Şekil 2.26. Çökeltiler arasında oluşan yarım halka şeklindeki dislokasyonlar [89].



Şekil 2.27. Aşırı büyük çökeltilerin dislokasyonlar tarafından kesilmesi [89].

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

3.1. Giriş

Yapılan tez çalışmasında AA2014 içerisine MA yöntemi ile C katı faz reaksiyon tekniği ile yapı içerisinde Al_4C_3 fazı oluşturulmaya çalışılmıştır. Al_4C_3 oluşumuna farklı ısıtma sıcaklıklarının ve ısıtma sürelerinin etkileri araştırılmıştır. Yapılan çalışmada numunelere farklı sürelerde ısıtma uygulanarak Al_4C_3 oluşumu üzerine etkileri araştırılmıştır. Al_4C_3 yapısının sertliğe olan etkileri değerlendirilmiştir. Yapılan yaşlanma işlemi ile sertlikte olan değişimler kontrol edilmiştir. Çalışmada SEM ve EDS kullanılarak karbürün oluşması tahmin edilen tane sınırlarında analiz yapılarak karbon tayinleri yapılmaya çalışılmıştır. Yapılan XRD çalışmasıyla oluşturulmak istenen karbürler tespit edilmeye çalışılmıştır. Yaşlanma işlemi ile birlikte AA2014 alaşımının yaşlanma sonuçları ile karbon sentezlenerek Al_4C_3 oluşturulan numunelerde karşılaştırılmalar yapılmıştır. Sonuçlar incelendiğinde karbür oluşturulan yapılarda, yüksek sertlik değerlerine ulaşılabilmektedir.

3.2. Malzeme

Kullanılan AA2014 tozları, G.Ü.T.E.F. Döküm A.B.D.'da bulunan gaz atomizasyon ünitesinde üretilmiştir (Resim 3.1). Üretim aşamasında gerekli destek 41/2009-04 nolu "[Gaz Atomizasyonu ile Al ve Alaşım Tozlarının Üretimi](#)" adlı BAP projesinden sağlanmıştır. Üretilen tozların bileşimleri SEM ve EDS sistemiyle kontrol edilmiştir. Tozlar daha sonra elek analizi yardımı ile boyutlandırılmıştır.



Resim 3.1. Düşey gaz atomizasyon ünitesi

1.Ergitme ünitesi 2.Atomizasyon kulesi 3.Toz toplama ünitesi 4.Siklon
5.Fan 6.Basınçlı gaz ünitesi 7.Sıcaklık kontrol ünitesi

MA işleminde kullanılan C'nin ve Gaz Atomizasyon Yöntemi ile Üretilen tozların özellikleri Çizelge 3.1'de verilmiştir. Çizelge 3.2'de ise üretilen tozun kimyasal bileşimi verilmiştir.

Çizelge 3.1. Kullanılan karbon tozunun ve AA2014 alaşımının özellikleri

C (Karbon)	Alfa-Aesar	-20 μm , 180 μm	%99,9 saflıkta
ALAŞIM	Temper	Boyut/Eti No	Sertlik (HV)
ETİAL-21	T-6	139	145

Çizelge 3.2. AA2014 Alüminyum alaşımının kimyasal bileşimi

İÇERİK	Al	Cu	Si	Mn	Mg	Fe	Zn	Cr	Ti
% ORAN	93,5	4,06	0,6	0,57	0,56	0,47	0,106	0,03	0,01

3.3. Mekanik Alaşımlama ve Atritörün Optimizasyonu

MA işlemi, Gazi Üniversitesi Mimarlık Mühendislik Fakültesi Kimya Mühendisliği Bölümünde yapılmıştır. Çalışmalarda kullanılan atritörün şematik görünümü Şekil 3.1'deki gibidir. Cihazda yapılan tüm çalışmalarda öncelikli olarak tüm parametreler (atmosfer, bilya-toz oranı, işlem kontrol kimyasalı, kabın doluluk oranı, öğütme hızı, öğütme süresi, sıcaklık) ayrı ayrı ele alınarak deney için en uygun parametreler yapılan ön çalışmalarla belirlenmiştir.

Gaz atomizasyon yöntemi ile üretilen AA2014 tozları, C ve çinko stearat tozları hassas terazide tartılarak karıştırılmıştır. Karışımda 25 g AA2014 tozu, %2 oranında C (0,5 g) ve %0,5 Çinko Stearat (0,125 g) kullanılmıştır. Kullanılan tozların oranını belirlemek için daha önceki çalışmalardan yararlanılmıştır [4]. Saf Al tozları ile yapılan çalışmalarda C tozu hem karbür yapıcı olarak hem de yağlayıcı olarak kullanılması tasarlanmıştır. Ancak, yapılan ön deneylerde çinko stearat kullanılmadan alaşımlama işlemi yapılamayacağı tespit edilmiştir. Ayrıca bilya yüzeylerine kaplanan çinko stearat sayesinde bilyaların aşınması ve tozların bilyalara yapışması engellenmektedir.

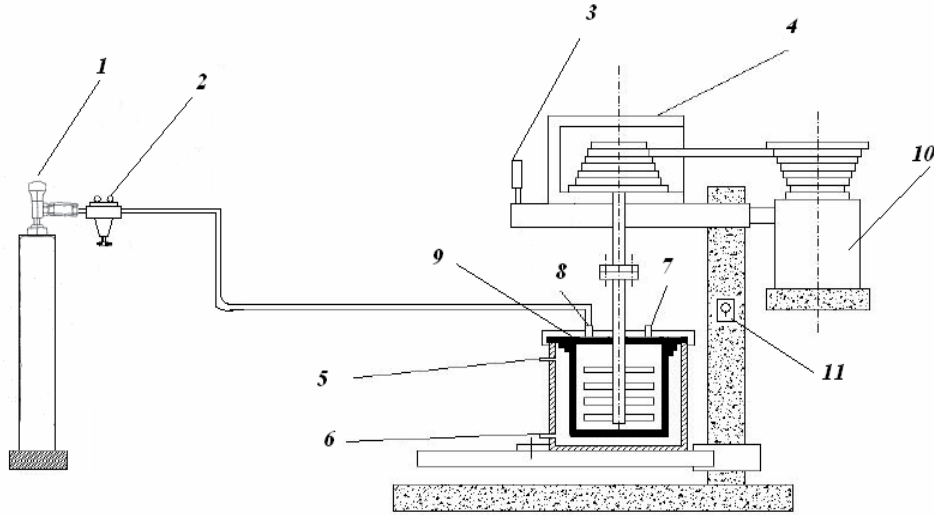
MA işleminde hazne içerisinde optimum doluluk oranı kullanılarak alaşımlama işlemini daha az bir sürede gerçekleştirebilmektedir. Toz bilya etkileşiminde daha hızlı bir alaşımlama oluşabilmesi için çalışmada bilya-toz oranı 20:1 oranında kullanılmıştır. MA işleminde kullanılan atritörün hızı analog bir gösterge ile kontrol edilmektedir. Bu sayede atritör hızı istenilen oranlarda ayarlanabilmektedir. Atritörün optimum dönüş hızı, ön çalışmalar sayesinde 500 devir/dakika olarak tespit edilmiştir.

Koruyucu olarak kullanılan gaz MA işleminde önemli bir yer tutmaktadır. Kullanılan gaz eğer fazla oranda verilirse içerdeki tozların dışarı taşınmasına ve tozların havaya karışmasına neden olmaktadır. Gazın basıncı düşük olduğunda ise içerdeki basıncın gazın basıncından daha fazla olacağından dolayı tozların ağırlığı bu basıncı yenememektedir. Böylece gaz koruyucu görev yapamamaktadır. Bu sebeplerden

dolayı gaz basıncı iyi ayarlanmalıdır. Eğer gaz ayarı düzgün bir şekilde ayarlanmazsa bütün malzemenin oksitlenmesi ile karşı karşıya kalınabilmektedir. MA işlemi esnasında her ne kadar koruyucu atmosferden yararlanılsa da, tozlar üzerinde az da olsa oksitlenmenin olduğu tespit edilmiştir. Bu tespit SEM ve EDS analizlerinden anlaşılmaktadır.

MA işleminde kullanılacak sürenin belirlenmesi için 1 saatten 8 saate kadar belli aralıklarda alaşımlama işlemi yapılmıştır. Bunun sonunda en uygun sürenin 7 saat olduğu tespit edilmiştir. Süre belirlenirken atritörün çalışma performansı ve tozların tane boyutları göz önüne alınmıştır.

Kullanılan atritör deney sonunda kontrol edildiğinde kollarda ve bilyalarda herhangi bir aşınmanın olmayışı parametrelerin doğru seçildiğini göstermektedir. Ayrıca atritörün iç yüzeyinde de herhangi bir aşınma gözlenmemiştir. Atritörün optimum şartlarda çalıştırılması diğer parametreleri doğrudan etkilemektedir.



Şekil 3.1. MA işleminde kullanılan deney düzeneğinin şematik görünümü

1. Argon tüpü 2. Manometre 3. Devir göstergesi 4. Kayış kasnak sistemi
5. Soğutma suyu girişi 6. Soğutma suyu çıkışı 7. Argon Gazı girişi
8. Argon gazı çıkışı 9. Toz çıkışını engelleyici lastik kapak 10. Motor
11. Devir ayarı

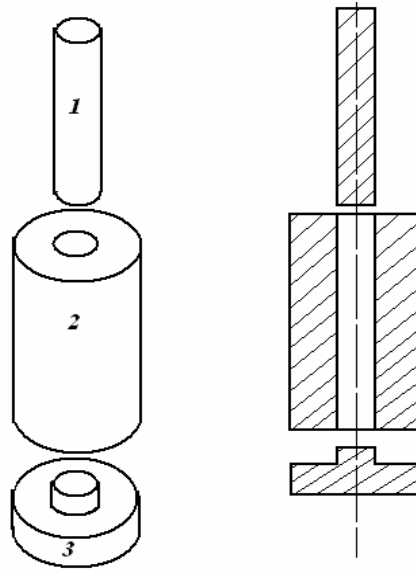
3.4. MA Sonrası Tozların Preslenmesi

MA sonrasında tozlar sinterleme işlemine tabi tutulabilmesi için preslenmiştir. Presleme işlemi yapılırken ilk olarak maksimum presleme basıncı bulunmuştur. Presleme basıncı tozlara uygulanan basınç sonrası yapılan yoğunluk kontrolü ile tespit edilmiştir. Maksimum presleme basıncı sonrası artırılan basınç ne kadar fazla olursa olsun yoğunlukta herhangi bir değişim olmamaktadır. Bu maksimum değer yaklaşık 800 MPa olarak tespit edilmiştir. Bu değer üstünde yoğunlukta fazla bir değişiklik gözlemlenmemektedir. Presleme işlemi GÜTEF Metal Eğitimi laboratuvarında bulunan presleme cihazında yapılmıştır (Resim 3.2).



Resim 3.2. 2–20 Ton arası presleme basıncındaki pres

Presleme işlemi Şekilde 3.2’de görülen 10 mm çapındaki tek yönlü pres ile yapılmaktadır. Kalıp içi ve zımbası sertleştirilmiş çelikten yapılmıştır. Kalıp çok fazla presleme için uygun şekilde üretilmiştir. Presleme işlemi için 1 g toz numunesi kullanılmıştır.



Şekil 3.2. Presleme kalıbının ön görünüşü ve katı modeli

1. Hareketli zımba 2. Kalıbın ana gövdesi 3. Sabit altlık

3.5. Isıl İşlemde Kullanılan Gazın Arıtılması

Kullanılan gaz HABAŞ firmasından temin edilmiş olup %99,9 saflıktadır. Isıl işlem sonrası yapılan SEM kontrollerinde malzeme yüzeyinde oluşan oksitlenmeden dolayı, gaz sonradan ilave edilen bir arıtma sistemi ile arıtılmıştır. Arıtma işlemi, içinde bakır talaşları bulunan, sıcaklığı 450–500 °C olan sızdırmaz tüp fırının içerisinden Ar gazının geçirilmesiyle yapılmakta ve bu oldukça etkili sonuçlar vermektedir. Arıtma fırını içerisindeki bakır talaşı arıtma işlemi sırasında belirli sürelerde değiştirilmiştir. Değiştirme işlemi bakır talaşının oksitlenmesinden sonra yapılmaktadır.

3.6. Isıl İşlem

Isıl işlemde kullanılan fırının göstergelerinden okunan sıcaklığı ile gerçek sıcaklığı arasında fark olabilmektedir. Bu farkın kontrolü için fırın kalibre edilmiştir. Belli bir sıcaklık değerinde fırının girişi kapatılarak fırın içerisinde ısı çifti ile ölçümler yapılmıştır. Yapılan sıcaklık kontrolünde sıcaklığın uzun süre aynı kaldığı bölge homojen sıcaklık bölgesi olarak belirlenmiştir.

Preslenen toz numuneler, belli bir ham mukavemete sahiplerdir. Ham mukavemete sahip olan numuneler daha sonra SFL (sc 1206 model) marka yatay fırında ısıtıl işlem uygulanmıştır. Isıtıl işlem fırını atmosfer kontrollü olarak çalışmaktadır. Sıcaklık olarak daha önceki çalışmalardan [4] yararlanılarak 550 °C ve karşılaştırma yapabilmek için 600 °C kullanılmıştır. Yapıda oluşturulmak istenen Al_4C_3 yapısının kontrollerinin karşılaştırılmasında ve sıcaklık artışının karbür oluşumuna etkilerini tespit için ise, 600 °C'deki sıcaklık değeri kullanılmıştır. Böylece iki sıcaklık arasında oluşabilecek Al_4C_3 yapılarına sıcaklığın etkisi tespit edilebilecektir. Isıtıl işlem süresinin ve sıcaklık artışının Al_4C_3 oluşumuna etkileri sonuçlar kısmında irdelenecektir.

Çalışmalar sırasında 550 °C'nin altındaki ve 600 °C'nin üstündeki sıcaklıklarda ısıtıl işlem uygulanmıştır. 550 °C'nin altındaki sıcaklıklarda ısıtıl işlem süresi için daha fazla zamana ihtiyaç duyulmuştur. 600 °C'nin üzerinde yapılan ısıtıl işlemlerde ise parçalarda kuma gözlemlenmiştir. Böylece en uygun sürenin daha önce yapılan çalışmalardan yararlanılarak 550 °C olduğu ve karşılaştırma yapabilmek için ise 600 °C'deki sıcaklık değeri kullanılmıştır.

3.7. Yaşlandırma Isıtıl İşlemi

Yaşlandırma ısıtıl işlemi, 550 ve 600 °C'de ısıtıl işlem uygulanmış numunelerde kullanılmıştır. Yaşlandırma işlemi için, uzun süreli ısıtıl işlemi ardından numuneler 520 °C'de çözeltiye alınmış ve bu sıcaklıkta 2 saat bekletilmiştir. 2 saat sonrasında numuneler suya atılarak su verme işlemi gerçekleştirilmiştir. Su verilen numunelere daha sonra 150 °C'de yaşlanma işlemi uygulanmıştır. Yaşlanma işlemi numunelere 2, 4, 8, 12, 16, 20, 24, 28, 32, 40 ve 44 saat yaşlandırma süreleri uygulanmıştır. Yaşlandırma işlemi kontrol etmek için G.Ü.T.E.F. Malzeme Laboratuvarındaki Instron Wolpert GmbH Testor marka makro sertlik cihazı kullanılmıştır. Yaşlandırma işleminde yaşlandırılan numuneler su verilerek soğutulmuşlardır. Numunelerin hepsinde aynı işlem ve parametreler gerçekleştirilerek oluşabilecek hatalar en aza indirilmeye çalışılmıştır.

Yaşlandırma ısııl işlemindeki temel amaç ısııl işlem ile oluşturulan Al_4C_3 'ün sertlik üzerine olan etkisinin tespitidir. Yapı içerisinde oluşturulan Al_4C_3 'ün yapıda ne gibi farklılıklara sebep olduğu araştırılmaya çalışılmıştır. Yaşlandırma ısııl işleminde kontrol amaçlı olarak, MA öncesi ve MA sonrasındaki tozlar $550\text{ }^{\circ}C$ 'de ısııl işlemleri sonrasında Al_4C_3 oluşturulmuş AA2014 alaşımı ile MA uygulanmamış numunelerin yaşlanma sonrası sertlik değerleri alınmıştır. Sertlik sonuçlarından yararlanılarak Al_4C_3 fazının sertliğe olan etkisi tespit edilmeye çalışılmıştır. Numunelerde ısııl işlem süreleri olarak 4, 8, 12 ve 24 saatteki $550\text{ }^{\circ}C$ 'de ısııl işlem uygulanmış numuneler kullanılmıştır.

3.8. Metalografik Numunelerin Hazırlanması Ve İncelenmesi

Numunelerin incelenebilmeleri için öncelikle metalografik işlemlere tabi tutulmuştur. Daha sonra numuneler Keller dağlayıcısı (2ml HF, 3ml HCl, 5ml HNO_3 , 190ml Saf H_2O) kullanılarak dağlanmış ve metalografik olarak incelenmiştir.

Metalografik incelemeler yapılırken G.Ü.T.E.F. Metal Eğitimi Bölümü Malzeme Anabilim Dalı laboratuvarlarında bulunan Leica marka optik mikroskop kullanılmıştır (Resim 3.3). Optik mikroskopta yapılan incelemeler daha sonra yapılan SEM incelemeleri için bir ön hazırlık niteliği taşımaktadır.



Resim 3. 3. Leica marka optik mikroskop

3.9. Toz Boyut Analizi

Farklı sürelerde MA uygulanan AA2014 + %2 C + %0,5 çinko stearat tozları ve işlem görmemiş AA2014 tozlarının boyutlandırılma işlemleri Gazi Üniversitesi Mimarlık Mühendislik Fakültesi, Makine Eğitimi Bölümünde yapılmıştır. Kullanılan cihaz Malvern Mastersizer E ver 1,2, b boyut analizi cihazıdır. Yapılan analizler sayesinde alaşımlama süresinin toz boyutu üzerine etkileri tespit edilmiştir. Ayrıca SEM üzerinde de tane boyutu hakkında bilgi edinilmiştir.

3.10. Yoğunluk Ölçümleri

Isıl işlem sonrasında elde edilen numunelerin yoğunluk ölçümleri, Arşimet prensibine göre çalışan, hasasiyeti 0,1 mg olan dijital terazide ve mikrometre ile matematiksel hesaplamalarla yapılmıştır. İki ölçüm sonucundaki değerlerde farklılıklar fazla olmadığından dolayı ölçümler mikrometre ile yapılmıştır. Ölçümler, G.Ü.T.E.F. Metal Eğitimi Bölümü laboratuvarlarında yapılmıştır.

3.11. Sertlik Ölçümleri

Isıl işlem sonrası elde edilen pelet numunelerin yüzeyleri zımparalama ve parlatma işlemlerinden sonra sertlik ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Sertlik ölçümleri G.Ü.T.E.F. Metal Eğitimi Bölümü Malzeme Anabilim Dalındaki SHIMADZU Mikro Sertlik cihazında 0,1 kg yük kullanılarak yapılmıştır. Deney numunelerinin sonuçlarının güvenilirliğini sağlamak için bir numuneden en az 10 farklı bölgeden sertlik ölçümü yapılmış ve aritmetik ortalamaları alınmıştır. Preslemeden kaynaklanabilecek farklılıklardan dolayı, kullanılan tek yönlü zımbada yükün uygulandığı yönden sertlikler alınmıştır. Sertlik sonuçları mekanik alaşımlanan numunelerde MA süresine bağlı olarak sertlikteki değişimler tespit edilmeye çalışılırken, ısıl işlem uygulanan numunelerde sertlikteki değişimler tespit edilmeye çalışılmıştır.

Sertlik ölçümlerinde yaşlanma sonrası numunelerde makro sertlik cihazı kullanılmıştır. Makro sertlik ölçümleri G.Ü.T.E.F. Metal Eğitimi Bölümü Malzeme Anabilim Dalındaki INSTRON WOLPERT DIATESTOR 7551 Model cihazda Vickers cinsinden 5 kg yük kullanılarak yapılmıştır. Numunelerde sertlik uygulamalarında en az 3 ve gerekli tespitin yapılamadığı durumlarda 6 tane farklı noktadan sertlik ölçümü alınmıştır. Sertlik ölçümlerinde numunelerin preslenen bölgeleri alınarak işlemler arasındaki farklılıklar giderilmeye çalışılmıştır. Yaşlanma işlemi sonrasında Makro sertlik cihazının kullanılmasının nedeni makro sertlik ile daha büyük bir bölgeden sertlik alınabilmesi ve dağılmış olan Al_4C_3 yapısının sertliğinin tespitidir.

Sertlik ölçümlerinde MA süresinin ve ısıtma işlem süresinin sertliğe olan etkileri araştırılmıştır. Isıtma işlem sıcaklığının ve Al_4C_3 oluşumunun sertliğe olan etkileri sonuçlar kısmında incelenmiştir.

3.12. SEM ve EDS İncelemeleri

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) incelemeleri G.Ü.T.E.F. Metal Eğitimi Bölümü Malzeme Anabilim Dalındaki Joel JSM-5600 model cihaz ile yapılmıştır (Resim 3.4). SEM incelemelerinde atomizasyon sonrası tozlarda boyutlandırma ve tanelerin morfolojileri incelenmiştir. Isıtma işlem öncesi ve sonrası malzemede oluşan oksitlenme, yapı farklılıkları, tane boyutlarının belirlenmesi gibi yapısal farklılıklar kontrol edilmeye çalışılmıştır. SEM ve EDS yardımıyla Al_4C_3 oluşabilecek tane sınırlarında analizler yapılarak tespit edilmeye çalışılmış, mekanik olarak alaşımlanmış tozların yapısındaki değişimler incelenmiştir. MA süresinin toz tane boyutuna etkileri kontrol edilmiştir.

EDS incelemeleri atomizasyon sonrası tozların incelenmesinde, MA öncesi ve sonrası blok numunelerin incelenmesinde ve Al_4C_3 oluşabilecek bölgelerin belirlenmesinde kullanılmıştır. MA sonrası tozlarda boyutlandırma işlemlerinde SEM kullanılmıştır. EDS incelemeleri ile toz tanelerinde ısıtma işlem öncesi ve sonrası

oluşan oksitli yapıları belirlenmeye çalışılmıştır. EDS kullanımı daha sonra yapılacak olan XRD için bir ön hazırlık niteliği taşımaktadır.



Resim 3.4. JOEL JSM-5600 model taramalı elektron mikroskobu ve EDS bağlantısı

3.13. XRD İncelemeleri

Üretilen numunelerde Al_4C_3 oluşumunu tespit edebilmek için X ışınları kırınımı analizleri yapılmıştır. XRD çekimlerinde kullanılan cihaz Resim 3.5'deki Atom Enerjisinde bulunan Bruker Marka D8 Advanced Model cihazdır. Prob olarak CuK_{α} , $\lambda=1.5406$ ve tarama hızı da $2^\circ/\text{dak.}$ 'dır. XRD sonuçlarında Al_4C_3 oluşumlarına rastlanılmaya çalışılmıştır.

Toz numunelerin XRD incelemeleri yapılarak yapıdaki oluşumlara dikkat edilmiştir. Toz numunelerde bulunan yapılar incelenmiştir. Kullanılan ilerleme miktarı cihaz şiddeti daha önce yapılan çalışmalardan yararlanılarak [4] yapılmıştır. 550°C 'deki numuneler daha sonra yapılacak olan yaşlanma işleminde Al_4C_3 yapısının sertlik değerleri üzerine etkileri tespit edilerek Al_4C_3 yapısının yaşlanma üzerine etkileri kontrol edilmeye çalışılmıştır. Isıl işlem sürelerinin ve sıcaklıklarının Al_4C_3 oluşum miktarına ve yeni oluşumlara etkileri incelenmiştir. Elde edilen grafiklerde piklerin d mesafeleri hesaplanmış ve kırınımı veren fazlar tespit edilmeye çalışılmıştır.

XRD sonuçları sayesinde ısıtıl işlem ve yaşlandırma ısıtıl işlemi sonrası malzemede oluşan Al_2Cu miktarı belirlenmeye çalışılmıştır. Bu sayede yaşlandırma işleminde beklenen sertlik değerlerine ulaşıp ulaşılmayacağı tahminleri yapılmaya çalışılmıştır.



Resim 3.5. Bruker D8 Advanced XRD cihazının resmi

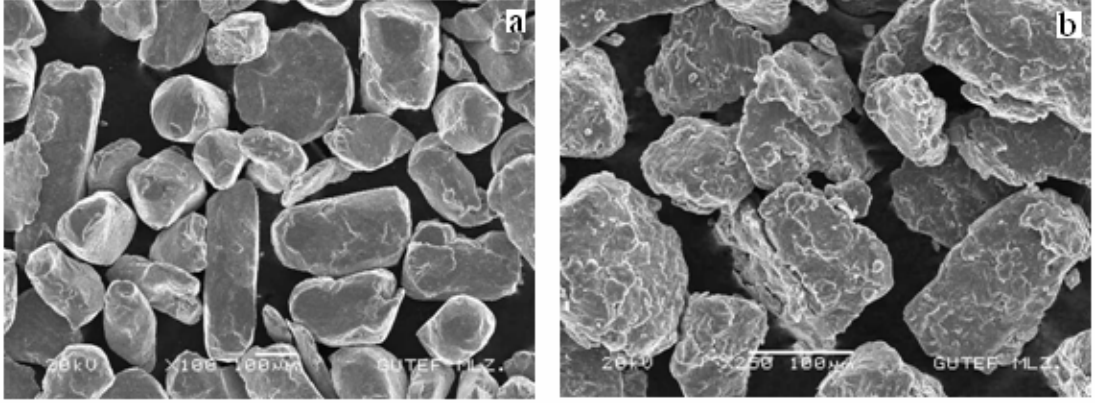
4. DENEYSEL BULGULAR VE DEĞERLENDİRME

4.1. Toz Karakterizasyonu

MA deneylerinde kullanılan tozların özellikleri Çizelge 3.1 ve Çizelge 3.2’de verilmiştir. AA2014 alaşımı, ağırlıkça %2 oranında karbon ve ağırlıkça %0,5 oranında çinko stearat karıştırılmış ve dikey atritörde mekanik alaşımlama / öğütme işlemine tabi tutulmuştur. Bilya toz oranı 20:1 oranında kullanılmıştır. MA işlemi farklı sürelerde (60-480 dakika) gerçekleştirilmiştir. Her farklı süre için tozların özellikleri ayrı olarak incelenmiştir.

MA işleminde kullanılan çinko stearat, alaşımlama işleminin gerçekleşmesi için yağlayıcı olarak kullanılmıştır. Yağlayıcı olarak ilk aşamada karbon kullanımı düşünülmüştür. Bunun nedeni karbonun sadece alaşım elementi olarak değil yağlayıcı olarak da görev yapmasıdır. Ancak kullanılan karbonun alaşımlama işleminde yağlayıcı olarak görev yapmadığı tespit edilmiştir. Daha sonra yağlayıcı olarak çinko stearat kullanımı kararlaştırılmıştır. Karbon yağlayıcı olarak kullanıldığı takdirde MA cihazının kilitletmesini engelleyememiştir. Alaşımlama işleminde gerçekleşmesi gereken yapıların oluşmadığı tespit edilmiştir. Çinko stearat yağlayıcı olarak kullanıldığı takdirde ise MA işleminin gerçekleşmesi esnasında cihazın çalışmasında bir problem oluşmamıştır. Çinko stearat kullanılmadığı takdirde ise, atritör kazanına, bilyalara ve atritör kollarına kullanılan malzemenin sıvanması nedeniyle atritörün verimli şekilde çalışması sağlanamamaktadır. Yağlayıcısız yapılan çalışmalarda tozların MA parametrelerine uygun olarak yassılaştırma işlemini tamamlamadan kırılmaya başladığı tespit edilmiştir. Kırılan tozlar daha sonra birleşerek yeni tozlar oluşturmaktadır. Resim 4.1 a’da 60 dakika MA sonrası gözlemlendiği gibi tozlar yassılaştırma işlemini tamamlamadan kırılmaya başladığı gözlemlenmektedir. Tozlar atritör içerisine yerleştirildikten yaklaşık 15 dakika sonra sıvanma işlemine başlamaktadır. Süre arttıkça atritörde zorlanmalar meydana gelmekte ve belli bir süre sonrasında ise (yaklaşık 60 dakika) artık atritör kitlenmeye başlamaktadır. Bunun nedeni kullanılmayan çinko stearattan kaynaklanmaktadır.

Deneme amaçlı olarak yağlayıcısız, 240 dakika MA süresine çıkılabilmektedir. Resim 4.1 b’de görüldüğü gibi çinko stearatsız olarak 240 dakika MA’ya çıkıldığında tozlar birleşme işlemi gerçekleştirmeye başlamaktadır.



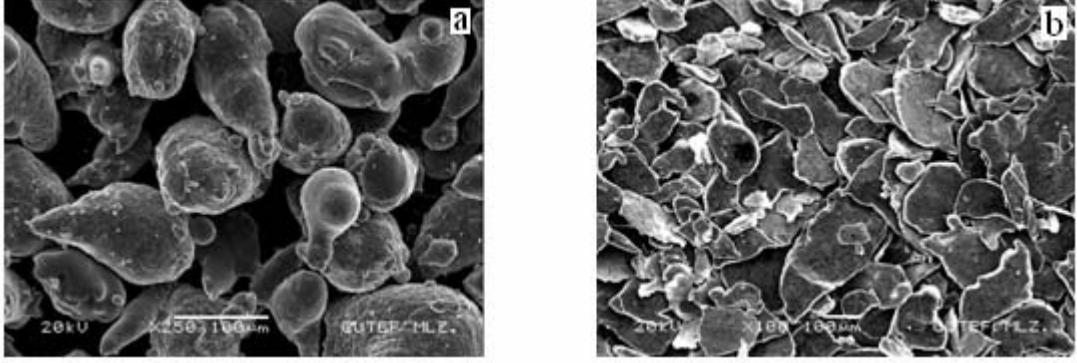
Resim 4.1. Mekanik alaşımlanmış tozlar

- a) 60 dakika MA işlemine tabi tutulmuş tozlar
- b) 240 dakika MA işlemine tabi tutulmuş tozlar

Yapılan MA işlemi esnasında çinko stearat kullanılmadığı takdirde tozlar önce MA işlemi gereği yassılaşması gerekirken, yassılaşma işlemi gerçekleşmeden tozlar kırılma ve birleşme işlemine geçmektedir. Bu işlemde hedef olarak elde edilmek istenen Al_4C_3 yapısının oluşumunun her bölgede homojen olarak dağılmasını engelleyebilmektedir.

