



**Fe ESASLI Ti+Ni₃Al+Al₂O₃ TAKVİYELİ
KOMPOZİTTE MEKANİK
ALAŞIMLAMA YÖNTEMİNİN ETKİSİ**

Anıl BEDİR

**Yüksek Lisans Tezi
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı
Danışman: Prof. Dr. S. Osman YILMAZ
2019**

T.C.
TEKİRDAĞ NAMIK KEMAL ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Fe ESASLI Ti+Ni₃Al+Al₂O₃ TAKVİYELİ KOMPOZİTTE MEKANİK
ALAŞIMLAMA YÖNTEMİNİN ETKİSİ**

Anıl BEDİR

MAKİNE MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

DANIŞMAN: Prof. Dr. SERDAR OSMAN YILMAZ

TEKİRDAĞ-2019

Her hakkı saklıdır

Prof. Dr. Serdar Osman YILMAZ danışmanlığında, Anıl BEDİR tarafından hazırlanan “Fe Esaslı Ti+Ni₃Al+Al₂O₃ Takviyeli Kompozitte Mekanik Alaşımlama Yönteminin Etkisi” isimli bu çalışma aşağıdaki jüri tarafından Makine Mühendisliği Anabilim Dalı’nda Yüksek Lisans Tezi olarak oy birliği ile kabul edilmiştir.

Jüri Başkanı: Prof. Dr. Serdar Osman YILMAZ

İmza:

Üye: Dr. Öğr. Üyesi İBRAHİM SAVAŞ DALMIŞ

İmza:

Üye: Dr. Öğr. Üyesi Sencer Süreyya KARABEYOĞLU

İmza:

Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu adına

Doç. Dr. Bahar UYMAZ

Enstitü Müdürü

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

Fe ESASLI Ti+Ni₃Al+Al₂O₃ TAKVİYELİ KOMPOZİTTE MEKANİK ALAŞIMLAMA YÖNTEMİNİN ETKİSİ

Anıl BEDİR

Tekirdağ Namık Kemal Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Makine Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Serdar Osman YILMAZ

Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı Yüksek Lisans Tezi olarak hazırlanan bu çalışmada, toz metalürjisi yöntemi ile titanyum, nikel, alüminyum ve alüminyum oksit takviyeli, demir matrisli kompozitler üretildi. Üretilen kompozitlerin metalografik özellikleri belirlendi. Üretim yapılmadan önce literatürde bulunan benzer çalışmalar araştırıldı ve elde edilen sonuçlar incelendi. Yapılan araştırmalar sonucunda kompozitlerin üretim esnasında basınç ve sıcaklık değerleri belirlendi. Kompozitlerin mikro yapılarının analizi için taramalı elektron mikroskobu(SEM), EDS, XRD, Optik ve Mikrosertlik analizleri kullanıldı. Sonuç olarak üretim aşamasında kullanılacak yöntemler ve değerler belirlenmiş olup elde edilen sonuçlar hakkında bilgi verilmiştir.

Anahtar kelimeler: Metalürji, Toz metalürjisi, Basınç, Sıcaklık, İmalat, Üretim,
Matris, Takviye

2019, 73 sayfa

ABSTRACT

MSc. Thesis

THE EFFECT OF MECHANICAL ALLOYING METHOD IN Fe BASED Ti + Ni₃Al + Al₂O₃ REINFORCED COMPOSITE

Anıl BEDİR

Tekirdağ Namık Kemal University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Mechanical Engineering

Supervisor: Prof. Dr. Serdar Osman YILMAZ

In this study, which was prepared as a Master Thesis, Mechanical Engineering Department, titanium, nickel, aluminum and aluminum oxide reinforced iron matrix composites were produced by powder metallurgy method. Metallographic properties of composites were determined. Similar studies in the literature were investigated before the production and the results were examined. As a result of the researches, the pressure and temperature values of the composites were determined during the production. Scanning electron microscopy (SEM), EDS, XRD, optical and microhardness analysis were used for the analysis of microstructures of composites. As a result, the methods and values to be used in the production stage were determined and information about the results was given.

Keywords: Metallurgy, Powder metallurgy, Pressure, Temperature, Manufacturing, Production, Matrix, Reinforcement

2019, 73 pages

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
İÇİNDEKİLER.....	iii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ.....	v
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vi
ÇİZELGE DİZİNİ.....	ix
ÖNSÖZ.....	x
1.GİRİŞ.....	1
2. KAYNAK ÖZETLERİ.....	3
3. TOZ ÜRETİM TEKNİKLERİ.....	5
3.1. Mekanik Yöntemler.....	5
3.1.1. Talaşlı Üretim.....	5
3.1.2. Öğütme.....	6
3.1.3. Mekanik Alaşımlama.....	6
3.2. Kimyasal Yöntemler.....	7
3.3. Elektroliz Yöntemi.....	8
3.4. Atomizasyon Yöntemi.....	9
4. MATERYAL VE YÖNTEM.....	11
4.1. Materyal.....	11
4.1.1. Bilyalı Değirmen.....	11
4.1.2. Halkalı Değirmen.....	11
4.1.3. Çeneli Kırıcı.....	12
4.1.3. Titreşimli Bilyalı Tip (SPEX) Mekanik Alaşımlama Değirmeni.....	13
4.1.4. Abrasiv Aşınma Test Cihazı.....	14
4.1.5. Adhezif Aşınma Test Cihazı	15
4.1.6. Laboratuvar Fırını (Kül Fırını)	15
4.1.7. Hassas Terazî.....	16
4.1.8. Vakum Pompası	17
4.1.9. Vakum Reaktörü	18
4.1.10. Hidrolik Pres.....	18
4.2. Yöntem.....	19

4.2.1. Numunelerin Üretilmesi	20
4.2.2. Optik İncelemeler	21
4.2.3. SEM Görüntüleri	29
4.2.3. EDX Analizleri.....	49
4.2.4. XRD Analizleri.....	54
4.2.5. Mikrosertlik.....	55
4.2.6. Aşınma Testleri	57
5. SONUÇ ve ÖNERİLER.....	69
6. KAYNAKLAR	70
ÖZGEÇMİŞ.....	73



SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

Açıklama	Kısaltma
Basınç	(P)
Gram	(gr)
Sıcaklık (Celcius)	(°C)
Dakika	(dk)
Milimetre	(mm)
Mikrometre	(µm)
Alan/area	(A)
Hız/speed, velocity	(u, v, c)
Özgül hacim	(v)
Dönüş Hızı	(d/dak)
Toz Metalürjisi	(TM)
Mekanik Alaşımlama	(MA)
Alüminyum Oksit	(Al ₂ O ₃)
Alüminyum	(Al)
Demir	(Fe)
Nikel	(Ni)
Titanyum	(Ti)
Vanadyum	(V)
Mekanik Öğütme	(MÖ)
Bilya Toz Oranı	(BTO)
Titreşimli Değirmen	(SPEX)
Tarama Elektron Mikroskobu	(SEM)
Diferansiyel Termal Analiz	(DTA)
Geçirimli Elektron Mikroskobu	(TEM)
X-Işını Kırınım yöntemi	(XRD)
Enerji yayımlı X-Işını Analizi	(EDX)
Taramalı Elektron Mikroskobu	(SEM)
Oransal İntegral Türev	(PID)

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 3.1. Bilyalı Öğütme Yöntemi.....	6
Şekil 3.2. Mekanik Alaşımlama Yöntemi.....	7
Şekil 3.3. Kimyasal Yöntemle Toz Üretimi.....	8
Şekil 3.4. Elektroliz Yöntemiyle Toz Üretimi.....	8
Şekil 3.5. Gaz atomizasyon ünitesi.....	9
Şekil 3.5. Abrasiv aşınma test cihazı.....	8
Şekil 3.6. Su atomizasyon ünitesi.....	10
Şekil 4.1. Bilyalı Değirmen.....	11
Şekil 4.2. Halkalı Değirmen.....	12
Şekil 4.3. Çeneli Kırıcı.....	13
Şekil 4.4. SPEX Tipi Mekanik Alaşımlama Değirmeni.....	14
Şekil 4.5. Abrasiv Aşınma Yöntemi.....	14
Şekil 4.6. Abrasiv Aşınma Test Cihazı.....	15
Şekil 4.7. Laboratuvar fırını.....	16
Şekil 4.8. Hassas terazi.....	17
Şekil 4.9. Vakum Pompası.....	17
Şekil 4.10. Vakum Reaktörü.....	18
Şekil 4.11. Hidrolik Pres.....	18
Şekil 4.12. Numunelerin Sinterleme Aşaması.....	20
Şekil 4.13. S1 numunesinin optik fotoğrafları.....	21
Şekil 4.14. S2 numunesinin optik fotoğrafları.....	22
Şekil 4.15. S3 numunesinin optik fotoğrafları.....	23
Şekil 4.16. S4 numunesinin optik fotoğrafları.....	23
Şekil 4.17. S5 numunesinin optik fotoğrafları.....	24
Şekil 4.18. S6 numunesinin optik fotoğrafları.....	25
Şekil 4.19. S7 numunesinin optik fotoğrafları.....	25
Şekil 4.20.a. N1 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X500.....	26
Şekil 4.20.b. N1 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1000.....	27
Şekil 4.20.c. N1 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1500.....	27
Şekil 4.20.d. N1 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X2000.....	28
Şekil 4.20.e. N1 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X3000.....	28
Şekil 4.21.a. S1 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X500.....	29

Şekil 4.21.b. S1 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1000.....	29
Şekil 4.21.c. S1 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1500.....	30
Şekil 4.21.d. S1 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X2000.....	30
Şekil 4.21.e. S1 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X3000.....	31
Şekil 4.22.a. S2 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X500.....	31
Şekil 4.22.b. S2 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1000.....	32
Şekil 4.22.c. S2 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1500.....	32
Şekil 4.22.d. S2 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X2000.....	33
Şekil 4.22.e. S2 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X3000.....	33
Şekil 4.23.a. S3 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X500.....	34
Şekil 4.23.b. S3 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1000.....	34
Şekil 4.23.c. S3 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1500.....	35
Şekil 4.23.d. S3 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X2000.....	35
Şekil 4.23.e. S3 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X3000.....	36
Şekil 4.24.a. S4 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X500.....	37
Şekil 4.24.b. S4 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1000.....	37
Şekil 4.24.c. S4 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1500.....	38
Şekil 4.24.d. S4 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X2000.....	38
Şekil 4.24.e. S4 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X3000.....	39
Şekil 4.25.a. S5 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X500.....	39
Şekil 4.25.b. S5 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1000.....	40
Şekil 4.25.c. S5 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1500.....	40
Şekil 4.25.d. S5 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X2000.....	41
Şekil 4.25.e. S5 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X3000.....	41
Şekil 4.26.a. S6 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X500.....	42
Şekil 4.26.b. S6 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1000.....	43
Şekil 4.26.c. S6 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1500.....	43
Şekil 4.26.d. S6 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X2000.....	44
Şekil 4.26.e. S6 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X3000.....	44
Şekil 4.27.a. S7 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X500.....	45
Şekil 4.27.b. S7 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1000.....	46
Şekil 4.27.c. S7 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1500.....	46
Şekil 4.27.d. S7 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X2000.....	47
Şekil 4.27.e. S7 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X3000.....	47

Şekil 4.28. S7 numunesinin EDS analiz sonuçları.....	49
Şekil 4.29. S6 numunesinin EDS analiz sonuçları.....	50
Şekil 4.30. S5 numunesinin EDS analiz sonuçları.....	51
Şekil 4.31. S4 numunesinin EDS analiz sonuçları.....	52
Şekil 4.32. S3 numunesinin EDS analiz sonuçları.....	53
Şekil 4.33. S7 numunesinin XRD grafiği.....	55
Şekil 4.34. S1-S7 numunelerinin mikro sertlik grafiği.....	56
Şekil 4.35. S3 numunesinin 10N kuvvette aşınma testi sonucu.....	57
Şekil 4.36. S3 numunesinin 20N kuvvette aşınma testi sonucu.....	58
Şekil 4.37. S3 numunesinin 30N kuvvette aşınma testi sonucu.....	59
Şekil 4.38. S3 numunesinin aşınma sonucu toplam ağırlık kaybı.....	59
Şekil 4.39. S4 numunesinin 10N kuvvette aşınma testi sonucu.....	60
Şekil 4.40. S4 numunesinin 20N kuvvette aşınma testi sonucu.....	60
Şekil 4.41. S4 numunesinin 30N kuvvette aşınma testi sonucu.....	61
Şekil 4.42. S4 numunesinin aşınma sonucu toplam ağırlık kaybı.....	61
Şekil 4.43. S5 numunesinin 10N kuvvette aşınma testi sonucu.....	62
Şekil 4.44. S5 numunesinin 20N kuvvette aşınma testi sonucu.....	62
Şekil 4.45. S5 numunesinin 30N kuvvette aşınma testi sonucu.....	63
Şekil 4.46. S5 numunesinin aşınma sonucu toplam ağırlık kaybı.....	63
Şekil 4.47. S7 numunesinin 10N kuvvette aşınma testi sonucu.....	64
Şekil 4.48. S7 numunesinin 20N kuvvette aşınma testi sonucu.....	64
Şekil 4.49. S7 numunesinin 30N kuvvette aşınma testi sonucu.....	65
Şekil 4.50. S7 numunesinin aşınma sonucu toplam ağırlık kaybı.....	65
Şekil 4.51. S3 numunesinin aşınma sonrası optik mikroskop fotoğrafı.....	66
Şekil 4.52. S4 numunesinin aşınma sonrası optik mikroskop fotoğrafı.....	67
Şekil 4.53. S5 numunesinin aşınma sonrası optik mikroskop fotoğrafı.....	67
Şekil 4.54. S7 numunesinin aşınma sonrası optik mikroskop fotoğrafı.....	68

ÇİZELGE DİZİNİ

Sayfa

Çizelge 4.1. Kullanılan Fe tozunun kimyasal kompozisyonu (%).....	19
Çizelge 4.2. Kullanılan Ti tozunun kimyasal kompozisyonu (%).....	19
Çizelge 4.3. Kullanılan Ni ₃ Al tozunun kimyasal kompozisyonu (%).....	19
Çizelge 4.4. Kullanılan Al ₂ O ₃ tozunun kimyasal kompozisyonu (%).....	19
Çizelge 4.5. Üretilen numuneler ve uygulanan deney parametreleri.....	20



ÖNSÖZ

Tez sunumumda, tezin hazırlanmasında ve konu ile ilgili çalışmalarında beni yönlendiren ve hiçbir zaman manevi olarak desteğini esirgemeyen danışmanım Sayın Prof. Dr. Serdar Osman YILMAZ 'a, ve tüm hayatım boyunca benden maddi ve manevi desteğini esirgemeyen ve her zaman yanımda olan sevgili Annem ve Babama teşekkürleri bir borç bilirim.

Mayıs 2019

Anıl BEDİR
(Makine Mühendisi)



1.GİRİŞ

Toz metalürjisi (TM) ile imalat yönteminin kullanılması mühendislik alanındaki üretimlerde kullanılan yaygın bir yöntemdir. Toz metalürjisi yöntemi eskiden bilinen bir işlem olmasına rağmen 20. yy. başlarında endüstriyel alanlarda kullanılmaya başlanmıştır. Geçmişten bugüne toz metalürjisi yöntemi farklı alanlarda halen kullanılmaktadır. Örneğin; paslanmaz çelikler, takım çelikleri, alüminyum ve titanyum alaşımları, bakır ve bakır alaşımları, süper alaşımlar bunlara örnek verilebilir (Du J. 2004, Erden 2017). Bu metotla yapılan malzemeler, diğer metotlarla yapılan malzemelere göre daha hatasız yüzeylere sahip ve genellikle ikinci bir işleme gerek olmamaktadır.

Toz metalürjisi yöntemiyle, seri üretimle üretilen parçaların yaklaşık olarak %95'inin üretilbildiği bilinmektedir. Böylece parçaların ucuza, istenilen oranlarda üretilmesine ve farklı yöntemler ile üretimi ve işlenmesi karmaşık parçaların daha kolay üretimi gerçekleştirilebilmektedir. Toz metalürjisindeki yenilikler, farklı presleme yöntemleri ile karmaşık formdaki makine parçalarının hızlı üretim yöntemleriyle, yüksek kalitede ve düşük toleranslarda üretimine olanak sağlamaktadır (Özel S. 2009). Mühendislik uygulamalarında çelik malzemeler önemi büyüktür. Özellikle ikinci dünya savaşından sonra kara ve deniz taşıtları, enerji santralleri, akaryakıt ve doğalgaz boru hatları ve benzer alanlarda çelik ihtiyacı artmıştır. Mukavemet/ağırlık oranının artmasıyla ince ve hafif çeliklerin üretilmesiyle, üretim ve işletme maliyetlerinin düştüğü gözlemlenmiştir (Sarıtış S. 2007, Erden 2015).

Toz metalürjisi yöntemi ile üretilen parçaların mekanik özelliklerine katkı sağlaması amacıyla metal matrisin içine takviye elemanı olarak çeşitli alaşım elementleri veya partiküller eklenerek, farklı özelliklerde ve istenilen şekillerde yeni malzemeler üretilmektedir. Sonuç olarak değişik uygulama alanlarında kullanılacak yeni ürünlerin üretilmesi mümkündür (Yılmaz 2006).

Bu özelliklerin tamamını tek seferde oluşturabilmek, her zaman mümkün değildir. Buradaki fiziksel ve mekanik özellikleri oluşturabilmek için uygun matris ve takviye elemanın seçimi çok önemlidir. Kuvvetin, ana matristen takviye elemanına gönderilmesi, aralarındaki bağların yardımıyla olmaktadır. Bu sebeple matris-takviye elemanının arasındaki bağ çok güçlü olmalıdır (Bostan 2003).

Takviye elemanının kompozit malzemelerdeki asıl fonksiyonları; yükü taşımak ve böylece matrisin rijit ve dayanıklı olmasını sağlamaktır. Genellikle malzemelerden istenen

özellikler; yüksek mukavemet, düşük yoğunluk, kovalent-iyonik bağların karışımına sahip olmasıdır (Şahin 2006).

Modern teknolojinin sınırlarından birisi de metal alaşımlarının elde edilmesinin zorluğudur. Örneğin düşük ergime noktasına sahip metallerin yüksek ergime noktasına sahip metaller ile alaşım oluşturmaları geleneksel yöntemlerle neredeyse imkânsızdır. Son yıllarda gelişen teknolojiler sayesinde geleneksel alaşımlama yöntemlerini artık “Mekanik Alaşımlama” (MA)’ ya bırakmıştır.

Mekanik alaşımlama yöntemiyle, metal ve metal oksitlerin eski geleneksel yöntemlere göre üretilmesi zor ve imkânsız olan üretiminde kolaylık sağlamıştır. Mekanik alaşımlama, elementlerin toz karışımından homojen malzemelerin üretilmesine izin veren bir toz işlem tekniğidir.

Bilindiği üzere metaller ile oksitlerin birbiri ile faz oluşturmaları klasik yöntemler ile zordur. Bu sebeple bu iki malzemeyi toz metalürjisi yöntemi ile alaşımlandırıp yeni bir malzeme bulmak amaçlanmıştır. Ni takviyesinin Fe ile bağ yapabilmesi amacıyla Ni tozlarının yüzeyleri Al_2O_3 ile kaplanması sağlanacak ve yüzeyleri kaplanmış Ni tozları Fe matrisi ile kuvvetli bir bağ kurması istenecektir.

Üretilcek olan numunelerin matris ve takviye oranlarına bakılarak yapılacak testlerde, mekanik özellikleri diğerlerine göre daha iyi olan numune tespit edilecektir. Bu işlemin sonrasında numuneye ait özellikler ve üretim aşamaları dikkate alınarak daha gelişmiş malzemeler yapılmasına imkân sağlanmış olacaktır.

2. KAYNAK ÖZETLERİ

Lin ve ark. (2000), çalışmalarında $(\text{NiAl})_x (\text{Al}_2\text{O}_3)_{100-x}$ muhtelif bileşimlerle Ni, Al ve Al_2O_3 toz karışımlarının mekanik alaşımlanmasıyla intermetalik-matris kompozit tozların $(\text{NiAl} / \text{Al}_2\text{O}_3)$ hazırlanmasının fizibilitesi araştırılmışlardır. Öğütülmüş tozlar X-ışını difüzyonu, taramalı elektron mikroskobu ve taramalı termal analiz ile incelediler. NiAl fazının oluşumu, 5 saatlik öğütme sonrasında fark etmişler. $(\text{Ni}_3\text{Al})_x (\text{Al}_2\text{O}_3) = 100-x$ ($x = 79, 66$ ve 49) için öğütme sonunda intermetalik-matris kompozit tozlar $(\text{NiAl} / \text{Al}_2\text{O}_3)$ başarılı bir şekilde hazırlamışlar, fakat (NiAl) 95 için alümina fazını saptayamamışlar, (Al_2O_3) 5. Alümina ilavelerinin soğuk kaynak ve kırılma sürecini engellediği düşünmüşlerdir. 1 saat öğütme sonrası $(\text{NiAl})_x (\text{Al}_2\text{O}_3)_{100-x}$ tozlarının termal analizi, artan miktarda Al_2O_3 ilavesiyle NiAl fazının geçiş sıcaklığının arttığını ortaya çıkarmışlardır.

Li ve ark. (2004), çalışmalarında Ni / Al_2O_3 nanokompozit tozunun yüksek enerjili bilyeli öğütme ve müteakip ısıtma işlemi ile hazırlanması araştırmışlardır. Faz gelişimini izlemek için X ışını kırınımı ve transmisyon elektron mikroskobunu kullanmışlar. Elemental Al ve NiO, öğütme işlemi sırasında ortam sıcaklığında reaksiyona girdiğini gözlemlemişler ve 10 saatlik öğütme içinde nano tanımlı Ni parçacıklarının oluşumu ile ilgili gözlemler yapmışlar. $1400\text{ }^\circ\text{C}$ 'de 1 saat tavlama sonrası, 15 saat boyunca öğütülmüş toz karışımı Al_2O_3 ve nano boyutlu Ni parçacıklarından oluştuğunu belirlemişlerdir.

Anvari ve ark. (2009), çalışmalarında Farklı miktarda Al_2O_3 (% 20 ve 40 hacim Al_2O_3) içeren NiAl- Al_2O_3 nano kompozit tozların sentezi ve karakterizasyonu araştırılmışlardır. Al, Ni ve NiO, bir bilyalı değirmende yüksek enerjili mekanik alaşımlamaya tabi tutmuşlar. Mekanik alaşımlama sırasında toz partiküllerinin yapısal değişiklikleri X-ışını difraktometrisi ve taramalı elektron mikroskobu ile incelemişlerdir. NiO ve Al tozunun mekanik alaşımları $3\text{NiO} + 5\text{Al}$ stokiyometrik reaksiyona karşılık gelen karışım, hızlı modda 0.5 saat sonra NiAl-ve % 40 hacimli Al_2O_3 oluşumu ile sonuçlandığını bulmuşlar. NiAl ve Al_2O_3 'ün tane büyüklüğü sırasıyla 35 ve 60 nm olduğunu belirlemişler. NiAl- %20 hacim Al_2O_3 oluşumu, 30 saat NiO ağırlıkça % 34 Al % 41 Ni toz karışımı öğütme işleminden sonra gerçekleştirmişlerdir. Bu bileşim için öğütme işlemi sırasında yüksek oranda ekzotermik reaksiyon meydana gelmediğini tespit etmişlerdir.

Erden ve ark. (2014,2016) yaptıkları çalışmalarında toz metalürjisi yöntemi ile Ti ve V mikro alaşımlı çelikler üretmişlerdir. Sinterleme işlemini $1050\text{ }^\circ\text{C}$ 'de 55 dakika bekleterek

gerçekleřtirmiş olup Ti ve V oranı (%0,1-0,2) yükseldikçe akma ve çekme dayanımında bir miktar yükseliş olduğunu belirlemişlerdir. Böylece sinterleme ve sinterleme sonrasında soğumada TiC(N) ve VC(N) gibi çökeltilerin oluşmasına neden olmuştur. Bu çalışmadaki amaç, toz metalürjisi yöntemiyle üretilmiş alaşımsız çeliklerin presleme basıncının mikro yapı ve mekanik özellikleri üzerine etkisini araştırmaktır. Bu çalışma da değişik presleme basınçlarında preslenen alaşımsız toz metalürjisi çeliklerinin mikro yapı ve mekanik özelliklerinde meydana gelen değişimleri karşılaştırmışlardır.

Literatürde, mekanik alaşımlanmış Fe matrisli Ti+Ni₃Al+Al₂O₃ takviyeli kompozitler konusunda çalışmaların kısıtlı olduğu belirlenmiştir. Konu özgündür. Yukarıda da görüldüğü üzere literatürde yapılan çalışmalar genel olarak Ti+Ni₃Al+Al₂O₃ kompozitlerin farklı malzemeler ile alaşımlandırılmaya çalışılması ve bu çalışmalarda farklı yöntemler kullandığı görülmüştür. Fe matrisinin Ti+Ni₃Al+Al₂O₃ ile takviye edilmesi üzerine çalışma bulunmamaktadır. Bu sebeple yapılacak çalışmanın konusunun özgün olduğu görülmektedir.

3. TOZ ÜRETİM TEKNİKLERİ

Metal tozların üretilmesinde kullanılan yöntemler, tozların özelliklerini belirler. Tozların geometrik şekilleri imalât yöntemlerine göre küreselden başlayıp karmaşık şekillere kadar olabilmektedir. Tozların yüzeylerindeki durumu da üretim yöntemlerine göre farklılık gösterebilmektedir. Malzemeler, özelliklerine uygun bir yöntem kullanılıp toz haline getirilebilirler. Günümüzde metal toz üretiminde şu yöntemler kullanılmaktadır:

Mekanik Yöntemlerle Toz Üretimi

Kimyasal Yöntemlerle Toz Üretimi

Elektroliz Yöntemiyle Toz Üretimi

Atomizasyon Yöntemiyle Toz Üretimi

3.1. Mekanik Yöntemlerle Toz Üretimi

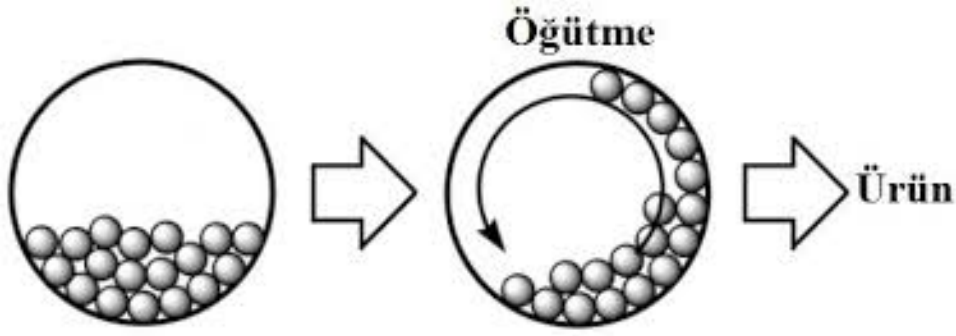
Mekanik yöntemlerde talaşlı üretim yöntemi, öğütme yöntemi ve mekanik alaşımlama yöntemi olarak üç ana başlıkta incelenir.

3.1.1. Talaşlı Üretim Yöntemi

Talaşlı üretim yönteminde taşlama, frezeleme ve tornalama gibi teknikler kullanılarak büyük ve karmaşık tozlar elde edilir. Tozlar, daha sonra öğütülerek daha da ince toz taneleri haline getirilir. Tozun özelliklerinin kontrol edilmesindeki zorluk yağlanma, kir tutma ve oksitlenme gibi kirlenme problemleri olabilir.

3.1.2. Öğütme Yöntemi

Metaller ya da metal olmayan malzemelerin kırılarak toz haline getirilmesinde en çok kullanılan yöntem, bilyalı değirmenlerde yapılan öğütme yöntemidir. Sert tozların üretildiği bu yöntemde, kırılacak tozların sert bir cisim ile aralarında darbe oluşturulmasıdır (Erden 2017).



Şekil 3.1. Bilyalı Öğütme Yöntemi

Metaller, içerisinde sert ve aşınmaya dayanıklı bilyaların olduğu kaba, büyük taneler halinde yerleştirilir. Büyük taneli kırılacak malzemeler öğütücü kap içerisinde, aşınmaya karşı dayanıklı bilyalar yardımıyla döndürülerek oluşan darbenin etkisiyle tozlar küçük parçacıklara bölünürler (Erden 2017).

Öğütülen malzeme kırılğan bir yapıdaysa, bilyaların çarpmasıyla küçük tozlar haline gelirler. Öğütülen malzeme kırılğan olmayan bir yapıda ise, çarpmanın etkisiyle şekil değiştirip yassılaşırlar. Homojen yapı elde etmek için kabın içerisine eklenecek bilyaların hacmi ve öğütülecek malzemenin miktarı önem arz eder. Bilyaların hacmi kabın hacminin $\frac{1}{2}$ kadarı ve öğütülecek malzemenin miktarı da kabın hacminin yaklaşık $\frac{1}{4}$ oranında olmalıdır. Metal alaşımları, demir - silisyum, demir - krom v.b. çok gevrek malzemeler bilyalı değirmenlerle öğütülmektedir (Erden 2017).

3.1.3. Mekanik Alaşımlama Yöntemi

Mekanik alaşımlama (MA) yönteminde, tozların birbirlerine devamlı olarak kaynak olmasını sağlamak sonra bu kaynakların kırılmasını sağlayarak daha ince ve homojen bir mikro yapıya sahip kompozit malzemelerin üretilmesi sağlanır. Mekanik alaşımlama yönteminde kapalı kap içerisinde tozlar, mil yardımıyla döndürülmesi sonucu alaşımlandırılır (Şekil 3.2). Tozlar, bilyalar yardımıyla kırılır ve kırılan tozlarda soğuk kaynama oluşur (Erden 2017).

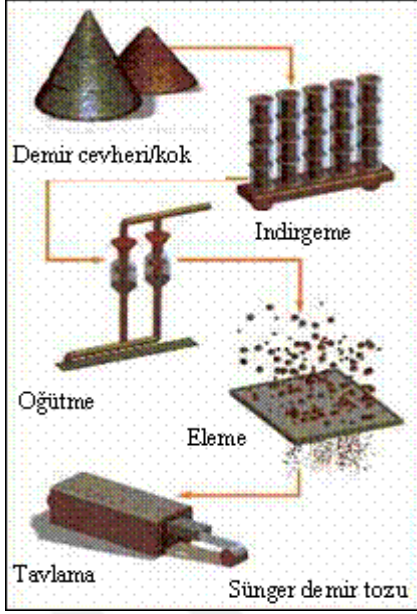


Şekil 3.2. Mekanik Alaşımlama Yöntemi

3.2. Kimyasal Yöntemlerle Toz Üretimi

Kimyasal yöntemlerle toz üretimde, tungsten, demir, molibden, bakır, nikel vb. metal oksitlerin karbon monoksit veya hidrojen gibi indirgeyici gazlar yardımıyla indirgenmesidir.

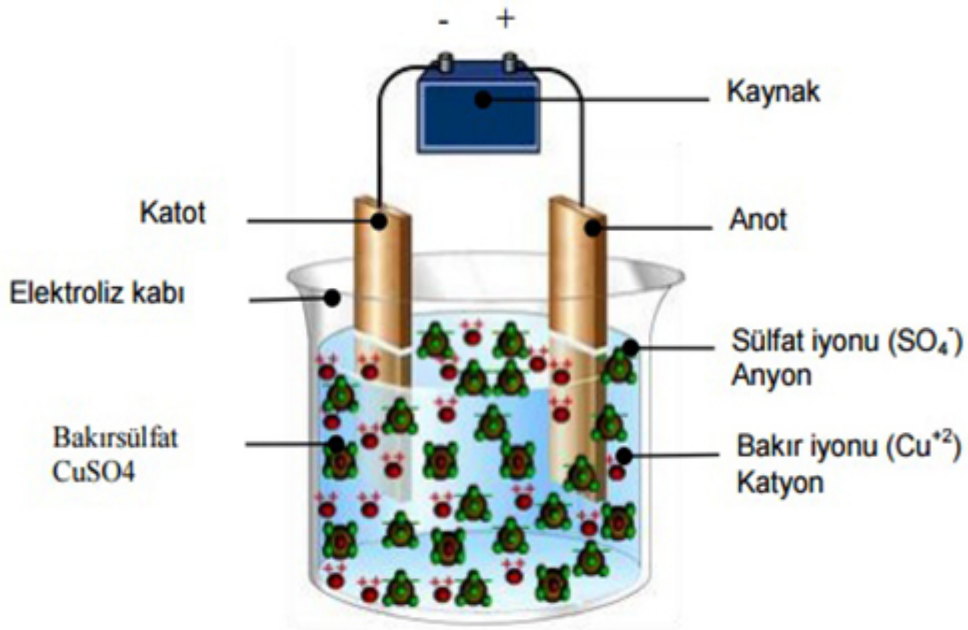
Kimyasal yöntemlerle üretilen sünger ve demir tozu karışımı önemli uygulamasıdır. Sünger ve demir, demir oksitin uygun nitelikteki indirgeyici elemanlarla indirgenerek sünger bir yapıya dönüştürülmesi sonucu elde edilir. Magnetit, kok ve kireç taşı karıştırılarak seramik kapların içerisine doldurulur. Seramik kapların içerisindeki bu karışım 1250 °C sıcaklıkta 70 saat boyunca fırında bekletilir. İşlemin tamamlanması sonucunda sünger demir karışımı elde edilir. Şekil 3.3.'de kimyasal yöntemle üretilen demir tozu gösterilmektedir. Üretilen sünger ve demir külçeleri yüksek sıcaklıkta birbirine kaynamış olan toz tanelerinden meydana geldiği için tekrar öğütülerek istenilen tane boyutuna getirilir. Hidrojen gazı ortamında 870 °C' lik fırında sinterlenerek oksijen ve karbon uzaklaştırılır ve elekten geçirilerek işlem bitirilir (Erden 2015).



Şekil 3.3. Kimyasal Yöntemle Toz Üretimi

3.3. Elektroliz Yöntemiyle Toz Üretimi

Elektroliz yöntemiyle toz üretiminde, oksitlerden meydana gelen tozlar katot çubuğuna akım verilerek elektrolit banyosunda çökertilir (Şekil 3.4). Banyo haznesi kurşunla kaplanmıştır. Elektrolitte bakır-sülfat ve sülfürik asit kullanılmaktadır. Anot bakır katot ise antimonlu kurşundan yapılır. Elektroliz yöntemiyle genelde bakır tozları üretilir.



Şekil 3.4. Elektroliz Yöntemiyle Toz Üretimi

Elektrolit banyosunda katotta toplanan tozlar öğütülerek ince tozlar haline getirilir ve üretilmiş tozlar elektrolitten tamamen temizlenir. Kurutma işlemi asal gaz ortamında hazırlanarak oksitlenmenin önüne geçilir. Elektroliz esnasında oluşan küçük parçalar dendritik bir yapı meydana getirir de sonraki işlemlerde bu yapı yok olur. Elektroliz ile üretilen tozların en büyük avantajı iyi sıkıştırılabilme özelliklerine sahip olmasıdır(Erden 2017).

