

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**SENTEZLENEN VE TİCARİ LaB_6 KATKILI MEKANİK ALAŞIMLANMIŞ
Al-ağ.%7Si TOZ VE SİNER HİBRİT KOMPOZİTLERİN GELİŞTİRİLMESİ
VE KARAKTERİZASYONU ÇALIŞMALARI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Sıddıka MERTDİNÇ

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Programı

HAZİRAN 2016

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**SENTEZLENEN VE TİCARİ LaB_6 KATKILI MEKANİK ALAŞIMLANMIŞ
Al-ağ.%7Si TOZ VE SİNER HİBRİT KOMPOZİTLERİN GELİŞTİRİLMESİ
VE KARAKTERİZASYONU ÇALIŞMALARI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Sıddıka MERTDİNÇ
521141007**

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Programı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. M. Lütfi ÖVEÇOĞLU

HAZİRAN 2016

İTÜ, Fen Bilimleri Enstitüsü'nün 521141007 numaralı Yüksek LisansÖğrencisi **Sıddıka MERTDİNÇ**, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı “**SENTEZLENEN VE TİCARİ LaB₆ KATKILI MEKANİK ALAŞIMLANMIŞ Al-ağ.%7Si TOZ VE SİNER HİBRİT KOMPOZİTLERİN GELİŞTİRİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU ÇALIŞMALARI**”başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

Tez Danışmanı : **Prof. Dr. M. Lütfi ÖVEÇOĞLU**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Jüri Üyeleri : **Prof. Dr. Hüseyin ÇİMENÖĞLU**
İstanbul Teknik Üniversitesi.....

Prof. Dr. Gökhan ORHAN
İstanbul Üniversitesi

Teslim Tarihi : **2 Mayıs 2016**
Savunma Tarihi : **10 Haziran 2016**





Aileme,



ÖNSÖZ

Yüksek lisans eğitimim ve çalışmalarım boyunca her türlü fikirleri ve deneyimleriyle yol gösteren değerli danışman hocam Prof. Dr. M. Lütfi ÖVEÇOĞLU'na en içten teşekkürlerimi sunarım.

Üniversite eğitimimin ilk günlerinden bu yana her zaman desteğini esirgemeyen hocam Prof. Dr. Hanzade AÇMA'ya ve çalışmalarım süresince desteklerinden ve yardımlarından dolayı değerli hocalarım Prof. Dr. İsmail DUMAN ve Doç. Dr. Burak ÖZKAL'a teşekkür ederim.

Ayrıca başta Prof. Dr. Hüseyin ÇİMENÖĞLU olmak üzere, bana Mekanik Laboratuvarları'ndayardımlarını esirgemeyen Ar. Gör. ONUR TAZEGÜL, Müh. Hilmi PAKSOY ve tüm Mekanik Metalurji Laboratuvarları çalışanlarına teşekkür ederim.

Tecrübe ve yardımlarıyla çalışmamı kolaylaştıran Dr. Hasan GÖKÇE, Dr. Duygu AĞAOĞULLARI ve Dr. Özge BALCI'ya teşekkürü borç bilirim.

Ayrıca çalışmalarım süresince her konuda sonsuz desteği ve yardımlarından dolayı Ar. Gör. Emre TEKOĞLU'na, çalışmalarımın her adımında beraber ilerlediğimiz arkadaşım Müh. Ezgi ERDOĞAN'a ve Ar. Gör. Didem OVALI, Ar. Gör. Sultan SÖNMEZ, Yük. Müh. Ceren İMER, Yük. Müh. Şeyma DUMAN, Yük. Müh. Merve KÜÇÜK başta olmak üzere Partikül Malzemeler Laboratuvarlarındaki (PML) tüm çalışma arkadaşlarıma teşekkür ederim. Ayrıca Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü'ndeki tüm çalışma arkadaşlarıma sonsuz teşekkürler.

Çalışmamın bir parçası olduğu 2014M093 no'lu projeye desteklerinden dolayı Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK)'a teşekkür ederim.

Son olarak hayatım boyunca desteklerini esirgemeyen anneme, babama, biricik babaanneme, halalarım ve hayattaki en değerlilerim olan kardeşlerime teşekkürlerin en büyüğünü sunarım.

Haziran 2016

Sıddıka MERTDİNÇ

Metalurji ve Malzeme Mühendisi

Kimya Mühendisi



İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ.....	vii
İÇİNDEKİLER.....	ix
KISALTMALAR.....	xiii
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xv
ŞEKİL LİSTESİ.....	xviii
ÖZET.....	xxi
SUMMARY.....	xxiii
1 GİRİŞ VE AMAÇ	1
2 KOMPOZİT MALZEMELER.....	5
2.1 Kompozit Malzemelerin Tanımlanması	5
2.2 Metal Matriks Kompozitler.....	6
2.2.1 Metal matriks kompozitlerin uygulama alanları	7
2.2.2 Metal matriksli kompozitlerin sınıflandırılması.....	8
2.2.2.1 Partikül takviyeli metal matriks kompozitler	9
2.2.2.2 Kısa fiber takviyeli metal matriks kompozitler.....	10
2.2.2.3 Sürekli fiber takviyeli metal matriks kompozitler	10
2.2.2.4 Tabaka yapılı metal matriks kompozitler.....	11
2.2.3 Alüminyum esaslı metal matriks kompozitler	11
2.2.4 MMK'lerin üretim yöntemleri	12
2.2.4.1 Sıvı fazda üretim teknikleri.....	13
2.2.4.2 Katı fazda üretim teknikleri.....	13
2.2.4.3 Gaz fazda üretim teknikleri.....	14
3 MALZEME SEÇİMİ.....	15
3.1 Alüminyum	15
3.1.1 Al-Si alaşımları	16
3.1.2 Al-Si esaslı metal matriks kompozitler.....	20
3.2 Silisyum	20
3.3 Lantan Hegzaborür	20
4 ÜRETİM YÖNTEMİ.....	23
4.1 Toz Metalurjisi	23
4.1.1 Mekanik alaşımlama.....	24
4.1.1.1 Mekanik alaşımlamayı etkileyen değişkenler	26
4.1.1.2 Mekanik alaşımlama proses ekipmanları.....	28
4.1.2 Mekanokimyasal Sentez	29
4.2 Sinterleme	30
4.2.1 Katı Hal Sinterleme	31
5 DENEYSEL ÇALIŞMALAR	33
5.1 Kullanılan Malzemeler	34
5.1.1 Matriks malzemeleri.....	34

5.1.1.1 Alüminyum (Al)	34
5.1.1.2 Silisyum (Si)	34
5.1.2 Takviye malzemeler	35
5.1.2.1 Lantan Hekzaborür (LaB ₆).....	35
5.1.2.2 Niobyumdiborür (NbB ₂).....	35
5.1.2.3 Vanadyum borür (VB).....	35
5.1.3 Borür Sentezinde Kullanılan Malzemeler	35
5.1.3.1 Bor oksit (B ₂ O ₃)	35
5.1.3.2 Lantan oksit (La ₂ O ₃).....	35
5.1.3.3 Magnezyum (Mg).....	35
5.2Pekiştirici LaB ₆ Tozlarının Sentezlenmesi	35
5.2.1 Mekanokimyasal sentez	36
5.2.2 Liç işlemi	36
5.2.3 Sentezlenen pekiştiricilerin karakterizasyonu	37
5.2.3.1 X-Işını difraksiyonu (XRD) analizi.....	37
5.2.3.2 Atomik adsorpsiyon spektroskopisi yöntemiyle elementel analiz	38
5.3 Mekanik Alaşımlama	39
5.4 Mekanik Alaşımlanmış Toz Karakterizasyonu	40
5.4.1Partikül boyutu ölçümleri.....	40
5.4.2Yüzey alanı ölçümleri	40
5.4.3X-Işınlardifraktometresi ile faz analizi	42
5.4.4 Taramalı elektron mikroskobu çalışmaları.....	42
5.4.5 Termal analizler	42
5.5Presleme	43
5.6 Sinterlenme Çalışmaları	43
5.6.1 Bağlayıcıgiderme	43
5.6.2 Sinterleme	44
5.7 Metalografi ve Numune Hazırlama.....	45
5.8 Sinterlenmiş Numunelerin Karakterizasyonu	46
5.8.1 Yoğunluk ölçümleri	46
5.8.2 X-Işını difraksiyonu (XRD) Çalışmaları.....	46
5.8.3 Optik mikroskop çalışmaları	47
5.8.4 Taramalı elektron mikroskobu çalışmaları.....	47
5.8.5 Mikrosertlik ölçümleri.....	47
5.8.6Aşınma analizi	48
6SONUÇLAR VE YORUMLAR.....	51
6.1Sentezlenen Takviye Elemanlarının Karakterizasyonu	51
6.2 Mekanik alaşımlanmış Tozların Karakterizasyonu	53
6.2.1 Faz Analizleri.....	53
6.2.2 Partikül Boyutu Analizi.....	61
6.2.3 Brunauer-Emmett-Teller (BET) yüzey alanı analizleri.....	64
6.2.4 Mikroyapı analizleri	65
6.2.5 Termal Analizler	70
6.3Sinterlenmiş Numunelerin Karakterizasyonu.....	73
6.3.1 Faz analizleri.....	73
6.3.2 Mikroyapı karakterizasyonu	75
6.3.3 Yoğunluk ölçümleri	79
6.3.4 Sertlik ölçümleri.....	81
6.3.5Aşınma analizleri	84

6.4Optimize Edilmiş Koşullarda Ticari NbB ₂ , VB ve Sentezlenen Nb _x B _y , V _x B _y Pekistircili Al ₇ Si Bileşimindeki Hibrit Kompozitlerin Geliştirilmesi	88
7SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRME.....	97
KAYNAKLAR.....	99
ÖZGEÇMİŞ	105





KISALTMALAR

BET	: Brunauer-Emmett-Teller
DTA	: Diferansiyel Termal Analiz
EDS	: Enerji Dağılım Spektroskopisi
MA	: Mekanik Alaşımlama
MMK	: Metal Matris Kompozit
OM	: Optik Mikroskop
SEM	:Taramalı Elektron Mikroskobu
XRD	:X-Işınları Difraktometresi



ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 2.1:Farklı türdeki takviye malzemelerin özellikleri ve örnekleri	8
Çizelge 2.2: Bazı ticari seramik SiC monofilamanlara ait çekmemukavemetive Young modülü değerleri	11
Çizelge 3.1:Aluminyum'a ait bazı fiziksel, mekanik ve termal özellikler	15
Çizelge 3.2:Aluminyum alaşım grupları	17
Çizelge 3.3: Bazı malzemelerin mekanik özellikleri	17
Çizelge 3.4:LaB ₆ 'ya ait bazı termal, fiziksel ve mekanik özellikler	21
Çizelge 5.1 :Deneysel çalışmalara ait akım şeması.	33
Çizelge5.2 :Matriks bileşiminde ve farklı borür pekiştiricili numunelerin MA süresi ve kompozisyon bilgisi	40
Çizelge 6.1:AAS Sonuçları	52
Çizelge 6.2:Çeşitli sürelerde mekanik alaşımlanmış Al ₇ Si matriks alaşımı tozların ortalama partikül boyutları	62
Çizelge 6.3:Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Al ₇ Si-2LaB ₆ (S)tozların ortalama partikül boyutları	63
Çizelge 6.4:Çeşitli sürelerde mekanik alaşımlanmış Al ₇ Si-2LaB ₆ (T) tozların ortalama partikül boyutları	64
Çizelge 6.5:Al ₇ Si farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış matriks alaşımların Brunauer-Emmett-Teller (BET) yüzey alanı ölçümleri	64
Çizelge 6.6:Al ₇ Si matrikslerine farklı borür takviyeleriyle 4 saat mekanik alaşımlanmış tozların yüzey alanı ölçümleri	65
Çizelge 6.7:EDS analizi sonuçları	78
Çizelge 6.8:Harman karışımında veya çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş Al ₇ Si numunelerinin boyutsal ve Arşimet yoğunluk değerleri	79
Çizelge 6.9:Harman karışımında veya çeşitli sürelerde (1,4,8 saat) MA'lanmış ve sinterlenmiş sentezlenen ve ticari LaB ₆ pekiştirici takviyeli Al ₇ Si numunelerinin boyutsal ve Arşimet yoğunluk değerleri	80
Çizelge 6.10:Harman karışımında veya çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş Al ₇ Si matriks alaşımlarının sertlik değerleri	81
Çizelge 6.11:Harman karışımında veya çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş Al ₇ Si- 2LaB ₆ (S) kompozit malzemenin sertlik değerleri	82
Çizelge 6.12:Harman karışımında veya çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş Al ₇ Si- 2LaB ₆ (T) kompozit malzemenin sertlik değerleri	83
Çizelge 6.13:Harman karışımında ve farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş matriks alaşımlarının aşınma değerleri	85
Çizelge 6.14:4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al ₇ Si-2 (LaB ₆ (T), LaB ₆ (S), hibrit kompozit malzemelerin aşınma değerleri	87

Çizelge 6.15 : 4 saat MA'lanmış $Al_7Si-2Nb_xBy$ (S), $Al_7Si-2NbB_2$ (T), Al_7Si-2V_xBy (S), $Al_7Si-2VB$ (T) sistemlerinde öğütme süresine göre Al'nin kristalit boyutunun ve latis deformasyonu değerinin değişimi	89
Çizelge 6.16: 4 saat MA'lanmış a) Al_7Si-2V_xBy (S), b) $Al_7Si-2NbB_2$ (T), c) Al_7Si-2V_xBy (S), d) $Al_7Si-2VB$ (T) tozlarına ait ortalama partikül boyutları	90
Çizelge 6.17: Al_7Si matrislerine farklı borür takviyeleriyle 4 saat mekanik alaşımlanmış tozların yüzey alanı ölçümleri.....	90
Çizelge 6.18: 4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş NbB_2 (T), Nb_xBy (S), VB (T), $VB-V_3B_4$ (S) pekiştiricili Al_7Si bileşimindeki kompozit malzemelere ait boyutsal ve Arşimet yoğunluk değerleri.....	93
Çizelge 6.19 : 4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş $Al_7Si-2Nb_xBy$ (S), $Al_7Si-2NbB_2$ (T), Al_7Si-2V_xBy (S) ve $Al_7Si-2VB$ (T) kompozit malzemenin sertlik değerleri	94
Çizelge 6.20 : 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş $Al_7Si-2NbB_2$ (T), Nb_xBy (S), VB (T), V_xBy (S)) kompozit malzemelerin aşınma değerleri.....	94

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1: Bazı monolitik malzemeler ve kompozitlerin farklı özelliklerinin karşılaştırılması.....	5
Şekil 2.2 :Partikül takviyeli MMK, Kısa fiber/Visker takviyeli MMK, Sürekli fiber takviyeli MMK, Laminer MMK örnekleri	9
Şekil 3.1 :Al kristal yapısı.....	16
Şekil 3.2 :Al-Si faz diyagramı.....	18
Şekil 3.3: Al-Si alaşımlarında Si miktarı ile değişen mekanik özellikler.....	19
Şekil 3.4:Alaşıma elementi olarak Si'nin öğütme sürecinde Al esaslı malzemenin sertliği üzerine etkisi.....	19
Şekil 3.5 : Silisyumun kristal yapısı.....	20
Şekil 3.6 :LaB ₆ 'nın kristal yapısı	21
Şekil 4.1 :Partikül takviyeli farklı yöntemlerle üretilmiş Al esaslı SiC partikül takviyeli MMK'lerin yapıları a) Kalıba döküm b) Basınçlı döküm c) Ekstrüzyon ile toz metallurjisi d) Döküm ve ekstrüzyon	23
Şekil 4.2:Bilya ile tozların etkileşiminin şematik gösterimi.....	24
Şekil 4.3:Mekanik alaşımlama sürecinin şematik gösterimi.....	25
Şekil 4.4:Mekanik alaşımlama sürecinin şematik gösterimi.....	26
Şekil 4.5:Partikül boyutu öğütme süresi ilişkisi.....	27
Şekil 4.6:Mekanik alaşımlanmış Al ₃₀ Ta ₇₀ için demir kirlilik miktarının MA süresi ile değişimi.....	28
Şekil 4.7:Attritör tipi öğütücülerin şematik gösterimi.....	29
Şekil 4.8:Senteleme aşamalarının şematik gösterimi i) Temas halindeki partiküller ii) Boyun verme aşaması iii) Sonuç şekil.....	31
Şekil 4.9:Senteleme sürecinde yoğunluk değişimi	31
Şekil 5.1:Deneysel akım şeması.....	33
Şekil 5.2:a)Spex TM 8000D Dual Mixer-Mill Yüksek enerjili öğütücü b) Öğütücü kap ve bilyalar.....	34
Şekil 5.3:Plaslabs TM kapalı ortam kutusu	36
Şekil 5.4:a) Bandelin Sonorex TM Ultrasonik Banyo, b) Santrifüj Cihazı c) Yıkama işlemi sırasında kullanılan mezürler	37
Şekil 5.5:Bruker TM D8 Advance difraktometresi.....	38
Şekil 5.6:Perkin Elmer Analyst 800 model atomik adsorpsiyon spektroskopisi	38
Şekil 5.7:a)Nano-Flex TM partikül boyut ve Stabino TM zeta potansiyel cihazları, b) Bandelin TM homojenizatör cihazı	41
Şekil 5.8: Quantachrome TM autosorb yüzey alanı ve gözeneklilik ölçüm cihazı.....	41
Şekil 5.9: JEOL TM -6000 Neoscope taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazı	42
Şekil 5.10:TA INSTRUMENTS TM DTA/DSC/TGA termal analiz cihazı.....	42
Şekil 5.11:MSE tek eksenli hidrolik el presi	43

Şekil 5.12: MTI model tüp fırın.....	44
Şekil 5.13: Bağlayıcı giderme fırını rejimi.....	44
Şekil 5.14: Linn TM 1800 M Vac kontrollü atmosfer sinter fırını.....	45
Şekil 5.15: Sinterleme rejimi	45
Şekil 5.16: a) StruersLabopress bakalite alma cihazı. b) StruersTegrapol-15 parlatma cihazı	46
Şekil 5.17: Arşimet yoğunluk ölçüm düzeneği	46
Şekil 5.18: NIKON TM metal optik mikroskobu.....	47
Şekil 5.19: SHIMADZU TM mikrosertlik test cihazı	48
Şekil 5.20 : Tribotester TM Aşınma cihazı.....	48
Şekil 5.21: Optik Profilometre cihazı	49
Şekil 6.1: LaB ₆ sentezi sırasında liç öncesi tozların difraksiyon paterni	51
Şekil 6.2: LaB ₆ sentezi sırasında liç sonrası tozların difraksiyon paterni	52
Şekil 6.3 : Sentezlenen LaB ₆ tozlarına ait partikül boyutu dağılımı.....	53
Şekil 6.4: Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1,2,3,4,6, 8 saat) mekanik alaşımlanmış Al7Si matriks tozlarının XRD paternleri	54
Şekil 6.5: Harmanlanmış ve farklı sürelerde (1,2,3,4,6 ve 8 saat) MA’lanmış Al7Si matriks tozlarında öğütme süresine bağlı olarak Al kristalit boyutlarının değişimi	55
Şekil 6.6: Harmanlanmış ve farklı sürelerde (1,2,3,4,6 ve 8 saat) MA’lanmış Al7Si matriks tozlarında öğütme süresine bağlı olarak Al latis deformasyonu değişimi	56
Şekil 6.7: Sentezlenen LaB ₆ takviyesi ile harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1,4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış tozlara ait XRD paternleri.....	58
Şekil 6.8: Sentezlenen LaB ₆ takviyesi ile harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1,4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış tozlarda öğütme süresine bağlı olarak Al’nin kristalit boyutunun değişimi	58
Şekil 6.9: Sentezlenen LaB ₆ takviyesi ile harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1,4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış tozlarda öğütme süresine bağlı olarak Al’nin latis deformasyonu değişimi.....	58
Şekil 6.10: Ticari LaB ₆ takviyesi ile harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1,4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış tozlara ait XRD paternleri	59
Şekil 6.11: Ticari LaB ₆ takviyesi ile harmanlanmış ve çeşitli sürelerde(1, 4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış tozlarda öğütme süresine bağlı olarak Al’nin kristalit boyutu değişimi	60
Şekil 6.12: Ticari LaB ₆ takviyesi ile harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1,4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış tozlarda öğütme süresine bağlı olarak Al’nin latis deformasyonu değişimi	60
Şekil 6.13 : Al7Si 4 saat MA’lanmış matriks tozlarının sulu çözeltilerinde a) Asidik b) Bazik yönde titrasyonlar sonucu zeta potansiyeli değişimi.....	61
Şekil 6.14 : Çeşitli sürelerde mekanik alaşımlanmış Al7Si matriks alaşımı tozlara ait hacimsel partikül boyut dağılımları (a) 1 saat MA, (b) 4 saat MA,(c) 8 saat MA.....	62
Şekil 6.15 : (a) 4 saat, (b) 8 saat mekanik alaşımlanmış Al7Si-2LaB ₆ (S) tozlarına ait hacimsel partikül boyut dağılımları.....	63
Şekil 6.16 : (a) 4 saat, (b) 8 saat mekanik alaşımlanmış Al7Si-2LaB ₆ (T) tozlarına ait hacimsel partikül boyut dağılımları.....	64

Şekil 6.17 : Al ₇ Si bileşimindeki matrikse harmanlanmış a) 1000x b) 5000x, 1 saat MA c) 1000x d) 5000x, 2 saat MA e) 1000x f) 5000x, 3 saat MA g) 1000x h) 5000x, 4 saat MA i) 1000x i) 5000x, 6 saat MA j) 1000x k) 5000x, 8 saat MA l) 1000x m) 5000x tozların SEM görüntüleri.....	65
Şekil 6.18: Sentezlenen LaB ₆ pekiştiricili Al ₇ Si Harman a) 1000x b) 5000x, 1 saat MA c) 1000x d) 5000x, 4 saat MA e) 1000x f) 5000x, 8 MA g) 1000x h) 5000x tozlarına ait SEM görüntüleri.....	68
Şekil 6.19 : Ticari LaB ₆ pekiştiricili Al ₇ Si Harman a) 1000x b) 5000x, 1 saat MA c) 1000x d) 5000x, 4 saat MA e) 1000x f) 5000x, 8 MA g) 1000x h) 5000x tozlarına ait SEM görüntüleri.....	69
Şekil 6.20 : (a) Harman Al ₇ Si tozları ile (b) 1 saat, (c) 4 saat, (d) 8 saat mekanik alaşımlanmış Al ₇ Si matriks alaşımı tozlarının DTA eğrileri.....	71
Şekil 6.21 : 4 saat MA'lanmış (a) Al ₇ Si – 2LaB ₆ (S), (b) Al ₇ Si – 2LaB ₆ (T) tozlarının DTA eğrileri	72
Şekil 6.22 : Al ₇ Si sinterlenmiş matriks numunelerine ait değişen mekanik alaşımlama sürelerindeki XRD paterni.	73
Şekil 6.23 : Harman karışımında ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış Al ₇ Si-2LaB ₆ (S) malzemelerin sinterleme sonrası XRD paternleri	74
Şekil 6.24 : Harman karışımında ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış Al ₇ Si-2LaB ₆ (T) malzemelerin sinterleme sonrası XRD paternleri	75
Şekil 6.25: Harman ve MA'lanmış ve sinterlenmiş Al ₇ Si numunelerin OM görüntüleri harman (a) 200X, (b) 1000X, 1 saat MA (c) 200X (d) 1000X, 4 saat MA (e) 200X (f) 1000X, 8 saat MA (g) 200X (h) 1000X.....	76
Şekil 6.26 : Harman karışımında veya çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş Al ₇ Si-2LaB ₆ (S) numunelerin OM görüntüleri Harman (a) 200X, (b) 1000X, 1 saat MA (c) 200X (d) 1000X, 4 saat MA (e) 200X (f) 1000X	77
Şekil 6.27 : Harman karışımında veya çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş Al ₇ Si-2LaB ₆ (T) numunelerin OM görüntüleri (a) Harman, 200X, (b) Harman, 1000X, (c) 4 saat MA, 200X, (d) 4 saat MA, 1000X.....	77
Şekil 6.28 : Harman karışımında veya çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş Al ₇ Si matriks malzemenin SEM görüntüleri (a) Al ₇ Si Harman(1000X), (b) Al ₇ Si 4 saat MA(1000X), (c) Al ₇ Si 8 saat MA(2400X).....	78
Şekil 6.29 : Harman karışımında veya 4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş kompozit malzemelerin SEM görüntüsü (a) Al ₇ Si-2LaB ₆ (S) 4 saat MA(2400X), (b) Al ₇ Si-2LaB ₆ (T) 4 saat MA(2400X)	79
Şekil 6.30 : Harman karışımında veya çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş Al ₇ Si matriks malzemenin sertlik değişimi	82
Şekil 6.31 : Harman karışımında veya çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş Al ₇ Si- 2LaB ₆ (S) kompozit malzemenin sertlik değişimi	83
Şekil 6.32 : Harman karışımında veya çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş Al ₇ Si- 2LaB ₆ (T) kompozit malzemenin sertlik değişimi	84
Şekil 6.33 : Sinterlenmiş Al ₇ Si matriks malzemelerinin aşınma yüzeylerine ait stereo mikroskop görüntüleri a) Harman b) 4 saat MA c) 8 saat MA	85
Şekil 6.34 : Harman karışımında ve farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al ₇ Si matriks malzemenin aşınma yüzeylerine ait SEM görüntüleri (a) Harman (30X), (b) Harman (200X), (c) 4 saat MA (50X), (d) 4 saat MA (200X), (e) 8 saat MA (50X), (f) 8 saat MA (200X)	86

Şekil 6.35 :4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş kompozit malzemelerin aşınma yüzeylerine ait SEM görüntüleri (a) Al7Si-2LaB ₆ (T) (30X), (b) Al7Si-2LaB ₆ (S) (30X).....	87
Şekil 6.36 : 4 saat mekanik alaşımlanmış Nb _x B _y (S), NbB ₂ (T), V _x B _y (S), VB (T) kompozit tozlarının XRD paternleri.....	88
Şekil 6.37 :4 saat MA'lanmış a) Al7Si-2V _x B _y (S), b) Al7Si-2 NbB ₂ (T), c) Al7Si-2V _x B _y (S), d) Al7Si-2VB(T) tozlarına ait partikül boyut dağılımları....	89
Şekil 6.38 :4 saat MA'lanmış a) Al7Si-2Nb _x B _y (1000x) b) Al7Si-2Nb _x B _y (5000x) c) Al7Si-2NbB ₂ (1000x) d) Al7Si-2NbB ₂ (5000x) e) Al7Si-2V _x B _y (1000x) f) Al7Si-2V _x B _y (5000x) g) Al7Si-2VB (1000x) h) Al7Si-2VB (1000x) tozlarına ait SEM görüntüleri	91
Şekil 6.39 :(a) Al7Si – 2Nb _x B _y (S), (b) Al7Si – 2NbB ₂ (T), (c) Al7Si – 2V _x B _y (S), (d) Al7Si - 2VB(T) tozlarının DTA eğrileri.	92
Şekil 6.40 : (4 saat mekanik alaşımlanmış sentezlenen Nb _x B _y , ticari NbB ₂ , sentezlenen V _x B _y , ticari VB pekiştirici takviyeli Al7Si malzemelerin sinterleme sonrası XRD paternleri.....	93
Şekil 6.41 :4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş kompozit malzemelerin aşınma yüzeylerine ait SEM (a) Al7Si-2NbB ₂ (T) (30X), (b) Al7Si-2Nb _x B _y (S) (30X), (c) Al7Si-2VB (T) (30X), (d) Al7Si-2V _x B _y (S) (30X)	95

SENTEZLENEN VE TİCARİ LaB_6 KATKILI MEKANİK ALAŞIMLANMIŞ Al-ağ.%7Si TOZ VE SİNER HİBRİT KOMPOZİTLERİN GELİŞTİRİLMESİ VE KARAKTERİZASYONU ÇALIŞMALARI

ÖZET

Metal matriks kompozit teknolojisi günden güne ilerleyerek üstün özellikli malzemelerin geliştirilmesine olanak sağlamaktadır. Çeşitli borür, karbür, nitrür gibi pekiştiriciler takviyesiyle metal ve/veya alaşımların mekanik, fiziksel ve termal özellikleri geliştirilmektedir. Alüminyum ve alüminyum alaşımları da metal matriks kompozit teknolojisinin odak noktasındadır. Özellikle Al-Si alaşımları otomotiv sektörü başta olmak üzere geniş bir kullanım alanına sahiptir. Sert ve mukavemetli takviyeler ile düşük yoğunluktaki Al-Si matriksinin mekanik özellikleri geliştirilmektedir. Pekiştirici takviyeler fiber ve tabaka yapıda bulunabileceği gibi partikül formunda da olabilmektedir. Partikül pekiştiriciler matriks içerisinde daha homojen dağılabildikleri için tercih edilmektedir.

Metal matriks kompozitler sıvı, katı ve gaz fazda farklı yöntemlere üretilmektedirler. Al-Si esaslı metal matriks kompozitler genellikle sıvı fazda döküm tekniğiyle üretilmektedir. Döküm yönteminde pekiştiricilerin yapıda homojen olarak dağılamaması, segregasyonların oluşması karşılaşılan başlıca sorunlardandır. Döküm tekniğine alternatif olarak katı fazda toz metalurjisi ile üretim teknikleri mevcuttur. Toz metalurjisi prosesleri, hammaddelerin harmanlanması, şekillendirilmesi ve sinterlenmesi esaslarına dayanmaktadır. Döküm tekniğinin aksine pekiştirici malzemelerin yapıda homojen olarak dağılması mümkündür. Mekanik alaşımlama (MA) prosesi de bir tür toz metalurjisi tekniğidir. Yüksek enerjili öğütme ortamlarında harmanlanan toz malzemeler mekanik etkilerle katı fazda alaşımlanabilmektedirler. MA ile kompozit tozlar, mikroskobik ölçekte meydana gelen ve periyodik olarak tekrarlanan çarpışma, soğuk kaynak ve kırılma olaylarının zincirleme döngüsü ile daha ince ve homojen bir mikroyapıya sahip yüksek kompozit malzemelerin üretilmesinde kullanılır. Yüksek enerjili öğütme ortamlarından dolayı partikül boyutları oldukça küçük değerlere ulaşabilmekte homojen yapıda kompozitler elde edilebilmektedir.

Bu çalışma kapsamında öncelikle ağırlıkça %7 Si içeren Al alaşımları matriks bileşimi (Al7Si) 1,2,3,4,6 ve 8 saat MA tekniğiyle üretilmiştir. Ardından laboratuvar ortamında mekanokimyasal yöntemler ve takibinde liç işlemiyle La_2O_3 , B_2O_3 ve Mg tozlarından MgO yan ürünü eşliğinde lantanheksaborür (LaB_6) sentezlenmiştir. Sentezlenen LaB_6 pekiştirici olarak Al-ağ.%7Si matriksine ağ.%2 olacak şekilde katılmış ve 1,4,8 MA'lanmıştır. Ticari LaB_6 pekiştirici takviyeli Al7Si tozları da yine 1,4 ve 8 saat MA'lanmıştır. Ayrıca standardize edilen 4 saat MA süresinde ticari NbB_2 , sentezlenen $\text{Nb}_x\text{B}_y(\text{NbB}-\text{NbB}_2-\text{Nb}_3\text{B}_4)$, ticari VB ve sentezlenen $\text{V}_x\text{B}_y(\text{VB}-\text{VB}_2-\text{VB}_3\text{B}_4)$ pekiştirici takviyeli kompozitler sentezlenmiştir.

Geliştirilen tüm hibrit metal matriks kompozitler için harmanlanmış ve farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış numunelerde mekanik alaşımlama süresinin etkisi incelenmiştir. Ayrıca farklı borür pekiştiricilerin kompozit özellikleri üzerine etkisi incelenmiştir.

Harman karışımındaki ve MA'lanmış tozların faz analizleri X-ışınları difraktometresi (XRD) tekniği ile gerçekleştirilmiştir. XRD analizleri sonucunda tozlarda takviyeler ile matriks arasında ara bileşiklerin oluşmadığı ayrıca öğütme ortamı kaynaklı kirlilik bulunmadığı görülmüştür. MA'lanmış tozların partikül boyutu ölçümleri laser partikül boyutu ölçüm teknikleriyle ölçülmüştür. Yüzey alanı ölçümleri Brunauer, Emmet ve Teller(BET) metodu kullanılarak yapılmıştır. Artan mekanik alaşımla süresiyle partikül boyutunun düşüşü gösterilmiştir. Yüzey alanı ölçümlerinde ise yüksek mekanik alaşımlama sürelerinde topaklanmadan dolayı yüzey alanı düşüşü görülmüştür. Gerek partikül boyutlarının desteklenmesi gerekse MA süreçlerinin takibi için taramalı elektron mikroskobu (SEM) çalışmaları gerçekleştirilmiştir. MA'nın kaynaklanma, kırılma, yeniden kaynaklanma aşamaları sırasında yapraksı, eş eksenli ve aglomere olmuş partikül morfolojileri SEM analizleriyle incelenmiştir. MA'lanmış tozların termal analizleri (TA) yapılarak sinter koşulları belirlenmiştir. Katı hal sinterlemesi yapılacağı için termal analizlerde belirlenen endoterm sıcaklığının altında bir sinterleme sıcaklığı belirlenmiştir.

MA'lanan matriks ve kompozit tozları tek eksenli hidrolik pres ile preslenerek bulk malzemeler elde edilmiştir. Sinterleme öncesi yapıdaki tozların öğütme ortamına kaynaklanmasını ve aglomerasyonunu engellemek amacıyla kullanılan stearik asit bağlayıcısının uzaklaştırılması için bağlayıcı giderme işlemi yapılmıştır. Ardından, termal analizler sonucunda belirlenen sıcaklığa göre bulk numunelere katı faz sinterlemesi yapılmıştır.

Sinterleme sonrası kompozit malzemelerin faz analizleri XRD ile mikroyapı analizleri ise optik mikroskop (OM) ve SEM ile gerçekleştirilmiştir. MA süresinin artmasıyla ikincil fazların yapıda homojen olarak dağıldığı görülmüştür. Kompozitlerin fiziksel özelliklerini belirlemek için Arşimet tekniğiyle yoğunlukları ölçülmüştür. MA'lanıp sinterlenmiş numunelerin göreceli yoğunlukları %99'lara kadar artış göstermiş olup ortalama %95 civarındadır. Numunelerin mekanik özelliklerini belirlemek için Mikro Vickers sertlik analizi ile sertlik değerleri, aşınma testleriyle numunelerin aşınma hızları incelenmiştir. MA ile kompozit malzemelerin sertlik değerleri arttırılmıştır. Artan MA süresi ile sertlik değerleri artış gösterirken 4 saat MA sonunda plato değerine ulaşmıştır. Al₇Si matriks numunesi ele alındığında ortalama sertlik değeri 0,933 GPa iken Al₇Si matrikse kütlece %2 sentezlenen LaB₆ ilave edildiğinde 0,969 GPa, ticari LaB₆ ilave edildiğinde ise 1,012 GPa değerleri elde edilmiştir. 4 saat mekanik alaşımlanmış matriks numunesi ile kıyaslandığında her bir takviye aşınma hızını azaltarak aşınma direncini arttırmıştır. En düşük aşınma hızı değeri ticari LaB₆ ilavesiyle elde edilmiştir (0,98 mm³ /mm).

MA süreçleri ile pekiştiricilerin mikroyapıda homojen dağılımı sağlanarak hedeflenen fiziksel ve mekanik özelliklerin gelişimi borür takviyeleri ile sağlanmıştır.

DEVELOPMENT AND CHARACTERIZATION INVESTIGATIONS OF LABORATORY SYNTHESIZED AND COMMERCIAL LaB_6 REINFORCED Al-7% wt.Si POWDERS AND SINTERED HYBRIDE COMPOSITES

SUMMARY

Metal matrix composite (MMC) technologies are developed day by day to produce advanced materials. Metal matrix composites have superior mechanical, thermal and physical properties over the conventional alloys due to presence of the reinforcement materials such as; carbides, nitrides, oxides and borides (TiC , ZrC , SiC , ZrO_2 , Al_2O_3 , B_4C and Si_3N_4 etc.) Reinforcement materials can be short fibers, whiskers, and particulates forms. Particulate reinforcements have higher distribution inside the composite than the other forms. Therefore, homogeneous microstructure formation enhance the final properties of the products.

Aluminium (Al) and its alloys are widely used for aerospace, automotive and many other industrial applications due to their lightweight and high specific strength. Silicon (Si) is the most important and main alloying element of aluminium alloys. Al-Si based particulate reinforced composites are used in many applications due to their advanced properties such as low density, light weight, high strength, high elastic modulus, high wear and corrosion resistance.

MMC's are usually fabricated liquid phase production techniques like stir casting, squeeze casting, etc. However, it is possible to fabricate MMC's by solid state production techniques especially powder metallurgy. Mechanical alloying (MA) is a high energy ball milling technique is a part of the powder metallurgy. In MA, components are blended and then welded due to the collisions of the balls in a high-impact vial environment. After the repeated cold welding, fracturing and rewelding of powder particles homogeneous materials can be produced. Welded structures are repeatedly fractured and crushed to form new alloys which are difficult to be produced by conventional methods. Some variables effect the MA'ing process such as, composition of the powders, the type of materials of the milling balls and vials, milling medium, ball-to-powder ratio, milling atmosphere, milling time and process control agent (PCA) usage.

In this study, Alwt. 7% Si based metal matrix alloy powders were produced via mechanical alloying process using different MA times (1,2, 3, 4, 6, 8 hours). The starting powders were mixed with 2 wt% zinc stearate which is a process control agent to prevent excessive cold welding and agglomeration of the powders and they were place inside a hardened steel vial in a glove-box filled with high purity argon using a 7/1 ball to powder weight ratio.

As particulate reinforcement, LaB_6 hybrid boride powders were mechanochemically synthesized (for 5 h) and leached with HCl from the La_2O_3 - B_2O_3 -Mg powder blends. After the leaching, pure LaB_6 were synthesized without side products of the reaction like magnesium oxide (MgO). Both of the, commercial and synthesized LaB_6 reinforced wt.2% to (Al-7 % wt. Si) powders were produced via mechanical alloying

process for different durations (1,4 and 8h) in a high energy ball mill environment with a 7/1 ball-to-powder weight ratio. In addition to LaB_6 , commercial NbB_2 , VB and synthesized $\text{NbB-NbB}_2\text{-Nb}_3\text{B}_4$ and $\text{VB-VB-V}_3\text{B}_4$ were added as reinforcement material to the Al_7Si matrix mechanically alloyed only 4 hour. After the milling, all hardened steel vials open in a glove-box filled with high purity argon.

Differences between non- reinforced metal matrix powders and 2%wt. different type of borides reinforced metal matrix composites were characterized. After the milling, phase analysis, particle size analysis with laser techniques, surface area analysis and microstructural characterizations of the unmilled/milled Al_7Si matrix and boride reinforced powders are conducted.

XRD results verified the existence of the only Al, Si and different boride phases at the powder systems. Therefore, there were no secondary phases and intermetallics occurred during the mechanical alloying between the Al, Si and boride phases, or Fe impurity from the milling vials/balls due to collisions. Crystallite sizes and % lattice strains of Al were calculated by the TOPAS software. Crystallite sizes of the particles decreased, lattice deformation increased with increasing MA time. Microstructural evolution of the powder constituents during mechanical alloying was determined with scanning electron microscope (SEM). Particle sizes of the powders were characterized by laser diffraction techniques. During milling, particle size gets reduced continuously. There is no remarkable correlation between the particle size distribution and adding reinforcement material into the structures. On the other hand, Brunauer, Emmet ve Teller (BET) surface area analysis shows that the unmilled powders have smaller surface area than the milled powders (1 hour MA). However, increasing milling time decrease the surface area values because of the agglomeration of the powders.

Thermal analysis of the hybride composites are conducted via differential scanning calorimetry (DSC). Sintering temperature is determined regard of the DSC analysis. DTA analyses showed a endothermic peak belonging to unmilled powders nearly at 655°C which is the melting temperature of aluminum. In a comparison with the unmilled powders, endothermic peak shifted to nearly 577°C at the temperature where Al- Si point is. This endothermic peak belonging to the eutectic point of Al-Si, was seen even at the powders milled for 1 hour. This means, mechanical alloying is actualized even if in a 1 hour milling time DTA curves showed no remarkable difference between reinforced and unreinforced powders.

After the characterization investigations of powders, milled and unmilled composite powders are compacted in uniaxial press with a pressure of 450 MPa. At the debinding stage; stearic acid removed out of the green bodies under Argon atmosphere at 420°C with a 2°C/minute heating rate and 2 hours holding time. Then, samples sintered at 570°C for 2h under argon gas flowing conditions. Microstructures of the Al_7Si based MMC's are characterized via optical microscope (OM) and scanning electron microscope (SEM). No remarkable effect of the reinforcement materials on the microstructure was noticed with regard to the microstructural investigations. There are cracks and porosities at the unmilled samples, but mechanically alloyed samples have less porosities than unmilled ones. Besides, mechanically alloyed samples have homogeneous microstructures.

Density measurements of the sintered bodies were conducted to determine the physical properties. Al_7Si matrix composites had average 95% relative densities.

Unmilled composites had lower relative densities because of porosities and cracks on the microstructures.

At the final stage of the characterization investigations, mechanical tests including microhardness and sliding wear tests were conducted to determine the mechanical properties of the produced MMC's. Microhardness measurements were conducted on the as-blended and MA'd powders to determine the effects of mechanical alloying and boride reinforcements. According to results of the Vickers microhardness tests, increasing mechanical alloying time and boride reinforcements increase the hardness of the sintered materials. Especially commercial borides are increased the Vickers microhardness values. Microhardness value increase from 0,933 GPa to 1,012 GPa with LaB_6 reinforcement amongst the 4h MA'd samples.

As a results of the sliding wear test boride reinforcements reduce the wear rate of the materials. Commercial LaB_6 reinforced sample has minimum wear rate value ($0,98 \text{ mm}^3/\text{mm}$).

In conclusion, mechanical and physical properties of the hypo-eutectic Al-Si metal matrix hybrid composites were enhanced by mechanical alloying.