Resim 4.2 a’da Gaz Atomizasyon yöntemi ile üretilmiş $95,43 \mu m$ ortalama toz boyutundaki işlem görmemiş tozların SEM görüntüleri verilmektedir. Boyutlandırma yapılırken elek analizi, SEM ve toz boyutlandırma cihazı kullanılmıştır. Resim 4.2 a’daki tozlar yassı ve gözyaşı şeklindedir. $95,43 \mu m$ ortalama toz boyutuna sahip tozlara karbon ilavesi ile MA işleme tabi tutulmuştur. Resim 4.2 b’de gözlemlendiği gibi 60 dakika MA sonrası yassılaşan tozların SEM görüntüleri verilmiştir. İşlem görmemiş tozlarla karşılaştırıldığında başlangıçta karmaşık şekilli olan tozlar, MA’nın etkisine bağlı olarak yassılaşmaya başlamaktadır. Bu yassılaşma işlemi MA süresine bağlı olarak artmaktadır. MA süresi arttıkça yassılaşma devam etmektedir. MA işlemi süresince Şekil 2.10, Resim 2.6 ’da gözlemlenen alaşımlama da oluşan

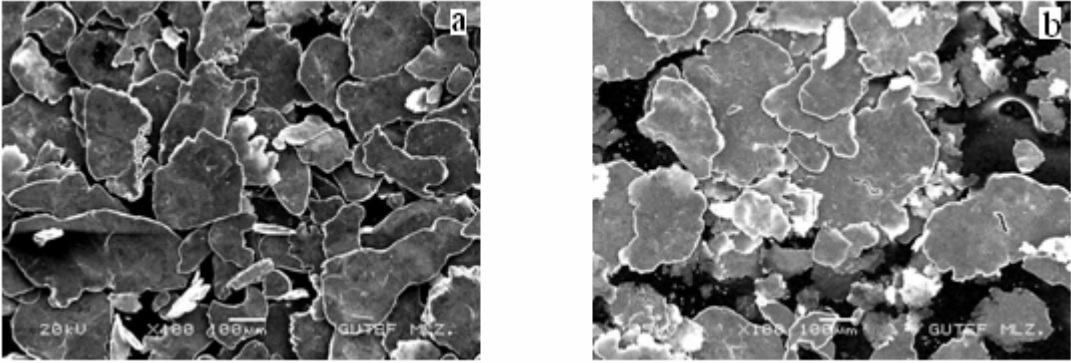
toz şekillerinde olduğu gibi dönüşümler oluşacaktır. Bu işlem Resim 4.3 a'daki işlem görmemiş tozların sırası ile MA işlemi safhalarına bağlı olarak Resim 4.2 b, Resim 4.3 a, Resim 4.3 b, Resim 4.4 a ve Resim 4.4 b'de görüntülerini almışlardır.



Resim 4.2. Mekanik alaşımlamada kullanılan tozlar

a) İşlem görmemiş (95,43 µm)

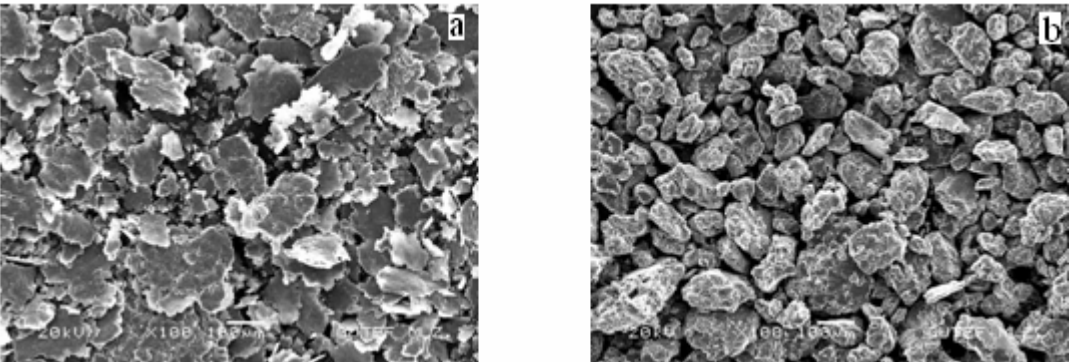
b) 60 dakika MA uygulanmış tozlar



Resim 4.3. Mekanik olarak alaşımlanan tozlar

a) 120 dakika MA sonrası tozlar

b) 240 dakika MA sonrası tozlar

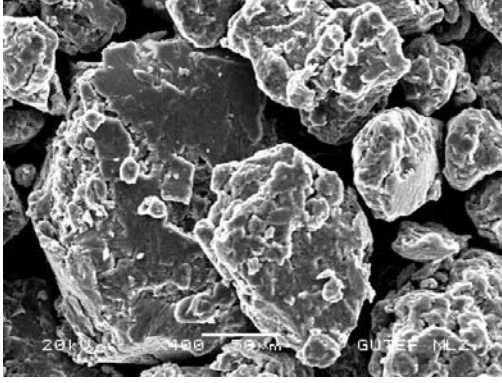


Resim 4.4. Mekanik olarak alaşımlanan tozlar

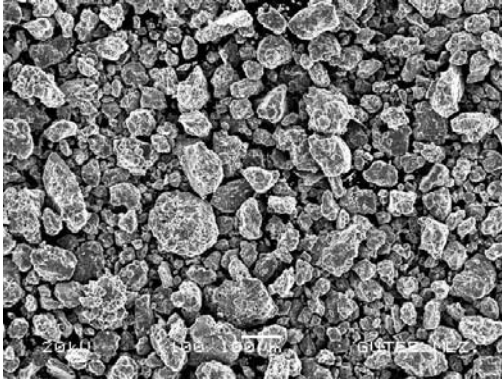
a) 360 dakika MA sonrası tozlar

b) 420 dakika MA sonrası tozlar

Resim 4.5’de görüldüğü gibi 420 dakika MA süresine tabi tutulmuş tozların SEM görüntüsü incelendiğinde, çok küçük boyutlardaki toz tanelerinin birbirleri ile soğuk kaynak oluşturması ile yeni taneler oluşmaktadır. MA süresini daha da artırılmaya çalışıldığında, alaşımlama süresinin ancak 480 dakikaya kadar çıkılabileceği tespit edilmiştir (Resim 4.6). Ancak 480 dakika sonrası tozlar ile 420 dakika MA sonrası tozlar karşılaştırıldıklarında aralarında fazla bir boyut farklılığı gözlemlenmemektedir. Bu sebeplerden dolayı MA işlemi süresinde, optimum süre olarak yaklaşık 420 dakika alınmıştır.



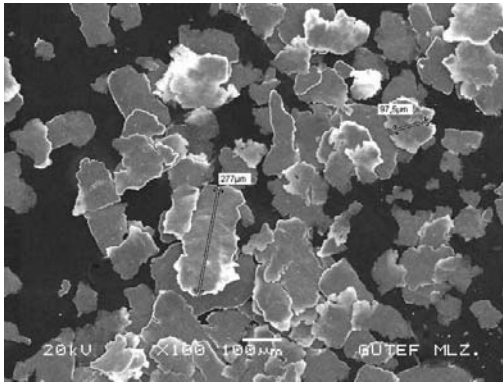
Resim 4.5. 420 dakika MA sonrası tozlar



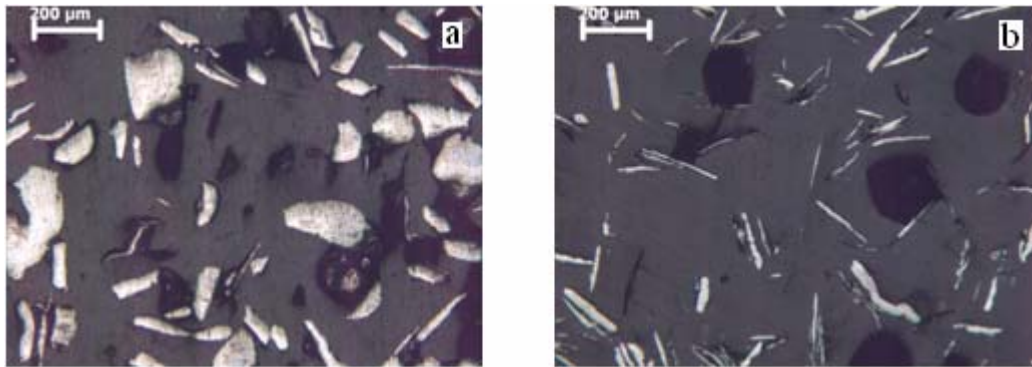
Resim 4.6. 480 dakika MA sonrası tozlar

SEM görüntüleri ile taneler üzerinde boyutlandırmalar da yapılmıştır (Resim 4.7). Resim 4.8 a’da optik mikroskop görüntüsünden gözlemlendiği gibi 60 dakika MA sonrası tozlarda farklılaşmalar oluşmaya başlamakta ve tanelerin gözyaşı damlası yapıları bozulmaya başlamaktadır. Daha ileriki safhalarda ise taneler daha ince bir

hal almaya başlamaktadır. 240 dakika MA sonrasında ise artık tanelerin tamamen iğnemsı bir yapı oluşturduğu gözlemlenmektedir. Ancak bu yapı aslında yapraksı bir haldedir. Yapının SEM incelemelerinde yapraksı halde gözlemlenen yapı optik mikroskopta yassı halde durmadıklarında iğnemsı gibi gözlemlenmektedir (Resim 4.8 b).



Resim 4.7. 240 dakika MA işlemine tabi tutulmuş tozların boyutlandırması



Resim 4.8. MA uygulanmış tozların optik mikroskop görüntüleri

a) 60 dakika MA sonrası tozlar b) 240 dakika MA sonrası tozlar

Karbon ilavesi MA esnasında sıkıştıkça ezilmeye başlamakta ve katmanlar oluşturan tanelerin yüzeylerini kaplamaktadır. MA'nın süresine bağlı olarak kırılan ve birleşen tozların kırılma ve birleşme yüzeylerine karbon sıvanarak toz tanelerini kaplamaktadır. Böylece MA işlemi ile elde edilmek istenen homojen ve aşırı doymuş yapı oluşturulabilmektedir.

MA işleminin ilk evrelerinde, sünek tozların genel karakteristiği olan yassılaşıma, ilk aşamadaki toz boyutunun birkaç katına kadar ulaşabilmektedir.

4.2. Toz Boyut Analizleri

Tozların boyut analizleri MA süresinin tespitinde, numunelerin preslenebilirlik tavrının kontrolünde ve tane boyutlandırılmasında kullanılmıştır. Toz boyut analiz sonuçlarından faydalanılarak MA süresinin tespiti için bilgi sağlanmıştır. Toz boyut analiz sonuçlarına bakılarak toz dağılım aralığı belirlenmiş ve bu sonuçlar ışığında uygun MA süresi tespit edilmeye çalışılmıştır.

İşlem görmemiş tozların ortalama parçacık boyutlarına bakıldığında karbon için 150 μm , AA2014 tozları için ise yaklaşık 95,43 μm boyutlarındaki tozlar (Ek1) kullanılmaktadır. MA işlemine tabi tutulmuş tozların tane boyut analizlerinde süre olarak 60,120, 240, 360, 420 ve 480 dakikalık sürelerdeki MA sonrası tozların tane boyut analizleri incelenmektedir.

Toz boyutlandırma işlemi ilk olarak elek analizi yapılarak bir ön hazırlık yapılmıştır. Elek analizi ile tozların direkt boyutlandırma yerine belli boyut aralıklarına ayrılmaktadır. Eleklerde boyutlandırma ile farklı elek dağılımlarına sahip tozlar elde edilmiştir.

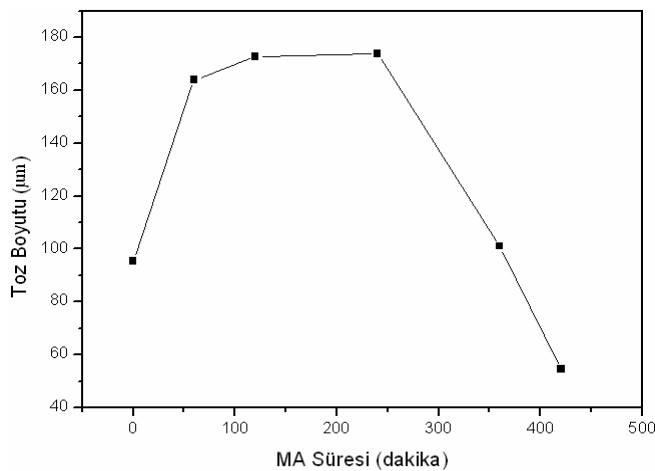
Elek analizi yapılan tozların boyutlandırılması için bir sonraki aşama olarak ise SEM kullanılmıştır. SEM üzerinde tozların fotoğrafları çekilerek en büyük tozların boyutlarına bakılarak elek analizinin gerçekliliği kontrol edilmeye çalışılmıştır. SEM üzerinde yapılan boyutlandırma çalışmaların da en büyük toz 100 μm olduğu tespit edilmiştir. Bu boyut analizleri daha sonra yapılacak olan boyut analizleri için bir ön hazırlık oluşturmaktadır.

MA işlemine tabi tutulmamış tozların boyut analizlerine bakıldığında tozların ortalama boyutları 95.43 μm olarak görülmektedir (Ek 1). Bu işlem görmemiş tozlar içerisine MA işlemi esnasında %2 oranında karbon (C) ve %0,5 oranında da çinko

stearat ilave olarak eklenmiştir. İşlem görmemiş tozlara bakıldığında en küçük toz boyutu 7,78 μm olup, en büyük toz boyutu ise 600 μm ye kadar ulaşmaktadır.

60 dakika MA sonrası tozların boyut analizleri incelendiğinde tozların ortalama boyutları 163,89 μm ve boyut aralığı ise 2,90 μm ile 600 μm arasında değişmektedir (Ek 2). 120 dakika MA sonrası tozların boyut analizleri incelendiğinde tozların ortalama boyutlarının 172,77 μm olduğu ve ortalama toz boyut aralığı 5,24 μm ile 600 μm arasında değişmektedir (Ek 3). 240 dakika MA sonrasında tozların ortalama boyutunda artma olduğu gözlenmekte ve yaklaşık 173,87 μm olduğu ve toz boyut aralığı 2,90 μm 600 μm arasında değişmektedir (Ek 4). 360 dakika MA sonrasında tozların ortalama boyut analizleri incelendiğinde ortalama toz boyutu 101,04 μm olduğu tespit edilmektedir (Ek 5). 420 dakika MA işlemi ile birlikte tozların ortalama boyutları 54,50 μm ve toz boyut aralığı 1,60 μm ile 331 μm arasında değiştiği tespit edilmektedir (Ek 6). 480 dakika MA işleminde ise ortalama toz boyutlarına bakıldığında ortalama toz boyutlarının 58,77 μm , toz boyut aralığı ise 2,90 μm ile 600 μm arasında değiştiği gözlemlenmektedir.

Bütün bu sonuçlar birleştirildiğinde Şekil 4.1 ortaya çıkmaktadır. Şekil incelendiğinde toz boyutlarının zamana göre arttığı ve 360 dakika sonra düşmeye başladığı tespit edilmiştir.



Şekil 4.1. MA süresine bağlı olarak toz boyutlarının değişimi

4.3. Tozların EDS Analizleri

MA uygulanmış tozlara ve presleme sonrası ısıtıl işlem uygulanmış numunelerde EDS analizleri yapılmıştır. Bu analizler sayesinde MA işlemi sonrasında tozlar ve numunelerde elementel olarak analiz yapılmıştır. Böylece MA işlemi sonrasında karbonun homojen bir şekilde dağılımının kontrolü yapılabilmektedir. Isıtıl işlem sonrası tozlarda bölgesel ve noktasal analizler yapılarak daha sonra yapılacak olan XRD çalışmalarına bir ön hazırlık oluşturulmuştur.

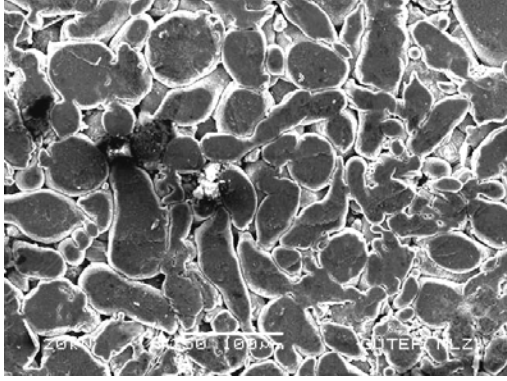
Yapılan EDS çalışmalarında belli bölgelerdeki yoğunlaşmaların ve farklılıkların tespiti yapılmıştır. Yapılan çalışmalarda toz numunelerde genel olarak alüminyum (Al), bakır (Cu), karbon (C), ve oksijen (O) oluşumlarının bölgesel olarak nerelerde yoğunlaştığına dikkat edilmiştir. MA esnasında oluşan oksit tespiti için tozların alaşımlama öncesi ve sonrası oksit tayinleri yapılarak karşılaştırmalar yapılmıştır.

4.4. Soğuk Presleme

Presleme işlemleri, 800 MPa basınç altında Şekil 3.2’de görülen 10 mm çapındaki tek yönlü presleme yapan kalıpta gerçekleştirilmiştir. 420 dakika MA sonrasında elde edilen tozlar hassas terazide 1’er gram tartılarak kalıp içerisine konmuş ve presleme işlemi oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Preslenen numuneler ısıtıl işlem sonrası metalografik incelemeler için hazırlanmıştır. Bu sebepten numunelerin ısıtıl işlem öncesi optik mikroskop görüntüleri bulunmamaktadır. Yalnızca toz halde görüntüleri bulunmaktadır. Metalografik incelemeler için optik mikroskop ve SEM görüntüleri alınmıştır.

Presleme işleminde uygun presleme basıncını bulabilmek için farklı presleme basınçları denenerek uygun presleme basıncı tespit edilmeye çalışılmıştır. Literatürde Al’nin özgül ağırlığı $2,70 \text{ g/cm}^3$ olduğundan, bu özgül ağırlığa yaklaşılmaya çalışılmıştır. Kullanılan alaşım saf Al olmadığından dolayı (AA2014) ve tozlardan oluştuğundan özgül ağırlıkta yakın değerler bulunmaya çalışılmıştır. Ancak bu yoğunluk presleme işleminde yalnızca Al tozlarının değil, karbon ve çinko stearat

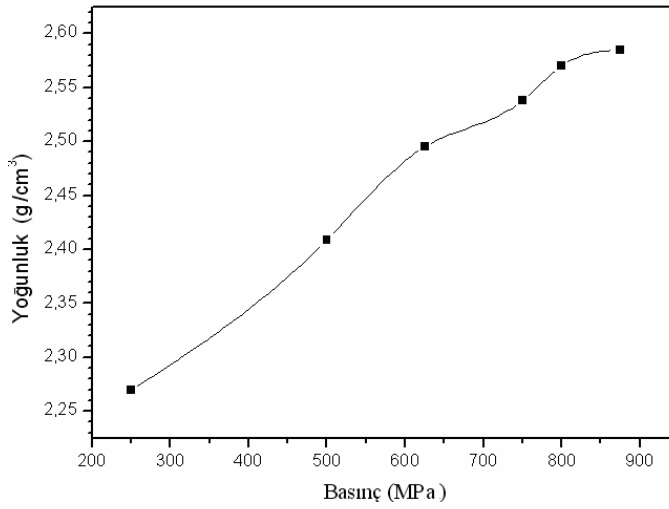
tozlarının da bulunduğundan özgül ağırlık olarak alüminyumun özgül ağırlığına yaklaşık değerler belirlenmeye çalışılmıştır. Bu sebepten özgül ağırlık $2,70 \text{ g/cm}^3$ 'ün üstü ve/veya altındaki yaklaşık değerlerde tespit edilmeye çalışılmıştır. Ayrıca presleme esnasında gözenekler tamamen kapanmadığından belli bir boşluk yüzdesi oluşmaktadır. Çizelge 4.1 ve Şekil 4.2'de farklı presleme basınçlarında numunelerin yoğunluklarını göstermektedir. Çizelge 4.1'de görüldüğü gibi 750 MPa'dan sonra numunelerin yoğunluklarında fazla bir değişiklik olmadığı gözlenmektedir. Resim 4.9'da tozların sıkıştırma sonrası birbirleri temas bölgeleri ve aralarında oluşan boşluklar gözlemlenebilmektedir.



Resim 4.9. MA işlemine tabi tutulmamış tozların preslenmiş resmi

Çizelge 4.1. MA sonrası tozların farklı presleme basınçlarındaki yoğunlukları

Presleme basıncı (MPa)	Yoğunluk (g/cm^3)
250	2,27
500	2,409
625	2,495
750	2,538
800	2,57
875	2,585



Şekil 4.2. Presleme basıncının yoğunluk üzerine etkileri

Presleme işlemi MA süresinin tespitinde de kullanılmıştır. Farklı MA süresine sahip tozlar preslenerek yapı ve yoğunlukları kontrol edilmiştir. 420 dakika MA süresinin altındaki tozlar preslendiğinde preslenebilme kabiliyetlerinin çok düşük olduğu tespit edilmiştir. Presleme sonrası toz tanelerinin kontrolü yapıldığında, taneler üzerinde dökümler olduğu gözlemlenmiştir. Böyle bir oluşumun nedeni ise 420 dakika MA öncesi tozlarının yapıları genel olarak yapraksı bir hal olması ve tane boyut aralığının istenen aralık içerisinde (3 veya 4 elek aralığı) olmayışından kaynaklanmaktadır.

Metalografik işlemler sonrası numuneler, dağlanmış ve dağlanmamış olarak incelenmiştir. Burada amaç, dağlanmamış deney numunelerinde oluşan boşluk ve yabancı parçacıkları tespit edebilmektir. Boşluklar sayesinde ısıtılma işlemin oluşumu takip edilebilmektedir. Gözenekler sayesinde ısıtılma işlemin tamamlandığı süre hakkında gerekli bilgi edinilebilmektedir. Dağlama işlemi ile de tozların birleşme şekilleri ve mekanik alaşımlamanın ısıtılma işlemi ile birlikte tane yapı ve özellikleri üzerine nasıl etki yaptığını tespit edilebilmektedir.

4.5. Isıl İşem

Isıl işlemler atmosfer kontrollü tüp fırında 550 °C ve 600 °C’de gerçekleştirilmiştir. 550 °C’de ısıtıl işlem uygulanan numunelerde XRD incelemeleri yapılarak Al_4C_3 oluşumları tespit edilmeye çalışılmıştır. Daha sonrasında yaşlandırma işlemine tabi tutulan numunelerde oluşturulan Al_4C_3 ’ün sertliğe olan etkileri araştırılmıştır. 550 °C’de ısıtıl işlem uygulanan numunelerde ısıtıl işlem süresi olarak 2, 4, 8, 12 ve 24 saatlik süreler kullanılmıştır. 550 °C’de ısıtıl işlem uygulanan numunelerde, ısıtıl işlemde sıcaklık farklılığının etkilerini kontrol edebilmek için 600 °C’de 2, 4, 8, 12, 24 saatlik süreler kullanılmıştır. 600 °C’de 48, 96, 144 ve 192 saatlik ısıtıl işlem süreleri ise karbür boyutlarına sürenin etkilerini araştırmak için kullanılmıştır.

Isıl işlem esnasında tozların preslenme kabiliyetleri oldukça önemlidir. Tozların preslenebilirlikleri, tozların MA işlemi sonrasındaki boyut dağılımına, başlangıçtaki tozların karakteristiğine, MA işlemi esnasında meydana gelen pekleşmeye ve kullanılan yağlayıcıya göre değişiklik gösterir. Tozların preslenme basınçları arttıkça belirli seviyelere kadar tozların temas yüzeyleri de artmaktadır. Tozların temas yüzeyleri arttığında ısıtıl işlem uygulanma süreleri değişmekte ve yoğunluklarında değişiklikler oluşmaya başlamaktadır. Bu sebeplerden dolayı tozları preslemek için uygun presleme basıncı tespit edilmiştir.

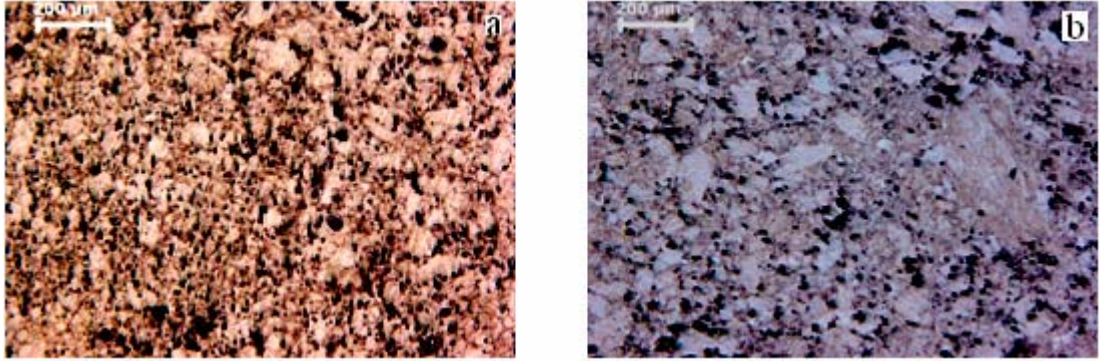
Isıl işlem sırasında 24 saate kadar olan sürelerde 550 °C ve 600 °C’deki sıcaklık değerleri kullanılmıştır. 24 saatten sonraki sürelerde (48, 96, 144, 196 saat) yalnızca 600 °C uygulanmıştır. 600 °C’de 24 saatin üzerinde ısıtıl işlem yapılmasındaki amaç, oluşturulmak istenen karbür yapılarına sıcaklığın etkisini tespit edebilmektir. Karbürün daha yüksek sıcaklıklarda oluşma eğilimi artacağından, 550 °C ’deki karbür oluşumunun ileriki safhalarını tespit edebilmek için 600 °C’de ısıtıl işlem uygulanmıştır.

Isıl işlem süresinin tespitinde yoğunluklar, ısıtıl işlem öncesi ve sonrasında kontrol edilmiştir. 550 °C’de yoğunluk düşüşleri gözlenirken, 600 °C’de yoğunluklarda ısıtıl işlem öncesi ve sonrası farklılıkların daha düşük olduğu gözlemlenmiştir. Sinterleme

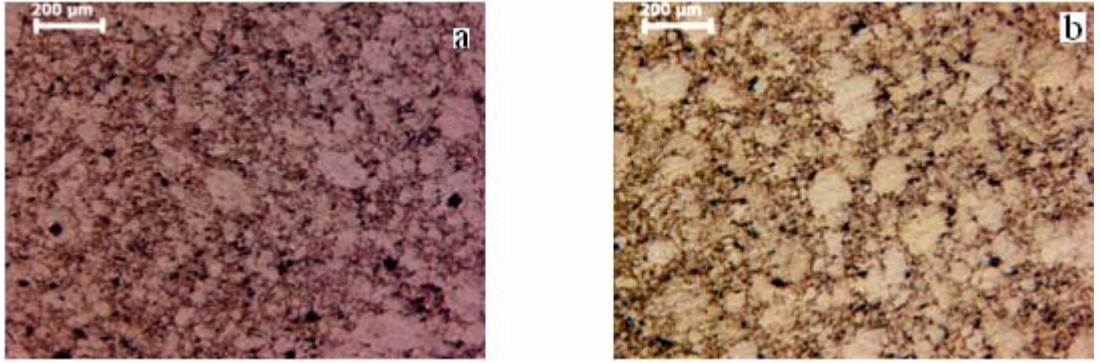
teorisine göre yoğunluklar sinterleme sonrasında artması gerekmektedir. Ancak bazı alaşımlar içerisindeki alaşım elementleri belli sıcaklıklarda şişme etkisi göstermesinden dolayı (demir içerisindeki bakırın şişme etkisi gibi.) yoğunluklarının düştüğü tahmin edilmektedir. Yüksek sıcaklıklara çıkıldığında ise şişme etkisini yitirebilmektedir. Bu yoğunluk farklılığının diğer bir nedeni de yağlayıcı olarak kullanılan çinko stearatın ısıtma işlemi sırasında numuneden uçarak yok olması olarak tahmin edilmektedir. Isıtma işlemi için yeterli süre verilmediği takdirde yağlayıcının oluşturduğu gözenekler kapanamayacaktır.

Resim 4.10 a ve b’de görüldüğü gibi 550 °C ve 600 °C’deki numuneler arasında ısıtma işlemi farklılıkları bulunmaktadır. 550 °C’de ısıtma işlemi uygulanmış numunedeki gözeneklilik 600 °C’deki numuneye göre daha fazladır. Daha uzun ısıtma işlemi sürelerinde bu gözeneklilik giderek azalmaktadır. Resim 4.11 a ve b de görüldüğü gibi ısıtma işlemi süresinin artması ile birlikte tanelerin gözeneklilik miktarları giderek azalmaktadır. Süre arttıkça küçük boyutlardaki gözenekler tanelerin birleşmesi ile kaybolmaktadır. Küçük boyutlardaki birçok gözenek birleşerek daha büyük gözenek oluşturma eğilimine geçmektedir. MA sonrası küçük taneler halinde bulunan tozlar birleşerek daha büyük ve iri toz taneleri haline gelmektedirler.

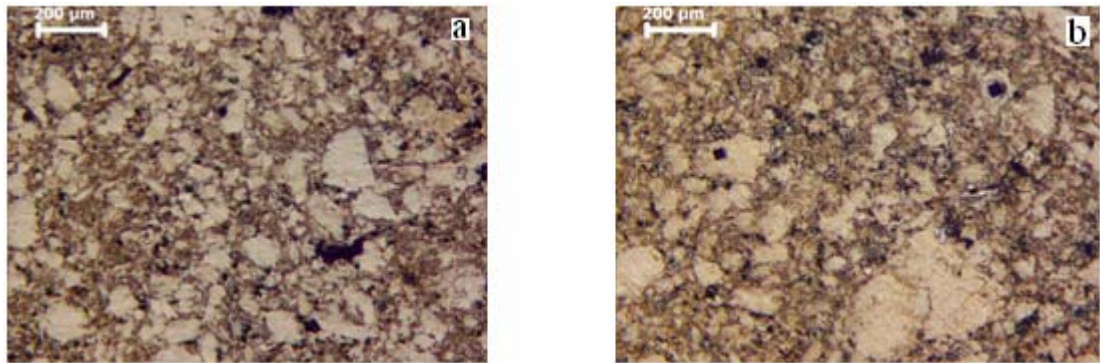
Isıtma işlemi süresi ile birlikte sıcaklığının artışı da tanelerin birleşme eğilimini hızlandırmaktadır. Sıcaklık artışı ile birlikte de ısıtma işlemi süresinde azalma görülmektedir. Resim 4.10 a’da 550 °C’de ısıtma işlemi uygulanmış numunelerde ufak boyutlu ve çok sayıdaki gözenekler bulunmaktadır. Resim 4.10 b’de görülen 600 °C’de ısıtma işlemi uygulanmış numunede gözenekler kapanarak daha büyük boyutlardaki taneleri oluşturmakta ve daha az sayıda gözenek bulunmaktadır. Resim 4.12 a ve b’de görülen resimlerde tanelerin birleşmesi ile gözenekler kapanmış ve birçok sayıdaki ufak toz tanesi birleşerek daha büyük boyutlarda tek taneli toz yapılarına dönmeye başlamıştır. Resim 4.12 b’de görüldüğü gibi sıcaklık artışı ile birlikte tanelerin büyüme miktarları artmıştır. Bu da sıcaklık artışı ile birlikte ısıtma işlemi süresinin düştüğünü göstermektedir. Resim 4.12 b’de gözlemlendiği gibi birçok büyük boyutta tek taneli yapı bulunmaktadır. Bu farklılıklar yoğunluğu da etkilemektedir.