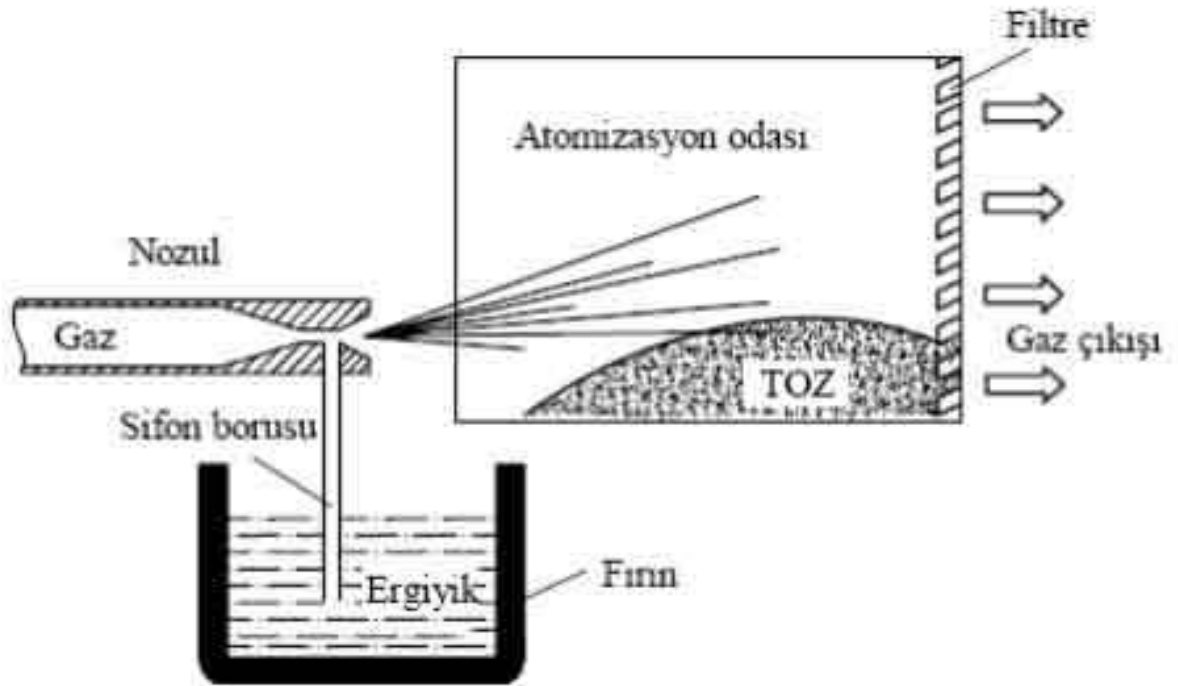
3.4. Atomizasyon Yöntemiyle Toz Üretimi

Atomizasyon yönteminde temel prensip, bir potanın altındaki delikten akan ergimiş metal üzerine yüksek basınçta gaz veya sıvı püskürtülmesi işlemidir (Şekil 3.5.). Hava, azot veya argon genellikle kullanılan gazlardır. Ayrıca suda sıvı olarak tercih edilmektedir. Buradaki gaz ve sıvı, eriyik haldeki metalden değişik boyutlarda damlacıklar oluşmasını sağlar. Daha sonra damlacıklar katılaşarak metal tozlarının oluşmasına neden olur (Erden 2017). Bu yöntem üç gruba ayrılır:

Ergitme Yöntemi

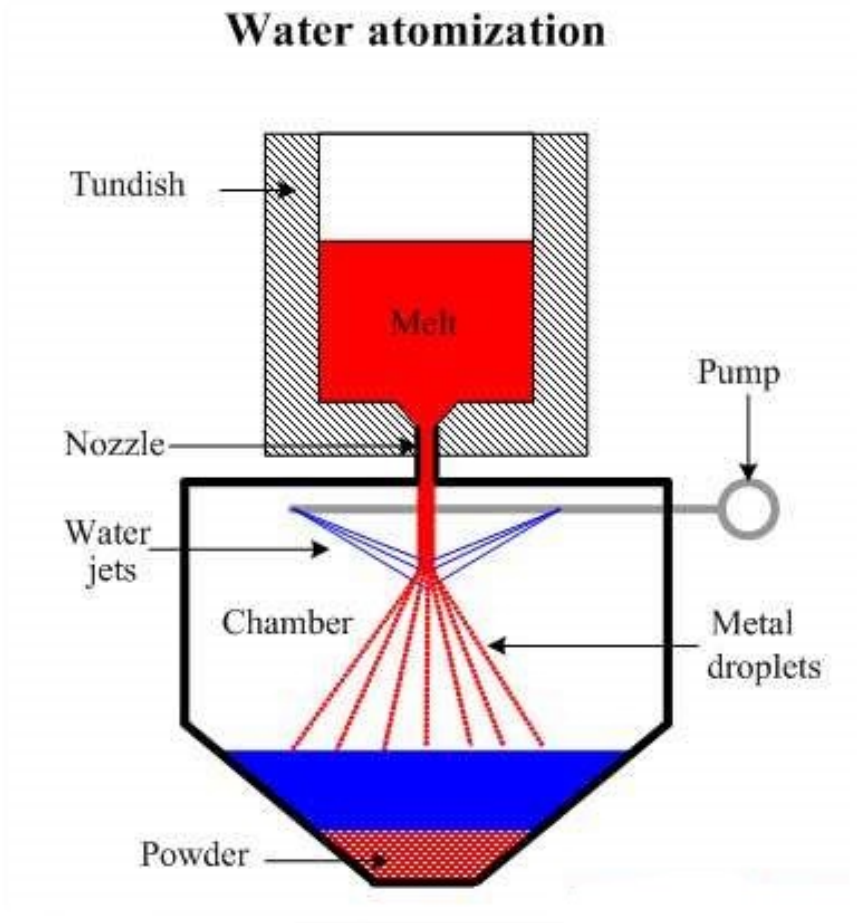
Atomizasyon Yöntemi

Katılaşma ve Soğuma Yöntemi



Şekil 3.5. Gaz atomizasyon ünitesi

Metal tozların üretilmesinde genel olarak kullanılan gaz atomizasyon yöntemi alüminyum, demir, paslanmaz çelik, çinko, kalay ve pirinç gibi metal alaşımlarındaki sonuçlar oldukça iyidir. Bu yöntem, alüminyum alaşımların tozlarını üretmekte en yaygın kullanılan yöntemdir. Atomizasyon yöntemlerinde kullanılan su atomizasyon yöntemi, sıvı haldeki metalin su jeti yardımıyla parçalanmasını, gaz atomizasyonu yöntemi ise sıvı metalin gaz jeti yardımıyla parçalanmasıdır. Su Atomizasyon yöntemi Şekil 3.6.'da gösterilmiştir. Karşılıklı olarak konumlandırılmış olan memelerden basınçlı haldeki su, sıvı metali kesme suretiyle parçalar. Meydana gelen metal damlacıkları tankın aşağısına doğru hareket ederken soğuyarak katılaşır ve çöker. Su iyi bir soğutkan madde olduğu için tankları küçüktür. Gaz atomizasyonu da buna benzer şekilde meydana gelir. Yalnız gazlar iyi soğutucu olamadıklarından dolayı tankları büyüktür (Anvari 2009)



Şekil 3.6. Su atomizasyon ünitesi

4. MATERYAL VE YÖNTEM

4.1. Materyal

4.1.1. Bilyalı Değirmen

Bilyalı değirmenler diğer adıyla öğütücü değirmenlerdir. Malzemesi bilya olan bu değirmenler genellikle öğütme işinin son aşamasında kullanılırlar. Bu değirmenlerde yaş ve kuru tozlar öğütülebilmektedir. Bilyaları genellikle çelik, demir veya dövülmüş çelikten imal edilir.

Bilyalı değirmenlerin içindeki plakalar imalat tiplerine göre üçe ayrılır. Bunlar; çelik, seramik ve kauçuk plakalardır. Bunlardan sadece kauçuk plakalar, yaş öğütme sistemlerinde kullanılır. Seramik plakalar ise, kuru ve demir ve demir bileşenleri olmayan malzemelerde kullanılmaktadır. Çelik olan plakalar ise tüm sistemlerde kullanılabilen plakalardır (Dökme 2014).



Şekil 4.1. Bilyalı Değirmen

4.1.2. Halkalı Değirmen

Laboratuvar kullanılan bu değirmenler, iç içe geçmiş halkalardan oluşmaktadır (Şekil 4.2.). Kendi eksenleri etrafında hareketler ederler. Hazne içerisindeki malzeme, öğütme

halkalarının dönen disk tarafından oluşan merkez kaç kuvvetinin etkisiyle öğütülür. Merkezkaç kuvvetlerinin benzer ve zıt yönlerde etki yapmasının sebebi, hazne ve destek diski zıt yönlerde döndüğündendir. Bu durum sürtünme etkisi yaratıp, öğütme halkalarının haznenin iç duvarlarından kaymasına neden olmaktadır. Mekanik alaşımlama işlemi, öğütülen ürün ve serbest kalan öğütme halkalarının hazne içerisinde serbestçe dolaşıp karşı duvara çarpmasıyla gerçekleşir. Bu öğütme halkalarının aralarında bulunan malzemeler, halkaların miller üzerindeki eksantrik hareketleri ile ezilip kısa sürede küçülerek ince tane boyutlarına getirilmektedir (Hacıfazlıoğlu 2009)



Şekil 4.2. Halkalı Değirmen

4.1.3. Çeneli Kırıcı

Çeneli kırıcılar, çok sert parçaların kırılması için tasarlanan, dayanıklı makinelerdir (Şekil 4.3.). Bu kırıcılar, uyguladığı sıkıştırma prensibi sonucunda en sert malzemeleri bile çok rahat kırabilmektedir. Yüksek performanslı bu ürünler düşük bakım maliyetlerinin yanı sıra, düşük bütçeli işletmeler için ilk tercih sebebidir.



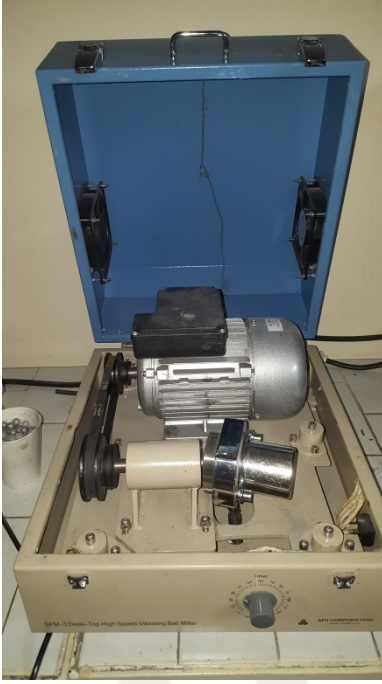
Şekil 4.3. Çeneli Kırıcı

4.1.3. Titreşimli Bilyalı Tip (SPEX) Mekanik Alaşımlama Değirmeni

SPEX tipi mekanik alaşımlama değirmeni üzerinde bulunan paslanmaz çelik kabın içerisinde farklı ebatlardaki paslanmaz çelik bilyalar yardımıyla tozların mikron boyutlara inmesini sağlar. Burada ortaya çıkan tozların boyutu genellikle $150\mu\text{m}$ 'in altındadır. Değirmen dakikada yaklaşık 1200 devir ile salınım yaparak bilyaların tozları öğütmesi amacıyla kullanılmaktadır (Şekil 4.4.).

Tek seferde 10-20 gr civarında toz üretebilen SPEX tipi mekanik alaşımlama değirmenleri genellikle laboratuvar çalışmalarında kullanılırlar. Dakikada birkaç bin defa ileri-geri salınım hareketi yapmaktadır. Salınım hareketi haznenin ileri-geri hareket etmesiyle bakıldığında sekiz şeklinde hareket ettiği görülür. Salınım hareketinde bilyalar tozlara haznenin salınımıyla çarparak, hazne içerisinde tozu karıştırır ve öğütür. Salınım hareketinin genliği 5 cm, salınım hızı yaklaşık 1200 dev/dak, bilya hızları 5 m/s civarındadır. Değirmenlerin yüksek enerjili olarak bilinmesi bundan dolayıdır.

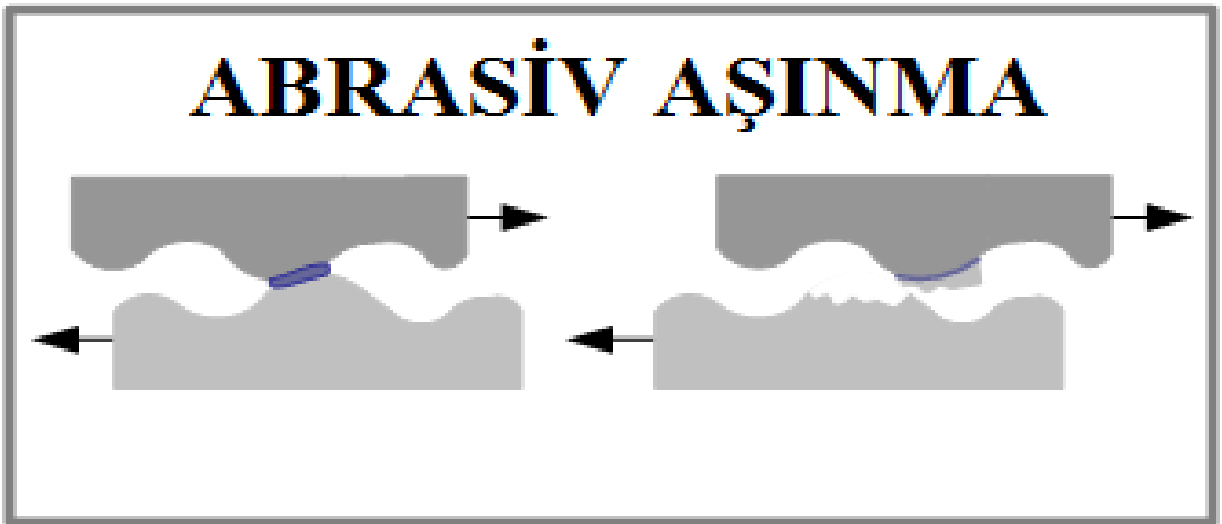
SPEX değirmenlerinin hazneleri için çeşitli malzemeler bulunur. Bunlar paslanmaz çelik, zirkonyum dioksit, sertleştirilmiş çelik, alüminyum oksit, tungsten karbür gibi malzemeler kullanılmaktadır. Bu SPEX değirmenlerinin farklı türleri kullanılarak, mekanik alaşımlamada ki temel durumlar hakkında çalışmalar gerçekleştirilir.



Şekil 4.4. SPEX Tipi Mekanik Aşındırma Değirmeni

4.1.4. Abrasiv Aşınma Test Cihazı

Abrasiv aşınma, yüzeydeki pürüzlerin sert parçacıkların yardımıyla plastik deformasyona uğratılması sonucu koparılmasıdır (Şekil 4.5.). Yumuşak metallerin ve seramiklerin kırılma tokluğu yüksek olduğu için kayma sırasında sert parçacıklardan dolayı plastik deformasyona uğrarlar. Gevrek malzemelerde ise kırılma tokluğu düşük olduğundan yüzey pürüzlülüğünün kırılması sonucu plastik deformasyon oluşur. Kayıp olan malzeme aşınma özelliklerini belirler. Meydana gelen kayıp aşınma formülü kullanılarak aşınma grafiği oluşturulur.



Şekil 4.5. Abrasiv Aşınma Yöntemi



Şekil 4.6. Abrasiv Aşınma Test Cihazı

4.1.5. Adhezif Aşınma Test Cihazı

Adhezif aşınma, iki yüzeyin kayma esnasında birbirleriyle olan etkileşimi sonucunda meydana gelir. Adhezyon yüzeyindeki pürüzlerin birbirine bağlanmasıyla sonucu oluşur. Kayma esnasında meydana gelen kesme gerilmelerinin bağlantı noktasında kopma gerçekleşir ve malzeme kaybına yol açar. Adhezif aşınmada, yüzeyde bulunan pürüzler kaynarlar ve bunun sonucunda bağlantı noktalarında kopmalar oluşur. Bu kopan parçalar yüzeyler arasında yeni temas noktaları oluşturur. Oluşan bu temas noktaları parçaların birbirleriyle temasının artmasına ve topaklanmasına neden olur. Bu topaklar kayan yüzeyler arasında hareket ederler, iki yüzey arasındaki büyüyen parçalar ağırlığında etkisiyle plaka halini alır. Kayma yönünde kompozit yapılarda, yüzeylere yapışık haldeki levha tipinde aşınma partiküllerini meydana getirir.

4.1.6. Laboratuvar Fırını (Kül Fırını)

Laboratuvar kül fırınları, ısı kontrol paneli, seramik rezistanslar, yalıtkan iç hazne ve dış yalıtkan bölümlerinden meydana gelir. Bu fırınlar, rezistansların yardımıyla fırının içinde bulunan mevcut havanın ısıtılmasıyla oluşur. Fırın sıcaklığının kontrolü, sıcaklığın hassas olduğu yerlerde önemlidir. Bu kontroller PID denilen elektronik kontrol ünitesi ile yapılmaktadır (Şekil 4.7.). Böyle fırınlarda soğutma sistemi bulunmaz, soğutma olayı ise güçlü olmayan fanlar ile yapılmaktadır. Ayrıca bu fırınların içinde oluşan çeşitli gazların,

dumanların ve buharın bacaya verilmesi için, özel fan sistemli baca sistemi bağlamak mümkündür.

Laboratuvar kül fırınların, en yüksek çalışma sıcaklıkları 800 °C ile 2100 °C arasında olabilir. Genellikle 900 °C ile 1500° C arası değerler kullanılır. En yüksek çalışma sıcaklıklarına göre farklı yalıtkan uygulamalarından dolayı, fırınların iç hacmi küçülür, dış hacmi ise daha geniş olur. Laboratuvar kül fırınlarının iç hazneleri kullanım amaçlarına göre 0,5 litre ile 200 litre aralığında değişmektedir (Anonim 2017).



Şekil 4.7. Laboratuvar fırını

4.1.7. Hassas Terazi

Laboratuvarlarda ve hassas işlemlerin yapıldığı yerlerde kullanılan hassas teraziler 0.0001gr hassasiyette ölçüm yapabilme yeteneğine sahiptirler (Şekil 4.8.). Üretimi yapılacak numunelerde kullanılacak tozlar hassas terazi ile 0.0001gr hassasiyet ile ölçülerek yapılacaktır.



Şekil 4.8. Hassas terazi

4.1.8. Vakum Pompası

Vakum pompaları atmosfer basıncı ortamındaki kapalı bir kaptan hava veya diğer gaz moleküllerin emilmesi sonucu vakum yapmış olurlar. Vakumun seviyesi yükseldikçe moleküllerin sayısında da logaritmik bir azalma gözlenir. Deney ortamında 5-20 mbar seviyelerine ulaşılabilmekte, yalnız '0' değerine yani mutlak vakuma hiçbir şekilde ulaşılamamaktadır (Şekil 4.9.).



Şekil 4.9. Vakum Pompası

4.1.9. Vakum Reaktörü

Vakum reaktörü, numunelerin vakum altında sinterlenmesini sağlamak için yapılmış bir kaptır. İki adet paslanmaz kör tapa ile bir adet siyah manşondan oluşur. Yapılan bu kaba paslanmaz boru kaynatılarak bir ucuna vakum pompası bağlanır ve numuneler vakum altında laboratuvar fırınında ısıtılma işlemine tabi tutulur (Şekil 4.10.).



Şekil 4.10. Vakum Reaktörü

4.1.10. Hidrolik Pres

Presler, makinelerin içerisinde bulunan yağ pompaları yardımı ile pres sistemine yağın basınçlı olarak gönderilmesi sonucunda çalışan makinelerdir (Şekil 4.11.). Sonuç olarak uygulanan yağ basıncı ile çalışmaktadırlar. Preslerde sisteme iletilen yağın basıncıyla pistonların hareket hızları ve basınçları ayarlanıp malzemelere istenilen basıncı uygulayarak malzemelere şekiller verilir.



Şekil 4.11. Hidrolik Pres

4.2. Yöntem

4.2.1. Numunelerin Üretilmesi

Üretilen numunelerde matris olarak Fe tozu, takviye elemanı olarak da Ti+Ni₃Al+Al₂O₃ tozu kullanılmıştır. Kullanılan Fe tozunun boyutu 150µm, Ti+Ni₃Al+Al₂O₃ tozunun boyutu 100-150µm aralığındadır. Ti, Ni₃Al ve Al₂O₃ tozları halkalı değirmende öğütüldükten sonra elekler yardımı ile 100-150 µm aralığına getirilmiştir. Fe, Ti, Ni₃Al ve Al₂O₃ tozlarının kimyasal bileşimleri Çizelge 4.1., Çizelge 4.2., Çizelge 4.3. ve Çizelge 4.4.'te verilmiştir. Ti, Ni₃Al ve Al₂O₃ tozları % 50 + % 25 + % 25 oranında mekanik alaşımlama işlemine tabi tutulmuşlardır. Mekanik alaşımlamada spex tipi (1200 dev/dk) yüksek enerjili öğütücü değirmen kullanılmıştır. Öğütücüde bilye çapı 10mm, bilye/toz oranı:10/1 ve mekanik alaşımlama süresi 15 dk. seçilmiştir.

Çizelge 4.1. Kullanılan Fe tozunun kimyasal kompozisyonu (%).

Fe	Diğer
99,98	0,02

Çizelge 4.2. Kullanılan Ti tozunun kimyasal kompozisyonu (%).

Ti	Diğer
99,95	0,05

Çizelge 4.3. Kullanılan Ni₃Al tozunun kimyasal kompozisyonu (%).

Ni	Al	Diğer
84	15,7	0,3

Çizelge 4.4. Kullanılan Al₂O₃ tozunun kimyasal kompozisyonu (%).

Al ₂ O ₃	Diğer
99,97	0,03

Mekanik alaşımlama işleminden elde edilen Ti+Ni₃Al+Al₂O₃ takviyesi, Fe matrisine ağırlıkça % 0,5 ile %15 aralığında ilave edilecek şekilde belirlendi. Matris ve takviyenin düzenli bir bağ kurmasını sağlamak için % 1 oranında Cu ve yağlayıcı olarak % 1 oranında çinko stearat ilave edilerek her biri 5 gr ağırlığında numuneler yapılmıştır. Oluşan karışım spex tipi mekanik alaşımlama değirmeninde bilye ilave edilmeden 5 dk. karıştırılmış ve 15 MPa'lık bir kuvvet altında sıkıştırma işlemi uygulanmıştır. Sıkıştırma işleminden sonra numuneler vakum ortamında 900-1000 °C sıcaklık aralığında 1 saat süreyle sinterlenmiştir.

(Şekil 4.12.). Çizelge 4.5. 'te üretilen numuneler ve bu numunelere uygulanan deney parametreleri verilmiştir.



Şekil 4.12. Numunelerin Sinterleme Aşaması

Çizelge 4.5. Üretilen numuneler ve uygulanan deney parametreleri

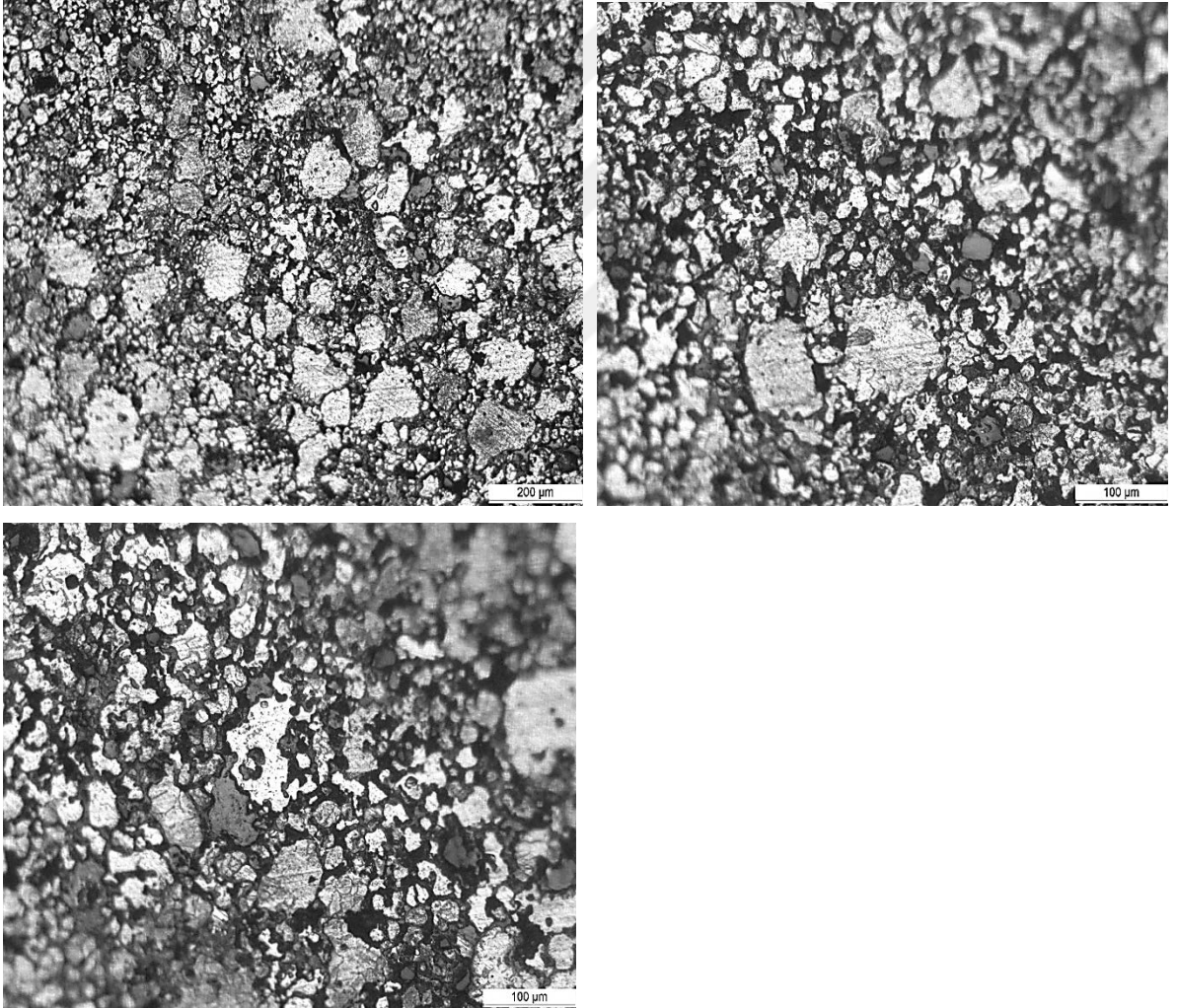
Numune No.	Sinter Sıcaklığı (°C)	Matris Oranı (%)	Takviye Oranı (%)
N1	900	98	1
N2	950	98	1
N3	1000	98	1
S1	1000	98,5	0,5
S2	1000	98	1
S3	1000	96	3
S4	1000	94	5
S5	1000	92	7
S6	1000	87	12
S7	1000	84	15

Mikroyapı görüntüleri için numuneler zımparalama ve parlatma işlemlerinden sonra eşit miktarda nitrik asit, asetik asit ve aseton karışımından oluşan nitrik asetik asit çözeltisi ile dağlandı. Dağlanan yüzeylerin optik mikroskopta fotoğrafları çekilip, yüzeylerin SEM ve EDX görüntüleri alınarak mikroyapıdaki elementel yoğunluk değişimleri tespit edilmiştir ve mikroyapıda oluşan faz ve bileşikler tespit etmek amacıyla Bruker D8 Advance markalı cihazda 1.5406 dalga boyunda XRD incelemeleri yapılmıştır. Anton Paar marka mikrosertlik cihazı ile 10 gr yük altında numunelerin yüzeyindeki mikrosertlik değişimi belirlenmiştir.

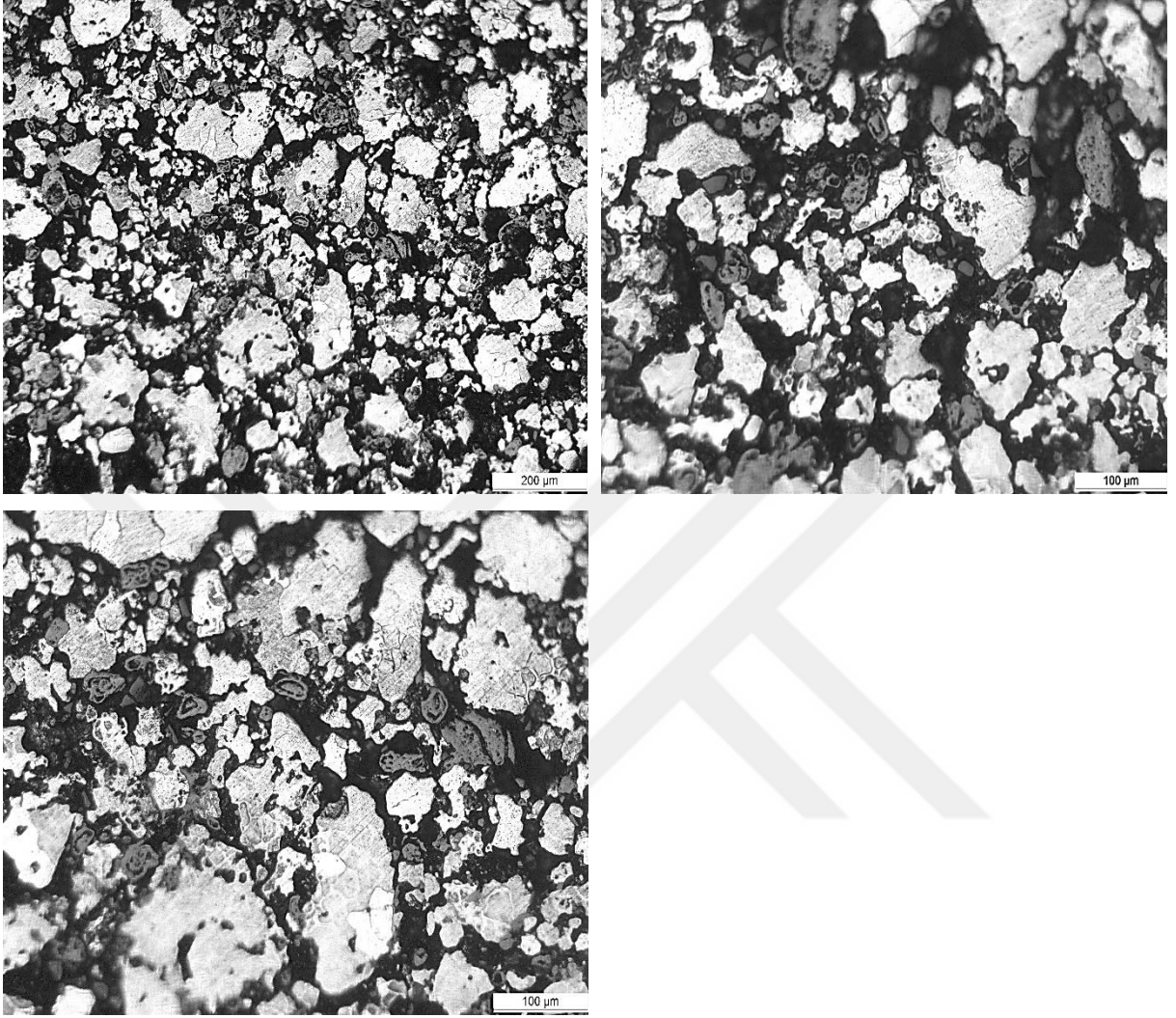
Son olarak deney parametrelerine göre belirlenmiş bazı numunelere aşınma testleri uygulanarak numunelerin aşınma davranışları test edilmiştir. Bu testlerde numunelerin mesafe değişimine ve uygulanan yük değişimine göre ağırlık kaybı üzerinden aşınma davranışları incelenmiştir.

4.2.2. Optik İncelemeler

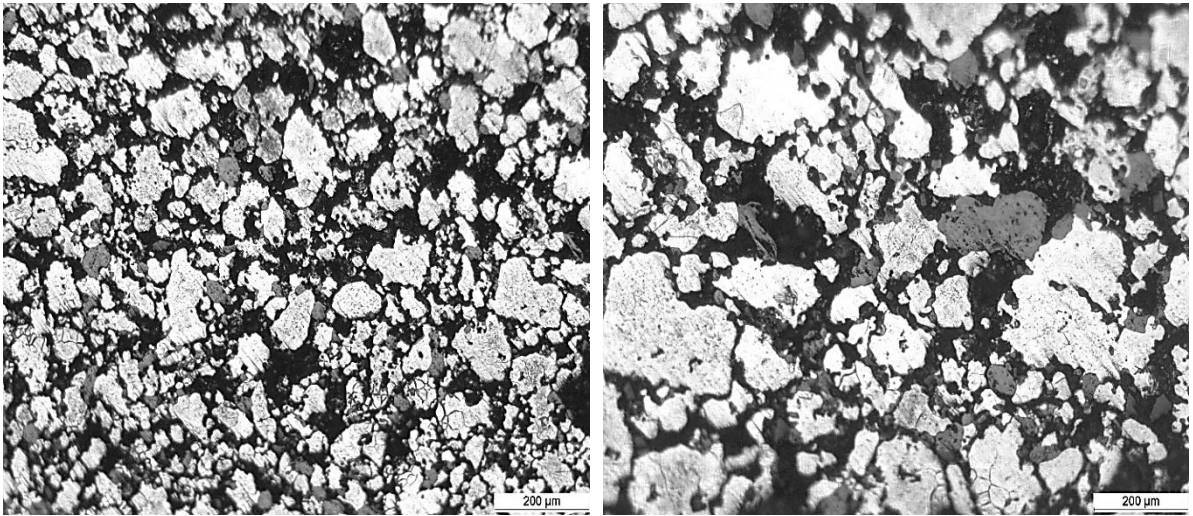
Mikroyapı görüntülerini çekmek için numuneler zımparalama ve parlatma işlemlerinden sonra nital çözeltisi ile dağlanıp, dağlanan yüzeylerin optik mikroskopta fotoğrafları çekilmiştir. Aşağıdaki %0,5, %1, %3, %5, %7, %12 ve %15 takviyeli, 15 dakikalık mekanik alaşımlanmış numunelerin 1000 °C sıcaklıkta sinterlenmeleri sonrası mikroyapı görüntüleri verilmiştir.

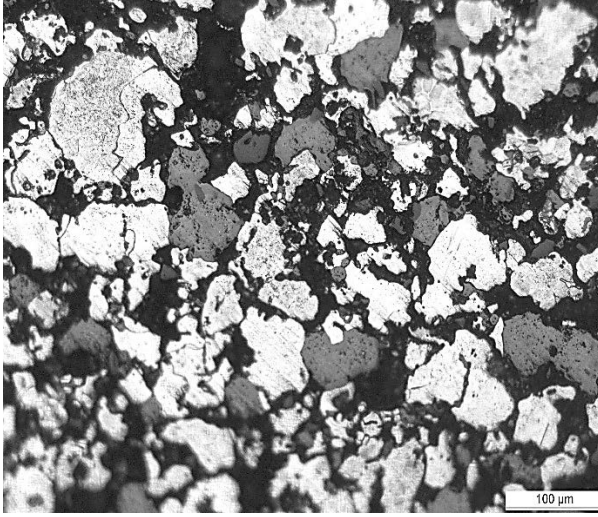


Şekil 4.13. S1 numunesinin optik fotoğrafları

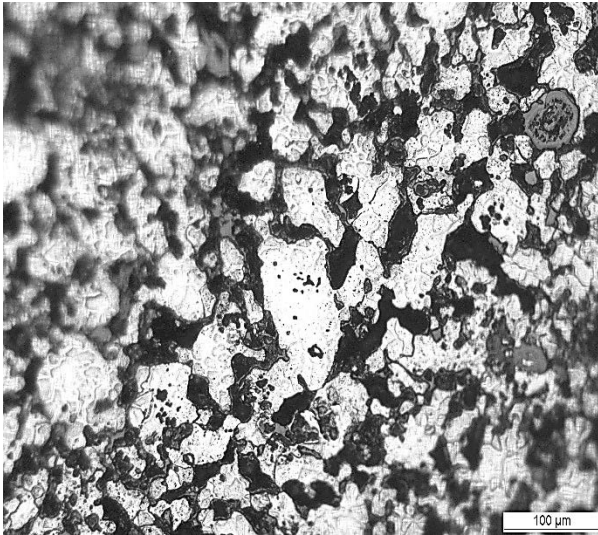
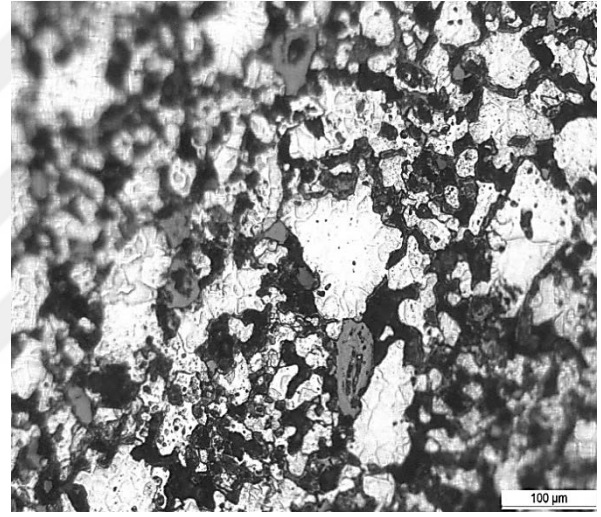
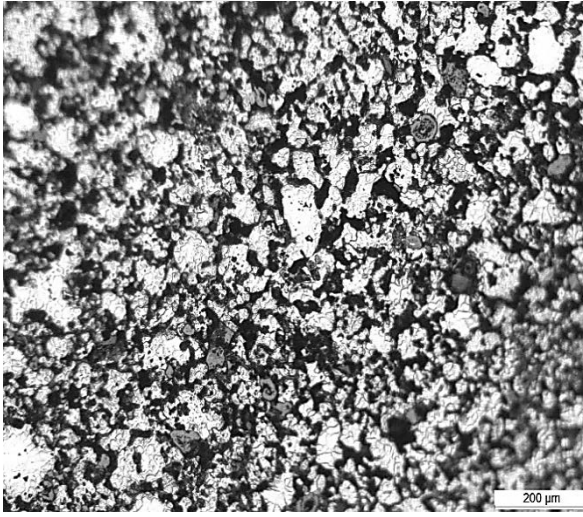