1 GİRİŞ VE AMAÇ

Çeşitli uygulama alanları için 500.000'den fazla mühendislik malzemesi bulunmaktadır. Yüzyıllardır var olan ve kullanılan metallerin yanı sıra gelişen malzeme bilimi teknolojileriyle üstün özellikli yeni malzemelerin geliştirilmesi mümkündür(Askeland, 1998; Mazumdar, 2002) . Kompozit malzeme teknolojisiyle de geleneksel metal ve/veya alaşımlara kıyasla malzemelerin mekanik, termal, fiziksel özelliklerinin geliştirilmesi hedeflenmektedir. Kompozit malzemeler matriks ve pekiştiriciler olmak üzere iki veya daha fazla bileşenden oluşan mühendislik malzemeler olduklarından farklı malzemelerin her birinin olumlu özellikleri olarak birleştirilmesi kompozit malzemelerin en büyük üstünlüğüdür (Hashim, 1999; Schwartz, 1984).

Metal matriksli kompozit malzemeler ise metal ve/veya alaşımların içerisine sert ve direngen seramik, metalik ya da organik yapıda malzemelerin ilavesiyle elde edilmektedir. MMK'ler yüksek sertlik, yüksek elastik modül, yüksek aşınma ve sürünme dayanımı, düşük termal genleşme, yüksek termal iletkenlik, yüksek elektriksel iletkenlik ve kolay işlenebilirlik gibi üstün özelliklere sahiptirler (Thamladan, 2015) (Chawla, 2013; Kainer, 2006). Geliştirilmiş özelliklerinden dolayı metal matriksli kompozit malzemeler uçak, uzay, otomotiv, savunma sanayisinde ve elektronik uygulamalar başta olmak üzere pek çok alanda kullanılmaktadırlar(Kainer, 2006; Uygur ve Saruhan, 2004).

Metal matriks kompozitlerde matriks malzemesini pekiştirmek amacıyla kullanılan malzemeler partikül, fiber, kısa fiber ya da tabaka şeklinde bulunabilirler (Chawla ve Chawla, 2013; Kainer, 2006; Kaczmar ve diğerleri, 2000). Özellikle partikül pekiştiriciler eş eksenli formda olduklarından dolayı MMK yapı içerisinde homojen olarak dağılmaktadırlar. Ayrıca kolay üretilebilir ve düşük maliyete sahip olmalarından dolayı partikül takviyeler MMK'ler için ön plana çıkan pekiştiricilerdir (Hull ve Clyne, 1996; Thamladan ve diğerleri, 2015).

MMK'ler için katı, sıvı ve gaz fazda pek çok üretim yöntemi vardır. MMK'ler genellikle sıvı fazda döküm yöntemi ile üretilmektedir. Fakat net şekile yakın MMK ürünlerinin oldukça düşük maliyette ve seri bir şekilde üretimi mümkün olmaması, pekiştirici malzemelerin yapıda homojen olarak dağılmaması, aglomere oluşumu, gözeneklikler ve yüksek sıcaklıklarda pekiştiricilerle matriks arasında oluşabilecek reaksiyonlar döküm yönteminin bazı olumsuz yanlarıdır (Hashim ve diğerleri, 1999; Suresh ve Moorthi, 2003; Bharath ve diğerleri, 2014; Nishida, 2002). Ancak katı fazda üretim yöntemleriyle yani toz metalurjisi yöntemiyle pekiştirici malzemeleri yapıda homojen olarak dağıtma, yüksek sıcaklıkta meydana gelecek tepkimeleri engellemek mümkündür(Nishida, 2002).

Toz metalurjisiyle başlangıç tozlarının karıştırılmasının ardından, presleme ve sinterleme proseslerinin takip edildiği bir katı hal üretim prosesidir (German, 1996)(Torralba, 2003). 1966 yılında John S. Benjamin ve diğerleri tarafından, Uluslararası Nikel Şirketi (INCO)'ya ait Paul D. Merica Araştırma Laboratuvarı'nda geliştirilen bir toz metalurjisi tekniği olan mekanik alaşımlama yöntemi ile de metal matriksli kompozitler üretilmektedir. MA, partiküllerin yüksek enerjili öğütme ortamında birbiri ile soğuk kaynaklanması, kırılması ve tekrar kaynaklanması süreçlerini içeren bir katı hal toz proses tekniğidir(Goff, 2003; Suryanarayana, 2001; El-Eskandarany, 2015).

Mekanik alaşımlanmış tozlardan kompakt ürün eldesi için öncelikle tozlar preslenmelidir. Partiküller arası mesafe azaltılarak yoğun bir malzeme elde edilmektedir ve böylece sinterleme adımına yardımcı olunmaktadır (Mehrotra, 2014). Presleme adımından sonra birbirine fiziksel olarak bağlanan partiküller, sinterleme prosesinde yüksek termal ve/veya basınç altında partiküller arasında gerçekleşen yayınma nedeniyle birbirine kimyasal olarak bağlanırlar. Yapıdaki gözeneklikler azalarak malzemenin yoğunluğu ve mekanik özellikleri artış gösterir (German, 1996; Beddoes ve Bibby, 2003).

Aluminyum esaslı MMK'ler özellikle düşük yoğunlukları nedeniyle metal matriks kompozitlerin en çok ilgi görenlerindendir. Magnezyum, titanyum gibi diğer düşük yoğunluklu matriks malzemelerine kıyasla Al esaslı MMK'ler yüksek özgül mukavemet, yüksek sertlik, yüksek elastik modülü, mükemmel aşınma dayanımları ve düşük maliyetleri gibi özelliklere sahip olduklarından uzay-havacılık, otomotiv ve askeri uygulamalar gibi pek çok uygulama alanına sahiptirler (Torralba, 2003;

Surappa, 2003). Al esaslı metal matriks kompozitlere partikül pekiştiriciler olarak; aluminatlar (Al_4Mo , Al_3Ti , Al_3Zr), karbürler (SiC , TiC , ZrC), nitrürler (AlN , Si_3N_4), oksitler (Al_2O_3 , SiO_2) ve borürler (TiB_2 , ZrB_2) eklenmektedir (Balcı, 2014).

Aluminyum esaslı MMK'ların üretimleri çoğunlukla sıvı fazda döküm yöntemleri ile gerçekleştirilmektedir. Katı fazda üretim yöntemlerinden atritör ve/veya gezegen bilyalı öğütme ortamlarında düşük enerjili ve düşük devirli (400-500 devir/dakika) Al-Si MMK'ların geliştirildiği çalışmalar vardır (Chang ve diğerleri, 2011; Liang ve diğerleri, 2014; Lee ve diğerleri, 2001). Yüksek enerjili ve yüksek devirli öğütme ortamı kullanılarak Woo ve diğerleri Al-7%Si-0.4%Mg matriks alaşımına SiC partikül takviyesi yaparak kompozit malzeme geliştirilmiştir (Woo, 2004). Mekanik alaşımlanmış sinter ürün, daha az gözeneklilik ve daha homojen bir yapıya sahip olduğundan, sertlik değerleri çok daha yüksek bulunmuştur (Woo, 2004).

İstanbul Teknik Üniversitesi Partikül Malzemler Laboratuvarlarında (PML) da Al esaslı MMK'ler konusunda çeşitli çalışmalar bulunmaktadır. MA süreçleri ile çeşitli Al esaslı kompozit alaşımlar geliştirilmiş ve karakterize edilmiştir. WC partikülleri ile pekiştirilmiş Al-2Cu alaşım kompoziti (Evirgen, 2010), TiC ve ZrC partikülleri ile pekiştirilmiş Al-4Cu alaşım kompoziti (Kaftelen, 2010), TiB_2 partikülleri ile pekiştirilmiş Al matriks kompoziti (Balcı ve diğerleri, 2014), B_4C pekiştiricili Al12Si kompozitleri (Dutdibi, 2011), TiB_2 , ZrB_2 , Y_2O_3 , La_2O_3 ve CeO_2 pekiştiricili Al20Si (Gökçe, 2013) ve Al15Si -Cu-Mg matriksine Y_2O_3 , La_2O_3 ve CeO_2 pekiştiricili Al15Si kompozitlerinin geliştirmesi ve karakterizasyonu çalışmaları bazı örneklerdir.

Sunulan tez çalışmanın amaçları ise; yukarıda da bahsedilen yüksek enerjili öğütme ortamında mekanik alaşımlama proseslerini takiben ağırlıkça %7 Si içeren Al alaşım matriksi temelli hibrit kompozitlerin geliştirilmesi ve karakterizasyonu çalışmalarının gerçekleştirilmesidir. Hibrit kompozit üretmek için kullanılan pekiştirici malzemelerden biri olan lantanhekzaborürün (LaB_6) laboratuvar ortamında mekanokimyasal yöntemlerle sentezlenebilirliği de hedefler arasındadır. Sonuç olarak sentezlenen ve ticari borür pekiştiriciler ötektik altı bileşimdeki Al-7Si matriks içerisine katılıp farklı sürelerde mekanik alaşımlanarak pekiştiricilerin etkisi hem tozlara hem de sinterlenmiş kompozit malzemelere yapılan karakterizasyonu çalışmalarıyla belirlenmeye çalışılmıştır.

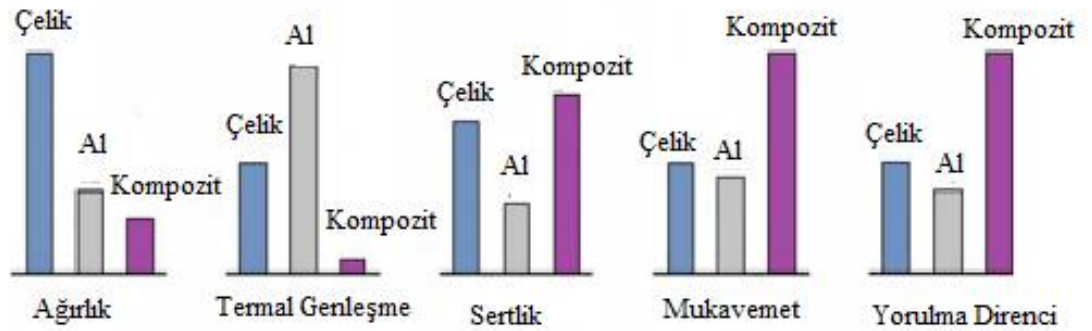


2 KOMPOZİT MALZEMELER

2.1 Kompozit Malzemelerin Tanımlanması

Kompozit malzemeler iki veya daha fazla bileşenden oluşan mühendislik malzemeleridir. Bileşenler matriks ve pekiştiriciler olarak ayrılmaktadır (Schwartz, 1984). 1960 yıllarında polimer matriksli kompozitlerin üretimiyle kompozit malzemelerin endüstriyel açıdan değer kazanarak başta otomotiv ve havacılık olmak üzere çeşitli sektörlerde kullanılmıştır (Mazumdar, 2002).

İçerdiği farklı malzemelerin her birinin olumlu özellikleri olarak birleştirmesikompozit malzemelerin en büyük üstünlüğüdür. Özellikle kompozit malzeme çalışmalarında ağırlık düşürülerek fiziksel, mekanik ve termal özelliklerin geliştirilmesi hedeflenmektedir (URL-2; Hashim,1999).Bu nedenle düşük yoğunluklu matriks malzemeleri pekiştiricilerle daha yüksek sertliğe, mukavemete sahip malzemeler haline getirilmektedir (Hashim,1999). Şekil 2.1’de bazı monolitik malzemeler ve kompozitlerin farklı özellikleri karşılaştırılmıştır (Chawla, 2013).



Şekil 2.1:Bazı monolitik malzemeler ve kompozitlerin farklı özellikleri karşılaştırılması (Chawla, 2013).

Kompozit malzemeleri matriks malzemesinin yapısına göre sınıflandırmak mümkündür;

1. Metal matriks kompozitler (MMC)
2. Plastik matriks kompozitler

3. Seramik matriks kompozitler (CMC ya da FRC)
4. Cam matriks kompozitler (FRG)
5. İntermetalik bileşik matriksli kompozitler (IMC)
6. Karbon fiber takviyeli karbon (CC kompozitler)şekilnde sınıflandırılabilir (Nishida, 2013).

2.2Metal Matriks Kompozitler

Metal Matriks Kompozitler, saf metal ya da alaşımlardan oluşan matriks fazına seramik, metalik ya da organik pekiştiricilerin eklenmesiyle üretilmektedirler(Chawla, 2013; Kainer, 2006; Nishida,2001; 3M, 2013; Ramnath, 2013). Alüminyum, magnezyum, bakır, titanyum en çok kullanılan matriks alaşımlarına örnek verilebilir. Metal matriks kompozitlerin en önemli özelliği hafif metallerin takviyelerle mekanik özelliğinin geliştirilmesi olduğu için bu metaller tercih edilmektedir (Chawla, 2013; Thamladan, 201; 3M, 2002). Metal Matriks Kompozitler (MMK) pekiştirici takviyeleri nedeniyle metallerle karşılaştırıldığında üstün özellik göstermektedirler (Thamladan, 2015).

- a) Yüksek aşınma dayanımı
- b) Yüksek yorulma direnci
- c) Yüksek korozyon direnci
- d) Yüksek sertlik ve mukavemet
- e) Yüksek sürünme direnci
- f) Düşük termal genleşme
- g) Yüksek termal iletkenlik
- h) Yüksek elektriksel iletkenlik
- i) İşlenebilirlik gibi pek çok özellik geliştirilen MMK'lere aittir (Advanced Materials by Design; Thamladan, 2015; Chawla, 2013; Kainer, 2006).

MMK'lerin olumsuz yanı üstün performanslı malzeme üretiminin metal üretimine kıyasla daha pahalı olmasıdır. Çünkü takviye malzemeler ve geliştirilen üretim prosesleri ekstra maliyet oluşturmaktadır. Ayrıca düşük süneklik ve toklukta olmaları da MMK'lerin dezavantajı olarak sayılabilir (Advanced Materials by Design, 1988; Thamladan, 2015).

2.2.1 Metal Matriks Kompozitlerin Uygulama Alanları

Metal matriksli kompozit malzemeler uçak, uzay, otomotiv, savunma sanayisinde ve elektronik uygulamalarda kullanılmaktadırlar (Chawla, 2013; Kainer, 2006; Nishida, 2001). Kompozit malzemeler farklı malzemelerin bir araya getirilmesi ile oluşturulduklarından dolayı üstün özelliklere sahiptir ve kullanım alanları oldukça geniştir. Hafif metal matriksli kompozitlerde düşük ağırlıklı malzeme üretimi oldukça avantajlıdır. Ayrıca takviye malzemelerle yüksek aşınma ve yorulma direnci, yüksek çekme mukavemeti gibi mekanik özelliklerin yanı sıra düşük termal iletkenlik, termal genleşme gibi özellikler demir esaslı malzemeler karşısında üstünlük göstermektedir (Uygur ve Saruhan, 2004). MMK'ler otomotiv sektöründe; valfler, pistonlar, miller, silindirler, krank milleri gibi motor parçalarının üretiminde kullanılmaktadırlar (Kainer, 2006). Örneğin 3M tarafından geliştirilen motordaki itici miller alüminyum metali matriksli kompozitten üretilmiştir. Çelik yerine Nextel™ olarak adlandırılan seramik takviyelerle pekiştirilmiş alüminyum MMK malzeme kullanılarak ağırlık %40 azaltılmış ve sertlik yaklaşık %10 arttırılmıştır (Aluminium Matrix Composite Pushrod, 2002). Ayrıca GKN Automotive (USA) firmasının pekiştiricili alüminyum alaşımından üretilen ürettiği otomobil şaftlarının ağırlığı çelik şaftlara göre %50 oranında daha azdır (Kaczmar ve diğerleri, 2000). Hafif malzeme kullanılması otomotiv sektörü için önemli bir parametredir çünkü ağırlıktaki %10'luk düşüş yakıt tüketimini %5 azaltmaktadır. (Uygur ve Saruhan, 2004). Al-SiC, Al-Al₂O₃, Mg-SiC, Mg-Al₂O₃ içeren ve pekiştirici ilave edilmiş MMK'lerden çeşitli otomotiv parçaları üretilmektedir (Kainer, 2006).

Yüksek sertlik, mukavemet, darbe ve yorulma direnci gerektiren malzemelerin kullanılması gerektiği savunma sanayisinde de MMK'ler kullanılmaktadırlar. Al-B, Al-SiC, Al-C, Ti-SiC, Al-Al₂O₃, Mg-Al₂O₃, Mg-C çiftleri çeşitli pekiştirici takviyeler ile birlikte kullanılmaktadır. MMK'ler üstün mekanik özelliklerin yanında düşük termal iletkenlik ve termal genleşme katsayılarından dolayı uzay ve havacılık sektöründe de ön plana çıkmaktadırlar. Bağlantı elemanları, antenler, türbin bıçakları MMK esaslı üretilmektedirler.

Elektronik uygulamalarında ise yüksek elektrik iletkenliği, sıcaklık, korozyon ve aşınma direncinden dolayı MMK'ler tercih edilmektedir. Cu-C, Ag-Al₂O₃, Ag-C, Ag-SnO₂, Ag-Ni kompozitleri elektronik uygulamalarda kullanılanlara örnek

gösterilebilir (Kainer, 2006; Kaczmar ve diğerleri, 2000).Başka bir örnek vermek gerekirse karbon fiber takviyeli bakır alaşımları da aşınma dirençleri ve termal özelliklerinden dolayı yarı iletken sektöründe kullanılan kompozit malzemeler arasındadır. (Kaczmar ve diğerleri 2006). Ayrıca yüksek sertlik ve düşük ağırlıklarından dolayı çeşitli bisiklet parçaları ve spor ekipmanları MMK’lerden üretilmektedir (Chawla, 2013).

2.2.2Metal Matriksli Kompozitlerin Sınıflandırılması

Tüm MMK’lerin matrisleri metal ya da alaşımlardan meydana gelmektedir. Kompozit yapılar elde edilirken metalik ya da seramik pekiştiriciler yapıya ilave edilmektedir. Pekiştirici malzemelerde aranan özellikler: düşük yoğunluklu, mekanik ve kimyasal açıdan matrikse uyumlu, yüksek Young modülüne, yüksek çekme ve basma mukavemetine sahip, ekonomik ve kolay işlenebilir olmasıdır (Kainer,2006).

MMK malzemeler 4 başlık altında sınıflandırılabilirler:

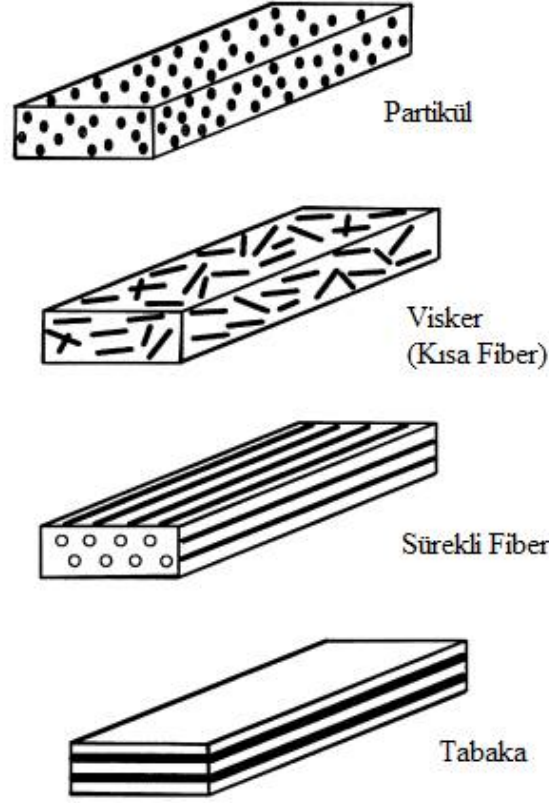
1. Partikül takviyeli MMK,
2. Visker ya da kısa fiber takviyeli MMK,
3. Sürekli fiber takviyeli MMK,
4. Laminer ya da tabakalı MMK (Chawla ve Chawla,2013; Kainer,2006; Kaczmar ve diğerleri, 2000)

Takviye malzemelerin özelliklerine göre sınıflandırılan MMK’lerin çapları, çap/boy oranları ve örnek kompozitler Çizelge 2.1’de gösterilmiştir.

Çizelge 2.1: Farklı türdeki takviye malzemelerin özellikleri ve örnekleri (Chawla, 2013).

Takviye Tipi	Çap/Boy	Çap, (μm)	Örnek
Partikül	1–4	1–25 μm	SiC, Al_2O_3 , BN, B_4C , WC
Visker ya da kısa fiber	10–10000	1–5 μm	C, SiC, Al_2O_3 , $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{SiO}_2$
Sürekli fiber	>1,000	3–150 μm	SiC, Al_2O_3 , C, B, W, Nb–Ti, Nb_3Sn
Nanopartikül	1–4	<100 nm	C, Al_2O_3 , SiC
Nanotüp	>1000	<100 nm	C

Şekil 2.2 ‘de de farklı MMK türleri için görseller bulunmaktadır.



Şekil 2.2:Partikül takviyeli MMK, Kısa fiber/Visker takviyeli MMK, Sürekli fiber takviyeli MMK, Laminer MMK örnekleri (Chawla ve Chawla, 2013).

Şekil 2.2 ve Çizelge 2.1’de açıklanan farklı türdeki takviye malzemeler aşağıda detaylı olarak incelenmiştir.

2.2.2.1 Partikül takviyeli metal matriks kompozitler

Partikül takviyelerin tüm yönlerdeki boylar hemen hemen aynıdır ve küresel ya da düzensiz şekilli olabilirler (Hull ve Clyne, 1996). MMK yapı içerisinde izotropik özellik göstermelerinin yanı sıra, kolay üretilebilir ve düşük maliyete sahip olmalarından dolayı partikül takviyeler MMK’ler için ön plana çıkan pekiştiricilerdir (Hull ve Clyne,1996; Thamadan ve diğerleri, 2015). Al_2O_3 , Si_3N_4 , SiO_2 , MgO , SiC , TiC , B_4C partikül olarak MMK yapısına katılan bazı pekiştiricilere örnekler (Thamadan ve diğerleri, 2015).Al matriksli malzemelerde departikül takviyeler çeşitli amaçlar için kullanılmaktadır.bor karbür (B_4C) bilinen en sert malzemelerden olduğundan sertliği arttırmak amacıyla kullanılırken; alumina (Al_2O_3)partiküllerinin takviyesi aşınma direncini artırır, silisyum karbür (SiC) ise sertlik ve mukavemetine olumlu etkide bulunmaktadır. Partikül pekiştiricilerin ilavesinde önemli olan partiküllerin yapıda homojen olarak dağılabilmesidir (Ramnath ve diğerleri, 2013).

2.2.2.2 Kısa fiber takviyeli metal matriks kompozitler

Viskerlar, yüksek mukavemetli tek kristal kısa fiberlerdir. Boy ve çap uzunlukları oldukça düşüktür ve boy/çap oranı Çizelge 2.1 'de de belirtildiği gibi 10'dan 10000'e kadar geniş aralığa sahiptir. Monokristal yapıda olduklarından dolayı tane sınırları bulunmamaktadır, böylece dislokasyonlar gibi yapısal kusurlar olmadığından yüksek mukavemete sahiptirler (Chawla, 2013). Üstün özelliklerinden ve geliştirilebilir tasarımlarından dolayı viskerlar ile pekiştirilmiş MMK'ler 21. Yüzyılın öne çıkan araştırma konularındandır (Liang ve Li-dong, 2011). Kısa fiberler, sürekli fiberlere kıyasla daha izotropik davranış gösterirler. Böylece fiber takviyeli kompozitlerin üstün mekanik özellikleri yöne bağımsız hale gelirler. Ayrıca kısa fiberlerin homojen boyutları olmadığından özellikler çeşitlilik göstermektedir (Chawla, 2013).

SiC, TiB₂, Al₂O₃ MMK'ler için kullanılan bazı visker takviye örnekleridir. Mekanik özellikleri incelenecek olursa, 10 mm çapında 5.9 µm çapındaki bir SiC viskerına ait Young modülü değeri 581 GPa iken çekme mukavemeti 8.4 GPa'dır (Chawla, 2013).

2.2.2.3 Sürekli fiber takviyeli metal matriks kompozitler

Sürekli fiberlerin temel özellikleri sonsuz denebilecek kadar yüksek çap/boy oranına ve düşük çaplara sahip olmalarıdır. Fiber takviyelerde özellikler yöne bağımlıdır. Ayrıca özellikle sürekli seramik fiber takviyeler partiküllere göre oldukça pahalıdır (Chawla, 2013).

Polimer, metal ya da seramik malzemeler fiber formuna getirilebilirler. Karbon fiberler sıklıkla kullanılmaktadırlar. Metal fiberler ise yüksek yoğunlukları ve reaktif olmaları sebebiyle tercih edilmemektedirler (Kainer, 2006). Çapı 100-150 µm olan ve tek bulunan fiberler monofilaman olarak adlandırılmaktadır. Çapı 7-30 µm arasında olup sayıları 14000'e kadar çıkabilen fibrlerin bileşiminden oluşanlara ise multifilaman denilmektedir(Hull ve Clyne, 1996) . Multifilamanlar ise kimyasal bileşimlerine göre karbon, karbür ve oksit fiberler olarak sınıflandırılabilirler (Kainer, 2003).

Sürekli fiber takviyelerin esneklikleri ve mukavemetleri yüksektir. (Chawla, 2013). Çizelge 2.2'de bazı ticari seramik SiC monofilamanlara ait çekme mukavemeti ve Young modülüdeğerlerinin yüksek olduğu görülmektedir (Kainer, 2003).

Çizelge 2.2: Bazı ticari seramik SiC monofilamanlara ait çekme mukavemeti ve Young modülü değerleri (Kainer, 2003).

Ürün Adı	SCS-6	SCS-9	SCS-Ultra
Çap (µm)	140	78	140
Çekme mukavemeti (MPa)	3450	3450	5865
Young Modülü (GPa)	380	307	415
Yoğunluk (g/cm ³)	3	2.8	3
Nanotüp	>1,000	<100 nm	C

Fiberlerin yönlenmesi kompozit malzemenin mekanik özelliklerini etkilemektedir. Tek yönlü yönelme söz konusu olduğunda Young modülü ve mukavemet fiber eksenine yönünde en yüksek değere ulaşır. Fiber takviyeli kompozitlerin mekanik özelliklerini etkileyen bir diğer değişken de fiber ile matriks arayüzeyindeki bağlardır. Eğer fiber matriks arayüzeyi iyi tutunamamışsa uygulanan yük doğrudan düşük mukavemetli matriksi etkiler bu da özellikleri zayıflatır (Demirkesen, 2003).

2.2.2.4 Tabaka yapıli metal matriks kompozitler

Farklı mekanik, fiziksel ve kimyasal özellikler elde etmek amacıyla farklı malzemeler bir araya getirilerek kompozit oluşturulmaktadır. Örneğin korozyon direnci düşük olan metaller direnci yüksek metallerde veya polimerle kaplanarak korozyona dayanıklı hale getirilebilir (Demirkesen, 2003).

2.2.3 Alüminyum Esaslı Metal Matriks Kompozitler

Alüminyum esaslı kompozitler düşük yoğunluğa, yüksek mukavemet, tokluk, korozyon ve aşınma direncine, düşük termal genişleme katsayılarına sahip olmalarından dolayı otomotiv ve havacılık başta olmak üzere pek çok alanda kullanılmaktadırlar (Nishida, 2002; Kaftelen ve diğerleri, 2010; Aigbodion, 2004; Koli ve diğerleri, 2015; Toralba ve diğerleri, 2003).

Al esaslı metal matriks kompozitlere partikül pekiştiriciler olarak: alüminatlar (Al_4Mo , Al_3Ti , Al_3Zr), karbürler (SiC , TiC , ZrC), nitrürler (AlN , Si_3N_4), oksitler (Al_2O_3 , SiO_2) ve borürler (TiB_2 , ZrB_2) eklenerek çeşitli yöntemlerle sentezleme süreçleri gerçekleştirilmiştir (Balcı, 2014).

Yapılan çalışmaların çoğunda Al esaslı MMK'lere pekiştirici malzeme olarak SiC ve Al_2O_3 kullanılmaktadır. SiC ilavesi Al alaşımlarının çekme mukavemeti, sertlik ve

aşınma direnci gibi mekanik özelliklerini iyileştirmektedir (Ramnath ve diğerleri, 2013). Abhik ve diğerlerinin yaptığı çalışmada Al-Si-%10SiC ve Al-Si-%20SiC bileşimindeki kompozitler fren balatası geliştirmek amacıyla toz metalurjisi tekniğiyle üretilip sinterlenmiştir. Sonuç olarak %20 SiC takviyesinin %10 SiC takviyeli'den %30 daha sert olduğu, %7 daha az gözeneklik içerdiği ve %48 daha yüksek aşınma direncine sahip olduğu belirtilerek SiC ilavesinin mekanik özellikleri olumlu etkilediği ifade edilmiştir (Abhik ve diğerleri, 2014).

Al MMK'lere partikül ağırlıkça %15,30,45 Al_2O_3 pekiştirici malzeme eklenerek toz metalurjisi tekniğiyle üretilen kompozitlerin elektriksel direçleri ve termal iletkenlik özellikleri Tatar ve diğerlerinin çalışmasında ele alınmıştır. Al_2O_3 miktarı arttıkça termal iletkenlik ve elektriksel direnç artmıştır (Tatar ve Özdemir, 2010) .

Kaftelen ve diğerlerinin yaptığı çalışmada da 8 mikron boyutundaki ZrC seramik partiküllerinin ilavesiyle mekanik alaşımlanan Al_4Cu alaşımlarının sertliği 0.902 ± 0.08 GPa'dan 1.912 ± 0.17 GPa'ya artmıştır ayrıca aşınma direnci de iki kat yükselmiştir (Kaftelen ve diğerleri, 2010).

Balcı ve diğerlerinin yaptığı çalışmada Al matriks içerisine ağırlıkça %5 ve %15 TiB_2 pekiştirici malzeme olarak ilave edilerek mekanik alaşımlanmıştır. Mekanik alaşımlama sırasında yapıda oluşan $AlTi_3$ ara fazı yapının sertlik ve yoğunluğunu arttırmıştır. TiB_2 miktarı ağırlıkça %5'den %15'e çıktığında kompozit malzemenin sertliği 1.09 ± 0.27 GPa'dan 2.04 ± 0.21 GPa'a atmıştır. Yoğunluk ise %89.16'den %93.55'e yükselmiştir (Balcı, 2014).

Ayrıca,termik güç santrallerinin atıkları olan uçucu küller yapılarında SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 ve CaO bulundurulur. Uçucu kül Al matriks içerisine pekiştirici olarak ilave edildiğinde üretilen MMK'in aşınma direnci artarken korozyon direnci azalmıştır (Ramnath ve diğerleri, 2013).

2.2.4MMK'lerin Üretim Yöntemleri

MMK üretim yöntemleri katı fazda, sıvı fazda ve gaz fazda üretim olmak üzere üç grupta incelenebilir. Farklı proseslerin tasarlanmasında enerji tüketimi önemli bir etkidir. Ayrıca takviye malzemeler ile metal matriksin arayüzeyindeki bağın geliştirilmesi de esas alınmaktadır (Nishida, 2002).

2.2.4.1 Sıvı fazda üretim teknikleri

MMK'lerin sıvı fazda üretim teknikleri, düşük üretim maliyetleri ve yüksek miktarlarda üretime olanak sağlamalarından dolayı kullanılmaktadırlar. Kum kalıba döküm, sıkıştırılmalı döküm (squeeze casting), basınç infiltrasyon (pressure infiltration), karıştırılmalı döküm (stir casting), püskürtmeli biriktirme (spray deposition) sıvı fazda gerçekleştirilen MMK üretim tekniklerinden bazılarıdır. (Hashim ve diğerleri, 1999; Nishida, 2002; Surappa, 2003; Chawla, 2013).

Döküm yöntemi, net şekile yakın MMK ürünlerinin oldukça düşük maliyetle ve seri bir şekilde üretimine olanak sağladığı için tercih edilmektedir (Hashim ve diğerleri, 1999; Suresh ve Moorthi, 2003; Bharath ve diğerleri, 2014). Fakat pekiştirici malzemelerin yapıda homojen olarak dağılmaması, aglomere oluşumu, gözeneklikler ve yüksek sıcaklıklarda pekiştiricilerle matriks arasında oluşabilecek reaksiyonlar döküm yönteminin bazı olumsuz yanlarıdır. Pekiştirici malzeme ile matriks arayüzeyindeki ıslanabilirlik de önemli bir parametredir. Yüzey gerilmelerinden dolayı ıslanabilirlik düşükse ergimiş matriks pekiştirici yüzeyini ıslatmaz ve pekiştirici matriks üzerinde yüzer (Bharath ve diğerleri, 2014; Hashim ve diğerleri, 1999; Kainer, 2006). Pekiştirici malzemelerin homojen dağılmaması ve gözeneklik mukavemet ve kırılma tokluğu gibi mekanik özelliklerin zayıflamasına neden olmaktadır (Chirita ve diğerleri, 2008).

2.2.4.2 Katı fazda üretim teknikleri

Sıvı fazda gerçekleşen MMK üretim yöntemlerinde pekiştiricilerin yapıda homojen olarak dağılımını sağlamak zordur. Ayrıca yüksek sıcaklıklarda oluşan arayüzey tepkimeleri sonucunda kompozit yapısının mekanik özelliklerinin bozulacağından dolayı katı fazda üretim teknikleri alternatif olarak tercih edilmektedir (Chawla, 2013; Hashim, 1999). Temel olarak katı fazdaki üretim tekniklerinde toz ya da folyo halinde metaller takvillerle karıştırılarak sinterlenir. Başka bir ifadeyle katı fazdaki üretim tekniklerinin temelini toz metalurjisi oluşturmaktadır (Nishida, 2002). Geleneksel olarak harman hazırlama, karıştırma işlemlerinin yanı sıra geliştirilen farklı teknikler üretim proseslerini zenginleştirmiştir. Kompozit tozların üretimi için hızlı katılaştırma, eriyik döndürme, mekanik öğütme, mekanik alaşımlama, mekanokimyasal sentez teknikleri geliştirilmiştir (Nishida, 2002; Batraev ve diğerleri, 2014). Presleme ve sinter sürecinde ise sıcak izostatik presleme (HIP), vakum sıcak

presleme, ekstrüzyon, yayınmalı bağlanma (diffusion bonding) ve spark plazma sinterleme (SPS) yöntemleri kullanılarak MMK üretim prosesi tamamlanmaktadır(Batraev ve diğerleri, 2014; Nishida, 2002; Chawla, 2013; Kainer, 2006).

2.2.4.3 Gaz fazda üretim teknikleri

İnce film tabakasının altlık malzeme üzerine gaz fazdan kaplanmasıyla elde edilen kompozitler gaz fazda MMK üretimi başlığı altında incelenebilirler. Gaz fazdaki üretim yöntemlerine örnek olarak Kimyasal buhar biriktirme (CVD-Chemical Vapor Deposition) ve Fiziksel buhar biriktirme (PVD-Physical Vapor Deposition) gösterilebilir(Nishida, 2002; Chawla,2013).



3 MALZEME SEÇİMİ

3.1. Aluminyum (Al)

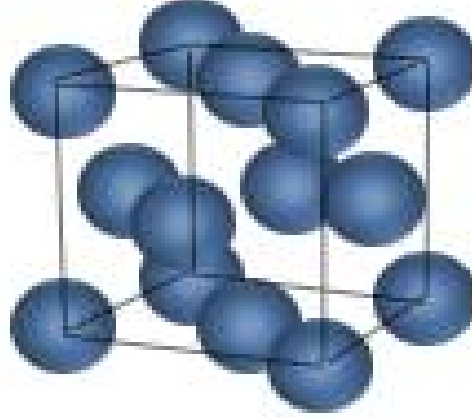
Aluminyum yeryüzünde en çok bulunan üçüncü element olarak bilinmektedir. Aluminyum doğada elementel halde değil kimyasal bileşikler şeklinde bulunmaktadır (Lumney, 2011). Atom numarası 13 olan aluminyum periyodik cetvelin 3A grubunda yer almaktadır. Atom ağırlığı 26,98 g/mol'dür (Totten ve MacKenzie, 2010). Aluminyumun yoğunluğu 2,7 g/cm³'tür. Çeliğin 7,83 g/cm³ ve bakırın 8,93 g/cm³ olduğu göz önünde bulundurulursa diğer bazı malzemelere kıyasla düşük yoğunluk değerine sahiptir (Totten ve MacKenzie, 2010; Davis, 1993). Diğer bazı özellikleri Çizelge 3.1'de gösterilmiştir (Nishida, 2002).

Çizelge 3.1 : Aluminyum'a ait bazı fiziksel, mekanik ve termal özellikler(Nishida, 2002).

Özellik	Değer
Yoğunluk (kgm ⁻³)	2,698
Termal İletkenlik (Wm ⁻¹ K ⁻¹)	23,9
Termal Genleşme Katsayısı α (x10 ⁶ K ⁻¹)	238
Özgül Isı (kJ kg ⁻¹ K ⁻¹)	0,9
Ergime Noktası (K)	933
Vickers Sertliği (Hv)	18
Young Modülü (GPa)	75,7
Kayma Modülü (GPa)	26

Aluminyum, Şekil 3.1'de de görüldüğü gibi yüzeymerkezli küp Bravais kafes yapısına (A1-Structrubericht) sahip olup koordinasyon sayısı 12, birim hücredeki net atom sayısı 4 ve yapıdaki doluluk oranı ise 0,74'tür (Warmuzek). Bakır, gümüş ve

altın gibi sünek malzemelerde olduğu gibi alüminyumda YMK yapısına sahiptir (Kobden ve Banburry, 1994).



Şekil 3.1 : Al kristal yapısı (Totten ve MacKenzie, 2010).

Alüminyumun korozyon davranışını incelendiğinde, oksitlenmesi durumunda yapıda gözle görülemeyecek şeffaf ince bir film tabaka oluşarak yüzey korunmaktadır. Alüminyum yüzeylerin yansıtıcı özelliği vardır. Gerek görünür ışığı gerek radyasyonu ve elektromanyetik dalgaları yansıtabilme özelliğine sahiptir (Davis, 1993).

Alüminyum endüstride en çok kullanılan demir dışı metaldir. Yılda yaklaşık 24 milyon ton alüminyum tüketimi söz konusudur. Bu tüketimin yaklaşık %75'ini cevherden kazanılan alüminyum oluştururken geri kalanı ikincil kaynaklar yani alüminyumun hurdalarının geri dönüşümünden sağlanmaktadır (Totten ve MacKenzie, 2010). Boksit ya da diğer alüminyum cevherlerinden üretimde öncelikle cevher çıkarılır, cevherden alumina elde edilir ve alüminadan alüminyum eldesi gerçekleştirilir (Tabereaux, 2014).

3.1.1 Al-Si Alaşımları

Çizelge 3.2'de Al esaslı alaşımların içerdikleri alaşım elementlerine göre sınıflandırılması gösterilmiştir (Lumley, 2011; Nayak ve Karthik, 2011).

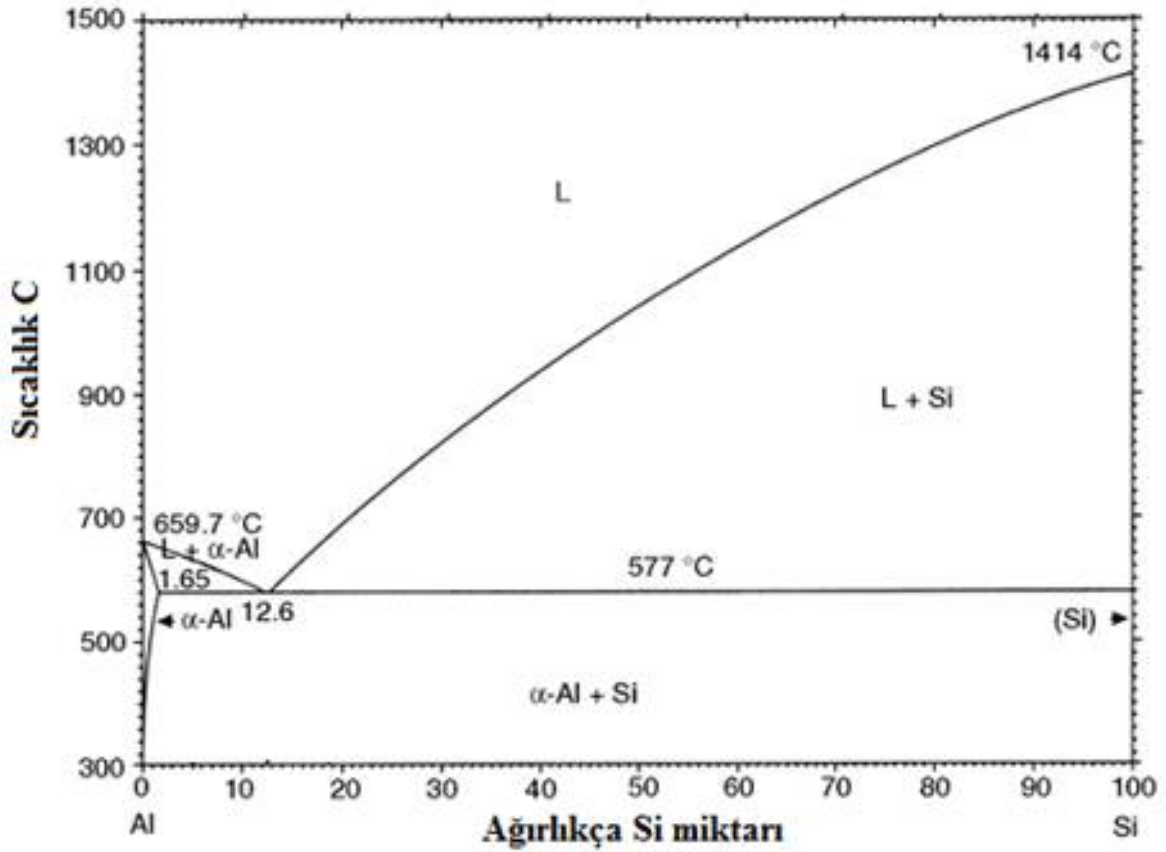
Çizelge 3.2 : Alüminyum alaşımlar grupları

Seri	Alaşımlar elementleri
1xxx	> %99,0 Al
2xxx	Cu
3xxx	Mn
4xxx	Si
5xxx	Mg
6xxx	Mg, Si
7xxx	Zn
8xxx	Sn

Bazı malzemelerin yoğunluk ve mukavemet değerleri Çizelge 3.3’de gösterilmiştir. Al-Si alaşımlar çelikler, dökme demirler gibi diğer malzemelerle karşılaştırıldığında yüksek mukavemet değerlerine sahiptirler ve düşük yoğunluktadırlar (Warmuzek, 2004). Alüminyum-Silisyum döküm alaşımları için silisyum oranı %5 ile %23 arasında olabileceği standardize edilmiştir. Şekil 3.2’de Al-Si ikili faz diyagramı gösterilmiştir. Ötektik altı, ötektik ya da ötektik üstü bileşimdeki Al-Si alaşımları diyagramda görülmektedir (Warmuzek, 2004).

