

133482

**ALÜMİNYUM-KARBON TOZLARINDAN MEKANİK ALAŞIMLAMA
VE SONRASI İŞLEMLERLE Al_4C_3 SENTEZLENMESİ**

BÜLENT BOSTAN

**DOKTORA TEZİ
(METAL EĞİTİMİ)**

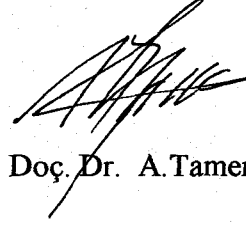
**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

HAZİRAN 2003

ANKARA

133482

Bülent BOSTAN tarafından hazırlanan "ALÜMİNYUM-KARBON TOZLARINDAN MEKANİK ALAŞIMLAMA VE SONRASI İŞLEMLERLE Al_4C_3 SENTEZLENMESİ" adlı bu tezin doktora tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.



Doç. Dr. A. Tamer ÖZDEMİR

Tez Yöneticisi

Bu çalışma jürimiz tarafından Metal Eğitimi Bölümünde Doktora Tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan : Prof. Dr. Bilgehan ÖGEL

Üye : Prof. Dr. Mehmet TÜRKER

Üye : Doç. Dr. A. Tamer ÖZDEMİR

Üye : Yrd. Doç. Dr. Halil ARIK

Üye : Yrd. Doç. Dr. Çetin KARATAŞ

Bu tez Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tez Yazım Kurallarına uygundur.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	i
ABSTRACT	iii
TEŞEKKÜR	v
ÇİZELGELERİN LİSTESİ	vi
ŞEKİLLERİN LİSTESİ	vii
RESİMLERİN LİSTESİ	x
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	xiii
1.GİRİŞ.....	1
2. MEKANİK ALAŞIMLAMA	5
2.1. Mekanik Alaşımlamanın Avantajları.....	7
2.2. Mekanik Alaşımlama Mekanizması.....	8
2.2.1.Çarpışma süreçleri.....	14
2.2.2. Difüzyon.....	15
2.3.Mekanik Alaşımlama ve Hammadde.....	16
2.4.Mekanik Alaşımlamada Kullanılan Öğütücü Türleri.....	16
2.5. Mekanik Alaşımlamada Etkin Parametreler.....	19
2.5.1. Değirmen tipi.....	20
2.5.2.Öğütme kazanı	20
2.5.3. Öğütme Hızı.....	21
2.5.4. Öğütme zamanı.....	22

2.5.5. Öğütme malzemesi (Bilya).....	23
2.5.6. Bilya-Toz ağırlık oranı.....	23
2.5.7. Kazan doldurma miktarı.....	25
2.5.8. Öğütme atmosferi.....	25
2.5.9. Sıcaklık etkisi.....	26
2.5.10. İşlem kontrol kimyasalı.....	27
2.6. Mikroyapı.....	28
2.7. Presleme	30
2.8.Sinterleme.....	34
2.9. Kompozit Malzemeler.....	39
2.10. Al Matrisli Kompozitler.....	41
2.10.1. Parçacık takviyeli Al matrisli kompozitlerin mekanik özellikleri.....	52
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	54
3.1. Atritörün Optimizasyonu.....	54
3.2. Metot ve Malzeme.....	56
3.3. Mekanik Alaşımlama.....	56
3.4. MA İşlemlerinde Kullanılan Gazın Arıtılması.....	58
3.5. Presleme ve Soğuk Deformasyon.....	58
3.6. Sinterleme	59
3.7. Sertlik Ölçümü	60
3.8. Karakterizasyon Amaçlı Deneyler.....	60
3.8.1.Metalografi ve optik incelemeler.....	60
3.8.2. Toz boyut analizi.....	61
3.8.3. SEM ve EDAX Çalışması.....	61

3.8.4. XRD analizi.....	62
3.9.Replika Numunelerin Hazırlanması.....	62
3.10.TEM Numunelerinin Hazırlanması.....	63
3.11.TEM Çalışması ve Analizlerin Yapılması.....	64
3.12. Direnç Ölçümleri.....	65
4. DENEYSEL BULGULAR VE DEĞERLENDİRME.....	66
4.1. Toz Karakterizasyonu.....	66
4.2. Toz Boyut Analizleri.....	70
4.3. Tozların XRD ve EDAX Analizleri.....	72
4.4. Soğuk Presleme.....	74
4.5. Sinterleme.....	77
4.6. TEM Analizleri.....	82
4.7. Sinterleme Sonrası XRD Analizleri.....	87
4.8. Sertlik Sonuçları.....	100
4.9. Direnç Sonuçları.....	103
5. TARTIŞMA VE SONUÇLAR.....	105
KAYNAKLAR.....	114
ÖZGEÇMİŞ.....	121

**ALÜMİNYUM-KARBON TOZLARINDAN MEKANİK ALAŞIMLAMA VE
SONRASI İŞLEMLERLE Al_4C_3 SENTEZLENMESİ**

(DOKTORA TEZİ)

Bülent BOSTAN

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

Haziran 2003

ÖZET

Bu çalışmada saf Al ve C tozları yatay atritörde mekanik alaşımlama (MA) işlemine tabi tutulmuştur. Alüminyuma %2 oranında karbon ilave edilmiş ve işlem $475^{\circ}C$ 'de bakır talaşı üzerinden geçirilerek arıtılmış argon atmosferinde gerçekleştirilmiştir. Su soğutmalı sistemde, tozlara 20:1 bilya toz oranında ve 600 dev/dak. öğütme hızında 1 ve 2 saat MA uygulanmıştır. Daha sonra, 600 ve 1200 MPa basınç altında preslenen deney numuneleri $550^{\circ}C$ 'de, 2-64 saat arasında ve argon atmosferinde sinterlenmişlerdir.

MA süresine bağlı değişimleri belirlemek için toz boyut analizleri yapılmıştır. MA sonrası XRD analizi yapılmış ve Al_4C_3 oluşumu tespit edilmeye çalışılmıştır. Aynı tozlar sinterleme öncesi ve sonrası %50 oranında deforme edilmişler ve böylece karbür oluşumunda deformasyon etkileri incelenmiştir. Sinterlemeler sonrası karbon replika ve folyo teknikleriyle TEM çalışmaları yapılmıştır. Ayrıca, deney numunelerinin optik, SEM, EDAX ve XRD analizleri yapılmıştır. Oluşan Al_4C_3 parçacıklarının sertliğe ve akım direncine olan etkileri incelenmiştir. Optik ve SEM incelemeleri sonunda MA süresinin ve presleme basıncının sinterlemede etkin rol oynadığı tespit edilmiştir. XRD analizleri ve TEM sonuçları, sinterlenen malzemelerde Al_4C_3 dönüşümünün gerçekleştiğini göstermektedir. Oluşan karbür parçacık boyutlarının 10-60 nm arasında

değiřtiđi belirlenmiřtir. Direnç ölçümleri sonucunda, genelde tüm deney numunelerinin 10^{-6} ohm mertebelerinde bir dirence sahip olduđunu tespit edilmiřtir.

Bilim Kodu : 626.19.01
Anahtar Kelimeler : Al, C, MA, Sinterleme, Al_4C_3 , Sentezleme
Sayfa Adedi : 121
Tez Yöneticisi : Doç. Dr. A.Tamer ÖZDEMİR



SYNTHESIS OF Al_4C_3 FROM ALUMINUM-CARBON POWDERS AFTER MECHANICAL ALLOYING AND POST TREATMENTS

(Ph.D. Thesis)

Bülent BOSTAN

GAZI UNIVERSITY

INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY

June 2003

ABSTRACT

In this work, mixture of pure aluminium and carbon powders were mechanically alloyed via a horizontal attritor. Powders were processed in a water cooled system under a protective atmosphere of argon which was purified by passing through copper scrap at 475 °C. The ratio of balls to powders was 20:1 where Al powders were mixed with 2 % graphite and milled in the horizontal attritor running at a speed of 600 rev. /min for 1 and 2 hours. Later, samples of alloyed powders were cold pressed under 600 and 1200 MPa pressure conditions and then sintered at 550 °C for 2-64 hours again under purified argon gas. To study the effect of MA and its duration on several parameters, the size and distribution of powders were quantified and XRD analyses were conducted to verify any occurrence of Al_4C_3 precipitates during the MA process.

The same alloyed powders were sequentially cold formed by 50 % before and after the process of sintering to clarify the effect of deformation on Al_4C_3 formation. The sintered samples were examined by optical, scanning (SEM) and transmission electron microscopy (TEM) techniques. Particularly, for TEM studies, carbon replicas and thin foils were used. Also, hardness values and resistivities of samples were analysed. Through these investigations, the duration of MA and the pressure of cold pressing were found to be effective on sintering. Results of XRD and TEM analyses revealed that, particular, after

sintering the rate of Al_4C_3 formation increased considerably. It was found that Al_4C_3 particles were 10-60 nm in size and resistivities of all samples were with in the order of 10^{-6} ohm.

Science Code : 626.19.01

Key Words : Al, C, MA, Sintering, Al_4C_3 , Synthesis

Page Numbers : 121

Adviser : Doç. Dr. A.Tamer ÖZDEMİR



TEŞEKKÜR

Araştırma ve deneysel çalışma aşamasında maddi ve manevi destek ve yardımlarını esirgemeyen değerli danışman hocam Doç. Dr. A.Tamer ÖZDEMİR'e teşekkür eder, saygı ve şükranlarımı sunarım.

Çalışmalarında yardımlarını gördüğüm Prof. Dr. Mehmet TÜRKER'e, Yrd.Doç. Dr. Selçuk AKTÜRK'e, Doç.Dr.Ali KALKANLI'ya Erhan AKSU'ya Ahmet Güral'a ,Araştırma Görevlisi arkadaşlarıma ve TEM, SEM çalışmalarım için K.Ü. Fizik Bölümüne teşekkür ederim.

G.Ü. Bilimsel Araştırma Proje Başkanlığına 07/2002-05 nolu prejeye verdiği desteğe teşekkür ederim.

Doktora çalışmama başladığım günden bu yana her türlü manevi desteğinden dolayı sevgili eşim Bedia ve oğlum Buğra'ya teşekkürü bir borç bilirim.

ÇİZELGELERİN LİSTESİ

Çizelge	Sayfa
Çizelge 3.1.. MA’da kullanılan tozların özellikleri.....	56
Çizelge 4.1. MA süresine, presleme basıncına ve sinterleme sürelerine göre deney numunesi kodları.....	78
Çizelge 4.2. Farklı deney numunelerinin direnç ölçüm sonuçları.....	104



ŞEKİLLERİN LİSTESİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1. Başlangıç tozları ve alaşımlamaya bağlı olarak deformasyon tavrı.....	9
Şekil 2.2. MA sırasında toz karışımının Bilya-Toz-Bilya çarpışması.....	9
Şekil 2.3. Farklı öğütme sürelerinde Al-%3 karbon karasının toz boyut dağılımı.....	11
Şekil 2.4. Ni-Ta sistemi için öğütme zamanına bağlı olarak parçacık boyutu değişimi.....	12
Şekil 2.5. Tozların birleşme süreçlerinin şematik gösterimi.....	13
Şekil 2.6. Farklı tipte ve çalışma prensibine sahip değirmenler a) SPEX (titreşimli) b) Palanetry Değirmen c) Atritör(dikey).....	18
Şekil 2.7. Farklı öğütme sürelerinde ve dönme hızlarında Al-%3 karbon karasının toz boyut dağılımı.....	21
Şekil 2.8. Farklı öğütme sürelerinde ve dönme hızlarında Al-%3 karbon karasının ortalama toz boyutu	23
Şekil 2.9. Farklı öğütme sürelerinde Al-%3 karbon karasına atmosfer etkisi.....	25
Şekil 2.10. a) Çift yönlü soğuk preslemenin şematik gösterim b) Presleme basıncına bağlı toz ve kalıp etkileşimi.....	30
Şekil 2.11. Tek yönlü presleme kalıbı ve presleme basıncına bağlı eş basınç eğrilerinin şematik gösterimi.....	31
Şekil 2.12. Çift yönlü presleme kalıbı ve presleme basıncına bağlı eş basınç eğrilerinin şematik gösterimi.....	32
Şekil 2.13. İzostatik presleme kalıbı.....	32
Şekil 2.14. Sinterleme sırasında meydana gelen mekanizmaların şematik gösterimi	34
Şekil 2.15. Sinterleme sırasında meydana gelen gözeneklerin oluşumu ve zamana bağlı tavrının şematik gösterimi	36
Şekil 2.16. Sıvı faz sinterlemesinin şematik gösterimi	37
Şekil 2.17 (a) Reaksiyonlu sinterleme için uygun denge diyagramı (b) Reaksiyonlu sinterlemede meydana gelen olayların şematik gösterimi.....	38

Şekil 2.18. Zamana ve öğütme süresine bağlı mikrosertlik değişimi	46
Şekil 2.19. MA zamanına bağlı Al_4C_3 dönüşümü a) $Al_{57,1}C_{42,9}$ alaşımının XRD analizi b) $Al_{57,1}C_{42,9}$ alaşımının XRD analizi.....	50
Şekil 2.20. MA zamanına bağlı Al_4C_3 dönüşümü a) $Al_{84}C_{16}$ alaşımının XRD analizi b) $Al_{100-x}C_x$ ($x= 16,23,28,42,9,50$) alaşımlarının 220 saat MA sonrası XRD analizi.....	50
Şekil 2.21. Farklı zaman aralıklarında Al'a ilave edilen C miktarına bağlı toz boyutunun değişimi.....	51
Şekil 2.22. Farklı karbon türlerinin reaksiyon sıcaklıklarının karşılaştırması.....	51
Şekil 3.1. MA deneyinde kullanılan atritörün şematik görünümü.....	54
Şekil 3.2. MA işleminde kullanılan deney düzeneğinin şematik görünümü.....	57
Şekil 3.3. Presleme kalıbının ön görünüşü ve katı modeli.....	59
Şekil 4.1. 1 saat MA sonrası tozların boyut analiz sonuçları.....	70
Şekil 4.2. 2 saat MA sonrası tozların boyut analiz sonuçları.....	71
Şekil 4.3. 2 saat MA sonrası oksitlenen tozların boyut analiz sonuçları.....	72
Şekil 4.4. İşlem görmemiş tozların EDAX analiz sonuçları.....	72
Şekil 4.5. İşlem görmemiş tozların XRD analiz sonuçları.....	73
Şekil 4.6. 1 saat MA sonrası tozların XRD analiz sonuçları.....	73
Şekil 4.7. 2 saat MA sonrası tozların XRD analiz sonuçları.....	74
Şekil 4.8. A12 deney numunesine ait XRD deney sonuçları ve temel piklere ait "d" hesapları.....	89
Şekil 4.9. 2 saat MA sonrası 1200 MPa preslemenin ardından 550^0C 'de 64 saat sinterlenmiş numuneye ait XRD analiz sonuçları ve temel piklere ait "d" hesapları.....	90
Şekil 4.10. A12 deney numunesine ait XRD deney sonuçları ve temel piklere ait "d" hesapları.....	91
Şekil 4.11. D12 deney numunesine ait XRD deney sonuçları ve temel piklere ait "d" hesapları.....	92

Şekil 4.12. 2D12 deney numunesine ait XRD deney sonuçları ve temel piklere ait “d” hesapları.....	93
Şekil 4.13. 2E12 deney numunesine ait XRD deney sonuçları ve temel piklere ait “d” hesapları.....	94
Şekil 4.14. 2A12 _{CP} deney numunesine ait XRD deney sonuçları ve temel piklere ait “d” hesapları.....	95
Şekil 4.15. B12 _{CP} deney numunesine ait XRD deney sonuçları ve temel piklere ait “d” hesapları.....	96
Şekil 4.16. 2B12 _{CP} deney numunesine ait XRD deney sonuçları ve temel piklere ait “d” hesapları.....	97
Şekil 4.17. E12 _{CP} deney numunesine ait XRD deney sonuçları ve temel piklere ait “d” hesapları.....	98
Şekil 4.18. 2E12 _{CP} deney numunesine ait XRD deney sonuçları ve temel piklere ait “d” hesapları.....	99
Şekil 4.19.1-2 saat MA uygulanmış 600 MPa preslenmiş 550 °C farklı sürelerde sinterlenmiş deney numunelerinin sertlik değişimi.....	100
Şekil 4.20.1-2 saat MA uygulanmış 1200 MPa preslenmiş 550 °C farklı sürelerde sinterlenmiş deney numunelerinin sertlik değişimi.....	101
Şekil 4.21.1-2 saat MA uygulanmış 1200 MPa preslenmiş 650 °C 1saat sinterlemenin ardından %50 deforme edilip 550 °C’de farklı sürelerde sinterlenmiş deney numunelerinin sertlik değişimi.....	102
Şekil 4.22.1-2 saat MA uygulanmış 1200 MPa preslenmiş %50 deforme edilip 550 °C’de farklı sürelerde sinterlenmiş deney numunelerinin sertlik değişimi.....	103

RESİMLERİN LİSTESİ

Resim	Sayfa
Resim 2.1. PM 6061 alaşımının farklı sürelerde alaşımlama sonrası mikroyapısı; Alaşımlama süreleri (saat) a)0; b)1.5; c)3; d)4.5; e)6; f)8; g)10; h)16; i)24.....	29
Resim 2.2. Al-wax ilavesi sonrası 5 saat MA uygulanmış ve Ekstürüze edilmiş tozların 500 °C'de sinterlenmiş malzemeye ait TEM görüntüleri a) Aydınlık alan görüntüsü b) Al ₂ O ₃ ve Al ₄ C ₃ kırınım desenleri.....	45
Resim 2.3. Al-C alaşımına ait oda sıcaklığında 2.5x10 ⁻⁵ s-1 ve 1.0x10 ⁻¹ s-1 çekme hızlarında gerçekleşen kırık yüzey görüntüleri	46
Resim 2.4. Al-Ti-O-C-sisteminde ekstürüzyon sonrası TEM görüntüleri a-b) 600 ⁰ C'de 504 saat sinterleme sonrası Al ₄ C ₃ 'ün aydınlık alan görüntüleri c) Kırınım desenleri.....	47
Resim 2.5. TEM çalışması tane sınırlarındaki Al ₄ C ₃ parçacıklarını göstermektedir. a) Ekstürüzyon sonrası ortalama Al ₄ C ₃ parçacık boyutları 50-100 nm b-c) 168 saat 600 ⁰ C'de sinterleme sonrasına ait aydınlık alan görüntüleri.....	48
Resim 4.1. Ham tozların optik mikroskop görüntüsü.....	66
Resim 4.2. 30 dak MA sonrası tozların optik mikroskop görüntüsü.....	66
Resim 4.3. 45 dak MA sonrası tozların optik mikroskop görüntüsü.....	67
Resim 4.4-a. 60 dak MA sonrası tozların optik mikroskop görüntüsü.....	67
Resim 4.4-b. 60 dak MA sonrası dağlanmış tozların optik mikroskop görüntüsü...	67
Resim 4.5.-a. 120 dak MA sonrası tozların optik mikroskop görüntüsü.....	68
Resim 4.5-b. 120 dak MA sonrası dağlanmış tozların optik mikroskop görüntüsü..	68
Resim 4.6. 180 dak MA sonrası yanan tozların optik mikroskop görüntüsü.....	69
Resim 4.7. 240 dak MA sonrası reaksiyon sonucu oluşan tozların dağlanmış optik mikroskop görüntüsü.....	69
Resim 4.8. 240 dak MA sonrası reaksiyon sonucu kazan içinde kalan tozların dağlanmış optik mikroskop görüntüsü.....	69

Resim 4.9-a. 1 saat MA ve 600 MPa preslenme sonrası toz blokların optik mikroskop görüntüsü.....	75
Resim 4.9-b. 1 saat MA ve 600 MPa preslenme sonrası toz blokların dađlanmıř optik mikroskop görüntüsü.....	75
Resim 4.10-a. 1 saat MA ve 1200 MPa preslenme sonrası toz blokların optik mikroskop görüntüsü.....	76
Resim 4.10-b. 1 saat MA ve 1200 MPa preslenme sonrası toz blokların dađlanmıř optik mikroskop görüntüsü.....	76
Resim 4.11-a. 2 saat MA ve 600 MPa preslenme sonrası toz blokların optik mikroskop görüntüsü.....	76
Resim 4.11-b. 2 saat MA ve 600 MPa preslenme sonrası toz blokların dađlanmıř optik mikroskop görüntüsü.....	76
Resim 4.12-a. 2 saat MA ve 1200 MPa preslenme sonrası toz blokların optik mikroskop görüntüsü.....	77
Resim 4.12-b. 2 saat MA ve 1200 MPa preslenme sonrası dađlanmıř toz blokların optik mikroskop görüntüsü.....	77
Resim 4.13.-a. A6 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 1500).....	78
Resim 4.13.-b. A6 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 5500).....	78
Resim 4.14.-a. E6 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 1500).....	79
Resim 4.14.-b. E6 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 5500).....	79
Resim 4.15.-a. A12 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 1500).....	79
Resim 4.15.-b. A12 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 5500).....	79
Resim 4.16.-a. 2A12 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 1500).....	80
Resim 4.16.-b. 2A12 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 5500).....	80
Resim 4.17.-a. D12 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 1500).....	80
Resim 4.17.-b. D12 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 5500).....	80
Resim 4.18.-a.2D12 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 1500).....	81
Resim 4.18.-b. 2D12 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 5500).....	81

Resim 4.19. B12 _{ÇP} kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 1500).....	81
Resim 4.20. 2B12 _{ÇP} kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 5500).....	81
Resim 4.21. E12 _{ÇP} kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 1500).....	82
Resim 4.22. 2E12 _{ÇP} kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 5500).....	82
Resim 4.23.-a. 2E12 kodlu numuneden hazırlanmış folyoya ait aydınlık alan görüntüsü	83
Resim 4.23.-b. 2E12 kodlu numuneden hazırlanmış folyoya ait TEM görüntüsünün kırınım deseni.....	83
Resim 4.23.-c. 2E12 kodlu numuneden hazırlanmış folyoya ait kırınım deseninin negatif görüntüsü.....	83
Resim 4.24.-a. 2E12 _{ÇP} kodlu numuneden hazırlanmış replikadan alınan aydınlık alan görüntüsü	84
Resim 4.24.-b. 2E12 _{ÇP} kodlu numuneden hazırlanmış replikanın siyah bölgelerinden alınan kırınım desenleri.....	84
Resim 4.25.-a. 2E12 _{ÇP} kodlu numunede Al ₄ C ₃ ün oluştuğu bölgelerin karanlık alan görüntüsü	85
Resim 4.25.-b. 2E12 _{ÇP} kodlu numunede Al ₄ C ₃ ün oluştuğu bölgelerin karanlık alan görüntüsünün 400 bin büyütmesi	85
Resim 4.26.- a. 2E12 kodlu numuneden hazırlanmış folyoya ait aydınlık alan görüntüsü	86
Resim 4.26.-b. 2E12 kodlu numunede Al ₄ C ₃ 'ün oluştuğu bölgelerin kırınım desenleri.....	86

SİMGELER VE KISALTMALAR

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

Kısaltmalar

Açıklama

ODS	Oksit Dağılımla Güçlendirilmiş
MA	Mekanik Alaşımlama
BTO	Bilya Toz Oranı
İKK	İşlem Kontrol Kimyasalı
TM	Toz Metalürjisi
SEM	Tarama Elektron Mikroskobu
MMK	Metal Matrisli Kompozit
EDAX	Elektron Difraksiyon Analizi
XRD	X-Ray Difraksiyon Analizi
TEM	Geçirimli Elektron Mikroskobu
SPEX	Titreşimli Değirmen
DTA	Diferansiyel Termal Analiz
GSFS	Geçici Sıvı Faz Sinterlemesi
RSP	Hızlı Soğutma İşlemi

1. GİRİŞ

Malzeme bilimi dalında yapılan bilimsel arařtırmaların temel amacı malzemelerin özelliklerini ve performanslarını geliřtirmektir. Malzemelerin mekanik, kimyasal ve fiziksel özelliklerini iyileřtirmede; kimyasal modifikasyon, ısıl iřlemler, mekanik ve termomekanik iřlemler kullanılmaktadır. Geliřen teknolojiyle birlikte ihtiyaçlarda farklılařmıřtır (1). Bu nedenle günümüzde pek çok yöntem geliřtirilmiř ve geliřtirilmeye devam edilmektedir. Özellikle havacılık, otomotiv ve denizcilik sektöründe yüksek performanslı, hem hafif hem de dayanıklı, yüksek sıcaklıklarda kararlılık gibi özellikleri bünyesinde birleřtirebilen malzemelere gereksinim vardır. Bu ihtiyaçları karřılayabilmek için pratik ve deneysel amaçlı bir çok çalıřma yapılmıřtır ve yapılmaktadır. Kullanılan metotların geliřmesiyle döküm gibi geleneksel yöntemlerin modifikasyonunun yanı sıra, toz metalürjisi (TM) gibi yeni yöntemlerin kullanımı da giderek artmıřtır. Katı hal uygulamalarının bařında gelen toz metalürjisinin diđer geleneksel ve ileri teknoloji metotlarına göre sađlamıř olduđu avantajların en önemlisi, denge diyagramlarındaki řartların dıřında hemen her tür malzemeye uygulanabilir olmasıdır. Toz metalürjisi yöntemiyle üretilmiř malzemelerin bir çođunu diđer geleneksel metotlarla üretmek hemen hemen imkansız yada çok güçtür. Ancak kullanılan mekanik alařımlama (MA) ve sonrası iřlemler sayesinde, teknolojik olarak çok önemli olan yeni malzeme türlerinin üretimleri gerçekteřtirilmiřtir.

Mekanik alařımlama 1966 yılında Inco Paul D.Merica arařtırma řirketi tarafında ileri teknoloji alanında, özellikle uzay sanayinin malzeme ihtiyaçlarını karřılamak amacıyla geliřtirilmiř, yeni üretim tekniklerinden birdir (2,3). Daha sonraki çalıřmalarda MA yöntemiyle çeřitli ODS alařımlar, (4-6) amorf malzemeler (7,8) ve intermetalik bileřiklerin (9) geliřtirilmesine yönelik çalıřmalar son yıllarda hız kazanmıřtır. Ayrıca reaktif metaller üzerine yapılan uygulamalar MA yönteminin kullanım alanını genişletmiřtir. MA yöntemi farklı deđirmen (Yatay, titreřimli, atritör vb.) ve farklı bilyalar (seramik, metal ve türevleri) kullanılarak gerçekteřtirilen yüksek enerjili bir kuru öğütme tekniđi olarak adlandırılır (10). İřlem sırasında toz-bilya-cidar çarpıřmalarıyla, sürekli olarak oluřan kırılma ve

soğuk kaynak sonucu yeni karışımlar ve bunların birleşmesinden çeşitli kompozit toz yapıları meydana gelmektedir. Çarpışmalar ve buna bağlı olarak oluşan katı hal difüzyonu ile alaşımlama gerçekleşmektedir (11). MA yöntemiyle üretilmiş kompozit malzemelerin bir çoğu ergime noktalarına yakın sıcaklıklara kadar dayanımlarını koruyabilmektedirler (12). Ayrıca, korozyon direnci ve aşınmaya karşı dayanımları da bilinen alaşımlardan daha iyidir (13,14).

Genellikle, karıştırma veya öğütme işlemi, farklı boyutlara sahip tozlarla gerçekleştirilir ve böylece malzemelerin sinterleme ve presleme kabiliyetleri artırılır. Öğütme işlemi bir işlem kontrol kimyasalı (İKK) ilavesi ile veya ilave olmaksızın hemen her sisteme uygulanabilir. Ancak seçilen sisteme bağlı olarak karıştırıcının türü önemlidir. Endüstride yaygın olarak V tipi veya eksantrik karıştırıcılar kullanılırken karıştırma sırasında tane boyutu inceltmesi, ön alaşımlama ve homejenizasyon gerekiyorsa yüksek hızlı değirmenler kullanılır. Öğütme sırasında oluşabilecek yabancı maddelerin ve topaklaşmanın ayırt edilmesi için eleme gibi ilave işlemlere gerek duyulabilir. MA işlemi yapılırken kullanılan parametrelerin etkinliği ve birbiriyle ilişkileri oldukça önemlidir. MA'nın yapıldığı kabın (kazanın) doluluk oranı, bilya toz oranı, öğütme süresi, öğütme hızı ve kullanılan atmosfer gibi pek çok etkenin optimizasyonu çok önemlidir. Malzemede elde edilmek istenilen özelliklere göre farklı işlem kontrol kimyasalları veya atmosfer kullanımı da MA işlemi sırasında söz konusudur. Ancak tüm bu işlemlerin yapılması ve kontrol edilmesi ön denemelerle sağlanan optimizasyonlarla verimli olabilir.

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

Arzu edilen alaşımlama işleminin ardından malzemeler doğrudan yada presleme sonrası sinterleme işlemine tabii tutulurlar. Bu aşamada yapılan sinterlemenin pek çok amacı vardır. Taneler arası bağların oluşması, yoğunluğun artması, gözeneklerin azalması ve bazen de ilave olarak kullanılan İKK'nın bünyeden uzaklaştırılması bunlardan bir kaçıdır. Özelliklerin iyileştirilmesi için presleme sonrası sinterleme açık atmosferde yapılabileceği gibi malzemelerin özelliklerine bağlı olarak genellikle koruyucu atmosfer de kullanılabilir. Bu işlem için argon, azot, hidrojen ve oksijen gibi farklı gazlar kullanılabilir. Kullanılan atmosfere bağlı olarak yüzeyde farklı özelliklere sahip tabakalar da oluşabilir (AlN, Al₂O₃, TiO gibi) .

Sinterleme sırasında meydana gelen mikroyapısal ve boyutsal değişimler, parçanın fiziksel ve kimyasal özelliklerini çok fazla etkiler. Bu yüzden toz metalürjisinde sinterlemenin önemi büyüktür. Sinterleme işleminin ardından yoğunluk artışı, tane inceltme ve deformasyon amaçlı, ekstrüzyon gibi ilave işlemler yapılabilir. Yapılan bu işlemler her ne kadar ek maliyetler ve süreler doğursa da kazandırmış olduğu özellik artışları yadsınamaz. MA yöntemiyle üretimi üzerinde durulan malzemeler genellikle özellikleri iyileştirilebilir hafif malzemelerdir. Bu tür malzemelerin ilave işlemlerle özelliklerinin iyileştirilmesi üzerine yapılan bir çok çalışma vardır (15-18).

MA uygulamalarının başında gelen alüminyum, elde edilmesi, üretimi ve kullanım kolaylığı nedeniyle bir ileri teknoloji malzemesidir. Ancak kullanım sıcaklığının artmasıyla özelliklerindeki düşüş en büyük dezavantajdır. Bununla birlikte farklı üretim metotları kullanılarak özelliklerin iyileştirilmesi ve birçok özel metotla alüminyuma bilinenin üstünde performans sağlanması mümkündür. Hızlı soğutma şartlarında camsı metallerin üretilmesinden klasik döküm yöntemi ile SiO₂, C, Al₂O₃ gibi parçacıkların takviyesine kadar birçok farklı işleme tabii tutulabilir. İlk uygulamalarda genellikle ya ön alaşımlı tozların kullanımı yada belirli oranlarda karışım şeklinde işlem gerçekleştirilmekteydi. Temelde ise bu uygulamalar, metal matrisli kompozit esasına dayalı parçacıkların matrisi takviyesi şeklindeydi. Daha

sonraları, MA sırasında veya sinterlemede gerçekleşen sentezleme işlemleri ile metotlar çeşitlilik kazanmıştır.

MA yöntemiyle homojen olarak dağılmış oksit ve karbür türevi parçacıkların ilavesiyle kontrollü ve dengeli hale getirilen mikroyapı, malzemeye ergime derecesine yakın bir sıcaklığa kadar önemli ölçüde termal kararlılık sağlar. Al içerisinde Al_4C_3 dağılımıyla mukavemet kazandırılmış malzemelerin kullanımı ilk olarak uzay ve otomobil endüstrisinde gerçekleşmiştir (19,21). Alüminyum'a Al_4C_3 ve Al_2O_3 gibi parçacıkların ilavesinin özelliklerde sağladığı avantajlardan yola çıkılarak pek çok çalışma yapılmıştır (22,23). MA yöntemiyle Al içerisinde Al_4C_3 parçacıklarının üretilmesi, optimum şartlarının belirlenmesi ve özellikler üzerine etkilerinin belirlenmesi oldukça önemlidir.

Bu çalışmada Al'ın C ile sentezlenmesi, sinterleme öncesi ve sonrası Al_4C_3 oluşma karakteristiklerinin belirlenmesi ve tüm değişkenlerin oluşum mekanizmasına etkileri araştırılmıştır. Çalışmada yatay atritör kullanılarak Al ve C mekanik olarak alaşımlanmıştır. Alaşımlamada yatay atritörün etkisi ve performansı, tozlarda herhangi bir reaksiyon olup olmadığı araştırılmıştır. Farklı presleme basınçlarında preslenen tozların sinterleme sonrası yapısal değişiklikleri araştırılmıştır. Tozların presleme basıncındaki farklılıklara bağlı olarak birleşme karakteristikleri incelenmiştir. MA ve sinterleme sonrası Al-C sisteminde Al_4C_3 parçacıklarının oluşup oluşmadığı araştırılmıştır. Oluşan Al_4C_3 parçacıklarının sertliği ve mikroyapıyı nasıl etkilediği araştırılmıştır. Al_4C_3 parçacıklarının şekli, boyutu ve konumları belirlenmeye çalışılmıştır. MA ve sinterleme sonrası tozlar soğuk olarak deforme edilmiştir. Deformasyon ve sinterleme sonrası malzemelerde oluşan alüminyum karbürdeki farklılıklar sertlik ve direnç ölçümleri ile belirlenmeye çalışılmıştır. Tüm bu tespitler, boyut analizi, optik mikroskop, SEM, EDAX, XRD, TEM ve direnç ölçüm metotları kullanılarak yapılmıştır.

2. MEKANİK ALAŞIMLAMA

Mekanik alaşımlamanın sağlamış olduğu avantajlar neticesinde son yıllarda kullanım alanı oldukça genişlemiştir. MA genellikle homojen dağılımlı ısı veya kimyasal işlemlere baş vurmadan gerçekleştirilen, bir katı hal reaksiyonudur. Klasik alaşımlama işlemleri sırasında karşılaşılan ergime problemleri, heterojenlik, işlemler sırasında meydana gelen istenmeyen reaksiyonlar, MA ile ortadan kaldırılabilir. Aynı zamanda ekonomik ve uygulama alanının geniş olması büyük avantajlar sağlar. Bunların başında modern ve birbiri ile karışamaz elementlerin karıştırılabilmesi gelir. Bunu başka tekniklerle gerçekleştirmek mümkün değildir. MA sistemi sırasında meydana gelen karışım katı-katı bir karışım olduğu için denge diyagramlarının belirlediği şartların dışına çıkılabilir. Mekanik alaşımlama, tozların paslanmaz çelik kazanlarda sertleştirilmiş çelik bilyalar veya tungsten bilyalar ile istenilen sürelerde öğütme ve karıştırarak yapılan bir alaşımlama işlemidir. Oksitlenmeye karşı öğütme sırasında genellikle argon gazı kullanılır. Eğer nitrürleme gibi bir işlem de varsa atmosfer olarak azot (N_2) kullanılabilir. Eğer kullanılan tozlar yumuşak ise, işlem kontrol kimyasalı olarak %1-2 hacim oranında stearik asit ilavesi gerekebilir (bunun dışında pek çok farklı işlem kontrol kimyasalı da kullanılabilir). Üretilecek tozun miktarına toz boyutuna ve daha bir çok parametreye göre üretilmiş değişik amaçlı MA değirmenleri vardır (9-13).

MA'nın tarihi gelişimi gözden geçirildiğinde, ihtiyaçların karşılanmasında teknolojinin paralel bir gelişim gösterdiği tespit edilebilir. 1966 yılında John BENJAMİN ve arkadaşları (P.D. Merica Res. Lab. of the NICHOL COMP INCO) tarafından geliştirilen bir yöntemdir. MA sayesinde yüksek sıcaklık dayanımlı oksit parçacıklarıyla takviye edilmiş Ni bazlı süper alaşımlar üretilmiştir. Uygulama sonrasında elde edilen malzemelerle gaz türbinleri içinde arzu edilen özelliklerin sağlanması amaçlanmıştır. Aynı ekip, 1970'lerde farklı denemeler sonucunda bilyalı öğütme tekniği ile en uygun sonuçları almışlardır. Çünkü bu metot sayesinde partiküllerin yüksek deformasyonundan dolayı kırılması ve tekrar soğuk kaynaklanması işleminin ardışıklığı, ince partiküllerin üretilmesine imkan vermektedir. Oksit dağılımıyla güçlendirilmiş (ODS) süper alaşımlarda sürünme

dayanımı oldukça iyidir. ODS ile üretilen ilk nikel bazlı alaşım 1977 yılında bir motorda kullanılmıştır. MA yönteminin gelişmesiyle birlikte kullanım alanları yaygınlaşmıştır. En başta bu gelişmenin öncü sektörleri havacılık sanayi ve otomobil endüstrisi olmuştur (2).

MA yönetimi ile ihtiyaç duyulan hafif, mukavemetli, korozyon direnci yüksek ve yüksek sıcaklık performansı artırılmış malzeme üretimi mümkündür. Bu sektörel ihtiyaç artışı 1970'lerin sonu ve 80'lerin başında özellikle Al gibi hafif malzemeler üzerinde yapılan çalışmalara ağırlık verilmesine neden olmuştur. 1980'lerin başlarında, amorf yapılı intermetaliklerin öğütülmesi, Ni-Nb gibi tozların karıştırılması, daha sonra kararsız ve yarı kararlı sistemlerin geliştirilmesi sağlanmıştır. 1980'lerin sonlarına doğru yapılan araştırmalarda, amorf yapılı malzemelere, farklı alaşımların sentezlenmesi, aşırı doymuş katı çökeltilere, ikincil ara fazların üretimi gibi konulara ağırlık verilmiştir. MA yönetimiyle aynı zamanda yarı kararlı fazların, amorf malzemelerin, sermetlerin ve organik – seramik – metalik gibi karmaşık yapılarında üretimi mümkündür. 1990'ların başlarında Al-Ti alaşımlarının geliştirilmesinden sonra genellikle farklı alaşımların geliştirilmesi yerine, işlem basamaklarının ve MA sonrası uygulanan işlemlerle yapısal değişiklikler sağlayan çalışmalara hız verilmiştir. Nano boyutlu tozların MA yöntemiyle üretimi sağlanmıştır. Buna paralel olarak Fe ve Ni bazlı alaşımların (MA754 - MA956) üretimi de gerçekleştirilmiştir.

Ayrıca MA yöntemiyle oda sıcaklığında farklı tozların reaksiyona girmesi ile saf malzemelerden çeşitli kimyasal bileşime sahip malzemelerin üretimi de gerçekleştirilmiştir (20). Örneğin, oda sıcaklığında CuO ile Ca tozlarının birlikte karıştırılması şeklinde saf Cu elde edilebilir.

MA ile RSP(hızlı soğutma işlemi) birbirlerine yakın metotlar olduğu için sık sık mukayese edilirler. Katı karışabilirlik sınırları MA ve RSP teknikleriyle birçok metalik sistem için oldukça genişletilmiştir. Buna karşın MA yöntemi ile RSP'ye göre aşırı doymuşluk oranı daha yüksek malzeme üretimi mümkündür. Oda

sıcaklığında çok az yada hiç karışımı sağlanamayan malzemelerin eriyebilirlik aralığı genişletilmektedir.

Kompozit ve seramik esaslı malzemelerin kullanım alanlarının gelişmesi MA yönetimi ile üretilen metal esaslı malzemeler üzerine yapılan araştırmaların yavaşlamasına neden olmuştur. Ancak, halen özellikle hafif alaşımların takviye edilmesi, farklı üretim teknikleri ve ara işlem basamaklarının değişmesiyle yeni geliştirilen alaşımların performansları artırılmaktadır (1,2,6).

2.1. Mekanik Alaşımlamanın Avantajları

Mekanik alaşımlama yöntemi, deneysel ve üretim süreçleri olarak tüm ikili, üçlü ve çoklu sistemlere kolaylıkla uygulanabilmektedir. Bu yüzden MA tekniği üretim ve ticari anlamda çeşitli avantajlar sunmaktadır (1,2). Bu avantajları şu şekilde sıralanabilir.

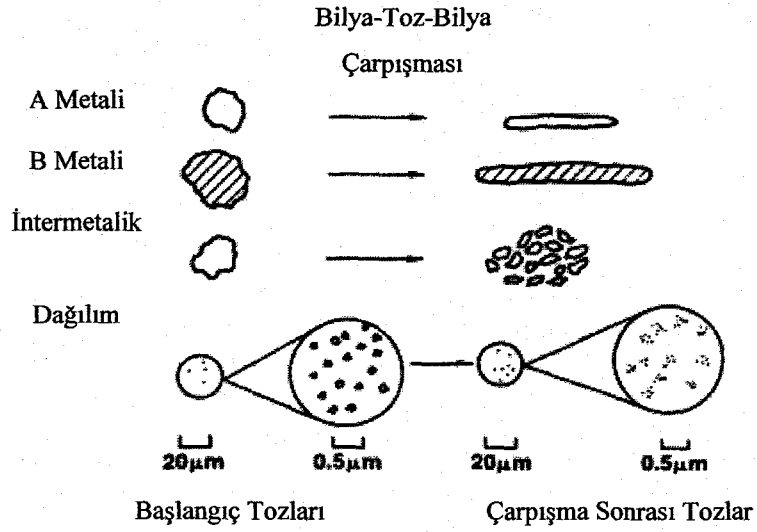
- MA işlemi, bir katı hal işlemi olmasından dolayı, normal ergitme teknikleriyle üretilmesi zor ve/veya olanaksız olan elementlerin (WC-Co gibi) üretilebilmesi,
- Birbiri içinde sıvı fazda (Cu-Pb) veya katı fazda (Fe-Cu) çözünmeyen elementlerin alaşımlanması,
- Oldukça farklı ergime sıcaklığına sahip malzemelerden intermetaliklerin üretilebilmesi,
- Katı-sıvı-gaz şeklinde alaşımlama sırasında oksit, nitrür ve karbürlerin takviye edilebilmesi
- Termodinamik olarak, alaşımlamada kompozisyon sınırlaması yoktur. Böylece çok geniş ve sıra dışı alaşımların elde edilmesi mümkündür.
- Matris içindeki homojen dağılmış partiküller sayesinde dislokasyon hareketleri engelleyen bariyerlerin oluşturulması,
- Partiküller sayesinde, toparlanmayı ve yeniden kristalleşmeyi engellenmesi veya yavaşlatılması, böylece malzemelerin yüksek sıcaklık kararlılığının artırılması,

- MA ile elde edilen tozların yapısında tamamen homojenlik sağlanabilir. Böylece segregasyon problemi minimuma indirilebilir.
- Korozyon ve aşınma direnci yüksek, termal kararlılığı gelişmiş uygun malzeme üretilebilmesi,
- Bir seferde oldukça fazla miktarda tozun üretilebilmesi ve alaşımlanması,
- Depolanma ve fabrikasyon kolaylığı,
- Sinterleme ile birlikte kritik sıcaklıklarda ısı işlem imkanı,
- Nano kristalli malzemelerin üretimine elverişlilik,
- İstenilen reaksiyonları oluşturması veya hızlandırması,
- Presleme ve sinterleme işlemleriyle %100 yakın yoğunlukta parça üretilmesi,

2.2. Mekanik Alaşımlama Mekanizması

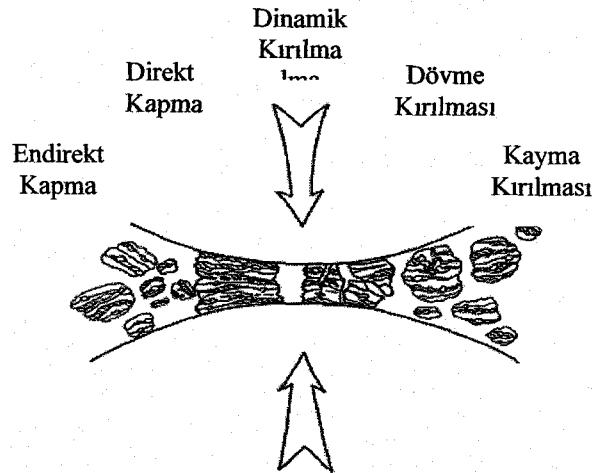
MA işlemleri genellikle homojen dağılıma sahip, kontrollü ve oldukça ince tozlardan oluşan çoğunlukla bir katı hal reaksiyonu şeklinde gerçekleşen kuru ve yüksek enerjili öğütme işlemidir (24). MA işlemi sırasında tozun ortalama boyutu, boyutsal dağılımı, şekli ve diğer yapısal özellikleri işlem sırasında kontrol edilir. MA işlemleri genellikle klasik yöntemlerin, kimyasal reaksiyonların veya ingot metalürjisi gibi metotların kullanımının yetersiz kaldığı noktalarda oldukça iyi sonuçlar verir. MA yöntemi ile temel çalışmalar biri sünek, diğeri gevrek iki farklı malzemenin kırılma kaynaklanma esnasına dayalı ardışık tekrarlar şeklinde homojen ve ince bir yapısal bütünlük sağlaması amaçlanmıştır. Metodun gelişmesi ve işlem basamakları sırasında kullanılan parametrelerin, yapısal etkinliğinden yararlanılarak çok farklı alaşım elementlerinin birlikte kullanımı gerçekleşmiştir. Genellikle üzerinde durulan temel parametreler; hammadde, öğütme türü, bilya toz oranı, öğütme hızı, öğütme zamanı, öğütme atmosferi, değirmen sıcaklığı gibi etkilidir.