Şekil 4.14. S2 numunesinin optik fotoğrafları

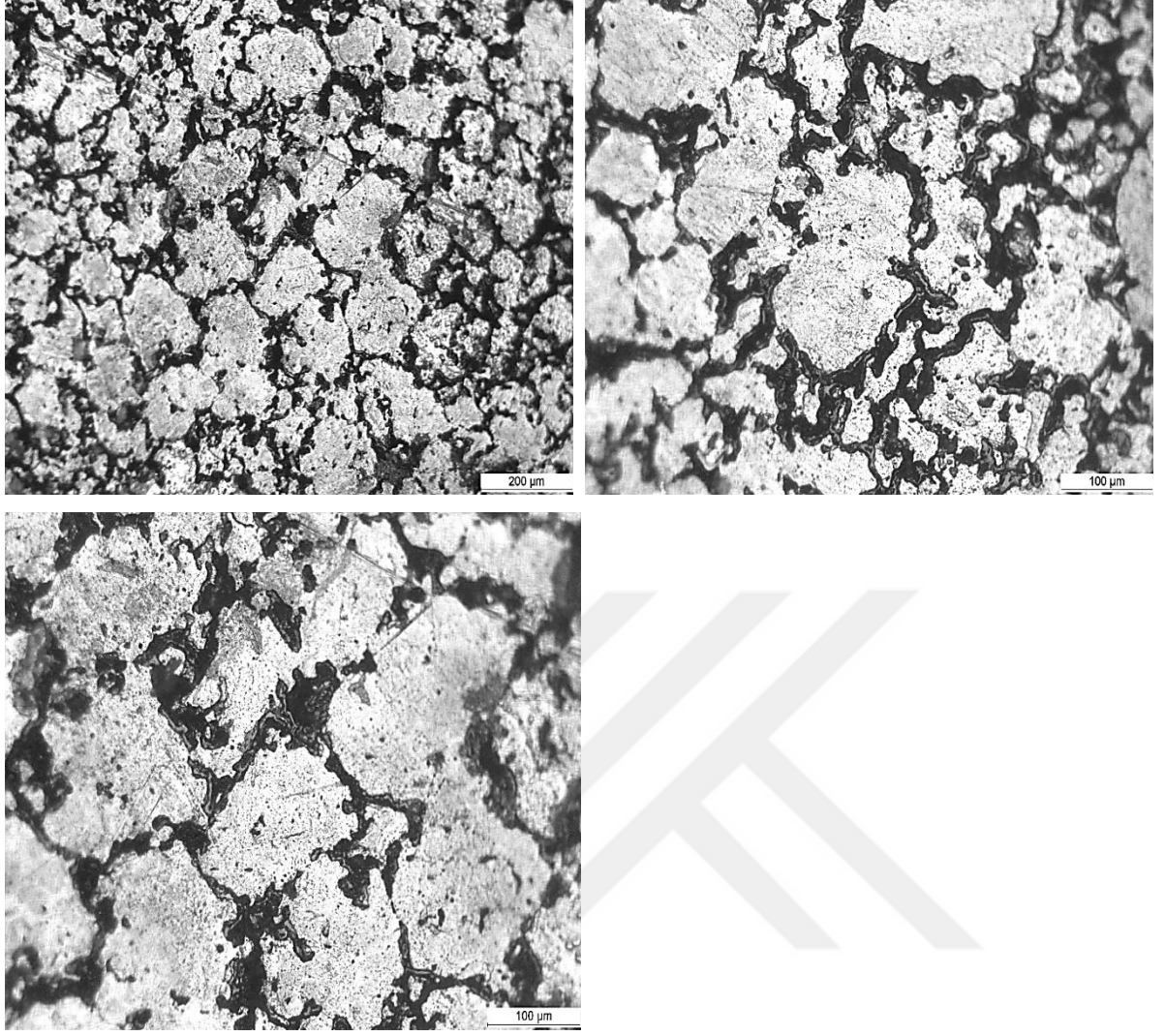




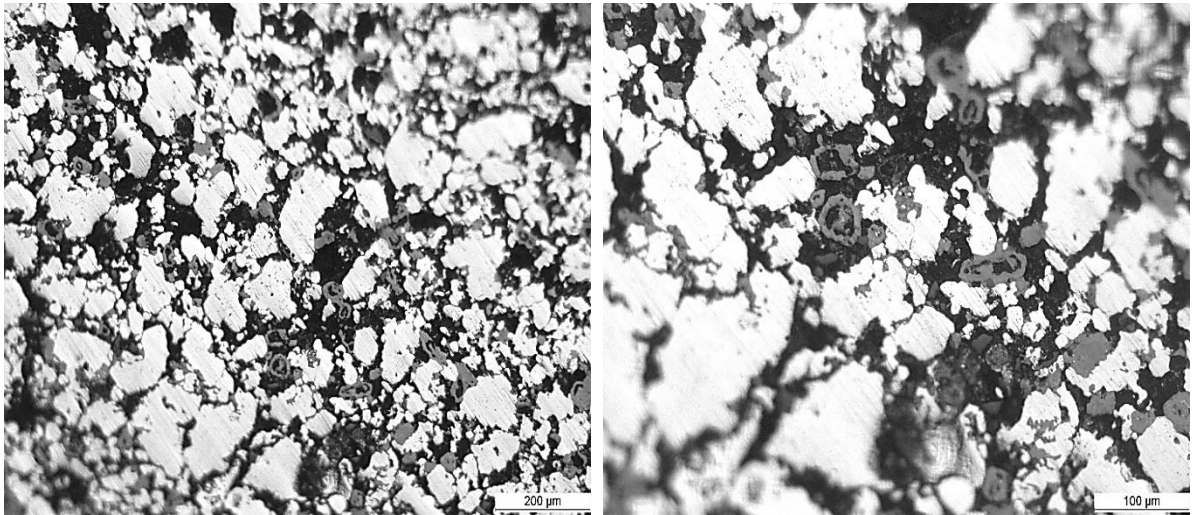
Şekil 4.15. S3 numunesinin optik fotoğrafları

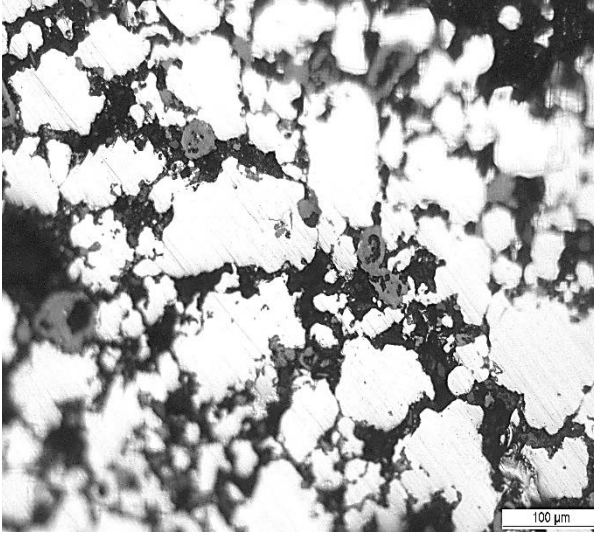


Şekil 4.16. S4 numunesinin optik fotoğrafları

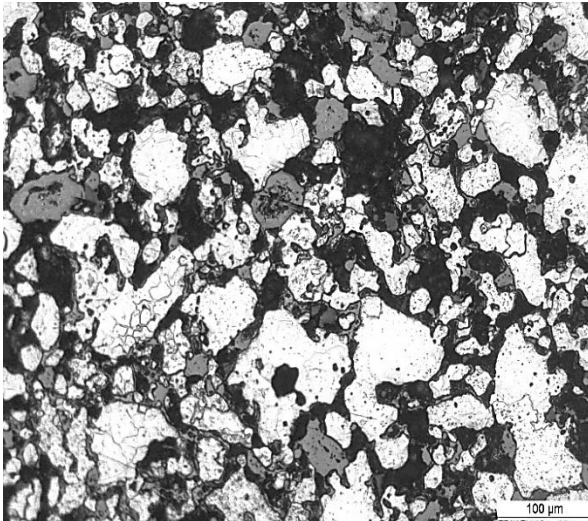
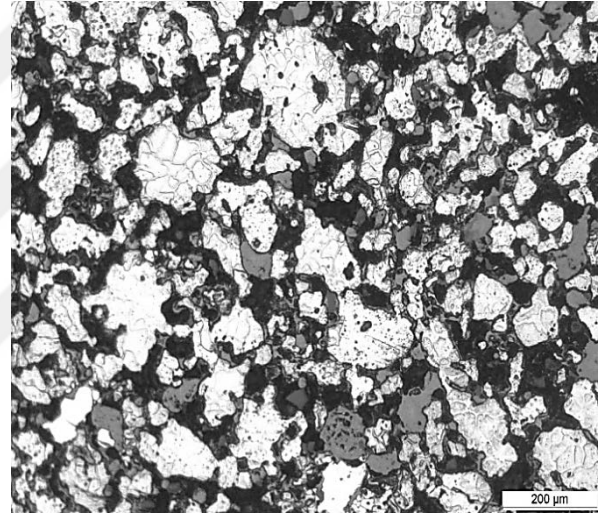
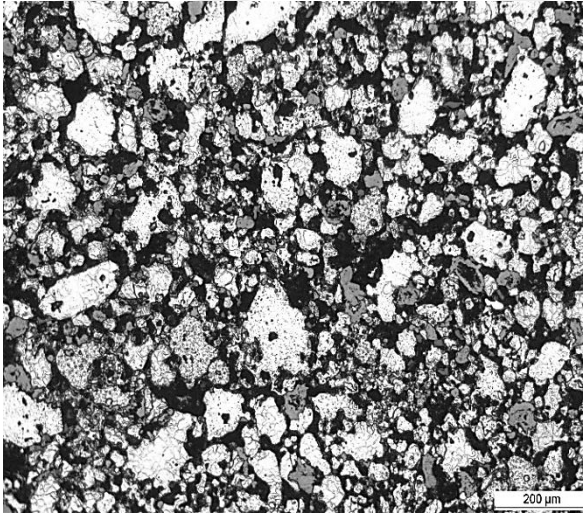


Şekil 4.17. S5 numunesinin optik fotoğrafları





Şekil 4.18. S6 numunesinin optik fotoğrafları



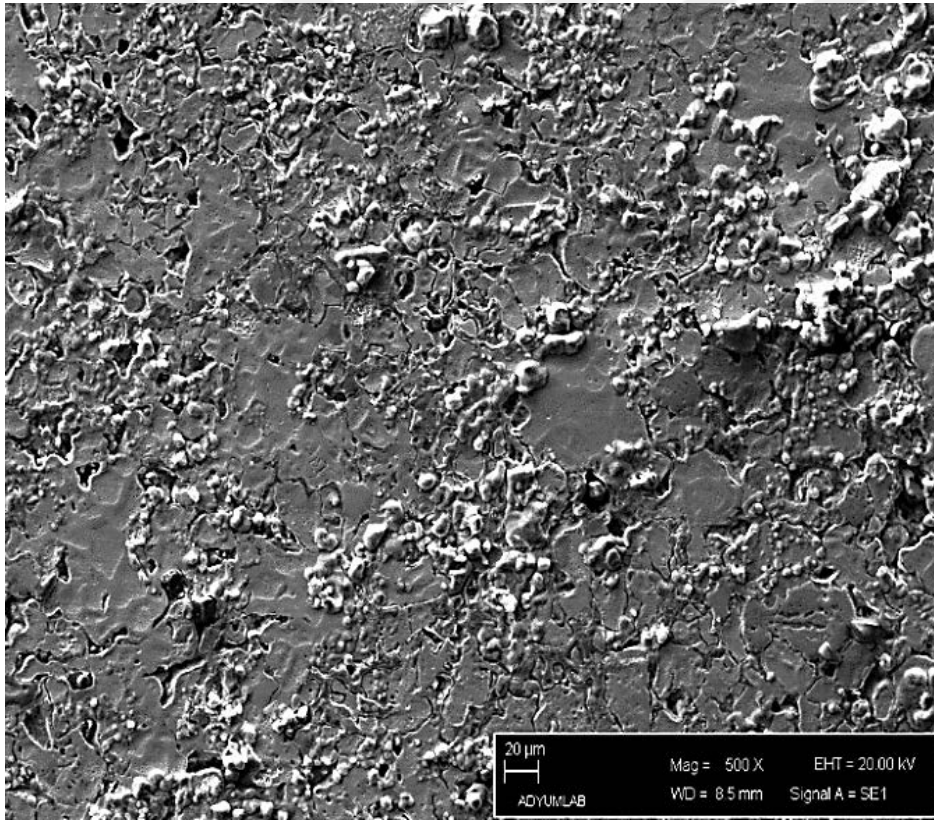
Şekil 4.19. S7 numunesinin optik fotoğrafları

Sinter sıcaklığının yapıdaki tane ebadı, takviye ebadı ve difüzyon üzerinde etkili olduğu görülmektedir. Sıcaklık artışı ile birlikte yapıdaki tane sınır boşluklarının oranı azalmıştır. Ayrıca yapıda bulunan takviyelerin ebatlarının düştüğü ve büyük ebatlı takviyelerin ise difüze oldukları görülmektedir.

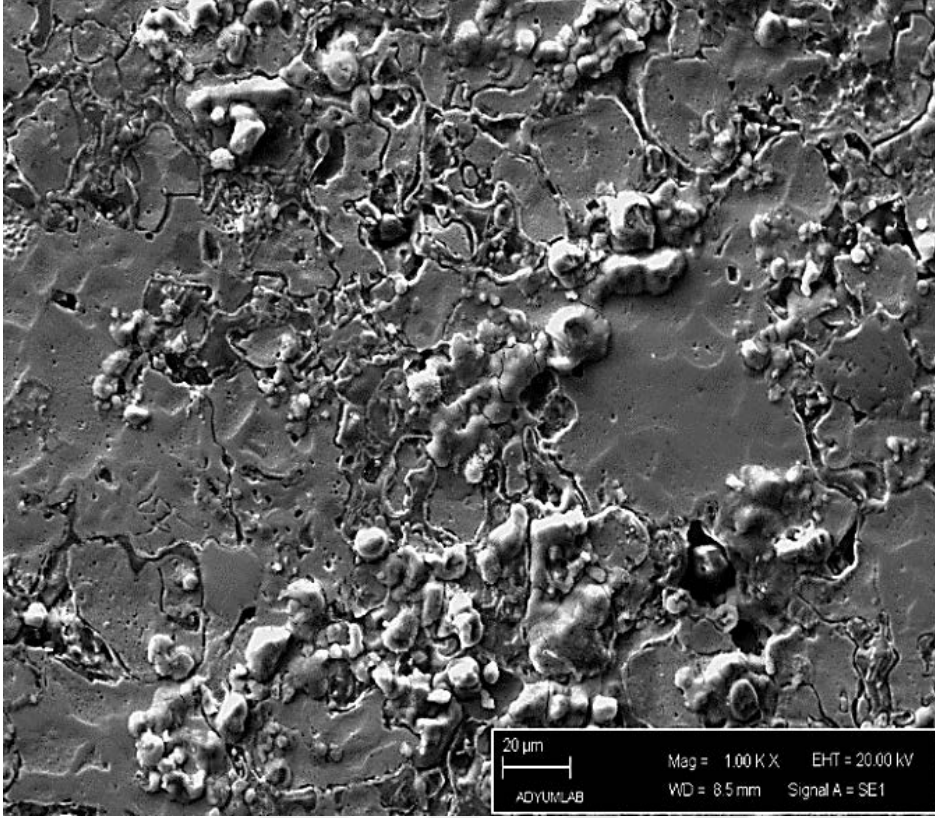
4.2.3. SEM Görüntüleri

Deney parametrelerine göre belirlenmiş bazı numunelerin SEM görüntüleri alınıp EDX analizleri ile elementel konsantrasyon değişimleri belirlenmiştir.

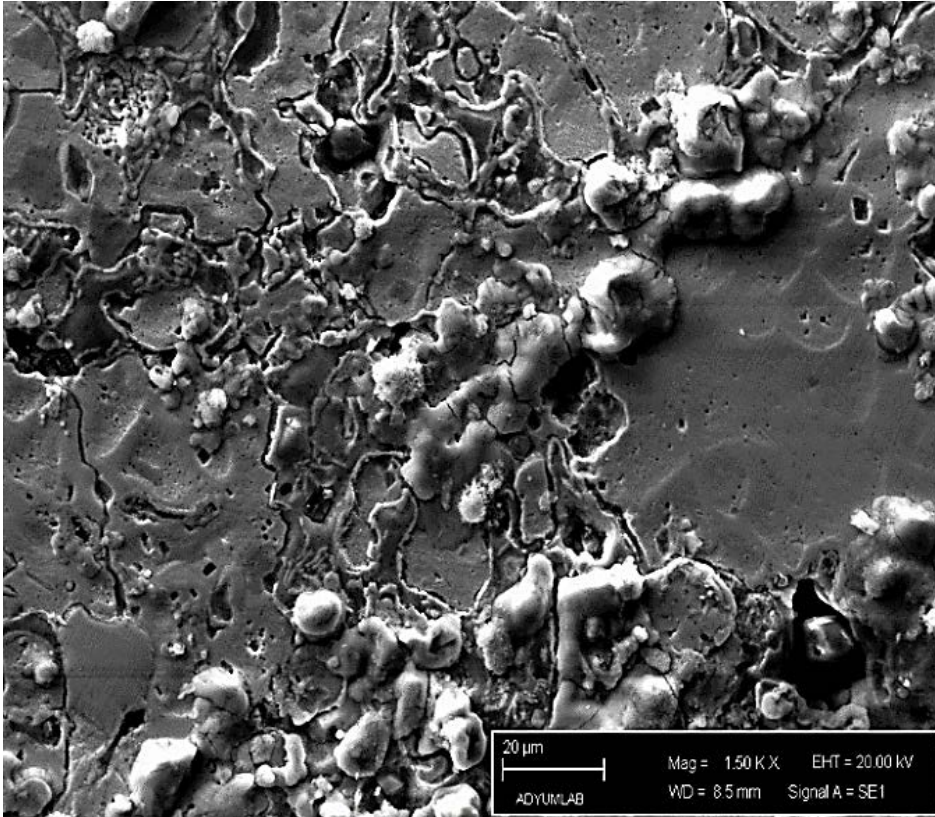
Sinterleme esnasında Fe ve Ti+Ni₃Al tozları arasındaki ekzotermik reaksiyon ısı üretir. Bu ısı yoğunlaştırılmış katı alan temasının sağlandığı şartlarda difüzyon hızının artmasına neden olur ve daha yoğun bir yapının oluşmasını sağlar (Benjamin, 1976). Meydana gelen fazların tipi ve miktarı M.A. süresine, takviye oranına, sinter sıcaklığına ve süresine bağlıdır.



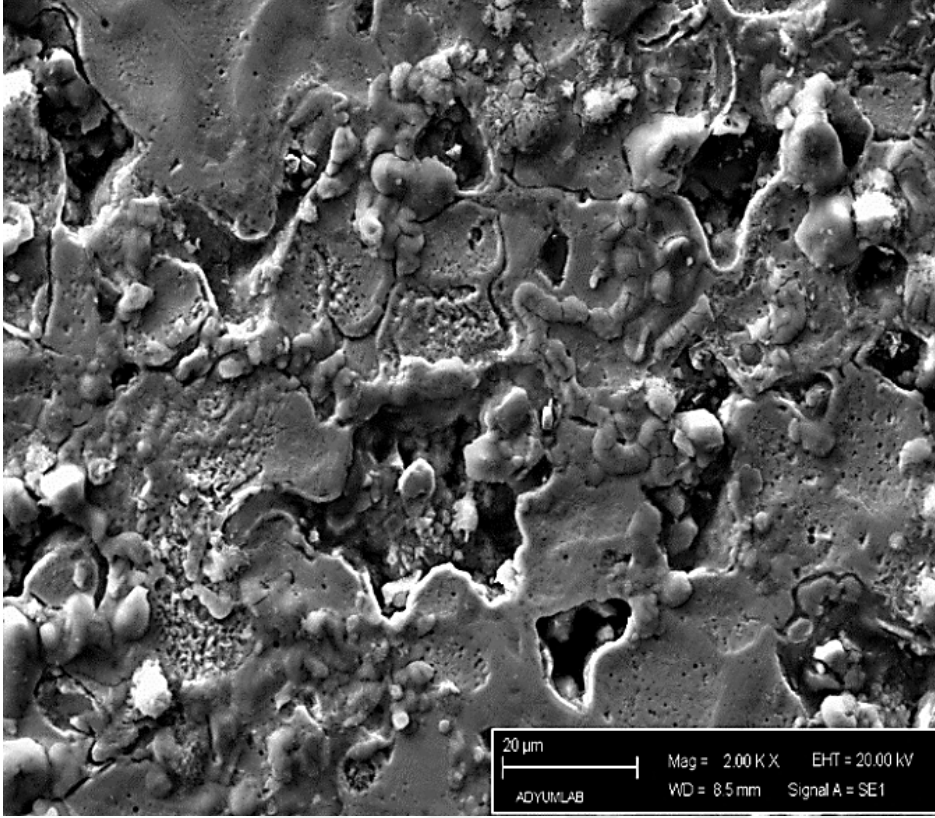
Şekil 4.20.a. N1 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X500



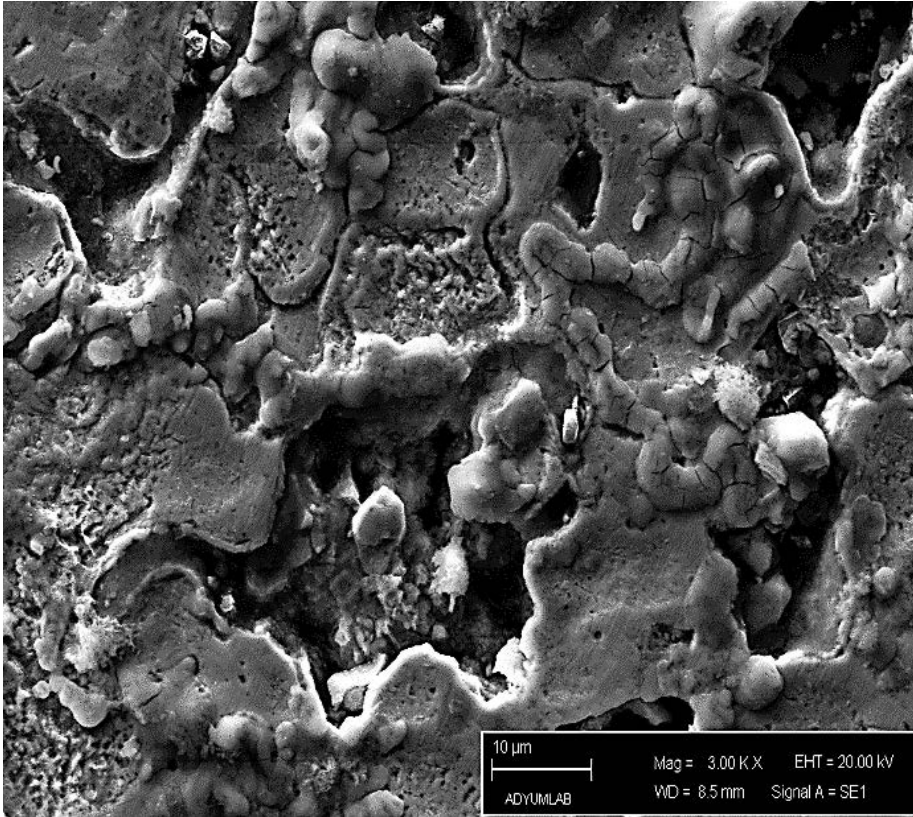
Şekil 4.20.b. N1 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1000



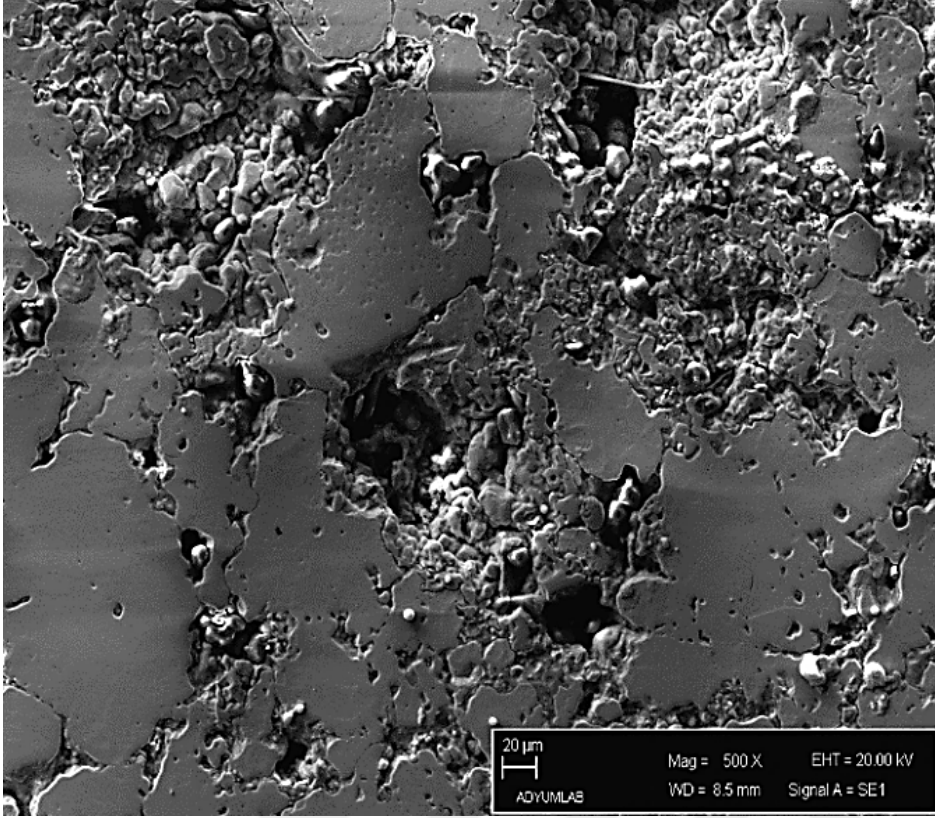
Şekil 4.20.c. N1 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1500



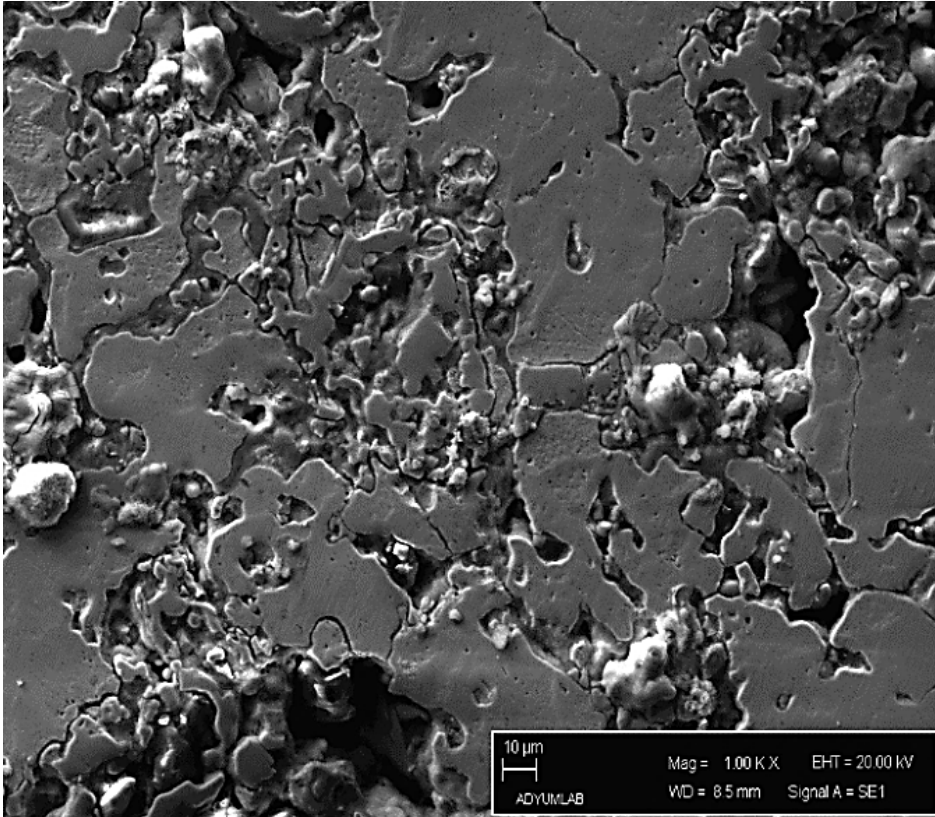
Şekil 4.20.d. N1 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X2000



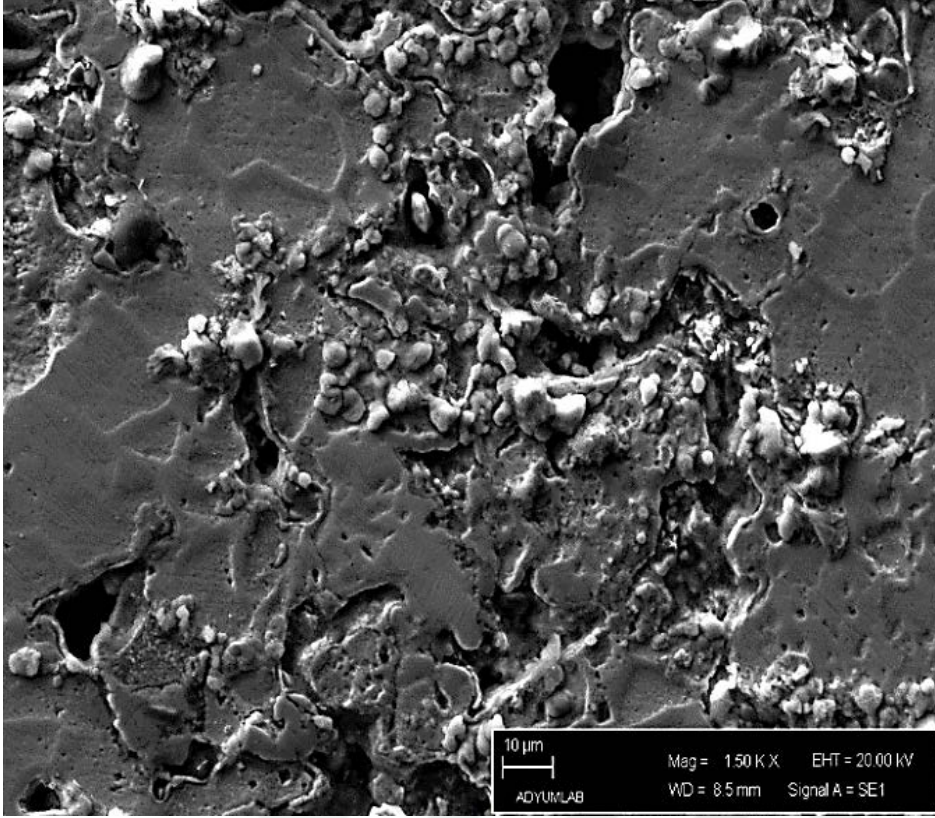
Şekil 4.20.e. N1 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X3000



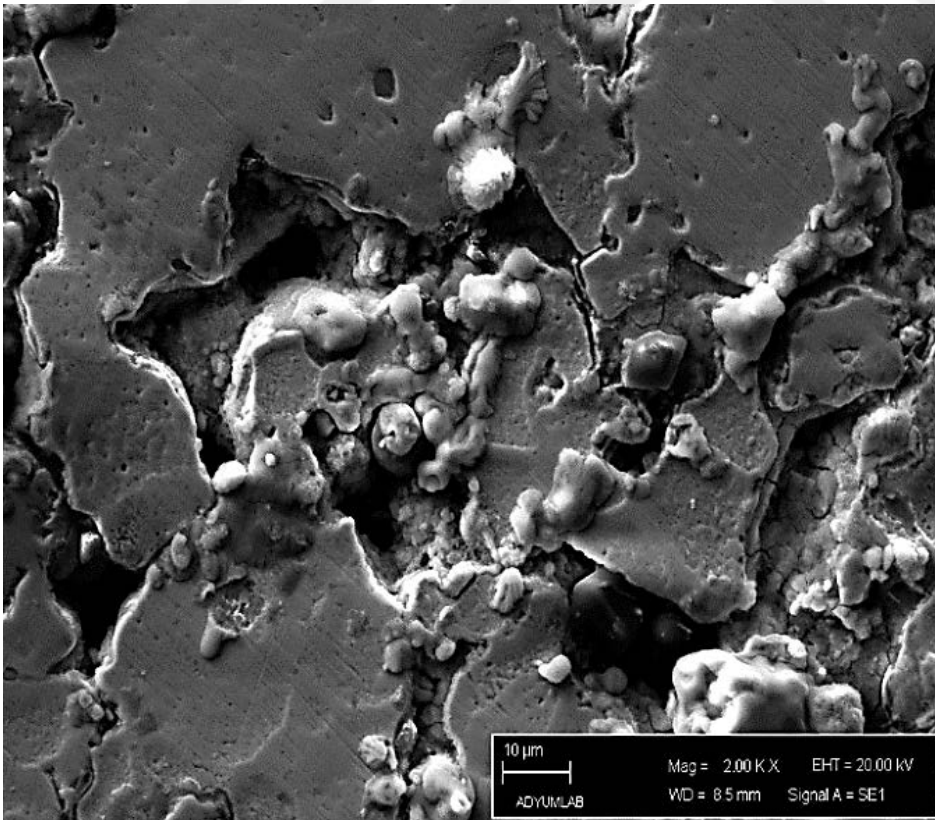
Şekil 4.21.a. S1 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X500



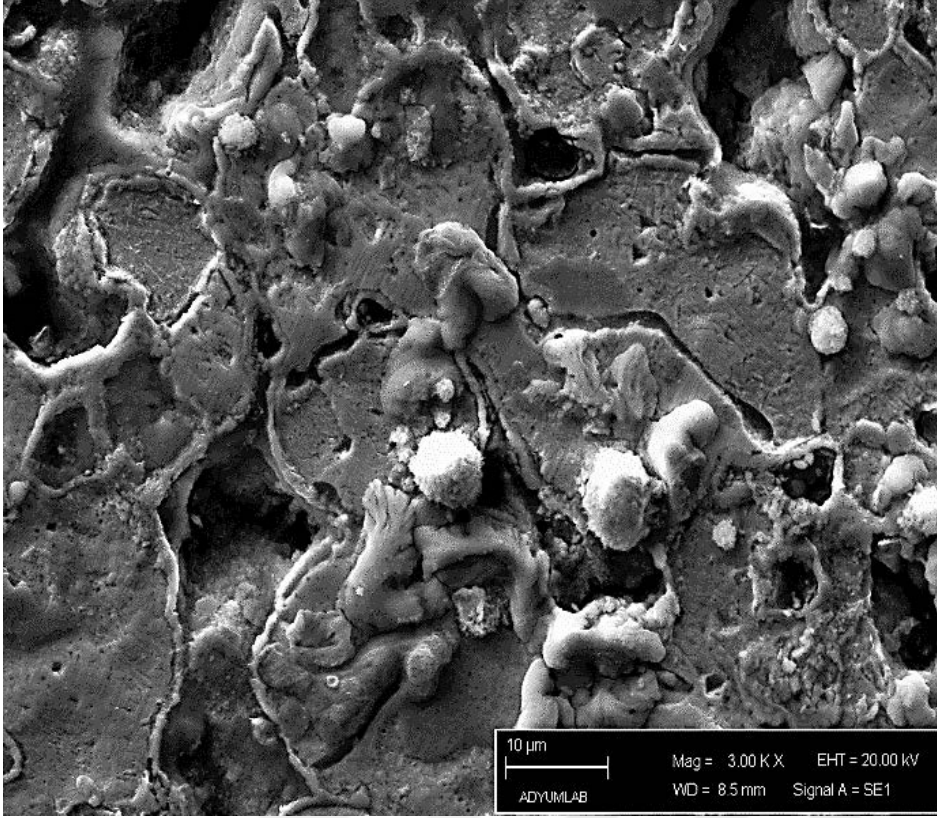
Şekil 4.21.b. S1 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1000



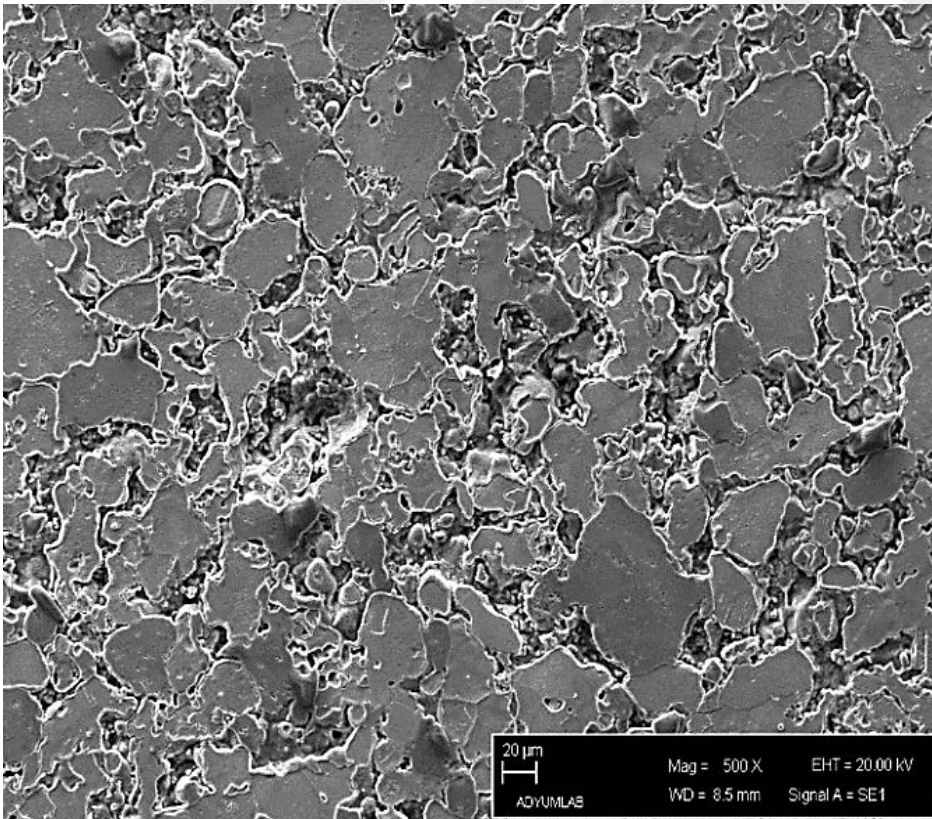
Şekil 4.21.c. S1 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1500