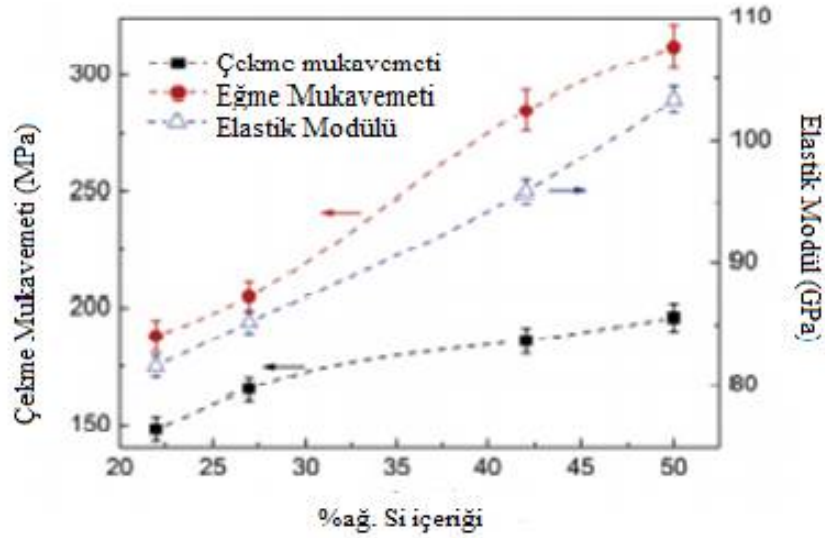
Çizelge 3.3 : Bazı malzemelerin mekanik özellikleri(Warmuzek, 2004).

Malzeme	Maksimum Çekme Mukavemeti (MPa)	Yoğunluk (kg/m ³)
Al (%99,999)	78	2690
Al-%7Si (T6)	210	2685
Al-%5Si-%2Cu (T6)	310	2690
Al-%9Si (T6)	240	2650
Al-%20Si (T6)	200	2650
Çelik	1,9	7650
Gri dökme demir	380	7100



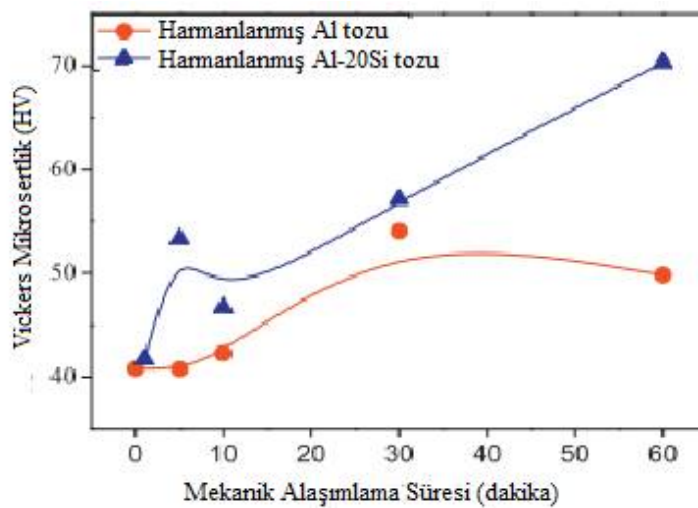
Şekil 3.2 : Al-Si faz diyagramı (Warmuzek, 2004).

Al-Si alaşımlarında Si miktarının artması mekanik özellikleri olumlu yönde etkilemektedir. Şekil 3.3’de Cai ve diğerlerinin yaptığı çalışmada da artan Si miktarı ile çekme mukavemeti ve elastisite modülünün arttığı görülmüştür. Si partikülleri dislokasyonların hareketini engelleyerek Al matriksinde dispersiyon sertleşmesine neden olmaktadır. Bu nedenle yapıda sertlik ve mukavemet artmaktadır (Cai ve diğerleri, 2015). Al-Si alaşımlarında Si partikülleri matriksle aşındırıcı yüzey arasındaki teması engellediğinden dolayı aşınma direncinin arttırmaktadır (Torabian, 1994).



Şekil 3.3 : Al-Si alaşımlarında Si miktarı ile değişen mekanik özellikler.

Kang ve diğerlerinin Al-20Si MMK kompozitini gezegen tipi bilyalı öğütücüde gerçekleştirdiği sentezde Si takviyesinin öğütme süresinin sertlik üzerine etkisi incelenmiştir, sonuçlar Şekil 3.4'de gösterilmiştir. Si takviyesinin Al esaslı MMK'lerin sertliğini arttırdığı belirtilmiştir (Kang ve diğerleri, 2012). Öğütme sürecinde Si yapıda çözünmemiş, fakat homojen olarak dağılmıştır. Kaynaklanan yapraksı partiküllerinin kırılmasını sağladığından dolayı partiküllerin incelmeye sebep olmuştur. Tane boyutu küçülmesi ve dispersiyon bulunmasının herikisinin de sertliği arttırmıştır (Kang ve diğerleri, 2012).



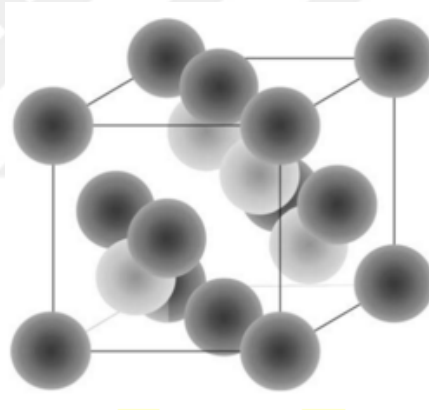
Şekil 3.4 : Alaşım elementi olarak Si'un öğütme prosesinde Al esaslı malzemenin sertliği üzerine etkisi.

3.1.2 Al-Si Esaslı Metal Matriks Kompozitler

Al-Si esaslı MMK'ler genellikle sıvı fazda döküm yöntemleri ile üretilmektedirler. Toz metalurjisi ile üretimde az sayıda çalışma bulunmaktadır. Bunlar da atritör, gezegen bilyalı değirmen (planetary ball mill) gibi öğütme ortamlarında düşük enerjili ve düşük devirli (400-500 devir/dakika) Al-Si MMK'ların üretilmektedir (Kang ve diğerleri, 2012; Liang ve diğerleri, 2014). Woo ve diğerlerinin yaptığı çalışmada yüksek enerjili ve yüksek devirli Spex tipi öğütücü kullanarak Al-7%Si-0.4%Mg matriks alaşımına SiC partikül takviyesi yaparak kompozit malzeme üretimi gerçekleştirilmiştir (Woo, 2004).

3.2 Silisyum (Si)

Silisyum elementinin atom numarası 14'tür. Şekil 3.5'de de görüldüğü gibi elmas kristal yapısına sahiptir (Structurbericht: A4).



Şekil 3.5 : Silisyumun kristal yapısı (Tilli ve diğerleri, 2010).

Yoğunluğu $2,329 \text{ g/cm}^3$ (298 K'de), ergime noktası 1687 K, termal iletkenliği 149 W/mK, Young modülü 150 GPa'dır (Tilli ve diğerleri, 2010). Silisyum alaşım elementi olarak bulunduğu yapının aşınma dayanımını arttırmaktadır. Alüminyum alaşımlarında Si aşınma direncini artırma amacıyla kullanılmaktadır (Apelian, 2009).

3.3 Lantan Hegzaborür (LaB_6)

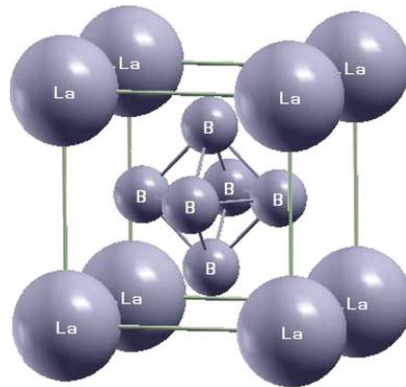
Lantan hekzaborür (LaB_6) nadir toprak elementi borürlerinden biridir. LaB_6 yüksek elektrik iletkenliğinin yanı sıra, üstün termoiyonik elektron emisyonu özelliğine sahiptir. Yüksek emisyon yoğunluğu, yüksek ergime sıcaklığı, termal stabilitesi,

kimyasal direnci, mekanik mukavemeti ve uzun kullanım ömrüne sahiptir. Bu nedenle geleneksel tungsten filamanlara alternatif olarak elektron mikroskopisinde elektron kaynağı olarak kullanılmaktadır (Bai, 2009; Pengting, 2012; 2014; Dou ve diğerleri, 2011). LaB₆ suda ve HCl'de çözünmemektedir (Ağaoğulları, 2012). LaB₆'ya ait bazı özellikler Çizelge 3.4'de sunulmuştur.

Çizelge 3.4 : LaB₆'ya ait bazı termal, fiziksel ve mekanik özellikler (Ağaoğulları, 2012; Martinesen, 2006; Bakr, 2011).

Özellikler	LaB ₆
Molekül Ağırlığı (g/mol)	203,772
Teorik Yoğunluk (g/cm ³)	4,7
Ergime Sıcaklığı (K)	2483
Sertlik (HV)	2070-2825
Elektriksel Direnç (μΩ.cm)	8,9 - 50
Termal İletkenlik (W/m.K)	147
Termal Genleşme Katsayısı (10 ⁻⁶ /K)	5,6-6,4
Young Modülü (GPa/mm ²)	392-470

LaB₆'nın üstün özelliklere sahip olmasının nedeni elektronların koparılması için gereken termal engelin düşük olması, yüksek ergime noktası yapısındaki B-B atomları arasındaki yüksek kovalent bağlardır (Lihong, 2014). LaB₆ basit kübik Bravis kafesine sahip olup kübik CsCl yapısındadır. Lantan iyonları Cs noktalarında iken bor atomları oktahedral boşluklarda bulunmaktadır. Uzay grubunda Pm3m simetrisi göstermektedir (Ağaoğulları, 2012). LaB₆'nın kristal yapısı Şekil 3.6'de gösterilmiştir (Pengting, 2012).



Şekil 3.6 : LaB₆'nın kristal yapısı.

Son yıllarda ise, mükemmel mekanik özellikleri nedeni ile yapısal malzemelerde kullanımına ilgi artmıştır. Pengting ve diğerlerinin yaptığı çalışmada, alüminyum alaşımlarına LaB_6 takviyesinin alüminyumun tane büyümesini yavaşlattığı görülmüştür. LaB_6 'nın kristal yapısının alüminyum (YMK) ile benzerlik göstermesi LaB_6 'nın Al matris içerisinde uyumlu (koherent) ve homojen dağılım göstermesine sebep olmaktadır. Bu şekilde de tane büyümesinin etkin bir şekilde önüne geçilebilmektedir (Penting, 2012). Shen ve diğerlerinin yaptığı çalışmada, WC-10Co malzemesine ağırlık %1'den az LaB_6 takviyesinin yoğunluk, sertlik ve kırılma tokluğu değerlerine olumlu etkisini incelenmiştir (Shen, 2011).

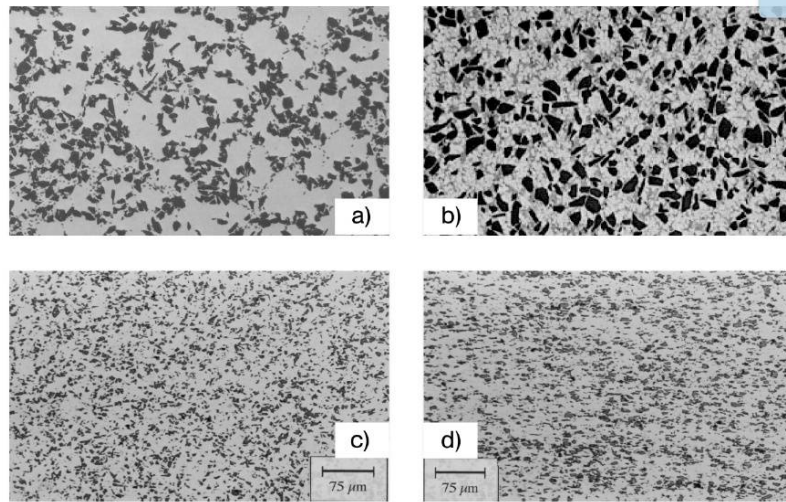


4 ÜRETİM YÖNTEMİ

4.1 Toz Metalurjisi

Toz metalurjisi başlangıç tozlarının karıştırılmasının ardından aynı tozlara presleme ve sinterleme proseslerinin gerçekleştirildiği bir katı hal üretim prosesidir (German, 1996; Torralba, 2013).

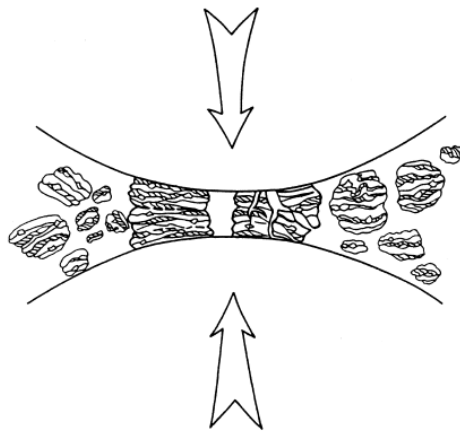
Toz metalurji ile üretimde yüksek kalitede, karmaşık şekilli ve düşük boyutsal toleranslara sahip parçaların üretilebilmesidir (German,1994).Toz metalurjisi ile üretimde dökümde olduğu gibi malzemenin sıvı faza geçmesi için gereken yüksek sıcaklıklara ihtiyaç yoktur, toz metalurjisi yöntemiyle homojen mikroyapıda malzemeler elde edilebilmektedir (German,1994;Torralba, 2013). Şekil 4.1’de Al matriksli MMK’lerin farklı üretim yöntemleriyle üretildiğindeki mikroyapılar gösterilmiştir. Toz metalurjisi ile üretimde döküm yöntemine göre daha homojen mikroyapı elde edildiği görülmektedir (Kainer, 2006).



Şekil 4.1 : Partikül takviyeli farklı yöntemlerle üretilmiş Al esaslı SiC partikül takviyeli MMK’lerin yapıları a) Kalıba döküm b) Basınçlı döküm c) Ekstrüzyon ile toz metallurjisi d) Döküm ve ekstrüzyon.

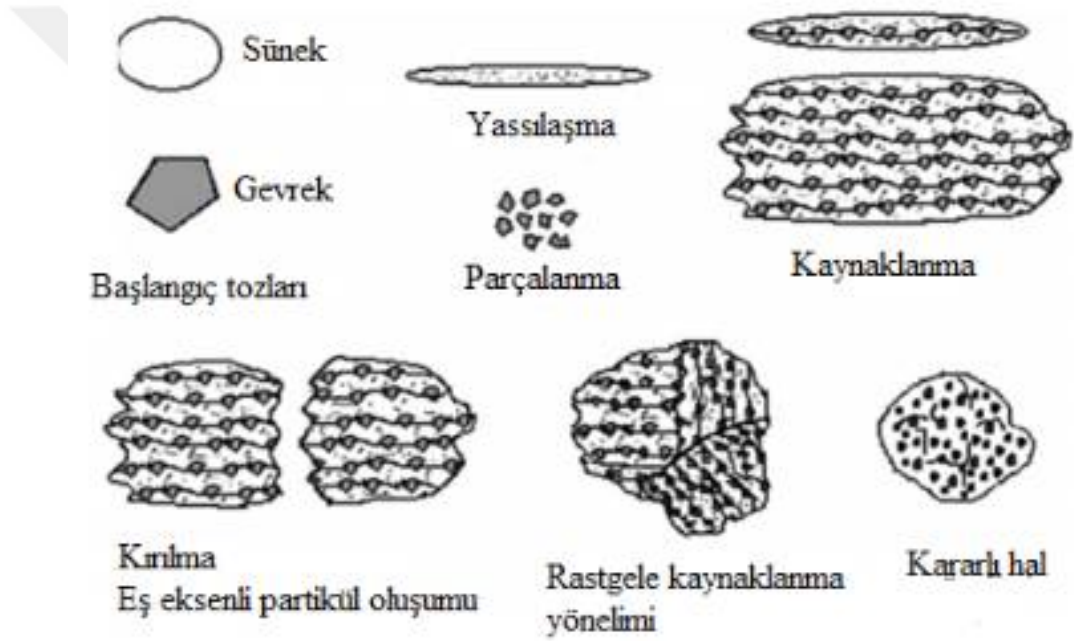
4.1.1 Mekanik Alařımlama

Mekanik alařımlama katı fazda metalik ve seramik toz partik llerin  retiminde kullanılan alternatif bir y ntemdir (Benjamin ve Volin, 1973; Lai ve Lu, 1998). Ergitme veya d k m yoluyla  retilenmeyen bazı alařımlar mekanik alařımlama teknięiyle elde edilebilmektedir (El-Eskandarany, 2015). Toz karıřımlarının y ksek enerjili bilyalı  ę tme ortamında kırılma ve yeniden kaynaklanmalarının tekrarlı olarak ger ekleřtirilmesi mekanik alařımlama olarak ifade edilmektedir (Lai ve Lu, 1998; Suryanarayana, 2001). Mekanik alařımlama ilk olarak 1960'lı yılında International Nickel Company's (INCO) Paul D. Merica Arařtırma laboratuvarlarında nikel bazlı s per alařımlarada sıvı fazda daęılmayan oksitleri katı fazda daęıtmak amacıyla geliřtirilmiřtir (Lai ve Lu, 1998; Goff, 2003). Sıvı fazdan  retim ucuz olsa da mekanik alařımlama ile katı fazda ger ekleřtirilen  retim sonucunda homojen alařımlar elde edilebilmektedir (Soni, 2001). Y ksek enerjili bilyalı  ę tme s recinde toz partik ller tekrarlı olarak d zleřir, soęuk kaynaklanır, kırılır ve tekrardan kaynaklanır. řekil4.2'de de řematik olarak bilya/toz etkileřimi g r lm řtir ((Suryanarayana, 2001). Mekanik alařımlama s recinde, toz partik ller uygulanan kuvvetle plastik deformasyon meydana gelmektedir ve deformasyon sertleřmesi sonucu partik ller kırılmaktadır. Yeni y zeylerin oluřmasıyla yeniden kaynaklanma ger ekleřerek partik l boyutu artmaktadır (Suryanarayana, 2001;El-Eskandarany, 2015).



řekil 4.2 : Bilya ile tozların etkileřiminin řematik g sterimi

Mekanik alaşımlama; Şekil 4.3’de de görüldüğü gibi deformasyon, kırılma ve soğuk kaynaklanma adımlarında incelenebilir (Bagherzadeh, t.y.). Al_2O_3 partikülleriyle öğütülen Al tozları ilk aşamada plastik deformasyona uğrayarak yassı şekil alırlar. Sünek malzeme olan Al yassılaştırırken gevrek pekiştirici olan Al_2O_3 partikülleri parçalanır. Ardından sünek yapılar kaynaklanmaya başlarlar ve gevrek pekiştiriciler (dispersoidler, intermetalikler) ise ar yüzeylere yerleşerek kompozit yapılar elde edilir. İkinci aşamada ise deformasyon sertleşmesi, intermetalikler, dispersoidler sayesinde kırılma mekanizması etkinleşmektedir. Son aşamada ise kaynaklanma ve kırılma dengeye ulaşarak eş eksenli homojen partiküller elde edilmektedir (Suryanarayana, 2001; Goff, 2003, Bagherzadeh, t.y.).



Şekil 4.3 : Mekanik alaşımlama prosesinin şematik gösterimi (Bagherzadeh, t.y.)

Şekil 4.4’de mekanik alaşımlama prosesinde bilya toz etkileşimi ve morfoloji değişimi gösterilmiştir.



Şekil 4.4 : Mekanik alaşımlama prosesinde bilya toz etkileşimi ve morfoloji değişimi (Goff, 2003).

Mekanik alaşımlanabilen potansiyel malzemeler aşağıda sıralanmıştır (Suryanarayana ve diğerleri, 2001);

- a) Saf metaller
- b) Nanoyapılı malzemeler
- c) Hidrojen depolayan, manyetik malzemeler, sensörler, katalizörler vs.
- d) ODS (Oksit Dispersiyon Sertleşmesi) süperalaşımlar
- e) Lehim alaşımları f) Karbürler, nitrürler, silisitler vs.

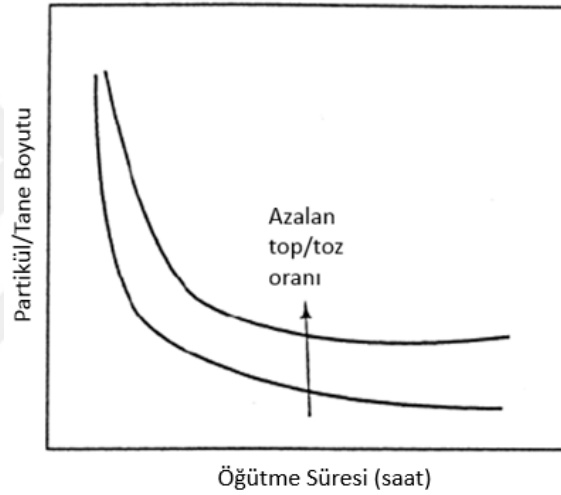
4.1.1.1 Mekanik alaşımlamayı etkileyen değişkenler

Mekanik alaşımlama pek çok değişken içeren karmaşık bir prosestir. Öğütücü tipi, öğütme hızı, öğütme süresi, öğütücü kap türü, öğütücü kabın doluluğu, bilya/toz oranı, öğütme atmosferi, proses kontrol ajanları ve öğütme sıcaklığı gibi pek çok değişken mekanik alaşımlama süreçlerini etkilemektedir (Suryanarayana, 2001).

Öğütücülerin verimi, kapasitesine göre farklı öğütücü çeşitleri bulunmaktadır. Ayrıca öğütücü bilyaların türü, büyüklüğü, yoğunluğu da çarpma enerjisini etkilediğinden mikroyapı üzerinde etkilidir. Öğütücü kap ve bilya malzemesi olarak sertleştirilmiş çelik, takım çeliği, paslanmaz çelik, krom çeliği, WC, WC-Co, Si_3N_4 , zirkonya bulunmaktadır. Öğütülecek malzemenin bilya ve kabı aşınmamasına dikkat edilmelidir (Suryanarayana, 2001). Bilya/toz oranı mekanik alaşımlama prosesi için oldukça kritik bir parametredir. Düşük bilya/toz oranı olduğunda çarpışma sıklığı

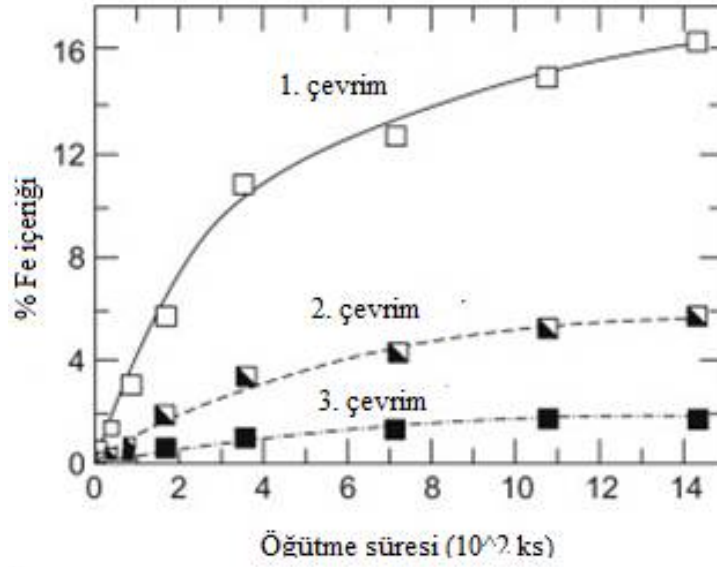
azalırken bilya toz oranı yüksek olduğunda partiküllerin hareketi kısıtlanmış olur (Soni, 2001). Şekil 4.5’de görüldüğü gibi öğütme süresi, bilya/toz oranı arttıkça partikül boyutu azalmaktadır (Suryanarayana, 2001).

Öğütücü kap içerisinde öğütücü bilyaların ve tozların kolaylıkla hareket edebileceği alan bulunmalıdır. Bu nedenle öğütme kabını yaklaşık olarak hacimce %50’sinin boş bırakılması gerekmektedir (Suryanarayana, 2001). Öğütme atmosferi MA’lanan malzemelerin safiyeti açısından önemlidir. Çünkü inert atmosferde çalışılmadığı takdirde metalik numunlerde oksit, nitrür vb. oluşumlar görülmektedir. Tozların havayla temasını engellemek için genellikle saf argon veya yüksek saflıkta argon inert atmosferi altında çalışan kapalı ortam kutuları içerisinde öğütücü kapakaları doldurulup boşaltılmalıdır (Suryanayanara, 2001).



Şekil 4.5 : Partikül boyutu öğütme süresi ilişkisi

Öğütme hızı diğer bir önemli parametredir. Düşük öğütme hızlarında istenilen reaksiyonun gerçekleşmesi için uzun zaman gerekir ayrıca homojenlik sağlanamaz. Öğütme hızı yüksek olması ise sistemin ısınmasına ve öğütücü ortamın aşınmasına sebep olmaktadır (Soni, 2001). Öğütme ortamı ve öğütücü bilyaların aşınması sonucu kopan parçalar malzemeye kirletmektedir. Şekil 4.6’de de görüldüğü gibi Eskandany’nin $Al_{30}Ta_{70}$ alaşımı ile yaptığı çalışmanın sonuçlarında da görüldüğü gibi artan MA süresi öğütme ortamından gelen demir kirliliğinin artmasına neden olmaktadır. Herbir çevrimde bir önceki çevrimden çıkan malzemeler tekrar mekanik alaşımlanmıştır. Yapıya geçen demir kirliliği azalmıştır çünkü ilk alaşımlama sonucunda öğütücü ortam çeperleri toz ile kaplanmıştır (El-Eskandarany, 2015).



Şekil 4.6 : Mekanik alaşımlanmış $Al_{30}Ta_{70}$ için demir kirlilik miktarının öğütme süresi ile değişimi.

Al-Mg gibi her ikisi de sünek olan malzemeler mekanik alaşımlanmak istendiğinde yüksek plastik deformasyondan dolayı aşırı soğuk kaynaklanma görülmektedir. Soğuk kaynaklanmayı azaltarak soğuk kaynaklanma ve kırılmayı dengelemek amacıyla öğütme ortamına proses kontrol ajanı olarak adlandırılan organik yüzey aktif maddeler eklenmektedir. Gerek partiküller arası aglomerasyon gerekse kap ya da bilyalar ile partiküllerin kaynaklanması engellenmiş olur. Oksalik asit, metanol, stearik asit, benzen, toluen, heptan, hekzan, parafin proses kontrol ajanlarına örnek verilebilir. PCA'lar katı, sıvı ve gaz fazda kullanılabilmektedirler (Soni, 2001; Suryanayana, 2001).

4.1.1.2 Mekanik alaşımlama prosesi ekipmanları

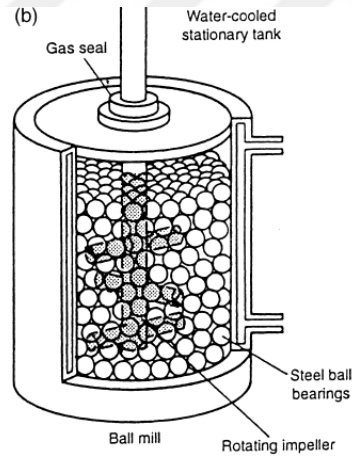
Mekanik alaşımlanmış tozlar sentezleyebilmek için çeşitli yüksek enerjili öğütücü elemanlar kullanılmaktadır. Verimleri, kapasiteleri ve ilave ekipmaları (ısıtma, soğutma gibi) nedeniyle farklılaşmaktadırlar (Suryanayana, 2001).

Çalkalayıcı öğütücüler mekanik alaşımlama proseslerinde kullanılmaktadırlar. Genellikle Spex (SPEX CertPrep, Inc., Metuchen, NJ, USA) markasının adıyla anılmaktadırlar. SPEX tipi öğütücüler laboratuvar ölçekli olup 10-20 g toz kapasitesine sahiptirler. 1200 m/s hızla ve 5 cm genlikte kavanozların hareket etmesinden dolayı bilyaların çarpma enerjisi oldukça yüksektir. Bu nedenle yüksek enerjili öğütücülerdir. SPEX tipi öğütücüler için sertleştirilmiş çelik, alumina,

tungsten karbür, zinkonya, paslanmaz çelik, silisyum nitrür, plastik, metakrilat olmak üzere farklı öğütme kapları kullanılabilir (Suryanayanara, 2001; El-Eskandarany, 2015; Soni, 2001).

Gezegen tipi değirmenler de mekanik alaşımlama prosesler için kullanılan ekipmalardandır. Tek seferde birkaç yüz gram malzeme öğütebilme kapasitesine sahiptirler. Fakat SPEX tipi öğütücülere kıyaslanırsa düşük enerjili öğütücüler olarak adlandırılmaktadırlar. Gezegen tipi öğütücülerde öğütücü kavanozlar kendi eksenleri etrafında dönmektedirler. Disk ise farklı yönde döndüğünden doalyı merkezkaç kuvvetinin etkisiyle bilyalar çarpmaktadır (Suryanayanara, 2001; El-Eskandarany, 2015).

Atritör tipi öğütücülerin kapasitesi 0,5-100 kg arasında değişmektedir. 250 rpm dönüş hızına sahip olan bir şaft ve karıştırıcının içerisinde bulunduğu tanktan oluşmaktadır. Şekil 4.8’de atritör tipi öğütücü şematik olarak gösterilmiştir (Suryanayanara, 2001).



Şekil 4.7 : Atritör tipi öğütücülerin şematik gösterimi.

4.1.2 Mekanokimyasal Sentez

Uzun yıllar mekanik alaşımlama ile mekanokimyasal sentezleme birbirlerinden bağımsız olarak gelişmişlerdir. Mineraller, inorganik bileşikler ve polimerlerin mekanik etkilerle sentezlenebilmesinin her iki konu ile ilişkilendirilmesi 19. Yüzyılda gerçekleşmiştir (Takacs, 2013). Basınç, kaynma ya da sürtünme gibi mekanik etkilerle kimyasal dönüşümlerin gerçekleşmesi mekanokimyasal sentezleme olarak adlandırılmaktadır. Öğütme gibi plastik deformasyona yol açan etkiler mekanik enerji ortaya çıkararak mekanokimyasal reaksiyonlar için itici güç oluşturmaktadır. Kimyasal tepkimelerin gerçekleşmesi için ısı gerekirken

mekanokimyasal sentezde mekanik etkilerle açığa çıkan ısıdan dolayı ekstra dışarıdan enerji vermeye gerek yoktur (Takacs, 2013; Suryanayanara, 2001). İlk olarak 1989 yılında CuO'in bilyalı öğütücü ortamında Ca gibi daha reaktif bir metalle öğütülmesi sonucu saf Cu senteziyle ortaya çıkmıştır (Suryanayanara, 2001). Mekanokimyasal tepkimelerin çoğu yer değiştirme reaksiyonlarıdır.



Eşitlikte 4.1'de görüldüğü gibi metaloksitin kendisinden daha reaktif bir metalle redüklenmesi sonucu saf metal elde edilmektedir (Soni, 2001).

Bilya/toz oranı arttığında reaksiyonun gerçekleşmesi için gereken süre azalmaktadır. Örneğin, TiCl₄'ün Mg ile redüklenmesi bilya/toz oranı 2:1 olduğunda 48 saat sürerken bilya/toz 12:1 olduğunda 18 saat sürmektedir (Soni, 2001). Mekanokimyasal sentezin yüksek enerji gerektirmesi ve uzun sürelerde gerçekleşmesi dezavantajlar olarak sayılabilir. Ayrıca öğütme ortamından kirlilik bulaşma ihtimali de bulunmaktadır (Sharif, 2016).

4.2 Sinterleme

Gözenekli yapıda şekillendirilen tozların, uygulanan termal enerji ile spesifik yüzey alanlarının küçülmesi, parçacıkların temas noktalarının büyümesi ve gözenek hacminin azalmasına neden olan ısı işlemi sinterleme olarak adlandırılmaktadır (Kurt, t.y.). Sinterleme, toz metalurjisi parçaları ve seramik malzemelerin üretiminde yaygın olarak kullanılmaktadır (Kang, 2005). Sinterleme genellikle metallerin ergime noktasının %70-80'ini kadar sıcaklıkta gerçekleşmektedir (URL-1).

Sinterlemede amaç, yayınma, basınç ve ısı etkisiyle, malzemenin yapısında bulunan gözenekliklerin ortadan kalkmasıdır. Böylece malzeme yüksek yoğunluk ve mukavemete sahip olur (Rahaman, 2003).

Sinterlemeye etki eden parametreler sıcaklık, zaman, basınç, atmosfer, ısıtma ve soğutma oranları olarak sıralanabilir. Ayrıca malzemenin tane boyutu, şekli, dağılımı, aglomerasyonu da sinterleme süreçlerini etkilemektedir (Kang, 2005).

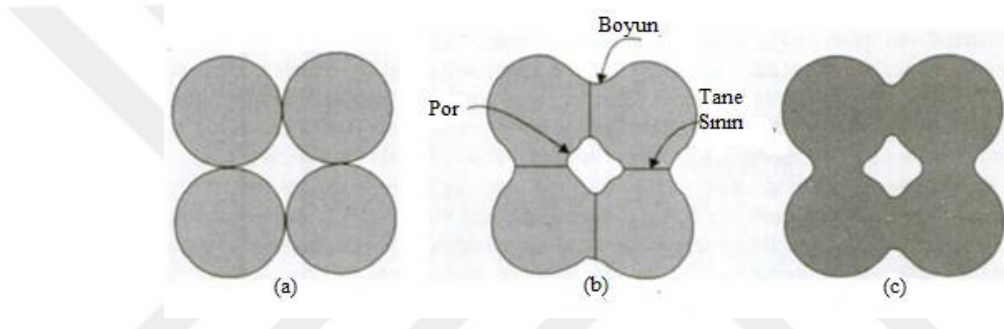
Sinterleme prosesi temelde:

- a) Katı hal sinterleme
- b) Sıvı fazda sinterleme olarak iki grupta incelenebilir.

Katı hal sinterlemesinde şekillendirilmiş toz malzeme sinterleme sürecinde katı fazdayken yoğunlaşır fakat sıvı faz sinterlemesinde sinterleme sırasında yapıda sıvı faz oluşumu meydana gelmektedir (Kang, 2005).

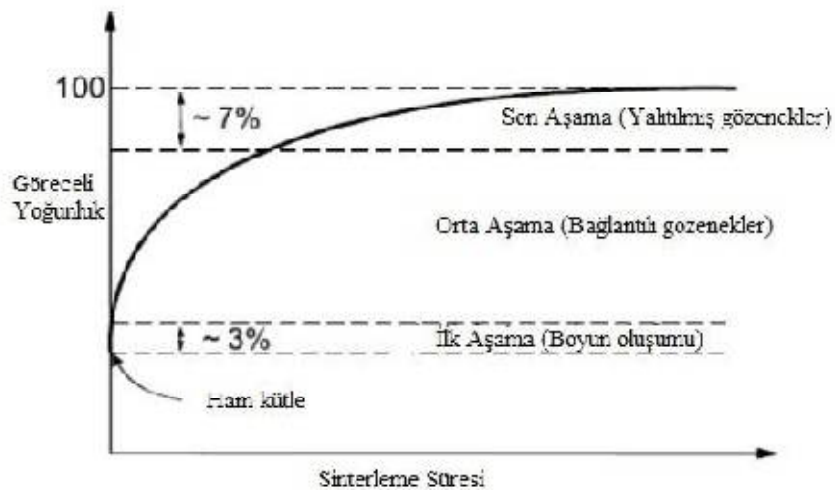
4.2.1 Katı Hal Sinterleme

Şekil 4.11’de de sinteleme aşamaları şematik olarak gösterilmiştir. Sinterlemenin ilk evresinde birbirleriyle temas halinde olan partiküller belirli bir düzene geçerler ardından tane sınırlarında gerçekleşen kütle transferi sonucu boyun vermeye başlarlar. Sinterleme için gerekli zaman geçtiğinde gözeneklik küresel yapıya ulaşır ve boyun bölgesi genişler. Sonuç olarak yapıdaki gözeneklik giderek küçülür, tane büyür ve yoğun bir yapı elde edilir (Angelo, 2009) (Kang,2005).



Şekil 4.8 : Sinteleme aşamalarının şematik gösterimi a) Temas halindeki partiküller b) Boyun verme aşaması c) Sonuç şekil.

Şekil 4.12’de sinterleme süresince yoğunluk değişimi ve sinterleme aşamaları gösterilmiştir (Kang, 2005).

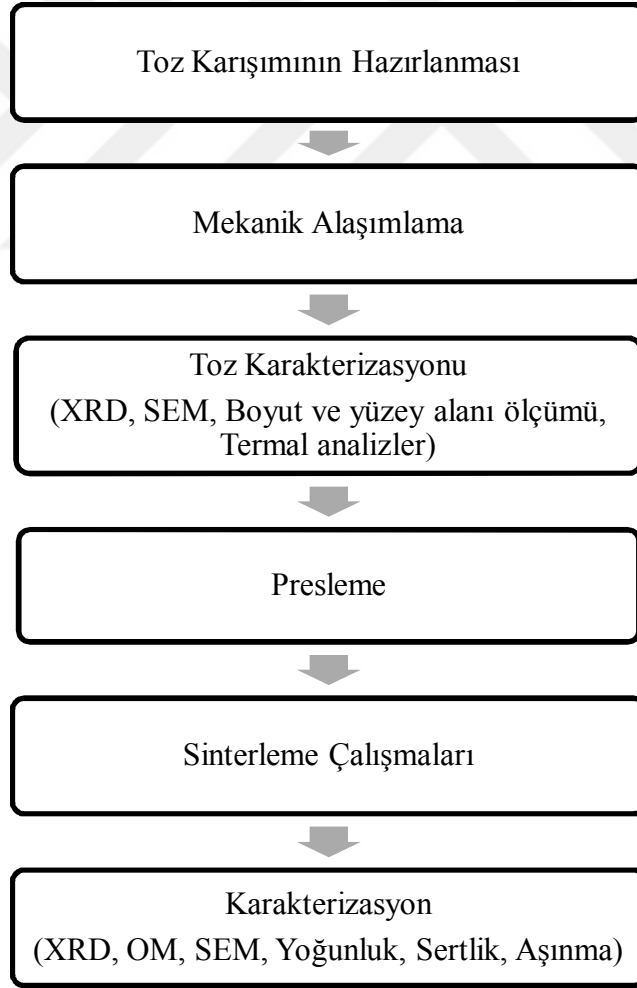


Şekil 4.9 : Sinteleme sürecinde yoğunluk değişimi (Kang, 2005).



5 DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Deneysel çalışmalar sırasında matriks alaşımı olarak ötektik altı bileşimdeki ağırlıkça %7 Si, %93 Al belirlenmiştir. Ağırlıkça %93 Al ve %7 Si içeren matriks alaşımı bundan sonra Al7Si olarak adlandırılacaktır. Pekiştirici malzeme olarak ise LaB₆ seçilmiştir. Ticari ve laboratuvar koşullarında mekanokimyasal olarak sentezlenen LaB₆ pekiştiriciler ağırlıkça %2 oranında ilave edilmiştir. Takviyeli Al-Si esaslı ötektik altı bileşimdeki kompozit üretimine ilişkin akım şeması Şeki 5.1’de gösterilmiştir.



Şekil 5.1: Deneysel çalışmalara ait akım şeması.

5.1 Kullanılan Malzemeler

5.1.1 Matriks Malzemeleri

5.1.1.1 Alüminyum

Al-Si matriksinde kullanılacak olan Al tozu Alfa Aesar firmasından temin edilmiştir. %99,5 saflık değerindeki tozların ortalama partikül boyutları yaklaşık 10 µm civarındadır. Bu partikül boyutu üretilecek kompozit için uygun boyutta olduğundan Al tozlarına herhangi bir ön işlem yapılmamıştır.

5.1.1.2 Silisyum

Al-Si matriksinde kullanılacak olan silisyum tozu Alfa Aesar firmasından temin edilmiştir. %99,5 saflık değerindeki tozların ortalama partikül boyutları 130 µm civarındadır. Yüksek partikül boyutuna sahip tozlar kompozit yapı içerisindeki homojen dağılımı engelleyeceği için Si tozları 30 dakika süreyle Şekil 5.2(a)'da gösterilen Spex™ Dual Mixer-Mill 8000D yüksek enerjili öğütücüde Şekil 5.2 (b)'deki sertleştirilmiş çelik öğütme kabı ve bilyalar yardımıyla öğütülmüştür. Yapılan öğütme sonucunda silisyum tozlarının partikül boyutu µm mertebelerine kadar düşürülmüştür.



Şekil 5.2: a) Spex™ 8000D Dual Mixer-Mill Yüksek enerjili öğütücü
b) Öğütücü kap ve bilyalar.

5.1.2 Takviye Malzemeler

5.1.2.1 Lantan Hekzaborür (LaB₆)

Pekiştirici olarak kullanılan, Alfa Aesar firmasından alınan lantanhekzaborür tozları %99,5 safiyette olup ortalama partikül boyutları 44 µm'den düşüktür.

5.1.2.2 Niobyumdiborür (NbB₂)

Pekiştirici olarak kullanılan, Alfa Aesar firmasından alınan niyobyum borür (NbB₂) tozları %99 safiyettedir.

5.1.2.3 Vanadyum borür (VB)

Bir diğer pekiştirici olarak kullanılan, Alfa Aesar firmasından alınan vanadyum borür (VB) tozları %99,5 safiyette olup ortalama partikül boyutları 44 µm'nin altındadır.

5.1.3 Borür Sentezinde Kullanılan Malzemeler

5.1.3.1 Bor Oksit (B₂O₃)

Mekanokimyasal yollarla borür sentezinde kullanılmak üzere ETİ Maden'den tamin edilen bor oksit (B₂O₃)tozu %98 saflıkta ve ortalama 422 µm partikül boyutuna sahiptir.