Resim 4.10. 4 saat ısıt işlem uygulanmış numunelerin optik mikroskop görüntüleri
a) 550°C b) 600°C

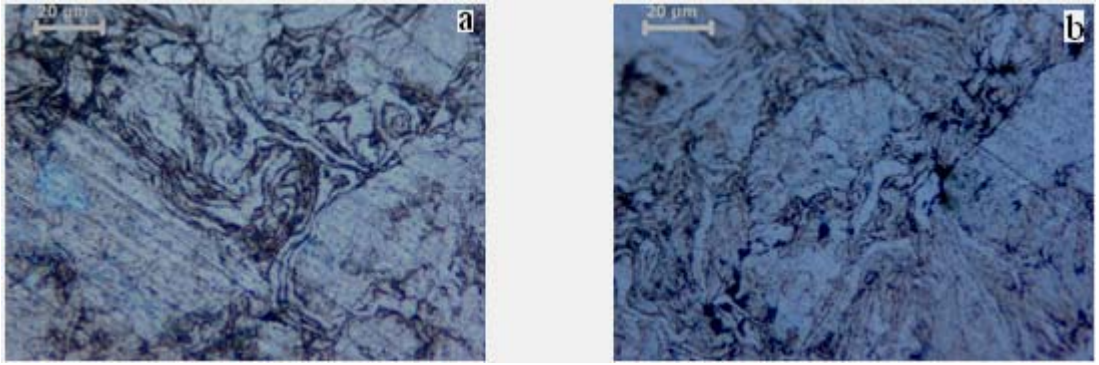


Resim 4.11. 8 saat ısıt işlem uygulanmış numunelerin optik mikroskop görüntüleri
a) 550°C b) 600°C



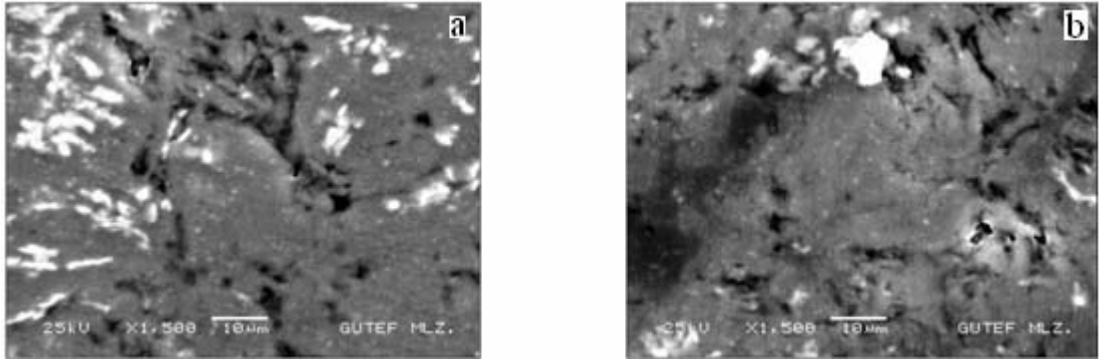
Resim 4.12. 24 saat ısıt işlem uygulanmış numunelerin optik mikroskop görüntüleri
a) 550°C b) 600°C

Daha yüksek büyütme ile bakıldığında ısıtılma süresinin ve sıcaklık farkının tane oluşumları üzerine etkileri daha iyi belli olmaktadır. Resim 4.13 a’da görüldüğü gibi tane boyutları, Resim 4.13 b’deki kadar büyük değildir. Resim 4.13 b’de taneler daha büyük boyutlarda ve sürenin artması ile birlikte de büyüme eğiliminin oluşacağı belli olmaktadır. Resim 4.13 a’da görüldüğü gibi tek taneli yapılar ve taneleri çevreleyen mekanik alaşımlamanın sonucunda oluşan klasik yapıyı görebilmekteyiz.

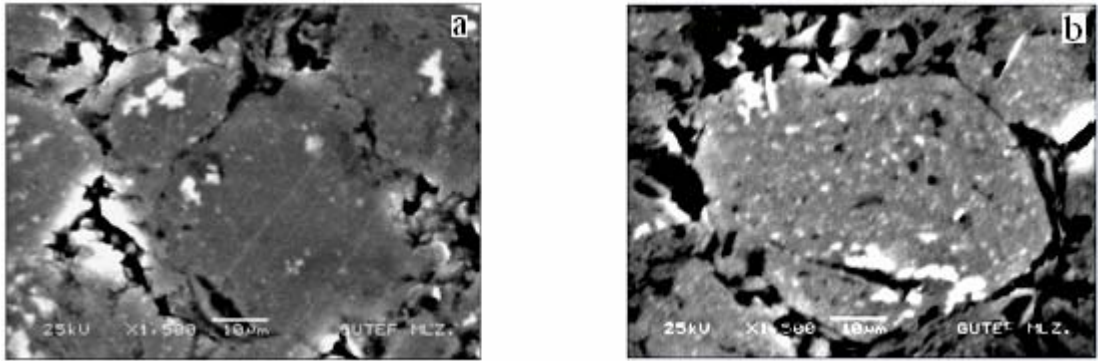


Resim 4.13. 24 saat ısıtılma uygulanmış numunelerin optik mikroskop görüntüleri
a) 550°C b) 600°C

Resimlerin SEM görüntülerinde de ısıtılma ile birlikte yapılarda oluşan farklılıklar belli olmaktadır. Resim 4.14’de görüldüğü gibi 550 °C’de 4 saat ve 12 saat ısıtılma uygulanmış numuneler bulunmaktadır. Bu numunelerde ısıtılma süresinin artması ile birlikte taneler giderek büyümektedir. Resim 4.15 a’da 24 saat ısıtılma uygulanmış numune, Resim 4.15 b’de ise 24 saat ısıtılma sonrası 46 saat yaşlandırılmış numunelerin görüntüleri gözlemlenmektedir. Yaşlanma ile birlikte numunelerin görüntülerinde belli bir değişiklik oluşmamaktadır. ısıtılma süresinin 24 saate artması ile birlikte fazların büyüme eğilimlerinin de arttığı gözlemlenmiştir.

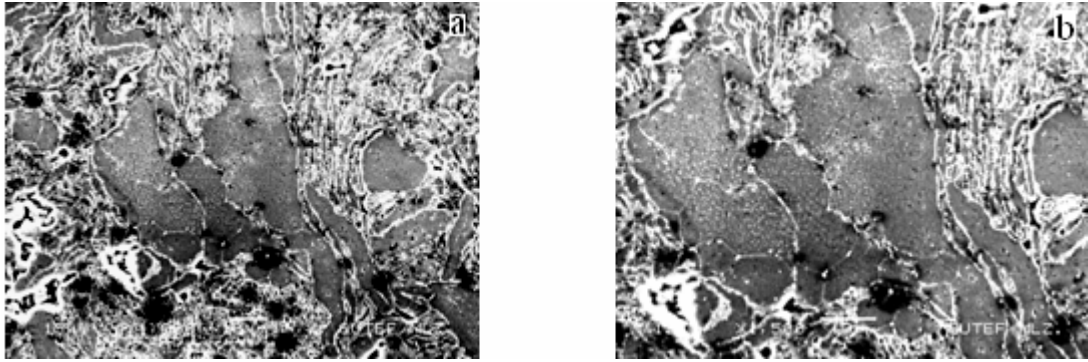


Resim 4.14. 550 °C’de ısıt ışılem uygulanmıř numunelerin SEM g r nt leri
a) 4 saat ısıt ışılem b) 12 saat ısıt ışılem

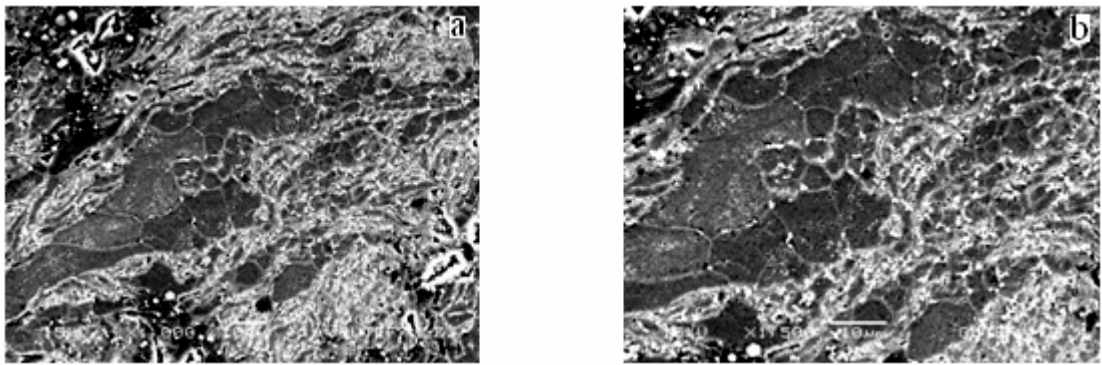


Resim 4.15. 550 °C’de ısıt ışılem uygulanmıř numunelerin SEM g r nt leri
a) 24 saat ısıt ışılem b) 24 saat ısıt ışılem ve 46 saat yařlandırılmıř

Isıt ışılem s resi ve sıcaklıđının artırılması ile birlikte numunelerde, bazı b lgelerde yeniden kristalleřmenin bařlangıç safhasında olduđu g zlemlenmektedir. 600 °C’de 48 saat ısıt ışılem sonrası bazı numunelerin mikro yapıları incelendiđinde yeniden kristalleřmiř k   k taneler fark edilebilmektedir (Resim 4.16). 600 °C’de ısıt ışılem s resi 196 saate  ıkarıldıđında bu oluřumlar daha net bir řekilde g r lebilmektedir (Resim 4.17).



Resim 4.16. 600 °C’de 48 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunelerin SEM görüntüleri
a)X 1000 b)X 1500 büyütme



Resim 4.17. 600 °C’de 196 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunelerin SEM görüntüleri
a)X 1000 b)X 1500 büyütme

4.6. Isıl İşlem Sonrası EDS ve Element Dağılım Haritalaması Sonuçları

Element Dağılım Haritalaması (EDH) analizleri ham tozlara, MA sonrası tozlara, presleme sonrası ısıtıl işlem uygulanan numunelere ve yaşlandırılan numunelere uygulanmıştır. Ayrıca EDS analizleri, farklı sürelerde MA işlemi görmüş tozlar ve çeşitli sürelerde ısıtıl işlem sonrası elde edilen malzemeler için de yapılmıştır. SEM görüntüsü üzerinden farklı bölgelerde yapılan EDS analizleri sayesinde numune içerisinde fazlardaki farklılıklar tespit edilmeye çalışılmıştır.

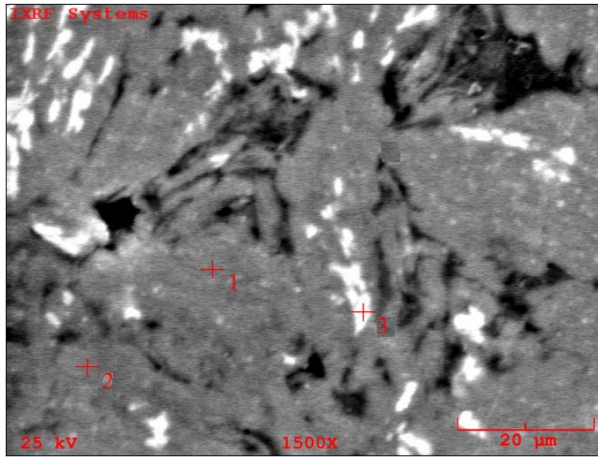
EDS analizi yapılırken numuneler içerisinde belli elementler araştırılmıştır (Al, Cu, C, O v.b.). Yapılan EDS çalışmalarında belli bir atom çapının altındaki elementlerin (O, C, H v.b.) analizleri tam olarak cihaz tarafından yapılamamaktadır. Bu sebepten, bazı analizler sırasında bu elementlerin bulunamaması durumunda, var olmadıkları

var sayılarak, göz ardı edilmişlerdir. Yapılan çalışmalarda, C miktarına bakılarak bu elementin nerelerde yoğunlaştığı ve böylece Al_4C_3 oluşabilecek bölgeler tespit edilmeye çalışılmıştır. Ayrıca O miktarı kontrollü olarak yapılarak oksit oluşabilecek bölgeler de belirlenmeye çalışılmıştır.

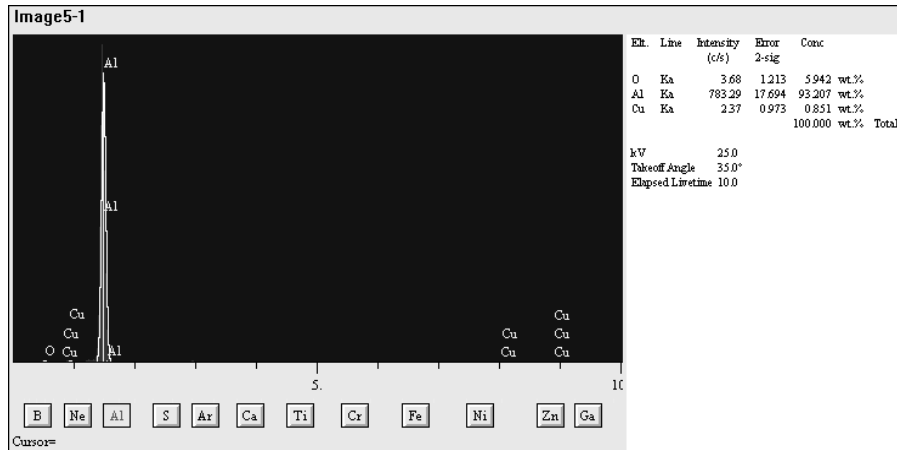
EDS incelemeleri, numuneler üzerinden çekilen resimler üzerinde farklılıklar gösteren bölgelerde yapılarak, resmi çekilen numuneler üzerinde oluşması muhtemel yapılar tespit edilmiştir. Resim 4.18’de 550 °C’de 4 saat ısıtım işlemi uygulanmış numunenin SEM görüntüsü üzerinde belli bölgelerde analizler yapılmıştır. Analiz sonuçları incelendiğinde SEM üzerindeki 1. noktanın EDS sonuçlarına bakıldığında ana matris olan Al ve Cu’ya rastlanılmıştır (Şekil 4.3). Bu noktada oksitlenmenin de olduğu gözlemlenmektedir. Cu miktarı irdelendiğinde, normalde 4’ün üzerinde olması gerekirken 0,851 gibi düşük bir değer çıktığı görülmektedir. SEM üzerindeki 2. noktanın inceleme sonuçlarında (Şekil 4.4), yine Cu miktarının az olduğu görülebilmektedir. Bu sonuç bize Cu’nun belli bölgelerde yoğunlaştığını ve/veya bileşik oluşturması sonucunda cihaz tarafından tespit edilemediği sonucuna ulaştırmaktadır. XRD sonuçlarına bakıldığında ısıtım işlemi sonrası numunelerde Al_2Cu oluştuğu tespit edilmektedir. Bu da Cu’nun Al ile oluşturduğu bileşik sonucunda tespit edilemediğini göstermektedir. Yapılan EDS çalışmasında 3. noktadan alınan sonuçlar incelendiğinde Cu miktarının arttığı görülmektedir (Şekil 4.5). Bu da Cu’nun belli bölgelerde kümeleşebileceğini göstermektedir. Genel olarak alınan EDS sonuçları incelendiğinde ise yine Cu miktarının yüzde olarak 2,56 olmasından dolayı, olması gereken miktarından (%4,06) düşük olduğu anlaşılmaktadır (Şekil 4.6).

EDS incelemeleri yapılırken, Al, Cu ve O analizlerine ağırlık verilmiştir. Al ana matris olarak, Cu ve O’da yapıdaki yeni oluşumları gösterebilmektedir. EDS resimleri incelendiğinde, ısıtım işlem süresinin artması ile Cu’nun bulunduğu konumu koruması (Resim 4.19, Resim 4.21 ve Resim 4.23) ve 24 saat ısıtım işlemi sonrasında yapılan 46 saat yaşlandırma ile birlikte Cu’nun yapı içerisinde homojen bir şekilde dağıldığı gözlemlenmektedir (Resim 4.25). Cu’nun her bölgeye homojen bir şekilde dağılması, daha sonraki sertlik ölçümlerinde çok etkili olmaktadır. Bu bölgelerde Cu ile birlikte, EDS analizinin tespit edemediği Al_2Cu fazıda bulunacağından, sertliği

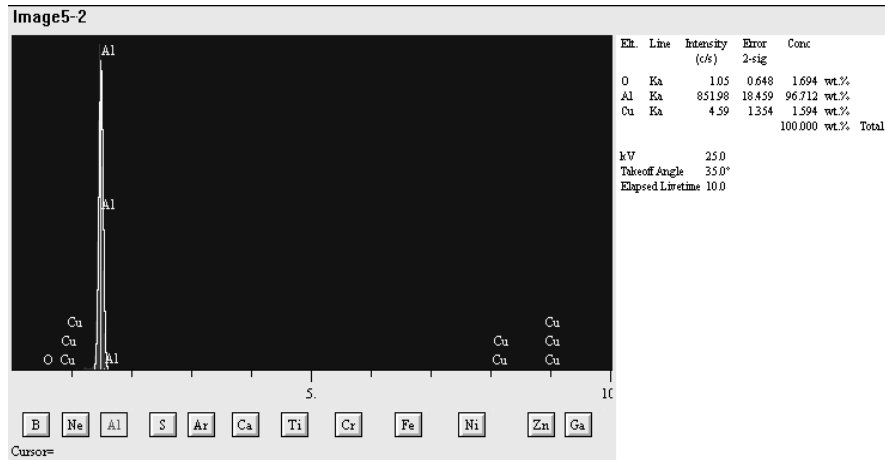
artırıcı etki yapacaktır. Sertlik sonuçlarına bakıldığında ısıtılma sonrası sertlik değerleri çok yüksek olmayan numuneler, yaşlandırıldıktan sonra yüksek sertlik değerlerine çıkabilmektedirler.



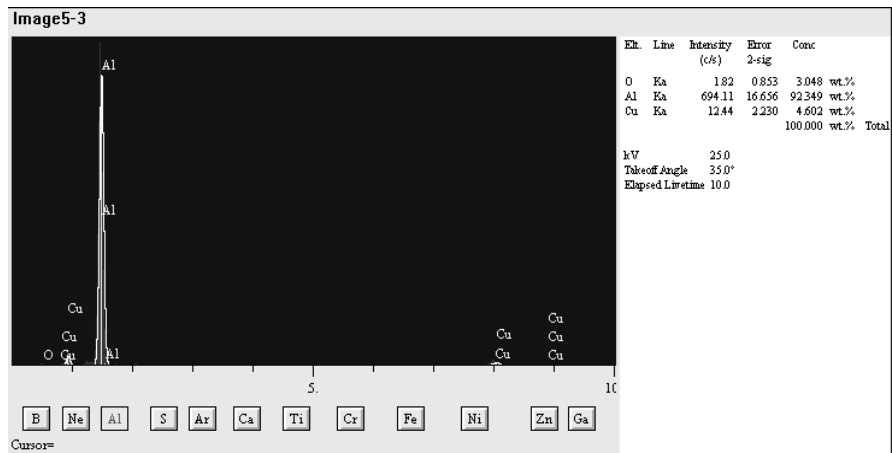
Resim 4.18. 550 °C’de 4 saat ısıtılma uygulanmış numunenin EDS için SEM görüntüsü



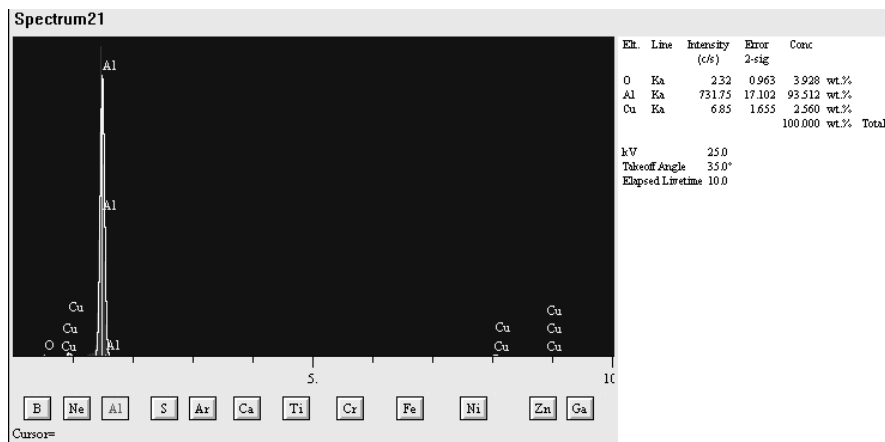
Şekil 4.3. 550 °C’de 4 saat ısıtılma uygulanmış numunenin SEM görüntüsündeki 1. analiz



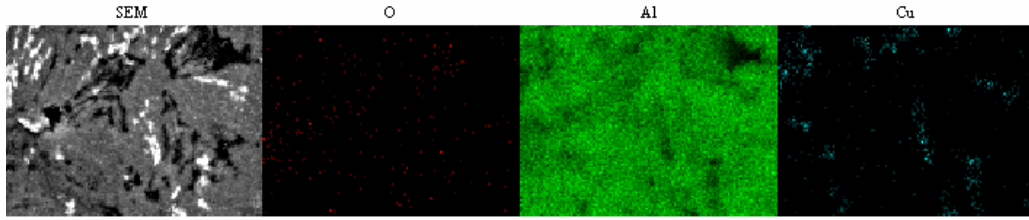
Şekil 4.4. 550 °C’de 4 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunenin SEM görüntüsündeki 2. analiz



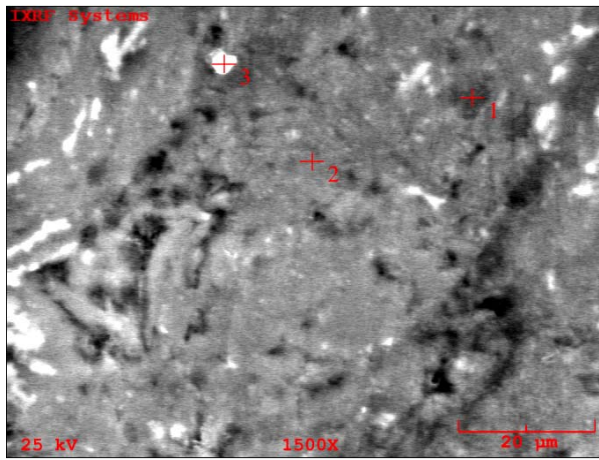
Şekil 4.5. 550 °C’de 4 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunenin SEM görüntüsündeki 3. analiz



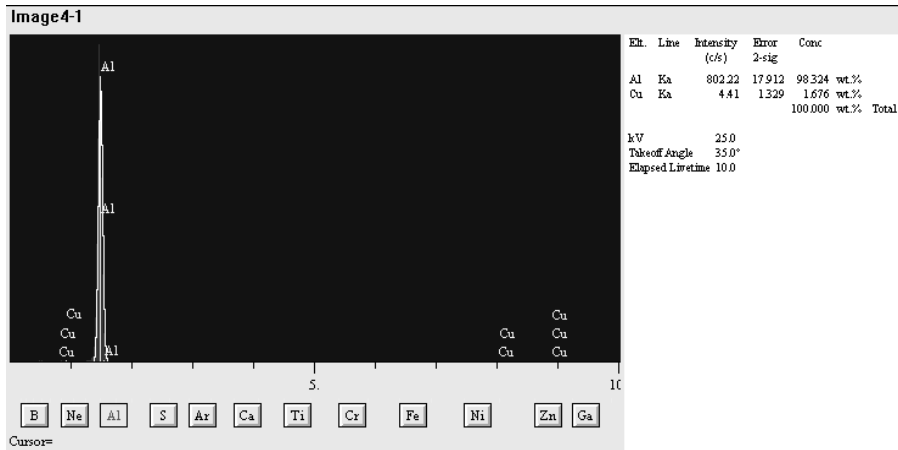
Şekil 4.6. 550 °C’de 4 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunenin genel EDS sonuçları



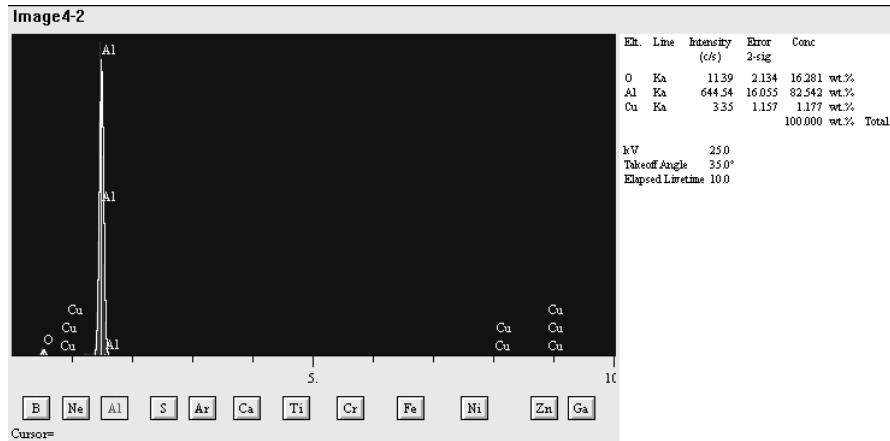
Resim 4.19. 550 °C’de 4 saat ısıt işlem uygulanmış numunenin Element Dağılım Haritalaması



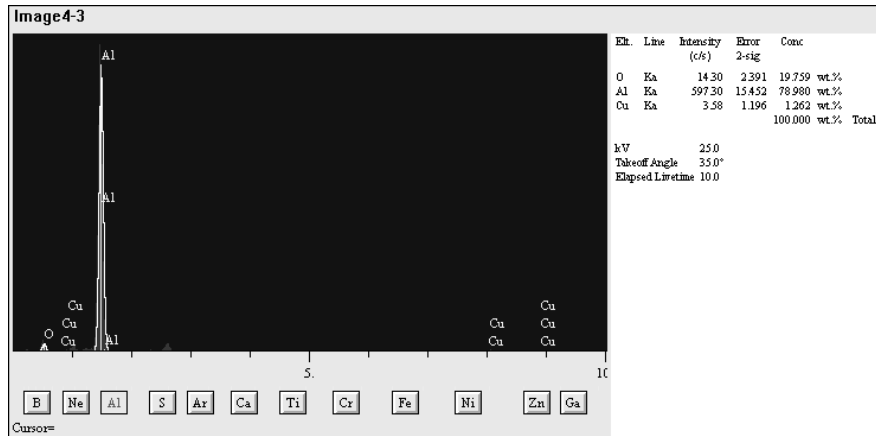
Resim 4.20. 550 C’de 12 saat ısıt işlem uygulanmış numunenin EDS için SEM görüntüsü



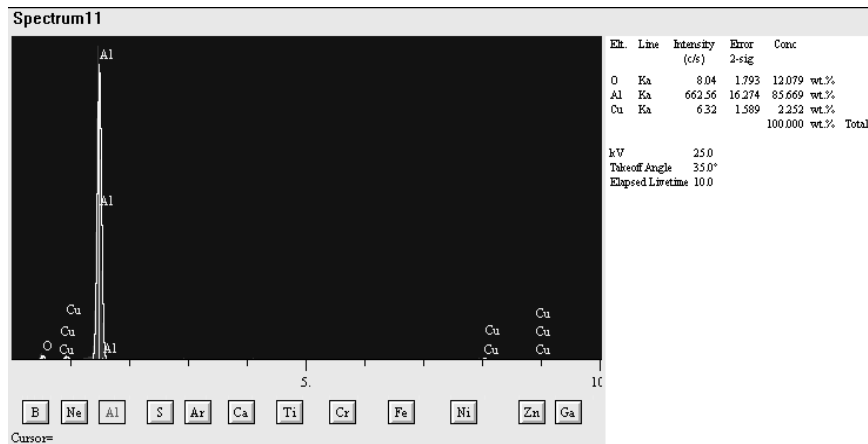
Şekil 4.7. 550 °C’de 12 saat ısıt işlem uygulanmış numunenin SEM görüntüsündeki 1. analiz



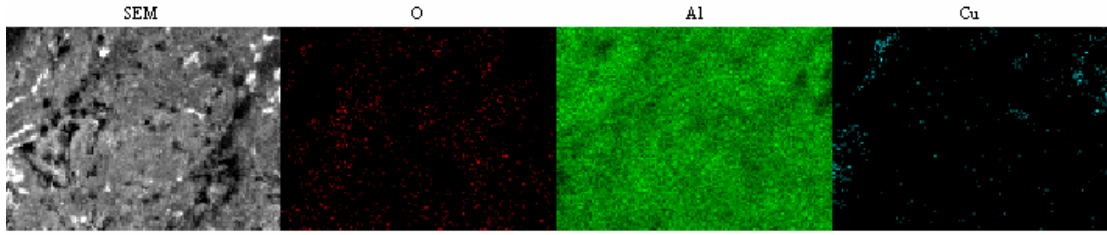
Şekil 4.8. 550 °C’de 12 saat ısıt işlem uygulanmış numunenin SEM görüntüsündeki 2. analiz



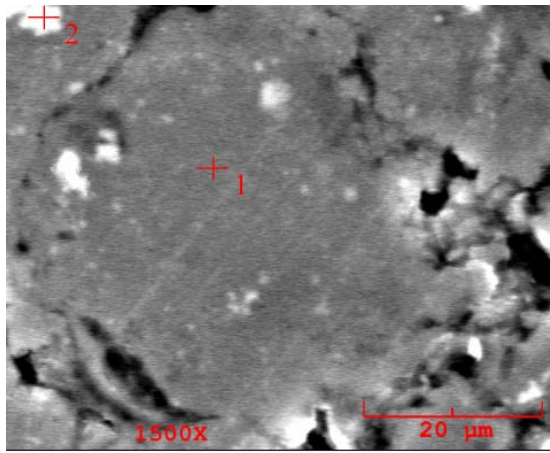
Şekil 4.9. 550 °C’de 12 saat ısıt işlem uygulanmış numunenin SEM görüntüsündeki 3. analiz



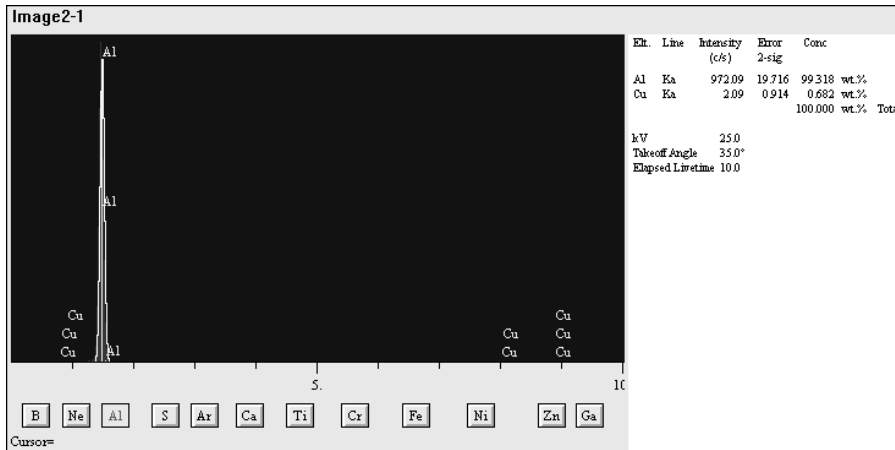
Şekil 4.10. 550 °C’de 12 saat ısıt işlem uygulanmış numunenin genel EDS sonuçları



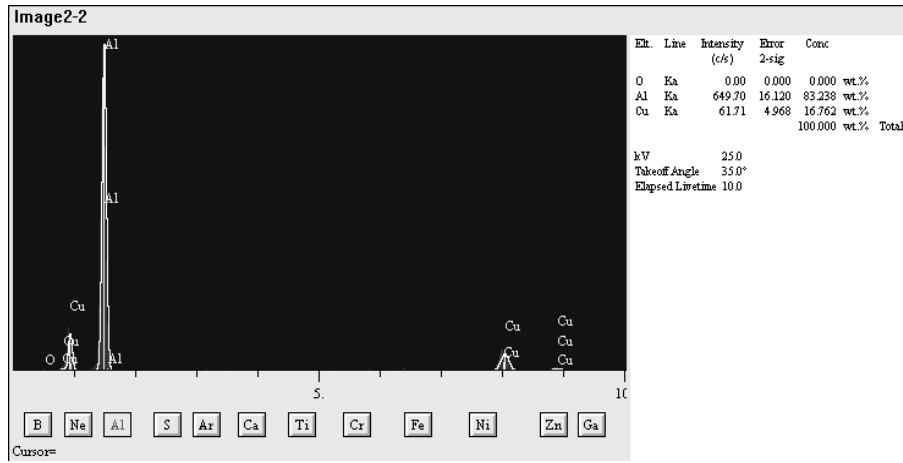
Resim 4.21. 550 °C’de 12 saat ısıt işlem uygulanmış numunenin Element Dağılım Haritalaması