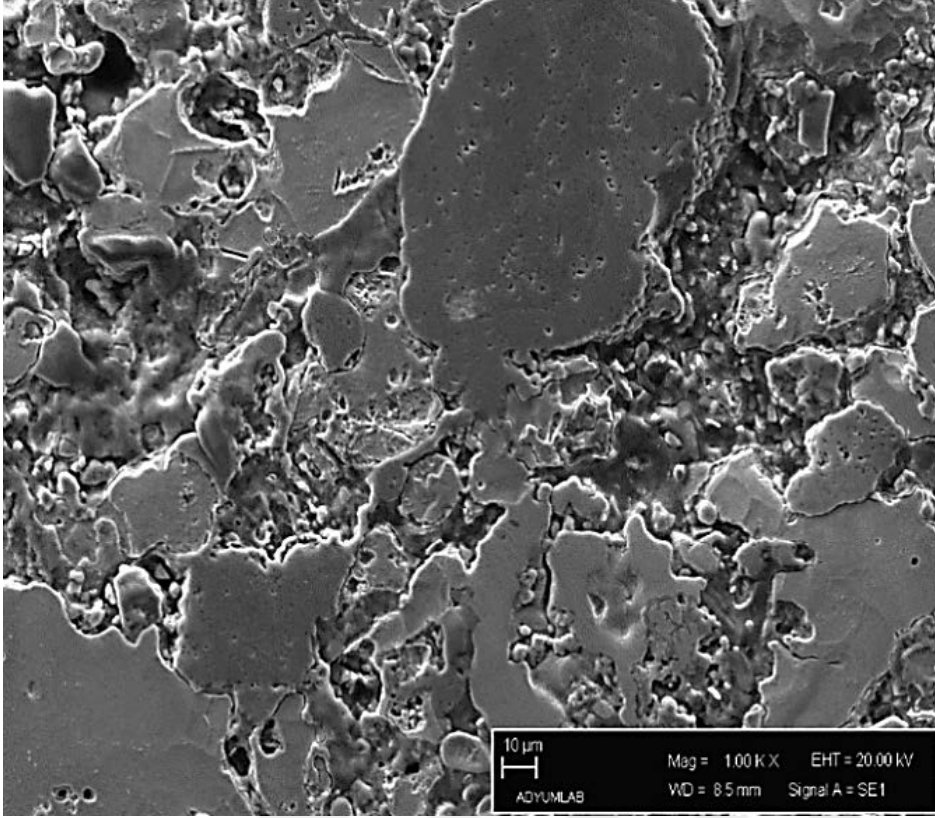
Şekil 4.21.d. S1 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X2000



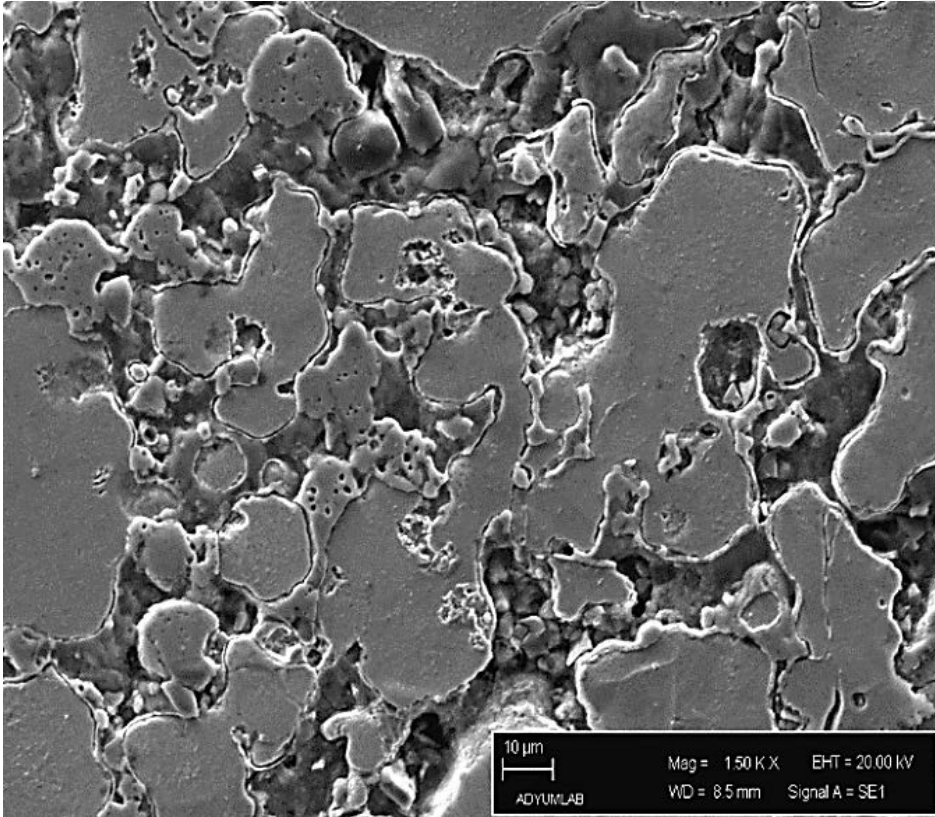
Şekil 4.21.e. S1 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X3000



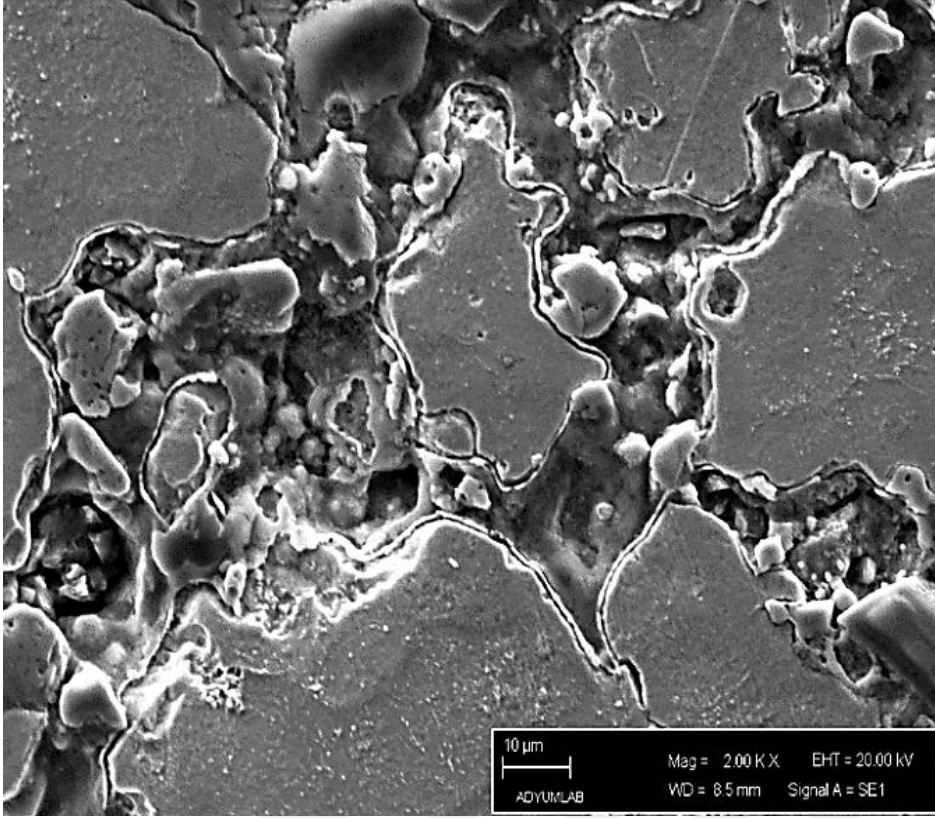
Şekil 4.22.a. S2 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X500



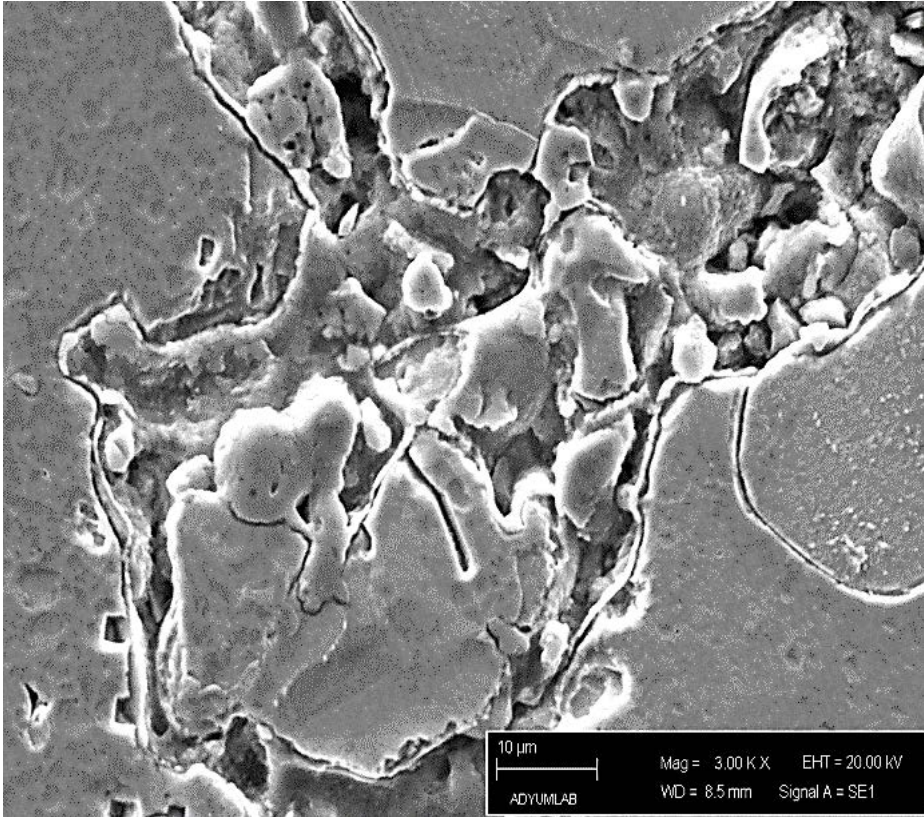
Şekil 4.22.b. S2 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1000



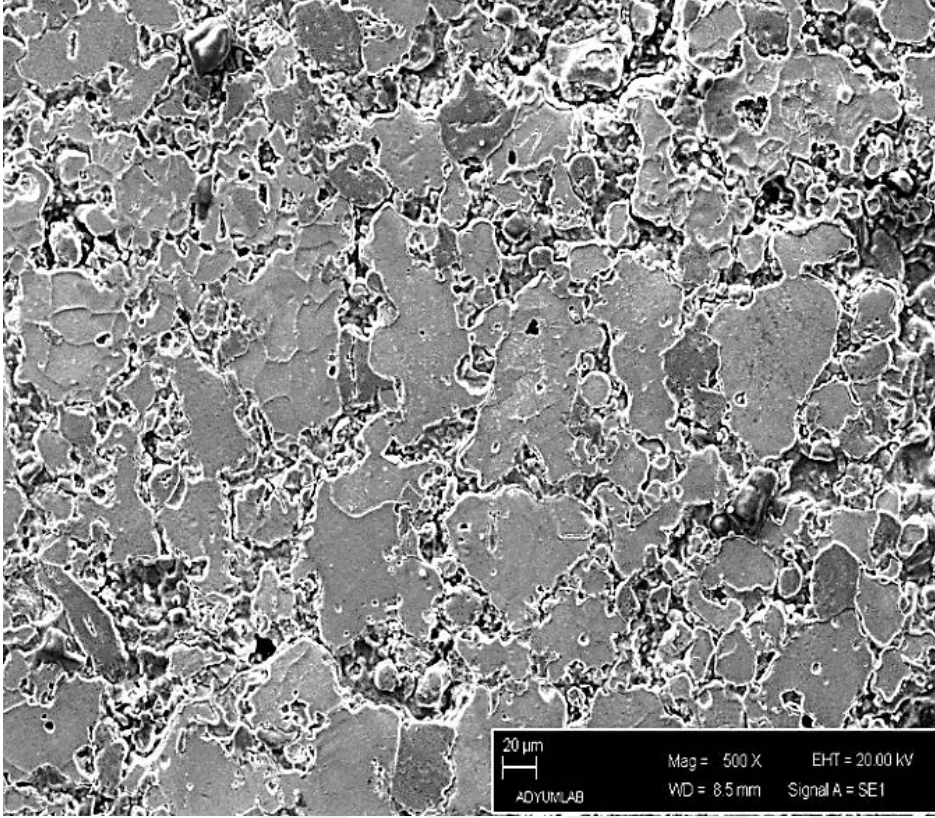
Şekil 4.22.c. S2 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1500



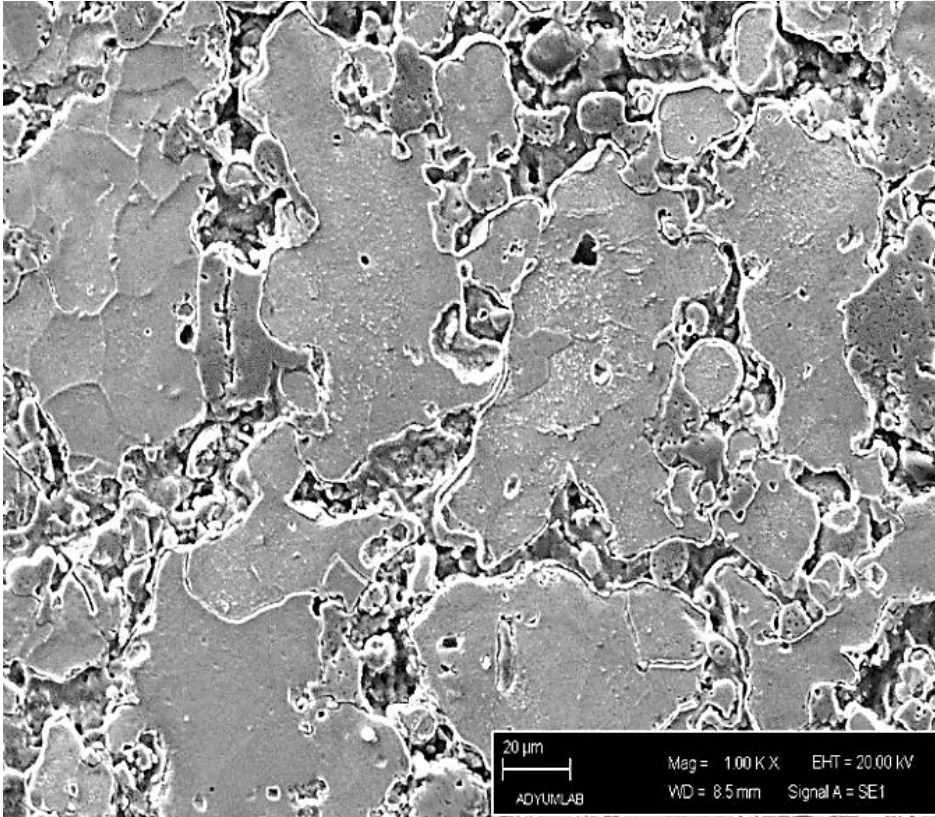
Şekil 4.22.d. S2 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X2000



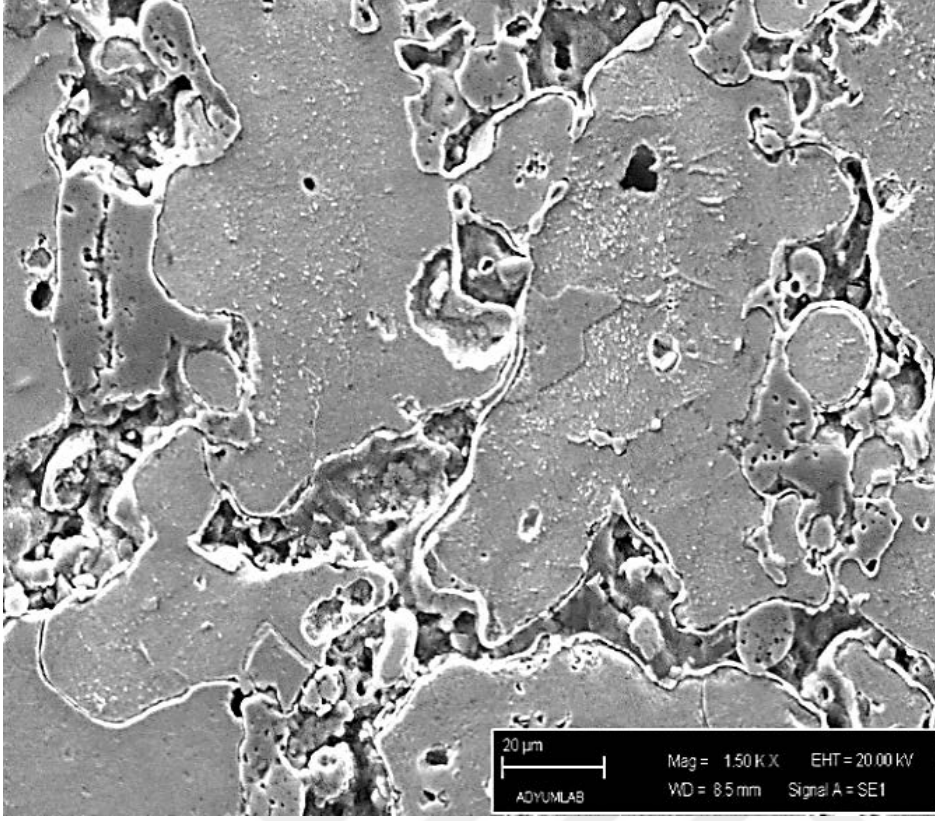
Şekil 4.22.e. S2 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X3000



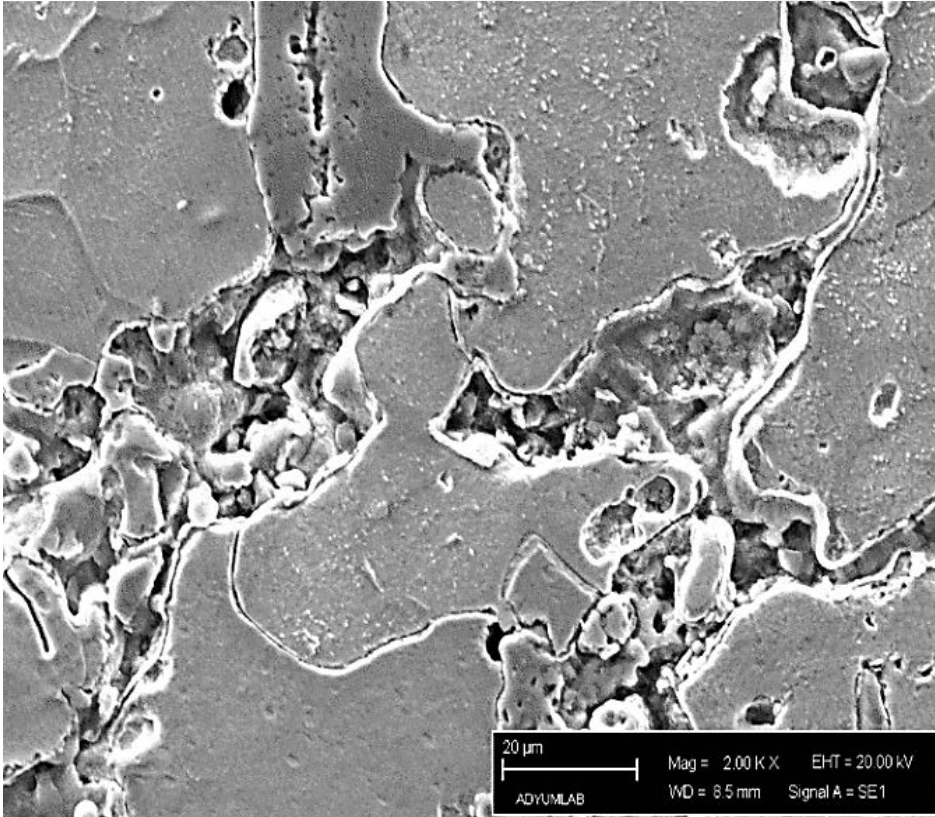
Şekil 4.23.a. S3 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X500



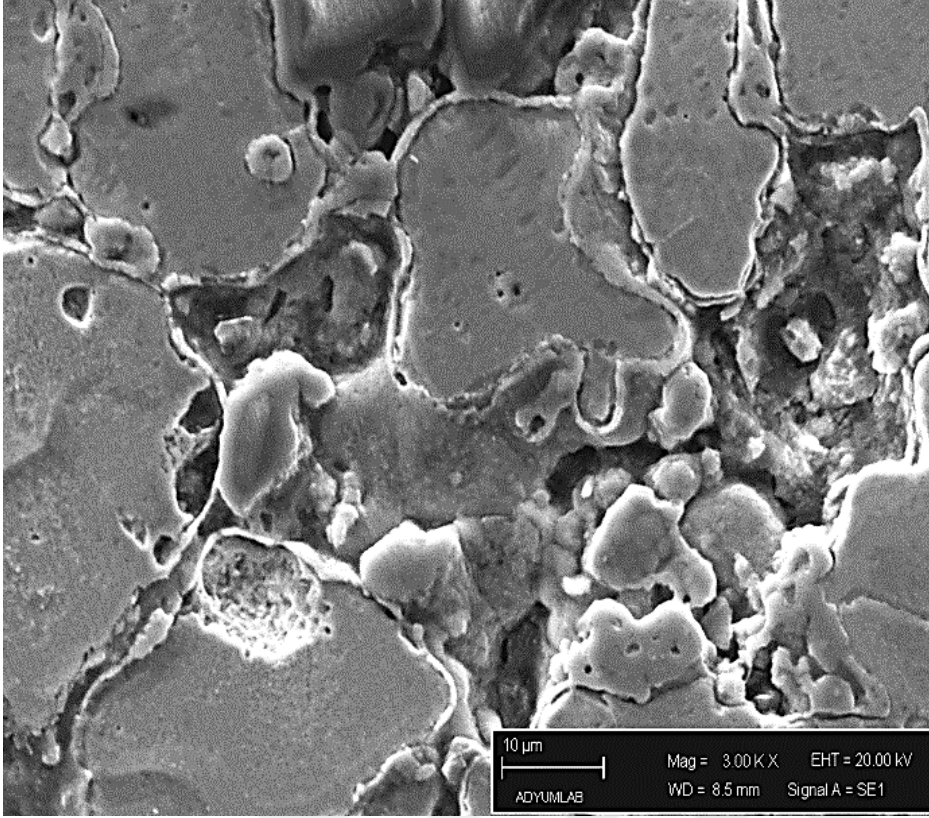
Şekil 4.23.b. S3 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1000



Şekil 4.23.c. S3 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1500



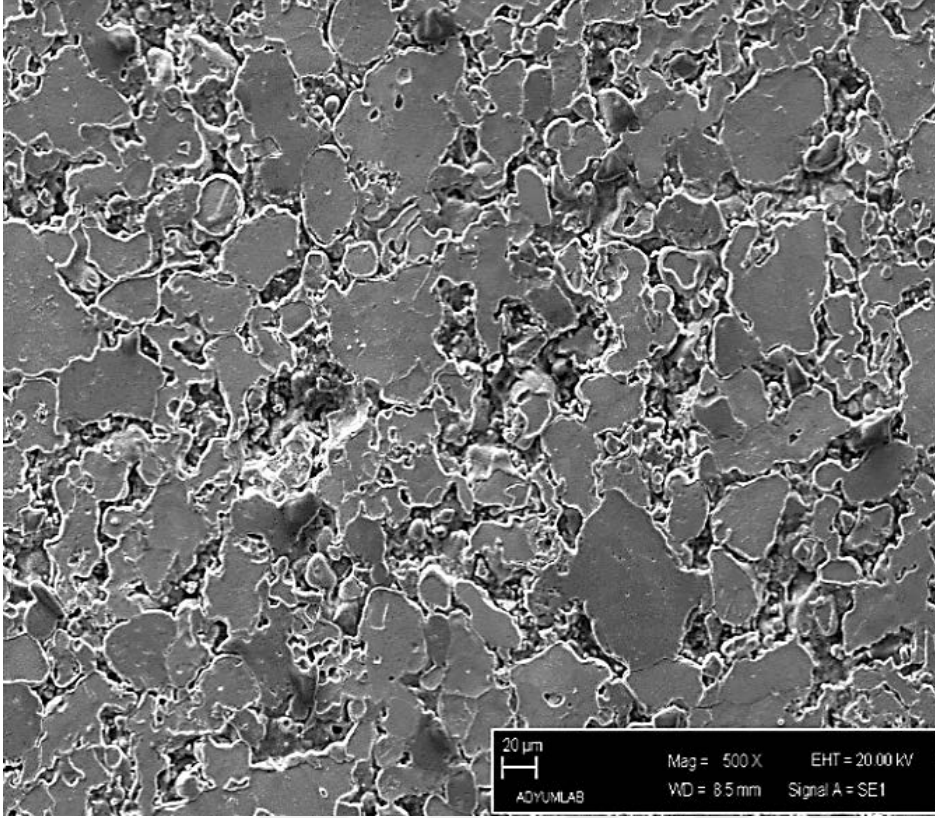
Şekil 4.23.d. S3 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X2000



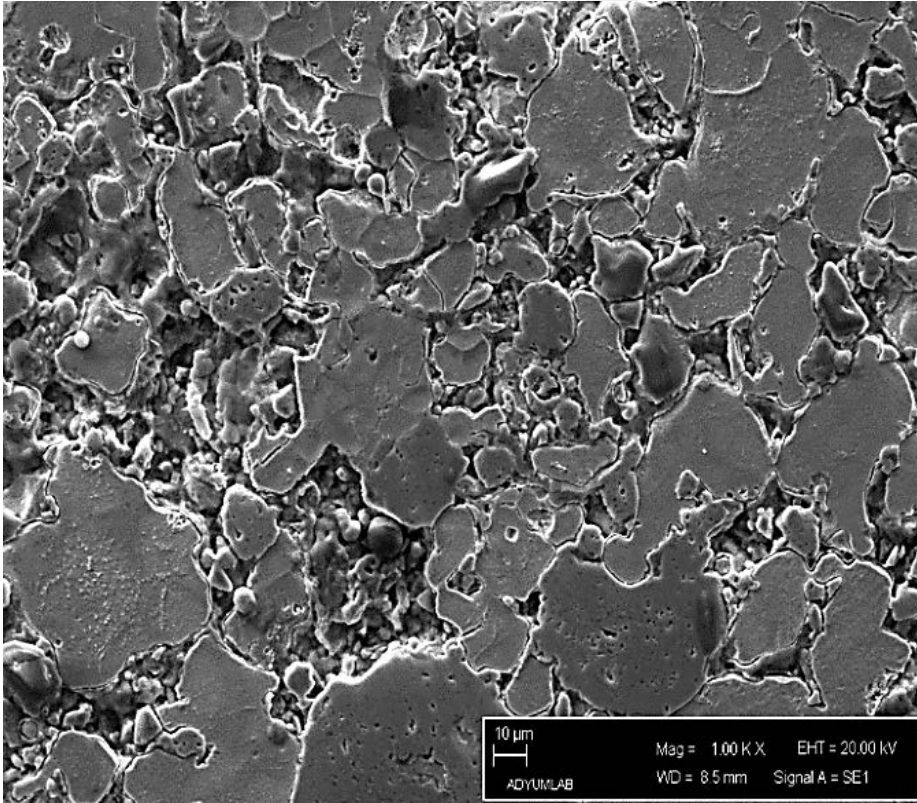
Şekil 4.23.e. S3 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X3000

S3 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü Şekil 4.23. 'te verilmiştir. Ni_3Al 'nin sinterlenmesi ardışık birkaç adımdan oluşan karmaşık bir reaksiyonun sonucunda meydana gelmektedir. İlk olarak alüminyumca zengin NiAl_3 oluşur. Daha sonra, bu faz Fe fazı ile reaksiyona girerek FeNiAl yi oluşturur. FeNiAl 'nin civarındaki Fe mevcudiyetine bağlı olarak Ni_3Al çözünür (Gilman, 1983). Sonuç olarak, sinterleme esnasında reaksiyon tamamlanmadan FeNiAl ve Ni_3Al intermetalik fazları birlikte bulunurlar. Mikro yapıya bakıldığında Al_2O_3 parçacıklarının kısmen çözüldüğü ve boyutlarının 2-5 μm arasına düştüğü görülmüştür. EDS analizlerine bakıldığında Al, Ni ve Ti atomlarının matriste çözüldüğü görülmüştür. Dahası, bu atomların çözünmesi mikro yapıyı değiştirmiştir ve Al_2O_3 oranındaki artış Ni_3Al fazının hacimsel oranına etkilemiştir. Mikro yapı değişimi üzerinde Al_2O_3 oksidinin çözünmesi etkindir, çünkü Al, Fe ve Ni atomlarının varlığı Ni_3Al nin kimyasal potansiyelini ve NiAl oluşum sisteminin sıcaklığını düşürür (Aslanoglu, 1994).

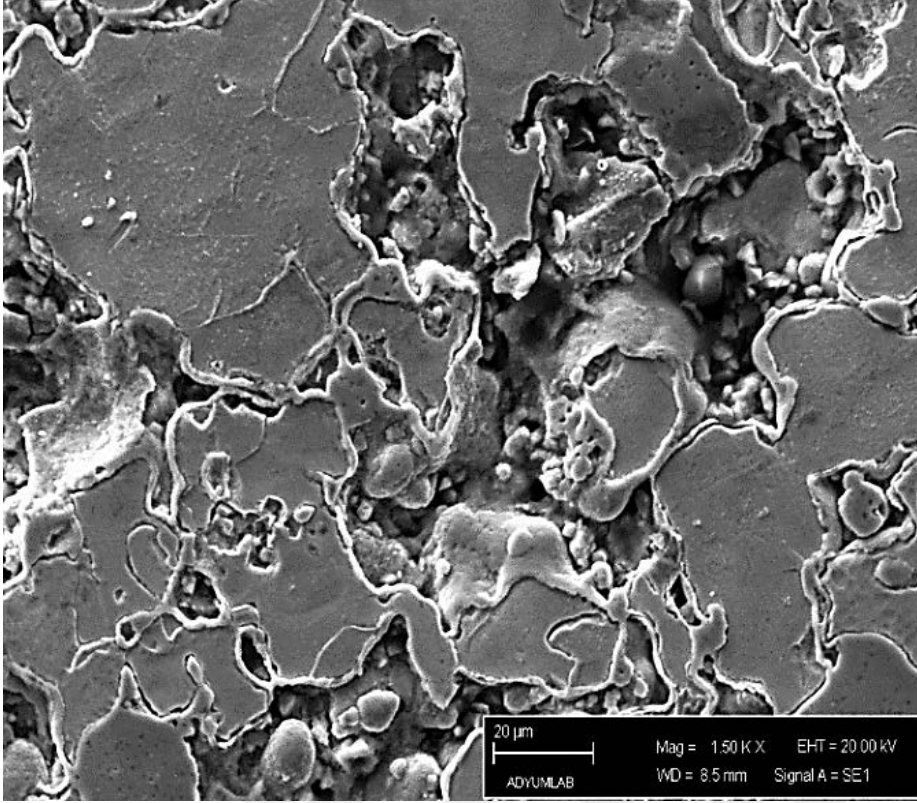
Stokiometrik Ni-Al bileşimi %50 sıvı faz olduğu ve sinter sıcaklığının 600-700 °C arası olduğu zaman oluşur, bundan dolayı sinter sıcaklığı kademeli olarak 600 °C den 1100 °C'e yükselir. S4 ve S5 numunelerinin mikroyapı fotoğrafları karşılaştırıldığında S5 numunesinde tane sınırlarındaki ikincil fazların boyutlarının arttığı görülmüştür.



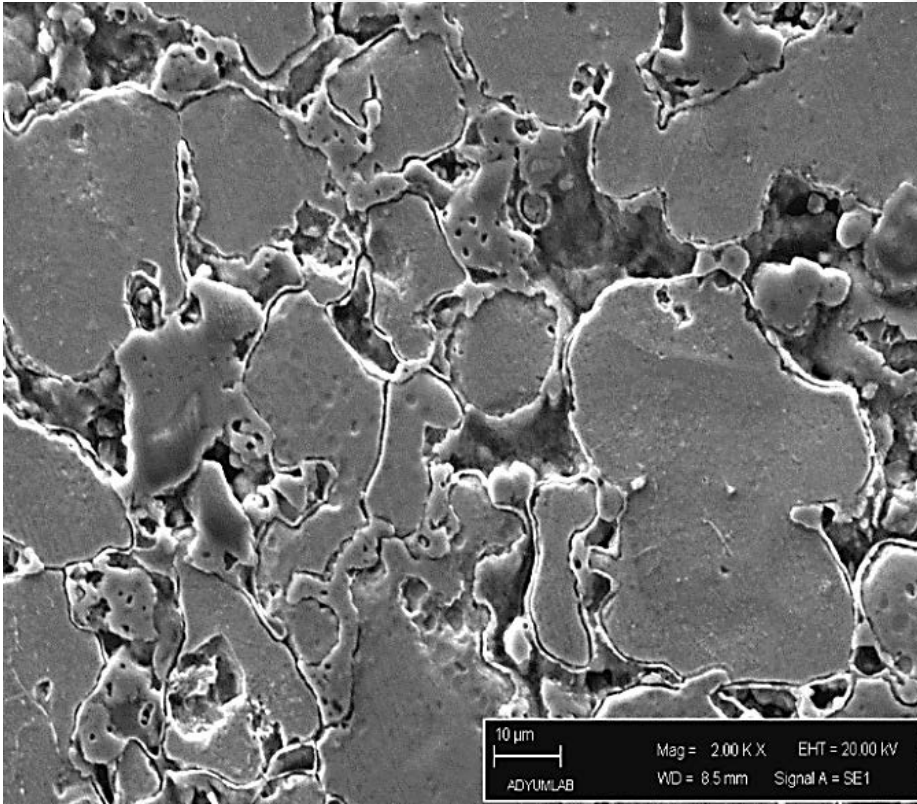
Şekil 4.24.a. S4 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X500



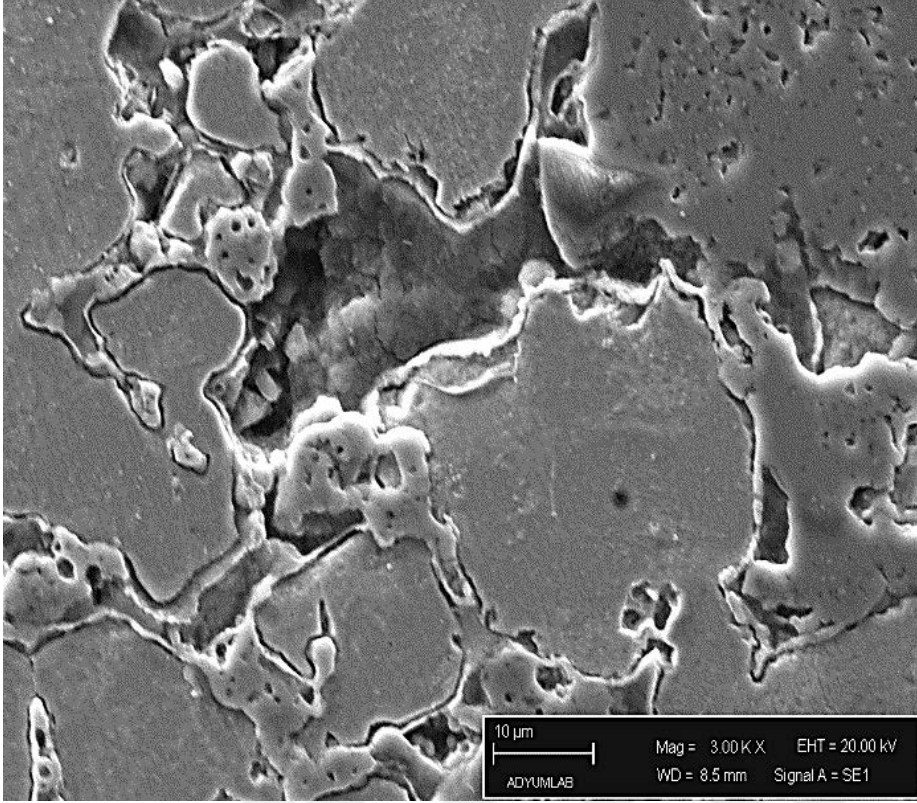
Şekil 4.24.b. S4 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1000



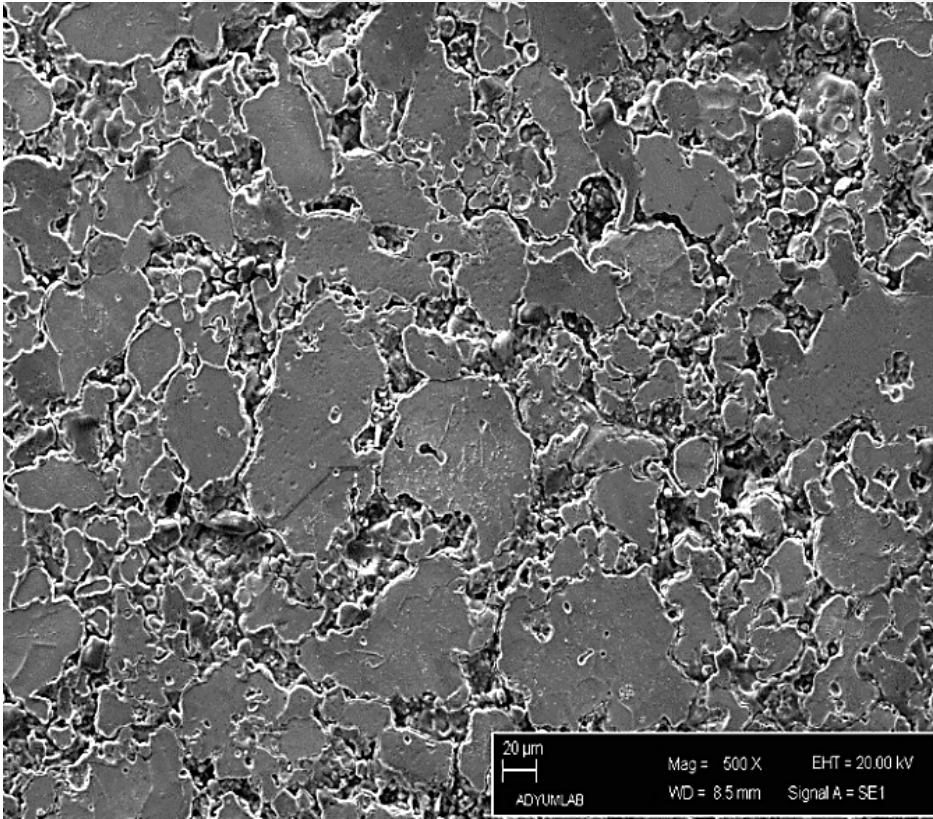
Şekil 4.24.c. S4 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1500