5.1.3.2 Magnezyum (Mg)

Borür sentezinde kullanılmak üzere MME firmasından alınan Magnezyum (Mg) tozu %99,7 saflıktadır ve ortalama 142,7 422 µm partikül boyutuna sahiptir.

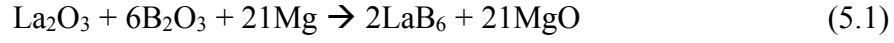
5.1.3.3 Lantan Oksit (La₂O₃)

Borür sentezinde kullanılmak üzere Alfa Aesar firmasından alınan lantan oksit (La₂O₃) tozları %99,99 safiyette olup ortalama partikül boyutları 44 µm'nin altındadır.

5.2 Pekiştirici LaB₆ Tozlarının Sentezlenmesi

Ötektik altı Al7Si bileşimindeki alaşımlara ilave edilecek olan LaB₆ takviyeler laboratuvar ortamında optimize edilmiş koşullar mekanokimyasal sentezleme ve ardından liç prosesi ile üretilmiştir. LaB₆ sentezi sırasında sitokiyometrik oranda hazırlanan La₂O₃-B₂O₃-Mg toz karışımlarından, 5 saat süren mekanokimyasal işlem sonucunda MgO fazı ile birliktelantanhekzaborür malzemeler elde edilmiştir.

LaB₆'nın yüksek sıcaklık sentezi sırasında meydana gelen tepkime aşağıda verilmiştir (Dou ve diğerleri, 2011).



5.2.1 Mekanokimyasal sentez

Mekanokimyasal sentezleme Şekil 5.2(a)'daki SpexTM Dual Mill model öğütücüde üretim gerçekleştirilmiştir. Şekil 5.2(b)'deki sertleştirilmiş çelik öğütme kavanozları ve bilyalar kullanılmıştır. Bilya/toz oranı ise 10/1 olacak şekilde belirlenmiştir. Mekanokimyasal sentez işlemi Argon atmosferi altında gerçekleştirilmiştir. Öğütme öncesinde, stokiyometrik oranlarda hazırlanan La₂O₃-B₂O₃-Mg tozları, öğütme kavanozları ile birlikte vakuma alınan ve artı basınçta (>1 veya 1,1 atm) Argon gazı ile doldurulan Şekil 5.3'de görülen PlaslabsTM kapalı ortam kutusuna (glove box) alınarak hazırlanmıştır. 5 saat mekanokimyasal işlem sonucunda öğütücüden çıkarılan kaplar yine kapalı ortam kutusu içinde Ar atmosferi altında açılarak tozlar alınmıştır. Elde edilen tozda LaB₆'nın yanısıra tepkimenin yan ürünü olan MgO veya öğütme ortamı kaynaklı kirlilikler (Fe, Cr vs.) bulunmaktadır.

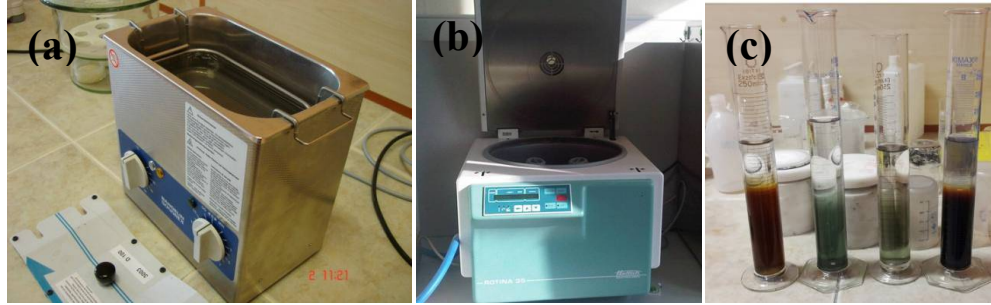


Şekil 5.3: PlaslabsTM Kapalı ortam kutusu.

5.2.2 Liç işlemi

Mekanokimyasal sentezleme sonucunda LaB₆ ürünlerinin yanı sıra reaksiyon yan ürünü olan MgO ya da öğütme ortamından kaynaklanan Fe gibi istenmeyen fazların uzaklaştırılması için ise, tozlara 4 M HCl konsantrasyonunda Şekil 4.5 (a)'daki

ısıtmalı ultrasonik banyodaliç, Şekil 5.4 (b)'deki tekrarlı santrifüjleme-dekantasyon-yıkama ise Şekil 5.4(c)'deki düzeneklerde uygulanmış ve ardından etüvde kurutma işlemleri uygulanmıştır.



Şekil5.4: (a) Bandalin Sonorex™ Ultrasonik Banyo, (b) Santrifüj Cihazı (c) Yıkama işlemi sırasında kullanılan mezürler.

HCl çözeltisinde LaB_6 dışında çözünen empüriteler çözeltiye geçmektedir. Ultrasonik banyoda çözünürlük sağlanırken, santrifüj cihazında empüriteleri içeren çözelti ve çökelen LaB_6 tozları ayrılmaktadır. Filtre kağıtları ve mezürden oluşan sistem yardımıyla çözelti ve çökelen partiküller ayrılır. Ardından çökelen partiküller saf su ile tekrar karıştırma ve santrifüjleme işlemi uygulanarak yıkama adımı gerçekleştirilir. İki kez tekrarlanan yıkama işleminin ardından elde edilen çözelti etüvde bekletilerek yapıdan su uzaklaştırılır ve bu süreç sonrasında saf LaB_6 tozları elde edilir.

Borür takviye elemanlarının labotaruvarında sentezlenmiş olması, bu tozların yüksek fiyatlarla yurtdışından temin edilme zorunluluğunu ortadan kaldırmakta ve ayrıca daha kontrollü özelliklere sahip ürün elde etme konusunda da yardımcı olmaktadır. Yapılacak mekanik alaşımlama çalışmalarında hem laboratuvarında sentezlenen hem de ticari olarak temin edilen borür takviyeler kullanılarak sonuçlar değerlendirilecektir.

5.2.3 Sentezlenen pekiştiricilerin karakterizasyonu

Mekanokimyasal sentez ve takibindeki liç prosesinin belirli adımlarında X-ışınları difraksiyonu yöntemiyle faz analizi yapılmıştır. Ayrıca liç çözeltisinden elementel analiz yapılmıştır.

5.2.3.1 X-ışını difraksiyonu analizleri

Liç işlemi öncesinde öğütücüden çıkarılan tozlar için Şekil 5.5'deki Bruker™ D8 Advance difraktometresi ile X-ışınları difraksiyonu yöntemiyle faz analizi

yapılmıştır. Aynı şekilde liç işlemi sonrası elde edilen tozlara da XRD analizi yapılarak elde edilen fazlar tespit edilmiştir.



Şekil 5.5: Bruker™ D8 Advance difraktometresi.

XRD çalışmaları, 35 kV ve 40 mA şartlarında $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 0,154 \text{ nm}$) radyasyonu altında analizler gerçekleştirilmiştir.

5.2.3.2 Atomik adsorpsiyon spektroskopisi yöntemiyle elementel analiz

Borür takviyelerinin sentezinde XRD ile faz analizinin yanı sıra Şekil 5.6'daki AAS (Atomik Adsorpsiyon Spektroskopisi) ile elementel analiz yapılmıştır.



Şekli5.6: Perkin Elmer™ Analyst 800 atomik adsorpsiyon spektroskopisi.

HCl ile gerçekleştirilen liç işlemi sonrasında süzüntü alındıktan sonra kalan HCl çözeltisi incelenerek çözeltide borür kalıp kalmadığı analiz edilmektedir.

5.3 Mekanik Alaşımlama

Kompozit tozların üretiminde mekanik alaşımlama işlemi Şekil 5.2 (a)'da görülen 1200 devir/dakika hızdaki SpexTM Dual Mixer-Mill 8000D öğütücü kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Öğütücü ortam olarak Şekil 5.2(b)'deki sertleştirilmiş çelik öğütücü kap ve bilya (6,25 mm-¼ inç) kullanılmıştır. Deneysel çalışmalarda kullanılacak bilya /toz oranı 7/1 olarak belirlenmiştir. Oksijen ortamında yapılacak olan öğütme, alüminyumun oksidasyonuna yol açacağından dolayı, tüm öğütme işlemleri Argon atmosferi altında gerçekleştirilmiştir. Bu nedenle, öğütme öncesi öğütme kap veya kavanozları vakuma alınan ve artı basınçta (>1ya da 1,1 atm) Argon gazı ile doldurulan Şekil 5.3'deki PlaslabsTM kapalı ortam kutusunun (glove box) içine yerleştirilmiştir. Toz harmanı ile bilyalar yine kapalı ortam kutusunun içinde tartılarak öğütme kaplarına yerleştirilmiş ve daha sonra kavanozların kapakları kapatılmıştır. Öğütme işlemi bittiğinde kavanozlar yine kapalı ortam kutusunda açılmış ve gerekli karakterizasyon işlemleri için dışarı çıkarılmıştır.

Ayrıca başlangıç tozlarıyla birlikte öğütme kavanozuna ağırlıkça %2 olacak şekilde stearik asit($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$) bağlayıcı olarak eklenmektedir. Toz numunelerin mekanik alaşımlama sırasında öğütme ortamına yapışmaması, aglomere olmaması ve kolay preslenebilmesi için bağlayıcı kullanılmaktadır.

Matriks alaşımı için mekanik alaşımlama (MA) süresi 1, 2, 3, 4 ve 8 saat olarak belirlenmiştir. Sentezlenen ve ticari LaB_6 pekiştiricili numuneler ise 1,4 ve 8'er saat mekanik alaşımlanmıştır. Ayrıca optimize edilen 4 ssat MA süresinde matrikse sentezlenen ağırlıkça %2 oranında Nb_xB_y (NbB - NbB_2 - Nb_3B_4), ticari NbB_2 , sentezlenen V_xB_y (VB - VB - V_3B_4) ve ticari VB pekiştiriciler eklenerek mekanik alaşımlama çalışmaları yapılmıştır. Çizelge 5.2'de matriks alaşımına ve borür takviyeli numunelere ait kompozisyon bilgileri bulunmaktadır. (T) ile ifade edilenler ticari borür pekiştiriciler (S) ile ifade edilenler ise laboratuvar ortamında sentezlenen borür pekiştiricilerdir. Çizelge 5.1'de tüm kompozisyonlar gösterilmiştir.

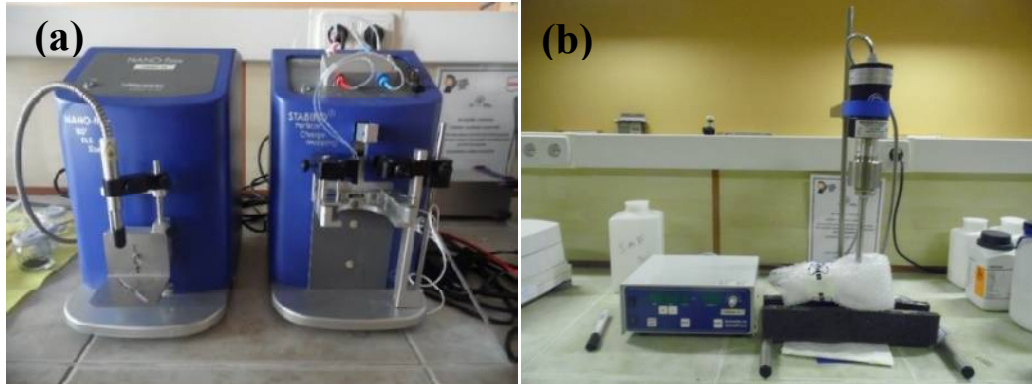
Çizelge 5.2: Matriks bileşiminde ve farklı borür pekiştiricili numunelerin MA süresi ve kompozisyon bilgisi.

Numune Adı	Kompozisyon Bilgisi (ağırlıkça %)	M.A. Süresi (saat)
Al7Si	(%93 Al-%7 Si)	0,1,2,4,6,8
Al7Si-2LaB ₆ (S)	(%93 Al-%7 Si)- %2 LaB ₆ (S)	0,1,4,8
Al7Si-2LaB ₆ (T)	(%93 Al-%7 Si)- %2 LaB ₆ (T)	0,1,4,8
Al7Si- 2Nb _x B _y (S)	(%93 Al-%7 Si)- %2 Nb _x B _y (S)	4
Al7Si-2NbB ₂ (T)	(%93 Al-%7 Si)- %2NbB ₂ (T)	4
Al7Si-2 V _x B _y (S)	(%93 Al-%7 Si)- %2 V _x B _y (S)	4
Al7Si-2VB ₂ (T)	(%93 Al-%7 Si)- %2VB (T)	4

5.4 Mekanik Alaşımlanmış Tozların Karakterizasyonu

5.4.1 Partikül boyutu ölçümleri

Öğütülmüş tozların partikül boyutu nanometre ($1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$) mertebelerinde olduğundan partikül boyutları ve dağılımları için, Nano-Flex™ Partikül Boyut Ölçüm cihazına ihtiyaç duyulmuştur. Şekil 5.7 (a)'daki Stabino™ Zeta Potansiyel cihazı ile nanometre mertebelerindeki partiküllerin zeta potansiyeli değerleri ölçülmüştür. Nanopartiküllerin disperse halde bulunduğu en uygun pH miktarı ve buna bağlı zeta potansiyeli (isoelectric point) belirlenerek, aynı şartlarda hazırlanan koloidal çözelti ile Şekil 5.7 (a)'daki Nano-Flex™ Partikül Boyut Ölçüm cihazından partikül ölçümleri çok daha doğru sonuçlar elde edilmiştir.



Şekil 5.7:a)Nano-Flex™ partikül boyut ve Stabino™ zeta potansiyel cihazları, b) Bandelin™ homojenizatör cihazı.

Partiküllerin çözelti içerisinde dağılımını sağlamak amacıyla Şekil 5.7(b)'deki ultrasonik karıştırıcı kullanılmıştır. Ayrıca partiküllerin zeta potansiyelleri ölçülerek aglomere yapıların bozulacağı şekilde zeta potansiyeli elde etmek için Şekil 5.7(a)'daki Stabino™ Zeta Potansiyel cihazında titrasyon yapılarak uygun zeta potansiyeli değerleri elde edildikten sonra partikül boyut ölçümlerine geçilmiştir.

5.4.2 Yüzey alanı analizi

Mekanik alaşımlanmış toz kompozitlerin yüzey alanı ölçümleri Şekil 5.8'deki Quanthachrome™ Autosorb Yüzey Alanı ve Gözeneklik Ölçüm Cihazı ile gerçekleştirilmiştir.



Şekil 5.8: Quanthachrome™ Autosorb Yüzey Alanı veGözeneklik Ölçüm Cihazı.

Brunauer, Emmet ve Teller (BET) methoduyla yüzey alanı çalışmaları sıvı azot kontrollü helyum atmosferi ve 7 noktalı çoklu nokta prensibi ile yapılmıştır. Partikül

boyut ve dağılım ölçümleri ile, yüzey alanı ölçümlerinin birbirini tamamlaması değerlendirilmiştir.

5.4.3 X-Işınları difraktometresi ile faz analizi

XRD yöntemiyle faz analizi Şekil 5.5’de görülen Bruker™ D8-Advance X-ışınları difraktometresi cihazında 35 kV ve 40 mA şartlarında CuK α radyasyonu kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

5.4.4 Taramalı elektron mikroskobu çalışmaları

Sentezlenen tozların mekanik alaşımlama sürecindeki mikroyapısal değişimleri Şekil 5.9’daki JEOL™-6000 Neoscope taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazı ile incelenmiştir.



Şekil 5.9: JEOL™-6000 Neoscope taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazı.

5.4.5 Termal analizler

Termal analizler için Şekil 5.10’daki TA Instruments™ SDT Q600 model DTA/TG/DSC analiz cihazı kullanılmıştır.



Şekil 5.10: TA Instruments™ DTA/DSC/TGA termal analiz cihazı.

Termal analizler; 700 °C sıcaklığa kadar 10 °C/dakika ısıtma hızı ile Argon gaz atmosferinde alumina potalar kullanılarak yapılmıştır. DTA analizleri ile sinterlenme sıcaklığının ve tepkimelerin tayini mümkündür.

5.5 Presleme

Matriks ve pekiştirici takviyeli olarak mekanik alaşımlanmış tozlar 450 MPa basınç altında Şekil 5.11’de görülen MSE marka 10 tonluk tek eksenli hidrolik el presi ile preslenmiştir.



Şekil 5.11:MSE tek eksenli hidrolik el presi.

12 mm çapındaki rijit kalıplar kullanılmıştır. Kalıp çeperlerini yağlamak amacıyla ise çinko stearat ($((CH_3(CH_2)_{16}COO)_2Zn)$ kullanılmıştır.

5.6 Sinterleme Çalışmaları

Preslenen numunelerin sinterlenmesi çalışmaları için öncelikle eklenen stearik asit bağlayıcısı uçurulduktan sonra sinterleme yapılmıştır.

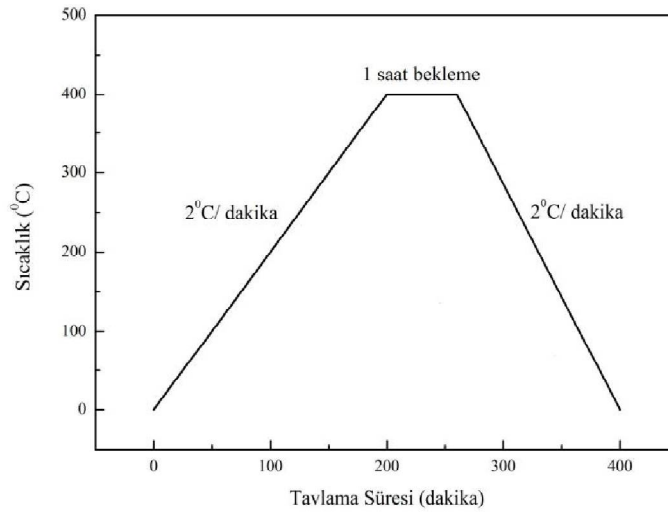
5.6.1 Bağlayıcı giderme

Preslenmiş numunelerin yapısında bulunan stearik asit sinterleme esnasında yapıda gözeneklik oluşumuna sebep olabileceği ya da daha sinterleme esnasında uçarak fırına zarar verebileceği için bağlayıcı giderme işlemi uygulanmaktadır. Bağlayıcı giderme işlemi için Şekil 5.12’de gösterilen MTI model tüp fırın kullanılmıştır.



Şekil 5.12: MTI model tüp fırın.

Stearik asit 380 °C’de buharlaştığı için bağlayıcı giderme rejimi Şekil 5.13’deki gibi belirlenmiştir. Preslenmiş numuneler tüp fırın içerisine yerleştirildikten sonra quartz tüp içerisinden Ar gazı geçirilmiştir. Dakikada 2°C sıcaklık artışı ile 420°C’ye çıkılarak 1 saat beklenmiştir ve yine dakikada 2°C’lik hız ile sıcaklık düşüşü sağlanmıştır.



Şekil5.13:Bağlayıcı giderme fırını rejimi.

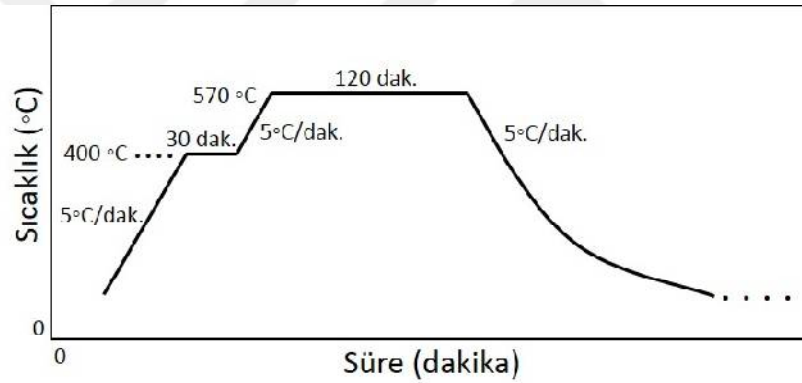
5.6.2 Sinterleme

Preslenmiş numunelerin sinterleme işlemleri vakum, hidrojen (H₂), azot (N₂) ve argon (Ar) gazları altında çalışan 1800 M Vac Graphite Linn™ model kontrollü atmosfer fırını kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Numunelerin sinterlenmesi sırasında vakum ve argon koruyucu gaz atmosfer olarak kullanılmıştır. Şekil 5.14’de Linn™ 1800 M Vac Graphite fırını gösterilmiştir.



Şekil 5.14: Linn™ 1800 M Vac kontrollü atmosfer sinter fırını.

200°C'ye kadar vakuma alındıktan sonra 570°C'ye Ar atmosferine 2°C/dakika ısıtma/soğutma hızlarıyla sinterleme işlemi gerçekleştirilmiştir. Sinterleme rejimi Şekil 5.15'de belirtildiği gibidir.



Şekil 5.15: Sinterleme rejimi.

5.7 Metalografi ve Numune Hazırlama

Karakterizasyon çalışmalarının gerçekleştirilmesi amacıyla numune hazırlanması için metalografi çalışmaları yapılmıştır. Sinterlenmiş numuneler öncelikle Şekil 5.16(a)'daki Struers™ Labopress-1 bakalite alma cihazı ile sıcak bakalite alınmışlardır. Şekil 5.16 (b)'deki Struers™ Tegramol-15 otomatik parlatma cihazı kullanımı ile de numuneler parlatılmışlardır.



Şekil 5.16:(a) StruersTM Labopressbakalite alma cihazı.
(b) StruersTM Tegrapol-15 parlatma cihazı.

5.8 Sinterlenmiş Malzemelerin Karakterizasyonu

5.8.1 Yoğunluk ölçümleri

Sinterlenen numunelerin yoğunlukları Şekil5.17’de görülen Arşimet düzeneği ile hesaplanmıştır.



Şekil 5.17: Arşimet yoğunluk ölçüm düzeneği.

Ayrıca sinterleme sonrası silindirik şeklini koruyan tüm numunelerin boyutsal yoğunlukları da hesaplanmıştır. Preslenen ve sinterlenen silindir şeklindeki numunelerin çaplarının ve yüksekliklerinin ölçümünden sonra silindir hacmi hesaplanmıştır. Bir sonraki aşama olarak silindir şeklindeki numunelerin ağırlıkları ölçülmüş ve buradan ham yoğunluk değerlerine ulaşılmıştır.

5.8.2 XRD çalışmaları

Sinter sonrası numunelerin faz analizleri Şekil5.5’deki BrukerTM marka XRD cihazı ile gerçekleştirilmiştir.

5.8.3 Optik mikroskop çalışmaları

Metalografik olarak hazırlanmış numuneler, Nikon™ Eclipse L150 optik mikroskop ile Clemex™ görüntü analiz yazılımı aracılığıyla incelenmişlerdir. Şekil 5.18’da Nikon™ Eclipse L150 model optik mikroskobu gösterilmiştir.



Şekil5.18: Nikon™ metal optik mikroskobu.

Parlatılmış numuneler tane sınırlarının belirginleştirilmesi amacıyla Keller çözeltisi (0,5 HF, 2,5 HNO₃, 1,5 HCl, 95,5 su) ile yakalşık olarak 15 saniye dađlanmıştır (Evangelista, 1999). Hazırlanan numuneler Şekil 4.19’da görülen Nikon™ Eclipse L150 model optik mikroskop ile incelenmiştir.

5.8.4 Taramalı elektron mikroskobu çalışmaları

Sinterlenmiş numunelerin mikroyapıları Şekil 5.10’daki JEOL™-6000 Neoscope taramalı elektron mikroskobu (SEM) cihazı ile incelenmiştir. Ayrıca EDS (Energy dispersive spectroscopy) dedektörü yardımıyla kompozitlerde elementel analizler gerçekleştirilmiştir.

5.8.5 Mikrosertlik ölçümleri

Matriks alaşımlarının ve borür takviyelerle pekiştirilmiş mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş numunelerin mikrosertlik ölçümleri Shimadzu™ mikrosertlik test cihazı (Şekil 5.19) ile gerçekleştirilmiştir. Herbir numune için 100 g’lık yükün 15 sn uygulanması sonucu alınan 25 başarılı sertlik ölçümü sonuçları değerlendirilmiştir.



Şekil 5.19:ShimadzuTM mikrosertlik test cihazı.

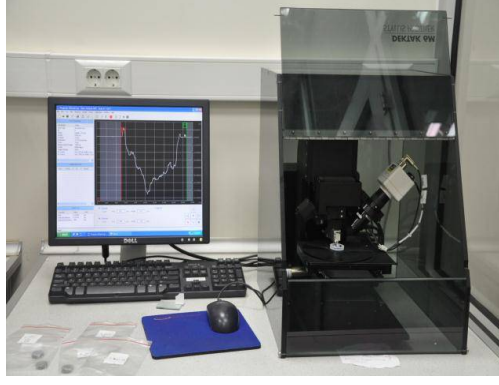
5.8.6 Aşınma analizi

Aşınma analizi TribotesterTM marka aşınma cihazında 6 mm çaplı 100Cr6 çeliğinden aşındırma bilyaları kullanılarak yapılmıştır (Şekil 5.20). 3N yük uygulanmıştır ve aşındırma uzunluğu 5mm olacak şekilde 2500 salınım yapılarak toplamda 25m aşındırılmıştır.



Şekil5.20:TribotesterTM Aşınma cihazı.

Aşınma testleri sonunda oluşan aşınma izinin eni ve derinliği Şekil 5.21'dekiVeecoTM marka optik profilometre yardımıyla ölçülmüş daha sonra aşınmış olan yüzeyler stereo mikroskop ve SEM ile incelenmiştir.



Şekil 5.21: VeecoTM Model Profilometre

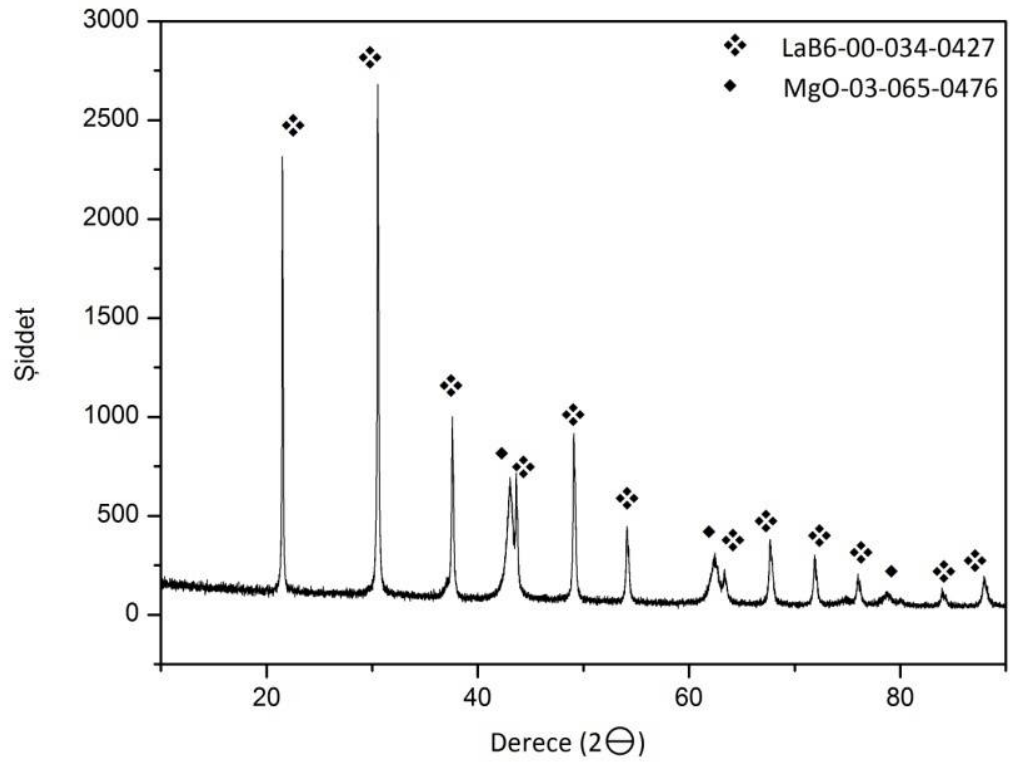
Profilometre sonuçlarından kaybolan hacim miktarı tespit edilerek malzemelemin aşınma dirençleri karşılaştırılabilmiştir. Ayrıca SEM görüntüleriyle de aşınma izinin yapısı incelenmiştir.



6 SONUÇLAR VE YORUMLAR

6.1 Sentezlenen Takviye Elemanlarının Karakterizasyonu

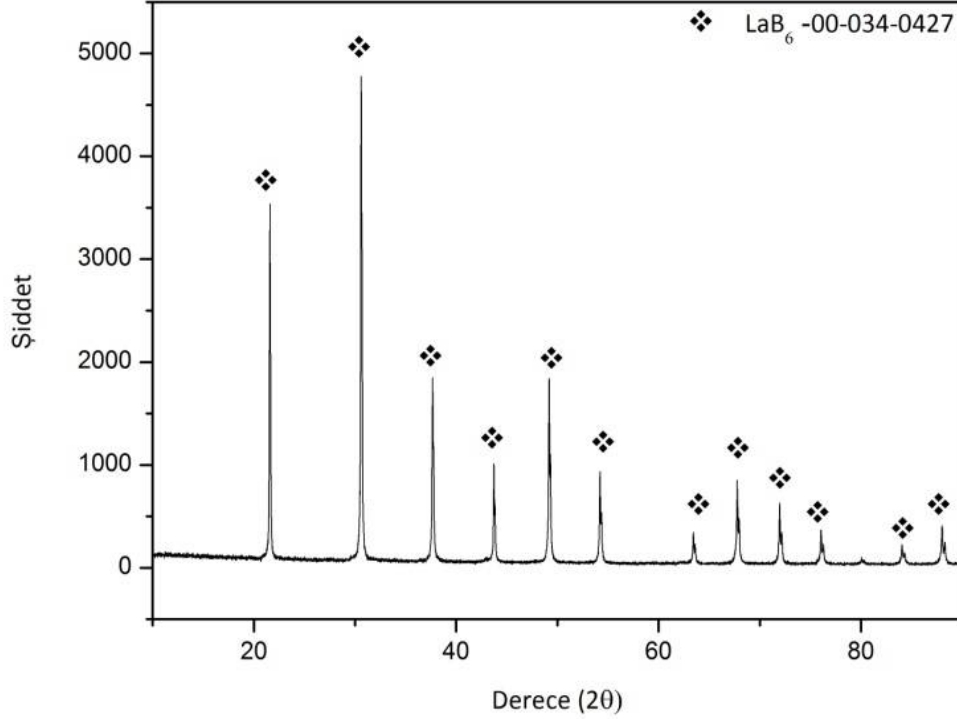
Mekanokimyasal sentez ve takibindeki liç işleminin ardından lantanhekzaborür tozları sentezlenmiştir. Liç işlemi öncesinde sentezlenen tozların XRD paternleri incelendiğinde Şekil 6.1’de görüldüğü gibi LaB₆ ile tepkime yan ürünü olan MgO fazı görülmektedir.



Şekil 6.1: LaB₆ sentezi sırasında liç öncesi tozların difraksiyon paterni.

Liç, tekrarlı santrifüjleme-dekantasyon-yıkama ve kurutma işlemleri uygulanan tozların XRD analizi yapıldığında ise liç öncesinde görülen MgO fazına ait piklerin

ortadan kalktığı görülmüştür. Böylece istenilen borür fazlarının sentezlenebildiği ispatlanmıştır. Şekil 6.2’de liç sonrası XRD paternleri bulunmaktadır.



Şekil 6.2:LaB₆ sentezi sırasında liç sonrası tozların difraksiyon paterni.

4 M HCl ile liç yapıldığında LaB₆ dışındaki istenmeyen fazların çözünmesi gerçekleşmiştir ve Şekil 6.2’de görüldüğü gibi sadece sentezlenen LaB₆ fazına ait pikler bulunmaktadır.

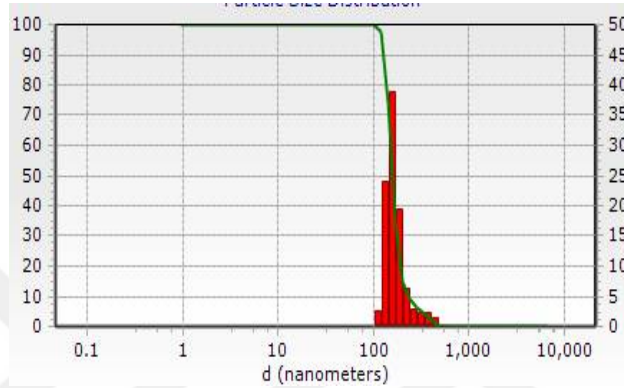
Borür takviyelerinin sentezinde XRD ile faz analizinin yanı sıra AAS (Atomik Adsorpsiyon Spektroskopisi) ile elementel analiz yapılmıştır. HCl ile gerçekleştirilen liç işlemi sonrasında süzuntu alındıktan sonra kalan HCl çözeltisi incelenerek çözeltide borür kalıp kalmadığı analiz edilmektedir. Çizelge 6.1’de LaB₆ sentezi için AAS sonuçları gösterilmektedir.

Çizelge 6.1:AAS Sonuçları

Liç Sıvısındaki Elementler (ppm)		
Fe	B	Mg
77.48	797.78	9232

Çizelge 6.1’de görüldüğü gibi liç sıvısındaki yüksek miktardaki Mg, liç işlemi ile çözeltiye alınan MgO’dan kaynaklanmaktadır. Demir (Fe) ise öğütme ortamı kaynaklı empürileri ifade etmektedir. Liç sıvısında bor (B) elementinin okunması ise süzme işleminde bir miktar LaB₆’nın çözeltiye kaçması şeklinde açıklanabilir.

Liç işlemi sonrasında elde edilen LaB₆ tozlarının partikül boyutu ölçülmüştür. Şekil 6.3’de de partikül boyutu gösterildiği gibi tozlar ortalama 176 nm partikül boyutuna sahiptirler.



Şekil 6.3: Sentezlenen LaB₆ tozlarına ait partikül boyutu dağılımı.

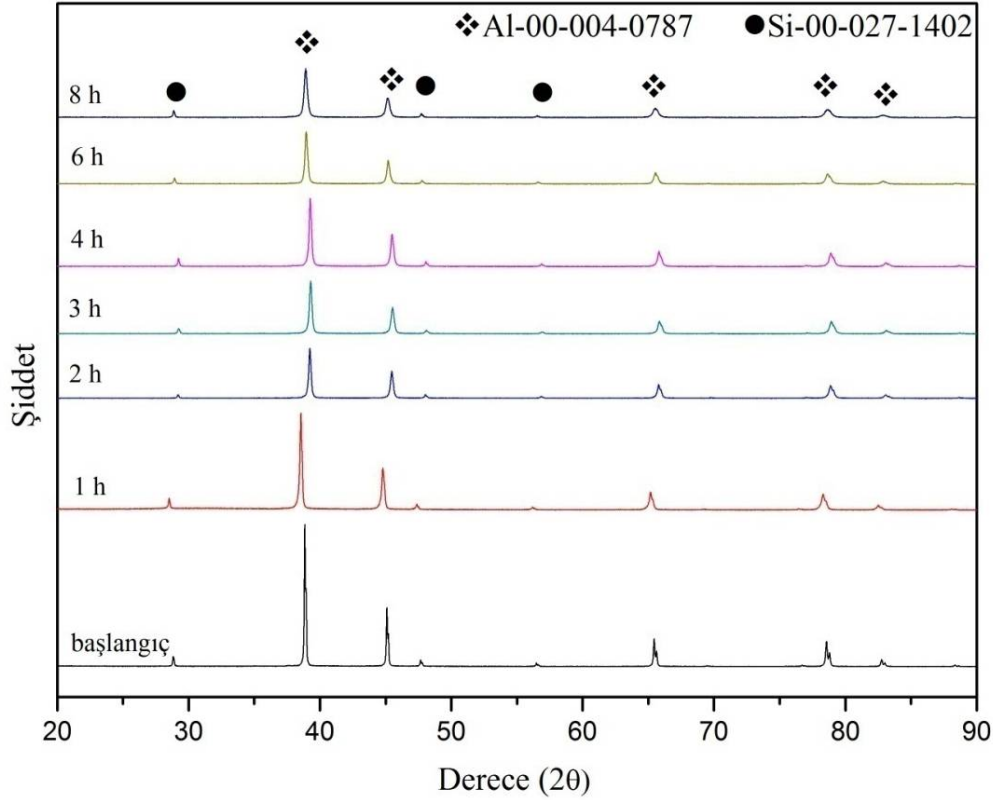
6.3 Mekanik Alaşımlanmış Tozların Karakterizasyonu

6.3.1 Faz analizleri

Al-ağ. %7Si içeren başlangıçta harmanlanmış ve farklı sürelerde (1,2,3,4,6, 8 saat) mekanik alaşımlanmış matriks tozlarına ait XRD paternleri Şekil 6.4’de gösterilmiştir.

Harman karışımında ve çeşitli sürelerde MA’lanmış Al7Si matriks tozlarının tümünde sadece Al ve Si fazlarına ait difraksiyon piklerine rastlanmıştır. Yüksek mekanik alaşımlama sürelerinde bile öğütme ortamından kaynaklanabilecek Fe, Cr, vb. gibi gözle görülür kirlilikler bulunmamaktadır.

Harmanlanmış tozlara difraksiyon pikinin şiddeti MA’lanmış tozlarındakinden daha şiddetlidir. Artan mekanik alaşımlama süresi ile piklerin şiddetlerinde azalma ve pik genişliklerinde artma görülmektedir.



Şekil 6.4:Harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1,2,3,4,6, 8 saat) mekanik alaşımlanmış Al₇Si matris tozlarının XRD paternleri.

XRD paternlerindeki piklerin özelliklerinden ve ampirik olarak Scherrer Eşitliği'nden (6.1) yararlanılarak kristalit boyutu ölçümleri yapılmaktadır (Cullity, 1956).

$$B(2\theta) = \frac{K\lambda}{D \cos \theta} \quad (6.1)$$

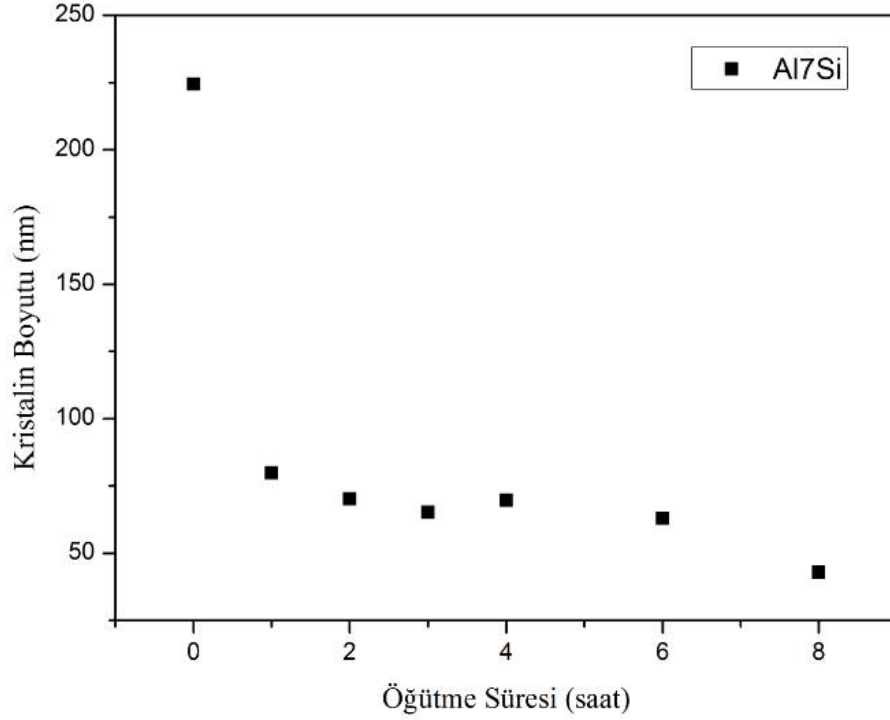
θ : Difraksiyon açısı, $B(2\theta)$: pik yarı yüksekliğindeki pik genişliği,

K: sabit $\sim 0,9-0,95$, D ise hesaplanan kristalit boyutudur. Mekanik alaşımlama süreçleri sırasında malzemenin bünyesine giren yüksek enerji kafes ve kalıntı deformasyonları arttırmaktadır. Yüksek deformasyon süreçlerinden geçmiş malzemeler için Scherrer denklemine deformasyonu içeren bir terimin de eklenmesiyle modifiye Scherrer denklemi (6.2) kullanılmaktadır(Suryanarayana, 2004; Monshi, 2012).

$$B(2\theta) = \frac{K\lambda}{D \cos \theta} + 4\epsilon \tan \theta \quad B(2\theta) \cos \theta = \frac{K\lambda}{D} + 4\epsilon \sin \theta \quad (6.2)$$

Modifiye Scherrer denkleminde ε : Latis deformasyonudur. Bu denklemde D (kristalit boyutu) ile ε (latis deformasyonu) bilinmeyenler değişkenler XRD cihazındaki TOPAS programı kullanılarak herbir patern için hesaplanmıştır.

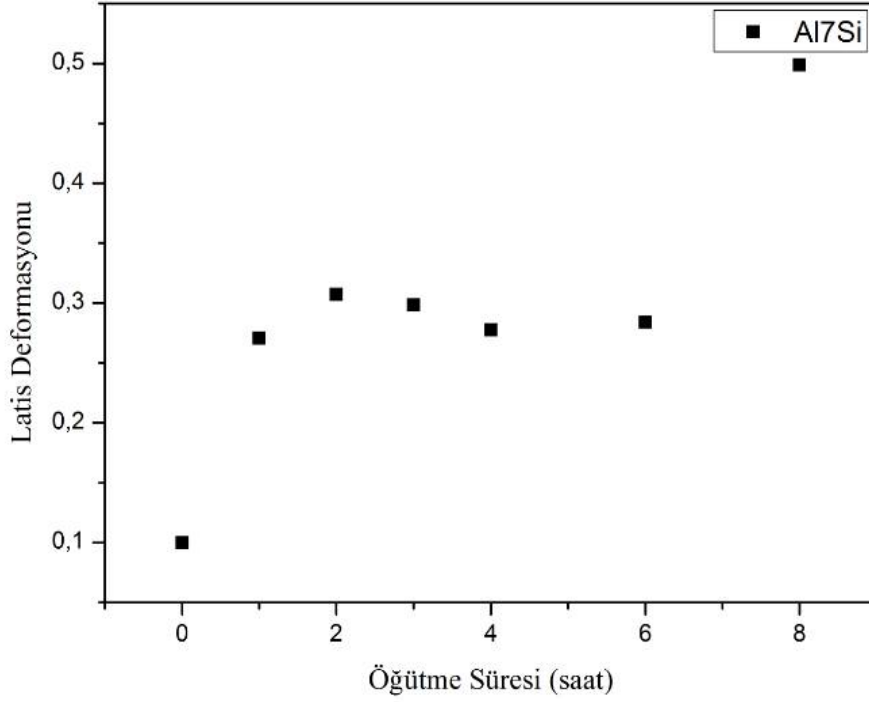
Harman ve mekanik alaşımlanmış Al7Si matriks tozlarının öğütme süresine bağlı olarak değişen kristalit boyutları Şekil 6.5’de gösterilmiştir.