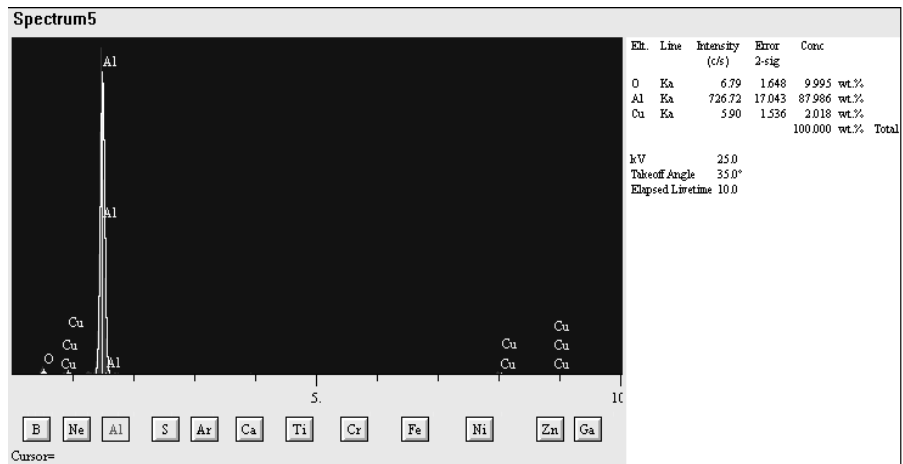
Resim 4.22. 550 °C’de 24 saat ısıt işlem uygulanmış numunenin EDS için SEM görüntüsü



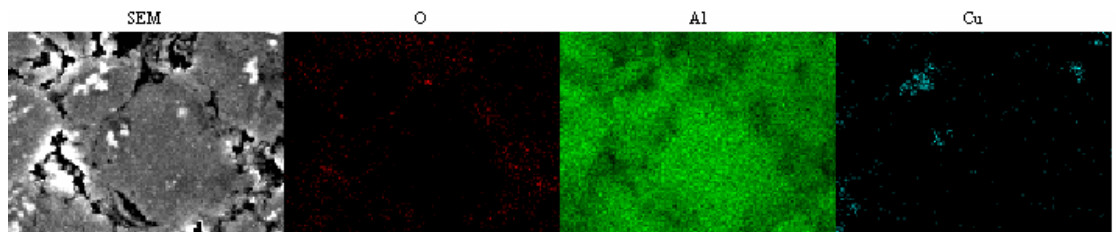
Şekil 4.11. 550 °C’de 12 saat ısıt işlem uygulanmış numunenin genel EDS sonuçları



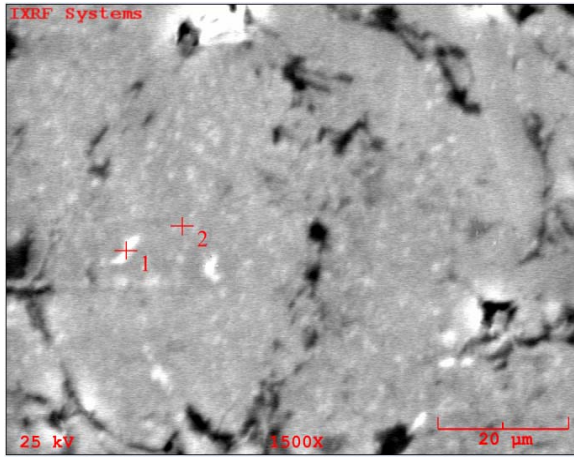
Şekil 4.12. 550 °C’de 24 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunenin SEM görüntüsündeki 2. analiz



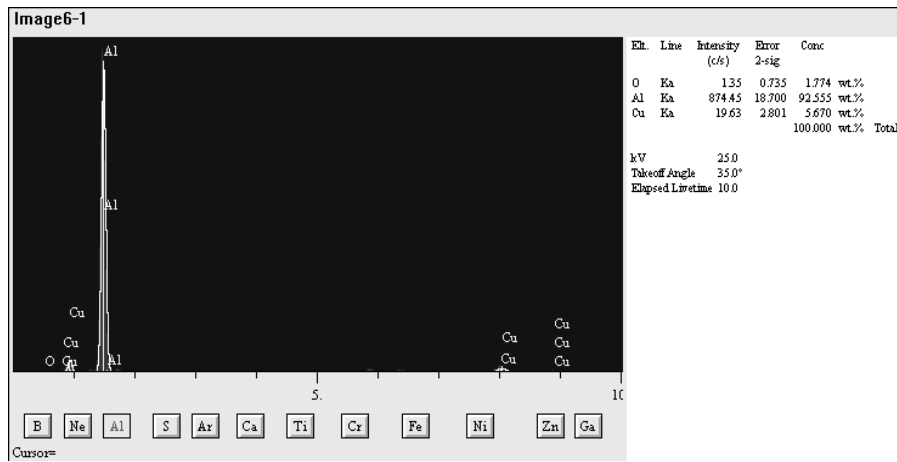
Şekil 4.13. 550 °C’de 24 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunenin genel EDS sonuçları



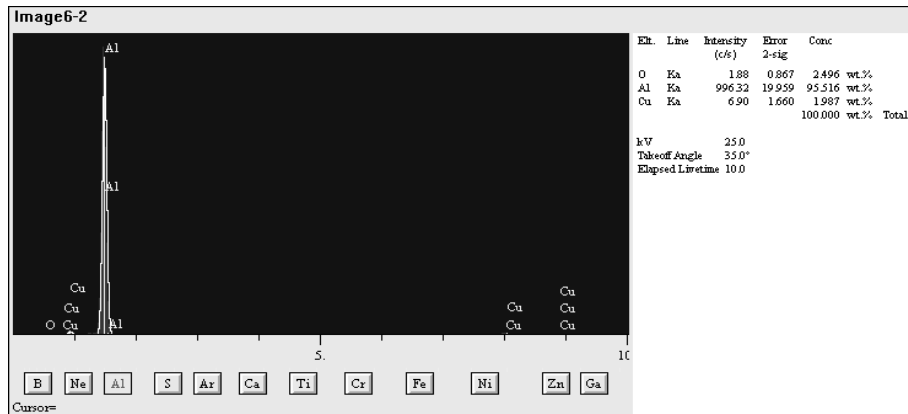
Resim 4.23. 550 °C’de 24 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunenin Element Dağılım Haritalaması



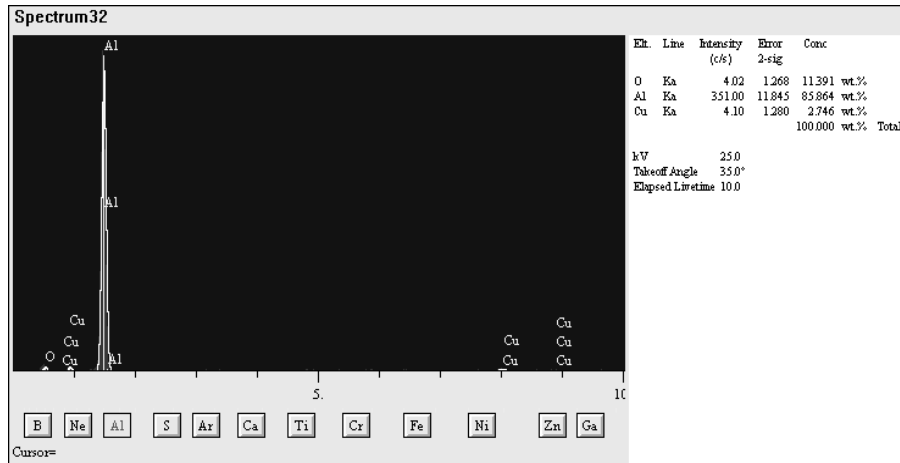
Resim 4.24. 550 C’de 24 saat ısıtıl işlem uygulanmış ve yaşlandırılmış numunenin EDS için SEM görüntüsü



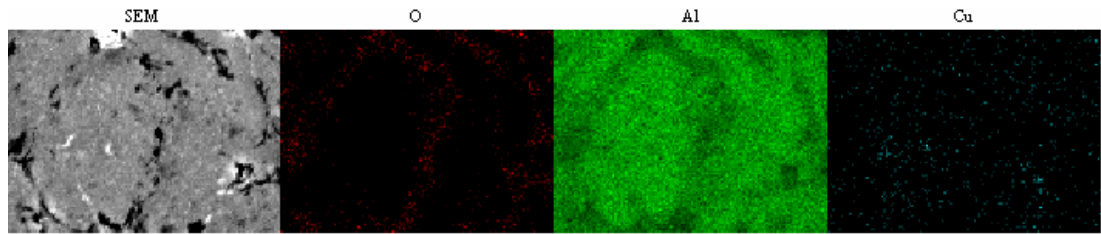
Şekil 4.14. 550 °C’de 24 saat ısıtıl işlem uygulanmış ve yaşlandırılmış numunenin genel EDS sonuçları



Şekil 4.15. 550 °C’de 24 saat ısıtıl işlem uygulanmış ve yaşlandırılmış numunenin genel EDS sonuçları



Şekil 4.16. 550 °C’de 24 saat ısıtıl işlem uygulanmış ve yaşlandırılmış numunenin genel EDS sonuçları



Resim 4.25. 550 °C’de 24 saat ısıtıl işlem uygulanmış ve yaşlandırılmış numunenin Element Dağılım Haritalaması

4.7. Isıl İşlem Öncesi ve Sonrası XRD Sonuçları

MA sonrasında elde edilen tozlarda ve presleme sonrası ısıtıl işlem uygulanan tozlarda yapılan XRD çalışmaları ile Al ile C arasındaki etkileşimler incelenmiştir. Etkileşim sonucu yapılan çalışmada Al_4C_3 (alüminyum karbür) oluşumunu elde etmektir. Bu oluşumu elde etmek için gerekli koşullar tespit edilmeye çalışılmıştır. Uygun koşulları bulabilmek için farklı sürelerde MA işlemine tabi tutulmuş tozlarda XRD analizlerine bakılmıştır. Tozlardan 7 saat MA işlemine tabi tutulmuş tozlara presleme (800 MPa) sonrasında, farklı sıcaklık (550 ve 600 °C) ve sürelerde ısıtıl işlem uygulanmış numunelere XRD incelemeleri yapılmıştır.

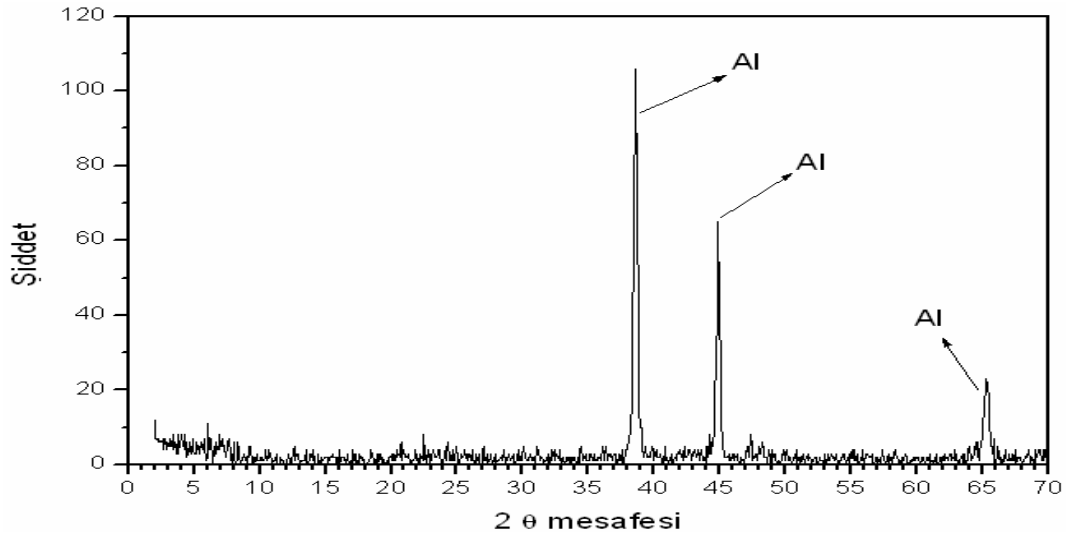
Yapılan XRD incelemeleri ilerleme hızının miktarına ve uygulanan akımın şiddetine bağlı olarak piklerde farklılıklar oluşabilmektedir. Eğer uygulanan akım oranı az ise ve ilerleme miktarı hızlı ise gerekli piklerin tepelikleri yeterli seviyede

oluşmamaktadır. Bu oluşumlar gerçekleşmediği takdirde farklı sonuçlar çıkabilmektedir. Bu sebeplerden dolayı ilerleme miktarı ve uygulanan akımın şiddeti uygun değerde olmalıdır. İlerleme miktarı ne kadar yavaş olursa numune içerisindeki tepeciklerin boyutunda da buna bağlı olarak bir artış gözlenebilmektedir. Çünkü aletin saniyedeki sinyal sayısına bağlı olarak bir nokta için daha fazla sinyal alınabilmektedir.

Tozlara uygulanan XRD işlemlerinde yapı içerisinde bulunan Al ve Cu'nun tespiti için 2θ mesafesi olarak 0 ile 70 arasında kullanılmıştır. Ancak ısıtma işlemi uygulanan numunelerde oluşumların 2θ mesafeleri 70'in üzerine çıkabileceği için 10 ile 110 aralığı tercih edilmiştir. Yapılan XRD çalışmasında yapı içerisinde bulunan element veya bileşiklerin oranları % 5'ten fazla olduğu durumda cihaz bu yapıları tespit edip verebilmektedir. %5'in altındaki kısımlarda bulunan yapıları ise tespit edememektedir. Cu ve C'nun miktar olarak %5'in altında olmasından dolayı bu elementlerin oluşturması muhtemel yapıların kartları kullanılarak cihazda gözle yapılmaktadır. XRD analiz cihazı, ısıtma işlemi sonrası yapı içerisinde bulunan Al ve Al_2Cu 'nun miktarları %5'in üzerinde olmasından dolayı otomatik olarak verebilmektedir.

XRD sonrasında yapı içerisinde oluşması muhtemel yapılar Ekler kısmında verilmektedir. Bu yapılar piklerin kontrolünü yapabilmek için, analiz yapılan XRD cihazının hafızasından alınmıştır.

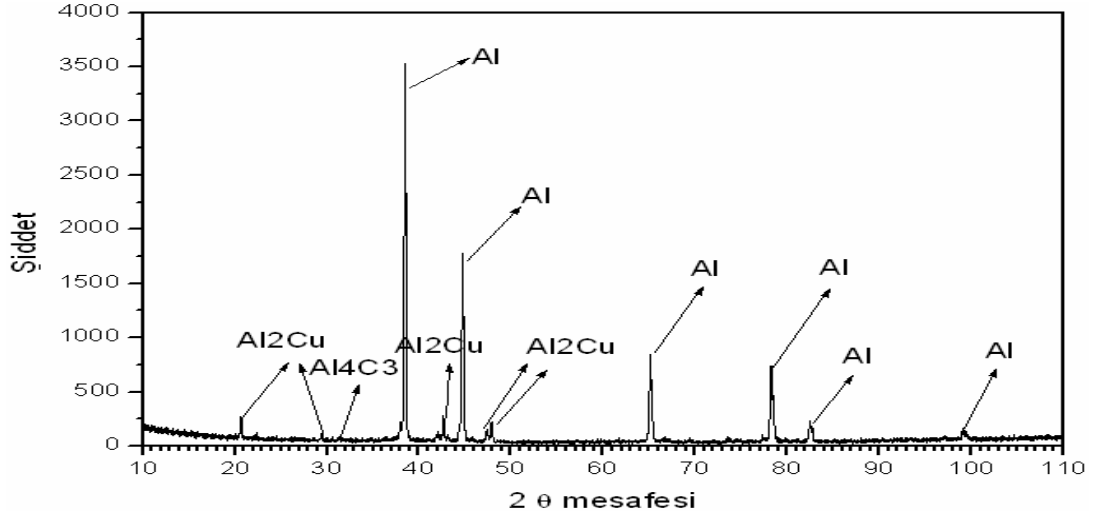
Tozların XRD kırınimleri 2 saatten 7 saate kadar olan toz numuneler için incelenmiştir. 7 saatin altındaki tozlarda kırınimler çok belirsiz olduğundan, oluşan element veya bileşiklerin tespiti zorlaşmaktadır. Bu sebeplerden dolayı sadece 7 saat MA işlemine tabi tutulmuş tozların kırınimleri üzerinde incelemeler yapılmıştır (Şekil 4.17). Şekil incelendiğinde yansımalarda genellikle Al pikinin olduğu gözlemlenmektedir.



Şekil 4.17. 7 saat MA uygulanmış tozların XRD analizi

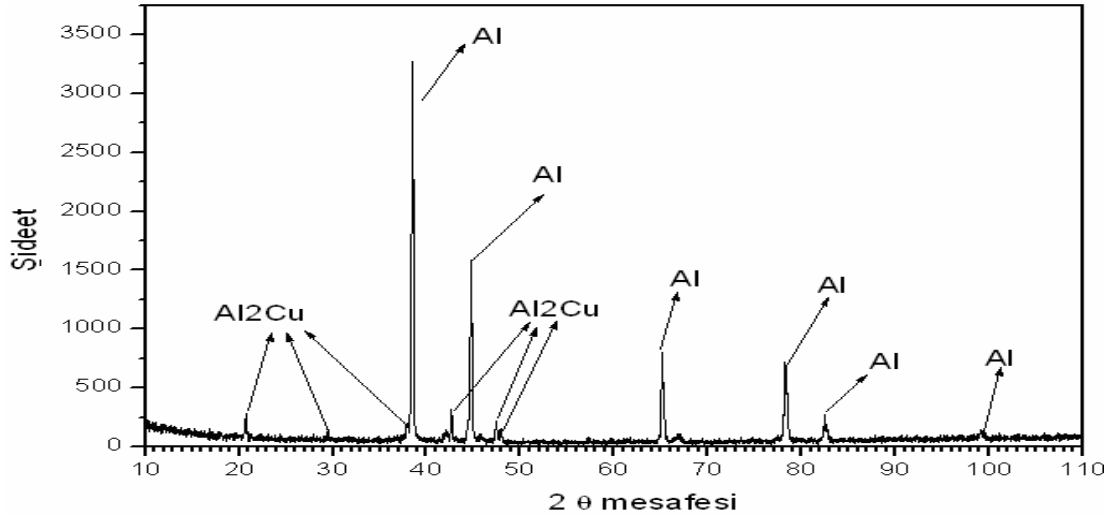
MA sonrası XRD analizlerinde tespit edilemeyen karbür oluşumları, ısıtıl işlem sonrası numunelere XRD incelemeleri ile tespit edilmeye çalışılmıştır. Isıl işlemin oluşumlara etkisini anlayabilmek için farklı sürelerde ısıtıl işlem uygulanan numunelerde XRD incelemeleri yapılarak ısıtıl işlem süresinin numuneler üzerindeki karbür ve diğer oluşumlara etkileri incelenmiştir. XRD incelemeleri farklı sıcaklıklarda ısıtıl işleme tabi tutulmuş numunelerde yapılarak (550 °C ve 600 °C), sıcaklığın karbür oluşumuna etkileri araştırılmıştır.

550 °C’de 4 saat ısıtıl işlem sonrası numunenin XRD analizleri incelendiğinde yapıda çoğunluk olarak Al ve Al_2Cu bulunduğu tespit edilmiştir (Şekil 4.18). Al_4C_3 oluşumlarında tepciklerin yeni yeni çıkmaya başladığı gözlemlenmiştir. Ancak yapıda olması gereken genel karbür tepciklerinin tespiti yapılamamıştır. Sadece belirginleşebilen tepe işaretlenebilmiştir. Isıl işlem süresinin düşüklüğü sebebiyle tepcikler, tespiti edilebilecek büyüklükte değildir ve süresinin artması ile birlikte karbür tepelerinde artışlar başlamaktadır.

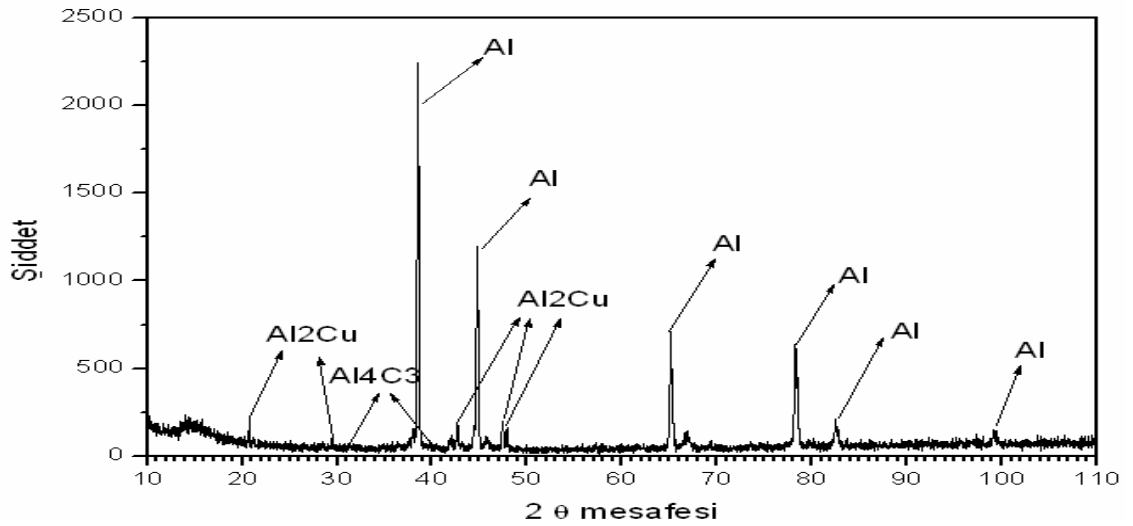


Şekil.4.18. 550 °C’de 4 saat ısıtıl işlem sonrası XRD analizi

12 saat ısıtıl işlem sonrasında XRD analizi yapıldığında numunenin üzerindeki karbür tepecik oluşumlarında artış başladığı gözlemlenmektedir (Şekil 4.19). Isıl işlem süresinin artması ile birlikte tepeciklerde yükselmektedir (Şekil 4.20). Ancak XRD analizlerinde oluşan karbür tepeciklerinin tespitinde gerektiği kadar tepecik sayısı ve boyutuna ulaşamamıştır. Karbürlerin oluşumlarını tespit edebilmek için ısıtıl işlem sıcaklığı 600 °C’ye kadar artırılmış ve ısıtıl işlem süresini de arttırarak, 196 saate kadar çıkılmıştır. Böylece 600 °C ısıtıl işlem sıcaklığında 48, 96, 144 ve 196 saate kadar ısıtıl işlem yapılarak sıcaklığın ve süresinin karbür oluşumuna etkileri XRD analizleri birleştirilerek incelenmiştir (Şekil 4.22). İnceleme sonrasında numuneler üzerinde bulunan karbür piklerinin sayısının ve tepeciklerin boyutlarının artmaya başladığı tespit edilmiştir. Karbür oluşumlarının etkileri yaşlanma ile birlikte sertlik ölçümleri ile kesinlik kazandırılmaya çalışılmıştır.



Şekil 4.19. 550 °C’de 12 saat ısıtıl işlem sonrası XRD analizi

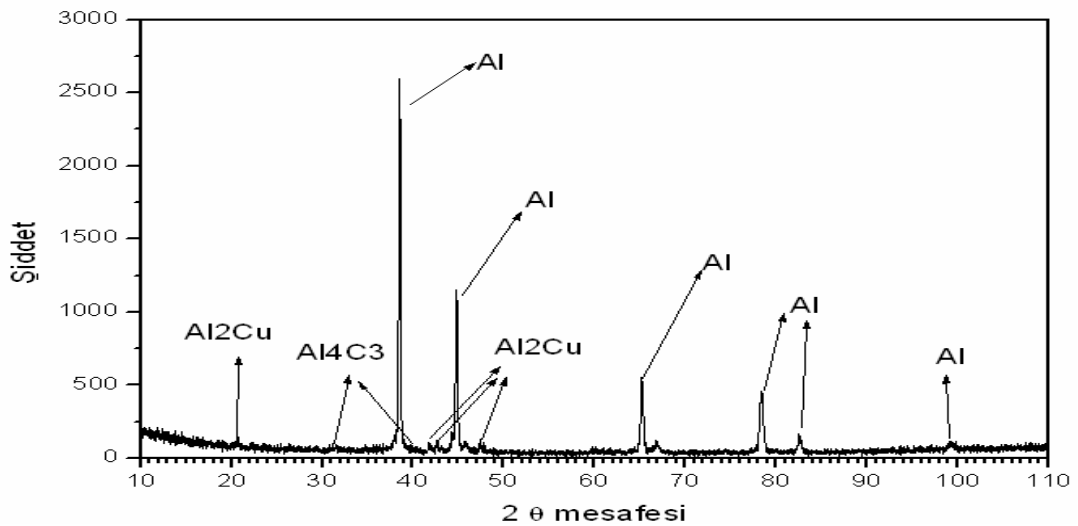


Şekil 4.20. 550 °C’de 24 saat ısıtıl işlem sonrası XRD analizi

XRD analizleri incelendiğinde, Şekil 4.18, 4.19, 4.20’de görüldüğü gibi çeşitli sürelerde ısıtıl işlem uygulanmış olan numunelerde, yavaş da soğumanın etkisiyle tane sınırlarında bol miktarda Al_2Cu fazının oluştuğu görülebilmektedir. Buna karşın Şekil 4.21’de 550 °C’de 24 saat ısıtıl işlem sonrasında 46 saat yaşlandırılan numunenin Al_2Cu oluşumuna ait XRD tepeciklerinin nispi olarak alçaldığı gözlemlenmektedir. Dolayısıyla ısıtıl işlem sonrasında yapıda bulunan Al_2Cu fazının miktarı, yaşlandırma ile birlikte belirgin bir şekilde azaldığı anlaşılmaktadır.

Çözündürme işleminde 520 °C'ye çıkıldığında, Al_2Cu fazı eriyerek Al (α fazı) içinde homojen olarak dağılmaktadır. Yaşlandırma işlemine geçildiğinde, önceden ısıtıl işlem esnasında oluşan Al_4C_3 'ler, dislokasyonların ağ yapısındaki uygun pozisyonlara zaten oturduklarından bu pozisyonları halen işgal etmektedirler. Oluşum hızı daha yavaş olan uyumlu GP bölgeleri dislokasyon yapısında tutunabilecekleri yer bulamamaktadırlar ve zorda olsa gecikmeli olarak daha az miktarda oluşabilmektedirler. Dolayısıyla yaşlanmanın ileri safhalarında malzemenin sertliğinde belirgin bir artış oluşmamaktadır. Buna karşın yaşlanma işleminin hemen başlangıcındaki sertlikteki hızlı artış Al_2Cu 'dan ziyade bazı yeni ilave Al_4C_3 parçacıklarının yapıda oluşmasından kaynaklanabilir.

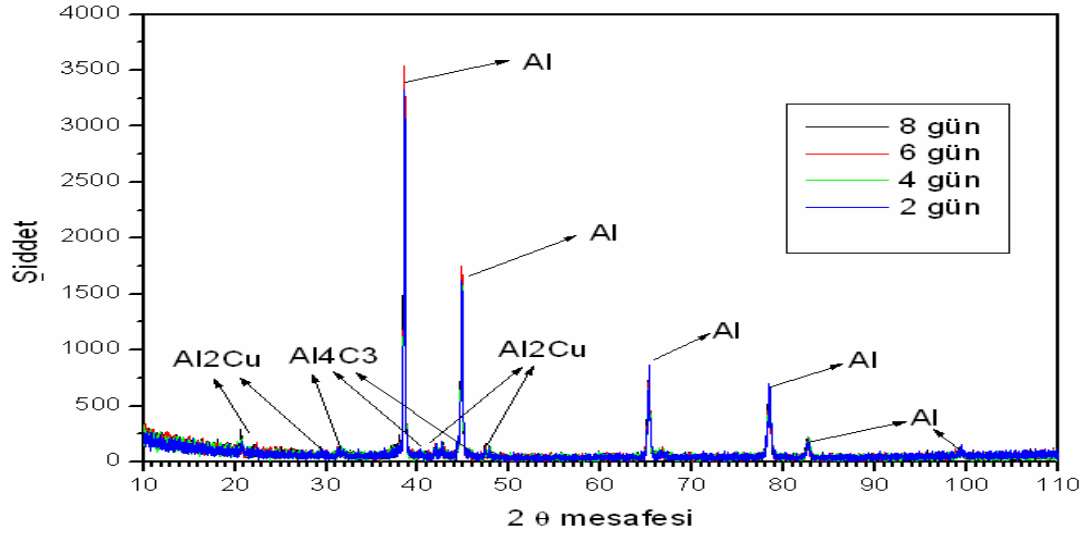
Bu sebepten yoğun bir şekilde parçacıklarla donatılmış olan bu kompleks yapıda kararlı hale gelmiş dislokasyon alt yapılarının hareketsizliğinden dolayı hiçbir şekilde yapıda bir toparlanma ve hatta yeniden kristalleşme gelişim göstermemektedir [90].



Şekil 4.21. 550°C'de 24 saat ısıtıl işlem ve 46 saat yaşlandırma sonrası XRD analizi

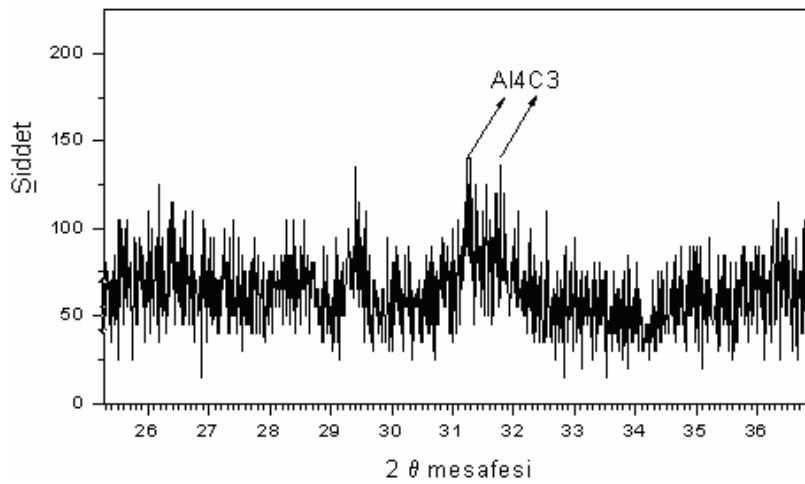
Şekil 4.22'de 600 °C ısıtıl işlem sıcaklığında 48, 96, 144 ve 196 saat uzun süreli ısıtıl işlem uygulanan numunelerin XRD analizi sonuçları birleştirilerek inceleme yapıldığında karbür oluşumlarının zamana göre artmadığı tespit edilmektedir. Buda

yüksek sıcaklıklarda uzun süreli ısıtma işlem sonrasında numunelerde oluşturulan yapılar ısıtma işlem süresinin artırılmasıyla değişmediğini göstermektedir.