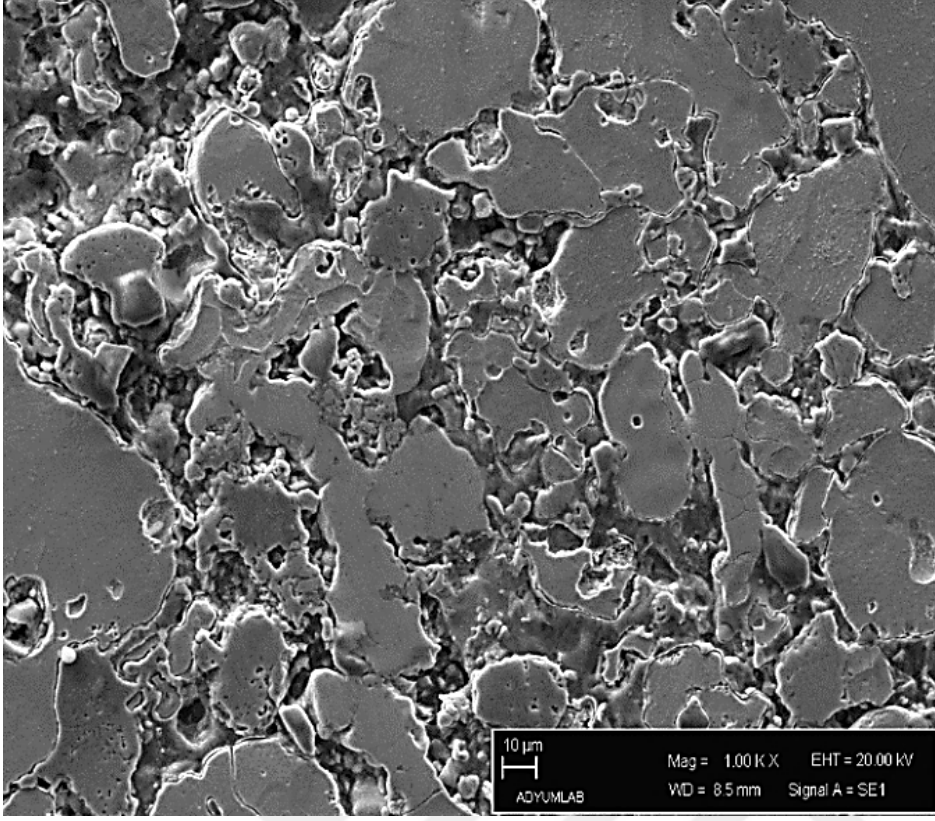
Şekil 4.24.d. S4 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X2000



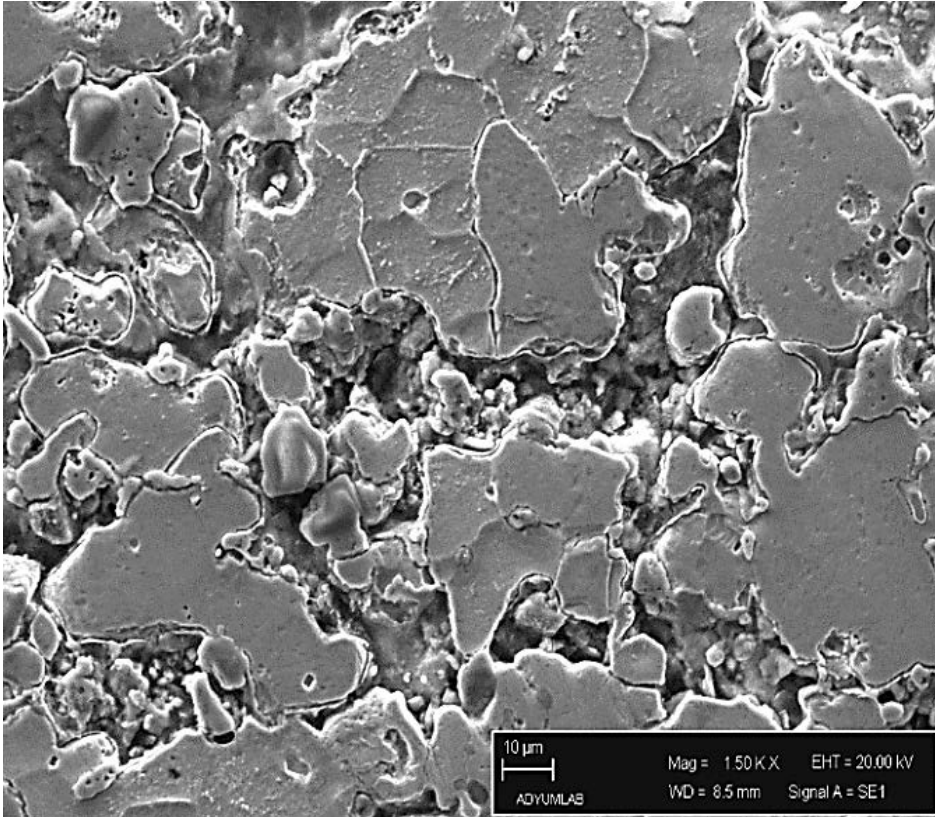
Şekil 4.24.e. S4 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X3000



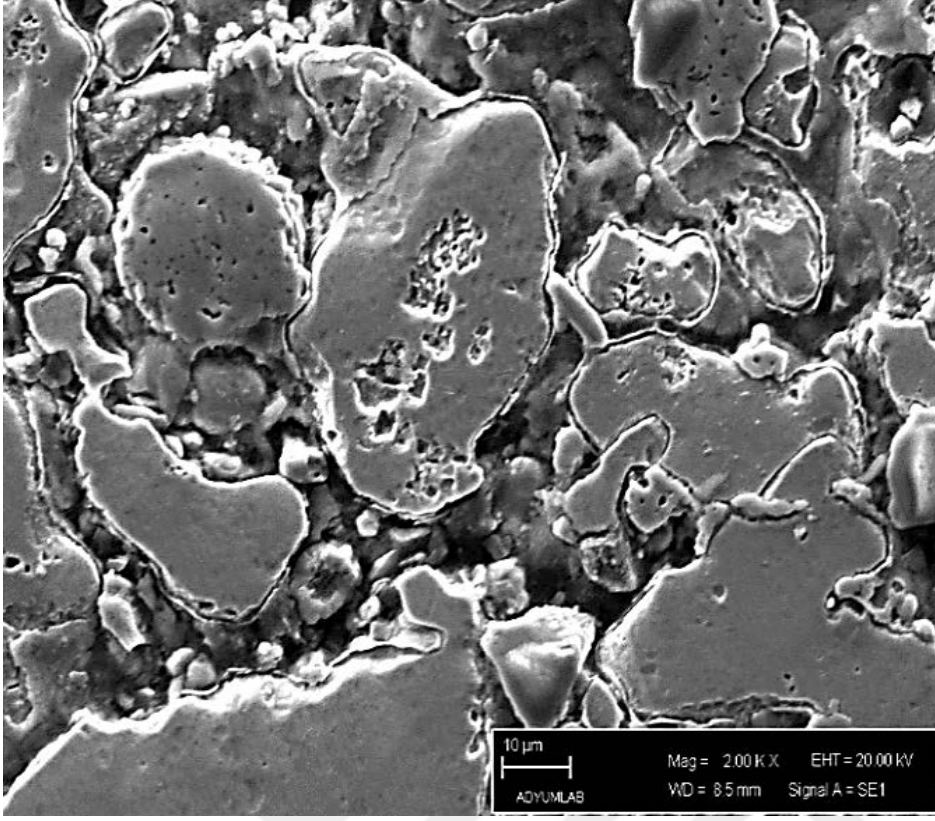
Şekil 4.25.a. S5 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X500



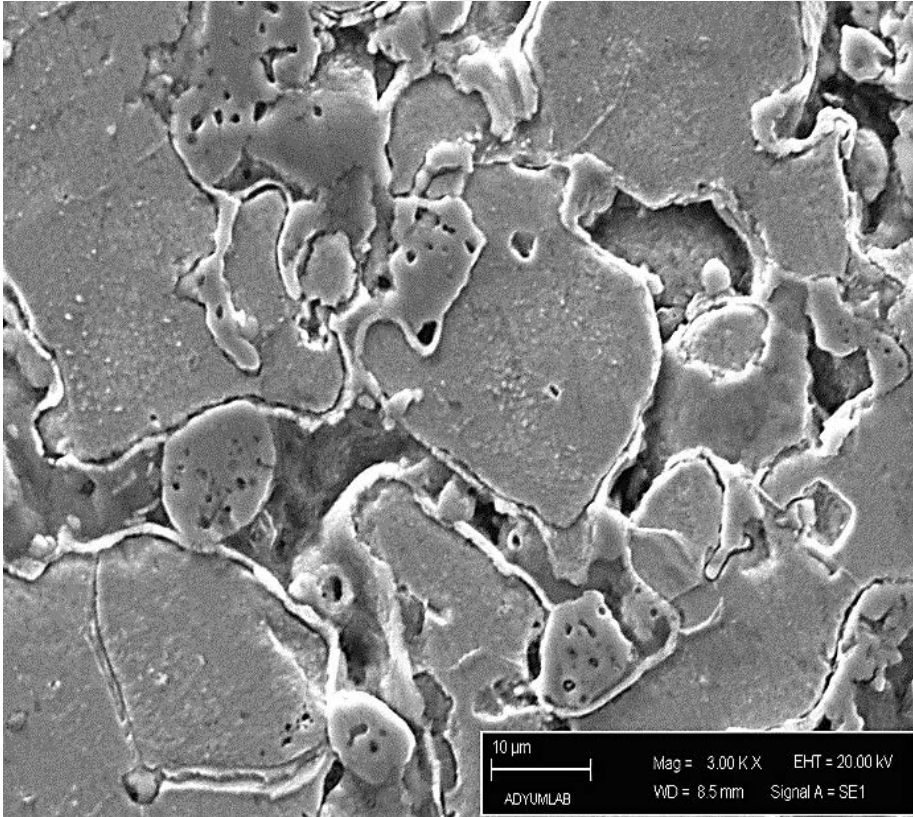
Şekil 4.25.b. S5 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1000



Şekil 4.25.c. S5 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1500

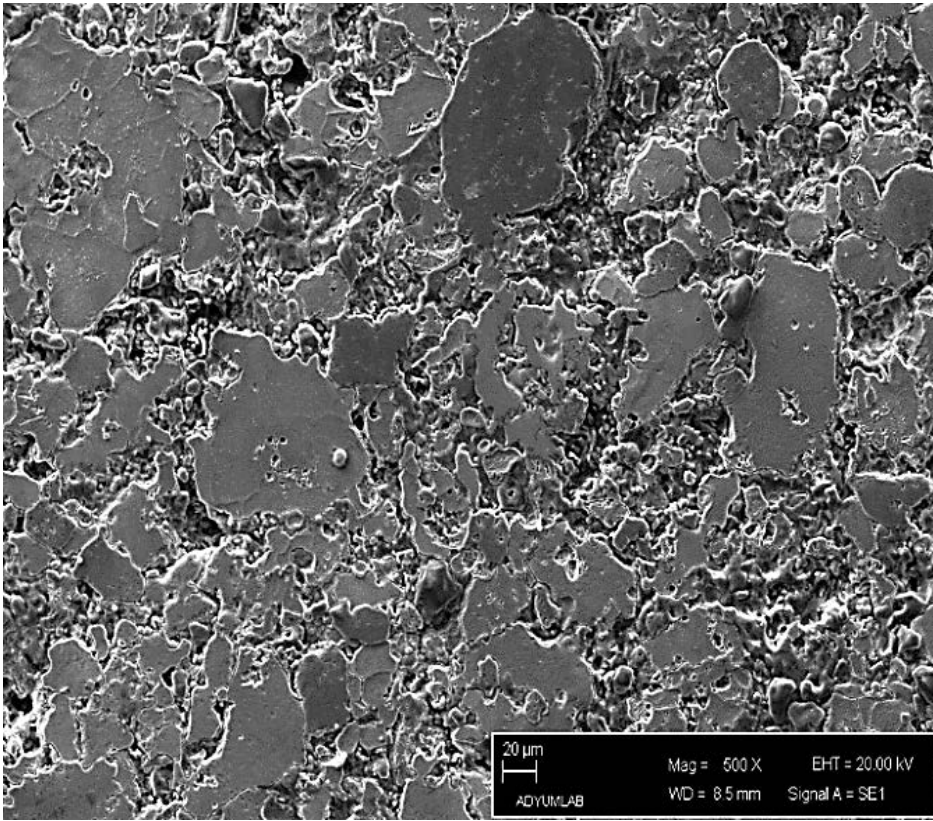


Şekil 4.25.d. S5 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X2000

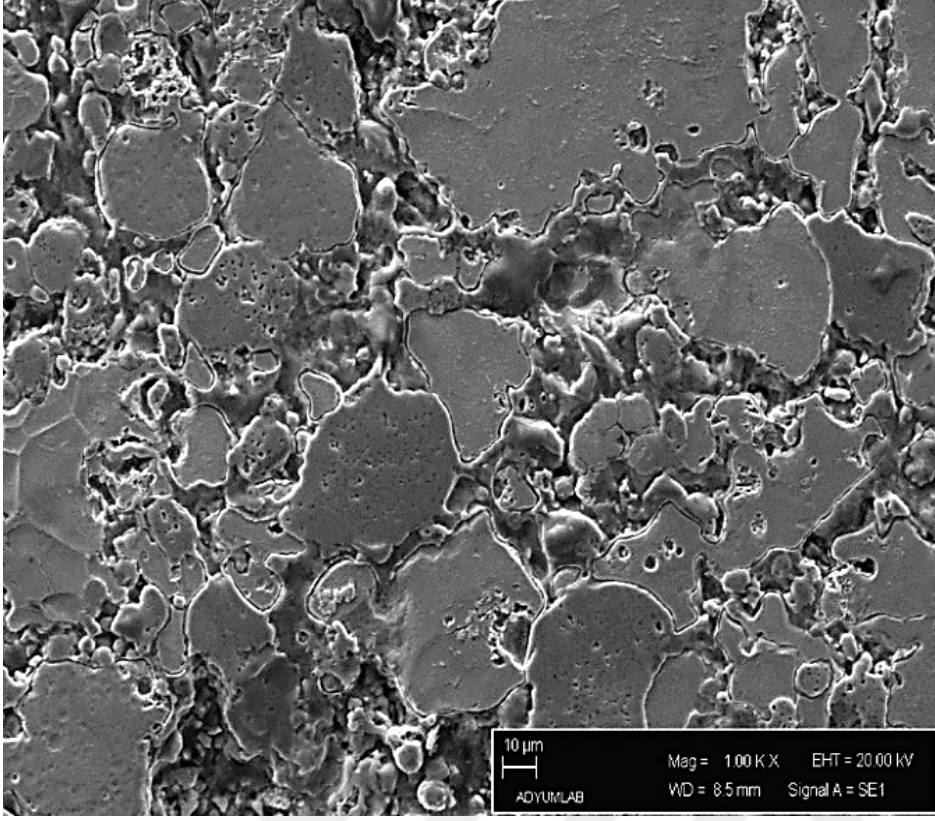


Şekil 4.25.e. S5 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X3000

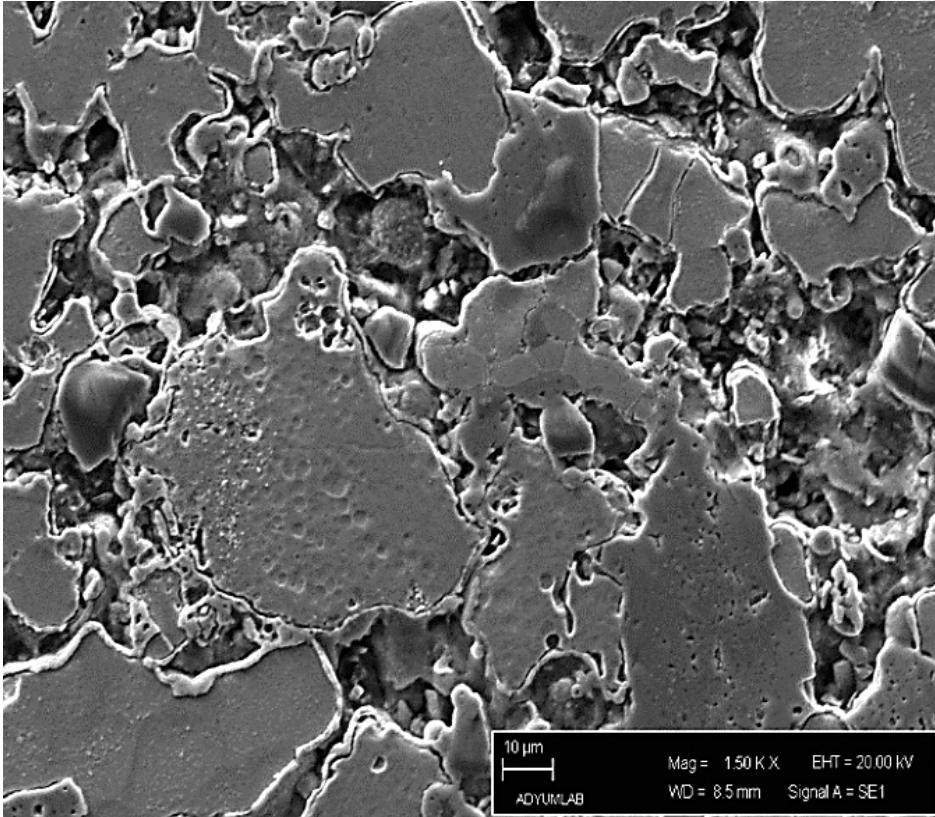
Ni_3Al takviye tanecikleri yapı içindeki ekzotermik reaksiyonlar ile çözülmüşlerdir. Bu çözünüm M.A. esnasında gerçekleşmiştir ve ekzotermik reaksiyonun sıcaklığı Ni_3Al takviye parçacıklarının çözünme sıcaklığına erişmiştir. Tane sınırındaki ikincil fazların ve boşlukların boyutları artmış ve sinter sıcaklığındaki yükselişe bağlı olarak tane boyutu düşmüştür. Ni_3Al takviyesinin artışı çözünme oranını ve reaksiyon sıcaklığını değiştirmiştir. Sinter sıcaklığı alüminatlar ve benzerlerinin ergime sıcaklığına erişirse yapı içerisinde istenmeyen ergime sıcaklığı düşük empürite veya bunların gaz formları oluşur (Lee, 1988). Bunun sonucunda bölgesel olarak büyük boşluklar oluşur. Numune S7 de 1000 °C deki sinter esnasında alüminyumca zengin fazın erimesi sonucu yeni bir mikroyapı oluştuğu görülmektedir.



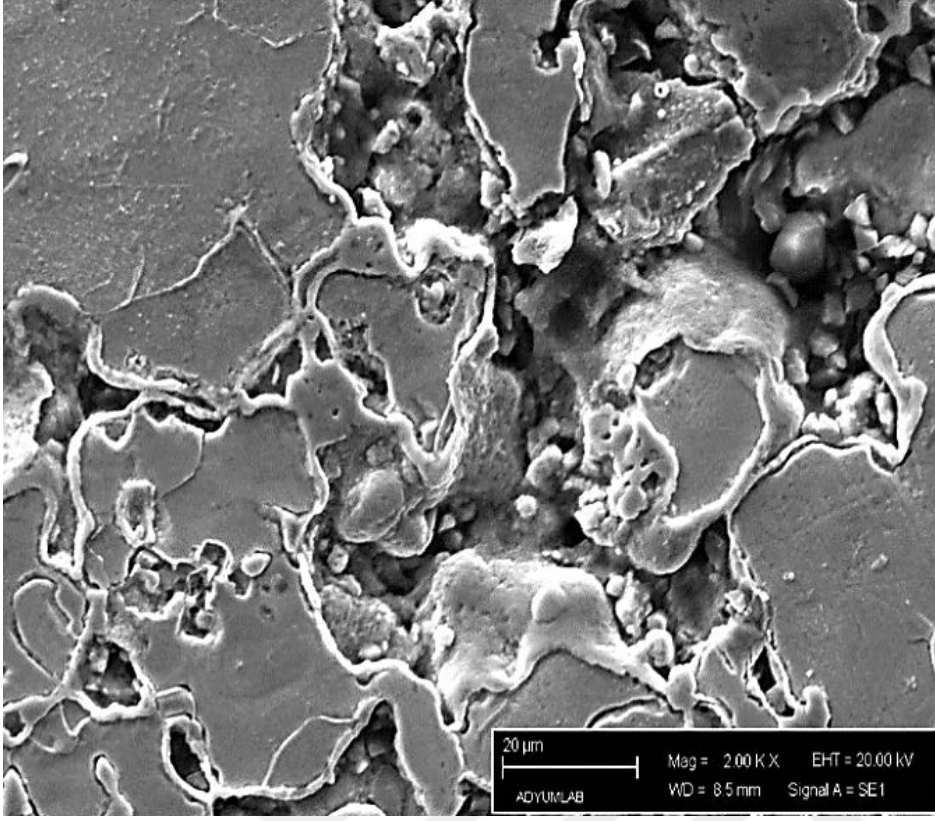
Şekil 4.26.a. S6 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X500



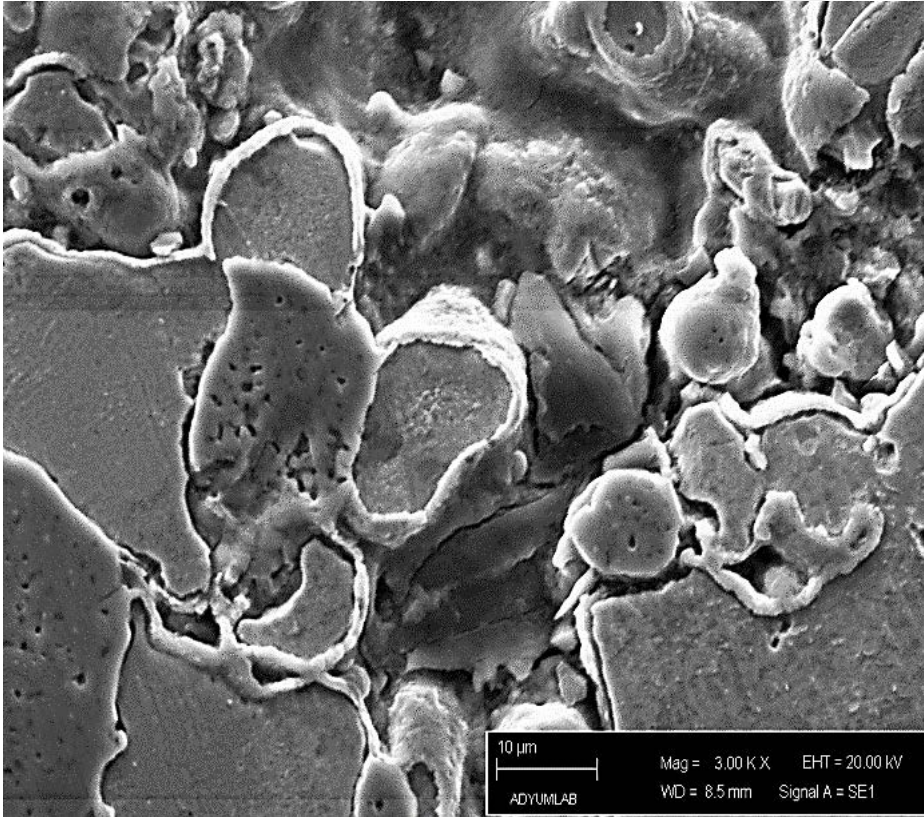
Şekil 4.26.b. S6 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1000



Şekil 4.26.c. S6 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1500

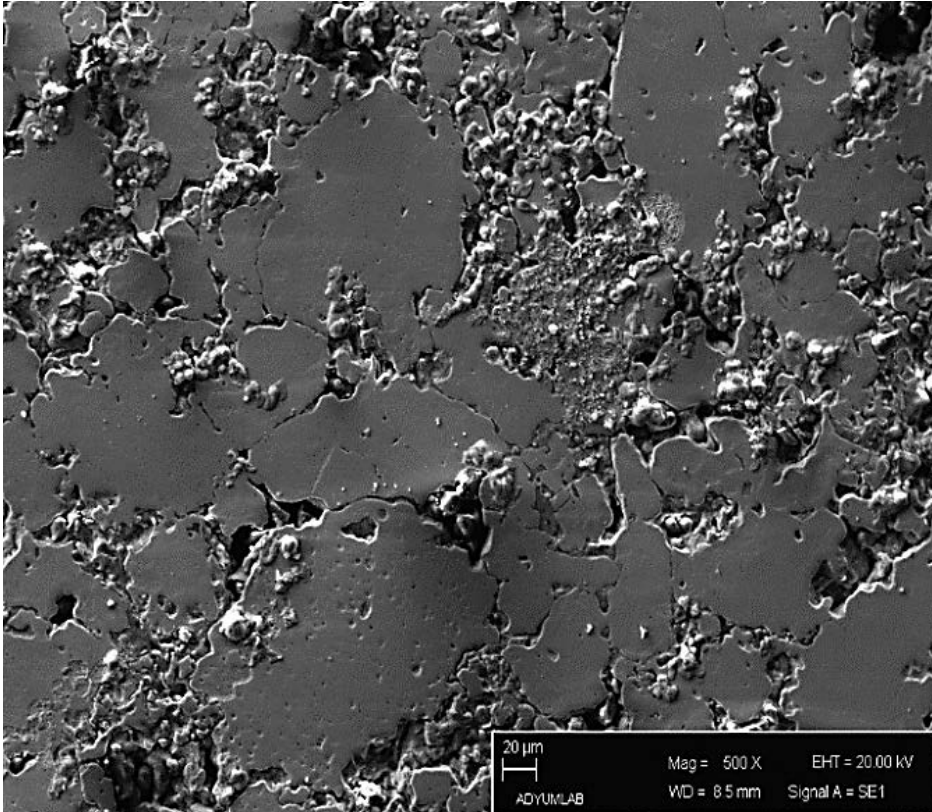


Şekil 4.26.d. S6 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X2000

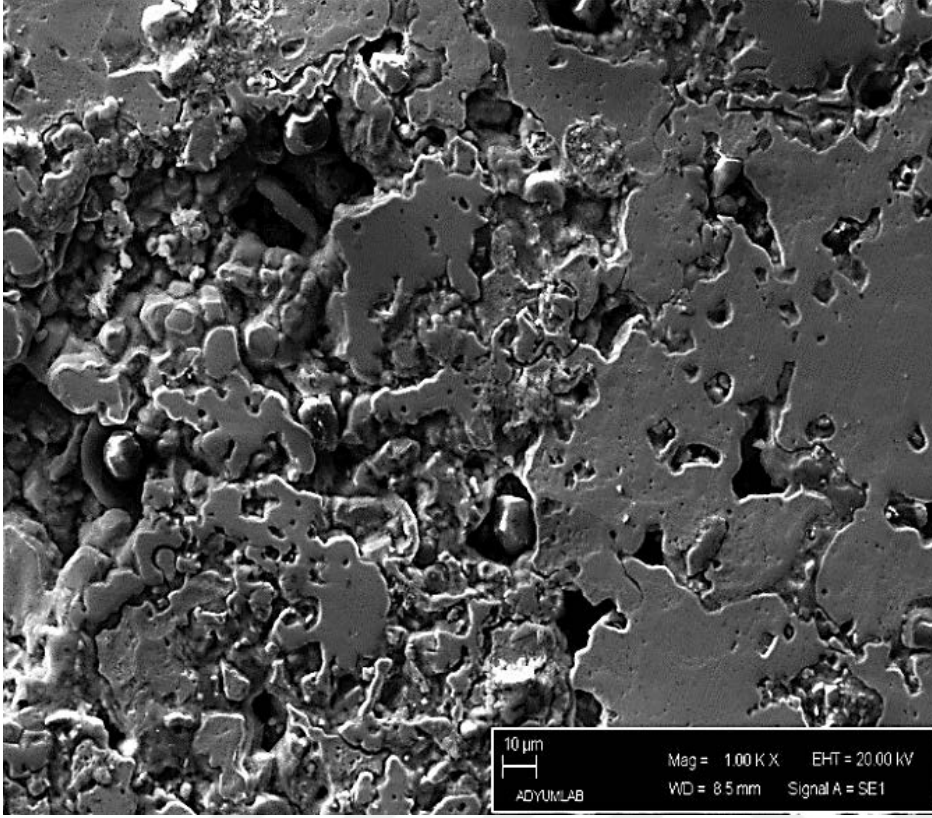


Şekil 4.26.e. S6 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X3000

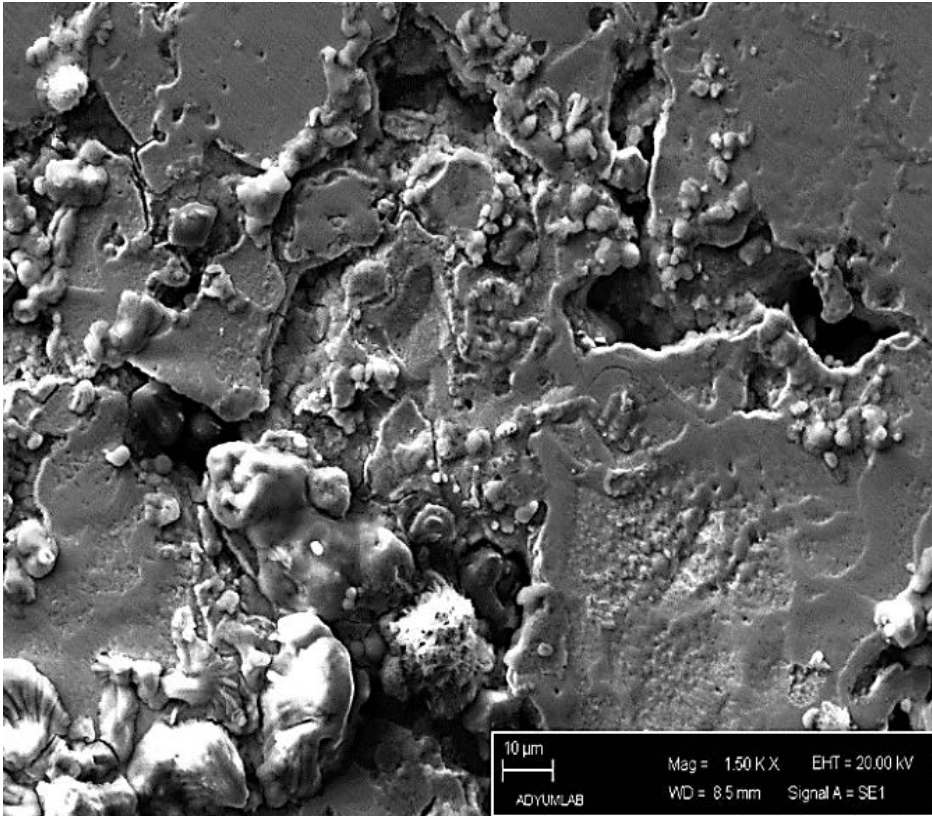
Sinter reaksiyonu katı Ni ve Al'ca zengin sıvının etkileşimini kapsar. Bu etkileşim türü çoğunlukla bir reaksiyon difüzyon modeli ile açıklanır. Ürün katmanındaki büyüme kütle transferine bağlıdır ve büyüme katmanın çözünmesiyle alakalı değildir. Örnek verecek olursak, Ni nin doymamış Al sıvısı içerisindeki çözünmesi gösterilebilir. Bu olay esnasında Ni_3Al 800 °C nin üzerinde oluşur (Lee, 1988). İlk katman Al_3Ni içeren katı-sıvı etkileşimi sonucu oluşur. Aynı anda sıcaklık sürekli olarak yükselir ve katmanın kademeli olarak çözünmesine sebep olur. Sıcaklık 800 °C olduğunda Al_3Ni erimeye başlar. Ni parçacıkları ile temas halinde olan Al_3Ni katmanı Ni açısından daha zengin fazların oluşumuna yol açar. Daha da önemlisi, mikroyapı mekanik alaşımlanmış Ni-Al tozlarının üzerinde etkisi olan yaygın bir reaksiyon mekanizması sonucu oluşur. SEM mikroyapılarına ve XRD sonuçlarına bakıldığında Ni_3Al çözünmesi görülebilir. Numunelerde üretim parametrelerine bağlı reaksiyon bölgesindeki sıcaklık kaybı reaksiyonun tamamlanmamasına sebep olur. 600 °C lik sinter sıcaklığı için Ni_3Al çözünmesi karbürün merkezinde olur ve 800 °C de ise bazı karbürlerin tamamında görülebilir. Ti atomlarının Ni_3Al matrise difüzyon oranı, Ni ve Al atomlarının matristen Ni_3Al e difüzyon oranından daha yüksektir. Bundan dolayı, Kirkendal etkisi sonucu Ni_3Al çözünmesi sonucunda boşluklar ortaya çıkar. XRD sonuçlarına bakıldığında S7 numunesinde çözünmemiş Ni_3Al oranı azalmış ve NiAl intermetalikleri oranı artmıştır.