Şekil 6.5:Harmanlanmış ve farklı sürelerde (1,2,3,4,6 ve 8 saat) MA’lanmış Al7Si matriks tozlarında öğütme süresine bağlı olarak Al kristalit boyutlarının değişimi.

Şekil 6.5’de görüldüğü gibi Al7Si harman karışımındaki tozlar ile 1 saat mekanik alaşımlama ile öğütülmüş tozların kristalit boyutları arasında keskin bir düşüş görülmüştür (224,4 nm→79,86 nm). Genel olarak, artan mekanik alaşımlama süresiyle kristalit boyutu düşmektedir. 8 saat MA’lama sonunda kristalit boyutu 42,93 nm değerine ulaşmıştır.

Harman ve mekanik alaşımlanmış Al7Si matriks tozlarının öğütme süresiyle latis deformasyonu değişimi Şekil6.6’da gösterilmiştir.

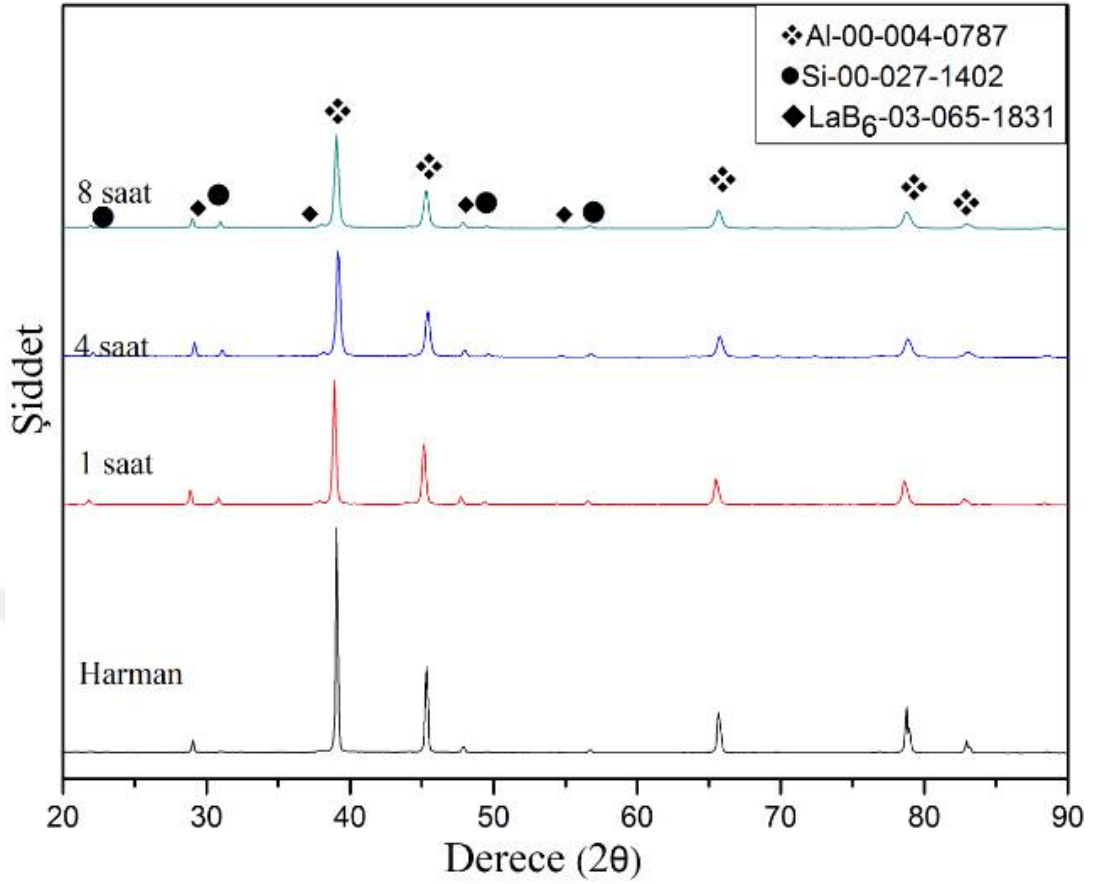


Şekil 6.6 :Harmanlanmış ve farklı sürelerde (1,2,3,4,6 ve 8 saat) MA'lanmış Al₇Si matriks tozlarında öğütme süresine bağlı olarak Al latis deformasyonu değişimi.

Matriks tozları öğütme sırasında yoğun olarak plastik deformasyona maruz kalmaktadırlar ve bu nedenle latis deformasyonu değerleri artış göstermektedir. Harman karışımındaki tozlardan öğütülmüş tozlara geçildiğinde (harman→MA 1 saat) latis deformasyonu değerlerinde keskin bir artış görülmektedir. Ayrıca 8 saat mekanik alaşımlanmış tozlarda en yüksek değerlerine ulaşmıştır.

Latis deformasyonu değerleri ile kristalit boyut değerleri arasında ters bir korelasyon ilişkisi bulunmaktadır. MA ile artan latis deformasyonuna karşılık kristalit boyutu azalmaktadır.

Şekil 6.7'de sentezlenen LaB₆ pekiştirici takviyeli harman karışımında ve farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Al₇Si tozlarının XRD paternleri görülmektedir. Şekil 6.7'deki tüm XRD paternlerinde Al, Si ve LaB₆ fazlarına ait pikler tespit edilmiş ve bu fazlar dışında herhangi bir başka faza ait pik ya da piklerin olmadığı için öğütme süreçleri sırasında mikroyapıda Al, Si ve LaB₆ arasında herhangi bir ara bileşik oluşmadığı söylenebilir. Ayrıca öğütme ortamından gelebilecek Fe ve Cr kirliliğinden kaynaklı herhangi bir kristal fazı ortaya çıkmamıştır.

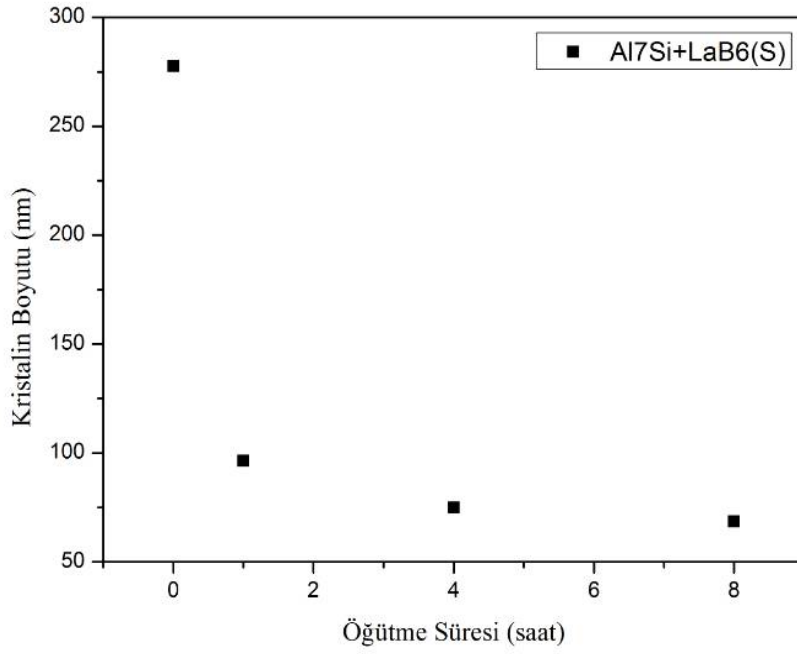


Şekil 6.7:Sentezlenen LaB_6 takviyesi ile harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1,4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış tozlara ait XRD paternleri $\text{Al}_7\text{Si}-2\text{LaB}_6(\text{S})$.

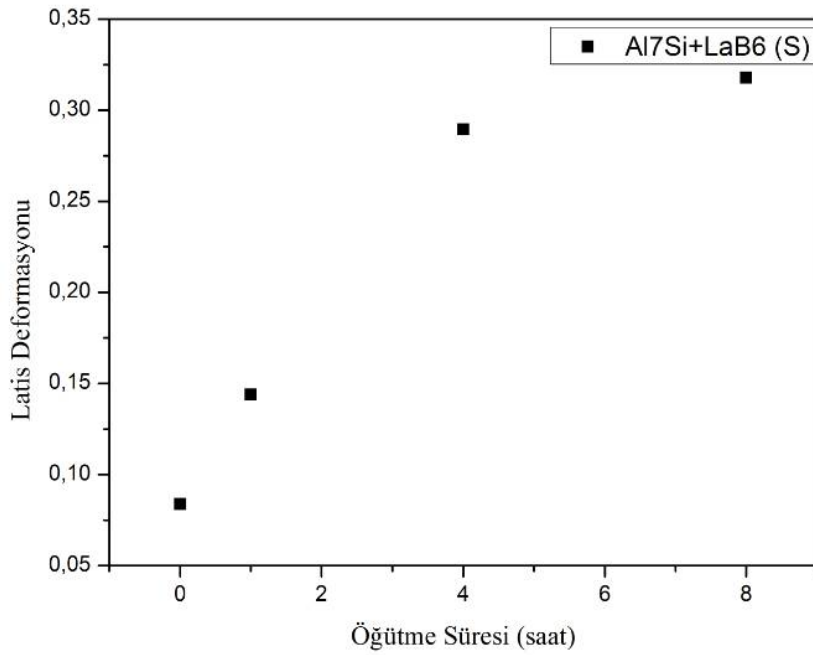
Sentezlenen LaB_6 takviyeli tozların ölçülen kristalit boyutları ve latis deformasyonu değerleri de aşağıdaki Şekil 6.8 ve Şekil 6.9 ile birlikte verilmiştir.

Şekil 6.8’de görüldüğü gibi sentezlenen LaB_6 takviyeli Al_7Si tozlarında harman 1 saat mekanik alaşımlanmış tozların kristalit boyutları arasında matriks numunelerindeki gibi keskin bir düşüş görülmektedir ($277,73 \text{ nm} \rightarrow 96,46 \text{ nm}$).

Öğütme ortamında yoğun olarak plastik deformasyona maruz kalan matriks tozlarında latis deformasyonu değerleri artış göstermiştir. Ayrıca yine matriks numunelerindeki gibi deformasyon değerleri ile kristalit boyut değerleri arasında ters bir korelasyon ilişkisi mevcuttur.

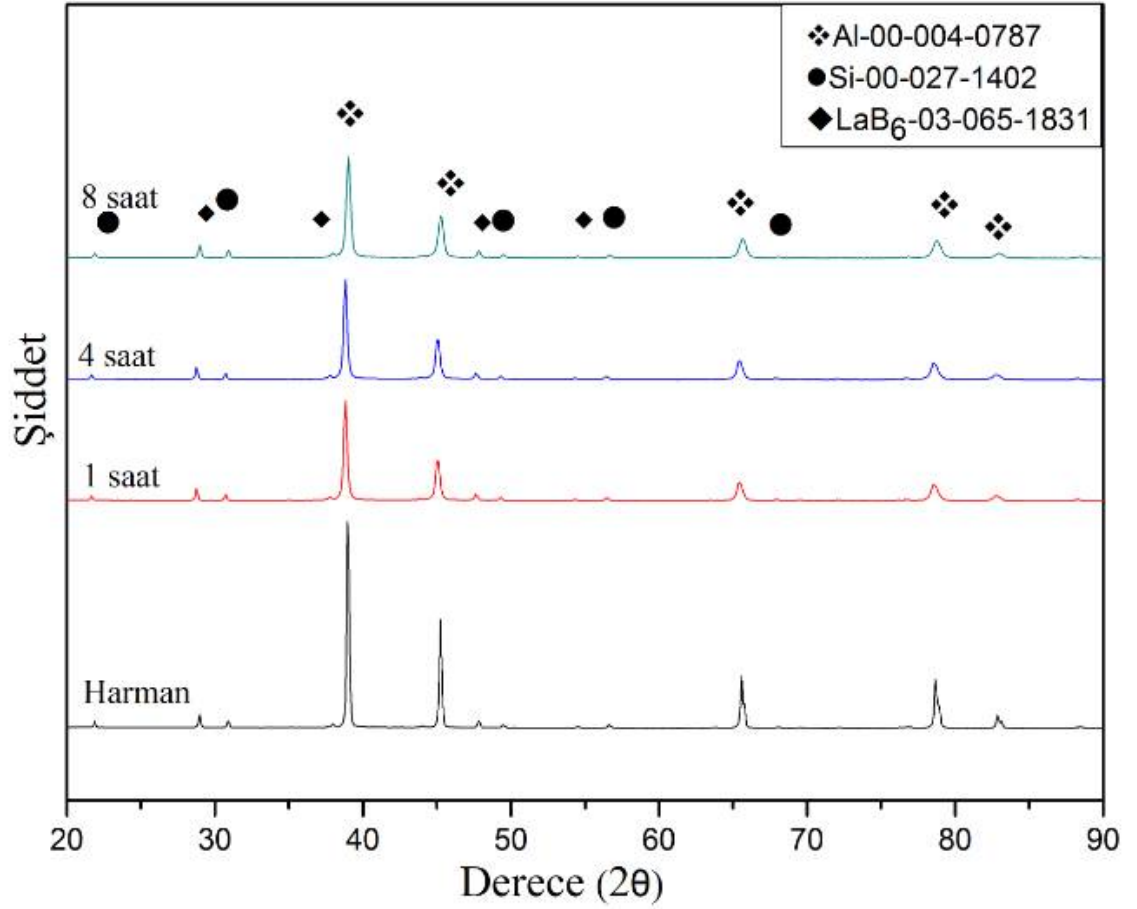


Şekil 6.8:Sentezlenen LaB_6 takviyesi ile harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1,4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış tozlarda öğütme süresine bağlı olarak Al'nin kristalit boyutunun değişimi $\text{Al}_7\text{Si}-2\text{LaB}_6(\text{S})$.



Şekil 6.9:Sentezlenen LaB_6 takviyesi ile harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1,4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış tozlarda öğütme süresine bağlı olarak Al'nin latis deformasyonu değişimi $\text{Al}_7\text{Si}-2\text{LaB}_6(\text{S})$.

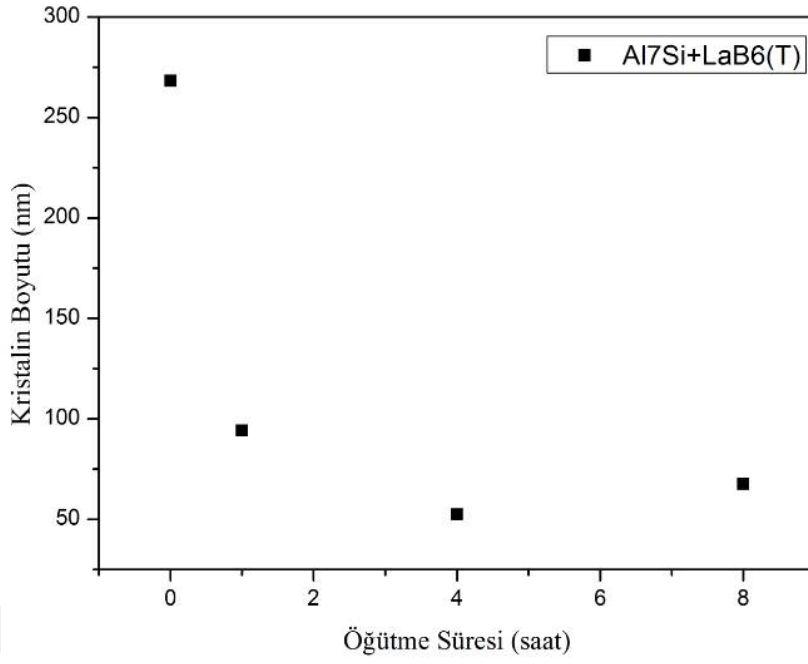
Şekil 6.10'dağ. %2 ticari LaB_6 takviyeli farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Al_7Si matriks bileşimindeki tozların XRD paternleri görülmektedir.



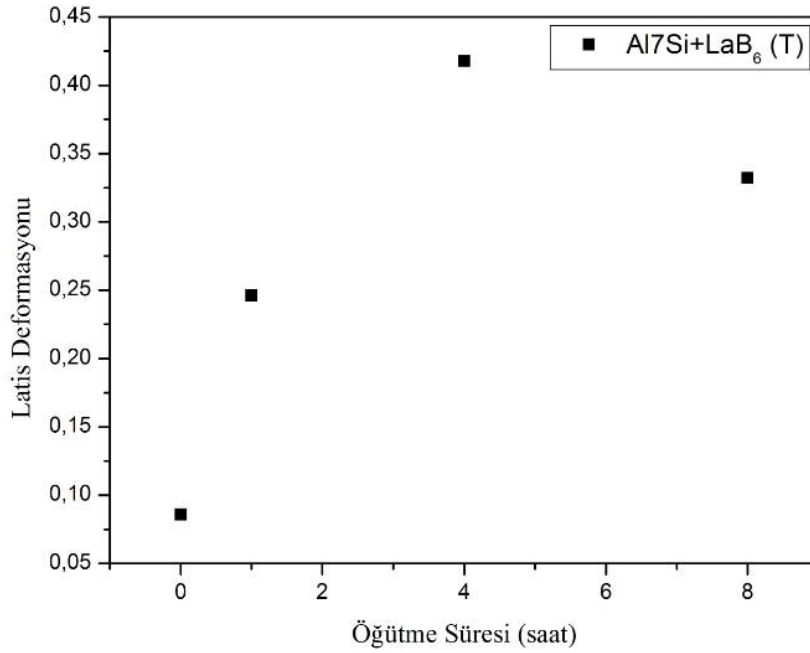
Şekil 6.10: Ticari LaB₆ takviyesi ile harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1,4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış tozlara ait XRD paternleri Al₇Si-2LaB₆(T).

Al, Si ve LaB₆ fazlarına ait pikler dışında farklı pik/pikler görülmemektedir. Şekil 6.10'daki paternde Al, Si ve LaB₆ pikleri dışında farklı bir pik bulunmadığı için Al, Si ve LaB₆ arasında herhangi bir bileşik oluşmadığı anlaşılmıştır. Ayrıca öğütme ortamı kaynaklı kirlilikler (Fe, Cr) bulunmamaktadır.

Ticari LaB₆ takviyeli tozların ölçülen kristalit boyutu ve latis deformasyonu değerleri aşağıdaki Şekil 6.11 ve 6.12 üzerinde gösterilmiştir.



Şekil 6.11: Ticari LaB_6 takviyesi ile harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış tozlarda öğütme süresine bağlı olarak Al'nin kristalit boyutu değişimi $\text{Al}_7\text{Si}-2\text{LaB}_6(\text{T})$.



Şekil 6.12: Ticari LaB_6 takviyesi ile harmanlanmış ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış tozlarda öğütme süresine bağlı olarak Al'nin latis deformasyonu değişimi.

Şekil 6.11'deki $\text{Al}_7\text{Si}-2\text{LaB}_6(\text{T})$ tozunda ise yine MA süresi arttıkça kristalit boyutu azalması söz konusudur. Fakat, sadece 8 saat MA'da kristalit boyutta 4 saate kıyasla az miktarda bir artış görülmektedir. Şekil 6.12'de de $\text{Al}_7\text{Si}-2\text{LaB}_6(\text{T})$ tozuna ait

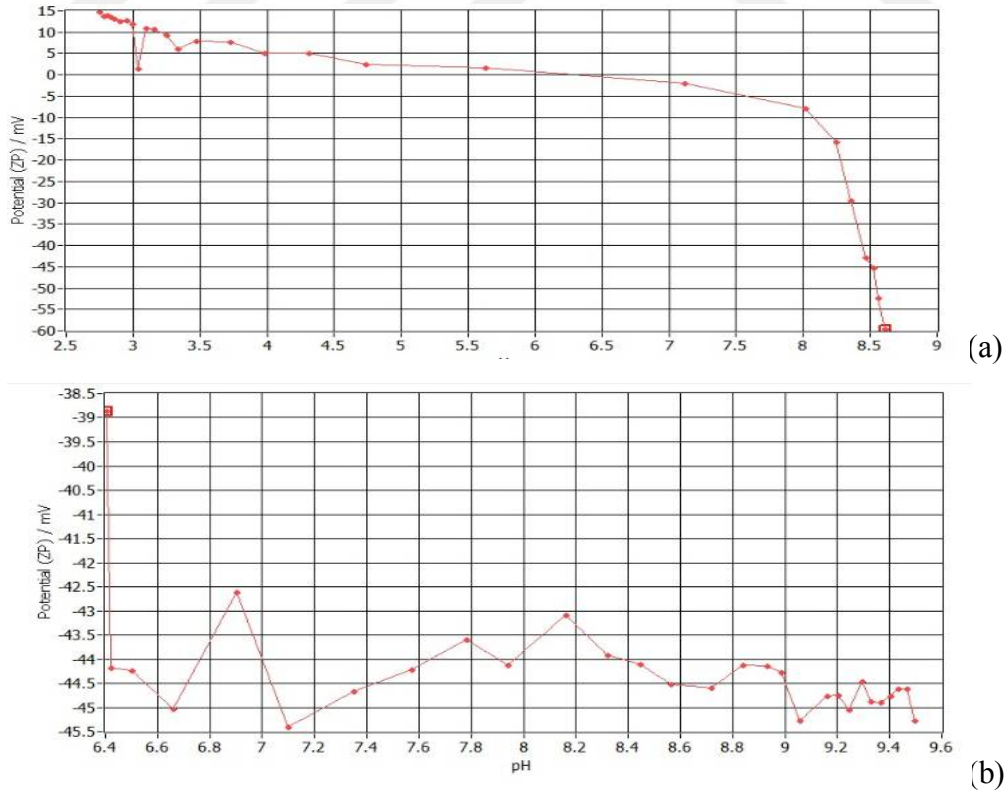
öğütme süresiyle latis deformasyonu değişimi gösterilmiştir. Öğütme süresiyle latis dedormasyonu artış göstermiştir. Fakat 8 saatlik MA ile daha düşük bir latis deformasyonu elde edilmiştir.

6.3.2 Partikül boyutu analizi

Partikül boyutu ölçümlerinden önce Al esaslı tozların su içerisinde askıda kalabilmesini sağlamak için zeta potansiyeli ayarlama çalışmaları yapılmıştır. Partiküllerin minimum zeta potansiyeli değeri gösterdiği noktada partiküllerin birbirinden uzaklaştığı düşünülerek sağlıklı boyut ölçümü gerçekleştirildiği varsayılmıştır.

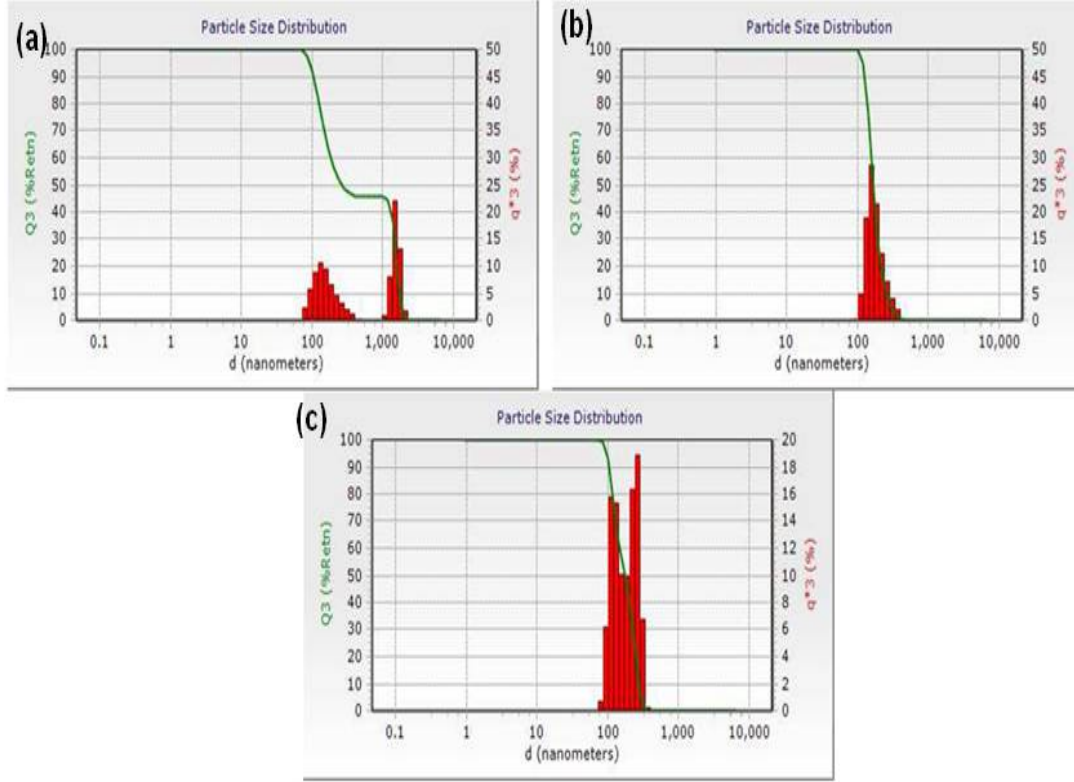
Şekil 6.13(a)'da gösterildiği gibi asit titrasyonu sonucunda pH düşürüldüğünde zeta potansiyeli sıfıra yakalşarak partiküller sıvı ortamda topaklanma eğilimi göstermektedir. Şekil 6.13 (b)'de ise bazik yönde yapılan titrasyon sonucunda pH değeri arttırılırken zeta potansiyeli sıfırdan uzaklaşmaktadır.

Her bir toz için zeta potansiyeli grafikleri benzer olduğundan paylaşılmamıştır. Her biri yaklaşık pH=9 değerinde benzer davranış gösterdiğinden partikül boyutu ölçümleri bu pH değeri civarında gerçekleştirilmiştir.



Şekil 6.13: Al7Si 4 saat MA'lanmış matriks tozlarının sulu çözeltilerinde a) Asidik b) Bazik yönde titrasyonlar sonucu zeta potansiyeli değişimi.

Şekil 6.14’de ve Çizelge 6.2’de çeşitli sürelerde mekanik alaşımlanmış Al7Si matriks alaşımı tozlara ait hacimsel partikül boyut dağılımları ve ortalama boyut değerleri gösterilmiştir.



Şekil 6.14:Çeşitli sürelerde mekanik alaşımlanmış Al7Si matriks alaşımı tozlara ait hacimsel partikül boyut dağılımları (a) 1 saat MA, (b) 4 saat MA, (c) 8 saat MA.

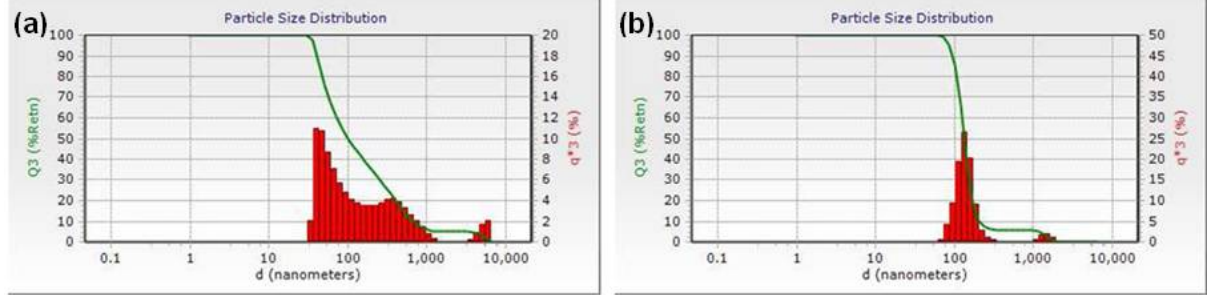
Şekil 6.14’de de görüldüğü gibi Al7Si matriks alaşımında da artan mekanik alaşımlama süresi ile partikül boyutu düşmektedir. 1 saat mekanik alaşımlanmış tozlarda bimodal partikül boyutu dağılımı görülmesine rağmen 4 ve 8 saat MA tozlarda daha homojen boyut dağılımları görülmektedir.

Çizelge 6.2: Çeşitli sürelerde mekanik alaşımlanmış Al7Si matriks alaşımı tozların ortalama partikül boyutları.

Malzeme	Ortalama Partikül Boyutu (μm)
Al7Si Harman	>6
Al7Si 1saat MA	0,79
Al7Si 4saat MA	0,18
Al7Si 8saat MA	0,19

Çizelge 6.2'deki ortalama partikül boyutu değerleri de mekanik alaşımlama süresinin artmasıyla partikül boyutunun küçüldüğünü göstermektedir.

Şekil 6.15'de ve Çizelge 6.3'de $\text{Al}_7\text{Si}-2\text{LaB}_6(\text{S})$ tozlarına ait hacimsel partikül boyutu dağılımları ve ortalama partikül boyutu değerleri bulunmaktadır.



Şekil 6.15:(a) 4 saat, (b) 8 saat mekanik alaşımlanmış $\text{Al}_7\text{Si}-2\text{LaB}_6(\text{S})$ tozlarına ait hacimsel partikül boyut dağılımları.

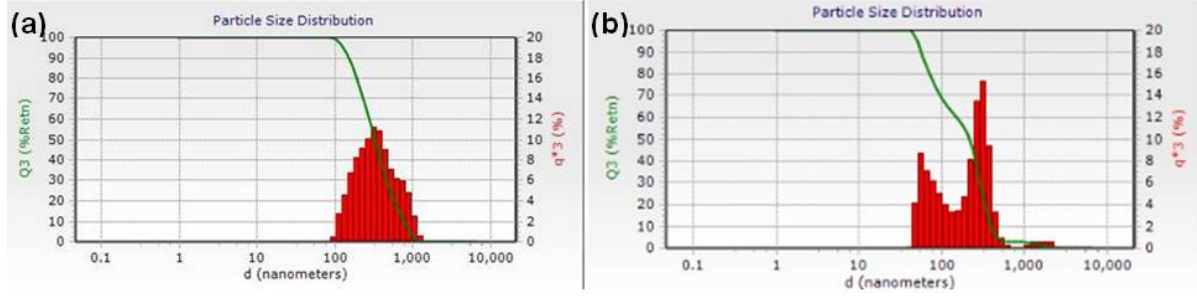
4 saat MA'lanmış Şekil 6.15'deki $\text{Al}_7\text{Si}-2\text{LaB}_6(\text{S})$ tozları geniş bir aralıkta partikül boyutu dağılımı aralığına sahipken, Şekil 6.15 (b)'deki 8 saat MA'lanmış $\text{Al}_7\text{Si}-2\text{LaB}_6(\text{S})$ tozlarında daha homojen boyut dağılımı görülmektedir.

Çizelge 6.3: Çeşitli sürelerde mekanik alaşımlanmış $\text{Al}_7\text{Si}-2\text{LaB}_6(\text{S})$ tozların ortalama partikül boyutları.

Malzeme	Ortalama Partikül Boyutu (μm)
$\text{Al}_7\text{Si} - 2\text{LaB}_6(\text{S})$ Harman	>6
$\text{Al}_7\text{Si} - 2\text{LaB}_6(\text{S})$ 4 saat MA	0,448
$\text{Al}_7\text{Si} - 2\text{LaB}_6(\text{S})$ 8 saat MA	0,113

Çizelge 6.3'deki veriler sonucunda da MA'lama süresi arttıkça partikül boyutu düşmektedir.

Çeşitli sürelerde mekanik alaşımlanmış $\text{Al}_7\text{Si}-2\text{LaB}_6(\text{T})$ tozlarına ait hacimsel partikül boyut dağılımları Şekil 6.16'da, ortalama partikül boyutları Çizelge 6.4'de bulunmaktadır.



Şekil 6.16:(a) 4 saat, (b) 8 saat mekanik alaşımlanmış Al₇Si-2LaB₆(T) tozlarına ait hacimsel partikül boyut dağılımları.

Çizelge 6.4:Çeşitli sürelerde mekanik alaşımlanmış Al₇Si-2LaB₆(T) tozların ortalama partikül boyutları.

Malzeme	Ortalama Partikül Boyutu (µm)
Al ₇ Si – 2LaB ₆ (T) Harman	>6
Al ₇ Si - 2LaB ₆ (T) 4 saat MA	0,39
Al ₇ Si - 2LaB ₆ (T) 8 saat MA	0,24

Şekil 6.16 ve Çizelge 6.4 sonuçlarında yine Al₇Si - 2LaB₆(T) tozlarında MA süresi artışı partikül boyutlarının düşmesine neden olmuştur. Sentezlenen ve ticari LaB₆ takviyesinin partikül boyutu üzerine etkisinde bir ilişkisi bulunamamıştır.

6.3.3 Brunauer-Emmett-Teller (BET) yüzey alanı analizleri

Al₇Si bileşiminde harmanlanmış ve farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış matriks alaşımların Brunauer-Emmett-Teller (BET) Yüzey Alanı Analizi yöntemiyle bulunan yüzey alanı değerleri Çizelge 6.5’de gösterilmiştir.

Çizelge 6.5:Harman karışımında ve farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış Al₇Si bileşimindeki matriks alaşımların Brunauer-Emmett-Teller (BET) yüzey alanı ölçümleri

Kompozisyon	MA süresi (saat)	Yüzey alanı (m ² /g)
	Harman	1,71
Al ₇ Si	1	2,80
	4	0,99
	8	0,93

Mekanik alaşımlama süresi arttıkça partikül boyutu küçüleceğinden yüzey alanında artış görülmelidir. Fakat 1 saat mekanik alaşımlama ile partikül boyutu küçültülerek

yüzey alanı arttırılmıştır. 4 ve 8 saatte meydana gelen yüzey alanı düşüşünün partiküllerin topaklanmasından kaynaklandığı söylenebilir.

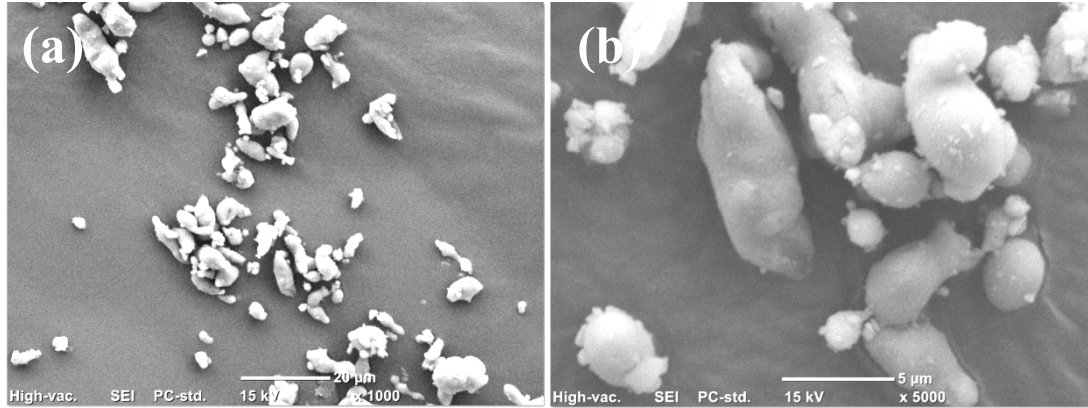
Çizelge 6.6'de borür takviyeli ve 4 saat sürelerde mekanik alaşımlanmış Al7Si ve tozların Brunauer-Emmett-Teller (BET) Yüzey Alanı Analizi yöntemiyle ölçülen yüzey alanı değerleri gösterilmiştir.

Çizelge 6.6: Al7Si matrislerine farklı borür takviyeleriyle 4 saat mekanik alaşımlanmış tozların yüzey alanı ölçümleri.

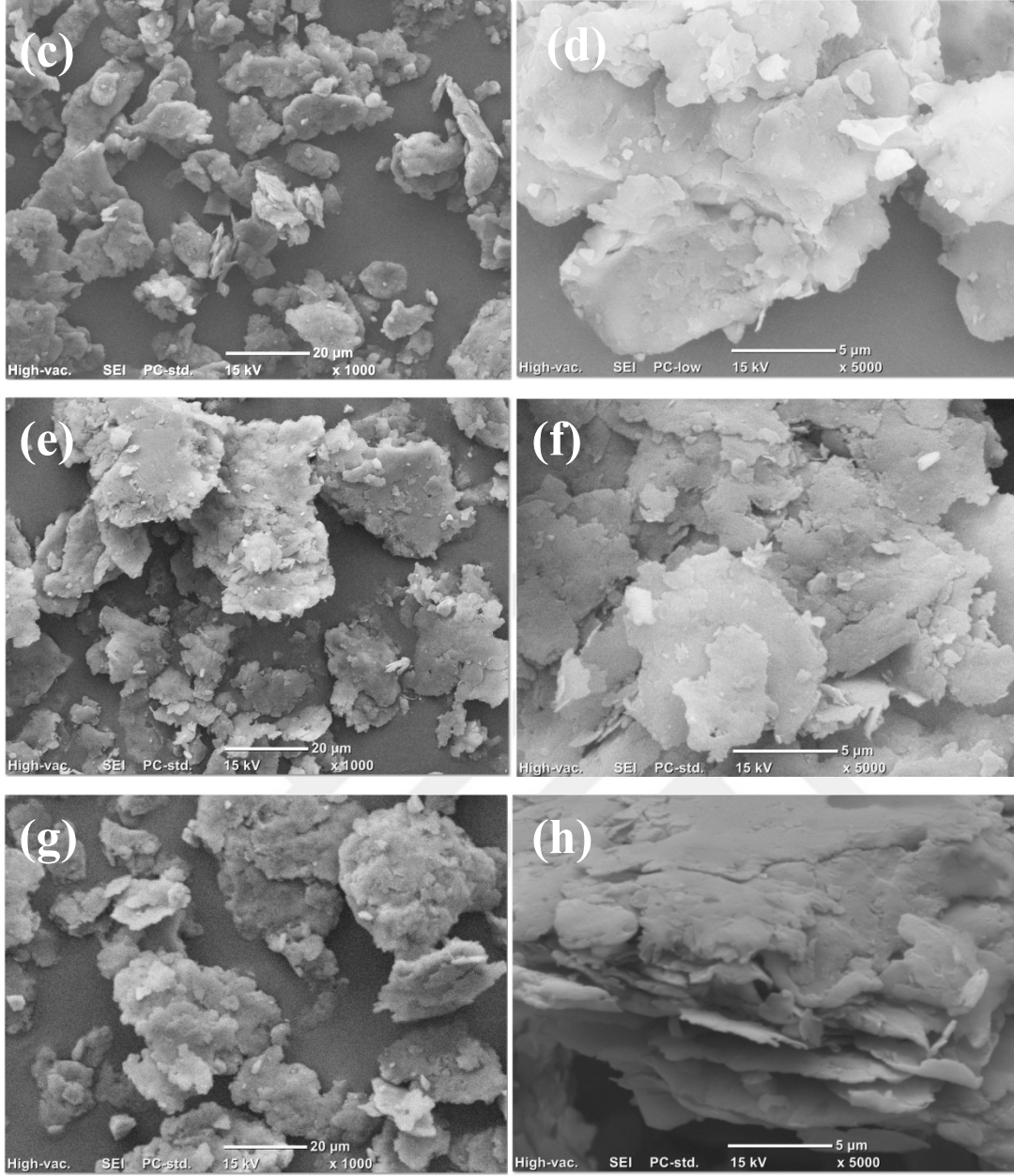
Kompozisyon	MA süresi(saat)	Yüzey alanı (m ² /g)
Al7Si-2LaB ₆ (T)	4	0,80
Al7Si-2LaB ₆ (S)	4	0,86

6.3.4 Mikroyapı analizleri

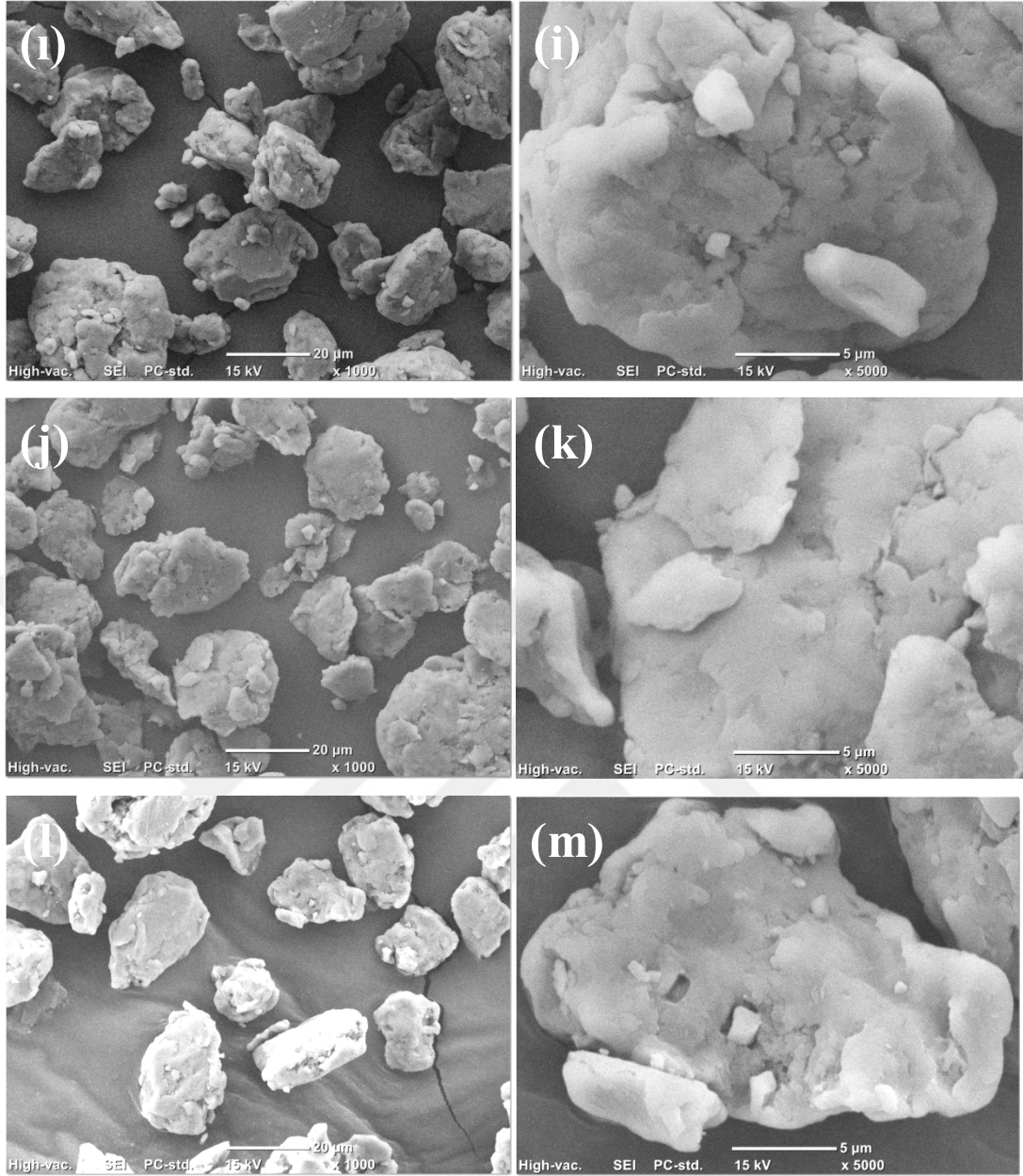
Harman karışımındaki ve çeşitli sürelerde mekanik alaşımlanmış tozların mikroyapısal karakterizasyonu SEM görüntüleri yardımıyla yapılmıştır. Al7Si bileşimindeki matrikse ait harmanlanmış, 1,2,3,4,6 ve 8 saat mekanik alaşımlanmış tozların SEM görüntüleri Şekil 6.17'de gösterilmiştir. Bu görüntülerden mekanik alaşımlama süreçlerinin her bir adımındaki toz morfolojisi değişimi görülebilmektedir.