Oluşturulacak alaşım içerisinde metal yada metal olmayan malzemelerin oranları belirlenir ve yüksek enerjili değirmene (değirmen tipi farklı olabilir) şarj edilir. Mekanik olarak alaşımlanacak başlangıç tozları ve onların deformasyon karakteristikleri şematik olarak Şekil 2.1'de gösterilmiştir.



Şekil 2.1. Başlangıç tozları ve alaşımlamaya bağlı olarak deformasyon tavırları

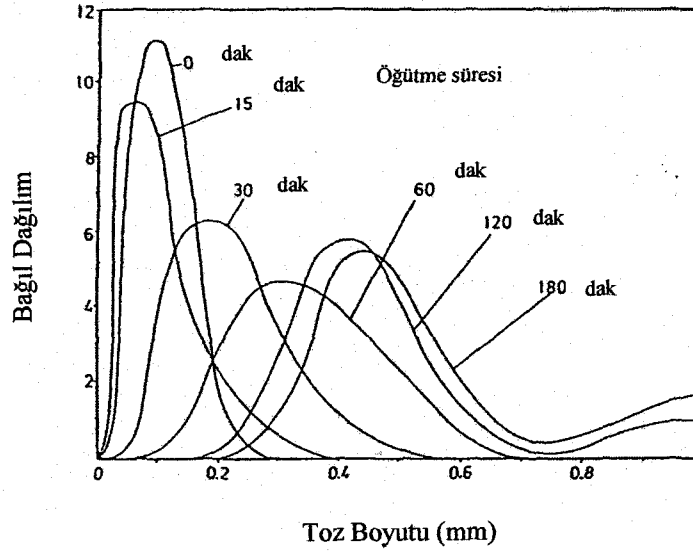
Yüksek enerjili öğütme sırasında toz parçacıkları hızla yassılaştır, soğuk kaynaklanır, kırılır ve tekrar kaynaklanır. İki çelik bilya çarpıştığında bir miktar toz aralarında sıkışır. Tozlar katlanarak lameler olarak bürünürler. Her çarpışmada yaklaşık 0.2 mg. ağırlığında 1000 parçacık sıkışır. Çarpışma süreçleri, toz-bilya, bilya-cidar, karıştırıcılar-bilya şeklinde farklılık gösterir. Bu süreçlerin tümü etkindir, ancak en etkilisi bilya-bilya çarpışmasıdır. Bu durum Şekil 2.2’de gösterilmiştir (25).



Şekil 2.2. MA sırasında toz karışımının Bilya-Toz-Bilya çarpışması

Çarpma kuvveti toz parçacıklarını plastik deformasyona uğratar, bu da deformasyon sertleşmesine (pekleşmesine) ve kırılmaya neden olur. Oluşan yeni yüzeyler parçacıkların kaynaklaşmasını sağlar. Buna bağlı olarak parçacık boyutunda bir artış meydana gelir. Kullanılan toz karakteristiğine göre (sünek-sünek veya sünek-kırılgan) parçacıkların kaynaklaşması ve büyük parçacıkların oluşma eğilimi yüksektir. Parçacıkların yüzey-hacim oranı başlangıçtaki üç katına ulaşabilir. Kimyasal kompozisyonda herhangi bir değişim olmaksızın katmanlı bir yapı meydana gelir. Devam eden deformasyonla birlikte deformasyon pekleşmesi artar, yorulma mekanizmasıyla ve/veya katmanların ayrılmasıyla kırılma devam eder. Bu mekanizma ile oluşan parçacıklar, birleştirici kuvvetler olmadığı zaman, boyut olarak küçülme eğilimindedirler. Bu aşamada kırılma etkin parametredir. Darbelere bağlı olarak yapı incelmeye devam ederken, parçacıkların boyutu aynı kalır.

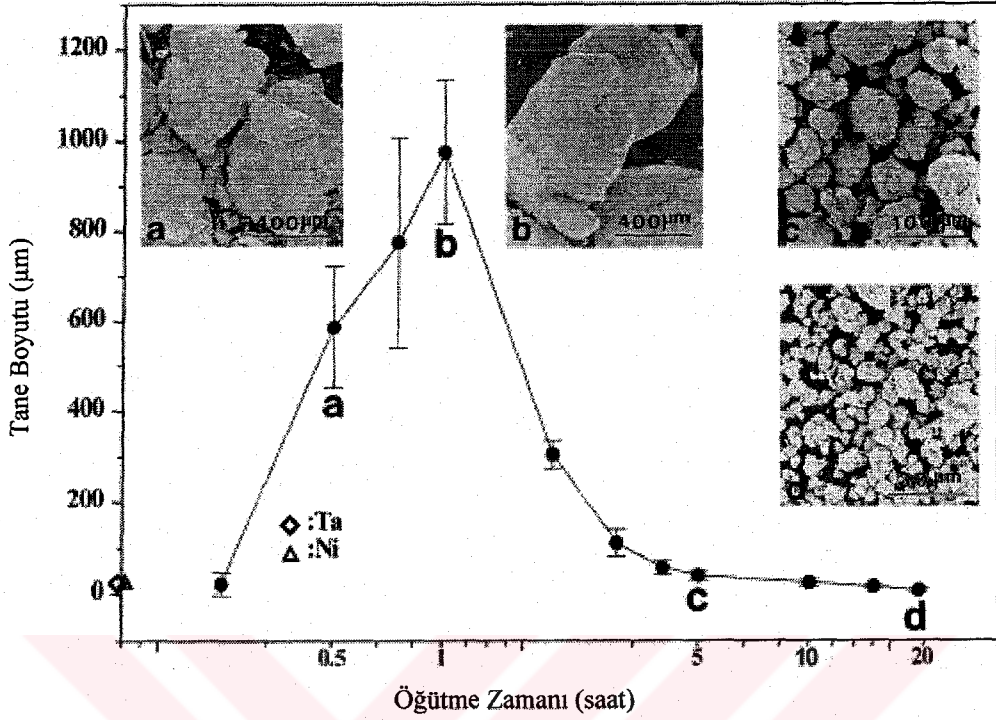
Sonuç olarak parçacık içindeki katmanlar arası mesafe azalırken, sayısı da artar. Bununla birlikte öğütme işlemi sırasında parçacıkların boyutlarındaki küçülme kabiliyeti oldukça düşüktür (%1'den küçük). Öğütme sırasında kullanılan enerjinin çoğu ısı olarak açığa çıkar. Fakat az bir miktarı da tozların elastik ve plastik deformasyonunda kullanılır. Belli bir öğütme zamanından sonra, ortalama parçacık boyutunu artıran, kaynaklanma hızı ve ortalama kompozit parçacık boyutunu azaltan, kırılma hızı arasında bir denge yakalandığında durağan bir durum elde edilir. Şekil 2.3'de görüldüğü gibi zaman ilerledikçe toz boyutları küçülürken boyut dağılım aralığı genişlemektedir. Bu aralık MA uygulanan tozların süneklik ve gevreklik karakteristiği ile doğrudan ilgilidir.



Şekil 2.3. Farklı öğütme sürelerinde Al-%3 karbon karasının toz boyut dağılımı

Küçük parçacıklar kırılmadan deformasyona dayanabilir ve büyük parçacıklar, kaynaklanma eğilimindedirler. İnce ve çok büyük parçacıkları ortalama boyuta yaklaştıran zamana bağlı genel bir eğilim vardır (26). Artık parçacıklar bileşim olarak ilk şarj oranlarını içerirken, deformasyondan dolayı sertlik doyuma ulaşır. Bu aşamada parçacık boyut dağılım aralığı daralmıştır (27). Ni-Ta sistemi için bu durum Şekil 2.4'de verilmiştir.

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

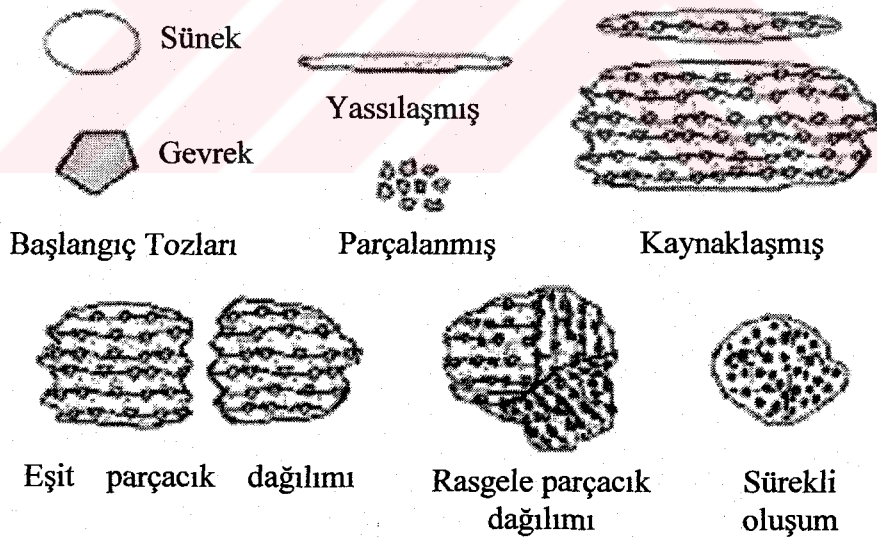


Şekil 2.4. Ni-Ta sistemi için öğütme zamanına bağlı olarak parçacık boyutu değişimi.

Öğütme esnasında az da olsa sıcaklıktaki artışla birlikte kısa mesafe difüzyon hızı artar ve böylece alaşım elementlerinin homojenizasyonunda artar. Alaşımlama normalde oda sıcaklığında gerçekleşirken, bazen alaşımlamanın yapılabilmesi için alaşımlanmış tozun yüksek sıcaklıkta tavllanması gerekebilir. Bu işlem özellikle intermetaliklerin oluşumunda kullanılır.

MA işlemini gerçekleştiren özel ekipmanların yanı sıra pek çok etkin parametre vardır (başlangıç toz karakteristiği, içeriği, zaman vb.). Fakat, çoğu durumda iç yapının incelme hızı, öğütme hızıyla kabaca bir logaritmik ilişkidir. Bu yüzden, başlangıç tozlarının boyutu nispeten önemsizdir. Karışımın türüne bağlı olarak, lameler arası mesafeler birkaç dakika ile bir iki saatte nanometre boyutlarına inebilir. MA'nın nano kristalli malzeme üretmek için yaygınca kullanılmasının sebebi budur (28,29). Temel olarak alaşımlama sırasında üç ana karışımdan bahsedilir; sünek-sünek, sünek-kırılgan ve kırılgan-kırılgan mekanik alaşımlama.

Sünek-sünek kırılma, kaynaklanmanın soğuk olmasından dolayı oldukça etkin bir mekanizmadır. Benjamin ve arkadaşları iki farklı sünek tozla yaptıkları çalışmalarda bu yaklaşımı analiz etmişlerdir (30). MA'nın ilk aşamalarında, tozların katmanlı pankek şeklini aldıkları gözlemlenmiştir. Sünek tozlar, genellikle işlem sırasında bilya üzerine sıvanarak kirlenmeyi önler ve öğütme elemanları da böylece fazla aşınmaz. Fakat bu sıvama işleminin ilerleyen saflarında heterojenliğine neden olmamalıdır (31). Tozlar katmanlaşmaya devam ederken, toz boyutlarının arttığı gözlenir. MA zamanı ilerledikçe deformasyon sertleşmesine bağlı olarak tozların kırılma eğilimi artar. Artan sertlik ve kırılma eğilimine bağlı olarak daha homojen bir kompozisyona ve şekle sahip tozlar oluşur. MA işlemine devam edildiğinde, katı çökeltiler, intermetalikler, hatta amorf fazların oluşumu söz konusu olur. Katmanlar arası mesafe öylesine azalır ki optik olarak gözlenemez. Sünek-kırılgan alaşımlamada ilk temel örnek ODS alaşımlarıdır. Çünkü matris içerisine ince dağılımlı oksit parçacıkları takviye edilmiştir.



Şekil 2.5. Tozların birleşme süreçlerinin şematik gösterimi

Alaşımlamanın ilk aşamalarında sünek tozlar katmanlaşırken, sert parçacıklar kırılarak küçülürler (Şekil 2.5). Belirli bir inceliğe erişen sert parçacıkların daha da incelmesi yumuşak tozlar tarafından engellenir. Sünek tozlar belirli bir deformasyon pekleşmesine ulaşıncaya değin bu işlem devam eder. Oluşan katmanlar arasına sert

parçacıklar da dağılır. Eğer bu işlemler sırasında kırılgen faz çözünürse sünek homojenlik de sağlanır. Tozların homojen bir dağılıma sahip olması pek çok parametreye bağlıdır. İşlem sırasında alaşımlamanın olması kırılgen tozların diğer malzeme içerisindeki katı çözünebilirliğine bağlıdır. Bu işlemin etkinliği ilk toz boyutu ve katmanlar arası mesafeye göre de farklılık gösterebilir.

Kırılgen-kırılgen alaşımlama sisteminde ilk bakışta alaşımlamanın mümkün olmayacağı düşünülebilir. Aralarında kaynaklanma oluşmaması alaşımlaşmayı ortadan kaldırır. Ancak Si-Ge ve Mn-Bi gibi sistemlerde bu işlemin gerçekleştiği rapor edilmiştir (32). İntermetaliklerin üretiminde de bu yöntem baş vurulmuştur (33). Temel olarak bu sistemde, tozlar arası bir ufalanma geçerlidir ve bu inceleme doyum noktasına kadar devam edebilir (34). Tozlar her ne kadar sert olsalar da aralarında meydana gelen deformasyon sertleşmesi (pekleşme) farklılığından dolayı, bir birleşme ve homojen alaşımlama gerçekleştirilebilir. İşlem sırasında İKK kullanılması ile sistem daha da aktif hale gelebilir. Bu sistemlerde cihazın aşınması ve tozların kirlenme problemi oldukça fazladır.

Tüm bu mekanizmaların etkinliği malzemenin yapısıyla doğrudan ilişkilidir. MA işleminde yapılırken etkin olan farklı parametreler de vardır. Bunları öğütme sırasında kullanılan ekipman ve işlem parametreleri altında inceleyebiliriz.

2.2.1. Çarpışma süreçleri

Çarpışan bilyaların nispi hızı MA işleminin mekaniğini tanımlamada çok önemlidir. MA işleminde bu hızlar kullanılan öğütme cihazı geometrisi ve işleme karakteristikleri bazında yaklaşık olarak deneysel bir şekilde belirlenebilir. Ön çarpışma hız aralıklarının atritör için saniyede metrenin ondalığında, spex ve yatay değirmenler için ise saniyede metreye ulaştığı belirlenmiştir.

Tozlu çarpışmalarda ise topaklanan toz parçacıklarının aralarında sıkışmaları öğütücü bilyalara göre çok küçüktür. Bu nedenle çarpışan cisimleri yüzeylerinin toza göre sonsuz eğrilikte olduklarını kabul etmek oldukça geçerli bir yaklaşımdır. Tozlu

çarpışmalar bu nedenle iki paralel tabaka arasında özel bir mini dövme işlemi olarak düşünülebilir. Atritörde serbest bilya hareketi nedeniyle çarpışmalar çok farklı türde gerçekleşir buna bağlı olarak tozlara farklı mekanik kuvvetler etki eder. Birbirine yakın tozlarda kesme kuvveti etkinken, bilyalar arasındaki tozlara darbe kuvveti etki eder. Aynı etkiler kollar ve bilyalar arasında da gerçekleşir. Çarpışmadan ve dönme yönünden kaynaklanan farklılık, sistem içerisinde gelişen güzel yönlendirmeler doğurur. Atritörlerde diğer sistemlere göre temel farklılık kollar ile bilyalar arasında oluşan bu etkidir. Kol-bilya-toz-kazan çarpışmaları şeklinde gerçekleşen bu kombinasyonlar temelde atritörün birim alanda harcanan kuvvetin maksimum enerjiye dönüşümünü sağlar. Bu da minimum enerji ile maksimum öğütme anlamına gelir. Bu çarpışma süreçlerinin etkin olabilmesinde BTO ve öğütme hızı en etkin parametrelerdir.

2.2.2. Difüzyon

Mekanik alaşımlamada reaksiyon oranları, ilk kontak bölgeleri ve üretim kademeleri süresince reaksiyona giren elemanların birbirleri içerisindeki difüzyonu ile değişir (35). Pek çok katı-hal reaksiyonları için parçacıkların ilk temas alanı sabittir ve buna bağlı olarak difüzyon da sınırlıdır. Bundan dolayı katı hal işlemleri sıcaklığa aşırı derecede bağlıdır ve reaksiyonlar ısıl olarak gerçekleşir. Mekanik olarak geliştirilmiş reaksiyonlar için, reaksiyon oranları (belli şartlar altında) ve sıcaklıktaki düşme, faz değişimi ile artar. Katı-hal reaksiyonlarının oda sıcaklığında oluşmasını engelleyen olumsuzluklar, çok sayıda şartın bir arada bulunması ve mekanik alaşımlama ile ortadan kaldırılabılır (36-38). Difüzyonun gerçekleşmesinde diğer bir etken de tozların reaktiflik derecesidir. Yüzeyde oluşabilecek oksit ve/veya benzeri tabakalar difüzyonu etkiler. Bu etki sinterlemede olduğu gibi, film şeklinde bir engelleyici şeklindedir. Bu yüzden kullanılan atmosfer çok önemlidir.

Alaşımlamanın türüne bağlı olarak difüzyon sürecini hızlandırıcı etkisinden dolayı öğütme sırasında ısının öğütücüde yükselmesine (belli değerlere kadar) izin verilebilir. Ancak bunun olumsuz etkileri göz önünde bulundurulmalıdır (tozun kirlenmesi, aşınma olayları gibi).

2.3. Mekanik Alaşımama ve Hammadde

MA işleminde kullanılan tozların parçacık boyutu yaklaşık olarak $1\mu\text{m}$ - $200\mu\text{m}$ arasında değişen saf metaller, esas alaşımlar, ön alaşımlanmış tozlar ve refrakter bileşikler olarak gruplandırılabilir. Dağılımla dayanımı artırılmış malzemeler genellikle karbür, nitrür, ve oksit katkısını içerir. Oksitler en yaygın olanıdır (Y_2O_3 , Al_2O_3 , ThO_2 vb.) fakat bunların yanı sıra çok farklı refrakter malzeme tozları da kullanılmaktadır (39).

MA'nın ilk uygulamalarında tozların %15 kadarı tutucu olarak görev yapması, sıkıştırılması ve deforme edilebilirliğin artması için sünek malzemelerden oluşurdu. Son yıllarda başarılı bir şekilde tamamen kırılğan olan malzemelerin alaşımlanması gerçekleştirilmektedir (40). Bununla birlikte sünek-sünek, sünek-kırılğan ve kırılğan-kırılğan tozlar kullanılarak yeni alaşımlar üretilmektedir. Yeni uygulamalarda katı tozlara sıvı karışımlar ilavesi ile mekanik alaşımlama gerçekleştirilmektedir (41-42). Bu işlemde kullanılan sıvı düşük sıcaklıklarda öğütme işlemine katılırsa, ıslak öğütme gerçekleştirilmiş olur (43). Islak öğütmede toz boyutları kuru öğütmeye göre daha küçüktür. Amorf yapıların elde edilmesi ıslak öğütmede daha kolaydır (44). Ancak bu işlem sırasında tozların kirlenmesi ve ara bileşiklerin oluşması gibi problemlerle karşılaşılabilir. Daha sonrasında, ön sinterleme ve sinterleme sırasında gözenek oluşum eğilimi olumsuz etkilerdendir. Tüm bu sistemler ve reaktif malzemeler üzerine çalışmalar devam etmektedir (45).

2.4. Mekanik Alaşımlamada Kullanılan Öğütücü Türleri

MA'nın önemli bir kısmını teşkil eden öğütme işlemi, tane boyutunu küçültme, harmanlama ve alaşımlama gibi evreleri kapsar. Bu aşamalarda amaca yönelik çok çeşitli öğütücüler kullanılır. Öğütücüler ve/veya değirmenler kapasiteleriyle, öğütme verimlilikleriyle, soğutma ve ısıtma gibi ek üniteleriyle farklılık gösterirler.

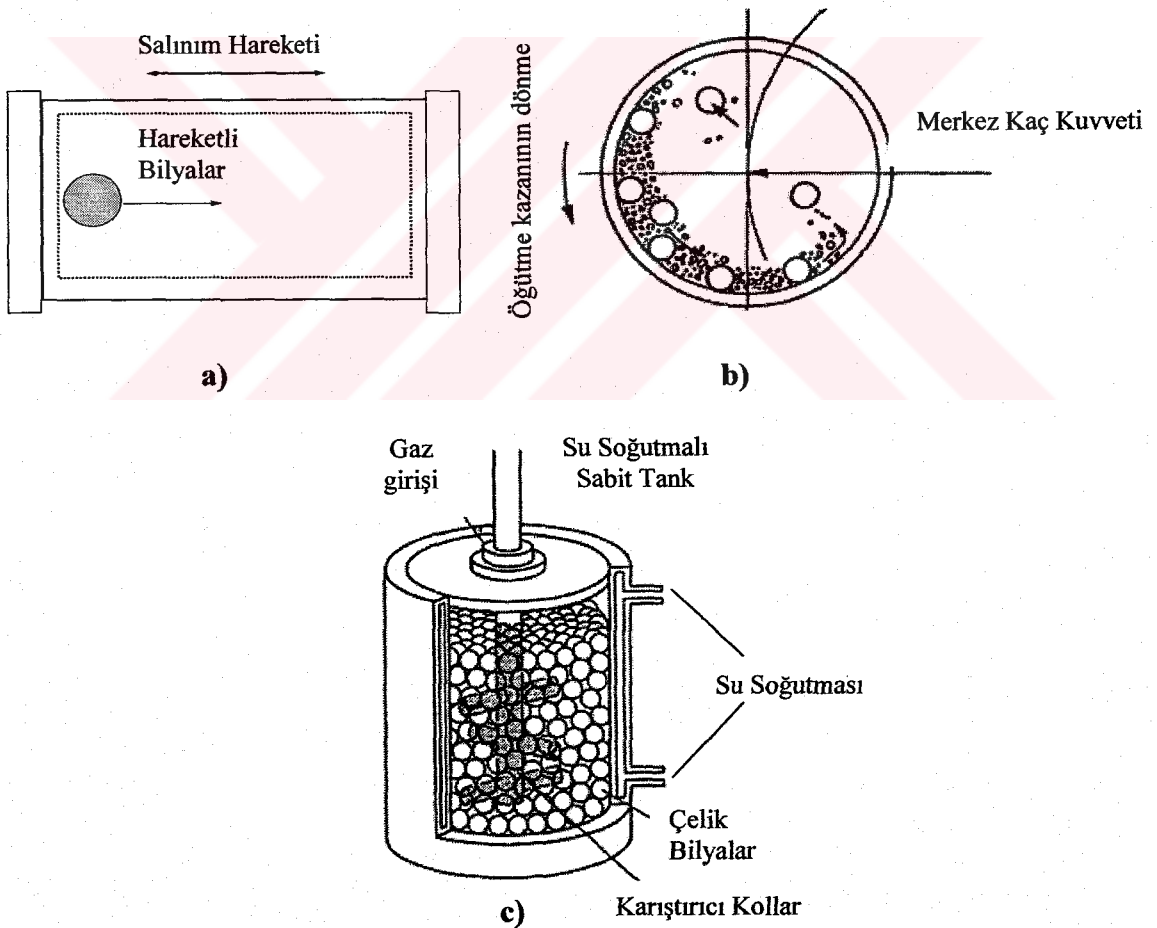
Bir defasında yaklaşık 10-20 g. toz öğütebilen SPEX değirmenler gibi karıştırıcılar (Şekil 2.6-a) genellikle laboratuvar araştırmaları ve alaşımları eleme amaçlı

kullanılırlar. Sahip oldukları hazne, tozu ve öğütme bilyalarını tutar ve dakikada ileri ve geri birkaç bin defa salınım hareketi yaptırır. Haznenin her bir salınımıyla bilyalar tozlara çarpar ve haznenin sonu tozu hem öğütür hem de karıştırır. Bilyaların vuruş kuvveti anormal büyüktür. Bu yüzden, bu değirmenler yüksek enerjili tür olarak düşünülebilir. En son tasarlanan değirmenler, öğütülen miktarı artırmak için tozu eşzamanlı olarak iki haznede öğütme imkanına sahiptirler. SPEX türü değirmenlerin yüksek enerjisinden kaynaklanan sıcaklık artışı ve koruyucu atmosfer karşılaşılan temel problemlerdir. Bu tip MA cihazlarının yeni tiplerinde öğütme zamanını uzatmak için basınçlı soğutma kullanılmaktadır.

MA deneylerini yapmak için diğer bir öğütücü de “planetary” bilyalı değirmendir (Şekil 2.6-b). Bu değirmende birkaç yüz gram toz bir defada öğütülebilir. Bu değirmenler haznelerinin gezegen gibi hareket etmesinden dolayı ‘planetary’ ismini alırlar. Bunlar dönen bir destek diski üzerine yerleştirilirler ve kendi eksenleri etrafındaki hareketlerini, özel bir mekanizmadan alırlar. Kendi eksenleri etrafında dönen haznelere tarafından oluşan merkezkaç kuvveti ve dönen destek disk tarafından oluşturulan ilave kuvvetle beraber hazne içinde öğütülen malzeme ve öğütme bilyalarına etki ederler. Hazne ve destek diski zıt yönlerde döndüğü için merkezkaç kuvvetler sıra ile benzer ve zıt yönlerde etkir. Bu öğütme, bilyalarının haznenin iç duvarlarından aşağıya doğru kaymasına sebep olur. Sürtünme etkisi, öğütülen malzeme ve öğütme bilyalarının serbest kalıp hazne içerisinde, serbest dolaşması ve karşı duvara çarpmasıyla devam eder. Bu tür değirmendeki bilyaların doğrusal hızı, SPEX değirmenlerinkinden daha fazla olsa bile, vuruş frekansı, SPEX değirmenlerde çok daha fazladır. Bu yüzden, SPEX değirmenlere göre daha düşük enerjili değirmenler olarak düşünülebilir.

Bir diğer MA değirmen çeşidi olan atritör, (yüksek enerjileri üretme yapabilen bir bilyalı değirmen) içerisinde bir seri karıştırıcılar bulunduran dikey bir silindirden oluşur. Biri diğerine dik yerleştirilen karıştırıcılar, kazan içerisindeki bilyalara enerji verir. Bilyaların kazan (tank, hazne) duvarıyla, birbirleriyle ve karıştırıcı mil arasındaki çarpışmalarıyla toz boyutunun küçülmesine sebep olur. Bazı boyut küçülmelerinin parçacıklar arası çarpışma ve bilya kaymasıyla oluştuğu görülür.

Güçlü bir motor karıştırıcıyı çevirir ve bu çevrilen karıştırıcı da sabit silindir içerisindeki çelik bilyaları ve tozları hareket ettirir. Atritörler, içerisinde bir seferde çok miktarda tozun (0.1 kg'dan 40 kg'a kadar) öğütülebildiği değirmenlerdir (Şekil 2.6-c). Atritörler çeşitli boyut ve kapasitelere sahiptirler. Atritör tipi değirmenlerde Şekil 6c'de görüldüğü gibi farklı atmosferlerde işlem yapmak mümkündür. Aynı zamanda, dış kazan etrafında dolaşan soğutma sıvısı yardımı ile işlem sırasında sıcaklığın kontrollü de mümkündür. Öğütme tankının paslanmaz çelik, alüminyum oksit, silisyum karbür, silisyum nitrid, zirkon, lastik ve poliüretanla kaplı paslanmaz çelikten olanları mevcuttur.



Şekil 2.6. Farklı tipte ve çalışma prensibine sahip değirmenler a) SPEX (titreşimli) b) Palanetry Değirmen c) Atritör (dikey)

Atritörün çalışma prensibi; öğütülecek toz öğüten malzemeyle birlikte sabit bir tank içerisine konur. Bu karışım daha sonra kollu bir mille hareket ettirilir, bu mil yaklaşık 250 dev/dak.'dan başlayan hızlarda döner. Öğütme zamanı pek çok parametreye bağlı olarak değiştirilebilir. İşlemin verimli olabilmesi için tüm sistemlerde malzemeye göre optimizasyon yapılmalıdır. Farklı ihtiyaçlardan doğan, ticari ve deneysel amaçlı çok farklı türlerde tasarımlar da vardır.

2.5. Mekanik Alaşımamada Etkin Parametreler

Mekanik alaşımlama kompleks bir işlemdir. Bu yüzden istenilen ürün fazını ve/veya mikroyapıyı elde etmek için bazı işlem parametrelerinin optimizasyonu gerekir. Tozun son içeriğini etkileyen önemli parametrelerden bazıları şunlardır;

- Değirmen tipi
- Öğütme kazanı (konteynırı,tankı, kabı vb.)
- Öğütme hızı
- Öğütme zamanı
- Öğütme malzemesi (Bilyelerin) tipi, boyutu, boyut dağılımı
- Bilya- toz ağırlık oranı
- Kazan doldurma miktarı
- Öğütme atmosferi
- Öğütme sıcaklığı
- İşlem kontrol kimyasalı (İKK)

Bütün bu değişkenler birbirinden tamamen bağımsız değildirler. Örneğin, optimum öğütme zamanı değirmen tipine, öğütme elemanının boyutuna, öğütme sıcaklığına, bilyaların tozla ağırlık oranı ve benzerlerine bağlıdır.

2.5.1. Değirmen tipi

Ticari amaçlı kullanılan yüksek kapasiteli değirmenler de üretilmiştir. Bunların 1200 kg ağırlığa kadar çıkanları yapılabilmektedir. Öğütme genellikle, laboratuvar şartlarında hızlı ve en az kirlenme ile yapılır. Öğütülecek tozun miktarının artması zamanını da etkiler. Örneğin SPEX türü bir değirmende elde edilen 20 dak. sonrasındaki özellikleri, ticari amaçlı bir değirmende yakalamak yaklaşık 20 saati bulabilir (46). Çarpışma hızı ve değirmen içi enerji miktarı toz boyutunu ve özelliklerini etkileyen en önemli parametrelerdir. Bu yüzden yeni tasarımlarla hem kirlenme problemleri en aza indirilmeye çalışılırken, hem de kısa sürelerde yüksek miktarlarda tozlar elde edilmeye çalışılmaktadır (47). Özellikle araştırmacıları yüksek enerjili değirmen üretmeye iten çalışmalardan birisi de uzun süreli çalışmayı gerektiren amorf yapıların üretimidir (48,49). Çalışmaların birçoğu fazla miktarda ve kısa sürelerde malzeme üretmeyi amaçlamaktadır.

MA yapmak için çeşitli türde değirmenler bulunmaktadır. Bu değirmenler kapasitelerine, işlem hızlarına ve öğütme sıcaklığını değiştirerek işlemi kontrol etme ve tozların kirlenmesini azaltma kabiliyetlerine göre farklılıklar gösterir. Toz çeşidine, tozun miktarına ve gerekli olan son içeriğine bağlı olarak, uygun bir değirmen seçilebilir. Özellikle, üretilen tozun oksitlenme karakteristiğine bağlı olarak kullanılacak olan atmosferin seçimi çok önemlidir. Genellikle, SPEX türü karıştırıcı değirmenler, tozları karıştırma amaçlı kullanılırken Planetry ve Atritör tipi değirmenler daha fazla miktarda alaşımlanmış toz üretiminde kullanılırlar. Bundan başka, ticari ve farklı amaçlara yönelik değişik tasarımlı değirmenlerde bulunmaktadır (50).

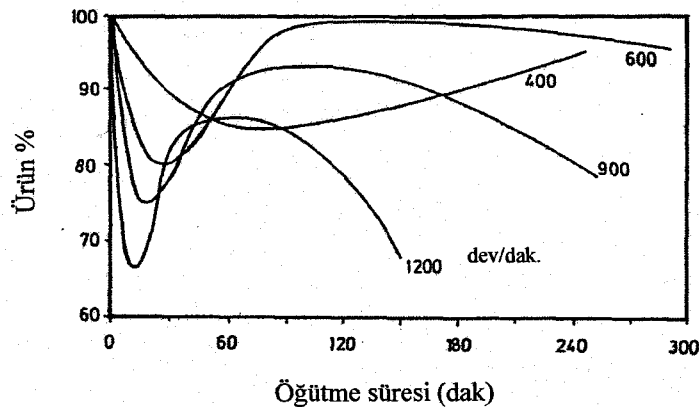
2.5.2. Öğütme kazanı

Öğütme kazanı MA uygulanacak malzeme için (öğütme tankı, kabı, hazne, tekne, veya kase kullanılan diğer bazı terimlerdir) önemlidir. Çünkü öğütme elemanın haznenin iç duvarlarına çarpmasından dolayı bir kısım malzeme kopup tozun içerisine karışabilir. Bu, tozu kirletebilir veya kimyasal bileşimini değiştirebilir. Eğer

öğütme haznesinin malzemesi tozun bileşiminden farklı ise toz hazne malzemesiyle kirlenebilir. Diğer taraftan, eğer iki malzeme aynı ise, tozun içine karışacak ilave element hesaba katılarak doğru önlemlerin alınması gerekir. Sertleştirilmiş çelik, takım çeliği, sertleştirilmiş kromlu çelik, temperlenmiş çelik, paslanmaz çelik, WC-Co, çelik (51) ve rulman çeliği öğütme haznesi yapımında en çok kullanılan malzeme türlerindedir. Etkileşim durumuna bağlı olarak kaplama yapılmış kazanlarda kullanılmaktadır. Kazanın seçimi alışılacak malzeme türüne göre değişebilir.

2.5.3. Öğütme Hızı

MA işleminde en önemli etkenlerden biri öğütme hızıdır. Değirmen dönme hızı arttıkça toza aktarılan enerjinin daha fazla olacağı açıktır. Ancak, değirmen tasarımına bağlı olarak ulaşılabilecek maksimum hızda, belirli sınırlamalar vardır. Örneğin, geleneksel bilyalı değirmenlerde artan dönme hızına paralel olarak bilyaların hareket hızı da artar. Kritik hızın üzerinde, bilyalar merkez kaç kuvvetinin artmasından dolayı haznenin iç duvarlarına yapışır ve darbe kuvveti oluşturmak için aşağı düşmezler. Bu yüzden, kullanılan maksimum hız kritik hızdan biraz az olmalıdır ki bilyalar etkin biçimde çarpışma enerjisi oluşturmak için tepe yükseklikten aşağıya düşebilsinler veya çarpışma süreci etkin olabilsin (2). Şekil 2.7'de görüldüğü gibi MA süresince tüm parametrelerin iç dinamiği birbiri ile ilintilidir. MA işleminin hızının artması alışılama süresini azaltırken toz kaybını artırabilir.



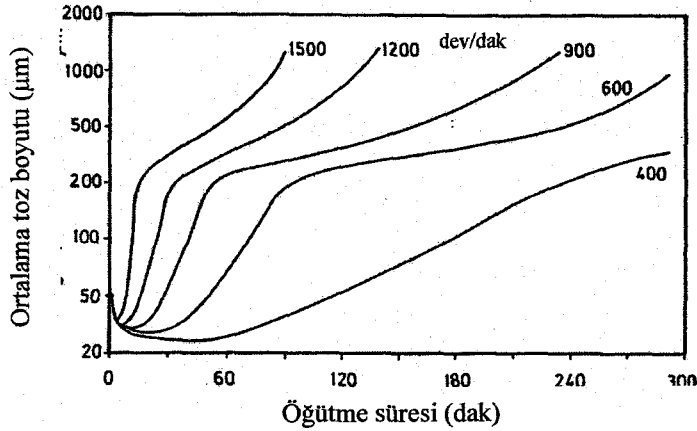
Şekil 2.7. Farklı öğütme sürelerinde ve dönme hızlarında Al-%3 karbon karasının toz boyut dağılımı

Maksimum hıza diđer bir sınırlama da yüksek hızlarda (veya yüksek öğütme yoğunluklarında) haznenin sıcaklığının yüksek değerlere ulaşmasıdır. Bazı durumlarda örneğin, tozun homojenleştirilmesini ve alaşımlaşmayı iyileştirmek için difüzyonun gerektiği yerlerde, sıcaklık artışı faydalı olabilir. Fakat genellikle bu artış dönüşüm işlemini hızlandırdığı için ve aşırı doymuş katı çözeltilerin veya öğütme esnasında oluşan kararsız fazların ayrışmasına sebep olduğu için zararlı olabilir (52). Ayrıca, oluşan yüksek sıcaklık, tozu kirletebilir. Nanokristal oluşumu esnasında ortalama kristal boyutunun arttığı ve artan dinamik yeniden kristalleşmeden dolayı yüksek öğütme yoğunluklarında iç deformasyonun azaldığı gözlenmiştir (53). Farklı tür değirmenlerde erişilen maksimum sıcaklıklar birbirinden çok farklıdır. Isının olumsuz yönde etkilediği sistemlerde soğutma sistemleri devreye girer. Soğutma sıvısı olarak sistemin türüne bağlı olarak gaz veya sıvı kullanılabilir.

2.5.4. Öğütme zamanı

Öğütme zamanı en önemli parametredir. Normalde zaman, toz parçacıkları arasındaki kırılma ve soğuk kaynaklanmanın sabit duruma eriştiği an olarak seçilir. Kullanılan sistemin hızı arttıkça toz boyutu daha kısa sürede küçülür ve homojen bir dağılım sergiler (Şekil 2.8.). Gereklili MA/öğütme zamanı kullanılan değirmen tipine, öğütme yoğunluğuna, bilya-toz oranına ve öğütme sıcaklığına bağlı olarak değişir. Bu zamanlar, yukarıdaki parametrelerin her bir kombinasyonu için ve her özel toz sistemi için belirlenmelidir. Fakat, toz gereğinden fazla öğütülürse kirlenmenin artacağı ve bazı istenmeyen fazların oluşacağı bilinmelidir (37). Bu yüzden tozun sadece gerekli miktarda öğütülmesi ve daha fazla öğütülmemesi istenir.

Nanokristalli malzeme üretiminde zamanın artması, tasarımda tüm parametrelerin gözden geçirilmesi ve optimum şartların elde edilmesini gündeme getirir. Bu yüzden nano fazların üretimi için özel tasarımlar geliştirilmiştir.



Şekil 2.8. Farklı öğütme sürelerinde ve dönme hızlarında Al-%3 karbon karasının ortalama toz boyutu

2.5.5. Öğütme malzemesi (Bilya)

Sertleştirilmiş çelik, takım çeliği, sertleştirilmiş kromlu çelik, temperlenmiş çelik, paslanmaz çelik, WC-Co ve rulman çeliği en çok kullanılan öğütme malzemeleridir (bilyalardır). Bunların dışında özel amaçlı seramik esaslı bilya kullanımı da yaygındır. Bilyaların, toz üzerine yeterli vuruş kuvveti oluşturabilmesi için yeterli büyüklükte olmalıdırlar. Karışan tozun fazla kirlenmesini önlemek amacıyla, öğütme haznesinin ve öğütme elemanının aynı malzemedan yapılmış olması istenir. Öğütme elemanının boyutu da öğütme verimliliğini doğrudan etkiler. Genelde, büyük boyutlu (ve yüksek yoğunluklu) öğütme elemanı daha verimlidir. Çünkü bilyaların artan ağırlığı toz parçacıklarına daha fazla vurma enerjisi transfer eder (2). Ancak aşırı iri bilyalar toz boyunun incelmelerini engelleyebilir. Bilyaların seçiminde ve kullanımında çok farklı metotlar izlenir (yüzey kaplama, farklı boyutlarda bilya kullanımı gibi).

2.5.6. Bilya-Toz ağırlık oranı

Kullanılan bilya malzemeleri genellikle yüksek dayanımlı, aşınma direnci yüksek malzemelerdir. Kullanılan bilyalar tek tip olabileceği gibi farklı boyutlara sahip bilyalar da olabilir. Bu durumda bilyaların aynı miktarda enerjiye sahip olmaması

söz konusudur. Bu işlem sadece büyük bilya çapından dolayı tozların belirli bir boyutun altına inmediği durumlarda kullanılabilir. Farklı boyuttaki bilyaların kullanımının, enerji miktarını artırabileceği rapor edilmiştir (55). Bilyaların seçimi genellikle alaşımlama yapılacak tozun yapısıyla ve kimyasal özelliklerine göre değişebilir. Kullanılan bilyalar genellikle sert metaller, oksit ve seramik esaslı malzemeler ve çok farklı kompozisyonlara sahip malzemelerin kullanımı da mümkündür.

Bilyaların ağırlığının toz ağırlığına oranı, bazen dolum oranı olarak da adlandırılır. Bu parametre öğütme işleminde önemli bir değişkendir. Bu, birçok araştırmacı tarafından 1:1 (56) gibi küçük değerlerden, 220:1 (57) gibi büyük değerlere kadar çeşitli oranlar kullanılmıştır. Genelde, 10:1 oranı SPEX değirmen gibi küçük kapasiteli değirmenlerde tozun öğütülmesinde en çok kullanılan orandır. Fakat, öğütme büyük kapasiteli, atritör benzeri bir değirmende gerçekleştirilirse, yüksek bir bilya-toz oranı,(BTO) 50:1'e kadar yada daha yüksek 100:1 oranlarda kullanılabilir. Bu oranın artması elde edilen toplam enerjiye bağlı olarak alaşımlama zamanını azaltırken, tozların kirlenmesi gibi olumsuz etkiler de hızlandırabilir.

Bilya-toz oranı, öğütülen tozda belli bir fazı elde etmek için gerekli zaman üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Bilya-toz oranı ne kadar yüksek olursa gerekli zaman da o kadar kısa olur. Yüksek bilya-toz oranında, bilyaların ağırlık oranındaki artıştan dolayı, birim zamandaki çarpışma sayısı artar ve sonuç olarak toz parçacıklara daha çok enerji iletilir. Bu yüzden alaşımlama daha çabuk gerçekleşir. Yüksek enerjiden dolayı ısı artar. Bu da tozun içeriğinin değişmesine neden olabilir. Zamana ve BTO'na bağlı olarak amorf faz oluşabilir, hatta sıcaklık artışı yeterli ise yeniden kristalleşmeyi tetikleyebilir.

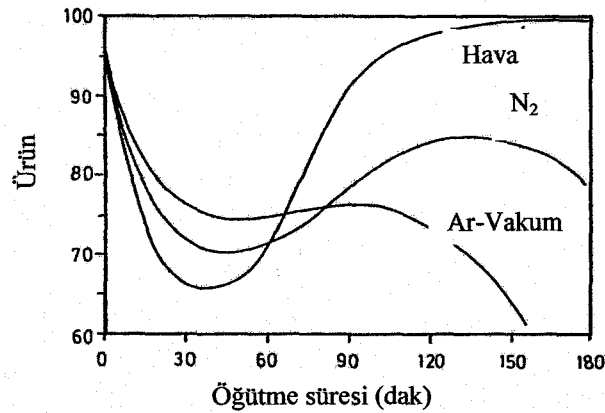
Daha önce belirtildiği gibi MA'nın 'yumuşak' şartları (düşük bilya-toz oranı değerleri, düşük dönme hızı vb.) dengeli olmayan fazlar oluştururken 'sert' şartlar denge fazları oluşturduğu görülmüştür (58).

2.5.7. Kazan doldurma miktarı

Bilyaların ve toz parçacıklarının öğütme kabı içinde serbestçe hareket etmesi için yeterli miktarda bir alanın olması, tozların üzerine etkiyen vurma kuvvetlerini artırır bu da sonuçta toz parçacıklarının alaşımlanması hızlandırır. Bu yüzden, haznenin toz ve bilyalarla doldurulma miktarı önemlidir. Bilyaların ve tozun miktarı çok fazla ise, üretim hızı çok yavaşlar. Bilyaların etrafta dolaşması için yeterli bir alan yoktur ve bu yüzden vurma enerjisi düşüktür. Dolayısıyla, haznenin fazla doldurulmamasına dikkat edilmelidir. Kabın doluluk miktarının az ise, enerji artışından kaynaklanan kirlenme sorunları yaşanabilir. Genelde haznenin % 50'si boş bırakılmalıdır. Doldurma miktarı şartlara ve öğütme yapılacak alaşım elementlerine göre çok az değişiklikler gösterir (2).

2.5.8. Öğütme atmosferi

Öğütme atmosferi esas olarak tozun kirlenmesine etki eder. Bu yüzden, öğütme sırasında tankın ya havası boşaltılmalıdır ya da argon ve helyum gibi asal gazlarla doldurulmalıdır. Yüksek saflıktaki argon oksitlenmeyi ve/veya tozun kirlenmesini engellemek için en yaygın kullanılan gazdır. Şekil 2.9'da farklı atmosferde MA uygulanmış Al-%3C tozlarının zamana bağlı tavırları verilmiştir.