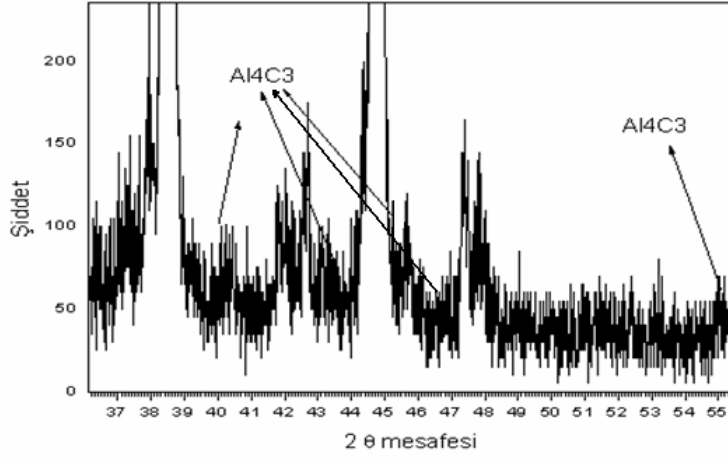


Şekil 4.22. 600 C°’de 48, 96, 144 ve 196 saat ısıtma işlem uygulanan numunelerin XRD sonuçlarının birleştirilmesi

196 saat uzun süreli ısıtma işlem sonrası numunede oluşan karbür yapılarını tespit edebilmek için büyütme yapıldığında karbür pikleri daha açık tespit edilebilmektedir (Şekil 4.23, Şekil 4.24).



Şekil 4.23. Al₄C₃ oluşumlarının bulunduğu 2θ mesafeleri 1.
(2θ mesafesi ve pik şiddeti = 31.113 ve 54, 31.740 ve 100)



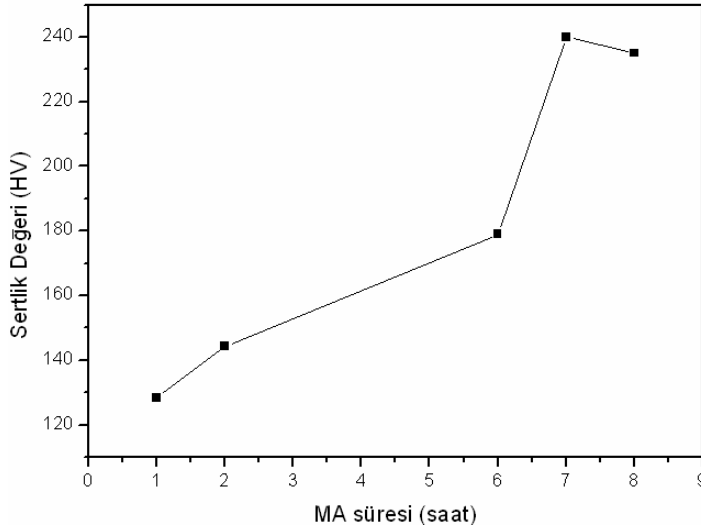
Şekil 4.24. Al_4C_3 oluşumlarının bulunduğu 2θ mesafeleri 2.
(2θ mesafesi ve pik şiddeti = 40.085 ve 83, 43.431 ve 49, 44.810 ve 100, 46.611 ve 80, 55.043 ve 86)

4.8. Sertlik Sonuçları

Sertlik ölçümlerinde toz sertliklerinin ölçümünde ve yaşlanma öncesi ısıtma işlemi uygulanan numunelerinin sertliklerinin ölçümünde mikro sertlik cihazı kullanılmıştır. Toz boyutlarının çok ufak olması ve makro sertlik cihazında bu boyutlardaki tozların ($\Rightarrow 200\mu m$) ölçümlerinin gerçekleştirilemeyeceğinden dolayı bu yöntem tercih edilmiştir. Yük olarak HV 0,1 kg tercih edilmiştir.

Sertlik sonuçları incelemelerinde MA süresinin ve ısıtma işlem süresinin sertlik üzerine etkileri incelenmiştir. Sertlik sonuçları incelendiğinde, MA süresinin, presleme basıncının, ısıtma işlem süresinin, oluşan Al_4C_3 parçacıklarının ve yaşlanmanın sertlik üzerinde önemli roller üstlendiği söylenebilmektedir. Oluşturulan Al_4C_3 fazının sertlik üzerine olan etkilerini anlayabilmek için karbür içermeyen ısıtma işlemi uygulanmış numuneler ile Al_4C_3 oluşturulmuş fazlar arasındaki makro sertlik kontroller yapılarak karşılaştırılmıştır. Ayrıca yine Al_4C_3 yapısının sertlik üzerine olan etkisini karşılaştırabilmek için yapısında karbür fazı bulunan ve karbür fazı bulunmayan numunelere yaşlandırma işlemi uygulanarak iki değişken arasındaki farklar kontrol edilmiştir. Yapılan bu çalışma ile Al_4C_3 fazının oluşumu ve sertliğe olan katkısı hakkında bilgi edinilmeye çalışılmıştır.

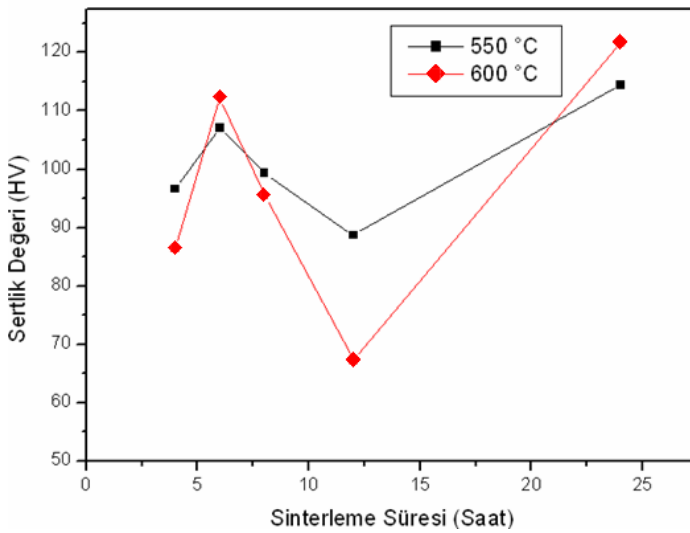
Şekil 4.25’de MA süresinin sertlik üzerine olan etkisi gösterilmiştir. Şekilden anlaşılacağı üzere MA süresinin artması ile birlikte tozların serliğinin de arttığı gözlemlenmektedir. Buradaki sertlik artışı tozların MA süresine bağlı olarak pekleşmeye neden olduğu ve pekleşme ile birlikte de tozların sertliklerinde bir artış olduğudur. 7 saat MA süresinden sonra tozların sertlik değerinin sabit bir değer alamaya başladığı gözlemlenmektedir. Bu şekil yardımı ile MA süresinin yeterli olduğu nokta hakkında bilgi sahibi olabilmekteyiz. Şekilde yalnızca 8 saat MA süresine kadarki tozlar verilmiştir. Şekil yardımı ile MA işlemi ile oluşması gereken tozların pekleşme tavrı da kontrol edilmektedir. Sonuçların sağlıklı çıkabilmesi aynı toz tanesi üzerinden en az 2, en fazla 4 ölçüm alınmakta ve en az 10 tane farklı tozdan sertlik değeri alınarak sonuçlar elde edilmektedir.



Şekil. 4.25. Farklı sürelerde MA işlemine tabi tutulmuş tozların sertlik sonuçları

Sıcaklığın serlik üzerine etkisini inceleyebilmek için 550 °C ve 600 °C’de ısıtıl işlem uygulanan numunelerin sertlik kontrolleri yapılmıştır. Farklı sürelerde yapılan ısıtıl işlem ile de sıcaklığın ve süresinin sertlik üzerine etkileri incelenmiştir. 4, 6, 8, 12 ve 24 saat ısıtıl işlem sürelerinde, 550 °C ve 600 °C’de ısıtıl işlem uygulanan numunelerin sertlik kontrolleri yapılmıştır. Şekil 4.26’da 550 °C ve 600 °C’de ısıtıl işlem uygulanan numunelerin sertlik sonuçları incelendiğinde, sertlikteki düşüş ve artışların zamana bağlı olarak değişimleri aynı gözükmemektedir. Ancak sıcaklık

farklılığından kaynaklanan sertlik değerlerinde farklılıklar oluşmaktadır. 4 saat ısıtım işlem sonrası sertlik değerleri incelendiğinde 550 °C ve 600 °C'deki sertlik değerleri arasında farklılaşma olduğu görülmektedir. 550 °C'de 4 saat ısıtım uygulanmış numunenin sertlik değerinin 600 °C'de ısıtım işlem uygulanan numuneden daha fazla olduğu gözlemlenmektedir. Bu farklılık MA sonrası toz tanelerinde oluşan pekleşmenin 550 °C'de tamamen yok edilememesi ve 600 °C ısıtım işlem sonrasında yapıda oluşan tane büyümesinin sertliği düşürmesinden kaynaklandığı olarak tahmin edilmektedir.



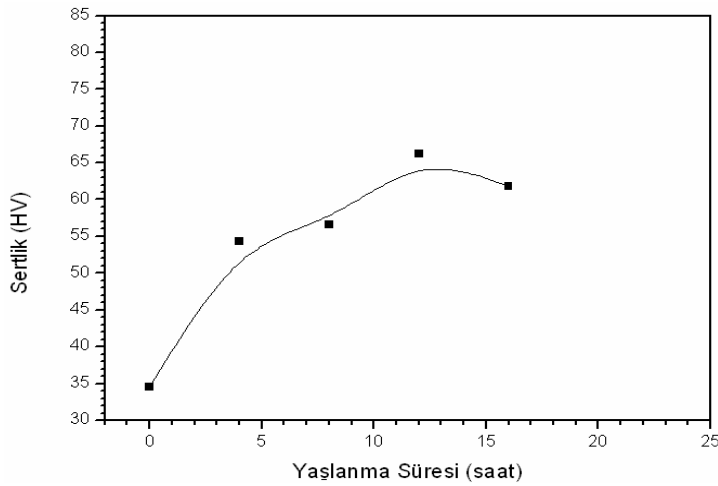
Şekil 4.26. 550 ve 600 °C'de farklı sürelerde ısıtım işlem uygulanmış numunelerin sertlik sonuçları

Yapılan sertlik çalışmalarında mikro sertlik yöntemi kullanıldığından çalışmalar genellikle tek tane üzerindeki sertliklerden yararlanılarak yapılmıştır. Bu çalışma sonuçları deneysel çalışmada yeterli bilgiyi vermediğinden makro sertlik sonuçlarından da yararlanılmıştır. Yapılan makro sertlik ile birçok tane üzerinden alınan sertlik sonuçları numunenin genelinden bir sonuç alma imkanı sağlamaktadır. Ayrıca makro sertlik sayesinde yapı içerisinde oluşan Al_4C_3 'ün sertlik üzerine olan etkileri bulunmaya çalışılmıştır.

4.9. Makro Sertlik Sonuçları

Makro sertlik ölçümleri yaşlanma süresinin kontrolünde ve yaşlanma ile birlikte sertlikte oluşan değişimlerin kontrolünde kullanılmıştır. Yaşlanma işleminde makro sertlik sonuçlarının kullanılmasının nedeni, yaşlanma işlemi ile birlikte tane içerisinde ve tane sınırlarında çökelti meydana gelmektedir. Bu çökelti mikro sertlik ölçümleri ile elde edilememektedir. Makro sertlik ölçümleri sayesinde yaşlandırma uygulanmış numunelerin içerisindeki birçok tanenin ve altyapı tane sınırının sertlikleri hakkında genel bir bilgi elde edebilmekteyiz.

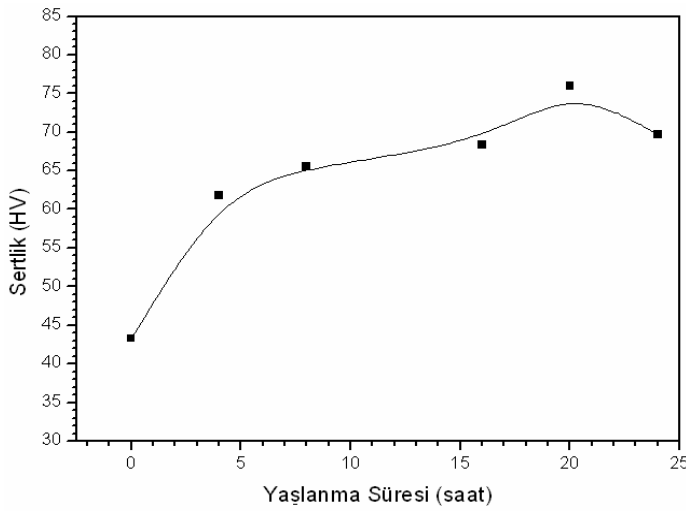
Şekil 4.27’de gözlemlendiği gibi işlem görmemiş AA2014 malzemesinden üretilen 550 °C’de 4 saat ısıtıl işlem uygulanmış numuneye 520 °C’de çözündürme işlemi uygulanmış ve su verilmiştir. Daha sonra çözündürülen bu numuneler 4, 8, 12, 16, 20 ve 24 saat 150 °C ‘de yaşlandırma işlemine tabi tutulmuştur. Yaşlandırma uygulanan numunelere her yaşlandırma süresi sonunda sertlik testi yapılarak, zamana bağlı olarak sertlik sonuçları tespit edilmiştir.



Şekil 4.27. 550 °C’ de 4 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunelerin yaşlanma sonrası sertlik değerleri

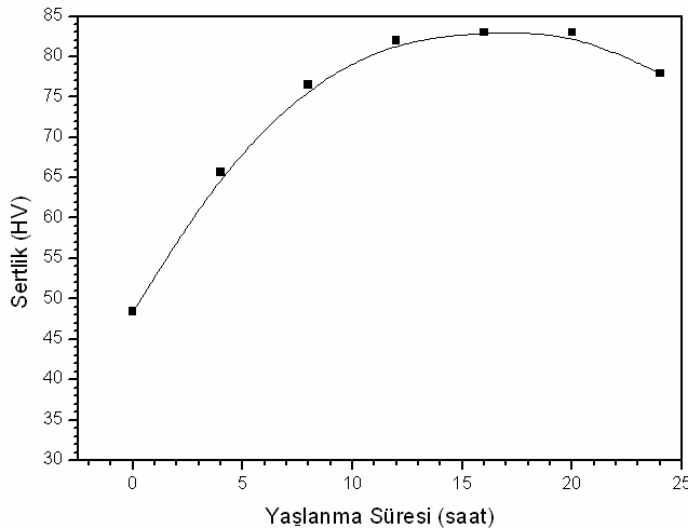
Şekil 4.28’de gözlemlendiği gibi ısıtıl işlem sonrası sertlik değeri 43 iken yaşlanma süresine bağlı olarak sertlik değeri giderek artmaktadır. 20 saat yaşlandırma sonrasında sertlik değeri düşmeye başlamaktadır. Bu da yaşlandırma işleminde aşırı

yaşlandırma kısmını geçtiğimizi ve sertlik değerinin bu noktadan sonra düşmeye başlayacağını göstermektedir. En yüksek sertlik değeri ise Şekil 4.28’de yaklaşık olarak 73 HV değerine ulaştığı gözlemlenmektedir. Numunelere uygulanan ısıtıl işlem süresinin artmasıyla birlikte sertlik değerlerinin ve yaşlanma süresinin arttığı gözlemlenmektedir.



Şekil 4.28. 550 °C’de 8 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunelerin yaşlanma sonrası sertlik değerleri

Şekil 4.29’da gözlemlendiği gibi yaşlanma işlemi ile birlikte sertlik artmaktadır. 24 saat ısıtıl işlem sonrasındaki sertlik değeri 2 ve 8 saat ısıtıl işlem sonrasındaki sertlik değerinden daha yüksektir. Yaşlanma sonrası en yüksek sertlik değerinin de 2 ve 8 saat ısıtıl işlem uygulanan numunelerin yaşlanma sonrası sertlik değerlerinden daha yüksek olduğu gözlemlenmektedir. Ayrıca 24 saat ısıtıl işlem sonrası yaşlandırma işleminde en yüksek sertlik değerinde kalma zamanı, daha düşük sürelerde ısıtıl işlem uygulanan numunelere göre daha uzun olduğu gözlemlenmektedir. Burada ısıtıl işlem süresinin artışı ile birlikte yaşlanma zamanına bağlı olarak sertlik artışında olumlu etki yaptığı tespit edilmiştir.

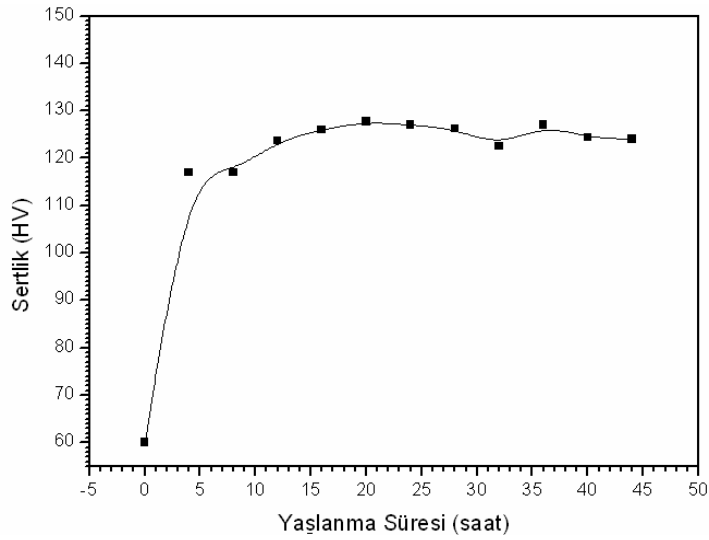


Şekil 4.29. 550 °C'ta 24 saat ısıtılma uygulanmış numunelerin yaşlanma sonrası sertlik değerleri

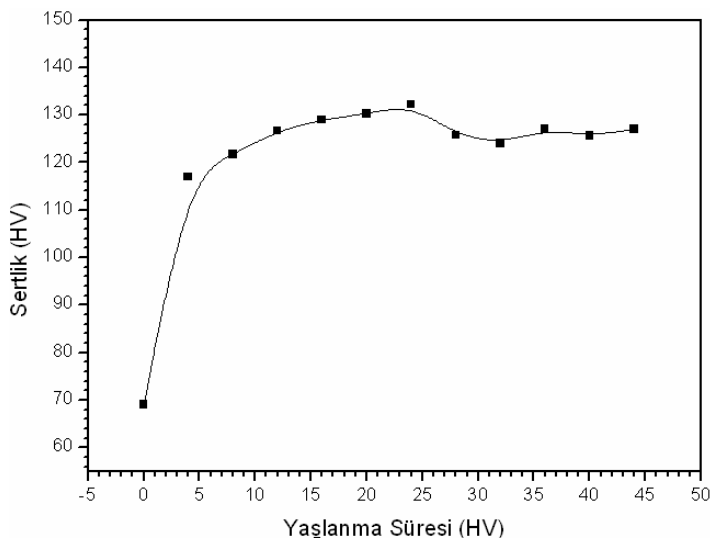
İşlemsiz görmemiş AA2014 malzemesinin yaşlanma sonuçlarını inceledikten sonra, AA2014 malzemesine uygulanan MA sonrası yapılan ısıtılma işlem ve yaşlanma sonrasındaki sertlik değerleri incelenmiştir. MA sonrası malzemelerde oluşturulan Al_4C_3 'ün sertlik üzerinde ne gibi etkilerde bulunduğu araştırılmaya çalışılmıştır. Isıl işlemde kullanılan 550 °C ve 600 °C'deki sıcaklık değerlerinin yaşlanma üzerine etkileri araştırılmıştır. İnceleme sonrasında sertlik değerlerinin nelere bağlı olarak değiştiği tespit edilmeye çalışılmıştır.

Şekil 4.30'da gözlemlendiği gibi MA ve 550 °C'de 4 saat ısıtılma sonrası sertlik değeri yaklaşık olarak 60 iken 4 saat yaşlanma sonrası sertlik değeri yaklaşık 115 HV değerine ulaşmaktadır. Yaşlanma süresinin artırılması ile birlikte sertlik değeri yaklaşık olarak 130 HV değerine kadar ulaşmaktadır. Şekil 4.30 incelendiğinde sertlik değerinde düşüşünün devamlı olmadığı gözlemlenmektedir. Normalde aşırı yaşlanmadan dolayı sertlik değeri devamlı olarak düşmesi gerekirken, sertlik değeri belli bir seviyeye kadar düşmekte ve sertliğini bu değerlerde muhafaza edebilmektedir. Şekil 4.31 ve Şekil 4.32'de incelendiğinde MA ve 550 °C'de ısıtılma sonrası sertlik değerinin düşük olmasına rağmen (ortalama 72 HV) yaşlandırma sonrası sertlik değerleri yükselmektedir (ortalama 135 HV). Numunelere uygulanan yaşlandırma işlemine devam edilmesine rağmen, numuneler aşırı

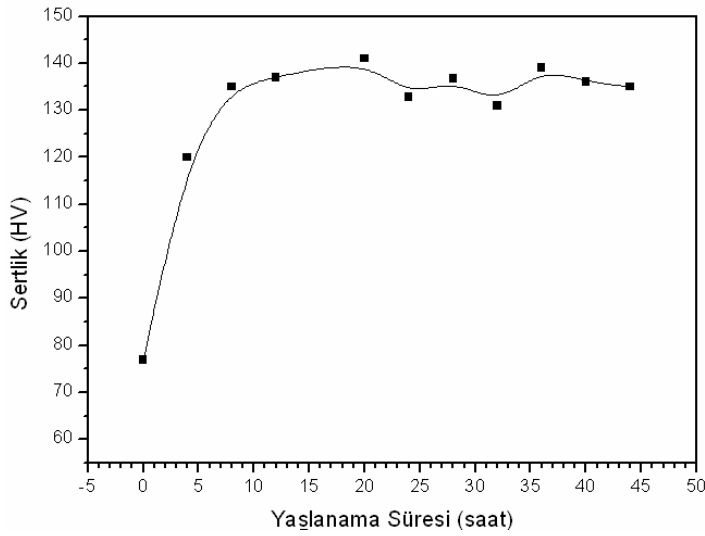
yaşlanma sonrası dahi yüksek sertlik değerlerini muhafaza edebilmektedirler. Uzun süre yaşlandırma sonrasında bile sertlik değerlerinde önemsiz düşüşler olmakta ve bu sertlik değerleri plato olarak sabit seviyede kalmaktadır. Şekil 4.32’de tespit edildiği gibi 24 saat ısıtıl işlem sonrasında yaşlandırılan numunenin sertliği yaşlandırma zamanına bağlı olarak giderek yükselmekte ve bu yüksek seviyelerdeki sertlik değerlerini koruyabilmektedir.



Şekil 4.30. MA sonrası 550 °C’de 4 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunelere uygulanan yaşlanma sonrası sertlik değerleri

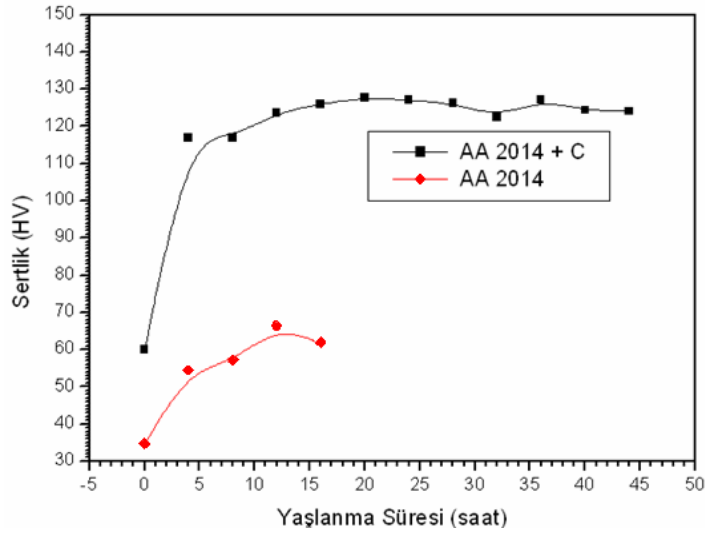


Şekil 4.31. MA sonrası 550 °C’de 8 saat ısıtıl işlem uygulanmış numunelere uygulanan yaşlanma sonrası sertlik değerleri

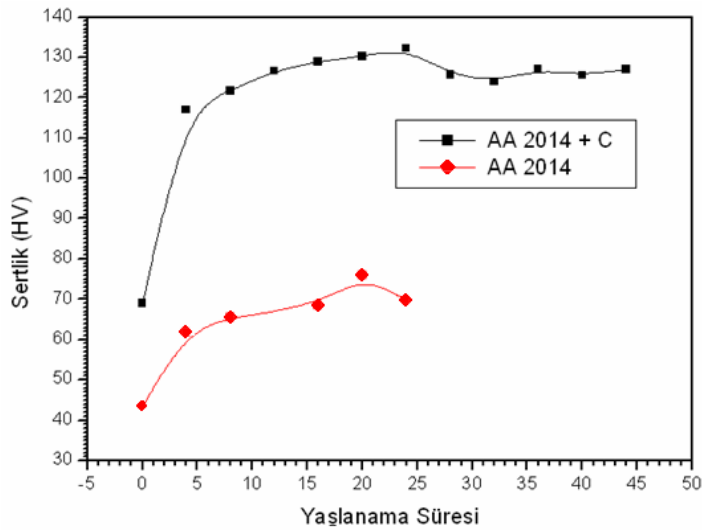


Şekil 4.32. MA sonrası 550 °C'de 24 saat ısıtılma işlemi uygulanmış numunelere uygulanan yaşlanma sonrası sertlik değerleri

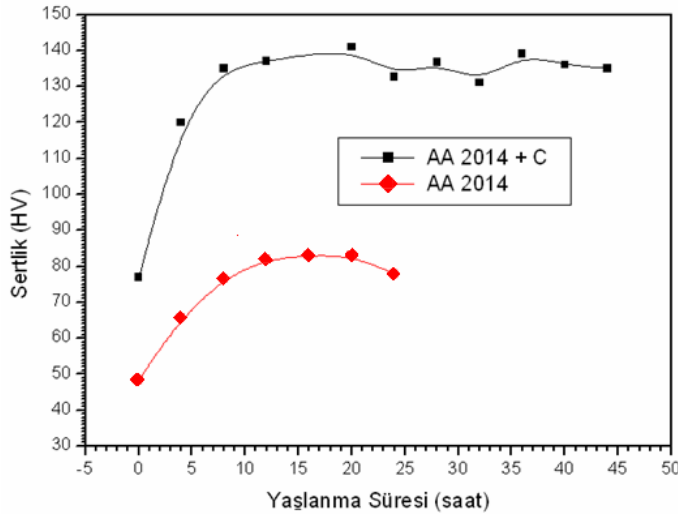
MA işlemi uygulanarak elde edilmiş tozlar ile işlem görmemiş tozlara yapılan ısıtılma işlem sonrasında yaşlanma ısıtılma işlemi uygulanarak sertlik değerleri kontrol edildiğinde aradaki farklar daha iyi gözlemlenmektedir. Şekil 4.33, Şekil 4.34 ve Şekil 4.35'de işlem görmemiş ve MA uygulanmış numuneler karşılaştırıldığında, farklılıkların tespiti daha kolaylaşmaktadır. Şekil 4.33'de 4 saat ısıtılma işlemi uygulanan numuneye yaşlanma sonrasında sertlik değerlerindeki değişimler gözlemlenmiştir. Şekil 4.33 incelendiğinde karbür oluşturulmuş numunelerin ısıtılma işlemi sonrasında sertlik değerleri (60 HV) ile karbür bulunmayan işlem görmemiş numunelerin ısıtılma işlemi sonrasında ulaşabildikleri en yüksek sertlik değerleri (33 HV) arasında çok büyük farklar bulunmaktadır. Burada dikkati çeken en büyük fark ise yaşlanma süresi devam ettikçe işlem görmemiş AA2014 malzemesinin sertlik değerinin kısa bir süre sonra düşmeye başlamasıdır. Ancak MA işlemi görmüş numunenin sertlik değerinde böyle bir sertlik düşüşü gözlemlenmektedir. Şekil 4.33, Şekil 4.34 ve Şekil 4.35 incelendiğinde ısıtılma işlem süresinin artması ile birlikte ulaşılabilen sertlik değeri artmaktadır. Yine şekiller kontrol edildiğinde ısıtılma işlem süresinin artması ile birlikte yaşlanma süresinde de artış gözlemlenmektedir.



Şekil 4.33. AA2014 ve MA sonrası 550 °C’de 4 saat ısıt işlem uygulanmış numunelere uygulanan yaşlanma sonrası sertlik değerlerinin karşılaştırılması



Şekil 4.34. AA2014 ve MA sonrası 550 °C’de 8 saat ısıt işlem uygulanmış numunelere uygulanan yaşlanma sonrası sertlik değerlerinin karşılaştırılması



Şekil 4.35. AA2014 ve MA sonrası 550 °C’de 24 saat ısıtılma uygulanmış numunelere uygulanan yaşlanma sonrası sertlik değerlerinin karşılaştırılması

Şekillerdeki sertlik farklılıkları, MA görmüş malzemede oluşan ve sayılarının muhtemelen yaşlanma sırasında da arttığı Al_4C_3 parçacıklarının dayanıma olan direkt etkisidir. Karbür oluşan yapıda sertlik değerleri yüksek seviyelere kadar çıkmakta ve daha sonra belirgin bir azalma göstermeden bu değerleri muhafaza edebilmektedir. MA görmemiş, ham tozlardan üretilen numunelerde ise yaşlandırılma esnasında artan dayanım doğal olarak bir süre sonra düşmektedir. Bu farklılığın nedenini, karbonla sentezlenen numunelerde, karbür parçacıklarının alt yapı tane sınırlarına çökmesi ve kararlı olarak konumlarını uzun süreler koruması ve böylece sertliğin uzun süreler muhafaza edebilmesidir. Öte yandan, geleneksel yaşlanma ürünü olan Al_2Cu çökeltilerinin nispeten daha az miktarda oluşması ve sonuç olarak dayanıma fazlaca katkıda bulunamaması söylenebilir. Kısaca, önceden oluşan karbürler, Al_2Cu parçacıklarına yeterli sayıda tutunacak, (alt yapı tane sınırlarında) yer bırakmamalarından kaynaklanmaktadır.

4.11. Yoğunluk Sonuçları

Yoğunluk ölçümleri ısıtıl işlem sonrasında numunelerdeki yoğunluk değişimlerini kontrol edebilmek amacıyla kullanılmıştır. Yoğunluk ölçümleri esnasında Arşiment yöntemi ve mikrometre ölçümü ile manüel olarak yapılmıştır. Yapılan 2 ölçüm çeşidinde de farklılık çok fazla olmadığından dolayı arşiment yöntemi kullanılmamıştır.

İşlem görmemiş tozlar preslendikten sonra 550 °C’de ısıtıl işlem sonrası yoğunlukları kontrol edildiklerinde presleme sonrası yoğunluklarına ulaşamadıkları gözlemlenmektedir. Isıl işlem süresi olarak 2, 4, 8, 12 ve 24 saat kullanılarak bu sürelerde yoğunluklarındaki değişimleri kontrol edilmiştir. Çizelge 4.2’de gözlemlendiği gibi presleme sonrası numunelerin yoğunlukları yaklaşık olarak aynı görülmektedir. Isıl işlem ile birlikte yoğunluk presleme sonrası yoğunluğa yaklaşmaktadır.