Şekil 6.17:Al7Si bileşimindeki matrikse harmanlanmış a) 1000x b) 5000x, 1 saat MA c) 1000x d) 5000x, 2 saat MA e) 1000x f) 5000x, 3 saat MA g)1000x h) 5000x, 4 saat MA i) 1000x j) 5000x, 6 saat MA k) 1000x l) 5000x, 8 saat MA m) 5000x tozların SEM görüntüleri.



Şekil 6.17 (devamı):Al₇Si bileşimindeki matrikse harmanlanmış a) 1000x b) 5000x, 1 saat MA c) 1000x d) 5000x, 2 saat MA e) 1000x f) 5000x, 3 saat MA g)1000xh) 5000x, 4 saat MAı) 1000x i) 5000x, 6 saat MA j) 1000x k) 5000x, 8 saat MA l) 1000x m) 5000x tozların SEM görüntüleri.

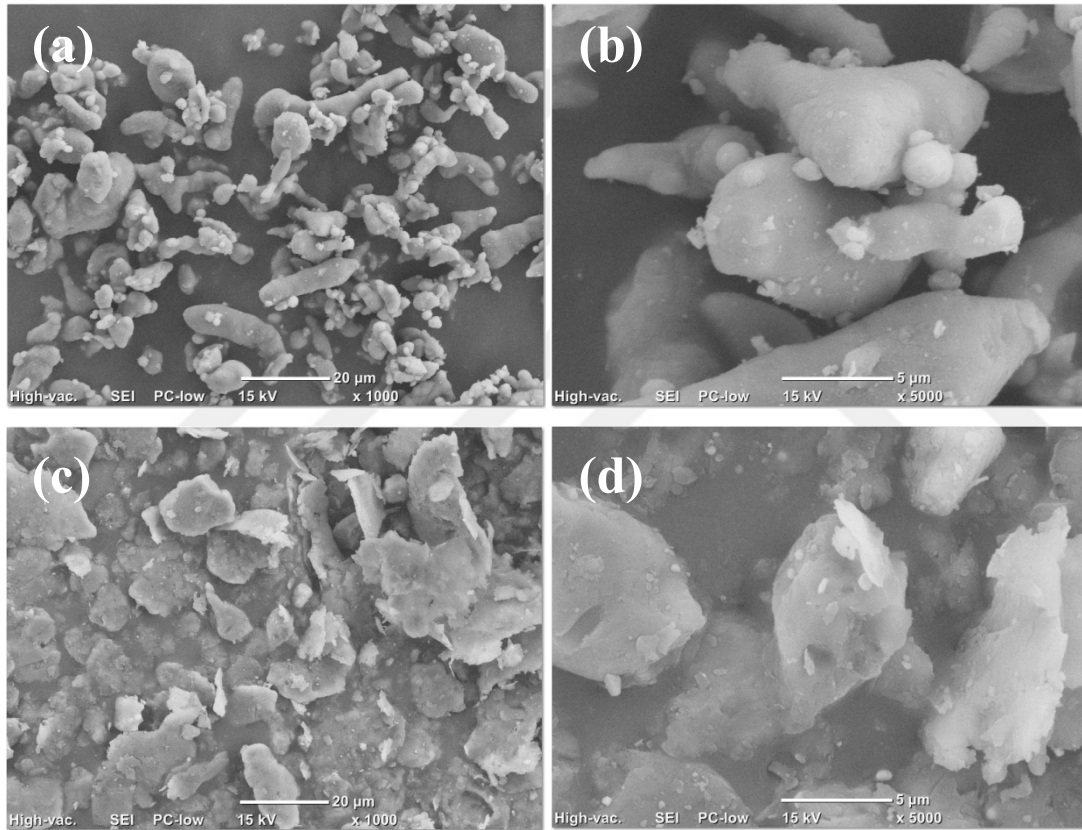


Şekil 6.17 (devamı): Al₇Si bileşimindeki matrikse harmanlanmış a) 1000x b) 5000x, 1 saat MA c) 1000x d) 5000x, 2 saat MA e) 1000x f) 5000x, 3 saat MA g) 1000x h) 5000x, 4 saat MA i) 1000x j) 5000x, 6 saat MA k) 1000x l) 5000x m) 5000x tozların SEM görüntüleri.

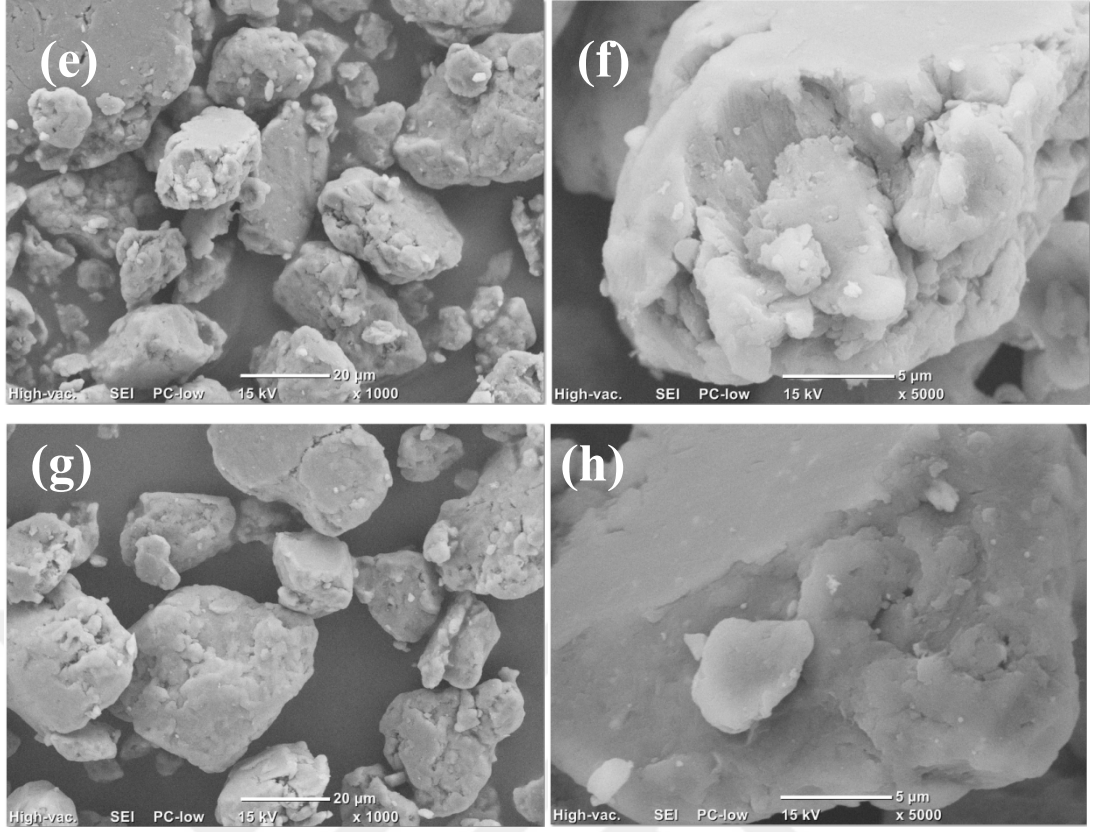
Harman karışımındaki tozlarda büyük partikül boyutlu olanlar Al tozları iken 1 saatlik ön öğütme işlemi gören Si tozları daha küçük partikül boyutuna sahip olanlardır. Al partiküllerinin sünek karakterinden dolayı Si partikülleri Al yüzeylerine fiziksel olarak tutunmuştur. Mekanik alaşımlama ile birlikte öğütme prosesi sırasında bilya-bilya ve bilya-kap arasında sıkışan sünek Al tozlarının 1 saat sonundaplastik deformasyonun etkisiyle yapraksı bir morfolojiye dönüşmektedirler. 2 saatte de benzer bir morfoloji hakimdir. 3 saatlik öğütme sonucunda yapının hem yapraksı

hem de birbirine soğuk kaynaklanmış yapraksı partiküllerin meydana getirdiği topaklar şeklinde iki farklı morfolojiye ait tozlar barındırdığı görülmüştür. Ayrıca yapıda serbest Si partikülleri görmek zorlaşmıştır. 4 saat MA'da SEM görüntüleri partiküllerin tamamen yapraksı morfolojiden arınmış eş eksenli partiküller görülmektedir. Mekanik alaşımlamanın ileri safhalarında ise soğuk kaynaklanma mekanizması kırılmaya kıyasla daha baskın hale gelmiş ve aglomerasyonlar meydana gelmektedir.

Al₇Si alaşıma sentezlenen LaB₆ pekiştiriciler eklenerek harman ve 1, 4, 8 saat mekanik alaşımlanmış tozlara ait SEM görüntüleri Şekil 6.18'de gösterilmiştir.

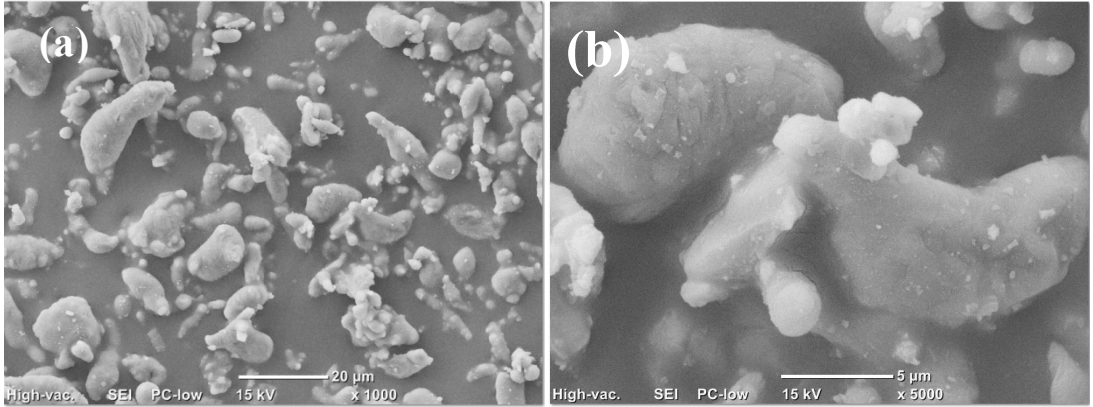


Şekil 6.18: Sentezlenen LaB₆ pekiştiricili Al₇Si Harman a) 1000x b) 5000x, 1 saat MA c) 1000x d) 5000x, 4 saat MA e) 1000x f) 5000x, 8 MA g) 1000x h) 5000x tozlarına ait SEM görüntüleri.

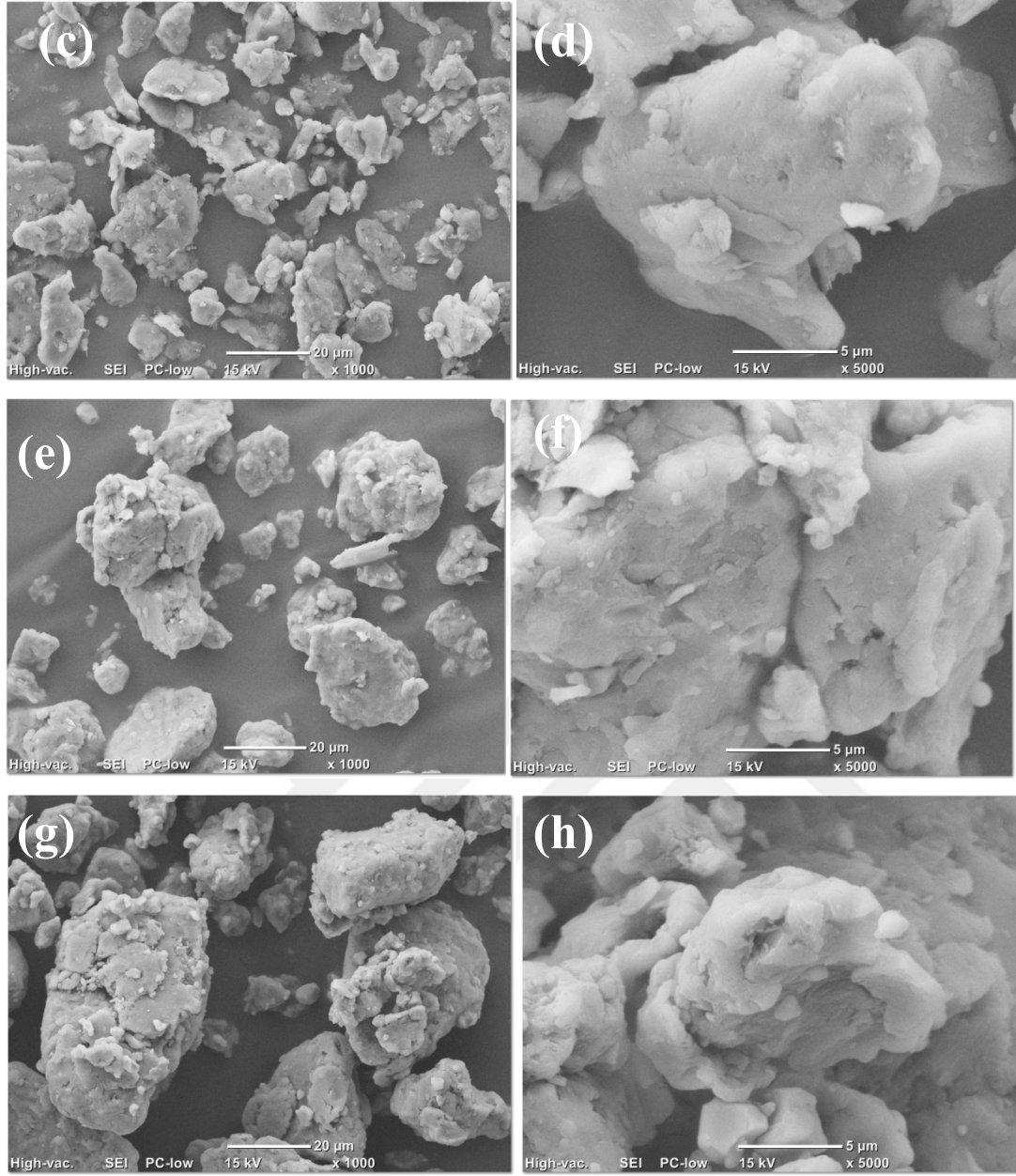


Şekil 6.18 (devamı): Sentezlenen LaB_6 pekiştiricili Al_7Si Harman a) 1000x b) 5000x, 1 saat MA c) 1000x d) 5000x, 4 saat MA e) 1000x f) 5000x, 8 MA g) 1000x h) 5000x tozlarına ait SEM görüntüleri.

Al_7Si alaşımına ticari LaB_6 pekiştiriciler eklenerek harman ve 1, 4, 8 saat mekanik alaşımlanmış tozlara ait SEM görüntüleri Şekil 6.19'da gösterilmiştir.



Şekil 6.19: Ticari LaB_6 pekiştiricili Al_7Si Harman a) 1000x b) 5000x, 1 saat MA c) 1000x d) 5000x, 4 saat MA e) 1000x f) 5000x, 8 MA g) 1000x h) 5000x tozlarına ait SEM görüntüleri.



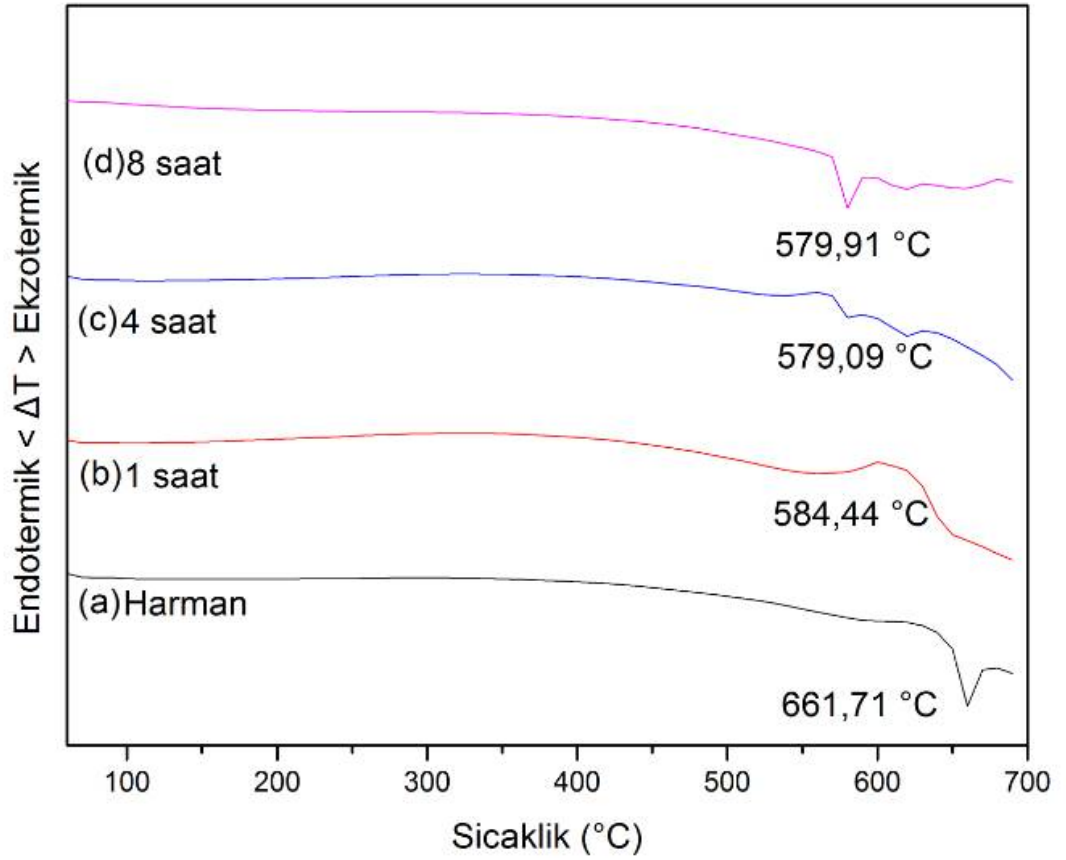
Şekil 6.19 (devamı): Sentezlenen LaB_6 pekiştiricili Al_7Si Harman a) 1000x b) 5000x, 1 saat MA c) 1000x d) 5000x, 4 saat MA e) 1000x f) 5000x, 8 MA g) 1000x h) 5000x tozlarına ait SEM görüntüleri.

LaB_6 takviyeli tozlarda partikül morfolojileri takviyesiz tozlar ile paralellik göstermektedir. Öğütme süresi arttıkça partikül morfolojileri yapraksı şekillerden eş eksenli tanelere sonra da soğuk kaynaklanmış şekle doğru değişim göstermektedir.

6.3.5 Termal analizler

MA'lanmış tozların ergime davranışının, ısıtma sırasında meydana gelebilecek tepkimelerinin yada faz dönüşümlerinin belirlenmesi için termal analizler yapılmıştır.

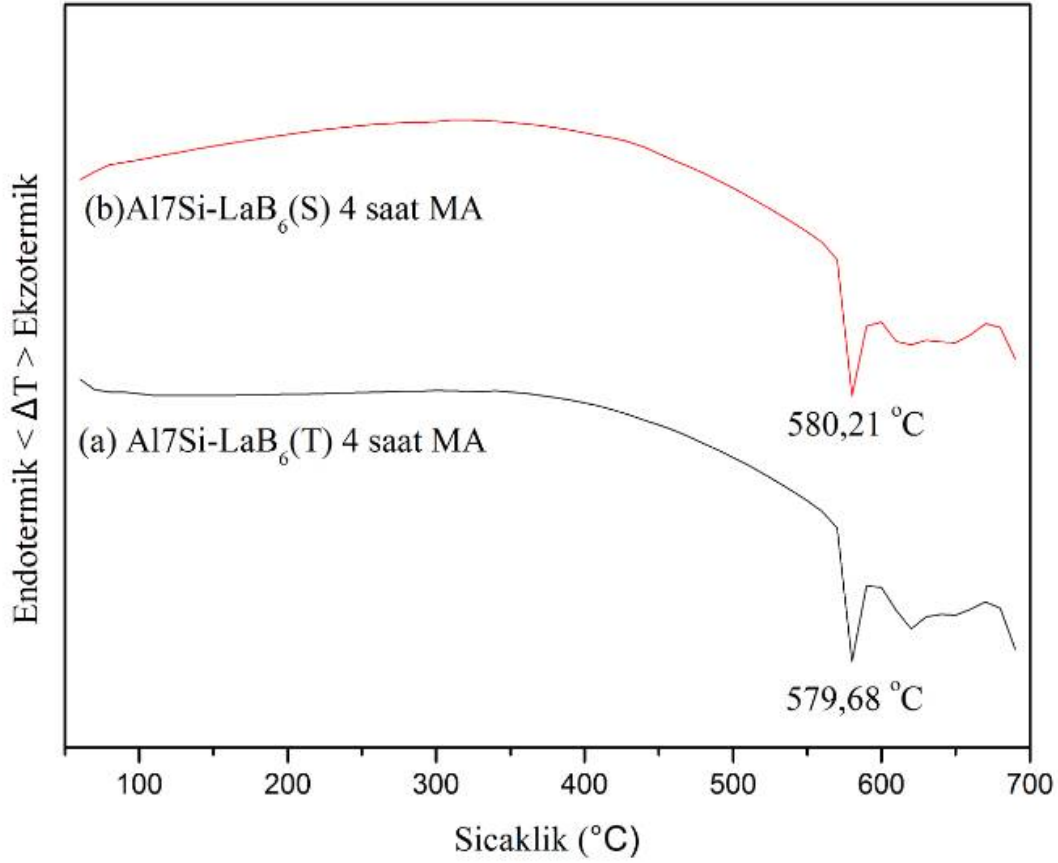
Şekil 6.20’de harman ile farklı sürelerde MA’lanmış Al7Si matriks alaşım tozlarının DTA eğrileri görülmektedir.



Şekil 6.20: (a) Harman karışımında Al7Si tozları ile (b) 1 saat, (c) 4 saat, (d) 8 saat mekanik alaşımlanmış Al7Si matriks alaşımı tozlarının DTA eğrileri.

Al-Si ikili faz diyagramında görüldüğü gibi Al’nin ergime sıcaklığı 660,68°C’dedir. Al7Si bileşimindeki harman karışımındaki numunelere ait DTA eğrilerinde de bu sıcaklığa yakın değerlerde Al’nin endotermik ergime piki görülmektedir. MA ile Al’nin içerisindeki Si çözünürlüğünün artmasıyla endotermik pikin bulunduğu ergime sıcaklığı Al-Si ötektik ergime sıcaklığı olan 577°C’ye yaklaşmaktadır. DTA sonuçlarına göre 1 saatlik MA sonucunda bile Si sıcaklığın etkisiyle Al kafesinin içerisine girerek sıcaklığı 660°C’den daha düşük değerlere çekmektedir. MA süresi arttıkça ergime sıcaklığı ötektik noktaya yaklaşmaktadır. Ayrıca ötektik altı Al7Si bileşimindeki MA’lanmış tozlarda çift endotermiler görülmüştür. İlk endotermiler: $\alpha_{Al} + Si \rightarrow \text{pre-ötektik} + Si_{IV1}$, 630°C’ler civarında görülen 2. endotermiler ise $\text{pre-ötektik} \rightarrow Si_{IV1}$ tepkimelerini ifade etmektedir. İlk endoterm yapıdan önce ötektik bileşimin, ikinci endoterm de kalan Al’nin ergidiğini göstermektedir.

Şekil 6.21’de ticari ve sentezlenen LaB_6 pekiştiricili 4 saat MA’lanmış tozlara ait DTA eğrilerinde de endotermikler Al-Si ikili faz diyagramındaki ötektik noktaya ait sıvı fazın oluşmaya başladığı 577°C sıcaklığı yönünde ötelenmiştir. Matriks tozlarının termal analiz sonuçlarıyla benzerlik göstermektedir.



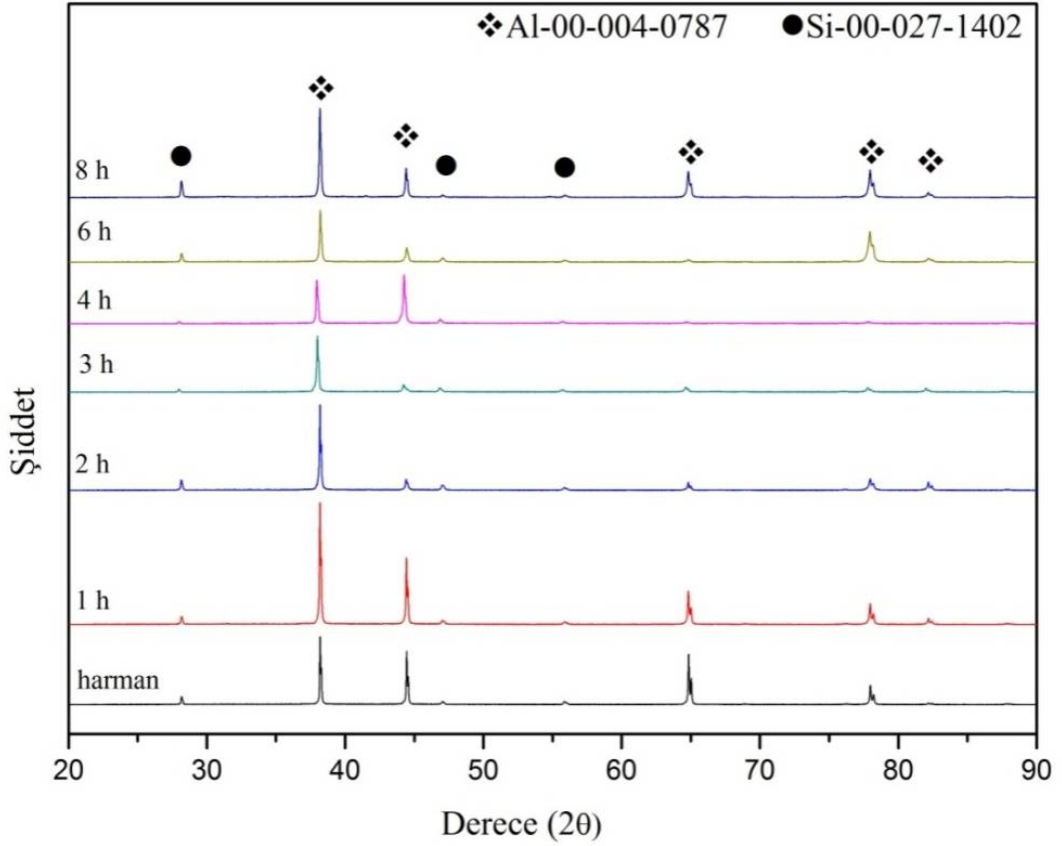
Şekil 6.21: 4 saat MA’lanmış (a) $\text{Al}_7\text{Si} - 2\text{LaB}_6$ (S), (b) $\text{Al}_7\text{Si} - 2\text{LaB}_6$ (T) tozlarının DTA eğrileri.

Sinterleme koşulları termal analizler sonucunda belirlenmiştir. Katı faz sinterlenmesi yapılabilmesi için ergime gerçekleşmemelidir. Endotermik pikler incelendiğinde katı faz sinterlemesi yapabilmek için sinterleme sıcaklığı 570°C olarak belirlenmiştir.

6.4 Sinterlenmiş Numunelerin Karakterizasyonu

6.4.1 Faz analizleri

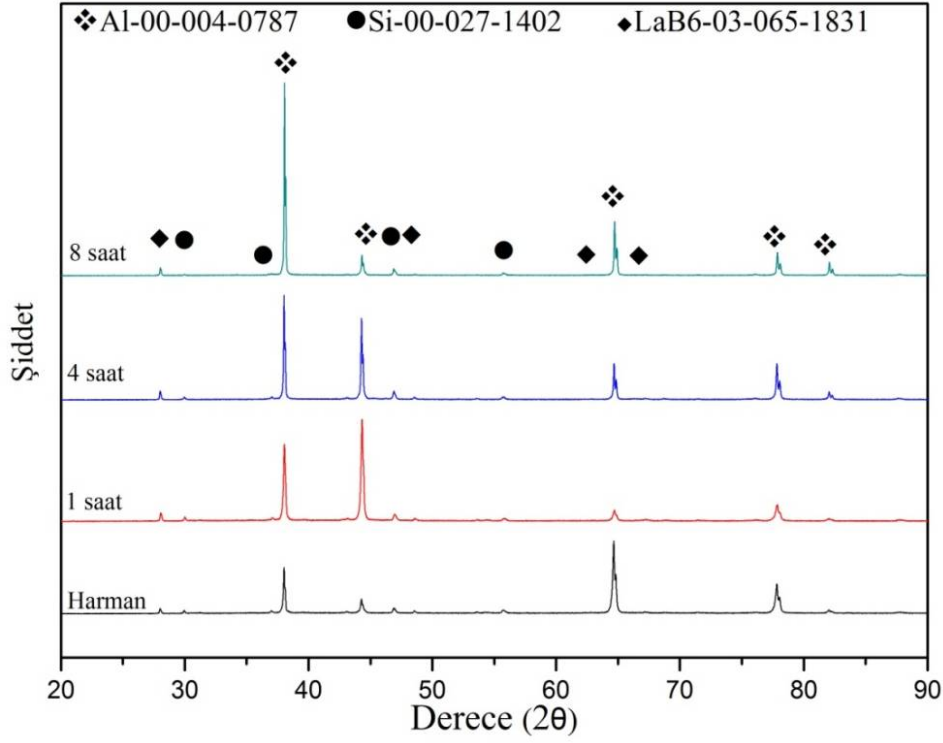
Al7Si bileşimindeki sinterlenmiş matriks numunelere ait değişen mekanik alaşımlama sürelerindeki XRD paterni Şekil 6.22’de gösterilmiştir.



Şekil 6.22: Al7Si sinterlenmiş matriks numunelerine ait değişen mekanik alaşımlama sürelerindeki XRD paterni.

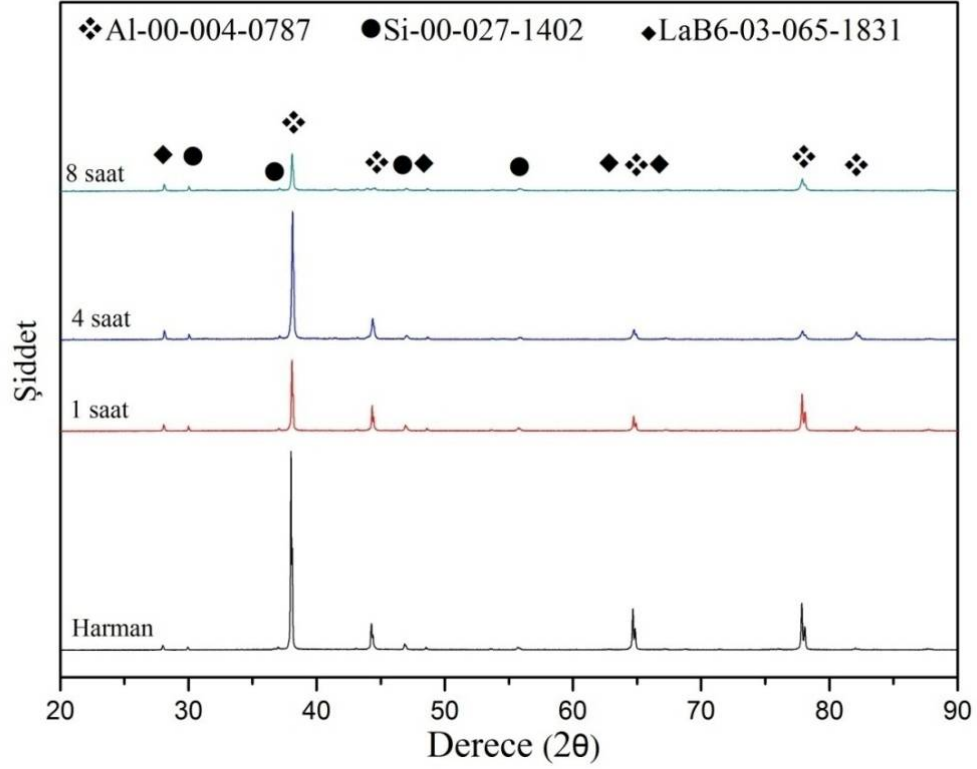
Şekil 6.22’de görülen sinterleme sonrası Al7Si matriks malzemelerine ait XRD patrinde Al ve Si dışında farklı bir faza ait piklere rastlanmamıştır. MA’lanmış tozların XRD pikleri ile kıyaslandığında sinterleme sonrasında pikler daha şiddetli ve keskin hale gelmiştir. MA süresince öğütme ortamındaki yoğun plastik deformasyon nedeniyle tozlar bünyelerinde soğuk işlem enerjisi ve buna bağlı olarak latis deformasyonu depolanmışlardır. Sinterlemem ile yapıdaki deformasyonun büyük bir kısmı uzaklaştırılmıştır.

Al₇Si matriksine ağırlık %2 sentezlenen LaB₆ eklenerek hazırlanan sinterlenmiş numunelere ait değişen mekanik alaşımlama sürelerindeki XRD paterni Şekil 6.23’de gösterilmiştir.



Şekil 6.23:Harman karışımında ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış Al₇Si-2LaB₆(S) malzemelerin sinterleme sonrası XRD paternleri.

Al₇Si matriksine ağırlık %2 ticari LaB₆ eklenerek hazırlanan sinterlenmiş numunelere ait değişen mekanik alaşımlama sürelerindeki XRD paterni Şekil 6.24’de gösterilmiştir.

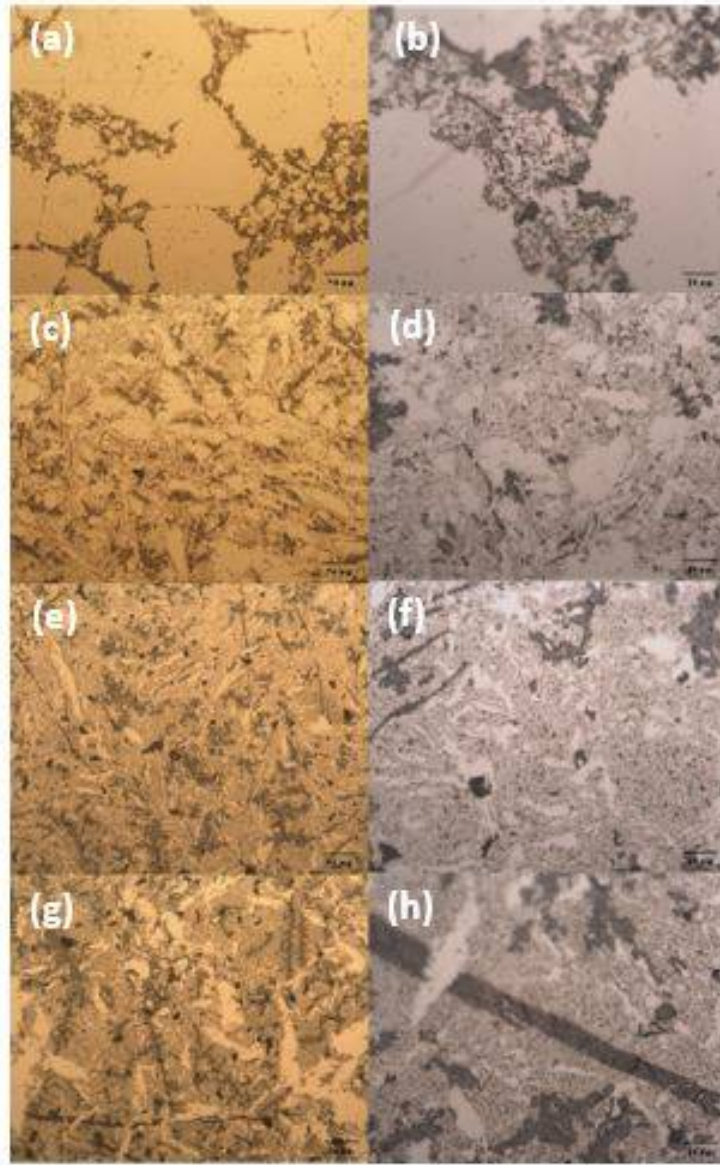


Şekil 6.24:Harman karışımında ve çeşitli sürelerde (1, 4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmış Al₇Si-2LaB₆(T) malzemelerin sinterleme sonrası XRD paternleri.

Şekil 6.22 ve 6.23 'de de görüldüğü gibi yapıda sadece Al, Si ve LaB₆ fazlarına ait pikler görülmektedir. Sinterleme sırasında LaB₆ fazı matriks içerisinde ayrıışmadan karalı faz olarak kalmış ve bileşenler arasında herhangi bir tepkime gerçekleşmemiştir.

6.4.2 Mikroyapı karakterizasyonu

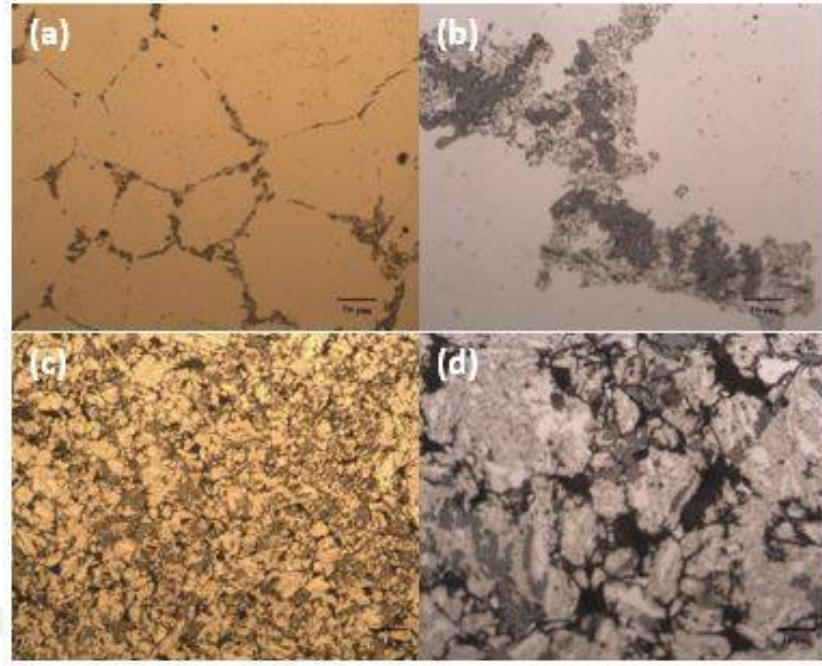
Metalografik olarak hazırlanan numunelerin mikroyapısal karakterizasyonları Optik Mikroskop (OM) ve Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Ayrıca SEM-Enerji Dağılım Spektroskopisi (EDS) cihazı kullanılarak spektral analizler gerçekleştirilmiş ve OM ve SEM görüntülerinde tespit edilen farklı faz bölgelerinde yarı-kantitatif olarak kütleli elementel analiz yapılmıştır. Şekil 6.25'de Harman karışımında veya çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş Al₇Si matriksine ait 20x ve 100x büyütmedeki OM görüntüleri bulunmaktadır.



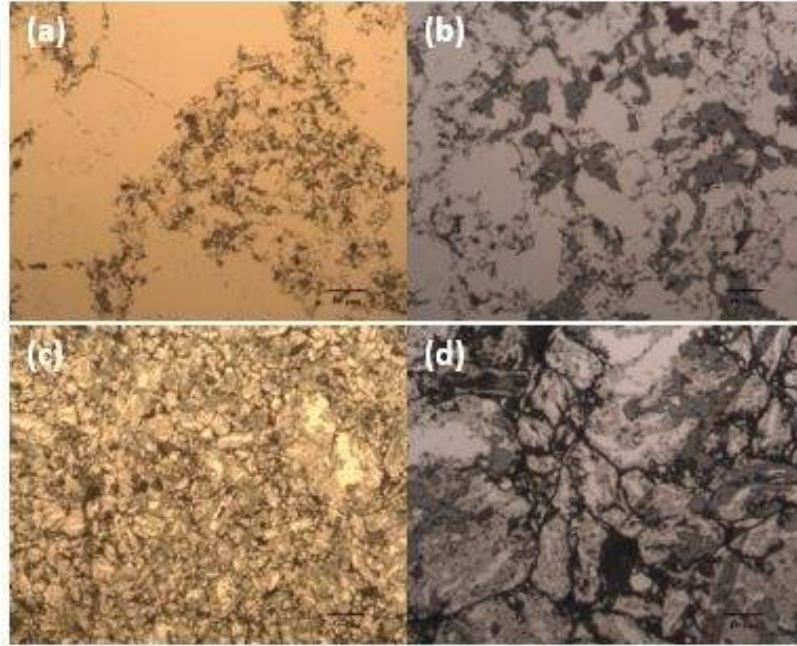
Şekil 6.25:Harman ve MA'lanmış ve sinterlenmiş Al₇Si numunelerin OM görüntüleri harman (a) 200X, (b) 1000X, 1 saat MA (c) 200X (d) 1000X, 4 saat MA (e) 200X(f) 1000X, 8 saat MA (g) 200X (h) 1000X.