Şekil 2.9. Farklı öğütme sürelerinde Al-%3 karbon karasına atmosfer etkisi

Oksitlenmenin genelde azot atmosferinin varlığıyla engelleneceği veya minimize edileceği belirtilmiştir. Azotun metal tozlarıyla etkileştiği ve sonuç olarak bazı sistemlerde öğütme esnasında kirlenmeyi engelleyemediği görülmüştür.

Özel amaçlar için öğütme sırasında farklı atmosferler de kullanılmıştır. Nitrür oluşturmak için azot ve amonyak yaygın olarak kullanılmaktadır (59). Hidrojen atmosferi ise hidrid üretmek için kullanılmıştır (60). Haznenin içinde havanın olması toz içerisinde oksitlerin ve nitrürlerin oluşmasına neden olur. Özellikle tozlar, yapıları itibariyle reaktifeler, öğütme esnasında asal bir atmosferin kullanılması doğru alaşımlamanın yapılabilmesi için önemlidir. Reaktif malzemelerde, oksit türevi takviye elemanlarının alaşımlama sırasında kendiliğinden oluşturulması da mümkündür. Ancak, oluşturulan oksidin büyüklüğünün ve miktarının kontrol edilmesi güçtür.

2.5.9. Sıcaklık etkisi

Öğütme sıcaklığı, öğütülen tozun içeriğinin kararlaştırılmasında bir diğer önemli parametredir. Üretilen son fazın, bir katı çözelti, intermetalik, nanoyapı, veya bir amorf faz olmasında, bağımsız olarak alaşım fazlarının oluşumunda, difüzyon işlemi etkin olduğundan, öğütme sıcaklığının alaşım sisteminde önemli bir etkiye sahip olduğu söylenebilir.

Ayrıca, bölgesel arayüzey sıcaklıklarının yapışma olaylarına etkisi de önemlidir. Geleneksel metal işleme operasyonlarında yapılan işin yaklaşık % 95'nin ısıya dönüştüğü bilinen bir gerçektir. Benzer olayın MA esnasında oluşmaması için herhangi bir sebep yoktur. Çünkü MA işlemi de bir dizi plastik deformasyondan oluşmaktadır. Bunun da ısı artışına neden olması kaçınılmazdır.

Öğütme sıcaklığının bilerek değiştirildiğini rapor eden sadece birkaç araştırma vardır (2,10,14). Bu işlem ya öğütme kazanına sıvı azot damlatılıp sıcaklığı düşürerek yada öğütme haznesinin sıcaklığını elektrikle artırarak yapılmıştır. Bu araştırmalar, öğütme sıcaklığının katı çözelti seviyesindeki değişimi incelemek yada farklı

sıcaklıklarda ya bir amorf fazın veya bir nanokristal yapının oluşumunu belirlemek için yapılmıştır.

Bu sıra dışı çalışmaların dışında genellikle MA işlemleri malzemenin türüne bağlı olarak oda sıcaklığına yakın sıcaklıklarda yapılmaktadır. Genellikle bu sıcaklığın sabit tutulmasında kazan çevresinde soğutucu gaz yada sıvıların sirkülasyonu sağlanır. Aksi halde sıcaklık artışları hem aşırı miktarda aşınmalara hem de tozun kirlenmesine neden olabilir. MA sırasında ilave edilen İKK'larında ısı artışını engellediğine dair bilgilerde bulunmaktadır (2,10).

2.5.10. İşlem kontrol kimyasalı

MA işlemi, deformasyona bağlı kaynaklanma ve kırılma şeklinde gerçekleşir. Özellikle sünek tozların kaynaklanma ve sıvanma eğilimi yüksektir. Bu tozların kırılmaya olan direnci, incelmeyi geciktirir. MA sırasında ilave edilen kimyasallar sayesinde kaynaklaşmanın yanı sıra kırılma da etkin hale gelir. Kullanılan bu kimyasallar gaz, sıvı ve katı halde olabilirler (hegzan, heptan, oktan, etanol, etil asetat, grafit metanol, sodyum klorür, stearik asit, çinko stearat gibi). İlave edilen kimyasallar genellikle kırılmayı hızlandırırken, yağ türevleri tozlar tarafından emilebilir. Genelde ilave edilen miktar %1,5 civarındadır. İlave edilen kimyasal, yapı içerisinde sürekli olarak kalabildiği gibi, işlem sonrası sinterleme gibi ilave işlemler sırasında bünyeden atılabilir. İlave edilen bazı kimyasallar bileşikler oluşturup (hidrokarbonlar, karbonhidratlar, oksitler, karbürler gibi) matris içerisinde homojen yada heterojen olarak dağılırlar. Oluşan bu ince parçacıklar, genellikle dayanımı ve sertliği olumlu yönde etkilerler (61) Bazı durumlarda yapı içerisine giren hidrojen de amorf yapı üretiminde katalizör etkisi yapabilir.(2,62)

Kullanılan işlem kontrol kimyasalı, MA sonrası elde edilecek tozun saflık derecesini doğrudan etkiler. Bu etki olumsuz sonuçlara neden olmuyorsa kimyasalın kullanımı işlem süresini kısaltırken, toz boyutunda incelenmesi hızlandırabilir. Aslında, kullanılan kimyasal, kompozisyonun bileşimini her ne kadar değiştiriyorsa da işlem süresini kısaltması kirlenme miktarını azaltmaktadır (63,64). İşlem kontrol

kimyasalının hacme oranla katılması ve işlem sırasında oluşabilecek bileşiklerine dikkat edilmesi gerekir. Özellikle sinterleme sırasında bünyeden uzaklaştırılacak olan İKK'larının gaz dönüşümlerinde ekstra gözenek oluşturmamasına dikkat edilmelidir.

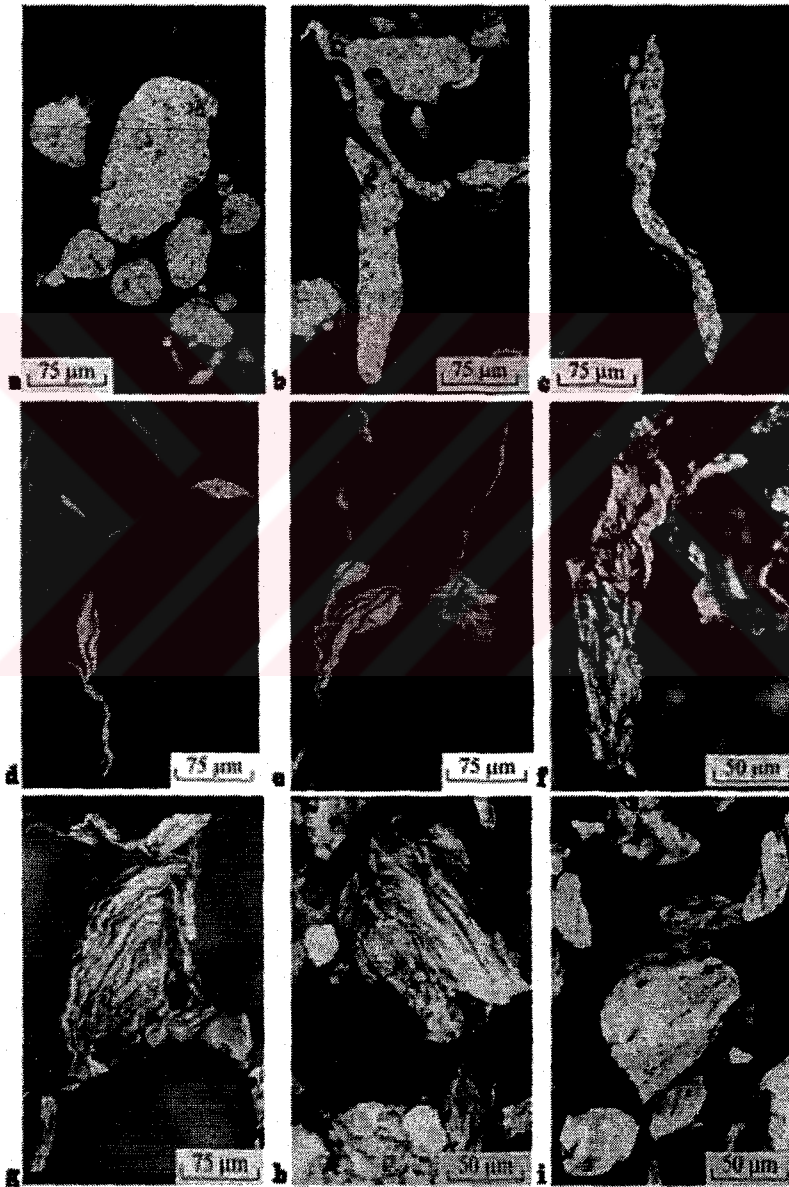
2.6. Mikroyapı

MA sırasında oluşan mikroyapı, katılan tozların özelliklerine, şekline, boyutlarına sünekliğine ve benzeri bir çok özelliğine bağlıdır. Sünek ve yumuşak tozların kullanımı durumunda MA işleminin başlangıç safhalarında tabakalı bir yapı oluşur. Bu işlem aşamalı olarak toz tabakaları arasındaki difüzyonun da yardımıyla mekanik olarak yorulan tozlar incelik ve homojenleşir (65,66).

Alaşım süresince tekrar eden kaynaklaşma ve kırılma işlemi değirmen hızına bağlı olarak gerçekleşir. Mikroyapıya, bilya çarpışmalarının kinetik enerjisinin, sıcaklığın ve atmosferin etkili olduğu belirlenmiştir (59). MA işleminden önce ve sonra tozların karakterizasyonu gereklidir. Toz boyutları, fazlar, yüzey alanları ve üretim şekilleri belirlenmelidir. Aynı işlemler presleme ve sinterleme sonrasında da tekrarlanmalıdır.

Geleneksel toz karakterizasyon metotları MA sonrası tozlar için de kullanılabilir. Toz boyut ve şekilleri için doğrudan ölçme, optik mikroskop veya SEM çalışması da yapılabilir. Toz boyutları ölçülürken genellikle topaklanmış tozlara dikkat edilmelidir. Bir toz parçacığı birçok tozun birleşmesi (yapışması) şeklinde görülebilir. Hatta bu difüze olmuş aynı kristal diziliminde birkaç toz şeklinde de olabilir. Amorf yapıya sahip malzemelerde çok farklı metotlarla analizi sonuçlandırmak mümkündür (X-Ray, Nötrondifraksiyon vb). Bunların belirlenmesinde diferansiyel termal analiz gibi (DTA) metotları da kullanılabilir. Nanofazlı yapıların tespit edilmesinde tane yapısının çok küçük olması gibi problemler yaşanabilir. Tek başına mikroyapı incelemelerinin yetersiz kaldığı durumlarda farklı analiz metotları kullanılabilir.

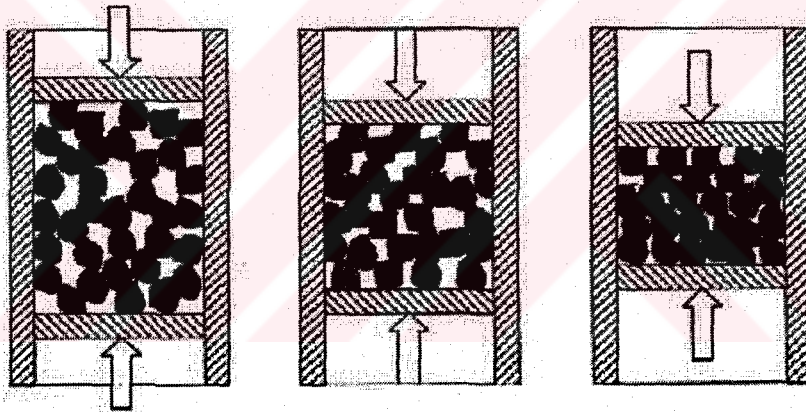
Resim 2.1'de PM 6061 alařımının farklı sürelerde alařımlama sonrası mikroyapısı görölmektedir. İřlemin ilk zamanlarında (a,b,c) tozlar granöllü yapıda iken Alařımlamanın ileri safhalarında katmanlařma meydana geliyor. Zaman ilerledikçe (g, h, i) katmanlar arası mesafe azalıyor ve toz boyutu küçölüyor. Bu sistematik, malzemedен malzemeye ve iřlem parametrelerine baęlı olarak deęiřlik gösterebilir.



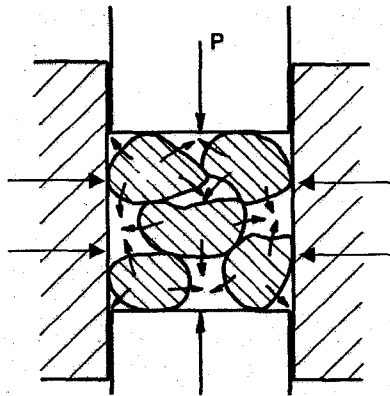
Resim 2.1. PM 6061 alařımının farklı sürelerde alařımlama sonrası mikroyapısı; Alařımlama süreleri (saat) a)0; b)1.5; c)3; d)4.5; e)6; f)8; g)10; h)16; i)24

2.7. Presleme

Yüksek performanslı tam yoğunlukta mamul üretmek için hızlı katılaştırılmış tozlar, şerit malzemeler veya MA uygulanmış tozlar kullanılabilir. Hızlı katılaştırılmış veya MA ile üretilmiş tozların birleştirilmesinde genellikle, sıcak presleme, sıcak haddeleme, sıcak dövme ve izostatik presleme kullanılır. Tüm bu işlemler preslenecek malzeme türüne bağlı olarak soğuk şartlarda veya oda sıcaklığının üstünde yapılabilir. Ancak, bazı soğuk şartlarda presleme basıncının yüksek olması kullanılan kalıp ve malzemeye uygun olmayabilir. Şekil 2.10'da çift yönlü preslemeye bağlı olarak tozların kendi aralarında ve kalıpla meydana getirdiği etki-tepki ilişkisi görülmektedir



a

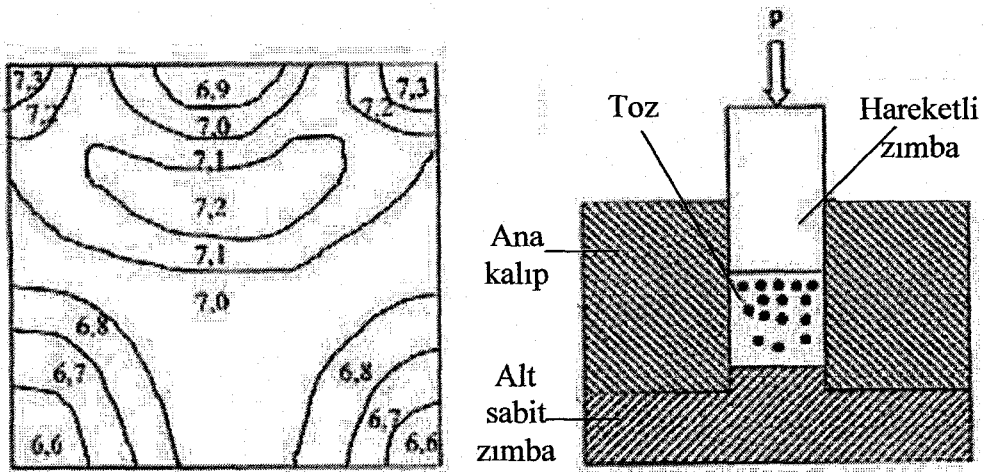


b

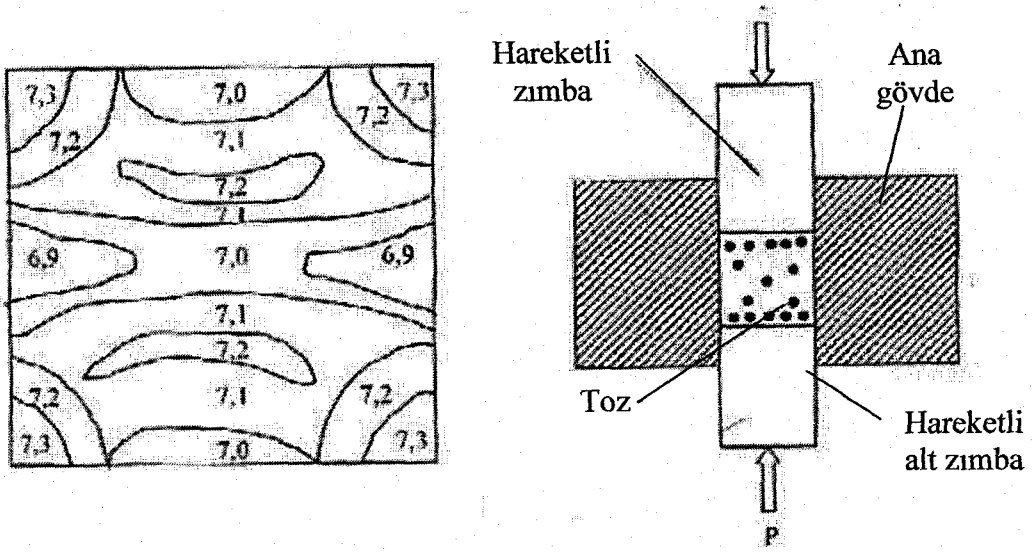
Şekil 2.10. a) Çift yönlü soğuk preslemenin şematik gösterimi
b) Presleme basıncına bağlı toz ve kalıp etkileşimi

Kalıp içerisine doldurulan tozlar basıncın etkisi ile sıkışır ve deforme edilebilme özelliğine bağlı olarak son şeklini alır. Genellikle, soğuk presleme aşamalarında tam yoğun kütle elde etmek için, tozların sıkışabilirliğini ve akışkanlığını artıran yağlayıcılar kullanılabilir. Kullanılan bu yağlayıcılar, kalıp aşınmasını engeller, kalıptan kütlenin çıkarılmasını kolaylaştırır, tozlar arasında sürtünmeyi azaltır ve enerji kayıplarını minimuma indirir. Bazı işlem kontrol kimyasalları hem MA sırasında hem de presleme aşamalarında işlevsel rol oynar. Kullanılan bazı yağlayıcıların sinterleme sonrası gözenekliliğe ve istenmeyen kimyasal tepkimelere yol açması başlıca problemlerdir. Bu nedenle kullanılan kimyasalların malzemeye uygunluğu önemlidir Sıcak presleme işlemine tabi tutulan numunelerin yoğunlukları, soğuk olarak üretilmişlere olanlara göre daha iyidir. Aynı zamanda sıcak işleme tabi tutulan malzemelerin, sinterleme süreleri ve sıcaklıkları aşağılara çekilebilir (67,68).

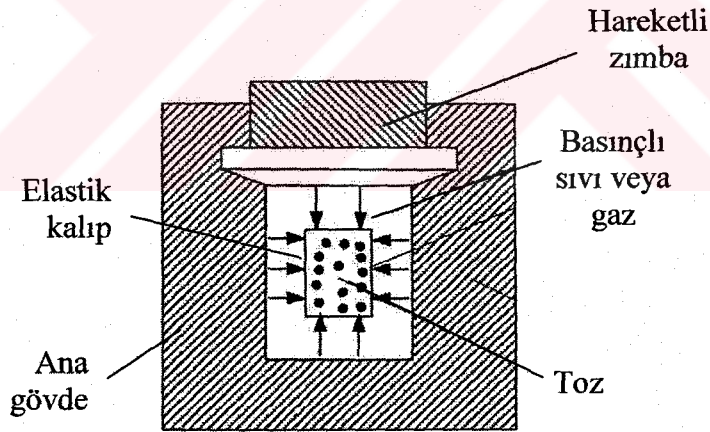
Soğuk preslemenin teorisini bakıldığında, kullanılan presleme türüne bağlı olarak (Tek yönlü, çift yönlü, izostatik, titreşimli vb) farklı yoğunluk dağılımı verirler. Şekil 2.11'de görüldüğü gibi tek yönlü bir kalıpta eş basınç eğrileri çift yönlü kalıba göre farklılık göstermektedir (Şekil 2.12.).



Şekil 2.11. Tek yönlü presleme kalıbı ve presleme basıncına bağlı eş basınç eğrilerinin şematik gösterimi



Şekil 2.12.Çift yönlü presleme kalıbı ve presleme basıncına bağlı eş basınç eğrilerinin şematik gösterimi



Şekil 2.13. İzostatik presleme kalıbı

İzostatik preslemede ise (Şekil 2.13.) eş basınç eğrileri kalıp şekline bağlı olarak hemen her yerde aynıdır. Ancak bu kalıpların her şekle uygulanması zor veya mümkün değildir. Diğer sistemlere göre maliyetinin yüksekliği de bir dezavantajdır.

Temel olarak presleme işlemlerinde uygulanan kuvvete bağlı olarak öncelikle tozların akış mekanizması ve ardından deformasyon süreçleri gelir. Deformasyon

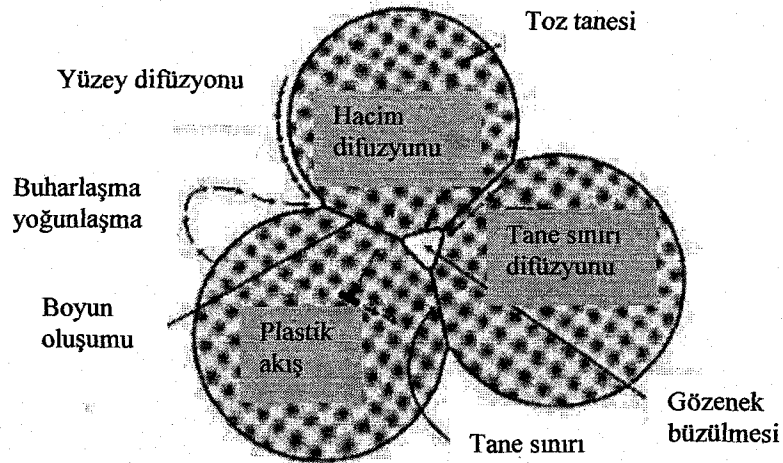
sırasında meydana gelen kaynaklaşma işlemi kütlenin ham yoğunluğunu belirler. Her malzemenin soğuk şartlarda belirli bir sıkıştırılabilirlik sınırı vardır. Bunun üstündeki değerlerde uygulanan basıncın hemen hemen hiç bir etkisi yoktur. Preslemede malzemenin temel özellikleri işlemi doğrudan etkiler. Genellikle ilave tedbirler, tozların kaynaklanmasını, akıcılığının artırılmasını, kalıp aşınmasının azaltılmasını, alınan son şeklin muhafazasını ve malzemenin kalıptan çıkarılmasını sağlar.

Son yıllarda soğuk presleme metotlarıyla elde edilen tozlara ilave edilen sıvı faz sinterlemesini sağlayıcı elemanlarla ve yüzey işlem metotlarıyla yoğunluk artışı sağlanmıştır. Yüksek presleme basınçlarında bilhassa Al, Ni, Fe, Cu, gibi tozların %99 yoğunluğu sağlanmıştır. Ancak 0.3 GPa varan bu presleme basınçlarında, presleme yapılacak kalıbın ve basma parçasının iyi tasarlanmış olması gerekir. Bu işlemler için genellikle T15 gibi yüksek hız çelikleri kullanılır. Basınç değerlerinin arttırılmasının zorunlu olduğu durumlarda (4.5 GPa) karbür esaslı malzemelerin kullanılması gerekebilir. Ancak dikkat edilecek hususların başında kalıbın bir kaç kullanımdan sonra aşınması ve/veya yapı içerisine girmesi gelir. Soğuk preslemede diğer bir problem de, tozun deforme olabilirliğine ve akışkanlığına bağlı olarak kaptaki yoğunluk dağılım profilidir. Presleme yapılacak toz miktarının ve kalıp tasarım hesaplarının yapılmasında, bu dağılım profili de göz önünde bulundurulmalıdır. Bunlara ilave olarak, soğuk presleme-sinterleme sonrası tam yoğunluğa ulaşmak için deformasyon, çift presleme, çift sinterleme ve ekstürüzyon gibi işlemler de yapılabilir.

Presleme ve ardından sinterleme aşamasında etkin olan problem tozların yüzeyinde oluşan oksit tabakalarıdır. Toz boyutları çok küçük ve yüzeyleri oksitlenmiş ise presleme sırasında bunların kırılması oldukça güçtür. Oksitlenme preslemede ham yoğunluğu olumsuz etkilediği gibi sinterleme sırasında tozlar arası temas noktalarında difüzyonu engeller ve böylece kütleli oluşum gecikir veya tamamen durur.

2.8. Sinterleme

Sinterleme, yüksek sıcaklıkta parçacıkların birleştirilmesi işlemidir. İşlem genellikle erime noktasının altında atomik boyutta gerçekleşir. Ancak bazı malzemelerde bu işlem sıvı faz bölgesinde de yapılır. Bölgesel birleşmenin olduğu yerde boyun noktasının büyümesiyle işlem başlar (Şekil 2.14.). Boyun oluşumu parçacık şekline (uygulanmışsa presleme basıncına) ve malzemeye göre farklılıklar gösterebilir. Parçacıkların sinterlenmesinde, atomik hareketleri yüzey enerjisi engelleyebilir. Birim alana düşen yüzey enerjisi atomik çapla ters orantılıdır. Küçük parçacıkların spesifik yüzey alanı küçük, enerjileri yüksektir. Buna bağlı olarak da sinterlenmeleri daha hızlıdır. Ancak tüm yüzey alanı sinterleme için geçerli değildir. Katı kristallerde her temas noktasında taneler, tane sınır enerjisiyle birleşir. Tane sınırları atomik hareketlilik açısından önemli bölgelerdir. Sinterleme mekanizması atomların bir yolda kütleli akışı gibidir. Metalik malzemelerde bu olay genellikle difüzyon şeklinde, yüzeyde bulunan tane sınırı hareketi ve kristal kafeslerin geçişi şeklindedir. Bu difüzyon hareketleri parçacıkların geometrisine bağlı olarak modellenenebilir ve hareket enerjisi ve kinetiği hesaplanabilir. Sinterleme sırasında temas halindeki parçacıklar temas noktalarından difüzyonla hareket eder ve bu hareketlilik toz boyutu son halini alıncaya değin sürer. İlk toz çapı ile son çapın birbirine oranı genellikle; ilk çap= D , ise Son çap= $1,26xD$ olur.

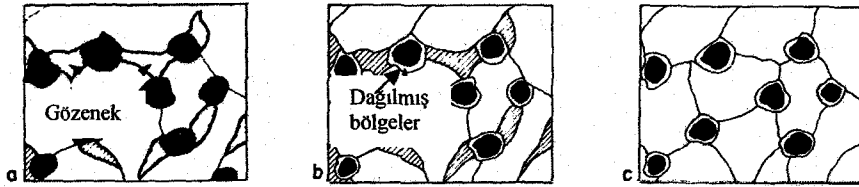


Şekil 2.14. Sinterleme sırasında meydana gelen mekanizmaların şematik gösterimi

Sinterlemeyi etkileyen pek çok faktör vardır (Toz boyutu, sıcaklık, alaşım elementleri ham yoğunluk, sinterleme atmosferi v.b.) . Sinterleme mekanizmasının etkin olabilmesinde en önemli etken preslenecek ve sinterlenecek tozların yüzeyinde oksit veya sinterlemeyi olumsuz etkileyecek tabakaların oluşmamasıdır. Eğer oksit tabakaları oluşmuşsa ve presleme sırasında kırılmamışsa sinterleme hiç olmaz yada çok verimsiz gerçekleşir.

Ancak, sinterleme sonrası malzemenin mekanik ve tüm işlevsel özelliklerine en etkin sonuç parça içerisinde oluşan boşluk yada gözenek miktarıdır. Her ne kadar bu oluşumlarda presleme basıncı ve malzemenin özellikleri etkinse de, sinterleme sonrası gözeneklilik miktarı da çok önemlidir. Sinterleme sırasında her ne kadar ebatlarda değişiklik istenmese de, boşlukların giderilmesi için katı transfer işlemlerinin olması beklenir. Bunlar, hacimsel difüzyon, tane sınırı difüzyonu, plastik akış ve sıvı akışı şeklindedir. Şekil 2.14 ve 2.15’de sinterleme sırasında gözeneklerin oluşum mekanizması görülmektedir. Bu gösterim bir genel oluşum mekanizmasıdır ve malzemedan malzemeye değişiklik gösterebilir. Karışım tozlarının sinterlenmesinde denge diyagramları dikkate alınmalı ve büyük farklar varsa hacimsel oranlarına göre uygun sinterleme sıcaklığı seçilmelidir.

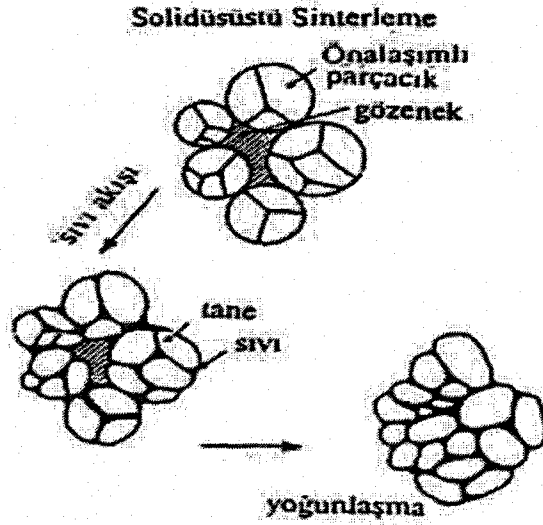
Sinterlemenin ileri aşamalarında toz sınırları kalkar ve tane büyümeye devam eder. Ancak büyümenin ileri safhalarında gözenekler tamamen tane içlerine hapis olur. Bu istenmeyen bir durumdur. Eğer sinterlenen numunede gözenek şekli dairesel hal almışsa sinterlemenin son aşamasına erişildiği anlaşılabilir. Bu son aşamada hiçbir zaman %100 yoğunluk elde edilmez. Sinterleme işleminin ardından yoğunluk artışı için farklı metotlar uygulanmaktadır (ekstürüzyon, haddeleme gibi). Toz parçaların yoğunluk problemi çok önemlidir ve en büyük handikaptır.



Şekil 2.15. Sinterleme sırasında meydana gelen gözeneklerin oluşumu ve zamana bağlı tavrının şematik gösterimi

Son zamanlarda tam yoğun malzeme elde etmek için sıkça kullanılan bir metotta sıvı faz sinterlemesidir. Bu işlemde, katı fazların yanı sıra sıvı faz da oluşur. Sıvı faz difüzyon hızını büyük ölçüde artırarak parçacıklar arası bağ oluşum hızını artırır. Bu oluşum gözenek yapısı, mukavemeti, iletkenliği, manyetik özellikleri korozyon dayanımını büyük oranda etkiler (69).

Yüksek sıcaklıkta ve sürekli sıvı faz sinterleme işleminde, iç yapıda sürekli olarak bulunan sıvı faz hızlı yoğunluk artışı ve tane büyümesine neden olur. Başlangıçta katıyı ıslatan sıvının, katı parçacıklar üzerine uyguladığı kapiler kuvvetler yardımıyla parçacıkların yeniden düzenlenmesi sonucu hızlı bir yoğunluk artışı olur. Yeniden düzenlenme ile erişilen yoğunluk artışı, oluşan sıvı faz miktarına, parçacık büyüklüğüne ve katının sıvı fazda çözünürlüğüne bağlıdır. Sıkıştırılmış kütle içerisindeki gözenek miktarının azalması sıvı faz akışını güçleştirir. Bu nedenle yoğunlaşma hızı giderek azalır. Belirli bir aşamadan sonra çözünürlük ve yayınma (difüzyon) daha etkin hale gelerek, çözünme ve tekrar çökelme safhasına geçilir. Bu safhada yoğunlaşma ve tane büyümesi, olgunlaşması ve tane şekli oluşumunun her ikisi de difüzyon kontrollü işlemlerdir (70). Bu işlemlerin oluşabilmesi için katı fazın sıvı fazda çözünürlüğünün olması gerekir. Alaşım oluşumu ile ergime sıcaklığının düşmesi sinterleme özelliğinin iyileştiğinin bir göstergesidir (71).



Şekil 2.16. Sıvı faz sinterlemesinin şematik gösterimi

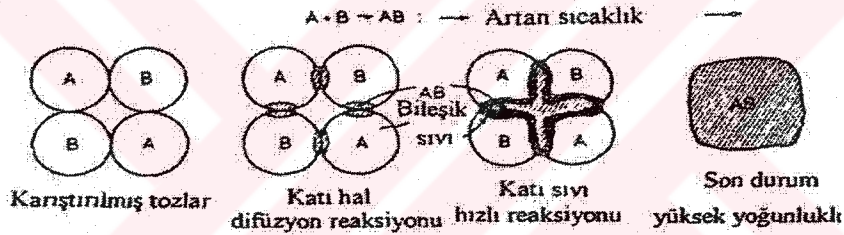
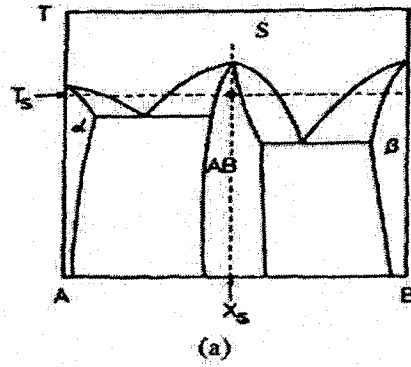
Şekil 2.16’da gösterildiği gibi, ısıtma sırasında her toz parçacığı içerisinde sıvı faz oluşur. Bu durum parçacıkların tekrar parçalanmasına sebep olmakta ve karıştırılmış tozlara oranla sıvı faz dağılımı daha homojen olmaktadır. Sıvı oluşumuyla birlikte yoğunluk artışı çok hızlı olmakta ve artan sıvı miktarıyla orantılı olarak yoğunluk artmaktadır.

Sıvı faz sinterlemesinin değişik bir uygulaması da geçici sıvı faz sinterlemesidir (GSFS). Sinterleme sırasında oluşan denge fazı katı ise sıvı faz difüzyon homojenizasyonu ile katılaşarak kaybolur (72). Bu yöntemde, sıkıştırılabilirliği yüksek saf element tozları kullanılabilir ve sürekli SFS’de görülen tane irileşmesi oluşmaz. Ancak oluşan sıvı faz miktarı bazı işlem parametrelerine bağlı olduğundan bu yöntem sinterleme şartlarına çok duyarlıdır.

GSFS’ne örnek olarak civa ve gümüş esaslı diş amalgamları, gözenekli bronz yataklar, demir esaslı yapı alaşımları, bakır alaşımları, manyetik malzemeler ve alümina esaslı seramik malzemeler verilebilir.

Reaksiyonlu (reaktif) sinterleme geçici sıvı faz sinterlemesine benzer. Reaksiyonlu sinterleme işlemi şematik olarak Şekil 2.17-a’da gösterilmiştir. Toz karışımı karşılıklı difüzyonla sıvı fazın oluştuğu sıcaklıkta sinterlenir. Oluşan sıvı faz geçici

olup son ürün bir metaller arası bileşiktir. Bileşenler arasındaki reaksiyon çoğunlukla egzotermiktir. Sıvı oluşumu ve egzotermik reaksiyon sonucu ısınmayla birlikte hızlı bir sinterleme gerçekleşir. Reaktif sinterleme için uygun bir sistem Şekil 2.17-b'de gösterilmiştir.



Şekil 2.17 (a) Reaksiyonlu sinterleme için uygun denge diyagramı (b) Reaksiyonlu sinterlemede meydana gelen olayların şematik gösterimi

Özellikle karşılıklı difüzyon hızlarının farklı ve bileşiğin teşekkül ısısının yüksek olması durumunda sinterleme de şişme meydana gelir (73). Gözenek oluşumu da söz konusudur (74). Sıvı akışı ve homojen bir iç yapı oluşumu için reaksiyon sıcaklığının ötektik sıcaklığın üzerinde olması gerekir.

Reaksiyonlu sinterleme henüz geliştirme aşamasında olup metallerarası bileşiklerin, seramiklerin ve değişik bileşiklerin şekillendirilmesinde kullanılmaktadır. Egzotermik reaksiyon kontrol edilerek iç yapıya zarar vermesi önlenmelidir. İşlem kontrol parametrelerinin denetimi için yeterli bilgi olmadığından reaksiyonlu sinterleme, bileşiklerin daha sonraki aşamada yoğunluğu arttırabilmek için ön şekillendirilme esnasında kullanılır. Öte yandan basınçlı sinterleme tekniği ile doğrudan yoğunluğu yüksek parçalar üretmek mümkündür (75).

Sinterleme sonrasında elde edilen mamuller boyutsal olarak son şekline sahip oldukları için genellikle ek bir işleme gerek duymazlar ancak, bazı ürünler için talaşlı imalata da gerek duyulabilir. Son ürünlerde yapılması gereken bu ilave işlemler genellikle maliyeti artırdıklarından arzu edilmezler. Çünkü, genelde yüksek mukavemete ve aşınma direncine sahip olan bu ürünlerin işlenmesi oldukça güçtür. Bunların işlenmesinde özel takımlar yada özel teknikler kullanılır. Toz metalürjisi ile üretilen parçaların en önemli özellikleri son şekle sahip olmalarıdır ve bu büyük avantajlar sağlar. Bunun için geliştirilen ve üzerinde halen çalışmaların devam ettiği pek çok yeni yöntem vardır (İkinci presleme, ikinci sinterleme, lazer sinterleme vb.).

2.9. Kompozit Malzemeler

Kompozit malzemelerin teknolojik olarak kullanım alanları oldukça geniştir. Kompozit kavramı iki yada daha fazla malzemenin farklı metotlarla birleştirilmesi ve bileşenlerden birisinin/birkaçının (takviye) diğerini/diğerlerini (matrisi) dağılımla güçlendirmesi esasına dayanır. Kompozitin özellikleri; bileşenlerin özelliklerinden çok farklıdır. Genellikle farklılık üstünlük şeklindedir. Kompozitler çok çeşitli olarak sınıflandırılabilirler. (yapısal, üretim metotları, takviyenin şekli, takviyenin türü v.b.) temel olarak matrise göre sınıflandırdığımızda;

- *Polimer esaslı kompozitler*
- *Seramik esaslı kompozitler*
- *Metal esaslı (matrisli) kompozitler*

Bu bölümde metal matrisli kompozitlere (MMK) değinilecektir.

2.9.1. Metal matrisli kompozit malzemeler

Metal esaslı kompozitler, gelişen teknolojinin ihtiyaç duyduğu yüksek elastik modül, mukavemet, aşınma dayanımı ve düşük yoğunluk gibi malzeme özelliklerini karşılayabilecek malzemeler olarak üzerinde en çok çalışılan kompozit gruplarından biridir. Bu kompozitlerin döküm, toz metalürjisi, emdirme (infiltration) ve Ospray

gibi bir çok üretim teknikleri vardır. En yaygın ve ucuz olan döküm tekniğinde, belirli bir büyüklüğün altındaki seramik parçacıkları homojen olarak matris içinde karıştırmak mümkün değildir. Ayrıca döküm tekniğinde döküm işleminin gerçekleştirilebilmesi için gerekli olan akışkanlığı sağlayabilmek için karıştırılan takviye malzemesi oranı sınırlı kalmak zorundadır. Takviye malzemesinin matris içinde homojen dağılması ve topaklanmaların parçalanması için, erime sıcaklığının üzerinde bir sıcaklıkta uzun bir süre karıştırma işlemine devam etmek gerekir. Bu da takviye malzemesi ve matris malzemesi arasında istenmeyen reaksiyonların oluşmasına neden olmaktadır (76,77). Öte yandan, toz metalürjisi tekniğinin pahalı olmasına rağmen bu yolla istenilen oranda ve istenilen büyüklükte tozların ara yüzeyde reaksiyon oluşturmaksızın karıştırılarak kompozit üretilmesi pratik olarak mümkün olmaktadır. Toz metalürjisi ile kompozit üretimi üzerinde çeşitli çalışmalar yapılmıştır (78-80).

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

Sıvı hal metotları

- İnfiltrasyon
- Sıkıştırma döküm
- Basınçlı döküm
- Yarı katı döküm
- Karıştırmalı döküm
- Püskürtme döküm

Katı hal metotları

- Toz metalürjisi
- Difüzyonla birleştirme
- Sıcak haddeleme

In-situ metotları

- Yönlü katılaştırma
- Tercihli yönlendirilmiş metal oksidasyonu

Bu metotların dışında altyapısal değişikliklerin sağlandığı deneysel çalışmalar da vardır (81,82). Yukarıda bahsedildiği gibi ağırlıklı olarak Al esaslı malzemelerin tercih edilmesi ve toz metalürjisi alanında kullanılmaları üzerinde durulacaktır. Toz halindeki bu malzemelerin MA kullanılarak elde edilmesi de önemli gelişmelere neden olmuştur.

2.10. Al Matrisli Kompozitler

Alüminyum deneysel olarak da, ticari olarak da kullanılan matris elemanlarından en önemlisidir. Pek çok farklı metot ve takviye elamanı kullanılarak gerçekleştirilen işlemler, malzemenin kullanım alanlarını arttırmıştır. Özellikle yapı içerisinde reaksiyonlar sonucu oluşan takviye elamanlarının (Al_2O_3 , Al_4C_3 , $MgAl_2O_4$, $CuAl_2O_4$) Al özelliklerini olumlu yönde etkilediği belirtilmektedir (19-23,83,84). Alüminyumun katı hal reaksiyonlarıyla özelliklerinde sağlanan gelişmeler önemli düzeydedir. Katı hal reaksiyonlarında, diğer metotların birçoğunda karşılaşılan sınırlı şartların bulunmaması büyük avantaj sağlar (ergime sıcaklık farklılıkları gibi) .

Parçacık takviyeli MMK'lerin klasik üretim tekniklerinden en çok kullanılanları toz metalürjisi ve dökümdür. Döküm yönteminde sıkça karşılaşılan sorunlar, ilave edilen parçacıkların yüzmesi, çökmesi ve gözenekliliktir. Toz metalürjisi Al için genelde tercih edilen metot olmasına rağmen, sinterleme sıcaklığının yüksekliği, sinterleme süresinin uzun olması, tam yoğunluk için sinterleme sonrası ikincil işlemlere ihtiyaç duyulması, (eksturuzyon gibi) beraberinde bazı sorunları da gündeme getirmektedir.

Alüminyum oksit gibi takviye ile güçlendirilmiş kompozitler yaygın olarak kullanılmaktadırlar. Son zamanlarda Al-%30 SiC kompozit malzemelerin alüminyum oksitle beraber takviyesi sürünme özellikleri geliştirmiştir. Al_2O_3 ve Al_4C_3 gibi ince partiküller alüminyum bazlı kompozit malzemelerde takviye elemanı olarak sıkça kullanılır. Alüminyum oksit matris içinde ince çatlaklar şeklindedir, bunların malzeme içerisine takviye edilmesi ancak toz metalürjisi veya mekanik alaşımlama yöntemi ile mümkündür. Takviye edilmemiş Al-SiC kompozit malzemelerde matris içerisine Al_4C_3 ilavesi ve bunun takviye miktarının artmasıyla sürünme dayanımını olumlu yönde etkileyeceği öne sürülmüştür (85).

Al'un en çok kullanılan alaşımlarından birisi olan Al-Ti alaşımları havacılık sanayinde büyük yer tutmaktadır. Hafif olması, yüksek sıcaklık dayanımının iyi olması, iyi korozyon direncine sahip olması ve nispeten ucuz olması tercih edilmesinin temel nedenleridir. MA yöntemi ile Al-Ti alaşımlarına ikincil fazların da ilavesi mümkündür. Genellikle bu işlemler asal gaz ortamında yapılır (Oksitlenmeyi engellemek için) (86-89).

Bununla birlikte reaktif gazlar kullanılarak malzeme içerisinde Al-Ti'la reaksiyona girmeleri de arzu edilir. Özellikle N_2 , H_2 ve NH_3 gaz ortamlarında oluşan alüminyum nitürler ve titanyum nitürler malzemenin sürünme özelliğini iyileştirir ve tane büyüme etkisinin yavaşlatılmasında büyük rol oynar. Oh ve arkadaşları yaptıkları çalışmada Al ve Ti tozlarını MA yöntemi ile N_2 ortamında öğütmüşler ve farklı basınçlarda presleyerek $500\text{ }^{\circ}C$ 50-100 saat arasında sinterlemişlerdir. Oluşan nitürlerin genel olarak malzeme özelliklerini iyileştirdiğini tespit etmişlerdir.

Öte yandan karbürlerin MMK'lerin takviye bileşeni olarak kullanılması giderek artmaktadır. Bu karbürlerin ticari ve teknolojik kullanımı viskers, fiber, tekli flaman ve parçacık şeklindedir (86).

Değişik metal karbürleri (IV-VI grubu) ticari olarak önem kazanmıştır. Çünkü sıra dışı sertlik değerlerine sahiptirler. Bunların yüksek sıcaklık dayanımları ve performansları kullanım alanlarını artırmıştır. Çoğu karbür türünün mikro sertlik

değerleri 2000-3000 kg/mm² arasındadır ve alüminyum oksit ile elmas arası sertlik değerlerine sahiptirler.