Çizelge 4.2. İşlem görmemiş AA2014 malzemesinin ısıtıl işlem sonrasındaki yoğunluk değerleri

	Ham Yoğunluk	Isıl İşlem Sonrası Yoğunluk	Isıl İşlem Süresi
Numune 1	2,77	2,62	2 saat
Numune 2	2,76	2,62	4 saat
Numune 3	2,75	2,66	8 saat
Numune 4	2,74	2,70	12 saat
Numune 5	2,73	2,69	24 saat

MA sonrası preslenmiş ve 550 °C’de ısıtıl işlem uygulanmış numunelerin yoğunluk kontrolleri yapıldığında, ısıtıl işlem sonrası yoğunlukları yaklaşık olarak presleme sonrası yoğunluklarına eşit gelmektedir. Çizelge 4.3 incelendiğinde ısıtıl işlem sonrası yoğunlukları ısıtıl işlem öncesi yoğunluklarından daha fazladır. Uzun sürelerde ısıtıl işlem uygulama sonrasındaki yoğunluk değerleri presleme sonrasında elde edilen yoğunluk değerine yaklaştığı tespit edilmiştir.

Çizelge 4.3. 550 °C’de MA uygulanmış numunelerin ısıtıl işlem sonrası yoğunluk değerleri

	Ham Yoğunluk	Isıl İşlem Sonrası Yoğunluk	Isıl İşlem Süresi
Numune 1	2,53	2,575	4 saat
Numune 2	2,536	2,588	6 saat
Numune 3	2,54	2,583	8 saat
Numune 4	2,503	2,512	12 saat
Numune 5	2,51	2,53	24 saat

MA sonrası tozların presleme ve 600 °C’de ısıtıl işlem sonrasında 6 saate kadar yoğunlukta bir düşüş gözlemlenmektedir. 6 saatten sonraki ısıtıl işlem sürelerinde ise yoğunlukta artış olduğu gözlemlenmektedir. Burada yoğunluk farklılığı 550 °C’de ısıtıl işlem uygulanmış olan aynı malzemedan farklı olarak yoğunluk önce düşmekte daha sonra sürenin uzaması ile birlikte yoğunlukta artış olduğu gözlemlenmektedir.

Çizelge 4.4. MA uygulanmış numunelerin 600 °C’de ısıtıl işlem sonrasındaki yoğunluk değerleri

	Ham Yoğunluk	Isıl İşlem Sonrası Yoğunluk	Isıl İşlem Süresi
Numune 1	2,57	2,548	4 saat
Numune 2	2,552	2,51	6 saat
Numune 3	2,54	2,579	8 saat
Numune 4	2,531	2,457	12 saat
Numune 5	2,54	2,57	24 saat

Çizelge 4.5.’de gözlemlendiği gibi 600 °C’de uzun sürelerde ısıtıl işlem sonrasında yoğunluk kontrolleri yapılarak süreye bağlı olarak yoğunluk farklılıkları kontrol edilmiştir. Isıl işlem süresine bağlı olarak yoğunlukta belli bir artış olduğu gözlemlenmektedir. Uzun süreli ısıtıl işlem sonrası yoğunluk presleme sonunda elde edilen basıncına yaklaşmaktadır.

Çizelge 4.5. MA uygulanmış numunelerin 600 °C’de ısıtıl işlem sonrasındaki yoğunluk değerleri

	Ham Yoğunluk	Isıl İşlem Sonrası Yoğunluk	Isıl İşlem Süresi
Numune 1	2,57	2,492	48 saat
Numune 2	2,558	2,45	96 saat
Numune 3	2,61	2,604	144 saat
Numune 4	2,537	2,53	196 saat

5. TARTIŞMA VE SONUÇLAR

Yapılan çalışmada; gaz atomizasyonu yöntemi ile üretilmiş AA2014 tozlarına %2 oranında karbon ve yağlayıcı olarak %0,5 oranında çinko stearat ilave edilerek, mekanik alaşımlama yöntemi uygulanarak alaşımlama işlemi yapılmıştır. Uygulanan MA yöntemi sonrasında farklı sürelerde ve farklı sıcaklıklarda ısıtıl işlem yapılarak yapıda Al_4C_3 oluşturulmaya çalışılmıştır. Oluşturulan Al_4C_3 fazının etkilerini kontrol edebilmek için, ham ve MA görmüş numunelere ısıtıl işlem sonrasında yaşanma ısıtıl işlemi uygulanmıştır.

Gerçekleştirilen deneysel çalışmalarda, oluşturulmak istenen Al_4C_3 parçacıklarının oluşturulmasında etkin parametreler olarak şöyle sıralanabilir;

- MA Parametreleri
- Isıl İşlem Sıcaklığı
- Isıl İşlem Süresi

Mekanik alaşımlamada kullanılan değirmen dikey konumdadır. Dikey konumdaki atritörlerin verimi yatay konumdaki atritörlerin veriminden daha düşüktür. Optimum koşullar kontrol edildiğinde dikey atritörde optimum koşullara ulaşmak için harcanan süre artmaktadır [91,92]. Mekanik alaşımlama esnasında giderek boyutları küçülen tozlar dikey atritörlerde, atritör içerisindeki hava basıncını yenerek atritörün en üst kısmına ulaşabilmektedir. Atritörün üst kısmına uçuşan tozlarda çarpışma işlemi gerçekleşmeyeceğinden dolayı, bu tozlar mekanik olarak daha geç öğütüleceklerdir. Yatay atritörde ise bu durum gerçekleşmeyeceğinden böyle bir sorunla karşılaşmayacaktır. MA sonrası tozların SEM görüntüleri incelendiğinde de küçük tozlar arasında öğütülmemiş tozlarında bulunduğu tespit edilebilmektedir. Resim 4.6'da gözlemlendiği gibi kimi tozlar kırılma işlemini tamamlamış ve artık birleşme işlemine geçerken, kimi tozlar da daha halen kırılma eğilimi içerisindedir. Tozlar arasındaki bu farklılık MA süresini olumsuz yönde etkileyebilmektedir. İstenilen toz boyutlarını elde edebilmek için daha fazla süreye gereksinim duyulabilmektedir.

Yapılan çalışmada atritör kolları ve kazan içerisinde herhangi bir deformasyon ile karşılaşmamıştır. Bu yapılan çalışmanın verimli şekilde yapıldığını göstermektedir.

Yapılan çalışmada yağlayıcı olarak çinko stearat kullanılmıştır. Daha öncesinde yapılan ön çalışmalarda yağlayıcı ve alaşım malzemesi olarak kullanılan karbon tozlarının yağlayıcılık görevi yapmadığı tespit edilmiştir. Yapılan ön çalışmalarda atritör içersine yalnızca AA2014 tozları ve %2 oranında da karbon tozları ilave edilmiştir. Burada ön çalışmada ulaşılmak istenen durum katkı malzemesi olarak yağlayıcı kullanmadan öğütme işlemini gerçekleştirmektir. Ancak çalışmalar sırasında ek bir yağlayıcı kullanmadan atritörün kullanılamayacağı tespit edilmiştir. Alaşım malzemesi ve yağlayıcı olarak kullanılan karbonun yağlayıcılık görevi yapmadığı tespit edilmiştir. Ön çalışma akabinde yağlayıcı kullanımı yapılmıştır. Yağlayıcı olarak alüminyumda yaygın olarak kullanılan çinko stearat kullanılmıştır. Daha öncesinde yapılan çalışmalarda [4] kullanılan saf alüminyum ve karbonun mekanik alaşımlama işleminde ek bir yağlayıcı gereksinimi bulunmamıştır. Ancak yapılan bu çalışmada kullanılan tozun farklılığı ve çalışmalar esnasında yağlayıcı kullanımı olmaksızın atritörün çalıştırılmaması sebebiyle yağlayıcı kullanılmıştır.

Yapılan MA işlemi esnasında yüksek saflıkta argon gazı kullanılmıştır. Kullanılan argon gazı sayesinde tozların oksitlenme tavırları en aza indirilmeye çalışılmıştır. MA sonrası tozların EDS incelemelerinde az oranda oksitlenme olduğu tespit edilmiştir. Bu oksitlenmeyi yapılan çalışma esnasında contalardan sızan ve azda olsa argon gazı içersindeki oksijenden kaynaklandığı tahmin edilmektedir. MA işlemi esnasında kırılan tozlar okside açık bir yüzey oluşturmaktadır ve devamlı oksitlenme eğiliminde olacaktır. MA işlemi bittikten sonra tozları hazneden almak için atritörün üst kapağı açılmaktadır. Bu esnada kırılmış tozlar oksijenle karşılaşacağı için tozlarda oksitlenme oluşabilmektedir. Bu sebeplerden tozlar üzerinde düşük miktarda oksit oluşumuna rastlanılmıştır. Oksit miktarının çok yüksek oranlarda olmaması nedeniyle çalışmalarda bu sistem kullanılmıştır.

MA işlemi esnasında çalışmalarda en önemli parametrelerden biri MA süresidir [93,94]. MA süresine bağlı olarak tozlar ilk önce boyutları artmaktadır. Toz

boyutlarının artması ile birlikte tozlar pekleşmeye başlamaktadır. MA işlemi ile devamlı olarak çarpışan bilyalar arasında kalan tozlar deformasyona uğradıklarından pekleşeceklerdir. Toz boyutlarının en üst seviyeye gelmesinden sonra ise, pekleşmenin son aşaması, tozlar kırılmaya başlayacaktır. Böylece tozların boyutlarında düşüş yaşanacaktır. Kırılan tozlar birleşmeye başlayacaktır. Birleşme tozların son safhasıdır. Artık bu seviyeden sonra MA işleminin bitmesi gerekmektedir. Bu sürenin üzerine çıkılmaya çalışıldığında atritörde hasarlar oluşmaya başlamaktadır. MA işlemi bittikten sonra tozlar alınırken atritör kazanında ve tozlarda ısınmanın olduğu fark edilmiştir. Buda yağlayıcı olarak kullanılan çinko stearatın artık etkisini kaybetmeye başladığını ve yağlayıcılık özelliğini kaybettiğini gösterir. Yağlama görevini yapamayan çinko stearat ile tozlar bilyalara ve çepere yapışmaya başlayacak ve sürtünme artacaktır. Sürtünme ile sıcaklıkta artış gözlemlenecektir. Atritörün optimum çalışma süresinin üzerine çıkıldığında tozlar bilyalara ve atritörün haznesinin etrafına yapışmaya başlayacaktır. Sürenin artması ile bilyaların çevresinde ve atritör haznesine yapışan tozların, yapışma eğiliminin arttığı gözlemlenmiştir. Atritör haznesi etrafında dolaşan soğutma suyu da hazne ısınmaya başladıkça soğutma işlemini yerine getirememektedir. Bu etkenler göz önüne alınarak atritörde çalışma süresi olarak, optimum çalışma süresi 7 saat bulunmuştur. Bu sürenin üzerinde atritörün çalışmasında aksaklıklar oluşmaya başlamaktadır. Bu sürenin altında da tozlar kırılıp birleşme eğilimini tam olarak gerçekleştiremediğinden mekanik olarak alaşımlama işlemi gerçekleşmemektedir.

Toz boyutları daha sonra yapılacak olan presleme ve ısıtma işlemi esnasında önemli bir parametredir. Presleme esnasında kullanılan tozların tane boyutları ve tane şekli tozların preslenebilirliklerini doğrudan etkilemektedir. Tek tane boyutlu tozların preslenebilirlikleri düşükken, ortalama toz boyutları 3 veya 4 elek dağılımına sahip tozların preslenebilirlikleri daha iyidir. Ayrıca tozların şekil olarak MA işlemi ile yapraksı bir şekil alarak yüzey alanının artması preslenebilirliğini düşürmektedir [95,96]. Tozlar MA işlemi ile birlikte 1 saatten sonra yapraksı hal almaya başlamaktadır. Bu dönüşüm 6 saate kadar devam etmektedir. 6 saatten sonra ise tozlar kırılıp tekrar birleşerek küresel bir hal almaktadır. Bu durum tozlar için 7 saatte en uygun MA süresine sahip olduğunu göstermektedir.

MA süresinin artması ile birlikte tozlarda pekleşmede giderek artmaktadır. Pekleşmenin arttığını MA süresine bağlı olarak sertlik kontrolleri yapıldığında görmekteyiz (Şekil 4.28). Sertlik artışı toz boyutlarının küçülmesinde olumlu etki yaparken, preslenebilirliği düşürmektedir [94]. Presleme basınçlarının artması ile birlikte tozların sıkışma oranlarında da artış gözlemlenmiştir (Çizelge 4.1). Sıkıştırma ile birlikte tozlardaki gözeneklilik azalmakta, yoğunluk artmaktadır. Gözeneklilik ve yoğunluk oranlarına bakılarak en iyi presleme basıncı olarak 800 MPa tespit edilmiştir. Presleme basıncının daha yüksek seviyelere çıkartılmasında yoğunlukta fazla bir etki oluşturmadığından dolayı presleme basıncı 800 MPa alınmıştır. Presleme işleminde 7 saat MA uygulanmış tozların preslenebilirliklerinin çok iyi olduğu tespit edilmiştir. 7 saatin altında MA uygulanan tozların preslenebilirlikleri kontrol edildiğinde, 7 saatin altında MA uygulanan tozlar genellikle yapraksı bir halde olduklarından iyi bir preslenebilirlik elde edilememiştir.

Presleme ile birlikte tozlardaki birleşme, ham mukavemeti sağlamaktadır. Farklı MA süresindeki tozlara, aynı basınç değerinde presleme uygulandığında 7 saat MA uygulanmış tozların altındaki sürelerde dökülmelerin olduğu gözlemlenmektedir. Aynı basınç altında 7 saat MA süresinin altındaki tozlarda yeterli mukavemet sağlanamamaktadır. 7 saat ve üzerindeki MA sürelerinde preslenebilirlik ve ham mukavemetin iyi olduğu tespit edilmiştir.

Karışım toz sinterlemesi tam homojenlik sağlama için, uzun sinterleme süresi veya yüksek sinterleme sıcaklığı veya küçük tozlar gerektirir. Eğer iki bileşenin yayılım katsayıları çok farklı, bileşenlerin eşit olmayan yayılma güçlerinden dolayı gözenek oluşur. Sonuç olarak, özellikle ergime noktalarının çok farklı olmaları durumunda, şişme meydana gelir. Mesela demire alüminyum eklenmesi, alüminyumun ergimesi sonucu şişmeye neden olur [27]. Yapılan bu çalışmada da böyle bir sorunla karşılaşılmaktadır. Teoride ısıtılma işlemi ile birlikte taneler birleşecek ve gözeneklilik azalacağından yoğunluk artışı gerçekleşecektir. Ancak yapılan çalışmada ısıtılma işlemi sonrası yoğunlukta düşüş gözlemlenmektedir. Bu yoğunluk düşüşü ısıtılma işlemi esnasında yapı içerisinde bulunan ve sıcaklığa bağlı olarak şişme etkisi gösteren malzemelerden kaynaklandığı düşünülmektedir. Bu çalışmada da kullanılan

AA2014'ün içerisindeki değişik elementler bu davranışı sergilediği tahmin edilmektedir. 550 °C'de ısıtılma işlemi uygulanan numunelerde ısıtılma işlem süresinin artırılmasına rağmen, ısıtılma işlem sonrasındaki yoğunluk, presleme sonrası elde edilen yoğunluğa yaklaşmaktadır. Ancak bu yoğunluğu geçememektedir (Çizelge 4.2). Isıtılma işlem sıcaklığı 600 °C'ye çıkartıldığında ise 12 saatin üzerindeki ısıtılma işlem sürelerinde presleme sonrası yoğunluğun arttığı gözlemlenmektedir (Çizelge 4.4). Yoğunluktaki bu farklılıklar malzeme içerisinde bulunan alaşım elementlerinden kaynaklandığı tahmin edilmektedir.

Uygulanan MA işlemi ile birlikte tozlarda deformasyondan dolayı aşırı doymuş bir yapı bulunmaktadır. MA işlemi ile tozlar birbirlerinin üzerine kırılıp yapışmakta ve bu işlem defalarca gerçekleştiğinden birçok katmandan oluşan bir yapı meydana gelmektedir (Resim 2.5). Bu kırılma ve birleşme işlemleri yapıda sertlik artışına neden olmaktadır. Aşırı deformasyona uğramış yapılar ısıtılma işlem esnasında difüzyonu hızlandırarak ısıtılma işlem süresinde etkin rol oynamaktadır. Isıtılma işlem ile birlikte bu aşırı doymuş yapı özelliğini yitirip daha kararlı tanelere dönüşeceklerdir.

Isıtılma işlem süresinin ve sıcaklığının artması ile birlikte tozların birleşme eğilimi giderek artmaktadır. Sıcaklık artışı tanelerin birleşme işlemini hızlandırmaktadır. Aynı sürelerde ısıtılma işlemi tabii tutulmuş, ancak farklı sıcaklıklardaki tozlar incelendiğinde daha iyi gözlemlenebilmektedir. Resim 4.11'de 4 saat ısıtılma işlemi uygulanmış numunelerin optik mikroskop görüntüleri incelendiğinde, 550 °C'de ısıtılma işlemi uygulanmış numunedeki gözeneklilik, 600 °C'de ısıtılma işlemi uygulanmış numuneye göre çok fazla olduğu gözlemlenmektedir. Isıtılma işlem sıcaklığındaki artış ısıtılma işlem süresini düşürmektedir. Sıcaklıktaki artışı oluşturulmak istenen Al_4C_3 oluşumuna da direkt etki etmektedir. Isıtılma işlem sıcaklığının artması ile birlikte yapı içerisinde oluşturulmak istenen Al_4C_3 oluşumuna da etki etmektedir. Isıtılma işlem sıcaklığını 600 °C'ye çıkarttığımızda yapıda sıvı faz sinterlemeye geçiş olacaktır (Ek-17). Al-Cu diyagramı kontrol edildiğinde 600 °C'de yapılan ısıtılma işlemi sıvı faz sinterleme işlemine geçecektir. Bu geçiş Al_4C_3 oluşumunu hızlandırıcı eki yapacaktır.

Soğuk deformasyon sinterlemeyi hızlandırırken Al_4C_3 oluşumuna da olumlu etki yapmaktadır. Barlow ve arkadaşları [86] yapmış oldukları çalışmada ekstrüzyon sırasında düşük sıcaklığın Al_4C_3 oluşumunu artırdığını tespit etmiştir. Ekstrüzyon sıcaklığının azalması malzemede oluşan deformasyon etkisini artıracağından ve artan deformasyon ile birlikte yapıda oluşturulmak istenen Al_4C_3 'ün oluşumu da hızlanmaktadır. Bu sebepten yapıda bulunan Al_4C_3 yapısı genellikle tane sınırlarında ve tane sınırlarına yakın bölgelerde yüksek deformasyona maruz kalan bölgelerde oluşacaktır. Zink ve arkadaşları [97] MA uygulanmış mikron seviyelerindeki tozlarda Al_4C_3 parçacıklarının tozların tane sınırlarında oluştuğunu göstermektedir. Bu da tozlarda sinterleme esnasında tozlarda sıvı faz sinterlemenin ilk olarak tane sınırlarında oluştuğuna bağlanabilir. Termodinamik olarak tozlar ilk olarak tane sınırlarından başlayarak ergimeye başlayacaklardır. Bu sebepten yapıda oluşan Al_4C_3 yapıları genellikle tane sınırlarında oluşacaktır. Bu yaklaşımlara göre ısıtma işlem sıcaklığı belli bir sıcaklık seviyesinin altında olduğu durumlarda Al_4C_3 oluşumu gerçekleşmeyecektir. Singer ve arkadaşları da [98] yapmış oldukları çalışmalarında 400 °C'nin altında Al_4C_3 ve Al_2O_3 'e ait bir oluşum olmadığını rapor etmişlerdir. Artan sıcaklıkla birlikte Al_4C_3 oluşumu hızlanmaktadır. Ancak karbür boyutlarında fazla bir değişiklik oluşmadığını tespit etmişlerdir. Bu durum yapılan bu çalışmada farklı ısıtma sürelerinin XRD sonuçlarında gözlemlenebilmektedir (Şekil 4.25). Farklı sürelerde ısıtma işlemi uygulanmış numunelerin XRD sonuçları birleştirildiğinde oluşan Al_4C_3 yapısının oranlarının neredeyse aynı olduğu gözlemlenmektedir.

Tozlara yapılan XRD çalışmalarında herhangi bir Al_4C_3 yapısına rastlanılmamaktadır. Genellikle ana matris olan Al ve diğer yapılar (Cu v.b.) bulunmaktadır. Isıtma işlem sonrasında ise yapıda Al_4C_3 tepecikleri tespit edilmeye başlanmıştır. Yapıdaki Al_4C_3 oluşumlarının kontrolünde 550 ve 600 °C'de ısıtma işlem sonrasında oluşumlar tespit edilmeye çalışılmıştır. 600 °C'de yapılan 24 saatin üzerindeki ısıtma işlemi ile Al_4C_3 oluşumuna sürenin etkisi tespit edilmeye çalışılmıştır (Şekil 4.21). Uzun süreli ısıtma işlem sonrasında karbür oluşumları incelendiğinde sürenin fazla bir etkisinin olmadığı tespit edilmiştir.

Yapılan bazı çalışmalarda Al_4C_3 parçacıklarının oluşumu sertliği artırıcı etki yaptığı tespit edilmiştir. Jang ve arkadaşları [99] oluşan karbür parçacıklarının sertliği ve aşınma direncini artırdığını tespit etmişlerdir. Yapılan bu çalışmada da ısıtıl işlem sonrası sertlik kontrolleri yapıldığında sertlik değerleri işlem görmemiş malzemeye göre daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir. Bunun nedeni oluşturulan karbürün sertliği artırması olarak düşünülmektedir. Çalışmada uygulanan diğer işlemlerde (MA, yaşlandırma v.b.) sertlik üzerinde artırıcı etki oluşturabilmektedir.

Jangg ve arkadaşları alüminyum alaşımlarının takviyesinde kullanılan parçacıkların etkinliği üzerinde araştırmalar yapmışlardır. Bu alaşımlar için kullanılan klasik yöntemlerde (döküm, karıştırma v.b.) takviye olarak Al_2O_3 yüksek sıcaklıklarda büyümesi ve homojen bir dağılım elde edilememesi gibi sorunlarla karşılaşmaktadır. Bu sebepten alüminyuma karbon ilavesi sonucu oluşan Al_4C_3 parçacıklarının Al_4C_3 parçacıklarının malzemeyi daha da geliştireceği düşünülerek çalışmalar yapılmaktadır. Elde edilen alaşımlarda sertliğinin arttığını, aşırı yaşlanmanın yavaşladığını ve dikkat çekici derecede aşınma direncinin arttığı gözlemlenmiştir [84].

Bu çalışmaya benzer şekilde yapılan deneylerde, yapıda bulunan Al_4C_3 karbür parçacıklarının genellikle disk veya plaka şeklinde olduğu tespit edilmiştir. Bu plaka veya disklerin ise yaklaşık ortalama boyutları 6 nm civarında olduğu gözlemlenmiştir. Yapılan bu çalışmada da karbür parçacıklarının yaklaşık olarak aynı boyutlarda olduğu düşünülmektedir [100].

Yapılan bu çalışmada da alüminyum karbür oluşturulduktan sonra yaşlanma işlemi yapılan malzeme ile ham malzeme arasındaki ilişki kontrol edildiğinde, işlem görmemiş malzemenin yaşlandırılmasında aşırı yaşlanmadan sonra sertliği düşmektedir. Karbür oluşturulmuş yapıda ise çok uzun sürelerde yaşlandırma işlemi uygulanmasına rağmen sertlikte düşme gözlemlenmemektedir. Yapılan yaşlandırma işleminde karbür oluşturulmuş yapının ilk sertliği de, yaşlandırma sonrası sertliği de işlem görmemiş malzemeye uygulanan çok daha yüksektir. İşlem görmemiş malzeme ile karbür oluşturulmuş yapı karşılaştırıldığında aradaki fark

gözlemlenebilmektedir (Şekil 4.38, Şekil 4.39 ve Şekil.4.40). Burada yapılan yaşlandırma ile malzeme çift güçlendirme gerçekleştirilmiştir. Öncelikle karbür oluşturularak malzeme ilk sertliğe eriştirilmiş ve daha sonra yapılan yaşlandırma ile de malzeme dayanımı kademeli olarak daha da yükseltilmiştir.

Önceden de kapsamlı olarak bahsedildiği gibi ısıt işlem sonrası yapıda yoğun şekilde Al_2Cu oluşumu bulunurken, ısıt işlem uygulanan numuneler daha sonra yaşlandırıldığında, yapıdaki Al_2Cu yapısının azaldığı gözlemlenmektedir. Çözündürme işleminde $520\text{ }^{\circ}C$ 'ye ulaşıldığında, Al_2Cu yapısı eriyerek Al bünyesine geri dönmektedir. Yaşlandırma işlemine geçildiğinde ise, hem Cu difüzyonunun C difüzyonuna göre çok daha yavaş olmasından, hem de uyumlu olan GP nano parçacıklarının ara yüzey enerjilerini kısmen de olsa azaltabilmek için dislokasyon ağ yapısında konuşlanacak uygun yer bulamadıklarından dolayı daha zor ve geç oluşturmaktadırlar. Bunun neticesi olarak önceden de bahsedildiği gibi beklenenin aksine (ticari olarak yaşlandırılabilen 2xxx, 6xxx ve 7xxx alaşımlarının tipik davranışı) yaşlanmanın ileri safhalarında sertlik değerleri hiçbir şekilde azalma göstermezken, yeniden kristalleşme de oluşabilmek için uygun şartlara erişmemektedir [90].

Nihai Sonuçlar:

AA2014 ve C'a uygulanan MA/öğütme, presleme, ısıtma işlem ve yaşlandırma işlemleri sonrası yapılan analizler ile elde edilen sonuçlar ana başlıklar halinde şöyle sıralanabilir:

1. 95,43 μm boyutlarına sahip tozlar ile 150 μm boyutlarındaki karbon tozları 7 saat MA sonrasında 54,50 μm boyutlarına düşmektedir. Bu boyut MA yapılan değirmenin verimliliğinin ve MA işleminin uygunluğunu göstermektedir.
2. Presleme basıncı, ısıtma işlem ve yoğunluk işlemlerinde önemli bir parametre olduğu anlaşıldı.
3. Isıtma işlem sıcaklığı ve süresinin Al_4C_3 oluşumunda önemli bir parametre olduğu tespit edilmiştir.
4. Isıtma işlem sonrasında yoğunluk azalması tespit edilmiştir. Isıtma işlem ile birlikte yoğunlukta yapı içerisinde bulunan şişme etkisi gösteren malzemelerin yoğunluğu düşürdüğü tahmin edilmektedir.
5. XRD çalışmalarında uygulanan şiddetin ve ilerleme miktarının önemi kavrandı. XRD cihazından uygulanan şiddetin yüksek olması ve ilerleme miktarının düşük olması gerekmektedir.
6. MA sonrası tozların XRD sonuçları kontrol edildiğinde yapıda Al_4C_3 oluşmadığı tespit edilmiştir. Bu sonuç MA işleminin oluşumunda bir ön safha olduğunu göstermektedir.
7. Isıtma işlem sonrası çekilen XRD analizlerinde Al_2Cu yapısı yoğun şekilde bulunurken, ısıtma işlem sonrası numuneler yaşlandırıldığında yapıdaki Al_2Cu yapısı azalmaktadır.

8. Sertlik ölçümleri ile oluşturulan Al_4C_3 'ün sertliği artırıcı etki yaptığı tespit edilmiştir. İşlem görmemiş tozlara uygulanan ısıtma işlem sonrasında elde edilen sertlik değerleri ile Al_4C_3 oluşturulduktan sonra yapılan ısıtma işlem sonrası sertlik ölçümlerinde Al_4C_3 'ün sertliğe olan artırıcı etkisi tespit edilmiştir.
9. İşlem görmemiş tozlar ile Al_4C_3 oluşturulan tozlara presleme ve ısıtma işlem sonrası yapılan yaşlanma işlemi sonucunda Al_4C_3 oluşturulan yapının uzun süreler yaşlandırılmasına rağmen sertliğini muhafaza ettiği tespit edilmiştir. Bu sonuç oluşturulan karbürün tane sınırlarına çökelerek sertliği muhafaza ettiğinden kaynaklandığı düşünülmektedir. Yaşlandırma ile yapıda çift etkili (Al_4C_3 ve Al_2Cu) sertleştirme uygulanmıştır.

Bu konu ile ilgili bundan sonraki çalışmalarda şunlar yapılabilir:

1. MA işleminde kullanılan; değirmen tipi, alaşımlama atmosferi, BTO gibi parametreler değiştirilerek MMK'ler üretilebilir.
2. Oluşturulmak istenen Al_4C_3 'ün çoğunlukla hangi bölgelerde yoğunlaştığının tespiti için TEM çalışmasından yararlanılabilir.
3. Tozların preslenme işlemleri için çift presleme ve yüksek basınçlarda presleme yapılarak, presleme işleminin karbür oluşumuna etkileri araştırılabilir.
4. Ekstürüzyon yöntemi kullanılarak Al_4C_3 oluşumuna etkileri araştırılabilir. Böylelikle daha büyük plakalar üretilerek sanayi için kullanılacak bir malzeme üretilebilir.
5. Isıtma işlem sıcaklığı düşürülerek hangi sıcaklıkta Al_4C_3 oluşturulabileceği bulunabilir.
6. Numunelerin direnç ölçümleri yapılarak Al_4C_3 yapısının dirence olan etkileri araştırılabilir.

KAYNAKLAR

1. Suryanarayana, C., “Mechanical alloying and milling”, *Progress in Materials Science*, 46: 1-184, (2001).
2. Benjamin, J. S., “Mechanical Alloying”, *A Perspective*, Proc. Conf. Of. New Materials By MA Technigues E. D. By E. Arzt and L. Shultz, Calw-Hirasu, 3-37, (1988).
3. Bloor, D., Brook, R.J., Flemings, M.C. and Mahajan., S., “The Encyclopedia of Advenced Materials ”, *Pergomon* , Oxford, 79-86 (1999).
4. Bostan, B., “Alüminyum-Karbon Tozlarının Mekanik Alaşımlama ve Sonrası İşlemlerle Al_4C_3 Sentezlenmesi”, Doktora Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 1-35 (2003).
5. Benjamin J.S., “Mechanical Alloying”, *American Scientist*; 234(5): 40-48, (1976).
6. Benjamin JS., In: Arzt E, Schultz L, editors. “New materials by mechanical alloying techniques” *DGM Informationsgesellschaft* Oberursel, Germany:, 3–18,(1989).
7. Benjamin JS., “Mechanical Alloying – A Perspective”, *Metal Powder Report*, 45:122-127, (1990).
8. Hendrich, H.D., “Properties and applications of iron – Base – ODS alloys”, *New Material by Mechanical Techniques*, 217-230, (1988).
9. Benjamin, J.S., and Bomford, M.J., “Dispersion strengthened aluminum made by MA”, *Met. Trans.*, 8A: 1301-1305, (1997).
10. Benjamin, J.S., and Schelleny, R.D., “Dispersion strengthened aluminum made by MA”, *Met. Trans.* 12: 1827–1832, (1981).
11. Fair, G.H., and Wood, J.U., “MA of iron-aluminum intermetallics”, *Powder Met.*, 36: 123-128, (1993).
12. Kobayashi, K.F., Tachibana, N., and Shingu, P.H., “Formation of amorphous Al-Cr alloys by mechanical alloying”, *J. of Met. Sci.*, 25: 3149-3154, (1983).
13. Koch, C.C., Cavin, O.B., Mc Kamey, C.G., and Scabrough, J.O., “Preparation of amorphous Ni₆₀Nb₄₀ by MA”, *Appl. Phys. Lett.*, 43: 1017-1019, (1983).
14. Hausner, H.H. and Smith, W.E., “Modern developments in powder metallurgy”, *Metal Powder Int. Fed.*, Princeton, 6:1-4, (1973).