OM görüntülerine bakıldığında harmanlanmış ve sinterlenmiş Al₇Si matriks kompozitlerinde koyu faz tane sınırlarında bulunmaktadır, açık renkli fazın ana matriks olan Al olduğu düşünülmektedir (Şekil 6.24(a) ve (b)), MA süresinin artmasıyla birlikte sinterlenen Al₇Si alaşımlarında koyu faz mikroyapının içerisinde homojen olarak dağılmıştır (Şekil 6.24(c),(d),(e),(f),(g) ve (h)).

Şekil 6.26 ve Şekil 6.27'de sırasıyla harman karışımında veya çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş Al₇Si-2LaB₆(S) ve Al₇Si-2LaB₆(T) numunelerine ait OM görüntüleri görülmektedir.



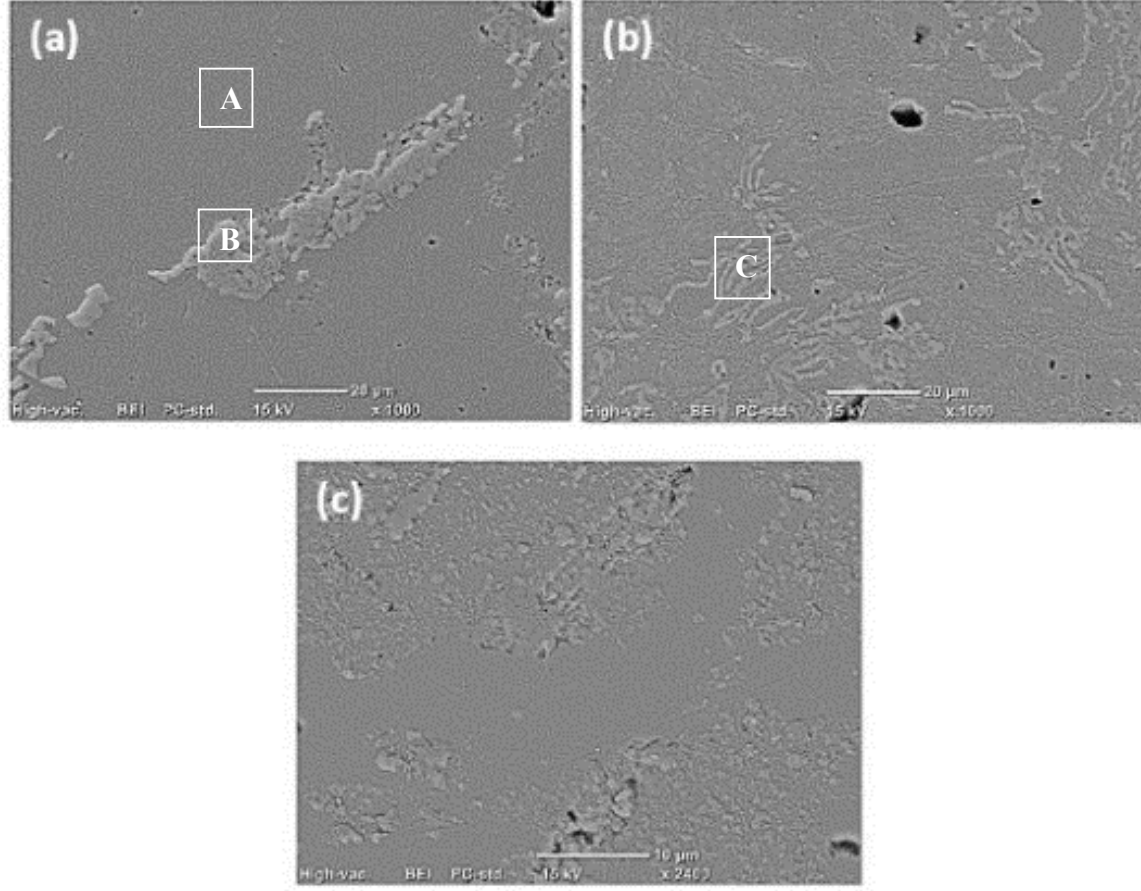
Şekil 6.26:Harman karışımında veya çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş $Al_7Si-2LaB_6(S)$ numunelerin OM görüntüleri Harman (a) 200X, (b) 1000X, 1 saat MA (c) 200X (d) 1000X, 4 saat MA (e) 200X (f) 1000X.



Şekil 6.27:Harman karışımında veya çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş $Al_7Si-2LaB_6(T)$ numunelerin OM görüntüleri Harman (a) 200X, (b) 1000X, 1 saat MA (c) 200X (d) 1000X, 4 saat MA (e) 200X (f) 1000X.

Şekil 6.27(a)'da mekanik alaşımlanmamış ve sinterlenmiş Al_7Si matriks malzemenin SEM görüntüsüne bakıldığında malzeme bünyesinde gözeneklikler göze çarpmaktadır. Ayrıca, açık renkte görülen silisyum faz bölgelerinin yapıda homojen

bir dağılım göstermeyip tane sınırlarında birikmiş olduğu görülmektedir. Şekil 6.28 (b) ve (c)'de artan mekanik alaşımlama süresi ile birlikte silisyumunun, mikroyapının içerisinde daha homojen dağılım gösterdiği görülmektedir.



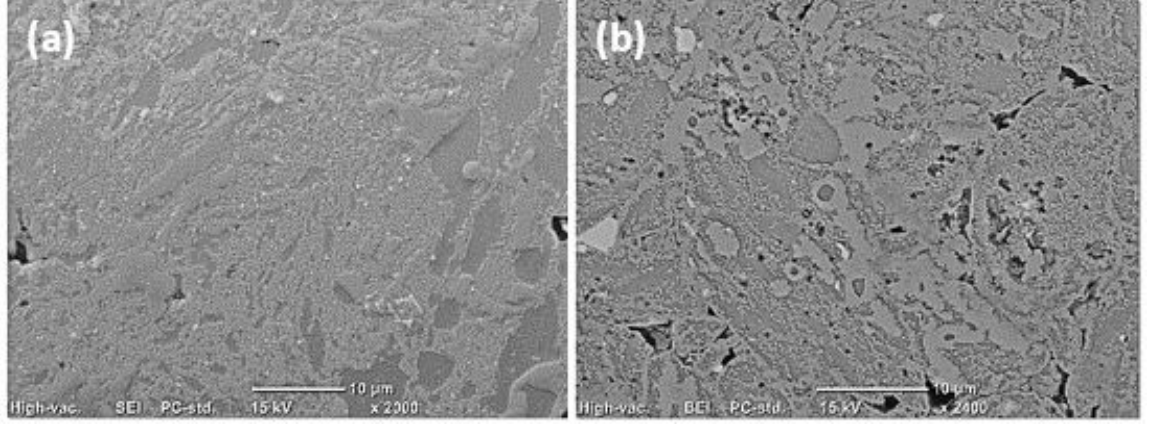
Şekil 6.28:Harman karışımında veya çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş Al₇Si matriks malzemenin SEM görüntüleri (a) Al₇Si Harman(1000X), (b) Al₇Si 4 saat MA(1000X), (c) Al₇Si 8 saat MA(2400X).

Şekil 6.28'deki SEM görüntüleri üzerindeki A, B ve C noktaları üzerinden yapılan EDS analizi sonuçları Çizelge 6.7'dedir. Harman karışımındaki numunelerde OM ve SEM görüntülerindeki ana fazın Al olduğu, tane sınırlarında ise Si ağırlıklı faz olduğu gösterilmiştir. 4 saat MA'lanmış numunede C noktasından yapılan EDS analizinde ise Al ve Si'un homojen dağıldığı bölge belirtilmiştir.

Çizelge 6.7: EDS analizi sonuçları.

Nokta	Al (ağ.%)	Si (ağ.%)
A	100	-
B	5,12	94,88
C	45,6	54,84

Şekil 6.29(a) ve (b)'de 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş $\text{Al}_7\text{Si}-2\text{LaB}_6(\text{S})$ ve $\text{Al}_7\text{Si}-7\text{LaB}_6(\text{T})$ numunelerine ait SEM görüntüleri bulunamaktadır.



Şekil 6.29:Harman karışımında veya 4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş kompozit malzemelerin SEM görüntüsü (a) $\text{Al}_7\text{Si}-2\text{LaB}_6(\text{S})$ 4 saat MA(2400X),(b) $\text{Al}_7\text{Si}-2\text{LaB}_6(\text{T})$ 4 saat MA(2400X).

4 saat MA'lanmış takviyeli kompozitlerde de fazların homojen dağılımı görülmektedir.

6.4.3 Yoğunluk ölçümleri

Harman karışımında veya MA'lanmış ve sinterlenmiş Al_7Si numunelerinin boyutsal ve Arşimet yoğunluk değerleri Çizelge 6.8'de görülmektedir.

Çizelge 6.8:Harman karışımında veya çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş Al_7Si numunelerinin boyutsal ve Arşimet yoğunluk değerleri.

Teorik Yoğunluk	MA süresi (saat)	Boyutsal Yoğunluk (g/cm^3)	Göreceli Boyutsal Yoğunluk	Arşimet Yoğunluk (g/cm^3)	Göreceli Arşimet Yoğunluğu
2,670	0	2,517	94,20	2,560	95,88
	1	2,671	99,98	2,666	99,84
	2	2,587	96,84	2,594	97,15
	3	2,564	95,99	2,614	97,89
	4	2,559	95,79	2,543	95,23
	6	2,617	97,95	2,618	98,04
	8	2,285	85,53	2,393	89,62

Mekanik alaşımlanmış kompozit malzemeler harmanlanmış malzemelere göre daha yüksek yoğunluk değerlerine sahiptirler. Artan öğütme süresiyle sinter malzemelerin yoğunluklarının azaldığı görülmektedir. 8 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş Al7Si matriks alaşımında en düşük boyutsal ve Arşimet göreceli yoğunluk değerleri elde edilmiştir. Al7Si ana matriks numunelerinde de boyutsal ve Arşimet değerleri arasında belirgin farklar görülmemektedir.

Hem boyutsal hem de Arşimet yoğunluk değerlerine göre Al7Si ana matriks sinter numunelerinin yoğunluk değerlerinin %99' a kadar arttığı görülmüştür. MA'lanmış ve sinterlenmiş numunelerde ortalama yoğunluk değerlerinin ise genellikle % 95 civarında yüksek değerlere sahip olduğu görülmektedir.

Çizelge 6.9'da harman karışımında veya çeşitli sürelerde (1,4,8 saat) MA'lanmış ve sinterlenmiş sentezlenen ve ticari LaB₆ pekiştirici takviyeli Al7Si numunelerinin boyutsal ve Arşimet yoğunluk değerleri görülmektedir. Teorik yoğunluk 2,694 g/cm³ olduğundan göreceli yoğunluk değerleri de gösterilmiştir.

Çizelge 6.9:Harman karışımında veya çeşitli sürelerde (1,4,8 saat) MA'lanmış ve sinterlenmiş sentezlenen ve ticari LaB₆ pekiştirici takviyeli Al7Si numunelerinin boyutsal ve Arşimet yoğunluk değerleri.

Malzeme	MA süresi (saat)	Boyutsal Yoğunluk (g/cm ³)	Göreceli Boyutsal Yoğunluk	Arşimet Yoğunluğu (g/cm ³)	Göreceli Arşimet Yoğunluğu
Al7Si-2LaB ₆ (S)	0	2,477	91,983	2,534	94,08
	1	2,518	93,480	2,575	95,60
	4	2,605	96,719	2,586	96,01
	8	2,552	94,763	2,564	95,19
Al7Si-2LaB ₆ (T)	0	2,029	75,344	2,330	86,50
	1	2,603	96,627	2,625	97,45
	4	2,594	96,294	2,592	96,22
	8	2,568	95,344	2,607	96,78

LaB₆ pekiştirici takviyeli Al7Si numunelerinde de yine MA süresinin artmasıyla yoğunluk değerlerinin arttığı görülmektedir (1 saat→4 saat). En yüksek %96 göreceli yoğunluk değerlerine 4 saat MA'lanmış numunelerde ulaşılmıştır. 8 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş kompozit malzemelerin göreceli yoğunluk değerleri, 4 saat

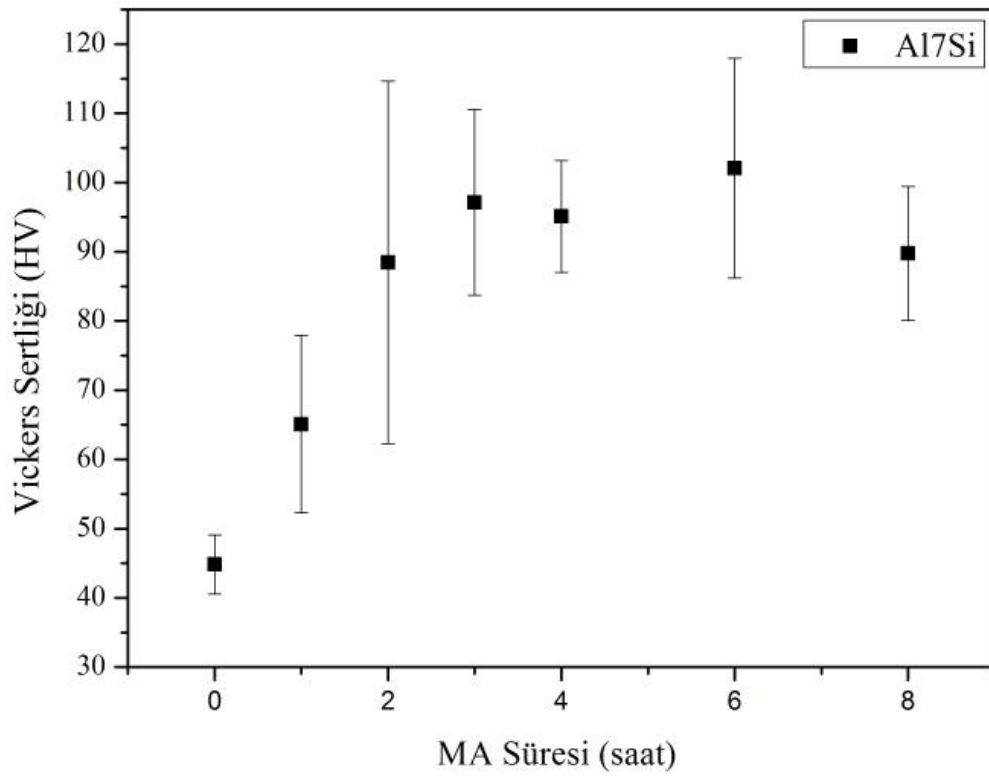
MA'lanmış malzemelere göre daha düşüktür. LaB₆ pekiştirici takviyeli Al₇Si numunelerine ait yoğunluk değerleriyle matriks numunelerine kıyasla benzerdir. Ayrıca yine boyutsal ve Arşimet yoğunluk değerleri arasında belirgin farklar bulunmamaktadır.

6.4.4 Sertlik ölçümleri

Çizelge 6.10 ve Şekil 6.30'da Al₇Si matriks alaşımı için artan MA süresinin sertliğe etkisi gösterilmiştir. Harmanlanmış ve ardından sinterlenmiş Al₇Si matriks alaşımının ortalama sertlik değeri 0,439 GPa iken, 6 saat MA'lanmış Al₇Si matriks alaşımında bu değer 1,001 GPa'a kadar yükselmiştir.

Çizelge 6.10: Harman karışımında veya çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş Al₇Si matriks alaşımlarının sertlik değerleri.

Bileşim	MA süresi	Sertlik Değeri (GPa)	Standart Sapma
Al ₇ Si	Harman	0,439	±0,042
	1 saat	0,637	±0,126
	2 saat	0,863	±0,257
	3 saat	0,952	±0,132
	4 saat	0,933	±0,079
	6 saat	1,001	±0,156
	8 saat	0,880	±0,095



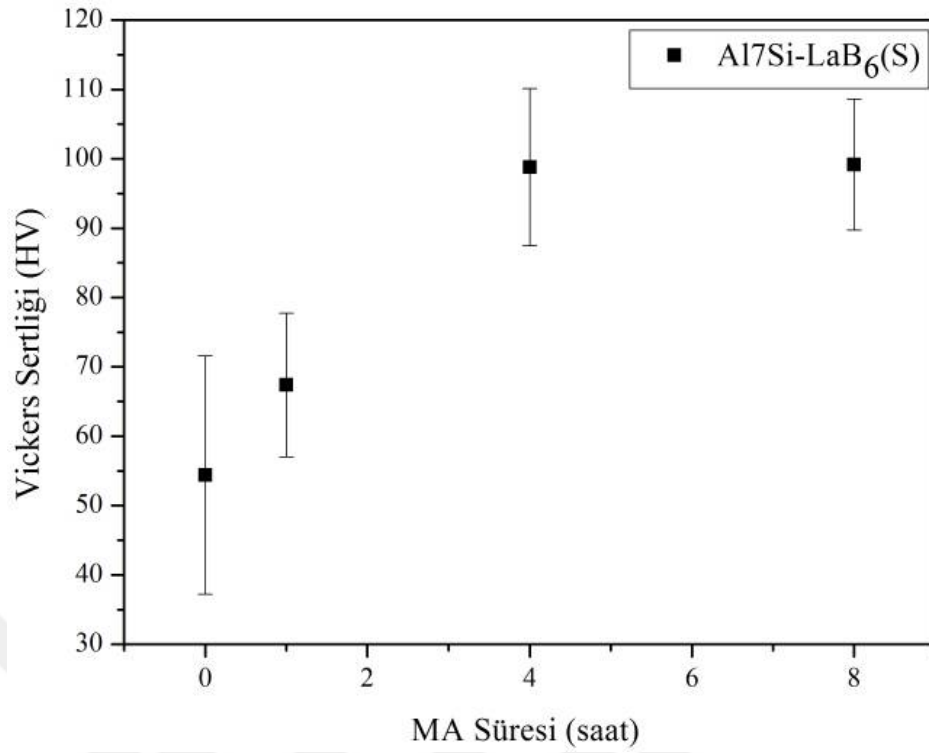
Şekil 6.30:Harman karışımında veya çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş Al7Si matriks malzemenin sertlik değişimi.

Artan mekanik alaşımlama süresiyle sertlik değerlerinin yükseldiği görülmüştür. 3 MA'lamadan sonra sertlik değerleri sabit bir değer etrafında seyretmektedir.

Çizelge 6.11, Şekil 6.31ve Çizelge 6.12 ile Şekil 6.32'de çeşitli sürelerde mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş sırasıyla Al7Si-2LaB₆ (S) ve Al7Si-2LaB₆(T) kompozit malzemeleri için sertlik değerleri gösterilmiştir.

Çizelge 6.11: Harman karışımında veya çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş Al7Si- 2LaB₆(S) kompozit malzemenin sertlik değerleri.

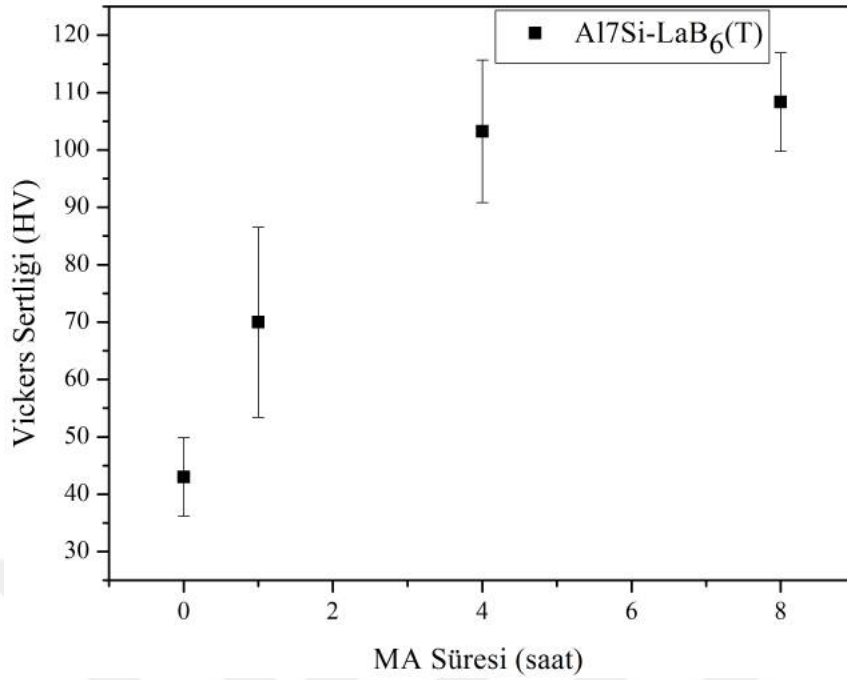
Bileşim	MA süresi	Sertlik Değeri (GPa)	Standart Sapma
Al7Si-2LaB ₆ (S)	Harman	0,533	±0,168
	1saat	0,661	±0,102
	4 saat	0,969	±0,111
	8 saat	0,973	±0,092



Şekil 6.31:Harman karışımında veya çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş Al7Si- 2LaB₆(S) kompozit malzemenin sertlik değişimi.

Çizelge 6.12: Harman karışımında veya çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş Al7Si- 2LaB₆(T) kompozit malzemenin sertlik değerleri.

Bileşim	MA süresi	Sertlik Değeri (GPa)	Standart Sapma
Al7Si-2LaB ₆ (T)	Harman	0,422	±0,067
	1 saat	0,686	±0,162
	4 saat	1,012	±0,121
	8 saat	1,063	±0,084



Şekil 6.32:Harman karışımında veya çeşitli sürelerde MA'lanmış ve sinterlenmiş Al7Si- 2LaB₆(T) kompozit malzemenin sertlik değişimi.

Şekil 6.31 ve 6.32 ve Çizelge 6.12 ve 6.13 verileri doğrultusunda; 4 saat mekanik alaşımlanmış Al7Si matris numunesi ele alındığında ortalama sertlik değeri 0,933 GPa iken Al7Si matrise kütlece %2 sentezlenen LaB₆ ilave edildiğinde 0,969 GPa, ticari LaB₆ ilave edildiğinde ise 1,02 GPa değerleri ölçülmüştür. Ticari ve sentezlenen LaB₆ pekiştiricili kompozit malzemelerin sertlik değerlerinin arttığı görülmüştür. En yüksek sertlik değerine Al7Si-2LaB₆ (T) bileşimindeki 8 saat MA'lanmış kompozitte ulaşılmıştır. Artan mekanik alaşımlama süresiyle sertlik değerlerinin arttığı da görülmüştür.

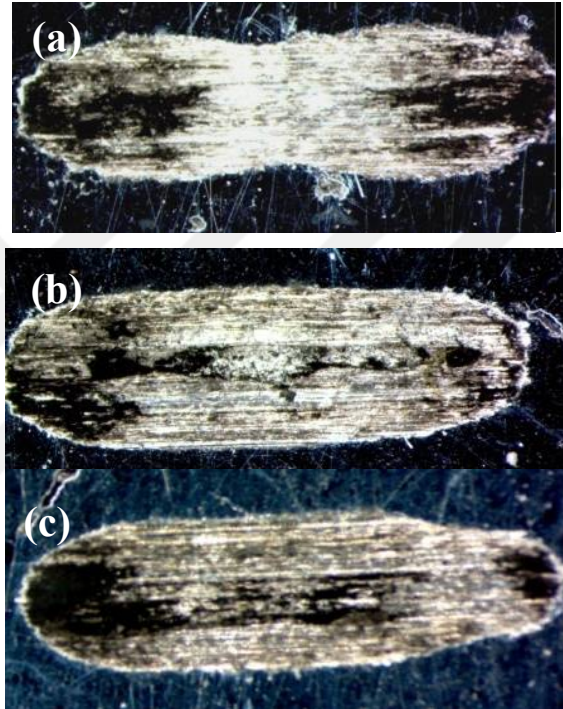
6.4.5Aşınma analizi

Başlangıç ve farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş matris alaşımlarına 3N yük altında yapılan aşınma testi sonuçlarını değerlendirmek için aşınma izlerinin Stereo Mikroskop ve SEM görüntüleri alınmıştır. Ayrıca optik profilometre yardımıyla aşınma sırasında kaybolan hacim hesaplanmış ve sonuçlar Çizelge 6.13'de gösterilmiştir.

Çizelge 6.13: Harman karışımında ve farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş matriks alaşımlarının aşınma değerleri.

Numune	Aşınma Hızı (mm^3/mm)
Al7Si-Harman	$1,37 \times 10^{-5}$
Al7Si-4h	$1,98 \times 10^{-5}$
Al7Si-8h	$1,51 \times 10^{-5}$

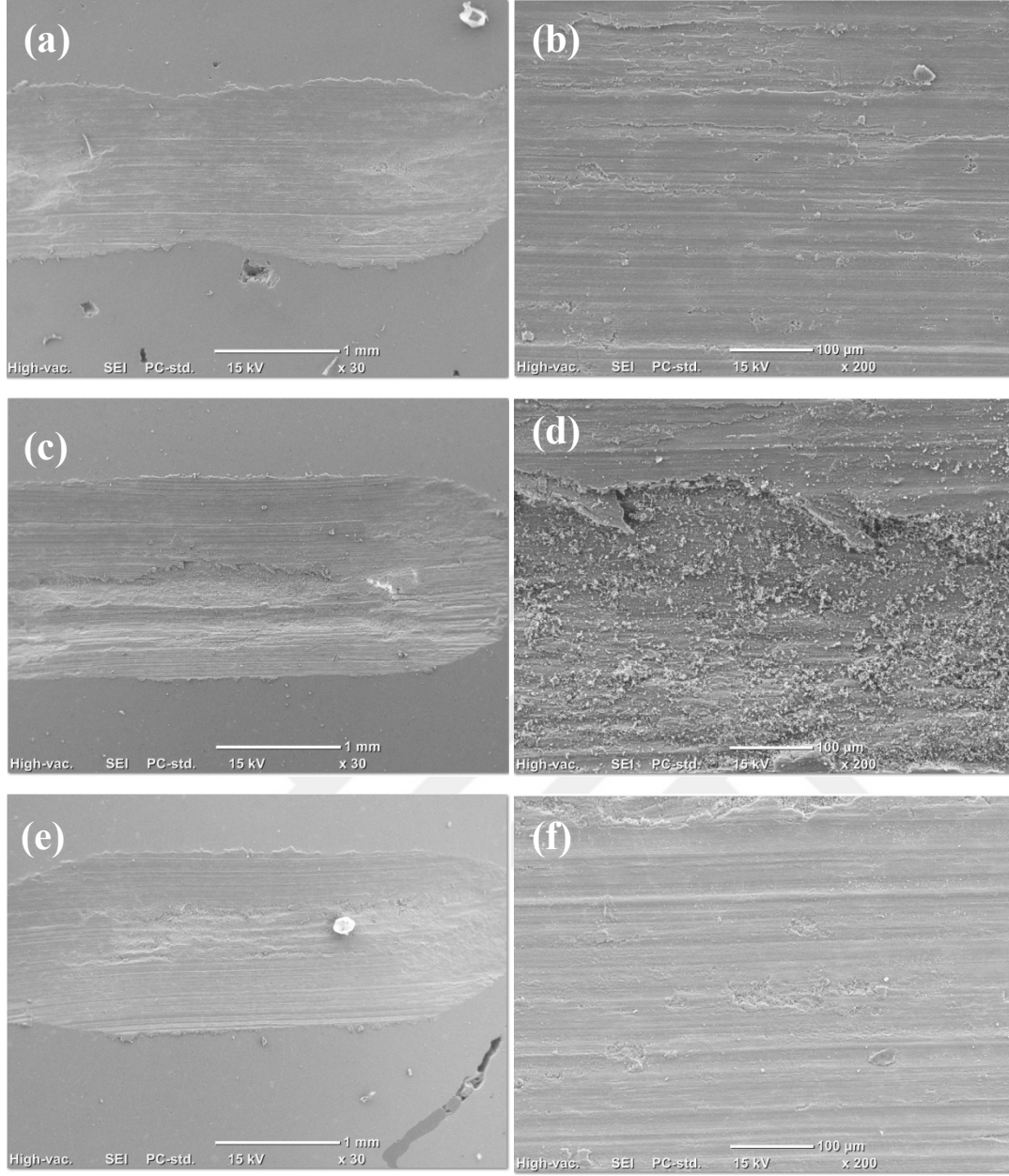
Şekil 6.33’de Al7Si matriks alaşımlarının aşınma yüzeylerine ait stereo mikroskop görüntüleri görülmektedir.



Şekil 6.33: Sinterlenmiş Al7Si matriks malzemelerinin aşınma yüzeylerine ait stereo mikroskop görüntüleri a) Harman b) 4 saat MA c) 8 saat MA

Şekil 6.34 ’de Al7Si matriks alaşımlarının aşınma yüzeylerine ait SEM görüntüleri bulunmaktadır.

Şekil 6.33 ve 6.34’de görüldüğü gibi özellikle harman numunesinin yüzeyine ait aşınma izi genişliğinin yer yer farklılık göstermesinin nedeni numunenin homojen yapıda olmamasıdır. 4 ve 8 saat MA’lanmış numunelerde homojen iz genişliği görüldüğünden artan MA süresi ile homojen bir yapı elde edilmiştir.



Şekil 6.34: Harman karışımında ve farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al7Si matriks malzemenin aşınma yüzeylerine ait SEM görüntüleri (a) Harman (30X), (b) Harman (200X), (c) 4 saat MA (50X), (d) 4 saat MA (200X), (e) 8 saat MA (50X), (f) 8 saat MA (200X).

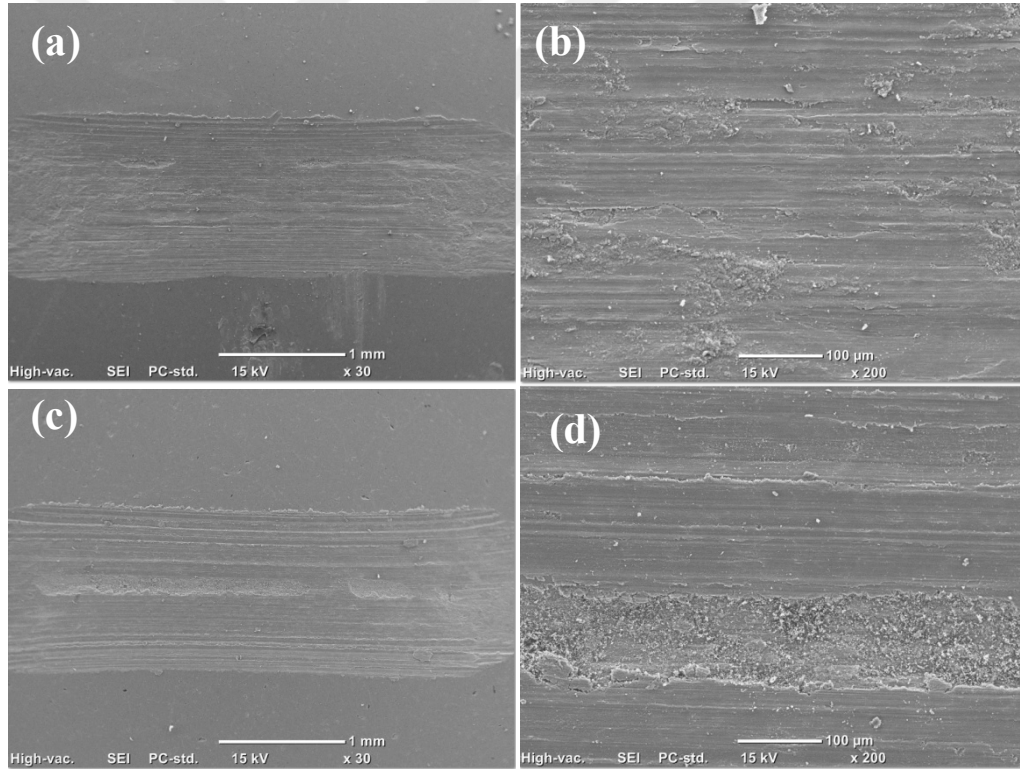
Çizelge 6.14’de farklı borür pekiştirici takviyeler içeren Al7Si kompozit malzemelerine ait aşınma testi sonucunda kaybolan hacim miktarları verilmiştir.

Çizelge 6.14: 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al₇Si-2LaB₆ (T), LaB₆ (S) , hibrit kompozit malzemelerin aşınma değerleri.

Malzeme	MA süresi (saat)	Aşınma Hızı (mm ³ /mm)
Al ₇ Si-LaB ₆ (T)	4	0,98x10 ⁻⁵
Al ₇ Si-LaB ₆ (S)	4	1,20x10 ⁻⁵

4 saat mekanik alaşımlanmış matriks numunesi ile kıyaslandığında her bir takviye aşınma miktarını azaltarak aşınma direncini arttırmıştır. En yüksek değer ticari LaB₆ ilavesiyle elde edilmiştir.

Şekil 6.35’de 4 saat MA’lanmış ve sinterlenmiş LaB₆(T), LaB₆(S)pekiştiricili Al₇Si bileşimindeki kompozit malzemelerin aşınma yüzeylerine ait SEM görüntüleri gösterilmiştir.



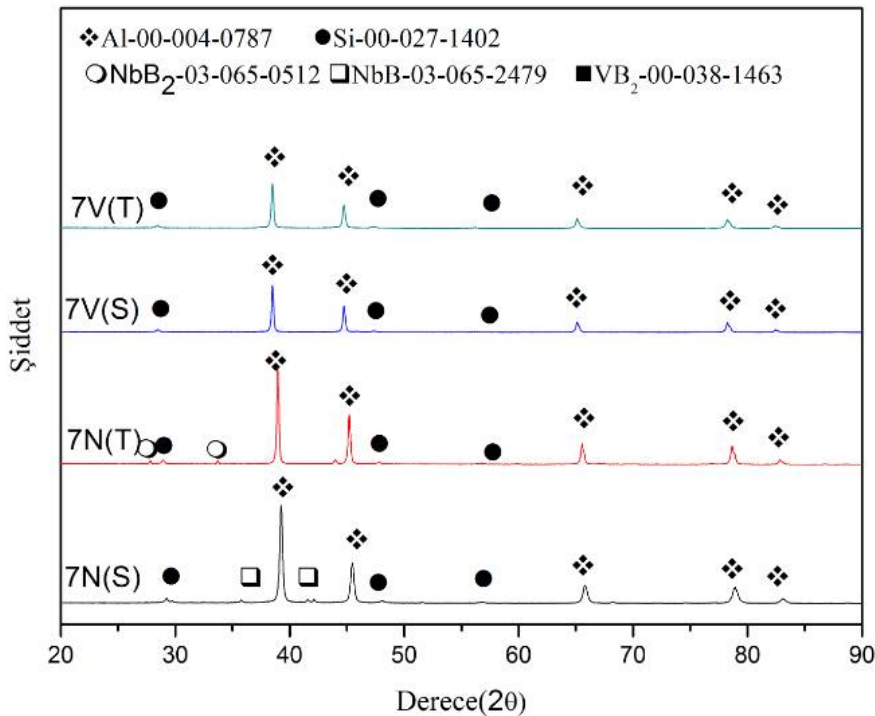
Şekil 6.35:4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş kompozit malzemelerin aşınma yüzeylerine ait SEM görüntüleri (a) Al₇Si-2LaB₆(T) (30X), (b) Al₇Si-2LaB₆(T) (200X) (c) Al₇Si-2LaB₆(S) (30X) (d) Al₇Si-2LaB₆(S) (200X).

Şekil 6.35’e göre yüksek aşınma direnci değerine sahip numunelerin aşınma izlerinin boyutlarının homojen ve aşınma izi genişliklerinin 4 saat MA’lanmış ve sinterlenmiş Al₇Si matriks alaşımlarının aşınma iz genişliğine göre daha dar olduğu görülmektedir.

6.6 Optimize Edilmiş Koşullarda Ticari NbB₂, VB ve Sentezlenen Nb_xB_y, V_xB_y Pekiştiricili Al₇Si Bileşimindeki Hibrit Kompozitlerin Geliştirilmesi

Yukarıdaki çalışma sonucunda Al₇Si matriksi için 4 saat MA süresi optimum süre olarak seçilebilmektedir. Çünkü MA süreçleri incelendiğinde 4 saat MA ile yapraksı morfolojiden uzak homojen yapıda soğuk kaynaklanmış partiküller elde edilebilmiştir. Ayrıca 4 saat civarındaki MA sürelerinde sertlik değerleri sabit bir değer etrafında ölçülmektedir. Özellikle LaB₆ pekiştiricili numunlerde görüldüğü gibi en yüksek yoğunluk değerleri de 4 saat MA ile elde edilmiştir. Al₇Si matriks alaşımına NbB₂ (T), NbB-NbB₂-Nb₃B₄ (S), VB(T), VB-VB-V₃B₄ (S) pekiştiriciler eklenerek Al₇Si-2Nb_xB_y(S), Al₇Si-2 NbB₂(T), Al₇Si-2V_xB_y(S), Al₇Si-2VB(T) bileşimindeki hibrit kompozitleri yukarıdaki deneysel çalışmalarda belirtilen koşullarda MA ve sinterleme süreçlerini takip ederek üretilmiştir. Toz ve sinterlenmiş numune karakterizasyonları yine yukarıda belirlenen şartlarda sırasıyla gerçekleştirilmiş ve sonuçlar paylaşılmıştır.

4 saat MA'lanmış Al₇Si-2Nb_xB_y(S), Al₇Si-2 NbB₂(T), Al₇Si-2V_xB_y (S), Al₇Si-2VB (T) hibrit kompozitlerinin XRD paternleri Şekil 6.36'da gösterilmiştir.



Şekil 6.36: 4 saat mekanik alaşımlanmış Nb_xB_y(S), NbB₂(T), V_xB_y (S), VB (T) pekiştiricili Al₇Si kompozit tozlarının XRD paternleri.

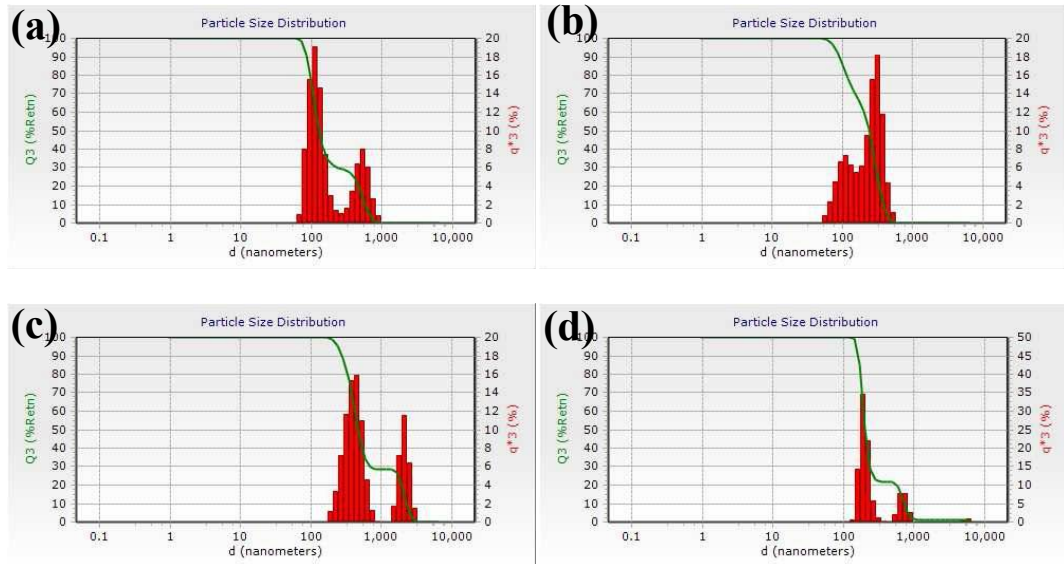
4 saat MA'lanmış farklı borür takviyeli tozların ölçülen kristalit boyutu ve latis deformasyonu değerleri aşağıdaki Çizelge 6.15 üzerinde gösterilmiştir.

Çizelge 6.15: 4 saat mekanik alaşımlanmış Al₇Si-2Nb_xB_y (S), Al₇Si-2 NbB₂(T), Al₇Si-2V_xB_y (S), Al₇Si-2VB (T) sistemlerinde öğütme süresine göre Al'nin kristalit boyutunun ve latis deformasyonu değerinin değişimi.

Bileşim	MA süresi (saat)	Kristalit Boyutu (nm)	Latis Deformasyonu (%)
Al ₇ Si - 2Nb _x B _y (S)	4	47,56	0,454
Al ₇ Si - 2NbB ₂ (T)	4	126,66	0,180
Al ₇ Si - 2V _x B _y (S)	4	81,56	0,265
Al ₇ Si - 2VB (T)	4	67,93	0,326

4 saat mekanik alaşımlanmış Nb_xB_y (S), NbB₂(T), V_xB_y (S), VB (T) takviyeli Al₇Si sistemlerinde öğütme süresine göre Al'nin kristalit boyutu ve latis deformasyonları arasında ters bir korelasyon bulunduğu görülmektedir.

Çeşitli sürelerde mekanik alaşımlanmış Al₇Si-2NbB₂ (T), Al₇Si-2(NbB-NbB₂-Nb₃B₄) (S), Al₇Si-2VB(T), Al₇Si-2(VB-VB-V₃B₄) (S) tozlarına ait hacimsel partikül boyut dağılımları Şekil 6.37'de, ortalama partikül boyutları Çizelge 6.16'da bulunmaktadır.



Şekil 6.37: 4 saat MA'lanmış a) Al₇Si-2Nb_xB_y (S), b) Al₇Si-2 NbB₂ (T), c) Al₇Si-2V_xB_y (S), d) Al₇Si-2VB(T) tozlarına ait partikül boyut dağılımları.

Çizelge 6.16: 4 saat MA'lanmış a) Al7Si-2V_xB_y (S), b) Al7Si-2 NbB₂ (T), c) Al7Si-2V_xB_y (S), d) Al7Si-2VB(T) tozlarına ait ortalama partikül boyutları.