Metal ve metal türevi nitratlar, yüksek sıcaklıklardaki kararlılıkları, aşırı sertlikleri, yüksek ısı iletkenliği ve yüksek korozyon dirençleriyle dikkati çeken takviye malzemeleridir. Bunların sentezlenmesi genellikle yüksek sıcaklık ve basınç altında, azot atmosferinde gerçekleştirilir. Bu işlem sırasında bazen homojen olmayan ve reaksiyon meydana gelmeyen durumlar söz konusu olabilir. Geleneksel olarak nitrürleme işlemi, gaz ortamında, tuz banyosunda, iyon nitrürleme ve kimyasal çöktürme metotlarıyla bir yüzey kaplama işlemi olarak da kullanılır. Metal nitrürleri kimyasal reaksiyonla yada doğrudan yanıcı gaz ile sentezlemek de mümkündür. Bu işlemlerin tümü yüzeyde sert bir tabaka oluşturur. Bunların yanı sıra MA yöntemiyle oluşturulan nitrürler malzemelerin özelliklerini olumlu yönde etkilemektedirler. Sentezleme metodunda, malzeme MA işlemine tabi tutulurken ortam atmosferi olarak N₂ kullanılır. Bu işlem çoğu metale uygulanabilir. (C, Ti, Cr, B, v.b)

AlN kullanımı elektronik ve yapısal malzeme endüstrisinde yaygınlaşmaktadır. Elektronik endüstrisinde ısı kanallarında, yarı iletkenlerde ve bunun gibi pek çok malzemenin üretiminde AlN kullanılmaktadır. Son zamanlarda büyük enerji santrallerinde kullanılan malzemelerde yüksek iletkenlik, düşük genleşme katsayısı, yüksek elektrik yalıtkanlığı, yüksek mekanik dayanım, kolay kullanım, kesme ve parlatma için, kimyasal kararlılık ve çevreye zararsızlık gibi özellikler aranmaktadır. AlN bu özelliklerin çoğunu taşımaktadır (86,87).

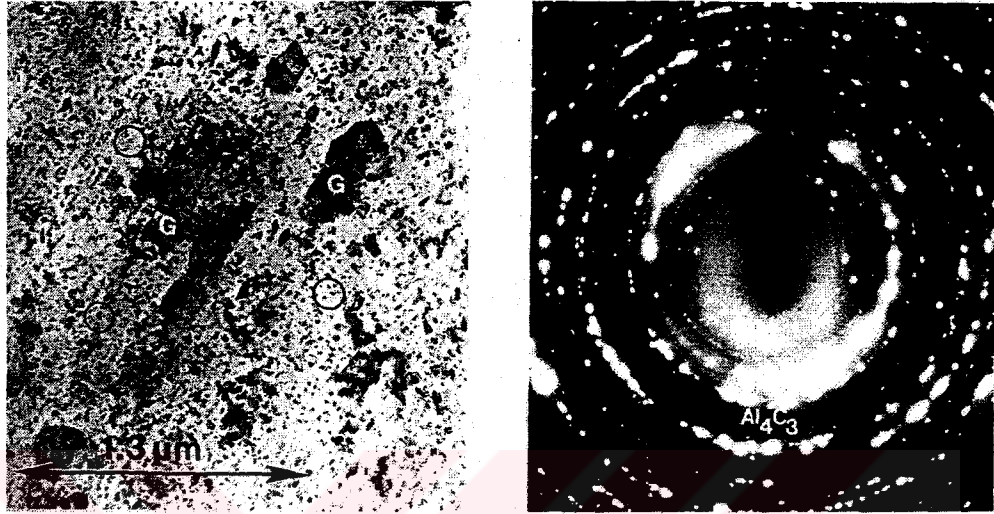
Malzeme ihtiyaçlarındaki farklılıktan doğan ve yeni metotlar olan MA ve RSP (Hızlı soğutma işlemi) işlemi 1960 başlarında kullanılmaya başlanmıştır. RSP deki boyutsal ve şekilsel yetersizlikleri gidermek için halen çalışmalar yapılmaktadır. İnce yapraklı levhaların üretiminde bugün en çok kullanılan yöntem RSP'dir. Bununla ilgili pek çok yeni bilimsel gelişme 1980-84 kompozit konferanslarında sunulmuştur (87-90). Hızla gelişim gösteren MA tekniğindeki araştırmalar çoğaldıkça değeri artmaktadır. Tarihsel olarak yapılan yayınlara bakıldığında 1980'e kadar hızlı bir gelişim gösteren RSP yerini 80'lerden sonra MA almıştır. Bu konuda yapılan bilimsel araştırmalarda

hızlı bir artış görülmektedir (10) . Son dönemlerde yapılan tartışmaların yoğunlaştığı konu amorf yapı üretimi ve katı-katı sistemlerdeki meydana gelen olaylardır.

Birçok ticari malzemenin farklı alaşımlarla ve farklı termomekanik işlemlerle özelliklerini değiştirmek mümkündür. Araştırmalar bu konuda Al ve Ti üzerine yoğunlaşmıştır. Bu alaşımların çoğu MA ile üretilmektedir. Bilindiği gibi süper plastik deformasyon esnasında ki tane sınırları hareketi, dislokasyon tırmanması ve yeniden kristalleşmeye paralel devam eder. Plastik davranış özellikleri statik şartlarda test edildiğinde genelde sıcaklığın artmasıyla bir gerileme gözlenir.

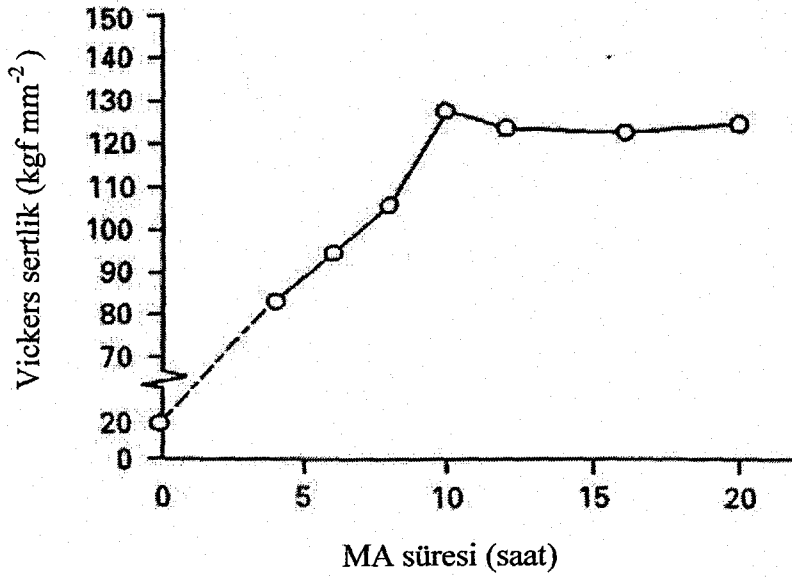
Gilman ve Nix, saf alüminyum ve ALCOA 601 tozuna uyguladıkları üç saat MA sonrasında oluşan Al_2O_3 ve Al_4C_3 parçacıklarının yapısal etkilerini incelemişler ve işlem esnasında her iki alaşıma da %1,5 oranında nopkowax ilave etmişlerdir. 690 MPa basınç altında soğuk olarak presledikleri tozları daha sonra $500^{\circ}C$ 'de 327 MPa basınç altında sıcak olarak preslenmişlerdir. Yapılan TEM çalışmaları sonunda her iki malzemede de Al_2O_3 parçacıklarının yapı içerisinde homojen bir dağılım sergilediğini tespit etmişlerdir. Wax ilave edilen malzemede oluşan oksitlerin daha yoğun olduğunu, yüksek büyütme oranlarında ise Al_4C_3 parçacıklarının da yapı içerisinde bulunduğunu tespit etmişlerdir. Saf alüminyumda oluşan Al_4C_3 parçacıkların boyutları ortalama 7,7 nm iken ALCOA malzemesinde oluşan parçacıkların ortalama boyutunun 30 nm olduğunu rapor etmişlerdir. Katılan işlem kontrol kimyasalının hem alaşımlamayı hızlandırdığı hem de takviye parçacıklarının (Al_2O_3 - Al_4C_3) oluşumunu artırdığını bildirmişlerdir. Oluşan parçacıklara paralel olarak sertlikteki artış da tespit etmişlerdir (91).

Singer ve arkadaşları benzer bir çalışmada saf alüminyuma %1,5 oranında Nopkovax 22-DS (C2H2-2(C18H36OW)) ilave etmişler ve spex türü cihazda MA işlemini gerçekleştirmişlerdir. İşlem sonrası oda sıcaklığında ekstürüze edilen tozları farklı sıcaklıklarda havada, argon ve helyum atmosferlerinde sinterlemişlerdir. Düşük sinterleme sıcaklıklarında ($300^{\circ}C$) Al_2O_3 ve Al_4C_3 parçacıkları oluşmamış ancak, $400^{\circ}C$ 'nin üstünde dönüşümün başladığını belirlemişlerdir. Resim 2.2'de bu parçacıkların oluşmasıyla ilgili TEM görüntüleri verilmektedir (92).



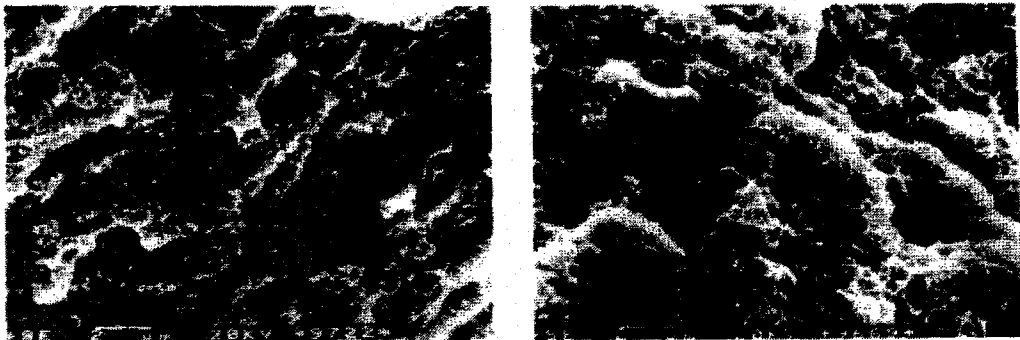
Resim 2.2. Al-wax ilavesi sonrası 5 saat MA uygulanmış ve ekstürüze edilmiş tozların 500°C'de sinterlenmiş malzemeye ait TEM görüntüleri
a) Aydınlık alan görüntüsü b) Al_2O_3 ve Al_4C_3 kırınım desenleri

Rodríguez ve arkadaşları (93) %99,5'lik saflıktaki alüminyuma %1,5 oranında farklı özelliklerdeki wax ilavesi ile açık atmosfer şartları altında MA işlemi gerçekleştirilmiştir. İşlem sonrası toz boyutundaki değişime ve MA süresine bağlı olarak oluşan Al_2O_3 ve Al_4C_3 parçacıkları sonucu başlangıçtaki tozların sertliklerin 6 kat arttığını rapor etmişlerdir. 10 saatin üzerindeki MA sürelerinde ise bu değişimlerin bir doyuma ulaştığını gözlemlemişlerdir (Şekil 2.18) .



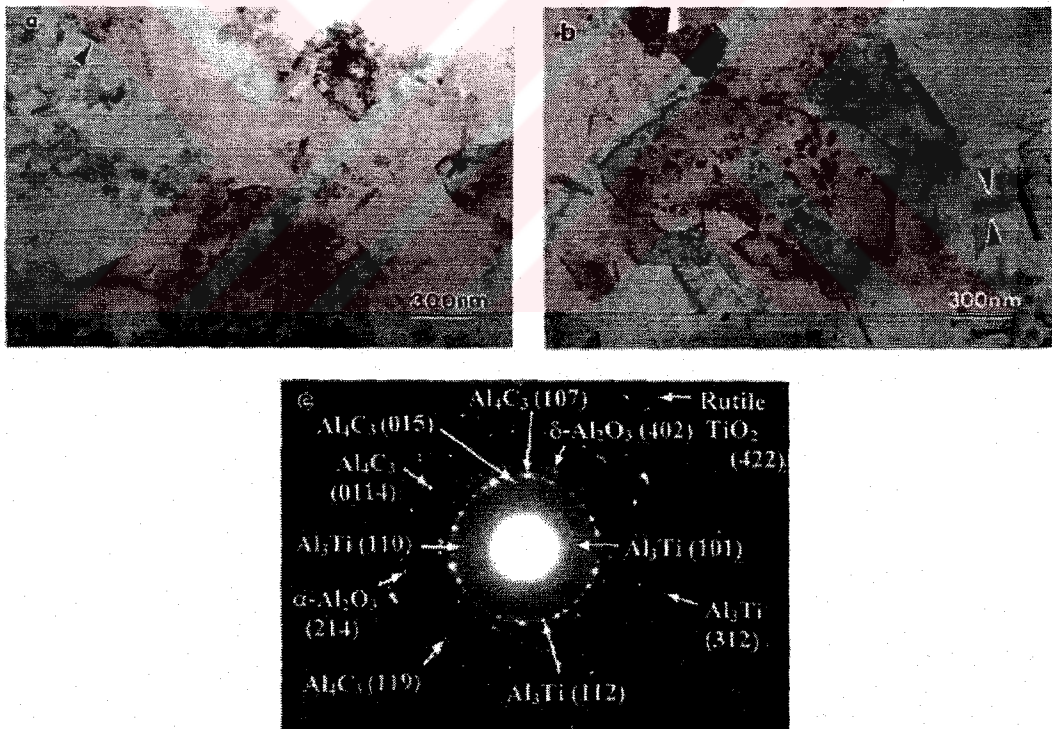
Şekil 2.18. Zamana ve öğütme süresine bağlı mikrosertlik değişimi (yük 0,02 kgf)

Besterci ve arkadaşları MA metoduyla yapı içerisinde yaklaşık % 4 oranında Al_4C_3 oluşturmuşlar ve parçacık boyutlarını 25-85 nm arasında değiştiğini tespit etmişlerdir. Üretilen malzemelerin kırık yüzey SEM incelemelerinde (Resim 2.3) kopmaların Al_2O_3 ve Al_4C_3 parçacıklarının bulunduğu alüminyum tane sınırlarında oluştuğunu belirtmişlerdir. Çalışmada, farklı çekme hızlarında ve sıcaklıklarda malzemenin davranışlarını incelemişlerdir. Oda sıcaklığında deformasyon sertleşmesi etkin parametre olurken yüksek sıcaklıklarda plastik özelliklerin arttığını rapor etmişlerdir (21).



Resim 2.3. Al-C alaşımına ait oda sıcaklığında $2.5 \times 10^{-5} s^{-1}$ ve $1.0 \times 10^{-1} s^{-1}$ çekme hızlarında gerçekleşen kırık yüzey görüntüleri

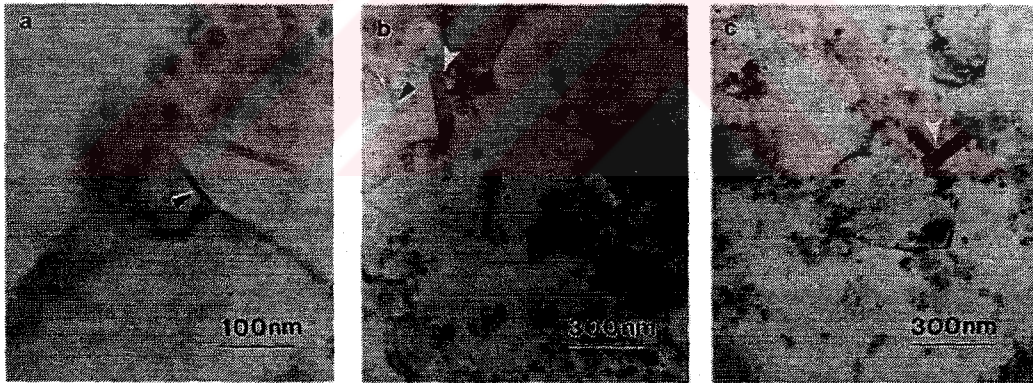
Barlow ve arkadaşları Al-Ti-O-C-sistemlerinde MA sonrası farklı sinterleme ve termomekanik işlemler ile Al_4C_3 oluşumunu ve büyüme kinetiği üzerine çalışmalar yapmışlardır. Sinterleme $600^{\circ}C$ 'de farklı sürelerde gerçekleştirilmiş ve farklı oluşumlar tespit edilmiştir (Al_4C_3 , Al_2O_3 , Al_3Ti). 504 saat sinterlemenin sonucunda alüminyum karbür boyları 60-80 nm genişliklerinde 10-20 nm olduğunu tespit etmişlerdir (Resim 2.4.). Aynı sıcaklıkta 1500 saat ısıl işlem uygulanan numunelerde ise Al_4C_3 boyutlarını 200 nm'ye kadar büyüdüğü gözlenmiştir. Oluşan partiküllerin genellikle tane sınırlarında oluştuğunu tespit etmişlerdir. Ekstürüze edilmiş malzemelerde ise birim miktar olarak en fazla parçacığın ilk 24 saat içerisinde oluştuğunu gözlemlenmiştir. Bulgular sonucu Al_4C_3 oluşumunda 24 saat ile 504 saat aralığında lineer bir seyir tespit etmişler (22).



Resim 2.4. Al-Ti-O-C-sisteminde ekstürüzyon sonrası TEM görüntüleri a-b) $600^{\circ}C$ 'de 504 saat sinterleme sonrası Al_4C_3 'ün aydınlık alan görüntüleri c) Kırınım desenleri

Barlow ve arkadaşları yine benzer bir başka çalışmada Al_4C_3 büyüme kinetiğinde dislokasyonların etkisini incelemiştir. Farklı iki kompozisyondaki malzemeyi MA

sonrası 520 ve 560⁰ C' lerde ekstürüze etmişlerdir. Ekstürüzyon sıcaklığına ve hızına bağlı olarak parametrelerin etkinliğini incelemişlerdir. Ekstürüze edilmiş malzemeleri daha sonra 1500 saate kadar 600⁰C'de sinterleme işlemine tabii tutmuşlardır. MA sırasında ve ekstürüzyon da meydana gelen deformasyon etkileri oluşum sırasında önemli rol oynamaktadır. Her iki malzemede de yeni tane sınırlarının oluşumu ve Al₄C₃ parçacıklarının büyümesi matris içerisindeki dislokasyonlarla doğrudan ilgilidir. Isıl işlem sırasında karbürler tercihen tane sınırlarını ve yoğun dislokasyon bölgelerini seçmektedirler (Resim 2.5.). Her iki malzeme karşılaştırıldığında, 520⁰C'de ekstürüze edilen malzemede Al₄C₃ parçacıklarının 560⁰C'de ekstürüze edilene göre daha hızlı büyüdüğü tespit edilmiştir. Bunun nedeni olarak MA sırasında ilave edilen Mg ve Li'un pekleşmeyi artırması ve ekstürüzyon sıcaklığının düşük olması olarak gösterilmiştir. Yine her iki malzemede, 504 –1500 saat aralığında karbürlerin kararlı oldukları ve büyüme hızlarının çok yavaşladığı tespit edilmiştir (94).



Resim 2.5. TEM çalışması tane sınırlarındaki Al₄C₃ parçacıklarını göstermektedir.
a) Ekstürüzyon sonrası ortalama Al₄C₃ parçacık boyutları 50-100 nm
b-c) 168 saat 600⁰C'de sinterleme sonrasına ait aydınlık alan görüntüleri

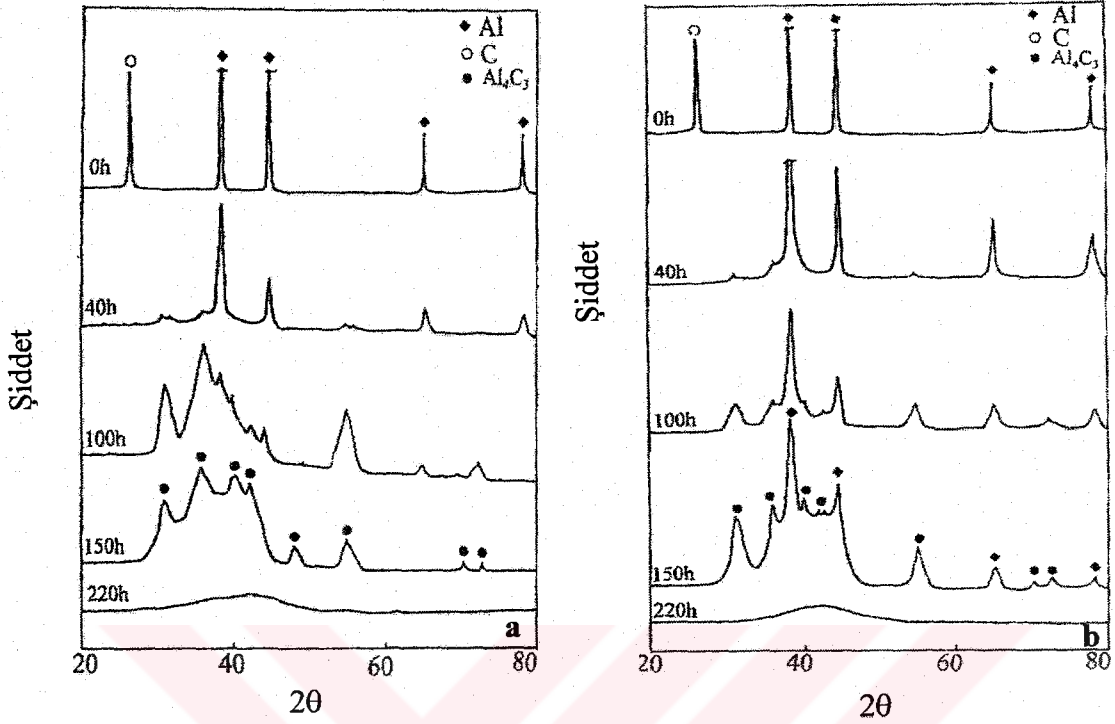
Jangg ve arkadaşları Al- Al₄C₃ sisteminde kullanılan farklı karbon türlerine bağlı olarak sinterleme sırasında meydana gelen olayları incelemişlerdir. %2 oranında ilave edilen birbirlerinden farklı karbon türlerinin MA sonrası yapı içerisindeki dağılıma ve sinterleme sırasında Al₄C₃ parçacıklarının oluşumuna doğrudan etkin olduklarını tespit etmişlerdir. Sonuç olarak, kullanılan farklı karbon türlerinde oluşumun başlaması ve Al₄C₃ parçacıklarının oluşmaya başladığı zamanın birkaç kat

değiştiğini tespit etmişlerdir. Bu değişkenliklerde ekstürüzyonun önemli bir etken olduğunu tespit etmişlerdir (19).

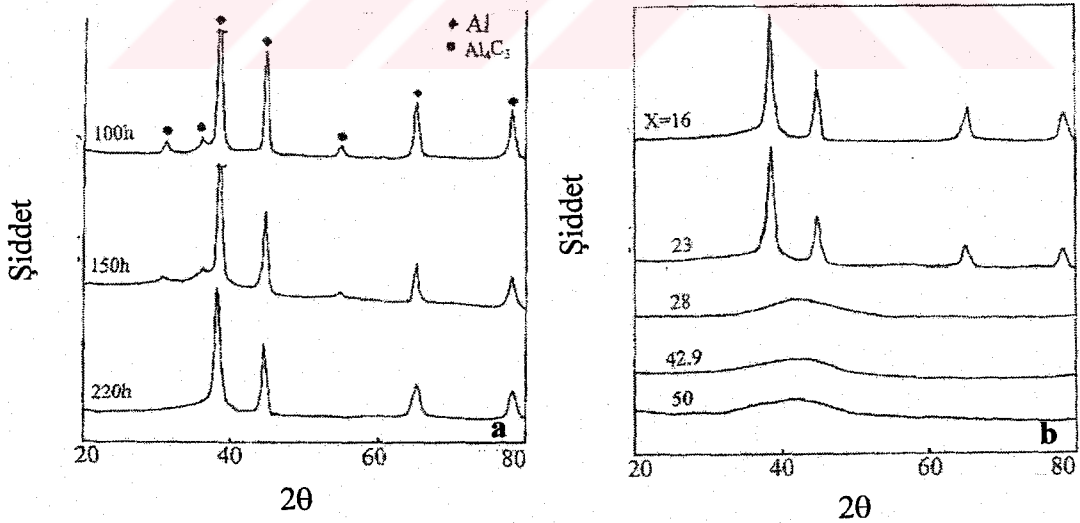
Jangg ve arkadaşları alüminyum alaşımlarının takviyesinde kullanılan parçacıkların etkinliği üzerinde araştırmalar yapmışlardır. Bu alaşımlar için kullanılan klasik metotlarda (döküm, karıştırma) takviye bileşiği olan Al_2O_3 yüksek sıcaklıklarda büyümesi ve homojen bir dağılım elde edilememesi gibi problemlerle karşılaşmışlardır. Bu yüzden alüminyuma karbon ilavesi sonucu oluşan Al_4C_3 parçacıklarının malzemeyi daha da geliştireceği düşünerek çalışmalar yapılmaktadır. Elde edilen alaşımlarda sertliğinin arttığını, aşırı yaşlanmanın yavaşladığı ve dikkat çekici derecede aşınma direncinin arttığı gözlemlenmiştir (95).

Zrnik ve arkadaşları, %8 oranında Al_4C_3 ile takviye edilmiş ve %94 oranında ekstürüze edilmiş malzemenin yüksek sıcaklık ve farklı çekme hızlarında sürünme davranışlarını test etmişlerdir. Yapılan incelemelerde, oluşan Al_4C_3 parçacıklarının genellikle boyut olarak 1 mikronun altında olan tanelerin sınırlarında yer aldığını gözlemlenmiştir (96).

Wu ve arkadaşları, Al-C sisteminde farklı oranlarda karbon kullanarak amorf yapı üretmeye yönelik yaptıkları çalışmada karbon oranının etkisini de incelemiştir. Şekil 2.19'da görüldüğü gibi MA'nın ilk safhalarında her hangi bir dönüşüm gerçekleşmezken MA süresi ilerledikçe (100-150 saat arasında) yapıda bazı Al_4C_3 oluşumlarını tespit etmişlerdir. Karbon miktarının artmasıyla, yapıdaki Al_4C_3 oluşum eğilimi artmaktadır. Amorf yapının oluşumunda, Al'a ilave edilen karbonun da aynı etkiyi gösterdiğini saptamışlardır. Özellikle 220 saat yapılan MA'da Şekil 2.20'de görüldüğü gibi %23'ün üzerinde ilave edilen karbonla birlikte, yapının amorfa dönüştüğü tespit edilmiştir (97).

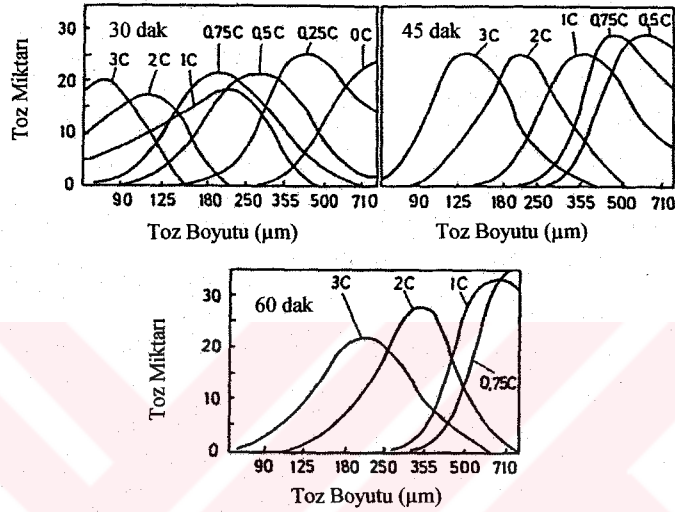


Şekil 2.19. MA zamanına bağlı Al_4C_3 dönüşümü
 a) $Al_{57.1}C_{42.9}$ alaşımının XRD analizi
 b) $Al_{57.1}C_{42.9}$ alaşımının XRD analizi

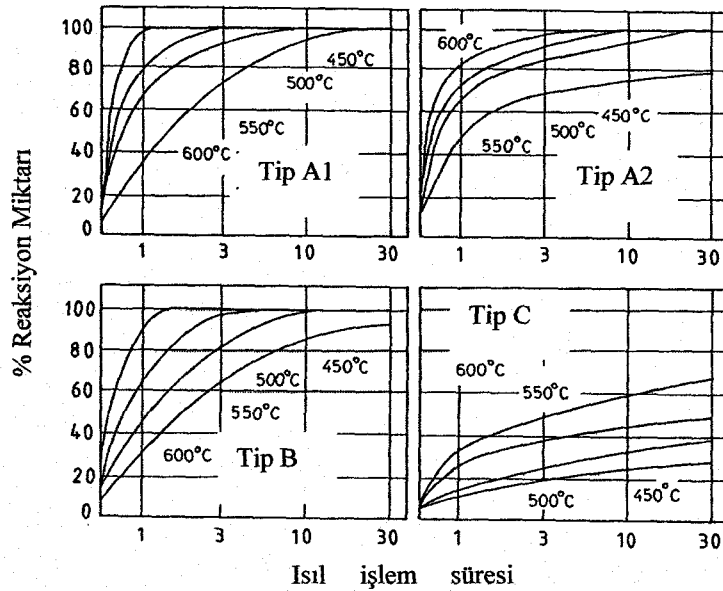


Şekil 2.20. MA zamanına bağlı Al_4C_3 dönüşümü
 a) $Al_{84}C_{16}$ alaşımının XRD analizi
 b) $Al_{100-x7.1}C_x$ ($x = 16, 23, 28, 42.9, 50$) alaşımlarının 220 saat MA sonrası XRD analizi

Jang ve arkadaşları (19) farklı sürelerde, atmosferlerde ve karbon tiplerinde Al sisteminde MA sonrası toz tavırlarını incelemişlerdir. Şekil 2.21’de görüldüğü gibi karbon miktarının değişmesiyle, toz boyutlarında belirgin bir inceltme gözlenmiştir. Artan karbon miktarı İKK gibi davranarak homojen bir dağılım ve MA süresinde kısalmaya neden olmuştur (Şekil 2.22.).



Şekil 2.21. Farklı zaman aralıklarında Al’a ilave edilen C miktarına bağlı toz boyutunun değişimi



Şekil 2.22. Farklı karbon türlerinin reaksiyon sıcaklıklarının karşılaştırması

2.10.1. Parçacık takviyeli Al matrisli kompozitlerin mekanik özellikleri

Yapılan arařtırmaların çoğunda matris malzemesiyle, parçacık takviyeli Al alařımlarının mekanik özellikleri kıyaslanmış ve mukavemetlendirilmiş Al alařımlarının mekanik özelliklerinde belirgin bir artışın olduğunu tespit etmişlerdir. Haskin ve arkadaşları, (98) ısıl işlem sonrası elde edilen yapı içerisinde homojen dağılmış alumüna parçacıklarının matrisin çekme özelliklerini yükselttiğini gözlemişlerdir. Ayrıca aynı araştırma grubu bu tür kompozitlerin aşınma dirençlerinin de arttığını rapor etmişlerdir. Sato ve arkadaşları da benzer sonuçları püskürtme ile üretilmiş kompozit malzemelerde tespit etmişlerdir (99). Bu malzemelerin kesit daralması ve uzama miktarları parçacık miktarlarındaki artışla ters orantılıdır.

Bir çok arařtırmacı (76-83) SiC takviyesinin özellikle alüminyumun aşınma direncini ve elastik modülünü olumlu yönde etkilediğini rapor etmişlerdir. Sıcaklık arttıkça Al-Al₄C₃ kompozitlerin plastik özellikleri düşmektedir. Şekillendirilmeleri sırasında sert takımların kullanımına ihtiyaç vardır. Genellikle bu tür ince parçacıkla güçlendirilmiş kompozitlerin kombinasyona göre sıcaklıkları yükselmekte ve yüksek çekme hızları süper plastik davranışı etkilemektedir. Bu sağlamış olduğu avantajlar parçacık takviyesinin önemini artırmıştır.

- Süper plastikliğin artmasıyla, şekillendirilebilmeleri ve kullanılan takım ömürleri artmakta ve böylece enerjiden tasarruf sağlanmaktadır.
- Süper plastiklik çok kristalli malzemelerde mikro yapının modife edilmesini kolaylaştırmaktadır.
- Süper plastik malzemelerde belirgin olan deformasyon mekanizması tane sınırı tırmanmasıdır.

Süper plastikliğin temel özelliklerini yüksek gerilme hızlarında şöyle tarif edilebilir:

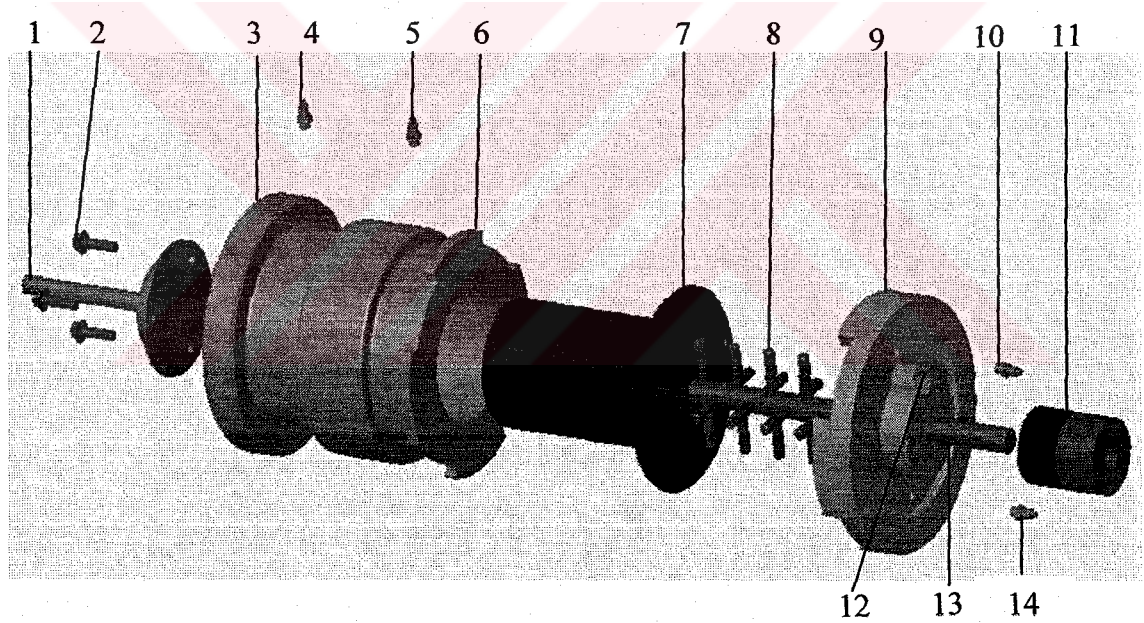
- Süper plastiklik mikro yapısal parametrelere bağlıdır (fazların dağılımları ve nispi tane boyları).
- Matris malzemeye uygun sıcaklığın tespiti oldukça önemlidir.
- Termomekanik işlemler süper plastiklikte çok etkindir. Uygulanan işleme bağlı olarak malzemenin süper plastik davranışı değişebilir.



3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

3.1. Atritörün Optimizasyonu

Deneysel çalışmalarda kullanılan yatay atritör daha önceki bir proje kapsamında tasarlanmıştır. İmalatı sonrası ilk denemeler ve parametrik incelemeler bu çalışmada yapılmıştır. Yapılan tüm çalışmalarla öncelikli olarak tüm parametreler (atmosfer, işlem kontrol kimyasalı, bilya-toz oranı, kazan doluluk oranı, öğütme hızı, öğütme süresi) teker, teker ele alınarak deneyler için en uygun şartların belirlenmesine çalışılmıştır. Şekil 3.1'de resmi ve detayları görülen MA cihazı yatay bir torna tezgahına bağlanarak kullanılmıştır.



1. Mors yatağına bağlanan mil
2. Mil-gövde bağlantı vidaları
3. Ana gövde
4. Su girişi
5. Su çıkışı
6. Gövde-kapak bağlantı çeneleri
7. Öğütme kazanı (kabı)

8. Öğütücü kollar ve mil
9. Kapak
10. Gaz girişi
11. Mil yatağı ve toz keçeleri
12. Toz ve bilya şarj ünitesi
13. Bağlama mili
14. Gaz çıkışı

Şekil 3.1. MA deneyinde kullanılan atritörün şematik görünümü

Parçalar demonte olup, şekilde montaj edilme aşaması şematik olarak gösterilmiştir. Öğütme kazanı içerisinde kalan kolların bağlı olduğu parça (3 nolu bölge) ana gövdeyi oluştururken, diğer kısmı da aynaya bağlanılan mildir (13 nolu bölge). Kullanılan kollar (8 nolu bölge) MA yapılacak malzemenin türüne bağlı olarak 55-60 RC sertliğe sahip çelikten yapılmıştır. Ana mil ve öğütme kazanı paslanmaz çelikten (7 nolu bölge) imal edilmiştir. Gövde ve su soğutma tankı alüminyum alaşımı olup, dökümden sonra işlenmiş parçalardır. Soğutma tankını çevreleyen hazne ve kazanın oturduğu bölüm paslanmaz çelikten imal edilmiştir. Kapak kısmı da (9 nolu bölge) gövde ile aynı malzemedendir olup, geçmeler (6 nolu bölge) sıkı kenet şeklinde dönme esnasında dayalı olarak çalışacak şekilde tasarlanmıştır. Kapak kazan arası yüksek sıcaklıklara dayanıklı (300-400⁰C) sıvı conta ile sızdırmaz hale getirilmiştir. Sistemin kuru ve sululu çalışabilmesi için gerekli modifikasyonlar yapılmıştır.

Gaz ve su giriş çıkışları imalat sonrası ilave edilmiştir. Gaz giriş ve çıkışlarına filtreler ve ters sibop koyularak gaz giriş ve çıkışından tozun kaçması engellenmiştir. 12 nolu parça olarak görülen bölge şarj ünitesidir. Bu kısım, deneyler sırasında ilave edilmiştir. İşlemin hızlı ve kolay gerçekleşmesi için yatay bir kanal açılmıştır. Cihazın ilk testlerinde karşılaşılan en büyük sorunlardan birisi yatay çalışmaya bağlı olarak çok incelen tozların 11 nolu bölgede bulunan toz keçelerini yıpratarak sistemi durdurması idi. Bu bölgeye ilave edilen ek sistemle bu geçiş engellenmiştir. Kullanılan atritörün en büyük avantajı rijit ve çok küçük ebatlara kadar bilya kullanımına uygun olmasıdır. Kullanılan bilyalar yüksek kromlu çelikten olup, 60-65 RC sertliğe sahiptirler.

Torna tezgahına monte edilen atritörün devir sayısı farklı kasnak ve kayışların kullanımı ile 150 dev/dak. ile 2400 dev/dak. arasında değiştirilebilmektedir. Devir sayısı, işlem başlamadan önce ve işlem sırasında sürekli olarak dijital foto takometre ile ölçülmüştür. Sistem deneyin ileri aşamalarında zorlandıkça (sıvanmaya bağlı) çektiği akımı artırarak devir sayısını sabit tutmaya çalışılmıştır.

Topaklaşmaya ve bazen bilyalardaki sıvanmalara bağlı olarak sistem sıcaklığı zaman zaman artış göstermiştir. Bu artışlar su devrinin hızlandırılması ile engellenmiştir.

Deney sonrası kullanılan tozlar üretim aşamalarındaki, etkin parametrelerin tümü farklı aralıklarda test edilmiştir (Bilya çapı, bilya toz oranı, kazan doluluk oranı, atmosfer etkisi, devir sayısı vb.). Gerçek deneylere, bu parametrelerin optimizasyonundan sonra devam edilmiştir. Bu sabit parametreler bölümler halinde incelenecektir.

3.2. Metot ve Malzeme

Deneysel çalışmalarda, iki farklı Al tozu kullanılmıştır. Ancak, MA sonrası Çizelge 3.1'de özellikleri verilen Al-C tozları kullanılmıştır. İlave edilen karbon tozlarının özellikleri de yine aynı tabloda verilmiştir. Tozlar standart üretilmiş tozlar oldukları için deneyler öncesi herhangi bir kimyasal analiz yapılmamıştır. Kimyasal analizler, öğütme (MA) ve sinterleme sonrası yapılmıştır. Karbon yağlayıcı olarak da görev yaptığı için işlemler sırasında başka herhangi bir işlem kontrol kimyasalı ilave edilmemiştir.

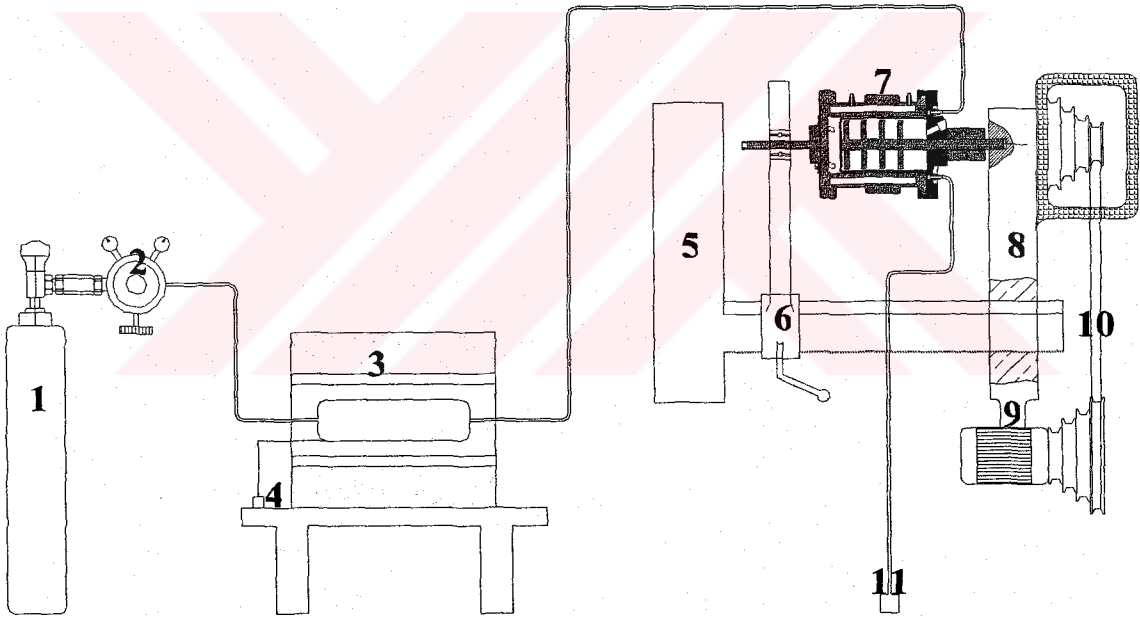
Çizelge 3.1. MA'da kullanılan tozların özellikleri

Al (Alüminyum)	Aldrich (010031)	-200 mesh	%99 saflıkta
C (Karbon)	Alfa-Aesar	-20, +84 mesh	%99.9 saflıkta

3.3. Mekanik Alaşımlama

Mekanik alaşımlama işleminde kullanılan yatay atritörün doluluk oranı dikkate alınarak bilya-toz oranı seçilmiştir. 1100 cm³ hacmindeki kazana 4 mm çapındaki bilyalardan 1000 g. şarj edilerek MA işlemleri gerçekleştirilmiştir. Deneyler 49 g. Al tozuna 1 g. karbon tozu ilave edilerek gerçekleştirilmiştir. Toz bilya oranı 20:1 olarak gerçekleşmiştir. Atritörün devir sayısı 450-500-600 ve 750 dev/dak. olarak ön denemeler sonrası optimum olanı seçilmiştir. Düşük devirlerde MA süresinin arttığı gözlemlenmiştir. Yüksek devirlerde ise merkez kaçtan dolayı bilyalar, kollarla birlikte kazana yapışarak hareket ettiği için çarpışma miktarı azalmış, MA süresi yine artış göstermiştir. Bu yüzden tüm deneylerde optimum olan 600 dev/dak.

kullanılmıştır. Farklı sürelerde alaşımlama yapılmıştır ancak, karbür oluşumunda etkin parametrenin belirlenebilmesi için 1 ve 2 saat mekanik alaşımlanmış tozlar kullanılmıştır. Bazı denemelerde sıvı yağlayıcı (kazandan açık atmosfere tozların alınmasında oksijenle reaksiyonu engellemek için) olarak etanol kullanılmıştır. Yapılan tüm deneyler süresince kazan içerisinde kollar ve milde herhangi bir aşınma olmaması, seçilen malzemelerin uygunluğunu göstermiştir. Deneylerin MA aşamasının gerçekleştirildiği düzenek şematik olarak Şekil 3.2’de verilmiştir. Şekilde parçaları verilen deney düzeneğinin atritöre uyarlanması ve performansının belirlenmesi ön denemelerle gerçekleştirilmiştir. Kullanılan torna tezgahına ilave parçalarla atritörün adaptasyonu sağlanmıştır.