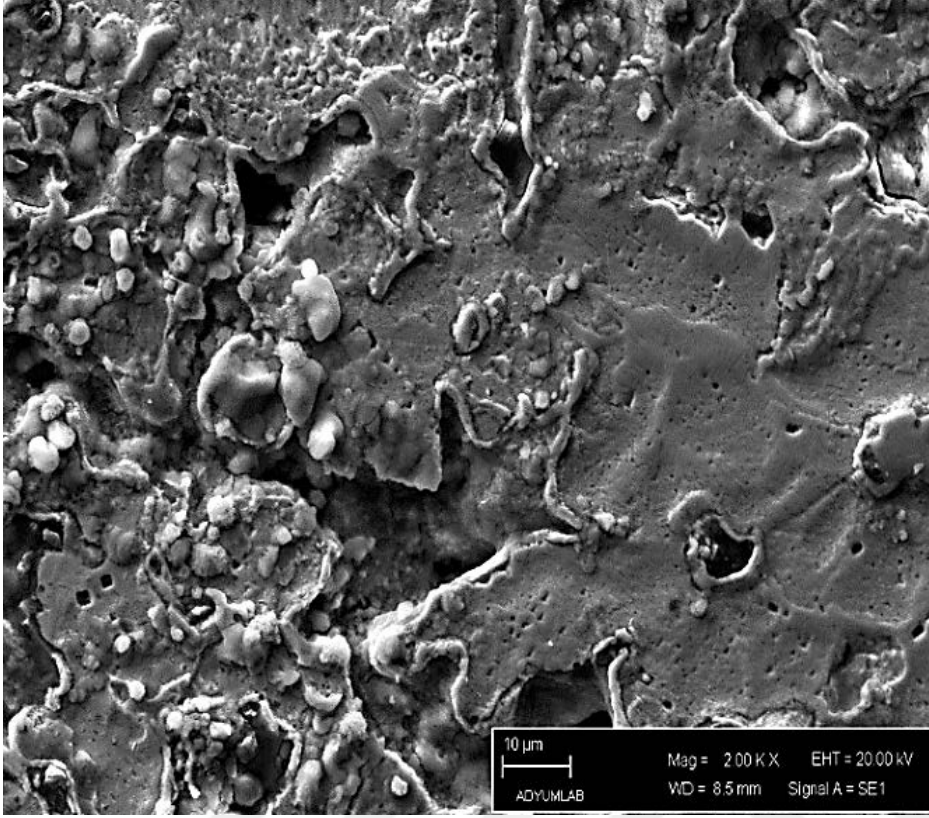
Şekil 4.27.a. S7 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X500



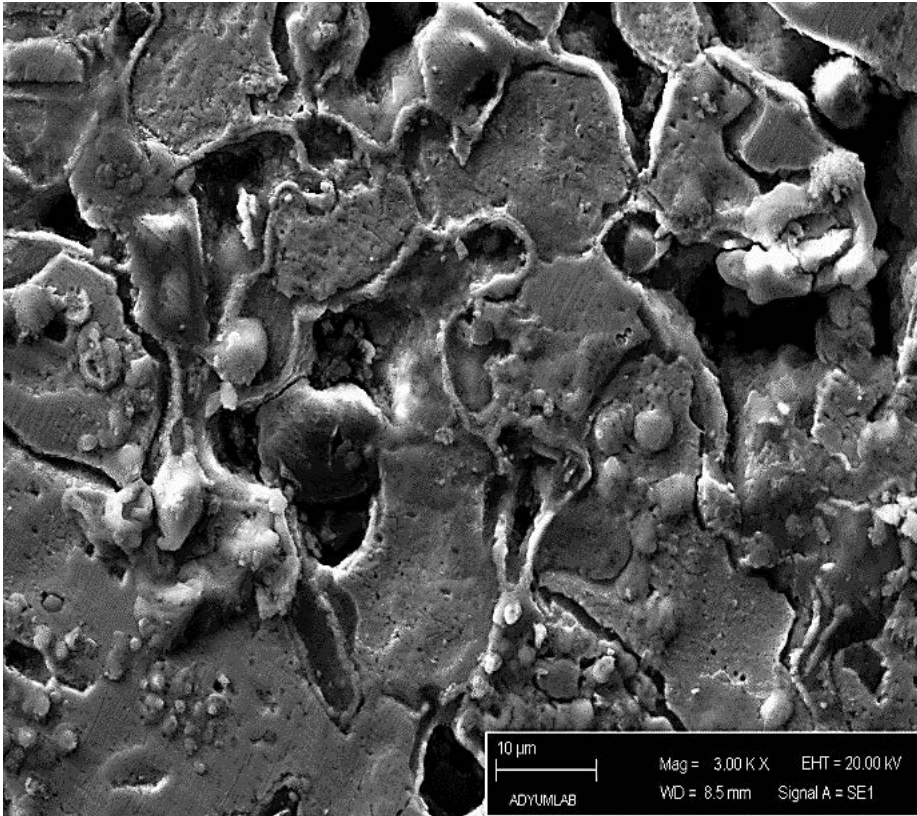
Şekil 4.27.b. S7 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1000



Şekil 4.27.c. S7 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X1500



Şekil 4.27.d. S7 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X2000



Şekil 4.27.e. S7 numunesinin SEM mikroyapı görüntüsü X3000

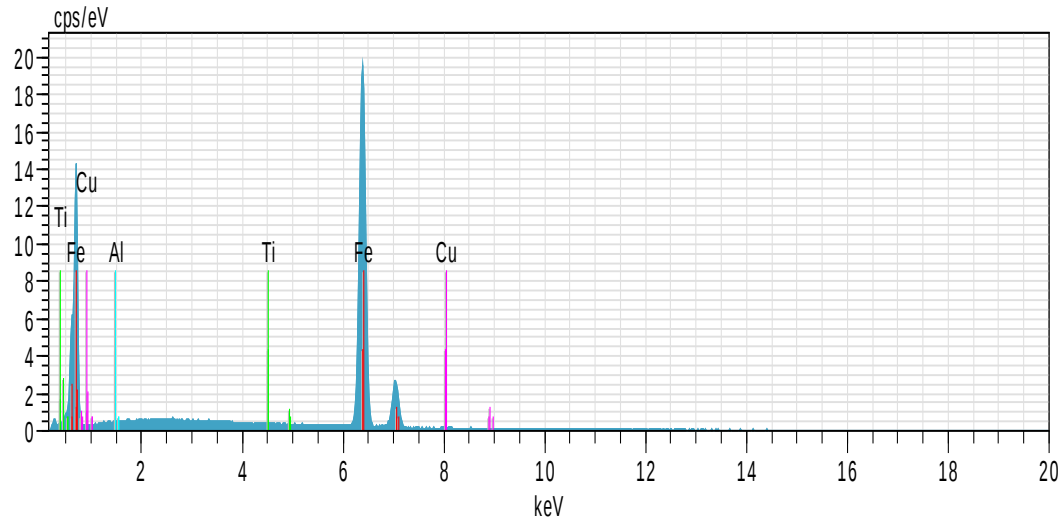
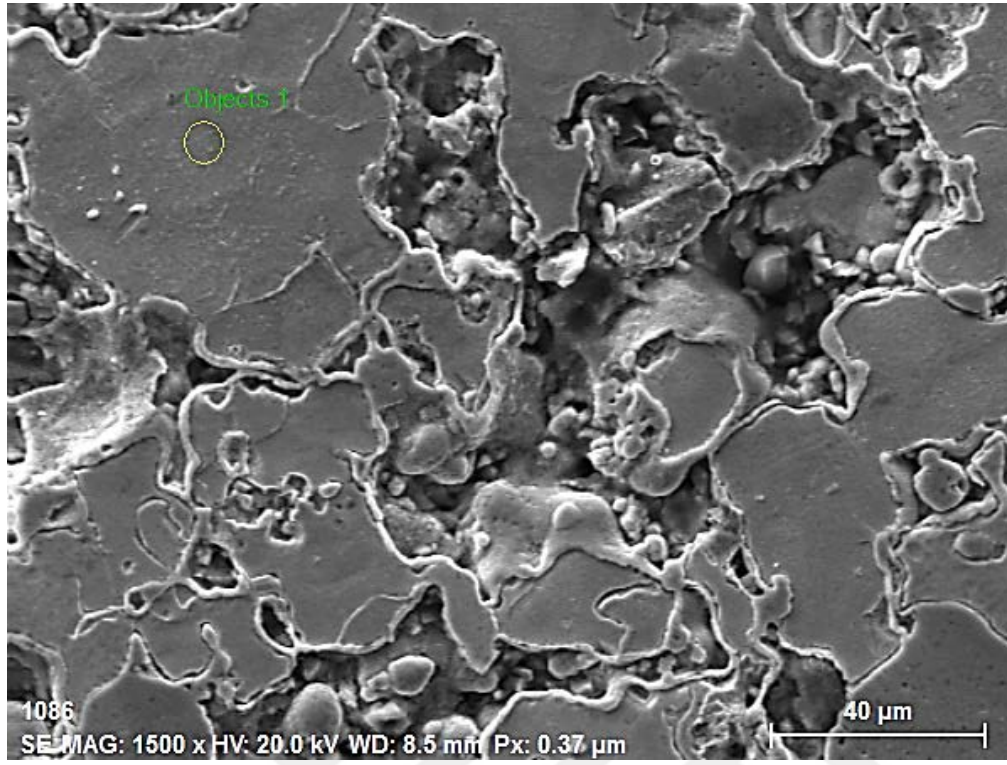
SEM fotoğraflarından görüldüğü gibi; Ni_3Al , Al_2O_3 ve intermetalikler mikroyapı içinde mekanik öğütme neticesinde parçacıklar halinde homojen bir şekilde dağılmıştır. Ni_3Al ve Ti varlığı intermetaliklerin şekillerini değiştirmiş ve XRD diyagramlarından görüldüğü gibi; Al_2O_3 ün takviye olarak kullanılması intermetalik faz oluşumunu engellemiştir. Mikroyapı NiAlFe , Ni_3Al , TiAl , Al_4Ni_3 , Al_4N_3 , Al_3Ni_2 ve Al_2O_3 fazlarından oluşmakta ve matris ise $\alpha\text{-Fe}$ fazını içermektedir. Al_2O_3 miktarındaki artış intermetalik oluşumunu baskı altına aldığı kanaatine varılmıştır.

TiNi_3Al , Al_2O_3 ve Fe tozları karıştırılarak M.A. işlemi sonucu elde edilen kompozitin dokusunda $(\text{FeNi})\text{Al}$ katı çözeltisi oluşmuş ve bu katı çözeltinin sertliği yaklaşık 150-350 HV aralığında değişmiştir. Aynı yapıda, bazı bölgelerde Ni_3Al ve Al_2O_3 görülmektedir ve bu bölgelerin sertliği 500-800 HV olarak belirlenmiştir. MA süresi Ni_3Al yoğunluğunu düşürmüş ve süre 1 saatin üstüne çıkınca $(\text{FeNi})\text{Al}$ intermetaligi oluşmuştur. Sinterleme sıcaklığındaki artış Ni_3Al yoğunluğunu düşürmüştür, sadece sinter sıcaklığının 1000 °C nin üzerinde uygulanması ile yapıda, kırılgan yapısından dolayı istenmeyen Al_4N_3 , Al_3Ni_2 fazları oluşmuştur. Takviye miktarı artırıldığında, takviye miktarı %5 olana kadar yapı içinde FeNiAl oluşumu görülmemiştir. Bu oranın üstünde matris daha fazla Ni ile çözündürebildiğinden yapıda FeNiAl oluşmaya başlamıştır.

SEM fotoğraflarından görüldüğü gibi numuneler özellikle Fe, Ni_3Al , NiAl , Al_2O_3 ve diğer ikincil fazları içermektedir. Metalografik muayeneler ve XRD sonuçlarına bakıldığında, Al_2O_3 takviyesinin var olduğu durumlarda toplam takviye miktarında NiAl fazının hacimsel oranı %80-85 dir.

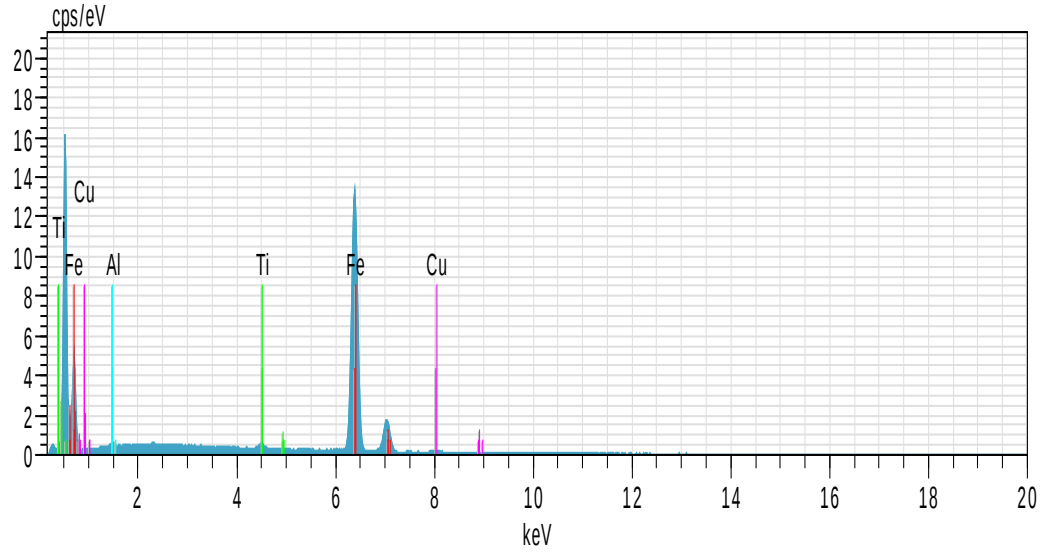
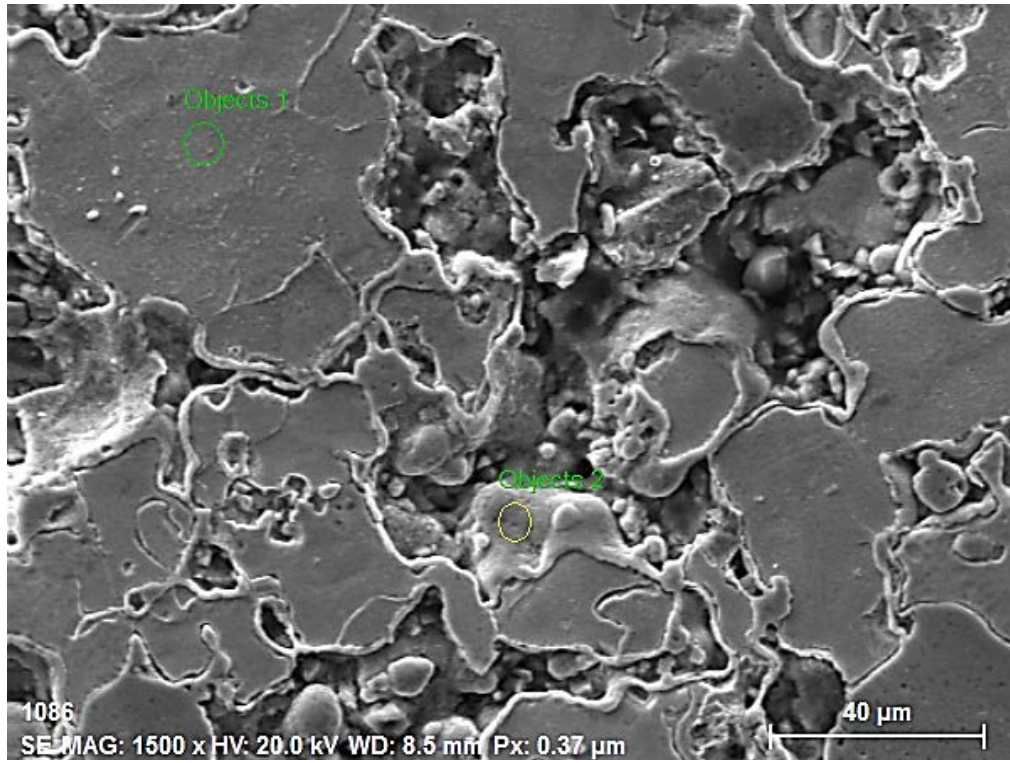
Takviye oranındaki artışın tane ebadını düşürdüğü, intermetalik faz ve karbür oranını da artırdığı görülmüştür. Dağlama çözeltisi, NiAl veya NiCrFe 'e göre Ni_3Al ile daha hızlı etkileşime girmiştir. Beyaz fazlar veya çökelti fazları NiAl , gri faz veya matris ise Ni_3Al dir. Numunelerin mikroyapı fotoğraflarından; Ni_3Al parçacıkları matris içinde kısmen çözündüğü ve miktarının azaldığı görülmektedir. Ni_3Al oluşum sıcaklığına ve intermetalik fazlarının entalpisine bağlı olarak matris tane boyutu üzerinde etkili olmuştur.

4.2.4. EDX Analizleri



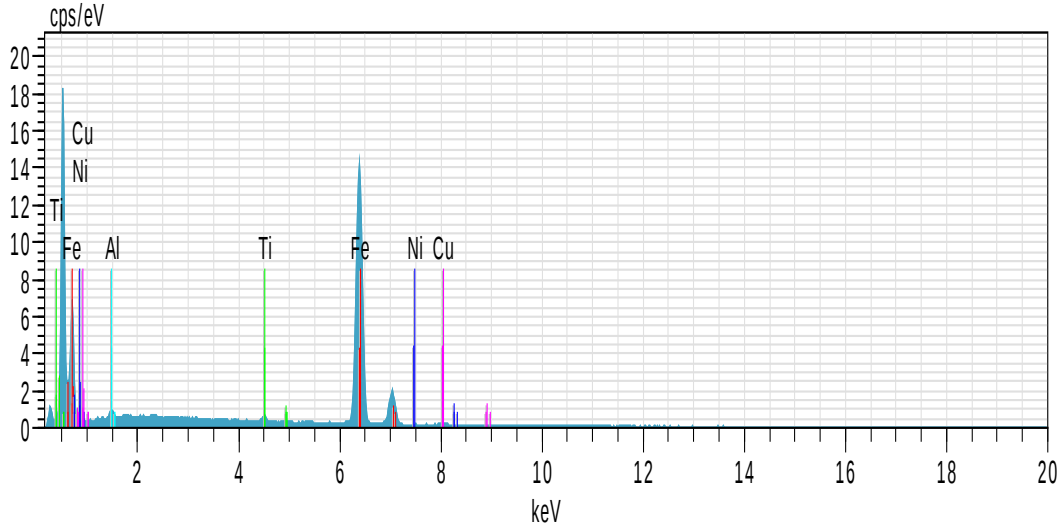
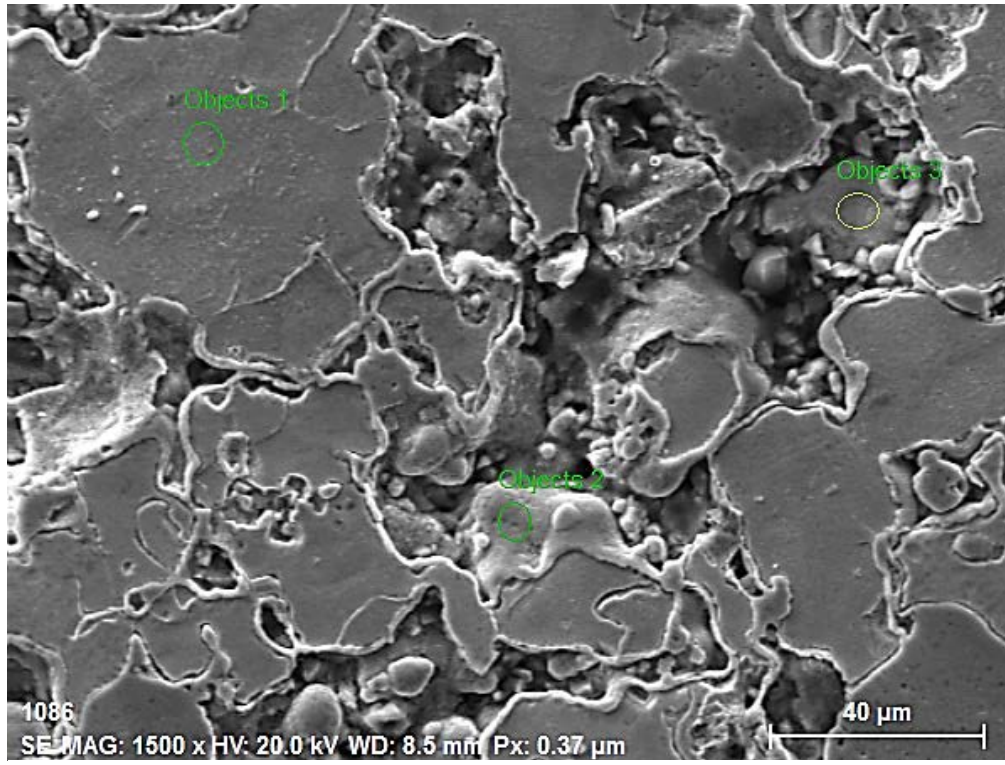
El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
Fe	26	K-series	80.30	99.38	99.30	2.17
Cu	29	K-series	0.31	0.38	0.34	0.05
Ti	22	K-series	0.11	0.13	0.16	0.03
Al	13	K-series	0.08	0.10	0.21	0.03
Total:			80.80	100.00	100.00	

Şekil 4.28. S7 numunesinin EDX analiz sonuçları.



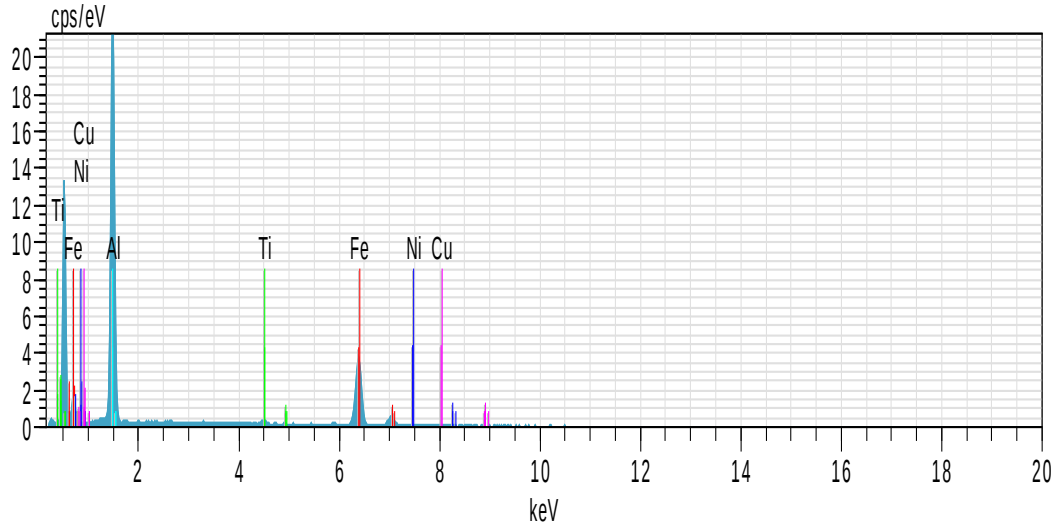
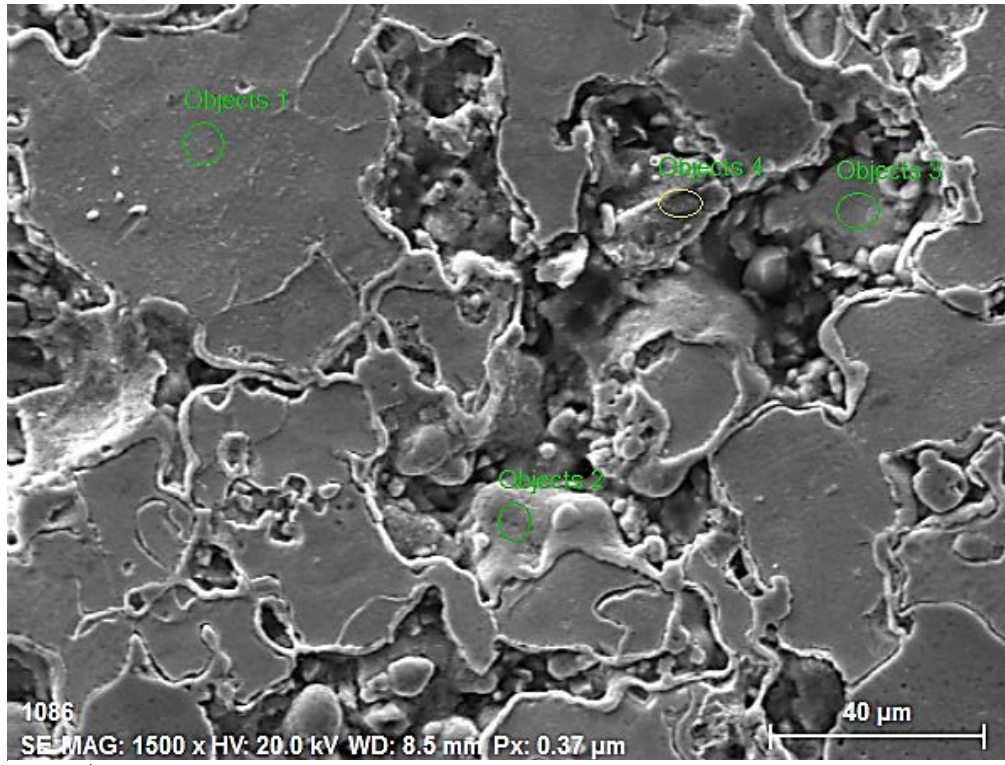
El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
Fe	26	K-series	63.50	96.12	95.74	1.72
Cu	29	K-series	1.49	2.26	1.98	0.10
Ti	22	K-series	0.78	1.18	1.38	0.06
Al	13	K-series	0.29	0.44	0.91	0.05
Total:			66.06	100.00	100.00	

Şekil 4.29. S6 numunesinin EDX analiz sonuçları.



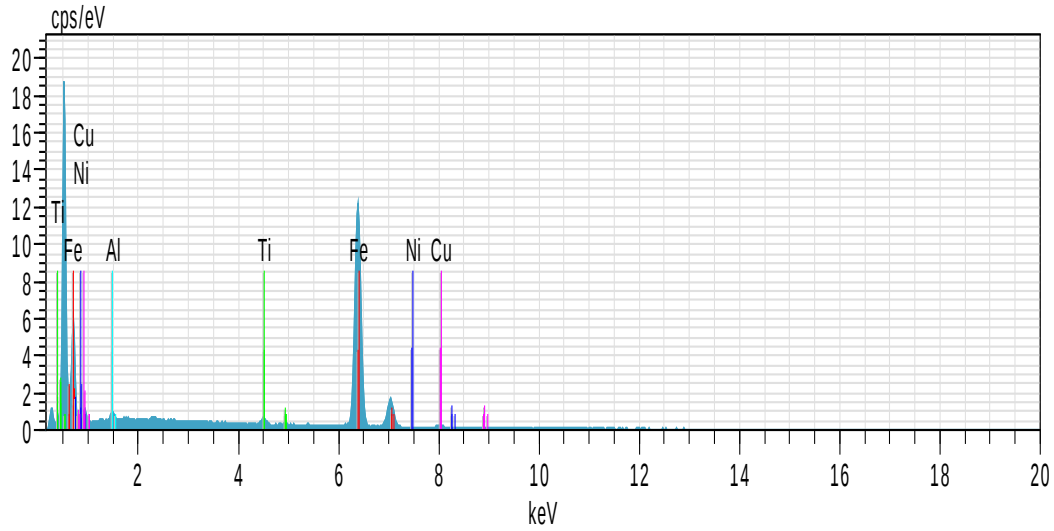
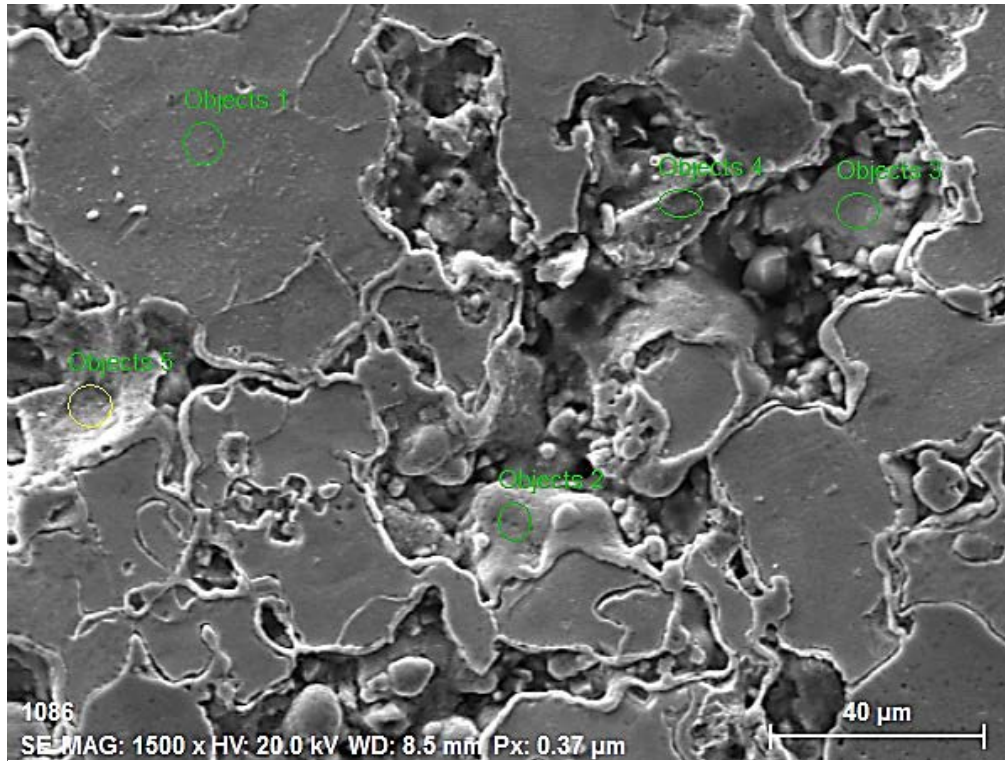
El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
Fe	26	K-series	67.50	96.24	95.50	1.83
Cu	29	K-series	1.24	1.77	1.55	0.09
Ti	22	K-series	0.84	1.20	1.39	0.06
Al	13	K-series	0.52	0.74	1.52	0.06
Ni	28	K-series	0.03	0.04	0.04	0.03
Total:			70.14	100.00	100.00	

Şekil 4.30. S5 numunesinin EDX analiz sonuçları.



El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
Al	13	K-series	38.07	57.93	73.95	1.85
Fe	26	K-series	26.84	40.84	25.19	0.76
Ti	22	K-series	0.76	1.16	0.83	0.06
Cu	29	K-series	0.04	0.06	0.03	0.03
Ni	28	K-series	0.00	0.01	0.00	0.03
Total:			65.71	100.00	100.00	

Şekil 4.31. S4 numunesinin EDX analiz sonuçları.



El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
Fe	26	K-series	64.83	94.86	94.19	1.76
Cu	29	K-series	2.03	2.97	2.59	0.11
Ti	22	K-series	0.91	1.34	1.55	0.06
Al	13	K-series	0.55	0.80	1.64	0.06
Ni	28	K-series	0.02	0.04	0.03	0.03
Total:			68.35	100.00	100.00	

Şekil 4.32. S3 numunesinin EDX analiz sonuçları.

4.2.5. XRD Analizleri

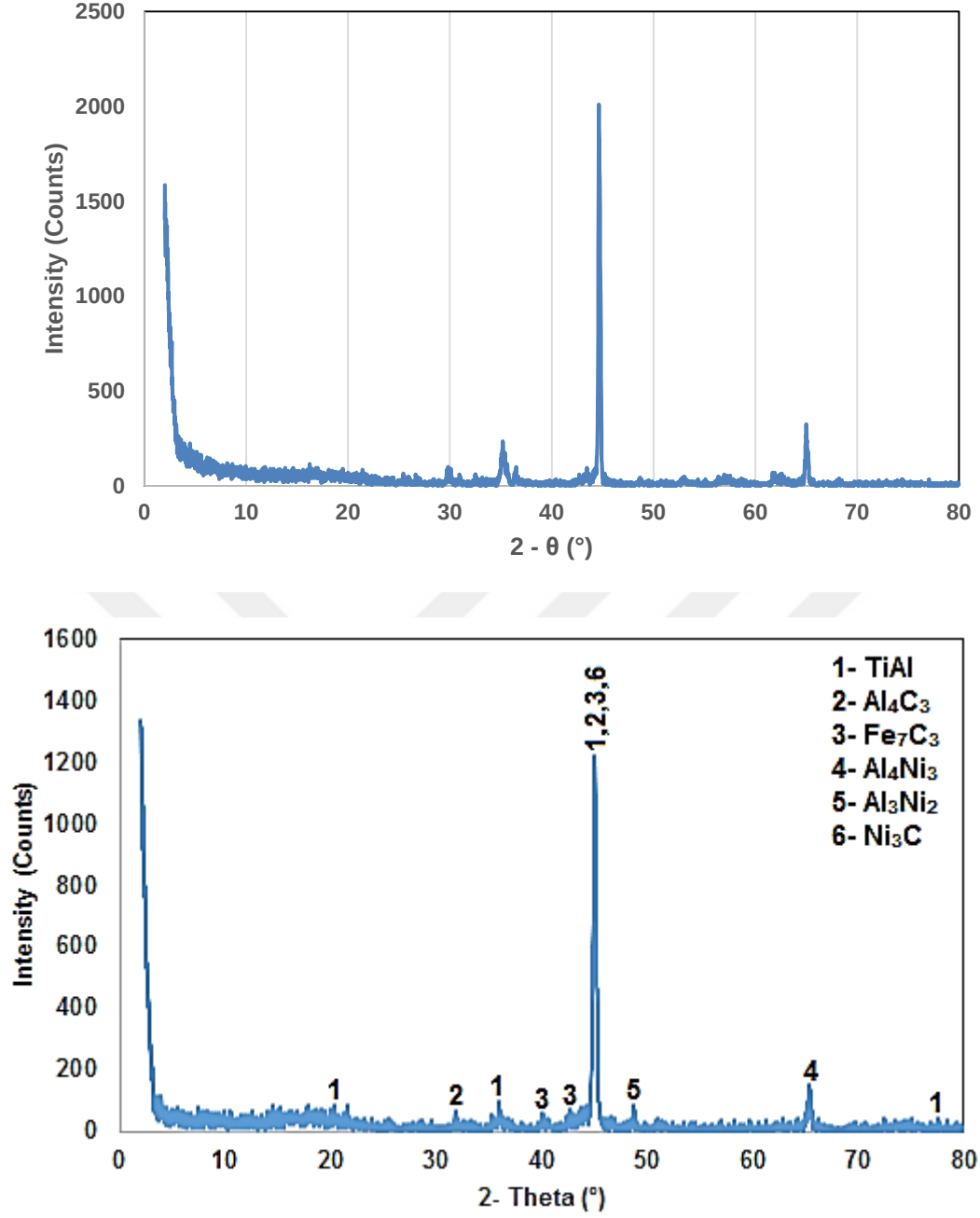
XRD sonuçları kompozitlerin başlıca Al_2O_3 , NiAl ve Ni_3Al fazlarını içerdiğini gösterir (Şekil 4.33.). Kompozisyon ve ısı sentezi nasıl olursa olsun numuneler benzer mikroyapılara sahiplerdir (Harris, 1993). Sinter sıcaklığının $650\text{ }^\circ\text{C}$ den $850\text{ }^\circ\text{C}$ 'ye artması sonucu matris ile Al_2O_3 arasında daha sorunsuz ve boşluksuz bir geçiş olduğu görülmüştür. Bu olumlu gelişme mikrosertlik değerlerini olumlu etkilemiş ve değerler yükselmiştir. Sıcaklığın daha da fazla arttırıldığı $1000\text{ }^\circ\text{C}$ 'de matris fazının tanelerinin büyümesine yol açtığı ve sertlik değerlerinin düştüğü görülmüştür.

Numunelerde tam yoğun kompaktlar sinter sıcaklığının 15 dk. boyunca $850\text{ }^\circ\text{C}$ 'de olduğu durumda sağlanmıştır. Kompozitlerin yüksek sinter sıcaklığının altında olduğu durumlarda NiAl nin hacimsel %'si %38'e kadar artmıştır. Bu oranda Al_2O_3 ilavesinin etkisi belirginleşir. Sinter sonrası sıcaklık Ni-Al sistemindeki bütün intermetaliklerin ergime sıcaklığından daha yüksek bir sıcaklığa ulaşır. Bu sıvı fazın oluşumu ve sıvı fazın sinteri boyunca yoğunlaştırması ile sonuçlanır. Yoğunlaştırmanın tamamlanması için gerekli zaman sıvı fazın hacimsel oranına bağlıdır. Bu süre sıvı fazın hacimsel oranının düşmesi ile artar.

Al_2O_3 -NiAl numunelerinin XRD sonuçlarında elementel Ni ya da Al görülmemiştir. Bununla birlikte numuneler karşılaştırıldığında NiAl konsantrasyonu değişmiştir. Numunelerde sıvı fazın oluşumu Al_2O_3 ve kompozitlerin diğer bileşenleri arasındaki reaksiyonu arttırır. Cr'un bir bölümü Ni_3Al fazında tüketilmiş olabilir. Mikroyapı Ni_3Al intermetalik matrisinde eş eksenli Al_2O_3 taneleri içerir.

Mikroyapıda oluşan faz ve bileşikler tespit etmek amacıyla Bruker D8 Advance markalı cihazda 1,5406 dalga boyunda XRD incelemeleri yapılmıştır. XRD analizleri deney parametrelerine göre belirlenmiş belli numunelere uygulanmıştır [24]. XRD grafikleri deney parametreleri doğrultusunda; sinter sıcaklığı, öğütme süresi, öğütme türü ve takviye miktarı değişimine göre hazırlanmıştır. Takviye miktarı değişimine göre XRD grafiği şekil 4.33.'te verilmiştir.

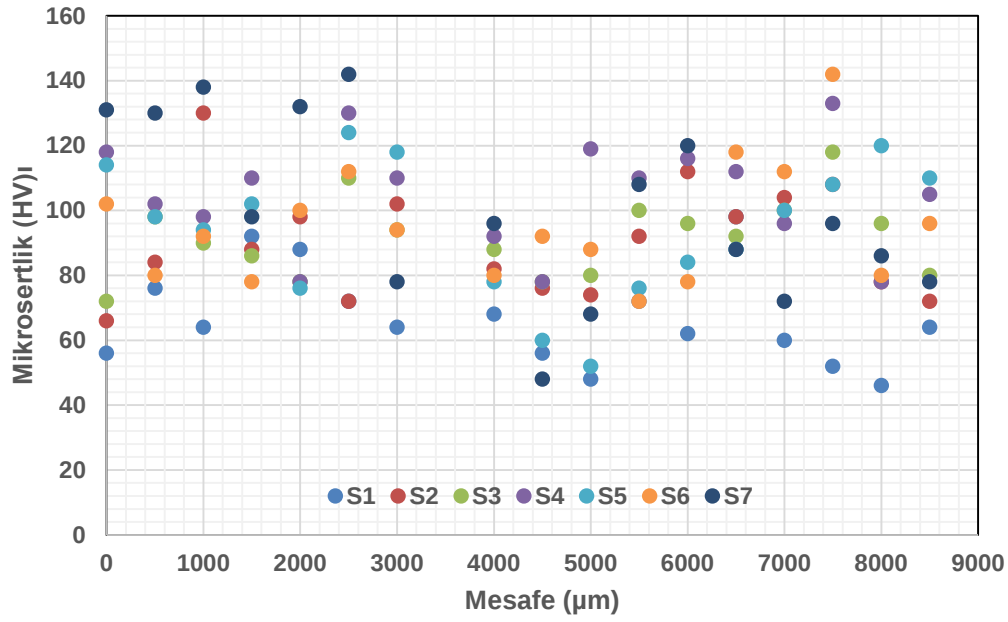
Sadece takviye elemanının öğütüldüğü numune ile matris ve takviye elemanının birlikte öğütüldüğü numunenin XRD grafiklerini karşılaştıracak olursak, S5 numaralı numunede NiAl ve FeNiAl oluşumu görmekteyiz. Ayrıca S5 numaralı numunede daha fazla Ni_3Al piki görülmektedir.



Şekil 4.33. S7 numunesinin XRD grafiği.

4.2.6. Mikrosertlik

AntonPaar marka mikrosertlik cihazı ile 10 gr yük altında numunelerin yüzeyindeki mikrosertlik değişimi HV olarak belirlenmiştir (Chen, 1991). Deney parametreleri doğrultusunda sinter sıcaklığı, sinter süresi, öğütme süresi ve takviye miktarı değişimine göre mikrosertlik değişimleri incelenmiştir. Deney parametrelerine göre mikrosertlik değerlerinin değişimleri şekil 4.34 'te verilmiştir.



Şekil 4.34. S1-S7 numunelerinin mikro sertlik grafiği.