Malzeme	MA süresi (saat)	Ortalama Partikül Boyutu (μm)
Al7Si - 2Nb _x B _y (S)	4	0,413
Al7Si -2 NbB ₂ (T)	4	0,237
Al7Si -2V _x B _y (S)	4	0,899
Al7Si - 2 VB (T)	4	0,376

Partikül boyutu değerleri ile takviye malzemeler arasında herhangi bir korelasyon tespit edilememiştir. Partikül boyutu değişimi üzerinde öğütme süresi etkili bir parametredir.

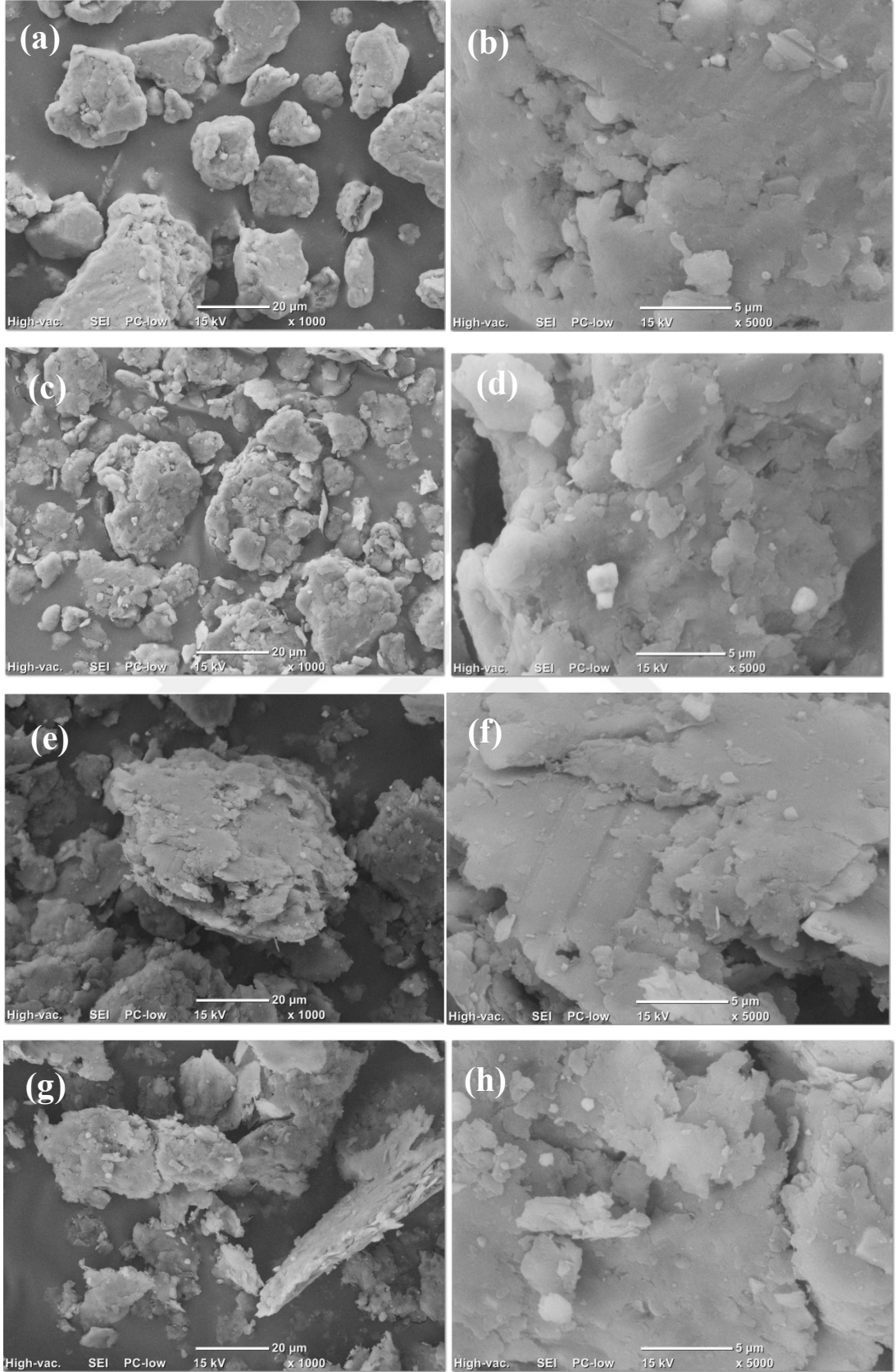
Çizelge 6.17'da borür takviyeli ve 4 saat sürelerde mekanik alaşımlanmış Al7Si ve tozların Brunauer-Emmett-Teller (BET) Yüzey Alanı Analizi yöntemiyle ölçülen yüzey alanı değerleri gösterilmiştir.

Çizelge 6.17: Al7Si matrislerine farklı borür takviyeleriyle 4 saat mekanik alaşımlanmış tozların yüzey alanı ölçümleri.

Kompozisyon	MA süresi (saat)	Yüzey alanı (m ² /g)
Al7Si- 2Nb _x B _y (S)	4	0,72
Al7Si-2NbB ₂ (T)	4	6,52
Al7Si- 2V _x B _y (S)	4	5,63
Al7Si-2VB (T)	4	6,58

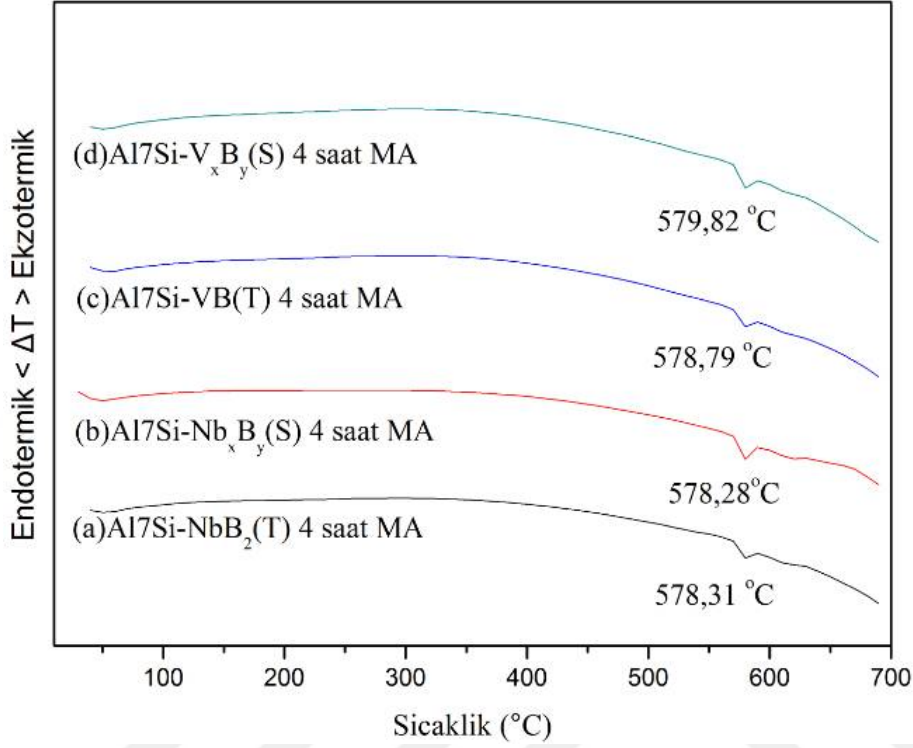
Borür pekiştiricili matris tozları arasında değerlendirme yapılacak olursa, özellikle NbB₂ (T) takviyeli Al7Si tozları için 6,52 m²/g ve VB(T) takviyeli Al7Si tozları için 6,58 m²/g ile en yüksek yüzey alanı değerleri elde edilmiştir. Kompozisyona ve takviye cinsine bağlı olarak yüzey alanı değerleri için herhangi bir eğilim ya da korelasyon yapmak mümkün değildir.

Al7Si alaşımına NbB₂ (T), NbB-NbB₂-Nb₃B₄ (S), VB(T), VB-VB-V₃B₄ (S) pekiştiriciler eklenerek harman ve 1, 4, 8 saat mekanik alaşımlanmış tozlara ait SEM görüntüleri Şekil 6.38'de gösterilmiştir.



Şekil 6.38: 4 saat MA'lanmış a) $\text{Al}_7\text{Si}-2\text{Nb}_x\text{B}_y$ (1000x) b) $\text{Al}_7\text{Si}-2\text{Nb}_x\text{B}_y$ (5000x) c) $\text{Al}_7\text{Si}-2\text{NbB}_2$ (1000x) d) $\text{Al}_7\text{Si}-2\text{NbB}_2$ (5000x) e) $\text{Al}_7\text{Si}-2\text{V}_x\text{B}_y$ (1000x) f) $\text{Al}_7\text{Si}-2\text{V}_x\text{B}_y$ (5000x) g) $\text{Al}_7\text{Si}-2\text{VB}$ (1000x) h) $\text{Al}_7\text{Si}-2\text{VB}$ (1000x) tozlarına ait SEM görüntüleri.

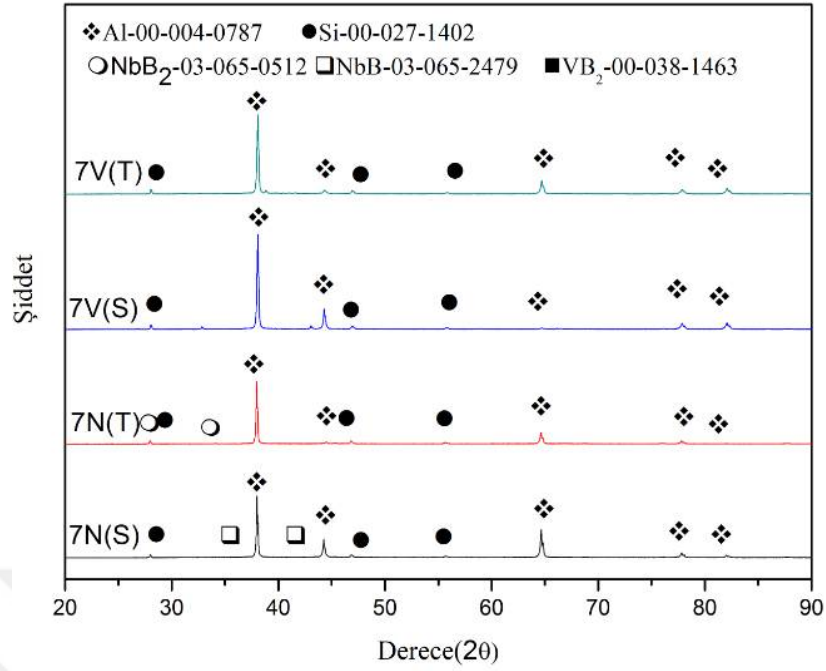
4 saat MA'lanmış NbB_2 (T), $\text{NbB-NbB}_2\text{-Nb}_3\text{B}_4$ (S), VB(T), VB-VB- V_3B_4 (S) pekiştiricili Al_7Si bileşimindeki tozların termal analiz sonuçları Şekil 6.39'da gösterilmiştir.



Şekil 6.39: (a) $\text{Al}_7\text{Si} - 2\text{Nb}_x\text{B}_y$ (S), (b) $\text{Al}_7\text{Si} - 2\text{NbB}_2$ (T), (c) $\text{Al}_7\text{Si} - 2\text{V}_x\text{B}_y$ (S), (d) $\text{Al}_7\text{Si} - 2\text{VB(T)}$ tozlarının DTA eğrileri.

4 saat MA ile endotermik pikin 578°C 'lere kaydığı görülmüştür. Takviye türü ile endotermik pik sıcaklığı arasında ilişki kurulmamıştır.

Al-ağ.%7Si matrisine ağ.%2 sentezlenen $\text{NbB-NbB}_2\text{-Nb}_3\text{B}_4$, ticari NbB_2 , sentezlenen VB-VB₂- V_3B_4 , ticari VB eklenerek 4 saat MA'lanan ve sinterlenen numunelere ait değişen mekanik alaşımlama sürelerindeki XRD paterni Şekil 6.40'da gösterilmiştir.



Şekil 6.40:4 saat mekanik alaşımlanmış sentezlenen Nb_xB_y , ticari NbB_2 , sentezlenen V_xB_y , ticari VB pekiştirici takviyeli Al_7Si malzemelerin sinterleme sonrası XRD paternleri.

4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş NbB_2 (T), $NbB-NbB_2-Nb_3B_4$ (S), VB(T), VB-VB- V_3B_4 (S) pekiştiricili Al_7Si bileşimindeki kompozit malzemelere ait boyutsal ve Arşimet yoğunluk değerleri Çizelge 6.18'de verilmiştir.

Çizelge 6.18:4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş NbB_2 (T), Nb_xB_y (S), VB(T), VB-VB- V_3B_4 (S) pekiştiricili Al_7Si bileşimindeki kompozit malzemelere ait boyutsal ve Arşimet yoğunluk değerleri.

Bileşim	MA süresi (saat)	Boyutsal Yoğunluk (g/cm^3)	Göreceli Boyutsal Yoğunluk	Arşimet Yoğunluğu (g/cm^3)	Göreceli Arşimet Yoğunluğu
$Al_7Si-2Nb_xB_y$ (S)	4	2,57	95,20	2,57	95,23
$Al_7Si-2NbB_2$ (T)	4	2,67	98,67	2,64	97,50
$Al_7Si-2V_xB_y$ (S)	4	2,66	98,48	2,55	94,53
$Al_7Si-2VB$ (T)	4	2,56	94,80	2,58	95,55

4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş farklı borür takviyeli kompozit malzelerin Arşimet ve boyutsal yoğunluk değerleri ortalama %95 göreceli yoğunluk değerine sahiptirler. En yüksek yoğunluk değerine Ticari NbB₂ takviyesiyle ulaşılmıştır.

Çizelge 6.19'da optimize edilmiş sürede (4 saat) mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş sırasıyla Al₇Si-2Nb_xB_y (S), Al₇Si-2NbB₂ (T), Al₇Si-2V_xB_y (S) ve Al₇Si-2VB(T) kompozit malzemeleri için sertlik değerleri gösterilmiştir.

Çizelge 6.19: 4 saat MA'lanmış ve sinterlenmiş Al₇Si-2Nb_xB_y (S), Al₇Si-2NbB₂ (T), Al₇Si-2V_xB_y (S) ve Al₇Si-2VB(T) kompozit malzemenin sertlik değerleri.

Bileşim	MA süresi (saat)	Sertlik Değeri (GPa)	Standart Sapma
Al ₇ Si-2Nb _x B _y (S)	4	0,878	±0,083
Al ₇ Si-2NbB ₂ (T)	4	1,140	±0,155
Al ₇ Si-2V _x B _y (S)	4	1.040	±0,117
Al ₇ Si-2VB (T)	4	0,865	±0,247

Sentezlenen takviyeleriyle sentezlenen kompozitlerde matriks alaşımına kıyasla yüksek sertlik değerleri elde edilememiştir.

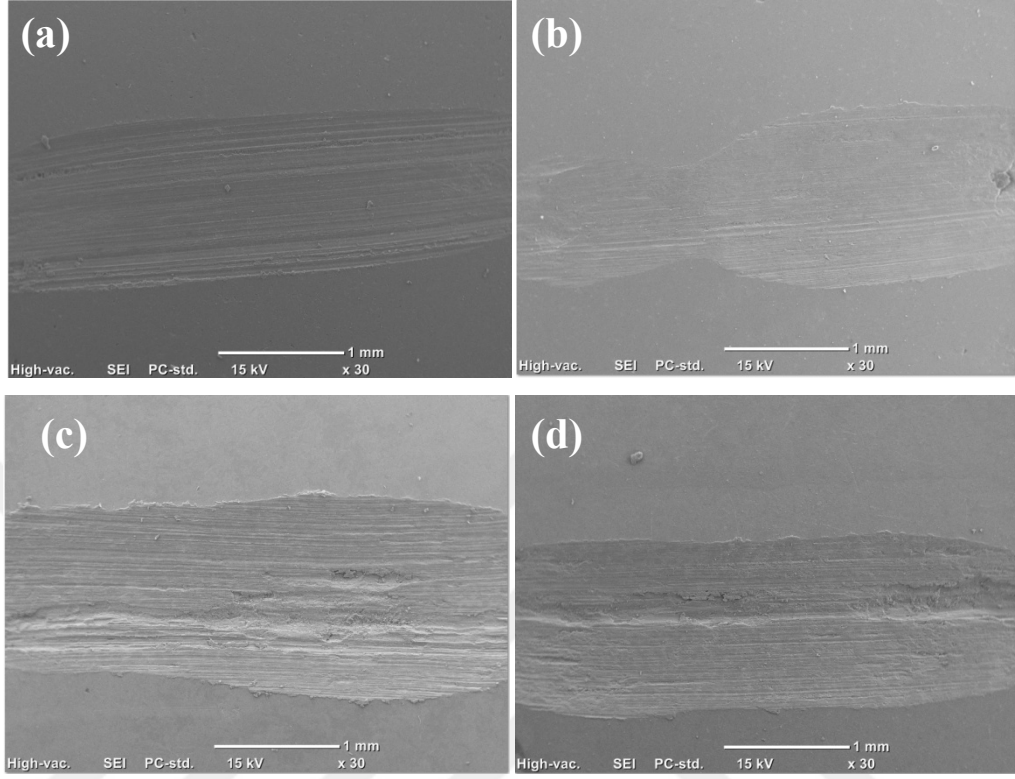
Çizelge 6.20'de farklı borür pekiştirici takviyeler içeren Al₇Si kompozit malzemelerine ait aşınma testi sonucunda aşınma hızı değerleri verilmiştir.

Çizelge 6.20: 4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş Al₇Si-2 NbB₂ (T), Nb_xB_y (S), VB (T), V_xB_y (S)) kompozit malzemelerin aşınma değerleri.

Malzeme	MA süresi (saat)	Aşınma Hızı (mm ³ /mm)
Al ₇ Si-NbB-NbB ₂ -Nb ₃ B ₄ (S)	4	1,156x10 ⁻⁵
Al ₇ Si-NbB ₂ (T)	4	1,932x10 ⁻⁵
Al ₇ Si-VB-VB ₂ -V ₃ B ₄ (S)	4	1,092x10 ⁻⁵
Al ₇ Si-VB(T)	4	1,424x10 ⁻⁵

4 saat mekanik alaşımlanmış matriks numunesi ile kıyaslandığında her bir takviye aşınma miktarını azaltarak aşınma direncini arttırmıştır. En yüksek değer sentezlenenV_xB_y ilavesiyle elde edilmiştir.

Şekil 6.41’de 4 saat MA’lanmış ve sinterlenmiş NbB_2 (T), $NbB-NbB_2-Nb_3B_4$ (S), VB(T), VB-VB- V_3B_4 (S) pekiştiricili Al_7Si bileşimindeki kompozit malzemelerin aşınma yüzeylerine ait SEM görüntüleri gösterilmiştir.



Şekil 6.41:4 saat mekanik alaşımlanmış ve sinterlenmiş kompozit malzemelerin aşınma yüzeylerine ait SEM (a) $Al_7Si-2NbB_2$ (T) (30X), (b) $Al_7Si-2Nb_xB_y$ (S) (30X), (c) $Al_7Si-2VB$ (T) (30X), (d) $Al_7Si-2V_xB_y$ (S) (30X).

Şekil 41’e göre yüksek aşınma direnci değerine sahip numunelerin aşınma izlerinin boyutlarının homojen ve aşınma izi genişliklerinin 4 saat MA’lanmış ve sinterlenmiş Al_7Si matriks alaşımının aşınma iz genişliğine göre daha dar olduğu görülmektedir.



7 SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRME

1. LaB_6 pekiştirici tozları laboratuvar şartlarında mekanokimyasal sentez ve devamındaki liç prosesleri ile sentezlenmiştir. Sentezlenen LaB_6 tozlarının X-ışınları difraksiyon paternleri incelendiğinde LaB_6 fazının varlığının tespit edilmesi sentezin gerçekleştiğinin göstergesidir.
2. Al-ağ.%7Si matris alaşımı harman karışımında ve farklı sürelerde (1,2,3,4,6 ve 8 saat); sentezlenen ve ticari LaB_6 pekiştiricili Al7Si metal matris kompozitleri de harman karışımında ve farklı sürelerde (1,4 ve 8 saat) mekanik alaşımlanmıştır. Ayrıca optimize edilen 4 saat mekanik alaşımlama süresinde NbB_2 (T), NbB-NbB₂-Nb₃B₄ (S), VB(T), VB-VB-V₃B₄ (S) pekiştiricili Al7Si bileşimindeki metal matris kompozitler sentezlenmiştir.
3. Mekanik alaşımlanmış kompozit tozların X-ışınları difraksiyon paternleri incelendiğinde artan mekanik alaşımlama süresi ile numunelerin kristalit boyutları azalmış ve plastik deformasyondan dolayı artan kafes gerilimiyle difraksiyon paternlerindeki pikler genişlemiş ve pik yükseklikleri azalmıştır. MA işlemleri sonucunda yapıda herhangi bir reaksiyon meydana gelmediği ve yeni faz oluşmadığı da XRD analizleri ile belirlenmiştir.
4. Partikül boyut ölçümleri MA süre arttıkça partikül boyutunun düştüğünün göstermektedir. Farklı pekiştirici takviyelerin partikül boyutu üzerine etkisinde bir ilişki bulunmamaktadır. BET yüzey alanı ölçümlerine ise mekanik alaşımlanmış tozlar (1 saat) yüksek yüzey alanına sahiptirler. 4 ve 8 saat MA'da yüzey alanının düşmesinin nedeni partiküllerin aglomerasyondan kaynaklanmaktadır. Son olarak SEM görüntüleriyle MA süreçleri boyunca partiküllerin morfolojik değişimi gözlemlenmiştir. Farklı sürelerde mekanik alaşımlanmış takviyeli ve takviyesiz tozlarda öğütme süresi arttıkça partikül morfolojileri yapraksı şekillerden soğuk kaynaklanmış şekle doğru değişim göstermektedir.
5. Termal analizlere göre, artan mekanik alaşımlama süresiyle DTA eğrilerinde görülen endotermik pikin bulunduğu sıcaklık düşmektedir. Belirgin endotermik pikin

sola kaymasının nedeni Al'nin içerisindeki Si çözünürlüğünün artmasıdır. 1MA süresi arttıkça Al kafesi içerisindeki Si miktarı da artmaktadır yani mekanik alaşımlama süresi arttıkça ergime sıcaklığı Al-Si ötektik ergime sıcaklığı olan 577°C'ye daha da yaklaşmaktadır. Al7Si bileşimindeki MA'lanmış tozların DTA eğrilerinde çift endoterm görülmüştür. Al7Si ötektik altı bileşimde olduklarından dolayı; 630°C'ler civarında görülen 2. endoterm: pre-ötektik → Sıvı tepkimeleridir. Yani yapıdan önce ötektik bileşim daha sonra kalan Al ergidiğinden dolayı iki endotermik pik bulunmaktadır.

6. Sinterleme sonrasında XRD ile yapılan faz analizleri sonucunda sinterlenmiş harman karışımındaki ve mekanik alaşımlanmış numunelerde de takviyeler ile matriks fazları arasında herhangi bir bileşik oluşmadığı görülmektedir.

7. Optik mikroskop görüntülerinde ise mekanik alaşımlama süresinin artması ile birlikte yapıdaki ikincil fazların, matriks içerisinde dağılımının daha homojen hale geldiği görülmektedir. Ayrıca mekanik alaşımlama süreçleri optik mikroskop görüntülerinden de tespit edilebilmektedir.

8. Al7Si ana matriks sinter bünyelerinin yoğunluk değerlerinin %99'a kadar arttığı, ortalama yoğunluk değerlerinin ise genellikle yüksek kabul edilebilecek %95 değerlerinde olduğu görülmektedir. Al7Si esaslı kompozit malzemelerde ölçülmüş boyutsal ve Arşimet göreceli yoğunluk değerleri takviyesiz matriks alaşımlarına yakın göreceli yoğunluk değerleri göstermiştir.

9. Harman karışımındaki sinterlenmiş numunelerin sertlikleri düşük iken MA ile kompozit malzemelerin sertlik değerleri arttırılmıştır. Artan MA süresi ile sertlik değerleri artış gösterirken 4 saat MA sonunda plato değerine ulaşmıştır. Pekiştirici takviyelerin etkisini incelemek için 4 saat mekanik alaşımlanmış Al7Si matriks numunesi ele alındığında ortalama sertlik değeri 95,12HV iken Al7Si matrikse kütlece %2 sentezlenen LaB₆ ilave edildiğinde 98,83HV, ticari LaB₆ ilave edildiğinde ise 103,25 HV değerleri ölçülmüştür.

10. 4 saat mekanik alaşımlanmış matriks numunesi ile kıyaslandığında her bir takviye aşınma miktarını azaltarak aşınma direncini arttırmıştır. En yüksek değer ticari LaB₆ ilavesiyle elde edilmiştir.

KAYNAKLAR

- Abhik, R., Umasankar, V., Xaivior, M.A.** (2014). Evaluation of Properties for Al-SiC Reinforced Metal Matrix Composite for Brake Pads, *Procedia Engineering*, 97, 941 – 950.
- Advanced Materials by Design.**(1988).Eriřim: 22 Mart, 2016.<https://www.princeton.edu/~ota/disk2/1988/8801/8801.PDF>.
- Ağaoğulları, D., Duman, İ. and Öveçoğlu M. L.** (2012). Synthesis of LaB₆ powders from La₂O₃, B₂O₃ and Mg blends via a mechanical route, *Ceramics International*, 38,6203-6214.
- Ağaoğulları, D.**, (2014). *Synthesis, Development And Characterization Of Some Rare-Earth Metal Hexaboride Powders And Their Sintered Products*. (Doktora Tezi) İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Angela, P.C.,Subramanian, R.** (2009). Powder Metallurgy: Science, Technology And Applications, Yeni Delhi.
- Aigbodian, V.S.** (2004).Particulate-strengthened of Al-Si alloy/alumino-silicate composite.*Materials Science and Engineering A*, 460–461, 574–578.
- Aluminium Matrix Composite (AMC) Pushrod.** (2002). Eriřim: 28 Mart, 2016. <http://solutions.3m.com/3MContentRetrievalAPI/BlobServlet?lmd...version=current>
- Bagherzadeh, E.S.** (t.y).Producing of metal matrix composite by mechanical alloying, TU Bergakademie Freiberg.
- Bagherzadeh, E.S., Dopita, M., Mütze, T., Pauker, U.A.** (2015). Morphological and structural studies on Al reinforced by Al₂O₃ via mechanical alloying, *Advanced Powder Technology*, 26, 487–493.
- Bakr, M., Kinjo, R., Choi, Y. W., Omer, M., Yoshida, K., Ueda, S., Takasaki, M., Ishida, K., Kimura, N., Zen, H., Sonobe, T., Kii, T., Masuda, K. and Ohgaki, H.** (2011). Comparison of the heating properties of LaB₆ and CeB₆ due to the back bombardment effect in a thermionic RF gun, *Journal of the Korean Physical Society*, 59, 3273-3279.
- Balcı, Ö., Ağaoğulları, D., Gökçe, H., Duman, İ., Öveçoğlu, M.L.** (2014).Influence of TiB₂ particle size on the microstructure and properties of Al matrix composites prepared via mechanical alloying and pressureless sintering, *Journal of Alloys and Compounds*, 586, S78–S84.
- Batraev, I., Chaitanya, S., Cheng, X.** (2014). Metal Matrix Composites, Aveiro. Walter de Gruyter GmbH.

- Beddoes, J. Bibby, M. J.** (2003). *Principles of Metal Manufacturing Processes*, Jordan Hill, Oxford, MA, 173-188.
- Benjamin, J.S., Volin, T.E.** (1973). *The Mechanism of Mechanical Alloying*, The International Nickel Company, Inc, Paul D. Merica Research Laboratory, Sterling Forest, Suffern, N.Y. 10901.
- Benjamin, J.S., ve Bomford, M.J.** (1977). Dispersion strengthened aluminum made by mechanical alloying, *Metallurgical Transactions A*, 8A, 1301-1305.
- Bharath, V., Nagaral, M., Auradi, V., Kori, S.** (2014). Preparation of 6061Al-Al₂O₃ MMC's by Stir Casting and Evaluation of Mechanical and Wear Properties, *Procedia Materials Science*, 6, 1658 – 1667.
- Cai, Z., Zhang, C., Wang, R., Peng, C., Qui, K., Feng, Y.** (2015). Preparation of Al-Si alloys by a rapid solidification and powder metallurgy route, *Materials and Design*, 87, 996–1002.
- Chang, H.-W. Kelly, P.M. Shi, Y.-N. Zhang, M.-X.** (2011). Effect of eutectic Si on surface nanocrystallization of Al-Si alloys by surface mechanical attrition treatment, *Materials Science and Engineering: A*, 530, 304–314.
- Chawla, N., Chawla, K.** (2013). *Metal Matrix Composites*, 2nd Edition, Springer.
- Chawla, K., K.** (2013). *Composite Materials Science and Engineering*, Third Edition, *Springer Science Business Media*, New York.
- Chirita, G., Soares, D., Silva, F.** (2008). Advantages of the centrifugal casting technique for the production of structural components with Al-Si alloys, *Materials and Design*, 29, 20–27.
- Clyne, T.W.** (2000). *Composite Materials, 3, An Introductory Overview of MMC Systems, Types and Developments*, University of Cambridge, UK.
- Cobden, R., Banbury, A.** (1994). *Aluminium: Physical Properties, Characteristics and Alloys*. EAA – European Aluminium Association, TALAT 1501.
- Composite Materials Handbook.** (2002). Department Of Defense Handbook Metal Matrix Composites (Vol.4), <https://www.lib.ucdavis.edu/dept/pse/resources/fulltext/HDBK17-4A.pdf>
- Davis, J.R.** (1993). *ASM Specialty Handbook: Aluminum and Aluminum Alloys*, ASM International, www.asminternational.org.
- Demirkesen, E.** (2003). *Kompozit malzemeler*, İstanbul Teknik Üniversitesi.
- Dou, Z., Zhang, T., Zhang, Z., Zhang, H. and He, J.** (2011). Preparation and characterization of LaB₆ ultra fine powder by combustion synthesis, *Transactions of Nanoferrous Metals Society of China*, 21, 1790-1794.
- Dutdibi, C.** (2011). *Mekanik Alaşımlama ve Sinterleme Süreçleriyle Al₁₂Si-xSiC ve Al₁₂Si-xB₄C (x= Ağırlıkça %5, %10 ve %15) kompozitlerin Geliştirilmesi ve karakterizasyonu Çalışmaları*, Y. Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul.
- El-Eksendary, M.** (2015). Mechanical alloying : nanotechnology, materials science and powder metallurgy, *Elsevier Inc.* 2, 13–35.

- Evangelista, E.** (1999). *Metallography of Aluminium alloys*, EAA - European Aluminium Association.
- Evirgen, A.** (2009). *Synthesis and Characterization Studies of 6B Transition Metal Carbide Reinforced Al Metal Matrix Composites Developed via Mechanical Alloying and Sintering*, Y. Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul.
- German, R.M.** (1996). *Sintering Theory and Practice*, Wiley, New York, USA.
- Goff, A.** (2003). *Modeling and synthesis of a piezoelectric ceramic-reinforced metal matrix composites*, Yüksek lisans tezi, Virginia Polytechnic Institute and State University, Blacksburg, VA, A.B.D.
- Gökçe, H.** (2014). *Mekanik Alaşımlama Süreçleri İle Al-20Si Esaslı Toz Ve Sinter Kompozitlerin Geliştirilmesi Ve Karakterizasyon Çalışmaları*, Doktora Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul.
- Hashim, J.** (1999). The Production Of Metal Matrix Composites Using The Stir Casting Technique, Dublin City University.
- Hashim, J., Looney, L., Hashim, M.** (1999). Metal matrix composites: production by the stir casting method, *Journal of Materials Processing Technology* 92-93, 1-7.
- Hull, D., Cylne, T.** (1996). *An Introduction to Composite Materials*, Second Edition, Cambridge University Press.
- Kaczmar, J., Pietrzak, K., Wlosinski, W.** (2000). The production and application of metal matrix composite materials, *Journal of Materials Processing Technology* 106,58-67.
- Kaftelen, H.** (2010). *Processing-Structure-Properties of Al-Based TiC and ZrC Particulate Composites*, Doktora Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul.
- Kaftelen, H., Öveçoğlu, M.L., Henein, H., Çimenoglu, H.** (2010). ZrC particle reinforced Al-4 wt.% Cu alloy composites fabricated by mechanical alloying and vacuum hot pressing: Microstructural evaluation and mechanical properties, *Materials Science and Engineering A*, 527, 5930-5938.
- Kainer, K.,** (2003), *Metal Matrix Composites: Custom-made Materials for Automotive and Aerospace*, Wiley-VCH.
- Kainer, K.** (2006). *Metal Matrix Composites*, WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KgaA, Weinheim.
- Kang, S. J. L.** (2005). *Sintering, densification grain growth and microstructure*, Butterworth-Heinemann Elsevier, England.
- Kang, W.-K. , Yilmaz, F. Kim, H.-S. Koo, J.-M. Hong, S.-J.** (2012). Fabrication of Al-20 wt%Si powder using scrap Si by ultra high-energy milling process, *Journal of Alloys and Compounds*, 536, S45-S49.
- Koli, D., Agnihotri, G., Prohit, R.** (2015). Advanced Aluminium Matrix Composites: The Critical Need of Automotive and Aerospace Engineering Fields, *Materials Today: Proceedings*, 2, 3032 – 3041.

- Kurt A.** (t.y). Toz Üretim Yöntemleri ve Sinterleme, Sakarya Üniversitesi, Erişim: 4 Nisan, 2016, http://content.lms.sabis.sakarya.edu.tr/Uploads/48939/27958/1_toz_uretim_yontemleri_ve_sinterleme_ders_notlari.pdf
- Lai, M.O., Lu, L.** (1998). *Mechanical alloying*, Kluwer Academic Publishers, Boston, MA, USA.
- Lee, H. S. Yeo, J. S. Hong, S. H. Yoon, D.J. Na, K. H.** (2001). The fabrication process and mechanical properties of SiCp Al-Si mmc for automobile air-conditioner compressor pistons, *Journal of Materials Processing Technology*, 113, 202-208.
- Liang, W., Li-dong, W.** (2011). Fractal analysis of fracture surfaces in aluminum borate whisker-reinforced aluminum alloy 6061 composite, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China*, 21, 461-466.
- Liang, J.M. Jia, M.T. Guo, X.Q. Zhang, D.L.** (2014). Microstructural evolution and microhardness change of Al-7wt%Si-0.3wt%Mg alloy granules/powder particles during high energy ball milling, *Materials Science and Engineering: A*, 590, 307-313.
- Lihong, B., Wei, W., Tegu, O.** (2014). A new route for the synthesis of submicron-sized LaB₆, *Materials Characterization*, 97, 69-73.
- Lumley, R.** (2011). *Fundamentals of aluminium Metallurgy : Production, processing and Applications*, Woodhead Publishing.
- Martienssen, W., Warlimont, H.** (2006). Springer *Handbook of Condensed Matter and Materials Data*, Springer.
- Mazumdar, S. K.** (2002). *Composites Manufacturing: Materials, Product and Process Engineering*, USA, CRC Press LLC, 1-21.
- Mehrotra, P. K.** (2014). *Powder Processing and Green Shaping* Kennametal Inc., Latrobe, PA, USA, Elsevier Ltd.
- Nayak, S., Karthik, A.** (2011). *Synthesis Of Al-Si Alloys And Study Of Their Mechanical Properties*, Department Of Metallurgical & Materials Engineering National Institute Of Technology, Rourkela.
- Nishida, Y.** (2013). *Introduction to Metal Matrix Composites Fabrication and Recycling*, Springer, Japan.
- Öveçoğlu, M.L.** (1987). Development of a dispersion- strengthened Al-Fe-Cu alloy by mechanical alloying and related theoretical modelling of dislocations in composite materials, PhD Thesis, Stanford University, Los Angeles, CA.
- Pengting, L., Wenjie, T., Dong, W., Xiangfa, L.** (2012). Grain refining potency of LaB₆ on aluminum alloy, *Journal Of Rare Earths* (Vol. 30) 1172.
- Rahaman, M. N.** (2003). *Ceramic processing and sintering*, G, Marcel Dekker Inc., USA.
- Ramnath, B., Elanchezhian, C., Annamalai, R., Aravind, S., Atreya, T., Vignesh, V., Subramanian, C.** (2013). Aluminium Metal Matrix Composites – A Review, *Adv.Mater. Sci.*, 38, 55-60.

- Schwartz, M.M.,** (1984). *Composites Materials Handbook*, Mc Graw-Hill Book Company, New York.
- Sharif, H., Hassanzadeh-Tabrizibin, S.A., Davoodia, D., Razavi, S.** (2016). Investigation on mechanochemical combustion behavior of Mg–V₂O₅–Co₃O₄-C reactive system to synthesize VC–Co nanocomposite powder, *Ceramics International*, 42, 7210–7215.
- Shen, T., Xiao, D., Ou, X., Song, M., He, Y., Lin, N., Zhang, D.** (2011). Effects of LaB₆ addition on the microstructure and mechanical properties of ultrafine grained WC–10Co alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, 509, 1236–1243.
- Soni, P.** (2001). *Mechanical alloying: fundamentals and applications*, Cambridge International Science Publishing, Cambridge, UK.
- Surappa, M.** (2003). *Aluminium matrix composites: Challenges and opportunities*, Sadhana Vol. 28, pp. 319–334., India.
- Suresh, S., Moorthi, N.** (2013). Process development in stir casting and investigation on microstructures and wear behavior of TiB₂ on Al6061 MMC, *Procedia Engineering*, 64, 1183 – 1190.
- Suryanarayana, C.** (2001). *Mechanical alloying and milling*, Progress in Materials Science 46 , 1-184.
- Suryanayanara, C., Ivanov, E., Boldyrev, V.** (2001). The science and technology of mechanical alloying, *Materials Science and Engineering*, A304–306, 151–158.
- Tabereaux, A. T. Peterson, R. D.** (2014). Aluminum Production, *Treatise on Process Metallurgy: Industrial Processes*, 3, 839-917.
- Takacs, L.** (2013). The historical development of mechanochemistry, *Chem Soc Rev*, 42, 7649.
- Tatar, C., Özdemir, N.** (2010). Investigation of thermal conductivity and microstructure of the α -Al₂O₃ particulate reinforced aluminum composites (Al/Al₂O₃-MMC) by powder metallurgy method, *Physica B*, 405, 896–899.
- Tekoğlu, E.** (2014). *Mekanik Alaşımlama Yöntemleri İle Üretilmiş Al₁₅Si_{2,5}Cu_{0,5}Mg Matrisli Ve CeO₂, Y₂O₃, La₂O₃ Pekiştiricili Kompozitlerin Geliştirilmesi Ve Karakterizasyonu*, Y. Lisans Tezi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul.
- Thandalam, S., Ramanathan, S., Sundarrajan, S.** (2015). Synthesis, microstructural and mechanical properties of ex situ zircon particles (ZrSiO₄) reinforced Metal Matrix Composites (MMCs): a review, *jmat errestehol*, 4(3), 333–347.
- Tilli, M., Motooka, T., Airaksinen, V., Franssila, S., Paulasto-Krockel, M., Lindroos, V.** (2015). *Handbook of Silicon Based MEMS Materials and Technologies*, Elsevier, 2nd ed.
- Torralba, J.M. Da Costa, C.E. Velasco, F.** (2003). P/M aluminium matrix composites: an overview, *Journal of Materials Processing Technology*, 133, 203–206.

- Torabian, H. Pathak, J.P. Tiwari, S.N.** (1994). Wear characteristics of Al Si alloys, *Wear*, 172, 49–58.
- Totten, G.E., MacKenzie, D.S.** (2010). Handbook of Aluminum: Vol. 1: Physical Metallurgy and Processes, Marcel Dekker, New York.
- URL-1** <<http://www.me.nchu.edu.tw/~CIM/courses/Manufacturing%20Processes/Ch16-PowderMet-Wiley.pdf>>
- URL-2** <<http://www.mech.utah.edu/~rusmeeha/labNotes/composites.html>>
- Uygur, İ., Saruhan, H.** (2004). Aluminyum Esaslı Metal Matris Kompozit Malzemelerin Mekanik Özellikleri, *Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi* Cilt 1.
- Vasiliev, V.L., Morozov, E.V.** (2001). *Mechanics and Analysis of Composite Materials*, Elsevier, Netherlands.
- Warmuzek, M.** (2004). Aluminum-Silicon Casting Alloys Atlas of Microfractographs, ASM International, <http://www.asminternational.org/documents>.
- Woo, K.D. Zhang, D.L.** (2004). Fabrication of Al–7wt%Si–0.4wt%Mg/SiC nanocomposite powders and bulk nanocomposites by high energy ball milling and powder metallurgy, *Current Applied Physics*, 4, 175–178.

ÖZGEÇMİŞ



Ad Soyad :Sıddıka MERTDİNÇ

Doğum Yeri ve Tarihi : İSTANBUL-10.03.1991

E-Posta :mertdinc@itu.edu.tr

ÖĞRENİM DURUMU:

- **Lisans** :2014, İstanbul Teknik Üniversitesi, Kimya Metalurji Fakültesi, Kimya Mühendisliği
- **Lisans** : 2014, İstanbul Teknik Üniversitesi, Kimya Metalurji Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği (Çift Anadal Programı)

MESLEKİ DENEYİM VE ÖDÜLLER:

- İstanbul Teknik Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü

Araştırma Görevlisi (2015-devam ediyor)

TEZDEN TÜRETİLEN YAYINLAR, SUNUMLAR VE PATENTLER:

- **Mertdinç, S.**, Erdoğan, E., Tekoğlu, E., Ağaoğulları, D., Gökçe, H., Öveçoğlu, M.L., “Synthesis and characterization investigations of Al-7 wt.% Si composites hybridized with laboratory-synthesized NbB-NbB₂-Nb₃B₄ particles via mechanical alloying and pressureless sintering”, METAL 2016, Brno-Çek Cumhuriyeti.
- Erdoğan, E., **Mertdinç, S.**, Tekoğlu, E., Ağaoğulları, D., Öveçoğlu, M.L., “Development and Characterization of LaB₆ Reinforced Al-5 wt.% Si Hybrid Powders and Composites prepared by Mechanical Alloying and Pressureless Sintering”, METAL 2016, Brno-Çek Cumhuriyeti.