- | | |
|-------------------------------------|--------------------------------|
| 1. Argon gaz tüpü | 7. Atritör |
| 2. Manometre | 8. Sabit ayna |
| 3. Gaz arttırma ünitesi | 9. Motor |
| 4. Sıcaklık göstergesi ve kondaktör | 10. Kayış kasnak sistemi |
| 5. Sabit tezgah (torna tezgahı) | 11. Gaz çıkışı kontrol ünitesi |
| 6. Hareketli kızak sistemi | |

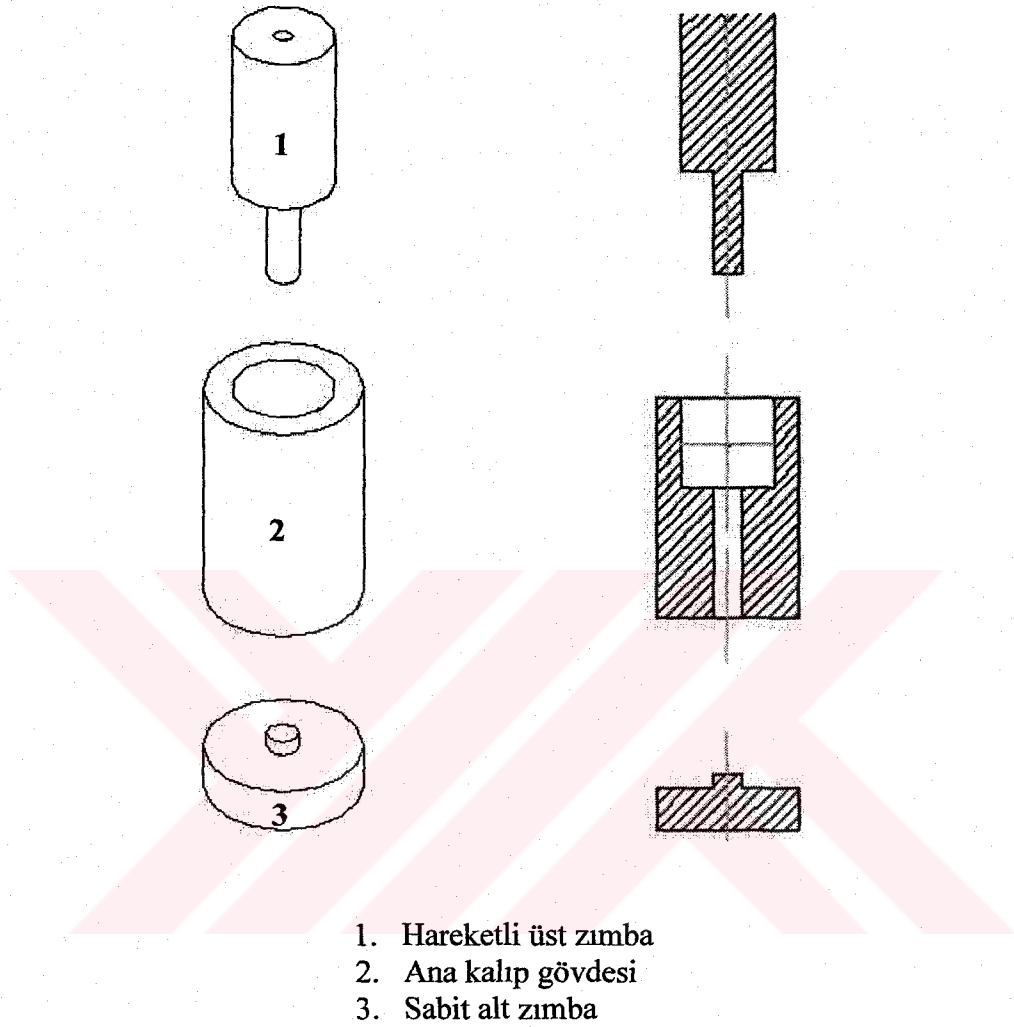
Şekil 3.2. MA işleminde kullanılan deney düzeneğinin şematik görünümü

3.4. MA İşlemlerinde Kullanılan Gazın Arıtılması

Kullanılan gaz HABAŞ firmasından temin edilmiş olup %99.9 saflıktadır. İlk denemelerde kullanılan gazdan kaynaklanan oksitlenme tavrından dolayı, gaz sonradan ilave edilen bir arıtma sistemi ile arıtılmıştır (Şekil 3.2.). Arıtma işleminin, etkinliği sonuçlar bölümünde verilecektir. Arıtma işlemi, Şekil 3.2’de 3 numara ile görülen sızdırmaz tüp fırında, 450-475⁰C arasında bakır talaşı dolu tüpten Ar gazının geçirilmesi şeklinde yapılmıştır. Aynı arıtma işlemi sinterleme sistemi için kullanılan fırın atmosferinde de kullanılmıştır. Arıtma fırını içerisindeki bakır talaşı, belirli periyotlarla değiştirilmiştir.

3.5. Presleme ve Soğuk Deformasyon

MA sonrası elde edilen tozların preslenmesi farklı basınçlarda Şekil 3.3’de görülen 10 mm çapındaki tek yönlü presleme yapan kalıpta gerçekleştirilmiştir. Kalıp içi ve zımbası 65 RC sertlikte olup farklı miktarlarda toz preslemeye elverişlidir. Ön deneylerde kullanılan numuneler bu kalıpta 600-800-1000-1200 MPa basınçlarda preslenmiştir. Ancak parametrik incelemelerde uç değerler olan 600 ve 1200 MPa basınçlar kullanılmıştır. Presleme işlemlerinde 1 g. toz kullanılmıştır. İkinci presleme işlemlerinde ise, 1200 MPa presleme sonrası numunelerin bir kısım aynı ebatlarda bakır kalıplar içerisine yerleştirilerek aksinel olarak %50 oranında yeniden soğuk deforme edilmiştir. Ardından bu deney numuneleri sinterlenmiştir. Yine deneylerin bir başka aşamasında, 1200 MPa presleme sonrası 650⁰C’de 1 saat sinterlemenin ardından numuneler %50 oranında soğuk olarak deforme edilmiştir. Bu deformasyon işleminde de bakır kalıplar kullanılmıştır. Kalıp, hem malzemenin dağılmasını engellemiş, hem de deformasyonun homojen olmasını sağlamıştır. Presleme ve deformasyon sonrası tüm numuneler farklı sürelerde sinterlenmiştir.



Şekil 3.3. Presleme kalıbının ön görünüşü ve katı modeli

3.6. Sinterleme

Presleme ve deformasyon sonrası yeterli ham mukavemete sahip toz bloklar SFL (sc1206 model) marka yatay fırında sinterlenmiştir. Sinterleme fırını, atmosfer kontrollü, $5^{\circ}\text{C}/\text{dak}$. ısıtma ve soğutma hızına sahip ve 10×120 cm ebatlarındadır. MA işleminde olduğu gibi sinterleme ortamına gönderilen Ar gazı da artırılmıştır. Sinterleme süreleri 1-64 saat arasında değişmektedir. Tüm deney parametrelerinde olduğu gibi, sinterleme sıcaklığı da ön denemeler sonucunda sinterlenen parçalarda ergime olmaksızın 550°C 'nin uygun olduğu belirlenmiştir. Numuneler ısıl çift ile

ısı-bölgesi belirlenmiş noktaya grafit bir kayıkçık içerisinde yerleştirilmiştir. Uygulanan sinterleme sonrası, numuneler açık atmosferde soğutulmuştur. Deney numunelerinin yüzeyleri incelendiğinde çok az miktarda Al_2O_3 'ün oluştuğu gözlenmiştir. Özellikle bu oluşumların deney süresinin artmasıyla birlikte daha da etkin olduğu gözlenmiştir. Bu oluşumların etkisi sonuçlar kısmında irdelenecektir.

3.7. Sertlik Ölçümü

Sinterleme sonrası tüm deney numunelerinin yüzeylerine zımpara ve parlatma işlemleri yapılmış, ardından sertlik ölçümleri gerçekleştirilmiştir. Sertlik ölçümleri Brinell ve Vickers cinsinden yapılmıştır. Her iki metoda da tablosal karşılaştırma sonucunda yaklaşık aynı değerler bulunmuştur. Bu nedenle ölçümlere Vickers olarak devam edilmiştir (HV1). Kullanılan cihaz Instron Wolpert marka olup uygulanan yük 1 kg. dir. Deney sonuçlarının güvenilirliği bakımından en az 5 noktadan sertlik ölçümü yapılmıştır. Bazı numuneler ortadan kesilerek merkez ile yüzey arasında, sertlik farklığı olup olmadığı da araştırılmıştır.

3.8. Karakterizasyon Amaçlı Deneyler

Tüm yapılan deneysel çalışmaların yapı-işlem-özellik ilişkilerinin değerlendirilmesinde kullanılan analizler çalışma verilerinin okunmasına yardımcı olur. Bu amaçlı yapılan deneyleri gözden geçirsek;

3.8.1. Metalografi ve optik incelemeler

Tozların ham halinden, sinterleme sonrasına kadar, bütün aşamalarda optik incelemeleri yapılmıştır. Öncelikli olarak soğuk gömme ile tozlar kalıplanmış, zımparalama ve parlatma (parlatma işlemlerinde numune yüzeylerinin hazırlanması, önce 3-6 μm 'luk elmas pasta ardından struers OP-S SiO_2 süspansiyon kullanımı ile gerçekleştirilmiştir) sonrası Prior marka optik mikroskopta Panasonic marka kamera ile dijital olarak dağlama öncesi görüntüleri alınmıştır. Ardından aynı numuneler dağlanmış ve optik olarak tekrar incelenmiştir. Tüm bu işlemler sinterleme

sonrasında da tekrarlanmıştır. Dağlama kimyasalı olarak % 0,5'lik HF çözeltisi ve Kellers kullanılmıştır (Kellers 2.5ml HNO₃, 1.5ml HCl, 1ml HF, 95ml H₂O) . SEM öncesi hazırlanan numunelerde dağlamanın etkinliği biraz artırılmıştır. Kalıplarda gömme işlemi yapılan numuneler SEM, TEM ve XRD çalışmaları için tekrar çıkartılmıştır. Yapılan optik mikroskop çalışmalarında farklı büyütme oranları kullanılarak tozlar arası tabakalaşma, toz şekilleri, presleme ve deformasyon etkileri incelenmiştir.

3.8.2. Toz boyut analizi

Farklı MA süreleri uygulanan Al-%2 C tozların yaş sistemle ölçüm yapan, Malvern Mastersizer E ver 1,2 b, cihazı ile boyutları tespit edilmiştir. Bu analizler alaşımlamanın farklı aşamalarında toz davranışları hakkında bilgiler vermektedir. Analizlerin dışında, optik fotoğraflar da toz boyutları hakkında bilgiler vermiştir.

3.8.3. SEM ve EDAX çalışması

Taramalı elektron mikroskop (SEM) ve EDAX analizleri iki farklı cihazda yapılmıştır. Jeol JSM 6400 ve Jeol JEM 3010 modellerinde yapılan çalışmalarda tozlardaki MA öncesi ve sonrası toz boyutu ve oluşum sırasındaki farklılıklar araştırılmıştır. MA sonrası tozlar soğuk olarak reçine ile kalıplanmış ve Anatech cihazı ile vakum altında yüzeyler altın kaplanmıştır. İncelemelerde farklı bölgelerden EDAX analizleri alınmış ve MA sırasında sentezlemenin meydana gelip gelmediği araştırılmıştır. Sinterlenen numunelerde ise herhangi bir kaplama olmaksızın parlatma ve kimyasal dağlama işlemi yapılmış bloklar incelenmiştir. Bu blokların incelemesi ile birleşme yüzeyleri, tozların sinterleme tavırları ve oluşum hakkında bilgi edinilmeye çalışılmıştır. Deney numunelerinde yine farklı bölgelerden EDAX analizleri yapılarak her hangi bir dönüşümün olup olmadığı araştırılmıştır.

3.8.4. XRD analizi

Yapılan X-Ray kırınım (XRD) analizleri iki farklı cihazda yapılmıştır. Toz numunelerin analizleri Rigaku-Geigerflex marka cihazda MA işlemi sonrası yapılmıştır. Yapılan analizlerde MA sırasında reaksiyona bağlı Al_2O_3 veya Al_4C_3 oluşumu tespit edilmeye çalışılmıştır. Aynı işlem sinterlenmiş deney numuneleri için Philips PW-1352/20 marka cihazla yapılmış ve herhangi bir dönüşümün olup olmadığı tespit edilmeye çalışılmıştır. Taramalarda kullanılan kobalt uçtan ($CoK\alpha$) uygulanan değerler şu şekildedir; akım şiddeti:30 KV, amper 4-10 A , ($\lambda=1,78897\text{\AA}$) CPS 100-600 1^0 dak./600 mm/saat MA sürelerinin ve sinterleme sürelerinin yeni oluşumlara etkileri de incelenmiştir. Elde edilen grafiklerde kaydedilen piklerin d'leri hesaplanmış ve kırınımı veren fazlar tespit edilmiştir ($n\lambda = 2d.Sin\theta$).

3.9. Replika Numunelerin Hazırlanması

Tarama elektron mikroskobun ayırım gücünün yeterli olmadığı ya da diğer yöntemlerle numune hazırlamanın mümkün olmadığı durumlarda yüzey incelemesi ya da ikinci faz parçacıklarının matristen ayırarak tanımlanması ve incelenmesi için replika teknikleri ile hazırlanmış numuneler kullanılır. Replika doğrudan karbon yada plastik film üzerine kaplanan karbondan hazırlanır (100).

Karbon kaplama işlemi öncesinde deney numuneleri metalografik incelemelerde olduğu gibi zımparalama, parlatma ve dağlama işlemlerinin ardından; Polaron CA 7615 (carbon accessory)- Polaron SC 500 (spatter&coater) marka kaplama cihazında 10^{-5} vakum altında yüzeyleri 100-300 nm kalınlığında karbon film ile kaplandı. Kaplanan numuneler 3 mm aralıklı kare bölmeler halinde bistürü ile çizildi. Çizme işleminin amacı, kullanılan asit çözeltisinin nüfuziyetini sağlayarak karbon tabakasının kalkmasını sağlamaktır. Çizilen numuneler % 0.5 HF çözeltisinde 30-180 sn aralığında bekletilerek karbon tabakasının hareketlenmesiyle birlikte saf suya daldırılmıştır. Suyun yüzey gerilimini artırmak amaçlı suya az miktarlarda alkol ilave edilmiştir. Karbon kaplı numune su içerisine belirli bir açıda daldırıldığında karbon

tabakaları numune yüzeyini terk ederek suda yüzmeye başlamıştır. Yüzen bu parçacıklar 3.05 mm çapında 100 meş'lik bakır gridler üzerine alınarak kurutulmuştur. Yüzey gerilim farklılığından dolayı yüzeye yapışan karbon kaplı plakalar bakır gridlerle bir bütünlük sağlamıştır. Daha sonra saklama kabinlerine alınan numuneler TEM için incelemeye hazır hale getirilmiştir.

3.10.TEM Numunelerinin Hazırlanması

Geçirimli elektron mikroskop çalışmasında yerine getirilmesi en önemli koşullardan birisi iyi bir numune hazırlamadır. İncelenecek numuneler temiz ve yüzeye gönderilen elektronları geçirecek incelikte olmalıdır. Bu inceliğin miktarı mikroskobun gücüne bağlıdır.

Deney numuneleri su soğutmalı hassas kesme cihazında (Struers-miniton) yaklaşık 1-2 mm kalınlıkta kesilmiştir. Kesilen bu numuneler 10 mm çapındaki aşındırıcı disk yardımı ile 1200'lük SiC zımpara ile su altında 300 µm kadar inceltilmiştir. Daha sonra el ile aynı işleme devam edilmiş ve numuneler 50-80 µm kalınlığa kadar inceltilmiştir. Bu işlem sırasında herhangi bir deformasyona neden olmamak için numuneler çok dikkatli hazırlanmıştır. Kıvılcım kesme cihazında kullanılan tabla üzerine yerleştirilen numuneler kesme zımbası ile dikkatli bir şekilde kesilmiştir. Bazı kalın numuneler bir süre kimyasal inceltme işlemine tabi tutulmuş ve daha sonra pencere açma yöntemine geçilmiştir. Bu yöntem için kullanılan jet parlatma veya pencere açma cihazının (Struers Tenupol-3 ikili asit püskürtme) banyosuna -30,-40°C sıcaklığa indirilen çözeltiler kullanılmıştır. Karşım % 10 perklorik asit, % 20 glycerol ve % 70 metanolden oluşmuştur. 3 mm çapında olan numuneler teflon kaplı tutucuların arasına yerleştirilir. Tutucuların üzerinde numune ile temasta olan ince platin levhalar bulunur. Anod olarak kullanılan numune -30,-40°C deki banyodan gelen asitler karşımı ile yaklaşık 20-30 A akım değerinde ve 3-5 cm³/sn püskürtme hızı ile numune merkezi aşındırılarak delinmiştir. Delme işleminin sona ermesi, sistemin fotoseli yardımı ile otomatik olarak algılanır ve akım kesilir. Tutucu diskler çıkarılmış ve numune çok kısa sürede alkol ile yıkanmıştır. Yıkanılan

numuneler kurutulularak saklama kutularına alınmış ve TEM incelemesi için hazır hale getirilmiştir.

3.11. TEM Çalışması ve Analizlerin Yapılması

Geçirim elektron mikroskop çalışmalarında deney numuneleri iki farklı türde incelendi. İncelemelerde Jeol JSM 5600 marka 300 KV güce sahip cihaz kullanıldı. İlk olarak replika yöntemiyle hazırlanan numuneler incelendi. İncelemelerde 20.000-400.000 büyütme oranları kullanıldı. Replika numunelerinde bazılarında katlanan bölgeler olduğu gözlemlendi ve bu bölgelerden her hangi bir inceleme yapılmadı. Yapılan incelemelerde aydınlık alan görüntüleri üzerinden alınan matris bölgelerinin ve karbür (Al_4C_3) bulunan alanların kırınım desenleri görüntülendi. Bu kırınım desenleri üzerinden seçilen bazı spotların da karanlık alan fotoğrafları çekildi. Tüm bu görüntüleme işlemlerinin aynısı, hazırlanmış olan diğer TEM numunelerine de uygulanmıştır. Görüntüleme işlemleri sırasında herhangi bir tilt yapılmış ise bunlar kaydedildi. Kamera yüksekliği ve büyütme oranları fotoğraflar üzerinde yer almaktadır. Al_4C_3 'e ait kırınım desenlerinin indislenmesin de aşağıdaki formül kullanılmıştır (Eş.3.1).

$$d_{(hkl)} = \frac{\text{Kamera sabiti } (2.\lambda.L)}{\text{Ölçülen çap}} \quad [3.1]$$

d = Düzlemler arası mesafe (Å veya mm)

λ = Elektron dalga boyu (Å)

L = Kamera uzunluğu veya uzaklığı (mm)

Deney numunelerinin fotoğraflama işleminde cihaz ışığa maruz kalma zamanını otomatik vermektedir ancak karanlık alan ve kırınım desenlerinin görüntülenmesinde bu süre arttırılmıştır. Görüntüleme işlemlerinin ardından fotoğraf kasetleri cihazdan çıkarılmış ve filmler banyo edilmiştir. Banyo işlemi tamamlanan negatifler, negatif tarayıcıda taranmış ve dijital ortama aktarılmıştır. Bazı filmlerin baskısı da yapılmıştır.

TEM çalışmasının verimliliği için yapılan tüm çalışmalar optimum numune hazırlama ve diğer şartların yerine getirilmesi için çok sayıda numune üzerinden denemeler yapılmıştır.

3.12. Direnç Ölçümleri

Deney numunelerinin 228 A Keitley marka cihazla ölçümleri yapılmıştır. Sistem 77-325⁰K aralığında nanovolt cinsinden ölçüm yapabilmektedir. Deney numuneleri üzerine gümüş pasta ile bakır teller dört noktadan kontaklanmıştır. Kontak noktalarının ikisi nanovolt metreye ikisi de akım kaynağına bağlanmıştır. Vakum ya da atmosfer kontrollü çalışabilen kroyostat sisteminin içerisinde ölçümler gerçekleştirilmiştir. Oxford marka kroyostat sistemine bağlı deney numunelerine 1-5 A (amper) aralığında akım şiddeti uygulanmıştır. Akımın verildiği yöne bağlı olarak değişimlerinde tespit edilmesi amaçlı farklı her iki uçtan da akım uygulanarak dirençle ölçülmüştür. Akım şiddetleri de değiştirilerek dirençte farklılık olup olmadığı tespit edilmeye çalışılmıştır. Akımın artmasıyla dirençte herhangi bir değişiklik beklenmez (Eş.3.2).

$$R = V / I \quad [3.2]$$

$$R = \text{Direnç (} \Omega \text{)}$$

$$V = \text{Gerilim (} V = 10^{-9} \text{ nV)}$$

$$I = \text{Akım (A)}$$

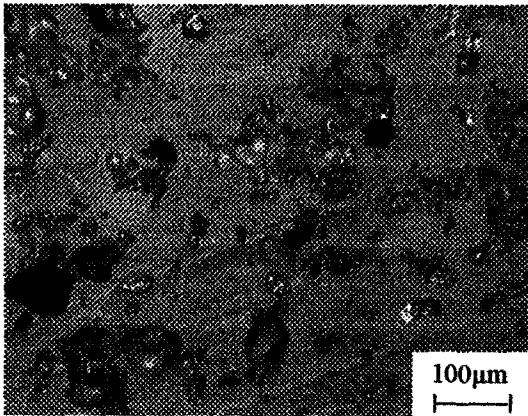
Akım ile gerilim doğru orantılı direnç ters orantılıdır. Buradan, uygulanan akım değerinin artmasıyla geriliminde artacağı çıkarılabilir. Metalik malzemelerde direnç genellikle 10⁻⁶ nV.mertebelerindedir. Direncin düşmesiyle malzemenin iletkenlik özellikleri iyileşir. Direncin olmaması süper iletkenlik olarak adlandırılabilir.

4. DENEYSEL BULGULAR VE DEĞERLENDİRME

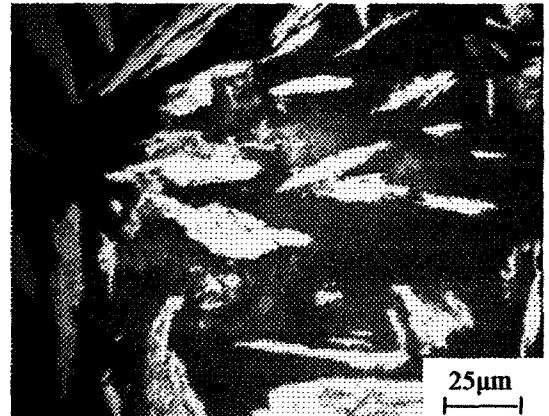
4.1. Toz Karakterizasyonu

MA deneylerinde kullanılan tozların özellikleri Çizelge 3.1'de verilmiştir. Alüminyum, ağırlıkça % 2 oranında karbon ile karıştırılmış ve yatay atritör de MA işlemine tabi tutulmuştur. 20:1 bilya:toz oranında ve farklı sürelerde (30-240 dakika) MA işlemi gerçekleştirilmiştir.

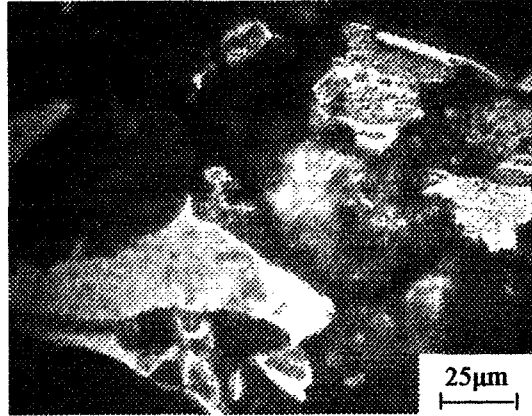
Resim 4.1'de herhangi bir işlem görmemiş 200 mesh'lik karmaşık şekilli ham tozların optik mikroskop görüntüleri verilmiştir. Resimde beyaz olan alanlar alüminyum, siyah olanlar ise karbon tozlarıdır. Resim 4.2'de 30 dakika MA uygulanmış tozların optik mikroskop görüntüleri verilmiştir. Ham tozlarla karşılaştırıldığında başlangıçta karmaşık şekilli olan tozlar, MA'nın etkisine bağlı olarak yassılaştırmıştır. Bu yassılaştırma sırasında tozlarda katmanlı bir yapı meydana gelmiştir. İlave edilen karbon tozları MA işlemiyle katmanlar arasında sıvanarak ve parçalanarak sıkışmıştır. MA'nın ilk evrelerinde, sünek tozların genel karakteristiği olan yassılaştırma, ilk toz boyutunun birkaç katına ulaşabilir. MA'da kullanılan Al'un sünek olması yassılaştırma eğilimini arttırmıştır.



Resim 4.1. Ham tozların optik mikroskop görüntüsü

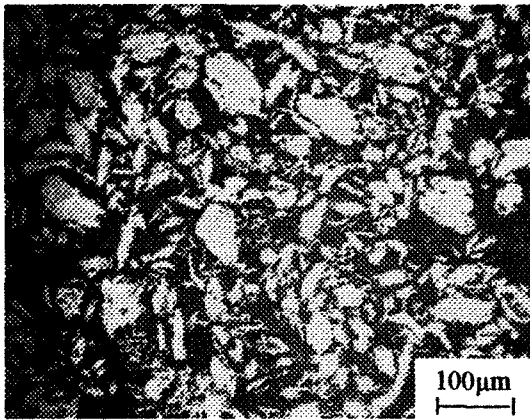


Resim 4.2. 30 dak. MA sonrası tozların optik mikroskop görüntüsü



Resim 4.3. 45 dak MA sonrası tozların optik mikroskop görüntüsü

Resim 4.3'de görüldüğü gibi 45 dak. MA sonrası tozlarda katmanlı/tabakalı bir yapı oluşmuştur. Bu işlem sonunda tozlar nispeten yassı şekillerini yitirmişlerdir. Tozların pekleşme tavrına ve kırılma mekanizmasının etkinliğine bağlı olarak, katmanlar arası mesafe giderek daralmıştır. Kompozit tozlarda, sinterleme sırasında oluşturulmak istenilen karbür parçacıkların oluşumunda katmanlaşma miktarı önemlidir. Bu nedenle matrise ilave edilen karbon ile alüminyumun temas yüzey alanının artması olumlu etkiler yapar. MA süresinin artmasıyla tozlar pekleşir, buna bağlı olarak kırılma mekanizmasıyla toz boyutları küçülür. Resim 4.4 a-b'de 1 saat MA işlemine tabi tutulmuş toz şekillerine bakıldığında toz boyutlarının homojen olmadığı gözlenmektedir.



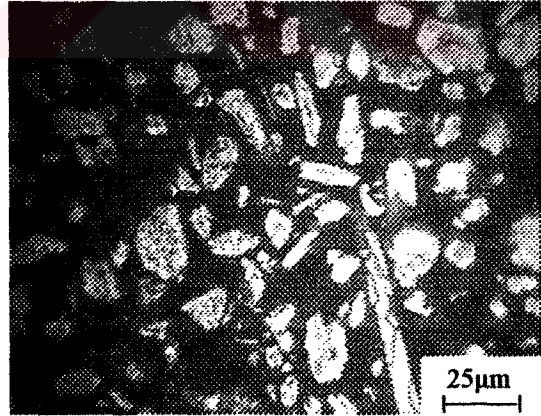
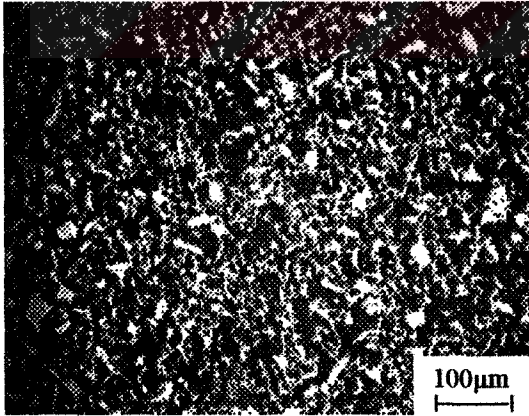
Resim 4.4-a. 60 dak MA sonrası tozların optik mikroskop görüntüsü



Resim 4.4-b. 60 dak MA sonrası dağlanmış tozların optik mikroskop görüntüsü

Mekanik alaşımlama süresinin artırılması ile tozların pekleşme miktarı da artmaktadır. Bu aşamada kaynaklaşmadan ziyade tozların kırılma eğilimi etkindir. Resimde görüldüğü gibi katmanlar arası mesafe de daralmıştır. Tozlar bu aşamadan sonra belirli bir homojen boyut kazanıncaya ve pekleşme oranı hemen hemen bütün tozlarda aynı orana erişinceye kadar kırılma mekanizması etkinliğini korur.

Resim 4.5. a-b'de 2 saat MA işlemine tabii tutulmuş tozların optik mikroskop görüntüleri verilmiştir. Resim 4.5'de görüldüğü gibi toz boyut ve şekilleri 1 saat mekanik alaşımlanmış tozlara göre daha homojen bir hal almıştır. MA süresinin 2 saate ulaşması ile tozlardaki katmanlar arası mesafe, deformasyonun ve kırılmanın etkisiyle mikron düzeyine düşmüştür. Genel toz boyuta da ortalama 15-20 μm mertebesine kadar düşmüştür. Başlangıç tozları ile karşılaştırıldığında, tozların pekleşmeye bağlı olarak sertlik değerlerinin arttığı ve 1 saat mekanik alaşımlanmış tozlara göre daha homojen bir dağılımda olduğu söylenebilir. Presleme ve sinterleme işlemlerinde 1 ve 2 saat MA uygulanmış tozlar kullanılmıştır. Ancak 2 saatin üzerinde de MA yapılmış tozlar üretilmiştir.

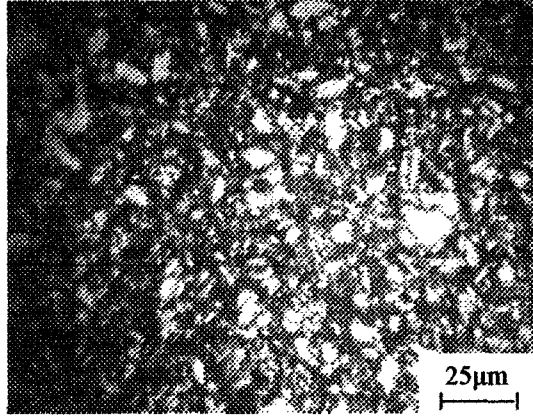


Resim 4.5.-a. 120 dak MA sonrası tozların optik mikroskop görüntüsü

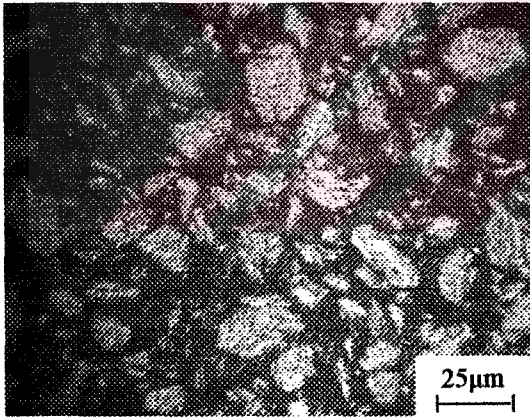
Resim 4.5-b. 120 dak MA sonrası dağlanmış tozların optik mikroskop görüntüsü

Resim 4.6'daki optik mikroskop görüntüsü, 3 saat MA sonrası açık atmosferde oksijenle reaksiyon sonucu yanan tozlara aittir. Mekanik alaşımlama süresi 2 saatin üzerine çıkıldığında toz boyutu mikron mertebelerine düşmüştür. Bu düşüşe bağlı olarak kırılmaların ortaya çıkardığı yeni yüzeyler, alüminyumun oksitlenme tavrını

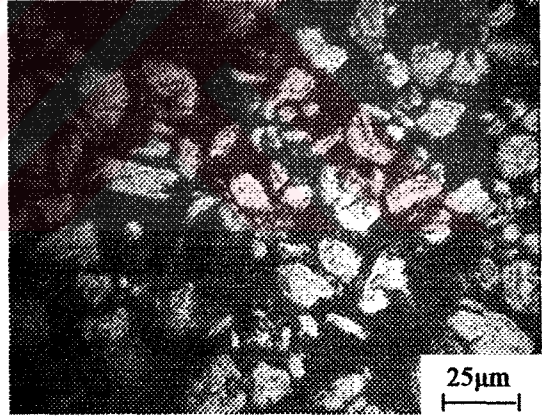
arttırmaktadır. Kırılan yeni yüzeylerle oksijenin reaksiyona girmesi sonucu yanma meydana gelmiştir. Resimde görüldüğü gibi çoğunlukla toz boyutu birkaç mikron mertebesindedir.



Resim 4.6. 180 dak MA sonrası yanan tozların optik mikroskop görüntüsü



Resim 4.7. 240 dak MA sonrası reaksiyon sonucu oluşan tozların dağlanmış optik mikroskop görüntüsü



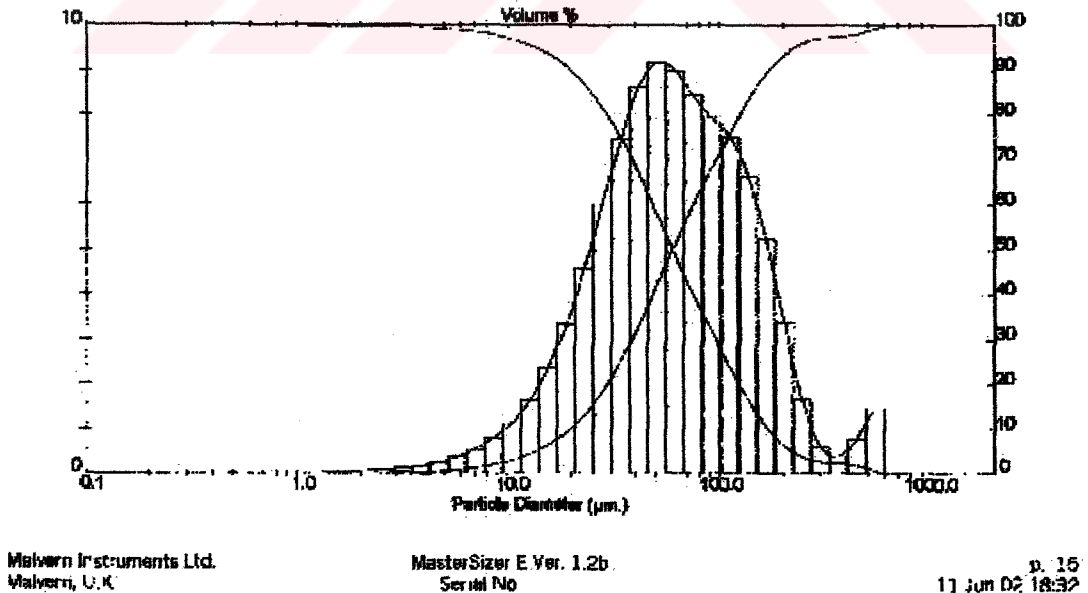
Resim 4.8. 240 dak MA sonrası reaksiyon sonucu kazan içinde kalan tozların dağlanmış optik mikroskop görüntüsü

2 saatin üzerinde MA yapılan Al-% 2 C tozlarının oksijenle reaksiyona girmesini engellenmek için etanol ilave edilmiştir. Bu amaçla 2 saatin üzerinde MA çalışmaları sırasında, alışımlama haznesine farklı zamanlarda etanol ilave edilerek tozlar açık atmosfere alınmaya çalışılmıştır. Ancak meydana gelen reaksiyon engellenememiştir. 4 saat MA'nın sonunda sisteme gaz girişinden etanol ilave edilmiştir. Bu ilave işlemi sırasında MA'ya devam edilmiştir. Ancak tozlar yinede oksijenle reaksiyona girmiştir. Bu reaksiyon sonucu, yanan tozların bir kısmı kazan içerisinden, argon

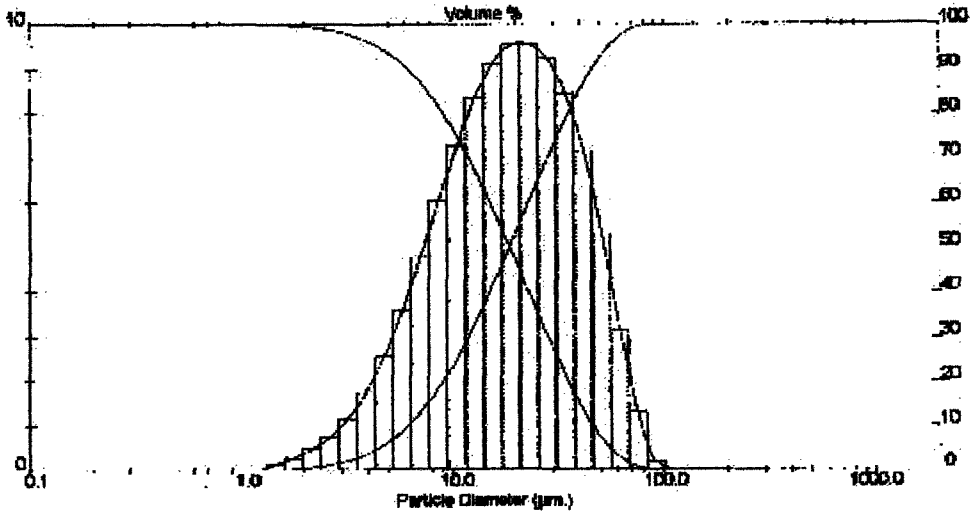
gazı ile birlikte gaz akış kontrol ünitesine kadar gelmiştir. Sistemden çıkan bu tozlara ait optik mikroskop görüntüleri Resim 4.7'de verilmiştir. Toz boyutları reaksiyon sonucu bir miktar irileşmiştir. Ancak şekilde görüldüğü gibi toz boyutları hala mikron mertebelerindedir. Atritör kazanı içerisinde kalan tozların boyutları daha büyük ve homojendir (Resim 4.8). Bu reaksiyonu engellemek için yapılan bir diğer işlem de çinko stereat ilavesidir. Çinko stereat ilavesi ile yapılan deneylerde hem mekanik alaşımlama süresi artmakta hem de toz boyutlarının çok küçülmesi ile yanma reaksiyonu gerçekleşmektedir.

4.2. Toz Boyut Analizleri

İşlemsiz tozların ortalama parçacık boyutları karbon için 150 mikron alüminyum için de 110 mikrondur. Presleme ve sinterleme işlemlerinde kullanılan 1 ve 2 saat MA uygulanmış tozlar analiz edilmiştir. 1 saat MA sonrası tozların ortalama boyutları Şekil 4.1'de görüldüğü gibi 52,85 μm 'dur. Toz boyut dağılım aralığı ise 1 μm ile 600 μm arasında değişmektedir. Grafikte görüldüğü gibi, tozların ikinci bir dağılım göstermesi homojenleşmenin tam olmadığını göstermektedir.



Şekil 4.1. 1 saat MA sonrası tozların boyut analiz sonuçları



im instruments Ltd.
sp. U.K.

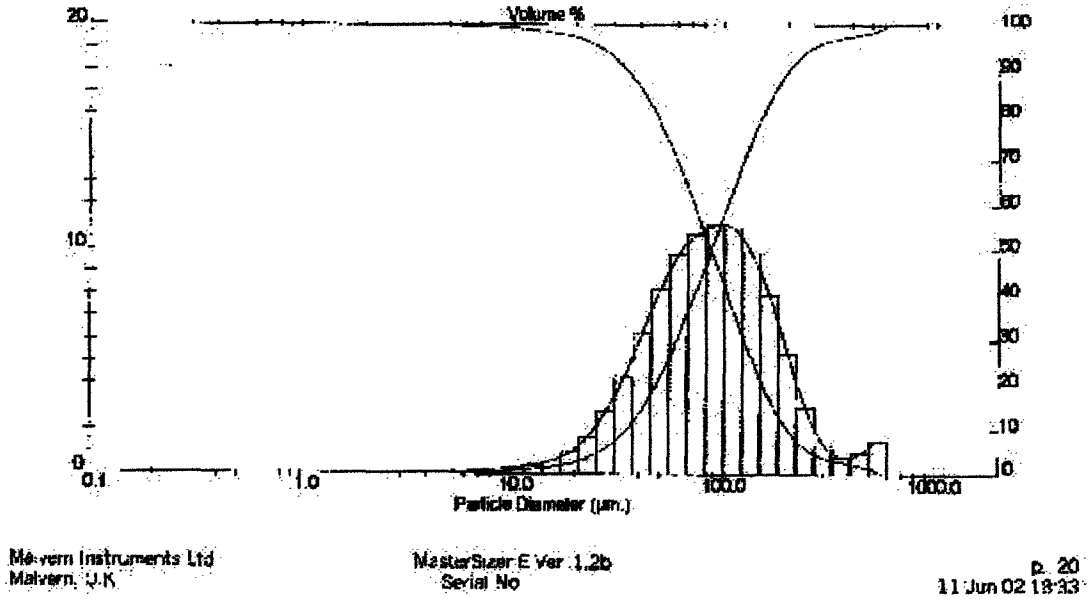
MasterSizer E Ver. 1.2b
Seri No.

p. 12
11 Jun 02 18:31

Şekil 4.2. 2 saat MA sonrası tozların boyut analiz sonuçları

2 saat MA uygulanmış tozların boyut analizine bakıldığında, tozların 1 μm ile 99 μm arasında bir dağılım sergilediği görülebilir (Şekil 4.2.). Toz dağılım aralığı daralmış ve ortalama toz boyutu 18,58 μm 'ye düşmüştür. Grafiklerde görüldüğü gibi 1 ile 2 saat mekanik alaşımlanmış tozların, boyut ve dağılım aralığında oldukça büyük farklılıklar vardır. Bu da, sistemin zamana bağlı olarak toz boyutlarının küçülmesinde çok etkin olduğunu göstermektedir. MA işleminde 2 saatten sonra tozların pekleşmesinden dolayı toz boyutları hem küçülecek hem de dağılım aralığı daralacaktır.

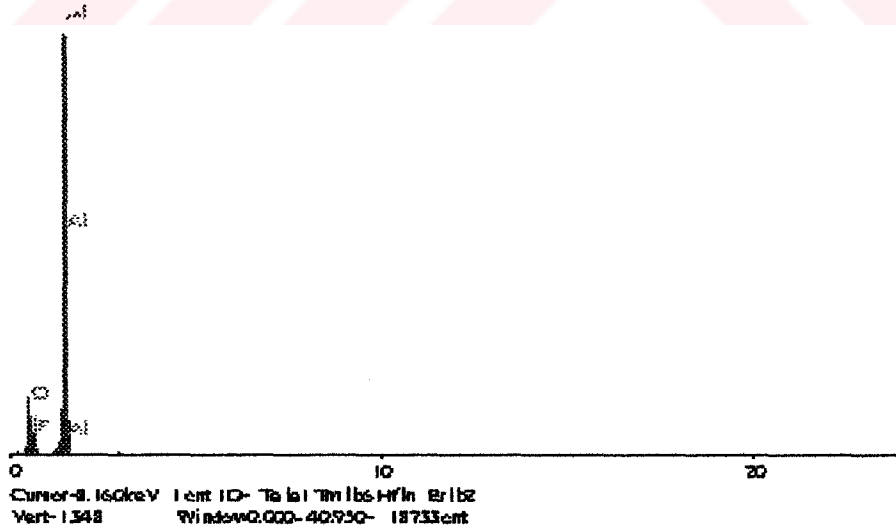
Deneylerin başlangıcında MA işlemi % 99 saflıktaki argon gazı ile doğrudan gerçekleştirilmiştir. Ancak MA sonrası tozlardaki oksitlenme probleminden dolayı gaz kullanımı ilave bir arıtmaya gerek duyulduğu tespit edilmiştir. Arıtma işleminin etkinliğini Şekil 4.3'de 2 saat mekanik alaşımlanmış tozlarının boyut analizinden anlayabiliriz. Şekilde görülen tozlar arıtma işleminde kullanılan bakır talaşının etkisini yitirmesi sonucu 2 saat MA sonrası elde edilmiştir. Tozların hem boyutları irileşmiş hem de dağılım aralığı genişlemiştir. Tozların yaklaşık %30'u 150 μm boyutun üzerindedir. Bu yüzden gaz arıtma işlemi hem MA işleminde hem de sinterleme sırasında yapılmıştır.