15. Koch, C.C., “Materials synthesis by mechanical alloying”, *Annu. Rev. Material Sci.*, 1: 2943-2951, (1970).
16. Ruhle, M. and Karlo, G., “Novel ODS superalloys manufacture and properties heat resistant materials”, *Proc. of The First Int. Conf.*, 23-26: 45-59, USA, (1991).
17. Tyong, J.C. and Ma, Z.Y., “Microstructural and mechanical characteritics of instu metal matrix composites”, *Met. Sci. And Eng. Reports.*, 29:49-113, (2000).
18. Artz, E. and Schultz, L., “New materials by mechanical alloying techniques”, *Printed Verlag.*, Germany, 19-52: 129-142, (1988).
19. Akira, Y., Yasuaki, N. and Tianming, W., “Effect and behaviour Al - B - C system antioxidants added to MgO – C refractory”, *Canadian Metallurgical Quarterly.*, 39(4):381-386, (2000).
20. Ogino, Y. and Miti, M., “Yomosati, T. and Inuma, T., Preparation of ultra-fine grained TiN and (Ti,Al) N powders by MA”, *Met. Sci. Forum*, 88-90:795-800, (1992).
21. Oh, M.S. and Moon, K.S., “Preparation of nitrides dispersed Al-Ti alloy by reactive ball milling N₂ gas”, *J. of Alloys and Compounds*, 279-201-208, (1998).
22. Szczepanik, S. and Sleboda, T., “The influence of the hot deformation and heat treatment on the properties of P/M Al-Cu composites”, *J. of Met. Proc.*, 60-729-733, (1996).
23. Benjamin J.S., Dispersion Strenghtened Superalloys by Mechanical Alloying, *Met. Transaction A.*,1: 2943-2951, (1970).
24. Aslanoğlu Z., “Demir-Karbon Sisteminin Mekanik Alaşımlama Tekniği İle Üretim Süreçlerinin İncelenmesi ve Karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, *İTÜ*, İstanbul, (1994).
25. Okuda T. At all., , Solid Statte Powder Processing, Ed. A.H. Clouer and J.J. de Barbadillo, *The Minerals Metals and Metarial Society*,195, (1990).
26. Suryanarayana C., “The Science and Technology of Mechanical Alloying”, *Materials Science and Engineering*, 304- 306, 151- 158, (2001).
27. German, Randall M., “Toz Metalurjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri”, 05, Prof.Dr. Süleyman SARITAŞ, Prof.Dr. Mehmet TÜRKER, Doç.Dr. Nuri DURLU, *Türk Toz Metalurjisi Derneği Yayınları*, Ankara, (2007).

28. Erdem, M., “Mekanik Alaşımlama Yöntemi İle Ni Esaslı Bir Süperalaşımın Üretilmesi ve Mikroyapı, Mekanik ve Oksitlenme Özelliklerinin Araştırılması”, Doktora Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, 5-16, (2007).
29. Kılınç, Y., “Demir Bazlı Süperalaşımların Mekanik Alaşımlama Metodu İle Üretilmesi ve Özelliklerinin Araştırılması”, Doktora Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, 1-12, (1999).
30. Fındık, T., “Mekanik Alaşımlama Değirmeninde Öğütülmüş 17-4 Çökelti Serleştirilmiş Paslanmaz Çelik Tozların Karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, 1-13, (2002).
31. Gilman, P.S., and Benjamin, J.S., “Mechanical Alloying”, **Annual Review Materials Reserch.**, 13:279-300, (1983).
32. Koch C.C. and In Chan, R.W., “Processing of metals and alloys, of metarials science and technology comprehensive treatment”, **Intermetallics**, 15:193-245, (1991).
33. Ivanov, E., “Dispersion strengthened superalloys by mechanical alloying”, **Mater. Sci. Forum.**, 88-90:475-480, (1992).
34. Dolgin, B.P., Vanek, M.A., McGory, T. and Ham, D.J.J., **Non-Cryst. Solids**, 87:281–289, (1986).
35. Davis, R.M., McDermott, B., and Koch, C.C., “MA of brittle materials”, **Met. Trans.**, 19A(153):2867-2874, (1992).
36. Weiss, B.A., “Processing Handbook, American Institute of Mining”, **Metallurgical and Petroleum Engineers**, New York 10:173, (1985).
37. El-Eskandarany, M.S., “Mechanical Alloying For Fabrication Of Advanced Engineering Materials”, **William Andrew**, New York, U.S.A., 5-33, (2001).
38. El-Eskandarany, M.S., “Mechanical Alloying for Fabrication of Advanced Engineering”, **Journal of Alloys and Compounds**, 284:295 (1999).
39. Özkan, S., “Alüminyum Matrisli SiC Parçacık Takviyeli Kompozitlerin Mekanik Alaşımlama Yöntemiyle Üretimi ve Kuru Aşınma Davranışlarının İncelenmesi” Yüksek Lisans Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, 22-27, (2007).
40. Taggart, A. F., John Wiley & Sons Inc, Ores and Industrial Minerals, **Handbook of Mineral Dressing**, New York, 2:75-108, (1927).

41. Aktaş, H., “Alüminyum Matrisli Al_2O_3 Parçacık Takviyeli Kompozitlerin Mekanik Alaşımlama Yöntemiyle Üretimi ve Kuru Aşınma Davranışlarının İncelenmesi” Yüksek Lisans Tezi, **Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Ankara, 12-15, (2007).
42. Schelleng, R.D., and Donachie, S.J., “ Mechanical alloyed aluminum”, ***Metal Powder Report***, 38: 357-359 (1983).
43. Gilman, P.S., and Benjamin, J.S., “Nickel and iron based dispersion strengthened alloys”, , ASM Handbook, ***ASM International***, 7:723-725, (1984).
44. Schultz, L., “Journal of the Less-Common Metals”, ***Journal of physics***, 145:233 (1988).
45. El-Eskandarany, M. S., Aoki, K., and Suzuki, K., “Metallurgical and Materials Transaction A”, ***BOSTON***, 23:2131 (1992).
46. Lee PY, Koch C.C., “Materials Synthesis by Mechanical Alloying”, ***J. Non-Cryst Solids***, 94:88-100, (1987).
47. B.J.M. Aikin, T.H. Courtney, “A comparison of different models for mechanical alloying”, ***Metall. Trans.***, A24:647 (1993).
48. Benjamin J.S., Volin T.E., “Structure evolution of Cu-based shape memory powder during..”***Metallurgical and Materials Transaction***, 1929-1934 (1974).
49. Kis, Varga., Beke, D.L., “Phase Transitions in Cu-Sb Systems induced ball milling”, ***Materyal Science Forum***, 225-227: 70-465 (1996).
50. Lee P.Y., Koch CC., “Mechanical Alloying and Milling”, ***Journal of Materils Science.***, 23:2837-2845, (1988).
51. Lee, P. Y. and Koch C.C., “Formation of amorphous Ni-Zr alloys by mechanical alloying of mixtures of the intermetallic compounds $Ni_{11}Zr_9$ and $NiZr_2$ ”, ***Applied Physics Letters.***, 50:1578-1580, (1987).
52. Davis RM, McDermott B, Koch CC., “Mechanical alloying of brittle materials” ***Metallurgical and Materials Transaction***, A19:2867-2874, (1988).
53. Suryanarayana, C., “Powder metal Technologies and applications”, ASM Handbook, ***ASM International***, 7:80-90, (1998).
54. Bakker, H., Zhou, G.F. and Yang, H., “Mechanically driven disorder and phase transformat”, ***Progress in Materials Science***, 39:159-24, (1995).

55. F.H. Froes, and J.J. deBarbadillo, "Structural Applications of Mechanical Alloying", *ASM International Conference*, South Carolina., 1-320 (1990).
56. Di, L.M. And Bakker, H.J., "Phase Transmission Of Compound V_3Ga Induced By Mechanical Grinding", *Phys. C: Condens. Matter.*, 3: 3427-3432 (1991).
57. Kaloshkin, S.D., Tomlin, I.A., Andriano, G.A., Baldoghin, U.V. and Sheleghe, E.V., "Phase transformations and hyperfine interactions in mechanically alloyed Fe-Cu solid solution", *Materials Science Forum*, 235-238:565-570, (1997).
58. Kuhrt, C., Schroph, H., Schultz, Artz, In: deBarbadillo, J.J., et.al. "Mechanical alloying for structural applications", ASM Handbook, *ASM International*, 269-273, (1993).
59. Schaffer, G.B., and McCormick, "Displacement reaction during mechanical alloying" *Metalurgical Transactions* A21 2789-2794, (1991).
60. Son H.T., Kim T.S., Suryanarayana C., Chun B.S., "Homogenous Dispersion of Graphite in a 6061 Aluminium Alloy by Ball Milling", *Materials Science & Engineering*, 163-169, (2002).
61. Gavrilov D, Vinogradov O, Shaw WJD. In: Poursartip A, Street K, "Proc. Inter. Conf. On Composite Materials", *ICCM-10*, Woodhead, 3:11, (1995).
62. Chin, Z.H., Perng, T.P., "Amorphization of Ni-Si-C Ternary Alloy Powder Mechanical Alloying", *Materyal Science Forum*, 235-238:6-121 (1997).
63. Orgino, Y., Yamasaki, T., Murayama, S., "Non-Equilibrium Phases Formed by Mechanical Alloying of Cr-Cu Alloys." *Journal of Non-Crystalline Solids*, 117:118, 737:740, (1990).
64. Güler, Ö., "Oksit Takviyeli Bakır Kompozitin Mekanik Alaşımlama Yöntemi İle Üretilmesi ve Elektriksel Özelliklerinin İncelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, *Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Elazığ, 3-11, (2006).
65. Ivision, P.K, Soletta, I., Cowlam, N., Cocco, G., Enzo, S. And Batezzati, L., *J. Phys C: Condents Matter*, 4:5239-48, (1992).
66. Sümer, M., "Mekanik Alaşımlama İle Üretilen Fe-Fe₃ Kompozit Malzemede Mekanik Özelliklerin Araştırılması", Yüksek Lisans tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Ankara, 13-21 (2003).
67. German, R.M., " Powder Metallurgy Science, 2nd edition", *Metal Powder Industries Federation*, U.S.A., 58-64 (1994).

68. Arslan, F., "Sıvı faz sinterlemesi", **1. Ulusal toz Metalurjisi Konferansı**, 16-17 Eylül, 551-558, (1996)
69. Akoral, E., "Toz Metalurjisi Yöntemi ile Al-SiC Kompozit Malzeme Üretimi ve İşlenebilirliğinin İncelenmesi", Doktora Tezi, **Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü**, Manisa, 43-48 (2003).
70. Schwarz, R.B. Petrich R. and Saw C.K., "The synthesis of amorphous ni-ti alloy powders by mechanical alloying", **Jornal of Non Cryst. Sol.**, 76:281-302, (1987).
71. Hellstern E., and Schultz L., "Progress of the amorphization reaction uring mechanical alloying in Fe-Zr" **Journal of Applied Physics.**, 63:1408, (1988).
72. Subramanian, P. R., Miracle, D. B., and Mazdiasni, S., "Phase relationships in the Al-Ta System", **Met. Trans.**, 21539 (1991).
73. Daniel B. Miravle and Steaven L. Donaldson, Air Force Laboratory, ASM International Handbook Committee, "Composites" **ASM Handbook** 21:39-65, (2001).
74. Russell, Alan M. and Lee K.L., "Structure Propeyt Relations in Nonferrous Metals", **John Wiley and Sons**, New York, 499, (2005).
75. Cole, G. S., Sherman, A.M., "Lightweight Materials for Automotive Applications", **Materials Charecterisation**, 35: 3-9 (1995).
76. Alman, David. E., U.S. Department of Energy, Albany Resarch Center, ASM International Handbook Committee, "Composites" **ASM Handbook**, 21:1946- 1994, (2001).
77. Stone, I.C., Wilson, C.E., Tsakiropoulos, P., "The dependence of aging on 3-dimensional spatial distributions of reinforcement in Al-4wt %Cu Si Cp", **Scripta Materiallia**, 37(3):305-310, (1997).
78. T.W. Clyne and P.J. Withers, "An Introduction to Metal Matrix Composites", **Cambridge University Press**, Cambridge, 280-282, (1993).
79. R.J. Arsenault and S.B Wu, "A comparison of PM vs. melted SiC/Al Composites", **Scripta Metallurgica**, 22:767-772, (1998).
80. Reinhart, T.C., "Composites Engineering", ASM Handbook, **ASM International**, 1, Ohio, U.S.A., (1987).
81. Knox, C.E., "Fiberglass Reinforcement", **Handbook of Composite Materials**, Van Nostrand Reinhold, 136-159, (1982).

82. Broutman, L.J., and Krock, R.H., “Metal matrix composites”, *Composite Materials*, By Kreideri K.G., Academic Pres, 4, (1974)
83. Weeton, J.W. and Scala, E., “Composites: State of the Art”, *AIMMPE.*, 365,(1974).
84. Jangg, G., Kutner, F., and Korb, G., “Dispersion hardening of aluminum with Al_4C_3 ”, *International Powder Metallurgy*, 9(1):24-26, (1997).
85. Barlow, I.C., Jones, H., and Rainforth, W.M., “Coarsening kinetics at 600 °C of Al_4C_3 disporoid in mechanically alloyed Al-Ti-O-C”, *Scripta Materialia*, 44:79-86, (2001).
86. Barlow, I.C., Jones, H., and Rainforth, W.M., “The effect of dislocations and grain boundaries on the coarsening Al_4C_3 dispersoids at 600 °C in two mevhanically alloyed Al- Ti- O- C based materials”, *Scripta Materialia*, 44:1089-1093, (2001).
87. Askeland, D.R., “Malzeme Bilimi ve Mühendislik Malzemeleri”, *Nobel Yayın Dagıtım*, Ankara, 364 s., (1998).
88. Savaşkan, T., Malzeme Bilgisi ve Muayenesi, 4.Baskı, Celepler Matbaacılık-Trabzon, *Tabzon*, 130-160, (2007).
89. Ashby, M.F.and Jones, D.R.H *Engineering Materials 2*, Pergamon, *Great Britain*, 369, (1994).
90. Martin, J.W. “Micromechanisms in particle hardened alloys”, *Cambridge University Pres*, 2nd edn. 20-30; Cambridge, 2-200, (1980).
91. Karataş, Ç., Türker, M., Kurt, A., ve Çıtak, R., “Design and production of horizontal high energy ball mill and comparation of its function with a vertical attritore, *Second International Conference on Powder Metallurgy*, 6-8 July, Cluj-Napoca, Romania, 529-535, (2000).
92. Arık, H., Türker, M., ve Sarıtaş, S., “Mekanik alaşımlama ile alüminyum matriksli alüminyum karbür (Al_4C_3) kompozit malzeme üretimi”, *2. Ulusal Toz Metalurjisi Konferansı*, , 15-17 Eylül, ODTÜ, Ankara, 433-440 (1999).
93. Özçatalbaş, Y., ve Arık, H., “Mekanik alaşımlama yöntemi ile üretilen Al_4C_3 kompozit malzemenin işlenmesinde talaş oluşumu” *3rd International Powder Metallurgy Conference*, ,Ankara, 827-834 (2002).
94. Bostan, B., ve Özdemir A.T., “Al-C’nun mekanik alaşımlama sonrası presleme basıncına ve sinterleme sıcaklığına bağlı karakterizasyonu” *3rd International Powder Metallurgy Conferance*, Ankara, 1339-1347, (2002).

95. German R. M., “Particle packing characteristics”, *MPIF*, New Jersey, (1989).
96. Türker, M., Özdemir, A.T., Ögel, B. ve Yavuz, A., “Al-SiC tozlarının mekanik alaşımlama değirmeninde öğütme zamanının kompozit toz yapısına etkisinin araştırılması”, **2. Ulusal Toz Metalurjisi Konferansı**, 15-17 Eylül, ODTÜ, Ankara, 425-431, (1999).
97. Zrnik, J., Besterci, M., and Kowac, L., “Cyclic creep of Al_4C_3 reinforced aluminum”, **PM World Cong. MMC**, 89–93, (1998).
98. Singer, R. F., Olver, W. C., and Nix, W. D., “Identification of dispersoid phases created in aluminum during mechanical alloying”. **Met. Trans. A**, 11A:1895–1901, (1980).
99. Jangg, G., Selesar, M., Besterci, M., Durisin, J. and Schroder, K., “Influence of heat treatment during manufacturing of Al- Al_4C_3 materials on microstructure and properties”, *Pow. Met. Int.*, 25-30, (1989).
100. B. Bostan, A.T. Özdemir and A. Kalkanli, “Microstructure characteristics in Al–C system after mechanical alloying and high temperature treatment”, *Powder Metallurgy*, 47 (1) : 37-42 (2004).

EKLER

Ek-1 Gaz atomizasyon yöntemi ile üretilmiş tozların tane boyutları



Version 1.2b

26 Dec 2008 Fri 10:10

Sinan aksöz7 :Run Number 4

Sample File Name: SINAN , Record: 7
 Measured on: 14 May 2008 Wed 04:24 Last saved on: 14 May 2008 Wed 04:24

Source: Analysed

Presentation: 2OHD
 Polydisperse model

Volume Result

Focus = 300 mm.

Residual = 0.528 %
 d (0.5) = 90.66 µm
 D [4, 3] = 115.21 µm
 Sauter Mean (D[3,2]) = 72.64 µm
 Specific Surface Area = 0.0826 sq. m. / gm

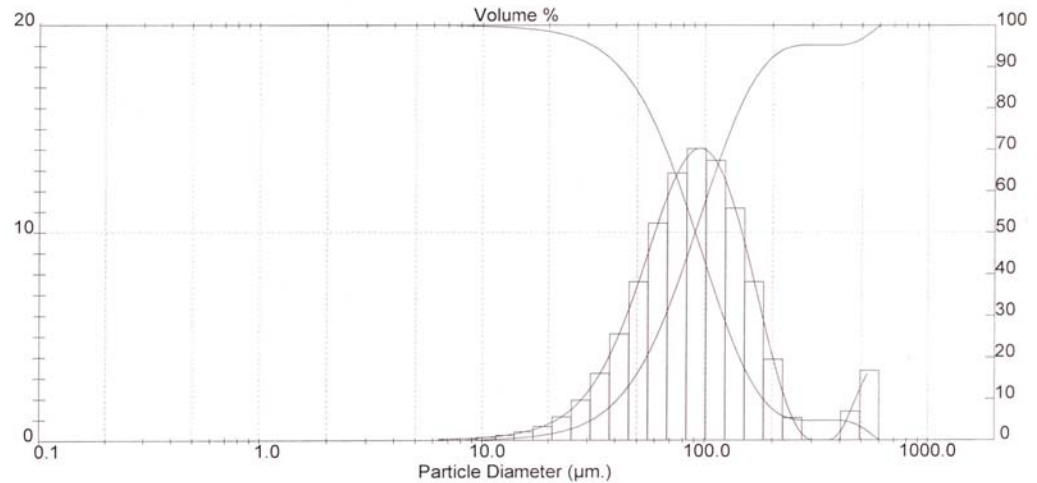
Concentration = 0.285 %
 d (0.1) = 41.28 µm
 Span = 1.55

Obscuration = 24.86 %
 d (0.9) = 181.83 µm

Mode = 95.43 µm
 Density = 1.00 gm. / c.c.

Size (Lo) µm	Result In %	Size (Hi) µm	Result Below %
0.50	0.00	1.32	0.00
1.32	0.00	1.60	0.00
1.60	0.00	1.95	0.00
1.95	0.00	2.38	0.00
2.38	0.00	2.90	0.00
2.90	0.00	3.53	0.00
3.53	0.00	4.30	0.00
4.30	0.00	5.24	0.00
5.24	0.00	6.39	0.00
6.39	0.08	7.78	0.08
7.78	0.10	9.48	0.17
9.48	0.16	11.55	0.33
11.55	0.26	14.08	0.59
14.08	0.41	17.15	1.00
17.15	0.67	20.90	1.67
20.90	1.14	25.46	2.81

Size (Lo) µm	Result In %	Size (Hi) µm	Result Below %
25.46	1.93	31.01	4.74
31.01	3.23	37.79	7.97
37.79	5.13	46.03	13.10
46.03	7.61	56.09	20.71
56.09	10.43	68.33	31.15
68.33	12.85	83.26	44.00
83.26	14.03	101.44	58.03
101.44	13.46	123.59	71.49
123.59	11.15	150.57	82.63
150.57	7.63	183.44	90.27
183.44	3.90	223.51	94.17
223.51	1.07	272.31	95.24
272.31	0.02	331.77	95.25
331.77	0.02	404.21	95.27
404.21	1.37	492.47	96.65
492.47	3.35	600.00	100.00



Ek-2 Ham tozlara 60 dakika MA uygulama sonrasında tane boyutları



Version 1.2b

26 Dec 2008 Fri 10:09

Sinan aksöz2 :Run Number 2

Sample File Name: SINAN , Record: 2
Measured on: 14 May 2008 Wed 03:32

Last saved on: 14 May 2008 Wed 03:32

Source: Analysed

Presentation: 2OHD
Polydisperse model

Volume Result

Focus = 300 mm.

Residual = 0.860 %

Concentration = 0.387 %

Obscuration = 24.68 %

d (0.5) = 152.32 µm

d (0.1) = 62.90 µm

d (0.9) = 320.13 µm

D [4, 3] = 176.00 µm

Span = 1.69

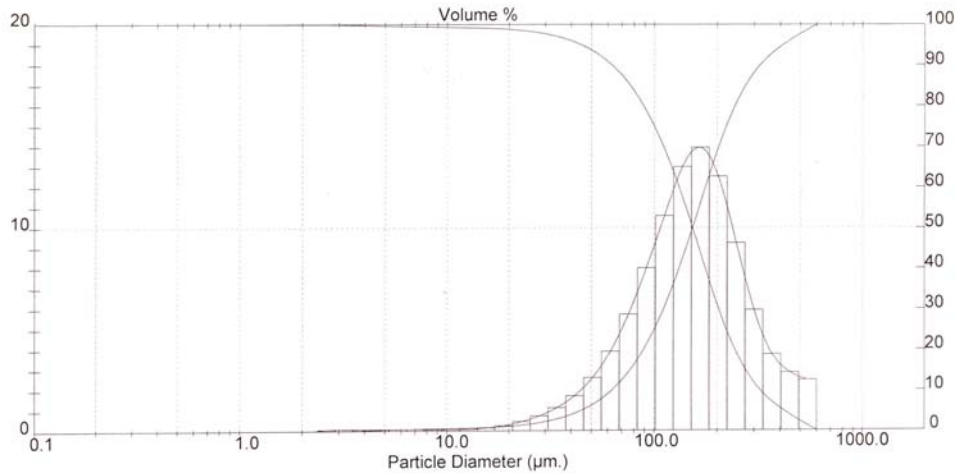
Mode = 163.89 µm

Sauter Mean (D[3,2]) = 100.29 µm

Density = 1.00 gm. / c.c.

Size (Lo) µm	Result In %	Size (Hi) µm	Result Below %
0.50	0.00	1.32	0.00
1.32	0.00	1.60	0.00
1.60	0.00	1.95	0.00
1.95	0.00	2.38	0.01
2.38	0.07	2.90	0.08
2.90	0.10	3.53	0.18
3.53	0.09	4.30	0.27
4.30	0.09	5.24	0.36
5.24	0.09	6.39	0.46
6.39	0.09	7.78	0.55
7.78	0.08	9.48	0.63
9.48	0.08	11.55	0.72
11.55	0.10	14.08	0.82
14.08	0.16	17.15	0.97
17.15	0.27	20.90	1.24
20.90	0.46	25.46	1.70

Size (Lo) µm	Result In %	Size (Hi) µm	Result Below %
25.46	0.74	31.01	2.44
31.01	1.14	37.79	3.58
37.79	1.73	46.03	5.31
46.03	2.61	56.09	7.92
56.09	3.92	68.33	11.84
68.33	5.75	83.26	17.58
83.26	8.02	101.44	25.60
101.44	10.60	123.59	36.20
123.59	12.99	150.57	49.19
150.57	13.95	183.44	63.14
183.44	12.52	223.51	75.65
223.51	9.25	272.31	84.91
272.31	5.97	331.77	90.87
331.77	3.77	404.21	94.64
404.21	2.86	492.47	97.51
492.47	2.49	600.00	100.00



Ek-3 Ham tozlara 120 dakika MA uygulama sonrasında tane boyutları



Version 1.2b

26 Dec 2008 Fri 10:09

Sinan aksöz3 :Run Number 3

Sample File Name: SINAN , Record: 3
 Measured on: 14 May 2008 Wed 03:40 Last saved on: 14 May 2008 Wed 03:40

Source: Analysed

Presentation: 2OHD
 Polydisperse model

Volume Result

Focus = 300 mm.

Residual = 0.705 %

Concentration = 0.512 %

Obscuration = 26.75 %

d (0.5) = 167.15 µm

d (0.1) = 73.86 µm

d (0.9) = 352.45 µm

D [4, 3] = 192.48 µm

Span = 1.67

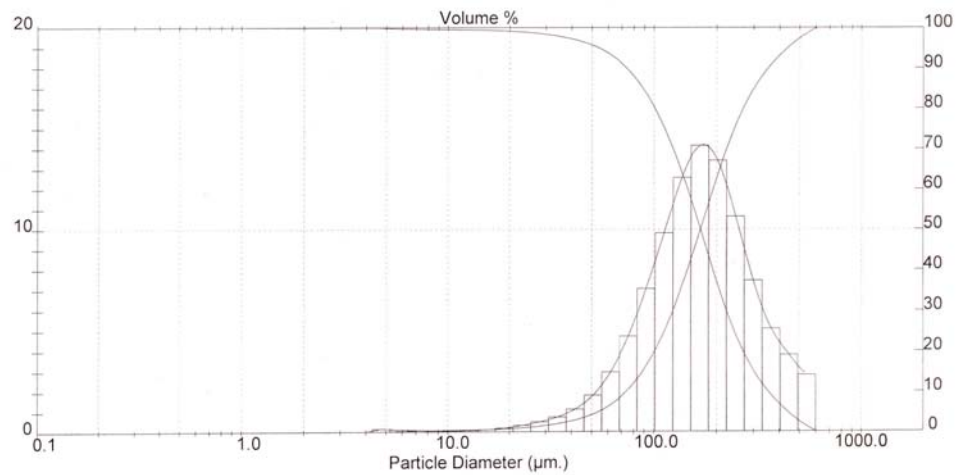
Mode = 172.77 µm

Sauter Mean (D[3,2]) = 119.61 µm

Density = 1.00 gm. / c.c.

Specific Surface Area = 0.0502 sq. m. / gm

Size (Lo) µm	Result In %	Size (Hi) µm	Result Below %	Size (Lo) µm	Result In %	Size (Hi) µm	Result Below %
0.50	0.00	1.32	0.00	25.46	0.50	31.01	1.72
1.32	0.00	1.60	0.00	31.01	0.74	37.79	2.46
1.60	0.00	1.95	0.00	37.79	1.13	46.03	3.60
1.95	0.00	2.38	0.00	46.03	1.81	56.09	5.41
2.38	0.00	2.90	0.00	56.09	2.97	68.33	8.38
2.90	0.00	3.53	0.00	68.33	4.74	83.26	13.12
3.53	0.00	4.30	0.00	83.26	7.06	101.44	20.18
4.30	0.16	5.24	0.16	101.44	9.82	123.59	30.00
5.24	0.12	6.39	0.28	123.59	12.57	150.57	42.57
6.39	0.09	7.78	0.38	150.57	14.15	183.44	56.73
7.78	0.06	9.48	0.44	183.44	13.41	223.51	70.14
9.48	0.06	11.55	0.49	223.51	10.63	272.31	80.77
11.55	0.07	14.08	0.56	272.31	7.48	331.77	88.25
14.08	0.12	17.15	0.68	331.77	5.11	404.21	93.36
17.15	0.20	20.90	0.89	404.21	3.82	492.47	97.18
20.90	0.33	25.46	1.22	492.47	2.82	600.00	100.00



Ek-4 Ham tozlara 240 dakika MA uygulama sonrasında tane boyutları



Version 1.2b

26 Dec 2008 Fri 10:09

Sinan aksöz4 :Run Number 7

Sample File Name: SINAN , Record: 4
 Measured on: 14 May 2008 Wed 03:48 Last saved on: 14 May 2008 Wed 03:49

Source: Analysed

Presentation: 20HD
 Polydisperse model

Volume Result

Focus = 300 mm.

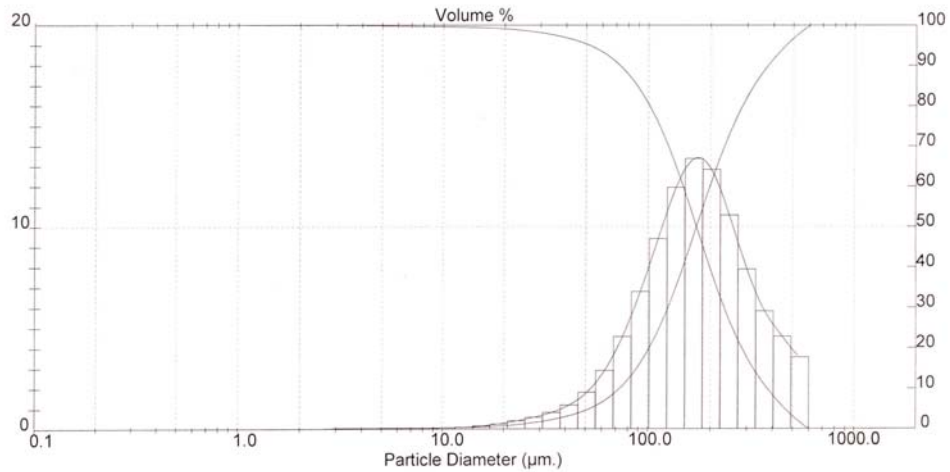
Residual = 0.597 %
 d (0.5) = 171.09 µm
 D [4, 3] = 199.38 µm
 Sauter Mean (D[3,2]) = 119.38 µm
 Specific Surface Area = 0.0503 sq. m. / gm

Concentration = 0.572 %
 d (0.1) = 72.99 µm
 Span = 1.78

Obscuration = 29.51 %
 d (0.9) = 377.05 µm
 Mode = 173.87 µm
 Density = 1.00 gm. / c.c.