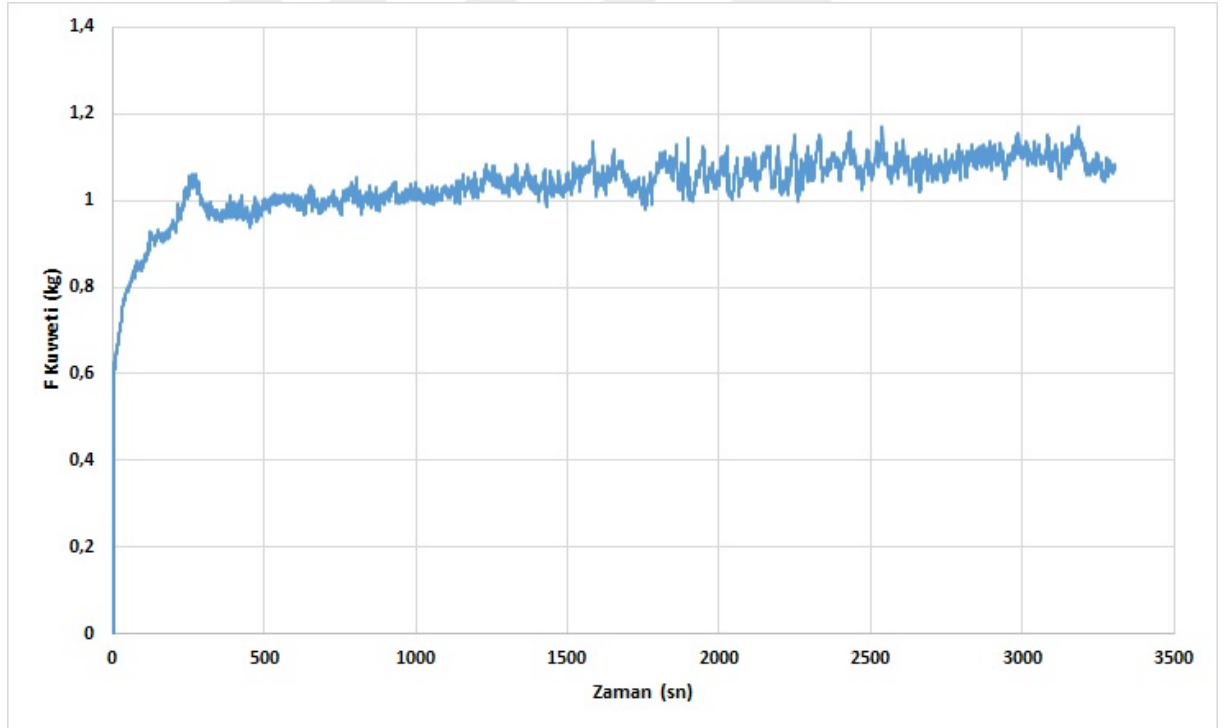
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ni}_3\text{Al}$ kompozitlerinin mikrosertlikleri Şekil 4.34 te verilmiştir. Numunelerin mikrosertlik değerleri diğer araştırmacıların raporladığı çalışmalardaki NiAl değerlerinden daha yüksektir (Schaffer, 1993). Bunların arasındaki mikrosertlik farkının sebebi muhtemelen yüksek iç gerginlikler olabilir. Kompaktlanmış numuneler hacimce yaklaşık %1-3 arasında boşluk içerir. Sinter sıcaklığındaki yükselme veya yapıdaki matris NiAl fazının miktarındaki düşüş numuneler içerisindeki boşluk yüzdesinde önemli bir değişikliğe sebep olmamıştır. $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ni}_3\text{Al}$ kompozitlerdeki yoğunlaşma mekanizması saf Ni_3Al kompozitlerindeki oluşum mekanizmasına göre farklı olabilir.

$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ni}_3\text{Al}$ kompozitlerde küçük hacimli oranda çözünmemiş Ni_4Al tanecikleri kalmıştır. Sinter sıcaklığının yükselmesi ile yapıda intermetalik fazların oluşum reaksiyonları başlar ve aynı zamanda sıvı faz oluşumu da gerçekleşmiştir (Schaffer, 1993). Reaksiyonun ilerlemesi ile sıvı fazın miktarında düşüş görülmüştür. Sıvı faz, ekzotermik reaksiyonun tamamlanması ile kaybolur. Ancak, sıvı fazın kısa bir süre varlığı, parçacıkların ikincil bölgelerde yoğunlaşması açısından (bu periyot esnasında) fayda sağlar. $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ni}_3\text{Al}$ kompozitlerde ekzotermik reaksiyondan kaynaklanan ısı üretimi ve sıvı faz miktarı saf Ni_3Al ile karşılaştırıldığında daha azdır. Sonuç olarak, yoğunlaştırma için gereken zaman daha fazladır. Matris fazının miktarı düşük olduğunda sıvı fazın miktarı bütün boşlukları doldurmak için yeterli gelmez.

Sinter sıcaklığı değişimine göre numunelerin mikrosertlik değerleri incelendiğinde en yüksek sertlik değerinin 1000 °C’de, en düşük sertlik değerinin ise 900 °C’de olduğu görülmektedir. Sinter süresi değişimi ele alındığında, hem 900 °C’de hem de 1000 °C’de üretilen numunelerde sinter süresi artışı ile mikrosertlik değerinde düşüş görülmüştür. Numunelerdeki takviye miktarı değişimi ele alındığında, eklenen takviye miktarı ağırlıkça %0,5, %1, %3, %5, %7 ve %12 iken mikrosertlik değerleri takviyesiz numunenin mikrosertlik değerine göre yüksek olduğu görülmüştür. Ancak, mikrosertlik değerlerindeki bu artış %15 takviye miktarında görülmemiştir.

4.2.7. Aşınma Testleri

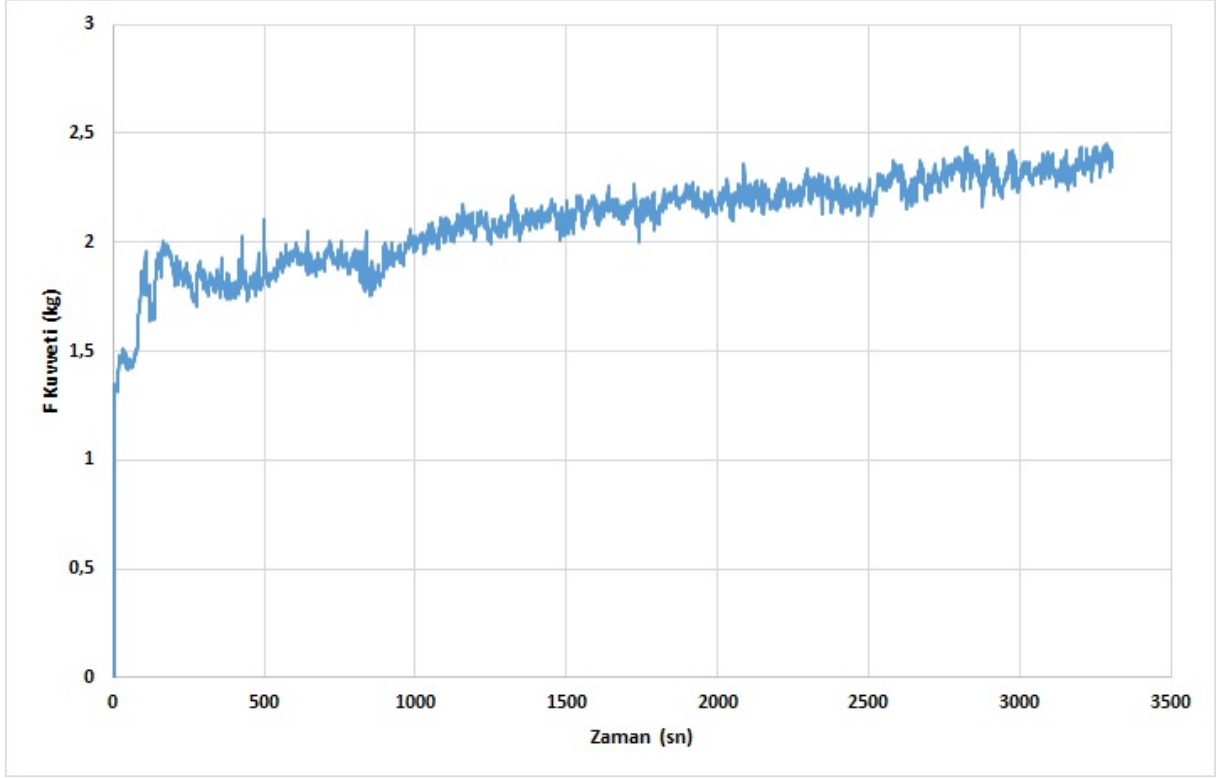
Deney parametrelerine göre belirlenmiş numunelere aşınma testleri uygulanarak numunelerin aşınma davranışları test edilmiştir. Bu testlerde numunelerin mesafe değişimine ve uygulanan yük değişimine göre ağırlık kaybı üzerinden aşınma davranışları incelenmiştir.



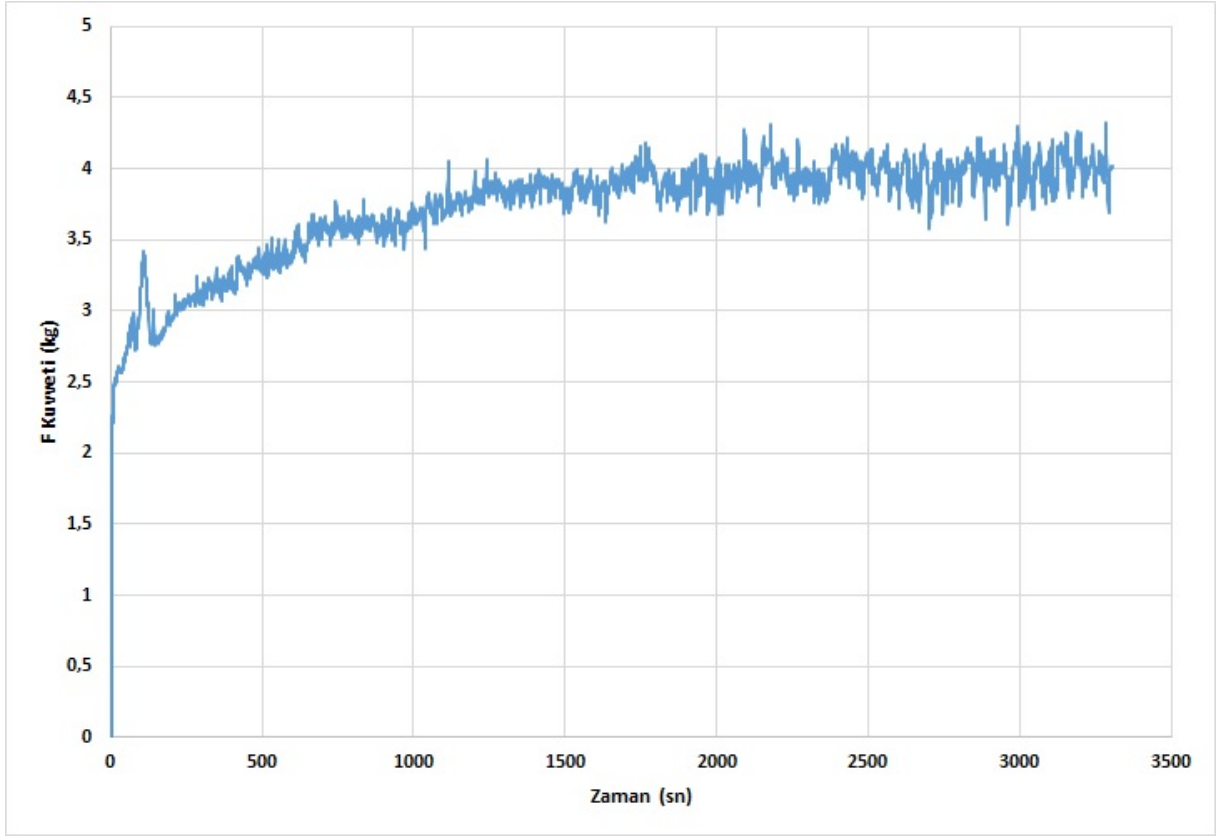
Şekil 4.35. S3 numunesinin 10N kuvvette aşınma testi sonucu

Uygulanan yük değişimine göre numunelerin aşınma grafiği dikkate alındığında S3 numaralı numunenin farklı yükler altındaki ağırlık kayıpları doğrusal bir çizgi oluştururken S4, S5 ve S7 numaralı numunenin 30N yük altındaki ağırlık kaybı normalden daha fazla olduğu görülmektedir.

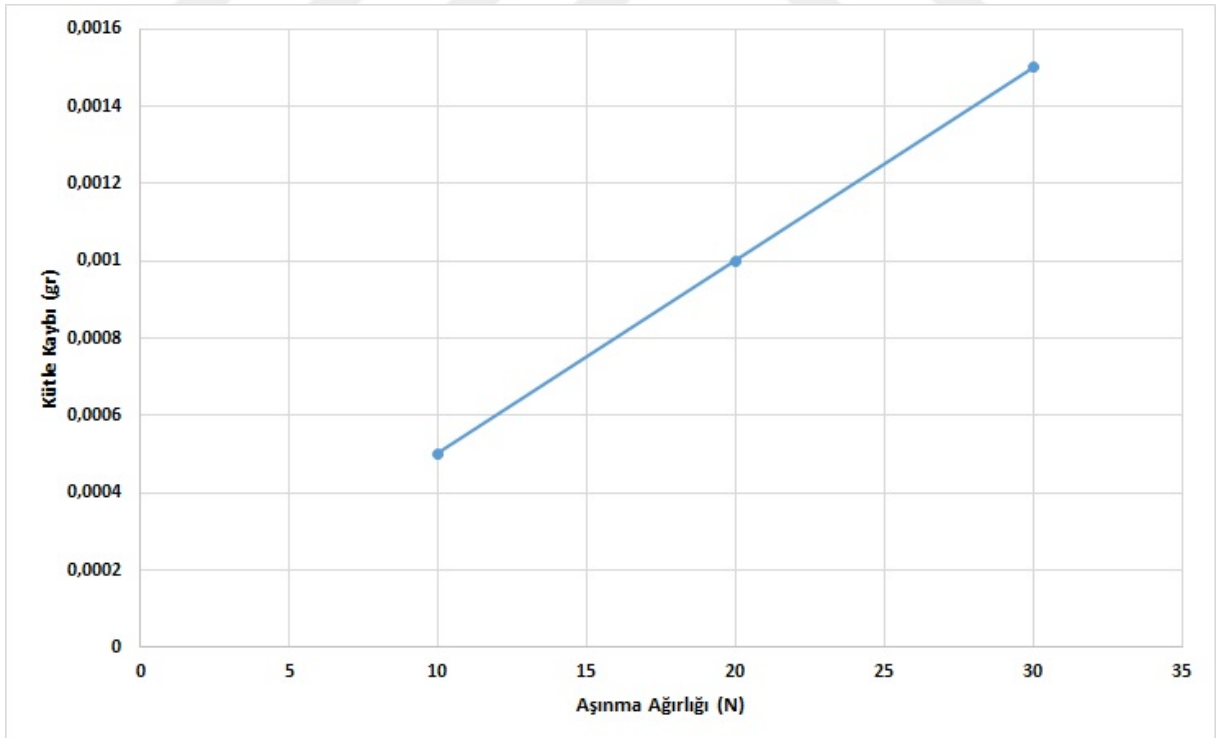
Numunelerin ağırlık kayıplarının incelenip, bu ağırlık kayıplarının numunelerin diğer karakteristik özellikleri ile ilişkisi de incelenmiştir. Bunun yanı sıra numunelerin diğer karakteristik özellikleri arasındaki ilişkiler de incelenmiştir. Deney parametrelerinin ağırlık kaybı üzerindeki etkileri Şekil 4.38, Şekil 4.42, Şekil 4.46 ve Şekil 4.50’de verilmiştir.



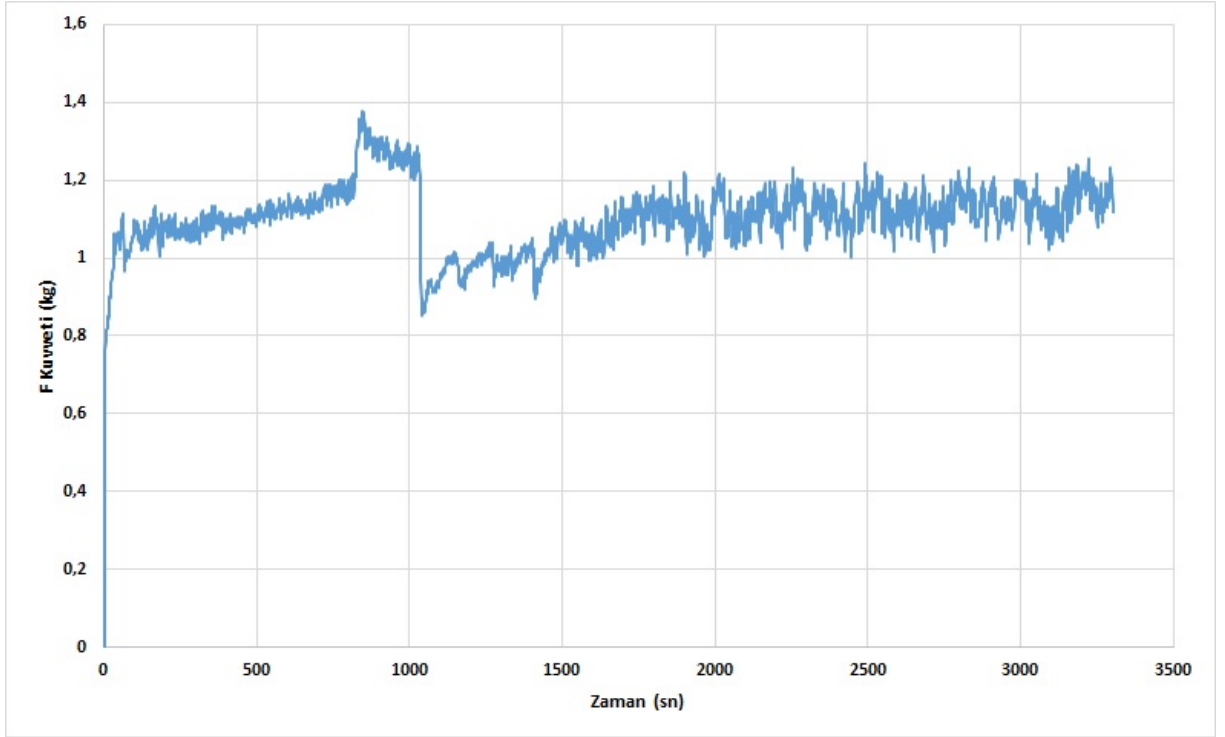
Şekil 4.36. S3 numunesinin 20N kuvvette aşınma testi sonucu



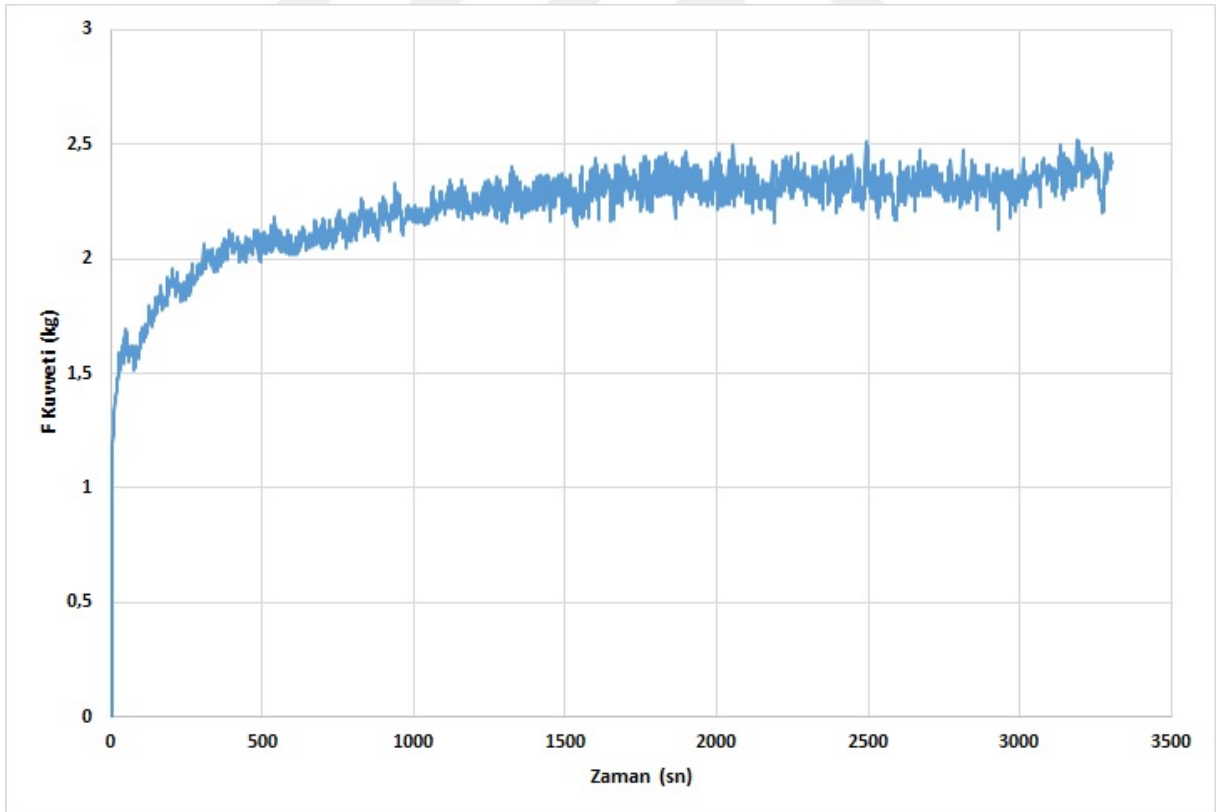
Şekil 4.37. S3 numunesinin 30N kuvvette aşınma testi sonucu



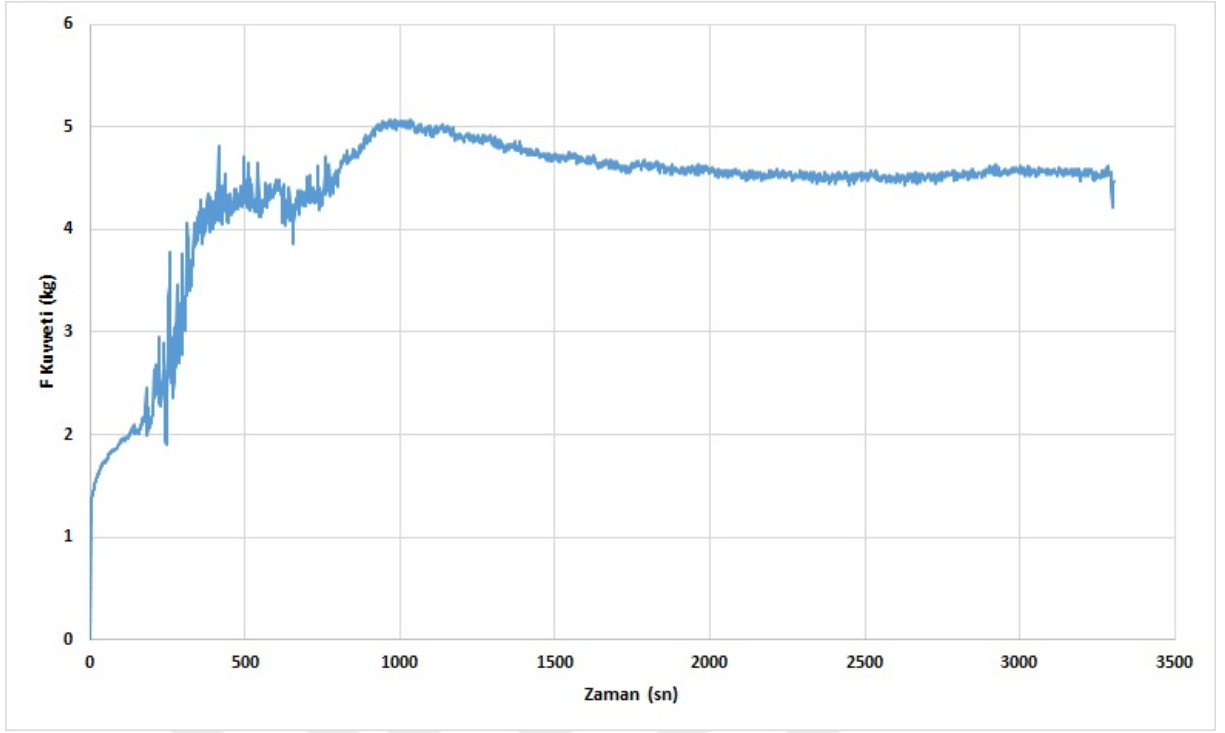
Şekil 4.38. S3 numunesinin aşınma sonucu toplam ağırlık kaybı



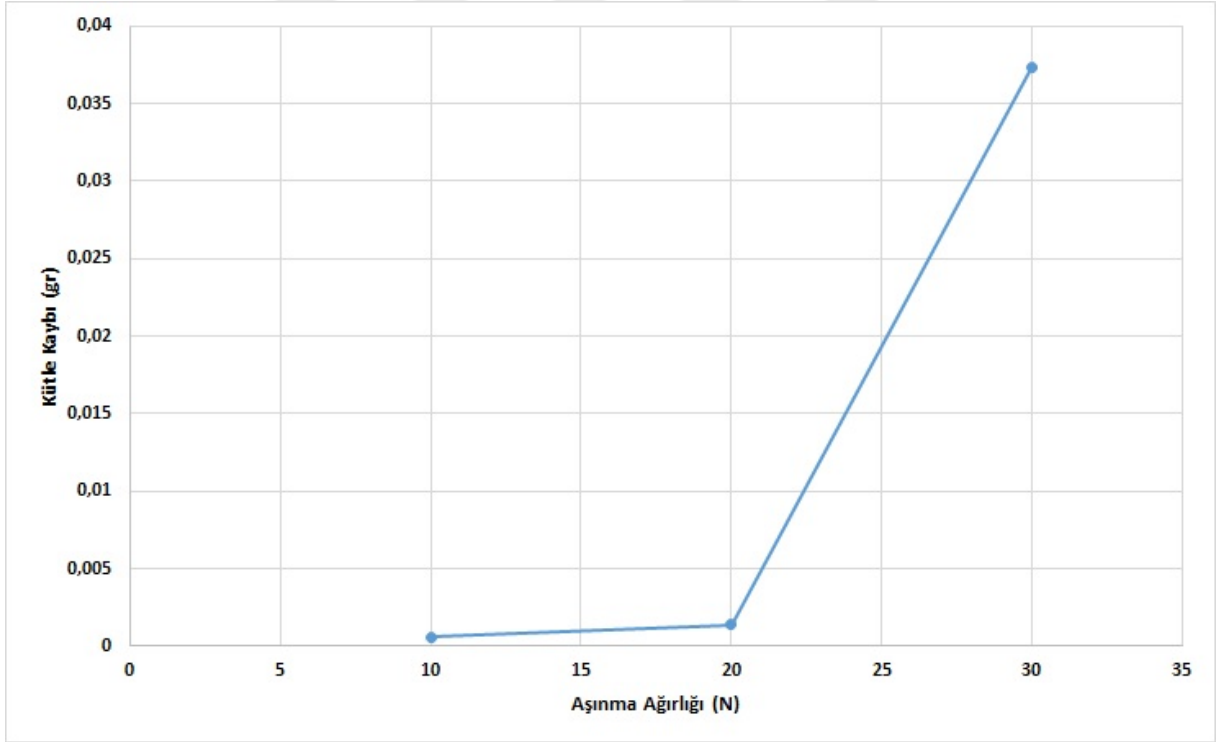
Şekil 4.39. S4 numunesinin 10N kuvvette aşınma testi sonucu



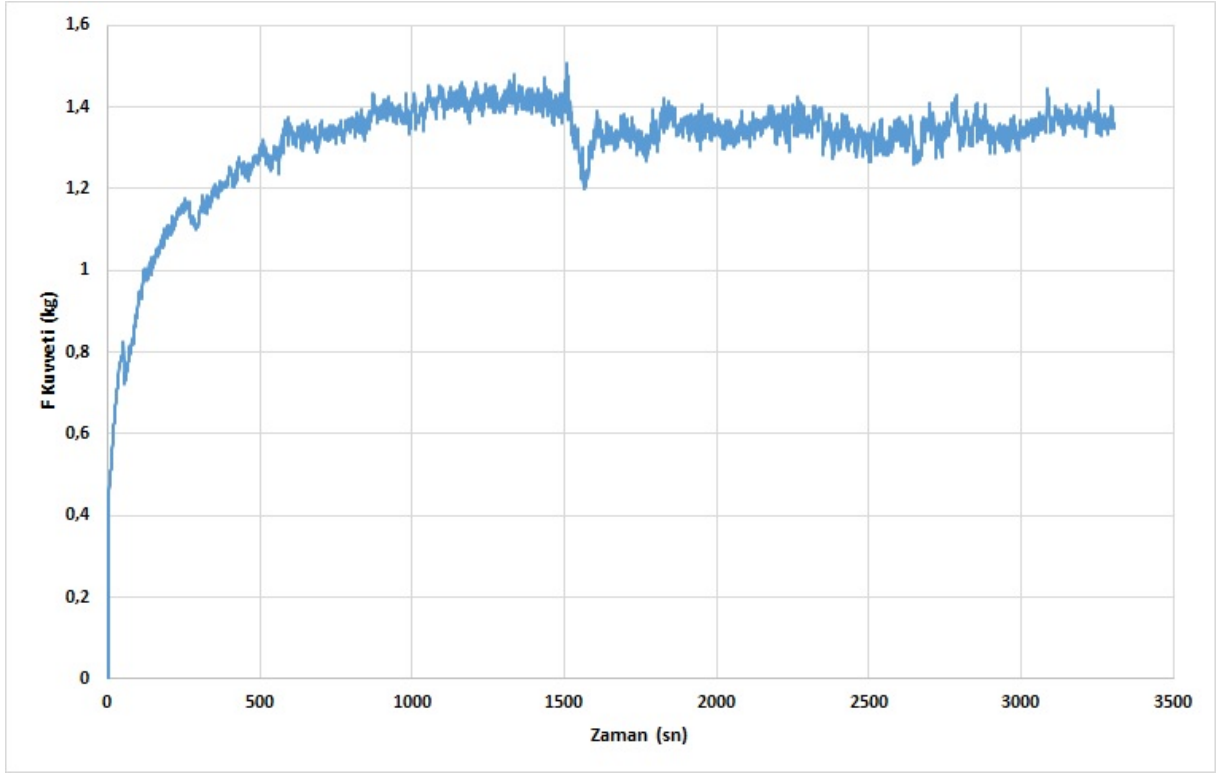
Şekil 4.40. S4 numunesinin 20N kuvvette aşınma testi sonucu



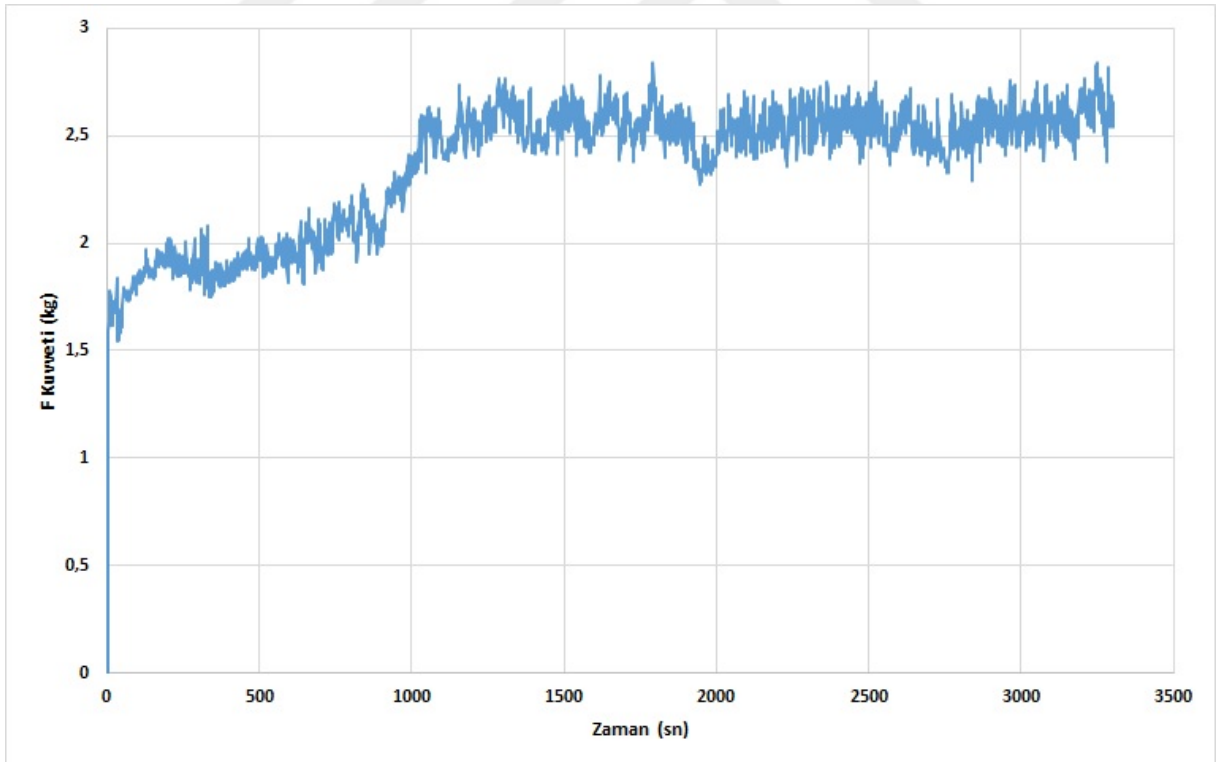
Şekil 4.41. S4 numunesinin 30N kuvvette aşınma testi sonucu



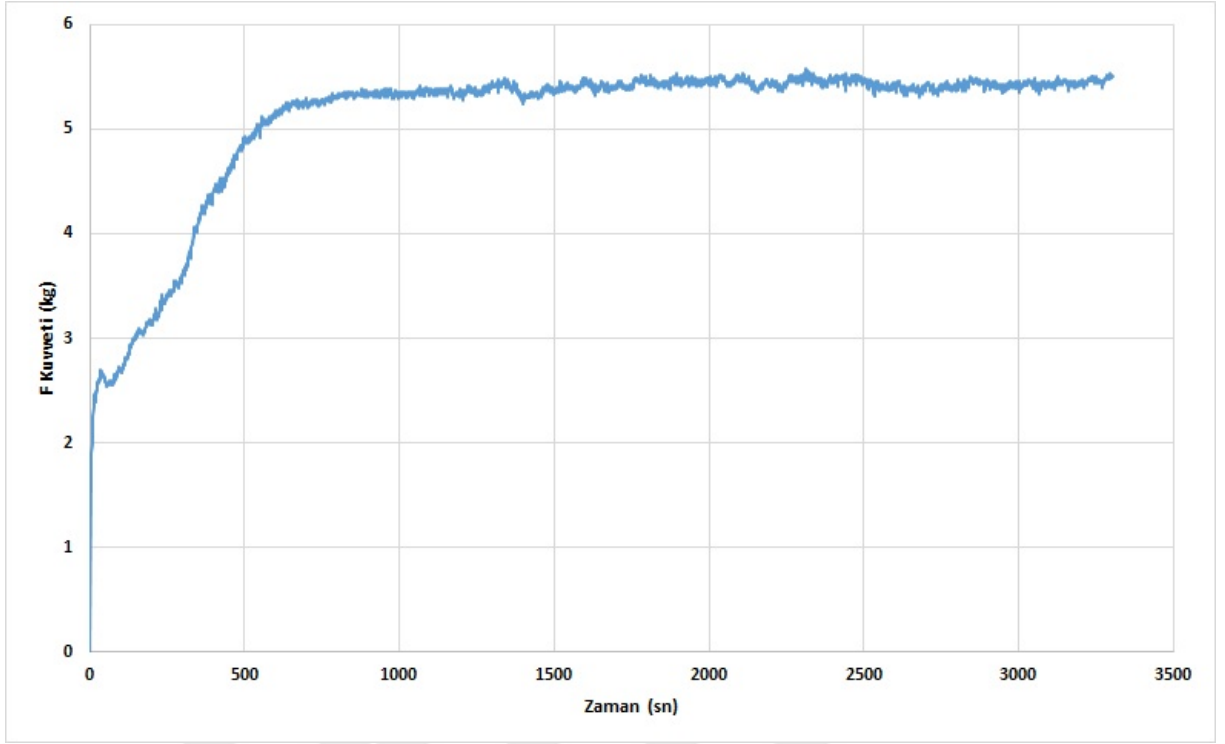
Şekil 4.42. S4 numunesinin aşınma sonucu toplam ağırlık kaybı



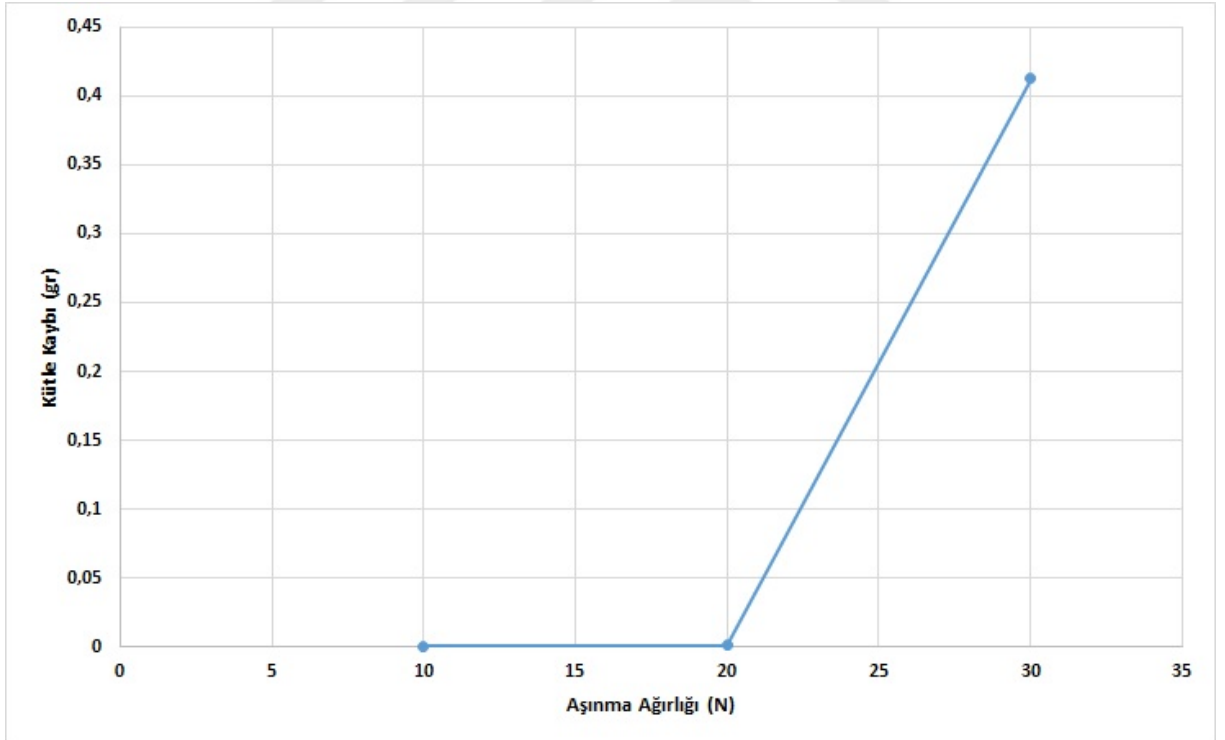
Şekil 4.43. S5 numunesinin 10N kuvvette aşınma testi sonucu