Şekil 4.3. 2 saat MA sonrası oksitlenen tozların boyut analiz sonuçları

4.3. Tozların XRD ve EDAX Analizleri

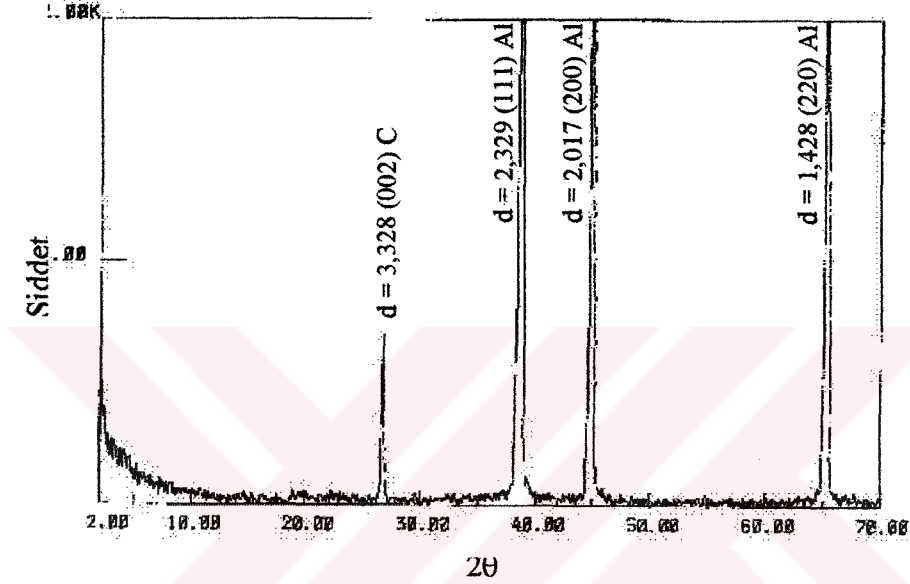
Herhangi bir işleme tabi tutulmamış ve MA sonrası tozların XRD ve EDAX analizleri yapılmıştır. Şekil 4.4'de işlem görmemiş tozlara ait EDAX grafiği görülmektedir.



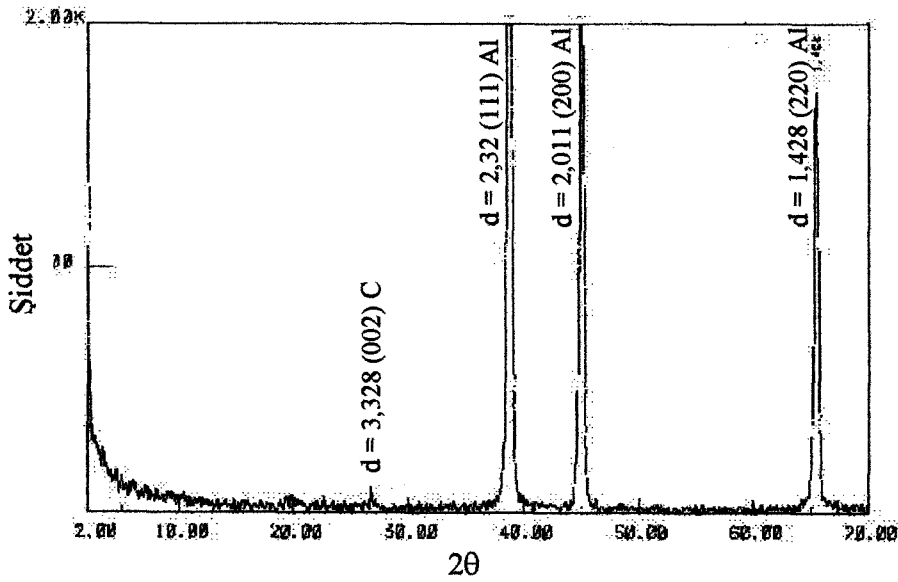
Şekil 4.4. İşlem görmemiş tozların EDAX analiz sonuçları

EDAX analizinin yapıldığı sistemde belirli bir atom çapının altındaki elementlerin (O, C, H vb.) analizi yapılamadığından MA öncesi ve sonrası alınan analiz sonuçlarında tepelerde bir değişiklik olmamıştır. Tüm analizlerde matrisi oluşturan

alüminyumun temel pikleri tespit edilmiştir. Şekil 4.5’de ise ham tozlara ait XRD sonucu görülmektedir. Grafikte alüminyumun temel pikleri olan (111), (200), (220) düzlemlerinden yansımalar alınmıştır. Bu düzlemlere ait “d” mesafeleri sırasıyla 2.329, 2.017 ve 1.428 Å’dur. Karbon ise (002) düzleminde yansıma vermiştir. 1 saat MA sonrası tozların XRD analiz sonucu Şekil 4.6’da verilmiştir.

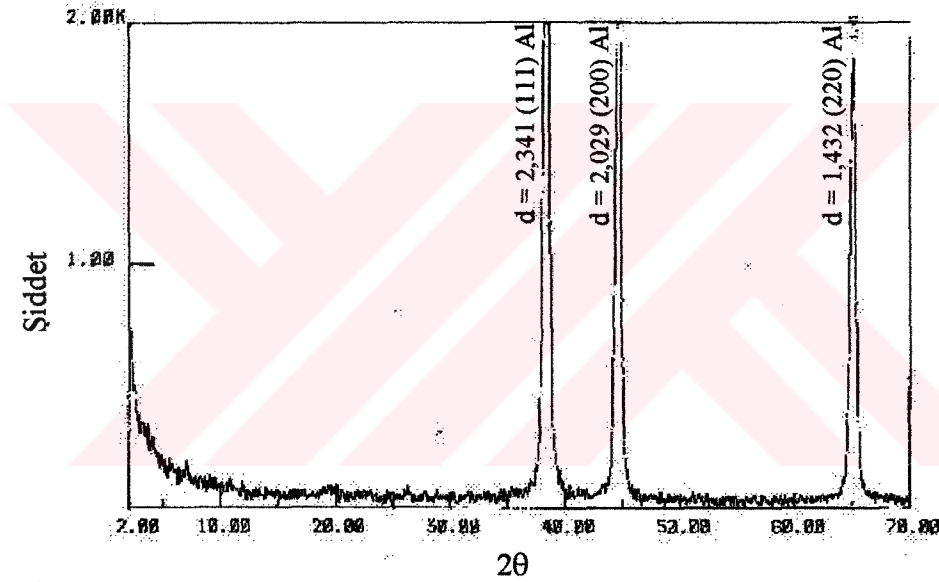


Şekil 4.5. İşlem görmemiş tozların XRD analiz sonuçları



Şekil 4.6. 1 saat MA sonrası tozların XRD analiz sonuçları

Alüminyuma ait piklerde, ham tozlardakine göre fazla bir değişiklik gözlenmezken karbon pikinin şiddeti azalmıştır. 2 saat MA sonucunda ise (Şekil 4.7.) grafikte görüldüğü gibi karbon piki tamamen kaybolmuştur. MA süresine bağlı olarak alüminyumunda (220) düzlemindeki pikin şiddetinde çok az miktar düşüş gözlenmiştir. XRD analizlerinde MA sırasında alüminyumun karbonla ya da oksijenle reaksiyonu sonucu oluşan herhangi bir bileşiğe ait yansıma tespit edilmemiştir. Ancak karbon pik şiddetinin azalması böyle bir reaksiyonun oluşma ihtimalini güçlendirmektedir. Oluşabilecek karbürlerin boyutlarının muhtemelen nanometre mertebelerinde olması tozlarda Al_4C_3 ait piklerin belirlenmesini güçleştirmektedir.

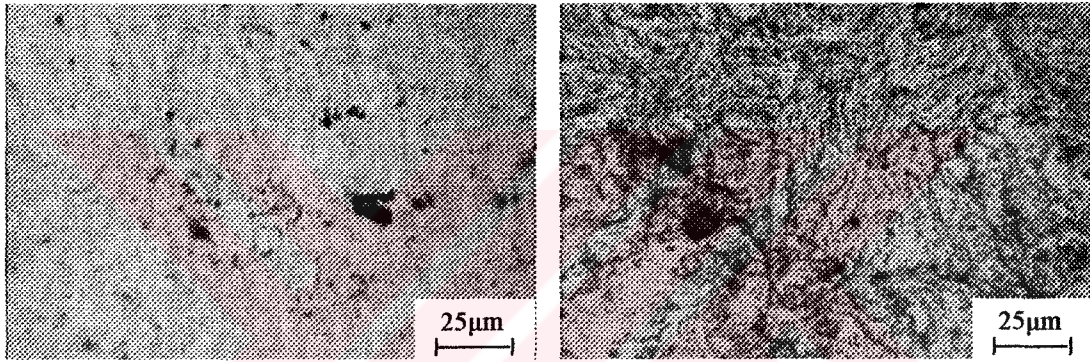


Şekil 4.7. 2 saat MA sonrası tozların XRD analiz sonuçları

4.4. Soğuk Presleme

Presleme işlemleri, Şekil 3.3'de verilen kalıpta 600 ve 1200 MPa basınçlarda gerçekleştirilmiştir. 1 ve 2 saat MA sonrası kalıp içerisine 1 gram toz konularak preslemeler oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Blok deney numunelerine ait optik mikroskop görüntüleri metalografik işlemler sonrası, dağlanmış ve dağlanmamış olarak incelenmiştir. Bunun nedeni, dağlanmamış deney numunelerinde boşluk ve yabancı partikülleri tespit etmektir. Dağlanmış numunelerde ise tozların birleşme şekilleri ve deformasyon etkileri incelenmiştir. Resim 4.9-a'da 1 saat MA sonrası

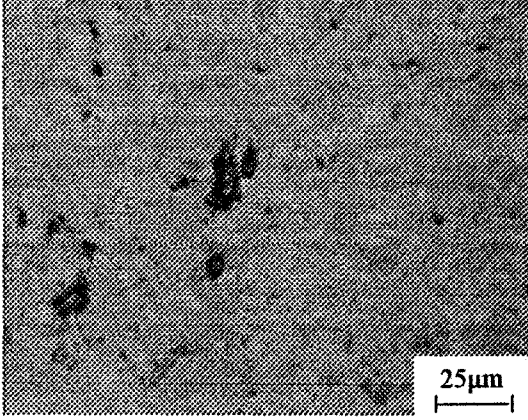
600 MPa basınçta soğuk preslenmiş deney numunesinin optik mikroskop görüntüsü verilmiştir. Resimde görüldüğü gibi bazı tozların kaynaklaşma bölgelerinde gözenekler mevcuttur. Ancak tozların sinterleme öncesi birleşme tavrı oldukça iyidir. Resim 4.9-b'de aynı malzemenin dağlama sonrası mikroyapısı görülmektedir. Bazı bölgelerde boşluklar, bazı yerlerde ise serbest karbon tozları dikkati çekmektedir. Preslemeye bağlı olarak, MA sırasında oluşan katmanlı yapı deformasyon olarak birleşmiştir. Bu birleşmeler tozun şekline ve boyutuna göre farklılıklar göstermektedir. Tozların yüzeyinde veya blok numunelerin içinde herhangi bir oksit tabakasına rastlanmamıştır.



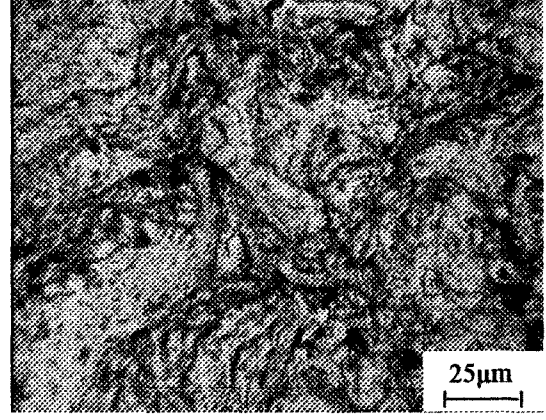
Resim 4.9-a. 1 saat MA ve 600 MPa preslenme sonrası toz bloklarının optik mikroskop görüntüsü

Resim 4.9-b. 1 saat MA ve 600 MPa preslenme sonrası toz bloklarının dağlanmış optik mikroskop görüntüsü

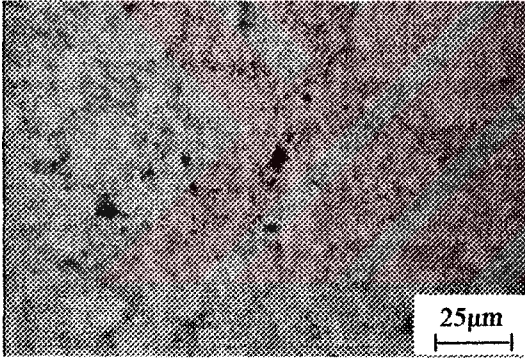
Presleme ve özellikle sinterleme öncesi birleşmeyi olumsuz yönde etkileyen Al_2O_3 oluşmaması oldukça önemlidir. 1 saat MA sonrası 1200 MPa basınçla soğuk olarak preslenen deney numunesine ait optik görüntü Resim 4.10.a-b de görüldüğü gibi benzer tavrı sergilemiştir. Tozlar basınca bağlı olarak sıkışırken basıncın artmasıyla birlikte gözenek miktarı azalmıştır. Toz katmanlarının sergilemiş olduğu görüntüler deformasyon miktarındaki artışın bir sonucudur. Tüm tozların presleme basıncına karşı sergilemiş olduğu genel tavrı bu tozlarda da gözlenmektedir. Öyle ki belirli bir presleme basıncının üzerinde tozların soğuk olarak sıkışabilirliğinde çok fazla bir değişim olmamıştır. Presleme basıncının etkisi iki saat MA uygulanmış tozlarda çok daha belirgindir. Çünkü MA süresinin artmasıyla birlikte toz boyutları küçülürken pekleşmeye bağlı olarak sertlikleri de artmıştır.



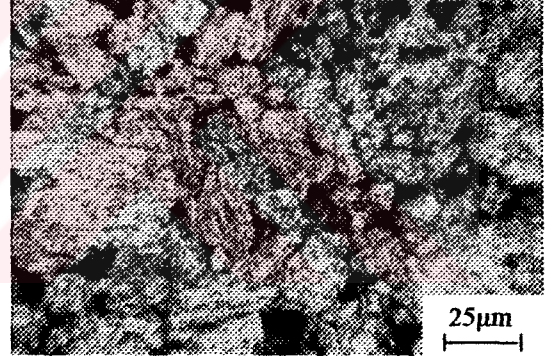
Resim 4.10-a. 1 saat MA ve 1200 MPa preslenme sonrası toz blokların optik mikroskop görüntüsü



Resim 4.10-b. 1 saat MA ve 1200 MPa preslenme sonrası toz blokların dađlanmıř optik mikroskop görüntüsü

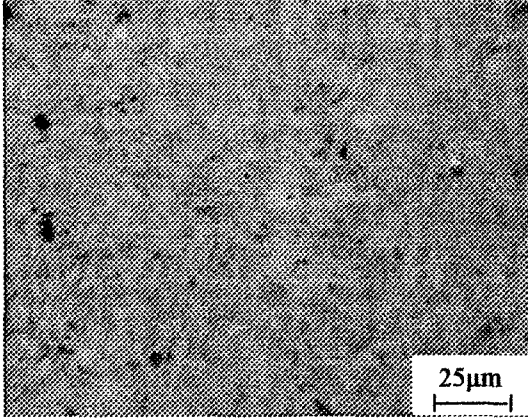


Resim 4.11-a. 2 saat MA ve 600 MPa preslenme sonrası toz blokların optik mikroskop görüntüsü

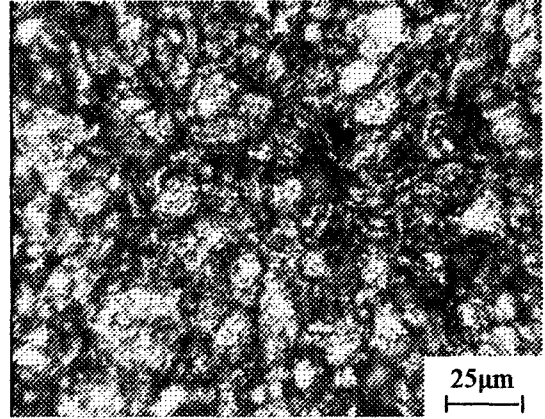


Resim 4.11-b. 2 saat MA ve 600 MPa preslenme sonrası toz blokların dađlanmıř optik mikroskop görüntüsü

Resim 4.11.a-b'de 2 saat MA sonrası 600 MPa preslenmiř toz blođa ait optik mikroskop görüntüsü verilmiřtir. Resimlerde görüldüđü gibi tozların artan sertliklerinden dolayı sıkıřtırılabilirlikleri düřmüřtür. Bu farklılařma 1 saat MA iřleminden sonra katmanların tozlara göre presleme sonrası sergilediđi görüntülerden anlaşılabilir.



Resim 4.12-a. 2 saat MA ve 1200 MPa preslenme sonrası toz blokların optik mikroskop görüntüsü



Resim 4.12-b. 2 saat MA ve 1200 MPa preslenme sonrası dağlanmış toz blokların optik mikroskop görüntüsü

Presleme basıncının artmasıyla, (Resim 4.12 a-b) 2 saat MA işlemine tabii tutulmuş tozların deformasyonu azda olsa artış göstermiştir. Bu etki Resim 12-b' de dağlanmış tozlarda açıkça görülmektedir. Presleme etkisinin 1 saat MA uygulanmış tozlarda daha belirgin olduğu ilk bakışta söylenebilir Ancak bu etki birim toz miktarında meydana gelen deformasyon olarak ele alındığında, 2 saat MA ve presleme sırasında 1200 MPa basınç uygulanmış tozlarda daha fazladır. Bunun etkileri ayrıca sinterleme ve Al_4C_3 oluşumunda incelenecektir.

4.5. Sinterleme

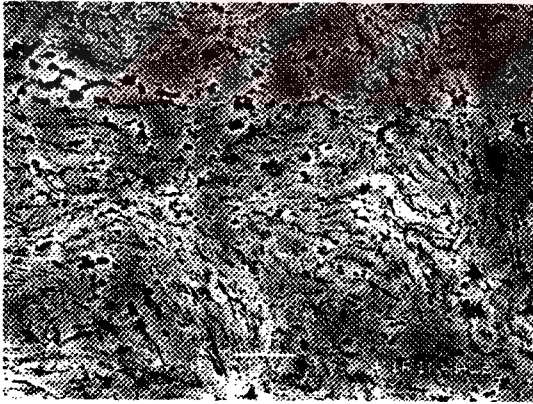
Sinterleme işlemleri, atmosfer kontrollü tüp fırında $550^{\circ}C$ 'de gerçekleştirilmiştir. MA süresine, presleme basıncına ve sinterleme sürelerine göre numune kodları Çizelge 4.1'de verilmiştir. ÇP olarak kodlanmış numuneler, preslemenin ardından $650^{\circ}C$ 'de 1 saat sinterlenmiş, %50 oranında deforme edilmiş ve tüm deney numunelerine uygulanan ısıl işlemlere tabii tutulmuşlardır. Sinterleme de tozların preslenme kabiliyetleri oldukça önemlidir. Tozların preslenebilirlikleri, başlangıç toz karakterine ve MA sırasında meydana gelen pekleşmeye bağlı değişiklikler gösterir. Sinterleme sırasında toz temas yüzey alanları arttıkça, sinterleme süresi kısalmaktadır. Resim 4.13. a-b'de A6 deney numunesinin SEM görüntüsü verilmiştir. Resimde görüldüğü gibi, blok deney numunesinin sinterlemenin henüz

başlangıç aşamasında olduğunu ve presleme sonrası şekline yakın bir mikroyapıya sahip olduğunu söylenebilir. Aynı süreçte toz tane içlerindeki katmanlı yapı kaybolma eğiliminde olup toz taneleri kütleli bir hal almıştır.

Çizelge 4.1. MA süresine, presleme basıncına ve sinterleme sürelerine göre deney numunesi kodları

Sinterleme Süresi (saat)	MA1-600	MA1-1200	MA2-600	MA2-1200	MA1-1200	MA2-1200
2 (A)	A6	A12	2A6	2A12	A12 _{ÇP}	2A12 _{ÇP}
4 (B)	B6	B12	2B6	2B12	B12 _{ÇP}	2B12 _{ÇP}
8 (C)	C6	C12	2C6	2C12	C12 _{ÇP}	2C12 _{ÇP}
16 (D)	D6	D12	2D6	2D12	D12 _{ÇP}	2D12 _{ÇP}
32 (E)	E6	E12	2E6	2E12	E12 _{ÇP}	2E12 _{ÇP}

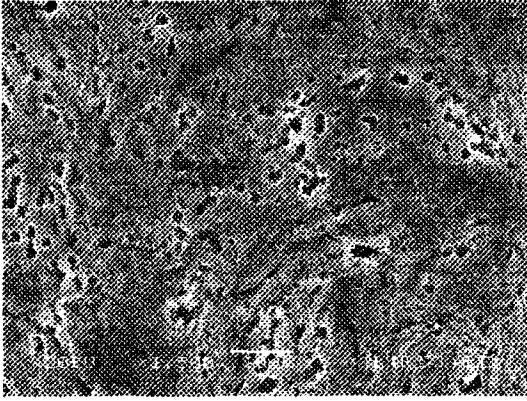
MA = Mekanik Alaşım ve süresi (1-2 saat)
6-12 = Presleme basınçları (600-1200 MPa)
ÇP = Çift presleme (%50 Deformasyon)
Harfler de farklı sinterleme sürelerini ifade ediyor (550°C)



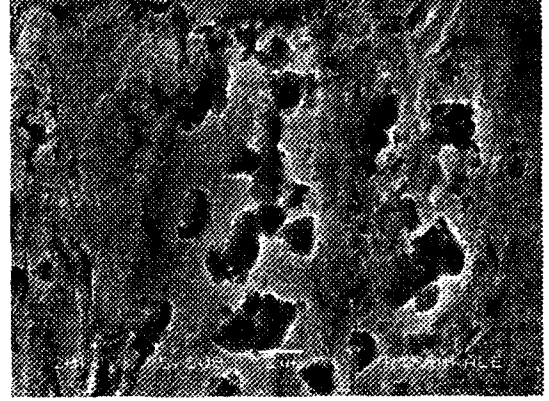
Resim 4.13.-a. A6 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 1500)



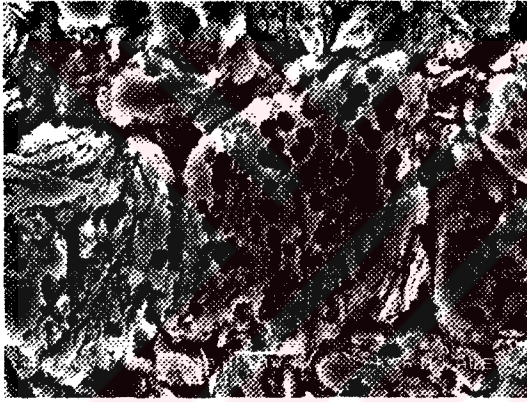
Resim 4.13.-b. A6 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 5500)



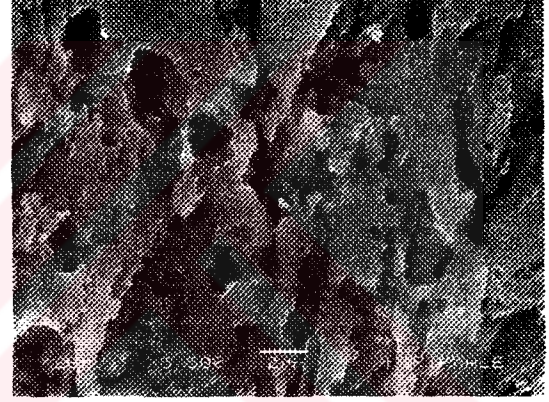
Resim 4.14.-a. E6 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 1500)



Resim 4.14.-b. E6 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 5500)



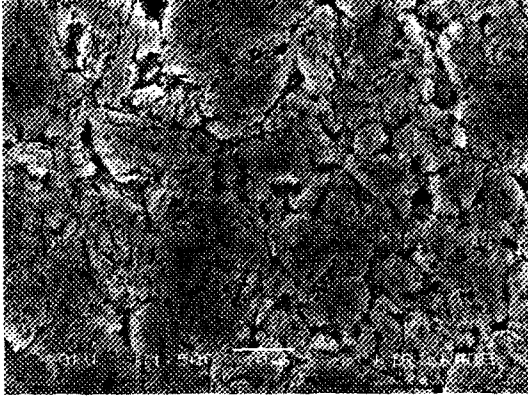
Resim 4.15.-a. A12 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 1500)



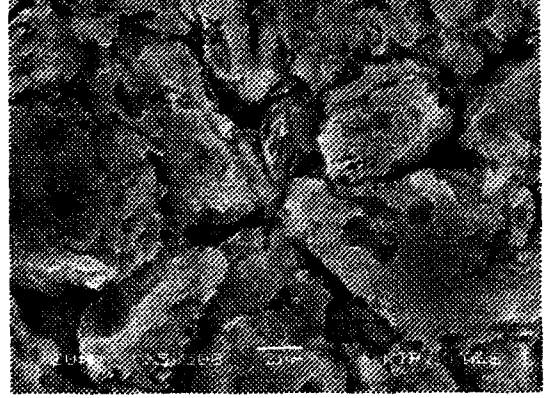
Resim 4.15.-b. A12 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 5500)

Sinterleme süresinin 32 saate çıkmasıyla (Resim 4.14.a-b) tozlar birleşmiş ve sinterlemenin son aşamasına yaklaşmıştır. Bunu hem toz birleşmesi hem de toz kütleleri arasındaki mikro boşlukların dairesel bir hal alması göstermektedir. Resim 14-b'de görüldüğü gibi mikro boşluklar oluşmuş ve şekilleri de dairesel bir hal almıştır.

Presleme basıncındaki artış (1200 MPa) Resim 4.15. a-b'de görüldüğü gibi sinterlenme olayını hızlandırmıştır. 2A12 kodlu deney numunesinin SEM görüntüsünde de (Resim 4.16. a-b) gözleendiği gibi sinterlemenin ilk aşamalarında birleşmenin yanı sıra katmanlar arası sinterleşme daha aktiftir. Her iki şekilde de

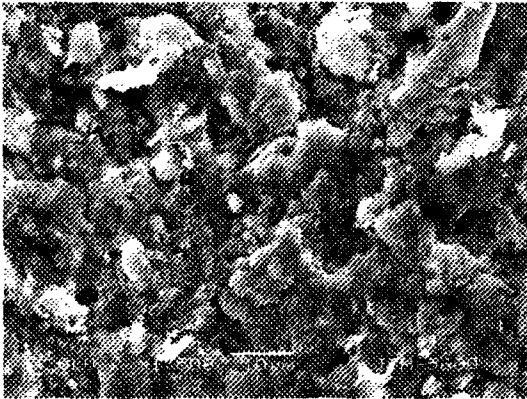


Resim 4.16.-a. 2A12 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X1500)

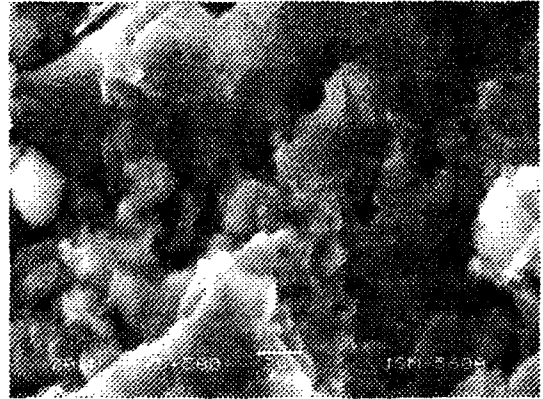


Resim 4.16.-b. 2A12 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 5500)

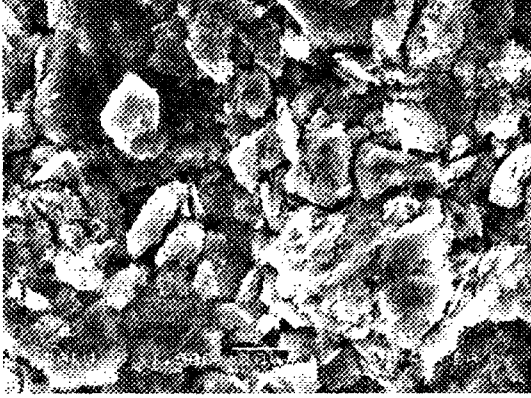
görüldüğü gibi (Resim 4.15.-4.16.) tozlarda meydana gelen yapısal değişiklik öncelikli olarak presleme ve MA sonucunda oluşan deformasyon bantlarının (katmanların) düzenli bir hal almasıdır. A12 numunesinde her ne kadar sinterleşme daha hızlı ilerlese de gözenek oluşum eğilimi 2A12 kodlu deney numunesine göre daha fazladır. 2A12 numunesinde toz boyutlarının dağılım aralığının dar olması buna neden olmuştur. Bununla birlikte aynı deney numunesinin elde edildiği tozların ortalama boyutu 18 mikrondur. Toz boyutları gözenek oluşumunda etkin parametredir. Resim 4.17.-4.18.'de D12 ve 2D12 numunelerine ait SEM görüntüleri verilmiştir. Sinterleme süresinin 16 saate çıkmasıyla gözenekler A12 ve 2A12 numunelerine oranla oldukça azalmış ve sinterleşme daha büyük bir alanda eriyik kütle görüntüsü şeklinde oluşmaya başlamıştır (Resim 4.17.- 4.18. a-b).



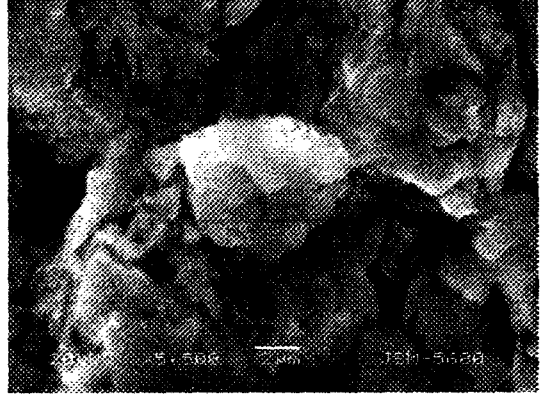
Resim 4.17.-a. D12 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 1500)



Resim 4.17.-b. D12 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 5500)

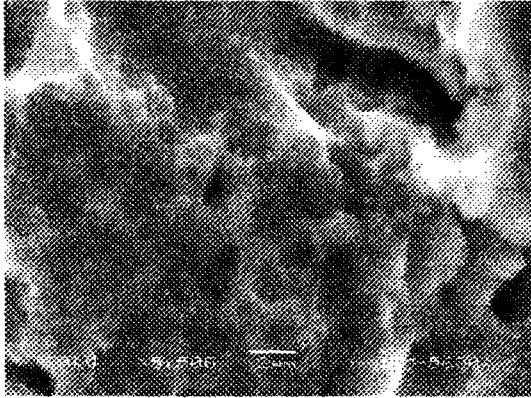


Resim 4.18.-a.2D12 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 1500)

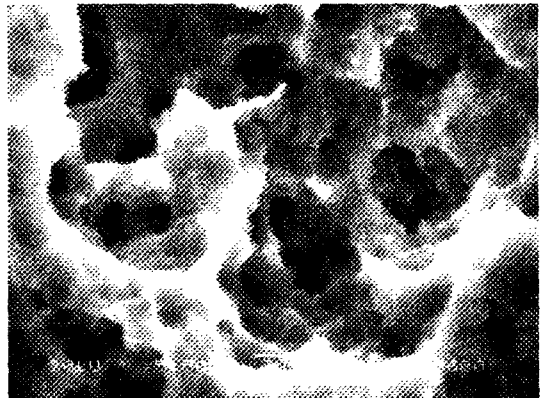


Resim 4.18.-b. 2D12 kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 5500)

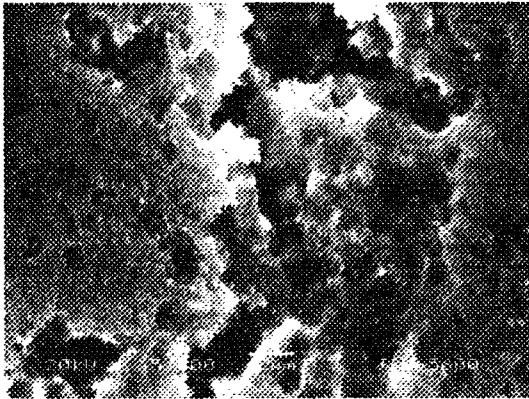
1 ve 2 saat MA sonrası tozlar 1200 MPa preslemenin ardından ham halde %50 oranında deforme edilmiştir. Ancak, bu kütlelerde deformasyon tozların birleşmesinden ziyade birbirlerini hareket ettirerek kayma etkisi yapmıştır. Bu şekilde %50 deforme edilen numunelerde boşluklar artmış, sinterleme etkisi çok azalmıştır. Bu nedenle tozlar öncelikli olarak 650⁰C'de 1 saat sinterlenmiş daha sonra %50 oranında deforme edilmiştir. Bu deney numunelerine ait SEM görüntüleri Resim 4.19. ve 4.20.'de verilmiştir.



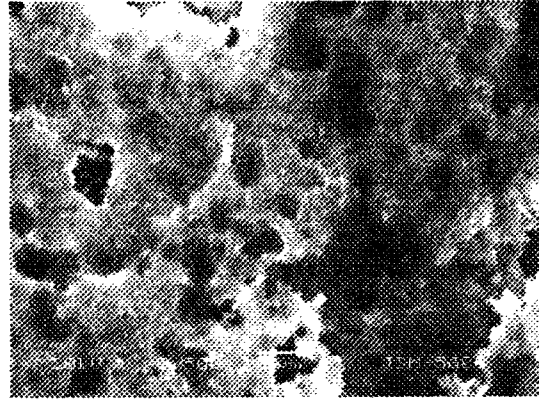
Resim 4.19. B12ÇP kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 1500)



Resim 4.20. 2B12ÇP kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 5500)



Resim 4.21. E12_{CP} kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 1500)



Resim 4.22. 2E12_{CP} kodlu numuneye ait SEM görüntüsü (X 5500)

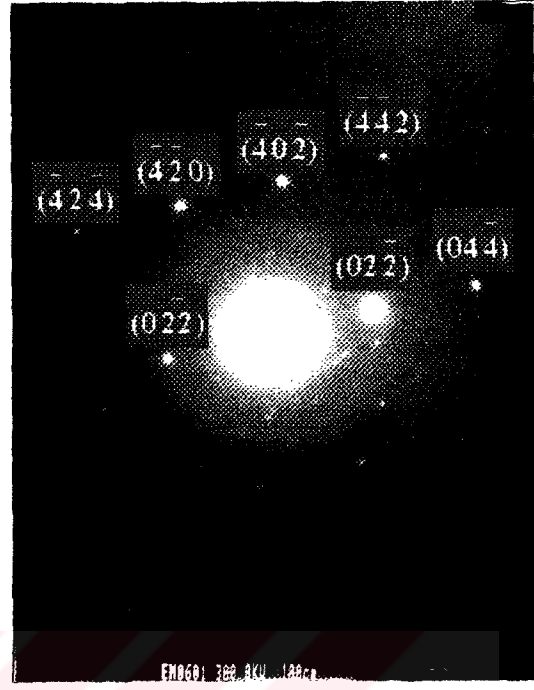
B12_{CP} kodlu deney numunesinde sinterleme etkisi deforme edilmemiş numunelerle karşılaştırıldığında oldukça iyidir. Deformasyon etkisinin yanı sıra MA sırasında tozların pekleşme derecelerinin de oldukça etkili olduğu gözlenmiştir. Resim 4.20’de görüldüğü gibi 2 saat MA işlemine tabii tutulmuş tozlarda bu sinterleşme etkisi daha yavaştır. Resim 4.21.-4.22.’da görüldüğü gibi sinterleme süresi arttıkça (32 saat) toz boyutunun etkinliği ortaya çıkmıştır. Malzemede meydana gelen reaksiyonlar sonucu oluşan Al₄C₃’e presleme basınçlarının ve deformasyon etkisi sertlik değişimlerinde ve TEM görüntülerinde daha net bir şekilde tespit edilmiştir.

4.6. TEM Analizleri

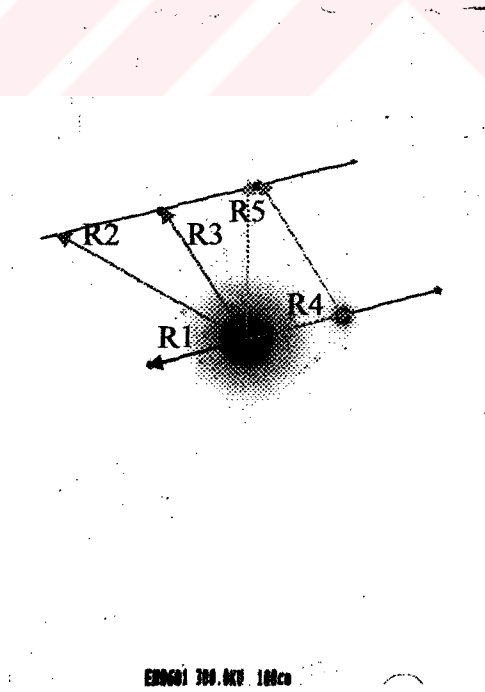
XRD analizleri sonuçlarında karbür dönüşümlerine ait en şiddetli pikler deforme edilmiş deney numunelerinde gözlenmiştir. Bu nedenle TEM çalışması yapılacak folyolar bu bloklardan hazırlanmıştır. Replika uygulaması tüm numunelere yapılmıştır. Resim 4.23.-a’da ana yapıyı teşkil eden malzemenin aydınlık alan görüntüsü verilmiştir. Bu aydınlık alan görüntüsü üzerinde beyaz bölgeden alınan kırınım deseni de Resim 4.23.-b’de görülmektedir. Bu kırınım deseninden spotların herbirinin indislenmesi için gereken negatif görüntü de Resim 4.23.-c’de verilmiştir.



Resim 4.23.-a. 2E12 kodlu numuneden hazırlanmış folyoya ait aydınlık alan görüntüsü X150000



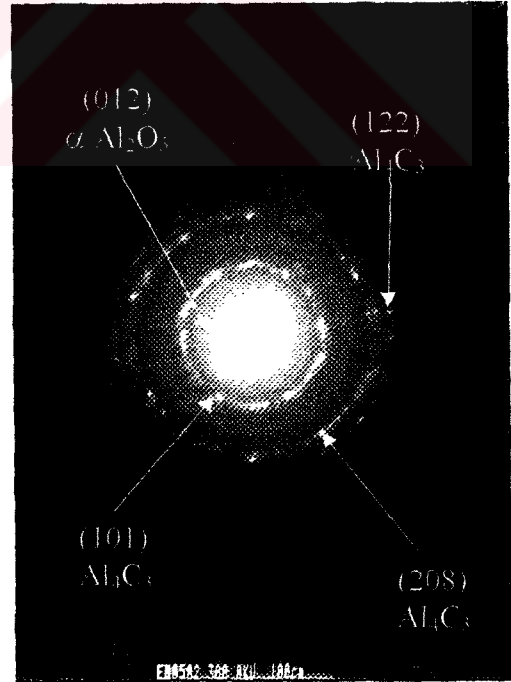
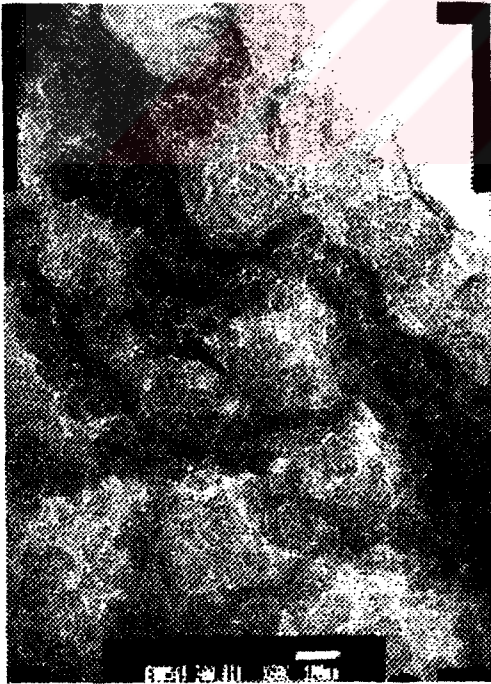
Resim 4.23.-b. 2E12 kodlu numuneden hazırlanmış folyoya ait TEM görüntüsünün kırınım deseni



Resim 4.23.-c. 2E12 kodlu numuneden hazırlanmış folyoya ait kırınım deseninin negatif görüntüsü

Resimde görüldüğü gibi yansıma yapan her bir noktanın vektör boyları hesaplanmış ve oranlaması yapılmıştır. Oranlama sonucunda her bir bölgenin düzlemine ait koordinatlar Resim 4.24.-b'de verilmiştir. Vektörel oranlama sonucu $R4/R5 = 1,58$ bulunmuştur. Yüzey merkezli yapılara ait standart kırınım desenleri ile karşılaştırıldığında $45^\circ - 2\theta$ - $26,57^\circ - 36,87^\circ - 71,57^\circ$ 'lere sahip sistem ile eşleştiği belirlenmiştir. Vektörel toplamlardan düzlemler arası mesafeler de hesaplanmış ve yansımaların Al ait olduğu tespit edilmiştir.

2E12_{CP} deney numunesinden alınan replikaya ait aydınlık alan görüntüsü Resim 4.24'de verilmiştir. Görüntüde beyaz olan alanlar alüminyumca zengin bölgelerdir. Tane şeklinde oryantasyon veren bu beyaz bölgelerin sınırlarında oluşan alanlarda Al_4C_3 ün oluştuğu gözlenmiştir. Bu bölgelerden alınan kırınım desenleri Resim 4.24.-b'de verilmiştir. Kırınım desenlerinden "d" ler hesaplanmıştır. (d: düzlemle arası mesafe) Sırasıyla hesaplanan değerler 2.86, 1.304 ve 1,083 Å'dur.



Resim 4.24.-a. 2E12_{CP} kodlu numuneden hazırlanmış replikadan alınan aydınlık alan görüntüsü X60000

Resim 4.24.-b. 2E12_{CP} kodlu numuneden hazırlanmış replikanın siyah bölgelerinden alınan kırınım desenleri



Resim 4.25.-a. 2E12_{CP} kodlu numunede Al_4C_3 ün oluştuğu bölgelerin karanlık alan görüntüsü X60000

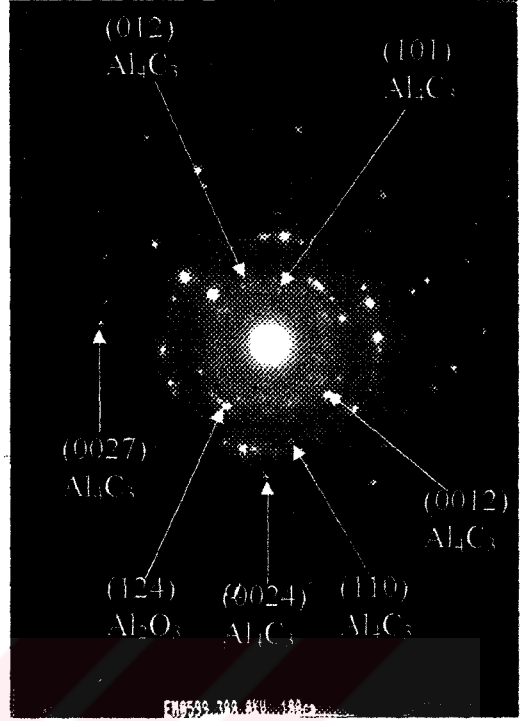


Resim 4.25.-b. 2E12_{CP} kodlu numunede Al_4C_3 ün oluştuğu bölgelerin karanlık alan görüntüsünün X 120000

Bunların yansıma düzlemlerine standart kartlardan (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards 1973*) bakıldığında Al_4C_3 'e ait (101), (208) ve (122) düzlemler olduğu tespit edilmiştir. Merkeze yakın iki spot şeklinde yansıma veren bileşiğinde (012) düzleminden yansıma yapan $\alpha-Al_2O_3$ olduğu tespit edilmiştir. Resim 4.25-a'da kırınım desenlerindeki Al_4C_3 yansımasına ait bölgenin karanlık alan görüntüsü verilmiştir. Karanlık alan görüntüsün de beyaz hatlar şeklinde oluşan karbürler tespit edilmiştir. Beyaz bölgelerin çizgisel görünümü yoğun olarak kümeleşen karbürlerden kaynaklanmaktadır. Aynı bölgeler büyütme oranı artırıldığında Resim 4.25-b'deki gibi görüntü vermektedir. Bölgesel yoğunlaşmanın oluşumu şekilde açıkça görüldüğü gibi birçok parçacıktan meydana gelmektedir. Genellikle küçük Al_4C_3 parçacıkları bu şekilde tane sınırlarında bir çita şeklinde görüntü vermektedir.