Size (Lo) µm	Result In %	Size (Hi) µm	Result Below %
0.50	0.00	1.32	0.00
1.32	0.00	1.60	0.00
1.60	0.00	1.95	0.00
1.95	0.00	2.38	0.00
2.38	0.02	2.90	0.02
2.90	0.05	3.53	0.07
3.53	0.05	4.30	0.12
4.30	0.05	5.24	0.17
5.24	0.06	6.39	0.23
6.39	0.06	7.78	0.29
7.78	0.06	9.48	0.35
9.48	0.07	11.55	0.42
11.55	0.10	14.08	0.52
14.08	0.17	17.15	0.69
17.15	0.27	20.90	0.96
20.90	0.41	25.46	1.37

Size (Lo) µm	Result In %	Size (Hi) µm	Result Below %
25.46	0.59	31.01	1.97
31.01	0.83	37.79	2.80
37.79	1.19	46.03	3.98
46.03	1.81	56.09	5.80
56.09	2.90	68.33	8.69
68.33	4.57	83.26	13.26
83.26	6.79	101.44	20.05
101.44	9.41	123.59	29.45
123.59	11.94	150.57	41.40
150.57	13.37	183.44	54.76
183.44	12.82	223.51	67.59
223.51	10.57	272.31	78.15
272.31	7.90	331.77	86.06
331.77	5.82	404.21	91.88
404.21	4.57	492.47	96.45
492.47	3.55	600.00	100.00



Ek-5 Ham tozlara 360 dakika MA uygulama sonrasında tane boyutları



Version 1.2b

26 Dec 2008 Fri 10:09

Sinan aksöz5 :Run Number 10

Sample File Name: SINAN , Record: 5
 Measured on: 14 May 2008 Wed 04:09 Last saved on: 14 May 2008 Wed 04:09

Source: Analysed

Presentation: 20HD
 Polydisperse model

Volume Result

Focus = 300 mm.

Residual = 0.382 %
 d (0.5) = 88.95 µm
 D [4.3] = 119.36 µm
 Sauter Mean (D[3.2]) = 56.95 µm
 Specific Surface Area = 0.1054 sq. m. / gm

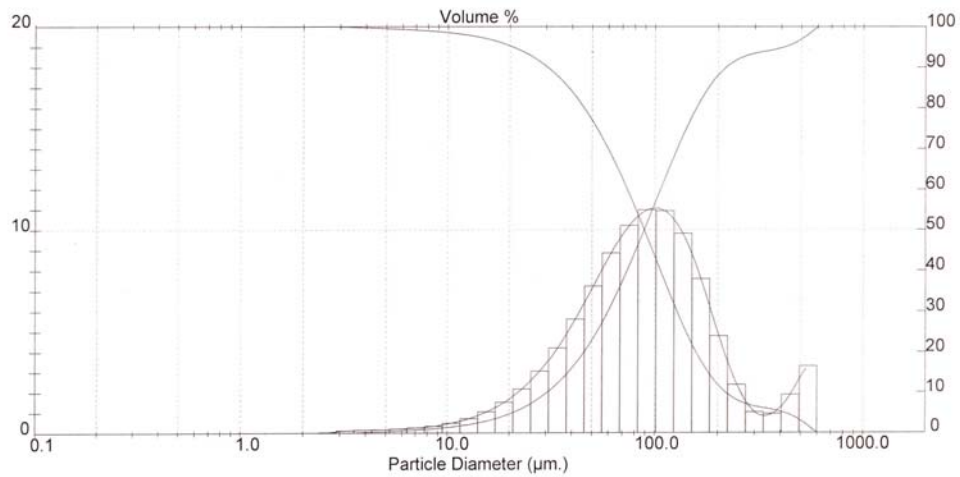
Concentration = 0.183 %
 d (0.1) = 30.54 µm
 Span = 2.10

Obscuration = 21.10 %
 d (0.9) = 217.74 µm

Mode = 101.04 µm
 Density = 1.00 gm. / c.c.

Size (Lo) µm	Result In %	Size (Hi) µm	Result Below %
0.50	0.00	1.32	0.00
1.32	0.00	1.60	0.00
1.60	0.00	1.95	0.00
1.95	0.00	2.38	0.00
2.38	0.03	2.90	0.04
2.90	0.12	3.53	0.15
3.53	0.15	4.30	0.31
4.30	0.18	5.24	0.49
5.24	0.21	6.39	0.70
6.39	0.27	7.78	0.97
7.78	0.34	9.48	1.31
9.48	0.49	11.55	1.80
11.55	0.71	14.08	2.51
14.08	1.04	17.15	3.55
17.15	1.51	20.90	5.06
20.90	2.16	25.46	7.22

Size (Lo) µm	Result In %	Size (Hi) µm	Result Below %
25.46	3.04	31.01	10.27
31.01	4.20	37.79	14.47
37.79	5.63	46.03	20.09
46.03	7.23	56.09	27.32
56.09	8.85	68.33	36.17
68.33	10.20	83.26	46.38
83.26	10.98	101.44	57.35
101.44	10.93	123.59	68.28
123.59	9.81	150.57	78.09
150.57	7.60	183.44	85.68
183.44	4.80	223.51	90.48
223.51	2.38	272.31	92.86
272.31	1.03	331.77	93.89
331.77	0.95	404.21	94.83
404.21	1.88	492.47	96.72
492.47	3.28	600.00	100.00



Ek-6 Ham tozlara 420 dakika MA uygulama sonrasında tane boyutları



Version 1.2b

26 Dec 2008 Fri 10:10

Sinan aksöz6 :Run Number 5

Sample File Name: SINAN , Record: 6
 Measured on: 14 May 2008 Wed 04:19 Last saved on: 14 May 2008 Wed 04:19

Source: Analysed

Presentation: 20HD
 Polydisperse model

Volume Result

Focus = 300 mm.

Residual = 0.421 %
 d (0.5) = 57.76 µm
 D [4, 3] = 82.68 µm
 Sauter Mean (D[3,2]) = 40.02 µm
 Specific Surface Area = 0.1499 sq. m. / gm

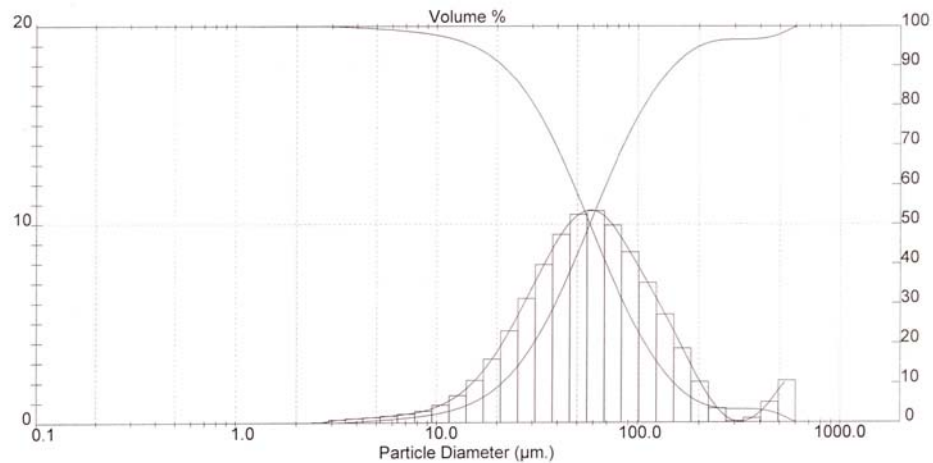
Concentration = 0.121 %
 d (0.1) = 21.24 µm
 Span = 2.23

Obscuration = 20.10 %
 d (0.9) = 150.26 µm

Mode = 58.77 µm
 Density = 1.00 gm. / c.c.

Size (Lo) µm	Result In %	Size (Hi) µm	Result Below %
0.50	0.00	1.32	0.00
1.32	0.00	1.60	0.00
1.60	0.00	1.95	0.00
1.95	0.00	2.38	0.00
2.38	0.04	2.90	0.04
2.90	0.15	3.53	0.19
3.53	0.22	4.30	0.41
4.30	0.28	5.24	0.69
5.24	0.35	6.39	1.04
6.39	0.45	7.78	1.49
7.78	0.59	9.48	2.08
9.48	0.89	11.55	2.98
11.55	1.37	14.08	4.35
14.08	2.13	17.15	6.48
17.15	3.20	20.90	9.67
20.90	4.60	25.46	14.28

Size (Lo) µm	Result In %	Size (Hi) µm	Result Below %
25.46	6.23	31.01	20.51
31.01	7.94	37.79	28.45
37.79	9.47	46.03	37.93
46.03	10.48	56.09	48.41
56.09	10.67	68.33	59.08
68.33	9.93	83.26	69.00
83.26	8.58	101.44	77.59
101.44	7.03	123.59	84.62
123.59	5.43	150.57	90.05
150.57	3.73	183.44	93.78
183.44	2.05	223.51	95.83
223.51	0.72	272.31	96.55
272.31	0.07	331.77	96.63
331.77	0.23	404.21	96.86
404.21	1.03	492.47	97.89
492.47	2.11	600.00	100.00



Ek-7 Ham tozlara 480 dakika MA uygulama sonrasında tane boyutları



Version 1.2b

26 Dec 2008 Fri 10:10

Sinan aksöz7 :Run Number 4

Sample File Name: SINAN , Record: 7
 Measured on: 14 May 2008 Wed 04:24

Last saved on: 14 May 2008 Wed 04:24

Source: Analysed

Presentation: 20HD

Polydisperse model

Volume Result

Focus = 300 mm.

Residual = 0.528 %

d (0.5) = 90.66 µm

D [4, 3] = 115.21 µm

Sauter Mean (D[3,2]) = 72.64 µm

Specific Surface Area = 0.0826 sq. m. / gm

Concentration = 0.285 %

d (0.1) = 41.28 µm

Span = 1.55

Obscuration = 24.86 %

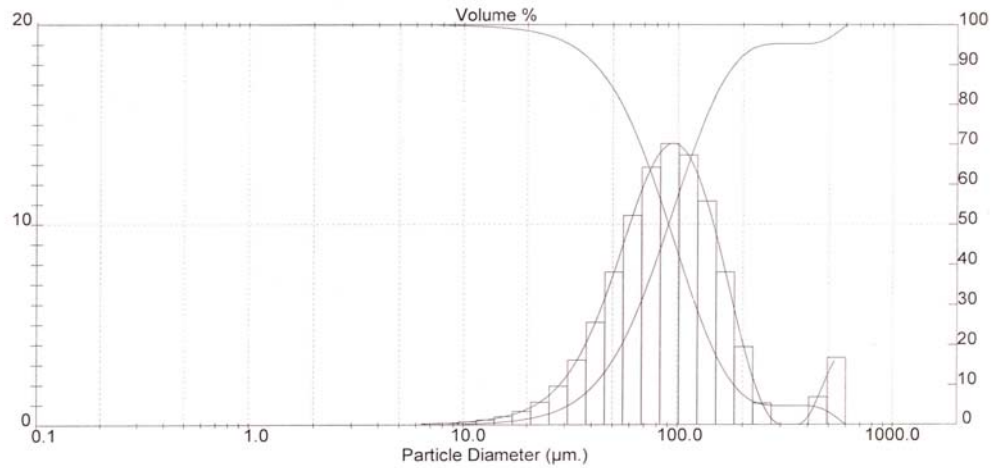
d (0.9) = 181.83 µm

Mode = 95.43 µm

Density = 1.00 gm. / c.c.

Size (Lo) µm	Result In %	Size (Hi) µm	Result Below %
0.50	0.00	1.32	0.00
1.32	0.00	1.60	0.00
1.60	0.00	1.95	0.00
1.95	0.00	2.38	0.00
2.38	0.00	2.90	0.00
2.90	0.00	3.53	0.00
3.53	0.00	4.30	0.00
4.30	0.00	5.24	0.00
5.24	0.00	6.39	0.00
6.39	0.08	7.78	0.08
7.78	0.10	9.48	0.17
9.48	0.16	11.55	0.33
11.55	0.26	14.08	0.59
14.08	0.41	17.15	1.00
17.15	0.67	20.90	1.67
20.90	1.14	25.46	2.81

Size (Lo) µm	Result In %	Size (Hi) µm	Result Below %
25.46	1.93	31.01	4.74
31.01	3.23	37.79	7.97
37.79	5.13	46.03	13.10
46.03	7.61	56.09	20.71
56.09	10.43	68.33	31.15
68.33	12.85	83.26	44.00
83.26	14.03	101.44	58.03
101.44	13.46	123.59	71.49
123.59	11.15	150.57	82.63
150.57	7.63	183.44	90.27
183.44	3.90	223.51	94.17
223.51	1.07	272.31	95.24
272.31	0.02	331.77	95.25
331.77	0.02	404.21	95.27
404.21	1.37	492.47	96.65
492.47	3.35	600.00	100.00



Ek-8 Al Cu₄ 'ün XRD sonuçları

Pattern : 2θ-θ		Radiation = 1.540598		Quality : Calculated		
Al Cu ₄		2θ	I	h	k	l
Aluminum Copper		31.937	12	2	1	0
		35.080	4	2	1	1
		43.319	100	2	2	1
		45.790	55	3	1	0
		48.185	20	3	1	1
		50.464	1	2	2	2
		54.830	4	3	2	1
		62.965	6	3	3	0
		66.763	5	4	2	0
		68.653	1	4	2	1
		70.480	1	3	3	2
		74.132	1	4	2	2
		75.941	2	4	3	0
		77.699	14	5	1	0
		79.472	3	5	1	1
		83.044	12	5	2	0
		84.742	3	5	2	1
		93.450	3	5	3	1
Lattice : Cubic		Mol. weight = 281.17				
S.G. : P4132 (213)		Volume [CD] = 245.31				
a = 6.26000		Dx = 7.613				
	Z = 4					

Ek-9 Al Cu₃ 'ün XRD sonuçları

Pattern : 28-5		Radiation = 1.540598		Quality : Indexed		
Al Cu ₃		2th	I	h	k	l
Aluminum Copper		20.027	3	1	0	2
		26.347	8	1	1	1
		27.165	12	0	1	11
		30.347	2	1	0	12
		34.577	3	0	2	1
		40.284	50	2	0	2
		42.739	65	0	0	22
		44.810	100	1	2	10
		46.611	80	2	0	12
		51.409	2	1	2	16
		52.423	2	1	1	23
		55.115	8	1	0	26
		57.052	8	2	1	18
		60.026	2	1	1	27
		63.444	4	0	3	17
		68.999	2	2	3	4
		73.000	25	2	1	28
		78.306	10	3	2	13
		82.438	6	3	0	25
		86.907	2	3	2	21
Lattice : Orthorhombic		Mol. weight = 217.62				
S.G. : P (0)		Volume [CD] = 1086.92				
a = 4.49400		Dx = 7.314				
b = 5.18900						
c = 46.61000						
a/b = 0.86606		Z = 22				
c/b = 8.98246						
GENERAL COMMENTS : Designated beta1 phase by authors. SAMPLE PREPARATION : Copper with 24.38 atomic % Al. Copper 99.99% Cu + 99.99% Al, melted, kept 2 days at 20 C below solidus. Filings in evacuated tubes for 7 minutes at 1020 C, quenched. GENERAL COMMENTS : Superstructure, 22 layers in c-direction. GENERAL COMMENTS : Martensite phase. DATA COLLECTION FLAG: Ambient.						
*Z. Metallkd., volume 55, page 382, (1964) primary reference : Warlimont, H., Wilkens.						
Radiation : CuK α 1		Filter : Monochromator crystal				
Lambda : 1.54050		d-sp : Not given				
SS/FOM : F20= 1(0.0510,563)						

Ek-10 Cu₃ Al₂'nin XRD sonuçları

Pattern : 50-1477		Radiation = 1.540598		Quality : Indexed		
Cu ₃ Al ₂		2 θ	I	h	k	l
Aluminum Copper		24.743	100	2	0	0
		32.987	40	2	1	0
		37.572	40	3	0	0
		37.759	100	2	1	1
		38.280	40	1	0	2
		41.825	100	3	0	1
		43.632	70	2	2	0
		44.260	70	2	0	2
		50.833	40	4	0	0
		57.861	40	2	2	2
		69.159	20	4	2	0
		71.048	10	4	1	2
		79.213	40	3	3	2
		82.903	10	6	0	1
Lattice : Hexagonal		Mol. weight = 244.60				
S.G. : P63/mmc (194)		Volume [CD] = 296.18				
a = 8.29200	Z = 4	Dx = 5.485				
c = 4.97400						
SAMPLE PREPARATION : A mixture of Ti, Cu, Al and Ti N (or Al N) (composition Ti27.8 Cu22.2 Al44.4 N5.6) was arc-melted under argon and annealed at 850 C for 120 hours. DATA COLLECTION FLAG: Ambient.						
*Z. Metallkd., volume 88, page 390, (1997) primary reference : Durlu, N., Gruber, U., Pietzka, M., Schmidt, H., Schuster, J.						
Radiation : CuK α 1		Filter : Not specified				
Lambda : 1.54056		d-sp : Guinier				
SS/FOM : F14= 18(0.0149,53)		Internal standard : Ge				

Ek-11 Cu C₈'in XRD sonuçları

Pattern : 51-626			Radiation = 1.540598			Quality : Questionable								
Cu C ₈			2 θ	I	h	k	l							
Copper Carbide			9.733	5										
			11.234	50	0	0	4							
			15.985	50										
			17.104	10	0	0	6							
			19.494	80	0	0	7							
			21.712	10										
			28.309	100	0	0	10							
			29.555	10										
			32.412	80										
			36.343	50										
			37.934	10										
			42.195	50										
Lattice : Hexagonal			Mol. weight = 159.63											
S.G. : P (0)			Volume [CD] = 124.10											
a = 2.14000		Z = 2	Dx = 4.272											
c = 31.29000														
GENERAL COMMENTS : Intercalate. SAMPLE PREPARATION : A solution of Cu Cl ₂ I ₂ H ₂ O in tetrahydrofuran was added dropwise to a suspension of potassium graphite (K C ₈) in tetrahydrofuran. The mixture was stirred for 10 hours. FOOTNOTE FOR D-SPACINGS AND INTENSITIES : 1 Incommensurate. ANALYSIS : Chemical analysis (wt.%): C 79.7. DATA COLLECTION FLAG: Ambient.														
*J. Chem. Soc., Dalton Trans., page 2026, (1979) primary reference : Braga, D., Ripamonti, A., Savoia, D., Trombini, C., Umani-Ronchi, A.														
Radiation : FeK α			Filter : Not specified											
Lambda : 1.93730			d-sp : Debye-Scherrer											
SS/FOM : F4= 2(0.2320,9)														

Ek-12 Al₄ C₃'ün XRD sonuçları

Pattern : 35-799		Radiation = 1.540598		Quality : High						
Al ₄ C ₃		2 θ	I	h	k	l				
Aluminum Carbide		10.604	2	0	0	3				
		21.305	10	0	0	6				
		31.113	54	1	0	1				
		31.740	100	0	1	2				
		32.233	13	0	0	9				
		35.850	54	0	1	5				
		40.085	83	1	0	7				
		42.575	10	0	1	8				
Lattice : Rhombohedral		43.431	49	0	0	12				
S.G. : R-3m (166)		48.075	23	1	0	10				
a = 3.33880		51.057	13	0	1	11				
		55.043	96	0	0	15				
		57.532	1	1	0	13				
		59.624	1	1	1	6				
		60.921	18	0	1	14				
		64.525	4	0	2	1				
		64.875	10	2	0	2				
		65.166	6	1	1	9				
		67.362	9	2	0	5				
		68.163	1	1	0	16				
		70.164	11	0	2	7				
		71.979	10	0	1	17				
		72.477	28	1	1	12				
		75.980	3	0	2	10				
		78.342	2	2	0	11				
		80.091	5	1	0	19				
		86.555	5	2	0	14				
		89.745	3	2	1	1				
		90.047	7	1	2	2				
SAMPLE SOURCE OR LOCALITY : The sample was obtained from Materials Research Corp., Orangaburg, New York, USA. COLOR : Dark greenish yellow-brown TEMP. OF DATA COLLECTION : The mean temperature of data collection was 23.9 C. ADDITIONAL PATTERN : To replace 11-629. UNIT CELL DATA : Rhombohedral cell; a=8.552, alpha=22.51. DATA COLLECTION FLAG: Ambient.										
CAS: 1299-86-1										
*Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, volume 21, page 7, (1984) primary reference :										
*Acta Crystallogr., volume 20, page 538, (1966) : Jeffrey, G., Wu, V.										
Radiation : CuK α 1	Filter : Monochromator crystal									
Lambda : 1.54060	d-sp : Diffractometer									
SS/FOM : F29= 61(0.0121,39)	Internal standard : Ag FP									

Ek-13 Cu Al₂'nin XRD sonuçları

Pattern : 25-12		Radiation = 1.540598					Quality : Indexed				
Cu Al ₂		2 θ	I	h	k	l					
Khatyrkite, syn / Aluminum Copper		20.620	100	1	1	0					
		29.386	35	2	0	0					
		37.867	70	2	1	1					
		42.071	35	2	2	0					
		42.591	90	1	1	2					
		47.332	70	3	1	0					
		47.808	60	2	0	2					
		57.129	13	2	2	2					
		61.032	2	4	0	0					
		61.435	6	3	1	2					
		66.335	6	4	1	1					
		67.034	9	2	1	3					
		69.173	11	4	2	0					
		73.462	21	4	0	2					
		77.251	20	3	3	2					
		78.382	8	0	0	4					
		80.678	11	5	1	0					
		81.007	11	4	2	2					
		81.842	9	4	3	1					
		82.181	9	1	1	4					
		85.950	1	2	0	4					
		89.103	5	5	2	1					
		89.829	3	4	1	3					
		91.872	3	4	4	0					
		92.205	5	5	1	2					
		93.220	3	2	2	4					
		95.577	2	5	3	0					
		97.063	17	3	1	4					
		99.267	5	6	0	0					
		112.766	3	5	2	3					
		114.285	2	2	1	5					
		116.471	6	4	2	4					
		119.438	6	6	2	2					
Lattice : Body-centered tetragonal S.G. : I4/mcm (140) a = 6.06540 c = 4.87320 Z = 4		Mol. weight = 117.51 Volume [CD] = 179.28 Dx = 4.354									
ADDITIONAL PATTERN : To replace 2-1309. UNIT CELL DATA : Reference reports: a=6.063, c=4.872. GENERAL COMMENTS : Cell parameters generated by least squares refinement. DATA COLLECTION FLAG: Ambient.											
*Private Communication, (1973) primary reference : Havinga, Philips Research Lab, Eindhoven, The Netherlands. *J. Less-Common Met., volume 27, page 169, (1972) unit cell data : Havinga et al.											
Radiation : CuK α 1 Lambda : 1.54050 SS/FOM : F30= 15(0.0480,43)		Filter : Not specified d-sp : Not given									

Ek-14 Cu₉ Al₄'ün XRD sonuçları

Pattern : 24-3		Radiation = 1.540598		Quality : Calculated		
Cu ₅ Al ₄		2th	I	h	k	l
Aluminum Copper		10.161	3	1	0	0
		14.381	1	1	1	0
		22.841	4	2	1	0
		25.040	8	2	1	1
		30.801	8	3	0	0
		35.721	2	2	2	2
		38.681	3	3	2	1
		44.122	100	3	3	0
		47.862	1	4	2	1
		49.062	4	3	3	2
		51.402	4	4	2	2
		53.663	1	5	1	0
		54.762	1	5	1	1
		61.121	1	4	4	1
		64.164	8	6	0	0
		66.144	2	6	1	1
		73.782	2	6	3	1
		75.642	3	4	4	4
		77.504	2	5	5	0
		81.139	12	7	2	1
		88.360	1	6	5	1
		91.960	5	7	4	1
		93.762	1	8	2	0
		97.367	2	6	6	0
		114.227	2	9	3	0
		122.383	3	7	7	0
		126.743	1	10	1	1
		133.814	1	10	2	2
		141.831	4	8	7	1
		151.701	2	10	4	2
Lattice : Cubic		Mol. weight = 679.84				
S.G. : P-43m (215)		Volume [CD] = 659.12				
a = 8.70270		Dx = 6.851				
Z = 4						
ADDITIONAL PATTERN : See ICSD 1625 (PDF 71-307). DATA COLLECTION FLAG: Ambient.						
*Natl. Bur. Stand. (U.S.) Monogr. 25, volume 11, page 79, (1973) primary reference : *Acta Chem. Scand., volume 22, page 653, (1968) unit cell data : Heidenstam et al.						
Radiation : CuKα1		Filter : Not specified				
Lambda : 1.54050		d-sp : Calculated spacings				
SSFOM : F30= 51(0.0058,101)						

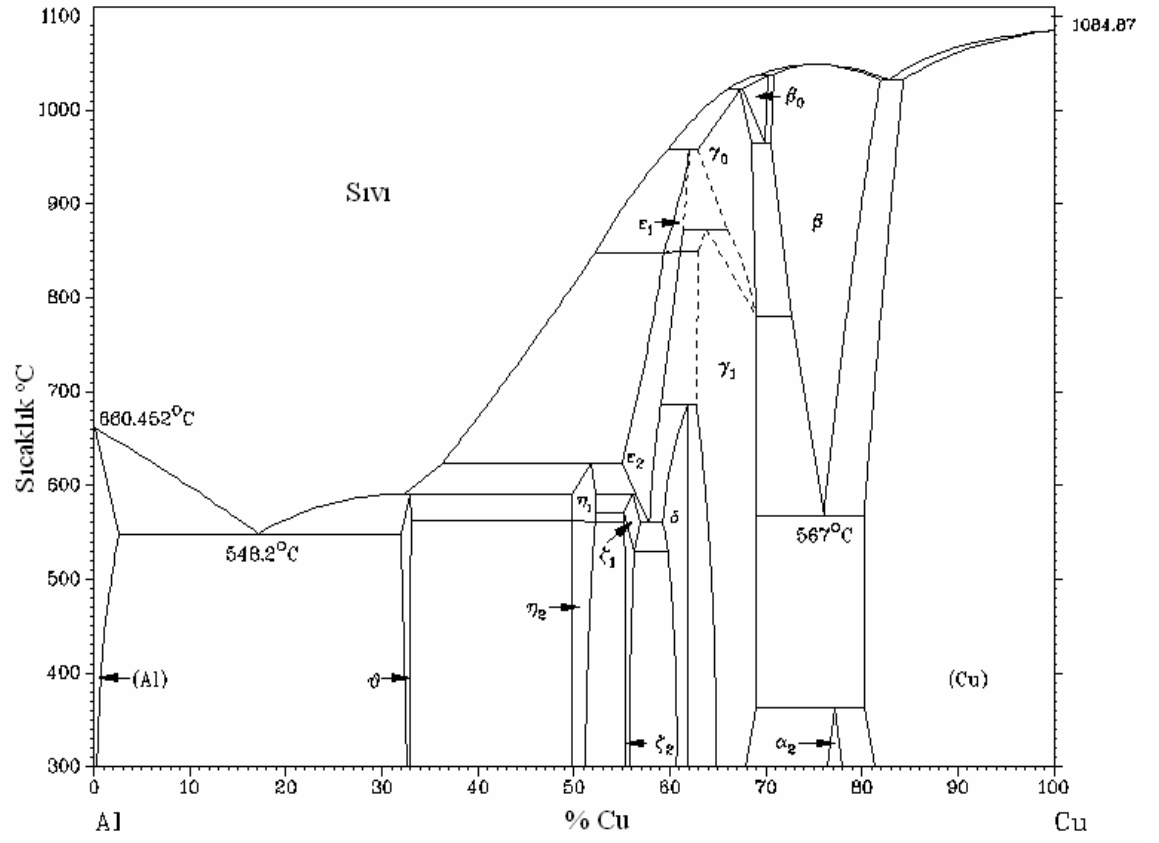
Ek-15 Al₄ C₃'ün XRD sonuçları

Pattern : 50-740			Radiation = 1.540598					Quality : Indexed				
Al ₄ C ₃ Aluminum Carbide			2 θ	I	h	k	l					
			11.105	50	0	0	2					
			22.314	20	0	0	4					
			30.252	30	1	0	0					
			30.775	75	1	0	1					
			32.292	10	1	0	2					
			33.797	30	0	0	6					
			34.674	20	1	0	3					
			37.851	100	1	0	4					
			41.685	20	1	0	5					
			45.595	30	0	0	8					
			50.584	20	1	0	7					
			53.751	90	1	1	0					
			55.080	50	1	1	2					
Lattice : Hexagonal S.G. : P (0) a = 3.40800 c = 15.92000 Z = 2			58.683	30	1	1	4					
			61.076	20	1	0	9					
			65.033	20	1	1	6					
			72.610	30	1	0	11					
*Private Communication, (1996) primary reference : Liddell, K., Univ. of Newcastle, Dept. of Mechanical, Materials Manufacturing Engineering, England, UK.												
Radiation : CuK α 1			Filter : Monochromator crystal									
Lambda : 1.54056			d-sp : Guinier									
SSFOM : F17= 10(0.0460,37)			Internal standard : KCl									

Ek-16 Al Cu'nun XRD sonuçları

Pattern : 26-16		Radiation = 1.540598		Quality : Indexed		
Al Cu		2th	I	h	k	l
Aluminum Copper		15.644	80	0	0	1
		17.905	10	2	0	0
		23.454	70	-1	1	0
		25.208	65	-1	1	1
		25.652	60	-2	0	2
		29.961	65	-4	0	1
		31.060	40	-3	1	1
		31.555	20	-4	0	2
		35.094	45	-3	1	2
		40.171	65	-2	0	3
		43.805	80	-5	1	2
		44.187	80	0	2	0
		44.670	100	-5	1	1
		45.068	100	-3	1	3
		47.098	20	0	2	1
		47.996	10	-2	2	0
		51.161	10	-5	1	0
		51.816	20	-2	2	2
		52.847	10	-4	0	4
		54.267	45	2	2	1
		55.260	10	0	2	2
		56.366	10	-2	0	4
		58.115	20	-7	1	2
		58.601	20	-5	1	4
		61.166	45	-2	2	3
		61.753	5	-8	0	3
		62.121	5	5	1	1
		64.779	65	-6	2	2
		65.912	60	0	0	4
		67.528	40	-8	0	1
		68.425	10	-6	0	5
		69.289	10	-1	3	0
		70.178	10	-1	3	1
		71.278	10	-4	2	4
		72.032	20	-5	1	5
		72.935	10	-3	3	1
		73.595	10	6	2	0
		74.268	45	-8	0	5
		74.955	10	-3	1	5
		76.372	20	-9	1	2
		77.029	40	8	0	0
		79.551	40	4	0	3
		80.434	20	-10	0	4
		80.924	40	-5	3	2
		81.422	45	-5	3	1
		81.842	60	-3	3	3
		82.610	20	-9	1	1
		82.870	60	-10	0	2
		83.483	20	-1	1	5
GENERAL COMMENTS : Single-crystal data taken. GENERAL COMMENTS : Composition Cu51 Al49 . SAMPLE PREPARATION : Powder sample held 39 minutes at 1590 C, water quenched. DATA COLLECTION FLAG: Ambient.						
*J. Less-Common Met., volume 29, page 133, (1972) primary reference : El-Boragy et al.						
Radiation : Cu Lambda : 1.54056 SS/FOM : F30= 10(0.0420,70)		Filter : Not specified d-sp : Guinier Internal standard : Si				

Ek-17 AlCu'nun Faz Diyagramı



ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Soyadı, Adı : AKSÖZ, Sinan
 Doğum tarihi ve yeri : 09.05.1984 / İSTANBUL
 Medeni hali : Bekar
 Nüfusa kayıtlı olduğu yer : ÇANKIRI
 Uyruğu : T.C.
 Telefon : 0535 975 07 74
 e-mail : sinanaksoz@hotmail.com
s.aksoz@gazi.edu.tr

Eğitim

Derece	Eğitim Birimi	Mezuniyet Tarihi
Lisans	Gazi Üni. (Döküm Öğretmenliği)	2007
Lisans 2	Anadolu Üniversitesi (Kamu Yönetimi)	2009
Lise	İTO A.T.L.	2003

İş Deneyimi

Yıl	Yer	Görev
2008-2009	Gazi Üniversitesi/Atatürk M.Y.O.	Öğretim Görevlisi

Yabancı Dil

İngilizce