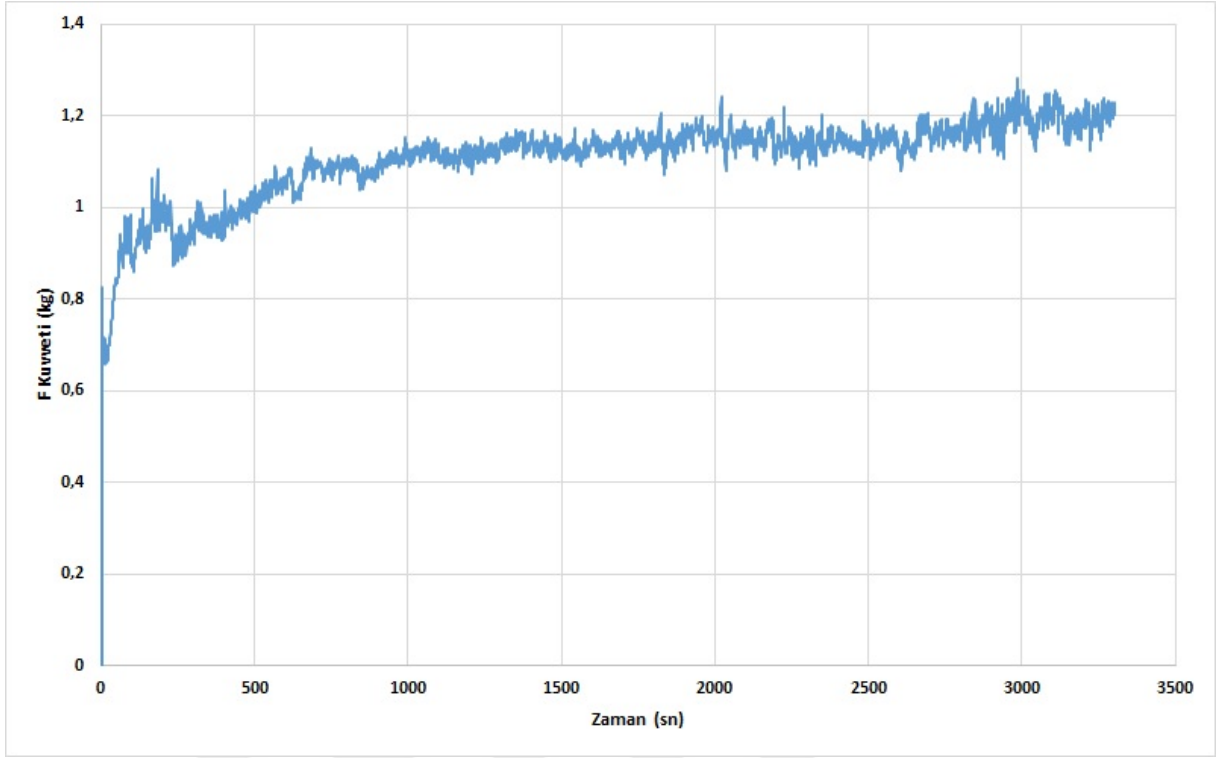
Şekil 4.44. S5 numunesinin 20N kuvvette aşınma testi sonucu



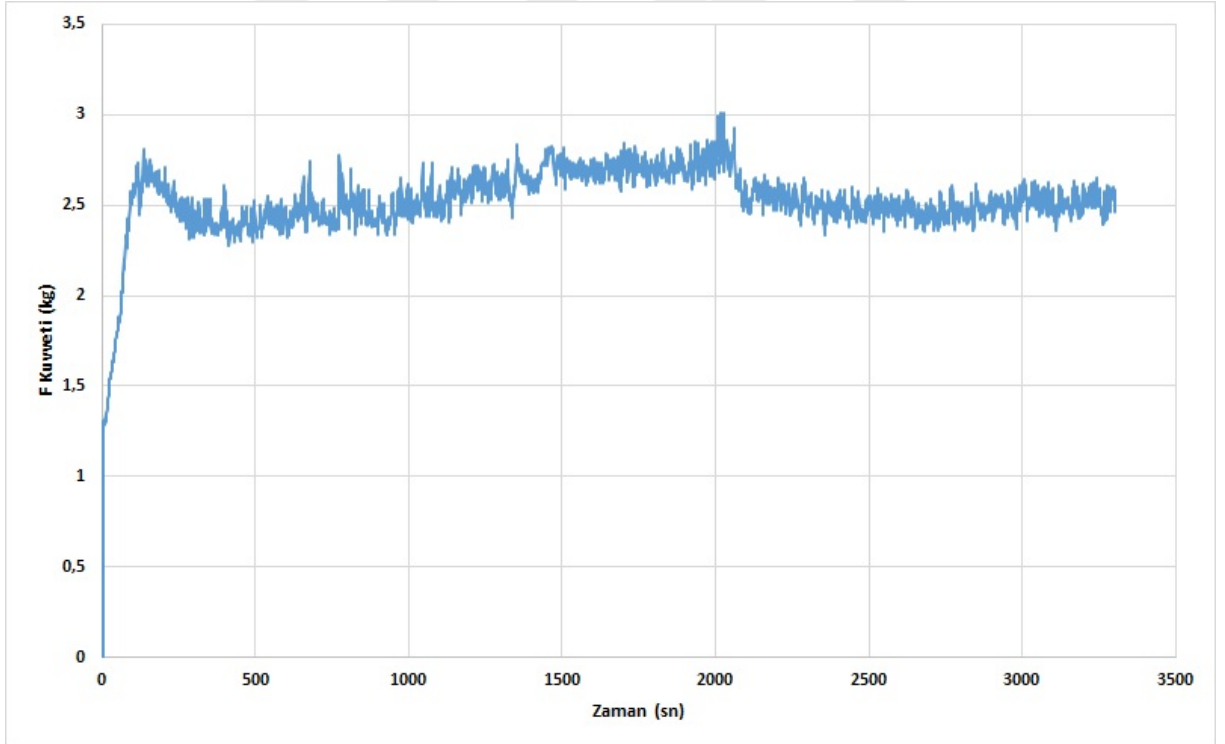
Şekil 4.45. S5 numunesinin 30N kuvvette aşınma testi sonucu



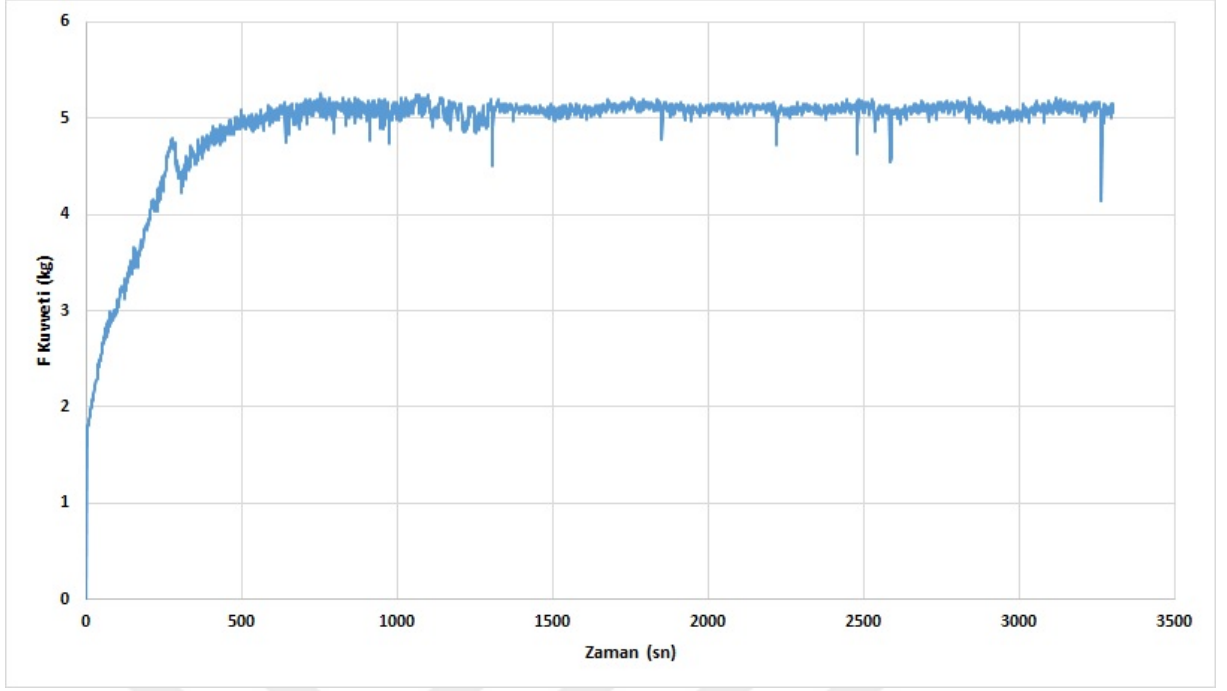
Şekil 4.46. S5 numunesinin aşınma sonucu toplam ağırlık kaybı



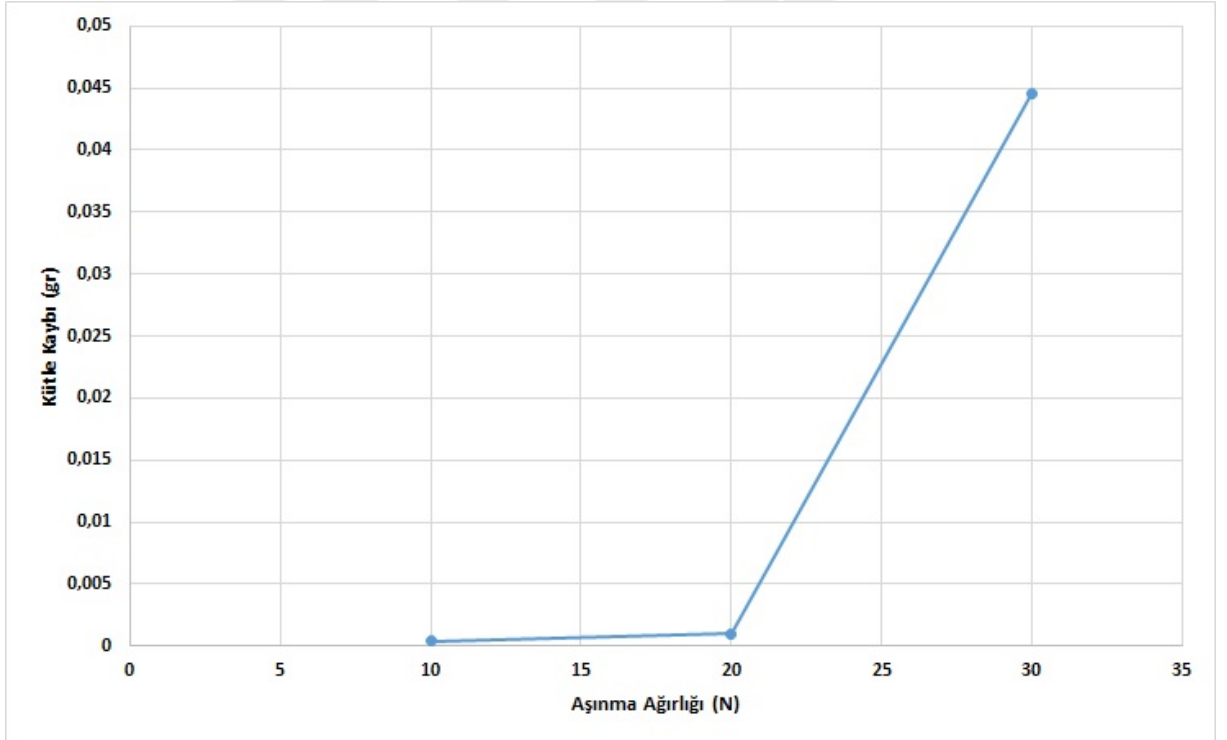
Şekil 4.47. S7 numunesinin 10N kuvvette aşınma testi sonucu



Şekil 4.48. S7 numunesinin 20N kuvvette aşınma testi sonucu



Şekil 4.49. S7 numunesinin 30N kuvvette aşınma testi sonucu



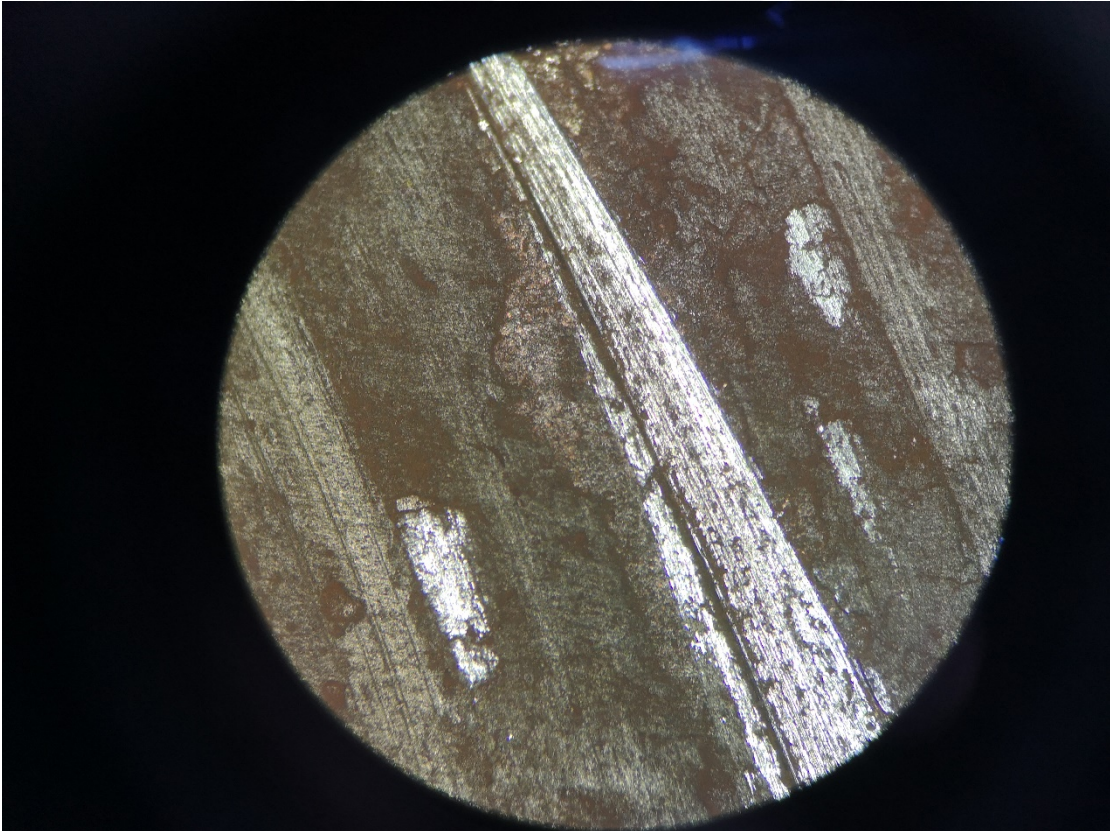
Şekil 4.50. S7 numunesinin aşınma sonucu toplam ağırlık kaybı

Numunelerden alınan aşınma değerleri sonucunda oluşturulan grafikler gösteriyor ki, S5 numunesinin kütle kaybı diğer numunelere oranla daha fazladır. Buna ilave olarak mikro yapı incelemeleri sonucunda aşınma yüzeylerinde bulunan kopma çukurlarının, adhesive aşınma sonucunda olduğu göz önüne alınırsa en çok adhesive kopmanın yine S5

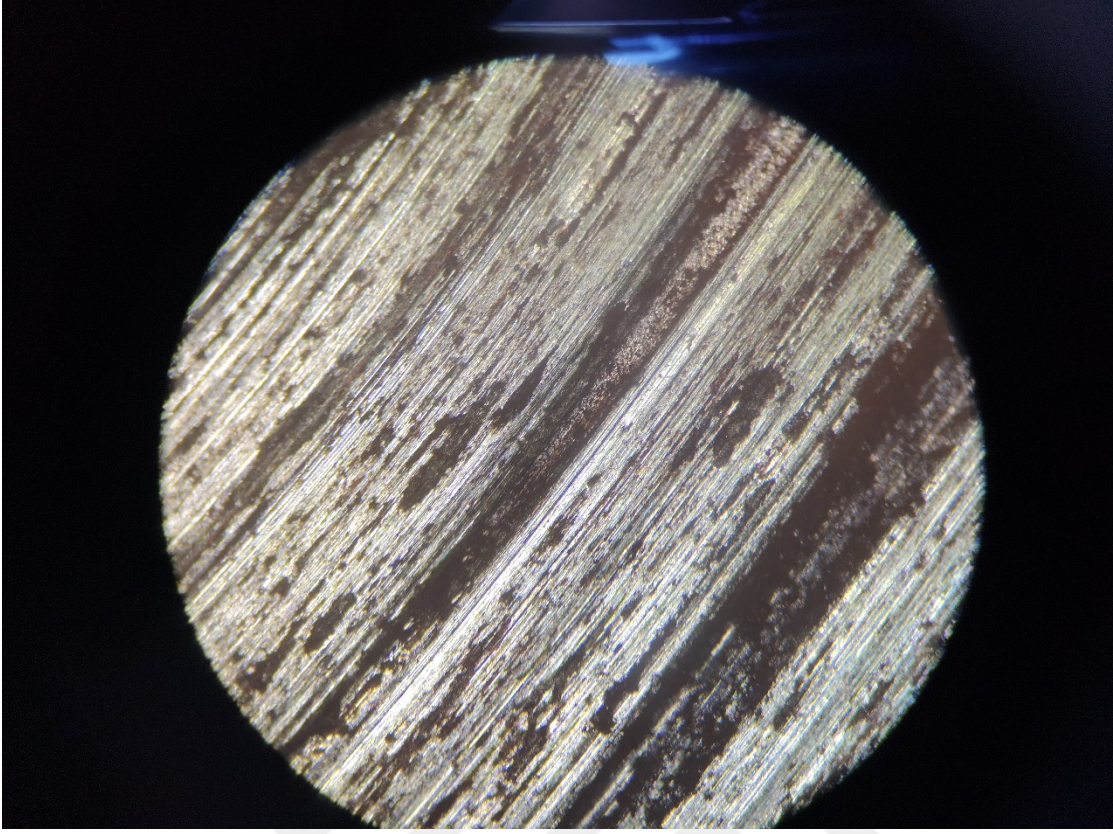
numunesinde olduđu tespit edilmiřtir. Mikro yapı sonucunda yapılan gözlemlerde S4 ve S7 numunelerinde gözlemlenen derin aşınma çizgileri numunelerin řiddetli abrasive aşınmalara maruz kaldığını da göstermektedir.

Adhesive aşınma sonucu aşındırıcı yüzeye kaynaklanan kopmuş parçalar numune üzerinde abrasive aşınmaya yol açtığı ve ciddi çizilmeler oluşturduğu ortadadır. 10 N kuvvet altında ilk başlanan test sonucunda en az aşınan numunenin S3 numaralı numune olması ve 20 N kuvvet sonrasında ise ciddi bir kütle kaybına maruz kalması adhesive aşınmadan abrasive aşınmaya geçişin burada olduğunu göstermektedir. Genel kütle kayıpları göz önüne alındığında en az kütle kaybına maruz kalan numuneler sırasıyla $S3 < S4 < S7 < S5$ 'tir.

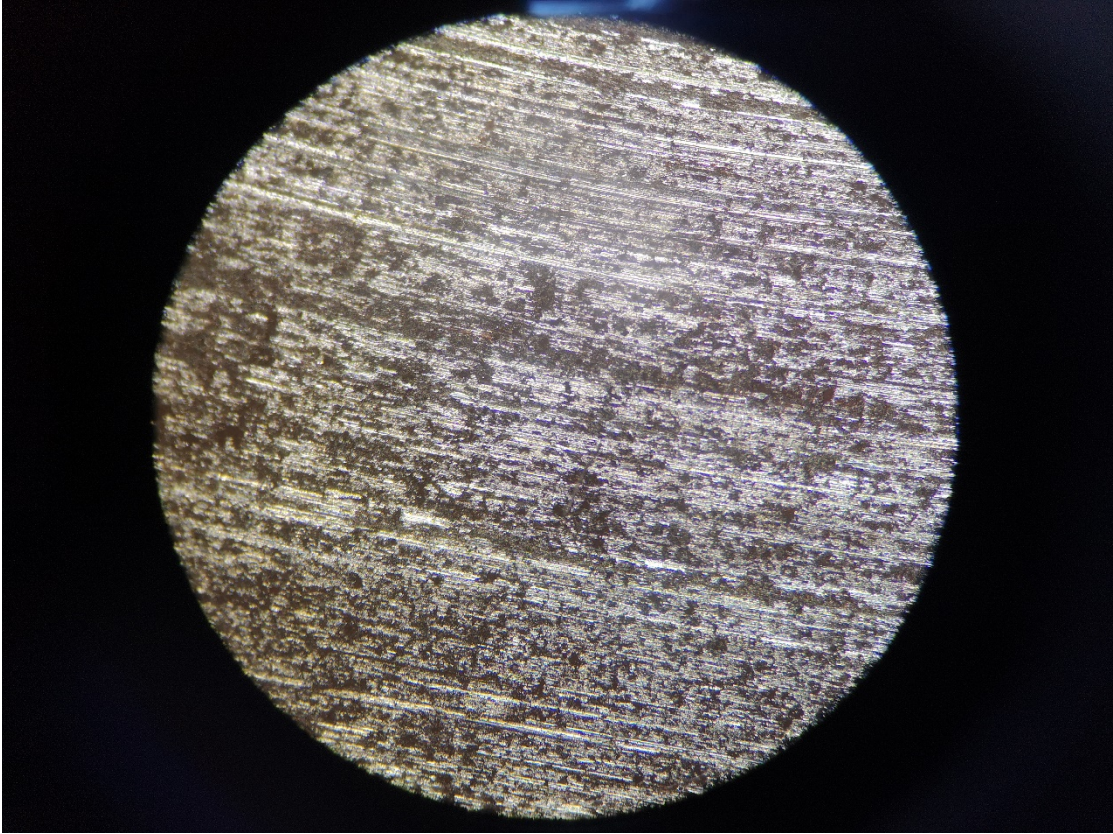
Şekillerde görülen siyah bölgeler ile parlak bölgeler arasında adhesive kopmalardan dolayı kot farkları bulunmakta olduğu belirlenmiştir. Parlak bölgelerde görülen kayma yönündeki çizgilerin ise aşındırıcı yüzeye yapışmış olan adhesive aşınma kopmalarının oluşturduğu abrasive aşınma çizgileri olduğu gözlemlenmiştir.



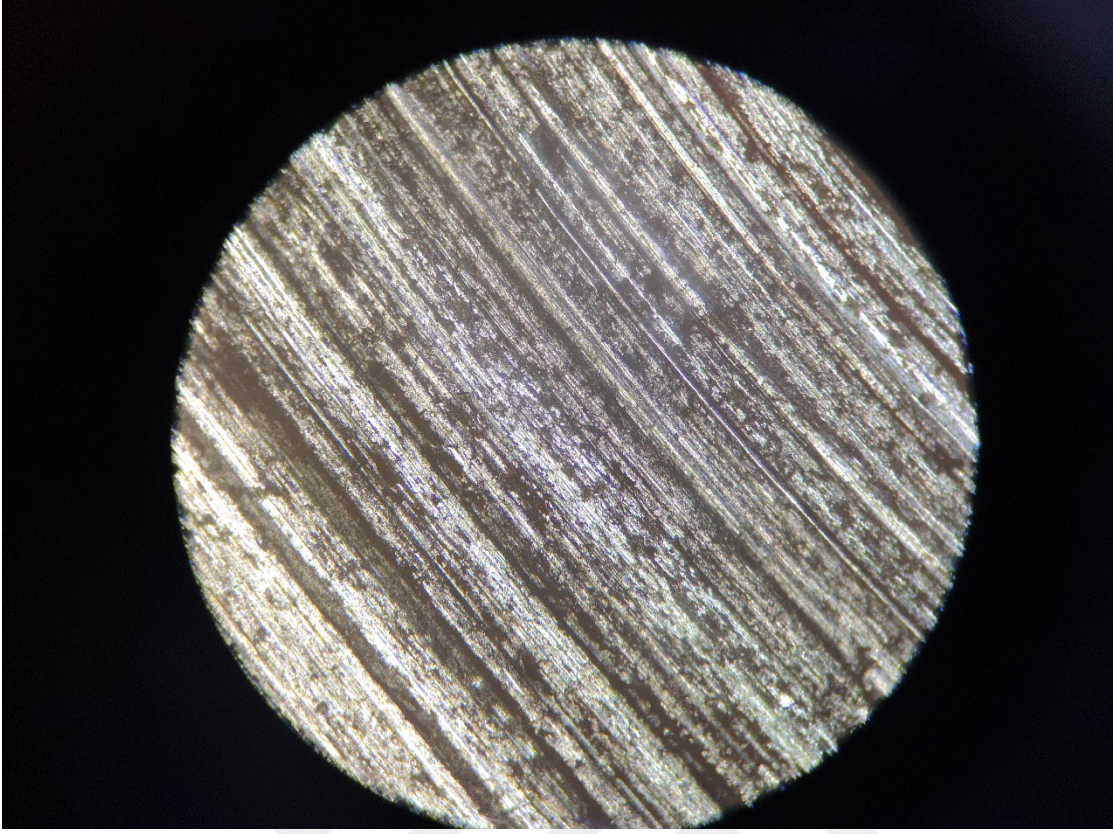
Şekil 4.51. S3 numunesinin aşınma sonrası optik mikroskop fotoğrafı.



Şekil 4.52. S4 numunesinin aşınma sonrası optik mikroskop fotoğrafı.



Şekil 4.53. S5 numunesinin aşınma sonrası optik mikroskop fotoğrafı.



Şekil 4.54. S7 numunesinin aşınma sonrası optik mikroskop fotoğrafı.

6. SONUÇ ve ÖNERİLER

Sinter sıcaklığına bağlı olarak kompozitin tane boyutu 1000 °C' ye kadar azalma gösterdi. Bu sıcaklığın üstünde tane sınırı intermetalikleri ortaya çıkmıştır. İdeal $Ti+Ni_3Al+Al_2O_3$ takviye oranı %7 olarak tespit edilmiştir. Bu oranda mikro boyuttaki alüminyum oksitler aşınma oranını düşürmüş ve tane sınırında boşluklar oluşturmuştur.

$Ti+Ni_3Al+Al_2O_3$ takviyesi artık çözünme oranını ve etkin reaksiyon sıcaklığını değiştirir. Alüminyumca zengin fazın erimesi ile yeni oluşturulmuş mikro yapının sinterini başlatır ve sinter reaksiyonu katı Ni ve Al'ca zengin sıvı faz arasındaki belli bir ilişki reaksiyonlarını içerir.

Sinter ve çözünme esnasında $NiAlFe$, Ni_3Al , $TiAl$, Al_4Ni_3 , Al_4N_3 , Al_3Ni_2 ve Al_2O_3 atomlarının çözündüğü bütün fazlar ve bu atomların çözünmesi mikro yapıyı değiştirmiştir. Ti yoğunluğuna bağlı olarak Al_3Ni fazının çözünme sıcaklığı yükselir ve Al_3Ni_2 fazı yapıda görülmez. $Ti+Ni_3Al+Al_2O_3$ takviyesindeki artış Ni_3Al fazının hacimce %'sini arttırır. Taneler arası faz $NiAl$ 'dur matris Ni_3Al 'dur. Tane sınırları arasındaki ikincil fazın ve boşlukların boyutu artmıştır ve tanelerin büyüklükleri de sinter sıcaklığı ile azalmıştır. Al'ca zengin fazın erimesi yeni oluşmuş mikro yapının sinterini başlatır ve sinter reaksiyonu katı Ni ve Al'ca zengin sıvı faz arasındaki belli bir ilişkinin reaksiyonlarını içerir. Sinter sıcaklığına bağlı olarak az ya da çok $NiAl$ ve Ni_3Al fazları da oluşabilir. Sinter sıcaklığındaki değişim geçici sıvı faz oluşumunu, sinter sıcaklığının değerini, numunenin kısmi erimesini ve ortalama yoğunlaştırmasını etkiler.

Numunelerin sertlik ve ağırlık kaybı arasında ters orantı ve takviye sertliği ile ağırlık kaybı arasında doğru orantı olduğu görülmektedir. Numunelerin tane ebadı ve ağırlık kaybı arasında ters orantı ve takviye ebadı ile ağırlık kaybı arasında da ters orantı olduğu görülmektedir. Numunelerin takviye ebadı ile sertlik değerleri arasında ters orantı ve tane ebadı ile sertlik arasında doğru orantı olduğu da görülmektedir.

En yüksek ağırlık kaybı 900 °C' de, en düşük ağırlık kaybı 1000 °C' de elde edilmiştir. 900 °C ve 950 °C' de üretilen numunelerde sinter süresi artışı ile ağırlık kaybı miktarı artmıştır. Takviye miktarı artışına paralel olarak %5, %10 ve %20 ağırlık kaybı azalmıştır. Takviyesiz numunenin ağırlık kaybına göre takviye numunelerin aşınma dirençlerinin yüksek olduğu belirlenmiştir Ancak, ağırlık kaybı miktarlarındaki bu düşüş %12 takviye miktarında görülmemiştir.

7. KAYNAKLAR

- Anonim (2017). Laboratuvar Tipi Fırınlar. <http://www.magmatherm.com> Erişimi tarihi: 10.04.2018
- Anvari S.Z., Karimzadeh F., Enayati M.H. (2009). Synthesis and characterization of NiAl–Al₂O₃ nanocomposite powder by mechanical alloying, *Journal of Alloys and Compounds*, 178–181.
- Aslanoglu, Z., (1994), Demir-Karbon Sisteminin Mekanik Alaşımlama Tekniği İle Üretim Süreçlerinin İncelenmesi ve karakterizasyonu, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi, İstanbul.
- Benjamin JS., (1976), *Sci Amer*, 234(5):40-8.
- Benjamin JS., (1976), *Sci Amer*, 234(5):40-8.
- Benjamin JS, Volin TE., (1974), *Metali Trans*, 5:1929-34.
- Bolderev, V.V. (1988), "Reactivity of Solids", Elsevier Scientific, 519.
- Bostan B. (2003). Alüminyum-Karbon Tozlarından Mekanik Alaşımlama ve Sonrası İşlemlerle Al₄C₃ Sentezlenmesi, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara, 1-10.
- Cargill III GS. (1975), *Solid State Phys*, 30:227.
- Chariot F, Gaffet E, Zeghmami B, Bernanrd F, Niepce JC, (1999), *Mater Sci and Engng*, A262:279-88.
- Chen Y, Williams JS., (1996), *Mater Sci Forum*, 225-227:881-8.
- Chen LC, Spaepen F. (1991), *Mater Sci and Engng*, A133:342-5.
- Davis RM, Koch CC, (1987), *Scripta Metali*, 21:305-10.
- Davis RM, McDermott B, Koch CC, (1988), *Metali Trans*, A19:2867-74.
- Dökme, F., Güven, O. (2014). Bilyalı Değirmenlerde Hızın Performansa Olan Etkilerinin Deneysel Olarak İncelenmesi, *Mühendis ve Makina*, cilt 55, sayı 657, s. 38-50.
- Du J., Liu Y.H., Yu S.R., Li W.F. (2004). Dry Sliding Friction and Wear Properties of Al₂O₃ and Carbon Short Fibres Reinforced Al-12Si Alloy Hybrid Composites, *Wear*, 257, 930-940.
- Erden M.A.,Gündüz S., Türkmen M., Karabulut H. (2014). Microstructural Characterization and Mechanical Properties of Microalloyed Powder Metallurgy Steels, *Materials Science and Engineering A*, 616, 201-206.
- Erden M.A. (2015). Toz Metalürjisi Yöntemiyle Üretilen Mikroalaşım Çeliklerinin Mikroyapı Mekanik Özellik İlişkisinin Araştırılması, Doktora Tezi, Karabük Üniversitesi.
- Yılmaz R. ve Gökçe A. (2006). Toz Metalürjisi ile Üretilen düşük alaşımlı çeliklerde

- Ferro-Titanyum ilavesinin darbe ve kırılma tokluğuna etkisi, 13. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi, İstanbul, 903-909.
- Erden M.A., Gündüz S., Türkmen M., Karabulut H. (2016). Effect of V Addition on the Microstructure and Mechanical Properties of Low Carbon Microalloyed Powder Metallurgy Steels, *Materials Testing*, 58(5), 433-437.
- Erden, Mehmet Akif. (2017) "Presleme Basıncının Toz Metalürjisi İle Üretilen Alaşım Sız Çeliklerin Mikroyapı Ve Mekanik Özelliklerine Etkisi", Ömer Halisdemir Üniversitesi Mühendislik Fakültesi.
- Gaffet E, Malhouroux-Gaffet N. J., (1994), *Alloys and Compounds*, 205:27-34.
- Gilman PS, Benjamin JS., (1983), *Annu Rev Mater Sci*, 13:279-300.
- Hacıfazlıoğlu H. (2009). İnce ve Çok İnce Öğütme için Alternatif Değirmen Tiplerinin Tanıtılması, *AKÜ Fen Bilimleri Dergisi*, 17-30.
- Harris CC, (1967), *Trans Soc Min Engrs*, 238:17.
- Harris AM, Schafer GB, Page NW. (1993), *Mater Sci Lett*, 12:160-1.
- Hunt J, Soletta I, Battezzati L, Cowlam N, Cocco G. (1993), *Alloys and Compounds*, 194:311-7.
- Ivanov E., (1992), *Mater Sci Forum*, 88±90:475-80.
- Koch CC. In: Cahn RW, (1991), *Processing of metals and alloys*, vol. 15 of materials science and btechnology D a comprehensive treatment. Weinheim, Germany: VCH Verlagsgesellschaft GmbH, p. 193-245.
- Koch CC, (1993), *Nanostructured Mater*, 2:109-29.
- LeBrun P, Froyen L, Delaey L., (1992), *Mater Sci and Engng*, Al 57:79-88.
- Lee PY, Koch CC, (1987), *Appl Phys Lett*, 50:1578-80.
- Lee PY, Koch CC, (1987), *Non-Cryst Solids*, 94:88-100.
- Lee PY, Koch CC, (1988), *J Mater Sci*, 23:2837-45.
- Lee PY, Yang JL, Lin HM. J., (1998), *Mater Sci*, 33:235-9.
- Li J., Li F., Hu K. (2004). Preparation of Ni/Al₂O₃ nanocomposite powder by high-energy ball milling and subsequent heat treatment, *Journal of Materials Processing Technology* 236–240.
- Lin C.K., Hong S.S. Lee P.Y. (2000). Formation of NiAl-Al₂O₃ intermetallic-matrix composite powders by mechanical alloying technique, *Intermetallics* 8, 1043-1048.
- Lonnberg B., (1994), *Mater Sci*. 29:3224-30.
- McCandlish LE, Seegopaul P, Wu L. In: Kneringer G, RoEdhammer P, Wilhartitz P, (1997), *Proc. 14th International Plansee Seminar*, vol. 4. Reutte, Tyrol, Austria: Plansee AG, p.363

- Miki M, Yamasaki T, Ogino Y. (1992), Mater Trans Japan Inst Metals, 33:839-44.
- Ogino Y., Yamasaki T, Maruyama S., Sakai R.J., (1990), Non-Cryst Solids 117/118:737-40.
- Özel S., Çelik E., Turhan H. (2009). The Investigation of microstructure and mechanical properties of Cu-Al/B4C composites produced by using hot pres, e-Journal of New WorldSciences Academy Engineering Sciences, 1A0012, 4, (1), 106- 112.
- Sarıtaş S., Türker M., Durlu N. (2007). Toz Metalürjisi ve Parçacıklı Malzeme İşlemleri, Türk Toz Metalürjisi Derneği Yayınları, Ankara, Türkiye.
- Schaffer, G.B. (1989), and McCormick, Metall Transaction A, 23:835.
- Schaffer, G.B. (1991), and McCormick, Metall Transaction A, 22:3019.
- Suryanarayana C, Chen GH, Froes FH. (1992), Scripta Metall Mater, 26:1727-32.
- Suryanarayana C, (1995), Internat Mater Rev, 40:41 -64.
- Şahin, Y. (2006). Kompozit Malzemelere Giriş, Seçkin Kitabevi, Ankara, 28, 61-78.
- Takacs L, Pardavi-Horvath M. J., (1994), Appl Phys, 75:5864-6.4Kis-Varga, Beke DL. 1996, Mater Sci Forum, 225-227:465-70.

ÖZGEÇMİŞ

1992 yılında İstanbul'da doğdu. Lise öğrenimini İnönü Teknik Lisesinde Elektrik-Elektronik bölümünde yaptı (2006-2010). 2012 yılında İstanbul Üniversitesi Otomotiv Teknolojisi Bölümünden, 2017 yılında Namık Kemal Üniversitesi Makine Mühendisliğinden mezun oldu. Aynı yıl Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde Makine Mühendisliği bölümünde Yüksek Lisans Eğitime başladı ve halen devam etmektedir. 2018 yılında askerlik görevini yedek subay olarak yerine getirmek üzere Antalya ya gitmiştir ve yüksek lisans eğitimine devam ettiği sırada askerlik görevini de yapmaktadır.