Resim 4.26.- a. 2E12 kodlu numuneden hazırlanmış folyoya ait aydınlık alan görüntüsü x 100000



Resim 4.26.-b. 2E12 kodlu numunedeki Al_4C_3 'ün oluştuğu bölgelerin kırınım desenleri

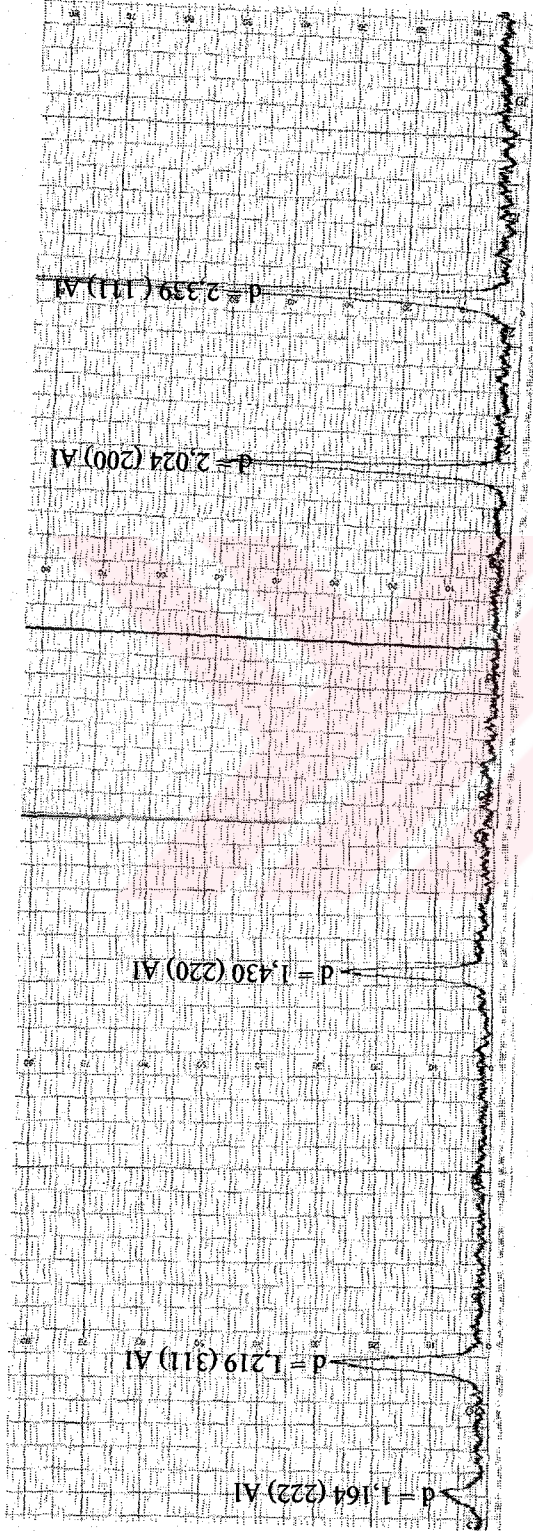
2E12 kodlu deney numunesinden hazırlanmış folyoya ait TEM görüntüleri Resim 4.26. a-b'de verilmiştir. Resimdeki aydınlık alan görüntüsü, replika numunelerinden alınan görüntüler ile hemen hemen aynıdır. Ancak kırınım desenlerine bakıldığında (Resim 4.26.-b) replika numunesine göre yansımaların daha çok ve kuvvetli olduğu gözlenebilir. Bunun nedeni, blok numune yüzeyine kaplanmış karbonun, yüzeyden ayrılırken koparmış olduğu parçacıkların az olmasına bağlanabilir. Ayrıca folyoda elektronların geçtiği alanda çarptığı malzeme miktarı da sayı olarak replikadan çok daha fazladır. Görüntülerin benzer, kırınımların farklı şiddette olması buna bağlıdır. Resim 4.26-b'deki kırınımlar hesaplandığında "d"ler sırasıyla 2.86, 2.8, 2.07, 1.66, 1.038 ve 0.927 Å'dur. Bu değerlerin standart düzlemlerinin (101), (012), (0012), (110), (0024) ve (0027) olduğu tespit edilmiştir.

4.7. Sinterleme Sonrası XRD Analizleri

MA sonrası XRD analizleri sonuçlarında Al ile C arasında reaksiyona bağlı bir dönüşüm tespit edilmemiştir. Sinterleme sonrası yapılan XRD analizleri için seçilen deney numuneleri farklı MA ve sinterleme sürelerindedir. İlk yapılan XRD sonuçlarında ilerleme hızının yüksekliğine ve uygulanan akımın düşüklüğüne bağlı olarak pik şiddetleri düşük çıkmıştır. Şekil 4.8’de A12 numunesine ait XRD sonuçları verilmiştir. Grafik üzerinde tespit edilen “d” değerleri 2.339, 2.024, 1.43, 1.219 ve 1.164 Å olup, alüminyumun karakteristik piklerdir. Bu piklerin dışında değerlendirilebilecek başka bir pike rastlanmamıştır. Bu nedenle A12 numunesinin sinterleme süresinin yetersiz olabileceği düşünülmüştür. Buna bağlı olarak Şekil 4.9’da analiz sonuçları verilen 2 saat MA sonrası 1200 MPa’da preslenmiş ve 550°C’de 64 saat sinterlenmiş deney numunesine XRD analizi yapılmıştır. Ancak görüldüğü gibi bu deney numunesinde de temel alüminyum pikinin dışında başka bir pike rastlanmamıştır. Bunun üzerine akım değeri artırılmış ve ilerleme hızı düşürülmüştür. Bu şekilde yapılan analiz sonuçlarında alüminyum piklerinin şiddeti artarken yeni pikler de tespit edilmiştir. Alüminyuma ait temel piklerin dışında Şekil 4.10’da görüldüğü gibi A12 deney numunesinde Al_4C_3 pikleri tespit edilmiştir. Şekil 4.11’de D12 deney numunesine ait XRD sonucu görülmektedir. Bu analiz sonucu sinterleme süresinin artmasıyla birlikte piklerin şiddetinin de çok az miktarda değiştiği gözlenmiştir. Aynı zamanda sinterleme süresinin artışı, oluşan Al_4C_3 parçacıklarını artırarak yeni piklerin ortaya çıkmasını da sağlamıştır. Bu yeni pikler tablolarda verilmiştir. Ancak tespit edilen piklerin bazılarının Al_4C_3 yada Al_2O_3 olduğu konusu net değildir. Çakışan piklerin olabilme ihtimali vardır. Aynı sinterleme süresi ve basınçta 2 saat MA işlemine tabi tutulmuş tozlardan elde edilen blok parçaya ait XRD sonucu da Şekil 4.12’de verilmiştir. Grafik de ve tabloda görüldüğü gibi Al ve Al_4C_3 ait aynı pikler tespit edilmiştir. Bununla birlikte çok az da olsa pik şiddetlerinde MA sürenin artışıyla birlikte bir artış gözlenmiştir. Pik şiddetlerindeki bu artışın hem MA hem de sinterleme süresine bağlı olarak değiştiği söylenebilir. Bunu 2E12 kodlu deney numunesinin XRD sonuçları da desteklemektedir (Şekil 4.13). Bunun yanı sıra yeni piklerin oluşumunda, MA

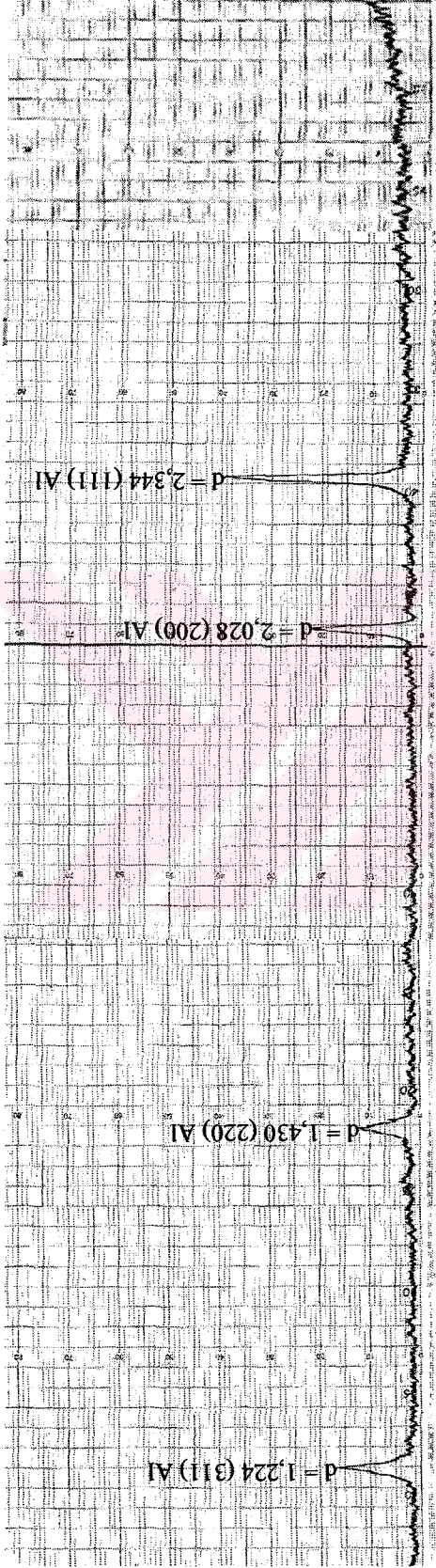
süresiyle birlikte sinterleme süresinin de etkin olduğunu tespit edilmiştir. Bunu Şekil 4.13'de Al_4C_3 'ün (205) düzleminde verdiği yeni pikle açıklayabiliriz.

Al_4C_3 oluşumunda sinterleme ve MA süresinin etkinliğinin yanı sıra deformasyon etkisi de incelenmiştir. Şekil 4.14'de 2A12ÇP kodlu deney numunesine ait XRD sonuçları verilmiştir. Sinterlemenin ilk saatlerinde deforme edilmemiş deney numunelerindeki piklerle benzer analiz sonuçları elde edilmiştir. Ancak, Şekil 4.15'de görüldüğü gibi sinterleme süresinin artmasıyla birlikte piklerin şiddeti de artmıştır. Bu artış 2 saat MA uygulanmış deney numunelerinde daha belirgindir (Şekil 4.16). Bu pik şiddetlerinin artışında 2 saat mekanik alaşımlamanın ve deformasyonun Al_4C_3 oluşumunda ve miktarındaki artışı hızlandırdığını söylenebilir. Bununla birlikte Şekil 4.17. ve 4.18. karşılaştırıldığında MA süresinin, deforme olmamış numunelerle kıyaslandığında Al_4C_3 oluşumunda daha etkin parametre haline geldiği söylenebilir. Aynı sinterleme sürelerine ve aynı işlemlere tabi tutulmuş numunelerde bir ve iki saat MA sonrası artan MA süresine bağlı olarak piklerin şiddetlerinin de arttığı tespit edilmiştir.



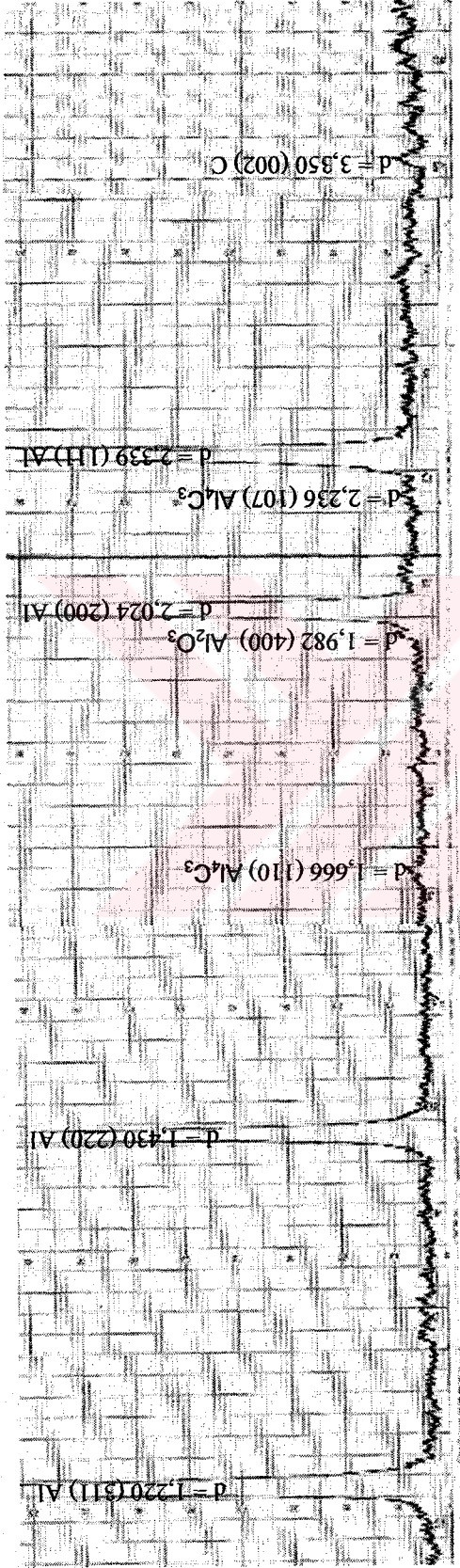
2θ	$n\lambda = 2d \sin\theta$	d	Malzeme
45,00	0,392625	2,339	Al
52,50	0,4580625	2,024	Al
77,50	0,6761875	1,430	Al
94,50	0,8245125	1,219	Al
100,50	0,8768625	1,164	Al

Şekil 4.8. A.12 deney numunesine ait XRD deney sonuçları ve temel piklere ait "d" hesapları



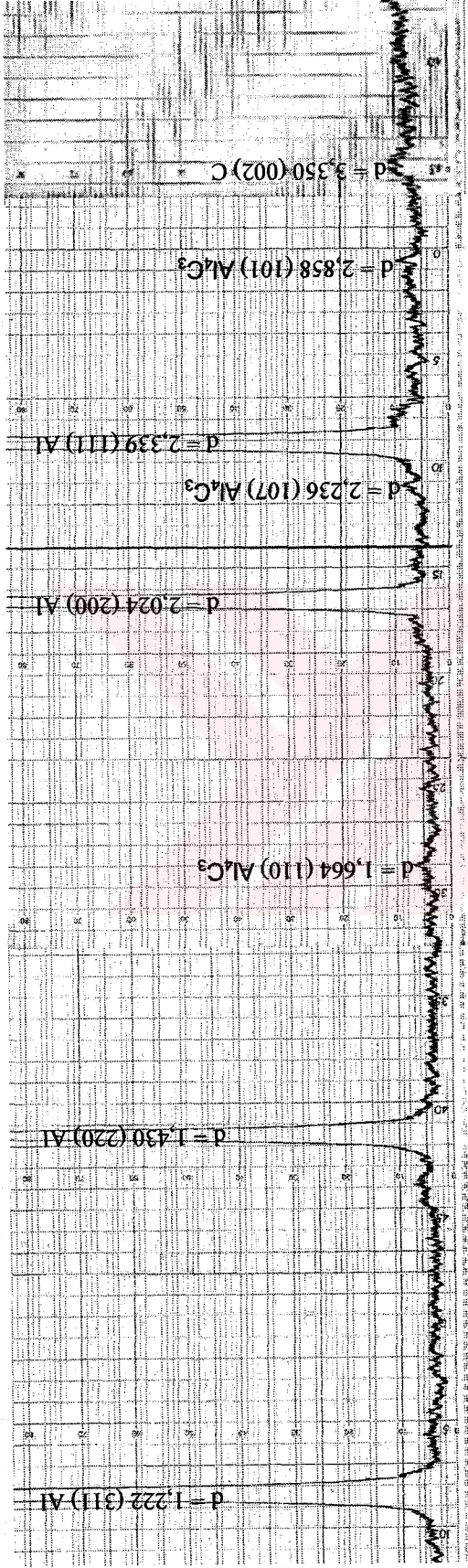
2θ	$n\lambda = 2d \sin\theta$	d	Malzeme
44,90	0,3917525	2,344	Al
52,40	0,45719	2,028	Al
77,50	0,6761875	1,430	Al
94,00	0,82015	1,224	Al

Şekil 4.9. 2 saat MA sonrası 1200 MPa preslemenin ardından 550°C 'de 64 saat sinterlenmiş numuneye ait XRD analiz sonuçları ve temel piklere ait "d" hesapları



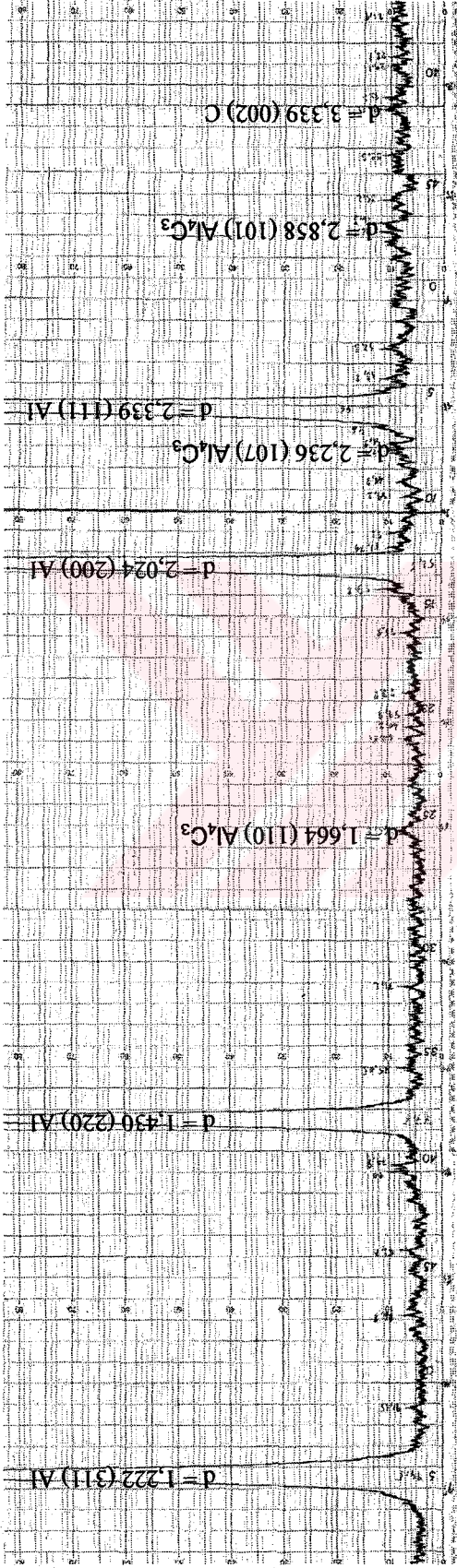
2θ	$n\lambda = 2d \sin\theta$	d	Malzeme
31,00	0,270475	3,350	C
45,00	0,392625	2,339	Al
47,20	0,41182	2,236	Al_4C_3
52,50	0,4580625	2,024	Al
53,70	0,4685325	1,982	Al_2O_3
65,00	0,567125	1,666	Al_4C_3
77,50	0,6761875	1,430	Al
94,40	0,82364	1,220	Al

Şekil 4.10. A12 deney numunesine ait XRD deney sonuçları ve temel piklere ait “d” hesapları



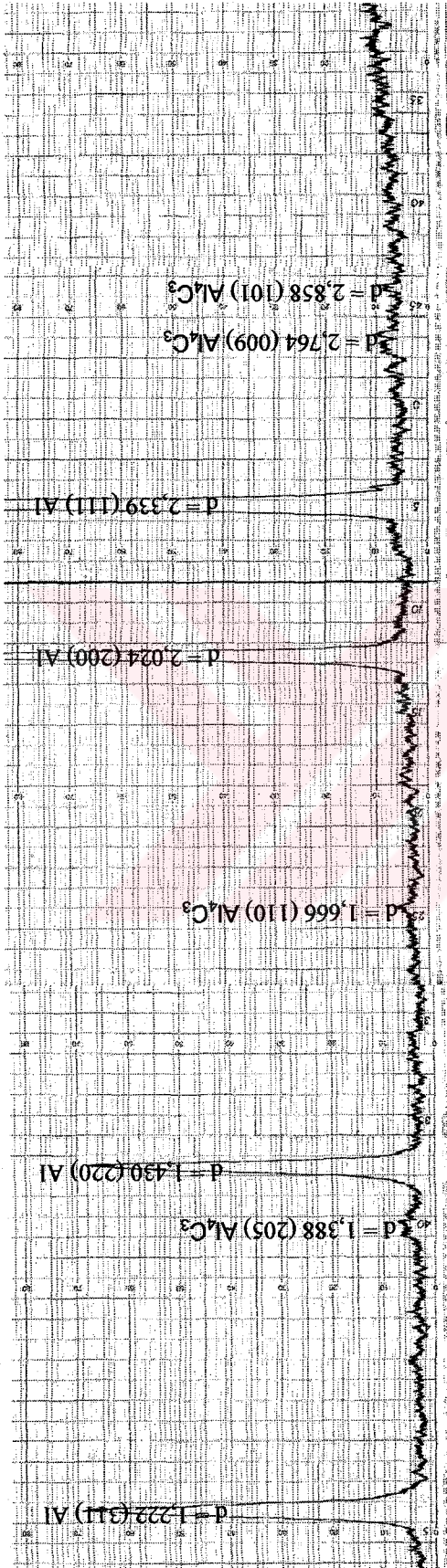
2θ	$n\lambda = 2d \sin\theta$	d	Malzeme
31,00	0,270475	3,350	C
36,50	0,3184625	2,858	Al_4C_3
45,00	0,392625	2,339	Al
47,20	0,41182	2,236	Al_4C_3
52,50	0,4580625	2,024	Al
65,10	0,5679975	1,664	Al_4C_3
77,50	0,6761875	1,430	Al
94,20	0,821895	1,222	Al

Şekil 4.11. D12 deney numunesine ait XRD deney sonuçları ve temel piklere ait "d" hesapları



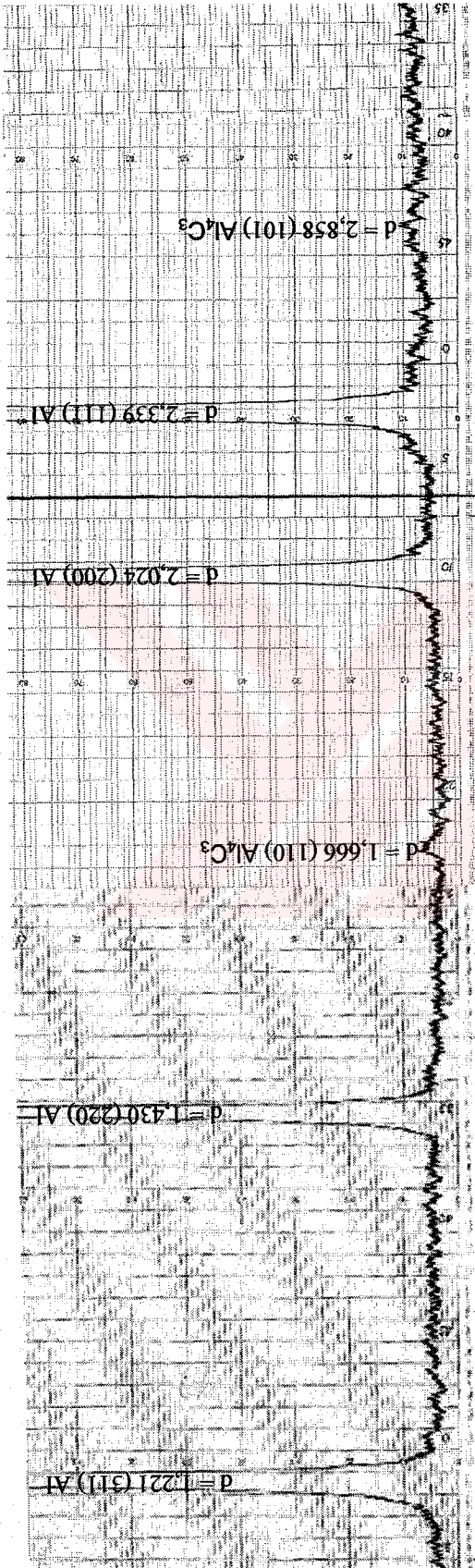
2θ	nλ = 2d Sinθ		d	Malzeme
	nλ	2d Sinθ		
31,10	0,2713475	0,268029875	3,339	C
36,50	0,3184625	0,31310674	2,858	Al ₄ C ₃
45,00	0,392625	0,382614989	2,339	Al
47,20	0,41182	0,400277827	2,236	Al ₄ C ₃
52,50	0,4580625	0,442211173	2,024	Al
65,10	0,5679975	0,537945061	1,664	Al ₄ C ₃
77,50	0,6761875	0,625823965	1,430	Al
94,20	0,821895	0,732437325	1,222	Al

Şekil 4.12. 2D12 deney numunesine ait XRD deney sonuçları ve temel piklere ait “d” hesapları



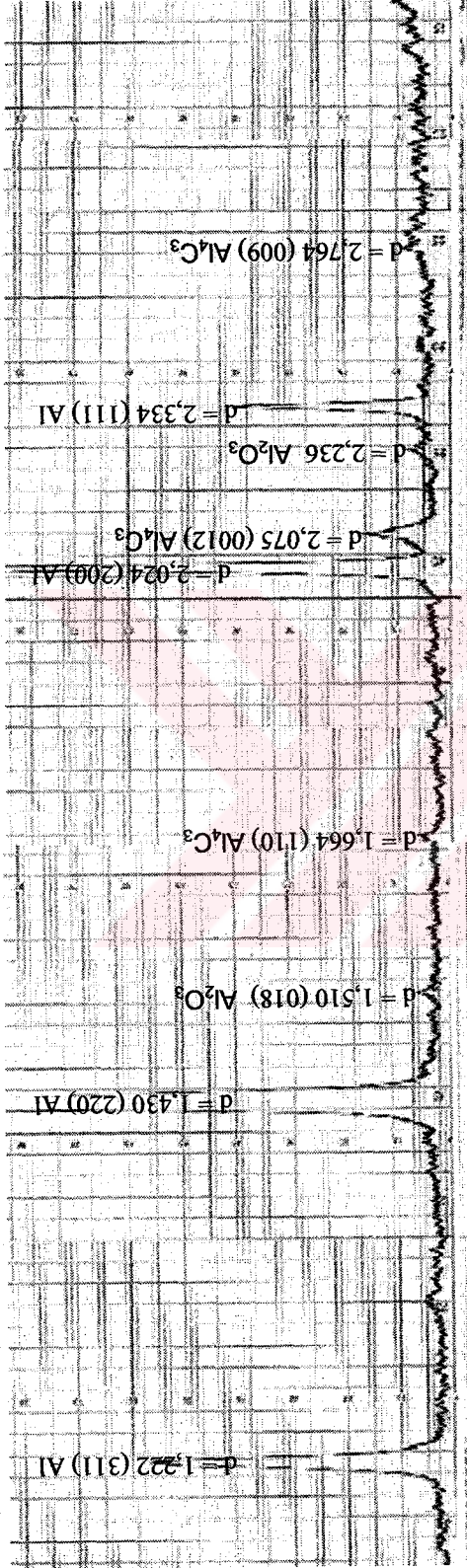
2θ	$n\lambda = 2d \sin\theta$	d	Malzeme
36,50	0,3184625	2,858	Al_4C_3
37,80	0,329805	2,764	Al_4C_3
45,00	0,392625	2,339	Al
52,50	0,4580625	2,024	Al
65,10	0,5679975	1,664	Al_4C_3
77,50	0,6761875	1,430	Al
80,30	0,7006175	1,388	Al_4C_3
94,20	0,821895	1,222	Al

Şekil 4.13. 2E12 deney numunesine ait XRD deney sonuçları ve temel piklere ait "d" hesapları



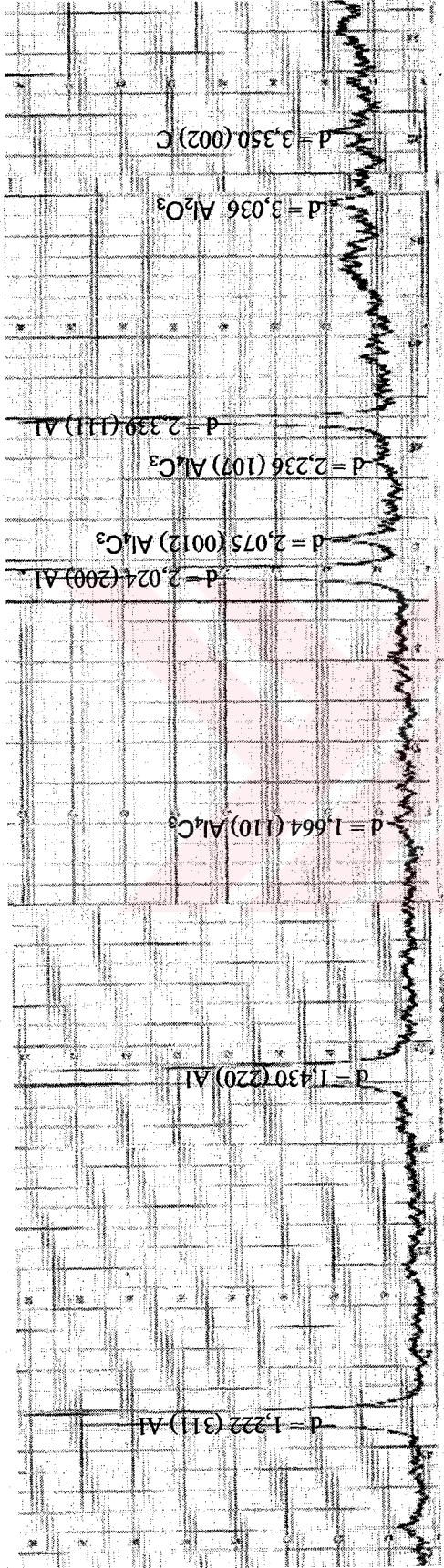
2θ	$n\lambda = 2d \sin\theta$	d	Malzeme
36,50	0,3184625	2,858	Al_4C_3
45,00	0,392625	2,339	Al
52,50	0,4580625	2,024	Al
65,00	0,567125	1,666	Al_4C_3
77,50	0,6761875	1,430	Al
94,30	0,8227675	1,221	Al

Şekil 4.14. $2Al_{12}Cp$ deney numunesine ait XRD deney sonuçları ve temel piklere ait “d” hesapları



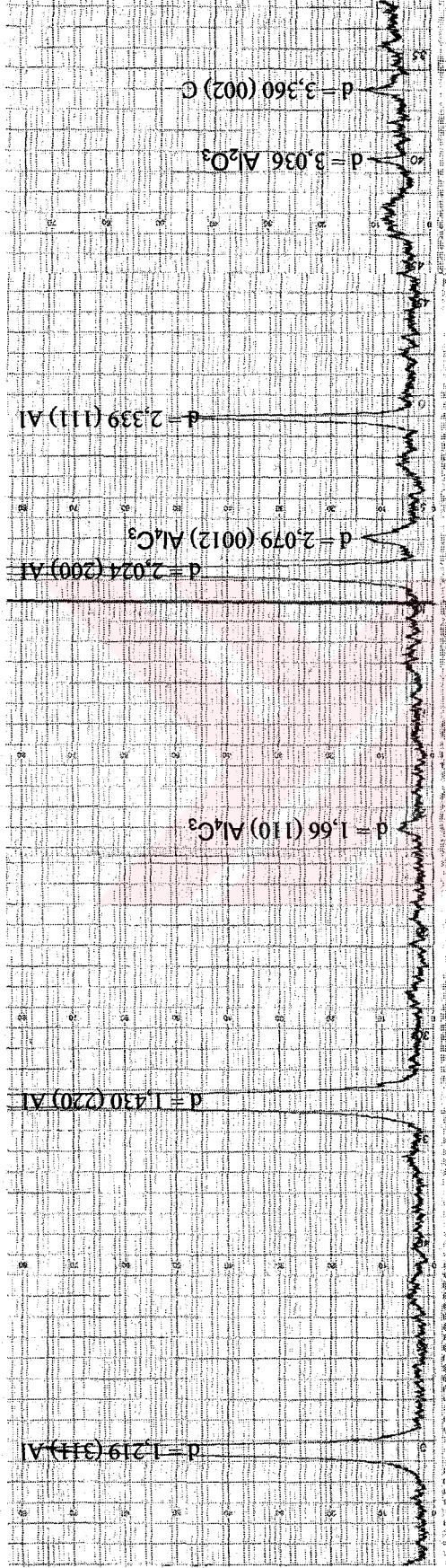
2θ	$n\lambda = 2d \sin\theta$	d	Malzeme
37,80	0,329805	2,764	Al ₄ C ₃
45,10	0,3934975	2,334	Al
47,20	0,41182	2,236	Al ₂ O ₃
51,10	0,4458475	2,075	Al ₄ C ₃
52,50	0,4580625	2,024	Al
65,10	0,5679975	1,664	Al ₄ C ₃
72,70	0,6343075	1,510	Al ₂ O ₃
77,50	0,6761875	1,430	Al
94,20	0,821895	1,222	Al

Şekil 4.15. B12çp deney numunesine ait XRD deney sonuçları ve temel piklere ait “d” hesapları



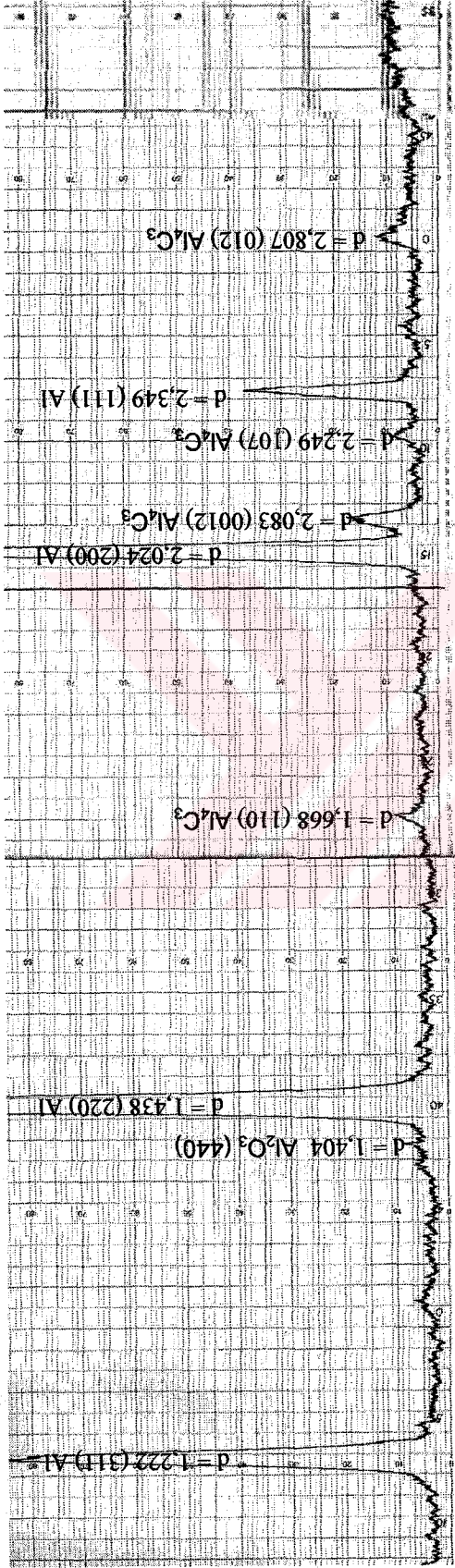
2θ	$n\lambda = 2d \sin\theta$	d	Malzeme
31,00	0,270475	3,350	C
34,30	0,2992675	3,036	Al ₂ O ₃
45,00	0,392625	2,339	Al
47,20	0,41182	2,236	Al ₄ C ₃
51,10	0,4458475	2,075	Al ₄ C ₃
52,50	0,4580625	2,024	Al
65,10	0,5679975	1,664	Al ₄ C ₃
77,50	0,6761875	1,430	Al
94,20	0,821895	1,222	Al

Şekil 4.16. 2B12_{CP} deney numunesine ait XRD deney sonuçları ve temel piklere ait “d” hesapları



2θ	$n\lambda = 2d \sin\theta$	d	Malzeme
30,90	0,2696025	3,360	Karbon (C)
34,30	0,2992675	3,036	Al ₂ O ₃
45,00	0,392625	2,339	Al
51,00	0,444975	2,079	Al ₄ C ₃
52,50	0,4580625	2,024	Al
65,00	0,567125	1,666	Al ₄ C ₃
77,50	0,6761875	1,430	Al
94,50	0,8245125	1,219	Al

Şekil 4.17. E12_{CP} deney numunesine ait XRD deney sonuçları ve temel piklere ait “d” hesapları

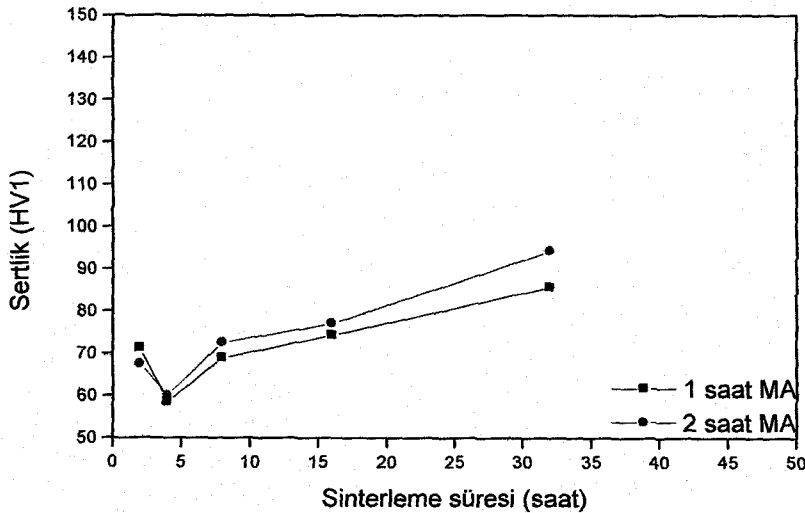


2θ	$n\lambda = 2d \sin\theta$	d	Malzeme
37,20	0,32457	2,807	Al_4C_3
44,80	0,39088	2,349	Al
46,90	0,4092025	2,249	Al_4C_3
50,90	0,4441025	2,083	Al_4C_3
52,50	0,4580625	2,024	Al
64,90	0,5662525	1,668	Al_4C_3
77,00	0,671825	1,438	Al
79,20	0,69102	1,404	Al_2O_3
94,20	0,821895	1,222	Al

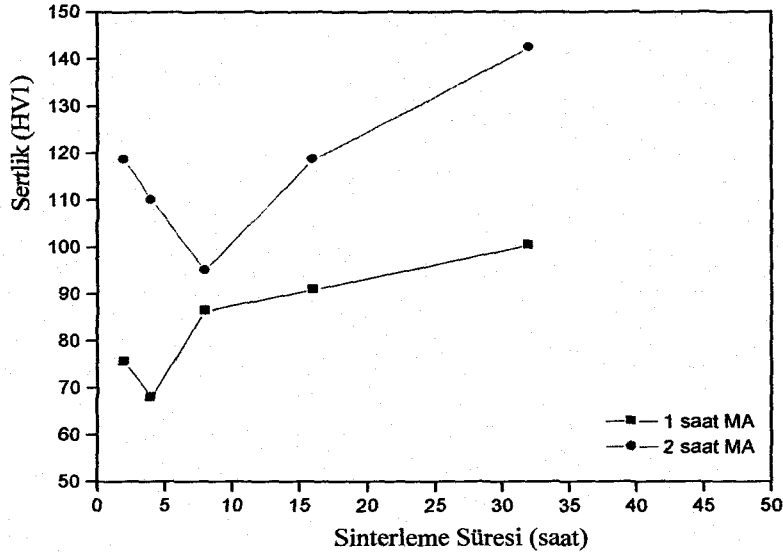
Şekil 4.18. 2E12_{CP} deney numunesine ait XRD deney sonuçları ve temel piklere ait “d” hesapları

4.8. Sertlik Sonuçları

Sertlik sonuçlarının tümü ele alındığında, MA süresinin, presleme basıncının, sinterleme süresinin ve oluşan Al_4C_3 parçacıklarının sertlik değişimlerinde temel rol oynadığını söylenebilir. Şekil 4.19'da 1 ve 2 saat mekanik alaşımlanmış 600 MPa'da soğuk preslenmiş ve $550^{\circ}C$ 'de 2-32 saat aralığında sinterlenmiş deney numunelerine ait sertlik sonuçları görülmektedir. Deney numunelerinin sertlik değerleri sinterlemenin ilk 4 saatinde şekilde görüldüğü gibi bir düşüş sergilenmiştir. Başlangıçta tozların MA sırasında pekleşmesine ve soğuk presleme sırasında oluşan deformasyon etkisine bağlayabiliriz. Bu aşmada toparlanma ve bazı bölgelerde yeni tanelerin oluşumu sertliği düşürür. Tozların bu deformasyonlardan kaynaklanan sertlik etkisini yitirmesi ve sinterleme sırasında reaksiyon sonucu Al_4C_3 'lerin oluşmasıyla birlikte bir artış gözlenmektedir. Tüm deney sonuçlarında olduğu gibi burada da sertliğin artışında MA süresinin artmasıyla birlikte alüminyum ile karbonun toplam temas yüzeyi artmış ve buna bağlı olarak da sinterleme sırasında Al_4C_3 oluşumu hızlanmıştır. Bunun yanı sıra MA süresinin artması ve tozların pekleşme miktarındaki artış karbür oluşumunu olumlu yönde etkilemiştir. Sinterleme süresinin artmasıyla 1 ve 2 saat MA uygulanmış deney numunelerinin sertlik artış aralığı da giderek genişlemiştir. Şekilde görüldüğü gibi 16 saat sinterleme süresinin üzerinde 2 saat MA uygulanmış tozların sertlik artış eğimi dikleşmiştir.



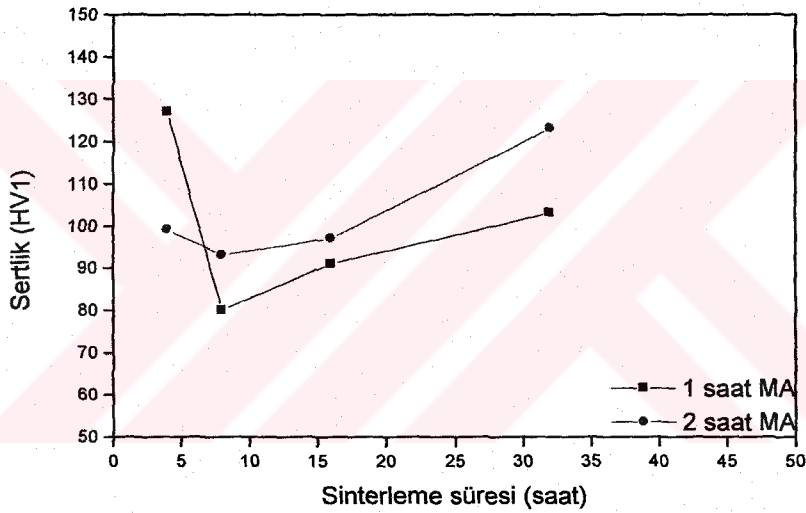
Şekil 4.19. 1-2 saat MA uygulanmış 600 MPa preslenmiş $550^{\circ}C$ farklı sürelerde sinterlenmiş deney numunelerinin sertlik değişimi



Şekil 4.20. 1-2 saat MA uygulanmış 1200 MPa preslenmiş 550⁰C farklı sürelerde sinterlenmiş deney numunelerinin sertlik değişimi

Şekil 4.20’de 1 ve 2 saat mekanik alaşımlanmış 1200 MPa soğuk preslenmiş ve 550⁰C’de 2-32 aralığında sinterlenmiş deney numunelerinin sertlik değişimleri verilmiştir. Şekilde görüldüğü gibi 600 MPa basınçta soğuk preslenmiş tozlara benzer bir sertlik değişimi gözlenmektedir. Başlangıçta sertlikte bir miktar düşüş, ardından sinterlemeye bağlı olarak gözeneklerin kapanması ve Al₄C₃ parçacıklarının oluşumuna bağlı bir artış gözlenmiştir. Ancak burada 2 saat MA işlemine tabii tutulmuş tozlardan elde edilmiş blokların hem başlangıç sertlikleri hem de sinterleme süresine bağlı sertlik artışı daha hızlıdır. Bunun nedeni presleme basıncının artmasıyla birlikte 2 saat MA yapılmış tozların daha incelenmesi ve temas yüzey alanının artmasıdır. Bu etki azda olsa 1 saat MA uygulanmış tozlarda da gözlenmektedir. Yine 2 saat MA uygulanmış tozlarda oluşan Al₄C₃ parçacıklarına bağlı olarak 16 saat sinterlemenin üzerinde sertlik artışı daha belirgindir. 1 ve 2 saat MA işleminden sonra 1200 MPa basınçta soğuk preslenmiş ve bir saat 650⁰C’de sinterlemenin ardından %50 deforme edilen toz blokların sinterleme süresine bağlı olarak sertlik değişimi Şekil 4.21’de verilmiştir. Soğuk preslemenin ardından sinterlenen deney numunelerine göre bu seride başlangıç sinterleme sürelerinde farklı sertlik değişim değerleri alınmıştır. Bu, özellikle 1 saat MA tozlarından üretilen deney numunelerinden tespit edilmiştir. Başlangıç sertliği oldukça yüksek olan deney

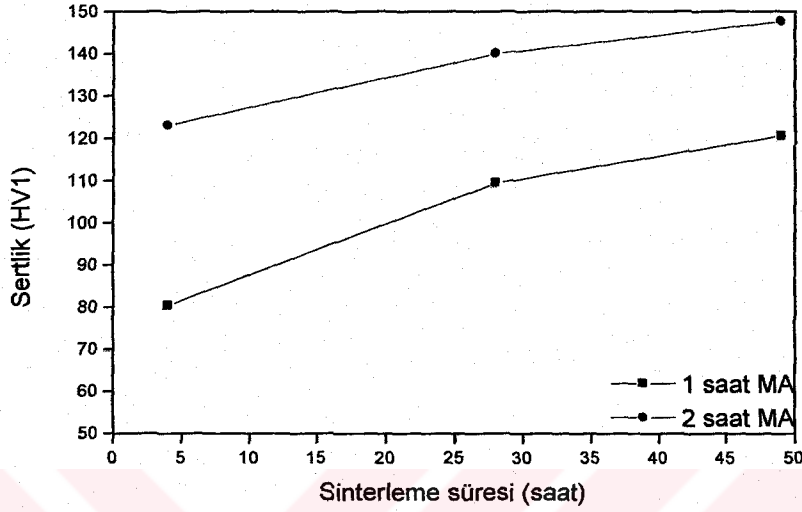
numuneleri 8 saate kadar bir düşüş sergilemiştir. Bunun nedeni muhtemelen 1 saat MA işlemine tabii tutulmuş toz blokların 650°C 'de sinterlenmeleri sırasında 2 saat mekanik alaşımlanmış toz bloklara göre daha fazla yumuşaması ve buna bağlı olarak da presleme sırasında deformasyon etkisinin bu tozlarda daha fazla olduğundan kaynaklanabilir. 2 saat MA sonrası, 8 saat sinterlemeye kadar toz blokların sertliklerinde bir düşüş gözlenmektedir. Ancak, bu düşüş oldukça azdır. Bunun ardından her iki deney numunesinde de sinterleme süresinin 16. saatine kadar sertlikte hemen hemen aynı artış gözlenmiştir. Sinterlemenin 16. saatinden sonra, Al_4C_3 oluşum eğiliminin 2 saat MA işlemi uygulanmış numunelerde artışa neden olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 4.21. 1-2 saat MA uygulanmış 1200 MPa preslenmiş 650°C 1 saat sinterlemenin ardından %50 deforme edilip 550°C 'de farklı sürelerde sinterlenmiş deney numunelerinin sertlik değişimi

1 ve 2 saat mekanik alaşımlanmış tozlar 1200 MPa soğuk preslemenin ardından sinterleme olmaksızın ham halde %50 oranında deforme edilmiştir. Daha sonra bu deney numuneleri 550°C 'de 2-49 saat aralığında sinterlenmiştir. Bu deney numunelerine ait sertlik değişimleri Şekil 4.22'de verilmiştir. Tozlarda deformasyona bağlı sinterleme öncesi yapının tam bir birleşme göstermediği tespit edilmiştir. Sinterleme sırasında bu etkiye bağlı olarak potansiyel boşluklarda oksit oluşum eğilimi artmıştır. Şekilde görüldüğü gibi sinterlemeye bağlı olarak oluşan Al_2O_3 parçacıkları sertlikte oldukça büyük bir artışa neden olmuştur. Başlangıçta bu artış

hızlı iken sinterleme süresi ilerledikçe daha yavaş bir seyir sergilemiştir. Bunun nedeni başlangıçta reaksiyona girebilecek toplam potansiyel alanın çokluğu olarak gösterilebilir.



Şekil 4.22. 1-2 saat MA uygulanmış 1200 MPa preslenmiş %50 deforme edilip 550 °C'de farklı sürelerde sinterlenmiş deney numunelerinin sertlik değişimi

4.9. Direnç Sonuçları

Genellikle metallerin oluşan çökelek ve ikinci fazlara bağlı olarak dirençleri artar. Oda sıcaklığında yapılan direnç ölçümleri Çizelge 4.2'de verilmiştir. Numune kodları malzemeye uygulanmış işlemleri göstermektedir. Çizelgede 1,2,3,4 ve 5 A akımda yapılan ölçüm değerlerinin ortalaması verilmiştir. Genel olarak metal malzemelerin göstermiş olduğu direnç değerleri, blok deney numunelerinde de tespit edilmiştir. Ancak nanovolt cinsinden değişiklikler vardır. Bu da dirence yansımıştır. Bu yansıma çok küçük mertebelere sahiptir. Malzemenin direncini etkileyen parametreler başlıca; saflık derecesi, yabancı parçacıklar ve boşlukların yoğunluğudur. Burada ölçülen değerlerin ve aralarındaki farkların küçük olması, kaynağının tespitini güçleştirmektedir. Ancak Al_4C_3 oluşumunun %50 deforme edilmiş deney numunelerinde arttığı gözlenmiştir. Dirençteki bu çok küçük olan değişimler, Al_4C_3 parçacıklarının oluşumuna bağlanabilir.

Çizelge 4.2. Farklı deney numunelerinin direnç ölçüm sonuçları

Numune kodu	I (1 mA)	I (5 mA)	V _{ort} (nV)	R (Ω)
A12	198	952,5	190	90×10^{-6}
2A12	112	175,5	51	51×10^{-6}
E12	109	317	60	60×10^{-6}
2D12	198	952	180	180×10^{-6}
B12 _{CP}	468	2611	502	502×10^{-6}
2B12 _{CP}	98	234,5	231	231×10^{-6}
2E12 _{CP}	151,5	1510	63	263×10^{-6}

5. TARTIŞMA VE SONUÇLAR

Gerçekleştirilen deneysel çalışmalarda, Al_4C_3 parçacıklarının oluşmasında etkin parametreleri şu alt başlıklar altında sıralanabilir;

- MA parametreleri
- Presleme basıncı (deformasyon miktarı)
- Sinterleme Süresi

MA işleminde kullanılan değirmenin yatay konumda olması diğer benzer çalışmalara göre farklı bir durumdur. Deneysel çalışma kısmında MA parametrelerinin etkinliği ele alınmıştır. Genellikle, yatay olarak gerçekleştirilen MA işlemi, dikey sistemlerle karşılaştırıldığında optimum hızda daha verimlidir (101,102). Dikey atritörlere göre bu sistemde taban ve yüzey arasında kalan tozların öğütülme hızı ve çarpışma süreçleri daha homojendir. Bu etkilerin tümü verimliliği olumlu yönde etkilemektedir. Ancak, optimum öğütme hızının üzerine çıkılması, merkez kaçtan dolayı öğütme işlemi olumsuz yönde etkilemiştir. Dikey atritörde özellikle öğütme kabı içerisinde toz bilya çarpışmaları sırasında meydana gelen aşınmalar olmamıştır. Dikey atritörlerde kazan tabanı ve buna yakın kollarda bu aşınma sıkça karşılaşılan bir problemdir.

MA ve sonrası işlem parametreleri hem kendi iç dinamikleri hem de birbirleri ile olan ilişkileri oldukça önemlidir. Deneysel çalışmalarda kullanılan karbon miktarı ağırlıkça %2 oranında ilave edilmiştir ve tek tip karbon kullanılmıştır. Yapılan benzer çalışmalarda (20-23) hem karbon miktarının hem de karbon tipinin Al_4C_3 oluşumunda etkin olduğu açıkça tespit edilmiştir. Ancak, bu etki diğer parametrelerin etkisiyle karşılaştırıldığında oldukça önemsizdir. İlave edilen karbon miktarı arttıkça karbür oluşum eğilimi de artmakta ancak, serbest karbonun olumsuz etkileri de buna paralel olarak bir artış göstermektedir.

MA işleminde kullanılan atmosfer, artılmış argon gazıdır. Benzer çalışmalarda alüminyumun oksijenle reaksiyonu sonucu Al_2O_3 'in oluştuğu tespit edilmiştir. Aynı zamanda reaksiyona bağlı toplam toz miktarının da arttığı gözlemlenmiştir (20-23). Bu

çalışmada benzer etkiler toz boyut analiziyle tespit edilmiştir (Şekil 11). Özellikle artılmamış argon atmosferinde yapılan alaşımlama işlemlerinde hem toz boyutları heterojen bir hal almış hem de MA süresini olumsuz yönde etkilemiştir.

MA süresi tüm benzer çalışmalarda belirtildiği gibi en önemli parametredir (103,104). Çünkü, MA süresine bağlı olarak toz boyutu küçülme, homojenleşme ve pekleşmektedir. Bu yapısal değişiklikler hem presleme hem de sinterleme aşamasında etkindirler. Öte yandan, MA işlemi sırasında oluşan tozun şekli de önemlidir. (105) Toz boyutu, tozlar arası sürtünmeyi, presleme yoğunluğunu ve gözenek boyutunu doğrudan etkiler. Küçük boyutlu tozları preslemek daha güçtür. Çünkü büyük boyutlu tozlarda deformasyon pekleşmesi daha yavaştır (dislokasyon kayma mesafesi daha fazla olduğu için). Bu yüzden presleme yoğunluğu büyük boyutlu tozlarda daha etkindir (106). Bu olay 1 saat MA uygulanmış tozlarda açıkça gözlenmiştir. Ancak, sinterleme işleminde, toz boyutunun küçülmesi farklı etkiler yaratmıştır.

Toz boyutunun düşmesi yüzey alanının artmasına neden olur. Bu da presleme sırasında olumsuz etki yaratır (105). Tozların hemen hepsinin aynı boyutta olması da preslemeyi olumsuz yönde etkiler. Bu yüzden toz boyutlarının bir dağılım aralığı sergilemesi presleme işleminin verimliliğini artırır. Aynı ebattaki tozlar üçlü temas noktası sergilerken, karmaşık boyuttaki tozlarda bu temas noktaları artar (105). Toz şeklinin karmaşık olması da genellikle preslemeyi olumsuz yönde etkiler. Karmaşık şekilli tozların presleme sırasında temas yüzeyleri fazla olduğu için tozlar arası sürtünme artar. Hem preslemeyi kolaylaştırmak hem de bu sürtünmeyi azaltmak için çeşitli yağlayıcılar kullanılır (105). 1 ve 2 saat MA işlemine tabii tutulmuş tozlar şekil ve boyut olarak homojen oldukları için presleme işleminde olumlu sonuçlar vermişlerdir. Çok az da olsa, tozlar arasında kalan serbest karbon nedeniyle preslenmeleri daha kolay olmuştur.

Preslemeyi olumsuz yönde etkileyen diğer bir olayda tozların topaklaşmasıdır. Tozlar, boyutları küçüldükçe yapışmaya bağlı olarak aglomere olurlar. Tozlar arası çekim kuvveti yüzey alanı arttıkça daha fazla olur (108). Bu etkiyi, genelde ilave

edilen karbonun yağlayıcı özelliği azaltmıştır. Karbon hem yassılaştırma sırasında toz taneleri arasına girmiş hem de aglomere olma eğiliminde olan tozlarda engelleyici etki yapmıştır.

Artan MA süresi ile tozlardaki pekleşme de artmıştır. Bu artış toz boyutlarının küçülmesinde olumlu etki yaratırken presleme işlemini güçleştirir (109). MA sırasında deformasyona bağlı dislokasyon hareketlerinin artması ve artan pekleşmeyle alternatif düzlemlerin azalması tozların sıkıştırılabilirliklerini sınırlandırır (105). Bu etki 1 saat MA uygulanmış tozlarda presleme sırasında tozların aldıkları şekilden açıkça anlaşılmaktadır (Şekil 16-17). Presleme basıncının artmasıyla tozların sıkışma oranı da artmıştır. Diğer taraftan 2 saat MA uygulanmış tozlarda şekillerinden anlaşılacağı gibi presleme etkisi daha azdır. Mekanik alaşımlamaya bağlı olarak tozların daha fazla pekleşmesi preslemede etkindir. 1 saat mekanik alaşımlanmış tozlar incelendiğinde 600 MPa basınç altında gözenek miktarı daha fazladır. Basıncın 1200 MPa çıkması ile hem gözenek miktarı azalmış hem de deformasyon miktarı artmıştır. 2 saat MA uygulanmış tozlarda ortalama boyutun küçülmesi benzer etkinin biraz daha belirgin olmasına neden olmuştur. Diğer taraftan Al_4C_3 oluşumunda ve sinterleme sonrası 2 saat MA uygulanmış tozlar genelde daha iyi sonuçlar vermişlerdir.

Presleme sırasında mekanik alaşımlanmış tozlar arasında oluşan bağlar ham dayanımı sağlar. Katı arayüzeyler, tozlar arasındaki temas noktalarında, deformasyon sonucu meydana gelir. Başlangıçta, yüksek paketleme yoğunluğu ve temiz toz yüzeyi, tozlar arası bağın oluşumuna yardımcı olur. Sıkıştırma kuvveti yeterince yüksek olduğunda, kesme kuvvetleri yüzey filmlerinin kırılmasına neden olur. Mekanik olarak kenetlenme ham dayanımın artmasına katkı sağlar. Mekanik olarak kenetlenmenin neden olduğu ham dayanım düzenli şekilli tozlarda daha etkin olduğu gözlenebilir. Kenetlenmeyi olumlu yönde etkileyen karmaşık toz şekli, gözenekliliği artırır (105). 1 ve 2 saat MA uygulanmış toz şekilleri çok fazla gelişigüzel değildir. Ancak, homojen bir dağılım sergilememeleri kenetlenme tavrını etkilemiştir. Tüm bu birleşme tavırlarında tozların pekleşme dereceleri de önemli bir faktördür.

Sinterleme işleminde, toz parçacıkları arasındaki temas noktalarından, bireysel atom hareketleri ile tozlar birleşir ve büyür. Bu aşamada elde edilen tane boyutu başlangıç boyutuna oranla daha büyüktür. Ayrıca, bu aşamada, gözenek şekli ve boyutu da değişimlere uğrar. Temas eden tozlar arasında bağların gelişimi ile beraber sinterleme gerilimlerinde bir azalma olmaktadır. Bu atomik hareketlerle gerçekleşmektedir. Yüzey transferinde tozların arasında, hacim difüzyonu sırasında ise gözeneklerde atomik hareketlilik sağlanır. Bu iki transfer olayı ile sinterleme esnasında büzülme ve boyutsal değişimler meydana gelir. Yüzey difüzyonunun boyutsal değişime etkisi çok azdır. Sinterlemede çoğu atomik hareket difüzyonla olmaktadır. Sinterleme, difüzyon hızına ve gerilim gradyantına bağlıdır. Birim hacimde yüksek ara yüzey enerjisinden dolayı tozların sinterlenmesi hızlanır (108). MA işleminde tozlarda meydana gelen deformasyon önemlidir. Bu deformasyon, hem preslemede hem de sinterleme safhasında etkindir.

1 saat MA uygulanmış tozların presleme sonrası mikro yapısından da anlaşılacağı gibi 2 saat MA uygulanmış tozlara göre pekleşme miktarları daha düşüktür. Dolayısıyla deformasyona bağlı birikmiş enerji miktarı 2 saat MA uygulanmış tozlarda daha fazladır. Birim miktardaki bu birikmiş iç enerji sinterleme sırasında 2 saat MA sonrası elde edilen toz blokların sinterlenme eğilimini arttırmıştır. 1 saat mekanik alaşımlama sonrası preslenmiş tozların deformasyona bağlı meydana gelen sıkışma tavrı her ne kadar fazlada olsa, birim tozda ki deformasyon miktarı 2 saat MA uygulanmış tozlarda daha fazladır. Bu yüzden birikmiş enerjinin toz parçacıklardaki ara yüzey etkisini artırır ve sinterleme sırasında difüzyonu hızlandırır. 2 saat mekanik alaşımlanmış deney numunelerinde bu olay belirgin bir şekilde gözlenmektedir. Ancak, sinterleminin ilk saatlerinde 2 saat mekanik alaşımlama uygulanmış tozlardan elde edilen bloklarda sinterleşme daha yavaştır. Bunun nedeni, yapıdaki düzensizliklerin 2 saat MA'da daha fazla olmasıdır. Başlangıçta sinterleme için verilen ısı deformasyondan kaynaklanan düzensizliklerin giderilmesinde aktif rol oynamaktadır.

Temelde olarak soğuk deformasyon, sinterlenmeyi hızlandırır ve Al_4C_3 parçacıklarının oluşumunu da olumlu yönde etkiler. Barlow ve arkadaşları (94)

yapmış oldukları çalışmada ekstürüzyon sırasında düşük sıcaklığın Al_4C_3 oluşumunu arttırdığını tespit etmişlerdir. Ekstürüzyon sıcaklığının düşmesi malzemede meydana gelen deformasyon etkisini artırır. Artan deformasyon miktarı ise Al_4C_3 oluşumunu hızlandırmıştır. Benzer etki deformasyon miktarıyla ilişkilendirildiğinde, 2 saat mekanik alaşımlanmış tozlarda da gözlenmiştir.

Zirink ve arkadaşları (96) mekanik alaşımlanmış mikron mertebelerindeki tozlarda Al_4C_3 parçacıklarının tozların sınırlarında oluştuğunu gözlemlemişlerdir. Bu da alaşımlama sırasında küçük tozların birim alanda deformasyon yüksekliğine bağlanabilir. 1 ve 2 saat MA uygulanmış tozlardan elde edilen blokların sertlik sonuçlarında bu etki gözlenmiştir., MA süresinin Al_4C_3 oluşumunda etken olduğu tespit edilmiştir. Singer ve arkadaşları da (92) yaptıkları çalışmalarda $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ altında Al_4C_3 ve Al_2O_3 ait bir dönüşüm olmadığını rapor etmişlerdir. Artan sıcaklıkla birlikte oluşumun hızlandığını ancak, karbür boyutlarında fazla bir değişiklik olmadığını tespit etmişlerdir. Benzer durum bu çalışmada 2 saat mekanik alaşımlanmış ve 8 saatin üzerinde sinterlenen numunelerde açıkça gözlenmiştir.

Yapılan başka çalışmalarda sentezleme sonrası (15-20) oluşan Al_4C_3 boyutlarının genellikle 7-100 nm arasında değiştiği tespit edilmiştir. Sinterleme süresinin bu küçük olan Al_4C_3 parçacıklarının boyutlarda fazla değişikliğe neden olmadığı gözlenmiştir. Benzer şekilde, işlem sıcaklığının da karbür boyutlarında fazla etkin olmadığı saptanmıştır. Ancak, oluşan karbür miktarının sıcaklıkla ve zamanla arttığı açıkça tespit edilmiştir. Yapılan TEM çalışmalarında boyut ölçümü yapılmamıştır. Ancak fotoğraflar incelendiğinde boyutların 10-60 nm arasında değiştiği gözlenmiştir. Zamana ve sıcaklığa bağlı karbür boyutlarının değişiminin tespiti için ve irileşme kinetiğini incelemek amaçlı daha fazla TEM numunesi üzerinden boyut ölçümüne gerek vardır. TEM çalışmalarının bu ileri safhalarının yapılması planlanmaktadır.

Al-C sisteminde mekanik alaşımlama ve ekstürüzyon sonrası üretilmiş deney numunelerinde TEM çalışması folyolar üzerinden yapılmıştır. Bu çalışmada hem folyo hem de replika yöntemi ile TEM numuneleri hazırlanmıştır. Bu deney

numunelerinden elde edilen aydınlık alan görüntüleri yapılan diğer Al-C sistemi çalışmaları ile benzerlik göstermektedir. Kırınım desenlerinde, yansıma şiddetleri ve yoğunlukları folyo deney numunelerinde daha fazladır.

Bazı çalışmalarda (22,25) Al-C'nun mekanik alaşımlanmasıyla elde edilen tozlar ekstürzyon sonrası özellikleri ve Al_4C_3 oluşum mekanizmaları incelenmiştir. Bu çalışmada ise benzer etki MA sonrası deformasyon ile sağlanmış ve Al_4C_3 oluşumu tespit edilmeye çalışılmıştır. Deformasyonun Al_4C_3 oluşumunda önemli bir parametre olduğu gözlenmiştir. Ancak, deformasyon öncesi preslenmiş tozların $650^{\circ}C$ 'de 1 saat ısıtılmasına tabii tutulması, tozlarda meydana gelen öğütme sırasındaki pekleşme etkisini yitirmesine neden olmuştur. Bu olay sertlik ve TEM sonuçlarından da anlaşılacağı gibi Al_4C_3 oluşumu, bilhassa deforme edilmemiş numuneler de çok büyük farklar oluşmamasına neden olmuştur.

Mekanik alaşımlanmış, preslenmiş ve deformasyon sonrası sinterlenmiş deney numunelerinde sinterleme sırasında oksit problemleri yaşanmıştır. Ayrıca MA sonrası tozların pekleşmeden kaynaklanan deforme edilebilirliklerinin çok düşmesi de blok deney numunelerindeki gözenek miktarında artışa neden olmuştur. Bu artışa bağlı olarak her bir gözenegin hapsettiği veya barındırdığı oksijen, oksitlenme tavrını artırmıştır. Benzer çalışmalarda da gözeneklere sıkışan havanın farklı etkilerinin olabileceği tespit edilmiştir (2,15-20).

Yapılan bazı çalışmalarda Al_4C_3 parçacıklarının oluşumuyla sertliğin arttığı tespit edilmiştir. Jangg ve arkadaşları (19) oluşan karbür parçacıklarının sertliği ve aşınma direncini arttırdığını gözlemlemişlerdir. Rodrigez (93) ise Al_4C_3 ve Al_2O_3 parçacıklarına bağlı olarak sertliğin yaklaşık 6 kat arttığını tespit etmiştir. Aynı şekilde Gilman ve Nix de (91) oluşan karbür ve oksit parçacıklarının sertliği arttırdığını rapor etmişlerdir. Genellikle bu sertlikteki artışlar sinterleme süresinin artması ve buna bağlı oluşan yeni oksit ve karbürlerin etkisine bağlanmaktadır. Oksitlerin karbürlere göre daha hızlı büyümesinden dolayı, sertlik üzerinde daha etkin olabileceği tespit edilmiştir. Ancak, oksit oluşumunun kontrol güçlüğü sistemlerde olumsuz etkiler doğurmuştur. Bazı çalışmalarda gözlemlendiği gibi, (91,93)

Al_2O_3 oluşumu sertliği daha fazla etkilenmektedir. MA sonrası deforme edilen ve oksitlenen tozların sertlikleri dikkat çekici bir şekilde yüksek çıkmıştır (Şekil 48). Ancak sertlikteki artış eğilimleri karşılaştırıldığında karbür oluşumunun daha etkin olduğu söylenebilir.

Bu çalışmada ise, başlangıç aşamasında tozların MA sırasında aşırı deformasyona maruz kalan parçacıklarda dislokasyonlar, boşluklar, istifleme hataları ve artan tane sınırı gibi çeşitli kristal hataları meydana gelir. Bu oluşumlar pekleşme tavrı olarak sertlikte görülebilir. Oluşan tane sınırının sayısının artması ve biriken iç enerji Al_4C_3 oluşumunu tetikler. Genellikle, sinterlemenin ilk 4-8. saatleri arasında, deformasyon pekleşmesinden kaynaklanan sertlik artışlarının toparlanmadan dolayı azaldığı gözlenmiştir. Daha sonra da oluşan karbürlerin etkisi ile sertlik artmıştır. 2 saat MA uygulanmış deney numunelerinde sertlikteki pekleşme etkisinin kaybolmasından sonraki sertlik artışının 1 saat MA göre daha hızlı olduğu gözlenmiştir. Bunun nedenini 600 MPa başlangıçta toz yüzeylerinin yeterince temas etmemesine ve 1200 MPa basıncın tozlarda meydana getirdiği ekstra enerjiye bağlayabiliriz. Özetle, 2 saat MA sonrası 1200 MPa basınçla preslenmiş numunelerde %50 deforme edilmiş numunelere göre sertlik değerleri daha yüksek çıkmıştır.

Wu ve arkadaşları (97) MA sırasında ve sinterleme aşamasında Al_4C_3 oluşumun belirlenmesi için yaptıkları XRD çalışmalarında, karbon miktarının artırılması ile ancak 100 saat MA sonrası Al_4C_3 oluşumunun tespit etmişlerdir. Fakat bu tür çalışmalarda amorf yapı elde edilmeye çalışılmıştır. 1-20 saat mekanik alaşımlama sonrası elde edilen tozlarda XRD sonuçlarına göre herhangi bir dönüşüm tespit edilmemiştir. Benzer şekilde, çalışmada da 1 ve 2 saat MA sonrası yapılan XRD sonuçlarında dönüşüme ait bir sonuç tespit edilememiştir. Ancak sonuçlar kısmında verilen XRD sonuçlarında MA süresine bağlı olarak karbon piklerinin kaybolduğu ve Al'un bazı piklerinin şiddetlerinde belirgin düşmeler olduğu tespit edilmiştir. Tozlarda herhangi bir dönüşümün gerçekleşip gerçekleşmediğini kesin olarak tespit etmek için TEM çalışması yapılabilir.

Metal malzemelerin genellikle dirençleri 10^{-6} ohm mm^2 mertebelerindedir. Yapılan direnç ölçümlerinde meretebe cinsinden bir deęişiklik gözlenmemiştir. Ancak karbür oluşumuna bağlanabilecek çok küçük (nanowolt cinsinden) deęişimler saptanmıştır .



Saf Al ve C'a uygulanan MA/öğütme, presleme, sinterleme ve deformasyon sonrası yapılan analizler ile elde edilen sonuçları ana başlıklar halinde şöyle sıralayabiliriz:

1. Mekanik alaşımlamaya bağlı olarak 1 saat sonunda ortalama toz boyutu 52,85 μm ' dur. MA süresi 2 saat olduğunda ise toz boyutu 18,58 μm düşmüştür. Bu düşüş MA değirmeninin verimliliğinin iyi olduğunu göstermektedir.
2. Mekanik alaşımlamada kullanılan gazın saflık derecesi ve oksitleme tavrının çok önemli olduğu ortaya çıkmıştır. Arıtma yapılmayan Ar atmosferinin oksitleyici tavrı sergilemesi bunu göstermektedir.
3. Presleme basıncı ve tozlarda meydana gelen deformasyon miktarı Al_4C_3 oluşumunda etkin parametredir. Oluşan tane sınırının ve biriken iç enerjinin tetikleyici rol oynadığı söylenebilir.
4. 1 ve 2 saat MA sonrası tozlarda Al_4C_3 dönüşümü tespit edilmemiştir. Ancak bunun karbür boyutlarının çok küçük olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.
5. MA ve presleme sonrası sinterleme süresine bağlı olarak Al_4C_3 miktarının arttığı tespit edilmiştir. Oluşan karbür (Al_4C_3) boyutları 10-60nm arasında değişmektedir. Büyüme tavrılarının belirlenmesi daha uzun sürelerde sinterlenmiş numunelerden TEM çalışması ile mümkündür.
6. Sertlik değerleri tozlardaki deformasyon miktarına ve oluşan karbür parçacıklarına göre değişiklikler göstermektedir. Artan sinterleme süresiyle karbür miktarı da artmış ve buna bağlı olarak ta sertlik değeri yükselmiştir.
7. TEM çalışmalarında kullanılan replika ve folyolar benzer görüntüler içermektedir. Kırınım desenlerinin elde edilmesinde folyolar daha elverişlidir.
8. Direnç ölçümlerinde Al_4C_3 oluşumuna bağlı fazla bir değişiklik olmadığı tespit edilmiştir. Nanovolt cinsinden çok küçük bir artış belirlenmiştir.
9. Oluşan Al_4C_3 parçacıklarının tane sınırlarında oluşma eğiliminde olduğu gözlenmiştir. Bu muhtemelen enerji bakımından en iyi alternatif olmasından kaynaklanmaktadır.
10. Oksit oluşumunun sertlikte daha fazla bir artışa neden olduğunda tespit edilmiştir. Ancak bu artış alternatif oksit oluşabilecek alan azaldıkça düşüş göstermiştir.

KAYNAKLAR

1. Bloor, D., Brook, R.J, Flemings, M.C. and Mahajan., S., "The Encyclopedia of materials",: *Pergamon Press*, Oxford, (1999).
2. Suryanarayana, C., "Mechanical alloying and milling", *Progress in Materials Science*, 46: 1-184, (2001).
3. Arzt, E., "High temperature properties of dispersion strengthened materials produced by mechanical alloying current theoretical understanding and some practical implications", *Conf. of New Materials by MA Tech.*, 185-200, (1988).
4. Hendrich, H.D., "Properties and applications of iron – Base – ODS alloys", *New Material by Mechanical Techniques*, 217-230, (1988).
5. Benjamin, J.S., and Bomford, M.J., "Dispersion strengthened aluminum made by MA", *Met. Trans.*, 8A: 1301-1305, (1977).
6. Benjamin, J.S., and Schelleny, R.D., "Dispersion strengthened aluminum made by MA", *Met. Trans.* 12: 1827-1832, (1981).
7. Kobayashi, K.F., Tachibana, N., and Shingu, P.H., "Formation of amorphous Al-Cr alloys by mechanical alloying", *J. of Met. Sci.*, 25: 3149-3154, (1983).
8. Koch, C.C., Cavin, O.B., Mc Kamey, C.G., and Scabrough, J.O., "Preparation of amorphous Ni₆₀Nb₄₀ by MA", *Appl. Phys. Lett.*, 43: 1017-1019, (1983).
9. Fair, G.H., and Wood, J.U., "MA of iron-aluminum intermetallics", *Powder Met.*, 36: 123-128, (1993).
10. Hausner, H.H. and Smith, W.E., "Modern developments in powder metallurgy", *Metal Powder Int. Fed.* 6(1-4), Princeton, (1973).
11. Koch, C.C., "Materials synthesis by mechanical alloying", *Annu. Rev. Material Sci.*,1: 2943-2951, (1970).
12. Ruhle, M. and Karlo, G., "Novel ODS superalloys manufacture and properties heat resistant materials", *Proc. of The First Int. Conf.*, 23-26: 45-59, USA, (1991).
13. Tyong, J.C. and Ma, Z.Y, "Microstructural and mechanical characteristics of instu metal matrix composites", *Met. Sci. And Eng. Reports.*, 29:49-113, (2000).
14. Artz, E. and Schultz, L., "New materials by mechanical alloying techniques", *Printed Verlag.*, 19-52: 129-142, Germany, (1988).

15. Akira, Y., Yasuaki, N. and Tianming, W., "Effect and behavior Al - B - C system antioxidants added to MgO - C refractory", *Canadian Metallurgical Quarterly*, 39(4):381-386, (2000).
16. Ogino, Y. and Miti, M., "Yomosati, T. and Inuma, T., Preparation of ultra-fine grained TiN and (Ti, Al) N powders by MA", *Met. Sci. Forum*, 88-90:795-800, (1992).
17. Oh, M.S. and Moon, K. S., "Preparation of nitrides dispersed Al-Ti alloy by reactive ball milling N₂ gas", *J. of Alloys and Compounds*, 279-201-208, (1998).
18. Szczepanik, S. and Sleboda, T., "The influence of the hot deformation and heat treatment on the properties of P/M Al-Cu composites", *J. of Met. Proc.*, 60-729-733, (1996).
19. Jangg, G., Selesar, M., Besterci, M., Durisin, J. and Schroder, K., "Influence of heat treatment during manufacturing of Al-Al₄C₃ materials on microstructure and properties", *Pow. Met. Int.*, 25-30, (1989).
20. Besterci, M. and Kohutek, K. Süleleiova, "Analysis of arrangement of particles in thin foil of Al-Al₄C₃ material", *Journal of Materials Science*, 34:1055-1060, (1999).
21. Besterci, M., Selesar, M., and Kovac, L., "Influence of strain rate on fracture of dispersions strengthened Al-Al₄C₃ systems", *Scripta Materialia*, 37:1077-1080, (1997).
22. Barlow, I.C., Jones, H., and Rainforth, W.M., "Coarsening kinetics at 6000C of Al₄C₃ disporoid in mechanically alloyed Al-Ti-O-C", *Scripta Materialia*, 44:79-86, (2001).
23. Besterci, M., Ivan, J. and Kovac, L., "Fracture mechanism of dispersion strengthened Al-Al₄C₃", *Material Science Forum*, 1-3:1469-1472, (2001).
24. Schelleng, R.D., and Donachie, S.J., "Mechanical alloyed aluminum", *Metal Powder Report*, 38:357-359, (1983).
25. Gilman, P.S., and Benjamin, J.S., "Nickel and iron based dispersion strengthened alloys", *Metals Handbook*, ASM, Metals Park, 7:723-725, (1984).
26. Benjamin, J.S., "Forontiers of High Temperature Materials", *Inco Alloys Inter*, New York, (1981).
27. Lee, P.Y., Yang, J.L. and Lin, H.M.J., *Mater. Sci.*, 33:235-239, (1998).
28. Koch, C.C. J., *Nanostructured Mater*, 2:109-129, (1993).

29. Suryanarayana, C., *Internatl. Mater. Rev.*, 40:41-64, (1995).
30. Benjamin, J.S., *Sci. Amer.* 234 (5) 40-8, 1976
31. Gilman, P.S. and Benjamin, J.S., *Annu. Rev. Mater. Sci.*, 13:279-300, (1983).
32. Davis, R. M. and Koch, C. C., *Scripta Materialle*, 21:305-10, (1987).
33. Lee, P. Y. and Koch, C. C., *Appl.Phys. Lett.*, 50:1578-1580, (1987).
34. Harris, C. C., *Trans. Soc. Min. Engrs.*, 238:17, (1967).
35. Bolderev, V.V., "Reactivity of Solids", *Elsevier Scientific*, 519, (1988).
36. Schaffer, G.B., and McCormick, *Metall Transaction A*, 23:835, (1989).
37. Schaffer, G.B., and McCormick, *Metall Transaction A*, 22:2789, (1990).
38. Schaffer, G.B., and McCormick, *Metall Transaction A*, 22:3019, (1991).
39. Knibloe, J.R., Wright, W.K., and Sikka, W.K., "Elevated temperature behavior of Fe₃Al with chromium additions", *Mat. Sci. and Eng.*, 153A:382-386, (1988).
40. Koch, C.C. and In Chan, R.W., "Processing of metals and alloys, of materials science and technology comprehensive treatment". 15:193-245, (1991).
41. Ivanov, E., *Mater. Sci. Forum.*, 88-90:475-480, (1992).
42. Yamazaki, T., Terayama, K., Shimazaki, T. and Sugimoto, K.J., *Mater. Sci. Lett.*, 16:1357-1359, (1997).
43. Okada, K., Kikuchi, S., Ban. T. and Otsuka, N.J., *Mater. Sci. Lett.*, 11:862, (1992).
44. Dolgin, B.P., Vanek, M.A., McGory, T. and Ham, D.J.J., *Non-Cryst. Solids*, 87:281-289, (1986).
45. Davis, R.M., McDermott, B., and Koch, C.C., "MA of brittle materials", *Met. Trans.*, 19A(153):2867-2874, (1992).
46. Yamada, K. and Koch, C.C., *Journal of Materials Res.*, 8:1317-26. (1993).
47. Bakker, H., Zhou, G.F. and Yang, H., *Prog Mater Sci.*, 39:159-24, (1995).
48. Basset, D., Motteazzi, P. and Miani, F., *Mater Sci and Eng.*, 168A:149, (1993).

49. Kimura, H., Kimura, M. and Takada, F. J., *Less-Common Metals*,140:113-8, (1988).
50. Suryanarayana, C., "Powder metal technologies and applications", *Handbook*, ASM Materials Park, 7:80-90, (1998).
51. Di, L.M. and Bakker, H.J., *Phys. C: Condens. Matter.*, 3:3427-3432, (1991).
52. Kaloshkin, S.D., Tomlin, I.A., Andriano, G.A., Baldoghin, U.V. and Shelego, E.V., *Mater. Sci. Forum*, 235-238:565-570, (1997).
53. Kuhrt, C., Schroph, H., Schultz, Artz, In: deBarbadillo, J.J., et.al. "Mechanical alloying for structural applications", Materials Park, ASM, International, 269-273, (1993).
54. Suryanarayana, C., *Intermetallics*, 3:153-160, (1995).
55. Garliov, D., Hashimoto, H., Park, Y. H., and Sansoucy, R. J., "Advances in powder metallurgy, *Met. Pow. Inds. Fed.*1,6:119-130, Priceton,(1991).
56. Benjamin, J.S., *Metal. Powder.Rep.*, 45:122-127, (1990).
57. Kis-Varga, and Beke, D.L., *Mater. Sci. Forum*, 225-227:465-470, (1996).
58. Suryanarayana, C., Ivanov, E., Noufi, R., Contreras, M.A., and Moore, J.J., *J.Mater. Res.*, 14:377-383, (1999).
59. Calka,A. and Williams, J.S., *Mater. Sci. Forum.*, 88-90:787-794, (1992).
60. Chen, Y. and Williams, J.S., *Mater. Sci. Forum.*,225-227:881-888, (1996).
61. Ivision, P.K, Soletta, I., Cowlam, N., Cocco, G., Enzo, S. and Battezzati ,L., *J. Phys C: Condents Matter*,4:5239-48, (1992).
62. Gaffet, E., Harmelin, M., Faudot F., *J. Alloys and Compounds*,194:23-30. (1993).
63. Lee, W., Kwan, S.I., *J. Alloys and Compounds*,240:193-9, (1996).
64. Hong, L.B, Bansal, C and Fultz, B., *Nanostructured Mater*, 4:949-56, (1994).
65. Schwarz, R.B., Petrich, R., and Saw, C.K., *J. Non. Cryst. Sol.*, 76:281, (1987).
66. Hellstern, E., and Schultz, L., *Apply. Phys.*, 63:1408, (1988).
67. Upadhaya, K, "Plasma synthesis and processing of materials", *Warrendale P. A. TMS*, (1993).

68. Froes, F. H. and De Bardadillo, J., "Structural applications of mechanical alloying", *ASM Int.*, Materials Park, Ohio, (1990).
69. Arslan, F., "Sıvı faz sinterlemesi", *1. Ulusal Toz Metalurjisi Konferansı*, 551-558, 16-17 Eylül, (1996).
70. German, R. M., "Phase diagrams in liquid phase sintering treatments", *J. of Metals*, 38:26-29, (1986).
71. Lee, C. J. and German, R. M., "Enhanced sintering of tungsten phase equilibrium effects on properties", *Int. J. of Pow. Met. Pow. Tech.*, 20:149-162, (1984).
72. Back, W. H., and German R. M., "Transient liquid phase sintering of iron-titanium", *Pow. Met. Int.*, 17:273-279, (1989).
73. Savitskii, A.P. and Mortsunova, L. S., "Effect of solid-state solubility on the volume change experienced by aluminum during liquid phase sintering", *Soviet Powder Metallurgy Met. Ceram.*, 16:333-337, (1977).
74. Yangyun, S. and Brook, R. J., "Preparation of zirconium-toughened ceramics by reaction sintering", *Sci Sintering*, 17:35-47, (1985).
75. Miyamoto, Y., Korzimi, M. and Yamada, O., "High pressure self combustion sintering for ceramics", *J. Amer. Cer. Soci.*, 67:224-225, (1984).
76. "Composites", *ASM Engineered Materials Handbook*, 1, (1995).
77. Tayo, M., and Arsenoult, R. J., "Metal matrix composites thermo mechanical behavior", *Permagon Press.*, (1989).
78. Kreider, K. G., "Composite Materials", 4:1, *Academic Press*, (1974).
79. Saidal, A., "A tensile properties of silicon carbide reinforced aluminum cast composite: finite element analysis", *AFS Transactions*, 713, (1971).
80. Song, S. G., "Reinforcement shape effects on the fracture behavior and ductility of particulate-reinforced 6061 Al matrix composites", *Met. and Mat. Trans.*, 27A:3307, (1996).
81. Buhrmaster, C. L., Clark, D. E., and Smartt, ?, "Spray casting aluminum and Al/SiC composites", *J. of Metals*, 44, (1988).
82. Gedeon, S. A., and Tangerini, I., "A New method for bonding metal matrix composites inserts during casting", *Mater. Sci. and Eng. A*, 144:237, (1982).

83. Levi, C. G., Abaschian, G. J., and Mehrabian, R., "Interface interactions during fabrication of aluminum alloy-alumina fiber composites", *Met. Trans.*, 9A:697, (1978).
84. Quigly, B. F., "A method for fabrication of aluminum-alumina composites", *Met. Trans.*, 13A:93, (1982).
85. Stone, I. C., Wilson, C. E., and Tsakirooulos, P., "The dependence of aging on 3-dimensional spatial distributions of reinforcement in Al-4wt %Cu Si Cp", *Scripta Materialia*, 37(3):305-310, (1997).
86. Reinhart, T.C., "Composites, Engineering", *Materials Handbook*, ASM Int., Met. Park., 1, Ohio, U.S.A., (1987).
87. Knox, C.E., *Handbook of Composite Materials*, ed. by Lubin, G. Van Nostrand Reinhold, (1982).
88. Broutman, L.J., and Krock, R.H., "Metal matrix composites", *Composite Materials*, ed. by Kreider, K.G., Academic Press, 4, (1974).
89. Weeton, J.W. and Scala, E., "Composites: State of the Art", *AIMMPE.*, (1974).
90. Schwartz, M.M., *Composite Materials Handbook*, McGraw-Hill, New York, (1984).
91. Gilman, P. S. and Nix, W. D., "The structure and properties of aluminum alloys produced by mechanical alloying: powder processing and resultant powder structures", *Met. Trans. A*, 12A:813-823, (1981).
92. Singer, R. F., Oliver, W. C., and Nix, W. D., "Identification of dispersoid phases created in aluminum during mechanical alloying", *Met. Trans. A*, 11A:1895-1901, (1980).
93. Rodriguez, J. A., Gallarda, J. M., and Herrera, E. J., "Structure and properties of attrition-milled aluminum powder", *J. of Met. Sci.*, 32:3535-3539, (1997).
94. Barlow, I.C., Jones, H., and Rainforth, "The effects of dislocations and grain boundaries on the coarsening Al_4C_3 dispersoids at 600 °C in two mechanically alloyed A-Ti-O-C based materials", *Scripta Materialia*, 44:1089-1093, (2001).
95. Jangg, G., Kutner, F., and Korb, G., "Dispersion hardening of aluminum with Al_4C_3 ", *Powder Met. Int.*, 9(1):24-26, (1977).
96. Zrnik, J., Besterci, M., and Kowac, L., "Cyclic creep of Al_4C_3 reinforced aluminum", *PM World Cong. MMC*, 89-93, (1998).

97. Wu, N. Q., Wu, J. M., Wang, G. X., and Li, Z. Z., "Amorphozation in the Al-C system by mechanical alloying", *J. of All. and Comp.* 260:121-126, (1997).
98. Hasking F. M., et al, *J. of Met. Sci.*, 17:477, (1982).
99. Sato, A., and Mehrabian, R., "Aluminum matrix composites fabrication and properties", *Met. Trans.* 7B:443, (1976).
- 100.Özkan, O. T., Yörücü, H., Onurlu, S., Özen, S., ve Mısırlı, Z., "Malzeme biliminde geçirim elektron mikroskobunun uygulamasına giriş", *BR86/10 TÜBİTAK-GEBZE*, (1986).
- 101.Karataş, Ç., Türker, M., Kurt, A., ve Çıtak, R., "Design and production of horizontal high energy ball mill and comparation of its functions with a vertical attritoré, *Second International Conference on Powder Metallurgy*, 6-8 July, Cluj-Napoca, Romania, 529, 535, (2000).
- 102.Arık, H., Türker, M., ve Sarıtaş, S., "Mekanik alaşımlama ile alüminyum matriksli alüminyum karbür (Al_4C_3) kompozit malzeme üretimi", *2. Ulusal Toz Metalurjisi Konferansı*, 433-440, 15-17 Eylül, ODTÜ, Ankara, (1999).
- 103.Özçatalbaş, Y., ve Arık, A., "Mekanik alaşımlama yöntemi ile üretilen Al_4C_3 kompozit malzemenin işlenmesinde talaş oluşumu" *3rd International Powder Metallurgy Conference* ,827-834, Ankara, (2002)
- 104.Bostan, B. ve Özdemir A.T, "Al-C'nun mekanik alaşımlama sonrası presleme basıncına ve sinterleme sıcaklığına bağlı karakterizasyonu" *3rd International Powder Metallurgy Conference* ,1339-1347, Ankara, (2002)
- 105.German R. M., "Particle packing characteristics", *MPIF*, New Jersey, (1989).
- 106.German R. M., "Powder Metallurgy Science", *2th ed.*, New Jersey,USA (1997).
- 107.C.A. Rogers, "The packing of equal spheres", *Proceedings of The London Mathematical Society*, 8(ser. 3):609-620, (1958).
- 108.Visscher W.M. and Bolsterli, M., "Random packing of equal and unequal spheres in two and three dimensions", *Nature*, 239:504-507, (1972).
- 109.Türker, M., Özdemir, A.T., Ögel, B. ve Yavuz, A., "Al-SiC tozlarının mekanik alaşımlama değirmeninde öğütme zamanının kompozit toz yapısına etkisinin araştırılması", *2. Ulusal Toz Metalurjisi Konferansı*, 425-431, 15-17 Eylül, ODTÜ, Ankara, (1999).

ÖZGEÇMİŞ

1971 yılında Ankara'da doğdu. İlk, orta ve lise eğitimini Ankara'da tamamladı ve 1993 yılında Gazi Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi Metalürji Eğitimi Döküm Eğitimi Anabilim Dalından mezun oldu. 1992-1993 yılları arasında Milli Eğitim Bakanlığı bünyesindeki Ahi Evran Çıraklık Eğitim Merkezinde vekil teknik öğretmen olarak görev yaptı. 1994 yılında Gazi Üniversitesi Teknik Eğitim Fakültesi, Metal Eğitimi Bölümü Ekstraktif Metalürji Eğitimi Anabilim Dalında araştırma görevlisi olarak göreve başladı. Halen bu görevini yürütmektedir. Evli ve bir çocuk babasıdır.

